

前 言

本文件按照GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替GB/T 14593-2008《山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量分析方法 扫描电镜法》，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- 更改了扫描电子显微镜的工作条件（见 2008 版 7.2）；
- 删除了试验环境条件（见 2008 版 7.1）；
- 增加了备样的规定（见 6.1.1、6.1.2、6.1.3、6.1.4、6.1.5）；
- 增加了毛绒条的制样方法和经纬方向纱线成分不一致的机织物的制样方法（6.1.5.2）；
- 更改了纤维定性试验步骤（见 7.1）；
- 增加了试验结果报出的要求（见 7.1.5）；
- 增加了试验报告的要求（见第 9 章）。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由全国纤维标准化技术委员会（SAC/TC 513）提出并归口。

本文件起草单位：内蒙古自治区纤维质量监测中心、内蒙古鄂尔多斯资源股份有限公司、内蒙古鹿王羊绒有限公司。

本文件主要起草人：

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1999年首次发布GB/T 14593-1999, 2008年第一次修订，本次为第二次修订。

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

本文件描述了使用扫描电子显微镜对山羊绒、绵羊毛、其他特种动物纤维及其混合与混纺产品进行定量分析的方法。

本文件适用于山羊绒、绵羊毛、其他特种动物纤维及其混合纤维与混纺产品。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 10685 羊毛纤维直径试验方法投影显微镜法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

鳞片厚度 scale height

鳞片边缘的高度。

3.2

鳞片 scale

绒毛纤维表面上有规则排列的片状物。

3.3

鳞片密度 scale frequency

沿纤维轴向单位长度内的鳞片数量。

3.4

特种动物纤维 specialty animal fiber

除绵羊毛外，其他毛发角蛋白纤维的统称。

注：特种动物纤维包括山羊绒、骆驼绒、牦牛绒、马海毛、羊驼毛、兔毛等。

4 原理

通过扫描电子显微镜的电子束在样品表面扫描，激发产生二次电子的信号，获得试样的纤维片段的表面形态图像。根据样品形态图像与已知的不同类型动物纤维的鳞片形态、鳞片密度和鳞片厚度的差异分辨出各类纤维。对于每种纤维类型，记录纤维片段的数量和测得的直径，根据纤维的密度（附录A）计算出各类纤维的质量分数。

5 仪器、试剂

5.1 仪器

5.1.1 扫描电子显微镜

- a) 由真空系统、电子光学系统、信号采集和成像系统、显示系统和测量软件组成；
- b) 图像采集模式：二次电子图像；
- c) 工作电压：1 kV~10 kV；
- d) 束流：小于 5.0×10^{10} A
- e) 二次电子图像分辨率 ≥ 20 nm；
- f) 放大倍数 10 倍~10000 倍。

