

# 模塑聚苯乙烯泡沫塑料和挤塑聚苯乙烯泡沫塑料中

## 六溴环十二烷的测定分析报告

陈卿卿

(浙江福立分析仪器股份有限公司, 浙江省温岭市 317500)

**摘要:** 取试样用丙酮超声提取, 提取液经微孔滤膜和固相萃取柱净化, 用气相色谱-质谱联用仪 (GC-MS) 测定, 根据其保留时间及质谱图定性, 外标法定量。六溴环十二烷的线性相关系数为 0.998。

**关键词:** 气相色谱-质谱法; 检测方法; 六溴环十二烷

### 1 检测方法

参照《CPPIA-35-20-TC-002 模塑聚苯乙烯泡沫塑料和挤塑聚苯乙烯泡沫塑料中六溴环十二烷的测定 气相色谱-质谱法》征求意见稿

### 2 试剂和材料

#### 2.1 试剂

- 六溴环十二烷标准品 (HBCD, 分子量为 642): 纯度 $\geq$ 97%。
- 丙酮: 农残级。
- 正己烷: 农残级。
- 过滤膜: 聚四氟乙烯 (PTFE) 过滤膜, 0.22  $\mu$ m。
- 固相萃取柱: LC-Si 硅胶固相萃取 (SPE) 小柱, 1000 mg/6 mL。
- 载气: 氦气, 纯度 99.999%

#### 2.2 仪器设备

- GC9720Plus-MS900 气相色谱-质谱联用仪: 配有电子轰击源 (EI)
- 分析天平: 感应量为 0.1 mg。
- 超声波清洗器: 功率 $\geq$ 100 W。
- 旋涡混合器。
- 样品浓缩仪: 氮吹浓缩仪。
- DB-5MS/30m\*0.25mm\*0.25 $\mu$ m

### 3 溶液配制

### 3.1 标准溶液配制

1) HBCD 标准储备溶液的配制: 准确称取 HBCD 标准品 20.0 mg, 用 2 mL 丙酮溶解, 转移至 100 mL 容量瓶中, 用正己烷定容, 配制成浓度为 200 mg/L 的标准储备溶液, 放置 4°C 冰箱中备用。

2) HBCD 标准工作溶液的配制: 吸取适量 HBCD 标准储备溶液, 用正己烷逐级稀释, 配制成 HBCD 浓度分别为 1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L、20.0 mg/L、50.0 mg/L 的标准工作溶液, 现用现配。

### 3.2 样品配制

1) 称量经混匀的 EPS 样品约 0.1 g (精确至 0.1 mg), 置于 10 mL 具塞比色管内, 加入 5 mL 丙酮溶解样品。将具塞比色管置于旋涡混合器上涡旋 2 min 后, 在常温下超声提取 20 min, 收集上清液, 再加入 2 mL 丙酮溶解样品, 在常温下超声提取 5 min。合并上清液, 加入正己烷定容至 20 mL。经 0.22 μm 聚四氟乙烯过滤膜过滤后, 移取 500 μL 滤液待净化。

2) 样品净化: LC-Si 硅胶 SPE 柱 (1000mg/6mL) 用 6mL 正己烷活化, 将 EPS 滤液上样, 再转入 6mL 丙酮洗脱, 待 1ml 丙酮流经 SPE 小柱后, 关闭底部旋钮, 浸泡 10-15 分钟后, 打开旋钮, 收集全部洗脱液, 氮吹至近干, 并用正己烷定容至 1mL, 装入 2 mL 棕色进样瓶中待测。

## 4 测定

### 4.1 色谱条件

- 1) 进样口: 230°C;
- 2) 柱温: 60°C 保持 2min, 以 15°C/min 升至 270°C, 保持 5min, 以 5°C/min 升至 290°C, 保持 5min;
- 3) 恒流: 1.0 mL/min;
- 4) 分流比: 不分流;
- 5) 进样量: 1 μL;
- 6) 载气: 氦气。

