

扫描电镜-能谱对常见弹性纺织品灰烬的鉴别

王林霞, 卢奕宁, 陶菲菲

(绍兴文理学院 化学化工学院, 浙江 绍兴 321000)

摘要: 长期以来针对火灾现场提取的纺织品燃烧灰烬的认定技术欠缺, 开发火灾现场纺织品燃烧灰烬的直接认定技术意义十分重大。采用扫描电子显微镜-能谱技术对三种常见的弹性纺织纤维(氨纶、锦纶、腈纶)在不同温度下燃烧前后的形貌进行观察, 并分析了三种面料燃烧后灰烬的化学元素构成, 结果证明, 利用该法可以精确区分氨纶、锦纶和腈纶纺织品。此方法较为实用、简单易行, 可以作为纺织品灰烬鉴别领域的一种新兴的检测手段。

关键词: 纺织品; 灰烬; 扫描电子显微镜-能谱; 鉴别

Identification of Common Elastic Textile ashes by Scanning Electron Microscope - Energy Dispersive Spectroscopy

Wang Linxia, Lu Yining, Tao Feifei

(1. School of Chemistry and Chemical Engineering, Shaoxing University, Shaoxing, Zhejiang 312000 China)

Abstract: For a long time, the identification technology of textile burning ashes extracted from fire site is insufficient. It is significantly to develop the direct identification technology of textile burning ashes. The morphology of the three common flexibility textile (spandex fiber, polyamide fabric, polyacrylic fiber) were observed by scanning electron microscope – energy dispersive spectroscopy (SEM-EDS) before and after combustion under different temperatures. Also the chemical elements were analysed. The results show that the method can distinguish between spandex fiber, polyamide fabric and polyacrylic fiber accurately. The method is practical, simple and feasible, which can be used as a new detection method in the field of textile ashes identification.

Keywords: Scanning electron microscope – Energy dispersive spectroscopy; textiles; ashes; identification

1 引言

2008年新版的《中华人民共和国消防法》明确规定消防机构的火灾调查主要目的是调查火灾原因,统计火灾损失,分析灾害成因,而消防机构主要通过询问调查、火灾现场勘验、火灾实验、提取现场物体进行鉴定以及调查分析综合讨论等方式来确定火灾原因。目前火灾现场提取的纺织品燃烧灰烬的认定仍然十分困难。纤维的鉴别就是利用纤维内部结构、外观形态、物理与化学性能的差异,采用各种方法将其进行区分。国家专门出台 GB 5296.4-2012《消费品使用说明纺织品和服装使用说明》^[1],该强制性标准亦明确了纤维成分作为标识的重要内容必不可少。扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope,简称 SEM)作为电子显微镜技术应用最成熟的一种应用,为火灾现场纺织品灰烬的检测开辟了一条新的道路^[2]。SEM的原理是利用高能电子束入射到样品的表面某个部位产生弹性或者非弹性散射,从而产生背散射电子、二次电子、俄歇电子等信号,经放大后在阴极射线管上反映出样品的表面形貌的图像。与光学显微镜相比,其具有分辨率高、放大倍率宽、图像三维效果好、样品适用面广等优点。能谱仪(Energy Dispersive Spectroscopy,简称 EDS)作为扫描电子显微镜的附件,主要用于样品的微区分析。其工作原理是当高能电子束激发到样品表面之后,受到样品表面原子的非弹性散射将其能量传递给原子而使其中某个内壳层的电子被电离,脱离该原子,内壳层出现一个空位,使该原子处于不稳定的高能激发态,此时,一系列外层电子向该空位跃迁,释放出多余的能量,从而产生特征 X 射线,通过检测某个特征 X 射线的能量找到对应的元素。采用扫描电子显微镜-能谱仪技术对纺织品鉴定以及火灾现场特征痕迹的研究刚刚起步。

论文拟采用扫描电子显微镜-X 射线能谱仪(SEM-EDS)对常见的弹性纺织纤维(氨纶、锦纶、腈纶)进行燃烧前后形貌及成分含量分析。该法可以轻松地解决单纯采用扫描电子显微镜法确定常见弹性纺织纤维种类的不足,这对判断火灾现场提取的纺织品燃烧灰烬的鉴别有极大的帮助。

