МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СОВЕТ ПО СТАНДАРТИЗАЦИИ, МЕТРОЛОГИИ И СЕРТИФИКАЦИИ
(МГС)
INTERSTATE COUNCIL FOR STANDARDIZATION, METROLOGY AND CERTIFICATION
(ISC)

МЕЖГОСУДАРСТВЕННЫЙ СТАНДАРТ

ГОСТ ISO 20705— 2022

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Количественный микроскопический анализ. Общие принципы испытания

**(ISO 20705:2019,
Textiles — Quantitative microscopical analysis — General principles of testing, IDT)**

Издание официальное

**Москва
Российский институт стандартизации
2023**

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

Цели, основные принципы и общие правила проведения работ по межгосударственной стандартизации установлены ГОСТ 1.0 «Межгосударственная система стандартизации. Основные положения» и ГОСТ 1.2 «Межгосударственная система стандартизации. Стандарты межгосударственные, правила и рекомендации по межгосударственной стандартизации. Правила разработки, принятия, обновления и отмены»

Сведения о стандарте

1 ПОДГОТОВЛЕН научно-производственным республиканским унитарным предприятием «Белорусский государственный институт стандартизации и сертификации» (БелГИСС) на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 5

2 ВНЕСЕН Государственным комитетом по стандартизации Республики Беларусь

3 ПРИНЯТ Межгосударственным советом по стандартизации, метрологии и сертификации по результатам голосования в АИС МГС (протокол от 22 ноября 2022 г. № 156-П)

За принятие проголосовали:

Краткое наименование страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Код страны по МК (ИСО 3166) 004—97	Сокращенное наименование национального органа по стандартизации
Армения	AM	ЗАО «Национальный орган по стандартизации и метрологии» Республики Армения
Беларусь	BY	Госстандарт Республики Беларусь
Киргизия	KG	Кыргызстандарт
Россия	RU	Росстандарт
Узбекистан	UZ	Узстандарт

4 Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 26 апреля 2023 г. № 270-ст межгосударственный стандарт ГОСТ ISO 20705—2022 введен в действие в качестве национального стандарта Российской Федерации с 1 июля 2023 г.

5 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ISO 20705:2019 «Текстиль. Количественный микроскопический анализ. Общие принципы испытания» («Textiles — Quantitative microscopical analysis — General principles of testing», IDT).

Международный стандарт разработан Техническим комитетом по стандартизации ISO/TC 38 «Текстиль» Международной организации по стандартизации (ISO).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для приведения в соответствие с ГОСТ 1.5—2001 (подраздел 3.6).

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочного международного стандарта соответствующий ему межгосударственный стандарт, сведения о котором приведены в дополнительном приложении ДА

6 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

Информация о введении в действие (прекращении действия) настоящего стандарта и изменений к нему на территории указанных выше государств публикуется в указателях национальных стандартов, издаваемых в этих государствах, а также в сети Интернет на сайтах соответствующих национальных органов по стандартизации.

В случае пересмотра, изменения или отмены настоящего стандарта соответствующая информация будет опубликована на официальном интернет-сайте Межгосударственного совета по стандартизации, метрологии и сертификации в каталоге «Межгосударственные стандарты»

© ISO, 2019
© Оформление. ФГБУ «Институт стандартизации», 2023



В Российской Федерации настоящий стандарт не может быть полностью или частично воспроизведен, тиражирован и распространен в качестве официального издания без разрешения Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

Содержание

1 Область применения 1
2 Нормативные ссылки 1
3 Термины и определения 1
4 Сущность метода 2
5 Оборудование 2
6 Реактивы 2
7 Подготовка испытуемых проб 2
7.1 Отбор испытуемых проб 2
7.1.1 Общие положения 2
7.1.2 Разрыхленное волокно 2
7.1.3 Лента 3
7.1.4 Пряжа 3
7.1.5 Материалы 3
7.2 Подготовка испытуемых проб на предметном стекле (LM) или заглушке (SEM) 3
7.2.1 Подготовка продольного вида для LM 3
7.2.2 Подготовка продольного вида для SEM 4
7.2.3 Подготовка поперечного вида для LM или SEM 4
8 Проведение испытаний 4
8.1 Общие положения 4
8.2 Метод оптической микроскопии 4
8.2.1 Продольный вид 4
8.2.2 Поперечный вид 5
8.3 Метод растровой (сканирующей) электронной микроскопии 5
8.3.1 Продольный вид 5
8.3.2 Поперечный вид 5
9 Расчет и представление результатов 5
9.1 Расчет на основе измерения диаметра волокна (продольный вид) 5
9.2 Расчет на основе измерения площади волокна (поперечный вид) 5
9.3 Расчет процентного содержания по массе волокна в образце ткани 6
10 Протокол испытаний 6
Приложение А (обязательное) Плотность волокна (условная) 7
Приложение В (справочное) Статистические данные 8
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочного международого стандарта межгосударственному стандарту 15
Библиография 16

Введение

Настоящий стандарт применим для количественного анализа смесей волокон текстильных материалов и изделий, которые не могут быть легко разделены механическими или химическими методами, согласно соответствующим частям ISO 1833.

Количественный микроскопический анализ основывается на способности испытателя волокон идентифицировать и подсчитывать волокна с применением методов микроскопии [оптической микроскопии (LM) или растровой (сканирующей) электронной микроскопии (SEM)] относительно каждого типа волокна в подготовленной испытуемой пробе (основываясь на наблюдаемом диаметре для продольного вида волокна или площади для поперечного вида волокна, в зависимости от типа волокна).

Процентное содержание волокон в испытуемой пробе рассчитывают исходя из количества волокон (наблюдаемого диаметра волокон или площади сечения волокна) и их соответствующей плотности. Затем рассчитывают процентное содержание волокна по массе лабораторного образца в зависимости от его структуры (разрыхленные волокна, пряжи, ткани, трикотажное полотно и пр.).

