

中华人民共和国国家标准

GB/T 43720—2024

皮革和毛皮 化学试验 阻燃剂的测定

Leather and fur—Chemical test—Determination of fire retardants

2024-03-15 发布

2024-10-01 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。

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。

本文件由中国轻工业联合会提出。

本文件由全国皮革工业标准化技术委员会(SAC/TC 252)归口。

本文件起草单位：嘉兴学院、国家纺织服装产品质量检验检测中心(浙江桐乡)、广州壳罗沃箱包有限公司、中国皮革制鞋研究院有限公司、深圳市尊狮鞋业有限公司、天创时尚股份有限公司、中轻检验认证有限公司、广东省东莞市质量技术监督标准与编码所。

本文件主要起草人：沈兵、袁绪政、李向真、桑军、步巧巧、胡云传、黎学军、倪兼明、林立民。





皮革和毛皮 化学试验 阻燃剂的测定

1 范围

本文件描述了气相色谱-质谱(GC-MS)法和液相色谱-串联质谱(LC-MS/MS)法测定皮革、毛皮中阻燃剂的试验方法。

本文件适用于皮革、毛皮及其制品中 29 种阻燃剂(见附录 A)的测定。

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 39364 皮革 化学、物理、机械和色牢度试验 取样部位

QB/T 1267 毛皮 化学、物理和机械、色牢度试验 取样部位

QB/T 1272 毛皮 化学试验样品的准备

QB/T 2716 皮革 化学试验样品的准备

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 GC-MS 法——方法 A

4.1 原理

用二氯甲烷-正己烷混合液对试样进行超声萃取,萃取液经 C₁₈ 固相萃取柱净化后,通过 GC-MS 法进行分离测定,内标法定量。

该方法适用于皮革和毛皮中 10 种多溴联苯和 10 种多溴联苯醚阻燃剂(见表 A.1)含量的测定。

4.2 试剂和材料



4.2.1 除非另有规定,所用试剂均为分析纯。

4.2.2 二氯甲烷,色谱纯。

4.2.3 正己烷,色谱纯。

4.2.4 二氯甲烷-正己烷混合液,将二氯甲烷(4.2.2)和正己烷(4.2.3)等体积比混合。

4.2.5 各阻燃剂标准品,详见表 A.1。

4.2.6 十氯联苯(内标物),根据需要用正己烷(4.2.3)配制成合适浓度的溶液。

4.2.7 混合标准溶液,准确称取适量的各阻燃剂标准品(4.2.5,精确至 0.01 mg),用正己烷(4.2.3)溶解并配制成一定浓度的混合标准溶液(含内标物)。

4.2.8 混合标准工作溶液,使用前根据需要将混合标准溶液(4.2.7)用正己烷(4.2.3)稀释成适当浓度的

混合标准工作溶液。

4.2.9 C₁₈固相萃取柱,1 g/6 mL或其他相当者,加样前依次用2 mL二氯甲烷(4.2.2)和2 mL正己烷(4.2.3)活化。

4.2.10 有机滤膜,孔径0.45 μm。

4.3 仪器和设备

4.3.1 气相色谱-质谱仪,配有电子轰击电离源(EI)。

4.3.2 超声波发生器。

4.3.3 分析天平,分度值分别为0.01 mg和0.01 g。

4.3.4 旋转蒸发器。

4.3.5 氮吹仪。

4.4 取样及试样的制备

4.4.1 取样

皮革按GB/T 39364的规定进行。

毛皮按QB/T 1267的规定进行,取样过程中应避免毛被损失,保持毛被完好。

如果不能从标准部位取样(如直接从鞋、服装上取样),应在可利用面积内的任意部位取样,样品应具有代表性,并在试验报告中详细记录取样情况。

4.4.2 试样的制备

皮革按QB/T 2716的规定进行。

毛皮按QB/T 1272的规定进行,试样需要连同毛被一起试验。

4.5 试验步骤

4.5.1 萃取

准确称取1.0 g试样(精确至0.01 g)于50 mL具塞锥形瓶中,加入20 mL二氯甲烷-正己烷混合液(4.2.4),置于超声波发生器(4.3.2)中室温条件下萃取(20±1)min,用滤纸过滤萃取液,将残渣再用10 mL二氯甲烷-正己烷混合液(4.2.4)超声萃取10 min,合并萃取液,在40℃水浴中旋转蒸发至近干。

4.5.2 净化

以2 mL正己烷(4.2.3)洗涤浓缩瓶中残留物,重复洗涤3次,并将其全部转入活化后的C₁₈固相萃取柱(4.2.9)中,用10 mL二氯甲烷-正己烷混合液(4.2.4)洗脱,控制流速不应超过2.0 mL/min,收集全部流出液,在40℃水浴中旋转蒸发,并用氮吹仪(4.3.5)吹至近干,加入1.0 mL合适浓度的内标物溶液(4.2.6)溶解残渣,经有机滤膜(4.2.10)过滤后,用于GC-MS分析。

4.5.3 测定

4.5.3.1 GC-MS分析条件



可使用各种类型的气相色谱-质谱仪,以下分析条件已被证实为可行的:

——色谱柱:DB-5HT,15 m×320 μm×0.25 μm,或其他相当者;

——升温程序:100℃保持2 min;以20℃/min升至200℃,保持2 min;以50℃/min升至340℃,保持5 min;

