ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р ИСО 17751— 2016

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Количественный анализ волокон животного происхождения методом микроскопии. Кашемир, шерсть, специальные волокна и их смеси

**(ISO 17751:2007,
Textiles — Quantitative analysis of animal fibres by microscopy — Cashmere, wool, speciality fibres and their blends,
IDT)**

Издание официальное

Москва
Стандартинформ
2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстильная и легкая промышленность», открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного перевода на русский язык англоязычной версии стандарта, указанного в пункте 4

2 ВНЕСЕН Управлением технического регулирования и стандартизации Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии

3 УТВЕРЖДЕН И ВВЕДЕН В ДЕЙСТВИЕ Приказом Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии от 6 июня 2016 г. № 525-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному стандарту ИСО 17751:2007 «Текстиль. Количественный анализ волокон животного происхождения методом микроскопии. Кашемир, шерсть, специальные волокна и их смеси» (ISO 17751:2007 «Textiles — Quantitative analysis of animal fibres by microscopy — Cashmere, wool, speciality fibres and their blends», IDT).

Наименование настоящего стандарта изменено относительно наименования указанного международного стандарта для увязки с наименованиями, принятыми в существующем комплексе национальных стандартов Российской Федерации.

При применении настоящего стандарта рекомендуется использовать вместо ссылочных международных стандартов соответствующие им национальные стандарты Российской Федерации, сведения о которых приведены в дополнительном приложении ДА

5 ВВЕДЕН ВПЕРВЫЕ

*Правила применения настоящего стандарта установлены в ГОСТ Р 1.0—2012 (раздел 8). Информация об изменениях к настоящему стандарту публикуется в ежегодном (по состоянию на 1 января текущего года) информационном указателе «Национальные стандарты», а официальный текст изменений и поправок — в ежемесячном информационном указателе «Национальные стандарты». В случае пересмотра (замены) или отмены настоящего стандарта соответствующее уведомление будет опубликовано в ближайшем выпуске ежемесячного информационного указателя «Национальные стандарты». Соответствующая информация, уведомление и тексты размещаются также в информационной системе общего пользования — на официальном сайте Федерального агентства по техническому регулированию и метрологии в сети Интернет (*gost.e-ecolog.ru

© Стандартинформ, 2016

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 Предупреждения 1
3 Нормативные ссылки 1
4 Термины и определения 1
5 Сущность метода 2
6 Аппаратура и реактивы 3
7 Подготовка образцов для испытаний 4
8 Порядок проведения испытаний 5
9 Протокол испытаний 9
Приложение А (справочное) Чешуйчатые структуры волокон кашемира и шерсти 10
Приложение В (справочное) Процедуры отбора проб и подготовки образцов 13
Приложение С (справочное) Прецизионность 14
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации 16
Библиография 17

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Количественный анализ волокон животного происхождения методом микроскопии. Кашемир, шерсть, специальные волокна и их смеси

Textiles. Quantitative analysis of animal fibres by microscopy. Cashmere, wool, speciality fibres and their blends

Дата введения —2017—07—01

1 Область применения

Настоящий стандарт устанавливает метод идентификации и количественного анализа волокон шерсти и специальных волокон животного происхождения, использующий оптическую микроскопию (ОМ) и растровую электронную микроскопию (РЭМ). Стандарт применим также к смесям волокон животного происхождения и изделиям, изготовленным из них.

Примечания

1 В случае анализа глубоко окрашенных или сильно пигментированных волокон с помощью ОМ могут возникнуть трудности. В таких случаях перед проведением анализа можно применить процедуры мягкого обесцвечивания или отбеливания пигмента.

2 РЭМ является неподходящим методом для анализа смесей, содержащих мякотные волокна, поскольку при исследовании мякоть в сердцевине не будет видна.

2 Предупреждения

Микроскопический анализ смесей волокон животного происхождения требует от оператора высокой степени умения и опыта. Только после того, как аутентичные стандартные образцы будут несколько раз успешно идентифицированы в течение продолжительного периода и испытаны пробные смеси известного состава с приемлемыми результатами, оператор может проводить официальный анализ.

3 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использована нормативная ссылка на следующий стандарт. Для недатированных ссылок применяют самые последние издания, включая любые изменения и поправки.

ИСО 6938 Материалы текстильные. Волокна натуральные. Общие наименования и определения (ISO 6938, Textiles — Natural fibres — Generic names and definitions)

4 Термины и определения

В настоящем стандарте применены следующие термины с соответствующими определениями:

4.1 **ЭЛТ** (CRT): Электронно-лучевая трубка или дисплейный экран.

4.2 **ошибочный край чешуйки/ступ** (false scale edge/shouldery): Ступенчатая структура на поверхности тонкопленочной ячейки, которая может быть ошибочно принята за край чешуйки.

4.3 **оптический микроскоп** (light microscope): Оптический прибор, используемый для получения увеличенных изображений.

Издание официальное

Примечание — Оптический микроскоп может создавать три типа изображений: в отраженном свете, в проходящем свете и в световой проекции. Для данного вида анализа предпочтительными являются микроскопы с изображением в проходящем свете и с изображением в световой проекции.

4.4 **сердцевина** (medulla): Ряд пустот, образованных в центральной части некоторых волокон животного происхождения, обусловленных разрушением клеток в процессе роста.

4.5 **проба** (sample): Отбираемая представительная часть партии материала.

4.6 **чешуйка/оболочка** (scale/cuticle): Кожица, покрывающая поверхность волокон животного происхождения.

4.7 **плотность чешуек** (scale density): Число чешуек на миллиметр волокна.

4.8 **край чешуйки** (scale edge): Утолщенный периферический конец отдельной чешуйки, раскрытый в направлении конца волокна.

4.9 **толщина чешуйки** (scale thickness): Высота края чешуйки.

4.10 **растровый электронный микроскоп** (scanning electron microscope): Электронно-оптический прибор, который исследует и анализирует физическую информацию (такую как вторичные электроны, обратно рассеянные электроны, поглощенные электроны и рентгеновское излучение), полученную путем создания электронных пучков и сканирования этими пучками поверхности образца для определения его структуры, состава и топографии.