М Е Ж Г О С У Д А Р С Т В Е Н Н Ы Й С Т А Н Д А Р Т

МАТЕРИАЛЫ И ИЗДЕЛИЯ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Количественный микроскопический анализ. Общие принципы испытания

Textile materials and products. Quantitative microscopical analysis.
General principles of testing

Дата введения — 2023—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает общие методы количественного микроскопического анализа различных смесей волокон. Методы настоящего стандарта основаны на измерении наблюдаемого диаметра волокна (подготовка продольного вида) или измерении площади поперечного сечения волокна (подготовка поперечного вида) в зависимости от формы сечения волокна посредством оптической микроскопии (LM) или растровой (сканирующей) электронной микроскопии (SEM).

Примечание 1 — В случае если форма сечения волокна круглая или почти круглая, используют продольный вид. Для остальных форм сечения используют поперечный вид, также в приложении А приведена условная плотность волокон, необходимая для расчета массовой доли компонентов. Изображения форм сечения волокон можно найти в [1].

Примечание 2 — В приложении В приведены статистические данные измерений диаметра волокон (продольный вид) и измерений площади волокна (поперечный вид).

Настоящий стандарт применим для волокон и изделий из них, когда смеси волокон не могут быть разделены ручным или химическим методами.

Примеры смесей волокон: кашемир и шерсть, хлопок и лен, лен и пенька.

2 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт [для датированной ссылки применяют только указанное издание ссылочного стандарта, для недатированной — последнее издание (включая все изменения)]:

ISO 1833-1, Textiles — Quantitative chemical analysis — Part 1: General principles of testing (Текстиль. Количественный химический анализ. Часть 1. Общие принципы испытания)

3 Термины и определения

В настоящем стандарте применен следующий термин с соответствующим определением.

Международные организации ISO и IEC поддерживают терминологические базы данных для использования в области стандартизации, доступные по следующим адресам:

- платформа онлайн-просмотра ISO доступна на: gost.e-ecolog.ru ;
- Электропедия IEC доступна на: gost.e-ecolog.ru .

3.1 **единица испытуемой пробы** (test specimen unit): Линейная часть одной нити.

Примечание 1 — Длина единицы испытуемой пробы зависит от размера держателя испытуемой пробы.

Примечание 2 — Данное определение неприменимо для испытуемой пробы, подготовленной из образцов разрыхленного волокна (см. 7.1.2) или ленты (см. 7.1.3).

Издание официальное

4 Сущность метода

Изображение продольного вида фрагментов волокон (соответственно изображение поперечного вида), составляющих испытуемую пробу, увеличивают до соответствующего масштаба/размера под оптическим электронным микроскопом или растровым (сканирующим) электронным микроскопом. Волокна всех типов, находящиеся в испытуемой пробе, идентифицируют по морфологической структуре волокна, подсчитывают их количество и измеряют индивидуальный наблюдаемый диаметр (соответственно площадь сечения) волокна. Процентное содержание волокон в смеси определяют по массе с учетом соответствующей плотности волокон.

Если возможно разделение компонентов химическим методом, следует использовать метод, описанный в отдельных частях ISO 1833, а не микроскопические методы.

5 Оборудование

5.1 Микроскоп проходящего света, состоящий из источника света, светового конденсора, столика, объектива, окуляра с измерительной шкалой (калиброванной сеткой или микронной шкалой). Объектив и окуляр должны обеспечивать увеличение на экране от 150^{x} до 500^{x}.

Столик под действием раздвижного механизма, осуществляющего его перемещение с шагом 1,0 мм, должен перемещаться в двух взаимно перпендикулярных направлениях.

Допускается использовать проекционный световой микроскоп (PLM).

Примечание — Описание PLM можно найти в [2].

5.2 Растровый (сканирующий) электронный микроскоп, состоящий из вакуумной системы, электронной оптической системы, системы сбора и формирования сигналов, системы отображения информации и программного обеспечения.

Примечание — Описание метода калибровки увеличения изображений, полученных с помощью растрового (сканирующего) электронного микроскопа (SEM), с использованием соответствующего эталонного материала можно найти в [7].

5.3 Принадлежности

5.3.1 Ножницы, пинцет, игла для препарирования, обтирочная ткань, часовое стекло и др.

5.3.2 Предметные и покровные стекла.

5.3.3 Микротом.

6 Реактивы

6.1 Нейтральная жидкая среда (например, жидкий парафин).

6.2 Смола, 2-гидроксиэтилметакрилат.

7 Подготовка испытуемых проб

7.1 Отбор испытуемых проб

7.1.1 Общие положения

Выполняют общую процедуру, описанную в ISO 1833-1, после чего проводят отбор проб следующим образом. Лабораторный испытуемый образец должен быть представительным для исходного материала (лабораторного образца), предназначенного для испытаний, и достаточным для подготовки необходимого количества проб.

При отборе образцов необходимо учитывать, что материалы могут содержать пряжу разного состава.

Отбор испытуемых проб разрыхленного волокна проводят согласно 7.1.2, ленты — согласно 7.1.3, пряжи — согласно 7.1.4 и материалов — согласно 7.1.5.

7.1.2 Разрыхленное волокно

Размещают лабораторный образец в одной плоскости на испытательном столе. Берут пинцетом случайным образом необходимое количество волокон, но не менее 20 небольших порций сверху и снизу образца.

Перемешивают до образования однородной смеси и делят на две равные части.

Распределяют отобранные волокна таким образом, чтобы они представляли собой два пучка с практически параллельными волокнами, которые используют в качестве двух испытуемых проб «разрыхленного волокна».

7.1.3 Лента

Разрезают лабораторный образец ленты на две части длиной, превышающей длину держателя испытуемой пробы (предметное стекло, SEM-заглушка или трубка).

Отбирают соответствующее количество пучков волокна в продольном направлении из каждой части ленты.

7.1.4 Пряжа

Разрезают лабораторный образец пряжи на две части длиной, превышающей длину держателя испытуемой пробы (предметное стекло, SEM-заглушка или трубка).

При необходимости пряжу разделяют на компоненты путем раскручивания и получают единицы испытуемой пробы.

