



中华人民共和国国家标准

GB/T 14593—2008
代替 GB/T 14593—1993

山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量 分析方法 扫描电镜法

Quantitative analysis method of cashmere, wool and their blends—
Scanning electron microscope method

2008-08-20 发布

2008-12-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 14593—1993《山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量分析方法》。

本标准与 GB/T 14593—1993 相比主要变化如下：

- 增加了“2 规范性引用文件”；
- 修改了有关“鳞片密度、鳞片厚度”定义中相关的英文表达(1993 版的 2.4、2.5；本版的 3.2、3.3)；
- 将原标准的“方法提要”修改为“原理”，并修改了文字叙述(1993 版的第 3 章；本版的第 4 章)；
- 修改了各种状态样品的准备方法，并将用以制取纤维检测样的纤维小段的长度修订为 0.4 mm；并且添加了注意事项(1993 版的 7.1～7.4 以及 7.5；本版的 8.1～8.4 以及 8.3 的注)；
- 修改了需要测量细度的纤维根数，由原来的每根必测减少为每组分纤维测量 120 根(1993 版的 8.3；本版的 9.3)；
- 计算结果的表述修改为纤维含量的计算，增加了直径和均方差的计算公式(1993 版的第 9 章；本版的第 10 章)；
- 将固定格式的检测报告删除(1993 版的第 10 章)；
- 附录 A 内增加了非典型性羊绒外观形态特征的描述及相应的扫描电镜图片(本版的图 A.1～图 A.8)，同时增加了本标准适用范围内的其他特种动物纤维的扫描电镜图片(本版的图 A.9～图 A.14)；
- 附录 B 内新增了驼绒、马海毛及牦牛绒的纤维密度数据并修改了山羊绒的密度数据(本版的表 B.1)。

本标准的附录 B 为规范性附录，附录 A 为资料性附录。

本标准由中国纤维检验局提出并归口。

本标准主要起草单位：内蒙古纤维检验局、内蒙古鄂尔多斯羊绒集团有限公司。

本标准主要起草人：曹渭芳、杨桂芬、邱瑞卿、孟令红、红霞、王翠芳。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 14593—1993。

山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量 分析方法 扫描电镜法

1 范围

本标准规定了使用扫描电子显微镜对山羊绒、绵羊毛及其混合与混纺产品等各类纤维含量进行定量分析的方法。

本标准适用于山羊绒、绵羊毛及其混合纤维与混纺产品。本标准也适用于下列各类纤维及其混纺产品：马海毛、驼绒、兔毛和牦牛绒等。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 8170 数值修约规则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

鳞片 scale

绒毛表面上有规则排列的片状物。

3.2

鳞片密度 scale frequency

沿纤维轴向单位长度内的鳞片个数。

3.3

鳞片厚度 scale height

鳞片末端边缘的高度。

4 原理

扫描电子显微镜利用被聚集的、具有一定能量的电子束在样品表面扫描，激发产生二次电子，获得样品表面形态的扫描图像。依据山羊绒、绵羊毛及其他特种动物纤维的鳞片结构特征，如鳞片形态、鳞片密度和鳞片厚度的差异分辨出各类纤维，并分别记录根数和测得的直径，然后计算出各类纤维的含量（质量分数，%）。

5 试剂与材料

试剂与材料包括：

- a) 乙酸乙酯（分析纯）；
- b) 双面胶纸；
- c) 导电胶；
- d) 金。

6 仪器设备及工具

仪器设备及工具包括:

- a) 扫描电子显微镜;
- b) 真空喷镀仪或溅射仪;
- c) 哈氏切片器或其他类型的纤维切断器;
- d) 直径为 10 mm~15 mm 的玻璃试管;
- e) 直径约 1 mm 的不锈钢棒;
- f) 尺寸大于 15 cm×15 cm 的玻璃板;
- g) 镊子、剪刀;
- h) 铜或铝制样品座。

7 试验条件

7.1 环境条件

7.1.1 相对湿度:小于 70%。

7.1.2 温度:(20±5)℃。

7.2 扫描电子显微镜工作条件

7.2.1 加速电压:5 kV~20 kV。

7.2.2 束流:小于 5.0×10^{10} A。

7.2.3 图像方式:二次电子图像。

7.2.4 二次电子图像分辨率:优于 20 nm。

7.2.5 放大倍数:30 倍~10 000 倍。

8 试样制备

8.1 取样

8.1.1 散纤维

8.1.1.1 将样品总量均匀混合后平铺在试验台上,用镊子在不同部位等量镊取约 50 mg(不少于 20 点),混合均匀并平分成两个试验样品,一份为测试的代表样品,另一份为备样。