4.11 **визуализация вторичных электронов** (secondary electron image [SEI]): Сканированное изображение, получаемое путем модуляции яркости ЭЛТ с обнаружением сигналов вторичных электронов.

4.12 **фрагмент** (snippet): Небольшие части волокна, отрезанные от пробы.

4.13 **специальное волокно** (speciality fibre): Любой животный источник (тип) кератинового волокна, кроме обычной шерсти: т. е. кашмирская коза, ангорская коза (мохер), пух/шерсть ангорского кролика, верблюжья шерсть, кашгорская коза, шерсть ламы/альпаки, шахтуш, шерсть ламы-вигони, шерсть яка, конский волос.

Примечания

1 Фотографии перечисленных волокон животного происхождения можно найти в Методе испытаний 20 AATCC [1] и [2] и IWTO 58-00 [3] (см. Библиографию).

2 Торговля некоторыми волокнами животного происхождения (например, шахтуш, шерсть вигони, яка) не всегда разрешена, поскольку эти животные согласно Вашингтонской конвенции находятся под охраной.

4.14 **образец для испытаний** (test specimen): Порция, взятая для целей исследования из отобранных случайным порядком фрагментов.

5 Сущность метода

В результате процедуры отбора проб получают короткие фрагменты волокон испытуемого материала. Эти фрагменты, составляющие образец для испытаний, равномерно распределяют в подходящих держателях.

В ОМ образцы для испытаний анализируют оптически и измеряют с использованием градуированной шкалы. В РЭМ образцы возможно покрывать слоем золота до их помещения внутрь микроскопа. При увеличении ×1000 или другом подходящем увеличении число волокон из каждого животного источника определяют путем наблюдения и идентификации под микроскопом.

С помощью РЭМ можно отличить по толщине чешуек шерстяные волокна от полученных из всех других источников специальных волокон. Толщина чешуйки шерстяных волокон, определяемая высотой на истинном периферийном крае чешуйки (не на ошибочных краях или уступах), достигает значения 0,6 мкм, тогда как специальных волокон — не более 0,4 мкм. Толщина чешуйки в общем случае является селективным показателем типа волокна. Другие характеристики, такие как изображение чешуйки, частота чешуек и диаметр, также являются полезными для однозначной идентификации волокна.

Для количественного анализа бинарной смеси средние диаметры и связанные стандартные отклонения компонентов волокон определяют совместно с числом волокон данного типа, чтобы рассчитать процентное содержание волокон по числу или по массе каждого источника волокна. Для пуха ангорского кролика принимают во внимание пониженную среднюю плотность волокна, обусловленную развитием сердцевины.

Практика показывает, что для проведения объективного анализа волокон важнейшим требованием является опыт оператора в части идентификации волокон животного происхождения.

6 Аппаратура и реактивы

6.1 Оптический микроскоп

6.1.1 Тип микроскопа

6.1.1.1 Проекционный микроскоп

Подходящий микроскоп должен состоять из источника света, светового конденсора, столика, поддерживающего подготовленный образец, объектива, окуляра и круглого экрана для наблюдения. Столик должен быть подвижным в двух взаимно перпендикулярных направлениях под действием раздвижного механизма, осуществляющего последовательное перемещение шагом 0,5 мм. Объектив и окуляр должны обеспечивать увеличение на экране ×500.

Круглый экран должен быть снабжен измерительной шкалой, способной вращаться в плоскости экрана относительно его центра. Если экран не прозрачен, он должен иметь движущуюся шкалу длиной 5 см, градуированную в миллиметрах по нижней стороне. Данная шкала должна иметь возможность перемещаться по экрану диаметрально между направляющими. Прозрачные экраны могут включать шкалу, градуированную в миллиметрах вдоль диаметра. Обычно предпочтительна подвижная шкала. Круглый экран должен включать маркированный центральный круг, диаметр которого равен одной четвертой оптического расстояния между окуляром и центром экрана. Во избежание искажений по периметру объектива все измерения проводят внутри этого круга. Однако некоторые современные инструменты содержат модернизированную оптику, обеспечивающую однородность области наблюдения, поэтому маркированный круг может не потребоваться. В таких случаях увеличение необходимо проверять по всему проектируемому изображению с использованием сертифицированной микрометрической шкалы.

6.1.1.2 Микроскопия в проходящем свете

Подходящий микроскоп должен включать источник света, световой конденсор, столик, объектив и окуляр. Окуляр должен быть снабжен калиброванной сеткой, позволяющей измерять диаметр волокна. Столик должен перемещаться в двух взаимно перпендикулярных направлениях под действием раздвижного механизма, позволяющего осуществлять последовательные перемещения. Объектив и окуляр должны обеспечивать увеличение от ×150 до ×500.

6.1.2 Предметные и покрывные стекла

Используют предметные стекла для микроскопа размерами 75 × 40 мм. Могут быть использованы квадратные и прямоугольные покрывные стекла толщиной от 0,13 до 0,17 мм.

6.1.3 Заливочная среда

Используют заливочную среду со следующими свойствами:

- показатель преломления между 1,43 и 1,53;
- подходящая вязкость;
- отсутствие поглощения воды.

Примечание — Примерами подходящей среды могут быть кедровое масло и жидкий парафин.

6.1.4 Устройство для разрезания волокон

6.1.4.1 Общие положения

Для отрезания волокон заранее установленной длины могут быть использованы описанные ниже держатель и толкатели волокон. В качестве альтернативы может быть использован обычный микротом, если он удовлетворяет требованиям по 7.2 относительно нарезки кусков волокна.

6.1.4.2 Держатель волокна и толкатели

Держатель представляет собой короткий лист гладкой стали толщиной приблизительно 3 мм с 1,5 мм вырезом, в котором перемещается язычок. Этот язычок крепится винтом, с помощью которого можно проектировать различные расстояния в вырезе. Толкатели состоят из трех стальных стержней с ограничивающими пластинами на концах; все стержни имеют такую же ширину, как и вырез, т. е. 1,5 мм. Стержень одного толкателя выходит на 0,8 мм за ограничивающую пластину, стержень второго — на 0,6 мм и стержень третьего — на 0,4 мм.