Например, в случаях:

- одиночной пряжи; непосредственно единица испытуемой пробы;
- пряжи, состоящей из двух скрученных одиночных пряж; раскручивают крученую пряжу, разделяя на две одиночные пряжи. Затем из одной начальной части получают две единицы испытуемой пробы (всего четыре единицы испытуемой пробы);
- пряжи, состоящей из двух скрученных крученых пряж; раскручивают пряжу, разделяя на две крученые пряжи, затем каждую из крученых пряж раскручивают, разделяя на две одиночные пряжи. Затем из одной начальной части получают четыре единицы испытуемой пробы (всего восемь единиц испытуемой пробы).

7.1.5 Материалы

7.1.5.1 Ткани

Распускают ткань на пряжи основы и утка, чтобы получить пару (пары) репрезентативных пряж из двух разных мест в каждом направлении.

После распускания ткани на отдельные группы пряж основы и утка подготовку каждой группы пряжи проводят по 7.1.4 и получают единицы испытуемых проб.

Разрезают пряжу, отобранную от лабораторного образца ткани, на отрезки длиной, превышающей длину держателя испытуемой пробы (предметное стекло, SEM-заглушка или трубка).

Например, в случаях:

- тканей, выработанных из одиночной пряжи по основе и утку; отбирают две одиночные пряжи по направлению основы (одна пара) и две одиночные пряжи по направлению утка (одна пара). Всего подготавливают четыре единицы испытуемых проб;
- тканей, выработанных из крученой пряжи по основе и утку; отбирают две крученые пряжи по направлению основы (одна пара крученой пряжи) и две крученые пряжи по направлению утка (одна пара крученой пряжи). Каждую крученую пряжу подготавливают в соответствии с 7.2. Всего подготавливают восемь единиц испытуемой пробы.

7.1.5.2 Трикотажные полотна

Распускают трикотажное полотно на пряжу, чтобы получить пару (пары) репрезентативных пряж из двух разных мест.

После распускания трикотажного полотна на пряжу подготовку пряжи проводят по 7.1.4 и получают единицы испытуемых проб.

Разрезают пряжу, отобранную от лабораторного образца трикотажного полотна, на отрезки длиной, превышающей длину держателя испытуемой пробы (предметное стекло, SEM-заглушка или трубка).

7.2 Подготовка испытуемых проб на предметном стекле (LM) или заглушке (SEM)

7.2.1 Подготовка продольного вида для LM

Подготовку единицы испытуемой пробы (проб) осуществляют так, как описано ниже. Отбор испытуемых проб осуществляют в соответствии с 7.1.

На каждый отдельный участок капают соответствующее количество жидкой среды (6.1). Отрезают волокна от пучка или от единицы испытуемой пробы и помещают их на два разных участка предметного стекла. Равномерно распределяют фрагменты волокна, перемешивая его препаровальной иглой.

Покровное стекло подходящего размера осторожно накладывают на смесь волокон и жидкой среды, избегая образования пузырьков воздуха.

Если толщина подготовленных фрагментов не позволяет измерить диаметр, должно быть подготовлено еще одно предметное стекло.

Подготавливают не менее двух предметных стекол.

Если необходимо получить более точные результаты испытаний, следует подсчитать более тысячи волокон.

В том случае, если части пряжи содержат от 100 до 120 волокон, необходимо подготовить не менее 10 предметных стекол.

7.2.2 Подготовка продольного вида для SEM

Подготовку единицы испытуемой пробы (проб) осуществляют так, как описано ниже. Отбор испытуемых проб осуществляют в соответствии с 7.1.

Отрезают волокна от пучка или от единицы испытуемой пробы и помещают их на заглушку SEM. Подготавливают не менее двух заглушек.

7.2.3 Подготовка поперечного вида для LM или SEM

Подготовку единицы испытуемой пробы (проб) осуществляют так, как описано ниже. Отбор испытуемой пробы или единицы испытуемой пробы осуществляют в соответствии с 7.1.

Несколько раз удваивают пучок волокон или несколько раз складывают единицу испытуемой пробы, чтобы заполнить трубку перед заполнением трубки смолой (6.2).

Примечание — Чтобы сократить время подготовки заглушки SEM, различные единицы испытуемой пробы могут помещаться на одну заглушку SEM при условии, что они остаются различимыми.

Подготавливают не менее двух поперечных сечений волокон в пучке, помещенном в трубку, с применением соответствующей процедуры для типа микротома (5.3.3).

8 Проведение испытаний

8.1 Общие положения

Идентификация волокон может проводиться в соответствии с [1].

Для каждой испытуемой пробы общее число исследуемых волокон должно быть не менее 600.

8.2 Метод оптической микроскопии

8.2.1 Продольный вид

Помещают предметное стекло на столик микроскопа, располагая покровное стекло в направлении объектива. После того как волокна осядут, предметное стекло исследуют на различных участках. Исследование начинают с перемещения предметного стекла до тех пор, пока не сфокусируется угол покровного стекла. Затем перемещают предметное стекло на 1,0 мм (к B), потом — вдоль волокна в перпендикулярном направлении, делая первую область видимой на экране.

Перемещают предметное стекло шагами по 1,0 мм, используя механизм перемещения по 5.1, и анализируют остальные волокна на каждом участке, как предыдущие. Продолжают перемещение до края покровного стекла C. Перемещают предметное стекло в поперечном направлении на 1,0 мм и продолжают второе перемещение, затем третье и т. д., следуя схеме A B C D E F G и т. д. (см. рисунок 1) до тех пор, пока не будут выполнены все исследования.

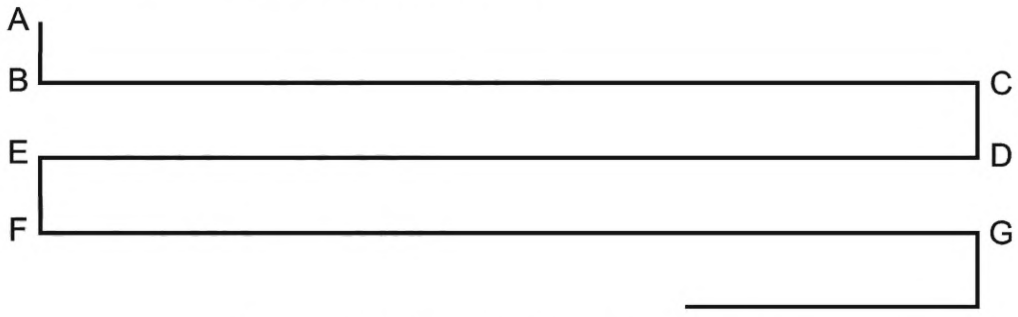


Рисунок 1 — Исследование испытуемой пробы

Измеряют диаметр каждого волокна после исследования, подсчитывают их количество и записывают результат.

