



更健康 更清洁 更安全



赛默飞色谱与光谱仪综合解决方案

RoHS指令检测

ThermoFisher
SCIENTIFIC

目 录

1. 铅 (Pb)、镉 (Cd)、汞 (Hg)、六价铬 (Cr(VI)) 等重金属元素的测定	3
1.1 原子吸收光谱仪 (AAS)	3
1.2 电感耦合等离子体发射光谱仪 (ICP-OES)	5
1.3 电感耦合等离子体-质谱仪 (ICP-MS)	7
1.4 离子色谱仪-柱后衍生-紫外/可见光检测 (IC-UV/Vis)	9
1.5 离子色谱-电感耦合等离子体质谱联用 (IC-ICPMS)	11
2. 多溴联苯、多溴二苯醚和六溴环十二烷等阻燃剂和邻苯二甲酸酯、多环芳烃等有机物的测定	13
2.1 气相色谱/质谱联用分析法 (GC-MS法)	13
2.2 液相色谱法 (HPLC法)	18



赛默飞提供RoHS指令检测产品及技术

2003年1月欧盟议会和欧盟理事会通过了RoHS指令，全称是The Restriction of the use of certain Hazardous substances in Electrical and Electronic Equipment，即在电子电气设备中限制使用某些有害物质指令，也称2002/95/EC指令，是由欧盟立法制定的一项强制性标准。该指令主要用于规范电子电气产品的材料及工艺标准，使之更加有利于人体健康及环境保护。指令要求2006年7月1日开始，电子电气设备中禁止使用铅（Pb）、汞（Hg）、六价铬（Cr（VI））、镉（Cd）和多溴联苯（PBB）、多溴二苯醚（PBDE）；其中镉限量指标 100 ppm（0.01%），另五种限量1000 ppm（0.1%）。企业出口欧盟的产品都需符合以上的限量要求，并且要展示相应的证明文件，不符合要求的产品将会被拒绝进入欧盟市场。

2013年1月，RoHS原指令2002/95/EC被废除，欧盟各国开始执行新指令2011/65/EU（也称作RoHS 2.0）。2014年，在历经近8年的有限评估和考察后，欧盟拟将六溴环十二烷（HBCDD）、邻苯二甲酸二（2-乙基）己基酯（DEHP）、邻苯二甲酸丁基苯基酯（BBP）和邻苯二甲酸二正丁酯（DBP）等4种优先评估物质也正式纳入RoHS2.0指令附件2，加上之前已有的6种物质，RoHS受限物质或将达到10种。

《电子信息产品污染控制管理办法》又称作“中国RoHS”，于2007年3月1日开始实施。它对投放中国市场的电子信息产品中的有害物质（汞、铅、六价铬、镉、多溴联苯、及多溴二苯醚等）进行限制。

中国RoHS分两步走：

第一步，从2007年3月1日开始，投放中国市场的电子信息产品须按照《电子信息产品污染控制标识要求》进行自我声明；

第二步，将来被列入《电子信息产品污染控制重点管理目录》的电子信息产品，必须满足《电子信息产品中有毒有害物质的限量要求》的规定，并且通过3C认证合格后方可进入中国市场。

RoHS指令涉及的产品范围极为广泛，主要涵盖小型家用电器、IT及通讯仪器、照明设备和光源、电动工具、电器电子工具、玩具、医疗器械、监测和控制仪器等各类电子电器设备。欧盟是我国机电产品出口的第二大市场，2005年我国对欧盟出口机电产品总值就高达904.8亿美元，占我国机电产品出口总值的21%。欧盟RoHS指令的实施将对我国约六成机电产品出口欧盟造成重大影响。赛默飞公司完全理解RoHS指令的深远含义，为帮助电子电气设备制造商以及他们的供应链应对欧盟RoHS指令所带来的挑战，赛默飞能提供最全面的相关分析工具，包括仪器、消耗品、软件和技术支持。我们提供原子吸收光谱仪（AAS）、电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）、电感耦合等离子体质谱仪（ICP-MS）用于测定铅、镉、汞和铬等重金属元素；离子色谱仪（IC）可直接用于分离检测六价铬，也可采用IC与ICP-OES联用进行检测，甚至为了获得更高的检测能力采用IC与ICP-MS联用进行微量或痕量级的六价铬检测；气相色谱（GC）、气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）和高效液相色谱仪（HPLC）用于测定多溴联苯、多溴二苯醚和六溴环十二烷等阻燃剂，邻苯二甲酸酯和多环芳烃等有害物质。



1. 铅 (Pb)、镉 (Cd)、汞 (Hg)、六价铬 (Cr(VI)) 等重金属元素的测定

1.1 原子吸收光谱仪 (AAS)

仪器型号: iCE3000系列原子吸收光谱仪, 包括: iCE3300 (单火焰), iCE3400 (单石墨炉), iCE3500 (双原子化器)

适用范围: 塑料部件、金属部件、电子元件中铅、汞、镉、总铬的测试

技术特点: 令人耳目一新的iCE 3000系列原子吸收光谱仪。结构紧凑、时尚且使用方便。有单原子化器系统 (如单火焰, 单石墨炉), 与双原子化器系统的不同配置选择。

