



中华人民共和国国家标准

GB/T 9107—2023

代替 GB/T 9107—1999

精 制 棉

Refined cotton

2023-05-23 发布

2023-05-23 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会



目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 产品型号	2
4.1 分类	2
4.2 规格	2
4.3 等级	2
4.4 型号组成	2
5 要求	2
5.1 精制棉絮状产品异性纤维	2
5.2 精制棉絮状产品杂质	2
5.3 精制棉卷(片)状产品尘埃度	3
5.4 精制棉产品耐破度	3
5.5 精制棉卷(片)状产品定量、厚度	3
5.6 醋酸纤维素用精制棉技术性能指标	3
5.7 纤维素醚用精制棉技术性能指标	4
5.8 硝化纤维素用精制棉技术性能指标	6
6 试验方法	7
6.1 一般规定	7
6.2 试样制备	7
6.3 特性黏度	7
6.4 α -纤维素含量	7
6.5 水分含量	9
6.6 吸湿度	9
6.7 灰分含量	11
6.8 硫酸不溶物含量	11
6.9 白度	12
6.10 铁含量	13
6.11 丙酮可溶物	14
6.12 异性纤维	14
6.13 杂质	15
6.14 尘埃度	15

6.15	定量、厚度	15
6.16	耐破度	15
7	检验规则	15
7.1	检验分类	15
7.2	鉴定检验	16
7.3	出厂检验	16
8	标志、包装、运输、贮存和交付	18
8.1	标志	18
8.2	包装	18
8.3	运输	19
8.4	贮存	19
8.5	交付	19
附录 A (资料性)	精制棉各规格产品聚合度、黏度范围	20
附录 B (资料性)	聚合度的测定	21
附录 C (资料性)	黏度的测定	25
附录 D (资料性)	铜氨溶液的制备方法	29
参考文献		33

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 9107—1999《精制棉》，与 GB/T 9107—1999 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 更改了范围：适用范围将碱法蒸煮改为蒸煮（见第 1 章，1999 年版的第 1 章）；
- b) 增加了产品形态（见 4.1.2），更改了规格（见 4.2，1999 年版的 3.2.2）、型号组成（见 4.4，1999 年版的 3.2）；
- c) 增加了精制棉絮状产品异性纤维（见 5.1）、精制棉絮状产品杂质（见 5.2）、精制棉卷（片）状产品尘埃度（见 5.3）、精制棉产品耐破度（见 5.4）和精制棉卷（片）状产品定量、厚度（见 5.5）；
- d) 增加了醋酸纤维素用精制棉、纤维素醚用精制棉、硝化纤维素用精制棉的产品型号，更改了技术性能指标（见 5.6、5.7、5.8，1999 年版的 4.2.1、4.2.3、4.2.2）；
- e) 增加了一般规定（见 6.1）、试样制备环境要求（见 6.2.1）和卷（片）状试样制备（见 6.2.3）；
- f) 增加了测定方法，包括特性黏度（见 6.3），丙酮可溶物（见 6.11），异性纤维（见 6.12），杂质（见 6.13），尘埃度（见 6.14），定量、厚度（见 6.15），耐破度（见 6.16）；
- g) 更改了检验规则（见第 7 章，1999 年版的第 6 章）；
- h) 更改了标志、包装、运输、贮存（见第 8 章，1999 年版的第 7 章），增加了交付（见 8.5）。

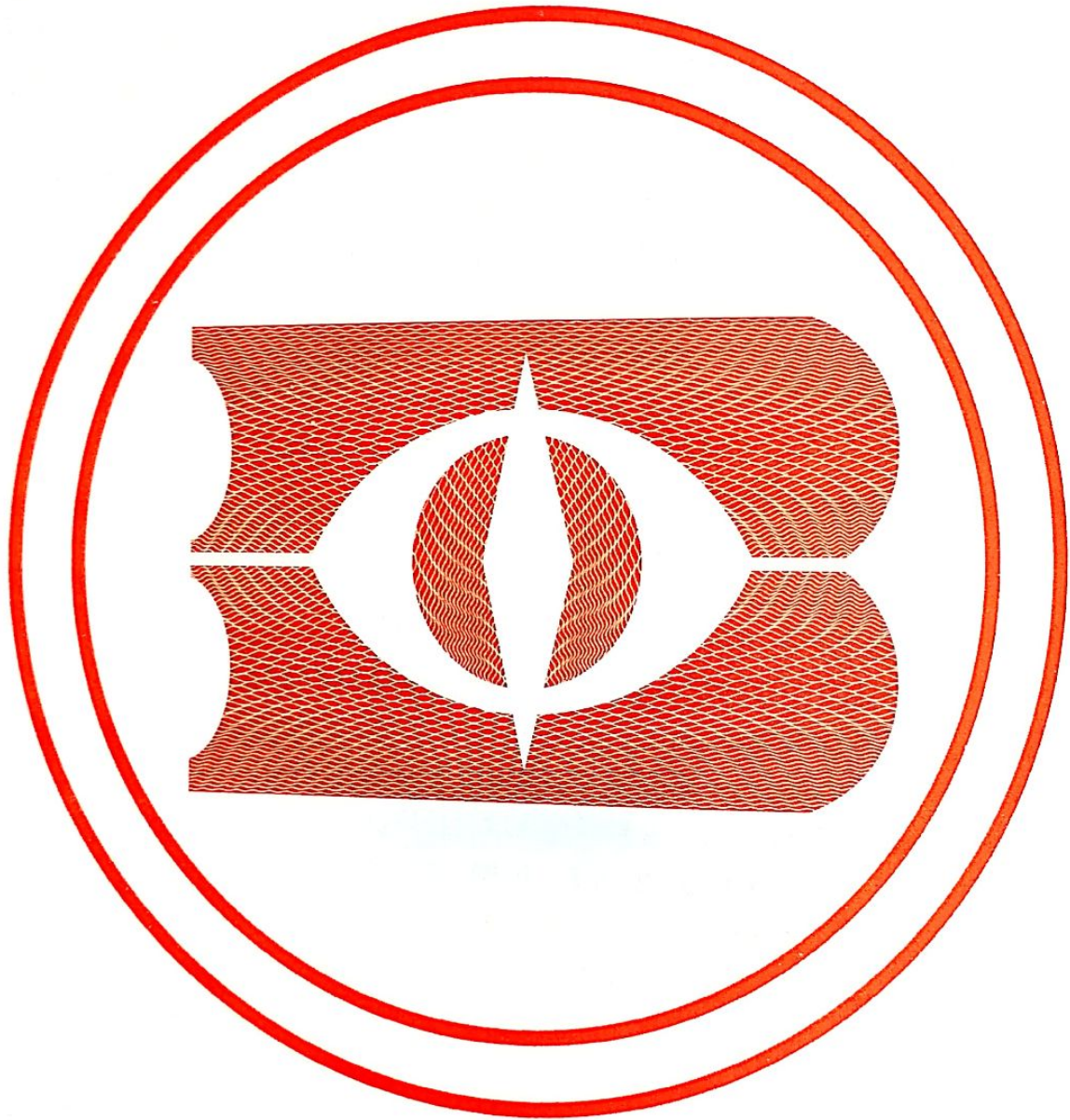
请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国兵器工业集团有限公司提出并归口。

本文件起草单位：湖北金汉江精制棉有限公司、北方化学工业股份有限公司、中国北方化学研究院集团公司、中国兵器工业标准化研究所、北京理工大学、湖北雪飞化工有限公司、四川普什醋酸纤维素有限责任公司、泰安瑞泰纤维素有限公司、鹰特化工（石家庄）有限公司、南通瑶华纤维有限公司、南通醋酸纤维有限公司、玛纳斯祥云化纤有限公司、安徽雪龙纤维科技股份有限公司、中国纤维素行业协会。

本文件主要起草人：周航旭、赵利斌、刘玉军、田野、范宗清、邵自强、范金涛、姚从新、张耀辉、邹耀邦、孙建刚、郑浩博、孙德权、梁银春、谢文琦、季守信、黄卫平。

本文件于 1988 年首次发布，1999 年第一次修订，本次为第二次修订。



精 制 棉

1 范围

本文件规定了精制棉的产品型号、要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和交付。
本文件适用于以棉短绒为原料,经蒸煮、漂白等工艺生产的精制棉。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;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 451.2 纸和纸板定量的测定
- GB/T 451.3 纸和纸板厚度的测定
- GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
- GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
- GB/T 740 纸浆 试样的采取
- GB/T 1539 纸板 耐破度的测定
- GB/T 1541 纸和纸板 尘埃度的测定
- GB/T 1548 纸浆 铜乙二胺(CED)溶液中特性黏度值的测定
- GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 8946 塑料编织袋通用技术要求
- GB/T 22902 纸浆 丙酮可溶物的测定
- QB/T 2190 钢丝刷

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

精制棉 refined cotton; cotton linters pulp

以棉短绒为原料,采用蒸煮、漂白工艺生产的棉纤维素材料。

3.2

异性纤维 foreign fiber

混入精制棉中的非棉纤维和非本色棉纤维。

注:如化学纤维、毛发、丝、麻、塑料绳、塑料膜、染色线(绳、布块)等。

[来源:GB/T 20223—2018,3.11,有修改]

3.3

杂质 foreign matter

附着在纤维表面的黄黑点及其他非棉纤维物质。

注:如木屑、竹屑、泥沙、棉籽壳、金属物等。

[来源:GB/T 20223—2018,3.13,有修改]