5.1.2 真空喷镀仪或离子溅射仪，若观察时无荷电效应，样品可不进行喷镀处理。

5.2 工具与试剂

5.2.1 哈氏切片器或其他类型的纤维切断器。

5.2.2 直径为 10 mm~15 mm 的玻璃试管，直径约 1 mm 的搅拌棒；

5.2.3 尺寸大于 15 cm×15 cm 的玻璃板。

5.2.4 导电双面胶带

5.2.5 样品座：铝制，直径 13 mm。

5.2.6 丙酮或乙酸乙酯分析纯。

6 试样

6.1 取样

6.1.1 散纤维

将样品平铺于试验台上，用镊子在正反面随机抽取（不少于 20 个点）50 mg 样品，混合后分成三份，整理成纤维基本平行的纤维束，两份为试验样品，一份为备样。

6.1.2 毛（绒）条

随机抽取 4 根条子，将每根条子沿纵向剥离一部分组成一根条子，从中选取三段作为试验样品，剩余为备样。

6.1.3 纱线

从 10 个筒子或绞纱上各取 20 cm 长的纱线 20 根，然后将纱线从中部剪断分为两份，一份为试验样品。另一份为备样。

6.1.4 针织物

6.1.4.1 避开袖口、底边、领口等罗纹部分，剪取 5 cm×10 cm 织物三块，然后将织物从中部剪断分成两份，一份为试验样品，另一份为备样。

6.1.4.2 从每个试验样品中拆解纱线，精梳每份不少于 10 根，粗梳每份不少于 20 根，每根纱线只能切一次。

6.1.5 机织物

6.1.5.1 距布边 10 cm 处取三块 5 cm×10 cm 的测试样品并注明经纬方向，沿纬向从中部剪断分为两份，一份为试验样品，另一份为备样。每块试样应尽量覆盖不同的经纱、纬纱。

6.1.5.2 如果经、纬纱成分一致，可以取经纬方向等数量的纱线制成测试样品。如经纬方向纱线成分不一致应先单独拆出经、纬纱分别称重，然后对经纬方向分别制样。

6.2 制样

6.2.1 将每份试验样品用切片器切取 0.4 mm 左右的纤维片段，将纤维片段全部放入玻璃试管内，加入 1 mL~2 mL 的丙酮或乙酸乙酯，搅拌均匀后倒入准备好的玻璃板上，使悬浮液分布在直径 10 cm 的范围内。

6.2.2 将双面导电胶贴在试样座上，待玻璃板上的试剂挥发后，将试样座轻轻按压在玻璃板上。如玻璃板上的纤维聚集，应重新制样。

6.2.3 共制作 10 个试样座，每次随机选取 5 个试样座为一组进行测试。

6.3 镀膜

将沾有纤维片段的试样座用真空喷镀仪或离子溅射仪在样品上镀上一层约 15 nm 厚的金膜。

7 测试

7.1 纤维定性与定量分析

7.1.1 将试样座放入扫描电镜样品室，在较低放大倍数下选择左上端为观测起点，选择适合的放大倍数观察纤维图像，一般为 500 倍~5000 倍，依据纤维表面结构特征（附录 B），鉴别纤维种类。

7.1.2 选定位置的纤维测试完毕后，延垂直或水平方向移动扫描整个试样座。

7.1.3 从第一个试样座检测至少 200 根纤维，可能会出现以下两种情况：

- 1) 如果只发现一种纤维，应对第二个试样座检测至少 300 根纤维，如果没有发现第二种纤维，可认为样品是单一组分的。
- 2) 如果存在两种纤维及以上，该样品可认为是混合纤维，应在剩余每个试样座上检测至少 200 根纤维，每个试样至少 1000 根纤维

7.1.4 对于混合纤维每组分测量的 25 根纤维的直径（不足 25 根的全部测量），每个试样共测量 125 根纤维的直径。计算各组分纤维直径的平均值与标准差。

7.1.5 按照 7.1.1~7.1.4 的要求对第二组的 5 个试样座进行分析。当两组结果的差值不超过 3% 时，报出两组结果的平均值；当结果超出 3% 时，取备样进行第三组测试，报出三次测试结果的平均值。

7.1.6 试验结果按 GB/T 8170 修约至一位小数。

8 结果计算

8.1.1 各组分纤维质量百分比按式（1）计算：

$$P_i = \frac{N_i(D_i^2 + S_i^2)\rho_i}{\sum [N_i(D_i^2 + S_i^2)\rho_i]} \times 100 \quad (1)$$

式中：

P_i ——某组分纤维质量百分比，%；

N_i ——某组分纤维计数根数；

S_i ——某组分纤维平均直径标准差， μm ；

D_i ——某组分纤维平均直径， μm ；

ρ_i ——某组分纤维密度， g/cm^3

注：各种动物纤维的密度见附录A。

8.1.2 机织物中某组分纤维质量百分比按式（2）计算：

$$P_i = \frac{P_{iT} \times W_T + P_{iW} \times W_W}{W_T + W_W} \times 100 \quad (2)$$