自动转换六阴极灯座系统带六个独立灯电源, 可分别预热。自动光路准直, 自动调节波长、狭缝宽度、灯电流和负高压, 来进行火焰和石墨炉原子吸收分析。

火焰系统采用全钛可拆卸式燃烧器, 能迅速达到热平衡。采用层流设计, 低气耗 (使用空气助燃时乙炔气流量为0.8-2.3L/min)、耐腐蚀抗氧化低结碳, 适用于高盐溶液的直接喷吸。全聚四氟乙烯材料的惰性雾化室、包括撞击球与扰流器, 高效铂/铱合金毛细管和聚四氟乙烯喷嘴雾化器, 独特的雾室锥度和后排水设计将记忆效应降至最低。全自动气路控制, 可自动优化助燃气与燃气流量比, 确保火焰法的高灵敏度与良好的重现性。专利的四线氘灯扣背景技术, 减少了氘灯的发射噪声, 提高稳定性。整个火焰系统保持高灵敏度 (5 mg/L Cu > 1.0A), 以及高稳定性 (1 mg/L的Cu溶液7次进样, 4秒积分, RSD < 0.5%)。



石墨炉系统采用精密光学与电压反馈式双重控温系统，保持小于 $\pm 10^{\circ}\text{C}$ 的控温精度。升温范围从室温到 3000°C ，最大速率为 $3500^{\circ}\text{C}/\text{秒}$ 。20段线性或非线性的升温保持程序可编写利用，具有灰化/原子化温度自动优化功能，对于复杂基体样品分析特别有利。可提供多种石墨管（普通、热解涂层、平台等多达五种类型）（专利长寿命石墨管ELC，在 2800°C 以上确保使用2000次）。提供多功能石墨炉背景校正技术（氙灯、交流塞曼或二者联合），可校正高达3A的背景；对于高达2A的背景，误差 $<2\%$ ；对于1A的背景，误差 $<1\%$ 。可适应各种复杂样品的需要。提供独特的GFTV石墨炉可视系统，易于灰化原子化程序最佳化。

应用举例：

仪器参数（iCE 3500 AAS (Thermo Scientific)）

采用石墨炉原子吸收法测Cr、Cd参数设置及石墨炉升温程序：

元素及波长 (nm)	石墨管类型	积分方式	基体改进剂	背景校正	进样量 μL
Cd 228.8	涂层	峰高	5 μL 1%磷酸二氢铵+1%硝酸铵	塞曼	20
Cr 429.0	涂层	峰高	无	塞曼	20

元素及波长 (nm)	灰化阶段			原子化阶段		
	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	时间 (s)	斜坡 ($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)	温度 ($^{\circ}\text{C}$)	时间 (s)	斜坡 ($^{\circ}\text{C}/\text{s}$)
Cd 228.8	800	20	150	1300	3	0
Cr 357.9	1200	20	150	2500	3	0

样品测试结果（单位：mg/kg）

元素含量mg/kg	Cr	Cd
样品1	1.89	<0.01
样品2	0.44	<0.01
样品3	1.1	<0.01

1.2 电感耦合等离子体发射光谱仪（ICP-OES）

仪器型号：iCAP7000系列等离子体发射光谱仪：包括iCAP7200, iCAP7400

适用范围：塑料部件、金属部件、电子元件中铅、汞、镉、总铬的测试。为IEC6 2321 Ed 1.0 测定铅、汞、镉的推荐方法。

技术特点：

iCAP7000系列等离子体光谱仪是一款性能优越，超紧凑型仪器。仪器可选用垂直观察和双向观察二种不同结构的配置。

仪器采用独特的中阶梯光栅高分辨率光路设计，极大地提高光传输效率（波长覆盖范围为166-847 nm），同时保证了仪器的高分辨率性能（200 nm为7 pm），增强了仪器的检测能力。

紧凑的光谱仪结构可进行高效的光路气体吹扫，降低了运行成本和提高了工作效率。整个光学系统采用尽可能少的光学元件，减少光线折反射所引起的光能量损失，提高了光传输效率，保证了较高的灵敏度、最佳的信噪比和较低检测限。整个多色器光路系统采用热传导型加热片并加涂绝热层，将温度控制在（ $38 \pm 0.1^\circ\text{C}$ ），以确保多色器的温度稳定性。此外，在光室和炬箱之间的界面设置还采用了独具匠心的隔热装置，确保分析的稳定。

仪器配置高效卓越的全固态RF发生器（27.12MHz），结实耐用，输出的最大RF功率可达1600W，而功率稳定性优于0.1%，同时保证高于78%的功率耦合效率，即便是最复杂的样品基质，也能应对自如，同时实现低功率和低气体消耗。

仪器使用功能强大的专利电荷注入检测器装置（CID），配置全新一代的CID86芯片，与之前的CID设计相比，噪声更低，稳定性更好，动态响应范围更广。与其他采用CCD检测器仪器相比，无损读取方式对不同浓度信号实现了最佳信噪比测量，有效地避免光晕和信号溢出效应，同时具备全谱摄谱功能，无丢失分析谱线现象。

选择采用微波消解、湿法消解、干法消解等手段溶解样品，一次性同步测定铅、汞、镉、总铬的含量。



应用举例：

iCAP 7200 ICP-OES分析玩具样品中可迁移元素

仪器参数：

参数	设置
泵管	Tygon牌号的进样管 橙色/白色 Tygon® 材料牌号的排液泵管白色/白色
泵速	45rpm
雾化器	玻璃同心
雾化器气流量	0.18MPa
雾化室	玻璃旋流
中心管	2mm石英
RF 功率	1150W
冷却气流量	12L/min
辅助气流量	0.5L/min
曝光时间	轴向5秒 径向5秒

测定结果：(mg/Kg)

元素和波长 nm	等离子体视图	MDL	加标值	测定值	样品 1 加标测定值	样品 1 加标回收率
As 193.759	轴向	0.024	1.5	<DL	1.57	104.7
Ba 233.527	径向	0.009	25.0	0.015	23.09	92.4
Cd 214.438	轴向	0.001	2.5	<DL	2.67	106.8
Cr 267.716	轴向	0.022	1.5	<DL	1.56	104.0
Hg 194.227	轴向	0.228	1.0	<DL	1.01	101.0
Pb 220.353	轴向	0.019	2.5	<DL	2.48	99.2
Sb 206.833	轴向	0.029	0.5	<DL	0.50	99.2
Se 196.090	径向	0.024	2.5	<DL	2.56	102.4



