

# 《运动地坪 可萃取有机卤素测试方法》

## 编制说明

（征求意见稿）

中国国检测试控股集团股份有限公司

2023 年 9 月

# 目 录

1. 工作简况 .....	2
1.1 任务来源 .....	2
1.2 简要工作过程 .....	2
1.2.1 成立标准编制组 .....	2
1.2.2 标准及文献调研 .....	2
1.2.3 方法建立 .....	2
1.2.4 方法验证 .....	3
1.2.5 征求意见稿编制 .....	3
2. 标准编制原则和主要内容的说明 .....	3
2.1 标准编制的基本原则 .....	3
2.2 标准制订的背景及技术路线 .....	3
2.2.1 标准制定的背景 .....	3
2.2.2 技术路线 .....	4
2.3 标准的主要内容 .....	5
2.3.1 检测项目的设置 .....	5
2.3.2 主要技术内容的说明 .....	6
3. 主要实验和验证情况分析 .....	6
3.1 样品的制备 .....	6
3.2 样品前处理 .....	7
3.2.1 不同超声萃取时间对样品测试结果的影响 .....	7
3.2.2 不同液固比对品测试结果的影响 .....	7
3.2.3 不同溶剂对品测试结果的影响 .....	8
3.2.4 不同前处理方式对品测试结果的影响 .....	9
3.3 测试方法的验证 .....	9
4. 标准涉及专利的情况 .....	12
5. 推广应用论证和预期达到的经济效益 .....	12
6. 采用国际标准和国外先进标准的情况 .....	13
7. 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性 ..	13
8. 重大分歧意见的处理过程和依据 .....	14
9. 标准性质的建议说明 .....	14
10. 贯彻本标准的要求和措施建议 .....	14
11. 废止现行有关标准的建议 .....	14
12. 其他应说明的事项 .....	14

## 1. 工作简况

### 1.1 任务来源

根据工业和信息化部 2021 年第二批行业标准制修订和英文版项目计划（工信厅科函[2021]159 号）文件，中国国检测试控股集团股份有限公司（简称国检集团）将会同有关单位负责组织制订《运动地坪 可萃取有机卤素测试方法》标准，项目编号为 2021-0717T-JC，项目周期 24 个月。

### 1.2 简要工作过程

遵循标准编制先进性、科学性、一致性和可行性的原则。在编制过程中，本标准制定严格按 GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写规则》，GB/T 1.2-2020《标准化工作导则 第 2 部分：标准中规范性技术要素内容的确定方法》要求进行。

#### 1.2.1 成立标准编制组

2022 年 3 月，成立了标准编制组，本标准归口单位为中国建筑材料联合会，编制组共有 8 家单位。由中国国检测试控股集团股份有限公司和北京科技大学作为联合主编单位，负责标准的调研、方法的开发、方法验证等系列工作的开展。纽森（唐山）新材料科技有限公司、福建奥翔体育塑胶科技股份有限公司、北京天方元体育产业有限公司、深圳市深中原科技有限公司负责实验用材料的提供；北京建筑材料检验研究院有限公司、耶拿分析仪器（北京）有限公司负责方法的进一步验证实验。

#### 1.2.2 标准及文献调研

2022 年 3 月，标准编制组开展了调研与学习，收集并研究了国内外可萃取有机卤素测试方法及相关标准，在此基础上形成了开题报告和标准编制方案。

#### 1.2.3 方法建立

2022 年 3 月～2022 年 9 月，标准编制组对运动地坪中可萃取有机卤素方法开展了一系列的试验，反复验证，形成了标准初稿。

2022 年 10 月，召开第一次标准研讨会暨开题论证会，邀请了研究分析化学的技术人员和检测机构的相关专家，对标准的方案进行了充分的交流与沟通。

#### 1.2.4 方法验证

2022 年 10 月~2023 年 6 月，根据行业的技术人员和检测机构的相关专家提出的意见和建议，标准编制组对标准中的方法进行了进一步的验证。

2023 年 7 月，召开第二次标准研讨会，邀请了相关行业的技术人员和检测机构的相关专家，对标准的文本内容及标准在制定中可能存在的问题进行了进一步的交流与沟通。

#### 1.2.5 征求意见稿编制

2023 年 7 月~2023 年 9 月，标准编制组进一步修改了标准讨论稿和编制说明，形成了最终的《运动地坪 可萃取有机卤素测试方法》（征求意见稿）以及编制说明。

