

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2194—2008

纺织品 聚乳酸纤维混纺产品 定量化学分析方法

Textile—Polylactic acid fibre mixtures—Quantitative chemical analysis

2008-11-18 发布 2009-06-01 实施

中华人民共和国发布国家质量监督检验检疫总局

前 言

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:中华人民共和国宁波出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、东华大学。

本标准主要起草人:傅科杰、杨力生、曹锡忠、闵洁、李峥嵘、诸敏。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

纺织品 聚乳酸纤维混纺产品 定量化学分析方法

1 范围

本标准规定了用溶解法测定聚乳酸纤维混纺产品中各组分的定量分析方法。本标准适用于含有聚乳酸纤维的二组分纺织纤维混纺和交织产品的定量分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数字修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用本标准。

3. 1

聚乳酸纤维 polylactic acid fiber or polylactide fiber

又称聚丙交酯纤维,其主要由乳酸单体聚合而成,其中乳酸酯单位(以体积计)在分子中含量大于等于 85%,该聚合物纤维分子熔点大于等于 135 ℃。

4 原理

混纺产品的组分经定性鉴别后,选择适当的试剂溶解去除一种组分,将不溶解的纤维洗涤、烘干、冷却、称量、计算出各组分的含量百分比。

5 试剂

使用的试剂均为化学纯。测试工作者应具备很好的试验操作技能,同时在试验场所要佩戴安全防护用品。所有的化学试剂均有可能对人体造成一定的伤害,故需要小心处理。

- 5.1 蒸馏水或去离子水。
- 5.2 石油醚,馏程为 40 ℃~60 ℃。
- 5.3 二氯甲烷。
- 5.4 75% (质量分数)硫酸:1 000 mL 浓硫酸(密度 1.84 g/mL)慢慢加入到 570 mL 水中,硫酸浓度控制在 $73\%\sim77\%$ (质量分数)范围。
- 5.5 80%(质量分数)甲酸:880 mL 90%甲酸(密度 1.204 g/mL)用水稀释至 1 L,甲酸浓度控制在 $77\% \sim 83\%$ (质量分数)范围。
- 5.6 稀氨溶液:40 mL 氨水(密度 0.880 g/mL)用水稀释至 1 L。

6 仪器

- 6.1 索氏萃取器。
- 6.2 恒温水浴锅。

SN/T 2194-2008

- 6.3 抽滤装置。
- 6.4 分析天平:精度为 0.000 2 g。
- 6.5 恒温烘箱:能保持温度为 105 ℃±3 ℃。
- 6.6 干燥器:装有变色硅胶。
- 6.7 玻璃砂芯坩埚:容量 30 mL~50 mL,微孔直径为 40 μm~120 μm。
- 6.8 称量瓶、量筒、烧杯、温度计、具塞三角烧瓶等。

7 试样准备

7.1 抽样

试样应对全体具有代表性,应包含组成织物的各种纱线和纤维成分,试样数量应该足够供试验用。

7.2 试样的预处理

7.2.1 一般预处理

取试样 5 g 左右,放在索氏萃取器中,用石油醚萃取 1 h,每小时至少循环 6 次,待试样中的石油醚挥发后,把试样浸入冷水中,浸泡 1 h,再在 65 \mathbb{C} ±5 \mathbb{C} 的水中浸泡 1 h,水与试样之比为 100:1,并时时搅拌溶液,然后抽吸或离心脱水、晾干。

7.2.2 特殊预处理

试样上的水不溶性浆料、树脂等非纤维物质,如不能用石油醚和水萃取掉,则需用特殊的方法处理,同时要求这种处理对纤维组成没有影响。虽然一些未漂白的天然纤维(如:黄麻、椰子皮),用石油醚和水的正常预处理是不能将所有天然的非纤维物质全部除去,但也不采用附加的预处理,除非试样上具有在石油醚和水中都不溶的保护层。

