

ICS 59.060.20
W 52
备案号: 35737-2013

DB22

吉 林 省 地 方 标 准

DB 22/T 1603—2012

凝胶染色腈纶纤维

Gel dyeing of acrylic fiber

2012 - 12 - 01 发布

2013 - 01 - 01 实施

吉林省质量技术监督局

发 布

前 言

本标准按照GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由吉林省质量技术监督局提出并归口。

本标准起草单位：吉林省纤维检验处、吉林化纤集团有限责任公司、吉林奇峰化纤股份有限公司。

本标准主要起草人：韩来辉、杨潇、郭峰、白桦、盛杰、国桂荣、孙丽梅、马也、张海吉。

凝胶染色腈纶纤维

1 范围

本标准规定了凝胶染色腈纶纤维的产品分类、技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输和储存的要求。

本标准适用于以丙烯腈为主要单体的多元共聚物经湿法纺丝，并于纺丝过程中纤维处于凝胶状态时加入染料使纤维快速着色的工艺制得的有色腈纶纤维。单丝线密度在1.33 dtex~16.67dtex范围内，其他规格、类型的凝胶染色腈纶短纤维和丝束可以参照适用。

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，仅所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 250 纺织品 色牢度试验 评定变色用灰色样卡
- GB/T 3920 纺织品 色牢度试验 耐摩擦色牢度
- 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 3922 纺织品耐汗渍色牢度试验方法
- GB/T 4146 纺织名词术语（化纤部分）
- GB/T 5711 纺织品 色牢度试验 耐干洗色牢度
- GB/T 5713 纺织品 色牢度试验 耐水洗色牢度
- GB/T 6503 化学纤维 回潮率试验方法
- GB/T 6504-2008 化学纤维 含油率试验方法
- GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定
- GB/T 14334-2006 化学纤维 短纤维取样方法
- GB/T 14335 化学纤维 短纤维线密度试验方法
- GB/T 14336 化学纤维 短纤维长度试验方法
- GB/T 14337 化学纤维 短纤维拉伸性能试验方法
- GB/T 14338 化学纤维 短纤维卷曲性能试验方法
- GB/T 14339 化学纤维 短纤维疵点试验方法
- GB/T 16602-2008 腈纶短纤维和丝束

3 术语和定义

GB/T 4146、GB/T 3291.1、GB/T 3291.3、GB/T 16602-2008中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

色差 colour aberration

产品与标准色卡或客户标样之间的颜色差异。

4 分类和标记

4.1 分类

4.1.1 按光泽划分，按消光剂（TiO₂）的加入量分为：半消光（TiO₂含量在 0.1%~0.5%）和有光腈纶（TiO₂含量小于 0.05%）。

4.1.2 按单纤维名义线密度分为：1.33 dtex、1.67 dtex、2.22 dtex、2.78 dtex、3.33 dtex、5.56 dtex、6.67 dtex、11.11 dtex、16.67 dtex 等。

4.2 产品规格标记

以颜色代码、光泽、名义线密度、（短纤维）名义长度/（丝束）名义千特数代号加以标识，其中颜色代码根据色卡的颜色编码确定；光泽代码以大写英文字母表示：有光—Y、半消光—X；其他代码由各单位自定。见图1。