式中：

P_i ——机织物中某组分纤维质量百分比，%；

P_{iT} ——某组分纤维在机织物经纱中质量百分比，%；

P_{iW} ——某组分纤维在机织物纬纱中质量百分比，%；

W_T ——机织物试样中经纱质量；

W_W ——机织物中纬纱质量。

9 试验报告

试验报告至少应包含以下信息：

- a) 样品描述；
- b) 每种纤维的测试根数和计数根数；
- c) 每种纤维的平均直径和标准差；
- d) 每种纤维的质量百分比；
- e) 任何偏离本方法的细节；
- f) 报告及检测时间。

附 录 A
(规范性)
常用动物纤维密度值

常用动物纤维的密度按表A.1执行。

表 A.1 常用动物纤维的密度

纤维种类	密度/ (g/cm ³)
绵羊毛	1.31
山羊绒	1.30
骆驼绒	1.31
牦牛绒	1.32
马海毛	1.32
羊驼毛	1.30
兔毛	1.10

附 录 B
(资料性)
常用动物纤维的表面形态特征

B.1 山羊绒

纤维轴向粗细均匀，鳞片形态规则整齐，多数呈环状，少数呈变化环状。，鳞片平整包覆毛干，鳞片较薄，鳞片之间距离较大，见图B.1。

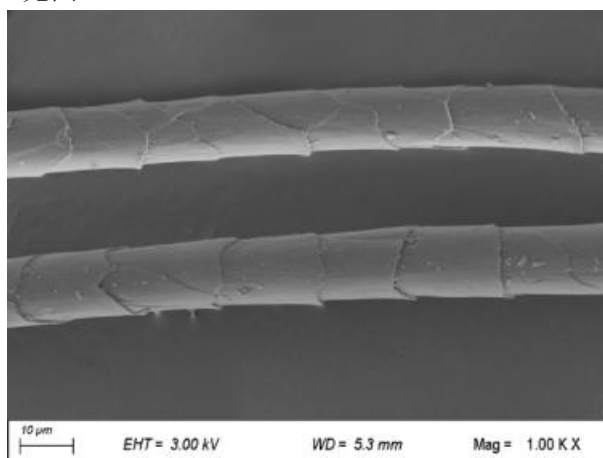


