CHALMERS





Vätning på mikroskala

- en studie av cellulosafibrers vattenabsorption & vattentransport

SARA BERLIN MARKUS BERNDTSSON FREDRIK FURUFORS JARI KESTI EVELINA WIKNER

Institutionen för Teknisk Fysik Avdelningen mikroskopi och mikroanalys CHALMERS TEKNISKA HÖGSKOLA Göteborg, Sverige 2011 Kandidatarbete/rapport nr 2011:014

Sammanfattning

Enskilda cellulosafibrer har studerats för att kartlägga transport- och absorptionsfenomen samt torkningens inverkan på fibrerna. En på Chalmers Tekniska Högskola framtagen metod inom ESEM (*Enviromental Scannning Electron Microscope*) har använts i denna studie. Experimentella undersökningar har lett till följande slutsatser: Transport av vatten sker hos fibrer på fiberväggens utsida och i lumen. Kollapsade fibrer kan bara transportera vatten på utsidan och har generellt sämre absorptionsförmåga än icke kollapsade fibrer. De kollapsande fibrerna kan i vissa fall ha bättre transportförmåga, då transport av vatten på fiberns utsida är strakt beroende av utseendet. Förhorning medför en storleksmässig reducering av porer på ytan av fibrerna. Torkprocesser ökar förhorning av fibrer vilket har visats ge sämre absorptionsförmåga.

Abstract

Individual cellulose fibers were studied to identify the transport and absorbtion phenomena as well as the influence of drying. A Chalmers University of Technology developed method within ESEM (Environmental Scanning Electron Microscope) has been used in this study. The results from the laborations gave the following conclusions: The transport of water occurs in fibers in the fiber wall surface and the lumen. Collapsed fibers can only transport water on the outside and has generally slower absorption rate than non-collapsed fibers. In some cases a better transportation capacity can be observed, because the surface structure of the fiber is important in regards of transportation. Hornification results in a size reduction of pores on the surface of the fibers. Drying processes increases hornification of fibers, this has been shown to give lower absorptive capacity.

Innehåll

1	Intr 1.1	oduktion Inledning och bakgrund	1 1	
	1.2 1 3	Syfte	1	
	1.0		T	
2	Teori			
	2.1	Cellulosafibrers uppbyggnad	3	
	2.2	Vätsketransport hos cellulosafibrer	4	
	2.3	Termodynamik i cellulosamaterial	5	
	2.4	Förhorning av cellulosafibrer	6	
	2.5	Apparaturen i ESEM, uppbyggnad och bildgenerering	7	
		2.5.1 ESEM:s uppbyggnad	7	
		2.5.2 Bildgenerering i ESEM	8	
	2.6	Styrsystemet och piezostaven	9	
	2.7	Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar	10	
3	Metod 1			
	3.1	Pappersmassa - benämning och sammansättning	12	
	3.2	Förberedelse av fiberprov	12	
	3.3	Beskrivning av mikroskoperingsmetoden	12	
	3.4	Volymberäkning vid absorption	13	
4	Resultat			
4	Res	ultat	15	
4	Res 4.1	Absorption och transport i fibrer	15 15	
4	Res 4.1 4.2	Absorption och transport i fibrer	15 15 15	
4	Res 4.1 4.2 4.3	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17	
4	Res 4.1 4.2 4.3 Disl	Absorption och transport i fibrer Absorption före och efter torkprocessen Observationer vid mikroskopering av fibrer kussion	15 15 15 17 22	
4 5	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1	Absorption och transport i fibrer	 15 15 15 17 22 22 	
4 5	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22	
4 5	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22 22 23	
4	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22 23 24	
4 5	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22 22 23 24 26	
4	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22 23 24 26 27	
4	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 5.7	Absorption och transport i fibrer Absorption före och efter torkprocessen Absorption före och efter torkprocessen Absorption före och efter torkprocessen Observationer vid mikroskopering av fibrer Absorption Kussion Motivering för avgränsningar i arbetet Absorption Kussion Kussion Absorption för avgränsningar i arbetet Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kussion Kesultatdiskussion Kussion Kussion Vätsketransport Kussion Kussion Vätsketransport Kussion Kussion Keflektioner kring metoden i ESEM Kussion Kussion Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar Kussion Kussion	15 15 15 17 22 22 22 23 24 26 27 27	
4	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 5.7 5.8	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22 23 24 26 27 27 29	
4 5 6	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 5.7 5.8 Slutt	Absorption och transport i fibrer Absorption före och efter torkprocessen Absorption före och efter torkprocessen Observationer vid mikroskopering av fibrer Observationer kussion Resultatdiskussion Vätsketransport Vätsketransport Förhorning Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar Strålskador	15 15 15 17 22 22 22 23 24 26 27 27 29 30	
4 5 6 Ti	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 5.7 5.8 Slut Illkär	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22 23 24 26 27 27 29 30 31	
4 5 6 Ti	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 5.7 5.8 Slut	Absorption och transport i fibrer	15 15 15 17 22 22 22 23 24 26 27 27 29 30 31 32	
4 5 6 Ti Ra	Res 4.1 4.2 4.3 Disl 5.1 5.2 5.3 5.4 5.5 5.6 5.7 5.8 Slut Illkän eferet	Absorption och transport i fibrer Absorption före och efter torkprocessen Absorption före och efter torkprocessen Observationer vid mikroskopering av fibrer Kussion Kussion Kussion Resultatdiskussion Vätsketransport Vätsketransport Förhorning Strålskador på fibrer under ESEM Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar Vidare studier Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar	15 15 15 15 15 17 22 22 23 24 26 27 29 30 31 32	

Α	Torkningens inverkan	34		
в	Filtrering av fibrer			
	B.1 Bestämning av torrhalt och beredning av filtrerlösning	35		
	B.2 Sorteringsprocessen	36		
\mathbf{C}	Laborationsutrustning	37		
	C.1 Utrustning	37		
	C.2 Provberedning	37		
	C.3 Mikroskopdatorn	37		
	C.4 Byte av utrustning i mikroskopet	37		
	C.5 Mikroskoperingsutrustning	38		
	C.6 Kontrollbord	38		
	C.7 Nedkoppling	38		
	C.8 Att styra ESEM	39		
	C.9 Bilder	39		
	C.10 Filmer	40		
	C.11 Tips för bättre bilder	40		
	C.12 Bilder på laborationsutrustningen	41		
Б	Orallista	40		

D Ordlista

1 Introduktion

1.1 Inledning och bakgrund

En viktig naturresurs i Sverige är skogen och följdaktligen är pappersmassaindustrin stor. Pappersmassa består av träfibrer, vars tre främsta beståndsdelar är: cellulosa, hemicellulosa och lignin. Förhållandet dem emellan varierar mellan olika träslag. Cellulosafibrers struktur beror av var på trädet och från vilket träd de kommer ifrån. Sammansättningen hos cellulosafibrerna påverkas av årstiderna, detta ger trädets dess årsringar. I tillverkningsprocessen inverkar detta på den slutliga pappersmassans egenskaper.

Hygienartiklar är ofta tillverkade av cellulosamaterial från trä. För denna produktkategori är transport och absorption av vätska två viktiga egenskaper. Det är känt att olika typer av behandlingar och bearbetningssätt av pappersmassan framhäver olika egenskaper hos materialet.

Genom åren har flera studier på fibernätverk av olika trädtyper utförts. För att ytterligare förstå och kunna utveckla materialets egenskaper, efterfrågas kunskap om hur fibrerna i nätverken påverkas av olika behandlingar. Idag är det känt hur ett fibernätverk reagerar vid kontakt med vatten, men det finns mycket lite kunskap om reaktionen hos de enskilda fibrerna i nätverket.

De senaste årtiondenas framsteg inom mikroskopering, har öppnat möjligheten att undersöka biologiska material på mikro- och nanonivå. Detta kan göras i ett ESEM (*Enviromental Scanning Electron Microscope* - svepelektronmikroskop med gasmiljö). Med ESEM finns möjligheten att i realtid studera hur cellulosafibrer reagerar när de kommer i kontakt med vatten. Detta skapar tillfälle att identifiera nya tidigare okända faktorer inom materialdesign av cellulosabaserade produkter!

1.2 Syfte

I studien undersöktes vätning av cellulosafibrer på mikroskala. Det som studerats är absorptions- och transportsförmågan hos fibrer. Det har även utförts jämförelser där fibrer först har utsatts för torkning, för att sedan vätas igen. Detta för att utreda om tillverkningsprocesser av pappersmassa, där fibrer utsätts för liknande påverkan, ger en slutprodukt där absorption eller transport av vatten förändras.

Målet med studien som helhet är att resultaten skall kunna tillämpas i utveckling av produkter baserade på cellulosafibrer.

1.3 Avgränsningar för studien

För att begränsa studiens omfattning har en massatyp använts där enskilda fibrer, inga fibernätverk, studerats. Fibernassan som användes var obehandlad sågflis av gran och tall. Det som undersöktes är fibrernas absorptions- och transportförmåga av vatten, då

fiberspetsen doppades i en vattendroppe. Studien begränsades till en jämförelse med fuktiga fibrer och fibrer torkade i ugn. De fibrer som studerats är av liknande storlek. Alla tester utfördes i ESEM med vattenånga som gasmedie.

2 Teori

Kapitlet tar upp möjliga transport- och absorptionsprocesser av vatten i cellulosafibrer. Hur dessa processer påverkas av cellulosafibrers uppbyggnad och dess materialegenskaper. I kapitlet beskrivs en metod för att på mikronivå studera cellulosafibrer och den utrustning som krävs för metoden. Vidare presenteras några av de problem som kan orsakas av metoden.