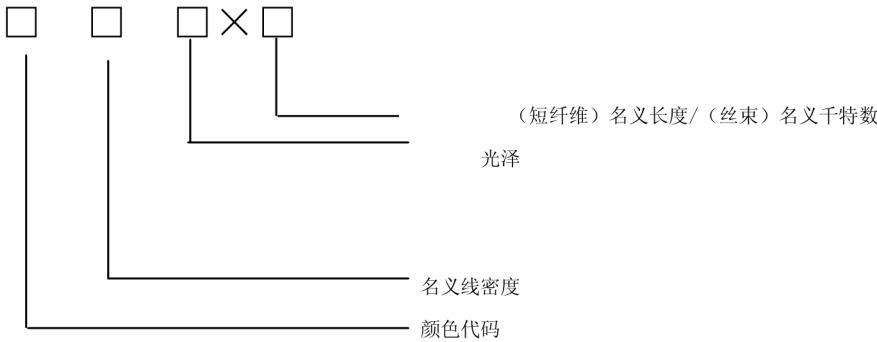


图1

示例1：“R12.78Y×64”表示颜色代码为 R1 的名义线密度为 2.78 dtex、名义切长为 64 mm 的有光腈纶纤维。

示例2：“R53.33X×100”表示颜色代码为 R5 的名义线密度为 3.33 dtex、名义千特数为 100 Ktex 的半消光腈纶纤维。

5 要求

5.1 产品分等

产品分为优等品、一等品和合格品三个等级。

5.2 凝胶染色腈纶短纤维性能项目和指标值

凝胶染色腈纶短纤维性能项目和指标值见表1。

表1 凝胶染色腈纶短纤维性能项目和指标值

性能项目		指标值		
		优等品	一等品	合格品
线密度偏差率/%		±8	±9	±14
断裂强度 ^a /cN/dtex		$M_1 \pm 0.3$	$M_1 \pm 0.5$	$M_1 \pm 0.8$
倍长纤维含量/(mg/100g)	1.33 dtex~2.21 dtex	<40	<60	<600
	2.22 dtex~16.67 dtex	<80	<300	<1000
疵点含量/(mg/100g)	1.33 dtex~2.21 dtex	<20	<30	<100
	2.22 dtex~16.67 dtex	<20	<60	≤180
断裂伸长率 ^b /%		$M_2 \pm 5$	$M_2 \pm 8$	$M_2 \pm 10$
长度偏差率/%		±6	±8	±12
卷曲数 ^c /(个/25 mm)		$M_3 \pm 2.5$	$M_3 \pm 3.0$	$M_3 \pm 4.0$
色差		<0.5	<0.5	<1.0
色牢度/级	耐洗(变色/沾色)	4~5/4	4/4	4/3~4
	耐水(变色/沾色)	4~5/4	4/4	4/3~4
	耐干摩擦	4~5	4	3~4
	耐湿摩擦	4	3~4	3
	耐汗渍(变色/沾色)	4/4	4/3~4	3~4/3~4
二甲基乙酰胺含量 ^d /%		<0.3	<0.3	≤0.4
^a 断裂强度中心值 M_1 由各生产单位根据品种自定, 断裂强度下限值, 1.33~2.21 dtex 不低于 2.1 cN/dtex、2.22~6.67 dtex 不低于 1.9 cN/dtex、6.68 dtex~11.11 dtex 不低于 1.6 cN/dtex。 ^b 断裂伸长率中心值 M_2 由各生产单位根据品种自定。 ^c 卷曲数中心值 M_3 由各生产单位根据品种自定, 卷曲数下限值, 1.33~2.21 dtex 不低于 7 个/25 mm、2.22~11.11 dtex 不低于 5 个/25 mm。 ^d 二甲基乙酰胺含量值仅适用于相同生产工艺的生产单位。				

5.3 凝胶染色腈纶丝束性能项目和指标值

凝胶染色腈纶丝束性能项目和指标值见表2。

表2 凝胶染色腈纶丝束性能项目和指标值

性能项目		指标值		
		优等品	一等品	合格品
线密度偏差率/%		±8	±9	±14
断裂强度 ^a /cN/dtex		$M_1 \pm 0.3$	$M_1 \pm 0.5$	$M_1 \pm 0.8$
断裂伸长率 ^b /%		$M_2 \pm 5$	$M_2 \pm 8$	$M_2 \pm 10$
卷曲数 ^c /（个/25 mm）		$M_3 \pm 2.5$	$M_3 \pm 3.0$	$M_3 \pm 4.0$
疵点含量/（mg/100 g）	1.33 dtex~2.21 dtex	<20	<30	<100
	2.22 dtex~16.67 dtex	<20	<60	≤180
色差		<0.5	<0.5	<1.0
色牢度/级	耐洗（变色/沾色）	4~5/4	4/4	4/3~4
	耐水（变色/沾色）	4~5/4	4/4	4/3~4
	耐干摩擦	4~	4	3~4
	耐湿摩擦	4	3~4	3
	耐汗渍（变色/沾色）	4/4	4/3~4	3~4/3~4
二甲基乙酰胺含量 ^d /%		<0.3	<0.3	≤0.4
^a 断裂强度中心值 M_1 由各生产单位根据品种自定，断裂强度下限值，1.33~2.21dtex 不低于 2.1 cN/dtex、2.22~6.67 dtex 不低于 1.9 cN/dtex、6.68 dtex~11.11dtex 不低于 1.6 cN/dtex。 ^b 断裂伸长率中心值 M_2 由各生产单位根据品种自定。 ^c 卷曲数中心值 M_3 由各生产单位根据品种自定。 ^d 二甲基乙酰胺含量值仅适用于相同生产工艺的生产单位。				

