

# ΠΤΥΧΙΑΚΗ ΕΡΓΑΣΙΑ

ΑΕΙ ΠΕΙΡΑΙΑ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΟΥ ΤΟΜΕΑ

## ΜΕΘΟΔΟΙ ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗΣ ΚΛΩΣΤΟΥΦΑΝΤΟΥΡΓΙΚΩΝ ΙΝΩΝ

ΣΧΟΛΗ ΤΕΧΝΟΛΟΓΙΚΩΝ ΕΦΑΡΜΟΓΩΝ  
ΤΜΗΜΑ ΚΛΩΣΤΟΥΦΑΝΤΟΥΡΓΩΝ ΜΗΧΑΝΙΚΩΝ

Επιβλέποντες καθηγητές:

Καλύβας Βασίλειος  
Πρινιωτάκης Γεώργιος

ΜΗΚΩΝΙΑΤΗ ΜΑΡΙΑ Α.Μ 42402  
ΕΥΛΟΚΟΤΑ ΠΑΝΑΓΙΩΤΑ Α.Μ 42498

ΑΙΓΑΛΕΩ 2017

# THESIS

PIRAEUS UNIVERSITY OF APPLIED SCIENCE

# Identification Methods Of Textile Fibers

ENGINEERING FACULTY  
DEPARTMENT OF TEXTILE ENGINEERING

Supervisors.

Kalivas Vasileios  
Priniotakis Georgios

MIKONIATI MARIA No. 42402  
XYLOKOTA PANAGIOTA No. 42498

AIGALEO 2017

## **ΕΥΧΑΡΙΣΤΙΕΣ**

Θα θέλαμε να ευχαριστήσουμε θερμά τους επιβλέποντες Β. Καλύβα και Γ. Πρινωτάκη, οι οποίοι με τις γνώσεις τους και την πείρα τους βοήθησαν σημαντικά στην εκπόνηση αυτής της εργασίας.

Θα θέλαμε να ευχαριστήσουμε τις οικογένειες μας για την αμέριστη συμπαράσταση και υπομονή τους για την επιτυχή περάτωση των σπουδών μας.

## ΠΕΡΙΕΧΟΜΕΝΑ

<b>ΠΕΡΙΛΗΨΗ</b> .....	5
<b>SUMMARY</b> .....	6
<b>ΠΡΟΛΟΓΟΣ</b> .....	7
<b>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1: ΕΙΣΑΓΩΓΗ</b>	
1.1 Γενικά .....	8
1.2 Ταυτοποίηση Κλωστοϋφαντουργικών Υλικών .....	16
<b>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2: ΠΑΡΑΔΟΣΙΑΚΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗΣ ΙΝΩΝ</b>	
2.1 Εισαγωγή .....	18
2.2 Οπτική δοκιμή .....	19
2.3 Δοκιμή Πυκνότητας .....	22
2.4 Δοκιμή Διαλυτότητας .....	28
2.5 Δοκιμή Χρώσης .....	36
2.6 Δοκιμή Καύσης .....	38
<b>ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3: ΣΥΓΧΡΟΝΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗΣ ΙΝΩΝ</b>	
3.1 Εισαγωγή .....	49
3.2 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σάρωσης (SEM) .....	50
3.3 Φασματοσκοπία Υπερύθρου (IR) .....	58
3.4 Περίθλαση Ακτινών Χ .....	63
3.5 Τριχοειδής Ηλεκτροφόρηση / Φασματομετρία Μαζών .....	69
3.6 Θερμοσταθμική Ανάλυση .....	74
3.7 Τεχνολογία Υπολογιστικής Επεξεργασίας Εικόνας .....	78
3.8 Φασματοσκοπία Micro-Raman .....	80
<b>ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ</b> .....	85
<b>ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ</b> .....	87

## ΠΕΡΙΛΗΨΗ

Η εργασία αυτή στόχο έχει την συγκέντρωση και την παρουσίαση των μεθόδων αναγνώρισης και ταυτοποίησης των κλωστοϋφαντουργικών ινών. Με την έννοια αυτή, προσφέρει εύκολη πρόσβαση του εργαζόμενου / ερευνητή στις μέχρι σήμερα διαμορφωμένες τεχνικές, εκφρασμένες, όχι μόνο μέσα από τις πρότυπες μεθόδους, αλλά και σε δόκιμες, με την βοήθεια των οποίων επιλύονται συγκεκριμένα προβλήματα.

Ανάλογα με τη σύνθεση των υφασμάτων, χρησιμοποιούνται διάφορες μέθοδοι αναγνώρισης και ταυτοποίησης των κλωστοϋφαντουργικών ινών από τις οποίες αυτά αποτελούνται. Οι μέθοδοι αυτές είναι είτε απλές δοκιμές προσδιορισμού της σύστασης των υφασμάτων είτε πολύπλοκες δοκιμές.

Οι παραδοσιακές μέθοδοι ταυτοποίησης είναι απλές και εύκολες στην χρήση τους και περιλαμβάνουν τη χρησιμοποίηση οπτικού μικροσκοπίου, την μέτρηση της πυκνότητας και τις δοκιμασίες καύσης, χρώσης και διαλυτότητας.

Οι νέες μέθοδοι ενόργανης φυσικο-χημικής ανάλυσης υλικών, ανταποκρίνονται στις ανάγκες ταυτοποίησης, ιδιαίτερα των ινών βιομηχανικών και τεχνικών υφασμάτων. Αυτές περιλαμβάνουν την ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης, τη φασματοσκοπία υπερύθρου, την περίθλαση ακτίνων X, την τριχοειδή ηλεκτροφόρηση / φασματομετρία μαζών, την θερμοσταθμική ανάλυση, με την τεχνολογία υπολογιστικής επεξεργασίας εικόνας και, τέλος, την φασματομετρία micro-Raman.

Στα συμπεράσματα αναφέρεται η σύγκριση των δύο παραπάνω ομάδων ανάλυσης και δίνεται μια ενδεικτική βιβλιογραφία.

## **SUMMARY**

This dissertation aims at gathering and presenting the methods for identification of textile fibers. In this sense, it offers the researcher/worker easy access to the methods developed so far, expressed not only by standard methods, but also by means of testing, which helps to solve specific problems.

Depending on the composition of the fabrics, various methods for the identification of the fibers that compose them can be used. These methods are either simple tests to identify the composition of textiles or complex procedures.

The traditional methods of identification are simple and easy to use and include optical microscopy, density measurement, as well as burning, coloring and solubility tests.

The new methods of organic physicochemical analysis of materials meet the needs for identification, particularly those of industrial and technical fabric fibers. These include scanning electron microscopy, infrared spectroscopy, X-ray diffraction, capillary electrophoresis/mass spectrometry, thermo-gravimetric analysis, computational image processing technology and micro-Raman spectrometry.

The conclusions refer to the comparison of the two above analysis groups and an indicative bibliography for more specialized methods/uses is provided.

## **ΠΡΟΛΟΓΟΣ**

Ο έλεγχος ποιότητας των ινών περιλαμβάνει πολλούς τομείς. Ένας από αυτούς, και πολύ σημαντικός, είναι η αναγνώριση και η ταυτοποίηση των κλωστοϋφαντουργικών ινών που χρησιμοποιούνται για τη παραγωγή προϊόντων.

Οι τρόποι με τους οποίους πραγματοποιούνται οι έλεγχοι ταυτοποίησης έχουν καθοριστεί από μεγάλους οργανισμούς, με την βοήθεια των οποίων καθίσταται δυνατό να ταξινομηθούν οι υπό εξέταση ίνες.

Η εξέλιξη της τεχνολογίας και η καθιέρωση νέων μεθόδων μελέτης και έρευνας, έδωσαν τη δυνατότητα στους ερευνητές να εισάγουν σύγχρονες μεθόδους ταυτοποίησης ινών, οι οποίες είναι ταχύτερες, πιο αξιόπιστες και πιο λεπτομερείς.

Η εργασία αυτή επιδιώκει να αποτελέσει πηγή πληροφοριών και βιβλιογραφίας για οποιονδήποτε ασχολείται ή θέλει να ασχοληθεί με την αναγνώριση και την ταυτοποίηση των κλωστοϋφαντουργικών ινών.

# ΚΕΦΑΛΑΙΟ 1

## ΕΙΣΑΓΩΓΗ

### *1.1 Γενικά*

Κατά την αρχαιότητα ο άνθρωπος ξεκίνησε να χρησιμοποιεί τις βασικές φυσικές ίνες ( βαμβάκι, μαλλί, μετάξι) για την ένδυση του. Παράλληλα με την εξέλιξη του ανθρώπου και την αύξηση του πληθυσμού δημιουργήθηκε η ανάγκη μαζικότερης παραγωγής ενδύματος. Το γεγονός αυτό είχε ως αποτέλεσμα τη δημιουργία των τεχνητών και συνθετικών ινών , τον ακρογωνιαίο λίθο του βιομηχανικού κλάδου της κλωστοϋφαντουργίας.

Ορισμένα γραμμικά εύκαμπτα πολυμερικά υλικά, είτε φυσικά είτε κατασκευασμένα, τα οποία με κατάλληλη επεξεργασία έχουν τη δυνατότητα να μετατραπούν σε ίνες που αποτελούν το βασικό στοιχείο των υφασμάτων και των υπολοίπων δομών της κλωστοϋφαντουργίας. Το μήκος των υφάνσιμων ινών είναι τουλάχιστον 100 φορές μεγαλύτερο από το πάχος τους ή τη διάμετρό τους. Οι υφάνσιμες ίνες μπορούν να παραχθούν στη φύση (βαμβάκι, λινάρι κτλ) είτε να παραχθούν σε κάποιο εργαστήριο ή εργοστάσιο παραγωγής ινών (οργανικά πολυμερή). Ο όρος αναφέρεται σε μονάδες που μπορούν να περιστραφούν σε ένα νήμα ή να μετατραπούν σε ύφασμα με διάφορες μεθόδους, όπως είναι η ύφανση, η πλέξη, η πιληματοποίηση και η συστροφή. Οι βασικές απαιτήσεις μιας ίνας είναι να μπορεί να μετατραπεί σε νήμα τουλάχιστον 5 mm, να έχει ελαστικότητα, συνεκτικότητα και αντοχή.

Με βάση τον τρόπο παραγωγής τους οι ίνες μπορούν να ταξινομηθούν στις φυσικές και τεχνητές ίνες. Οι τεχνητές ίνες είναι μια κατηγορία που αφορά διάφορα είδη ινών τα οποία παράγονται από ουσίες που σχηματίζουν ίνες, όπως είναι τα πολυμερή που συντίθενται από χημικές ενώσεις (πολυακρυλονιτρίλιο, πολυαμίδιο,



πολυεστέρας), τροποποιημένα ή μετασχηματισμένα φυσικά πολυμερή (αλγινικό, ραϋγιόν), και ανόργανα άλατα (γυαλί). Στην ουσία δηλαδή οι τεχνητές ίνες είναι εκείνες οι οποίες ξεχωρίζουν πραγματικά από τις φυσικές, όπως είναι το βαμβάκι, το μετάξι, το λινάρι και λοιπές άλλες.

Στους παρακάτω πίνακες θα αναφερθεί η γενική κατάταξη των ινών:

### ΠΙΝΑΚΑΣ 1

ΦΥΣΙΚΕΣ ΙΝΕΣ		
ΚΥΤΤΑΡΙΝΙΚΕΣ	ΠΡΩΤΕΙΝΙΚΕΣ	ΟΡΥΚΤΕΣ
ΒΑΜΒΑΚΙ	ΜΑΛΛΙ	ΑΜΙΑΝΤΟΣ
ΛΙΝΑΡΙ	ΜΕΤΑΞΙ	
ΓΙΟΥΤΑ	ΜΟΧΑΙΡ	
ΣΙΖΑΛ	ΚΑΣΜΙΡ	

### ΠΙΝΑΚΑΣ 2

ΤΕΧΝΗΤΕΣ ΙΝΕΣ			
ΑΝΑΓΕΝΝΗΜΕΝΕΣ	ΤΡΟΠΟΠΟΙΗΜΕΝΕΣ	ΣΥΝΘΕΤΙΚΕΣ	ΑΝΟΡΓΑΝΕΣ
ΒΙΣΚΟΖΗ	ΔΙΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ	ΠΟΛΥΑΜΙΔΙΟ	ΓΥΑΛΙ
	ΤΡΙΟΞΙΚΗ	ΠΟΛΥΕΣΤΕΡΑΣ	ΧΑΛΥΒΑΣ
	ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ	ΠΟΛΥΚΡΥΛΙΚΟ	ΑΝΘΡΑΚΑΣ
		ΕΛΑΣΤΑΝΗ	

1. Οι φυσικές ίνες χωρίζονται στις:

-Κυτταρινικές ίνες: Αποτελούν τη σημαντικότερη κατηγορία υφάνσιμων ινών, καθώς συμπεριλαμβάνουν το βαμβάκι το οποίο αποτελεί το 50% των ινών που

χρησιμοποιούνται στην παγκόσμια κλωστοϋφαντουργική βιομηχανία. Η ίνα βαμβακιού λαμβάνεται από τον σπόρο του φυτού. Άλλες όπως οι ίνες λιναριού και γιούτας λαμβάνονται από τον κορμό του αντίστοιχου φυτού με την μέθοδο της σηψίλυσης.



*Εικόνα 1.1: Οι ίνες βαμβακιού λαμβάνεται από το σπόρο του φυτού και αποτελεί το 50% της παγκόσμιας αγοράς στον τομέα της ένδυσης*

-Πρωτεϊνικές ίνες: Αν και καλύπτουν μικρό ποσοστό της αγοράς, εντούτοις έχουν μεγάλη εμπορική αξία. Στην κατηγορία αυτή ανήκει το μαλλί, το μετάξι, το κασμίρ, το μοχαίρ κτλ.

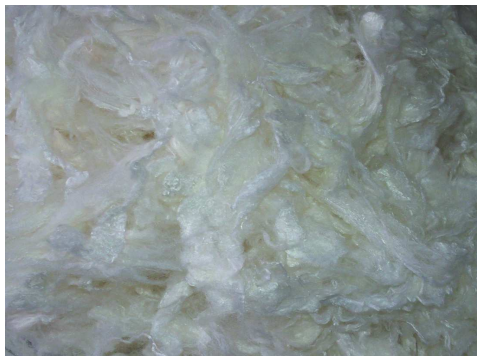


*Εικόνα 1.2: Η χρήση του μαλλιού στην ένδυση είναι διαδεδομένη στα ψυχρότερα μέρη του πλανήτη*

2.Οι τεχνητές ίνες χωρίζονται στις:

-Αναγεννημένες ίνες: Παράγονται από την κυτταρίνη, ένα φυσικό πολυμερές που λαμβάνεται από το ξύλο. Η κυτταρίνη διαλύεται σε διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου. Το παχύρρευστο υλικό που προκύπτει ινοποιείται και τελικά λαμβάνουμε τη

βισκόζη. Οι ίνες βισκόζης, λόγω της ίδιας χημικής δομής, παρουσιάζουν ομοιότητες με τις ίνες βαμβακιού για παράδειγμα στο ποσοστό απορρόφησης υγρασίας και στις βαφικές ιδιότητες.



*Εικόνα 1.3: Οι ίνες βισκόζης οι οποίες εμφανίζουν ομοιότητες με τις ίνες βαμβακιού.*

-Συνθετικές ίνες: Παράγονται από πολυμερές το οποίο παράγεται πλήρως από τον άνθρωπο. Οι, πλέον διαδεδομένες στην κλωστοϋφαντουργία, συνθετικές ίνες χωρίζονται σε τρεις βασικές κατηγορίες, τις ίνες ναϋλον, τις πολυεστερικές ίνες και τις ακρυλικές ίνες ενώ υπάρχουν και άλλες κατηγορίες οι οποίες παράγονται σε πολύ μικρότερη κλίμακα( πχ πολυολεφινίου, πολυβινύλιου, ίνες ελαστίνης και αραμιδίου).



*Εικόνα 1.4: Οι ίνες νάϋλον έχουν άψογη ελαστικότητα, μικρή απορρόφηση υγρασία και θερμοπλαστικότητα και χαμηλό κόστος*

Υπάρχουν όμως και κάποιες βασικές φυσικές ιδιότητες των ινών, που στην ουσία χαρακτηρίζει την κάθε ίνα ξεχωριστά και φυσικά το νήμα εν συνεχεία. Οι βασικές ιδιότητες των ινών είναι οι ακόλουθες :

- Πυκνότητα: Η μάζα σε γραμμάρια 1000 μέτρων του υλικού. Μονάδα μέτρησης της πυκνότητας είναι το tex.
- Συνεκτικότητα: Η δύναμη που θα χρειαστεί να εφαρμοσθεί ώστε να σπάσει η ίνα. Μονάδα μέτρησης της συνεκτικότητας είναι το centinewton/tex και η τιμή της κυμαίνεται μεταξύ 10 και 300 cN/tex.
- Επιμήκυνση: Ο μέγιστος βαθμός επί τοις εκατό επιμήκυνσης στο σημείο θραύσης. Η τιμή αυτή διαφοροποιείται ανάλογα με τον τύπο της ίνας. Οι συνήθεις τιμές για υφάνσιμες ίνες κυμαίνονται μεταξύ 10 και 70 % ενώ για ίνες υψηλής ελαστικότητας μπορούν να φτάσουν ως και 700%.
- Σημείο τήξης: Το σημείο τήξης θα πρέπει να ξεπερνά τους 200 C , για να σιδερώνονται δίχως πρόβλημα τα υφάσματα αλλά να βρίσκεται κάτω από τους 300 C ώστε να είναι εφικτή η νηματοποίηση.
- Σημείο Tg (υαλώδους μετάπτωσης): Η θερμοκρασία κατά την οποία τελούνται μεταβολές στις μη κρυσταλλικές περιοχές. Η υαλώδης φάση μετατρέπεται σε ελαστική όταν η θερμοκρασία υπερβεί την Tg. Οι μεταβολές αυτές επηρεάζουν τη βαφική συμπεριφορά των ινών καθώς αυξάνεται η διάχυση του χρώματος στις άμορφες περιοχές.
- Η ικανότητα της ίδιας της ίνας να απορροφά νερό: Όταν η ίνα κατά την απορρόφηση νερού διογκωθεί είναι ένδειξη ικανότητας βαφής. Κατατάσσονται σε υδρόφιλες και υδρόφοβες, ιδιότητα που επηρεάζει πολλές από τις ιδιότητες των. Πχ οι υδρόφιλες μπορούν να βαφούν με υδατοδιαλυτά ιονικά χρώματα, ενώ οι υδρόφοβες μόνο με χρώματα διασποράς.

## **1.2 Ταυτοποίηση κλωστοϋφαντουργικών υλικών**

Η κλωστοϋφαντουργική βιομηχανία με στόχο να ανταποκριθεί στις συνεχώς αυξανόμενες απαιτήσεις της σύγχρονης εποχής, για υψηλής ποιότητας προϊόντα, έχει

στρέψει το ενδιαφέρον της στο συστηματικό έλεγχο της παραγωγής και σύνθεσης κλωστοϋφαντουργικών υλικών.

Ως προς τις απαιτήσεις του καταναλωτή υπάρχουν κάποιες ιδιότητες που θα πρέπει να ελεγχθούν. Η άνεση είναι από τους πιο σημαντικές ιδιότητες και συμπεριλαμβάνει την απορροφητικότητα της υγρασίας, την ελαστικότητα, την ευκαμψία και τη ζεστασιά ή δροσιά που προσφέρει το κλωστοϋφαντουργικό αυτό υλικό . Ένας άλλος σημαντικός παράγοντας είναι η ανθεκτικότητα, δηλαδή η αντίσταση στη φθορά. Η εμφάνιση εμπεριέχεται στις αισθητικές ιδιότητες ( περιλαμβάνει αντοχή στο τσαλάκωμα, τη διατήρηση σχήματος και τη γενικότερη όψη). Δεν πρέπει να παραλειφθεί η ασφάλεια δηλαδή ο βαθμός ευφλεκτότητας και η χημική ανθεκτικότητα του τελικού υλικού.

Ένας άλλος λόγος που καθιστά αναγκαίο τον ποιοτικό έλεγχο και την ταυτοποίηση των κλωστοϋφαντουργικών υλικών είναι η παραγωγή νέων τύπων υφασμάτων. Έτσι μέσω του ελέγχου μπορεί να βελτιωθεί η ποιότητα του υφάσματος αλλά και να ενταχθεί το νέο προϊόν στα διεθνή πρότυπα για τον τελικό χρήστη.

