

含导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物 定量分析方法

燕红雁,张雪,张元

(山东省产品质量检验研究院,山东 济南 250102)

摘要:根据 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》,参照 GB/T 16988—2013《特种动物纤维与绵羊毛混合物含量的测定》,选择化学溶解法和显微镜法研究含导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物定量分析方法,并对两种方法进行对比。结果表明:对于含锦纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物,两种检验方法均能成功测定;对于含涤纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物,只能选择显微镜法对混纺织物进行定量分析,建议实验人员根据样品的定性结果择优选用。该研究可为相关的检验工作提供一定的技术支持。

关键词:导电纤维;化学溶解法;显微镜法;定量分析

中图分类号:TS 107.6

文献标志码:A

文章编号:1673-0356(2022)12-0034-05

绵羊毛及其混纺产品作为高档服装面料历史悠久,深受消费者青睐。毛纤维虽然回潮率较高,但其在天然纤维中质量比电阻最高,且表面的鳞片层具有类脂层结构,疏水性较大,特别是当周围环境相对湿度小于40%时,容易产生静电现象。合成纤维具有天然纤维所没有的高强度、耐磨等优点,被广泛应用于各个领域,但其回潮率普遍比较低,属电介质范畴,电阻大、导电率小,导致静电易积聚。毛纺织品在生产过程中的带电现象常会导致纤维缠绕机件、条子发毛、纱线断头、织造时经纱开口不清等现象,给生产加工带来极大不便,且影响产品质量。毛涤服装穿着过程中,带静电后吸附灰尘现象,影响了衣着美观和织物的服用舒适性,所以,有必要解决纺织品的静电问题^[1-2]。通常把在标准状态(温度20℃、相对湿度65%)下电阻率小于 $10^7 \Omega \cdot \text{cm}$ 的纤维定义为导电纤维,在毛纺织行业中,采用导电纤维与毛纤维及聚酯纤维等合成纤维混纺,可有效消除纺纱生产中的静电现象^[3]。讨论了对含锦纶级和涤纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物分别采用化学溶解法和显微镜法进行定量分析的可行性。

1 试验部分

1.1 试验材料和仪器

样品:标准绵羊毛贴衬织物、标准聚酯纤维贴衬织

物、锦纶级导电纤维、涤纶级导电纤维(采用手工配比的方法,制备不同混纺比例的绵羊毛、聚酯纤维、导电纤维混合试样);绵羊毛、聚酯纤维与锦纶级导电纤维精纺织物,绵羊毛、聚酯纤维与涤纶级导电纤维精纺织物(日常检验样品留存)。

试剂:石油醚(馏程为40~60℃)、次氯酸钠溶液、稀乙酸溶液(将5 mL冰乙酸加水稀释至1 L)、20%盐酸溶液(在20℃条件下,将密度为1.19 g/mL的1 000 mL浓盐酸加入到800 mL水中,待溶液冷却至20℃后,再加水修正密度至1.095~1.100 g/mL)、稀氨水溶液(将密度为0.880 g/mL的80 mL浓氨水溶液用水稀释至1 L)、三级水、液体石蜡。

仪器:索氏萃取器、电子天平(精度为0.1 mg,上海梅特勒-托利多仪器有限公司)、电热鼓风烘箱((105±3)℃)、具塞三角烧瓶(容积为250 mL)、水浴恒温振荡器、循环水式多用真空泵、玻璃砂芯坩埚、装有变色硅胶的干燥器、CU-6纤维细度仪(北京和众视野科技有限公司)、哈氏切片器、盖玻片、载玻片。

1.2 试验原理

根据 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》中的方案4,从混合物中连续溶解去除2种纤维组分。本试验的试样,用次氯酸钠溶液去除绵羊毛,用20%盐酸溶液去除锦纶级导电纤维,留下聚酯纤维,再按照 GB/T 2910.2—2009标准中方案4中的计算公式计算各组分的净干含量百分率^[4]。

