

## 市纺协春节前开展调研工作

狗年春节前夕，市纺协秘书处开展行业经营状况调研工作。他们多方收集了行业的经营状况数据，走访了多家重点会员企业，重点了解企业去年及近期的经营状况、遇到的困难及对政府的诉求。

调研情况显示，2017年，我市纺织服装行业实现工业总产值1314.35亿元，同比增长7.32%，为我市纺织服装行业改革开放以来的最高值；占全市工业总产值的5.88%。

产品出口323亿元，约50亿美元；比2016年降低8.08%，占全市出口的10.24%；我市纺织服装行业，在前三年实现两位数增长的基础上，近十年首次出现下降的情况。

企业的盈利水平，利润率在3%左右，除少数企业外，大部分企业的盈利水平不高。

行业的经济运行状况，呈现如下的特点：

①产出基本稳定，销售持续，略有上升；

②重点企业规模稳定增长，且增速较大，企业规模效应越来越明显；

③生产企业的出口是稳定的，但跨境电子商务在前二年暴涨基础上逐步回落到理性状况，致使2017年出口明显下滑；

④行业的技改项目增加，投资扩大，特别是环保投入力度更大；

⑤走清洁生产、绿色生产、可持续发展的道路，越来越受到企业的重视。行业的转型升级前期投入在印染行业正在取得明显的效应。

调研显示，当前，我市纺织服装行业经济运行面临的突出问题，主要有以下几个方面：

①企业发展融资难的问题非常突出；

②环保方面，由于一刀切的总量控制方式，使一批发展前景巨大的企业受到制约；

③企业创新能力不足；其中，创新人才缺乏是制约纺织、特别是服装行业转型升级的主要问题。

针对调研中发现的问题，协会以书面的方式，向政府有关部门作了反映，特别重点反映企业反映强烈的环保问题、融资问题、税费问题。（协会）

## 2017年纺织行业发展稳中有进

CTEI网讯 2017年，我国纺织行业坚持深化供给侧结构性改革，努力化解各种外部风险，总体上保持了稳中有进、稳中提质的发展态

势，各项经济运行指标均实现正增长，部分指标增速较上年同期有所加快，运行质效稳步提升，转型升级成效逐步显现。

纺织行业生产增速有所放缓，但国内外两个市场销售情况均有所回暖，表明行业产能与供给结构正在不断优化调整。根据国家统计局数据，2017年规模以上纺织企业工业增加值同比增长4.8%，低于2016年同期增速0.1个百分点。行业出口呈现企稳回升态势，根据海关数据，2017年纺织品服装出口总额达2745.1亿美元，同比增长1.6%，较上年同期回升8.8个百分点。内需市场继续保持平稳增长，网络消费仍增长较快，2017年全国限额以上服装鞋帽针纺织品零售额同比增长7.8%，增速较上年同期提高0.8个百分点，全国网上穿着类商品零售额同比增长20.3%，较上年同期加快2.2个百分点。

纺织行业运行质效基本良好，转型升级投入持续增加。2017年，规模以上纺织企业累计实现主营业务收入68935.6亿元，同比增长4.2%，增速较上年提高0.1个百分点；实现利润总额3768.8亿元，同比增长6.9%，增速较上年提高2.4个百分点。规模以上企业销售利润率为5.5%，高于上年同期0.2个百分点；产成品周转率为20.8次/年，总资产周转率为1.5次/年，均与上年同期基本持平；三费比例为6.5%，略高于上年同期0.1个百分点。在运行平稳、质效较好的情况下，纺织企业投资信心总体稳定，2017年全行业500万元以上项目固定资产投资完成额达13507.3亿元，同比增长5.2%。其中，东部地区投资额同比增长7.9%，较上年同期加快2.4个百分点，占全国投资增量的87.2%，由于东部新增产能较少，投资增长较快表明企业转型升级投入积极性较高。

2018年，纺织行业有望继续保持平稳发展的势头，经济增速预计与2017年基本相当。国际方面，全球经济呈现持续复苏迹象，经济增速或将较2017年略微加快，消费者信心将随经济向好有所增强，大宗商品价格稳定也有利于生产恢复，预计纺织行业出口情况有望较2017年进一步改善。国内方面，国民经济将继续保持平稳增长态势，为国内消费提供健康良好的经济环境；“三品战略”持续推动，将促进纺织企业加快调整提升，不断丰富产品品种，改善品质，提高品牌附加值，为纺织品服装国

内消费提供更多选择空间,更好挖掘内需潜力。

与此同时,纺织行业发展面临的不确定因素仍然较多,各种风险问题仍需加强关注与应对。成本高企压力并未缓解,国内电、用工等要素价格与越南等国相比仍明显过高,融资难、融资贵问题长期未能有效解决,“营改增”对于纺织企业税收减负影响有限。国际市场竞争更趋激烈,2017年我国纺织行业在传统市场所占份额仍在流失,1-11月在美、日、欧三大纺织品服装进口市场所占份额较上年同期分别下滑0.4、0.9和0.9个百分点,这一趋势在2018年仍可能延续。国内环保监管措施更趋严格,纺织企业环保投入负担较重,部分地区仅以停产为单一监管手段,企业生产、投资活动受限,成为纺织全行业平稳发展的瓶颈制约。

