



科学、公正、高效、快捷

中正检测

浙江中正检测技术服务有限公司



中华人民共和国国家标准

GB/T 28025—2011

絮用纤维制品余氯测试方法 水萃取法

Determination of the residual chlorine in products with filling materials—
Water extraction method

2011-10-31 发布

2012-02-01 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



前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
本标准由中国纤维检验局提出并归口。
本标准起草单位：浙江省纤维检验局。
本标准主要起草人：施彦彦、徐勤、余素英、余波。

絮用纤维制品余氯测试方法

水萃取法

1 范围

本标准规定了用水萃取法测定絮用纤维制品中余氯的方法。
本标准适用于絮用纤维制品。

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

GB 18383 絮用纤维制品通用技术要求

3 术语和定义

GB 18383 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

余氯 residual chlorine

产品中残留的氯的总和。

4 原理

絮用纤维制品在 30 ℃ 水浴中萃取一定时间后,其中的余氯能被水萃取。然后利用 *N,N*-二乙基对苯二胺(DPD)能与水中游离余氯反应而快速显色的性质,采用分光光度法测定其含量。

5 试剂

除非另有说明,在分析中所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的三级水。

5.1 硫酸。

5.2 无水磷酸氢二钠(Na_2HPO_4)。

5.3 无水磷酸二氢钾(KH_2PO_4)。

5.4 乙二胺四乙酸二钠($\text{Na}_2\text{-EDTA}$)。

5.5 *N,N*-二乙基对苯二胺盐酸盐[$\text{H}_2\text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \cdot 2\text{HCl}$]。

5.6 *N,N*-二乙基对苯二胺硫酸盐[$\text{H}_2\text{N} \cdot \text{C}_6\text{H}_4 \cdot \text{N}(\text{C}_2\text{H}_5)_2 \cdot \text{H}_2\text{SO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$]。

5.7 高锰酸钾(KMnO_4),优级纯。

5.8 磷酸盐缓冲溶液(pH6.5):称取 12.00 g 无水磷酸氢二钠(5.2),23.00 g 无水磷酸二氢钾(5.3)和 0.40 g 乙二胺四乙酸二钠(5.4),依次溶解后混合并稀释至 500 mL。

5.9 *N,N*-二乙基对苯二胺(DPD)溶液(1 g/L):量取 1 mL 硫酸(5.1),缓缓注入适量水中,冷却,摇

匀。依次加入 0.10 g 乙二胺四乙酸二钠(5.4)和 0.50 g *N,N*-二乙基对苯二胺盐酸盐(5.5)或 0.75 g *N,N*-二乙基对苯二胺硫酸盐(5.6),溶解并稀释至 500 mL。储存于棕色瓶中,在冷暗处保存。

注: DPD 溶液不稳定,一次配制不宜过多,储存中若溶液颜色变深或褪色,应重新配制。建议储存时间不超过 1 个月。

5.10 氯标准储备溶液(1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$):称取 0.891 g 高锰酸钾(5.7),用水溶解并稀释至 1 000 mL。

5.11 氯标准溶液(100 $\mu\text{g}/\text{mL}$):吸取 10.0 mL 氯标准储备溶液(5.10),稀释至 100 mL。

5.12 氯标准工作溶液(1 $\mu\text{g}/\text{mL}$):吸取 1.00 mL 氯标准溶液(5.11),稀释至 100 mL。

6 仪器

6.1 电子天平:感量 0.1 mg。

6.2 恒温水浴振荡器:(30 ± 2) $^{\circ}\text{C}$ 。

6.3 分光光度计:515 nm。

6.4 具塞试管:20 mL。

6.5 容量瓶:50 mL,500 mL,1 000 mL。

6.6 具塞三角烧瓶:250 mL。

7 测定步骤

7.1 标准曲线绘制

吸取 0 mL,0.5 mL,2.5 mL,10 mL,20 mL,40 mL 氯标准工作溶液(5.12)分别置于 6 支 50 mL 容量瓶(6.5)中,加水至刻度。然后分别移取 10 mL 至具塞试管(6.4)中,分别依次加入 0.5 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.8),0.5 mL DPD 溶液(5.9),混匀,在室温下显色 10 min 后,用分光光度计(6.3)在 515 nm 波长下,以水为参比测定吸光度,以吸光度对浓度 0 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.01 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.05 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.2 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.4 $\mu\text{g}/\text{mL}$,0.8 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 绘制标准曲线。

注:建议一周绘制一次标准曲线。

7.2 萃取

取有代表性试样,剪碎至 5 mm \times 5 mm 以下,混合。从混合样中称取 1.0 g(精确到 0.01 g)试样放入 250 mL 具塞三角烧瓶(6.6)中,加 100 mL 水,盖紧盖子,放入恒温水浴振荡器(6.2)中振荡 (30 ± 5)min,萃取液供分析用。

7.3 测试

吸取 10 mL 萃取溶液置于具塞试管(6.4)中,依次加入 0.5 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.8)和 0.5 mL DPD 溶液(5.9),混匀,在室温下显色 10 min 后,用分光光度计(6.3)在 515 nm 波长下,测定吸光度,记录读数为 A_s 。同时测量试剂空白[10 mL 水加 0.5 mL 磷酸盐缓冲溶液(5.8)和 0.5 mL DPD 溶液(5.9)]的吸光度,记录读数为 A_b 。

7.4 试样空白

如果萃取液有颜色,则取 10 mL 萃取液放入另一试管,加 1 mL 水,测定吸光度 A_d 。

8 计算和结果表示

根据式(1)来计算校正样品吸光度:

$$A = A_s - A_b - A_d \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- A ——校正吸光度；
- A_s ——试验样品中测得的吸光度；
- A_b ——试剂空白中测得的吸光度；
- A_d ——试样空白中测得的吸光度。

根据 A 值从标准曲线查出萃取液中余氯的浓度，按式(2)计算样品中余氯的含量。

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

式中：

- F ——从样品中萃取的余氯含量，单位为毫克每千克(mg/kg)；
- c ——读自工作曲线上的萃取液的余氯浓度，单位为微克每毫升($\mu\text{g}/\text{mL}$)；
- V ——样液的体积，单位为毫升(mL)；
- m ——试样的质量，单位为克(g)。

以三个试样的平均值作为实验结果，计算结果保留两位小数。

9 回收率

当加标量为 10 μg 时，回收率为 59.7%~99.6%；当加标量为 20 μg 时，回收率为 74.7%~94.7%。

10 检测低限

本方法的检测低限为 1 mg/kg。

11 检测报告

检测报告要包括下列内容：

- a) 采用的标准；
 - b) 样品描述；
 - c) 检测日期；
 - d) 检测结果；
 - e) 任何偏离本标准的细节。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
絮用纤维制品余氯测试方法
水萃取法

GB/T 28025—2011

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 7 千字
2012年1月第一版 2012年1月第一次印刷

*

书号: 155066·1-44024 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)68510107



GB/T 28025-2011