8.1.1.2 用纤维切断器把纤维切成 0.4 mm 长的纤维小段,所切纤维小段总量应在 10 mg 左右。

8.1.2 纱线

8.1.2.1 取至少 2 m 长的纱(线)。

8.1.2.2 将纱(线)随机切成 5 cm 长的纱(线)段,从中选取至少 20 段,如有必要,可选取 40 段,平分成两组,一份为测试样,另一份为备样。

8.1.2.3 将所选 5 cm 长的纱(线)段用纤维切断器切成约 0.4 mm 长的纤维小段,所切纤维小段总量应在 10 mg 左右。

8.1.3 机织物

8.1.3.1 避开织物各边至少 3 cm 沿经向及纬向取尺寸为 5 cm×5 cm 的织物小片 3 片,注意取样位置要涵盖整个测试批次的不同部位,使其具有该测试批次的典型代表性。

8.1.3.2 将所取织物小片的经、纬纱线全部拆散并均匀混合后排列整齐。

8.1.3.3 将排列整齐的经、纬向纱线用纤维切断器切成约 0.4 mm 长的纤维小段,所切纤维小段总量应在 10 mg 左右。

8.1.4 针织物

拆出纱线后,按 8.2 所述各步操作。

8.2 混样

将切成约 0.4 mm 长的纤维小段收集并放入直径为 10 mm~15 mm 的玻璃试管内,滴入 1 mL~2 mL 乙酸乙酯,用直径约 1 mm 的不锈钢棒搅拌均匀后,倒在准备好的玻璃板上,大约分布在直径约 10 cm 的范围内。

8.3 移样

将双面胶带纸粘贴在样品座上,用剪刀剪去多余的胶带纸。待玻璃板上的纤维悬混液中的乙酸乙酯蒸发后,将样品座粘有胶带纸的一端轻轻按在玻璃板上(按图 1 所示位置)。混合均匀的纤维段就粘贴在样品座的胶带纸上。

注:如果纤维悬混液中的乙酸乙酯蒸发后,纤维小段全都聚集在一起,则应用刀片将其从玻璃板上刮起并重复 8.2 步骤中关于制取纤维段悬混液的操作。

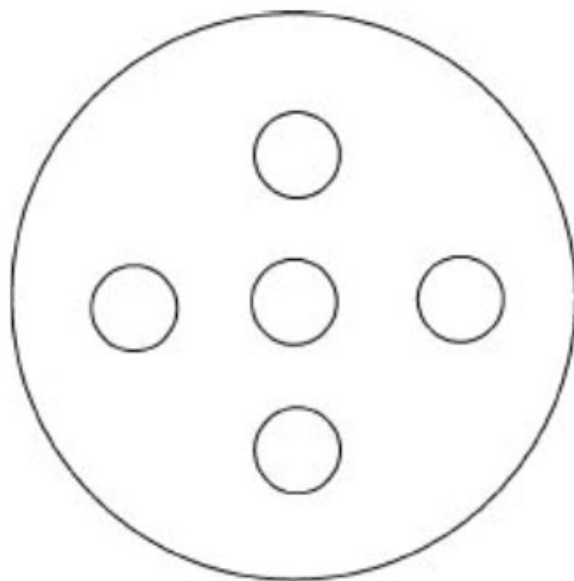


图 1 样品座取样位置排列图

8.4 样品镀膜

将沾有试样小段的样品座用真空喷镀仪或溅射仪在样品上镀上一层约 15 nm~25 nm 厚的金膜。

9 测试

9.1 纤维鉴别

将喷镀后的样品放入仪器的样品室内,使用扫描电子显微镜观察纤维的二次电子图像。

在显示屏上,观察时先在较低的放大倍数下确定所观测样品的位置,然后切换至较高的放大倍数,仔细观测纤维图像。依据山羊绒、绵羊毛和其他动物纤维的鳞片结构特征鉴别纤维的种类(参见附录 A)。

9.2 纤维计数

在 9.1 进行的同时,对各类纤维计数,每个样品座上至少鉴别 200 根,其总数至少为 1 000 根,分别记录下各类纤维的根数。

9.3 纤维直径的测量

在 9.1、9.2 进行的同时或以后,在 1 000 倍放大倍数下测量 5 个样品座上每个组分纤维首先被识别到的前 24 根纤维(不足 24 根的按实际根数计)的直径(以微米表示)。5 个样品座共计测量 120 根纤维的直径。