使用赛默飞 iCAP 7200 ICP-OES对玩具材料中的可迁移元素的盐酸提取液进行分析时，利用设计直观的 Qtegra ISDS集成的方法模板分析步骤得到简化。iCAP7200 ICP-OES内置方法模板的使用以及优化的进样系统为迎合玩具样品分析的国际法规要求提供了总体解决方案。无论是新手还是有经验分析师，利用这些工具满足方法开发的最低要求，就能获得优异的分析结果，并为执行此类分析的实验室提供了高效益的解决方案。



1.3 电感耦合等离子体-质谱仪 (ICP-MS)

仪器型号：iCAPQ系列等离子体质谱仪，包括：iCAPQa, iCAPQc

适用范围：塑料部件、金属部件、电子元件中铅、汞、镉、总铬等金属元素的批量快速灵敏测试

技术特点：

- Thermo Scientific iCAP™ Q ICP-MS非同凡响
- iCAP™ Q ICP-MS具备多项优异特点，能轻松胜任所有分析工作
- 源于用户灵感设计，采用了全新的先进工艺和突破性的技术，是 ICP-MS发展过程中的革命性进步
- 比其它任何系统都更易使用、更易维护，而且具备更强的分析能力
- 无论您进行常规分析还是前沿研究，均可为您提供值得信赖的分析结果



应用举例：

样品前处理：聚合物样品采用微波消解的方法进行前处理。用电子天平称取0.1g~0.2g（精确至0.0001g）样品于石英消解罐中，每种样品各取三个平行样，加入5mL HNO₃和1mL H₂O₂，盖上密封盖放入微波消解仪中以一定的程序进行微波消解，消解程序如下：

样品微波消解程序

步骤	时间 (min)	状态	温度 (°C)
1	6	升温	100
2	1	保持	100
3	10	升温	150
4	2	保持	150
5	30	升温	210
6	70	保持	210

消解程序结束以后，待消解罐温度降低至室温，取出消解罐，将溶液转移至100mL容量瓶中，并用超纯水清洗消解罐内壁和内盖至少三次，洗涤液转移至容量瓶中，最后加超纯水定容至刻度。

仪器参数：

iCAP Q ICP-MS具备一键式仪器设置功能，设置后可自动运行个性化TUNE 程序，并完成Performance Report。一键式仪器设置和直观分析工作流程，为操作人员简化了实验步骤并避免出错，同时自动和记录监控仪器状态，确保了操作的一致性和结果的重现性。

仪器参数：

Parameter	Value	Parameter	Value
Analyzer Pressure Readback (mbar)	5E-07	Plasma Power (W)	1550
Spray Chamber Temperature (°C)	2	Auxilliary Flow (L/min)	0.80
Cool Flow (L/min)	14	Nebulizer Flow (L/min)	1.03
Peristaltic Pump Speed (rpm)	25.0	Torch Vertical Position	-0.9
Q Cell gas (mL/min)	4	KED (V)	3

样品测试结果： (mg/Kg)

项目	Cr	Cd	Hg	Pb
塑料	32.2	1.21	0.034	5.18
玻璃粉	0.54	0.05	0.021	2.43
方法检出限	0.014	0.011	0.001	0.008

iCAP Q系列ICP-MS具有良好的检出限，9个数量级的线性范围，远远超出RoHS的检出限要求，完全满检测分析要求。



1.4 离子色谱仪-柱后衍生-紫外/可见光检测 (IC-UV/Vis)

适用范围： 聚合物材料部件、金属材料部件、电子元器件中六价铬等元素价态的分析。其提取方法依据 IEC62321-2008 利用碱液消解，处理完成后稀释100倍进样分析。

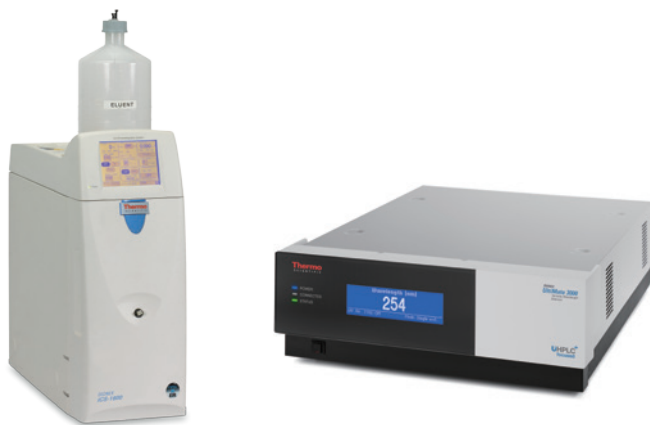
技术特点：

世界最先进的IC系统能够提供无与伦比的功能、灵活性和方便性，并且提供多种检测器可供选择。

高性能泵： 双柱塞高压泵可提供高精度，低漂移和无脉动的淋洗液流速，确保基线稳定，获得极低检出限；全PEEK流路避免了金属污染。耐高压、耐酸碱和反相有机溶剂。

内置精确控温柱温箱： 配合大容量高效阴阳离子色谱柱使用，避免色谱柱压力和保留时间的偏移，确保检测结果准确性和重现性。

USB连接方式，即插即用。



应用举例：

实例1. 六价铬的测定：

针对RoHS指令对电子电气产品这种复杂样品对六价铬的检测要求，赛默飞公司开发出成本低廉、稳定可靠的离子色谱分离-柱后衍生紫外/可见光检测方法，检测条件如下：

仪器	ICS系列离子色谱系统+AXP泵+柱后衍生装置+紫外/可见检测器
分析柱	IonPac AS7, 4 × 250mm或IonPac CS5A, 4 × 250mm
柱温	30℃
流动相组成	AS7柱: 250mMol/L (NH ₄) ₂ SO ₄ /100mMol/L NH ₃ ·H ₂ O, 1.0mL/min, 等度淋洗; 或CS5A柱: 10mMol/L PDCA/148mMol/L NH ₃ ·H ₂ O, 1.0mL/min, 等度淋洗
柱后衍生试剂	2mM DPC/10% 甲醇/1.0N H ₂ SO ₄ , 流速为0.5mL/min
定量环体积	250μL
检测器	VWD或DAD UV530nm

