



中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T 01136—2016

纺织品 定量化学分析 碳纤维与某些其他纤维的混合物

Textiles—Quantitative chemical analysis—
Mixtures of carbon fibre and certain other fibres

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

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基础标准分会(SAC/TC 209/SC 1)归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、中纺标(北京)检验认证中心有限公司、广东省揭阳市质量计量监督检测所。

本标准主要起草人：赵洁、刘敏华、斯颖、蔡佳仕、江创生、隋阳华、刘明、俞洁、洪炳财。

纺织品 定量化学分析

碳纤维与某些其他纤维的混合物

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的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了碳纤维与其他纤维二组分混合物的定量化学分析方法。

本标准适用于碳纤维与纤维素纤维(棉,亚麻,粘胶纤维等)、蛋白质纤维(桑蚕丝,羊毛等)、合成纤维(聚酰胺纤维、聚酯纤维、聚丙烯腈纤维、芳纶 1313、芳纶 1414)的二组分混合物。

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 样品前处理

将试样放在索氏萃取器内,用丙酮萃取 3 h,每小时至少循环 6 次。停止加热后,立即将试样转移至不低于 80 ℃热水中浸泡 3 min,轻微搅拌,浴比为 50:1。再依次用热水和冷水冲洗干净后,干燥。

4 碳纤维与纤维素纤维的二组分混合物(75%硫酸法)

4.1 原理

用 75%(质量分数)硫酸溶液在规定条件下溶解纤维素纤维,收集残留物,清洗、烘干和称重;用修正后的质量计算碳纤维占其混合物干燥质量的百分率,由差值得出纤维素纤维的百分含量。

4.2 试剂

使用 GB/T 2910.1 和本标准 4.2.1 和 4.2.2 规定的试剂。

4.2.1 75%(质量分数)硫酸溶液

取浓硫酸 1 000 mL(20 ℃时密度 $\rho=1.84$ g/mL),缓慢加入到 570 mL 水中,冷却至室温。硫酸溶液浓度范围允许在 73%~77%(质量分数)之间。

4.2.2 稀氨水溶液

取 80 mL 浓氨水(密度 $\rho=0.880$ g/mL),用水稀释至 1 L。

4.3 设备

使用 GB/T 2910.1 和本标准 4.3.1 和 4.3.2 规定的设备。

4.3.1 具塞三角烧瓶,容量不少于 500 mL。

4.3.2 加热设备,可以保持温度在 $(50\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。

4.4 试验步骤

把准备好的试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 200 mL 硫酸溶液(4.2.1),盖上瓶塞,振荡烧瓶将试样充分润湿后,将烧瓶保持 $(50\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 放置 1 h,每隔 10 min 振荡一次。用已知干燥质量的玻璃砂芯坩埚过滤,用少量硫酸(4.2.1)将剩余纤维洗涤到玻璃坩埚中,真空抽吸排液,再依次用水清洗、稀氨水(4.2.2)中和,然后用水连续清洗不溶纤维。每次洗涤先重力排液再抽吸排液。

最后,将坩埚和剩余纤维烘干,冷却,称重。

4.5 结果的计算和表示

结果的计算和表示按 GB/T 2910.1 规定。碳纤维的 d 值为 1.00。

5 碳纤维与蛋白质纤维(羊毛,桑蚕丝等)的二组分混合物(次氯酸钠法)

5.1 原理

用次氯酸钠溶液在规定条件下溶解蛋白质纤维,收集残留物,清洗、烘干和称重;用修正后的质量计算碳纤维占其混合物干燥质量的百分率,由差值得出蛋白质纤维的百分含量。

5.2 试剂

使用 GB/T 2910.1 和本标准 5.2.1 和 5.2.2 规定的试剂。

5.2.1 次氯酸钠溶液

在 1.0 mol/L 的次氯酸钠溶液中加入氢氧化钠,使其含量为 $(5\pm 0.5)\text{g/L}$ 。此溶液可用碘量法滴定,使其浓度在 0.9 mol/L~1.1 mol/L。

