



中华人民共和国文物保护行业标准

WW/T 0087—2018

馆藏丝织品老化程度测定 傅里叶变换红外光谱分析法

Determination of the moisture content of unearthed (bamboo, wood and lacquer) artifacts——Drying – degravimetric method

2019-01-31 发布

2019-06-01 实施

中华人民共和国国家文物局 发布

中华人民共和国文物保护行业标准
馆藏丝织品老化程度测定 傅里叶变换红外光谱分析法
Technical specifications for the evaluation of aging degree of silk textiles on museum collection
——Analytical method by FT – IR
WW/T 0087—2018

*

中华人民共和国国家文物局主编
文物出版社出版发行
北京市东城区东直门内北小街2号楼
[http: //www. wenwu. com](http://www.wenwu.com)
E-mail: web@wenwu. com

新华书店经销

*

开本: 880 毫米×1230 毫米 1/16

印张: 0.00

2019 年 6 月第 1 版 2019 年 6 月第 1 次印刷

统一书号: ×××××·×××× 定价: 00.00 元

目 次

前言	III
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 原理	1
5 检测程序	1
6 样品预处理	2
6.1 取样	2
6.2 样品制备	2
6.3 样品调湿	2
7 光谱测定及解析	2
7.1 仪器的校准	2
7.2 光谱测定	2
7.3 光谱解析	2
8 检测报告	3
附录 A (资料性附录) 蚕丝蛋白红外特征吸收带	4
附录 B (资料性附录) 馆藏丝织品材质红外二向色性比值的测量与计算	5
附录 C (规范性附录) 馆藏丝织品老化程度检测报告	6
参考文献	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中华人民共和国国家文物局提出。

本标准由全国文物保护标准化技术委员会（SAC/TC289）归口。

本标准负责起草单位：中国科学技术大学。

本标准主要起草人：龚德才、刘柳、魏彦飞、刘峰、龚钰轩、刘文齐。

馆藏丝织品老化程度测定 傅里叶变换红外光谱分析法

1 范围

本标准规定了用红外光谱分析法测定馆藏丝织品纤维老化程度的方法、有关术语和定义、检测报告的格式，并给出了试样制备及谱图解析的方法。

本标准适用于馆藏丝织品纤维老化程度的检测和分析。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 6040 红外光谱分析方法通则

GB/T 6529 纺织品 调湿和试验用标准大气

GB/T 14666 分析化学术语

JJF 1319 傅里叶变换红外光谱仪校准规范

WW/T 0013 馆藏丝织品病害与图示

3 术语和定义

GB/T 6040、GB/T 6529、GB/T 14666、WW/T 0013 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

丝织品老化 aging of silk textiles

丝织品在使用、流传、保存过程中，因物理、化学、生物损害而造成的分子结构改变、理化性能下降的现象。

3.2

参比光谱 referenced spectrum

选取新鲜桑蚕丝作为对比用的样品，以其红外图谱作为参比光谱。

3.3

取向度 orientation degree

纤维大分子链节与纤维轴的平行程度，表明纤维中大分子沿纤维轴方向取优势排列的趋向，反映纤维的聚集态结构。

3.4

二向色性比值 dichroic ratio

采用偏振红外光谱分别测出偏振光的电矢量方向与纤维轴向垂直和平行时某一谱带的吸光度的比值。

4 原理

偏振红外光经迈克尔逊干涉仪产生干涉图形，通过样品后，运用傅里叶变换得到特征吸收曲线，即偏振红外光谱图。对样品红外光谱图进行取向度分析，与参比光谱对比，计算二向色性比值，利用取向度判断馆藏丝织品的老化程度。

