

涤黏氨混合产品不同定量方法效果分析

刘丽¹, 秦满杏²

(1. 天纺标检测认证股份有限公司, 天津 300000;

2. 天津市产品质量监督检测技术研究院 纺织纤维检验中心, 天津 300010)

摘要: 为了筛选出最优的涤黏氨混合产品定量方法, 设计6种定量方案分别进行测试。然后用核查样品对优选的方案进行复现性测试, 并用 t 检验对测试数据进行分析。结果表明, 涤黏氨混合产品宜采用物理、化学相结合的定量方案, 即先采用物理法拆分氨纶, 再用75.0%硫酸溶解黏胶纤维的定量方法, 定量结果数据稳定。

关键词: 涤纶; 黏胶纤维; 氨纶; 纤维含量; 定量分析; 拆分法; 化学法

中图分类号: TS 107 **文献标志码:** B **文章编号:** 1000-4033(2021)11-0077-04

Effect Analysis of Different Quantitative Methods for Polyester Viscose Ammonia Mixed Products

Liu Li¹, Qin Manxing²

(1. Tianfang Standard Testing & Certification Co., Ltd., Tianjin 300000, China;

2. Textile Fiber Inspection Center, Tianjin Product Quality Supervision and Testing Technology Research Institute, Tianjin 300010, China)

Abstract: In order to screen out the optimal quantitative method for polyester viscose ammonia mixed products, six quantitative methods were designed and tested respectively. Then, the recurrence test of the preferred scheme was carried out with verified samples, and the test data were analyzed with T test. It is concluded that the quantitative scheme of physical and chemical combination should be adopted for the polyester viscose ammonia mixture product, that is, the quantitative method of physical separation of spandex and dissolution of viscose fiber with 75.0% sulfuric acid was adopted, and the quantitative data was stable.

Key words: Polyester; Viscose Fiber; Spandex; Fiber Content; Quantitative Analysis; Splitting Method; Chemical Method

随着面料生产工艺水平的不断提高, 面料成分越来越趋向于复杂化, 面料成分检测手段的不断增多, 使得相同多组分面料可能存在不同的定量分析方法, 而选用不同方法可能会导致检测结果存在差异^[1-6]。涤黏氨混合产品作为一种常见服装成分搭配, 在服装市场上深受消费者青睐, 如潘玉明^[7]采用多组分纱线开发吸湿发热针织内衣, 邓煜^[8]开发多组分多色蕾丝弹

性面料。对于这类面料常用的定量方法包括物理法^[9-11]、化学法和物理化学结合法, 而每种方法因选用的定量顺序不同、化学试剂不同、试验条件差异、损伤系数不同, 会导致结果存在一定的风险^[12-13]。

本文针对涤黏氨混合产品采用6种定量方案进行定量研究, 分析不同定量方法对定量结果的影响程度, 并采用 t 检验对定量方案的复现性进行分析, 为纤维成分科

研人员推荐最优定量方案。

1 试验部分

1.1 材料及仪器

样品: 涤黏氨弹力纱一卷, 漂白涤黏氨纬平针织面料(标称成分为涤纶 82.1%、黏胶 14.4%、氨纶 3.5%), 黑色涤黏氨纬平针织面料(标称成分为涤纶 62.2%、黏胶 33.3%、氨纶 4.5%)。

试剂: 75.0%硫酸, 99.5%二甲基甲酰胺(DMF), 20.0%盐酸(密度

作者简介: 刘丽(1983—), 女, 工程师。主要从事纺织技术应用研究及信息咨询服务工作。

为 1.100 g/mL),稀氨水溶液,稀乙酸溶液。以上试剂均为广州化学试剂厂生产。

仪器:UF110 型烘箱(德国 Memmert 公司),SPH-110×12 往复恒温振荡水浴摇床(上海世平实验设备有限公司),TB-214 型电子天平(德国赛多利斯公司,精度为 0.1 mg),GM-1.0A 隔膜真空泵(天津市津腾试验设备有限公司),玻璃砂芯坩埚(微孔直径为 90~150 μm,容量为 30 mL),干燥器(装有变色硅胶),250 mL 具塞三角烧瓶。

