

分类号: Y30
备案号: 12519-2003

www.zhiye-china.cn



中华人民共和国轻工行业标准

QB/T 2597—2003

造纸纤维长度的测定（光栅法）

Determination of fiber length for papermaking (raster method)

2003-09-13 发布

2003-10-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

前 言

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸标准化中心归口。

本标准起草单位：中国制浆造纸研究院、成都印钞公司。

本标准主要起草人：王菊华、田德卿、薛崇昀、林 莉。

本标准首次发布。

造纸纤维长度的测定（光栅法）

1 范围

本标准适用于各种造纸原料纤维长度的测定。小于 0.2mm 的纤维碎片及杂细胞，在本标准中不认为是纤维，在测量及统计结果时不包括进去。

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 450 纸和纸板试样的采取

GB/T 740 纸浆试样的采取

GB/T 4688 纸、纸板和纸浆纤维组成的分析

QB/T 1462 纸浆实验室的湿解离

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

光栅 raster

指由大量等宽、等间距的直线狭缝所组成的光学器件。光栅通常是在玻璃上刻制而成的。本标准所用的光栅为圆光栅，每周刻有 200 条狭缝。

3.2

数量平均纤维长度 mean length

纤维总长度除以总根数所得的结果，即为数量平均纤维长度，用 L 表示。

3.3

长度-重量平均纤维长度 length-weighted mean length

指由长度计算的重量平均纤维长度，用 L_1 表示。

3.4

质量-重量平均纤维长度 mass-weighted mean length

指由质量计算的重量平均纤维长度，用 L_w 表示。

注：过去，数量平均纤维长度一般用 L_n 表示，长度-重量平均纤维长度用 L_w 表示，并简称为重量平均纤维长度；质量-重量平均纤维长度用 L_{ww} 表示，并称为二重重量平均纤维长度。现在在与国际标准统一，特将文中符号进行变动。

4 原理

使用投影仪或投影显微镜，将纤维试片上的纤维图像放大，呈现在投影屏上。然后用光栅位移传感器，沿着纤维图像移动，纤维的长度便自动测量出来，并输送至计算机进行统计计算。这样数量平均纤维长度、重量平均纤维长度以及长度分布便可计算出来。

5 设备

5.1 光栅纤维长度分析仪

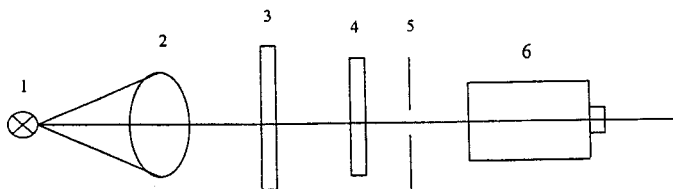
分析仪是由成像系统和测量系统组成的。

5.1.1 成像系统

使用桌式投影仪或投影显微镜，将纤维图像放大至 50 倍~100 倍。要求成像清晰，投影屏上各部位放大倍数的误差应不超过 $\pm 1\%$ 。

5.1.2 测量系统

测量系统的主要部件之一是光栅位移传感器，它是由光源（发光管）、聚光镜、主光栅（动光栅）、指示光栅（定光栅）、光栏及光敏二极管等几部分组成的，如图 1 所示。



1—光源； 2—聚光镜； 3—主光栅； 4—指示光栅； 5—光栏； 6—光敏二极管

图 1 光栅位移传感器原理示意图

主光栅和指示光栅上刻有相同密度的光栅条纹，两个光栅平行装放，其刻线相互倾斜一个很小的角度。当主光栅沿着纤维的长度方向滚动时，就会在光栅的法线方向出现一些明暗相间的条纹，称为莫尔条纹。其条纹移动数与纤维的长度有关，条纹的亮度与宽度均比原光栅大得多。如用光敏二极管将所产生的光信号转化为电信号并记录下来，从记录的信号就能度量出纤维的实际长度。

