

# SN

## 中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 4560—2016

### 进出口纺织品 纤维定性分析 竹原纤维

Textiles of import and export—Quantitative analysis of fiber—  
Natural bamboo fiber

2016-08-23 发布

2017-03-01 实施



中 华 人 民 共 和 国  
国家质量监督检验检疫总局 发布

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国上海出入境检验检疫局、苏州市圣竹家用纺织品有限公司、中华人民共和国深圳出入境检验检疫局、中华人民共和国江苏出入境检验检疫局、中华人民共和国河北出入境检验检疫局、中华人民共和国新疆出入境检验检疫局、中华人民共和国辽宁出入境检验检疫局、东华大学生态纺织教育部重点实验室。

本标准主要起草人：李洪涛、褚乃清、赵雨薇、王卫华、陈宝喜、王小平、颜怀玉、马卫明、毛志平。

# 进出口纺织品 纤维定性分析

## 竹原纤维

### 1 范围

本标准规定了燃烧试验法、显微镜观察法、黏度法(聚合度法)、广角 X 射线衍射法、纤维旋转方向法等 5 种用于竹原纤维定性鉴别的试验方法。

本标准适用于应用这些方法和方法的组合对竹原纤维进行定性鉴别。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 3291.1 纺织 纺织材料性能和试验术语 第 1 部分:纤维和纱线

GB/T 5707 纺织名词术语(麻部分)

GB/T 5888 苎麻纤维素聚合度测定方法

SN/T 1901 进出口纺织品 纤维鉴别方法 聚酯类纤维(聚乳酸、聚对苯二甲酸丙二醇酯、聚对苯二甲酸丁二醇酯)

AATCC 20—2011 纤维定性分析

### 3 术语和定义

GB/T 3291.1 和 GB/T 5707 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

#### 3.1

**竹原纤维 natural bamboo fiber**

采用物理、化学相结合的方法直接从自然生长的竹子中提取出的一种纤维素纤维。

#### 3.2

**纤维素结晶度 crystallinity of cellulose**

纤维素结晶区和无定形区中结晶区所占的比例。

#### 3.3

**聚合度 degree of polymerization**

高聚物大分子链上,重复结构单元的个数。

### 4 原理

根据竹原纤维自身的生长规律和特有的理化性能,比之其他纤维素纤维在纤维尺寸、形态特征、聚合度、结晶结构的不同,综合采用燃烧试验法、显微镜观察法、黏度法(聚合度法)、广角 X 射线衍射法、纤维旋转方向法等五种试验方法及其组合,对竹原纤维定性鉴别。

注:由于竹原纤维自身具有纤维素纤维的化学性质,因而一些被有关文献证明的,对竹原纤维鉴别贡献意义不大的经典化学方法和近现代仪器分析方法不在本标准被一一引述。

## 5 试样准备

### 5.1 抽样

按规定取实验室样品,使其具有代表性,并足以提供全部所需试样,每个试样至少 1 g。织物样品中可能包括不同组分的纱,在取样时需考虑。

### 5.2 实验室样品预处理

采用 SN/T 1901 中规定的方法进行预处理。

竹原纤维鉴别的试验方法中需要尽可能去除纤维素纤维的木质素,如需要,可采用如下预处理方法:取试样适量,放入锥形瓶中,将浓度为 30% 的双氧水和浓度不低于 99.5% 的冰醋酸按体积比 1:1 的比例加入锥形瓶中,使纤维完全浸没于混合溶液中(浴比为 1:80);在温度为 60 ℃、振荡速度为 80 r/min 的水浴恒温振荡器中振荡;处理 12 h 后将锥形瓶取出,加蒸馏水振荡冲洗,去除双氧水和冰醋酸,反复几次;用 200 目筛网过滤,烘干,在光学显微镜下观察试样应达到良好的单纤维分离状态。