2.1 Cellulosafibrers uppbyggnad

I daglig benämning används "fibrer" för flera olika sorters träceller. Hädanefter kommer fibrer enbart syfta på cellulosafibrer. Fibrer är döda växtceller uppbyggda av två cellväggar, kallade primär- och sekundärcellvägg. Dessa består till största delen av cellulosa, hemi-cellulosa och lignin [1]. Cellulosa och hemi-cellulosa är polysackarider, där en relevant skillnad är att cellulosa har högre molekylvikt än hemi-cellulosa [2][3]. Lignin är en aromatisk polymer som stärker trädstrukturen och skyddar mot attacker av mikroorganismer [3].

Av fibrernas två cellväggar är primärväggen ytterst, se figur 1. Den består av cellulosa, hemi-cellulosa, pektin och protein. Utanför primärcellväggen omsluts cellen av ett tunt lager lignin, vilket fungerar som bindemedel för att hålla ihop alla trädets celler [1].



Figur 1: Genomskärning av en cellulosafiber, P står för primärvägg, S är sekundäraväggar och L är lumen.

Den sekundära cellväggen ligger innanför den primära och är indelad i tre lager. Det mellersta av dessa lager är tjockast och är ungefär $30 - 40 \,\mu\text{m}$ medan de andra mäter ungefär $0,1 - 0,3 \,\mu\text{m}$. Den grundläggande byggstenen i lagren är cellulosa. Flera parallella cellulosamolekyler bildar så kallade mikrofibriller. Tillsammans med hemi-cellulosa och lignin bygger mikrofibrillerna upp lameller, som skruvar sig kring fiberaxeln i olika vinklar, och bildar sekundärcellväggarna. Mikrofibrillerna bygger även upp större fibriller, som är viktiga för till exempel vätsketransport [1].

Innanför den sekundära cellväggen finns ett tunt amorft membran med en ytstruktur som är karakteristisk för varje trädsort. Detta membran skiljer cellväggen från lumen,

fiberns mittkanal, som löper genom hela fibern och är flera gånger tjockare än hela cellväggen [1][3]. Lumen nås enklast genom porer vilket leder till att lumens funktion, att bevara och leda vätska i ett träd, styrs av porerna [4]. Det är genom porernas utseende trädslaget identifieras [5]. Granfibern känns igen på fiberporernas runda form. Tall har mer fyrkantiga porer, se figur 2.



Figur 2: Skillnad mellan granporer (vänster) och tallporer (höger). Högra bilden används med tillstånd av Caroline Löfgren [6].

Fibrer från barrväxter kallas Softwood cells. Softwood syftar inte på att trädet är mjukt utan på att trädet har en enklare struktur än Hardwood (lövträd) [3]. Under den tidiga delen på årets växtsäsong bygger trädet Springwood, fibrer med tunna cellväggar. Summerwood där cellväggarna är tjockare byggs under den senare delen av säsongen [7]. Detta ger upphov till fenomenet med årsringar. Robertson kom fram till att i Springwood minskar andelen flexibla fibrer med torkning och återvätningar, medan för Summerwood ökar istället fibrernas flexibilitet [8].

2.2 Vätsketransport hos cellulosafibrer

Vatten transporteras huvudsakligen på tre sätt i fibernätverk [9].

- 1. Diffusion av vatten genom fibrer, vätske- och gasfas
- 2. Kapillärtransport i fibrer, vätsketransport
- 3. Kapillärtransport på utsidan mellan kapillärväggar

I fibernätverk förekommer kapillärabsorption i de tomma volymer som finns mellan fibrerna. Vätska tränger även in genom fibrillväggarna och vidare in i fibern. Faktorer som påverkar absorptionsförloppet är fibernätverkets uppbyggnad och enskilda fibrers förmåga att absorbera. Viktiga faktorer i fibern är diameter, längd, densitet, kontaktarea och dess orienteringen i nätverket. Även cellväggen, fibriller och lumen påverkar förloppet. Cellväggen är viktig för kapaciteten att behålla vatten. Vid kapillärabsorption gör osmotiskt tryck (se avsnitt 2.3) att cellväggen sväller. Vätsketransporten genom cellväggen underlättas av porerna. Porvolymen är känslig för torkning och svällning [4][2].

Det som driver vattnet in i kapillärerna är kraften från ytspänningen i vätskan. Vattentransporten kommer pågå tills en jämvikt har uppnåtts mellan spridningstrycket och

gravitationen. Spridningstrycket, skillnaden mellan trycket i luften och vid vätskeytan, ges av Laplace-Youngs ekvation:

$$\delta P = -\gamma \nabla \cdot \hat{n} \tag{1}$$

Denna leder till:

$$P_2 - P_1 = \Delta P = \frac{2\gamma\cos\theta}{r} \tag{2}$$

där r är kapillärradien, γ är ytspänningen och θ är vattnets kontaktvinkel mot kapillärväggen. Kapillärer approximeras till långa cylindrar, vilket gör att hastigheten på vattentransporten kan vara olika beroende på kapillärradien. Hastigheten är låg då radien är stor på grund av lägre spridningstryck.

Gellerstedt använder en ekvation framtagen av Lucas och Washburn. I denna ekvation tar Gellerstedt hänsyn till spridningstrycket från Laplaces ekvation och modifierade den med Poiseuille's ekvation för motsatta krafter, se ekvation 3. Denna beskriver en linjär penetration genom ett poröst membran som är uppbyggt av mindre kapillärer. Detta ger en ekvation:

$$\frac{\mathrm{d}h}{\mathrm{d}t} = \frac{r^2}{8\eta h} \left(\frac{2\gamma\cos\theta}{r} \pm \rho hg\sin\beta \right) \tag{3}$$

där h betecknar höjden av vattenpelaren i kapillären. η är vätskans viskositet och ρ är dess densitet. β är skillanden i vinkel mellan kapillären och horisontalplanet.

Vid experimentella mätningar parallellt med horisontalplanet, kan den andra termen inom parentesen försummas. Detta ger ekvation 4, vilken motiveras av Gellerstedt [4].

$$\frac{\mathrm{d}h}{\mathrm{d}t} = \frac{r^2}{8\eta h} \left(\frac{2\gamma\cos\theta}{r}\right) \tag{4}$$

2.3 Termodynamik i cellulosamaterial

Gellerstedt approximerar cellulosa som en hydrogel. En hydrogel kännetecknas av en hydrofob polymer i ett lösningsmedel. I det här fallet är det fibrillerna som har hydrogela egenskaper. Det osmotiska trycket i en hydrogel kan vid jämvikt skrivas som:

$$\Pi_{mix} + \Pi_{elas} + \Pi_{ion} + \Pi_{elec} = 0 \tag{5}$$

 Π_{mix} står för den drivande kraften som får polymererna att blandas med vatten. Detta hämmas av en elasticitetsterm, Π_{elas} , eftersom det kostar energi att deformera polymernätverket. Osmotiska tryckskillnader uppstår även från koncentrationsskillnader av laddningar mellan vattnet och hydrogelen, betecknat Π_{ion} . Även elektrostatiska laddningar, Π_{elec} , kan påverka om delar i hydrogelen attraherar eller repellerar varandra. Det största bidraget som finns i systemet är Π_{ion} . Omgivande vattnet kommer att tvinga upp nätverket av polymerer som har högre koncentrationladdningar för att späda ut dessa [4].

Adsorption och absorption av vatten hos en cellulosafiber är exoterma processer. Vid experiment upptäcks att förloppet genomgår hysteres. Detta innebär att vid ändrad riktning på en fysikalisk process återvänder den inte i samma spår i en vätningsisoterm. Närvaron av hysteres tyder på ett fenomen som innefattar både entropi och entalpi. En spekulativ förklaring som Roberts har är att detta beror på inre mekaniska spänningar i cellulosan, som gör svällningsprocessen irreversibel. Den ofullständiga återsvällningen ger systemet hysteres genom att den inte skapar samma tillstånd efter en vätning [3].

2.4 Förhorning av cellulosafibrer

Termen "förhorning" introducerades på 40-talet och två olika typer av förhorning har definierats av Weise. Den första är "blöt" förhorning som innebär att vatten tas bort från systemet. Medan den andra kallas "torr" förhorning och uppkommer genom att fibrerna torkas i ugn [10].

Förhorning används som en beskrivande term för att förklara fysikaliska och kemiska förändringar som sker i cellulosafibrer under torkning. Den handlar övergripande om att cellulosan krymper och att inre vätebindningar i materialet bildas. Vissa av de här förloppen är irreversibla [10].

När fibrer torkar i nätverk uppstår det vätebindingar mellan polysackariderna på fiberytorna. Antalet bindningar mellan fibrer och deras styrka påverkas av tillverkningen av pappersmassa [3].

Kapillärer stängs vid torkning av fibrer. Weise drar slutsatsen att det är troligt att fiberväggarna skapar irreversibla bindningar vid torkning. Det finns även resultat som visar att porer stängs och förloras permanent i cellulosafibrerna [10].

Enligt Weise verkar karboxylgrupperna spela en viktig roll vid förhorning, då de kan bilda vätebindningar. När karboxylgrupperna befinner sig i "väteform" kan de bilda ännu fler vätebindningar. Grupper med lågt pH-värde har visat sig förbli opåverkade av torkning genom att det inte bildas estrar [10]. Det har visats att praktiskt taget alla karboxylgrupper hos cellulosa deltar i vätebindningar [11].

Vid neutrala pH-förhållanden, runt sju, går det att uppskatta hur stor del av karboxylgrupperna som befinner sig i väteform respektive jonform. Via formeln för pH:

$$\frac{[A^{-}]}{[AH]} = 10^{pH-pKa} \tag{6}$$

Koncentration av jonform är $[A^-]$ och väteform är [AH]. pKa är den punkt då koncentrationen av jonform är lika stor som koncentration av väteform, $[A^-] = [AH]$ [12]. En uppskattning på karboxylgruppernas pKa ligger på mellan fyra till fem [13].

