研究论文 · Linn ARTICLE

# 琼胶/SiO2复合纤维的制备及性能研究

吴大伟<sup>1</sup>,颜廷波<sup>2</sup>,李腾飞<sup>1</sup>,王应霞<sup>3</sup>,肖玉斌<sup>1</sup>,薛志欣<sup>1</sup>,夏延致<sup>1</sup>

(1. 青岛大学 化学化工学院 海洋纤维新材料研究院 生物多糖纤维成形与生态纺织国家重点实验室, 山东 青岛 266071; 2. 青岛兴程人力资源有限公司, 山东 青岛 266071; 3. 中国科学院 海洋研究所, 山东 青岛 266071)

> 摘要:利用湿法纺丝技术制备了琼胶/SiO2复合纤维,对琼胶分子在溶液中的分散性、纺丝液流变性、 纤维的形貌、化学结构分别用 DLS、旋转黏度计、SEM、FTIR 和 XRD 进行了表征,并对纤维的力学 性能、热性能和吸湿性能进行了测定。研究结果表明:琼胶分子在溶液中呈纳米尺度分布,纺丝液具 有良好的流动性;琼胶/纳米 SiO2复合纤维具有良好的形态。随着纳米 SiO2的添加量逐渐提高,复合纤 维的力学拉伸强度先增强后降低,复合纤维的吸水性降低,复合纤维的热稳定性逐渐增强。结合复合 纤维综合性能,纳米 SiO2的最佳添加质量分数为 0.5%。

关键词: 湿法纺丝; 流变; 琼胶纤维/SiO<sub>2</sub>复合纤维; 纤维性能 中图分类号: TQ341 文献标识码: A 文章编号: 1000-3096(2020)10-0039-07 DOI: 10.11759/hykx20200213001

琼胶是一种水溶性多糖、是海洋产业的重要资 源,来源于石花菜、江蓠龙须菜等红藻的提取物。琼 胶没有确切的化学结构, 琼胶一般被认为是由中性 的琼胶糖 (结构字母代号 G-LA) 和带电荷的琼胶酯 (G-L 或 G-L6S)两部分组成<sup>[1-2]</sup>。琼胶糖 (结构如图 1 左) 不含硫酸酯, 是一种非离子型多糖, 是以 1,3 连 接的 β-D-半乳糖(G)和 1,4 连接的 α-3,6-内醚-L-半 乳糖(LA)交替连接形成的长链结构,是琼胶中形成 凝胶的部分。琼胶酯又名硫琼胶(结构如图1右),这 部分为非凝胶部分, 它在 α-L-半乳糖的 C<sub>6</sub>上带有硫 酸基, 与琼胶糖相比, 琼胶酯更容易溶解在水中。琼 胶中的硫酸酯含量较低,一般在1.5%~2.5%之间。据 研究表明, 琼胶在提取过程中碱处理能够降低琼胶 酯中硫酸基含量,提高分子内 3,6-内醚半乳糖含量 [3]。琼胶具有特殊的胶凝性质,传统上主要被应用于 食品、医药、化工、国防、生物工程等领域<sup>[4-5]</sup>。

海藻纤维是一种天然可再生的环保型纤维,具 有无毒、可降解、阻燃、防辐射、生物相容性好、 原料来源丰富等特点,近年来逐渐引起越来越多的 科研工作者和消费者的关注<sup>[6]</sup>,目前来源于褐藻的 海藻酸盐纤维已成功实现产业化。受到海藻酸盐纤 维的启发,通过利用琼胶所具有的链状大分子结构 结合其凝胶化机理,本课题组的时冠军<sup>[7]</sup>、刘晶晶<sup>[8]</sup> 已成功制备出了琼胶纤维,将琼胶的应用领域拓展 至纤维领域,但强度和热稳定性有待于加强。 纳米 SiO<sub>2</sub>具有粒径尺寸小、比表面积大、密度 小、分散性能,较好的热稳定性等特点,A. Mataram 等<sup>[9]</sup>研究发现,在聚丙烯纤维中适当添加纳米 SiO<sub>2</sub> 能够增强纤维的拉伸强度,李慧媛等<sup>[10]</sup>在纤维素材 料中添加纳米 SiO<sub>2</sub>发现材料的热稳定性有所提升。

