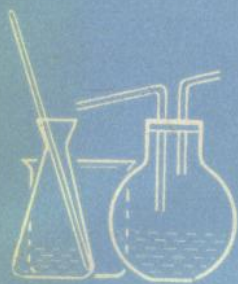


维尼纶生产分析检验



轻工业出版社

维尼纶生产分析检验

北京维尼纶厂 编著

高月珍 倪秋庭 陆玉玲 执笔

内 容 提 要

本书较全面地介绍了维尼纶生产过程中的化学分析和产品的质量检验方法，以介绍操作为主，也简单叙述一些原理。

本书可供维尼纶厂化验人员、技术人员和工人参考。

维尼纶生产分析检验

北京维尼纶厂 编著

高月珍 倪秋庭 陆玉玲 执笔

轻工业出版社出版

(北京阜成路白堆子75号)

北京印刷二厂印刷

新华书店北京发行所发行

各地新华书店经售

787×1092毫米 1/32 印张: $6\frac{24}{32}$ 字数: 154 千字

1976年2月 第一版第一次印刷

印数: 1—15,300 定价: 0.55元

统一书号: 15042·1371

毛主席语录

人的正确思想是从那里来的？是从天上掉下来的吗？不是。是自己头脑里固有的吗？不是。人的正确思想，只能从社会实践中来，只能从社会的生产斗争、阶级斗争和科学实验这三项实践中来。

中国人民有志气，有能力，一定要在不远的将来，赶上和超过世界先进水平。

目 录

第一章 概述	(1)
第一节 维尼纶纤维的生产过程	(1)
第二节 分析检验在维尼纶生产中的作用 和任务	(4)
第二章 试剂配制	(5)
第一节 溶液浓度及其计算	(6)
第二节 标准溶液的配制及标定	(10)
一、标准酸液的配制及标定	(10)
二、标准碱液的配制及标定	(12)
三、标准硫代硫酸钠溶液的配制及标定	(13)
四、标准碘液的配制及标定	(14)
五、标准硝酸银溶液的配制及标定	(15)
六、硫氰酸钾标准溶液的配制及标定	(16)
七、重铬酸钾标准溶液的配制及标定	(16)
八、硫酸亚铁铵标准溶液的配制及标定	(16)
九、0.01M标准氯化锌溶液的配制	(17)
十、0.01M乙二胺四醋酸二钠溶液的配制及标定	(17)
十一、0.01N EDTA 标准溶液的配制及标定	(18)
十二、碱性亚甲基蓝溶液的配制	(19)
十三、1克/升氯化十六烷基吡啶标准溶液的配制及标定	(19)
十四、高锰酸钾标准液的配制及标定	(20)

1102527

十五、1 毫升等于 0.1 毫克氧的高锰酸钾标准液的配制	(21)
十六、标准铁溶液的配制	(22)
十七、1 毫升等于 1 毫克三氧化二铁标准铁液的配制	(22)
十八、标准亚铁溶液的配制	(22)
十九、0.2 N 氯化钡标准液的配制及标定	(22)
二十、1 毫升等于 0.5 毫克氯离子的硝酸汞标准液的 配制及标定	(23)
二十一、缓冲液的配制	(24)
二十二、百分溶液的配制	(29)
二十三、洗涤液的配制	(30)
第三节 指示剂配制	(30)
第三章 聚乙烯醇的分析	(33)
第一节 取样	(33)
第二节 聚乙烯醇中挥发份的测定	(34)
第三节 聚乙烯醇中氢氧化钠的测定	(34)
第四节 聚乙烯醇中残留醋酸基的测定	(35)
第五节 聚乙烯醇中醋酸钠的测定	(36)
第六节 聚乙烯醇中铁的测定	(37)
第七节 聚乙烯醇粒度的测定	(38)
第八节 聚乙烯醇白度的测定	(38)
第九节 聚乙烯醇透明度的测定	(39)
第十节 聚乙烯醇着色度的测定	(40)
第十一节 聚乙烯醇膨润度的测定	(40)
第十二节 聚乙烯醇充填比重的测定	(42)
第十三节 聚乙烯醇平均聚合度的测定	(42)

第十四节 聚乙烯醇聚合度分布的测定	(45)
第四章 化工原料分析	(52)
第一节 液体氢氧化钠的分析	(52)
第二节 硫酸的分析	(55)
第三节 芒硝的分析	(62)
第四节 甲醇分析	(68)
第五节 甲醛分析	(73)
第六节 二氧化钛分析	(83)
第七节 纤维上油剂分析	(88)
第五章 水质分析	(96)
一、取样方法	(97)
二、温度测定	(97)
三、pH 值测定	(97)
四、总碱度的测定	(97)
五、总硬度的测定	(98)
六、总固体物的测定	(98)
七、耗氧量 (OC) 的测定	(99)
八、氯离子的测定	(99)
九、硫酸根离子测定	(100)
十、总铁量的测定	(101)
第六章 工业废水及废气分析	(102)
第一节 工业废水的分析	(102)
一、pH 值的测定	(102)
二、色度的测定	(102)
三、悬浮物的测定	(103)
四、总固体的测定	(103)
五、总酸度的测定	(104)

