

# 硫酸法测定棉/莱赛尔混纺产品组分含量的方法改进

周 芬

(广东职业技术学院,广东 佛山 528500)

**摘 要:**用 AATCC-20A 中的硫酸法对棉与再生纤维素纤维混纺产品进行定量分析时,莱赛尔纤维溶解不充分,对测定结果造成一定的影响。针对棉/莱赛尔纤维混纺产品的定量分析,对测试方法做了一些改进。

**关键词:**棉/莱赛尔混纺;硫酸法;定量分析

**中图分类号:**TS101.92

**文献标识码:**B

**文章编号:**1673-0356(2014)01-0054-02

莱赛尔、粘胶、莫代尔等都属于再生纤维素纤维,但性能存在一定的差异,莱赛尔纤维相对于粘胶纤维和莫代尔纤维其结晶度和取向度要高,耐酸碱性能也相对要好一些<sup>[1]</sup>。在用 AATCC-20A 方法测定棉/再生纤维素纤维混纺产品的含量时,用 59.5%的硫酸处理 30 min 后,莱赛尔纤维往往不能完全溶解。本文通过实验找出了合适的溶解温度和时间,并测定出相应的  $d$  值,为棉/莱赛尔纤维混纺产品的定量分析提供一定的依据<sup>[2]</sup>。

## 1 实验部分

### 1.1 实验原理

利用再生纤维素纤维化学性质比棉活泼,对酸、碱比较敏感的性质,用 59.5%的硫酸把莱赛尔纤维从已知干燥质量的棉/莱赛尔混合物中溶解去除,收集残留物,清洗、烘干和称重,用修正后的质量计算棉占混合物干燥质量的百分率,再由差值得出莱赛尔的质量百分数。

### 1.2 材料与试剂

**材料:**棉纤维、莱赛尔纤维(实验所用样品按照 AATCC-20A 中 11.1 的方法进行预处理)。

**试剂:**59.5%硫酸(1 000 ml 蒸馏水中缓慢加入 840 ml 98%的硫酸),稀氨水溶液(取 20 ml 浓氨水,密度为 0.880 g/mL,用蒸馏水稀释到 1 000 ml)。

## 2 结果与讨论

### 2.1 莱赛尔纤维的完全溶解时间

取 8 份质量为 1 g 左右的 100%莱赛尔纤维试样,分别放入 8 只三角烧瓶中,以 1:100 的比例加入

59.5%的硫酸,盖紧瓶塞,分别在不同温度的水浴锅中震荡一定时间,观察其溶解状况,实验结果如表 1 所示。

表 1 莱赛尔纤维溶解状况

样 品	重 量 /g	溶解 温度/℃	溶解 时间/min	溶解状态
1	0.999 7	25	30	有残留
2	0.998 2	25	40	有残留
3	1.000 4	30	30	有残留
4	1.002 1	30	35	有残留
5	1.000 2	30	40	完 全
6	0.999 0	35	30	完 全
7	0.998 8	35	40	完 全
8	0.998 6	40	30	完 全

从表 1 可看出,在 25℃室温下,即使时间延长到 40 min,莱赛尔纤维也不能完全溶解,主要是莱赛尔纤维相对莫代尔、粘胶纤维具有较高的结晶度和聚合度,在 59.5%的硫酸中更难溶解些。当温度提高到 30℃时,经过 40 min,莱赛尔纤维可完全溶解。进一步提高温度,莱赛尔溶解的速度加快,但考虑到提高温度使棉纤维的溶解速度加快,最后确定溶解温度为 30℃,溶解时间为 40 min。

### 2.2 棉 $d$ 值

取 8 个质量为 1 g 左右的纯棉试样分别放入 8 只三角烧瓶中,以 1:100 的比例加入 59.5%的硫酸,盖紧瓶塞,在温度为 30℃的水浴锅中震荡 40 min,用流动水冲洗 10 min,然后用稀氨水浸泡 1 min,再用流动水冲洗,最后用真空抽吸排液,烘干,冷却,称重,计算棉的  $d$  值,结果如表 2 所示。

