

# 阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维结构性能对比分析

林燕萍

(江西服装学院,江西 南昌 330201)

**摘要:**通过测试计算阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维的聚合度、相对平均分子量及分子结构,分析了阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维之间的结构性能差异。结果表明,经磷系阻燃剂共混改性的阻燃粘胶纤维并未改变其纤维素Ⅱ的结晶结构,但是由于阻燃剂的加入使得纤维的结晶度、晶粒尺寸、聚合度及相对平均分子量均有不同程度的下降,并由此推知阻燃粘胶的力学性能应劣于普通粘胶纤维,而吸湿导汗性能应优于普通粘胶纤维。

**关键词:**阻燃粘胶纤维;普通粘胶纤维;聚合度;相对平均分子量;红外光谱;X衍射

**中图分类号:**TS102.51

**文献标识码:**A

**文章编号:**1673-0356(2015)07-0037-03

粘胶纤维是由天然纤维素纤维经过磺化等一系列化学反应纺丝而成的人造纤维素纤维。其较好的发色性、吸湿透气性、舒适性及可纺性,成为人类利用最多,产量最大的人造纤维素纤维,被大量应用在家居装饰品及服用纺织品上<sup>[1]</sup>。由于粘胶纤维的易燃性能使得在对防护要求越来越高的今天,对其阻燃改性迫在眉睫。

目前,对粘胶纤维的阻燃研究主要集中在对粘胶纤维纺丝液与阻燃剂进行共混后再进行纺丝,相继开发出磷系与硅系共混阻燃粘胶纤维,另一种则是通过对粘胶纤维进行阻燃涂层处理,使其具有一定的阻燃防护性能。两种工艺各有优缺点,共混阻燃粘胶纤维的优点是阻燃剂与粘胶纤维结合紧密,耐水洗,防护性能持久,该工艺对阻燃剂与粘胶纤维纺丝液的相容性要求较高,且该法制备的阻燃粘胶纤维在阻燃性能上低于涂层阻燃粘胶纤维。涂层处理制备的阻燃粘胶纤维的初次阻燃防护性能较好,成本较低,但是随着洗涤次数的增加,阻燃性能下降明显。

本文通过对山东海龙股份有限公司生产的磷系阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维进行性能对比实验,分析阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维的结构性能差异,为新型阻燃粘胶纤维的开发提供一定的参考。

## 1 实验部分

### 1.1 实验材料

磷系共混阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维(规格均为细度 1.32 dtex,长度 33 mm)、丙酮、溴化钾、硫酸

(质量分数为 98%),以上化学试剂均为分析纯。

### 1.2 实验仪器

HG101-1A 电热鼓风干燥箱、LD1-Y-2000X 射线衍射仪、FTIR-7600 型傅里叶变换红外光谱仪、ATX124 万分之一电子分析天平、HWS-24 电热恒温水浴锅、PX1-NDJ-4 旋转粘度仪。

### 1.3 实验方法

使用 ATX124 万分之一电子分析天平称取阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维各 20 g,将称取后的纤维分别投放到装有 600 mL 质量分数为 5% 的丙酮溶液中,在丙酮溶液中充分浸泡 5 min,以除去阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维生产过程中所带来的油渍,下述实验测试所用阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维均为经丙酮溶液浸泡处理过的纤维,不再赘述。阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维经丙酮溶液浸泡 5 min 后,使用玻璃棒将阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维取出后,使用蒸馏水对取出纤维反复冲洗,以除去纤维表面的丙酮溶液与杂质。将洗涤干净的阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维放置在通风遮光处除去水分后,放置到温度为 105 °C 的 HG101-1A 电热鼓风干燥箱干燥至恒重待用。

#### 1.3.1 聚合度及相对平均分子量

通过计算将浓硫酸配置成质量分数为 1% 的稀硫酸溶液,待配置好的稀硫酸溶液的温度降至 20 °C 时,使用 ATX124 万分之一电子分析天平称取上述洗涤干燥后的阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维各 0.1 g,称取好分别投入到装置 100 mL 的稀硫酸溶液中,待阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维完全溶解后,使用 PX1-NDJ-4 旋转粘度仪在温度为 20 °C 的恒温水浴锅中依照《GBT 5888-1986 苧麻纤维素聚合度测定方法》测量阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维的黏度  $\eta^{[2]}$ ,依据公式(1)计算