5.4 其他要求

5.4.1 生产半消光品种时，生产单位应向用户提供二氧化钛含量的测试结果。二氧化钛含量也可根据用户使用要求协商调整。

5.4.2 含油率、回潮率及用户需要且生产单位能够提供的测试指标，由生产单位提供数据。

6 试验方法

6.1 通则

6.1.1 预调湿、调湿和试验用标准大气

预调湿用标准大气：温度不超过50℃，相对湿度5%~25%；调湿和试验用标准大气：温度（20±2）℃，相对湿度60%~70%。

6.1.2 试样的调湿

批样品和实验室样品按 GB/T 14334-2006 规定取得，超过公定回潮率时，样品在 6.1.1 规定的标准大气条件下预调湿30 min，样品在公定回潮率以下，按 6.1.1 规定的调湿和试验用标准大气条件下平衡4 h，也可采用快速调湿，快速调湿平衡时间为2 h；如果是复验，则在 6.1.1 规定的标准大气条件下平衡16 h。

6.1.3 取样

6.1.3.1 腈纶短纤维

6.1.3.1.1 批样品和实验室样品的抽取和制备

按 GB/T 14334-2006 中 6.1 或 6.2 规定执行。

6.1.3.1.2 试样的抽取

按 GB/T 14334-2006 中 6.3 规定制备和抽取试样。在分试样过程中如发现倍长纤维或疵点时应拣出称重，按试样总量的质量比例折算后，加入该项一并计算倍长纤维含量或疵点含量。

6.1.3.2 腈纶丝束

6.1.3.2.1 批样品的抽取

按 GB/T 14334-2006 中 6.1.1 或 6.2 规定执行。

6.1.3.2.2 实验室样品的抽取

在每个批样品的丝头处，剪去受损的丝束，剪取1.0 m~1.5 m的丝束，立即放入密封容器中。

6.1.3.2.3 试样的制备

根据需要将取回的实验室样品剪成长度适宜的短纤维，按 GB/T 14334-2006 中 6.3 规定制备和抽取试样。在分试样过程中如发现疵点时应拣出称重，按试样总量的质量比例折算后加入该项一并计算。

6.2 线密度的测定

按 GB/T 14335 规定进行。

6.3 断裂强度、断裂伸长率的测定

按 GB/T 14337 规定进行。

6.4 疵点含量的测定

按 GB/T 14339 规定进行。

6.5 倍长纤维含量和长度偏差率的测定

按 GB/T 14336 规定进行。

6.6 卷曲数的测定

按 GB/T 14338 规定进行。

6.7 含油率的测定

按GB/T 6504-2008 中 A 法或GB/T 16602-2008 中附录 B 或本标准附录 A 中规定进行。

6.8 二甲基乙酰胺(二甲基乙酰胺)含量的测定

按附录B规定进行。

6.9 回潮率的测定

按GB/T 6503 规定进行。

6.10 二氧化钛含量测定

按GB/T 16602-2008 附录 C 规定进行。

6.11 色差的测定

按附录C规定进行。

6.12 色牢度的测定

6.12.1 耐洗色牢度的测定按 GB/T 5711 的规定进行。

6.12.2 耐水色牢度的测定按 GB/T 5713 的规定进行。

6.12.3 耐摩擦色牢度的测定按 GB/T 3920 的规定进行。

6.12.4 耐汗渍色牢度的测定按 GB/T 3922 的规定进行。

6.12.5 色牢度评定采用 GB/T 250 纺织品 色牢度实验 评定变色用灰色样卡进行评定。

7 检验规则

7.1 检验项目

5.2、5.3中所有项目均为出厂检验项目。

7.2 组批规则

7.2.1 在一定范围内采用随机取样组成检验批。一个生产批可以由一个检验批组成，也可由多个检验批组成。

7.2.2 生产上发生波动或遇特殊情况时，应将该部分产品单独组成检验批。

7.3 取样

按 6.1.3 规定进行。

7.4 结果评定

- 7.4.1 产品评定：测定值或计算值按 GB/T 8170 中修约值比较法与表中的极限数值比较进行评定，以性能项目中最低等级定为该产品的等级。
- 7.4.2 在正常情况下，各试样测试数据以一次为准，不应复测。如遇到操作及仪器上出现异常，应采取 措施后，由测试人员在原试样中取样复测一次，并以复测数据为准。
- 7.4.3 回潮率超过 4%后，应征得使用单位同意，产品方可销售出厂。
- 7.4.4 二氧化钛含量大于 0.05%、小于 0.10%时应征得使用单位同意，产品方可销售出厂。