本论文将纳米 SiO<sub>2</sub>(≤15 nm)添加到琼胶纤维中 制备琼胶/SiO<sub>2</sub> 复合纤维,以期改善琼胶纤维的相关 性能。

# 1 实验材料及方法

### 1.1 实验材料

琼胶(食品级), 上海蓝季科技有限公司; 纳米 SiO<sub>2</sub>(99.5% 15 nm), 上海阿拉丁生化科技股份有限 公司; 二甲基亚砜(DMSO), 分析纯, 天津市广成化 学试剂有限公司; 氯化钡(分析纯), 国药集团化学试 剂有限公司。

收稿日期: 2020-02-13; 修回日期: 2020-04-20

基金项目: 国家自然科学青年基金项目(50803030); 中国博士后科学基 金项目(20100471495, 201104618); 山东省自然科学基金(ZR2016EMB) [Foundation: Natural Science Foundation of China, No. 50803030; Postdoctoral Science Special Foundation of China, No. 201104581; Postdoctoral Science Foundation of China, No. 20100471495; Natural Science Foundation of Shandong Pronounce, No. ZR2016EMB]

作者简介:吴大伟(1994-),男,硕士研究生,贵州遵义人,研究方向:海洋纤维新材料,电话:0532-85950962, E-mail:wdwllhq@163.com;薛志欣,通信作者,教授,电话:0532-85950962, E-mail:xuezhixin92@163.com





图 1 琼胶糖(左)和琼胶酯(右)的结构式 Fig. 1 Formulas of agarose (left) and agar (right)

# 1.2 纺丝液的制备

将适量的 SiO<sub>2</sub>加入到一定量的 DMSO 中剧烈搅 拌 1 h, 超声 0.5 h, 升温至 95℃, 加入适量琼胶粉末, 搅拌 1 h, 配制质量分数为 12%的琼胶/SiO<sub>2</sub> 纺丝液 (SiO<sub>2</sub>的添加量为琼胶质量的 0.5%, 1%, 1.5%, 2%), 静置 12 h, 备用。

# 1.3 琼胶/SiO2复合纤维的制备

如图 2 所示,将制备好的 1 L 琼胶/SiO<sub>2</sub>纺丝原 液转移到储罐(B)中,静置脱泡 0.5 h。储罐中纺丝原 液在室温 25℃,施加氮气压力 0.2 MPa(A)作用下纺 丝液流经计量泵(D),经喷丝头(E)进入凝固浴(H,7% BaCl<sub>2</sub>溶液)和拉伸浴(I,3% BaCl<sub>2</sub>溶液)。得到的初生



图 2 湿法纺丝流程示意图 Fig. 2 Schematic of the wet-spinning process 注: A: 氮气瓶; B: 不锈钢储罐; C: 纺丝液; D: 计量泵; E: 喷丝头; F、G: 牵伸泵, H: 凝固浴; I: 拉伸浴

纤维用 95%的酒精溶液进行浸泡、洗涤,最后干燥得 到琼胶/SiO<sub>2</sub>纤维。

# 2 测试与表征方法

# 2.1 琼胶的 DLS 动态光散射

称取 10 mg 琼胶加入 10 mL 蒸馏水加热至 60℃ 搅拌溶解,取琼胶溶液 0.5 mL 加入至 50 mL 蒸馏水 中,室温条件下搅拌 24 h 形成分布均匀的溶液,溶 液采用 0.22 μm 的过滤器过滤后,用激光粒度分析仪 (Mastersizer 3000, England)设定温度 25℃条件下测 试溶液的粒度分布。