### 2. 标准编制原则和主要内容的说明

#### 2.1 标准编制的基本原则

先进性：弥补我国对于运动地坪材料可萃取有机卤素测试方法的空白。

操作性：方法符合我国目前检测设备仪器和试剂、材料的供应条件。

适用性：方法测试过程可操作性强，能被国内分析实验室所使用并达到所规定的要求，具有普遍适用性，易于推广使用。

#### 2.2 标准制订的背景及技术路线

##### 2.2.1 标准制定的背景

2016 年 7 月 13 日，国家体育总局官方网站正式发布《体育产业发展“十三五”规划》，实现体育产业总规模超过 3 万亿。2021 年 7 月 18 日，国务院印发了全民健身计划（2021-2025）的通知，加大全民健身场地设施供给，实施全民健身设施补短板工程，新建或改扩建 2000 个以上体育公园、全民健身中心、公共体育场馆等健身场地设施，补齐 5000 个以上乡镇街道全民健身场地器材。2022 年 3 月，国务院办公厅印发《关于构建更高水平的全民健身公共服务体系的意见》，明确到 2025 年，更高水平的全民健身公共服务体系基本建立，人均体育场地面积达到 2.6 平方米，经常参加体育锻炼人数比例达到 38.5%。这些政策的出台极大地促进了运动地坪材料的市场需求。为落实全民健身和体育强国的国家战略、助力健康中国建设，运动地坪产业在快速发展、规模不断

壮大的同时，也面临着诸多影响发展的瓶颈因素，如产品质量良莠不齐、标准化程度较低、行业技术水平不均衡、推广应用力度不足、企业整体规模较小、绿色制造意识薄弱、系统性评价标准缺失，废弃产品处理难度大等。这些问题无疑对于运动地坪行业持续、稳定、健康发展而言无疑是一种桎梏。

有机卤素化合物是一类含有一个或几个卤素原子（氯、溴、碘）的化合物的总称。由于有机卤素化合物具有很好的增塑剂、阻燃性、强韧性、价廉等优点，广泛使用于塑料和橡胶的阻燃。在运动地坪产品生产过程中，为了提高橡胶阻燃性和增塑型，会添加含有卤素化合物，如塑胶跑道合成过程中在橡胶中加氯化石蜡，或中间会产生有机卤素化合物。有机卤素化合物已经对人类社会的进步和文明起到了巨大的促进与推动作用，但在其生产和使用的过程中，有大量进入环境也给人类的生存及健康带来了不良影响，甚至也带来了危害。大多数有机卤素污染物易在脂肪组织中发生生物蓄积，通过长时间作用，导致生物体内分泌紊乱、生殖及免疫机能失调。一旦体内污染物富集量超过人体的可耐受剂量，将会出现中毒或死亡。有机卤素污染物危害主要表现为致癌、致畸和致基因突变，严重威胁人类的生存和健康。

运动地坪材料用量越来越大，由有机卤素导致的潜在环境和健康危害不断挺高，而目前国家和行业标准中尚无针对运动地坪中可萃取有机卤素含量的相关检测标准和相关检测的报道。为了人类生存和健康，填补我国现有标准体系的空白，推动产业可持续发展很有必要对运动地坪产品的有机卤素化合物含量进行检测。因此，制定适用于国内运动地坪可萃取有机卤素含量测定的试验方法和检测规则迫在眉睫。通过本标准的制定可以为我国相关产品标准制定提供测试方法依据，促进我国相关产品标准与国际先进标准接轨，使相关生产企业和消费者对产品关键性能优劣更加明确，同时有助于为企业的新技术、新工艺、新产品开发提供一个统一的平台，促进运动地坪市场的规范化发展，具有显著的社会效益。

