

内蒙古自治区地方标准

DB15/T 3461—2024

毛绒纤维回潮率试验方法 近红外光谱法

Test method for moisture regain of hair fibers—Near infrared
spectroscopy

2024-06-14 发布

2024-07-14 实施

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。

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。

本文件由内蒙古自治区纤维标准化技术委员会（SAM/TC 16）提出并归口。

本文件起草单位：内蒙古自治区纤维质量监测中心、国家毛绒质量检验检测中心、内蒙古蒙盐盐业集团有限公司、化德县检验检测中心。

本文件主要起草人：姚苗苗、袁肃、戴玲杰、王亚鹏、李晓梅、李禹欣、陶春园、徐曼、王博、赵雪峰、刘跃华。

毛绒纤维回潮率试验方法 近红外光谱法

1 范围

本文件规定了一种采用近红外光谱法测定回潮率的试验方法。

本文件适用于分梳山羊绒、分梳绵羊毛、洗净山羊绒、洗净绵羊毛等毛绒纤维回潮率快速检测，骆驼绒、牦牛绒等其他毛绒纤维可参照使用。

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 6500 毛绒纤维回潮率试验方法 烘箱法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

验证样品 validation sample

用于验证数据库/模型性能的样品，其回潮率已知。

3.2

校正样品 calibration sample

用于建立数据库/模型的样品，其回潮率已知。

3.3

预测值 estimate value

用数据库/模型对样品光谱进行计算后，得到的样品回潮率。

3.4

参考值 reference value

采用GB/T 6500测定得到的样品回潮率。

3.5

异常样品 outlier sample

对回潮率处于数据库/模型涵盖范围外的样品进行预测，致使其光谱不具有代表性，数据库/模型预测值与参考值具有显著性差异的样品。

4 原理

利用水分子对近红外光的吸收特性，应用化学计量学方法建立毛绒纤维近红外光谱与其水分含量之间的数据库/模型，测试样品的回潮率。

5 仪器和器具

5.1 近红外光谱分析仪

傅里叶变换色散原理或其他可满足波长范围、分辨率要求的光谱仪，波长范围：1000 nm~2500 nm（4000 cm^{-1} ~10000 cm^{-1} ）；分辨率优于8 cm^{-1} 。

5.2 定量分析软件

具有数据录入、数据存储、定标模型或数据库建立与维护等功能的定标软件；具有光谱采集、光谱精度调控，并可通过定标模型或数据库测定毛绒纤维回潮率的操作软件。

5.3 盛样杯及测量附件

盛样杯尺寸与光谱仪匹配、能密闭的容器；测量附件为通过旋转盛样杯等方式使样品均匀采集的装置。

5.4 天平

分度值为 0.01 g。

5.5 其他器具

擦镜纸、软毛刷等清洁工具，塑料袋或其他装样容器。

6 取样

6.1 按照同品种、同批号为取样批次单元，采用随机抽样方法抽取样品。

6.2 10 包以内随机抽 3 包，不足 3 包逐包抽取，每增加 10 包增抽 1 包，不足 10 包以 10 计。50 包以上每增加 20 包增抽 1 包，不足 20 包以 20 包计，硬包每个毛包在两个不同部位 15 cm 深处抽取，软包从毛包中心抽取。

