

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 3896.2—2015

进出口纺织品 纤维定量分析 近红外法 第2部分:聚酯纤维与 聚氨酯弹性纤维的混合物

Quantitative analysis of fiber in textiles for import and export—
Near-infrared spectroscopy method—
Part 2: Mixture of polyester fiber and lycra fiber

2015-09-02 发布

2016-04-01 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

SN/T 3896《进出口纺织品 纤维定量分析 近红外法》为系列标准,包括以下若干部分:

- 第1部分:聚酯纤维与棉的混合物;
- 第2部分:聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维的混合物;
- 第3部分:聚酰胺纤维与聚氨酯弹性纤维的混合物;
- 第4部分:棉与聚氨酯弹性纤维的混合物;
- 第5部分:聚酯纤维与粘胶纤维的混合物;
- 第6部分:聚酯纤维与羊毛的混合物;
- 第7部分:聚酯纤维与麻的混合物;
- 第8部分:聚酯纤维与聚酰胺纤维的混合物;

.....

本部分为 SN/T 3896 的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位:中华人民共和国江西出入境检验检疫局、江西省红外光谱应用工程技术研究中心、中华人民共和国山东出入境检验检疫局。

本部分主要起草人:周丽萍、耿响、要磊、王东。

进出口纺织品 纤维定量分析

近红外法 第2部分:聚酯纤维与 聚氨酯弹性纤维的混合物

1 范围

SN/T 3896 的本部分规定了近红外光谱法快速测定聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维混合物的纤维含量的方法,给出了近红外光谱法测定聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维混合物的仪器设备要求、样品与环境要求、测定步骤、结果处理、疑似样品确认和处理以及测试报告要求。

本部分适用于除涂层织物和起绒织物以外的聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维混合织物的纤维含量的快速测定,样品的聚酯纤维含量范围为 73.0%~100.0%。

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

GB/T 2910.20 纺织品 定量化学分析 第20部分:聚氨酯弹性纤维与某些其他纤维的混合物(二甲基乙酰胺法)

FZ/T 01057(所有部分) 纺织纤维鉴别试验方法

SN/T 0464 进出口纺织品 纤维定量分析 氨纶混纺产品

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

定标模型 calibration model

利用化学计量学方法建立的样品近红外光谱与对应化学标准值之间关系的数学模型,定标模型包括定性模型和定量模型。定性模型是一种从大量信息和数据出发,在专家经验和已有认识的基础上,利用计算机和数学推理的方法对形状、模式、曲线、数字和图形等完成自动识别、评价的过程;定量模型是在物质浓度(或其他物化性质)与分析仪器响应值之间建立的数学关系。

注:聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维的混合物的近红外定性模型即判定样品中是否含有聚氨酯弹性纤维和聚酯纤维的识别模型。聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维的混合物的近红外定量模型,即利用化学计量学方法,建立聚氨酯弹性纤维与聚酯纤维混合物的近红外光谱与标准方法(GB/T 2910.1、GB/T 2910.20、SN/T 0464)得到的样品纤维含量间的数学关系。

3.2

监控样品 monitor samples

用于监测近红外分析仪日常工作稳定性的同品种均匀样品。

注:该样品为配备有聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维近红外分析模型的近红外仪器的必备附件。

3.3

极差 range

同一样品的多次预测中,预测值的最大值与最小值之差,计算公式为 $X_{\max} - X_{\min}$ 。

3.4

纤维含量标称值 identification of fiber content

待测纺织品纤维含量百分率的标称数值,如“100%聚酯纤维”“95%聚酯纤维/5%聚氨酯弹性纤维”。

4 原理

纺织品的近红外光谱反映纺织品吸收近红外光后,纺织纤维分子中的 C-H、O-H、C-O 等化学键的泛频振动或转动,体现了纺织品对近红外光的吸收特性;利用化学计量学方法,建立聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维混合物的纤维含量的标准方法测定结果与其近红外光谱间的定标模型,从而通过该定标模型,测试聚酯纤维与聚氨酯弹性纤维的混合物的纤维含量。

5 仪器设备

5.1 近红外光谱仪

傅里叶变换型近红外光谱仪或光栅扫描型光纤光谱仪。

5.2 采样附件

配备有感光装置的纺织纤维快速测定——近红外光谱法采样附件(见附录 A),该装置重量为 1 500 g~1 700 g。

注:使用傅里叶变换型近红外光谱仪进行样品测定时,为确定待测样品的厚度应使用本采样附件;使用光栅扫描型光纤光谱仪进行样品测定时,无需使用本采样附件。

6 样品和环境要求

6.1 样品

样品尺寸大于 20 cm×30 cm,样品纤维成分分布均匀,表面平整,无非纤维性杂质。

6.2 环境

温度 10℃~35℃,相对湿度 30%~70%。

7 测定步骤

7.1 仪器条件

7.1.1 不同类型近红外光谱仪条件

由于测试结果与所使用的仪器密切相关,而近红外光谱仪器种类较多,因此不可能给出近红外光谱仪器的普遍参数。满足下列仪器条件的近红外光谱仪已被证明对测试是合适的¹⁾:

