



中华人民共和国国家标准

GB/T 39621—2020

纺织品 定量化学分析 交联型莱赛尔 纤维与粘胶纤维、铜氨纤维、莫代尔纤维 的混合物(甲酸/氯化锌法)

Textiles—Quantitative chemical analysis—
Mixture of cross-linked lyocell fibres and viscose or cupro or
modal (method using formic acid and zinc chloride)

2020-12-14 发布

2021-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出。

本标准由全国纺织品标准化技术委员会(SAC/TC 209)归口。

本标准起草单位:石家庄海关技术中心、中纺标检验认证股份有限公司、中国纺织科学研究院有限公司、浙江安吉华逸化纤有限公司、安泰(德清)时装有限公司、浙江盛发纺织印染有限公司、中纺标(深圳)检测有限公司、晋江中纺标检测有限公司、深圳市计量质量检测研究院。

本标准主要起草人:刘锦瑞、马咏梅、张向丽、高友军、韩玉茹、范晓琴、程春祖、张东、谢泽波、徐雪峰、杨皓、钱安华、伍冬平。

纺织品 定量化学分析 交联型莱赛尔纤维与粘胶纤维、铜氨纤维、莫代尔纤维的混合物(甲酸/氯化锌法)

警告:使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题,使用者有责任采取适当安全和健康措施,并保证符合国家有关法规的条件。

1 范围

本标准规定了采用甲酸/氯化锌法测定去除非纤维物质后的交联型莱赛尔纤维与粘胶纤维、铜氨纤维或莫代尔纤维两组分混合物中纤维含量的方法。

本标准适用于交联型莱赛尔纤维与粘胶纤维、铜氨纤维或莫代尔纤维的二组分混合物。

本标准不适用于所含交联型莱赛尔纤维已经受到严重的化学降解的混合物,也不适用于含有某些不能完全溶解的粘胶纤维、铜氨纤维或莫代尔纤维的混合物。

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 2910.1 纺织品 定量化学分析 第1部分:试验通则

3 原理

根据交联型莱赛尔纤维、粘胶纤维、铜氨纤维及莫代尔纤维在甲酸/氯化锌溶液中溶解性能的差异(参见附录A),用甲酸/氯化锌溶液将粘胶纤维、铜氨纤维或莫代尔纤维从已知干燥质量的混合物中溶解去除,收集残留物,清洗、烘干和称重,用修正后的质量计算其占混合物干燥质量的百分率。由差值得出第二种纤维的质量百分率。

4 试剂和材料

4.1 除非另有说明,仅使用分析纯的试剂。使用GB/T 2910.1和本标准4.2~4.5规定的试剂和材料。

4.2 甲酸/氯化锌溶液:20 g无水氯化锌(质量分数>98%)和68 g无水甲酸加水至100 g。

注:此试剂对人体有害,使用时宜采取妥善的防护措施。

4.3 保险粉溶液:将5.0 g保险粉加入100 mL的70℃水中,摇匀。该溶液应现用现配。

注:保险粉属于危险化学品,易自燃,具有刺激性,使用前需仔细阅读使用安全说明及其他相关资料,使用时采取妥善的防护措施。

4.4 醋酸溶液:取40 mL冰醋酸,用水稀释至1 L。

4.5 十二烷基磺酸钠溶液:取1.0 g十二烷基磺酸钠溶于1 L水中。

5 仪器与设备

5.1 使用GB/T 2910.1和本标准5.2~5.4规定的设备。

5.2 具塞三角瓶:容量不小于 250 mL。

5.3 恒温水浴振荡器:保持温度可满足 $(44\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 和 $(70\pm 1)^{\circ}\text{C}$,振荡频率可满足 (100 ± 20) 次/min。

5.4 不锈钢筛网:网孔约为 0.2 mm~0.4 mm。

6 试样准备

6.1 取样及样品的预处理

按 GB/T 2910.1 规定的取样和预处理方法进行处理。

6.2 褪色

未染色样品或非活性染料染色的样品,可直接从 6.3 开始进行试验。若不能确定为非活性染料染色的样品,按以下步骤操作。

按照每克试样加 100 mL 保险粉溶液的比例,放入装有保险粉溶液(4.3)的具塞三角瓶中,盖紧瓶塞,摇动三角瓶,将试样充分润湿后,置于 70°C 的恒温水浴振荡器(5.3)中,振荡频率 (100 ± 20) 次/min,15 min 后观察试样颜色,试样颜色变浅,倒入不锈钢筛网(5.4)中过滤,用 70°C 的水冲洗后,放入醋酸溶液(4.4)中浸泡 10 min,最后用冷水充分冲洗。

