

涤纶/丙纶混纺产品定量分析

王卫华 张坤宝 张宁 陈庆东 包洪岚 上海出入境检验检疫局(200135)

摘要 研究涤纶纤维和丙纶纤维混纺产品定量分析的新方法。通过实验,优选后的定量分析试验条件为:硫酸浓度 90%;溶解温度 25℃;溶解时间 10 min。

关键词 测试 定量分析 混纺织物 聚对苯二甲酸乙二醇纤维 聚丙烯纤维

中图分类号 TS197

涤纶纤维模量高、弹性好;丙纶纤维密度小、质量轻;若将两者按一定比例混合,会产生弹性强、保暖性好的特殊效果,因而被用作保暖内衣等纺织品的填充料,是高档填充物。

目前国际上是按照国际标准化组织 ISO 1833:1977《Textile-Binary fiber mixture-Quantitative chemical analysis》标准^[1-3];国内则按照国家标准 GB/T 2910-1997《纺织品 二组分纤维混纺产品 定量化学分析方法》^[4]来检验涤纶和丙纶混纺纺织品的混纺比。两种方法都采用二甲苯作为溶剂。二甲苯是一种致癌化学物质,毒性大,对环境污染严重。此外,两种方法对试验条件要求高,二甲苯要在 139℃ 温度条件下才能溶解丙纶纤维,并要用石油醚作为第一次和第二次清洗剂,规定要热过滤等,更易产生污染。因此,我们研究采用毒性小和对环境污染比较小的试剂作溶剂,在操作方法上则更为简便的定量分析新方法。

1 仪器和试剂

1.1 仪器

恒温水浴锅;抽滤装置;恒温烘箱(105±3℃);分析天平(精度为 0.0002 g);干燥器(装有变色硅胶);玻璃砂芯坩埚(容量 30~50 mL,微孔直径 40~80 μm);称量瓶、坩埚钳、温度计、量筒、烧杯、三角烧瓶等。

1.2 试剂

98% 硫酸、68% 硝酸、36%~38% 盐酸;30% 氢氧化钠;1 mol/L 次氯酸钠;丙酮、二甲基甲酰胺、苯酚-四氯乙烷、间甲酚、65% 硫氰酸钾(以上试剂均为化学纯);三级水(符合 GB/T 6682 规定)。

2 方法步骤

2.1 溶解性能试验

取涤纶纤维、丙纶纤维各 10 份,每份重 1 g 左右,分别放入三角烧瓶中,按 1:100 比例分别加入 98% 硫酸、68% 硝酸、36%~38% 盐酸、30% 氢氧化钠、1

mol/L 次氯酸钠、丙酮、二甲基甲酰胺、苯酚-四氯乙烷、间甲酚和 65% 硫氰酸钾;分 30℃ 和煮沸两种温度,溶解 5 min,观察涤纶纤维和丙纶纤维的溶解情况。试验结果见表 1。

表 1 试剂溶解性能试验结果

纤维	98% 硫酸		68% 硝酸		36%~38% 盐酸		30% 氢氧化钠		1 mol/L 次氯酸钠	
	30℃	沸	30℃	沸	30℃	沸	30℃	沸	30℃	沸
涤纶	S	S	I	I	I	I	I	P	I	I
丙纶	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I

纤维	丙酮		二甲基甲酰胺		苯酚-四氯乙烷		间甲酚		65% 硫氰酸钾	
	30℃	沸	30℃	沸	30℃	沸	30℃	沸	30℃	沸
涤纶	I	I	I	I	I	S	I	S	I	I
丙纶	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I

注:S-溶解;I-不溶解;P-部分溶解。

2.2 试剂毒性比较筛选试验

将表 1 试验筛选出能溶解涤纶纤维而对丙纶纤维不溶解的 98% 硫酸、苯酚-四氯乙烷和间甲酚三种试剂,根据毒性大小进行筛选。

98% 硫酸、苯酚-四氯乙烷和间甲酚都是有毒试剂,但苯酚-四氯乙烷和间甲酚有特殊气味,除呼吸道吸收外,还会通过皮肤吸收。苯酚-四氯乙烷和间甲酚是有机试剂,难分解,难处理。这两种试剂试验温度都比 98% 硫酸的高,更易挥发,对试验环境和劳动保护要求高。

98% 硫酸能加碱中和,生成无毒的水和盐,废液处理简单,毒性和污染也比二甲苯小。因此,选择 98% 硫酸进行试验。

2.3 试验条件的优化

2.3.1 试剂浓度

称取涤纶纤维和丙纶纤维样品各 4 份,每份 1 g 左右,分别放入三角烧瓶中,然后分别倒入 100 mL 95%、90%、85% 和 80% 4 种不同浓度的硫酸溶液,30℃ 水浴,溶解 10 min,结果见表 2。

