

ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО ПО ОБРАЗОВАНИЮ
Государственное образовательное учреждение
высшего профессионального образования
«Ивановская государственная текстильная академия»
(ИГТА)

Кафедра химии

**ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА
И РАСПОЗНАВАНИЕ ТЕКСТИЛЬНЫХ ВОЛОКОН**
Методические указания
к лабораторному практикуму
для студентов всех специальностей

Иваново 2010

Настоящие методические указания предназначены для ознакомления студентов с химическими свойствами и методами распознавания текстильных волокон. Представлена краткая программа изучения раздела «Химические волокна», подробно изложены методики выполнения лабораторных работ «Химические свойства текстильных волокон» и «Методы распознавания текстильных волокон».

Составитель канд. техн. наук, доц. О.Г. Циркина

Научный редактор канд. хим. наук, проф. Л.А. Гарцева

Редактор И.Н. Худякова

Корректор К.А. Торопова

Компьютерная верстка С.Б. Евстигнеева

Подписано в печать 22.06.2010. Формат 1/16 60x84. Бумага писчая.

Плоская печать. Усл.печ.л. 0,93. Уч.-изд.л. 0,89. Тираж 100 экз.

Заказ №

Редакционно-издательский отдел

Ивановской государственной текстильной академии

Копировально-множительное бюро

153000 г. Иваново, пр. Ф. Энгельса, 21

Лабораторная работа №1

ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ВОЛОКОН

Краткая программа изучения раздела «Химические волокна»

1. Классификация химических волокон.
2. Основные стадии производства химических волокон.
3. Искусственные волокна – вискозные, полинозные, эфирцеллюлозные, фортизан – рассматривать по нижеприведенной схеме:
 - ◆ выбор и подготовка исходного волокнообразующего полимера:
 - схема синтеза (химическая реакция);
 - требования к исходному волокнообразующему полимеру;
 - ◆ приготовление прядильных растворов или расплавов;
 - ◆ способы формования химического волокна («сухой» или «мокрый»; однованный или двухванный);
 - ◆ отделка сформованного химического волокна;
 - ◆ заключительные операции;
 - ◆ физико-механические и химические свойства волокна, его применение.
4. Синтетические волокна:
 - а) карбоцепные: полиолефиновые, поливинилспиртовые, полиакрилонитрильные, галогенсодержащие;
 - б) гетероцепные: полиамидные, полиэфирные, полиуретановые. Рассматривать по схеме, приведенной в п.3.

Цель работы: изучение химических свойств текстильных волокон.

Под химическими свойствами волокон понимают их отношение к действию химических реагентов (кислот, щелочей, окислителей, растворителей). При воздействии химических веществ различной природы на волокна возможны следующие изменения: набухание, растворение (частичное или полное), разрушение (изменение цвета раствора или волокна).

ОПЫТ 1. Действие на текстильные волокна разбавленных минеральных кислот

Реактивы и материалы: раствор серной кислоты 3%-ный, текстильные волокна.

Меры предосторожности: обращаться с осторожностью с раствором серной кислоты.

Порядок выполнения опыта. В пробирки поместить по одному виду волокна (*волокна выдаются по заданию преподавателя*) и испытать в разных условиях.

В пробирки с вышеуказанными волокнами прилить 3%-ный раствор серной кислоты по 1-2 мл, после чего выдержать их в кипящей водяной бане в течение 20 минут. Далее кислоту из пробирок слить, образцы отжать о стенки пробирки стеклянной палочкой и выложить на керамические плитки.

Один из двух образцов из каждой пробирки высушить при комнатной температуре, а другой при 105°C – в сушильном шкафу. Сравнить прочность всех образцов и сделать выводы о действии кислоты в разных условиях.

Контрольные вопросы

1. Каковы формулы волокнообразующих полимеров всех использованных Вами текстильных волокон?

2. Как влияет разбавленная серная кислота на прочность изученных Вами волокон?

ОПЫТ 2. Действие на текстильные волокна концентрированных минеральных кислот

Реактивы и материалы: серная кислота концентрированная, азотная кислота концентрированная, текстильные волокна.

Меры предосторожности: концентрированные кислоты хранить и использовать в вытяжном шкафу; соблюдать осторожность при заливании в пробирки концентрированных минеральных кислот, а также при выливании отработанных кислот.

