

粘胶纤维生产化学分析

孔行权 編著

中国财政经济出版社

粘胶纖維生产化学分析

孔行权 編著

*

中国財政經濟出版社出版

(北京永安路18号)

北京市书刊出版业营业許可証出字第111号

中国財政經濟出版社印刷厂印刷

新华書店北京发行所发行

各地新华書店經售

*

787×1092毫米1/32•8²/₃₂印张•177千字

1962年7月第1版

1962年7月北京第1次印刷

印数: 1~1,550 定价: (10)1.05元

統一书号: 15166-095

粘胶纖維生产化学分析

孔行权 編著

中国財政經濟出版社

1962年·北京

內 容 提 要

本書敘述了粘膠纖維廠化驗室所用的一些化學分析方法。主要內容包括：木粕分析，化工原料分析，水質分析，控制分析和成品分析。此外，還介紹了各種試劑和標準溶液的配制。

在敘述化學分析方法時，首先闡明原理，其次將具體操作詳細說明，最後列出計算公式。對於同一分析項目，尽可能地列入了各種不同的分析方法。

本書主要供粘膠纖維廠化驗工作人員參考之用，對化學纖維專業的學校師生也有一定的參考價值。

目 录

第一章 概述	(7)
第一节 粘胶纖維的生产过程	(7)
第二节 化学分析在粘胶纖維生产中的作用和任务	(11)
第二章 試剂配制	(12)
第一节 指示剂	(13)
第二节 标准溶液的配制及标定	(17)
第三章 木粕分析	(30)
第一节 取样	(31)
第二节 进厂水份的測定	(33)
第三节 化驗室水份的測定	(34)
第四节 灰份的測定	(38)
第五节 纖維素的測定	(49)
第六节 銅值的測定	(56)
第七节 碘值的測定	(60)
第八节 醛基和酮基总量的測定	(61)
第九节 羧基的測定	(63)
第十节 甲氧基的測定	(65)
第十一节 木質素的測定	(67)
第十二节 戊醣的測定	(68)
第十三节 树脂的測定	(71)
第十四节 纖維素銅氨粘度的測定	(72)
第十五节 纖維素聚合度的測定	(78)
第十六节 木粕反应性能的測定	(87)
第四章 化工原料分析	(90)
第一节 固体氢氧化鈉的分析	(90)
第二节 硫酸的分析	(97)

第三节	二硫化碳的分析	(105)
第四节	硫酸鋅的分析	(108)
第五节	亚硫酸鈉的分析	(114)
第六节	硫化鈉的分析	(119)
第七节	漂白粉的分析	(121)
第八节	盐酸的分析	(125)
第九节	氯化鈉的分析	(127)
第十节	石灰的分析	(131)
第十一节	碳酸鈉的分析	(133)
第十二节	油脂的分析 (供配制上油剂用)	(133)
第五章	水質分析	(136)
第一节	概述	(136)
第二节	硬度的分析	(138)
第三节	总碱度和暂时硬度的测定	(146)
第四节	鈣鎂离子的测定	(147)
第五节	高铁和亚铁离子的测定	(152)
第六节	錳离子的测定	(156)
第七节	鉍离子的测定	(157)
第八节	硝酸根的测定	(159)
第九节	亚硝酸根的测定	(161)
第十节	碳酸氢根的测定	(162)
第十一节	碳酸根的测定	(163)
第十二节	硫酸根的测定	(163)
第十三节	氯根的测定	(166)
第十四节	氧耗量的测定	(167)
第十五节	pH值的测定	(169)
第十六节	固体总量及固定残渣的测定	(175)
第十七节	悬浮物的测定	(177)
第十八节	酸碱度的测定	(177)