- 进样口温度:280 ℃;
- 流速:2.5 mL/min;
- 进样量:1 μL;
- 进样方式:不分流;
- 接口温度:300 ℃;
- 离子源温度:320 ℃;
- 四极杆温度:150 ℃;
- 扫描方式选择离子监测(SIM);SIM扫描离子见附录B,SIM图见附录C。

4.5.3.2 色谱测定与确证

根据萃取液中阻燃剂的含量,选定峰面积相近的混合标准工作溶液,混合标准工作溶液和萃取液中阻燃剂响应值均应在仪器检测线性范围内。若超出线性范围,应使用正己烷(4.2.3)将萃取液进行适当稀释。混合标准工作溶液和萃取液等体积参插进样测定。

被测组分选择1个定量离子,2个或以上定性离子。在相同试验条件下,如果萃取液与混合标准工作溶液中待检测物质对应的保留时间偏差在±2.5%之内,且萃取液谱图中各离子的相对丰度与混合标准工作溶液谱图中的相对丰度进行比较,偏差不得超过表1规定的范围,则萃取液为阻燃剂阳性检出。

表1 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

| 相对离子丰度 | >50% | >20%~50% | >10%~20% | ≤10% |
|--------|------|----------|----------|------|
| 最大允许偏差 | ±10% | ±15% | ±20% | ±50% |

4.5.3.3 空白试验

除不加试样外,按4.5.1~4.5.3的规定进行。

4.6 结果计算与表示

4.6.1 结果计算

按公式(1)计算试样中阻燃剂的含量:

$$X_i = \frac{F_i \times (A_{xi} - A_{xi0}) \times V}{A_{xt} \times m} \times D \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- X_i ——试样中阻燃剂的含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- F_i ——校正因子,单位为微克每毫升(μg/mL),按公式(2)进行计算;
- A_{xi} ——萃取液中阻燃剂的峰面积或峰高;
- A_{xi0} ——空白试验中阻燃剂的峰面积或峰高;
- V ——萃取液最终定容体积,单位为毫升(mL);
- A_{xt} ——萃取液中内标物的峰面积或峰高;
- m ——试样质量,单位为克(g);
- D ——萃取液稀释倍数(4.5.3.2)。

校正因子 F_i 按公式(2)进行计算:

$$F_i = \frac{A_{st} \times \rho_{si}}{A_{si}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

F_i ——校正因子,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

A_{st} ——混合标准工作溶液中内标物的峰面积或峰高；

ρ_{si} ——混合标准工作溶液中阻燃剂的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；

A_{si} ——混合标准工作溶液中阻燃剂的峰面积或峰高。

4.6.2 结果表示

试验结果取两次平行试验结果的算术平均值,结果精确至 0.1 mg/kg。

4.7 方法的可行性

4.7.1 定量限

方法 A 的定量限见表 B.1。

4.7.2 精密度

两次平行试验结果的差值与平均值之比应小于 20%。若两次平行试验结果的差值与平均值之比大于 20%,应舍弃结果并重新取样测试。

4.7.3 回收率

加标浓度为 0.5 mg/kg~5.0 mg/kg 时,回收率为 80%~120%。

5 LC-MS/MS 法——方法 B

5.1 原理

用丙酮-正己烷混合液对试样进行超声萃取,萃取液经浓缩定容后,通过 LC-MS/MS(MRM 模式)法进行分离测定,外标法定量。

该方法适用于皮革和毛皮中 9 种阻燃剂(见表 A.2)含量的测定。

5.2 试剂和材料

5.2.1 除非另有规定,所用试剂均为分析纯,LC-MS/MS 试验用水应符合 GB/T 6682 中一级水的规定,其他试验用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规定。

5.2.2 丙酮,色谱纯。

5.2.3 正己烷,色谱纯。

5.2.4 甲醇,色谱纯。

5.2.5 乙腈,色谱纯。

5.2.6 氨水溶液,体积分数为 0.025%。

5.2.7 丙酮-正己烷混合液,将丙酮(5.2.2)和正己烷(5.2.3)以等体积比混合。

5.2.8 阻燃剂标准品,见表 A.2。

5.2.9 标准储备溶液(1 000 mg/L),分别称取一定量的各阻燃剂标准品(5.2.8,精确至 0.01 mg),用甲醇溶解定容。

5.2.10 混合标准溶液(10 mg/L),分别移取 0.1 mL 各标准储备溶液(5.2.9),用甲醇稀释定容至 10 mL。

5.2.11 混合标准工作溶液,移取混合标准溶液 0.01 mL、0.02 mL、0.05 mL、0.1 mL、0.2 mL 和 0.5 mL,分

别用甲醇定容至 10 mL,配制成质量浓度分别为 10 $\mu\text{g/L}$ 、20 $\mu\text{g/L}$ 、50 $\mu\text{g/L}$ 、100 $\mu\text{g/L}$ 、200 $\mu\text{g/L}$ 和 500 $\mu\text{g/L}$ 的混合标准工作溶液。

