

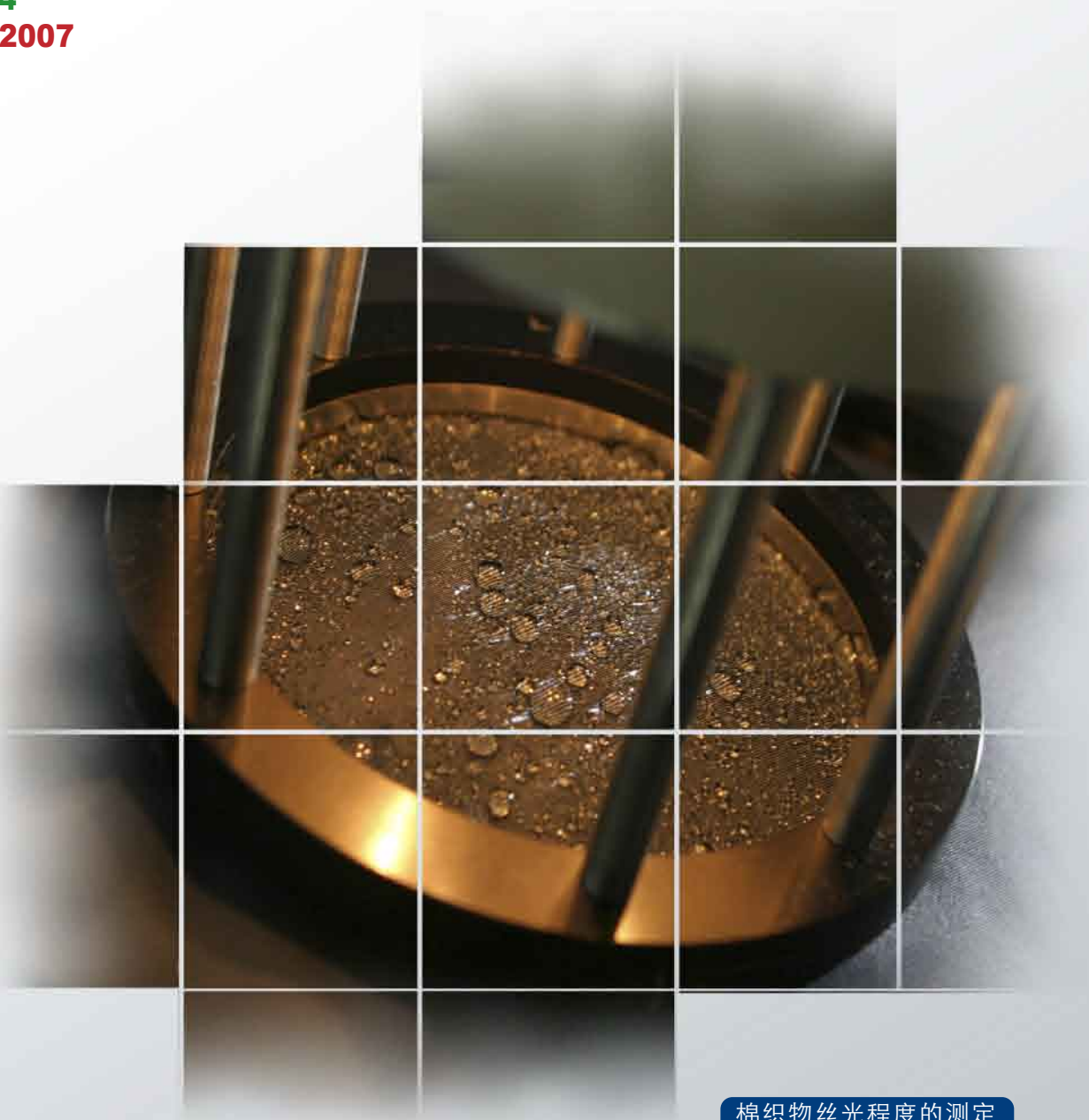
Intertek

<http://www.intertek-labtest.com.cn>

天祥技刊

24

Feb. 2007



棉织物丝光程度的测定

再生纤维素纤维鉴别方法概述

扫描电子显微镜的基本原理

及其在特种动物纤维鉴别上的应用

棉织物丝光程度的测定

一. 棉织物的丝光

棉织物的丝光加工是提高产品品质和附加值的重要手段之一。棉织物的丝光是在碱溶液中，在一定张力的作用下使织物中的棉纤维的形态结构和超分子结构发生变化，从而获得丝一般光泽的加工处理过程。丝光的对象多为棉、维 / 棉、涤 / 棉，丝光后的织物除可获得良好的光泽外，对染料的吸附能力也有所增加，尺寸稳定性增强，强力及弹性也有所改善。



