

《纺织品 水萃取液 pH 值的测定》新标准解读

文/潍坊市产品质量监督检验所 郭敏

1、前言

国家标准 GB/T7573-2009《纺织品 水萃取液 pH 值的测定》主要参考 ISO3071: 2005《纺织品水萃取液 pH 值的测定》，进行了重大的技术内容调整，与 GB/T7573-2002 相比，主要修改内容如下：（1）增加 KCl（0.1mol/L）萃取介质；（2）蒸馏水或去离子水的 pH 值范围改为 5.0~7.5；（3）增加一种标准缓冲溶液；（4）改变部分实验器具的精度要求；（5）振荡萃取时间由 1h 改为 2h±5min；（6）要求平行误差不得超过 0.2；（7）取消了样品的调湿要求。

本文主要针对（1）、（2）、（5）、（7）修改部分进行实验分析，探求更加科学、合理的技术条件。

2、实验部分

本实验部分依据 GB/T7573-2009《纺织品 水萃取液 pH 值的测定》实施方案，并针对新标准中调整的技术部分，着重探讨 0.1mol/L KCl 萃取介质、萃取时间、实验用水、试验时间，样品调湿等因素对水萃取液 pH 值的测定的影响，从而寻求适用于现代纺织实验室检测分析的最佳途径。除对比实验部分的技术条件外，本实验其他技术条件一律按照 GB/T7573-2009 进行，不单独特别说明。

2.1 萃取介质、萃取时间的影响

2.1.1 三级水（5.0~7.5）[1]萃取介质

原理：水是极弱的电解质，其电离方程式可表示为： $H_2O \rightleftharpoons H^+ + OH^-$

纺织品水萃取液萃取出的离子极为有限,离子强度小,溶液的电导率低,配制

纺织品水萃取液的实验室三级水的电导率一般在 2~5 μ S/cm,水萃取液的电阻很高,与测量回路的其他电阻相比已不可忽略,同时由于液接电势的不稳定引起 pH 变化等,导致示值漂移幅度大,因而不易得到重现的结果。

2.1.2 KCl (0.1mol/L) 萃取介质

原理: KCl 溶液是典型的中性溶液,为强酸强碱盐,在水中完全电离, K⁺和 Cl⁻不会改变水中 H⁺的浓度,即 H₂O H⁺+OH⁻电离平衡不会受到破坏,因而 KCl 溶液不会干扰试液本身的 pH 值,可以作为离子强度调节剂,增加离子强度,提高电导率,从而提升 pH 值测定示值的稳定性[2]。

2.1.3 实验结果及分析

表一:

萃取介质	KCl (0.1mol/l)				水			
	pH 值				pH 值			
时间	5.7				5.5			
1h	7.25	7.23	6.27	6.25	7.28	7.32	6.17	6.26
	7.2		6.3		7.3		6.2	
2h	7.22	7.24	6.30	6.30	7.36	7.42	6.37	6.25
	7.2		6.3		7.4		6.3	

实验发现,用 0.1mol/l KCl 做萃取介质,与水做萃取介质,所测萃取液的 pH 值无明显差异。经过多次试验发现,用玻璃电极测试 KCl 萃取液 pH 值时,数值稳定很快,且数据无明显漂移;而水做萃取介质时,玻璃电极的响应时间较长,数值稳定较慢,且稳定性不好,数据的重现性不好。

用 0.1mol/l KCl 作为萃取介质,萃取时间分别为 1h 和 2h 时, pH 值结果无明显差异,经过大量实验证明,可以采用 100ml 0.1mol/l KCl 为萃取介质萃取 1h \pm 5min,可以得到满意的实验数据,同时提高工作效率。

2.2 三级水 pH 值的影响

新标准 GB/T7573-2009 引用了 GB/T 6682-2008 《分析实验室用水规格和试验方法》，并将实验用蒸馏水或去离子水的 pH 值范围改为 5.0~7.5，相对于 GB/T7573-2002 中规定的实验用水，其选择范围扩大。本实验选择 pH 为 5.5 和 7.5 的三级水为萃取介质，分别标注为 A，B，实施萃取液 pH 的测定，以分析不同 pH 区间的三级水对测试结果的影响。实验其他技术条件按照 GB/T7573-2009 《纺织品水萃取液 pH 值的测定》进行。

2.2.1 试验结果

表二：

萃取液编号	A				B			
样品编号	1#		2#		1#		2#	
萃取液 pH	6.23	6.28	8.63	8.61	6.45	6.40	8.76	8.68
pH 平均值	6.3		8.6		6.4		8.7	

实验发现，1#、2#样品经不同区间范围的三级水萃取，萃取液 pH 值差异不大，均小于 0.2 单位 pH。经过大量的试验证明，三级水的 pH 值对样品萃取液的 pH 值影响在误差范围之内，可以忽略。

2.3 实验时间的影响

在实验中我们发现，玻璃电极浸没在萃取液中的时间，影响着读数的稳定性。要得到比较准确可靠的读数，玻璃电极的确需要在萃取液中浸没一段时间，以使电极得到响应，但是浸没时间过长，反而会使得测试数据漂移，从而造成读数不稳定，实验发现，对于碱性萃取液,暴露在空气中 10 min,就可导致 pH 值结果降低 0.1 以上，超过三十分钟，就可导致 pH 值结果降低 0.2 以上；对于酸性偏中性萃取液，在空气中 30 min,就可导致 pH 值结果提高 0.2 以上。这是因为在一个

敞开的实验室环境条件下，空气中的二氧化碳以及其他可能的酸性（或碱性）气体会溶解在萃取液中，影响溶液中 H^+ 的浓度，进而破坏离子交换平衡，干扰实验。目前国内实验室基本采用开放式环境对萃取液进行 pH 测试，所以我们尽可能迅速的完成实验操作，以减小实验误差。

2.4 样品调湿的影响

GB/T7573-2009《纺织品 水萃取液 pH 值的测定》取消了试验样品调湿处理的规定。对于同一个样品，通过两个实验室间调湿与非调湿处理后进行实验发现，萃取液的 pH 值重现出较大的无规律性的差异，由此可见，试验样品的调湿处理会影响到其萃取液的 pH 值，新标准中取消这一规定无疑是更加规范的举措。

2.5 其他影响因素

实验样品的制备，萃取液振荡的频率、振幅，电极的选择、保养，实验人员主观判断,实验室环境等因素都会影响到萃取液 pH 的测定准确度。实验室工作人员需在日常工作中多加注意，频率选择应为往复式 60 次/min,旋转式 30 周/min,振幅为 2cm。电极的有效期一般为 1 年,长期使用的电极会出现响应慢、数据漂移等特点,应及时更换新电极。

3 结论

通过实验发现，影响 pH 的测试的准确度的因素有很多。从 GB/T7573-2009《纺织品水萃取液 pH 值的测定》与 GB/T7573-2002《纺织品 水萃取液 pH 值的测定》两个标准的内容对比出发，我们设计并实施了大量实验，实验表明：采用 100ml 0.1mol/l KCl 溶液作为萃取介质，萃取 $1h \pm 5min$ ，可以得到重现性好，可信度高的满意数据，同时提高工作效率；不同 pH 值区间范围的三级水作为萃取液，测试结果无明显差异；萃取液暴露在实验室开放环境的时间对测试结果有较大影响。

本实验发放针对于目前纺织实验室的现状而进行, 适合大部分商业性委托检验的纺织品 水萃取液 pH 值的测定, 对于仲裁、实验室比对等情况下的 pH 值的测定, 需根据双方达成的一致意向来进行。

尽管 GB/T7573-2009《纺织品 水萃取液 pH 值的测定》比 GB/T7573-2002 在技术条件上有了很大改进, 更加科学合理, 但是其具体实施细节还需要明确化, 明朗化, 我们期待 GB 18401—2003《国家纺织产品基本安全技术规范》在以后的修改完善版本中, 引用文件给予具体化。

www.cwta.org.cn

中国毛纺织行业协会