表 2 试剂浓度试验结果

纤维种类	硫酸浓度,%			
	80	85	90	95
涤纶	不溶解	部分溶解	溶解	溶解
丙纶	不溶解	不溶解	不溶解	不溶解

2.3.2 温度

称取涤纶纤维和丙纶纤维样品各3份,每份1g左右,分别放入三角烧瓶中。倒入100 mL 90%浓度的硫酸溶液,分10℃、20℃和30℃三种水浴温度,溶解10 min,结果见表3。

表3 溶解温度试验结果

纤维	温度,℃		
	10	20	30
涤纶	溶解	溶解	溶解
丙纶	不溶解	不溶解	不溶解

2.3.3 时间

称取涤纶纤维和丙纶纤维样品各3份,每份1g左右,分别放入三角烧瓶中。倒入100 mL 90%浓度的硫酸溶液,20℃水浴,分5 min、10 min和15 min三种时间溶解,结果见表4。

表4 溶解时间试验结果

纤维	时间,min		
	5	10	15
涤纶	溶解	溶解	溶解
丙纶	不溶解	不溶解	不溶解

2.4 混纺比测定方法的确定

根据表2、3试验结果,结合样品的厚薄、织物的密度、后整理以及夏季实验室水温控制和保险系数等实际情况,确定最优化试验条件为硫酸浓度90%;溶解温度25℃;溶解时间10 min。

涤纶和丙纶纤维混纺产品定量分析方法如下:

试样先按国标 GB/T 2910-1997《纺织品 二组分纤维混纺产品 定量化学分析方法》抽样和预处理。

取不少于1g的预处理后的试样2份放入称量瓶,于105±3℃烘至恒重。取出称量瓶,放入干燥器冷却30 min,称重(精确至0.0002 g)。然后将试样分别放入有塞三角烧瓶中,每克试样加入100 mL 90%浓度的硫酸溶液,摇动烧瓶浸湿试样,于25℃保温10 min,不断摇动,用已知重量的玻璃砂芯坩埚过滤,将剩余的丙纶纤维用同温度90%浓度的硫酸溶液洗涤2次(洗时用玻璃棒搅拌,洗后抽干),再用20 mL 75%浓度的硫酸溶液洗涤2次(洗时用玻璃棒搅拌,洗后先重力排液,再抽干),水洗4~5次,用7%浓度的无水碳酸钠溶液中和2次,最后水洗至pH值指示剂检查呈中性为止。放入烘箱烘干、干燥器冷却、称重和计算。

2.5 修正系数、准确性和精密性试验

11份丙纶样品,按2.4方法做修正系数试验。结果见表5。

表5 用2.4方法处理过的丙纶纤维的修正系数(d值)

试验次数	原重,g	处理后试样重,g	d值
1	1.5123	1.5122	1.00
2	1.7529	1.7539	1.00
3	1.2035	1.2035	1.00
4	1.0899	1.0897	1.00
5	1.6536	1.6536	1.00
6	1.5602	1.5604	1.00
7	1.2323	1.2322	1.00
8	1.5465	1.5465	1.00
9	1.5222	1.5222	1.00
10	1.5624	1.5624	1.00
11	1.5957	1.5956	1.00

11份涤纶/丙纶混合样品,按2.4方法做准确性试验。结果见表6。

表6 涤纶/丙纶混合纤维定量分析准确性试验结果

样品编号	人为混合比例,%		本方法试验结果,%		误差绝对值%
	涤纶	丙纶	涤纶	丙纶	
1	0.0	100.0	0.0	100.0	0.0
2	15.1	84.9	15.2	84.8	0.1
3	20.6	79.4	20.6	79.4	0.0
4	32.5	67.5	32.7	67.3	0.2
5	41.2	58.8	41.1	58.9	0.1
6	56.6	43.4	56.5	43.5	0.1
7	63.0	37.0	63.0	37.0	0.0
8	74.6	25.4	74.5	25.5	0.1
9	83.3	16.7	83.4	16.6	0.1
10	92.4	7.6	92.2	7.8	0.2
11	100.0	0.0	100.0	0.0	0.0

1份涤纶/丙纶混合样品,按2.4方法做精密性试验。结果见表7。

表7 涤纶/丙纶纤维混纺纺织品定量分析精确度试验结果

试验次数	涤纶成分,%	丙纶成分,%
1	55.6	44.4
2	55.7	44.3
3	55.6	44.4
4	55.6	44.4
5	55.5	44.5
6	55.6	44.4
7	55.7	44.3
8	55.7	44.3
9	55.6	44.4
10	55.5	44.5
11	55.6	44.4

3 计算公式

$$P_{\text{丙纶}} = 100 rd/m \quad (1)$$

$$P_{\text{涤纶}} = 100 - P_{\text{丙纶}} \quad (2)$$

式中: $P_{\text{丙纶}}$ ——丙纶纤维含量百分率,%;

