

640456

# 紡織科學研究院研究彙編

## 2

第 三 分 冊

( 染 化 )

1958年12月—北京

# 紡織科學研究院研究彙編第二集第三分冊(染化)

## 目 录

硫化藍懸浮體軋染試驗總結	紡織工業部技術司、紡織科學研究院染化室	(1)
第一部份	東北紡織管理局技術處、國營熊岳印染廠	(1)
(一) 前言		(1)
(二) 測定方法		(2)
(三) 硫化藍染料性能試驗		(3)
(四) 硫化藍染浴還原電位的測定		(11)
(五) 膠體研磨機研磨效果試驗		(13)
第二部份		(20)
(一) 硫化藍雙面卡其的前處理工程		(20)
(二) 基本染色試驗		(22)
(三) 大小粒子軋染染色試驗		(24)
(四) 提高軋染用染料濃度降低染缸原用染料試驗		(28)
(五) 軋染槽溫度試驗		(30)
(六) 浸軋道數試驗		(31)
(七) 還原鍋中加小蘇打的試驗		(32)
(八) 染缸還原道數試驗		(36)
(九) 預還原法懸浮體軋染試驗		(39)
(十) 懸浮體軋染與染缸卷染質量對比試驗		(39)
總結		(42)
提高印染成品染色牢度——墨錄地色印花布試驗	紡織科學研究院染化室、天津第一印染廠、國營上海第一印染廠	(43)
(一) 小樣試驗部份		(43)
導 言		(43)
理論根據		(43)
偶合劑納夫妥 A S - G R 的性能		(45)
重氮劑凡拉明蘭基 F G C 的性能		(55)
偶合反應性能試驗		(56)
工藝條件試驗		(59)
(二) 大樣試驗部份		(66)
天津第一印染廠試驗		(66)
國營上海第一印染廠試驗		(73)
(三) 成本核算		(81)
(四) 總結		(81)
照像雕刻在織物印花上應用的研究工作總結	紡織科學研究院染化研究室	(82)
研究目的		(82)
研究內容		(82)
I、描樣與攝影		(83)
II、連晒		(95)
III、過版		(97)
1、炭素紙過版法		(97)
2、感光膠直接過版法		(101)

# 硫化藍懸浮體軋染試驗總結

紡織工業部技術司

紡織科學研究院染化室

東北紡管局技術處

國營熊岳印染廠

## 第一部份

### (一) 前 言

硫化藍色布是我國廣大人民服用上須用量最大的品種之一，在一般堅牢度上表現得尚好，但摩擦堅牢非常低劣，特別是在卷染厚密織物時因滲透程度較差，不耐磨現象很嚴重。例如硫化藍卡其布經穿着一、二年後布身尚完整如初，而外觀顏色已極不美觀，使用者往往不得不另買新衣，或用手工復染。這樣無形中造成浪費。在目前棉布供應還不充分的情況下，提高織物使用價值，解決硫化藍不耐磨問題，是一項極為重要的工作。

近年來某些工廠採用隱色體軋染法解決了一些問題，但是此法需要一定的大型染色設備，一般中小型工廠不能生產。

士林染料懸浮體軋染法，可以改善染料滲透提高牢度，同時其要求設備比較簡單，過去國內外已有工廠通過實際証明了這些價值。至於硫化染料懸浮體軋染法過去還未見有工廠應用於實際生產，36年東北熊岳印染廠方開始用硫化灰懸浮軋染染缸還元法染制卡其並已獲得一定經驗。57年紡織部技術司鑒於廣大人民對硫化藍厚織物的質量要求，乃將硫化懸浮體軋染法的研究訂入國家研究項目，並在熊岳的經驗基礎上組織了東北紡管局、紡織研究院等單位進行研究，經過一年左右摸索的結果基本上已可肯定懸浮體軋染法是染制深色硫化厚織物的極有價值的方法之一，採用此法可使染得的織物表面光潔，實際使用中耐磨牢度顯著增加，在一般老廠也有很大推廣可能。

在這次試驗當中主要希望解決的，有二方面的問題：一是有關染料方面的，二是有關染色工藝方面的。

關於染料方面有硫化藍染料，各個品種的特性如何，軋染所用懸浮體粒子大小需要如何，研磨染料如何得到適當大小粒子等問題。與此有關的還有各種測定方法問題，如染料的定量測定，染料粒子大小測定，還元電位測定等，以上這些問題，主要是在試驗室解決的，在本報告中都歸入第一部份。

對於工藝條件方面是通過大樣試驗解決的，我們首先對坯布的前處理和機械條件作了比較全面的檢查，其次便是選擇一套基本染色條件，進行初步試驗，再在這個染色基礎上試驗變化逐個因素，檢查各個因素變化對質量的影響，我們選擇變化的因素有：染料粒子大小，軋染溫度，浸軋道數，小蘇打用量，還元道數等，然後根據以上這些試驗的結果，確定一套比較理想的工藝條件，進行軋染和卷染對比的試驗。附帶我們也做了一次用“預還元再用過硼酸鈉氧化法”配制懸浮體溶液的試驗作為參考資料。

