

纺织品甲醛经济型检测方法研究

司苏求 张 伟

盐城工学院 纺织服装学院(中国)

摘要: 选用市场上常见的 722 s 型可见分光光度计、UV-1801 型紫外分光光度计和 ONIBA 型紫外/可见分光光度计对纺织品进行甲醛检测,评估 3 种仪器的性能指标,比较检出限、测定下限和测定上限。提出纺织品甲醛检测的非破坏性方法,并与现有 GB/T 2912.1—2009《纺织品 甲醛的测试 第 1 部分:游离和水解的甲醛(水萃取法)》(破坏性方法)进行对比。在不同时间及温度下对非破坏性纺织品甲醛质量浓度的测定,确定了较佳的试验条件及经济型的分光光度计,可为纺织品甲醛检测中分光光度计的选择提供参考。

关键词: 非破坏性方法; 纺织品; 甲醛; 检测

Study on economical testing method for formaldehyde in textiles

Si Suqiu, Zhang Wei

College of Textile and Garment, Yancheng Institute of Technology, Yancheng/China

Abstract: The 722s-type visible spectrophotometer, UV-1801 ultraviolet spectrophotometer, and ONIBA ultraviolet/visible spectrophotometer were analyzed for formaldehyde testing in textiles. The performance indicators of the three instruments were evaluated, and the detection limits, lower limits of measurement, and upper limits of measurement were compared. A non-destructive method for formaldehyde testing in textiles was proposed and was compared with the existing GB/T 2912.1—2009 "Textiles – Determination of Formaldehyde – Part 1: Formaldehyde in Water-Extraction Method" (a destructive method). The determination of non-destructive textile formaldehyde concentration at different times and temperatures was conducted to establish optimal testing conditions and to identify an economical spectrophotometer, providing a reference for the selection of spectrophotometers in textile formaldehyde testing.

Keywords: non-destructive method; textile; formaldehyde; detection

随着生活消费水平的不断提升,人们的环境保护意识越发强烈,与此同时人们对纺织品的品质要求也越来越高^[1]。传统意义上的美观、耐用纺织品已不足以满足大众需求,经济型、环保型纺织品则更受大众青睐。从目前全球形势来看,追求纺织品无污染、无毒、无害是消费的主流。

甲醛整理能增加纺织品的硬挺度,使纺织品具有防缩、抗皱等功效,然而,纺织品中的甲醛会在人体穿着过程中不断释放,从而引发呼吸道疾病,产生头疼、

过敏等症状,人体长期接触甲醛还可能会致癌^[2]。鉴于此,我国目前采用破坏性试验^[3]对纺织品中的甲醛含量进行检测。破坏性试验是将 2 块相同的样品剪碎后分别称取 1.0 g 进行检测,若甲醛含量过低,则取样应增加至 2.5 g,以获得满意的检测精度。破坏性试验方法对纺织品会造成较大损伤,且检测成本高、耗时长,因此本文选取市场上最常用的检测甲醛的 3 种分光光度计:722s 型可见分光光度计(上海菁华科技仪器有限公司)、UV-1801 型紫外分光光度计

(北京瑞利分析仪有限公司)和 ONIBA 型紫外/可见分光光度计(上海昂拉仪器有限公司),比较这 3 种仪器的检出限、测定下限和测定上限,对所选纺织品试样分别采用破坏性和非破坏性^[4]方法进行甲醛检测试验,分析不同萃取温度和萃取时间对检测结果的影响,确定最佳萃取温度和时间,以及经济型分光光度计,为纺织品甲醛检测中分光光度计的选用提供参考^[5-9]。

1 3 种分光光度计甲醛含量检出限的确定与对比

通过试验比较 722s 型可见分光光度计(上海菁华科技仪器有限公司)、UV-1801 型紫外分光光度计(北京瑞利分析仪有限公司)、ONIBA 型紫外/可见分光光度计(上海昂拉仪器有限公司)的检出限、测定下限、测定上限,以确定经济型分光光度计检测仪。