7.3 试样制备

试样如为织物,应拆成纱线,毡类织物则剪成细条或小块(注意每个试样应包含组成织物的各种纤维组成),纱线则剪成1 cm 长。

每个试样至少两份,每份试样不少于1g。

8 试验部分

8.1 聚乳酸纤维与各种动物蛋白纤维、涤纶、腈纶混纺产品的含量分析——二氯甲烷法

8.1.1 应用范围

此法适用于去除非纤维物质后的聚乳酸纤维与羊毛、蚕丝、马海毛、兔毛、其他动物纤维、聚酯纤维、聚丙烯腈纤维、变性聚丙烯腈纤维的混纺产品。

8.1.2 原理

用二氯甲烷把聚乳酸纤维从已经干重的试样中溶解,把不溶纤维清洗、烘干、冷却、称量,计算出各组分含量的百分率。

8.1.3 试验步骤

取预处理后试样 2 份放入已恒重的称量瓶中,瓶盖放在旁边,在 105 $C \pm 3$ C 的烘箱中烘至恒重 (连续两次称得试样质量的差异不超过 0.1%),盖上瓶盖,放入干燥器中,冷却 30 min,称量,精确至0.000 2 g。

将试样纤维放入三角烧瓶中,每克试样加入二氯甲烷 100 mL,盖上瓶塞,摇动烧瓶使试样浸湿,在 20 ℃±5 ℃下放置 15 min,并不时摇动。用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤,将不溶纤维用 100 mL 二氯甲烷洗涤 5 次,抽吸排液,洗涤完后让其自然挥发,最后用冷水充分洗涤不溶纤维,每次洗液加完后,先靠重力排液,然后用真空抽吸。

8.1.4 不溶纤维的修正系数

不溶纤维的修正系数:腈纶、羊毛的 d 值为 1.01,其他纤维的 d 值为 1.00。

8.1.5 精确度

对于混纺均匀的纺织材料,本法的置信度为95%,置信界限不超过±1%。

8.2 聚乳酸纤维与纤维素纤维混纺产品的含量分析——75%硫酸法

8.2.1 应用范围

此法适用于去除非纤维物质后的聚乳酸纤维与棉、麻、粘胶、莱塞尔(Tencel)等天然和再生纤维素纤维的混纺产品。

8.2.2 原理

用 75% 硫酸把纤维素纤维从已经干重的试样中溶解,把不溶纤维清洗、烘干、冷却、称量,计算出各组分含量的百分率。

8.2.3 试验步骤

取预处理后试样 2 份放入已恒重的称量瓶中,瓶盖放在旁边,在 $105 \text{ C} \pm 3 \text{ C}$ 的烘箱中烘至恒重 (连续两次称得试样质量的差异不超过 0.1%),盖上瓶盖,放入干燥器中,冷却 30 min,称量,精确 至0.0002 g。

将试样纤维放入三角烧瓶中,每克试样加入 75%硫酸 150 mL,盖上瓶塞,摇动烧瓶使试样浸湿,在 $50 \text{ \mathbb{C}} \pm 50 \text{ \mathbb{C}} \pm 50 \text{ \mathbb{C}}$ \mathbb{C} 温度下保持 1 h,每隔 10 min 摇动 1 次。用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤,将不溶纤维用同温同浓度硫酸洗涤 3 次,抽吸排液,用冷水充分清洗,然后用稀氨水中和洗涤 2 次,最后用冷水洗至 pH 成中性,每次洗液加完后先靠重力排液,然后用真空抽吸。

8.2.4 不溶纤维的修正系数

不溶纤维聚乳酸的修正系数 d 值为 1.01。

8.2.5 精确度

对于混纺均匀的纺织材料,本法的置信度为95%,置信界限不超过 $\pm 1\%$ 。

8.3 聚乳酸纤维与聚酰胺 6、聚酰胺 66 混纺产品的含量分析——80%甲酸法

8.3.1 应用范围

此法适用于去除非纤维物质后的聚乳酸纤维与聚酰胺 6、聚酰胺 66 纤维的混纺产品。

8.3.2 原理

用 80 % 甲酸把聚酰胺 6、聚酰胺 66 纤维从已经干重的试样中溶解,把不溶纤维清洗、烘干、冷却、称量,计算出各组分含量的百分率。

8.3.3 试验步骤

取预处理后试样 2 份放入已恒重的称量瓶中,瓶盖放在旁边,在 105 $\mathbb{C}\pm3$ \mathbb{C} 的烘箱中烘至恒重 (连续两次称得试样质量的差异不超过 0.1%),盖上瓶盖,放入干燥器中,冷却 30 min,称量,精确 $\mathbb{C}0.0002$ g。