8.2.2 Поперечный вид

Помещают предметное стекло на столик микроскопа.

Фокусировку проводят на различных участках: вначале на малом увеличении определяют волокно, а затем при большем увеличении исследуют детали волокна.

Повторяют процедуру в других точках до тех пор, пока исследование не будет выполнено полностью.

Измеряют площадь каждого волокна после исследования, подсчитывают их количество и записывают результат.

8.3 Метод растровой (сканирующей) электронной микроскопии

8.3.1 Продольный вид

Помещают заглушку в растровый (сканирующий) электронный микроскоп (SEM). Фокусировку проводят на различных исследуемых участках. Исследование начинают с перемещения заглушки к A. Затем перемещают заглушку (к B), потом — вдоль волокна в перпендикулярном направлении, делая первую область видимой на экране.

Перемещают заглушку несколькими шагами и исследуют остальные волокна на каждом участке как предыдущие, при этом ширина шага должна быть подходящей для заглушки. Продолжают перемещение до C. Перемещают заглушку в поперечном направлении и продолжают второе перемещение, затем третье и т. д., следуя схеме A B C D E F G и т. д. (см. рисунок 1) до тех пор, пока не будет выполнено необходимое число измерений (за диаметр волокна D_i принимают его ширину).

Измеряют диаметр каждого волокна после исследования, подсчитывают количество волокон и записывают результат.

8.3.2 Поперечный вид

Помещают заглушку в растровый (сканирующий) электронный микроскоп (SEM). Фокусировку проводят на различных участках: вначале на малом увеличении определяют волокно, а затем при большем увеличении исследуют детали волокна.

Повторяют процедуру в других точках до тех пор, пока не будет выполнено необходимое число измерений (площадь поперечного сечения волокна A_i).

Измеряют площадь поперечного сечения каждого волокна после исследования, подсчитывают количество волокон и записывают результат.

9 Расчет и представление результатов

9.1 Расчет на основе измерения диаметра волокна (продольный вид)

Содержание волокон каждого компонента *i* рассчитывают как процентное содержание по массе, используя формулу (1).

$$P_i = \frac{N_i D_i^2 \rho_i}{\sum\left[N_i D_i^2 \rho_i\right]} \cdot 100, \quad (1)$$

где P_i — процентное содержание по массе компонента *i*, %;

N_i — количество волокон, подсчитанных для компонента *i*;

D_i — средний диаметр компонента *i*, мкм;

ρ_i — плотность компонента, входящего в состав волокна, в граммах на кубический сантиметр (г/см^3) согласно таблице А.1 приложения А.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов измерений двух испытаний. Если расхождение между результатами двух испытаний превышает 3 %, необходимо проводить испытания третьего образца, в этом случае за результат испытаний должно приниматься среднее арифметическое результатов измерений трех испытаний.

Результат определения содержания волокна округляют до первого десятичного знака.

9.2 Расчет на основе измерения площади волокна (поперечный вид)

Содержание волокон каждого компонента *i* рассчитывают как процентное содержание по массе, используя формулу (2).

$$P_i = \frac{N_i A_i \rho_i}{\Sigma[N_i A_i \rho_i]} \cdot 100, \quad (2)$$

где P_i — процентное содержание по массе компонента i, %;

N_i — количество волокон, подсчитанных для компонента i;

A_i — средняя площадь поперечного сечения компонента i, мкм^2;

ρ_i — плотность компонента в граммах на кубический сантиметр (г/см^3) согласно таблице А.1 приложения А.

За результат испытаний принимают среднее арифметическое результатов измерений двух испытаний. Если расхождение между результатами двух испытаний превышает 3 %, необходимо проводить испытания третьего образца, в этом случае за результат испытаний должно приниматься среднее арифметическое результатов измерений трех испытаний.

Результат измерения содержания волокна округляют до первого десятичного знака.

9.3 Расчет процентного содержания по массе волокна в образце ткани

Содержание волокон каждого компонента в образце ткани рассчитывают как процентное содержание по массе, используя формулу (3).

$$P_i = \frac{P_{iT} \cdot W_T + P_{iW} \cdot W_W}{W_T + W_W} \cdot 100, \quad (3)$$

где P_i — процентное содержание по массе какого-либо компонента в образце ткани, %;

P_{iT} — процентное содержание по массе какого-либо компонента пряжи основы в образце ткани, %;

W_T — масса пряжи основы образца ткани;

P_{iW} — процентное содержание по массе какого-либо компонента пряжи утка в образце ткани, %;

W_W — масса пряжи утка образца ткани.

10 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен включать следующее:

a) ссылку на настоящий стандарт;

b) вид образца (например, волокно, пряжа, образец материала, готовое изделие);

c) идентификацию образца (например, номер партии, артикул);

d) метод отбора проб;

e) количество испытуемых проб;

f) тип аппаратуры: LM или SEM;

g) виды идентифицированных волокон;

h) общее количество измерений;

i) для каждого вида волокна: среднее значение диаметра волокна (продольный вид) или площадь поперечного сечения волокна (поперечный вид), число подсчитанных волокон и их плотность;

j) процентное содержание волокон каждого компонента;

k) любое отклонение от настоящего метода.

Приложение А
(обязательное)

Плотность волокна (условная)

В таблице А.1 приведена условная плотность волокон, в г/см^3, применяемая при расчете массовой доли компонентов, см. формулы (1) и (2).

Примечание — Приведенный список составлен на основе [1], таблица G.1.

