

DOI:10.16549/j.cnki.issn.1001-2044.2018.11.015

聚乳酸纤维与羊毛混纺产品定量化学分析方法研究

茅沈杰, 李润景, 彭亚薇, 柴林玉, 刘娟

(江苏省纺织产品质量监督检验研究院, 江苏 南京 210000)

摘要: 聚乳酸纤维/羊毛混纺产品在进行定量化学分析时,可用二氯甲烷溶解聚乳酸纤维,剩余羊毛,也可用次氯酸钠溶液溶解羊毛,剩余聚乳酸纤维,这两种方法均具有可行性,但其结果存在一定的差异。通过对比试验结果显示:采用二氯甲烷溶解法试验,羊毛的修正系数为 1.00,采用次氯酸钠溶解法试验,聚乳酸纤维的修正系数为 1.03 时,试验定量计算结果均较为准确,且两种方法的试验结果一致性较好。

关键词: 聚乳酸纤维;羊毛;定量分析;化学分析;修正系数

中图分类号: TS101.921

文献标识码: B

文章编号: 1001-2044(2018)11-0046-03

Quantitative chemical analysis of polylactide and wool blended products

MAO Shenjie, LI Runjing, PENG Yawei, CAI Linyu, LIU Juan

(Jiangsu Textile Quality Services Inspection Testing Institute, Nanjing 210000, China)

Abstract: For chemical analysis of polylactide/wool blended products, one method is dissolving polylactide with dichloromethane, and the other is dissolving wool with sodium hypochlorite solution. The two kinds of quantitative test methods are both feasible. However, there are some differences in the quantitative results. Through comparative tests, the results show that the correction coefficient for wool is 1.00 in dichloromethane dissolution method, while the correction coefficient of polylactide is 1.03 in sodium hypochlorite dissolution method test. The test results are accurate after quantitative calculation, and test results of two methods have good consistency.

Key words: polylactic acid fiber; wool; quantitative analysis; chemical analysis; correction factor

聚乳酸(PLA)纤维是以玉米、小麦等淀粉发酵而成的乳酸为原料,经脱水聚合反应制成聚乳酸,再通过纺丝加工而成的可完全生物降解的合成高分子化合物。它具有良好的生物相容性和生物可降解性,其降解产物为乳酸 $C_3H_6O_3$ 、 CO_2 和 H_2O ,均是无害的小分子。同时,聚乳酸纤维有适宜的可加工性和优良的力学强度,在纺织领域应用广泛^[1]。

目前,实验室在实际检测过程中,当聚乳酸纤维与羊毛混合时,可依照 FZ/T 01127—2014《纺织品 定量化学分析 聚乳酸纤维与某些其他纤维的混合物》4.1 部分中聚乳酸纤维与动物纤维混纺含量分析(次氯酸钠法)和 4.6 部分中聚乳酸纤维与羊毛、锦纶、腈纶等混纺产品的含量分析(二氯甲烷法)两种方法进行定量测试,结果依照标准提供的次氯酸钠溶液对聚乳酸纤维 d 值 1.00,二氯甲烷对羊毛 d 值为 1.00 计算,结果存在较大的差异。本文在对聚乳酸准确性的基础上,通过上述两种方法进行化学溶解定量分析,引入合理的修正系数,从而使这两种定量方法的检测数据具有一致性和准确性。

1 试验部分

收稿日期: 2017-11-10

作者简介: 茅沈杰(1986—),男,硕士研究生,中级工程师,主要从事纺织品检验与研究。

1.1 试验材料及仪器

试验材料:聚乳酸散纤维,羊毛。试验试剂:二氯甲烷,冰乙酸,次氯酸钠,去离子水。试验仪器:显微镜,水浴锅,干燥器。

1.2 聚乳酸纤维的定性分析

通过显微镜观察法、燃烧法和试剂溶解法来定性聚乳酸纤维。

1.3 试样准备

将羊毛贴衬织物拆成纱线,与 PLA 散纤维根据设计的试验配比来制备试样。

1.4 试验方法

1.4.1 次氯酸钠溶解法定量

按照 GB/T 2910.1—2009《纺织品 定量化学分析 第 1 部分:试验通则》中规定的通用程序和步骤完成溶解前试验的准备工作,然后按以下步骤操作。将试样放入 250 mL 的具塞三角瓶中,每克试样加入 100 mL 次氯酸钠溶液,塞上瓶塞,充分振荡,使试样完全浸湿,室温下在恒温水浴锅振荡器里振荡 30 min。用已知干燥质量的玻璃砂芯坩埚过滤,先用重力排液,再采用真空抽吸排液过滤。对不溶纤维进行数次清水洗涤,每次洗涤后均需真空抽吸排液。最后将坩埚和残留物烘干,冷却并称量。

