

棉/涤混纺产品定量化学分析方法探讨

彭翔 张民向

广州大学纺织服装学院 广东广州 510165

摘要: 混纺产品的混纺比例是决定纺织品价格的重要指标。本文以多种棉/涤混纺产品定量化学分析方法为基础,通过对比试验,将实验数据与实际值进行对比和分析;从中找到更准确、高效、低成本的测试方法,得出结论75%硫酸法为最佳方案。

关键词: 棉纤维;涤纶纤维;定量化学分析;棉涤混纺产品;硫酸法;盐酸法

根据已知棉/涤混纺产品实际棉/涤含量,分别采用70%硫酸法、75%硫酸法、20%盐酸法、氢氧化钠/甲醇法和三氯甲烷/三氯乙酸法^[1]等化学试剂溶解方法进行定量测试,通过测试数据与实际值进行对比,找到效率更高、结果更准确、试验成本更低的测试方法。

1 测试准备

1.1 试剂配制

1.1.1 70% H₂SO₄ (硫酸) 配制

准备一个大烧杯、一个1000mL的量筒和一根搅拌棒,将量取容量为365~368mL的蒸馏水加入量筒内,然后倒入大烧杯中;取一瓶容量为500mL,浓度为95%~98%的浓硫酸溶液并将其缓慢加入到蒸馏水中,同时用搅拌棒不停的搅拌溶液,使溶液充分混合^[1]。

1.1.2 75% H₂SO₄ (硫酸) 配制

将700mL的浓硫酸(浓度为95%~98%,密度为1.84g/mL)小心缓慢地加入到250mL的蒸馏水中,再加入蒸馏水到1L的容量,配置的试剂溶液浓度范围控制在73%~77%之间。

1.1.3 20% HCl (盐酸) 配制

取一瓶容量为1000mL的浓盐酸溶液(密度为1.19g/mL)将其小心缓慢地加入到800mL的蒸馏水中,用搅拌棒不停搅拌均匀,使其溶液充分混合后放置在常温室内使其冷却,冷却过后再加入蒸馏水,浓度控制在19.5%~20.5%。

1.1.4 氢氧化钠/甲醇溶液配制

准备一瓶容量为250mL的锥形瓶,将甲醇溶液倒入锥形瓶至200mL,取18g的氢氧化钠小球,并将其添加至盛有200mL甲醇的锥形瓶中^[2](NaOH的溶解缓慢放热)。

1.1.5 三氯乙酸/三氯甲烷溶液配制

准备一瓶500mL(约740g)的三氯甲烷溶液(密度为1.471~1.484g/mL)和一瓶500g的三氯乙酸(固体颗粒状),按照质量比1:1的比例进行配置。用量筒量取

340mL的三氯甲烷溶液,将其倒入装有500g的三氯乙酸试剂瓶中并密封盖好,在常温通风室内放置并不时摇晃使颗粒溶解均匀。

1.1.6 稀氨水溶液配制

取80mL的氨水(密度为0.880g/mL)加入至1000mL的蒸馏水中稀释^[1]。

1.1.7 稀乙酸溶液配制

取5mL的冰乙酸加入至1000mL的蒸馏水中稀释。

1.2 试样准备

选取常见且具有代表性的十块布料,分别为五块针织布和五块机织布,面料成分均为棉/涤二组分。从每一块布料中均匀剪取五块0.5g~1.5g范围内的样品,取样应尽可能具有代表性。

1.2.1 取样

取样时不能取布的两边和两端,且尽量平行于经纬纱。

1.2.2 拆线

因为机织物结构紧密,溶液不容易渗透,为保证纤维充分溶解,所以需把经纬纱拆取出来。

1.2.3 烘干称重

裁剪出来的样品放入分析天平称重。将称重后的样品放入烘箱中烘干一小时,去除样品放入干燥器中冷却10min至室内常温。将样品从干燥器中取出在分析天平上称重G₁,将空瓶放称重G₂,计算出试样的重量为G₁-G₂的重量G₃。

2 棉/涤混纺产品定量测试

2.1 70%硫酸法测试操作

取1g试样烘干后称重。用镊子将样品夹入250mL锥形瓶中,加入100mL70%硫酸溶液至试剂瓶中,塞上玻璃塞后用手心握紧试剂瓶瓶口,轻轻摇晃试剂瓶使样品与溶液充分浸透湿润,在常温条件下用水浴振荡器连续振荡1h,溶解后取出试剂瓶并过滤出不溶物,先用少量

