



中华人民共和国国家标准

GB/T 2910—1997
eqv ISO 1833:1977

纺织品 二组分纤维混纺产品 定量化学分析方法

Textile—Binary fibre mixtures—Quantitative chemical analysis

1997-10-09 发布

1998-05-01 实施

国家技术监督局 发布

目 次

前言	Ⅲ
ISO 前言	Ⅳ
1 范围	1
2 引用标准	1
3 原理	1
4 试验通则	1
5 醋酯纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——丙酮法	4
6 各种蛋白纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——碱性次氯酸钠法	4
7 粘胶、铜氨纤维、高湿模量纤维和棉、苧麻、亚麻纤维混纺产品的含量分析——甲酸/氯化锌法	5
8 聚酰胺 6、聚酰胺 66 和其他纤维混纺产品的含量分析——80%(m/m)甲酸法	6
9 醋酯纤维与三醋酯纤维混纺产品的含量分析——丙酮法	6
10 醋酯纤维与三醋酯纤维混纺产品的含量分析——苯甲醇法	7
11 三醋酯纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——二氯甲烷法	8
12 纤维素纤维和聚酯纤维混纺产品的含量分析——75%(m/m)硫酸法	8
13 聚丙烯腈纤维、变性聚丙烯腈纤维、含氯纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——二甲基甲酰胺法	9
14 含氯纤维和其他纤维混纺产品的含量分析——二硫化碳/丙酮法	9
15 醋酯纤维和含氯纤维混纺产品的含量分析——冰乙酸法	10
16 黄麻和动物纤维混纺产品的含量分析——含氮量测定法	11
17 聚丙烯和其他纤维混纺产品的含量分析——二甲苯法	12
18 聚氯乙烯纤维和其他纤维混纺产品的含量分析——浓硫酸法	13
19 丝和羊毛或其他动物纤维混纺产品的含量分析——75%(m/m)硫酸法	13
20 纤维素纤维和石棉混纺产品的含量分析	14

前 言

本标准根据国际标准 ISO 1833:1977 纺织品——二组分纤维混纺产品定量化学分析对 GB 2910—82 进行修订,修订后的文本等效于 ISO 1833:1977。

本标准对 GB 2910—82 标准修改了如下内容:

1. 根据 GB/T 1.1—1993 和 1995. 1. 12 修改通知,修改了封面及编写格式,增加了前言和 ISO 前言,增加了引用标准内容和导语,同时改变了各章节序号。

2. 根据国际标准,取消了用 2.5% 氢氧化钠法分析动物纤维与其他纤维的混纺产品,20% 盐酸法分析聚酰胺纤维与其他纤维的混纺产品,50% 硫氰酸钠法分析聚丙烯腈纤维与其他纤维的混纺产品。

3. 根据国际标准增加了含氯纤维与其他纤维的混纺、聚丙烯与其他纤维混纺、石棉与纤维素纤维混纺、黄麻与动物纤维混纺、二醋酸纤维与三醋酸纤维的混纺等产品的定量化学分析方法。

4. 延长了烘干和冷却时间,对达到恒重作了具体规定。

5. 根据国际标准增加了方法精确度和目次。

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准从实施之日起,代替 GB 2910—82。

本标准由中国纺织总会提出。

本标准由中国纺织总会标准化研究所归口。

本标准由上海毛麻纺织科学技术研究所负责起草。

本标准主要起草人:徐璧城、沈美华、钟勤、龚萍、颜燕屏。

本标准于 1982 年首次发布,于 1997 年第一次修订。

ISO 前言

ISO(国际标准化组织)是各国国家标准协会(ISO 会员国)的世界性联合会组织。国际标准的发展工作是通过 ISO 技术委员会去实现的。凡某项标准化课题建立了技术委员会之后,每个成员国如对它感兴趣,都有权派代表参加该委员会。凡属国际性组织,不管是官方还是非官方的,在和 ISO 取得联系后,也可参与这项工作。

由技术委员会提出的“国际标准草案”在 ISO 理事会批准作为国际标准之前,应先分发各会员国征求同意。

国际标准 ISO 1833 是通过纺织品技术委员会(ISO/TC 38)发展起来的,其第二版得到下列成员国的批准。

澳大利亚	阿拉伯埃及共和国	匈牙利
墨西哥	葡萄牙	土耳其
比利时	芬 兰	印 度
荷 兰	罗马尼亚	英 国 ²⁾
保加利亚	法 国	伊 朗
新西兰	南非共和国	苏 联
加拿大	德 国 ¹⁾	以色列
挪 威	西班牙	南斯拉夫
捷 克	希 腊	日 本
波 兰	瑞 典	丹 麦
韩 国	瑞 士	