1.1 检测方法原理

纺织品中甲醛含量的检测值会随着检测温度的升高而增加,随着温度升高,甲醛和乙酰丙酮会形成黄色的化合物,根据 GB/T 2 912.1—2009《纺织品 甲醛的测试 第 1 部分:游离和水解的甲醛(水萃取法)》,试样在 40 ℃ 的水浴中萃取一定时间,萃取液用乙酰丙酮显色后,在 412 nm 波长下,用分光光度计测定显色液中甲醛的吸光度,对照标准甲醛工作曲线,计算样品中游离甲醛的含量。

1.2 试验试剂及器材

1.2.1 试剂及其配制

试验试剂:蒸馏水、冰乙酸(郑州广杰化工有限公司)、乙酰丙酮(南京化学试剂股份有限公司)、乙酸胺(南京化学试剂股份有限公司)、甲醛(济南世纪通达化工有限公司)。

试剂配制参照 SN/T 2195—2008《纺织品中释放甲醛的测定非破坏性法》。

1.2.2 试验器材

分光光度计:722s 型可见分光光度计(上海菁华科技仪器有限公司)、UV-1801 型紫外分光光度计(北京瑞利分析仪有限公司)、ONIBA 型紫外/可见分光光度计(上海昂拉仪器有限公司)。

具塞比色管(10 mL),XY300-2C 型电子天平,漏

斗,烧杯,量筒,5、10、20 和 40 mL 的移液管若干,200 和 500 mL 容量瓶若干,滤纸,具塞三角瓶,恒温烘箱,往复式恒温振荡水浴摇床,恒温水浴锅等。

1.3 甲醛标准溶液的制备和 3 种仪器检出限确定

参照 GB/T 2 912.1—2009《纺织品 甲醛的测试 第 1 部分:游离和水解的甲醛(水萃取法)》和紫外分光光度法制备标准溶液,测定 3 种分光光度计的检出限、测定下限和上限。

1.3.1 空白试验

以蒸馏水为试验用水,分别用 3 种分光光度计测定 7 组平行样,测得的甲醛含量均为 0。

1.3.2 甲醛标准溶液吸光度工作曲线

为了去除蒸馏水,应使用特殊的移液管。

采用 722s 型可见分光光度计、UV-1801 型紫外分光光度计、ONIBA 型紫外/可见分光光度计测得的甲醛标准溶液的吸光度如图 1 所示。

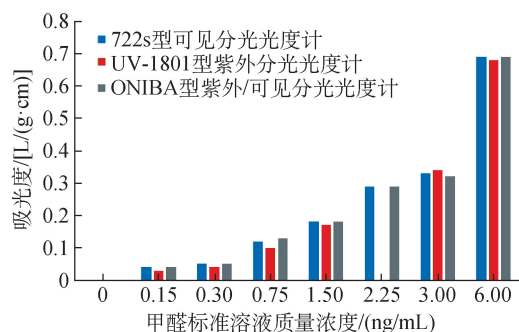


图 1 甲醛标定工作曲线

1.4 检出限指标对比与结果讨论

按照 GB/T 8170—2008《修改数和极限数规则的表示与判断》、GB/T 4883—2008《数据的统计处理与解释 十正常样本异常值的判断与处理》等标准进行检出限指标测定。采用 722s 型可见分光光度计、UV-1801 型紫外分光光度计、ONIBA 型紫外/可见分光光度计,对所选用的儿童纯棉 T 恤进行甲醛检测,并根据公式(1)对所得数据进行检出限计算。

$$L_{MDL} = t(n-1, 0.99) \times s \quad (1)$$

式中: L_{MDL} 为方法检出限; n 为平行测定次数; t 为置信度为 99%、自由度为 $n-1$ 时 t 的单侧分布; s 为 n 次平行测定的标准偏差。

采用这 3 种分光光度计测试时都分 3 个步骤,且都

添加一种显色剂,并进行加热,测试时间均为 30 min,

3 种分光光度计的检出限如表 1 所示。

表 1 3 种分光光度计的检出限

单位:mg/L

项目	722s 型可见分光光度计	UV-1801 型紫外分光光度计	ONIBA 型紫外/可见分光光度计
检出限	0.09	0.09	0.09
检出下限	0.36	0.36	0.36
检出上限	9.00	9.01	9.01

