



中华人民共和国国家标准

GB/T 29785—2013

GB/T 29785—2013

附录 A (资料性附录)

六溴环十二烷的典型色谱图和质谱图

本附录提供了六溴环十二烷的典型色谱图和质谱图,见图 A.1 和图 A.2。

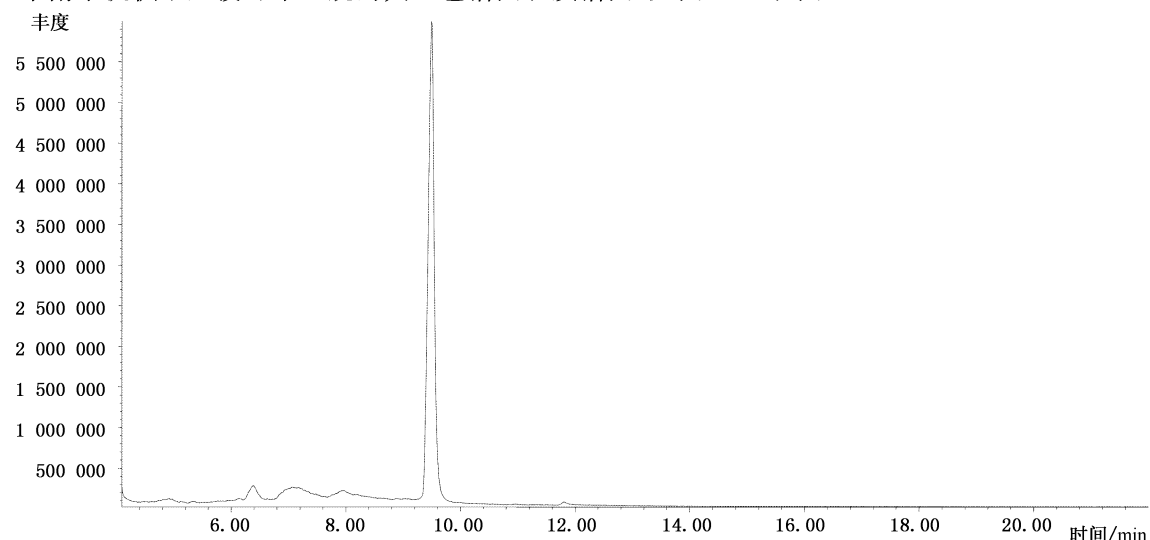


图 A.1 六溴环十二烷标准溶液的总离子流图(SIM 模式)

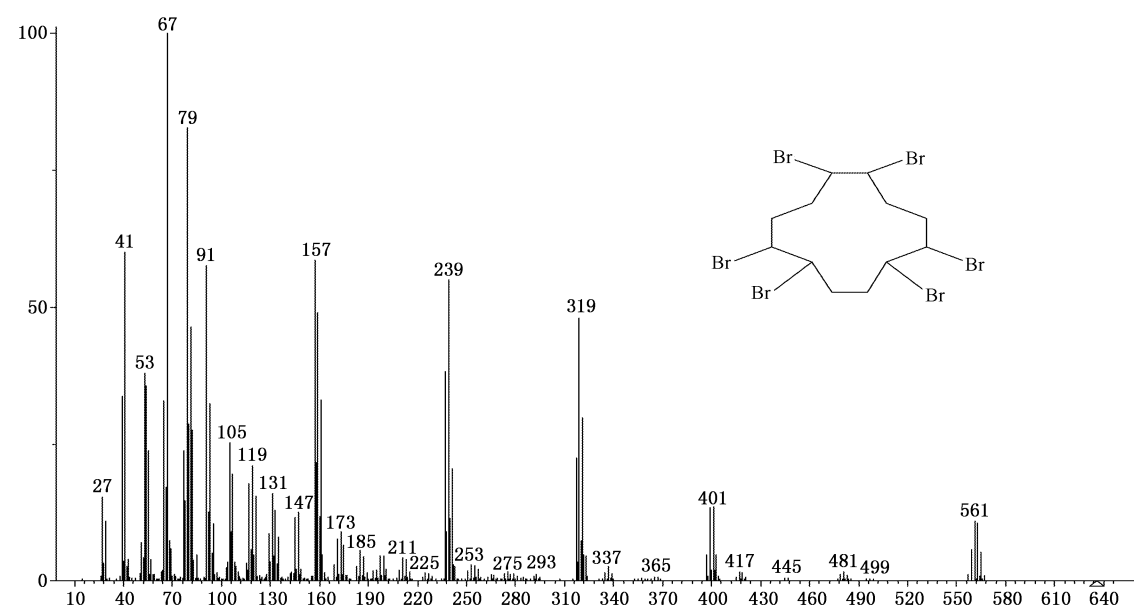


图 A.2 六溴环十二烷的质谱图



GB/T 29785—2013

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-47844

定价: 14.00 元

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

电子电气产品中六溴环十二烷的测定 气相色谱-质谱联用法

Determination of hexabromocyclododecane in electrical and electronic products—
Gas chromatography-mass spectrometry