注: 1) 条文中的 1.4.1, 1.4.6 和 16, 17 不同意

2) 条文中的 18 不同意

由于技术理由, 下列成员国不同意此文件。

意大利

中华人民共和国国家标准

纺织品 二组分纤维混纺产品 定量化学分析方法

GB/T 2910—1997
eqv ISO 1833:1977

代替 GB 2910—82

Textile—Binary fibre mixtures—Quantitative chemical analysis

1 范围

本标准规定了用化学分析试剂,根据不同纤维选择性溶解的性质,使混纺产品的纤维组分分离的定量化学分析方法。

本标准适用于二组分纺织纤维混纺和交织产品的定量分析。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 8170—87 数值修约规则

GB 9994—88 纺织材料公定回潮率

3 原理

混纺产品的组分经定性鉴定后,选择适当试剂溶解去除一种组分,将不溶解的纤维烘干、称重,从而计算出各组分纤维的百分含量。

4 试验通则

4.1 试剂

所用的试剂都为化学纯。

4.1.1 石油醚,馏程为 40~60℃。

4.1.2 蒸馏水或去离子水。

4.1.3 专用试剂:在本标准的有关章节中说明。

4.2 仪器

4.2.1 索氏萃取器。

4.2.2 恒温水浴锅。

4.2.3 真空抽气泵。

4.2.4 分析天平:精度为 0.0002g。

4.2.5 电热鼓风烘箱:能保持温度为 105℃±3℃。

4.2.6 干燥器:装有变色硅胶。

4.2.7 有塞三角烧瓶:容量不小于 250mL。

4.2.8 玻璃砂芯坩埚:容量 30~50mL,微孔直径为 40~120μm 的烧结圆形过滤坩埚。坩埚上须有一个磨砂玻璃瓶塞或表面玻璃皿。其他能得到相同结果的仪器也可代用。

国家技术监督局 1997-10-09 批准

1998-05-01 实施

4.2.9 称量瓶、量筒、烧杯、温度计、抽气滤瓶等。

4.2.10 专用仪器：在本标准的有关章节中说明。

4.3 试样准备

4.3.1 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，试样数量应足够供试验用。

4.3.2 试样预处理

4.3.2.1 一般预处理

取试样 5g 左右，放在索氏萃取器中，用石油醚萃取 1h，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 1h，再在 $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的水中浸泡 1h，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。

4.3.2.2 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。

4.3.3 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 1cm 长。

每个试样至少两份，每份试样不少于 1g。

4.4 试验步骤

4.4.1 一般说明

4.4.1.1 烘干：将试样放入烘箱内，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 温度下烘 4~16h，如烘干时间小于 14h，则需烘至恒重（连续两次称得试样重量的差异不超过 0.1%）。

4.4.1.1.1 试样的烘干：把试样放入称量瓶内，瓶盖放在旁边，烘干后，盖上瓶盖迅速移入干燥器中冷却、称重，直至恒重。

4.4.1.1.2 玻璃砂芯坩埚与不溶纤维的烘干：玻璃砂芯坩埚连同盖子（放在边上），放入烘箱内烘干后，盖上盖子迅速移入干燥器内冷却、称重，直至恒重。

4.4.1.2 冷却

在干燥器中冷却，干燥器放在天平边，冷却时间以试样冷至室温为限（一般不能少于 30min）。

4.4.1.3 称重

冷却后，从干燥器中取出称量瓶、玻璃砂芯坩埚等，在 2min 内称完，精确至 0.0002g

注：在干燥、冷却、称重操作中，不能用手直接接触玻璃砂芯坩埚、试样、称量瓶等。

4.4.2 操作步骤

4.4.2.1 试样干重测定

把试样（4.3.3）放入已恒重的称量瓶内，在 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ 烘箱中烘干后，盖上瓶盖，移入干燥器中冷却、称重（4.4.1），重复上述操作直至恒重。

4.4.2.2 各组分纤维的溶解和分离

详细的试验步骤根据产品的纤维组成见本标准有关章节。最后用显微镜观察残余物，检查可溶解的纤维是否完全被除去。

4.5 分析结果的计算

试验结果有三种计算方法

4.5.1 净干重量百分率的计算

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

$$P_2 = 100 - P_1 \quad \text{..... (2)}$$

式中: P_1 ——不溶解纤维的净干含量百分率, %;

