

化 纖 工 艺 学 实 驗

華東紡織工學院

化纖教研組編

1 9 6 1

化纖工艺学实验目录

第一篇 粘膠纖維

第一部份 紙粕分析

- 实验一 紙粕含水量的測定…………… (1)
 (1) 烘箱干燥法 (2) 紅外線干燥法 (3) 萃取法
- 二 紙粕中脂肪、油脂、蠟質含量的測定…………… (3)
- 三 紙粕內木质素的測定…………… (4)
- 四 紙粕中多縮戊醛的測定…………… (5)
 (1) 重量法 (2) 容量法
- 五 紙粕中 α -纖維素含量的測定…………… (9)
- 六 紙粕中半纖維素含量的測定…………… (11)
 (1) 硫酸亞鉄鉍法 (2) 碘量法
- 七 紙粕中灰分含量的測定…………… (14)
- 八 紙粕中含鉄量的測定…………… (14)
 (1) 比色法 (2) 光电比色法
- 九 纖維素溶液粘度測定…………… (16)
 (1) 銅鉍法 (2) 粘膠法
- 十 纖維素聚合度的快速測定…………… (24)
- 十一 紙粕膨脹度的測定…………… (27)
- 十二 纖維素反应性能的測定…………… (28)
- 第二部份 碱纖維素分析
- 十三 碱纖維素中含碱量的測定…………… (29)
- 十四 碱纖維素中 α -纖維素含量的測定…………… (30)
- 十五 碱纖維素粉碎度的測定…………… (31)

	(1) 酚酞法	(2) 定积重量法	
十六	纖維素黃酸酯酯化度的測定		(31)

第三部份 粘胶分析

十七	粘胶内含碱量的測定	(33)
十八	粘胶内 α -纖維素含量的測定	(34)
十九	粘胶熟成度的測定	(34)
	(1) 氯化銨法	(2) 氯化鈉法
二〇	粘胶粘度的測定(落球法)	(36)
二一	粘胶内纖維素黃酸酯酯化度的測定	(37)
	(1) 碘量法	(2) 酸碱滴定法
二二	粘胶溶液的粘胶块的測定法	(40)
二三	粘胶溶液的 K_w 值的測定	(41)

第四部份 凝固浴分析

二四	凝固浴内 H_2SO_4 、 Na_2SO_4 、 $ZnSO_4$ 含量的測定	(43)	
	(1) 酸碱滴定法	(2) 黃血鹽滴定法	(3) 鉀酸銨滴定法
	(4) 脫力隆染料滴定法	(5) 灼燒法	
二五	凝固浴溶液表面張力的測定	(48)	
二六	凝固浴透明度的測定	(50)	

第五部份 后处理溶液的分析及其他

二七	剛成形纖維内剩余黃酸酯含量之測定	(51)
二八	有毒气体的測定	(52)
二九	亚硫酸盐脫硫浴中亚硫酸盐及硫代硫酸盐的測定	(55)
三〇	亚硫酸盐脫硫浴中含碱量的測定	(57)
三一	次氯酸盐溶液中含碱量的測定	(57)
三二	次氯酸盐溶液中有效氯的測定	(58)

第二篇 醋酸纖維

第六部份 醋酸纖維分析

- 三三 醋酸纖維中醋酸含量(酯化度)的測定……………(59)
- 三四 醋酸纖維素酯穩定性的測定……………(60)
- 三五 醋酸纖維素丙酮溶液透明度的測定……………(61)

第三篇 合成纖維

第七部份 合成纖維分析

- 三六 合成聚合物(或纖維)微量水份的測定……………(62)
- 三七 聚合物灰份与含鉄量的測定……………(64)
- 三八 己內酰胺凝固点的測定……………(65)
- 三九 高錳酸鉀值的測定……………(66)
- 四十 己內酰胺揮发性盐基的測定……………(66)
- 四一 折光指数法測定萃洗液中己內酰胺和低分子化
化合物的含量……………(67)
- 四二 聚己內酰胺熔点的測定……………(69)
- 四三 聚己內酰胺分子量的測定……………(69)
- 四四 合氯綸树脂含氯量的測定……………(71)
- (1) 濃硝酸灼燒法 (2) 过氧化鈉灼燒法
(3) 过硼酸鈉灼燒法
- 四五 合氯綸树脂分解溫度的測定……………(73)

