



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 36526—2018

---

## 工业用硝化纤维素测试方法

Test methods of industrial nitrocellulose

2018-07-13 发布

2018-11-01 实施

---

国家市场监督管理总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 目 次

前言 .....	Ⅲ
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 术语和定义 .....	2
4 含氮量测试方法 .....	4
4.1 狄瓦尔德合金还原法 .....	4
4.2 干涉仪法 .....	7
4.3 近红外光谱法 .....	9
5 灰分测试方法 .....	10
6 水分测试方法 .....	11
6.1 卡尔·费休试剂法 .....	11
6.2 近红外光谱法 .....	13
7 湿润剂测试方法 .....	14
8 黏度测试方法 .....	15
9 透光率测试方法 .....	20
10 白度测试方法 .....	22
11 色度测试方法 .....	23
12 酸度测试方法 .....	24
13 安定性测试方法 .....	26
14 发火点测试方法 .....	30
15 酒精溶解度测试方法 .....	31
16 增塑剂含量测试方法 .....	33
17 浊度测试方法 .....	34
附录 A (资料性附录) 工业用硝化纤维素检测报告 .....	36

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本标准由中国兵器工业集团公司提出并归口。

本标准起草单位：四川北方硝化棉股份有限公司、中国兵器工业标准化研究所、中国兵器工业第二〇四研究所、北京理工大学。

本标准主要起草人：张仁旭、麦绿波、张皋、邵自强、赵利斌、刘红妮、张尧、苏鹏飞、杜颖、王文俊、马君、温晓燕、刘燕华、徐惠、石燕、岳璞。

## 工业用硝化纤维素测试方法

**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

本标准规定了工业用硝化纤维素(以下简称硝化纤维素)含氮量、灰分、水分、湿润剂、黏度、透光率、白度、色度、酸度、安定性、发火点、酒精溶解度、增塑剂含量、浊度 14 种测试方法的测试原理、试剂和材料、仪器设备、试验程序、试验结果处理、检测报告等内容。

本标准中的 14 种测试方法适用于涂料、油墨、赛璐珞、日用化工产品、环保产品、生物医药产品等用的硝化纤维素的测试,其中以下方法的用途特点为:

- a) 含氮量测试方法包括狄瓦尔德合金还原法、干涉仪法、近红外光谱法三种测试方法,狄瓦尔德合金还原法为仲裁法,干涉仪法为生产常用测试法,近红外光谱法为快速简便测试法;
- b) 水分测试方法包括卡尔·费休试剂法和近红外光谱法两种方法,卡尔·费休试剂法为仲裁测试法,近红外光谱法为快速简便测试法;
- c) 湿润剂测试方法包括烘箱法和卤素灯法两种方法,烘箱法为仲裁测试法,卤素灯法为快速简便测试法;
- d) 黏度测试方法包括落球黏度法和毛细管黏度法两种方法,落球黏度法适合常规黏度(黏度低于 11.5 mPa·s)硝化纤维素的测试,毛细管黏度法适合高黏度(黏度高于 11.5 mPa·s)硝化纤维素的测试;
- e) 透光率测试方法包括丙酮溶剂法和混合溶剂法两种方法,丙酮溶剂法适合低氮量(含氮量为 10.7%~11.3%)高黏度硝化纤维素透光率的测试,混合溶剂法适合常规黏度硝化纤维素透光率的测试;
- f) 安定性测试方法包括贝克曼·荣克法和阿贝尔法两种方法,贝克曼·荣克法为 132 ℃耐热测试法,阿贝尔为 80 ℃耐热测试法。

### 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 308	滚动轴承	钢球
GB/T 606	化学试剂	水分测定通用方法 卡尔·费休法
GB/T 622	化学试剂	盐酸
GB/T 626	化学试剂	硝酸
GB/T 628	化学试剂	硼酸
GB/T 629	化学试剂	氢氧化钠
GB/T 665	化学试剂	五水合硫酸铜(Ⅱ)(硫酸铜)
GB/T 678	化学试剂	乙醇(无水乙醇)
GB/T 679	化学试剂	乙醇(95%)
GB/T 684	化学试剂	甲苯

- GB/T 686 化学试剂 丙酮
- GB/T 687 化学试剂 丙三醇
- GB/T 2306 化学试剂 氢氧化钾
- GB/T 4202 玻璃纤维
- GB/T 4895 合成樟脑
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 6684 化学试剂 30%过氧化氢
- GB/T 12589 化学试剂 乙酸乙酯
- GB/T 12591 化学试剂 乙醚
- GB/T 15349 化学试剂 溴甲酚绿
- HG/T 2765.4 蓝胶指示剂
- HG/T 3438 化学试剂 定氮合金
- HG/T 3449 化学试剂 甲基红
- HG/T 3498 化学试剂 乙酸丁酯
- HG/T 4101 化学试剂 酚酞
- HG/T 4120 工业氢氧化钙
- WJ 255 阿贝尔试验用碘化钾淀粉试纸制造与验收技术条件

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**工业用硝化纤维素 industrial nitrocellulose**

用于涂料、油墨、赛璐珞、日用化工产品、环保产品、生物医药产品等的硝化纤维素。

#### 3.2

**校正模型 calibration model**

样品近红外光谱与对应参考值之间关系的数学模型。

#### 3.3

**预测标准误差 standard error of prediction;SEP**

在多元校正中用来评价校正模型的预测能力,采用验证样品标准值和预测值计算的标准误差。按式(1)计算。

$$SEP = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^m (\hat{\nu}_i - \nu_i)^2}{m}} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

SEP —— 预测标准误差;

$\hat{\nu}_i$  —— 由第  $i$  个验证样品得到的预测值;

$\nu_i$  —— 第  $i$  个验证样品的标准值;

$m$  —— 验证样品数量。

#### 3.4

**校正标准误差 standard error of calibration;SEC**

在多元校正模型中用来评价校正模型的预测能力,采用校正样品标准值和预测值计算的标准误差。

按式(2)计算。

$$\text{SEC} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\hat{y}_i - y_i)^2}{d}} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中：

SEC ——校正标准误差；

$\hat{y}_i$  ——由第  $i$  个校正样品得到的预测值；

$y_i$  ——第  $i$  个校正样品的标准值；

$d$  ——本校正模型的自由度( $d$  等于  $n-k$ , 其中  $n$  为校正样品数量,  $k$  为模型变量数)。

### 3.5

#### 马氏距离 Mahalanobis distance

两个未知样品集的相似度的协方差。

按式(3)计算。

$$\left. \begin{aligned} H_i &= \sqrt{(t_i - \bar{T})M^{-1}(t_i - \bar{T})'} \\ \bar{T} &= \frac{\sum_{i=1}^n t_i}{n} \\ M &= \frac{(T - \bar{T})'(T - \bar{T})}{n - 1} \end{aligned} \right\} \dots\dots\dots(3)$$

式中：

$H_i$  ——马氏距离数据的协方差；

$t_i$  ——校正集样品  $i$  的光谱得分；

$\bar{T}$  ——校正集  $n$  个样品光谱的平均得分矩阵；

$M$  ——校正集样品的马氏矩阵；

$n$  ——样品的个数；

$T$  ——校正集样品光谱得分矩阵。

### 3.6

#### 马氏距离阈值 Mahalanobis distance limitation value

按式(4)计算。

$$H_L = \bar{H} + 3SD_{MD} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中：

$H_L$  ——马氏距离阈值；

$\bar{H}$  ——校正集样品马氏距离的平均值；

$SD_{MD}$  ——校正集样品马氏距离的标准差。

### 3.7

#### 异常样品 abnormal sample

马氏距离大于马氏距离阈值,超出了校正模型分析能力的样品。

## 4 含氮量测试方法

### 4.1 狄瓦尔德合金还原法

#### 4.1.1 测试原理

硝化纤维素在双氧水存在的条件下,用氢氧化钠皂化,生成硝酸盐,用狄瓦尔德合金将其还原为氨气,随水蒸气被冷凝,并被过量的硼酸溶液吸收,以溴甲酚绿-甲基红为指示剂,用盐酸标准溶液滴定计算出样品中的含氮量。

#### 4.1.2 试剂和材料

4.1.2.1 水,三级,GB/T 6682。

4.1.2.2 30%过氧化氢,分析纯,GB/T 6684。

4.1.2.3 狄瓦尔德合金(Cu: 50%, Al: 45%, Zn: 5%),HG/T 3438。

4.1.2.4 乙醇,分析纯,GB/T 679。

4.1.2.5 硼酸溶液:硼酸,分析纯,GB/T 628,质量分数为4%的溶液。

4.1.2.6 氢氧化钠溶液:氢氧化钠,分析纯,GB/T 629,质量分数为20%的溶液。

4.1.2.7 盐酸标准溶液:盐酸,分析纯,GB/T 622,浓度为0.2 mol/L。

4.1.2.8 溴甲酚绿,分析纯,GB/T 15349。

4.1.2.9 甲基红,分析纯,HG/T 3449。

#### 4.1.3 仪器设备

4.1.3.1 硝化纤维素含氮量自动测试仪,主要由微电脑控制器、蒸汽发生器、蒸馏系统、加硼酸系统、滴定系统、排废系统和清洗系统等组成,具有自动完成试剂定量添加、蒸馏、吸收、滴定和输出测试结果的功能,其示意图如图1所示。

