

基于 AFM 的羊毛与羊绒纤维的表面形貌研究

傅宏俊¹, 于淼¹, 刘建中¹, 王瑞¹, 刘学敏²

(1. 天津工业大学 纺织学部, 天津 300387; 2. 宏太中国有限公司, 福建 泉州 362700)

摘要: 采用原子力显微镜(AFM)对羊毛与羊绒纤维表面进行研究,通过轻敲模式扫描得到纤维表面形貌图像,进而对纤维鳞片进行测量与分析,得到可鉴别不同种类纤维的形态指标,并对不同种类纤维的鳞片形态进行了比较.结果表明:与羊毛纤维相比,羊绒纤维的鳞片厚度普遍小于550 nm,鳞片边缘倾斜角度在50°以上;拉细羊毛鳞片增厚可至900 nm左右,而减薄后的鳞片厚度在400 nm左右,鳞片边缘倾斜角度基本介于羊毛与羊绒纤维之间.本研究表明,通过AFM形貌观察并结合鳞片形态测量,可准确地进行羊绒、羊毛及拉细羊毛3种纤维的区分与鉴别.

关键词: 羊毛纤维;羊绒纤维;表面形貌;原子力显微镜;鳞片

中图分类号: TS102.311

文献标志码: A

文章编号: 1671-024X(2014)02-0028-04

Study on surface topography of wool and cashmere fibers based on AFM

FU Hong-jun¹, YU Miao¹, LIU Jian-zhong¹, WANG Rui¹, LIU Xue-min²

(1. Division of Textile, Tianjin Polytechnic University, Tianjin 300387, China; 2. Hongtai China Co Ltd, Quanzhou 362700, China)

Abstract: Atomic force microscope (AFM) was adopted to study the surface topography of wool and cashmere fibers. The surface topography images, obtained by tapping mode, were measured to get the morphological parameters, by which the scale forms of different types of fiber were compared. The results show that the thickness of cashmere fiber scales edge is generally less than 550 nm and the angle of fiber scales edge inclination is more than 50°. For slenderized wool fiber, the thickness of fiber scales edge is about 900 nm while incassation is occurring, as while as the thickness is about 400 nm if being reduced. The angle of slenderized wool fiber scales edge inclination is between wool and cashmere. Through the study, it can be seen that morphological observation and scale form measurement can be used to distinguish and identify wool, slenderized wool and cashmere fibers.

Key words: wool fiber; cashmere fiber; surface topography; AFM; scales

山羊绒(通常称之为羊绒)作为一种珍贵稀有的特种动物纤维,手感柔软丰润,是制作高档服装面料的首选原料之一.如何准确鉴别羊毛纤维和羊绒纤维是纺织领域的难点问题,目前比较常见的鉴别方法主要有:光学显微镜法、扫描电子显微镜法(SEM法)、计算机图像识别法、染色法、溶液鉴别法等^[1-5],但这些方法往往对鉴别人员的技术和经验要求比较高,或者技术和成本本身具有各种局限性.当前,快速有效地鉴别羊绒和羊毛纤维仍然是一个难题,寻找一种科学、准确、快速、客观的鉴别方法一直是人们不断追求和探索的目标.原子力显微镜(atomic force microscope, AFM)是扫描探针显微镜(scanning probe microscope, SPM)的重要组成部分,是纳米科技(包括纳米材料技

术)领域中最主要的测试和研究仪器^[6-9].与其他表面分析手段相比,AFM具有如下优点:①具有极高的分辨率,它通过探针与试样材料表面原子间力的变化进行材料表面形貌的测试,超越了光线和电子束波长对分辨率的限制,因此使人们的观察视野得以向微观世界极大地延伸;②可以直接观察到试样的三维图像以及材料的局部表面结构,得到的表面形貌图形更加直观,并可获得材料表面粗糙度等重要信息;③可在形貌观察的同时获得探针与样品间各种相互作用的信息,如静电力、磁力、摩擦力、化学力、粘滞力等,因此可用于对材料进行微观尺度下各种性能的研究.AFM在纤维材料研究领域的应用研究开展得比较广泛^[10-12],而在羊毛、羊绒纤维表面观察方面的研究报道尚不多见.