### 2.2 纺丝液的黏度测试

将 配 制 好 的 琼 胶 及 琼 胶 /SiO<sub>2</sub> 纺 丝 液 采 用 BROOKFIELD DV-3T 型旋转流变仪进行黏度测试, 记录纺丝液黏度-温度变化曲线,测量温度 20~90℃。

# 2.3 纤维的性质测试

### 2.3.1 纤维的外观形貌

用数码相机对纤维的外观进行拍照,观察纤维的 直观形态;纤维样品进行喷金处理后,用扫描电子显 微镜(SEM)在 5 kV 加速电压下对琼胶/琼胶/SiO2复合 纤维进行扫描,观察纤维的表面结构和横截面结构。

### 2.3.2 纤维的 FTIR

纤维的主要官能团特征通过 Nicolet 5700 型红 外光谱仪(FTIR)进行表征。扫描范围 4 000~400 cm<sup>-1</sup>, 扫描 32 次,分辨率为 4 cm<sup>-1</sup>,直接扫描纤维样品。

# 2.3.3 纤维的 XRD

样品的结晶形态特征通过 DX2700 型 X 射线衍 射(XRD)进行表征, XRD 在加速电压 40 kV、外加电 流为 30 mA, 步进角度 0.02°, 采样时间 0.7 s, 扫描 范围 5°~90°测试条件下进行扫描。

### 2.3.4 纤维的力学性能

琼胶纤维的力学性能通过 LLY-06E 型电子单纤 维强力仪进行测试。测试温度(25±0.5)℃,湿度 55%± 5%,测试纤维长度:10 mm,测试速度:10 mm/min, 预加张力为:0.01 cN/dtex。对 30 个纤维样品进行重 复拉伸试验取平均值。利用 SPSS 22.0 软件对测试结 果进行单因素(ANOVA)统计分析,记录所得力学数 据标准偏差(Std),所有数值记录为平均值±Std。

#### 2.3.5 纤维的吸水性能

纤维吸水性测试:准确称取一定量的在 105℃ 烘箱中烘干 24 h 的纤维样品(M),在室温(25℃)下放 入 25 mL 蒸馏水中,充分吸收水分,24 h 后取出,用 滤纸快速吸干纤维表面水分称重( $M_0$ ),纤维的吸水 性 Water Absorption(%)用下式计算:

Water Absorption(%) =  $(M_0 - M)/M \times 100\%$ .

每个样品,测试 3 次,利用 SPSS 22.0 软件对测试结果进行单因素(ANOVA)统计分析,记录所得力 学数据标准偏差(Std),所有数值记录为平均值±Std。

#### 2.3.6 纤维的热稳定性测试

纤维的热稳定性使用 TG209F3 热重分析仪(德

国耐驰)进行测试, 热解温度范围从室温(30±3)℃到 600℃, 升温速率 10℃/min。热重分析仪的保护气为 高纯度的氮气(99.5%的氮气, 0.5%的氧气)。

# 3 结果与讨论

### 3.1 粒径分析

图 3 是动态光散射法(DLS) 测得的琼胶溶液粒 径分布图。DLS 结果表明琼胶溶液能够形成粒径分 布均匀纳米微球,其直径大约为 50~500 nm, PDI 值 为 0.430。粒径分布图显示存在两个明显的特征峰。在 10~100 nm范围内和100~1 000 nm范围内平均分布的粒 径值 Z-Average 分别为 58.6 nm 和 307.8 nm。这说明琼 胶分子产生了聚集,而导致粒径分布的不均匀。与强 度分布相对应,体积粒径分布图中也存在两个明显 的特征峰,粒径范围在 10~100 nm 内的粒子占有溶 液中约 80%的体积。粒径范围在 100~1 000 nm 内的 粒子占有溶液中约 20%的体积。强度分布和体积分 布均显示琼胶分子在溶液中是以纳米大小颗粒存在, 不会对纺丝喷头造成堵塞。