8 结果计算

按式(1)计算样品中六溴环十二烷含量:

$$X = \frac{(C_1 - C_0) \times V \times K}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X ——样品中六溴环十二烷含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- C₁ ——试液中六溴环十二烷浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- C₀ ——空白试液中六溴环十二烷浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——试液体积,单位为毫升(mL);
- K ——试液稀释倍数;
- m ——试样质量,单位为克(g)。

取两次测定结果的算术平均值,结果保留 3 位有效数字。

9 测定低限

本方法的测定低限为 50 mg/kg。

10 精密度

同一操作者用同一仪器在恒定的实验条件下对一样品按正常和正确的实验方法操作,获得的两个连续测定结果之间的差,不超过这两个测定值的算术平均值的 10%。

11 回收率

本方法的回收率为 80%~115%。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
电子电气产品中六溴环十二烷的测定
气相色谱-质谱联用法
GB/T 29785—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 0.5 字数 10 千字
2013 年 12 月第一版 2013 年 12 月第一次印刷

*

书号: 155066·1-47844 定价 14.00 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

5.5 粉碎机。

6 取样

将样品按照 GB/Z 20288—2006 的要求进行拆分,并经液氮冷冻后,用粉碎机(5.5)将样品粉碎至粒径 ≤ 1 mm 的试样。混匀后置于干燥器内室温下保存,备用。

7 分析步骤

7.1 试液制备

准确称取 0.5 g 试样(精确至 1 mg),置于微波萃取罐内。加入 10 mL 二氯甲烷+丙酮(1+1)混合溶剂(4.3),70 °C 下微波辅助萃取 2 h,萃取完毕后待萃取液充分冷却。取硅胶固相萃取小柱(4.6),用 5 mL 丙酮(4.2)活化。上样,再用 30 mL 丙酮(4.2)分 5~6 次冲洗萃取罐和盖子内壁,并用冲洗液洗脱小柱,合并收集洗脱液至旋转蒸发瓶内,真空旋转蒸发至近干。向蒸发瓶内加入 3 mL~4 mL 丙酮(4.2)溶解残渣,转移至 5 mL 容量瓶内,并用丙酮(4.2)定容,待测。

7.2 空白试验

随同样品做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 气相色谱-质谱参考分析条件

- a) 毛细管色谱柱:DB-5MS,15 m(柱长) \times 0.25 mm(内径) \times 0.1 μ m(膜厚),或相当者;
- b) 进样口温度:200 °C;
- c) 柱温:初始温度 150 °C,保持 2 min;以 15 °C/min 速率升至 280 °C,保持 15 min;
- d) 载气:氮气,流速:1.0 mL/min;
- e) 接口温度:280 °C;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 离子源温度:230 °C;
- i) 四极杆温度:150 °C;
- j) 质量扫描方式:选择离子监测(SIM)模式;
- k) 定性离子(m/z):239、319、561、563;定量离子(m/z):239。
- l) 进样方式:不分流进样;
- m) 进样量:1 μ L;
- n) 溶剂延迟时间:4 min。

7.3.2 气相色谱-质谱分析

取试液(7.1)和标准工作溶液(4.5)按 7.3.1 分析条件进行分析。根据色谱峰的保留时间并结合六溴环十二烷的定性离子[7.3.1k)]进行定性,外标法定量。六溴环十二烷典型气相色谱-质谱图参见附录 A。

前 言

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。

本标准由全国电工电子产品与环境标准化技术委员会(SAC/TC 297)提出并归口。

本标准主要起草单位:中国计量科学研究院、中华人民共和国广东出入境检验检疫局、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中国电子技术标准化研究院、中华人民共和国北京出入境检验检疫局、中华人民共和国福建出入境检验检疫局、中华人民共和国浙江出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:邵明武、李丹、王卫华、周明辉、马联弟、李彬、武海云、万鹏、梁鸣、郭永华。