



中华人民共和国国家标准

GB/T 2912.2—2009
代替 GB/T 2912.2—1998

纺织品 甲醛的测定 第2部分：释放的甲醛（蒸汽吸收法）

Textiles—Determination of formaldehyde—
Part 2: Released formaldehyde (vapour absorption method)

(ISO 14184-2:1998, 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2部分。

本部分采用重新起草法修改采用 ISO 14184-2:1998《纺织品 甲醛的测定 第2部分：释放的甲醛(蒸汽吸收法)》(英文版)。

本部分与 ISO 14184-2:1998 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 2912.2—1998《纺织品 甲醛的测定 第2部分：释放甲醛(蒸气吸收法)》。

本部分与 GB/T 2912.2—1998 相比主要变化如下：

- 范围中增加了检出限；
- 原理部分增加详细说明；
- 增加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；
- 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 和附录 D 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、赵伶俐。

本部分所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2912—1982、GB/T 2912.2—1998。

纺织品 甲醛的测定

第2部分：释放的甲醛(蒸汽吸收法)

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 的本部分规定了任何状态的纺织品在加速储存条件下用蒸汽吸收法测定释放甲醛含量的方法。

本部分适用于释放甲醛含量为 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)

3 原理

一定质量的织物试样，悬挂于密封瓶中的水面上，置于恒定温度的烘箱内一定时间，释放的甲醛用水吸收，经乙酰丙酮显色后，用分光光度计比色法测定显色液中的吸光度。对照标准甲醛工作曲线，计算出样品中释放甲醛的含量。

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。

也可用铬变酸替代乙酰丙酮试剂，参见附录 C。

4.3 甲醛溶液

浓度约 37%(质量浓度)。

5 设备和器具

5.1 玻璃(或聚乙烯)广口瓶，1 L，有密封盖，如图 1b)[或瓶盖顶部带有小钩的密封盖，如图 1c)]。

5.2 小型金属丝网篮,如图 1a)。(或用双股缝线将织物的两端分别系起来,挂于水面上,线头系于瓶盖顶部钩子上。)

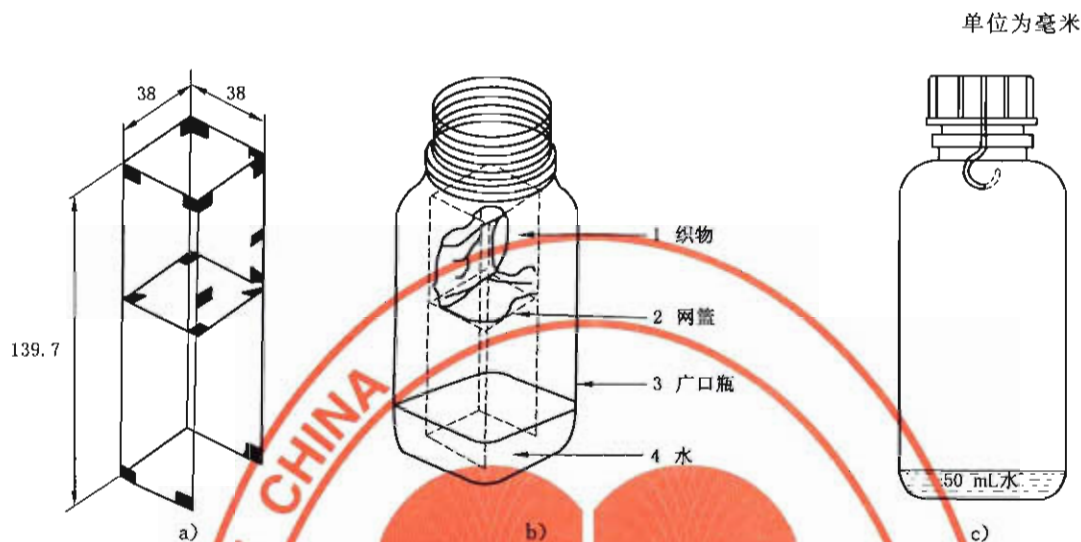


图 1

5.3 烘箱,温度控制在 $(49 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.4 50 mL,250 mL,500 mL 和 1 000 mL 容量瓶。

5.5 1 mL,5 mL,10 mL,15 mL,20 mL,25 mL,30 mL 和 50 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具有相同精确的自动移液器。

5.6 10 mL,50 mL 量筒。

5.7 分光光度计(波长 412 nm)。

5.8 试管或比色管或测色管。

5.9 恒温水浴锅, $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.10 天平,精度为 0.1 mg。

6 甲醛标准溶液的配制和标定

6.1 约 1 500 $\mu\text{g/mL}$ 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。该原液用于制备标准稀释液,有效期为四周。

6.2 稀释

相当于 1 g 样品中加入 50 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 50 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(5.4)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

吸取不同体积的标准溶液(S2)用水稀释定容至 500 mL 容量瓶中,用以制备校准溶液。配制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=7.5 mg 甲醛/kg 织物