5.2.12 有机滤膜,孔径 0.22 μm 。

5.3 仪器和设备

5.3.1 液相色谱-串联质谱仪,配有电喷雾离子源(ESI)。

5.3.2 超声波发生器。

5.3.3 分析天平,分度值分别为 0.01 mg 和 0.01 g。

5.3.4 旋转蒸发器。

5.3.5 氮吹仪。

5.4 取样及试样的制备

按 4.4 的规定进行。

5.5 试验步骤

5.5.1 萃取

准确称取 1.0 g 试样(精确至 0.01 g)于 50 mL 具塞锥形瓶中,加入 20 mL 丙酮-正己烷混合液(5.2.7),置于超声波发生器(5.3.2)中萃取 20 min,用滤纸过滤萃取液,将残渣再用 10 mL 丙酮-正己烷混合液(5.2.7)超声萃取 10 min,合并萃取液,在 40 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中旋转蒸发至近干。用甲醇(5.2.4)溶解残渣并定容至 10 mL,经 0.22 μm 有机滤膜(5.2.12)过滤后,用于 LC-MS/MS 分析。

5.5.2 测定

5.5.2.1 LC-MS/MS 分析条件

可使用各种类型的液相色谱-串联质谱仪,以下分析条件已被证实为可行的:

- 色谱柱: Eclipse XDB- C_{18} 柱, 3.0 mm \times 100 mm, 1.7 μm , 或其他相当者;
- 流动相以及梯度洗脱程序见表 2;

表 2 流动相以及梯度洗脱程序

| 时间/min | 乙腈+甲醇(20+80)/% | 0.025%氨水溶液/% |
|--------|----------------|--------------|
| 0.00 | 60 | 40 |
| 3.00 | 100 | 0 |
| 9.00 | 100 | 0 |
| 9.01 | 60 | 40 |
| 11.0 | 60 | 40 |

——流速: 0.30 mL/min;

——柱温: 40 $^{\circ}\text{C}$;

——进样量: 15 μL ;

——离子源: 电喷雾离子源(ESI);

——检测方式: 正负离子多反应选择离子检测(MRM);

——电喷雾电压(IS): 5 000 V/−4 500 V;

- 雾化气、气帘气、辅助加热气、碰撞气：均为高纯氮气，使用前应调节各气体流量以使质谱灵敏度达到检测要求；
- 辅助气温度(TEM)：250 ℃；
- 离子源温度：正离子模式 600 ℃/负离子模式 200 ℃；
- 离子对、去簇电压(DP)及碰撞能量(CE)见附录 B,MRM 图见附录 D。

5.5.2.2 色谱测定与确证

用 LC-MS/MS 分别测定混合标准工作溶液(5.2.11)和萃取液，并分别以混合标准工作溶液质量浓度和对应的峰面积为横、纵坐标制作标准工作曲线。混合标准工作溶液和萃取液中阻燃剂响应值均应在仪器检测线性范围内。若超出线性范围，应使用甲醇(5.2.4)将萃取液进行适当稀释。

被测组分选择 1 个母离子，2 个或以上子离子。在相同试验条件下，如果萃取液与混合标准工作溶液中待测物质对应的保留时间偏差在±2.5%之内，且萃取液谱图中各离子的相对丰度与混合标准工作溶液谱图中的相对丰度进行比较，偏差不超过表 3 规定的范围，则样品为阻燃剂阳性检出。

表 3 定性确证时相对离子丰度的最大允许偏差

| | | | | |
|--------|------|----------|----------|------|
| 相对离子丰度 | >50% | >20%~50% | >10%~20% | ≤10% |
| 最大允许偏差 | ±20% | ±25% | ±30% | ±50% |

5.5.3 空白试验

除不加试样外，按 5.5.1~5.5.2 的规定进行。

5.6 结果计算与表示

5.6.1 结果计算

按公式(3)计算试样中阻燃剂的含量：

$$X_i = \frac{(A_i - A_{i0}) \times V}{F \times m \times 1\,000} \times D \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中：

- X_i —— 试样中阻燃剂的含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
- A_i —— 萃取液中阻燃剂的峰面积或峰高；
- A_{i0} —— 空白溶液中阻燃剂的峰面积或峰高；
- V —— 萃取液最终定容体积，单位为毫升(mL)；
- F —— 标准工作曲线的斜率，单位为升每微克(L/μg)；
- m —— 试样质量，单位为克(g)；
- D —— 稀释倍数(5.5.2.2)。

5.6.2 结果表示

测试结果取两次平行试验结果的算术平均值，精确至 0.1 mg/kg。

5.7 方法的可行性

5.7.1 定量限

方法 B 的定量限见表 B.2。

5.7.2 精确度

两次平行试验结果的差值与平均值之比应小于 20%。若两次平行试验结果的差值与平均值之比大于 20%，应舍弃结果并重新取样测试。

5.7.3 回收率

加标浓度为 0.5 mg/kg~1.0 mg/kg 时，回收率为 70%~110%。

6 试验报告

试验报告应包含以下内容：

- a) 本文件编号；
- b) 样品的详细信息及取样与 GB/T 39364 或 QB/T 1267 不一致的情况；
- c) 所用的试验方法；
- d) 方法的定量限；
- e) 阻燃剂的含量；
- f) 试验过程中出现的异常情况；
- g) 与本文件规定方法的任何偏离之处。

附录 A

(资料性)