### 2.2.2 技术路线

本标准按下述技术路线图 1 进行。

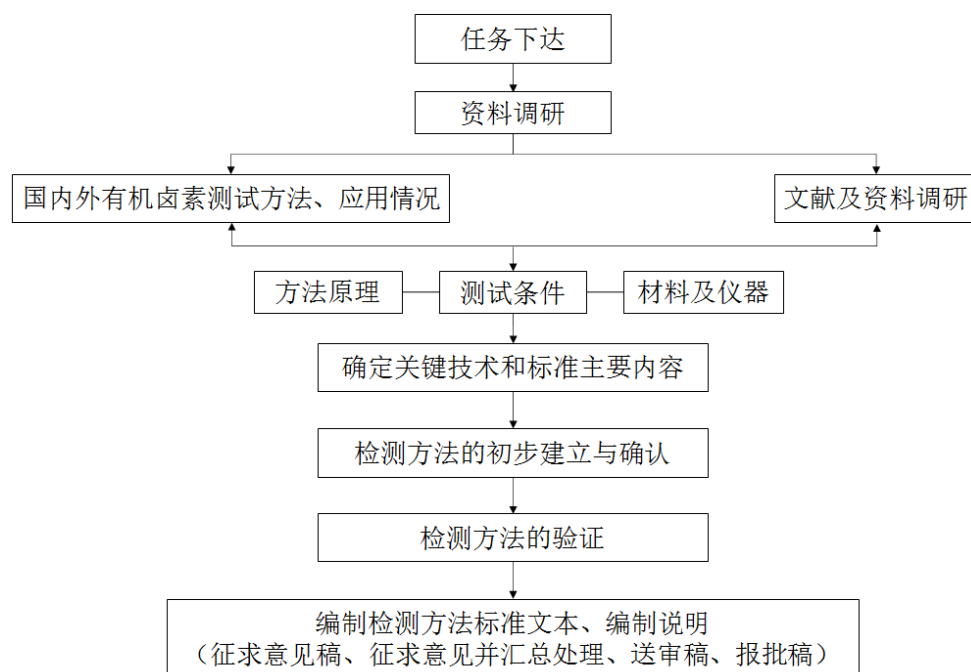


图 1 技术路线图

## 2.3 标准的主要内容

### 2.3.1 检测项目的设置

有机卤素化合物按照测试方法可以分为可吸附有机卤素（Absorbable Organic Halogens, AOX）、可萃取有机卤素（Extractable Organic Halogens, EOX）、可溶解有机卤素（Dissolved Organic Halogens, DOX）和可吹扫有机卤素（Purgeable Organic Halogens, POX）。国内外有机卤素的检测项目调研情况见表 1。目前对于 AOX 和 EOX 的测试比较多。AOX 通过活性炭吸附，对活性炭高温燃烧测试有机卤素含量，EOX 通过有机溶剂萃取，对萃取溶液高温燃烧测试有机卤素含量。EOX 更能反应样品中有机卤素的真实含量，因此本标准针对可萃取有机卤素建立检测方法。

表 1 国内外有机卤素测试项目

标准号	标准名称	测试项目
ISO 9562-2004	水质 可吸附卤素(AOX)的测定	AOX
EN 13370-2004	废物洗脱液分析：铵、AOX、电导率、汞、酚指数、TOC、CN-、F-	AOX
ISO 11480-2009	纸浆、纸和纸板总氯和有机结合氯的测定	AOX
GB/T 22904-2008	纸浆、纸和纸板 总氯和有机氯的测定	AOX
GB/T 35613-2017	绿色产品评价 纸和纸制品	AOX