8 复验规则

- 8.1 货批到收货方时，应及时检查包装件的外包装质量、件数、净质量与货单是否相符。如由于运输或贮存过程中引起的质量问题，需查明原因，由责任方负责。
- 8.2 三个月内，如发现产品性能质量不符合质量报告单时可提交复验。若该批产品的数量使用了三分之一以上时，复验结果仅代表剩余货批质量。
- 8.3 如果是由于该批产品质量影响了后加工产品质量，并造成严重损失时，供需双方应分析原因，明确责任，协商处理。
- 8.4 复验时检验项目由供需双方协商确定。
- 8.5 复验时按原生产批组批。
- 8.6 复验时的取样方法按 GB/T 14334-2006 中 6.2 和 6.3 规定进行。
- 8.7 复验时疵点含量的试样量增加一倍，其余同出厂检验。
- 8.8 复验时可以由生产方、使用方共同取样检测，也可请法定检验机构仲裁，以复验数据为裁判依据，费用由责任方承担。
- 8.9 公定质量按式（1）、式（2）计算：

$$m_1 = \frac{\sum_{i=1}^n m_{1i}}{N} \dots\dots\dots (1)$$

$$m = \frac{m_1(1 + R_0)}{1 + R} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

- m_1 ——包装件的平均净质量，单位为千克（kg）；
- m_{1i} ——每个包装件的净质量，单位为千克（kg）；
- m ——包装件的公定质量，单位为千克（kg）；
- R_0 ——腈纶的公定回潮率， $R_0 = 2\%$ ；
- R ——实测回潮率，%。

9 标志、包装、运输和贮存

9.1 标志

每包产品应注明如下内容：厂名、厂址、商标、产品标准号、产品规格标记、批号、等级、净质量、包号、生产日期。

9.2 包装

9.2.1 产品的包装应保证产品不受损伤，并便于贮存和运输。

9.2.2 产品单包净质量由生产单位自定。

9.2.3 产品包装材料应采用防潮、耐磨、不易燃烧的材质。

9.3 运输

在运输过程中要防止产品受潮、受污染。

9.4 贮存

9.4.1 产品应存放在干燥、通风良好的仓库中，仓库中应设有消防设施。

9.4.2 不同批号、规格、等级的产品应分开存放。

附 录 A
(规范性附录)
含油率试验方法

A.1 原理

在室温下用四氯化碳萃取纤维中的油剂，用红外分光光度计在起止波长4500 cm⁻¹~2400 cm⁻¹间，测定萃取液在2928 cm⁻¹处的吸光度，由标准曲线换算出油剂含量。

A.2 仪器

- A.2.1 红外光谱仪；
- A.2.2 10 mm吸收池；
- A.2.3 振荡器；
- A.2.4 天平；最小分度值1 mg；
- A.2.5 磨口试剂瓶：30 ml。

A.3 试剂

四氯化碳（分析纯）。

A.4 含油标准曲线的绘制

- A.4.1 用一空的干净、干燥的小烧杯，按配比准确称取纯油剂共0.6250 g。
- A.4.2 用CCl₄将油剂溶解，定量移入一个250 ml容量瓶中，定容混匀，称为A溶液。
- A.4.3 分别移取1 ml，2 ml，4 ml，6 ml，8 ml，10 ml，12 ml，15 ml A溶液于100 ml的容量瓶中，用CCl₄定容混匀；15 ml CCl₄中含油剂量分别为：0.375 mg，0.750 mg，1.500 mg，2.250 mg，3.000 mg，3.750 mg，4.500 mg，5.625 mg。
- A.4.4 分别测其在2928 cm处的吸光度，绘制标准曲线，测得K值。

A.5 试验步骤

- A.5.1 从试验室试验样品中随机均匀地取出5 g样品，开松混匀。
- A.5.2 用天平称取（0.5±0.002）g纤维，称好后移入30 ml磨口试剂瓶中。
- A.5.3 加入（15±0.5）ml四氯化碳，旋紧瓶塞，放在振荡器上，振荡15分钟。
- A.5.4 以四氯化碳为参比，测定样品在2928 cm⁻¹的吸光度。
- A.5.5 用油剂标准曲线推算斜率系数，从而计算纤维中油剂含量。

A.6 计算

$$B = \frac{K \times A}{10m} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

B ——油剂的百分含量, %;