第四篇 成品的鑑定

第八部份 纖維性质的鑑定

- 四六 纖維的切片及染色試驗……………(74)
- 四七 鑑別各种纖維……………(75)

实验一 紙粕含水量的測定

(一) 烘箱干燥法

原理：在 100—105°C 下將紙粕干燥到恆重，根据干燥后紙粕所失去的重量求出含水百分率。

样品准备：將紙粕剪成 10 毫米 × 10 毫米的小块，如果紙粕含水超过 40% 时必须进行撕碎。

分析步骤：在一干燥至恆重的称量瓶内称取上述紙粕 5 克左右（准确至 0.2 毫克），称量瓶连同紙粕放到烘箱内在 100—105°C 干燥，经过一定时间的干燥后，將样品移入干燥器内冷却称重，如此重复操作，直至恆重为止。

计算：

$$W\% = \frac{(g_1 - g_2) \times 100}{g_1 - g}$$

式中：W% —— 紙粕中含水百分率

g —— 干燥称量瓶重量

g_1 —— 干燥前紙粕与称量瓶总重

g_2 —— 干燥后紙粕与称量瓶总重

(二) 紅外線干燥法

原理：利用紅外線灯將紙粕干燥至恆重，根据干燥后紙粕所失去的重量求出含水百分率。

样品准备：如前法。

分析：在干燥到恆重的称量瓶内称取 5 克左右的紙粕（准确至 0.2

附註：① 当含水高于 40% 时也可放在称量瓶内干燥，但干燥时间应增至 20 分钟。

② 在紅外線旁边工作时应戴上黑色眼鏡。

毫克)，在紅外線下干燥，7—8分鐘內攪动1—2次，（如紙粕含水达40%以上則样品放在一直徑100毫米高15毫米的金属器皿內进行干燥），干燥结束后移入干燥器內，冷却称重，再干燥3分鐘后，再称重，直至恆重为止。

計算：如前法。

（三）萃 取 法

原理：基于用一沸点高于水、与水不互溶，比重小于水的有机溶剂的蒸汽，以蒸出紙粕內所含的水份。

样品准备：如前述。

分析：准确称取10克准备好的样品放在250毫升的燒瓶內，加入75毫升蒸餾过的甲苯或二甲苯，装置如图1。然后放在砂浴里加热，当达到甲苯沸点时，其蒸汽带着水蒸汽一同上升至冷凝管被冷凝下来，蒸餾速度，約每秒2滴，餾出液汇集在量筒中並在其中自行分层，水聚积于下层，当甲苯溢出，重新回入蒸餾瓶，如此沸騰2小时左右，水及液面不再增加，停止加热冷至室溫待混合物澄清后讀取餾出水分，計算紙粕中含水百分率。

仪器准备：

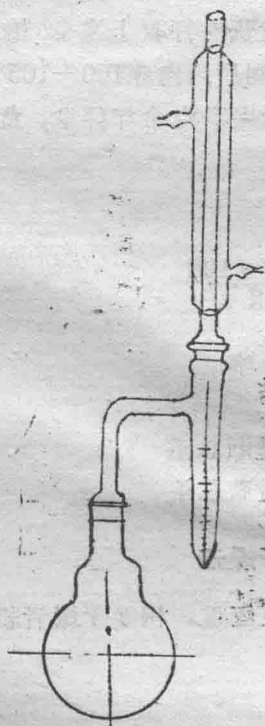


图1 水份测定器

註：烘箱法：一般用在工厂中，該方法簡單、方便，但准确度不高。

紅外線干燥法：速度快，但不是最准确。

萃取法：准确，用在科研上，但耗費時間長，控制要求严格，需用有机溶剂。

$$W\% = \frac{\text{量管內水的毫升數}}{g} \times 100$$

W%——紙粕中含水百分率

g——紙粕重(克)

