



中华人民共和国国家标准

GB/T 6504—2017
代替 GB/T 6504—2008

化学纤维 含油率试验方法

Man-made fiber—Test method for oil content

2017-12-29 发布

2018-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 6504—2008《化学纤维 含油率试验方法》，与 GB/T 6504—2008 相比，主要技术变化如下：

- 范围中将纤维素纤维明确为再生纤维素纤维(粘胶)，并增加其他种类化学纤维可参照使用的表述(见第 1 章，2008 版第 1 章)；
- 在方法 A 萃取法中明确了蒸馏烧瓶的体积为 150 mL(见 5.1.4，2008 版 5.1.3)；
- 方法 A 萃取法不再测试纤维的含水率，直接通过称量萃取后干纤维的质量计算含油率(见 5.1.6，2008 版 5.1.5)；
- 方法 B 皂洗法，明确提出不适用于锦纶 6 长丝、氨纶长丝(见 5.2.1，2008 版 5.2.1)；
- 增加了附录 C 快速挤压法。

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：中国石化仪征化纤有限责任公司、上海市纺织工业技术监督所、江阴市纤维检验所、上海纺织集团检测标准有限公司、广东新会美达锦纶股份有限公司、荣盛石化股份有限公司、新凤鸣集团股份有限公司、苏州龙杰特种纤维股份有限公司、义乌华鼎锦纶股份有限公司、浙江恒逸高新材料有限公司、桐昆集团浙江恒通化纤有限公司、海盐海利环保纤维有限公司、浙江古纤道新材料股份有限公司、神马实业股份有限公司、上海华峰超纤材料股份有限公司、唐山三友集团兴达化纤有限公司、内蒙古双欣环保材料股份有限公司、山东银鹰化纤有限公司、威海德瑞合成纤维有限公司、中国化学纤维工业协会、杭州贝斯特化纤有限公司。

本标准主要起草人：何蓉、龚柳柳、李红杰、陆永良、罗文婷、石宇君、郭成越、季文艺、关乐、张守运、李强、张玉勤、陈浩、杨志超、李晓辉、段伟东、杨爱中、徐勇彪、范宗芳、王明芳、万蕾、魏燕琼、何泽涵。

本标准所代替标准的历史版本发布情况为：

- GB/T 14340—1993；
- GB/T 6504—1986、GB/T 6504—2001、GB/T 6504—2008。

化学纤维 含油率试验方法

警示——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的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

使用本标准规定的溶剂,应仔细阅读物质安全资料表(MSDS)。

1 范围

本标准规定了化学纤维含油率的试验方法:萃取法(方法 A)、中性皂液洗涤法(方法 B)、光折射率法(附录 A)、核磁共振法(附录 B)、快速挤压法(附录 C)。

本标准适用于聚酯(涤纶)、聚酰胺(锦纶)、聚丙烯腈(腈纶)、聚丙烯(丙纶)、聚乙烯醇缩甲醛(维纶)、再生纤维素纤维(粘胶)化学纤维,其他种类化学纤维可参照使用。

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 3921 纺织品 色牢度试验 耐皂洗色牢度

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 6503 化学纤维 回潮率试验方法

GB/T 14334 化学纤维 短纤维取样方法

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 取样规则

样品的抽取,按照下列要求执行,不要抽取在运输途中以外受潮、污染、擦伤或包装已经打开的包装件:

——散件实验室样品和试样按需取出,不得低于 50 g;

——短纤维批量样品中实验室样品和试样抽取按 GB/T 14334 规定,长丝批量样品中实验室样品和试样抽取按 GB/T 6502 规定。

5 试验方法

5.1 方法 A——萃取法(仲裁试验方法)

5.1.1 通则

当萃取剂或者萃取方法不适用于某种纤维或某类油剂时,应修改试验步骤。任何的修改应在试验

报告中表述。

在称量蒸馏烧瓶、纤维的质量时,环境温度和湿度宜保持稳定,并快速完成称量。对低含油率的试样尤其重要。

5.1.2 原理

利用油剂能溶解于特定有机溶剂的性质,将适当的有机溶剂通过脂肪抽出器把试样中的油剂萃取出来,蒸发溶剂,称量残留油剂的质量及处理后的纤维质量,计算得到试样的含油率。

5.1.3 试剂和材料

本方法用到的试剂、材料如下:

——乙醚:分析纯;

