

维特纶的定性鉴别

易姣 中国纤检

1 前言

维特纶是一种由聚乙烯醇与对苯二甲酸乙二酯复合的新型水溶性纤维,作为可以代替水溶性维纶用于生产毛巾纱等产品的一种新纤维,它与传统维纶相比有更环保,溶解简单,价格便宜,使用方便等特点,具有良好的生产前景。但是现在关于它的文献和研究还很少,随着产量的增加,各生产企业和检验机构将会越来越多地接触到此类纤维,因此,亟需寻找到其区别于其他纤维的定性鉴别方法。本文中通过一系列实验对维特纶纤维进行定性方法研究。

2 实验及结果

2.1 显微镜观察实验

2.1.1 实验试剂

液体石蜡、火棉胶

2.1.2 实验仪器

光学显微镜/CU-II纤维细度分析仪、载玻片、盖玻片、哈氏切片器、刀片、镊子、剪刀。

2.1.3 实验方法

横截面观察:将一小束纤维试样梳理整齐,紧紧夹入哈氏切片器的凹槽中间,以锋利刀片先切取露在外面的纤维,然后装好上面的弹簧装置,并旋紧螺丝。稍微转动刻度螺丝将露出的纤维切去,再稍微转动一下刻度螺丝,滴一滴5%火棉胶溶液,待蒸发后用刀片小心地切下切片,放在载玻片上,滴一滴液体石蜡,并盖上盖玻片,放在光学显微镜/CU-II纤维细度分析仪的显微镜载物台上,在放大倍数100倍~500倍条件下观察其横截面形态。

纵向观察:将适量纤维均匀平铺于载玻片上,滴一滴液体石蜡并盖上盖玻片,放在光学显微镜/CU-II纤维细度分析仪的显微镜载物台上,在放大倍数100倍~500倍条件下观察其纵向形态。

2.1.4 显微镜观察结果

在光学显微镜/CU-II纤维细度分析仪下观察可看到维特纶纤维横截面为圆形或近似圆形(图1),纵向表面光滑(图2)。

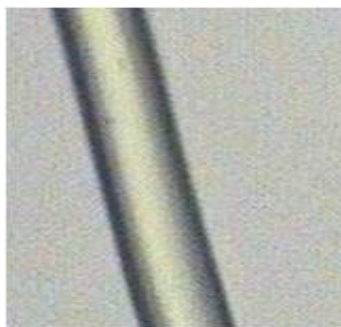


图 1 维特纶（横截面）



图 2 维特纶（纵面）

2.2 燃烧实验

2.2.1 实验仪器

酒精灯、镊子、剪刀等。

2.2.2 实验方法

用镊子夹住少量维特纶纤维靠近火焰、接触火焰及离开火焰，分别观察三种状态下所产生的燃烧现象及燃烧时产生的气味和燃烧后的残留物状态，初步辨别维特纶纤维。

2.2.3. 燃烧试验结果

维特纶的燃烧状态见表 1。

表 1 维特纶燃烧状态

| 纤维种类 | 燃烧状态 | | | 燃烧时的气味 | 残留物特征 |
|------|-------|-------|---------|--------|------------|
| | 靠近火焰时 | 接触火焰时 | 离开火焰时 | | |
| 维特纶 | 熔缩 | 收缩燃烧 | 继续燃烧冒黑烟 | 特殊气味 | 呈硬而黑的不规则硬块 |

