

ПРИМЕНЕНИЕ МЕТОДА ИНФРАКРАСНОЙ СПЕКТРОМЕТРИИ БЛИЖНЕГО ДИАПАЗОНА ДЛЯ ОЦЕНКИ ПАРАМЕТРОВ ЛЬНОТРЕСТЫ

Мозохин А.Е., Дроздов В.Г.

Измерение параметров инфракрасных спектров позволяет осуществить бесконтактный контроль технологических параметров льняной тресты и льноволокна, не нарушая целостность слоя. Взаимосвязь интенсивности отраженного или поглощенного инфракрасного излучения льнотрестой и её свойств объясняется наличием полос поглощения химических компонентов волокон и костры льна в ближнем инфракрасном диапазоне.

Спектрометрия, ближняя инфракрасная область, длина волны, выход волокна, льняная треста.

Анализ различных способов автоматического контроля физико-химических свойств материалов позволил выявить возможность использования метода инфракрасной спектроскопии ближнего диапазона (в дальнейшем просто БИК) для контроля физико-химических свойств льнотресты при поточном проведении процесса первичной обработки льна [1]. Новейшая техника спектроскопии позволила решать аналитические задачи, которые до недавнего времени были очень трудоемки и, применительно к автоматическому контролю, были не приемлемы.

Обоснование возможности контроля параметров влажности и отделяемости льнотресты были представлены в диссертациях Каткова А.А. [1] и Ефремова А.С. [2].

Опыты проведенные совместно с кафедрой химии подтвердили, что в ближнем инфракрасном спектре на длине волны $\lambda=8333 \text{ см}^{-1}$, инфракрасное излучение поглощается функциональными группами пектиновых веществ и целлюлозы [3]. Комбинированные полосы поглощения функциональных

групп молекул целлюлозы и пектиновых веществ, присутствуют также на длинах волн $\lambda=4770 \text{ см}^{-1}$.

Для оценки возможности контроля прочности льнотресты методом инфракрасной спектроскопии был проведен ряд опытов, включающих в себя определение разрывной нагрузки льнотресты в соответствии с ГОСТ 2975-73 «Треста льняная. Технические условия» [4]. Обработка и статистическая оценка инфракрасных спектров образцов льна разной прочности производилась на стандартном программном обеспечении OPUS фирмы Bruker [5, 6]. В качестве исследуемых образцов была выбрана льняная треста одного селекционного сорта Томский 17 урожая 2012 года разной степени вылежки. Образцы тресты были разделены по степеням вылежки на недолежалую, нормальной степени вылежки и перележалую. При подборе образцов учитывался диаметр стеблей, который варьируется от образца к образцу. Влажность образцов кондиционная. Интервальная оценка полученных результатов эксперимента также представлена в таблице 1.

Таблица 1

Технологические свойства образцов тресты разной степени вылежки

№ п/п	Описание тресты			Характеристики тресты		
	Сорт	Диаметр стеблей, мм	Цвет стеблей	Влажность, %	Отделяемость ед.	Прочность волокна, даН
1	Томский 17	1,5-1,6	св.желтый	12,5±0,5	2,7±0,1	22,2±1.4
2	Томский 17	1,5-1,7	св.желтый	12,5±0,4	3±0,1	20,0±1.8
3	Томский 17	1,5-1,8	св.желтый	12,5±0,5	3,5±0,1	17,0±1,5
4	Томский 17	1,8-2,1	серый	13,0±0,6	7,3±0,3	15,1±1.0
5	Томский 17	1,8-2,1	серый	13,0±0,6	7,7±0,3	14,5±1.1
6	Томский 17	1,8-2,1	серый	13,0±0,5	7,5±0,2	14,0±1,0
7	Томский 17	2,2	темно-серый	12,5±0,4	6,2±0,2	13,2±1.0
8	Томский 17	2,2	темно-серый	12,5±0,3	7,1±0,3	13,0±1.0
9	Томский 17	2,2	темно-серый	12,5±0,4	8,3±0,4	12,0±1.0

Образцы льнотресты сорта Томский 17 были взяты с конвейера Шолоховского льнозавод. Для более объективной оценки возможности контроля разрывной нагрузки методом ИК спектроскопии были исследованы образцы льнотресты разных селекционных сортов, полученные с льнозаводов Костромской области. В качестве исследуемых образцов была выбрана льняная треста сортов Мерелин, Могилевский, Дашковский урожая 2012 года. Влажность образцов кондиционная. Как и с образцами разной степени вылежки для каждого сорта был определен диаметр стебля, цвет стебля, отделяемость и прочность льнотресты. Результаты измерений и их интервальная оценка представлены в таблице 2.