思考題：

1. 用萃取法測定含水量時，所用萃取劑應具備那些條件？為什麼？
2. 本實驗會產生那些誤差，如何防止？

實驗二 紙粕中脂肪、油脂、蠟質含量的測定

原理：由於紙粕中的脂肪、油脂、蠟質能溶解於二氯乙烷或苯醇混合溶液等有機溶劑中，故測定方法可用 1 : 1 的苯醇混合液（或二氯乙烷等）將紙粕加以多次萃取，再將萃取液進行蒸發乾燥，得其不易揮發之殘渣稱重即可知油脂、脂肪、蠟質含量。

樣品準備：將含已知水量的紙粕剪成寬為 3—5 毫米的長條。

分析步驟：準確稱取樣品 3—5 克，用脫脂濾紙包捲好，放入索氏萃取器中，紙卷高度應低於萃取器溢流口約 1—1.5 厘米，在萃取器下部的燒瓶中，加入 80—100 毫升苯醇混合液，裝置好以後，放在水浴上加熱 4—6 小時，使迴流次數在 18—20 次左右。

萃取完畢後，將萃取液倒入另一已稱重的燒瓶中，再以少量苯醇液洗滌索氏萃取器，洗後的苯醇液亦倒入此燒瓶中然後進行加熱蒸餾（餾出液可回收）直至燒瓶中尚餘極少量溶液，將燒瓶在 100°C 以下乾燥，冷卻至室溫，稱其重量。

計算：

$$x\% = \frac{(g_1 - g_2) \times 100}{g(100 - w)} \times 100$$

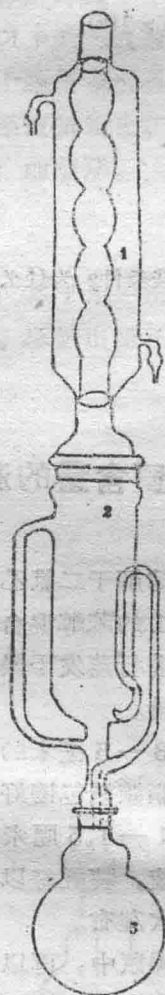


图2 索氏萃取器

1. 冷凝管 2. 迴流管 3. 燒瓶

式中： $x\%$ ——絕干紙粕中脂肪、
油脂、蠟質的含量。

g_1 ——燒瓶与脂肪、油脂、蠟質的
总重。

g_2 ——干燥燒瓶重量。

g ——紙粕样品重量。

w ——紙粕含水率。

思 攷 題:

1. 为什么要在这样的仪器内进行脂肪、油脂、蠟質的萃取，將紙粕放在燒瓶内蒸餾同样的時間是否可以？
2. 从蒸餾瓶内蒸发上升的蒸汽是否有脂肪、油脂、蠟質？
3. 溶剂不同所得結果是否一样？

实 驗 三 紙 粕 內 木 質 素 的 測 定

原理：利用木质素不与硫酸作用而纖維素及其他多醣类能在 $72\% \text{H}_2\text{SO}_4$ 的作用下水解而溶解的性質，將木质素分离出来，从而求出其含量。

样品准备：將含水量已知的紙粕剪成 $1\text{毫米} \times 5\text{毫米}$ 的小块。

分析步驟：稱取样品約 1克 （准确至 0.2毫克 ）放入 500毫升 干燥的燒杯内加入 10毫升 剛沸騰的蒸餾水予以潤湿， 10分钟 后将燒杯移入冷水槽中並在攪拌的情況下緩慢地加入 25毫升 36% 的 H_2SO_4 ，多次而

小心地将杯內之物加以混合，溶解4小时后，加入250毫升蒸餾水煮沸5分钟，再将燒杯放在沸騰的水浴上加热一小时，然后取出冷却15分钟，用1G4石英漏斗进行抽濾，用水洗至无 SO_4^{2-} 为止（以 $BaCl_2$ 試之），然后放入烘箱在 $100-105^{\circ}C$ 温度下干燥，冷却后称至恆重。