P_2 ——溶解纤维净干含量百分率, %;

m_0 ——预处理后试样干重, g;

m_1 ——剩余的不溶纤维干重, g;

d ——不溶纤维在试剂处理时的重量修正系数(各种纤维的 d 值在本标准有关章节介绍)。

d 值按式(3)求得:

$$d = \frac{m_0}{m_1} \quad \text{..... (3)}$$

式中: m_0 ——已知不溶纤维干重, g;

m_1 ——试剂处理后不溶纤维干重, g。

4.5.2 结合公定回潮率含量百分率的计算

$$P_m = \frac{P_1(1 + \frac{a_1}{100})}{P_1(1 + \frac{a_1}{100}) + P_2(1 + \frac{a_2}{100})} \times 100 \quad \text{..... (4)}$$

$$P_n = 100 - P_m \quad \text{..... (5)}$$

式中: P_m ——不溶纤维结合公定回潮率的含量百分率, %;

P_n ——溶解纤维结合公定回潮率的含量百分率, %;

P_1 ——不溶纤维净干含量百分率, %;

P_2 ——溶解纤维净干含量百分率, %;

a_1 ——不溶纤维的公定回潮率, %;

a_2 ——溶解纤维的公定回潮率, %。

4.5.3 包括公定回潮率和预处理中纤维损失和非纤维物质除去量的含量百分率的计算

$$P_A = \frac{P_1(1 + \frac{a_1 + b_1}{100})}{P_1(1 + \frac{a_1 + b_1}{100}) + P_2(1 + \frac{a_2 + b_2}{100})} \times 100 \quad \text{..... (6)}$$

$$P_B = 100 - P_A \quad \text{..... (7)}$$

式中: P_A ——不溶纤维结合公定回潮率和预处理损失的含量百分率, %;

P_B ——溶解纤维结合公定回潮率和预处理损失的含量百分率, %;

P_1 ——不溶纤维净干含量百分率, %;

P_2 ——溶解纤维净干含量百分率, %;

a_1 ——不溶纤维的公定回潮率, %;

a_2 ——溶解纤维的公定回潮率, %;

b_1 ——预处理中不溶纤维的重量损失和/或不溶纤维中非纤维物质的去除率, %;

b_2 ——预处理中溶解纤维的重量损失和/或溶解纤维中非纤维物质的去除率, %。

若使用特殊处理, b_1 和 b_2 的数值必须从实际中测得, 将纯纤维放在测试所用的试剂中测得, 一般纯纤维不含有非纤维物质, 除非有时在纤维制造时加入, 或天然伴生的物质。

4.6 试验结果

试验结果以两次试验的平均值表示, 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 8170 规定进行。

4.7 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:
 - 净干重量百分率;
 - 结合公定回潮率的百分率;
 - 包括公定回潮和预处理中纤维损失率的百分率;
 - 包括公定回潮和非纤维物质除去率的百分率。

5 醋酯纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——丙酮法

5.1 应用范围

本方法适用于除去非纤维物质后的醋酯纤维与羊毛、丝、再生蛋白纤维、棉(经煮炼或漂白)、铜氨纤维、粘胶纤维、聚酰胺纤维、聚酯纤维、聚丙烯腈纤维和玻璃纤维的二组分混纺产品,不适于含有变性聚丙烯腈以及表面经脱乙酰基的醋酯纤维的混纺产品。

5.2 原理

从已知干重的试样中用丙酮溶解除去醋酯纤维,使两种纤维分离,把不溶纤维洗涤、烘干、冷却、称重,计算出各组分的含量百分率。

5.3 试剂

丙酮,馏程为 55~57℃。

5.4 仪器

有塞三角烧瓶:容量不小于 250mL。

5.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试样放入三角烧瓶中(5.4),每克试样加 100mL 丙酮,充分地摇动烧瓶,在室温下放置 30min,然后将液体倒入已恒重的玻璃砂芯坩埚中,纤维留在烧瓶中,再重复处理二次(共萃取 3 次),每次 15min,丙酮处理的总时间为 1h。用丙酮清洗不溶纤维至玻璃砂芯坩埚中,抽吸排液,再用丙酮将玻璃砂芯坩埚装满,利用重力排液,最后,用真空抽吸排液,把不溶纤维及玻璃砂芯坩埚按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

5.6 结果计算

结果按 4.5 所述计算,不溶纤维的 d 值均为 1.00。

5.7 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 $\pm 1\%$ 。

6 各种蛋白纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——碱性次氯酸钠法

6.1 应用范围

此法适用于除去非纤维物质的某些非蛋白纤维与一种蛋白纤维的混纺产品,如:

羊毛、已化学处理的羊毛、生丝和精炼蚕丝、生柞蚕丝和漂白柞蚕丝、马海毛、山羊绒、其他动物纤维、酪朊再生蛋白纤维和下列纤维混合:棉、苧麻、亚麻、铜氨纤维、粘胶、高湿模量纤维、聚丙烯腈、含氯纤维、聚酰胺、聚酯、聚丙烯和玻璃纤维。