6.2 Растровый электронный микроскоп

6.2.1 Условия работы

Ускоряющее напряжение . . . . . от 15 до 20 кВ.

Ток пучка электронов . . . . . от 300 до 500 пА.

Давление в камере образцов ..... менее 10^{-5} мБар (10^{-8} Па).

Режим изображения ..... визуализация вторичных электронов.

Разрешение визуализации вторичных электронов ..... более чем 20 нм.

Увеличение ..... увеличение от ×10 до ×20000. Для наблюдения формы и плотности волокна может быть использовано увеличение ×1000. Для наблюдения толщины чешуйки может быть использовано увеличение ×15000.

Примечания

1 Для получения более четкого изображения при измерениях могут быть использованы другие уровни увеличения.

Наклон ..... 0°

2 При подготовке образцов для РЭМ не требуется специальных атмосферных условий, поскольку анализ проводят в вакууме.

6.2.2 Монтажные заглушки

Используют алюминиевые или бронзовые заглушки диаметром 13 мм.

6.2.3 Устройство для напыления с золотым катодом или вакуумный пост

6.2.4 Реактивы

Используют для равномерного распределения фрагментов по стеклянной пластинке:

6.2.4.1 Ацетон (аналитической чистоты).

6.2.4.2 Этилацетат (аналитической чистоты).

6.2.4.3 Петролейный эфир (аналитической чистоты).

6.2.5 Прочие материалы

- одно- и двусторонняя клейкая лента;
- стеклянная пластинка приблизительно размерами 30 × 30 см или 15 × 15 см;
- стержень из нержавеющей стали диаметром 0,5 мм;
- лезвие бритвы;
- стеклянная трубка диаметром от 10 до 15 мм и длиной 35 мм;
- штангенциркуль, в случае необходимости, по 8.2.5.

7 Подготовка образцов для испытаний

7.1 Общие положения

Общее требование заключается в том, чтобы образец для испытаний был представительным для партии материала или пробы, от которых его отбирают. Метод получения образца для испытаний будет различным в зависимости от формы пробы (разрыхленное волокно, смесь волокон, пряжа, лента или ткань). Здесь не приведены какие-либо процедуры отбора проб, поскольку исходная форма отбираемого материала может быть различной.

Предлагаемые методы подготовки образцов для испытаний приведены в приложении В.

7.2 Микротомирование

7.2.1 Для исследований с помощью оптической микроскопии фрагменты волокон подготавливают микротомом. Отрезают фрагменты волокон длиной (6 ± 2) мм независимо от диаметра. Рекомендуется подготавливать образцы фрагментов волокон общей массой 10 мг.

7.2.2 Для растрового электронного микроскопа подготавливают фрагменты длиной не менее 6 мм, чтобы минимизировать коагуляцию и неравномерную дисперсию мелких или волнистых волокон.

7.3 Установка образцов

7.3.1 Для измерений оптическим микроскопом приготавливают два слайда следующим образом. Помещают нарезанные волокна в несколько капель заливочной среды на стеклянной пластинке. Перемешивают волокна в заливочной среде круговым перемещением с помощью иглы, чтобы добиться

равномерного распределения на слайде. Опускают покрывное стекло на смесь, приводя сначала один край в соприкосновение со слайдом, а затем аккуратно опускают противоположный край.

7.3.2 Для измерений растровым электронным микроскопом фрагменты волокна собирают в испытательной трубке. Подготавливают семь заглушек как изложено ниже. Размещают волокна в (1,5 ± 0,5) $см^3$ реактива (6.2.4), помешивая фрагменты стержнем из нержавеющей стали. Не давая фрагментам возможности осесть, выливают суспензию на стеклянную пластинку. После высыхания реактива, волокна равномерно распределяют в однослойном пятне диаметром 10 см на стеклянной пластинке.

При слипании фрагментов после испарения реактива, их разъединяют путем соскабливания со стеклянной пластинки лезвием бритвы, затем повторяют процедуру приготовления.

Закрепляют монтажные заглушки растрового электронного микроскопа, затем прикрепляют к ним с помощью двусторонней клейкой ленты слой волокон. Аккуратно отделяют заглушки.

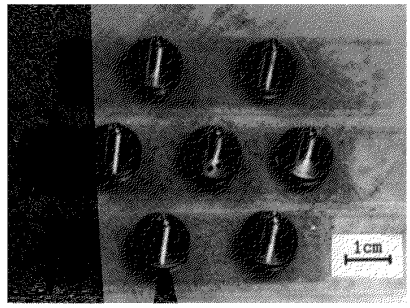


Рисунок 1 — Расположение на пятне монтажных заглушек с фрагментами волокон

При необходимости для системы РЭМ используют напылительную установку для нанесения слоя золота толщиной 15 нм на каждый образец для испытаний.

8 Порядок проведения испытаний

8.1 Анализ с помощью оптической микроскопии

8.1.1 Общие положения

В случае обоих методов — проекционного и в проходящем свете, необходимо исследовать не менее 1000 волокон в образцах от одной пробы. В пробе необходимо провести измерения не менее 100 диаметров волокон каждого типа.

8.1.2 Проверка калибровки

8.1.2.1 Необходимо периодически проверять калибровку микроскопа проекционного типа, используя сертифицированную микрометрическую шкалу при установке увеличения ×500. Рекомендуется микрометрическая шкала с делением 0,01 мм. Эту шкалу устанавливают на столике микроскопа и увеличение подстраивают таким образом, чтобы 0,1 мм на шкале соответствовал 50 мм на экране.

8.1.2.2 Калибровку микроскопа в проходящем свете необходимо проверять периодически, используя сертифицированную микрометрическую шкалу при установке увеличения ×400.

8.1.3 Измерение волокон

8.1.3.1 Помещают приготовленный слайд на столик микроскопа с покрывным стеклом, направленным на объектив. Изучают слайд при различных глубинах резкости. Расстояние между центрами полей должно быть больше длины фрагментов, чтобы избежать повторов измерений.