1) 非商业性声明:7.1.1a)傅里叶变换型近红外光谱仪是步琦 NIRFlex N-500 近红外光谱仪,7.1.1b)光栅扫描型光纤光谱仪是聚光 SupNIR-1100 便携式近红外光谱仪,此处列出试验用仪器仅是为了提供参考,并不涉及商业目的,鼓励标准使用者尝试采用不同厂家或不同型号的仪器。

- a) 傅里叶变换型近红外光谱仪:
- 1) 光源:钨灯,波长范围 1 000 nm~2 500 nm;
 - 2) 信噪比:10 000 : 1;
 - 3) 分辨率:8 cm⁻¹;
 - 4) 干涉仪:TeO₂楔合偏振干涉仪;
 - 5) 环境温度:5℃~35℃,温控 InGaAs 检测器;
 - 6) 环境湿度:温度小于 31℃时相对湿度<80%;
 - 7) 若成功进行模型聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维近红外分析模型(见 B.2.1)传递,则需达到 C.2.3 的要求;
 - 8) 仪器配备有专用采样附件(见附录 A)及监控样品。
- b) 光栅扫描型光纤光谱仪:
- 1) 光源:卤钨灯,波长范围 1 000 nm~1 800 nm;
 - 2) 信噪比:30 000 : 1;
 - 3) 分辨率:10 nm;
 - 4) 采样光斑直径:大于 30 mm;
 - 5) 波长准确度:优于 0.2 nm;
 - 6) 波长稳定性:优于 0.02 nm;
 - 7) 环境温度:5℃~35℃;
 - 8) 环境湿度:相对湿度 5%~85%;
 - 9) 检测器:带有 TEC 温控的 InGaAs 传感器;
 - 10) 若成功进行模型聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维近红外分析模型(见 B.2.2)传递,则需达到 C.2.3 的要求;
 - 11) 仪器配备有监控样品。

7.1.2 仪器准备

仪器准备如下:

- a) 仪器预热:0.5 h 以上;
- b) 仪器稳定性自动测试:
- 傅里叶变换型近红外光谱仪:线性系统、噪声系统、温度系统和波长精度系统适应性系统自检;
 - 光栅扫描型光纤光谱仪:暗电流噪声、光谱能力、吸光度噪声、吸光度和波长准确性自动测试。

7.2 模型确定

利用监控样品对模型进行确定,同一监控样品聚酯纤维含量的多次测定结果的极差不大于 3.0%,且近红外测定结果与监控样品标注的聚酯纤维含量的绝对误差不大于 1.0%,则该聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维定量分析模型满足试验要求。

7.3 光谱采集

傅里叶变换型近红外光谱仪:将试样对折后放置在检测器窗口,使用采样附件(5.2)压住样品,实现试样和检测器之间完全贴合,并调节样品测量厚度至采样附件不报警为止。两个平行样品均分别选取 3 个不同的采样点,采集样品的近红外光谱。

光栅扫描型光纤光谱仪:将试样对折两次后放置在检测器窗口,保证样品被测表面平整,两个平行样品均分别选取 3 个不同的采样点,采集样品的近红外光谱。

SN/T 3896.2—2015

7.4 测定

选定聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维定性模型(见 B.3)对采集的两个平行样品的光谱进行样品纤维成分判定,如果 6 个预测值的平均值位于 0.5~1.5 之间,则可判断样品中存在且只存在聚酯纤维和聚氨酯弹性纤维。否则,根据 FZ/T 01057 对样品进行纤维成分检测,确认样品中存在且只存在聚酯纤维和聚氨酯弹性纤维两种成分。

利用聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维定量模型(见 B.2)对两个平行样品的 6 个不同采样点的光谱数据进行预测,得到 6 个不同采样点的纤维含量的预测值,6 个预测值的平均值为该样品的近红外预测结果。

7.5 结果处理和表示

7.5.1 疑似样品²⁾

测定结果极差大于 3.0%或待测样品的最终测定结果与纤维含量标识的绝对误差大于 2.0%,应对造成测定结果异常的原因进行分析和排除,再进行第二次近红外测定予以确认,如仍出现异常情况,则确认为疑似样品,则该样品直接采用 GB/T 2910.1、GB/T 2910.20、SN/T 0464 进行确证测定。

