

羊毛、桑蚕丝、黏胶混纺面料定量方法研究

胡淞月, 李阳

(天纺标检测认证股份有限公司, 天津 300193)

摘要:采用75%浓硫酸法,在4种不同的溶解条件对不同配比的标准羊毛、桑蚕丝、黏胶混纺面料进行试验,分析在溶解桑蚕丝和黏胶,确定羊毛含量时可优先选择的试验条件。结果表明:50℃、30 min振荡法时间最短,羊毛损伤最小,数据与真实混纺比最接近,建议优先采用。

关键词:羊毛;黏胶;桑蚕丝;混纺织物;定量分析

中图分类号:TS 107

文献标志码:B

文章编号:1000-4033(2017)11-0068-04

Quantitative Research Method for Wool, Silk and Viscose Blended Fabric

Hu Songyue, Li Yang

(Tianfang Standard Testing and Certification Co., Ltd., Tianjin 300193, China)

Abstract: Using 75% sulfuric acid method to test the mixed samples of standard wool, silk and viscose with different proportions in four different dissolution conditions, it analyzed the preferred test conditions in the dissolution of silk and viscose and determined the wool content. The results show that the oscillation method under the condition of 50℃/30 min is the shortest and minimum wool damage, which is closest to the real blended ratio, and should be preferred.

Key words: Wool; Viscose; Silk; Blended Fabric; Quantitative Analysis

目前,羊毛、黏胶及桑蚕丝三组分的混纺面料非常常见。对于这种面料,在纺织品纤维含量检测中,通常采用GB/T 2910.2—2009《纺织品 定量化学分析方法 2 三组分纤维混合物》进行定量分析,由于羊毛和桑蚕丝都属于蛋白质纤维,无法采用顺次溶解法进行定量,只能先溶解去除试样中的羊毛和桑蚕丝,剩余黏胶,再溶解另外试样中的桑蚕丝和黏胶,剩余羊毛。经过这两步溶解确定三组分含量。

然而GB/T 2910.2—2009附录B并没有明确给出溶解这三组分试样的方法。对于第一步溶解羊毛

和桑蚕丝剩余黏胶,应采用GB/T 2910.4—2009《纺织品 定量化学分析方法 4 某些蛋白质纤维与某些其他纤维的混合物(次氯酸盐法)》方法定量,而对于第二步溶解桑蚕丝和黏胶剩余羊毛可以采用75%硫酸溶液,但溶解条件有待讨论。

考虑到桑蚕丝在75%硫酸溶液中能够迅速溶解,重点应研究黏胶的溶解条件。本文采用4种溶解条件对8种配比的标准羊毛贴衬、桑蚕丝贴衬和黏胶贴衬混纺织物进行试验,分析在溶解桑蚕丝和黏胶、确定羊毛含量时可优先选择的试验条件。

1 试验部分

1.1 材料及仪器

织物:标准羊毛贴衬织物、标准黏胶贴衬织物、标准桑蚕丝贴衬织物(上海市纺织工业技术监督所),深色及浅色纯黏胶织物(厂家提供),8种配比的羊毛、黏胶、桑蚕丝标准贴衬混纺面料(1#~8#中桑蚕丝保持10%不变,羊毛从10%递增到80%,黏胶从80%递减到10%)。

试剂:75%硫酸溶液,将700 mL浓硫酸加入到350 mL水中,溶液冷却至室温后,再加水至1 L;稀氨溶液,取氨水20 mL(密度为

作者简介:胡淞月(1983—),女,工程师,硕士。主要从事纤维含量和标准方面的研究工作。

0.880 g/mL)用水稀释至 1 L;稀硫酸溶液,100 mL 浓硫酸(密度 1.840 g/mL)慢慢加入到 1 900 mL 水中;石油醚,三级水(天津市富起化工有限公司)。

仪器:电热鼓风烘箱(105±3)℃(天津市三水科技有限公司)、恒温振荡水浴锅(上海世平实验设备有限公司)、分析天平(精度为 0.000 1 g,上海特勒-托利多仪器有限公司)、真空泵、显微镜、玻璃砂芯坩埚(30 mL)。

1.2 试验方法

1.2.1 试样预处理

按 GB/T 2910.1—2009《纺织品 定量化学分析 第 1 部分:试验通则》对样品预处理,在索氏萃取器里用石油醚萃取 1 h,每小时至少循环 6 次,待试样中的石油醚挥发后,把试样浸入冷水中浸泡 1 h,再在(65±5)℃的水中浸泡 1 h,并持续搅拌,然后抽吸或离心脱水、晾干。