日常检测的纺织品中,导电纤维和聚酯纤维在显

收稿日期:2022-07-12;修回日期:2022-08-03

第一作者:燕红雁(1987—),女,工程师,主要从事纺织品检测工作。

显微镜下的纵面形态均为圆柱体或近似圆柱体,但导电纤维纵面有的中间有一道黑色,有的两边边缘是黑色,有的一边边缘是黑色,具体如图1所示。显微镜法是根据聚酯纤维与导电纤维纵面结构形态的不同,在显微镜成像分析仪上分辨出聚酯纤维与导电纤维,分别测量其直径并同时记录根数,最后通过公式计算出混纺织物中导电纤维、聚酯纤维及其绵羊毛的质量百分比。

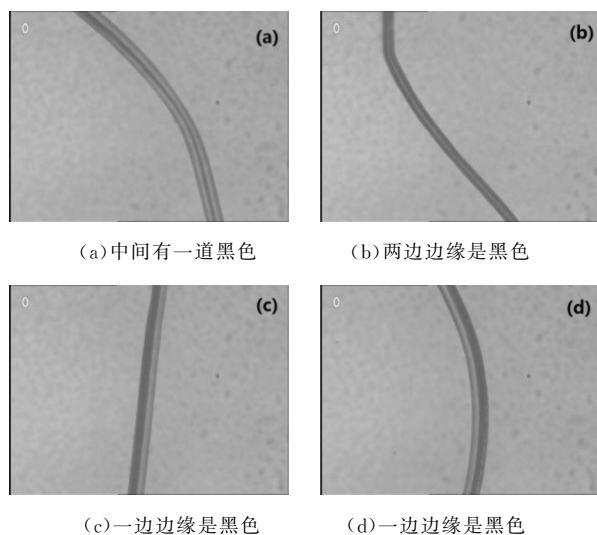


图1 导电纤维的纵面形态

1.3 试验方法

1.3.1 样品预处理

根据 GB/T 2910.1—2009《纺织品 定量化学分析 第1部分:试验通则》对样品进行预处理,将样品放入索氏萃取器内用石油醚萃取1 h,每小时循环不少于6次,待样品中的石油醚挥发完毕,将其依次浸入浴比为1:100的冷水和(65±5)℃的水中分别浸泡1 h,期间需不时地搅拌溶液,最后通过挤干、抽滤或离心脱水除去多余水分后自然干燥样品^[5]。

1.3.2 备样

试验前将样品手工分散成纱线,放入烘箱内烘干至恒重后取出并迅速移入干燥器内冷却,根据试验设计来进行称量,采用手工配比的方法,制备不同混纺比例的绵羊毛、聚酯纤维与导电纤维的混合试样,其中导电纤维的混纺比保持1%不变,绵羊毛为80%、70%、60%、50%、40%,聚酯纤维为19%、29%、39%、49%、59%,分别标记为1#~15#试样,其中1#~10#为绵羊毛、聚酯纤维、锦纶级导电纤维混合试样,11#~15#为绵羊毛、聚酯纤维、涤纶级导电纤维混合试样。

1.3.3 试验方法

(1)将1#~5#混合试样顺序溶解绵羊毛和锦纶级导电纤维

根据 GB/T 2910.4—2009《纺织品 定量化学分析 第4部分:某些蛋白质纤维与某些其他纤维的混合物(次氯酸盐法)》^[6],用次氯酸钠溶液去除绵羊毛。将1#~5#混合试样分别放在三角烧瓶中,每克试样加入100 mL次氯酸钠溶液,待样品充分润湿后,在水浴(20±2)℃上剧烈振荡40 min。然后用玻璃砂芯坩埚过滤残留纤维,真空抽吸排液,再依次用三级水清洗,稀乙酸溶液中和,最后用三级水连续清洗,真空抽吸排液后将残留纤维烘干、冷却、称重。

