

DSC定量分析纤维素纤维与涤纶混纺织物

郑少明¹, 林丽¹, 潘晖¹, 施点望¹, 江珊珊¹, 张杰^{2,3}

(1.福建省纤维检验局 福建省纺织产品检测技术重点实验室, 福建 福州 350000;

2.新材料界面科学与工程教育部重点实验室, 山西 太原 030024;

3.太原理工大学 材料科学与工程学院, 山西 太原 030024)

摘要: 常规化学溶解法定量分析纤维素纤维与涤纶混纺织物存在环境污染、威胁试验者身体等问题。文中采用DSC定量分析纤维素纤维与涤纶混纺织物,探讨了涤纶质量与热焓之间的关系,并对不同类型的纤维素纤维与涤纶混纺织物分别采用75%硫酸法和DSC法对涤纶含量进行定量分析。结果表明,涤纶的质量与热焓之间具有良好的线性关系,可使用DSC对纤维素纤维与涤纶混纺织物进行定量分析,该方法具有方便快捷、无污染的优点,具有推广意义。

关键词: 纤维素纤维; 涤纶; 混纺织物; 75%硫酸法; DSC法

中图分类号: TS 107

文献标志码: B

文章编号: 1000-4033(2019)04-0070-03

DSC Based Quantitative Analysis of Cellulose and Polyester Blend Fabric

Zheng Shaoming¹, Lin Li¹, Pan Hui¹, Shi Dianwang¹, Jiang Shanshan¹, Zhang Jie^{2,3}

(1.Fujian Provincial Key Laboratory of Textiles Inspection Technology, Fujian Provincial Fiber Inspection Bureau, Fuzhou, Fujian 350000, China;

2.Key Laboratory of Interface Science and Engineering in Advanced Materials, Ministry of Education, Taiyuan University of Technology, Taiyuan Shangxi 030024, China;

3.College of Materials Science and Engineering, Taiyuan University of Technology, Taiyuan Shangxi 030024, China)

Abstract: The conventional chemical dissolution method can quantitatively analyze cellulose and polyester blended fabric, but which is harmful to environment and the tester body. This paper quantitatively analyzed the cellulose and polyester blended fabric by DSC, and discussed the relationship between polyester content and heat enthalpy, and different types of cellulose fiber and polyester blended fabrics are treated by 75% sulfuric acid method and DSC method respectively. The results show that there is a good linear relationship between the mass of polyester and enthalpy, the quantitative analysis of cellulose and polyester blended fabric can be carried out by DSC, and DSC testing method has the advantages of convenience, no pollution and promotion significance.

Key words: Cellulose Fiber; Polyester; Blend Fabric; 75% Sulfuric Acid; DSC Testing Method

GB/T 2910—2009《纺织品定量化学分析》对纤维素纤维与涤纶混纺织物给出了相对应的化学定量分析方法,但采用化学分析方法进行定量分析一方面对人体和环境有一定的伤害,另一方面通常需

要烘干、溶解和称量等数个步骤,耗时较长,而且在日常试验中还会遇到很多样品需要去除涂层等前处理,而这些前处理通常会对样品造成一定的损伤,影响试验结果的准确性。

差示扫描量热法(DSC)是一种热分析法,指在程序控温和一定气氛下,测量流入流出试样和参比物的热流或输给试样和参比物的加热功率与温度或时间关系的一种技术^[1]。差示扫描量热仪记录到的

作者简介: 郑少明(1986—),男,工程师,硕士。主要从事纺织品检测工作。

曲线称 DSC 曲线。以样品吸热或放热的速率,即热流率(mW,毫瓦)为纵坐标,以温度 T 或时间 t 为横坐标,可以测定多种热力学和动力学参数,例如比热容、反应热等。DSC 法具有使用温度范围宽(温度为-175~550 ℃)、分辨率高、试样用量少、分析速度快等优点。

由于涤纶的熔点为 255~260 ℃,其在升温过程中必然会在这一温度范围出现吸热峰,熔融热焓与质量之间有一定的关系,而纤维素纤维在该温度范围没有吸热峰出现,因此可以利用 DSC 定量分析纤维素纤维与涤纶混纺织物。