## 6 试验

### 6.1 燃烧试验法

#### 6.1.1 试验仪器及工具

天平、酒精灯或打火机、镊子、放大镜、培养皿、剪刀等。

#### 6.1.2 试剂

乙醇。

#### 6.1.3 试验方法

将约 10 mg 试样扯成细束,用镊子夹住,徐徐靠近火焰,观察试样对热的反应(熔融收缩情况)。再将试样束移入火焰中,观察试样在火焰中的燃烧情况。然后离开火焰,注意观察试样燃烧状态和嗅闻火焰刚熄灭时的气味。待试样冷却后再观察残留物灰分状态。记录燃烧过程中的详细情况。

#### 6.1.4 鉴别

按照 A.1 鉴别。

### 6.2 显微镜观察法

#### 6.2.1 试验仪器及工具

哈氏切片器、剃须刀片、小旋钻、镊子、挑针、剪刀、载玻片、盖玻片、带摄片和测量系统的显微镜。如有条件,可使用扫描电子显微镜(SEM 或 ESEM,15 kV,放大倍数为 1 000 倍~3 000 倍)、溅射(蒸镀)金膜机等。

#### 6.2.2 试剂

液体石蜡、无水乙醇、乙醚、火棉胶、甘油等。



### 6.2.3 试验方法

#### 6.2.3.1 纵面观察

将试样扯成细束后排齐,取适当长度的试样,置于载玻片上,加上少量液体石蜡,盖上盖玻片,放在显微镜的载物台上观察其形态,测量纤维长度与纤维直径,根数不少于 300 根。并详细记录试样纵面特征。

#### 6.2.3.2 横截面观察

将用哈氏切片器制备好的试样横截面,置于载玻片上,加上少量液体石蜡,盖上盖玻片(注意不要带入气泡),放在显微镜的载物台上观察其形态,测量纤维中腔宽度尺寸测量,根数不少于 300 根。并详细记录试样横截面特征。

#### 6.2.4 鉴别

按照 A.2 鉴别。

### 6.3 黏度法(聚合度法)

#### 6.3.1 试验仪器及工作参数

奥氏黏度计:毛细管直径  $\phi = 0.5 \text{ mm} \sim 0.6 \text{ mm}$ ,溶液浓度为  $0.3 \text{ g}/100 \text{ mL}$ ,毛细管标定参数为  $0.087 \text{ 35}(\text{s}^{-1})$ 。

#### 6.3.2 试验方法

按 GB/T 5888 规定执行。

#### 6.3.3 结果表述

测得相对黏度值,经计算特性黏度,换算为纤维聚合度。

#### 6.3.4 鉴别

按照 A.3 鉴别。

### 6.4 广角 X 射线衍射法

#### 6.4.1 试样准备与要求

预处理后的试样剪成  $1 \text{ mm}$  以下的纤维段。

#### 6.4.2 试验仪器及工作参数

X 射线衍射仪:在电压  $40 \text{ kV}$ 、电流  $50 \text{ mA}$ 、扫描速度  $5^\circ/\text{min}$ 、 $2\theta$  扫描范围为  $5^\circ \sim 40^\circ$  的条件下进行测试。

#### 6.4.3 试验方法

采用常用的试样框架,在框架下面垫一块大于框架、约 300 号的金相砂纸(也可用相应粗糙的毛玻璃)。将剪碎的纤维倒入试样框架内,垂直压紧成型。将压好的试样翻转  $180^\circ$ ,取下砂纸,将试样与砂纸(或毛玻璃)接触的面作为测试面。

## SN/T 4560—2016

在选定的工作参数下,进行扫描。

### 6.4.4 结果表示

记录衍射峰出现的若干个位置上的  $2\theta$  值。

纤维的结晶度可以通过计算衍射强度曲线在测试仪器上直接得到。

### 6.4.5 鉴别

对照 A.4 鉴别。

## 6.5 纤维旋转方向法

### 6.5.1 试样准备与要求

可用单纤维或束纤维测试,选取试样长度  $>25\text{ mm}$  以上,不经预处理的试样。

### 6.5.2 试验方法

随机抽取  $25\text{ mm}$  以上长度的单(或束)纤维,浸泡在水中  $1\text{ min}$ ,使纤维充分润湿。在无风干燥环境下,握持纤维的一端,使另一端垂直向下,观察其在干燥过程中的旋转方向。