Για να υποβληθεί ένα κλωστοϋφαντουργικό υλικό σε οποιαδήποτε επεξεργασία όπως πχ βαφή, είναι απαραίτητο να γνωρίζουμε την κατηγορία που ανήκει. Για την εξακρίβωση, λοιπόν, του είδους του νήματος είναι απαραίτητο να διενεργηθούν κάποιες δοκιμασίες. Υπάρχουν διάφορες μέθοδοι ταυτοποίησης ινών, οι οποίες θα αναλυθούν στη συνέχεια.[2]

## ΚΕΦΑΛΑΙΟ 2

### ΠΑΡΑΔΟΣΙΑΚΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗΣ ΙΝΩΝ

#### *2.1 Εισαγωγή*

Η ποσοτική ταυτοποίηση των υφαντικών ινών πολλών υφασμάτων είναι δύσκολη και απαιτεί μια πολύπλοκη διαδικασία με αρκετές δοκιμές, οι οποίες διεξάγονται σε σύγχρονα εργαστήρια με εξειδικευμένα εργαλεία ελέγχου και ανάλυσης. Παραδοσιακά, χρησιμοποιούνται απλά κλασικά τεστ προσδιορισμού της σύνθεσης των υφασμάτων, με καθένα από αυτά να έχει τα δικά του πλεονεκτήματα και μειονεκτήματα. Τα περισσότερα αποτελούν οικονομικές και απλές δοκιμές ταυτοποίησης, εύκολες στη χρήση, οι οποίες μπορούν να συμβάλουν στην επίλυση προβλημάτων επεξεργασίας και συντήρησης των προϊόντων κλωστοϋφαντουργίας. Σε αυτές περιλαμβάνονται τα εξής:

- Οπτική δοκιμή
- Δοκιμή πυκνότητας
- Δοκιμή διαλυτότητας
- Δοκιμή χρώσης
- Δοκιμή καύσης

Ο Αμερικανικός Σύλλογος Χημικών και Χρωματιστών Υφασμάτων (AATCC) δημοσιεύει ετησίως ένα *Τεχνικό Εγχειρίδιο*, το οποίο εμπεριέχει μεθόδους ελέγχου για την ταυτοποίηση των υφαντικών ινών ποσοτικά και ποιοτικά, παράλληλα με μια σειρά άλλων μεθόδων και τεχνικών αξιολόγησης. Οι μικροφωτογραφίες είναι ιδιαίτερα χρήσιμες, όπως και οι ποικίλες τεχνικές προσδιορισμού, συμπεριλαμβανομένης της εκχύλισης. Το σύγγραμμα ASTM Ταυτοποίηση των Ινών, D276, είναι επίσης πολύ χρήσιμο αλλά δεν έχει φωτογραφίες.[3]

## 2.2 Οπτική δοκιμή

Η οπτική μικροσκοπία είναι η απλούστερη διαθέσιμη δοκιμή, στην οποία γίνεται χρήση ενός μικροσκοπίου που επιτρέπει στον παρατηρητή να εξετάσει όλα τα συστατικά του υφάσματος. Είναι πολύτιμη μέθοδος επειδή ορισμένες ίνες έχουν ιδιαίτερες δομές. Αν και συγκεκριμένες πληροφορίες σχετικά με τις ίνες μπορούν να συλλεχθούν από τα σχήματά τους, για μερικές ίνες, ειδικά για συνθετικές ίνες με παρόμοιες δομές, απαιτούνται επιπλέον αναλύσεις για εξειδικευμένη ταυτοποίηση. Ένα μειονέκτημα της εν λόγω μεθόδου είναι ότι δεν μπορεί να συγκεντρώσει πολλές πληροφορίες αποκλειστικά από τα μακροσκοπικά ευρήματα. Για τον λόγο αυτό, χρησιμοποιείται, συμπληρωματικά, η μελέτη κάθετων τομών, αλλά η προετοιμασία αυτών των δειγμάτων απαιτεί μεγάλη εξάσκηση και χρόνο. Βοηθητικά μπορούν να χρησιμοποιηθούν για σύγκριση μικροφωτογραφίες επιλεγμένων ινών. [5]

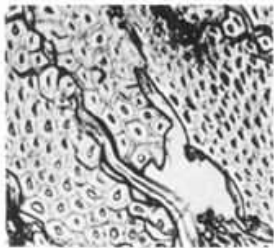


Fig. 10 Phormium

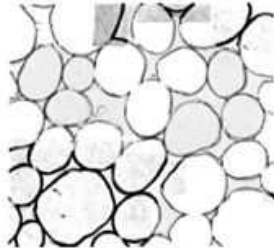


Fig. 11 Wool

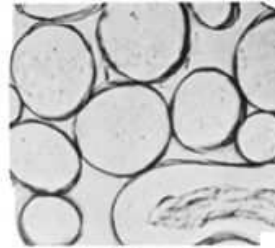


Fig 12. Mohair

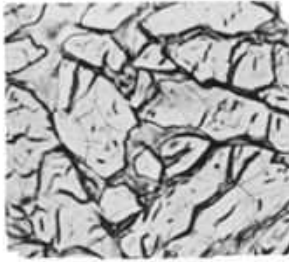


Fig. 4 Hemp



Fig. 5 Jute

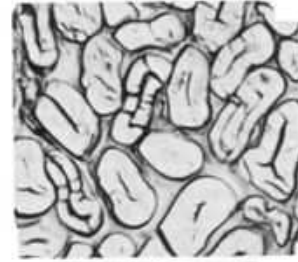


Fig. 6 Ramie

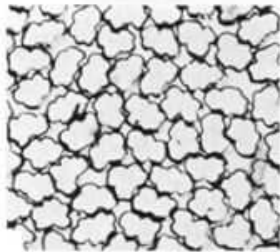
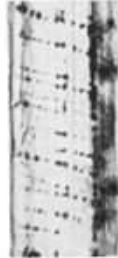


Fig. 13 Acetate, Secondary

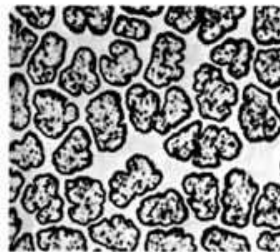


Fig. 14 Triacetate 2.5 Den, dull luster

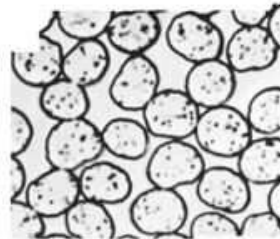
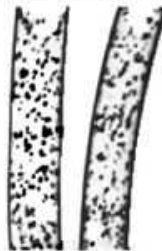


Fig. 15 Acrylic, Reg. wet spun, Semi dull





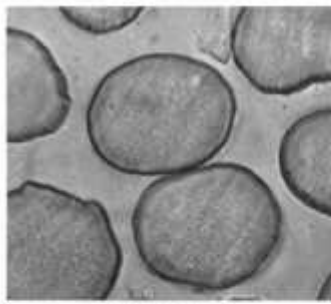


Fig. 16 Modacrylic

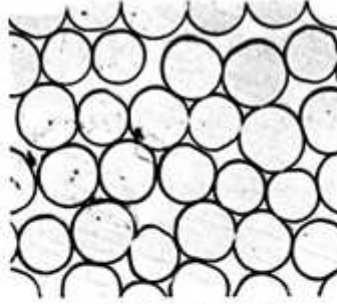


Fig. 17 Nylon, bright

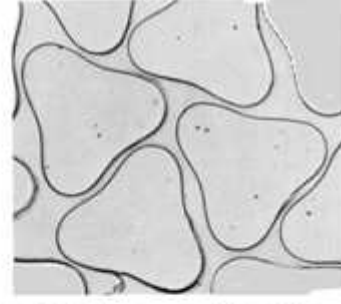
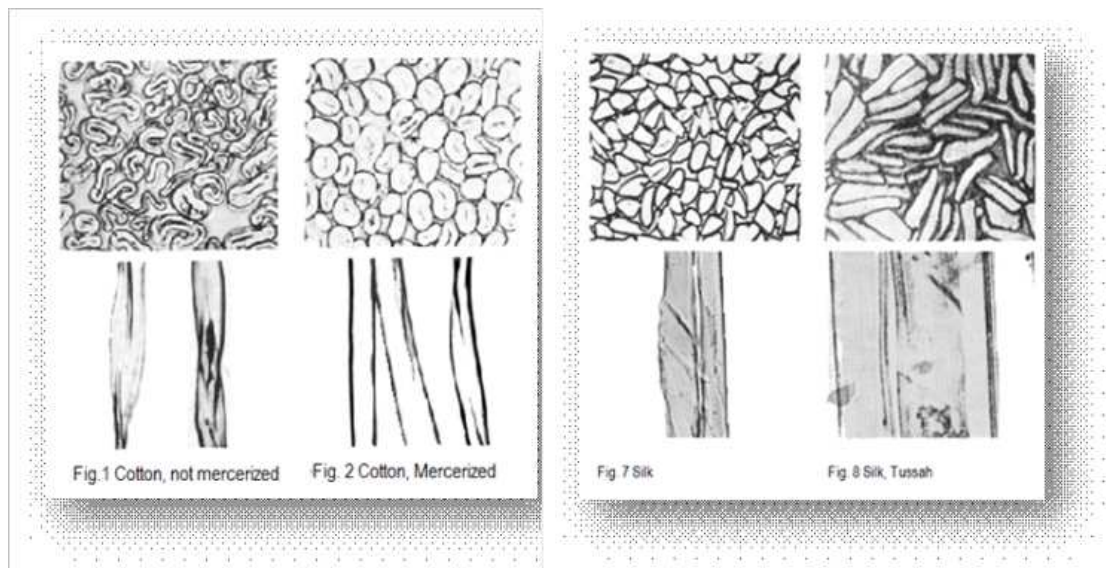
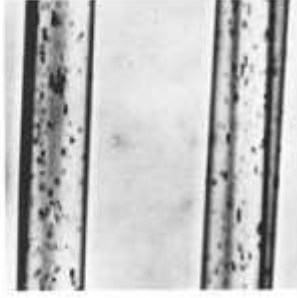
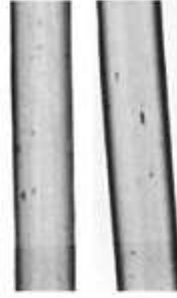
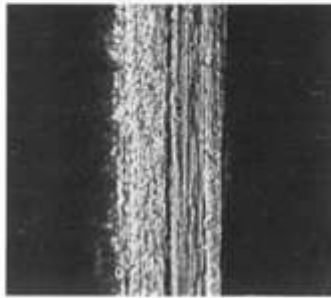


Fig. 18 Nylon, Low modification ratio, trilobal



*Εικόνα 2.1, Εικόνα 2.2: Οπτική μικροσκοπία ινών*

Η μικροσκοπική εξέταση είναι απαραίτητη για την αναγνώριση διαφόρων τύπων κυτταρικών και ζωικών ινών.

Όσον αφορά την ταυτοποίηση των συνθετικών ινών, οι προτιμώμενες μέθοδοι είναι οι αναλύσεις με υπέρυθη φασματοσκοπία και η εκχύλιση. Η επιλογή της ανάλυσης με τη μέθοδο της εκχύλισης είναι ιδιαίτερα αξιόπιστη. Συμπληρωματικά μπορεί να εφαρμοστεί και η τεχνική υπερέθρων. Σε γενικές γραμμές, πρέπει να

αναφερθεί ότι οι μικροσκοπικοί έλεγχοι δεν είναι κατάλληλοι για την ταυτοποίηση των περισσοτέρων συνθετικών ινών.

### **2.3 Δοκιμή πυκνότητας**

Σε αυτή τη μέθοδο χρησιμοποιείται ένα υγρό, στο οποίο βυθίζονται οι ίνες διαχωρίζονται σε αυτές που παραμένουν βυθισμένες και σε αυτές που ανεβαίνουν στην επιφάνεια και επιπλέουν. Για παράδειγμα, η διαβάθμιση πυκνότητας, με την οποία γίνεται η παρατήρηση του επιπέδου στο οποίο θα σταθεροποιηθεί ένα δείγμα ινών σε μια στήλη υγρού, βασίζεται στη χρήση ενός δοχείου στο οποίο τοποθετούνται μίγματα με γνωστές, αλλά διαφορετικές πυκνότητες. Στην συνέχεια, εισάγεται εντός του δοχείου το δείγμα ινών που έχει επιλεγεί. Όσο χαμηλότερα σταθεροποιηθούν οι ίνες τόσο μεγαλύτερη πυκνότητα έχουν.

Η στήλη θα πρέπει να έχει ύψος περίπου 40-50 mm και συνήθως διαβαθμίζεται από 0 στην κορυφή της στήλης έως 100 cm στη βάση. Έως και τρεις τέτοιες στήλες μπορούν να τοποθετηθούν σε ένα λουτρό νερού με σταθερή θερμοκρασία στους  $23 \pm 1$  °C. Ένα βασικό πλεονέκτημα της συγκεκριμένης μεθόδου είναι ότι οι στήλες, όταν παρασκευάζονται, μπορούν να βαθμονομούνται επακριβώς με γυάλινες χάντρες γνωστής πυκνότητας.

Στη δοκιμή πυκνότητας, ανάλογα με το υλικό του υφάσματος που θέλουμε να εξεταστεί, χρησιμοποιούνται διάφορα υγρά που καλύπτουν μια ποικιλία από πυκνότητες κλωστοϋφαντουργικών ινών. Η πυκνότητα του κάθε υλικού ορίζεται ως το βάρος του ανά μονάδα όγκου και καθορίζεται έμμεσα με τη σύγκριση του δείγματος με τα πρότυπα της γνωστής πυκνότητας (Πίνακας 3). Οι δύο τεχνικές που χρησιμοποιούνται συνήθως είναι η μέθοδος με χρήση ενός ποτηριού ζέσεως και η μέθοδος κλίσης πυκνότητας (δημιουργίας στήλης). Η πρώτη μέθοδος απαιτεί ένα ποτήρι, σιφόνιο, προχοϊδα και δύο υγρά. Τα υγρά θα πρέπει να είναι αναμίξιμα και αδρανή προς την ίνα που δοκιμάζεται. Το ένα υγρό πρέπει να είναι λιγότερο πυκνό από την ίνα και το άλλο υγρό πρέπει να είναι πιο πυκνό.[5]

#### **2.3.1 Αρχή της Μεθόδου**

Προετοιμάζουμε μια στήλη με κλίση πυκνότητας ως εξής. Στερεώνουμε το γυάλινο σωλήνα κλίσης πυκνότητας σε ένα σταθερό κάθετο σταντ. Προσθέτουμε στον σωλήνα 25 mL τετραχλωροαιθυλενίου. Εν συνεχεία ετοιμάζουμε μείγματα ξυλολίου και τετραχλωροαιθυλενίου ανά όγκο με φθίνουσα σειρά του ποσοστού του τετραχλωροαιθυλενίου: 90/10, 80/20, 70/30, 60/40, 50/50, 40/60, 30/70, 20/80 και 10/90. Προσθέτουμε 25 mL από το καθένα εν σειρά προσεκτικά πλαγίως της στήλης με κλίση πυκνότητας. Τέλος, προσθέτουμε 25 mL ξυλολίου στην κορυφή.

Παίρνουμε μικρά κομμάτια βαμμένων ινών αναφοράς και δένουμε τα σε κόμπο κόβοντας τα χαλαρά άκρα. Βράζουμε τες για περίπου 2 λεπτά σε διαλύτη ξυλολίου για να απομακρυνθεί η υγρασία και ο αέρας. Τοποθετούμε μέσα τη στήλη. Μετά από περίπου μισή ώρα θα πρέπει να έχουν ισορροπήσει στο επίπεδο που αντιστοιχεί στην πυκνότητά τους. Βαθμονομημένες γυάλινες σφαίρες μπορούν να χρησιμοποιηθούν για να καθοριστεί η πραγματική πυκνότητα σε διάφορα επίπεδα.

Προετοιμάζουμε τις άγνωστες ίνες με παρόμοιο τρόπο, τοποθετούμε μέσα την στήλη κλίσης πυκνότητας και σημειώνουμε το επίπεδο στο οποίο επιπλέουν.

## ΠΙΝΑΚΑΣ 3

### Δείκτες Διάθλασης

	Μακρές	Διασταύρωσης	Διπλή διάθλαση	Πυκνότητα g/cc	Σημείο τήξης Βαθμοί Κελσίου
<b>Φυσικές ίνες</b>					
Αμιαντός (χρυσούλιω)	1,50-1,55	1,49	ισχυρή	2,1-2,8	Άνω των 350
κυτταρίνη	1,58-1,60	1,52-1,53	ισχυρή	1,51	απόν
μετάξι	1,59	1,54	ισχυρή	1,52-1,34	απόν
Μαλλί και λωπές ίνες	1,55-1,56	1,55	ασθενής	1,15-1,30	απόν
<b>Συνθετικές Ίνες</b>					
οξική κυτταρίνη, δευτερογενής	1,47-1,48	1,47-1,48	ασθενής	1,32	260
οξική κυτταρίνη, τριτογενής	1,47-1,48	1,47-1,48	ασθενής	1,30	288
ακρυλικό	1,50-1,52	1,50-1,52	ασθενής, αρνητική	1,12-1,19	απόν
απίδεκ	αδιαφανής		—	1,22	Μαλακώνει στους 190
αραμιδιο	—	—	ισχυρή	1,38	Καίεται στους 400
αζιαν	1,53-1,54	1,53-1,54	μηδενική	1,30	απόν
γαλιση	1,55	1,55	μηδενική	2,4-2,6	850
μεταλλική	αδιαφανής		—	ποικίλει	άνω των 300
μοντακρυλικό	1,54	1,53	ασθενής	1,30 ή 1,36	188* ή 120
νοβολοϊδ	1,5-1,7		μηδενική	1,25	μηδεν
ναύλον	1,57	1,51	ισχυρή	1,12-1,15	213-225
ναύλον 6,6	1,58	1,52	ισχυρή	1,12-1,15	256-265
νιτρούλιο	1,48	1,48	μηδενική	1,20	218
πολυεστέρας	1,71-1,73 ή 1,63	1,53-1,54	εντονη	1,38 ή 1,23	250-260 ή 282
πολυαιθυλένιο	1,56	1,51	ισχυρή	0,90-0,92	135
πολυπροπυλένιο	1,56	1,51	ισχυρή	0,90-0,92	170
ραηταν	1,54-1,56	1,51-1,53	ισχυρή	1,51	απόν
καουτσούκ	αδιαφανής		—	0,96-1,06	απόν
πολυμερές	1,61	1,61	ασθενής, αρνητική	1,70	168
ελαστών (σπάντεξ)	αδιαφανής		—	1,20-1,21	230
βελύριο	1,55	1,52	ισχυρή	1,26-1,30	—
βίνυλον	1,53-1,54	1,53	ασθενής, αρνητική	1,34-1,37	230 ή 400

Ένας γνωστός όγκος του υγρού A λαμβάνεται με πιπέτα και τοποθετείται σε ένα ποτήρι και η ίνα είναι βυθισμένη στο υγρό. Το δεύτερο υγρό, B, στη συνέχεια προστίθεται στάγδην από μία προχοΐδα στο ποτήρι με συνεχή ανάδευση. Δεδομένου ότι η πυκνότητα του υγρού διαλύματος στο ποτήρι, φθάνει ένα σημείο όπου η πυκνότητα του υγρού ισούται ακριβώς με εκείνη της ίνας και η προς εξέταση ίνα δε θα βυθίζεται περαιτέρω. Ο όγκος του υγρού B που προστίθεται στο ποτήρι ζέσεως καταγράφεται και η πυκνότητα των ινών υπολογίζεται: όπου  $d$  αναφέρεται στην πυκνότητα,  $V$  αναφέρεται σε όγκο και τα A και B αναφέρονται στο πρώτο και στο δεύτερο υγρό αντίστοιχα.

Η μέθοδος κλίσης πυκνότητας είναι πιο περίπλοκη και μπορεί να παρέχει μετρήσεις πυκνότητας με πέντε σημαντικά ψηφία. Μία συσκευή κλίσης πυκνότητας μπορεί είτε να αγοράσει ή να κατασκευάσει ανέξοδα. Η ανάλυση κλίσης πυκνότητας την παρασκευή μιας στήλης βαθμίδωσης πυκνότητας, τη βαθμονόμηση της στήλης και στη συνέχεια την εισαγωγή σε αυτήν του δείγματος για τη μέτρηση της πυκνότητάς του. Η στήλη είναι ένας κάθετος σωλήνας που περιέχει δύο αναμίξιμα υγρά, έτσι ώστε η πυκνότητα στο σωλήνα να αλλάζει συνεχώς από την κορυφή προς τα κάτω. Η στήλη βαθμονομείται με εμβάπτιση διαφόρων αντικειμένων γνωστής πυκνότητας. Γυάλινα σφαιρίδια γνωστών πυκνοτήτων χρησιμοποιούνται για τη βαθμονόμηση. Η προς αναγνώριση ίνα εισάγεται στη στήλη και αρχίζει να βυθίζεται έως ότου η πυκνότητα της στήλης ισούται με αυτήν την ίνας. Η θέση αυτή καταγράφεται. Η πυκνότητα των ινών καθορίζεται σημειώνοντας την πυκνότητα στην καμπύλη βαθμονόμησης που αντιστοιχεί στη θέση αυτή στη στήλη. Μετρήσεις πυκνότητας μπορούν να χρησιμοποιηθούν και για τον υπολογισμό του ποσοστού κρυσταλλικότητας των ινών.

