



中华人民共和国国家标准

GB/T 24279.1—2018/ISO 17881-1:2016
代替 GB/T 24279—2009

纺织品 某些阻燃剂的测定 第 1 部分：溴系阻燃剂

Textiles—Determination of certain flame retardants—
Part 1: Brominated flame retardants

(ISO 17881-1:2016, IDT)

2018-12-28 发布

2019-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

GB/T 24279《纺织品 某些阻燃剂的测定》分为 2 个部分：

——第 1 部分：溴系阻燃剂；

——第 2 部分：磷系阻燃剂。

本部分为 GB/T 24279 的第 1 部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分代替 GB/T 24279—2009《纺织品 禁限用阻燃剂的测定》，与 GB/T 24279—2009 相比，主要技术变化如下：

——修改了标准名称；

——调整了被测阻燃剂目标物的种类；

——删除了规范性引用文件一章；

——修改了前处理萃取方法；

——定量方法由外标法修改为内标法；

——删除了原标准中的 3 个附录，增加了关于 GC-MS 检测参数示例的资料性附录 A。

本部分使用翻译法等同采用 ISO 17881-1:2016《纺织品 某些阻燃剂的测定 第 1 部分：溴系阻燃剂》。

本部分做了下列编辑性修改：

——为提供标准溶液保存条件的信息而便于使用，5.1.3 中增加了注；

——资料性附录 A 中，为方便操作增加了色谱图，调整了个别被测物质的测定低限。

本部分由中国纺织工业联合会提出。

本部分由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本部分起草单位：中纺标检验认证股份有限公司、吉林出入境检验检疫局、烟台正海合泰科技股份有限公司、福建省纤维检验局、利郎(中国)有限公司、福建凤竹纺织科技股份有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、上海天祥质量技术服务有限公司。

本部分主要起草人：康宁、斯颖、郑宇英、李爱军、王麟、裴德君、郭焕祥、郑娟、王岸英、高兵、樊蓉。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 24279—2009。

纺织品 某些阻燃剂的测定

第 1 部分:溴系阻燃剂

警示——使用本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法律法规的规定。

1 范围

GB/T 24279 的本部分规定了采用气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)测定纺织品中某些含溴阻燃剂的试验方法。

本部分适用于各类纺织品。

2 原理

用甲苯经超声波发生器提取试样中的阻燃剂,用气相色谱-质谱联用仪测定和确证,内标法定量。

3 试剂

除另有规定外,所用试剂为分析纯。

- 3.1 一溴联苯,CAS No.2052-07-5。
- 3.2 二溴联苯,CAS No.57422-77-2。
- 3.3 三溴联苯,CAS No.59080-34-1。
- 3.4 四溴联苯,CAS No.60044-24-8。
- 3.5 五溴联苯,CAS No.59080-39-6。
- 3.6 六溴联苯,CAS No.60044-26-0。
- 3.7 七溴联苯,CAS No.88700-06-5。
- 3.8 八溴联苯,CAS No.67889-00-3。
- 3.9 九溴联苯,CAS No.69278-62-2。
- 3.10 十溴联苯,CAS No.13654-09-6。
- 3.11 四溴联苯醚,CAS No.5436-43-1。
- 3.12 五溴联苯醚,CAS No.32534-81-9。
- 3.13 六溴联苯醚,CAS No.207122-15-4。
- 3.14 七溴联苯醚,CAS No.207122-16-5。
- 3.15 八溴联苯醚,CAS No.337513-72-1。
- 3.16 十溴联苯醚,CAS No.1163-19-5。
- 3.17 六溴环十二烷,CAS No.25637-99-4。
- 3.18 十氯联苯,CAS No.2051-24-3,内标物。
- 3.19 甲苯。

注:由于溴系阻燃剂有许多同分异构体,该方法不可能包括所有的同分异构体。第 3 章所列的阻燃剂同分异构体的测定,可参照本方法。

4 仪器与设备

- 4.1 气相色谱-质谱联用仪(GC-MS)。
- 4.2 超声波发生器:工作频率 35 kHz~45 kHz。
- 4.3 旋转蒸发器,能够提供 50 °C 水浴。
- 4.4 具塞棕色玻璃提取瓶,40 mL。
- 4.5 浓缩瓶,100 mL。
- 4.6 有机滤膜,0.45 μm。
- 4.7 天平,分度值为 0.1 mg。

5 试验步骤

5.1 标准溶液配制

5.1.1 标准和内标储备溶液

以甲苯(3.19)为溶剂,分别配制每种阻燃剂(3.1~3.17)及内标物(3.18)的标准储备溶液,浓度均为 1 000 μg/mL。

溶于其他溶剂中的标准溶液也可使用。

5.1.2 内标工作溶液

以甲苯为溶剂,制备 10 μg/mL 的十氯联苯内标工作溶液。

5.1.3 标准工作溶液

以甲苯为溶剂,用标准和内标储备溶液配制 17 种阻燃剂的混合标准工作溶液,混合标准溶液中内标物浓度为 10 μg/mL,根据需要使用内标工作溶液(5.1.2)逐级稀释成适当浓度的系列混合标准工作溶液。选择至少 5 个标准溶液浓度梯度绘制工作曲线,用 GC-MS 分析。

注:标准储备溶液的有效期为 12 个月,混合标准溶液有效期为 6 个月。十溴联苯溶液在常温中保存,其他溶液在 0 °C~4 °C 冰箱中保存。

5.2 试样制备

从样品上取代表性试样,将其剪碎混匀,用天平(4.7)称取(1.00±0.01)g 试样。

5.3 超声波萃取

将试样置于具塞棕色提取瓶(4.4)中,加入 20 mL 甲苯,置于超声波发生器(4.2)中于室温下萃取 30 min。将提取液过滤转移到 100 mL 浓缩瓶(4.5)中,再用 10 mL 甲苯在室温下超声萃取提取瓶中的残余物 15 min。合并滤液,收集于浓缩瓶(4.5)中。

用旋转蒸发器(4.3)浓缩,使残余物近干,用内标工作溶液(5.1.2)定容至 2.0 mL,通过滤膜(4.6),所得滤液用于阻燃剂的测定。

5.4 测定

用 GC-MS(4.1)测定 5.3 中所得滤液中的阻燃剂,采用内标法定量。标准工作溶液与样液等体积参插进样,在附录 A 中给出用 GC-MS 测定阻燃剂的检测参数示例。同时进行空白试验,扣除空白值。

当阻燃剂含量过低时,有必要适当增加试样质量,至少达到 3 倍的检出限。
当阻燃剂浓度超过仪器响应值线性范围时,有必要对溶液进行适当地稀释。

6 结果计算

用工作曲线定量测定每种阻燃剂的浓度,以占试样的质量分数表示,单位为 $\mu\text{g/g}$ 。按式(1)计算:

$$X_i = \frac{(c_i - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i —— 纺织试样中阻燃剂 i 的含量,单位为微克每克($\mu\text{g/g}$);
- c_i —— 试液中阻燃剂 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- c_0 —— 空白试液中阻燃剂 i 的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);
- V —— 试液的最终定容体积,单位为毫升(mL);
- m —— 试样质量,单位为克(g)。

7 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) GB/T 24279 的本部分编号;
- b) 样品描述;
- c) 每种阻燃剂含量;
- d) 与规定程序的任何偏离。

附 录 A
(资料性附录)
GC-MS 检测参数示例

A.1 仪器参数

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出气相色谱-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:VF-5ht 石英毛细管柱,长度 15 m,内径 0.25 mm,膜厚 0.1 μm ,或相当者;
- b) 色谱柱温度:100 $^{\circ}\text{C}$ (2 min),100 $^{\circ}\text{C}$ ~310 $^{\circ}\text{C}$ (20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$),310 $^{\circ}\text{C}$ (5 min);
- c) 进样口温度:280 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 质谱接口温度:300 $^{\circ}\text{C}$;
- e) 载气:氦气,纯度 $\geq 99.999\%$,流速 1.5 mL/min;
- f) 电离方式:EI;
- g) 电离能量:70 eV;
- h) 测定方式:选择离子监测方式;
- i) 进样方式:无分流进样,1.0 min 后开阀;
- j) 进样量:1.0 μL 。

A.2 特征离子和测定低限

阻燃剂的特征离子和测定低限如表 A.1 所示。

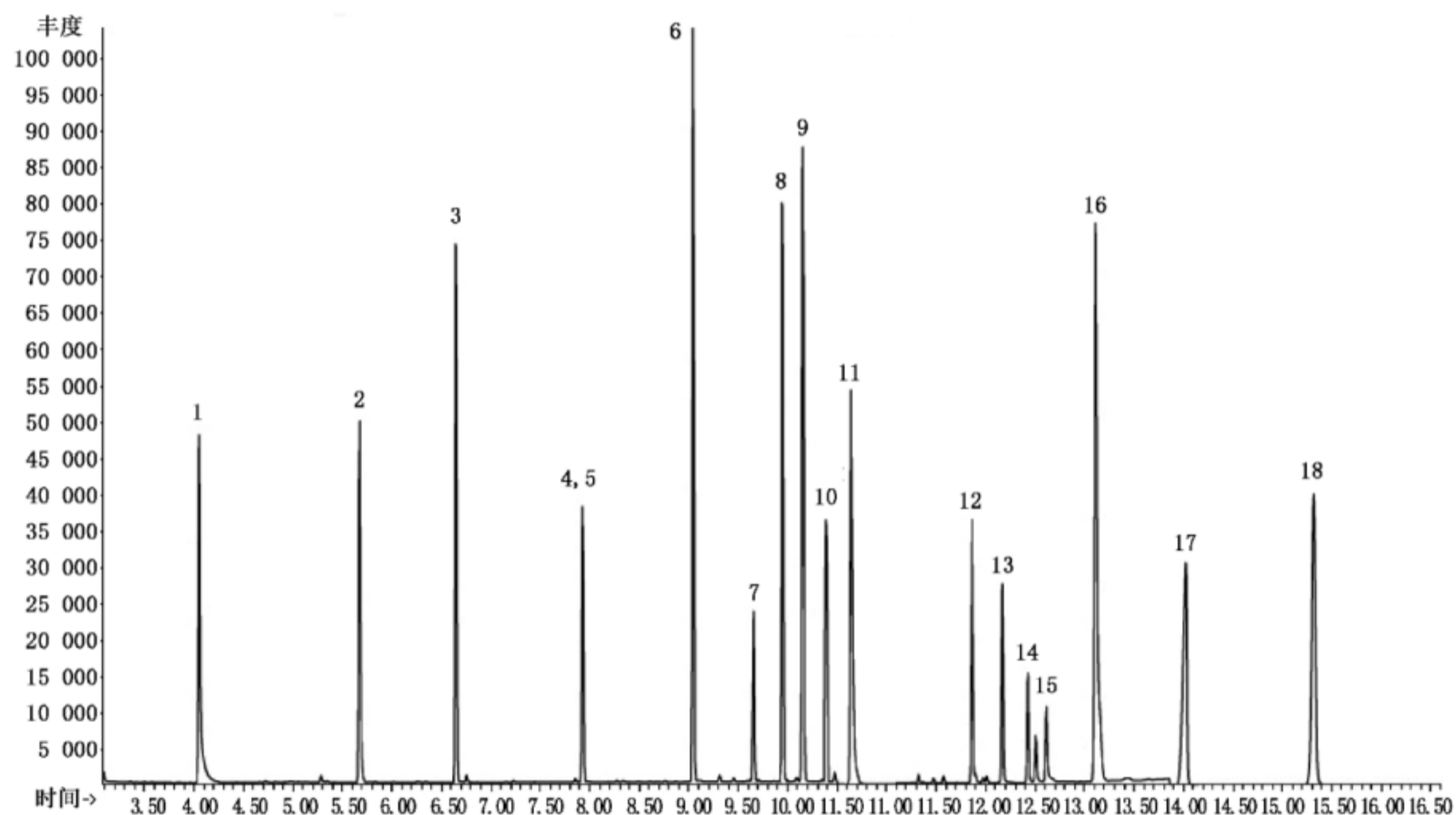
表 A.1 阻燃剂定量和定性选择离子及测定低限表

No.	阻燃剂	特征离子/u		测定低限/ ($\mu\text{g}/\text{g}$)
		定量离子	定性离子	
1	一溴联苯(MonoBB)	152	234,232,152	1
2	二溴联苯(DiBB)	152	312,310,152	1
3	三溴联苯(TriBB)	230	392,390,230	1
4	四溴联苯(TetraBB)	310	470,310,308	1
5	五溴联苯(PentaBB)	388	550,390,388	1
6	六溴联苯(HexaBB)	468	628,468,466	5
7	七溴联苯(HeptaBB)	546	705,546,544	5
8	八溴联苯(OctaBB)	544	785,546,544	5
9	九溴联苯(NonaBB)	705	864,705,703	5
10	十溴联苯(DecaBB)	783	944,783,781	10
11	四溴联苯醚(TetraBDE)	326	488,486,326	1
12	五溴联苯醚(PentaBDE)	404	564,406,404	1

表 A.1 (续)

No.	阻燃剂	特征离子/u		测定低限/ ($\mu\text{g/g}$)
		定量离子	定性离子	
13	六溴联苯醚(HexaBDE)	484	643,484,482	5
14	七溴联苯醚(HeptaBDE)	562	722,562,456	5
15	八溴联苯醚(OctaBDE)	642	801,642,639	5
16	十溴联苯醚(DecaBDE)	799	959,799,797	10
17	六溴环十二烷(HBCDD)	157	319,239,157	10
18	十氯联苯(IS)	498	498,428,214	—

17 种阻燃剂标准物和内标物的色谱图如图 A.1 所示。



说明:

1——一溴联苯;
2——二溴联苯;
3——三溴联苯;
4——四溴联苯;
5——四溴联苯醚;
6——五溴联苯;
7——五溴联苯醚;
8——十氯联苯(IS);
9——六溴联苯;

10——六溴联苯醚;
11——六溴环十二烷;
12——七溴联苯;
13——七溴联苯醚;
14——八溴联苯醚;
15——八溴联苯;
16——九溴联苯;
17——十溴联苯;
18——十溴联苯醚。

图 A.1 17 种阻燃剂标准物和 1 种内标物的色谱图

附录 B
(资料性附录)
联合试验

联合试验在 5 个实验室中进行。

准备了 9 个样品,其中 3 个取自棉织物(编号 1~3),3 个取自涤纶织物(编号 4~6),3 个取自 50%棉/50%涤纶织物(编号 7~9),每个样品含 6 种阻燃剂,即 DiBB, PentaBB, DecaBB, PentaBDE, DecaBDE 和 HBCDD。每种织物的 3 个样品所含阻燃剂水平为 50 mg/kg, 200 mg/kg 和 500 mg/kg。每个样品制备 3 个试样。

联合试验结果如表 B.1 所示。

表 B.1 联合试验结果

样品 编号	阻燃剂 名称	实际值/ (mg/kg)	平均值/ (mg/kg)	回收率/ %	重复性		再现性	
					S_r /(mg/kg)	CV_r /%	S_R /(mg/kg)	CV_R /%
1	二溴联苯(DiBB)	50	49.62	99.24	2.08	4.20	5.72	11.52
	五溴联苯(PentaBB)	50	45.00	90.00	1.97	4.37	6.16	13.69
	十溴联苯(DecaBB)	50	44.76	89.52	1.63	3.64	6.401	14.30
	五溴联苯醚(PentaBDE)	50	42.52	85.03	1.46	3.42	7.57	17.82
	十溴联苯醚(DecaBDE)	50	46.23	92.46	1.82	3.94	7.97	17.24
	六溴环十二烷(HBCDD)	50	46.56	93.12	2.78	5.96	1.79	3.85
2	二溴联苯(DiBB)	200	199.37	99.68	6.71	3.36	14.04	7.04
	五溴联苯(PentaBB)	200	198.84	99.42	6.77	3.41	12.49	6.28
	十溴联苯(DecaBB)	200	191.39	95.70	6.28	3.28	10.35	5.41
	五溴联苯醚(PentaBDE)	200	189.96	94.98	8.26	4.35	15.69	8.26
	十溴联苯醚(DecaBDE)	200	183.85	91.93	9.51	5.17	20.68	11.25
	六溴环十二烷(HBCDD)	200	192.05	96.03	6.16	3.21	7.70	4.01
3	二溴联苯(DiBB)	500	491.48	98.30	13.99	2.85	46.44	9.45
	五溴联苯(PentaBB)	500	482.46	96.49	21.19	4.39	12.12	2.51
	十溴联苯(DecaBB)	500	478.75	95.75	20.72	4.33	27.11	5.66
	五溴联苯醚(PentaBDE)	500	479.23	95.85	9.47	1.98	19.74	4.12
	十溴联苯醚(DecaBDE)	500	480.40	96.08	18.65	3.88	23.59	4.91
	六溴环十二烷(HBCDD)	500	475.28	95.06	35.11	7.39	28.18	5.93
4	二溴联苯(DiBB)	50	46.14	92.28	2.38	5.17	3.50	7.59
	五溴联苯(PentaBB)	50	44.90	89.79	1.30	2.90	6.30	14.03
	十溴联苯(DecaBB)	50	47.07	94.14	2.14	4.55	7.42	15.77
	五溴联苯醚(PentaBDE)	50	41.70	83.40	1.43	3.43	7.82	18.76
	十溴联苯醚(DecaBDE)	50	46.35	92.70	2.00	4.31	8.85	19.11
	六溴环十二烷(HBCDD)	50	43.84	87.68	2.23	5.08	6.59	15.04

表 B.1 (续)