ThermoFisher特有的色谱柱更好地耐受提取液的高基体干扰，且有更长的寿命。离子色谱分离结合特异性高灵敏度的柱后衍生，可以完全排除比色法的干扰因素，且具有更高的检测灵敏度，完全满足RoHS指令关于六价铬限量的检测要求。

实例2. 卤素的离子色谱分析

含有卤素的有机物通常作为阻燃剂加入到各种电路板、连接器及其它常见电子电器产品中。被卤化的材料具有高热抵抗功能，能降低材料燃烧和蔓延的几率。但含卤阻燃剂在人体中可导致癌症，而且其低生物降解率会导致在生态系统中的积累。一些挥发性的有机卤化物对臭氧层也有极大的破坏作用，进而对环境和人类健康造成严重影响。因此卤素化合物被列为对人类和环境有害的化学品，禁止或限量使用。2003年2月，欧盟议会和欧盟理事会以2002/95/EC号文正式公布：要求从2006年7月1日起进入欧盟的电气电子产品都应符合欧盟有毒有害物质禁用指令，其产品中卤素元素也是检测项目。

离子色谱作为一种快速灵敏的测试方法，有着广泛应用领域。离子色谱法测定有机化合物中的元素，样品的主要处理方法有高温水解、氧瓶(弹)燃烧、高温培烧、碱熔、催化消化和紫外线分解等。相比其他方法，氧弹燃烧法在高压容器中，整个实验过程安全可靠；电子元器件中的高分子聚合物被燃烧破坏，最后转化为游离卤素离子，可用离子色谱测定。通过离子的含量可计算出化合物或材料中元素的含量。

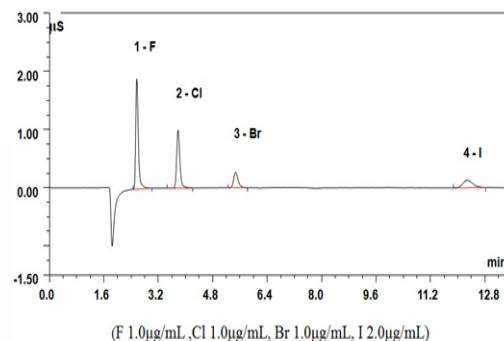


目前主要参考的方法是欧盟EN14582方法，用离子色谱法对电子电器产品中的卤素进行测定。

前处理：称取约0.1~0.2g剪碎的样品至石英坩埚中。氧弹中加入20mL吸收液，放入坩埚，安装好点火丝，充放氧气三次。点火燃烧后，摇晃氧弹，使卤素充分吸收。20分钟后打开氧弹，将吸收液倒入100mL容量瓶中定容至刻度。取此吸收液过0.22μm膜过滤后上机测试。

色谱条件：

仪器	ICS系列离子色谱系统 (ICS-900)
分析柱	IonPac AS22, 6μm, 250 × 4mm 配保护柱IonPac AG22, 11μm, 50 × 4mm
柱温	30℃
流动相组成	4.5mM Na ₂ CO ₃ /1.4mMNaHCO ₃ , 等度淋洗; 流速: 1.2mL/min
定量环体积	25μL
检测器	抑制型电导检测, 阴离子自动电解连续再生微膜抑制器, 自循环模式, 抑制电流45mA。



赛默飞世尔科技公司提供的无卤检测专用分析仪与专用分析柱 (AS22阴离子分析柱) 相配合, 无需调整量程即可在13分钟内完成对F、Cl、Br、I的分析, 样品中可能存在的高浓度的硝酸根、硫酸根、碳酸根和磷酸根均不会对卤素测试产生干扰, 峰型好, 无拖尾, 峰宽均在0.8分钟之内。



1.5 离子色谱-电感耦合等离子体质谱联用 (IC-ICPMS)

适用范围: 塑料部件、金属部件、电子元件中六价铬等元素价态的超快速和高灵敏度分析

技术特点: IC-ICPMS同时测定Cr(III)和Cr(IV)

本方法采用全惰性PEEK材料的ICS1100离子色谱仪与iCAP Qc ICPMS联用,使用AG7阴离子保护柱,可以在120秒内快速分离Cr(III)和Cr(VI),同时提高了检测灵敏度,使Cr(VI)的检出限可达5ng/L。

