

文章编号: 1672-8785(2021)01-0038-05

基于近红外光谱法的棉/氨纶混纺织物 纤维含量快速检测研究

张 帆¹ 耿 响² 李毛英¹ 胡莉芳¹ 周 凯¹

(1. 南昌海关技术中心, 江西南昌 330038;

2. 江西农业大学食品科学与工程学院, 江西南昌 330045)

摘 要: 为了实现纺织纤维测定的高效化和无害化并将快速检测方法提供给纺织企业、市场监管部门, 将 281 个棉/氨纶混纺样品作为研究对象, 分析了样品颜色和织物结构的影响, 并采用偏最小二乘法建立了棉/氨纶混纺织物中纤维含量的近红外定量模型。为验证该模型的准确性, 对 23 个棉/氨纶样品进行了预测。通过对该方法与标准方法 SN/T 0464-2003 进行成对结果 t 检验, 得到了两种方法的结果不存在显著性差异的结论。这种近红外方法已转化为检验检疫行业标准, 并经实际应用证明效果显著。

关键词: 近红外光谱法; 棉/氨纶混纺织物; 样品颜色; 织物结构

中图分类号: O657.33 **文献标志码:** A **DOI:** 10.3969/j.issn.1672-8785.2021.01.008

Research on Rapid Detection of Fiber Content in Cotton-Spandex Blended Fabric Based on Near-Infrared Spectroscopy Technology

ZHANG Fan¹, GENG Xiang², LI Mao-ying¹, HU Li-fang¹, ZHOU Kai¹

(1. Nanchang Customs Technology Center, Nanchang 330038, China;

2. College of Food Science and Engineering, Jiangxi Agricultural University, Nanchang 330045, China)

Abstract: In order to realize the high efficiency and harmless of textile fiber detection, the rapid detection method is provided to textile enterprises and market regulatory authority. In this paper, 281 samples of cotton/spandex blend are taken as the research object, and the influence of sample colors and fabric structures is analyzed. The near-infrared quantitative model of fiber content in cotton/spandex blended fabric is established by the partial least square method. To verify the accuracy of the model, the prediction is made based on 23 cotton/spandex samples. The predicted results are paired with the standard method SN/T 0464-2003 in t -test, and the conclusion that there are no significant differences between the two methods is obtained. The near-infrared method has been converted into the industry standard of inspection and quarantine and proved to be effective in practical application.

收稿日期: 2020-09-28

基金项目: 江西省科技厅科研项目(20161BBE50102); 国家重大科学仪器设备开发专项(2014YQ470377)

作者简介: 张帆(1992-), 男, 江西南昌人, 助理工程师, 主要从事快速检测技术研究。

E-mail: 18970052297@163.com

Key words: near-infrared spectroscopy; cotton-spandex blended fabrics; sample color; fabric structures

0 引言

在纺织品行业内, 纺织品的纤维成分是一个在生产、流通、使用等各个环节中都非常重要的指标。不同纺织品的成分直接影响产品的质量和价格。因此, 在纺织品的众多检测项目中, 纤维成分的定性和定量分析是一个非常重要的部分。然而, 现有的经典纺织纤维成分分析方法^[1]存在诸多不便之处。比如, 检测周期较长; 检测过程因使用有毒有害的化学试剂而加重环境负担, 并对实验人员的健康不利。此外, 该方法是一种对纺织品具有破坏性的检测过程, 并且对检测人员的检测能力也有较高的要求。因此, 开发一种快速、无害而又简单的检测手段, 既是纺织检测领域的长期需求, 也是纺织品行业的迫切诉求。

由于多元统计变量法的引入, 近红外光谱法弥补了光谱信息提取和背景干扰等方面的不足, 得以在 20 世纪 90 年代出现了井喷式发展。随着计算机技术以及仪器硬件水平的不断革新, 近红外光谱法在工业生产各个领域的应用全面铺开。文献[2-7]采用近红外光谱技术在纺织纤维的定性定量预测等方面取得了较为理想的效果。在现有的研究中, 普遍存在的不足之处是建模时选用样品的覆盖量不够或者较少, 因此需要使用人为合成(依照不同配比对各种类型的纯纤维进行后期处理)的样品, 导致建立模型时所选纤维样品的颜色和结构的代表性不足以涵盖绝大部分的纺织样品类型。而且使用这类样品也无法分析纺织产品的加工过程和后整理工艺对近红外光谱及最终结果的影响。此外, 由于模型建立时的覆盖面不够广, 鲜有近红外光谱模型与实际应用相适应。