同温度的70%硫酸原液冲洗一遍，再用清水冲洗后将不溶物夹入稀氨水中中和一段时间，再用清水冲洗至呈中性。将样品放入自动洗样机中冲洗干净，然后把不溶物放入对应瓶子一起放入105~110℃的烘箱中烘干。烘干后重量并记录，精确到0.1mg。

2.2 75%硫酸法测试操作

取1g试样烘干1h后称重，按照ISO 1833-11:2017(翻译版)/GB/T 2910.11-2009标准文件规定的方法用75%硫酸溶解棉纤维。用镊子将样品夹入锥形瓶中，小心缓慢地往试剂瓶中倒入100mL75%硫酸溶液，塞上橡胶塞后用手心握紧试剂瓶瓶口，然后将烧瓶放置于50±5℃水浴振荡器内，振荡时间为30min，每隔10分钟摇动一次。经过30min溶解后，将试剂瓶取出，用滤网过滤废液后，用少量75%硫酸原液泡洗一遍，然后将不溶物用清水冲洗稀释干净，夹出放入稀氨水中中和一段时间。最后将残留物烘干后取出试样待冷却至常温后称取重量并记录。

2.3 20%盐酸法测试操作

取1g试样烘干1h后称重，按照GB/T 38015-2019标准文件的规定，用20%盐酸溶解棉纤维。将准备好的试样用镊子夹入锥形瓶中，小心缓慢地往试剂瓶中倒入100mL20%盐酸溶液，塞上橡胶塞后用手紧握试剂瓶瓶口并摇晃试剂瓶使试样充分浸湿。然后将装有试样的试剂瓶放入温度为70±2℃的水浴振荡器中振荡，振荡时间为30min，振荡频率为80次/min~100次/min。将样品夹入自动洗样机中冲洗干净，最后将剩余物放入烘箱中烘干冷却称重。

2.4 氢氧化钠/甲醇法测试操作

取1g试样烘干1h后称重，按照AATCC 20A-2018(翻译版)标准文件中的规定进行操作。将准备好的试样用镊子夹入锥形瓶中，小心缓慢地往试剂瓶中倒入100mL氢氧化钠/甲醇溶液，塞上橡胶塞后用手紧握试剂瓶瓶口并摇晃使试样充分浸湿。然后将试剂瓶放入65℃~70℃水浴振荡器中振荡5min。用滤网过滤废液后将不溶物夹出先用同温度原液冲洗残留物后再用同温度热水冲洗干净，最后将不溶物夹入瓶中放进105~110℃的烘箱中烘干1.5h。待冷却后称取重来并记录，精确至0.1mg。

2.5 三氯甲烷/三氯乙酸法测试操作

取1g试样烘干1h后称重，根据GBT 2910.25-2017标准文件的规定进行操作。用镊子把准备好的样品放入锥形瓶中，缓慢地往试剂瓶中倒入50mL的三氯甲烷/三氯乙酸溶液，然后放置在常温水浴振荡器中振荡15min。用

滤网过滤废液后将不溶物夹回试剂瓶中，先用少量三氯甲烷/三氯乙酸原液清洗残留物，然后用清水冲洗干净，再用自动洗样机冲洗干净不溶物。最后将不溶物放回称量瓶中放进烘箱烘干，等待1.5h后取出放进干燥箱中常温冷却10min，待冷却后称取重量并记录。根据标准规定溶解涤纶纤维后，剩余物棉纤维的d值^①为1.02。

3 检测结果

3.1 70%硫酸法

将已知实际含量的十块样品与采用70%硫酸法进行实验所得棉/涤含量百分比的数据对比如下：

表1 70%硫酸法测试数据

试样	70%硫酸法	试验用时	试验实际值	误差
1	93.9/6.1	1h	94/6	0.1
2	80.4/19.6	1h	80/20	0.4
3	20.0/80.0	1h	20/80	0.0
4	89.8/10.2	1h	90/10	0.2
5	12.8/87.2	1h	12/88	0.8
6	88.0/12.0	1h	88/12	0.0
7	87.1/12.9	1h	87/13	0.1
8	34.5/65.5	1h	34/66	0.5
9	35.6/64.4	1h	36/64	0.4
10	35.3/64.7	1h	36/64	0.7