为了說明悬浮体染料硫化藍布在实际使用价值上的提高，我們采用摩擦損气測定的方法，这样就比一般印染厂所用干湿摩擦牢度的檢定法能更好地說明問題。

## (二) 測定方法

本試驗中所得数据是应用以下各种測定方法測得的：

### 一、染料濃度測定法

本方法是用来測定試驗中所配制的各种悬浮体及隱色体溶液的染料濃度，在試驗中用了光电比色計比色法，和打样比色法，以下是光电比色計法的手續，打样法从略。

#### (1) 繪制染料濃度曲綫

称取試驗的染料样品准确配成1克/1000毫升的隱色体溶液。

分別取以上溶液1c.c.、2c.c.……10c.c.吹入裝有500c.c.“氧化液”之容量瓶中，加水配成100c.c.濃度分別为1克/100,000c.c.、2克/100,000c.c.……10克/100,000c.c.等。

用光电比色計測定透光率讀数，利用讀数和以上相当的濃度繪出曲綫如图1。

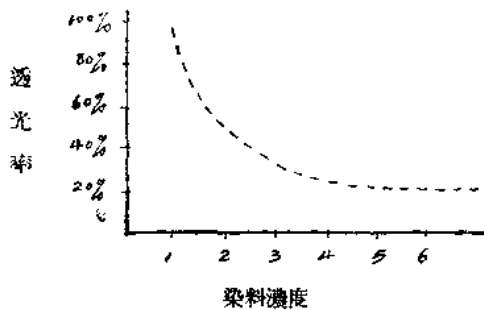


圖 1

“氧化液”的配制：取40c.c.39%  $H_2O_2$  加水稀释加平平加/克加水配成1000c.c.

#### (2) 測定未知染料濃度。

取濃度約为1克/1000c.c.的染料隱色体溶液2c.c.（如未經過还原加硫化碱10克/升加热还原）吹入裝有50c.c.氧化液的100c.c.容量瓶中，加水配成100c.c.，用光电比色計測定透光率，从上述的濃度曲綫上查出相当的染料濃度。

### 二、悬浮体粒子大小測定法：

本方法是用来測定染料悬浮体溶液中所含染料粒子大小并計算一定大小的粒子占全部染料的百分数。

这次試驗用了以下几种方法測定：

- (1) 显微镜測定法：在显微镜下数出各种大小粒子的个数。
- (2) 过滤法：用滤紙过滤法将大小粒子分离开来，再分別測定其分量。
- (3) 沉降法：用沉降法将不同大小的粒子分离开来再分別測定其分量。

具体方法如下：

(1) 显微镜法，用600倍显微镜，目鏡內置測微計，物鏡下另置一已知刻度的物鏡測微計。

我們取目鏡为15倍。物鏡为40倍，二个显微計的刻度，目鏡測微計上40格相当于物鏡測微計上10格（每一格等于 $10\mu$ ）則目鏡測微計上一格等于

$$10:40 = X:10$$

$$X = \frac{10 \times 10}{40} = 2.5\mu$$

在測定时，将染料用水調和后放在玻璃片上，上面复以薄玻璃盖片，放在显微镜上去檢查。

我們每次取样观察三个区域，每个区域内均計算其顆粒直徑大小，及記錄其所占顆数。

(2) 滤纸法 以悬浮体染料配成2%左右浓度水溶液(因研磨后浓度可能有上下,不易计算配合恰巧2%浓度)

称取染料0.8克或25%悬浮染液3.2c.c.先加少量水冲淡之,再加水至400c.c.然后取其50c.c.将剩余350c.c.静放一夜于次日过滤之。滤纸用普通滤纸,择其厚度相当、组织均匀为度。取滤液测定其浓度(打布样法或光电比色法)

(3) 沉降法

·第一步:取样

染料样品:双桃青红光硫化蓝, 研磨浓度:347g/l, 在研磨中每磨10次取样一小瓶。

第二步粒子分离——搅释沉降法

(1) 均匀吸取研磨液10c.c.放入A杯,再加水400c.c.搅拌均匀。

(2) 静放一小时,让大粒子沉于A杯底部,再将上层之悬浮液完全倒入B杯中,则B杯中即为中小粒子的混合液。

(3) 将B杯于置15小时后,沉积于杯底者为中粒,上层悬浮液为小粒子。

(4) 将B杯之上层液倒入C杯,则C杯中为小粒子。

(5) 将A、B、C三杯的大、中、小粒子各加水做成500c.c.测定其中粒子浓度(含量)。应用这种分离方法,再从显微镜观察其粒子大小的分界线如下:

大粒子(A杯)直径一般 $>8\mu$ 。

中粒子(B杯)直径一般在 $3\sim 7\mu$ 间。

小粒子(C杯)直径一般 $<1\sim 2\mu$ 间。

第三步 用光电比色法分别测定各只杯中染料含量并计算其百分率。

三、染色牢度测定法

在试验中,测定了以下几种染色牢度

(1) 皂煮牢度 $90^{\circ}\text{C}$ 、分白布沾色及原样变化

(2) 摩擦牢度,分干摩擦和湿摩擦

试验方法和一般印染厂检查科所用方法同

四、磨损牢度测定法

在试验中我们采用了“磨损牢度测定法”来表示在实际使用中硫化色布因摩擦而发生的退色程度。

其方法是

取布样 $6\text{Cm}\times 20\text{Cm}$ (经纬向各一块)用水浸湿装在美制 Wearing Test 试验器上摩擦10,000次,取下布样用热水洗净烘干,用日式“shimdu No 56234”光密度计测定读数,计算已磨布样与未磨布样色深深浅(浓度)的比例。

