

中华人民共和国国家标准

GB/T 29785—2013

电子电气产品中六溴环十二烷的测定 气相色谱-质谱联用法

Determination of hexabromocyclododecane in electrical and electronic products—
Gas chromatography-mass spectrometry

2013-10-10 发布

2014-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 和 GB/T 20001.4—2001 给出的规则起草。

请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由全国电工电子产品与系统的环境标准化技术委员会(SAC/TC 297)提出并归口。

本标准主要起草单位:中国计量科学研究院、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中国电子技术标准化研究院、中华人民共和国北京出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:邵明武、李丹、王卫华、周明辉、马联弟、李彬、武海云、万鹏、梁鸣、郭永华。



电子电气产品中六溴环十二烷的测定

气相色谱-质谱联用法

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关规定的条件。

1 范围

本标准规定了电子电气产品聚合物材料中六溴环十二烷含量的气相色谱-质谱检测方法。
本标准适用于电子电气产品聚合物材料中六溴环十二烷含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本标准的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/Z 20288—2006 电子电气产品中有害物质检测 样品拆分通用要求

3 原理

样品经拆分和破碎后,用二氯甲烷和丙酮混合溶剂进行微波辅助萃取,萃取液经硅胶固相萃取小柱净化,旋转蒸发浓缩后用气相色谱-质谱法进行检测,外标法定量。

4 试剂与材料

除非另有说明,以下试剂仅用分析纯。

4.1 二氯甲烷。

4.2 丙酮。

4.3 二氯甲烷+丙酮(1+1)混合溶剂:将二氯甲烷(4.1)和丙酮(4.2)按等体积比混合均匀。

4.4 六溴环十二烷(CAS登记号:3194-55-6):标准物质,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.5 标准工作溶液:准确称取适量的六溴环十二烷标准物质(4.4),置于容量瓶内,用丙酮(4.2)溶解并逐级稀释,配制成浓度分别为5 mg/L、10 mg/L、20 mg/L、30 mg/L、50 mg/L的标准工作溶液。

4.6 硅胶固相萃取小柱:500 mg,3 mL。

4.7 氦气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器

5.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS):配备电子轰击电离源(EI)。

5.2 天平:感量0.1 mg。

5.3 微波萃取仪。

5.4 真空旋转蒸发仪。

5.5 粉碎机。

6 取样

将样品按照 GB/Z 20288—2006 的要求进行拆分,并经液氮冷冻后,用粉碎机(5.5)将样品粉碎至粒径 ≤ 1 mm 的试样。混匀后置于干燥器内室温下保存,备用。

7 分析步骤



7.1 试液制备

准确称取 0.5 g 试样(精确至 1 mg),置于微波萃取罐内。加入 10 mL 二氯甲烷+丙酮(1+1)混合溶剂(4.3),70 °C 下微波辅助萃取 2 h,萃取完毕后待萃取液充分冷却。取硅胶固相萃取小柱(4.6),用 5 mL 丙酮(4.2)活化。上样,再用 30 mL 丙酮(4.2)分 5~6 次冲洗萃取罐和盖子内壁,并用冲洗液洗脱小柱,合并收集洗脱液至旋转蒸发瓶内,真空旋转蒸发至近干。向蒸发瓶内加入 3 mL~4 mL 丙酮(4.2)溶解残渣,转移至 5 mL 容量瓶内,并用丙酮(4.2)定容,待测。

7.2 空白试验

随同样品做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱-质谱参考分析条件

- a) 毛细管色谱柱:DB-5MS,15 m(柱长) $\times$ 0.25 mm(内径) $\times$ 0.1 μ m(膜厚),或相当者;
- b) 进样口温度:200 °C;
- c) 柱温:初始温度 150 °C,保持 2 min;以 15 °C/min 速率升至 280 °C,保持 15 min;
- d) 载气:氦气,流速:1.0 mL/min;
- e) 接口温度:280 °C;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 离子源温度:230 °C;
- i) 四极杆温度:150 °C;
- j) 质量扫描方式:选择离子监测(SIM)模式;
- k) 定性离子(m/z):239、319、561、563;定量离子(m/z):239。
- l) 进样方式:不分流进样;
- m) 进样量:1 μ L;
- n) 溶剂延迟时间:4 min。

7.3.2 气相色谱-质谱分析

取试液(7.1)和标准工作溶液(4.5)按 7.3.1 分析条件进行分析。根据色谱峰的保留时间并结合六溴环十二烷的定性离子[7.3.1k)]进行定性,外标法定量。六溴环十二烷典型气相色谱-质谱图参见附录 A。

8 结果计算

按式(1)计算样品中六溴环十二烷含量:

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times K}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X —— 样品中六溴环十二烷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

C_1 —— 试液中六溴环十二烷浓度,单位为毫克每升(mg/L);

C_0 —— 空白试液中六溴环十二烷浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V —— 试液体积,单位为毫升(mL);