1.2.2 备样

将样品拆成纱线,放入电热鼓风烘箱中烘干至质量恒定,取出放入干燥器中冷却。根据试验设计进行称量、配比。

1.2.3 试验方法

a. 方法 1

50℃、30 min 条件:将准备好的试样放入具塞三角烧瓶,倒入 75%硫酸溶液 100 mL,放入 50℃水浴锅振荡 30 min。用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤,再用少量硫酸溶液将残留物清洗到玻璃砂芯坩埚中,真空抽吸排液,之后依次用稀硫酸溶液、稀氨水、水连续冲洗,最后将坩埚和残余物真空抽吸排液、烘干、冷却、称取质量。

b. 方法 2

50℃水浴温度,75%硫酸溶液,静置 1 h,参考 GB/T 2910.11—

2009《纤维素纤维与聚酯纤维的混合物(硫酸法)》。将准备好的试样放入具塞三角烧瓶,倒入 75%硫酸溶液 100 mL,放入 50℃水浴锅静置 30 min,用力振荡后,再室温放置 30 min 用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤,再用少量硫酸溶液将残留物清洗到玻璃砂芯坩埚中,真空抽吸排液,之后依次用稀硫酸溶液、稀氨水、水连续冲洗,最后将坩埚和残余物真空抽吸排液、烘干、冷却、称质量^[1]。

c. 方法 3

40℃水浴温度,75%硫酸溶液,振荡 45 min,参考已废除标准 FZ/T 01048—1997《蚕丝羊绒混纺产品混纺比的测定》。将准备好的试样放入具塞三角烧瓶,倒入 75%硫酸溶液 100 mL,放入 40℃水浴锅振荡 45 min。用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤,再用少量硫酸溶液将残留物清洗到玻璃砂芯坩埚中,真空抽吸排液,之后依次用稀硫酸溶液、稀氨水、水连续冲洗,最后将坩埚和残余物真空抽吸排液、烘干、冷却、称质量^[2]。

d. 方法 4

常温水浴,75%硫酸溶液,静置 1 h,参考 GB/T 2910.18—2009《蚕丝与羊毛或其他动物毛纤维的混合物(硫酸法)》。将准备好的试样放入具塞三角烧瓶,倒入 75%硫酸溶液 100 mL,用力振荡后在室温下放置 30 min,再次振荡后,室温下再放置 30 min。用已知质量的玻璃砂芯坩埚过滤,再用少量硫酸溶液将残留物清洗到玻璃砂芯坩

埚中,真空抽吸排液,之后依次用稀硫酸溶液、稀氨水、水连续冲洗,最后将坩埚和残余物真空抽吸排液、烘干、冷却、称质量^[3]。

1.2.4 羊毛、桑蚕丝、黏胶的溶解性能

在 1.2.3 中 4 种方法试验条件下,羊毛纤维、桑蚕丝纤维溶解性能见表 1。

1.3 羊毛 d 值计算

按照 1.2.3 中 4 种方法测试羊毛在 75%硫酸溶液中的 d 值,并对每组有 8 种配比的羊毛、黏胶、桑蚕丝标准贴衬混纺面料进行定量分析。在一定试验条件下溶解黏胶及桑蚕丝,剩余羊毛。 d 值计算见式(1),标准偏差 s 计算见式(2),根据修正后的 d 值计算各组纤维的含量,与配比比例进行比较分析。

$$d = \frac{n_0}{n_1} \quad (1)$$

式中: n_0 为试验前试样干燥质量,g; n_1 为试验后试样干燥质量,g。

$$s = \sqrt{\frac{1}{n-1} \sum_{i=1}^n (d_i - \bar{d})^2} \quad (2)$$

式中: $d_i - \bar{d}$ 为某 d 值与 d 值平均值之间的偏差。

2 结果与讨论

2.1 不同试验方法羊毛纤维 d 值

2.1.1 方法 1

按照 1.2.3 中方法 1,对羊毛 d 值进行测试,结果见表 2。

由表 2 可知,羊毛在 50℃、30 min 振荡条件下 75%硫酸溶液中 d 值为 1.000 2,标准偏差为 0.006 125。羊毛在此条件下几乎没有损失。因此羊毛 d 值确定为 1.000 0。