Таблица А.1 — Плотность волокон

Волокно		Плотность, г/см^3
Эластодиеновое		0,95
Пенька		1,51
Хлопок		1,51
Джут		1,51
Шерсть		1,34
Лен		1,51
Рами		1,51
Шелк		1,32
Ацетатное		1,33
Вискоза/высокомодульное вискозное/лиоцелл		1,51
Акриловое		1,18
Модакриловое		1,30
Хлорволокно		1,40
Эластан		1,20
Полиамидное	«6»:	1,12
	«6,6»:	1,14
	«11»:	1,04
Полиэфирное		1,38
Полипропиленовое		0,91
Полиэтиленовое		0,95
Стекловолокно		2,60
Арамидное	«пара»:	1,45
	«мета»:	1,38

Приложение В
(справочное)

Статистические данные

В.1 На основе измерений диметра волокна (продольный вид)

В 2016 году в пяти лабораториях был проведен анализ образца трикотажного полотна, изготовленного из смеси шерсти и лиоцелла, с применением метода оптической микроскопии (LM). Для статистических данных были приняты во внимание результаты испытаний четырех лабораторий (поскольку результаты одной лаборатории не учитывались из-за проблем в ходе измерений).

Для расчета процентного содержания по массе каждого волокна использовались следующие плотности волокон: 1,34 г/см^3 для шерсти и 1,51 г/см^3 для лиоцелла. Результаты анализа представлены в таблице В.1.

Статистические данные рассчитаны согласно [4], приложение С, с использованием робастного алгоритма А (среднее значение, стандартное отклонение и тип неопределенности u_X) и робастного алгоритма S (повторяемость и воспроизводимость). Статистические данные рассчитаны только по процентному содержанию по массе шерстяного волокна и представлены в таблице В.2.

Таблица В.1 — Результаты анализа

		Лаборатория А		Лаборатория В		Лаборатория С		Лаборатория D	
		Единица испытуемой пробы		Единица испытуемой пробы		Единица испытуемой пробы		Единица испытуемой пробы	
		1	2	1	2	1	2	1	2
Шерсть	Число подсчитанных волокон	670	719	268	Не определено	2 316	1 508	148	168
	Средний диаметр волокна (мкм)	19,0	18,6	19,4	Не определено	19,0	18,7	20,3	20,2
	Процентное содержание по массе (%)	50,1	49,5	48,0	Не определено	49,7	49,2	50,9	53,6
Лиоцелл	Число подсчитанных волокон	799	872	332	Не определено	2 851	1 849	185	184
	Средний диаметр волокна (мкм)	16,4	16,0	17,1	Не определено	16,2	16,2	16,8	16,9
	Процентное содержание по массе (%)	49,9	50,5	52,0	Не определено	50,3	50,8	49,1	46,4

Таблица В.2 — Статистические данные согласно [4], приложение С

Использование робастного алгоритма А		Использование робастного алгоритма S	
Среднее значение/процентное содержание по массе (%)	49,9	Повторяемость, стандартное отклонение [предел]	1,3 [3,5]
Стандартное отклонение	2,0	Воспроизводимость, стандартное отклонение [предел]	2,2 [6,0]
Тип неопределенности u_X	1,25		

В.2 На основе измерения площади волокна (поперечный вид)

В.2.1 Рекомендации по измерению площади волокна

Изображения поперечного вида волокна (выполненные посредством растровой (сканирующей) электронной микроскопии (SEM)) были предоставлены в 2018 г. в семь лабораторий. Лабораториям было предложено использовать шкалу, представленную с изображениями, и выразить площадь в мкм^2. Было отмечено, что для измерения площади одна лаборатория использовала «бумажный метод», все остальные использовали различное программное обеспечение.

Для площади каждого волокна: на основании семи результатов измерений были рассчитаны («робастное») значение, («робастное») стандартное отклонение, тип неопределенности u_X согласно [4], пункт С.3.1, алгоритм А; а затем рассчитаны расхождения.

Сведения об измерении стекловолокон (площадь в мкм^2) приведены на рисунке В.1 и в таблице В.3.

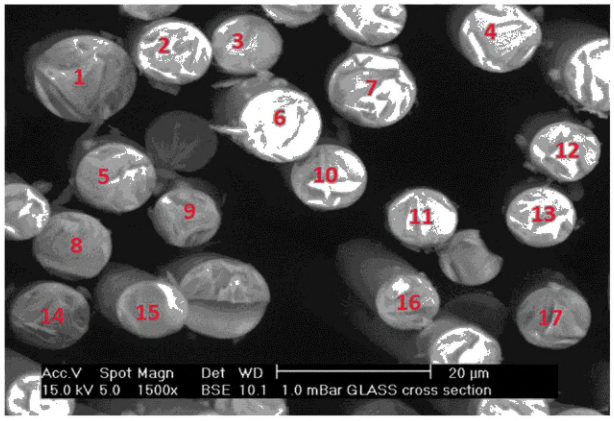


Рисунок В.1 — Поперечный вид стекловолокон

Таблица В.3 — Результаты, относящиеся к рисунку В.1

Волокно n°	Лаборатория A	Лаборатория B	Лаборатория C	Лаборатория D	Лаборатория E	Лаборатория F	Лаборатория G	x^*	s^*	u_X
1	137,9	115,8	123,1	121,2	118,2	131	119,8	124	8	4
2	74,7	63,1	65,6	65,3	62,5	69	63,5	66	4	2
3	67,2	58,9	60,7	59,4	55,5	62	56,1	60	4	2
4	86,6	77,8	80,2	78,7	74,1	83	76,1	80	5	2
5	86,6	77,9	75,8	76,9	73,2	80	74,5	77	4	2
6	99,4	85,2	81,9	85,8	82,6	90	82,2	86	5	2
7	103,9	90	93,4	90,2	87,1	97	89	93	6	3
8	86,6	69,8	73,3	73,4	69,7	77	68,8	73	5	2
9	67,2	54,3	56	56,6	53,2	57	53,6	56	3	1
10	78,5	68,5	67,3	68,9	65,6	73	68,6	70	4	2
11	70,9	55,4	58	58,2	55,3	61	56,2	58	3	2
12	67,2	57,4	57,1	58,5	55,6	61	56,1	58	3	1
13	67,2	55	58,7	58,1	56,1	61	58,3	59	3	2
14	86,6	71,1	78,4	74,2	73	78	66,8	75	7	3
15	63,6	56,3	61,3	56,9	55,1	61	56,2	59	4	2
16	56,7	48,2	51,2	49,6	47,2	51	48	50	3	1
17	78,5	63,7	68,7	65,6	63	69	64,2	67	4	2

Сведения об измерении полипропиленовых волокон приведены на рисунке В.2 и в таблице В.4.