标准号	标准名称	测试项目
GB/T 34845-2017	生活用纸 可吸附有机卤素(AOX)的测定	AOX
DIN 38414-17	德国检验水、废水和污泥的标准方法 - 污泥和沉积物 (S 组) - 第 17 部分：可提取的有机结合卤素的测定 (EOX) (S 17)	EOX
DIN 18035-6: 2021	运动场地 第 6 部分 合成材料面层	EOX
DIN 18035-7-2019	运动场地-第 7 部分：合成草坪地面	EOX
EPA 9023	土壤中的可萃取有机卤素	EOX
EPA 9021	挥发性有机卤素 (POX)	POX

### 2.3.2 主要技术内容的说明

目前对于有机卤素的测试方法有微库仑法、离子色谱法、气相色谱—质谱法、离子选择电极法电位滴定法以及中子活化法，各个方法的优缺点以及相关标准运用情况见表 2。本标准通过超声萃取法对样品进行前处理，萃取液被引入到反应器，在氩气和氧气下燃烧，生成卤化氢、二氧化碳和水。燃烧产生的卤化氢气体经浓硫酸干燥进入电解液中，并被吸收，最后用微库仑法测定卤素的量，结果以氯的质量浓度表示。

表 2 有机卤素检测方法比较

序号	方法名称	优点	缺点	相关标准
1	微库仑法	操作简便，重现性好	不能检测有机氟化物	HJ 1214-2021
2	离子色谱法	可分别测定有机氟、氯、溴化物	操作步骤复杂，试验难度较大，容易产生误差	HJ/T83-2001
3	气相色谱—质谱法	操作相对简便，检测准确	只能检测某类物质，不能测定其总量。	——
4	离子选择电极法 电位滴定法	操作相对简便	易受干扰，检测精度不稳定	——
5	中子活化法	可一次性分离检测	检测成本较高	——

## 3. 主要实验和验证情况分析

### 3.1 样品的制备

样品的制备主要参考 GB 36246-2018 中对于有害物质含量的试样要求,具体要求为:试样制备过程中应戴防护手套,防止试样受污染。取样品适量,采用冷冻研磨或不致产生热量的其他加工方式粉碎,选取粒径在 0.85 mm~1.40 mm(20 目~14 目)之间的细小颗粒,作为检测用试样。对于现场挖取的样品,制样前应去除底层附着物,以避免基础层对面层材料可能的污染。

### 3.2 样品前处理

#### 3.2.1 不同超声萃取时间及温度对样品测试结果的影响

研究样品前处理过程中不同超声萃取时间和超声温度对 EOX 含量测试结果的影响,由于正己烷的沸点降低,易挥发,故超声温度不宜过高,所得测试结果如表 3 所示。

表 3 不同超声时间及温度下 EOX 含量

超声时间	超声温度	EOX/(mg/kg)
0.5h	40℃	8863
1.0h	40℃	7934
1.5h	40℃	7915
2.0h	40℃	8111
4.0h	30℃	18468
8.0h	30℃	18405

通过表 3 的数据可以看出,在 30℃、4h 的超声条件下 EOX 的含量最高,萃取效果最好,因此将萃取温度和时间确定为 30℃、4.0h。

#### 3.2.2 不同液固比对品测试结果的影响

对样品采用相同的超声条件,研究不同液固比下 EOX 的测试结果,每个样品进行平行样测试,所得测试结果如表 4 所示。



表 4 不同液固比下 EOX 含量

编号	进样体积 $v_1/\mu\text{L}$	体积 $v_2/\text{mL}$	称样量 $m/\text{g}$	$f$	有机卤素含量 $c(\mu\text{g})$	有机卤素含量 $w(\text{mg}/\text{kg})$
1	20	10	0.4978	1	18.15	18230
2	20	10	0.5000	1	18.49	18490
3	20	5	0.4995	2	18.45	18468
4	20	5	0.5002	2	17.48	17473
5	20	5	1.0095	10	8.19	15273
6	20	5	1.2564	10	7.67	15258
7	20	5	1.4944	6	14.74	14795
8	20	5	1.4932	6	14.56	14626

