

黏氨织物近红外光谱定量分析建模及验证

徐杰, 区棋铭, 马国阳, 伍秀清

(广东省江门市质量计量监督检测所, 广东 江门 529000)

摘要:在傅立叶变换红外光谱仪上采集不同混合比例的黏纤与氨纶样品的近红外光谱图, 利用偏最小二乘法(PLS)建立黏氨织物的近红外光谱定量分析模型。选择不同的分辨率、扫描次数、预处理方法和波段对模型进行优化, 并用最优模型对7个实际样品进行测试, 将测试结果与手工拆分法得到的结果进行比较, 并进行验证。结果表明, 分辨率为 4 cm^{-1} 、扫描次数为32次、无任何预处理、波段为 $4\ 000\sim 5\ 000\text{ cm}^{-1}$ 时, 所建模型的预测能力最好, 预测均方根误差(RMSEP)为0.964, 经验证该模型具有良好的预测能力, 但不适用于印花产品。

关键词:黏纤; 氨纶; 纤维含量; 定量分析模型; 近红外光谱

中图分类号:TS 107

文献标志码:B

文章编号:1000-4033(2021)10-0068-03

Establishment and Verification of Quantitative Model for Viscose-spandex Blended/Interknitted Fabric by Near Infrared Spectroscopy

Xu Jie, Ou Qiming, Ma Guoyang, Wu Xiuqing

(Guangdong Jiangmen Supervision Testing Institute of Quality & Metrology, Jiangmen, Guangdong 529000, China)

Abstract: Near infrared spectra of viscose-elastane samples with different mixing ratios were collected by Fourier transform infrared spectrometer, and the near infrared spectroscopy quantitative analysis model of viscose-elastane blended/interknitted fabric was established by partial least squares (PLS). It selected different resolutions, scanning times, pretreatment methods and wave bands to optimize the model, and the optimal model was applied to test seven actual samples. Then, it compared test results with those obtained by manual split method. The results show that when the resolution is 4 cm^{-1} , the scanning times is 32, without any pretreatment, and the wave band is $4\ 000\sim 5\ 000\text{ cm}^{-1}$, the model has the best prediction ability and the root mean square error of prediction (RMSEP) is 0.964. The model has good prediction ability, but it is not suitable for printed products.

Key words: Viscose; Spandex; Fiber Content; Quantitative Analysis Model; Near Infrared Spectroscopy

纺织品纤维定量分析是纺织品检测中一个重要项目, 目前常用的定量分析方法有化学溶解法、手工拆分法和显微投影法, 化学溶解法费时、不环保, 后两种方法费工费时, 而近红外光谱法快速、环保, 很好地克服了上述方法的缺点。

黏氨织物兼具两种纤维的优

点, 不仅吸湿性、光泽、悬垂性好, 而且具有良好弹性, 常被用于制作T恤和内衣, 市场占有率较高^[1]。目前报道采用近红外光谱法定量分析的样品主要有涤棉混纺织物^[2-3]、涤氨混纺织物^[4]、棉麻混纺织物^[5]、棉氨混纺织物^[6]、棉菠萝麻混纺织物^[7]、锦氨混纺织物^[8]、羊涤混纺织

物^[9-10]、羊绒与羊毛混纺织物^[11]、远红外纤维含量^[12]、棉涤氨混纺织物^[13]等, 使用的设备均为近红外光谱仪, 而用于黏氨织物还未见报道。

本文使用傅立叶变换红外光谱仪的近红外区域($4\ 000\sim 7\ 000\text{ cm}^{-1}$)对黏氨织物的近红外光谱定量分析模型的建立进行探索, 为实

基金项目: 江门市基础与理论科学研究类科技计划项目(2018JC03008)。

作者简介: 徐杰(1985—), 男, 高级工程师, 硕士。主要从事轻工纺织产品检测、质量管理及检测新技术研究工作。

际应用提供一些理论依据。

1 试验

1.1 材料与设备

材料:黏纤标准贴衬织物(中国纺织科学研究院,纺织工业标准化研究所),氨纶长丝(分宜县千广贸易有限公司),浅灰色针织面料、浅紫色条纹针织面料、浅蓝色条纹针织内衣、浅紫色条纹针织内衣、深黄色针织内衣、深绿色条纹印花针织内衣、深灰色条纹印花针织内衣(共计7个黏氨样品,市场购买),溴化钾(分析纯,广州化学试剂厂)。

设备:TENSOR 27型傅立叶变换红外光谱仪(德国布鲁克公司),XS205DU型电子分析天平[精确至0.01 mg,梅特勒-托利多仪器(上海)有限公司],FW-5型粉末压片机(天津市拓普仪器有限公司),DHG-9013A型电热鼓风干燥箱(上海一恒科技有限公司),Y172型纤维切片器(温州市大荣纺织仪器有限公司)。

1.2 试验方法

取一定量溴化钾,在玛瑙研钵内研磨至200目以下。将拆成纱线的黏纤标准贴衬织物和氨纶长丝分别用纤维切片器切成粉末,配制黏纤与氨纶混合比例为100:0、93:7、95:5、98:2、90:10、85:15、80:20、70:30的待测试样。实际样品用剪刀剪成细条后,再用纤维切片器切成粉末。所有材料均在105℃的干燥箱中烘干后置于干燥器内备用。