图 3 琼胶溶液粒径分布图 Fig. 3 Size distribution test results of agar solution

### 3.2 纺丝液的流动性

纺丝原液的流动性对纺丝有重要影响,纺丝溶液 温度过低,原液黏度太大,挤出困难,纺丝难以进行; 温度过高,原液黏度过小,也难形成纤维。

琼胶、琼胶/SiO<sub>2</sub> 溶液的黏度随温度变化曲线 如图 4 所示。从图中可以看出琼胶及琼胶/SiO<sub>2</sub> 纺 丝液黏度均是随着温度的升高而下降,在 50℃以 后,随温度升高,分子间的运动增强,分子间的作 用力减弱,分子间运动阻力减小,黏度迅速下降, 到 70℃后溶液黏度趋于平缓,加入 SiO<sub>2</sub>对纺丝液 的黏度影响不大。本论文的琼胶、琼胶/SiO<sub>2</sub> 复合 纤维是在室温(25℃左右)条件下进行纺丝,该温度 下纺丝液的黏度在 11 000~14 000 MPa·s 之间,既 具有一定的摩擦力,又具有较好的流动性,适合 纺丝。







注: A: 琼胶溶液; B、C、D、E分别为质量分数 0.5%、1%、1.5%、 2%的琼胶/SiO<sub>2</sub>溶液



# 3.3 SEM 分析

图 5 是琼胶纤维及琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维的数码、电 镜照片,琼胶纤维与琼胶/SiO<sub>2</sub> 纤维外观上颜色均呈灰 白色,琼胶纤维柔软,随着 SiO<sub>2</sub> 浓度的增加,纤维刚 性增加, SEM 显示琼胶纤维具有光滑的表面, 截面呈规则的圆形结构, 而琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维随纳米 SiO<sub>2</sub>浓度的增加, 纤维表面粗糙度逐渐增大, 截面呈现不规则的扁圆形结构, 纤维表面及截面出现 SiO<sub>2</sub>附着。



图 5 琼胶纤维及琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维的纤维数码、电镜照片 Fig. 5 Morphologies of the agar and agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers 注: A: 琼胶纤维; B、C、D、E 分别为质量分数 0.5%、1%、1.5%、2%琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维

# 3.4 FTIR 分析

琼胶纤维、琼胶/SiO₂复合纤维及纳米 SiO₂红外 光谱如图 6 所示。纳米 SiO₂的 FTIR 谱图在 1 082 cm<sup>-1</sup>, 798 cm<sup>-1</sup>处以及 456 cm<sup>-1</sup>处出现吸收峰,这三处分别归 因于 Si-O-Si 的反对称伸缩振动和 Si-O-Si 的对称伸缩振 动,和 Si-O-Si 的弯曲振动<sup>[11]</sup>;琼胶纤维中在 3 421 cm<sup>-1</sup> 处是 O-H 的伸缩振动峰,这是由于琼胶分子中存在着大 量的-OH; 在 2 927 cm<sup>-1</sup> 处为 CH<sub>3</sub> 的不对称拉伸振动, CH<sub>2</sub> 的对称和不对称伸缩振动, 这是碳水化合物的特征 峰。1 382 cm<sup>-1</sup> 处峰为 CH<sub>3</sub> 的对称变形; 1 060 cm<sup>-1</sup> 处的 峰为 C-O 拉伸的伸缩振动; 在琼胶/SiO<sub>2</sub> 复合纤维中在 465 cm<sup>-1</sup> 处出现微弱吸收峰, 随着浓度的增加出现微弱 增强, 但在琼胶纤维中并没有出现, 这说明复合纤维中 含有 SiO<sub>2</sub>, 这与 XRD 测试的结果相一致。