染色样品经过上述处理后,如试样颜色未变浅,可继续进行试验。

6.3 试样的制备

按照 GB/T 2910.1 中通用程序的规定,将试样烘干、称重。如样品为面料,则需将样品制成松散的纱或纤维状,试样长度大约为 20 mm~30 mm,每个试样约为 0.5 g。

7 试验步骤

7.1 溶解

按照每克试样加 100 mL 溶液的比例,将试样迅速放入盛有已预热温度达 $(44\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的甲酸/氯化锌溶液(4.2)的具塞三角瓶(5.2)中,盖紧瓶塞,摇动三角瓶,将试样充分润湿,放入恒温水浴振荡器(5.3)中,振荡频率 (100 ± 20) 次/min,保持 $(44\pm 1)^{\circ}\text{C}$,振荡 (90 ± 2) min。将溶解后的试样倒入不锈钢筛网(5.4)中过滤,收集剩余黏稠胶状物质,放回具塞三角瓶中。

7.2 洗涤

7.2.1 甲酸/氯化锌溶液洗涤

向 7.1 中具塞三角瓶倒入与溶解时同温度、同体积的甲酸/氯化锌溶液(4.2),用力充分振荡,倒入不锈钢筛网(5.4)中过滤,收集剩余黏稠胶状物质,放回具塞三角瓶中。

7.2.2 十二烷基磺酸钠溶液洗涤

用十二烷基磺酸钠溶液(4.5)代替甲酸/氯化锌溶液,按照 7.2.1 步骤洗涤和过滤。

7.2.3 中和

用 $(44\pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的水冲洗剩余纤维后,放入醋酸溶液(4.4)中浸泡 10 min,再用冷水冲洗干净,放入称量瓶中,烘干,称重。

8 结果计算和表示

结果计算和表示按 GB/T 2910.1 规定,交联型莱赛尔纤维的 d 值为 0.98。

试验结果以两份平行试样测试结果的平均值表示。若两份平行试样测试结果的绝对差值大于 2% 时,应测试第三份试样,试验结果以三份试样的平均值表示。试验结果计算至小数点后两位,修约至小数点后一位。

9 精密度

对于均匀的纺织材料混合物,在 95% 的置信水平下,本方法测试结果的置信界限不超过 ± 2 。

10 试验报告

试验报告至少应包括以下内容:

- a) 采用本标准方法。
- b) 试样的信息。
- c) 混合物的全部组分或某单一组分的测得结果。
- d) 如采用特殊预处理去除浆料、整理剂则要详细说明,并注明是否褪色。
- e) 每一个单值精确至 0.01,平均值精确至 0.1。
- f) 注明上述结果是基于:
 - 1) 净干质量百分率;
 - 2) 结合公定回潮率的百分率;
 - 3) 包括公定回潮率和预处理中纤维损失率的百分率;
 - 4) 包括公定回潮率和非纤维物质除去率的百分率。
- g) 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
某些再生纤维素纤维的定性鉴别

A.1 显微镜法

按照 FZ/T 01057.3 初步确定可能的再生纤维素纤维种类。

A.2 溶解法

A.2.1 溶解方案

根据 A.1 初步定性结果,参照表 A.1 纤维溶解性能表,选择合适的溶解时间点进行溶解。溶解方案如下:

试剂:甲酸/氯化锌溶液(4.2);

溶解温度:60℃;

溶解时间:(8±1)min、(15±1)min、(20±1)min、(30±1)min。

A.2.2 溶解

将甲酸/氯化锌溶液(4.2),加入具塞三角瓶(5.2)中(试样和试剂的用量比为 1 g:100 mL),预热至 60℃。将预处理后的样品,放入该具塞三角瓶(5.2)中,于恒温水浴振荡器(5.3)中振荡,按照 A.2.1 中选择的溶解时间,取出具塞三角瓶,将溶液倒入不锈钢筛网(5.4)中过滤,观察溶解性能。

