

# 棉/黏混纺产品定量分析化学方法的探讨

赵为陶<sup>1</sup>, 杨良波<sup>2</sup>

(1.常州纺织服装职业技术学院, 江苏 常州 213164;

2.常州市纤维检验所, 江苏 常州 213001)

**摘要:**为了更好地对棉/黏混纺产品原料成分进行化学法准确定量分析,采用正交实验探讨了盐酸法的最佳定量参数,并比较了甲酸/氯化锌法、锌酸钠法、盐酸法三种方法的优缺点。结果表明盐酸法最佳定量参数:HCl浓度为37%、处理温度20℃、处理时间20min,棉纤维的质量修正系数d为1.02。另外甲酸/氯化锌法、锌酸钠法、盐酸法对于棉/黏混纺产品的定量准确度和稳定性均较好,测试人员可根据样品实际情况进行选择。

**关键词:**棉/黏混纺产品;定量分析;化学方法

**中图分类号:**TS101.92

**文献标识码:**B

**文章编号:**1673-0356(2016)09-0028-03

棉、黏胶均属于纤维素类纤维,两者的化学组成相似,都较耐碱而不耐酸,但黏胶的耐酸碱性均较棉差,所以目前棉/黏混纺织物的化学定量分析法的原理都是利用两者的耐酸性差异,采用合适的酸将黏胶溶解而剩余棉。本文从不同混纺比、盐酸浓度、溶解时间、溶解温度四个因素入手,采用四因素三水平的正交实验探讨了盐酸法的最佳定量测试参数,以及盐酸法棉纤维质量修正系数。另外还比较了甲酸/氯化锌法、锌酸钠法、盐酸法对棉/黏混纺产品进行定量测试的优缺点。

## 1 试验部分

### 1.1 材料和仪器

**试验样品:**白色纯黏胶织物,白色纯棉织物,人为混合的各种比例的棉/黏混纺产品。所有试验样品均未做预处理。

**主要试剂:**甲酸/氯化锌溶液;锌酸钠溶液;36%~38%盐酸溶液;稀氨水溶液;稀乙酸溶液。所有试剂均为分析纯,浓度均为质量分数,试剂配制及标定参照GB/T 2910-2009。

**主要仪器:**水浴恒温振荡器(温度可调);分析天平(精度0.0001g);电热鼓风烘箱(保持温度102~108℃);纤维细度分析仪;抽滤装置;干燥器(装有变色硅胶)。

### 1.2 试验方法

(1)甲酸/氯化锌法<sup>[1]</sup> 将试样放入盛有已预热温度达70℃的甲酸/氯化锌溶液的具塞三角烧瓶中,每克试样加100ml溶液,盖紧瓶塞,摇动烧瓶在70℃下保温15min,每隔5min振荡1次,用试液把烧瓶中的残留物洗到已知重量的玻璃砂芯坩埚中,用20ml70℃溶液清洗,再用70℃水清洗,然后用100ml稀氨水溶液中和清洗并使残留物浸没于溶液中10min,再用冷水冲洗,每次清洗液靠重力排液后,再用真空抽吸排液,最后烘干、冷却、称重。

(2)锌酸钠法<sup>[2]</sup> 把试样放入具塞三角烧瓶中,每克试样加入150ml新配置的锌酸钠稀溶液,盖上瓶塞,在水浴恒温振荡器上振荡20min,用已知重量的玻璃砂芯坩埚过滤溶液,抽吸三角烧瓶去除过量的液体,用镊子把残留物放回具塞三角烧瓶中,加入100ml稀氨水,在水浴恒温振荡器上振荡5min。再用同一个已知重量的玻璃砂芯坩埚过滤溶液,用水清洗烧瓶中纤维倒入坩埚中,用100ml稀乙酸溶液清洗坩埚和残留物,并用水彻底冲洗,每次洗液靠重力排液后,再用真空抽吸排液,最后将玻璃砂芯坩埚和残留物烘干、冷却、称重。

(3)盐酸法<sup>[3-4]</sup> 把试样放入具塞三角烧瓶中,每克试样加入100ml的盐酸溶液,盖紧瓶塞,置于水浴恒温振荡器上,保持烧瓶在一定温度下,连续不断地振荡一定时间,将溶液和不溶的棉纤维一起移入已恒重的玻璃砂芯漏斗中,烧瓶用少量盐酸洗涤一并倒入漏斗中,真空抽滤,再用冷水冲洗数次,用稀氨水洗2次,然后再用冷水充分洗涤,每次洗液先靠重力排液,再用