如有几种蛋白纤维同时存在,则此方法只能得出它们的总量而不能得到各自的量。

6.2 原理

从已知干重的试样中用碱性次氯酸钠溶液把蛋白纤维溶解,使两种纤维分离,将不溶纤维清洗、烘

干、冷却称重,计算出各组分的含量百分率。

6.3 试剂

6.3.1 次氯酸钠溶液:在约 1mol/L 次氯酸钠溶液中加入氢氧化钠,使含量为 5g/L $\pm$ 0.5g/L。此溶液可用碘量法标定,使其浓度在 0.9~1.1mol/L 范围。

用移液管吸取 2mL 次氯酸钠溶液置于碘烧瓶中,加 100~150mL 水,10%无色碘化钾溶液 20~25mL,10%硫酸溶液 10~15mL,立即以 0.1mol/L 硫代硫酸钠溶液滴定,待溶液呈淡黄色时加入淀粉指示剂,继续滴定至溶液蓝色消失止。

$$c_1 = \frac{c_2 V_2}{V_1} \dots\dots\dots (8)$$

式中: c_1 ——次氯酸钠溶液浓度, mol/L;

c_2 ——硫代硫酸钠溶液浓度, mol/L;

V_2 ——耗用硫代硫酸钠溶液体积, mL;

V_1 ——吸取次氯酸钠溶液体积, mL。

6.3.2 稀乙酸溶液:5mL 冰乙酸用水稀释至 1000mL。

6.4 烧杯:容量不小于 250mL。

6.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后将试样放入烧杯中,每克试样加入 100mL 次氯酸钠试液,用力搅拌,使试样浸湿,在 25℃ $\pm$ 2℃下连续不断地搅拌 30min,然后把烧杯中不溶纤维用少量次氯酸钠试液洗到已知重量的玻璃砂芯坩埚中,真空抽吸排液,然后用水清洗、稀乙酸中和,最后用水连续清洗不溶纤维,每次清洗液靠重力排液后,再用真空抽吸排液。将玻璃砂芯坩埚及不溶纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

6.6 结果的计算

按 4.5 计算,棉的 d 值为 1.03,其余纤维的 d 值为 1.00。

6.7 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%。

7 粘胶、铜氨纤维、高湿模量纤维和棉、苧麻、亚麻纤维混纺产品的含量分析——甲酸/氯化锌法

7.1 应用范围

本法适用于已除去非纤维物质后的粘胶、铜氨纤维、高湿模量纤维和原棉、煮炼棉、漂白棉、苧麻、亚麻的混纺产品,如试样中有铜氨或高湿模量纤维存在时,则应预先试验是否溶于试剂。

本法不适用于下述两种情况:a)混纺产品中的棉已经受到严重的化学降解;b)粘胶、铜氨、高湿模量纤维中存在不能完全去除的耐久性整理剂或活性染料,致使其不能完全溶解。

7.2 原理

用甲酸和氯化锌混合试剂从已知干重的试样中溶解粘胶、铜氨纤维、高湿模量纤维,然后将不溶纤维清洗烘干、称重,计算出各组分的含量百分率。

7.3 试剂

7.3.1 甲酸/氯化锌溶液:20g 无水氯化锌和 68g 无水甲酸加水至 100g。

注:这种试剂有害,使用时应采取保护措施。

7.3.2 稀氨溶液:取氨水 20mL(密度为 0.880g/mL)用水稀释至 1L。

7.4 仪器

7.4.1 有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

7.4.2 恒温水浴锅:保持烧瓶温度为 40℃ $\pm$ 2℃。

7.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后将试样迅速放入盛有已预热温度达 40℃的甲酸/氯化锌试液的有塞三角

烧瓶中(每克试样加 100mL 试液),盖紧瓶塞,摇动烧瓶,浸湿试样,在 $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下保温 2.5h,每隔 45min 摇动 1 次,共摇动 2 次,用试液(7.3.1)把烧瓶中不溶纤维洗到已知重量的玻璃砂芯坩埚中,用 20mL 40°C 试液清洗,再用 40°C 水清洗,然后用 100mL 稀氨溶液(7.3.2)中和清洗并使剩余纤维浸没于溶液中 10min,再用冷水冲洗至呈中性(每次清洗液靠重力排液后,再用真空抽吸排液),最后按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

对某些高湿模量纤维,试验步骤相同,只是不用上述温度和时间,而是采用在 $70^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 下保温 20min ± 1 min,用已知重量的玻璃砂芯坩埚过滤,不溶纤维留在烧瓶中,然后用 70°C 的甲酸/氯化锌试液 10mL 洗涤,再用 70°C 水充分洗涤,用冷的稀氨溶液(7.3.2)100mL 中和洗涤,让不溶纤维浸没在稀氨溶液中 10min,真空抽吸排液,用冷水洗涤数次,最后,用水把不溶纤维全部移入玻璃砂芯坩埚中,真空抽吸排液,把玻璃砂芯坩埚及纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