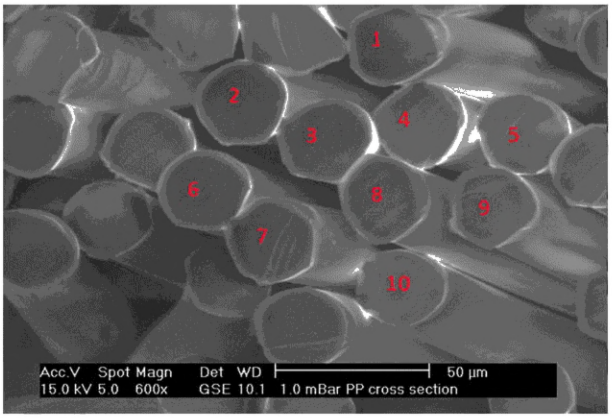


Рисунок В.2 — Поперечный вид полипропиленовых волокон

Таблица В.4 — Результаты, относящиеся к рисунку В.2

Волокно n°	Лаборатория A	Лаборатория B	Лаборатория C	Лаборатория D	Лаборатория E	Лаборатория F	Лаборатория G	x^*	s^*	u_X
1	713,7	576,6	699,7	609,4	606	744	612,1	652	74	35
2	756,9	594,9	673,2	651,2	646,5	714	639,1	668	60	28
3	775,1	636,8	682	644,7	639,5	716	659,3	675	48	23
4	704,8	573,5	645,9	619,2	607,7	683	591,2	632	55	26
5	672,3	573,1	634,8	637,3	591,7	698	597,9	629	51	24
6	725	601,2	656,2	627,2	608,1	694	598,3	644	56	27
7	738,2	634	681,3	666,8	623,8	701	616,4	666	51	24
8	771,8	586,9	673,9	643,7	588,2	703	569,7	648	83	39
9	697,7	594,8	639,2	587,8	561,6	635	534,3	607	62	29
10	677,1	569,4	617,1	591,7	560,4	640	522,6	597	59	28

Сведения об измерении полиэфирных волокон приведены на рисунке В.3 и в таблице В.5.

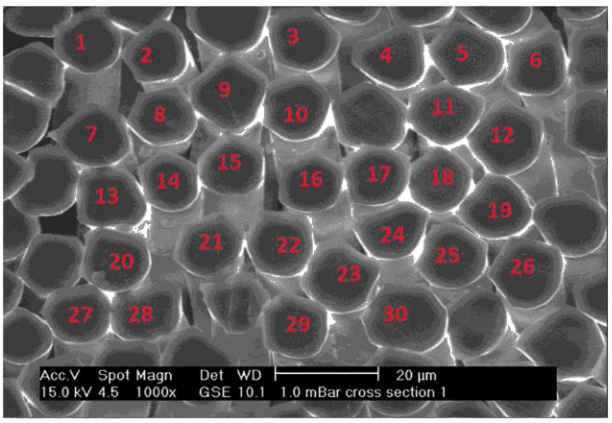
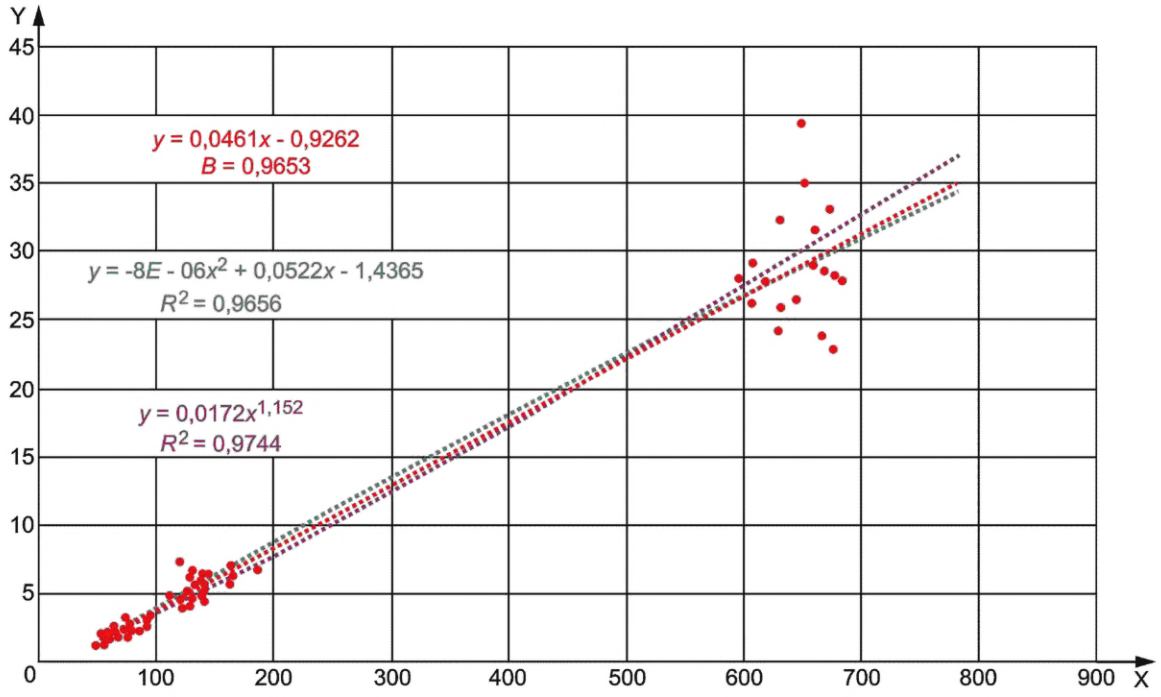


