

# Identifikace textilních vláken

## 1. Přehled metod identifikace textilních vláken

Identifikaci vláken v textilních exponátech lze provádět následujícími metodami:

- makroskopická spalovací zkouška – pozorování způsobu hoření vláken
- mikroskopická prohlídka – prohlídka vláken pod mikroskopem
- mikroskopická rozpouštěcí analýza – sledování rozpouštění vláken pod mikroskopem
- infračervená spektroskopie
- identifikace chemických vláken pomocí stanovení jejich teploty tání

### 1.1. Makroskopická spalovací zkouška

Pomocí spalovací zkoušky lze velmi jednoduchým způsobem určit, zda se jedná o vlákna rostlinná, živočišná nebo chemická. Pro každou skupinu je charakteristický určitý zápach a to, jakým způsobem vlákno hoří nebo se taví. Tato zkouška není příliš vhodná pro profesionální zjišťování materiálového složení.

Tabulka 1. Spalování vláken

Druh vlákna	Rychlost spalování, dým	Změna skupenství	Zápach	Popel
Celuloseová vlákna (viskóza)	Hoří velmi rychle, dým světlý	Shoří na popel	Po spáleném papíru	Velmi jemný, šedobílý
Celuloseová vlákna (acetát)	Hoří rychle, dým světlý	Taví se, vzniká černá kulička	Po spáleném papíru, má kyselý nádech	Černá kulička se při dalším pálení změní v bílý popel
Rostlinná vlákna (len, bavlna...)	Hoří rychle, dým světlý	Shoří na popel	Po spáleném papíru	Jemný, šedobílý
Přírodní hedvábí	Hoří, dým světlý	Vytváří černou kuličku	Po spálených vlasech a nehtech	Černý škvarek lze rozmělnit
Živočišná vlákna (vlna, srsti...)	Hoří pomalu, praská, dým	Škvaří se na křehký škvarek	Po spálených vlasech a	Černý škvarek lze rozmělnit

	světlý		nehtech	
Syntetická vlákna (polyester, akryl, polypropylen, polyamid,...)	Hoří, dým černý	Taví se a později tvoří volně tuhnoucí plastickou hmotu	Po taveném asfaltu	Po vychladnutí tvoří tvrdou černou kuličku
Skleněná vlákna	Nehoří	Taví se v čirou kuličku	Žádný	Čirá kulička
Speciální nehořlavá vlákna (kevlar)	Nehoří	Taví se v černou kuličku	Žádný	Černá kulička

## 1.2. Mikroskopická vizuální prohlídka

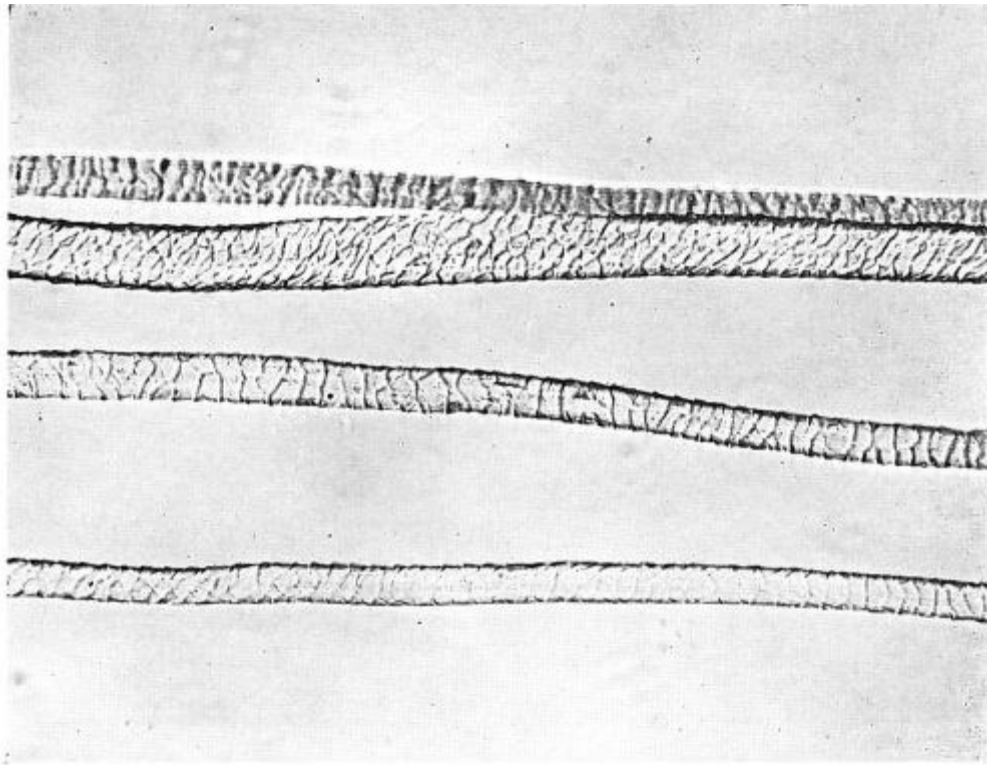
Nejjednodušší způsob je vlákna určit vizuálně, tento postup lze aplikovat převážně u přírodních rostlinných a živočišných vláken, která mají svou charakteristickou povrchovou strukturu.