2 实验部分

2.1 实验材料和仪器

氨纶、锦纶、腈纶纺织纤维(绍兴诸暨雅迪纤维有限公司提供)。将购买的纺织纤维清水浸洗三次,自然晾干。具体使用的实验仪器见表 1。

表 1 实验所用仪器及其型号一览表

仪器名称	型号	生产厂家
数显鼓风干燥箱	GZX-9146	上海博讯实业有限公司医疗设备厂
电子分析天平	AB204-N	梅特勒-托利多仪器上海有限公司
扫描电子显微镜-能谱	JSM-6360LV X-Act	日本电子(JEOL) 牛津仪器

2.2 实验方法

分别剪取 5 cm*5 cm 正方形面料，置于洁净的坩埚中，于马弗炉中 300 °C、400 °C、500 °C、600 °C 充分燃烧，自然冷却，碾碎研磨，混合均匀，密封备用。样品准备完毕后，在 SEM-EDS 上观察，加速电压 20kV，工作距离 10mm，放大倍率 500 倍。

3. 实验结果

3.1 弹性纺织纤维燃烧前的 SEM 分析

三种弹性纺织纤维燃烧前的 SEM 图如图 1 所示。由图可知，燃烧前三种弹性纺织纤维均为纤维结构，且在相同的放大倍率下，氨纶弹性纺织纤维直径为 13.5 μm ，锦纶纤维直径在 19.4 μm ，而晴纶纤维直径最大，几乎是氨纶弹性纤维的两倍，为 25.8 μm ，这或许与晴纶填料以及大分子的微结构有关系。

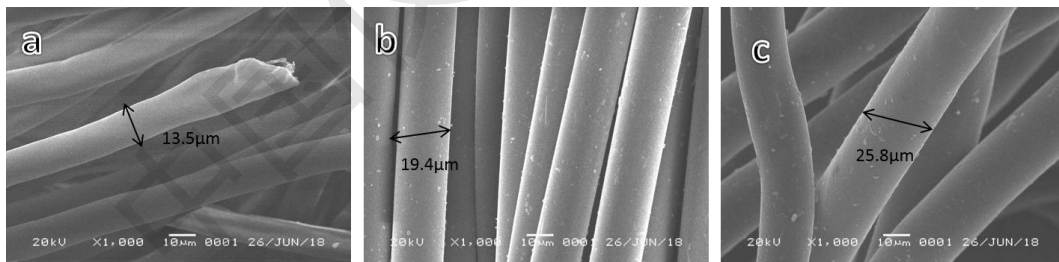


图 1. 燃烧前各弹性纺织纤维的 SEM 图

a.氨纶; b.锦纶; c.晴纶。Bar=10 μm

3.2 不同温度燃烧后弹性纺织纤维的 SEM 分析

三种弹性纺织纤维燃烧前虽纤维粗细有所区别，但微观形貌几乎类似，均为纤维状结构。将其分别在不同温度下充分燃烧后采用 SEM 方法进一步研究。图 2 分别是不同温度下各弹性纺织纤维充分燃烧 1h 后灰烬的微观形貌与燃烧温度 (T) 图。

