

# GCMS 法测定电子电气产品中 20 种多溴联苯和多溴联苯醚含量

GCMS-426

**摘要:** 本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了电子电气产品中多溴联苯和多溴联苯醚的检测方法。在 50~1200  $\mu\text{g/L}$  浓度范围内, 各组分线性良好, 相关系数均在 0.995 以上, 检出限在 0.04 ~2.13  $\mu\text{g/L}$  之间; 取浓度为 100  $\mu\text{g/L}$  的标准溶液连续进样 5 次, 各组分峰面积的相对标准偏差均小于 6%, 精密度良好。本方法操作简单, 分析速度快, 适用于电子电气产品中多溴联苯和多溴联苯醚的检测。

**关键词:** 气相色谱质谱联用仪 电子电气产品 多溴联苯 多溴联苯醚

多溴联苯 (PBBs)、多溴联苯醚 (PBDEs) 是一种广泛使用的溴代阻燃剂, 被广泛应用于各类电器产品中。该阻燃剂在自然环境中很难分解, 可通过食物链在动物和人体内积聚, 对环境和人体造成严重影响。

本文参考 GB/T 39560.6-2020 《电子电气产品中某

些物质的测定第 6 部分气相色谱 - 质谱仪 (GCMS) 测定聚合物中的多溴联苯和多溴二苯醚》标准, 利用岛津公司 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪建立了电子电气产品中的多溴联苯、多溴联苯醚的检测方法。方法线性关系及重复性好, 可供相关人员参考。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

岛津 GCMS-QP2020 NX 气相色谱质谱联用仪

### 1.2 分析条件

色谱柱: Rxi-5 HT, 15 m  $\times$  0.25 mm  $\times$  0.1  $\mu\text{m}$

柱温程序: 110 $^{\circ}\text{C}$  (2 min)\_40 $^{\circ}\text{C}$  /min\_250 $^{\circ}\text{C}$  \_10 $^{\circ}\text{C}$  /min\_300 $^{\circ}\text{C}$  (2 min)\_40 $^{\circ}\text{C}$  /min\_325 $^{\circ}\text{C}$  (5 min)

