

纤维定性鉴别的显微红外光谱法

杨欣卉

(广州纤维产品检测研究院,广东 广州 511447)

摘要: 红外光谱法是鉴别纤维的有效方法之一,难以通过手工拆分且难以用溶解法分离的混合纤维样品、微量的纤维样品等可以使用显微红外光谱法进行定性鉴别,该方法更为直接,是现有纤维定性鉴别方法的有效补充。通过采集单根纤维样品的红外光谱,可以定性鉴别纤维。

关键词: 纤维;定性鉴别;显微红外光谱

中图分类号: TS101.92

文献标识码: A

文章编号: 1673-0356(2018)07-0035-03

纤维成分检验是纺织品检验的基础项目,有定性检验与定量检验两种类型,或者说是纤维成分检验的两个阶段,定性检验是定量检验的基础。纺织品检测的现行国内外标准中,纤维定性鉴别的常用方法有燃烧法、显微镜法、溶解法、红外光谱法等^[1-4],其中红外光谱法是经常用到的仪器检测方法。传统的纤维成分定性鉴别的红外光谱方法在行业标准 FZ/T 01057.8-2012《纺织纤维鉴别试验方法 第8部分:红外光谱法》中有详细描述,使用现有的红外光谱方法定性鉴别纤维组分,存在一些不足:一是使用溴化钾盐片法制样,纤维的切断比较繁琐,且纤维韧性较大,不像大多数固体粉末,可以在研钵中研细并且与稀释剂溴化钾均匀地混合;二是对于组分难以分离的混纺织物,谱图的采集与解析都存在较大的困难,尤其一种或两种纤维占比较低的混纺织物。

与普通的红外光谱仪相比,显微红外光谱仪制样简便,甚至不需要制样,可直接采集样品的显微红外光谱,不破坏测试样品,实现无损检测。纤维红外光谱仪灵敏度高,主光学台透射的红外光斑直径大约为 10 mm,进入显微镜的光束被物镜聚焦之后,照射在测试样品上的有效光斑在微小的空间内有很高的光通量,因此显微红外光谱仪可以采集微小尺寸样品的红外光谱。显微红外光谱仪采集单根纤维的红外光谱所受到的干扰比传统红外光谱仪要小,因为显微红外光谱仪采集光谱时不需要添加稀释剂,稀释剂的存在和稀释剂带有的水分会使谱带产生位移和形变。红外显微镜与红外光谱仪配合使用,可以采集单根纤维的红外光

谱,对难分离的混合纤维制品和微量纤维样品的测试十分有效,是一种更直接的纤维定性鉴别方法,是对现有检测方法的有效补充^[5-6]。

1 试验部分

1.1 试验样品

长绒棉散纤维;苧麻本色纱(线密度 32 tex);莱赛尔纤维(散纤维,1.4 dtex,长度 38 mm);精梳羊毛纱线(线密度 18.25 tex×2);桑蚕丝长丝;涤纶短纤维(散纤维,1.33 dtex,长度 38 mm);锦纶短纤维(散纤维,1.67 dtex,长度 38 mm);腈纶短纤维(散纤维,2.78 dtex,长度 64 mm);醋酸纤维短纤维(丝束,单丝线密度 3.33 dtex);维纶短纤维(散纤维,1.44 dtex,长度 44 mm);乙纶短纤维(散纤维,2.66 dtex,长度 38 mm);丙纶(散纤维,1.56 dtex,长度 38 mm)。

1.2 试验仪器

Nicolet is50 型傅里叶变换红外光谱仪和 Nicolet Continuum 红外显微镜,均为美国赛默飞世尔科技公司生产。

1.3 显微红外光谱仪采集单根纤维的红外光谱

使用 Nicolet is50 型傅里叶变换红外光谱仪和 Nicolet Continuum 红外显微镜以透射方式采集单根纤维的红外光谱,分辨率为 8 cm^{-1} ,扫描次数为 50 次。

2 结果与讨论

2.1 棉、苧麻和莱赛尔纤维的显微红外光谱

棉、苧麻和莱赛尔纤维同属纤维素纤维,其中棉和苧麻为天然纤维素纤维,莱赛尔纤维为再生纤维素纤维,3种纤维的化学组成相似,主要成分都是纤维素,因此其红外光谱具有高度的相似性。以透射方式采集