4.1.3.2 多孔皂化仪,孔温应从室温到400℃之间可调。

4.1.3.3 分析天平,精度为0.0001g。

4.1.3.4 烘箱,控温精度为±2℃。

4.1.3.5 皂化管,规格为250mL。

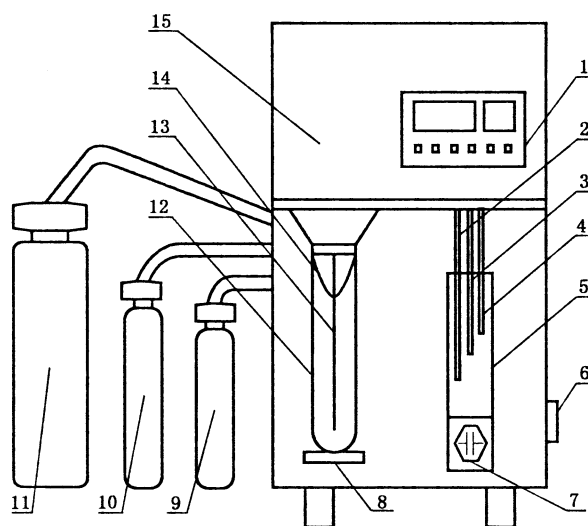
4.1.3.6 干燥器。

4.1.3.7 称量瓶。

4.1.3.8 烧杯,规格分别为:100mL、1000mL。

4.1.3.9 量筒,规格分别为:5mL、50mL。

4.1.3.10 玻璃棒。



说明：

- |                |                        |
|----------------|------------------------|
| 1 —— 操作盘；      | 9 —— 标准盐酸桶；            |
| 2 —— 冷凝液管；     | 10 —— 硼酸桶；             |
| 3 —— 加硼酸吸液管；   | 11 —— 蒸馏水桶；            |
| 4 —— 加盐酸标准溶液管； | 12 —— 皂化管；             |
| 5 —— 吸收瓶；      | 13 —— 蒸汽管；             |
| 6 —— 电源开关；     | 14 —— 密封把手；            |
| 7 —— 光学传感器；    | 15 —— 前罩(内部装有蒸馏器及冷凝器)。 |
| 8 —— 托盘；       |                        |

图 1 硝化纤维素含氮量自动测试仪示意图

#### 4.1.4 试验准备

##### 4.1.4.1 仪器设备的准备

4.1.4.1.1 在仪器各溶液桶中添加相应的溶液,使添加的溶液量符合实验要求。

4.1.4.1.2 为保证测试结果准确,每次开机后先做两个或三个空白测试,用于仪器预热以及清洗仪器管路。

##### 4.1.4.2 指示剂制备

4.1.4.2.1 混合指示剂:将溴甲酚绿配制成浓度为 1 g/L 的乙醇溶液;将甲基红配制成浓度为 1 g/L 的乙醇溶液;将溴甲酚绿乙醇溶液与甲基红乙醇溶液按体积比 5 : 1 混合。

4.1.4.2.2 硼酸吸收液:向硼酸溶液(4.1.2.5)中加入混合指示剂(4.1.4.2.1),混匀,硼酸与混合指示剂的体积比为 100 : 1,置阴凉处,保存期为一个月。

##### 4.1.4.3 试样的制备

用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 ℃ ~ 112 ℃ 干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温,然后再次放入烘箱中干燥 30 min,直至相邻两次样品称量值差不超过 0.000 5 g 为止。如为含醇样品,需放入烘箱于 100 ~ 105 ℃ 干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室



温,然后再次放入烘箱中干燥 30 min,直至相邻两次样品称量值差不超过 0.000 5 g 为止。用已知质量的称量瓶称取试样 0.40 g~0.65 g,精确至 0.000 1 g。

4.1.5 试验程序

4.1.5.1 空白试验

4.1.5.1.1 将 50 mL 蒸馏水放入预先盛有 5 mL 乙醇的皂化管中。

4.1.5.1.2 皂化管瓶口插一漏斗,依次加入约 1.5 mL~2 mL 的过氧化氢溶液、50 mL 的氢氧化钠溶液,摇匀。

4.1.5.1.3 放置 5 min~10 min 后,在石墨炉皂化仪上缓慢加热,加热温度为 150 ℃左右,直到小气泡消失,将皂化管冷却至室温。

4.1.5.1.4 迅速将 4 g 狄瓦尔德合金加入皂化管中,并立即将皂化管安装在仪器上,将其密封固定。打开仪器蒸汽开关,使得通入少量蒸汽气流逐渐加热,记录时间约 30 s,关闭蒸汽开关,反应 10 min。

4.1.5.1.5 开始运行仪器程序,仪器设置参数应为:蒸汽流量 80%,硼酸体积 35 mL,蒸馏时间 8 min。仪器同时进行蒸馏、吸收、滴定的流程,用盐酸标准溶液滴定,得到滴定结果。

4.1.5.1.6 按 4.1.5.1.1~4.1.5.1.5 的步骤进行平行空白试验,两值之差不应大于 0.05 mL,取其平均值作为盐酸的空白体积  $V_0$ 。

4.1.5.2 试样测试

4.1.5.2.1 准备两份试样,平行做两次试验。

4.1.5.2.2 将称量瓶中恒重的试样倒入预先盛有 5 mL 乙醇的皂化管中,以 50 mL 蒸馏水将称量瓶分三次至五次洗涤干净,并将洗涤后的蒸馏水倒入皂化管中。

4.1.5.2.3 按 4.1.5.1.2。

4.1.5.2.4 放置 5 min~10 min 后,在石墨炉皂化仪上缓慢加热皂化,此时应不断摇动,直至样品溶液变至澄清,溶液澄清后继续加热以破坏多余的过氧化氢,直到小气泡消失,皂化反应完毕后,将皂化管冷却至室温。

4.1.5.2.5 按 4.1.5.1.4 和 4.1.5.1.5 重复操作。

4.1.6 试验结果处理

4.1.6.1 硝化纤维素的含氮量按式(5)计算。

$$w_N = \frac{c(V - V_0) \times 0.014\ 0}{m} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

$w_N$  ——硝化纤维素含氮量的质量分数,%;

$c$  ——盐酸标准滴定溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

$V$  ——试样消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_0$  ——空白试验消耗盐酸标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

0.014 0 ——与 1.00 mL 盐酸标准滴定溶液(盐酸浓度为 1.000 mol/L)相当的氮的质量的数值,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

$m$  ——试样质量的数值,单位为克(g)。

4.1.6.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.04%,取其平均值作为硝化纤维素的含氮量,结果表

示至两位小数。当计算结果差值大于 0.04% 时重新测试。

#### 4.1.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

### 4.2 干涉仪法

#### 4.2.1 测试原理

取定量试样于专用钢瓶中,在密闭的情况下用电热引爆试样。将燃爆后的气体通入干涉仪中,测其气体的折射率对应的干涉条纹数,从基准曲线上查出硝化度,计算得到含氮量。

#### 4.2.2 试剂和材料

4.2.2.1 五水合硫酸铜,分析纯,GB/T 665。

4.2.2.2 变色硅胶,HG/T 2765.4。

4.2.2.3 碱石灰:氢氧化钙,HG/T 4120,75%;水 20%;氢氧化钠,GB/T 629,3%;氢氧化钾,GB/T 2306,2%的混合物。

#### 4.2.3 仪器设备

4.2.3.1 干涉仪,测量管长为 1 000 mm 或 500 mm,及其附属装置,其结构示意图如图 2 所示。

4.2.3.2 专用钢瓶(符合安全要求),材质为不锈钢,容积约 300 mL。

4.2.3.3 镍铬丝,直径约 0.1 mm~0.2 mm。

4.2.3.4 称样铲,材质为铝或铜。

4.2.3.5 干燥器。

4.2.3.6 铝盒。

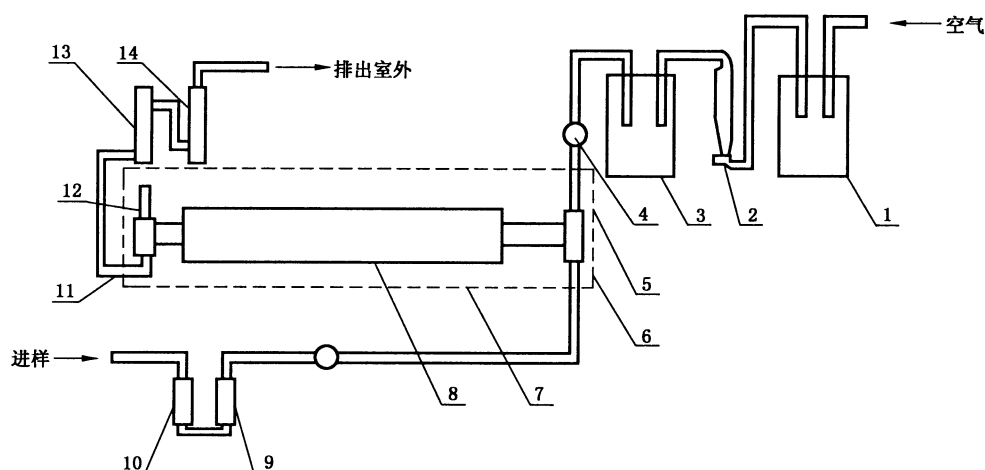
4.2.3.7 温度计,测量范围为 0 ℃~50 ℃,分度值为 0.1 ℃。

4.2.3.8 气压表。

4.2.3.9 点火装置,工作电压范围为 0 V~20 V,工作电流范围为 0 A~5 A。

4.2.3.10 水流唧筒或真空泵。

4.2.3.11 吹风机。



说明：

1、3——硅胶干燥管；

2——碱石灰吸收；

4——微孔烧结板过滤器；

5——干涉仪气室标准管进气口；

6——干涉仪气室测量管进气口；

7——干涉仪气室标准管；

8——干涉仪气室测量管；

9——过滤器，见装玻璃毛；

10——酸酐吸收塔，底层平铺玻璃毛(布)，上面均匀铺一定厚度的无水硫酸钠；

11——干涉仪气室测量管出气口；

12——干涉仪气室标准管出气口；

13——温度计保温套；

14——转子流量计。

图 2 干涉仪及其附属装置结构示意图

#### 4.2.4 试验准备

##### 4.2.4.1 试样准备

用镊子将样品撕松，再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内，如为含水样品，需放入烘箱于 108 ℃~112 ℃干燥 1 h，放入干燥器中冷却至室温后备用；如为含醇样品，需放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h，放入干燥器中冷却至室温后备用。

##### 4.2.4.2 仪器准备

4.2.4.2.1 将专用钢瓶筒体用水冲洗后擦去水珠，用吹风机吹干或用烘箱烘干，将专用钢瓶盖擦净后吹干，套好胶圈，接好电阻丝备用。

4.2.4.2.2 拆开保温套与流量计之间的连接胶管，将保温套与标准管的出口的活塞相接，并打开活塞，拆开过滤器与硫酸铜管之间的胶管，将过滤器与水流唧筒连接，用水流唧筒抽气至少 2 min。将过滤器一端的胶管与水流唧筒断开，关闭活塞。转动干涉仪的测微轮鼓使上下条纹重合，记下此时测微轮鼓上的读数  $n_0$ ，即为零点。