将1#~5#混合试样残留纤维分别放在三角烧瓶中,每克试样加入100 mL质量分数20%的盐酸溶液,待试样充分润湿后,在常温水浴条件下剧烈振荡20 min。然后用玻璃砂芯坩埚过滤残留纤维,真空抽吸排液,再依次用质量分数20%的盐酸溶液、三级水清洗残留物,再经稀氨水溶液中和,最后用水连续清洗、真空抽吸排液后将残留不溶纤维烘干、冷却、称重,最后代入 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》方案4中的计算公式,计算出不同纤维的质量百分比。

(2)将6#~15#混合试样溶解绵羊毛,然后用显微镜法镜数导电纤维和聚酯纤维

依据 GB/T 2910.4—2009,用次氯酸钠溶液溶解6#~15#混合试样的绵羊毛,步骤同1.3.3(1)。最后通过式(1)计算出导电纤维和聚酯纤维的净干质量百分率之和。

$$P = \frac{100m_1d}{m_0} \quad (1)$$

式中: P 为导电纤维和聚酯纤维的净干质量百分率之和,%; m_1 为聚酯纤维和导电纤维的干燥质量; m_0 为混合试样的干燥质量; d 为聚酯纤维和导电纤维的质量变化修正系数, $d = 1.00$ 。

将6#~15#混合试样残留纤维,整理成平行束状,用哈氏切片器切取长度为0.4~0.6 mm的纤维片段,将其平铺在载玻片上,滴上适量液体石蜡,用镊子搅拌,使之均匀分布在介质内,盖上盖玻片后放在 CU-6 纤维细度仪的载物台上,参照 GB/T16988—2013《特种动物纤维与绵羊毛混合物含量的测定》在放大倍数500倍条件下观察样品中的导电纤维和聚酯纤维,利

用纤维细度仪里面的图像分析软件对不同纤维进行直径、根数等的测量,其中每种纤维的直径测量根数不得少于300根,同时根据纤维的形态特征鉴别其类型,利用系统软件的计数器分别计算导电纤维和聚酯纤维的根数,每个试样共测试1500根以上纤维,通过式(2)计算出导电纤维和聚酯纤维的净干质量百分比。最后通过式(3)、(4)和(5)依次计算出各组分的纤维含量。

$$P_i = \frac{N_i(D_i^2 + S_i^2)\rho_i}{\sum [N_i(D_i^2 + S_i^2)\rho_i]} \times 100\% \quad (2)$$

式中: P_i 为导电纤维占混合试样去除绵羊毛后残留纤维的净干含量百分率,%; N_i 为导电纤维的计数根数; D_i 为导电纤维的平均直径, μm ; S_i 为导电纤维的平均直径标准差, μm ; ρ_i 为导电纤维的密度, g/cm^3 。

