分　析　报　告

委托单位： 深圳市 xxxx 有限公司

样品名称： 塑料颗粒

另附文档： （0）份

报告日期： 2018.8.13

深圳市仲达科技有限公司

塑料颗粒中多溴联苯和多溴联苯醚的测定

一、项目信息

项目名称：塑料颗粒样品中多溴联苯和多溴联苯醚的测定　　项目来源：市场部

实 验 员：王成娟　　开始日期：2018.8.6

审 核 人：赵庆军　　完成日期：2018.8.13

二、样品信息

样品名称：塑料颗粒　　样品状态：固体颗粒

送样单位：深圳市 xxx 有限公司

三、分析结果

表 1　样品中多溴联苯醚的测试结果

序号	中文名称	英文简称	保留时间 min	样品含量 mg/kg
1	4-溴联苯醚	BDE-003	4.95	ND
2	4,4’-二溴联苯醚	BDE-015	6.57	ND
3	2’,3,4-三溴联苯醚	BDE-033	7.70	ND
4	2,4,4’-三溴联苯醚	BDE-028	7.70	ND
5	2,2’4,4’-四溴联苯醚	BDE-047	8.77	ND
6	2,2’,4,4’,5-五溴联苯醚	BDE-099	9.55	ND
7	2,2’,4,4’,6-五溴联苯醚	BDE-100	9.80	ND
8	2,2’,4,4’,5,5’-六溴联苯醚	BDE-153	10.40	ND
9	2,2’,4,4’,5,6’-六溴联苯醚	BDE-154	10.74	ND
10	2,2’,3,4,4’,5’,6-七溴联苯醚	BDE-183	11.61	ND
11	2,2’,3,4,4’,5,5’,6-八溴联苯醚	BDE-203	12.76	ND
12	2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6-九溴联苯醚	BDE-206	13.95	ND
13	2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6,6’-十溴联苯醚	BDE-209	15.08	256

注：以上结果仅代表送达样品按照此前处理方法下测定的结果；ND 表示未检出

表 2　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	$C_{12}H_9Br$	4.27	ND
2	2,5-二溴联苯	$C_{12}H_8Br_2$	5.75	ND
3	2,4,6-三溴联苯	$C_{12}H_7Br_3$	6.67	ND
4	2,2',5,5'-四溴联苯	$C_{12}H_6Br_4$	7.98	ND
5	2,2',4,5',6-五溴联苯	$C_{12}H_5Br_5$	8.75	ND
6	2,2',4,4',6,6'-六溴联苯	$C_{12}H_4Br_6$	9.50	ND
7	八溴联苯	$C_{12}H_2Br_8$	12.85	ND
8	九溴联苯	$C_{12}H_2Br_9$	13.52	ND
9	十溴联苯	$C_{12}Br_{10}$	14.16	ND

注：以上结果仅代表送达样品按照此前处理方法下测定的结果；ND 表示未检出

实验部分

一、 样品处理

准确称取 0.1g 样品(精确至 0.1mg)于 10mL 具塞玻璃试管中，置于涡旋混合器上涡旋混合 2min，再放入超声波仪中超声萃取 40min，超声过程中每隔 10min 涡旋混合一次，再继续超声提取，静置 10min，取部分上层溶液经 0.45μm 有机相过滤头过滤至小样品瓶中，待上机检测。

二、仪器条件

2.1 气相色谱仪条件

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：320℃，吹扫流量：2mL/min, 柱温：80℃保持 1min, 以 20℃/min 速率升至 340℃保持 5min。

2.2 质谱仪条件

EI 源，离子源温度：230℃，电子能量：70eV，；接口温度：320℃，电子倍增器高压：1350V, 溶剂延迟: 2min，扫描质量数范围：210～970u 。

表 3　多溴联苯醚化合物相关信息

序号	中文名称	CAS 号	分子式	保留时间 min	特征离子
1	4-溴联苯醚	101-55-3	$C_{12}H_9BrO$	4.95	248, 250
2	4,4’-二溴联苯醚	2050-47-7	$C_{12}H_8Br_2O$	6.57	328, 326,330
3	2’,3,4-三溴联苯醚	147217-78-5	$C_{12}H_7Br_3O$	7.70	246,248,406,408
	2,4,4’-三溴联苯醚	41318-75-6			
4	2,2’4,4’-四溴联苯醚	5436-43-1	$C_{12}H_6Br_4O$	8.77	326,486,484,488
5	2,2’,4,4’,5-五溴联苯醚	60348-60-9	$C_{12}H_5Br_5O$	9.55	404,406,564,566
6	2,2’,4,4’,6-五溴联苯醚	189084-64-8	$C_{12}H_5Br_5O$	9.80	404,406,564,566
7	2,2’,4,4’,5,5’-六溴联苯醚	68631-49-2	$C_{12}H_4Br_6O$	10.40	484,644,642,646
8	2,2’,4,4’,5,6’-六溴联苯醚	207122-15-4	$C_{12}H_4Br_6O$	10.74	484,644,642,646
9	2,2’,3,4,4’,5’,6-七溴联苯醚	207122-16-5	$C_{12}H_3Br_7O$	11.61	562,564,722,724
10	2,2’,3,4,4’,5,5’,6-八溴联苯醚	337513-72-1	$C_{12}H_2Br_8O$	12.76	642,640,802,800
11	2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6-九溴联苯醚	63387-28-0	$C_{12}HBr_9O$	13.95	720,722,880,882
12	2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6,6’-十溴联苯醚	1163-19-5	$C_{12}Br_{10}O$	15.08	800,960,962,958