收稿日期: 2014-01-10 基金项目: 国家自然科学基金资助项目(51003075)

通信作者: 傅宏俊(1975—),男,博士,副教授,硕士生导师. E-mail: fuhongjun@tjpu.edu.cn

本文采用原子力显微镜(AFM)对羊毛与羊绒纤维的表面形貌进行观察,对试样制备、扫描模式、扫描参数进行实验研究,在此基础上,对纤维的表面 AFM 图像进行分析和比较,从中找出可鉴别不同种类纤维的形貌指标,以期为准确鉴别羊毛与羊绒纤维提供新的手段与方法。

1 实验部分

1.1 实验材料与仪器

所用材料包括:山羊绒纤维、普通羊毛纤维及拉细羊毛纤维,由天津工业大学纺织实验中心提供;中性洗涤剂、蒸馏水、双面胶,市售。

所用仪器包括:CSPM5500 型多功能扫描探针显微镜,中国广州本原纳米科技有限公司提供;KQ2200B 型超声清洗器,昆山市超声仪器有限公司产品;烧杯、烘箱、盖玻片、镊子等,市售。

1.2 试样制备

将纤维分别放入烧杯中,加入蒸馏水和一定量中性洗涤剂,在超声清洗器中清洗 10 min 后用蒸馏水洗掉纤维表面的洗涤剂,脱水并置于 50 °C 烘箱内烘干 2 h 后待用。

将双面胶的一面粘在盖玻片上,用镊子将烘干的纤维拉直,将纤维粘到双面胶上,然后用双面胶离型纸轻压纤维;将试样置于洁净环境中 6 h 以上,待粘贴牢固后即得 AFM 待测试样。

1.3 AFM 扫描与图像分析

(1) 图像扫描:选择适当扫描范围的扫描器装入 CSPM 5500 型扫描探针显微镜;将待测纤维试样放置在样品台上,利用仪器配备的光学显微镜辅助寻找纤维试样,调整试样位置,使待测纤维处于悬臂正下方并使纤维方向与探针悬臂方向大体一致;开启设备软件,选择测试模式;进针(样品逼近探针)、选择扫描位置和扫描范围并开始扫描;扫描结束后退针、存储图像。实验中共观察了 3 种纤维试样各 5 个,每个试样均选取不同观察点进行扫描。

(2) 图像分析:利用扫描探针显微镜附带的 Imager 4.60 软件进行图像分析。

2 结果与讨论

2.1 羊毛、羊绒纤维 AFM 扫描方法

对于羊毛、羊绒等尺度较小的纤维试样,欲进行 AFM 扫描并良好成像具有一定难度,通过本文实验研

究,总结出在测试过程中应注意的问题如下:

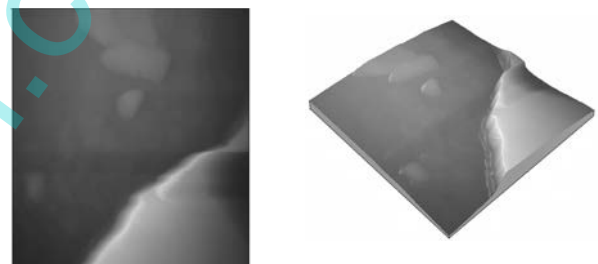
(1) 试样制备是良好成像之关键。为此,纤维应经充分洗涤、漂洗以去除表面灰尘及其他杂质,纤维试样粘贴后应静置一段时间,以使粘贴更为牢固,防止扫描过程中发生纤维试样位置偏离而影响成像。

(2) 应根据所测试样选择适当尺度的扫描器及扫描范围,本文采用 21 μm ×21 μm 扫描器,扫描范围为 6 μm ×6 μm 左右,以确保所得到的形貌图像包含足够的纤维表面鳞片结构信息。