2018年,纺织行业将按照稳中求进的工作总基调,进一步深入推进供给侧结构性改革,加快转型升级,积极化解各种风险矛盾,努力确保行业运行基本平稳,发展质量稳步提升,为促进经济社会持续健康发展做出应有贡献。(来源:中国纺织经济信息网)

## 外媒:2017年中国电商销售突破1万亿,热门品类包括高端电子产品

中国商务部数据显示,2017年中国电商零售总额达7.18万亿元人民币(约合1.149万亿美元),比2016年的5.43万亿元人民币增长了32%,使中国成为第一个打破1万亿美元零售额的电商市场。

不论是销售额还是增长率,中国远远甩开了全球第二大电商市场——美国。

虽然美国商务部还未发布数据,但据Internet Retailer估计,2017年美国电商市场增长了约15%,达4550亿美元。

中国电商市场的增长,很大一部分来自居住在非一线城市的消费者,2017年这些消费者的网购交易额增加了39%,达1.245万亿元,占网购总额的17%以上。

据中国商务部报道,服装、纸巾等实体商品的电商销售额增长了28%,达5.48万亿元,占实体商品零售总额的15%。2016年,中国实体商品电商销售额占实体商品零售总额的12.6%。

此外,游戏、视频和音乐等虚拟产品的电

商销售额达1.7万亿元。

2017年中国零售总额增长4.6%,较2016年的4.5%,略有上升。

高端家电、新鲜食品、保健品等产品的销售额增长速度极快,2017年同比增长超过70%。

中国商务部表示,跨境电商是2017年中国电商市场的主要增长点之一。

此外,苏宁、国美等拥有实体店的零售商,在2017年线上销售额增长了26.8%,比2016年的增长率高3.2%。

商务部报告突出强调了中国小城镇和乡村的电商业务发展,居住在非一线城市的个体电商比2016年增长了20.7%,达986万户。农村地区有2800万人受雇于电商企业,这在某种程度上反映了阿里巴巴和京东等电商巨头在扩张仓库和配送点。(来源:雨果网)

## 纺织品牌准入商务部直销管理系统

近日,从商务部直销行业管理信息系统获悉,在其公布的受理企业公示名单中,江苏紫罗兰家纺科技股份有限公司、浪莎控股集团有限公司、仙宜岱股份有限公司等纺织企业皆位列其中。继药企之后,纺织类企业也开始加入到申牌的大军中,纺织或将成为直销家族“开枝散叶”的新军。

据了解,在商务部获批的6大类直销产品中,大部分直销企业的服装纺织类和家用纺织类产品划定在保健器材的分类下。业内人士表示,纺织类产品与直销领域的结合在海外曾有过辉煌的历史,而纺织类产品销售采用直销的方式,在近两年才刚刚开始。目前,除了中脉专注保健家纺产品外,其他的直销企业则是推出功能内衣、护膝裤等纺织品。

据直销行业资深专家胡军介绍,在国内直销市场,化妆品和保健品占据着行业大部分市场份额,因此它们也成为了直销企业开发新品的主攻种类。据悉,纺织类产品进入国内直销市场后,并没有达到各直企所预见的那样火爆。外加保健品、化妆品市场的冲击,现如今仅有少部分企业仍然专注家纺类产品。

对此,胡军介绍,目前获牌的91家直销企业中,大部分企业涵盖了3类或以上的产品类别。纺织品可以成为直销企业产品线的补充,

符合大健康产业发展需求的、有一定保健功能的纺织品，会越来越受到市场欢迎。（来源：中国纺织报）

## “快时尚”加鞭服装业提速

临近春节的沙溪富华车站一带，大大小小的布行处于一片忙碌中。“围绕着富华总站、沙溪车站，附近有富元国际服装写字楼、云汉商贸服装批发市场以及众多的布行。”上周，中国广州分析测试中心中山纺织服装快检实验室主任黄明华告诉记者，基于这种物流优势，大大小小的布行、电商选择在这里布局，据不完全统计，周边布行约有3000家。

2016年6月1日，中国广州分析测试中心中山纺织服装快检实验室在这里正式“开门纳客”。近两年来，该实验室已为沙溪、大涌布行、服装企业，特别是全国各地服装类电商提供了4000多份检测报告，促进了布料、纱线、服装整体质量提升。

“快时尚”对检测速度要求更高

“不知道你留意没有？现在电视里，明星穿的衣服，没几天在淘宝上就有卖，服装行业已进入快速时尚阶段。”黄明华啜了口茶，打开了话题：现在服装销售的周期越来越短，快速时尚推动服装这个传统产业加快技术更新、设计生产的步伐。传统的服装品牌从T台上发布潮流，然后出产品，到各专卖店、专柜上货，一般需要好几个月时间，高档品牌甚至需要半年。但基于“快速时尚”，企业能够在极短时间内将产品概念转化成为消费品，现在最快的企业10天便可做到。目前，在“快速时尚”上最具代表性的品牌主要有国外的ZARA、H&M、KM、优衣库和国内的EMINU等企业。