表 4　多溴联苯化合物相关信息

序号	中文名称	分子式	保留时间 min	特征离子
1	2-溴联苯	$C_{12}H_9Br$	4.27	232, 234
2	2,5-二溴联苯	$C_{12}H_8Br_2$	5.75	312,310,314
3	2,4,6-三溴联苯	$C_{12}H_7Br_3$	6.67	230,232,390,392
4	2,2’,5,5’-四溴联苯	$C_{12}H_6Br_4$	7.98	310,389,470,391
5	2,2’,4,5’,6-五溴联苯	$C_{12}H_5Br_5$	8.75	388,390,469,228
6	2,2’,4,4’,6,6’-六溴联苯	$C_{12}H_4Br_6$	9.50	627,625,468,547
7	八溴联苯	$C_{12}H_2Br_8$	12.85	784,782,704,706
8	九溴联苯	$C_{12}H_2Br_9$	13.52	862,864,782,784
9	十溴联苯	$C_{12}Br_{10}$	14.16	941,943,862,783

三、标样谱图

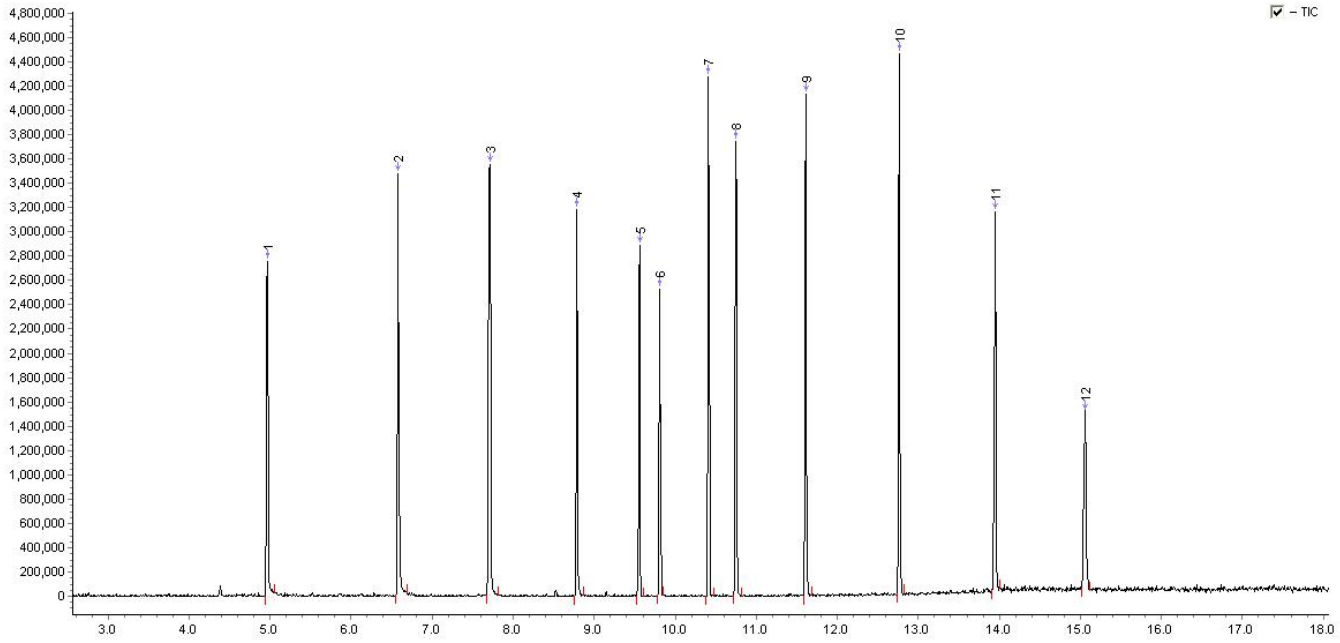


图 1　多溴联苯醚标样色谱图

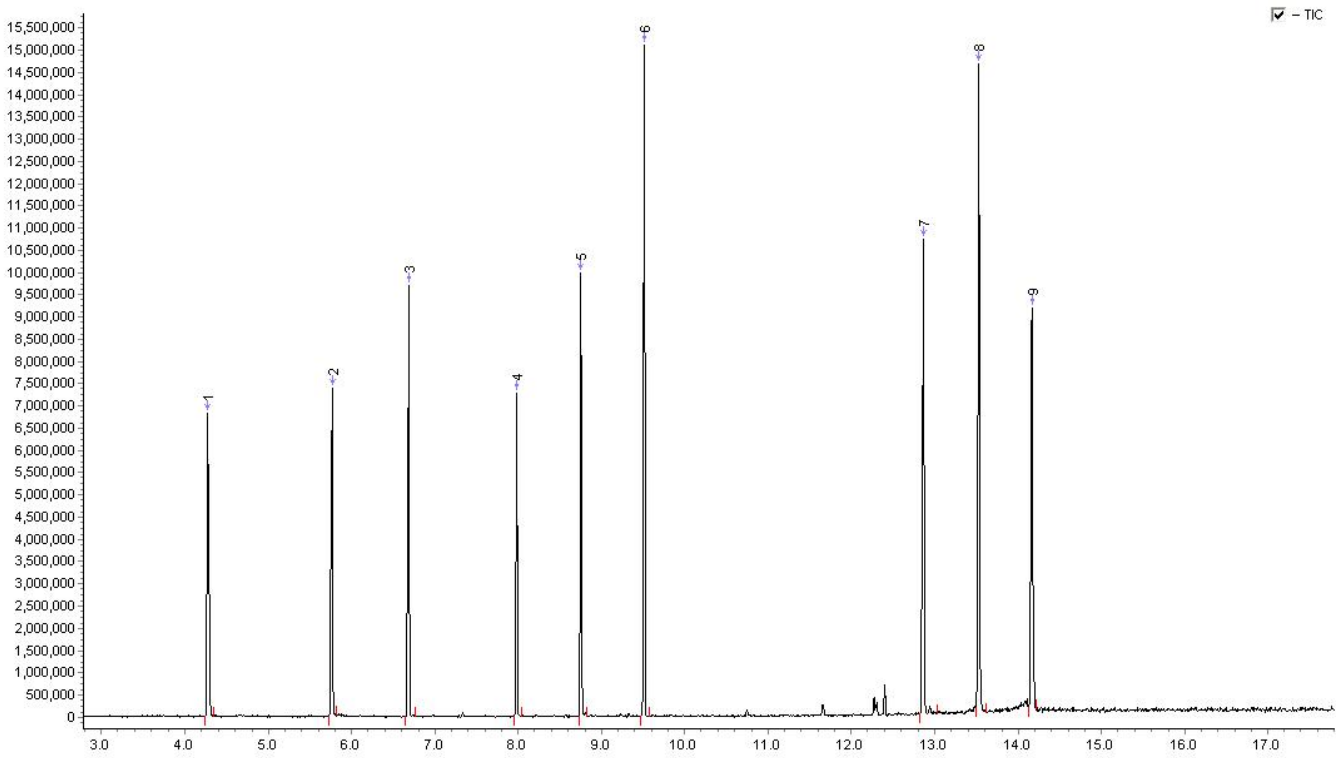


