



中华人民共和国国家标准

GB/T 29784.2—2013

电子电气产品中多环芳烃的测定 第2部分：气相色谱-质谱法

Determination of polycyclic aromatic hydrocarbons in electrical and electronic products—Part 2: Gas chromatographic method with mass spectrometric detection

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

GB/T 29784《电子电气产品中多环芳烃的测定》分为四个部分：

- 第1部分：高效液相色谱法；
- 第2部分：气相色谱-质谱法；
- 第3部分：液相色谱-质谱法；
- 第4部分：气相色谱法。

本部分为 GB/T 29784 的第2部分。

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。

本部分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。

本部分起草单位：中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、江苏省检验检疫科学技术研究院、深圳市计量质量检测研究院、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中国电子技术标准化研究院。

本部分主要起草人：何重辉、曹丽华、陈建国、洪颖、王金陵、徐晓萍、刘志红、幸苑娜、殷居易、高坚、武海云、王亚春、张赛男。

电子电气产品中多环芳烃的测定

第2部分:气相色谱-质谱法

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

1 范围

GB/T 29784 的本部分规定了电子电气产品聚合物材料中多环芳烃的气相色谱-质谱测定方法。本部分适用于电子电气产品聚合物材料中多环芳烃的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件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 电子电气产品中有害物质检测 样品拆分通用要求

GB/T 29784.1—2013 电子电气产品中多环芳烃的测定 第1部分:高效液相色谱法

3 术语和定义

GB/T 29784.1—2013 界定的术语和定义适用于本文件。

4 方法提要

将分析试样破碎后,经超声萃取,必要时再经固相萃取柱净化后,浓缩、定容,用气相色谱-质谱法(GC-MS)测定,外标法定量。

5 试剂和材料

除非另有规定,仅使用分析纯试剂。

5.1 液氮:工业级。

5.2 甲苯:色谱纯。

5.3 正己烷。

5.4 二氯甲烷。

5.5 异丙醇。

5.6 正己烷+二氯甲烷溶液(7+3):将正己烷(5.3)和二氯甲烷(5.4)按体积比7:3配制。

5.7 氮气:纯度 $\geq 99.99\%$ 。

5.8 氦气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.9 多环芳烃标准物质:纯度 $\geq 96\%$ 。

5.10 多环芳烃混合标准溶液:准确称取适量多环芳烃标准物质(5.8),用甲苯(5.2)配制成所需浓度的

标准溶液,也可购买市售的有证混合标准溶液。

5.11 硅胶固相萃取柱:2 g,10 mL 或相当者,使用前用正己烷(5.3)浸润。

5.12 滤膜:有机相针筒过滤膜,0.22 μm 或相当者。

5.13 顶空瓶:容量 40 mL,棕色。

6 仪器和装置

6.1 气相色谱-质谱联用仪:配有电子轰击电离源(EI)。

6.2 超声波清洗器:配有温控器,功率 ≥ 200 W。

6.3 粉碎仪或类似设备。

6.4 分析天平:精度 0.1 mg。

6.5 旋转蒸发仪。

6.6 高速离心机。

6.7 固相萃取装置。

7 样品制备

用于电子电气产品的聚合物材料或根据 GB/Z 20288 的拆分方法所取得的分析样品,应切碎至 2 mm~3 mm 以下的颗粒;对于手工剪切困难的材料,经液氮(5.1)冷冻后用粉碎仪(6.3)破碎成粒径为 2 mm~3 mm 以下的颗粒。

注:选择合适的粉碎仪,防止在粉碎过程中,因温度升高,造成多环芳烃的损失。

8 分析步骤

8.1 萃取

称取约 1 g 粉碎后的试样,精确到 1 mg,置于顶空瓶(5.13)内,加入 20 mL 的甲苯(5.2),密闭,将试样充分浸润后,放入超声波清洗器(6.2)中,在 $60\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的条件下,超声萃取 60 min。待顶空瓶冷却至室温后,将萃取液转移至旋转蒸发仪(6.5)的蒸发瓶中,并用 5 mL 甲苯分二次洗涤顶空瓶,合并上述溶液,经旋转蒸发至约 0.5 mL,加入 1 mL 正己烷(5.3)振荡溶解,再用 2 mL 正己烷分二次洗涤蒸发瓶,若溶液澄清,全部转移至具塞试管中,用氮气(5.7)吹并定容至 1.00 mL,过滤膜(5.12),滤液供 8.3 测定;若溶液不澄清,则全部转移至离心管,加入 0.1 mL 异丙醇(5.5),经高速离心机(6.6)离心后,取上层清液按 8.2 进行净化处理。

8.2 净化

用 6 mL 正己烷(5.3)浸润硅胶固相萃取柱(5.11),待液面下降至硅胶顶部时,将待净化的试样溶液(8.1)上样,控制流速在 1 mL/min 以下;再用 1 mL 正己烷分二次洗涤离心管,用此洗涤液淋洗萃取柱,控制流速在 1 mL/min 以下,弃掉上述过柱液;用 10 mL 正己烷十二氯甲烷溶液(5.6)洗脱,收集洗脱液,用氮气(5.7)吹并定容至 1.00 mL,过滤膜(5.12),滤液供 8.3 测定。