5 检测程序

检测流程图如图1所示：

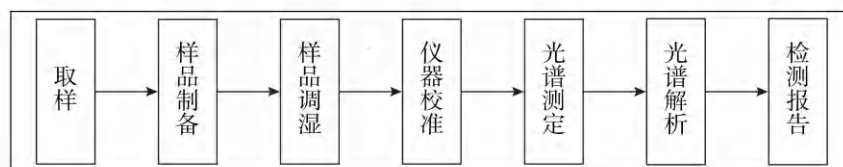


图1 馆藏丝织品检测流程图

6 样品预处理

6.1 取样

在不影响丝织品外观的清洁处（或掉落残片）取3个样品，所取样品长度需不小于100 μm。

6.2 样品制备

对样品进行清洗与平整。清除吸附于样品表面或内部的污染物，将样品经纬线理顺，并用玻璃片压展，自然通风阴干。

6.3 样品调湿

在进行试验前，应将样品放置于温度为 $20 \pm 2^\circ\text{C}$ ，相对湿度为 $65.0\% \pm 4\%$ 的标准大气环境下进行调湿。调湿期间，样品周围的空气应能自然流通，保持24 h。

7 光谱测定及解析

7.1 仪器的校准

按照 JJF 1319 对红外光谱仪进行校准，根据需要以及仪器类型，选择合适的扫描条件，如图谱形式、扫描次数、量程范围、坐标形式、分辨率和图形处理功能等。

7.2 光谱测定

7.2.1 样品测定

采用偏振红外光谱法，分别在偏振光与样品垂直及平行时采集光谱，对样品的取向结构进行表征。使用红外光谱仪对样品进行偏振红外检测，分别在 90° 和 0° 处获得样品的偏振红外光谱，分辨率建议小于 4 cm^{-1} ，扫描次数建议不少于128次。桑蚕丝蛋白红外特征吸收带参见附录A。

7.2.2 参比光谱采集

由于不同仪器的扫描方式不同，在对样品分析之前，应在同一台仪器上测试参比样品的红外光谱。

7.3 光谱解析

7.3.1 偏振谱带的选择

相对于选择单峰作为目标偏振谱带，使用两个峰面积的比值可以减小由于基线漂移等因素所带来的峰面积测量误差。通过蚕丝蛋白酰胺 I 的红外谱带中的 β -折叠吸收峰、 α -螺旋及无规卷曲构象的吸收峰，以这两个峰面积 A_β 、 A_α 计算样品的红外二向色性比值，与参比光谱对比，评估老化程度。

7.3.2 二向色性比值的计算

二向色性比值的计算方法为：

$$X_{\perp} = A_{\beta}/A_{\alpha} \dots\dots\dots (1)$$

$$X_{\parallel} = A_{\beta}/A_{\alpha} \dots\dots\dots (2)$$

$$\Omega = X_{\perp}/X_{\parallel} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

A_{β} ——红外谱带中 β - 折叠吸收峰面积；

A_{α} ——红外谱带中 α - 螺旋及无规卷曲构象吸收峰面积；

$X_{\perp}$ ——红外谱带中 β - 折叠吸收峰、 α - 螺旋及无规卷曲构象的吸收峰面积在偏振光电矢量方向与纤维轴向垂直时的比值；

$X_{\parallel}$ ——红外谱带中 β - 折叠吸收峰、 α - 螺旋及无规卷曲构象的吸收峰面积在偏振光电矢量方向与纤维轴向平行时的比值；

Ω ——二向色性比值，计算结果修约至 0.001。

参比样品的二向色性比值计算过程参见附录 B。

7.3.3 丝织品老化程度分级

参比样品红外二向色性比值记为 Ω_0 ，样品的二向色性比值记为 Ω_1 ，丝织品老化程度评定方法为 $\Omega_0 - \Omega_1$ 。丝织品老化程度分级见表 1。

表 1 馆藏丝织品老化程度分级

老化程度级别	$\Omega_0 - \Omega_1$
0	0.000 ~ 0.100
I	0.101 ~ 0.200
II	0.201 ~ 0.400
III	0.401 ~ 0.600
IV	0.601 ~ 0.900

