



分 析 报 告

委托单位: 中国 xxxx 科技集团有限公司

样品名称: 电线外壳

另附文档: (0) 份

报告日期: 2018.10.15

深圳市仲达科技有限公司

电线外壳中邻苯二甲酸酯、多溴联苯和多溴二苯醚的测定

一、项目信息

项目名称: 电线外壳中邻苯二甲酸酯、多溴联苯和多溴二苯醚的测定	项目来源: 市场部
实 验 员: 王成娟	开始日期: 2018.9.28
审 核 人: 赵庆军	完成日期: 2018.10.15

二、样品信息

样品名称: 电线外壳	样品状态: 固体
送样单位: 中国 xxxx 集团有限公司	

三、分析结果

表 1 样品中 4 种邻苯二甲酸酯 (4P) 的测试结果

序号	化合物名称	英文简称	含量 mg/kg	ROHs 指令限值 mg/kg
1	邻苯二甲酸二异丁酯	DIBP	ND	1000
2	邻苯二甲酸二丁酯	DBP	200	1000
3	邻苯二甲酸丁基苄酯	BBP	ND	1000
4	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	DEHP	ND	1000

注: 以上结果仅代表送达样品按照以上前处理方法下测定的结果; ND 表示小于空白值。

表 2 样品中多溴二苯醚的测试结果

序号	中文名称	英文简称	保留时间 min	样品含量 mg/kg
1	4-溴二苯醚	BDE-003	4.95	ND
2	4,4'-二溴二苯醚	BDE-015	6.57	ND
3	2',3,4-三溴二苯醚	BDE-033	7.70	ND
4	2,4,4'-三溴二苯醚	BDE-028	7.70	ND
5	2,2',4,4'-四溴二苯醚	BDE-047	8.77	ND
6	2,2',4,4',5-五溴二苯醚	BDE-099	9.55	ND
7	2,2',4,4',6-五溴二苯醚	BDE-100	9.80	ND
8	2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚	BDE-153	10.40	ND
9	2,2',4,4',5,6'-六溴二苯醚	BDE-154	10.74	ND
10	2,2',3,4,4',5',6-七溴二苯醚	BDE-183	11.61	ND
11	2,2',3,4,4',5,5',6-八溴二苯醚	BDE-203	12.76	ND
12	2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴二苯醚	BDE-206	13.95	ND
13	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十溴二苯醚	BDE-209	15.08	ND

表 3 样品中多溴联苯的测试结果

序号	中文名称	分子式	保留时间 min	样品含量 mg/kg
1	2-溴联苯	C ₁₂ H ₉ Br	4.28	ND
2	2,5-二溴联苯	C ₁₂ H ₈ Br ₂	5.76	ND
3	2,4,6-三溴联苯	C ₁₂ H ₇ Br ₃	6.67	ND
4	2,2',5,5'-四溴联苯	C ₁₂ H ₆ Br ₄	7.97	ND
5	2,2',4,5',6-五溴联苯	C ₁₂ H ₅ Br ₅	8.74	ND
6	2,2',4,4',6,6'-六溴联苯	C ₁₂ H ₄ Br ₆	9.50	ND
7	八溴联苯	C ₁₂ H ₂ Br ₈	12.85	ND
8	九溴联苯	C ₁₂ H ₂ Br ₉	13.51	ND
9	十溴联苯	C ₁₂ Br ₁₀	14.15	ND

实验部分

1 样品处理

1.1 邻苯二甲酸酯(4P) 萃取

1.1.1 索氏萃取装置的预萃取

为了清洗索氏萃取装置,使用约 70mL 的正己烷进行 2h 的预萃取,然后将洗涤溶剂倒掉。

1.1.2 样品萃取

电线外壳样品经液氮冷冻粉碎机粉碎后,准确称取 0.5g 样品用定量滤纸包好,然后放入索氏提取装置中,往平底烧瓶中加入约 100mL 正己烷,于水浴锅中加热回流萃取 6h,每个萃取循环大约 10min,回流完成后萃取液转移至旋转蒸发仪烧瓶中,并用正己烷多次洗涤后合并于旋转蒸发仪圆底烧瓶中,旋转蒸发浓缩至约 10mL 转移至 50mL 容量瓶中,并用正己烷少量多次洗涤烧瓶合并于容量瓶中,冷却至室温后再用正己烷定容至 50mL,摇匀,备用。

