

# 中华人民共和国国家标准

GB/T 6504—2008

代替 GB/T 14340—1993, GB/T 6504—2001

## 化学纤维 含油率试验方法

Testing method for oil content of man-made fibres



081227000268

2008-06-18 发布

2009-03-01 实施

2009年1月 8日 上午

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



标准资料网 WWW.PV265.COM

## 前 言

本标准将 GB/T 14340—1993《合成短纤维含油率试验方法》和 GB/T 6504—2001《合成纤维长丝含油率试验方法》合并修订。

本标准代替 GB/T 14340—1993《合成短纤维含油率试验方法》和 GB/T 6504—2001《合成纤维长丝含油率试验方法》。

本标准与原标准的主要技术内容差异如下：

- 将标准名称改为《化学纤维 含油率试验方法》，适用范围包含了纤维素纤维；
- 增加了散件实验室样品和试样的抽取；
- 增加了重复性要求；
- 增加了试验报告的内容；
- 修改了附录 A 光折射率法中的红外线干燥器；
- 增加了附录 B 核磁共振法。

本标准的附录 A、附录 B 为资料性附录。

本标准由中国纺织工业协会提出。

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：中国石化仪征化纤股份有限公司、上海市纺织工业技术监督所、中国石化上海石化股份有限公司、中国石化洛阳分公司、南京化纤股份有限公司、辽宁省纤维检验所。

本标准主要起草人：许晔峰、陈小诚、尤琦、李观涛、王宏元、顾枫、何蓉。

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。

# 化学纤维 含油率试验方法

## 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)和核磁共振法(附录 B)。当有争议时采用萃取法,该法不适用时相关方商定相应的试验方法。

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)、纤维素纤维等化学纤维含油率的测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

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 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 8170 数值修约规则

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 确立的术语和定义适用于本标准。

## 4 试验通则

取样:

——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。

不要抽取在运输途中意外受潮、污染、擦伤或包装已经打开的包装件。

## 5 试验方法

### 5.1 方法 A——萃取法

#### 5.1.1 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试样质量,计算得到试样的含油率。

#### 5.1.2 试剂和材料

警告:使用本标准规定的溶剂,要仔细阅读物质安全资料表(MSDS)。

——乙醚:分析纯;

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。

5.1.3 仪器

- 脂肪抽出器:冷凝管高度 240 mm,抽出筒  $d 37 \text{ mm} \times l 80 \text{ mm}$ ,蒸馏烧瓶;
- 烘箱:能保持温度  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- 天平:最小分度值 0.1 mg、0.01 g 各一台;
- 恒温水浴锅:室温至  $100 \text{ }^\circ\text{C}$ ;
- 称量容器、不锈钢镊子;
- 干燥器。

5.1.4 试样制备

- 5.1.4.1 取 4 个试样,其中两个测定含油率,另外两个测定含水率。
- 5.1.4.2 测定含油率:短纤维每份试样称取 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 7 g,精确到 0.01 g;变形丝称取 4 g,精确到 0.01 g。
- 5.1.4.3 测定含水率:每份试样称取 5 g,精确到 0.01 g。

5.1.5 试验步骤

5.1.5.1 测定含水率:将试样快速放入称量容器,按 GB/T 6503 试验步骤测定,按式(1)计算。

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

式中:

- $W$ ——试样的含水率, %;
- $m_1$ ——试样烘前质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——试样烘后质量,单位为克(g)。

- 5.1.5.2 将脂肪抽出器的蒸馏烧瓶置于  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  的烘箱中烘至恒量(即前后两次称量差异在 0.000 5 g 以内),将烧瓶移入干燥器中冷却至室温,称其质量  $m_1$ ,精确到 0.1 mg。
- 5.1.5.3 称取试样的质量  $m_3$ ,精确到 0.1 g。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。
- 5.1.5.4 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。
- 5.1.5.5 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。
- 5.1.5.6 在恒温水浴锅上蒸发萃取瓶中残余溶剂近干,将烧瓶放入烘箱中,在  $105 \text{ }^\circ\text{C} \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  条件下烘至恒量。将烧瓶移入干燥器中冷却 30 min~45 min,准确称量  $m_2$ ,精确到 0.1 mg。

