



中华人民共和国国家标准

GB/T 37384—2019

光学功能薄膜用三醋酸纤维素

Cellulose triacetate for optical function film

2019-03-25 发布

2020-02-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国光学功能薄膜材料标准化技术委员会(SAC/TC 431)归口。

本标准起草单位:中国乐凯集团有限公司、四川普什醋酸纤维素有限责任公司、合肥乐凯科技产业有限公司、保定市出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:王香艳、俞文骥、杜彦飞、王燕、许丽丽、邹耀邦、刘萍、刘谦。

光学功能薄膜用三醋酸纤维素

1 范围

本标准规定了光学功能薄膜用三醋酸纤维素(TAC)的要求、试验方法、检验规则、标识、包装、运输、贮存。

本标准适用于光学功能薄膜用三醋酸纤维素。

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 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 2410—2008 透明塑料透光率和雾度的测定

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

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 9345.1 塑料 灰分的测定 第1部分:通用方法

GB/T 9723 化学试剂 火焰原子吸收光谱法通则

GB/T 32117—2015 工业用二醋酸纤维素片

3 要求

3.1 外观:白色颗粒或白色疏松纤维。

3.2 光学功能薄膜用三醋酸纤维素应符合表1中的技术要求。

表1 技术要求

项目	指标
水分(质量分数)/%	≤2.0
醋化值(以 CH ₃ COOH 计)(质量分数)/%	60.5~61.1
黏度/s	9±2
溶解状况	透明、无凝胶和纤维
游离酸(以 CH ₃ COOH 计)(质量分数)/%	≤0.01
灰分(质量分数)/%	≤0.02
铁含量(质量分数)/%	≤0.000 8
雾度/%	≤10.0

4 试验方法

4.1 一般规定

实验室环境温度 20℃~25℃。

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级水。

分析中所用标准滴定溶液、制剂和制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601、GB/T 603 制备。

4.2 水分的测定

按照 GB/T 32117—2015 中附录 C 规定的方法测试。

4.3 醋化值的测定

4.3.1 原理

将一定量的样品溶于二甲基亚砜(DMSO)后,先用一定量的氢氧化钠溶液使样品水解;再用定量的硫酸中和过量的氢氧化钠;然后用氢氧化钠溶液滴定过量的硫酸;由水解所需的氢氧化钠的量可计算样品中所含醋酸的量。

4.3.2 仪器及设备

4.3.2.1 磨口锥形瓶,300 mL 具塞。

4.3.2.2 量筒,50 mL。

4.3.2.3 自动滴定仪,精确到 0.002 mL。

4.3.2.4 分析天平,精确到 0.000 1 g。

4.3.2.5 磁力搅拌器。

4.3.2.6 烘箱,温度范围:50℃~300℃,精度:±1℃。

4.3.2.7 0.5 mm 标准筛。

4.3.3 试剂及溶液

4.3.3.1 二甲基亚砜。

4.3.3.2 酚酞乙醇溶液:10 g/L。

4.3.3.3 0.5 mol/L 氢氧化钠标准溶液。

4.3.3.4 0.25 mol/L 硫酸标准溶液。

4.3.4 测试步骤

将过筛后的样品在(105±3)℃的烘箱内烘干 2 h,干燥器内降温 40 min 后备用。

称取干燥样品(1.5±0.05)g(称准至 0.000 1 g)于 300 mL 具塞锥形瓶中,轻摇锥形瓶使样品在瓶底均匀铺展,加入 50 mL 二甲基亚砜,然后置于磁力搅拌器上加热搅拌至完全溶解(加热温度应低于 70℃)。待样品完全溶解并降至室温后,加入 47 mL 0.5 mol/L 的 NaOH 标准溶液,摇动烧瓶使样品更好地沉淀,盖紧瓶盖,在常温下于磁力搅拌器上继续搅拌 3 h,然后用 50 mL 去离子水冲洗烧瓶内壁和瓶盖,轻轻摇晃后加入 50 mL 0.25 mol/L 的硫酸标准溶液,继续搅拌 30 min,以酚酞为指示剂,用 0.5 mol/L 的 NaOH 标准溶液滴定至溶液呈浅粉红色为止。用同样的方法做平行和空白。

4.3.5 结果与计算

醋化值(以 CH_3COOH 计) $X(\%)$ 含量按式(1)计算:

$$X = \frac{(V - V_0)c \times 0.060\ 05}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V —— 滴定样品所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

V_0 —— 滴定空白所消耗的氢氧化钠标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

c —— 氢氧化钠标准溶液之物质的量浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m —— 样品的质量,单位为克(g);

0.060 05——与 1.00 mL 氢氧化钠标准溶液 [$c(\text{NaOH}) = 1.000 \text{ mol/L}$] 相当的以克表示的醋酸的质量。

方法误差: $\pm 0.1\%$ 。

4.4 黏度的测定

4.4.1 原理

将三醋酸纤维素溶于适当的混合溶剂中,配制成一定浓度的三醋酸纤维素溶液,用落球法测试其黏度。

4.4.2 仪器及设备

4.4.2.1 天平,精确到 0.01 g。

4.4.2.2 干燥器,含干燥剂(如变色硅胶)。

4.4.2.3 烘箱,温度范围: $50\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$,精度: $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.2.4 恒温水浴,控温范围:室温至 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$,精度 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.2.5 秒表,分度值:0.1 s。

