

Application News

No. X269

X 射线分析

纤维素纳米纤维的结晶度测定

■ 前言

纤维素是多聚糖，是植物细胞壁的主要成分。在将纤维素纺丝成纳米尺度的纳米纤维素中，将宽度为 4 ~ 100 nm 长度为几 μm 左右、高长宽比（100 以上）的物质称为纤维素纳米纤维（Cellulose Nanofiber: CNF），作为最尖端的生物质新材料而受到了广泛关注。

CNF 除了重量轻、强度大的特点之外，还具有高隔气性、吸附性、透明性等优异性能。另外，由于材料源于植物纤维，因此，是一种在生产和废弃的过程中环境负荷都非常小的材料。今后在汽车材料、电子材料、包装材料等的应用中具有很大的潜力。

在这里为您介绍通过 X 射线衍射测定 CNF 结晶度的示例。

Y. Okamoto

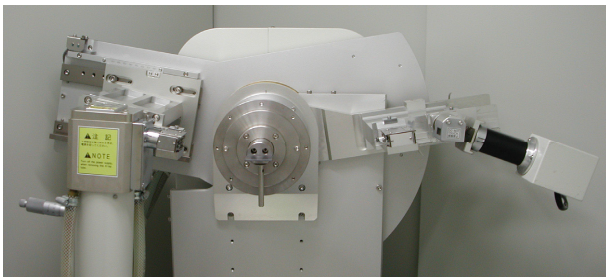


图 1 XRD-7000 X 射线衍射仪

■ 结晶度测定

结晶度是对纤维素的化学、物理性质产生影响的主要特性评价方法之一，例如，强度有随结晶度升高的倾向。X 射线衍射是结晶度测定的一种手段。

含有纤维素的聚合物通常同时含有结晶态和非晶态。结晶态中原子长程有序的规则排列，非晶态则显示出低规则性（长程无序）。这些材料的 X 射线衍射谱图中，结晶态和非晶态对应着谱图中两个不同的区域，如下图所示。

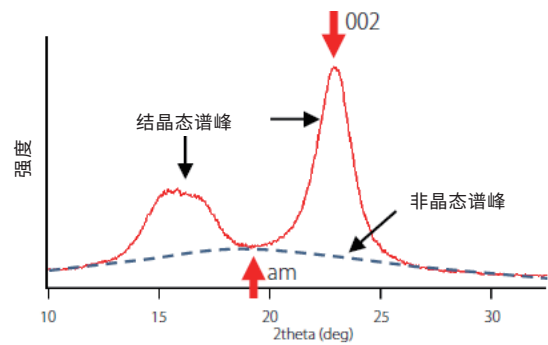


图 2 用于 CNF 结晶度计算的强度值

在本稿中使用的是经常用于纤维素的结晶度评价的 Segal 法（1959）。在 Segal 法中，利用如下的公式求得结晶度 C_i (%)，式中， I_{002} 是 (002) 峰的峰高， I_{am} 是非晶峰的峰高，即图 2 中两个结晶峰之间的峰谷强度。

$$C_i(\%) = \left(1 - \frac{I_{am}}{I_{002}}\right) \times 100$$

测定的试样是市售的纤维素水分散体。测定了纤维长度不同的五种（A、B、C、D、E）纤维素。

■ 样品预处理

通常，为了获得 CNF 试样的 X 射线衍射谱图，使用普通水分散体按照如下的程序制作了去除水分的试样片。首先，将试样稀释到 10 倍左右，搅拌均匀后，通过抽滤富集在过滤网上，为了防止试样发生翘曲，用板夹住进行加压干燥。



图 3 水分散类纤维素 (2wt%)

通过预处理得到的试样片的一个示例如图 4 所示。(φ35 mm、0.11 g)

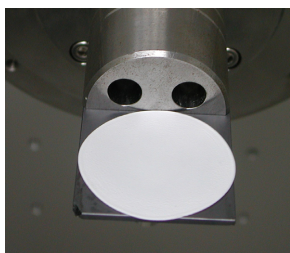


图 4 无反射试样板上的纤维素片 (φ35 mm、0.11 g)

测定条件

测定条件如下所示。纤维素样片会被 X 射线穿透，这里使用了无反射试样板。另外，使用了带有水平样品架的 X 射线衍射仪 XRD-7000。

表 1 测定条件

装置	XRD-7000
X 射线靶材	Cu
管电压—管电流	40 kV-40 mA
单色化	石墨单色器
测定范围	2θ: 10-32.5 度
扫描速度	2 度/分
检测器	闪烁检测器
测定模式	连续扫描
样品支架	无反射试样板

注：括号内的数值是指换算为固体中浓度的数值

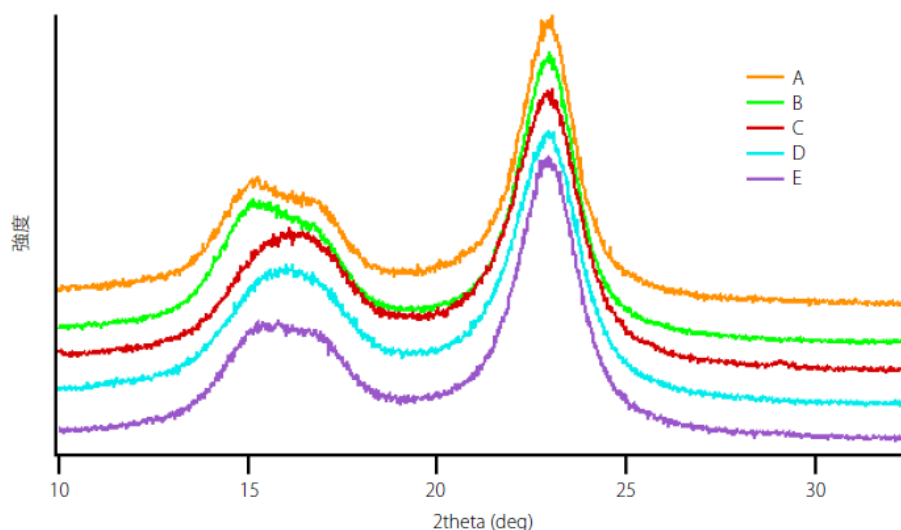


图 5 测定谱图 (强度已按照 (002) 峰强度进行了归一化处理)

测定结果

图 5 所示为五种试样的测定谱图。另外，表 2 所示为通过 Segal 的公式求得的结晶度结果。从中可以看到各种试样类别的结晶度差异。

表 2 结晶度结果

样品	C _i (%)
A	84
B	86
C	76
D	77
E	82

总结

通过 X 射线衍射，可以对 CNF 的结晶度进行评价，预计该技术将应用于零件和材料的质量控制。



岛津企业管理(中国)有限公司
岛津(香港)有限公司

<http://www.shimadzu.com.cn>

用户服务热线电话: 800-810-0439
400-650-0439

免责声明:

* 本资料未经许可不得擅自修改、转载、销售;
* 本资料中的所有信息仅供参考, 不予任何保证。
如有变动, 恕不另行通知。

第一版发行日: 2018 年 11 月