8.3 测定

8.3.1 气相色谱-质谱参考分析条件

使用的仪器不同,最佳分析条件也可能不同,因此不可能给出气相色谱分析的通用参数。设定的参

数应保证被测组分得到有效的分离和测定。下列给出的参数已被证明是可行的：

- a) 色谱柱:30 m(柱长)×0.25 mm(内径)×0.25 μm(膜厚),DB-5 石英毛细管柱¹⁾或相当者；
- b) 色谱柱升温程序:起始温度 50 ℃,保持 1 min;以 25 ℃/min 升温至 200 ℃;以 8 ℃/min 升温至 315 ℃,保持 5 min;
- c) 进样口温度:280 ℃;
- d) 传输线温度:300 ℃;
- e) 离子源温度:280 ℃;
- f) 载气:氮气(5.8),柱流量 1.0 mL/min;
- g) 电离方式:EI;
- h) 电离能量:70 eV;
- i) 质量扫描范围:40 amu~450 amu;
- j) 测定方式:选择离子监测方式;
- k) 进样方式:脉冲不分流进样,1.0 min 后开阀;
- l) 溶剂延迟:3.5 min;
- m) 进样量:1 μL。

8.3.2 气相色谱-质谱定性及定量分析

取试液(8.1 或 8.2)和多环芳烃混合标准溶液(5.10)按 8.3.1 条件进行分析,根据色谱峰的保留时间并结合多环芳烃的定性离子(参见附录 A)进行定性;以定量离子(参见附录 A)用外标法定量。多环芳烃典型气相色谱-质谱图参见附录 B。

8.3.3 空白试验

随同试样进行空白试验。

9 结果计算

按式(1)计算试样中多环芳烃 i 的含量 X_i ：

$$X_i = \frac{A_i \times c_i \times V}{A_{is} \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- X_i ——多环芳烃 i 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
- A_i ——试液中多环芳烃 i 的峰面积；
- A_{is} ——混合标准溶液中多环芳烃 i 的峰面积；
- c_i ——混合标准溶液中多环芳烃 i 的浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- V ——试液最终的定容体积,单位为毫升(mL)；
- m ——最终试液代表的分析试样量,单位为克(g)。

测定结果以各多环芳烃的含量分别表示,取两次测定的算术平均值,保留两位有效数字。

10 测定低限

本部分 16 种多环芳烃的测定低限为 0.1 mg/kg。

1) DB-5 石英毛细管柱是由安捷伦公司提供的产品商品名。给出这一信息是为了方便本部分的使用者,并不表示对该产品的认可。如果其他等效产品具有相同的效果,则可使用这些等效产品。

11 回收率和精密度

11.1 回收率

16种多环芳烃在0.4 mg/kg、1.0 mg/kg和5.0 mg/kg三个水平进行标准添加回收试验,其回收率为64.8%~95.6%。

11.2 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相互独立进行的测试获得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15%。

附 录 A
(资料性附录)

