ICS 59.080.01
W 04

中华人民共和国国家标准

GB/T 2912.1—2009
代替 GB/T 2912.1—1998

纺织品　甲醛的测定
第1部分：游离和水解的甲醛（水萃取法）

Textiles—Determination of formaldehyde—
Part 1: Free and hydrolyzed formaldehyde (water extraction method)

(ISO 14184-1:1998, MOD)

2009-06-11 发布　　2010-01-01 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

前　言

GB/T 2912《纺织品　甲醛的测定》分为三个部分：

——第1部分：游离和水解的甲醛（水萃取法）；

——第2部分：释放的甲醛（蒸汽吸收法）；

——第3部分：高效液相色谱法。

本部分为GB/T 2912的第1部分。

本部分采用重新起草法修改采用ISO 14184-1：1998《纺织品　甲醛的测定　第1部分：游离和水解的甲醛（水萃取法）》（英文版）。

本部分与ISO 14184-1：1998相比有如下差异：

——规范性引用文件中由我国标准替代了国际标准；

——删除了国际标准的前言；

——原理部分增加详细说明；

——增加计算结果修约至整数位的要求；

——增加甲醛原液的标定　碘量法，作为附录B。

本部分代替GB/T 2912.1—1998《纺织品　甲醛的测定　第1部分：游离水解的甲醛（水萃取法）》。

本部分与GB/T 2912.1　1998相比主要变化如下：

——范围中增加了检出限；

——规范性引用文件中增加了GB/T 11415；

——原理部分增加详细说明；

——试样由3个修改为2个，增加计算结果修约至整数位的要求；

——第9章增加“如果结果小于20 mg/kg，试验结果报告“未检出””；

——增加甲醛原液标定方法　碘量法，作为附录B。

本部分的附录A和附录B是规范性附录，附录C是资料性附录。

本部分由中国纺织工业协会提出。

本部分由全国纺织品标准化技术委员会基础标准分会（SAC/TC 209/SC 1）归口。

本部分起草单位：纺织工业南方科技测试中心、国家纺织制品质量监督检验中心。

本部分主要起草人：范瑛、朱缨、王仲昭、赵俪玥。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

——GB/T 2912—1982、GB/T 2912.1—1998。

纺织品　甲醛的测定　第1部分：游离和水解的甲醛(水萃取法)

警告：使用GB/T 2912本部分的人员应有正规实验室工作的实践经验。本部分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，并保证国家有关法规规定的条件。

1　范围

GB/T 2912的本部分规定了通过水萃取及部分水解作用的游离甲醛含量的测定方法。

本部分适用于任何形式的纺织品。

本部分适用于游离甲醛含量为20 mg/kg到3 500 mg/kg之间的纺织品。检出限为20 mg/kg。低于检出限的结果报告为“未检出”。

2　规范性引用文件

下列文件中的条款通过GB/T 2912的本部分的引用而成为本部分的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本部分。然而，鼓励根据本部分达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本部分。

GB/T 6529　纺织品　调湿和试验用标准大气(GB/T 6529—2008，ISO 139:2005，MOD)

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)

GB/T 11415　实验室烧结(多孔)过滤器　孔径、分级和牌号(GB/T 11415—1989，ISO 4793:1980，NEQ)

3　原理

试样在40 ℃的水浴中萃取一定时间，萃取液用乙酰丙酮显色后，在412 nm波长下，用分光光度计测定显色液中甲醛的吸光度，对照标准甲醛工作曲线，计算出样品中游离甲醛的含量。

4　试剂

所有试剂均为分析纯。

4.1　蒸馏水或三级水

符合GB/T 6682的规定。

4.2　乙酰丙酮试剂(纳氏试剂)

在1 000 mL容量瓶中加入150 g乙酸铵，用800 mL水溶解，然后加3 mL冰乙酸和2 mL乙酰丙酮，用水稀释至刻度，用棕色瓶储存。

注：储存开始12 h颜色逐渐变深，为此，用前必须储存12 h，有效期为6周。经长时期储存后其灵敏度会稍起变化，故每星期应作一校正曲线与标准曲线校对为妥。

4.3　甲醛溶液

浓度约37%(质量浓度)。

4.4　双甲酮的乙醇溶液

1 g双甲酮(二甲基-二羟基-间苯二酚或5，5-二甲基环己烷-1，3-二酮)用乙醇溶解并稀释至100 mL。现用现配。

5 设备和器具

5.1 50 mL,250 mL,500 mL,1 000 mL 容量瓶。

5.2 250 mL 碘量瓶或具塞三角烧瓶。

5.3 1 mL,5 mL,10 mL,25 mL 和 30 mL 单标移液管及 5 mL 刻度移液管。

注：可以使用与手动移液管同样精度的自动移液器。

5.4 10 mL,50 mL 量筒。

5.5 分光光度计(波长 412 nm)。

5.6 具塞试管及试管架。

5.7 恒温水浴锅,(40±2)℃。

5.8 2 号玻璃漏斗式滤器(符合 GB/T 11415 的规定)。

5.9 天平,精度为 0.1 mg。

6 甲醛标准溶液和标准曲线的制备

6.1 约 1 500 μg/mL 甲醛原液的制备

用水(4.1)稀释 3.8 mL 甲醛溶液(4.3)至 1 L,用标准方法测定甲醛原液浓度(见附录 A 或附录 B)。记录该标准原液的精确浓度。该原液用以制备标准稀释液,有效期为四周。

6.2 稀释

相当于 1 g 样品中加入 100 mL 水,样品中甲醛的含量等于标准曲线上对应的甲醛浓度的 100 倍。

6.2.1 标准溶液(S2)的制备

吸取 10 mL 甲醛溶液(6.1)放入容量瓶(5.1)中用水稀释至 200 mL,此溶液含甲醛 75 mg/L。

6.2.2 校正溶液的制备

根据标准溶液(S2)制备校正溶液。在 500 mL 容量瓶中用水稀释下列所示溶液中至少 5 种浓度:

1 mL S2 至 500 mL,含 0.15 μg 甲醛/mL=15 mg 甲醛/kg 织物

2 mL S2 至 500 mL,含 0.30 μg 甲醛/mL=30 mg 甲醛/kg 织物

5 mL S2 至 500 mL,含 0.75 μg 甲醛/mL=75 mg 甲醛/kg 织物

10 mL S2 至 500 mL,含 1.50 μg 甲醛/mL=150 mg 甲醛/kg 织物

15 mL S2 至 500 mL,含 2.25 μg 甲醛/mL=225 mg 甲醛/kg 织物

20 mL S2 至 500 mL,含 3.00 μg 甲醛/mL=300 mg 甲醛/kg 织物

30 mL S2 至 500 mL,含 4.50 μg 甲醛/mL=450 mg 甲醛/kg 织物

40 mL S2 至 500 mL,含 6.00 μg 甲醛/mL=600 mg 甲醛/kg 织物

计算工作曲线 $y=a+bx$,此曲线用于所有测量数值,如果试样中甲醛含量高于 500 mg/kg,稀释样品溶液。

注：若要使校正溶液中的甲醛浓度和织物试验溶液中的浓度相同,必须进行双重稀释。如果每千克织物中含有 20 mg 甲醛,用 100 mL 水萃取 1.00 g 样品溶液中含有 20 μg 甲醛,以此类推,则 1 mL 试验溶液中的甲醛含量为 0.2 μg。

7 试样制备

样品不进行调湿,预调湿可能影响样品中的甲醛含量。测试前样品密封保存。

注：可以把样品放入一聚乙烯袋里储藏,外包铝箔,其理由是这样储藏可预防甲醛通过袋子的气孔散发。此外,如果直接接触,催化剂及其他留在整理过的未清洗织物上的化合物和铝发生反应。

从样品上取两块试样剪碎,称取 1 g,精确至 10 mg。如果甲醛含量过低,增加试样量至 2.5 g,以获得满意的精度。

将每个试样放入250 mL的碘量瓶或具塞三角烧瓶(5.2)中，加100 mL水，盖紧盖子，放入(40±2)℃水浴中的振荡(60±5)min，用过滤器(5.8)过滤至另一碘量瓶或三角烧瓶中，供分析用。

若出现异议，采用调湿后的试样质量计算校正系数，校正试样的质量。

从样品上剪取试样后立即称量，按照GB/T 6529进行调湿后再称量，用二次称量值计算校正系数，然后用校正系数计算出试样校正质量。

8 步骤

8.1 用单标移液管(5.3)吸取5 mL过滤后的样品溶液放入一试管(5.6)，及各吸取5 mL标准甲醛溶液(6.2.2)分别放入试管(5.6)中，分别加5 mL乙酰丙酮溶液(4.2)，摇动。

8.2 首先把试管放在(40±2)℃水浴中显色(30±5)min，然后取出，常温下避光冷却(30±5)min，用5 mL蒸馏水加等体积的乙酰丙酮作空白对照，用10 mm的吸收池在分光光度计412 nm波长处测定吸光度。

8.3 若预期从织物上萃取的甲醛含量超过500 mg/kg，或试验采用5∶5比例，计算结果超过500 mg/kg时，稀释萃取液使之吸光度在工作曲线的范围内(在计算结果时，要考虑稀释因素)。

8.4 如果样品的溶液颜色偏深，则取5 mL样品溶液放入另一试管，加5 mL水，按上述操作。用水作空白对照。

8.5 做两个平行试验。

注：将已显现出的黄色暴露于阳光下一定的时间会造成褪色，因此在测定过程中应避免在强烈阳光下操作。

8.6 如果怀疑吸光值不是来自甲醛而是由样品溶液的颜色产生的，用双甲酮进行一次确认试验(8.7)。

注：双甲酮与甲醛产生反应，使因甲醛反应产生的颜色消失。

8.7 双甲酮确认试验：取5 mL样品溶液放入一试管(必要时稀释)，加入1 mL双甲酮乙醇溶液(4.4)并摇动，把溶液放入(40±2)℃水浴中显色(10±1)min，加入5 mL乙酰丙酮试剂(4.2)摇动，继续按8.2操作。对照溶液用水(4.1)而不是样品萃取液。来自样品中的甲醛在412 nm的吸光度将消失。

9 结果计算和表示

用式(1)来校正样品吸光度：

$$A = A_s - A_b - (A_d) \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：

A ——校正吸光度；

A_s ——试验样品中测得的吸光度；

A_b ——空白试剂中测得的吸光度；

A_d ——空白样品中测得的吸光度(仅用于变色或沾污的情况下)。

用校正后的吸光度数值，通过工作曲线查出甲醛含量，用μg/mL表示。

用式(2)计算从每一样品中萃取的甲醛量：

$$F = \frac{c \times 100}{m} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：

F ——从织物样品中萃取的甲醛含量，mg/kg；

c ——读自工作曲线上的萃取液中的甲醛浓度，μg/mL；

m ——试样的质量，g。

取两次检测结果的平均值作为试验结果，计算结果修约至整数位。

如果结果小于20 mg/kg，试验结果报告“未检出”。

10 试验报告

试验报告应包括下列内容：

a) 使用的标准；

b) 来样日期、试验前的储存方法及试验日期；

c) 试验样品描述和包装方法；

d) 试样质量，质量校正系数(如果需要)；

e) 工作曲线的范围；

f) 从样品中萃取的甲醛含量，mg/kg；

g) 任何偏离本部分的说明。

附 录 A
（规范性附录）
甲醛原液的标定——亚硫酸钠法

A.1 总则

为了在比色分析中做一精确的工作曲线，含量约 1 500 μg/mL 的甲醛原液应进行精确的标定。

A.2 原理

甲醛原液与过量的亚硫酸钠反应，用标准酸液在百里酚酞指示下进行反滴定。

A.3 设备

A.3.1 10 mL 单标移液管。
A.3.2 50 mL 单标移液管。
A.3.3 50 mL 滴定管。
A.3.4 150 mL 三角烧瓶。

A.4 试剂

A.4.1 亚硫酸钠[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]：称取 126 g 无水亚硫酸钠放入 1 L 的容量瓶，用水稀释至标记，摇匀。
A.4.2 百里酚酞指示剂：1 g 百里酚酞溶解于 100 mL 乙醇溶液中。
A.4.3 硫酸：$c(H_2SO_4)=0.01$ mol/L。
注：可以从化学品供应公司购得或用标准氢氧化钠溶液标定。