由表 1 可知,3 种分光光度计的检出限都为 0.09 mg/L,检出下限都为 0.36 mg/L,检出上限在 9.01 mg/L 左右。由于试剂用量、检测时间相同,操作难易程度类似,仅售价差异较大,722s 型可见分光光度计的价格最低(1 060 元/台),UV-1801 型紫外分光光度计(21 800 元/台)、ONIBA 型紫外/可见分光光度计(39 000 元/台)的价格较高,因此同等条件下,722s 型分光光度计最为经济实用。

2 破坏及非破坏性纺织样品中甲醛含量检测的比较

本研究采用市场上使用较为普遍的 722s 型可见分光光度计、UV-1801 型紫外分光光度计和 ONIBA 型紫外/可见分光光度计,采用纺织品甲醛检测的非破坏性方法,并与现有 GB/T 2 912.1—2009 的破坏性检验方法进行对比,测定不同时间、不同温度下,破坏性、非破坏性纺织样品中甲醛的质量浓度,以确定最佳试验条件及最佳检测仪器。

2.1 试验试剂及器材

试验试剂及器材同 1.2.1 和 1.2.2 节。

2.2 水萃取测试试验

水萃取法又称液相法,是在 40 °C 水溶液中加入被检测的纺织品,并进行一定时间的萃取,用乙酰丙酮对萃取液进行显色,再使用分光光度计在 412 nm 的特定波长处检测纺织品对光的吸收度,通过与甲醛标准曲线的比对来检测纺织品中甲醛的质量浓度。

试验用水为不含有机物的蒸馏水。将 5 mL 蒸馏水和 5 mL 乙酰丙酮混合均匀后备用,并需在 24 h 内使用。

2.2.1 破坏性、非破坏性样品的制备

选用儿童纯棉 T 恤,分别取破坏性样品(剪碎样品后取 1.0 g)和非破坏性样品(1.0 g)进行测试。

2.2.2 水萃取法测定样品中甲醛质量浓度的方法与步骤

为分析萃取温度和萃取时间对测定破坏性、非破坏性样品中甲醛质量浓度的影响,分别进行以下试验。

——萃取温度对试验结果影响的试验

将本研究所用的儿童纯棉 T 恤放入甲醛中浸泡 4 h 后在 45 °C 的烘箱中干燥 1.5 h。随后,取破坏性和非破坏性样品各 1 g,放入三角玻璃瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,置于锅中,分别在 25、40 和 55 °C 下振荡 60 min。

——萃取时间对试验结果影响的测试步骤

将儿童纯棉 T 恤放入甲醛中浸泡 4 h 后在 45 °C 的烘箱中干燥 1.5 h。取破坏性和非破坏性样品各 1 g,放入三角玻璃瓶中,加入 100 mL 蒸馏水,置于锅中,在 40 °C 下分别振荡 40、60 和 80 min。

将振荡后三角玻璃瓶中的液体过滤至烧杯中,将 5 mL 液体和 5 mL 乙酰丙酮放入带塞子的比色管中,另将 5 mL 蒸馏水和 5 mL 乙酰丙酮放入比色管中作为空白对照。将比色管完全浸入 40 °C 水浴锅中,静置 30 min,取出后冷却 30 min,充分混合后得到待测样品,分别放入 3 种仪器中进行甲醛质量浓度的测定。

2.3 甲醛含量测定的影响因素

2.3.1 萃取温度

萃取温度对甲醛的释放起着重要作用,由于本研究中儿童纯棉 T 恤中甲醛的质量浓度较低,故其自身甲醛含量不影响试验结果。将儿童纯棉 T 恤浸泡于 150 mg/L 甲醛溶液中,分别采用 3 种分光光度计对破坏性和非破坏性样品测试样品的吸光度,并根据对比图(图 1)计算样品的甲醛质量浓度,测试时间都为 60 min,温度分别为 25、40 和 55 °C,结果如图 2 和图 3 所示。