Weise drar slutsatser, baserat på litteraturstudier och experimentella resultat, att förhorning kan sägas bero på irreversibla förlopp som:

- 1. Stängning av större porer i cellväggarna.
- 2. Förändringar i pseudo-hydrogelen hos cellulosa och hemi-cellulosa.

3. Kemiska förändringar i materialet som även verkar stå för liknande förändringar som vid föråldring av cellulosa [10].

Robertson menar att under en torkningscykel minskar även den inre volymen och ytarean [8]. Weise tillägger också att en ökad grad av kristallisation hos cellulosan kan påvisas [10]. Robertson påstår även att den reducerade specifika volymen antagligen beror på att fibern kollapsar under förloppet. Minskning i ytarean kommer av att fibern krymper under torkningsförloppet. Detta beror på de bindningar som uppstår i fibern [8].

När en torkad fiber blöts upp igen kommer bindningar i cellväggen att lösas upp. Detta gör att en återsvällning fås. Robertson hävdar att återsvällningen beror på de krafter som tvingar isär bindningarna. Formen återställs dock inte fullständigt. Detta eftersom inre krafter inte är tillräckligt starka för att bryta upp bindningarna som bildats under torkningen [8].

Weise säger att växelvis torkning och blötläggning av fibrer bidrar till en tätare struktur i cellväggarna då porer stängs. Samtidigt går det att se sprickbildning som uppkommer, främst i radiell riktning. Förmågan att svälla verkar också reduceras efter torkning. Partiell eller fullständig borttagning av vatten i cellulosafibrer måste vara den främsta orsaken till förhorning [10]. Higgins säger att det är troligt att en tätpackad struktur medför ökad sprödhet och risk för sprickbildning hos cellulosa [11].

2.5 Apparaturen i ESEM, uppbyggnad och bildgenerering

ESEM, *Enviromental Scanning Electron Microscope*, är en vidareutvecklning av ett svepelektronmikroskop (SEM) där det kan vara gasmiljö med lågt tryck i provkammaren. I de flesta vanliga SEM måste provet vara fast, torrt och elektriskt ledande. Det måste även vara vakuum i provkammaren. I ESEM kan man studera fuktiga, biologiska och elektriskt isolerande material utan den förbehandling som annars krävs vid mikroskopering med SEM [14].

2.5.1 ESEM:s uppbyggnad

I figur 3 visas uppbyggnaden för ett ESEM. För att kunna hålla högvakuum i elektronkanonkammaren och ett lågt gastryck i provkammaren, har ett ESEM upp till fem olika pumpsteg från elektronkanonkammaren till provkammaren. De olika delarna pumpas separat för att ge ett stegvis ökande vakuum på 50 Torr i provkammeren till 10^{-5} Torr i elektronkanonkammaren.

Mellan det sista steget i elektronkolumnen och den sista linsen sitter två tryckbegränsande bländare, på engelska *Pressure Limiting Apertures* (PLA). Genom att använda sig av dubbla bländare minskas den radiella tryckskillnaden över de enskilda bländarna. Detta gör att man kan använda större bländardiameter och samtidigt behålla tryckskillnaden från kanonkammare till provkammare. Bländarna placeras längst ner i kolumnen vilket



Figur 3: Uppbyggnaden av ESEM [15].

minskar den sträcka elektronstrålen måste gå genom ett högre tryck [16].

I provkammaren går elektronstrålen genom gasmediet, vilket gör att strålen sprids då elektronerna träffar gasmolekylerna. För att undvika alltför stor spridning av elektronstrålen används ett kort arbetsavstånd på cirka 8 mm från prov till objektlins. Om arbetsavståndet är litet kan man fortfarande få en bra bildkvalitet och under optimala förhållanden är en upplösningn på 2 nm möjlig [17].

2.5.2 Bildgenerering i ESEM

Bilden i ett ESEM skapas från den uppmätta intensiteten av elektroner i detektorn från en signal motsvarande en punkt på provet, som förstärks och ger intensiteten för en pixel på bilden. Det som detektorn fångar upp och mäter intensiteten av är sekundära elektroner (SE) och bakåtspridda elektroner (BSE). BSE är elektroner från elektronstrålen som trängt ner i provet, dock maximalt 0.5 μ m, innan de reflektrerats tillbaka, vinkelrätt från provets yta. SE är elektroner från provet, maximalt 5 nm från provets yta, som blivit utslagna av elektronstrålen. Elektronerna har olika hög energi: SE 0-30 eV och BSE 15-30 keV [18].

Det finns tre olika typer av sekundärelektroner. Typ I är elektroner utslagna från provet av elektronstrålen. Typ II slås ut av BSE på väg ut från provet. Typ III är elektroner som har kolliderat med utrustning eller mikroskopets väggar [19][16]. SE typ I och II bidrar till en bild av ytstrukturen medan BSE tränger djupare ner i provet och kan ge en beskrivning av provets bulk. SE typ III bidrar bara med brus [18].

Den detektor som används är en sekundärelektron-detektor för gasmiljö, *Gaseous Secondary Electron Detector* (GSED), som fångar upp typ I och II SE. Alla SE detektorer är känsliga för BSE. Då GSED är placerad direkt ovanför provet, på ett kort avstånd, bidrar BSE med försämrad upplösning och kontrast. I figur 4 visas en genomskärningsbild på GSED fäst i mikroskopet.

GSED är ett tryckt kretskort med en PLA integrerad i kretsen och en vakuumförslutning på baksidan. I GSED sitter det även ett positivt laddat störningsskydd för att förhindra störningar från BSE eller typ III SE. I figur 4 kan man se att detektorringen, som har samma laddning som störningsskyddet, sitter närmare provet. Då kommer den största delen av SE (typ I och II) fångas upp av detektorringen [16].



Figur 4: GSED i genomskärning i mikroskopet [15].

Gasen i provkammaren bidrar inte bara till att behålla en fuktig miljö, utan har en stor roll vid detekteringen av signaler. Gasen i ESEM fungerar som laddningsneutraliserare och signalförstärkare. Detta visas tydligare i figur 5 där man också kan se den signalförstärkande effekten av främst SE som kolliderar med gasmolekylerna. De positiva gasjonerna attraheras av det negativt laddade provet medan gasjonernas bortslagna elektroner attraheras av den positivt laddade detektorn [15].

2.6 Styrsystemet och piezostaven

Styrsystemet möjliggör förflyttning av ett lätt prov i tre dimensioner. Det består huvud-sakligen av tre delar:

- Styrenhet med dator.
- Piezostav, kopplad till styrdatorn.
- Hatten, en liten provhållare som monteras längst ut på piezostaven.

Styrenhetens funktion är att skicka ut elektriska signaler till piezostaven. Datorn konverterar kommandon från en joystick till elektriska signaler. En mängd inställningar kan göras



Figur 5: Principskiss över gasens signalförsärkande effekt [16].

i styrprogrammet NFC 3. Exempel på dessa är amplituden på signalerna och frekvens på signalpulserna [18].

Piezostaven är gjord av ett piezoelektriskt material, vilket medför att materialet reagerar på elektrisk spänning genom en längdförändring. Detta utnyttjas i uppställningen till att flytta hatten med mekaniska impulser [20].

Hatten fungerar som provhållare. Den är monterad på den klotformade delen av piezostaven, se figur 19 och 20 i bilaga C. För att montera prover i hatten finns ett hål, med vinkelrätt genomgående skruvar där provet fästs.

2.7 Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar

Enligt Scriven och Sheehan verkar jonisering av vattenmolekyler vara den primära orsaken till att strålskador uppstår i biologiska material. De joniserade vattenmolekylerna integrerar med andra vattenmolekyler och bildar väte- och hydroxylradikaler, känt som radiolys. Vid ESEM-experiment med papper där både blöta och torra prover testades gick det att se att blöta prover tog mer skada vid lägre strålstyrka än de torra proverna. Det gick också att se mindre omfattande skador på de torra proverna [21].

Scriven och Sheehan hävdar även att efter en tid upphör förändringarna på cellulosa-

fibrer, även om de fortsatte att utsättas för elektronstrålen under en längre tidsperiod. Experiment utfördes utan att mer vatten kondenserade på proverna och spädde ut de radiolyserade kompononeterna. Detta tyder på att cellulosafibrerna reagerade när de utsattes för radiolyserat vatten. Cellulosan har efter en tid svarat på elektronstrålen genom att bilda en annan struktur som verkar vara mer resistent mot strålning [21].

3 Metod

I detta kapitel beskrivs mer ingående den metod som användes för själva mikroskoperingen och vätningsförloppet. Här specifieras det material som studerats och hur det förberetts inför laborationerna.

3.1 Pappersmassa - benämning och sammansättning

Den fibertyp som har undersökts är från en långfibrig pappersmassa från sågflis av gran och tall. Massan är *Softwood, Green 85Z* från Södra Cell AB och består av fibrer med ungefär 18 procent hemi-cellulosa.

3.2 Förberedelse av fiberprov

Fibrermassan har en varierande längd på fibrerna. En separeringsprocess genomfördes där de minsta fibrerna filtrerades bort. Kvar blir en fibermassa med hög andel längre fibrer. Separeringsprocessen genomfördes med en så kallad *Britt-jar* (för mer ingående beskrivning, se bilaga B).

Ett fiberprov förbereddes direkt innan laboration. En fiber plockades med pincett ut från pappersmassan, som hölls fuktig. Med silverlim fästes fibern på en aluminiumtråd och monterades på hatten. Denna placerades sedan på piezostaven vars apparatur är monterad på kylsteget. Hela uppställningen monterad i mikroskopet visas i bilaga C.