表 1 羊毛、桑蚕丝、黏胶不同方法条件下 75%硫酸溶液中的溶解性能

试样	方法 1	方法 2	方法 3	方法 4
羊毛	不溶	不溶	不溶	不溶
桑蚕丝	迅速溶解	迅速溶解	迅速溶解	溶解
黏胶(浅色)	溶解	溶解	溶解	溶解
黏胶(深色)	溶解	溶解	溶解	絮状,未全溶

表 2 方法 1 羊毛 d 值计算

序号	n_0	n_1	d 值
1	0.330 1	0.331 2	0.997 0
2	0.368 3	0.363 1	1.014 0
3	0.256 9	0.255 8	1.004 0
4	0.227 7	0.229 3	0.993 0
5	0.274 1	0.274 3	0.999 0
6	0.311 6	0.313 9	0.993 0
7	0.302 5	0.302 8	0.999 0
8	0.285 6	0.284 7	1.003 0
9	0.295 6	0.295 1	1.002 0
10	0.337 1	0.337 8	0.998 0
经计算: d 值平均值为 1.000 2, 标准偏差 s 为 0.006 125。			

2.1.2 方法 2

按照 1.2.3 中方法 2,对羊毛 d 值进行测试,结果见表 3。

表 3 方法 2 羊毛 d 值计算

序号	n_0	n_1	d 值
1	0.239 5	0.232 1	1.032 0
2	0.268 8	0.255 6	1.052 0
3	0.288 3	0.276 7	1.042 0
4	0.247 9	0.239 2	1.036 0
5	0.346 1	0.334 2	1.036 0
6	0.286 1	0.276 7	1.034 0
7	0.185 1	0.178 8	1.035 0
8	0.267 8	0.257 7	1.039 0
9	0.268 9	0.258 3	1.041 0
10	0.298 6	0.286 3	1.043 0
经计算: d 值平均值为 1.039 0, 标准偏差 s 为 0.005 831。			

由表 3 可知,羊毛在 50 ℃、1 h 静置条件下 75%硫酸溶液中 d 值为 1.039 0,标准偏差为 0.005 831。羊毛 d 值确定为 1.040 0,羊毛在此条件下损伤较大。

2.1.3 方法 3

按照 1.2.3 中方法 3,对羊毛 d 值进行测试,结果见表 4。

由表 4 可知,羊毛在 40 ℃、45 min 振荡条件下 75%硫酸溶液中 d 值为 0.953 8,标准偏差为 0.001 317。羊毛 d 值确定为 0.954 0,羊毛在此条件下质量增加较大。

表 4 方法 3 羊毛 d 值计算结果

序号	n_0	n_1	d 值
1	0.226 5	0.237 7	0.953 0
2	0.231 8	0.243 0	0.954 0
3	0.256 7	0.268 5	0.956 0
4	0.241 8	0.253 2	0.955 0
5	0.250 8	0.263 4	0.952 0
6	0.239 9	0.251 5	0.954 0
7	0.267 8	0.280 4	0.955 0
8	0.286 9	0.301 0	0.953 0
9	0.225 4	0.236 2	0.954 0
10	0.285 7	0.300 1	0.952 0
经计算: d 值平均值为 0.953 8, 标准偏差 s 为 0.001 317。			

2.1.4 方法 4

参照 GB/T 2910.18—2009,常温条件下静置 1 h,羊毛 d 值为 0.985 0^[4]。

综合 2.1.1—2.1.4,羊毛纤维在常温、40 ℃条件下 d 值小于 1,在 50 ℃、30 min 条件下 d 值等于 1,在 50 ℃、1 h 条件下 d 值大于 1。这是由于当温度较低时,75% 硫酸与羊毛纤维中的羟基发生磺化反应,使得试样质量增加明显,而当温度升高到 50 ℃时,羊毛纤维的角质蛋白受到破坏,进而产生损伤,并且部分溶解在硫酸中^[4],30 min 左右时磺化反应质量增加与角质蛋白损伤可以相互抵消,当温度延长至 1 h 时,损伤超过增加质量,使 d 值大于 1。