7.5.2 正常样品

若预测结果极差等于或小于 3.0%并且待测样品的最终测定结果与纤维含量标识的绝对误差小于 2.0%,则取测定结果的平均值作为该样品的纤维含量测定结果。

8 测试报告

测试报告应包括(但不限于):

- 定标模型名称及编号;
- 定标模型的使用范围;
- 仪器型号;
- 试样的名称和编号;
- 试样测试时的环境温度和湿度;
- 试样测定的结果;
- 采用测定方法标准;
- 出现疑似样品时,应提供疑似样品类型及处理的有关信息;
- 测试人员和测试时间;
- 本部分未规定的,或偏离本部分的,以及可能影响测定结果的全部细节。

2) 形成疑似样品的原因,可能来自以下几个方面:(1)该样品不包含在该仪器定标模型的适用范围内;(2)采用了错误的定标模型;(3)温度和湿度超过了定标模型的规定范围。

附录 A
(规范性附录)

纺织纤维快速测定——近红外光谱法采样附件原理及附件示意图

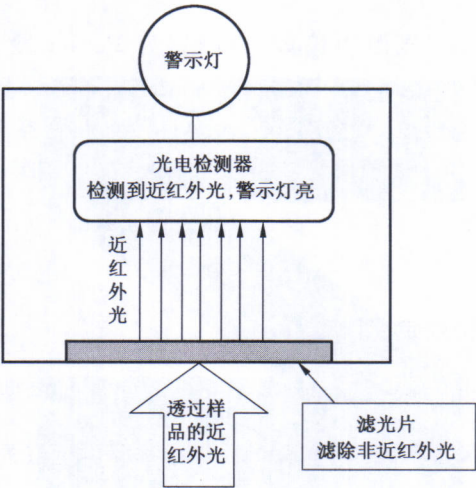


图 A.1 纺织纤维快速测定——近红外光谱法采样附件原理图

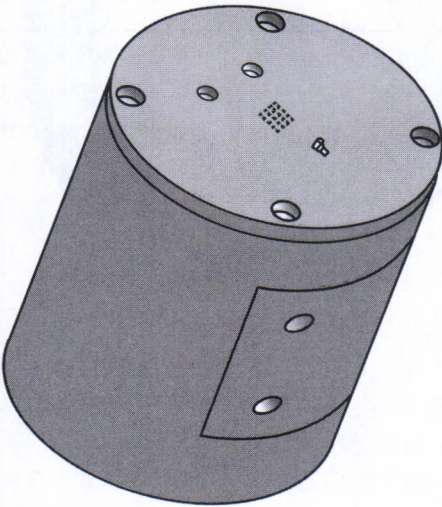


图 A.2 纺织纤维快速测定——近红外光谱法采样附件示意图

附 录 B

(规范性附录)

聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维定标模型参数

B.1 近红外光谱仪及技术参数

傅里叶变换型近红外光谱仪,光源为钨灯,检测器为 Peltier 冷却铟镓砷检测器,扫描范围为 4 000 cm^{-1} ~10 000 cm^{-1} ,分辨率为 8 cm^{-1} ,扫描次数为 32 次,信噪比 10 000 : 1,波长准确性为 $\pm 0.2 \text{ cm}^{-1}$ 。

光栅扫描型光纤光谱仪,光谱范围 1 000 nm~1 800 nm,检测器为铟镓砷检测器,波长准确性为 $\pm 0.2 \text{ nm}$,波长重复性为 $\leq 0.05 \text{ nm}$,分辨率为 2 nm,扫描次数为 10 次,带有光纤。

B.2 定量模型

B.2.1 傅里叶变换型近红外光谱仪定量模型

利用偏最小二乘法建立聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维近红外定量模型,模型具体参数见表 B.1。

表 B.1 聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维样品的近红外定量模型

聚酯纤维含量 范围 %	校正集/预测集 样品数 个	预处理方法	建模波段 cm^{-1}	相关系数及均方根误差
73.0~100.0	104/45	正规化,一阶导数	5 000~8 000	$R_c=0.991\ 0$ 、 $\text{SEC}=0.707$ 、 $R_p=0.989\ 1$ 、 $\text{SEP}=0.769$
<p>注 1: R_c 为校正集相关系数, R_p 为预测集相关系数,即变量之间相关程度的指标。本部分特指多个样品的近红外测定值与标准方法测定值两组数据之间相关程度的指标。</p> <p>注 2: SEC 为校正均方根误差, SEP 为预测均方根误差,指近红外光谱法测定值与标准方法测定值之间残差的标准差。均方根误差按下式计算:</p> <div>$\sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{n - 1}}$</div> <p>式中:</p> <p>$\hat{y}_i$ ——校正集(或预测集)中第 i 个样品聚氨酯弹性纤维含量的近红外预测值;</p> <p>y_i ——校正集(或预测集)中第 i 个样品聚氨酯弹性纤维含量的标准方法测定值;</p> <p>n ——校正集(或预测集)中样品个数。</p> <p>注 3: 校正集指建立模型所用样品构成的集合,校正均方根误差从统计分析角度给出近红外法对样正集样品的预测准确度;预测集指预测模型所用样品构成的集合,预测均方根误差从统计分析角度给出近红外法对预测集样品的预测准确度。</p>				