计算方法是

未磨布样色深:已磨布样色深

$=\log^{-1}$ (未磨布样光密度读数-已磨布样光密度读数)

五、纤维切片法

试验中采用了纤维切片法来比较各种工艺因素,对于染料在纤维中渗透程度的影响。

具体方法不赘。

### (三) 硫化蓝染料性能试验

目的：通过試驗了解硫化染料的各种染色性能，以便選擇适当染料，掌握工艺条件。

內容：測定內容包括：一、染料的上染率；二、染料的迁染性；三、染料的扩散性。

### 一、染料的上染率試驗

#### 甲、浴比与上染率的关系

浴比：1：30

处方及条件：

染料 0.400克

Na<sub>2</sub>S 1.克

温度 85°~87°C

已經煮炼的棉紗20克潤湿后加入

取样：每隔5分鐘，每次取 1c.c.

#### a、上海华元青紅光硫化蓝

測定結果：（二次平均）

時間	染料濃度
开始	0.398克
5 分后	0.299克
10 分后	0.312克
15 分后	0.304克
20 分后	0.300克
25 分后	0.294克
30 分后	0.293克

#### b、青島青紅光硫化蓝

开始	0.935克
5 分后	0.337克
10 分后	0.319克
15 分后	0.305克
20 分后	0.299克
25 分后	0.290克
35 分后	0.286克

浴比1：13

#### a、上海青紅光硫化蓝

开始	0.385克
5 分后	0.27 克
10 分后	0.268克
15 分后	0.267克
20 分后	0.267克
32 分后	0.265克

浴比1：20

#### a、上海华元青紅光硫化蓝

开 始	0.394克
5 分后	0.308克
10 分后	0.294克
15 分后	0.283克
20 分后	0.283克

将上述所测浓度与时间的关系绘成曲线图如图2所示。

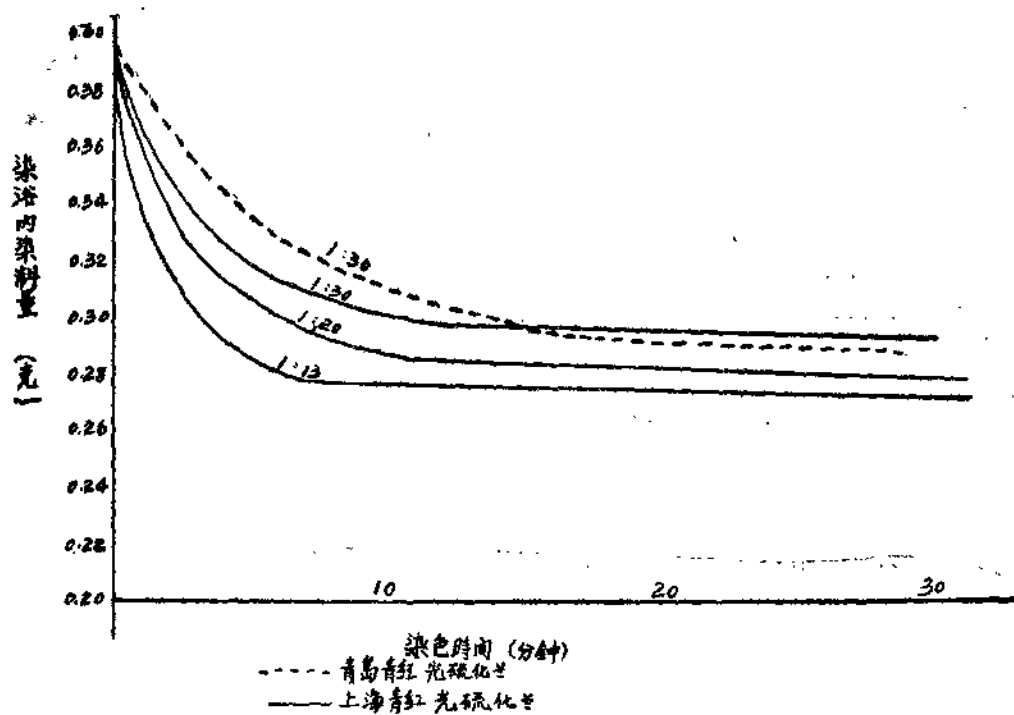


图 2 不同溶比染料上染情况

### 乙、温度与上染率的关系

a、温度85~87°C見上列值

b、温度63°±1°C

浴比: 1:30

青島青紅光硫化藍

测定数值系二次平均数值

开 始	0.433克
5 分后	0.347克
10 分后	0.33 克
15 分后	0.329克
20 分后	0.327克
25 分后	
30 分后	0.325克

