

# 分光光度法测定天丝/铜氨混纺产品的混纺比

中国纤检

摘要：建立一种测定天丝/铜氨混纺产品混纺比的分光光度方法，即分别用 65%硫酸溶解天丝、铜氨及天丝/铜氨混纺产品，测定所得溶液的吸光度值，根据 Lasbeli 定理计算混纺产品的混纺比。其测试结果与实际配比的偏差范围为-1.67%~1.80%，误差全部在标准 FZ/T 01053-2007《纺织品 纤维含量的标识》的允差范围内，为天丝/铜氨混纺产品的定量分析提供了一种方法。

关键词：天丝纤维；铜氨纤维；定量分析；分光光度法

天丝、铜氨均为再生纤维素纤维，具有天然纤维的优异特性，受到消费者的青睐，各种天丝/铜氨混纺产品也得到了大力开发。纤维定量是纺织品在加工、贸易和使用过程中不可缺少的重要检测指标，各国法规均明确要求对纤维含量进行标识。天丝和铜氨在外观上极为相似，化学性质也非常接近，目前对两种纤维的鉴定尚无成熟的方法，尤其是天丝/铜氨混纺产品混纺比的测定更是一个技术难题。有文献中提出可采用紫外-可见分光光度法对混纺产品进行混纺比的测定[1-3]，因此本文尝试采用紫外-可见分光光度法对天丝/铜氨混纺产品的混纺比进行测定，探讨这种方法的可行性。

## 1 测定原理

紫外-可见吸收遵循 Lamber-Beer 定律，对于溶液中含有两种组分的体系，当两种物质之间的作用是相互独立时，满足 Lasbeli 定理

$$A = \frac{A_A + (A_A - A_B)F}{F + \alpha(1 - F)} \quad (1)$$

$A$ 、 $A_A$ 、 $A_B$ ：二元体系、组分 A、组分 B 的吸光度；  
 $F$ ：组分 A 的比例；  
 $\alpha$ ：系数。

根据定理，可以配制一系列不同配比的二元混合物样品，形成一个训练集。测定该训练集中各样品的吸光度。由公式(1)可以得到下列两个关系式：

$$\alpha = \frac{A_A - A}{A - A_B} \times \frac{F}{1 - F} \quad (2)$$

$$F = \frac{1}{1 + \frac{A_A - A}{\alpha(A - A_B)}} \quad (3)$$

---

根据二元混合物的配比和方程(2)可以计算出相应的  $\alpha$  值,取其平均值作为二元混合物的  $\alpha$  值。对未知含量的二元混纺产品测定其吸光度,可利用该  $\alpha$  值从方程(3)可以计算出组分 A 的比例 F。

## 2 试验参数的选择

### 2.1 溶剂的选择

纤维素纤维通常可采用甲酸/氯化锌、锌酸钠、硫酸等作为溶剂来溶解[1-2]。实验结果表明,采用甲酸/氯化锌、锌酸钠作溶剂时,天丝和铜氨纤维的紫外—可见吸收光谱相差不大,而采用硫酸作溶剂时,二者则相差较大,因此选择硫酸作溶剂。

硫酸对纤维素的溶解是一个持续作用的过程,因此其紫外—可见吸收光谱的稳定性较差。不同浓度的硫酸对纤维素的溶解能力各不相同,本文针对不同浓度的硫酸处理时的紫外—可见吸收光谱进行了研究,结果发现,随着硫酸浓度的降低,其紫外—可见吸收光谱的稳定性增加。当采用 65%硫酸溶液时,在相当长的时间内,紫外—可见吸收光谱相当稳定。因此本文选定 65%硫酸作为纤维素的溶剂。

### 2.2 样品的前处理

为保证吸光度值的稳定,必须对样品进行适当的预处理,使之充分疏松并去除非纤维物质。

### 2.3 水浴温度和水浴时间的选择

纤维素纤维在硫酸中同时发生酯化和水解反应,纤维素逐渐水解为较小的分子,直至溶解。而在室温环境下的较短的时间内,纤维素的水解产物往往较牢固地粘附在纤维的表面,导致纤维仅表面的一层溶解掉。通常必须进行振荡加热处理,才能使纤维素完全溶解在硫酸中。

同时,硫酸与纤维素中的羟基发生酯化反应,生成的硫酸氢酯在 450 nm 附近产生紫外吸收峰(对于不同种类的纤维素纤维,该吸收峰的位置略有不同)。在实验中发现,随着水浴温度的提高,450 nm 附近的吸收峰的强度迅速增大。但如果温度过高,则反应过于剧烈,使溶液的吸光度过大。经优化,最终选择的水浴温度为 70°C。在实验中还发现,水浴处理 30 min 以后,所得溶液均是清澈透明的;处理时间小于 30 min 时,

部分溶液中存在悬浮颗粒，干扰光谱测定。因此最终选择的水浴处理时间为 30min。

### 3 试验

#### 3.1 仪器与试剂

UV-2550 紫外—可见分光光度计(日本岛津公司); SW22 数字式恒温水浴振荡器(瑞士 Julabo 公司); HG63 卤素水分烘干仪(瑞士 Mettler Toledo 公司)。

65%硫酸由实验室自己配制。

天丝 G100 纤维由兰精公司(奥地利)提供，铜氨纤维由旭化成公司(日本)提供。

#### 3.2 测试条件

超低速扫描。采样间隔：0.1 nm，扫描波长范围：200~500nm，狭缝宽度：0.2 nm，光源波长转换波长：300 nm，吸收池光程：10 mm。

#### 3.3 测试方法

将在卤素水分烘干仪上烘干称取好的样品置于 150 mL 磨口锥形瓶中，加入 50 mL 65%硫酸，在 70℃恒温水浴振荡 30 min，然后用冰水混合物迅速冷却至室温，立即测定其紫外—可见吸收光谱。

### 4 结果与讨论

图 1 是 65%硫酸中浓度均约为 6mg/mL 的天丝 G100 和铜氨纤维的紫外—可见吸收光谱的局部放大图，它们均在 450 nm 附近出现一个吸收峰，但吸收峰位置略有差异，且浓度不同时，峰位置也略有变化。这两个吸收峰的吸光度在 444 nm 时相差最大，相差约 2 倍。本文利用吸光度的差异，根据 Lasbeli 定理来测定天丝 G100/铜氨混合物的混纺比，因此选择的测定波长为 444nm。

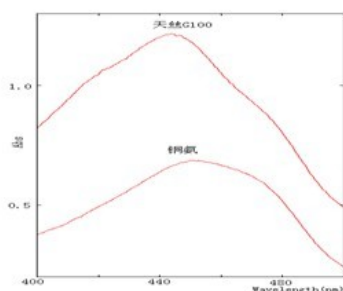


图 1 紫外-可见吸收光谱局部放大图

#### 4.1 方法的线性关系

为了计算训练集中每个混合物的  $\alpha$  值，必须先计算该混合物中组分 A、B 对应的吸光度  $A_A$ 、 $A_B$ ，而  $A_A$ 、 $A_B$  是根据混合物的总浓度从各自的线性方程计算得到。

称取不同质量的天丝 G100 纤维和铜氨纤维，分别用 50 mL 65%硫酸处理，在 444nm 处测定其吸光度 A，测定结果表明，铜氨的线性范围较宽，而天丝 G 的线性范围较窄，见表 1。当天丝 G100 的浓度为 1.20~7.94 mg/mL 时，吸光度随浓度线性增加，其线性方程为： $A_G=0.2310c_G-0.1803$  (4)

其中： $r=0.9967$ ， $c_G$ —天丝 G100 溶液的质量-体积浓度

当铜氨溶液浓度为 1.08~15.12 mg/mL 时，吸光度随浓度线性变化，其线性方程为：

$$A_C=0.1226c_C-0.0537 \quad (5)$$

其中  $r=0.9990$ ， $c_C$ —铜氨溶液的质量-体积浓度

www.cwta.org.cn

表 1 两种纤维的线性吸光度值

样品	浓度 c/ (mg/mL)	吸光度 A
天丝 G 纤维	1.20	0.148
	2.10	0.302
	2.92	0.510
	4.00	0.685
	4.86	0.877
	5.96	1.215
	6.92	1.408
	7.94	1.706
铜氨纤维	1.08	0.097
	2.02	0.201
	2.90	0.289
	4.04	0.419
	5.02	0.573
	6.00	0.664
	7.00	0.795
	7.84	0.882
	9.02	1.067
	9.86	1.204
	10.96	1.289
	12.08	1.406
	13.02	1.561
	13.96	1.685
	15.12	1.760

## 4.2 $\alpha$ 值的计算

为了计算未知二元混合物的混纺比，首先必须测定该混合物的  $\alpha$  值。考虑到通常二元混纺产品的混纺比以及方法的局限性，本文设计的二元混合物配比区间为天丝 G100/铜氨=15/85~85/15，配制一系列不同配比的天丝 G100/铜氨混合物，建立一个训练集，如表 2 所示。将每个样品用 50 mL 65%硫酸处理，在 444 nm 处测定溶液的吸光度值。根据方程 (4)、(5) 分别计算出该配比下各自的吸光度，再根据公式 (2) 计算每个配比下的  $\alpha_i$  值，见表 2。从表 2 可以看出，计算得到的  $\alpha_i$  值分布范围较窄，为 1.1095~1.2704，其平均值为 1.2064，RSD 为 3.38%。该平均值  $\alpha$  即可用于根据方程 (3) 来计算未知配比的天丝 G100/铜氨混合物的混纺比。

表 2  $\alpha$  值的测定

序号	天丝 G100 质量 /g	铜氨质量 /g	吸光度	cG/ (mg/mL)	cC/ (mg/mL)	$\alpha_i$
1#	0.046	0.252	0.749	0.92	5.04	1.1309
2#	0.056	0.247	0.773	1.12	4.94	1.2058
3#	0.065	0.236	0.781	1.30	4.72	1.2208
4#	0.073	0.228	0.793	1.46	4.56	1.2274
5#	0.082	0.220	0.809	1.64	4.40	1.2361
6#	0.093	0.211	0.832	1.86	4.22	1.2304
7#	0.098	0.202	0.835	1.96	4.04	1.1732
8#	0.109	0.190	0.851	2.18	3.80	1.1695
9#	0.117	0.184	0.871	2.34	3.68	1.1549
10#	0.124	0.173	0.875	2.48	3.46	1.1320
11#	0.134	0.167	0.905	2.68	3.34	1.1095
12#	0.146	0.158	0.919	2.92	3.16	1.2399
13#	0.156	0.146	0.931	3.12	2.92	1.2417
14#	0.164	0.138	0.942	3.28	2.76	1.2704
15#	0.173	0.130	0.965	3.46	2.60	1.2280
16#	0.179	0.123	0.975	3.58	2.46	1.2112
17#	0.190	0.114	1.002	3.80	2.28	1.1931
18#	0.200	0.101	1.014	4.00	2.02	1.1792
19#	0.209	0.094	1.032	4.18	1.88	1.2166
20#	0.216	0.086	1.041	4.32	1.72	1.2334
21#	0.227	0.073	1.058	4.54	1.46	1.2214
22#	0.234	0.068	1.075	4.68	1.36	1.2408
23#	0.243	0.055	1.083	4.86	1.10	1.2353
24#	0.250	0.052	1.108	5.00	1.04	1.2213

## 4.3 准确度实验

本文采用该方法对已知配比的天丝 G100/铜氨二元混合物进行测定，根据计算得到

的天丝 G100 的配比 FM 与实际配比 FJ 的差异来判断方法的准确度。

分别称取天丝 G100 纤维和铜氨纤维,设计了一系列不同配比的天丝 G100/铜氨混合物。所有样品经 50 mL 65%硫酸处理后,在 444 nm 处测定溶液的吸光度值,结果见表 3。根据混合物的总浓度和线性方程(4)、(5)分别计算出此浓度的天丝 G100 和铜氨纤维的吸光度。利用吸光度值,根据方程(3)计算天丝 G100 的配比 FM。计算 FM 与真实配比 FJ 的偏差。从表 3 的数据可以看出,分析结果与实际配比的偏差范围为-1.67~1.80。根据 FZ/T 01053-2007《纺织品 5%的允差范围内。因此采用分光光度法对已知比例的天丝 G/铜氨二组分混合物进行定量分析,实际测量结果的比例误差全部在标准的允差范围内。±纤维含量的标识》的规定,纺织品成分分析结果应该在

表 3 方法的准确度实验

序号	天丝 G100 质量 /g	铜氨质量 /g	吸光度	FM / %	FJ / %	偏差 / %
1#	0.051	0.251	0.760	16.30	16.89	-0.59
2#	0.066	0.233	0.783	23.04	22.07	0.97
3#	0.075	0.226	0.793	23.94	24.92	-0.98
4#	0.088	0.213	0.821	29.78	29.24	0.54
5#	0.097	0.205	0.832	31.41	32.12	-0.70
6#	0.108	0.195	0.848	34.04	35.64	-1.61
7#	0.117	0.185	0.865	38.08	38.74	-0.66
8#	0.128	0.173	0.888	43.27	42.52	0.75
9#	0.136	0.165	0.907	46.98	45.18	1.80
10#	0.149	0.152	0.925	50.45	49.50	0.95
11#	0.158	0.141	0.936	53.88	52.84	1.03
12#	0.166	0.133	0.943	55.21	55.52	-0.31
13#	0.175	0.127	0.973	58.81	57.95	0.86
14#	0.186	0.116	0.985	61.01	61.59	-0.58
15#	0.197	0.104	1.002	64.79	65.45	-0.66
16#	0.206	0.095	1.013	66.77	68.44	-1.67
17#	0.215	0.086	1.035	70.70	71.43	-0.73
18#	0.225	0.076	1.051	73.52	74.75	-1.23
19#	0.237	0.064	1.085	79.40	78.74	0.67
20#	0.248	0.053	1.107	83.14	82.39	0.75

#### 4.4 精密度实验

本文采用测定值 FM 与实际配比值 FJ 的百分比作为判断方法精密度的依据,为了对方法的精密度进行研究,本文配制了比例分别为 30/70、50/50、70/30 的天丝 G100/铜氨混合物,每个比例的混合物测定 9 个平行样。实验结果表明,对于三个比例的天丝 G100/铜氨混合物,测定值与实际配比值均相差很少,测定值为实际配比值的

---

96.13%~104.73%，其变异系数分别为3.06%、2.39%和1.89%。由此可见，该方法的精密度相当高。

## 5 结论

值和吸光度值计算未知配比的天丝 G100/铜氨混纺产品混纺比，从而解决了天丝 G100/铜氨混纺产品的定量分析难题。该方法准确度和精密度满足实验要求，具有实际应用的意义。 $\alpha$ 值，利用该 $\alpha$  天丝和铜氨纤维外观上极为相似，化学性质也相当接近，目前对这两种纤维的鉴定尚无成熟方法，特别是对天丝/铜氨纤维混合物配比的测定更是一个技术难题。本文利用天丝、铜氨纤维酯化后产生的吸收峰差异，尝试采用紫外—可见吸收光谱法对天丝 G100/铜氨混合物进行了测定，建立了一个测定天丝 G100/铜氨混合物配比的分光光度方法。该方法采用 65%硫酸溶解天丝 G100、铜氨及天丝 G100/铜氨混合物，测定所得溶液的紫外—可见吸收光谱。计算出天丝 G100/铜氨混合物的

### 参考文献：

[1] Dou Yukun, Ma Zhiyou. Blending ratio of cotton/jute textiles by half dissolving - light absorption [J]. 青岛大学学报, 2001, 16(2): 35-37.

[2] Gao Shan. The alkali dissolving method to measure the blending ratio of the wool/rabbit hair [J]. Journal of Textile Research, 1997, 8(2): 44-45.

[3] Smith B F, Davison S, Smith F. Determination of cellulose in textile fibers [J]. Textile Research Journal, 1962, 32(1): 29-38.

(作者单位：深圳出入境检验检疫局工业品检测技术中心)