8.1.3.2 Перемещают слайд до тех пор, пока будет сфокусирован угол покрывного стекла. Перемещают слайд на 0,5 мм из точки *A* в точку *B* (см. рисунок 2). Затем сдвигают слайд на 0,5 мм под углом 90° в направлении к точке *C*, оставляя первое поле видимым на экране. Измеряют и записывают ширину изображения каждого волокна, лежащего в этом поле зрения (за исключением волокон в 8.1.3.6).

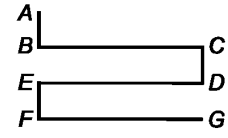


Рисунок 2 — Выборочная траектория *ABCDEFG* (не в масштабе)

8.1.3.3 При слишком близком размещении к слайду объектива микроскопа проекционного типа, край изображения волокна будет иметь белую границу. При слишком далеком размещении край изображения волокна будет иметь черную границу.

При нахождении в фокусе край изображения выглядит как тонкая линия без границы. Однако оба края изображения волокна не могут быть в фокусе одновременно, поскольку у шерстяных волокон поперечное сечение не круглое. Когда измеряют изображение, края которого не находятся в фокусе одновременно, настраивают фокусировку таким образом, чтобы один край был в фокусе, а второй выглядел как белая линия. Измеряют ширину от края, который находится в фокусе до середины белой линии.

8.1.3.4 Измерение осуществляют перемещением градуированной шкалы или экрана в направлении длины под прямым углом к изображению волокна до совмещения сантиметровой отметки с краем изображения. Ширину изображения волокна затем считывают в миллиметрах. Измерение необходимо проводить, когда продольная линия шкалы пересечет изображение. Ширину берут как расстояние между крайними точками изображения волокна, даже если края волокна совпадают с чешуйкой волокна или с какой-либо другой неоднородностью. Столик должен оставаться неподвижным в течение всех измерений в данном поле.

8.1.3.5 Продолжают перемещать слайд с 0,5 мм шагами в направлении точки *C*, измеряя и записывая волокна в каждом поле зрения, как и ранее. При достижении точки *C*, перемещают слайд на подходящее расстояние (см. 8.1.3.7) от точки *C* до точки *D*, затем осуществляют перемещение 0,5 мм шагами под углом 90° в направлении к точке *E*, измеряя и записывая волокна в каждом поле. Продолжают таким образом, следуя по представленной на рисунке 2 траектории до тех пор, пока не будет достигнута противоположная сторона покрывного стекла.

8.1.3.6 Изображения волокон внутри каждого поля зрения, не учитываемые и не измеряемые:

a) которые более чем на половину своей ширины находятся за пределами центрального круга;

b) ширина которых не находится полностью внутри границ измерительного экрана для систем без центральных кругов;

c) которые заканчиваются внутри ширины 5 см градуированной шкалы;

d) которые заканчиваются через 2,5 см или менее от точки измерения;

e) которые пересекают другое изображение в точке измерения.

Размеры волокон животного происхождения имеют значение для точной идентификации источника или типа волокна. Стрижка, обработка, восстановление или крашение могут повреждать чешуйки волокон и затруднять идентификацию источника или типа волокна. Если все волокна одного типа в смеси повреждены, их учитывают в полной массе и используют в расчете содержания массы волокна.

Заинтересованные стороны должны договориться об определении поврежденных волокон и включении или исключении их в общее число определенных волокон и в расчет массовой доли в смесях.

8.1.3.7 По числу определенных волокон на первом проходе (*BC* на рисунке 2) и общему числу желаемых определений, оценивают число проходов и длину каждого поперечного прохода (например *CD* на рисунке 2), чтобы достичь необходимого числа определений волокон. Если требуются волокна со второго подготовленного слайда, то половину определений необходимо производить на каждом слайде.

8.1.3.8 При оценке диаметра, если второй край сфокусированного изображения волокна попадает между двумя миллиметровыми делениями измерительной шкалы, он должен быть зарегистрирован как соответствующий более низкому миллиметровому делению. В последующем расчете такие диаметры, зарегистрированные как *N*, должны быть отнесены к диаметру, равному (*N* + 0,5) мм. В случае, когда второй край изображения волокна расположен точно на миллиметровом делении, изображение должно быть попеременно отнесено к этой группе и группе с более низким диаметром, чтобы избежать присвоения 0,5 мм диаметров.

8.1.4 Прецизионность и правильность

В настоящее время нет данных по изучению прецизионности и правильности результатов анализа источника волокон или диаметра волокон методом оптической микроскопии.

8.2 Анализ методом растровой электронной микроскопии

8.2.1 Общие положения

Помещают заглушку в растровый электронный микроскоп. Под увеличением ×10 перемещают область около верхнего левого края заглушки под монитор. Устанавливают увеличение ×1000 и фокусируют изображение. Сканируют заглушку либо горизонтально, либо вертикально. В процессе сканирования идентифицируют каждое волокно, появляющееся на мониторе, и подсчитывают число волокон

от каждого источника. При необходимости можно использовать более высокое увеличение (от ×3000 до ×10000).

При сложном составе материала (см. пример 3), должны быть сделаны измерения диаметров волокон от каждого типа источника.

В случае сильно поврежденных волокон для упрощения анализа исследуют фрагменты волокон вдоль их длины. Чтобы избежать повторного исследования того же самого волокна, сдвигают точку фокуса обратно к исходной позиции на волокне и возвращаются к увеличению ×1000 для продолжения анализа. Когда достигают противоположного края монтажной заглушки, сдвигают сканируемый участок не менее чем на длину фрагмента (более 1,2 мм) и меняют направление сканирования монтажной заглушки на противоположное.

8.2.2 Идентификация волокна

Толщину чешуйки, важнейшую характеристику типа волокна, определяют на поверхности волокна при увеличении, которое дает возможность решить являются ли края чешуйки утолщенными (0,55 мкм для шерсти) или тонкими (менее 0,55 мкм для специальных волокон).

Для волокон, где это различие не очевидно, исследуют несколько краев чешуйки при большом увеличении, например от ×3000 до ×10000, пока не появится уверенность в идентификации. Наблюдение дополнительных характеристик поверхности волокна, таких как частота чешуек и изображения чешуек, может оказаться необходимым, чтобы помочь оператору при идентификации некоторых волокон. Распадающаяся шерсть является примером типа волокна, требуемого дополнительных исследований.