計算：

$$\text{木質素(\%)} = \frac{(g_1 - g) \times 100 \times 100}{g_2(100 - w)}$$

式中：g——石英漏斗重

g_1 ——石英漏斗和沉淀物总重

g_2 ——样品重

w——紙粕含水率

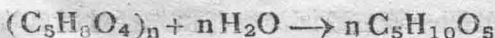
思 考 題：

1. 本实验中为什么預先加蒸餾水潤湿紙粕后，再加入酸？
2. 为什么要緩慢的加入酸？否則对測定結果产生那些影响，为什么？
3. 实验过程中应注意那些关键使之誤差减小？
4. 木質素含量的多少对工艺生产过程有何影响？

实验四 紙粕中多縮戊糖的測定

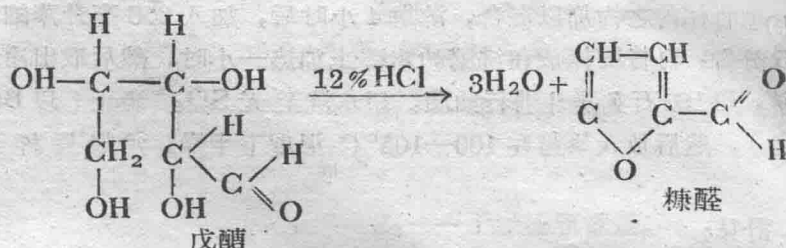
原理：定量測定多縮戊糖的唯一方法是在12% HCl 作用下把它轉化成为糠醛，然后再用容量法或重量法来測定糠醛量，借以求得多縮戊糖的含量。

反应式如下：



多縮戊糖

戊糖



- | | | | |
|---------------|-----|----------|-----|
| (1) 圓底燒瓶250毫升 | 1 只 | (2) 冷凝管 | 1 只 |
| (3) 滴液漏斗 25毫升 | 1 只 | (4) 水浴鍋 | 1 只 |
| (5) 古氏坩堝 | 1 只 | (6) 小燒杯 | 1 只 |
| (7) 滴定管 | 1 根 | (8) 三角燒瓶 | 1 只 |

样品准备: 將已知含水份的紙粕剪成10毫米×10毫米小塊。
分析步驟:

一、重 量 法

(1) 秤取样品1~2克,置于250毫升圓底燒瓶中,注入100毫升12%的HCl(比重1.06)油浴或砂浴上进行蒸餾,將餾出液(含有12%鹽酸及少量糠醛)收集到量筒內,蒸餾的速度應保持在10分鐘30毫升,在餾出液收集至約30毫升后,通过滴液漏斗再添加30毫升12%的HCl至燒瓶中,这样一直重复蒸餾下去,直至餾出液已有270毫升时,就須开始檢驗餾出液內是否还有糠醛存在(檢驗方法:在濾紙上滴一滴苯胺液,再滴上一滴餾出液,烘干后看是否有淡紅色出現,如有則表示还有糠醛存在)。

(2) 在所得的餾出液中加入40毫升1%間一苯三酚沉淀剂,再用12%鹽酸溶液加至400毫升,即有沉淀产生,在經常搖动下維持15—18小时(再以苯胺試驗是否还有糠醛存在,如有則應該再加入少量沉淀剂,直至不再产生沉淀为止),然后,在浴溫80~85°C的水浴上,加热一小时,借使沉淀物的粒子变成較大些,便于過濾。

(3) 將棕色的間一苯三酚沉淀物在預先秤过恆重的古氏坩堝內抽濾,并以100毫升水洗滌之,經抽濾后在100°C下烘干4小时。

(4) 將烘干后的坩堝冷卻，放在小燒杯里，並加入20毫升95%酒精移在水浴上加熱10分鐘，溫度保持60°C，然后再抽濾，這樣重復4~5次，直到濾出的酒精無色為止，俟坩堝干燥，后再進行稱重，得到糠醛與間一苯三酚沉淀物的重量(a)。