10 纤维含量的计算

10.1 纤维直径按式(1)计算。

$$\overline{D} = \frac{\sum_{i=1}^n d_i}{120} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$\overline{D}$ ——某一类纤维的平均直径,单位为微米(μm);

d_i ——某一类纤维中第 i 根纤维的实测直径,单位为微米(μm)。

10.2 直径均方差按式(2)计算。

$$S = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (d_i - \overline{D})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

S ——某一类纤维平均直径的均方差,单位为微米(μm)。

10.3 将纤维的根数、平均直径、直径均方差和相应的纤维的密度(见附录 B)代入式(3),计算纤维的含量。

$$X_i = \frac{N_i \times D_i^2 \times S_i}{\sum_{i=1}^n (N_i \times D_i \times S_i)} \times 100\% \dots\dots\dots (3)$$

式中:

X_i ——第 i 类纤维的含量,%;

N_i ——第 i 类纤维的根数;

D_i ——第 i 类纤维的平均直径,单位为微米(μm);

S_i ——第 i 类纤维的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3)。

结果按 GB/T 8170 修约至 1 位小数。

附录 A (资料性附录)

山羊绒、绵羊毛纤维的鳞片结构

A.1 山羊绒纤维鳞片结构

A.1.1 山羊绒纤维特征

毛干上被环状或类似环状的鳞片所覆盖,具体见下述外观形态分类。山羊绒纤维鳞片密度比绵羊毛的鳞片密度要低,单位纤维长度(1 mm)上的平均鳞片密度值范围在 57 个/mm~64 个/mm,平均鳞片密度 60 个/mm 左右。山羊绒纤维鳞片厚度较薄,平均鳞片厚度范围在 $0.30\ \mu\text{m}$ ~ $0.50\ \mu\text{m}$ 之间。

A.1.2 山羊绒纤维鳞片外观形态

A.1.2.1 典型的山羊绒鳞片结构如图 A.1 所示,其特征是绒毛上被环状鳞片所围绕;鳞片边缘线细而清晰,与毛干的倾斜角度小;鳞片表面平而光滑;鳞片暴露部分大,因而鳞片密度小。

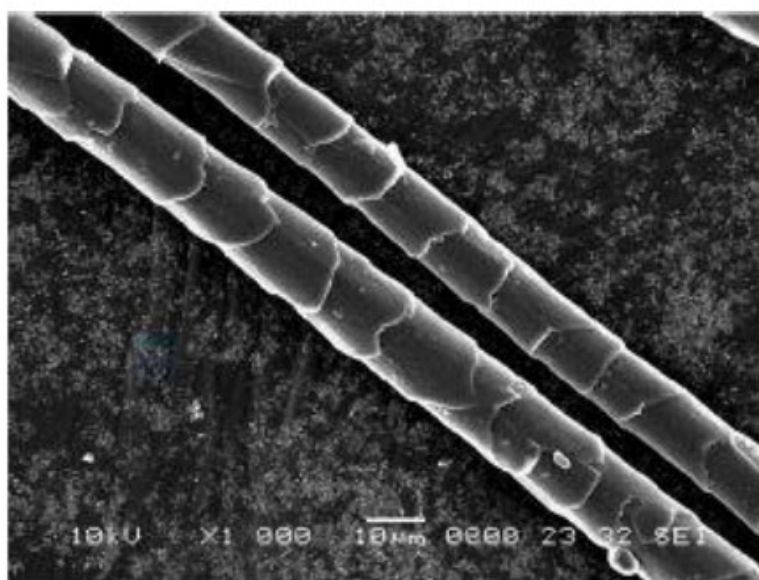


图 A.1 典型山羊绒外观形态

A.1.2.2 变化山羊绒鳞片结构如图 A.2 所示;其特征与典型环状形态的鳞片相比略有不同,鳞片形状有部分不规则,边缘不整齐,或鳞片较密、较厚,但鳞片平整包覆毛干,辉纹不明显,纤维纵向均匀。