2.3 熔点实验

2.3.1 实验仪器

熔点仪、镊子、剪刀、盖玻片等。

2.3.2 实验方法

取少量维特纶纤维放在两盖玻片之间，置于熔点仪的加热台上，用熔点仪上的显微镜观察纤维在升温过程中的变化，记录盖玻片上大部分纤维熔化时的温度为其熔点。

2.3.3 熔点实验结果

通过熔点仪测得维特纶纤维的熔点范围为 224~230℃。

2.4 溶解实验

2.4.1 实验试剂

硫酸、盐酸、硝酸、次氯酸钠、氢氧化钠、甲酸、冰乙酸、硫氰酸钾、N,N-二甲基甲酰胺、丙酮、苯酚、四氯乙烷、环己酮等。以上试剂均为分析纯。

2.4.2 实验仪器

封闭式电炉、镊子、小烧杯、剪刀等。

2.4.3 实验方法

将少量的维特纶纤维置于小烧杯中注入适量的试剂，在不同温度条件下，观察维特纶纤维在不同的试剂的溶解性能。

2.4.4 溶解实验结果

FZ/01057 - 2007, FZ/01057 - 1999 中几种常用试剂对维特纶的溶解性能见表 2。

表 2 维特纶溶解性表

| 试剂 | 温度 | | 试剂 | 温度 | |
|-------------|--------|----|----------------------|--------|----|
| | 24~30℃ | 煮沸 | | 24~30℃ | 煮沸 |
| 95%~98%硫酸 | S | So | 88%甲酸 | I | S |
| 70%硫酸 | I | So | 99%冰乙酸 | I | P |
| 36%~38%盐酸 | I | I | 65%硫氰酸钾 | I | I |
| 15%盐酸 | I | I | N,N-二甲基甲酰胺 | I | So |
| 1mol/L 次氯酸钠 | I | P | 丙酮 | I | I |
| 5%氢氧化钠 | I | S | 环己酮 | I | So |
| 65%~68%硝酸 | I | S | 苯酚: 四氯乙烷 6:4(体积比) | S | So |
| m-间甲酚 | S | So | | | |

注 1: 符号说明: So - - 立即溶解; S - - 溶解; P - - 部分溶解; I - - 不溶。

注 2: 溶解条件: 24~30℃5min; 煮沸 3min。

2.5 显微镜结合溶解实验

2.4.1 实验试剂

硫酸、盐酸、硝酸、次氯酸钠、氢氧化钠、甲酸、冰乙酸、硫氰酸钾、N,N-二甲基甲酰胺、丙酮、苯酚、四氯乙烷、环己酮等。以上试剂均为分析纯。

2.4.2 实验仪器

光学显微镜/CU-II纤维细度分析仪、载玻片、盖玻片、镊子、剪刀等。

2.4.3 实验方法

将溶解实验和显微镜观察实验结合起来，在显微镜观察试样中纤维纵向形态的同时，往载玻片上滴入不同试剂，观察显微镜下维特纶纤维的溶解性能，或维特纶纤维在溶液中的状态。

2.4.4 显微镜结合溶解实验结果

显微镜结合溶解实验观察维特纶滴加各种试剂后的状态如图3~17。

显微镜下观察维特纶滴加95%~98%硫酸、苯酚：四氯乙烷6：4（体积比）、m-间甲酚后溶解，滴加65%~68%硝酸、88%甲酸后有些微微溶胀，滴加70%硫酸、36%~38%盐酸、15%盐酸、1mol/L次氯酸钠、5%氢氧化钠、99%冰乙酸、65%硫氰酸钾、N,N-二甲基甲酰胺、丙酮、环己酮后均不溶解。

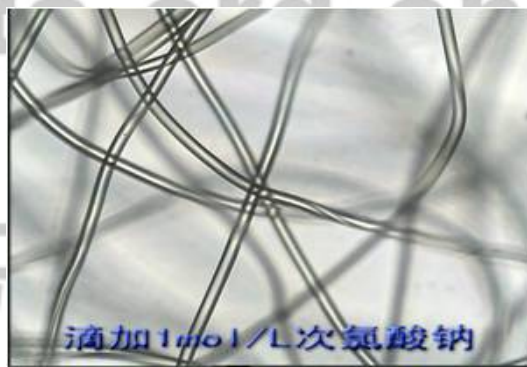
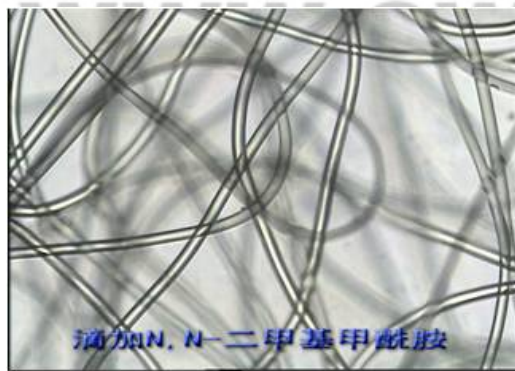