## **2.4 Δοκιμή διαλυτότητας**

Η διαλυτότητα μιας ίνας που απομονώνεται οπτικά ή μηχανικά από ένα ύφασμα σε συγκεκριμένα χημικά αντιδραστήρια(διαλύτες), ανόργανους ή οργανικούς, αποτελεί συχνά καθοριστικό μέσο για την ταυτοποίηση των ινών ενός συγκεκριμένου υφάσματος. Η συγκεκριμένη μέθοδος είναι φθηνή και απλή, αλλά

έχει καταστεί να είναι ποσοτική σε σύμμεικτα υφάσματα. Ο αριθμός, όμως, των ινών που μπορούν να ανιχνευθούν είναι σχετικά περιορισμένος και απαιτείται βελτιωμένος και πιο ακριβός εξοπλισμός για να παραχθούν καλύτερα αποτελέσματα.

Πιο αναλυτικά, η μέθοδος αυτή περιλαμβάνει τη ταυτοποίηση των ινών με προσδιορισμό της διαλυτότητάς τους ή μη σε διάφορα αντιδραστήρια και με σύγκριση αυτών των δεδομένων με τις γνωστές διαλυτότητες αρκετών κατηγοριών ινών. Άλλες τεχνικές, όπως η μικροσκοπική εξέταση ή σύγκριση φυσικών ιδιοτήτων χρησιμοποιούνται για να επιβεβαιώσουν την ταυτοποίηση ή να κάνουν διαχωρισμό μεταξύ εκείνων των κατηγοριών των ινών, οι οποίες δεν διαλύονται σε κανένα από τα αντιδραστήρια που χρησιμοποιούνται.

Αν οι δείκτες διάθλασης μίας ίνας και ενός υγρού σχεδόν συμπίπτουν, η ίνα μπορεί να γίνει αόρατη όταν εμβαπτιστεί σε ένα υγρό, αν και δε διαλύεται, και για αυτό χρειάζεται προσοχή. Τα περισσότερα διαλύματα πολυμερών κορεσμένων σε χαμηλές συγκεντρώσεις και είναι βασικό να χρησιμοποιούνται μόνο μικρά δείγματα και φρέσκοι διαλύτες. Δηλαδή, ο διαλύτης μπορεί να διαλύσει περιορισμένη ποσότητα δείγματος άρα, υπάρχει ο κίνδυνος να διαλυθεί μέρος των ινών και το υπόλοιπο να μείνει αδιάλυτο, διότι ο διαλύτης έχει ήδη κορεστεί. Για παράδειγμα, δεν διαλύονται όλες οι ίνες πολυαμιδίου σε αραιωμένο φορμικό οξύ. Απαιτείται μυρμηκικό οξύ καθαρότητας 98 % για αξιόπιστη ταυτοποίηση.

Επίσης, μια άλλη δυσχέρεια προκύπτει από το γεγονός ότι η χημική διαδικασία προσδιορίζει μόνο γενικές ομάδες ή κατηγορίες ινών στα υφάσματα και όχι συγκεκριμένες ίνες. Για παράδειγμα, το nylon 66 (αλλιώς nylon 6-6, nylon 6/6 ή nylon 6,6) είναι ένας τύπος πολυαμιδίου. Τα nylon έρχονται σε πολλούς τύπους και οι δύο συνηθέστερες για τις κλωστοϋφαντουργικές και πλαστικές βιομηχανίες είναι το νάιλον 6 και το νάιλον 66. Το nylon 66 αποτελείται από δύο μονομερή εκ των οποίων περιέχει 6 άτομα άνθρακα, εξαμεθυλενοδιαμίνη και αδιπικό οξύ, τα οποία δίνουν το nylon 66. Με την απομάκρυνση του νερού προκύπτει στον πολυμερισμό του μέσω του σχηματισμού αμιδικών δεσμών και μέσα από τις λειτουργίες οξέος και αμίνης. Έτσι σχηματίζεται τετηγμένο nylon 66. Μπορεί είτε να εξωθηθεί και να κοκκοποιηθεί σε αυτό το σημείο είτε να στραγγισθεί απευθείας σε ίνες με εξώθηση μέσω ενός

ακροφυσίου (μικρό μεταλλικό έλασμα με λεπτές οπές) και ψύξη για σχηματισμό νηματίων.

Για την ταυτοποίηση μεμονωμένων ινών στα υφάσματα, θα πρέπει να γίνεται συνδυασμός των αποτελεσμάτων της μικροσκοπικής αξιολόγησης, της μεθόδου καύσεως, το οποίο θα παρουσιαστεί στη συνέχεια, και της μεθόδου χημικής διαλυτότητας.

Παρακάτω διατίθενται οι πίνακες διαλυτότητας.

#### ΠΙΝΑΚΑΣ 4

#### ΔΙΑΛΥΤΟΤΗΤΑ ΑΜΙΓΩΝ ΥΦΑΝΣΙΜΩΝ ΥΛΙΚΩΝ

ΔΙΑΛΥΜΑ	ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗ	ΘΕΡΜΟΚΡΑΣΙΑ	ΙΝΕΣ ΣΤΙΣ ΟΠΟΙΕΣ ΕΠΙΔΡΑ
ΑΚΕΤΟΝΗ	100%	25 °C	ΟΞΙΚΗ ΚΑΙ ΤΡΙΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
ΑΚΕΤΟΝΗ	90%	25 °C	ΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
ΑΚΕΤΟΝΗ	100%	50 °C	ΟΞΙΚΗ ΚΑΙ ΤΡΙΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
CH <sub>3</sub> COOH	100%	25 °C	ΟΞΙΚΗ ΚΑΙ ΤΡΙΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
CH <sub>3</sub> COOH	90%	95 °C	ΝΑΪΛΟΝ 6 – 6,6 ΟΞΙΚΗ – ΤΡΙΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
Μ-ΚΡΕΖΟΛΗ	-----	25 °C	ΝΑΪΛΟΝ 6 – 6,6 ΜΕΤΑΞΙ ΜΟΝΤΑΚΡΥΛΙΚΟ
Μ-ΚΡΕΖΟΛΗ	-----	95 °C	ΝΑΪΛΟΝ 6 – 6,6 ΠΟΛΥΕΣΤΕΡΑΣ ΜΟΝΤΑΚΡΥΛΙΚΟ
ΦΑΙΝΟΛΗ	90%	25 °C	ΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ ΝΑΪΛΟΝ - 6,6 - ΜΟΝΤΑΚΡΥΛΙΚΟ
ΦΑΙΝΟΛΗ	90%	95 °C	ΝΑΪΛΟΝ 6 – 6,6 ΠΟΛΥΕΣΤΕΡΑΣ
NaOH	5%	ΒΡΑΣΜΟΣ	ΜΕΤΑΞΙ ΜΑΛΛΙ ΟΞΙΚΗ ΚΑΙ ΤΡΙΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
NaClO	5% Cl	25 °C	ΜΑΛΛΙ - ΜΕΤΑΞΙ
HCOOH	90%	25 °C	ΝΑΪΛΟΝ 6 - 6,66 ΑΚΡΥΛΙΚΑ
HCl	1:1	25 °C	ΝΑΪΛΟΝ 6 - 6,6
HCl	Πυκνό	25 °C	ΑΚΡΥΛΙΚΟ ΡΑΙΓΙΟΝ ΝΑΪΛΟΝ 6 - 66
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub>	75%	25 °C	ΜΕΤΑΞΙ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ ΝΑΪΛΟΝ 6 - 66
D.M.F.	-----	25 °C	ΑΚΡΥΛΙΚΟ ΟΞΙΚΗ

			ΤΡΙΟΞΙΚΗ
--	--	--	----------

### ΠΙΝΑΚΑΣ 5

ΠΙΝΑΚΑΣ ΔΙΑΛΥΤΟΤΗΤΑΣ ΣΥΝΤΟΜΗΣ ΕΚΤΙΜΗΣΗΣ	
ΧΗΜΙΚΑ ΜΕΣΑ	ΕΙΔΟΣ ΙΝΑΣ ΠΟΥ ΑΠΟΜΑΚΡΥΝΕΤΑΙ
CH <sub>3</sub> COOH 25 °C	ΟΞΙΚΗ ΚΑΙ ΤΡΙΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
HCL 1:1	ΝΑΪΛΟΝ 6 – 6,6
NaCL	ΜΑΛΛΙ ΚΑΙ ΜΕΤΑΞΙ
ΑΜΜΩΝΙΟ	ΑΚΡΥΛΙΚΟ
ΒΟΥΤΥΡΟΛΑΚΤΟΝΗ	ΜΟΝΤΑΚΡΥΛΙΚΑ
H <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> 75% κ.β	ΚΥΤΤΑΡΙΝΙΚΑ
Μ-ΚΡΕΖΟΛΗ 95%	ΠΟΛΥΕΣΤΕΡΑΣ

### ΠΙΝΑΚΑΣ 6

ΣΥΓΚΡΙΤΙΚΟΣ ΠΙΝΑΚΑΣ ΧΗΜΙΚΗΣ ΔΙΑΛΥΤΟΤΗΤΑΣ ΥΦΑΝΣΙΜΩΝ ΥΛΙΚΩΝ						
ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΟ	ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΣΗ (κ. β)	T °C	ΜΑΛΛΙ ΜΕΤΑΞΙ	ΝΑΪΛΟΝ	ΒΑΜΒΑΚΙ ΛΙΝΟ ΓΙΟΥΤΑ	ΟΞΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ
ΟΞΕΙΚΟ ΟΞΥ πυκνό	100%	25 °C	A	A	A	Δ
ΥΔΡΟΧΛΩΡΙΚΟ ΟΞΥ	20%	25 °C	A	Δ	A	A
ΥΠΟΧΛΩΡΙΩΔΕΣ ΝΑΤΡΙΟ	5% Cl	25 °C	Δ	A	A	A
ΘΕΙΟΚΥΑΝΙΟΥΧΟ	70%	130 °C	A	A	A	A
ΒΟΥΤΥΡΟΛΑΚΤΟΝΗ	100%	25 °C	A	A	A	Δ
D.M.F	100%	95 °C	A	A	A	Δ
ΘΕΙΙΚΟ ΟΞΥ	80%	25 °C	S	Δ	S	Δ
Μ-ΚΡΕΖΟΛΗ	100%	95 °C	A	Δ	A	Δ

A= αδιάλυτο

Δ= διαλύεται

#### **2.4.1 Αρχή της Μεθόδου**

Για δοκιμές σε θερμοκρασίες δωματίου (20□) τοποθετούμε ένα μικρό δείγμα ινών σε έναν κρυστάλλινο δοκιμαστικό σωλήνα ή σε έναν σωλήνα beaker 50mL και



καλύπτουμε με τον διαλύτη (δείτε Πίνακα V). Χρησιμοποιούμε περίπου 1mL διαλύτη ανά 10 mg ιών.

Εάν η δοκιμή διεξαχθεί στο σημείο βρασμού του διαλύτη, πρώτα φέρνουμε τον διαλύτη σε βρασμό σε έναν σωλήνα beaker πάνω σε μια θερμαινόμενη πλάκα σε αεριζόμενο θάλαμο. Προσαρμόζουμε τη θερμοκρασία της θερμαινόμενης πλάκας για να διατηρήσουμε τον αργό βρασμό και τον παρακολουθούμε ώστε να μην εξατμιστεί πλήρως ο διαλύτης. Προσθέτουμε το δείγμα ιών στον διαλύτη σε βρασμό.

Εάν η δοκιμή διεξαχθεί σε κάποια ενδιάμεση θερμοκρασία, ζεστάνεται έναν σωλήνα beaker με νερό πάνω σε θερμαινόμενη πλάκα και προσαρμόζουμε τη θερμοκρασία με ένα θερμόμετρο. Τοποθετούμε το δείγμα ιών στον διαλύτη της δοκιμής σε έναν δοκιμαστικό σωλήνα στο λουτρό θερμού νερού.

Σημειώνουμε εάν η ίνα διαλύεται πλήρως, εάν μαλακώνει σε μια εύπλαστη μάζα ή παραμένει αδιάλυτη. Συγκρίνουμε με τα δεδομένα διαλυτότητας ιών στον Πίνακα V.

Η διαλυτότητα μπορεί επίσης να χρησιμοποιηθεί δοκιμαστικά για να καθοριστεί η παρουσία ή μη μεταλλικού συστατικού σε μια ίνα. Στη διάλυση μετα-κρεζόλης ένα λαμπερό υπόλειμμα είναι ένδειξη παρουσίας μεταλλικού συστατικού.[6]

**ΠΙΝΑΚΑΣ 7**  
**ΔΙΑΛΥΤΟΤΗΤΑ ΙΝΩΝ**

	Οξικό Οξύ	Ακετόνη	Υδροχλωρικό Νάτριο	Υδροχλωρικό Οξύ	Φορμικό Οξύ	1,4-Διοξάνη	m-Ευλένιο	Κυκλοεξάνονη	Διμεθυλοφορμαμίδιο	Θεικό οξύ	Θεικό οξύ	m-Κρεζόλη	Υδροφορικό οξύ
Συγκέντρωση %	100	100	5	20	85	100	100	100	100	59,5	70	100	50
Θερμοκρασία □	20	20	20	20	20	101	139	156	90	20	38	139	20
Χρόνος, λεπτά	5	5	20	10	5	5	5	5	10	20	20	5	20
Οξικού άλατος	S	S	I	I	S	S	I	S	S	S	S	S	
Ακρυλική	I	I	I	I	I	I	I	I	S	I	I	P	I
Anidex	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	
Αραμιδίου	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I
Azlon	I	I	S										
Βαμβάκι και Λινάρι	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	S	I	I
Γυάλινη	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	S
Μοντακρυλική	I	SE	I	I	I	SP	I	S	SP <sup>1</sup>	I	I	P	
Νονοloid	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I <sup>2</sup>
Νάιλον	I	I	I	S	S	I	I	I	N	S	S	S	
Νιτριλίου	I	I	I	I	I	I	I	S	S	I	I	SP	

Ολεφίνης	I	I	I	I	I	I	S	S	I	I	I	I	
Πολυεστέρα	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	I	S	I
Ρεγιόν	I	I	I	I	I	I	I	I	I	S	S	I	I
Saran	I	I	I	I	I	S	S	S	S	I	I	I	
Μετάξι	I	I	S	I	I	I	I	I	I	S	S	I	
Σπάντεξ	I	I	I	I	I	I	I	I	S	SP	SP	SP	
Τεφλόν	I	I	I	I		I	I	I	I	I	I	I	I
Βινυλίου				S	S	I	I	I	I	S	S	I	
Βινιόν	I	S	I	I	I	S	S	S	S	I	I	S	
Μάλλινη	I	I	S	I	I	I	I	I	I	I	I	I	

*S – Διαλυτή, I – Μη διαλυτή, P – Σχηματίζει πλαστική μάζα, SP – Διαλυτή ή σχηματίζει πλαστική μάζα, SE – Διαλυτή, με εξαίρεση μια μοντακρολική ίνα που χαρακτηρίζεται από μικρή αναφλεξιμότητα και η συμπερίληψη υγρού είναι ορατή στη διατομή της, N – νάylon-6 διαλυτό και νάylon 6,6 μη διαλυτό*

<sup>1</sup>Διαλυτή στους 20°C χωρίς πλαστική μάζα, <sup>2</sup>Μετατρέπεται σε ερυθρή

## 2.5 Δοκιμή χρώσης

Στην αγορά κυκλοφορούν ειδικά υδατικά διαλύματα χρωμάτων κατάλληλα για την ταυτοποίηση κάθε κατηγορίας υφανσίμων προϊόντων. Τα ειδικά αυτά χρώματα είναι μίγματα διαφόρων χρωμάτων. Τα μίγματα αυτά έχουν την ιδιότητα να βάφουν κάθε κατηγορία ινών σε διαφορετική απόχρωση. Υπάρχουν σήμερα στην αγορά μίγματα Shirlastain τα ονόματα των οποίων συνοδεύονται από χαρακτήρες A, D, E και καθένα από αυτά δίνει διαφορετική απόχρωση. Υπάρχουν περιπτώσεις, όπου λαμβάνονται αποχρώσεις εκτελώντας τη βαφή εν ψυχρώ είναι παρεμφερείς με συνέπεια η ταυτοποίηση να είναι δύσκολη. Σε αυτή την περίπτωση γίνεται η βαφή εν θερμώ. Η εν θερμώ διαδικασία χρησιμοποιείται όπου η εν ψυχρώ δεν δίνει αξιόπιστα αποτελέσματα δηλαδή.

Η χρώση βοηθά στην κατηγοριοποίηση των ινών σε τρεις ομάδες: κυτταρικές ίνες, ίνες με βάση την πρωτεΐνη και συνθετικές ίνες. Ειδικά όσον αφορά τα παρασκευασμένα μείγματα βαφών, χρησιμοποιούνται στη χρώση των ινών για ένα συγκεκριμένο διάστημα και σε μια καθορισμένη θερμοκρασία. Μετά τη βαφή, οι ίνες ή τα κομμάτια υφάσματος στεγνώνονται και συγκρίνονται τις αποχρώσεις δειγμάτων γνωστής σύστασης (είδους ινών).



*Εικόνα 2.3: Εξοπλισμός χρωμάτων Shirlastain*

Να σημειωθεί ότι πρέπει τα δείγματα να είναι άβαφα για καλύτερα αποτελέσματα, αλλιώς χρησιμοποιούνται ουσίες ή διαλύματα απομάκρυνσης χρωστικών όπως για παράδειγμα η πυριδίνη. Είναι επίσης δυνατόν να χρησιμοποιηθούν για τον αποχρωματισμό και αναγωγικά μέσα όπως υδροθειώδες νάτριο. Πρέπει να δίνεται ιδιαίτερη προσοχή στην σύσταση του δείγματος. Αν αυτό είναι σύμμικτο η απόχρωση που θα ληφθεί θα είναι προϊόν μίξης των αποχρώσεων των επιμέρους συστατικών του. Σημαντικό είναι να αυξηθεί και η υδροφιλία του δείγματος και αυτό επιτυγχάνεται με πλύσιμο του δείγματος με έναν διαβρέκτη έτσι ώστε η βαφή που θα ακολουθήσει να δώσει ομοιομορφία στην απόχρωση.