1 试验

1.1 试验材料及仪器

试剂:75%硫酸。

仪器:干燥烘箱[能保持温度为(105±3) ℃];分析天平(精度 0.000 2 g),水浴恒温振荡器[能保持三角烧瓶温度为(50±5) ℃],Perkin-Elmer DSC 8000 差示扫描量热分析仪。

1.2 试验方法

选取不同比例不同组织结构的纤维素纤维与涤纶混纺样品分别进行 75%硫酸法和 DSC 法测试,对比两种方法所得结果差异。

1.2.1 75%硫酸法

按照 GB/T 2910.1—2009《纺织品 定量化学分析 第一部分:试验通则》规定的通用程序对试样进行预处理、烘干、称量^[2]。把准备好的试样放入三角烧瓶中,加入 75%硫酸完全浸润后,在(50±5) ℃的水浴恒温振荡器中放置 1 h,每隔 10 min 摇晃一次^[3]。将纤维素纤维完全溶解后,将剩余的涤纶洗涤、中和、烘干、冷却、称量。根据公式(1)计算得出涤纶的净干含量。

$$P_1 = \frac{100m_1d}{m_0} \times 100\% \quad (1)$$

式中: P_1 为涤纶的净干含量,%; m_0

为试样的干燥质量,g; m_1 为涤纶的干燥质量,g; d 为涤纶的质量修正系数,为 1.00。

1.2.2 DSC 法

试验参数:氮气保护流速为 20 mL/min,升温速率为 30 ℃/min,升温范围为 105~300 ℃。

试验步骤:精确称量经过烘干、冷却后的试样 3~5 mg,将称好的试样装入铝制样品盘,盖上样品盘盖并用压片机压制密封,将压制好的样品盘放入样品炉中,同时在参比炉中放入压制好的空皿,盖好炉盖。打开仪器操作软件中的方法编辑器,将试验参数录入方法编辑器,待仪器稳定后开始试验。试验结束后对 DSC 曲线进行分析,得出涤纶的热焓值,根据公式(2)、公式(3)计算得出涤纶的净干含量。

$$m_2 = \frac{\Delta H + 2.063}{53.16} \quad (2)$$

$$P_2 = \frac{100m_2}{m} \times 100\% \quad (3)$$

式中: P_2 为涤纶净干含量,%; m 为试样干燥质量,g; m_2 为涤纶干燥质量,g; ΔH 为涤纶的热焓值,J/g。

2 结果与讨论

2.1 线性关系的确定

以贴衬布为标准样,使用哈氏切片器将贴衬布料切割成小于 1 mm 的碎段,备样前对试样进行烘干处理,称取不同质量的试样进行备样,分别进行 DSC 测试,所得结果见表 1 和图 1。

由图 1 可知,涤纶质量与热焓具有良好的线性关系,根据其线性关系,可以通过测试样品中涤纶的热焓值来计算其质量,进而计算出涤纶在样品中的含量。

2.2 75%硫酸法和 DSC 法定量分析测试

对比 75%硫酸法和 DSC 法定量分析纤维素纤维与涤纶混纺织

表 1 涤纶线性关系测试结果

编号	质量/mg	热焓/(J·g ⁻¹)
1	0.145	7.092
2	0.525	26.284
3	1.049	54.156
4	1.911	100.256
5	2.558	133.742
6	3.351	178.013
7	5.946	317.123
8	7.012	371.152
9	8.571	456.931
10	9.863	529.108

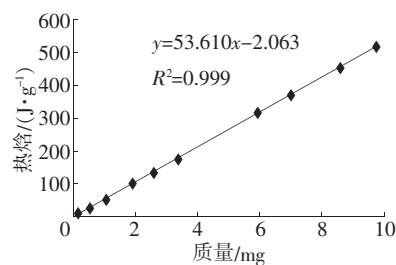


图 1 涤纶质量与热焓关系曲线

物试验结果,如表 2 所示,为了结果的一致性,所有结果均为净干含量。

由表 2 可知,除试样 6 的涤纶净干含量偏差较大外,其他 DSC 法结果与 75%硫酸法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》^[4]规定。