图3 滴加N,N-二甲基甲酰胺后维特纶的状态 图4 滴加1mol/L次氯酸钠后维特纶的状态

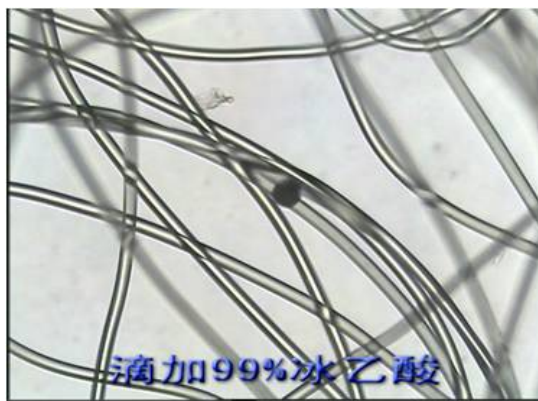
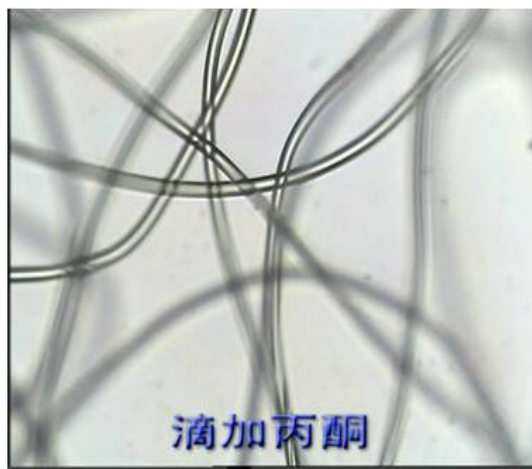