#### 4.2.5 试验程序

4.2.5.1 准备两份试样，平行做两次试验。

4.2.5.2 用称样铲称取 5 g 干燥试样，精确至 0.1 g。

4.2.5.3 将一份试样小心倒入已准备好并冷却至室温的钢瓶中，墩两下，盖好盖子，放入水槽，接好导线，通电燃爆。

4.2.5.4 当钢瓶冷却后，将其从水槽中取出，擦干外部，打开针型阀检查是否有气体，立即关上。

4.2.5.5 将钢瓶顶端与硫酸铜管上部的胶管连接,小心缓慢地打开针型阀,使气体进入干涉仪测量管中,观察干涉仪流量计,操作针型阀,将流量控制在 300 mL/min~600 mL/min。

4.2.5.6 第一次通气 1 min~3 min,关紧针型阀,转动测微轮鼓,使上下条纹重合,记下测微轮鼓上的读数  $n_c$ 。以后每通气半分钟读一次数,至条纹重合或连续三次读数之差不超过 4 格时,取其平均数进行计算。同时记录温度(准确至 0.1 °C)和压力(准确至 0.1 kPa)。

#### 4.2.6 试验结果处理

4.2.6.1 测试时,在室温和大气压力下从干涉仪上读数的数值应按下式修正到基准状况(20 °C 标准大气压)下的读数,按照式(6)计算。

$$n = n_c - n_0 + b_t + b_p \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

- $n$  —— 基准状况读数;
- $n_c$  —— 测试样品时干涉仪测微轮鼓的读数;
- $n_0$  —— 干涉仪测微轮鼓在零点的读数;
- $b_t$  —— 温度补正值;
- $b_p$  —— 压力补正值。

注: 温度、压力补正值采用统计数据。

4.2.6.2 根据基准状况读数  $n$ ,利用仲裁法绘制基准曲线,从基准曲线上查出所测试样的硝化度,按式(7)计算出含氮量。

$$w_N = \frac{W_x}{16} \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

- $w_N$  —— 硝化纤维素含氮量的质量分数, %;
- $W_x$  —— 硝化度的数值,单位为毫升每克(mL/g);
- 16 —— 硝化度和含氮量的换算常数。

4.2.6.3 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.04%,取其算术平均值,结果表示至两位小数。当计算结果差值大于 0.04%时重新测试。

#### 4.2.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

### 4.3 近红外光谱法

#### 4.3.1 测试原理

利用硝化纤维素分子中 C—H、O—H 键在近红外光谱区产生倍频、合频的吸收特性,建立其近红外光谱与含氮量之间相关关系的校正模型,测试样品的吸收光谱图,根据校正模型计算出含氮量。

#### 4.3.2 试剂与材料

4.3.2.1 验证校正模型用硝化纤维素对比样品:用仲裁方法测得含氮量的硝化纤维素样品。

4.3.2.2 木杵,直径约 15 mm,长约 150 mm。

#### 4.3.3 仪器设备

4.3.3.1 近红外分析仪:具有分析硝化纤维素含氮量的可靠校正模型;预测标准误差和校正标准误差应符合表 1 的要求。

表 1 校正模型的标准误差

参数指标	标准误差
SEP	≤0.04%
SEC	≤0.04%

4.3.3.2 样品杯:杯底材质为低羟基石英,直径大于 50 mm。

#### 4.3.4 试验准备

4.3.4.1 开启仪器,预热 30 min,进行仪器自检。自检通过,可以开始测试。

4.3.4.2 按照 4.3.5 测试验证校正模型用硝化纤维素对比样品的含氮量,进行校正模型的质量监控。测试结果与对比样品标准值比较,差值应不大于 0.10%;如果差值大于 0.10%,应停止使用。

4.3.4.3 验证校正模型用硝化纤维素对比样品不应被污染。

#### 4.3.5 试验程序

4.3.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

4.3.5.2 设置样品的测试条件,进行背景扫描。

4.3.5.3 取适量试样于样品杯中,将试样用木杵压至紧密,厚度大于 10 mm,从杯底扫描光谱。

4.3.5.4 采集试样的光谱吸收图,然后按照 4.3.5.2 重新装样,采集试样的光谱吸收图。

4.3.5.5 调入校正模型和试样的光谱吸收图,计算出试样的含氮量。

#### 4.3.6 试验结果处理

4.3.6.1 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.04%,取其算术平均值,结果表示至两位小数。当计算结果差值大于 0.04%时重新测试。

4.3.6.2 测试结果应在校正模型所覆盖的含氮量范围内,为有效的测试结果。

4.3.6.3 对于仪器测试时报警的异常样品,测试无效。

#### 4.3.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 5 灰分测试方法

### 5.1 测试原理

硝化纤维素经硝酸分解、炭化,用马弗炉灼烧后,称其残渣的质量并计算。

### 5.2 试剂和材料

硝酸,分析纯,GB/T 626。

### 5.3 仪器设备

5.3.1 分析天平,精度为 0.000 1 g。

5.3.2 瓷坩埚,规格分别为:25 mL、50 mL。

5.3.3 干燥器。

5.3.4 电热板。

5.3.5 马弗炉,温度范围为 700 ℃~800 ℃。

#### 5.4 试验准备

用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 ℃~112 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

#### 5.5 试验程序

5.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

5.5.2 称取试样 1 g~2 g,精确至 0.000 1 g,倒入经洗净并恒重的瓷坩埚中。

5.5.3 加 3 mL~10 mL 硝酸,使试样湿润,然后放在电热板上小心加热分解,切勿溅出,直至蒸干,继续加热至完全炭化。

5.5.4 将瓷坩埚移入 700 ℃~800 ℃的马弗炉中灼烧 0.5 h~1 h。

5.5.5 取出瓷坩埚,先在空气中冷却 3 min~5 min,再移入干燥器中,冷却至室温后称量。

5.5.6 按 5.5.4 和 5.5.5 重复操作,两次操作的称量差应不大于 0.000 5 g,为有效的测试结果。

#### 5.6 试验结果处理

5.6.1 硝化纤维素灰分按式(8)计算。

$$w_F = \frac{m_2 - m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$w_F$  ——硝化纤维素灰分的质量百分数,%;

$m_2$  ——灼烧后残渣和瓷坩埚的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$  ——瓷坩埚质量的数值,单位为克(g);

$m$  ——试样质量的数值,单位为克(g)。

5.6.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.05%,取其平均值作为硝化纤维素的灰分,结果表示至两位小数。当计算结果差值大于 0.05%时重新测试。

#### 5.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

### 6 水分测试方法

#### 6.1 卡尔·费休试剂法

##### 6.1.1 测试原理

将试样配制成硝化纤维素溶液,注入甲醇溶剂中,用卡尔·费休试剂滴定,根据滴定后溶液的电位变化判断反应终点,以反应终点的卡尔·费休试剂消耗量计算出试样中水分含量。

##### 6.1.2 试剂和材料

6.1.2.1 乙酸丁酯,分析纯,HG/T 3498。

6.1.2.2 无水乙醇,分析纯,GB/T 678。

6.1.2.3 卡尔·费休试剂,分析纯,GB/T 606。

6.1.3 仪器设备

6.1.3.1 分析天平,精度为 0.000 1 g。

6.1.3.2 具塞三角瓶,规格为 50 mL。

6.1.3.3 注射器,规格分别为:10 mL、1 mL。

6.1.3.4 卡尔·费休仪。

6.1.4 试验程序

6.1.4.1 准备两份试样,平行做两次试验。

6.1.4.2 按表 2 中规定的量称取硝化纤维素试样,结果精确至 0.000 1 g,放入干燥的具塞三角瓶中。

6.1.4.3 对于赛璐珞用硝化纤维素,按表 2 中规定的量,用注射器吸取 10 mL 的无水乙醇,称量所加无水乙醇的质量,精确至 0.000 1 g,用注射器吸取乙酸丁酯,称量所加乙酸丁酯质量,精确至 0.000 1 g;对于其他硝化纤维素,按表 2 中规定的量,用注射器吸取乙酸丁酯,称量所加乙酸丁酯的质量,精确至 0.000 1 g。

表 2 硝化纤维素溶液配制表

组分	其他硝化纤维素		赛璐珞用硝化纤维素
	<60 s	≥60 s	
硝化纤维素量/g	2.0±0.5	2.0±0.5	2.0±0.5
无水乙醇/mL	—	—	10
乙酸丁酯/mL	20	40	30

6.1.4.4 振荡硝化纤维素溶液至完全溶解。

6.1.4.5 对于赛璐珞用硝化纤维素,使用 10 mL 注射器分别吸取并称量 0.6 g~0.8 g 无水乙醇和乙酸丁酯,精确至 0.000 1 g,注入卡尔·费休仪内,分别测试无水乙醇和乙酸丁酯的空白水分含量;对于其他硝化纤维素,使用 10 mL 注射器吸取并称量 0.6 g~0.8 g 乙酸丁酯,精确至 0.000 1 g,注入卡尔·费休仪内,测试乙酸丁酯空白水分含量。

6.1.4.6 使用 10 mL 注射器吸取并称量 0.4 g~0.5 g 硝化纤维素溶液,精确至 0.000 1 g,注入卡尔·费休仪内,开始滴定,滴定结束后,记录测得的水分含量。

6.1.5 试验结果处理

6.1.5.1 硝化纤维素水分按式(9)计算。

$$w_s = \frac{(m_1 + m_2 + m_3) \times w_{c1} - (m_2 \times w_{c2}) - (m_3 \times w_{c3})}{m_1} \times 100 \dots\dots\dots(9)$$

式中:

- $w_s$  ——硝化纤维素水分的质量分数, %;
- $m_1$  ——加入硝化纤维素质量的数值,单位为克(g);
- $m_2$  ——加入乙酸丁酯质量的数值,单位为克(g);
- $m_3$  ——加入无水乙醇质量的数值,单位为克(g);
- $w_{c1}$  ——硝化纤维素溶液水分含量的数值, %;
- $w_{c2}$  ——乙酸丁酯空白水分含量的数值, %;

