



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 24279.2—2021

---

## 纺织品 某些阻燃剂的测定 第2部分：磷系阻燃剂

Textiles—Determination of certain flame retardants—  
Part 2: Phosphorus flame retardants

(ISO 17881-2:2016, MOD)

2021-05-21 发布

2021-12-01 实施

国家市场监督管理总局 发布  
国家标准化管理委员会



## 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。

本文件是 GB/T 24279《纺织品 某些阻燃剂的测定》的第 2 部分。GB/T 24279 已经发布了以下部分：

- 第 1 部分：溴系阻燃剂；
- 第 2 部分：磷系阻燃剂。

本文件使用重新起草法修改采用 ISO 17881-2:2016《纺织品 某些阻燃剂的测定 第 2 部分：磷系阻燃剂》。

本文件与 ISO 17881-2:2016 的结构性差异如下：

- 增加了“规范性引用文件”作为第 2 章；
- 增加了“术语和定义”作为第 3 章；
- 增加了“精密度”作为第 9 章。

本文件与 ISO 17881-2:2016 的技术性差异如下：

- 第 5 章中，将分析纯改为色谱纯，增加了被测标准物的纯度，用于液相色谱分析；根据禁用阻燃剂的相关要求，新增了被测物“二-(2,3-二溴丙基)磷酸酯”；
- 5.8 中，增加引用 GB/T 6682，规定了用水要求；
- 6.7 中，增加分度值为 0.01 g 的天平，用于称量纺织试样；
- 第 8 章中，增加了稀释因子和计算结果保留至小数点后一位的规定，使结果计算和表达更加明确；
- 第 9 章中，按照国内相关标准要求增加了精密度的有关描述。

本文件做了下列编辑性修改：

- 增加了引言；
- 删除了范围中的注；
- 7.1 中，增加了注；
- 资料性附录 A 中，根据国内常用仪器调整补充了仪器参数；删除了资料性附录 B。

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。

本文件由中国纺织工业联合会提出。

本文件由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本文件起草单位：中纺标检验认证股份有限公司、长春海关技术中心、池州市卓尔服饰有限公司、中纺标(深圳)检测有限公司、厦门尹巢科技有限公司、浙江金三发卫生材料科技有限公司、晋江中纺标检测有限公司、中原工学院、睿之路(杭州)科技有限公司、东莞市合标科技有限公司、浙江省标准化研究院。

本文件主要起草人：斯颖、康宁、胡婷婷、李爱军、朱东锋、金银山、程子健、王慧月、林鹏翔、楚艳艳、王晓杰、屈兴合、程文华。

## 引 言

某些应用于纺织品中的阻燃剂对人体健康和生态环境会造成一定的危害,有必要统一纺织品中某些阻燃剂含量的检测方法。由于涉及的可测阻燃剂物质较多,在化学结构、极性、物化性能等方面存在一定差异,为了提高检测精准度,将被测物质进行了分类,GB/T 24279 的第 1 部分适用于检测溴系阻燃剂,第 2 部分适用于检测磷系阻燃剂。

## 纺织品 某些阻燃剂的测定

### 第2部分：磷系阻燃剂

**警示**——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本文件规定了采用高效液相色谱-串联质谱仪(HPLC-MS/MS)测定纺织品中某些磷系阻燃剂的试验方法。

本文件适用于各类纺织品。

#### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,MOD)

#### 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

#### 4 原理

以丙酮为萃取剂,在超声波发生器中萃取纺织试样中的阻燃剂,采用 HPLC-MS/MS 对阻燃剂进行测定,外标法进行定量。

#### 5 试剂

除非另有规定,仅使用色谱纯试剂。

- 5.1 三-(2,3-二溴丙基)磷酸酯(TRIS):CAS号 126-72-7(纯度 $\geq 97\%$ )。
- 5.2 三-(1-氮杂环丙基)氧化膦(TEPA):CAS号 545-55-1(纯度 $\geq 97\%$ )。
- 5.3 三-(2-氯乙基)磷酸酯(TCEP):CAS号 115-96-8(纯度 $\geq 97\%$ )。
- 5.4 二-(2,3-二溴丙基)磷酸酯(BDBPP):CAS号 5412-25-9(纯度 $\geq 97\%$ )。
- 5.5 丙酮。
- 5.6 乙腈(ACN)。
- 5.7 醋酸铵溶液:10 mmol/L。
- 5.8 一级水,符合 GB/T 6682。

## 6 仪器和材料

- 6.1 高效液相色谱-串联质谱仪(HPLC-MS/MS):配有电喷雾离子化源。
- 6.2 超声波发生器:工作频率 35 kHz~45 kHz。
- 6.3 旋转蒸发仪:配有水浴(40 ℃)。
- 6.4 玻璃反应瓶:40 mL,具塞。
- 6.5 浓缩瓶:100 mL。
- 6.6 有机滤膜:0.45 μm 或相当者。
- 6.7 天平:分度值为 0.1 mg 和 0.01 g。

## 7 试验步骤

### 7.1 标准溶液配制

#### 7.1.1 标准储备溶液

以乙腈(5.6)为溶剂,分别配制每种阻燃剂(5.1~5.4)的标准储备溶液,浓度均为 1 000 μg/mL。

#### 7.1.2 标准工作溶液

用乙腈配制混合标准溶液,并根据需要用乙腈逐级稀释成适用浓度的系列混合标准工作溶液。选择至少五个合适浓度的标准稀释溶液建立标准工作曲线,进行 HPLC-MS/MS 分析。