Рисунок В.3 — Поперечный вид полиэфирных волокон

Таблица B.5 — Результаты, относящиеся к рисунку B.3

Волокно n°	Лаборатория A	Лаборатория B	Лаборатория C	Лаборатория D	Лаборатория E	Лаборатория F	Лаборатория G	x^*	s^*	u_X
1	151	122,1	134	126,7	124,1	138	126,5	131	10	5
2	134,8	108,3	170,7	114,7	112,2	125	114,6	122	15	7
3	162,3	133,8	147	138,6	130,5	150	135	142	12	6
4	157,1	130,3	145,7	132	126,7	141	127,3	137	12	6
5	167,6	131,5	151,8	137,1	134,2	150	136,7	144	13	6
6	141,7	118,9	131,8	122,2	117,1	135	118,2	126	11	5
7	158,8	128,9	147	136,4	131	150	138,8	142	12	6
8	141,4	112,6	127,8	120,7	116,4	127	115,8	122	10	5
9	185	153,8	173,1	159,7	156,4	178	159,5	167	14	6
10	167,9	135,3	142,7	139,9	134	149	133,7	141	9	4
11	166,1	128,4	142,2	139,9	134,6	149	136,7	141	11	5
12	184,9	148,2	169,1	160,5	151,5	172	153,7	163	15	7
13	166,3	128,6	142,7	136,3	133,5	151	133,6	141	13	6
14	132,6	103,2	117,4	107,7	105,3	119	110,4	113	10	5
15	147,6	114,4	133,4	125,7	118,2	138	126,7	129	13	6
16	148,2	119,4	137,9	123,3	116,3	133	121	128	13	6
17	153,4	127,8	129,7	127,9	118,8	138	124,5	130	10	5
18	140,6	116,3	124,9	116,7	115,3	129	119	122	9	4
19	149,3	120,6	139,5	128,9	126,9	143	126	133	12	6
20	160,3	125,1	144,6	138	129,5	148	134,7	140	14	6
21	147,8	120,1	147,3	123,5	120,9	138	123,5	132	14	7
22	167,7	128,6	148,6	142,7	134	152	140,7	145	14	6
23	191,3	152,3	160,1	157,4	154,3	174	160,7	163	12	6
24	137,9	117,9	124,6	116,9	116,1	130	119,6	123	8	4
25	160,2	132,7	141,7	139,4	131,8	149	136,5	141	10	5
26	184,9	149	169,4	155,7	149,9	168	156	161	14	6
27	148	127,3	129,4	125,7	118,9	135	123,4	129	9	4
28	158	140,1	138,2	138,9	130	147	129,1	140	11	5
29	165,6	130,4	141,4	136,1	128,5	145	135,6	139	10	5
30	212,5	171,9	187,2	177,3	172,9	195	184,2	185	14	7

На рисунке B.4 представлена неопределенность u_X относительно средних значений (корреляция) результатов измерения площади, полученная с использованием трех моделей (в качестве основной можно использовать линейную модель).



Y — ордината, мкм^2; X — абсцисса, мкм^2

Рисунок В.4 — Корреляция неопределенности относительно робастных значений

В заключение следует отметить, что (априорная) неопределенность u_X составила 4,6 % от среднего значения (по серии измерений одной и той же площади волокна).

В.2.2 Количественный анализ двухкомпонентной смеси

В.2.2.1 Общие положения

Смесь волокон представляла собой пряжу, изготовленную из волокон кашемира и шелка.

Количественный анализ для сравнения результатов основывался на микроскопическом и химическом (согласно [8]) методах.

В.2.2.2 Микроскопический метод

Изображения поперечного вида волокна (30 изображений, выполненных посредством оптической микроскопии LM; см. рисунок В.5) были предоставлены в 2019 г. в четыре лаборатории. Лабораториям было предложено использовать шкалу, представленную с изображениями, идентифицировать каждое волокно как «кашемир», «шелк» или «отбракованное» и для каждого изображения и каждого пронумерованного волокна (для волокон кашемира и шелка) зарегистрировать их площадь (в мкм^2).

Для каждой площади волокна результаты четырех измерений использовались для расчета среднего значения только в том случае, если волокно было единогласно идентифицировано участвующими лабораториями. Это означает, что если одна из лабораторий иначе идентифицировала рассматриваемое волокно, то результаты измерения не принимались.

Для расчета процентного содержания по массе каждого волокна использовались следующие значения плотности волокон: 1,34 г/см^3 для кашемира и 1,32 г/см^3 для шелка.

См. таблицу В.6.

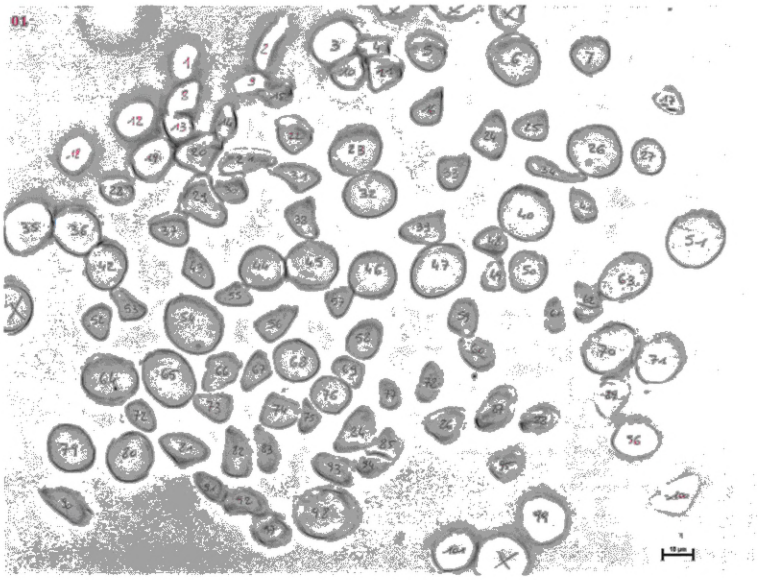


Рисунок В.5 — Поперечный вид пряжи кашемир/шелк (одно изображение из 30)

Таблица В.6 — Результаты анализа пряжи кашемир/шелк, полученные при применении микроскопического метода

Лаборатория	Волокно	Номер	Площадь, мкм^2	Плотность, г/см^3	Процентное содержание по массе, %
Лаборатория A	Кашемир	1 099	215,3	1,34	62,1
	Шелк	1 402	104,3	1,32	37,9
Лаборатория B	Кашемир	1 126	174,0	1,34	71,0
	Шелк	1 109	73,1	1,32	29,0
Лаборатория C	Кашемир	957	208,8	1,34	67,5
	Шелк	1 097	88,9	1,32	32,5
Лаборатория D	Кашемир	1 154	194,2	1,34	66,7
	Шелк	1 263	90,0	1,32	33,3
Все	Кашемир	905	202,4	1,34	68,4
	Шелк	982	87,4	1,32	31,6

В.2.2.3 Химический метод

В лаборатории была предоставлена пряжа кашемир/шелк для проведения химического анализа на трех испытуемых пробах в соответствии с [8] (смеси шелковых волокон с другими белковыми волокнами, метод с использованием серной кислоты).

