

聚苯硫醚纤维的定性鉴别

陆 艳^{1,2}

(1.江苏工程职业技术学院,江苏 南通 226007;

2.江苏省先进纺织工程技术中心,江苏 南通 226007)

摘要:采取燃烧法、显微镜法、化学溶解法、熔点法和红外吸收光谱法对聚苯硫醚纤维进行定性鉴别。试验表明聚苯硫醚纤维的燃烧特征为在接近火焰时收缩,在火焰中熔融燃烧,冒些许黑烟,离开火焰不延燃,有臭味,残渣为黑褐色硬块;该纤维的横截面形态为圆形或近似圆形,其纵向形态为表面平滑;纤维溶解于沸腾的硫酸(95%~98%)和硝酸(65%),溶液颜色分别呈现黑色和黄色;纤维的熔点为284℃;观察1 090.69 cm⁻¹特征峰是判断聚苯硫醚结晶度的一种方法,通过红外谱图和谱带的分布可以有效鉴别聚苯硫醚纤维。

关键词:聚苯硫醚纤维;燃烧法;显微镜法;化学溶解法;熔点法;红外吸收光谱法

中图分类号:TS101.92

文献标识码:A

文章编号:1673-0356(2018)03-0026-03

聚苯硫醚纤维(polyphenylene sulfide fiber)具有优良的耐热性能、耐化学性能、阻燃性能、电学性能和力学性能^[1],因而聚苯硫醚纤维在高温、化学腐蚀环境等领域得到广泛应用。分析燃烧法、显微镜法、化学溶解法、熔点法和红外吸收光谱法对聚苯硫醚纤维进行定性鉴别。

1 试样

试验材料为进口聚苯硫醚纤维,2.75 dtex×51 mm。

2 试验方法和结果

2.1 燃烧法

燃烧法是依据纤维接近火焰时、在火焰中和离开火焰后的不同燃烧状态和熔融情况,燃烧时散发的气味以及燃烧剩余物的颜色、形状、硬度等来鉴别纤维^[2]。聚苯硫醚纤维的燃烧特征见表1所示。

表1 聚苯硫醚纤维的燃烧特征

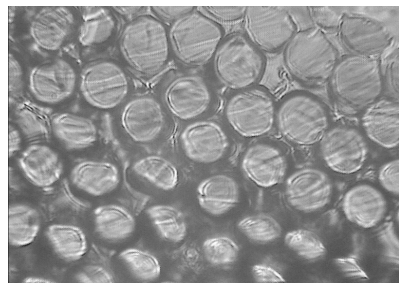
步骤	现象
接近火焰时	收缩
在火焰中	熔融燃烧,冒些许黑烟
离开火焰	不延燃
燃烧剩余物形态	黑褐色硬块
气味	臭味

结果表明,聚苯硫醚纤维的燃烧特征与大部分的

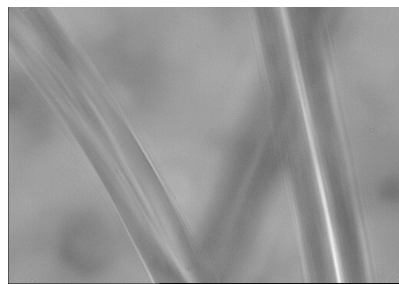
合成纤维类似,鉴别时需要操作人员具有丰富的工作经验。

2.2 显微镜法

显微镜法是通过显微镜分别观察纤维横截面和纵向形态,从而来鉴别纤维的种类。聚苯硫醚纤维的截面切片制作使用Y172型哈式切片器,需将聚苯硫醚纤维切成薄而均匀、10~30 μm的横截面薄片,纵向制片则需将纤维梳理整齐,然后用剪刀将纤维剪成2~3 mm的片段。再利用CU-I型纤维细度仪观察聚苯硫醚纤维的横截面和纵向形态特征,聚苯硫醚纤维的横截面和纵向微细结构形态特征见图1。



(a)横截面形态



(b)纵向形态

图1 聚苯硫醚纤维的纵、横向微细结构形态特征

收稿日期:2017-12-13;修回日期:2017-12-23

基金项目:江苏省先进纺织工程技术中心建设项目(苏政办发[2014]22号);江苏高校品牌专业建设工程资助项目(PPZY2015A093);南通市新型纤维材料重点实验室建设项目(CP12014003)

作者简介:陆 艳(1986-),女,讲师,硕士,主要从事纺织品检测教学工作, E-mail:luyan611@163.com。

从图1可以看出,聚苯硫醚纤维的横截面形态为圆形或近似圆形,其纵向形态为表面平滑,形态结构跟多数合成纤维类似,故显微镜法无法准确鉴别该纤维。

2.3 化学溶解法

化学溶解法是利用各种纤维的化学组成不同,在各种化学溶液中溶解性能各异的原理来鉴别纤维^[3]。

表2 聚苯硫醚纤维的溶解性能

盐酸(37%)		硫酸(95%~98%)		氢氧化钠(5%)		甲酸(88%)		99%N-二甲基甲酰胺		硝酸(65%)	
常温	沸	常温	沸	常温	沸	常温	沸	常温	沸	常温	沸
I	I	I	S黑色	I	I	I	I	I	I	I	S黄色