二. 棉纤维的形态结构

2.1 未经丝光的棉纤维的形态结构

成熟棉纤维的纵向呈扁平带状，具有天然扭曲的特性。横截面呈腰果状，由较薄的初生胞壁、较厚的次生胞壁和中空的胞腔组成。图 1 和图 2 分别为未经丝光的棉纤维的纵向形态及横向截面的 SEM 照片。

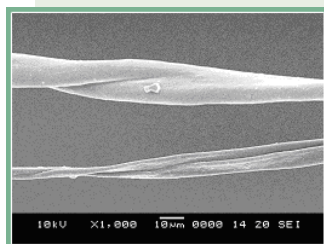


图 1 丝光前棉纤维的纵向形态

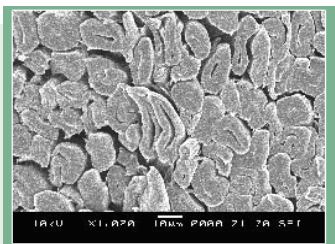


图 2 丝光前棉纤维的横向截面

2.2 丝光后棉纤维的形态结构

丝光后棉纤维纵向的天然扭曲和表面的皱纹几乎消失，纤维变成十分光滑的圆柱体。横截面由腰果形转变为圆形或近似圆形，具体形状视丝光程度而定。同时，纤维的胞腔收缩，完全丝光的棉纤维胞腔几乎缩为一点。在扫描电镜下观察丝光后棉纤维的纵向形态及横向截面见图 3 和图 4。

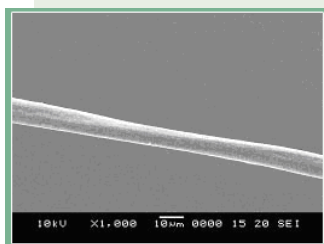


图 3 丝光后棉纤维的纵向形态

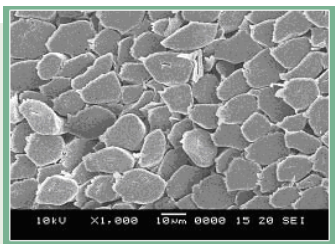


图 4 丝光后棉纤维的横向截面

三. 棉纤维的丝光原理

3.1 纤维的吸湿和溶胀

棉纤维在水溶液中具有一定的吸湿性。天然纤维及再生纤维素纤维由于含有较多的亲水基团，吸湿性都较好，棉纤维即具有这种天然的特性。当然，纤维的吸湿性还与其物理结构有关。因为吸湿主要发生在纤维的无定形区和结晶区的表面，无定形的比例越大，吸湿性越强。如果纤维在吸湿的同时还伴有体积的增大，我们称之为溶胀。各种纤维吸湿后溶胀的程度是不一样的，吸湿高的纤维溶胀程度大，棉纤维吸湿后截面积可增大 50% ~ 70%。纤维由于吸湿而发生的溶胀现象基本是可逆的。纤维的可溶胀性是纤维非常重要的一个性质，染整加工过程中的许多工序都是借助于这一性质来实现的。

3.2 棉纤维的丝光原理

一般情况下，稀烧碱(10% 以下)溶液可使棉纤维发生可逆的溶胀，即水洗去碱后，纤维还能基本回复原来的形态。而当棉织物在一定的张力及 18% ~ 25% 浓烧碱溶液的作用下，棉纤维则发生不可逆的剧烈溶胀，这一现象主要与棉纤维的超分子结构在不同的溶剂中所发生的不同变化密切相关。棉纤维在水和浓碱溶液中的溶胀原理是不同的，水仅限于拆散无定形区分子间的结合力，而浓碱则能深入到纤维的结晶区，部分地克服晶体内的结合力，使晶格发生一定程度的改变。水洗去碱后，分子链便不可能完全回复到原来的状态，从而使纤维的形态结构和超分子结构发生不可逆的变化。利用这种性能获得的纺织品整理效果是持久的。

