

DB42

湖北省地方标准

DB42/T 2191—2024

纺织品 多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的 测定

Textiles—Determination of poly brominated diphenyl ethers (PBDEs)
and methoxylated polybrominated diphenyl ethers (Meo-PBDEs)

地方标准信息服务平台

2024 - 02 - 01 发布

2024 - 04 - 01 实施

湖北省市场监督管理局 发布

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 试剂和材料	1
6 仪器和设备	2
7 分析步骤	3
8 结果计算与表示	4
9 方法的检出限	5
10 方法的精密度和准确度	5
11 试验报告	5
附录 A (资料性) 多溴联苯醚、甲氧基多溴联苯醚以及碳 13 同位素多溴联苯醚内标定量选择离子和定性离子	6
附录 B (资料性) 多溴联苯醚、甲氧基多溴联苯醚以及碳 13 同位素多溴联苯醚内标总离子流 (TIC) 色谱图	9
附录 C (资料性) 方法的回收率试验	11

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由湖北省纤维检验局提出。

本文件由湖北省纺织标准化技术委员会归口。

本文件起草单位：湖北省纤维检验局、湖北中检检测有限公司、湖北省纤维检验局咸宁分局、湖北省标准化与质量研究院、常德市食品检验所、湖北省纤维检验局黄冈分局。

本文件主要起草人：潘全、陈魏、宋丛珊、王克作、余小燕、高青松、万小蕙、李响、陈琼、高书景、杜政、卢文艳、朱尽顺。

本文件实施应用中的疑问，可咨询湖北省纺织标准化技术委员会，电话：027-88222437，邮箱：1428825725@qq.com；对本文件的有关修改意见建议请反馈至湖北省纤维检验局，电话：027-88230165，邮箱：313445549@qq.com。

地方标准信息服务平台

纺织品 多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的测定

1 范围

本文件规定了采用气相色谱-质谱（GC-MS）联用法测定纺织品中多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚含量的方法。

本文件适用于10种多溴联苯醚和8种甲氧基多溴联苯醚的测试，其他同分异构体的测试可参考本文件执行。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示与判定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

采用加速溶剂萃取、超声萃取或索氏萃取方式提取纺织品中的多溴联苯醚及甲氧基多溴联苯醚，提取液浓缩后经气相色谱-质谱联用仪检测，同位素内标法测定。

5 试剂和材料

5.1 甲苯：色谱纯。

5.2 标准物质

5.2.1 10种多溴联苯醚标准物质

包含3-溴联苯醚（CAS号6876-00-2）、3,4'-二溴联苯醚（CAS号83694-71-7）、2,4,4'-三溴联苯醚（CAS号41318-75-6）、2,3',4,4'-四溴联苯醚（CAS号189084-61-5）、2,2',3,4,4'-五溴联苯醚（CAS号182346-21-0）、2,2',3,4,4',5'-六溴联苯醚（CAS号182677-30-1）、2,3,3',4,4',5,6-七溴联苯醚（CAS号189084-68-2）、2,3,3',4,4',5,5',6-八溴联苯醚（CAS号446255-56-7）、2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴联苯醚（CAS号63387-28-0）、十溴联苯醚（CAS号1163-19-5），以上标准物质纯度 $\geq 99\%$ （质量分数）。

5.2.2 8种甲氧基多溴联苯醚标准物质

包含2'-甲氧基-4-溴联苯醚、3'-甲氧基-2,4-二溴联苯醚、4'-甲氧基-2,2',4-三溴联苯醚、5-甲氧基-2,2',4,4'-四溴联苯醚、4'-甲氧基-2,2',4,5,5'-五溴联苯醚、6-甲氧基-2,3,3',4,4',5'-六溴

联苯醚、4-甲氧基-2,2',3,4',5,5',6-七溴联苯醚、4'-甲氧基-2,2',3,3',4,5',6,6'-八溴联苯醚，以上标准物质纯度 $\geq 97\%$ （质量分数）。