注:S溶解;P部分溶解;I不溶解。

2.4 熔点法

高聚物内晶体完全消失时的温度,即晶体熔化时的温度称为熔点。熔点法一般适用于鉴别熔点特征明显的合成纤维,因为合成纤维在高温作用下,大分子链接结构发生变化,先软化而熔融;熔点法不适用于天然纤维素纤维、再生纤维素纤维和蛋白质纤维,这是因为它们的熔点高于分解点,在高温作用下不熔融而分解或炭化。经测试,聚苯硫醚纤维的熔点为284℃,熔点法适用于纯聚苯硫醚纤维鉴别,不适用于混纺产品。

2.5 红外吸收光谱法

当一定波长的红外光照射到被测样品上时,该物质分子中某个基团的振动频率和它一样,两者就会发生共振,此时光的能量通过分子偶极矩的变化传递给分子,这个基团就会吸收该频率的红外光而发生振动能级的跃迁,产生红外吸收峰。红外光谱法鉴别纤维是根据组成纤维分子的各种化学基团,无论存在于何种化合物中都有自己特定的红外吸收带的位置,不同纤维有不同的红外吸收谱图,将测得试样的红外光谱图与已知纤维的红外光谱图核对比,就可以推断出纤维含有哪种基团和化学键以及各自数量的多少,以此来鉴别纤维的种类。红外光谱的波长范围大约为0.75~1 000 μm,通常将红外光谱分为近红外区、中红外区和远红外三个区域,其波长、波数之间的关系见表3。

表3 红外光谱波长、波数之间的关系

波段	波长/μm	波数/cm ⁻¹
近红外区	0.75~2.5	13 330~4 000
中红外区	2.5~25	4 000~400
远红外区	25~1 000	400~10

一般近红外光谱是由分子的倍频、合频产生的,中红外光谱属于分子的基频振动光谱,远红外光谱则属

在试验时,必须严格控制测试条件,按照规定的溶液浓度、溶液温度和作用时间来处理。选用的6种化学试剂对聚苯硫醚纤维的溶解试验结果见表2。

从表2中可以看出,聚苯硫醚纤维溶解于沸腾的硫酸(95%~98%)和硝酸(65%),溶液颜色分别呈现黑色和黄色。

于分子的转动光谱和某些基团的振动光谱。由于绝大多数有机物和无机物的基频吸收带都出现在中红外区,因此中红外区是研究和应用最多的区域,通常所说的红外光谱即指中红外光谱。

用 Nicolet iS10 型傅里叶红外光谱仪(美国赛默飞世尔科技公司)和 iTR 附件(晶体板为硒化锌 Z_nS_e),扫描次数 32,分辨率 4 cm⁻¹,波数范围 4 000~400 cm⁻¹,镜速 0.632 9 cm·s⁻¹[4]。聚苯硫醚纤维的红外光谱吸收图谱如图2所示。

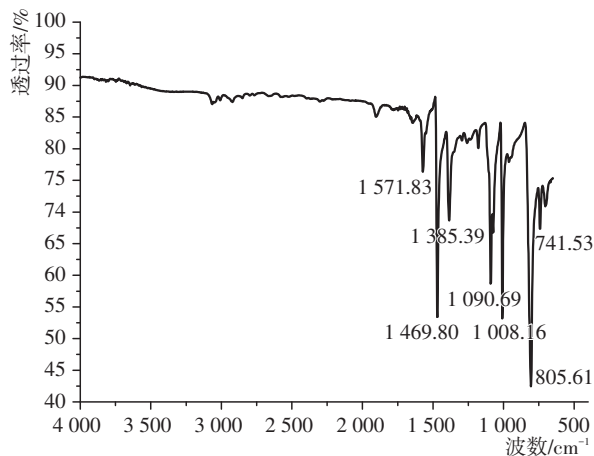


图2 聚苯硫醚纤维的红外光谱吸收图谱

在 1 571.83 cm⁻¹ 出现苯环 C—C 双键的伸缩振动吸收峰,1 469.80 cm⁻¹ 和 1 385.39 cm⁻¹ 是苯环骨架振动吸收峰,1 090.69 cm⁻¹ 和 1 073.49 cm⁻¹ 是 C=CH 苯环面内弯曲振动吸收峰,805.61 cm⁻¹ 强峰是苯环对位取代质子特征峰,是面外弯曲振动吸收峰^[5]。