Pomocí mikroskopické prohlídky lze stanovit s velmi vysokou pravděpodobností v připraveném preparátu, o která rostlinná a živočišná vlákna se jedná.

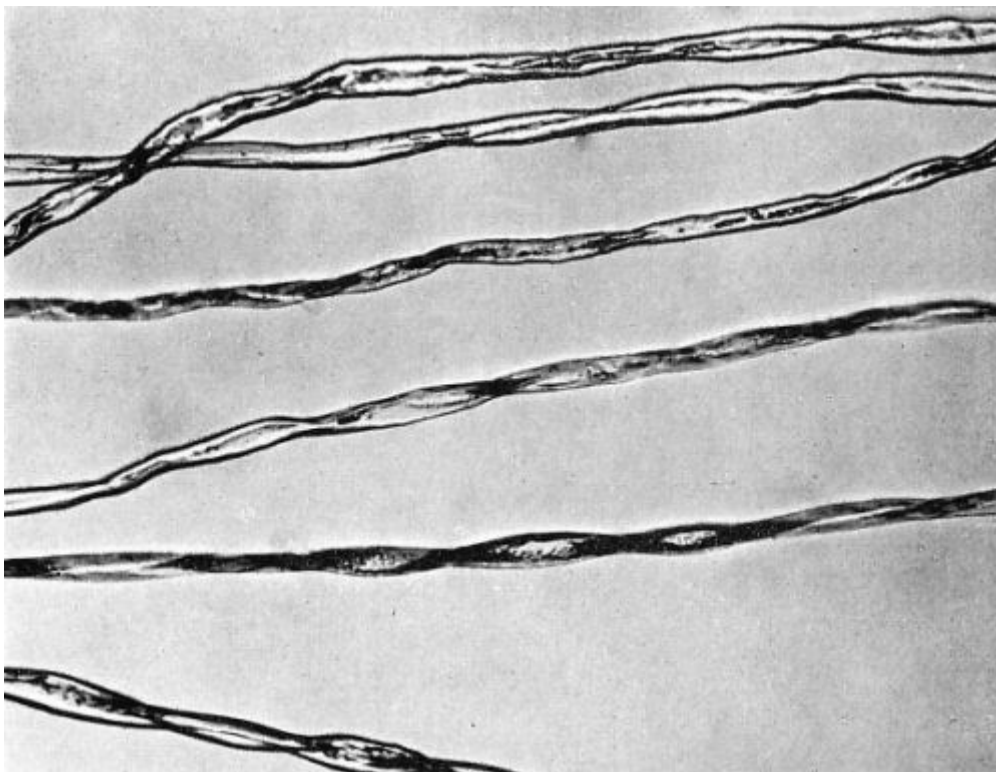
Tento postup zjišťování nelze uplatnit u vláken chemických, protože to jsou vlákna převážně hladká, rovná a bez konkrétních znaků. Z tohoto důvodu stanovování chemických vláken probíhá chemickou cestou.

### Identifikace vláken – podélný mikroskopický pohled

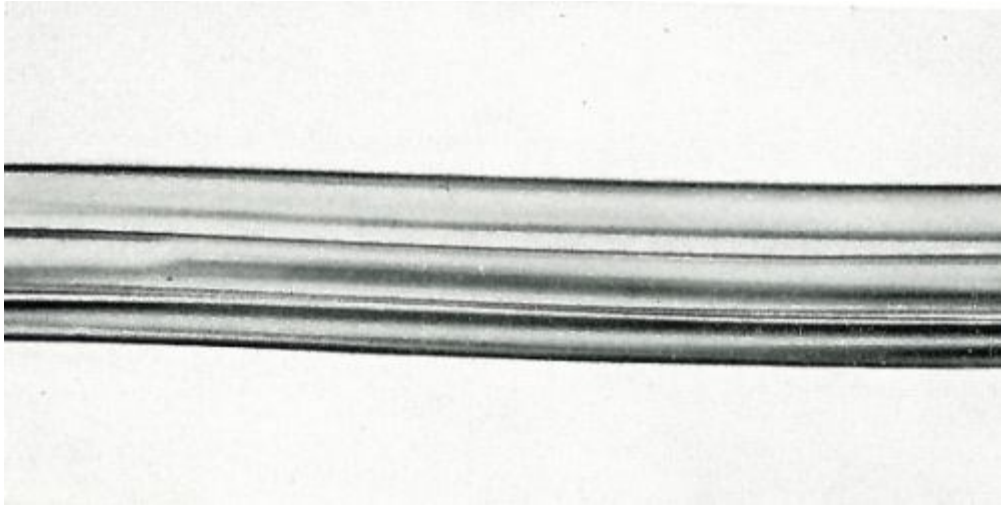
Na níže uvedených obrázcích můžeme vidět zástupce přírodních i chemických vláken pod mikroskopem v podélném řezu [1]. Základním prvkem pro jejich rozlišení je tvar vláken a jejich povrch. U bavlny je vidět charakteristický tvar stočené stužky, u vlny povrchové šupinky nebo jejich zbytky (dle stáří a poškození vlněného vlasu). Syntetické vlákna mají obvykle povrch hladký případně s podélným tvarováním. Rozlišení chemických vláken je obvykle možné jen pomocí mikroskopické rozpouštěcí analýzy.



