

GC-NCI-MS法测定电子电器塑料产品中短链氯化烷烃

GCMS-080

摘要：建立了以甲苯为溶剂进行索氏提取，浓硫酸净化，GC-NCI-MS分析电子电器塑料产品中短链氯化烷烃的检测方法。该方法操作简单、准确可靠，重复性好。

关键词：索氏提取 GC-NCI-MS 电子电器塑料产品 短链氯化烷烃

短链氯化烷烃(SCCP)是含有10-13个碳原子烷烃的氯代衍生物，广泛地用于金属切割添加剂和润滑剂、油漆和密封剂的塑化剂、胶剂配方、塑料增塑剂和阻燃剂等。有越来越多的科学研究表明，SCCP具有环境持久性、生物累积性和远距离传输特性等特点，可能对生态环境和人体健康产生潜在的毒害影响。在英国、德国、加拿大等地的河水、底泥、土壤甚至偏远的非工业地区均能检测出SCCP。同时，SCCP在贻贝、鱼、陆地生物、人体和母乳中也有检出。

SCCP因具有持久性有机污染物(POPs)特性而引起高度关注，已被《关于POPs的斯德哥尔摩公约》列为备选“新POPs”之一。在欧盟《化学品注册、评估、授权和限制》(REACH)法规公布第一批15种高度关注性物质中，SCCP榜上有名。

中国是世界第一大氯化烷烃生产国，年产量高达50万吨。因此，建立SCCP的分析方法具有非常重要的意义。本文采用索氏法对样品进行提取，经浓硫酸净化后再进行GCMS分析。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra，配备NCI离子源

1.2 分析条件

色谱柱：Rxi-5Sil MS(30 m×0.25 mm×0.25 μm)

进样口温度：250℃

进样方式：不分流进样

柱温程序：120℃(1 min) 30℃/min 160℃(5 min)
30℃/min 310℃(10 min)

恒线速度：36 cm/sec

进样量：1 μL

离子化方式：负化学电离

离子源温度：200℃

色谱-质谱接口温度：280℃

溶剂延迟时间：4 min

采集方式：Scan，扫描范围60-600 amu

1.3 样品制备

准确称取2 g粉碎后的样品，加入160 mL甲苯，索氏提取8小时。待冷却后，旋转蒸发近干，准确加入5 mL正己烷。震荡后将正己烷转移至离心管中，加入1 mL浓硫酸，震荡1 min后在离心机上3000 rpm离心1 min。重复净化2次，取上层清液待测。

结果讨论

2.1 短链氯化烷烃(SCCP)的色谱图

由于SCCP碳链上的氯原子有许多可取代的位点，氯化比例也不固定，因此SCCP标准品种会含有无数种同系物、异构体、对映体及非对映异构体，所得色谱图为典型的共流出峰，保留时间跨度大，出峰谱图如下：

根据氯代程度不同SCCP标准品有3种，它们的氯含量分别是51%，55.5%和63%。三者保留时间有所差别。

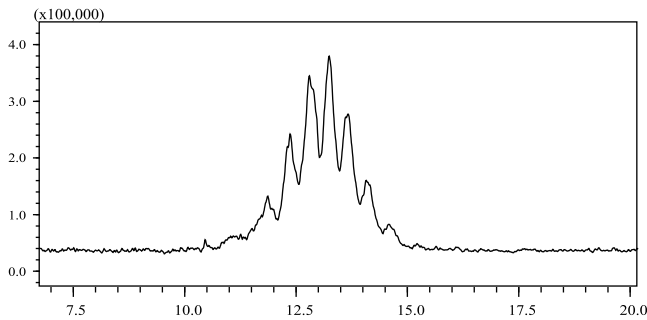


图1 短链氯化烷烃(SCCP)标准溶液(100 mg/L)的TIC谱图

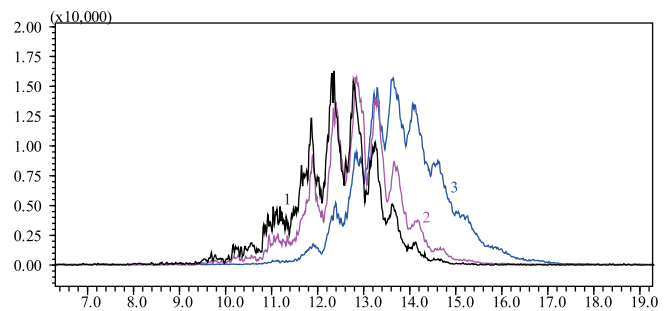
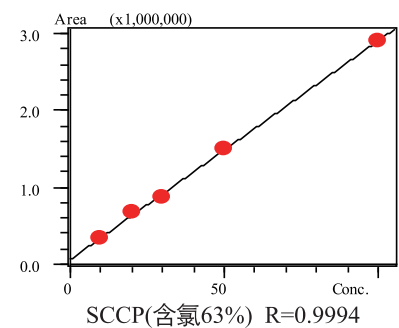
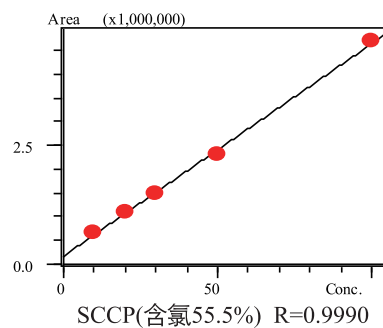
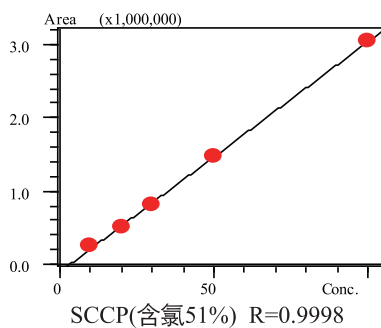


图2 三种SCCP标准溶液的TIC谱图
(1.SCCP含氯51% 2.SCCP含氯55.5% 3.SCCP含氯63%)

2.2 线性范围及检出限

取三种SCCP(含氯量51%，55.5%，63%)标准溶液各1 mL，稀释成10，20，30，50，100 mg/L的标准系列浓度。以Scan方式进行采集。得到标准曲线和线性相关系数如下所示。

以3倍信噪比计算检出限，结果见表1。



2.3 回收率测试

称取三份粉碎的电缆外皮样品各2.0 g，分别加入浓度为1000 mg/L的SCCP标准溶液100 μL，添加浓度为50 mg/kg，按照上述前处理步骤进行回收率测试，结果见表1：

表1 短链氯化烷烃的回收率及检出限

化合物名称	回收率(%)			平均值(%)	RSD(%)	检出限(mg/L)
	1	2	3			
SCCP(含氯 51%)	93.45	89.84	103.73	95.67	7.53	0.13
SCCP(含氯 55.5%)	78.92	93.45	91.21	87.86	8.90	0.03
SCCP(含氯 63%)	88.97	93.12	103.75	95.28	8.00	0.05

结论

本文采用索氏法对电子电器塑料样品进行提取，浓硫酸净化后再经GC-NCI-MS分析，方法操作简单，在10~100 mg/L浓度范围内标准曲线线性良好，方法回收率在78%~110%之间，且重复性好，定量准确，是检测电子电器塑料产品中短链氯化烷烃的有效手段。