(3) 针对纤维材料小尺度弧形表面的形状特点,AFM 扫描时选择轻敲(tapping)模式,在进针过程中通过反馈信号(悬臂振幅电流值)的变化对针尖与样品的相对位置进行监控和调整,确保探针针尖在纤维表面弧线的最高点处进行扫描。

2.2 羊绒、羊毛纤维的 AFM 形貌图对比

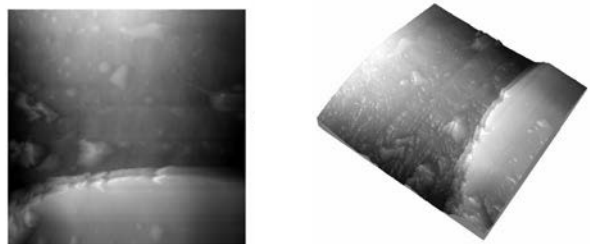
AFM 扫描得到的 3 种纤维表面形貌图像如图 1、图 2 和图 3 所示。



(a) 2D 图 (b) 3D 图

图 1 羊绒纤维表面形貌图

Fig.1 Surface topography of cashmere fiber



(a) 2D 图 (b) 3D 图

图 2 羊毛纤维表面形貌图

Fig.2 Surface topography of wool

结合图 1—图 3 可以看出,与羊毛纤维相比,羊绒纤维的鳞片边缘更清晰、光滑,没有小的突起(图 1),而羊毛纤维鳞片表面有较多的突起,不够平滑(图 2)。

拉伸羊毛技术可使细羊毛纤维达到仿羊绒的效果,其外观手感与羊绒织物经常可达到以假乱真的程度,这也给羊绒、超细羊毛和拉细羊毛等一系列细度和羊绒很接近的纤维的鉴别带来了难度。拉细羊毛表面鳞片变化比较复杂^[13-14],图 3 为本文所观察到的拉

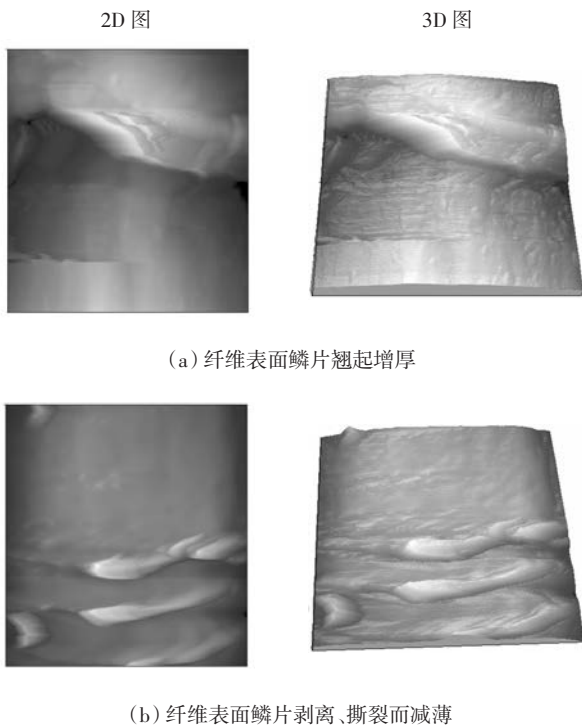


图 3 拉细羊毛纤维表面形貌图

Fig.3 Surface topography of slenderized wool

细羊毛 AFM 图像,从中可以看出,纤维表面鳞片或因拉伸而翘起增厚(图 3(a)),或因化学试剂作用而发生剥离、撕裂而减薄(图 3(b)).

因此,通过表面 AFM 形貌图可以比较容易地进行羊毛、拉细羊毛以及羊绒纤维的区分与鉴别.

2.3 纤维表面鳞片形态测量与分析

AFM 扫描所得图像为三维图像,包含了 X、Y、Z 3 个方向的精确尺度数据,这为进行试样形貌的精确测量与分析奠定了基础.该分析方法如图 4 所示.