В приложении А приведены типичные изображения различных типов волокон, исследуемых с помощью РЭМ.

8.2.3 Качественный анализ

Исследуют 150 волокон на первой заглушке, чтобы установить типы присутствующих волокон.

8.2.3.1 Пример 1: Один источник волокна животного происхождения

Если находят только один тип волокна, изучают 150 фрагментов на каждой из двух следующих заглушек. Если не находят другой тип волокна на 450 изученных фрагментах, то образец считают чистым.

8.2.3.2 Пример 2: Многочисленные источники волокон животного происхождения

Если обнаруживают два типа волокон на первой заглушке в процессе изучения на ней 150 волокон, и доля (по числу) одного типа менее 3 % (т. е. не более 4 волокон из 150), данный тип волокон рассматривают как микрокомпонент. Изучают 150 волокон на каждой из двух следующих заглушек. По результатам 450 исследований рассчитывают процентное содержание N_x (по числу) микрокомпонента и соответствующее процентное содержание N_y (по числу) специального волокна.

Пример — Исследование 450 волокон дало следующие результаты:
число шерстяных волокон N_w 12;
число мохеровых волокон N_s . . . . . 438.

Таким образом, процентное содержание (по числу) шерстяных волокон составляет 2,7 % и мохеровых волокон 97,3 %.

8.2.3.3 Пример 3

Если обнаруживают два типа волокон, и доля (по числу) микрокомпонента более 3 % от общего числа (более 12 волокон из 450), такую комбинацию волокон рассматривают как смесь. Проводят количественный анализ по 8.2.4.

8.2.4 Количественный анализ двухкомпонентной смеси

Если установлено, что образец является смесью (пример 3), изучают 150 волокон на каждой из семи заглушек для идентификации и измеряют диаметры первых 20 волокон каждого идентифицированного компонента (или всех волокон этого компонента, если их менее 20) на каждой заглушке. Таким образом, в пробе идентифицируют все 1050 волокон и проводят измерения диаметров волокон для каждого компонента.

8.2.5 Измерение диаметра волокна

С помощью программного обеспечения современных растровых электронных микроскопов устанавливают два курсора с обеих сторон каждого измеряемого волокна. Определяют кратчайшее расстояние между ними (т. е. диаметр волокна, проецируемого на монитор) и записывают его. Важно отметить, что из-за вакуума в камере РЭМ, эти диаметры имеют ту же величину, что и диаметры в сухом состоянии волокон.

Примечание — Для определения диаметра в стандартных атмосферных условиях по ИСО 139 добавляют от 5 % до 10 % к измеренному среднему значению диаметра, чтобы учесть увеличение диаметра при поглощении влаги.

При отсутствии подходящего программного обеспечения наблюдаемый диаметр может быть определен по изображению на мониторе с помощью штангенциркуля. Поскольку калибровочный коэффициент между показаниями штангенциркуля и реальным диаметром волокна влияет на компоненты в смеси одинаково, эти показания могут быть использованы непосредственно для расчета процентного содержания компонента по массе. Когда будут измерены реальные диаметры компонентов в вакууме, необходимо использовать внутренний калибровочный стандарт, т. е. сетку стандартного размера.

Некоторые торговые системы классифицируют шерсть, гребенную шерстяную ленту и специальные волокна (кашмирской козы, шерсть ламы-вигони, верблюжью шерсть, шерсть ламы/альпаки) по степеням со специфическими диапазонами диаметров, которые отличают шерсть и гребенную шерстяную ленту от других специальных волокон ([2], таблицы III и IV).

8.2.6 Расчет процентного содержания по массе

Для расчета содержания (в процентах по массе) в формулу вводят измеренные данные, т. е. средний диаметр, число и плотность каждого типа волокна (полученных с помощью ОМ и РЭМ).

Так, для образца примера 3 рассчитывают содержание шерстяных волокон w_w, выраженное в процентах по массе, используя следующую формулу

$$w_w = \frac{n_w(\bar{d}_w^2 + s_w^2)\bar{\rho}_w}{n_w(\bar{d}_w^2 + s_w^2)\bar{\rho}_w + n_s(\bar{d}_s^2 + s_s^2)\bar{\rho}_s} 100,$$

где n_w — число шерстяных волокон;

n_s — число специальных волокон;

$\bar{d}_w$ — средний диаметр волокон шерсти;

$\bar{d}_s$ — средний диаметр специальных волокон;

s_w — стандартное отклонение для d_w;

s_s — стандартное отклонение для d_s;

$\bar{\rho}_w$ — средняя плотность волокон шерсти (см. таблицу 1);

$\bar{\rho}_s$ — средняя плотность специальных волокон (см. таблицу 1).

Процентное содержание по массе специальных волокон (например, кашемир, мохер) определяют как

$$w_s = 100 - w_w$$

Таблица 1 — Рекомендуемые значения средней плотности

Наименование	Средняя плотность, г/см^3	ОМ	РЭМ
Шерсть	1,31	X	X
Кашемир	1,31	X	X
Верблюжья	1,31	X	—
Як	1,31	X	X
Мохер	1,31	X	X
Альпака	1,30	X	—
Кролик	1,15	X	—
Примечание — Использование данной формулы предполагает круглое поперечное сечение составляющих пробу волокон, поэтому приведенная в таблице величина средней плотности некоторых волокон животного происхождения может быть не применима.			

8.2.7 Прецизионность и точность

В качестве меры прецизионности и точности доверительные интервалы q рассчитывают на 95 % доверительном уровне, используя правила теории распределения погрешностей Гаусса. Доверитель-

ные интервалы для обоих компонентов равны. Определение ($w_w \pm q$) указывает границы доверительных интервалов, внутри которых с вероятностью 95 % находится истинное значение состава образца.

Таблицы С.1 и С.2 в приложении С представляют величины доверительных интервалов для различных смесей шерсти со специальными волокнами, в которых компоненты подобраны таким образом, чтобы охватить крайние значения для материалов, представляющих практический интерес.