图 6 SiO<sub>2</sub>和琼胶纤维及琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维的红外谱图 Fig. 6 FTIR spectra of SiO<sub>2</sub>, agar fiber, and agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers 注: A: 琼胶纤维; B、C、D、E 分别为质量分数 0.5%、1%、1.5%、2%琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维; F: SiO<sub>2</sub>

# 研究论文 • Linn → ARTICLE

# 3.5 XRD 测试分析

图 7是 SiO<sub>2</sub>和琼胶纤维及琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维的 XRD 谱图,纳米 SiO<sub>2</sub>在 2*θ*=22.6°处显示了一个较强 的衍射峰,在琼胶纤维 XRD 谱图中,琼胶纤维在 2*θ*=18.4°处显示出较宽的无定形峰,这是琼胶(作为 半乳糖共聚物和 3,6-anhydro-galactose)的无定形特 征峰<sup>[12]</sup>。由于 SiO<sub>2</sub>的添加量少,在琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤 维中 2*θ*=22.6°的衍射峰并不明显,且部分被 2*θ*=18.4° 的衍射峰掩盖。但随着纳米 SiO<sub>2</sub>添加浓度的增加,在 2*θ*=18.4°处的衍射峰强度逐渐减弱,这表明纳米 SiO<sub>2</sub>的添加减弱了多糖基质的结晶度<sup>[13]</sup>。



图 7 SiO<sub>2</sub>和琼胶纤维及琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维的 XRD 谱图 Fig. 7 XRD patterns of SiO<sub>2</sub>, agar fiber, and agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers

注: A: 琼胶纤维; B、C、D、E分别为质量分数 0.5%、1%、1.5%、 2%琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维; F: SiO<sub>2</sub>

# 3.6 纤维的吸水性

琼胶纤维及琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维的吸水性如图 8, 琼胶纤维的吸水量比较高,达到 664.95%±11.15%, 这与分子结构中含有大量亲水性羟基有关,SiO<sub>2</sub>的 添加大大降低纤维的吸水量,当浓度达到 2%时纤维 吸水率下降为 285.92%±9.29%,归因于纳米 SiO<sub>2</sub>的 添加均匀分散在分子骨架中,使纤维材料更加致密, 从而表现出对水的阻抗性。

# 3.7 纤维的力学性能分析

表1是琼胶纤维及琼胶/SiO2复合纤维的力学性能参数,加入纳米SiO2以后,琼胶纤维的断裂强力断裂强度出现先增强后降低,纤维断裂伸长率出现逐渐降低,断裂时间逐渐变短,当SiO2添加量为0.5%时,断裂强力达到0.27N±0.07N,断裂强度达到56.42MPa±15.51MPa,断裂伸长率降低至27.63%±



图 8 琼胶纤维及琼胶/SiO2复合纤维的吸水性

Fig. 8 Water absorbance of the agar and agar/SiO $_2$  blend fibers

注: A: 琼胶纤维; B、C、D、E分别为质量分数 0.5%、1%、1.5%、 2%琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维

表 1	琼胶纤维及琼胶/SiO2复合纤维的力学性能
Tab. 1	1 The mechanical properties of the agar and agar/
	Signal fibors

样品	断裂强力/	断裂强度/	断裂伸长率/	断裂时间/
нн тг	Ν	MPa	%	S
А	$0.20 \pm 0.04$	46.41±8.64	37.22±9.33	22.34±5.60
В	$0.27 \pm 0.07$	56.42±15.51	27.63±12.01	16.58±7.21
С	0.25±0.05	51.87±10.86	16.53±11.96	9.92±7.18
D	$0.24 \pm 0.06$	47.32±14.67	12.13±6.09	7.39±3.65
Е	0.11±0.03	20.93±6.76	10.11±4.12	5.32±2.57

注: A: 琼胶纤维; B、C、D、E分别为质量分数 0.5%、1%、1.5%、 2%琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维