7.6 结果的计算

按 4.5 计算,所有类型的棉纤维 d 值都为 1.02,苧麻的 d 值为 1.00,亚麻的 d 值为 1.07。

7.7 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 $\pm 2\%$ 。

8 聚酰胺 6、聚酰胺 66 和其他纤维混纺产品的含量分析——80%(m/m)甲酸法

8.1 应用范围

本法适用于除去非纤维物质的聚酰胺 6、聚酰胺 66 与下列纤维的混纺产品:棉、粘胶、铜氨纤维、高湿模量纤维、聚酯纤维、苧麻纤维、聚丙烯纤维、含氯纤维、聚丙烯腈纤维、玻璃纤维。

本法也适用于与羊毛混纺产品,但当羊毛含量超过 25%时,应用第 6 章叙述的方法进行试验。

8.2 原理

用甲酸溶液把聚酰胺纤维从已知干重的试样中溶解去除,把剩余纤维清洗、烘干、称重,计算出各组分含量百分率。

8.3 试剂

8.3.1 80%(m/m)甲酸溶液(密度 1.186g/mL)。

880mL 90%(m/m)甲酸(密度 1.204g/mL)用水稀释至 1L。

也可用 780mL 98%~100%(m/m)甲酸(密度 1.220g/mL)用水稀释至 1L,甲酸浓度控制在 77%~83%(m/m)范围。

8.3.2 稀氨溶液:80mL 氨水(密度 0.880g/mL)用水稀释至 1L。

8.4 仪器

有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

8.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100mL 甲酸溶液(8.3.1),盖上瓶塞,摇动烧瓶浸湿试样,放置 15min,并不时摇动。用已知重量的玻璃砂芯坩埚过滤,用甲酸溶液(8.3.1)把不溶纤维洗入玻璃砂芯坩埚,用真空抽吸排液,依次用甲酸溶液(8.3.1)、热水清洗,稀氨溶液(8.3.2)中和,最后用冷水洗涤不溶纤维,每次洗液加完后,靠重力排液,然后用真空抽吸,最后将玻璃砂芯坩埚和不溶纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

8.6 结果的计算

按 4.5 所述计算,苧麻纤维的 d 值为 1.02,其他纤维的 d 值均为 1.00。

8.7 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 $\pm 1\%$ 。

9 醋酯纤维与三醋酯纤维混纺产品的含量分析——丙酮法

9.1 应用范围

本法适用于已除去非纤维物质的醋酯纤维与三醋酯纤维的混纺产品。

9.2 原理

用丙酮水溶液把醋酯纤维从已知干重的试样中溶解,把不溶纤维烘干、冷却、称重,计算出各组分含量百分率。

9.3 试剂

丙酮水溶液 70%(V/V):700mL 丙酮用水稀释至 1L。

9.4 仪器

9.4.1 有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

9.4.2 机械振荡器。

9.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,把试样放入三角烧瓶中,每克试样加 80mL 丙酮溶液(9.3),在机械振荡器上振荡 1h,然后用已知重量的玻璃砂芯坩埚过滤。加入 60mL 丙酮水溶液于烧瓶中,用手摇动、过滤,重复处理二次以上,最后一次将纤维转移至玻璃砂芯坩埚,用丙酮水溶液洗涤不溶纤维,真空抽吸排液,再用丙酮水溶液加满玻璃砂芯坩埚,靠重力排液,最后,真空抽吸排液。把玻璃砂芯坩埚及不溶纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

9.6 结果的计算

按 4.5 所述计算。三醋酯纤维的 d 值为 1.01。

10 醋酯纤维与三醋酯纤维混纺产品的含量分析——苯甲醇法

10.1 应用范围

本法适用于已除去非纤维物质的醋酯纤维与三醋酯纤维的混纺产品。

10.2 原理

用苯甲醇把醋酯纤维从已知干重的试样中溶解,把不溶纤维洗涤、烘干、冷却、称重,计算出组分含量百分率。

10.3 试剂

10.3.1 苯甲醇。

10.3.2 乙醚。

10.4 仪器

10.4.1 有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

10.4.2 机械振荡器。

10.4.3 恒温水浴锅:保持烧瓶温度为 $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 。

10.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100mL 苯甲醇,盖上瓶塞,放在振荡器上剧烈振动,然后放在恒温水浴中,保持温度 $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$,在此温度下振荡烧瓶 $20\text{min} \pm 1\text{min}$ 。用已知重量玻璃砂芯坩埚过滤,不溶纤维留在烧瓶内,加入 100mL 新鲜苯甲醇于三角烧瓶中,在 $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 振荡 $20\text{min} \pm 1\text{min}$,用同一玻璃砂芯坩埚过滤,不溶纤维留在烧瓶内,再加入 100mL 苯甲醇,重复上述操作,最后,把溶液和不溶纤维倒入同一玻璃砂芯坩埚。用 $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ 的苯甲醇洗涤不溶纤维,真空抽吸排液。再把纤维从玻璃砂芯坩埚转移至烧瓶内,用乙醚重复冲洗三次,并把不溶纤维移入玻璃砂芯坩埚,将其按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