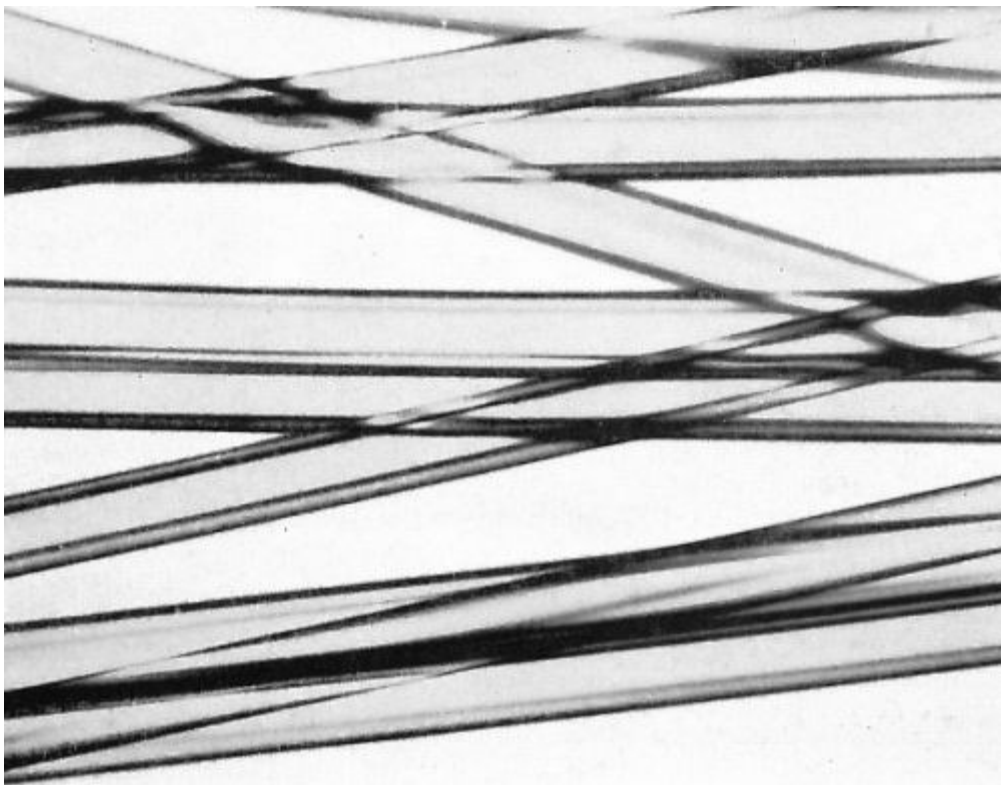
Obr. 1. Vlna



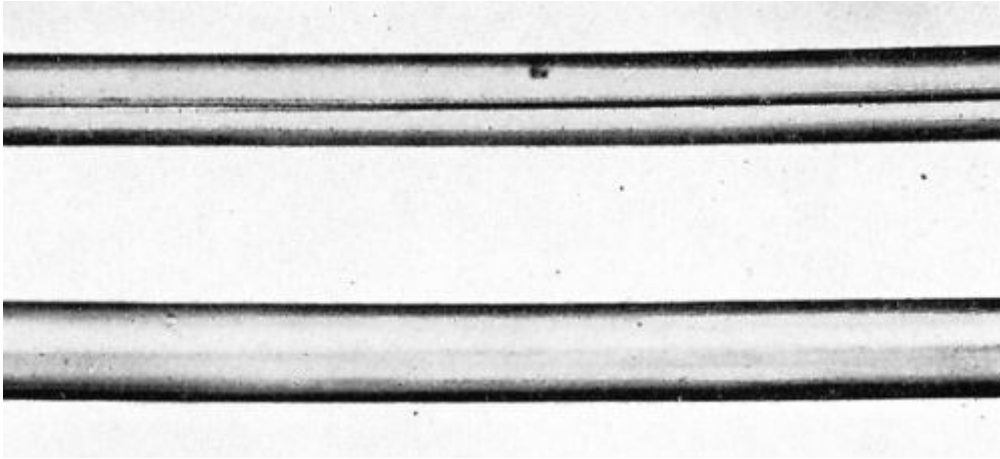
Obr. 2. Bavlna



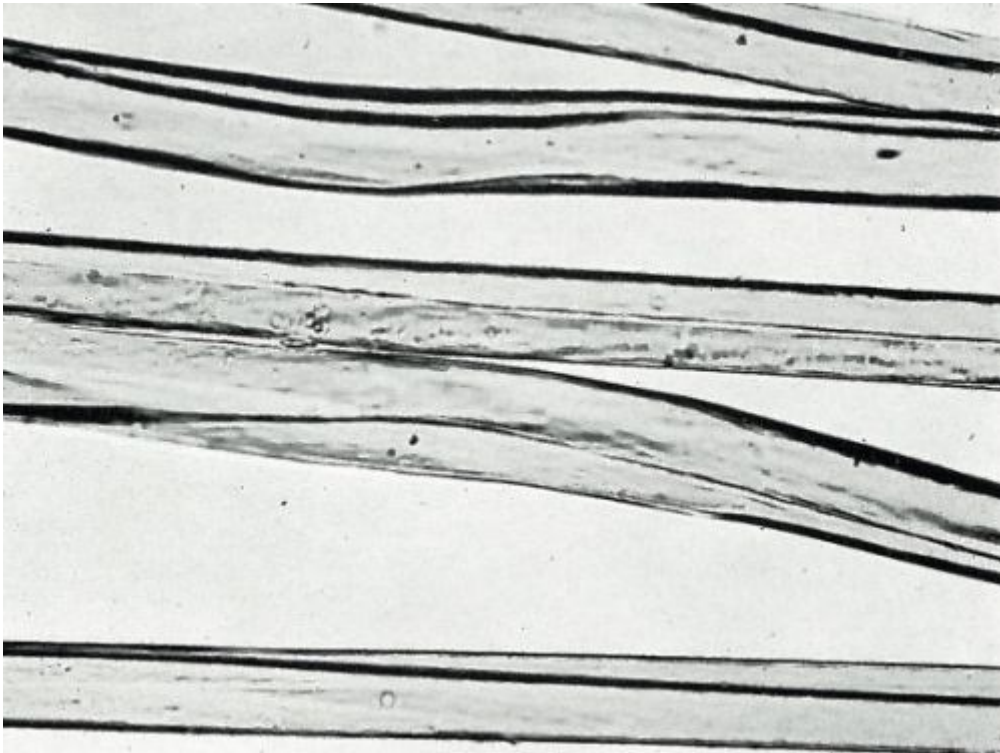
Obr. 3. Triacetát



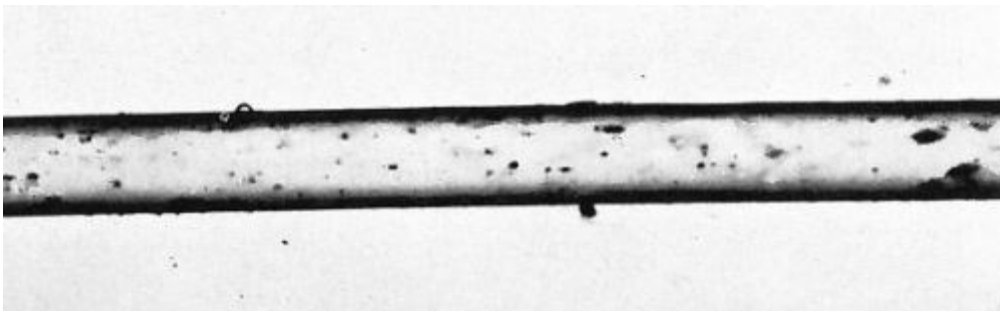
Obr. 4. Polyamid



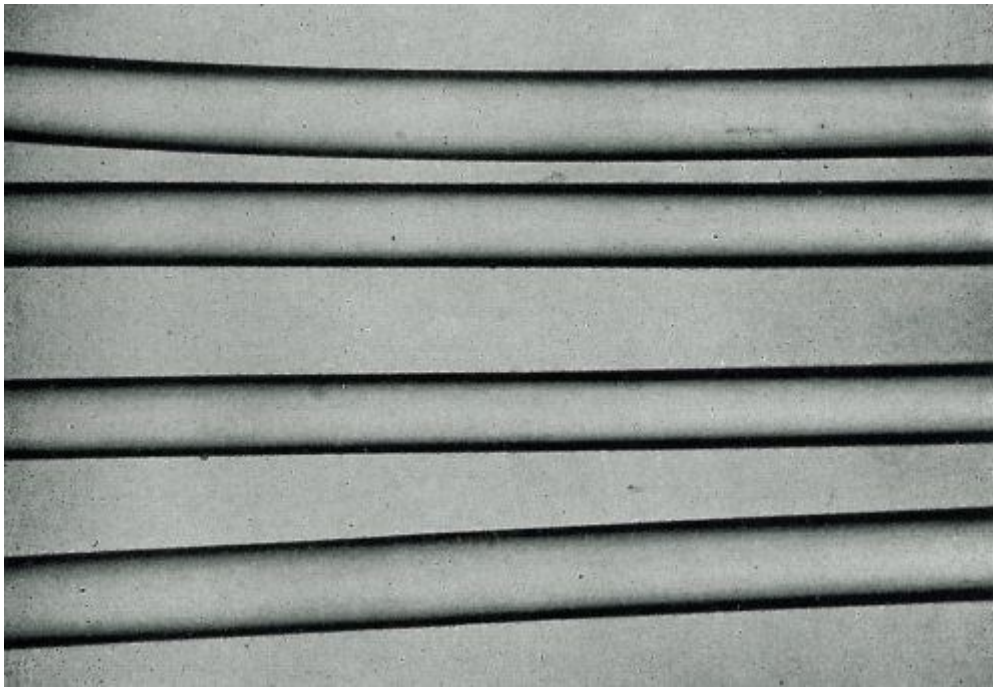
Obr. 5. Viskóza



Obr. 6. Akryl



Obr. 7. Polyester



Obr. 8. Polyethylen

## 1.1. Mikroskopická rozpouštěcí analýza

Mikroskopická rozpouštěcí analýza je pokročilejší metodou, založenou na pozorování vláken pod mikroskopem (obvykle vláknenné směsi) a sledování jejich chování po aplikaci různých chemických rozpouštědel. Metoda využívá specifickou rozpustnost vláken v různých rozpouštědlech. Jedná se o časově náročnější metodu analýzy, vyžadující určitou praktickou zkušenost pracovníka.

