

GCMS 法测定塑料中 2 种新型阻燃剂含量

GCMS-590

摘要: 本文采用甲苯超声萃取, 利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪, 建立了塑料中磷酸三(二甲苯)酯和 1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷 2 种新型阻燃剂的检测方法。在 0.2~5.0 mg/L 浓度范围内, 2 种化合物线性关系良好, 相关系数均在 0.999 以上。取 0.5 mg/L 的标准溶液, 连续 6 针, 进行重复性测试, 2 种化合物峰面积 RSD 均小于 3%。加标回收实验中, 2 种化合物平均回收率均在 85% 以上。该方法操作简便, 能有效地测定塑料中磷酸三(二甲苯)酯和 1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷的含量。

关键词: GCMS 磷酸三(二甲苯)酯 1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷 阻燃剂

技术特点:

- ❖ 样品经甲苯溶剂超声萃取, 再浓缩定容。前处理简单, 可操作性强。
- ❖ 利用 SIM 方式采集, 有效滤除杂质成分的干扰, 确保方法专属性。

磷酸三(二甲苯)酯是有机磷系阻燃剂, 其具有阻燃、增塑双重作用, 可作为乙烯基树脂、纤维素树脂、天然和合成橡胶的增速剂, 也可用于聚氯乙烯、聚酯、聚烯烃等泡沫塑料的阻燃剂。但研究表明, 磷酸三(二甲苯)酯可经呼吸道、消化道和皮肤被吸收, 具有神经毒性, 会损害神经系统和生殖系统, 应当限制使用。2013 年 12 月, 欧洲化学管理局将磷酸三(二甲苯)酯列入了高度关注有毒有害物质 SVHC 清单中。

溴系阻燃剂(BFRs)是全世界使用最为广泛的阻燃剂之一, 常常被添加到电子电气制品、玩具、纺织品等产品中。1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷是

八溴联苯醚的替代品, 近些年, 研究发现, 1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷具有潜在的生物毒性, 对人体健康会产生一定的危害。2022 年 9 月, 欧洲化学管理局也将 1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷列入了高度关注有毒有害物质 SVHC 清单中。

本文采用甲苯超声萃取, 利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪, 建立了塑料中磷酸三(二甲苯)酯和 1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷 2 种新型阻燃剂的检测方法。结果表明, 该方法稳定可靠, 能有效地测定塑料中磷酸三(二甲苯)酯和 1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷的含量。

■ 实验部分

1.1 仪器

气质联用仪 GCMS-QP2020 NX

1.2 分析条件

色谱柱	: SH-Rxi-1 MS 15 m × 0.25mm × 0.1 μm		
柱温程序	: 110°C (1 min)_30°C /min_140°C _20°C /min_300°C (5 min)		
进样方式	: 不分流进样	离子化方式	: EI
进样量	: 1 μL	离子源温度	: 230°C
进样口温度	: 280°C	接口温度	: 280°C
载气控制方式	: 恒流	检测器电压	: 调谐电压 +0.2 kV
色谱柱流量	: 1 mL/min	采集模式	: SIM, 化合物信息见表 1