应行业需求，中国广州分析测试中心将实验室“前移”，选择了在中国休闲服装名镇—沙溪镇设点。

“之所以设点沙溪，主要是为产业提供便利，这里布行集中，全国各地采购商到这里来拿布料，过去对布料质量只能凭经验，现在有了快检服务，客户选好，通过检测，便可打包上车运往各地。”黄明华说，他们把检测的时间缩至一个半小时左右，这在行业内是少有的，赢取时间对采购商来说相当重要，不同程度上带旺了周边布行生意。

扫描二维码便可知质量

随着对产品质量的日益严格，服装电商入驻阿里巴巴，开设淘宝店，需要有检测报告，这为快检服务提供了空间。记者打开阿里巴巴旗下商家服务市场，输入“纺织品类面料成分检测”，进入后便可看到不少检测机构已进驻。

中广测沙溪实验室检测的产品全面覆盖从纺织纤维到纺织服装成品的家用纺织品和产业用纺织品，检测项目涵盖纺织服务的物理检测、染色化学检测、成分含量检测及生态安全检测。如，纺织服装物理性能测试、色牢度测试、成分分析、生态纺织品检测。为纺织服装及其电商企业提供检测技术服务，促进纺织服装产业转型升级。

黄明华介绍，现在有一些服装品牌已把二维码印在衣服上，去商场买衣服，只需扫二维码，便可看到详细的检测报告。“检测是提升产品质量的重要工作，通过检测逐步培养企业的质量意识。如果因质量问题导致产品下架甚至销毁的话，对电商来说，损失就大了。”黄明华说。

业内观点“创新+品牌”提升传统产业“含金量”

服装行业专业人士郑政科介绍，现在服装行业不像过去，以大批量生产为主，现在行业趋向“量小需求多”，即每一种款式生产量不大，但对设计、质量、颜色、款式等各方面要求高。

广东省政协委员、经济学博士史杰君认为，在新形势下，要提高发展质量，最重要的两条路径是：创新发展与品牌发展。广东地区作为改革开放首先发展起来的区域，广大中小企业依靠“三来一补”发展起来，其主要推动力是低成本的发展要素，如低劳动力成本、环保成本与土地成本。加上低调务实的作风，在中小企业品牌发展方面，近几年发展比较缓慢，在很多细分市场，没有抓住机会，被长江三角洲企业超越。

史杰君认为，在未来发展中，如果企业没有品牌，就会陷入价格泥潭，企业发展会越来越困难，没有利润，就无法支持企业的创新发展，也会影响广东中小企业的转型升级。目前国内处于消费升级大浪潮下，内需市场本身就有红利。而这个红利，只能通过创新和品牌发展来摘取。（来源：中山日报）

## 2018年棉纺织行业迎来利好

据中国纺织报了解,2017年1-12月,我国棉纺织集群生产经营稳中向好,从主要经济指标来看,棉纺织集群企业主营业务收入及利润同比分别增长7.4%和8.2%,其中规模以上企业同比分别增长8.2%和8.0%。棉纺织集群企业平均开工率在90%左右,集群内企业总数及从业人员平均人数基本稳定。

国内棉纺行业的稳定运行离不开储备棉的轮出,尤其是储备棉在稳定市场供给、调节棉花价格方面发挥了重要作用。据中国棉花网了解,2017年储备棉累计成交322万吨,成交率74%,其中新疆棉成交183万吨,地产棉成交139万吨,累计成交企业数量901家。从成交价格看,成交平均价格14754元/吨。在国内植棉面积下降,产量供不足需的压力下,储备棉发挥的作用不言而喻。

此外,在国内棉价高于国外棉价的常态下,储备棉在价格调控方面发挥了重要作用,降低了市场价格,保证了棉纺行业的稳定运行。据悉国内外棉价差由年初最大3000元/吨以上逐渐缩小至300元/吨以内,这为增强国产纱竞争力打下了坚实的基础。中国棉纺织行业专家表示,如果国内外棉价差控制在1500元/吨以内,就可以保证国内棉纺织行业的平稳运行。

2018年储备棉继续实施轮出政策,相信在国家宏观调控下,棉纺织行业仍将继续保持平稳运行。(来源:中国棉花网)

## 机器换人步伐加快 产业结构优化升级

记者从柯桥区经信局获悉,2017年柯桥区有9只项目列入省技改重点项目计划,107只项目列入市“机器换人”技改重点项目计划。通过加大技改投入,推动了产业结构调整和优化升级,智能制造水平和亩均效益也得到彰显。

在浙江精功精密制造有限公司,年产25万台机柜的智能化生产线一期最近刚刚投产,在厂区内的机柜自动化生产线上,10多台机械臂一刻不停地忙碌着,精准安装每一个零部件,这条生产线集信息化、数字化、智能化和自动化为一体,技术处于国内领先,可年产25万台机柜。机器换人使原先需要2000多人才能完成

的工作量,目前只需要100多个工作人员,减少了近95%的劳动力。

在位于滨海工业区的浙江天圣化纤有限公司内,“机器换人”的技术改造也正在如火如荼地进行。生产线上一锭锭洁白的丝饼被自动落筒机准确无误地放置到筒架上。在包装车间里,也基本实现了机器换人,机械臂将100公斤的丝饼拿起放入传送带,包装全部自动处理,一天可以完成15万个丝饼的包装。