3.2 75%硫酸法

将已知实际含量的十块样品与采用75%硫酸法进行实验所得棉/涤含量百分比的数据对比如下：

表2 75%硫酸法测试数据

试样	75%硫酸法	试验用时	试验实际值	误差
1	93.6/6.2	30min	94/6	0.2
2	80.3/19.7	30min	80/20	0.3
3	20.1/79.9	30min	20/80	0.1
4	89.8/10.2	30min	90/10	0.2
5	12.6/87.4	30min	12/88	0.6
6	88.1/11.9	30min	88/12	0.1
7	87.2/12.8	30min	87/13	0.2
8	34.2/65.8	30min	34/66	0.2
9	35.6/64.4	30min	36/64	0.4

3.3 20%盐酸法

将已知实际含量的十块样品与采用20%盐酸法进行实验所得棉/涤含量百分比的数据对比如下：

表3 20%盐酸法测试数据

试样	20%盐酸法	试验用时	试验实际值	误差
1	93.9/6.1	30min	94/6	0.1
2	80.1/19.9	30min	80/20	0.1
3	13.6/86.4	30min	20/80	6.4
4	90.0/10.0	30min	90/10	0.0
5	5.0/95.0	30min	12/88	7.0
6	88.2/11.8	30min	88/12	0.2
7	87.0/13.0	30min	87/13	0.0
8	25.9/74.1	30min	34/66	8.1
9	20.8/79.2	30min	36/64	15.2
10	20.9/79.1	30min	36/64	15.1

3.4 氢氧化钠/甲醇法

将已知实际含量的十块样品与采用氢氧化钠/甲醇法进行实验所得棉/涤含量百分比的数据对比如下：

表4 氢氧化钠/甲醇法测试数据

试样	氢氧化钠/甲醇法	试验用时	试验实际值	误差
1	90.5/9.5	5min	94/6	3.5
2	79.3/20.7	5min	80/20	0.7
3	18.5/81.5	5min	20/80	1.5
4	86.2/13.8	5min	90/10	3.8
5	12.3/87.7	5min	12/88	0.3
6	86.4/13.6	5min	88/12	1.6
7	83.5/16.5	5min	87/13	3.5
8	34.5/65.5	5min	34/66	0.5
9	34.6/65.4	5min	36/64	1.4
10	35.0/65.0	5min	36/64	1.0

3.5 三氯甲烷/三氯乙酸法

将已知实际含量的十块样品与采用三氯甲烷/三氯乙酸法进行实验所得棉/涤含量百分比的数据对比如下：

表5 三氯甲烷/三氯乙酸法测试数据

试样	三氯甲烷/三氯乙酸法	试验用时	试验实际值	误差
1	91.2/8.8	15min	94/6	2.8
2	80.6/19.4	15min	80/20	0.6
3	20.6/79.4	15min	20/80	0.6
4	86.8/13.2	15min	90/10	3.2
5	12.6/87.4	15min	12/88	0.6
6	88.3/11.7	15min	88/12	0.3
7	84.3/15.7	15min	87/13	2.7
8	34.7/65.3	15min	34/66	0.7
9	35.1/64.9	15min	36/64	0.9
10	35.6/64.4	15min	36/64	0.4

4 棉/涤混纺产品定量化学分析方法比较

4.1 测试结果数据比较

几种测试方法与试样实际值相比的误差汇总见下表。

表6 五种测试方法与实际值的误差汇总

测试方法	70%硫酸法	75%硫酸法	20%盐酸法	氢氧化钠/甲醇法	三氯甲烷/三氯乙酸法
1	0.1	0.2	0.1	3.5	2.8
2	0.4	0.3	0.1	0.7	0.6
3	0.0	0.1	6.4	1.5	0.6
4	0.2	0.2	0.0	3.8	3.2
5	0.8	0.6	7.0	0.3	0.6
6	0.0	0.1	0.2	1.6	0.3
7	0.1	0.2	0.0	3.5	2.7
8	0.5	0.2	8.1	0.5	0.7
9	0.4	0.4	15.2	1.4	0.9
10	0.7	0.3	15.1	1.0	0.4
最大误差	0.8	0.6	15.2	3.8	3.2