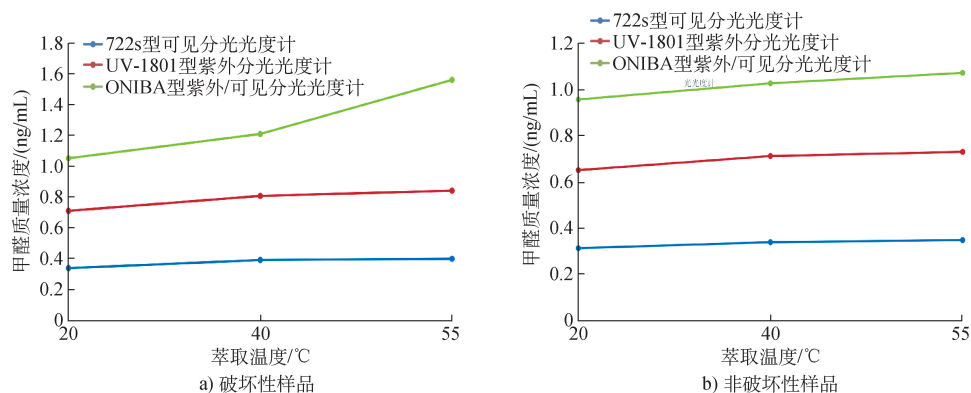


图2 萃取温度对样品甲醛质量浓度的影响

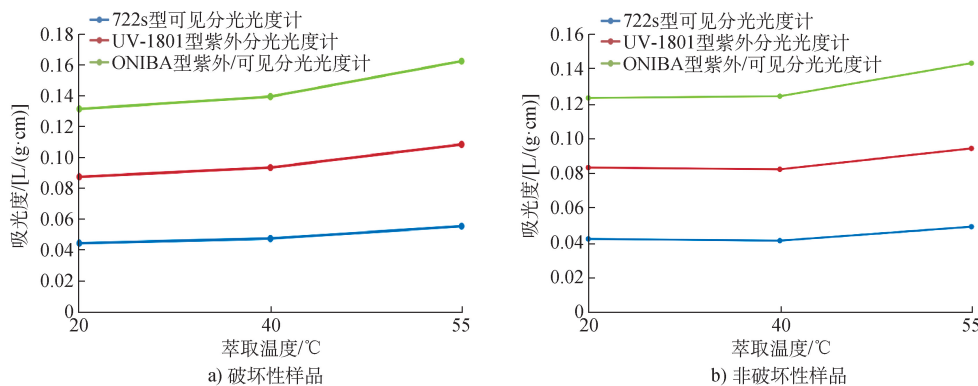


图3 萃取温度对样品吸光度的影响

由图2可知,测得的样品的甲醛质量浓度会随萃取温度的升高而增大,这是由于随着温度升高,分子运动加快,但过高的温度不仅造成资源浪费,还会对样品造成损害。如图3所示,破坏性、非破坏性样品吸光度在萃取温度接近40℃时趋于稳定,722s型可见分光光度计测得的样品的甲醛质量浓度和吸光度比其他两种仪器测得的更加稳定。因此,萃取温度为40℃时能获得较好的提取效果。

2.3.2 萃取时间

甲醛释放量是指样品在一定浸泡温度、浸泡时

间下从样品中脱离、溶解至规定溶液中的甲醛质量。甲醛释放量与萃取时间成正比,萃取时间短,甲醛释放量就小,试验结果不准确;萃取时间长,甲醛释放量大,但测试时间过长甲醛容易挥发在空气中。因此,本研究将儿童纯棉T恤样品的萃取温度设定为40℃,萃取时间分别设置为40、60和80min,采用3种仪器分别对破坏性和非破坏性样品进行试验,其结果如图4和图5所示。