关于棉纤维在浓碱溶液中产生不可逆溶胀的原因，有好几种观点，一般主要认为：棉的纤维素大分子上的羟基在浓碱溶液中可与氢氧化钠形成纤维素钠盐，由于钠离子是水化能力很强的离子，当它与纤维素结合时，会有大量的水份被带入纤维的内部，从而引起纤维的剧烈溶胀。

四. 棉织物丝光后的性能：

4.1 光泽

纤维表面的扭曲及皱纹基本消失，在张力的作用下，变成十分光滑的圆柱体，对光的漫反射减少，有规则的反射增加，使织物表面呈现光泽。

4.2 吸附能力

棉纤维溶胀后，晶格参数发生改变，部分的晶区转化为无定形区。由于无定形区的增大，纤维的吸附能力提高，使织物更易染色。对其它化学试剂的吸附能力也有所提高，如对氢氧化钡的吸附能力，基于棉丝光后的这一特性可以对其丝光程度进行一定的分析判定。

4.3 尺寸稳定性

棉纤维经丝光溶胀后，纤维的形态结构和超分子结构发生了变化，并形成了新的稳定的结构形态，经水洗去碱后，已重新形成的纤维间氢键将不再发生大的变化，使织物的尺寸稳定性增加。

4.4 强力

由于丝光是在一定张力的作用下进行的，纤维分子的取向度有所提高，纤维超分子结构变得比较均匀，纤维表面的不均匀性得到一定程度的消除，从而减少了薄弱环节；同时，分子取向度的提高使纤维内应力均匀分布，减少了因应力集中而在拉伸时易断裂的影响因素，增强了纤维的强度，从而使织物强力得到改善。另外，由于纤维的溶胀，使织物的结构更加密致，也是使织物强力增加的重要因素。

五. 棉织物丝光程度的检测

5.1 丝光棉丝光程度测试方法的基本原理

织物的丝光程度会对其后道的染色和整理加工过程产生直接的影响。由于吸附能力的变化，经丝光处理的织物对后道染色所需的染料、助剂用量以及其它性能开发的处理工艺都会有所变化。研究表明，经丝光处理的棉织物对氢氧化钡的吸附能力会随着丝光程度的不同而存在一定的线形关系。由此，我们可以借助这一关系，建立一个科学有效的测定方法以判断棉织物的丝光程度，从而为后道的染整加工提供有用的信息。

该方法的基本原理：将经过丝光处理的样品及未经丝光处理的标准棉分别浸在相同浓度的氢氧化钡溶液中处理相同的一段时间，然后各自吸取一定量的氢氧化钡浸渍液，分别用标准盐酸溶液滴定。由于丝光前后棉纤维无定形区大小不同，丝光后的棉纤维无定形区明显增大，对氢氧化钡的吸附能力较强，而未经过丝光的棉纤维则表现相反。根据氢氧化钡浸渍液中氢氧化钡浓度的变化，计算出分别被样品和标准棉吸附的氢氧化钡的量。我们将被样品吸收的氢氧化钡的量和被标准棉吸收的氢氧化钡的量的比值的一百倍称之为“钡值”，并以此来表示丝光棉的丝光程度。钡值在 100 ~ 105 之间，没有丝光；钡值在 105 ~ 150 之间，部分丝光；钡值大于 150，完全丝光。

本文介绍的钡值法测量棉织物丝光程度的原理及实验方法，可以应用于一般的棉纱或棉织物的丝光程度测定，但对纤维表面有耐久整理剂的织物，该方法则不适用。

再生纤维素纤维鉴别方法概述

Labtest 王国强

一、 再生纤维素纤维的发展现状

再生纤维素纤维指利用自然界中存在的含有纤维素的物质如棉短绒、木材、甘蔗渣、芦苇等为原料制成的人造纤维。目前再生纤维素纤维仍以粘胶为主，但其他类型纤维素纤维的产量也逐渐增加，这些再生纤维素纤维有莱塞尔纤维、莫代尔纤维、醋酸纤维、竹浆纤维和铜氨纤维等。再生纤维素纤维具有与棉花一样的化学成分，并显示出比棉花更多的优点，不但能适应各种加工工艺的变化，且能改变制成品的性能。其成功之处在于制造技术上的突破和适应时装变化发展的能力。尤其是莱塞尔纤维，以其制作工艺简单，原料价格低，几乎没有污染的生产过程和极高的市场价值为再生纤维素纤维的进一步发展奠定了基础。由于很多再生纤维素纤维是新产品，目前对这些新型纤维性能的认识尚不全面系统，对这些新型纤维产品进行鉴别还缺乏统一的标准。本文对这几种纤维的性能和鉴别方法进行了介绍。