分别称取上述待测试样或实际样品6 mg与300 mg研磨后的溴化钾混合,在玛瑙研钵中研磨均匀,平均分成3份,用压片机压片,压力30 MPa,压片时间3 min。将压好的溴化钾片在傅立叶变换红外光谱仪上测试,用空白溴化钾片作为背景,每个样品溴化钾片选择4个不同部位测试4次,测试波段

为4 000~7 000 cm^{-1} 。同一测试条件下共得到96张待测试样光谱图,混合比例93:7和85:15的24张光谱图作为验证集,其余72张光谱图作为校正集,采用偏最小二乘法(PLS)进行建模。实际样品用优化后的最优模型进行测试,每个样品测得12个结果,以其算术平均值作为最终预测结果,保留至小数点后两位。试验环境温度20~30℃,相对湿度25%~50%。

1.3 测试方法

实际样品的参考结果按照FZ/T 01101—2008《纺织品 纤维含量的测定 物理法》规定的手工拆分法进行测试,以净干含量表示,保留至小数点后两位。

1.4 模型的评价

选择预测均方根误差(RMSEP)作为评价模型优劣的依据。RMSEP越小,表明所建模型的预测能力越强。

2 结果与讨论

2.1 模型的建立

2.1.1 分辨率的优化

分辨率分别选择2、4、6、8 cm^{-1} ,扫描次数选择16次,波段选择全波段,使用无任何预处理的原始光谱进行建模。以分辨率为横坐标、RMSEP为纵坐标作图,如图1所示。

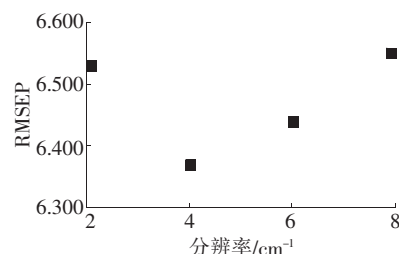


图1 不同分辨率的RMSEP

由图1可知,分辨率为4 cm^{-1} 时的RMSEP最小,即模型预测能力最好。

2.1.2 扫描次数的优化

扫描次数分别选择8、16、32、64次,分辨率选择4 cm^{-1} ,波段选

择全波段,使用无任何预处理的原始光谱进行建模。图2为不同扫描次数的RMSEP图。

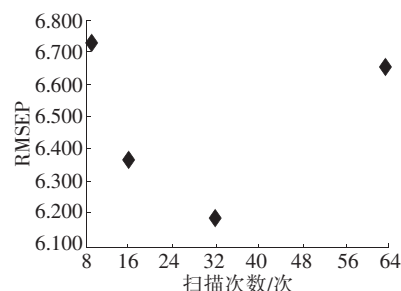


图2 不同扫描次数的RMSEP

由图2可知,随着扫描次数的增加,RMSEP先减小后增大,扫描次数32次时的RMSEP最小,建模效果最好。

2.1.3 波段的优化

分别选择不同波段,分辨率选择4 cm^{-1} ,扫描次数选择32次,使用无任何预处理原始光谱进行建模。不同波段建模RMSEP见表1。

表1 不同波段的RMSEP

波段/ cm^{-1}	RMSEP
6 500~6 999	7.320
6 000~6 500	5.570
5 500~6 000	8.000
5 000~5 500	6.350
4 500~5 000	2.060
4 000~4 500	1.600
4 000~6 999(全波段)	6.190

由表1可知,RMSEP波段为4 500~5 000 cm^{-1} 和4 000~4 500 cm^{-1} 时的建模效果相对较好。因此,在其他条件不变的情况下,尝试使用波段4 000~5 000 cm^{-1} 进行建模,得到RMSEP为0.964,为上述所选波段中结果最优的。

2.1.4 预处理方法的选择

光谱预处理方法有许多种,本文选择无预处理、一阶导数、二阶导数、标准正态变量(SNV)、多元散射校正(MSC)、Savitzky-Golay平滑(S-G平滑)、Norris导数滤波及其组合等24种预处理方法进行建

模比较,结果见表 2。

表 2 不同预处理方法的 RMSEP

序号	预处理方法	RMSEP
1	无预处理	0.964
2	一阶导数	3.530
3	二阶导数	4.390
4	S-G 平滑	0.965
5	S-G 平滑 & 一阶导数	3.530
6	S-G 平滑 & 二阶导数	4.000
7	Norris 导数滤波 & 一阶导数	2.710
8	Norris 导数滤波 & 二阶导数	3.800
9	MSC	2.820
10	MSC & 一阶导数	3.840
11	MSC & 二阶导数	4.030
12	MSC & S-G 平滑	2.820
13	MSC & S-G 平滑 & 一阶导数	3.860
14	MSC & S-G 平滑 & 二阶导数	3.820
15	MSC & Norris 导数滤波 & 一阶导数	3.140
16	MSC & Norris 导数滤波 & 二阶导数	5.210
17	SNV	5.390
18	SNV & 一阶导数	2.900
19	SNV & 二阶导数	3.820
20	SNV & S-G 平滑	5.390
21	SNV & S-G 平滑 & 一阶导数	5.050
22	SNV & S-G 平滑 & 二阶导数	3.860
23	SNV & Norris 导数滤波 & 一阶导数	1.630
24	SNV & Norris 导数滤波 & 二阶导数	4.980