$w_{c3}$ ——无水乙醇空白水分含量的数值，%。

6.1.5.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.5%，取其算术平均值作为硝化纤维素水分，结果表示至一位小数。当计算结果差值大于 0.5% 时重新测试。

### 6.1.6 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 6.2 近红外光谱法

### 6.2.1 测试原理

利用硝化纤维素试样中 C—H、O—H 键在近红外光谱区产生倍频、合频的吸收特性，建立其近红外光谱与水分含量之间相关关系的校正模型，测试样品的吸收光谱图，根据校正模型计算出水分含量。

### 6.2.2 试剂与材料

6.2.2.1 验证校正模型用硝化纤维素对比样品：用仲裁法测得水分已知的硝化纤维素样品。

6.2.2.2 木杵，直径约 15 mm，长约 150 mm。

### 6.2.3 仪器设备

6.2.3.1 硝化纤维素近红外分析仪：具有分析硝化纤维素水分的可靠校正模型；预测标准误差和校正标准误差应符合表 3 的要求。

表 3 校正模型的标准误差

参数指标	标准误差
SEP	≤0.6%
SEC	≤0.7%

6.2.3.2 样品杯：杯底材质为低羟基石英，直径大于 50 mm。

### 6.2.4 试验准备

6.2.4.1 开启仪器，预热 30 min，进行仪器自检。自检通过，可以开始测量。

6.2.4.2 按照 6.2.5 测试验证校正模型用硝化纤维素对比样品的水分，进行校正模型的质量监控。测试结果与标准值比较，差值应不大于 0.10%；如果差值大于 0.10%，应停止使用。

6.2.4.3 验证校正模型用硝化纤维素对比样品不应被污染。

### 6.2.5 试验程序

6.2.5.1 准备两份试样，平行做两次试验。

6.2.5.2 设置样品的测试条件，进行背景扫描。

6.2.5.3 取适量试样于样品杯中，将试样用木杵压至紧密，厚度大于 10 mm，从杯底扫描光谱。

6.2.5.4 采集试样的光谱吸收图，然后按照 6.2.5.3 重新装样，采集试样的光谱吸收图。

6.2.5.5 调入校正模型和试样的光谱吸收图，计算出试样的水分。

### 6.2.6 试验结果处理

6.2.6.1 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.5%，取其算术平均值为测试结果，结果应精确至



0.1%。当计算结果差值大于 0.5% 时重新测试。

6.2.6.2 测试结果应在校正模型所覆盖的水分范围内,为有效的测试结果。

6.2.6.3 对于仪器测试时报警的异常样品,测试无效。

### 6.2.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 7 湿润剂测试方法

### 7.1 烘箱法

#### 7.1.1 测试原理

将一定量的试样,放在规定温度下烘干,烘干后称其质量损失量并计算。

#### 7.1.2 仪器设备

7.1.2.1 称量瓶或铝盒。

7.1.2.2 分析天平,精度为 0.000 1 g。

7.1.2.3 恒温烘箱,不应使用鼓风式烘箱。

7.1.2.4 干燥器。

#### 7.1.3 试验程序

7.1.3.1 准备两份试样,平行做两次试验。

7.1.3.2 称取 2 g~3 g 试样,精确至 0.000 1 g,迅速放入已知恒重的称量瓶或铝盒内,并铺成厚度均匀的一层。

7.1.3.3 将称好的试样在恒温烘箱中干燥 1 h,含醇硝化纤维素干燥温度为 100 ℃~105 ℃;含水硝化纤维素干燥温度为 108 ℃~112 ℃。

7.1.3.4 将烘干后的试样置于干燥器中冷却 30 min。

7.1.3.5 称取烘干后的试样质量,精确至 0.000 1 g。

#### 7.1.4 试验数据处理

7.1.4.1 湿润剂含量按式(10)计算。

$$w_x = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(10)$$

式中:

$w_x$  ——硝化纤维素湿润剂含量的质量分数,%;

$m_1$  ——干燥前试样和称量瓶或铝盒质量的数值,单位为克(g);

$m_2$  ——干燥后试样和称量瓶或铝盒质量的数值,单位为克(g);

$m$  ——试样质量的数值,单位为克(g)。

7.1.4.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 1.0%,取其算术平均值作为硝化纤维素湿润剂含量,结果表示至一位小数。当计算结果差值大于 1.0% 时重新测试。

#### 7.1.5 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 7.2 卤素灯法

### 7.2.1 测试原理

将一定量的试样,放在规定温度的卤素灯下烘干,测试其质量损失量并计算。

### 7.2.2 仪器设备

卤素水分快速测试仪,卤素灯功率不大于 36 W,试样与卤素灯间距离应大于 2.0 cm。

### 7.2.3 试验程序

7.2.3.1 准备两份试样,平行做两次试验。

7.2.3.2 称取试样 1.5 g~2.0 g,精确至 0.000 1 g,均匀地铺在试样盘上。

7.2.3.3 打开卤素灯,烘干试样,直至读数在 0.5 min~1 min 内不变时,即可直接读数。

### 7.2.4 试验结果处理

两份平行测试计算结果的差值应不大于 1.0%,取其算术平均值作为硝化纤维素湿润剂含量,结果表示至一位小数。当计算结果差值大于 1.0%时重新测试。

### 7.2.5 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 8 黏度测试方法

### 8.1 落球黏度法

#### 8.1.1 测试原理

将配制好的硝化纤维素溶液注入落球黏度管内,测定落球黏度计专用球在规定的条件下,下落时经过黏度计两刻线间的时间(s),用以表示硝化纤维素的落球黏度。

#### 8.1.2 试剂与材料

8.1.2.1 乙酸乙酯,分析纯,GB/T 12589。

8.1.2.2 乙醇,分析纯,GB/T 679。

8.1.2.3 甲苯,分析纯,GB/T 684。

#### 8.1.3 仪器设备

8.1.3.1 黏度管,长 350 mm,内径 25.00 mm $\pm$ 0.25 mm,两刻线间距离为 250 mm,距管两端各为 50 mm。

8.1.3.2 专用球,材质为不锈钢,GB/T 308 直径 8.00 mm $\pm$ 0.05 mm,质量 2.091 g $\pm$ 0.004 g。

8.1.3.3 导专用球器,上口径约 27 mm,下口径约 9 mm,高约 22 mm。

8.1.3.4 秒表,分度值为 0.1 s。

8.1.3.5 温度计,0℃~100℃分度值为 0.5℃。

8.1.3.6 广口试剂瓶或具塞锥形瓶,规格为 500 mL。

8.1.3.7 恒温器,控温精度为 $\pm$ 0.5℃。

### 8.1.4 试验准备

用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 ℃~112 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

### 8.1.5 试验程序

8.1.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

8.1.5.2 按表 4 所列质量分数配制 200 g~300 g 溶液。配制时先往瓶内加入称取的试样,再加乙醇及甲苯,使试样完全浸润后,再加入乙酸乙酯,用盖将瓶拧紧,用摇动或旋转的方法使试样完全溶解成均匀的溶液。

表 4 溶液成分质量分数表

组分	组成/%		
	A 法(3 s 及以上)	B 法(1/2 s, 1 s)	C 法(1/4 s 及以下)
硝化纤维素	12.2	20.0	25.0
甲苯	48.3	44.0	41.2
乙酸乙酯	17.5	16.0	15.0
乙醇	22.0	20.0	18.8

8.1.5.3 将硝化纤维素溶液注入洁净的黏度管内,溶液高度应超过上刻线 30 mm,塞以软木塞,管口向上,于 25.0 ℃±0.5 ℃的恒温器内保温不少于 30 min,使气泡全部上升到上刻线以上。

8.1.5.4 取洁净的专用球从黏度管顶部中央自由落下,为使专用球从溶液中心线落下,可在黏度管顶部装导专用球器。专用球在溶液中降落至上刻线时,开动秒表,降下下刻线时,停止秒表,记录落球时间,精确至 0.1 s。在同一黏度管内落三个或四个钢球,取其平均值。

### 8.1.6 试验结果处理

8.1.6.1 规格为 10 s 及 10 s 以下时,读数取值精确至 0.1 s;15 s 及 15 s 以上时,读数取值精确至 1 s。

8.1.6.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 20%,取其算术平均值表示硝化纤维素的落球黏度。当计算结果差值大于 20%时重新测试。

### 8.1.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 8.2 毛细管黏度法

### 8.2.1 测试原理

配制 2%硝化纤维素丙酮溶液,测定其在毛细管黏度计中流经上下两刻线的时间,计算硝化纤维素的毛细管黏度。

### 8.2.2 试剂与材料

8.2.2.1 水,三级,GB/T 6682。

8.2.2.2 丙酮,GB/T 686。

8.2.3 仪器设备

8.2.3.1 毛细管黏度计的容积应为  $45.0\text{ mL} \pm 5.0\text{ mL}$ ，两上下刻线间容积为  $25.0\text{ mL} \pm 0.5\text{ mL}$ 。毛细管黏度计结构图如图 3 所示。