第十九节	硫的測定	(178)
第二十节	鋅的測定	(184)
第二十一节	鈉的測定	(187)
第二十二节	生化需氧量的測定	(188)
第六章	控制分析	(194)
第一节	木粕水份的測定	(194)
第二节	碱液的分析	(195)
第三节	碱纖維素的分析	(197)
第四节	黄酸纖維素酯酯化度的測定	(199)
第五节	粘胶組成的分析	(201)
第六节	粘胶粘度的測定	(202)
第七节	粘胶熟成度的測定	(204)
第八节	粘胶中全硫量的分析	(206)
第九节	粘胶酯化度的測定	(209)
第十节	粘胶中氧化鈦含量的測定	(214)
第十一节	紡絲凝固液的快速分析	(216)
第十二节	凝固液全分析 (托里龙-B法)	(222)
第十三节	用亚鉄氰化鉀測定硫酸鋅	(225)
第十四节	凝固液中总鉄量的測定	(227)
第十五节	凝固液中硫酸鈣的測定	(229)
第十六节	凝固液中硫酸鎂的測定	(230)
第十七节	凝固液中硫酸鋁的測定	(231)
第十八节	凝固液中硫酸鈉的測定	(232)
第十九节	去硫液的分析	(234)
第二十节	次氯酸漂白液的測定	(237)
第二十一节	盐酸液的測定	(238)
第二十二节	上油剂的測定	(238)
第二十三节	废气的測定	(239)
第七章	成品分析	(247)

第一节 絲上硫含量的測定 (247)

第二节 絲上油含量的測定 (251)

附录:

一、1952年国际原子量 (252)

二、真空中的强酸比重 (d_4^{15}) (254)

三、氢氧化钾和氢氧化钠溶液的比重 (在15°C时) (256)

四、氨水的比重 (在15°C时) (257)

第一章 概 述

第一节 粘胶纖維的生产过程

粘胶纖維生产的主要品种，有普通长絲(粘胶人造絲)、短纖維(粘胶人造棉和粘胶人造毛)和强力絲(輪胎帘子綫)。普通长絲和短纖維作为衣着用紡織原料，可以代替棉纖維等。强力絲用作輪胎帘子綫，坚固耐用，要比棉帘子綫好得多。

粘胶纖維的生产方法，有經典式、連續式以及在同一設備中制取粘胶等几种，但其一般化学过程还是一样的。現就經典式长纖維生产简单地叙述如下：

一、粘胶制造

粘胶纖維生产所用的原料很多，有木粕、棉絨以及利用棉杆、甘蔗渣、蘆葦等，所制浆粕以往一般以木粕作为主要原料。木粕先送入木粕車間，进行混粕調湿，使木粕質量达到尽可能的均一，所含水份达到一定要求。一般要求木粕含水率为10%左右。水份太高，在浸漬时会降低碱液浓度，致使纖維素与氢氧化鈉作用不均匀。混粕調湿以后，木粕用料車送到浸漬車間进行浸漬。浸漬是将木粕浸在約20%的氢氧化鈉溶液中，時間一般是100分鐘，浸漬温度約为18°C。经过浸漬，木粕中的半纖維素(在17.5%的氢氧化鈉溶液中能溶解的纖維素)溶解在碱液中。因为这部分纖維素聚合度很低，对制造不利，要加以除去。在半纖維素溶解的同时，氢

氧化鈉与纖維素作用生成碱纖維素。碱纖維素能与二硫化碳起反应生成固体黄酸纖維素酯。

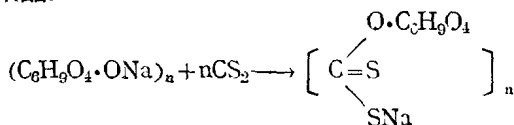
浸漬时所用設備是浸压机。它象一个长方形的箱子，一端装有一个大活塞，借水压机可将其推进，以便在浸漬完了时对木粕进行压榨，压去多余的碱液。一般压榨倍数是 2.7~3.0 倍。如果木粕中 α -纖維素的含量为 86~88%，那末压榨后的碱纖維素一般将达到下列平均成份：

