

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3512—2013

电子电气产品中四溴双酚-A-双(2,3-二 溴丙醚)的测定 高效液相色谱法

Determination of tetrabromobisphenol A bis(2,3-dibromopropyl ether) in
electrical and electronic equipment—High performance liquid
chromatography

2013-03-01 发布

2013-09-16 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

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：中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国南京出入境检验检疫局、中华人民共和国广东出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：吴景武、李彬、邹春海、冯均利、任聪、李智儒、陈麒宇、何重辉、李全忠。

电子电气产品中四溴双酚-A-双(2,3-二溴丙醚)的测定 高效液相色谱法

1 范围

本标准规定了电子电气产品中四溴双酚-A-双(2,3-二溴丙醚)的高效液相色谱测定方法。
本标准适用于电子电气产品塑料部件中四溴双酚-A-双(2,3-二溴丙醚)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/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

采用甲苯-甲醇作为提取溶剂,对样品中的四溴双酚-A-双(2,3-二溴丙醚)[Tetrabromobisphenol A bis (2,3-dibromopropyl ether);简称 BDDP]进行微波萃取,提取液经过净化,用高效液相色谱仪进行分析。

4 试剂和材料

除非另有说明,所用试剂均为分析纯。水使用符合 GB/T 6682 的一级水。液相色谱流动相所用溶剂均为色谱纯并经过 0.45 μm 滤膜过滤。

4.1 甲苯:色谱纯。

4.2 甲醇:色谱纯。

4.3 乙腈:色谱纯。

4.4 正己烷:色谱纯。

4.5 甲苯+甲醇(10+1,V/V)。

4.6 BDDP 标准物质,纯度 $\geq 99\%$ 。

4.7 BDDP 标准溶液:准确称取适量的 BDDP 标准品(4.6),用少量甲苯(4.1)溶解后,稀释定容于棕色容量瓶中,该溶液的浓度为 100 mg/L。

4.8 BDDP 标准溶液的配制:移取浓度为 100 mg/L 的 BDDP(4.7)标准溶液适量体积,用甲苯稀释,配置成所需浓度的标准溶液。

5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪,配有二极管阵列检测器。

5.2 密闭微波萃取仪。

5.3 分析天平:感量 0.1 mg。

5.4 粉碎机或类似设备。

5.5 离心机。

5.6 玻璃样品瓶, 1.5 mL。

6 样品制备

将电子电气产品中拆分的样品破碎成小于 $1\text{ cm} \times 1\text{ cm}$ 的小块, 经液氮冷冻后用粉碎机(5.4)破碎成粒径小于 1 mm 的颗粒。

7 分析步骤

7.1 微波萃取

准确称取 $0.5\text{ g} \sim 2\text{ g}$ 粉碎后的样品, 精确到 0.001 g , 放入萃取罐中, 准确移取 20 mL 的甲苯+甲醇(4.5), 密封置于微波萃取仪(5.2)中, 在 5 min 内升温至 $115\text{ }^{\circ}\text{C}$, 保持 15 min 以上, 冷却至室温, 如果萃取液出现混浊且无法用滤膜过滤时, 则准确移取 2 mL 样品萃取液, 按 7.2 进行沉淀净化处理。如萃取液是清澈的, 则直接过 $0.46\text{ }\mu\text{m}$ 的尼龙滤膜, 然后取部分过滤液进行色谱分析。

7.2 沉淀净化

在经 7.1 处理得到的 2 mL 萃取液中准确加入 6 mL 正己烷或甲醇, 溶液中如有沉淀产生, 则离心分离。取出清液后定容到 10 mL , 用 $0.46\text{ }\mu\text{m}$ 的尼龙滤膜过滤后, 进行色谱分析。

7.3 色谱条件

由于测试结果取决于所使用仪器, 因此不可能给出液相色谱的通用参数。设定的参数应保证色谱测定时被测组分与其他组分能够得到有效的分离, 下列给出的参数证明是可行的。

- a) 色谱柱: C_{18} 反相柱 [$150 \times 4.6\text{ mm}$ (内径) $\times 5\text{ }\mu\text{m}$] 或相当者;
- b) 柱温: $30\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- c) 等度洗脱: 乙腈(4.3)+水(95+5, V/V);
- d) 检测波长: 230 nm ;
- e) 进样量: $10\text{ }\mu\text{L}$;
- f) 流速: 0.8 mL/min 。

7.4 测定

标准溶液(4.8)和样液等体积穿插进样, 根据标准溶液的色谱保留时间定性, 根据色谱峰面积用外标法定量。

按上述分析条件(7.3)对标准溶液进行分析, 其典型色谱图参见附录 A。

7.5 空白试验

除不加试样外, 均按上述 7.1~7.4 测定步骤进行。

8 结果计算

按式(1)计算试样中 BDDP 含量:

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

.....(1)

式中：

- X ——试样中 BDDP 含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
- c_i ——样液中 BDDP 的浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- c₀ ——空白样品中 BDDP 的浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL)；
- m ——最终样液所代表的试样量,单位为克(g)。