## 1.2. Infračervená spektroskopie (FTIR)

Infračervená spektroskopie je spektroskopická kvalitativní a kvantitativní metoda, velmi vhodná pro **nedestruktivní** identifikaci vláken nebo i ostatních chemických látek. Principem metody je ozařování vzorku infračerveným zářením, které je vzorkem zčásti absorbováno a přeměněno na rotační a vibrační energii chemických vazeb ve zkoumané molekule (látce). Tato absorpce je v přímé souvislosti s charakterem této chemické vazby a je pro danou látku charakteristická. Energie záření se zpravidla charakterizuje jeho vlnovou délkou (nebo vlnočtem). Detektor pak zaznamená záření „ochuzené“ o absorbované vlnové délky. Výsledkem měření je pásové spektrum charakteristické pro jednotlivé látky. Ze spektra můžeme identifikovat, bez poškození vzorku, o jaký druh vlákna se jedná na základě přiřazení naměřeného spektra ke spektru vlákna, které je publikováno ve specializovaných databázích ("knihovnach") infračervených spekter.

## 1.1. Identifikace chemických vláken pomocí stanovení jejich teploty tání

Tato metoda je založena na změření teploty tání, která je pro každý materiál specifická. Metoda je vhodná pouze pro vlákna, která při zvyšování teploty přecházejí do kapalného skupenství (tají). Měření lze provádět pomocí diferenciální skenovací kalorimetrie. Postup měření je popsán např. v normě ISO 11357-3 [2] nebo v metodice vypracované Výzkumným ústavem vlnařským. PN 251-07-85 [3].

Teplota tání (°C)	Název vlákna
163 - 175	Polypropylen
180 - 190 za rozkladu	Polyvinylchlorid
183	Polyuretan
215 - 218	Polyamid 6
232	Diacetát
235 - 250 za rozkladu	Akryl
245 - 255	Polyamid 6.6
250 - 260	Polyester
290 - 300	Triacetát

Tabulka 1. Bod tání jednotlivých vláken

# 1. Mikroskopická rozpouštěcí analýza

## 1.1. Systém mikroskopické identifikace vláken

Systém identifikace vláken pomocí jejich rozpouštění pod mikroskopem, je založen na stupni rozpustitelnosti jednotlivých chemických vláken tzn., že je stanovena řada rozpouštědel (kroků rozpouštění), která v okamžiku rozpuštění daného zkoumaného vlákna identifikuje jeho typ (chemickou podstatu).

Rozpouštění je vhodné k identifikaci jednotlivých druhů vláken i vlákněných směsí (obvykle dvojsložkových). Metoda je vhodná k identifikaci směsí přírodních i chemických vláken, neboť udává přesné kvalitativní složení materiálu v preparátu. Zkouška spočívá v přípravě preparátu mezi podložní a krycí skličko a jeho

postupném zakapávání rozpouštědly. Proces rozpouštění resp. chování vlákna pod mikroskopem po aplikaci rozpouštědla, je sledován pod mikroskopem.

Metoda slouží jen k identifikaci vláken, nelze použít pro kvantifikaci vláken např. ve směsových přízích.

Tabulka určování vláken:

<b>Krok</b>	<b>Rozpouštěné vlákno</b>	<b>Rozpouštědlo</b>	<b>Nerozpouští se vlákna</b>
1.	polyamid	kyselina mravenčí 85%	bavlna, viskóza, polyester, polypropylen
2.	viskóza	kyselina sírová 60 %	bavlna
3.	bavlna	kyselina sírová 70 %	akryl, polyester, polypropylen
4.	akryl	kyselina dusičná 65%	polyamid, polyester, polypropylen
5.	polyester	kyselina sírová 96 %	polyethylen, polypropylen
6.	polyethylen, polypropylen	* nerozpouští se ani kyselinou sírovou 96 %	

Tabulka 1. tabulka určená k rozpouštěcí analýze

\*) Vlákna, která se nerozpustí ani konc. kyselinou sírovou nelze pomocí této metody od sebe rozeznat. Je třeba v dalším kroku provést zkoušku jinou metodou – nejčastěji používané metody jsou infračervená spektroskopie nebo stanovení bodu tání.

## **2.2. Pomůcky a vybavení pro mikroskopickou rozpouštěcí analýzu**

### **2.2.1. Technické vybavení**

#### **Mikroskop**

Pro účely této metody je postačující mikroskop, který má zvětšení 100x. Např. studentský mikroskop - binokulární, typ SM 5 SP. Vhodný okulár je se zvětšením 10x.





