

LC/MS/MS 法测定水中的四溴双酚 A 和六溴环十二烷等溴代阻燃剂

作者

林志惠
安捷伦科技（中国）有限公司

前言

溴代阻燃剂是一种常见的阻燃剂。在高温条件下，这些溴代阻燃剂能够分解产生大量不可燃的溴化氢 (HBr) 气体，从而降低燃烧区的温度；此外，HBr 气体还能捕获并终止燃烧链式反应中的自由基，如 OH·、O·、H· 等，生成活性较低的溴自由基，从而抑制或终止链式反应的发生^[1]。溴代阻燃剂以其优异的阻燃性能和热稳定性，能够有效抑制材料的燃烧，广泛应用于电子电器、建筑材料、交通运输等领域。然而，随着近年来对溴代阻燃剂研究的不断深入，据报道，这些溴代阻燃剂在生产和使用过程中可能会释放有毒气体 HBr，对人体健康和环境造成危害^[2]。此外，溴代阻燃剂还可能具有生物累积性和持久性，对生态环境产生长期不良影响。因此，有必要监测溴代阻燃剂的使用和暴露水平，以更好地评估和管理这些健康风险。

目前最常见的有机溴代阻燃剂以四溴双酚 A (TBBPA) 和六溴环十二烷 (HBCDs) 为主。本文采用液相色谱-三重四极杆质谱联用仪，建立了一种同时测定 TBBPA 和 HBCDs 的分析方法，能够满足日常监测需要。

溴代阻燃剂分析

将 TBBPA 和 HBCDs (α -HBCD、 β -HBCD 和 γ -HBCD) 标准品加入自来水中, 经 Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18 色谱柱分离后, 利用 Agilent 6400 系列三重四极杆液质联用系统对目标物进行快速分析。表 1 所示为 HBCDs (α -HBCD、 β -HBCD、 γ -HBCD) 和 TBBPA 的 MRM 参数; 表 2 列出了实验采用的液相及质谱系统参数; 图 1 所示为各溴代阻燃剂的提取色谱图。

表 1. TBBPA 和 HBCDs 的 MRM 参数

化合物名称	保留时间 (min)	母离子 (m/z)	碎裂电压 (V)	子离子 (m/z)	碰撞能量 (eV)
四溴双酚A/TBBPA	3.492	542.6	200	291.1	40
		542.6	200	418.1	46
α -六溴环十二烷/ α -HBCD	5.400	640.6	95	79.0	14
		640.6	95	81.0	12
β -六溴环十二烷/ β -HBCD	5.865	640.6	95	79.0	14
		640.6	95	81.0	12
γ -六溴环十二烷/ γ -HBCD	6.110	640.6	95	79.0	14
		640.6	95	81.0	12

表 2. 液相及质谱系统参数

液相系统	Agilent 1290 Infinity II 液相色谱系统
色谱柱	Agilent ZORBAX RRHD Eclipse Plus C18, 2.1 × 100 mm, 1.8 μ m (部件号 959758-902)
流速	0.35 mL/min
柱温	40 °C
进样量	1 μ L
流动相 A	纯水
流动相 B	甲醇
洗脱程序	梯度洗脱

质谱系统	带 AJS 离子源的三重四极杆质谱
采集模式	负
鞘气温度	250 °C
鞘气流速	7 L/min
干燥气温度	350 °C
干燥气流速	12 L/min
雾化气压力	30 psi
增益	5

