

DB32

江苏省地方标准

DB32/T 5021—2025

乳胶家纺产品 天然乳胶含量的测定

Latex in home textiles—Determination of natural latex content

2025-02-06 发布

2025-03-06 实施

江苏省市场监督管理局 发布
中国标准出版社 出版

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。

本文件由江苏省市场监督管理局提出、归口并组织实施。

本文件起草单位：江苏省纺织产品质量监督检验研究院、南京海关工业产品检测中心、江苏百年鑫乐纺织科技有限公司、南方寝饰(南通)纺织科技有限公司、常州市苏南床上用品有限公司、江苏雷泰克斯家居科技有限公司、苏州市纤维检验院。

本文件主要起草人：张越、张彰、张彤、刘明、蔡钟雷、扬小全、扬成、王海娟。

乳胶家纺产品 天然乳胶含量的测定

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件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

本文件规定了采用仪器分析对乳胶家纺产品中天然乳胶进行含量测定的方法。

本文件适用于由天然乳胶或天然乳胶与合成乳胶并用的混合乳胶制作的家纺产品,如乳胶枕、乳胶垫、乳胶被等。

本文件不适用于天然乳胶含量低于 10% 的产品。

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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 14795 天然橡胶 术语

3 术语和定义

GB/T 14795 界定的术语和定义适用于本文件。

4 原理

采用裂解气相色谱-质谱联用仪对试样中天然乳胶进行定性分析;采用热重分析仪对索氏提取处理后的试样进行定量分析,并采用 X 射线荧光光谱仪测定试样中的硫含量,通过计算得到试样中天然乳胶的含量。

5 试剂和材料

三氯甲烷,分析纯。

6 仪器和设备

6.1 裂解气相色谱-质谱联用仪(PyGC-MS)。

6.2 热重分析仪(TGA)。

6.3 X 射线荧光光谱仪(XRF)。

6.4 索氏提取器。

6.5 恒温水浴装置,控制温度 $(90\pm 2)^{\circ}\text{C}$ 。

6.6 氮气吹干仪。

6.7 分析天平,分度值为 0.1 mg。

7 试验步骤

7.1 天然乳胶成分定性分析

按设备要求取适量试样,通常为 0.1 mg 左右,放入裂解气相色谱-质谱联用仪(6.1)中进行测试。由于测试结果取决于所使用的仪器,因此不可能给出色谱分析的普遍参数。采用下列操作条件已被证明对测试是合适的:

- a) 热裂解温度:550 $^{\circ}\text{C}$;
- b) 热裂解时间:0.5 min;
- c) 保护柱温度:280 $^{\circ}\text{C}$;
- d) 毛细管色谱柱:Rtx-5MS(30 m $\times$ 0.25 mm $\times$ 0.25 μm)或相当者;
- e) 进样口温度:260 $^{\circ}\text{C}$;
- f) 柱温:初始温度 40 $^{\circ}\text{C}$,保温 2 min,以 13 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 300 $^{\circ}\text{C}$,保温 8 min;
- g) 质谱接口温度:300 $^{\circ}\text{C}$;
- h) 质量扫描范围:30 amu $\sim$ 500 amu;
- i) 进样方式:分流进样,分流比 100:1;
- j) 载气:氦气;
- k) 离子源:EI 源;
- l) 离化电压:70 eV;
- m) 离子源温度:260 $^{\circ}\text{C}$ 。

7.2 天然乳胶成分含量测定

7.2.1 索氏提取试验

称取约 5 g 试样,精确至 0.1 mg,记录质量为 m_0 ;将试样剪碎后放入索氏提取器(6.4),采用三氯甲烷进行索氏提取,提取温度 $(90\pm 2)^{\circ}\text{C}$,提取时间 8 h;将试样从索氏提取器中取出后用氮气吹干仪(6.6)吹干,称取剩余试样质量,精确至 0.1 mg,记录质量为 m_1 。