Στο τέλος της διαδικασίας συγκρίνονται οι αποχρώσεις των δειγμάτων που εξετάστηκαν, και από τη σύγκριση αυτή προκύπτει η αναγνώριση των ινών. Αποτελεί μια σχετικά εύκολη και γρήγορη μέθοδο ταυτοποίησης. Οι τεχνικές χρώσης είναι δυνατό να χρησιμοποιηθούν με επιτυχία ως μέρος της διαδικασίας ταυτοποίησης σε περιπτώσεις κατά τις οποίες οι ίνες είναι λευκές ή υπόλευκες ή όταν το χρώμα μπορεί να αφαιρεθεί από αυτές. Ωστόσο, η ταξινόμηση αυτή δεν ενδείκνυται για βαμμένα σε σκοτεινές αποχρώσεις δείγματα, για τον λόγο ότι η επικάλυψη με χημικές ουσίες μπορεί να επηρεάσει τη μέθοδο χρώσης και να προκύψουν παραποιημένα αποτελέσματα. [6]

**ΠΙΝΑΚΑΣ 8**  
**ΠΡΟΤΥΠΑ ΧΡΩΣΕΩΝ**

ΕΙΔΟΣ ΝΗΜΑΤΟΣ	SHIRLASTAIN A EN ΨΥΧΡΩ	SHIRLASTAIN A EN ΘΕΡΜΩ	SHIRLASTAIN E
ΒΑΜΒΑΚΙ	ΙΩΔΕΣ	ΙΩΔΕΣ	ΡΟΔΙ-ΙΩΔΕΣ
ΜΑΛΛΙ	ΚΙΤΡΙΝΟ	ΧΑΛΚΕΡΥΘΡΟ	ΠΡΑΣΙΝΟ ΣΚΟΥΡΟ
ΜΕΤΑΞΙ	ΚΑΣΤΑΝΟ	ΚΑΣΤΑΝΟ	ΚΥΑΝΟ
ΠΟΛΥΕΣΤΕΡΑΣ	ΙΩΔΕΣ	ΚΑΣΤΑΝΟΚΙΤΡΙΝΟ	ΚΡΕΜ
ΠΟΛΥΑΜΙΔΙΟ	ΣΚΟΥΡΟ ΚΡΕΜ	ΚΑΣΤΑΝΟ	ΚΑΣΤΑΝΟ
ΠΟΛΥΑΚΡΥΛΟΝΙΤΡΙΛΙΟ ΡΟΔΙ		ΥΠΟΚΙΤΡΙΝΟ	ΛΑΔΙ - ΚΟΚΚΙΝΟ

## 2.6 Δοκιμή καύσης

Η δοκιμή καύσης αποτελεί μια ευρείας χρήσης αξιόπιστη προκαταρκτική δοκιμή για την ταυτοποίηση των ινών των διαφόρων υφασμάτων. Παρέχει πολύτιμα στοιχεία, όσον αφορά την κατάλληλη αντιμετώπιση και χρήση, και βοηθά στην ταξινόμηση της ίνας σε συγκεκριμένη κατηγορία. Αυτό επιτυγχάνεται σχετικά απλά παρατηρώντας τον τρόπο με τον οποίο συμπεριφέρονται οι διαφορετικές ίνες, κατά την έκθεσή τους στη φλόγα. Η παρατήρηση της οσμής και της στάχτης που αφήνει μια καιγόμενη ίνα είναι στοιχεία που μπορούν να βοηθήσουν στην κατηγοριοποίησή της. Για την ταυτοποίηση μιας άγνωστης ίνας, μπορεί να πραγματοποιηθεί μια απλή μέθοδος καύσης, εφόσον ένα ύφασμα είναι κατασκευασμένο από φυσικές ή συνθετικές ίνες ή αποτελεί μίγμα φυσικών και συνθετικών ινών. Αξίζει όμως να σημειωθεί ότι δεν καίγονται όλες οι ίνες και επίσης αποτελεί σημαντικό στοιχείο για την ταυτοποίησή τους. Η μέθοδος καύσεως, αν και χρησιμοποιείται ευρύτατα, απαιτείται ιδιαίτερη εξάσκηση για να καθοριστεί με ακρίβεια το είδος των ινών. Ωστόσο, ακόμη και ένας αρχάριος μπορεί να αναγνωρίσει τις διαφορές μεταξύ διαφόρων ινών για να περιορίσει τις επιλογές σε φυσικές ή συνθετικές ίνες.



*Εικόνα 2.4: Εφαρμογή της μεθόδου καύσεως*

### 2.6.1 Αρχή της Μεθόδου

Πιο συγκεκριμένα, για τη διεξαγωγή μιας δοκιμής καύσης μπορούν να εφαρμοστούν τα παρακάτω βήματα.

Παίρνουμε μια μικρή δεσμίδα ινών (με τσιμπίδα) και πλησιάζουμε σε μια μικρή φλόγα. Παρατηρούμε οι ίνες εάν τήκονται ή συρρικνώνονται από τη φλόγα.

Στην συνέχεια μετακινούμε τις ίνες στη φλόγα. Σημειώνουμε εάν οι ίνες καίγονται όταν βρίσκονται μέσα στη φλόγα. Συνίσταται η απομάκρυνση από τη φλόγα αργά και προσεκτικά. Παρατηρούμε οι ίνες εάν συνεχίζουν να καίγονται εκτός φλόγας. Βεβαιώνουμε εάν η ίνα είχε αναφλεγεί πριν γίνει η τελευταία παρατήρηση.

Στο σημείο αυτό η φλόγα πρέπει να σβηστεί, εάν καίει ακόμα και με προσοχή παρατηρούμε τον καπνό. Σημειώνουμε την οσμή και εξετάζουμε το χρώμα και τη φύση τυχόν υπολειμμάτων στάχτης.

Συγκρίνουμε τη συμπεριφορά που παρατηρούμε με τις αναφερόμενες στον Πίνακα III και εκείνες γνωστών ινών αναφοράς. Διεργασίες επιβράδυνσης της καύσεως ορισμένων ινών – βαμβάκι, κυτταρίνης, για παράδειγμα – είναι διαθέσιμες. Η καύση επιβραδύνεται· η οσμή της καύσης και της στάχτης μπορεί να τροποποιηθεί. Οι βαμμένες ίνες θα διατηρήσουν το χρώμα ως κεχρωσμένο υπόλειμμα.

Οι οσμές ορισμένων καιόμενων ινών είναι ιδιαίτερα χαρακτηριστικές. Οι ζωικές ίνες είναι πρωτεϊνικές ίνες (azlon) έχουν την οσμή τριχών ή φτερών που καίγονται. Οι φυτικές ίνες και η αναγεννημένη κυτταρίνη έχουν οσμή καμμένου χαρτιού. Άλλες ίνες – όπως ακρυλικές, νάυλον και σπάντεξ – έχουν χαρακτηριστικές οσμές που μπορούν να αναγνωριστούν εμπειρικά.

Να σημειωθεί ότι, εκτός από τις ανόργανες (π.χ. υάλου, οξειδίων μετάλλων και αμιάντου) , οι οποίες είναι πυρίμαχες (θερμοανθεκτικές), όλες οι υπόλοιπες ίνες, όταν πλησιάζουν τη φλόγα καίγονται και λιώνουν. Για τον λόγο αυτό, θα πρέπει να δίνεται προσοχή κατά την εκτέλεση του πειράματος.

Μια πιο αναλυτική επισκόπηση της συμπεριφοράς των επιμέρους ινών κατά την καύση τους παρέχει ενδιαφέροντα στοιχεία, τα εξής:

#### α. Φυσικές ίνες

Κατά την καύση του το βαμβάκι, το νήμα του οποίου αποτελείται από μεμονωμένες σχετικά κοντές φυσικές ίνες, παράγει μια σταθερή φλόγα, συνεχίζει να καίγεται μετά την απομάκρυνση του από την φλόγα, αναδύει οσμή καίόμενου χαρτιού, αφήνοντας στάχτη μαλακή που καταρρέει καθώς πιέζεται ανάμεσα στα δάχτυλα του χεριού. Αντιθέτως, το λινάρι στην καύση του διαφέρει από το βαμβάκι. Αυτό έχει πιο μακριές ίνες, που διαφέρουν στην υφή και για τον λόγο αυτό χρειάζεται πιο πολύ χρόνο για να αναφλεγεί.



*Εικόνα 2.5: Φυσικές Οργανικές Ίνες*

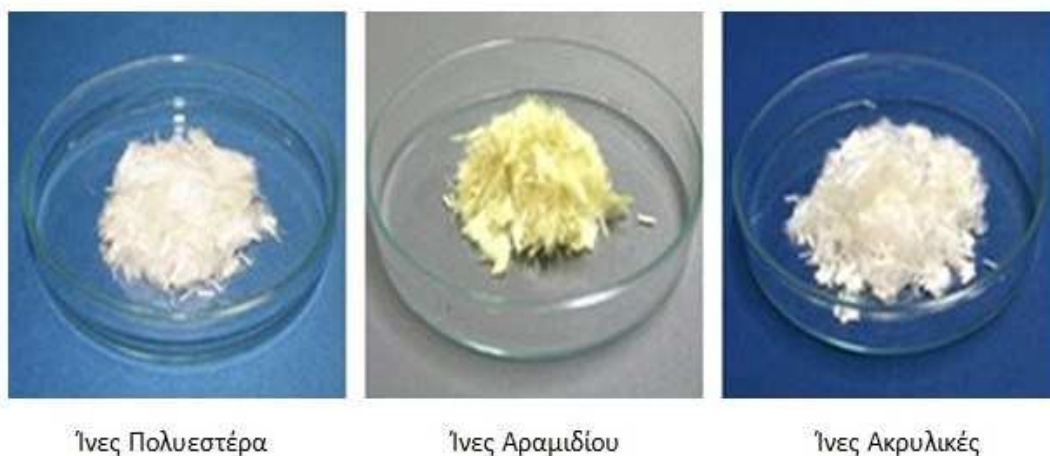
Το μετάξι, πρωτεϊνικής φύσεως, δεν παράγει απαραίτητα σταθερή φλόγα και τα δείγματα μεταξιού δεν σβήνουν εύκολα όταν αναφλεγούν. Γενικά, οι πρωτεϊνικές ίνες έχουν ως χαρακτηριστικό τη συνέχιση της φλόγας. Η οσμή του μεταξιού κατά την καύση είναι αντίστοιχη με εκείνη που παράγεται από καύση



τριχών και η στάχτη του είναι εύθρυπτη. Το μαλλί είναι επίσης πρωτεϊνικής φύσεως, αλλά αναφλέγεται πιο δύσκολα από το μετάξι καθώς οι μάλλινες ίνες είναι πιο κοντές από εκείνες του μεταξιού. Παράγει σταθερή αλλά σύντομη φλόγα κατά την καύση του και η οσμή του είναι παρόμοια με την οσμή καιγόμενων ανθρώπινων τριχών. [5]

## β. Συνθετικές ίνες

*Οξική κυτταρίνη:* Χημική ίνα με φυτική βάση. Αποτελείται από κυτταρίνη προερχόμενη από ξύλο, χημικά τροποποιημένη με την εστεροποίηση με οξικό ανυδρίτη μέχρι το 92% των υδροξυλίων της. Καίγεται γρήγορα παράγοντας φλόγα που δεν μπορεί να σβήσει εύκολα. Η στάχτη που αφήνει η οξική κυτταρίνη κατά την καύση του είναι σκληρή και η οσμή που αναδύει θυμίζει καιόμενο ξύλο.



*Εικόνα 2.6: Συνθετικές Ίνες*

*Πολυακρυλονιτριλίο:* Συνθετική ίνα που παράγεται από τον πολυμερισμό του ακρυλονιτριλίου. Οι ακρυλικές ίνες καίγονται εύκολα καθώς είναι ελαφριές και μαλακές. Αν πέσει πάνω σε ακρυλικό ύφασμα αναμμένο σπύρτο, οι ίνες υποχωρούν

και η καύση ολοκληρώνεται σύντομα αφήνοντας σκληρό υπόλειμμα. Οι ακρυλικές ίνες αφήνουν όξινη οσμή κατά την καύση τους.

*Πολυαμίδιο:* Παρασκευάζεται από επαναλαμβανόμενες μονάδες συνδεδεμένες με αμιδικούς δεσμούς. Σχηματίζεται με την αντίδραση ίσων μερών διαμίνης και δικαρβοξυλικού οξέος, έτσι ώστε τα αμίδια να σχηματίζονται και στα δύο άκρα κάθε μονομερούς σε μια διεργασία ανάλογη με τα βιοπολυμερή πολυπεπτιδίου. Είναι η πρώτη αμιγώς συνθετική ίνα που έχει καταγραφεί στην ιστορία. Το πολυαμίδιο λιώνει και στη συνέχεια καίγεται ταχύτατα, εάν παραμείνει κοντά σε φλόγα. Η οσμή που βγάζει είναι δυσάρεστη και θυμίζει καμένο πλαστικό.[4]

*Πολυεστέρας:* Είναι μια κατηγορία πολυμερών που περιέχει τη χαρακτηριστική ομάδα των εστέρων στην κύρια αλυσίδα τους. Ο πολυεστέρας λιώνει και καίγεται ταυτόχρονα. Προσκολλάται ταχύτατα κατά την καύση του σε οποιαδήποτε επιφάνεια, συμπεριλαμβανομένου του δέρματος. Ο καπνός από τον πολυεστέρα είναι μαύρος με γλυκιά οσμή και το υπόλειμμα που αφήνει είναι σκληρό.

*Αναγεννημένη κυτταρίνη:* Αποτελείται από ανακατασκευασμένες ίνες κυτταρίνης και ουσιαστικά παράγεται από κυτταρίνη που προέρχεται κατά κύριο λόγο από πολτό ξύλου, ο οποίος διαλυτοποιείται με χημική μετατροπή, ινοποιείται και αναγεννάται ως κυτταρίνη. Καίγεται γρήγορα και αφήνει μια ελαφριά στάχτη. Η οσμή της καύσης μοιάζει με εκείνη των φύλλων δέντρων που καίγονται.

Ως γνωστόν, εκτός από τις μεμονωμένες ίνες, στην κλωστοϋφαντουργία χρησιμοποιούνται και μείγματα ινών, τα οποία αποτελούνται από δύο ή περισσότερες ίνες και ιδανικά παίρνουν τα χαρακτηριστικά κάθε επιμέρους ίνας στο μείγμα. Με την εφαρμογή της δοκιμής καύσεως σε μείγματα ινών, μπορεί να γίνει εκτίμηση της περιεκτικότητας του υφάσματος σε διάφορες ίνες, αλλά αυτό μπορεί να επιτευχθεί μόνο κατά προσέγγιση. Προκειμένου να καθοριστεί η περιεκτικότητα των ινών σε ένα ύφασμα εμβαδού  $6,5 \text{ cm}^2$  περίπου, προκαλείται ανάφλεξη από έναν αναπτήρα βουτανίου, όσο αυτό συγκρατείται με μια λαβίδα πάνω από μια πυρίμαχη επιφάνεια σε έναν καλά αεριζόμενο χώρο. Γίνεται προσεκτική παρατήρηση της ποιότητας και του χρώματος της φλόγας, της στάχτης που παράγεται, καθώς και της οσμής που αναδύεται. [2]

Όπως φαίνεται από τα παραπάνω, η εφαρμογή παραδοσιακών μεθόδων ταυτοποίησης των ινών, συνεπάγεται και αρκετές δυσκολίες στη διαδικασία αναγνώρισής τους, γεγονός που κατέστησε απαραίτητη την αναζήτηση πιο εξειδικευμένων τεχνικών ταυτοποίησης.

Στον πίνακα 9 που ακολουθεί παρουσιάζεται η συμπεριφορά των φυσικών και τεχνητών ινών κατά την εφαρμογή της μεθόδου καύσης που βοηθάει στην ταυτοποίηση των ινών γρήγορα και έτσι αξιόπιστα αποτελεί μέτρο σύγκρισης.

## ΠΙΝΑΚΑΣ 9

### ΑΝΤΙΔΡΑΣΗ ΤΩΝ ΙΝΩΝ ΣΤΗ ΦΛΟΓΑ

	Τήκεται κοντά στη φλόγα	Συρρικνώνεται κοντά στη φλόγα	Καίγεται στη φλόγα	Συνεχίζει να καίγεται	Εμφάνιση της στάχτης
<i>Φυσικές Ίνες</i>					
Μετάξι	Ναι	Ναι	Ναι	Αργά	Μαλακές μαύρες χάντρες
Μαλλί	Ναι	Ναι	Ναι	Αργά	Ασύμμετρη, μαύρη
Κυτταρίνη	Όχι	Όχι	Ναι	Ναι	Ανοιχτό γκρι
Αμίαντος	Όχι	Όχι	Όχι	Όχι	Μπορεί να σκουρύνει
<i>Συνθετικές Ίνες</i>					
Ακρυλικές	Ναι	Ναι	Ναι	Ναι	Σκληρές, μαύρες, ασύμμετρες χάντρες
Οξικού άλατος					
Azlon					
Νιτριλίου					
Πολυεστέρα	Ναι	Ναι	Ναι	Ναι	Σκληρές μαύρες στρογγυλές χάντρες
Νάυλον	Ναι	Ναι	Ναι	Ναι	Σκληρές γκρι στρογγυλές χάντρες
Ολεφίνης	Ναι	Ναι	Ναι	Ναι	Σκληρές σκούρες χάντρες
Βινυλίου					
Μοντακρυλική	Ναι	Ναι	Ναι	Όχι	Σκληρές σκούρες ασύμμετρες χάντρες
Saran					
Βινιόν					
Μεταλλική	Ναι	Ναι	Όχι	Όχι	Μεταλλικές χάντρες
Γυάλινη	Ναι	Αργά	Όχι	Όχι	Σκληρές καθαρές χάντρες
Ελαστική	Ναι	Ναι	Ναι	Όχι	Ασύμμετρη μάζα

Σπάντεξ	Ναι	Όχι	Ναι	Ναι	Μαλθακη, μαύρη
Anidex	Ναι	Όχι	Ναι	Ναι	Εύθραυστες, μαύρες ασσύμετρες χάντρες
Ρεγιόν	Όχι	Όχι	Ναι	Ναι	Καμία
Αραμιδίου	Όχι	Ναι	Ναι	Όχι	Σκληρές μαύρες χάντρες
Novoloid	Όχι	Όχι	Σύντομα	Όχι	Άνθρακας

## **ΚΕΦΑΛΑΙΟ 3**

### **ΣΥΓΧΡΟΝΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ ΤΑΥΤΟΠΟΙΗΣΗΣ ΙΝΩΝ**

#### ***Εισαγωγή***

Μην μπορώντας να ανταποκριθούν στις σύγχρονες ανάγκες ταυτοποίησης των κλωστοϋφαντουργικών ινών, οι παραδοσιακές μέθοδοι ταυτοποίησης σταδιακά αντικαταστάθηκαν από νέες μεθόδους, πιο αποδοτικές, καθώς σήμερα υπάρχει ένας αριθμός διαφορετικών ειδών υφασμάτων στην αγορά, όπως τα βιομηχανικά υφάσματα και τα τεχνικά υφάσματα από ίνες υψηλής αντοχής, υφάσματα πολλαπλών στρώσεων με διαφορετικούς συνδυασμούς υλικών όπως μη-πλεκτά, πλεκτά, μεμβρανοειδή και χάρτινα, υφάσματα αλλαγής φάσης, ηλεκτρικά αγωγιμα υφάσματα και ούτω καθεξής. Για τα υφάσματα αυτά, απαιτείται έλεγχος της σύνθεσής τους από νέες μεθόδους, πέραν των παραδοσιακών, οι οποίες περιγράφονται στη συνέχεια.

#### ***3.1 Ηλεκτρονική Μικροσκοπία Σαρώσεως (Scanning Electron Microscopy – S.E.M.)***

##### ***3.1.1. Γενικά***

Τη δεκαετία του 1980, υπό το πρίσμα νέων αναγκών στην ταυτοποίηση των υφαντικών ινών, εισήχθη το ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (Scanning Electron Microscope - γνωστό υπό τη συντομογραφία S.E.M, το οποίο χρησιμεύει για τον επιφανειακό προσδιορισμό των ιδιοτήτων των ινών. Σε συνδυασμό με ειδικό σύστημα μικροανάλυσης δίνει τη δυνατότητα στοιχειακής ανάλυσης συγκεκριμένων περιοχών της εικόνας που παρατηρείται. Η συγκεκριμένη τεχνολογία, η οποία παρουσιάζεται βελτιωμένη με την πάροδο του χρόνου, σήμερα φαίνεται να είναι πλήρως λειτουργική.