1.2 试验方案

涤黏氨混纺产品定量分析方法按照是否使用化学试剂可分为物理法和化学溶解法^[14-16]。物理法就是用手将不同组分纤维人为拆解出来,计算各组分含量;而化学溶解定量则是根据不同纤维耐受化学试剂的程度,选用一定浓度的试剂,在一定的温度和溶解时间等条件下,按照顺序先后溶解去除不同的纤维,根据差量和损伤计算各组分的含量。因为物理法和化学溶解法都有一定的弊端,有时也会选择物理拆分法和化学溶解法相结合的方案提升检测准确性和测试效率。

本文针对相同样品设计不同定量方案,见表 1。

2 结果与讨论

2.1 质量损失测试

选用涤纶、黏胶纤维贴衬和氨纶进行损伤系数测试,分别用 DMF 法、20.0%盐酸法、75.0%硫酸法进行 10 次重复测试,计算质量损失系数,结果见表 2,对本方案中定量方法的质量损失系数进行确认。

从表 2 中可以看出,DMF 法试验条件下,对涤纶没有损伤,对黏胶纤维有一定损伤,修正系数为 1.01;75.0%硫酸法可以完全溶解

表 1 相同样品不同定量方案设计

定量方案	试验步骤	标准依据
方案 1	先手工从弹力纱中分离出黏胶纤维、涤氨,然后再将氨纶从涤氨中分离出来,烘干、称取质量、计算	FZ/T 01101—2008《纺织品 纤维含量的测定 物理法》
方案 2	先手工从弹力纱中分离出黏胶纤维、涤氨,烘干、称取质量后,将涤氨用 75.0%硫酸溶解去除氨纶,剩余涤纶,烘干、称取质量、计算	FZ/T 01101—2008、GB/T 2910.11—2009《纺织品 定量化学分析 第 11 部分:纤维素纤维与聚酯纤维的混合物(硫酸法)》
方案 3	先手工从弹力纱中分离出氨纶、涤黏,烘干、称取质量后,将涤黏用 75.0%硫酸溶解去除黏胶纤维,剩余涤纶,烘干、称取质量、计算	FZ/T 01101—2008、GB/T 2910.11—2009
方案 4	先用 DMF 溶解去除氨纶,烘干、称取质量后,再用 75.0%硫酸溶解去除黏胶纤维,剩余涤纶,烘干、称取质量、计算	FZ/T 01095—2002《纺织品 氨纶产品纤维含量的试验方法》、GB/T 2910.11—2009
方案 5	先用 20.0%盐酸溶解去除黏胶纤维,烘干、称取质量后,再用 75.0%硫酸溶解去除氨纶,剩余涤纶,烘干、称取质量、计算	GB/T 38015—2019《纺织品 定量化学分析 氨纶与某些其他纤维的混合物》、GB/T 2910.11—2009
方案 6	先用 20.0%盐酸溶解去除黏胶纤维,烘干、称取质量后,再用 DMF 溶解去除氨纶,剩余涤纶,烘干、称取质量、计算	GB/T 38015—2019、FZ/T 01095—2002

表 2 不同定量方法对纤维的损伤系数测试结果

测试方法	纤维种类	损伤系数										平均值
DMF 法	涤纶	1.00	1.00	1.00	1.01	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	黏胶纤维	1.01	1.02	1.01	1.01	1.01	1.02	1.01	1.01	1.01	1.01	1.01
	氨纶	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S
75.0%硫酸法	涤纶	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	黏胶纤维	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S
	氨纶	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S
20.0%盐酸法	涤纶	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
	黏胶纤维	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S	S
	氨纶	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00

注:S 代表在试验条件下纤维全部溶解。

掉黏胶纤维和氨纶,对涤纶无损伤;20.0%盐酸法可以完全溶解掉黏胶纤维,对氨纶和涤纶无损伤。

2.2 不同方案测试结果对比

6 种定量方案测得涤纶、黏胶、氨纶含量见表 3。

从表 3 中可以看出,方案 1 涤

纶实测含量在 55.4%~55.6%,最大允差 0.2%;黏胶纤维实测含量在 41.9%~42.2%,最大允差 0.3%;氨纶实测含量在 2.3%~2.6%,最大允差 0.3%。方案 2 涤纶实测含量在 55.0%~55.7%,最大允差 0.7%;黏胶纤维实测含量在 41.8%~42.3%,

