

GCMS 法测定塑料中四溴双酚 A 含量

GCMS-500

摘要：本文建立了气相色谱-质谱联用法测定塑料中四溴双酚 A 的检测方法。在 0.1~5.0 mg/L 范围内建立标准曲线，四溴双酚 A 的相关系数为 0.9999，线性关系良好。取浓度为 0.1 mg/L 的标准溶液，连续 6 次进样，四溴双酚 A 峰面积 RSD 为 3.0%，重复性良好。对塑料样品进行 10 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 96.7%。该方法简单快捷，能够准确分析塑料中四溴双酚 A 的含量。

关键词：气相色谱质谱联用法 塑料 四溴双酚 A

技术特点：

- ❖ 采用超声萃取，前处理操作简单。
- ❖ 采用 SIM 方式采集，灵敏度高，抗干扰能力强。

四溴双酚 A (Tetrabromobisphenol A, TBBPA) 是目前全球用量最大的一种溴代阻燃剂。主要用于纺织、家电以及工业产品中来降其燃烧性能。随着工业的发展含 TBBPA 的产品的使用越来越广泛，而在这些产品的生产、使用和废弃过程中 TBBPA 均可能进入环境，对环境物种产生毒性作用。2022 年 5 月 20 日，欧盟委员会在其官网发布了一项针对 RoHS 指令

限制物质的提案 (Initiative)。提案计划将四溴双酚 A (TBBPA) 和中链氯化石蜡 (MCCPs) 加入 RoHS 限制物质清单中。其中四溴双酚 A 的添加量不得超过 0.1%。

本文采用岛津气质联用仪 GCMS-QP2020 NX 建立了塑料中四溴双酚 A 的测定方法，该方法操作简单，能够准确分析塑料中四溴双酚 A 的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪

1.2 分析条件

色 谱 柱：	MXT-1, 15 m×0.28 mm×0.1 μm		
柱 温 程 序：	100°C (1 min)_20°C /min_240°C (3 min)_35°C /min_310°C (3 min)		
进 样 口 温 度：	280°C	进 样 量：	1 μL
流量控制方式：	恒流量	离 子 化 方 式：	EI
色 谱 柱 流 量：	2.0 mL/min	离 子 源 温 度：	250°C
进 样 方 式：	分流进样	色 谱 质 谱 接 口 温 度：	300°C
分 流 比：	20:1	采 集 方 式：	SIM, 化合物信息见表 1

■ 样品前处理

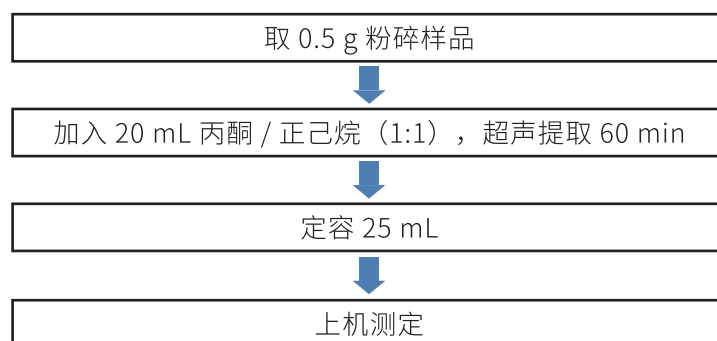


图 1 前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准溶液色谱图

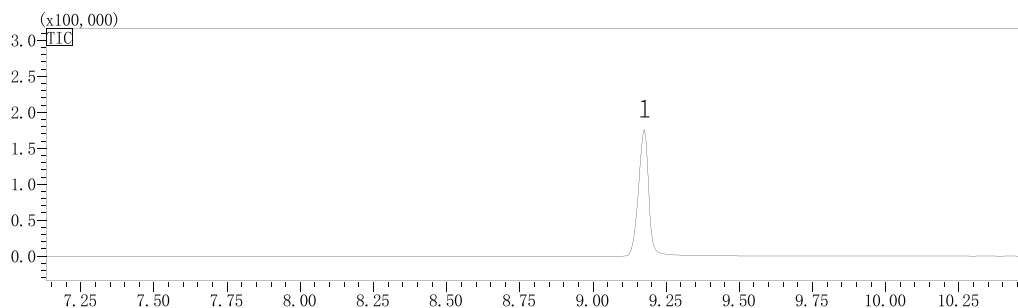


图2 标准溶液色谱图 (1.0 mg/L)

表1 化合物信息

No.	化合物名称	英文简称	CAS号	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	四溴双酚 A	TBBPA	79-94-7	9.165	529	527, 544, 293