通过表 4 可以看出,随着液固比的减少,萃取效果降低,萃取不完全。当称样量为 0.5g,萃取液体积为 5mL 和 10mL 的萃取效果基本相同,考虑到体积较小存在稀释引入的误差,因此规定样品的称样量为 0.5g,溶剂的体积为 10mL。

### 3.2.3 不同溶剂对品测试结果的影响

对不同含量的样品选择不同的萃取剂,采用相同的超声条件、液固比对 EOX 进行测试结果,每个样品进行平行样测试,所得测试结果如表 5 所示。

表 5 不同溶剂下 EOX 含量

编号	正己烷测试结果 EOX(mg/kg)			异己烷测试结果 EOX(mg/kg)		
	平行样 1	平行样 2	平均值	平行样 1	平行样 2	平均值
样品 a	135	1200	1275	1080	980	1030
样品 b	1100	1030	1065	910	870	890
样品 c	990	910	950	770	770	770

通过表5可以看出，不同EOX含量的相同样品，正己烷的萃取效率高于异己烷，因此将萃取溶液确定为正己烷。

### 3.2.4 不同前处理方式对品测试结果的影响

超声萃取条件：称取0.5 g试样，精确至0.1 mg，放入螺口刻度试管（带密封盖），加入10 mL萃取剂（5.10）并密封试管，置于温度为30℃，超声频率80 KHz，超声功率100%的超声波发生器中萃取4 h。萃取完成后，取出刻度管试样冷却至室温并混合均匀，试液经0.45 μm有机系微孔滤膜过滤后用于检测分析。

索氏提取条件：称取5 g样品，放置于索氏提取器中。在圆底烧瓶中加入250 mL萃取剂，并在20 h内进行提取。冷却后，用旋转蒸发器中浓缩至约10 mL的体积，转移至50 mL容量瓶中并用萃取剂补足至刻度。

对相同样品分别按照超声萃取和索氏提取进行样品的前处理，所得EOX测试结果如表6所示。

表6 不同提取方式下EOX的含量

编号	超声萃取结果w(mg/kg)	索氏提取结果w(mg/kg)
样品1	24300	21377
样品2	38	39
样品3	178	184

通过表6数据可以看出，超声萃取和索氏提取的效果基本一致，但索式提取法存在耗费有机溶剂多、污染环境、提取时间长、操作复杂、易掺入杂质等缺点，并不易对批量样品进行处理，存在方法不适用的问题。因此，确定实验条件为超声萃取法。

## 3.3 测试方法的验证

### 3.3.1 标准曲线

选取 1.0 mg/L、2.0 mg/L、4.0 mg/L、6.0 mg/L、8.0 mg/L 和10.0 mg/L的有机氯标准溶液，以浓度为横坐标，峰面积为纵坐标绘制标准曲线，标准曲线为： $y=1.3829x-0.5145$ ，线性相关系数为 0.994，标准曲线见图2。

