

# 《纺织品 定量化学分析 聚噁二唑纤维与其他纤维的混合物》编制说明

## 一、工作简况

### 1. 任务来源和起草单位

根据福建省质量技术监督局闽质监〔2017〕301号文“关于印发2017年第二批福建省地方标准制修订计划项目的通知”，《纺织品 定量化学分析 聚噁二唑纤维与某些其他纤维的混合物》列入福建省地方标准制定项目，序号为30。本标准主要起草单位为福建省纤维检验局。

### 2. 主要工作过程

2017年12月，收集和分析国内外相关数据，选取样品并进行试验。

2018年1-5月，确定试验参数和具体细节提供依据，并起草标准草稿，

2018年6月，通过进一步试验验证。

2018年7月，形成征求意见稿。

2018年8月，向标委会委员征求意见，根据专家回函对标准征求意见稿进行修改和补充，形成送审稿。

2018年9月，送审稿提交会议审定。

## 二、标准编制原则

**统一性原则：**为了使标准内容更加合理且更具有可操作性，本标准编制尽可能与GB/T 2910系列标准保持结构一致，尽可能采用该系列标准中所用的设备、试剂及保持相同的温度条件。

**科学性原则：**本标准的编制进行了大量试验，通过选用不同试剂试溶，采用相同试剂不同温度条件的试溶，优选出适用的方法。

**节能环保原则：**在试剂选择方面，尽量选择无毒或低毒的试剂，在参数选择时，在考虑效率的同时，较低温能溶解的尽量选择较低的温度。

## 三、主要内容的确定

1. 试验通则引用GB/T 2910.1

2. 定性鉴别试验

按照FZ/T 01057系列标准中的试验方法，分别对聚噁二唑纤维进行试验，得到其区别于其他合成纤维的显著特征，主要表现在化学溶解性能、熔点及红外光谱等几个方面。从目前标准所涉及的纤维种类来看，这几个特征都具有唯一性，可作为聚噁二唑纤维鉴别的依据。

2.1 燃烧性能

表 1 聚噁二唑纤维燃烧状态

燃烧状态			燃烧时的气味	残留物特征
靠近火焰时	接触火焰时	离开火焰时		
不熔不缩	燃烧冒黑烟	自灭	特异气味	呈细而软的灰黑絮状

由表 1 可知，聚噁二唑纤维的燃烧现象可以与天然纤维及常规合成纤维区别开来，但与芳纶 1414、聚酰亚胺等纤维相比比较接近，较难区分。

## 2.2 横纵截面形态

聚噁二唑纤维纵、横向形态见图 1、2 所示。



图1 聚噁二唑纤维纵截面形态



图2 聚噁二唑纤维横截面形态

聚噁二唑纤维在显微镜下观察，纵向表面粗糙，有长形条纹及少量竹状横节，横向为圆形或近似圆形的皮芯结构，与合成纤维并无明显区别，还需要结合其他方法进行鉴别。

## 2.3 化学溶解性能

聚噁二唑纤维在不同温度、不同试剂中的溶解现象见表 2。

表 2 聚噁二唑纤维化学溶解性能

试剂名称	室温	煮沸	试剂名称	室温	煮沸
95%~98%硫酸	S	S	苯酚/四氯乙烷	I	I
75%硫酸	P	S	吡啶	I	I
36%~38%盐酸	I	I	1, 4-丁内酯	I	I
20%盐酸	I	I	二甲亚砜	I	I
1mol/L 次氯酸钠	I	I	环己酮	I	I
5%氢氧化钠	I	I	四氯化碳	I	I
65%~68%硝酸	I	P	二氯甲烷	I	I
88%甲酸	I	I	二氧六环	I	I
99%冰乙酸	I	I	乙酸乙酯	I	I
氢氟酸	I	-	二甲苯	I	I
铜氨	I	-	苯甲醇	I	I

65%硫氰酸钾	I	I	二甲基乙酰胺	I	I
N,N 二甲基甲酰胺	I	I	间甲酚	I	I
丙酮	I	I	苯酚	I	I
四氢呋喃	I	I	/		

注：符号说明：S—溶解，I—不溶解，P—部分溶解。

由表 3 可知，除了 95%~98% 硫酸、75% 硫酸、65%~68% 硝酸，聚噁二唑纤维在其他试剂中均不溶解。其中，75% 硫酸室温条件下和 65%~68% 硝酸煮沸条件下均为部分溶解。