10.6 结果的计算

按 4.5 所述计算,三醋酯纤维的 d 值为 1.00。

10.7 精确度

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

11 三醋酸纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——二氯甲烷法

11.1 应用范围

本法适用于已除去非纤维物质的三醋酸纤维与羊毛、再生蛋白纤维、棉(经煮炼或漂白)、粘胶、铜氨纤维、高湿模量纤维、聚酰胺纤维、聚酯纤维、聚丙烯腈纤维和玻璃纤维的混纺产品。

本法仅适用由于经过整理而导致部分水解的三醋酸纤维。

11.2 原理

用二氯甲烷把三醋酸纤维从已知干重的试样中溶解,把不溶纤维清洗、烘干、冷却、称重,计算出各组分含量百分率。

11.3 试剂:二氯甲烷。

注:此试剂有毒,使用时应采取完善的保护措施。

11.4 仪器:有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

11.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试样放入三角烧瓶(11.4)中,每克试样加 100mL 二氯甲烷(11.3),盖紧瓶塞,摇动烧瓶以浸湿试样,在室温放置 30min,每隔 10min 摇动一次,用已知干重的玻璃砂芯坩埚过滤,不溶纤维留在烧瓶内,加入 60mL 二氯甲烷(11.3),用手摇动将烧瓶中不溶纤维移入玻璃砂芯坩埚中,用少量二氯甲烷洗涤烧瓶,真空抽吸排液,再用二氯甲烷加满玻璃砂芯坩埚,靠重力排液,然后用真空抽吸排液,将玻璃砂芯坩埚及不溶纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

11.6 结果的计算

按 4.5 所述计算,聚酯纤维 d 值为 1.01 其他纤维 d 值为 1.00。

11.7 精确度

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

12 纤维素纤维和聚酯纤维混纺产品的含量分析——75%(m/m)硫酸法

12.1 应用范围

本法适用于除去非纤维物质后的天然和再生纤维素纤维和聚酯纤维的混纺产品。

12.2 原理

用 75%(m/m)硫酸把纤维素纤维从已知干重的试样中溶解,把不溶纤维清洗、烘干、冷却、称重,计算出各组分含量百分率。

12.3 试剂

12.3.1 75%(m/m)硫酸:1000mL 浓硫酸(密度 1.84g/mL)慢慢加入到 570mL 水中。硫酸浓度在 73%~77%(m/m)范围。

12.3.2 稀氨溶液:80mL 浓氨水(密度 0.880g/mL)用水稀释至 1L。

12.4 仪器

12.4.1 有塞三角烧瓶,容量不小于 500mL。

12.4.2 加热设备,能保持烧瓶温度为 $50\text{C} \pm 5\text{C}$ 。

12.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 200mL 硫酸(12.3.1),盖紧瓶塞,摇动烧瓶使试样浸湿,将烧瓶保持 $50\text{C} \pm 5\text{C}$ 1h,每隔 10min 摇动 1 次,用已知干重的玻璃砂芯坩埚过滤,把不溶纤维也移入玻璃砂芯坩埚,用少量硫酸溶液(12.3.1)洗涤烧瓶。真空抽吸排液,再用硫酸(12.3.1)倒满玻璃砂芯坩埚,靠重力排液,或放置 1min 用真空抽吸排液,再用冷水连续洗数次,用稀氨水(12.3.2)洗 2 次,然后用冷水充分洗涤,每次洗液先靠重力排液,再真空抽吸排液,最后把玻璃砂芯坩埚及不溶纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

12.6 结果的计算

按 4.5 所述计算,聚酯纤维 d 值为 1.00。

12.7 精确度

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

13 聚丙烯腈纤维、变性聚丙烯腈纤维、含氯纤维与其他纤维混纺产品的含量分析——二甲基甲酰胺法

13.1 应用范围

本法适用于除去非纤维物质的聚丙烯腈纤维、变性聚丙烯腈纤维、含氯纤维与下列纤维的混纺产品:动物纤维、棉(已煮炼或漂白)、粘胶、铜氨纤维、高湿模量纤维、苧麻纤维、聚酰胺纤维、聚酯纤维或玻璃纤维等。此法同样也可用于金属络合染料染色过的聚丙烯腈、变性聚丙烯腈纤维,而不能用于用后络媒染料染色过的聚丙烯腈纤维。