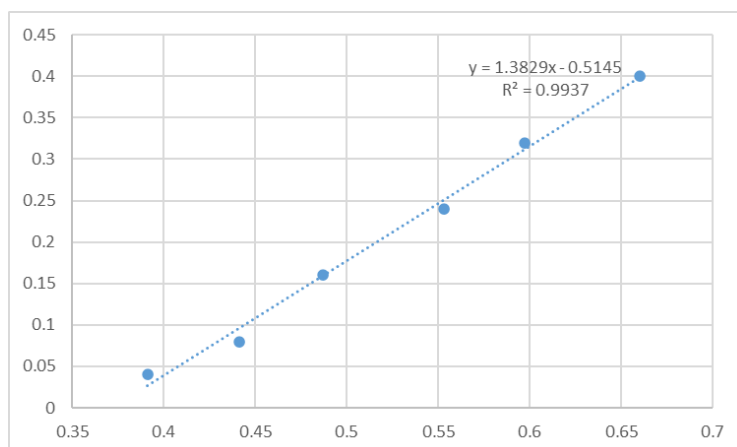


图2 有机氯标准曲线

### 3.3.2 检出限

对线性范围为0.04 $\mu$ g ~0.4 $\mu$ g的标准曲线进行方法检出限的测定，得出仪器检出限为570.45 $\mu$ g/L，定量限为1.81mg/L，计算得出仪器的检出限为11.4mg/kg，定量限为36.2mg/kg，具体数据见表7。

表7 EOX检出限相关数据

	1	2	3	4	5	6
标液浓度 C ( $\mu$ g/mL)	1.0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0
进样体积 V( $\mu$ L)	40	40	40	40	40	40
含量 ( $\mu$ g)	0.04	0.08	0.16	0.24	0.32	0.40
有效积分 I(AU)	0.391	0.441	0.487	0.553	0.597	0.660
标准曲线	CV=1.383I-0.514					
线性范围	0.04~0.4					
检出限( $\mu$ g/L)	570.45					
定量限(mg/L)	1.81					
定容体积 v (mL)	10					
称样量 m(g)	0.5					
方法检出限(mg/kg)	11.4					
方法定量限(mg/kg)	36.2					

### 3.3.3 精密度

选取三个不同E0X含量的样品，分别进行6次平行测定，按本方法测定其中E0X好的含量，计算测定结果的相对标准偏差如表8所示。

表8 E0X精密度相关数据

样品编号	1		2		3	
检测结果/（mg/kg）	12.38	12.8	248.6	258.3	7470.1	8399.6
	12.92	12.58	261.8	252.4	8361.5	7856.0
	12.22	13.12	264.9	268.7	8863.1	8077.4
平均值/（mg/kg）	12.67		259.1		8171.3	
RSD/%	2.68		2.93		5.91	

可见，本方法测试运动地坪中E0X含量的重复测试结果RSD在2%~6%之间。

### 3.3.4 加标回收率

选取三个不同含量样品分别加入不同含量的标准溶液，以下实验步骤与实际样品测试一致，测定结果如表9所示。

表9 E0X回收率相关数据

样品	样品1			样品2			样品3		
未加标测定值/(μg/mL)	0.63			12.96			408.55		
加标浓度/(μg/mL)	0.5			10			200		
加标测定值/(μg/mL)	1.21	1.09	1316	23.41	24.08	22.39	578.64	596.35	600.27
加标测定平均值 /(μg/mL)	1.15			23.29			591.75		
回收率/(%)	103.7			102.6			95.9		
回收率平均值/(%)	100.9								

可见，不同样品浓度、不同标液添加量下，本方法的回收率在95%~104%之间。

### 3.3.5 实验室间比对

为了进一步验证本标准采用的试验方法的可行性，编制组组织2家实验室采用本方法对不同EOX含量的运动地坪样品进行了实验室间的比对实验，比对结果见表10。

表10 EOX实验室比对结果

样品编号	实验室 1 EOX/ (mg/kg)	实验室 2 EOX/ (mg/kg)
样品1	32	34
样品2	128	117
样品3	31020	32682

从表10可以看出，含量越高，实验室间数据的相差越大，除了不同实验室间的测试能力影响外，考虑到运动地坪材料样品本身的不均匀性问题，本次比对结果仍可认为具有较好的一致性，本方法满足分析要求。