阻燃剂标准品中英文名称、简称、相对分子质量和 CAS 号

GC-MS 法测定的 20 种阻燃剂标准品及内标物十氯联苯的相关信息见表 A.1。

表 A.1 多溴联苯(PBBs)、多溴联苯醚(PBDEs)标准品及内标物中英文名称、简称、相对分子质量和 CAS 号

| 序号 | 中文名称 | 英文名称 | 简称 | 相对分子质量 | CAS 号 |
|----|-----------|-------------------------|----------|--------|-------------|
| 1 | 一溴联苯 | Bromobiphenyl | PBB 3 | 233.1 | 92-66-0 |
| 2 | 二溴联苯 | Dibromobiphenyl | PBB 15 | 312.0 | 92-86-4 |
| 3 | 三溴联苯 | Tribromobiphenyl | PBB 18 | 390.9 | 59080-34-1 |
| 4 | 四溴联苯 | Tetrabromobiphenyl | PBB 52 | 469.8 | 59080-37-4 |
| 5 | 五溴联苯 | Pentabromodiphenyl | PBB 103 | 548.7 | 59080-39-6 |
| 6 | 六溴联苯 | Hexabromodiphenyl | PBB 153 | 627.6 | 59080-40-9 |
| 7 | 七溴联苯 | Heptabromodiphenyl | PBB 180 | 706.5 | 67733-52-2 |
| 8 | 八溴联苯 | Octabromobiphenyl | PBB 194 | 785.4 | 67889-00-3 |
| 9 | 九溴联苯 | Nonabromodiphenyl | PBB 206 | 864.3 | 69278-62-2 |
| 10 | 十溴联苯 | Decabromodiphenyl | PBB 209 | 943.2 | 13654-09-6 |
| 11 | 一溴联苯醚 | Bromobiphenylether | PBDE 3 | 249.1 | 101-55-3 |
| 12 | 二溴联苯醚 | Dibromobiphenylether | PBDE 15 | 328.0 | 2050-47-7 |
| 13 | 三溴联苯醚 | Tribromobiphenylether | PBDE 35 | 406.9 | 147217-80-9 |
| 14 | 四溴联苯醚 | Tetrabromodiphenylether | PBDE 66 | 485.8 | 189084-61-5 |
| 15 | 五溴联苯醚 | Pentabromodiphenylether | PBDE 99 | 564.7 | 60348-60-9 |
| 16 | 六溴联苯醚 | Hexabromodiphenylether | PBDE 154 | 643.6 | 207122-15-4 |
| 17 | 七溴联苯醚 | Heptabromodiphenylether | PBDE 190 | 722.5 | 189084-68-2 |
| 18 | 八溴联苯醚 | Octabromodiphenylether | PBDE 196 | 801.4 | 446255-39-6 |
| 19 | 九溴联苯醚 | Nonabromodiphenylether | PBDE 208 | 880.3 | 437701-78-5 |
| 20 | 十溴联苯醚 | Decabromodiphenylether | PBDE 209 | 959.2 | 1163-19-5 |
| 21 | 十氯联苯(内标物) | Decachlorobipheny | PCB 209 | 498.7 | 2051-24-3 |

LC-MS/MS 法测定的 9 种阻燃剂标准品相关信息见表 A.2。

表 A.2 9 种标准品中英文名称、简称、相对分子质量和 CAS 号

| 序号 | 中文名称 | 英文名称 | 简称 | 相对分子质量 | CAS 号 |
|----|----------------|-----------------------------------|------|--------|-----------|
| 1 | 二(2,3-二溴丙基)磷酸酯 | Bis-(2,3-dibromopropyl) phosphate | BIS | 497.7 | 5412-25-9 |
| 2 | 三(2,3-二溴丙基)磷酸酯 | Tri-(2,3-dibromopropyl) phosphate | TRIS | 697.6 | 126-72-7 |

表 A.2 9 种标准品中英文名称、简称、相对分子质量和 CAS 号 (续)

| 序号 | 中文名称 | 英文名称 | 简称 | 相对分子质量 | CAS 号 |
|----|--------------------|---------------------------------------|-------|--------|------------|
| 3 | 三(2-氯乙基)磷酸酯 | Tris-(2-chloroethyl) phosphate | TCEP | 285.5 | 115-96-8 |
| 4 | 三(1,3-二氯异丙基)磷酸酯 | Tris-(1,3-dichlor-2-propyl) phosphate | TDCPP | 430.9 | 13674-87-8 |
| 5 | 三吡啶基氧化磷 | Tris-(aziridinyl)-phosphin oxide | TEPA | 173.2 | 545-55-1 |
| 6 | 三(二甲苯基)磷酸酯 | Trixylylphosphate | TXP | 202.1 | 25155-23-1 |
| 7 | 四溴双酚 A | Tetrabromobisphenol A | TBBPA | 543.9 | 79-94-7 |
| 8 | 2,2-双(溴甲基)-1,3-丙二醇 | 2,2-Bis(bromomethyl)propane-1,3-diol | BBMP | 261.9 | 3296-90-0 |
| 9 | 六溴环十二烷 | Hexabromocyclododecane | HBCCD | 641.7 | 3194-55-6 |



附录 B

(资料性)