40 分后 0.322克

50 分后 0.325克

丙、电解質与上染率的关系

a、元明粉 ( $\text{Na}_2\text{SO}_4$ ) 的影响

采用上海华元青紅光硫化蓝0.40克加 $\text{Na}_2\text{SO}_4$  (无水) 2克, 其他条件同, 染色

温度 85~87°C 浴比1:30

开 始 0.384克

5 分后 0.271克

15 分后 0.251克

25 分后 0.258克

35 分后 0.252克

45 分后 0.252查

b、小苏打 ( $\text{NaHCO}_3$ ) 的影响

上海青紅光硫化蓝0.4克棉紗20克

① 浴比1:13

加 $\text{NaHCO}_3$  1克

PH值 未加 $\text{NaHCO}_3$ 前11.85

加 " 后 9.85

染色完毕后 10.18

时 間 濃度

开 始 0.364克

4 分后 0.267克

10 分后 0.229克

15 分后 0.228克

20 分后 0.224克

30 分后 0.223克

② 浴比1:3

加 $\text{NaHCO}_3$  1克

PH值 未加 $\text{NaHCO}_3$ 前11.60

加 " 后10.00

染色完毕后 10.20

时 間 濃度

开 始 0.382克

5 分后 0.282克

10 分后 0.274克

15 分后 0.276克

20 分后 0.260克

30 分后 0.261克

40 分后 0.257克



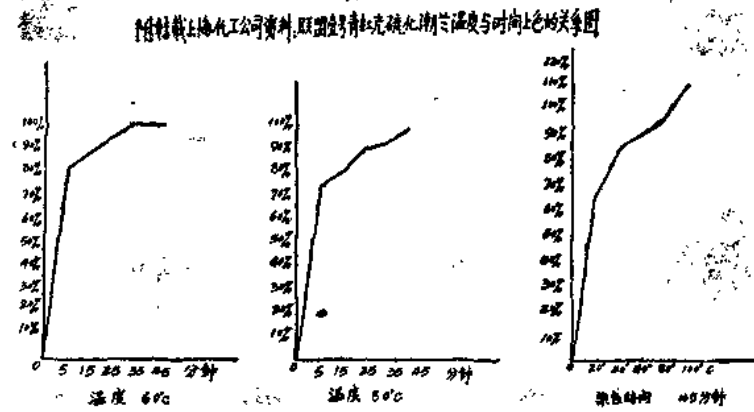
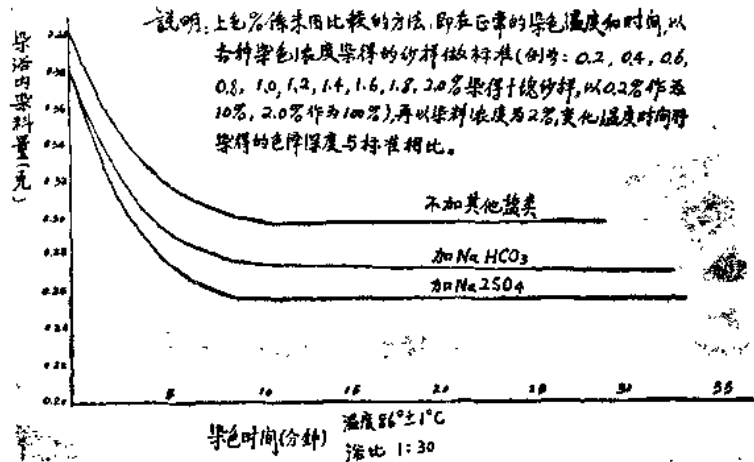


圖3 硫化藍染浴中加入鹽類的上染情況

丁、PH值與上染率之關係

染色方法：

染料2%（取上海青紅光硫化藍0.2克）

$\text{Na}_2\text{S}$  1克

浴比：1:30

染色溫度  $83 \sim 87^\circ\text{C}$

取漂白未絲光平布10克

在染浴內加入下列各種：

				染 浴 PH 值	還 原 色
(1)	加 $\text{NaHCO}_3$	10%	5C.C.	10.30	灰、略 黃 灰
(2)	加 $\text{NaHCO}_3$	10%	5C.C.	9.05	黃 灰
	加 HAC	3%	0.5C.C.		
(3)	加 $\text{NaHCO}_3$	10%	8C.C.	9.04	黃 灰
	加 HAC	3%	3C.C.		
(4)	加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$		0.5克	9.15	黃 綠
(6)	加 NAC		9C.C.	7.20	黃 綠
(6)	加 HAC		7C.C.	8.70	黃綠、略灰
(7)	不加，正常			11.62	灰 紫

結果：

1. 还原色与PH值有关系

在11.0左右呈紫灰，10.3左右呈灰色，9左右呈黄灰，9以下呈黄綠，但 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 在9左右即呈黄綠。

2. 色澤以加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 最为深帶紅，加HAC較加 $\text{NaHCO}_3$ 为紅。

3. 除 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 外，一般言之，PH由11降至9，得色漸深，9以下色头轉紅。

4. 色澤以正常染色为最淺。

5. 如考虑因加 $\text{Na}^+$ 离子（小苏打的电解質）而促使色澤加强，那加HAC同样可以获得色澤加深的效果，加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 对上染的比色测定以上海青紅光硫化藍0.4克