13.2 原理

用二甲基甲酰胺把聚丙烯腈纤维、变性聚丙烯腈纤维或含氯纤维从已知干重的试样中溶解,把不溶纤维清洗烘干、冷却、称重,计算出各组分的含量百分率。

13.3 试剂

二甲基甲酰胺,沸点为 $152\sim 154^{\circ}\text{C}$ 。

注:试剂有毒,使用时应采取完善的保护措施。

13.4 仪器设备

13.4.1 有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

13.4.2 加热设备,能保持烧瓶温度 $90\sim 95^{\circ}\text{C}$ 范围。

13.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 80mL 二甲基甲酰胺(13.3),盖紧瓶塞,摇动烧瓶浸湿试样,于 $90\sim 95^{\circ}\text{C}$ 保温 1h,在此期间用手轻轻摇动 5 次。用玻璃砂芯坩埚过滤,不溶纤维留在烧瓶中,加入 60mL 二甲基甲酰胺,在 $90\sim 95^{\circ}\text{C}$ 保温 30min,用手轻轻摇动 2 次,把不溶纤维移入玻璃砂芯坩埚中,用水洗烧瓶,真空抽吸排液,然后二次用水注满玻璃砂芯坩埚,先靠重力排液,后用真空抽吸排液。

如果不溶纤维是聚酰胺或聚酯纤维,则可把玻璃砂芯坩埚和不溶纤维烘干、冷却、称重。如果不溶纤维是动物纤维、棉、粘胶、苧麻、铜氨纤维或高湿模量纤维,则需用镊子把它移到烧瓶中,加 160mL 水,在室温下放置 5min,不时用力摇动烧瓶,液体倒入玻璃砂芯坩埚排液,重复水洗 3 次以上,最后一次洗后,用真空抽吸排液,把不溶纤维全部移入玻璃砂芯坩埚,用水洗烧瓶,真空抽吸,把玻璃砂芯坩埚及纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

13.6 结果的计算

按 4.5 所述计算,丝的 d 值为 1.00,其他纤维 d 值均为 1.01。

13.7 精确度

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

14 含氯纤维和其他纤维混纺产品的含量分析——二硫化碳/丙酮法

14.1 应用范围

本法适用于除去非纤维物质的含氯纤维(无论是后氯化与否)和羊毛、丝、棉、粘胶、铜氨、高湿模量纤维、聚酰胺、聚酯、聚丙烯腈、玻璃纤维等混纺,当其中羊毛或丝的含量超过 25%时,应用第 6 章所述方法测试。当聚酰胺 6、聚酰胺 66 的含量超过 25%时,应用第 8 章所述方法进行测试。

14.2 原理

用二硫化碳和丙酮的共沸混合物把含氯纤维从已知干重的试样中溶解,将不溶纤维清洗、烘干、冷却、称重,计算出各组分含量的百分率。

14.3 试剂

14.3.1 二硫化碳和丙酮的共沸混合物:555mL 二硫化碳和 445mL 丙酮混合。

注:试剂有毒,使用时应注意采取完善的保护措施。

14.3.2 乙醇(92%)或甲醇。

14.4 仪器

14.4.1 有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

14.4.2 机械振荡器。

14.4.3 表面皿。

14.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试剂放入三角烧瓶中,每克试样加入 100mL 二硫化碳/丙酮试剂(14.3.1),紧紧盖上瓶塞,在振荡器上振荡 20min(为了释放瓶中压力,在开始时,松开 1~2 次瓶塞),用已知干重的玻璃砂芯坩埚过滤,不溶纤维留在烧瓶内,再用 100mL 试剂(14.3.1)多次重复上述操作,直至取出一滴萃取液于表面皿上,待蒸发后没有留下含氯纤维的痕迹为止。将不溶纤维从烧瓶移入坩埚中,用试剂(14.3.1)冲洗,然后用乙醇(14.3.2)洗 3 次,用水洗 3 次,每次洗液先靠重力排液,后用真空抽吸排液,把玻璃砂芯坩埚及不溶纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