Таблица 2

Технологические свойства образцов льнотресты разных селекц. сортов

№ п/п	Описание тресты			Характеристики тресты		
	Сорт	Диаметр стеблей, мм	Цвет стеблей	Влажность, %	Отделяемость ед.	Прочность волокна, даН
1	Мерелин	1,5-1,6	серо-бурый	12,5±0,4	3,5±0,1	20,5±1.5
2	Мерелин	0,8-1,0	бурый	12,5±0,5	5,3±0,2	17,2±1.7
3	Дашковский	1,5-1,6	св.серый	12,0±0,5	5,5±0,2	16,0±1.5
4	Мерелин	1,8-2,1	серый	12,5±0,4	6,5±0,2	15,3±1.5
5	Могилевский	2,2	серый	12,5±0,4	8,3±0,3	10,0±1.6
6	Могилевский	2,2	темно-серый	12,0±0,4	6,2±0,2	9,0±1.2

Параллельно проводился спектральный анализ исследуемых образцов льнотресты. Эксперименты осуществлялись в лаборатории института нефти и газа им. И.М. Губкина. Съемка спектров проводилась на инфракрасном спектрометре МРА (Bruker), оснащенном интегрирующей сферой и оптоволоконным датчиком. Спектральный диапазон 3600-12500 см⁻¹, разрешение 8 см⁻¹, число сканов 32. Съемка спектров велась в геометрии диффузного отражения (в цилиндрических кюветах-стаканах). Образцы льнотресты помещались в кювету до 2/3 высоты и уплотнялись до плотности

набивки в диапазоне 0,4-0,6 г/см³. Измельченные образцы льнотресты (10 мм и 50 г каждый образец) исследовались во вращающемся стакане, неподвижном стакане, а также с использованием выносного оптоволоконного датчика для твердых образцов. От каждого образца были получены по 5 повторностей, что достаточно для высокой воспроизводимости эксперимента. По всем трем приставкам результаты измерения ИК-спектров были идентичны. Управление прибором, съёмка и обработка спектров, а так же анализ полученной спектральной информации и построение корреляционных зависимостей проводилось с помощью программы OPUS 5.5 «BRUKER» [6].

Полученные инфракрасные спектры образцов льняного волокна разной прочности представлены на рисунке 1.

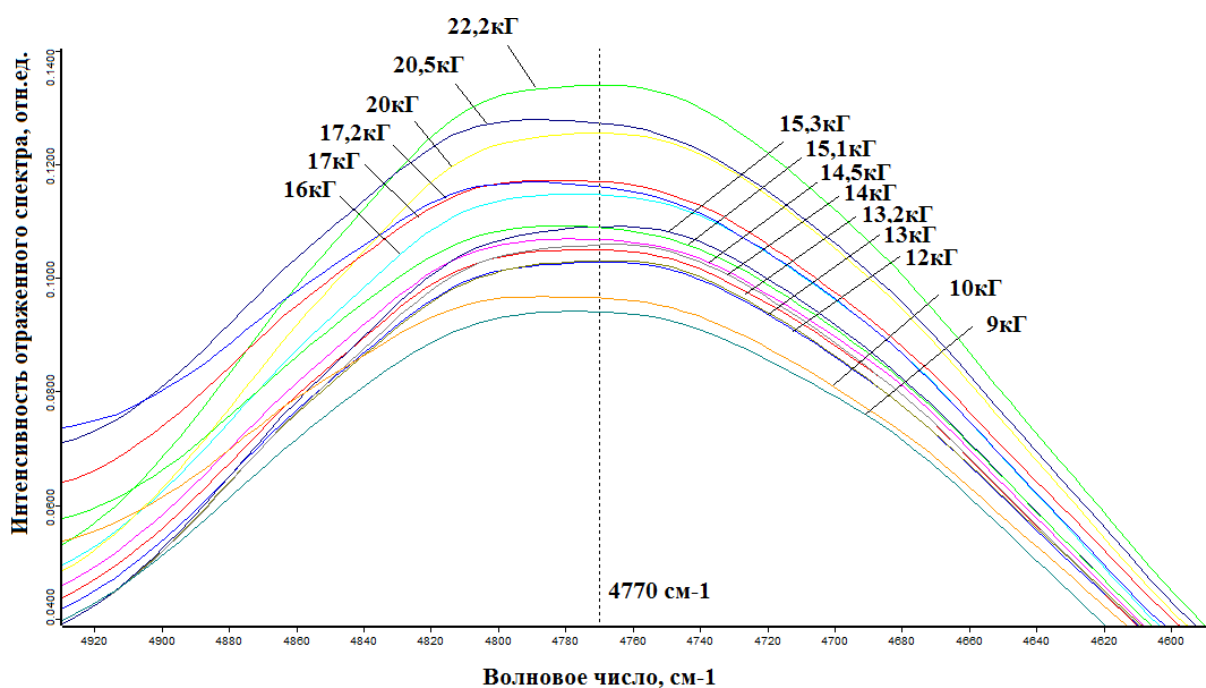


Рис. 1. Инфракрасные спектры образцов льноволокна разной прочности в области 4770 см⁻¹

Как видно из рисунка 1 интегральная интенсивность линий в области 4770 см⁻¹ пропорциональна изменению прочности льнотресты, что позволило построить зависимость прочности льнотресты от интенсивности

отраженного излучения на линии волны 4770 см^{-1} представленную формулой 1 и на рисунке 2.

$$П(I) = -20,6 + 321,5 \cdot I_{4770}, \quad (1)$$

где I_{4770} - приведенная интенсивность отраженного спектра в области 4770 см^{-1} .