3.2 标准曲线及检出限

使用丙酮配制四溴双酚 A 标准系列溶液，浓度分别为 0.1、0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 mg/L。以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标拟合标准曲线，标准曲线如图 3 所示。根据 0.1 mg/L 标准品数据，以 3 倍信噪比计算四溴双酚 A 的仪器检出限，检出限见表 2。

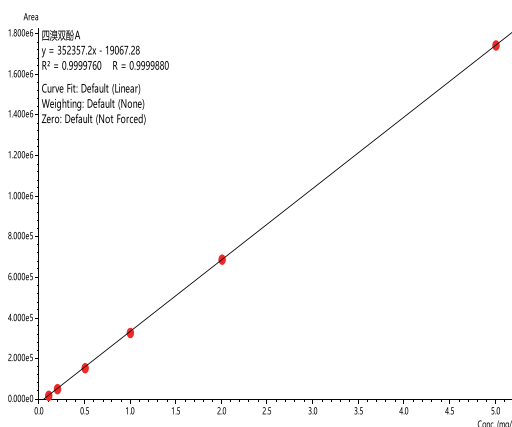


图3 四溴双酚 A 标准曲线

表2 四溴双酚 A 标准曲线信息、重复性结果及检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	峰面积 RSD (%) (n=6)	检出限 (mg/L)
1	四溴双酚 A	0.9999	3.0	0.015

3.3 重复性测试

取浓度为 0.1 mg/L 的四溴双酚 A 标准溶液，连续 6 次进样，考察重复性，测定结果见表 2。

3.4 实际样品结果及加标回收率测试

平行取 0.5 g 空白塑料样品 3 份，添加四溴双酚 A 标准品，添加浓度为 10 mg/kg，按照上述前处理步骤处理，取 1 μ L 进样，考察方法的回收率。样品加标回收结果见表 3。

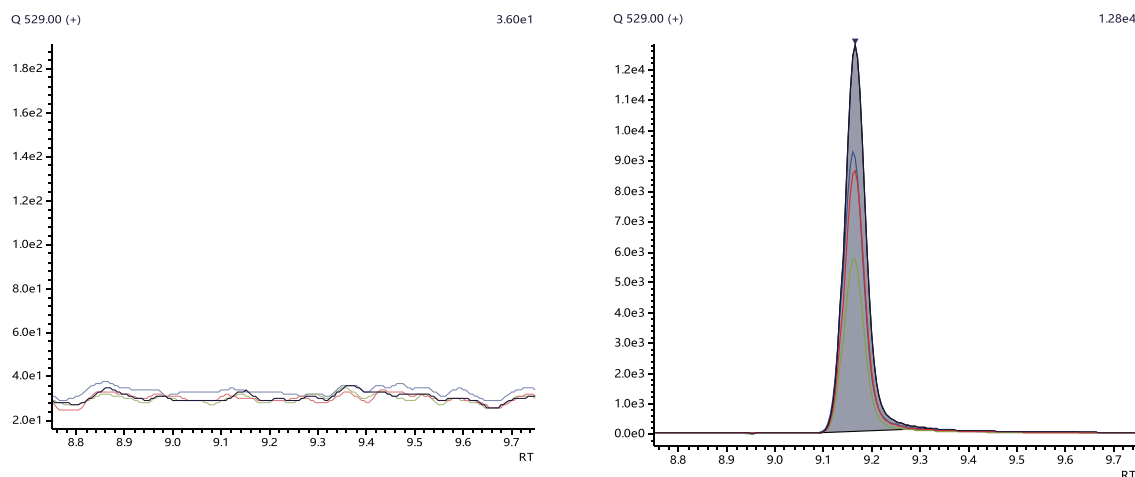


图4 塑料样品和加标样品质量色谱图（左：空白塑料样品；右：10 mg/kg 加标样品）

表3 回收率结果

No.	化合物名称	样品含量 (mg/kg)	测定值 (mg/kg)			平均回收率 (%)
			1	2	3	
1	四溴双酚 A	N.D.	9.94	9.39	9.69	96.7

注：N.D. 表示未检出

■ 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪，建立了塑料中四溴双酚 A 的测定方法。在 0.1~5.0 mg/L 范围内，四溴双酚 A 标准曲线线性良好，相关系数为 0.9999。取浓度为 0.1 mg/L 的标准溶液连续 6 次进样，峰面积 RSD 为 3.0%，仪器精密度良好。对空白塑料样品进行 10 mg/kg 的加标实验，平均加标回收率为 96.7%。该方法操作简单方便，准确可靠，适用于塑料中四溴双酚 A 的含量测定。

岛津应用云