阻燃剂标准品及内标物气相色谱-质谱参考条件和定量限

表 B.1 给出了 GC-MS 法测定的 20 种阻燃剂及内标物的参考定性离子、定量离子及定量限。

表 B.1 多溴联苯、多溴联苯醚及内标物的参考定性离子、定量离子及定量限

| 序号 | 化合物名称 | 特征离子/amu | | 定量限/ (mg/kg) |
|----|-----------|-------------------|-------|-----------------|
| | | 定性离子 | 定量离子 | |
| 1 | 一溴联苯 | 234,232,152 | 232 | 0.1 |
| 2 | 二溴联苯 | 152,310,312 | 312 | 0.1 |
| 3 | 三溴联苯 | 311,230,151 | 390 | 0.1 |
| 4 | 四溴联苯 | 470,310,150 | 389 | 0.1 |
| 5 | 五溴联苯 | 390,548,230 | 469 | 0.1 |
| 6 | 六溴联苯 | 467.8,308,466 | 627.7 | 0.1 |
| 7 | 七溴联苯 | 627.6,545.7,385.8 | 705.6 | 0.5 |
| 8 | 八溴联苯 | 706.6,625.6,465.7 | 785.4 | 0.5 |
| 9 | 九溴联苯 | 784.5,705.6,545.7 | 863.4 | 0.5 |
| 10 | 十溴联苯 | 623.6,783.6 | 943.4 | 0.5 |
| 11 | 一溴联苯醚 | 250,169,141 | 248 | 0.1 |
| 12 | 二溴联苯醚 | 326,168,330 | 328 | 0.1 |
| 13 | 三溴联苯醚 | 408,246,248 | 406 | 0.1 |
| 14 | 四溴联苯醚 | 487.8,326,324 | 485.8 | 0.1 |
| 15 | 五溴联苯醚 | 565.7,403.8,405.8 | 563.7 | 0.1 |
| 16 | 六溴联苯醚 | 643.7,483.8,481.3 | 483.8 | 0.1 |
| 17 | 七溴联苯醚 | 563.7,721.6,723.6 | 561.7 | 0.5 |
| 18 | 八溴联苯醚 | 639.6,801.5,320.8 | 641.6 | 0.5 |
| 19 | 九溴联苯醚 | 719.6,879.6,881.4 | 721.6 | 1.0 |
| 20 | 十溴联苯醚 | 959.5,797.6 | 799.5 | 5.0 |
| 21 | 十氯联苯(内标物) | 355.9,427.8 | 497.7 | — |

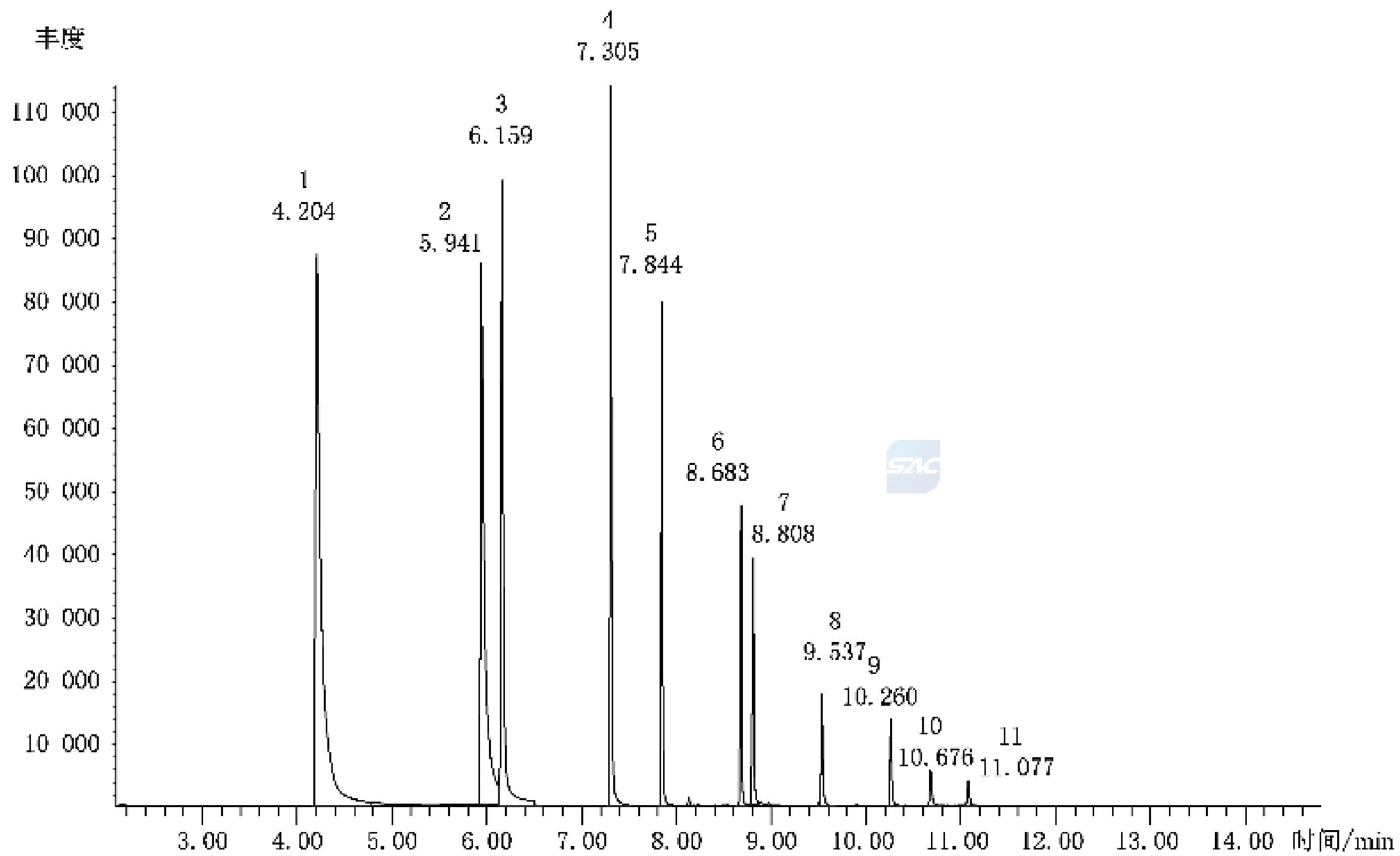
表 B.2 给出了 LC-MS/MS 法测定的 9 种阻燃剂的监测离子对、去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)及定量限。