■ 样品前处理

塑料样品剪碎至 2 mm×2 mm 以下。样品按下述流程图处理。

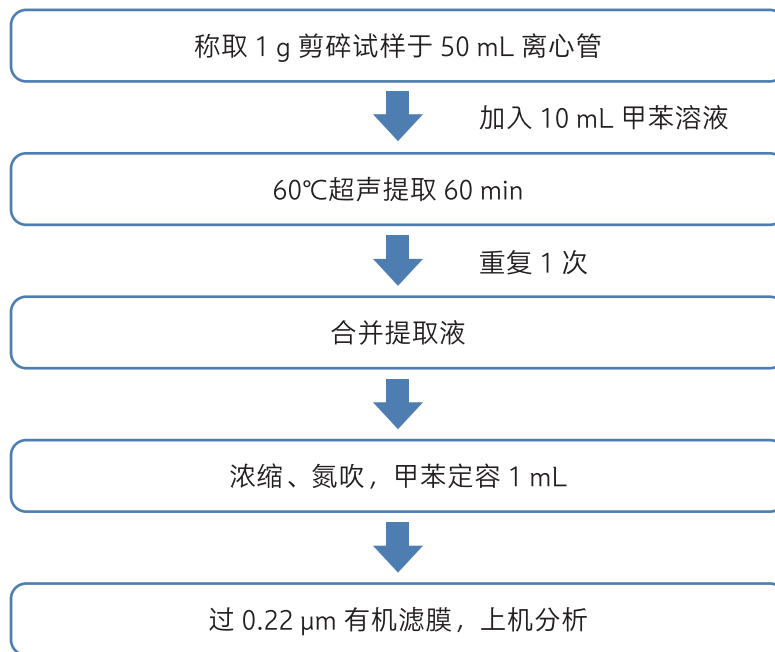


图 1 样品前处理流程图

■ 结果与讨论

3.1 标准色谱图

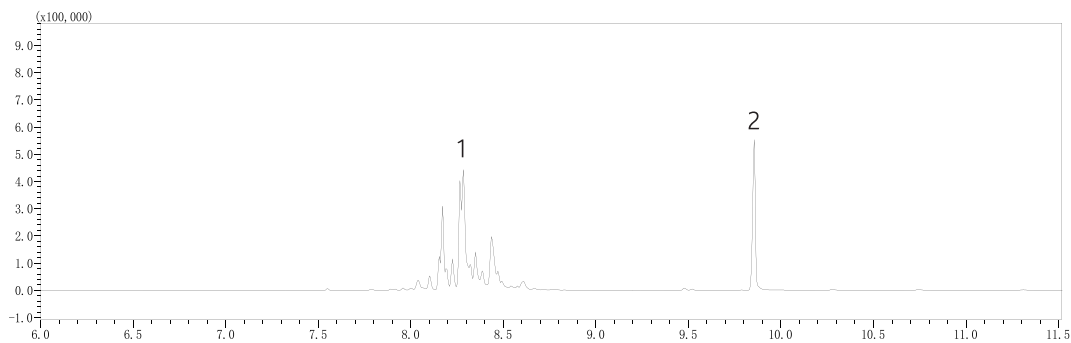


图 2 2 种化合物标准溶液色谱图（浓度 10 mg/L）

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	磷酸三(二甲苯)酯	TXP	25155-23-1	8.271	410	305
2	1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷	BTBPE	37853-59-1	9.846	357	359, 688

3.2 标准曲线及检出限

用甲苯分别配制出 0.2、0.5、1.0、2.0、5.0 mg/L 的 2 种化合物混合标准溶液。上机测试。以外标法建立标准曲线，2 种化合物标准曲线和质量色谱图见图 3、图 4。取 0.2 mg/L 的标准溶液结果，以 3 倍信噪比计算出该 2 种化合物的仪器检出限。标准曲线及检出限结果见表 2。