进样口温度: 280 $^{\circ}\text{C}$

色谱柱流量: 2.0 mL/min

进样方式: 不分流进样

进样体积: 1  $\mu\text{L}$

离子化方式: EI

离子源温度: 230 $^{\circ}\text{C}$

色谱质谱接口温度: 300 $^{\circ}\text{C}$

采集模式: SIM

### 1.3 样品前处理

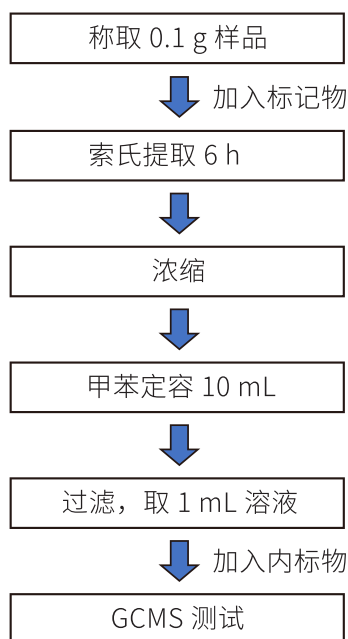


图 1 样品前处理过程图

## ■ 结果与讨论

### 2.1 标准溶液色谱图

20 种多溴联苯、多溴联苯醚、标记物和内标物标准溶液色谱图见图 2，各化合物具体信息详见表 1。

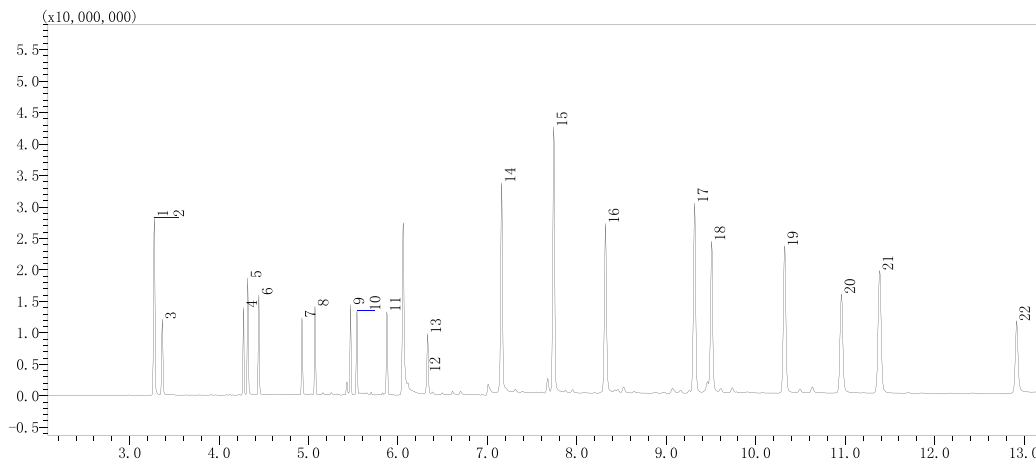


图 2 20 种多溴联苯、多溴联苯醚、标记物及内标物色谱图（浓度 1.2 mg/L）

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	一溴联苯	Mono-BB	92-66-0	3.260	152	232、234
2	一溴联苯醚	Mono-BDE	6876-00-2	3.273	141	248、250
3	4,4' 二溴八氟联苯 (标记物)	DBOFB	10386-84-2	3.364	456	296、457
4	二溴联苯醚	Di-BDE	83694-71-7	4.271	168	326、328
5	二溴联苯	Di-BB	92-86-4	4.320	152	312、310
6	三溴联苯	Tri-BB	59080-34-1	4.443	392	390、231
7	三溴联苯醚	Tri-BDE	41318-75-6	4.926	246	248、408
8	四溴联苯	Tetra-BB	59080-37-4	5.072	310	308、470
9	五溴联苯	Penta-BB	59080-39-6	5.469	550	388、390
10	四溴联苯醚	Tetra-BDE	189084-61-5	5.538	326	486、488
11	六溴联苯	Hex-BB	59261-08-4	5.876	628	626、468
12	十氯联苯 (内标)	PCB-209	2051-24-3	6.318	498	500、428
13	五溴联苯醚	Penta-BDE	182346-21-0	6.331	406	404、564
14	六溴联苯醚	Hex-BDE	182677-30-1	7.158	486	643、482
15	七溴联苯	Hepta-BB	67733-52-2	7.740	708	627、629
16	七溴联苯醚	Hepta-BDE	189084-68-2	8.319	562	564、724
17	八溴联苯	Octa-BB	67889-00-3	9.315	786	704、707
18	八溴联苯醚	Octa-BDE	446255-56-7	9.505	642	801、640
19	九溴联苯	Nona-BB	69278-62-2	10.321	863	705、703
20	九溴联苯醚	Nona-BDE	63387-28-0	10.958	719	721、880
21	十溴联苯	Deca-BB	13654-09-6	11.384	943	783、785
22	十溴联苯醚	Deca-BDE	1163-19-5	12.916	799	797、959

## 2.2 标准曲线及检出限

用甲苯将多溴联苯、多溴联苯醚标液稀释成浓度分别为 50、100、300、600 和 1200  $\mu\text{g/L}$  的标准溶液。各浓度点含内标物十氯联苯浓度为 300  $\mu\text{g/L}$ 。以内标法建立标准曲线，部分组分标准曲线及质量色谱图如图 3、图 4 所示。根据 50  $\mu\text{g/L}$  标样数据，以 3 倍信噪比计算出各组分检出限。各组分线性相关系数和检出限见表 2 所示。

