



中华人民共和国国家标准

GB/T 37632—2019

化学纤维 二氧化钛含量试验方法

Man-made fiber—Test method for titanium dioxide content

2019-06-04 发布

2020-01-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国纺织工业联合会提出并归口。

本标准起草单位：上海市纺织工业技术监督所、上海纺织集团检测标准有限公司、浙江华峰氨纶股份有限公司、荣盛石化股份有限公司、桐昆集团股份有限公司、厦门翔鹭化纤股份有限公司、上海市质量监督检验技术研究院、中国石化仪征化纤有限责任公司、中国石化上海石油化工股份有限公司、广东新会美达锦纶股份有限公司、义乌华鼎锦纶股份有限公司、福建锦江科技有限公司、浙江华欣新材料股份有限公司、滁州安兴环保彩纤有限公司、浙江恒逸高新材料有限公司、江苏国望高科纤维有限公司、福建百宏聚纤科技实业有限公司、中国化学纤维工业协会、纺织化纤产品开发中心。

本标准主要起草人：王丽莉、李红杰、胡念、赵晓阳、陈国刚、肖顺立、陈兆前、谭玉静、周丽华、白艳华、何少锋、朱文建、金志学、汪森军、张文强、李强、王建华、江秀明、万蕾、李德利。



化学纤维 二氧化钛含量试验方法

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

本标准规定了采用分光光度法测定化学纤维中二氧化钛含量的试验方法。
本标准适用于化学纤维,其中功能性化学纤维参照使用。

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 4146(所有部分) 纺织品 化学纤维

GB/T 6503—2017 化学纤维 回潮率试验方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

GB/T 4146 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

试样在加热条件下,用浓硫酸和适量过氧化氢消解。以四价离子状态存在的钛,在强酸溶液中与过氧化氢形成络合物。用分光光度计在 410 nm 波长处测定其吸光度,计算二氧化钛含量。

5 试剂

5.1 实验室用水:三级水,符合 GB/T 6682 规定。

5.2 二氧化钛:纯度 99.9%,光谱纯。

5.3 浓硫酸:密度 1.84 g/mL,分析纯。

5.4 硫酸铵:(NH_4)₂SO₄,分析纯。

5.5 过氧化氢:H₂O₂,分析纯。

5.6 硫酸溶液:5 mol/L。

5.7 过氧化氢溶液:3%。

5.8 稀硫酸溶液:1 mol/L。

6 设备和仪器

6.1 可见分光光度计:可在 410 nm 处测定吸光度,配备有 3 cm 或其他合适的比色皿。

- 6.2 天平:最小分度值 0.1 mg。
- 6.3 加热装置:可调节温度。宜采用电热套。
- 6.4 容量瓶:100 mL。
- 6.5 刻度移液管:2 mL、5 mL、10 mL。
- 6.6 烧瓶:凯氏烧瓶 250 mL 或者三角烧瓶 250 mL。
- 6.7 烧杯:100 mL。
- 6.8 试剂瓶:1 000 mL。

7 试样的要求

按照 GB/T 6503—2017 中箱外冷称法规定将试样烘干。

8 工作曲线的制作

8.1 制备钛标准溶液 1 mg/mL

8.1.1 将 166.8 mg 二氧化钛(5.2)相当于 100 mg 钛、5 g~7 g 硫酸铵(5.4)和 10 mL 浓硫酸(5.3),加入 100 mL 烧杯中,在通风柜中慢慢加热,直至溶解。溶液自然冷却至室温。

8.1.2 100 mL 容量瓶中,预先加入约 30 mL 水。小心地将溶液倾入容量瓶。稍冷后,用水淋洗烧杯内壁两次,并将淋洗液也倾入容量瓶。

8.1.3 分几次加水、平摇均匀。冷却至室温后,稀释至刻度,摇匀;摇匀时,注意释放瓶中空气。

注:操作过程,需配备化学防护眼镜、防酸碱手套等防护装置。

8.2 制备标准比色溶液

8.2.1 用刻度移液管移取钛标准溶液 0 mL(试剂空白溶液)、0.2 mL、0.4 mL、0.6 mL、0.8 mL、1.0 mL,分别注入 100 mL 容量瓶。

8.2.2 在上述容量瓶中,分别加入 50 mL 水和 20 mL 硫酸溶液(5.6)。混合均匀后,再各加入 10 mL 3%过氧化氢溶液(5.7)。

8.2.3 分几次加水、平摇均匀。最后稀释至刻度,摇匀;摇匀时,注意释放瓶中空气。

8.3 测定标准比色溶液的吸光度

在 1 h 内,用 3 cm 或其他合适规格的比色皿,在 410 nm 波长处,用试剂空白溶液作为参比液,调节仪器吸光度为零,然后测定标准比色溶液的吸光度。

8.4 绘制工作曲线

8.4.1 以标准比色溶液中的钛质量为横坐标,以测得的相应吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

8.4.2 工作曲线应定期检验。如果试剂、比色皿有变换,工作曲线应重新绘制。

9 试样的测定

9.1 消解试样

9.1.1 准确称取适量烘干试样,精确到 0.1 mg。半消光纤维约 250 mg;全消光纤维约 40 mg~50 mg。放入 250 mL 的凯氏烧瓶或者 250 mL 的三角烧瓶中。

也可按照附录 A 将试样先灰化处理。用少量水将灰化后试样转移至上述烧瓶中,小心加热去除水分。

9.1.2 加入 10 mL 浓硫酸(5.3)。在独立的通风柜中慢慢加热,至试样完全溶解,溶液呈黑褐色。

9.1.3 将加热装置温度适当调低后,立即逐滴加入过氧化氢(5.5)。重复逐滴缓慢加入,并持续加热;注意不再沸腾,开始冒白烟时,再进行下一次添加。当溶液脱色完全,再将加热装置温度调高,继续加热约 5 min~10 min,直至溶液呈稳定的无色透明。

9.1.4 移除加热装置,冷却溶液至室温;溶液应保持无色透明。

9.1.5 同时做试剂空白溶液。

注:操作过程,需配备化学防护眼镜、防酸碱手套等防护装置。

9.2 制备试液

9.2.1 100 mL 容量瓶中预先加入约 30 mL 水。将冷却后的消解溶液小心地加入容量瓶;稍冷后,用水淋洗烧瓶,并将淋洗液也倾入容量瓶。试液应是清亮无色。

9.2.2 加入 10 mL 3%过氧化氢溶液(5.7)。分几次加水、平摇均匀。最后稀释至刻度,摇匀;摇匀时,注意释放瓶中空气。

9.3 测定试液的吸光度

9.3.1 在 1 h 内,用 3 cm 或其他合适规格的比色皿,在 410 nm 波长处,用试剂空白溶液作为参比液,调节仪器吸光度为零,然后测定试液的吸光度。

9.3.2 测得的试液吸光度应控制在 0.2~0.8 之间。否则,需要调整试液的浓度。例如:吸光度过低,可适当增加试样的称取量;吸光度过高,可适当稀释试液至 n 倍。

9.3.3 根据测得的试液吸光度,从工作曲线上,查出试液中的钛质量。

10 结果的表示

10.1 由二氧化钛摩尔质量与钛摩尔质量之比,折算出二氧化钛含量,按照式(1)计算:

$$\omega = \frac{m_0 \times 1.67}{m} \times 100 \times n \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ω ——二氧化钛含量,%;

m_0 ——在工作曲线上查得的试液中的钛质量,单位为毫克(mg);

1.67 ——二氧化钛摩尔质量与钛摩尔质量之比;

m ——烘干试样的质量,单位为毫克(mg);

n ——试液的稀释倍数,未稀释时 $n=1$ 。

测定结果以两次平行试验的平均值表示,保留三位小数。

10.2 在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备、按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象、相互独立进行的测试,获得的两次测试结果的绝对差值都不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

11 试验报告

试验报告应包括下列内容:

a) 本标准编号;

- b) 试验日期；
- c) 被测试样的必要信息；
- d) 试样处理情况；
- e) 试样溶解过程中的特殊情况；
- f) 测试结果；
- g) 未按本标准规定的任何试验操作,以及可能影响测试结果的其他情况。

附 录 A
(规范性附录)
化学纤维 灰化方法

A.1 原理

化学纤维经充分炭化后,再高温灼烧,得到白色无黑点的灰分。灰分反复进行灼烧、冷却、干燥、称量,直至恒重。

A.2 装置和材料

A.2.1 天平,最小分度值 0.1 mg。

A.2.2 瓷坩埚,50 mL 或 100 mL。

A.2.3 电炉,直接加热型;防打火。

A.2.4 马弗炉,温度范围:650 °C~1 000 °C;控温精度:±10 °C。

A.2.5 干燥器,干燥剂:变色硅胶。

A.2.6 其他,坩埚钳。

A.3 试验步骤

A.3.1 称取试样

准确称取适量烘干试样,精确到 0.1 mg。半消光纤维约 500 mg;全消光纤维约 100 mg。

A.3.2 恒重坩埚

把瓷坩埚放入马弗炉中,温度(750±10)°C,灼烧 60 min。用坩埚钳移至炉口冷却到 200 °C左右,取出。

瓷坩埚在空气中冷却约 5 min 后,移至干燥器中。冷却 30 min 以上,称得坩埚质量,准确至 0.1 mg。

重复灼烧(每次 30 min)、冷却、称重步骤,直到灼烧至两次称量之差不大于 0.5 mg。以后一次的称量质量作为坩埚的恒重质量。

A.3.3 试样灰化

A.3.3.1 方法 A

在已恒重的瓷坩埚中放入称取的试样,加盖虚掩。放在电炉上,小心加热,使试样在通气情况下,不燃烧地逐渐炭化,直至无黑烟。

试样炭化后,用坩埚钳将瓷坩埚移入温度约 400 °C左右的马弗炉炉口处,稍停留片刻,再慢慢移入炉膛内,坩埚盖斜倚在坩埚口。关闭炉门,升高炉温至(750±10)°C。

至灰分中无碳粒存在时,用坩埚钳将坩埚移至炉口处冷却至 200 °C左右,取出。

瓷坩埚在空气中冷却约 5 min 后,移至干燥器中。冷却 30 min,称得坩埚质量,准确至 0.1 mg。

重复灼烧(每次 30 min)、冷却、称重步骤,直到灼烧至两次称量之差不大于 0.5 mg。此时试样已灰

化至恒重。

A.3.3.2 方法 B

在已恒重的瓷坩埚中放入称取的试样,加盖虚掩。

用坩埚钳将瓷坩埚移入温度约 400 °C 左右的马弗炉炉口处,稍停留片刻,再慢慢移入炉膛内。灼烧时微开炉门,使试样在通气情况下,逐渐炭化。

当无黑烟时,用坩埚钳将坩埚盖斜倚在坩埚口。关闭炉门,升高炉温至 $(750 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

至灰分中无碳粒存在时,用坩埚钳将坩埚移至炉口处冷却至 200 °C 左右,取出。

瓷坩埚在空气中冷却约 5 min 后,移至干燥器中。冷却 30 min,称得坩埚质量,准确至 0.1 mg。

重复灼烧(每次 30 min)、冷却、称重步骤,直到灼烧至两次称量之差不大于 0.5 mg。此时试样已灰化至恒重。