$$P_1 = P_i \times P \quad (3)$$

$$P_2 = 100\% - P \quad (4)$$

$$P_3 = 100\% - P_1 - P_2 \quad (5)$$

式中: P_1 为导电纤维占整个混合试样的净干含量百分率,%; P_2 为绵羊毛的净干质量百分率,%; P_3 为聚酯纤维的净干质量百分率,%。

2 结果与讨论

2.1 不同比例绵羊毛、聚酯纤维、锦纶级导电纤维混合试样采用化学溶解法测试结果

对于绵羊毛、聚酯纤维、锦纶级导电纤维不同比例的混合试样,采用化学溶解法顺序溶解时,各组分纤维的质量百分率及导电纤维、聚酯纤维的含量偏差对比结果见表1。

表1 化学溶解法测试含锦纶级导电纤维不同比例混合试样的测试结果

试样编号		1#	2#	3#	4#	5#
试样总质量/g		1.124 7	1.169 3	1.033 3	1.109 7	1.069 8
净干含量设定值	净干质量/g					
	绵羊毛	0.899 8	0.818 5	0.620 0	0.554 9	0.427 9
	聚酯纤维	0.213 7	0.339 1	0.403 0	0.543 7	0.631 2
	锦纶级导电纤维	0.011 2	0.011 7	0.010 3	0.011 1	0.010 7
净干含量%	绵羊毛	80.00	70.00	60.00	50.00	40.00
	聚酯纤维	19.00	29.00	39.00	49.00	59.00
	锦纶级导电纤维	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
净干含量实测值	净干含量%					
	绵羊毛	80.27	69.80	60.49	50.52	39.70
	聚酯纤维	18.80	29.00	38.70	48.40	59.30
	锦纶级导电纤维	0.93	1.20	0.81	1.08	1.00
锦纶级导电纤维的含量偏差/%		0.07	0.20	0.19	0.08	0.00
聚酯纤维的含量偏差/%		0.20	0.00	0.30	0.60	0.30

根据 GB/T 29862—2013《纺织品纤维含量的标识》^[7]规定,当某种纤维含量不大于10%时,允差为3%,当某种纤维含量不大于3%时,实际含量不能为0。由表1可知,采用化学溶解法顺序溶解绵羊毛、锦纶级导电纤维时,导电纤维的含量偏差为0.0%~0.20%,聚酯纤维的含量偏差为0.0%~0.60%,结果与真实混纺比例基本一致,试验结果误差小,符合 GB/T 29862 中规定的允差范围。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》附录 B(4)中推荐采用80%质量分数甲酸溶解锦纶,即第二步根据 GB/T 2910.7—2009《纺织品 定量化学分析 第7部分:聚酰胺纤维与某些其他纤维混合物(甲酸法)》来溶解锦纶,但由于考虑到甲酸属于强酸,具有刺激性气味、急性毒性、腐蚀性,能引起人体皮肤和黏膜

的刺激症状,对身体健康有较大危害,且对实验人员防护措施要求较高,选用20%质量分数盐酸溶液来溶解锦纶级导电纤维,这是因为该试剂毒性小、腐蚀性小,实验人员易操作,且锦纶在20%的盐酸溶液中也有较好的溶解性能,对聚酯纤维基本无损伤。由表1可知,含量偏差为0.0%~0.60%,测试结果误差小,所得结果准确可靠,能够满足纤维含量定量分析的要求,所以采用化学溶解法顺序溶解含锦纶级导电纤维时,可首选20%盐酸溶液。

2.2 不同比例绵羊毛、聚酯纤维、锦纶级导电纤维混合试样采用显微镜法测试结果

对于绵羊毛、聚酯纤维、锦纶级导电纤维不同比例的混合试样,采用显微镜法时,各组分纤维的质量百分率及导电纤维、聚酯纤维的含量偏差对比结果见表2。

表2 显微镜法测试含锦纶级导电纤维不同比例混合试样的测试结果

试样编号		6 [#]	7 [#]	8 [#]	9 [#]	10 [#]
试样总质量/g		1.114 5	1.022 0	1.209 3	1.185 0	1.136 3
净干含量设定值	净干质量/g					
	绵羊毛	0.891 6	0.715 4	0.725 6	0.592 5	0.454 5
	聚酯纤维	0.211 7	0.296 4	0.471 6	0.580 6	0.670 4
	锦纶级导电纤维	0.011 2	0.010 2	0.012 1	0.011 9	0.011 4
净干含量%	净干含量%					
	绵羊毛	80.00	70.00	60.00	50.00	40.00
	聚酯纤维	19.00	29.00	39.00	49.00	59.00
	锦纶级导电纤维	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
净干含量实测值	净干含量%					
	绵羊毛	80.09	70.40	60.39	49.70	39.88
	聚酯纤维	18.91	28.50	38.70	49.30	59.30
	锦纶级导电纤维	1.00	1.10	0.91	1.00	0.82
锦纶级导电纤维的含量偏差/%		0.00	0.10	0.09	0.00	0.18
聚酯纤维的含量偏差/%		0.09	0.50	0.30	0.30	0.30