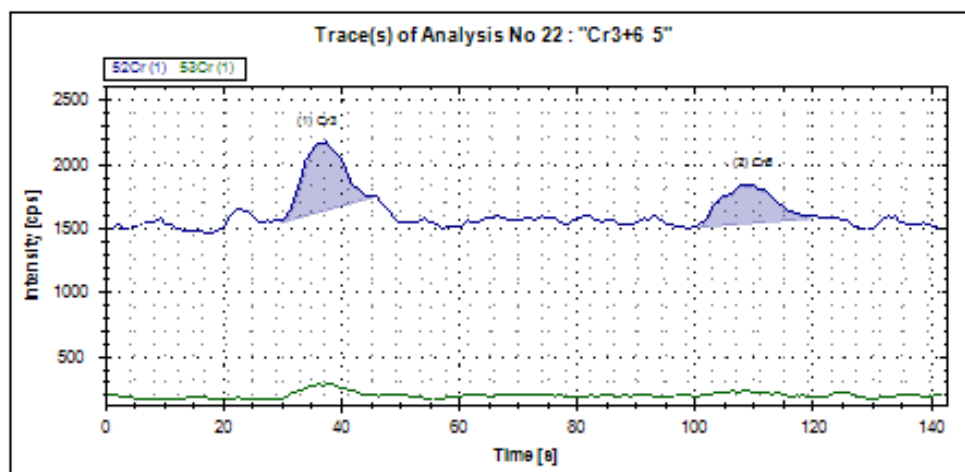


色谱条件

色谱柱	Dionex IonPac AG7 4 × 50 mm
流动相	0.6 mmol EDTA (2Na)、0.07 mol NH ₄ NO ₃ 、定容至1000 mL去离子水中,用氨水调pH至7.1左右
洗脱方式	等度
流速	1.0 mL/min
进样体积	200 μL
持续时间	150 s

仪器参数

仪器参数	设置值	仪器参数	设置值
RF功率 (W)	1550	Q Cell 气体 (mL/min)	4.5 (He)
冷却气 (L/min)	14	KED 电压 (v)	3
辅助气 (L/min)	0.8	驻留时间 (ms)	200
雾化气 (L/min)	1.15	分析质量数	⁵² Cr



0.005 $\mu\text{g/L}$ Cr (III) 和Cr (VI) 的色谱图，信噪比S/N >3

2. 多溴联苯、多溴二苯醚和六溴环十二烷等阻燃剂和邻苯二甲酸酯、多环芳烃等有机物的测定

2.1 气相色谱/质谱联用分析法（GC-MS法）

仪器型号： Thermo Scientific™ ISQ™系列GC-MS

适用范围： 用于有机物的检测，具有检出限低，定性能力强、定量准确的特点，可广泛应用于RoHS行业中多溴联苯、多溴二苯醚、六溴环十二烷、邻苯二甲酸酯、多环芳烃等有机物的检测。

仪器技术特点： GC-MS法是挥发性和半挥发性有机物定性定量测试的常见方法，广泛运用于各种有机毒害物的残留分析项目。

Trace 1300系列气相色谱仪采用最新模块化设计，可随时插拔各种进样口、检测器，采用功能强大的变色龙软件控制。

ISQ系列是久经时间考验的单四极杆质谱，代表了质谱仪在创新方面近50年的积累，具有行业领先的灵敏度，更低的仪器检测限，满足更严格法规要求。

专利真空锁定装置，快速维护质谱离子源无需卸真空，保证高通量分析的连续性。

带透镜保护双灯丝，保证灯丝的长寿命。

一次进样，FS/SIM同步进行，同时定性和定量。

拓展的不卸真空更换色谱柱模块，保证各种不同应用直接切换时质谱无需停机。

专利的氦气节省模块，一瓶氦气可使用3.5-14年。



应用举例

实例1. GC/MS测定PBBs和PBDEs

分析条件：

GC条件

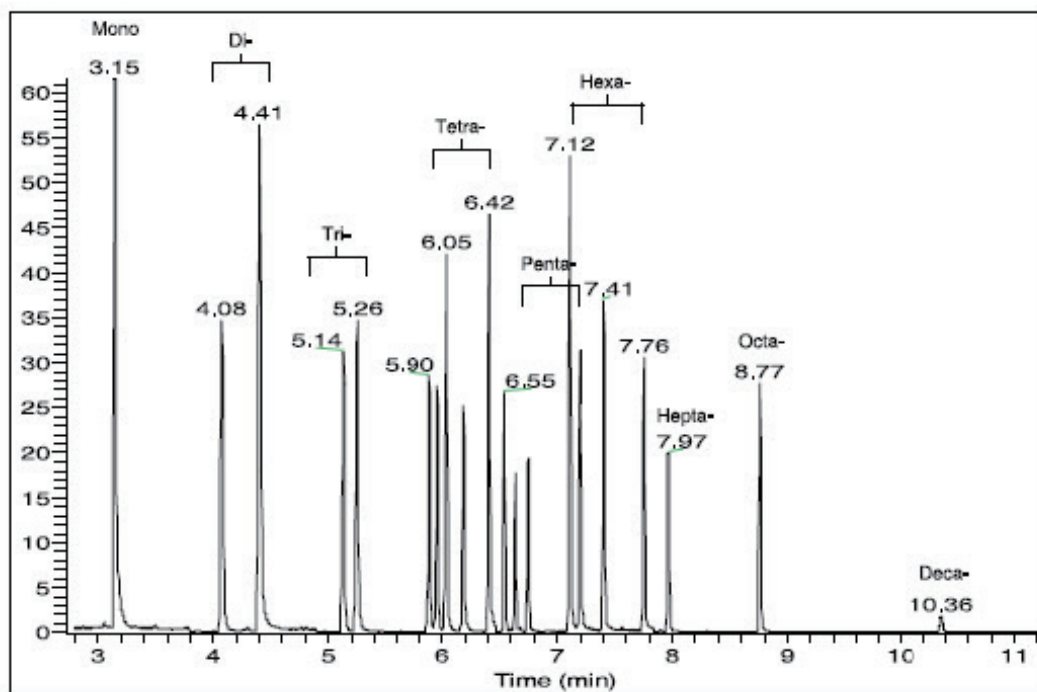
色谱柱： Thermo Scientific™ TR-5MS (15m × 0.25mm × 0.1 μm)

升温程序： 100 °C (1 min) ， 25 °C/min to 330 °C (2 min)