在浙江梅轮电梯股份有限公司二期项目的数字化电梯生产车间内,一只只机械臂忙碌着,工人只要轻按按钮,产品就源源不断地从生产线上生产出来,产品主要有自动扶梯系列、自动人行道系列、客梯、货梯及主要电梯配件等,目前该生产车间的全自动化程度达到60%。

为鼓励企业加快机器换人步伐,我区加大政策奖励扶持力度,2017年,全区兑现印染集聚项目设备投入补助4835.39万元,其它项目设备投入补助1288.4万元,另外包括创新发展、信息化、绿色制造等资金近1000万元。(来源:柯桥日报)

## 小单快返 引领服装产业智能制造

常熟将投资1.3亿元建服装智能综合体。位于常熟莫城的云裳小镇的江苏智敏智能综合体项目日前启动。据了解,该项目建成后将示范引领常熟服装产业的柔性生产和智能制造。

据介绍,江苏智敏智能综合体项目,由常熟志远股份公司牵头建办,项目总投资1.3亿元,建筑面积2.5万平方米,设8条柔性快返智能生产线和3条个性化定制智能生产线,主要承接国内外服装设计师品牌的高品快返小单和轻奢品牌订单;3条个性化定制线,生产西装、西裤、衬衫等服装品类。

常熟是我国纺织服装产业最发达的地区之一,作为传统产业,传统的服装生产企业越来越需要柔性制造。常熟志远股份公司总经理黄贵介绍,所谓的柔性制造就是在品质、交期、成本保持一致的条件下,生产线在大批量生产和小批量生产之间任意切换。“小单、快返”四个字利落地总结了当下服装工厂的需求。“我始终相信构建产业互联网+打造超级供应链是服装产业下一轮战略方向,智能制造是必要的手段和过程。”黄贵说,未来纺织服装产业将是技术密集型和时尚创意型产业。

据介绍,江苏智敏智能综合体还内设候鸟设计师孵化、共享制版打样平台、国内外原创吧设计师 ODM 艺尚客厅、国际流行时尚款式快返零批、个性定制体验中心、大数据集成展示中心等功能,致力于打造常熟服装产业新制造标杆示范企业。江苏智敏智能综合体将于今年建成 3.0 自动化示范基地,到 2020 年时升级为数字化工厂,2022 年实现以规模化成本和效率满足大规模个性化定制,计划达到工业 4.0 标准。

据悉,云裳小镇的未来愿景是打造中国服装产业新制造示范基地和服装产业时尚创意设计之都。(来源:苏州日报)

## 关注新版国际生态纺织品标准 五大变化

2018 年 1 月,国际环保纺织协会发布了最新版 Oeko-Tex Standard 100 生态纺织品检测标准和限量值要求。经过 3 个月过渡期后,新标准将于 2018 年 4 月 1 日起正式生效。新标准参考了国际上现行的各种法律法规,通过新增考察物质并严格控制限量值,对纺织品中有害化学残留监管达到了进一步的加严。

与 2017 版相比,最新标准对有害化学物质的监管进一步升级,归纳起来发生五大变化:第一,部分现有限制化学物质限量值进一步收紧。短链氯化石蜡(SCCP)和邻苯基苯酚(OPP)限量值更严,如针对邻苯基苯酚,在产品级别 I 的限量值由 50mg/kg 调整为 10mg/kg,产品级别 II 至 IV 的限量值由 100mg/kg 调整为 25mg/kg,最高收紧程度下降了 5 倍。第二,新限制化学物质有所增加。新标准“其他残余化学物质”项目中,新增加了苯酚、双酚 A 及限量值标准。另外,新增“受监测”物质喹啉,但目前尚未规定其限量值。这意味着在申请生态纺织品认证的过程中,将随机对喹啉进行检测,并将结果提供给申请企业作参考。第三,同类化学物受限制范围扩大。“残余表面活性剂润湿剂”项目中,烷基酚和烷基酚聚氧乙烯醚的限量值虽然保持不变,但是酚的种类扩大到庚基苯酚,支链和直链和戊基苯酚;“致癌染料”限制种类上升到 18 种,比 17 版增加了 5 种;此外,“致敏染料”限制种类比 17 版增加 1 种达到了 22 种。第四,纺织色牢度指标与中

国接轨。新生态标准中产品类别 I 的耐水色牢度要求由原来的“3 级”提高到“3-4 级”,这样与我国强制性标准“GB18401-2010 国家纺织产品基本安全技术规范”对于婴幼儿要求实现完全一致。第五,针对有机棉产品增加转基因生物测试。有机棉比普通棉花综合成本高出约两、三倍,由于有机棉不使用转基因种子,故新标准将针对有机棉产品增加转基因生物(CMO)测试。

“Oeko-Tex”是目前全球纺织行业公认的权威生态纺织标准,通过该项认证的产品素有“信心纺织品”的美誉。由于其每年持续参考不同国家及组织关于纺织领域的相关最新法律法规及标准要求,并及时修订,故欧美地区许多大型采购商都将 Oeko-Tex Standard 100 标准作为产品采购的技术依据。拥有 Oeko-Tex Standard 100 证书的生态纺织品市场优势明显,不仅销路畅通,而且价格比普通纺织品要高出 20%-30%,强调产品的生态安全性已经成为国际纺织品贸易的新趋势。不过,由于我国尚未完全摆脱以中低端纺织产品为主打的局面,在纺织品生态安全认证方面还需要不断加以重视,做好推广挖潜工作。