4 产品型号

4.1 分类

4.1.1 产品主要用途分为三类：

- a) 醋酸纤维素用：以大写字母 C 表示；
- b) 纤维素醚用：以大写字母 M 表示；
- c) 硝化纤维素用：以大写字母 X 表示。

4.1.2 产品形态分为两类：

- a) 絮状：以大写字母 X 表示；
- b) 卷状或片状：以大写字母 J 表示。

4.2 规格

规格以特性黏度划分，产品规格代号为 5、15、30、60、100、200、400、650、1000、2000、3000。

4.3 等级

产品分为三个等级，用罗马数字表示为 I 级、II 级、III 级。

4.4 型号组成

产品型号由用途、规格、形态、等级组成，其表示方法如图 1 所示。

示例：

M100X-I 表示：纤维素醚用 100 号絮状 I 级精制棉。

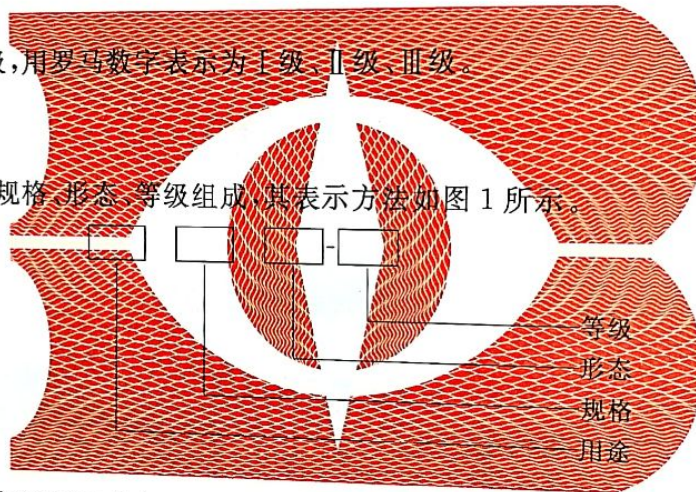


图 1 产品型号表示方法

5 要求

5.1 精制棉絮状产品异性纤维

精制棉絮状产品异性纤维应符合表 1 要求。

表 1 精制棉絮状产品异性纤维要求

等级	I 级	II 级	III 级
异性纤维数 根/3 kg	≤1	≤2	≤5

5.2 精制棉絮状产品杂质

精制棉絮状产品杂质应符合表 2 要求。

表 2 精制棉絮状产品杂质要求

等级	杂质数 个/625 cm ²				
	规格 5、15、30、60、100、200	规格 400、650	规格 1000	规格 2000	规格 3000
I 级	≤10	≤15	≤30	≤50	≤60
II 级	≤15	≤30	≤50	≤80	≤100
III 级	—	—	—	≤200	≤300

5.3 精制棉卷(片)状产品尘埃度

精制棉卷(片)状产品尘埃度应符合表 3 要求。

表 3 精制棉卷(片)状产品尘埃度要求

等级	尘埃度 mm ² /m ²				
	规格 5、15、30、60、100、200	规格 400、650	规格 1000	规格 2000	规格 3000
I 级	≤100	≤200	≤400	≤800	≤1 000
II 级	≤150	≤300	≤600	≤1 000	≤1 200
III 级	—	—	—	≤1 200	≤1 500

5.4 精制棉产品耐破度

精制棉产品耐破度仅适用 C60J、C100J、C200J 型号,应符合表 4 要求。

表 4 精制棉产品耐破度要求

产品型号	C60J	C100J	C200J
耐破度 kPa	150~400	150~400	150~400

5.5 精制棉卷(片)状产品定量、厚度

精制棉卷(片)状产品定量、厚度应符合表 5 要求。

表 5 精制棉卷(片)状产品定量、厚度要求

项目	定量 g/m ²	厚度 mm
指标	500~800	1.0~1.5
允许偏差	±50	±0.1

5.6 醋酸纤维素用精制棉技术性能指标

醋酸纤维素用精制棉技术性能指标应符合表 6 要求。

表 6 醋酸纤维素用精制棉技术性能指标要求

产品型号		特性黏度 ^a mL/g	α -纤维素含量 %	水分含量 %	灰分含量 %	白度 %	铁含量 mg/kg	丙酮可溶物 %
C60X C60J	C60X-I C60J-I	801~1 000	≥ 98.5	≤ 10.0	≤ 0.08	≥ 90.0	≤ 15	≤ 0.15
	C60X-II C60J-II	801~1 000	≥ 98.0	≤ 10.0	≤ 0.10	≥ 85.0	≤ 25	≤ 0.20
C100X C100J	C100X-I C100J-I	1 001~1 200	≥ 99.0	≤ 10.0	≤ 0.08	≥ 90.0	≤ 15	≤ 0.15
	C100X-II C100J-II	1 001~1 200	≥ 98.5	≤ 10.0	≤ 0.10	≥ 85.0	≤ 25	≤ 0.20
C200X C200J	C200X-I C200J-I	1 201~1 400	≥ 99.0	≤ 10.0	≤ 0.08	≥ 90.0	≤ 15	≤ 0.15
	C200X-II C200J-II	1 201~1 400	≥ 98.5	≤ 10.0	≤ 0.10	≥ 85.0	≤ 25	≤ 0.20

^a 根据使用需求,也可选择聚合度、黏度任一项技术要求代替特性黏度;聚合度、黏度范围见附录 A。

5.7 纤维素醚用精制棉技术性能指标

纤维素醚用精制棉技术性能指标应符合表 7 要求。

表 7 纤维素醚用精制棉技术性能指标要求

产品型号		特性黏度 ^a mL/g	α -纤维素含量 %	水分含量 %	吸湿度 ^b g	灰分含量 %	硫酸不溶物含量 %	白度 %	铁含量 mg/kg
M5X M5J	M5X-I M5J-I	≤ 400	≥ 97.5	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.15	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M5X-II M5J-II	≤ 400	≥ 97.0	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—
M15X M15J	M15X-I M15J-I	401~600	≥ 97.5	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.15	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M15X-II M15J-II	401~600	≥ 97.0	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—
M30X M30J	M30X-I M30J-I	601~800	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.15	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M30X-II M30J-II	601~800	≥ 98.0	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—

表 7 纤维素醚用精制棉技术性能指标要求 (续)

产品型号		特性黏度 ^a mL/g	α -纤维素含量 %	水分含量 %	吸湿度 ^b g	灰分含量 %	硫酸不溶物含量 %	白度 %	铁含量 mg/kg
M60X M60J	M60X-I M60J-I	801~1 000	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.15	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M60X-II M60J-II	801~1000	≥ 98.0	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—
M100X M100J	M100X-I M100J-I	1 001~1 200	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 150	≤ 0.10	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M100X-II M100J-II	1 001~1 200	≥ 98.0	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—
M200X M200J	M200X-I M200J-I	1 201~1 400	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 150	≤ 0.10	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M200X-II M200J-II	1 201~1 400	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—
M400X M400J	M400X-I M400J-I	1 401~1 600	≥ 99.0	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.15	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M400X-II M400J-II	1 401~1 600	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—
M650X M650J	M650X-I M650J-I	1 601~1 800	≥ 99.0	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.15	≤ 0.15	≥ 85.0	≤ 25
	M650X-II M650J-II	1 601~1 800	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	—
M1000X M1000J	M1000X-I M1000J-I	1 801~1 950	≥ 99.0	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0	≤ 25
	M1000X-II M1000J-II	1 801~1 950	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.25	≤ 0.25	≥ 80.0	—
	M1000X-III M1000J-III	1 801~1 950	≥ 98.0	≤ 10.0	≥ 130	≤ 0.40	—	≥ 70.0	—
M2000X M2000J	M2000X-I M2000J-I	1 951~2 100	≥ 99.0	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 80.0	≤ 25
	M2000X-II M2000J-II	1 951~2 100	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.25	≤ 0.30	≥ 75.0	—
	M2000X-III M2000J-III	1 951~2 100	≥ 98.0	≤ 10.0	≥ 130	≤ 0.40	—	≥ 70.0	—

表7 纤维素醚用精制棉技术性能指标要求(续)

产品型号		特性黏度 ^a mL/g	α -纤维素含量 %	水分含量 %	吸湿度 ^b g	灰分含量 %	硫酸不溶物含量 %	白度 %	铁含量 mg/kg
M3000X M3000J	M3000X-I M3000J-I	>2 100	≥99.0	≤10.0	≥145	≤0.20	≤0.30	≥80.0	≤25
	M3000X-II M3000J-II	>2 100	≥98.5	≤10.0	≥140	≤0.25	≤0.40	≥75.0	—
	M3000X-III M3000J-III	>2 100	≥98.0	≤10.0	≥130	≤0.40	—	≥70.0	—

^a 根据使用需求,也可选择聚合度、黏度任一项技术要求代替特性黏度;聚合度、黏度范围见附录A。
^b 吸湿度仅适用于絮状产品。

5.8 硝化纤维素用精制棉技术性能指标

硝化纤维素用精制棉技术性能指标应符合表8要求。

表8 硝化纤维素用精制棉技术性能指标要求

产品型号		特性黏度 ^a mL/g	α -纤维素含量 %	水分含量 %	吸湿度 ^b g	灰分含量 %	硫酸不溶物含量 %	白度 %
X15X X15J	X15X-I X15J-I	401~600	≥97.5	≤10.0	≥145	≤0.15	≤0.15	≥85.0
	X15X-II X15J-II	401~600	≥97.0	≤10.0	≥140	≤0.20	≤0.20	≥82.0
X30X X30J	X30X-I X30J-I	601~800	≥98.0	≤10.0	≥150	≤0.10	≤0.15	≥85.0
	X30X-II X30J-II	601~800	≥97.5	≤10.0	≥145	≤0.15	≤0.20	≥82.0
X60X X60J	X60X-I X60J-I	801~1 000	≥98.5	≤10.0	≥150	≤0.15	≤0.15	≥85.0
	X60X-II X60J-II	801~1 000	≥98.0	≤10.0	≥145	≤0.20	≤0.20	≥82.0
X100X X100J	X100X-I X100J-I	1 001~1 200	≥98.5	≤10.0	≥145	≤0.15	≤0.15	≥85.0
	X100X-II X100J-II	1 001~1 200	≥98.0	≤10.0	≥140	≤0.20	≤0.20	≥82.0

表 8 硝化纤维素用精制棉技术性能指标要求 (续)

产品型号		特性黏度 ^a mL/g	α -纤维素含量 %	水分含量 %	吸湿度 ^b g	灰分含量 %	硫酸不溶物含量 %	白度 %
X200X X200J	X200X-I X200J-I	1 201~1 400	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.15	≤ 0.15	≥ 85.0
	X200X-II X200J-II	1 201~1 400	≥ 98.0	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0
X1000X X1000J	X1000X-I X1000J-I	1 801~1 950	≥ 99.0	≤ 10.0	≥ 145	≤ 0.20	≤ 0.20	≥ 82.0
	X1000X-II X1000J-II	1 801~1 950	≥ 98.5	≤ 10.0	≥ 140	≤ 0.25	≤ 0.25	≥ 80.0

^a 根据使用需求,也可选择聚合度、黏度任一项技术要求代替特性黏度。聚合度、黏度范围见附录 A。
^b 吸湿度仅适用于絮状产品。

6 试验方法

6.1 一般规定

本文件中所用试剂均为分析纯,所用标准溶液、试剂应按 GB/T 601、GB/T 603 的规定制备。分析实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