将试样纤维放入三角烧瓶中,每克试样加入 80%甲酸 100 mL,盖上瓶塞,摇动烧瓶使试样浸湿,在 $25 \text{ \mathbb{C}} \pm 5 \text{ \mathbb{C}}$ 温度下放置 15 min,并不时摇动。用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤,将不溶纤维用同温同浓度 80%甲酸洗涤 3 次,抽吸排液,用冷水充分清洗,然后用稀氨水中和洗涤 2 次,最后用冷水洗至 pH成中性,每次洗液加完后先靠重力排液,然后用真空抽吸。

8.3.4 不溶纤维的修正系数

不溶纤维聚乳酸的修正系数 d 值为 1.00。

8.3.5 精确度

对于混纺均匀的纺织材料,本法的置信度为95%,置信界限不超过±1%。

9 结果的计算

不溶纤维和溶解纤维的净含量分别按式(1)、式(2)计算:

$$P_1 = \frac{100m_1d}{m_0}$$
(1)

式中:

 P_1 ——不溶纤维的净干含量,%;

 P_2 一一溶解纤维的净干含量,%;

 m_0 ——预处理后试样的干重,单位为克(g);

m1——剩余的不溶纤维干重,单位为克(g);

d——不溶纤维在试剂处理时的重量修正系数,按式(3)计算。

$$d = \frac{m_2}{m_3}$$
 (3.3)

式中:

m2---已知不溶纤维干重,单位为克(g);

m3——试剂处理后不溶纤维干重,单位为克(g)。

由于聚乳酸纤维为一种新型纤维,目前还没有相关标准发布其公定回潮率,故由本标准计算所得结果为纤维净干含量;一旦有相关标准发布其公定回潮率,可根据式(4)计算出结合公定回潮率的纤维含量。

$$P_{\rm m} = \frac{P_1 \times \left(1 + \frac{a_1}{100}\right)}{P_1 \times \left(1 + \frac{a_1}{100}\right) + P_2 \times \left(1 + \frac{a_2}{100}\right)} \times 100 \qquad \dots (4)$$

$$P_{\rm n} = 100 - P_{\rm m}$$

式中:

 P_{m} — 不溶纤维结合公定回潮率的含量,%;

 P_n ——溶解纤维结合公定回潮率的含量,%;

 P_1 ——不溶纤维的净干含量,%;

 P_2 ——溶解纤维的净干含量,%;

 a_1 ——不溶纤维的公定回潮率,%;

 a_2 一溶解纤维的公定回潮率,%。

10 试验结果

试验结果以两次试样的平均值表示,若两次试验测得的结果绝对差值大于1%时,应进行第三个试样试验,试验结果以三次试验平均值表示。

试验结果计算至小数点后两位,修约至小数点后一位,数值修约按 GB/T 8170 规定进行。

4

11 试验报告

试验报告包括以下内容:

- a) 采用本标准方法;
- b) 试样名称、编号;
- c) 如采用特殊预处理去除浆料或整理剂则要详细说明;
- d) 试样各组成纤维的百分含量;
- e) 注明上述结果是基于:
 - 一一净干含量;
 - ——结合公定回潮率的含量。

中华人民共和国出入境检验检疫 行业标准 纺织品 聚乳酸纤维混纺产品 定量化学分析方法

SN/T 2194-2008

*

中国标准出版社出版 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

<u>v</u>

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 10 千字 2009年2月第一版 2009年2月第一次印刷 印数 1—2 000

*

书号: 155066 • 2-19470 定价 8.00 元

