

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4390—2015

### 树脂工艺品甲醛含量的测定 高效液相色谱法

Determination of formaldehyde in resin crafts—  
High performance liquid chromatography

2015-12-04 发布

2016-07-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发 布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国厦门出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：黄宗平、林睿、赖莺、黄丽、葛秀秀、涂星朋、黄长春。

# 树脂工艺品甲醛含量的测定

## 高效液相色谱法

### 1 范围

本标准规定了树脂工艺品中甲醛含量测定的高效液相色谱法。

本标准适用于树脂工艺品中甲醛含量的测定。

### 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 6682 分析实验室用水规格和试验方法。

### 3 原理

将样品粉碎,用水超声提取,提取液经衍生后,用液相色谱法测定,外标法定量。

### 4 试剂

除另有规定外,所用试剂均为分析纯,所用水为符合 GB/T 6682 规定的一级水。

4.1 乙腈:色谱纯。

4.2 2,4-二硝基苯肼(DNPH)。

4.3 2,4-二硝基苯肼溶液(0.3 g/L):称 30 mg (精确至 0.1 mg) 2,4-二硝基苯肼(4.2)于 100 mL 容量瓶中,用乙腈(4.1)溶解并定容至刻度。

4.4 甲醛标准储备液(100 mg/L):国家标准物质(GBW(E)081701)。

4.5 甲醛标准使用液(5 mg/L):取 5 mL 甲醛标准储备液(4.4)用水稀释定容至 100 mL。

### 5 仪器和设备

5.1 高效液相色谱仪:带二极管阵列检测器(DAD)。

5.2 混匀器。

5.3 超声波清洗器:40 kHz。

5.4 高速粉碎机:粉碎粒度高于 10 目。

5.5 台式离心机:转速不低于 4 000 r/min。

5.6 分析天平:感量 0.1 mg。

5.7 滤膜:0.45  $\mu$ m。

5.8 容量瓶:100 mL。

5.9 具塞比色管:25 mL,10 mL。

5.10 具塞离心管:50 mL。

5.11 移液管:5 mL。

5.12 不锈钢金属筛:孔径 2 mm。

## 6 样品制备

将样品打碎后用高速粉碎机(5.4)粉碎,用不锈钢金属筛(5.12)过筛后混匀待处理。

## 7 甲醛的提取

称取样品约 1.0 g(精确至 0.1 mg),置于 25 mL 具塞比色管(5.9),用水稀释至刻度。在旋涡混合器(5.2)上混匀后,超声波萃取 20 min,转移至 25 mL 具塞离心管(5.10),以离心机(5.5)离心 5 min。

## 8 甲醛的衍生

### 8.1 样品

用移液管(5.11)准确移取 5 mL 上层清液至 10 mL 具塞比色管(5.9),依次加入 2.0 mL 二硝基苯肼溶液(4.3)、2.5 mL 乙腈(4.1),塞紧塞子,混匀。60 ℃ 水浴中加热 40 min,取出后用流水快速冷却至室温。衍生液用 0.45 μm 有机滤膜(5.7)过滤,滤液供高效液相色谱仪测定。

### 8.2 甲醛标准溶液

分别准确吸取 0.5 mL、1 mL、4 mL、10 mL 甲醛标准储备液(4.5)和 1 mL 甲醛标准储备液(4.4)置于 25 mL 具塞比色管(5.9)中,用水定容。按 8.1 步骤衍生。

## 9 测定

### 9.1 液相色谱条件

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。下列参数已被证明对测试是合适的:

- a) 色谱柱:  $C_{18}$  柱, 150 mm 或 250 mm $\times$ 4.6 mm(内径) $\times$ 5 μm, 或相当者;
- b) 柱温: 35 ℃;
- c) 流动相: 乙腈: 水 = 60 : 40;
- d) 流速: 1.0 mL/min;
- e) 检测波长: 350 nm;
- f) 进样量: 10 μL。

### 9.2 液相色谱测定

标准溶液系列(8.2)根据 9.1 仪器条件进行测定,以色谱峰的峰面积为纵坐标,浓度为横坐标绘制标准工作曲线,样品溶液以外标法定量。

同时做空白试验。

在上述色谱条件下,甲醛衍生物的液相色谱图参见附录 A 中图 A.1。

10 结果计算

按式(1)计算试样中甲醛的含量  $X$ ：

$$X = \frac{(c - c_0) \times V}{m} \times f$$

.....( 1 )

- 式中：
- $X$  ——试样中甲醛含量,单位为毫克每千克(mg/kg)；
  - $c$  ——样液中甲醛浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
  - $c_0$  ——空白溶液中甲醛浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
  - $V$  ——萃取样液最终定容体积,单位为毫升(mL)；
  - $m$  ——试样质量,单位为克(g)；
  - $f$  ——稀释因子。
- 计算结果保留至小数点后 1 位。

11 测定低限

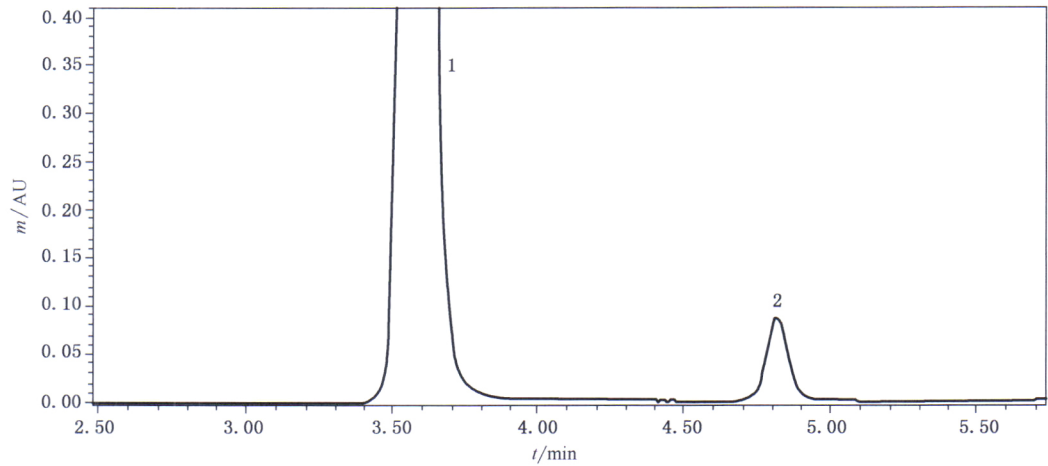
本方法对树脂工艺品甲醛含量的测定低限为 1.25 mg/kg。

12 精密度

在重复性条件下,两次独立测定结果的绝对差值不得超过算数平均值的 10%。

附 录 A  
(资料性附录)  
甲醛衍生物液相色谱图

甲醛衍生物液相色谱图见图 A.1。



说明：  
1——2,4-二硝基苯肼；  
2——2,4-二硝基苯肼。

图 A.1 甲醛标准衍生物的液相色谱图

\_\_\_\_\_