



中华人民共和国国家标准

GB/T 28218—2011

纸浆 纤维长度的测定 图像分析法

Pulps—Determination of fibre length by automated
optical analysis—Image analysis method

2011-12-30 发布

2012-09-01 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

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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。

本标准由中国轻工业联合会提出。

本标准由全国造纸工业标准化技术委员会(SAC/TC 141)归口。

本标准起草单位：中国印钞造币总公司成都印钞有限公司、中国制浆造纸研究院、中国造纸协会标准化专业委员会。

本标准主要起草人：林莉、岳保民、王振、刘芳群。

纸浆 纤维长度的测定 图像分析法

1 范围

本标准规定了用显微图像分析测定纸浆纤维长度的方法。

本标准适用于各种纸浆纤维长度的测定,小于 0.2 mm 的纤维不计入计算结果。

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 450 纸和纸板 试样的采取及试样纵横向、正反面的测定

GB/T 462 纸、纸板和纸浆 分析试样水分的测定

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

GB/T 22903 纸浆 物理试验用标准水

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文件。

3.1

显微图像分析 micro-image analysis

用显微镜将纤维放大成像,观察其形态、结构,并测量、统计。

3.2

数量平均纤维长度 mean length

所测纤维总长度除以总根数所得的结果,用 L 表示。

3.3

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

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

由质量计算的重量平均纤维长度,用 L_w 表示。

注:质量-重量平均纤维长度早先称为重量-重量平均纤维长度。

4 原理

将染色后的纤维用显微镜放大,采用数码照相机将放大的纤维图像信号转变为电子数码信号输送到计算机,经计算机处理后显示在电脑显示屏上。用鼠标在显示屏上点击单根纤维的两端(或用鼠标在显示屏上沿纤维走向把纤维细分成多段直线)进行测量,计算机自动跟踪所测纤维,描绘纤维骨架结构,

自动计算纤维实际长度,并统计数量平均纤维长度和重量平均纤维长度以及长度分布。

5 设备与材料

常规的实验室设备及下述设备与材料。

5.1 纤维分析仪:由成像系统和测量系统组成。

5.1.1 成像系统:显微镜、数码成像采集单元。

5.1.2 测量系统:图像传输及转换单元、测量分析单元。

至少应有 90% 的透射光谱落在图像采集的敏感区,成像系统消除光线干扰的能力应超过 99%;对于 0.2 mm 以上的纤维,成像系统的采集效率应 100% 有效。

5.2 纤维解离器:应符合 QB/T 1462 的规定。

5.3 校准纤维:由人造纤维制成,其长度建议为 0.5 mm、3.0 mm 及 7.0 mm,精度 0.01 mm。此纤维应由仪器制造商提供,每种都应有稳定的平均长度及长度分布数据。

5.4 移液管:15 mL、5 mL。

5.5 其他材料:载玻片、解剖针、镊子、烧杯、皮头吸管、滤纸、不锈钢或搪瓷盘。

5.6 可控温加热板或烘箱。

6 试剂

实验中所使用的试剂均为分析纯。

6.1 蒸馏水或去离子水:应符合 GB/T 22903 的规定。

6.2 冰乙酸(CH_3COOH)。

6.3 过氧化氢(H_2O_2):浓度 30%~50%。

6.4 碘-氯化锌(Herzberg)染色剂

6.4.1 饱和氯化锌溶液的配制

取 20 g 无水氯化锌(ZnCl_2)加入到 10 mL 蒸馏水或去离子水(6.1)中并加热,直至剩余溶质不再溶解,冷却溶液至室温,并观察有氯化锌结晶析出,将溶液贮于棕色试剂瓶中备用。

6.4.2 碘溶液的配制

定量称取 2.1 g 碘化钾(KI)和 0.1 g 碘(I_2),用移液管(5.4)逐滴加入 5 mL 蒸馏水或去离子水,边加边搅拌,使其混合均匀。碘在水中应完全溶解,若溶液中有残留碘未被完全溶解,可能是水加入的速度太快,溶液应废弃。

6.4.3 碘-氯化锌(Herzberg)染色剂的配制

在搅拌状态下,用移液管将配制好的碘溶液(6.4.2)徐徐加入到已经冷却的饱和氯化锌溶液(6.4.1)中,混合均匀,于暗处静置 6 h 以上,待所有沉淀物沉降后,缓慢倒出上层清液于棕色滴瓶中,并加入 1 粒~2 粒碘片,放置于暗处备用。染色剂应每两个月制备更换一次。

注:可使用仪器制造商提供的其他染色剂。

7 试样的采取及制备

7.1 试样的采取

如果试验的目的是为了评价某一批纸浆的质量,取样则按 GB/T 740 进行;如果是纸和纸板,则按 GB/T 450 进行。如果取样方法不同,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时,应使试样能够代表整个样品。

7.2 试样的制备

7.2.1 试样的解离

7.2.1.1 原料

试样如果是植物原料,首先应将其分离成单根纤维,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,洗净后于纤维解离器中用蒸馏水或去离子水按 QB/T 1462 解离后备用。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 的冰乙酸(6.2)和过氧化氢(6.3)在 60℃ 下浸泡数小时,直至原料分离成单根纤维。洗净纤维,于纤维解离器中用蒸馏水或去离子水解离后备用。