根据上表作出误差状态图如图1所示。

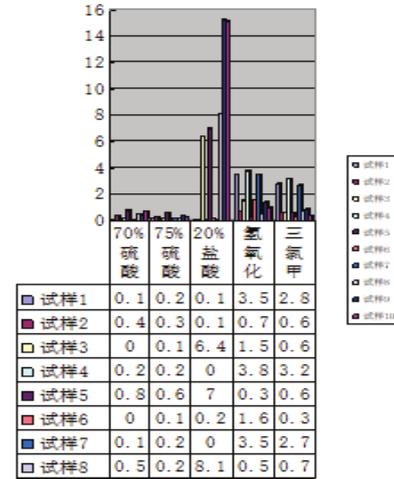


图1 误差柱状图

从柱状图可以看出，20%盐酸法与试样实际值相比误差最大，75%硫酸法与实际值的误差差值最小，结果准确度较稳定，因此75%硫酸法更适合用于棉涤混纺产品的定量分析。

4.2 测试用时比较

在测试操作过程中，每种方法需要的时间各不相同，每种方法用时见下表：

表7 五种方法用时数据

测试方法	70%硫酸法	75%硫酸法	20%盐酸法	氢氧化钠/甲醇法	三氯甲烷/三氯乙酸法
1	60min	30min	30min	5min	15min
2	60min	30min	30min	5min	15min
3	60min	30min	30min	5min	15min
4	60min	30min	30min	5min	15min
5	60min	30min	30min	5min	15min
6	60min	30min	30min	5min	15min
7	60min	30min	30min	5min	15min
8	60min	30min	30min	5min	15min
9	60min	30min	30min	5min	15min
10	60min	30min	30min	5min	15min

从上表可以看出，70%硫酸法的实验用时最长，效率较低，不适用于大批量检测。氢氧化钠/甲醇法用时相对最短，但是，氢氧化钠属于浓碱性溶液，造成棉纤维质量损失，易导致定量结果不够准确，不建议采用。

4.3 五种方法总体比较

五种方法对比情况如下表8所示。

5 结论

根据上述结果比较得出，70%硫酸法和75%硫酸法的实验结果更接近与实际值，结果较准确，此两种方法均可行。但由于70%硫酸法在实验过程中的条件是常温下溶解1h，而75%硫酸法的实验条件是 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ 的温度下溶解时长为30min，因此75%硫酸法相比于70%硫酸法的溶解时效性更高，且由于70%硫酸在市面上无法采

表8 五种方法对比表

优缺点 测试方法	优点	缺点
70%硫酸法	对不溶物涤纶无d值损伤 误差范围较小 定量结果较准确	用时相对较长, 检测效率低 试剂有一定的腐蚀性
75%硫酸法	对不溶物涤纶无d值损伤 误差范围最小 定量结果相对精确 用时较短, 检测效率较高 废液可回收二次利用	试剂有一定的腐蚀性
20%盐酸法	用时较短, 检测效率较高	误差最大, 检测结果不稳定 具有挥发性, 挥发的气体对人体有害
氢氧化钠/甲醇法	用时最短, 检测效率较高	误差相对较大, 定量检测结果不够准确
三氯甲烷/三氯乙酸法	用时短, 检测效率较高	误差相对较大, 检测结果不够准确 试剂具有剧毒性, 对人体和环境危害极大

购, 需要自行在实验室进行配制, 制备试剂需耗费较多时间和人力成本, 而75%硫酸能在化学试剂厂中大批量生产采购, 且经过多次实验证明75%硫酸试剂可二次回收利用, 回收再利用的75%硫酸可为企业节约试剂消耗成本。因此在纺织检测行业中的棉/涤混纺产品纤维含量定量分析实验大多采用75%硫酸法。

通过此次棉/涤混纺产品定量化学分析方法探讨, 实际测试中建议采用: “75%硫酸法” 进行检验。

注释:

①d值: 不溶物在试剂处理时的重量修正系数。

参考文献:

[1]姚穆. 纺织材料学(第4版). 北京: 中国纺织出版社, 2015: 55-62, 137-141.

[2]GB/T 2910.1-2009 纺织品定量化学分析 第1部分: 试验通则. 北京: 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局中国国家标准化管理委员会, 2009.

[3]AATCC 20A-2018(翻译版) 纤维分析: 定量. 美国: 美国纺织化学家和染色家协会(AATCC), 2018.

[4]GB/T 38015-2019 纺织品定量化学分析 氨纶与某些其他纤维的混合物. 北京: 国家市场监督管理总局中国国家标准化管理委员会, 2019.

[5]GBT 2910.25-2017 纺织品定量化学分析 第25部分: 聚酯纤维与某些其他纤维的混合物(三氯乙酸/三氯甲烷法). 北京: 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局中国国家标准化管理委员会, 2017.

[6].ISO 1833-11: 2017(翻译版) 纺织品定量化学分析第11部分: 某些纤维素纤维与某些其他纤维的混合物(硫酸法). 瑞士: ISO/TC38 纺织品技术委员会, 2017.