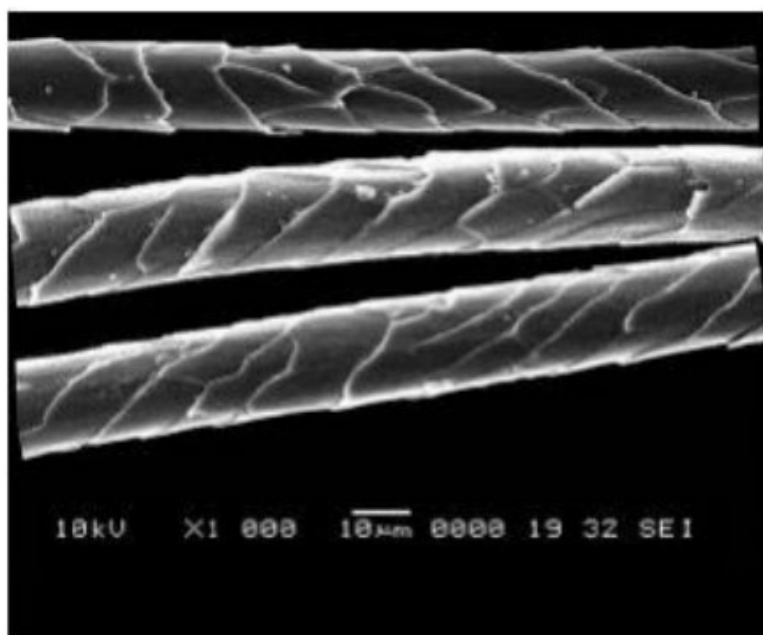


图 A.2 变化山羊绒外观形态

A.1.2.3 变异山羊绒鳞片形态如图 A.3 所示。其形态偏离山羊绒纤维鳞片形态特征。

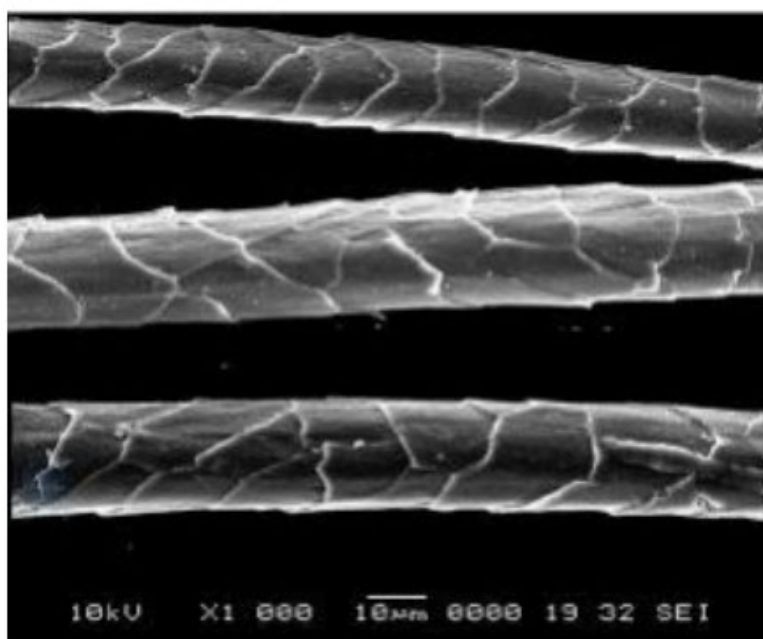


图 A.3 变异山羊绒外观形态

A.1.2.4 山羊绒纤维鳞片厚度的测量见图 A.4。

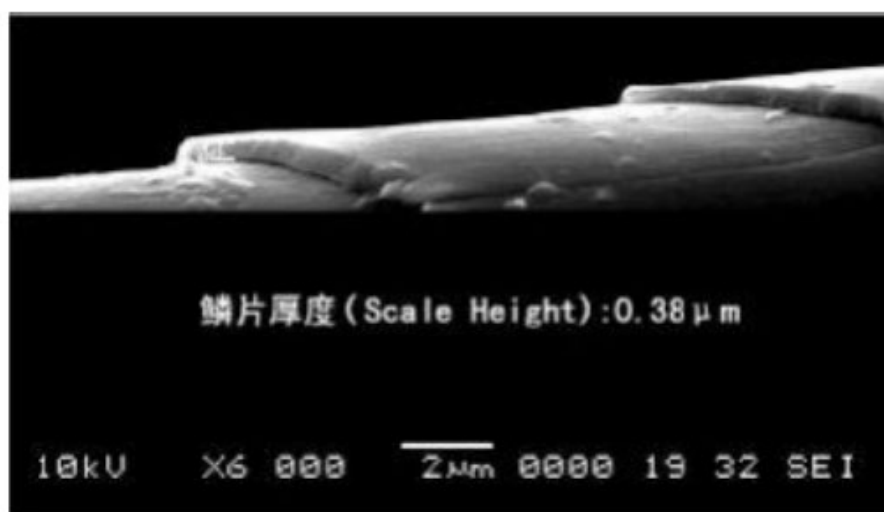


图 A.4 山羊绒鳞片厚度

A.2 绵羊毛纤维鳞片结构

A.2.1 绵羊毛纤维特征

绵羊毛根据其细度范围可分为粗、中、细三种。绵羊毛鳞片结构如图 A.5~图 A.7 所示。绵羊毛鳞片密度大,单位纤维长度(1 mm)的鳞片数目约 90 个左右;绵羊毛的鳞片厚度约 $0.8\ \mu\text{m}$ (见图 A.8)。