注:如含氯纤维的含量较高时,在烘干过程中试样可能收缩很大,会延缓含氯纤维的溶解速度,但不影响最终结果。

14.6 结果的计算

按 4.5 所述计算,不溶纤维的 d 值为 1.00。

14.7 精确度

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

15 醋酯纤维和含氯纤维混纺产品的含量分析——冰乙酸法

15.1 应用范围

本法适用于除去非纤维物质的醋酯纤维和含氯纤维或后氯化的含氯纤维的混纺产品。

15.2 原理

用冰乙酸把醋酯纤维从已知干重的试样中溶解,把不溶纤维清洗、烘干、冷却、称重,计算出各组分含量的百分率。

15.3 试剂

冰乙酸。

注:试剂有害,在使用时应注意采取妥善的保护措施。

15.4 仪器

15.4.1 有塞三角烧瓶,容量不小于 200mL。

15.4.2 机械振荡器。

15.5 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,然后把试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100mL 冰乙酸(15.3),盖上瓶塞,在振荡器上振荡 20min,用已知干重的玻璃砂芯坩埚过滤,把不溶纤维留在烧瓶内,用 100mL 冰乙酸重复上述操作,共萃取三次,把不溶纤维移入玻璃砂芯坩埚,先重力排液 2min,再用真空抽吸排液,将玻璃砂芯坩埚及不溶纤维按 4.4.1 烘干、冷却、称重。

15.6 结果的计算

按 4.5 所述计算,含氯纤维 d 值为 1.00。

15.7 精确度

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

16 黄麻和动物纤维混纺产品的含量分析——含氮量测定法

16.1 应用范围

本法适用于除去非纤维物质后的黄麻和动物纤维的混纺产品,其中动物纤维可以是羊毛或其他动物纤维中的一种,也可以是二者混合。本法不适用于带有含氮的染料和整理剂的混纺产品。

16.2 原理

通过对试样的含氮量测量,以及从二种组分已知的理论含氮量计算出各组分的含量百分率。

16.3 试剂

16.3.1 甲苯。

16.3.2 甲醇。

16.3.3 硫酸,密度为 1.84g/mL(不含有氮)。

16.3.4 硫酸钾(不含有氮)。

16.3.5 二氧化硒(不含有氮)。

16.3.6 氢氧化钠溶液(400g/L):把 400g 氢氧化钠溶于 500mL 水中,待冷后用水稀释到 1L。

16.3.7 混合指示剂:0.1g 甲基红溶于 95mL 乙醇和 5mL 水中,另取 0.5g 溴甲酚绿溶解于 475mL 乙醇和 25mL 水中。然后将二种溶液混和。

16.3.8 硼酸溶液:20g 硼酸溶于 1L 水中。

16.3.9 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.02\text{mol/L}$ 。

16.4 仪器

16.4.1 凯氏分解烧瓶,容量为 200~300mL。

16.4.2 凯氏蒸馏设备(有蒸汽喷射)。

16.4.3 滴定管,精确度为 0.05mL。

16.4.4 容量瓶,容量为 200mL。

16.4.5 三角烧瓶,容量为 100mL。

16.5 试样预处理

把在空气中干燥的样品放入索氏萃取器中,用 1 体积的甲苯和 3 体积的甲醇的混和溶剂萃取 4h,每小时至少循环 5 次,样品中的溶剂在空气中挥发,最后的微量溶剂可在 $105^\circ\text{C}\pm 3^\circ\text{C}$ 烘箱中除去,然后用沸水萃取(每克样品 50mL 水)回流 30min,过滤。把样品放回烧瓶,用水重复萃取、过滤、挤干,真空抽吸或离心脱水除去样品上多余的水分,然后在空气中晾干。

注:甲苯和甲醇有毒,使用时应采取完善的保护措施。

16.6 试验步骤

按 4.4.2 所述进行,取 1g 预处理的样品,放在称量瓶中,在烘箱中烘干、冷却、称重,把试样移入干燥的凯氏分解烧瓶中,立即称出称量瓶重量,从差值求得试样的干重。

把下列试剂依次放入凯氏分解烧瓶中:2.5g 硫酸钾(16.3.4),0.1~0.2g 二氧化硒(16.3.5),10mL 硫酸溶液(16.3.3),慢慢地加热烧瓶,待所有的纤维被破坏后,再猛烈加热直至溶液变成清澈,几乎无色时,再继续加热 15min,让烧瓶冷却,小心地加入 10~20mL 水冷却,将溶液定量地移入 200mL 容量瓶中,加水稀释至刻度成煮解溶液。

在 100mL 三角烧瓶中,加入 20mL 硼酸溶液(16.3.8),将其放在凯氏蒸馏设备的冷凝器下,使接收管插于硼酸液面下,精确地吸取 10mL 煮解溶液于蒸馏烧瓶中,把多于 5mL 的氢氧化钠溶液(16.3.6)加入分液漏斗中,轻轻转动活塞,让氢氧化钠溶液慢慢地流入烧瓶,如煮解液和氢氧化钠溶液分成二层,则轻轻地摇动使其混匀,慢慢加热蒸馏烧瓶,并通入来自蒸汽发生器的蒸汽,收集蒸馏液约 20mL,放低接收瓶,使接收管端露出液面 20mm,再蒸馏 1min,用水冲洗接收管端,把洗下的液体放入接收瓶中,移