12.01%, 当添加量为 1%时, 断裂强力断裂强度开始 降低。添加量为 2%时断裂强力下降至 0.11 N±0.03 N, 断裂强度降低至 20.93 MPa±6.76 MPa, 断裂伸长率 10.11%±4.12%; 说明适量纳米 SiO<sub>2</sub>的添加可以增强 纤维的机械强度, 过量的添加会导致纤维的强度降 低, SiO<sub>2</sub> 含量的增加断裂时间出现逐渐降低表明纤 维脆性增加, 这可能是过多的添加量影响到了大分 子链之间的连续性。

# 3.8 纤维的热稳定性分析

琼胶/SiO<sub>2</sub> 复合纤维的热稳定性通过热重进行分析,纤维的 TG 和 DTG 曲线如图 9 所示,重量损失的 第一步发生在 50~150℃,这与吸收水和结合水的蒸发 有关。重量损失的第二步发生在 160~320℃,这与糖苷



键的热破坏和和羟基的消除有关<sup>[13]</sup>,当纤维的重量损 失超过 50%后,热重曲线趋于平缓,随着纳米 SiO<sub>2</sub> 添 加量的增加,复合纤维的残余重量逐渐高于琼胶纤维, 这说明纳米 SiO<sub>2</sub>的加入提高了纤维的热稳定性。



图 9 琼胶纤维及琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维的 TG 和 DTG 图 Fig. 9 TG and DTG thermograms of the agar and agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers 注: A: 琼胶纤维; B、C、D、E 分别为质量分数 0.5%、1%、1.5%、2%琼胶/SiO<sub>2</sub>复合纤维

# 4 结论

本文利用纳米 SiO<sub>2</sub> 与传统琼胶纺丝液共混,通 过湿法纺丝技术制备了琼胶/SiO<sub>2</sub> 纳米复合纤维,黏 度测试表明纺丝液在室温具有良好的流动性,SEM 显示复合纤维下有良好的形态,颜色呈灰白色,刚 性增加,表面及截面出现 SiO<sub>2</sub>附着,传统琼胶纤维 断裂强度为 46.41±8.64 MPa,而添加质量分数 0.5% SiO<sub>2</sub> 的复合纤维断裂强度能达到 56.42±15.51 MPa。 同时,纤维热稳定性增强。适当添加纳米 SiO<sub>2</sub> 使可 以提升琼胶纤维的力学性能,改善琼胶纤维的吸水 性和热稳定性。由于琼胶的良好生物容性,可降解等 特点,琼胶/SiO<sub>2</sub> 复合纤维可作为功能性纤维在生物 医用方面有潜在的应用前景。

#### 参考文献:

- 纪明侯. 海藻化学[M]. 北京: 科学出版社, 1997: 29-33.
   Ji Minghou. Sea weed Chemistry[M]. Beijing: Science Press, 1997: 29-33.
- [2] Knutsen S H, Myslabodski D E, Larsen B, et al. A modified system of no menclature for red algal galactans[J]. Botanica Marina, 1994, 37: 163-169.
- [3] 薛志欣,杨桂朋,王广策,龙须菜琼胶多糖的提取方 法研究[J].海洋科学,2006,30(8):71-77.
   Xue Zhixin, Yang Guipeng, Wang Guangce. Study on extraction method of agar from *Gracilaria lemaneiformis*[J]. Marine Sciences, 2006, 30(8): 71-77.