A.2.3 再生纤维素纤维的溶解性能

不同再生纤维素纤维的溶解性能见表 A.1。

表 A.1 不同再生纤维素纤维的溶解性能

纤维名称	溶解时间			
	(8±1)min	(15±1)min	(20±1)min	(30±1)min
莫代尔纤维	溶解 稍稍黏稠	溶解 不黏稠	溶解 不黏稠	溶解 不黏稠
铜氨纤维/粘胶纤维	部分溶解 剩余透明胶状物	剩余极少 稍稍黏稠	溶解 不黏稠	溶解 不黏稠
普通型莱赛尔纤维	部分溶解 剩余透明胶状物	剩余 黏稠	溶解 稍稍黏稠	溶解 不黏稠
半交联型莱赛尔纤维	部分溶解 剩余透明胶状物	部分溶解 剩余透明胶状物	剩余 黏稠	溶解 不黏稠
交联型莱赛尔纤维	部分溶解 剩余透明胶状物	部分溶解 剩余透明胶状物	部分溶解 剩余透明胶状物	部分溶解 剩余透明胶状物

表 A.1（续）

纤维名称	溶解时间			
	(8±1)min	(15±1)min	(20±1)min	(30±1)min
<p>注 1：普通型莱赛尔纤维（general lyocell fibre）——莱赛尔纤维的一种，又称标准莱赛尔、普通莱赛尔，为原纤化纤维，在莱赛尔纤维中其断裂伸长率最大。</p> <p>注 2：交联型莱赛尔纤维（cross-linked lyocell fibre）——莱赛尔纤维的一种，生产过程中加入 Axis 交联剂，使纤维原纤化倾向降低，在莱赛尔纤维中其断裂伸长率最小。</p> <p>注 3：半交联型莱赛尔纤维（half cross-linked lyocell fibre）——莱赛尔纤维的一种，又称莱赛尔 LF，生产过程中加入 Axis 交联剂制得，其生产工艺与交联型有所不同，性质介于普通型莱赛尔纤维与交联型莱赛尔纤维之间。</p> <p>注 4：溶解——反应后溶液均匀。</p> <p>注 5：不黏稠——溶液用筛网过滤时，无积液现象，可快速漏下，无剩余。</p> <p>注 6：稍稍黏稠——溶液用筛网过滤时，无积液现象，可连续漏下，无挂网，无剩余。</p> <p>注 7：剩余极少，稍黏稠——溶液用筛网过滤时，稍显积液，可连续漏下，有挂网现象，最后积液直径小于 10 mm，水冲洗有少量碎纤维。</p> <p>注 8：剩余，黏稠——筛网过滤，积液严重，呈滴状漏下，最后筛网上积液处覆盖一层透明胶状物，直径大于 10 mm，不能收集，水冲洗碎纤维较多。</p> <p>注 9：部分溶解，剩余透明胶状物——筛网过滤，溶液快速漏下，剩余一团透明胶状物，易收集，水冲洗呈纤维状，可见长纤维。</p>				

A.3 红外光谱法

使用傅里叶变换红外光谱法(ATR)对莫代尔纤维、铜氨纤维、粘胶纤维、普通型莱赛尔纤维、半交联型莱赛尔纤维及交联型莱赛尔纤维进行扫描,图谱见图 A.1~图 A.6。