### ***3.1.2 Αρχή της Ηλεκτρονικής Μικροσκοπίας Σαρώσεως***

Μια μικρής διαμέτρου ηλεκτρονική δέσμη σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος-δοκιμίου. Ταυτόχρονα η προσπίπτουσα δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνει μια αντίστοιχη επιφάνεια φθορίζουσας οθόνης που βρίσκεται στην άκρη ενός καθοδικού σωλήνα. Όταν τα ηλεκτρόνια προσπίπτουν στην επιφάνεια του δοκιμίου, τότε προκαλείται δευτερογενής εκπομπή ηλεκτρονίων χαμηλής ενέργειας. Ο ανιχνευτής συλλέγει αυτά τα παραγόμενα ηλεκτρόνια, των οποίων η παραγόμενη τάση, αφού ενισχυθεί, διοχετεύεται στον καθοδικό σωλήνα. Η ένταση της αρχικής δέσμης που προσπίπτει στον καθοδικό σωλήνα μεταβάλλεται ανάλογα με την ένταση της δέσμης των δευτερογενών ηλεκτρονίων. Το τελικό αποτέλεσμα είναι ο σχηματισμός στην φθορίζουσα οθόνη της ανάγλυφης εικόνας της επιφάνειας του δοκιμίου που σαρώθηκε. Η εικόνα μπορεί να φωτογραφηθεί και για να επιτευχθεί αυτή η σάρωση πρέπει να γίνει αρκετά αργά, ώστε η δέσμη να προσβάλει αρκετά το υπό εξέταση δείγμα.[6,7,9]

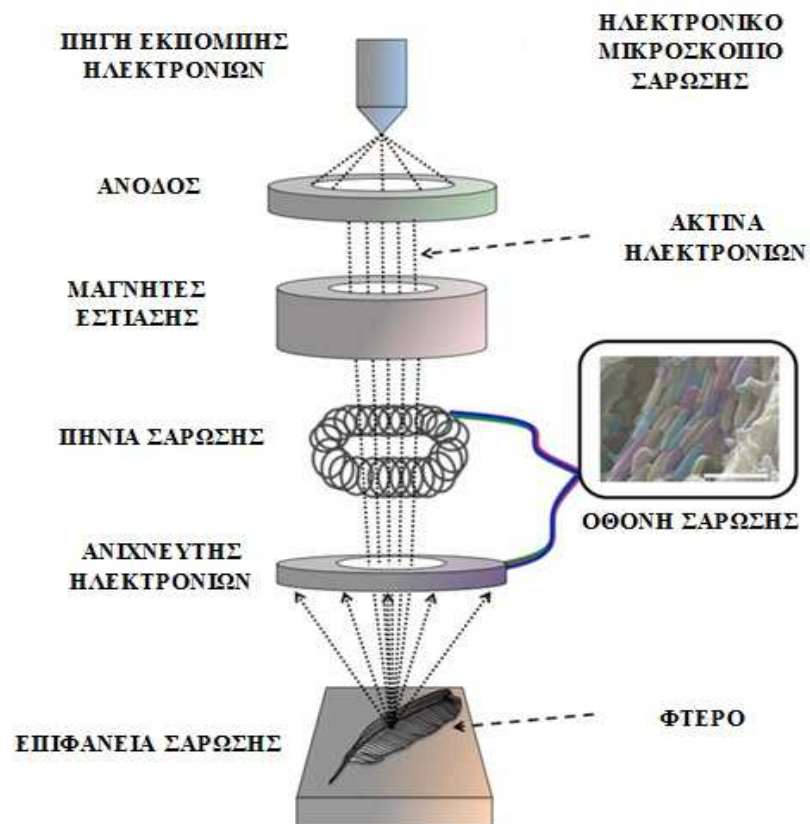
### ***3.1.3 Περιγραφή του Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου***

Τα κύρια μέρη ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης [Εικ. 1, Εικ.2] είναι:

1. Πηγή φωτός ηλεκτρονίων
2. Άνοδος
3. Μαγνητικός φακός εστίασης
4. Πηνία σάρωσης
5. Ανιχνευτής ηλεκτρονίων (πρωτεύων και δευτερευών)
6. Βάση- Θάλαμος δείγματος



*Εικόνα 3.1: Τυχαίο μοντέλο ενός ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σάρωσης.*



*Εικόνα 3.2: Χαρακτηριστικά μέρη ενός τυπικού ηλεκτρονικού μικροσκοπίου σαρώσεως*



### **3.1.4 Προετοιμασία Δειγμάτων**

Για να αποφευχθούν προβλήματα φθορισμού που καθιστούν την εικόνα δυσδιάκριτη, θα πρέπει να απομακρύνονται συνεχώς από την επιφάνεια του υπό εξέταση δοκιμίου τα ηλεκτρόνια σχηματισμού εικόνας, τα οποία χρησιμοποιεί το S.E.M. Για να γίνει αυτό, ωστόσο, προϋποτίθεται ότι τουλάχιστον η επιφάνεια του δείγματος είναι γενικά αγώγιμο ή ακόμη και ολόκληρο το δοκίμιο είναι αγώγιμο.

Αξίζει να σημειωθεί ότι τα μέταλλα ή τα κράματα είναι αγώγιμα και δεν χρειάζονται ιδιαίτερη προετοιμασία ώστε να γίνει η παρατήρησή τους. Όμως, τα υλικά που είναι μη αγώγιμα ή ημιαγώγιμα, θα πρέπει να καλυφθούν στην επιφάνειά τους με ένα στρώμα αγώγιμου υλικού, το οποίο μπορεί να είναι γραφίτης (επανθράκωση) ή κάποιο ευγενές μέταλλο (επιμετάλλωση).

Για καλύτερο αποτέλεσμα κατά την μικροσκοπική παρατήρηση δειγμάτων, απαιτείται η επιμετάλλωση με χρυσό. Για να γίνει αυτή η επίστρωση χρησιμοποιείται συνήθως μια συσκευή ατομικής διασκόρπισης (sputter coater), η οποία χρησιμοποιεί ηλεκτρικό πεδίο χαμηλής έντασης και αργό. Πιο συγκεκριμένα, το δοκίμιο στερεώνεται πρώτα σε ειδική βάση με αγώγιμο συγκολλητικό υλικό και τοποθετείται σε θάλαμο κενού, όπου προστίθεται αργό. Ένα ηλεκτρικό πεδίο αποσπά ηλεκτρόνια από τα άτομα του αργού, τα οποία πλέον ως θετικά ιόντα επιταχύνονται και προσκρούουν σε ένα φύλλο χρυσού, αρνητικά φορτισμένο. Τα άτομα του αργού με τη σειρά τους αποσπών άτομα χρυσού, τα οποία προσκολλώνται στην επιφάνεια του δοκιμίου, δημιουργώντας ένα λεπτό στρώμα χρυσού. Με αυτό τον τρόπο, το δοκίμιο γίνεται αγώγιμο, αυξάνοντας έτσι την αντίθεση κατά την παρατήρηση με το μικροσκόπιο. [6,7,8,16]

### **3.1.5 Εφαρμογές Ηλεκτρονικού Μικροσκοπίου**

Στη συνέχεια παρουσιάζεται η μικροσκοπική ανάλυση ορισμένων από τις βασικότερες υφάνσιμες ίνες.

## Λινάρι



*Εικόνα 3.3: Λινάρι στο μικροσκόπιο*

## Βαμβάκι



*Εικόνα 3.4: Βαμβάκι στο μικροσκόπιο*

## Μετάξι



*Εικόνα 3.5: Μετάξι στο μικροσκόπιο*

## Μαλλί



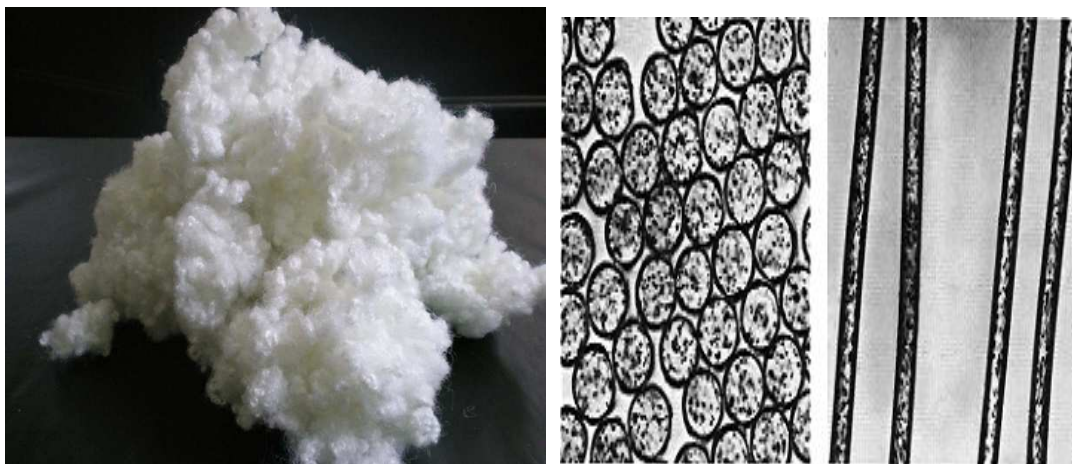
*Εικόνα 3.6: Μαλλί στο μικροσκόπιο*

## Πολυαμίδιο



*Εικόνα 3.7: Πολυαμίδιο στο μικροσκόπιο*

## Πολυεστέρας



*Εικόνα 3.8: Πολυεστέρας στο μικροσκόπιο*

### **3.1.6 Ηλεκτρονικό Μικροσκόπιο Σάρωσης JSM-6300**

Χαρακτηριστικό παράδειγμα εφαρμογής της ηλεκτρονικής μικροσκοπίας σάρωσης είναι το μικροσκόπιο σάρωσης JSM-6300, ένα όργανο τελευταίας τεχνολογίας που έχει υψηλή ανάλυση και διαθέτει σύγχρονο ψηφιακό σύστημα επεξεργασίας της εικόνας. Αυτό το σύστημα παρέχει τη δυνατότητα ενίσχυσης της εικόνας με λήψη μέσων όρων και ολοκλήρωση, αλλά και αποθήκευσης της εικόνας στη μνήμη. Επίσης, η απόδοση της εικόνας είναι υψηλή με σχετικά χαμηλό θόρυβο σε επιταχυνόμενες τάσεις, ενώ παρέχει υψηλής ποιότητας εικόνες δευτερογενών ηλεκτρονίων. Στο συγκεκριμένο μικροσκόπιο μπορεί να ενσωματωθεί πρόσθετος εξοπλισμός για την ανίχνευση καθοδοφωταύγειας, ακτίνων X, απορροφημένων ηλεκτρονίων, κ.λπ. Τέλος, το εν λόγω όργανο μπορεί να χρησιμοποιηθεί ως ηλεκτρονικός μικροαναλυτής με την προσθήκη ενός φασματομέτρου ενεργειακής διασποράς ή διασποράς μήκους κύματος, επιτρέποντας την ακριβή και μη καταστροφική στοιχειακή ανάλυση, καθώς και τη μελέτη της στοιχειακής κατανομής μικρο-περιοχών.

Η διαδικασία που απαιτείται για τον μικροσκοπικό έλεγχο ινών στο JSM 6300 είναι η ακόλουθη: Οι ίνες στερεώνονται σε ένα μικρό κέρμα με κόλλα άνθρακα. Η χρήση της κόλλας άνθρακα χρησιμεύει στο να γίνει η ίνα αγωγίμη. Μετά την ξήρανση της κόλλας, γίνεται μια μεταλλική επικάλυψη της επιφάνειας της ίνας και τα δοκίμια είναι έτοιμα για μικροσκοπική εξέταση. Στην ηλεκτρονική μικροσκοπία σάρωσης (SEM), μια δέσμη ηλεκτρονίων σαρώνει την επιφάνεια του δείγματος, το οποίο είτε πρέπει να είναι μεταλλικό είτε να έχει μεταλλική επικάλυψη. Συλλέγονται τα ανακλώμενα σε κάθε σημείο ηλεκτρόνια και αποτυπώνονται στην οθόνη του καθοδικού σωλήνα με τον ίδιο ρυθμό σάρωσης. Η διαδικασία αυτή δίνει μια εικόνα των χαρακτηριστικών της επιφάνειας του δείγματος. Χρησιμοποιείται τάση 5KV και κλίμακα μεγέθυνσης x 1800, x 2200 ή/και x 3300.[9,11,12]

## **3.2. Φασματοσκοπία Υπερύθρου**

### **3.2.1 Γενικά**

Η φασματοσκοπία υπερύθρου αποτελεί μία από τις καλύτερες τεχνικές για την ταυτοποίηση των υφάνσιμων ιών. Με αυτή τη μέθοδο γίνεται δυνατή η διερεύνηση της μοριακής σύνταξης και η ταυτοποίηση αγνώστων οργανικών ενώσεων.

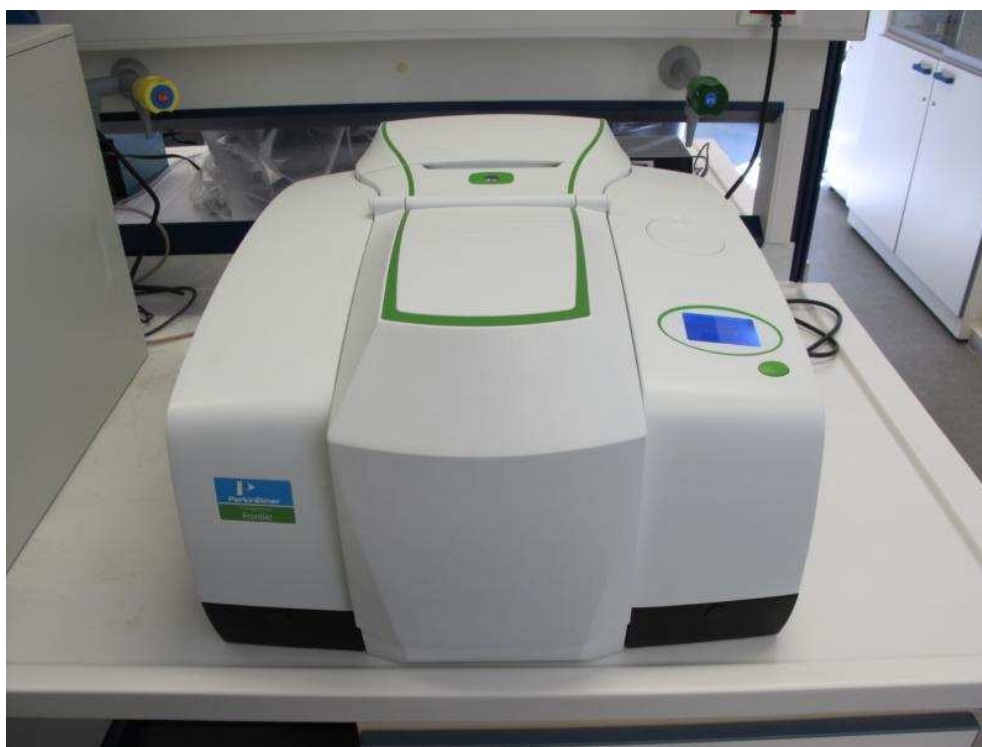
### **3.2.2 Αρχή Φασματοσκοπίας Υπερύθρου**

Η υπέρυθη περιοχή του ηλεκτρομαγνητικού φάσματος βρίσκεται στις ραδιοσυχνότητες 0,75-1000  $\mu\text{m}$ . Το πιο χρήσιμο τμήμα της υπέρυθρης περιοχής για τη φασματοσκοπία είναι το διάστημα 4000-400  $\text{cm}^{-1}$ . Όλες οι ενώσεις, οργανικές και ανόργανες, απορροφούν ακτινοβολία στην παραπάνω περιοχή. Η ταυτοποίηση των αγνώστων δειγμάτων γίνεται μετά από σύγκριση των φασμάτων τους με άλλα ήδη γνωστά φάσματα πρότυπων ουσιών. Στα φάσματα διακρίνουμε την περιοχή με συχνότητες 4000-1400  $\text{cm}^{-1}$  όπου γίνεται ταυτοποίηση των χαρακτηριστικών ομάδων, και η περιοχή αποτύπωσης με συχνότητες 1400-400  $\text{cm}^{-1}$  όπου γίνεται ταυτοποίηση ολόκληρου του μορίου.

Όλα τα μόρια διαθέτουν κάποια συγκεκριμένη ποσότητα ενέργειας κατανεμημένη σε όλη τη δομή τους, η οποία προκαλεί στους δεσμούς δονήσεις και κάμψεις. Ταυτόχρονα, λόγω αυτής της ενέργειας τα άτομα πάλλονται και περιστρέφονται. Η ποσότητα ενέργειας δεν μεταβάλλεται κατά συνεχή τρόπο, αλλά σε συγκεκριμένα ενεργειακά πεδία. Όταν ένα μόριο απορροφά ακτινοβολία IR, η μοριακή δόνηση που έχει συχνότητα ίση με εκείνης της ακτινοβολίας, αυξάνει το πλάτος της. Επομένως, από την στιγμή που κάθε συχνότητα που απορροφάται από ένα μόριο αντιστοιχεί σε μια προκαθορισμένη μοριακή κίνηση, είναι δυνατόν να διαπιστωθούν οι κινήσεις του μορίου από την μελέτη του φάσματος IR. Συνεπώς, από την ερμηνεία αυτών των κινήσεων διαπιστώνονται τα είδη των λειτουργικών ομάδων (δεσμών) που υπάρχουν στο μόριο. Η ταυτοποίηση των αγνώστων δειγμάτων γίνεται κατόπιν σύγκρισης τους με το φάσμα πρότυπων ουσιών (ταυτοποίηση ταινιών φάσματος). [11,12,20]

### **3.2.3 Τύποι Φασματοφωτόμετρων**

Τα φασματοφωτόμετρα κατατάσσονται σε τρεις βασικές κατηγορίες, ανάλογα με τον τρόπο συλλογής των δεδομένων. Στην πρώτη κατηγορία ανήκουν αυτά της μονής δέσμης, που είναι και τα πιο απλά. Η δέσμη δείγματος προσπίπτει άμεσα στο δείγμα, σε γνωστή συχνότητα, για το οποίο υπάρχει μία μόνο θέση τοποθέτησης, με σημαντική προϋπόθεση η δέσμη εξόδου να παραμένει σταθερή. Η δεύτερη κατηγορία είναι τα φασματοφωτόμετρα δυαδικής συχνότητας, τα οποία αντισταθμίζουν αλλαγές στην ένταση της πηγής ακτινοβολίας και, τέλος, υπάρχουν εκείνα της διπλής δέσμης, τα οποία θεωρούνται τα πιο αξιόπιστα στην ταυτοποίηση των ιών.[6,7,8,20,12]



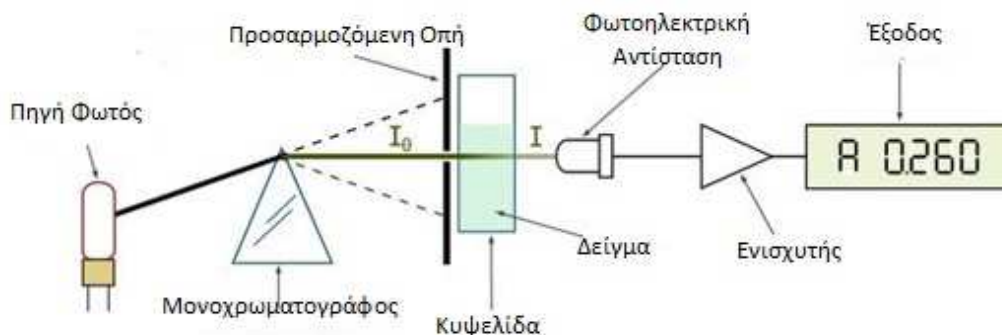
*Εικόνα 3.9: Φασματοφωτόμετρο Υπερύθρου IR*

### **3.2.4 Περιγραφή Οργάνου**

Τα φασματοφωτόμετρα, λοιπόν, είναι όργανα διπλής δέσμης-μηδενισμού. Τα κύρια μέρη ενός φασματοφωτόμετρου είναι:

1. Πηγή ακτινοβολίας: απαιτείται να παρέχει συνεχές φάσμα υψηλής έντασης (λυχνίες Nerst, Global).
2. Μονοχρωμάτορα: διάταξη που επιτρέπει σε ορισμένο ή ορισμένα μήκη κύματος της ακτινοβολίας να διέλθουν μέσω του δείγματος.

3. Κυψελίδα δείγματος: είναι κατασκευασμένη από ανόργανες ιοντικές ενώσεις (π.χ. KBr, KCl, MgO, LiF κ.ά.), έτσι ώστε να μην απορροφά ακτινοβολία στην περιοχή του IR.
  4. Σφαίρα ολοκλήρωσης: διάταξη που σκοπός της είναι η εστίαση της ακτινοβολίας που εισέρχεται στο εσωτερικό της, στην ειδική θύρα του ανιχνευτή.
  5. Ανιχνευτή: ο συνηθέστερος τύπος που χρησιμοποιείται είναι το θερμοζεύγος και έχει μεγάλη διακριτική ικανότητα
1. Καταγραφέα: μετατρέπει το παραγόμενο ηλεκτρικό σήμα σε ψηφιακή
  2. ένδειξη .