5.1.6 结果计算

含油率按式(2)计算。

$$Q = \frac{m_2 - m_1}{m_3(1 - W)} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- $Q$ ——试样的含油率, %;
- $m_1$ ——萃取前蒸馏烧瓶质量,单位为克(g);
- $m_2$ ——萃取后蒸馏烧瓶烘干质量,单位为克(g);
- $m_3$ ——萃取前试样质量,单位为克(g)。

含油率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,应进行第三个试样的试验,试验结果以三次试验的算术平均值表示。

### 5.1.7 数据修约

试验结果按 GB/T 8170 规定修约至小数点后两位。

## 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。

### 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

——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

——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  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

——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 5.1.4。

### 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,减去试样袋的质量,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。使用带加热器的洗槽时,控制温度为  $70\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 75\text{ }^{\circ}\text{C}$ ,搅动 30 min。再在洗槽中加入  $70\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 75\text{ }^{\circ}\text{C}$  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  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 85\text{ }^{\circ}\text{C}$  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),分别装入密闭的称量容器,打开盖子,放入  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱中烘到恒量(即前后两次称量差异在 0.000 5 g 以内)。盖上盖子,将称量容器放入干燥器冷却 30 min~45 min。

#### 5.2.6.5 试样烘干后质量测定

称量容器的质量,减去容器和试样袋的已知质量,得到洗涤后每个试样的干燥质量  $m_2$ ,精确到 0.1 mg。

#### 5.2.6.6 试样含水率的试验步骤及计算方法同方法 5.1。

### 5.2.7 结果计算

试样的含油率按式(3)计算。

$$Q = \frac{m_1(1-W) - m_2}{m_1(1-W)} \times 100 \dots\dots\dots(3)$$

式中:

Q——试样的含油率, %;

$m_1$ ——试样洗涤前质量, 单位为克(g);

$m_2$ ——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, 应进行第三个试样的试验, 试验结果以三次试验的算术平均值表示。

### 5.2.8 数据修约

同 5.1.7。

## 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) 实验室样品的各项性能测试结果, 如果计算标准偏差和变异系数, 则要写入报告;
- 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  
(资料性附录)  
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

警告:使用本标准规定的溶剂,要仔细阅读物质安全资料表(MSDS)。

——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

——折射率仪:附钠光灯;

——脂肪抽出器:冷凝管高度 240 mm,抽出筒  $d$  37 mm $\times$ l 80 mm,蒸馏烧瓶;

——烘箱:能保持温度  $105\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

——天平:最小分度值 0.1 mg;

——恒温水浴槽:室温至  $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

——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质量 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  $30\text{ }^{\circ}\text{C}$ 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 将脂肪抽出器的蒸馏烧瓶加热。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 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.6.2.5 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.6.2.6 将蒸馏烧瓶放入烘箱中,在 105 °C ± 3 °C 条件下烘至恒量。将蒸馏烧瓶移入干燥器中冷却 30 min~45 min。
- A.6.2.7 用吸管吸取加入 0.5 mL 水于烧瓶中,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 °C ± 0.1 °C,测试样品的折射率,读取到小数点后第四位。
- A.6.2.10 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)计算纤维含油率。
- A.6.2.11 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, %;
- m*——试样质量,单位为克(g);
- c*——由折射率求得的横坐标上的油剂浓度, %;
- W*——纤维含水率, %。

试验结果以两个试样的算术平均值表示,两次平行测试的相对差异大于 20% 时,应进行第三个试样的试验,试验结果以三次试验的算术平均值表示。

A.8 数据修约

同 5.1.7。



**附录 B**  
(资料性附录)  
**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)、纤维素纤维等化学纤维含油率的测定。

**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**

- 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,应进行第三个试样的试验,试验结果以三次试验的算术平均值表示。

**B.7 数据修约**

同 5.1.7。

中华人民共和国  
国家标准  
化学纤维 含油率试验方法  
GB/T 6504—2008

\*

中国标准出版社出版发行  
北京复兴门外三里河北街16号  
邮政编码:100045

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

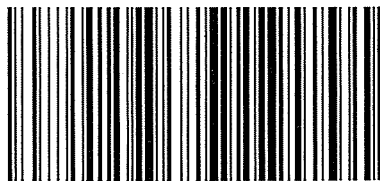
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 16 千字  
2008年10月第一版 2008年10月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-33374 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68533533



GB/T 6504—2008