

# 改性聚丙烯腈/棉混纺产品定量分析新方法

## 探讨

陈艳倪, 李 琴

(南通市纺织产品质量检测所有限公司, 江苏 南通 226001)

**摘要:** 为了提高改性聚丙烯腈/棉混纺产品定量分析的准确性, 探讨了采用 75%硫酸法测试某些改性聚丙烯腈/棉混纺产品纤维含量的可行性, 并对比了二甲基甲酰胺法、甲酸/氯化锌法和 75%硫酸法的试验结果。该试验结果表明, 采用 75%硫酸法测试某些改性聚丙烯腈/棉混纺产品纤维含量, 绝对偏差为 0.07%~0.34%, 改性聚丙烯腈纤维无损伤, 结果准确; 采用二甲基甲酰胺法、甲酸/氯化锌法测试时, 某些改性聚丙烯腈不能完全溶解, 结果偏差较大。该试验表明, 采用 75%硫酸法, 在室温下溶解 60 min, 质量修正系数为 1.00, 可用于改性聚丙烯腈/棉混纺产品定量分析。

**关键词:** 改性腈纶纤维/棉; 混纺产品; 二甲基甲酰胺; 75%硫酸; 定量分析

### 1 引言

改性聚丙烯腈纤维(以下简称改性腈纶纤维)是一种从共聚物衍生出来的合成纤维, 改性腈纶纤维与腈纶纤维性质非常相似, 具有较高的耐化学腐蚀性和阻燃性等特点, 得到了广泛的应用。

改性腈纶纤维/棉混纺织物纤维含量分析现行方法标准主要有 GB/T 2910.12—2009《纺织品 定量化学分析 第 12 部分: 聚丙烯腈纤维、某些改性聚丙烯腈纤维、某些含氯纤维或某些弹性纤维与某些其他纤维的混合物(二甲基甲酰胺法)》<sup>[1]</sup>和 DB 34/T 2434—2015《纺织品 定量化学分析 聚丙烯腈纤维、某些改性聚丙烯腈纤维与棉的混合物(甲酸/氯化锌法)》<sup>[2]</sup>。在实际的检测过程中, 发现某些改性腈纶纤维在上述两种试剂中不能完全溶解, 导致纤维含量检测结果产生偏差。本文提出了采用 75%硫酸法作为改性腈纶/棉混纺产品纤维含量测试的新方法, 并与现有的测试方法进行比较, 为实际检测工作提供参考。

### 2 试验

#### 2.1 原理

利用不同纤维在试剂中的溶解性差异, 将一种纤维从已知干燥质量的混合物中溶解去除, 再将剩余不溶物清洗、烘干和称量, 通过计算得出剩余纤维的质量百分率, 由差值得出溶解纤维的百分含量。

#### 2.2 样品

检测工作中收集的 100%改性腈纶纱线(库存样品)、全棉标准贴衬织物(符合 GB/T 7568.2—2008《纺织品 色牢度试验 标准贴衬织物规格第 2 部分: 棉和粘胶纤维》), 按标准规定的方法取样。

#### 2.3 仪器

CU-II 型纤维细度分析仪(北京合众视野科技); 电子天平(精度为 0.0001 g, 赛多利斯); SHY 型恒温振荡器(绍兴元茂); HS 恒温水浴锅(常州国宇仪器); HD101A 电热鼓风烘箱(南通宏大实验仪器); 干燥器(装有变色硅胶); 真空抽滤泵; 玻璃砂芯坩埚; 称量瓶; 有塞三角烧瓶(250 ml)等。

#### 2.4 试剂与制备

##### 2.4.1 试剂

N,N-二甲基甲酰胺（西陇科学）；甲酸（上海展云化工）；无水氯化锌（西陇科学）；浓硫酸（98%，西陇科学）；氨水（分析纯，西陇科学）。

#### 2.4.2 制备

甲酸/氯化锌溶液：取 20 g 无水氯化锌和 68 g 无水甲酸，加水到 100 g。

75%硫酸（质量分数）：取 700 mL 的浓硫酸（密度为 1.84 g/mL）小心加入 350 mL 蒸馏水中，溶液冷却至室温后，再加蒸馏水至 1 000mL。