图5 滴加丙酮后维特纶的状态

图6 滴加99%冰乙酸后维特纶的状态

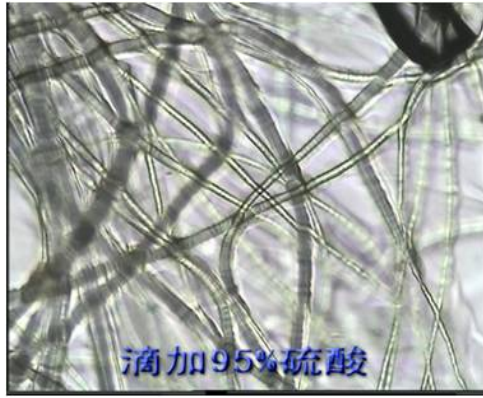


图7 滴加 95%硫酸后维特纶的状态

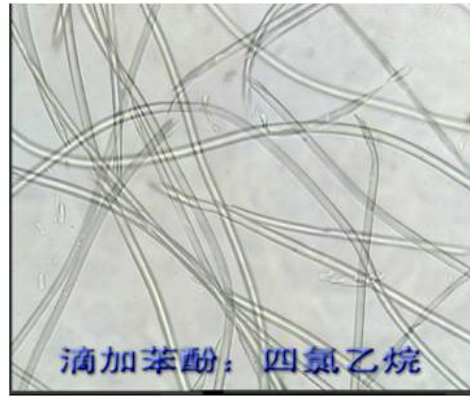


图8 滴加苯酚：四氯乙烷 6：4（体积比）

后维特纶的状态

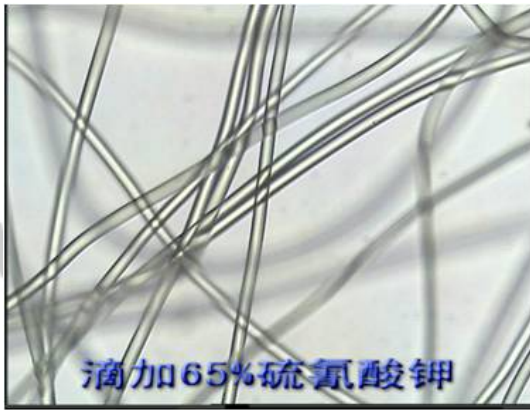


图9 滴加 65%硫氰酸钾后维特纶的状态

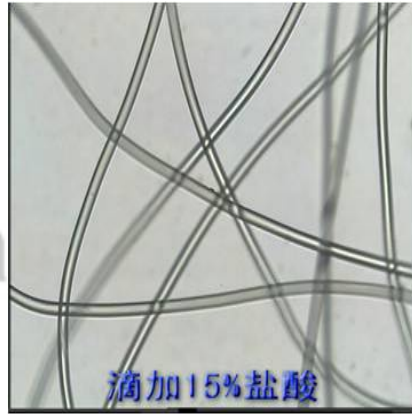


图10 滴加 15%盐酸后维特纶的状态

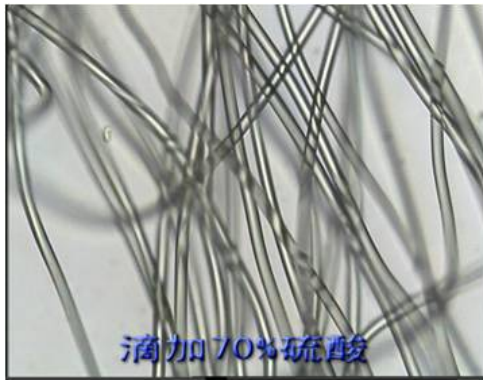


图11 滴加 70%硫酸后维特纶的状态

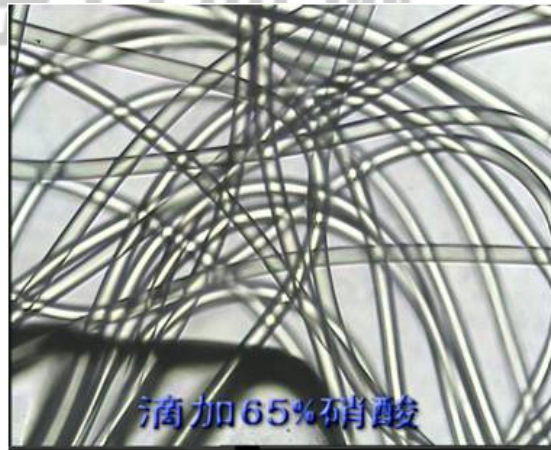


图12 滴加 65%时硝酸后维特纶的状态

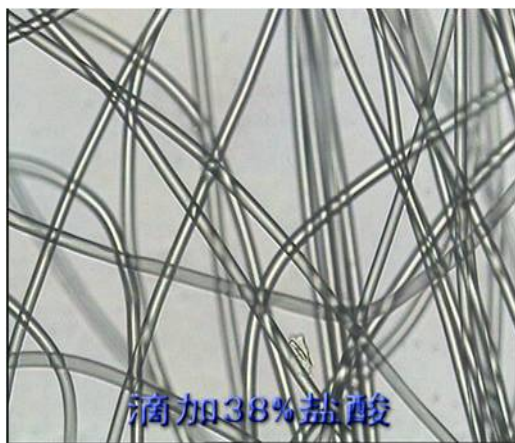


图 13 滴加 38%盐酸后维特纶的状态

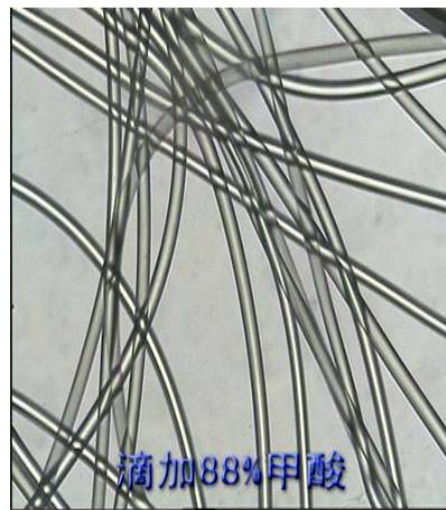


图 14 滴加 88%甲酸后维特纶的状态

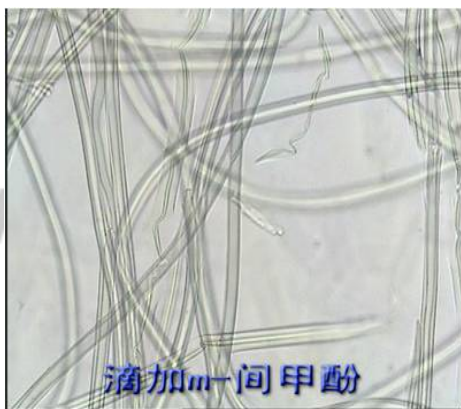


图 15 滴加 m-间甲酚后维特纶的状态

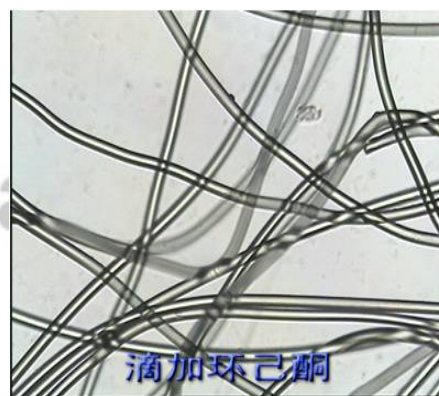


图 16 滴加环己酮后维特纶的状态

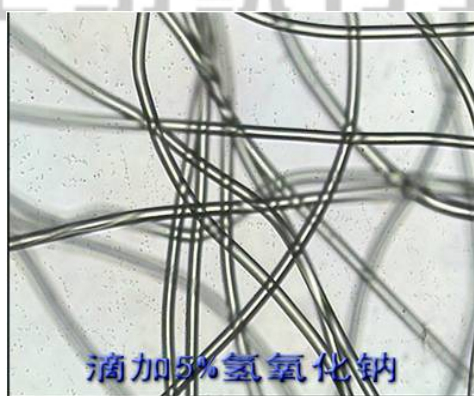


