

通过热脱附GC/MS简易定量分析胶带中的溴化阻燃剂

[背景] 用于电器绝缘的聚酯纤维胶带中所包含的溴化阻燃剂的定量分析预处理一般使用索氏提取法，但由于操作复杂且耗时，因此热脱附TD-GC/MS法作为更简单的方法已报告^{1), 2)}。在这里，我们尝试使用TD-GC/MS方法对胶带中的溴化阻燃剂进行定性定量分析。

[方法] 通过释放气体分析(EGA)法确定热脱附温度条件，然后进行TD-GC/MS测量。样品为两种聚酯纤维胶带（Permacel公司制的P286和ECRW507A）用0.5 mm直径的Harris微穿孔器切出约70 μg并置于样品杯中进行测量。使用DeBDE标准样品的校正曲线，在同一条件下进行TD-GC/MS测量，通过峰面积的比较计算出所含DeBDE的定量值。

[结果] Fig.1(a)所示，聚酯纤维胶带（P286）通过EGA-MS测量（参考PYT-004）所得到的热分析图。DeBDE的特征离子 m/z : 799的质谱片段图可观测到DeBDE约200 °C开始挥发，320 °C左右达到最大值，约350 °C结束于终点。另外一个，基础聚合物的热裂解峰观测到约200 °C左右开始，450 °C左右结束。考虑到该结果，为了使DeBDE完全热脱附并尽可能的抑制原料聚合物的热裂解，将热脱附的温度范围设定为200至380 °C。在这个条件下测定样品的TD-GC/MS所得的热分析图如图Fig.2所示。在保留时间13分左右观测到DeBDE的峰，胶带中的DeBDE含量估计为7.9% ($n=3$, RSD=2.4%)。接下来，在Fig.1(b)中所示ECRW507A的EGA-MS测量的热分析图。 m/z : 799的质谱片段图未观测到任何信号，与胶带P286相同热脱附条件下所测定的TD-GC/MS色谱图如图Fig.2(b)所示。在13分左右并未检测到DeBDE的峰，在14分左右观察到作为溴化阻燃剂的十溴二苯乙烷（BPBPE），可能是这个峰代替了它。由上可见，使用TD-GC/MS的这种对于胶带中溴化阻燃剂的简单定性和定量分析是有效的。

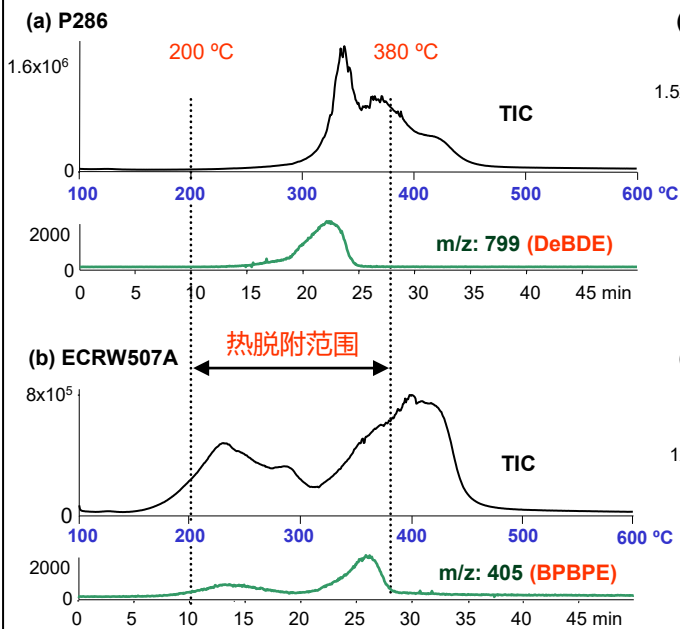


Fig. 1: (a)胶带P286和 (b)胶带ECRW507A的EGA热分析图

裂解炉温度: 100→600 °C (10 °C/min), GC oven: 300 °C

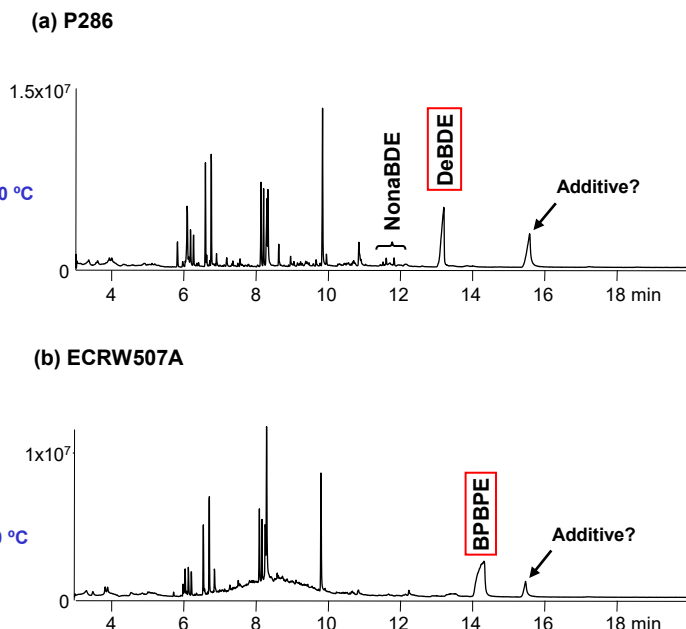


Fig. 2: 通过TD-GC/MS所得色谱图 (a)胶带P286、(b)胶带ECRW507A

裂解炉温度: 200→380 °C (5 °C/min), GC oven: 80→300 °C (20 °C/min, 6 min hold)
分离色谱柱: Ultra ALLOY-PBDE, L=15 m, id.=0.25 mm, df=0.05 μm

1) A. Hosaka, et al., *Anal. Sci.*, 2005, 21, 1145; 2) T. Yuzawa, et al., *Anal. Sci.*, 2008, 24, 953

Ref.: 湯沢等 2008年 第13回 高分子分析讨论会

Keywords : 溴化阻燃剂, DeBDE, BPBPE, 热脱附, 胶带

使用产品 : 多功能热裂解器, 微穿孔器, GC/MS免放空接口, UA-PBDE

应用领域 : 电器电子工业, 环境分析, 高分子分析

关联的技术笔记 : [PYA1-051C](#), [PYA1-052C](#), [PYA1-072C](#), [UAT-006C](#)

如有任何查询，请通过传真或官网上的查询栏来进行查询。

研究开发 · 制造 **Frontier Laboratories Ltd.**
Tel: +81-24-935-5100 Fax: +81-24-935-5102
www.frontier-lab.com/cn