表 B.2 9 种阻燃剂标准品的监测离子对、去簇电压(DP)、碰撞能量(CE)及定量限

| 序号 | 化合物名称 | 母离子 (m/z) | 子离子 (m/z) | DP/V | CE/V | 定量限/ (mg/kg) |
|----|--------------------------|------------------|------------------|------|------|-----------------|
| 1 | 二(2,3-二溴丙基)磷酸酯(BIS) | 497.0 | 415.3 | -50 | -12 | 0.2 |
| | | | 335.1 | -50 | -21 | |
| 2 | 三(2,3-二溴丙基)磷酸酯(TRIS) | 698.6 | 299.3 | 84 | 31 | 0.1 |
| | | | 499.0 | 84 | 21 | |
| 3 | 三(2-氯乙基)磷酸酯(TCEP) | 285.2 | 233.2 | 70 | 17 | 0.1 |
| | | | 161.2 | 70 | 21 | |
| 4 | 三(1,3-二氯异丙基)磷酸酯(TDCPP) | 432.0 | 99.0 | 80 | 40 | 0.1 |
| | | | 321.0 | 80 | 20 | |
| 5 | 三吡啶基氧化磷(TEPA) | 174.3 | 131.4 | 53 | 20 | 0.1 |
| | | | 149.3 | 53 | 18 | |
| 6 | 三(二甲苯基)磷酸酯(TXP) | 411.3 | 179.6 | 140 | 53 | 0.1 |
| | | | 194.6 | 140 | 42 | |
| 7 | 四溴双酚 A(TBBPA) | 542.8 | 420.0 | -125 | -55 | 0.2 |
| | | | 448.0 | -125 | -47 | |
| 8 | 2,2-双(溴甲基)-1,3-丙二醇(BBMP) | 260.8 | 79.0 | -47 | -9 | 0.1 |
| | | | 80.9 | -47 | -9 | |
| 9 | 六溴环十二烷(HBCCD) | 640.7 | 78.9 | -88 | -61 | 0.1 |
| | | | 81.0 | -88 | -55 | |

