

# PY-GCMS 法测定电子电气产品中的红磷阻燃剂

GCMS-337

**摘要：** 本文采用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪和 Frontier PY-3030D 热裂解器，建立了电子电气产品中的红磷阻燃剂的检测方法。首先对红磷的裂解温度进行了摸索，得到最佳的裂解温度。进而对标准品重复进样 6 次，测定浓度的 RSD 小于 8%，稳定性好。最后根据信噪比得到测定低限 10mg/kg，本方法无需前处理，GCMS 运行时间 20 min，快速方便，可以适用于高通量样品的检测。

**关键词：** 气相色谱质谱联用仪 热裂解 电子电气产品 红磷阻燃剂

红磷阻燃剂是以红磷为代表的一种阻燃剂，是一种紫红或略带棕色的无定形粉末，为有机无卤阻燃剂，具有优良的热稳定性，不挥发性，不产生腐蚀性气体，阻燃效果好，电绝缘性佳等特点。在使用过程中没有毒性危险，添加量少，不溶解，熔点高等优点。

但是其缺点首先表现在颜色必须为红色或者配合黑色，这个就极大的限制了其在很多材料中的应用，更为严重的是红磷的加工特性比较差，与树脂的相容性也不太好、加工制作的材料力学性能很差，再加之

生产过程中的“恶臭”的味道使得其很难在高档材料中得以推广。

因此，部分厂家对电子电气产品中的红磷阻燃剂的含量仍有要求，以便寻求合适的存放地点和使用方法，本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪和 Frontier PY-3030D 热裂解器建立了红磷阻燃剂的检测方法，本方法快速，安全，无需溶剂处理，样品消耗量小，可以快速对样品中红磷含量进行测定。

## ■ 实验部分

### 1.1 仪器

GCMS-QP2020 NX 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

热裂解条件

裂解炉温度程序：550°C

裂解时间：200 ms

GCMS 条件

色谱柱：UA-5MS (30 m×0.25 mm×0.25 μm)

柱温程序：40°C (4 min)  $_{(10^{\circ}\text{C}/\text{min})}$  200°C (5 min)

进样口温度：300°C

流速控制方式：恒线速度方式

线速度：52.1 cm/s

接口温度：300°C

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

色谱质谱接口温度：320°C

## ■ 样品前处理

利用切刀对红磷阻燃母粒进行制备，称取 0.5 mg 左右的母粒于 Eco- 样品杯中，添加少量石英棉覆盖样品，上机待测。

## 结果与讨论

### 3.1 红磷阻燃剂的裂解条件优化

红磷的沸点较高，需采用 Single shot 单步裂解模式，在不同裂解温度下对红磷阻燃剂进行测试，比较结果如图 1 所示，综合比较，发现红磷在裂解温度不足时会发生分叉现象，550°C 时趋于稳定，所以红磷的单步裂解温度设置为 550°C 较为合适。