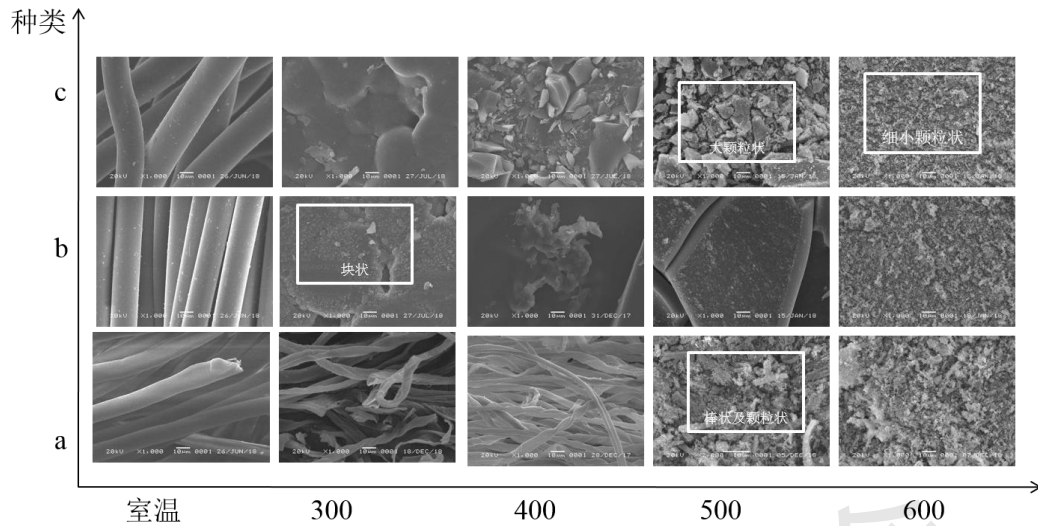


图 2. 充分燃烧 1h 后各弹性纺织纤维种类-燃烧温度 (T) SEM 图

a. 氨纶; b. 锦纶; c. 晴纶。Bar=10μm

由图 2 可知, 不同燃烧温度下各弹性纺织纤维的形貌各不相同。氨纶弹性纺织纤维在燃烧温度达到 400 °C 时, 仍能保持较好的纤维结构, 这与其结构中具有嵌段共聚型高分子聚合物有关, 优良的热稳定性也是其作为发展高弹性纺织品的原因之一^[3]; 而锦纶跟腈纶纤维在该温度下发生焦化现象, 纤维结构完全消失, 呈块状结构, 耐热性较差。

当燃烧温度升至 500 °C 时, 氨纶弹性纺织纤维结构被破坏, 呈现棒状及颗粒状, 而锦纶样品仍然呈大块状结构; 腈纶在提高燃烧温度后颗粒进一步变小, 结构完全被破坏, 并伴有颗粒出现。燃烧温度至 600 °C, 这三种弹性纤维均呈现细小颗粒状, 这主要是随着燃烧温度的升高, 各弹性纺织纤维的纤维粉化现象加剧, 因而出现相似形貌。在此温度下, 通过微观形貌已较难区分这三种弹性纺织纤维。

由上图可知在 600 °C 燃烧 1h 后, 三种纺织弹性纤维的 SEM 形貌图像类似, 无法区分, 在此条件下对三种纺织弹性纤维进行 EDS 微区分析。结果如图 3 所示, 具体元素含量图如表 2 所示。由图 3 可知, 在此温度下燃烧 1h 后, 经微区分析纺织纤维内部的微量元素被检测出, 结合表 2, 氨纶纺织纤维检测出的元素种类最多, 且氨纶与锦纶弹性纺织纤维内部还含有 Ti 元素^[4, 5], 这主要是在纺织纤维中加入 TiO₂ 可以起到抗紫外线、抗菌、抗静电、抗老化等优点, 但明显锦纶中 Ti 元素的含量较高, 腈纶纺织纤维中未检测到 Ti 元素, 区别于另外两种纺织纤维, 故在 600 °C 燃烧 1h 后, 三种弹性纺织纤维可以通过进一步 EDS 微区分析鉴别。