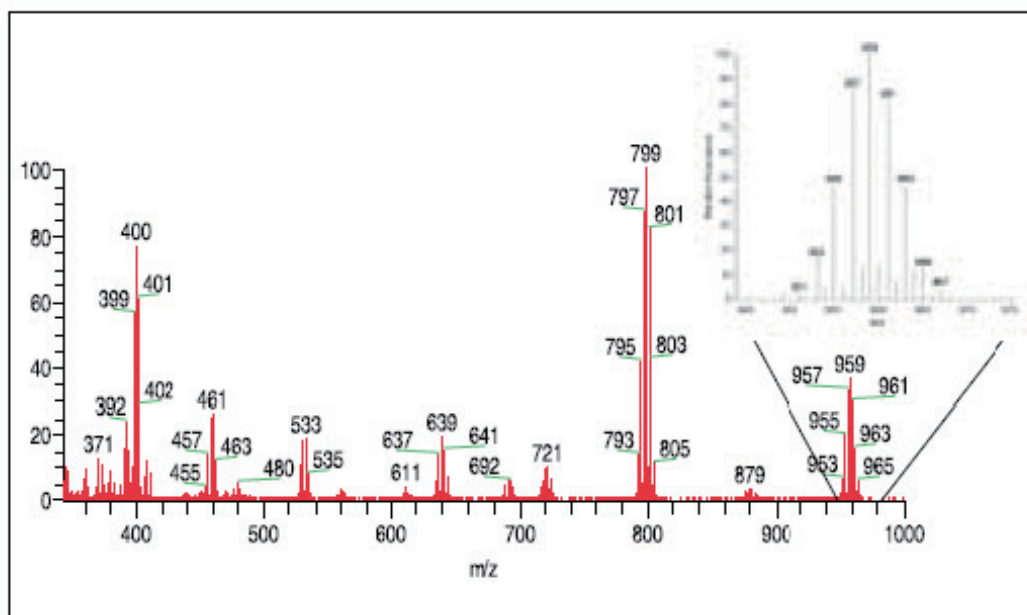
进样口： 进样口温度 280 °C；不分流进样；分流时间1 min；

载气： 高纯氦 (99.999%) ， 横流模式，流速： 1.5 mL/min

分析结果:



在11分钟内21种多溴联苯酮同系物分离并检测



带有 m/z 951到967分子离子簇的十溴联苯酮的全扫描质谱图

MS条件

离子源温度: 270℃

传输线温度: 310℃

扫描方法: 全扫描和选择离子扫描

Seg	Scan Event1 (SIM)			Scan Event (Fullscan)	
	Mass (m/z)	Width (aum)	Dwell (ms)	Masss Range (aum)	
1	248,250				
	328,330				
	406,408				
	482,484	1	10	150-900	1-9溴出峰时间段
	486,562				
	564,566				
	719,721				
	801,802				
2	799,801	1	100	700-1000	10溴出峰时间段

结论:

新款的ISQ单四极杆气质联用仪, 拥有超高的抗污染能力, 能使您实验室的生产效率最大化。宽的质量范围, 线性范围非常适合分析PBBs和PBDEs这类阻燃剂, 是应对RoHS指令的最佳仪器。

实例2. GC-MS测定邻苯二甲酸酯类增塑剂

GC条件

色谱柱: Thermo Scientific™ TG-35 MS (30m, 0.25mm, 0.25µm, PN: 26094-1420)

升温程序: 80℃ (1 min) , 10℃/min到280℃, 保持10min

进样口: 进样口温度: 240℃; 不分流进; 分流时间: 1min;

载气: 高纯氦 (99.999%) , 横流模式, 流速: 1.0mL/min

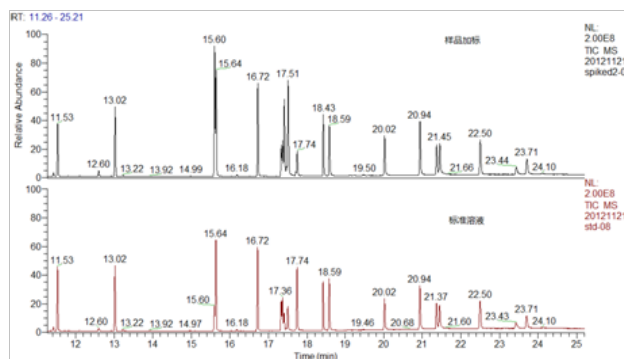
进样体积: 1µL

MS条件

离子源温度: 300℃

传输线温度: 300℃

扫描方法: 全扫描, 扫描范围m/z 50-350



样品加标与标准溶液谱图比较

实例3. 加速溶剂萃取 (ASE) - 气质 (GC-MS) 联用法测定多环芳烃 (PAHs)

加速溶剂萃取技术 (Accelerated Solvent Extraction, ASE) 能够很好的解决传统索氏提取方法的缺点。该技术在较高的温度 (40 °C -200 °C) 和高压 (1500 psi) 下用溶剂萃取固体或半固体样品中的目标组分, ASE 具有萃取效率高, 速度快、溶剂用量少、萃取过程自动化高等优点。ASE已被美国环保署列为官方萃取方法, 方法号为U.S. EPA 3545。

ASE条件

萃取溶剂: 正己烷
系统压力: 1500psi
萃取温度: 100
加热时间: 5min
静态萃取时间: 5min
冲洗体积: 60%
吹扫时间: 90s
萃取池大小: 10mL
总时间消耗: 20min
总溶剂消耗: 20mL