每种实验材料随机取样测试不少于 5 次。

### 6.5.3 结果表示

确定观测方向为握持端向下,纤维呈顺时针或逆时针旋转方向。

### 6.5.4 鉴别

对照 A.5 鉴别。

## 7 综合鉴别

综合鉴别可按照以下规则执行:

- 竹原纤维在本标准中五种试验方法下的表征见附录 A;
- 两种或以上鉴别方法的组合鉴别竹原纤维和其他纤维素纤维的推荐技术路径见附录 B;
- 竹原纤维与常见麻纤维和棉纤维结晶度参见附录 C。

## 8 试验报告

试验报告至少应给出下述内容:

- 说明采用本标准的试验方法或其组合;
- 样品来源及描述,含试样的编号、名称、规格;
- 采用的预处理方法;
- 试验条件如电流、电压、温度等的说明;
- 试验结果的判定(贴附显微镜摄片、电镜照片、X 射线衍射曲线图等);
- 试验日期和试验者;
- 任何偏离本标准方法的细节和试验中的异常现象。

## 附录 A (规范性附录)

### 竹原纤维在本标准中五种试验方法下的表征

#### A.1 燃烧试验法

靠近火焰时,纤维不熔不缩;接触火焰时,纤维立即燃烧,有轻微响声;离开火焰时,纤维保持迅速的燃烧;纤维燃烧时呈纸燃味;燃烧的残留物呈少量黑色灰烬。

#### A.2 显微镜观察法

显微镜观察下,竹原纤维表面较均一,无天然转曲,纤维有横节,并且具有或深或浅的沟槽。从竹原纤维的横截面照片可以看出,横截面呈现不规则的腰圆形和圆形,内部有大小不一的中腔,壁上有些裂纹。

竹原纤维表面上的这些空隙和凹槽犹如毛细管,可以在瞬间吸收和蒸发水分,纤维的初生结构及其横截面上的孔隙特性,为吸收水分和蒸发水分创造了条件。

竹原纤维横截面图见图 A.1,纵面图见图 A.2。

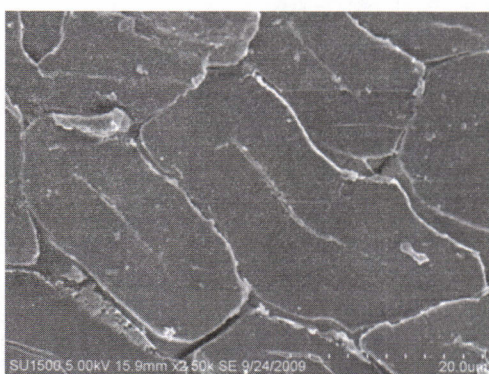


图 A.1 竹原纤维横截面放大 2 500 倍

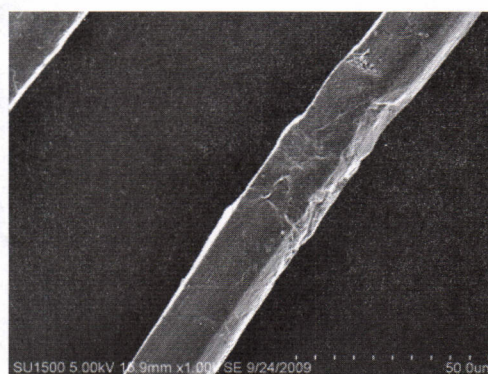


图 A.2 竹原纤维纵面放大 1 000 倍

其他纤维素纤维的横截面和纵面形态见 AATCC 20—2011 附录 1。

#### A.3 黏度(聚合度)法

竹原纤维的聚合度分布约在 1 950~2 250 左右,基本属于高强低伸纤维。

#### A.4 广角 X 射线衍射法

通过广角 X 射线衍射法测试竹原纤维结晶度,X 射线衍射曲线见图 A.3。

在图中,纵坐标表示衍射强度,横坐标  $2\theta$  角是衍射角。其中  $2\theta$  只与晶型有关系,衍射角相同时,波峰越高,纤维对 X 射线的衍射强度就越大,纤维的结晶度也就越高。