7.2.2 热重测试

称取约 3 g 经索氏提取处理后的试样放于热重分析仪(6.2)内,在氮气气氛下以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的升温速率升温至 600 $^{\circ}\text{C}$;随后切换空气气氛,以 10 $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温速率升温至 800 $^{\circ}\text{C}$;800 $^{\circ}\text{C}$ 恒温 15 min 或直至恒重,仪器自动记录剩余物质含量(b)。

7.2.3 X 射线荧光光谱测试

裁制与样品杯尺寸相适宜的试样,试样照射面应平整光洁、无污染;将装有试样的样品杯放入 X 射线荧光光谱仪(6.3)进行测试。测试气氛抽真空,测试元素范围 $^{11}\text{Na}\sim^{92}\text{U}$,记录试样元素信息。

测试条件参照附录 B 中表 B.1,对于不同的仪器,测试条件可能存在差异,宜根据实际使用情况优化。

8 结果计算与表示

8.1 天然乳胶成分定性分析结果

根据 7.1 测试给出的质谱图分析聚合物的单体碎片,确认样品的乳胶成分。如质谱图中出现异戊二烯单体碎片和/或异戊二烯二聚体碎片等特征离子峰,则判定试样含有天然乳胶(聚异戊二烯)成分。特征离子峰质谱图参见附录 A。

8.2 天然乳胶成分含量测定结果

8.2.1 根据 7.2.1 试验结果按公式(1)计算索氏提取后试样的剩余物含量(a),计算结果按 GB/T 8170 修约至小数点后两位。

$$a = \frac{m_1}{m_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

- a ——索氏提取后试样的剩余含量;
- m_0 ——索氏提取前试样质量,单位为克(g);
- m_1 ——索氏提取后试样质量,单位为克(g)。

8.2.2 根据 7.2.2 测试给出的热重(TG)曲线和微商热重(DTG)曲线分析试样,375℃附近特征峰主要为天然乳胶分解失重。通过对微商热重(DTG)曲线进行拟合,计算出天然乳胶或混合乳胶中天然乳胶占比($A_{\text{天然}}$),若试样只含天然乳胶时该值为 1.00。

8.2.3 根据 7.2.3 测试结果对试样中硫元素进行确认,根据硫元素的 XRF 校准曲线,得到试样中硫元素含量(c),具体计算方法按附录 B 执行。

8.2.4 按公式(2)计算天然乳胶含量,计算结果按 GB/T 8170 修约至个位数:

$$N_l = A_{\text{天然}} \times a \times (1 - b - c) \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

- N_l ——试样中天然乳胶的含量,%;
- $A_{\text{天然}}$ ——试样经热重测试得到的天然乳胶或混合乳胶中天然乳胶的占比;
- a ——索氏提取处理后试样的剩余含量,%;
- b ——试样经热重测试得到的剩余物含量,%;
- c ——X 射线荧光光谱测试得到的试样中的硫含量,%。

9 试验报告

试验报告至少应包含以下内容:

- a) 本文件编号;
- b) 样品的信息;
- c) 试验日期;
- d) 试样的裂解气相色谱-质谱图;
- e) 天然乳胶含量测试结果;
- f) 任何偏离本文件的细节或异常情况。

附录 A

(资料性)