收稿日期:2015-08-09;修回日期:2015-08-12

基金项目:江西省高等学校教学改革研究课题(JXJG-13-26-7)

作者简介:林燕萍(1982-),女,四川泸州人,讲师,硕士,研究方向为功能性服装设计与工艺研究。

纤维的特性黏度 $[\eta]$ <sup>[3]</sup>,由计算得到的特性黏度依据公式(3)计算阻燃粘胶纤维的聚合度 $DP_\eta$ 与相对平均分子量 $M_\eta$ <sup>[4]</sup>。

$$[\eta] = \frac{\sqrt{2(\eta_{sp} - \ln\eta_r)}}{c} \quad (1)$$

$$M_\eta = 1.06 \times \sqrt{\frac{[\eta] \times 10^2}{7.2}} \quad (2)$$

$$DP_\eta = M_\eta / 238 \quad (3)$$

其中  $[\eta]$ ——粘胶纤维特性黏度; $\eta_{sp}$ ——粘胶纤维增比黏度; $\eta_r$ ——粘胶纤维相对黏度; $c$ ——粘胶纤维溶液浓度。

### 1.3.2 红外光谱

将阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维剪成纤维细末后,与溴化钾混合,经充分碾磨使溴化钾粉末与纤维细末充分混合后制成溴化钾试验压片。使用 FTIR-7600 型傅里叶变换红外光谱仪分别对阻燃粘胶纤维溴化钾压片与普通粘胶纤维溴化钾试样压片进行红外光谱曲线扫描实验。FTIR-7600 型傅里叶变换红外光谱仪测试参数设置:阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维试样的光谱扫描范围均为  $4\ 000 \sim 400\ \text{cm}^{-1}$ ,光谱采取连续扫描的方式,分辨率为  $0.5\ \text{cm}^{-1}$ ,试样扫描的次数均为 36 次。

### 1.3.3 X 衍射

将阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维剪成纤维细末后制成纤维细末压片,使用 LD1-Y-2000X 射线衍射仪测试阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维细末压片。LD1-Y-2000X 射线衍射仪测试参数设置:管电流选择 60 mA,管电压选择 50 kV,管电流与管电压的稳定度  $\leq 0.001\%$ ,输出功率为 3 kW,扫描半径为 185 mm,扫描角度范围为  $5^\circ \sim 45^\circ$ ,扫描的步进角为  $0.005^\circ$ ,X 衍射曲线扫描方式采取连续扫描的方式,扫描的速度为  $0.1^\circ/\text{min}$ ,Cu 靶, $K\alpha$  射线波长为 0.154 nm。另利用 LD1-Y-2000X 射线衍射仪自带软件,插入立方样条函数(Spline)背景线去除 X 衍射曲线中的杂点后,分别计算所测阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维 X 衍射曲线的半高宽,分峰及积分面积,利用上述计算结果分别计算阻燃粘胶纤维的结晶度与晶粒尺寸,分析结晶结构与晶粒尺寸的差异。

## 2 结果与讨论

### 2.1 纤维聚合度与相对平均分子量

经计算阻燃粘胶纤维的聚合度与相对平均分子量

分别为 253 与 60 214,相比普通粘胶纤维的值 331 与 78 778 低 30.8%。直接反映粘胶纤维中大分子链段上重复结构单元的数目,聚合度的大小与相对平均分子量是正比例关系,而二者的大小直接影响纤维结构的均末端方距的大小,二者之间呈现正相关。而均末端方距的大小与纤维的力学性能密切相关,均末端方距越大,纤维的力学性能越好。另从下述的 X 衍射实验中的结晶度变化也可以得知,阻燃粘胶纤维的结晶度远低于普通粘胶纤维,据此,可以推知阻燃粘胶纤维的力学性能远低于普通粘胶纤维。由朱正锋、齐大鹏等<sup>[5]</sup>对阻燃粘胶纤维的研究结果也证实了该观点。