C.P. $\text{Na}_2\text{S}$	1克
$(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$	1克
棉紗	20克
染色温度	87°C
a、浴比1:13	PH=8.85
测定时间	濃度
开始	0.361克
5 分后	0.187克
10 分后	0.168克
15 分后	0.161克
20 分后	0.162克
30 分后	0.156克
40 分后	0.153克
b、浴比1:30	PH=8.86
开始	0.379克
5 分后	0.281克
10 分后	0.258克
15 分后	0.245克
20 分后	0.238克
30 分后	0.217克
40 分后	0.219克

小結：硫酸銨有較低的PH值，（IN的溶液PH=8.01），加入染浴內能使PH降至8.6左右，因此还原色較加 $\text{NaHCO}_3$ 更轉黃。

根据比色后剩余染料量計算，浴比1:13时染料被布吸收61.7%，浴比1:30时染料被布吸收45.2%，均超过 $\text{NaHCO}_3$ 加 $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4$ 染色所得色光較紅，色光上改变很大。

戊、上染率的几点初步結論

1. 根据試驗結果，硫化藍上染速度非常快，10分鐘以內基本上已被纖維大部吸收完毕，20分鐘內已近平衡。

2. 染色温度較高（86°±1°C）浴比1:30，染料用量为布重2%时仅被纖維吸收27%，染色温度63°上1°时被纖維吸收祇有21%。

3. 浴比减小，上染速度增快，接近到平衡的时间减少，如在87°C浴比1:13并不加促染剂的情况下，5分钟已达到平衡（可能还不到5分钟，因5分钟是测定的最小时间）。

4. 加 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 及 $\text{NaHCO}_3$ 染料被纤维吸收均有显著增加，浴比1:30温度86°C的情况下，加 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 10%染料被纤维吸收35.5%，浴比减少至1:13时则吸收44%。

5.  $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 及 $\text{NaHCO}_3$ 均系电解质，小苏打与元明粉一样起着促染作用，但是 $\text{NaHCO}_3$ 比 $\text{Na}_2\text{SO}_4$ 在染浴中更起着PH值显著降低的作用。

6. 在染浴内降低PH值有促染作用并使还原色泽改变，上色量增加。

7. 青島青紅光硫化蓝上染速度缓慢，但最后吸收量略高于上海华元。

8. 在浴比1:30，染料2%的染色中，接近平衡以后，1克棉紗上所吸收的染料与染浴1cc内含有的染料比例，为10:1，在浴比1:130时为101。

## 二、染料的迁移性能试验

采用上海与青島青紅光硫化蓝

布样：漂白未絲光布

试验方法：将染好5%之布样（每种染料取六只）每只用5克色布加5克白布在空白染浴内处理，空白染浴除染料不加外，其余硫化钠及染色温度、浴比均与正常同，但不加元明粉。

取样时间：以45，75，105，135，165分钟分别取出之。

小结

(1) 硫化蓝的迁移不多，在165分钟原样与白布仍有显著分别。

(2) 以上海青紅光迁移色为较深

(3) 迁移对时间关系，硫化蓝在105分钟以后，迁移即不显著。

(4) 士林RSN染料迁移很小，45至165分钟并无显著分别。

(5) 以直接染料迁移最为显著，45分钟后原样与白布已相去不远，75分钟后相距极近，至165分钟原样与白布无法区分。

从这几点看来，硫化蓝染料，由于亲和力远较直接染料为大，和土染料一样，迁移受到一定的阻碍，即原样不易沾到白布获得相同的色泽深度，即使增加时间，也无显著效果。

## 三、在纤维内部扩散性能的试验

这一个试验方法比较最不成熟，由于我们没有试验测定扩散的一种标准仪器，因此采取一些近似可能的做法，仅作参考。

试验方法：主要是采用Infinite Dye—bath来测定扩散系数。

染色材料采用进口货玻璃纸（Cellophane）取 $6.5 \times 3$ cm大小五块。

染料浓度采用上海青紅光0.1克/升硫化蓝，用C.p.硫化钠4g/升在染色进行中每隔1小时追加50%硫化钠1克/升，

染色温度：采用80~85°C

取样时间：10、30、60、120、240分钟共五块。

方法：将玻璃纸五块，在上角剪一小洞，用线结住，悬在玻璃棒上，在大烧杯内进行染色。

染液量：2000cc.在染色进行中必须保持一定液面，随补加蒸馏水。

取出染着玻璃纸，在冷水中略洗一下，取出在空气中氧化干燥之。

测定数据：

(1) 测定玻璃纸厚薄：用玻璃纸16层折叠在螺旋铜夹子内压紧在手提式显微镜下测定

共厚  $\frac{1}{2}$  m.m.

$$\begin{aligned} \text{所以每層玻璃紙厚} & \frac{1}{2} (2 \times 16) = 1/32 \text{ m.m.} = 0.03125 \text{ m.m.} = 0.003125 \text{ Cm} \\ & = 3.125 \times 10^{-3} \text{ Cm} \end{aligned}$$