时间段	序号	开始时间 (min)	毛细管电压 (V)	喷嘴电压 (V)
	1	0	3000	2000
	2	4	3000	1500

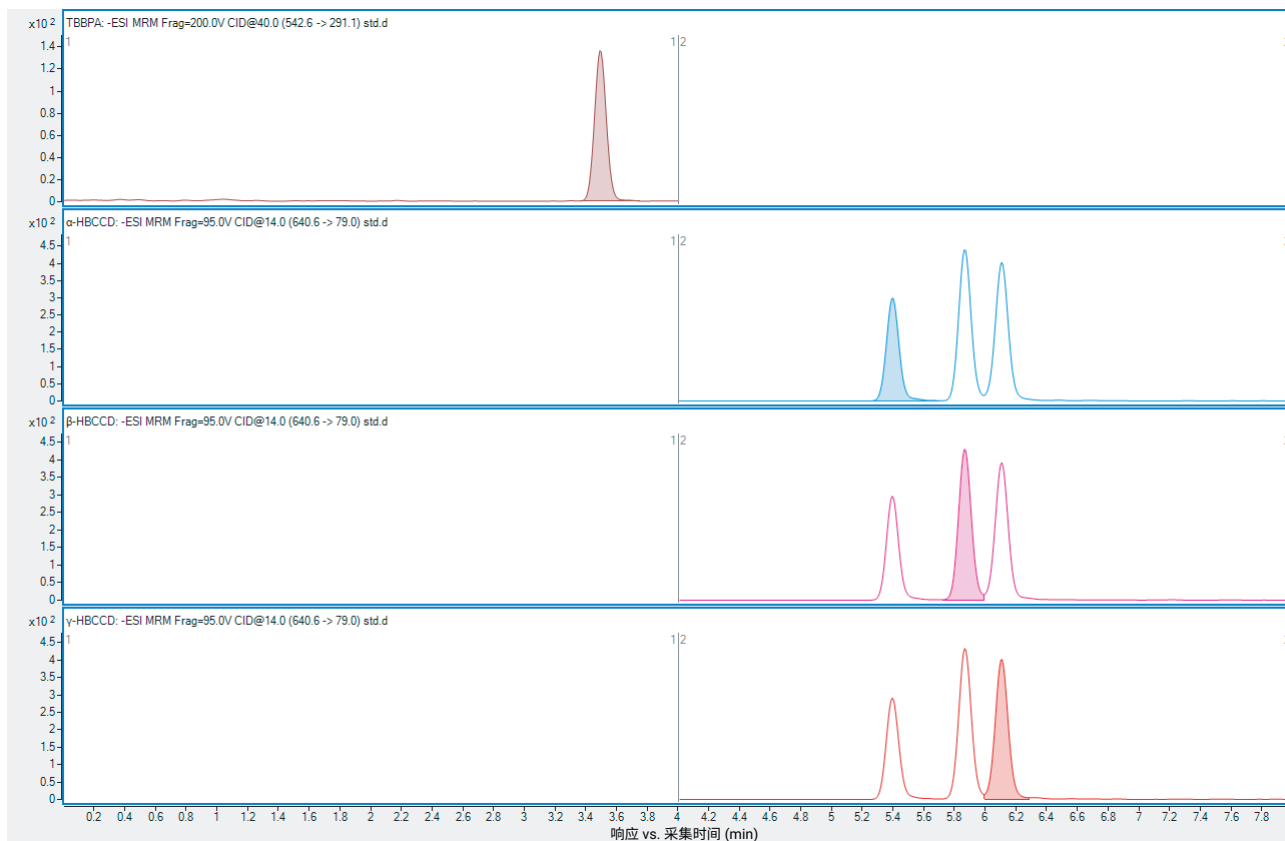
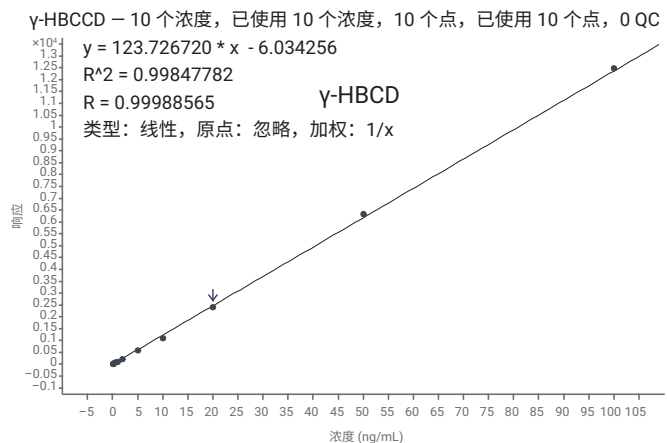
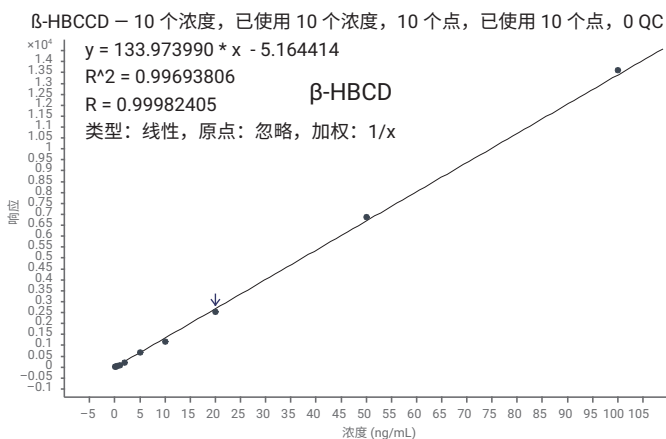
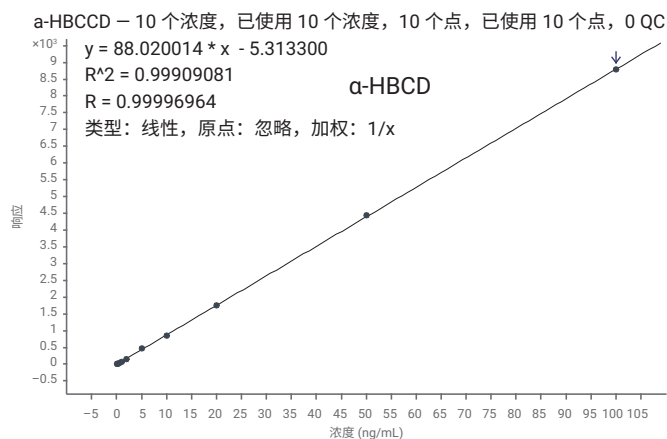
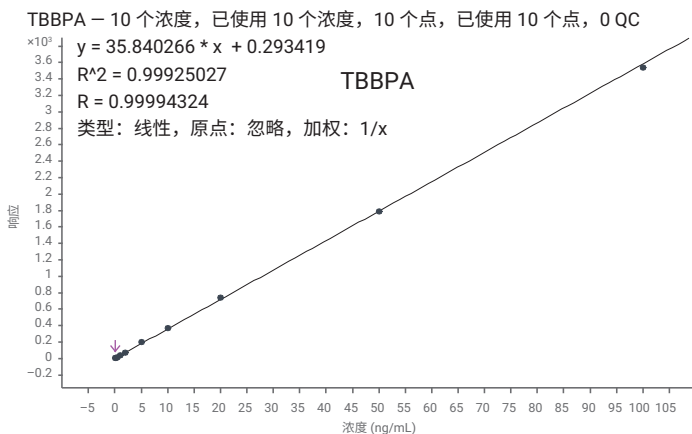


