

羊毛/桑蚕丝混纺产品定量检测方法的探讨

章锋宇,俞鸿杰,杜茜妮,许玲玉,杨震,王晓琴,王希

(国家皮革质量监督检验中心(浙江),浙江海宁 314400)

摘要:采用常温硫酸法、40℃硫酸法、甲酸/氯化锌法、盐酸法4种不同的试验方法,将桑蚕丝从羊毛/桑蚕丝混纺产品中溶解去除,用修正后的质量计算羊毛、桑蚕丝各自的质量分数。对比分析了不同方法的试验数据,给出了在日常检测中更能保证检测结果准确性和稳定性的试验方法。

关键词:羊毛/桑蚕丝;常温硫酸法;40℃硫酸法;盐酸法;定量分析

中图分类号:TS101.92

文献标识码:A

文章编号:1673-0356(2017)03-0041-03

羊毛和桑蚕丝混纺产品属于高档的服用面料,不仅具有优良的吸湿性、保暖性、染色性而且顺滑、悬垂性好。由于羊毛和桑蚕丝同属于蛋白质纤维,两者对大部分化学试剂具有相同的耐受能力,所以实验时常遇到溶解不完全,黏稠导致无法正常抽滤。通过常温硫酸法、40℃硫酸法、甲酸氯化锌法、盐酸法4种方法定量分析羊毛与桑蚕丝,比较各自方法的优缺点,从而提高检测效率和数据的准确性。

1 试验部分

1.1 材料

分别选取羊毛、桑蚕丝贴衬布拆成纱线,按毛/丝 90/10、毛/丝 80/20、毛/丝 70/30、毛/丝 60/40、毛/丝 50/50、毛/丝 40/60、毛/丝 30/70、毛/丝 20/80 和毛/丝 10/90 配比制成混合试样。

1.2 试剂

75%硫酸溶液:在冷却条件下,慢慢地将 700 ml 浓硫酸(密度 1.84 g/mL)加入到 350 ml 水中,待溶液冷却至室温,再用水稀释至 1 L;

稀硫酸溶液:将 100 ml 浓硫酸(密度 1.84 g/mL)慢慢加入到 1 900 ml 水中;

甲酸/氯化锌溶液:20 g 无水氯化锌(质量分数 > 98%)和 68 g 无水甲酸加至 100 g;

盐酸溶液:36%(质量分数)盐酸;

稀氨水溶液:取 20 ml 浓氨水(密度 0.880 g/ml),用水稀释至 1 L。

1.3 设备

分析天平(精度为 0.000 2 g)、电热鼓风烘箱[能保持温度在(105±3)℃]、恒温振荡水浴锅、真空抽气泵、干燥器、具塞三角烧瓶、玻璃砂芯坩埚等。

1.4 试验方法

按照 GB/T 2910.1 规定的通用程序进行,然后分别按照常温硫酸法、40℃硫酸法、甲酸/氯化锌法、盐酸法 4 种方法试验。

1.4.1 常温硫酸法(GB/T2910.18-2009)

将试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100 ml 75%硫酸溶液,盖上瓶塞,用力振荡三角烧瓶,室温下放置 30 min;再次振荡烧瓶后,室温下放置 30 min;振荡最后一次,用玻璃砂芯坩埚过滤三角烧瓶中的残留物,再用少量的 75%硫酸溶液清洗残留物,用抽滤装置抽吸排液,依次用 50 ml 稀硫酸溶液、50 ml 水和 50 ml 稀氨水溶液清洗残留物,每次过滤时保证残留物与液体充分接触至少 10 min,最后用水冲洗,并保证残留物与水充分接触约 30 min,真空抽吸排液。烘干砂芯坩埚和残留物,冷却、称重。

1.4.2 40℃硫酸法

将试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 150 ml 75%硫酸溶液,在(40±2)℃的振荡水浴锅中保温 30 min,然后用玻璃砂芯坩埚过滤三角烧瓶中的残留物,用抽滤装置抽吸排液,依次用 50 ml 稀硫酸溶液、50 ml 水和 50 ml 稀氨水溶液清洗残留物,直至洗出液体呈中性为止。最后,烘干砂芯坩埚和残留物,冷却、称重。

1.4.3 甲酸/氯化锌法(FZ/T 01112-2012)

将试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100 ml 预热至 40℃的甲酸/氯化锌溶液,充分振荡使试样浸透,在 40℃下保持 45 min,并每隔 15 min 摇动一次。用