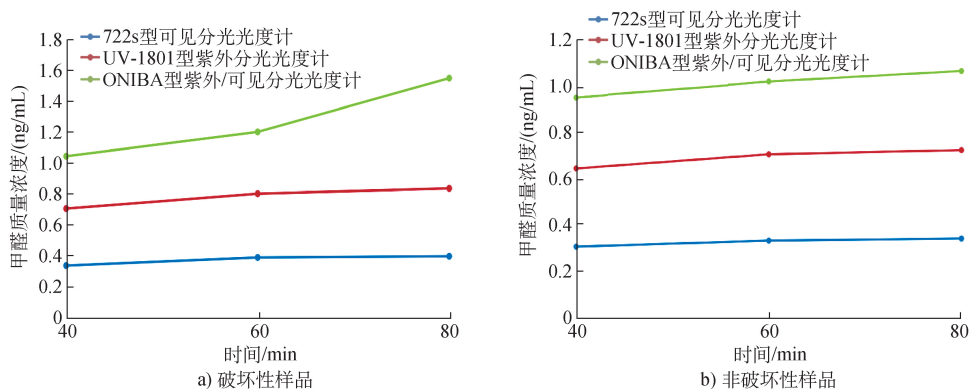


图4 萃取时间对样品甲醛质量浓度的影响

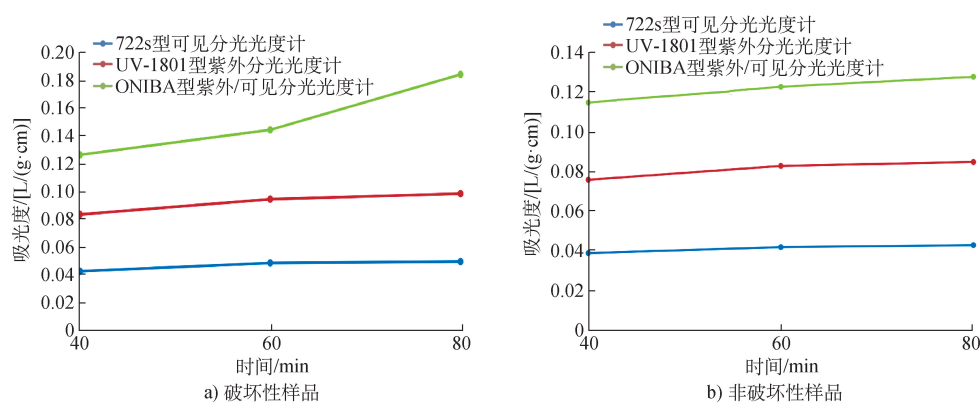


图 5 萃取时间对样品吸光度的影响

由图 4 可知,样品的甲醛质量浓度随萃取时间的增加而增加,这是由于随着萃取时间增加,甲醛分子运动加快。采用 722s 型可见分光光度计时,萃取时间达 60 min 后甲醛质量浓度基本稳定。由图 5 可知,样品的吸光度也随萃取时间的增加而增加。采用 722s 型可见分光光度计时,萃取时间为 60~80 min 时,样品的吸光度在达一定值后趋于稳定。试验测得的非破坏性样品的甲醛质量浓度和吸光度相比破坏性样品的高,因此,非破坏性样品比破坏性的吸光度更准确。在萃取温度一定的条件下,萃取时间越长甲醛释放量越大,综合考虑,宜将萃取时间设定为 60 min。

3 结论

通过本研究及试验,获得如下结论。

——同等条件下,722s 型可见分光光度计测试可靠性较好,价格优势显著,适合试验室大量购买。

——本实验使用水萃取法,并设定萃取温度为 40℃,萃取时间为 60 min,通过采用非破坏性和破坏性方法,检测样品中甲醛的质量浓度和吸光度。试验结果显示,非破坏性检测方法能测得甲醛质量浓度和吸光度的最大释放量。

参 考 文 献

- [1] 张长欢.国内外生态纺织品服装标准对比研究[D].北京:北京服装学院,2010.
- [2] 闫金萍.甲醛及其对人体健康的危害[J].化学世界,2004(10):558-559.
- [3] 中国纺织工业协会.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[S].北京:中国标准出版社,2009.
- [4] 宋新军,李静,钱晓明,等.纺织品中甲醛的非破坏性检测[J].印染,2014(24):37-39.
- [5] 李濛濛.基于便携式分光光度计的水中甲醛检测研究[D].郑州:郑州大学,2013.
- [6] 宋新军,伏广伟,钱晓明,等.纺织品甲醛含量非破坏性检测方法研究[J].纺织导报,2015(1):81-83.
- [7] 马汉冲.纺织品甲醛测定的影响要素分析[J].广东化工,2017,44(21):83-84.
- [8] 朱英,和惠朋,武晓博,等.紫外可见分光光度计及其应用[J].化工中间体,2012,9(11):34-37.
- [9] 李昌厚.紫外可见分光光度计光度准确度研究[J].分析仪器,2011(5):65-71.

欢迎长期订阅 欢迎踊跃投稿
欢迎批评建议 欢迎刊登广告