$P_{\text{涤纶}}$ ——涤纶纤维含量百分率,%;

r ——经90%硫酸溶解后,丙纶纤维的干重,g;

m ——预处理后的试样干重, g;

d ——经 90 % 硫酸溶解后, 丙纶纤维重量修正系数($d = 1.00$)。

d 值由 2.5 实验并按公式(3)求得:

$$d = m_0/m_1 \quad (3)$$

式中: m_0 ——已知丙纶纤维干重, g;

m_1 ——经 90 % 硫酸溶解后, 丙纶纤维的干重, g。

4 结果与讨论

4.1 由 2.1 和 2.2 试验结果可知, 90 % 硫酸溶剂是本课题中既能溶解涤纶纤维且又不溶解丙纶纤维的低毒性、低污染的试剂。

4.2 由 2.4 试验结果可知, 本课题研究的方法是最优化的试验方法。

4.3 在 2.4 试验研究中发现, 涤纶纤维充分溶解, 并用同温度同浓度的硫酸洗涤剩余的丙纶纤维后, 如直接用水洗涤会发生放热反应, 温度瞬间超过丙纶纤维的熔点, 使丙纶纤维熔融结块并发硬, 无法洗净, 导致最终得到的丙纶纤维含量大于事先混合含量。我们试验了冰水、20 °C、40 °C、60 °C、80 °C 和沸水, 结果都一样。通过进一步试验用 75 % 浓度的硫酸对溶解后的丙纶纤维进行洗涤, 以减少急剧放热反应所产生的热量, 再用水洗的方法。结果无论是纤维状态还是织物状态的纯丙纶试样, 采用该方法溶解、清洗后, 剩余的丙纶和原来的状态一样, 手感几乎不变。涤纶/丙纶纤维混纺纺织品采用该方法溶解、清洗后, 最终得到的丙纶纤维含量和事先混合含量一样。

4.4 本课题研究的涤纶纤维和丙纶纤维混纺纺织品定量化学分析方法, 具有试剂毒性低(用 90 % 浓度的硫酸, ISO 和 GB/T 标准用二甲苯)、操作方便(常温过滤, ISO 和 GB/T 标准要热过滤)、对试验条件要求低(常温溶解, ISO 和 GB/T 标准要在 139 °C 温度下二甲苯沸腾才能溶解丙纶纤维)等特点。

4.5 由 2.5 修正系数试验计算结果知, 丙纶纤维重量修正系数 d 等于 1.00; 由 2.5 准确性试验计算结果知, 涤纶纤维和丙纶纤维混纺比实测结果与人为混合比例的误差绝对值均 $\leq 0.2\%$; 由 2.5 精确性试验计算结果知 $S = 0.0697$, $\bar{x}_{\text{涤纶}} = 55.65$, $\bar{x}_{\text{丙纶}} = 44.35$, 用数理统计 t 值检验, $t_{\text{计算}} = 1.815$, $t_{\text{临界值}} = 2.228$, $t_{\text{计算}} < t_{\text{临界值}}$ 。由 2.5 三个试验计算结果可知, 本方法试验结果准确, 完全符合 GB/T 2910-1997《纺织品 二组分纤维混纺产品 定量化学分析方法》的试验精度要求。

本课题研究的涤纶/丙纶纤维混纺纺织品定量化

学分析新方法, 与 ISO 和 GB/T 标准相比, 具有试剂毒性低、操作方便, 对试验条件要求低、精度高和结果准确等优点, 可作为涤纶/丙纶纤维混纺纺织品定量化学分析方法。 ◇◇

参考文献

- [1] IST. Green. Activities in the Textile Industries, 1987.
- [2] Henry P. Talbot. Quantitative Chemical Analysis, 1990.
- [3] 分析化学, (第二版). 人民教育出版社, 1982.
- [4] GB/T 2910-1997. 纺织品 二组分纤维混纺产品 定量化学分析方法.
- [5] 陈全伦主编. 纺织化学分析. 上海: 上海科学技术出版社, 1985.
- [6] 夏元洵主编. 化学物质毒性全书. 上海: 上海科学技术文献出版社, 1990.
- [7] 李家珍主编. 染料、染色工业废水处理. 化学工业出版社, 1996.
- [8] 周国泰主编. 危险化学品安全技术全书. 化学工业出版社, 1997.

(收稿日期: 2002-12-20)

诚聘

我们是一家生产及销售高品质纺织染料的跨国公司。现因公司业务发展需要, 诚聘技术人才:

技术代表

工作地点: (各一名)

湖北

宁波

工作范围:

发展及推广公司产品

为客户提供技术支持

要求:

大专或以上学历

染整专业

3~5 年印染厂或有关工作经验

对湖北或宁波地区的纺织染料工业比较了解

具有强的人际关系、沟通、谈判、分析力和解决问题的能力

具备较好的英文读写能力

电脑操作熟练

能长期出差

有意者请将个人简历(中、英文)及学历证明材料复印件电邮至本公司人力资源部。

dc1018@pacific.net.hk 或

DC1018@PACIFIC.NET.HK