符合国际生态环保标准是纺织企业强化竞争力的重要手段之一,因此相关纺织企业绝不可含糊。在此,检验检疫部门建议纺织企业应及时了解最新版 Oeko-Tex Standard 100 标准的参数要求,尽快改进生产工艺,加强产品生态安全把关,做到未雨绸缪,紧跟国际步伐。同时,希望我国纺织企业积极通过生态认证以增强产品在国际的认可度,将提高产品附加值和技术含量作为投身国际竞争的前提条件,从而确保我国纺织产品安全进入国际市场。(来源:中国国门时报)

## 日本拟限制部分物质 在纺织品中的使用

日前,笔者从厦门海沧检验检疫局获悉,为了降低和防止化学物质的潜在危害,日本拟修订“化学物质评估及其生产规定法案执行令”的通报,修订工作主要由日本经济产业省(METI)、厚生劳动省(MHLW)以及环境省(MOE)负责。据了解,此次拟修订主要针对以下化学物质:短链氯化石蜡(链长在 C10 到 C13 之间、

氯含量大于48%的直链氯化烃)(SCCPs)、十溴二苯醚(DecaBDE0)、全氟辛烷磺酸(PFOS)及盐。若此次修订生效,对纺织产品将带来以下影响:一是含有短链氯化石蜡(链长在C10到C13之间、氯含量大于48%的直链氯化烃)的纺织品阻燃处理用化学品以及皮革加脂剂将被禁止进口到日本;二是含有十溴二苯醚的阻燃纺织品以及纺织品阻燃处理用化学品也将被禁止进口到日本;三是任何企业,若进口短链氯化石蜡(链长在C10到C13之间、氯含量大于48%的直链氯化烃)和十溴二苯醚到日本,都需要获得相应关于I类特定化学物质的授权。对此,海沧局提醒国内相关贸易及生产企业,现如今国外技术性贸易措施频出,且较为隐蔽,针对此次修订,建议国内的纺织品、皮革企业,尤其是阻燃纺织品生产企业,时刻关注产品中是否使用或者添加了上述短链氯化石蜡和十溴二苯醚,相关产品如出口日本,则需要开始着手产品升级或物质替换,谨防在日本新法规生效后,不合规产品无法进入日本市场。(中国国门时报)

## 纺织机械等重大技术装备 进口税收政策调整

根据近年来国内装备制造业及其配套产业的发展情况,财政部、国家发展改革委、工业和信息化部、海关总署、税务总局、能源局等六部门日前共同印发《关于调整重大技术装备进口税收政策有关目录的通知》,对重大技术装备进口税收政策的3份目录进行了调整。

此次调整在《国家支持发展的重大技术装备和产品目录》中增列了国内处于起步期或成长期的部分技术装备,删减了目前国内产业发展较好、上下游配套较齐全的部分技术装备,进一步明确政策支持方向。其中,自动络筒机等纺织机械入选该目录。

据《国家支持发展的重大技术装备和产品目录》调整情况,相应调整《重大技术装备进口关键零部件、原材料商品目录》,对确有必要进口的零部件、原材料予以免税。自动络筒机的电子清纱器等入选该目录。对已具有较强竞争优势的部分技术装备,在《进口不予免税的重大技术装备和产品目录》中明确其进口不予免税。棉纺精梳联合机、往复式抓棉机、棉纺并条机、棉纺精梳机等进入该目录。修订后目录自2018年1月1日起执行。(来源:中国纺织报)



## 论文园地

### 溶解法测定二组分纤维成分含量的不确定度评估

佛山中纺联检验技术服务有限公司 任敏

摘要:本文按照GB/T2910.11-2009标准测定纤维成分含量,以棉和聚酯的二组分混合纤维为例,对该方法整个过程中产生的不确定度进行了评估和分析,通过对各不确定度分量进行评定及合成,计算出合成不确定度和扩展不确定度,从而得知影响结果的主要因素是测试过程中的随机效应。

#### 1 实验部分

##### 1.1 测试依据

用75%硫酸把纤维素纤维从已知干燥质量的混合物中溶解去除,收集残留物,清洗、烘干和称重,用给定公定回潮率修正称量质量,计算其占混合物干燥质量的百分率。由差值得出纤维素纤维的百分含量。

##### 1.2 主要仪器和试剂

仪器: New classic 电子天平

上海梅特勒-托多利仪器有限公司;

电热鼓风干燥箱

上海一恒科技有限公司;

振荡试色机

厦门瑞比精密机械有限公司;

试剂: 硫酸 分析纯;

### 1.3 测试原理及简要过程

#### 1.3.1 取样

按 GB/T 10629-2009《纺织品 用于化学试验的实验室样品和试样的准备》规定取具有代表性的试样, 每个试样去 1g, 取 10 个平行样。于 105℃ 烘干并称重。