2 mL S2 至 500 mL,含 0.30 μg 甲醛/mL=15 mg 甲醛/kg 织物

5 mL S2 至 500 mL,含 0.75 μg 甲醛/mL=37.5 mg 甲醛/kg 织物

10 mL S2 至 500 mL,含 1.50 μg 甲醛/mL=75 mg 甲醛/kg 织物

15 mL S2 至 500 mL,含 2.25 μg 甲醛/mL=112.5 mg 甲醛/kg 织物

20 mL S2 至 500 mL, 含 3.00 μg 甲醛/mL=150 mg 甲醛/kg 织物

30 mL S2 至 500 mL, 含 4.50 μg 甲醛/mL=225 mg 甲醛/kg 织物

40 mL S2 至 500 mL, 含 6.00 μg 甲醛/mL=300 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 50 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 0.4 μg 。

7 试样的制备

样品不进行调湿, 样品的预调湿可能影响样品中的甲醛含量。测试前样品密封保存。

从样品上取至少两块试样剪成小块, 称取 1 g, 精确至 10 mg。

注: 可以把样品放入一聚乙烯袋里储藏, 外包铝, 其理由是这样储藏可预防甲醛通过包袋的气孔散发。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。

8 操作步骤

8.1 每只试验瓶(5.1)中加入 50 mL 水, 试样放在金属丝网篮(5.2)上或用双股缝线将试样系起来, 线头挂在瓶盖顶部钩子上(避免试样与水接触), 盖紧瓶盖, 小心置于 $(49 \pm 2)^\circ\text{C}$ 烘箱中 $20 \text{ h} \pm 15 \text{ min}$ 后, 取出试验瓶, 冷却 $(30 \pm 5) \text{ min}$, 然后从瓶中取出试样和网篮, 再盖紧瓶盖, 摇匀。

8.2 用单标移液管(5.5)吸取 5 mL 乙酰丙酮溶液(4.2)放入试管(5.8)中, 加 5 mL 试验瓶中的试样溶液混匀, 再吸取 5 mL 乙酰丙酮溶液(4.2)放入另一试管(5.8)中, 加 5 mL 蒸馏水作空白试剂。

8.3 把试管放在 $(40 \pm 2)^\circ\text{C}$ 水浴中显色 $(30 \pm 5) \text{ min}$, 然后取出, 常温下避光冷却 $(30 \pm 5) \text{ min}$, 用 10 mm 的吸收池在分光光度计 412 nm 波长处测定吸光度。通过甲醛标准工作曲线计算样品中的甲醛含量 ($\mu\text{g/mL}$)。

8.4 若预期从织物上释放的甲醛含量超过 500 mg/kg, 或试验采用 5:5 比例, 计算结果超过 500 mg/kg 时, 稀释吸收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)。

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。若显色后预计需过一段时间后进行测试(如: 1 h), 且阳光强烈的情况下, 需采取措施保护试管, 如用不含甲醛的遮盖物遮盖试管。否则, 颜色需要很长时间(至少过夜)才能稳定, 这样则会影响读数。

9 结果的计算和表示方式

用式(1)计算织物样品中的甲醛含量。

$$F = \frac{c \times 50}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

F ——织物样品中的甲醛含量, mg/kg;

c ——读自工作曲线上的样品溶液中的甲醛含量, $\mu\text{g/mL}$;

m ——试样的质量, g。

取两次平行试验的平均值作为检测结果, 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；
- e) 工作曲线的范围；
- f) 从样品中释放的甲醛含量,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 $\mu\text{g/mL}$ 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 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]: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: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.01 \text{ mol/L}$ 。

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,终点为 $\text{pH}=9.5$ 。

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:

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

式中:

c ——甲醛原液中的甲醛浓度, $\mu\text{g/mL}$;

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 $\mu\text{g/mL}$ 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 [$c(\text{I}_2)=0.1 \text{ mol/L}$]: 13 g 碘 (I_2) 及 30 g 碘化钾 (KI) 放入 1 L 的棕色容量瓶中, 用水稀释至标记, 摇匀, 储存在暗处。

B.4.2 氢氧化钠: $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

B.4.3 硫酸: $c(\text{H}_2\text{SO}_4)=0.5 \text{ mol/L}$ 。

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 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$]: 称取 25 g $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (或 16 g 无水 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 溶于 1 L 新煮沸且冷却的、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 $120^\circ\text{C} \sim 125^\circ\text{C}$ 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$] 滴定至溶液呈淡黄色时, 加 0.5% 淀粉溶液 3 mL; 继续用 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 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 $\left[M\left(\frac{1}{6}\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7\right)\right]$, 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 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:

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

式中:

c ——甲醛原液中的甲醛浓度, $\mu\text{g/mL}$;

V_B ——空白 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液用量, mL ;

V_S —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液用量, mL ;

c_1 —— $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 标准溶液浓度, mol/L ;

0.015——与 1 mL $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($c=1.000\ 0\ \text{mol/L}$) 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)

用铬变酸替代乙酰丙酮试剂操作程序

C.1 试剂

C.1.1 铬变酸 50 g/L,新配的水溶液,如需要,用前过滤。

注:此试剂作为测定甲醛的钠盐,它很容易变质,每新购一批药品要做一新的校正曲线,溶液放置超过 12 h 需重配。

C.1.2 浓硫酸(密度 1.84 g/mL),分析纯。

C.1.3 硫酸[$c(\text{H}_2\text{SO}_4)=7.5\text{ mol/L}$]。将浓硫酸(C.1.2)(750 g,405 mL)小心地加入水中,冷却,用水稀释至 1 L,并在用前冷却。

C.2 操作程序

C.2.1 移取 1.0 mL 整数倍的溶液(8.1)至一试管中,分别加入 4.0 mL 7.5 mol/L 硫酸(C.1.3),1.0 mL 50 g/L 铬变酸溶液(C.1.1)和 5.0 mL 浓硫酸(C.1.2)。每加入一种试剂,充分混合试管中的溶液,至少 2 min 后,再加下一试剂。

C.2.2 将试管垂直放置于沸水浴中(水浴的液面应超过试管中溶液的液面)保持 $(30\pm 1)\text{ min}$ 。冷却后,将溶液转移至 50 mL 容量瓶中,加蒸馏水至刻度,摇匀,至少放置 1 h,使其冷却至室温。如需要,加水至刻度线。

C.2.3 用分光光度计在 570 nm 下,把溶液放入 10 mm 吸收池中测吸光度,同时用 1.0 mL 水,4.0 mL 7.5 mol/L 硫酸,1.0 mL 50 g/L 铬变酸溶液与 5.0 mL 浓硫酸制成的空白溶液作对照。

如果吸光度超过 1.0,用可 0.5 mL 整数倍的原始溶液加 0.5 mL 水再重新进行比色测定。

注 1:在甲醛浓度过高时,吸光度与浓度之间的关系是非线性的,也可能会出现其他颜色,因此在测量吸光度超过 1.0 时,操作程序在溶液用水稀释后再重复一次。

注 2:显色后 4 h 内吸光度不变。

注 3:如果吸光度低于 0.1,可在溶液被稀释至 50 mL 之前测其吸光度来提高灵敏度,提供的溶液允许至少 1 h 冷却至室温,使用适当的低甲醛校正曲线。

注 4:在稀释显色的溶液过程中,容量瓶中的物质将被彻底的混合,否则溶液分层将出现错误的结果。

当使用此方法时,可以根据实际情况选取制备工作曲线的甲醛标准溶液的量,以及取自广口瓶中的样品溶液的量。

注:由于铬变酸方法中用到浓硫酸,操作人员要做好自我保护,同时要注意保护好分光光度计。

附 录 D
(资料性附录)
试验精确性的参考资料

D.1 精确性

此方法以美国纺织化学家和染色家学会(AATCC)方法 112 的实验室间研究(ILS)为基础,即 49 ℃, 20 h 萃取时间及 5 : 5 的样品与纳氏试剂比例,各实验室中的操作人员对每一织物做重复三次测定。在第一次 ILS 中,由九个实验室在三个低甲醛含量水平上(100 μg/g~400 μg/g),对同一织物进行测试,并对结果以方差方法进行分析,在第二次 ILS 中,由八个实验室测定十种 0 μg/g 的织物并分析结果。

关于零甲醛织物的主要差别详见表 D. 1,关于低甲醛织物的主要差别见表 D. 2。

若两个或两个以上的实验室要比较结果,则应在进行试验比较前先确定实验室的甲醛水平。

若实验室所进行的比较是关于单一织物的甲醛释放量,应使用表 D. 2 中实验室间同一织物栏的主要差别。

若实验室所进行的比较是关于一系列织物的甲醛释放量范围,则应使用表 D. 2 中实验室间多种织物栏中的主要差别。

表 D. 1 零甲醛在置信度为 95%时平均值的主要差别 单位为微克每克

测试次数	一个实验室	实验室间同一织物	实验室间多种织物
1	7.7	12.0	13.8
2	5.5	10.6	12.7
3	4.5	10.2	12.3

表 D. 2 低甲醛在置信度为 95%时平均值的主要差别 单位为微克每克

测试次数	一个实验室	实验室间同一织物	实验室间多种织物
1	21.6	80.3	116.0
2	15.2	78.9	115.0
3	12.4	78.4	114.7

实验室平均测试数量也会影响主要差别。

D.2 倾向性

织物的甲醛释放只能根据不同的方法分别定义,没有一种独立的方法来测定其真实数值,在此方法中,以此途径来估算加速储存条件下织物释放甲醛含量,目前尚无已知的倾向性。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺织品 甲醛的测定
第2部分:释放的甲醛(蒸汽吸收法)
GB/T 2912.2—2009

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

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 1 字数 18 千字
2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

*

书号:155066·1-38780 定价 18.00 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)68533533



GB/T 2912.2-2009

打印日期:2009年11月3日