Obr. 10. Mikroskop

### **Sklička podložní**

Podložní sklička musí být čirá, aby propouštěla světlo, obdélníkového tvaru o rozměrech 76 x 26 x 1 mm.

### **Sklička krycí**

Sklička krycí musí být čirá, čtvercového tvaru o rozměrech 22 x 22 mm.

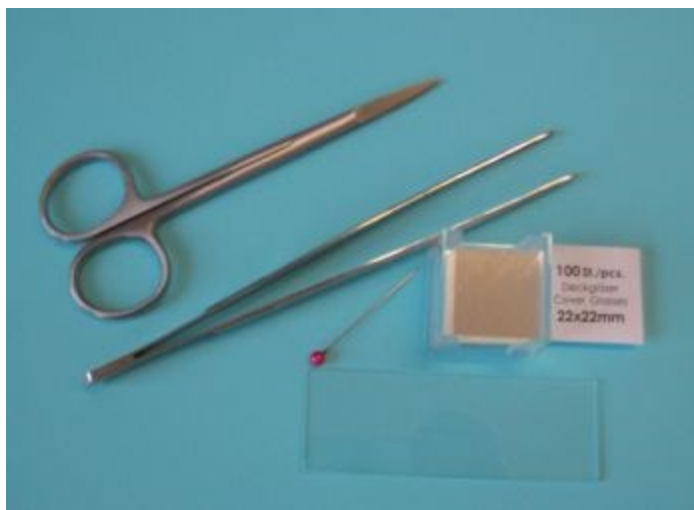
### **Nůžky**

Vhodné jsou malé nůžky s ostrou špičkou.

### **Pinzeta, jehla**

### **Pipety**

Pipety lze používat skleněné, nebo jednorázové plastové.



Obr. 11. Pomůcky

### 2.2.2. Seznam chemikálií a jejich příprava

Název chemikálie	Hustota	Čistota
Kyselina sírová 96 %	1,836	pro analýzu
Kyselina sírová 70 %	1,611	pro analýzu
Kyselina sírová 60 %	1,498	pro analýzu
Kyselina dusičná 65 %	1,39	pro analýzu
Kyselina mravenčí 85 %	1,195	pro analýzu

Tabulka 4. Seznam chemikálií

V prvním kroku přípravy je vhodné si připravit 5 skleněných lahviček o objemu 100 ml pro uchování jednotlivých rozpouštědel. Čisté a suché lahvičky je nezbytné správně popsat druhem chemikálie, její koncentrací a datem přípravy a dále symbolem nebezpečnosti a R, S větami.

Kyselina sírová je dodávána od dodavatele v koncentrovaném stavu v lahvích o objemu 1000 ml. Je nutné ji naředit na požadovanou koncentraci 60 % a 70 %.

Kyselina dusičná a mravenčí je dodávána v požadované koncentraci.

Je důležité dodržovat určenou koncentraci kyselin s odchylkou  $\pm 1\%$ . Při nedodržení této přesnosti při ředění kyselin by byl ovlivněn výsledek rozpouštění [4]. Při přípravě roztoků je nezbytné zkontrolovat po naředění jejich hustotu hustoměrem! Toto se týká zejména ředění kyseliny sírové.

## 2.3. Postup identifikace vláken

### 2.3.1. Příprava vzorku

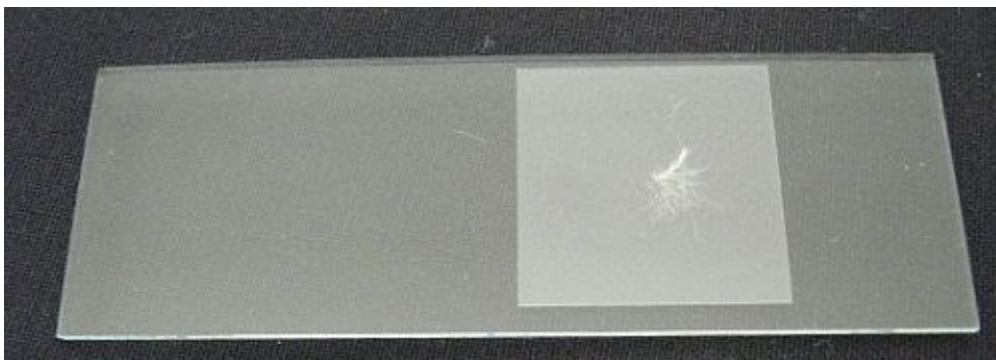
Zkoušku mikroskopického rozpouštění nelze provádět přímo na předmětu. Je třeba odebrat malý vzorek jednotlivé nitě. U tkanin, pokud je to potřeba, se připraví preparáty jednotlivě z osnovních a útkových nití.

Jednotlivé nitě se musí pro zkoušku upravit - dokonale rozvláknit na jednotlivá vlákna a připravit preparát na podložním sklíčku. Rozvláknění nitě na jednotlivá vlákna provedeme pomocí jehly.