收稿日期:2018-04-17;修回日期:2018-04-21

基金项目:广东省质量技术监督局科技项目(2015CZ17)

作者简介:杨欣卉(1982-),男,博士,高级工程师,主要研究方向为纺织服装检测技术开发,E-mail:yangxh@gtt.net.cn。

的单根棉、苧麻和莱赛尔纤维的红外光谱见图1。图1中,在 $3\ 400\sim 3\ 230\ \text{cm}^{-1}$ 的特征峰为 $-\text{OH}$ 伸缩振动峰,在 $2\ 900\ \text{cm}^{-1}$ 附近的特征峰为 $-\text{CH}_2-$ 伸缩振动峰,在 $1\ 650\ \text{cm}^{-1}$ 附近存在由纤维素中的水分产生的吸收峰,在 $1\ 100\sim 1\ 000\ \text{cm}^{-1}$ 附近的特征峰为纤维素中的 $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$ 伸缩振动吸收峰。通过上述红外光谱特征峰可以判定一种纤维是否为纤维素纤维,但难以确认纤维素纤维的具体种类,结合使用显微镜方法观察到的纤维纵、横向形貌特征,甚至结合红外显微镜中观察到的纤维形貌特征,可以鉴别大多数纤维素纤维的具体种类。

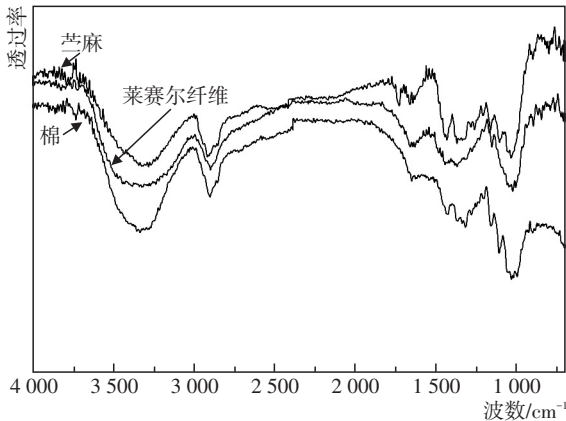


图1 棉、苧麻和莱赛尔纤维的显微红外光谱

2.2 羊毛和蚕丝的显微红外光谱

羊毛和蚕丝都是天然蛋白质纤维,其主要组成物质均为蛋白质,含有酰胺键,2种纤维的红外光谱具有很大的相似性,但在峰型和相对强度方面有显著差异。以透射方式采集的单根羊毛和蚕丝的红外光谱见图2。图2中,在 $3\ 300\ \text{cm}^{-1}$ 附近的特征峰为 $-\text{NH}$ 伸缩振动峰,在 $2\ 950\ \text{cm}^{-1}$ 附近的特征峰为 $-\text{CH}_3$ 伸缩振动峰,在 $1\ 640\ \text{cm}^{-1}$ 附近的特征峰为 $-\text{C}=\text{O}$ 伸缩振动形成的酰胺I谱带,在 $1\ 530\ \text{cm}^{-1}$ 附近的特征峰为 $-\text{NH}$ 变形振动形成的酰胺II谱带, $950\sim 1\ 080\ \text{cm}^{-1}$ 之间蚕丝显现了不同于羊毛纤维的几个微弱特征峰。与鉴别纤维素纤维类似,使用显微红外光谱可以鉴别出蛋白质纤维,但具体种类的鉴别可配合外观形貌信息进一步确认。

2.3 涤纶、锦纶和腈纶的显微红外光谱

涤纶、锦纶和腈纶都是开发较早、使用量较大的化学纤维,以透射方式采集的单根涤纶、锦纶和腈纶的红外光谱见图3。涤纶、锦纶和腈纶的主要成分分别为聚酯、聚酰胺和聚丙烯腈,化学组成不同导致其红外光谱