*Εικόνα 3.10: Σχηματική αναπαράσταση φασματοφωτόμετρου*

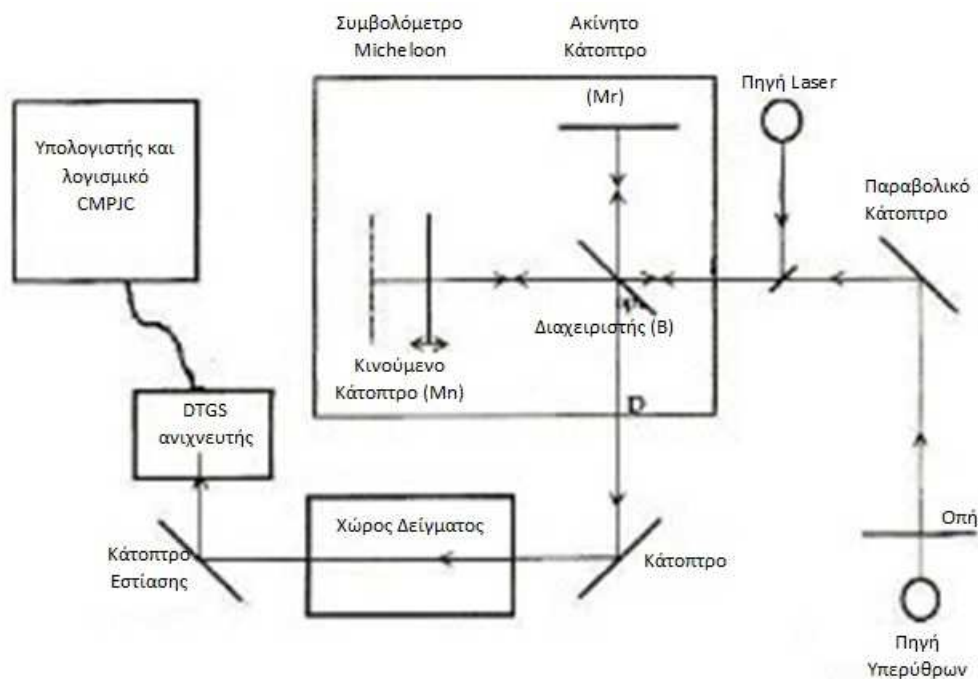
### 3.2.5 Προετοιμασία Δειγμάτων

Όσον αφορά την προετοιμασία των προς εξέταση δειγμάτων, πρέπει να είναι αντιπροσωπευτικά του υλικού από το οποίο ελήφθησαν και να καλύπτουν ολόκληρη την επιφάνεια της προσπίπτουσας ακτινοβολίας. Είναι σημαντικό η επιφάνεια των δειγμάτων να κυμαίνεται μεταξύ 10-30  $\mu\text{m}$ , ώστε το λαμβανόμενο φάσμα να είναι ικανοποιητικό. Αν είναι μεγαλύτερου πάχους, τότε το σήμα του δείγματος θα είναι ίσο με το σήμα του θορύβου του οργάνου, με αποτέλεσμα να μην μπορεί να ληφθεί φάσμα, ή, αν είναι πιο λεπτό το δείγμα, τότε, εξαιτίας της μεγάλης ανάκλασης της προσπίπτουσας ακτινοβολίας, δεν μπορεί να ληφθεί σωστό αποτέλεσμα.



Τα φασματοφωτόμετρα IR είναι διπλής δέσμης-μηδενισμού. Αποτελούνται από τις ίδιες λειτουργικές μονάδες με τα UV-Vis, με μόνη βασική διαφορά τη θέση του δείγματος, η οποία στο IR είναι πριν τον μονοχρωμάτορα, ώστε να υπάρχει ελαχιστοποίηση της παρασιτικής ακτινοβολίας. Σε ένα τυπικό φάσμα υπέρυθρης φασματοσκοπίας διακρίνονται δύο κύριε περιοχές: η περιοχή των χαρακτηριστικών ομάδων (O-H, NH<sub>2</sub>, C=N, C=O, κ.λπ.) και η περιοχή των δακτυλικών αποτυπωμάτων. Η πρώτη εκτείνεται στην περιοχή 4000-1400 cm<sup>-1</sup> με τις κύριες ζώνες απορρόφησης να οφείλονται στη δόνηση των ομάδων. Η δεύτερη εκτείνεται στην περιοχή 1400-600 cm<sup>-1</sup>, στις οποίες οι απορροφήσεις σχετίζονται με τις δονήσεις ολόκληρου του μορίου, όπου κάθε άτομο ασκεί επίδραση στα υπόλοιπα και αποτελεί το «δακτυλικό αποτύπωμα» κάθε ένωσης.

Στην περιοχή 4000-600 cm<sup>-1</sup>, η οποία προαναφέρθηκε και χρησιμοποιείται συνήθως στο IR, υπάρχει περιορισμένη ευαισθησία του φασματοφωτόμετρου και πολύ μικρές εντάσεις των απορροφήσεων. Αυτό έχει ως αποτέλεσμα ο «θόρυβος» να σκεπάζει τις ταινίες απορρόφησης. Η εν λόγω αδυναμία αντιμετωπίστηκε επιτυχώς με την φασματοσκοπία IR, με Μετασχηματισμό κατά Fourier (Fourier Transform Infra Red spectroscopy, FT-IR). Το τυπικό φασματοφωτόμετρο IR αποτελείται από μια πηγή υπέρυθρης ακτινοβολίας, μια πηγή λείζερ, το συμβολόμετρο Michelson και τον ανιχνευτή. Στο παρακάτω σχήμα παρουσιάζεται σχηματικά το φασματοφωτόμετρο FT-IR της Nicolet (750 Magna series).



**Εικόνα 3.11:** Σχηματική παρουσίαση του φασματοφωτόμετρου FT-IR της Nicolet (750 Magna series)

### 3.3 Περίθλαση Ακτίνων X

#### 3.3.1 Γενικά

Το 1895 ο Γερμανός φυσικός Roentgen, ανακάλυψε μια ακτινοβολία, η οποία εκπέμπεται από λυχνία υψηλού κενού, που περιέχει θερμαινόμενη κάθοδο και άνοδο από δύστηκτο μέταλλο, ενώ η διαφορά δυναμικού μεταξύ ανόδου και καθόδου, επιταχύνει τα ηλεκτρόνια που εκπέμπονται από την κάθοδο και τα ωθεί προς την άνοδο. Έτσι, η άνοδος εκπέμπει ηλεκτρομαγνητική ακτινοβολία που ονομάστηκε ακτινοβολία X. Αυτή η μορφή ακτινοβολίας προκαλεί αμαύρωση της φωτογραφικής πλάκας, φθορισμό, ιονισμό και έχει μεγάλη διεισδυτική ικανότητα. Ένα μέρος της ηλεκτρομαγνητικής δέσμης ακτίνων X που προσπίπτει σε ένα σώμα, διαθλάται και σκεδάζεται, ενώ ένα άλλο μέρος εκπέμπεται με την μορφή ακτίνας.

#### 3.3.2 Αρχή της Περίθλασης Ακτίνων X

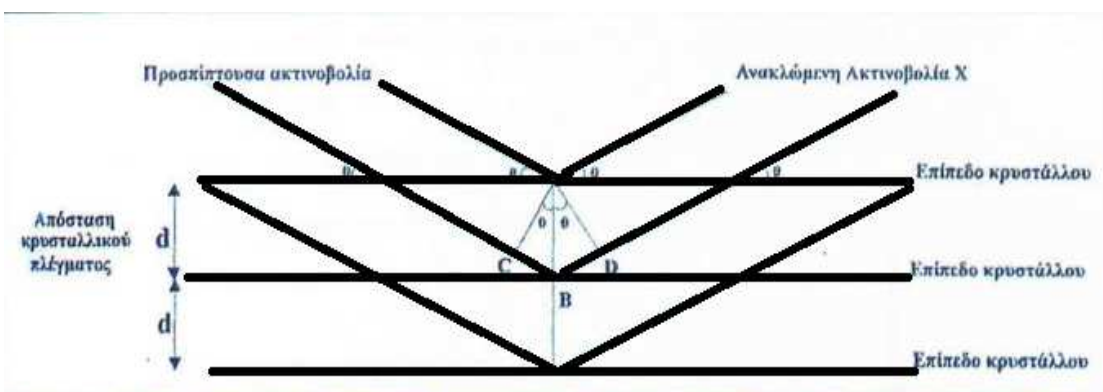
Όταν ακτίνες X ορισμένου μήκους κύματος  $\lambda$  εισέλθουν στο εσωτερικό ενός στερεού, αλληλεπιδρούν με τα ηλεκτρόνια των ατόμων του και τα εξαναγκάζουν να πάλλονται με την ίδια συχνότητα. Τα ηλεκτρόνια των ατόμων γίνονται ηλεκτρικοί

ταλαντωτές και ακτινοβολούν ξανά τις ακτίνες X προς όλες τις κατευθύνσεις του χώρου, χωρίς αλλαγή του μήκους κύματος  $\lambda$ . Το φαινόμενο αυτό ονομάζεται διάχυση ακτίνων X.

Τα διεγερμένα ηλεκτρόνια εκπέμπουν ως σύμφωνες πηγές, έτσι ώστε η διαχεόμενη ακτινοβολία X, συνεχίζοντας την πορεία της μέσα στον κρύσταλλο, αλληλεπιδρά με τα περιοδικά διατεταγμένα άτομα και δίνει φαινόμενα συμβολής. Η συμβολή μπορεί να είναι μια εποικοδομητική ή καταστρεπτική, ώστε να προκύπτει ενίσχυση ή απόσβεση ακτίνων X.

Τα δύο παραπάνω φαινόμενα, η διάχυση και η συμβολή, όταν συμβαίνουν ταυτόχρονα χαρακτηρίζονται ως περίθλαση ακτίνων X. Έτσι επιτυγχάνεται ο προσδιορισμός κρυσταλλικών δομών. Η ανάλυση με περίθλαση ακτίνων-χ δίνει τη δυνατότητα μελέτης των διατάξεων των μορίων μιας ένωσης στο χώρο, δηλαδή την κρυσταλλική δομή -πλέγματος- αυτής της ένωσης. Με αυτήν την τεχνική γίνεται ταυτοποίηση των στερεών φάσεων.

Το φαινόμενο της περίθλασης παρατηρείται όταν το εμπόδιο έχει διαστάσεις ίδιας τάξης μεγέθους με το μήκος κύματος των διαδιδόμενων κυμάτων. Συνήθως το εμπόδιο αποτελεί ένα κρυσταλλικό σώμα.[19,20]



Εικόνα 3.12: Σχηματική παρουσίαση γεωμετρικών σχέσεων μεταξύ γωνίας του τύπου Bragg και αποστάσεως επιπέδων, στο κρυσταλλικό πλέγμα

### 3.3.3 Περιγραφή της Μεθόδου

Η ταυτοποίηση με τη μέθοδο της περίθλασης γίνεται με τον παρακάτω τρόπο:

1. Παίρνουμε το διάγραμμα ακτίνων-χ κάποιου δείγματος

2. Μετρούνται οι γωνίες όπου εμφανίζονται τα μέγιστα, και μέσω της εξίσωσης Bragg υπολογίζονται οι τιμές  $d$  των επιπέδων από όπου προήλθαν τα μέγιστα
3. Συγκρίνονται οι τιμές  $d$  που βρέθηκαν με ήδη γνωστά δεδομένα που υπάρχουν σε τράπεζες δεδομένων και γίνεται ταυτοποίηση του υλικού.

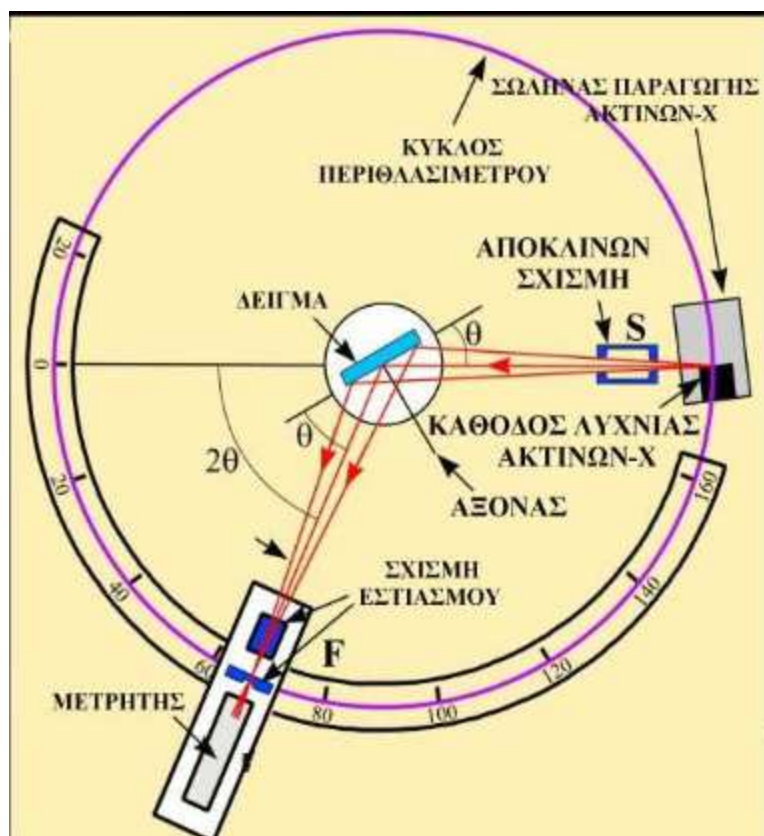


*Εικόνα 3.13: Περιθλασίμετρο ακτίνων X*

### **3.3.4 Δομή και Αρχές Λειτουργίας Οργάνου**

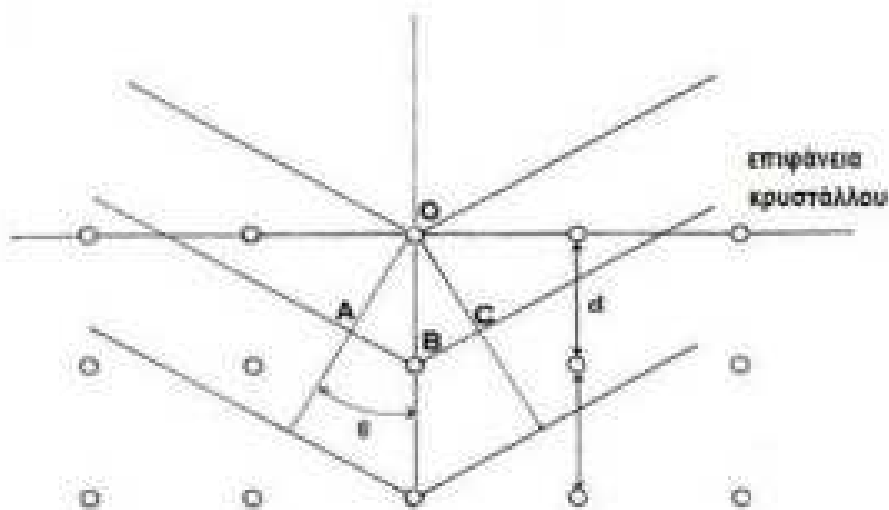
Η δομή του περιθλασίμετρου [Εικ 3. 13] είναι:

1. Σύστημα υψηλής τάσης για την παραγωγή ακτίνων X
2. Λυχνία ακτίνων X, γραμμικής εστίασης
3. Γωνιόμετρο με κοινό άξονα περιστροφής
4. Κινητήρας
5. Διάταξη μέτρησης
6. Μετατροπέας ηλεκτρικού σήματος σε ψηφιακό
7. Σύστημα ηλεκτρονικού υπολογιστή



*Εικόνα 3.14: Σχηματική απεικόνιση ενός περιθλασίμετρου ακίνων X*

Τα μήκη κύματος των ακτίνων X είναι της ίδιας τάξης μεγέθους με τις αποστάσεις των ατόμων στα μεταλλικά πλέγματα. Έτσι, οι κρύσταλλοι δρουν ως φράγματα περίθλασης των ακτίνων αυτών. Το φαινόμενο της περίθλασης των ακτίνων X από μια σειρά παράλληλων πλεγματικών επιπέδων ενός κρυσταλλικού πλέγματος παρουσιάζεται στο σχήμα που ακολουθεί. [13,16]



*Εικόνα 3.15: Απεικόνιση του φαινομένου της περίθλασης των ακτίνων X από μια σειρά παράλληλων κρυσταλλικών επιπέδων ενός κρυσταλλικού πλέγματος*

Η σκέδαση της ακτινοβολίας στα διάφορα κρυσταλλικά επίπεδα οδηγεί σε φαινόμενα συμβολής, όπως τα οπτικά φράγματα. Κατά τον Bragg, για να υπάρξει σε κάποιο σημείο ενίσχυση λόγω συμβολής πρέπει να ικανοποιούνται οι σχέσεις:

$$AB + BC = n\lambda$$

$$AB - BC = d\eta\theta$$

Από τις παραπάνω δύο εξισώσεις προκύπτει η γνωστή εξίσωση του Bragg:  $n\lambda = 2d\eta\theta$ , όπου  $n$  είναι ακέραιος αριθμός,  $\lambda$  το μήκος του κύματος της προσπίπτουσας μονοχρωματικής δέσμης των ακτίνων X,  $d$  η απόσταση μεταξύ των παράλληλων κρυσταλλικών επιπέδων του κρυσταλλικού πλέγματος και  $\theta$  η γωνία στην οποία θα συμβεί ενισχυτική συμβολή των περιθλώμενων από ένα υλικό ακτίνων X (παίρνει καθορισμένες τιμές, χαρακτηριστικές του εξεταζόμενου υλικού).

Τα φάσματα περίθλασης κρυσταλλικών δειγμάτων χρησιμοποιούνται ευρύτατα για την ταυτοποίηση των κρυσταλλικών φάσεων που περιέχονται στο δείγμα. Η American Society for Testing Materials (ASTM) έχει καταγράψει σε ένα σύνολο από κάρτες δεδομένα φασμάτων περίθλασης των πλέον διαδεδομένων

κρυσταλλικών ενώσεων. Οι κάρτες περιέχουν πληροφορίες για την κρυσταλλική δομή της ένωσης και πλεγματικές αποστάσεις  $d$  του κρυσταλλικού της πλέγματος με τις σχετικές εντάσεις των αντίστοιχων κορυφών. Οι κάρτες αυτές χρησιμοποιούνται για την ταυτοποίηση των κρυσταλλικών φάσεων. Ωστόσο, κάτι τέτοιο δεν είναι εύκολο και άμεσο, όπως όταν επιχειρείται απλά η ταυτοποίηση των κρυσταλλικών φάσεων σε ένα δείγμα. Τα χρώματα στο παράδειγμα χαρακτηρίστηκαν με τη βοήθεια του περιθλασίμετρου Richard Seifort 3003 TT. Ahrenburg Germany

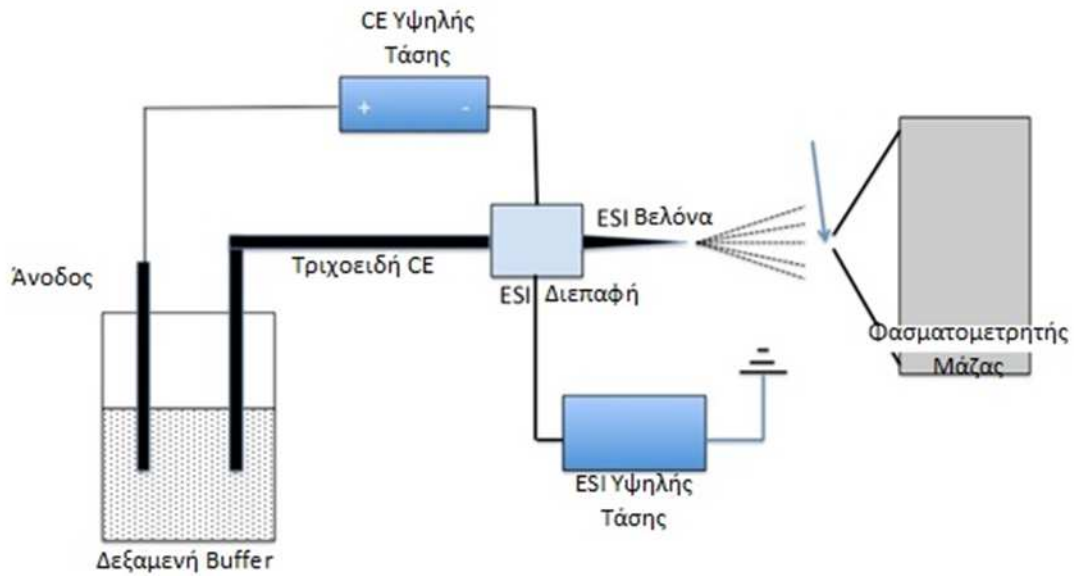
Σε ένα δεύτερο παράδειγμα χρησιμοποιήθηκε συσκευή Regaku RU 300, 18KV, εφοδιασμένη με περιθλασίμετρο. Η εξεταζόμενη ίνα τοποθετείται σε πλαίσια σχήματος Π και τοποθετείται στη συσκευή ώστε η ακτινοβολία να είναι κάθετη στον άξονα προσανατολισμού των ινών. [19,20]

### ***3.4 Τριχοειδής Ηλεκτροφόρηση/Φασματομετρία Μαζών (Capillary electrophoresis–mass spectrometry)***

#### ***3.4.1 Γενικά***

Η μέθοδος της τριχοειδούς ηλεκτροφόρησης/φασματομετρία μάζας (CE/MS) έχει χρησιμοποιηθεί στην ιατροδικαστική σύγκριση υφάνσιμων ινών, καθώς μπορεί να διαχωρίσει τα συστατικά απόσταξης βαφής σε ιατροδικαστικά περιστατικά που έχουν σχέση με δείγματα ινών, παρέχοντας εκτιμήσεις των ποσοτήτων χρωστικής αλλά και ποιοτικά στοιχεία για τον προσδιορισμό της εκάστοτε βαφής (μέσω μοριακού βάρους και φασμάτων μάζας).