### 3.4 小结

通过验证试验，可以看出本标准的可萃取有机卤素测试方法具有良好的精密度和重复性。

## 4. 标准涉及专利的情况

本标准中未涉及到专利及其它知识产权问题。

## 5. 推广应用论证和预期达到的经济效益

（一）经济效益、社会效益、产业规模、推广应用、工程应用情况、预期达到的经济、社会效益；

随着运动地坪行业的快速发展，相关的标准配套显得尤为重要。本标准的实施将填补运动地坪行业相关标准的空白，促进产业的规范、高质量发展，为运动地坪产业的健康发展起到保驾护航的作用。通过对运动地坪中可萃取有机卤素含量的控制，保障人民群众健身运动的安全、舒适进行，提高公众健康状况，从而带来不可估量的社会效益和经济效益。

（二）本标准指标的技术先进性以及本标准的发布对行业及社会发展的促进作用，

即与“宜业尚品造福人类”的相关性。

目前国内暂无运动地坪中有机卤素测试的国家/行业/团体标准，为了更好的对运动材料的环保指标进行控制，本标准采用超声萃取-总有机卤素分析仪法测定运动地坪中有机卤素含量的方法。弥补了国内标准在该领域的空缺，是对现有相关标准体系的补充，方法的精密度、准确度高。

本标准的实施将为我国相关产品标准制定提供测试方法依据，可以促进我国相关产品标准与国际先进标准接轨，有助于为企业的新技术、新工艺、新产品开发提供一个统一的平台，促进运动地坪产品环保水平的提高，推动产业可持续发展。在国家大力推行全民健身与全面健康的背景下，运动地坪行业市场容量巨大，且呈快速增长态势，该标准的执行将为人类提供更健康、更舒适、更安全的健身场地，从而为人类健康做出建材行业应有的贡献。

## 6. 采用国际标准和国外先进标准的情况

目前德国有 DIN 18035-6: 2021 《运动场地 第 6 部分 合成材料面层》和 DIN 18035-7-2019 《运动场地 第 7 部分 合成草坪地面》，对于可萃取有机卤素的测试及限值进行了规定，但还存在一些问题要解决：（1）由于合成材料面层产品成品，样品制备的尺寸对检测结果有一定影响，现有检测标准中样品制备中进行均质处理和研磨到多大尺寸没有规定。（2）关于样品前处理现有检测标准用的索式提取法存在耗费有机溶剂多、污染环境、提取时间长、操作复杂、易掺入杂质等缺点，并不易对批量样品进行处理，存在方法不适用的问题。（3）现有检测标准规定的合成材料面层产品中 EOX 含量通过库仑分析进行定量测定，仪器条件及实验方法过于简化。

本标准在德国标准基础上进行了前处理条件、仪器分析条件的探究和优化，所得实验方法精密度高、重复性好。

## 7. 与现行相关法律、法规、规章及相关标准，特别是强制性标准的协调性

目前运动地坪行业现行标准 GB 36246-2018《中小学合成材料面层运动场地》、GB/T 14833-2020《合成材料跑道面层》、GB/T 22517.6-2020《体育场地使用要求及检验方法 第 6 部分：田径场地》等对材料的多环芳烃、邻苯二甲酸酯类、短链氯化石蜡、MOCA、重金属等有害物质含量、TVOC、甲醛、二硫化碳等有害物质释放量以及气味等级进行

了规定，暂无相关标准对有机卤素含量进行要求。

本标准与现行法律、法规、规章不矛盾。所申报的标准与现有标准及制定中的标准均无冲突及重复，与现有标准是相互支撑的关系，总体是对现有标准体系有效补充和完善。

## **8. 重大分歧意见的处理过程和依据**

无重大分歧意见。

## **9. 标准性质的建议说明**

建议本标准为推荐性标准。

## **10. 贯彻本标准的要求和措施建议**

建议本标准在 2024 年实施。需要时，应由标准主编单位进行培训。

## **11. 废止现行有关标准的建议**

无。

## **12. 其他应说明的事项**

无