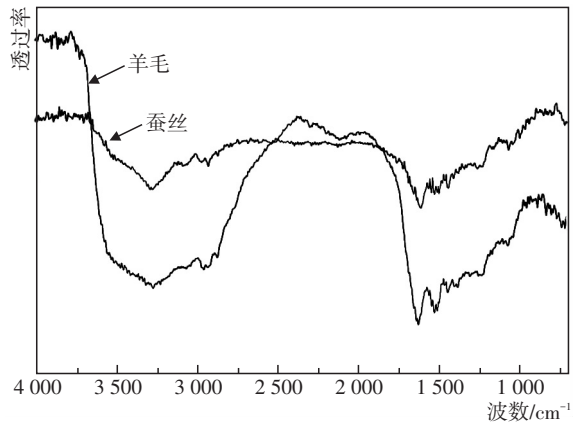


图2 羊毛和蚕丝的显微红外光谱

具有显著差异。图3中,涤纶在 $1\ 720\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现 $-\text{C}=\text{O}$ 伸缩振动峰,在 $1\ 250\ \text{cm}^{-1}$ 和 $1\ 110\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现了芳香酸酯 $-\text{C}-\text{O}-\text{C}$ 对称伸缩振动;锦纶会在 $3\ 300\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现 $-\text{NH}$ 伸缩振动峰,在 $1\ 636\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现了 $-\text{C}=\text{O}$ 伸缩振动形成的酰胺I谱带,在 $1\ 545\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现 $-\text{NH}$ 变形振动形成的酰胺II谱带;腈纶在 $2\ 245\ \text{cm}^{-1}$ 出现 $-\text{C}\equiv\text{N}$ 伸缩振动峰,在 $1\ 450\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现亚甲基的 $-\text{C}-\text{H}$ 伸缩振动峰。使用显微红外光谱方法,可以较为便捷地鉴别出涤纶、锦纶和腈纶3种纤维。

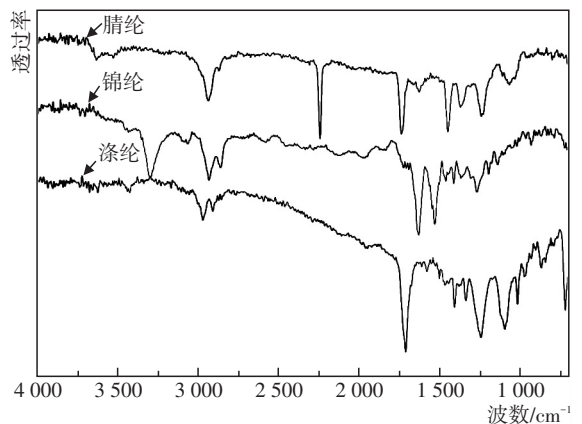


图3 涤纶、锦纶和腈纶的显微红外光谱

2.4 醋酯纤维和维纶的显微红外光谱

醋酯纤维的主要成分为纤维素醋酸酯,维纶的主要成分为经甲醛处理的聚乙烯醇。以透射方式采集的单根醋酯纤维和维纶的红外光谱见图4。图4中,醋酯纤维在 $3\ 500\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现 $-\text{OH}$ 伸缩振动特征峰,在 $1\ 735\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现酯羰基的 $-\text{C}=\text{O}$ 伸缩振动特征峰,在 $1\ 735\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现 $-\text{CH}_3$ 的对称变角振动特征峰,在 $1\ 230\ \text{cm}^{-1}$ 出现脂肪酸酯 $-\text{C}-\text{O}-\text{C}-$ 反

对称伸缩振动吸收峰;维纶在 $3\ 350\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现了一OH 伸缩振动吸收峰,在 $1\ 010\ \text{cm}^{-1}$ 附近和 $850\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现缩醛基 $-\text{O}-\text{CH}_2-\text{O}-$ 伸缩振动特征峰。