#### 1.3.2 化学溶解

试样剪碎后放入三角烧瓶, 加入约 200mL, 75%硫酸溶液, 塞上玻璃塞。充分润湿, 在 50℃ ±5℃ 的水浴振荡器中振荡放置 1h。

#### 1.3.3 剩余纤维洗涤烘干称重

将残留物过滤到已称重的玻璃砂芯坩埚, 真空抽吸排液, 分别用硫酸溶液、稀氨水和冷水依次洗涤。将装有残留物的坩埚 105℃ 烘干, 干燥器中冷却后称重。

## 2. 定量测试数学模型

以净干质量为基础的计算方法:

$P=$

$P$ —不溶组分净干质量分数, %;

$m_0$  - 预处理试样的干重, g;

$m_1$  - 残余物的干重, g;

$d$  不溶纤维在试剂处理中的重量修正系数。

以净干质量为基础结合公定回潮率的计算方法:

$$P_M = \quad (2)$$

式中:  $P_M$ —结合公定回潮率的不溶组分百分率, %;

$P$  - 净干不溶组分百分率, %;

$a_1$ —可溶组分的公定回潮率, %;

$a_2$ —不溶组分的公定回潮率;

以净干质量为基础, 结合公定回潮率以及预处理中非纤维物质和纤维物质的损失率的计算方法:

$$P_A = \quad (3)$$

$P_A$ —混合物中净干不溶组分结合公定回潮率及非纤维物质去处率的百分率, %;

$P$ —净干不溶组分百分率, %;

$a_1$ —可溶组分的公定回潮率, %;

$a_2$ —不溶组分的公定回潮率, %;

$b_1$ —预处理中可溶纤维物质的损失率, 和/或可溶组分中非纤维物质的去除率, %;

$b_2$ —预处理中不溶纤维物质的损失率, 和/或不溶组分中非纤维物质的去除率, %。

第二种组分的百分率 ( $P_{2A}$ ) 等于  $100-P_A$

## 3 不确定度来源分析

按照以上所确定的数学模型可认为本检测的不确定来源主要有以下几个方面：

### 3.1 操作过程的重复性不确定度

包括试样代表性、试样预处理、环境条件、试验时间、人员操作等。

### 3.2 称量引入的不确定度

主要由两次称量时引入的不确定度。

### 3.3 计算常数引入的不确定度

D 值、修约和公定回潮率等可能导致的不确定度。

## 4 试验结果与不确定度评定

### 4.1 试验结果数据

对同一个样品进行二组分含量定量测试，平行测试 10 次，按 2 计算结果（表 1）

表 1 棉/聚酯纤维混纺产品各组分的百分含量

编号	样品质量 m <sub>0</sub> /g	聚酯纤维质量 m <sub>1</sub> /g	聚酯净干 百分比/%	聚酯百分比含量 P1/%	棉百分比含量 P2/%
1	0.7200	0.4800	66.67	64.8	35.2
	0.6200	0.4100	66.13		
2	0.8000	0.5300	66.25	65.1	34.9
	0.8500	0.5700	67.06		
3	0.8500	0.5644	66.40	64.8	35.2
	0.9200	0.6100	66.30		
4	0.8530	0.5646	66.19	64.5	35.5
	0.9230	0.6119	66.29		
5	0.7000	0.4620	66.00	64.3	35.7
	0.8000	0.5280	66.00		
6	0.6500	0.4350	66.92	65.4	34.6
	0.5500	0.3685	67.00		
7	0.8600	0.5700	66.28	64.9	35.1
	0.9000	0.6000	66.67		
8	0.8700	0.5830	67.01	65.1	34.9
	0.9200	0.6100	66.30		
9	0.5305	0.3543	66.79	65.0	35.0
	0.4920	0.3268	66.42		
10	0.6200	0.4200	67.74	65.9	34.1
	0.5200	0.3500	67.31		

### 4.2 A 类不确定度（由随机效应引起的不确定度）评估

A 类不确定度主要包含操作过程中的重复性不确定度，d 值、修约和公定回潮率等因素为约定规则，且其产生的不确定度较小，也纳入到随机效应引起的不确定度中评估。



(1) 组分聚酯纤维(棉)百分含量的重复性不确定度为:

$$u(P) = 0.3380\%$$

(2) 则试验过程中随机效应导致的聚酯纤维含量的相对不确定度为:

$$U_{rel}(P1) = \frac{u(P)}{P1} = \frac{0.3380\%}{64.98\%} = 5.201 \times 10^{-3}$$

(3) 试验过程中随机效应导致的棉含量的相对不确定度为:

$$U_{rel}(P2) = \frac{u(P)}{P2} = \frac{0.3380\%}{35.02\%} = 9.652 \times 10^{-3}$$

