

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。



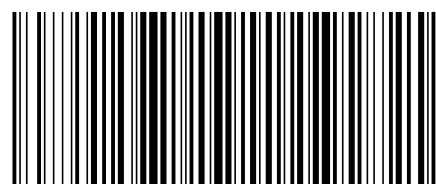
中华人民共和国国家标准

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)



GB/T 2912.1—2009

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-38779

定价: 16.00 元

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

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:

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

式中:

c ——甲醛原液中的甲醛浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;

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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ ($c=1.000\ 0\ \text{mol}/\text{L}$) 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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
纺 织 品 甲 醛 的 测 定
第 1 部分:游离和水解的甲醛(水萃取法)

GB/T 2912.1—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 0.75 字数 15 千字

2009年10月第一版 2009年10月第一次印刷

*

书号:155066·1-38779 定价 16.00 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

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 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 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 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 $^{\circ}\text{C}$ ~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 [$M(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)$], 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 $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 溶液(B.4.5)滴定成黄色,加入数滴淀粉指示剂,

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:游离水分的甲醛(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、朱纛、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 2912.1—1998。