注:如果乙醚不适用时,可由相关方商定相应的溶剂。

——定性滤纸:不含脂。

5.1.4 仪器

本方法用到的仪器如下:

——脂肪抽出器:冷凝管高度(h)240 mm,抽出筒直径(d)37 mm、长度(l)80 mm,蒸馏烧瓶:150 mL;

——烘箱:能保持温度(105 ± 3)℃;

——天平:最小分度值 0.1 mg、0.01 g 各一台;

——恒温水浴锅:室温至 100℃;

——称量容器;

——不锈钢镊子;

——干燥器。

5.1.5 试样制备

取 2 个试样,短纤维每份试样称取约 5 g,精确到 0.01 g;长丝合并绕一绞,保证每个卷装都被取到,均匀地剪取:预取向丝、牵伸丝称取约 7 g,精确到 0.01 g,变形丝称取约 4 g,精确到 0.01 g。

5.1.6 试验步骤

5.1.6.1 将蒸馏烧瓶连续重复(105 ± 3)℃的温度下烘干、冷却、称量的操作,直至恒重(即前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%),以后一次称量质量作为最终质量,记录萃取前蒸馏烧瓶烘干质量 m_1 ,精确到 0.1 mg。

5.1.6.2 将 5.1.4 制备的试样,用定性滤纸包成圆柱状,置于脂肪抽出器的抽出筒内(圆柱高度不超过虹吸管最高处),下接已知烘干质量的蒸馏烧瓶,在抽出筒中注入约 1.5 倍脂肪抽出器抽出筒容量的溶剂,装上冷凝管。

5.1.6.3 在恒温水浴锅上安装上述萃取装置,加热水浴锅。调节恒温水浴锅的温度,回流次数控制在每小时 6 次~8 次,总回流时间不少于 2 h。

5.1.6.4 用镊子从脂肪抽出器的抽出筒中取出试样,用镊子尽可能将试样中的溶剂挤出,取下蒸馏烧瓶,回收溶剂。

5.1.6.5 重新设定恒温水浴锅温度 90℃,将蒸馏烧瓶放置于加热的恒温水浴锅上,在恒温水浴锅上蒸发萃取瓶中残余溶剂近干,取下萃取后的蒸馏烧瓶。

5.1.6.6 将萃取后的纤维连续重复(105 ± 3)℃的温度下烘干、冷却、称量的操作,直至恒重(即前后两次

称量差异不超过后一次称量的 0.05%),以后一次称见质量作为最终质量,记录萃取后纤维的烘干质量 m_2 ,精确到 0.1 mg。

5.1.6.7 将萃取后的蒸馏烧瓶连续重复(105±3)℃的温度下烘干、冷却、称量的操作,直至恒重(即前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%),以后一次称见质量作为最终质量,记录萃取后蒸馏烧瓶烘干质量 m_3 ,精确到 0.1 mg。

5.1.7 结果计算

试样含油率按式(1)计算:

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

式中:

Q ——试样的含油率,%;

m_3 ——萃取后蒸馏烧瓶烘干质量,单位为克(g);

m_1 ——萃取前蒸馏烧瓶烘干质量,单位为克(g);

m_2 ——萃取后纤维烘干质量,单位为克(g)。

试验结果以两个试样的算术平均值表示,两次平行测试的相对差异大于 20%时,重新试验。

5.1.8 数据修约

试验结果修约到小数点后两位。

5.2 方法 B——中性皂液洗涤法

5.2.1 范围

本方法适用于化学纤维长丝含油率的测定。不适用于锦纶 6 长丝、氨纶长丝。

5.2.2 原理

利用皂液与油剂相亲和的性质,在洗涤力的作用下,使试样上的油剂转移到皂液中。根据试样洗涤前后的质量变化,计算试样的含油率。

5.2.3 试剂

本方法用到的试剂如下:

——中性皂片:符合 GB/T 3921 规定;

——实验室用三级水。

5.2.4 仪器和工具

本方法用到的仪器和工具如下:

——试样袋:涤纶长丝制成的网袋(大小够放试样,可以让皂液进入,但透孔不能让样品从网袋中漏出),洗净烘干质量已知,每个试样需要一个;

——称量容器:200 mL~250 mL,质量已知,可装单个试样;

——天平:最小分度值 0.1 mg、0.01 g 各一台;

——烘箱:能保持温度(105±3)℃;

——实验室离心机;

——带加热器的洗槽或超声波洗槽;