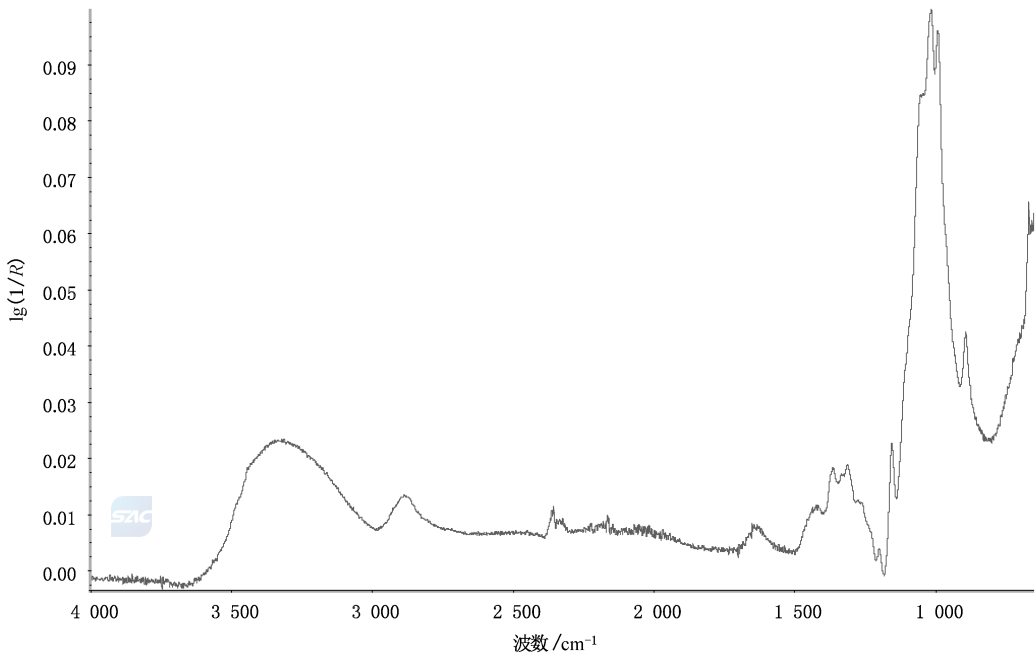


图 A.1 莫代尔纤维红外光谱图

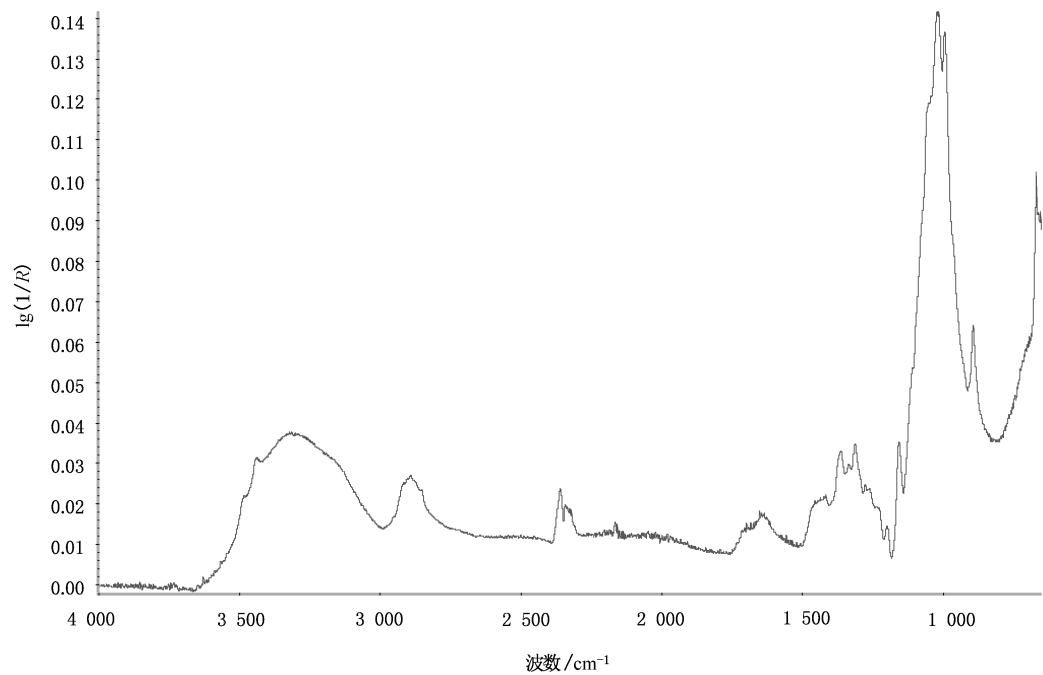


图 A.2 铜氨纤维红外光谱图