经测量得到竹原纤维的  $2\theta$  角分别为  $14.95^\circ$ 、 $22.57^\circ$ 、 $34.20^\circ$ ;不是完全的结晶体,属于纤维素 I 型



SN/T 4560—2016

结晶。

纤维的结晶度可以通过计算衍射强度曲线在测试仪器上直接得到：竹原纤维结晶度为 78%左右。

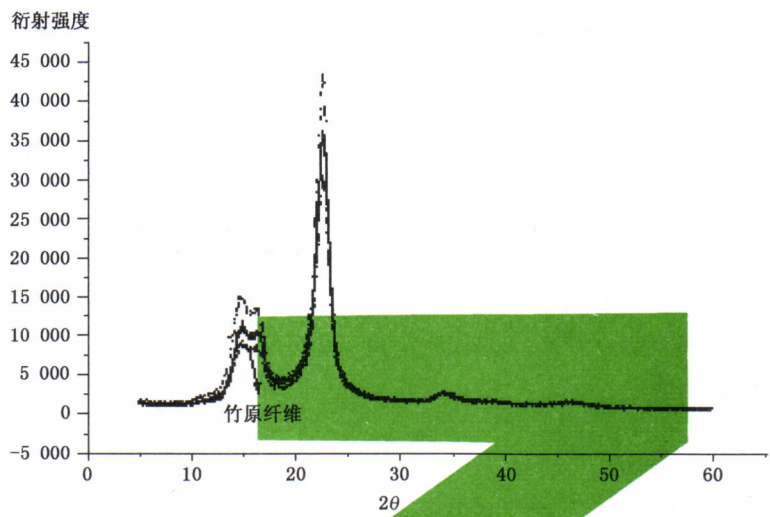


图 A.3 竹原纤维的 X 射线衍射曲线(结晶度)

A.5 纤维旋转方向法

按照 6.5 所述试验方法，经处理后竹原纤维呈顺时针方向旋转。  
具有呈顺时针方向旋转的纤维素纤维还有大麻纤维与黄麻纤维。  
具有呈逆时针方向旋转的纤维素纤维还有棉花、亚麻、苎麻、罗布麻。



附 录 B  
(规范性附录)

两种或以上鉴别方法的组合鉴别竹原纤维和其他纤维素纤维的推荐技术路径

B.1 应用纤维形态和尺寸测量鉴别的技术路线(图 B.1)



图 B.1 竹纤维鉴别步骤(一)

示例：  
通过燃烧鉴别，未知样品被鉴定为纤维素纤维试样后，按照以下步骤进行：

- a) 在预处理之前，利用长纤维(束或单纤维均可)进行纤维旋转方向的检测。逆时针方向旋转的亚麻、苧麻、罗布麻、棉花纤维为 A 组。顺时针方向旋转的黄麻、竹纤维、大麻纤维为 B 组。然后试样按 5.2 进行脱木质素处理。
- b) A 组试样通过纵向形态鉴别，棉花纤维呈天然转曲；通过横截面形态鉴别，苧麻纤维呈腰子形，有中腔及裂纹；亚麻、罗布麻纤维呈不规则多边形，厚壁、小中腔。
- c) B 组试样通过纵向形态鉴别，大麻纤维有麻节，其他纤维均没有；通过纤维横向形态鉴别，黄麻纤维系多角形和不规则形单细胞组成，竹原纤维为腰圆形、中腔极小且有多层次细胞壁结构。

B.2 应用纤维结晶度与形态鉴别的技术路线(图 B.2)