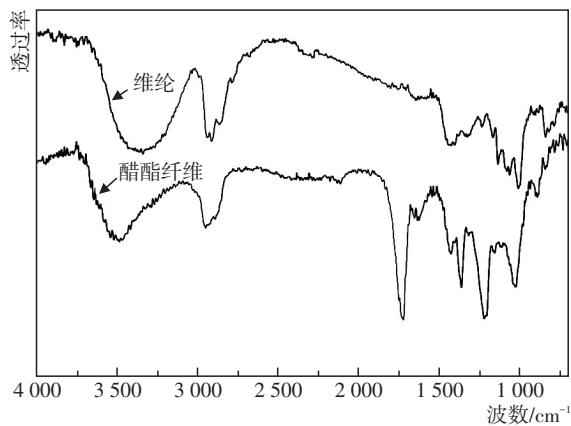


图4 醋酸纤维和维纶的显微红外光谱

2.5 乙纶和丙纶的显微红外光谱

乙纶和丙纶的主要成分分别为聚乙烯和聚丙烯,以透射方式采集的单根乙纶和丙纶的红外光谱见图5。图5中,乙纶在 $2\ 920\ \text{cm}^{-1}$ 附近和 $2\ 850\ \text{cm}^{-1}$ 出现 $-\text{C}-\text{H}$ 伸缩振动特征峰,在 $1\ 640\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现 $-\text{C}-\text{H}$ 弯曲振动特征峰,在 $720\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现 $-\text{C}-\text{H}$ 弯曲振动特征峰;丙纶中聚丙烯分子链上具有甲基支链,除了 $1\ 460\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现的 $-\text{C}-\text{H}$ 弯曲振动特征峰,还在 $1\ 377\ \text{cm}^{-1}$ 附近有很强的 $-\text{CH}_3$ 弯曲振动特征峰,并在 $1\ 160\ \text{cm}^{-1}$ 附近和 $970\ \text{cm}^{-1}$ 附近出现特征峰。

3 结论

(1)单根纤维的红外光谱可以使用显微红外光谱方法采集,该方法比传统红外光谱方法更加直接和有针对性,是纤维成分定性鉴别的有效技术手段。

(2)使用红外显微镜和傅里叶变换红外光谱仪以透射方式采集的单根纤维的红外光谱,与传统的红外

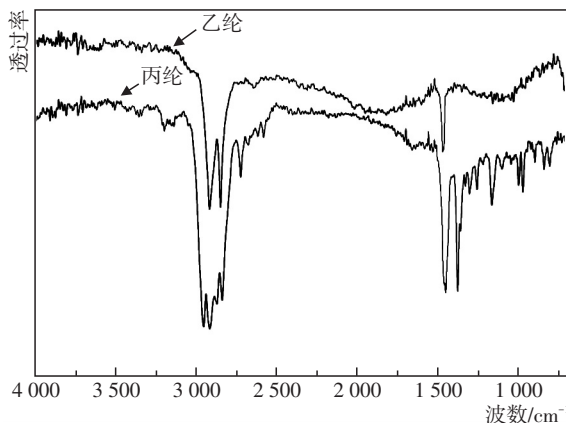


图5 乙纶和丙纶的显微红外光谱

光谱方法中以衰减全反射法或盐片透射法采集的红外光谱相比,在个别谱带的位置和特征峰相对强度方面存在差异。使用显微红外光谱方法进行纤维定性鉴别时,应当对照在同等条件下采集的已知纤维的红外光谱为依据进行鉴别。

参考文献:

- [1] 纺织纤维鉴别试验方法 第2部分:燃烧法:FZ/T 01057.2-2007[S].北京:中华人民共和国工业和信息化部,2012.
- [2] 纺织纤维鉴别试验方法 第3部分:显微镜法:FZ/T 01057.3-2007[S].北京:中华人民共和国工业和信息化部,2012.
- [3] 纺织纤维鉴别试验方法 第4部分:溶解法:FZ/T 01057.4-2007[S].北京:中华人民共和国工业和信息化部,2012.
- [4] 纺织纤维鉴别试验方法 第8部分:红外光谱法:FZ/T 01057.8-2012[S].北京:中华人民共和国工业和信息化部,2012.
- [5] 熊磊,于伟东,李兰.单纤维红外显微光谱测量中的基本问题[J].东华大学学报(自然科学版),2004,30(10):91-96.
- [6] 李波阳.显微红外光谱法鉴别纤维的种类[J].中国人民公安大学学报(自然科学版),2002,(2):48-50.

Infrared Microscope Method for Qualitative Identification of Fiber

YANG Xin-hui

(Guangzhou Fibre Product Testing and Research Institute, Guangzhou, 511447, China)

Abstract: Infrared spectroscopy was one of the effective methods to identify fiber. It was more direct to use infrared microscope to identify the mixed fiber samples and micro-samples which were difficult to be disassembled by hand and couldn't be separated by dissolving method. This method was an effective supplement for the existing qualitative identification methods of fiber. By infrared spectrum measurement of single fiber sample, the fiber could be identified qualitatively.

Key words: fiber; qualitative identification; infrared microscope