图 2 多溴联苯标样色谱图

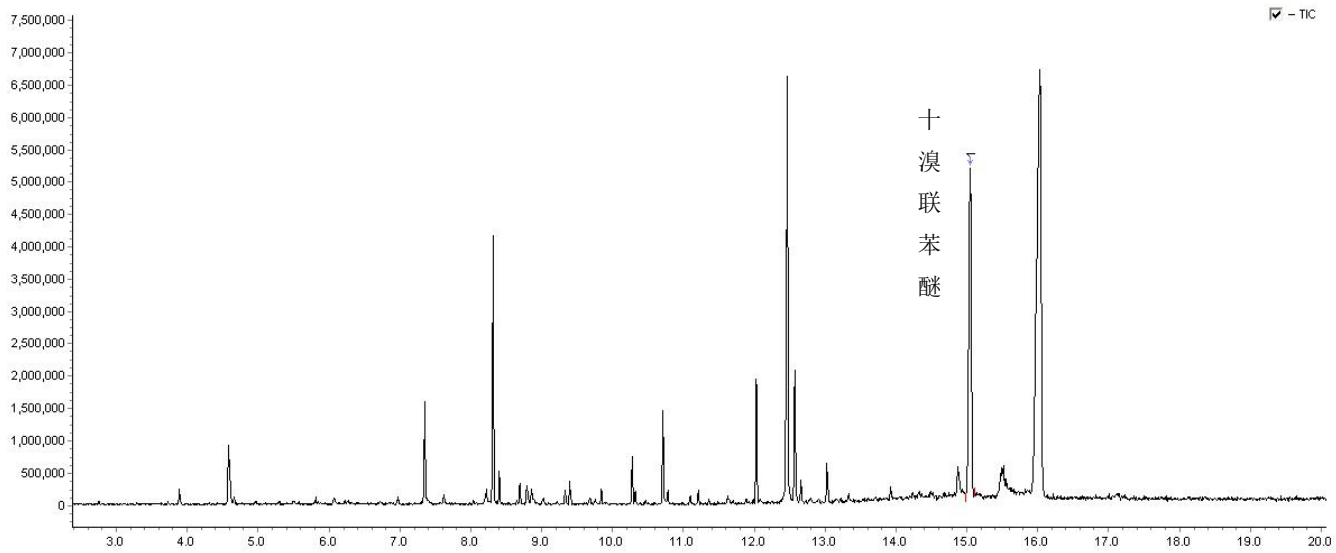


图 3　塑料颗粒样品色谱图

四、标准曲线

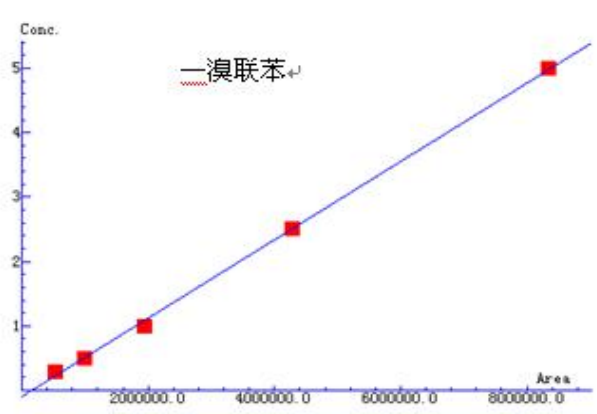
分别准确移取一定量的多溴联苯醚或多溴联苯的标准储备溶液于容量瓶中，用合适的溶剂分别稀释成合适浓度的标准系列溶液，取 1μL 进 GC-MS 测定，以组分相应的峰面积为横坐标，浓度为纵坐标绘制标准曲线。多溴联苯醚浓度系列为 0.3、0.5、1、2、3、5 μg/mL；多溴联苯浓度系列为 0.3、0.5、1、2.5、5 μg/mL。