A.2.2 绵羊毛纤维鳞片外观形态

A.2.2.1 粗绵羊毛的鳞片结构如图 A.5 所示。其特征是鳞片呈扁形、不规则形或近似方形,暴露面积更大或全部暴露,鳞片仅是相互衔接;鳞片表面粗糙、不光滑,辉纹明显;鳞片边缘线粗而不清晰。

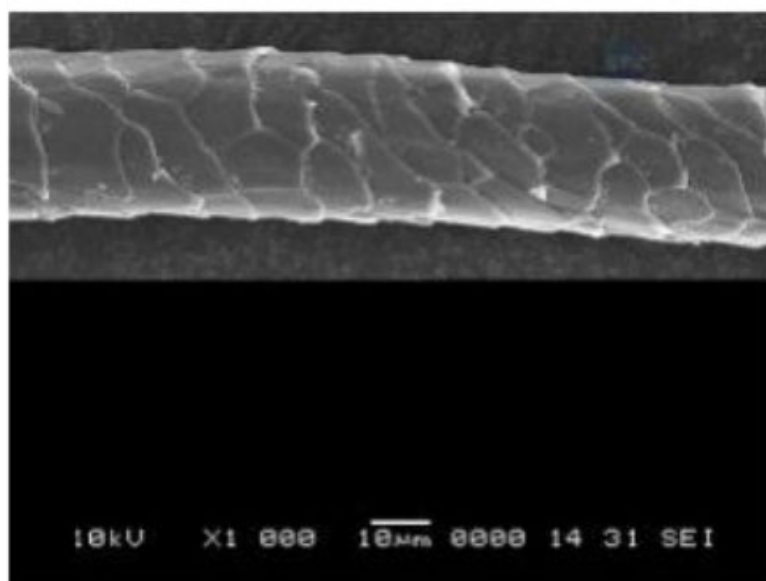


图 A.5 粗绵羊毛外观形态

A.2.2.2 中间型绵羊毛的鳞片结构如图 A.6 所示,其特征是鳞片形状呈片段状或近似长方形鳞片,鳞片互相覆盖或互相衔接;鳞片暴露面比细羊毛大,鳞片表面粗糙、不光滑,辉纹明显;鳞片边缘线粗而不清晰。

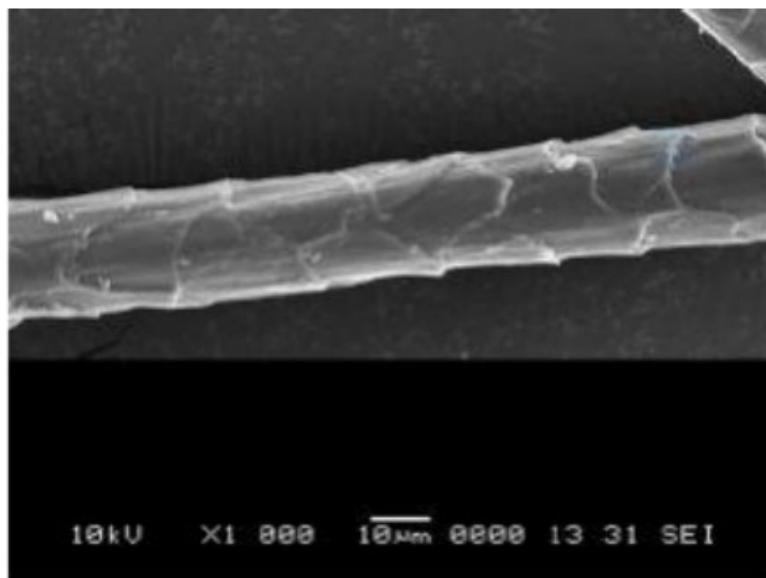


图 A.6 中粗绵羊毛外观形态

A.2.2.3 细绵羊毛的鳞片结构如图 A.7 所示。其特征是绒毛上大部分由一个环状鳞片所围绕;鳞片边缘线粗而不太清晰,与毛干形成较大倾斜,侧面有较多锯齿向外突出;鳞片表面粗糙、不光滑,辉纹明显;鳞片暴露部分比山羊绒小。