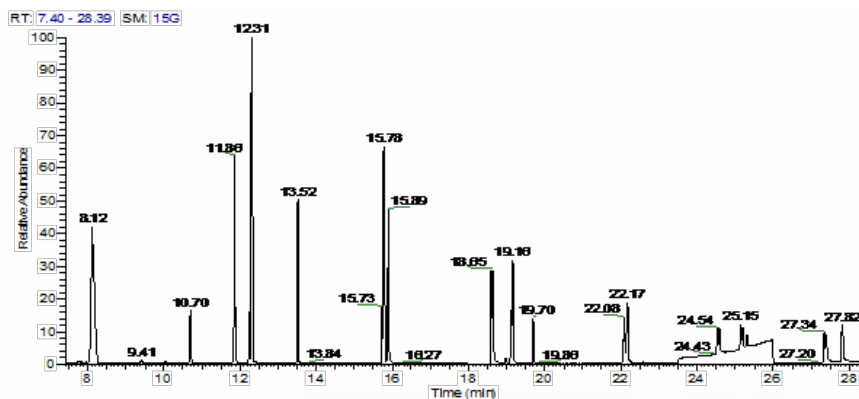


GC条件

色谱柱: Thermo Scientific™ TG-5MS (30m×0.25mm×0.25μm)
升温程序: 70°C (2min), 10°C/min to 320°C (5min)
进样口: 进样口温度: 300°C; 不分流进; 分流时间: 1min; 分流比: 60:1
载气: 高纯氦 (99.999%), 横流模式, 流速: 1 mL/min

MS条件

离子源温度: 300°C
传输线温度: 300°C
灯丝电流: 25μA
离子化方式: EI, 70eV
扫描方法: SIM 模式



标准溶液色谱图 (100μg/L)

实例4. GC-MS测定六溴环十二烷

前处理可以参考EPA3540C, EPA3546等方法。取0.5g样品材料粉末, 经微波萃取30分钟后, 用硅胶柱净化, 再用130mL正己烷洗脱。样品浓缩后, 用正己烷定容上机分析。

分析方法

AS: 1 μ L

GC: SSL, 28 $^{\circ}$ C; splitless time=1min

50C (1min), 25 $^{\circ}$ C/min, 280C (5min)

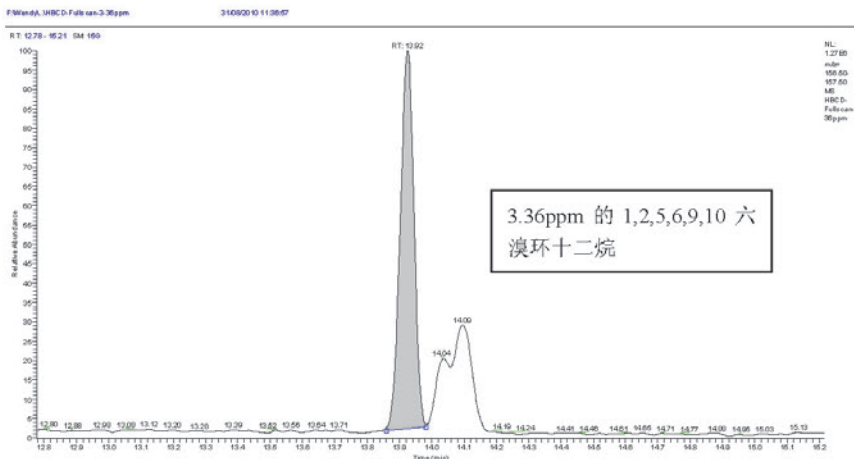
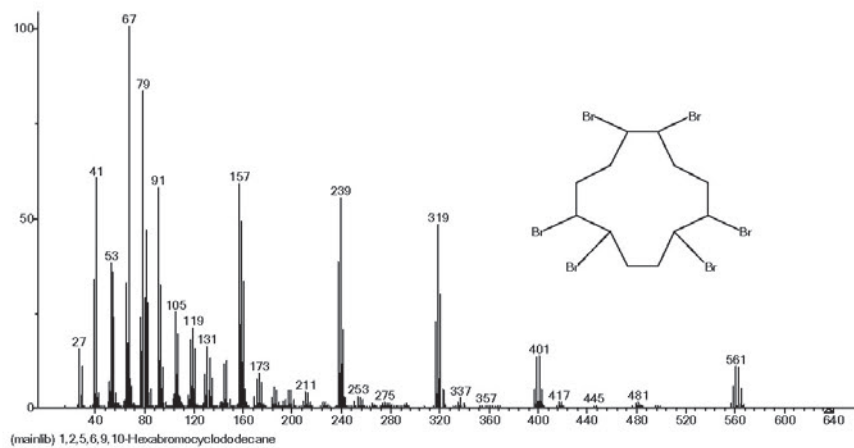
TR-5ms (10m, 0.25mm, 0.1 μ m)

Transfer line: 28 $^{\circ}$ C

Flow rate:1.5mL/min

MS: Ion source: 20 $^{\circ}$ C

Full Scan: 40-570m/z



2.2 液相色谱法（HPLC法）

仪器型号： Thermo Scientific™ Ultimate™ 3000系列HPLC

适用范围： 塑料部件及电子元件中PBB、PBDE阻燃剂的定量分析。

技术特点： 适用于十溴联苯和十溴二苯醚等难挥发性阻燃剂的测试，弥补GC-MS法的弱点。也可以用于邻苯二甲酸酯和多环芳烃的测定。按照SN/T 2005.1-2005，多溴联苯和多溴联苯醚是LC分析的，LC配置用常规的四元低压系统，DAD/WWD检测。