收稿日期:2016-08-09

作者简介:赵为陶(1983-),女,讲师,硕士研究生,主要研究方向为纺织品检测,E-mail:360943144@qq.com。

真空抽吸排液,最后把玻璃砂芯漏斗及不溶的棉纤维烘干、冷却、称重。

(4) 盐酸法棉纤维修正系数确定方案 取 10 份 1 g 左右的棉标准贴衬织物,并拆分成纱线,放进 105 ℃ 的烘箱预烘 1 h 后,称取样品干重。用浓度为 37% 的盐酸,在一定温度条件下,处理一定时间,用冷水洗净,放进烘箱烘 2 h,称取剩余样品重量。

### 1.3 试验结果的计算

(1) 盐酸法棉纤维的质量修正系数  $d$  值

$$d = m/m' \quad (1)$$

式中  $m$ ——已知棉纤维干重(g);  $m'$ ——试剂处理后棉纤维干重(g)。

(2) 净干含量百分率计算

$$p_1(\%) = \frac{100dm_1}{m_0} \quad (2)$$

$$p_2(\%) = 100 - p_1 \quad (3)$$

式中  $p_1$ ——不溶解纤维的净干含量百分率(%);  $p_2$ ——溶解纤维净干含量百分率(%);  $m_0$ ——已知试样干重(g);  $m_1$ ——剩余的不溶解纤维干重(g);  $d$ ——不溶解纤维在试剂处理时的质量修正系数。

## 2 结果和分析

### 2.1 盐酸法最佳试验条件

采用四因素三水平正交试验法,分析了盐酸浓度、处理温度、处理时间、棉/黏实际混纺比等因素对盐酸法定量结果准确度的影响。

表 1 盐酸法的正交实验表  $L_9(3^4)$

实验号	浓度 /%	温度 /℃	时间 /min	棉/黏实际混纺比	混纺比偏差值
1	20	30	30	10/90	89.10
2	30	40	10	10/90	88.52
3	37	20	20	10/90	0.22
4	20	40	20	50/50	47.24
5	30	20	30	50/50	47.20
6	37	30	10	50/50	4.83
7	20	20	10	80/20	17.34
8	30	30	20	80/20	16.81
9	37	40	30	80/20	14.36
均值 1	6.470	50.040	50.220	16.170	
均值 2	50.843	36.913	21.423	33.090	
均值 3	51.227	21.587	3.897	59.280	
极差	44.757	28.453	28.797	43.110	

由表 1 可以看出,影响棉/黏混纺比定量测定准确度的作用大小是:盐酸浓度 > 棉黏混纺比 > 处理时间 > 处理温度。这主要是由于盐酸浓度过低时,溶液中的氢离子浓度无法使纤维素大分子中相邻两葡萄糖单

体间碳原子和氧原子所形成的化学键发生断裂,也就无法使纤维素大分子的 1,4-甙键发生水解。另外,混纺产品中黏胶纤维比例越大,则纤维素水解所需的氢离子量也就越大,所以混纺产品中黏胶比例较大时,要适当延长处理时间或提高处理浴比。此外如果样品是深色样品,定量前还需要进行脱色预处理,以减少结果的误差。综合考虑以上因素,确定盐酸法用于定量棉黏混纺产品的最佳参数为:盐酸浓度为 37%、处理温度为 20 ℃,处理时间为 20 min。

### 2.2 盐酸法棉纤维质量修正系数

在盐酸法定量最佳参数确定的基础之上,取 10 个 1 g 左右的棉纤维织物样品,采用浓度为 37% 的盐酸,在 20 ℃ 条件下,处理 20 min。棉纤维的质量修正系数见表 2。

表 2 盐酸法测定棉纤维的质量修正系数

样品编号	样品干重/g	处理后干重/g	修正系数	修正系数平均值
1	0.812 2	0.791 4	1.026	1.020
2	0.956 7	0.938 1	1.019	
3	1.096 8	1.072 2	1.023	
4	1.013 7	0.988 5	1.025	
5	1.168 8	1.142 1	1.023	
6	1.050 8	1.027 6	1.023	
7	1.179 6	1.161 2	1.016	
8	1.128 3	1.107 0	1.019	
9	0.932 7	0.914 1	1.020	
10	0.942 9	0.924 0	1.020	

由表 2 可以看出,采用条件为浓度 37% 的盐酸,20 ℃ 处理温度,处理时间为 20 min 的盐酸法进行棉黏混纺产品定量时,10 个样品的质量修正系数离散程度较小,故可判断 37% 盐酸法中棉纤维的质量修正系数为 1.02。

