

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2883—2011

进出口纸箱中多溴联苯的测定 气相色谱-质谱法

Determination of polybromobiphenyls in imported and exported box—
Gas chromatography-mass spectrography method

2011-05-31 发布

2011-12-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国常州进出口工业及消费品安全检测中心。

本标准主要起草人：刘君峰、李宁涛、汪蓉、唐建明、陈明。

进出口纸箱中多溴联苯的测定

气相色谱-质谱法

1 范围

本标准规定了进出口纸箱中多溴联苯的气相色谱-质谱测定方法。
本标准适用于进出口纸箱中多溴联苯的测定。

2 结构式

多溴联苯(polybromobiphenyls, PBBs)的结构式见图 1:

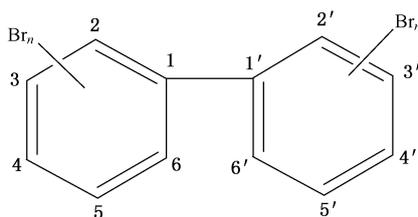


图 1 多溴联苯的结构

3 原理

样品剪碎后,采用甲苯作为提取溶剂经索氏抽提。提取液经固相硅胶柱净化浓缩后,用气相色谱-质谱仪进行分析,外标法定量。

4 试剂和材料

除另有规定外,所用试剂均为分析纯。

- 4.1 甲苯:色谱级。
- 4.2 一溴联苯至七溴联苯标准品:参见附录 A。
- 4.3 八溴联苯、九溴联苯和十溴联苯标准品:纯度 $\geq 97\%$ 。
- 4.4 多溴联苯(PBBs)标准工作溶液的制备:移取一溴联苯至七溴联苯标准储备液(4.2)适量体积,同时准确称取适量的八溴联苯、九溴联苯和十溴联苯标准品(4.3),用甲苯(4.1)稀释并定容至刻度,配成所需浓度的系列标准工作溶液。
- 4.5 SiOH 硅胶柱:1 000 mg/6 mL。

5 仪器

- 5.1 气相色谱-质谱联用仪(GC/MS),配 EI 源。
- 5.2 纤维素套管。
- 5.3 索氏提取装置。
- 5.4 固相萃取仪。

- 5.5 棕色玻璃仪器。
5.6 氮吹仪。
5.7 分析天平,感量为 0.1 mg。

6 分析步骤

6.1 提取

将样品剪成 0.5 cm×0.5 cm 的小块。准确称取 2.0 g 剪好的样品,精确到 0.000 1 g,放入到纤维素套管(5.2)中,然后将其放于安装好的索氏提取装置(5.3)中,加入 1.5 倍虹吸管体积的甲苯到接收瓶中,抽提 3 h,流速控制在 1 滴/s~2 滴/s。提取液经旋转浓缩至 10 mL 左右。

6.2 净化

用 10 mL 甲苯活化 SiOH 硅胶柱,并除去填料中可能存在的干扰物。将上述提取液(6.1)加入萃取柱,控制流速不大于 1 mL/min,收集滤液,并氮吹近干。加入 2 mL 甲苯溶解定容得样品测试液,待上机分析。

6.3 气相色谱-质谱条件

- a) 色谱柱:DB-5ht 毛细管柱,30 m×0.25 mm(内径)×0.1 μm(膜厚),或相当者。
- b) 色谱柱温度:初始温度 110 °C,保持 2 min,以 40 °C/min 升温至 200 °C,保持 5 min,再以 10 °C/min 升温至 260 °C,最后以 20 °C/min 升温至 340 °C。
- c) 载气:氦气,纯度≥99.999%。
- d) 流速:1.0 mL/min。
- e) 进样口温度:280 °C。
- f) 进样方式:不分流进样,1.0 min 后开阀。
- g) 进样量:1 μL。
- h) 色谱-质谱接口温度:280 °C。
- i) 离子源温度:230 °C。
- j) 测定方式:选择离子监测。
- k) 电离能量:70 eV。
- l) 溶剂延迟:4 min。