Многочисленные исследования и периодические испытания показали, что исследования возможно обоснованно проводить в пределах доверительных интервалов метода. Систематические погрешности не наблюдались. Поэтому можно считать, что 95 % доверительные интервалы охватывают несистематические и незначительные, хотя и неспецифичные, систематические погрешности, тем самым выражая прецизионность метода.

Это утверждение относится только к пробам, представляющим однородные смеси волокон. Предполагается, что это условие выполняется для пряжи и осуществляется процедурой подготовки образцов для испытаний из небольших ручных проб распущенного волокнистого материала, который обычно предоставляется для анализа. Отсутствует информация о различиях между пробами, взятыми из более крупных объемов сырьевого материала.

9 Протокол испытаний

Протокол испытаний должен содержать следующую информацию:

a) ссылка на настоящий стандарт;

b) вид пробы (например, волокно, пряжа, кусок ткани, шкура);

c) идентификация пробы (например, № партии, № договора);

d) метод отбора проб;

e) число образцов для испытаний;

f) тип аппаратуры: ОМ или РЭМ;

g) число идентифицированных волокон и число волокон, подсчитанное для каждого компонента;

h) любое отклонение от установленной процедуры;

для двухкомпонентного анализа (по числу) включают:

i) процентное содержание (по числу) каждого компонента волокна в пробе;

для количественного анализа включают:

j) число волокон, диаметр которых был измерен для каждого компонента;

k) содержание каждого компонента волокна в пробе, выраженное в процентах по массе и округленное до ближайшего целого числа;

l) доверительные интервалы для процентного содержания по массе, округленные до ближайшего целого числа;

дополнительная информация по количественному анализу может включать:

m) средний диаметр волокна и относительное стандартное отклонение для каждого компонента волокна в микрометрах, округленное до одного десятичного знака;

n) коэффициент вариации среднего диаметра волокна каждого компонента волокна, выраженный в процентах и округленный до ближайшего целого числа.

Приложение А
(справочное)

Чешуйчатые структуры волокон кашемира и шерсти

А.1 Чешуйчатая структура кашемира

Рисунок 1 иллюстрирует чешуйчатую структуру кашемира. Ствол окружен одной или двумя чешуйками, имеющими тонкие и четкие линии края и гладкие поверхности. Угол между стволом и чешуйкой небольшой. Большие по размеру чешуйки приводят к низкой плотности чешуек. Плотность составляет около 60 чешуек на миллиметр волокна. Чешуйки тонкие и их средняя толщина обычно приблизительно не более 0,4 мкм (см. рисунок А.2).

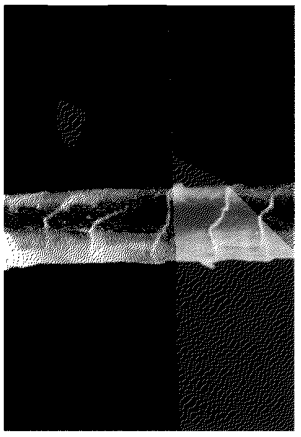


Рисунок А.1 — Чешуйчатая структура кашемира (×1000)



Рисунок А.2 — Толщина чешуйки кашемира (×15000)

А.2 Чешуйчатые структуры шерсти

Шерсть классифицируют в зависимости от ее диаметра на грубую, средней длины и тонкорунную. Рисунки А3—А5 иллюстрируют чешуйчатую структуру шерсти. Средняя плотность чешуек шерсти больше средней плотности чешуек кашемира. Она составляет около 90 чешуек на миллиметр, а средняя толщина обычно около 0,8 мкм (см. рисунок А.6).

Рисунок А.3 иллюстрирует чешуйчатую структуру грубой шерсти. Чешуйки выглядят как хлопья, которые имеют неправильную или квадратную форму. Открытая часть большая или же видна большая часть. Чешуйки соединены друг с другом, и их поверхности неровные и грубые. Края чешуек расширенные и нечеткие.

Рисунок А.4 иллюстрирует чешуйчатую структуру шерсти средней длины. Чешуйки выглядят как хлопья, которые имеют приблизительно прямоугольную форму. Чешуйки частично перекрываются или же соединены друг с другом. Область открытой части чешуек больше, чем в тонкорунной шерсти. Их поверхности неровные и грубые. Края чешуек расширенные и нечеткие.

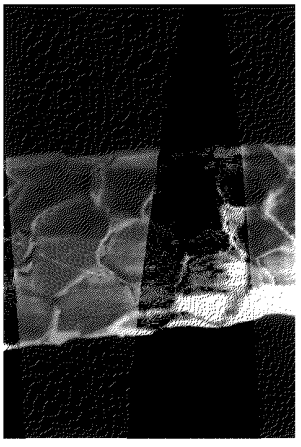


Рисунок А.3 — Грубая шерсть (х1000)



Рисунок А.4 — Полугрубая шерсть средней длины (×1000)

Рисунок А.5 иллюстрирует чешуйчатую структуру тонкорунной шерсти. Почти все части ствола окружены чешуйками круглой формы. Края чешуек расширенные и нечеткие. Угол между чешуйками и стволом большой, что приводит к множеству «зубьев пилы», расходящихся по стволу. Поверхности чешуек неровные и грубые. Размер открытой части чешуек меньше, чем у кашемира.

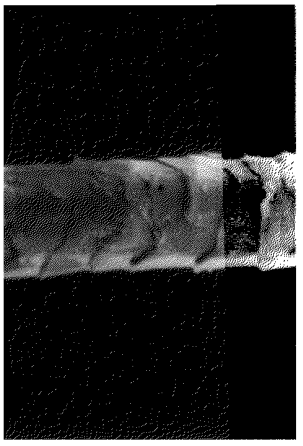


Рисунок А.5 — Тонкорунная шерсть (×1000)

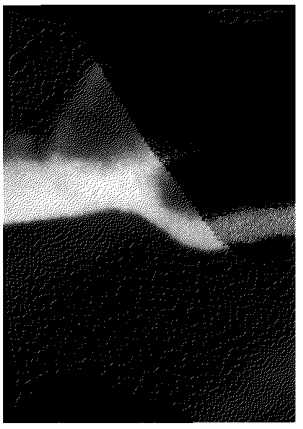


Рисунок А.6 — Чешуйчатая структура шерсти (×15000)

А.3 Эталонные фотографии

Рисунки А.7—А.14 приведены для справочных целей.