图 1. TBBPA 和 HBCDs 的提取色谱图

本文所述方法线性范围较宽，所分析的 TBBPA 和 HBCDs 在 0.1–100 $\mu\text{g/L}$ 的浓度范围内均具有良好的线性相关性，且相关系数 R^2 均大于 0.996。



采用经滤膜过滤后的雨水，进行高、低浓度（0.5 $\mu\text{g/L}$ 和 50 $\mu\text{g/L}$ ）的三个水平下加标。结果得出，空白雨水样品中各溴代阻燃剂的回收率均为 82%–111%，且 $RSD \leq 5\%$ ($n = 3$)，表明基质干扰去除效果比较理想，所开发的方法具有良好的准确度和精密度，适用于对水中的四溴双酚 A 和六溴环十二烷等溴代阻燃剂进行日常监测。

参考文献

1. 朱云燕, 郭荣辉. 阻燃剂阻燃机理的研究进展. 纺织科学与工程学报. 2023, 40(04): 115-122
2. 黄铸颖, 李海燕, 吴启航等. 溴代阻燃剂环境污染及毒性研究进展. 环境与健康杂志. 2014, 31(11): 1026-1032

查找当地的安捷伦客户中心:

www.agilent.com/chem/contactus-cn

免费专线:

800-820-3278, 400-820-3278 (手机用户)

联系我们:

LSCA-China_800@agilent.com

在线询价:

www.agilent.com/chem/erfq-cn



微信搜一搜

安捷伦视界

www.agilent.com

DE71182028

安捷伦对本资料可能存在的错误或由于提供、展示或使用本资料所造成的间接损失不承担任何责任。

本文中的信息、说明和指标如有变更,恕不另行通知。

© 安捷伦科技(中国)有限公司, 2024
2024年6月21日, 中国出版
5994-7494ZHCN