Для расчета процентного содержания по массе каждого волокна (таблица В.7) использовались следующие значения остаточной влажности волокон: 18,25 % для кашемира и 11,0 % для шелка.

Полученные значения определялись на основании всех значений, представленных участниками согласно [4], пункт 7.7. Робастное значение x^* и робастное стандартное отклонение s^* были рассчитаны согласно [4], алгоритм А. Повторяемость r была рассчитана согласно [4], алгоритм S. Межгрупповая дисперсия s_L^2 выводилась через s^* и r. Воспроизводимость R выводилась через r и s_L согласно [3], формула (74). См. таблицу В.8.

Приписанное значение основывается на робастном значении.

Квалификация лаборатории выражается в виде значения показателя z, рассчитанного с использованием робастного стандартного отклонения s^* в качестве стандартного отклонения для проверки квалификации согласно [4], пункт 9.4, в том числе в случаях, если квалификация лаборатории выражается в виде значения показателя z' согласно [4], пункт 9.5.

Таблица В.7 — Результаты расчета процентного содержания по массе кашемира, полученные лабораториями при применении химического метода

Лаборатория	Повторение 1	Повторение 2	Повторение 3	Показатель z'	Среднее значение	Стандартное отклонение
A	68,62	68,78	69,10	−0,93	68,8	0,24
B	70,02	69,96	69,90	0,23	70,0	0,06
C	70,25	70,21	70,40	0,57	70,3	0,10
D	68,52	68,66	69,47	−0,88	68,9	0,51
E	70,82	71,21	71,41	1,46	71,2	0,30
F	69,89	69,82	70,19	0,24	70,0	0,20
G	69,32	69,15	68,51	−0,76	69,0	0,43
H	69,39	70,28	69,97	0,15	69,9	0,45

Таблица В.8 — Результаты расчета процентного содержания по массе кашемира, полученные при применении химического метода

«Робастное» среднее значение			69,7
«Робастное» стандартное отклонение			0,9
Тип неопределенности u_X			0,4
Диапазон допустимых значений		от	67,8
		до	71,7
Повторяемость r	Стандартное отклонение		0,3
	предел		±1,0
Воспроизводимость R	Стандартное отклонение		0,9
	предел		±2,6

В.2.2.4 Сравнение микроскопического и химического методов

Сравнение результатов анализа, представленных в таблице В.9, позволяет сделать вывод, что результаты анализа, полученные микроскопическим методом, в данном случае аналогичны результатам анализа, полученным химическим методом.

Таблица В.9 — Сравнение микроскопического и химического методов

	Кашемир, %	Шелк, %
Микроскопический анализ	68,4 %	31,6 %
Химический анализ	69,7 %	30,3 %

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочного международного стандарта межгосударственному стандарту

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего межгосударственного стандарта
ISO 1833-1	IDT	ГОСТ ISO 1833-1—2022 «Материалы и изделия текстильные. Количественный химический анализ. Часть 1. Общие принципы испытаний»[1)]
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

[1)] В Российской Федерации действует ГОСТ ISO 1833-1—2011 «Материалы текстильные. Количественный химический анализ. Часть 1. Общие принципы испытаний».

Библиография

[1] ISO/TR 11827:2012 Textiles — Composition testing — Identification of fibres (Текстиль. Испытания для определения состава. Идентификация волокон)

[2] ISO 137 Wool — Determination of fibre diameter — Projection microscope method (Шерсть. Определение диаметра волокна. Метод проекционной микроскопии)

[3] ISO 5725-5:1998 Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results — Part 5: Alternative methods for the determination of the precision of a standard measurement method (Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 5. Альтернативные методы определения прецизионности стандартного метода измерения)

[4] ISO 13528:2015 Statistical methods for use in proficiency testing by interlaboratory comparison (Методы статистические, применяемые при проверке технической компетентности лабораторий посредством межлабораторных сличений)

[5] ISO 17751 (все части) Textiles — Quantitative analysis of cashmere, wool, other specialty animal fibres and their blends (Текстиль. Количественный анализ кашемира, шерсти, других специальных волокон животного происхождения и их смесей)

[6] AATCC Test Method 20A-2004 Fiber Analysis: Quantitative (Анализ волокон: количественный)

[7] ISO 16700:2016 Microbeam analysis — Scanning electron microscopy — Guidelines for calibrating image magnification (Микролучевой анализ. Сканирующая электронная микроскопия. Руководство по калибровке увеличения изображения)

[8] ISO 1833-18 Textiles — Quantitative chemical analysis — Part 18: Mixtures of silk with other protein fibres (method using sulfuric acid) (Материалы текстильные. Количественный химический анализ. Часть 18. Смеси натурального шелкового волокна и шерстяного волокна или волокна из волос животных (метод с использованием серной кислоты))

УДК 677.014.66:006.35 МКС 59.060.01 IDT

Ключевые слова: текстильные материалы, волокна, идентификация, количественный микроскопический анализ, оптическая микроскопия, растровая электронная микроскопия, процентное содержание

Редактор *В.Н. Шмельков*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *С.В. Смирнова*
Компьютерная верстка *И.А. Налейкиной*

Сдано в набор 28.04.2023. Подписано в печать 23.05.2023. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,24.

Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта

Создано в единичном исполнении в ФГБУ «Институт стандартизации»
для комплектования Федерального информационного фонда стандартов,
117418 Москва, Нахимовский пр-т, д. 31, к. 2.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru