



中华人民共和国国家标准

GB/T 2912.3—2009

纺织品 甲醛的测定 第3部分：高效液相色谱法

Textiles—Determination of formaldehyde—
Part 3: High performance liquid chromatography method



2009-06-19 发布

2010-02-01 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



中 华 人 民 共 和 国

国 家 标 准

纺织品 甲醛的测定

第 3 部分:高效液相色谱法

GB/T 2912.3—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 0.5 字数 9 千字

2009 年 9 月第一版 2009 年 9 月第一次印刷

*

书号:155066·1-38781 定价 14.00 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

前 言

GB/T 2912《纺织品 甲醛的测定》包括以下部分：

- 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3部分。

本部分的附录 A 为资料性附录。

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：浙江省检验检疫科学技术研究院、湖州出入境检验检疫局、浙江理工大学、山东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：赵珊红、蒋永祥、陈海相、潘建君、谈金辉、王东、吴刚。



纺织品 甲醛的测定

第3部分：高效液相色谱法

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 的本部分规定了采用高效液相色谱-紫外检测器(HPLC/UVD)或二极管阵列检测器(HPLC/DAD)测定纺织品中游离水解甲醛或释放甲醛含量的方法。

本部分适用于任何形式的纺织品。

本部分适用于甲醛含量为 5 mg/kg 到 1 000 mg/kg 之间的纺织品，特别适用于深色萃取液的样品。

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 2912.1—2009 纺织品 甲醛的测定 第1部分：游离和水解的甲醛(水萃取法)(ISO 14184-1:1998, MOD)

GB/T 2912.2—2009 纺织品 甲醛的测定 第2部分：释放的甲醛(蒸汽吸收法)(ISO 14184-2:1998, MOD)

GB/T 6682—2008 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

试样经水萃取或蒸汽吸收处理后，以 2,4-二硝基苯肼为衍生化试剂，生成 2,4-二硝基苯腙，用高效液相色谱-紫外检测器(HPLC/UVD)或二极管阵列检测器(HPLC/DAD)测定，对照标准工作曲线，计算出样品的甲醛含量。

4 试剂和材料

除非另有说明，所用试剂均为分析纯。试验用水应符合 GB/T 6682 中规定的二级水。

4.1 乙腈：色谱纯。

4.2 甲醛溶液：浓度约 37%(质量分数)。

4.3 衍生化试剂：称取 0.05 g 2,4-二硝基苯肼，用适量内含 0.5%(体积分数)醋酸的乙腈溶解后置于 100 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

注：此溶液不稳定，应现配现用。

4.4 甲醛标准贮备溶液：吸取 3.8 mL 甲醛溶液(4.2)于 1 000 mL 棕色容量瓶中，用水稀释至刻度(甲醛含量约 1 500 $\mu\text{g/mL}$)，按 GB/T 2912.1—2009 附录 A 的方法标定其准确浓度。

注：甲醛标准贮备溶液于 4℃ 条件下避光保存，保存期为 6 周。

4.5 甲醛标准工作溶液：准确移取 1.0 mL 甲醛标准贮备溶液(4.4)于 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

注：此溶液不稳定，应现配现用。

5 设备和仪器

- 5.1 天平,称量精度为 0.001 g。
- 5.2 恒温水浴锅, $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。
- 5.3 高效液相色谱仪,配有紫外检测器(UVD)或二极管阵列检测器(DAD)。
- 5.4 0.45 μm 滤膜。

6 分析步骤

6.1 样品预处理

测定游离水解的甲醛:按 GB/T 2912.1—2009 中第 7 章的规定进行。

测定释放甲醛:按 GB/T 2912.2—2009 中第 7 章和 8.1 的规定进行。

6.2 衍生化

准确移取 1.0 mL 上述样液(6.1)和 2.0 mL 衍生化试液(4.3)于 10 mL 具塞试管中,混合均匀后在 $(60 \pm 2)^\circ\text{C}$ 水浴中静置反应 30 min。此溶液冷却至室温后用 0.45 μm 的滤膜(5.4)过滤,供 HPLC/UVD 或 HPLC/DAD 分析。

6.3 测定

6.3.1 液相色谱分析条件

由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不能给出色谱分析的普遍参数,用下列参数已被证明对测试是合适的。

- a) 液相色谱柱: C_{18} , 5 μm , 4.6 mm $\times$ 250 mm 或相当者;
- b) 流动相:乙腈+水(65+35);
- c) 流速:1.0 mL/min;
- d) 柱温:30 $^\circ\text{C}$;
- e) 检测波长:355 nm;
- f) 进样量:20 μL 。

