

氨纶及腈纶与其他纤维混纺产品的定量分析探讨

李培玲

(中国纺织工业联合会检测中心,北京 100025)

摘要:采用常见氨纶与纤维素纤维混纺产品以及腈纶混纺产品,改变试验条件,研究氨纶及腈纶混纺产品快速定量方法。试验表明:氨纶与纤维素纤维混纺产品采用 1 g 试样加入 100 ml 二甲基甲酰胺,92 ℃ 水浴锅中保温 30 min 测试结果与按 FZ/T 01095-2002 测试结果基本一致;腈纶混纺产品采用 1 g 试样加入 100 ml 二甲基甲酰胺,92 ℃ 水浴锅中保温 1 h 测试结果与按 GB/T 2910.12-2009 测试结果差异较小,且操作方法简单,结果准确,节约成本,提高了工作效率。同时试验得出了 92 ℃ 时不同时间二甲基甲酰胺对不溶纤维的 d 值。

关键词:氨纶;腈纶;定量分析;二甲基甲酰胺

中图分类号:TS101.9

文献标识码:A

文章编号:1673-0356(2017)05-0045-03

目前,我国腈纶混纺产品和氨纶混纺产品使用的标准主要有 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)》和 FZ/T 01095-2002《纺织品 氨纶产品纤维含量的试验方法》,其中 GB/T 2910.12-2009 主要用于腈纶混纺产品纤维含量的测试,而 FZ/T 01095-2002 是专门针对各种氨纶混纺产品的化学定量测试。GB/T 2910.12-2009 也适用于某些弹性纤维,即可以用溶解腈纶混纺产品的测试方法来溶解部分氨纶混纺产品,虽然目前多数实验室并未使用该种方法来溶解氨纶混纺产品;同时,FZ/T 01095-2002 中规定的氨纶混纺产品的检测方法如 20% 盐酸法、80% 硫酸法、二甲基甲酰胺法实际操作中结果都比较稳定,但该标准中二甲基甲酰胺法使用沸腾的水浴锅振荡 20 min 来溶解氨纶与纤维素纤维的混纺产品。另外,GB/T 2910.12-2009 中腈纶混纺产品溶解时间为 1.5 h,且试剂用量较大。结合这 2 个标准,使用 90~95 ℃ 的水浴溶解氨纶混纺产品尤其是氨纶与纤维素纤维混纺产品,同时考虑缩短腈纶混纺产品试验时间探讨腈纶混纺产品的试验方法^[1-2]。这样,一方面降低能耗,另一方面可以提高工作效率。

本文探讨二甲基甲酰胺在 90~95 ℃ 时不同时间下对不同纤维的损伤程度以及氨纶与纤维素纤维混纺产品、腈纶混纺产品的溶解定量方法。

1 试验准备

1.1 试剂与仪器

主要试剂:N,N-二甲基甲酰胺溶液,试剂为分析纯。

主要仪器:恒温烘箱,恒温水浴锅,0.000 1 g 分析天平,干燥器,抽滤装置。

1.2 试样

棉、苧麻、桑蚕丝、羊毛、黏纤、锦纶、腈纶、聚酯纤维的标准贴衬布各一块^[3];22 dtex 氨纶弹力丝 10 g 左右;27.8 tex×27.8 tex,100% 亚麻平纹机织布 10 g,96/4 棉/氨纶机织布 20 g 左右;95/5 棉/氨纶针织布 20 g 左右;33.3 tex,55/45 腈纶/棉,33.3 tex,60/40 腈纶/黏纤,52 tex,80/20 腈纶/聚酯纤维混纺纱线各 10 g。

1.3 试验方案

(1)二甲基甲酰胺对常见纤维的损伤程度。90~95 ℃ 时,不同时间下二甲基甲酰胺处理各种常见纤维时,衡量纤维的损伤——修正系数 d 值的探讨。

(2)二甲基甲酰胺溶解氨纶混纺产品。90~95 ℃ 时,从二甲基甲酰胺试剂用量、是否振荡、溶解时间三方面探讨氨纶混纺产品的定量方法。

(3)二甲基甲酰胺溶解腈纶混纺产品。90~95 ℃ 时,从二甲基甲酰胺试剂用量、是否振荡、溶解时间三方面探讨腈纶混纺产品的定量方法。

2 试验部分

依据国家标准 GB/T2910.12-2009 和行业标准 FZ/T 01095-2002 中规定的二甲基甲酰胺法,选定试

收稿日期:2017-03-05;修回日期:2017-03-20

作者简介:李培玲(1982-),女,工程师,主要从事纺织品检测与质量控制、新项目开发等,E-mail:lipeling0000@163.com。

验温度为 92 ℃ 保温, 试验条件为静置, 浴比为 1 g 试样加入 100 ml 二甲基甲酰胺, 试验时间分别为 15、20、30 min 和 1 h。依据上述试验条件依次对准备的样品进行试验, 再从中选择出最佳的试验时间, 进行优化。