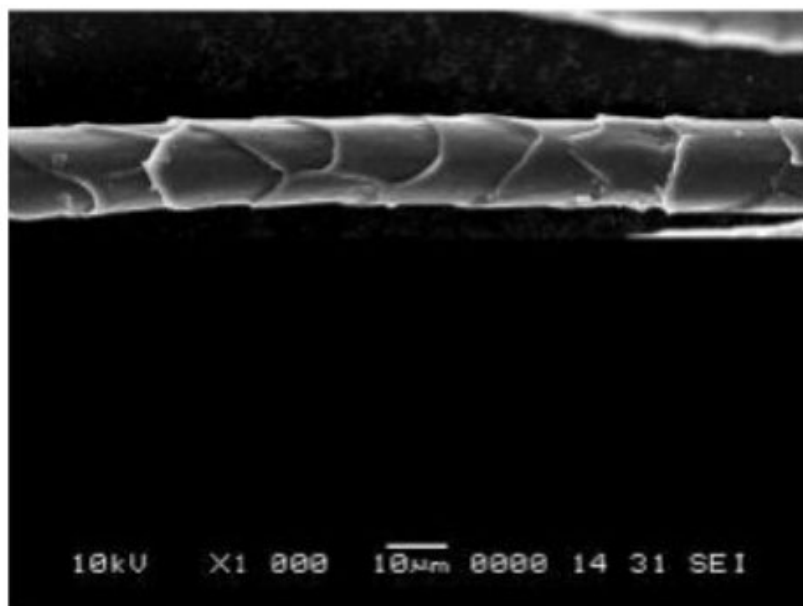


图 A.7 细绵羊毛外观形态

A.2.2.4 绵羊毛纤维鳞片厚度的测量见图 A.8。

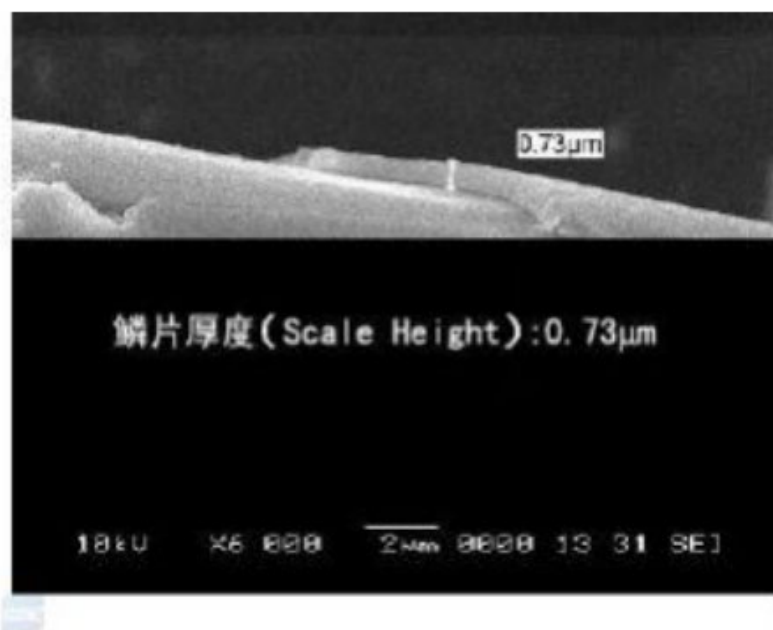


图 A.8 绵羊毛鳞片厚度

A.3 其他特种动物纤维外观形态

驼绒、牦牛绒、马海毛、藏羚羊绒、羊驼绒、兔毛纤维的外观形态见图 A.9～图 A.14。

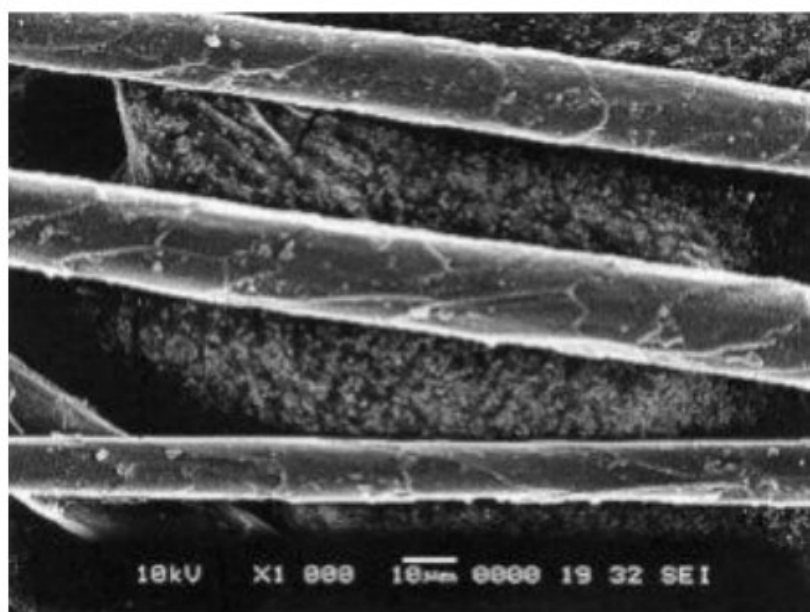