### 2.2 红外光谱

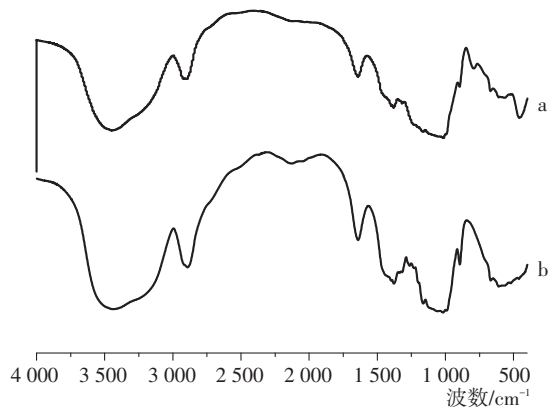
阻燃粘胶纤维及普通粘胶纤维的红外光谱曲线如图 1 所示。可以看出,阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维的红外光谱吸收特征峰的位置大致一致,这说明磷系阻燃粘胶纤维经过共混改性后纤维并未改变纤维素 II 的晶型结构。

从谱图上看,二者均在  $3\ 440\ \text{cm}^{-1}$  附近有吸收峰存在,这是由于在  $-\text{OH}$  基团氢氧键伸缩振动引起的,而在  $2\ 890\ \text{cm}^{-1}$  附近吸收峰是由于  $-\text{CH}$  的伸缩振动引起的,在  $1\ 635\ \text{cm}^{-1}$  附近吸收峰是由于阻燃粘胶纤维与普通纤维回潮吸收的水分子中的  $\text{H}-\text{O}-\text{H}$  引起的吸收峰。在  $1\ 420\ \text{cm}^{-1}$  附近吸收峰则是由于  $\text{H}-\text{C}-\text{H}$  对称弯曲振动引起的,在  $1\ 320\ \text{cm}^{-1}$  附近的吸收峰是由于  $\text{H}-\text{C}-\text{H}$  摆动引起的吸收峰,在  $1\ 160\ \text{cm}^{-1}$  附近的吸收峰是由于  $\text{C}-\text{O}-\text{C}$  不对称伸缩振动引起的,在  $1\ 065\ \text{cm}^{-1}$  附近的吸收峰与  $1\ 020\ \text{cm}^{-1}$  附近的吸收峰均是由于  $\text{C}-\text{O}$  伸缩振动引起的, $\text{C}-\text{O}-\text{C}$  面内的对称伸缩振动引起的吸收峰出现在  $895\ \text{cm}^{-1}$  附近。从上述吸收峰的位置可以推断出,磷系阻燃粘胶纤维的改性并未改变粘胶纤维纤维素 II 的晶型结构,但从比较阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维谱图吸收峰的强度可以发现,经过改性的磷系阻燃粘胶纤维的吸收峰强度明显低于普通粘胶纤维,这是由于磷系阻燃剂的加入使得粘胶纤维的结晶度下降,无定型区增加,故使阻燃粘胶纤维的吸收峰强度降低,该结论也可以从 X 衍射曲线分析中得到验证。

### 2.3 X 衍射分析

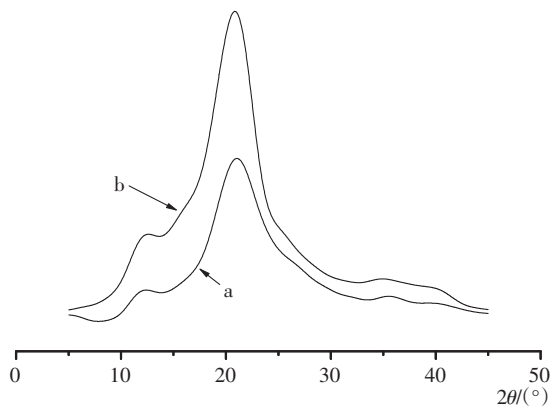
阻燃粘胶纤维及普通粘胶纤维的 X 衍射曲线如图 2 所示。可以看出,阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维对应结晶特征峰的位置均在  $12.5^\circ$ 、 $20.5^\circ$  与  $22^\circ$  附近,也再次说明阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维的结晶结构均