——干燥器。

5.2.5 试样制备

同 5.1.5。

5.2.6 试验步骤

5.2.6.1 处理前试样质量的测定

将试样放入试样袋中,称取试样袋(内装试样)的质量,减去已知的试样袋洗净烘干质量,得到洗涤前每个试样的质量 m_1 ,精确到 0.1 mg。

5.2.6.2 洗涤

将试样袋(内装试样)放入内存皂液的洗槽中,浴比至少为 1:25,皂液浓度为 5 g/L。使用带加热器的洗槽时,控制温度为 70℃~75℃,搅动 30 min。再在洗槽中加入 70℃~75℃的水,确保除去所有的泡沫和污垢。使用超声波洗槽时,常温操作。

注:预取向丝采用超声波洗涤。从洗槽中取出试样袋(内装试样),用离心机或挤压方法将水尽可能多地挤出。

5.2.6.3 漂洗

使用带加热器的洗槽时,试样用 80℃~85℃水洗涤两次,每次 5 min,保持试样袋在水中搅动。使用超声波洗槽时,流水漂洗。最后用离心机脱水或绞干。

5.2.6.4 烘干

将脱水后的试样袋(内装试样),分别装入已知烘干质量的密闭的称量容器中。打开盖子,将称量容器和试样,连同放置旁边的盖子,一起放入(105±3)℃的烘箱中,烘干 1 h。打开烘箱迅速盖上称量盒盖放入干燥器,冷却 30 min~45 min 至室温后迅速称量。称量前应瞬时打开盒盖再盖上。连续重复烘干、冷却、称量的操作,直至恒重(即前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%),以后一次称量质量作为最终质量。

5.2.6.5 试样烘干后质量测定

称量容器(内有试样袋和试样)的烘干质量,减去已知烘干质量的称量容器质量和试样袋洗净烘干质量,得到试样洗涤后质量 m_2 ,精确到 0.1 mg。

5.2.6.6 试样含水率的测定

取 2 个试样,每份试样约 5 g,精确到 0.01 g。将试样快速放入称量容器,按 GB/T 6503 测定含水率,取两个试验结果的平均值作为试样含水率 W 。

5.2.7 结果计算

试样含油率按式(2)计算:

$$Q = \frac{m_1(1-W) - m_2}{m_1(1-W)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

Q ——试样的含油率,%;

m_1 ——试样洗涤前质量,单位为克(g);

W ——试样含水率,%;

m_2 ——试样洗涤后质量,单位为克(g)。

试验结果以两个试样的算术平均值表示,两次平行测试的相对差异大于 20%时,重新试验。

5.2.8 数据修约

同 5.1.8。

5.3 光折射率法

附录 A 规定了光折射率法的方法。

5.4 核磁共振法

附录 B 规定了核磁共振法的方法。

5.5 快速挤压法

附录 C 规定了快速挤压法的方法。

6 试验报告

试验报告包括:

- a) 样品的名称和规格;
- b) 被选作批量样品包装件的号码标识;
- c) 采用的试验方法及所有的试验参数;
- d) 实验室样品的含油率测试结果,如果计算标准偏差和变异系数,则应写入报告;
- e) 经协商后对试验步骤的修改提示及其他与本标准不一致的部分;
- f) 观察到的异常现象;
- g) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
光折射率法

A.1 范围

本方法适用于聚酯(涤纶)短纤维含油率的测定。

A.2 原理

利用全反射临界角的测定方法测定未知物质的折光率,定量地分析溶液中的某些成分,检验物质的纯度。

A.3 试剂和材料

本方法用到的试剂如下:

- 乙醚(分析纯)、甲醇(分析纯),或其他试剂;
- 定性滤纸:不含脂;
- 实验室用三级水。

A.4 仪器和工具

本方法用到的仪器和工具如下:

- 折射率仪:附钠光灯;
- 脂肪抽出器:冷凝管高度(h)240 mm,抽出筒直径(d)37 mm、长度(l)80 mm,蒸馏烧瓶150 mL;
- 烘箱:能保持温度 $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$;
- 天平:最小分度值0.1 mg;
- 恒温水浴槽:室温 $\sim 100^\circ\text{C}$;
- 量筒、吸管、不锈钢镊子、一端附有橡皮管的不锈钢丝 d 2.5 mm $\times l$ 150 mm;
- 称量容器和不含脂的定性滤纸、擦镜纸、干燥器。

