



中华人民共和国国家标准

GB/T 29610—2013

GB/T 29610—2013

橡胶制品 多溴联苯和多溴二苯醚的 测定 气相色谱-质谱法

Rubber products—Determination of polybrominated biphenyls and
polybrominated diphenyl ethers—Gas chromatography and mass spectrometry

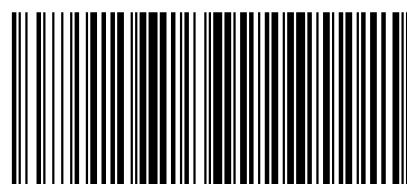
中华人民共和国
国家标准
橡胶制品 多溴联苯和多溴二苯醚的
测定 气相色谱-质谱法
GB/T 29610—2013

*
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(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2013年9月第一版 2013年9月第一次印刷

*
书号: 155066·1-47402 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 29610-2013

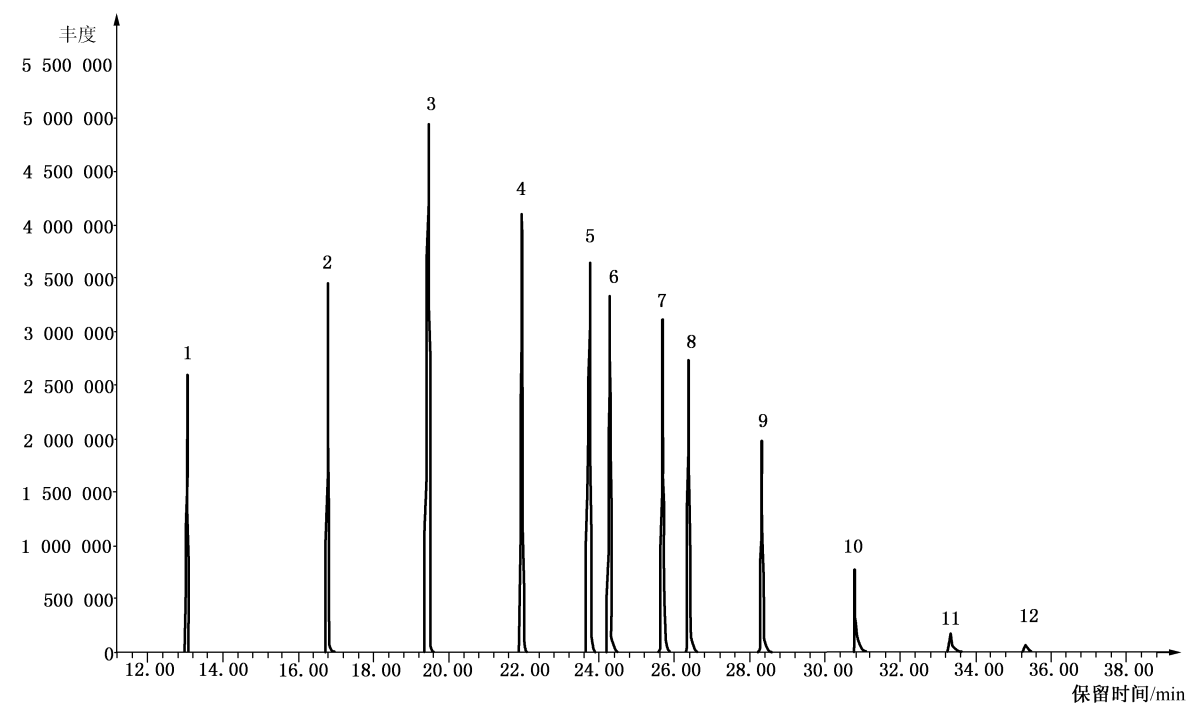
2013-07-19 发布

2013-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 B
(资料性附录)

多溴二苯醚标准品的总离子流色谱图



说明:

- 1 ——4-溴二苯醚(4-Bromodiphenyl ether);
- 2 ——4,4'-二溴二苯醚(4,4'-Dibromodiphenyl ether);
- 3 ——2',3,4-三溴二苯醚(2',3,4-Tribromodiphenyl ether);
- 4 ——2,2',4,4'-四溴二苯醚(2,2',4,4'-Tetrabromodiphenyl ether);
- 5 ——2,2',4,4',5-五溴二苯醚(2,2',4,4',5-Pentabromodiphenyl ether);
- 6 ——2,2',4,4',6-五溴二苯醚(2,2',4,4',6-Pentabromodiphenyl ether);
- 7 ——2,2',4,4',5,5'-六溴二苯醚(2,2',4,4',5,5'-Hexabromodiphenyl ether);
- 8 ——2,2',4,4',5,6'-六溴二苯醚(2,2',4,4',5,6'-Hexabromodiphenyl ether);
- 9 ——2,2',3,4,4',5',6-七溴二苯醚(2,2',3,4,4',5',6-Heptabromodiphenyl ether);
- 10——2,2',3,4,4',5,5',6-八溴二苯醚(2,2',3,4,4',5,5',6-Octabromodiphenyl ether);
- 11——2,2',3,3',4,4',5,5',6-九溴二苯醚(2,2',3,3',4,4',5,5',6-Nonabromodiphenyl ether);
- 12——2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-十溴二苯醚(2,2',3,3',4,4',5,5',6,6'-Decabromodiphenyl ether)。

图 B.1 多溴二苯醚标准品的总离子流色谱图

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国橡胶与橡胶制品标准化技术委员会通用试验方法分技术委员会(SAC/TC 35/SC 2)归口。

本标准负责起草单位:北京橡胶工业研究设计院、北京市理化分析测试中心。

本标准主要起草人:魏岩、魏炜、丁晓英、谢君芳。

7.5 空白试验

除了不加试样外,按上述 7.1~7.4 测定步骤进行。

7.6 结果表示

PBBs 和 PBDEs 的含量 X ,以 mg/kg 表示,按式(1)进行计算:

$$X = \frac{(A_i - A_0) \times C_s \times V}{A_s \times m} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

X ——试样中 PBBs 或 PBDEs 的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

A_i ——样液中 PBBs 或 PBDEs 的色谱峰面积;

A_0 ——空白样品的色谱峰面积;

C_s ——标准工作液中 PBBs 和 PBDEs 的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——样液最终定容体积,单位为毫升(mL);

A_s ——标准工作液中 PBBs 和 PBDEs 的色谱峰面积;

m ——试样量,单位为克(g)。

每次平行测定 2 个试样,取 2 次测试结果的算术平均值作为试验结果。试验结果取 1 位小数。

2 次独立测定结果的绝对差值不应超过算术平均值的 10%。

8 试验报告

试验报告应包括以下内容:

- 本标准的名称及编号;
- 样品的详细说明;
- 单个测试结果和平均值;
- 与本标准规定的分析步骤的差异;
- 在试验中出现的异常现象;
- 试验日期。

橡胶制品 多溴联苯和多溴二苯醚的 测定 气相色谱-质谱法

警告——使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准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规规定的条件。

1 范围

本标准规定了使用气相色谱-质谱法测定橡胶制品中多溴联苯(polybromobiphenyls,简称 PBBs,结构式见图 1)和多溴二苯醚(polybrominated diphenyl ethers,简称 PBDEs,结构式见图 2)的方法。

本标准适用于橡胶制品中多溴联苯和多溴二苯醚含量的测定,也适用于橡胶轮胎中多溴联苯和多溴二苯醚含量的测定。

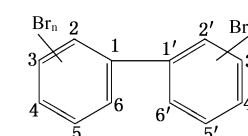


图 1 多溴联苯的结构

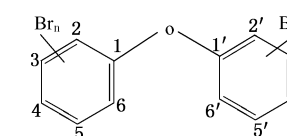


图 2 多溴二苯醚的结构

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 3516 橡胶 溶剂抽出物的测定

3 方法提要

样品采用甲苯作为提取溶剂进行索氏抽提,提取液经浓缩处理,用气相色谱-质谱仪进行定量分析。

4 试验和材料

- 除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或相当纯度的水。
- 甲苯:色谱纯。
- 无水硫酸钠:优级纯。
- 硅胶:层析用,粒径为 0.15 mm~0.25 mm(60 目~100 目),在 360 °C 活化 10 h~12 h,冷却后干燥器内贮存。
- 二氯甲烷:色谱纯。
- 石英棉:用二氯甲烷(4.5)清洗或在 400 °C 烘烤 4 h。
- 液氮:纯度 99.999%。
- PBBs 标准储备溶液:100 mg/L。