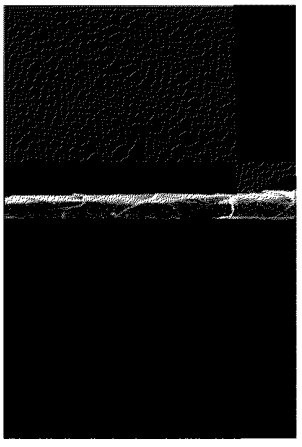


Рисунок А.7 — Чешуйчатая структура шахтуш (×1000)

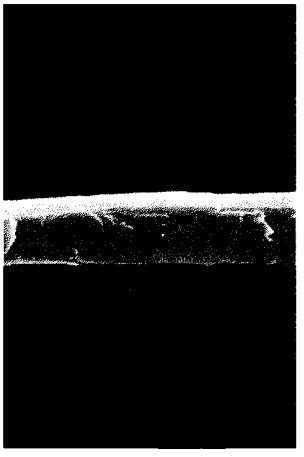


Рисунок А.8 — Чешуйчатая структура шерсти яка (×1000)

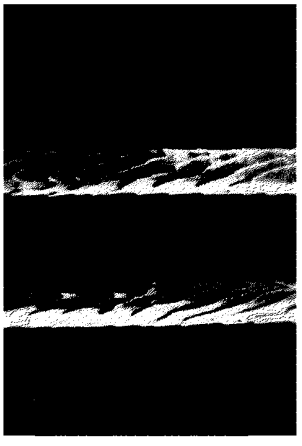


Рисунок А.9 — Чешуйчатая структура пуха/шерсти ангорского кролика (×1000)

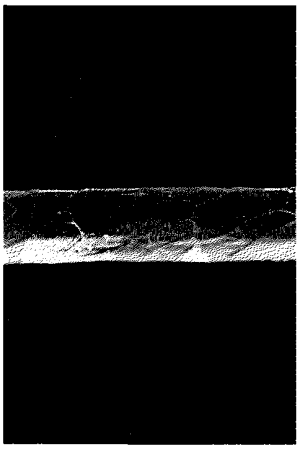


Рисунок А.10 — Чешуйчатая структура верблюжьей шерсти (фотография 1) (×1000)

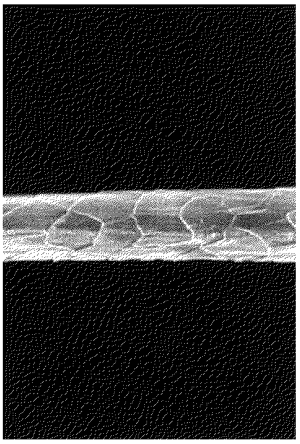


Рисунок А.11 — Чешуйчатая структура верблюжьей шерсти (фотография 2) (×1000)

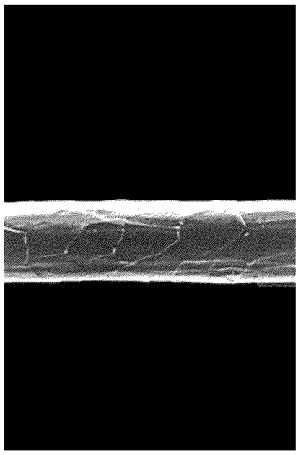


Рисунок А.12 — Чешуйчатая структура мохера (×1000)

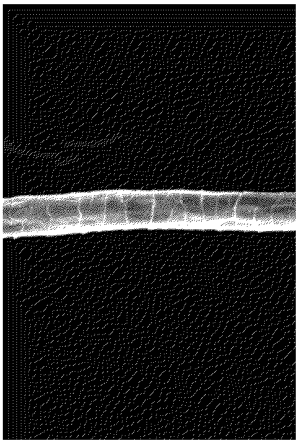


Рисунок А.13 — Чешуйчатая структура шерсти ламы-вигони (×1000)

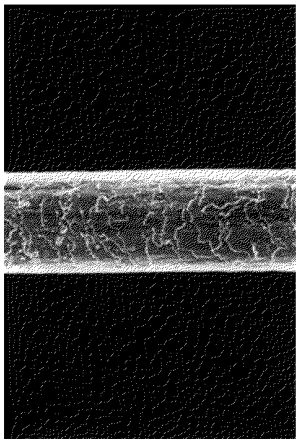


Рисунок А.14 — Чешуйчатая структура шерсти альпаки (×1000)

Приложение В
(справочное)

Процедуры отбора проб и подготовки образцов

В.1 Разрыхленное волокно

От каждой упаковки необходимо отобрать случайным образом 10 г волокна (сверху упаковки, снизу, справа, слева и из внутренних частей упаковки). Пробы должны быть отобраны из 50 % общего числа упаковок. После равномерного перемешивания пробы разделяют на две части. Одну часть используют как образец для испытаний, а другую оставляют как резервную.

Образец для испытаний делят на две равных порции, одну из которых (выбранную случайным образом) отбрасывают. Продолжают эту процедуру деления до тех пор, пока в окончательной порции не останется приблизительно 50 волокон.

Оставшиеся волокна промывают петролейным эфиром или другим подобным органическим растворителем.

Когда образец для испытаний перейдет в равновесное состояние с лабораторной средой, волокна разрезают на стеклянной пластине на короткие куски длиной от 0,4 до 0,8 мм.

В.2 Пряжа

Отрезают кусок пряжи длиной 5 см из отобранной пробы. Разрезают каждый такой кусок не менее чем на 20 частей. Каждую часть разрезают посередине на две порции. Одну порцию оставляют как образец для испытаний, другую откладывают как резервную. Пряжу в образце для испытаний раскручивают и разрезают на короткие отрезки длиной от 0,4 до 0,8 мм.

В.3 Ткань

От большого объема ткани берут три образца для испытаний, каждый размерами 5 × 5 см с участков, отстоящих от краев ткани на 10 см. Распускают каждый образец для испытаний на отдельные группы нитей основы и утка. Затем делят нити основы и нити утка по отдельности на две порции. Одну порцию оставляют как образец для испытаний, а другую хранят как резервную.