单位为毫米

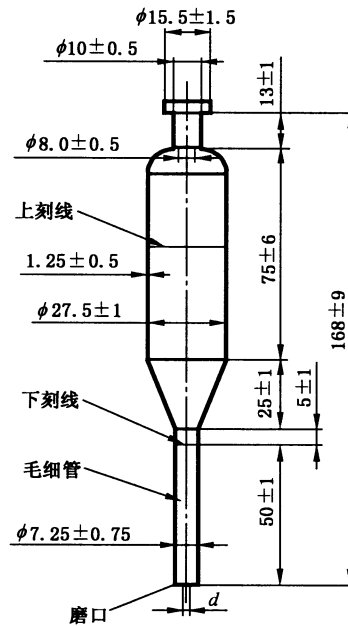


图 3 毛细管黏度计结构图

8.2.3.2 毛细管黏度计玻璃保温套结构图如图 4 所示。

单位为毫米

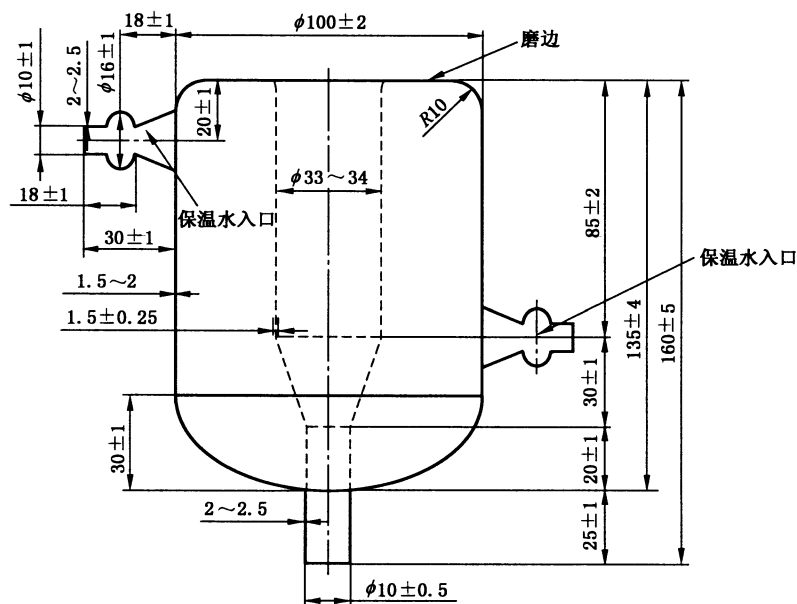
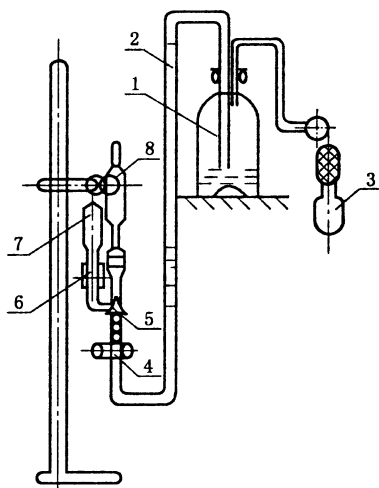


图 4 玻璃保温套结构图

8.2.3.3 钢球或玻璃球，直径 6 mm。

8.2.3.4 乳胶管，内径 4 mm~5 mm。

8.2.3.5 丙酮注入装置如图 5 所示。



说明：

- 1——打气球；
- 2——溶剂瓶；
- 3——三通旋塞；
- 4——直通旋塞；
- 5——球开关；
- 6——毛细管黏度计；
- 7——计量管；
- 8——虹吸管。

图 5 丙酮注入装置示意图

8.2.3.6 温度计,温度范围为 0 °C~50 °C,分度值 0.1 °C。

8.2.3.7 锥形瓶,规格为 500 mL。

8.2.3.8 量筒,规格为 250 mL。

8.2.3.9 恒温水浴,控温精度±0.5 °C。

8.2.3.10 铝铲。

8.2.3.11 振荡器,频率不少于 100 周/min。

8.2.3.12 秒表,分度值为 0.1 s。

#### 8.2.4 试验准备

##### 8.2.4.1 丙酮水溶液的配制

采用水与丙酮配成丙酮水溶液,其密度值  $\rho(20\text{ °C})$  为  $0.791\text{ g/cm}^3\sim 0.795\text{ g/cm}^3$ 。

##### 8.2.4.2 毛细管黏度计的选择

根据预计的样品黏度,按表 5 选择毛细管黏度计。所选毛细管黏度计应保证流出时间不少于 40 s。

表 5 毛细管黏度计规格表

序号	被测溶液黏度 $\text{mm}^2/\text{s}$	毛细管黏度计常数 $\text{mm}^2/\text{s}^2$	毛细管内径( $d$ ) mm
1	0.8~8	0.01~0.05	1.0
2	5~25	0.05~0.15	1.5
3	15~80	0.15~0.50	2.0
4	40~200	0.50~0.90	2.5

表 5 (续)

序号	被测溶液黏度 mm <sup>2</sup> /s	毛细管黏度计常数 mm <sup>2</sup> /s <sup>2</sup>	毛细管内径( <i>d</i> ) mm
5	70~500	0.90~1.80	3.0
6	140~800	1.80~2.90	3.5
7	200~1 500	2.90~5.00	4.0
8	400~2 000	5.00~7.50	4.5
9	500~7 000	7.50~12.0	5.0

### 8.2.4.3 毛细管黏度计准备

在洁净干燥的毛细管黏度计的毛细管下端套一长约 40 mm 的乳胶管,再以直径约 6 mm 的钢球或玻璃球堵塞乳胶管头。

### 8.2.5 试验程序

8.2.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

8.2.5.2 称取按 8.1.4 干燥后的试样 0.6 g~0.8 g,精确至 0.000 1 g。置于毛细管黏度计中,并用丙酮注入装置或滴定管,缓慢地将丙酮注入毛细管黏度计中,注入毛细管黏度计中丙酮的体积 *V* 按式(11)计算。

$$V = \frac{m}{2} \times 100 \quad \dots\dots\dots(11)$$

式中:

*V* ——注入毛细管黏度计中丙酮体积的数值,单位为毫升(mL);

*m* ——试样质量的数值,单位为克(g);

2 ——试样质量的数值(每 100 mL 硝化纤维素丙酮溶液中),单位为克(g);

100 ——100 mL 丙酮溶液的体积,单位为毫升(mL)。

8.2.5.3 在毛细管黏度计中注入丙酮后,用胶塞塞住毛细管黏度计的颈口,然后放在振荡器上振荡,使试样完全溶解。也可以在其他容器内溶解硝化纤维素后再注入毛细管黏度计。

8.2.5.4 将准备好的毛细管黏度计颈口向下,置于 20 °C ± 0.5 °C 的恒温水浴中保温不少于 15 min。

8.2.5.5 取出擦干,使毛细管黏度计毛细管向下,置于 20 °C ± 0.5 °C 的玻璃保温套中。调节至垂直状态,拔下胶塞,溶液即从毛细管中流出。

8.2.5.6 当毛细管黏度计中溶液的下弯月面降落至上刻线时,启动秒表开始计时,降落至下刻线时停止计时。记录时间,精确至 0.1 s。

### 8.2.6 试验结果处理

8.2.6.1 硝化纤维素溶液的动力黏度按式(12)计算。

$$\eta = K_1 \rho_1 t \quad \dots\dots\dots(12)$$

式中:

$\eta$  ——硝化纤维素溶液的动力黏度的数值,单位为毫帕秒(mPa·s);

$K_1$  ——毛细管黏度计常数的数值,单位为平方毫米每二次方秒(mm<sup>2</sup>/s<sup>2</sup>);

$\rho_1$  ——2%硝化纤维素丙酮溶液的密度的数值( $\rho_1 = 0.80$  g/cm<sup>3</sup>),单位为克每立方厘米(g/cm<sup>3</sup>);

*t* ——流过毛细管黏度计上、下刻线所需的时间的数值,单位为秒(s)。

8.2.6.2 硝化纤维素溶液的运动黏度按式(13)计算。

$$\nu = Kt \dots\dots\dots (13)$$

式中:

$\nu$ ——硝化纤维素溶液的运动黏度的数值,单位为平方毫米每秒( $\text{mm}^2/\text{s}$ );

$K$ ——毛细管黏度计常数的数值,单位为平方毫米每二次方秒( $\text{mm}^2/\text{s}^2$ );

$t$ ——流过毛细管黏度计上、下刻线所需的时间的数值,单位为秒(s)。

8.2.6.3 两份平行测试计算结果的差值应不大于 10%,取其算术平均值表示硝化纤维素的毛细管黏度,结果表示至一位小数。当计算结果差值超过 10%时重新测试。

### 8.2.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 9 透光率测试方法

### 9.1 丙酮溶剂法

#### 9.1.1 测试原理

将试样配制成丙酮溶液,盛于一定空气光程的比色皿中,在分光光度计上测试特定波长下的透光率。

#### 9.1.2 试剂和材料

丙酮,分析纯,GB/T 686。

#### 9.1.3 仪器设备

9.1.3.1 分光光度计。

9.1.3.2 比色皿,光程规格为 5 cm。

9.1.3.3 振荡器,频率每分钟不少于 100 周。

#### 9.1.4 试验准备

用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 °C~112 °C 干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 °C~105 °C 干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

#### 9.1.5 试验程序

9.1.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

9.1.5.2 用清洁干燥的容器称取干燥的试样 0.6 g~0.7 g,精确至 0.000 1 g,然后加入丙酮,使其浓度为 20 g/L。塞好塞子,经振荡(时间不少于 1.5 h),使其充分溶解,静置 10 min 后,即可测试。

9.1.5.3 开启仪器,将波长调至 480 nm,预热 20 min,使用比色皿,以丙酮作为参比,测试试样丙酮溶液的透光率,每个样品重复测试三次,取其算术平均值,表示至一位小数。

#### 9.1.6 试验结果处理

两份平行测试计算结果的差值应不大于 2%,取其算术平均值表示硝化纤维素的透光率,结果表示至一位小数。当计算结果差值超过 2%时重新测试。

### 9.1.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 9.2 混合溶剂法

### 9.2.1 测试原理

将试样配制成混合溶液，盛于一定空气光程的比色皿中，在分光光度计上测试特定波长下的透光率。

### 9.2.2 试剂和材料

9.2.2.1 乙酸乙酯，分析纯，GB/T 12589。

9.2.2.2 乙酸丁酯，分析纯，HG/T 3498。

9.2.2.3 乙醇，分析纯，GB/T 679。

9.2.2.4 甲苯，分析纯，GB/T 684。

### 9.2.3 仪器设备

9.2.3.1 分光光度计。

9.2.3.2 比色皿，空气光程规格为 3 cm。

9.2.3.3 具塞三角瓶，规格为 250 mL。

### 9.2.4 试验准备

#### 9.2.4.1 试样准备

用镊子将样品撕松，再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内，如为含水样品，需放入烘箱于 108 ℃～112 ℃干燥 1 h，放入干燥器中冷却至室温后备用；如为含醇样品，需放入烘箱于 100 ℃～105 ℃干燥 1 h，放入干燥器中冷却至室温后备用。