图 B.1 山羊绒

B.2 中国土种绵羊毛

绵羊毛纤维鳞片排列呈变化环状，纤维鳞片厚，表面粗糙，见图B.3。

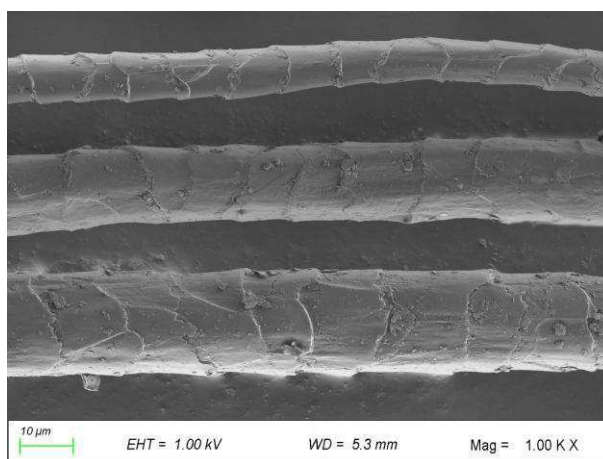


图 B.2 中国土种绵羊毛

B.3 牦牛绒

纤维顺直，鳞片薄，密度大，鳞片呈不规则环状紧贴毛干，见图B.3。

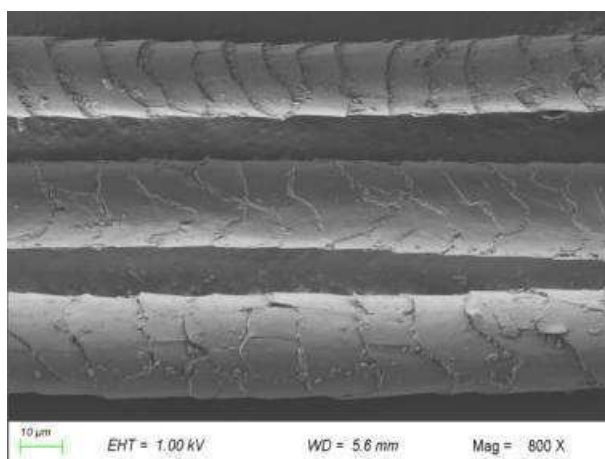


图 B.3 牦牛绒

B.4 羊驼毛

羊驼毛纤维鳞片薄，密度大，边缘不规则，见图B.4。

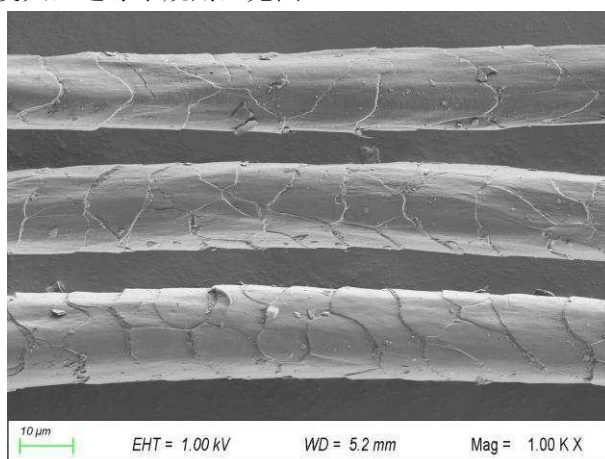


图 B.4 羊驼毛

B.5 马海毛

马海毛鳞片排列整齐，紧贴毛干，直径较细的马海毛外观形态与山羊绒类似，见图A.5。

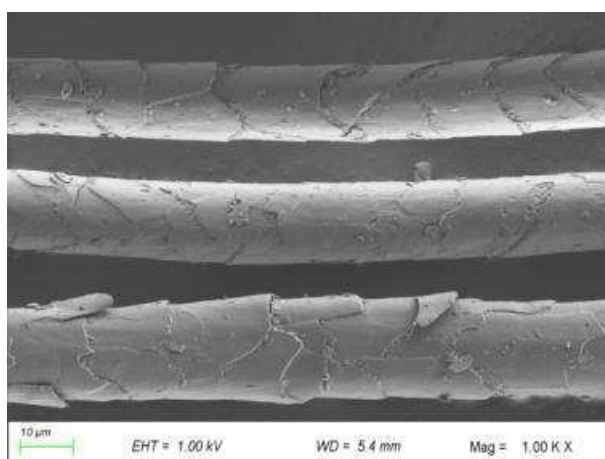


图 B.5 马海毛

B.6 骆驼绒

骆驼绒纤维顺直，轴向粗细均匀。部分纤维鳞片呈倾斜状，倾斜程度因品种、年龄略有差异。部分纤维鳞片呈环状，间距规则，形态类似山羊绒；较粗的纤维鳞片较薄，排列紧密无规则。