A.5 试样制备

随机均匀地抽取试样约5 g,精确到0.1 mg。

A.6 试验步骤

A.6.1 工作曲线的制作

A.6.1.1 按所用的油剂,用有效成分[计算如式(A.1)]配成浓度为0.5%、1.0%、1.5%、2.0%、2.5%、3.0%的水溶液。

$$B = 1 - W \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

B ——油剂的有效成分, %;

W ——油剂的含水率, %。

A.6.1.2 在折射率仪上于 30℃测定其折射率对油剂浓度的关系直线,作出相应的折射率和纤维含油率的工作曲线。

A.6.1.3 工作曲线根据油剂的变换需重新制作,原工作曲线如发现有差异时 also 需重新制作。

A.6.2 检测

A.6.2.1 在恒温水浴锅上安装脂肪抽出器,加热水浴锅。

A.6.2.2 试样用定性滤纸包成圆柱状,置于脂肪抽出器的抽出筒内,使之不超过虹吸管最高处,下接已知质量的蒸馏烧瓶,在抽出筒中注入约 1.5 倍脂肪抽出器抽出筒容量的溶剂,装上冷凝管。

A.6.2.3 在恒温水浴锅上安装脂肪抽出器,加热水浴锅。调节恒温水浴锅的温度,回流次数控制在每小时 6 次~8 次,总回流时间不少于 2 h。

A.6.2.4 用镊子从脂肪抽出器的抽出筒中取出试样,用镊子尽可能将试样中的溶剂挤出,取下蒸馏烧瓶,回收溶剂。

A.6.2.5 根据溶剂的沸点重新设定恒温水浴锅的温度,将蒸馏烧瓶放置于加热的恒温水浴锅上,在恒温水浴锅上蒸发萃取瓶中残余溶剂近干,取下萃取后的蒸馏烧瓶。

A.6.2.6 将萃取后的蒸馏烧瓶经连续重复烘干[温度(105±3)℃]、冷却至室温(冷却 30 min~45 min)、称量的操作,直至恒重(即前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%)。

A.6.2.7 用吸管吸取加入 0.5 mL 水于烘干后的蒸馏烧瓶中,用附有橡皮管的不锈钢丝刮下附在瓶内壁的油剂并充分地搅拌溶解,静置 10 min。

A.6.2.8 开启折射率仪,按规定温度校正水在钠光下的折射率。

A.6.2.9 当测试温度恒定在(30±0.1)℃,测试样品的折射率,读取到小数点后第四位。

A.6.2.10 取 2 个试样,每份试样约 5 g,精确到 0.01 g。将试样快速放入称量容器,按 GB/T 6503 测定含水率,取两个试验结果的平均值作为试样含水率 W 。

A.6.2.11 由折射率对纤维含油率的工作曲线中查出相应的油剂浓度 c ,按式(A.2)计算试样的含油率。

A.6.2.12 平行测试两次。

A.7 结果计算

试样的含油率按式(A.2)计算。

$$Q = \frac{0.5c}{m(1-W)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (A.2)$$

式中:

Q ——试样的含油率, %;

c ——由折射率求得的横坐标上的油剂浓度, %;

m ——试样质量,单位为克(g);

W ——纤维含水率, %。

试验结果以两个试样的算术平均值表示,两次平行测试得相对差异大于 20%时,重新试验。

A.8 数据修约

同 5.1.8。

附 录 B
(规范性附录)
核磁共振法

B.1 范围

本方法适用于聚酯(涤纶)、聚酰胺(锦纶)、聚丙烯腈(腈纶)、聚丙烯(丙纶)、聚乙烯醇缩甲醛(维纶)、再生纤维素纤维(粘胶)化学纤维含油率的测定,其他种类化学纤维可参照使用。

B.2 原理

利用核磁共振波谱法(NMR),向纤维样品发射脉冲磁场,当磁场取消时,检测试样的回应磁信号,由于纤维发出的信号比纤维油剂发出的信号衰减快,从两者的差异上可换算出试样的含油率。

B.3 仪器

本方法用到的仪器如下:

- 核磁共振波谱仪:具备永久磁体,自动温控;
- 天平:最小分度值 0.1 g。

B.4 试样制备

随机均匀地抽取试样质量 1 g~5 g,精确到 0.1 g。

B.5 试验步骤

B.5.1 工作曲线的制作

B.5.1.1 根据产品的目标上油率,取 5 个试样,其含油率要能覆盖所有可能的变化范围,分布尽可能均匀,可参考表 B.1 确定,也可以根据实际上油情况,自行调整范围。