### 3. 验证试验

#### 3.1 聚噁二唑纤维溶解条件的确定

根据定性鉴别中化学溶解试验的结果，结合安全环保、节能通用等方面的因素，初步筛选 75% 硫酸作为溶剂。因聚噁二唑纤维在 75% 硫酸常温条件下部分溶解，煮沸条件下全部溶解。因此，可增加中间温度以观察其溶解情况，分别采用 GB/T 2910 中常用的 50℃、70℃ 和 90℃，具体结果见表 3 所示。

表 3 聚噁二唑纤维溶解条件的确定

纤维名称	试剂名称	50℃	70℃	90℃
聚噁二唑纤维	75%硫酸	部分溶解	1h + 清洗后揉搓，溶解	20min 溶解

由上表溶解情况，同时结合可操作性等考虑，采用 90℃ 溶解条件比较适宜。

#### 3.2 棉、麻等纤维素纤维溶解条件的确定

聚噁二唑纤维在 50℃ 75% 硫酸中亦会部分溶解，因此，其与棉、麻等天然纤维素纤维的定量溶解方法应采用其他溶剂。结合日常检测工作经验，可采用 1.5mol/L 次氯酸钠 90℃ 溶解棉、麻等天然纤维素纤维。

#### 3.3 质量修正系数 d 值的确定

##### 3.3.1 聚噁二唑纤维的 d 值

根据上述内容及聚噁二唑纤维溶解性能，采用 GB/T 2910 中规定的常用溶剂等验证其聚噁二唑纤维 d 值，每种试验条件下进行 10 个样品的重复性试验计算平均值，测试结果见表 4。

表 4 聚噁二唑纤维不同条件的试验结果

序号	试剂	试验条件		质量修正系数 d
		温度/℃	时间/min	
1	1mol/L 碱性次氯酸钠	20±2	40	1.00
2	1.5mol/L 次氯酸钠	90~95	30	1.02
3	甲酸/氯化锌	40±2	150	1.02
4	甲酸/氯化锌	70±2	20	1.03
5	二氯甲烷	20±2	30	1.00

6	二甲基甲酰胺	90~95	60	1.02
7	冰乙酸	20±2	60	1.01
8	苯酚/四氯乙烷	40±5	10	1.01
9	20%盐酸	20±2	30	1.01

### 3.3.2 其他纤维的 d 值

聚噁二唑纤维还可能会与聚酰亚胺、芳纶 1414、碳纤维等类似高性能纤维混用，根据 3.1 中内容，可采用 75%硫酸 90℃进行定量试验，为排除混合物影响，确保溶解彻底，试验时间延长至 30min。分别试验下列几种纤维的 d 值。

表 5 聚酰亚胺、芳纶 1414、碳纤维等的 d 值

序号	纤维种类	试剂	试验条件		质量修正系数 d
			温度/℃	时间/min	
1	聚酰亚胺（奥地利 P84）	75%硫酸	90	30	1.02
2	聚酰亚胺（江苏奥神）				1.01
3	聚酰亚胺（长春高崎）				1.01
4	芳纶 1414				1.01
5	碳纤维				1.00
6	聚乙烯纤维				1.00

### 3.4 聚噁二唑纤维与其它纤维混合物的定量

采用人工配比聚噁二唑纤维与其它纤维混合物的试样，取已知质量百分比的聚噁二唑纤维与其它纤维混合物为溶解试验对象，每种样品均由两名试验人员分别进行平行试验，以进一步确定试验结果的准确性和稳定性。混合物验证试验结果见表 6。