- [4] 汪春牛,时杰,葛思思,等.卡拉胶与琼胶提取工艺的研究进展[J].海洋科学,2012,36(6):122-126.
  Wang Chunniu, Shi Jie, Ge Sisi, et al. Progress of extraction of the carrageenan and agar[J]. Marine Sciences, 2012, 36(6): 122-126.
- [5] Fatemeh P S, Mojgan I, Sara S, et al. Bioaerogels: Synthesis approaches, cellular uptake, and the biomedical applications[J]. Biomedicine & Pharmacotherapy, 2019, 111, 964-975.
- [6] Wang Q Q, Liu Y, Zhang C J, et al. Alginate/gelatin blended hydrogel fibers cross-linked by Ca<sup>2+</sup> and oxidized starch: Preparation and properties[J]. Materials Science and Engineering: C, 2019, 99, 1469-1476.
- [7] Shi G J, Xue Z X, Yan T B, et al. Research on preparation and characterization of agar fiber[J]. Science Technology and Engineering, 2013, 13(8): 2182-2185.
- [8] 刘晶晶,薛志欣,燕苗,等.后处理方式对琼胶纤维 性能的影响[J].高分子学报,2018,10:1345-1350.
   Liu Jingjing, Xue Zhixin, Yan Miao, et al. Effect of post-treatment on the properties of agar fibers[J]. Acta Polymerica Sinica, 2018, 10: 1345-1350.
- [9] Mataram A, Ismail A F, Mahmod D S A, et al. Characterization and mechanical properties of polyacrylonitrile/ silica composite fibers prepared via dry-jet wet spinning process[J]. Materials Letters, 2010, 64(17): 1875-1878.
- [10] 李慧媛, 吴清林, 周定国. 纳米 SiO<sub>2</sub>/纳米纤维素复合材料制备及性能分析[J]. 农业工程报, 2015, 31(7): 299-303.

Li Huiyuan, Wu Qinglin, Zhou Dingguo. Preparation and property analysis of cellulose nano-fibril and nanosilicon dioxide commposites[J]. Transactions of the



Chinese Society of Agricultural Engineering, 2015, 31(7): 299-303.

- [11] Yang M L, Xia Y Z, Wang Y X, et al. Preparation and property investigation of crosslinked alginate/silicon dioxide nanocomposite films[J]. Journal of Applied Polymer Science, 2016, 133: n/a-n/a
- [12] Liu J J, Xue Z X, Zhang W W, et al. Preparation and

properties of wet-spun agar fibers[J]. Carbohydrate Polymers, 2018, 181, 760-767.

[13] Hou X B, Xue Z X, Xia Y Z, et al. Effect of SiO<sub>2</sub> nanoparticle on the physical and chemical properties of eco-friendly agar/sodium alginate nanocomposite film[J]. International Journal of Biological Macromolecules, 2019, 125, 1289-1298.

# Preparation and properties of agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers

WU Da-wei<sup>1</sup>, YAN Ting-bo<sup>2</sup>, LI Teng-fei<sup>1</sup>, WANG Ying-xia<sup>3</sup>, XIAO Yu-bin<sup>1</sup>, XUE Zhi-xin<sup>1</sup>, XIA Yan-zhi<sup>1</sup>

(1. College of Chemistry and Chemical Engineering, Institute of Marine Biobased Materials, State Key Laboratory of Bio-fibers and Eco-textiles, Qingdao University, Qingdao 266071, China; 2. Prospect Human Resources Co., Ltd., Qingdao 266071, China; 3. Institute of Oceanology, Chinese Academy of Sciences, Qingdao 266071, China)

**Received:** Feb. 13, 2020 **Key words:** wet spinning; rheology; agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers; mechanical properties

Abstract: Agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers were successfully prepared by the wet-spinning process. The dispersion of agar in solution, the rheological properties of the spinning dope, and the morphology and chemical structure of the fibers were characterized by dynamic light scattering, the rotation viscometer, scanning electron microscopy, Fourier-transform infrared spectroscopy, and X-ray diffraction. The properties of mechanical strength, thermal stability, and water adsorption of the fibers were determined. The results showed that the agar molecules were distributed in nano-scale in solution, the spinning dope featured good fluidity, and the agar/SiO<sub>2</sub> blend fibers had a fine uniform morphology. With an increase in the SiO<sub>2</sub> concentration, the mechanical strength of the blend fibers first increased slightly and then decreased, the water absorbance of the blend fibers decreased, and the thermal stability of the blend fibers increased.

(本文编辑:康亦兼)