1.2 多溴二苯醚和多溴联苯萃取

1.2.1 索氏萃取装置的预萃取

为了清洗索氏萃取装置,使用约 70mL 的甲苯进行 2h 的预萃取,然后将洗涤溶剂倒掉。

1.2.2 样品萃取

电线外壳样品经液氮冷冻粉碎机粉碎后,准确称取 0.5g 样品用定量滤纸包好,然后放入索氏提取装置中,往平底烧瓶中加入约 65mL 甲苯,置于电加热套中加热回流萃取约 5h,每个萃取循环大约 6min,回流完成后将萃取液转移至 100mL 棕色容量瓶中,并用甲苯少量多次洗涤平底烧瓶合并于容量瓶中,冷却至室温后用甲苯定容至 100mL,摇匀,备用。实验过程中注意避光!

2 仪器条件

2.1 4 种邻苯二甲酸酯分析条件

DB-5MS (15m×0.25mm×0.1μm) 石英毛细管柱,恒流模式,柱流量: 1.5mL/min,不分流进样,进样量: 1μL,进样口: 250℃,接口: 280℃,柱温: 60℃保持 1min,以 20℃/min 速率升至 280℃保持 4min。EI 源,源温: 230℃,电子能量: 70eV,全扫描定性,选择离子扫描定量;溶剂峰时间: 5.5min。

2.2 多溴二苯醚和多溴联苯分析条件

DB-5MS (15m×0.25mm×0.1μm) 石英毛细管柱, 恒流模式, 柱流量: 1.5mL/min, 不分流进样, 进样量: 1μL, 进样口: 300℃, 接口: 310℃, 柱温: 80℃保持 1min, 以 20℃/min 速率升至 340℃保持 4min。EI 源, 离子源温度: 230℃, 电子能量: 70eV, 溶剂峰时间: 2min, 扫描质量数范围: 210~980u。

表 4 多溴二苯醚化合物相关信息

序号	中文名称	保留时间 min	CAS 号	分子式
1	4-溴二苯醚	4.96	101-55-3	C ₁₂ H ₉ BrO
2	4,4'-二溴二苯醚	6.56	2050-47-7	C ₁₂ H ₈ Br ₂ O
3	2',3,4-三溴二苯醚	7.68	147217-78-5	C ₁₂ H ₇ Br ₃ O
	2,4,4'-三溴二苯醚		41318-75-6	
4	2,2',4,4'-四溴二苯醚	8.76	5436-43-1	C ₁₂ H ₆ Br ₄ O
5	2,2',4,4',5-五溴二苯醚	9.54	60348-60-9	C ₁₂ H ₅ Br ₅ O
6	2,2',4,4',6-五溴二苯醚	9.80	189084-64-8	C ₁₂ H ₅ Br ₅ O
7	2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚	10.40	68631-49-2	C ₁₂ H ₄ Br ₆ O
8	2,2',4,4',5,6'-六溴二苯醚	10.74	207122-15-4	C ₁₂ H ₄ Br ₆ O
9	2,2',3,4,4',5',6-七溴二苯醚	11.61	207122-16-5	C ₁₂ H ₃ Br ₇ O
10	2,2',3,4,4',5,5',6-八溴二苯醚	12.76	337513-72-1	C ₁₂ H ₂ Br ₈ O
11	2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴二苯醚	13.96	63387-28-0	C ₁₂ HBr ₉ O
12	2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十溴二苯醚	15.08	1163-19-5	C ₁₂ Br ₁₀ O

表 5 邻苯二甲酸酯类化合物定量和定性选择离子表

序号	中文名称	保留时间	英文简称	特征离子	CAS 号
1	邻苯二甲酸二异丁酯	6.92	DIBP	149,167,205,223	84-69-5
2	邻苯二甲酸二丁酯	7.40	DBP	149,205,223	84-74-2
3	邻苯二甲酸丁基苄酯	9.11	BBP	91,149,206	85-68-7
4	邻苯二甲酸二(2-乙基)己酯	9.93	DEHP	149,167,279	117-81-7