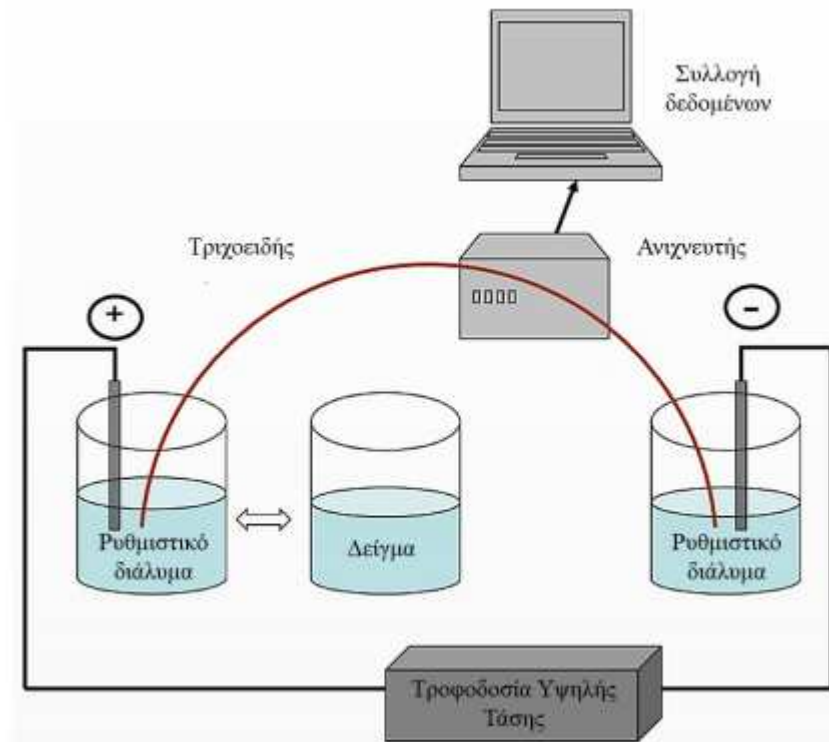
Επίσης, τα δεδομένα που προκύπτουν από την ταυτοποίηση των ινών μπορούν να χρησιμοποιηθούν στην εγκληματολογική επιστήμη για να συσχετιστεί κάποιος ύποπτος με ένα θύμα ή μια σκηνή εγκλήματος. Οι ίνες χρησιμοποιούνται ως στοιχεία σε εγκλήματα προσωπικής επαφής, όπως ανθρωποκτονίες, επιθέσεις, σεξουαλικά αδικήματα και ατυχήματα, ακόμη και μετά την φυγή του δράστη από τον τόπο που τελέστηκε το κακούργημα.



Εικόνα 3.16: Απεικόνιση της CE/SM

### 3.4.2 Αρχή λειτουργίας της μεθόδου

Μια απεικόνιση ενός τυπικού συστήματος τριχοειδούς ηλεκτροφόρησης παρουσιάζεται στο σχήμα που ακολουθεί.



Εικόνα 3.17: Σχηματική παρουσίαση ενός τυπικού οργάνου ηλεκτροφόρησης



Η οργανολογία του συστήματος της τριχοειδούς ηλεκτροφόρησης είναι σχετικά απλή στο σχεδιασμό. Τα άκρα του τριχοειδούς βυθίζονται σε ξεχωριστά δοχεία, καθένα εκ των οποίων περιέχει ένα ρυθμιστικό διάλυμα. Σε κάθε δοχείο εμβαπτίζεται επίσης ένα ηλεκτρόδιο, το οποίο είναι συνδεδεμένο με πηγή τροφοδοσίας υψηλής τάσης (έως 30kV). Αφού το τριχοειδές πληρωθεί με ρυθμιστικό διάλυμα, γίνεται προσωρινή αντικατάσταση ενός εκ των δύο δοχείων του ρυθμιστικού διαλύματος με ένα δοχείο που περιέχει το δείγμα (συνήθως στην άνοδο), ώστε να γίνει εισαγωγή του δείγματος στο τριχοειδές με την εφαρμογή ηλεκτρικού δυναμικού ή εξωτερική τάση για λίγα δευτερόλεπτα. Στη συνέχεια, επανατοποθετείτε το δοχείο με το ρυθμιστικό διάλυμα, εφαρμόζεται ηλεκτρικό δυναμικό κατά μήκος του τριχοειδούς και πραγματοποιείται ο διαχωρισμός. Η ηλεκτροώσμωση προκαλεί τη ροή του ρυθμιστικού διαλύματος από την άνοδο προς την κάθοδο.[13,20]

### **3.4.3 Εφαρμογές της μεθόδου**

Προκειμένου να προχωρήσει η ανάλυση μικροποσοτήτων χρωστικής (2-200mg), οι οποίες ανευρίσκονται συχνά σε δείγματα ινών στην ιατροδικαστική, εφαρμόζεται η τριχοειδής ηλεκτροφόρηση/μαζική φασματομετρία (CE/MS) [Εικ.13], μια λεπτή, αναλυτική και με αξιόπιστα αποτελέσματα μέθοδος. Η μέθοδος αυτή μπορεί να διαχωρίσει τα συστατικά των χρωστικών και να προσφέρει ημιποσοτικές εκτιμήσεις των χρησιμοποιηθέντων χρωμάτων, καθώς και ποιοτικές πληροφορίες, ώστε να αναγνωριστούν οι χρωστικές του υφάσματος (μέσω μοριακού βάρους και φάσματος μάζας). Έχει αναπτυχθεί μια τροποποιημένη μέθοδος που συμβάλλει στον προσδιορισμό χρωστικών σε άγνωστα υφάσματα, στην οποία χρησιμοποιούνται τρεις τεχνικές τριχοειδούς ηλεκτροφόρησης με ανίχνευση μιας συστοιχίας διόδων για τον διαχωρισμό και τον προσδιορισμό χρωστικών από έξι κύριες κατηγορίες βαφής.

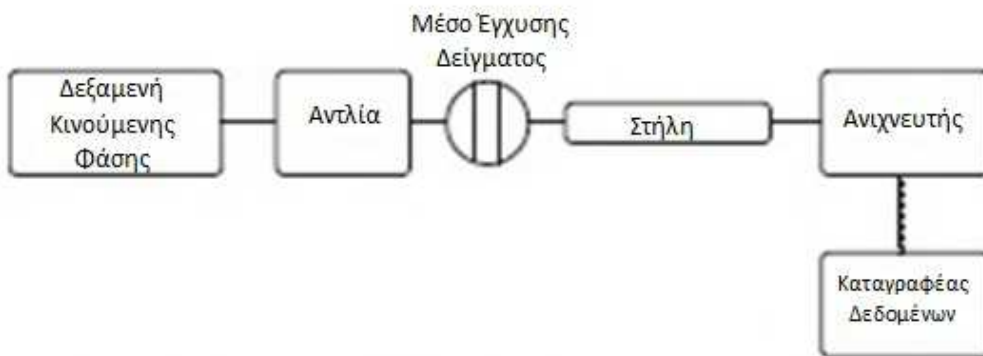
Αν και αυτή η προσέγγιση είναι καταστροφική για το δείγμα, η απαιτούμενη ποσότητα δείγματος είναι πολύ μικρή (1-2 mm μιας μεμονωμένης ίνας διαμέτρου 15 micron). Αυτοματοποιημένες μικρο-εκχυλίσεις και CE προσφέρουν στον αναλυτή της ιατροδικαστικής επαναλήψιμες αναλύσεις (% RSD που κυμαίνονται από 5 έως 25%), με όρια ανίχνευσης στην κλίμακα πικογραμμαρίων. Το συνδυαστικό σύστημα εκχύλισης/CE-MS είναι ικανό να επιτύχει υψηλού βαθμού διάκριση αλλά και

προσδιορισμό έντονης ευαισθησίας για τη βελτίωση της ανίχνευσης των αποδεικτικών στοιχείων μέσω ελάχιστων υπολειμμάτων ινών. Αυτές οι εξελίξεις καθιερώνουν τη χημική βάση ως απαραίτητο βήμα για την ταυτοποίηση των κλωστοϋφαντουργικών ινών.

Η ηλεκτροφόρηση (CE) χρησιμοποιείται για να περιγράψει μια ομάδα τεχνικών όπου ο διαχωρισμός των συστατικών ενός χημικού μείγματος λαμβάνει χώρα σε μια στενή τριχοειδική οπή υπό την επίδραση ενός ηλεκτρικού πεδίου. Στην απλούστερη μορφή τους, οι διαχωρισμοί ηλεκτροφόρησης βασίζονται στη διαφορετική μεταναστευτική κίνηση των φορτισμένων ειδών κατά την έγχυση σε τριχοειδές πυριτίου σε περιβάλλον ηλεκτρολύτη. Η ανίχνευση γίνεται συνήθως με υπεριώδη ορατή φασματοφωτομετρία απορρόφησης, από όπου προκύπτει ένα γράφημα, το οποίο μοιάζει με χρωματογραφικό διαχωρισμό και συχνά αναφέρεται ως ηλεκτροφερογράφημα.

Υπάρχουν ειδικά όργανα τριχοειδούς ηλεκτροφόρησης, τα οποία αυτοματοποιούν πολλές από τις διεργασίες κατά την ανάλυση. Για ουδέτερα είδη οι διαχωρισμοί γίνονται με προσθήκη επιφανειοδραστικών ουσιών στον ηλεκτρολύτη του περιβάλλοντος, πάνω από την κρίσιμη συγκέντρωση μικκυλίου. Αυτό οδηγεί στον σχηματισμό μικκυλίων, τα οποία δρουν ως «ψευδοσταθερή» φάση, ενώ ο διαχωρισμός τους επιτυγχάνεται με αλληλεπίδραση μεταξύ των αναλυτών και των μικκυλίων. Αυτά τα υβρίδια στη χρωματογραφία και στη τριχοειδή ηλεκτροφόρηση αποτελούν τη ηλεκτροκινητική χρωματογραφία μικκυλίων (MEKC).

Η φασματομετρία μαζών έχει χρησιμοποιηθεί επίσης στην ανάλυση των χρωμάτων ινών. Ο προκύπτων διαχωρισμός καταγράφεται ως γράφημα, παλαιότερα σε καταγραφέα γραφημάτων, αλλά πλέον ηλεκτρονικά σε υπολογιστή, το οποίο αναφέρεται ως χρωματογράφημα. Μια σχηματική απεικόνιση ενός τέτοιου συστήματος καταγραφής παρουσιάζεται στο σχήμα που ακολουθεί.



*Εικόνα 3.18: Σχηματική απεικόνιση συστήματος καταγραφής*

### **3.5 Θερμοσταθμική Ανάλυση**

#### **3.5.1 Γενικά**

Η θερμοσταθμική ανάλυση (TGA) έχει χρησιμοποιηθεί για τη μέτρηση του βαθμού θερμικής υποβάθμισης/αποικοδόμησης των υφασμάτων ινών, ιδιαίτερα στις ίνες υψηλής απόδοσης. Μέσω αυτής της μεθόδου εκτιμάται με ακρίβεια η θερμική σταθερότητα των ινών υψηλής απόδοσης.



*Εικόνα 3.19: Μηχάνημα θερμοσταθμικής ανάλυσης TGA*

### 3.5.2 Αρχή της Θερμοσταθμικής Ανάλυσης

Η θερμοσταθμική ανάλυση ως μέθοδος περιλαμβάνει την συνεχή καταγραφή της μεταβολής της μάζας  $\Delta G$  ενός δείγματος σε συνάρτηση με την αύξηση της θερμοκρασίας  $T$  ή την πάροδο του χρόνου  $t$  σε συνθήκες ισόθερμης παρατήρησης. Για την εφαρμογή της χρησιμοποιείται ένας θερμοζυγός, δηλαδή ένας ηλεκτρονικός ζυγός ακριβείας. Αποτελείται από έναν φούρνο, ο οποίος θερμαίνει το περιβάλλον γύρω από το εξεταζόμενο δείγμα, χωρίς να θερμαίνει το ζυγό, με τη λειτουργία ενός προγραμματιζόμενου ρυθμιστή.

Τοποθετούμε ένα δείγμα βάρους 5-10 mg σε έναν κατάλληλο υποδοχέα εντός του φούρνου σε κατακόρυφη φορά. Γύρω από το δείγμα επικρατεί κατάλληλη ατμόσφαιρα, η οποία θερμαίνεται με ρυθμό 5-20 $\square$  το λεπτό. Καθ' όλη τη διάρκεια της διαδικασίας, ένα κατάλληλο σύστημα καταγράφει τη μεταβολή του βάρους του δείγματος ως συνάρτηση της θερμοκρασίας και του χρόνου. Κατ' αυτόν τον τρόπο είναι εφικτό να μελετάμε δύο ή περισσότερα φαινόμενα που εκδηλώνονται κατά την διάρκεια του χρόνου παρατήρησης, ακόμα και αν αυτά λαμβάνουν χώρα σε αλληλοεπικαλυπτόμενες χρονικές περιόδους.[11,12,14]

### 3.5.3 Εφαρμογές της Μεθόδου

Πειραματικά αποτελέσματα δείχνουν ότι τα παρα-αραμιδία έχουν παρόμοια θερμική σταθερότητα, αλλά οι θερμοκρασίες θερμικής υποβάθμισης και οι ενέργειες ενεργοποίησης στον αέρα διαφέρουν από αυτές του αζώτου, κάτι που σημαίνει ότι η θερμοσταθερότητα των ινών εξαρτάται όχι μόνο από την εγγενή δομή τους, αλλά επίσης από την ατμόσφαιρα και τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος δοκιμών. Οι ίνες Terlon<sup>®</sup> παρουσιάζουν υψηλότερη θερμοκρασία υποβάθμισης ως συμπολυμερή των παρα-αραμιδίων και η αρχική τους θερμοκρασία αποδόμησης είναι 476,4 $\square$ C στον αέρα. Μπορεί επίσης να διαπιστωθεί ότι η ίνα PBO (πολυ *p*-φαινυλβενζοβισοξαζόλη) παρουσιάζει την υψηλότερη θερμοκρασία θερμικής υποβάθμισης μεταξύ των δειγμάτων που ελέγχθηκαν, αλλά η ενέργεια ενεργοποίησής του δεν είναι η υψηλότερη τόσο σε ατμόσφαιρα αερίου, όσο και σε αζώτου. Η ίνα UHMW-PE (πολυαιθυλένιο ιδιαίτερα υψηλού μοριακού βάρους) παρουσιάζει τη χαμηλότερη

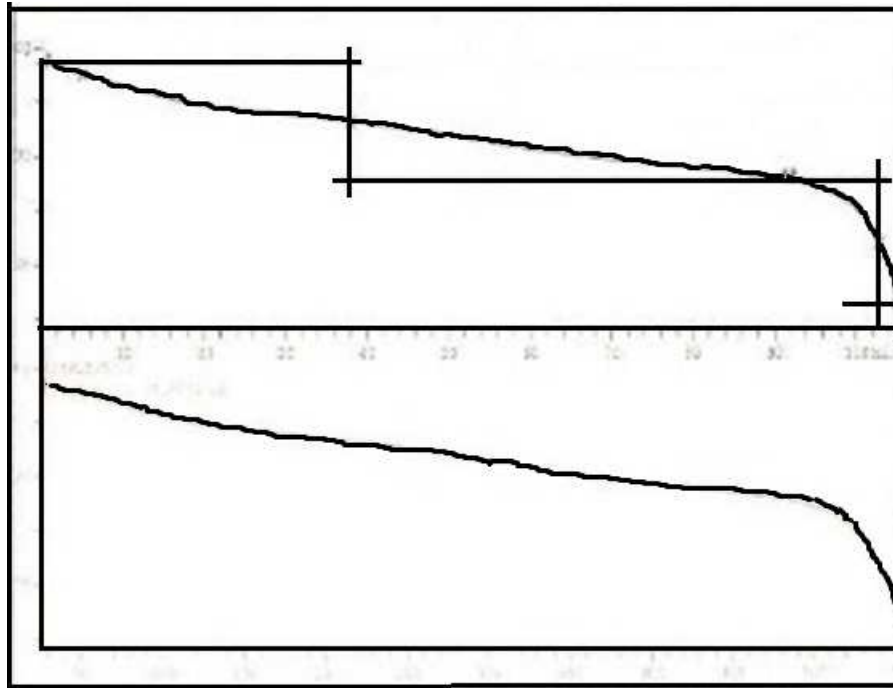
θερμοκρασία θερμικής αποικοδόμησης και αρχίζει να αποικοδομείται όταν η θερμοκρασία αγγίξει τους 321,8°C στον ατμοσφαιρικό αέρα.

Επίσης, η θερμοσταθμική ανάλυση έχει χρησιμοποιηθεί για να διερευνηθεί η πυρόλυση των ινών ραιγιόν κατά την επεξεργασία τους με  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4/\text{HN}_4\text{Cl}$ . Οι παράμετροι κινητικής ελήφθησαν από καμπύλες TG και DTG. Διαπιστώθηκε ότι η πυρόλυση παρήγαγε μεγαλύτερη ποσότητα στάχτης όταν πραγματοποιούνταν σε χαμηλή θερμοκρασία και οι ίνες ραιγιόν είχαν υποβληθεί σε επεξεργασία με  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4/\text{HN}_4\text{Cl}$ , παρά όταν είχαν υποβληθεί σε επεξεργασία με  $\text{H}_2\text{SO}_4/\text{CO}(\text{NH}_2)_2$ .

Αυτό συνέβαινε γιατί το  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4/\text{HN}_4\text{Cl}$  παράγεται σε ποικίλες θερμοκρασίες και με συγκεκριμένο τρόπο, με αποτέλεσμα να επιτυγχάνεται καλύτερη λειτουργία του καταλύτη. Η επεξεργασία με  $(\text{NH}_4)_2\text{SO}_4/\text{HN}_4\text{Cl}$  αύξησε την αντίδραση πυρόλυσης των ινών ραιγιόν από 1,1 σε 3,2, ενώ η ενέργεια ενεργοποίησης μειώθηκε από 237 KJ/mol σε 94 KJ/mol. Στην περίπτωση αυτή, οι ίνες άνθρακα που έχουν ως βάση το ραιγιόν επέδειξαν αντοχή τάσης ύψους 1,05 GPa.

Η μεταβολή του βάρους κατά τη θερμική αποικοδόμηση σε περιβάλλον ατμοσφαιρικού αέρα των αραμιδικών ινών απεικονίζεται σχηματικά παρακάτω. Ως παραδείγματα χρησιμοποιήθηκαν τα διαγράμματα για ίνες ακατέργαστες και τις κατεργασμένες με ρεζόλη και νεολάκα, στα οποία παρατηρείται μια αύξηση του βάρους των ινών, η οποία πιθανόν σχετίζεται με την επικάλυψη του στρώματος ρεζόλης και νεολάκας, γεγονός που επιβεβαιώνεται και με τις μικροφωτογραφίες που ελήφθησαν με ηλεκτρονικό μικροσκόπιο σάρωσης (SEM) αλλά και από τον υπολογισμό της γραμμικής πυκνότητας των ινών.

Η αύξηση του βάρους όσον αφορά τη νεολάκα, ήταν 7,2%, ενώ όσον αφορά τη ρεζόλη 24,3%. Επειδή η αύξηση του βάρους της αραμιδικής ίνας που είχε υποστεί κατεργασία με ρεζόλη ήταν πολύ μεγαλύτερη από αυτή την επιθυμητή, έγινε αραίωση του αρχικού διαλύματος κατά 150 φορές με διάλυμα 10% ως β διάλυμα καυστικού νατρίου. Στη συνέχεια, έγινε νέα κατεργασία της αραμιδικής ίνας και μετρήθηκε η γραμμική πυκνότητα της κατεργασμένης ίνας, η οποία βρέθηκε αυξημένη κατά 3,4%.



*Εικόνα 3.20: Απεικόνιση θερμοσταθμικής ανάλυσης*

### **3.6 Τεχνολογία Υπολογιστικής Επεξεργασίας εικόνας**

#### **3.6.1 Γενικά**

Όπως έχει προαναφερθεί, πριν από την καθιέρωση των νέων μεθόδων οι κλωστοϋφαντουργίες είχαν να επιλύσουν διάφορα προβλήματα σε σχέση με τις ίνες, όπως για παράδειγμα ο έλεγχος σύνθεσης των υφασμάτων. Εσχάτως, τα προβλήματα αυτά αντιμετωπίστηκαν με τη ραγδαία ανάπτυξη της τεχνολογίας υπολογιστών, η οποία έδωσε τη δυνατότητα εφαρμογής τεχνικών αναγνώρισης μοτίβων.