6.4 气相色谱-质谱分析

将标准工作溶液(4.4)和样品测试液(6.2)等体积穿插进样,根据定量离子色谱峰面积,用外标法定量。如果样品测试液与标准工作溶液的选择离子色谱图中,在相同保留时间有色谱峰出现,则根据表 1 中的定性离子对其确证。

在上述气相色谱-质谱条件下,10 种多溴联苯的气相色谱-质谱选择离子色谱图参见附录 B 中图 B.1。

表 1 10 种多溴联苯的相对分子质量、定性离子和定量选择离子

序号	化学名称	分子式	相对分子质量	定性离子	定量选择离子
1	一溴联苯	C ₁₂ H ₉ Br	233	234,232,152	234
2	二溴联苯	C ₁₂ H ₈ Br ₂	312	312,310,152	312
3	三溴联苯	C ₁₂ H ₇ Br ₃	391	392,390,230	390

表 1 (续)

序号	化学名称	分子式	相对分子质量	定性离子	定量选择离子
4	四溴联苯	C ₁₂ H ₆ Br ₄	470	470,310,308	310
5	五溴联苯	C ₁₂ H ₅ Br ₅	549	550,390,388	390
6	六溴联苯	C ₁₂ H ₄ Br ₆	628	628,468,466	468
7	七溴联苯	C ₁₂ H ₃ Br ₇	707	705,546,544	705
8	八溴联苯	C ₁₂ H ₂ Br ₈	786	785,546,544	785
9	九溴联苯	C ₁₂ HBr ₉	864	864,705,703	705
10	十溴联苯	C ₁₂ Br ₁₀	944	944,783,781	783

6.5 空白试验

除不加试样外,均按上述 6.1~6.4 测定步骤进行。

7 结果计算

试样中多溴联苯(PBBs)的含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

X ——样品中 PBBs 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c_i ——标准曲线上查得的样品中 PBBs 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——标准曲线上查得的空白中 PBBs 的浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——样品最终定容体积,单位为毫升(mL);

m ——样品称样质量,单位为克(g)。

8 测定低限

本方法中每种多溴联苯的测定低限见表 2。

表 2 多溴联苯的测定低限

序号	多溴联苯名称	测定低限 mg/L
1	一溴联苯	0.02
2	二溴联苯	0.02
3	三溴联苯	0.04
4	四溴联苯	0.04
5	五溴联苯	0.06

表 2 (续)

序号	多溴联苯名称	测定低限 mg/L
6	六溴联苯	0.10
7	七溴联苯	0.10
8	八溴联苯	10.0
9	九溴联苯	10.0
10	十溴联苯	10.0

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象的两次独立测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%。

附录 A

(资料性附录)