表 5 方法 1 混纺面料中羊毛 d 值计算

序号	试样总质量/g	试验羊毛干燥质量/g	试验黏胶干燥质量/g	试验桑蚕丝干燥质量/g	试验后羊毛干燥质量/g	配比羊毛净干含量 $N_1/\%$	试验羊毛净干含量 $N_2/\%$	羊毛含量差值 $(N_2-N_1)/\%$
1	0.198 5	0.020 6	0.155 6	0.022 3	0.020 7	10.4	10.4	0
2	0.197 1	0.041 1	0.132 1	0.023 9	0.040 1	20.9	20.7	0.2
3	0.193 9	0.057 7	0.113 8	0.022 4	0.057 5	29.8	29.7	0.1
4	0.194 2	0.078 3	0.094 2	0.021 7	0.078 5	40.3	40.4	0.1
5	0.192 5	0.096 1	0.076 1	0.020 3	0.097 6	49.9	50.7	0.8
6	0.195 9	0.113 9	0.059 9	0.022 1	0.112 6	58.1	57.5	0.6
7	0.194 1	0.131 8	0.040 6	0.021 7	0.130 4	67.9	67.2	0.7
8	0.202 1	0.155 8	0.022 8	0.023 5	0.154 6	77.1	76.5	0.6
经计算:羊毛 d 值为 1.000 0。								

2.2 不同配比的羊毛、黏胶、桑蚕丝标准贴衬混纺面料定量分析

2.2.1 方法 1 定量试验

按照 1.2.3 中方法 1,对有 8 种配比的羊毛、黏胶、桑蚕丝标准贴衬混纺面料进行定量分析,结果见表 5。

由表 5 可知,采用 50 ℃、30 min 振荡法测试羊毛、黏胶、桑蚕丝混合试样时,试验结果羊毛含量最大偏差值为 0.8%,结果比较接近真实混纺比。且当羊毛含量小于 50%时,最大偏差值在 0.2%以内。

2.2.2 方法 2 定量试验

按照 1.2.3 中方法 2,对有 8 种配比的羊毛、黏胶、桑蚕丝标准贴衬混纺面料进行定量分析,结果见表 6。

由表 6 可知,采用 50 ℃、1 h 静置法测试羊毛桑蚕丝黏胶混合试样时,试验结果羊毛含量数据跳跃性较大,非常不稳定,偏差值基本上都大于 1.0%,最大偏差值达到 2.9%,不宜采用此方法定量。

2.2.3 方法 3 定量试验

按照 1.2.3 中方法 3,对有 8 种配比的羊毛、黏胶、桑蚕丝标准贴衬混纺面料进行定量分析,结果见表 7。

由表 7 可知,采用 40 ℃、45 min 振荡法测试羊毛黏胶桑蚕丝混合试样时,试验结果羊毛含量最大偏差值为 1.0%,结果比较接近真

实混纺比。且当羊毛含量小于 50% 时,最大偏差值在 0.5%以内。

2.2.4 方法 4 定量试验

按照 1.2.3 中方法 4,对有 8 种配比的羊毛、黏胶、桑蚕丝标准贴衬混纺面料进行定量分析,结果见表 8。

由表 8 可知,采用常温、1 h 静置法测试羊毛黏胶桑蚕丝混合试样时,试验结果羊毛含量最大偏差值为 1.0%, 结果比较接近真实混纺比。但纯黏胶的深色面料在此条件下溶解不完全,成絮状(见表 1),严重影响试验结果,这是由于深色面料染色工艺流程较复杂,加工时间长,织物染色深度大,留在织物上的染料及助剂要比浅色面料多,染料及助剂附着在纤维上,在温度较低时,染料分子运动不剧烈,影响了黏胶纤维的溶解,易出现黏胶溶解不完全的现象。因此,当面料颜色较浅时,可以采用方法 4,当面料颜色较深时不易采用。

3 结论

3.1 羊毛、黏胶、桑蚕丝混合试样定量分析时,第一步确定羊毛含量时可以使用以下 3 种方法:50 ℃水浴温度,75%硫酸溶液,振荡 30 min,羊毛 d 值为 1.000 0;40 ℃水浴温度,75%硫酸溶液,振荡 45 min,羊毛 d 值为 0.954 0;常温水浴,75%硫酸溶液,静置 1 h,羊毛 d 值为 0.985 0。3 种方法测试羊毛含量都比较接近真实混纺比,最大偏差值均小于 1.0%。