Порядок выполнения опыта. В пробирки поместить по одному образцу волокна (*волокна выдаются по заданию преподавателя*). Осторожно прилить по 1 мл концентрированной серной кислоты. Наблюдать за поведением волокон в кислоте в течение 5-10 минут (полное растворение или нарушение структуры волокна).

В пробирки поместить образцы шерсти, натурального шелка, капрона, хлопка. В каждую из них осторожно добавить по 1 мл концентрированной азотной кислоты. Отметить изменение окраски и набухание отдельных волокон.

По окончании опыта содержимое пробирок слить в особую склянку для отработанной азотной кислоты.

Контрольные вопросы

1. Как влияет концентрированная серная кислота на волокна: вискозное, ацетатное, капрон, лавсан, нитрон?
2. Как влияет концентрированная азотная кислота на шерсть, натуральный шелк, капрон, хлопок?
3. Какова формула волокнообразующих полимеров, используемых в данном опыте?

ОПЫТ 3. Действие на текстильные волокна органических кислот в различных концентрациях

Органические кислоты являются более слабыми, поэтому не так агрессивны, с точки зрения воздействия на текстильные материалы, как минеральные и оказывают менее выраженное воздействие на волокна.

Реактивы и материалы: уксусная кислота 3%-ная, муравьиная кислота 85%-ная, текстильные волокна.

Меры предосторожности: соблюдать осторожность при использовании органических кислот.

Порядок выполнения опыта. В пробирки поместить хлопок, ацетатное волокно, капрон (или образцы волокон по заданию преподавателя). Туда же прилить по 2 мл 3%-ного раствора уксусной кислоты. После 5-минутной обработки при комнатной температуре образцы отжать от кислоты о стенки пробирки стеклянной палочкой. Половину каждого образца высушить без промывки на воздухе или

в сушильном шкафу (по заданию преподавателя), а другую половину – высушить после тщательной промывки водой (в аналогичных условиях). Сравнить органолептически прочность обработанных образцов на разрыв.

В пробирки поместить те же самые волокна и прибавить по 2 мл 85%-ного раствора муравьиной кислоты. После выдерживания образцов в течение 5-10 минут при комнатной температуре отметить происходящие с волокнами изменения.

Контрольные вопросы

1. Каковы формулы полимеров, входящих в состав хлопка, эфиروцеллюлозных волокон, капрона?

2. Как влияет 3%-ный раствор уксусной кислоты на прочность изученных волокон без последующей промывки и после промывки?

ОПЫТ 4. Действие щелочей на текстильные волокна

Реактивы и материалы: едкий натр (10%-ный раствор и 3%-ный раствор), текстильные волокна.

Меры предосторожности: обращаться с осторожностью с раствором едкого натра; соблюдать осторожность при работе с кипящей водяной баней.

Порядок выполнения опыта. В пробирки поместить образцы волокон (*волокна выдаются по заданию преподавателя*).

Прилить по 2 мл 3%-ного раствора едкого натра. Образцы выдержать в кипящей водяной бане в течение 20 минут. Отметить изменения внешнего вида волокна.

В пробирки поместить те же волокна и добавить 10%-ного раствора едкого натра по 2 мл. Обработку производить при комнатной температуре. Отметить изменение свойств волокон.

Контрольные вопросы

1. Каковы формулы волокнообразующих полимеров, используемых в опыте?

2. Как влияет 10%-ный раствор едкого натра на свойства изученных Вами волокон?

ОПЫТ 5. Действие на текстильные волокна окислителей

Реактивы и материалы: гипохлорит натрия или хлорная известь в концентрации 5 г/л активного хлора, целлюлозные и гидрат-целлюлозные волокна, белковые волокна.

Меры предосторожности: соблюдать осторожность при работе с окислителями.

Порядок выполнения опыта. Образцы волокон поместить в пробирки, прилить 2-3 мл раствора гипохлорита натрия или хлорной извести в концентрации 5 г/л активного хлора (*волокна выдаются по заданию преподавателя*). Обработку вести 15 минут при комнатной температуре, после чего образцы тщательно промыть водой, затем бисульфитом натрия для удаления следов хлора и вновь водой. Высушить в сушильном шкафу при 60-80°C.

Аналогичный опыт провести без промывки образцов после обработки окислителем.