本文件中的数值采用修约比较法,数值修约按 GB/T 8170 的规定。

6.2 试样制备

6.2.1 本文件中的平衡试样,均在室内温度 20℃~25℃、相对湿度 40%~70% 环境下进行制备。

6.2.2 絮状产品试样制备:将收到的试样置于洁净的盘内,撕松并混匀,但不应将非纤维杂质剔除,迅速取出测水分含量用的试样后,将其余的试样铺开,其厚度为 20 mm~30 mm,在室温下放置 3 h~4 h,使其水分和大气湿度接近平衡,备用,该试样称为平衡试样。

6.2.3 卷(片)状产品试样制备:将收到的试样用钢丝刷[符合 QB/T 2190 要求,不锈钢材质,规格 6 排×(10 排~16 排)]均匀撕梳成絮状,再用镊子进一步撕碎、撕细,置于洁净的盘内并混匀,迅速取出测水分含量用的试样后,将其余的试样铺开,其厚度为 20 mm~30 mm,在室温下放置 3 h~4 h,使其水分和大气湿度接近平衡,备用。

6.2.4 在称取测定 α -纤维素含量、特性黏度、聚合度、黏度、灰分含量、硫酸不溶物含量、铁含量试样时,同时称取试样,测定其平衡试样中水分含量,测试方法按 6.5 的规定,结果修约至小数点后两位。

6.3 特性黏度

按 GB/T 1548 测定。

6.4 α -纤维素含量

6.4.1 方法提要

用质量分数为 17.5% 的氢氧化钠溶液处理试样后,过滤、洗涤至中性,经干燥、称量,然后计算残余

物(α-纤维素)的量。

6.4.2 试剂及其制备

试剂及其制备如下:

- a) 冰乙酸:配制成体积分数为 10% 的溶液;
- b) 氢氧化钠溶液:先用固体氢氧化钠加水制成质量分数为 50% 的溶液,盛于密闭的瓶中,静置 15 d 以上,使碳酸盐充分沉淀,直至溶液澄清为止;用虹吸管吸取上部澄清溶液,再用不含二氧化碳的蒸馏水配制质量分数为 17.4%~17.6% 的溶液,其碳酸盐的质量分数不超过 0.3%。

6.4.3 仪器、设备

α-纤维素含量测定所用仪器、设备如下:

- a) 瓷杯:100 mL、200 mL;
- b) 滤杯:G2,孔径 30 μm~50 μm;
- c) 抽滤瓶:1 000 mL~1 500 mL;
- d) 循环水式多用真空泵:真空度 -0.098 MPa,10 L/min;
- e) 量筒:50 mL、100 mL;
- f) 低温恒温水槽:温度范围 -5℃~99.9℃,精度 ±0.5℃;
- g) 玻璃干燥器;
- h) 电热干燥箱:温控范围 50℃~300℃,精度 ±1℃;
- i) 称量天平:精度 0.000 1 g。

6.4.4 分析步骤

6.4.4.1 将盛有 30 mL 氢氧化钠溶液[见 6.4.2b)]的瓷杯及装有不含二氧化碳蒸馏水的瓶子置于低温恒温水槽中,在 20.0℃±0.5℃ 下保温 10 min。

6.4.4.2 称取约 2 g 平衡试样,精确至 0.000 2 g,放入瓷杯中,用平头玻璃棒细心搅拌 1 min 后压平试样,盖上表面皿,放置 30 min,间歇 15 min 搅拌一次,每次搅拌约 1 min,然后加入不含二氧化碳的蒸馏水 30 mL,继续搅拌 1 min,使其成为均匀的糊状物。

6.4.4.3 用已知质量的滤杯在减压下过滤,吸干碱液,再用 700 mL 蒸馏水分数次洗涤。

6.4.4.4 取下滤杯,加入 30 mL 冰乙酸溶液[见 6.4.2a)],浸渍 5 min 后,再在减压下过滤,并用 40℃~50℃ 蒸馏水洗涤至中性(用石蕊试纸检查)。吸干后取下滤杯,置于电热干燥箱中,在 135℃±2℃ 下干燥至恒重。

6.4.5 分析结果的表述

试样中 α-纤维素的含量按式(1)计算。

$$w_1 = \frac{m_2 - m_1}{m_0' \times (1 - w_1')} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- w_1 ——试样中 α-纤维素的质量分数, %;
- m_2 ——干燥后滤渣及滤杯的质量,单位为克(g);
- m_1 ——滤杯的质量,单位为克(g);
- m_0' ——平衡试样的质量,单位为克(g);
- w_1' ——平衡试样中水分的质量分数, %。

每份试样平行测定两个结果,允许差不超过 0.3%,取算术平均值,结果修约至小数点后一位。

6.5 水分含量

6.5.1 方法提要

将试样干燥后,测量其失重,计算试样的水分含量。

6.5.2 仪器、设备

水分含量测定所用仪器、设备如下:

- a) 称皿;
- b) 电热干燥箱:温控范围 50 °C~300 °C,精度±1 °C;
- c) 玻璃干燥器。

6.5.3 分析步骤

用已知质量的干燥称皿,称取 3 g~5 g 平衡前的试样,精确至 0.001 g,放入电热干燥箱中,于 135 °C±2 °C 下干燥 30 min(允许用红外线或经验证的其他干燥方法)。取出称皿,将盖盖上,迅速移入干燥器内,冷却 30 min~60 min 后称量,精确至 0.001 g。

6.5.4 分析结果的表述

试样中水分含量按式(2)计算。

$$w_2 = \frac{m_3 - m_4}{m_0} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- w_2 ——试样中水分的质量分数,%;
 m_3 ——干燥前称皿和试样的质量,单位为克(g);
 m_4 ——干燥后称皿和试样的质量,单位为克(g);
 m_0 ——试样的质量,单位为克(g)。

每份试样平行测定两个结果,允许差不超过 0.5%,取算术平均值,结果修约至小数点后一位。

6.6 吸湿度

6.6.1 方法提要

将试样浸入规定温度的水中,并保持一定的时间,然后称量吸水后的试样,计算试样的吸湿度。

6.6.2 仪器、设备

吸湿度测定所用仪器、设备如下:

- a) 测吸湿度用铝筒:见图 2,带铝盘;
- b) 温度计:0 °C~50 °C,精度 0.1 °C;
- c) 烧杯:直径 160 mm,容量 3 000 mL;
- d) 称量天平:精度 0.01 g;
- e) 计时器:精度 0.1 s。

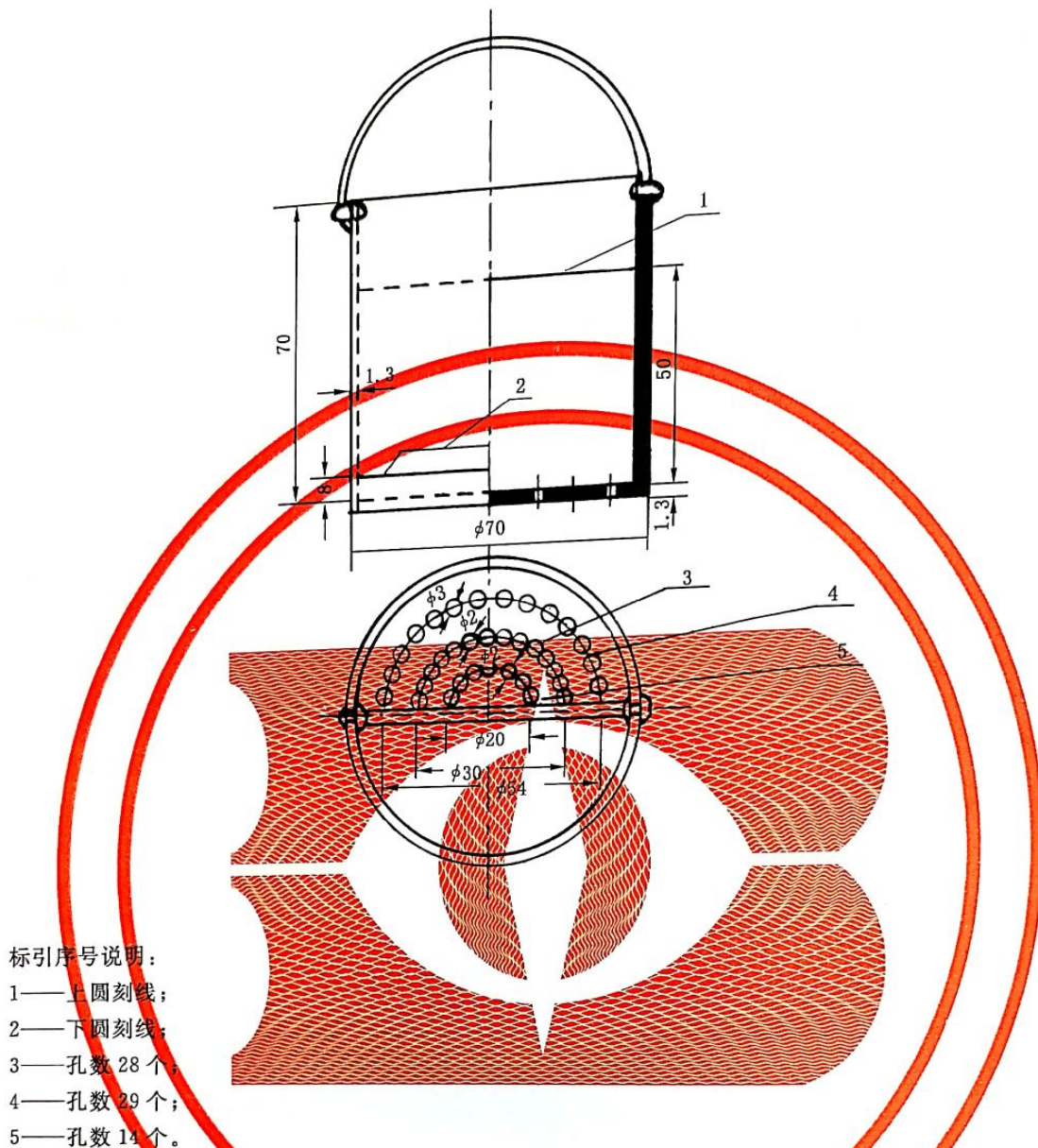


图 2 测吸湿度用铝筒

6.6.3 分析步骤

称取约 15 g 平衡试样,精确至 0.1 g,撕松并均匀地放入已知质量的测吸湿度用铝筒内,用铝板将试样准确压至筒内 50 mm 刻线处,取出铝板,然后将盛有试样的测吸湿度用铝筒平稳地浸入盛有 20 °C ± 0.5 °C 蒸馏水的烧杯中(烧杯中盛水量应保持 3 000 mL 水量),至筒外 8 mm 刻线处,保持 30 s 后,迅速取出放入铝盘内,再称量,精确至 0.1 g。