(2) 測定玻璃紙染色后色澤深度

用苏联ЭК—М型双光电比色計

用黃光濾片	光密度讀數
10分鐘取樣	0.075
30分鐘取樣	0.130
60分鐘取樣	0.142
120分鐘取樣	0.195
240分鐘取樣	0.180

$$\frac{C_{10}}{C_{120}} = \frac{0.075}{0.197} = 0.385$$

从Vickerstatt Physical Chemistry of Pyeing (2nd Ed. 1954) 第132頁14表上查得

$$\frac{C_t}{C_\infty} = \frac{D_t}{b^2}$$
$$0.385 = 0.029$$

現在  $t = 10$  分鐘  $b = 3.125 \times 10^{-3} \text{ Cm}$

$$\frac{D_t}{b^2} = 0.029$$

$$\frac{D \cdot 10}{3.125 \times (10^{-3})^2} = 0.029$$

由此可得  $D = 2.833 \times 10^{-6}$

因此我們姑假定硫化藍在纖維內部的擴散系數上面的數值是正確的，那麼，它與直接染料純天藍 (Chlorazol Sky Blue FF) 的擴散系數相近，因為他們同是在  $10^{-6} \text{ Cm}^2/\text{分鐘}$  的範圍內。

### 關於第一部份試驗的初步結論

經過以上這些試驗，我們試歸納有如下的幾點初步結論：

硫化藍染料在棉纖維上是一種上色率極快，亲和力較差的染料。但是即使它的亲和力比還原染料為差，仍比直接染料大得多，所以也和還原染料一樣，在隱色體染色時不易滲入纖維內部。

由於產生這些亲和力的影響，所以它的遷移 (migration) 遠比直接染料為差，因此和還原染料一樣，不易獲得均勻的染色，即使它在纖維內部的擴散系數並不比直接染料純天藍 (Chlorazol Sky Blue FF) 相差多少，但是由於亲和力的影響，這些擴散性能就居于次要的地位。

在染浴中，浴比大小對硫化藍染色看來，有很大的關係，浴比愈大，棉纖維上所吸收的染料量愈少，並且很突出與還原染料有顯著的不同

電解質加入后，和直接染料染色一樣，能促進上色率的增快，以及在達到平衡時在棉纖維上染料吸收量增多，但是這些染料，大部分聚在纖維表面。

碳酸氫鈉（小苏打）加入染浴后的作用和硫酸鈉（元明粉）一样，以电解質的影响，促使染料上色

但是碳酸氫鈉的另一种影响，它能降低染浴的PH值，因此和加入硫酸銨即使加入醋酸后一样，能使染浴內还原棉纖維色澤显著轉黃，并使着色力增加。

显然，染浴內的PH值对染色的深淺有一定的影响，在染浴內PH值的改变可能使染料微粒大小有所改变，但是我們尚未进一步研究硫化蓝染色染浴PH究以多少为宜，这一些我們尚待試大样决定，因为小样的浴比、染色温度、操作等均与大样有所不同。

还原浴PH值降低对氧化电位是否有影响尚待进一步研究。

#### (四) 硫化染浴还原电位的測定

目的：測定硫化蓝染料还原电位及小苏打对还原电位的影响。

測定方法，如图4所示。

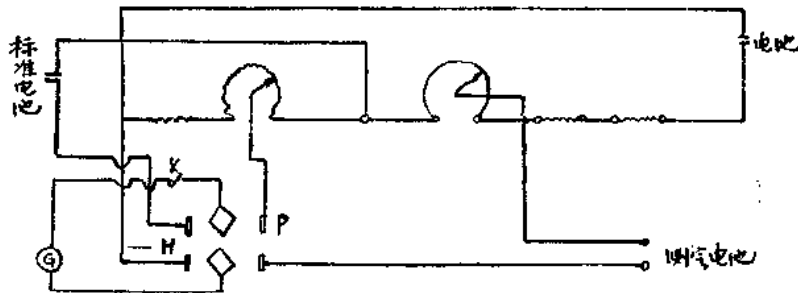


图 4 用饱和甘汞电极接十极；用白金电极接一极

实验：(1) 配取硫化碱（普通工业用）溶液

称取3.6236克Na<sub>2</sub>S溶于1升水中，約0.1N溶液在PH計上測得 PH=11.5

測得  $E_{Na_2S} = E_{cal} - E = -246 - 546 = -792mV$ 。

			PH	E	E Na <sub>2</sub> S
加硫酸	0.1N	10c.c.	11.1	-490	-736
"	"	20c.c.	10.8	-470	-716
"	"	30c.c.	6.8	-440	-686
"	"	40c.c.	5.4	-365	-611
"	"	50c.c.	2.6	-220	-466

小結：(1) 由本实验証明，硫酸鈉在PH值降低以后，还原电位降低。

(2) 硫化鈉的还原电位在-792mV左右。

实验：(2) 配取保险粉溶液

(甲) 3 克保险粉  
4c.c. 40° Be' NaOH } 溶于500c.c.水中

(乙) 配取葡萄糖溶液  
7.5克葡萄糖  
7.5c.c. 40° Be' NaOH } 溶于500c.c.水中

甲液測定 PH=11.9  $E = -246 - 777 = -1023mv$

加HCl 使PH=4.2  $E = -246 - 515 = -761mv$

乙液測定 BH=11.9  $E = -246 - 640 = -886mv$

由于我們所测沒有隔絕上面液層处置，在测定时有一部分可能受空气氧化影响，有一定的误差。

小結：(1) 保险粉在6克/升濃度中，还原电位为-1023mV为Vickerstaff, Physical Chemistry of Dyeing 2nd Ed P.294—295所述述保险粉在4—20克/升电位在-1090至-1190間尚接近。