儀器裝置圖如下：

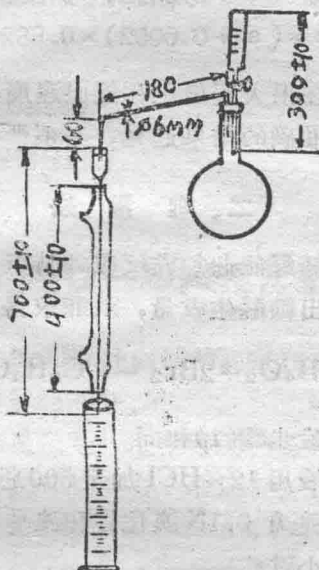


图3 多縮戊醣測定裝置

計算：（利用經驗公式進行計算）

$$w = (a + 0.0052) \times 0.8824 \text{ (至 } 0.8949 \text{)}$$

$$x \% = \frac{w \times 100 \times 100}{g(100 - c)}$$

w——多縮戊醣重量(克)

a——間一苯三酚沉淀物重量(克)

0.0052——溶解於400毫升12% HCl 溶液中的間一苯三酚沉淀物重量

x —— 多縮戊醣在紙粕中所佔百分比

g —— 紙粕样品重量

c —— 紙粕中含水率

0.8824~0.8949 經驗系数, 根据沉淀重量而定

在0.03g以下 $w = (a + 0.0052) \times 0.8949$

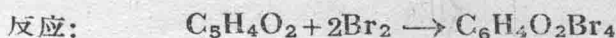
0.03~0.3g $w = (a + 0.0052) \times 0.8866$

0.3g以上 $w = (a + 0.0052) \times 0.8824$

注意: 糠醛产率在很大程度上和餾出速度, 酸的濃度及其他条件有关系, 为得到比較准确的結果起見, 必須严格遵守操作条件。

二、容 量 法

原理: 利用溴与糠醛能起加成反应的特点, 用溴来滴定糠醛混合液, 从溴的耗用量测出糠醛生成量, 从而求得多縮戊醣的含量。



(1) 与重量法实验步骤(1)相同。

(2) 将糠醛餾出液用 12% HCl 加至 500 毫升, 然后吸取 200 毫升至錐形燒瓶中加入 25 毫升 0.1N 溴化鉀和溴酸鉀的混合溶液, 塞紧瓶塞, 在阴暗处静置一小时。

(3) 在同一錐形燒瓶中加入 10 毫升 KI 溶液, 放置 5 分钟, 然后用 0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 滴定析出的碘, 在滴定将近終点 (淡黄色) 前加入 2~3 滴 0.5% 淀粉溶液作指示剂, 滴至藍色消失。

(4) 作一空白試驗, 以 200 毫升 12% HCl 来代替同体积的餾出液。

(5) 計算:

$$x \% = \frac{(V_1 - V_2) \times 0.0024 \times 500 \times 100 \times 100}{200 \times g(100 - w)}$$

$$= \frac{(V_1 - V_2) \times 60}{g(100 - w)}$$

V_1 ——耗于滴定空白試驗的0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 毫升数

V_2 ——耗于滴定餾出液的0.1N $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 毫升数

G ——样品重

w ——样品含水率

$x\%$ ——糠醛含量

将所得糠醛含量乘以1.38系数即得多縮戊醛量。

思致題:

1. 1.38系数是怎样换算来的?
2. 計算式中0.0024是代表什么?