表 3 6 种定量方案涤纶、黏胶、氨纶含量测试结果

%

次数	方案 1			方案 2			方案 3			方案 4			方案 5			方案 6		
	涤纶	黏胶	氨纶	涤纶	黏胶	氨纶	涤纶	黏胶	氨纶	涤纶	黏胶	氨纶	涤纶	黏胶	氨纶	涤纶	黏胶	氨纶
1	55.5	42.0	2.5	55.3	42.0	2.7	55.7	41.8	2.5	55.2	41.6	3.2	55.4	41.2	3.4	53.8	42.8	3.4
2	55.4	42.1	2.5	55.4	42.2	2.4	55.2	42.3	2.5	56.0	41.1	2.9	55.3	40.7	4.0	54.0	42.1	3.9
3	55.5	42.1	2.4	55.7	42.0	2.3	55.3	42.3	2.4	55.2	41.8	3.0	55.8	40.6	3.6	53.2	43.3	3.5
4	55.6	42.0	2.4	55.2	42.1	2.7	55.0	42.6	2.4	55.1	41.5	3.4	55.0	42.2	2.8	55.1	41.6	3.3
5	55.5	42.2	2.3	55.0	42.2	2.8	55.1	42.5	2.4	55.5	41.2	3.3	54.1	42.6	3.3	53.9	42.5	3.6
6	55.5	41.9	2.6	55.3	42.3	2.4	55.3	42.2	2.5	54.6	41.9	3.5	54.3	41.9	3.8	52.6	43.9	3.5
7	55.5	42.0	2.5	55.4	41.8	2.8	55.4	42.1	2.5	54.9	42.0	3.1	55.9	40.5	3.6	55.7	41.3	3.0
8	55.6	41.9	2.5	55.6	42.1	2.3	55.0	42.5	2.5	55.0	41.2	3.8	54.6	41.9	3.5	52.0	44.2	3.8
9	55.4	42.0	2.6	55.2	42.0	2.8	55.3	42.2	2.5	54.9	41.7	3.4	55.2	41.4	3.4	54.4	43.2	2.4
10	55.4	42.1	2.5	55.5	42.0	2.5	55.5	42.0	2.5	55.3	41.5	3.2	55.4	41.7	2.9	54.0	42.5	3.5
平均值	55.5	42.0	2.5	55.4	42.0	2.6	55.3	42.2	2.5	55.2	41.5	3.3	55.1	41.5	3.4	53.9	42.7	3.4

最大允差 0.5%；氨纶实测含量在 2.3%~2.8%，最大允差 0.5%。方案 3 涤纶实测含量在 55.0%~55.7%，最大允差 0.7%；黏胶纤维实测含量在 41.8%~42.6%，最大允差 0.8%；氨纶实测含量 2.4%~2.5%，最大允差 0.1%。方案 4 涤纶实测含量在 54.9%~56.0%，最大允差 1.1%；黏胶纤维实测含量在 41.1%~42.0%，最大允差 0.9%；氨纶实测含量在 2.9%~3.8%，最大允差 0.9%。方案 5 涤纶实测含量在 54.1%~55.9%，最大允差 1.8%；黏胶纤维实测含量在 40.5%~42.6%，最大允差 2.1%；氨纶实测含量在 2.8%~4.0%，最大允差 1.2%。方案 6 涤纶实测含量在 52.0%~55.7%，最大允差 3.7%；黏胶纤维实测含量在 41.3%~44.2%，最大允差 2.9%；氨纶实测含量在 2.4%~3.9%，最大允差 1.5%。

分析可知，方案 1 是手工拆分法，试验数据比较接近真实值，方案 2 和方案 3 的测试数据接近方案 1，说明 75.0%硫酸对涤纶没有损伤，测试数据比较稳定。方案 1 手工拆分法虽然测试结果最接近真实值，但是取决于样品的拆分难易程度，若是涤黏混纺样品，将无法按照方案 1 和方案 2 进行试验，

而方案 4 是目前定量用得比较普遍的方案，氨纶的试验数据偏大，说明 DMF 法除了对黏胶纤维有一定的损伤外，还对样品有一定的剥色作用，会导致氨纶含量偏高。从试验方案适用性和结果准确性考虑，涤黏氨混合产品定量方案推荐采用方案 3，即先手工拆分出氨纶后，再用 75.0%硫酸溶解去除黏胶纤维，剩余涤纶。