稀氨水溶液：取 20 ml 浓氨水，加水稀释到 1 L。

#### 2.5 方法

##### 2.5.1 A 法：二甲基甲酰胺法

按 GB/T 2910.12—2009《纺织品 定量化学分析 第 12 部分：聚丙烯腈纤维、某些改性聚丙烯腈纤维、某些含氯纤维或某些弹性纤维与某些其他纤维的混合物（二甲基甲酰胺法）》<sup>[1]</sup>，将准备好的试样放入三角烧瓶中，每克试样加入 150 ml 二甲基甲酰胺，将三角烧瓶放置在（90±2）℃水浴锅内保温溶解 1 h，期间摇晃 5 次。用玻璃砂芯坩埚过滤三角烧瓶中试剂，将残留物留在三角烧瓶中，再加同温度 60 ml 二甲基甲酰胺，将三角烧瓶再放置在（90±2）℃水浴锅内保温溶解 30 min，期间摇晃 2 次。用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤，将剩余物用同温度二甲基甲酰胺洗涤 2 次，再用热水洗涤 3 次以上，真空抽吸。将坩埚和剩余物烘干，冷却，称重。

##### 2.5.2 B 法：甲酸/氯化锌法

按安徽省地方标准 DB 34/T 2434-2015《纺织品 定量化学分析 聚丙烯腈纤维、某些改性聚丙烯腈纤维与棉的混合物（甲酸/氯化锌法）》<sup>[2]</sup>，按每克试样配制 100 ml 甲酸/氯化锌试剂放入三角烧瓶中预热至（70±2）℃，将准备好的试样放入已预热的三角烧瓶中，置于（70±2）℃水浴锅中保温溶解 20 min，期间振荡 1 次，用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤，用 70℃的甲酸/氯化锌溶液将剩余物洗涤 3 次，再用 70℃清水洗涤 4-5 次，真空抽吸。将坩埚和剩余物烘干，冷却，称重。

##### 2.5.3 C 法：75%硫酸法

将准备好的试样放入三角烧瓶中，每克试样加入 200 ml 的 75%硫酸溶液，经充分浸润后，轻微振荡，在室温下溶解 60 min，用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤，用稀氨水中和 2-3 次，再用清水洗涤 4 次，真空抽吸。将坩埚和剩余物烘干，冷却，称重。

### 3 结果与讨论

#### 3.1 75%硫酸法中改性腈纶纤维质量修正系数的确定

##### 3.1.1 试验结果

为了验证 75%硫酸法定量分析中对改性腈纶纤维是否有损伤，采用 75%硫酸法对 100%改性腈纶纱线进行了 6 次平行溶解试验，改性腈纶纤维质量变化修正系数（*d* 值）结果见表 1。

表 1 100%改性腈纶纱线在 75%硫酸中的 *d* 值

试样序号	干燥质量/g		<i>d</i> 值	平均值
	溶解前	溶解后		
1	1.0233	1.0215	1.002	1.00
2	1.0058	1.0072	0.999	
3	1.0082	1.0080	1.000	
4	1.0007	1.0016	1.005	
5	1.0346	1.0366	0.998	
6	1.0475	1.0467	1.001	

### 3.1.2 分析与讨论

由表 1 可知, 改性腈纶纤维的平均  $d$  值为 1.00。改性腈纶纤维与棉的混纺织物的定量分析, 采用 75%硫酸法溶解棉纤维, 剩余改性腈纶纤维, 改性腈纶纤维的质量几乎没有损失, 而棉纤维又能溶解得比较彻底, 符合纤维定量分析的要求。

## 3.2 手工配置试样验证

### 3.2.1 试验结果

采用纯改性腈纶纤维与全棉标准贴衬织物为原料, 手工配置了 6 组试样并进行编号。按照 2.5 中的三种方法, 对混合试样进行试验得到定量结果, 分别计算出绝对偏差。二甲基甲酰胺法、甲酸/氯化锌法、采用 75%硫酸法试验结果对比见表 2。

表 2 二甲基甲酰胺法、甲酸/氯化锌法和 75%硫酸法试验结果对比

试样序号	改性腈纶/棉 实际含量	改性腈纶/棉实测含量			绝对偏差		
		二甲基甲酰胺法	甲酸/氯化锌法	75%硫酸法	二甲基甲酰胺法	甲酸/氯化锌法	75%硫酸法
1	75.12/24.88	68.83/31.17	68.50/31.50	74.78/25.22	6.29	6.62	0.34
2	74.97/24.03	69.11/30.89	67.72/32.28	74.80/25.20	5.86	7.25	0.14
3	68.36/31.64	63.11/36.89	62.35/37.65	68.29/31.71	5.25	6.01	0.07
4	49.01/50.99	44.47/55.53	44.29/55.71	48.64/51.36	4.54	4.72	0.37
5	63.22/36.78	56.89/43.11	57.40/42.6	63.08/36.92	6.33	5.82	0.14
6	36.51/63.49	32.85/67.15	32.54/67.46	36.31/63.69	3.66	3.97	0.20

### 3.2.2 分析与讨论

由表 2 可知, 采用 A 法测试的绝对偏差为 3.66%~6.29%, 采用 B 法测试的绝对偏差为 3.97%~7.25%, 采用 C 法测试的绝对偏差为 0.07%~0.34%。采用 A 法和 B 法测试的绝对偏差大于 C 法。A 法和 B 法中, 改性腈纶纤维含量比实际含量偏低, C 法中改性腈纶纤维含量与实际含量较为接近。A 法和 B 法是溶解改性腈纶纤维, 剩余棉纤维; C 法是溶解棉纤维, 剩余改性腈纶纤维。A 法和 B 法中, 改性腈纶纤维含量比实际含量偏低的主要原因是改性腈纶纤维未能完全溶解。75%硫酸法试验的结果更接近实际含量。

## 3.3 溶解后剩余纤维的验证

### 3.3.1 试验结果

分别用三种方法对改性腈纶/棉混纺产品进行溶解试验, 用显微镜观察溶解后的剩余物。二甲基甲酰胺、甲酸/氯化锌溶解改性腈纶纤维后, 剩余纤维如图 1、图 2 所示; 75%硫酸溶解棉纤维后, 剩余纤维如图 3 所示。



图 1 二甲基甲酰胺法溶解后的剩余纤维



图2 甲酸/氯化锌法溶解后的剩余纤维

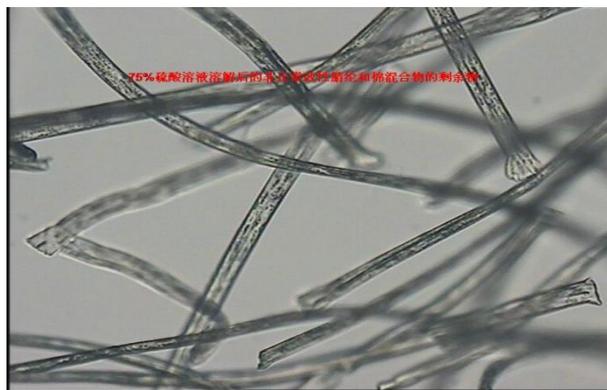


图3 75%硫酸法溶解后的剩余纤维

### 3.3.2 分析与讨论

由图1、图2可看出,采用二甲基甲酰胺法和甲酸/氯化锌法溶解混纺产品中的改性腈纶纤维,剩余物中除了棉纤维外,仍有改性腈纶纤维残留;由图3可看出,采用75%硫酸法将棉纤维从混纺产品中溶解去除,剩余物中没有棉纤维,剩余的改性腈纶纤维形态完好。因此,采用75%硫酸法测定某些改性腈纶纤维/棉混纺产品纤维含量是可行的。

综上,在室温下用75%硫酸法溶解60 min,棉纤维溶解彻底,对改性腈纶纤维没有损伤,试验结果与实际含量结果之间无显著差异,完全满足日常检测的需要。与二甲基甲酰胺法和甲酸/氯化锌法相比,溶解温度低,溶解彻底,对不溶纤维损伤小,操作简单,提高了准确度和检测效率。

## 4 结论

采用75%硫酸溶液为溶剂,在室温下溶解60 min,质量修正系数1.00,该方法对某些改性腈纶/棉混纺产品进行定量分析稳定可靠,准确度较高,符合纤维含量检验和标注的相关标准要求。

## 参考文献

- [1] 中国纺织工业协会.纺织品 定量化学分析 第12部分:聚丙烯腈纤维、某些改性聚丙烯腈纤维、某些含氯纤维或某些弹性纤维与某些其他纤维的混合物(二甲基甲酰胺法):GB/T 2910.12—2009[S].北京,中国标准出版社,2009.
- [2] 安徽省质量技术监督局.纺织品 定量化学分析 聚丙烯腈纤维、某些改性聚丙烯腈纤维与棉的混合物(甲酸/氯化锌法):DB34/T 2434—2015[S].安徽,安徽省质量技术监督局,2015.