4.4.2.6 不锈钢球:直径 8 mm,质量 2.00 g~2.03 g。

4.4.2.7 500 mL 具塞锥形瓶。

4.4.2.8 黏度管:直径 30 mm,高 200 mm,上下刻线距离 100 mm。

4.4.3 试剂

4.4.3.1 二氯甲烷。

4.4.3.2 甲醇。

4.4.4 混合溶剂配制

将 4.4.3 中的二氯甲烷和甲醇按体积比 92 : 8 配制成二氯甲烷-甲醇混合溶剂。

4.4.5 测试步骤

样品在 $(105 \pm 3)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的烘箱内烘干 2 h,干燥器内降温 40 min。称取已干燥样品 40 g(称准至 0.01 g),置于 500 mL 具塞锥形瓶中,加入 220 mL 二氯甲烷-甲醇混合溶剂,立即盖好盖子,摇动至完全溶解(约 8 h,视样品溶解速度而定),然后移入黏度管中,加塞,置于 $(25 \pm 0.1)\text{ }^{\circ}\text{C}$ 的水浴中,静止恒温脱泡(约 2 h)。然后将不锈钢球放入黏度管中央使其自由落下,用秒表准确记录钢球经过黏度管两刻线间距离所用的时间。

平行测定三次,取其平均值,作为测定的黏度值。

4.5 溶解状况的测定

4.5.1 原理

将三醋酸纤维素配制成一定浓度的溶液,自然光下目视其溶液外观。

4.5.2 仪器及设备

4.5.2.1 天平,精确到 0.1 g。

4.5.2.2 干燥器,含干燥剂(如变色硅胶)。

4.5.2.3 烘箱,温度范围:50℃~300℃,精度:±1℃。

4.5.2.4 500 mL 具塞锥形瓶。

4.5.2.5 100 mL 比色管。

4.5.3 试剂

4.5.3.1 二氯甲烷。

4.5.3.2 甲醇。

4.5.4 混合溶剂配制

将 4.5.3 中的二氯甲烷和甲醇按体积比 92 : 8 配制成二氯甲烷-甲醇混合溶剂。

4.5.5 测试步骤

样品在(105±3)℃的烘箱内烘干 2 h,干燥器内降温 40 min。称取干燥样品约 40 g(称准至 0.1 g),置于 500 mL 具塞锥形瓶中,加入 220 mL 二氯甲烷-甲醇混合溶剂,立即盖好塞子摇动至完全溶解(约 8 h 左右,视样品溶解速度快慢而定),然后移入 100 mL 比色管中至刻度线,目视观察,应无凝胶和纤维、无机械杂质、均匀透明。

4.6 游离酸的测定

按照 GB/T 32117—2015 中附录 E 规定的方法测试。

4.7 灰分的测定

按照 GB/T 9345.1 中方法 A 规定的方法测试,温度为 (750±50)℃。

4.8 铁含量的测定

4.8.1 样品制备

将 4.7 中制备的灰分用 37% HCl+65% HNO₃ 3 : 1(体积比)溶解灰分使金属转化为盐类。将获得的盐重新溶于酸,过滤分离其中的不溶物。

4.8.2 建立标准曲线

使用 Fe 标准溶液分别配制空白、0.000 075%、0.000 15%、0.000 30%、0.000 45%的铁标准样品,采用火焰原子吸收光谱法建立标准曲线。

4.8.3 样品测试

按照 GB/T 9723 中规定的方法进行测试。

4.8.4 结果与计算

按照 GB/T 9723 中规定的方法进行计算。

4.9 雾度的测定

4.9.1 原理

将三醋酸纤维素配制成一定浓度的溶液,使用雾度仪测试其雾度值。

4.9.2 仪器

雾度测试仪:选用 GB/T 2410—2008 中 7.1 方法 A:雾度计法规定的仪器。

4.9.3 测试步骤

将 4.5 中配制的用于测定溶解状况的溶液置于 2 cm×5 cm 的玻璃比色皿中,按照 GB/T 2410—2008 中 7.1 方法 A:雾度计法规定的方法进行测试和计算。

5 检验规则

5.1 出厂检验

由生产厂的质量检验部门按表 2 规定的检验频次进行检验,合格后方可出厂。

表 2 出厂检验

检 验 项 目	检 验 频 次
水分、酯化值、黏度、溶解状况、游离酸、雾度	每批
铁含量、灰分	每三个月

5.2 型式检验

产品有下列情形之一时,应进行型式检验。型式检验应包括本标准规定的全部项目。

- a) 新产品批量投产前;
- b) 产品正常生产,每满一年时;
- c) 原材料、设备、工艺有较大改变时;
- d) 质量监督管理部门提出型式检验要求时。

5.3 采样

按照 GB/T 6679 中的规定确定采样单元数。采样时,将采样器自袋的中心垂直插入至料层深度的 3/4 处采样,将采出的样品混匀,分装于两个清洁干燥的塑料袋内,密封并粘贴标签,注明生产厂名、产品名称、批号、采样日期和采样者姓名。一袋供检验用,另一袋备查。

5.4 判定

采用 GB/T 8170 规定的数值修约规则判定检验结果是否符合标准。

如果检验结果中有一项指标不符合本标准要求,则应重新自两倍量的包装单元中采样并核验不达标项。核验的结果中即使有一项指标不符合本标准的要求,则整批产品判为不合格。

6 标识、包装、运输、贮存

6.1 标识

外包装上应有牢固清晰的标识,其内容包括:生产厂名称、产品名称、厂址、批号、执行标准、净重及防潮标识。

6.2 包装

应采用双层包装,内衬使用防潮塑料薄膜,外袋采用编织袋或牛皮纸袋。

6.3 运输

搬运时应轻装轻卸,防止包装破损。禁止与有毒、腐蚀性、有刺激性气味物品混运。在运输过程中,应避免日晒雨淋、受潮,远离火种、热源、高温。

6.4 贮存

应贮存在阴凉、干燥、通风良好的库房中,防雨、防晒。远离火源及其他危险品。自产品生产之日起,在本标准规定的条件下运输、贮存,产品保质期为 24 个月。