表6 混合物验证试验结果

试样	试剂	已知混纺比 /%	平行试验结果/%				最大 相对 误差 /%
			试验人员 A		试验人员 B		
聚噁二唑纤维/棉	1.5mol/L 次氯酸钠	52.13/47.87	51.67/48.33	51.71/48.29	52.62/47.38	52.49/47.51	0.49
聚噁二唑纤维/粘纤	甲酸/氯化锌	52.79/47.21	52.91/47.09	52.65/47.35	52.11/47.89	52.35/47.65	0.68
聚噁二唑纤维/聚酯纤维	苯酚/四氯乙烷	45.17/54.83	45.2/54.8	44.86/55.14	45.26/54.74	45.55/54.45	0.38
聚噁二唑纤维/羊毛	1mol/L 碱性次氯酸钠	53.76/46.24	53.23/46.77	53.98/46.02	54.35/45.65	54.27/45.73	0.59
聚噁二唑纤维/锦纶	20% 盐酸	49.97/50.03	50.06/49.94	50.33/49.67	50.22/49.78	49.8/50.2	0.36
聚噁二唑纤维/维纶	20% 盐酸	47.47/52.53	47.05/52.95	47.13/52.87	47.25/52.75	47.48/52.52	0.42
聚噁二唑纤维/腈纶	二甲基甲酰胺	47.51/52.49	47.23/52.77	47.83/52.17	47.08/52.92	47.62/52.38	0.43
聚噁二唑纤维/氨纶	二甲基甲酰胺	95.70/4.30	95.83/4.17	95.05/4.95	95.36/4.64	95.13/4.87	0.65
聚噁二唑纤维/腈氯纶	二甲基甲酰胺	53.93/46.07	53.40/46.60	53.87/46.13	54.33/45.67	53.41/46.59	0.53
聚噁二唑纤维/醋纤	冰乙酸	50.11/49.89	50.2/49.8	49.85/50.15	50.15/49.85	50.04/49.96	0.26
聚噁二唑纤维/三醋纤	二氯甲烷	50.68/49.32	50.84/49.16	50.73/49.27	50.41/49.59	50.65/49.35	0.27
聚噁二唑纤维/聚乳酸纤维	二氯甲烷	49.65/50.35	50.11/49.89	49.96/50.04	49.02/50.98	49.27/50.73	0.63
聚噁二唑纤维/聚乙烯	75% 硫酸	49.55/50.45	50.18/49.82	49.97/50.03	49.36/50.64	49.68/50.32	0.63
聚噁二唑纤维/聚酰亚胺	75% 硫酸	46.60/53.40	47.24/52.76	46.93/53.07	46.81/53.19	46.11/53.89	0.64
聚噁二唑纤维/碳纤维	75% 硫酸	44.50/55.50	44.43/55.57	44.98/55.02	44.52/55.48	45.15/54.85	0.65

从表 6 试验数据可以看出, 在不同试剂和不同试验条件下, 两组平行样试验稳定性良好, 误差均在 1% 以内, 符合二组分纤维含量定量化学分析的普遍要求。

### 3.5 实验室间比对

经广州纤维产品检测研究院、北京市纺织纤维检验所、福建省纤维检验局对聚噁二唑

纤维与其他纤维混合物进行方法验证，检测结果见表 7：

表 7 实验室间比对

样品编号	溶解方法	组分	含量，%			极差
			广纤	北京纤检	我局	
样品 1	1.5mol/L 次氯酸钠	聚噁二唑纤维	50.9	50.2	50.3	0.7
		棉	49.1	49.8	49.7	
样品 2	甲酸/氯化锌	聚噁二唑纤维	33.4	33.5	33.6	0.2
		粘胶纤维	66.6	66.5	66.4	
样品 3	苯酚/四氯乙烷	聚噁二唑纤维	60.8	60.7	60.7	0.1
		聚酯纤维	39.2	39.3	39.3	
样品 4	1mol/L 碱性次氯酸钠	聚噁二唑纤维	70.8	70.5	70.1	0.7
		羊毛	29.2	29.5	29.9	
样品 5	20% 盐酸	聚噁二唑纤维	40.5	40.3	40.5	0.2
		锦纶	59.5	59.7	59.5	

从实验室比对的情况看，5 个样品的测试结果均符合 GB/T 2910 中普遍要求的精密度，比对结果均为满意。

#### 四、与国际、国外同类标准水平的对比情况

关于聚噁二唑纤维与其他纤维混纺物的定量分析，目前尚无国际、国外标准。

#### 五、与有关标准的关系

本标准规定了聚噁二唑纤维与其他纤维混纺物的定量分析方法，参照采用 GB/T 2910 系列标准和 FZ/T 01095 标准中所用的试剂，方便试剂的配制使用和多组分纤维的定量分析。本标准为首次制定的地方标准，与国内其他标准不重复，不矛盾。

#### 六、重大分歧意见的处理经过和依据

本标准在征集意见过程中无重大分歧意见。

#### 七、其他

本标准作为推荐性地方标准上报，并建议作好标准的宣贯和咨询解答工作，特别是针对纺织产品检测机构。本标准为新制定标准，不代替任何标准。

《纺织品 定量化学分析 聚噁二唑纤维与其他纤维的混合物》标准起草小组

2018 年 8 月 21 日