

ICS 71. 100. 40
G 70
备案号:38680—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4446—2012

纺织染整助剂 固色剂中甲醛 含量的测定

Textile dyeing and finishing auxiliaries—Determination of
formaldehyde in dye fixing agent

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国染料标准化技术委员会印染助剂分技术委员会(SAC/TC134/SC1)归口。

本标准起草单位：杭州传化精细化工有限公司、江苏出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：赵婷、吴彬、曹锡忠、杨小波。

纺织染整助剂 固色剂中甲醛含量的测定

1 範圍

本标准规定了纺织染整助剂固色剂中甲醛含量的测定方法。

本标准适用于固色剂中游离甲醛含量的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅所注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

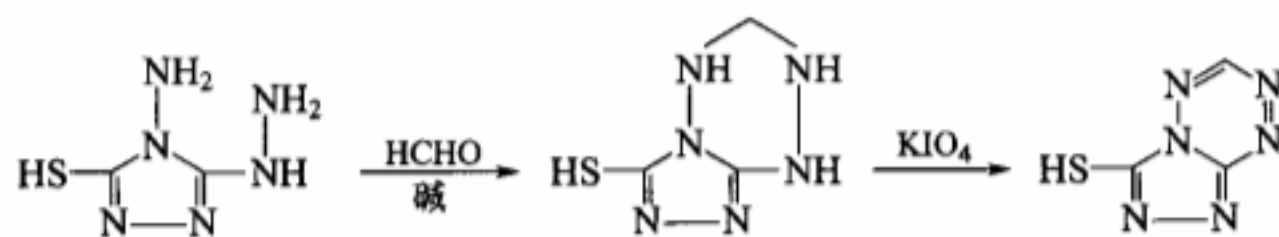
GB/T 2912.1—2009 纺织品 甲醛的测定 第1部分:游离和水解的甲醛(水萃取法)

GB/T 6682—2008 分析实验室用水规格和试验方法(mod ISO 3696 : 1987)

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

甲醛与 4-氨基-3-联氨-5-巯基-1,2,4-三氮杂茂(AHMT)在碱性条件下缩合,然后经高碘酸钾氧化成 6-巯基-5-三氮杂茂[4,3-*b*]-S-四氮杂苯紫色化合物,其色泽深浅与甲醛含量成正比。用分光光度计测定反应液的吸光度,对照标准工作曲线,计算出样品中游离甲醛的含量。反应式如下:



4 试剂和材料

除非另有规定,仅使用确认为分析纯的试剂和 GB/T 6682—2008 中规定的三级水。

4.1 甲醛溶液,浓度约 37 % (质量分数);

4.2 乙二胺四乙酸二钠-氢氧化钾溶液(EDTA-KOH 溶液):称取 10.0 g 乙二胺四乙酸二钠和 28 g 氢氧化钾用适量水溶解,并稀释至 100 mL;

4.3 4-氨基-3-联氨-5-巯基-1,2,4-三氮杂茂(AHMT)溶液, 5 g/L: 称取 0.5 g AHMT 溶于适量的 0.5 mol/L 的盐酸中至溶液透明(亦可通过加热促进溶解), 并用水稀释至 100 mL。此溶液置于棕色瓶中, 可存放半年;

4.4 高碘酸钾(KIO_4)溶液, 15 g/L:称取 1.5 g 高碘酸钾溶于 100 mL 0.2 mol/L 的氢氧化钾溶液中, 此溶液在冰箱中可贮存一个月;

4.5 甲醛标准储备液:移取约 2.5 mL 甲醛溶液(4.1)至 1 000 mL 容量瓶中,用水定容至刻度。按照 GB/T 2912.1—2009 的附录 B 标定,得到质量浓度约为 1 000 mg/L 的甲醛标准储备液,有效期为四周;

4.6 甲醛标准工作溶液:将甲醛标准储备液(4.5)稀释到 10 mg/L,再配成浓度分别为 0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.8 mg/L、1.2 mg/L、1.6 mg/L、2.0 mg/L 的甲醛标准工作溶液,有效期为 24 h。

5 仪器和设备

- 5.1 紫外可见分光光度计(波长 550 nm,1 cm 比色皿);
- 5.2 恒温水浴锅,可于 30℃±1℃恒温;
- 5.3 电子天平,感量 0.000 1 g;
- 5.4 容量瓶,25 mL;
- 5.5 移液管,1 mL,2 mL,10 mL;
- 5.6 具塞锥形瓶,500 mL,1000 mL。

6 测试方法

6.1 样品溶液的配制

准确称取一定质量的样品(精确到 0.000 1 g)至具塞锥形瓶中,加入一定体积的水,盖上瓶塞,振荡混匀。

称样量与水的体积根据样品中甲醛的含量估计称量或量取,以使其浓度落在线性范围之内为准。若无法得知样品中甲醛的估计含量,则称取样品 0.25 g,加 250 mL 水进行预试。

6.2 样品中甲醛含量的测定

移取 10 mL 样品溶液于 25 mL 容量瓶中,移加 2.0 mL 的 EDTA-KOH(4.2)溶液和 2.0 mL 的 AHMT(4.3)溶液,上下颠倒 3 次混匀后,置于 30℃ 的水浴中保温 25 min±1 min,再加入 0.6 mL KIO₄(4.4)溶液,上下颠倒混匀 30 次,于室温放置 5 min±1 min,以空白溶液为参比,用紫外分光光度计在 550 nm 波长下进行测定。

6.3 标准工作曲线的制作

取 9 个 25 mL 的容量瓶,分别加入 0 mg/L、0.05 mg/L、0.1 mg/L、0.2 mg/L、0.4 mg/L、0.8 mg/L、1.2 mg/L、1.6 mg/L、2.0 mg/L 的甲醛标准工作溶液(4.6)各 10 mL,按照与 6.2 同样的步骤,以吸光度为纵坐标,甲醛浓度为横坐标制作标准工作曲线。

7 结果计算

固色剂样品中的甲醛含量以 X 计,数值以毫克每千克(mg/kg)表示,按式(1)计算:

$$X=\frac{cV}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- c ——在标准工作曲线上读取的甲醛浓度,单位为毫克每升(mg/L);
- V ——样品溶液的稀释体积,单位为毫升(mL);
- m ——样品的质量,单位为克(g)。

取两次平行测定的算术平均值,按 GB/T 8170—2008 修约至整数为测定结果。

8 试验报告

试验报告至少应给出以下内容:

- a) 试样的描述;
- b) 本标准的编号;
- c) 与本标准的差异;
- d) 试验结果;
- e) 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国
化 工 行 业 标 准
纺 织 染 整 助 剂 固 色 剂 中 甲 醛
含 量 的 测 定

HG/T 4446—2012

出版发行：化学工业出版社

（北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011）

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张1/4 字数4千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号：155025·1523

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：10.00 元

版权所有 违者必究