六、甲醛的测定	(105)
七、化学需氧量 (COD) 的测定	(107)
八、生化需氧量 (BOD ₅) 的测定	(108)
第二节 废气分析	(112)
一、空气中甲醛气体的分析	(112)
二、空气中甲醇气体的分析	(113)
第七章 半成品化学分析	(117)
第一节 溶存聚乙烯醇分析	(117)
第二节 水洗聚乙烯醇分析	(118)
一、水洗聚乙烯醇水份的测定	(118)
二、水洗聚乙烯醇中残留醋酸基的测定	(119)
三、水洗聚乙烯醇中醋酸钠的测定	(119)
四、水洗聚乙烯醇纯度	(120)
五、水洗聚乙烯醇平均聚合度的测定	(120)
六、水洗聚乙烯醇透明度及着色度的测定	(121)
七、水洗聚乙烯醇中钙的测定	(121)
八、水洗聚乙烯醇中硅的测定	(122)
第三节 原液分析	(124)
一、取样	(124)
二、原液浓度的测定	(124)
三、原液中醋酸钠的测定	(125)
四、原液中残留醋酸基的测定	(125)
五、原液着色度的测定	(126)
六、原液中二氧化钛的测定	(126)
七、原液过滤值 (KW) 的测定	(127)
第四节 凝固浴分析	(129)
一、凝固浴比重的测定	(129)

二、凝固浴全酸度的测定	(129)
三、凝固浴中硫酸的测定	(129)
四、凝固浴中醋酸的测定	(130)
五、凝固浴中硫酸锌的测定	(130)
六、凝固浴中铁的测定	(131)
七、凝固浴中硫酸钠的测定	(131)
八、凝固浴中铜的测定	(132)
九、凝固浴透明度的测定	(134)
第五节 丝束组成分析	(134)
一、水份测定	(134)
二、丝束上附着酸度的测定	(135)
三、丝束上附着硫酸的测定	(135)
四、丝束上附着硫酸锌的测定	(135)
五、丝束上附着硫酸钠的测定	(136)
六、丝束中聚乙烯醇的测定	(136)
七、丝束中二氧化钛的测定	(136)
第六节 醛化液分析	(137)
一、比重的测定	(137)
二、醛化液中硫酸的测定	(137)
三、醛化液中甲醛的测定	(138)
四、醛化液中硫酸钠的测定	(138)
第七节 温水分析	(139)
第八节 上油浴分析	(140)
一、蒸发残份的测定	(140)
二、上油浴中油脂量的测定	(140)
三、上油浴中硫酸钠的测定	(141)
第九节 榨液率测定	(142)

第八章 半成品检验	(143)
第一节 半成品水中软化点的测定	(143)
第二节 半成品纤度的测定	(144)
第三节 半成品纤维湿断裂强伸度的测定	(145)
第四节 半成品色泽的检查	(146)
第九章 短纤维成品检验	(147)
第一节 纤度的测定	(147)
第二节 长度的测定	(149)
第三节 干湿断裂强伸度的测定	(153)
第四节 干湿打结断裂强伸度的测定	(156)
第五节 干湿对拉断裂强伸度的测定	(157)
第六节 卷缩数的测定	(158)
第七节 卷缩度及卷缩弹性度的测定	(161)
第八节 电阻的测定	(162)
第九节 静摩擦系数和动摩擦系数的测定	(163)
第十节 伸长弹性度的测定	(168)
第十一节 初始模数的测定	(170)
第十二节 水中软化点的测定	(172)
第十三节 干热软化点的测定	(174)
第十四节 沸水收缩率的测定	(175)
第十五节 煮沸减量的测定	(175)
第十六节 油剂附着率的测定	(176)
第十七节 染色性能的测定	(178)
第十八节 染着量的测定	(179)
第十九节 煮沸不良的测定	(181)
第二十节 成包水份率的测定	(181)
第二十一节 平衡水份率的测定	(182)