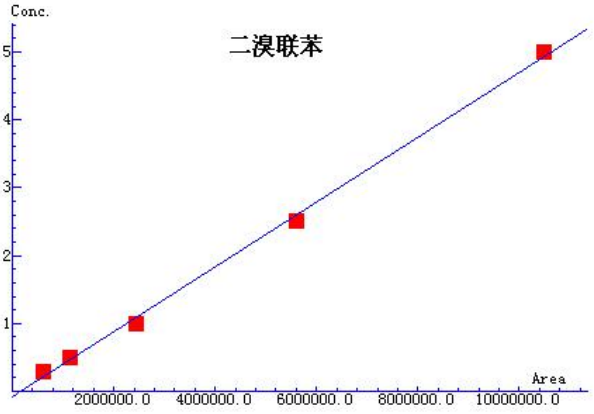
表 5 多溴联苯醚线性方程和线性相关系数

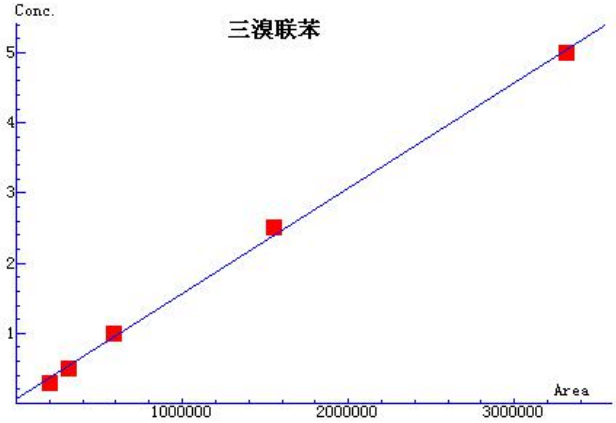
序号	中文名称	保留时间 min	线性方程	线性相关系数
1	4-溴联苯醚	4.95	y=0.000001*x+0.039876	0.9990
2	4,4’-二溴联苯醚	6.57	y=0.000001*x+0.080829	0.9982
3	2’,3,4-三溴联苯醚 2,4,4’-三溴联苯醚	7.70	y=0.000001*x+0.120681	0.9983
4	2,2’4,4’-四溴联苯醚	8.77	y=0.000002*x+0.030957	0.9956
5	2,2’,4,4’,5-五溴联苯醚	9.55	y=0.000002*x-0.194663	0.9992
6	2,2’,4,4’,6-五溴联苯醚	9.80	y=0.000002*x-0.176883	0.9992
7	2,2’,4,4’,5,5’-六溴联苯醚	10.40	y=0.000001*x-0.165341	0.9958
8	2,2’,4,4’,5,6’-六溴联苯醚	10.74	y=0.000001*x-0.097566	0.9989
9	2,2’,3,4,4’,5’,6-七溴联苯醚	11.61	y=0.000001*x-0.070768	0.9993
10	2,2’,3,4,4’,5,5’,6-八溴联苯醚	12.76	y=0.000001*x+0.060738	0.9982
11	2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6-九溴联苯醚	13.95	y=0.0000*x+0.25306	0.9983
12	2,2’,3,3’,4,4’,5,5’,6,6’-十溴联苯醚	15.08	y=0.000001*x+0.415394	0.9960

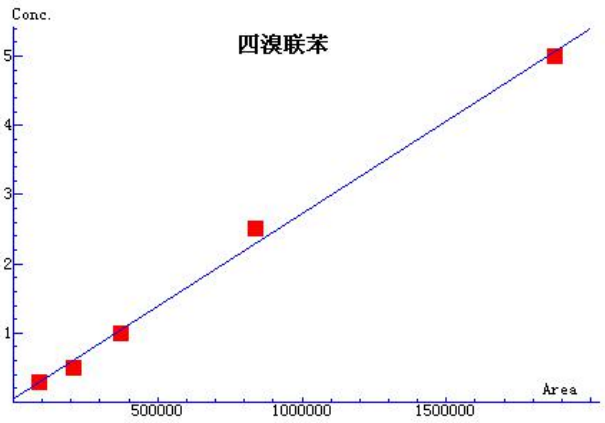
表 6 多溴联苯线性方程和线性相关系数

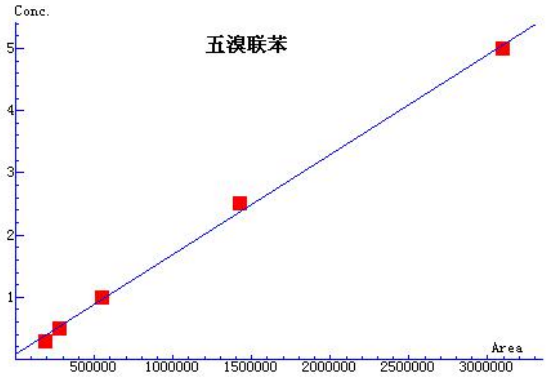
序号	中文名称	保留时间 min	线性方程	线性相关系数
1	2-溴联苯	4.27	y=0.000001*x-0.095968	0.9996
2	2,5-二溴联苯	5.75	y=0.0000*x-0.076088	0.9990
3	2,4,6-三溴联苯	6.67	y=0.000002*x+0.064758	0.9993
4	2,2’,5,5’-四溴联苯	7.98	y=0.000003*x+0.050567	0.9980
5	2,2’,4,5’,6-五溴联苯	8.75	y=0.000002*x+0.082875	0.9990
6	2,2’,4,4’,6,6’-六溴联苯	9.50	y=0.000002*x-0.005167	0.9984
7	八溴联苯	12.85	y=0.000001*x+0.294588	0.9991
8	九溴联苯	13.52	y=0.000001*x+0.423745	0.9977
9	十溴联苯	14.16	y=0.000002*x+0.541717	0.9990