由表2可知,导电纤维的含量偏差为0.0%~0.18%,聚酯纤维的含量偏差为0.09%~0.50%,结果与设计比例基本一致,符合GB/T 29862—2013《纺织品 纤维含量的标识》规定的含量允差范围。此法不需要使用化学药品,对试验人员没有健康隐患,也不会给环境带来危害,但要求实验人员能够在显微镜下准确鉴别导电纤维和聚酯纤维的形态特征,制作样片也很重要,切片时切取的纤维片段的长度要求在0.4~0.6 mm左右,不能过长或过短,切取的纤维要适量,不能过多或过少,要保证在载玻片上切取的纤维充分分散

开,不能过疏或过密。由于标准中要求每种纤维的直径测量根数不得少于300根,每个试样共测试1500根以上纤维,这就要求实验人员要有极大的耐心,努力调整心态,在没有外界干扰的情况下情况下去数。

2.3 不同比例绵羊毛、聚酯纤维、涤纶级导电纤维混合试样采用显微镜法测试结果

对于绵羊毛、聚酯纤维、涤纶级导电纤维不同比例的混合试样,采用显微镜法时,各组分纤维的质量百分率及导电纤维、聚酯纤维的含量偏差对比结果见表3。

表3 显微镜法测试含涤纶级导电纤维不同比例混合试样的测试结果

试样编号		11 [#]	12 [#]	13 [#]	14 [#]	15 [#]
试样总质量/g		1.003 6	1.102 7	1.196 5	1.196 6	1.096 3
净干含量设定值	净干质量/g					
	绵羊毛	0.802 9	0.771 9	0.717 9	0.598 3	0.438 5
	聚酯纤维	0.190 7	0.319 8	0.466 6	0.586 3	0.646 8
	涤纶级导电纤维	0.010 0	0.011 0	0.012 0	0.012 0	0.011 0
净干含量%	净干含量%					
	绵羊毛	80.00	70.00	60.00	50.00	40.00
	聚酯纤维	19.00	29.00	39.00	49.00	59.00
	涤纶级导电纤维	1.00	1.00	1.00	1.00	1.00
净干含量实测值	净干含量%					
	绵羊毛	79.96	69.87	60.15	50.41	39.61
	聚酯纤维	18.93	29.13	38.85	48.69	59.26
	涤纶级导电纤维	1.11	1.00	1.00	0.90	1.13
锦纶级导电纤维的含量偏差/%		0.11	0.00	0.00	0.10	0.13
聚酯纤维的含量偏差/%		0.07	0.13	0.15	0.31	0.26

由表3可知,导电纤维的含量偏差为0.0%~0.13%,聚酯纤维的含量偏差为0.07%~0.31%,结果与设计比例基本一致,符合GB/T 29862—2013《纺织品 纤维含量的标识》规定的含量允差范围。对于含涤纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混合试样,只能采用此法来进行定量。

2.4 日常送检样品测试验证

按照1.3.3所述的试验步骤,从日常检验留存的样品

库中寻找绵羊毛、聚酯纤维与锦纶级导电纤维精纺织物,绵羊毛、聚酯纤维与涤纶级导电纤维精纺织物各两块(平行样)进行试验,试验前将样品拆散成纱线,每次试验均由不同实验人员做平行样,试验结果见表4。

通过对比表4中的数据可以看出,两种方案所得的织物各组分结合公定回潮率的含量均与投料量很接近。对于含锦纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物,化学溶解法的含量偏差范围为0.0%~0.8%,显

显微镜法的含量偏差范围为0.0%~0.5%;对于含涤纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物,只能用显微镜法,含量偏差范围为0.0%~0.7%。两种方法所得

试验结果均符合GB/T 29862中所规定的纤维含量允差范围,说明试验方法可行,均可应用于日常送检样品的检验。

表4 样品库中绵羊毛、聚酯纤维与导电纤维精纺织物各组分含量测试结果(结合公定回潮率)

面料	投料值			化学溶解法			显微镜法		
	绵羊毛	聚酯纤维	导电纤维	绵羊毛	聚酯纤维	导电纤维	绵羊毛	聚酯纤维	导电纤维
a	50.0	49.5	0.5	49.8	49.6	0.6	49.5	50.0	0.5
				49.2	50.3	0.5	49.7	49.8	0.5
b	50.0	49.5	0.5	—	—	—	49.7	49.8	0.5
				—	—	—	49.3	50.1	0.6

注:a.绵羊毛、聚酯纤维与锦纶级导电纤维精纺织物;b.绵羊毛、聚酯纤维与涤纶级导电纤维精纺织物。

3 结论

(1)对于含锦纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物进行定量分析时,根据GB/T 2910.4—2009,用次氯酸钠溶液溶解绵羊毛后,可选择质量分数20%的盐酸溶液溶解锦纶级导电纤维从而得出各组分的含量,也可以选择显微镜法得到导电纤维和聚酯纤维的含量比例后再进一步算出混合织物中各组分的含量。

(2)对于含涤纶级导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物进行定量分析时,根据GB/T 2910.4—2009,用次氯酸钠溶液溶解绵羊毛后,只能选择显微镜法得到导电纤维和聚酯纤维的含量比例后再进一步算出混合织物中各组分的含量。

(3)对于日常含导电纤维的绵羊毛、聚酯纤维混纺织物定量分析时,用次氯酸钠溶液溶解绵羊毛后,可直接用质量分数为20%盐酸溶液溶解残留纤维,溶解完毕,若残留物质量有所减少,同时对残留纤维进行切片并在生物显微镜下观察,若导电纤维已无,说明此导电纤维是锦纶级的,从而可计算出各组分的纤维含量。溶解完毕,若残留物质量基本没有变化,对残留纤维进

行切片并在生物显微镜下观察导电纤维还存在,说明导电纤维是涤纶级的,用次氯酸钠溶液溶解绵羊毛后,只能选择显微镜法得到导电纤维和聚酯纤维的含量比例后再进一步算出混合织物中各组分的含量。

参考文献:

- [1] 李秋宇,周永凯,史丽敏,等. 碳黑型导电纤维在混纺毛织物中的应用[J]. 毛纺科技,2011,39(10):1-4.
- [2] 王科林,邵蕾,罗涛,等. 精纺毛织物的抗静电整理[J]. 印染,2014,40(12):34-37.
- [3] 郑少明,赵丽莎,林本术,等. 纺织品中导电纤维定性鉴别方法的研究[J]. 中国纤检,2018(4):94-95.
- [4] 纺织品 定量化学分析 第2部分:三组分纤维混合物:GBT 2910.2—2009[S].
- [5] 纺织品 定量化学分析 第1部分:试验通则:GB/T 2910.1—2009[S].
- [6] 纺织品 定量化学分析 第4部分:某些蛋白质纤维与某些其他纤维的混合物(次氯酸盐法):GB/T 2910.4—2009[S].
- [7] 纺织品 纤维含量的标识:GB/T 29862—2013[S].

Quantitative Analysis Method of Blended Fabrics of Wool and Polyester Fiber Containing Conductive Fiber

YAN Hongyan, ZHANG Xue, ZHANG Yuan

(Shandong Institute for Product Quality Inspection, Jinan 250102, China)

Abstract: According to GB/T 2910.2—2009 "Quantitative Chemical Analysis of Textiles Part 2: Ternary Fiber Mixture" and GB/T 16988—2013 "Quantitative Determination for Mixtures of Special Animal Fiber and Wool", the chemical dissolution method and the microscope method were selected. The quantitative analysis methods of blended fabrics of wool and polyester fibers containing conductive fibers were studied, and the two methods were compared. The results showed that for wool and polyester blended fabrics containing nylon grade conductive fibers, two testing methods can be successfully measured; But for wool and polyester blended fabrics containing polyester conductive fibers, only the microscope method can be selected. For quantitative analysis of blended fabrics, it was recommended that the experimenter choose the best one based on the qualitative results of the sample. This research can provide certain technical support for related inspection work.

Key words: conductive fiber; method of chemical dissolution; method of microscopy; quantitative analysis