本文筛选出了 281 个纤维成分为棉/氨纶混纺的样品(其颜色、结构和厚度都不尽相同)。在排除厚度对近红外光谱采集干扰的基础上,

充分研究颜色及织物结构对近红外光谱的影响, 并采用偏最小二乘法^[8-11]建立近红外纤维成分定量分析模型。该方法无需对待测纺织样品进行任何前处理, 可直接进行近红外检测并得到纤维成分含量结果。为保证模型预测结果的适用性和准确性, 我们在采用建立好的近红外定量模型预测纺织样品的纤维含量之前, 先采用经典方法(SN/T 0464-2003)^[12]对未参与建模的样品进行定性分析, 以保证参与预测的未知样品的纤维结构为棉/氨纶混纺。试验涉及的棉/氨纶样品共 23 个。每个样品的检测时长由原来的十几个小时缩短至几分钟。

1 样品分析

1.1 仪器设备

试验采用瑞士步琦公司生产的 N-500 傅里叶变换型近红外光谱仪。它的工作波段为 1000~2500 nm(即波数范围为 10000~4000 cm^{-1})。在分析中, 使用分辨率为 8 cm^{-1} 的漫反射附件。

1.2 样品概况

样品从多个出入境检验检疫局收集而来, 其纤维成分为棉/氨纶混纺。281 个样品的颜色、结构及厚度都不尽相同, 其氨纶含量呈梯度分布, 范围为 0.5%~10.0%。这批样品均用于建立棉/氨纶混纺纺织品近红外定量分析模型。

1.3 样品采集

不同的纺织品有不同的织物结构, 采用的加工工艺及后处理工艺也不一样, 所以它们的厚度各不相同。为消除这种差异带来的影响, 并确保采集样品光谱时光程一致且便于实验操作, 我们自行设计了一种配有感光装置的近红外光谱专用采样设备。该感光装置内含有报警器。当因样品厚度不足而有近红外光透到感光装置时, 报警器自动响应; 同时利用该附件的

自身重力对样品施加固定的压力, 以确保样品采集过程中光谱光程的一致性。在采集样品的近红外光谱之前, 先将样品进行至少两次的对折, 并使得样品的采集面平整。然后将其置于采集窗口上, 并在样品上方安置好附件。若报警器响起, 则继续折叠平整, 直至报警消除为止。

1.4 样品分析

1.4.1 样品颜色

选取 9 个不同颜色的棉/氨纶混纺纺织样品, 以评估样品的颜色对各波数光漫反射强度及模型分析结果的影响。

图 1 所示为 9 个样品的近红外光谱。可以看出, 大红色样品在 7500~10000 cm^{-1} 内的反射率较小, 与其他颜色的棉/氨纶样品有显著差异。在该区域内, 棉的特征峰也与其他样品的不同。

分别采用近红外光谱法和经典方法对所选样品的氨纶纤维含量进行了测定和比较(结果见表 1)。可以看出, 两种测定方法所得到的结果有较好的一致性, 绝对误差范围为 0.2%~1.2%。通过对配对结果进行 t 检验, 算得 $t = 1.448$, 小于临界值 2.306(置信度取 0.05)。这说明两种检测方法有较好的一致性, 不存在显著性差异, 而且分析结果不受颜色的影响。

