

Py-Screener 系统检测电子电气产品中六溴环十二烷

GCMS-313

摘要： 本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了电子电气产品中六溴环十二烷的快速筛查方法。以浓度为 500 mg/kg 的标准品连续进样 5 针，峰面积 RSD 均小于 5.25%，精密度良好。该方法适用于电子电气产品中六溴环十二烷的快速筛查。

关键词： Py-Screener 热裂解 电子电器 六溴环十二烷

六溴环十二烷 (Hexabromocyclodecane, HBCDD) 是一种高含溴量的脂环族添加型高效阻燃剂，与多溴二苯醚、四溴双酚 A 合称为世界三大阻燃剂，被广泛应用于电子电气产品中。HBCDD 作为一种高毒性、易于生物累积的持久性有机污染物，可在生产、使用以及废弃物的处置过程中进入环境。是环境污染的重度“危险物质”。早在 1997 年，欧盟就开始对 HBCDD 进行了风险评估工作，将 HBCDD 归于重点管控物质。2013 年，联合国《关于持久性有机污染物的斯德哥尔摩公约》宣布在全球范围内禁止生产和使用 HBCDD。近年来，世界各国对于安全、环保要求日趋严格，欧盟、挪威等国家已经颁布了相关技术法规和限量标准。

目前，HBCDD 主要的检测方法包括气相色谱 - 质

谱联用法、液相色谱 - 质谱联用法、超高效液相色谱 - 质谱联用法等。但研究报道主要集中在生物、环境和食品样品等方面，对电子电气类产品的研究相对较少。而且现有的检测方法前处理过程复杂，大多采用溶剂萃取法，不仅消耗大量的有机溶剂，而且耗时较长，危害较大。

本文利用岛津 Py-Screener 系统，使用热解析 - 气相色谱质谱法 (Py-GCMS) 对电子电气产品中的 HBCDD 进行快速定性筛选，聚合物样品经粉碎后，直接引入热裂解仪器中，以特定的加热程序将 HBCDD 从聚合物材料中解析出来，HBCDD 进入气相色谱 - 质谱仪进行检测。该方法无需复杂的前处理过程，固体样品直接进样，样品用量少，灵敏度高，可以简单快捷的筛选电子电气产品中的 HBCDD。

■ 实验部分

1.1 仪器

岛津 GCMS- QP2020 气相色谱 - 质谱联用仪

PY-3030D 多功能热裂解进样器带 48 位 AS-1020E 自动进样器

1.2 分析条件

色谱柱：SH-Rxi-1HT,

15 m × 0.25 mm × 0.1 μm

柱温程序：80°C _20°C /min_300°C (5 min)

进样口温度：300°C

流速控制方式：线速度

线速度：52.1 cm/sec

进样方式：分流进样

分流比：50:1

离子化方式：EI

离子源温度：230°C

接口温度：320°C

采集模式：SIM 模式，选择离子见表 1。

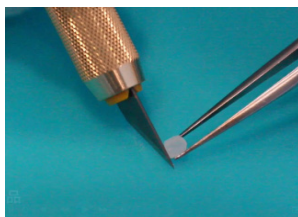
■ 样品制备

2.1 固体标准品的制备

准确称取一定质量的 PC 聚合物溶于二氯甲烷试剂中，配制成一定浓度的 PC 聚合物溶液。用微量注射器吸取一定量的 PC 聚合物溶液注入样品杯中，再分别加入适量的 HBCDD 标准溶液，充分混合均匀后室温下干燥，得到一定浓度的 HBCDD 的 PC 材质固体标准品。

2.2 样品制备

按照 Py-Screener 分析系统的要求, 对样品进行制备。



切取适量样品



放入样品瓶中称重后待测

■ 结果与讨论

3.1 HBCDD 的 PC 材质固体标准品色谱图

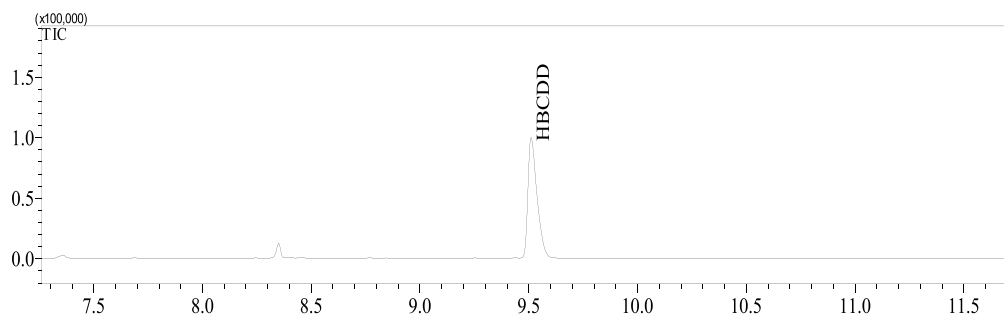


图 1 HBCDD 的 PC 材质固体标准品 TIC 图 (500 mg/kg)