表 B.1 工作曲线制作的含油率及相应的取值参考范围

品种	实际含油率/%	变化范围/%
涤纶预取向丝	0.4	0.2、0.3、0.4、0.5、0.6
涤纶牵伸丝	0.8	0.6、0.7、0.8、0.9、1.0
涤纶低弹丝	2.5	1.4、1.9、2.3、2.7、3.1
粘胶短纤维	0.2	0.00、0.15、0.20、0.25、0.30
粘胶长丝	0.3	0.0、0.2、0.3、0.5、0.8

B.5.1.2 按本标准方法 A 或方法 B 测试 5 个试样的含油率。

B.5.1.3 在核磁共振仪上检测试样的含油率,形成工作曲线。

B.5.1.4 工作曲线完成后,可用仪器提供的标准物定期对仪器进行自动校准。

B.5.2 检测

B.5.2.1 将试样放入试管中,塞好塞子。

B.5.2.2 将试样放入检测区,选择检测界面,对试样进行检测。

B.6 结果计算

试验结果以两个试样的算术平均值表示,两次平行测试的相对差异大于 10%时,重新试验。

B.7 数据修约

同 5.1.8。

附 录 C
(规范性附录)
快速挤压法

C.1 范围

本方法适用于聚酯(PET)化学纤维含油率的测定,其他种类的化学纤维可参照使用。

C.2 原理

利用油剂能溶解于特定有机溶剂的性质,将试样浸泡在适当的有机溶剂中,在一定力的作用下,油剂溶解于有机溶剂中,然后蒸发溶剂,根据试样溶解下来的油剂质量计算试样的含油率。

C.3 试剂和材料

本方法用到的试剂如下:

——甲醇:分析纯。

注:如果甲醇不适用时,可由相关方商定相应的溶剂。

C.4 仪器和工具

C.4.1 天平,最小分度值 0.1 mg。

C.4.2 纤维油脂抽出器(或其他满足条件之仪器),仪器应满足下列条件:

- 具备提供加热的装置,控温精度 $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 具备提油筒,不锈钢质,下面开有小孔,并有止流装置;
- 具备加压装置;
- 带有蒸发皿:铝制,形状和尺寸适合纤维油脂抽出器加热圈。

C.4.3 不锈钢镊子。

C.4.4 洗耳球。

C.4.5 移液管:15 mL。

C.4.6 干燥器。

C.5 试样制备

随机均匀地抽取试样约 2 g,称其质量 m_1 ,精确到 0.1 mg。

C.6 试验步骤

C.6.1 用镊子将试样放入纤维油脂抽出器的油脂提取筒中,用压杆稍加压实。

C.6.2 将已清洗干净、烘至恒重(即前后两次称量差异不超过后一次称量的 0.05%)并冷却至室温的蒸发皿(质量 m_2 ,精确到 0.1 mg),置于纤维油脂快速抽出器加热圈上并固定,加热台温度高于溶剂沸点。

C.6.3 用移液管移取约 15 mL(以能浸没试样为准)甲醇缓慢加入到纤维油脂抽出器的油脂提取筒中,压上压盖起到止流作用,浸泡 10 min。

C.6.4 去掉压盖,油脂提取筒中的溶液缓慢滴入蒸发皿中,注意防止液体溢出、飞溅、过沸。

C.6.5 当提油筒内溶液不再下滴时,将加压杆放入提油筒内,挤压至无液滴流出。

C.6.6 将被挤压的试样用镊子翻动、扯松,移取约 10 mL(以能浸没纤维为准)甲醇重复步骤 C.6.3~C.6.5。

C.6.7 当第二次萃取液蒸发完成后,将蒸发皿继续加热 10 min。结束后取出放入干燥器中冷却至室温,称其质量 m_3 ,精确到 0.1 mg。

C.7 结果计算

试样含油率按式(C.1)计算:

$$Q = \frac{m_3 - m_2}{m_1(1 - 0.4\%)} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

Q —— 试样含油率, %;

m_3 —— 处理后蒸发皿的烘干质量,单位为克(g);

m_2 —— 处理前蒸发皿的烘干质量,单位为克(g);

m_1 —— 纤维质量,单位为克(g);

0.4% —— 根据聚酯(PET)公定回潮率折算的含水率。

试验结果以两个试样的算术平均值表示,两次平行测试的相对差异大于 20%时,重新试验。

C.8 数据修约

同 5.1.8。