3.3 Beskrivning av mikroskoperingsmetoden

Mikroskopet som använts är ett FEI Quanta 200 ESEM FEG. För en mer ingående förklaring av monteringen av de olika delarna i mikroskopet, se bilaga C.

Med apparaturen går det att under kontrollerade förhållanden kondensera vattendroppar en kopparcylinder. Detta gjordes genom att sänka temperaturen på kopparcylindern till 1 °C. Jämviktstrycket vid denna temperatur är 4.93 Torr. Genom att höja trycket i mikroskopskammaren över jämviktstrycket kunde droppar genereras på den kalla ytan.

En lämplig droppe med bra form, storlek och läge valdes ut. Den fuktiga fiberns spets doppades sedan i droppen. För att kunna styra fibern till droppen användes det styrsystem som beskrivs i avsnitt 2.6. Hela förloppet filmades och det utfördes flera försök tills fibern var mättad. Därefter torkades fibern i en ugn vid 70 – 80 °C under 15 minuter.

Efter torkning upprepades vätningen av fibern tills den åter var mättad. Genom dessa undersökningar studerades om en torkprocess påverkar fiberns transport- och absorptionsförmåga.

3.4 Volymberäkning vid absorption

För att studera fibrers absorptionsförmåga användes de filmer som utgör mätdata. Från filmerna togs stillbilder vid utvalda tidpunkter och dessa bilder användes för att beräkna vattendropparnas volym. Denna beräkning av volymen ger en uppfattning om hur absorptionsförloppet går till.

För volymberäkningen approximerades dropparnas form som sfäriska kalotter. Deras volymVges då av

$$V = \frac{\pi}{6}h\left(3\left(\frac{d}{2}\right)^2 + h^2\right) \tag{7}$$

där h är kalottens höjd och d är basytans diameter. Dessa avstånd kan ses i figur 6.



Figur 6: Dropparna approximeras som sfäriska kalotter och droppens höjd h och basdiameter d används för att beräkna dess volym.

Bildhanteringsprogrammet Gimp som användes för avståndsmätningen ger avstånden mellan två bildpunkter i pixlar. Med hjälp av skalan i datafönstret på varje bild kunde dessa beräknas om till SI-enheter. I de fall där en fibers spets under mätningarna har befunnit sig inuti en droppe, har spetsen approximerats som en rak cylinder och droppens volym beräknats som:

$$V_{droppe} = V_{kalott} - V_{cylinder} \tag{8}$$

Genom att mäta start- och slutvolym på dropparna fås den totala absorptionsmängden ΔV . Tider för förloppen kunde också fås av informationen i datafönstret från filmerna.

Mätfel i bilderna som uppkommer genom oskärpa, dåliga vinklar eller att droppar skymmer varandra, ger upphov till ett fel i den beräknade volymen. Taylorutveckling av ut-

trycket 7 ger ett maximalt fel i beräknad volym enligt:

$$\Delta V_{max} = \frac{\pi}{6} \left(\frac{S}{l}\right)^3 \left[\left(\frac{3}{4}d^2 + 3h^3\right) \Delta h + (3dh) \Delta d + \frac{3}{l} \left(\frac{3}{4}d^2h + h^3\right) \Delta l \right]$$
(9)

där S är skalan för bilden och l är skalans längd i pixlar.

4 Resultat

4.1 Absorption och transport i fibrer

I figur 7 visas en sammanställning av alla fibrers uppmätta absorption. Av de kollapsade fibrerna var det endast några få som hade en hög¹ absorptionsförmåga. Bland de icke kollapsade var hälften av god förmåga. Största delen av fibrerna var kollapsade och resultat för de icke kollapsade grundas på få fibrer.



Figur 7: Sammanställning av laborationerna, baserat på 14 respektive 6 resultat.

4.2 Absorption före och efter torkprocessen

En jämförelse av absorptionsförloppen hos en fiber, innan och efter torkning, presenteras i figur 8a och 8b. Försöken i figur 8a gjordes med en icke kollapsad fiber och den absorberade hela vattendroppar i flera delförsök, både före och efter torkning. Under varje delförsök kunde då en mätosäkerhet på total uppsugen volym beräknas som osäkerheten

 $^{^1\}mathrm{Med}$ hög absorptionsförmåga avses en fiber som suger upp mer än $10^{-13}~m^3$ vatten.

i den ursprungliga droppens volym. Detta visas som de vertikala intervallen i grafen.

Figur 8b är från en mätning med en kollapsad fiber. Den visar ett resultat som vid första anblicken tyder på att fibern har bättre absorptionsförmåga som torkad än icke torkad. Men det bör noteras att mätfelen i detta resultat är mycket stora, i samma storleksordning som de uppmätta volymerna. Man kan alltså inte säga någonting om förbättrad eller försämrad absorptionsförmåga i detta fall.



Figur 8: Förlopp för två fibrer med god respektive sämre absorptionsförmåga.

4.3 Observationer vid mikroskopering av fibrer

Starkt kollapsade fibrer hade väldigt dålig förmåga att absorbera vatten, om de överhuvudtaget visade några tecken på att ta upp vatten. Under studiens gång har många försök

avbrutits för att de kollapsade fibrerna inte absorberat några observerbara mängder vatten.

Det gick att se att en del fibrer transporterar vatten på utsidan av fibern när den doppas, se figur 9.

När en fiber studerats i mikroskop gick det att se att lumen på fibern ofta var stängd eller vridit sig så att det inte fanns någon öppning direkt in i fibern.



Figur 9: Figuren visar en mätning där vätsketransport utanför kapillärväggen var särskilt tydlig.

Tre fibrer hade en mycket bättre absorptionsförmåga än väntat. Bilder på dem visas i figur 10. Fiber 10a var kollapsad och vriden. I filmen på absorptionsförloppet går det att se att fiber 10a inte bara är vriden utan nästintill dubbelvikt. När den doppades i en vattendroppe transporterade den snabbt bort vattnet på utsidan av fiberväggen. Trots att den transporterade vatten bra gick det inte att se några förändringar i fiberns utseende.

Fiber 10b var helt kollapsad och hade flera stora porer vid toppen. Under doppningsförloppet gick det att se att vatten transporterades en lång bit upp på utsidan av fibern men också att toppen på fibern expanderade något. Efter absorptionen återgick fibern till det platta utseendet men det hade uppstått skador på toppen runt porerna.

Den sista fibern 10c, vars förlopp kan ses i figur 8a, var svagt vriden och delvis kollapsad, dock inte vid toppen. När fiber 10c doppades i vattendroppen gick det att se att den expanderade. Efter några doppningar kunde man se att den blivit plattare vid toppen men att den vid doppning återfick den rundare formen. Efter torkning visade fiber 10c fortfarande på stark absorptionsförmåga. I figur 11 visas att den fortfarande, efter torkningen, hade en rundad form och var vriden. Den fortfarande god uppsugningsförmåga precis som innan torkningen, men beräkningar av den totala absorberade volymen visade

på en försämring.



Figur 10: Tre av de fibrer som hade oväntad bra absorption.



Figur 11: Fiber 10c efter torkning.

Observationer har gjorts vid flera doppningar, att bilden blivit markant ljusare då fibern gjort kontakt med droppen. I figur 12 visas en bild tagen innan doppning och en bild precis vid doppning.

Under laborationerna observerades på en extern tryckmätare, att trycket fluktuerar.

Efter torkning observerades att flertalet fibrer krympte. Vid återfuktning genom doppning kunde ingen eller mycket liten återsvällning iaktas. Det observerades också en förändring, för vissa av fibrerna, att porernas storlek minskat efter torkning. I figur 13 går det att se detta.



Figur 12: Bild på ljusskillnaden före och efter fibern doppas, ökad ljusintensitet efter doppning.



Figur 13: Figuren visar förändringar hos porer före och efter torkning.

Vidare observerades att fibrer ibland inte gick att doppa i droppen utan istället flyttade på droppen. Det kunde även uppstå svårigheter då fibern skulle dras ut från droppen. I figur 14 visas bilder som tydligare beskriver fenomenet.

Det iaktogs att skador uppstod då elektronstrålen fokuserats på en fiber under för lång tid, i figur 15 visas blåsor som uppstått under mätning.



Figur 14: Svårigheter att doppa fibern och dra ut fibern ur droppen.



Figur 15: Strålskador som kan uppstå under mikroskopering

5 Diskussion

Drivkraften för studien var att kunna bidra till vidareutvecklingen av cellulosabaserade material och deras tillämpningar i produkter. Studien fokuserade på att undersöka vattenabsorption och vattentransport i cellulosafibrer. En jämförelse mellan fibrer före och efter torkning, har utförts.

För att kunna undersöka enskilda fibrer, under kontrollerade former, användes en nyutvecklad mikroskoperingsmetod. Denna möjliggör att fibrer doppas i vattendroppar som kondenserat på en speciell yta i mikroskopet. Förloppet studerades via ett svepelektronmikroskop med gasmiljö, ESEM. Experimentella data har jämförts med teori och slutsatser tagits fram.

5.1 Motivering för avgränsningar i arbetet

I studien användes en metod som är framtagen för att testa en fiber åt gången. Det finns idag flera studier för hur fibernätverk transporterar och absorberar vatten men mycket få om enskilda fibrer. För att ytterligare begränsa studien valdes att bara studera förlopp då fibertoppen doppades. Detta beslut grundades på att det är svårt med kontrollerade vätningar när en för stor yta av fibern väts. Till exempel om en fiber istället doppas med sidan finns väldigt stor risk att den lägger sig mot kopparcylindern och absorberar droppar som inte syns i bild.

För att inte ge missvisande resultat där en längre fiber kan absorbera mer volym utfördes en filtrering av fibrerna. Det går därför att anta att försöken utförs med relativt homogena fibrer. De kan antas vara lika långa och uppbyggda på samma sätt.