2.3 重现性测试

优选方案 3 对试验室两个质控样品漂白涤黏氨纬平针织面料

(标称成分涤纶 82.1%、黏胶 14.4%、氨纶 3.5%)、黑色涤黏氨纬平针织面料(标称成分为涤纶 62.2%、黏胶 33.3%、氨纶 4.5%)分别进行 10 次重复性测试，样品均不进行预处理，测试方法适用性和重现性，测试数据见表 4。 t 检验结果见式(1)—式(6)，其中 u 为标称值。

从计算结果可知， $t_{\text{涤}1}=1.09<t_{0.05(9)}=2.26$ ， $t_{\text{黏}1}=1.13<t_{0.05(9)}=2.26$ ， $t_{\text{氨}1}=0<t_{0.05(9)}=2.26$ ； $t_{\text{涤}2}=1.98<t_{0.05(9)}=2.26$ ， $t_{\text{黏}2}=2.04<t_{0.05(9)}=2.26$ ， $t_{\text{氨}2}=0<t_{0.05(9)}=2.26$ 。根据 t 检验^[17]结果可判

表 4 两块不同面料的重现性测试数据

测试次数	实测含量/%					
	漂白涤黏氨纬平针织面料			黑色涤黏氨纬平针织面料		
	$P_{\text{涤}1}$	$P_{\text{黏}1}$	$P_{\text{氨}1}$	$P_{\text{涤}2}$	$P_{\text{黏}2}$	$P_{\text{氨}2}$
1	81.8	14.7	3.5	62.4	33.3	4.3
2	81.9	14.7	3.4	62.0	33.6	4.4
3	81.9	14.7	3.4	61.8	33.8	4.4
4	82.4	14.1	3.5	61.4	34.1	4.5
5	82.0	14.4	3.6	62.2	33.4	4.4
6	81.4	15.0	3.6	61.9	33.5	4.6
7	82.3	14.3	3.4	62.3	33.1	4.6
8	82.2	14.2	3.6	62.3	33.2	4.5
9	82.0	14.5	3.5	61.7	33.8	4.5
10	81.7	14.7	3.6	61.8	33.6	4.6
平均值 $\bar{P}$	82.0	14.5	3.5	62.0	33.5	4.5
标准偏差 S	0.29	0.28	0.08	0.32	0.31	0.10

$$t_{\text{涤}1} = \frac{|\overline{P}_{\text{涤}1} - u| \sqrt{n}}{S_{\text{涤}1}} = \frac{|82.0 - 82.1| \sqrt{10}}{0.29} = 1.09 \quad (1)$$

$$t_{\text{黏}1} = \frac{|\overline{P}_{\text{黏}1} - u| \sqrt{n}}{S_{\text{黏}1}} = \frac{|14.5 - 14.4| \sqrt{10}}{0.28} = 1.13 \quad (2)$$

$$t_{\text{氨}1} = \frac{|\overline{P}_{\text{氨}1} - u| \sqrt{n}}{S_{\text{氨}1}} = \frac{|3.5 - 3.5| \sqrt{10}}{0.08} = 0 \quad (3)$$

$$t_{\text{涤}2} = \frac{|\overline{P}_{\text{涤}2} - u| \sqrt{n}}{S_{\text{涤}2}} = \frac{|62.0 - 62.2| \sqrt{10}}{0.32} = 1.98 \quad (4)$$

$$t_{\text{黏}2} = \frac{|\overline{P}_{\text{黏}2} - u| \sqrt{n}}{S_{\text{黏}2}} = \frac{|33.5 - 33.3| \sqrt{10}}{0.31} = 2.04 \quad (5)$$

$$t_{\text{氨}2} = \frac{|\overline{P}_{\text{氨}2} - u| \sqrt{n}}{S_{\text{氨}2}} = \frac{|4.5 - 4.5| \sqrt{10}}{0.10} = 0 \quad (6)$$

定,测试值与真实值之间差异不显著,说明方案3测试方法在数据稳定性和重现性上完全满足 GB/T 2910.2—2009《纺织品 定量化学分析 第2部分:三组分纤维混合物》标准的要求。