2.1 二甲基甲酰胺对不溶纤维的损伤程度

使用二甲基甲酰胺溶解氨纶混纺产品时, 需要考虑到化学试剂对不溶纤维的损伤程度, 标准中规定了 d 值来表示试剂对不溶纤维的损伤程度, 以便进行结果修正。

d 值的定义^[4], $d = m_0/m_1$, 即用已知不溶纤维的干重 m_0 除以试剂处理后不溶纤维的干重 m_1 的值, 就是剩余纤维的修正系数 d 值。根据 d 值的定义不难看出, d 值也就是不溶纤维在试剂处理时的重量修正系数。

将棉、黏纤、苧麻、亚麻、锦纶、聚酯纤维、腈纶、桑蚕丝、羊毛、氨纶各准备 8 份, 每份重量约 1 g 左右, 每 2 个为一对平行样。将每对平行样分别在 92 ℃ 的水浴锅中保温静置 15、20、30 min 和 1 h。每种纤维的 d 值见表 1、表 2、表 3 和表 4, 其中, 每个数据为平行样的平均值。

表 1 二甲基甲酰胺处理 15 min 后纤维损伤值

纤维种类	原干重/g	试剂处理后干重/g	d 值
棉	0.872 7	0.872 0	1.00
黏 纤	0.946 2	0.946 1	1.00
苧 麻	0.952 7	0.951 3	1.00
亚 麻	0.907 2	0.906 0	1.00
锦 纶	0.822 5	0.820 1	1.00
聚酯纤维	0.867 3	0.866 1	1.00
桑蚕丝	0.883 7	0.882 1	1.00
羊 毛	0.872 8	0.871 1	1.00
腈 纶	1.007 6	0	/
氨 纶	0.982 7	0	/

表 2 二甲基甲酰胺处理 20 min 后纤维损伤值

纤维种类	原干重	试剂处理后干重	d 值
棉	0.880 5	0.879 3	1.00
黏 纤	0.808 2	0.809 5	1.00
苧 麻	0.937 3	0.936 9	1.00
亚 麻	0.880 3	0.879 2	1.00
锦 纶	0.939 8	0.938 8	1.00
聚酯纤维	0.927 5	0.926 1	1.00
桑蚕丝	0.956 1	0.954 7	1.00
羊 毛	0.870 6	0.860 2	1.01
腈 纶	0.925 4	0	/
氨 纶	0.889 2	0	/

从表 1 到表 4 可以看出, 二甲基甲酰胺处理样品 10、15 和 30 min 后纤维的损伤均较小, 棉、黏纤、麻、锦

纶、聚酯纤维的 d 值均为 1.00, 羊毛和桑蚕丝的 d 值为 1.01, 而二甲基甲酰胺处理样品 1 h 后纤维的损伤增大。二甲基甲酰胺处理 1 h 后各纤维的 d 值与 GB/T 2910.12 中纤维的 d 值基本一致。

表 3 二甲基甲酰胺处理 30 min 后纤维损伤值

纤维种类	原干重	试剂处理后干重	d 值
棉	0.930 7	0.930 1	1.00
黏 纤	0.934 6	0.933 3	1.00
苧 麻	0.905 7	0.903 9	1.00
亚 麻	0.905 7	0.903 5	1.00
锦 纶	0.875 1	0.875 1	1.00
聚酯纤维	0.912 2	0.911 2	1.00
桑蚕丝	0.978 5	0.968 8	1.01
羊 毛	0.905 3	0.896 3	1.01
腈 纶	0.999 5	0	/
氨 纶	0.895 7	0	/

表 4 二甲基甲酰胺处理 1 h 后纤维损伤值

纤维种类	原干重	试剂处理后干重	d 值
棉	0.895 1	0.886 2	1.01
黏 纤	0.942 5	0.933 2	1.01
苧 麻	0.887 8	0.888 8	1.00
亚 麻	0.915 5	0.913 6	1.00
锦 纶	0.936 8	0.930 9	1.01
聚酯纤维	0.970 4	0.960 7	1.01
桑蚕丝	0.804 6	0.788 7	1.02
羊 毛	0.899 8	0.890 9	1.01
腈 纶	0.824 6	0	/
氨 纶	0.913 6	0	/

另外, 表 1 表明, 一般情况下腈纶和氨纶在 15 min 均能够完全溶解, 因此对于腈纶或氨纶混纺的产品, 可以考虑从试剂用量、试验时间或试验温度来提高试验效率和降低能耗。

2.2 氨纶与纤维素纤维混纺产品定量试验

FZ/T 01095-2002 中规定氨纶与纤维素纤维混纺产品实验方法为^[5]: 1 g 试样加入 100 ml 二甲基甲酰胺, 在沸腾的水浴锅中振荡 20 min。

将准备好的机织物和针织物各取一对平行样, 先根据 FZ/T 01095-2002 标准中规定的方法测试出的纤维含量, 然后再分别准备 4 对平行样, 在 92 ℃ 的水浴锅中分别静置 15、20、30 min 和 1 h, 结果见表 5。

表 5 棉/氨纶产品的纤维含量试验结果(净干含量百分比)