属于纤维素Ⅱ。从图2也可以直观的看出,阻燃粘胶纤维的结晶峰强度均低于普通粘胶纤维。



a 为阻燃粘胶纤维红外光谱曲线; b 为普通粘胶纤维红外光谱曲线

图1 粘胶纤维红外光谱曲线



a 为阻燃粘胶纤维 X 衍射曲线; b 为普通粘胶纤维 X 衍射曲线

图2 粘胶纤维 X 衍射曲线

通过计算,普通粘胶纤维的结晶度为 33.7%,而阻燃粘胶纤维的结晶度只有 27.4%,普通粘胶纤维相比阻燃粘胶纤维高出 6.3%。而普通粘胶纤维的晶粒尺

寸分别为 4.82、3.51 与 3.25 nm,远高于普通粘胶纤维的 4.17、3.21 与 2.94 nm。从上述计算结果可知,经过阻燃剂的共混改性使得粘胶纤维的结晶度降低,晶粒尺寸减小。由于普通粘胶纤维的结晶度与晶粒尺寸高于阻燃粘胶纤维,所以可以推知,普通粘胶纤维的力学性能要好于阻燃粘胶纤维,而阻燃粘胶纤维的无定型区高于普通粘胶纤维,因此其吸湿导汗性能优于普通粘胶纤维。

### 3 结论

通过对阻燃粘胶纤维与普通粘胶纤维的性能测试可知,经过磷系阻燃剂共混改性的阻燃粘胶纤维并未改变其纤维素Ⅱ的结晶结构,但是由于阻燃剂的加入,使得纤维的结晶度、晶粒尺寸、聚合度及相对平均分子量具有不同程度的下降。由此可以推知,阻燃粘胶纤维的无定型区百分比高于普通粘胶纤维,因此阻燃粘胶纤维的力学性能劣于普通粘胶纤维,而吸湿导汗性能优于普通粘胶纤维。

### 参考文献:

- [1] X Colom, F Carrillo. Crystallinity changes in lyocell and viscose-type fibres by caustic treatment[J]. European Polymer Journal, 2002, 38: 2 225-2 230.
- [2] 魏家瑞,唐爱民,孙智华.超声波预处理对对位芳纶纤维结构的影响[J].材料工程,2009,(4):61-66.
- [3] 陈 稀,黄象安.化学纤维实验教程[M].北京:纺织工业出版社,1988.50-58.
- [4] 高 涛.聚对苯二甲酰对苯二胺(PPTA)特性黏度测定的研究[J].合成纤维,1983,(6):2-6.
- [5] 朱正锋,齐大鹏,蔡丽丽,等.阻燃粘胶纤维的性能研究[J].中原工学院学报,2010,21(4):37-40.

## Structure and Performance Comparison between Flame Retardant and Ordinary Viscose

LIN Yan-ping

(Jiangxi Institute of Fashion Technology, Nanchang 330201, China)

**Abstract:** The degree of polymerization, relative average molecular weight and molecular structure of flame retardant viscose fiber and ordinary viscose fiber were tested and calculated to study the structure and performance differences between flame retardant viscose fiber and ordinary viscose fiber. The results showed that flame retardant viscose fiber still kept the crystalline structure of cellulose II even if phosphorus-containing flame retardant alloyed. With phosphorus-containing flame retardant alloyed, crystallinity, grain sizes, degree of polymerization and relative average molecular weight all declined in different degrees. The mechanical properties of flame retardant viscose fiber were weaker than ordinary viscose fiber, but the performance of moisture absorption was better.

**Key words:** flame retardant viscose; ordinary viscose; degree of polymerization; relative average molecular weight; infrared spectrum; X-ray diffraction