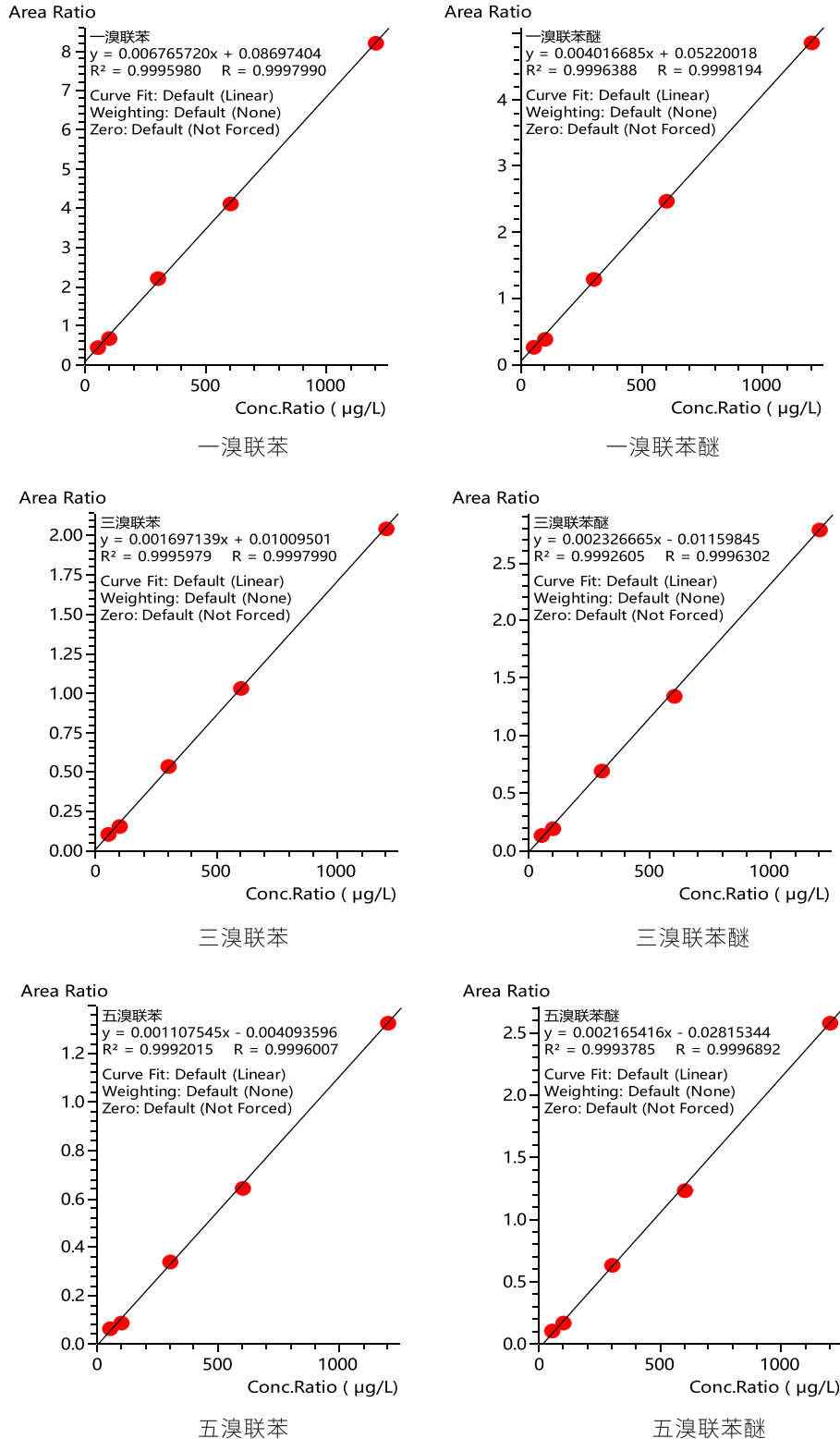
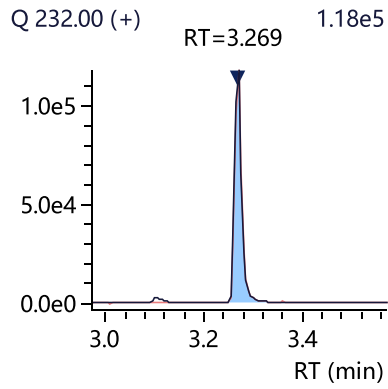
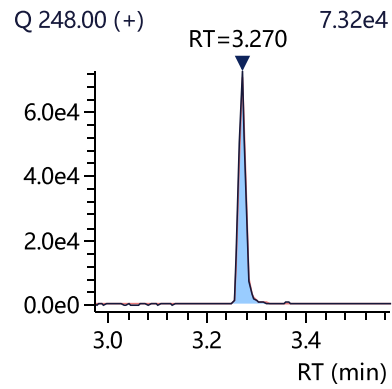


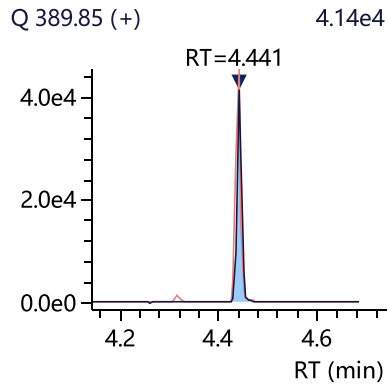
图 3 部分组分标准曲线



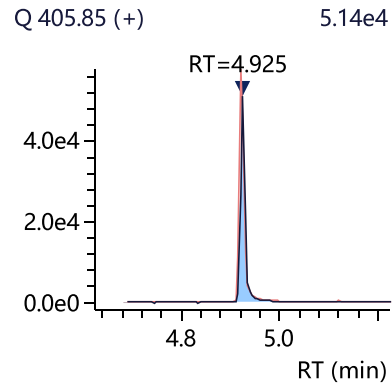
一溴联苯



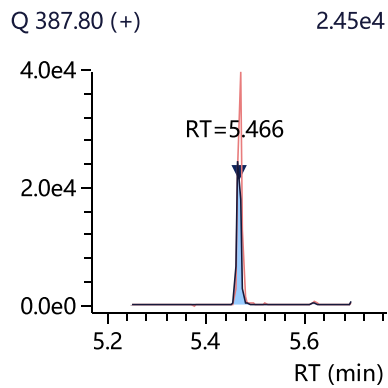
一溴联苯醚



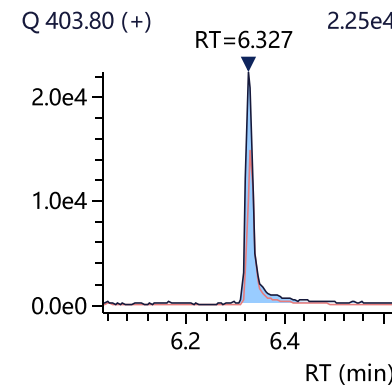
三溴联苯



三溴联苯醚



五溴联苯



五溴联苯醚

图 4 部分组分质量色谱图 (浓度 50  $\mu\text{g/L}$ )

