

热裂解 – 气相色谱质谱联用法测定 电子产品中的多溴联苯醚

GCMS-107

摘要：建立了热裂解 – 气相色谱质谱联用法测定电子产品中的多溴联苯醚的方法。结果显示，十溴联苯醚的 RSD(%，N=5) 小于 6%，该方法可用于聚合物中多溴联苯醚的快速筛查定量

关键词：多溴联苯醚 热裂解进样 气相色谱 质谱联用法

多溴联苯醚 (PBDEs) 是一系列含溴原子的芳香族化合物。多溴联苯醚高温分解产生溴原子，溴原子是强还原剂，可以捕获和 OH· 和 O· 等燃烧反应的核心游离基，从而达到阻燃灭火的目的。

PBDEs 具有化学性质稳定、不易降解、高脂溶性等特点。随着 PBDEs 的大量使用，在诸多环境介质和生物体内均检测到 PBDEs 的存在。最近的研究证实，这一类物质会干扰甲状腺激素，妨碍人类和动物脑部与中枢神经系统的正常发育。2006 年 7 月，欧盟正式实施《电子电气设备中限制使用某些有害物质指令》(RoHS 指令)，此指令规范：每单一均匀材质样品多溴联苯 (PBBs)，多溴二苯醚 (PBDEs) 含量则不得超过 0.1%(1000 ppm)。

目前对于多溴联苯醚的检测多采用气相色谱质谱联用法。常见的前处理方法有索式抽提、超声萃取、微波萃取等。国际电工委员会标准 IEC 62321 以及电子行业标准《电子信息产品中有毒有害物质的检测方法 SJ/T 11365 –2006》均采用了索式抽提法。

本文建立了热裂解 – 气相色谱质谱联用法测定电子产品中的多溴联苯醚的方法。结果显示，十溴联苯醚的 RSD(%，N=5) 小于 6%。相对于传统索氏抽提，该方法不需要做前处理，直接称取样品上机分析就能得到分析结果，可用于聚合物中多溴联苯醚的快速筛查定量。

实验部分

1.1 仪器

GCMS-QP2010 Ultra 气相色谱 – 质谱联用仪；
EGA/PY-3030D 多功能热裂解进样器，带 48 位
AS1020E 自动进样器。

1.2 分析条件

热裂解条件：

中心切割 – EGA 模式 (Heart-Cut EGA Analysis):
200 °C (0 min)_20 °C /min_300 °C (3 min)_5 °C /
min_340°C (1 min)

GCMS 条件：

色谱柱：MXT-1(15 m × 0.28 mm × 0.1 μm)
柱温程序：80°C (0 min)_20°C /min_300°C (5 min)
载气：He

载气控制模式：恒定柱头压 100 kPa

分流比：20 :1

进样口温度：320°C

离子源温度：230°C

色谱 – 质谱接口温度：320°C

采集方式：SCAN/SIM 同时数据采集。

分析步骤

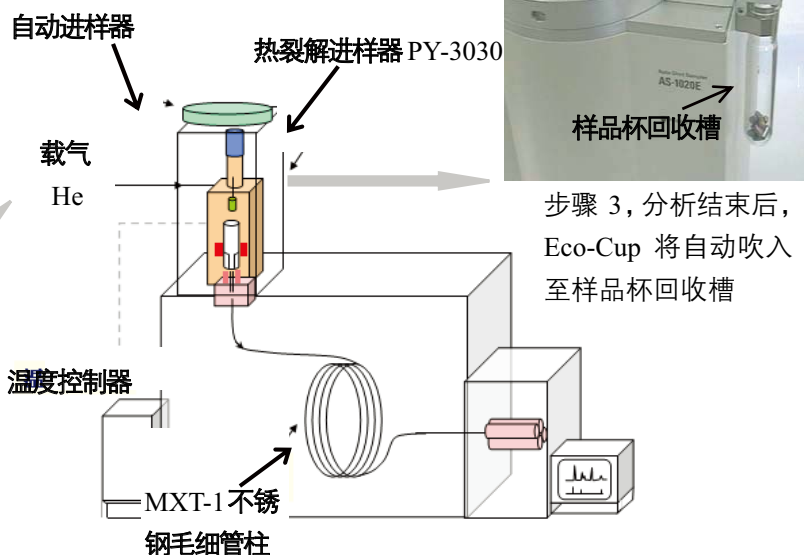
称取 0.50mg 标样或样品于 Eco-cap L 样品杯中，加入少量石英棉，按照以上条件进行分析，具体操作如下：



步骤 1, 准确称取 0.5mg 样品于 Eco-Cup 中，同时用镊子装入 0.5mg 石英棉



步骤 2, 将 Eco-Cup 装入 AS1020E 自动进样器中



步骤 3, 分析结束后, Eco-Cup 将自动吹入至样品杯回收槽

结果讨论

3.1 标准谱图

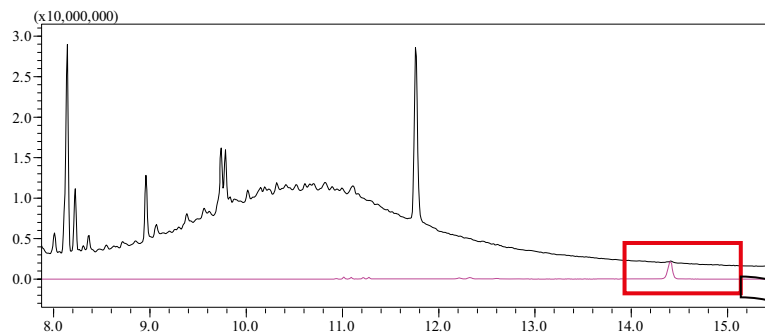


图1 标准样品的色谱图，黑色谱图为 TIC 图，红色谱图为十溴联苯醚的质量色谱图

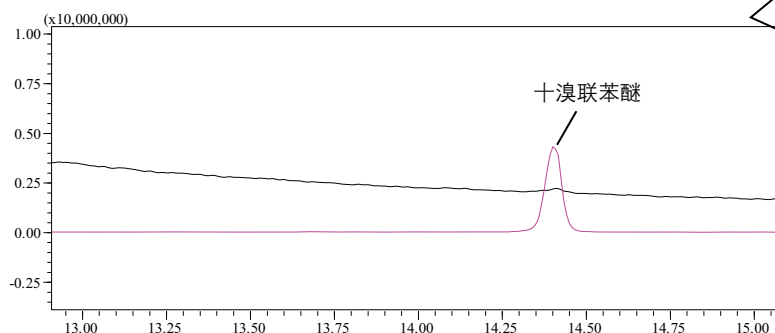


图2 局部放大的质量色谱图

3.2 重复性测试及检出限

取多溴联苯醚的聚苯乙烯标样，十溴联苯醚的浓度为 312 mg/kg。准确称取 0.5 mg 上述标准样品于 Eco-cap L 样品杯中，分别取 5 个平行样，按照以上条件进行分析，测定每个样品的峰面积，计算相对标准偏差，结果见下表。

表 多溴联苯的峰面积及相对标准偏差

组分	定量离子	参考离子	峰面积				RSD %	
十溴联苯醚	799	959,801	45238	40337	39091	41467	43522	5.88

■ 结论

建立了热裂解 – 气相色谱质谱联用法测定电子产品中多溴联苯醚含量的方法。相对于传统的索氏抽提，该方法不需要做任何前处理，直接称样上机就能得到分析结果。该方法是筛查电子产品中多溴联苯醚的有效手段。