Det finns olika sätt att få förhorning på fibrer. Slutresultatet är det samma, men graden av förhorning har en viss variation. Endast en typ av förhorning undersöktes i studien. Fibrerna förhornades genom att läggas i en ugn och sedan tas ut efter en vald tid, det vill säga "torr" förhorning.

5.2 Resultatdiskussion

Under studien var största delen av fibrerna kollapsade eller delvis kollapsade och främst från gran. Från teorin är det klart att vattentransporten främst sker via kapillärtransport genom lumen och att den är starkt beroende av radien. De kollapsade fibrerna transporterar överlag mindre vatten och förloppen tar längre tid. I många av filmerna kan man se att vatten transporteras på utsidan av fibern.

Jämförelsen av absorptionsförmågan för olika fibrer visar på att fibrer som var kollapsade, och därmed saknade lumen, absorberade vatten sämre, se figur 7. Dataunderlaget för okollapsade fibrer är icke tillfredställande. Det är därför svårt att dra några egentliga slutsater och bekräfta att en lumen överlag ger en fiber bättre absorptionsförmåga. Genom att studera figur 8a utläses att förloppen till en början följer varandra, men kurvan för den torkade fibern ligger sedan hela tiden under kurvan för absorption innan torkning. Den icke torkade fibern visar till slut en total absorberad volym som är två till tre gånger större än efter torkning. Vidare kan också ses ett karaktäristiskt beteende då man doppar en tidigare odoppad alternativt torkad fiber. Initialt har den en hög absorptionshastighet som sedan sjunker. Detta förklaras med att lumens öppning är tom på grund av avdunstning eller transport längre in i fibern. Observera även ökningen mitt i förloppet (cirka 32 sekunder in) innan den torkats, detta förklaras av ovanstående resonemang och att öppningen på fiberns lumen mellan doppen hunnit tömmas.

I figur 8b ses att absorptionen hoppar upp och ner. Fenomenet har att göra med att mätfelet är av samma storleksordning som de uppmätta volymerna. Detta skall alltså tolkas som en obefintlig absorption, både före och efter torkningsprocessen.

5.3 Vätsketransport

I teorin har de olika transportprocesserna för nätverk lagts fram, i enighet med avgränsningarna och iaktagelser är följande bidrag relevanta:

- 1. Diffusion av vatten genom kapillärväggen
- 2. Kapillärtransport i fibern: Vätskefas-transport
- 3. Kapillärtransport i fibern: Gasfas-transport
- 4. Kapillärtransport på utsidan av kapillärväggen

Figur 9 bekräftar en av transportprocesserna i avsnitt 2.2. Att vätsketransport sker längs med fiberväggens utsida.

För att kapillärtransport skall kunna ske måste vattnet först diffundera genom fiberväggen. Detta underlättas av porerna i cellulosaväggen, enligt avsnitt 2.1. Vatten kommer "klättra" på utsidan och diffundera in genom fiberväggen där vattendroppen har kontakt med cellulosafibern. Det största bidraget till att vatten transporteras bort från droppen är kapillärtransport i fibern, men diffusionen genom kapillärväggen kan vara hastighetsbestämmande. Det beror på var i systemet som vattentransporten går långsammast. Därför är alla fyra förloppen kopplade med varandra.

Vid ESEM-mikroskopering befinner sig proverna vid mycket lägre totaltryck och närmare jämviktstrycket än vid normala förhållanden. Detta innebär att det blir en del skillnader jämfört med kapillärabsorptionen i rumsmiljö. Kapillärtransporten i fibern kan delas upp i två delar, vätsketransport och gastransport. För en konstant tryckskillnad under hela förloppet kommer det ske en konstant avdunstning av vatten från vätskeytan. Då kapillärtransport sker med en tryckskillnad där trycket i luftpelaren är lägre än jämviktstrycket, kommer en större andel vatten övergå till gasfas än vid normala förhållanden. Ingen avdunstning sker i systemet innan vatten tränger in i kapillären. Vätsketransporten kommer antagligen transportera en högre andel vatten i gasfas än vid normalt tryck.

Enligt ekvation 4 har fibrer med liten radie lägre uppsugningshastighet. Kollapsade fibrer, där radien går mot noll, tar alltså upp vatten långsammare. För en kontaktvinkel på $\theta = 90^{\circ}$, ska enligt ekvation 4 hastigheten bli noll. Kontaktvinkeln beror på vilket material kapillären består av. För ett hydrofilt material kommer vinkeln θ vara liten och det ser ut som om vätskan "klättrar" på innerväggen. Men för ett hydrofobt material, som inte gärna interagerar med vatten, kommer pelarhastigheten att gå mot noll då vattnet repellerar kapillärväggen och vinkeln θ går mot 90°. Eftersom det är samma material i alla fibrer kommer kontaktvinkeln att vara ungefär lika stor vid kapillärtransport i fibern.

Höjden på vattenpelaren hämmar uppsugningshastigheten för en väldigt lång fiber. Då höjden är mycket större än radien kommer vätskepelaren att stanna av till slut på grund av de motsatta krafter som uppstår. Radierna på fibrerna skiljer sig i termer av mikrometer som kan påverka volymabsorptionen relativt mycket. Detta fenomen kunde inte åtgärdas utan radien hos fibrerna kom att påverka förloppet. Det går tydligt att se en lägre absorptionshastighet i resultatet, se figur 8a. Detta skulle med stor sannolikhet återspegla fiberns reducerade förmåga till att svälla. I förloppet innan torkning syns det att hastigheten sjunker ju mer fibern absorberar. Hastigheten är störst i början av absorptionsförloppet och avtar när tiden ökar.

Vid mikroskopiering kunde inre kapillärtransport observeras genom att fibern expanderar radiellt vid doppning. Transport av vatten genom fiberväggen måste ske då den ligger som ett membran runt fibrernas lumen. Det finns även belägg för att det sker transport på utsidan av fibrerna, se figur 9. Inre kapillärtransport med vattenånga har inte gått att påvisa med den använda metoden. Enligt teorin i avsnitt 2.2 finns en tryckdifferens i kapillären. Totaltrycket utanför fibrerna ligger nära jämviktstrycket för vattenånga vilket gör det troligt att en viss avdunstning kommer ske.

Det har ofta varit väldigt individuellt för varje fiber vilken sorts transport som är dominerande. Med stor sannolikhet beror detta på att formen för varje fiber är individuell och gynnar olika sorters transport.

Det är med nuvarande teorier möjligt att göra en teoretisk bild av hur vätsketransport sker i fibrer. Vidare undersökningar av detta skulle antagligen inte ge några betydande förändringar av den teori som finns.

5.4 Förhorning

Experimentella observationer har gjorts där fibrers porer förminskats efter en torkning, se bild 13. Porernas kollaps skall bidra till en minskad ytarea och därigenom en lägre fibervolym. Det finns även belägg för att fibrerna minskar i volym men ändringen är inte lika tydlig och varierar från fiber till fiber. Det är svårt att uppskatta med endast det tvådimensionella perspektivet. Det gick att se en ökad grad av kollaps efter torkningar av fibrer. Graden av kristallisering hos cellulosan ökar när vatten förs bort från systemet. Andra vätningsexperiment av Roberts visar att vätning av torkad cellulosa är exoterm. Torkning ger alltså en förändring av både entalpi och entropi. Vid förhorning kommer de annars väldigt utspridda cellulosamolekylerna via kristallisering föras närmare varandra.

Enligt Gellerstedt [4] är den största bidragande termen, för en hydrogel-approximerad cellulosa, koncentrationsskillnaden av laddningar mellan vattnet och laddningar i hydrogelen. Om vatten tas bort från systemet kommer Π_{elec} och Π_{elas} få en ökad påverkan, se ekvation 5. Vid normala pH-värden, som nämnts i avsnitt 2.4, kan koncentrationen av jonformen hos karboxylsyrorna beräknas med ekvation 6, till mellan hundra och tusen gånger högre än väteformen. Det blir en hög grad av negativ laddning över cellulosan som förs närmare varandra när kristalliseringen ökar.

Robertson [8] säger att cellulosan går mot ursprungsformen vid återvätning på grund av mekaniska krafter i materialet. Cellulosan betraktas som stel och kan inte nämnvärt ändra form förrän vatten tillförs systemet igen. Det går att identifiera de laddade karboxylgruppernas bidrag till återsvällningsprocessen efter förhorning skett. En hög grad av negativa laddningar över cellulosapolymeren gör att genom repellering kommer cellulosan försöka späda ut sig självnär vatten tillförs igen. Det kan tolkas som mekaniska krafter och måste då orsakas av det stora antal negativa laddningar som finns över cellulosapolymeren.

När vatten tillförs systemet igen är det alltså rimligt att cellulosan spontant går tillbaka till sin tidigare form. Energin för systemet skulle gå tillbaka till en lägre nivå. Men eftersom den bara gör det delvis har det skett en del irreversibla bindningar i materialet. Detta skulle kunna vara "fläckar" i cellulosan där det finns många karboxylgrupper i väteform. Vätebindningar sker också mellan vatten och cellulosan. I en del områden på cellulosan där det redan ligger ekvivalent starka bindningar, bryts antagligen inte dessa upp igen när vatten återförs, eftersom det inte ger någon sänkning av systemets energi.

Förhorning påverkar vätskeabsorptionen genom att cellulosans egenskaper förändras. En fiber kan ha förhornats så mycket att den har kollapsat helt. Enligt avsnitt 2.2 transporterar den då vatten mycket sämre, då en obefintlig radie inte medför en kapillärtransport. Ett stelare material gör också att cellulosan inte kan expandera lika mycket. Vilket leder till en kapillärradie som inte växer och ger en långsammare absorption. Enligt Robertson [8] varierar flexibiliteten beroende av fiberns ursprung. *Springwood* blir mindre flexibel och *Summerwood* mer. En förhornad fiber som inte kollapsat helt skulle kunna uppvisa olika transportegenskaper beroende på vilken årstid den bildats.