3.2 当样品为深色面料时,温度较低时易出现黏胶溶解不完全现象,不建议采用常温水浴溶解法。

3.3 考虑到试验室的高效性及准确性,50 ℃、30 min 振荡法用时最短,羊毛损伤最小,数据与真实混纺比最接近,建议优先采用。

参考文献

[1]GB/T 2910.11—2009 纺织品 定量

表 6 方法 2 混纺面料中羊毛 d 值计算

序号	试样总质量/g	试验羊毛干燥质量/g	试验黏胶干燥质量/g	试验桑蚕丝干燥质量/g	试验后羊毛干燥质量/g	配比羊毛净干含量 $N_1/\%$	试验羊毛净干含量 $N_2/\%$	羊毛含量差值 $(N_2-N_1)/\%$
1	0.198 3	0.021 5	0.156 0	0.020 8	0.020 3	10.8	10.6	0.2
2	0.194 3	0.039 4	0.133 6	0.021 3	0.034 5	20.3	18.5	1.8
3	0.193 4	0.058 2	0.114 0	0.021 2	0.052 1	30.1	28.0	2.1
4	0.191 9	0.076 3	0.094 8	0.020 8	0.068 0	39.8	36.9	2.9
5	0.194 8	0.096 6	0.076 1	0.022 1	0.090 8	49.6	48.5	1.1
6	0.193 1	0.113 4	0.059 2	0.020 5	0.109 3	58.7	58.9	0.2
7	0.191 8	0.132 3	0.039 5	0.020 0	0.124 1	69.0	67.3	1.7
8	0.198 1	0.154 7	0.021 7	0.021 7	0.145 8	78.1	76.5	1.6
经计算:羊毛 d 值为 1.040 0。								

表 7 方法 3 混纺面料中羊毛 d 值计算

序号	试样总质量/g	试验羊毛干燥质量/g	试验黏胶干燥质量/g	试验桑蚕丝干燥质量/g	试验后羊毛干燥质量/g	配比羊毛净干含量 $N_1/\%$	试验羊毛净干含量 $N_2/\%$	羊毛含量差值 $(N_2-N_1)/\%$
1	0.242 0	0.022 9	0.195 4	0.023 7	0.022 9	9.5	9.0	0.5
2	0.188 3	0.035 1	0.133 5	0.019 7	0.036 0	18.6	18.2	0.4
3	0.185 5	0.053 6	0.111 8	0.020 1	0.055 2	28.9	28.4	0.5
4	0.185 0	0.072 0	0.094 5	0.018 5	0.073 9	38.9	38.1	0.8
5	0.180 6	0.087 9	0.074 8	0.017 9	0.090 4	48.7	47.8	0.9
6	0.180 3	0.105 6	0.055 3	0.019 4	0.108 9	58.6	57.6	1.0
7	0.181 4	0.125 5	0.036 4	0.019 5	0.130 0	69.2	68.4	0.8
8	0.182 6	0.145 6	0.019 7	0.017 3	0.151 4	79.7	79.1	0.6
经计算:羊毛 d 值为 0.954 0。								

表 8 方法 4 混纺面料中羊毛 d 值计算

序号	试样总质量/g	试验羊毛干燥质量/g	试验黏胶干燥质量/g	试验桑蚕丝干燥质量/g	试验后羊毛干燥质量/g	配比羊毛净干含量 $N_1/\%$	试验羊毛净干含量 $N_2/\%$	羊毛含量差值 $(N_2-N_1)/\%$
1	0.198 6	0.021 9	0.155 4	0.021 3	0.023 0	11.0	11.4	0.4
2	0.193 4	0.040 2	0.132 4	0.020 8	0.041 1	20.8	20.9	0.1
3	0.193 3	0.056 9	0.113 4	0.023 0	0.059 6	29.4	30.4	1.0
4	0.191 1	0.075 3	0.094 3	0.021 5	0.078 2	39.4	40.3	0.9
5	0.195 2	0.096 6	0.077 7	0.020 9	0.098 6	49.5	49.8	0.3
6	0.193 6	0.112 9	0.059 3	0.021 4	0.115 9	58.3	59.0	0.7
7	0.189 8	0.130 0	0.039 4	0.020 4	0.133 3	68.5	69.2	0.7
8	0.198 6	0.155 0	0.023 1	0.020 5	0.159 0	78.0	78.9	0.9
经计算:羊毛 d 值为 0.985 0。								

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].

[2]FZ/T 01048—1997 蚕丝羊绒混纺产品混纺比的测定[S].

[3]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].

[4]李选刚,潘葵.不同温度下酸对羊毛质量损失的研究[J].纺织学报.2003,24(4):60-62.

收稿日期 2017 年 4 月 16 日