#### 9.2.4.2 混合溶剂准备

按表 6 配制混合溶剂。

表 6 混合溶剂成分质量分数表

%

试剂名称	组成
乙酸乙酯	18.0
乙酸丁酯	24.0
乙醇	8.0
甲苯	50.0

### 9.2.5 试验程序

9.2.5.1 准备两份试样，平行做两次试验。

9.2.5.2 根据硝化纤维素黏度规格，按表 7 称取试样。将所称试样置于具塞三角瓶中，加入 25 mL 混合溶剂，搅拌至完全溶解，静置 30 min 后，即可测试。



表 7 试样量

黏度规格 s	试样量 g
1/32、1/16、1/8、1/4、1/2、1	2.80
3、10、15	1.50
30、60	1.00
≥120	0.70

9.2.5.3 开启仪器,将波长调至 610 nm,预热 20 min,使用比色皿,以混合溶剂作为参比,测试试样混合溶液的透光率,每个样品重复测试三次,取其算术平均值,表示至一位小数。

9.2.6 试验结果处理

两份平行测试计算结果的差值应不大于 2%,取其算术平均值表示硝化纤维素的透光率,结果表示至一位小数。当计算结果差值超过 2%时重新测试。

9.2.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

10 白度测试方法

10.1 测试原理

将样品压紧制成试件,测试试件漫反射光与人射光的百分数。

10.2 仪器设备

10.2.1 白度仪。

10.2.2 标准白度板,标准值为  $83 \pm 2$ ,GSBA67002。

10.2.3 工作台。

10.2.4 压力机,最大压力为 60 MPa。

10.2.5 成型模具,其示意图如图 6 所示。

单位为毫米

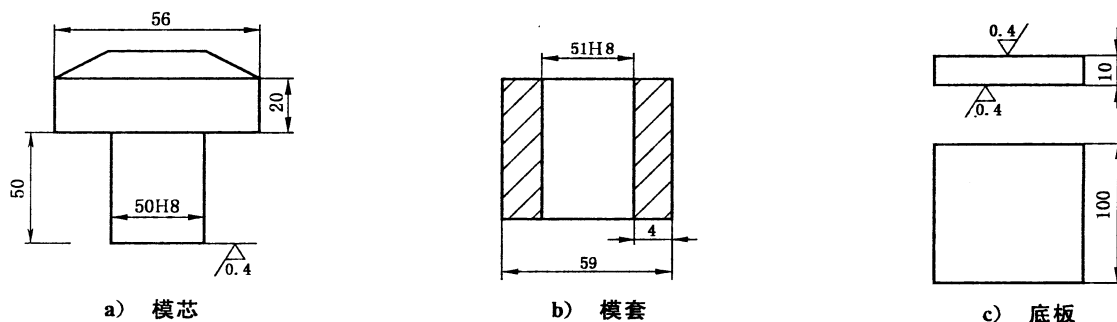


图 6 成型模具结构图

### 10.3 试验准备

控制测试环境温度为  $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，相对湿度不大于 85%。

### 10.4 试验程序

10.4.1 称取含水(或醇)硝化纤维素试样约 8 g，精确至 0.1 g，用镊子撕松，均匀地平铺在底板上的模套中，将模芯垂直地放入模套，移入压力机活塞中心。

10.4.2 将压力机加压到约 20 MPa，保持 3 min，并及时用滤纸吸掉压出的水分。

10.4.3 按 10.4.1 和 10.4.2 制备三个试件。

10.4.4 将试件放入  $55\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 60\text{ }^{\circ}\text{C}$  的烘箱内干燥 30 min，从烘箱中取出冷却放在工作台上。

10.4.5 选用与试样白度值相近的标准白度板校准白度仪。

10.4.6 将放有试件的工作台，移入测试孔内，按顺时针方向作  $90^{\circ}$  转动，每件各测四点，三个试件共测十二点。

10.4.7 用白度仪测试标准白度板。

10.4.8 每个试件所测结果取其算术平均值，表示至一位小数。每份试样测完白度值后，其标准白度板的白度值变化若在 0.5% 内，为有效的测试结果。当 10.4.7 的测试值与标准白度板的标准值之差，差值大于 0.5% 时，应再按 10.4.6 测试。

### 10.5 试验结果处理

三个试件测试的点与点之间白度值之差不允许大于 2% 时，取其算术平均值，结果保留一位小数。当计算结果差值大于 2% 时重新测试。

### 10.6 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 11 色度测试方法

### 11.1 测试原理

将试样配制成混合溶剂溶液，盛于一定空气光程的比色皿中，在分光光度计特定波长下测定其吸光度，即可计算出溶液的色度值。

### 11.2 试剂和材料

11.2.1 乙醇，分析纯，GB/T 679。

11.2.2 甲苯，分析纯，GB/T 684。

11.2.3 乙酸乙酯，分析纯，GB/T 12589。

### 11.3 仪器设备

11.3.1 分光光度计。

11.3.2 比色皿，空气光程规格为 5 cm。

11.3.3 具塞三角瓶，规格为 500 mL。

### 11.4 试验准备

用镊子将样品撕松，再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内，如为含水样品，需放入烘箱于  $108\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 112\text{ }^{\circ}\text{C}$

干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

11.5 试验程序

11.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

11.5.2 按表 8 配制空白溶液。

表 8 空白溶液成分质量分数表 %

试剂名称	组成
乙醇	25
甲苯	55
乙酸乙酯	20

11.5.3 根据硝化纤维素不同规格,按表 4 规定的质量百分数配制试样溶液。

11.5.4 开启仪器,将波长调至 460 nm,预热 20 min,使用比色皿,以空白溶液作为参比,测试试样溶液的吸光度,每个样品重复测试三次,取其算术平均值,表示至三位小数。

11.6 试验结果处理

11.6.1 硝化纤维素溶液的色度值按式(14)计算。

$$S = 790A - 3 \dots\dots\dots(14)$$

式中:

- S ——硝化纤维素溶液色度值,单位为号;
- 790——吸光度与溶液色度之间的换算系数;
- A ——硝化纤维素溶液吸光度的算术平均值;
- 3 ——吸光度与溶液色度之间的计算常数,单位为号。

11.6.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.03,计算精确至 0.01。取其算术平均值计算其色度,结果精确至 10 号。当计算结果差值超过 0.03 时重新测试。

11.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

12 酸度测试方法

12.1 测试原理

将硝化纤维素溶解在醇酮溶液中,以甲基红-溴甲酚绿混合溶液为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定,计算酸度(以硫酸计)。

12.2 试剂和材料

- 12.2.1 水,三级,GB/T 6682。
- 12.2.2 丙酮,分析纯,GB/T 686。
- 12.2.3 乙醇,分析纯,GB/T 679。
- 12.2.4 溴甲酚绿,分析纯,GB/T 15349。

12.2.5 甲基红,分析纯,HG/T 3449。

12.2.6 氢氧化钠标准溶液:氢氧化钠,分析纯,GB/T 629,浓度为 0.01 mol/L。

### 12.3 仪器设备

12.3.1 具塞锥形瓶,规格为 250 mL。

12.3.2 酸式滴定管,规格分别为:25 mL、10 mL。

### 12.4 试验准备

#### 12.4.1 水的准备

将水煮沸 30 min 后,冷却至室温,调至中性。

#### 12.4.2 指示剂的准备

混合指示剂:溴甲酚绿配制成浓度为 1 g/L 的乙醇溶液;甲基红配制成浓度为 2 g/L 的乙醇溶液;将溴甲酚绿乙醇溶液与甲基红乙醇溶液按体积比 3:4 混合。

#### 12.4.3 试样的准备

用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 ℃~112 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

### 12.5 试验程序

12.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

12.5.2 称取烘干后的试样 0.95 g~1.05 g,精确至 0.01 g,于锥形瓶中。

12.5.3 加入 20 mL 乙醇,膨润 1 min~2 min 后,加入 25 mL 丙酮,振荡使其完全溶解。

12.5.4 在搅拌下或摇动下,滴加 20 mL 中性蒸馏水,使之成乳浊状。

12.5.5 加入混合指示剂三滴至五滴,用浓度为 0.01 mol/L 的氢氧化钠标准溶液滴定至绿色为止。

12.5.6 同时作空白试验。

### 12.6 试验结果处理

12.6.1 酸度按式(15)计算。

$$W_H = \frac{(V_1 - V_2)c \times 0.0490}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(15)$$

式中:

$W_H$  ——酸度的质量分数, %;

$V_1$  ——滴定试样所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$V_2$  ——空白试验所消耗氢氧化钠标准滴定溶液体积的数值,单位为毫升(mL);

$c$  ——氢氧化钠标准滴定溶液的实际浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);

0.0490 ——1.00 mL 氢氧化钠标准溶液与浓度为 0.01 mol/L 相当的硫酸的分子质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

$m$  ——试样质量的数值,单位为克(g)。

12.6.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.01%,取其算术平均值表示硝化纤维素的酸度,结果表示至三位小数。当计算结果差值超过 0.01%时,应重新测试。