Det finns tydliga samband som pekar på att karboxylgrupperna spelar in i förhorningsprocessen, men samtidigt är det också väldigt troligt att man kan finna fler mekanismer som medverkar i processen. Möjligtvis är dessa inte lika dominerande men kan behöva identifieras för att bättre åtgärder mot förhorning ska kunna tas.

5.5 Reflektioner kring metoden i ESEM

Möjligheten att under kontrollerade former väta cellulosafibrer med den här ESEMmetoden är en stor tillgång för att undersöka egenskaper för enskilda fibrer. Det går att under många situationer vara väldigt noggrann och har stor kontroll på vad som händer. Genom styrsystemet går det att ställa in styrkan för rörelser i olika riktningar och det är en stor fördel i många situationer.

Det gick väldigt fort att lära sig den nya metoden. Att en grupp utan nämnvärd erfarenhet av mikroskopering kunde ta fram resultat på cirka 80 labbtimmar (gånger 2-3 personer), tyder på en välutvecklad metod. Bildinställningarna i mikroskopet kräver dock en hel del erfarenhet. Metoden skulle kunna användas för att testa många andra produkter. Interaktion med vatten är i många produkter en av nyckelpunkterna för dess konkurenskraft. Detta skulle kunna vara vattenlöslighet för till exempel medicinska preparat.

Ett experimentiellt problem har varit styrningen av fibern i mikroskopet. Utrustningen för styrningen är mycket känslig och under den senare delen av studien blev benen på hatten uttjänta. Detta orskadade att hatten inte gjorde rätt rörelser motsvarande impulserna från styrprogrammet.

Det finns fler funktioner som skulle kunna förbättras:

Eftersom bilden bara är tvådimensionell är det svårt att studera fibrerna före och efter torkning. En åtgärd vore en styrfunktion för att kunna rotera hatten i kammaren. Detta för att kunna studera om porerna på fibern stängdes efter torkning, i enlighet med teorin. Ett vidare arbete för att utveckla metoden skulle kunna gå in på detta. Ett försök att undkomma problemet är att sätta in hatten i ungefär samma position igen, om provet tagits ut. En underlättande funktion skulle kunna vara en markering på hatten.

Även en utveckling av kopparcylindern så att vatten bildas på mer specifika, utvalda platser. Kanske genom en hydrofob beläggning. Detta för att kunna få större kontroll att generera droppar med bra storlek och form, men även att minska felkällan med att fler droppar flyter samman.

I ESEM befinner sig hela systemet vid mycket lägre totaltryck och närmare jämviktstrycket än vid normala förhållanden. Detta innebär att det blir viss skillnad jämfört med kapillärabsorption i rumsmiljö. Den drivande kraften kommer dock vara tillräckligt stor för att absorption ska kunna observeras. Hur mycket, om något, detta påverkar det slutliga resultatet är svårt att säga. För den här metoden går det antagligen inte att påverka detta. Ett för högt gastryck i kammaren skulle innebära fler kollisioner med vattenmolekyler för elektronstrålen och ge en dålig bild.

Bättre mätresultat skulle kunna fås med ett integrerat analysprogram, för vattendroppars volym, i mikroskoperingssystemet. Externa program har använts som har medfört en viss osäkerhet vid varje mätning då det är svårt att mäta droppen exakt. Möjligheter till högre upplösning skulle också medföra noggrannare uppskattningar.

Ett bra sätt att beräkna volymen vore att i ett eventuellt analysprogram rita in en yta över droppen. Ytan skulle kunna användas av programmet för att räkna ut arean och därefter göra en rotationsvolym. En annan förbättring vore en enkel kamera monterad en bit ovanför piezostaven i riktning mot mot cylindern, det ger ytterligare kunskap om droppens form. Här behövs inget mikroskop då vi är intresserade av en yta på cirka $5 \times 5 mm$.

5.6 Strålskador på fibrer under ESEM-mätningar

Närvaro av vatten vid experiment med elektronstrålar leder till en större risk att prover ska ta omfattande skada och riskera att ge felaktiga mätresultat. Elektronstrålen kan ge upphov till skador på fiberytan och vid för hög energi på strålen eller för lång exponeringstid kan det uppstå hål i fibern. Förändringar på fiberytan påverkar med stor sannolikhet diffusionen genom och längs med fiberväggen. När fiberytan inte är i normaltillstånd längre, på grund av skador, kan det att leda till felaktiga iaktagelser.

Skador på nanometerskala kan inte utskiljas eftersom studierna utförs på mikrometerskala. Detta innebär att skadorna måste vara ganska omfattande för att upptäckas. Skaderisken måste hållas så liten som möjligt. Detta kan undvikas genom att inte ha för hög spänning på elektronstrålen, eller att inte zooma in för mycket, under för lång tid.

5.7 Felkällor

Följande orsaker till missvisande resultat har upptäckts:

Vattendroppar kan under uppsugningen flyta samman med andra vattendroppar, utan att det syns under mikroskoperingen. Även när fibern dras ut eller doppas är det möjligt att vattendroppar ansluts till provdroppen. Detta leder till att den absorberade volymen kan avvika från det riktiga värdet. Den nedsatta styrningförmågan i slutet av studien medförde en ökning av detta problem. Spontana rörelser förekom och kunde göra att fibern drog med sig andra droppar eller doppade i en vattendroppe som inte kunde volymbestämmas. Detta kompenserades genom att förloppet först började studeras efter doppning och slutade precis innan fibern drogs ut eller mättades.

Ett av de största problemen under studien har varit att hålla trycket i mikroskopskammaren på en konstant nivå. Om vattentrycket inte är stabilt leder det till ett instationärt system och vattenånga kondenserar ner eller avdunstar under försöken. Detta gör att droppen byggs på eller förminskas, av andra faktorer än att fibern transporterar bort vatten. Flertalet tester har på grund av detta inte kunnat användas i resultatet. För de tester som används har kringliggande droppar inte ändrats märkbart i storlek. För studien ger detta en väldigt stor felkälla, då de volymer som absorberats endast kan bestämmas med stor osäkerhet. Dock är det som är mest relevant skillnader i transporter och inte numeriska data. Under laborationer har även olika laddningsfenomen observeras där fibern inte har gått att doppa utan istället flyttat på droppen, eller vikt av. En möjlighet är att om laddningarna kan verka repellerande av vatten borde de också kunna verka attraherande. Attraktionen skulle kunna bidra positivt till absorptionen.

Under flera tillfällen har bilden blivit markant ljusare då fibern doppats i droppen. Detta säger oss att det är fler elektroner som fångas upp av detektorn. Ett elektriskt fenomen observeras då fibern och droppen möts. En konsekvens av detta är suddigare bilder som hindrar korrekt volymuppskattning. Ofta är en tillräcklig åtgärd att justera ljusstyrka och kontrast på bilden.

Det är även ett faktum att det under studien inte gick att få fram så många redovisningsbara resultat som önskades. Ett större antal resultat hade gett starkare argument för studien. Men de resultat tagits fram överenstämmer väldigt bra med erkända teorier.

Det är känt att elektronstrålen i utrustningen skadar cellulosaproverna. Omfattande skador som går att upptäcka gjorde att resultatet kasserades. Men mindre omfattande skador, som inte syns på mikronivå, går inte att upptäcka. Genom att inte ha för hög styrka på elektronstrålen eller inte zooma in för kraftigt har risken för strålskador minimerats.

Cylinderns yta är konkav, det tas ingen hänsyn till detta i beräkningen av kalottvolymerna. Kopparcylinderns radie är så stor att droppen nästan befinner sig på en plan yta, därför kan det ses som en god approximation. Vid avståndsmätningarna i Gimp måste många val och uppskattningar göras för att hitta höjden och diametern på droppen. Detta är en betydligt större felfaktor som varierar från fall till fall. Även i bästa fall är avvikelsen omkring 10 % av volymen. Vid en bristfällig mätning kan felet vara större än 60 %.

I beräkningen av droppars volym finns två felkällor som dyker upp förutom mätfelen av höjd och diameter. Det första är att fiberns spets upptar en viss volym i droppen och denna korrigeras genom att approximera spetsen som en cylinder med av en viss längd och radie. För en okollapsad fiber kan detta ses som en godtagbar approximation och avstånden uppskattas, genom jämförelser mellan bilder tagna före och under doppning. Däremot för kollapsade fibrer, hade eventuellt någon form av tunt rätblock varit mer lämpligt. Som det nu är beräknat är denna metod osäker och kan bara ge grova uppskattningar. Men då kollapsade fibrer ofta haft en väldigt dålig absorptionsförmåga skulle det kunnat tolkas som att en öppning av fiberänden måste ske för att absorptionen skall kunna starta. I många fall är det därför rimligt att approximera fiberänden som en cylinder när en absorption av vatten sker.

Den andra felkällan är vattnet som genom ytspänning dras upp längs fiberns utsida vid kontakt. Denna har ansetts vara så liten att den inte märkbart förändrar den uppmätta volymen. Speciellt inte när även fiberspetsens volymuppskattning är så grov.

Dessa två felkällor är bara relevanta då förloppen av absorptionen ska tas fram. Men det bör betonas att de metoder som använts för volymberäkningar inte kan ge några ex-

akta beräkningar av förlopp. Beräkningar för förloppen är framtagna för att få en grov uppfattning om de karaktäristiska dragen för uppsugningen. Nämnda approximationer av fiberspets och vatten uppdragen längs fiberväggen går inte att ses som annat än grova uppskattningar. I de beräkningar där det varit möjligt har approximationerna undvikits i totala förlopp.