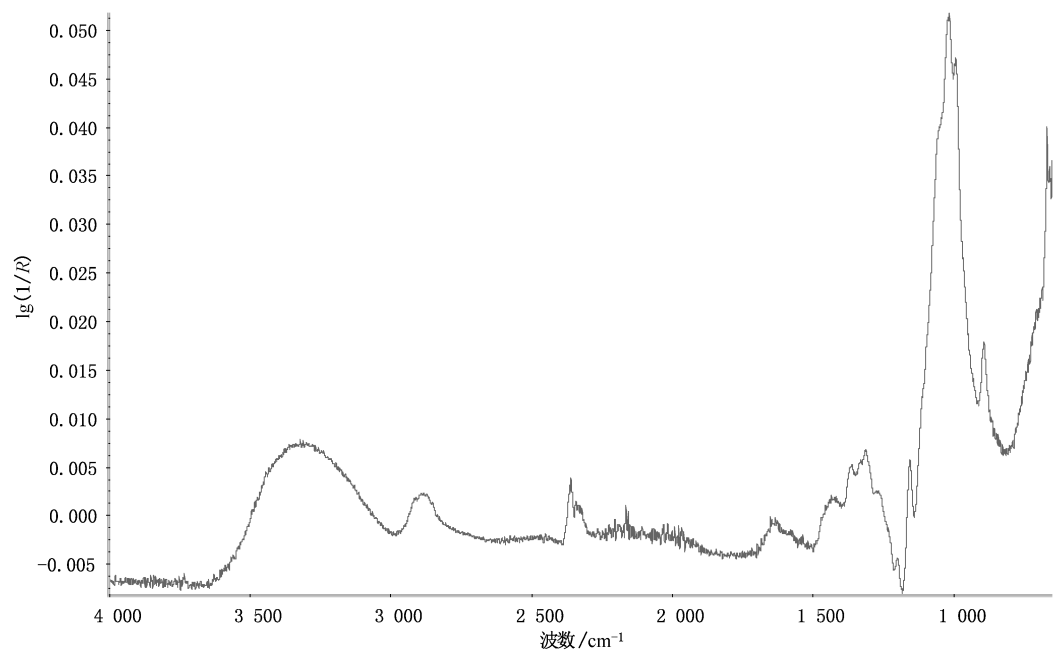


图 A.3 粘胶纤维红外光谱图

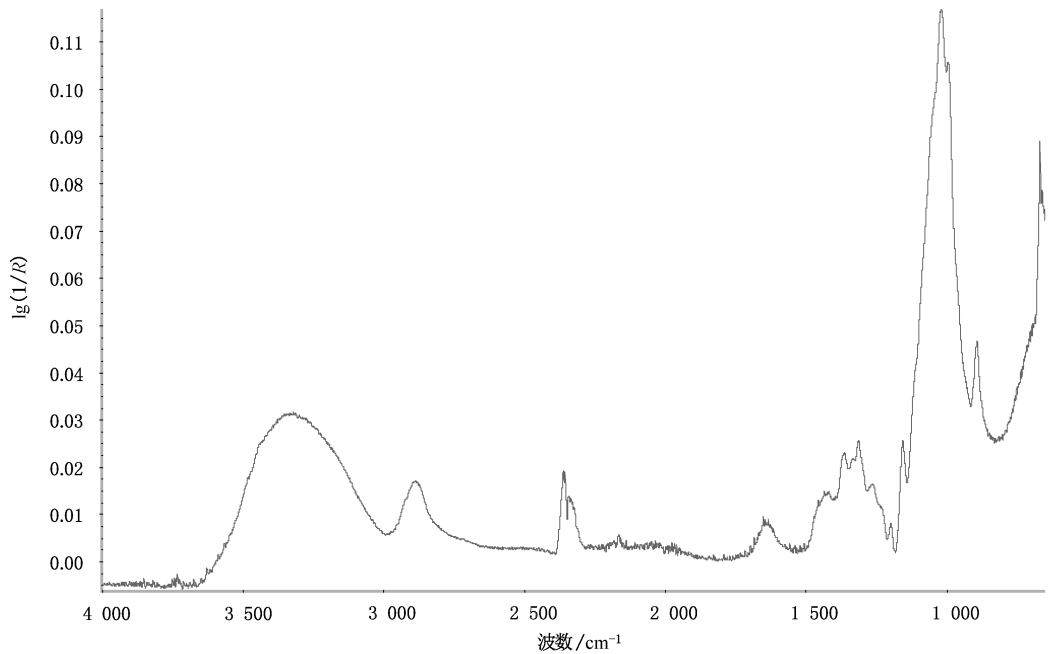


图 A.4 普通型莱赛尔纤维红外光谱图

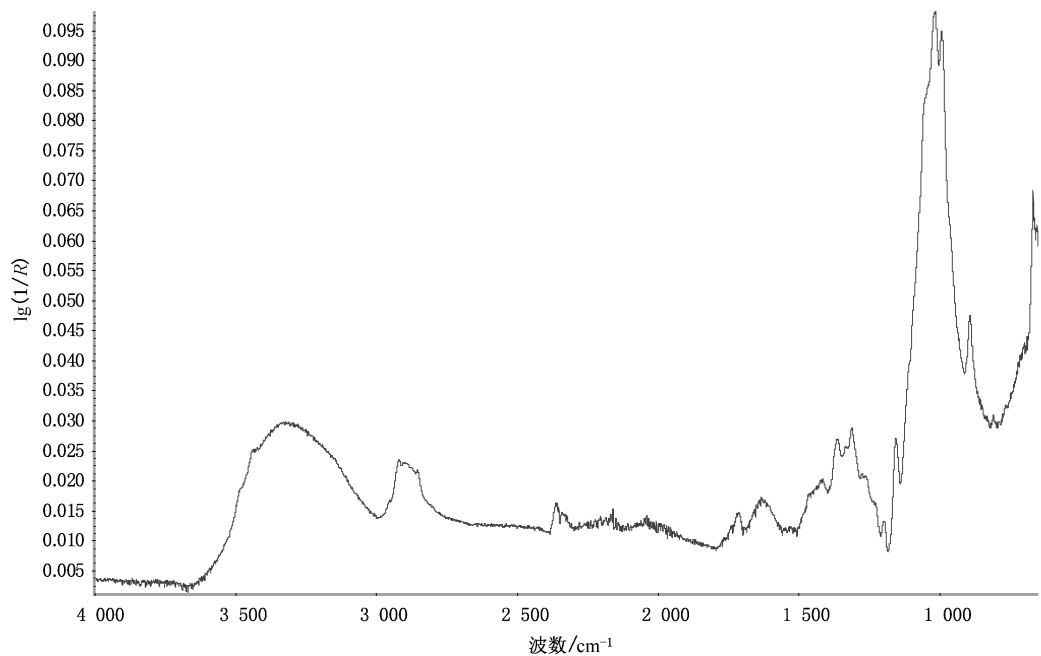