对比 5# 试样和 6# 试样的 DSC 图(图 2、图 3)可知,6# 试样的 DSC 曲线图中涤纶吸热峰出现了重叠峰,这是由于涤纶的结晶比较慢,在慢速升温过程中,会出现涤纶形成的片晶部分熔化,未熔化部分熔融再结晶的情况,而这种新的结晶会在更高的温度熔化,两个熔化过程均会出现吸热峰,但这两个熔化过程通常比较接近,会形成重叠峰。重叠峰的出现导致了涤纶热焓值出现偏差,使用公式(2)计算所得的涤纶干燥质量不是真值,才会出现 DSC 法涤纶净干含量偏差较大的情况,因此,DSC 法不适用于有重叠峰出现的涤纶含量计算。

表 2 涤纶净干含量差异的比较

织物	样品描述	涤纶净干含量/%		
		75%硫酸法	DSC 法	偏差值
1	灰色梭织布	7.4	9.0	1.6
2	灰色针织布	15.2	15.5	0.3
3	藏青色梭织布	19.0	20.9	1.9
4	灰色针织布	27.2	27.9	0.7
5	米白色梭织布	32.1	33.1	1.0
6	蓝色针织布	43.3	55.2	11.9
7	白色针织布	54.3	53.2	-1.1
8	蓝色梭织布	63.5	62.5	-1.0
9	灰色针织布	79.3	77.9	-1.4
10	橙色针织布	91.1	90.4	-0.7

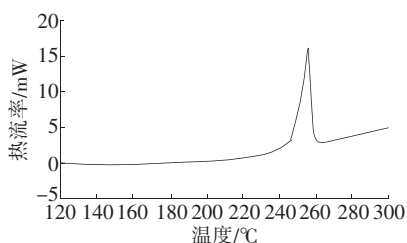


图 2 5# 试样的 DSC 图

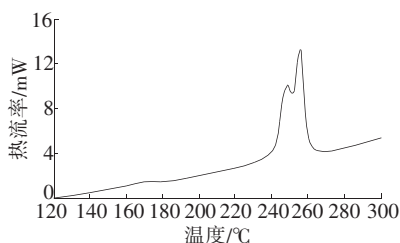


图 3 6# 试样的 DSC 图

3 结论

3.1 涤纶的质量与热焓具有良好的线性关系, 可使用 DSC 测试样

品中涤纶的热焓值, 并根据其线性关系来计算涤纶的质量, 进而得出涤纶的含量。

3.2 除了部分 DSC 曲线中出现重叠峰的涤纶外, DSC 法定量分析纤维素纤维与涤纶混纺织物所得结果与 75%硫酸法相比均在允许偏差范围内, 具有可行性。

3.3 使用 DSC 法对纤维素纤维与涤纶混纺织物进行定量分析具有方便快捷、无污染的优点, 配合自动进样器可以实现全天无缝定量分析, 具有推广意义。

参考文献

- [1]刘振海, 陆立明, 唐远旺. 热分析简明教程[M]. 北京: 科学出版社, 2012.
- [2]GB/T 2910.6—2009 纺织品 定量化学分析 第一部分: 试验通则[S].
- [3]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].
- [4]GB/T 29862—2013 纺织品 纤维含量的标识[S].

收稿日期 2018 年 9 月 4 日

信息直通车

“针织书屋”淘宝店欢迎您!

为方便广大读者购买针织类相关书籍、期刊和资料, 本刊特在淘宝网上开设“针织书屋”网店, 欢迎读者光临, 订阅相关书籍。

《针织工业》是全国中文核心期刊, 月刊, 邮发代号 6-24, 国内定价 15 元/期, 全年 12 期共计 180 元(含邮费)。

《针织大圆机实用宝典》是针织大圆机生产及使用的必备工具书, 对针织大圆机技术人员在实际工作中遇到的各类技术问题进行了详细解答, 可以帮助技术人员更加深入地理解大圆机的原理、性能、调试方法以及面料生产的相关工艺。

《针织工程手册 染整分册》(第 2 版)系统介绍了各类纤维针织物及纱线、合纤丝的练漂、染色、印花、后整理等工艺, 也对针织厂漂染化验、漂染用水及废水处理做了详细叙述, 在阐述各种加工工艺时都附有实际案例, 便于读者查阅。

读者可扫描右下方二维码, 直接进入淘宝网“针织书屋”界面购买或了解其他详情。

地址: 天津市南开区鹊桥路 25 号《针织工业》编辑部

邮编: 300193

电话: 022-27380390-8116

传真: 022-27384456

联系人: 刘老师(13352067246)

网店: <http://zhenzhishuwu.taobao.com>