总碱量	16~17%
纖維素	30~31%
碳酸鈉	1% 左右

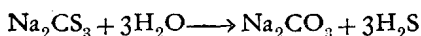
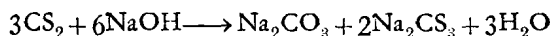
压榨后的碱纖維素仍是片状，必須經過粉碎机把它粉碎成面包屑一样，以增加它在以后和二硫化碳反应的面积。粉碎的程度是用粉碎度来表示的，它一般要求达到 200~220 克/升。粉碎時間約三小时，温度保持 20~22°C。

粉碎后的碱纖維素，在一定的温度条件下，放置一定的时间，这称为老成。在老成过程中，纖維素产生裂降，聚合度降低，使以后制得的粘胶液达到适当的粘度。老成过程的工艺参数要根据原料纖維素的聚合度(或銅氨粘度)以及浸漬粉碎过程的温度与時間而定。一般木粕的老成時間約为 40~70 小时，温度为 22°C。粉碎完了时，碱纖維素的温度要与老成温度相同。老成是在鉄制老成箱中进行。老成完了即将碱纖維素送入黄化机中进行黄化。

在黄化过程中，碱纖維素和二硫化碳作用，生成黄酸纖維素酯：



此外，还产生下列的副反应：



反应是一个动的平衡，随着条件不同而改变。一般黄化时间为2~3小时，温度为22~26°C，二硫化碳加入量为纖維素的32~36%。黄化机是一个鼓形容器，能够转动，外壳有夹套装置，以便调温。进行黄化时，先将碱纖維素投入机内，紧闭料口，抽真空以减低压力；然后二硫化碳从中心部分喷入，此时二硫化碳一部分气化，大部分成为雾状，使与碱纖維素反应。黄化后的黄酸纖維素酯是桔黄色，这种颜色的产生是因副反应物存在之故。

黄化完毕后的黄酸纖維素酯，立即在溶解机中溶解于稀碱液中。稀碱液浓度根据碱纖維素組成調配，俾使溶解后所得粘胶一般符合下列組成：

总碱量	6.4%
纖維素	7.8%
总硫量	2.2%左右

黄酸纖維素酯经过溶解机的研磨和混和，即能制得桔黄色半透明状的粘胶。

如上制得的粘胶含有杂质，因此使它经过压滤机过滤，以除去杂质及未完全溶解的纖維素膨润体。一般要经过三道过滤，才适于紡絲。这种粘胶中还有气泡，需要进行脱泡。同时粘胶要经过熟成。所谓熟成，是把粘胶放在熟成桶中于一定的温度下停留一定的时间。一般温度为18°C，时间約50~70小时。此时粘胶粘度下降并趋向稳定。适于紡絲的粘胶，其粘度約为30秒，熟成度（氯化铵值）为9~10。