附录 C
(资料性)
目标化合物 SIM 图

10 种多溴联苯的 SIM 图见图 C.1。

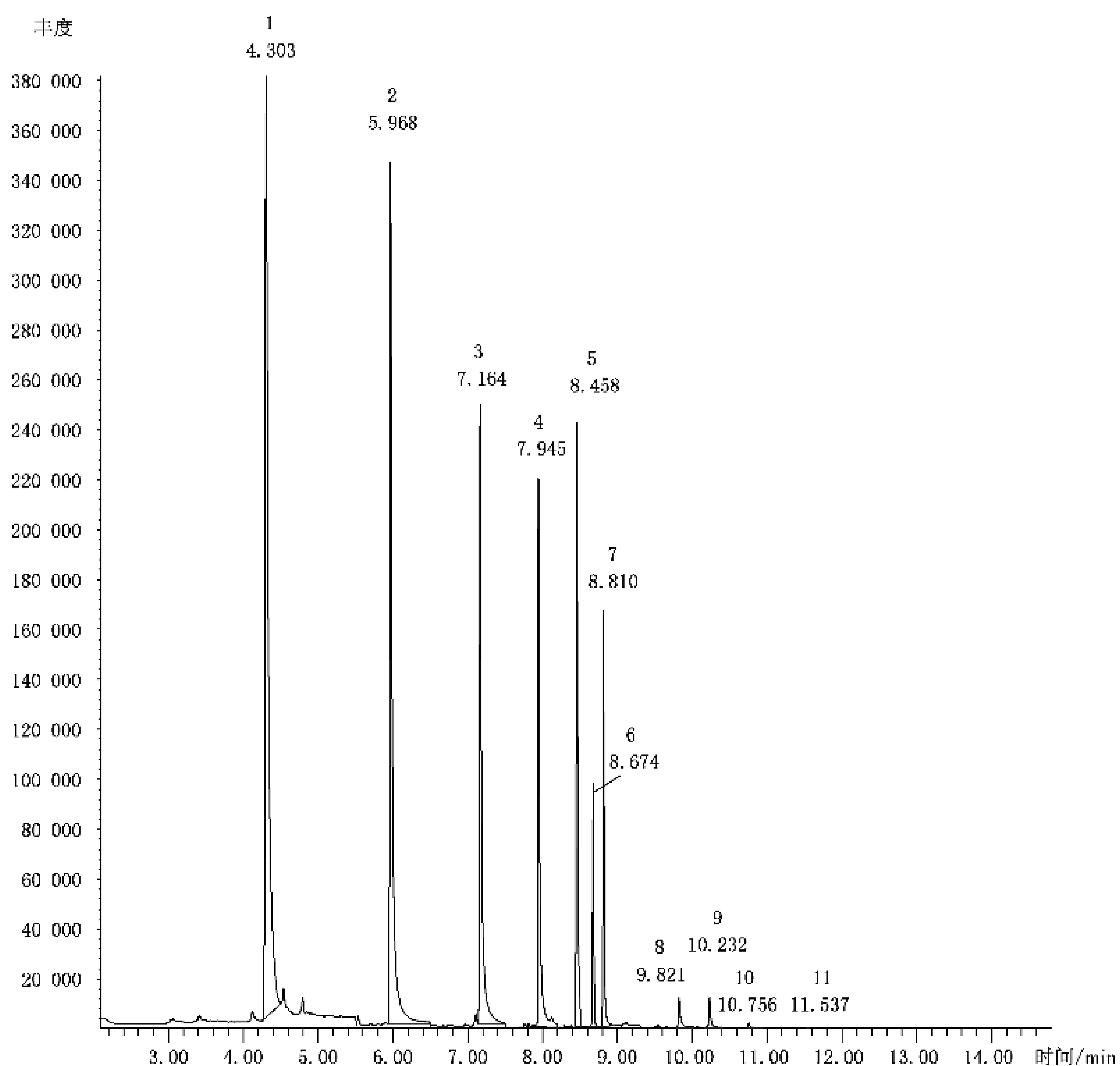


标引序号说明：

- 1 —— 一溴联苯；
- 2 —— 二溴联苯；
- 3 —— 三溴联苯；
- 4 —— 四溴联苯；
- 5 —— 五溴联苯；
- 6 —— 十氯联苯(内标物)；
- 7 —— 六溴联苯；
- 8 —— 七溴联苯；
- 9 —— 八溴联苯；
- 10 —— 九溴联苯；
- 11 —— 十溴联苯。

图 C.1 多溴联苯(PBBs)的 SIM 图

10 种多溴联苯醚的 SIM 图见图 C.2。



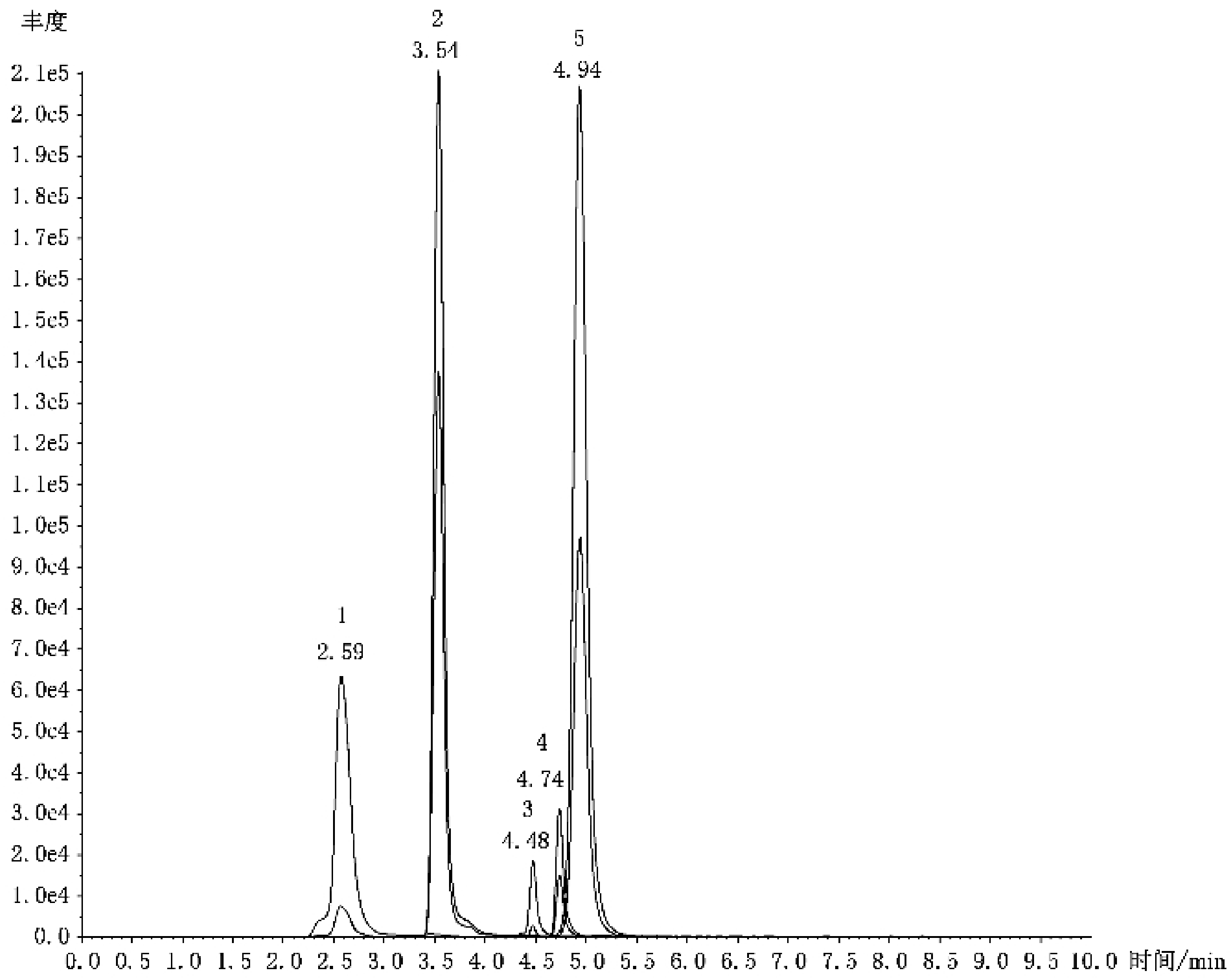
标引序号说明：

- 1 —— 一溴联苯醚；
- 2 —— 二溴联苯醚；
- 3 —— 三溴联苯醚；
- 4 —— 四溴联苯醚；
- 5 —— 五溴联苯醚；
- 6 —— 十氯联苯(内标物)；
- 7 —— 六溴联苯醚；
- 8 —— 七溴联苯醚；
- 9 —— 八溴联苯醚；
- 10 —— 九溴联苯醚；
- 11 —— 十溴联苯醚。