## 12.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 13 安定性测试方法

### 13.1 贝克曼·荣克法

#### 13.1.1 测试原理

将试样置于专用试管中,在规定的温度下加热,用水吸收所释放的气体,用氢氧化钠溶液滴定并计算。

#### 13.1.2 试剂和材料

13.1.2.1 水,三级,GB/T 6682。

13.1.2.2 pH 指示剂,酚酞,分析纯,HG/T 4101,浓度为 10 g/L。

13.1.2.3 氢氧化钠标准溶液,氢氧化钠,分析纯,GB/T 629,浓度为 0.1 mol/L。

#### 13.1.3 仪器设备

13.1.3.1 贝克曼·荣克试验恒温浴,控温精度 $\pm 0.4$  °C。

13.1.3.2 专用试管,材质为玻璃,规格为:内径约 15 mm、外径约 17 mm、长度约 370 mm;配有塞子或盖子,其装配图如图 7 所示。

单位为毫米

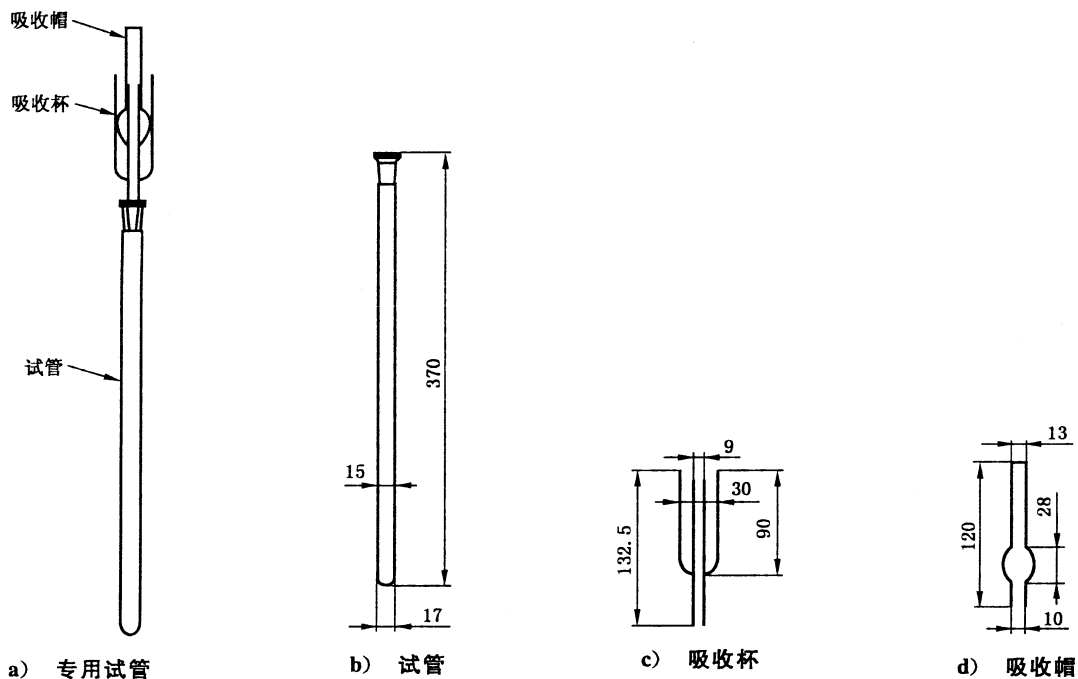


图 7 专用试管装配图

13.1.3.3 具塞三角瓶,规格为 250 mL。

- 13.1.3.4 碱式滴定管,规格分别为:10 mL、25 mL。  
 13.1.3.5 加样漏斗。  
 13.1.3.6 专用温度计,分度值为 0.1 °C,有刻度修正值。  
 13.1.3.7 接触式温度计,温度范围为 50 °C~150 °C,分度值为 1 °C。  
 13.1.3.8 分析天平,精度为 0.01 g。  
 13.1.3.9 秒表,精度为 0.1 s。

#### 13.1.4 试验准备

##### 13.1.4.1 水的准备

将水煮沸 30 min 后,冷却至室温,调至中性。

##### 13.1.4.2 试验条件

室内应通风良好,不受污浊气体的影响,室内的相对湿度应保持在 65%±8%,室温控制在 25 °C±2 °C。

##### 13.1.4.3 试样准备

13.1.4.3.1 用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 °C~112 °C 干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 °C~105 °C 干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

13.1.4.3.2 取需要量的硝基漆片样品 1.5 倍平铺一层在铝盒内,放入烘箱于 55 °C~59 °C 干燥 2 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

#### 13.1.5 试验程序

13.1.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

13.1.5.2 称取工业用硝化纤维素试样 1 g 或硝基漆片试样 3 g,精确至 0.01 g,通过加样漏斗装入试管中,敲击试管,使试管壁沾附的样品完全落到试管底部,用玻璃棒压紧,使试样达到一定高度:

- a) 1/4 以上牌号:55 mm~65 mm;
- b) 1/4 以下牌号:25 mm~35 mm。

13.1.5.3 按照图 7 所示组装好专用试管,在吸杯里加入 25 mL 的水密封,水不应进入试管内,保证管内的内容物干燥。

13.1.5.4 将试管放在加热浴中,并保持在 132 °C±0.4 °C 的温度下加热 2 h,加热过程中,柜内温度应在 30 °C~40 °C,若观察到明显冒烟,测试应立即停止。

13.1.5.5 加热结束后拉出试管,放置 15 min,进行冷却,为避免空气进入试管中,可往吸收杯内补加蒸馏水。

13.1.5.6 取下吸收帽和吸收杯,用蒸馏水洗涤,并将洗涤水注入试管中,将试管塞紧并剧烈摇动。

13.1.5.7 将试管中的内容物转移到 250 mL 的具塞三角瓶中,用总量 20 mL~30 mL 的蒸馏水,反复冲洗,也将洗涤内容物转移到 250 mL 的具塞三角瓶中。

13.1.5.8 加入指示剂数滴,用氢氧化钠标准溶液滴定至终点。

#### 13.1.6 试验结果处理

13.1.6.1 贝克曼·荣克法的试验结果按式(16)计算。

$$X = \frac{c(V_1 - V_2) \times 22.39}{m} \dots\dots\dots(16)$$

式中：

- $X$  ——硝化纤维素安定性的数值,单位为毫升每克(mL/g);
- $c$  ——氢氧化钠标准溶液浓度的数值,单位为摩尔每升(mol/L);
- $V_1$  ——试样滴定时消耗氢氧化钠标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- $V_2$  ——空白消耗氢氧化钠标准溶液体积的数值,单位为毫升(mL);
- 22.39 ——1 mmol 氧化氮气体在标准状况下的体积的数值,单位为毫升每毫摩尔(mL/mmol);
- $m$  ——试样质量的数值,单位为克(g)。

13.1.6.2 两份测试计算结果,根据其结果范围,平行测试结果相差不应超过表 9 规定。取其算术平均值表示硝化纤维素的安定性,结果精确至 0.01 mL/g。当平行测试结果差值大于表 9 规定的误差时重新测试。

表 9 平行测试结果的允许差

单位为毫升每克

测试结果	允许差值
<5	0.5
5~10	0.8
>10	1.0

### 13.1.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 13.2 阿贝尔法

### 13.2.1 测试原理

将定量试样置于专用试管中,在规定的温度下加热,测定释放出的气体使碘化钾淀粉试纸在干湿分界处出现黄棕色所经过的加热时间,以其表示试样的安定性。

### 13.2.2 试剂和材料

13.2.2.1 水,三级,GB/T 6682。

13.2.2.2 丙三醇,分析纯,GB/T 687。

13.2.2.3 专用碘化钾淀粉试纸,WJ 255。

### 13.2.3 仪器和设备

13.2.3.1 专用恒温水浴或金属浴,温度控制能力为规定温度的 $\pm 0.5$  °C 范围内。

13.2.3.2 阿贝尔试管,材质为耐热玻璃,其应无色、透明,无结石、气泡和条纹,距底部 2 mL 和 76 mm 处分别有环形刻线,结构图如图 8 所示。

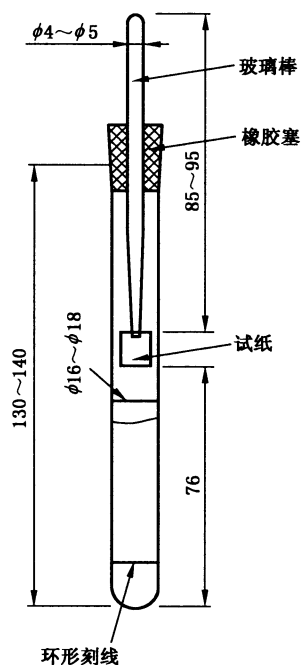


图 8 阿贝尔试管结构图

- 13.2.3.3 加样漏斗。
- 13.2.3.4 带钩玻璃棒,锥形玻璃棒,玻璃棒细端应成钩状。
- 13.2.3.5 带中心孔的橡皮塞,材质为白色丁腈橡皮,塞子有中心孔。
- 13.2.3.6 专用温度计,分度值为 0.1 °C,有刻度修正值。
- 13.2.3.7 接触温度计,温度范围为 50 °C~150 °C,分度值为 1 °C。
- 13.2.3.8 分析天平,精度 0.01 g。
- 13.2.3.9 微量注射器,规格为 10  $\mu\text{L}$ 。
- 13.2.3.10 带孔玻璃板或瓷板。
- 13.2.3.11 刺孔锥。
- 13.2.3.12 镊子。
- 13.2.3.13 金属恒温浴。
- 13.2.3.14 秒表,精度为 0.1 s。

#### 13.2.4 试验准备

##### 13.2.4.1 试验条件

实验室应通风良好,不受污浊气体影响,实验室内的相对湿度应保持在  $65\% \pm 8\%$ ,室温控制在  $21\text{ °C} \pm 4\text{ °C}$ 。

##### 13.2.4.2 试剂准备

用丙三醇和水按体积比 1 : 1 配制成丙三醇水溶液,配制后静置无气泡后方可使用。

##### 13.2.4.3 试样准备

含醇试样在  $57\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  的烘箱内干燥 2 h;含水试样经除水后,在  $57\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$  烘箱内干燥 2 h。取



出试样放入干燥器内冷却 30 min,称量备用。

### 13.2.5 试验程序

13.2.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

13.2.5.2 称取试样  $1.3\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ ,精确至  $0.01\text{ g}$ ,通过加样漏斗装入阿贝尔试管中,用玻璃棒压紧,使试样高约 55 mm,塞上胶塞。

13.2.5.3 用清洁的镊子取出专用碘化钾淀粉试纸,放在干净的带孔玻璃板或瓷板上,用刺孔锥在试纸一端距边缘约 2 mm 处的中间刺一孔。

13.2.5.4 用镊子夹住有孔的一端,将试纸悬挂于橡胶塞上的带钩玻璃棒的钩上,用微量注射器吸取一定量的丙三醇水溶液,以浸润后不超过试纸边沿为准,注射在试纸下边缘中间偏下 2 mm~3 mm 处,然后用橡皮塞塞紧装有试样的试管,此时应使试纸自然下垂不碰管壁。试纸的下边缘距试管底部约 76 mm。

13.2.5.5 将准备好的试管插入恒定在  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  的金属浴试管孔中加热,如用水浴时,应使试纸下沿与水浴盖在同一水平面上,并记录开始试验的时间。