K ——工作曲线斜率;

A ——样品的吸光度;

m ——试样质量, g。

计算到小数点后三位, 按 GB 8170 修约到小数点后二位。

附 录 B
(规范性附录)
二甲基乙酰胺含量试验方法

B.1 原理

二甲基乙酰胺吸收210 nm的紫外光，所采用的波长不是二甲基乙酰胺吸光谱带(在195 nm处结束)中具有最大吸光度的波长，但是，由于此波长下测量最有效，因而被采用。

用已知体积的蒸馏水萃取纤维中的二甲基乙酰胺，在210 nm波长处测其吸光度，由标准曲线换算出含量。

B.2 仪器

- B.2.1 紫外/可见分光光度计。
- B.2.2 10 mm石英比色皿。
- B.2.3 分析天平，最小分度值0.1 mg。
- B.2.4 电热套。
- B.2.5 200 ml量筒。
- B.2.6 50 cm~100 cm冷凝管。
- B.2.7 100 ml容量瓶。
- B.2.8 500 ml蒸馏瓶。
- B.2.9 5 ml移液管。

B.3 试剂

二甲基乙酰胺(分析纯)。

B.4 试验步骤

- B.4.1 从试验室试验样品中随机抽取混合均匀的试样两份，做平行试验。每份试样质量10 g，精确到0.1 mg。
- B.4.2 将10 g试样放入500 ml蒸馏瓶中。
- B.4.3 用量筒加入200 ml蒸馏水。
- B.4.4 接通冷凝管放在加热套内。将：
 - a) 煮沸1小时，将纤维上的二甲基乙酰胺全部萃取出来，注：煮沸时间从开始沸腾时计时；
 - b) 萃取完毕后冷却至室温；
 - c) 用移液管移取5 ml萃取液，加入100 ml容量瓶中。
- B.4.5 加蒸馏水至刻线，并摇匀。
- B.4.6 用紫外/可见分光光度计，在210 nm波长下，用10 mm的石英比色皿，测其吸光度，用蒸馏水作参比。
- B.4.7 若纤维中二甲基乙酰胺含量超出标准曲线的适用范围，则要适当稀释后再测。

B.5 结果计算

$$D = \frac{K \times A}{2.5m} \dots\dots\dots (B. 2)$$

式中:

D——二甲基乙酰胺百分含量; %;

K——工作曲线的斜率;

A——样品的吸光度;

m——试样质量, g。

计算到小数点后三位, 按GB 8170修约到小数点后第二位。

B. 6 标准工作曲线的绘制

B. 6. 1 标准溶液的配制

- B. 6. 1. 1 用分析天平称取 (10. 0000±0. 0005) g纯二甲基乙酰胺, 定量移入一个1 L容量瓶中。
- B. 6. 1. 2 加入蒸馏水至刻线, 摇匀, 每毫升该溶液(M) 含0. 01 g二甲基乙酰胺。
- B. 6. 1. 3 准确量取10 ml溶液M于一个1000 ml容量瓶中。
- B. 6. 1. 4 加蒸馏水至刻线, 摇匀, 每毫升该溶液(N) 含0. 1 mg二甲基乙酰胺。
- B. 6. 1. 5 把溶液M和N存放在茶色试剂瓶中。

B. 6. 2 工作曲线的绘制

- B. 6. 2. 1 用移液管准确量取5 ml、8 ml、10 ml、12 ml、15 ml溶液N, 分别加入100 ml容量瓶中。
- B. 6. 2. 2 加蒸馏水至刻线并摇匀, 这些溶液分别含5 mg/L、8 mg/L、10 mg/L、12 mg/L、15 mg/L 二甲基乙酰胺。
- B. 6. 2. 3 用分光光度计在210 nm波长下, 测定5个试样的吸光度, 用蒸馏水作参比。
- B. 6. 2. 4 绘制吸光度对二甲基乙酰胺含量(mg/L) 的关系图, 计算回归曲线的平均斜率。

附 录 C
(规范性附录)
色差试验方法

C.1 原理

采用色度计对纤维的色差进行测定。

C.2 仪器

色度计

C.3 试验步骤

C.3.1 仪器校正：按照仪器使用说明用白板校正色度计。

C.3.2 创建标准：从仪器菜单上，选择创建标准向导，以客户要求的样品或标准样进行标准创建，测量类型为反射率、大孔径测试。

C.3.3 样品测试：将梳理后的标样顺向放入样品盒点击测量按钮，记下样品的 ΔE 值。