收稿日期:2017-02-06;修回日期:2017-02-16

作者简介:章锋宇(1984-),女,工程师,主要从事纺织品及皮革类检测研究,E-mail:278409351@qq.com。

玻璃砂芯坩埚过滤三角烧瓶中的残留物,用 20 ml 的 40 °C 的甲酸/氯化锌溶液清洗,再用 40 °C 的水清洗,然后用 100 ml 稀氨水溶液中中和清洗并使残留物浸没于溶液 10 min,然后用水清洗,真空抽吸排液。最后,烘干砂芯坩埚和残留物,冷却、称重。

1.4.4 盐酸法

将试样放入三角烧瓶中,每克试样加入 100 ml 质量分数为 36% 的盐酸,在试验温度常温(25 °C)下保持 30 min,并每隔 15 min 摇动一次。用玻璃砂芯坩埚过滤三角烧瓶中的残留物,用 20 ml 的浓盐酸溶液清洗,再用常温的水清洗,然后用 100 ml 稀氨水溶液中中和清洗并使残留物浸没于溶液 10 min,直至洗出液体呈中性为止。最后,烘干砂芯坩埚和残留物,冷却、称重。

1.5 数据处理

计算公式如式(1)和(2):

$$P_1 = 100m_1d/m_0 \quad (1)$$

$$P_2 = 100 - P_1 \quad (2)$$

式中, P_1 为羊毛的净干质量百分比(%); P_2 为桑蚕丝的净干质量百分比(%); m_0 为试样的干燥质量(g); m_1 为溶解后剩余试样的干燥质量(g)。

常温硫酸法 $d = 0.985$; 40 °C 硫酸法 $d = 0.985$; 甲酸/氯化锌法 $d = 1.00$; 盐酸法 $d = 1.00$ 。

标准帖衬羊毛分别按照 1.4.2、1.4.4 方法测试,试验结果见表 1。

由表 1 可知,羊毛在上述条件下质量没有损失,修正系数分别取 0.985、1.00,故所确定的试验条件是合理的。

2 结果和分析

常温 75% 硫酸法、40 °C 硫酸法、甲酸/氯化锌法和盐酸法准确性比较试验结果见表 2 所示。

表 1 羊毛 d 值复现性试验

编 号	40 °C 硫酸法			盐酸法		
	试验后剩余羊毛占实验前羊毛的百分比/%	d 值 (修正系数)	平均值 (d 值)	试验后剩余羊毛占实验前羊毛的百分比/%	d 值 (修正系数)	平均值 (d 值)
1	1.015	0.985	0.985	99.8	1.002	1.00
2	1.020	0.980		99.6	1.004	
3	1.010	0.990		99.1	1.009	
4	1.013	0.987		99.6	1.004	
5	1.016	0.984		99.3	1.007	
6	1.014	0.986		99.9	1.001	
7	1.022	0.978		99.7	1.003	
8	1.021	0.979		100.1	0.999	
9	1.012	0.988		99.5	1.005	
10	1.011	0.989		99.0	1.010	

表 2 试验准确性数据

编 号	剩余羊毛净干实测值/g					绝对误差			
	设计值 毛/丝	常温 75% 硫酸法	40 °C 硫酸法	甲酸 /氯化锌法	盐酸法	常温 75% 硫酸法	40 °C 硫酸法	甲酸 /氯化锌法	盐酸法
1	90/10	90.03	89.49	93.27	90.70	0.03	0.51	3.27	0.70
2	80/20	80.27	79.58	83.12	80.82	0.27	0.42	3.12	0.82
3	70/30	70.21	69.65	72.59	70.71	0.21	0.35	2.59	0.71
4	60/40	60.47	59.75	61.72	60.84	0.47	0.25	1.72	0.84
5	50/50	50.33	49.88	51.26	50.59	0.33	0.12	1.26	0.59
6	40/60	39.40	39.87	40.84	40.64	0.60	0.13	0.84	0.64
7	30/70	30.14	30.01	30.62	30.41	0.14	0.01	0.62	0.41
8	20/80	20.27	20.25	20.50	20.22	0.27	0.25	0.50	0.22
9	10/90	10.20	10.10	10.40	10.09	0.20	0.10	0.40	0.09