二、 各种再生纤维素纤维鉴别方法

2.1 纤维横向和纵向的显微镜观察法

通过显微镜来观察纤维外形和截面形状，或配合其他的鉴别方法，可以比较正确地区分不同种类的再生纤维素纤维。显微镜方法简便易行，制样要求不高，而且节省时间，即使不能完全确定纤维的种类，但可以为进一步的准确性打下基础。

表一 再生纤维素纤维的横纵截面特征

纤维种类	纤维纵向形态	纤维横截面形态	备注
莱塞尔纤维	表面光滑, 细度均匀	均匀圆形	
粘胶纤维	纵向有多条细沟槽 细度不匀, 有少量转曲	不规则锯齿形	
莫代尔纤维	纵向有一、两条沟槽	腰果型	
竹浆纤维	有多条较浅的沟槽	边缘呈不规则锯齿形	无光铜氨纤维中加入二氧化钛消光剂而使横截面有很多黑点
铜氨纤维	表面光滑, 细度均匀	均匀圆形	
醋酸纤维	纵向有一、两条沟槽	三叶形	

2.2 染色和褪色法定性鉴别纤维

在一般情况下, 人造纤维表皮层结构比皮芯层紧密, 且具有更高的取向度和均匀的微晶结构, 在水中的膨润度较低。如果将纤维切片浸入到染液中, 在一定时间内染液不易渗透进入纤维表皮层, 但很容易从纤维末端渗透到皮芯层, 这种现象被称为“各向异性差异”, 它说明纤维截面中染液对皮芯层有选择性上染。在室温条件下经过长时间上染, 染料也可以渗透到表皮层; 如果温度上升明显, 染液就会透过表皮进入芯部, 上染速度会更快, 在平衡吸附后, 纤维内外层均可上色。当纤维上色时, 通常芯层要比表皮层着色更深, 当上色达到饱和时, 经过水洗, 芯层很容易褪色, 而表皮层却可以保持着色状态。这些现象都可作为表皮层对染料选择性上色的根据, 并以此提供了简单的鉴别方法。普通粘胶纤维与莫代尔纤维染色后的皮芯结构是不一样的, 因为莫代尔纤维的聚合度较高, 因此莫代尔纤维的芯层上染和褪色都比粘胶纤维慢, 因此可以通过染色褪色法对这两种纤维进行鉴别。莱塞尔纤维有一层很薄的表皮层, 而铜氨纤维没有皮芯结构。

2.3 纤维的原纤化法

原纤化现象是指在热湿处理的过程中, 由于纤维的膨胀和机械张力的作用, 单个原纤沿纤维轴向劈裂, 原纤从纤维表面分离出来, 在纤维主干上形成短的或长的毛羽。原纤化是莱塞尔纤维所具有的一大特性。原纤化产生的原因是莱塞尔纤维具有较高的轴向取向度, 微原纤间的横向结合力较弱, 在湿态下纤维的高度膨化更加减弱了这种结合力。这种结合力的减弱使纤维在自身或金属的摩擦作用下, 皮层纤维脱落, 残留的皮层纤维纵向开裂, 形成较长的不均匀的原纤茸毛。在水中给莱塞尔纤维施以外力 (搓洗), 便可以产生原纤化现象, 这种现象随外力作用的增大和水温升高更加明显, 原纤从纤维中析出的越多。采用这种可以有助于莱塞尔纤维的定性分析。

2.4 药品着色法

药品着色法的试验原理是将纤维放在试剂中显色, 根据颜色的差别来鉴别纤维。试剂为 I-KI 试剂。不同纤维的着色反映如表二

表二 再生纤维素纤维的着色反映结果

纤维类型	着色反映	
	干 态	湿 态
莱 塞 尔	黑 蓝 青	黑 蓝 青
莫 代 尔	黑 蓝 青	黑 蓝 青
粘胶纤维	黑 蓝 青	黑 蓝 青
竹浆纤维	黑 蓝 青	黑 蓝 青