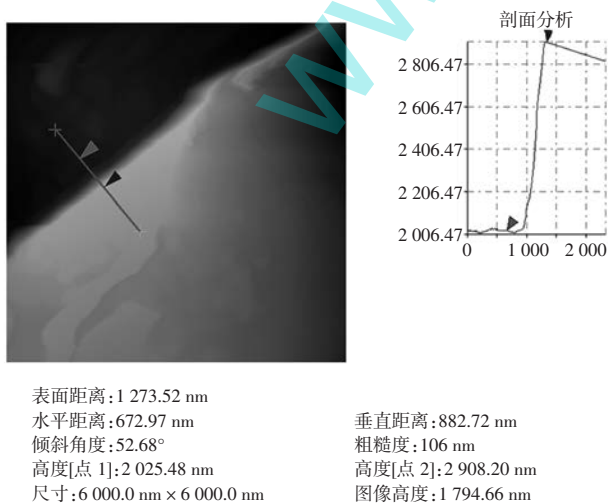


图 4 纤维形貌剖面线分析示意图
Fig.4 Section line analysis of fiber surface

图 4 中:沿垂直于鳞片边缘方向作剖面线,其范围涵盖从鳞片至毛干的过渡区域;将测试游标置于图中所示位置,可得到包括表面距离、垂直距离倾斜角度、粗糙度等在外的鳞片边缘形态数据;将游标间的“垂直距离”视为鳞片厚度,将“倾斜角度”视为鳞片的边缘倾斜角度,作为比较不同纤维鳞片形态的主要指标.

按上述方法在 3 种纤维的 AFM 形貌图像中进行鳞片形态参数测量,所选测量点涵盖不同位置鳞片以及每个鳞片的不同位置,以平均值作图得到不同纤维的鳞片边缘厚度与倾斜角度对比,如图 5、图 6 所示.

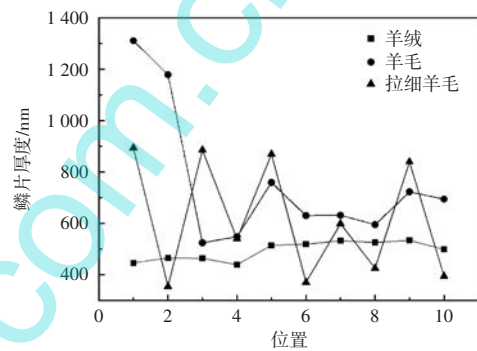


图 5 纤维鳞片边缘厚度对比

Fig.5 Thickness of fiber scales edge

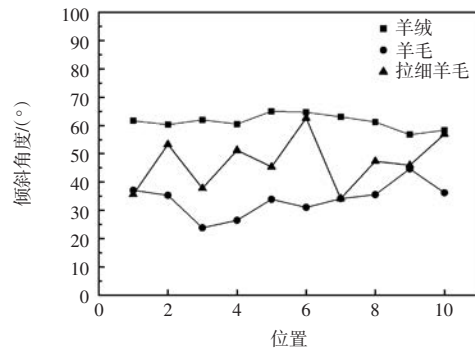


图 6 纤维鳞片边缘倾斜角度对比

Fig.6 Angle of fiber scales edge inclination

由图 5、图 6 可以看出,羊绒纤维的鳞片厚度均在 550 nm 以下,而羊毛纤维的鳞片厚度显著大于羊绒纤维,在 550 nm 以上.对于纤维边缘倾斜角度则是羊绒纤维大于羊毛纤维,前者在 50°以上,后者小于 50°.

拉细羊毛在拉细过程中受外界湿热及外力等因素影响,鳞片的厚度与倾斜角度发生变化,使得测试数据较为分散.鳞片增厚可至 900 nm 左右,而减薄后的鳞片厚度在 400 nm 左右;鳞片边缘倾斜角度基本介于羊毛与羊绒纤维之间.

可见,通过 AFM 形貌观察并结合上述 2 项指标的测量与统计,可准确地进行羊绒、羊毛及拉细羊毛等 3 种纤维的区分与鉴别.