Ultimate™ 3000系列HPLC

- 专利的静态混合器设计——灵活，适应常规和快速的各种应用
- 柱塞杆清洗 + 微滴计数器设计——检测是否还有清洗溶剂以及泵是否漏液
- 专利的SmartFlow技术——保证泵的无脉冲输液
- 转盘式进样方式——快速，准确，减少机械磨损
- 多种进样方式——兼容各种大小体积进样瓶和孔板
- 多传感的柱温箱——准确感应柱温箱的温度，漏液和湿度
- 可升级的柱温箱——任何一款柱温箱都能加配柱切换阀
- 选择最多的检测器——提供各种高灵敏的检测器，包括特色的电喷雾检测器和电化学检测
- 业界最强大的色谱软件——操作简便灵活，可控制最多第三方色谱仪器



Basic and
Standard LC Systems
多种检测器适配



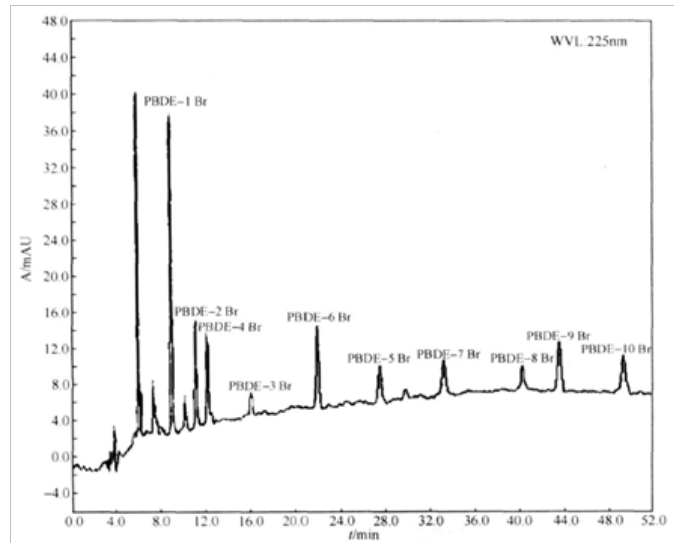
RSLC

应用举例：

实例1. 多溴代联苯醚分析

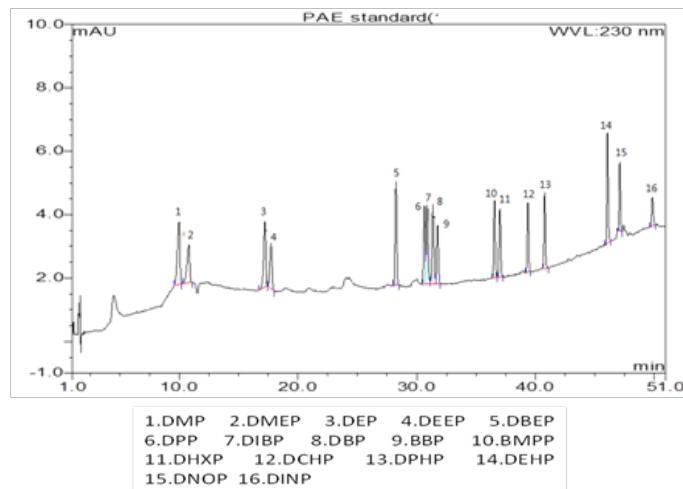
分析条件：色谱柱Acclaim 120 C18 (5 μ m,4.6 \times 250mm)，流动相：磷酸盐缓冲液/甲醇，检测波长：225nm，检测限：1~4mg/L，回收率：99.29~100.70%。

PBDEs标准品：PBDE-1Br、PBDE-2Br、PBDE-3Br、PBDE-4Br、PBDE-5Br、PBDE-6Br、PBDE-7Br、PBDE-8Br、PBDE-9Br、PBDE-10Br (Accustandard公司)



实例2. 塑化剂分析方法（16种邻苯二甲酸酯分析）

色谱柱类型	Acclaim C18, 4.6 \times 150mm, 5 μ m
流动相组成	水-乙腈-甲醇
洗脱方式	梯度洗脱，流速：1.0mL/min
检测器工作参数	检测波长：230nm，采集频率：5Hz
柱温箱	30 $^{\circ}$ C
进样方式及体积	自动进样：20 μ L



更安全

ThermoFisher SCIENTIFIC

更清洁

更健康

赛默飞致力于帮助您使世界变得

关于赛默飞世尔科技

赛默飞世尔科技（纽约证交所代码：TMO）是科学服务领域的世界领导者。公司年销售额170亿美元，在50个国家拥有员工约50,000人。我们的使命是帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。我们的产品和服务帮助客户加速生命科学领域的研究、解决在分析领域所遇到的复杂问题与挑战，促进医疗诊断发展、提高实验室生产力。借助于Thermo Scientific、Life Technologies、Fisher Scientific和 Unity™ Lab Services四个首要品牌，我们将创新技术、便捷采购方案和实验室运营管理的整体解决方案相结合，为客户、股东和员工创造价值。

欲了解更多信息，请浏览公司网站：www.thermofisher.com

赛默飞世尔科技中国

赛默飞世尔科技进入中国已超过30年，在中国的总部设于上海，并在北京、广州、香港、台湾、成都、沈阳、西安、南京、武汉等地设立了分公司，员工人数超过3800名。为了满足中国市场的需求，现有8家工厂分别在上海、北京和苏州运营。我们在全中国共设立了7个应用开发中心，将世界级的前沿技术和产品带给国内客户，并提供应用开发与培训等多项服务；位于上海的中国创新中心结合国内市场的需求和国外先进技术，研发适合中国的技术和产品；我们拥有遍布全国的维修服务网点和特别成立的中国技术培训团队，在全国有超过2000名工程师提供售后服务。我们致力于帮助客户使世界更健康、更清洁、更安全。

欲了解更多信息，请登录 www.thermofisher.cn

赛默飞世尔科技(中国)有限公司

免费服务热线：800 810 5118
400 650 5118 (支持手机用户)

ThermoFisher SCIENTIFIC