#### **3.6.2 Αρχή της Τεχνολογίας Υπολογιστικής Επεξεργασίας Εικόνας**

Σύμφωνα με μια έρευνα των Shangtao *et al.*, ορισμένες τεχνικές επεξεργασίας εικόνας όπως είναι το φιλτράρισμα, η περιφερική εκχύλιση και η εκχύλιση κεντρικών τμημάτων των νημάτων και η ανίχνευση γωνιών, βοηθούν στη

δημιουργία μιας μεθόδου επεξεργασίας εικόνας που μπορεί να διακρίνει τις βαμβακερές ίνες από τα νήματα μεικτών ινών και τις ίνες ραμί. Με βάση ένα αλγόριθμο επεξεργασίας εικόνας για την ταξινόμηση των ινών αλλά και των στοιχείων που συλλέγονται από τα υφάσματα ανάμεικτων ινών, η εφαρμογή της προαναφερθείσας μεθόδου αποδείχθηκε ιδιαίτερα αποτελεσματική. [16,17,19,11,9]

### **3.6.3 Περιγραφή της Μεθόδου και Εφαρμογές**

Καθώς συνεχώς κατασκευάζονται νέες ίνες, οι παραδοσιακές τεχνικές προσδιορισμού της σύνθεσης των ινών δεν είναι αρκετές. Πρέπει να ερευνηθούν νέες μέθοδοι όπως εκείνες που αποσκοπούν στην αναγνώριση των πρωτεϊνικών ινών σόγιας, ινών χιτίνης, μπαμπού, κασμιριού, ινών πολυ-γαλακτικού οξέος, Iyocell, ινών modal, πρωτεϊνών γάλακτος και υφασμάτων που αποτελούνται από ανάμεικτες ίνες βαμβακιού, ραμί, μεταξιού και μαλλιού.

Για ίνες υψηλής απόδοσης (HPFs) όπως οι ίνες παρα-αραμιδίου (Kevlar<sup>®</sup> 29, 49 και 129, καθώς και Twaron<sup>®</sup> 2000), Terlon<sup>®</sup>, ίνες PBO (πολυ *p*-φαινυλ-βενζοβισοξαζόλη), ίνες UHMW-PE (πολυαιθυλένιο ιδιαίτερα υψηλού μοριακού βάρους), ίνες βασάλτη και ίνες χαλαζία, κατά τη δοκιμή της σύνθεσης του υφάσματος, πρέπει να προσδιοριστεί όχι μόνο ο γενικός τύπος ίνας του υφάσματος αλλά επίσης και τα χημικά στοιχεία ή ακόμη και ειδικά συμπεριφορικά χαρακτηριστικά. Κατά συνέπεια, ο έλεγχος της σύνθεσης του υφάσματος στις ίνες υψηλής απόδοσης απαιτεί πιο εξελιγμένες μεθόδους με πιο πολύπλοκο εξοπλισμό.[19,20]

## **3.7 Φασματοσκοπία Micro-Raman**

### **3.7.1 Γενικά**

Ως φασματοσκοπία Raman ορίζεται μια φασματοσκοπική τεχνική παρατήρησης δονητικών, περιστροφικών και άλλων διατάξεων συστήματος χαμηλής συχνότητας, η οποία μπορεί να χρησιμοποιηθεί στην αναγνώριση χημικών ενώσεων και της δομής τους. Η φασματοσκοπία micro-Raman είναι η μέθοδος στην οποία χρησιμοποιείται ένα ειδικό μικροσκόπιο (μικρο-φασματογράφος) στη θέση ενός

κλαστικού φασματογράφου Raman. Αποτελεί εξαιρετική μέθοδο για τη μελέτη μεταβολών σε μοριακό επίπεδο. Κατά την εφαρμογή της, παρατηρούνται μεταβολές στις γωνίες και το μήκος των δεσμών λόγω παραμορφώσεων στην πολυμερική αλυσίδα. Αυτές οι μεταβολές αποτυπώνονται στα φάσματα Raman. Πλεονέκτημα της μεθόδου micro-Raman είναι ότι απαιτούνται σαφώς μικρότερα δείγματα, ενώ συγκεκριμένα φαινόμενα μπορεί να ενισχύονται σε σημαντικό βαθμό σε εντοπισμένες περιοχές.



*Εικόνα 3.21: Απεικόνιση του μηχανήματος Micro Raman Spectroscopy*

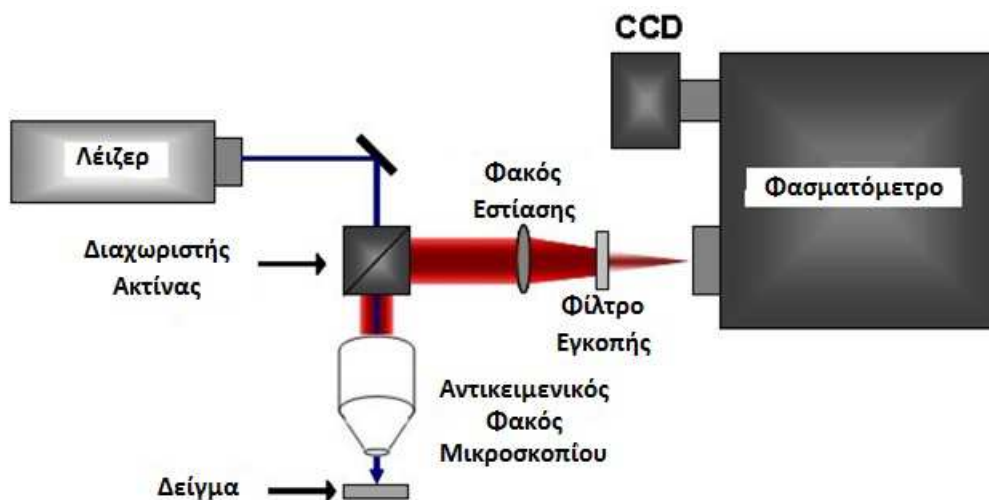
### 3.7.2 Αρχή της Φασματοσκοπίας Micro-Raman

Η βασική αρχή της συγκεκριμένης μεθόδου βασίζεται σε μια τεχνική που περιλαμβάνει τα ακόλουθα βήματα:

1. Γίνεται διαχωρισμός κάθε ίνας από το δείγμα
2. Τα άκρα κάθε ίνας προσαρμόζονται σταθερά στη διάταξη του συστήματος
3. Λαμβάνονται φάσματα Raman για τη δέσμη ινών αλλά και για την κάθε ίνα ξεχωριστά
4. Λαμβάνονται επίσης φάσματα βενζολίου, ώστε να είναι εφικτή η μετατροπή των pixels σε κυματαριθμούς
5. Προκαλείται τάνυση των ινών ώσπου να παρατηρηθεί σπάσιμο μιας ίνας (ρυθμός παραμόρφωσης 2%) και υπολογίζεται το φάσμα παραμόρφωσης.



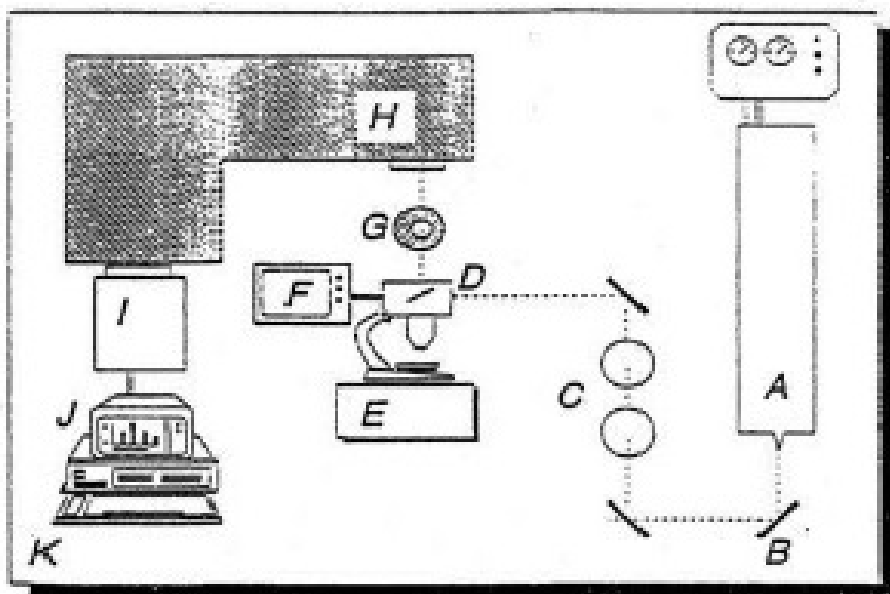
6. Στη συνέχεια ακολουθείται η ίδια παραπάνω διαδικασία για τη συλλογή των φασμάτων παραμόρφωσης όλων των ινών του δείγματος.
7. Η διαφορά στους κυματαριθμούς των φασμάτων λόγω παραμόρφωσης σε σχέση με τους αρχικούς (πριν την παραμόρφωση) εκφράζει τη μετατόπιση κατά Raman για τα διαφορετικά είδη ινών του δείγματος.



Εικόνα 3.22: Σχηματική απεικόνιση του μικροσκοπίου Raman.

### 3.7.3 Παραδείγματα Εφαρμογών της Μεθόδου

Στη συνέχεια, παρουσιάζεται ένα παράδειγμα εφαρμογής της φασματοσκοπίας Micro-Raman. Ως πηγή του διεγερμένου φωτός χρησιμοποιήθηκε το σύστημα laser ιόντων Αργού (Argon) που ψύχεται με νερό και φτάνει σε μέγιστη ισχύ 2,5 W για τη συχνότητα 534,5 nm. Το σύστημα είναι εξοπλισμένο με συσκευή που ελέγχει την ένταση και μπορεί να συντονίσει το μήκος κύματος. Η συσκευή αυτή καλύπτει την περιοχή από 458 nm μέχρι 514,5 nm. Η δέσμη laser, διαμέτρου 1,1 mm, κατευθύνθηκε μέσα από σύστημα με οπτικά κάτοπτρα και από φίλτρο γραμμής πλάσματος σε ειδικά τροποποιημένο μικροσκόπιο Nikon Raman διαμέσου του οποίου η δέσμη της ακτινοβολίας laser εστιάζεται στο δοκίμιο. Ο σχεδιασμός του μικροσκοπίου βασίζεται στην οπτική διάταξη που παρουσιάζεται στην εικόνα που ακολουθεί.



*Εικόνα 3.23: Τυπικό μικροσκόπιο με βάση την οπτική διάταξη*

Το υπό εξέταση δείγμα τοποθετήθηκε σε τράπεζα με δυνατότητα κινήσεως στις διευθύνσεις X-Y-Z ακριβώς κάτω από το μικροσκόπιο. Χρησιμοποιώντας έναν αντικειμενικό φακό Olympus μακράς αποστάσεως (x50), η δέσμη της ακτινοβολίας συγκλίνει σε σήμα εστίασης 2  $\mu\text{m}$ . Η εστίαση ελέγχεται και καταγράφεται με μια συσκευή CCTV. Η ακτινοβολία που σκεδάζεται προς τα πίσω συλλέγεται από αντικειμενικά μικροσκοπικό φακό και επαναπροσανατολίζεται, διαμέσου σχετικού φίλτρου, στην είσοδο ενός SPEX-1877 με τριπλή μονοχρωματική διάταξη.

Χρησιμοποιήθηκε μια συσκευή CCD που ψύχεται με υγρό άζωτο για την ανίχνευση φωτονίων και είναι προσαρμοσμένη στο άλλο άκρο του φασματογράφου. Το σήμα Raman διοχετεύθηκε ως εικόνα στη συσκευή CCD (600x400 pixels), όπου μεταφράστηκε σε ηλεκτρικό σήμα. Ακολούθως, αυτό μεταδόθηκε σε ηλεκτρονικό υπολογιστή PC-AT για καταγραφή και περαιτέρω ανάλυση. Το όλο σύστημα ήταν τοποθετημένο σε δάπεδο με προστασία έναντι κραδασμών.[12,13]

## ΣΥΜΠΕΡΑΣΜΑΤΑ

Το γεγονός ότι η φυσική δομή και η χημική σύσταση είναι μοναδικές για κάθε είδος ινών, επιτρέπει την αναγνώριση τους, η όποια μπορεί να πραγματοποιηθεί με πολλές μεθόδους. Ο διαθέσιμος εξοπλισμός, η υπάρχουσα ποσότητα του προς εξέταση υλικού και οι απαιτήσεις μας, υπαγορεύουν ποια από τις μεθόδους είναι η καταλληλότερη. Η επιλογή της μεθόδου αναγνώρισης εξαρτάται επίσης από το αν τα υλικά που εξετάζονται αποτελούνται μόνο από έναν τύπο ίνας ή είναι μίγματα ινών.

Έτσι, δεν υπάρχουν σαφείς κανόνες για την επιλογή των χρησιμοποιούμενων μεθόδων. Π.χ., η ASTM προκρίνει την υπέρυθη φασματοσκοπία ως την καλύτερη μέθοδο για την αναγνώριση των ινών. Πρόσθετες φυσικές ιδιότητες των ινών όπως η πυκνότητα, το σημείο τήξεως και οι δείκτες διάθλασης είναι χρήσιμες για την επιβεβαίωση της ταυτοποίησης των ινών. Συγκριτικά, η εγκληματολογική επιστήμη χρησιμοποιεί το οπτικό μικροσκόπιο ως την κύρια μέθοδο για την ταυτοποίηση ινών.

Οι παραδοσιακές μέθοδοι ταυτοποίησης είναι οικονομικές, απλές, σχετικά γρήγορες, εύκολες στη χρήση και δίδουν αποτελέσματα σε μικρό χρονικό διάστημα, τα οποία μπορούν να βοηθήσουν σχετικά άμεσα στην αντιμετώπιση προβλημάτων επεξεργασίας και συντήρησης των υφασμάτων, ιδιαίτερα στον ευρύτερο χώρο της κλωστοϋφαντουργίας και του έτοιμου ενδύματος. Χρειάζονται φυσικά την εμπειρία για την εκτίμηση των αποτελεσμάτων. Συνδυασμός δύο ή περισσότερων μεθόδων, αυξάνει φυσικά την ακρίβεια των αποτελεσμάτων.

Συμπερασματικά, οι σύγχρονες μέθοδοι ενόργανης χημικής ανάλυσης και ταυτοποίησης των ινών είναι πιο αποδοτικές και παράγουν πιο ακριβή αποτελέσματα σε σύγκριση με τις παραδοσιακές μεθόδους ταυτοποίησης, ιδιαίτερα όσον αφορά τα σύνθετα βιομηχανοποιημένα υφάσματα που παρασκευάζονται σήμερα και αποτελούν τη νέα τάση της αγοράς. Επιπλέον, επιτρέπουν την διάκριση ακόμα και μεταξύ συγγενών ινών με ελάχιστες μόνο διαφορές στις φυσικές και χημικές τους ιδιότητες. Απαιτούν φυσικά την χρήση ιδιαίτερα ακριβών οργάνων, πολλά από τα οποία είναι διαθέσιμα μόνο σε ερευνητικούς οργανισμούς και πανεπιστήμια. Επομένως η πρόσβαση σε αυτές τις μεθόδους είναι περιορισμένη για την πλειοψηφία των εργαζομένων / ερευνητών στον χώρο της κλωστοϋφαντουργίας. Αυτό βέβαια, δεν

μειώνει την αξία τους σαν πολύτιμα εργαλεία της αναγνώρισης και ταυτοποίησης των ινών.

## **ΒΙΒΛΙΟΓΡΑΦΙΑ**

1. Dr. J. Hu, «Chemical Testing of Textiles», Woodhead Publishing in Textiles, 2008
2. M. M. Houck, «Identification of Textile Fibers», Woodhead Publishing Series of Textiles.
3. AATCC TEST METHOD 20-2007 Fiber Analysis: Qualitative, American Association of Textile Chemists and Colorists, 2009
4. ASTM D 276 – 00a Standard Test Methods for Identification of Fibers in Textiles
5. Α. Γκοτσόπουλος, Σημειώσεις Μαθήματος «Επιστήμη και Τεχνολογία Ινών», Αιγάλεω, 2012.
6. Χ. Μπούσιας, Σημειώσεις Μαθήματος «Ποιοτικός Έλεγχος Βαφικής και Φινιρίσματος», Αιγάλεω, 2011

7. Π. Μάμαλης, Διδακτορική Διατριβή, «Χημικές Επεξεργασίες Βελτιστοποίησης Κλωστοϋφαντουργικών Προϊόντων», Αθήνα, 2000
8. Π. Καραγιαννίδης, Ε. Δ. Σιδερίδου, “Χημεία Πολυμερών”, ΕΚΔΟΣΕΙΣ ΖΗΤΗ, 2006
9. Α. Θ. Αυγερόπουλος, Διδακτορική Διατριβή, «Πολυμερή Υλικά. Επιστήμη Πολυμερών», Πανεπιστήμιο Ιωαννίνων, 2014
10. Δ. Τσιούρβας, «Σύνθεση και Χαρακτηρισμός Νέων Υγρών Κρυσταλλικών Πολυμερών Προερχόμενων από Δραστικά Πολυμερή», Αθήνα, 1992
11. Π. Ταραντίδη, Διδακτορική Διατριβή, «Παραγωγή Αριστοποιημένων Σύνθετων Υλικών, Ενισχυμένων με Ίνες Υψηλού Μέτρου Ελαστικότητας», Τόμος ΙΙ, Αθήνα, 1996
12. Ι. Μπούσουλας, Διδακτορική Διατριβή, «Σύνθετα Υλικά Ενισχυμένα με Επιφανειακά Τροποποιημένες Αραμιδικές Ίνες», Αθήνα, 2004
13. Σμ. Λυκίδου, Διδακτορική Διατριβή, «Σύνθεση και Χαρακτηρισμός Νέων Αζωχρωμάτων Αντίδρασης, Καθαρισμός και Συμπύκνωση αυτών με την Διεργασία της Υπερδιήθησης. Εφαρμογή σε Φυσικές και Συνθετικές Ίνες με Εξάντληση και Ψηφιακή Εκτύπωση», Θεσσαλονίκη, 2015
14. David A. Katz, «Fiber Analysis», 2005
15. Επίσημη Εφημερίδα της Ευρωπαϊκής Ένωσης, «Ονομασίες και συναφής επισήμανση κλωστοϋφαντουργικών προϊόντων», 2010
16. Md. I. H. Mondal, «Optical Fiber Examination by Confocal Laser Scanning Microscopy», Nova Science Publishers, 2014
17. L. F. Kobilinsky, «Forensic Chemistry Handbook», New Jersey, 2012
18. L. Yount, «Forensic Science, From Fibers to Fingerprints», New York, 2007

19. Ε. Κολιάρμου, Διδακτορική Διατριβή, «Συνθετική Αναπαραγωγή Συστημάτων Οργανικών Χρωστικών με Συναφή Στερεωτικά/ Συνδετικά Μέσα και Υποστρώματα. Αναλυτική και Φασματοσκοπική Μελέτη και Κωδικοποίηση των Συστημάτων», Θεσσαλονίκη, 2015
20. Μ. Ζαρκογιάννη, Διδακτορική Διατριβή, «Σύνθεση και Χαρακτηρισμός Νέων Ανιονικών Χρωμάτων Συμπλόκων με Μέταλλο Διαφορετικό του Cr και Συμπλόκων Μειωμένου Περιεχομένου σε Cr για τη Βαφή Πρωτεϊνικών και Πολυαμιδικών Ινών», Θεσσαλονίκη, 2013
21. <http://slideplayer.gr/slide/3739170/> (25/08/2017)
22. <http://chimikoergastirio.blogspot.com/2008/09/uv-vis.html>  
(20/08/2017)
23. <http://chimikoergastirio.blogspot.com/search/label/Πειραματικά>  
(20/08/2017)
24. <https://el.wikipedia.org/wiki/Φασματοσκοπία>  
(04/09/2017)
25. [http://www.chem.uoa.gr/courses/Spectrochemical/KEF.9A\\_FASMATOFWTOMETRIA\\_IR.pdf](http://www.chem.uoa.gr/courses/Spectrochemical/KEF.9A_FASMATOFWTOMETRIA_IR.pdf)  
(29/09/2017)
26. <http://ecourse.uoi.gr/course/view.php?id=1077>  
(28/09/2017)
27. <http://www.chymist.com/FIBER%20ANALYSIS.pdf>  
(25/08/2017)
28. <http://www.slideshare.net/suniltalekar1/25-textile-testing-methods>  
(20/08/2017)
29. «Handbook of fiber science and technology», Manual
30. «Understanding the nano- and macromechanical behaviour, the failure and fatigue mechanisms of advanced and natural polymer fibres by Raman/IR microspectrometry», Άρθρο, Adv. Nat. Sci.: Nanosci. Nanotechnol.4, 2013

31. H. L. Needles, «Textile Fibers, Dyes, Finishes, and Processes»