5.2 纤维解离器

应符合 QB/T 1462 中的规定。

5.3 手动纤维解离器

在 250 mL 的塑料量筒内装一片活塞板，与活塞手柄相连接，活塞板上有若干小孔，当活塞板上下往复运动时，对纤维产生解离作用。纤维解离器的结构如图 2 所示。

5.4 广口移液管

由带刻度的玻璃管制成，长约 100 mm，内径 5 mm~6 mm。管壁上刻有 0.5 mL 或更细的分度线，管口平滑，一端不收口，另一端套一橡皮囊以吸取试样。

5.5 电热板

温度可调范围为 50℃~150℃，具有深色的平滑表面，面积约为 150 mm×200 mm。

5.6 其他实验室常用设备

如盖玻片、载玻片、镊子、解剖针、烧杯、三角瓶等。

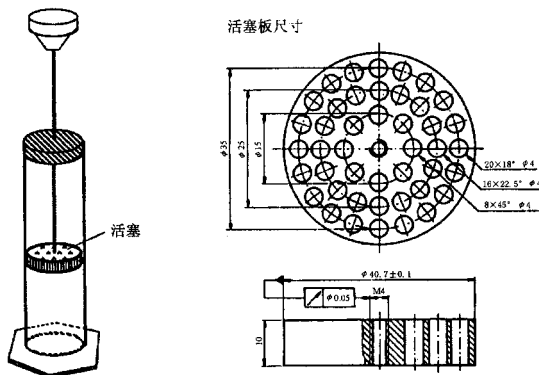


图2 手动纤维分离器示意图

6 试剂和材料

除非另有规定，仅使用分析纯试剂。

6.1 蒸馏水或去离子水，导电率应小于 0.2 ms/m 。

6.2 冰醋酸 (CH_3COOH)，1:1 (体积分数)。

6.3 过氧化氢 (H_2O_2)，浓度为 30%~50%。

6.4 碘氯化锌染色剂 (Herzberg 染色剂) 的配制

6.4.1 室温下饱和氯化锌溶液

将氯化锌 (ZnCl_2) 加入到约 100 mL 的温水中，直至剩余溶质不再溶解，使其冷却至室温，并观察有氯化锌结晶析出，贮存此溶液于棕色试剂瓶中备用。该溶液比较稳定。

6.4.2 碘溶液

混合碘化钾 (KI) 2.1 g 和碘 (I_2) 0.1 g，用移液管一滴一滴加入 5 mL 水，边加水边搅拌使其混合。

注：碘在少量水中的溶解是很重要的，碘化钾是为溶解碘而加入的。如果有碘残留而未被溶解，可能是由于水加入得太快，此溶液应废弃。

6.4.3 Herzberg 染色剂

将氯化锌溶液 (6.4.1) 15 mL、水 1 mL 和所有的碘溶液 (6.4.2) 混合，静置 6 h 以上，使任何沉淀物都沉降下去。轻轻倒出上层清液于棕色滴瓶中，并加入一小片碘。不用时应将该溶液放在黑暗处保存，每两个月应制备一次新鲜染色剂。

新染色剂在使用之前，应用已知纤维检查。棉纤维应呈酒红色，如果呈浅蓝色，说明氯化锌溶液浓度太高，应加入少量的水进行稀释。

化学浆纤维应呈蓝色至淡蓝紫色，如呈淡红色，说明氯化锌溶液浓度太低，应加入少量氯化锌结晶片进行调整。

7 取样及样品制备

7.1 取样

如果试验的目的是为了评价某一批纸或纸浆的质量,取样应按 GB/T 450 或 GB/T 740 的规定进行。如果取样不同,则需注明样品来源,如有可能还应注明所使用的取样方法。从所收到的样品中采取试样,应使试样能够代表整个样品。

如果是造纸原料,取样的数量及范围应能代表研究对象的整体。对于单株木材,试样应取自树干的胸径部位(距地面 1.3 m 处);对于非木材原料,一般以整株或半株方式取样,应包括上、中、下、里、中、外各个部位。

7.2 解离

7.2.1 原料

试样如果是植物原料,首先应将其分离成单纤维。可采用化学浆蒸煮工艺,用实验室小型制浆设备制成中等硬度的纸浆,经洗净及湿浆解离(5.2)后备用。

也可将具有代表性的试样切成火柴棍大小,经水煮排气后,用 1:1 的冰醋酸(6.2)和过氧化氢(6.3)在 60℃ 下浸泡数小时,直至原料刚好能分离成单纤维。洗净后,在纤维解离器(5.2 或 5.3)中用蒸馏水水解。

7.2.2 纸浆

如果试样是未经干燥的湿纸浆,可以不经解离,直接稀释后备用。

如果试样为干浆板,需浸湿后从浆片的整个厚度上撕取,不应用刀切的方式取样,因为这样做会使纤维变短。浸湿试样应按 QB/T 1462 中的规定进行解离。

7.2.3 纸

包括常用的纸板和纸制品,其纤维解离方法应按 GB/T 4688 中的规定进行。

7.3 试样制备

在搅动的状态下,取上述解离分散好的试样(7.2)约 50 mL,置于 1000 mL 的烧杯中,用水(6.1)稀释至约 0.05% 的浓度。同时将电热板(5.5)的表面温度调节为 60℃~70℃,板面上平放所需的载玻片。然后在搅动状态下,用广口移液管(5.4)吸取准备好的纤维悬浮液约 1 mL,均匀地滴在载玻片上,待水分蒸干后,将试片冷却至室温。在试片上滴 2 滴~3 滴 Herzberg 染色剂(6.4),使纤维着色,盖上盖玻片,并从边缘上用滤纸慢慢地吸去多余的染色剂。纤维试片以现做现用为宜,因 Herzberg 染色剂具有一定的膨润作用,时间长了易使纤维变形和退色,会影响测定结果。

8 试验步骤

8.1 纤维测定

将制备好的纤维试片(7.3)放在投影仪(5.1.1)的载物台上,调节焦距使成像清晰,取放大倍数为 50 倍~100 倍。然后使仪器的测量系统进入测量状态,将光栅位移传感器(5.1.2)对准纤维的一端,沿纤维的长向移动,纤维的长度便会自动记录下来,显示器将随时显示出纤维的测量值和累计值。当完成预计的测量根数时,用鼠标点击“统计结果”,各项测试结果便会自动显示并报告。测量时 0.2 mm 以下的纤维碎片或杂细胞不计,大于 0.2 mm 者一律进行统计。两次平行试验的相对误差应不超过 ±2%。