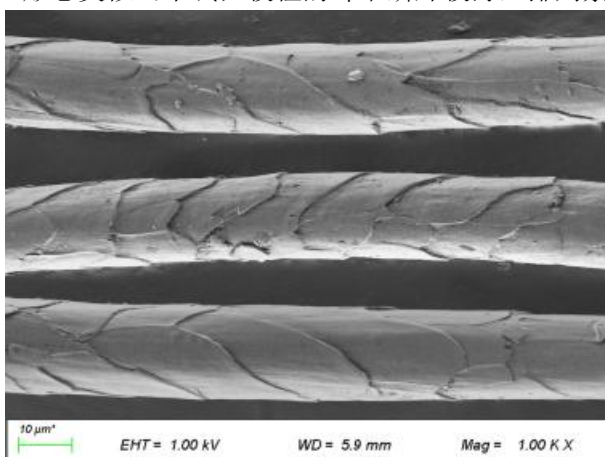


图 B.6 骆驼绒

卽嚶荆份傻啥ン

↖ 儻尫宵 ← 寧尫噴㊦ナ国 $\mu\ell$ 宋寔俵扉
乙哑吡嚟 勢庞壳摯嚟 ↗ 凌噴颯徨嫫

寶₂₁怜吳

《山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量分析方法 扫描电镜法》

国家标准起草组

2024 年 11 月

姜 冷

暨| 嚟錫× 嫵儿𢳦0匡○ ㄣ啉在◀ㄣ依吓呼◀輪鞠慮嫵嫵,,,,,,,,,,,,,,/

暨| 際份傻啥ン寶ㄣㄣ儿◀T 提ㄣ倭㊥ナ娑依|| 鹵𢳦そ志份傻啥ン
呀𢳦慶00匡そ志スnm勸唛ㄣ倭她做唯,,,,,,,,,,,,,,1

暨r 際汽標標忤她乙哑◀寬憩匀kΩ𢳦勸唛棠嚟恡忤𢳦拒唔她棠嚟叻
妍◀婚♂叻妍丁罐分叻妍,,,,,,,,,,,,,,4

暨仍際L 份捻◀份俠kel變啥ン勸唛ㄣ倭她做唯剝ル𢳦勒慰L 話忤她
份俠哇严◀哇咪她咕デ同鹵傲唯剝ル,,,,,,,,,,,,,,/1

暨|| 際▼ 份捻啥ンT 佢娘她倫鞠剝ル𢳦▼ ㊥ㄋPaμ循冢璽勒慰局璽
份捻份俠啥ン𢳦競怜吳号局璽份捻啥ン她ㄣ伶,,,,,,,,,,,,,,/1

暨ッ際 咕デ噓滄◀ㄣ叭噓循㊥ㄋㄋデ啥ン她デ孳,,,,,,,,,,,,,,/1

暨r 際弱側乙喲刷徨她徇墀棠慮丁|| 鹵,,,,,,,,,,,,,,/1

暨チ際囉㊥L L 她咕デ怜吳,,,,,,,,,,,,,,/1

暨+ 際端否份傻啥ン她提噴𢳦▼ ㊥宦宪卿否◀勸唛卿否◀慮圉唔丁
端否吵唔她尋忤嫵卿否尋忤,,,,,,,,,,,,,,/1

暨(π)際ナ▯ 关冶怜吳她L 揷,,,,,,,,,,,,,,/2

一、工作简况

（一）任务来源

根据《国家标准化管理委员会关于下达 2023 年国家标准复审修订计划的通知》（国标委法〔2023〕64 号）的任务安排，GB/T 14593-2008《山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量分析方法 扫描电镜法》正式列入修订计划，计划号 20233094-T-469，由全国纤维标准化技术委员会（SAC/TC 513）归口管理。

（二）制定背景、目的和意义

中国既是山羊绒和羊毛原料生产大国，又是山羊绒和羊毛加工大国，同时还是山羊绒制品和羊毛制品的消费大国与出口大国。山羊绒及其他特种动物纤维产量稀少、价格较高。再加上特种动物纤维及羊毛有相同的化学性质、相近的物理性能与外观结构，特种动物纤维鉴别一直是行业的技术难点。随着各种纤维处理和加工工艺的改进，特种动物纤维的鉴别带来了新的挑战。扫描电镜可以将纤维放大 10~10000 万倍，分辨率极高，可以清晰地观察到纤维鳞片形态的细微差异从而准确分辨各类纤维。同时可以有效地排除颜色的干扰，特别是颜色较深、无法使用光显微镜进行观察的样品，在扫描电镜下可以完美地呈现纤维的表面状态，可实现对不同种类动物纤维的准确鉴别和定量分析。2008 年我国首次发布了使用扫描电子显微镜鉴别动物纤维的方法：GB/T 14593-2008《山羊绒、绵羊毛及其混合纤维定量分析方法 扫描电镜法》。该标准为鉴别特种

以上内容仅为本文档的试下载部分，为可阅读页数的一半内容。如要下载或阅读全文，请访问：<https://d.book118.com/826223020235011054>