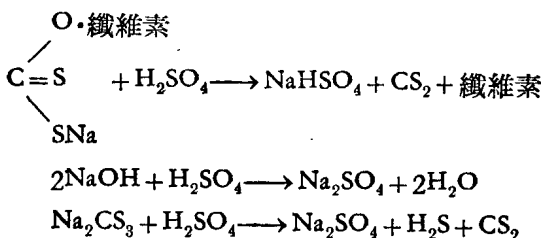
二、紡絲成形

熟成后的粘胶用压缩空气的压力压至紡絲机，通过紡絲机上的計量泵、烛形过滤器、鹅頸管，由噴絲头的孔眼中噴出，并于凝固浴中凝固成絲，即成为粘胶纖維。

紡絲所用凝固浴的組成举例如下：

硫酸	110克/升
硫酸鋅	15克/升
硫酸鈉	230克/升

粘胶与凝固浴所起的化学反应如下：



凝固浴中硫酸鈉的作用，是使凝固浴的有效酸度降低，同时使凝固时纖維脫水，以免纖維含有大量水份而膨胀。硫酸鋅的作用，是使纖維成形良好，提高品質。

凝固浴是不断消耗的，要由酸站不断补充，以保持一定的浓度。

三、后处理

凝固后的絲条要經過后处理。后处理的作用是洗去絲条上残留的酸液，同时用化学葯剂脫硫，使得纖維柔軟，最后加上油剂。有时为了使纖維素洁白起見，在脫硫后还进行漂白。

后处理完了即进行烘干。最后纖維在紡織加工車間加拈、成絞，包裝成成品。如果紡絲機是采用离心式的，紡絲后纖維即有拈度，因此可不必再行加拈，即以絲餅形式出售。

第二节 化学分析在粘胶纖維生产中的作用和任务

粘胶纖維生产是一个比較复杂的化学工艺过程。所用原材料的品質和用量，以及半制品的成份等等，都要通过化学分析，加以严格控制。这样才能規定适当的工艺条件，保証生产正常进行，得到質量好、成本低的产品。

在粘胶纖維生产过程中，用水量很大，水質的优劣，直接影响到成品質量，必須定期进行測定分析。

在生产过程中要排出有害气体硫化氢及二硫化碳等，浓度大了要損害工人的健康，所以对于这些有害气体的浓度也要进行測定，以便合理地使用排风設備把它排出屋外。

由此可見，在粘胶纖維工厂中，化学分析占有很重要的地位，它应包括如下几方面的工作：

1. 浆粕、化工原料及水質分析；
2. 生产控制分析及有害废气分析；
3. 成品的化学指标检查。

有人說分析工作是生产工艺的眼睛，确实如此。我們在这一工作中，要力求做到“准”和“快”。“准”就是分析結果要准确，不能出差錯。“快”就是要及时配合生产需要，作生产的尖兵，不能落在后面。

第二章 試劑配制

在粘膠纖維廠的化驗室中，試劑種類很多，包括一般指示劑、標準溶液、百分比溶液及特殊試劑等。這裡將介紹的是常用指示劑的配制及標準溶液的配制與標定。這些溶液，往往在不同的分析中能應用得到，所以在同一化驗室中要有統一的标准。

百分比溶液，配制較簡便，所以只在分析方法中提及。另外對於一些特殊溶液，象銅氨溶液等，也將在分析方法中詳細敘述。

化學試劑的純度規格，一般說來，當然越高越好；但是如果實際並不需要，就會造成浪費。所以我們應該避免大材小用，做到物盡其用。下面是試劑規格和用途說明，可供參考：

分析試劑 [A.R.(Analytical Reagent)]——精密分析和高級研究等用。

保證試劑 [G.R.(Guaranteed Reagent)]——精密分析和高級研究等用。

化學純粹 [C.P.(Chemical Pure)]——普通分析和研究用。

高度純粹 [E.P.(Extra Pure)]、**純粹** [(Pure)]、**實驗試劑** [L.R.(Laboratory Reagent)]——一般要求不高的分析、研究和實驗用。

有機分析試劑 [O.A.R.(Organic Analytical Reagent)]——用於元素、金屬、礦石及原子團等的分析鑑定。

指示剂 [IND (Indicator)]——酸碱度 (pH) 及其他試驗分析指示剂。

試剂的保管是很重要。使用固体試剂不要弄脏及受潮。易分解的或見光起分解的試剂，应保藏在冰箱或暗冷的地方。每次从試剂瓶取出时，宁可按需要量少取一些，多取几次；不要一下傾出許多，因为使多余的再还入瓶中就易弄脏或受潮。对于液体試剂特别是标准溶液，要随时将瓶塞塞好，避免水份蒸发，并不可放在热源旁边或受日光照射。每次傾出时，要先将瓶子搖动一下，使溶液均匀。忽略这些，将会造成浓度不准确。試剂瓶上要有完整的字迹清楚的瓶貼，注明試剂名称、浓度、配制日期以及配制者的姓名，以便查考。