8.2 设备校准方法

应定期检查分析仪器的运行状态,并经常进行清洗。需作定期检查的主要是两个部分:一是成像系统的放大倍数,二是光栅位移传感器的精确度。

8.2.1 成像系统放大倍数的校准

在投影仪的附件中,备有两个标准测微尺,即物镜测微尺及投影屏测微尺。校准时先将物镜测微尺

QB/T 2597—2003

放在投影仪载物台上,调节焦距使测微尺的刻线图像清晰,然后用投影屏测微尺检查设备的放大倍数是否与设计规定值相符,投影屏中心部位与周边部位的放大倍数是否一致,允许误差应不超过 $\pm 1\%$,否则应与制造商商议解决。该项检查应每月进行一次。

8.2.2 光栅位移传感器精确度的校准

用投影屏标准测微尺在投影屏的附纸上准确地画出一个长度段,通常取10.0cm,中间有1cm的分度。以此作为基准,检查光栅测量值及显示值是否与实际值相符。如果操作正确,二者的允许误差应不超过 $\pm 1\%$ 。否则检查操作方法或与制造商联系。该项检查应每月进行一次。

9 计算与结果表示

9.1 数量平均纤维长度 (L)

数量平均纤维长度 (L) 应按式 (1) 计算得出。

$$L = \frac{\sum l_i}{N} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

L ——数量平均纤维长度, mm;

l_i ——每根纤维的实际长度;

N ——被测纤维的总根数。

9.2 长度分布频率 (f_i)

在计算中将所测纤维按不同长度级分为若干组,则每个长度级中纤维的数量百分率,即纤维分布频率 f_i (%),可由式 (2) 计算得出。

$$f_i (\%) = \frac{n_i}{N} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

f_i ——长度分布频率, %;

n_i ——某长度级中的纤维根数;

N ——所测纤维的总根数。

9.3 长度-重量平均纤维长度 (L_1)

长度-重量平均纤维长度 (L_1) 由式 (3) 计算得出。

$$L_1 = \frac{\sum l_i w_i}{\sum w_i} \quad \dots\dots\dots (3)$$

假定在同一试样中,各种不同长度的纤维都具有相同的粗度,即将粗度 (coarseness) 视为常数,则由式 (3) 可导出式 (4)。

$$L_1 = \frac{\sum l_i^2}{\sum l_i} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

L_1 ——长度-重量平均纤维长度;

l_i ——每根纤维的长度;

w_i ——每根纤维的重量。

9.4 质量-重量纤维平均长度 (L_w)

质量-重量平均纤维长度 (L_w) 由式 (5) 计算得出。

$$L_w = \frac{\sum l_i^3}{\sum l_i^2} \dots\dots\dots (5)$$

式中:

L_w —— 质量-重量平均纤维长度;

l_i —— 每根纤维的长度。

9.5 标准偏差 (S) 和变异系数 (C_v)

标准偏差 (S) 由式 (6) 计算得出, 变异系数 (C_v) 由式 (7) 计算得出。

$$S = \left[\frac{\sum (l_i - L)^2}{N} \right]^{1/2} \dots\dots\dots (6)$$

式中:

S —— 标准偏差;

l_i —— 每根纤维的实际长度;

L —— 数量平均长度;

N —— 被测纤维的总根数。

$$C_v(\%) = \frac{S}{L} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中:

C_v —— 变异系数;

S —— 标准偏差;

L —— 数量平均长度。

9.6 细小纤维含量

本标准对于 0.2 mm 以下的杂细胞及纤维碎片不计, 因这部分细胞及碎片往往在生产过程中流失。

0.2 mm~0.4 mm 的纤维作为细小纤维, 进行单独统计。细小纤维的含量分别以数量百分率 $D_n(\%)$ 及质量百分率 $D_1(\%)$ 来表示。数量百分率由式 (8) 计算得出, 质量百分率由式 (9) 计算得出。

$$D_n(\%) = \frac{n_i}{N} \times 100 \dots\dots\dots (8)$$

式中:

D_n —— 数量百分率, %;

n_i —— 4 mm 以下的纤维根数;

N —— 被测纤维的总根数。

$$D_1(\%) = \frac{\sum l_n}{\sum l_i} \times 100 \dots\dots\dots (9)$$

式中:

D_1 —— 质量百分率, %;

$\sum l_n$ —— 0.4 mm 以下纤维的总长度;

$\sum l_i$ —— 所测纤维的总长度。

10 试验报告

试验报告应包括以下内容：

- a) 本标准编号；
 - b) 试验时间与地点；
 - c) 样品来源及取样方法；
 - d) 使用仪器的型号；
 - e) 所测纤维的总根数；
 - f) 长度-重量平均纤维长度及质量-重量平均纤维长度，如果有要求，还应包括其他各项指标；
 - g) 对试验结果可能有影响的任何操作，无论本标准中有无明确规定，都应加以说明。
-