6.6.4 分析结果的表述

试样吸湿度按式(3)计算。

$$m_s = m_6 - (m_5 + m_0') \dots\dots\dots (3)$$

式中：

- m_s —— 试样吸湿度,单位为克(g);
- m_6 —— 吸水后试样及测吸湿度用铝筒(含铝盘)质量,单位为克(g);
- m_5 —— 测吸湿度用铝筒(含铝盘)质量,单位为克(g);

m_0' ——平衡试样的质量,单位为克(g)。

每份试样平行测定两个结果,相对允许差不超过 $\pm 5\%$,取算术平均值,结果修约至整数位。

6.7 灰分含量

6.7.1 方法提要

将试样炭化,再在箱式电炉内灼烧,然后冷却、称量,计算试样的灰分含量。

6.7.2 仪器、设备

灰分含量测定所用仪器、设备如下:

- a) 瓷坩埚:50 mL~100 mL;
- b) 电炉:2 000 W~3 000 W;
- c) 箱式电炉:温控范围为室温~1 200 ℃;
- d) 玻璃干燥器;
- e) 称量天平:精度 0.000 1 g。

6.7.3 分析步骤

称取约 5 g 平衡试样,精确至 0.01 g,置于已知质量的坩埚内,半盖着坩埚盖,在电炉上慢慢炭化(避免着火)。炭化完后,放入箱式电炉中,在 750 ℃~800 ℃中灼烧 2 h,取出,在空气中放置 5 min,移入干燥器内冷却 30 min~60 min,称量至恒重,精确至 0.000 2 g。

6.7.4 分析结果的表述

试样中灰分的含量按式(4)计算。

$$w_3 = \frac{m_8 - m_7}{m_0' \times (1 - w_1')} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

- w_3 ——试样中灰分的质量分数,%;
- m_8 ——灼烧后残渣及瓷坩埚质量,单位为克(g);
- m_7 ——瓷坩埚质量,单位为克(g);
- m_0' ——平衡试样的质量,单位为克(g);
- w_1' ——平衡试样中水分的质量分数,%。

每份试样平行测定两个结果,允许差不超过 0.05%(C60、C100、C200 的 I 级不超过 0.03%),取其算术平均值,结果修约至小数点后两位。

6.8 硫酸不溶物含量

6.8.1 方法提要

用冷浓硫酸溶解试样后,加水稀释,过滤、洗涤、干燥、冷却、称量,计算试样的硫酸不溶物含量。

6.8.2 试剂

硫酸:质量分数为 95%~98%。

6.8.3 仪器、设备

硫酸不溶物含量测定所用仪器、设备如下:

- a) 瓷杯:250 mL~500 mL;

- b) 滤杯;G2,孔径 30 μm~50 μm;
- c) 抽滤瓶;1 000 mL~1 500 mL;
- d) 烧杯;800 mL~1 000 mL;
- e) 循环水式多用真空泵;真空度-0.098 MPa,10 L/min;
- f) 量筒;50 mL~100 mL;
- g) 低温恒温水槽;温度范围-5℃~99.9℃,精度±0.5℃;
- h) 玻璃干燥器;
- i) 电热干燥箱;温控范围 50℃~300℃,精度±1℃;
- j) 称量天平;精度 0.000 1 g;
- k) 平头玻璃棒;平头直径约 10 mm。

6.8.4 分析步骤

6.8.4.1 称取约 10 g 平衡试样,精确至 0.01 g。将干燥的瓷杯置于温度不超过 20℃ 的冷水中,注入 35 mL~50 mL 经 15℃ 以下水冷却的质量分数为 95%~98% 的硫酸,然后将试样分散均匀数次加入并迅速搅拌,使试样完全溶解,直至成均匀的胶体为止。试样溶解需 5 min~10 min,如有白块出现,应用平头玻璃棒研磨 2 min~3 min,尽量使其溶解。即将瓷杯从冷水中取出,擦干外壁,在搅拌下将瓷杯内容物缓慢地注入盛有 400 mL~500 mL 蒸馏水的烧杯中。瓷杯壁附着的残渣应全部洗入烧杯中,加水稀释至约 800 mL,静置至残渣沉降后,用已知质量的滤杯在微量减压下过滤,用热水洗涤至中性。取下滤杯,擦干外壁,置入电热干燥箱中,在 135℃±2℃ 下干燥 30 min,移入干燥器中冷却 30 min~60 min,称量至恒重,精确至 0.000 2 g。

6.8.4.2 当硫酸和试样作用时,若有炭化现象,若烘干后烧杯内容物发黑时,应重新测定。

6.8.4.3 过滤后,如发现白块,可补 2 mL~3 mL 体积分数为 70% 的硫酸,到白块完全溶解,然后洗涤干燥,称量。白块若不能完全溶解,按 6.8.4.1 重新测定。

6.8.5 分析结果的表述

试样中硫酸不溶物的含量按式(5)计算。

$$w_4 = \frac{m_{10} - m_9}{m_0' \times (1 - w_1')} \times 100 \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中:

- w_4 ——试样中硫酸不溶物的质量分数, %;
- m_{10} ——干燥后滤杯和残渣质量,单位为克(g);
- m_9 ——滤杯质量,单位为克(g);
- m_0' ——平衡试样的质量,单位为克(g);
- w_1' ——平衡试样中水分的质量分数, %。

每份试样平行测定两个结果,允许差不超过 0.05%,取其算术平均值,结果修约至小数点后两位。

6.9 白度

6.9.1 方法提要

将试样在一定压力下压成圆饼状,用波长为 457 nm 的光束,光源色温 D65,以 45°角照射于试样,其反射率与标准氧化镁板反射率的比值即为试样的白度。

6.9.2 仪器、设备

白度测定所用仪器、设备如下:

- a) 数显白度仪;测量范围 0.0~100.0;

- b) 压力机:量程 ≤ 40 MPa;
- c) 不锈钢模具:包括压样平头、样品环,要求与试样接触的表面粗糙度 $Ra \leq 1.6 \mu\text{m}$,样品环内径为 50 mm;
- d) 标准白度板:60%~69%,70%~79%,80%~89%,90%~99%;
- e) 称量天平:精度 0.01 g。

6.9.3 标准白度板选择及白度仪校准

6.9.3.1 标准白度板应选择与所测试的试样白度相近。

6.9.3.2 按照仪器规定输入标准板校准专用数据,然后将标准白度板置于白度仪探头下,按校准(定标)键,进行校准。

6.9.3.3 仪器校准完成后,将标准白度板取出,放入待测试样,即可进行测量。

6.9.3.4 标准白度板、白度仪每年应校准一次。

6.9.4 分析步骤

6.9.4.1 絮状产品白度分析:称取约 5 g 平衡试样,精确至 0.01 g。平铺于模具中,用压力机压成直径 50 mm 表面平整的圆饼,成型压力为 3.0 MPa~4.0 MPa,保压 30 s。在白度仪上测定平整面的白度,读取白度值。每份试样应按 90° 转动四个方位,每个方位测定一个值,最高与最低的值差不超过 1%,取其算术平均值,结果修约至小数点后一位。

6.9.4.2 卷(片)状产品白度分析:将试样裁剪成长 250 mm、宽 250 mm,在白度仪上测定平整面的白度,读取白度值。每份试样应按 90° 转动四个方位,每个方位测定一个值,最高与最低的值差不超过 1%,取其算术平均值,结果修约至小数点后一位。

6.10 铁含量

6.10.1 方法提要

将试样炭化后的残渣溶解于盐酸中,然后用氯化羟胺使三价铁还原为二价铁。在微酸性条件下,二价铁与非啉形成有色络合物。用分光光度法,于波长 510 nm 处进行光度测定。同时,用铁标准溶液作空白试验,绘制标准曲线。根据试样的吸光度,从标准曲线上查得相应的铁含量,从而计算试样的铁含量。

6.10.2 试剂及制备

试剂及制备如下:

- a) 盐酸:配制成体积比为 1:1 的溶液;
- b) 乙酸-乙酸钠缓冲溶液:浓度 4 mol/L, $\text{pH}=4.5$,按 GB/T 603 配制;
- c) 1,10-非啉溶液:按 GB/T 603 配制成质量分数为 0.1% 的溶液;
- d) 氯化羟胺:配制成质量分数为 2% 的溶液;
- e) 0.1 g/L 铁标准溶液:称取 0.864 g 硫酸铁铵,精确至 0.001 g,置于 200 mL 烧杯中,加入 100 mL 蒸馏水、4 mL 密度为 1.84 g/cm^3 的硫酸,溶解后,转入 1 000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻线,摇匀;
- f) 0.01 g/L 铁标准溶液:将 0.1 g/L 铁标准溶液稀释 10 倍,溶液只能当日使用。

6.10.3 仪器、设备

铁含量测定所用仪器、设备如下:

- a) 分光光度计:带有 1 cm 比色皿,波长准确度为 $\pm 2 \text{ nm}$;
- b) 容量瓶:50 mL;

- c) 滴定管:50 mL;
- d) 量筒:5 mL、25 mL;
- e) 瓷坩埚:容积为 30 mL~50 mL;
- f) 箱式电炉:温控范围为室温~1 200 ℃;
- g) 称量天平:精度为 0.01 g。

6.10.4 分析步骤

6.10.4.1 吸取 5 mL、10 mL、15 mL、20 mL 铁标准溶液[见 6.10.2 f)],分别放入 50 mL 容量瓶中,各加入 5 mL 氯化羟胺溶液[见 6.10.2 d)],15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液[见 6.10.2 b)]和 5 mL 1,10-菲罗啉溶液[见 6.10.2 c)],用蒸馏水稀释至刻线,摇匀。放置 15 min 后,以空白溶液做参比,用 1 cm 比色皿在波长 510 nm 处测得吸光度。以吸光度为纵坐标,铁含量为横坐标,绘制标准曲线。

