



中华人民共和国纺织行业标准

FZ/T 50043—2018

聚丙烯腈基碳纤维原丝 含油率试验方法

PAN-Based carbon fiber precursors—Test method for oil content

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

中 华 人 民 共 和 国 纺 织
行 业 标 准
聚丙烯腈基碳纤维原丝 含油率试验方法
FZ/T 50043—2018

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2019年3月第一版

*

书号: 155066 • 2-33656

版权专有 侵权必究

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。

本标准由上海市纺织工业技术监督所归口。

本标准起草单位：中国科学院宁波材料技术与工程研究所、吉林化纤集团有限责任公司、上海市纺织工业技术监督所、纺织化纤产品开发中心、上海纺织集团检测标准有限公司。

本标准主要起草人：李德宏、支建海、宋德武、李红杰、李德利、陶志强、王辉。

聚丙烯腈基碳纤维原丝 含油率试验方法

1 范围

本标准规定了聚丙烯腈基碳纤维原丝含油率的试验方法。

本标准适用于聚丙烯腈基碳纤维原丝,其他纤维可参照执行。

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 3291.1 纺织 纺织材料性能和试验术语 第1部分:纤维和纱线

GB/T 3291.3 纺织 纺织材料性能和试验术语 第3部分:通用

GB/T 4146(所有部分) 纺织品 化学纤维

GB/T 6502 化学纤维 长丝取样方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

GB/T 3291.1、GB/T 3291.3、GB/T 4146(所有部分)界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

利用油剂能溶解于特定溶剂的性质,通过索氏提取器用特定溶剂把油剂从纤维表面萃取出来,溶剂蒸发后,称取残留的油剂,油剂与纤维试样质量百分比即为含油率。

5 仪器、器具及试剂

5.1 索氏抽提器:推荐冷凝管高度(h)为240 mm,抽提管直径(d)为37 mm、长度(l)为80 mm,蒸馏烧瓶容积为150 mL。

5.2 铝箔盘:推荐为100 mL。

5.3 恒温水浴锅:室温~100℃。

5.4 烘箱:能保持温度(105 ± 3)℃。

5.5 干燥器。

5.6 天平:最小分度值为0.1 mg。

5.7 不锈钢镊子。

5.8 溶剂:分析纯,推荐:甲醇/氯仿(体积比1:2)。

6 试样制备

按照GB/T 6502中的绞丝法取两个试样,单个试样取样量约为5 g,精确至0.01 g,记为 m_1 。

7 试验步骤

7.1 称取一洁净干燥的铝箔盘或蒸馏瓶,精确到 0.1 mg,记为 m_2 。

7.2 将试样装入抽提管,并插入抽提器内。连接抽提器,将大约 75 mL 溶剂从抽提器的上部倒入并溢出至烧瓶内。

7.3 加热水浴锅,回流次数为 6 次/h~8 次/h,回流 2.5 h。冷却仪器,用镊子把试样与抽提管内溶剂尽量挤回入蒸馏烧瓶。

7.4 将蒸馏烧瓶中的溶液倒入铝箔盘,再用少量溶剂将蒸馏烧瓶内壁全部清洗一遍,清洗液倒入铝箔盘中,共清洗 3 次~4 次,将铝箔盘内溶剂蒸发至残余溶剂近干或将蒸馏烧瓶内的溶剂在水浴上蒸发至残余溶剂近干。

7.5 铝箔盘或蒸馏瓶在烘箱内 $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ 干燥 60 min,干燥器内冷却 10 min 后称重,直至恒重,记录为 m_3 。

注:采用蒸馏烧瓶作为称量容器时,在称量蒸馏烧瓶时,环境温度和湿度宜保持稳定,并快速完成称量。

8 结果计算

含油率按式(1)计算:

$$Q = \frac{m_2 - m_3}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

Q —— 含油率;

m_2 —— 铝箔盘与油剂的质量(或者蒸馏瓶与油剂质量),单位为克(g);

m_3 —— 铝箔盘的质量(或者蒸馏瓶的质量),单位为克(g);

m_1 —— 试样的质量,单位为克(g)。

计算结果以两次平行样测试值的平均值表示,按照 GB/T 8170 修约到两位小数。

两次平行样测试值相对允差 $\leq 10\%$ 。

9 试验报告

试验报告内容包括:

- a) 试样名称和来源;
- b) 采用本标准;
- c) 测试结果,包括涉及“结果计算”一章的内容,当测试结果在未检出时,报告结果以小于最低检测限报出;
- d) 与基本步骤的差异;
- e) 观察到的异常现象;
- f) 试验日期及操作者。

附 录 A
(规范性附录)
红外光谱法

A.1 原理

在室温下用特定溶剂萃取纤维中的油剂,用红外光谱仪在波数 $4\,500\text{ cm}^{-1}\sim 2\,400\text{ cm}^{-1}$ 间进行扫描,测定萃取液在特征峰处的吸光度,由标准曲线换算出含油率。

A.2 仪器、器具及试剂

A.2.1 傅里叶红外光谱仪。

A.2.2 10 mm 吸收池。

A.2.3 振荡器。

A.2.4 天平:最小分度值为 1 mg。

A.2.5 磨口试剂瓶:30 mL。

A.2.6 烧杯。

A.2.7 容量瓶:100 mL、250 mL。

A.2.8 溶剂(分析纯),常用四氯化碳。

A.3 含油标准曲线的绘制

A.3.1 用一空的洁净、干燥的小烧杯,称取纯油剂共 $(0.625\,0\pm 0.000\,2)\text{g}$;若油剂为复合油剂,则要将油剂烘到恒重(或若浓度较高,可直接扣除水分),称取 $(0.625\,0\pm 0.000\,2)\text{g}$ 。若油剂为单组分油剂混合而成,则按照油剂配比称样。

A.3.2 用溶剂将油剂溶解,定量转移至 250 mL 容量瓶中,定容混匀,称为 A 溶液。

A.3.3 分别移取 1 mL、2 mL、4 mL、6 mL、8 mL、10 mL、12 mL、15 mL A 溶液于 100 mL 的容量瓶中,用溶剂定容混匀。

A.3.4 取 A.3.3 定容后的溶液,分别测其在特征峰处的吸光度,绘制以吸光度为横坐标、以油剂质量为纵坐标的标准曲线。

注:用溶剂溶解油剂时,可用水浴加热促溶。

A.4 试验步骤

A.4.1 从试验室试验样品中随机、均匀地取出 5 g 样品,如样品为丝束剪成 3 cm~5 cm 长的小段,手工开松混匀。

A.4.2 用天平称取 $(0.5\pm 0.002)\text{g}$ 纤维,称好后移入 30 mL 磨口试剂瓶中。

A.4.3 加入 $(15\pm 0.5)\text{mL}$ 溶剂,旋紧瓶塞,放在振荡器上,振荡 15 min。

A.4.4 以溶剂为参比,测定样品在特征峰处的吸光度 A 。

A.4.5 从油剂标准曲线直接读出试样中油剂质量 m_1 或用 K 、 A 值计算油剂质量 m_1 ,用式(A.1)计算纤维含油率。

FZ/T 50043—2018

A.4.6 化验过程产生的废液要设专桶盛装,定期送污水处理,禁止倒入下水道。

A.5 计算

含油率按式(A.1)计算:

$$Q = \frac{K \times A \times 10^{-3}}{m} \times 100\% = \frac{m_1 \times 10^{-3}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

Q ——含油率;

K ——工作曲线斜率,单位为毫克(mg);

A ——样品的吸光度;

m ——试样质量,单位为克(g);

m_1 ——油剂质量,单位为毫克(mg)。

计算结果以两次平行样测试值的平均值表示,按照 GB/T 8170 修约到两位小数。

两次平行样测试值相对允差 $\leq 10\%$ 。



FZ/T 50043-2018

版权专有 侵权必究

*

书号:155066 · 2-33656