注:标准储备溶液在 0 ℃ ~ 4 ℃ 下避光保存,有效期为 6 个月;标准工作溶液在 0 ℃ ~ 4 ℃ 下避光保存,有效期为 3 个月。

### 7.2 试样制备

从样品上取代表性试样,剪碎混匀后,用天平(6.7)称取(1.00±0.01)g 试样。

### 7.3 超声波萃取

将试样置于具塞玻璃反应瓶(6.4)中,加入 20 mL 丙酮(5.5),于 40 ℃ 超声波发生器(6.2)中萃取 40 min,将萃取液收集于 100 mL 浓缩瓶(6.5)中,向反应瓶中再加入 20 mL 丙酮,置于超声波发生器中,约 40 ℃ 下萃取 20 min,将萃取液合并收集于 100 mL 浓缩瓶(6.5)中。

用旋转蒸发仪(6.3)浓缩至残余物近干,取 2 mL 乙腈(5.6)溶解残余物,通过有机滤膜(6.6)过滤,所得滤液用于阻燃剂的测定。

### 7.4 测定

用 HPLC-MS/MS(6.1)测定 7.3 中所得滤液中的阻燃剂。附录 A 中给出了 HPLC-MS/MS 测定阻燃剂的检测参数示例。进行空白试验,扣除空白值。

当阻燃剂浓度过低时,适当增加试样质量使检测浓度介于仪器响应值线性范围内。

当阻燃剂浓度高出仪器响应值线性范围时,对溶液进行适当地稀释。

## 8 结果计算

利用标准工作曲线,定量得出每种阻燃剂的质量浓度。按公式(1)计算纺织试样中每种阻燃剂的含

量,以其与试样的质量比表示,单位为  $\mu\text{g/g}$ ,结果保留至小数点后一位:

$$X_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V \times f}{m}$$

.....( 1 )

式中:

- $X_i$  —— 纺织试样中阻燃剂  $i$  的含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );
- $\rho_i$  —— 试液中阻燃剂  $i$  的质量浓度,单位为微克每毫升( $\mu\text{g/mL}$ );
- $\rho_0$  —— 空白试液中阻燃剂  $i$  的质量浓度,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( $\text{mL}$ );
- $m$  —— 试样质量,单位为克( $\text{g}$ );
- $f$  —— 稀释因子。

9 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- a) 本文件的编号;
- 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)  
HPLC-MS/MS 检测参数

A.1 仪器参数

由于测试结果取决于所使用仪器,因此不可能给出仪器分析的通用参数。下列给出的参数证明是可行的:

- a) 流动相 1:10 mmol/L 醋酸铵溶液;
- b) 流动相 2:乙腈;
- c) 色谱柱:SB-C18,150 mm (柱长) × 2.0 mm (内径),3.5 μm (粒径);
- d) 柱温:30 ℃;
- e) 流速:0.2 mL/min;
- f) 进样量:5.0 μL;
- g) 梯度洗脱程序:见表 A.1;

表 A.1 梯度洗脱程序

时间 min	流动相 1 %	流动相 2 %
0	90	10
3	30	70
10	20	80
12	5	95
17	5	95
17.1	90	10
25	90	10

- h) 监测方式:四极杆串联质谱多反应监测(MRM);
- i) 电离方式:电喷雾电离(ESI),正离子扫描;
- j) 电喷雾电压:5 500 V;
- k) 离子源温度:400 ℃;
- l) 喷雾气:氮气;
- m) 雾化气(GS1):40 psi;
- n) 辅助气(GS2):40 psi;
- o) 碰撞气(CAD):7.0 psi。

A.2 典型定量离子和定量限

典型定量离子和定量限见表 A.2。



表 A.2 典型定量离子和定量限

序号	阻燃剂	母离子 ( <i>m/z</i> )	子离子 ( <i>m/z</i> )	去簇电压 V	碰撞能量 eV	定量限 μg/g
1	三-(2,3 -二溴丙基)磷酸酯(TRIS)	698.6	99.1 <sup>a</sup>	90	75	1
			299.2	90	23	
2	三-(1-氮杂环丙基)氧化膦(TEPA)	174.0	131.0 <sup>a</sup>	45	19	1
			90.0	45	29	
3	三-(2-氯乙基)磷酸酯(TCEP)	284.9	99.0	70	27	1
			63.0 <sup>a</sup>	70	45	
4	二-(2,3 -二溴丙基)磷酸酯(BDBPP)	499.0	99.0 <sup>a</sup>	50	29	1
			299.0	50	17	
<sup>a</sup> 定量离子。						





中 华 人 民 共 和 国  
国 家 标 准  
纺织品 某些阻燃剂的测定  
第 2 部分：磷系阻燃剂  
GB/T 24279.2—2021

\*

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)

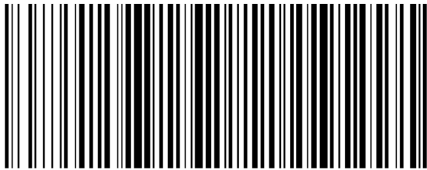
网址: [www.spc.org.cn](http://www.spc.org.cn)  
服务热线: 400-168-0010

2021 年 5 月第一版

\*

书号: 155066 · 1-67769

版权专有 侵权必究



GB/T 24279.2-2021