Контрольные вопросы

1. Что собой представляют волокнообразующие полимеры, используемые в опытах? Привести химический состав элементарного звена полимеров.

2. Как влияют окислители на волокна различного происхождения? Произвести сравнение устойчивости различных по природе волокон.

ОПЫТ 6. Действие на текстильные волокна растворителей

Материалы и реактивы: реактив Швейцера, аммиак, хлопок, вискозное волокно, натуральный шелк.

Меры предосторожности: соблюдать осторожность при работе с ацетоном, поскольку пары органических растворителей токсичны.

Порядок выполнения опыта. В 3 пробирки взять образцы хлопка, вискозного волокна и натурального шелка.

В каждую пробирку прилить примерно по 3 мл реактива Швейцера (аммиачный раствор гидроксида окиси меди). Отметить скорость растворения каждого волокна.

В пробирку взять пробу ацетатного волокна и обработать его 2-3 мл ацетона (в вытяжном шкафу). Наблюдать происходящие с волокном изменения.

Контрольные вопросы

1. Какова формула реактива Швейцера? Как он влияет на хлопок?
2. Для какого из эфирцеллюлозных волокон ацетон является растворителем?

Лабораторная работа №2

РАСПОЗНАВАНИЕ ТЕКСТИЛЬНЫХ ВОЛОКОН

Цель работы: распознавание текстильных волокон при их сжигании и при помощи цветных реакций.

ОПЫТ 7. Распознавание происхождения текстильных волокон при помощи сжигания

Для распознавания вида неизвестного волокна универсального метода не существует. Для этой цели используют совокупность нескольких способов. Наиболее простым является метод сжигания волокон, при помощи которого можно отнести волокно к одной из известных групп: целлюлозные, белковые, синтетические.

Меры предосторожности: зажигать фитиль спиртовки спичкой, гасить – колпачком; волокно оформлять в виде небольшого фитилька, один конец которого зажать щипцами, а другой – подвергнуть испытанию.

Порядок выполнения опыта. Вносить образец испытуемого волокна в пламя спиртовой горелки и наблюдать:

1. Поведение волокна при поднесении к пламени:

- 1) волокно плавится, а нерасплавленная часть его не усаживается – ацетатное, триацетатное, акриловое волокна;
- 2) волокно плавится, а нерасплавленная часть его усаживается в направлении от пламени – полиамидные, полиэфирные, поливинилхлоридные волокна;

3) волокно расплавляется и скручивается в направлении от пламени – натуральный шелк, шерсть, полиолефиновые волокна;

4) волокно не плавится и не изменяет своей формы – целлюлозные волокна (хлопок, лён), гидратцеллюлозные волокна (вискозное, медно-аммиачное волокна).

2. Поведение волокна в пламени:

1) волокно горит без плавления – хлопок, лен, вискозное, медноаммиачное, поливинилспиртовое волокна;

2) волокно горит и плавится – ацетатное, триацетатное, акрилонитрильное, модифицированное акриловое волокно, полиолефиновое, полиамидное (белый дымок), полиэфирное (черный дымок с копотью), шерсть, шелк, поливинилхлоридное. При горении поливинилхлоридного волокна пламя окрашено в зеленый цвет.

3. *Запах при горении волокна* – главный признак, позволяющий определить принадлежность волокна к определенной группе:

1) запах жжёных перьев – шерсть, натуральный шелк;

2) запах жжёной бумаги – хлопок, лён, вискозное, медноаммиачное волокна;

3) запах уксусной кислоты – диацетатное, триацетатное волокна;

4) запах сургуча – полиамидные волокна;

5) запах хлора – поливинилхлоридное волокно.

4. Поведение волокна при удалении из пламени:

1) волокно продолжает гореть без плавления – хлопок, вискозное, медно-аммиачное, поливинилспиртовое волокно;

2) волокно продолжает гореть с плавлением – ацетатное, триацетатное, акрилонитрильное, белковое;

3) волокно горит очень медленно и само затухает – шерсть, натуральный шелк, полиамидные, полиэфирные, поливинилхлоридное волокна.