B.2.2 光栅扫描型光纤光谱仪定量模型

利用偏最小二乘法建立聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维近红外模型,模型具体参数见表 B.2。

表 B.2 聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维样品的近红外定量模型

聚酯纤维含量范围 %	校正集/预测集 样品数 个	预处理方法	建模波段 nm	相关系数及均方根误差
73.0~100.0	111/45	SG 平滑、SG 导数 和均值中心化	1 000~1 800	$R_c=0.981$ 、 $SEC=0.926$ 、 $R_p=0.979$ 、 $SEP=0.740$
注： R_c 为校正集相关系数， R_p 为预测集相关系数；SEC 为校正均方根误差，SEP 为预测均方根误差，其具体定义及计算公式见表 B.1 中的注，SG 平滑及 SG 导数中的 SG 为 Savitzky-Golay。				

B.3 已建立的定性模型

分别在傅里叶变换型近红外光谱仪和光栅扫描型光纤光谱仪上，利用偏最小二乘判别分析方法，建立了聚氨酯弹性纤维和聚酯纤维的定性模型，模型参数见表 B.3 和表 B.4。

表 B.3 傅里叶变换型近红外光谱仪聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维的近红外定性模型

模型	校正集/预测集 样品数 个	预处理方法	建模波段 cm^{-1}	预测准确率 %
聚氨酯弹性纤维	329/145	三阶导数	4 000~9 000	98.0
聚酯纤维	318/158	一阶导数、归一化	5 000~7 000	100

表 B.4 光栅扫描型光纤光谱仪聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维样品的近红外定性模型

模型	校正集/预测集 样品数 个	预处理方法	建模波段 nm	预测准确率 %
聚氨酯弹性纤维	214/160	归一化、一阶导数	1 000~1 800	98.8
聚酯纤维	119/160	归一化、一阶导数	1 000~1 800	100

B.4 模型的准确性和精密度

B.4.1 准确性

验证样品集聚氨酯弹性纤维含量的测定值与其标准方法测定值之间的标准差不大于 1.0%，统计分析结果不存在显著性差异。

B.4.2 重复性

在同一实验室,由同一操作者使用相同的仪器设备,按相同的测试方法,对同一被测样品相互独立进行测试,获得的两次测定结果的绝对差不大于 3.0%。

B.4.3 再现性

在不同实验室,由不同操作人员使用不同设备,按相同测试方法,对相同样品,获得的两个独立测定结果之间的绝对差不大于 3.0%。

附 录 C
(规范性附录)
定标模型传递要求

C.1 仪器

近红外分析仪:性能满足 7.1 的要求。

C.2 定标模型传递及评价

C.2.1 定标模型传递样品

选择多个成分分布均匀的聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维样品作为定标模型传递样品(一般 10 个~20 个),利用近红外模型对模型传递样品进行预测,测定结果满足 B.4 的要求。

C.2.2 定标模型传递

通过控制制造精度使不同近红外光谱仪器间保持一致性或通过数学方法对光谱或定标模型进行修正,使得在近红外主机上建立的定标模型能够在近红外子机上有效使用的过程,称为定标模型传递。

注:建立模型的近红外光谱仪器称为主机,待传递的其他近红外光谱仪器称为子机。

C.2.3 定标模型传递的评价

传递后的近红外子机上的定标模型的准确性和精密度应满足如下要求:

- a) 准确性:近红外子机上聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维模型的验证样品集聚酯纤维含量的测定值与其标准方法测定值之间的标准差不大于 1.0%,统计分析结果不存在显著性差异。
 - b) 重复性:在同一实验室,由同一操作者使用同一台近红外子机,按本部分规定的测试方法,对同一被测样品独立地测试两次,获得的两次聚酯纤维含量测定结果的绝对差不大于 3.0%。
 - c) 再现性:在不同实验室、不同操作人员使用近红外子机与主机按照相同的测试方法对相同的聚酯纤维/聚氨酯弹性纤维样品进行测定,获得的两个独立测定结果之间的绝对差不大于 3.0%。
-