样 品	FZ/T 01095 测试结果/%	不同试验时间测试结果/%			
		15 min	20 min	30 min	60 min
机织品	棉 96.0	棉 95.7	棉 95.8	棉 95.8	棉 95.9
	氨纶 4.1	氨纶 4.3	氨纶 4.2	氨纶 4.2	氨纶 4.1
针织品	棉 95.0	棉 94.4	棉 94.4	棉 94.6	棉 93.9
	氨纶 5.3	氨纶 5.3	氨纶 5.5	氨纶 5.4	氨纶 6.1

表5表明,普通氨纶15 min就可以完全溶解,由于样品的多样性,考虑到可溶纤维溶解程度以及试剂对不溶纤维的损伤程度,试验条件为92℃的水浴保温30 min为最佳条件,一方面能保证纤维完全溶解,另一方面纤维素纤维的损伤可以忽略。

另外,实验室检测业务量大,场地和设备有限,检测常用的温度有室温、(50±5)℃、70℃、90~95℃、100℃,如果采用该法溶解氨纶混纺产品和腈纶混纺产品可以使用一个水浴锅同时溶解,达到节能效果。

2.3 腈纶混纺产品定量试验

GB/T 2910.12-2009中规定的腈纶混纺产品的实验方法为^[6]:每克试样加入150 ml二甲基甲酰胺,90~95℃保温静置1 h,在此期间用手轻轻摇动5次;然后滤掉试液,将不溶纤维留在三角烧瓶中,再加入60 ml二甲基甲酰胺,保持90~95℃继续保温30 min,期间用手轻轻摇动2次。

将准备好的3块腈纶混纺产品各取2对平行样,先根据GB/T 2910.12-2009标准中规定的方法测试出纤维的含量,然后再将样品按照1 g试样加入100 ml二甲基甲酰胺的比例,在92℃的水浴锅中静置保温1 h,测试结果见表6。

表6 腈纶混纺产品试验结果(净干含量百分比)

样品	GB/T 2910.12 测试结果/%	探索试验 结果/%	差异
1 [#]	腈纶 55.8, 棉 44.2	腈纶 55.6, 棉 44.4	0.2
2 [#]	腈纶 61.1, 粘纤 38.9	腈纶 60.9, 聚酯纤维 39.1	0.2
3 [#]	腈纶 79.2, 聚酯纤维 20.8	腈纶 79.5, 聚酯纤维 20.5	0.3

表6表明,1 g试样加入100 ml二甲基甲酰胺,92℃的水浴锅中静置保温1 h的试验条件,所得测试结果与GB/T 2910.12-2009中实验方法所得结果差异较小。采用此法,可以提高效率和降低检测成本。

3 结论

通过试验发现:氨纶与纤维素纤维混纺产品采用1 g试样加入100 ml二甲基甲酰胺,在92℃水浴锅中,静置保温30 min,其结果与FZ/T 01095-2002测试结果差异较小;腈纶混纺产品采用1 g试样加入100 ml二甲基甲酰胺,在92℃水浴锅中,静置保温1 h,其测试结果与GB/T 2910.12-2009基本一致,并且该条件下不溶纤维的 d 值也与GB/T 2910.12-2009基本一致。从降低能耗和节省资源方面考虑,可以将氨纶与纤维素纤维混纺产品、腈纶混纺产品采用上述测试方法。

另外,纤维的 d 值除了与试剂、温度、时间有关,还与样品状态比如紧密程度等有关,样品的多样性要求 d 值需要大量试验来累计数据,由于资源的有限性,本文对此只做了初步探讨,希望能对检测行业提供帮助。

参考文献:

- [1] 李培玲,陈素琴,罗武东.纤维素纤维与聚酯纤维混纺产品定量分析[J].现代纺织技术,2010,18(5):53-54.
- [2] 刘娟,杨柳,徐方圆,等.正交试验设计优化丝绸水解条件[J].丝绸,2013,50(4):27-32.
- [3] 魏晓英,张娜.纺织品纤维含量定性分析方法[J].现代纺织技术,2013,21(5):48-51.
- [4] 纺织品定量化学分析第1部分:试验通则:GB/T 2910.1-2009[S].
- [5] 纺织品——氨纶产品纤维含量的试验方法:FZ/T 01095-2002[S].
- [6] 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].

Study on Quantitative Analysis of Polyurethane, Acrylic and Other Fibers Blended Products

LI Pei-ling

(CNTAC Testing Center, Beijing 100025, China)

Abstract: Taking common polyurethane and cellulose fiber blended products, acrylic fiber blended products as materials, rapid quantitative method of polyurethane and acrylic blended products was studied by changing the test conditions. 1 g polyurethane and cellulose fiber blended products was added to 100 ml dimethylformamide, 92℃ water bath for 30 min, the test results were consistent with the results according to FZ/T 01095-2002. And 1 g acrylic fiber blended products were added to 100 ml methyl formamide, 92℃ water bath for 1 h, the test results was different slightly from the measured results according to GB/T 2910.12-2009. The method had the advantages of simple operation, accurate result, cost saving and high work efficiency. At the same time, for insoluble fiber, the d value of dimethylformamide at 92℃ and different time was obtained.

Key words: polyurethane fiber; acrylic fiber; quantitative analysis; dimethylformamide