表 2 各组分线性相关系数、峰面积 RSD、检出限及回收率

No.	化合物名称	相关系数 (R)	峰面积 RSD (% , n=5)	检出限 (µg/L)	平均回收率 (% , n=3)
1	一溴联苯	0.9997	3.6	0.11	86.9
2	二溴联苯	0.9998	4.1	0.05	84.6
3	三溴联苯	0.9997	2.6	0.10	83.6
4	四溴联苯	0.9997	4.3	0.22	83.1
5	五溴联苯	0.9996	2.1	0.83	82.7
6	六溴联苯	0.9996	2.1	0.04	84.7
7	七溴联苯	0.9995	5.0	0.54	75.8
8	八溴联苯	0.9990	2.1	1.12	72.0
9	九溴联苯	0.9992	2.7	0.71	70.9
10	十溴联苯	0.9989	3.1	0.91	67.4
11	一溴联苯醚	0.9998	3.8	0.07	87.4
12	二溴联苯醚	0.9997	3.0	0.12	83.8
13	三溴联苯醚	0.9996	2.9	0.06	84.2
14	四溴联苯醚	0.9996	4.4	0.18	85.3
15	五溴联苯醚	0.9996	5.9	0.70	76.7
16	六溴联苯醚	0.9993	5.2	0.51	73.1
17	七溴联苯醚	0.9995	5.9	0.67	73.1
18	八溴联苯醚	0.9989	5.4	0.30	69.3
19	九溴联苯醚	0.9988	4.5	1.25	69.7
20	十溴联苯醚	0.9991	4.1	2.13	75.5
21	4,4' 二溴八氟联苯	0.9998	2.9	0.06	86.6

### 2.3 重复性实验

取浓度为 100 µg/L 标准溶液，连续进样 5 次，考察重复性，测定结果如表 2 所示。

### 2.4 实际样品分析与回收率测试

将多溴联苯及多溴联苯醚标准溶液添加到空白样品中，样品加标浓度为 20 mg/kg，按照样品前处理方法制备，分别平行制样 3 次。回收率结果见表 2。

实际样品色谱图见图 5。该样品未检测出以上 20 种多溴联苯及多溴联苯醚。

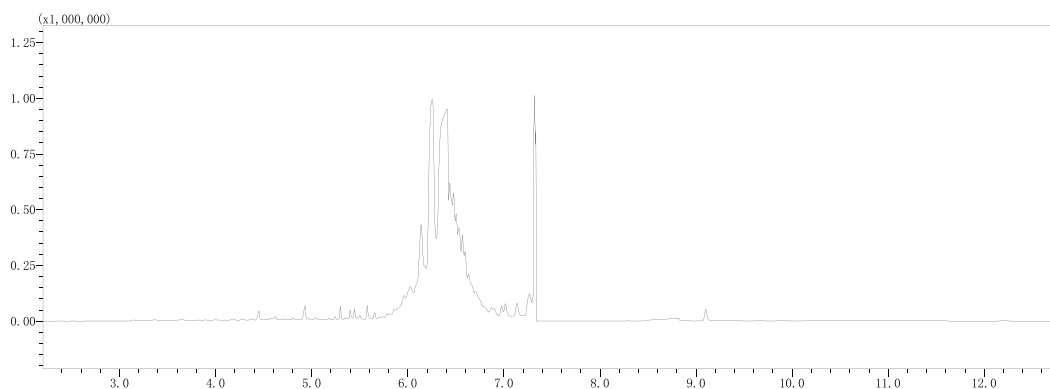


图 5 某电子产品色谱图

## ■ 结论

本文建立了使用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪测定多溴联苯和多溴联苯醚的分析方法。结果表明，在 50~1200  $\mu\text{g/L}$  的浓度范围内，各组分线性良好，检出限在 0.04 ~2.13  $\mu\text{g/L}$  之间。取浓度为 100  $\mu\text{g/L}$  的标准溶液重复进样 5 次，各组分峰面积的相对标准偏差 (RSD%) 均小于 6%。采用空白样品，样品加标浓度为 20 mg/kg 时，平均回收率在 67%~88% 之间。结果表明，本方法适用于电子电气产品中多溴联苯和多溴联苯醚的检测。

岛津应用云