#### 4.3 B类不确定度评估.

B类不确定度主要来源于电子天平的称量过程,包括设备示值的分辨率、设备的校准和测量的重复性;由于测量重复性已包含在A类不确定度中,故这里只考虑另外两个分量。

##### 4.3.1 电子天平分辨率导致的相对不确定度

本实验室使用的电子天平d天平分辨率为0.0001g,按平均分布,由该设备分辨率导致的相对不确定度为:

$$U_{rel}(d \text{ 天平}) = \frac{um(d \text{ 天平})}{m0} + \frac{um(d \text{ 天平})}{m1} = \frac{0.0001g}{m0} + \frac{0.0001g}{m1}$$

$$= 7.725 \times 10^{-5} + 1.161 \times 10^{-4} = 1.933 \times 10^{-4}$$

##### 4.3.2 电子天平校准导致的相对不确定度

根据校准证书,该天平不确定称取0.5g~2g样品时,U=0.0005g(k=2)。测试过程中电子天平需要称量称量瓶重量,干燥后样品净干重重量+称量瓶重量(差值得m0),坩埚重量,干燥后剩余纤维净干重重量+坩埚重量(差值得m1)。由该设备导致的相对不确定度为:

$$U_{rel}(cm \text{ 天平}) = \frac{U}{m0} + \frac{U}{m1}$$

$$= 4.730 \times 10^{-4} + 7.108 \times 10^{-4} = 1.184 \times 10^{-3}$$

由电子天平称量引起的相对不确定度为:

$$U_{rel}(m \text{ 天平}) = 1.200 \times 10^{-3}$$

#### 4.4 合成不确定度

聚酯纤维成分测试的相对合成测量不确定度为:

$$U_{rel}(P1) = \sqrt{u_{rel}^2(\overline{P_1}) + u_{rel}^2(m_{\text{天平}})} = 5.338 \times 10^{-3}$$

聚酯纤维成分测试的合成测量不确定度为:

$$U_c(P1) = U_{rel}(P1) \times \overline{P1} = 5.338 \times 10^{-3} \times 65.9\% = 0.3518\%$$

棉纤维成分测试的相对合成测量不确定度为:

$$U_{rel}(P2) = \sqrt{u_{rel}^2(\overline{P_2}) + u_{rel}^2(m_{\text{天平}})} = 9.726 \times 10^{-3}$$

棉纤维成分测试的合成测量不确定度为:

$$U_c(P2) = U_{rel}(P2) \times \overline{P2} = 9.726 \times 10^{-3} \times 34.1\% = 0.3317\%$$

#### 4.5 扩展不确定度

取扩展因子  $K=2$ , 则聚酯纤维组分含量的扩展不确定度为:

$$U_{\text{聚酯}} = k u_c(P_1) = 2 \times 0.3518\% = 0.7036\%$$

棉纤维组分含量的扩展不确定度为:

$$U_{\text{棉}} = k u_c(P_2) = 2 \times 0.3317\% = 0.6634\%$$

### 5 结论

从上述计算数值来看, 由试验过程中引入的不确定度占较大的比例。由此可见, 测试过程中的重现性对结果影响较大。

## 邻苯二甲酸酯测试中膜材料选择和样品放置时间 对于测试准确性的研究

佛山中纺联检验技术服务有限公司 任敏

摘要: 由于 PTFE 膜这种材料购买比较困难, 而 GB/T20388-2016 中要求在超声水浴时使用 PTFE 膜对反应器进行封闭, 这与 PTFE 膜具有独特的结构是分不开的。本文另外选用了两种材料膜, 与 PTFE 膜进行对比测试, 研究 PTFE 膜在测试中是否可以被替代。

关键词: PTFE 膜、邻苯二甲酸酯、加标、回收率

前言: 在邻苯二甲酸酯测试中经常会遇到这些问题: PTFE 这种膜材料不是很容易买到, 但是 GB/T20388-2016 中要求使用 PTFE, 但是又没有, 可不可以用其他膜代替, 下面就对几种膜材料做了一下测试对比; 有时候因为测试样品多而导致样品需在常温下放置好几个小时才能进样, 这样会不会对测试造成影响。

先来认识一下 PTFE 为聚四氟乙烯, 英文名为 “Polytetrafluoroethylene”, 简称为 PTFE, 聚四

氟乙烯一般称作不粘涂层或者易清洁物料。这种材料具有抗酸抗碱、抗各种有机溶剂的特点，几乎不溶于所有溶剂。

分子结构：聚四氟乙烯的化学结构是把聚乙烯中全部氢原子用氟原子取代而成，F原子把C-C键遮盖起来而且C-F键的键能特别高，除碱金属与氟元素外它不被任何化学药品侵蚀。又由于氟-碳链分子间作用力极低，所以聚四氟乙烯具有不粘性。所以对于GB/T20388-2016该标准会用到PTFE膜和它独特的结构是分不开的。

## 1. 实验部分

本次实验选用加标验证和溶解验证两种方式，其中加标验证选用峰型较好的邻苯二甲酸二丁酯（DBP）进行讨论，用该标准物质进行加标前处理。

### 1.1 仪器与试剂

仪器：气质联用仪，可控温的超声波发生器，频率为（ $40 \pm 5$ ）kHz

具塞玻璃反应器 60ml，圆底烧瓶 100ml，移液管 5ml、10ml，容量瓶 100ml，旋转蒸发器，离心装置

试剂：内标物 1000mg/L 的储备溶液，四氢呋喃，正己烷，邻苯二甲酸酯的混合标准溶液

### 1.2 气质联用仪的分析条件

毛细管色谱柱：DB-5MS 30m × 0.25mm × 0.25 μm；进样口温度：300℃；升温程序：100℃保温 1min，以 15℃/min 的速度升至 180℃，并保温 1min，再以 5℃/min 的速度升至 300℃，气相与质谱连接线温度：280℃；载气：高纯氦气（≥99.999%），流量 1.2mL/min；进样量：1 μL；进样方式：不分流进样。