图 C.2 多溴联苯醚(PBDEs)的 SIM 图

附录 D
(资料性)
目标化合物的 MRM 图

三吡啶基氧化磷等 5 种目标化合物的 MRM 图(正离子模式)见图 D.1。



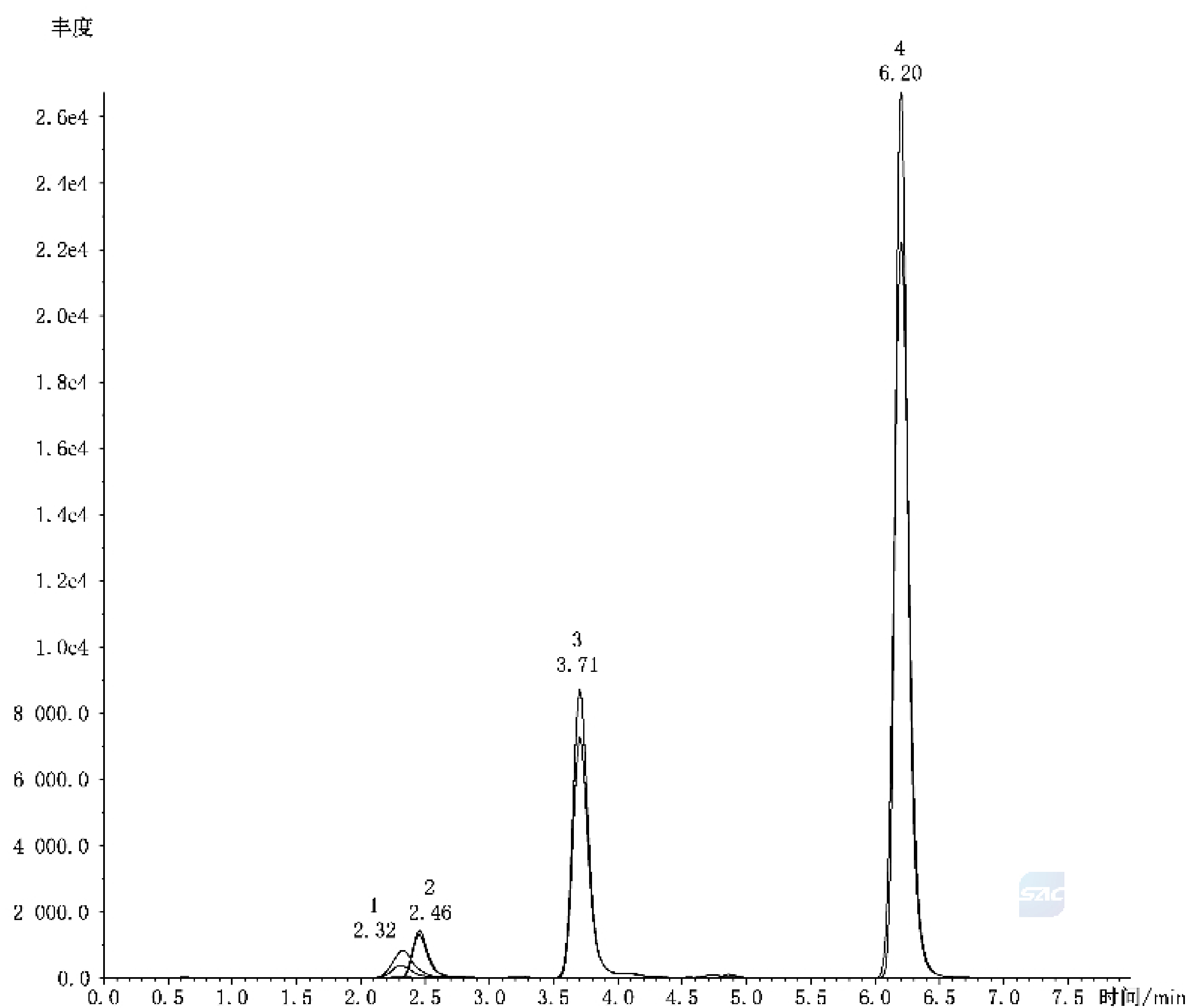
标引序号说明：

- 1——三吡啶基氧化磷；
- 2——三(2-氯乙基)磷酸酯；
- 3——三(1,3-二氯异丙基)磷酸酯；
- 4——三(2,3-二溴丙基)磷酸酯；
- 5——三(二甲苯基)磷酸酯。

图 D.1 目标化合物的 MRM 图(正离子模式)

二(2,3-二溴丙基)磷酸酯等 4 种目标化合物的 MRM 图(负离子模式)见图 D.2。





标引序号说明：

- 1——二(2,3-二溴丙基)磷酸酯；
- 2——四溴双酚 A；
- 3——2,2-双(溴甲基)-1,3-丙二醇；
- 4——六溴环十二烷。

图 D.2 目标化合物的 MRM 图(负离子模式)