

丝光废碱液在印染加工中的应用

连增帅¹, 闫会涛¹, 舒大武^{1,2}, 齐阳¹

(1.河北科技大学 纺织服装学院, 河北 石家庄 050000;

2.河北省绿色纺织技术创新中心, 河北 邢台 055550)

摘要:为实现丝光淡碱液高效回收与二次利用, 文中测试了四级高效蒸发浓缩碱、丝光淡碱液和NaOH溶液中物质浓度, 将碱液应用于棉织物漂白和丝光, 并对所获得织物性能进行对比分析。结果表明, 丝光淡碱液经过浓缩后, NaOH、Na₂CO₃和Fe³⁺浓度分别提高107.8 g/L、3.5 g/L和3.6 μg/mL; 3种碱液用于纯棉织物漂白时, 浓缩碱液H₂O₂分解率高达85.1%, 较淡碱液和NaOH所对应值提高了6.6%和12.3%, 使用浓缩碱液漂白织物的白度值最小; 丝光淡碱液浓缩后用于棉织物丝光, 可提高织物的毛效和钡值, 尽管丝光效果略逊色于NaOH碱液, 但可满足丝光要求, 具备工业应用的潜质。

关键词:碱; 漂白; 丝光; 废水; 棉织物

中图分类号: TS 192

文献标志码: B

文章编号: 1000-4033(2022)11-0047-04

Application of Mercerization Waste Alkali Liquor in Printing and Dyeing Process

Lian Zengshuai¹, Yan Huitao¹, Shu Dawu^{1,2}, Qi Yang¹

(1.College of Textile and Garments, Hebei University and Technology, Shijiazhuang, Hebei 050000, China;

2.Hebei Green Textile Technology Innovation Center, Xingtai, Hebei 055550, China)

Abstract: In order to realize efficient recovery and secondary utilization of mercerizing alkali liquor, the material concentrations in the concentrated alkali, mercerized light alkali and NaOH solution were measured. The different alkaline solutions were applied to cotton fabric bleaching and mercerization. The properties of the obtained fabrics were also compared and analyzed. The results show that when the mercerizing light alkali was concentrated, the concentrations of NaOH, Na₂CO₃ and Fe³⁺ increased by 107.8 g/L, 3.5 g/L and 3.6 μg/mL, respectively. In the bleaching process of pure cotton fabric, the decomposition rate of H₂O₂ by concentrated alkali solution is as high as 85.1%, which is 6.6% and 12.3% higher than that of light alkali and NaOH. For these three alkaline solutions, the whiteness value of fabric bleached with concentrated alkali liquor is the lowest. Concentrated alkali liquor can improve the capillary effect and barium value of mercerized fabric. Although the mercerization effect is slightly inferior to NaOH liquor, it meets the mercerization requirements and has the potential for application.

Key words: Alkali; Bleaching; Mercerization; Waste Water; Cotton Fabric

丝光能够赋予纤维素类织物优良的吸湿性、提高其表面光泽和尺寸稳定性, 是纤维素类织物前处理加工中的重要工序之一^[1]。棉织

物丝光是 20℃浸轧 260.0~280.0 g/L NaOH 溶液, 其废水杂质成分复杂、碱度高、处理难度大且成本高^[2]。倘若直接排放将会造成大量

无机盐浪费、水体污染、土地盐碱化, 给人们赖以生存的环境带来巨大威胁^[3]。

目前, 国内外主要通过混凝^[4]、

基金项目: 河北省青年基金项目(B2020208061); 邢台市重点研发计划(2020ZC030, 2020ZC114); 2021大学生创新创业训练计划项目(X202113409003, S202110082035, 2021026)。