### 2.3 3 种方法的定量测试结果及优缺点

为确定 3 种不同测试方法的优缺点,选取 5 种不同比例的棉/黏混纺产品作为试样,且每个样品均有 2 个平行试验,定量测试结果见表 3。

由表 3 可看出,3 种定量方法含量偏差均值依次为:1.3、2.0、1.3,均小于国家标准 GB 29862—2013 中关于纤维含量允差 5% 的规定,可见 3 种方法对各比例棉/黏混纺产品定量的准确度和稳定性均可满足日常含量测试工作的允差要求。其中甲酸/氯化锌法是 GB 2910 中提供的方法,也是目前检测人员依据国标采用较多的方法,其特点是试剂配置较为复杂,且毒性较大,试验一定要在通风橱中进行。抽滤时,一定要把溶液抽干净后,再加热水清洗,否则残留物很难洗净,溶

解温度在实验中影响较大,要准确控制。锌酸钠法是GB 2910中提供的另一种方法,其准确度较甲酸/氯化锌法差一些,且试剂配置过程复杂,试剂配置后要在24 h内使用,所以目前为止,测试人员采用的机会不是很多。37%盐酸法是目前一些检测机构实验室的内部做法,其特点是无需特意配置试剂,只需在实验前确定下试剂的原始浓度是否为37%左右(36%~38%)即可,

且定量准确度和稳定性好。但37%盐酸浓度高,挥发性强,试验一定要在通风橱中进行。另外抽滤加入稀氨水中和时,注意不要让盐酸溶液和稀氨水接触,否则易生成大量氯化铵白色雾状气体,对真空泵和操作人员产生一定危害。建议测试人员日常工作中可根据来样情况,选择测试方法。

表3 3种方法棉/黏混纺产品的含量百分比偏差

方法名称	指 标	棉/黏百分比含量				
甲酸/氯化锌法	混合含量	30.0/70.0	40.0/60.0	50.0/50.0	60.0/40.0	70.0/30.0
	实测含量	30.9/69.1	41.0/59.0	50.6/49.4	61.6/39.4	72.3/27.7
	偏差值	0.9	1.0	0.6	1.6	2.3
锌酸钠法	混合含量	30.0/70.0	40.0/60.0	50.0/50.0	60.0/40.0	70.0/30.0
	实测含量	28.2/71.8	38.1/61.9	48.0/52.0	58.1/41.9	67.8/32.2
	偏差值	1.8	1.9	2.0	1.9	2.2
盐酸法	混合含量	30.0/70.0	40.0/60.0	50.0/50.0	60.0/40.0	70.0/30.0
	实测含量	31.5/68.5	41.0/59.0	50.8/49.2	61.6/38.4	71.6/28.4
	偏差值	1.5	1.0	0.8	1.6	1.6

### 3 结论

(1)盐酸法用于定量棉/黏混纺产品的最佳实验条件是:盐酸浓度为37%、处理温度20℃、处理时间20 min,且盐酸法中棉纤维的质量修正系数d为1.02。

(2)甲酸/氯化锌法、锌酸钠法、盐酸法对于棉/黏混纺产品的定量准确度和稳定性均较好,但各自也都有其不可避免的缺点,在具体的测试工作中,可根据实际情况进行选择,以确保测试结果的精准度。

### 参考文献:

[1] GB/T 2910.6-2009,纺织品定量化学分析第6部分:粘胶纤维、某些铜氨纤维、莫代尔纤维或莱赛尔纤维与棉的混合物(甲酸/氯化锌法)[S].

[2] GB/T 2910.5-2009,纺织品定量化学分析第5部分:粘胶纤维、铜氨纤维或莫代尔纤维与棉的混合物(锌酸钠法)[S].

[3] 茅明华,杨力生.Tencel/棉混纺产品定量测试方法的研究[J].丝绸,2006,(12):42-44.

[4] 刘兰芳,朱若英,董卫国,等.再生纤维素纤维与棉混纺产品的定量分析[J].上海纺织科技,2008,(4):48-50.

## Discussed on Quantitative Analysis Chemical Methods of Cotton/Viscose Mixtures

ZHAO Wei-tao<sup>1</sup>, YANG Liang-bo<sup>2</sup>

(1.Changzhou Textile Garment Institute, Changzhou 213164, China;

2.Changzhou Fiber Inspection Institute, Changzhou 213001, China)

**Abstract:** In order to obtain more accurate results in fiber content percentage of material for cotton/viscose mixtures, the orthogonal experiment was used to explore the best quantitative parameters of the hydrochloric acid method. The advantages and disadvantages of the formic acid and zinc chloride method, sodium zincate method and hydrochloric acid method were compared. The results showed that the best quantitative parameters of the hydrochloric acid method as follows: HCl concentration was 37%, temperature was 20℃, time was 20 min, and the cotton fiber's quality correction coefficient d was 1.02. The quantitative accuracy and stability of the formic acid and zinc chloride method, sodium zincate method and hydrochloric acid method for cotton/viscose mixtures were good. The testers could choose according to the actual situation of the samples.

**Key words:** cotton/viscose mixtures; quantitative analysis; chemical methods