第二十二节 色相的测定	(183)
第二十三节 缩甲醛化度的测定	(184)
第二十四节 异状纤维的测定	(188)
第二十五节 结点的测定	(189)
第十章 长丝束成品检验	(190)
第一节 纤度的测定	(190)
第二节 沸水收缩率的测定	(191)
第三节 色泽的测定	(192)
附录	(193)
一、硫酸钠水溶液的比重	(193)
二、硫酸钠在水中的溶解度	(193)
三、硝酸的百分浓度、当量浓度和比重	(194)
四、盐酸的百分浓度、当量浓度和比重	(195)
五、硫酸的百分浓度、当量浓度和比重	(196)
六、磷酸的百分浓度、当量浓度和比重	(198)
七、醋酸的百分浓度、当量浓度和比重	(199)
八、氢氧化钠水溶液的百分浓度、当量 浓度和比重	(201)
九、氨水的百分浓度、当量浓度和比重	(202)
十、国际原子量表	(203)

第一章 概 述

第一节 维尼纶纤维的生产过程

维尼纶纤维的主要品种有：短纤维、长丝束和长丝等。短纤维和长丝束的生产工序大体相同，只是工艺条件不同。现将维尼纶纤维的生产过程概述如下：

一、聚乙烯醇原液制备

聚乙烯醇是维尼纶的原料，它的原液制备分为三个工序，

（一）水洗 聚乙烯醇经过混批，使各项指标均匀。然后投到网式水洗机上，用一定温度的水淋洗，洗去其中的醋酸钠、游离碱等，使其含量在规定范围之内，以保证热处理后纤维不着色。水洗后的聚乙烯醇经压辊脱水，经出料器，用风吹到贮料仓。

（二）溶解 贮料仓内水洗后的聚乙烯醇，经旋转出料器出料后，用风送到自动计量称计量，再用抽真空的方式将聚乙烯醇吸入预先加入定量热水的溶解机内。将直接蒸汽通入溶解机内，边加热，边搅拌，边溶解。并以粘度调节来控制原液浓度。

如生产无光短纤维时，还要在溶解机内加入消光剂二氧化钛。

（三）过滤、脱泡 溶解后的短丝原液，用齿轮泵经过调压槽打至第一过滤机，除去固体杂质。长丝束原液则用齿轮泵直接压入一道滤机进行过滤。第一道过滤后，原液进入

脱泡桶，在夹套保温情况下进行常压脱泡。脱泡后的原液，由压缩空气压至第二道过滤机，然后送至纺丝调压槽，以压缩空气调至一定压力后，送往纺丝。原液管道均采用夹套保温管，以保持原液的温度。

二、纺丝、热处理

纺丝、热处理的作用是将聚乙烯醇原液制成维尼纶半成品，包括以下几个工序：

(一) 纺丝 维尼纶纺丝分为干法和湿法两种，一般都采用以芒硝溶液做凝固浴的湿法纺丝。

聚乙烯醇原液由计量泵定量，经烛形滤器过滤后，从喷丝头小孔中喷出，进入凝固浴，在浴中脱水而形成纤维。引出的纤维，经刮液导钩，绕到导丝盘上，在第一、第二导丝盘绕一圈经拉伸后引向卷绕机进行集束。