图 17 滴加 5%氢氧化钠后维特的状态纶

2.4 红外光谱实验

2.3.1 实验仪器

NICOLER 380 型 FTIR 红外光谱仪。

2.3.2 实验方法

采用红外光谱仪 ATR 法，分辨率为 4cm^{-1} ，检测器为 DTGS，光源为中红外光源。

2.3.3 红外光谱实验结果

测得维特纶的红外吸收光谱图如图 18。

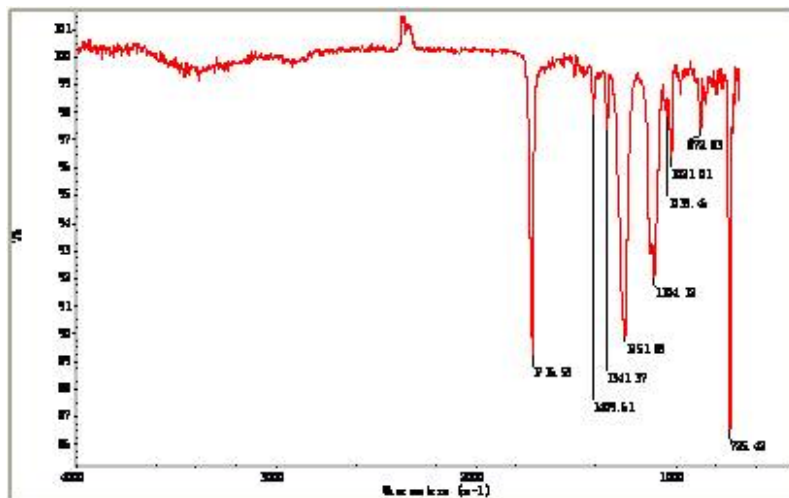


图 18 维特纶红外吸收光谱图

从图 3 可见，主要吸收谱带及其特征频率：

725.42, 872.83, 1021.01, 1039.46, 1104.12, 1251.83, 1341.37, 1409.61, 1716.53。

3 分析与讨论

由维特纶的纵向和横截面图可以将维特纶与天然纤维、一些特征明显的化学纤维区分开，但是与一些与其有相似形态特征的化学纤维如莱赛尔，某些合成纤维等不能用显微镜观察法鉴别。由表 1 可以看出维特纶的燃烧状态具有明显的合成纤维燃烧特征，因此可用此方法将其与天然纤维、再生纤维区分开来。由表 2 可以看出维特纶纤维常温时耐酸碱性较好，高温时耐酸碱性较差，并且溶于多种有机溶剂。结合 FZ/01057 - 2007, FZ/01057 - 1999 还可以看出，常温时维特纶纤维遇试剂 m-间甲酚溶解，可以将此作为区分维特纶和其他纤维的重要依据。另外由图 3~17 也可以看出维特纶纤维在显微镜下观察溶解状态明显不同于其他纤维。而熔点法和红外光谱法虽然不能单独用于鉴别维特纶，但是可以作为一种辅助方法，排除大部分与维特纶性质差异较大的纤维，缩小鉴别的范围，提高效率。