第一节 指示剂

一、甲基橙

甲基橙的变色范围在pH3.1~4.4，顏色轉变为紅到桔黃。它为橙色粉末或鱗片状結晶，微溶于水，易溶于热水中，在乙醇中不溶解。配制浓度为0.02%。滴定时每100毫升溶液用3~5滴。

溶液配制方法 称取0.02克甲基橙溶于100毫升水中。如有沉淀，过滤后使用。

二、甲基紅

甲基紅的变色范围在pH4.2~6.3，顏色轉变为紅到黃。它为暗紅色粉末或紫黃色結晶，微溶于水，易溶于乙醇中。配制浓度为0.02%。滴定时每100毫升溶液用3~5滴。

溶液配制方法 将0.02克甲基紅溶解在100毫升热水中，待冷却过滤后使用。由于甲基紅难溶于水，有人建議配制0.2%的90%乙醇溶液。

三、酚 酞

酚酞的变色范围在pH 8.0~10.0，顏色轉变为无色到粉紅。它为白色結晶粉末，微溶于水，易溶于乙醇中。配制浓度为1%。滴定时每100毫升溶液用1~3滴。

溶液配制方法 将5克粉末状酚酞溶解于400毫升乙醇中，然后用水稀至500毫升。

四、淀粉溶液（0.5%溶液）

可溶性淀粉与游离碘生成蓝色，应用于碘量法滴定。因淀粉能吸附碘，故須在滴定将近終点时加入。每100毫升滴定溶液用5毫升此溶液。

溶液配制方法 将2.5克可溶性淀粉与10毫克碘化汞或氯化鋅（作防腐剂）加入少量水攪勻。把此浆状物傾入1/2升正在沸騰的蒸餾水中，繼續煮沸至溶液透明（約二分鐘）。乘热过滤或澄清后使用。

五、二 苯 胺

二苯胺在氧化电势+0.76伏特左右变色（氧化电势高于+0.76伏特为紫色，低于+0.76伏特为无色），在0.4N硫酸溶液中灵敏度是 4×10^{-6} N KMnO_4 ，应用于重鉻酸鉀法滴定。二苯胺是可逆氧化还原內指示剂，使用較为方便。

溶液配制方法 把0.2克二苯胺溶解于100毫升不含氮的浓硫酸中。

六、苯代隣氨基苯甲酸

苯代隣氨基苯甲酸的氧化电势为+1.08伏特，氧化剂过量时为紫紅色。它可以在硫酸或盐酸介質中使用，应用于重鉻酸鉀法滴定。苯代隣氨基苯甲酸亦为一可逆內指示剂，在滴定将近終点时加入指示剂，显色灵敏。

溶液配制方法 将0.2克苯代隣基苯甲酸溶解在含有0.2克无水碳酸鈉的100毫升水中。

七、高铁氰化鉀

高铁氰化鉀即赤血盐。它与亚鉄溶液生成蓝色，作为外指示剂。因滴定終点不易分辨，要做空白試驗。目前一般不采用，而多用內指示剂。

溶液配制方法 把0.1克高铁氰化鉀溶于50毫升水中。这种指示剂保存在棕色試剂瓶內。

八、鉄 矾

鉄矾指示剂即硫酸高铁鉍溶液，它的三价鉄离子与硫氰酸根离子生成血紅色，应用于硝酸銀 - 硫氰酸鉀法滴定（即佛尔哈德法）。每次滴定用1毫升。

溶液配制方法 称取8克硫酸高铁鉍 $[\text{FeNH}_4(\text{SO}_4)_2 \cdot 12\text{H}_2\text{O}]$ 溶于100毫升水中，滴加浓硝酸直到棕色消失为止。如有杂质，应过滤后使用。这种指示剂保存在棕色試剂瓶中。

九、鉻 黑

0.4%的鉻黑指示剂，用于托里龙-B (Трилон-B) 絡合容量法測定，例如水中硬度測定。这种指示剂在碱性溶液中，