1.4.2 二氯甲烷溶解法定量

将试样放入 250 mL 的具塞三角烧瓶中,每克试样加入 100 mL 次氯酸钠溶液,塞上瓶塞,充分振荡,使试样完全浸湿,室温下在恒温水浴锅振荡器里振荡 30 min,然后在室温下振荡 3 min。用已知干燥质量的玻璃砂芯坩埚过滤,真空抽吸排液。用二氯甲烷试剂浸洗、抽吸排液两次,用 50℃~60℃ 的热水浸洗、抽吸排液 3 次。最后将坩埚和残留物烘干,冷却并称重。

1.5 修正系数的测定

(1)次氯酸钠试验条件下,聚乳酸纤维 d 值的测定。以烘干、称重的聚乳酸纤维作为试样,操作方法同 1.4.1。次氯酸钠对聚乳酸纤维修正系数的值为试验前干重与试验后干重的比值。

(2)二氯甲烷试验条件下,羊毛 d 值的测定。以烘干、称重的羊毛纤维作为试样,操作方法同 1.4.2。二氯甲烷对羊毛修正系数的值为试验前干重与试验后干重的比值。

2 试验结果与讨论

2.1 聚乳酸纤维的定性分析

2.1.1 燃烧法

当纤维靠近火焰时,纤维熔缩;当纤维接触火焰时,纤维熔缩、燃烧;离开火焰后继续燃烧,火焰为蓝色,有淡淡的甜味。燃烧过程中有熔融物滴落,滴落物为黄色硬块,残留物呈硬块状。可判定纤维为合成纤维。

2.1.2 显微镜法

将纤维切片,对其进行显微镜观察,见图 1。

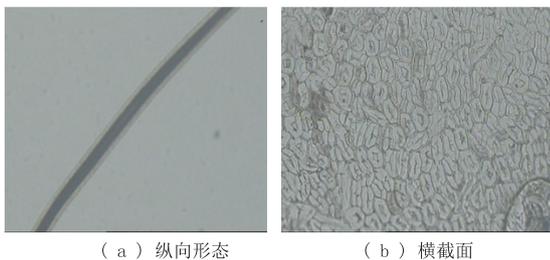


图 1 聚乳酸纤维形态图

2.1.3 溶解法

对聚乳酸纤维进行化学溶解试验,观察聚乳酸在不同温度、不同试剂中的溶解情况。可以看出,试样在 50℃、75% 硫酸中不溶解,可排除锦纶、维纶、氨纶、腈纶醋酸酯纤维;在二氯甲烷和 95℃ 的二甲基甲酰胺中溶解,可排除聚酯纤维;在 98% 硫酸中溶解,可排除乙

纶、丙纶、芳纶。由此可以确认纤维为聚乳酸纤维。

2.2 定量结果分析

两种定量分析方法结果比较见表 1。两种定量分析方法修正系数测定结果见表 2、3。

表 1 两种定量分析方法结果比较

项目	人为混合干重比 PLA/羊毛	实测干重比 PLA/羊毛	绝对偏差 /%	
二氯甲烷法	1#	0/100	0.12/99.88	±0.12
	2#	9.62/90.38	9.84/91.16	±0.22
	3#	18.32/81.68	18.44/81.56	±0.12
	4#	24.45/75.55	24.62/75.38	±0.17
	5#	33.21/66.79	33.51/66.49	±0.30
	6#	37.97/62.07	38.19/61.81	±0.22
	7#	44.16/55.84	44.50/55.50	±0.34
	8#	52.80/47.20	52.91/47.09	±0.11
	9#	61.67/38.33	62.24/37.74	±0.57
	10#	72.21/17.79	72.75/27.25	±0.54
	11#	84.81/15.19	84.94/15.06	±0.13
	12#	95.72/4.28	95.82/4.18	±0.10
次氯酸钠法	13#	100/0	96.59/3.41	±3.41
	14#	10.76/89.24	10.21/89.74	±0.55
	15#	18.92/81.08	18.34/81.66	±0.58
	16#	25.11/74.89	24.26/75.74	±0.85
	17#	35.82/64.18	34.70/65.30	±1.12
	18#	41.11/58.89	39.91/60.09	±1.20
	19#	46.24/53.76	44.79/55.21	±1.45
	20#	51.20/48.80	49.86/50.14	±1.34
	21#	62.22/37.78	60.26/39.74	±1.96
	22#	71.08/28.92	69.07/30.93	±2.01
	23#	78.95/21.05	76.45/23.55	±2.50
	24#	91.15/8.85	88.41/11.59	±2.74

表 2 二氯甲烷对羊毛的修正系数的测定

样品编号	试验前净干质量/g	试验后净干质量/g	修正系数(d 值)
a1	0.909 9	0.901 7	1.006
a2	0.947 3	0.945 6	1.002
a3	0.956 8	0.952 0	1.005
a4	0.955 1	0.954 1	1.001
a5	0.933 1	0.929 4	1.004
a6	0.965 8	0.964 9	1.001
a7	0.925 4	0.920 8	1.005
a8	0.945 3	0.944 4	1.001
a9	0.956 8	0.955 8	1.001
a10	0.965 5	0.961 7	1.004
a11	0.922 7	0.921 8	1.001
a12	0.992 4	0.990 4	1.002