4 结论

结合以上实验结果与讨论，可以看出通过显微镜观察法、燃烧法、溶解法等方法的结合可以一步步将维特纶与其他纤维区分开来，实现维特纶纤维的定性鉴别。现将维特纶与其他常用纺织纤维的鉴别方法按系统方法归纳成一张组织结构图（图 19）。

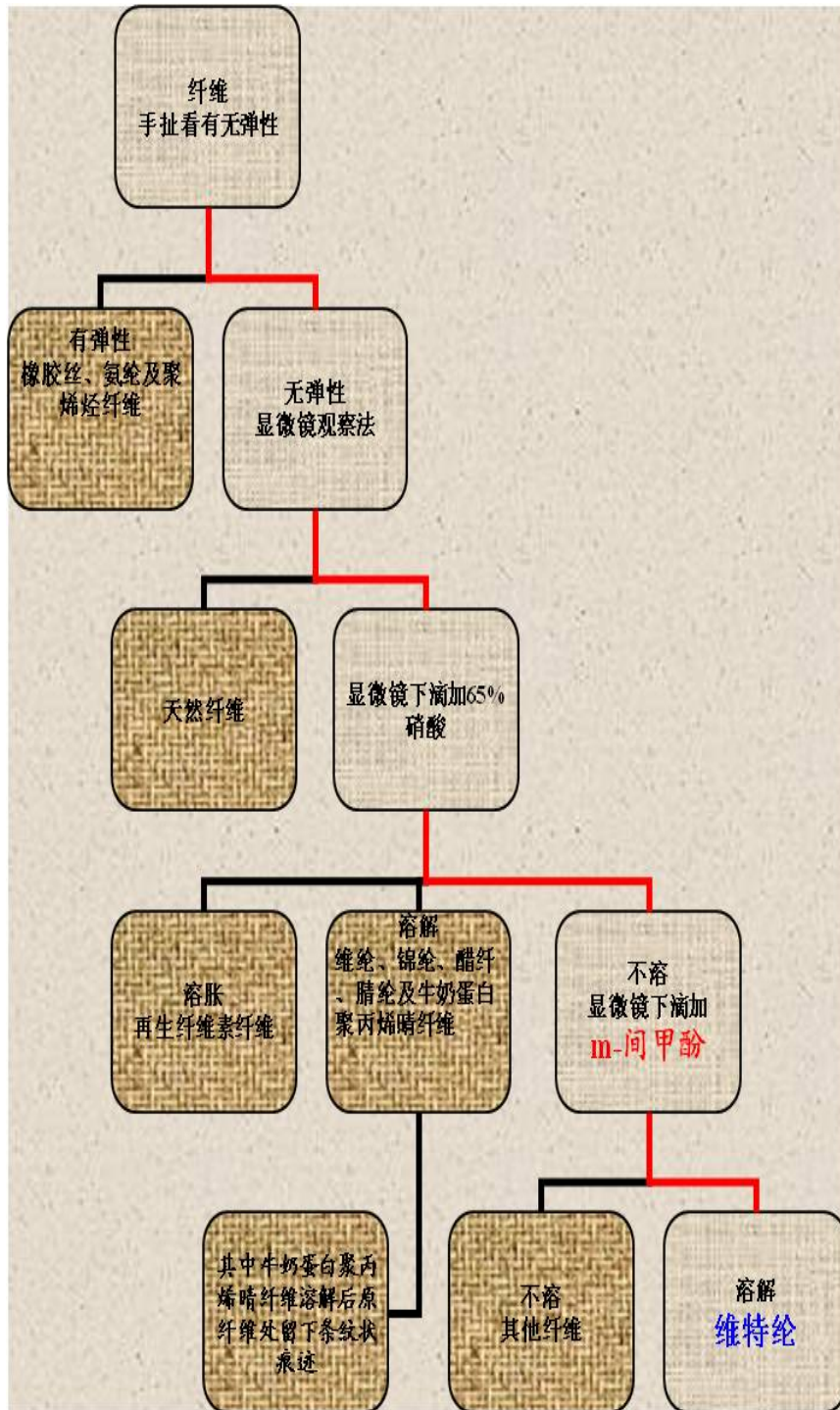


图 19 维特纶的系统鉴别法

通过上图可以看出，我们通过感官法→显微镜观察法→溶解性实验法，期间还可辅以燃烧法、熔点法和红外吸收光谱法，一步一步排除其他纤维，成功达到了鉴别维特纶与其他纤维的目的。