2.4 分析与讨论

从测试结果来看,6种方案中方案1最优,方案2、方案3和方案4次之,方案5和方案6最差。拆分法结果优于化学法,75.0%硫酸法优于DMF法,这是因为75.0%硫酸可以较好地溶解去除氨纶和黏胶纤维,且不会对涤纶造成损伤,而DMF法除了可溶解去除氨纶外,对黏胶纤维会产生一定的损伤,若试样颜色较深时,也会有一定的剥色作用,造成测得的氨纶含量偏高。

从测试适用性来看,方案1、方案2和方案3均用到物理拆分法,其中从混合物中分离出黏胶纤维和涤纶完全取决于测试样品的状态,仅适用于包芯纱;因为氨纶的特点,大多数氨纶产品均可以物理拆分出氨纶,因此方案3的适用性比方案1和方案2广。

从结果复现性上看,方案1—方案4结果复现性较好,最大允差1.1%,基本符合平行样允差测试要

求;方案5和方案6复现性较差,涤纶最大允差3.7%,黏胶纤维最大允差2.9%,氨纶最大允差1.5%,已完全超出平行样1.0%的允差要求。说明在混合产品中,用20.0%盐酸溶解去除黏胶纤维时,因产品的紧密程度会造成黏胶纤维溶解不充分,导致定量结果不稳定。

方案3采用手工拆分法结合化学溶解法,测试结果复现性和适用性良好,几乎不受样品颜色和织物组织结构的影响,这是因为拆分法将低含量氨纶受其他因素的影响降到最低,而用75.0%硫酸法时,试验条件受其他因素影响较小,结果比较稳定。根据 t 检验可判定,方案3测试值与真实值之间差异不显著,方案适用性好,因此推荐使用方案3。

3 结束语

涤黏氨混合产品宜采用物理、化学相结合的定量方案,即先物理法分解出氨纶后,再用75.0%硫酸溶解去除黏胶纤维剩余涤纶,该定量方案效果佳、复现性好。

参考文献

- [1]韩玉洁,葛传兵,李智,等.二组分氨纶混纺产品定量化学分析方法[J].天津纺织科技,2019(6):39-42.
- [2]刘智德.纤维素纤维与氨纶织物定

量分析探讨[J].天津纺织科技,2020(3):40-42.

[3]孙学艳,马丽君,崔红梅.涤氨织物定量分析方法的探讨[J].天津纺织科技,2020(4):42-44.

[4]许艳,周衡书,徐国强,等.棉、黏胶、氨纶弹力织物成分含量测试方法探讨[J].天津纺织科技,2020(6):40-42.

[5]方方.黏胶与氨纶交织物定量分析方法探讨[J].针织工业,2018(7):67-72.

[6]徐杰,李伟坤,陈颂伟,等.纤维素纤维/氨纶交织产品纤维定量分析方法比较[J].现代纺织技术,2018,26(1):45-48.

[7]潘玉明.多组分吸湿发热针织内衣面料开发[J].针织工业,2016(11):1-3.

[8]邓煜.多组分多色蕾丝弹性面料的染整加工[J].针织工业,2016(4):34-37.

[9]李莹.丝光棉/再生纤维素纤维混纺织物的定量分析研究[D].上海:东华大学,2011.

[10]徐杰,区棋铭,马国阳,等.黏氨织物近红外光谱定量分析建模及验证[J].针织工业,2021(10):68-70.

[11]徐杰,陈海宏,杨清,等.红外光谱法测定黏胶/氨纶织物的纤维含量[J].上海纺织科技,2021,49(2):54-56.

[12]巩彦如,梁志会.含氨纶产品定量化学分析方法的比较[J].中国纤检,2014(13):42-43.

[13]陈义,于菲.多组分涤纶/粘胶产品中纤维含量的测定[J].上海纺织科技,2010,38(2):51-52.

[14]GB/T 38015—2019 纺织品 定量化学分析 氨纶与某些其他纤维的混合物[S].

[15]FZ/T 01101—2008 纺织品 纤维含量的测定 物理法[S].

[16]GB/T 2910.11—2009 纺织品 定量化学分析 第11部分:纤维素纤维与聚酯纤维的混合物(硫酸法)[S].

[17]JJF 1059—1999 测量不确定度评定与表示[S].

收稿日期 2021年3月11日