5. Вид остатка после сжигания волокна:

1) круглый твердый шарик, который рассыпается при сдавливании между пальцами, – полиамидное (серый цвет), полиэфирное (черный цвет), полиолефиновое (желто-коричневый цвет);

2) пепел серого цвета – хлопок, лен, вискозное, медноаммиачное волокна;

3) пушистая мягкая черная зола – шерсть, натуральный шелк;

4) черный шарик неправильной формы, легко раздавливаемый между пальцами, – ацетатное, триацетатное, акрилонитрильное волокна.

Контрольные вопросы

1. Как можно распознать при помощи сжигания целлюлозные и белковые волокна?

2. Как можно распознать при помощи сжигания синтетические волокна?

ОПЫТ 8. Экспресс-анализ текстильных волокон по их способности к растворению

Химический состав и структуру волокон определяют их химические и физико-механические свойства. Таким образом, изучение химических свойств волокон позволяет определить природу, а во многих случаях и вид волокна. Одним из наиболее быстрых и доступных способов идентификации волокон является их распознавание в соответствии с ранее изученными химическими свойствами по устойчивости к действию различных растворителей.

Реактивы и материалы: текстильные волокна; концентрированные растворы соляной, серной, азотной, уксусной кислот, едкого натра; ацетон; лакмусовая бумага.

Меры предосторожности: все пробы производить в вытяжном шкафу; держать ацетон вдали от спиртовки.

Порядок выполнения опыта. Для проведения каждой ступени анализа, указанной в схеме, пробу волокна неизвестной природы массой не менее 20 мг поместить в отдельные пробирки и обработать соответствующим реактивом в количестве 2-3 мл.

Каждое последующее испытание проводится с новой пробой волокна. Анализ продолжать до установления типа волокна в соответствии со схемой, позволяющей распознать тип большинства текстильных волокон.

СХЕМА ЭКСПРЕСС-АНАЛИЗА ТЕКСТИЛЬНЫХ ВОЛОКОН

Предварительная проба. Поместить в пробирку небольшую пробу неизвестного волокна и добавить в нее концентрированную соляную кислоту. Кипятить образец в растворе кислоты на водяной бане в течение 5-10 минут при перемешивании стеклянной палочкой. По результатам предварительной пробы сделать вывод о растворимости волокна в соответствии с табл.1.

Таблица 1

Разделение волокон на группы по растворимости

Группа	Признаки группы	Предварительный вывод
I	Волокно растворяется в кипящей HCl, разрушается или полностью деформируется (например, шерсть)	<i>Натуральные волокна:</i> хлопок, лён, шерсть, шёлк <i>Химические искусственные волокна:</i> ацетатное, вискозное, медно-аммиачное <i>Синтетические волокна:</i> полиамидное
II	Волокно не растворяется в кипящей HCl	<i>Химические синтетические волокна:</i> поливинилхлоридное, перхлорвиниловое волокно, волокно из сополимера винилхлорида с акрилонитрилом, полиакрилонитрильное и полиэфирные волокна

В зависимости от принадлежности испытуемого волокна к первой или второй группе, дальнейшее распознавание провести по нижепредставленным схемам.

РАСПОЗНАВАНИЕ ВОЛОКОН I ГРУППЫ

Определение проводится путем сухой перегонки – нагреванием волокна в сухой пробирке на пламени спиртовки в присутствии синей и красной лакмусовых бумажек.

По характеру среды реакции (кислая или щелочная), которое дает волокно при нагревании, испытуемые образцы можно разделить на подгруппы А и Б в соответствии со схемой:

А. КИСЛАЯ РЕАКЦИЯ (определяется внесением в пробирку с перегоняемым волокном влажной синей лакмусовой бумажки):

ацетатное, вязкое, хлопок, лён, медно-аммиачное волокно.

Ледяная уксусная кислота на холоду $\xrightarrow{\text{растворяется}}$ **ацетатное волокно**

↓
не растворяется

Концентрированная соляная кислота на холоду $\xrightarrow{\text{растворяется}}$ **медно-аммиачный или вязкий шелк**

↓
не растворяется

Концентрированная серная кислота на холоду $\xrightarrow{\text{растворяется}}$ **хлопок**
 $\xrightarrow{\text{не растворяется}}$ **лён**

Б. ЩЕЛОЧНАЯ РЕАКЦИЯ (определяется внесением в пробирку с перегоняемым волокном влажной красной лакмусовой бумажки):

белковые (шерсть, шелк) и полиамидные волокна.