通过着色反映的结果来看。莫代尔纤维的着色反映比较特别,可以通过这种方法对莫代尔纤维定性。

2.5 X 射线衍射法

纤维取向度是纤维在拉伸过程中微晶体产生的方向效应,即取向效应。取向度就是表示纤维的晶体轴沿着拉伸方向排列的平行程度或择优取向程度。莱塞尔纤维的取向度高达 0.99,莫代尔纤维的取向度为 0.60,粘胶纤维的取向度为 0.51。由于莱塞尔纤维的取向与其他再生纤维素纤维的有很大的差异,大于 X 射线衍射法的精确度范围,因此可以通过 X 射线衍射法对莱塞尔纤维进行定性。

三、 小结

综合各种方法来看显微镜法是鉴别纤维素纤维简单有效的方法。由于它们独特的外形结构,用光学显微镜对未染色的纤维素纤维进行纵横向的直接观察就可鉴别出粘胶纤维、醋酸丝束纤维和腰果形截面的莫代尔纤维;对于粘胶和莫代尔纤维,还可以通过观察粘胶纤维与莫代尔纤维的皮芯上染及褪色时的现象不同来区分;由于莱塞尔纤维具有非常高的取向度和容易原纤化的特性,可以区分莱塞尔纤维与铜氨纤维和圆形莫代尔纤维;还可以利用莫代尔纤维在药品着色试验中的特殊反映对其进行定性。

扫描电子显微镜的基本原理

徐新宇 杨璐源

及其在特种动物纤维鉴别上的应用

0 引言

特种动物纤维是指除绵羊毛以外的其它动物纤维。目前,在我国的毛纺产品中,使用较多的特种动物纤维主要有羊绒、兔毛、驼绒、牦牛绒、羊驼毛和马海毛等。特种动物纤维制成的纺织品除了手感柔软,保暖性好以外,还具有有一些特殊的服用性能及外观效果。特种动物纤维较之羊毛纤维而言产量较少,因此价格也比较昂贵,尤其是被誉为“纤维钻石”的羊绒纤维。

对于特种动物纤维的鉴别,一直以来主要是借助投影光学显微镜,在 500 倍的条件下,检验人员凭借自己的经验,根据纤维鳞片形态的细微差异,尤其是光泽,来加以判别,其检验结果的准确性在很大程度上依赖于检验人员的经验,是一个主观检验。因此,对于相同的样品在不同的实验室检验,发生差异的情况也屡见不鲜。

近年来,随着超细羊毛的出现和纤维改性技术的提高,再加上牛绒、驼绒、紫羊毛和紫羊绒等都是有色纤维,色素的存在掩盖了鳞片的形态,使得在投影光学显微镜下辨别纤维的难度更加提高,尤其是土种绵羊毛中有部分纤维其鳞片形态特征与羊绒相差无几。然而,随着扫描电子显微镜的日益普及,国内外的许多检验人员开始利用扫描电子显微镜对动物纤维进行观察研究,通过对特种动物纤维鳞片结构参数的测量,减少对纤维的误判,使单纯的主观检验向主客观相结合的方向发展,是特种纤维检验技术的重大进步。

1 扫描电子显微镜(Scanning Electron Microscope 简称 SEM)的基本原理

扫描电子显微镜是介于透射电镜和光学显微镜之间的一种微观观察手段,可直接利用样品表面的材料物性进行微观成像。当电子束轰击到样品上之后与样品的原子核及核外电子发生相互作用后,产生二次电子、背散射和特性 X 射线等物理信息。

一般只有在离试样表面 10nm 内产生的二次电子才能被检测到,因此二次电子适宜于对样品表面形状加以观察,所得纤维图像立体感强,形态逼真,尤其是对一些有色纤维。背散射和特性 X 射线发生在比二次电子深层的地方,可分别用于观察样品组成和元素分析。

扫描电子显微镜二次电子成像的基本原理及结构如下:

自动电子枪→阳极→聚光镜→聚光镜光栏→聚光镜→物镜光栏→扫描线圈→物镜→样品→二次电子检测器→成像

其中自动电子枪可以改变加速电压。阳极可改变电子能量，而聚光镜和聚光镜光阑则控制探头电流和分辨率。分辨率是扫描电子显微镜的主要性能指标，对微观而言，它是指能分析的最小区域；对成像而言，它是指能分辨两点之间的最小距离。电子束斑直径越小，分辨率越高，一般二次电子的分辨率约为3nm-10nm。物镜光阑逐级改变速流大小，用于物镜聚焦图像，扫描线圈采取逐点扫描方式，引起表面凹凸不平的纤维激发出各种能量信号，其中能量<50eV的二次电子到达二次电子检测器，形成二次电子信号。