3 样品谱图

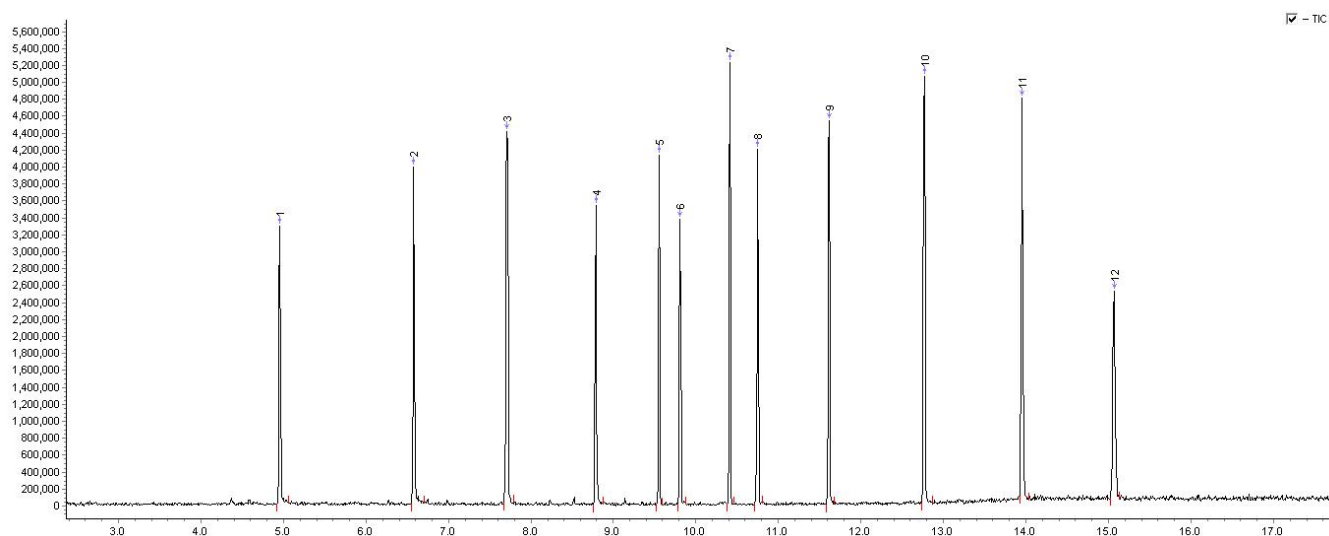


图 1 多溴二苯醚标样色谱图

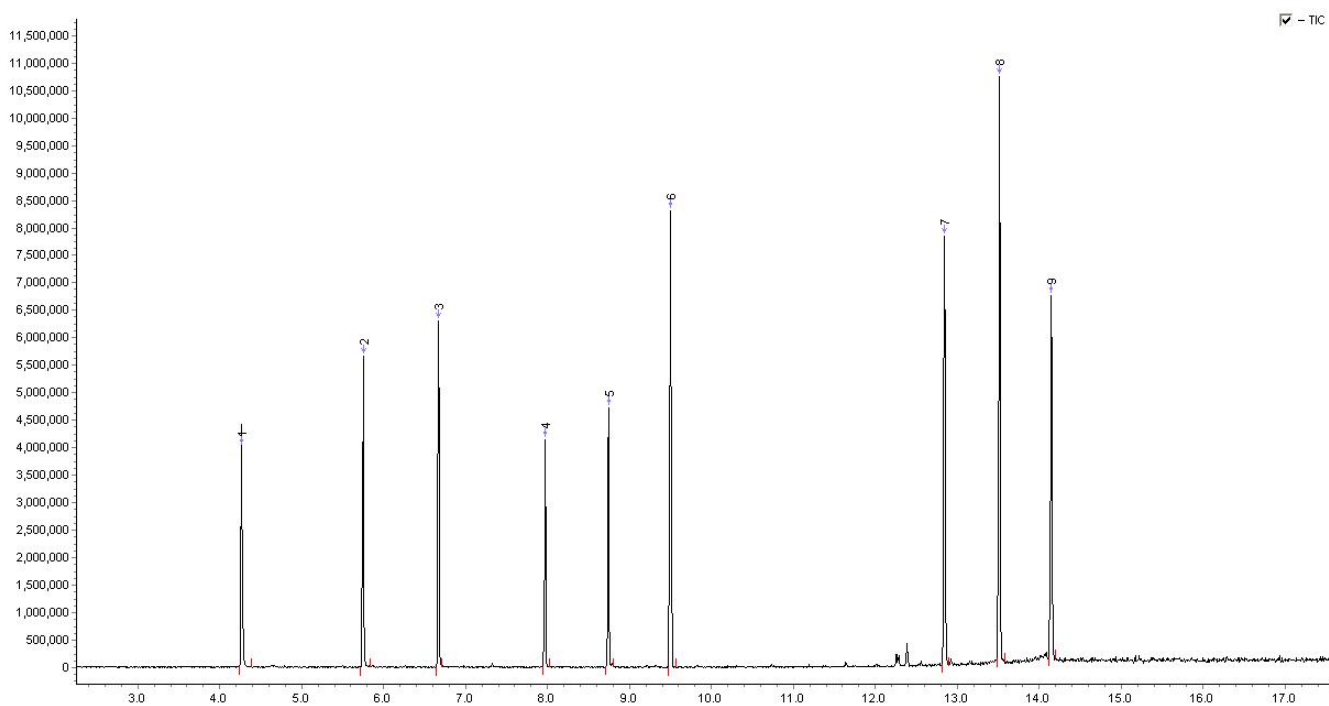