图 A.9 驼绒

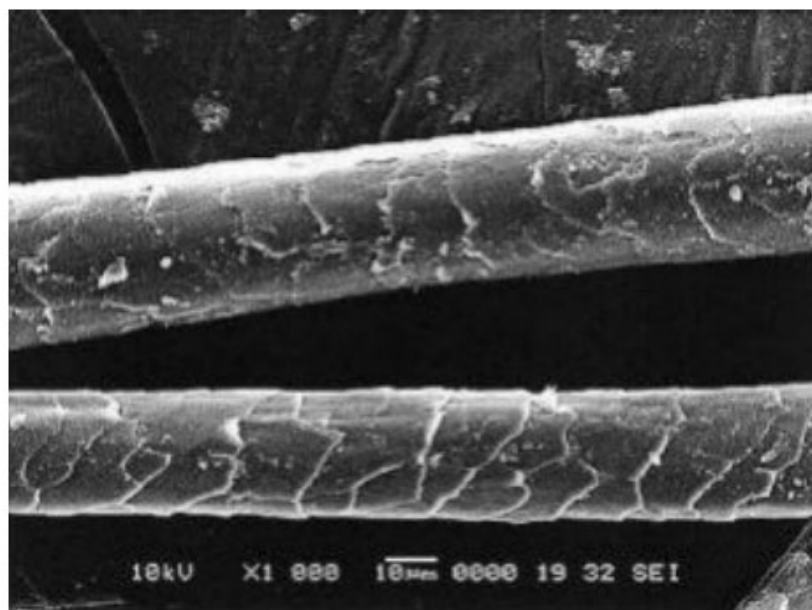


图 A.10 牦牛绒

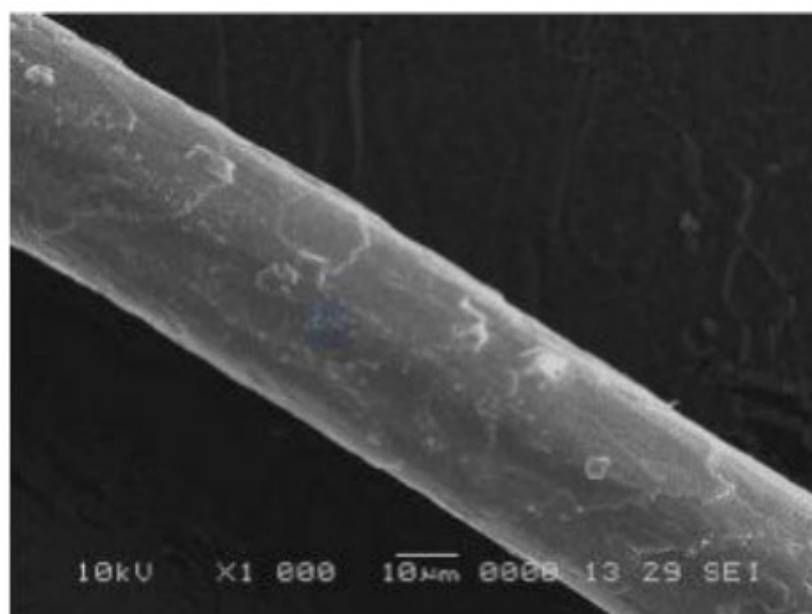


图 A.11 马海毛

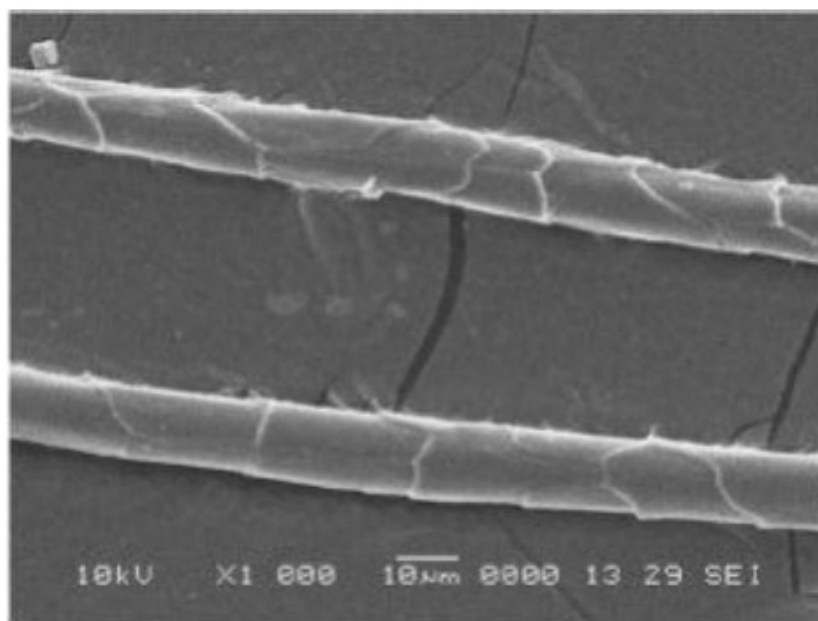


图 A. 12 藏羚羊绒

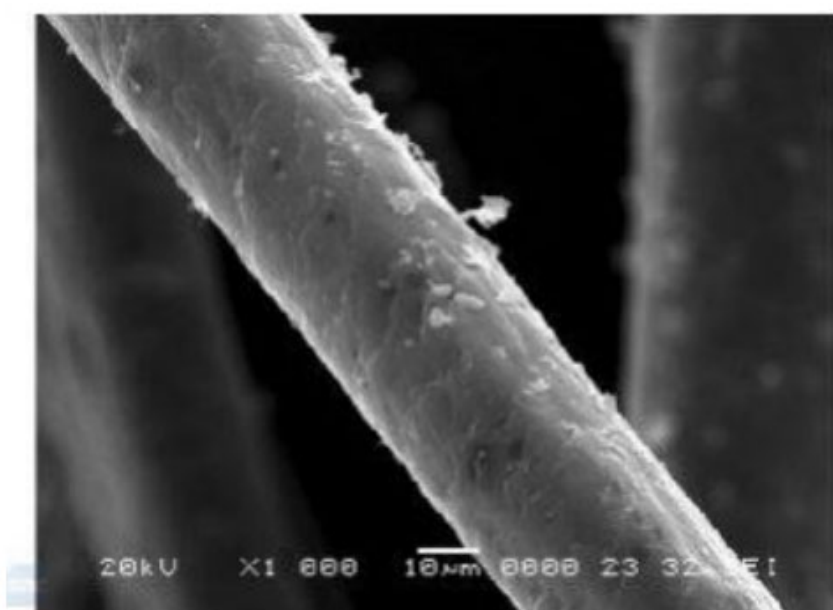