在聚苯硫醚纤维的几个特征峰中,1 090.69 cm⁻¹ 和 1 073.49 cm⁻¹ 是苯环面内对称和不对称的伸缩振动峰,最能代表无定形结构和结晶度的特征峰。但是 1 073.49 cm⁻¹ 特征峰的强度同时受结晶部分和无定形部分影响,而 1 090.69 cm⁻¹ 特征峰的强度仅受无定

形部分控制。因此,观察 $1\ 090.69\ \text{cm}^{-1}$ 特征峰是判断聚苯硫醚结晶度的一种有效手段。故通过红外吸收光谱法可以快速准确鉴别聚苯硫醚纤维,但该方法使用的仪器昂贵,操作复杂,成本较高,适用于仲裁性试验。

3 结论

(1)聚苯硫醚纤维在接近火焰时收缩,在火焰中熔融燃烧,冒些许黑烟,离开火焰不延燃,有臭味,残渣为黑褐色硬块。

(2)聚苯硫醚纤维的横截面形态为圆形或近似圆形,其纵向形态为表面平滑,与大部分合成纤维类似。

(3)聚苯硫醚纤维溶解于沸腾的硫酸(95%~98%)和硝酸(65%),溶液颜色分别呈现黑色和黄色。

(4)聚苯硫醚纤维的熔点为 $284\ ^\circ\text{C}$ 。

(5)观察 $1\ 090.69\ \text{cm}^{-1}$ 特征峰是判断聚苯硫醚结晶度的一种方法,故通过红外谱图和谱带的分布可以

有效鉴别聚苯硫醚纤维。

(6)聚苯硫醚纤维的系统鉴别法为:首先通过燃烧法确定纤维的类别,即合成纤维,然后通过化学溶解法以及熔点法最终确定纤维的种类。而红外吸收光谱法可以对纯聚苯硫醚纤维进一步的确认,适用于仲裁性试验。

参考文献:

- [1] 王 桦.聚苯硫醚纤维的发展现状及其应用[J].产业用纺织品,2007,(7):1-4.
- [2] 马顺彬,吴佩云.维纶基大豆纤维与维纶的鉴别和性能比较[J].产业用纺织品,2011,(7):11-15.
- [3] 耿琴玉.纺织材料检测[M].上海:东华大学出版社,2013.
- [4] 马顺彬,吴佩云.竹浆纤维与粘胶纤维的鉴别及性能测试[J].毛纺科技,2010,38(1):42-46.
- [5] 田 菁.高性能聚苯硫醚(PPS)纤维的制备与改性[D].上海:东华大学,2007.

Qualitative Identification of Polyphenylene Sulfide Fiber

LU Yan^{1,2}

(1.Jiangsu College of Engineering and Technology, Nantong 226007, China;

2.Jiangsu Province Advanced Textile Technology Center, Nantong 226007, China)

Abstract: Polyphenylene sulfide fiber was identified by burning, microscope, dissolution, melting point and infrared absorption spectrum method. The results showed that polyphenylene sulfide fibers shrunk when they were close to the flame, melted and burned in the flame and had some black smoke, self-extinguished after leaving the flame, had frowziness, residue was dark brown lumps; Cross section shape of the fiber was round or approximate round, surface of the fiber was smooth. The fiber dissolved in boiling sulfuric acid(95%~98%) and nitric acid(65%), the color of solution was black and yellow, respectively. The melting point of the fiber was $284\ ^\circ\text{C}$. It was a kind of method to judge the crystallinity of polyphenylene sulfide by observing the characteristic peak of $1\ 090.69\ \text{cm}^{-1}$. The polyphenylene sulfide fiber could be effectively identified by the infrared spectrum and the distribution of the band.

Key words: polyphenylene sulfide fiber; burning method; microscope method; dissolution method; melting point method; infrared absorption spectrum method

新型多功能有机—无机混合阻燃剂

环氧树脂(EP)是一种性能优越的热固性聚合物,广泛应用于各个领域。但其在燃烧过程中耐火性差和产生大量烟雾的特性极大地限制了在电气、电子设备中的应用。近年来,不同的含聚磷酸铵(APP)的填充剂被用来提高EP的阻燃性能,但是APP不仅会弱化机械性能、与聚合物相容性较差,还对湿度十分敏感,使用期间容易吸收和渗出水,导致聚合物材料的阻燃性降低。

中国科技大学 Qiu Shuilai 团队和香港城市大学

合作合成了一种新型多功能有机—无机杂化、含三聚氰胺的聚磷酸铵多磷酸铵(PZMA@APP)(研究成果发表在 Journal of hazardous materials 上),在EP复合材料中表现出高阻燃效率和对烟气抑制作用。添加 10.0wt% 的 PZMA@APP 的样品通过 UL-94 V-0 评级,可显著降低EP的火灾危险(峰值放热率最大降低 75.6%,总放热量最大减少 65.9%,同时烟气产生率较低)。

(来源:纺织导报)