作者简介: 连增帅(1998—), 男, 本科生。主要从事纺织品清洁染整加工研究。

通讯作者: 舒大武(1987—), 男, 讲师, 博士, 硕士生导师。E-mail: shudawu@126.com。

湿式氧化^[5]、电渗析^[6]、多级高效蒸发^[7]等方式处理废碱液。混凝法是将待处理废碱液中加入化学混凝剂,使杂质发生沉淀。较为常见的是先使用硫酸酸化,随后加入氯化钙,之后再凭借超微纳滤膜对废水进行回收处理^[8]。湿式氧化法是将碱液中的 Na_2S 和 Na_2CO_3 转化成 NaOH ,再实现回收利用^[9]。电渗析技术是在浓度差的驱动下,通过超微纳滤膜分析或透析,实现对丝光废碱液的处理,废水指标可以达到排放标准,但设备庞大,成本极高^[10]。多级高效蒸发技术主要采用蒸发和冷凝两种方式对丝光废碱液进行回收处理,被广泛应用于钢铁、造纸以及印染行业碱液回收再利用,能够显著提高碱液的产量和质量。现如今,很多企业将浓缩碱稀释后应用于印染加工其他环节。实际上,采用多级高效蒸发技术获得的浓缩碱含有铁离子、碳酸钠等杂质,可能会对印染加工产生较大影响,研究回收后丝光废碱液的性能,对废碱液二次利用意义重大,然而此类研究相对较少。

鉴于此,本文以多级高效蒸发回收后的浓缩碱、丝光淡碱液和 NaOH 溶液为研究对象,分析了不同丝光碱液的性能,将其应用于纯棉织物漂白和丝光工序,并对 H_2O_2 分解率、获得织物样品的白度、毛效和钡值等指标进行了对比分析,以期对丝光废碱液综合回用奠定基础。

1 试验部分

1.1 材料与仪器

织物:煮漂后纯棉织物、未漂纯棉织物(河北宁纺集团有限责任公司)。

药品:酚酞、30%过氧化氢、盐酸、氢氧化钡、对硝基酚和邻二氮菲(天津市欧博凯化工有限公司),

高锰酸钾、 NaOH 和硅酸钠(天津市科密欧化学试剂有限公司),98%硫酸(西陇科学股份有限公司),工业用渗透剂 JFC(广州市展林化工有限公司),抗坏血酸(天津市凯通化学试剂有限公司),去离子水(实验室自制),丝光废碱液(河北宁纺集团有限责任公司)。上述试剂在没有特殊标注的情况下,均为分析纯。

仪器:WBD-2 白度计(上海平轩科学仪器有限公司),HH-S4 数显恒温水浴锅(常州国字仪器制造有限公司),TD2002c 电子天平(天津天马衡基仪器有限公司),UV-5600 分光光度计(上海美普达仪器有限公司),101-3AB 电热鼓风干燥箱(天津市泰斯特仪器有限公司)。

1.2 碱液性能分析

1.2.1 NaOH 浓度

分别吸取 10.00 mL 的浓缩碱、淡碱液于烧杯中,加入去离子水稀释 10 倍,作为待测液使用。分别吸取 10.00 mL 的待测液于锥形瓶中,加入 1.00 mL 预先配制好的 100.0 g/L 氯化钡溶液,用来去除废液中 Na_2CO_3 的干扰,加入两滴酚酞指示剂。将 0.100 0 mol/L 的盐酸注入酸式滴定管中,调整液面位于零刻度线以上,将气泡排尽后开始滴定,待溶液由红色变为无色,且 30 s 不褪色后,记录消耗盐酸的体积,平行测定 3 次,取平均值。

1.2.2 Na_2CO_3 浓度

取上述 10.00 mL 待测液于锥形瓶中,加入两滴酚酞指示剂,同样用 0.100 0 mol/L 的盐酸溶液进行滴定,待溶液变为红色且 30 s 不褪色后,记录消耗盐酸的体积,平行测定 3 次,取平均值。

1.2.3 Fe^{3+}

取上述待测液 50.00 mL 于锥

形瓶中,加入 2 滴 2.5 g/L 的对硝基酚指示剂,用 0.100 0 mol/L 的盐酸溶液滴定,待溶液由黄色变为无色且 30 s 不褪色,即为滴定终点,此时加入 2.00 mL 盐酸,使其过量,随后依次加入 1.00 mL 10.0 g/L 的抗坏血酸溶液、20.00 mL pH 值为 4.0 的醋酸-醋酸钠缓冲液以及 10.00 mL 1.0 g/L 的邻二氮菲溶液,静置 10 min 后于 510 nm 处测定其吸光度,带入标准曲线方程(1)中,计算铁离子含量。