从以上分析可知, 虽然棉/氨纶样品的颜色对其近红外光谱有一定影响, 但采用建立模型预测的结果表明, 样品颜色差异产生的影响

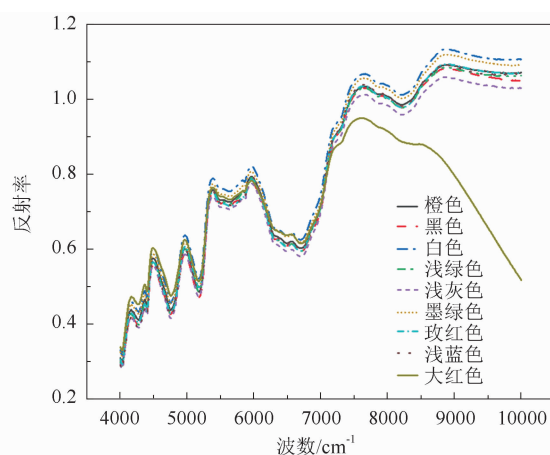


图 1 9 个不同颜色的棉/氨纶样品的近红外光谱图能够被模型覆盖。

1.4.2 织物结构

选取 4 个不同结构的棉/氨纶纺织样品: 1# 样品为针织网眼结构的蓝色织物; 2# 样品为机织结构的灰白色织物; 3# 样品为针织罗纹结构的紫色织物; 4# 样品为机织结构的卡其色织物。然后研究织物结构对近红外光谱及模型预测结果的影响。随机选取 4 个不同采样点, 并采集所选位置的近红外光谱。采用近红外光谱定量分析模型进行预测。表 2 列出了该方法的预测结果以及经典方法的检测结果。

图 2 为 4 个织物结构不同但成分分布均匀的棉/氨纶样品的近红外光谱图。由于样品颜色及结构的差异, 在 8700~10000 cm^{-1} 范围内得到的近红外谱图略有差异。但由表 2 中的预测结果可知, 织物结构对预测结果没有影响。由于氨纶属于功能性纤维, 在样品中含量较

表 1 两种检测方法的氨纶纤维含量结果比较

序号	样品颜色	经典方法的测定值/%	近红外光谱法的预测值/%	绝对误差/%
1#	橙色	5.2	5.6	0.4
2#	黑色	4.6	3.4	1.2
3#	白色	3.5	4.1	0.6
4#	浅绿色	5.5	4.4	1.1
5#	浅灰色	5.3	4.6	0.7
6#	大红色	4.8	5.1	0.3
7#	玫红色	7.2	6.9	0.3
8#	浅蓝色	9.4	9.2	0.2
9#	墨绿色	4.0	3.1	0.9

少, 无法通过成分分布不均匀的棉/氨纶样品的近红外光谱图识别出不同采样点间的差异。但是近红外模型的预测可以反映出各点间的差异。这说明采集到的成分分布不均匀样品的近红外光谱并不能代表样品的整体纤维信息, 所以建立模型时不包括成分分布不均匀的样品。

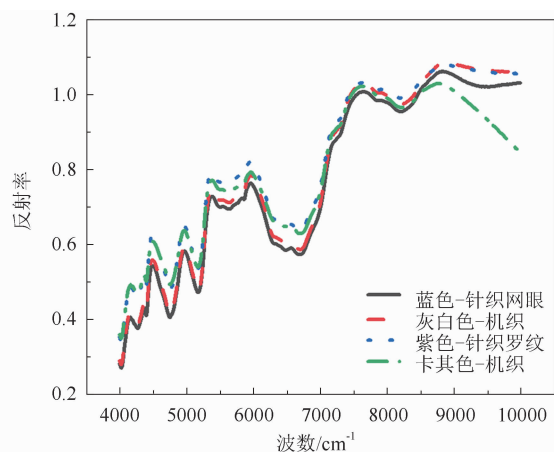


图 2 4 个成分均匀、结构不同的棉/氨纶样品的近红外光谱图

2 模型分析

利用步琦公司的 NIRCAL 近红外数据处理软件分析了参与建模的 281 个棉/氨纶纺织样品的 $4000\sim 8000\text{ cm}^{-1}$ 近红外光谱数据。将其与纤维成分信息(由经典方法测得)相结合, 然后进行 9 点平滑预处理(结合二阶导数), 并利用偏最小二乘法建立定量模型。在模型中, 训练集包含 221 个棉/氨纶纺织样品, 其线性相关系数为 0.985, 标准误差为 0.4233; 测试集包含 60 个棉/氨纶纺织样品, 其线性相关系数为 0.958, 标准误差为 0.5458。

建立模型后, 为了验证该模型的适用性和准确性, 选取 23 个未参与建模的棉/氨纶样品并将其放入所建模型中, 然后采用近红外光谱

法预测样品中的纤维含量, 最后将预测结果与经典方法的测定结果进行比较。所有选取的样品均为成分均匀分布的纺织品。所建模型的预测结果与经典方法的测定结果之间的绝对误差范围为 $0\sim 2\%$ 。采用 t 检验分析了成对结果, 算得 $t=1.17$, 小于临界值 2.074 (置信度取 0.05), 说明两种方法的检测结果没有显著差异。当样品棉含量的标称值与经典方法的测定值之间的绝对误差大于 5% 时, 标称值与近红外光谱法的预测值之间的绝对误差必大于 3% , 说明采用近红外光谱法进行预测时, 不会出现假阴性的结果。