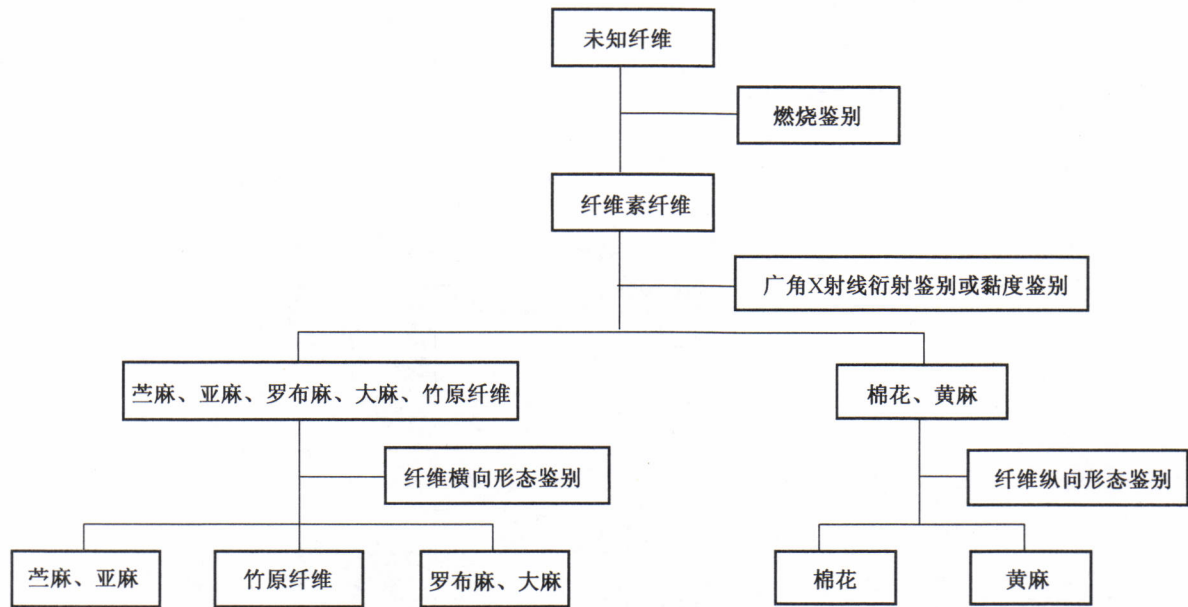


图 B.2 竹纤维鉴别步骤(二)

示例:

通过燃烧鉴别法,未知样品被鉴定为纤维素纤维试样后,按照以下步骤进行:

- 首先通过广角 X 射线衍射(或黏度)鉴别,将试样分为结晶度高低( $>66\%$ 、 $<66\%$ )(或聚合度大小)两组,结晶度大(等)于  $66\%$  的纤维为苧麻、亚麻、罗布麻、大麻、竹原纤维为 A 组;结晶度小于  $66\%$  的黄麻、棉纤维为 B 组。
- A 组试样通过纵向形态鉴别,通过横截面形态鉴别,竹原纤维呈腰圆形、中腔极小且有多层次细胞壁结构;苧麻、大麻纤维呈腰子形,有中腔,部分纤维壁有裂纹;亚麻、罗布麻纤维呈多边形,厚壁、小中腔。
- B 组试样通过纤维横截面形态鉴别,棉花呈天然转曲;黄麻纤维呈多边形、有明显中腔。

附 录 C  
(资料性附录)

竹原纤维与常见麻纤维和棉纤维结晶度

竹原纤维与常见麻纤维和棉纤维结晶度见表 C.1。

表 C.1 竹原纤维与常见麻纤维和棉纤维结晶度

纤维名称	竹原纤维	黄麻	亚麻(可纺纤维)	大麻	苧麻	罗布麻	棉纤维
结晶度/%	78 左右	61.0~64.0	72.6	76.1	80.9	78.7	64.5



中华人民共和国出入境检验检疫  
行 业 标 准  
进出口纺织品 纤维定性分析  
竹原纤维

SN/T 4560—2016

\*

中国标准出版社出版  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)

总编室:(010)68533533

网址 [www.spc.net.cn](http://www.spc.net.cn)

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

\*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 20 千字  
2017年12月第一版 2017年12月第一次印刷  
印数 1—500

\*

书号: 155066·2-32457 定价 18.00 元



SN/T 4560—2016