### 4.2 质谱条件

- 1) 离子源温度: 230°C;
- 2) 传输线温度: 280°C;
- 3) 电离方式: EI;

- 4) 电离能量: 70eV;
- 5) 测定方式: 选择离子扫描;
- 6) 定性离子: 157, 319, 401
- 7) 定量离子: 239

### 4.3 典型谱图

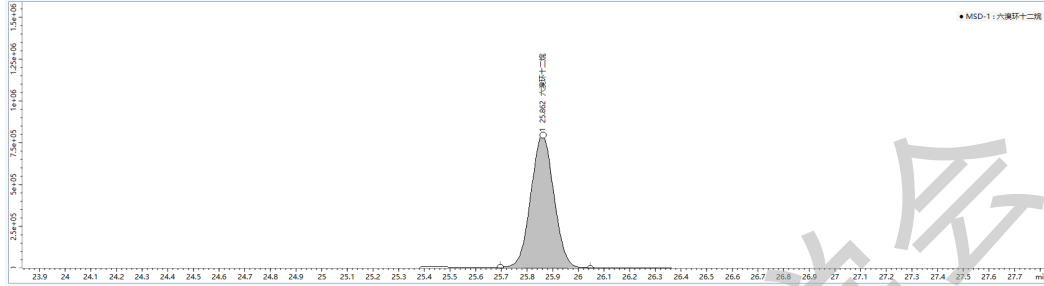


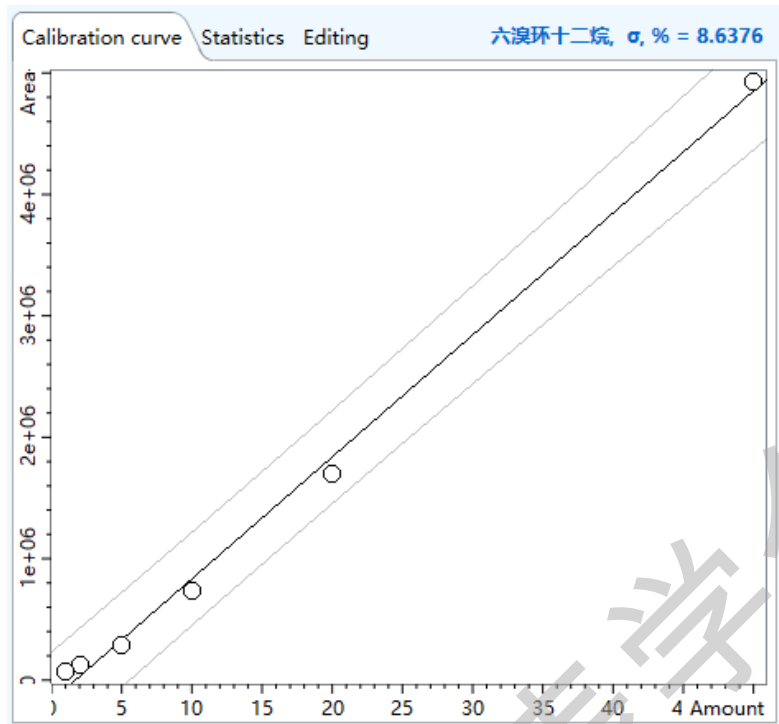
图 1 50mg/L 六溴环十二烷 标样谱图

### 4.4 重复性实验

Component name	Detector	Chromatogram	R. time, min	Area, mV*s	Height, mV
六溴环十二烷	MSD-1:	Nº 141	25.987	1605549.822	253603.006
六溴环十二烷	MSD-1:	Nº 142	25.995	1594399.515	251476.863
六溴环十二烷	MSD-1:	Nº 147	25.853	1673601.167	274098.916
六溴环十二烷	MSD-1:	Nº 148	25.845	1640243.542	255821.022
六溴环十二烷	MSD-1:	Nº 149	25.853	1598547.540	257226.195
六溴环十二烷	MSD-1:	Nº 150	25.987	1700954.544	271076.131
Average			25.920	1635549.355	260550.356
%RSD			0.294	2.694	3.675