(二) 湿热拉伸 从卷绕机引出来的丝束，经过 90°C 的芒硝浴（二浴），引向干燥机。由于卷绕机和干燥机罗拉速度的差异而进行湿热拉伸。

(三) 干燥 为了对丝束进行热处理和热拉伸，必须先将丝束进行干燥。丝束干燥是在带有芒硝和受张力情况下以电加热的方法进行的。

(四) 预热 经干燥后的丝束继续加热，使丝束温度在短时间内提高到 $225\sim 230^{\circ}\text{C}$ ，便于干热拉伸和热处理。

(五) 干热拉伸 为提高纤维强度和结晶度，在预热机和热处理机间进行干热拉伸。

(六) 收缩热处理 为消除由于拉伸所产生的纤维分子的内应力，使非晶区紧密化，提高结晶度，对丝束进行松弛收缩处理。短纤维在干热拉伸和冷却机间进行，收缩4%；长

丝束在热收缩机上进行，收缩15%。

(七) 冷却 经热处理后的丝束，在冷却机上急速冷却。

(八) 切断 生产短纤维时，丝束由冷却机引出，卷绕在丝轴车上，再喂入切断机，切成一定长度，然后风送到整理工段。

长丝束则不切断，卷绕成丝轴后，直接送至整理。

三、整 理

为了提高纤维的耐热水性能，把经过纺丝热处理后的纤维，送至整理工段，经后处理后成为成品。整理过程分为以下几个工序：

(一) 热水卷缩 为使短纤维卷缩，在由切断送往整理的过程中，用一定温度和一定浓度芒硝的热水浸泡纤维。

(二) 前水洗 短纤维进行无芒硝缩醛时，需先用40~50℃的水将纤维上的芒硝洗去，若采用有芒硝缩醛时，则纤维上的芒硝可带入醛化液中，此工序可以取消。

长丝束采用有芒硝缩醛，其前水洗浴中含有一定量芒硝，调整醛化液中芒硝含量，还可以调整丝束的张力。

(三) 前回收、后回收 为了降低甲醛和硫酸的消耗，在缩醛化前后，设有回收工序。

(四) 缩醛化 为了提高纤维的耐热水性，进行缩醛化，以亚甲基封闭分子链上的羟基，降低纤维的亲水性。

(五) 温水洗 将纤维上附着的缩醛化液洗掉，防止纤维着色。

(六) 上油 上油的目的是使纤维因带上一些极性油剂，增加其导电性能，以防止静电的产生，为纺织加工创造

良好的条件。

(七) 干燥 将水洗、上油、压榨脱水后的短纤维开松后，投入强制通风式烘干机烘干。长丝束在滚筒式烘干机内烘干。

(八) 打包 短纤维经烘干后送至打包机打包。长丝束的整理过程，没有热水卷缩和打包工序，经烘干后绕成丝轴，送往牵切纺车间。

第二节 分析检验在维尼纶生产中的作用和任务

在维尼纶生产过程中，所用原材料的品质和用量，水质的优劣以及半成品的成份等，都要通过化学分析来严格控制；生产中排出的废气和废水，特别是污染环境的有害物质，更要通过化学分析来控制其排出量；生产出来的半成品和成品，则要通过检验，才能知道其质量是否达到要求。根据分析和检验的结果，才能规定适当的工艺条件，保证生产正常进行，做到优质、高产、低消耗。

由此可见，在维尼纶生产中，化学分析和成品检验是很重要的工作。其内容包括以下几方面：

1. 聚乙烯醇、化工原料及水质的分析；
2. 生产控制分析及有害气体分析；
3. 成品质量指标的检验。

分析检验部门应密切配合车间，保证生产的正常进行，而且还要积极地配合车间开展技术革新和技术改造，准确、及时地提供试验数据。

第二章 试剂配制

为了满足维尼纶生产的需要,化验室备有很多种的试剂,包括一般的指示剂、百分浓度溶液、基准溶液、标准溶液、特殊试剂等,这些溶液用于不同的分析中,必须有统一的标准,为此在中心化验室中专设有标准溶液组,配制供全厂各试验室用的标准溶液。

百分浓度溶液配制比较简单,在本章第二节中我们只简单地介绍了配制法,不作详细介绍了。另外,我们在此还要提一下,作为化验工作人员,必须对试剂的使用和保管有所了解。

化学试剂的纯度规格,一般说来,越高越好,但是要从实际出发,否则就会造成浪费。基准试剂及分析纯的药品是用于精密分析及基准溶液的配制;化学纯的试剂用于一般标准溶液配制。

试剂保管相当重要,它直接关系到分析结果的准确性,因此试剂决不能弄脏,受潮或分解,对于液体试剂,特别是标准溶液,要随时将瓶塞塞紧,每次倾出前要将瓶子摇动一下,使溶液均匀。试剂应保藏在干燥暗冷处,不可放在热源旁边或日光直接照射的地方,同时试剂瓶上要有完整的、字迹清楚的标签,注明试剂名称、浓度、标定日期等,对于氧化、还原等不稳定试剂,要有定期复标制度。

为了计算上的统一,化验室所配的标准溶液浓度均以当量浓度(N)或克分子浓度(M)表示。

第一节 溶液浓度及其计算

在分析工作中，浓度表示方法有下列几种：

一、百分浓度

以每100克溶液中的溶质克数来表示的浓度。例如：5%的氯化钠溶液配制方法，是将5克氯化钠溶解于95克水中。

二、体积比

在分析工作中，液体酸及氢氧化氨的浓度是以普通浓试剂与水的体积比来表示。例如：盐酸（1：3）表示盐酸溶液的配制是将一体积的普通浓盐酸（比重约1.20）与三体积的水混合。

三、克分子和克分子浓度

在化学上常用的重量单位为克，至于重量很小的分子和原子则以氧单位为单位。但为了实用方便，常用克分子、克原子为单位。

所谓克原子，就是元素的原子量用克做单位来表示。

所谓克分子，就是物质的分子量用克做单位来表示。

所谓克分子浓度，就是一升溶液中溶有溶质的克分子数，以M表示。例如，在一升硫酸溶液中含有一克分子的硫酸，叫做一克分子浓度的硫酸溶液，写为1 M。含有二克分子的硫酸，叫做二克分子浓度的硫酸溶液，写为2 M。

关于克分子浓度的计算，举例说明如下：

400毫升2M氢氧化钠溶液里，含氢氧化钠多少克？