Ледяная уксусная кислота при нагреве $\xrightarrow{\text{растворяется}}$ **полиамидное волокно**

↓
не растворяется

Концентрированная соляная кислота на холоду $\xrightarrow{\text{растворяется}}$ **шёлк**

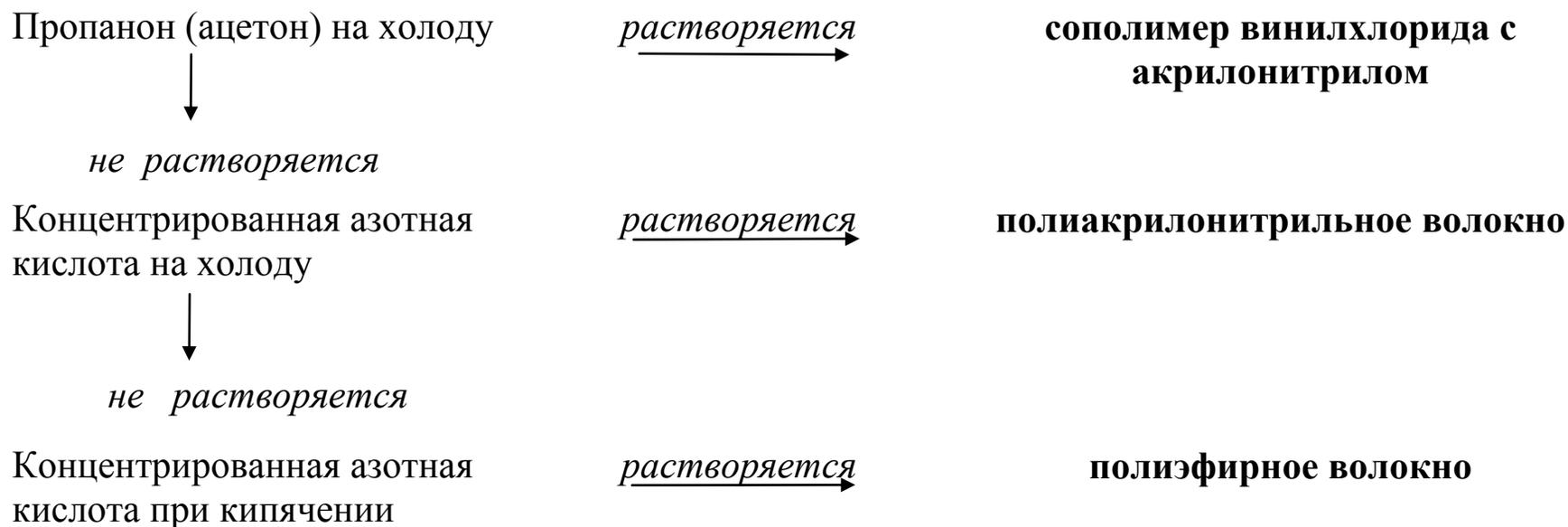
↓
не растворяется

Концентрированный раствор едкого натра при кипячении $\xrightarrow{\text{растворяется}}$ **шерсть**

РАСПОЗНАВАНИЕ ВОЛОКОН II ГРУППЫ

Первым этапом является *проба Бельштейна*. Медную проволоку прокалить на спиртовке до исчезновения зеленой окраски пламени. Раскаленным концом коснуться волокна и поместить его в пламя. Зеленый цвет пламени укажет на наличие хлора (перхлорвиниловое или поливинилхлоридное волокно).

Если испытуемое волокно не содержит в своем составе хлор (пламя не имеет зеленой окраски), то последующий анализ проводят по схеме:



Контрольные вопросы

1. Что общего в химических свойствах целлюлозных (природных и искусственных) и белковых волокон и в чем их различия?
2. Запишите формулы волокнообразующих полимеров, на основе которых получены идентифицированные Вами волокна.

ОПЫТ 9. Распознавание текстильных волокон при помощи цветных реакций

Определив группу волокна, с помощью цветных реакций можно распознать конкретное волокно. Распознавание с помощью цветных реакций основано на появлении окраски волокна при действии химических реагентов или растворов красителей.