质谱条件：离子源温度：250℃；溶剂延迟：3min；扫描方式：定性为全扫描、定量为 197u 离子扫描。

### 1.3 实验步骤

#### 1.3.1 加标验证

##### 试样制备

取空白布样，将其剪碎（尺寸不大于 5mm × 5mm），混匀后称取 4 份，各（ $0.30 \pm 0.01$ ）g，分别置于四个 60ml 的反应瓶中，向其中加入含有 5mg/L 的内标的四氢呋喃溶液 10mL，该溶液中含混合邻苯二甲酸酯（邻苯二甲酸二丁酯）的浓度为 3ppm，萃取时 1 号反应器使用 PTFE 膜、2 号反应器使用普通滤膜（PA6 材料）、3 号反应器使用透明胶带密封（BOPP 膜材料）、4 号反应器不密封。

##### 萃取过程

将反应器放入超声波发生器中，于（ $60 \pm 5$ ）℃下萃取  $1h \pm 5min$ 。取出反应器，静置萃取液，冷却至室温。

用移液管分别向每个反应器中逐滴加入 20mL 含有 5mg/L 内标的沉淀剂。

剧烈振摇反应瓶（可放在漩涡振荡器上）至少 30s，静置（ $30 \pm 2$ ）min 使聚合物沉淀。

以不小于 700g（例如：离心半径 10cm，转速 2500r/min）的相对离心力分离至少 10min，使悬浮在有机相中的聚合物沉淀至瓶底，以获得澄清的有机溶液。吸取有机溶液到色谱进样瓶中，用于 GC-MS 分析。

#### 1.3.2 溶解验证

##### 试样制备

取 3 个反应器，分别加入（ $0.30 \pm 0.01$ ）g PTFE 膜、滤膜和透明胶带。

##### 萃取过程

将反应器放入超声波发生器中，瓶口敞开，于 $(60 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下萃取 $1\text{h} \pm 5\text{min}$ 。取出反应器，静置萃取液，冷却至室温。

用移液管分别向每个反应器中逐滴加入20mL含有5mg/L内标的沉淀剂。

剧烈振摇反应瓶（可放在漩涡振荡器上）至少30s，静置 $(30 \pm 2)\text{min}$ 使聚合物沉淀。

以不小于700g（例如：离心半径10cm，转速2500r/min）的相对离心力分离至少10min，使悬浮在有机相中的聚合物沉淀至瓶底，以获得澄清的有机溶液。吸取有机溶液到色谱进样瓶中，用于GC-MS分析。

## 2. 数据处理与分析

### 2.1 邻苯二甲酸酯密封材料加标验证对比

DBP在各种材料下的回收率表

	PTFE 膜		聚酰胺滤膜 (PA6)		胶带材质 (BOPP 膜)		不加膜	
	1	1	1	1	1	1	1	1
加标浓度 (mg/kg)	1	1	1	1	1	1	1	1
DBP 峰高	$5.63 \times 10^5$	$5.58 \times 10^5$	$7.58 \times 10^5$	$7.53 \times 10^5$	$5.94 \times 10^5$	$5.86 \times 10^5$	$5.96 \times 10^5$	$5.91 \times 10^5$
峰面积	115703	115701	151568	151567	128852	1288850	1288860	1288858
浓度 (mg/kg)	0.94	0.94	1.27	1.27	0.99	0.99	0.99	0.99
回收率 (%)	94	94	127	127	99	99	99	99

### 2.2 结论

从以上数据可以看出标准 GB/T20388-2016 测量邻苯二甲酸酯时使用的 PTFE 膜所得到的回收率最低。在前处理用四氢呋喃超声溶解塑化聚合物的过程中，使用材料 2 密封的反应器中溶液的损失最多，当把密封的材料取下时，材料 2 腐蚀严重，材料 2 使用的是聚酰胺滤膜，滤膜上面有很多小孔，导致溶液体积减小，回收率偏大。3 普通胶带 BOPP 的成分是均聚物聚丙烯为主料，不溶于四氢呋喃，辅料聚乙烯可溶。回收率增大不是很明显。4 没用密封材料的反应器，虽然四氢呋喃是难挥发性试剂，但是水浴超声过程也有可能溅出导致回收率增大。密封材料 1 与 2、3、4 相比优点就很明显，同时它的回收率也是最接近真实值的。所以之前在邻苯二甲酸酯测试中因为买不到 PTFE 膜而用聚酰胺滤膜代替非常不可取的，这样将使得测量的结果严重偏高。

佛山市纺织服装行业协会

佛山市纺织丝绸学会

地址：佛山市禅城区汾江中路 20 号电器大厦三楼，电话：0757-82291324，传真：0757-82284174

网址：[www.fsfzxh.com](http://www.fsfzxh.com)

电子邮箱：[fsfxwhl@163.com](mailto:fsfxwhl@163.com)