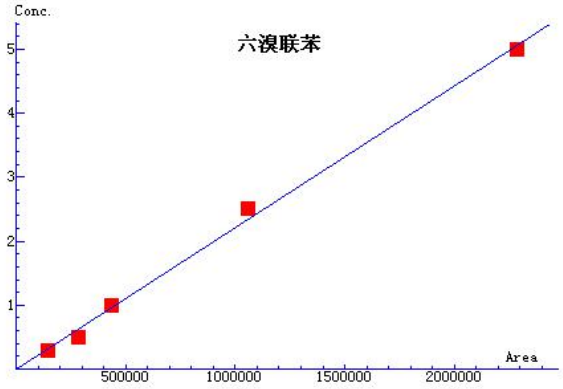


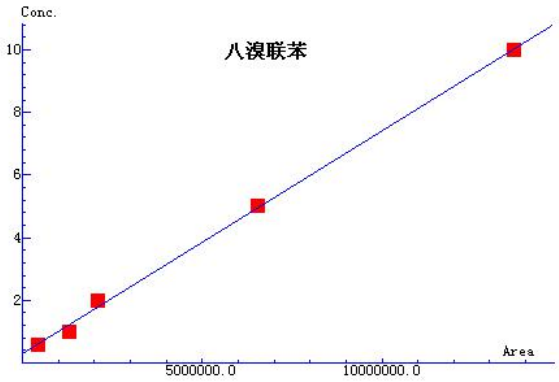


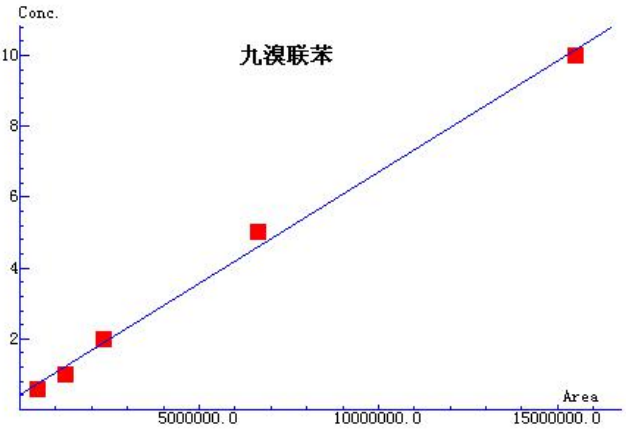


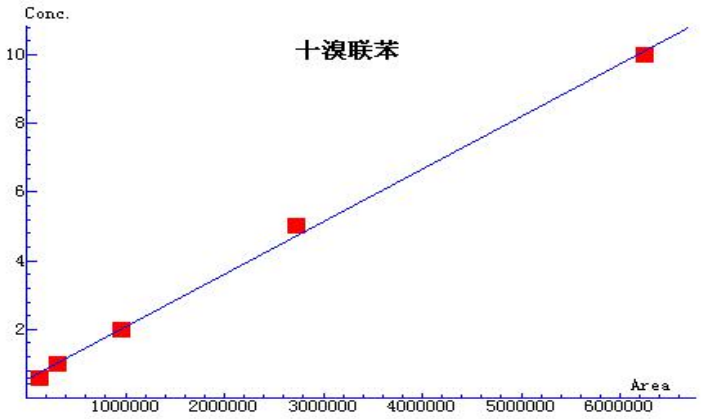


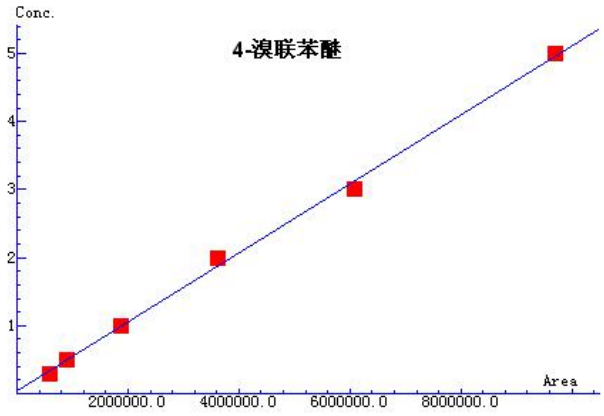

五溴联苯
Conc.
Area
500000
1000000
1500000
2000000
2500000
3000000

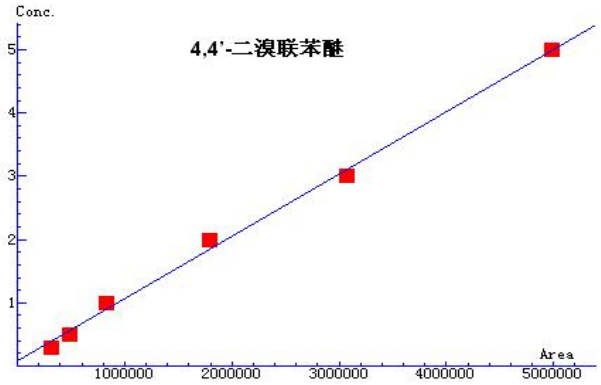

六溴联苯
Conc.
Area
500000
1000000
1500000
2000000

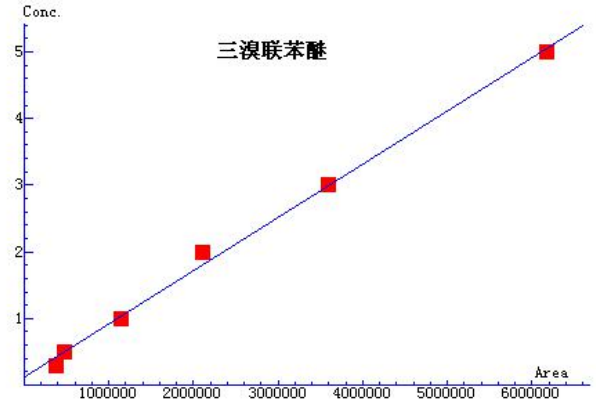

八溴联苯
Conc.
Area
5000000.0
10000000.0

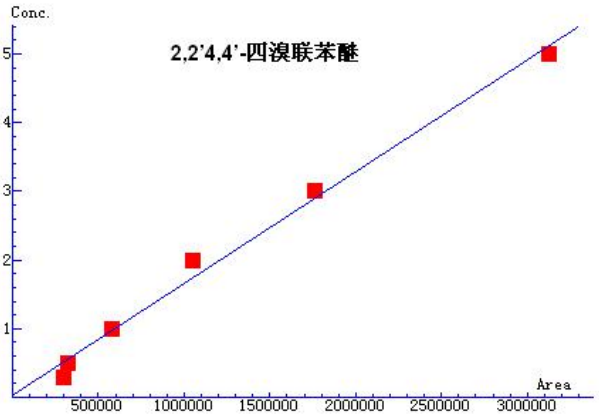

九溴联苯
Conc.
Area
5000000.0
10000000.0
15000000.0

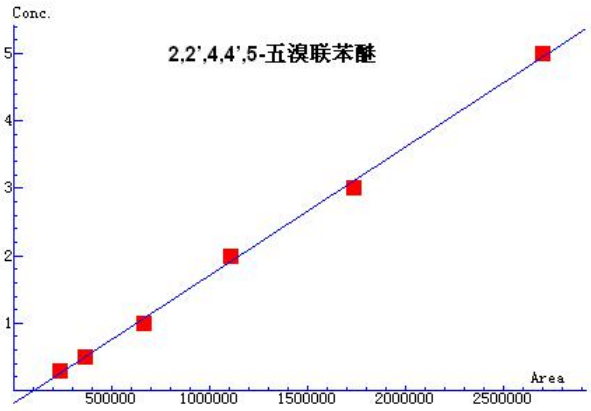

十溴联苯
Conc.
Area
1000000
2000000
3000000
4000000
5000000
6000000

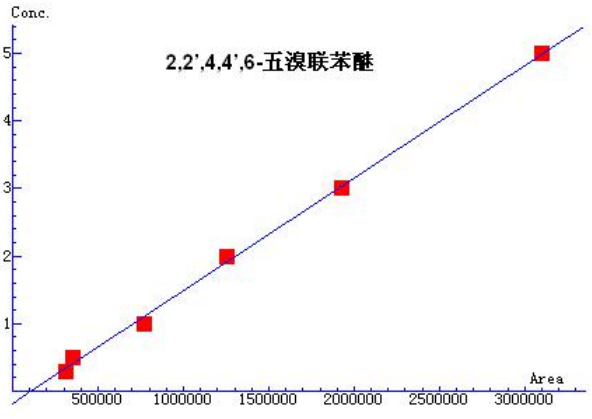

Conc.
4-溴联苯醚
Area
2000000.0
4000000.0
6000000.0
8000000.0

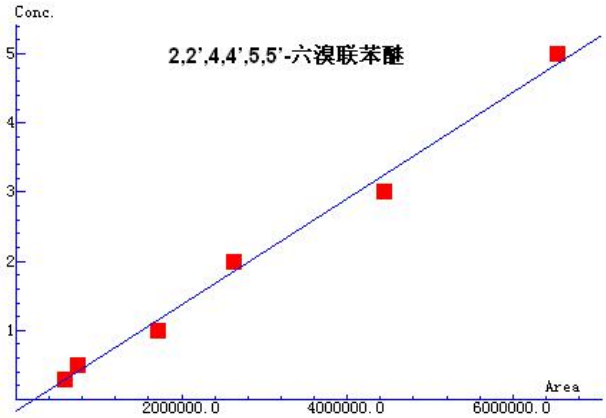

Conc.
4,4'-二溴联苯醚
Area
1000000
2000000
3000000
4000000
5000000

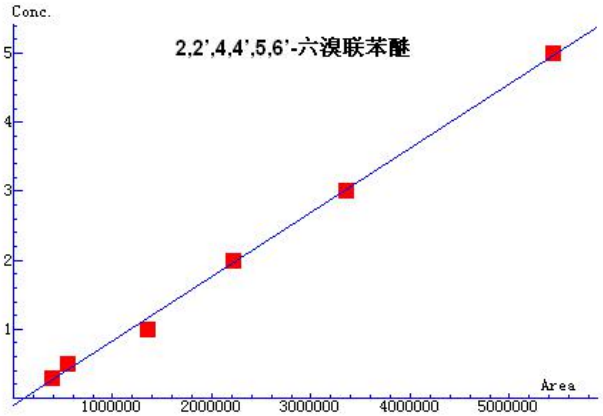

Conc.
三溴联苯醚
Area
1000000
2000000
3000000
4000000
5000000
6000000

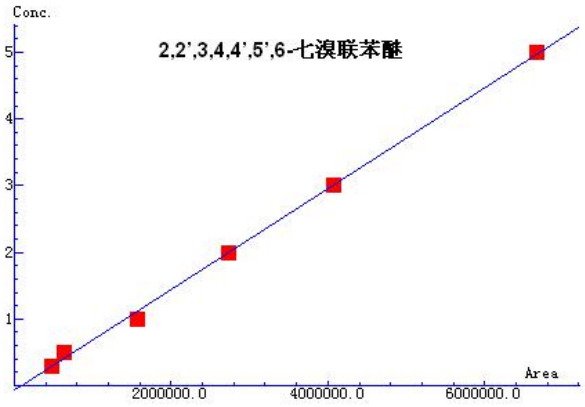

Conc.
2,2'4,4'-四溴联苯醚
Area
500000
1000000
1500000
2000000
2500000
3000000

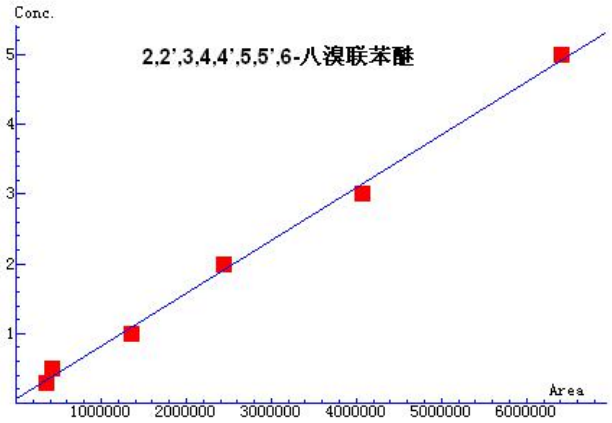

Conc.
2,2',4,4',5-五溴联苯醚
Area
500000
1000000
1500000
2000000
2500000

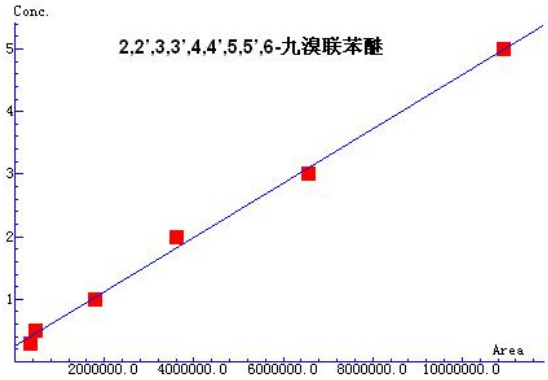

Conc.
2,2',4,4',6-五溴联苯醚
Area
500000
1000000
1500000
2000000
2500000
3000000

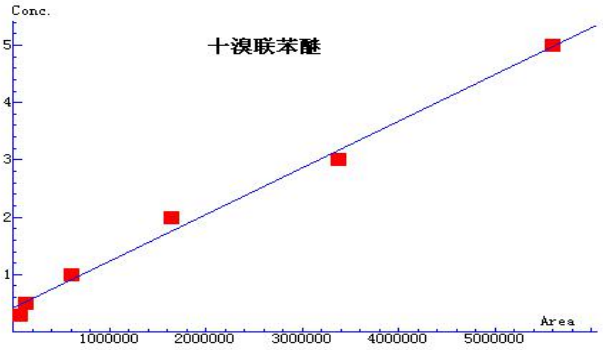

Conc.
2,2',4,4',5,5'-六溴联苯醚
Area
2000000.0
4000000.0
6000000.0


Conc.
2,2',4,4',5,6'-六溴联苯醚
Area
1000000
2000000
3000000
4000000
5000000


Conc.
2,2',3,4,4',5',6-七溴联苯醚
Area
2000000.0
4000000.0
6000000.0


Conc.
2,2',3,4,4',5,5',6-八溴联苯醚
Area
1000000
2000000
3000000
4000000
5000000
6000000


Conc.
2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴联苯醚
Area
2000000.0
4000000.0
6000000.0
8000000.0
10000000.0


Conc.
十溴联苯醚
Area
1000000
2000000
3000000
4000000
5000000