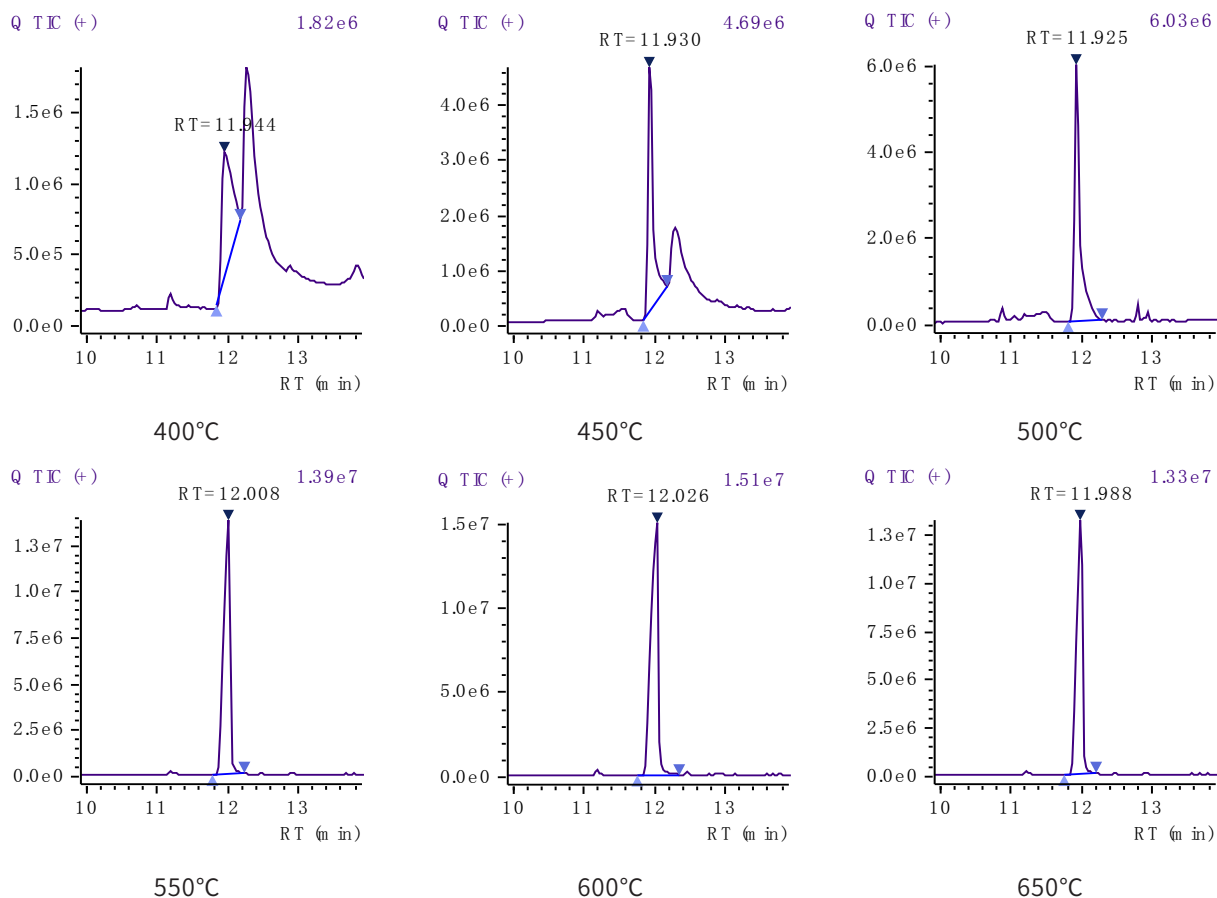


图 1. Single Shot 模式不同温度下红磷的 TIC 图

### 3.2 红磷的标准谱图

采集客户提供的红磷阻燃母粒（含量为 2.5%），红磷的总离子流图见图 2，红磷的质谱图见图 3，红磷质量色谱图见图 4，红磷的组分信息见表 1。

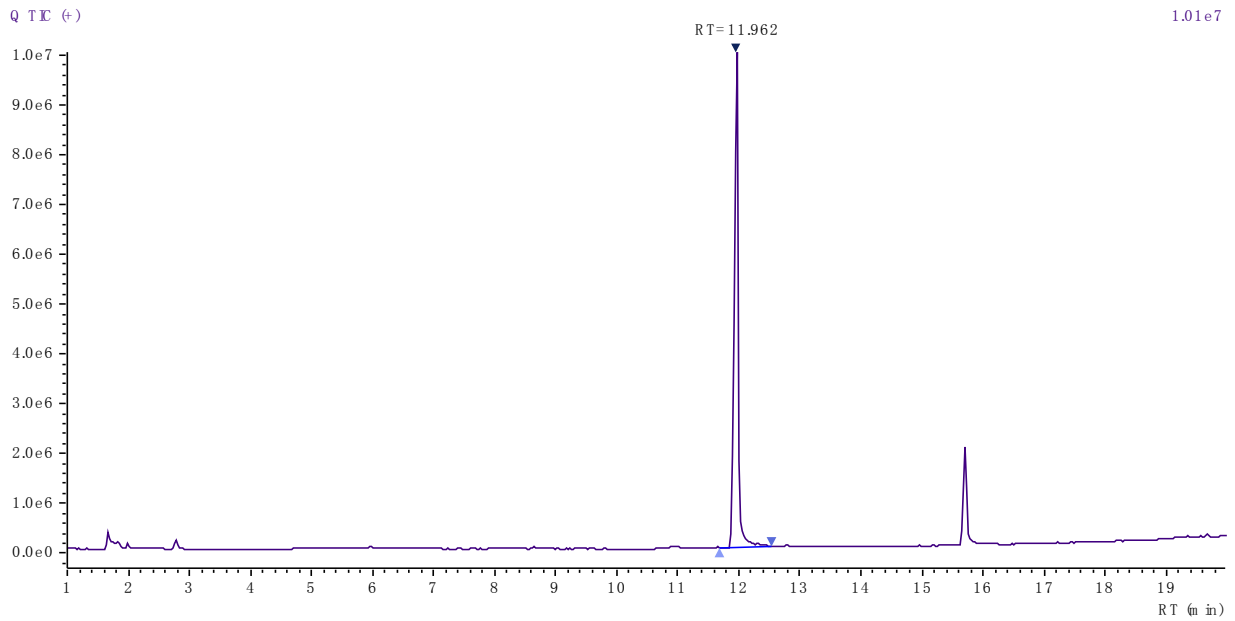


图 2. 红磷的 TIC 图

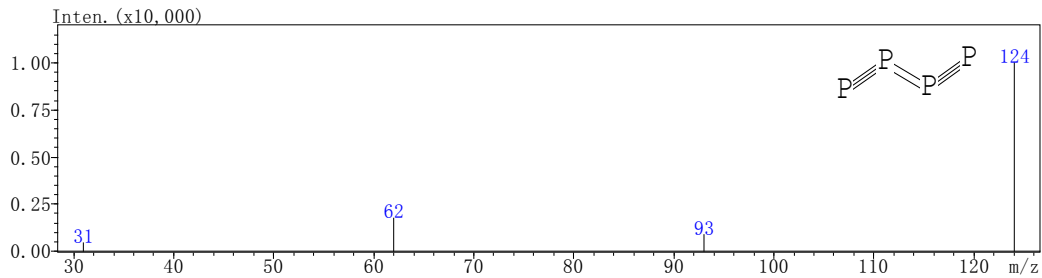


图 3. 红磷的质谱图

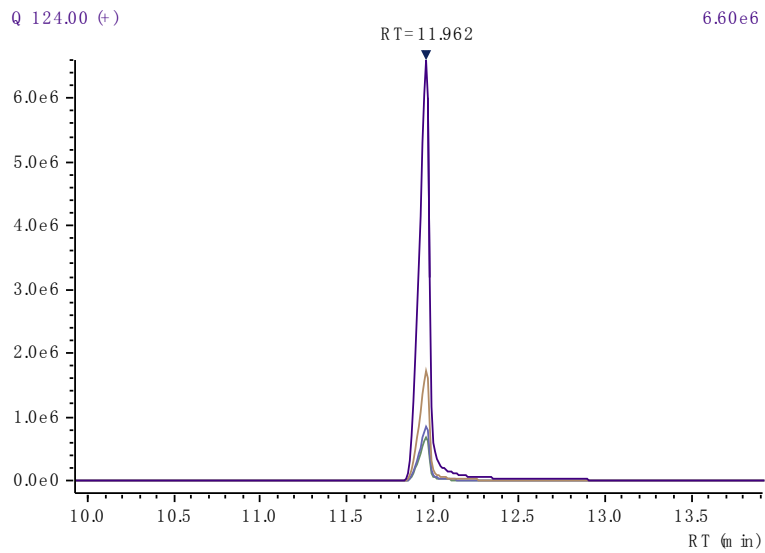


图 4. 红磷的 MC 图

表 1. 红磷组分信息

No.	中文名称	英文名称	保留时间 (min)	定量离子 (m/z)	定性离子 (m/z)	测定低限 (mg/kg)
1	红磷	PhosphorusP4	11.962	124	62,93,31	10