5.8 Vidare studier

En ny studie skulle kunna genomföras där fibrer utsätts för både kemiska och fysikaliska påverkningar. Därefter kan de jämföras i ESEM för att hitta eventuella förändringar.

Det borde göras en vidare analys av fibrer där de främst utmärkande fibrerna utreds. Detta för att hjälpa till med att ta fram processer där fibrer genom påverkan kan få geometrier som gynnar deras ändamål. Metoden som användes i studien är mycket lämplig för att kunna studera behandlade fibrer.

6 Slutsatser

Transport av vatten sker hos fibrer på fiberväggens utsida och i lumen. Kollapsade fibrer kan bara transportera vatten på utsidan och har generellt sämre transport- och absorptionsförmåga än icke kollapsade fibrer.

Formen är en i princip avgörande faktor för vattentransporten på utsidan av fibern. Veckade och skruvade fibrer kan trots en kollapsad lumen transportera vatten bra. Helt kollapsade fibrer utan skruvning transporterade ingenting.

Förhorning medför en storleksmässig reducering av porer på ytan av fibrerna. Torkprocesser ökar förhorning av fibrer vilket har visats ge sämre absorptionsförmåga på grund av minskad fibervolym.

Tillkännagivanden

Vi vill frambringa ett tack till avdelningen Mikroskopi och Mikroanalys på Chalmers Tekniska Högskola, för hjälp och stöd i det laborativa arbetet. Vi vill även tacka Kristoffer Lund på instutitionen för skogsindustriell kemiteknik, som hjälpte oss att filtrera pappersmassan. Vi tackar Caroline Löfgren från Södra Cell AB, för att hon inte bara svarade på alla våra frågor, utan även gav oss förslag på vad som kunde vara intressant att studera. Slutligen vill vi även tacka våra handledare Anna Jansson och Stefan Gustafsson.

Referenser

- [1] E. Sjöström, Wood chemistry: fundamentals and applications. Academic Pr, 1993.
- [2] M. Hasani, Chemical modification of cellulose Dok.avh. Chalmers tekniska högskola, 2010.
- [3] J. Roberts, The chemistry of paper. The Royal Society of Chemistry, 1996.
- [4] F. Gellerstedt, Wetting and swelling of modified cellulose fibers, Lic.upp. Chalmers tekniska högskola, 1999.
- [5] I. S. Goldstein, Wood technology: Chemical aspects. Washington, D.C, 1993.
- [6] C. Löfgren. (caroline.lofgren@sodra.com) Personlig kontakt, 2011.
- [7] R. Rowell, The chemistry of solid wood. ACS Publications, 1984.
- [8] A. Robertson, "Some observations on the effects of drying papermaking fibres," *Pulp and paper*, vol. 65, pp. 161–168, 1964.
- [9] A. Liukkonen, "Contact angle of water on paper components: Sessile drops versus environmental scanning electron microscope measurements," *Scanning*, vol. 19, no. 6, pp. 411–415, 1997.
- [10] U. Weise, "Hornification: mechanisms and terminology," Paperi ja puu, vol. 80, no. 2, pp. 110–115, 1998.
- [11] H. Higgins and A. McKenzie, "The structure and properties of paper. XIV. Effects of drying on cellulose fibers and the problem of maintaining pulp strength," *Appita*, vol. 16, no. 6, pp. 145–164, 1963.
- [12] P. Atkins and L. Jones, Chemical Principles The Quest for Insight, 4th edition.
 W.H. Freeman and Company, New York, 2008.
- [13] U. Ellervik and O. Sterner, Organisk Kemi. Studentlitteratur, 2004.
- [14] D. J. Stokes, "Recent advances in electron imaging, image interpretation and applications: environmental scanning electron microscopy," *Philosophical Transactions of the Royal Society of London. Series A: Mathematical, Physical and Engineering Sciences*, vol. 361, no. 1813, p. 2771, 2003.
- [15] A. Donald, "The use of environmental scanning electron microscopy for imaging wet and insulating materials," *Nature materials*, vol. 2, no. 8, pp. 511–516, 2003.
- [16] R. Johnson, Environmental Scanning Electron Microscopy An introduction to ESEM. Philips Electron Optics, 1996.
- [17] D. J. Stokes, "Characterisation of soft condensed matter and delicate materials using environmental scanning electron microscopy (ESEM)," Advanced Engineering Materials, vol. 3, no. 3, pp. 126–130, 2001.

- [18] S. Gustafsson. (stefan.gustafsson@chalmers.se) Personlig kontakt, 2011.
- [19] J. Cazaux, "About the role of the various types of secondary electrons (se1; se2; se3) on the performance of lvsem," *Journal of microscopy*, vol. 214, no. 3, pp. 341–347, 2004.
- [20] K. Svensson, Y. Jompol, H. Olin, and E. Olsson, "Compact design of a transmission electron microscope-scanning tunneling microscope holder with three-dimensional coarse motion," *Review of scientific instruments*, vol. 74, p. 4945, 2003.
- [21] J. G. Sheehan and L. E. Scriven, "Assessment of environmental scanning electron microscopy for coating research," (Montreal), pp. 337–383, maj 1991.
- [22] A. Ekman, "Nationalencyklopedien online." http://www.ne.se/sok/, 2011.

A Torkningens inverkan



Figur 16: Jämförande bilder på fibrer före (vänster kolumn) och efter torkning (höger kolumn).

B Filtrering av fibrer

Den pappersmassa som studerades består av mycket varierande storlek på fibrerna. För att separera de längre cellulosafibrerna från kortare och trasiga fibrer användes en standardiserad process där massan filtrerades i en "Britt jar", en omrörare med en filterbricka i botten.

B.1 Bestämning av torrhalt och beredning av filtrerlösning

För att kunna bereda en filtrerlösning med känd koncentration av fibrer måste torrhalten (TH) på pappersmassan bestämmas. Detta gjordes med en apparatur som bestämmer torrhalten i ett prov. Den pappersmassa som studerats hade en torrhalt på 18.96 %. Detta och ekvationen nedan användes för att beräkna hur många gram av den fuktiga pappersmassan som behövdes för att lösningen skulle innehålla 0.1 % fibrer.

$$M_{\ddot{o}nskad} \cdot TH^{-1} = M_{fuktig} \\ 0.500g \cdot 0.1896^{-1} = 2.637g$$

När beräkningarna var gjorda bereddes en 0.1 % fiberlösning:

- 2.637 g pappersmassa, motsvarar en masskoncentration på 0.1 %.
- Fyll upp till 500 g, med destillerat vatten.



Figur 17: Britt Jar som användes för att sortera ut de relevanta cellulosafibrerna ur massan, detta igenom en standardiserad process.

B.2 Sorteringsprocessen

Fiberlösningen hälldes i en "Britt jar", som visas i figur 17 Arbetsprocessen var som följer:

- 1. Fyll på den beredda lösningen.
- 2. Kör vispen på 1350 varv i 15 sekunder.
- 3. Kör vispen på 700 varv och töm under omrörningen av vätskan via tappen i botten.
- 4. Töm vätskan som innehåller alla små skräpfibrer i vasken.
- 5. Fyll upp med 500 ml destillerat vatten och gå tillbaka till punkt 2. Upprepa processen ungefär 10 gånger.

C Laborationsutrustning

C.1 Utrustning

Mikroskopet som använts är ett FEI Quanta 200 ESEM FEG. Vissa markerade förkortningar nedan refererar till menyer i användargränssnittet för detta mikroskop. Viss utrustning är unika lösningar som återfinns i laborationslokalen på Chalmers Tekniska Högskola. Styrsystemet är konstruerat av Nanofactory, till styrningen medföljer styrprogrammet NFC 3.

C.2 Provberedning

Cellulosaproverna förvaras i kylskåp. Proverna har en hemicellulosa-koncentration på ungefär 18 %. Arbeta på en ren yta (en pappersnäsduk, Cleanex). Ta en tuss ur påsen och plocka med pincett ut en fiber och lägg den på ett objektglas (försök att få fibern så rak som möjlig). För att underlätta kan man använda en mörk bakgrund och förbereda flera prov åt gången. När man fått ur tillräckligt många fibrer på provglaset behövs aluminumtråd. Klipp bitar på cirka fem millimeter, så raka som möjligt. Fibrerna fästs på trådbitarna med snabbtorkande silverlim. Doppa aluminiumtrådarna i limmet och fäst därefter en fiber på tråden. Det tar en liten stund för limmet att stelna så stick ner trådarna med fibrerna uppåt i en bit skum.

C.3 Mikroskopdatorn

Kontrollera att högspänning är av, om inte klicka på HV. Det skall alltid vara högvakuumläge i kammaren när man lämnar mikroskopet. Börja med att ventilera kammaren, tryck på **vent** och när indikatorn lyser rött är det helt ventilerat. Kontrollera så att steget går att förflytta upp och ner (tryck på scrollknappen och för pekaren upp/ner för att flytta steget), ta ner steget något så att den inte riskerar att repa detektorn när dörren öppnas. Öppna dörren försiktigt och titta samtidigt på bilden från CCD-kameran på datorn så att inget stör dörrens rörelse eller att något tar i detektorn.

I styrprogrammet för mikroskopet visas i standardläget fyra bildrutor. Ha koll på att rätt ruta är aktiv, den du vill ändra på. Man pausar en ruta genom att trycka på F6. För att byta ruta: F5 växlar mellan helskärm och alla fyra; klicka på den ruta du vill göra stor och tryck åter F5.

Efter att provet satts in i kammaren ska trycket sänkas, tryck pump, pumpläget ska vara nopurge.