实验五 紙粕中 α -纖維素含量的測定

原理: 用17.5%的NaOH处理紙粕, 并在9.5%NaOH溶液补充处理后, 測定其中不溶解的部分。

样品准备: 将含水量已知的紙粕剪成10毫米×10毫米的小块。

分析步骤: 称取样品3克左右(准确至0.2毫克)放入200毫升烧杯中, 按其溶比为1:1.5分批加入17.5%的NaOH溶液, 即先加入 $\frac{1}{3}$ 量, 用玻璃棒拌搅, 經2~3分钟后加入其余部分的碱液, 小心搅和15分钟使成均匀的糊状(避免过分强烈的搅动和研磨), 然后将烧杯盖上表面玻璃, 放入恒温浴中保持 $20 \pm 0.2^\circ\text{C}$ 浸漬45分钟(包括加碱时间在内)后, 加入45毫升蒸馏水(水温 $20 \pm 0.2^\circ\text{C}$), 把碱纖維素碱液浆料小心搅和1~2分钟, 并移入經過恆重的石英漏斗内进行过滤, 在低度真空下将纖維素洗滌三次, 每次用25毫升温度 $20 \pm 0.2^\circ\text{C}$ 9.5%的碱液, 在完全吸去前一份洗滌液后再加入第二份碱液, 洗滌时间不宜过长, 吸去碱液后用 $18 \sim 20^\circ\text{C}$ 的蒸餾水分次洗滌纖維素,

註: 重量法: 缺点①縮合产物的生成无数量的比率, 而它的成份依間一苯三酚化合物生成时, 反应物質的濃度而变动。②不同的戊糖得到不同产率的糠醛。

容量法: 优点: 整个操作需时較短而簡便。

每前后兩次洗滌之間要进行抽吸，洗滌至无碱性为止(以酚酞鑑別)，濾毕，抽干，將濾渣放入烘箱內在 $100\sim 105^{\circ}\text{C}$ 下干燥 $6\sim 7$ 小时(或用快速干燥法在紅外線灯下干燥40分钟)，然后冷却，秤重，直至恆重。

計算：

$$\alpha - \text{纖維素}(\%) = \frac{(g_2 - g_1) \times 100 \times 100}{g(100 - w)}$$

式中： g_1 ——石英漏斗重
 g_2 ——石英漏斗和濾渣总重
 g ——紙粕重
 w ——紙粕含水百分比

思 攷 題：

1. 試述 α —纖維素的定义。
2. 本实验中为什么要分批加入NaOH和避免过分强烈的攪动?
3. 温度对測定結果有何影响。

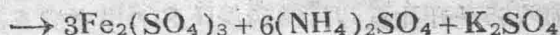
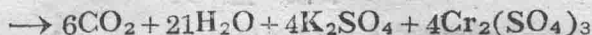
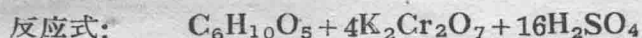
實驗六 紙粕中半纖維素含量的測定

β 和 γ 纖維素总量的測定:

一、硫酸亞鐵鈦法

原理: 用过量的重鉻酸鉀溶液將半纖維完全氧化, 以硫酸亞鐵鈦溶液來滴定過量的重鉻酸鉀, 根據重鉻酸鉀的消耗量求得半纖維素的百分含量。

樣品: 測定 α —纖維素之鹼性濾液。



分析步驟: 將測定 α —纖維素後的濾液(無酚酞的)放在 500 毫升的容量瓶內, 用蒸餾水沖至刻度, 以移液管吸取 25 毫升濾液, 移入 250 毫升的燒杯內自滴定管加入 5 毫升重鉻酸鉀溶液(45 克/升), 並在攪拌下小心加入 5 毫升 H_2SO_4 (比重 1.84), 將混合液煮沸 5 分鐘, 冷卻後用 100 毫升蒸餾水稀釋, 并用 159.9 克/升的硫酸亞鐵鈦溶液滴定過剩的重鉻酸鉀, 當溶液由暗綠色漸變為亮綠色時, 須經常用玻棒沾出一滴溶液於磁板上, 用 0.2% 鐵氰化鉀(赤血鹽)為指示劑, 當指示劑由亮黃色剛轉變為天藍色沉淀時即為反應終點。