### 2.3 验证试验

取 8 个不同混纺比的棉/莱赛尔混纺样品,用 2.2 的试验方法测定棉的含量,与真实值做对比,结果如表 3 所示。

收稿日期:2013-09-30

作者简介:周 芬(1982-),女,硕士,主要从事染整技术方面的教学和研究工作,E-mail:zhoufen427@163.com。

表2 棉纤维的  $d$  值

样 品	溶前试样 干质量/g	溶后试样 干质量/g	$d$ 值	$d$ 值平均值
1	0.935 1	0.898 6	1.040 6	1.039 5
2	0.896 7	0.860 7	1.041 8	
3	1.011 4	0.981 8	1.030 1	
4	0.995 6	0.956 4	1.041 0	
5	0.956 9	0.918 7	1.041 6	
6	1.005 6	0.967 0	1.039 9	
7	0.986 3	0.948 3	1.040 1	
8	0.948 2	0.910 9	1.040 9	

表3 棉/莱赛尔混纺样品的棉含量

样 品	纤维实际含量 (棉/莱赛尔)	实验所得纤维含量 (棉)	绝对误差
1	15.3%/84.7%	14.7%	0.6
2	25.4%/74.6%	25.0%	0.4
3	34.9%/65.1%	35.4%	0.5
4	46.1%/54.9%	45.8%	0.3
5	55.9%/44.1%	56.1%	0.2
6	65.3%/34.7%	65.6%	0.3
7	74.9%/25.1%	74.4%	0.5
8	85.4%/14.6%	84.7%	0.7
误差平均值		0.4	

### 3 结论

用 AATCC-20A 中的 59.5% 硫酸法对棉/莱赛尔混纺产品做定量分析时,莱赛尔纤维不能完全溶解,把溶解温度提高到 30 ℃,时间延长到 40 min 时,莱赛尔纤维可完全溶解,且对棉纤维损伤也不大,测定结果较为准确。

### 参考文献:

- [1] 杭伟明. 纤维化学及面料[M]. 北京:中国纺织出版社, 2009.
- [2] AATCC Test Method 20A-2010 Fiber Analysis; Quantitative[S].

## Improvement of Component Testing Method for Cotton/Lyocell Blended Product

ZHOU Fen

(Guangdong Vocational Technology College, Foshan 528500, China)

**Abstract:** Lyocell fiber could not fully dissolve when quantitative analysis of cotton and regenerated cellulose fiber blended products by sulfuric acid method of AATCC-20A method. It had great influence on the experimental results. The component testing method of cotton/lyocell blended product for quantitative analysis was improved.

**Key words:** cotton/lyocell blended fabric; sulfuric acid method; quantitative analysis

(上接第 53 页)

标准工作液 GC-MSD 峰面积的不确定度  $u(A_{is})$ , 标准工作液中内标物 GC-MSD 峰面积的不确定度  $u(A_{isc})$ 、样品提取液体积  $V$  产生的不确定度  $u(V)$  及标准工作液浓度的不确定度  $u(C_i)$ 。样品称量产生的不确定度  $u(M)$  对合成不确定度  $u_c(W)$  的贡献可忽略。

(3)  $u(A_i)$ 、 $u(A_{is})$ 、 $u(A_{isc})$ 、 $u(A_{iss})$  主要来源于 A 类不确定度和 GC-MSD 校准产生的不确定度。其中样品溶液产生的不确定度  $u(A_i)$  和  $u(A_{iss})$  是 A 类

不确定度的主要来源,且这两个分量也是合成不确定度的主要来源。

### 参考文献:

- [1] 中国实验室国家认可委员会. 化学分析中不确定度的评估方法[M]. 北京:中国计量出版社,2002. 4—5.
- [2] JJF 1059—1999, 测量不确定度评定与表示[S].
- [3] JJG 196—2006, 常用玻璃量具检定规程[S].

## Measurement Uncertainty for Determination of BHT in EVA Materials by GC-MS

LI Jian-bo, XIONG Jing-lei

(Guangzhou Fiber Product Testing Institute, Guangzhou 510220, China)

**Abstract:** The method of uncertainty evaluation for determination of BHT in EVA materials was introduced. The sources of uncertainty were analyzed, the mathematical model of each uncertainty component during the measuring process was established, and each uncertainty component was quantified. The determination result of BHT content was  $(2.85 \pm 0.88) \text{ mg/kg} (k=2)$ .

**Key words:** uncertainty of measurement; BHT; GC-MS; EVA materials