图 2 20mg/L 六溴环十二烷 标样重复性数据

### 4.5 标准曲线 (相关系数 R=0.998)

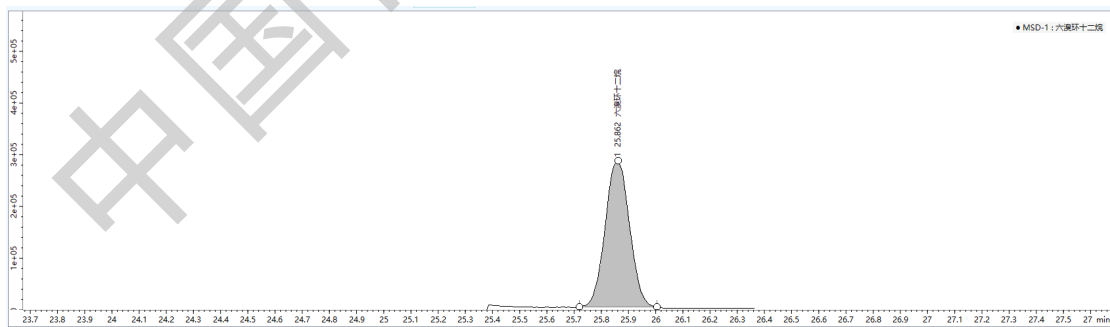


#### 4.6 检出限

以取样 0.1g (取样 0.1g, 最终取 2.5%样品进行分析得到的检出限数据) 本方法的检出限、定量限(按三倍检出限计)如下表所示:

组分名	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	含量 [mg/L]	检出限 [mg/L]	检出限 [mg/kg]	定量限 [mg/kg]
2-氯乙醇	0.097	0.101	0.100	0.096	0.107	0.097	0.102	0.012	4.56	14.88

#### 4.7 样品谱图及 2 针重现性结果



Name	Group	Ret. time, min	Detector	Concentration	Unit	Area	Height	Concentration %
六溴环十二		25.862	MSD-1: 六溴环十二烷	19.453	mg/L	1757955.629	283946.877	0.724

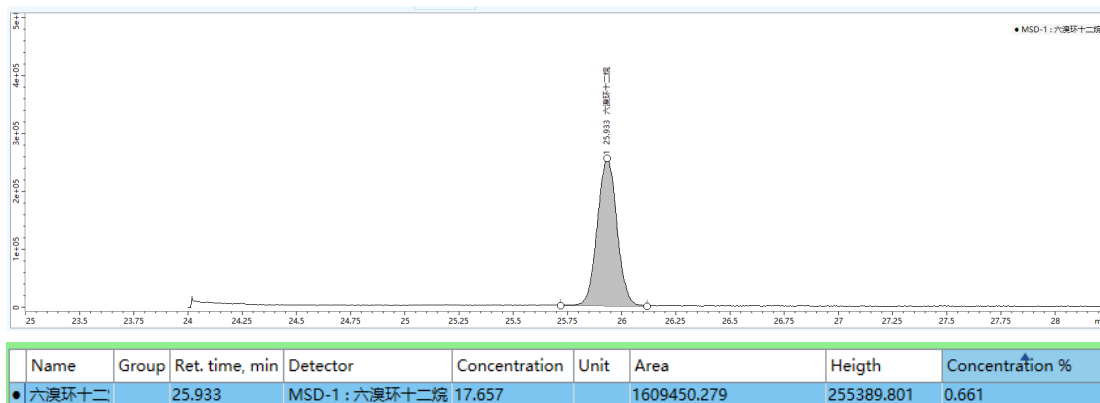


图3 样品谱图

#### 4.8 样品加标回收率数据

序号	样品含量/%	加标量/%	实际值/%	回收率%	回收率范围/%
1			1.36	83.75	
2	0.69	0.8	1.42	91.25	83.75-103.75
3			1.52	103.75	