$$y=0.0027x-0.0267(R^2=0.9972) \quad (1)$$

式中: y 为吸光度; x 为 Fe^{3+} 含量, $\mu\text{g/mL}$ 。

1.3 碱液的应用

1.3.1 漂白

称取 3 块质量为 1.00 g 经过退浆、煮练的棉织物,在浴比 1:60 的情况下,加入 1.00 g 质量分数为 30%的双氧水、0.42 g 7.0 g/L 硅酸钠和 0.18 g 渗透剂 JFC。分别向漂白液中加入 4.40 mL 10.0 g/L 的 NaOH 溶液、0.74 mL 淡碱液和 0.26 mL 浓缩碱,添加去离子水使其体积保持一致,摇匀备用,其目的是将漂白液 pH 值调至 10.5~11.0。将棉织物放入漂白液中,在 $(90\pm 2)^\circ\text{C}$ 条件下漂白 60 min,随后用冷水洗然后晾干。分别在放入织物之前、漂白之后,从漂白液中取出 30.00 mL 测试 H_2O_2 分解率。

1.3.2 丝光

分别向 500.00 mL 去离子水、丝光淡碱、浓缩碱液中加入 125.00 g、97.85 g 和 43.95 g NaOH ,配制成浓度为 250.0 g/L 的丝光液备用。随后按照文献[11]所述的方法对棉织物进行丝光处理。

1.4 性能指标

1.4.1 H_2O_2 分解率

首先,配制浓度为 6.000 0 mol/L

的硫酸溶液。用移液管分别移取 10.00 mL H_2O_2 漂液和 20.00 mL 硫酸溶液于锥形瓶中,用 0.100 0 mol/L 高锰酸钾溶液进行滴定,边滴边摇,并观察溶液颜色的变化。当滴入最后 1 滴高锰酸钾溶液时,溶液颜色恰好由无色变为微红色时(即为终点),记录消耗高锰酸钾的体积,平行测定 3 次,取平均值。计算见式(2)。

$$\text{双氧水分解率} = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100\% \quad (2)$$

式中: m_1 为漂前双氧水的质量浓度; m_2 为漂后双氧水的质量浓度。

1.4.2 白度

测试样品时首先将白度仪开机预热 30 s,将黑板调零和白板调至标准白度。将漂白后的织物折叠 4 层,放置在白度仪的测试孔处,测试织物白度,测定 5 次求均值。

1.4.3 钡值

称取氢氧化钡 5.00 g,放入 100.00 mL 的烧杯中,加入去离子水,搅拌溶解后移入 500.00 mL 容量瓶中,配制成浓度为 0.125 0 mol/L 的氢氧化钡溶液。蒸箱提前加热至 110 $^{\circ}\text{C}$,然后准备未丝光布、氢氧化钠丝光布、淡碱液丝光布和浓缩碱丝光布各两份,剪成约 5 mm $\times$ 5 mm 的小碎布。准确称取 0.50 g,分别放入锥形瓶中,将碎布烘 2 h 后取出,放至室温。加入 30.00 mL 0.125 0 mol/L 的氢氧化钡溶液,浸泡 2 h,并不断摇动。再取两个锥形瓶,加入 30.00 mL 氢氧化钡溶液,放置 2 h,做空白试验。分别从每个瓶中吸取 10.00 mL 浸渍液放入锥形瓶中,加约 2.00 g 的酚酞指示剂,用浓度为 0.100 0 mol/L 的盐酸标准溶液进行滴定,当滴入最后 1 滴盐酸时,溶液颜色恰好由红色变为无色时即为终点;分别记录消耗盐酸的体积,平行测

定 3 次,取平均值,并按式(3)计算钡值。

$$\text{钡值} = \frac{V_0 - V_1}{V_0 - V_2} \times 100\% \quad (3)$$

式中: V_0 代表空白试验消耗盐酸溶液体积, mL; V_1 代表丝光试样浸渍液消耗盐酸溶液体积, mL; V_2 代表未丝光试样浸渍液消耗盐酸溶液体积, mL。

1.4.4 毛细效应

将 30 cm $\times$ 5 cm 织物用重物垂直悬挂,给予织物一定的张力,分别取 3 个装满 500 mL 水的烧杯,使织物一端被液体浸湿,30 min 后(室温),测量水在织物上沿毛细管上升的高度,以此表征织物的毛效,每块试样测试 3 次,取平均值。