### 2.3.2. Příprava preparátu

Ze vzorku se připraví několik stejných preparátů s ohledem na zkušenosti pracovníka a předpokládané materiálové složení. Vzorek rozvlákněný na jednotlivá vlákna nastříháme na krátké úseky vláken (cca 1-2 mm), položíme na podložní sklíčko a překryjeme krycím sklíčkem. Je třeba dbát na to, aby nastříhaná vlákna na podložním sklíčku byla ojednocená a nevznikl shluk vláken. Pod mikroskopem pak pozorujeme jednotlivá vlákna a jejich chování po zakápnutí vzorku rozpouštědlem. Zakápnutí provádíme na hranu tak, aby došlo k postupnému vzlínání kapaliny mezi podložní a krycí sklíčko. Preparáty se postupně zakapávají jednotlivými rozpouštědly 1 až 6 viz. Tabulka 3 a pozoruje se, zda se některá vlákna rozpouštějí. Pro každou kapalinu (zakápnutí) bereme vždy nový preparát.

Je velmi důležité připravovat preparát pečlivě, dbát na čistotu a přesnost. Obě skla podložní i krycí musí být čistá a vyleštěná. Skla vždy bereme za hrany, aby nám nevnikaly na plochách otisky prstů.



Obr. 12. Preparát

### 2.3.3. Rozpouštění

Preparát se vloží do vodiče (křížového stolu) mikroskopu s jedním odpruženým výklopným ramenem, jimž se přitlačuje vložený preparát k pevnému rameni vodiče. Mikroskop je třeba zaostřit na jednotlivá konkrétní vlákna a ta vizuálně prohlédnout.

Podle postupu na rozpouštění (viz Tabulka 3) se napipetuje příslušná chemikálie. Špička pipety se přiloží k preparátu, přesněji na sklíčko podložní k hraně sklíčka krycího. Za současného sledování preparátu pod mikroskopem se zakápnou kapkou rozpouštědla z pipety hrana krycího skla. V této chvíli je nutné pozorně sledovat postup (vzlínání) rozpouštědla pod krycím sklem a jeho reakci s vláknem.

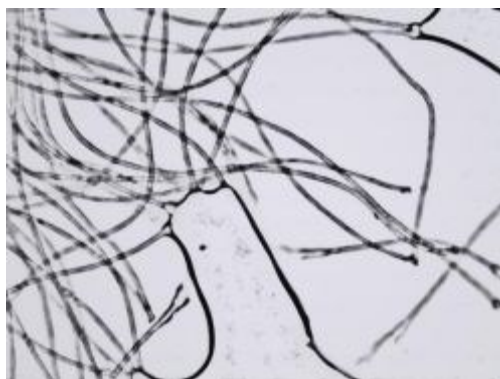
Metoda slouží jen k identifikaci vláken, nelze ji použít pro kvantifikaci.

### **Ukázka rozpouštění**

#### Příklad: Rozpouštění akrylového vlákna v kyselině dusičné 65%



Obr. 13. Krok č.1 nenarušené akrylové vlákno



Obr. 14. Krok č. 2 po zakápnutí kyselinou, proniknutí k vláknům



Obr. 15. Krok č.3 většina vláken rozpuštěná

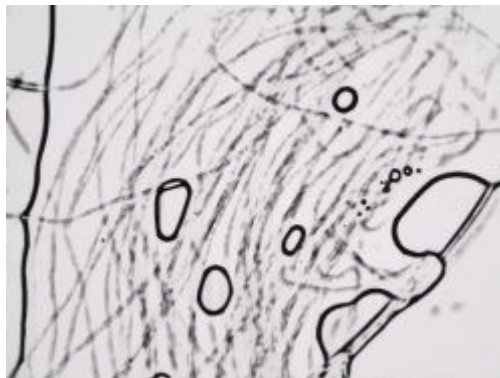


Obr. 16. Krok č.4 všechna vlákna se rozpustila

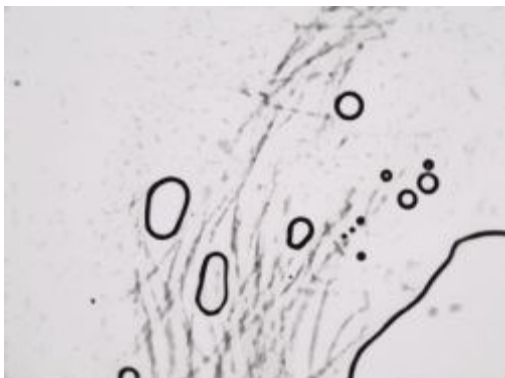
#### Příklad: Rozpouštění polyesterového vlákna v kyselině sírové 96 %



Obr. 17. Krok č.1 nenarušené PES vlákno



Obr. 18. Krok č. 2 rozpadající se vlákna v kyselině



Obr. 19. Krok č.3 zbytek rozpadajících se vláken



Obr. 20. Krok č.4 všechna vlákna se rozpustila

#### 2.3.4. Vyhodnocení

V případě, že vlákno zůstane nepoškozené (nerozpuštěné), vezmeme nový preparát a pokračujeme v zakapávání dalším rozpouštědlem podle postupu, do té doby, než se vlákna rozpustí a tím se zjistí jejich materiálové složení. V případě směsí vláken bude rozpouštění probíhat postupně s tím, že kapalina s vyšším pořadovým číslem rozpouští i vlákna předchozí (například pro směs bavlna/viskóza platí, že 60 % kyselina sírová rozpouští pouze viskózová vlákna. V dalším preparátu po použití 70 % nebo 96 % kyseliny sírové dojde k rozpuštění obou druhů vláken.