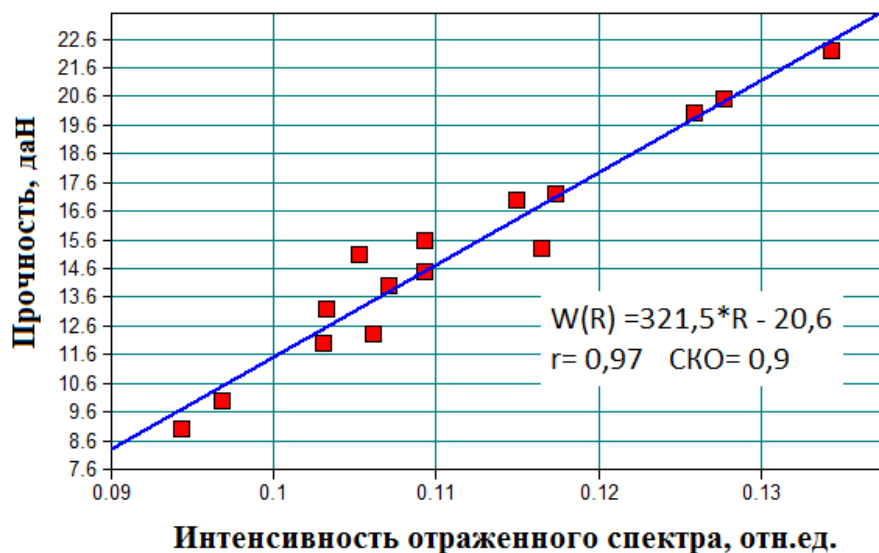


Рис. 2. Количественная зависимость прочности льнотресты от приведенной интенсивности диффузного отражения инфракрасного излучения

Высокий коэффициент корреляции по прочности льнотресты ($r = 0,97$ $SKO=0,9$ даН) подтверждает высокую достоверность полученной корреляционной зависимости, а значит и возможность измерения прочности льнотресты методом инфракрасной спектроскопии ближнего диапазона с высокой точностью. По результатам экспериментальных исследований было предложено оценивать прочность льняной тресты по интенсивности диффузного отражения инфракрасного излучения как комплексный показатель, учитывающий влияние химических компонентов стебля льна (лигноуглеводная сетка) и его волокнистой структуры (плотность упаковки макромолекул целлюлозы в аморфных областях льна), на характеристических длинах волн 8333 см^{-1} [7] и 4770 см^{-1} соответственно.

Список литературы

1. Катков, А.А. Управление режимом работы мяльно-трепального агрегата в зависимости от влажности льнотресты: дис. ... канд. техн. наук [Текст] / А.А. Катков. – Кострома, 2008. – 168 с.
2. Ефремов, А.С.. Оптимизация процесса трепания при обработке льнотресты в зависимости от ее влажности и отделяемости: дис. ... канд. техн. наук [Текст] / А.С. Ефремов. – Кострома, 2008. – 168 с.
3. Мозохин, А.Е. Сравнительный анализ химического и спектрального составов льняной тресты разной степени вылежки [Текст] / А.Е. Мозохин, В.Г. Дроздов, И.А. Колесникова // Изв. вузов. Технология текстильной промышленности. Иваново – 2012. – №4. – с.17-21.
4. ГОСТ 2975 – 73 Треста льняная. Технические условия. – М: Издательство стандартов, 1999.
5. Мозохин, А.Е. Оценка технологических параметров льняной тресты методом ближней инфракрасной Фурье спектроскопии [Текст] / В.Г. Дроздов, А.Е. Мозохин. – Кострома: Изд-во Костром. гос. технол. ун-та, 2013. – 24с.
6. Брукер [Электронный ресурс] // Bruker Corporation. [сайт] – Режим доступа: www.brukeroptics.com. (дата обращения 10.08.2012).
7. Патента на изобретение «Способ измерения прочности льняной тресты» №2525598 / А.С. Ефремов, В.Г. Дроздов, А.Е. Мозохин. Способ измерения прочности льняной тресты. Заявка №2012154931/28(087160) от 18.12.2012.