2 结果与讨论

丝光废碱液中含有的 NaOH、 Na_2CO_3 、 Fe^{3+} 等物质均会对其回用造成干扰,为探究影响规律,分别使用多级高效蒸发回收后浓缩碱、丝光淡碱液和 NaOH 对织物进行丝光和漂白处理,以 H_2O_2 分解率、织物白度、丝光钡值和毛细效应作为评价指标进行对比分析。

2.1 碱液性能

丝光废碱液的性能严重影响其对织物的处理效果。不同碱液的外观形貌和性能指标如图 1 和表 1 所示。



图 1 不同碱液颜色

由图 1 可知,由废液颜色观察,

浓缩碱和淡碱液都呈黄色,但浓缩碱色度较淡碱液的色度深,NaOH 呈无色透明状。由表 1 可知,NaOH 浓度为 250.0 g/L,由于未向溶液中加入其他物质, Fe^{3+} 、 Na_2CO_3 含量均为 0。经计算,浓缩碱和淡碱液中 NaOH 含量分别为 162.1 g/L 和 54.3 g/L, Na_2CO_3 含量分别为 5.2 g/L 和 1.7 g/L, Fe^{3+} 含量经测定吸光度值带入公式计算后结果分别为 20.3 $\mu\text{g/mL}$ 和 16.7 $\mu\text{g/mL}$ 。经过 4 次浓缩蒸发后,浓缩碱中 NaOH、 Na_2CO_3 和 Fe^{3+} 浓度分别是淡碱液的 2.98、3.06 和 1.22 倍。

2.2 H_2O_2 分解率

H_2O_2 常用于漂白工序中,它的分解率可反映出废液中 Fe^{3+} 的影响规律,分解率如表 2 所示。

由表 2 可知,使用 NaOH 漂白棉织物的 H_2O_2 分解率最低,数值为 72.8%,丝光淡碱液和浓缩碱对应的 H_2O_2 分解率较 NaOH 分别提高了 5.7% 和 12.3%,表明在棉织物漂白过程中,使用丝光淡碱液和浓缩碱会加快 H_2O_2 分解,其主要原因在于废碱液中含有 Fe^{3+} 离子会加速 H_2O_2 分解。

2.3 织物白度

织物白度是评价漂白效果的依据,为探讨不同碱液对织物白度的影响,在其他条件不变的情况下,分别加入 NaOH、浓缩碱和淡碱液进行漂白处理,随后按照白度测试方法对白度进行测试,结果如表 3 所示。

由表 3 可知,原布的白度为 57.6%。经过 NaOH、丝光淡碱液、浓缩碱处理之后棉织物的白度较

表 1 碱液性能分析

项目	NaOH/(g $\cdot$ L $^{-1}$)	Na_2CO_3 /(g $\cdot$ L $^{-1}$)	Fe^{3+} /($\mu\text{g}\cdot\text{mL}^{-1}$)
NaOH	250.0	0	0
淡碱液	54.3	1.7	16.7
浓缩碱	162.1	5.2	20.3

表2 碱剂种类对 H₂O₂ 分解率的影响

项目	H ₂ O ₂ 分解率/%
NaOH	72.8
淡碱液	78.5
浓缩碱	85.1

表3 碱剂种类对织物白度的影响

项目	白度/%
原布	57.6
NaOH	76.8
淡碱液	72.8
浓缩碱	71.6

原布的分别提高了 19.2%、14.0%、15.2%，表明丝光淡碱液和浓缩碱用于棉织物漂白时可以显著提高织物白度。淡碱液和浓缩碱对应织物的白度较 NaOH 分别降低 4.0% 和 5.2%，浓缩碱液的白度最差，NaOH 的白度最佳。漂白实际上是对棉织物色素中发色基团的破坏，H₂O₂ 分解情况与漂白效果紧密相关。丝光淡碱液和浓缩碱加速 H₂O₂ 分解，使得漂白效果降低，因此白度较差。