#### 2.3.5. Příklad postupu rozpouštění

Ze zkoumané nitě se připraví několik stejných preparátů vláken, položí se na podložní sklíčko a přikryjí krycím sklem. Vlákna se nejprve prohlédnou pod mikroskopem, aby se předběžně zjistilo, zda se jedná o vlákna chemická nebo přírodní.

Vlákna nevykazují žádné charakteristické rysy pro rostlinná a živočišná vlákna, mají tvar rovných, hladkých tyčinek. Jedná se tedy s velkou pravděpodobností o

vlákna chemická. Pro zjištění konkrétního druhu vlákna se nyní postupuje podle návodu (viz. Tabulka 3).

**První preparát** se zakápně kyselinou mravenčí a čeká se, až se rozpouštědlo postupně navztlíná na vlákna a pozoruje se, zda se s vlákny něco děje – zda se rozpouštějí nebo nějakým způsobem narušují. Kyselina mravenčí nenarušila a nerozpustila vlákna v preparátu. Může se pozorovat mírný posun vláken vlivem kapaliny mezi sklíčky - vlákna mezi sklíčky v rozpouštědle pouze „plavou“. Nejedná se o vlákna polyamidová. Pokračuje se dále podle návodu (viz. Tabulka 3).

**Druhý preparát** se zakápně kyselinou sírovou 60 %. Pozoruje se, jak se kyselina dostává k vláknům a co se s vlákny děje. Je zpozorován jen posun vláken vlivem kapaliny mezi sklíčky – vlákna „plavou“. I v tomto případě je vidět, že vlákna zůstávají nepoškozená. Nejedná se o vlákna viskózová. Pokračuje se dále podle návodu (viz. Tabulka 3).

Při prohlídce prvního preparátu bylo vidět, že se jedná o vlákna rovná a hladká. Zkušený zbožíznalec, který si je jistý, že umí rozeznat vlákna přírodní a chemická může v této fázi přeskočit zakapávání kyselinou sírovou 70 % pro zjištění bavlny – to je třetí preparát. Bavlna má vlákna s jasnými charakteristickými znaky – vytváří stužky. Zkušený zbožíznalec již na první pohled viděl, že se nejedná o bavlněná vlákna. Méně zkušený nebo začínající zbožíznalec další krok nevynechá.

**Třetí preparát** se zakápně kyselinou sírovou 70 % pro vyloučení bavlněných vláken. Také kyselina sírová 70 % nepoškodila ani nenarušila vlákna. Nejedná se o bavlněná vlákna. Pokračuje se dále podle návodu (viz. Tabulka 3).

**Čtvrtý preparát** se zakápně kyselinou dusičnou. Ani v tomto případě nejsou vlákna vlivem chemikálie poškozena. Nejedná se o vlákna akrylová. Pokračuje se dále podle návodu (viz. Tabulka 3).

**Pátý preparát** se zakápně kyselinou sírovou 96 %. Zde je možné pozorovat po styku kyseliny s vlákny, jak se u vlákna začíná narušovat povrch, vlákno se rozpadá na mnoho malých částí a postupně rozpouští. Zbytky vláken v preparátu je možné pozorovat až do doby, než v kyselině nezůstane žádný zbytek vláken.

Nyní lze konstatovat, že vlákna, ze kterých byl připraven preparát, jsou polyesterová.

Pokud by se zkoumaná vlákna nerozpustila ani v koncentrované kyselině sírové, mohlo by se jednat o vlákna polypropylenová nebo polyethylenová. Pro jejich přesné stanovení je nutné zvolit další postup zkoumání, např. infračervenou spektroskopii nebo stanovení bodu tání.

## **Zacházení s chemikáliemi**

Pracovníci musí být seznámeni s legislativními pravidly pro zacházení s chemickými látkami. Při práci s chemickými látkami je nezbytné používat bezpečnostní pomůcky jako je například plášť nebo rukavice, který zabrání případnému potřísnění a znehodnocení oděvu.

zaměstnanec je potřeba seznámit:

- s nebezpečnými vlastnostmi chemických látek, se kterými nakládají
- se zásadami ochrany zdraví a životního prostředí
- zásadami první předlékařské pomoci

Pracovník smí pracovat s nebezpečnými látkami pouze v případě, že se s těmito pravidly seznámil!

## **Zásady první pomoci v případě poleptání**

- příznaky: bolest, zrudnutí až destrukce pokožky
- intenzivně omývat zasažené místo vodou cca 30 minut
- neutralizace slabou kyselinou či zásadou (soda, kys. citronová)
- v případě požití slabých kyselin či zásad podat vodu a neutralizační látku
- v případě požití silných kyselin a zásad vypláchnout ústa, nepodávat tekutiny a urychleně vyhledat lékařskou pomoc