3 结 论

本文对羊毛与羊绒纤维的AFM试样制备、扫描方法、图像分析等进行实验研究,得到如下结论:

(1) 对羊毛与羊绒纤维进行AFM测试时应选择轻敲模式,利用信号检测系统监测悬臂振幅的变化来选取纤维弧形表面最高处进行形貌扫描,通过扫描范围的合理选择,可使图像包含纤维鳞片结构信息。

(2) 通过对纤维鳞片处的剖面线分析,可获得鳞片边缘厚度、鳞片边缘倾斜角度等数据,作为区分不同类型纤维的形态指标,可用于进行羊毛与羊绒纤维的区分与鉴别。

(3) 羊绒纤维的鳞片厚度显著小于羊毛纤维,而鳞片边缘倾斜角度显著大于羊毛纤维;拉细羊毛鳞片的厚度与倾斜角度发生变化,鳞片存在增厚与减薄,鳞片边缘倾斜角度介于羊毛与羊绒纤维之间。

(4) AFM在进行羊绒、羊毛纤维鉴别方面具有较大优势,为解决该难点问题提供了新的测试方法,值得进行深入研究与开发。本文仅对鳞片厚度、鳞片边缘倾斜角度2项指标进行了初步测试与分析,在其他形貌指标发掘等方面还有待进一步深入研究。需要指出的是,AFM不仅可以进行表面形貌研究,其在表面粗糙度、表面硬度、粘弹性、摩擦力、化学力、粘滞力等方面同样具有其他分析手段所无法比拟的优势,其中很多功能在纤维鉴别领域同样具有应用潜力。

参考文献:

- [1] 何兰芝,陈莉萍,王雪梅. 山羊绒与羊毛纤维鉴别检测综述[J]. 上海纺织科技,2008,10:44-46.
- [2] 盛冠忠,李龙. 关于山羊绒鉴别有关问题的探讨[J]. 毛纺科技,2007(12):52-55.
- [3] 赵永聚,王剑,周群,等. 绵羊毛与山羊绒的主要品质和超显微结构比较[J]. 西南大学学报:自然科学版,2008(3):75-79.
- [4] KIM Youngmi, KIM Taewoo, CHOI Hyungmin. Qualitative identification of cashmere and yak fibers by protein fingerprint analysis using matrix-assisted laser desorption/ionization time-of-flight mass spectrometry[J]. Industrial & Engineering Chemistry Research,2013,52(16):5563-5571.
- [5] TONETTI Cinzia, VINEIS Claudia, ALUIGI Annalisa. Immunological method for the identification of animal hair fibres[J]. Textile Research Journal,2012,82(8):766-772.
- [6] 白春礼,田芳,罗克. 扫描力显微术[M].北京:科学出版社,2000.
- [7] 田文超,贾建援. 扫描探针显微镜系列及其应用综述[J]. 西安电子科技大学学报,2003(1):108-112.
- [8] YUAN Bing-kai, CHEN Peng-cheng, ZHANG Jun. Research progress in atomic resolution microscopy [J]. ACTA Physico-Chimica Sinica,2012,29(7):1370-1384.
- [9] BACLAYON M, WUITE G J L, ROOS W H. Imaging and manipulation of single viruses by atomic force microscopy[J]. Soft Matter,2012,6(21):5273-5285.
- [10] FENG C Y, KHULBE K C, MATSUURA T. Recent progresses in polymeric hollow fiber membrane preparation, characterization and applications[J]. Separation and Purification Technology,2013,111:43-71.
- [11] 张晓清,刘泽华,双金玲,等. 棉浆纤维表面的原子力显微镜表征[J]. 纸和造纸,2008(1):65-66.
- [12] 李峻青,黄玉东,王卓. γ -射线辐照对碳纤维表面结构以及强度的影响[J]. 航空材料学报,2005(6):52-56.
- [13] 王晓红,杨锁廷,姚金波. 拉伸细化羊毛纤维的性能研究[J]. 纺织学报,2005,26(1):39-41.
- [14] 张毅,杨锁廷. 拉伸羊毛的结构性能研究[J]. 天津工业大学学报,2004,23(2):20-23.