13.2.5.6 观察试纸的颜色,当试纸上干湿分界线处出现黄棕色为止,记录时间。

### 13.2.6 试验结果处理

以试样在温度  $80\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$  时开始加热至试纸在干湿分界线处出现黄棕色所经过的时间表示试样的安定性,记录时间为分钟,表示至整数位,按最小取整。平行测试结果以低值表示其试验结果。

### 13.2.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 14 发火点测试方法

### 14.1 测试原理

将试样装入专用试管中,测定试样在规定升温速率下产生燃爆时的温度。

### 14.2 仪器设备

14.2.1 发火点测试仪:主要由自动控温装置、数字式温度传感器、加热介质及数据记录系统组成,其中加热介质为金属块,主要技术指标要求如下:

- a) 温度范围: $80\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- b) 升温速率: $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}\sim 10\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  内可控;
- c) 控温精度: $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;
- d) 温场均匀度: $\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

14.2.2 专用试管,材质为耐热硬质玻璃,其结构图如图 9 所示。

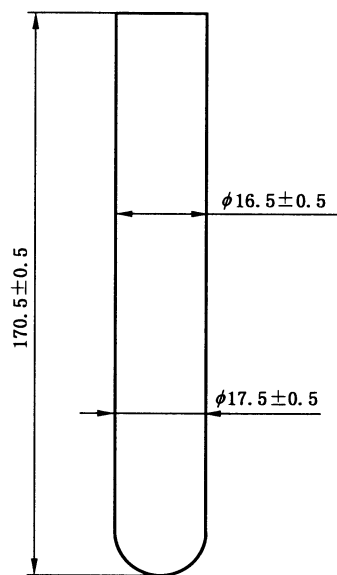


图9 专用试管结构图

### 14.3 试验准备

用镊子将样品撕松,再取需要质量的1.5倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于108℃~112℃干燥1h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于100℃~105℃干燥1h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

### 14.4 试验程序

14.4.1 准备两份试样,平行做两次试验。

14.4.2 开启仪器,将仪器温度升至100℃。

14.4.3 称取0.3g试样,精确至0.01g,装入专用试管中,并将其插入金属浴孔中,打开仪器升温控制程序,以3℃/min~5℃/min的升温速度加热试样。

14.4.4 当试样燃爆时,记录对应的温度即为发火点。

### 14.5 试验结果处理

两份平行测试结果以低值表示其试验结果,表示至整数位,按最小取整。

### 14.6 检测报告

检测报告内容和格式参见附录A。

## 15 酒精溶解度测试方法

### 15.1 测试原理

将试样放入10%酒精溶液中,称量不溶样品的质量,计算硝化纤维素的溶解度。

### 15.2 试剂和材料

15.2.1 乙醇,分析纯,GB/T 679。

15.2.2 合成樟脑,二级品,GB/T 4895。

15.2.3 玻璃纤维,GB/T 4202。

### 15.3 仪器设备

15.3.1 具塞三角瓶,规格为 250 mL。

15.3.2 2 号滤杯,孔径规格为 10 μm~15 μm。

### 15.4 试验准备

#### 15.4.1 试样准备

用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 ℃~112 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

#### 15.4.2 酒樟溶液准备

将 10 份樟脑与 90 份乙醇(质量比)混合,振荡均匀,静置 12 h。

#### 15.4.3 玻璃纤维准备

玻璃纤维:长 2 cm~4 cm,用清水漂洗净,再用蒸馏水洗涤,放入乙醇溶液中浸泡 12 h 以上,备用。

### 15.5 试验程序

15.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

15.5.2 称取 1 g±0.05 g 干燥试样,精确至 0.000 1 g,倒入具塞三角瓶内。

15.5.3 沿壁往三角瓶内加入 150 mL 10 %酒樟溶液,塞紧瓶塞,固定于振荡器上,振摇不少于 3 h。

15.5.4 由振荡器上取下具塞三角瓶,缓慢倒入已填好玻璃纤维并经恒重的滤杯中抽滤。

15.5.5 用 10 %酒樟溶液洗涤具塞三角瓶和滤杯三次或四次(总量 50 mL),抽干后取下滤杯,用绸布擦净其表面,置于 110 ℃±2 ℃的烘箱内干燥 30 min,取出放入干燥器中冷却 30 min,称量。

### 15.6 试验结果处理

15.6.1 硝化纤维素的酒樟溶解度按式(17)计算。

$$w_z = \frac{m - (m_1 - m_2)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(17)$$

式中:

$w_z$  ——硝化纤维素酒樟溶解度的质量分数, %;

$m$  ——试样的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$  ——烘干后的不溶物和滤杯的质量的数值,单位为克(g);

$m_2$  ——滤杯的质量的数值,单位为克(g)。

15.6.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.3 %,取其算术平均值表示硝化纤维素的酒樟溶解度,结果表示至两位小数。当计算结果差值超过 0.3 %时重新测试。

### 15.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 16 增塑剂含量测试方法

### 16.1 测试原理

将硝基漆片试样,用绸布包裹后放入索氏提取器中,称量提取出的增塑剂质量,计算试样中增塑剂含量。

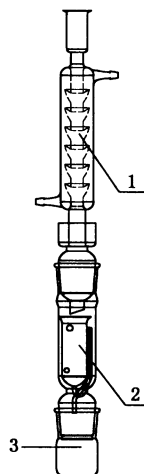
### 16.2 试剂和材料

乙醚,分析纯,GB/T 12591。

### 16.3 仪器设备

16.3.1 分析天平,精度为 0.000 1 g。

16.3.2 索氏提取器,包含收集皿、冷凝管、装样器,其示意图如图 10 所示。



说明:

1 —— 冷凝管;

2 —— 装样杯;

3 —— 收集皿。

图 10 索氏提取器装置示意图

16.3.3 恒温水浴。

### 16.4 试验准备

16.4.1 用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 ℃~112 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

16.4.2 取需要量的硝基漆片样品 1.5 倍平铺一层在铝盒内,放入烘箱于 55 ℃~59 ℃干燥 2 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

### 16.5 试验程序

16.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

16.5.2 称取 4.8 g~5.2 g 硝基漆片样品,精确至 0.01 g,用干净绸布包裹,放入索氏提取器中。

16.5.3 根据增塑剂类型,向已经恒重过的收集皿中加入相应的乙醚 350 mL,组装索氏提取器。

16.5.4 将索氏提取器置于 45 °C~70 °C 恒温水浴中,提取 6 h~10 h 后,关闭冷却水,停止提取,将样品、绸布和提取器中的溶剂转移至收集皿中,让收集皿继续在水浴中,直至溶剂基本蒸干。

16.5.5 将收集皿置于 100 °C~105 °C 烘箱干燥 1 h,取出,放入干燥器中冷却到室温后,称量。

### 16.6 试验结果处理

16.6.1 增塑剂含量按式(18)计算。

$$w_J = \left( \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \right) - w_0 \quad \dots\dots\dots(18)$$

式中:

- $w_J$  —— 硝基漆片的增塑剂质量分数, %;
- $m_1$  —— 试验后收集皿的质量数值,单位为克(g);
- $m_2$  —— 洁净的收集皿恒重后的质量数值,单位为克(g);
- $m$  —— 试样质量的数值,单位为克(g);
- $w_0$  —— 同批次硝化纤维素的空白试验结果, %。

16.6.2 两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.5%,取其算术平均值表示硝化纤维素的增塑剂含量,结果表示至两位小数。当计算结果差值超过 0.5%时重新测试。

### 16.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

## 17 浊度测试方法

### 17.1 测试原理

当浓度较低时,散射光强度和悬浮物浓度成正比,此时可通过测量散射光强度来得知悬浮物的浓度。采用光电浊度仪测定硝化纤维素的浊度值,测量值不受液体色泽影响,定量检测溶液中的悬浮颗粒,准确表征硝化纤维素溶液的清亮状况。

### 17.2 试剂和材料

17.2.1 乙酸乙酯,分析纯,GB/T 12589。

17.2.2 乙醇,分析纯,GB/T 679。

17.2.3 甲苯,分析纯,GB/T 684。

### 17.3 仪器设备

17.3.1 浊度仪,散射式光电浊度仪。

17.3.2 比色皿,空气光程规格为 3 cm。

17.3.3 具塞三角瓶,规格为 500 mL。

### 17.4 试验准备

17.4.1 用镊子将样品撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,如为含水样品,需放入烘箱于 108 °C~112 °C 干燥 1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用;如为含醇样品,需放入烘箱于 100 °C~105 °C 干燥

1 h,放入干燥器中冷却至室温后备用。

17.4.2 含醇样品用镊子撕松,再取需要质量的 1.5 倍装入铝盒内,放入烘箱于 100 ℃~105 ℃干燥 1 h,冷却至室温后备用。

## 17.5 试验程序

17.5.1 准备两份试样,平行做两次试验。

17.5.2 按表 10 所列质量分数配制 100 g~200 g 溶液。

表 10 溶液质量分数

组分	组成/%		
	A 法(3 s 以上)	B 法(1/2 s,1 s)	C 法(1/4 s 以下)
硝化纤维素	12.2	20.0	25.0
甲苯	48.3	44.0	41.2
乙酸乙酯	17.5	16.0	15.0
乙醇	22.0	20.0	18.8

17.5.3 开启仪器,预热 10 min。

17.5.4 量程选择满量程,光路中不置入任何物体进行空气调零,再放入浊度标准板,将浊度标准板值调整至出厂标定值,取出标准板。

17.5.5 将样品装入比色皿,放入浊度仪测试。

## 17.6 试验结果处理

两份平行测试计算结果的差值应不大于 0.5 NTU,取其算术平均值表示硝化纤维素的浊度,结果表示至一位小数。当计算结果差值超过 0.5 NTU 时重新测试。

## 17.7 检测报告

检测报告内容和格式参见附录 A。

附 录 A  
(资料性附录)  
工业用硝化纤维素检测报告

检测报告参见图 A.1。

工业用硝化纤维素检测报告			
			年 月 日
送样单位			
送样单位地址		送样人	
样品名称		样品编号	
样品数量		样品状态	
送样日期		检测日期	
检测项目		检测依据	
检测结果			
检测机构名称		审批人： (盖章)	
检测人员		日期： 年 月 日	
复核人员			

图 A.1 工业用硝化纤维素检测报告