6.10.4.2 称取约 3g 平衡试样,精确至 0.01 g,置于坩埚中,将试样压紧,半盖着坩埚盖,在电炉上慢慢炭化,炭化完后,放入 750 ℃~800 ℃的箱式电炉中灼烧 30 min~60 min,试样灼烧至灰白色取出。冷却后加入 5 mL 盐酸溶液[见 6.10.2 a)],在沸水浴上蒸干后,再加入 5 mL 盐酸溶液[见 6.10.2 a)],在沙浴上加热 5 min。用蒸馏水将坩埚中的内容物移入 50 mL 容量瓶中(蒸馏水的总体积不超过 15 mL)。再加入 5 mL 氯化羟胺溶液[见 6.10.2 d)],15 mL 乙酸-乙酸钠缓冲溶液[见 6.10.2 b)]和 5 mL 1,10-菲罗啉溶液[见 6.10.2 c)],用蒸馏水稀释至刻线,摇匀。放置 15 min 后,以空白溶液作参比,用 1 cm 比色皿在波长 510 nm 处测得吸光度,并由标准曲线上查出铁含量。

6.10.5 分析结果的表述

试样中铁含量按式(6)计算。

$$w_5 = \frac{1\ 000 \times m_{\text{Fe}}}{m_0' \times (1 - w_1')} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中:

- w_5 —— 试样中铁含量,单位为毫克每千克(mg/kg);
- m_{Fe} —— 由标准曲线上查得的铁含量,单位为毫克(mg);
- m_0' —— 平衡试样的质量,单位为克(g);
- w_1' —— 平衡试样中水分的质量分数,%。

每份试样平行测定两个结果,允许差不超过 5 mg/kg,取其算术平均值,结果修约至整数位。

6.11 丙酮可溶物

按 GB/T 22902 测定。

6.12 异性纤维

6.12.1 仪器设备

絮状产品异性纤维测定所用仪器、工装如下:

- a) 照明灯:20W 的 LED 灯或 1 000 lm 的灯光;
- b) 铝盒或塑料盒:平整、清洁。

6.12.2 分析步骤

6.12.2.1 根据 7.3.2.2 规定,从絮状产品批中随机抽取规定数量的试样包。

6.12.2.2 将各试样包任一侧面平放,从侧面表层下 100 mm~200 mm 深处,平整均匀撕开,抽取一个试样,并将抽取的所有试样均匀混合成一个检测试样,质量约 3 000 g。

6.12.2.3 将检测试样在平整、清洁的铝盒或塑料盒中逐一撕碎,在 20 W 的 LED 灯或 1 000 lm 的灯光

下,目视挑拣样品中的异性纤维,记录异性纤维数。

6.13 杂质

6.13.1 仪器设备

絮状产品杂质测定所用仪器、设备如下:

- a) 检测板:材质亚克力板,长 25 cm,宽 25 cm,面积 625 cm²,厚度≤2 cm;
- b) 照明灯:20W 的 LED 灯或 1 000 lm 的灯光;
- c) 游标卡尺:精度 0.1 mm。

6.13.2 分析步骤

6.13.2.1 按 7.3.2.2 规定,从絮状产品批中随机抽取规定数量的试样包。

6.13.2.2 将试样包口朝上平放,并拆开试样包的外包装。

6.13.2.3 从试样包表层下 100 mm~200 mm 深处,均匀地撕开精制棉,撕开的截面应平整。选取两处不同的截面,将检测板平放按压,在 20W 的 LED 灯或 1 000 lm 的灯光下,肉眼观察检测板下的杂质,使用游标卡尺确定面积>0.2 mm² 的杂质纳入统计范围。

6.13.2.4 依次对试样包进行检测,分别记录每次检测试样的杂质数。

6.13.3 分析结果的表述

试样的杂质数按式(7)计算:

$$M_n = \frac{\sum_{i=1}^n (N_i - N_i')}{2n} \dots\dots\dots(7)$$

式中:

M_n ——试样的杂质数,单位为个每 625 平方厘米(个/625 cm²);

N_i ——第 i 个样品包第一处截面杂质数,单位为个每 625 平方厘米(个/625 cm²);

N_i' ——第 i 个样品包第二处截面杂质数,单位为个每 625 平方厘米(个/625 cm²);

n —— 抽样包数;

2 —— 每个样品包测定次数。

杂质数取其算数平均值,结果修约至整数位。

6.14 尘埃度

按 GB/T 1541 测定。

6.15 定量、厚度

6.15.1 卷(片)状产品定量按 GB/T 451.2 测定。

6.15.2 卷(片)状产品厚度按 GB/T 451.3 测定。

6.16 耐破度

按 GB/T 1539 测定。

7 检验规则

7.1 检验分类

分为鉴定检验和出厂检验。

7.2 鉴定检验

7.2.1 检验项目

鉴定检验项目见表 9。

表 9 鉴定检验项目

序号	检验项目	醋酸纤维素用精制棉		纤维素醚用精制棉		硝化纤维素用精制棉		要求章条号	试验方法章条号
		絮状	卷(片)状	絮状	卷(片)状	絮状	卷(片)状		
1	特性黏度/聚合度/黏度	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.3、附录 B、附录 C
2	α -纤维素含量	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.4
3	水分含量	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.5
4	吸湿度	—	—	●	—	●	—	5.7、5.8	6.6
5	灰分含量	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.7
6	硫酸不溶物含量	—	—	●	●	●	●	5.7、5.8	6.8
7	白度	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.9
8	铁含量	●	●	●	●	—	—	5.6、5.7	6.10
9	丙酮可溶物	●	●	—	—	—	—	5.6	6.11
10	异性纤维	●	—	●	—	●	—	5.1	6.12
11	杂质	●	—	●	—	●	—	5.2	6.13
12	尘埃度	—	●	—	●	—	●	5.3	6.14
13	定量、厚度	—	●	—	●	—	●	5.5	6.15
14	耐破度	—	●	—	—	—	—	5.4	6.16

注：“●”表示必检项目；“—”表示无此检验项目。

7.2.2 抽样方案

鉴定检验样品的抽取按 7.3.2 执行。

7.2.3 合格判定

检验结果符合本文件要求，则鉴定检验合格。否则，判定鉴定检验不合格。

7.3 出厂检验

7.3.1 检验项目

出厂检验项目见表 10。

表 10 出厂检验项目

序号	检验项目	醋酸纤维素用精制棉		纤维素醚用精制棉		硝化纤维素用精制棉		要求章条号	试验方法章条号
		絮状	卷(片)状	絮状	卷(片)状	絮状	卷(片)状		
1	特性黏度/聚合度/黏度	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.3、附录 B、附录 C
2	α -纤维素含量	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.4
3	水分含量	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.5
4	吸湿度	—	—	●	—	●	—	5.7、5.8	6.6
5	灰分含量	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.7
6	硫酸不溶物含量	—	—	○	○	●	●	5.7、5.8	6.8
7	白度	●	●	●	●	●	●	5.6~5.8	6.9
8	铁含量	●	●	○	○	—	—	5.6、5.7	6.10
9	丙酮可溶物	●	●	—	—	—	—	5.6	6.11
10	异性纤维	●	—	●	—	●	—	5.1	6.12
11	杂质	●	—	●	—	●	—	5.2	6.13
12	尘埃度	—	●	—	●	—	●	5.3	6.14
13	定量、厚度	—	●	—	●	—	●	5.5	6.15
14	耐破度	—	●	—	—	—	—	5.4	6.16

注：“●”表示必检项目；“○”表示使用方和生产方协商检验项目；“—”表示无此检验项目。

7.3.2 抽样

7.3.2.1 组批规则

产品以批为单位验收。由若干质量一致的单批产品组成的总批,其批量不超过 30 t。

7.3.2.2 抽样规则

7.3.2.2.1 絮状产品抽样

絮状产品抽样应满足下列要求:

- a) 先从产品批中随机抽取试样包,抽样包数应符合表 11。再从各试样包表层以下 100 mm~200 mm 的深处采取试样,总量约 1 000 g。

表 11 抽样包数

该批产品总包数 N	抽样包数 n
<10	逐包取样
11~100	10
101~200	15

表 11 抽样包数 (续)

该批产品总包数 N	抽样包数 n
201~300	18
301~500	23
501~700	27
701~900	30
>900	32

- b) 将所采取的样品充分混合均匀,并分成相等的两份,每份取约 500 g 分别装入清洁干燥的密闭容器或自封塑料袋中。
- c) 盛装样品的容器或塑料袋上应粘贴标签,注明产品名称、型号、批号、分析项目、取样日期、取样人员。一份送理化室分析,另一份留存备用。留存备用试样的保存期为 6 个月。

7.3.2.2.2 卷(片)状产品抽样

按 GB/T 740 执行。

7.3.3 合格判定

每批产品规定检验项目结果均合格,则判定该批产品质量检验为合格。如果某项检验结果不合格,应采取双份样品对不合格项目进行复检。双份样品检验合格,则判定该批产品质量检验为合格,若其中有一份不合格,则判定该批产品质量检验为不合格。

8 标志、包装、运输、贮存和交付

8.1 标志

精制棉外包装标志应清晰,内容可包括:

- a) 生产厂家;
- b) 产品名称;
- c) 产品型号;
- d) 批号;
- e) 生产日期;
- f) 执行标准号;
- g) 净重;
- h) “防火、防潮、防油污渗入”等字样或标志。

8.2 包装

8.2.1 絮状产品包装

絮状产品包装应满足下列要求:

- a) 包装应防潮防尘防污染,采用两层包装,内层宜用符合 QB/T 2461 的聚乙烯薄膜包装,外层宜用符合 GB/T 406 的棉布包封。也可采用符合 GB/T 8946 的覆膜塑料编织袋包装;
- b) 内层包装相邻交接处应重叠,重叠部分不少于 100 mm;棉布两端或覆膜的塑料编织袋接缝处应严密缝好,不应露棉,无污染;

- c) 包装件应捆扎牢固,以保证棉包在运输过程中不松散;
- d) 每包精制棉净重应为 50 kg~100 kg,同批包与包质量差为±5 kg。

8.2.2 卷状产品包装

卷状产品包装应满足下列要求:

- a) 包装应防潮防尘防污染,宜用符合 GB/T 22865 的包装纸或符合 BB/T 0024 的缠绕膜包装,封闭应严实,无破损、无污染;
- b) 每卷净重为 150 kg~500 kg,同批卷与卷质量差为±25 kg。

8.2.3 片状产品包装

片状产品包装应满足下列要求:

- a) 包装应防潮防尘防污染,宜用符合 GB/T 22865 的包装纸或符合 GB/T 8946 的覆膜塑料编织袋包装,捆扎结实;
- b) 包装整齐,无污染、无破损;
- c) 每包净重为 100 kg~200 kg,同批包与包质量差为±1 kg。