6.3.2 标准工作曲线

6.3.2.1 分别准确移取 1.0、2.0、5.0、10.0、20.0 和 50.0 mL 甲醛标准工作液(4.5)于 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度(甲醛浓度分别为 0.15、0.30、0.75、1.5、3.0 和 7.5 $\mu\text{g/mL}$)。稀释后的甲醛标准系列溶液按 6.2 要求进行衍生化。

6.3.2.2 按 6.3.1 分析条件进样测定。以甲醛浓度为横坐标,2,4-二硝基苯腙的峰面积为纵坐标,绘制标准工作曲线。

6.3.3 定性、定量分析

经衍生化的样品溶液(6.2),按 6.3.1 分析条件进样测定。以保留时间定性,以色谱峰面积定量。

7 结果计算

用 6.3.3 测得的 2,4-二硝基苯腙峰面积,通过标准工作曲线(6.3.2)查出甲醛浓度,用 $\mu\text{g/mL}$ 表示。按式(1)计算样品游离水解的甲醛含量,按式(2)计算样品释放甲醛含量:

$$F = \frac{c \times 100}{m} \dots\dots\dots(1)$$

$$F = \frac{c \times 50}{m} \dots\dots\dots(2)$$

式中:

F ——样品的甲醛含量,单位为毫克每千克(mg/kg);

c ——自工作曲线上读取的甲醛浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

计算两次结果的平均值,计算结果修约至 0.1 mg/kg 。若两次平行试验结果的差值与平均值之比大于 20% ,则应重新测定。若结果小于 5.0 mg/kg ,试验结果报告“ $<5.0 \text{ mg/kg}$ ”。

8 检出限和回收率

本方法的检出限为 5.0 mg/kg ,在 $7.5 \text{ mg/kg} \sim 75 \text{ mg/kg}$ 的甲醛添加浓度下,回收率为 $85\% \sim 105\%$ 。

9 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) 样品中游离水解甲醛或释放甲醛含量, mg/kg ;
- f) 任何偏离本部分的说明。

附录 A
(资料性附录)

2,4-二硝基苯胺的液相色谱保留时间及色谱图

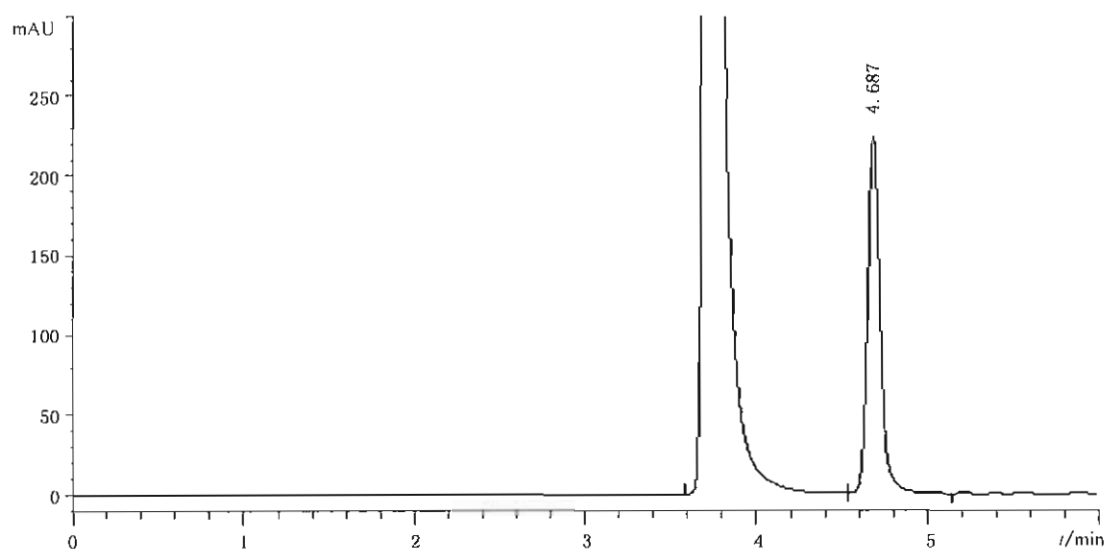
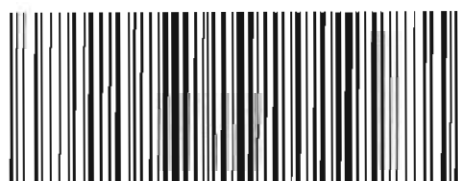


图 A.1 2,4-二硝基苯胺的液相色谱保留时间及色谱图



GB/T 2912.3-2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38781

定价: 14.00 元

打印日期: 2009年11月17日