由表 2 可知,无任何预处理建立的模型 RMSEP 最小,预测效果最好,任何预处理均会降低模型的预测能力。因此,选择使用无任何预处理的原始光谱进行建模。

2.2 模型的验证

选择分辨率 4 cm^{-1} 、扫描次数 32 次进行采集光谱,使用无任何预处理的原始光谱,选择的波段为 $4\ 000\sim 5\ 000\text{ cm}^{-1}$ 进行建模。用得到的模型对 7 个实际样品的黏纤含量进行预测,预测结果与手工拆分法得到的参考结果见表 3。

用 intraclass correlation coeffi-

表 3 七个样品黏纤含量的预测结果和参考结果

样品序号	样品名称	预测结果/%	参考结果/%	绝对偏差/%
1	浅灰色针织面料	93.98	95.21	-1.23
2	浅紫色条纹针织面料	90.74	89.64	1.10
3	浅蓝色条纹针织内衣	94.04	94.31	-0.27
4	浅紫色条纹针织内衣	93.63	94.28	-0.65
5	深黄色针织内衣	94.90	94.46	0.44
6	深绿色条纹印花针织内衣	95.08	92.41	2.67
7	深灰色条纹印花针织内衣	96.18	92.32	3.86

cient(组内相关系数,简称 ICC)来评价两个测试方法测量结果是否一致,ICC 大于 0.800 说明一致性较好,0.600~0.800 一致性为中等。统计前 5 个样品的 ICC 为 0.941,全部 7 个样品的 ICC 为 0.652。显然样品序号 6 和 7 的两个印花产品导致一致性变差,说明近红外光谱法不适用于印花产品。除两个印花样品外,其余 5 个样品的测试结果一致性很好,最大偏差为 1.23%,模型预测能力较好。

3 结论

3.1 使用傅立叶变换红外光谱仪的近红外区域进行建模,分辨率选择 4 cm^{-1} 、扫描次数选择 32 次、波段选择 $4\ 000\sim 5\ 000\text{ cm}^{-1}$ 、无任何预处理的原始光谱时,所建模型的 RMSEP 为 0.964,预测能力最好。

3.2 通过实际样品的验证,除印花产品外,所建近红外光谱定量分析模型的预测结果与手工拆分法测得结果一致性很好,ICC 为 0.941。因此,本文所建的模型可以很好地用于黏氨织物的定量分析,但是不适用于印花产品。

参考文献

- [1]王京力,赵珍玉,朱军燕,等.纺织品纤维含量分布统计软件的开发[J].纺织标准与质量,2013(6):49-52.
- [2]时瑶,李文霞,赵国樑,等.涤棉混纺织物近红外定量分析模型的建立及相关问题探讨[J].光谱学与光谱分析,2019,39(2):634-639.
- [3]桂家祥,耿响,要磊,等.基于近红外

光谱法的棉/涤混纺织物中棉含量快速检测[J].纺织学报,2012,33(4):55-59.

[4]王京力,耿响,桂家祥,等.基于近红外光谱法快速检测涤氨织物的纤维含量[J].上海纺织科技,2013,41(5):45-48.

[5]孙通,耿响,刘木华.基于近红外光谱和变量优选的棉麻混纺织物棉含量快速检测[J].光谱学与光谱分析,2014,34(12):3257-3261.

[6]朱洪亮,杨萌,张琦.棉/氨混纺织物氨纶含量快速分析方法研究[J].中国纤检,2011(24):54-58.

[7]赵珍玉,王京力,徐霞,等.基于近红外光谱的棉菠萝麻混纺织物定量分析[J].棉纺织技术,2017,45(2):30-32.

[8]王京力,耿响,桂家祥,等.近红外光谱分析技术快速检测锦纶/氨纶混纺织物纤维含量的研究[J].化纤与纺织技术,2013,42(2):42-47.

[9]刘荣欣.近红外光谱法快速检测毛/涤混纺面料中的毛含量[J].毛纺科技,2015,43(12):52-56.

[10]罗峻,吴淑焕,聂凤明,等.近红外光谱与模型集群分析测定毛涤混纺织物成分含量[J].中国测试,2016,42(8):44-47.

[11]茅明华,李伟松.近红外光谱法检测纺织品中羊绒和羊毛含量[J].毛纺科技,2014,42(7):41-43.

[12]管瑜,张毅,于坤,等.样本质量对近红外法预测远红外纤维含量的影响[J].纺织学报,2014,35(5):19-22.

[13]杨欣卉,罗峻,聂凤明,等.棉涤氨三组分织物近红外光谱快速定量分析[J].棉纺织技术,2017,45(8):73-76.

收稿日期 2021 年 1 月 12 日