乳胶特征离子峰质谱图

图 A.1~图 A.4 给出了乳胶特征离子峰质谱图。

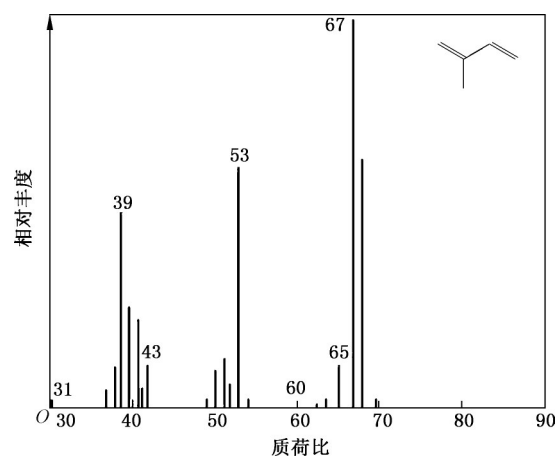


图 A.1 异戊二烯的特征离子峰质谱图

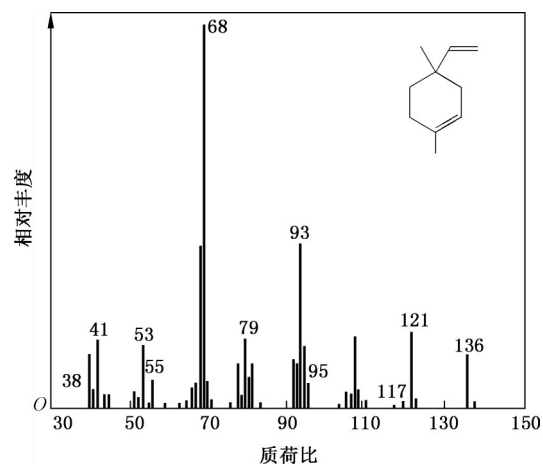


图 A.2 异戊二烯二聚体的特征离子峰质谱图

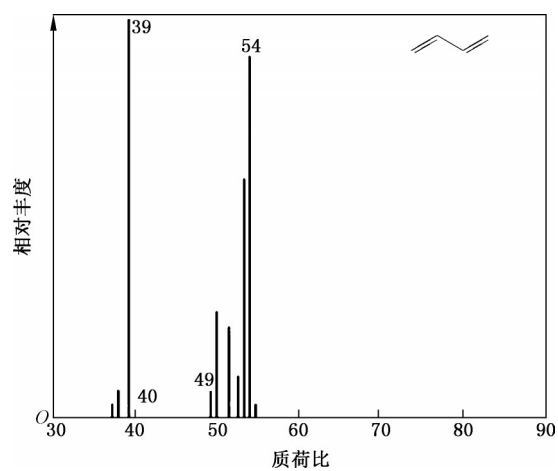


图 A.3 丁二烯的特征离子峰质谱图

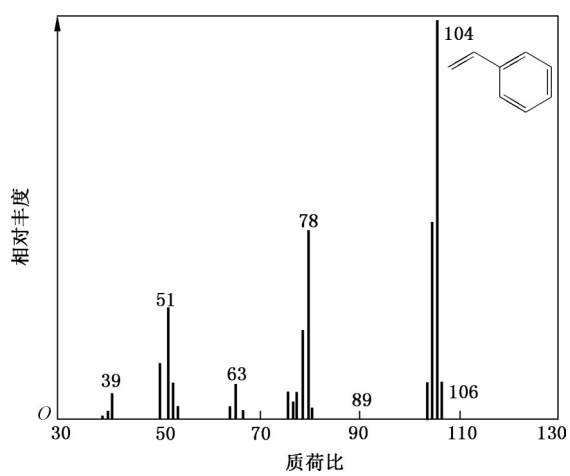


图 A.4 苯乙烯的特征离子峰质谱图

附 录 B
(规范性)
硫含量的计算方法

B.1 样品的准备

参照 GB/T 13460—2016 附录 B 制备不同硫含量的再生橡胶参考样品。如有市售有证标准样品,可直接采用。

B.2 测试条件

参照表 B.1 测试条件对参考样品或标准样品进行 X 射线荧光光谱测试。不同型号的 X 射线荧光光谱仪,可根据实际使用情况调整测试条件。

表 B.1 X 射线荧光光谱参考测试条件

待测元素	分析谱线	晶体	电流/mA	电压/kV	$2\theta/(^{\circ})$
S	$K_{\alpha}1,2$	PET	120	30	75.780

B.3 建立校准曲线

采用经验系数法进行定量分析,通过参考样品或标准样品建立校准曲线。

B.4 定量计算

通过硫元素的 X 射线强度计数在校准曲线上计算出待测样品中的硫含量。

参 考 文 献

- [1] GB/T 13460—2016 再生橡胶 通用规范
-