6.3 每个批次至少抽取 3 个实验室样品，每个实验室样品不少于 100 g，抽取后立即装入装样器或密封塑料袋。

6.4 从装样器中迅速称取约 10 g 试验样品，每个样品从容器取样到称重不超过 30 s。每个批次试验样品数量不少于 10 个。

6.5 每个试验样品应单独存放在密闭的塑料袋或容器中，存放时间不超过 4 h。

7 试验方法

7.1 测试前准备

7.1.1 开机后，将仪器预热 30 min 左右。

7.1.2 设置光谱仪工作参数，根据样品类别选择相对应的定标数据库，数据库的建立见附录 A，采集次数设置为 1。

7.2 测试

7.2.1 测试前宜先对验证样品进行测试，验证样品的制备见附录 B。

7.2.2 将试样分成两部分，将位于中间位置的样品紧贴盛样盒玻璃面装入采样杯中，注意放置样品时要保证样品薄厚均匀，与旋转杯底部贴合紧密没有空隙。

7.2.3 近红外光谱仪扫描参比后扫描样品。

7.2.4 第一个样品光谱采集完成后将该试样从样品杯中取出，用毛刷和擦镜纸等清理工具将盛样杯清理干净后，进行下一个样品光谱采集。

7.2.5 每个样品采集 1 次。

8 异常样品的确认和处理

8.1 异常样品的确认

8.1.1 异常样品的形成原因，可能来自于以下几个方面：

- a) 光谱采集过程中样品发生了位移或盛样杯没有放置到固定位置；
- b) 采用了错误的定标模型；
- c) 样品成分不纯，含有其他动物纤维、非动物纤维、杂质过多等；
- d) 该样品回潮率超过了该仪器定标模型、数据库的范围；
- e) 该样品与参与定标模型、数据库样品品种有较大差异。

8.1.2 按照 8.1.1 对样品结果异常的原因进行分析和排除后，再进行测定。如仍然出现报警，则该样品确定为异常样品。

8.2 异常样品的处理

按照 GB/T 6500 规定的方法，对该样品的回潮率进行测定，收集异常样品的参考值和光谱，用于对模型/数据库的升级。

9 试验结果

9.1 以多份正常试样的检测结果平均值作为试验结果，试验结果修约至一位小数，数值修约按照 GB/T 8170 的规定进行。

9.2 本文件规定的近红外光谱法检测毛绒纤维回潮率试验方法，若对本文件规定测试方法测定的检测结果有异议，仲裁时按照 GB/T 6500 规定的测试方法检测。

10 精密度

10.1 重复性

在同一实验室，由同一操作者，使用同一台仪器，在短时间内，对同一试样进行重复测定，所得的两个结果之差的绝对值不超过1%。

10.2 再现性

在不同实验室，由不同操作者，使用不同的仪器，对同一试样测定的两个独立结果之差的绝对值不超过1%。

11 试验报告

至少应包括如下内容：

- a) 样品信息；
- b) 试验日期；
- c) 试验方法；
- d) 试验人员，复核人员；
- e) 试验结果；
- f) 其他。

附 录 A
(资料性)
数据库的建立

A.1 参考值测定

按照GB/T 6500规定的回潮率检测方法测定校正样品的回潮率，作为本文件的参考值。

A.2 数据录入

通常使用Excel或文本数据格式，将样品的光谱和参考值逐一录入至毛绒纤维回潮率光谱与性质数据库中，并确认各校正样品光谱与回潮率参考值两者一一对应。

A.3 定标

A.3.1 对库内任一个样品，使用库内其它所有校正样品光谱和参考值，建立定标曲线。使用该样品光谱，依据该定标曲线预测其性质值。

A.3.2 计算该样品参考值与预测值的偏差，将该偏差值与GB/T 6500规定的方法允差范围进行比较。如果偏差绝对值不超出允差范围，该样品通过定标核验，将其列为定标样品。反之，将其列为待核查样品。待核查样品包括异常样品和库外样品，在定标过程中应对其类属进行核查。异常样品应复测其光谱或性质，以确定异常原因。库外样品应按照定标程序进行补录处理，及时将其补入定标数据库，并适当增加此类样品数量，以扩大定标数据库适用范围。

A.3.3 定标数据库由通过核验的所有定标样品光谱和参考值组成。

A.3.4 依据定标方法再现性和库内所有样品的光谱相似性，确定一个光谱相似性阈值，作为定标数据库边界。若样品光谱相似性大于边界值，属于库内样品，反之，属于库外样品。

A.3.5 定标样品数每个数据段不少于7个，定标样本数取决于待测样品性质变化范围，通常，毛绒纤维回潮率的初始定标样本性质范围为5%~25%。

附 录 B
(资料性)
验证样品的制备

B.1 验证样品的选取

应选择样品均匀性好，杂质较少，纤维较长的样品，可以通过辅助设备进行均匀性混合。

B.2 验证样品的制备

B.2.1 采用烘箱将样品烘干至绝干质量，记为 m_0 。烘干过程按照GB/T 6500中的方法进行。

B.2.2 使用验证样品前，应确保样品在标准大气条件下放置至少24 h, 验证样品的标称回潮率按照公式B.1计算。

$$R = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

R——验证样品的回潮率，%；

m——预调湿后样品的质量（湿重），单位为克（g）；

m_0 ——预调湿前样品的质量（干重），单位为克（g）。

注：验证样品的回潮率数值为每次使用前的最新数值。

注：根据绝干质量的使用频率，确定定期核查频次。