样品 编号	阻燃剂 名称	实际值/ (mg/kg)	平均值/ (mg/kg)	回收率/ %	重复性		再现性	
					S_r /(mg/kg)	CV_r /%	S_R /(mg/kg)	CV_R /%
5	二溴联苯(DiBB)	200	192.47	96.24	7.96	4.14	10.64	5.53
	五溴联苯(PentaBB)	200	191.08	95.54	10.80	5.65	11.75	6.15
	十溴联苯(DecaBB)	200	185.75	92.87	6.57	3.54	16.27	8.76
	五溴联苯醚(PentaBDE)	200	189.28	94.64	7.65	4.04	15.06	7.96
	十溴联苯醚(DecaBDE)	200	187.99	94.00	9.46	5.03	15.05	8.00
	六溴环十二烷(HBCDD)	200	180.58	90.29	6.55	3.63	12.76	7.07
6	二溴联苯(DiBB)	500	480.93	96.19	17.75	3.69	30.69	6.38
	五溴联苯(PentaBB)	500	483.82	96.76	13.65	2.82	13.84	2.86
	十溴联苯(DecaBB)	500	479.54	95.91	12.94	2.70	25.24	5.26
	五溴联苯醚(PentaBDE)	500	473.41	94.68	7.21	1.52	28.69	6.06
	十溴联苯醚(DecaBDE)	500	468.39	93.68	16.59	3.54	18.11	3.87
	六溴环十二烷(HBCDD)	500	485.21	97.04	21.12	4.35	17.67	3.64
7	二溴联苯(DiBB)	50	47.14	94.29	1.52	3.23	4.31	9.15
	五溴联苯(PentaBB)	50	44.67	89.34	1.79	4.01	6.99	15.65
	十溴联苯(DecaBB)	50	45.03	90.06	2.73	6.05	3.06	6.79
	五溴联苯醚(PentaBDE)	50	40.33	80.66	2.06	5.11	8.93	22.15
	十溴联苯醚(DecaBDE)	50	45.43	90.86	2.70	5.94	5.61	12.34
	六溴环十二烷(HBCDD)	50	42.52	85.04	2.21	5.19	4.54	10.69
8	二溴联苯(DiBB)	200	189.40	94.70	7.37	3.89	10.50	5.55
	五溴联苯(PentaBB)	200	202.38	101.19	5.89	2.91	12.36	6.11
	十溴联苯(DecaBB)	200	189.63	94.82	8.12	4.28	5.80	3.06
	五溴联苯醚(PentaBDE)	200	189.05	94.53	3.99	2.11	15.31	8.10
	十溴联苯醚(DecaBDE)	200	191.94	95.97	7.07	3.68	7.78	4.05
	六溴环十二烷(HBCDD)	200	179.18	89.59	7.65	4.27	15.56	8.69
9	二溴联苯(DiBB)	500	475.97	95.19	31.27	6.57	41.19	8.65
	五溴联苯(PentaBB)	500	494.46	98.89	11.23	2.27	23.03	4.66
	十溴联苯(DecaBB)	500	503.78	100.76	16.22	3.22	24.95	4.95
	五溴联苯醚(PentaBDE)	500	477.93	95.59	12.26	2.57	8.95	1.87
	十溴联苯醚(DecaBDE)	500	479.87	95.97	19.73	4.11	35.29	7.35
	六溴环十二烷(HBCDD)	500	489.33	97.87	20.70	4.23	13.04	2.67

中华人民共和国
国家标准
纺织品 某些阻燃剂的测定
第1部分：溴系阻燃剂

GB/T 24279.1—2018/ISO 17881-1:2016

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

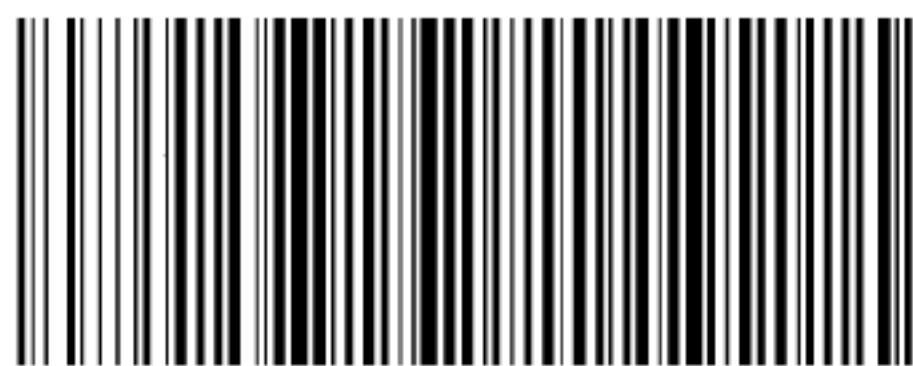
服务热线: 400-168-0010

2019年1月第一版

*

书号: 155066 · 1-62093

版权专有 侵权必究



GB/T 24279.1-2018