

# ISO 105 X18 纺织品酚黄变色牢度测试试验

黄变是光、热、氧、水和化学物质等因素的单一作用或综合作用下导致材料表面变黄的现象。黄变现象普遍存在于浅色纺织品的生产、储运和使用过程中，其中酚类物质引起的黄变在锦纶等化纤产品中较为常见，引起这一现象的主要原因为化纤面料或包装材料在生产加工中使用了含有空间位阻的酚类化合物作为抗氧化剂。酚类抗氧化剂中丁基苯酚(简称 BHT)价格便宜，应用最广泛。BHT 可与氮氧化合物发生复杂的化学反应形成黄色醌甲基类化合物。因此，使用含有 BHT 的包装材料，或织物含有 BHT 时，易导致纺织品发生酚黄变现象。纺织品的酚黄变测试最早为 Courtaulds、Marks&Spencer 等公司的内部测试方法，随后被各大国际检测机构和公司采用，成为贸易验货的重要检测项目。在这些测试方法基础上，2007 年形成了国际标准该方法仅适用测试由酚类化合物引起的纺织品黄变色牢度，其测试结果并不能反映纺织品由其他原因导致的黄变程度。该方法是以含硝基酚类化合物的试纸提供氮氧基团与织物中的抗氧化剂反应，加速模拟织物黄变的过程。目前我国还没有同类标准出台，本研究对纺织品酚黄变测试方法 ISO 105-X18:2007 的内容和影响因素进行了解析。

## 一、测试试验

### 1、材料及仪器

织物:取具有代表性的部位剪成 $(100\pm 2)\text{mm}\times(30\pm 2)\text{mm}$  试样，纱线或纤维需编织成相同大小的试样，玻璃片 $(100\pm 1)\text{mm}\times(40\pm 1)\text{mm}\times(3\pm 0.5)\text{mm}$ ，烘箱温度 $(50\pm 3)\text{℃}$ ，耐汗渍色牢度仪，压力 $(5\pm 0.1)\text{kg}$ ，测试纸 $(100\pm 2)\text{mm}\times(75\pm 2)\text{mm}$ ，密度 $(88\pm 7)\text{g/m}^2$ ，纤维素含量 $>98\%$ ，用 $<0.1\%$ 的 2,6-二叔丁基-4-硝基苯酚溶液浸泡，可使控制布黄变 $\leq 3$ 级，控制布: $(100\pm 2)\text{mm}\times(30\pm 2)\text{mm}$  白色锦纶，黄变色牢度 $\leq 3$ 级，薄膜，不含 BHT 的聚乙烯薄膜，厚  $63\ \mu\text{m}$ ，尺寸 $\geq(400\pm 5)\text{mm}\times(200\pm 5)\text{mm}$ ，评级使用符合 ISO 105 A03 的沾色灰卡。

### 2、操作步骤

每个测试包内用 7 片玻璃片夹住 6 片试纸，5 块试样和 1 块控制样。并用不含 BHT 的聚乙烯薄膜把玻璃片和测试样密封。

将试纸对折，把每个样品单独放在试纸中间，然后用玻璃片夹住，如试样少于 5 块仍要用 7 片玻璃片，把测试包放在耐汗渍色牢度仪(每个耐汗渍色牢度仪上最多可放 3 个测试包)上，施加  $(5 \pm 0.1)$  kg 的压力，放在  $(50 \pm 3)$  °C 的烘箱中保温  $16\text{h} \pm 15\text{min}$ ，取出测试包冷却。

### 3、评级

在打开测试包后 30min 内评级，否则样品暴露于空气中可能会褪色，检查控制布变黄至少达到 3 级，如果没达到 3 级需重新测试，将试验后试样和原试样比较，用 ISO 105 A03 沾色灰卡评价试样的酚黄变色牢度等级，也可采用 ISO 105 A04 方法进行仪器评级。

## 二、测试方法研究

对该方法研究的主要内容为测试时间、温度、压力等，为提高测试结果的精密度，未采用沾色灰卡评级，而是采用仪器测试黄变程度，结果以测试样与原样间的 CIELAB 色差表示。试验采用了 James H. Heal 测试标物、SDL Atlas 耐汗渍色牢度仪、分光密度计 D65 光源、隔水恒温培养箱，并以 James H. Heal 控制布为测试样。

### 1、黄变反应过程研究

60°C 保温 8h 与 50°C 保温 16h 的黄变程度接近，50°C 保温 6h 与 40°C 保温 16h 的黄变程度接近，根据阿累尼乌斯方程，温度每升高 10K，化学反应速率加快 1 倍。可见，酚黄变过程符合一般化学反应的时温关系，酚黄变过程的实质是酚类化合物与氮氧化合物的化学反应过程。酚黄变试验可通过升高温度来缩短时间，达到快速测试的目的。

该反应在最初 1h 内反应物浓度较高，黄变速度快，反应物浓度降低后，时间与黄变程度逐渐成线性关系。可在线性部分合理选择试验时间，不但可以缩短试验时间，而且更能够反应真实条件下的黄变程度。但是，实际环境中氮氧化物极少能够达到该标准方法中的浓度。因此，在实际的生产、储运和使用过程中纺织品的黄变程度可能会相对较低。

### 2、试验影响因素分析

标准方法中对压力和密封作出了明确规定，加压的主要目的是保证测试纸与样品紧密接触，压力大小对试验结果影响微小，其色差远低于人眼误差。而密封对试验结果影响显著，且试验中还发现无密封试样呈现出中间颜色深，边缘颜色浅的不均匀现象。可见无密封条件下反应物挥发，导致反应程度降低，因此密封程度对测试有显著影响。

标准方法中规定评级要在打开测试包 0.5h 内完成，测试后试样在室内环境放置一段时间的确会导致黄变程度褪变，这说明黄变反应在一定程度上可逆，评级应尽量避免这种影响。但是，在通常条件下可逆变化速度较慢，短时间内影响较小，24h 内变化程度低于人眼评级误差，72h 内褪色程度不大，60d 后样品有不均匀褪色现象。

### 3、酚黄变原因分析

有研究认为，黄变反应物中氮氧化合物可能来源于空气中的  $\text{NO}_2$ ，而该标准方法中反应物是紧密接触的。为研究空气中  $\text{NO}_2$  与试样的反应，将试样与测试纸分开放于空气流通的室内，90d 未发生黄变现象。另一试验将试样与测试纸放在充气的密封袋中且相隔 10cm，经观察，60d 未发生黄变现象。可见，酚黄变现象并非由自然空气中极微量的  $\text{NO}_2$  引起，而是源于生产、储运或使用过程中遇到了含氮氧化合物的试剂或材料。

## 三、试验结论

1、酚黄变现象不是由自然环境引起，而是由于材料加工中广泛使用了相关化学物质。

2、酚黄变过程具有时温等效性，可通过试验条件的掌握控制试验时间和黄变程度，压力对结果影响微弱，密封程度对结果影响明显，测试后试样短时间放置对评级影响较小。因此，在使用相同标物的前提下，该标准方法试验准确程度的把握主要是温度、保温时间和密封性。