A.5 操作程序

移取 50 mL 亚硫酸钠(A.4.1)入三角烧杯(A.3.4)中，加百里酚酞指示剂(A.4.2)2 滴，如需要，加几滴硫酸(A.4.3)直至蓝色消失。

移 10 mL 甲醛原液至瓶中(蓝色将再出现)，用硫酸(A.4.3)滴定至蓝色消失，记录用酸体积。

注 1：硫酸溶液的体积约 25 mL。

注 2：可使用校正 pH 值来代替百里酚酞指示剂，在此情况下，最终点为 pH=9.5。

上述操作程序重复进行一次。

A.6 计算

用式(A.1)计算原液中甲醛浓度：

$$c=\frac{V_1\times 0.6\times 1\,000}{V_2} \qquad \text{……(A.1)}$$

式中：

c ——甲醛原液中的甲醛浓度，μg/mL；

V_1 ——硫酸溶液用量，mL；

V_2 ——甲醛溶液用量，mL；

0.6 ——与 1 mL 0.01 mol/L 硫酸相当的甲醛的质量，mg。

计算两次结果的平均值，并用根据式(A.1)得出的浓度绘制用于比色分析的工作曲线。

附 录 B
（规范性附录）
甲醛原液的标定——碘量法

B.1 总则

为了在比色分析中做一精确的工作曲线，含量约 1 500 μg/mL 的甲醛原液应进行精确的标定。

B.2 原理

甲醛原液与过量的碘溶液反应，用标准硫代硫酸钠溶液在淀粉指示剂下进行反滴定。

B.3 设备

B.3.1 5 mL，10 mL，20 mL，50 mL 单标移液管。

B.3.2 50 mL 滴定管。

B.3.3 250 mL 碘量瓶和有塞三角瓶。

B.3.4 500 mL，1 L 容量瓶。

B.4 试剂

B.4.1 碘液[$c(I_2)=0.1$ mol/L]：13 g 碘(I_2)及 30 g 碘化钾(KI)放入 1 L 棕色容量瓶中，用水稀释至标记，摇匀，储存在暗处。

B.4.2 氢氧化钠：$c(NaOH)=1$ mol/L。

B.4.3 硫酸：$c(H_2SO_4)=0.5$ mol/L。

B.4.4 淀粉指示剂：0.5 g 可溶性淀粉溶于 100 mL 水中，煮沸 2 min，使用前配制。

B.4.5 硫代硫酸钠溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]：称取 25 g $Na_2S_2O_3\cdot 5H_2O$（或 16 g 无水 $Na_2S_2O_3$）溶于 1 L 新煮沸并冷却的、加有 0.1 g 无水碳酸钠的水中，搅拌、溶解，放入棕色瓶中保存。

注：硫代硫酸钠溶液的标定方法如下：

将重铬酸钾放在 120 ℃～125 ℃烘箱内烘 1 h，冷却后称 0.15 g，精确至 0.000 1 g，置于 250 mL 碘量瓶中，加水 25 mL，加 2 g KI 及 20 mL H_2SO_4 溶液(20%)，充分摇动混合，塞住瓶塞，在暗处静置 10 min，使碘充分析出。加水 100 mL 稀释摇匀，用配好的 $Na_2S_2O_3$ 溶液[$c(Na_2S_2O_3)=0.1$ mol/L]滴定至溶液呈淡黄色时，加 0.5%淀粉溶液 3 mL；继续用 $Na_2S_2O_3$ 溶液滴定至蓝色变为绿色为止。

用下式计算硫代硫酸钠的浓度：

$$c_1=\frac{m\times 1\,000}{V\times 49.03}$$

式中：

c_1 —— 硫代硫酸钠的浓度，mol/L；

m —— 校准剂（重铬酸钾）的质量，g；

V —— 所耗被校准液（硫代硫酸钠）的体积，mL；

49.03 —— 校准剂（重铬酸钾）的摩尔质量[$M(1/6K_2Cr_2O_7)$]，g/mol。

B.5 操作程序

B.5.1 移取甲醛溶液(6.1)10 mL 加入到 250 mL 碘量瓶中，准确加入碘液(B.4.1)25 mL，加 NaOH 溶液(B.4.2)10 mL，盖上瓶盖于暗处放置 15 min，同时用蒸馏水作空白。

B.5.2 加入 H_2SO_4 溶液(B.4.3)15 mL，用 $Na_2S_2O_3$ 溶液(B.4.5)滴定成黄色，加入数滴淀粉指示剂，

继续滴定到蓝色褪去。上述操作程序重复一次。

B.5.3 计算：用式(B.1)计算原液中甲醛浓度：

$$c = \frac{(V_B - V_S) \times c_1 \times 0.015}{V} \times 10^6 \quad \cdots\cdots (B.1)$$

式中：

c —— 甲醛原液中的甲醛浓度，μg/mL；

V_B —— 空白 $Na_2S_2O_3$ 溶液用量，mL；

V_S —— $Na_2S_2O_3$ 溶液用量，mL；

c_1 —— $Na_2S_2O_3$ 标准溶液浓度，mol/L；

0.015 —— 与 1 mL $Na_2S_2O_3$(c=1.000 0 mol/L)标准溶液相当的甲醛的质量，g；

V —— 甲醛溶液用量，mL。

计算两次结果的平均值，并用根据式(B.1)得出的浓度绘制用于比色分析的工作曲线。

附 录 C
（资料性附录）
方法精确性参考资料

本部分试验方法基于一个芬兰的方法，以下的试验精确度取决于样品的甲醛含量并适用于均匀试样：

甲醛含量，mg/kg	精确度，%
1 000	0.5
100	2.5
20	15
10	80

由此可见，甲醛含量低于 20 mg/kg 时显示不出来。

注：本部分方法中的校正曲线与用上面提到的结果制成的曲线不同。

GB/T 2912.1-2009

版权专有 侵权必究

*
书号：155066・1-38779
定价： 16.00 元

打印日期：2010年3月11日