在扫描电子显微镜中，二次电子检测器一般安装在与入射电子束垂直的方向上，倾斜表面会比一般表面放射数量更多的二次电子。根据这一原理可知，对于同一入射电子束，由于样品表面的光滑程度不同，所激发的二次电子强度也不相同，所形成的二次电子信号也会随纤维表面形态的不同而变化，产生强弱不同的信号反差。经视频放大器进一步放大后，调制显像管亮度，从纤维表面任意一个特定点检取的二次电子信号，将一一对应地调制显像管相应的亮点，其亮度与激发后的电子能量成正比，这样荧光屏上就显示出一幅反映纤维表面形态的图像。

通过调节电子探头的扫描宽度，可以使样品上扫描的幅面很小，从而达到放大的目的，扫描电子显微镜的放大倍数在很广泛的范围内可以自由方便地调节，一般从25倍到30万倍，有的甚至更高。

在不同的放大倍数下，除了能清晰地观察动物纤维的鳞片特征，还能自由地选择不同的放大倍数进行鳞片厚度、径高比和鳞片密度的测量，在一定程度上，可以进行量化鉴别。

3.1 鳞片厚度

鳞片厚度是指鳞片边缘的高度。1983年Kush和Arns利用扫描电子显微镜观察发现：羊毛的鳞片厚度要明显高于他们检测的所有其它特种动物纤维，Wortmann继Kush和Arns之后继续对多达29种纤维（包括羊毛、阿富汗羊绒、蒙古羊绒、中国羊绒以及马海毛、驼绒、牦牛绒和羊驼毛等）在鳞片厚度上进行了对比观察，得出了一个结论：如果一种纤维的鳞片厚度 $>0.55\mu\text{m}$ 则应认为是羊毛，而特种动物纤维应 $<0.55\mu\text{m}$ 。这一研究成果已被IWTO-58-00采用，该标准提出在根据鳞片厚度值鉴别羊毛和特种动物纤维时，还需要考虑鳞片密度和鳞片形态，因此如果单纯从纤维的鳞片高度值来评判羊毛和特种动物纤维，难免会有一定的局限性。

3.2 鳞片径高比

鳞片径高比是指纤维直径与鳞片高度的比值，鳞片高度是沿纤维轴向相邻两鳞片边缘间的距离。由于马海毛和羊驼毛纤维直径离散大，因此径高比离散也大，在实际应用中没有意义，在此不作探讨。

试验显示，一般羊绒纤维的平均径高比 <1.1 ，径高比的范围在0.66~1.28之间；羊毛纤维的平均径高比 >1.3 ，径高比的范围在1.1~2.69之间；驼绒的平均径高比与羊绒极为相似，同样都是 <1.1 ；牛绒和兔毛的径高比明显大于羊绒和驼绒纤维，尤其是牛绒纤维的径高比都比羊绒纤维大，最大值为1.31，也大于羊绒中的最大值1.28。随着纤维直径的变大，径高比有变大的趋势。

3.3 鳞片密度

鳞片密度是指单位长度内的鳞片个数。根据试验显示，羊绒、驼绒和马海毛的鳞片密度较为接近，小于70个/毫米，尤其是羊绒和驼绒几乎完全相同，羊毛和牛绒较为接近，将近90个/毫米，兔毛和羊驼毛的鳞片密度比较大，大于100个/毫米，

从小到大依次为羊绒、驼绒、马海毛 > 羊毛、牛绒 > 兔毛、羊驼毛。同时 动物纤维的鳞片密度范围跨度较大,且重叠范围也较大。

4 多种参数的综合运用

综上所述,通过运用鳞片形态、鳞片厚度、径高比和鳞片密度四个结构特征可以对动物纤维进行较为准确地鉴别。虽然某些纤维在某些参数上存在一定的交叉,但是还没有二种动物纤维的四个结构特征是完全相同的。

在进行纤维鉴别时,对于一些共性较多的动物纤维需要灵活运用以上四个结构特征。例如,羊绒和驼绒纤维的鳞片厚度、径高比和鳞片密度很接近,但是在扫描电子显微镜下,由于没有色素干扰,鳞片形态清晰可见,图 3、4 分别是羊绒和驼绒的纤维照片,从图中可以看出,羊绒纤维的鳞片呈环状,紧贴毛干,纤维表面光滑,而驼绒的纤维鳞片边缘呈斜条状,表面粗糙不平。