8.3 运输

精制棉在搬运时应轻装轻卸,保持包装完好、标志清晰,运输工具应保证清洁和干燥,运输过程应防止日晒雨淋和受污染。

8.4 贮存

精制棉应贮存在干燥、洁净、通风的库房内,库房应配备防火防潮设施,并防止其他杂质和油污渗入。产品自生产之日起保质期为 12 个月。

8.5 交付

产品出厂应附有产品质量检验报告单或产品质量检验合格证。对特殊技术需求的项目,生产方可按约定提供生产方检验报告或具备检验资质的第三方检验报告。

附录 A

(资料性)

精制棉各规格产品聚合度、黏度范围

A.1 精制棉各规格产品聚合度范围

精制棉各规格产品聚合度范围见表 A.1。

表 A.1 精制棉各规格产品聚合度范围

规格	聚合度
5	≤600
15	601~800
30	801~1 000
60	1 001~1 300
100	1 301~1 600
200	1 601~1 900
400	1 901~2 200
650	2 201~2 400
1 000	2 401~2 600
2 000	2 601~2 800
3 000	>2 800

A.2 精制棉各规格产品黏度范围

精制棉各规格产品黏度范围见表 A.2。

表 A.2 精制棉各规格产品黏度范围

规格	黏度 mPa·s
5	≤10
15	11~20
30	21~40
60	41~70
100	71~120
200	121~300
400	301~500
650	501~800
1 000	801~1 700
2 000	1 701~2 700
3 000	>2 700

附录 B
(资料性)
聚合度的测定

B.1 方法一(仲裁法)

B.1.1 方法提要

以铜氨溶液溶解试样后,在规定的温度下,用乌氏或奥氏黏度计分别测定纤维素铜氨溶液和空白铜氨溶液流经黏度计两刻线间的时间,求出溶液的增比黏度,进而计算试样的聚合度。

B.1.2 试剂及其制备

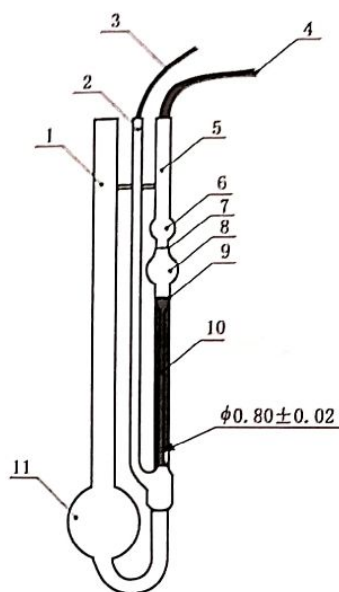
铜氨溶液:其中铜含量为 $1.30 \text{ g}/100 \text{ mL} \pm 0.02 \text{ g}/100 \text{ mL}$,氨含量为 $15.0 \text{ g}/100 \text{ mL} \pm 0.2 \text{ g}/100 \text{ mL}$,氢氧化钠含量为 $0.7 \text{ g}/100 \text{ mL}$,蔗糖含量为 $0.2 \text{ g}/100 \text{ mL}$,其制备方法见附录 D。

B.1.3 仪器、设备

聚合度测定所用仪器、设备如下:

- a) 棕色玻璃瓶:60 mL;
- b) 乌氏黏度计或奥氏黏度计:毛细管内直径为 0.80 mm ,见图 B.1、图 B.2;
- c) 全温恒温振荡器:温度范围 $5 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 50 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- d) 低温恒温水槽:温度范围 $-5 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 99.9 \text{ }^{\circ}\text{C}$,精度 $\pm 0.5 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- e) 计时器:精度 0.1 s ;
- f) 玻璃恒温水浴:2 000 mL ~ 3 000 mL;
- g) 电热干燥箱:温控范围 $50 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$,精度 $\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- h) 铜丝:直径 2 mm ,长 $10 \text{ mm} \sim 20 \text{ mm}$,铜含量 99.9% 。

单位为毫米



标引序号说明:

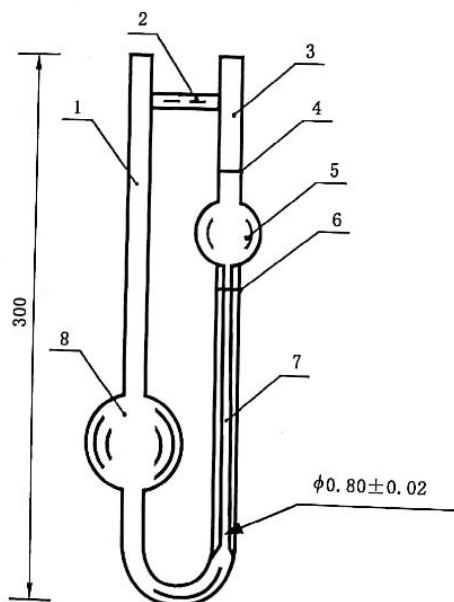
- 1 — 管 2;
- 2 — 管 1;
- 3 — 乳胶管;
- 4 — 乳胶管;

- 5 — 管 3;
- 6 — 球 C;
- 7 — 上圆刻线;
- 8 — 球 A;

- 9 — 下圆刻线;
- 10 — 毛细管;
- 11 — 球 B。

图 B.1 乌氏黏度计

单位为毫米



标引序号说明:

- 1 — 管 2;
- 2 — 加固玻璃棒;
- 3 — 管 1;

- 4 — 上圆刻线;
- 5 — 球 A;
- 6 — 下圆刻线;

- 7 — 毛细管;
- 8 — 球 B。

图 B.2 奥氏黏度计

B.1.4 分析步骤

B.1.4.1 根据试样聚合度的大小配制纤维素铜氨溶液,具体要求见表 B.1,使其增比黏度在 0.3~1.0 内。并按式(B.1)计算所称取平衡试样的质量,精确至 0.000 2 g。

表 B.1 纤维素铜氨溶液浓度的要求

聚合度	≤1 000	>1 000
纤维素铜氨溶液质量浓度 g/L	1.5	1~0.75

$$m_0' = \frac{V \times c}{1\ 000 \times (1 - w_1')} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

- m_0' ——平衡试样的质量,单位为克(g);
- V ——铜氨溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c ——纤维素铜氨溶液的质量浓度,单位为克每升(g/L);
- w_1' ——平衡试样中水分的质量分数, %。

B.1.4.2 将称取的平衡试样放入盛有 15 g~20 g 洁净铜丝的干燥的棕色玻璃瓶中,用移液管或滴定管加入 50 mL 铜氨溶液,盖紧瓶塞,放入振荡器中振荡 30 min~60 min。待全部溶解后,置于 20 °C ± 0.5 °C 的低温恒温水槽中,与乌氏黏度计或奥氏黏度计同时保温 30 min。用纤维素铜氨溶液清洗乌氏黏度计或奥氏黏度计,然后注入 10 mL 的纤维素铜氨溶液,用计时器测定纤维素铜氨溶液液面流经黏度计两刻线间的时间。

平行测定两个结果,允许差不超过 0.5 s,取其算术平均值。

B.1.4.3 同时,以同样的条件,测定空白铜氨溶液 10 mL 液面流经黏度计上、下两刻线间的时间。

B.1.5 分析结果的表述

先按式(B.2)计算纤维素铜氨溶液的增比黏度。

$$\eta_{sp} = \frac{t_1}{t_0} - 1 \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

- η_{sp} ——纤维素铜氨溶液的增比黏度,单位为毫帕秒(mPa·s);
 - t_1 ——纤维素铜氨溶液液面流经黏度计两刻线间的时间,单位为秒(s);
 - t_0 ——空白铜氨溶液液面流经黏度计两刻线间的时间,单位为秒(s)。
- 试样的平均聚合度按式(B.3)计算。

$$DP = \frac{\eta_{sp}}{(1 + 0.29\eta_{sp}) \times K \times c} \dots\dots\dots (B.3)$$

式中:

- DP ——试样的平均聚合度;
- η_{sp} ——纤维素铜氨溶液的增比黏度,单位为毫帕秒(mPa·s);
- 0.29 ——常数;
- K ——常数, 5×10^{-4} ;
- c ——纤维素铜氨溶液的质量浓度,单位为克每升(g/L)。

每份试样平行测定两个结果,相对允许差不超过 4%,取其算术平均值,结果修约至整数位。

B.2 方法二

B.2.1 方法提要

在规定的温度下烘干试样,经冷却后,用铜氨溶液溶解,用黏度计分别测定纤维素铜氨溶液和空白铜氨溶液流经黏度计两刻线间的时间,求出溶液的增比黏度,进而计算试样的聚合度。

B.2.2 试剂及其制备

同 B.1.2。

B.2.3 仪器、设备

同 B.1.3。

B.2.4 分析步骤

B.2.4.1 用镊子从盛放均匀混合试样的盘中取样,取样点不少于 3 处,再撕松混匀,从中取约 1 g 平衡试样,置于电热干燥箱中,105 °C ± 2 °C 干燥 30 min。取出试样迅速放入干燥器,冷却 20 min~40 min 后称量。

B.2.4.2 根据试样聚合度配制纤维素铜氨溶液,具体要求见表 B.1,使其增比黏度在 0.3~1.0 内。并按式(B.4)计算应称取平衡试样的质量,精确至 0.000 2 g。

$$m_0' = \frac{V \times c}{1\ 000} \quad \dots\dots\dots (B.4)$$

式中:

m_0' ——干燥试样的质量,单位为克(g);

V ——铜氨溶液的体积,单位为毫升(mL);

c ——纤维素铜氨溶液的质量浓度,单位为克每升(g/L)。

B.2.4.3 同 B.1.4.2。

B.2.4.4 同 B.1.4.3。

B.2.5 分析结果的表述

同 B.1.5。分别测定出絮状试样平均聚合度 DP_1' 、卷(片)状试样平均聚合度 DP_2' 。

B.2.6 分析结果修正计算

絮状试样的平均聚合度按式(B.5)计算。

$$DP_1 = 1.049\ 3DP_1' + 11.111 \quad \dots\dots\dots (B.5)$$

式中:

DP_1 ——絮状试样平均聚合度;

DP_1' ——絮状试样采用方法二测定的平均聚合度。

每份试样平行测定两个结果,相对允许差不超过 4%,取其算术平均值,结果修约至整数位。

卷(片)状试样的平均聚合度按式(B.6)计算。

$$DP_2 = 1.070\ 4DP_2' + 20.444 \quad \dots\dots\dots (B.6)$$

式中:

DP_2 ——卷(片)状试样平均聚合度;

DP_2' ——卷(片)状试样采用方法二测定的平均聚合度。

每份试样平行测定两个结果,相对允许差不超过 4%,取其算术平均值,结果修约至整数位。

附录 C

(资料性)

黏度的测定

C.1 方法提要

用铜氨溶液完全溶解试样后,选用合适的毛细管黏度计,在规定温度下,测定该纤维素铜氨溶液流经黏度计上、下两刻线间的时间,计算试样的黏度。

C.2 试剂及其制备

铜氨溶液:其中铜含量为 $1.30 \text{ g}/100 \text{ mL} \pm 0.02 \text{ g}/100 \text{ mL}$,氨含量为 $15.0 \text{ g}/100 \text{ mL} \pm 0.2 \text{ g}/100 \text{ mL}$,氢氧化钠含量为 $0.7 \text{ g}/100 \text{ mL}$,蔗糖含量为 $0.2 \text{ g}/100 \text{ mL}$,其制备方法见附录 D。

C.3 仪器、设备

黏度测定所用仪器、设备如下:

- 低温恒温水槽:温度范围 $-5 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 99.9 \text{ }^{\circ}\text{C}$,精度 $\pm 0.5 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 玻璃保温套:见图 C.1;
- 黏度计:见图 C.2。根据试样的预计黏度,选择常数和毛细管径不同的黏度计,使测定黏度时溶液的流出时间在 $40 \text{ s} \sim 10 \text{ min}$ 内;平行测定时选用同级且常数相近的黏度计;试验时对黏度计的具体要求见表 C.1;
- 计时器:精度 0.1 s ;
- 钢球:直径 $5 \text{ mm} \sim 6 \text{ mm}$;
- 全温恒温振荡器:温度范围 $5 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 50 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 铜氨溶液的注入装置:见图 C.3,其中试剂瓶用黑布包上以避光;
- 电热干燥箱:温控范围 $50 \text{ }^{\circ}\text{C} \sim 300 \text{ }^{\circ}\text{C}$,精度 $\pm 1 \text{ }^{\circ}\text{C}$;
- 黏度测定装置:见图 C.4。

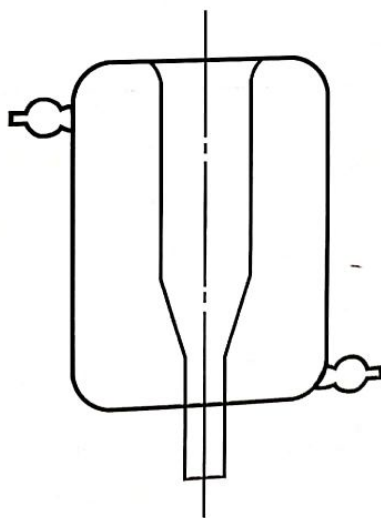
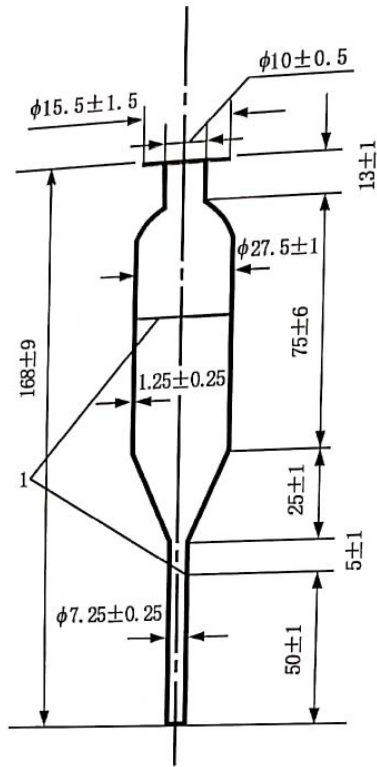


图 C.1 玻璃保温套

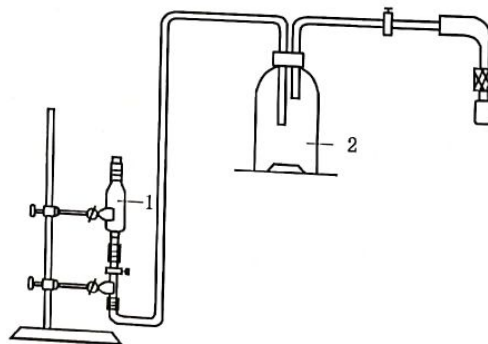


标引序号说明：
1——圆刻线。

图 C.2 黏度计

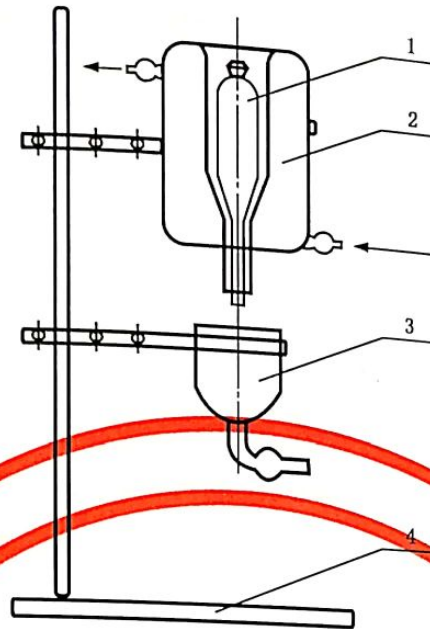
表 C.1 黏度计的选择要求

黏度计规格	1	2	3	4	5	6	7	8	9
被测溶液黏度 mPa·s	0.6~7.0	4~20	12~65	32~160	55~400	110~650	160~1 200	320~1 600	480~5 600
黏度计的 常数 K	0.01~0.05	0.05~0.15	0.15~0.50	0.50~0.90	0.90~1.80	1.80~2.90	2.90~5.00	5.00~7.50	7.50~12.00
毛细管内径 mm	1.0	1.5	2.0	2.5	3.0	3.5	4.0	4.5	5.0



标引序号说明：
1——黏度计；
2——试剂瓶。

图 C.3 铜氨溶液的注入装置



标引序号说明：

- 1—黏度计；
- 2—玻璃保温套；
- 3—漏斗；
- 4—固定架。

图 C.4 黏度测定装置

C.4 分析步骤

C.4.1 用镊子从盛放试样的盘中取样，取样点不少于 10 处，撕松混匀，除去其中杂质，用已知质量的称皿，称取约 1 g 平衡试样。置于 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的电热干燥箱中干燥 30 min，再移入干燥器内冷却 20 min~40 min。

C.4.2 根据所选用黏度计的工作容积，配制质量浓度为 $1\text{ g}/100\text{ mL}$ 的纤维素铜氨溶液（黏度高于 $100\text{ mPa}\cdot\text{s}$ 的精制棉按 $0.75\text{ g}/100\text{ mL}$ 的质量浓度配制），按式 (C.1) 计算所称取干燥试样的质量，精确至 0.0002 g 。

$$m_{11} = (V_n - V_q) \times c \quad \dots\dots\dots (C.1)$$

式中：

- m_{11} ——应称取的干燥试样的质量，单位为克(g)；
- V_n ——黏度计的总容积，单位为毫升(mL)；
- V_q ——钢球的体积，单位为毫升(mL)；
- c ——纤维素铜氨溶液的质量浓度，单位为克每 100 毫升(g/100 mL)。

注：在 $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下，取 100 个规格相同，洁净干燥的钢球，放入盛有半管水的滴定管中，以所增加的体积，计算每个钢球的平均体积。

C.4.3 将称取的干燥试样装入黏度计中，加入 9 个~16 个钢球（钢球的总体积为 $1.00\text{ mL} \pm 0.05\text{ mL}$ ）。在黏度计的毛细管末端套上装有钢球的胶管（简称“球开关”）。在颈口一端，用插有玻璃管及球开关的胶皮塞塞紧，然后将毛细管末端的胶管与铜氨溶液注入装置的虹吸管相连。打开虹吸管上的活塞，并同时挤压黏度计上、下的球开关，使溶液慢慢地流入黏度计，同时摇动数次，驱除空气。铜氨溶液充满至颈口胶皮塞上的球开关为止。

C.4.4 取下黏度计，用手轻摇数次，使纤维素散开，用黑布包裹，放入振荡器中或用手摇荡至试样完全溶解（检查试样是否完全溶解，可迅速对光观察，以黏度计中无胶状物或絮状物来判断），振荡时间不超过 4 h。

C.4.5 将黏度计倒置于 20.0 °C ± 0.5 °C 的低温恒温水槽中, 避光放置 30 min。

C.4.6 取出黏度计(勿使颈口向上), 擦干, 拔下胶塞, 除去钢球, 再塞上胶塞。取下毛细管末端的球开关, 置于 20.0 °C ± 0.5 °C 的玻璃保温套中, 调节成垂直状态。

C.4.7 轻轻拔掉胶塞, 溶液即从毛细管中流出, 记下纤维素铜氨溶液液面流经毛细管上、下两刻线间的时间, 精确至 0.1 s。

C.5 分析结果的表述

纤维素铜氨溶液的黏度按式(C.2)计算。

$$\eta = 0.97Kt \quad \dots\dots\dots(C.2)$$

式中:

η —— 1 g/100 mL 纤维素铜氨溶液的黏度, 单位为毫帕秒(mPa · s);

0.97 —— 1 g/100 mL 纤维素铜氨溶液的密度, 单位为克每立方厘米(g/cm³);

K —— 黏度计常数;

t —— 溶液流经两刻线间的时间, 单位为秒(s)。

0.75 g/100 mL 纤维素铜氨溶液的黏度可按式(C.3)换算为 1 g/100 mL 纤维素铜氨溶液的黏度。

$$\eta = (\eta_1)^{1.23} \quad \dots\dots\dots(C.3)$$

式中:

η —— 1 g/100 mL 纤维素铜氨溶液的黏度, 单位为毫帕秒(mPa · s);

η_1 —— 0.75 g/100 mL 纤维素铜氨溶液的黏度, 单位为毫帕秒(mPa · s)。

每份试样平行测定两个结果, 相对允许差不超过 10%, 取算术平均值, 结果修约至整数位。

附录 D

(资料性)

铜氨溶液的制备方法

D.1 试剂和材料

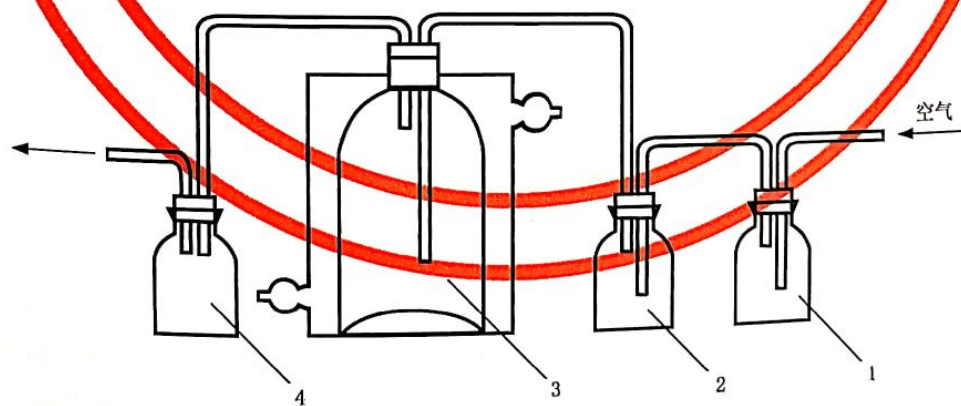
铜氨溶液制备所需试剂、材料如下：

- a) 氢氧化钠；
- b) 氨水；
- c) 硫酸；
- d) 硝酸：配制成体积分数为 30% 的溶液；
- e) 硫代硫酸钠：配制成 0.1 mol/L 的标准溶液；
- f) 蔗糖；
- g) 碘化钾：配制成质量分数为 10% 的溶液；
- h) 碱式碳酸铜；
- i) 可溶性淀粉：配制成质量分数为 0.5% 的溶液；
- j) 氢氧化钠：配制成质量分数为 40% 的溶液；
- k) 甲基橙：配制成质量分数为 0.1% 的溶液；
- l) 紫铜：直径 1 mm~2 mm 的铜丝或厚度应小于 1.5 mm 的铜片。

D.2 仪器、设备

铜氨溶液制备所用仪器、设备如下：

- a) 带塞锥形瓶：250 mL；
- b) 移液管：3 mL~5 mL；
- c) 循环水多用真空泵：真空度为 -0.098 MPa ，10 L/min；
- d) 铜氨溶液制备装置：见图 D.1。



- 标引序号说明：
- 1—洗气瓶 1；
 - 2—洗气瓶 2；
 - 3—反应瓶；
 - 4—安全瓶。

图 D.1 铜氨溶液制备装置

D.3 制备步骤

D.3.1 方法一

D.3.1.1 按图 D.1 安装制备装置。其中,洗气瓶 1 内装氢氧化钠 [见 D.1j)],洗气瓶 2 内装氨水 [见 D.1b)],每通空气 5 h~6 h 需更换一次;反应瓶容积为 3 L~10 L,装入紫铜 [见 D.11)] (用铜丝时,先将表面绝缘层清除,卷成直径为 8 mm~10 mm 的螺旋形小段;用铜片时,先剪成面积约为 5 mm×20 mm 的小块,并卷成筒形或螺旋形,然后浸在硝酸溶液 [见 D.1d)] 内浸洗,表面清洁后用清水洗净}至瓶颈下 30 mm~40 mm 处,然后注入质量浓度为 0.2 g/100 mL 蔗糖的氨水溶液至将铜完全淹没;安全瓶与循环水多用真空泵相连。

D.3.1.2 制备装置安装好后,开启循环水多用真空泵,通入空气,速度为每秒 3 个~5 个气泡,一般通空气 10 h~15 h,铜含量即可达到要求。

D.3.2 方法二

称 120 g 碱式碳酸铜 [见 D.1h)],放入 5 000 mL 的棕色瓶中,加入 1 750 mL 蒸馏水,再加 3 250 mL 氨水,摇匀后标定。

铜氨含量标定合格后,每升溶液加入 7 g 氢氧化钠 [见 D.1a)],2 g 蔗糖 [见 D.1f)],摇匀后避光保存,有效期 2 个月。

D.4 铜氨溶液成分的测定

D.4.1 铜含量的测定

用移液管吸取 3 mL 铜氨溶液,注入 250 mL 锥形瓶中,加入 2 滴~3 滴甲基橙溶液 [见 D.1k)],用质量分数为 5% 的硫酸中和并过量 15 mL。煮沸 5 min。冷却后加入 20 mL 碘化钾溶液 [见 D.1g)],用硫代硫酸钠标准溶液 [见 D.1e)] 滴定。接近终点时,加入 2 mL~3 mL 淀粉溶液 [见 D.1i)],继续滴定至蓝色消失为止。

溶液中的铜的含量按式(D.1)计算。

$$c_T = \frac{c_{b2} \times V_{b2} \times 0.063\ 54 \times 100}{3} \dots\dots\dots (D.1)$$

式中:

- c_T ——铜氨溶液中铜的含量,单位为克每 100 毫升(g/100 mL);
- c_{b2} ——滴定用硫代硫酸钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V_{b2} ——滴定所消耗的硫代硫酸钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- 0.063 54 ——与 1.00 mL 硫代硫酸钠标准溶液 [$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = 1.000\ \text{mol/L}$] 相当的铜的质量,单位为克(g)。

平行测定两次,允许差不大于 0.02 g/100 mL,取其算术平均值,结果修约至小数点后两位。

D.4.2 氨含量的测定

用移液管吸取 3 mL 铜氨溶液,注入盛有 50 mL 硫酸标准溶液 [$c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4) = 1\ \text{mol/L}$] 的锥形瓶中,管尖需浸入溶液中缓慢放入,当接近流完时,将管尖离开液面,靠近瓶壁,使残余溶液流下。以甲基橙 [见 D.1k)] 为指示剂,用氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1\ \text{mol/L}$] 滴定至刚刚褪色为终点。溶液中氨的含量按式(D.2)计算。

$$c_A = \frac{(c_{b3}V_{b3} - c_{b4}V_{b4} - 0.94c_T) \times 0.017 \times 100}{3} \dots\dots\dots (D.2)$$

式中:

- 铜氨溶液中氨的含量,单位为克每100毫升(g/100 mL);
 - c_A —硫酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - c_{B3} —硫酸标准溶液的总浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V_{B3} —滴定用氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - c_{B4} —滴定消耗的氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
 - V_{B4} —滴定消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
 - 0.94 —铜含量的换算系数;
 - 0.017 —与1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1 \text{ mol/L}$] 相当的氨的质量,单位为克(g)。
- 平行测定两次,允许差不大于 0.2 g/100 mL,取其算术平均值,结果修约至小数点后一位。

D.5 铜氨溶液的调配

D.5.1 总则

D.5.1.1 调配前分别测定出原溶液中铜的含量和氨的含量,且 $c_T > 1.3 \text{ g/100 mL}$, $11.54c_T > c_A$ ($c_T : c_A > 1.3 : 15$)。若 $11.54c_T < c_A$,连续通入空气,以增大溶液的铜含量,当铜含量已达到上述要求时,按 D.5.2 计算,用氨水与蒸馏水将溶液调至所需的铜含量和氨含量,并按 D.4 检查其成分是否符合要求。

D.5.1.2 在已调配合格的溶液中,每 100 mL 加入 0.7 g 氢氧化钠[见 D.1a)],并按调配时所加氨水和水的体积,每 100 mL 加入 0.2 g 蔗糖[D.1f)]。

D.5.1.3 铜氨溶液需盛于密闭的棕色瓶内,存放于阴凉处,有效期为 2 个月。

D.5.2 调配计算

D.5.2.1 调配时补充氨水的体积按式(D.3)计算。

$$V_1 = \frac{(11.54c_T - c_A) \times V_0}{c_a} \dots\dots\dots (D.3)$$

式中:

- V_1 —补充氨水的体积,单位为毫升(mL);
- c_T —调配前溶液中铜的含量,单位为克每100毫升(g/100 mL);
- c_A —调配前溶液中氨的含量,单位为克每100毫升(g/100 mL);
- V_0 —调配前铜氨溶液的体积,单位为毫升(mL);
- c_a —氨水中氨的含量,单位为克每100毫升(g/100 mL)。

D.5.2.2 调配后铜氨溶液的总浓度按式(D.4)计算。

$$V = \frac{c_T \times V_0}{1.3} \dots\dots\dots (D.4)$$

式中:

- V —调配后铜氨溶液的总浓度,单位为毫升(mL);
- c_T —调配前溶液中铜含量,单位为克每100毫升(g/100 mL);
- V_0 —调配前铜氨溶液的体积,单位为毫升(mL)。

D.5.2.3 调配时补充蒸馏水的体积按式(D.5)计算。

$$V_2 = V - (V_1 + V_0) \dots\dots\dots (D.5)$$

式中:

- V_2 —调配时补充蒸馏水的体积,单位为毫升(mL);
- V —调配后铜氨溶液的总浓度,单位为毫升(mL);
- V_1 —补充氨水的体积,单位为毫升(mL);
- V_0 —调配前铜氨溶液的体积,单位为毫升(mL)。

D.5.2.4 调配时需补充氢氧化钠的质量按式(D.6)计算。

$$m_{B1} = V \times 0.007 \quad \dots\dots\dots (D.6)$$

式中:

m_{B1} —— 调配时需补充氢氧化钠的质量,单位为克(g);

V —— 调配后铜氨溶液的总体积,单位为毫升(mL)。

D.5.2.5 调配时需补充蔗糖的质量按式(D.7)计算。

$$m_{B2} = (V_1 + V_2) \times 0.002 \quad \dots\dots\dots (D.7)$$

式中:

m_{B2} —— 调配时需补充蔗糖的质量,单位为克(g);

V_1 —— 补充氨水的体积,单位为毫升(mL);

V_2 —— 调配时补充蒸馏水的体积,单位为毫升(mL)。

参 考 文 献

- [1] GB/T 406—2008 棉本色布
 - [2] GB/T 20223—2018 棉短绒
 - [3] GB/T 22865—2008 牛皮纸
 - [4] BB/T 0024—2018 运输包装用拉伸缠绕膜
 - [5] QB/T 2461—1999 包装用降解聚乙烯薄膜
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
精 制 棉
GB/T 9107—2023

*

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.net.cn

总编室:(010)68533533 发行中心:(010)51780238

读者服务部:(010)68523946

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

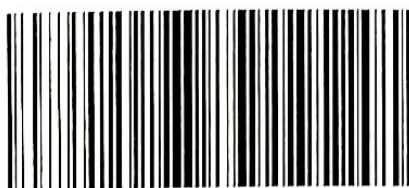
*

开本 880×1230 1/16 印张 2.5 字数 74 千字
2023年5月第一版 2023年5月第一次印刷

*

书号: 155066·1-72169 定价 54.00 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)68510107



GB/T 9107-2023



码上扫一扫 正版服务到