图 A.5 半交联型莱赛尔纤维红外光谱图

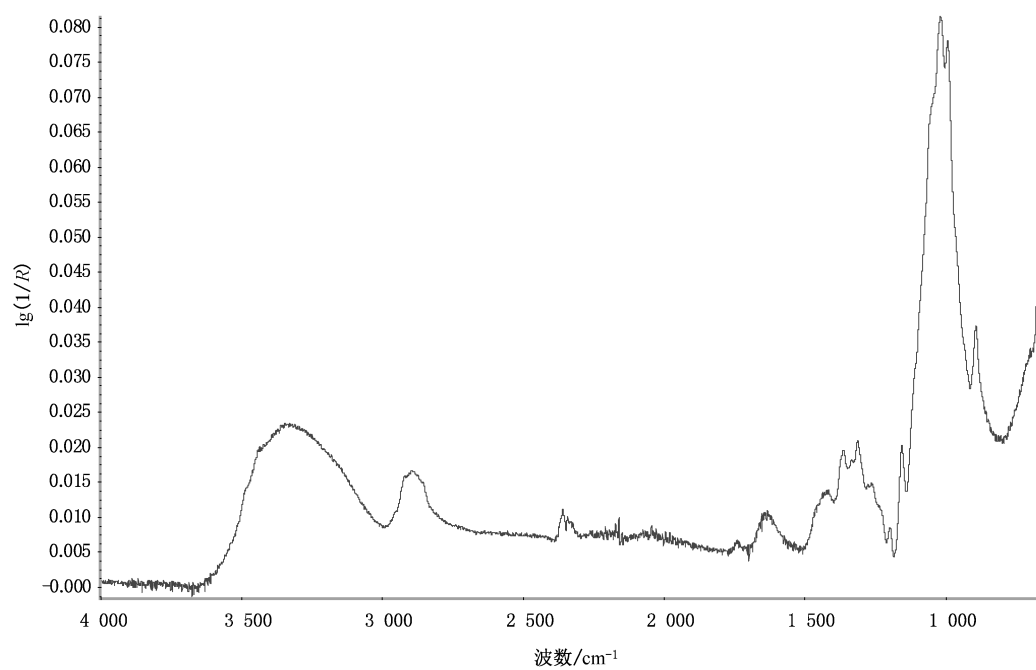


图 A.6 交联型莱赛尔纤维红外光谱图

参 考 文 献

- [1] FZ/T 01057.3 纺织纤维鉴别试验方法 第3部分:显微镜法
-