

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4565—2016

电子电气产品 聚合物材料中三 (2-氯乙基)磷酸酯的测定 裂解-气相色谱-质谱定性筛选法

Screening method of tris(2-chloroethyl) phosphate in polymer
materials for electrical and electronic products—
Pyrolysis-gas chromatography-mass spectrometry method

2016-08-23 发布

2017-03-01 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、深圳职业技术学院。

本标准主要起草人：李彬、冯均利、王宏菊、任聪、余淑媛、刘志红、李勇。

电子电气产品 聚合物材料中三 (2-氯乙基)磷酸酯的测定 裂解-气相色谱-质谱定性筛选法

1 范围

本标准规定了电子电气产品聚合物材料中三(2-氯乙基)磷酸酯的裂解-气相色谱-质谱定性筛选方法。

本标准适用于电子电气产品聚合物材料中三(2-氯乙基)磷酸酯的定性筛选。

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

3 方法提要

样品经制备后置于裂解装置的石英管中进行低温热解析,热解析产物中气化的目标物进入气相色谱-质谱仪,根据目标物的质谱峰和保留时间确定待测目标物是否存在,进行定性分析。

4 试剂和材料

4.1 三(2-氯乙基)磷酸酯标准物质(CAS号:115-96-8):纯度 $\geq 98\%$ 。

4.2 高纯氦气:纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5 仪器和装置

5.1 裂解装置:热丝(带)裂解器或管式炉裂解器。

5.2 气相色谱仪:配有质量选择检测器(MSD)。

5.3 天平:感量 0.1 mg。

5.4 冷冻粉碎机或类似设备:粉碎规格小于 1 mm。

6 样品制备

用于电子电气产品的聚合物材料或根据 GB/Z 20288 拆分方法所取得的分析样品,先破碎至粒径 1 cm 以下,然后用冷冻粉碎机或类似设备(5.4)破碎成粒径 1 mm 以下,取筛下物作为试样。

7 分析步骤

7.1 测定

7.1.1 定性测定

参照附录 A 的仪器条件依次对参考标样(参照附录 B 制备)和样品进行测试。根据特征离子和保留时间定性。如果样品的色谱峰保留时间与标准品一致,允许偏差小于 $\pm 2.5\%$;定性离子对的相对丰度与浓度相当的标准工作溶液的相对丰度一致,相对丰度允许偏差不超过表 1 规定的范围,则可判断样品中存在相应的被测物。参考标样的总离子流色谱图和质谱图分别参见图 B.1 和图 B.2。

表 1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度/%	>50	>20~50	>10~20	≤ 10
允许的最大偏差/%	± 20	± 25	± 30	± 50

7.1.2 测定次数

每一个样品至少测试 3 次。

8 结果判定

样品测试中有 1 次以上出现三(2-氯乙基)磷酸酯的特征谱峰,可判定样品中含有对应的化合物;若样品所有测试次数中均未出现三(2-氯乙基)磷酸酯的特征谱峰,可判定样品中对应的化合物含量低于 200 mg/kg。

附 录 A

(资料性附录)

裂解-气相色谱-质谱联用条件

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出裂解-气相色谱-质谱分析的通用参数。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:固定相 5%苯基-聚甲基硅氧烷,30 m×0.25 mm (内径)×0.25 μm(膜厚)毛细管柱或性能类似的分析柱;
- b) 色谱柱程序升温:初始温度 90 °C,保持 1 min,20 °C/min 升至 320 °C,保持 5.5 min;
- c) 进样口温度:280 °C;
- d) 色谱-质谱接口温度:280 °C;
- e) 离子源温度:230 °C;
- f) 载气:氦气,纯度≥99.999%;流速,1.0 mL/min;
- g) 进样量:1 μL;
- h) 进样方式:分流进样,分流比:1:100;
- i) 电离方式:EI;
- j) 电离能量:70 eV;
- k) 溶剂延迟:2 min;
- l) 质谱扫描方式:全扫描(扫描范围 35 amu~450 amu);
- m) 热解析(热丝裂解头)温度:240 °C;
- n) 热解析时间:80 s;
- o) 热解析升温速率:20 °C/ms;
- p) 附件起始温度:150 °C。

附录 B (资料性附录)