(2) 上述葡萄糖溶液濃度还原电位在-886mV左右

实验 (3) 作实际染色以观察其还原色

	(1)法	(2)法	(3)法	(4)法	(5)法
	Na <sub>2</sub> S还原	Na <sub>2</sub> S+小苏打	葡萄糖	葡萄糖+酸	保险粉
干缸还原色	略黃	黃綠	棕黃	棕黃	桔黃
染浴还原色	略黃	灰黃綠	灰黃綠	淺藍	桔黃
染色时布样色澤	灰黃	灰黃帶本綠	深灰黃帶綠	淺藍	桔黃

加小苏打者布样在染杯內取出暴露空气中，还原色最能持久，硫化钠次之，葡萄糖瞬即变蓝色，葡萄糖还原浴加酸后(PH由11.5降至9.5)还原色已呈浅蓝色，布样也呈浅蓝色，加保险粉取出，暴露空气，即渐变暗黃帶綠色，漸至发蓝。

残液还原电位测定

	测定时温度	PH值	电位(mV)
保险粉	59°C	11.6	-1081
Na <sub>2</sub> S	45°C	11.8	-809
Na <sub>2</sub> S小苏打	42°C	10.5	-762
葡萄糖	41°C	10.2	-694
葡萄糖+醋酸	41°C	9.4	-451

实验 (4) 测定Na<sub>2</sub>S+(NH<sub>4</sub>)<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>后的还原电位

配	硫化钠	4克/升	PH=11.9
	(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	4克/升	PH=5.3

先测定硫化钠溶液 E = -786mV

	PH	E(mV)
硫化钠100c.c.+(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 50c.c.	10.0	-701
硫化钠100c.c.+(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 100c.c.	8.2	-686
硫化钠100c.c.+(NH <sub>4</sub> ) <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 150c.c.	7.9	-656

实验 (5) 测定染料加硫化钠后的还原电位。

配取	染料	1克	} 溶于250c.c.內
	Na <sub>2</sub> S	1克	

吸取 100c.c.染液 用I<sub>2</sub>溶液(0.09643N)滴定之。

测定电位时維持 65°C

测定結果 E = -573mV

实验 (6) 采取重复配制染液

抽取染液50c.c.用K<sub>3</sub>Fe(CN)<sub>6</sub> 0.1N溶液滴定之

测定电位时維持60°C

$$E_2 = -481\text{mv}$$

实验(7) 采用实验(6) 配制染料溶液

抽取染液50c.c.用0.09643N  $I_2$  滴定之

测定电位维持60°C

$$E_3 = 460\text{mv}$$

实验(8)

配制相同染料染液

抽取100c.c.染液 维持55°C±2°C进行测定

用  $I_2$  溶液 0.09643N 滴定之

$$E_4 = -496\text{mv}$$

实验(9) 用上列实验(8) 所配染液

抽取100c.c.染液 维持60°C

用  $K_3Fe(CN)_6$  0.1N 进行滴定

$$E_5 = -506\text{mv}$$

小结: 以上五次以实验

$$E_1 = -573\text{mv}$$

$$E_2 = -481\text{mv}$$

$$E_3 = -460\text{mv}$$

$$E_4 = -496\text{mv}$$

$$E_5 = -506\text{mv}$$

平均  $E = -503\text{mv}$

由于第一次所测数字有偏高情况, 若以第二至第五次四次平均为 -486mv

所以我们认为硫化蓝平均还原电位在 -480至 -500.mv 左右, 而安主电位应在 -600.mv 左右为宜。

注: 我们所用硫化蓝及硫化钠为工业用品, 并未经过纯化。

### (五) 膠体研磨机研磨效果試驗

目的: 一般硫化粉状染料的粒子较粗, 不适用于悬浮体轧染, 需用膠体研磨机将染料磨成分散极细的悬浮体状态才能适用, 本試驗的目的是摸索膠体研磨机研磨条件及其效果。

本試驗共进行两次, 各次情况如下:

第一次試驗

試驗內容

(1) 染料种类:

上海联盟青紅光硫化蓝

青島双桃青紅光硫化蓝

天津五一青紅光硫化蓝

(2) 助剂种类:

①水②甘油③扩散剂, 国貨天泰 Tamal HΦ④龙膠浆6%

由于紅油和拉开粉泡沫过大, 故实际試驗时未曾采用

(3) 膠体研磨机

研磨次数：0—60次

抽样：每隔5次

(4) 研磨液量 40升左右

(5) 染料浓度

1. 联盟硫化蓝 水磨 染料10公斤

染料浓度 24.3% (以重量计)

2. 联盟硫化蓝 染料10公斤 加甘油3.5公斤

染料浓度22.3% (以重量计)

3. 联盟硫化蓝 染料10公斤 加甘油10公斤

扩散剂Tamal HΦ2公斤

染料浓度19.6% (以重量计)

4. 双桃硫化蓝 染料10公斤加甘油25公斤

磨20次后龙胶6% 10公斤

染料浓度13.8% (以重量计)