Реактивы и материалы: красители родамин С и прямой чисто-голубой, азотная кислота концентрированная, уксуснокислый свинец, двуххромовокислый калий, раствор нингидрина 1%-ный и 2%-ный, раствор индикармина, раствор едкого натра 10%-ный.

Меры предосторожности: соблюдать осторожность при работе с азотной кислотой и раствором едкого натра. При кипячении растворов избегать местного перегрева жидкости и её выбрасывания из пробирки.

1. Целлюлозные волокна

1. Смешать растворы двух красителей: 4 мл родамина С и 4 мл прямого чисто-голубого. Смесь красителей разлить примерно пополам на две пробирки. В одну пробирку поместить вискозное волокно, в другую – медно-аммиачное волокно. Окрасить волокно при температуре 20-25°C в течение 5 минут, затем тщательно промыть. Наблюдаемая окраска волокон:

медно-аммиачное волокно – голубая или слабофиолетовая;
вискозное волокно – красноватая.

Необходимость тщательного промывания волокон после крашения вызвана тем, что только хорошо промытые волокна дают вышеуказанную окраску. Отличия в окраске вискозного и медно-аммиачного волокон объясняется различной структурой волокон и их тониной, а также наличием в них не одинаковых по химической природе примесей.

II. Белковые волокна

Белковые вещества шерсти и шелка – кератин и фиброин – состоят из остатков аминокислот, имеющих различный химический состав. Качественной реакцией на белки является, в частности:

1. *Ксантопротеиновая реакция.* К волокнам добавляют азотную кислоту. Появляется желтая окраска. Затем из пробирок сливают азотную кислоту и прибавляют избыток аммиака. Отметить изменение окраски. Небелковые волокна ксантопротеиновой реакции не дают.

2. *Окрашивание шерсти и шелка 1%-ным раствором нингидрина.* При кипячении в течение одной минуты в данном растворе волокна окрашиваются в синий и темно-синий цвет.

3. *Открытие серы.* В отдельные пробирки помещают пробы шерсти и натурального шелка, туда же прибавляют по 2-3 мл 10% раствора едкого натра. Содержимое пробирок осторожно нагревают до полного растворения волокна, после чего добавляют несколько капель уксуснокислого свинца ($Pb(CH_3COO)_2$). В результате в пробирке с растворенным шерстяным волокном выпадает темный осадок сернистого свинца $PbS\downarrow$ (или появляется коричневое окрашивание), в пробирке с растворенным шелком – осадок белого цвета.

Таким образом, шерсть и шелк можно отличить путем проведения качественной реакции на наличие серы, т.к. атомы серы входят лишь в состав кератина шерсти в виде дисульфидных ($-S-S-$) мостиков – остатков цистиновой кислоты, которые отсутствуют в фиброине шелка.

4. *Распознавание натурального и вискозного шелка.* Натуральный и вискозный шелк зачастую имеют одинаковый внешний вид и органолептические свойства. Для определения качественного состава волокна необходимо исследуемый образец поместить в пробирку с 2-3 мл разбавленного раствора двуххромовокислого калия, выдержать в растворе несколько минут, после чего его промыть и высушить. При этом натуральный шелк окрашивается в желтый цвет в отличие от гидратцеллюлозных волокон, которые не окрашиваются.

III. Синтетические волокна

1. Полиамидные волокна (в частности, капрон) аналогично белковым имеют те же реакционно-способные группы (амино- и карбоксильные), поэтому, как и в случае с белковыми (см. п. II.2), 1%-ный раствор нингидрина при кипячении в течение 1 мин. окрашивает полиамидные волокна в синий цвет. *Целлюлозные и другие синтетические волокна при этом не окрашиваются.*

2. Образцы полиамидного, полиакрилонитрильного и полиэфирного волокон в отдельных пробирках кипятят в течение 2-5 минут с раствором индикармина¹. После промывки водой и сушки волокна имеют следующие окраски:

полиамидные волокна (капрон) – ярко красновато-сиреневая;
полиакрилонитрильные волокна (нитрон) – ярко сине-голубая;
полиэфирные волокна (лавсан) – светло-розовая.

Оформление результатов лабораторных работ №1 и №2 рекомендуется производить в виде табл. 1.

Таблица 1

Волокна Реактивы				

¹ Индикармин содержит 0,4 г/л родамина С и 0,2 г/л катионного синего К.