9 报告

取两次测定结果的平均值,结果保留至小数点后 1 位。

10 方法的线性范围、检测低限和精密度

在本方法所确定的实验条件下,对 BDDP 标准溶液在 0.1 mg/L~50 mg/L 浓度范围内测定,其浓度与响应值有良好的线性关系。方法检测低限为 20 mg/kg。由 6 个实验室对 3 个水平(20 mg/kg、200 mg/kg 和 2 000 mg/kg)的试样进行方法精密度实验,精密度数据参见附录 B。

附 录 A
(资料性附录)

四溴双酚-A-双(2,3-二溴丙醚)标准溶液的液相色谱图

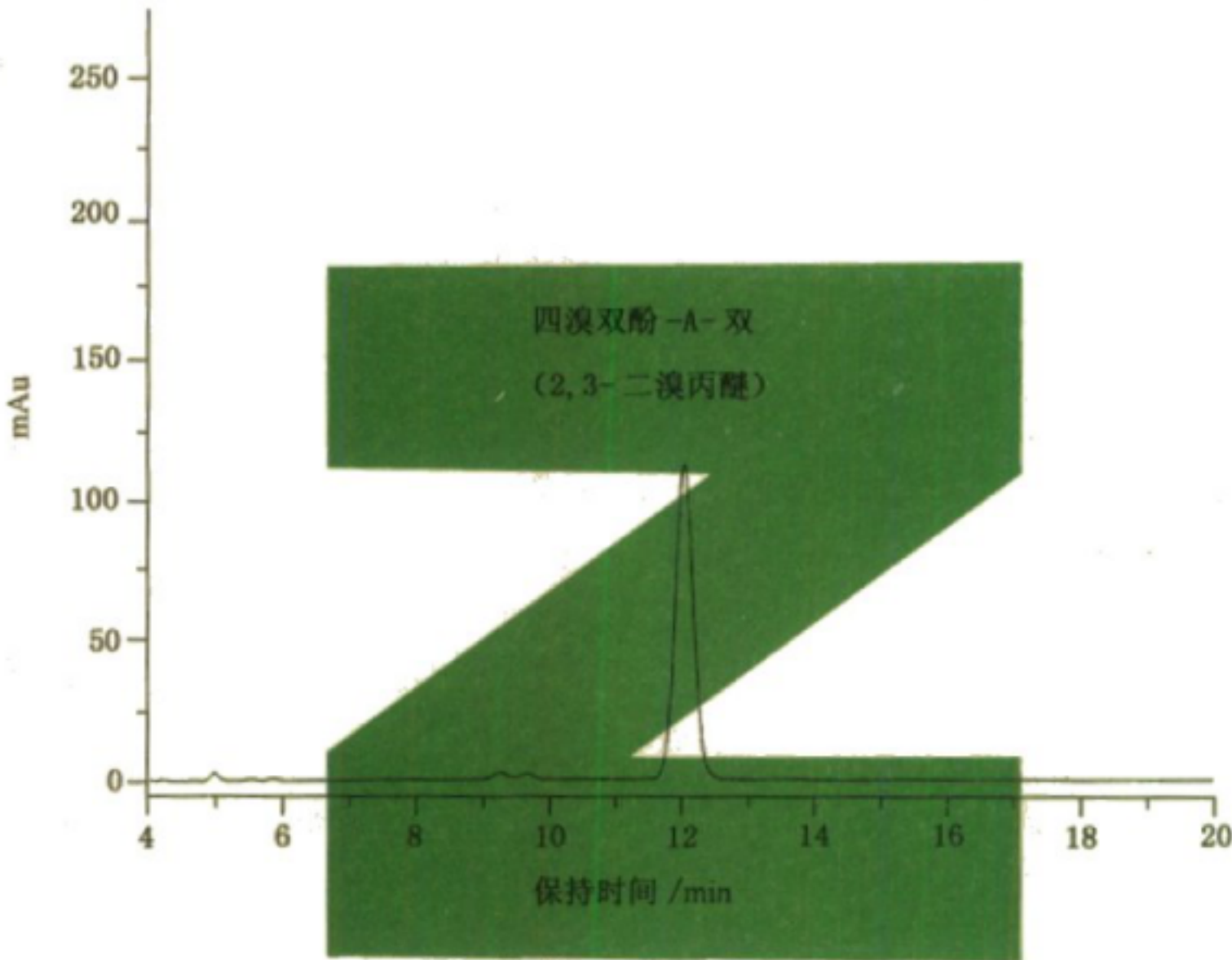


图 A.1 四溴双酚-A-双(2,3-二溴丙醚)标准溶液的液相色谱图

附 录 B
(资料性附录)
方法精密度

表 B.1 方法精密度

化合物名称	水平 mg/kg	<i>m</i> mg/kg	<i>S_r</i>	<i>S_R</i>
四溴双酚-A- 双(2,3-二溴丙醚)	20	18.0	0.78	0.86
	200	193	8.26	12.2
	2 000	1 967	117.4	128.7

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
电子电气产品中四溴双酚-A-双(2,3-二
溴丙醚)的测定 高效液相色谱法

SN/T 3512—2013

*

中国标准出版社出版
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)
总编室:(010)64275323

网址 www.spc.net.cn

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
2013年8月第一版 2013年8月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066·2-25783 定价 16.00 元



SN/T 3512-2013