平行空白試驗: 以 25 毫升蒸餾水, 代替半纖維素鹼溶液作空白試驗。

計算:

$$\text{半纖維素含量(\%)} = \frac{(b-a) \times 0.1375 \times 500 \times 100 \times 100}{50 \times 25 \times g(100-w)}$$

- 式中： a —— 用于滴定半纖維素溶液的硫酸亞鐵鉍溶液的毫升數
 b —— 用于空白試驗的硫酸亞鐵鉍溶液的毫升數
 w —— 含水百分比
 g —— 紙粕重

1 克重鉻酸鉀 = 0.1375 克半纖維素 = 50 毫升硫酸亞鐵鉍溶液

思考題：

1. 使用外指示劑時應該注意些什麼？
2. 計算公式的由來？

二. 碘 量 法

分析步驟：用移液管吸 25 毫升半纖維素鹼性濾液放到 500 毫升的圓錐燒瓶里去，從滴定管中加入 50 毫升 0.1N 的重鉻酸鉀，在小心攪動的情況下加入 35 毫升比重為 1.84 的濃 H_2SO_4 ，煮沸 5 分鐘待冷卻後加入 200—300 毫升蒸餾水和 10—20 毫升 10% 的碘化鉀溶液，在暗處放置 5 分鐘，析出的碘以 0.1N 硫代硫酸鈉溶液滴定，淡黃色時，加入 2—3 毫升淀粉溶液繼續滴定至淡灰綠色，即為終點。

平行試驗：以 25 毫升蒸餾水代替半纖維素的鹼溶液做空白試驗。

計算：

$$\text{半纖維素含量(\%)} = \frac{(b-a) \times 0.000675 \times 500 \times 100 \times 100}{g(100-w) \times 25}$$

- 式中： a —— 用在滴定 25 毫升半纖維素鹼溶液上的 0.1N 硫代硫酸鈉的毫升數
 b —— 空白試驗上所用 0.1N 硫代硫酸鈉溶液的毫升數

註：硫酸亞鐵鉍法也可用二苯胺的濃硫酸溶液作內指示劑滴定至綠色。

註：用碘量法測定半纖維素比硫酸亞鐵鉍測定來得簡單而且正確。

g —— 紙粕的重量

w —— 紙粕含水百分率

1 毫升 0.1N $K_2Cr_2O_7$ 溶液相當於 0.000675 克半纖維素

γ —— 纖維素的測定：

分析步驟：用移液管吸取 25 毫升半纖維素鹼溶液移入 250 毫升的三角燒瓶內，以 1N 的 H_2SO_4 滴定用去 C 毫升，在另一 250 毫升的燒瓶內同樣用移液管加入 25 毫升的半纖維素鹼溶液加入 1N H_2SO_4 (C - 1) 毫升和 1.5 毫升 40% 的 $(NH_4)_2SO_4$ ，將燒瓶放在水浴鍋上加熱 15 分鐘，冷卻後加入 1 毫升 1N H_2SO_4 進行過濾，濾渣用熱蒸餾水洗滌數次，濾液和洗滌水的總體積為 50 毫升左右，此濾液收集在 500 毫升的三角燒瓶內，用硫酸亞鐵銨法或碘量法測定其中 γ 纖維素量，分析步驟如前所述。

計算：

$$\gamma \text{ 纖維素含量}(\%) = \frac{(b-a) \times 0.000675 \times 500 \times 100}{g(100-w) \times 25}$$

式中： a —— 用在滴定 γ 纖維素溶液上的 0.1N 硫代硫酸鈉的毫升數

b —— 空白試驗上所用 0.1N 硫代硫酸鈉溶液的毫升數

g —— 紙粕的重量

w —— 紙粕含水百分率

思考題：

1. 什麼叫做 γ 纖維素？
2. 半纖維素含量對工藝過程有那些影響？
3. 怎樣控制加入到半纖維素鹼性濾液中的硫酸量？為什麼要控制酸量？

註：1. β 纖維素含量決定於半纖維素總量與 γ 纖維素量之差。

2. 測定浸液，濾液或黑液內的半纖維素時，其方法同。