K —— 试液稀释倍数;

m —— 试样质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值,结果保留 3 位有效数字。

9 测定低限

本方法的测定低限为 50 mg/kg。

10 精密度

同一操作者用同一仪器在恒定的实验条件下对同一样品按正常和正确的实验方法操作,获得的两个连续测定结果之间的差,不超过这两个测定值的算术平均值的 10%。

11 回收率

本方法的回收率为 80%~115%。

附录 A
(资料性附录)
六溴环十二烷的典型色谱图和质谱图

本附录提供了六溴环十二烷的典型色谱图和质谱图,见图 A.1 和图 A.2。

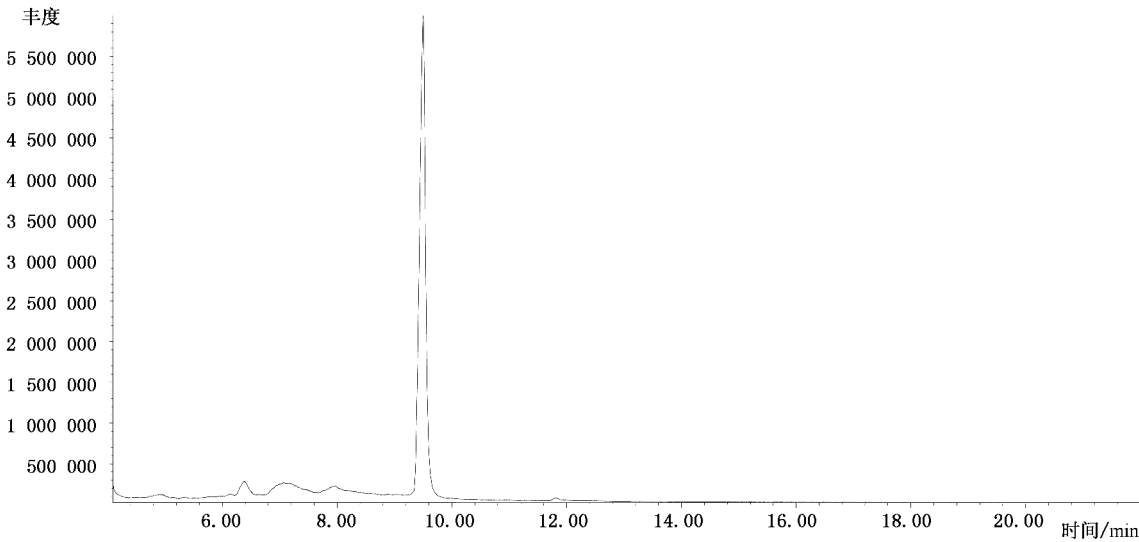


图 A.1 六溴环十二烷标准溶液的总离子流图(SIM 模式)

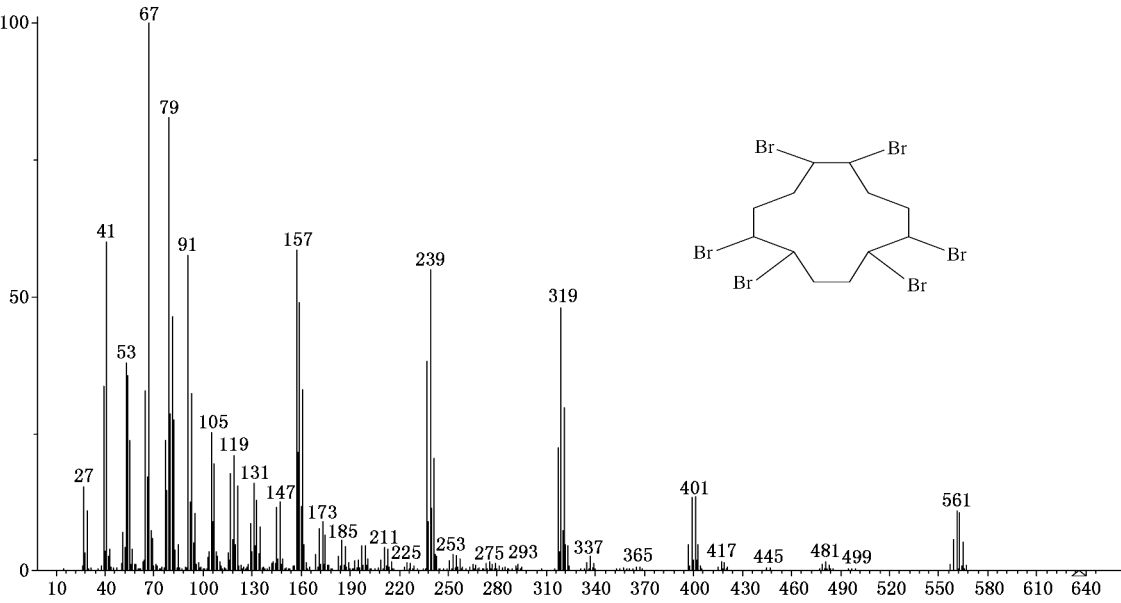


图 A.2 六溴环十二烷的质谱图