图 3 羊绒纤维

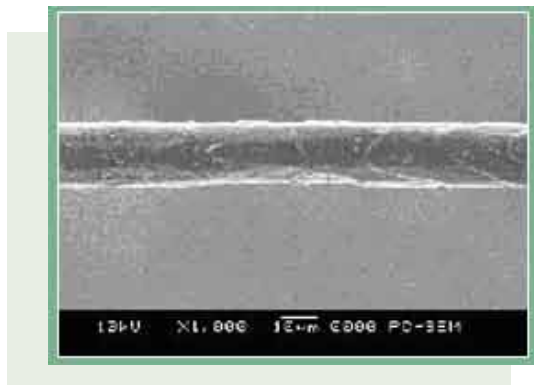


图 4 驼绒纤维

牛绒和羊绒纤维(见图 5)在形态上非常相似,其棕色色素点覆盖在纤维表面,在普通投影显微镜下,鳞片模糊较难鉴别。但是通过测量发现,牛绒纤维的鳞片径高比和鳞片密度要明显大于羊绒纤维。

土种绵羊毛,中有一定比例的纤维其鳞片形态与羊绒相差无几,如图 6 所示,如果单纯依靠鳞片形态进行鉴别,很容易使实验结果产生偏差,但是借助扫描电子显微镜可以发现羊绒纤维表面光滑,而土种绵羊毛则表面粗糙,如果再结合土种绵羊毛的鳞片厚度和径高比,可以较为准确地区分这二种纤维。



图 5 牛绒纤维

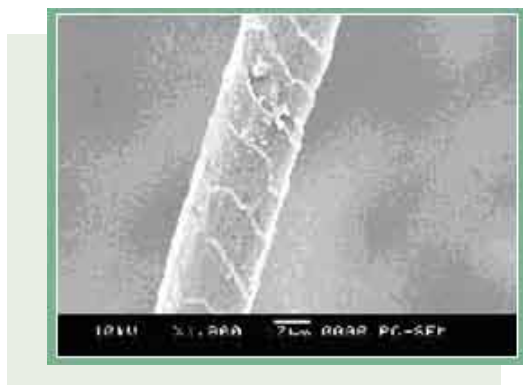


图 6 土种绵羊毛

5 结论

- (1) 运用扫描电子显微镜可以清晰逼真地观察特种动物纤维的鳞片形态特征,尤其是一些有色纤维。
- (2) 对于单根纤维的鉴别,在观察鳞片形态特征的同时,可以借助扫描电子显微镜的测量功能,结合鳞片厚度、径高比和鳞片密度三个参数进行综合判别。依据某一个参数来鉴别,将影响鉴别的准确性,因为有些动物纤维的鳞片结构参数非常相近。
- (3) 对于不同的特种动物纤维,可以结合不同的鳞片结构参数进行判别。

The Intertek logo consists of the word "Intertek" in a white, sans-serif font, centered within a dark blue rounded rectangle.

Intertek Group

天祥·上海 SHANGHAI

电话 (Tel) : (86 21) 6120 6060
传真 (Fax) : (86 21) 6485 0559/6485 0592
E - m a i l : textile.shanghai@intertek.com

天祥·无锡 WUXI

电话 (Tel) : (86 510) 8821 4567
传真 (Fax) : (86 510) 8820 0428
E - m a i l : wuxi@intertek.com

天祥·宁波 NINGBO

电话 (Tel) : (86 0574) 8818 3650
传真 (Fax) : (86 0574) 8818 3657
E - m a i l : intertek.ningbo@intertek.com

天祥·杭州 HANGZHOU

电话 (Tel) : (86 0571) 8679 1228
传真 (Fax) : (86 0571) 8679 0296
E - m a i l : intertek.hangzhou@intertek.com

天祥·天津 TIANJIN

电话 (Tel) : (86 22) 8371 2202
传真 (Fax) : (86 22) 8371 2205
E - m a i l : labtest.tianjin@intertek.com

天祥·广州 GUANGZHOU

电话 (Tel) : (86 20) 8396 6868
传真 (Fax) : (86 21) 8222 7490
E - m a i l : labtest.guangzhou@intertek.com