5.2.3 7种碳13同位素多溴联苯醚标准物质

包含碳13标记2,4,4'-三溴联苯醚、碳13标记2,2',4,4'-四溴联苯醚、碳13标记2,2',4,4',5-五溴联苯醚、碳13标记2,2',4,4',6-五溴联苯醚、碳13标记2,2',4,4',5,5'-六溴联苯醚、碳13标记2,2',4,4',5,6'-六溴联苯醚、碳13标记2,2',3,4,4',5',6-七溴联苯醚，以上标准物质为内标物(IS)，纯度 $\geq 99\%$ （质量分数）。实验室根据实际情况选择合适的（一种或以上）内标物进行测定。

5.3 标准溶液

5.3.1 标准储备溶液的配制

5.3.1.1 将10种多溴联苯醚标准物质（5.2.1），以甲苯（5.1）作为溶剂，配制成浓度为50 mg/L的多溴联苯醚混合标准储备溶液，于（0~4）℃避光保存，有效期为3个月。

5.3.1.2 将8种甲氧基多溴联苯醚标准物质（5.2.2），以甲苯（5.1）为溶剂，配制成浓度为50 mg/L的甲氧基多溴联苯醚混合标准储备溶液，于（0~4）℃避光保存，有效期为3个月。

5.3.1.3 将7种碳13同位素多溴联苯醚标准物质（5.2.3），以甲苯（5.1）为溶剂，配制成浓度为2 mg/L的碳13同位素多溴联苯醚内标混合标准储备溶液，于（0~4）℃避光保存，有效期为3个月。

5.3.2 标准工作溶液的配制

5.3.2.1 多溴联苯醚标准工作溶液的配制

用多溴联苯醚混合标准储备溶液（5.3.1.1）、碳13同位素多溴联苯醚内标混合标准储备溶液（5.3.1.3）、甲苯（5.1）配制成浓度为0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L、10.0 mg/L的系列标准工作溶液。

5.3.2.2 甲氧基多溴联苯醚标准工作溶液的配制

用甲氧基多溴联苯醚混合标准储备溶液（5.3.1.2）、碳13同位素多溴联苯醚内标混合标准储备溶液（5.3.1.3）、甲苯（5.1）配制成浓度为0.1 mg/L、0.5 mg/L、1.0 mg/L、2.0 mg/L、5.0 mg/L的系列标准工作溶液。

5.3.2.3 碳13同位素多溴联苯醚内标工作溶液的配制

用碳13同位素多溴联苯醚内标混合标准储备溶液（5.3.1.3）、甲苯（5.1）配制成浓度为0.2 mg/L的碳13同位素多溴联苯醚内标工作溶液。

6 仪器和设备

6.1 气相色谱-质谱联用仪（GC-MS）：进样口具分流/不分流和脉冲/高压进样功能。质谱检测器质量范围在（0~1000）amu。

6.2 萃取装置：加速溶剂萃取仪、超声波发生器或索氏萃取装置。

6.3 浓缩装置：旋转蒸发器。

6.4 分析天平：感量0.1 mg。

6.5 分析天平：感量0.01 g。

6.6 反应瓶：具备密封塞，不少于40 mL。

- 6.7 浓缩瓶：100 mL 和 500 mL。
6.8 有机滤膜：孔径（0.20~0.45） μm 。

7 分析步骤

7.1 样品制备

将样品剪碎、混匀，称取1 g（精确至0.01 g）。

7.2 提取

7.2.1 加速溶剂萃取

将试样装入到萃取罐中，在萃取罐中加入20 mL甲苯（5.1）和1.0 mL浓度为0.2 mg/L的碳13同位素多溴联苯醚内标工作溶液（5.3.2.3）。设置加速溶剂萃取仪（6.2）的加热温度为100 $^{\circ}\text{C}$ ，萃取压力为 1.034×10^7 Pa（1500 psi），静态萃取时间为5 min，萃取循环次数为2次。待提取完成后，萃取液收集于100 mL浓缩瓶（6.6）中。