7.2.1.2 纸浆

未经干燥的湿浆样,按 GB/T 462 测定其水分后,可以不必解离,直接稀释使用。

如果试样是干浆板,按 GB/T 462 测定其水分后,将其浸湿从中部撕取一定量试样,按 QB/T 1462 的规定进行解离后备用。

7.2.1.3 纸和纸板

纸和纸板的解离按 GB/T 4688 中的有关规定进行。

7.2.2 试样的制备

在搅动状态下,取上述解离分散好的试样,用蒸馏水或去离子水稀释至约 0.01% 的浓度。

在搅动状态下,用皮头吸管吸取准备好的纤维悬浮液约 1 mL,均匀地分散到载玻片上。将载玻片置于可控温加热板上烘干,或置于不锈钢盘中,放入烘箱快速烘干。取出试片冷却至室温。

在试片上滴 2 滴~3 滴碘-氯化锌(Herzberg)染色剂,使纤维着色,再盖上一片盖玻片,用滤纸吸去多余的染色剂后备用。

注:由于 Herzberg 染色剂具有一定的膨润作用,时间长了易使纤维变形和褪色,影响测定结果,因此,纤维试片以现做现用为宜。

8 试验步骤

8.1 试验

8.1.1 按照说明书打开仪器电源开关,将制好的试片放在显微镜的载物台上,取适当的物镜倍数。调节显微镜焦距使成像清晰,所测纤维的形态图像便可在显微镜目镜和与数码成像系统连接的显示屏中观察到。每个试片中可观察试样的纤维根数以 300 根~500 根为宜。

8.1.2 确定所测纤维细小纤维限定值。由于细小纤维含量对纸浆质量有影响,根据所测纤维的品种,建议限定值设置为 0.2 mm~0.5 mm 之间。

8.1.3 按照仪器操作程序对试样进行检测,所测纤维的实际长度由计算机自动跟踪、记录和统计,并报出数量平均纤维长度、重量平均纤维长度以及长度分布。两次平行试验的相对误差应不超过±2%。

8.2 仪器的校准

8.2.1 成像系统放大倍数的校准

校准时,先将物镜测微尺放在显微镜载物台上,调节焦距使测微尺的刻线图像清晰,然后检查显示

屏上刻线长度与设置的放大倍数是否相符,显示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±1%。若数据超过其允许误差,则应联系仪器制造商。校准应每月进行一次。

8.2.2 用校准纤维作仪器性能检查

将校准纤维稀释至0.01%的浓度,按照7.2.2和8.1进行试片的制备和试验。将试验数据与仪器制造商提供的数据进行比对。对于化学浆的长度-重量平均纤维长度,其允许误差应不超过±2%。若检验值超过其规定的允许误差,则应联系仪器制造商。校准应半年进行一次。

9 计算

9.1 计算方法

对每个长度级 l_i 中的纤维根数 n_i 进行计数。

每级纤维的数量百分含量 f_i 由式(1)计算得出。

$$f_i = \frac{n_i}{\sum n_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

每级纤维的长度-重量百分含量 f'_i 由式(2)计算得出。

$$f'_i = \frac{n_i l_i}{\sum n_i l_i} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

- n_i ——第 i 级的纤维根数;
- l_i ——第 i 级纤维长度的中位值,单位为毫米(mm);
- $\sum n_i$ ——各级纤维总根数;
- $\sum n_i l_i$ ——各级纤维总长度值,单位为毫米(mm)。

9.2 算术测量值的计算

9.2.1 长度值

下面的公式用来计算要求的质量指标和平均纤维长度(另有一些质量指标可为特殊目的而计算)。

a) 数量平均纤维长度 L 由式(3)计算得出。

$$L = \frac{\sum n_i l_i}{\sum n_i} \quad \dots\dots\dots(3)$$

注1:数量平均纤维长度往往不是最有意义的纤维长度指标,它受短纤维的影响较大,常用的较好的表示方法为长度-重量平均纤维长度。

b) 长度-重量平均纤维长度 L_1 由式(4)计算得出。

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

c) 质量-重量平均纤维长度 L_w 由式(5)计算得出。

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

注2:长度-重量平均纤维长度的解释是假定所有的纤维都具有相同的粗度。而质量-重量平均纤维长度的解释是假定纤维粗度与纤维长度成比例,这里不包括机械浆。

9.2.2 变异系数

从频数分布计算变异系数 CV 以%计,由式(6)计算得出。

$$CV = \frac{s}{L} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中：

CV——变异系数，%；

s——标准偏差，单位为毫米(mm)；

L——数量平均纤维长度，单位为毫米(mm)。

式(6)中的标准偏差s以毫米表示，应由式(7)计算得出。

$$s = \left[\frac{\sum (l_i - L)^2 n_i}{\sum n_i} \right]^{1/2} \quad \dots\dots\dots(7)$$

如果L和L₁已经计算出来，则变异系数可用式(8)计算得出。

$$CV = 100 \times \left(\frac{L_1}{L} - 1 \right)^{1/2} \quad \dots\dots\dots(8)$$

9.2.3 频数分布的表示

如果要求长度分布曲线图，可用下述方法表示。

——使用一个频数分布图表，以长度为函数，来表示各长度级中纤维的数量及数量百分数；

——使用一个累计频数分布图，以长度为函数，来表示某一长度规定值内的纤维百分数。

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) 识别样品的所有信息；
- d) 使用仪器的型号；
- e) 样品或试样是否经过筛选以除去纤维束；
- f) 所测纤维的总数；
- g) 长度-重量平均纤维长度及质量-重量平均纤维长度，如有要求，还应包括数量平均纤维长度；
- h) 如果要求分布曲线图，则需做出频数分布图及累计频数分布图；
- i) 如有要求，还需注明计算所用的组距和纤维数；
- j) 对试验结果可能影响的任何操作，无论本标准中有无明确规定都应加以说明。