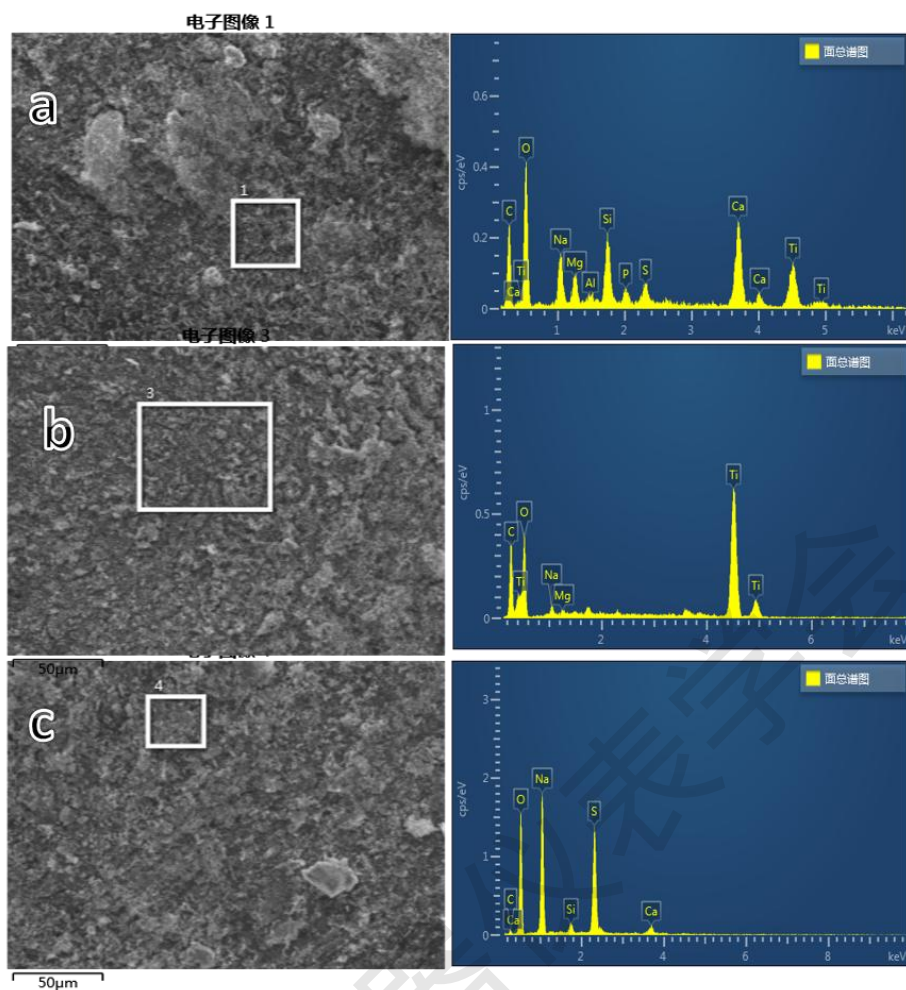


图 3. 600°C下燃烧 1h 时三种弹性纺织纤维的 SEM-EDS 图

a. 氨纶; b. 锦纶; c. 晴纶。Bar=10µm

表 2. 600°C充分燃烧 1h 时三种弹性纺织纤维中各元素的质量百分比

样品	C	O	Na	Mg	Al	Si	P	S	Ca	Ti
氨纶	28.73	46.68	4.53	2.07	0.46	3.31	0.91	1.02	6.92	5.38
锦纶	25.32	47.14	1.26	0.43	—	—	—	—	—	25.85
晴纶	9.65	48.30	25.29	—	—	1.24	—	14.28	1.24	—

4 结论

通过 SEM 技术检测三类纺织纤维（氨纶、锦纶、腈纶）在 400°C 以下充分燃烧 1h 后，可以区分氨纶，但随着燃烧温度的升高，各纺织品纤维粉化现象加剧，无法区分。采用 EDS 进行 X 射线微区分析发现燃烧温度高达 600°C 时，仍可以通过各弹性纺织面料所含的元素种类及含量将氨纶、锦纶、腈纶一一区分。实验证明 SEM-EDS 技术是可以作为一种通过纺织品灰烬确定纺织品种类的鉴别方法。

参考文献:

- [1] GB/T 29862-2013 纺织品纤维含量的标识[S].
- [2] 高一川. 扫描电子显微镜在纺织品检测中的应用[J]. 中国纤检, 2006, (9): 20-21.
- [3] 黄超, 侍伟, 李继红. 常见纺织品灰烬电镜能谱辨识[J]. 消防科学与技术, 2015, 34(6): 829-833.
- [4] 花金龙, 潘伟, 张玉莲等. 纳米 TiO_2 在功能纺织材料中的应用[J]. 染整技术, 2010, 33(3): 7-9.
- [5] 张丽, 杨俊玲. 纳米 TiO_2 的制备及在棉织物抗紫外整理中的应用[J]. 印染助剂, 2007, 24(6): 37-40.

中国仪器仪表学会