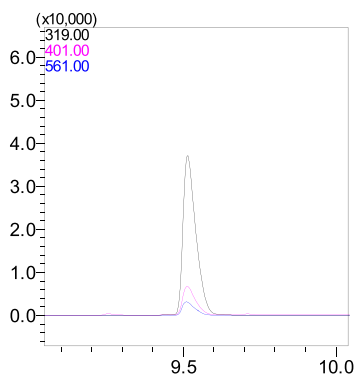


图 2 HBCDD 的质量色谱图 (500 mg/kg)

表 1 HBCDD 的特征离子信息

No.	中文名称	化合物简称	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)
1	六溴环十二烷	HBCDD	9.545	319	401, 561

3.2 标准曲线和检出限

按照 2.1 步骤分别配制浓度为 100、200、500、1000 和 2000 mg/kg 的 HBCDD 的 PC 材质固体标准品, 上机分析。以浓度为横坐标, 目标化合物峰面积为纵坐标制作标准曲线, 如图 3 所示。根据 100 mg/kg 的标准品数据, 计算 HBCDD 的检出限, 检出限以及线性相关系数如表 2 所示。

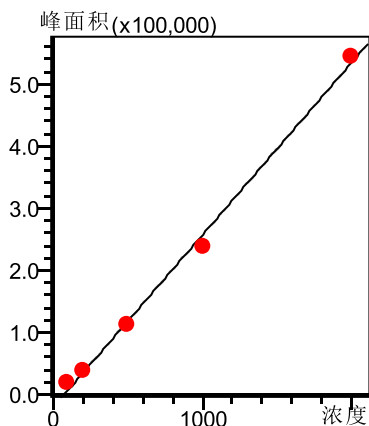


图3 HBCDD 的标准曲线

表2 HBCDD 的标准曲线信息及检出限

No.	组分名称	标准曲线	相关系数 (R)	检出限 (mg/kg)	峰面积 RSD (%)
1	HBCDD	$Y = 265.2335X - 16300.65$	0.9992	0.37	5.25

3.3 重复性实验

取浓度为 500 mg/kg 的标准品，连续进样 5 次，考察仪器的重复性。实验测定结果见表 2。

3.4 样品测试结果

随机抽取 4 个塑料样品，按照 2.2 样品制备步骤取样，上机分析。其中 1 个塑料检测出含有 HBCDD，其余 3 个塑料未检测出。检出含有 HBCDD 的塑料样品色谱图及测试结果如下：

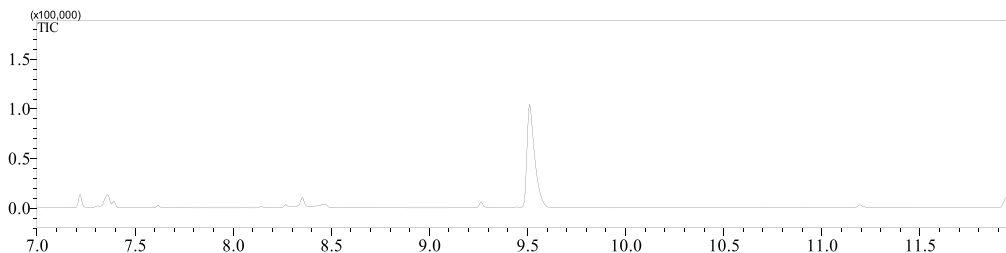


图4 某塑料样品色谱图

表4 塑料样品测试结果

No.	中文名称	测试结果 (mg/kg)
1	HBCDD	574.46

■ 结论

本文利用岛津 Py-Screener 系统建立了电子电气产品中六溴环十二烷的快速筛查方法。在 100~2000 mg/kg 浓度范围内标准曲线线性良好，相关系数为 0.9992。以浓度为 500 mg/kg 的标准品连续进样 5 针，峰面积 RSD 均小于 5.25%，精密度良好。该方法样品不需要做复杂前处理，直接称样上机分析就能得到结果，可以更简单快捷的筛选电子电气产品中的六溴环十二烷。

岛津应用云