5.2.2 稀乙酸溶液

取 5 mL 的冰乙酸,用水稀释至 1 L。

5.3 设备

使用 GB/T 2910.1 和本标准 5.3.1 和 5.3.2 规定的设备。

5.3.1 具塞三角烧瓶,容量为 250 mL。

5.3.2 振荡装置。

5.4 试验步骤

将准备好的试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100 mL 次氯酸钠溶液(5.2.1),经充分润湿后,在室温下剧烈振荡 40 min。用已知干燥质量的玻璃砂芯坩埚过滤,用少量次氯酸钠溶液将剩余纤维洗涤到玻璃坩埚中,真空抽吸排液,再依次用水清洗、稀乙酸溶液(5.2.2)中和,然后用水连续清洗不溶纤维。每次洗涤先重力排液再抽吸排液。

最后,将坩埚和剩余纤维烘干,冷却,称重。

5.5 结果的计算和表示

结果的计算和表示按 GB/T 2910.1 规定。碳纤维的 d 值为 1.00。

6 碳纤维与聚酰胺纤维的二组分混合物（甲酸法）

6.1 原理

用甲酸溶液在规定条件下溶解聚酰胺纤维,收集残留物,清洗、烘干和称重,用修正后的质量计算碳纤维占其混合物干燥质量的百分率,由差值得出聚酰胺纤维的百分含量。

6.2 试剂

使用 GB/T 2910.1 和本标准 6.2.1 和 6.2.2 规定的试剂。

6.2.1 80%(质量分数)甲酸溶液($\rho = 1.19 \text{ g/mL}$)

将 880 mL 的 90%(质量分数)甲酸($\rho = 1.20 \text{ g/mL}$)用水稀释至 1 L;也可用 780 mL 的 98%~100%(质量分数)甲酸($\rho = 1.22 \text{ g/mL}$)用水稀释至 1 L。

甲酸溶液的浓度应在 77%~83%(质量分数)范围内。

注:80%(质量分数)甲酸溶液 $\rho = 1.186 \text{ g/mL}$ 。

6.2.2 稀氨水溶液

取 80 mL 浓氨水($\rho = 0.88 \text{ g/mL}$),用水稀释至 1 L。

6.3 仪器

使用 GB/T 2910.1 规定的和以下设备:

具塞三角烧瓶,容量为 250 mL。

6.4 试验步骤

将准备好的试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100 mL 甲酸溶液(6.2.1),盖上瓶塞,振荡烧瓶将试样充分润湿,在室温下放置 15 min,并不时摇动。用已知干燥质量的玻璃砂芯坩埚过滤,用少量甲酸溶液将残留物洗涤到玻璃坩埚中,真空抽吸排液,再依次用甲酸溶液(6.2.1)、热水清洗残留物,再经稀氨水(6.2.2)中和,然后用水连续清洗不溶纤维。每次洗涤先重力排液再抽吸排液。

最后,将坩埚和剩余纤维烘干,冷却,称重。

6.5 结果的计算和表示

结果的计算和表示按 GB/T 2910.1 规定。碳纤维的 d 值为 1.00。

7 碳纤维与聚酯纤维、聚丙烯腈纤维和芳纶 1313 的二组分混合物（浓硫酸法）

7.1 原理

用浓硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)溶液在规定条件下溶解聚酯纤维、聚丙烯腈纤维、芳纶 1313,收集残留物,清洗、烘干和称重;用修正后的质量计算碳纤维占混合物干燥质量的百分率,由差值得出聚酯纤维、聚丙烯腈纤维和芳纶 1313 的百分含量。

7.2 试剂

使用 GB/T 2910.1 和本标准 7.2.1、7.2.2 和 7.2.3 规定的试剂。

7.2.1 浓硫酸($\rho = 1.84 \text{ g/mL}$)

7.2.2 50%(质量分数)硫酸溶液

取浓硫酸 400 mL(20 ℃时 $\rho = 1.84 \text{ g/mL}$),缓慢加入到 500 mL 水中,冷却至室温,用水稀释至 1 L。

7.2.3 稀氨水溶液

将 80 mL 浓氨水($\rho = 0.880 \text{ g/mL}$)加水稀释至 1 L。

7.3 仪器

使用 GB/T 2910.1 和本标准 7.3.1 和 7.3.2 规定的设备。

7.3.1 烧杯,容量为 250 mL。

7.3.2 平头玻璃棒。

7.4 试验步骤

将准备好的试样放入烧杯中,每克试样加入 50 mL 浓硫酸(7.2.1),在室温下放置 10 min,并不断用平头玻璃棒搅拌试样。溶解织物时,可用玻璃棒将其轻压在瓶壁上,以利于去除溶解物。用已知干重的玻璃砂芯坩埚过滤溶液。在烧杯中重新加入 50 mL 浓硫酸(7.2.1),重复以上操作。将烧杯中的残留物倒入玻璃砂芯坩埚内,转移纤维残留物时用玻璃棒辅助。如有必要,加少量浓硫酸(7.2.1)洗掉附着在瓶壁上的纤维。倒空或换掉抽滤瓶后,依次用 50%硫酸溶液(7.2.2)、水清洗,再经稀氨水(7.2.3)中和,然后用水连续清洗不溶纤维。每次洗涤先重力排液再抽吸排液。

最后,将坩埚和剩余纤维烘干,冷却,称重。

7.5 结果的计算和表示

结果的计算和表示按 GB/T 2910.1 规定。碳纤维的 d 值为 1.00。

8 碳纤维与芳纶 1414 的二组分混合物(加热次氯酸钠法)

8.1 原理

用加热次氯酸钠溶液在规定条件下溶解芳纶 1414,收集残留物,清洗、烘干和称重;用修正后的质量计算碳纤维占其混合物干燥质量的百分率,由差值得出芳纶 1414 的百分含量。

8.2 试剂

使用 GB/T 2910.1 和本标准 8.2.1 和 8.2.2 规定的试剂。

8.2.1 次氯酸钠溶液

在 1.0 mol/L 的次氯酸钠溶液中加入氢氧化钠,使其含量为 $5 \text{ g/L} \pm 0.5 \text{ g/L}$ 。此溶液可用碘量法滴定,使其浓度在 $0.9 \text{ mol/L} \sim 1.1 \text{ mol/L}$ 。

8.2.2 稀乙酸溶液

取 5 mL 的冰乙酸,用水稀释至 1 L。

8.3 设备

使用 GB/T 2910.1 和本标准 8.3.1 和 8.3.2 规定的设备。

8.3.1 具塞三角烧瓶,容量为 250 mL。

8.3.2 加热装置。

8.4 试验步骤

把准备好的试样放入烧瓶中,每克试样加入 150 mL 的次氯酸钠溶液(8.2.1),振荡烧瓶使试样充分润湿,盖上表面皿,放在加热装置(8.3.2)上,待溶液沸腾开始计时 30 min,期间用玻璃棒轻轻搅拌使纤维浸入溶液中,关闭加热装置(8.3.2)。待冷却后,用已知干燥质量的玻璃砂芯坩埚过滤,用次氯酸钠溶液(8.2.1)将残留物清洗到坩埚中。真空抽吸排液,再依次用水清洗,用稀乙酸溶液(8.2.2)中和,然后用水连续清洗不溶纤维。每次洗涤先重力排液再抽吸排液。

最后,将坩埚和剩余纤维烘干、冷却、称重。

8.5 结果的计算和表示

结果的计算和表示按 GB/T 2910.1 规定。碳纤维的 d 值为 1.01。

9 精密度

对均匀的纺织材料混合物,在 95%置信水平下,本方法测试结果的置信界限不超过 ± 1 。

10 试验报告

试验报告的要求按 GB/T 2910.1 规定。