图 A. 13 羊驼绒

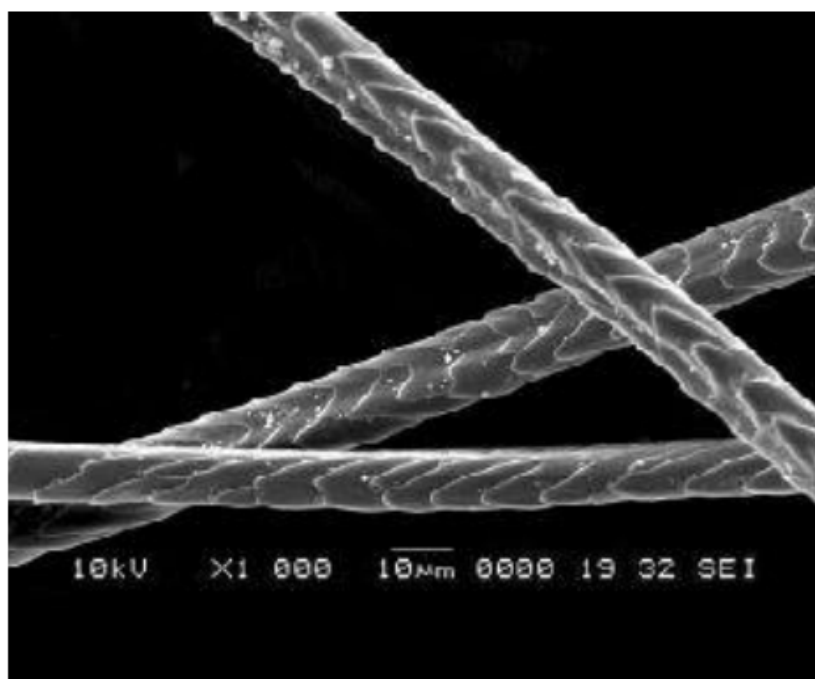


图 A.14 兔毛

附 录 B
(规范性附录)
常用动物毛纤维密度

常用动物毛纤维密度见表 B.1。

表 B.1 常用动物毛纤维密度表

纤维类型	密度/(g/cm ³)	纤维类型	密度/(g/cm ³)
山羊绒	1.30	兔毛	1.10
绵羊毛	1.31	驼绒	1.31
山羊毛	1.22	马海毛	1.32
牦牛绒	1.32		