### 3.3 重复性测试结果

连续采集红磷阻燃母粒进行重复性实验，由于样品称样量不同，对结果峰面积有影响，所以以测得的各项组分浓度（浓度单位：mg/kg）考察重复性，重复性测试结果见表 2。

表 2. 重复性测试结果 (n=6, 浓度单位: mg/kg)

No.	组分名称	浓度 1	浓度 2	浓度 3	浓度 4	浓度 5	浓度 6	RSD (%)
1	红磷	23527.51	21330.84	24303.31	20473.50	24766.14	22936.83	7.36

### 3.4 样品测试

取实际样品按照前述方法进行测试，具体测试结果见表 3。

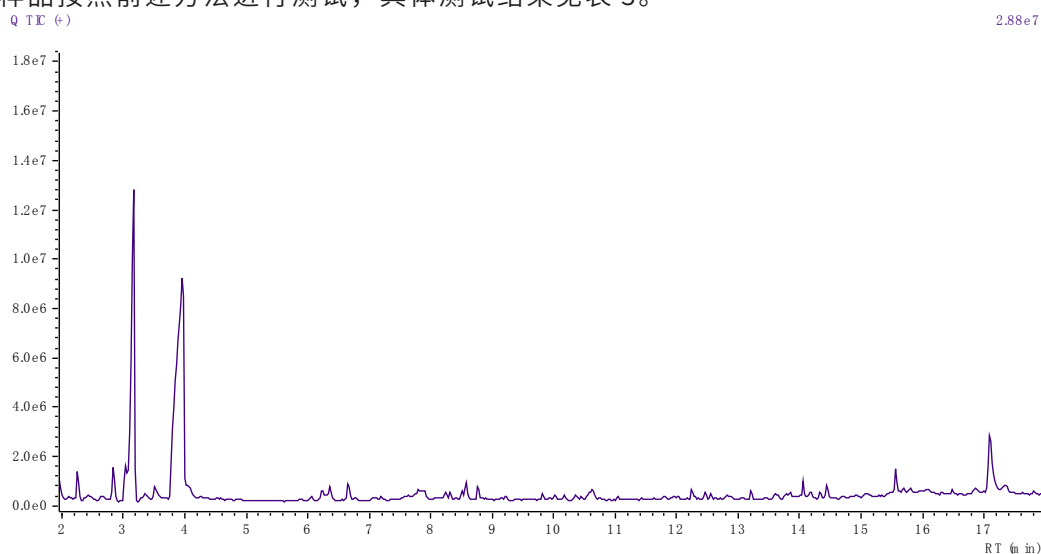


图 5. 样品色谱图

表 3. 样品测试结果 (浓度单位: mg/kg)

No.	组分名称	测试结果				RSD(%)
		1	2	3	平均值	
1	红磷	未检出	未检出	未检出	/	/

## 结论

本文利用岛津 GCMS-QP2020 NX 气质联用仪和 Frontier PY-3030D 热裂解器建立了红磷阻燃剂的检测方法，本方法快速，安全，无需溶剂处理，样品消耗量小，适用于电子电气产品中红磷阻燃剂的快速检测。

岛津应用云