图 2 多溴联苯标样色谱图

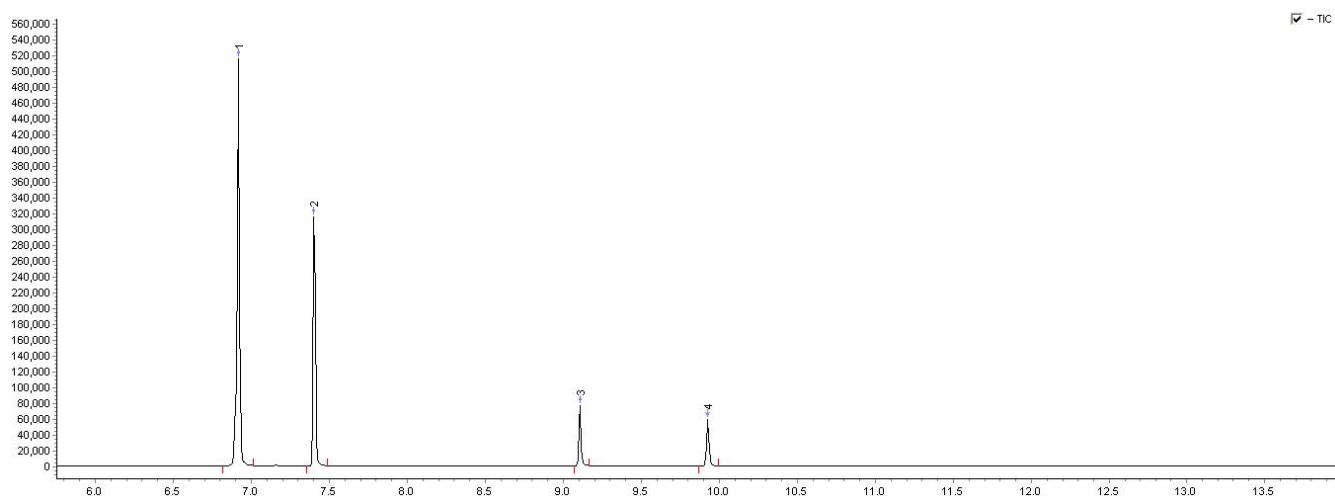


图3 4种邻苯二甲酸酯标样色谱图

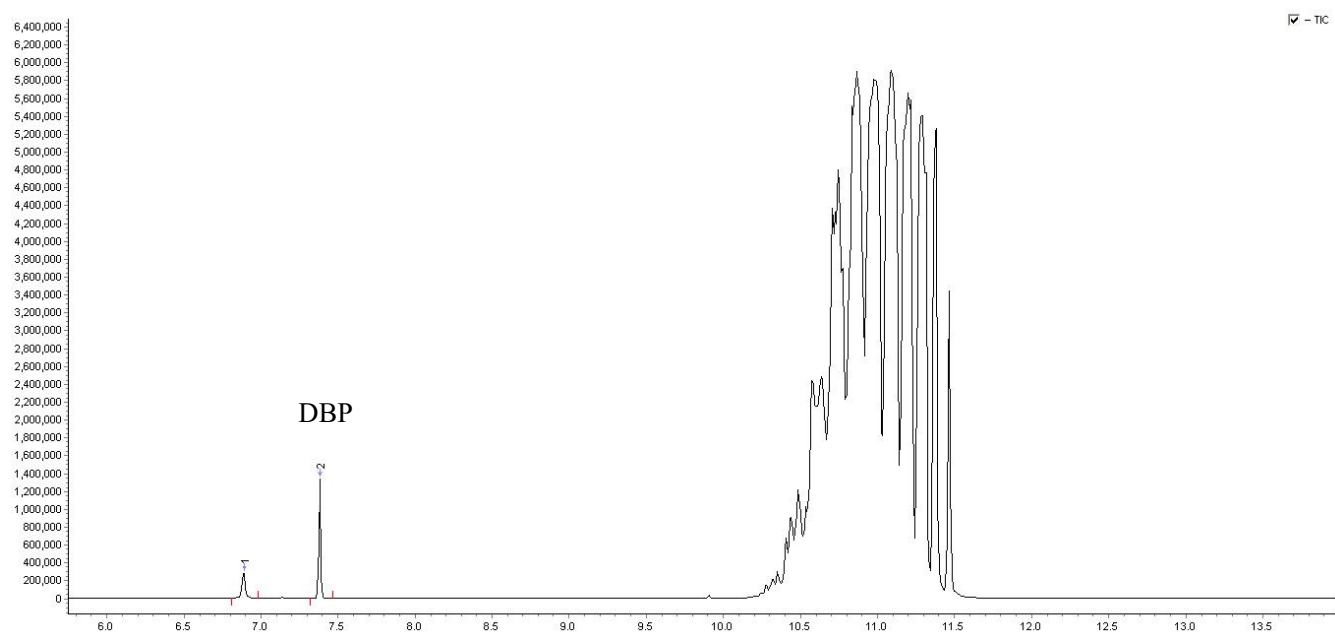