多溴联苯(PBBs)标准品的组成

本标准所用多溴联苯(PBBs)标准品的组成见表 A.1。

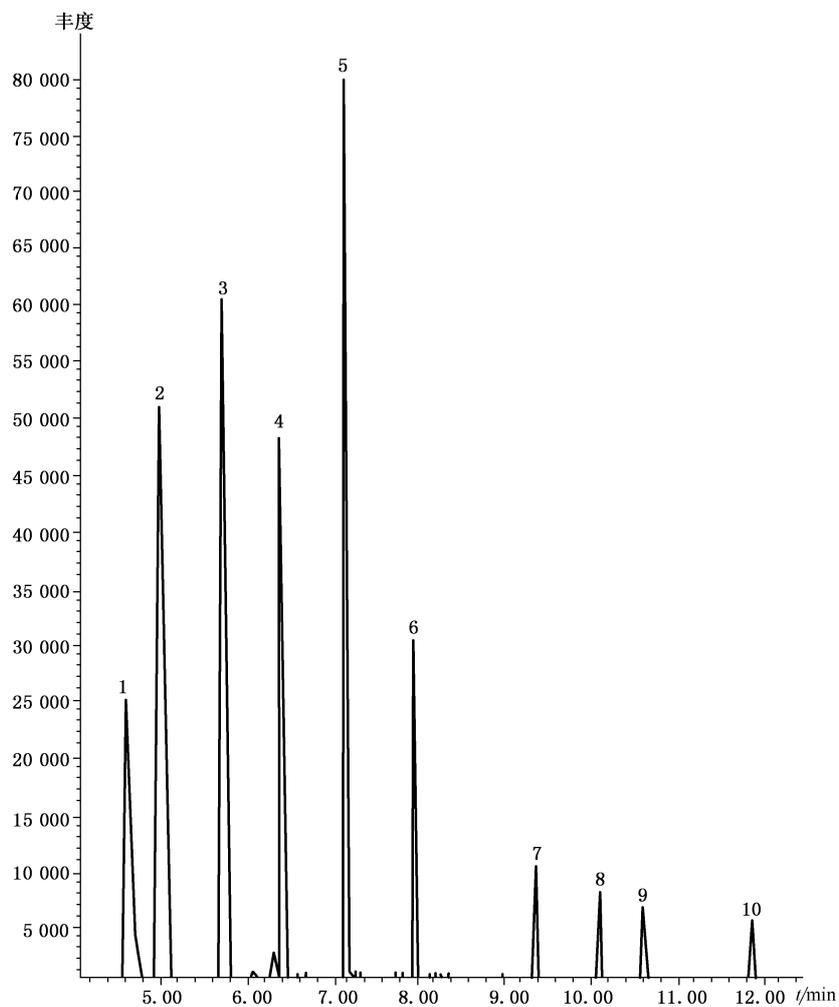
表 A.1 本标准所用多溴联苯(PBBs)标准品的组成

序号	中文名称	英文名称	浓度 mg/L
1	2-溴联苯	2-bromobiphenyl	10.00
2	2,2'-二溴联苯	2,2'-dibromobiphenyl	10.00
3	2,2',5-三溴联苯	2,2',5-tribromobiphenyl	10.00
4	2,2',4,5'-四溴联苯	2,2',4,5'-tetrabromobiphenyl	10.00
5	2,2',4,5,5'-五溴联苯	2,2',4,5,5'-pentabromobiphenyl	10.00
6	2,2',4,4',5,5'-六溴联苯	2,2',4,4',5,5'-hexabromobiphenyl	10.00
7	2,2',4,4',5,5',6-七溴联苯	2,2',4,4',5,5',6-heptabromobiphenyl	10.00
8	2,2',4,4',5,5',6,6'-八溴联苯	2,2',4,4',5,5',6,6'-octabromobiphenyl	纯品
9	2,2',3,4,4',5,5',6,6'-九溴联苯	2,2',3,4,4',5,5',6,6'-nonabromobiphenyl	纯品
10	十溴联苯	decabromobiphenyl	纯品

附录 B

(资料性附录)

多溴联苯标准品的选择离子色谱图



- 1——2-溴联苯；
 2——2,2'-二溴联苯；
 3——2,2',5-三溴联苯；
 4——2,2',4,5'-四溴联苯；
 5——2,2',4,5,5'-五溴联苯；
 6——2,2',4,4',5,5'-六溴联苯；
 7——2,2',4,4',5,5',6-七溴联苯；
 8——2,2',4,4',5,5',6,6'-八溴联苯；
 9——2,2',3,4,4',5,5',6,6'-九溴联苯；
 10——十溴联苯。

图 B.1 多溴联苯标准品的气相色谱-质谱选择离子色谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口纸箱中多溴联苯的测定
气相色谱-质谱法
SN/T 2883—2011

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2011年10月第一版 2011年10月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-22488 定价 16.00 元



SN/T 2883—2011