表3 次氯酸钠对聚乳酸纤维修正系数的测定

样品编号	试验前净干质量/g	试验后净干质量/g	修正系数(<i>d</i> 值)
b1	1.101 2	1.069 7	1.029
b2	1.005 4	0.981 1	1.025
b3	1.032 8	1.001 4	1.031
b4	0.992 3	0.960 7	1.033
b5	1.039 7	1.009 8	1.030
b6	1.014 4	0.983 5	1.031
b7	1.109 0	1.080 7	1.026
b8	0.989 6	0.960 5	1.030
b9	0.972 7	0.940 7	1.034
b10	1.099 6	1.069 8	1.028
b11	1.121 4	1.093 4	1.027
b12	0.976 5	0.956 2	1.022

由表1可见,采用二氯甲烷法进行定量时,实测数据与原配比数据趋于一致;采用次氯酸钠法时,当聚乳酸纤维含量大于35%时,实测数据超出原配比1%以上;聚乳酸纤维含量大于70%时,最大误差超出了2%。可见次氯酸钠溶解法测试的数据不可靠。

由表2、3可知,二氯甲烷法对羊毛的修正系数为1.00,次氯酸钠法对聚乳酸纤维修正系数为1.03。

二氯甲烷法对羊毛的修正系数为1.00,故修正前后数据保持不变。次氯酸钠法对聚乳酸纤维修正系数为1.03,修正后数据见表4。可见,对12组次氯酸钠法定量测试数据经修正系数1.03进行修正后,其绝对偏差均小于1,试验结果准确性较好。因此次氯酸钠法定量试验结果经修正系数修正后与二氯甲烷法定量

试验结果具有较好的一致性。

表4 次氯酸钠法修正后数据与配比值比较

试样编号	人为混合干重比(PLA/羊毛)	修正后干重比(PLA/羊毛)	绝对偏差/%
13 [#]	100/0	99.49/0.51	0.51
14 [#]	10.76/89.24	10.52/89.42	0.24
15 [#]	18.92/81.08	18.89/81.11	0.03
16 [#]	25.11/74.89	24.99/75.01	0.12
17 [#]	35.82/64.18	35.74/64.26	0.08
18 [#]	41.11/58.89	41.11/58.89	0.00
19 [#]	46.24/53.76	46.13/53.87	0.11
20 [#]	51.20/48.80	51.36/48.64	0.16
21 [#]	62.22/37.78	62.07/37.93	0.15
22 [#]	71.08/28.92	71.14/28.86	0.06
23 [#]	78.95/21.05	78.74/21.26	0.24
24 [#]	91.15/8.85	91.06/8.94	0.09

3 结 语

(1)综合运用燃烧法、显微镜法和溶解法能够对聚乳酸纤维进行准确性。

(2)对聚乳酸纤维/羊毛混纺产品进行定量,在不引入*d*值的条件下,二氯甲烷溶解法试验数据具有较好的准确性,其绝对偏差总体小于1%。

(3)次氯酸钠溶解法试验数据引入*d*值1.03后,试验结果具有较好的准确性,且与二氯甲烷溶解法试验数据较为一致。



参考文献:

- [1] 耿琴玉,胡学梅.聚乳酸纤维的性能特征及其产品的开发[J].棉纺织技术,2004(4):62-64.
- [2] 王振兴,廖雄,杨俊杰.全预混金属纤维燃烧器的研究[J].煤气与热力,2011(6):B18-B20.
- [3] 要大荣,傅忠诚,潘树源,等.金属纤维燃烧器的燃烧特性研究[J].煤气与热力,2005(10):1-3.
- [4] 汤慧萍,奚正平,廖际常.金属多孔材料表面燃烧器的发展现状[J].稀有金属材料与工程,2006(8):423-426.
- [5] LEONARDI S A, VISKANTA R, GORE J P. Radiation and thermal performance measurements of a metal fiber burner[J]. Quantitative Spectroscopy & Radiative Transfer, 2002(73):491-501.
- [6] GOLOMBOK M, PROTHERO A, SHIRVILL L C, et al. Surface combustion in metal fibre burners[J]. Combustion Science and Technology, 1991(77):203-223.
- [7] 黄思怡,冯良,孟莉莉.全预混表面燃烧污染物排放特性的实验研究[J].上海煤气,2017(1):37-40.

(上接第2页)

《锅炉大气污染物排放标准》提出了更严格的规定:2017年3月31日前新建锅炉NO_x排放限值为80 mg/m³,2017年4月1日起新建锅炉NO_x排放限值为30 mg/m³。新政新规的出台,意味着越来越多的低氮燃烧技术将被应用于中国市场,金属纤维表面燃烧技术必然会迎来蓬勃发展。此外,铁铬铝纤维还可以用来制作汽车尾气排放装置、大型焦化厂高温熄焦用熄焦枕等环保、节能产品,这些产品所占比例也不容小觑^[7]。



参考文献:

- [1] 杨照玲,李建平,杨延安,等.铁铬铝合金纤维的制备与性能[J].稀有金属材料与工程,2008,37(9):1684-1687.