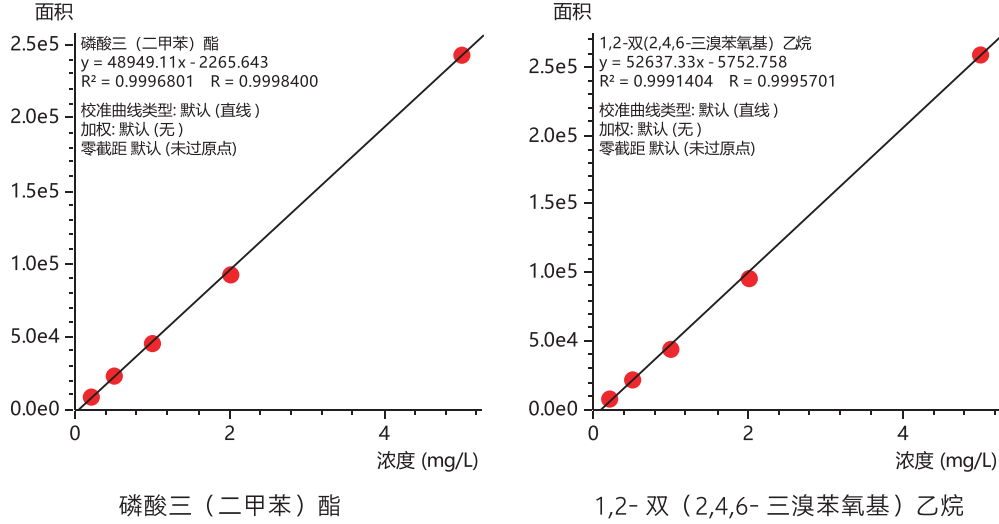


图 3 2 种化合物标准曲线

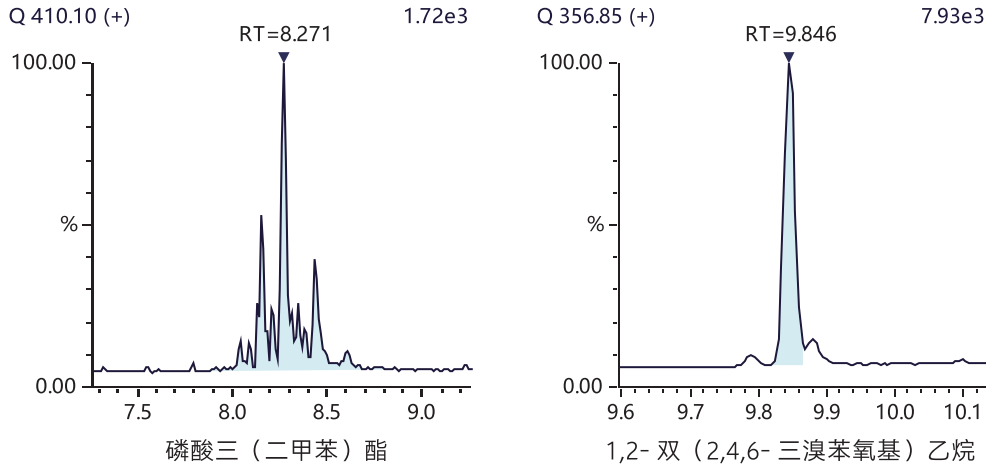


图 4 2 种化合物质量色谱图 (浓度 0.2 mg/L)

表 2 2 种化合物标准曲线相关系数及检出限

No.	化合物名称	相关系数 (R)	检出限 (μg/L)
1	磷酸三(二甲苯)酯	0.9998	2.5
2	1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷	0.9996	1.5

3.3 重复性测试

取 0.5 mg/L 的混合标准溶液，连续进样 6 针，考察重复性。具体结果见表 3。

表 3 重复性结果 (n=6)

No.	化合物名称	峰面积						RSD (%)
		1	2	3	4	5	6	
1	磷酸三(二甲苯)酯	23308	23195	23526	234427	22660	22558	1.77
2	1,2-双(2,4,6-三溴苯氧基)乙烷	203390	197665	20656	206696	202816	194038	2.50

3.4 样品测试及回收率实验

取塑料样品，按照前述前处理处理，经 GCMS 测定，该样品检测未检出上述两种化合物。该样品色谱图如下图所示。

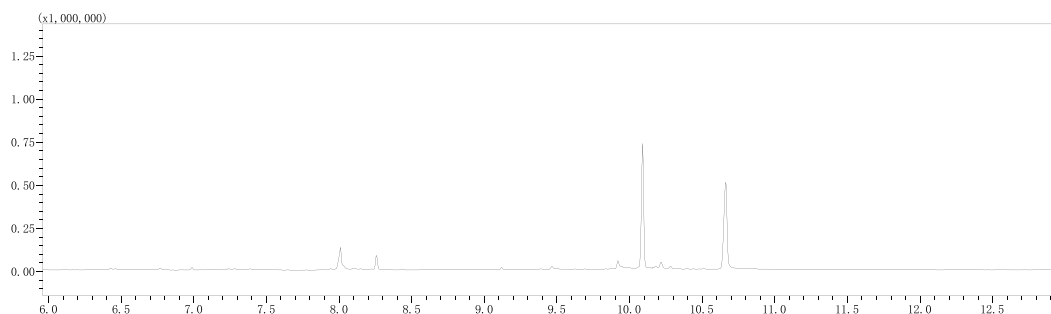


图 4 塑料样品色谱图

利用该样品进行加标回收实验。添加磷酸三（二甲苯）酯和 1,2- 双（2,4,6- 三溴苯氧基）乙烷的浓度为 0.5 mg/kg，平行 3 份，回收率测试结果见表 4。

表 4 回收率结果

No.	化合物名称	平均回收率 (%)	RSD (%)
1	磷酸三（二甲苯）酯	91.74	2.13
2	1,2- 双（2,4,6- 三溴苯氧基）乙烷	88.69	1.82

■ 结论

本文采用甲苯超声萃取，利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪，建立了塑料中磷酸三（二甲苯）酯和 1,2- 双（2,4,6- 三溴苯氧基）乙烷 2 种新型阻燃剂的检测方法。在 0.2~5.0 mg/L 浓度范围内，2 种化合物线性关系良好，相关系数均在 0.999 以上。取 0.5 mg/L 的标准溶液，连续 6 针，进行重复性测试，2 种化合物峰面积 RSD 均小于 3%。加标回收实验中，2 种化合物平均回收率均在 85% 以上。该方法操作简便，能有效地检测塑料中磷酸三（二甲苯）酯和 1,2- 双（2,4,6- 三溴苯氧基）乙烷的含量，可为相关检测人员提供参考。

岛津应用云