参考标样的制备及相关图谱

B.1 参考标样的制备

准确称取 5 g(精确至 0.001 g)PVC 塑胶原粒,用 80 mL 四氢呋喃在 70 °C 溶解,得到 PVC 高分子溶液。准确称取 0.2 g(精确至 0.001 g)三(2-氯乙基)磷酸酯,用甲苯溶解后,用四氢呋喃定容至 100 mL,得到 2 mg/mL 的三(2-氯乙基)磷酸酯标准贮备液。取 0.5 mL 三(2-氯乙基)磷酸酯标准贮备液(2 mg/mL)加入制备好的 PVC 高分子溶液中,混匀。将此溶液放入 35 °C 烘箱中,挥发溶剂至干,得到三(2-氯乙基)磷酸酯含量为 200 mg/kg 的 PVC 参考标样。

B.2 参考标样的总离子流色谱图和质谱图

参考标样的总离子流色谱图和质谱图见图 B.1、图 B.2。

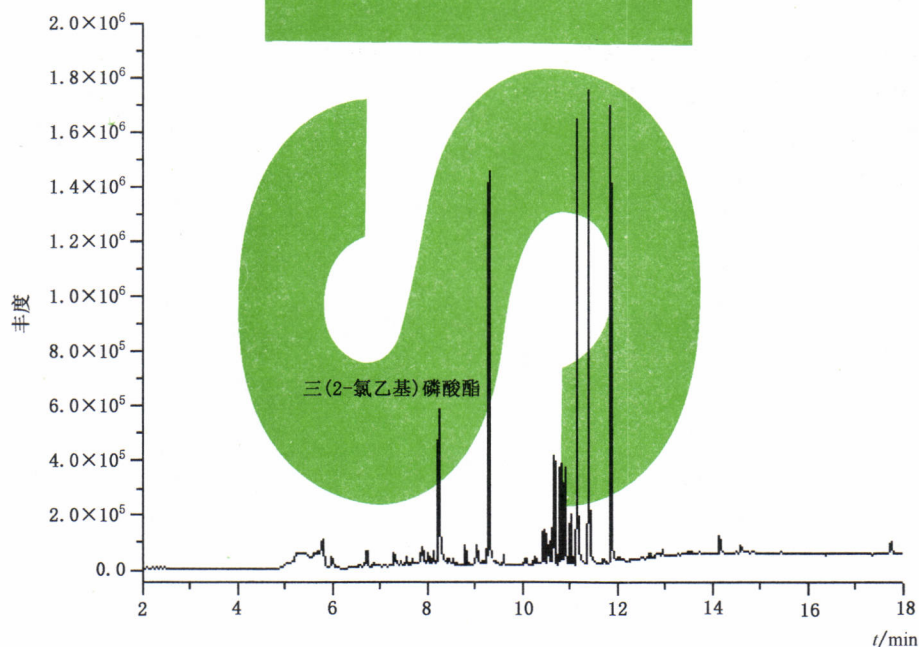


图 B.1 参考标样的总离子流色谱图

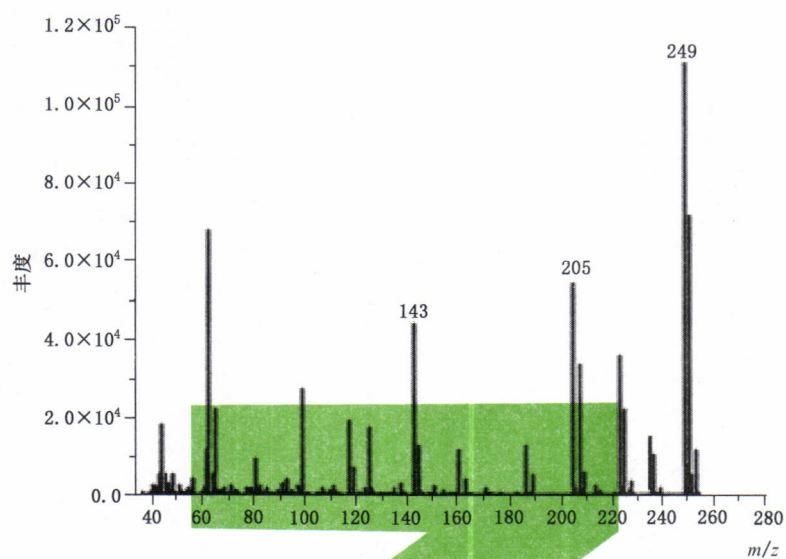


图 B.2 参考标样中三(2-氯乙基)磷酸酯的质谱图

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
电子电气产品 聚合物材料中三
(2-氯乙基)磷酸酯的测定
裂解-气相色谱-质谱定性筛选法
SN/T 4565—2016

*

中国标准出版社出版
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
总编室:(010)68533533

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
2017年11月第一版 2017年11月第一次印刷
印数 1—500

*

书号: 155066·2-32371 定价 16.00 元



SN/T 4565-2016