3 结果与讨论

作为一种新的纤维含量检测方法, 近红外光谱定量分析模型为纺织品的快速检测提供了关键技术支持。在分析织物结构及颜色影响因素的基础上, 建立了棉/氨纶样品的近红外定量分析模型, 并将其转化为检验检疫行业标准。通过用两种方法对大量样品进行对比分析, 证明了采用近红外光谱法所建模型在纺织纤维含量检测领域的可行性和实用性。根据已有的研究成果, 可作出下总结:

(1) 由于独有的特点, 近红外光谱法可在几分钟内完成简捷、无害且无损的快速检测, 极大提高了检测效率, 为纺织品的纤维含量检测提供了技术支撑。

(2) 对于成分分布不均匀的纺织品, 现有的近红外光谱法暂时还无法取得较为理想的结果。通过优化样品采集方式等途径, 该方法有望在纺织纤维检测领域具备更好的普适性。

(3) 绝大多数单一成分的纺织品在 $4000\sim 10000\text{ cm}^{-1}$ 波数范围内均有各自的特征光谱。可将其与标准谱图进行比较, 筛查出未知样品

表 2 不同采样点的氨纶纤维含量结果比较

序号	1#点	2#点	3#点	4#点	极差	平均值	化学值
1#	2.7%	3.2%	2.8%	1.9%	0.7%	2.8%	3.5%
2#	5.2%	6.2%	5.2%	5.9%	0.5%	5.6%	5.1%
3#	2.2%	2.9%	2.6%	1.6%	1.9%	2.4%	1.9%
4#	1.2%	1.3%	1.5%	1.8%	0.6%	1.4%	1.8%

的主要纺织纤维成分,从而在检测过程中大大提升检测效率,同时提高检测速度。

(4)为了扩大覆盖面,我们一直在收集更多种类的纺织样品,并建立用于其纤维分析的近红外模型。另外还在尝试开展近红外光谱法在新型纤维中的应用研究。

参考文献

- [1] 李青山. 纺织纤维鉴别手册(第 2 版) [M]. 北京: 中国纺织出版社, 2003.
- [2] 王栋民, 金尚忠, 陈华才, 等. 棉-锦混纺面料中棉含量的近红外光谱分析 [J]. 光学精密工程, 2008, 16(11): 2051-2054.
- [3] 颜丽, 刘莉. 纺织混纺面料里纤维含量的红外光谱法测定 [J]. 激光与红外, 2009, 39(6): 605-607.
- [4] 陈斌, 崔广, 金尚忠, 等. 近红外光谱在快速检测棉制品中含棉量的应用 [J]. 江苏大学学报(自然科学版), 2007, 28(3): 185-188.
- [5] 吴桂芳, 何勇. 应用可见/近红外光谱进行纺织纤维鉴别的研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2010, 30(2): 331-335.
- [6] 袁洪福, 常瑞学, 田玲玲, 等. 纺织纤维及其制品非破坏性快速鉴别的研究 [J]. 光谱学与光谱分析, 2010, 30(5): 1229-1233.
- [7] 陆婉珍. 现代近红外光谱分析技术(第二版) [M]. 北京: 中国石化出版社, 2007.
- [8] 严衍禄, 赵龙莲, 韩东海, 等. 近红外光谱分析基础与应用 [M]. 北京: 中国轻工业出版社, 2005.
- [9] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 进出口纺织品纤维定量分析近红外法第 4 部分: 棉与聚氨酯弹性纤维的混合物: SN/T 3896.4-2015 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2016.
- [10] Hair J F, Hult G T M, Ringle C M, et al. A Primer on Partial Least Squares Structural Equation Modeling (PLS-SEM) (Second Edition) [M]. Los Angeles: SAGE Publications, Inc, 2017.
- [11] Hair J F, Sarstedt M, Ringle C M, et al. Advanced Issues in Partial Least Squares Structural Equation Modeling [M]. Los Angeles: SAGE Publications, Inc, 2018.
- [12] 中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局. 纺织品氨纶含量的测试方法: SN/T 0464-2003 [S]. 北京: 中国标准出版社, 2003.