5. 双桃硫化蓝 染料15公斤 加水

染料浓度 29.5% (以重量计)

6. 51硫化蓝 染料15公斤 加水

染料浓度25% (以重量计)

膠体研磨效果

(1) 滤纸法所测定滤前滤后的比较，将色布各与标准样布比较，以求其通过滤纸染料微粒所占的比例。

膠体研磨次数

	0 次	10 次	20 次	30 次	40 次	50 次	60 次
五一染料的水研磨	13.9%	16.9%	21.2%	26 %	29.5%	33 %	36.4%
双桃染料加水研磨	7.8	21.2	27.6	33	37	38.6	36.8
双桃加甘油龙胶	7.8	20.5	22.3	24.7	26		
联盟加水研磨	12.4	24.3	32	29.2	29.2	34	26.8
联盟加甘油3.5公斤	12.4	24.4	22.7	24.5	24.2	24.5	27.2
联盟加甘油10公斤扩散剂	12.4	29	41.8		29.5		36.7
联盟加甘油10公斤扩散剂	12.4	5次 26	15次 26.3	15次 27.1	35次 28.1	45次 23.4	55次 27.1

从上表可以看出，染料在未磨前，含有通过滤纸的微粒约占染料浓度的10%左右，在研磨以后，有了增加，但以增至35%以上为范围界限。由此可见，仅加水研磨，或加少量扩散剂或甘油效果不显，且与士林染料有不同，故在实际应用上，必须设法将染料粒子小者与大者分离，大者宜重磨或作染缸卷染用。

研磨效果曲线如图5~图10所示（滤纸过滤法测定结果）。



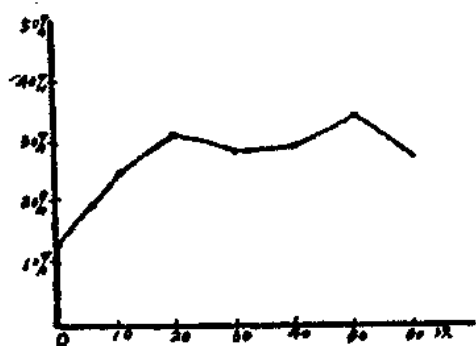


图 5 联盟染料加水研磨

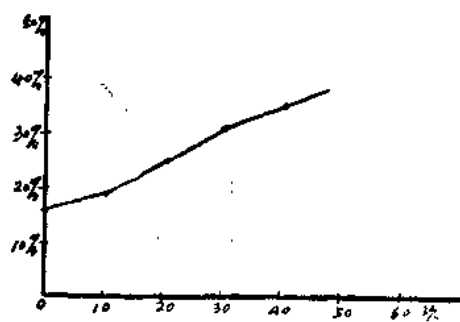


图 6 “五一”染料加水研磨

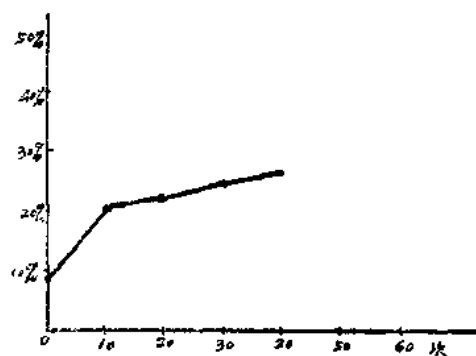


图 7 双桃加甘油磨20次后加龙胶

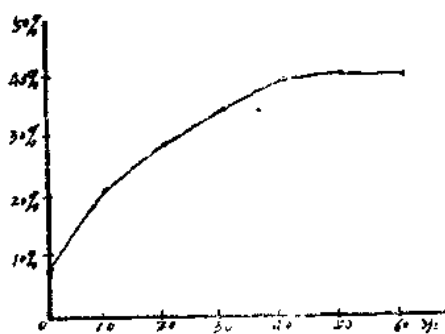


图 8 双桃染料加水研磨

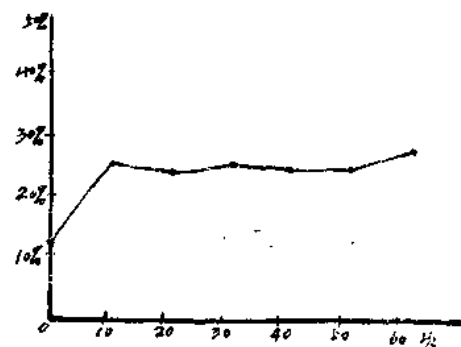


图 9 联盟加甘油3.5公斤加水研磨

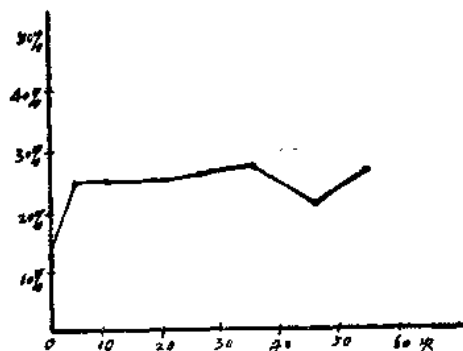


图10 联盟加甘油加扩散剂研磨