注:剩余羊毛净干实测值分别结合修正系数 d 值 0.985、0.985、1.00 和 1.00。

由表 2 可知,4 组数据表明,常温 75% 硫酸法、40 °C 硫酸法、甲酸/氯化锌法和盐酸法平均的绝对误

差分别是 0.252、0.214、1.432 和 0.502, 常温硫酸法、40℃硫酸法和盐酸法与羊毛的实际值相近, 试验的相对误差小于 1%, 所得的结果均在允许偏差范围内, 符合 GB/T 29862-2013《纺织品 纤维含量的标识》中纤维含量标示的规定; 甲酸/氯化锌法在羊毛含量 90%~50%之间, 剩余羊毛净干含量偏差比较大, 有几组试验结果的偏差甚至超过了 3%, 所以甲酸/氯化锌法的稳定性和准确性较差。

3 结论

通过试验得出的结论如下:

(1)羊毛与桑蚕丝混纺定量化学分析常温 75%硫酸法绝对误差小, 试验结果符合范围内, 但在实际操作过程中, 会遇到桑蚕丝溶解不干净, 液体黏稠且无法正常抽滤; 40℃硫酸法绝对误差最小, 最接近真值, 在实际操作过程中液体不黏稠, 抽滤正常; 甲酸/氯化锌法在羊毛含量 90%~50%之间, 剩余羊毛净干含量偏差比较大, 故羊毛含量 90%~50%之间不宜采用甲酸/氯化锌法; 盐酸法实验时间短且对羊毛基本没有损伤, 步骤简单, 降低了检测成本, 提高了检测效率。

(2)试剂 75%硫酸最稳定且经济实惠, 36%盐酸容易挥发。甲酸/氯化锌法毒性最大, 故在检测过程中, 盐酸法应采用封闭三角形瓶, 甲酸/氯化锌法人员需做好防护措施。

(3)在日常检测中, 40℃硫酸法和盐酸法优于常温硫酸法和甲酸/氯化锌法, 不仅缩短了检测时间, 简化了操作步骤, 而且还降低检测成本, 更重要的是提高检测结果的准确性。

参考文献:

- [1] GB/T 2910.18-2009, 纺织品定量化学分析 第 18 部分: 蚕丝与羊毛或其他动物毛纤维的混合物(硫酸法)[S].
- [2] FZ/T 01112-2012, 纺织品定量化学分析蚕丝与羊毛或和羊绒的混合物(甲酸/氯化锌)[S].
- [3] GB/T 29862-2013, 纺织品纤维含量的标识[S].
- [4] GB/T 2910.1-2009, 纺织品定量化学分析 第 1 部分: 试验通则[S].
- [5] 陈献谱, 周雷. 桑蚕丝与羊毛混纺产品定量化学分析盐酸法的研究[J]. 轻工标准与质量, 2015, (5): 39.
- [6] 张满华. 桑蚕丝羊毛混纺产品定量分析方法的探讨[J]. 针织工业, 2011, (4): 64.

Exploration of Quantitative Determination Methods of Wool/Silk Blended Products

ZHANG Feng-yu, YU Hong-jie, DU Qian-ni, XU Ling-yu, YANG Zhen, WANG Xiao-qin, WANG Xi

(National Center for Leather Quality Supervision and Inspection (Zhejiang), Haining 314400, China)

Abstract: The silk was dissolved from the wool/silk blended products through four kinds of test methods included normal temperature sulfuric acid method, 40℃ sulfuric acid method, formic acid/zinc chloride method and hydrochloric acid method, the mass fraction of wool and silk were calculated with revised quality. The experimental data of different methods were compared and analyzed, and test methods that could guarantee accuracy and stability of the test results were given.

Key words: wool/silk; normal temperature sulfuric acid method; 40℃ sulfuric acid method; hydrochloric acid method; quantitative analysis

国家统计局 2016 统计公报纺织形势

据国家统计局发布的 2016 年国民经济和社会发展统计公报, 2016 年纺织业总体利好, 具体情况如下:

2016 年, 全年居民消费价格比上年上涨 2.0%。其中, 衣着类比上年上涨 1.4%。

规模以上工业增加值增长 6.0%。其中, 纺织业增长 5.5%。

主要工业产品中, 纱产量 3732.6 万吨, 比上年增长 5.5%; 布产量 906.8 亿米, 比上年增长 1.6%; 化学

纤维 4943.7 万吨, 比上年增长 2.3%。

商品零售额 296518 亿元, 增长 10.4%。在限额以上企业商品零售额中, 服装、鞋帽、针纺织品类增长 7.0%。

全年货物进出口 138455 亿元, 下降 1.9%。其中, 纺织纱线、织物及制品出口额 6925 亿元, 比上年增长 1.9%; 服装及衣着附件出口额 10413, 比上年减少 3.7%; 鞋类出口额 3113, 比上年减少 6.2%。

(来源: 国家统计局)