16 种多环芳烃的分子式、相对分子质量和特征碎片离子

16 种多环芳烃的分子式、相对分子质量和特征碎片离子参见表 A.1。

表 A.1 16 种多环芳烃的分子式、相对分子质量和特征碎片离子

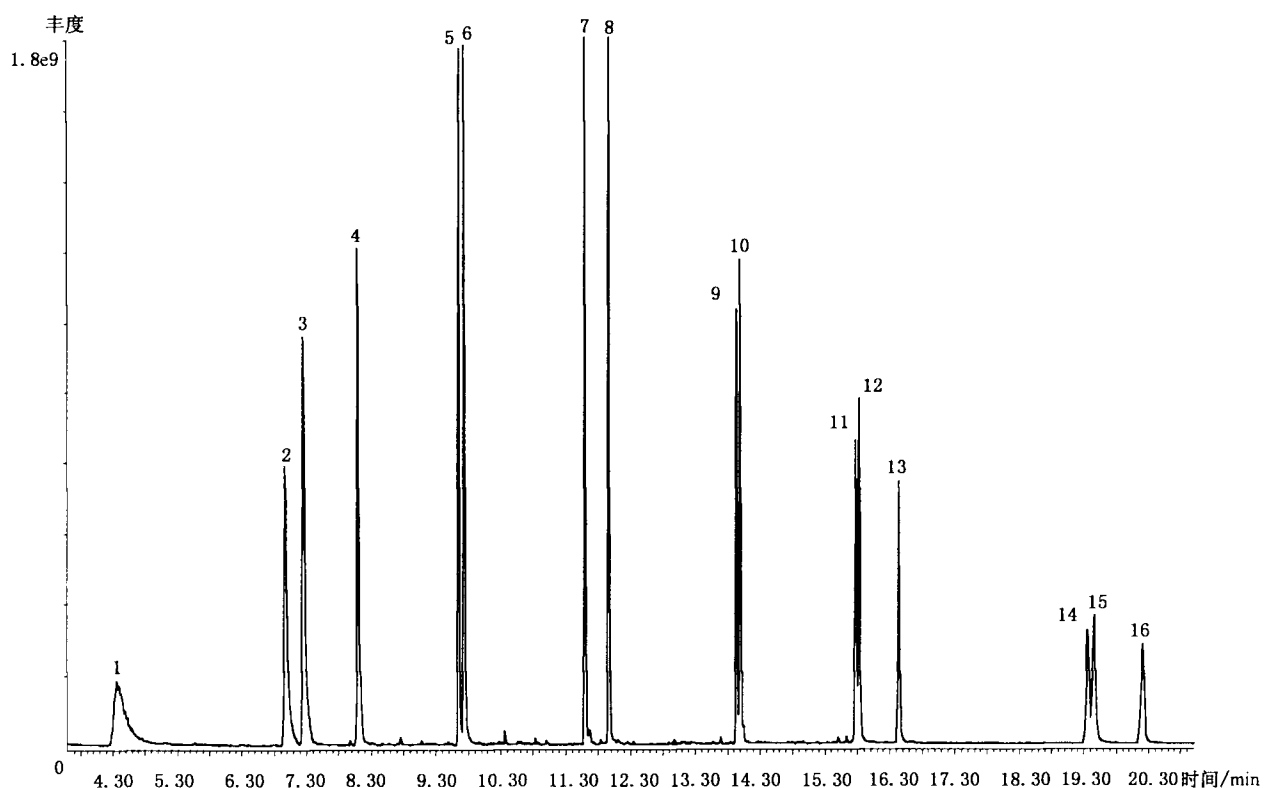
序号	化学名称	分子式	相对分子质量	特征碎片离子/amu	
				定性	定量
1	萘	C ₁₀ H ₈	128	128,129,127	128
2	蒽烯	C ₁₂ H ₈	152	152,151,153	152
3	蒽	C ₁₂ H ₁₀	154	154,153,152	153
4	芴	C ₁₃ H ₁₀	166	166,165,167	166
5	菲	C ₁₄ H ₁₀	178	178,179,176	178
6	蒽	C ₁₄ H ₁₀	178	178,176,179	178
7	荧蒽	C ₁₆ H ₁₀	202	202,101,203	202
8	芘	C ₁₆ H ₁₀	202	202,101,203	202
9	苯并[a]蒽	C ₁₈ H ₁₂	228	228,229,226	228
10	蒽	C ₁₈ H ₁₂	228	228,226,229	228
11	苯并[b]荧蒽	C ₂₀ H ₁₂	252	252,253,126	252
12	苯并[k]荧蒽	C ₂₀ H ₁₂	252	252,253,126	252
13	苯并[a]芘	C ₂₀ H ₁₂	252	252,253,126	252
14	茚并[1,2,3-cd]芘	C ₂₂ H ₁₂	276	276,138,227	276
15	二苯并[a,h]蒽	C ₂₂ H ₁₄	278	278,139,279	278
16	苯并[g,h,i]芘(二萘嵌苯)	C ₂₂ H ₁₂	276	276,138,277	276

附录 B

(资料性附录)

16 种多环芳烃典型气相色谱-质谱总离子色谱图

16 种多环芳烃典型气相色谱-质谱总离子色谱图参见图 B.1。



说明:

- | | | | |
|-------|-----------------|----------------------|-------------------------|
| 1——萘 | Naphthalene; | 9——苯并[a]蒽 | Benzo[a]anthracene; |
| 2——茛烯 | Acenaphthylene; | 10——蒽 | Chrysene; |
| 3——茛 | Acenaphthene; | 11——苯并[b]荧蒽 | Benzo[b]fluoranthene; |
| 4——芴 | Fluorene; | 12——苯并[k]荧蒽 | Benzo[k]fluoranthene; |
| 5——菲 | Phenanthrene; | 13——苯并[a]芘 | Benzo[a]pyrene; |
| 6——蒽 | Anthracene; | 14——茛苯[1,2,3-cd]芘 | Indeno[1,2,3-cd]pyrene; |
| 7——荧蒽 | Fluoranthene; | 15——二苯并[a,h]蒽 | Dibenzo[a,h]anthracene; |
| 8——芘 | Pyrene; | 16——苯并[g,h,i]芘(二萘嵌苯) | Benzo[g,h,i]perylene. |

图 B.1 16 种多环芳烃典型气相色谱-质谱总离子色谱图

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
电 子 电 气 产 品 中 多 环 芳 烃 的 测 定
第 2 部 分：气 相 色 谱-质 谱 法
GB/T 29784.2—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

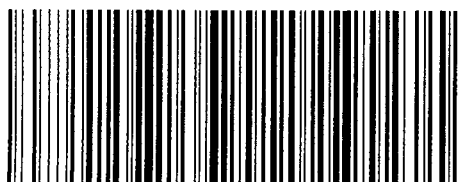
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013年12月第一版 2013年12月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47841 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29784.2-2013