7.2.2 超声萃取

将试样装入反应瓶（6.5）中，加入20 mL甲苯（5.1）和1.0 mL浓度为0.2 mg/L的碳13同位素多溴联苯醚内标工作溶液（5.3.2.3），置于超声波发生器（6.2）中于室温下萃取20 min。将萃取液转移至100 mL浓缩瓶（6.6）中，再用20 mL甲苯在室温下超声萃取反应瓶（6.5）中的剩余物20 min。合并萃取液，收集于100 mL浓缩瓶（6.6）中。

7.2.3 索氏萃取

将试样装入索氏萃取装置（6.2）中，加入 1.0 mL浓度为0.2 mg/L的碳13同位素多溴联苯醚内标工作溶液（5.3.2.3），用200 mL~300 mL甲苯（5.1）提取16 h以上，每小时回流3~4次。待提取完成后，萃取液收集于500 mL浓缩瓶（6.6）中。

7.3 浓缩

将上述浓缩瓶（6.6）置于旋转蒸发器（6.3）中，于 (75 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ ，真空浓缩至近干，用甲苯（5.1）溶解并定容至1 mL，用滤膜（6.7）过滤至色谱进样瓶，用于GC-MS分析。

7.4 测定

7.4.1 气相色谱-质谱分析条件

用GC-MS测定7.3中色谱进样瓶滤液中的待测物。实验室可参照以下参数进行设置：

- 毛细管色谱柱：DB-5ht（15 m \times 0.25 mm \times 0.10 μm ），固定相为5%-苯基-甲基聚硅氧烷的熔融石英毛细管柱，或其他等效的色谱柱；
- 柱温箱升温程序：100 $^{\circ}\text{C}$ ，保持1 min，以20 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升至340 $^{\circ}\text{C}$ ，保持3 min；
- 进样口温度：280 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 质谱接口温度：340 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 四级杆温度：150 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 离子源温度：300 $^{\circ}\text{C}$ ；
- 载气：氦气，纯度 $\geq 99.999\%$ ，流量为1.5 mL/min；

- h) 进样量：1.0 μL；
- i) 进样方式：脉冲不分流，脉冲压力 20 psi（1.0 min 后开阀）；
- j) 电离方式：EI，70 eV；
- k) 监测方式：全扫描（范围 100 amu~1000 amu）和选择离子监测；
- l) 溶剂延迟：180 s。

7.4.2 定性分析

在相同试验条件（7.4.1）下，通过比较试样中待测物与混合标准溶液中目标化合物的保留时间及特征离子进行定性。多溴联苯醚、甲氧基多溴联苯醚和碳13同位素多溴联苯醚内标的特征离子参见附录A。

如果保留时间偏差在±2.5%以内，并且样品与混合标准溶液中各组分定性离子的相对丰度偏差在表1规定范围内，则可判定为样品中存在对应的待测物。

表1 定性确认时相对离子丰度的最大允许偏差

相对离子丰度%	最大允许偏差 ≥50	20≤最大允许偏差<50	10≤最大允许偏差<20	最大允许偏差 <10
最大允许偏差%	±20	±25	±30	±50

7.4.3 定量测定

多溴联苯醚标准工作溶液（5.3.2.1）或甲氧基多溴联苯醚标准工作溶液（5.3.2.2）中每种目标化合物与保留时间相近的碳13同位素多溴联苯醚内标物的浓度之比与其对应的峰面积之比绘制标准曲线，同位素标记相对定量分析法定量。10种多溴联苯醚和8种甲氧基多溴联苯醚分别与碳13同位素多溴联苯醚内标的总离子流（TIC）色谱图参见附录B。

7.4.4 空白试验

不加试样，按上述操作步骤进行空白试验。

8 结果计算与表示

试样中多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的含量按式（1）计算：

$$X_i = \frac{(C_{si} - C_{oi}) \times V \times F}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

X_i ——试样中多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的含量，单位为毫克每千克（mg/kg）；

C_{si} ——根据标准工作曲线得出的待测样液中多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的峰面积与其相对应的碳13同位素内标的峰面积之比所对应的多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

C_{oi} ——根据标准工作曲线得出的空白溶液中多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的峰面积与其相对应的碳13同位素内标的峰面积之比所对应的多溴联苯醚和甲氧基多溴联苯醚的浓度，单位为毫克每升（mg/L）；

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/798007070071006041>