8 检测报告

检测报告应包括以下内容：检测报告封面、样品基本信息表、检测报告表、检测基本信息表、审核表等。具体样式见附录 C。

附录 A
(资料性附录)
蚕丝蛋白红外特征吸收带

表 A.1 为蚕丝蛋白红外特征吸收带

表 A.1 蚕丝蛋白红外特征吸收带

吸收带名称	频率 (cm^{-1})	振动模式说明
A	~ 3300	N-H 伸缩振动
B	~ 3110	与酰胺 II 第一倍频共振吸收
I	1690 ~ 1610	C=O 伸缩振动
II	1575 ~ 1480	C-N 伸缩振动和 N-H 弯曲振动
III	1301 ~ 1229	C-N 伸缩振动; N-H 弯曲振动及其它
IV	767 ~ 625	O=C-N 弯曲振动及其它
V	800 ~ 640	N-H 弯曲振动
VI	606 ~ 537	C=O 面外弯曲
VII	~ 200	C-N 骨架扭动

附录 B

(资料性附录)

馆藏丝织品材质红外二向色性比值的测量与计算

B.1 仪器与测量

采用 Nicolet 8700 型红外光谱仪及偏振附件，分辨率设为 4 cm^{-1} ，扫描次数设为 1400 次，分别在 90° 及 0° 获得样品的偏振红外光谱。

B.2 光谱解析

选取蚕丝蛋白酰胺 I 带中 1615 cm^{-1} 处的吸收峰对应于 β -折叠构象， 1655 cm^{-1} 处的吸收峰对应于 α -螺旋及无规卷曲构象，以这两个峰面积 A_β, A_α 计算样品的红外二向色性比值。计算过程为：

$$X_\perp = A_{1615}/A_{1655} \dots\dots\dots (\text{B.1})$$

$$X_\parallel = A_{1615}/A_{1655} \dots\dots\dots (\text{B.2})$$

$$\Omega = X_\perp / X_\parallel \dots\dots\dots (\text{B.3})$$

式中：

A_{1615} ——红外吸收谱带中 1615 cm^{-1} 处吸收峰峰面积；

A_{1655} ——红外吸收谱带中 1655 cm^{-1} 处吸收峰峰面积；

$X_\perp$ ——偏振光电矢量方向与纤维轴向垂直时在 1615 cm^{-1} 、 1655 cm^{-1} 红外吸收峰峰面积的比值；

$X_\parallel$ ——偏振光电矢量方向与纤维轴向平行时在 1615 cm^{-1} 、 1655 cm^{-1} 红外吸收峰峰面积的比值；

Ω ——二向色性比值。

附录 C
(规范性附录)
馆藏丝织品老化程度检测报告

检测报告封面格式见图 C. 1:

报告编号)
馆藏丝织品老化程度检测报告 (傅里叶变换红外光谱法)
检测项目名称) _____
委托单位) _____
检测单位) _____ (公章,
检测时间) _____

图 C. 1 检测报告封面格式

检测基本信息表的格式见表 C.1。

表 C.1 检测基本信息表

委托单位	名称					
	法定代表人		委托代理人			
	通讯地址					
	电话		邮政编码			
检测单位	名称					
	法定代表人		委托代理人			
	通讯地址					
	电话		邮政编码			
检测负责人	姓名		性别		出生年月	
	学历		职称			
	联系电话		E-mail			
检测审核人	姓名		性别		出生年月	
	学历		职称			
	联系电话		E-mail			
检测人员	姓名		职称/职务			
	检测内容					
检测人员	姓名		职称/职务			
	检测内容					
检测人员	姓名		职称/职务			
	检测内容					

丝织品的基本信息表格式见表 C.2。

表 C.2 丝织品基本信息表

丝织品名称	
丝织品编号	
收藏单位	
藏品等级	☐ 一级 ☐ 二级 ☐ 三级 ☐ 一般 ☐ 未定
年代	
质地	
织物结构	
来源	
入藏时间	

检测报告表的格式见表 C.3。

表 C.3 检测报告表

丝织品名称			
测试单位样品编号：		试验日期：	
试验方法：		仪器型号及测试条件：	
试验图谱： (参比样品)		试验图谱： (试样样品)	
老化程度判定			
检测人签字			
检测负责人意见： 签章： 日期：			
检测审核人意见： 签章： 日期：			

参考文献

-)1] JY/T 001 傅里叶变换红外光谱方法通则
 -)2] ASTM E2224 应用红外光谱测量法进行法医纤维分析的标准指南 (Standard Guide for Forensic Analysis of Fibers by Infrared Spectroscopy ,
-