图3 电线外壳样品色谱图(4P)

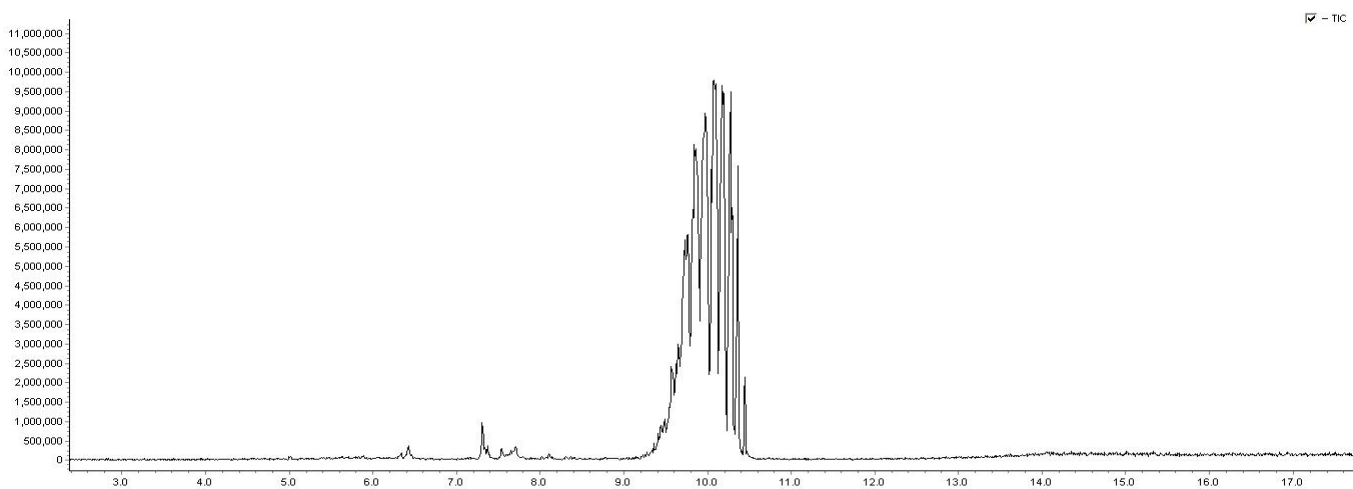


图4 电线外壳样品色谱图(多溴二苯醚和多溴联苯)