C.4 Byte av utrustning i mikroskopet

Byt detektor mot ESEM-detektorn (GSED). Tänk på att inte ta på den känsliga delen av detektorn, den smala änden. I mikroskopet finns ett fack för den rektangulära detektorn och den bakre detektorn läggs i ESEM-detektorns låda med den känsliga detektorplattan uppåt. Sätt i ESEM-detektorn och se till att det inte är något glapp. Detta kan kontrolleras

genom att man kollar på kamerabilden på datorskärmen (se figur 18), samtidigt som man rör handen bakom detektorn, studerar man då ljuset så ser man om det är glapp. Om programmet byter till ESEM mode sitter den bakre detektorn på plats. Ta bort pluggarna för vattenuttagen till vänster i mikroskopet (glöm inte att återmontera dessa när experimenten är avslutade).

C.5 Mikroskoperingsutrustning

Piezostaven (se figur 20) som sitter fastskruvad på hållaren är mycket ömtålig. Ett kylsteg skall kopplas till hållaren. Denna behöver en adapter för att passa på mikroskopets provbord. För att kylningen ska fungera bra måste det finnas luftspalter synliga mellan kylare och hållare. Det går att anpassa läget på kylaren med hjälp av plastskruvarna som finns där. För att kondensera vattendroppar till proverna används en kopparstav som kyls av kylsteget (se figur 21). Emellanåt är det bra att göra rent kopparstaven. Använd alkohol, cleanex-dukar, eller lägg den i ultraljudsbad.

Hatten som skall användas ligger i en egen låda, med lite skumgummi för att skydda den från skador. Se alltid till att den läggs tillbaka med skumgummi-bitar så att den skyddas så mycket som möjligt. Benen på hatten är mycket tunna och får inte böjas så att de blir osymmetriska. För att utsätta benen för så lite åverkan som möjligt finns ett hattställ, se figur 19. Använd en pincett för att lyfta upp hatten ur sin låda. Det finns ett spår som går runt hatten som kallas "klack". Använd bara pincetten där! Lättast är att använda en böjd pincett.

För att sätta dit en aluminumtråd med prov på hatten när den sitter i hattstället, måste två skruvar lossas. Håll dessutom alltid fast hatten när tråd med prov ska sättas i genom att applicera lite kraft nedåt på klacken. Skruva i båda skruvar igen och kontrollera att tråden sitter fast genom att med en andra pincett dra lite i tråden (uppåt) som om du skulle försöka dra loss den (håll fast hatten på hattstället genom att trycka nedåt på klacken). Om den klarar detta test så kan du vara säker på att den sitter bra.

C.6 Kontrollbord

Koppla in el och spelkontrollen. Slå på strömbrytaren på AD-omvandlaren bredvid datorn. Sätt på datorn och öppna programmet NFC 3. Det finns ytterligare en svart rektangulär låda, med lila kabel som används för att ansluta datorn mot mikroskopets D-Sub-uttag. På kontrollbordet finns en grå kabel med gul markering och en annan svart låda. Lådan, med lila kabel, skall kopplas till den svarta lådan. Sätt på den stora grå boxen, för kontrollen, vilket gör att värdet på bwd-fwd blir noll. Kontrollera i **event log** att allt ser bra ut.

C.7 Nedkoppling

Stäng av spänningen och ventilera. Sänk steget och öppna dörren försiktigt, kom ihåg att kolla på skärmen så att inget är i vägen. Ställ in rumstemperatur. Ta först bort kopparcylindern. Hämta hattstället och ta bort hatten. Kontrollera temperaturen, om

okej stäng av vattnet och lägg en näsduk under uttagen. Ta bort den högra vattenslangen först, kom ihåg att hålla den uppåt efter bortagning, i fall det finns vatten kvar i slangen. Ta nästa vattenslang och därefter resten av sladdarna. Sätt tillbaka vattenpluggarna. Skruva loss hållaren och lyft bort den, håll handen under om något har blivit löst. Håll fast steget när fästet skruvas loss. Byt ut detektorn. Var försiktig så att den inte bara hoppar av plötsligt och ta inte på känsliga delar! Håll på kanten och tryck med andra handens tummnagel i springan. Sätt tillbaka de två andra detektorerna, kom även ihåg den som förvaras i mikroskopet! Se till att det inte är glapp, lite enklare att se det på skärmen. Man vet att den sitter rätt när det på datorn byts över till low vaccum istället för ESEM. Kolla på skärmen och stäng försiktigt. Tryck på high vacuum, HV och tryck pump, samtidigt som någon trycker lätt på dörren tills man känner att den har sugit den till sig. Kolla att vakuum är ok, indikatorn lyser då grönt.

C.8 Att styra ESEM

Eftera att provet placerats i ESEM, trycket är ställt i ESEM-läge och allt har pumpat: Centrera kopparcylindern under detektorn, detta genom att ställa in x och y till 0.00. Höj upp steget till lagom höjd, håll marginal så att hatten inte tar i detektorn. Vrid orienteringen på bilden 90°. Aktivera starkströmmen till detektorn genom att trycka på HV-knappen (High Voltage - gul=ström) - lämplig spänning är 8 kV.

I fönstret finns en siffra under "WD" (Working Distance), denna berättar avståndet till det i bilden fokuserade planet (ej fysikst avstånd). Arbete ska inte ske på avstånd kortare än $4.5 \ mm$.

Vid i och urkopplande av styrkontroll, vrid ner alla spänningar genom att ställa alla koordinater för styrningen till noll. På styrkontrollsdatorn kan man även ställa in vilken hastighet som handkontrollens spakar ska resultera i. Högre speed och amplitude ger var för sig större och snabbare rörelser. Dessa parametrar återfinns i NFC 3 som reglage.

C.9 Bilder

För att ta ett foto gör följande:

- Tryck på knappen Snapshot vilken symboliseras med en kamera.
- Nu görs ett långsamt svep, sitt ner och vänta.
- Första gången varje dag kolla inställningarna:
 - File ightarrow Save As
 - Välj mapp i vår katalog (en mapp per tillfälle).
 - Välj lämpligt filnamn, om du kallar filen bild001 och har aktiverat klickrutan för seriedöpning av filer så kommer nästa bild att kallas bild002, bild003 och så vidare.
 - Filformatet som används är tif8.

- Rutan Save image with databar included ska vara ifylld, då får vi med all data om bilden längst ner.
- För att ändra vad som visas i databaren så kan man gå in under Preferences och välja vilka värden som skrivs ut.
- \bullet Om inställningarna är gjorda är det bara att klickaCtrl+Sefter att bilden svept klart.

C.10 Filmer

För att ta en film gör följande:

- Börja med att gör alla inställningar för filmen:
 - Scan \rightarrow xTm:Preferences
 - Delay: välj ett värde mellan $0.05 \rightarrow 0.20$
 - Välj filnamn enligt ovan.
 - Filtypen vi använder är avi
 - Välj mapp enligt ovan.
 - Välj Record databar
- Starta filmningen med "röd punkt" i menyraden överst.
- Avsluta inspelningen med "Pause".
- Filmen sparas automatiskt med filnamnet vi ställt in, även detta stegar praktiskt upp med ett för varje film som tas.

C.11 Tips för bättre bilder

- Wobblar bilden längst ner kolla om sladden till mikroskopet är ihopsnurrad i mikroskopsänden.
- Vid astigmatism lek runt med stigmatorerna på kontrolbordet. Tänk på stigmatorerna som ett slags fin-skärpa. Detta är mycket viktigare vid hög förstorning. Om det inte är jättefel så ska vi inte beröras av astigmatismen.
- Generellt så ska mikroskopet vara inställt så att alla fyra korsen, i boxarna med optiska inställningar, är någorlunda centrerade. Om vi ska göra inställningar är det väldigt troligt att vi kommer hålla oss nära mitten av de fyra boxarna.
- Använd shift-rattarna tillsammans med modulatorn för att justera linjeringen av optiken. Modulatorn finns i menyn till höger för att automatiskt svepa fokus, eftersträva en gaußisk oskärpa, utan rörelse vid svepning.



C.12 Bilder på laborationsutrustningen

Figur 18: Utrustningens monterad i mikroskopet.



Figur 19: Hatten i sitt ställ, med en fiber monterad.



Figur 20: Piezostav och piezohus.



Figur 21: Kylsteg med kopparcylinder.

D Ordlista

Ordlista

- **adsorption** Är ett förlopp när ett fast ämne (adsorbent) tarupp till sin yta och binder (adsorberar) ämnen från en gas eller vätska. Det är även förloppet när ett gränsskikt mellan vätska och vätska eller mellan vätska och gas attraherar komponenter från endera eller båda faserna [22].
- amorf Ett amorft ämne saknar kristallstruktur. Molekylerna ligger oordnade [22].
- **aromatisk** Här avses molekyler (kolväten) med ringstruktur, ämnen i denna grupp har ofta stark doft [22].
- **hydrogel** Material (gel) som kan vara stabila och relativt fasta vid vattenhalter långt över 99 procent [22].
- **hysteres** Ett förlopp som karaktäriseras av att processens riktning är avgörande för resultatet [22].

karboxylgrupp Namnet på den kemiska gruppen -COOH [22].

- osmotiskt tryck Den tryckskillnad när jämvikt råder vid osmos [22].
- **pektin** Är en byggsten i cellväggarna hos växter och består av högmolekylära kolhydrater [22].
- **polymer** Ett ämne med (lång) kedjestruktur. Polymerer har många leder och kan därför anta många olika former, denna egenskap bidrar till polymerernas mångsidighet [22].
- sackarid Detsamma som sockerarter. De kemiska föreningar som är basen för kolhydrater. I form av polysackarider kan de vara cellbios, vilket finns i cellulosa [22].

trakeid En typ av vattenledande cell i växter [22].