2.4 丝光钡值

钡值衡量丝光程度大小，钡值越大，丝光效果越高。为探讨碱剂种类对丝光性能的影响，按照试验 1.3.2 所述方法对纯棉织物进行丝光处理，结果如表 4 所示。

表4 碱剂种类对丝光钡值的影响

项目	钡值
原布	—
NaOH	250
淡碱液	210
浓缩碱	230

由表 4 可知，使用淡碱液、浓缩碱液丝光棉织物的钡值分别为 210 和 230，分别较 NaOH 溶液丝光降低了 40 和 20，丝光效果均能满足钡值(大于 135)的要求，具备

工业应用的潜力。棉织物丝光本质是水分子被钠离子带入纤维内部，使纤维发生不可逆溶胀，丝光淡碱液和浓缩碱液丝光钡值略低，可能归因于碱液放置在空气中会吸收 CO₂ 产生碳酸根离子，碳酸根会使钠离子水化所需水分子减少，导致带入纤维内部的水分子数量减少，纤维溶胀程度降低。

2.5 毛效测定

毛效是评价丝光效果的另一指标，会影响棉织物吸湿溶胀性能，试验测试了 3 种织物的毛效，结果如表 5 所示。

表5 碱剂种类对织物毛效的影响

织物种类	30 min 毛效/cm
原布	6.6
NaOH	8.6
淡碱液	8.1
浓缩碱	8.4

由表 5 可知，原布毛效较差，测试 30 min 时，水在织物上沿毛细管上升的高度仅为 6.6 cm。经过丝光后的棉织物，水在淡碱液处理织物上沿毛细管上升的高度为 8.1 cm，比水在浓缩碱和 NaOH 处理织物的高度分别降低 0.3 cm 和 0.5 cm，该差异的主要原因在于丝光程度的不同。3 种碱剂丝光棉织物 30 min 毛效均高于 8.0 cm，满足印染加工需要。

3 结论

3.1 丝光淡碱液经过四级浓缩蒸发后，NaOH、Na₂CO₃ 和 Fe³⁺ 浓度分别是淡碱液的 2.98、3.06 和 1.22 倍。

3.2 用于织物漂白处理时，淡碱液和浓缩碱对应织物的白度较 NaOH 分别降低 4.0% 和 5.2%。与 NaOH 溶液相比，丝光淡碱液和浓缩碱将 H₂O₂ 分解率分别提高了 5.7% 和 12.3%。

3.3 使用浓缩碱液丝光棉织物的 30 min 毛效和钡值分别较淡碱液提高了 0.3 cm 和 20，比 NaOH 丝光织物的略低，但毛效和钡值均满足丝光要求。

参考文献

- [1]王宏,李晓春,王墨涛,等.棉织物的湿布丝光工艺[J].印染,2016,42(17):20-22.
- [2]齐普荣,王光辉,于荣.TiO₂ 光催化氧化处理偶氮染料废水的研究进展[J].化工环保,2007(1):32-36.
- [3]李燕,卢楠.土地盐碱化成因及整治对策研究[J].河南农业,2021(8):61-62.
- [4]任晓晶,刘丹,吴月,等.混凝-纳滤集成工艺深度处理脱墨废水[J].环境工程学报,2014,8(1):43-47.
- [5]段小清,曹雪,李倩,等.有机化工废水处理技术探析[J].当代化工研究,2021(9):120-121.
- [6]张浩红.电渗析系统在粘胶纤维生产中碱液回收的探讨[J].山东工业技术,2019(9):31.
- [7]任占胜,周婷婷.机械式蒸汽再压缩蒸发和三效蒸发的计算机模拟[J].化工生产与技术,2021,27(2):40-42.
- [8]BES-PI A, MENDOZA-ROCA J A, ALCAINA-MIRANDA I, et al. Combination of physico-chemical treatment and nano-filtration to reuse wastewater of a printing, dyeing and finishing textile industry[J].Desalination,2003,157(1):73-80.
- [9]吴林美,杜龙弟,李向富,等.乙烯废碱液再生回用的可行性研究[J].现代化工,2006(2):350-352.
- [10]黄成杰.电渗析法精制回收粘胶纤维压榨碱液[J].氯碱工业,1994(10):28-30.
- [11]刘子婧.丝光废碱液中 CO₃²⁻ 的去除及应用研究[D].天津:天津工业大学,2019.

收稿日期 2022年2月15日