От небольшого объема ткани удаляют нити основы с края до тех пор, пока уток не будет освобожден по крайней мере на 1 см своей длины. Отрезают освобожденные нити утка. Делят нити утка на две равные порции. Одну порцию оставляют как образец для испытаний, а другую хранят как резервную. Используют аналогичную процедуру для получения образца из нитей основы.

После раскручивания нитей разрезают по отдельности волокна основы и утка на короткие отрезки длиной от 0,4 до 0,8 мм. Образцы основы и утка испытывают и рассчитывают результаты испытаний раздельно.

Для одноцветных тканей с простой однородной структурой берут нити основы и утка в той же самой пропорции, в какой они представлены в ткани.

В.4 Трикотажное полотно

Распускают трикотажное полотно на пряжу и отрезают 2 м длины. Разрезают произвольным образом каждый двухметровый кусок на 20 частей длиной не менее 5 см. Делят каждую часть на две порции. Одну порцию оставляют как образец для испытаний, а другую хранят как резервную.

После раскручивания пряжи в образце дальнейшую процедуру осуществляют по В.2.

Для одноцветных полотен с простой однородной структурой пряжу распутывают случайным образом по всей пробе.

Примечание — Эту процедуру нельзя использовать для основовязаных полотен.

Приложение С
(справочное)

Прецизионность

С.1 Оптическая микроскопия

По прецизионности измерений в оптической микроскопии данных нет.

С.2 Растровая электронная микроскопия

С.2.1 Расчет 95 % доверительного интервала

Наряду с величинами, рассчитанными для процентного содержания шерсти, w_w, и специальных волокон, w_s, для анализа требуются дополнительные параметры:

- n_{dw} — число волокон шерсти, для которых определен диаметр;
- n_{ds} — число специальных волокон, для которых определен диаметр.

Рассчитывают доверительный интервал q, %, для процентного содержания по массе компонентов по формуле

$$g = 1{,}98\sqrt{(I + J + K)\cdot 10^{-4}}\cdot 100,$$

где значения I, J и K рассчитывают по следующим формулам

$$I = DEF\cdot 5\cdot 10^{-3}$$

$$J = \frac{G^2 s_w^2}{n_{dw}}$$

$$K = \frac{H^2 s_s^2}{n_{ds}}$$

$$D = n_w + n_s$$

$$E = \frac{A^2 B^2}{C^2}$$

$$F = \frac{n_w n_s}{C^2}\cdot 2\cdot 10^6$$

$$G = B\bar{F}\bar{d}_w\cdot 10^{-4}$$

$$H = -A\bar{F}\bar{d}_s\cdot 10^{-4}$$

$$A = \bar{d}_w^2 + s_w^2$$

$$B = \bar{d}_s^2 + s_s^2$$

$$C = n_w A + n_s B$$

С.2.2 Величины доверительного интервала для различных типов смесей, имеющих практическое значение

Используя приведенные выше формулы, были рассчитаны доверительные интервалы различных двухкомпонентных смесей типов волокон, приведенных в таблице С.1 и С.2. Данные волокна были выбраны, чтобы охватить максимальное количество встречающихся на практике смесей.

Таблица С.1 — Различные типы волокон шерсти и специальных волокон, использованных для расчета 95 % доверительного интервала их двухкомпонентных смесей

Тип волокна	Обозначение	Средний диаметр, мкм	Коэффициент вариации, %
Шерсть	W19	19	20
	W23	23	25
	W30	30	30
Специальное волокно	S16	16	20
	S23	23	25
	S35	35	30

Таблица С.2 — Значения 95 % доверительного интервала, рассчитанного для различных смесей шерстяных и специальных волокон

Тип смеси	Отношение числа волокон шерсти/специальных волокон в смеси, в процентах по массе				
	10:90	30:70	50:50	70:30	90:10
W19/S16	2,3	3,8	4,1	3,4	1,9
W19/S23	1,9	3,6	4,3	3,9	2,4
W19/S35	1,7	3,8	4,9	5,0	3,4
W23/S16	2,7	4,2	4,4	3,6	1,8
W23/S23	2,2	3,9	4,4	3,9	2,2
W23/S35	1,8	3,9	4,8	4,6	2,9
W30/S16	3,5	5,0	4,9	3,8	1,7
W30/S23	2,6	4,4	4,7	3,9	2,0
W30/S35	2,1	4,1	4,9	4,4	2,5

Варьируемость доверительного интервала, представленная его стандартным отклонением, определена в процессе циклических испытаний в форме коэффициента вариации, равного 10 % для смесей с соотношением 50:50 и около 20 % — для смесей с меньшим содержанием одного из компонентов.

Приложение ДА
(справочное)

Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации

Таблица ДА.1

Обозначение ссылочного международного стандарта	Степень соответствия	Обозначение и наименование соответствующего национального стандарта
ИСО 6938	IDT	ГОСТ Р ИСО 6938—2014 «Материалы текстильные. Волокна натуральные. Общие наименования и определения»
Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта: - IDT — идентичный стандарт.		

Библиография

[1] AATCC Test Method 20, Fiber Analysis: Qualitative

[2] AATCC Test Method 20A, Fiber Analysis: Quantitative

[3] IWTO 58-00, Scanning Electron Microscopic Analysis of Speciality Fibres and Sheep's Wool and their Blends

УДК 677.016.471:006.354 ОКС 59.060.10

Ключевые слова: текстильные материалы, волокна животного происхождения, специальные волокна, термины, определения, идентификация, метод микроскопии, отбор, подготовка образцов, проведение испытания, протокол

Редактор *И.В. Гоголь*
Технический редактор *В.Ю. Фотиева*
Корректор *М.С. Кабашова*
Компьютерная верстка *Л.А. Круговой*

Сдано в набор 20.06.2016. Подписано в печать 25.07.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 2,79. Уч.-изд. л. 2,49. Тираж 26 экз. Зак. 1743.
Подготовлено на основе электронной версии, предоставленной разработчиком стандарта.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.
gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru