ФЕДЕРАЛЬНОЕ АГЕНТСТВО

ПО ТЕХНИЧЕСКОМУ РЕГУЛИРОВАНИЮ И МЕТРОЛОГИИ

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

ГОСТ Р 56561— 2015/ ISO/TR 11827:2012

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение состава

Идентификация волокон

(ISO/TR 11827:2012, Textiles — Composition testing — Identification of fibres, IDT)

Издание официальное

Москва Стандартинформ 2016

gost.e-ecolog.ru

Предисловие

1 ПОДГОТОВЛЕН Техническим комитетом по стандартизации ТК 412 «Текстиль», Открытым акционерным обществом «Всероссийский научно-исследовательский институт сертификации» (ОАО «ВНИИС») на основе собственного аутентичного перевода на русский язык англоязычной версии международного документа, 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 31 августа 2015 г. № 1242-ст

4 Настоящий стандарт идентичен международному документу ISO/TR 11827:2012 «Материалы текстильные. Определение состава. Идентификация волокон» («Textiles — Composition testing — Identification of fibres», IDT).

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 Замечание по безопасности 2
3 Нормативные ссылки 2
4 Термины и определения 3
5 Принцип 3
6 Аппаратура и приготовление растворов 3
7 Методы 4
8 Примеры методов 14
Приложение A (справочное) Характеристики испытаний для идентификации волокон 24
Приложение B (справочное) Микрофотографии волокон (оптическая микроскопия) 29
Приложение C (справочное) Снимки волокон, полученные с помощью РЭМ 34
Приложение D (справочное) Растворимость волокон 42
Приложение E (справочное) Примеры инфракрасных спектров 44
Приложение F (справочное) Температура теплопередачи 49
Приложение G (справочное) Плотность 53
Приложение H (справочное) Алфавитный указатель рисунков 54
Приложение ДА (справочное) Сведения о соответствии ссылочных международных стандартов национальным стандартам Российской Федерации 56
Библиография 57

НАЦИОНАЛЬНЫЙ СТАНДАРТ РОССИЙСКОЙ ФЕДЕРАЦИИ

МАТЕРИАЛЫ ТЕКСТИЛЬНЫЕ

Определение состава

Идентификация волокон

Textiles. Composition testing. Identification of fibres

Дата введения — 2016—09—01

ВНИМАНИЕ! — Электронный файл данного документа содержит цветные снимки, которые помогают правильно понять документ. Поэтому пользователю следует печатать этот документ на цветном принтере.

1 Область применения

Настоящий стандарт описывает методы идентификации натуральных и химических волокон и при необходимости может быть использован совместно с методами количественного анализа смесей волокон.

Издание официальное

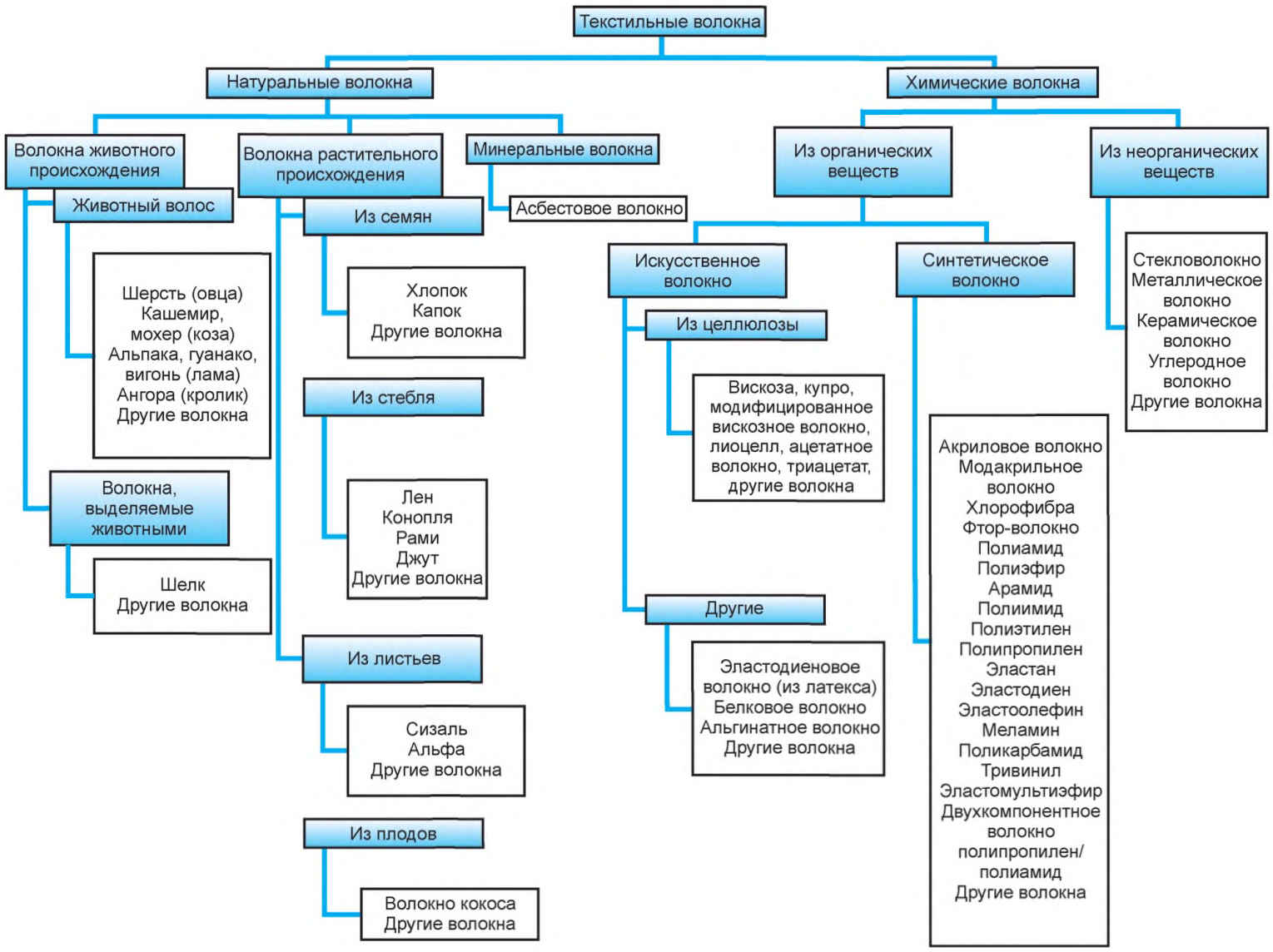


Рисунок 1 — Классификация текстильных волокон по происхождению

2 Замечание по безопасности

В настоящем стандарте предлагается использование веществ/процедур, которые могут нанести вред здоровью/оборудованию, если не соблюдать соответствующие правила безопасности. Это касается только технической пригодности и не освобождает пользователя от правовых обязательств, касающихся охраны здоровья и безопасности/охраны окружающей среды на любом этапе.

3 Нормативные ссылки

В настоящем стандарте использованы нормативные ссылки на следующие международные стандарты. Для датированных ссылок применяют только указанное издание. Для недатированных ссылок применяют самые последние издания, включая любые изменения и поправки.

ИСО 1833-4:2006 Текстиль. Количественный химический анализ. Часть 4. Смеси белковых и некоторых других волокон (метод с использованием гипохлорита) (ISO 1833-4:2006 Textiles — Quantitative chemical analysis — Part 4: Mixtures of certain protein and certain other fibres)

ИСО 2076:2013 Текстиль. Химические волокна. Общие наименования (ISO 2076:2013 Textiles — Man-made fibres — Generic namesТекстиль)

ИСО 6938:2012 Текстиль. Натуральные волокна. Общие наименования и определения (ISO 6938:2012 Textiles — Natural fibres — Generic names and definitions)

4 Термины и определения

В настоящем стандарте применены термины по ИСО 2076 и ИСО 6938, а также следующие термины с соответствующими определениями:

4.1 **натуральное волокно** (natural fibre): Волокно, которое встречается в природе и его можно отнести к одной из следующих категорий по происхождению: волокно животного происхождения, волокно растительного происхождения и минеральное волокно.

4.2 **химическое волокно** (man-made fibre/manufactured fibre): Волокно, полученное производственным способом.

4.2.1 **искусственное волокно** (artificial fibre): Волокно, полученное путем производственной обработки природного полимера (макромолекулярного природного материала).

4.2.2 **синтетическое волокно** (synthetic fibre): Волокно, полученное путем производственной обработки синтетического полимера (макромолекулярного материала, синтезированного химическим путем).

4.2.3 **бикомпонентное волокно** (bicomponent fibre): Волокно, состоящее из двух волокон, образованных из полимерных компонентов, имеющих химические или физические различия, или те и другие вместе.

5 Принцип

Цель: идентифицировать волокна.
Средства: на основе свойств волокон (единичных или в сочетании).
Свойства, например:
- морфология;
- растворимость;
- поглощение или пропускание света методом ИК (инфракрасной спектрометрии);
- свойства при горении;
- свойства при нагреве;
- окрашивание;
- оптические свойства;
- элементарный состав.

6 Аппаратура и приготовление растворов

6.1 Аппаратура

6.1.1 Световой микроскоп, использующий проходящий свет.
6.1.2 Растровый электронный микроскоп.
6.1.3 Горелка Бунзена или другой источник пламени.
6.1.4 Инфракрасный спектрометр.
6.1.4.1 ИК-спектрометр, реализующий метод нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО).
6.1.4.2 ИК-спектрометр с преобразованием Фурье (ИК-ПФ).
6.1.5 Устройство для определения точки плавления (нагревательный блок).
6.1.6 Дифференциальный сканирующий калориметр (ДСК).
6.1.7 Устройство для термического гравиметрического анализа (ТГА) (термовесы).
6.1.8 Устройство для гравиметрии (колонка градиента плотности).
6.1.9 Энергодисперсионное рентгеновское устройство (ЭДР).

6.2 Приготовление растворов

Используют реактивы только признанной аналитической чистоты.

6.2.1 Гидроксид натрия и оксид кальция

Готовят смесь гидроксида натрия и оксида кальция (массовое отношение 1:1,4).

6.2.2 Раствор йод/йодид калия

Растворяют 20 г йодида калия в объеме от 20 до 50 мл дистиллированной воды. В этом растворе растворяют 2,5 г йода и доводят до 100 мл водой.

6.2.3 Раствор хлорид цинка/йод

Растворяют 66 г хлорида цинка, безводного, и 6 г йодида калия в 34 мл воды.

Добавляют небольшое количество кристаллического йода таким образом, чтобы раствор был насыщенным.

6.2.4 Отбеливающий раствор на основе хлора

Раствор готовят в соответствии с ИСО 1833-4.

6.2.5 Раствор хлорид цинка/муравьиная кислота

Растворяют 100 г хлорида цинка, безводного, в 100 мл воды.

Доводят плотность этого раствора до 1,566 г/мл.

Добавляют 6 мл концентрированной муравьиной кислоты до объема 100 мл раствора.

6.2.6 Карбонат натрия, раствор концентрацией 0,25 %

Добавляют 0,25 г карбоната натрия к 100 мл дистиллированной воды и растворяют.

6.2.7 Гидроксид натрия, 5 %-ный раствор

Растворяют 5 г гидроксида натрия в дистиллированной воде и разбавляют до 100 мл.

6.2.8 Серная кислота, 75 %-ный раствор

Осторожно при охлаждении приливают 700 мл концентрированной серной кислоты (ρ = 1,84 г/мл) к 350 мл дистиллированной воды.

После охлаждения раствора до комнатной температуры доводят до 1 л водой.

6.2.9 Раствор хлороформ/трихлоруксусная кислота

Растворяют 50 г трихлоруксусной кислоты в 50 г хлороформа.

6.2.10 Раствор этанол/гидроксид калия

Растворяют 15 г гидроксида калия в 100 мл этанола.

7 Методы

7.1 Микроскопия

7.1.1 Оптическая микроскопия

Исследуют продольный вид и/или поперечное сечение пробы волокна под оптическим микроскопом (6.1.1) в проходящем свете при увеличении.

Сравнивают с микрофотографиями в приложении В.

7.1.2 Растровая электронная микроскопия

Исследуют продольный вид и/или поперечное сечение поверхности пробы волокна под растровым электронным микроскопом (6.1.2) при увеличении.

Сравнивают с микрофотографиями в приложении С.

7.1.3 Показатель преломления

7.1.3.1 Общие положения

Показатель преломления определяет видимость всех бесцветных и прозрачных объектов.

Если волокно исследуют на воздухе (n = 1,0), то относительно большая разность показателей преломления волокна и воздуха приводит к тому, что порядка 5 % падающего света отражается, а пропущенный свет заметно преломляется. В результате таких эффектов возникают сильные тени, которые скрывают тонкие детали структуры волокна и могут привести к неправильной идентификации. Чтобы снизить степень контраста в затененных областях, волокна помещают в среду с подходящим показателем преломления для дальнейшей их оценки под микроскопом.

7.1.3.2 Используемые среды

Если волокна помещают в среду с таким же показателем преломления, как у самого волокна, то детали поверхности практически не видны, но четко определяются внутренняя структура и наличие пустот или включений, таких как пигментация. Если необходимо исследовать поверхностные детали, то волокно помещают в среду с заметно отличающимся показателем преломления, предпочтительно с гораздо более высоким, чем у волокна, например, 1-бромнафталин или дийодометан.

Среды для помещения исследуемых волокон должны быть относительно устойчивыми, не летучими и не реагирующими с полимерным волокном. Наиболее часто используемой средой является жидкий парафин, который дает изображение удовлетворительной контрастности для всех волокон, за исключением диацетат целлюлозы и триацетат целлюлозы, для исследования которых рекомендуется *н*-декан.

Рекомендуется, чтобы все волокна были исследованы незамедлительно после помещения в среду. В некоторые волокна, оставленные на определенное время в среде, может проникнуть ее вещество, они могут набухнуть, что приведет к неправильному измерению диаметра волокна, или среда может испариться.

7.1.3.3 Факторы, определяющие показатели преломления

Факторы, определяющие показатель преломления волокна, включают химическую природу молекул, их физическое расположение, длину волны падающего света, содержание влаги и действие других веществ, которые могут присутствовать в волокне. Для точного определения необходимо использовать плоско поляризованный свет в условиях контроля температуры и относительной влажности.

Двупреломляющие вещества демонстрируют разные показатели преломления для данной длины волны в зависимости от направления проходящего через них света, а также от направления его пропускания. Для положительных двупреломляющих волокон максимальный и минимальный показатели преломления соответствуют направлению длинной оси волокон и направлению под прямым углом к оси волокна соответственно. Для отрицательных двупреломляющих волокон все происходит наоборот.

7.1.3.4 Поведение в поляризованном свете

Определение свойств волокна в поляризованном свете можно осуществить, поместив волокно в среду с известным показателем преломления (см. таблицу 2) и наблюдая его таким образом, чтобы микроскоп обеспечивал свет, поляризованный вертикально в направлении снизу вверх.

Выравнивают волокно в направлении света и устанавливают микроскоп на обеспечение осевого освещения. Осторожно фокусируя на контуры волокна, настраивают фокус чуть выше волокна. В случае цилиндрического волокна, если его показатель преломления выше показателя преломления среды, в которую оно помещено, волокно будет действовать как линза, и яркая линия света будет перемещаться к середине волокна по мере поднятия фокуса. Если показатель преломления волокна ниже, чем показатель преломления среды, то свет будет выравниваться по мере поднятия фокуса, и середина волокна станет темнее.

Этот тест лучше работает для круглых волокон, для плоских лентообразных волокон легче увидеть движение яркой линии на их контурах.

Поворот образца на 45° и установка микроскопа для получения перекрестной поляризации позволяет увидеть двупреломление. Фиксируют, что волокно выглядит очень ярким (сильное двупреломление), тусклым (слабое двупреломление), или темным (отсутствие двупреломления).

Повторяют тест, используя различные среды (см. таблицу 2). По мере приближения показателя преломления жидкости к показателю преломления волокна, последнее становится менее различимым, а затем невидимым. Для идентификации волокна по таблице подбирают жидкость. Такая техника с успехом используется для идентификации полиэфирного волокна.

Сравнивают результаты выполненных наблюдений с таблицей 1 для идентификации возможных волокон.

Таблица 1 — Показатели преломления волокон (см. [1])

Волокно		Показатель преломления		Двупреломление	
		вдоль $n_{//}$	поперек $n_{\perp}$	Δn	
Ацетатное	Диацетат	1,476	1,473	0,003	Слабое
	Триацетат	1,469	1,469	0	Слабое
Акриловое		1,511	1,514	– 0,003	Слабое, отриц.
Арамидное	(Пара-)арамид	> 2,000	—	—	—
Асбестовое	Хризотил	1,50—1,56	—	варьирует	Сильное
	Амозит	1,64—1,69	—	варьирует	—
	Крокидолит	1,68—1,71	—	варьирует	—
Хлорофибра		1,541	1,536	0,005	Слабое
Купроволокно		1,553	1,519	0,034	Сильное
Стекловолокно		1,52—1,55	—	—	Отсутствует

Окончание таблицы 1

Волокно		Показатель преломления		Двупреломление	
		вдоль $n_{//}$	поперек $n_{\perp}$	Δn	
Модакриловое		1,52—1,54	1,52—1,53	0,002—0,004	Слабое
Полиамид	Полиамид 11	1,553	1,507	0,046	Сильное
	Полиамид 6	1,575	1,526	0,049	Сильное
	Полиамид 6.6	1,578	1,522	0,056	Сильное
Полиэфир		1,706	1,546	0,160	Интенсивное
Полиолефин	Полипропилен	1,530	1,496	0,034	Сильное
	Полиэтилен	1,574	1,522	0,052	Сильное
Вискоза		1,54—1,55	1,51—1,52	0,022—0,039	Сильное
Шерсть		1,557	1,547	0,010	Слабое
Хлопок		1,577	1,529	0,048	Сильное
Шелк	Вываренный	1,591	1,538	0,053	Сильное
Лен		1,58—1,60	1,52—1,53	0,06	Сильное

Таблица 2 — Показатели преломления сред для микроскопии (см. [1])

Среда	Показатель преломления
Вода	1,33
н-Гептан	1,39
Силиконовая жидкость *Silicone Fluid* (200/100,000сСт)	1,406
н-Декан	1,41
Бутилстеарат	1,445
Жидкий парафин	1,47
Оливковое масло	1,48
Кедровое масло[a]	1,513—1,519
Анизол (метоксибензол)	1,515
Этилсалицилат	1,525
Метилсалицилат	1,537
о-Дихлорбензол	1,549
Бромбензол	1,56
1-Бромнафталин	1,658
Дийодометан (Метилениодид)	1,74
[a] Показатель преломления кедрового масла со временем меняется.	

7.2 Испытания в пламени

7.2.1 Проба на сжигание

Горение волокна и оценивание характеристик пламени и выделяющихся дымов являются классическим методом идентификации класса волокна, например целлюлозного, белкового, синтетического и т. д.

Помещают пробу, если возможно, в пламя бунзеновской горелки (см. 6.1.3) в одинаковом физическом состоянии, например в виде крученой нити, чтобы свести к минимуму различия при горении за счет физической природы пробы.

Следует отметить такие характеристики как плавление или усадка (сжимание) в пламени. Если проба загорается, ее следует извлечь из пламени и посмотреть, продолжается горение или нет. Следует также отметить природу остатка или запах.

При интерпретации результатов в отношении смеси волокон следует соблюдать осторожность, поскольку один тип волокна может замаскировать присутствие другого. Также наличие отделки или покрытия может привести к неверным результатам.

Результаты реакции волокон на пламя можно посмотреть в приложении А.

7.2.2 Испытание на обнаружение хлора

Нагревают медную проволоку в пламени бунзеновской горелки (см. 6.1.3) до исчезновения зеленой окраски.

Извлекают проволоку из пламени и касаются горячим концом этой проволоки волокна таким образом, чтобы часть волокна прилипла к проволоке.

Снова вводят проволоку в пламя. На присутствие хлора в волокне указывает появление зеленого цвета в пламени.

Примечание 1 — Хлорсодержащие волокна — хлорофибра, поливинилиден и модакриловые волокна.

Примечание 2 — Испытание на выявление хлора называют «тестом Бельштейна».

7.2.3 Испытание на обнаружение азота

Помещают несколько волокон (приблизительно 100 мг считается достаточным) в пробирку, покрывают натронной известью или смесью гидроксида натрия и оксида кальция (см. 6.2.1) и нагревают дно пробирки.

Примечание 1 — Пробирку можно закрыть ватным тампоном, чтобы избежать разбрызгивания.

При помещении в отверстие пробирки влажной красной лакмусовой бумажки ее цвет изменится на синий, если волокно содержит азот.

Примечание 2 — Азотсодержащие волокна: шелк, шерсть и волосы животных, полиамид, акриловые, модакриловые, эластановые, арамидные и меламиновые волокна.

7.3 Испытание окрашиванием

7.3.1 Окрашивание раствором йод/иодид калия

Наблюдают окрашивание пробы волокна после погружения в раствор йод/иодид калия (см. 6.2.2) от 30 до 60 с с последующим промыванием и сравнивают результат наблюдения с приведенным в приложении А.

7.3.2 Ксантопротеиновая реакция

Определяют белковые компоненты в волокне.

На пробу волокна, размещенную на предметном стекле микроскопа, наносят каплю азотной кислоты и наблюдают его окраску. Волокно состоит из белков, если появляется желтая окраска, которая изменяется на оранжевую при нейтрализации аммонием.

Примечание — Шелк, шерсть и волос животных, белковое волокно подпадает под эту категорию.

7.4 Испытания на растворимость

7.4.1 Подтверждение полиэфирных волокон

К волокнам, размещенным на предметном стекле оптического микроскопа, добавляют несколько капель раствора этанол/гидроксид калия (см. 6.2.10) (иммерсионное масло или другую жидкость применять не рекомендуется). Слегка подогревают, наблюдают на оптическом микроскопе (см. 6.1.1). Полиэфирные волокна изменяются морфологически (на поверхности волокон «растет волос»).

7.4.2 Подтверждение целлюлозы

Под оптическим микроскопом (см. 6.1.1) добавляют несколько капель реактива этилендиамина меди (II) на волокна, расположенные на предметном стекле. Целлюлозные волокна растворяются в этом растворе.

Сравнивают с данными по растворимости волокон, приведенными в приложении D.

7.5 ИК-спектроскопия

7.5.1 Общие положения

Идентификацию полимеров вообще и синтетических волокон в частности можно легко выполнить данным методом, который обеспечивает альтернативу использования приборов классическим видам анализа: микроскопии, определению растворимости и окрашиванию. Одним из больших преимуществ инфракрасного обследования является то, что полученный спектр определяется, главным образом, по химическому составу волокна и, в общем, является менее зависимым от физического строения, изменчивость которого может повлиять на результаты, полученные при окрашивании, определении растворимости и других физических методов, используемых для идентификации волокон. Там, где имеется только несколько миллиграммов пробы, ИК-спектроскопия является, вероятно, самым ценным анализом. Этот метод особенно применим для идентификации синтетических волокон, таких как полиолефиновые, арамидные и акриловые, особенно последних, в которых часто варьируются применяемые состав и пропорция акрилонитрилового сомономера.

Примечание — В то же время, если два или более синтетических волокон получены на основе одного и того же основного мономера, свойства которого модифицированы добавлением того же самого сомономера в другом количестве, и если относительная разность невелика, можно не различить волокна методом качественной ИК-спектрометрии. Если сомономер другой, то полученный ИК-спектр будет специфичным для данного конкретного волокна.

Если инфракрасное излучение пропускают через вещество, то энергии ИК-фотонов будет достаточно, чтобы вызвать вращения и вибрации молекул и атомных групп. Определенные частоты поглощаются, а другие пропускаются в зависимости от природы химических групп.

Поглощение ИК-излучения органическими компонентами включает два разных типа колебаний:

- валентные колебания (растяжение);
- деформационные колебания (изгиб).

Именно поэтому ИК-спектроскопия состоит в определении частот, при которых происходит поглощение, и построении графика зависимости процента поглощенного излучения от частоты. На практике это осуществляется автоматически с помощью ИК-спектрометра (6.1.4).

ИК-спектры поглощения измеряются либо с помощью дисперсионного двухлучевого (дифракционного) спектрофотометра или спектрофотометров с преобразованием Фурье, регистрирующих цифровую интерферограмму, которая последовательно преобразуется компьютером в узнаваемый ИК-спектр.

Большинство имеющихся в продаже спектрофотометров сканируют спектр от 2 до 15 нм, т. е. от 4000 $см^{-1}$ до 670 $см^{-1}$ в волновых числах.

Благодаря количеству и сложности полос поглощения инфракрасный спектр данной молекулы является характерным для данного соединения и может быть использован для идентификации. Поэтому в сравнительных исследованиях, когда два вещества имеют идентичный ИК спектр, это значит, что эти вещества идентичны.

7.5.2 Проведение анализа

Спектры относительно простых органических молекул обычно определяют на самом веществе или в среде, прозрачной для ИК-излучения. Подготовка проб синтетических волокон является более сложной, и окончательный выбор из нескольких имеющихся методов будет зависеть от природы волокна и от оператора, осуществляющего проведение анализа. Наиболее удобные методы подготовки проб подробно изложены ниже.

7.5.2.1 Техника прессованного диска

Техника прессованного диска позволяет получать спектры относительно крупных частиц, пригодных для качественной идентификации, путем выбора в качестве матрицы галоидного соединения, показатель преломления которого близко совпадает с показателем преломления пробы. В большинстве случаев подходит бромид калия (n_D = 1,56).

Метод заключается в смешивании мелко измельченных волокон с тонким порошком бромида калия, который хранят в сушильном шкафу.

При приготовлении диска несколько миллиграммов волокон мелко режут ножницами. Порцию мелко нарезанного материала перемешивают до однородности в агатовой ступке с тонким порошком от 300 до 500 мг бромида калия, спрессовывают в небольшой диск толщиной приблизительно 1 мм в подходящей вакуумной пресс-форме при давлении от 500 до 750 кПа. В течение 2 мин к пресс-форме прикладывают только вакуум, затем вакуум и прессующую нагрузку прикладывают одновременно в течение 2 мин. Чистые таблетки дают только две небольшие полосы поглощения при 2,9 и 6,1 мкм за счет влаги.

Примечание — Всегда следует помнить, что бромид калия является очень гигроскопичным и полосы поглощения воды, которые могут присутствовать в спектрах, полученных данным методом, могут привести к неправильной идентификации. Метод с применением бромида калия имеет важное преимущество перед способами смешивания с жидкостями, поскольку с его помощью можно анализировать очень малые количества пробы.

7.5.2.2 Смешивание (с жидкостями)

Такой тип подготовки пробы относится к твердым веществам, для которых не подходят другие методы подготовки. Жидкости для смешивания должны быть нелетучими и не поглощать в области от 2 до 15 нм. Медицинское масло, которое является минеральным маслом высокой очистки, является широко доступной и обычно используемой жидкостью для смешивания. Полосы поглощения, обусловленные этим маслом, появляются при 3,4, 6,9 и 7,3 нм. Вещества для смешивания, которые не поглощают в указанных областях, это гексахлорбутадиен и перфторуглеродистое масло.

Традиционный метод, когда вещество истирают в мелкий порошок и из порошка готовят однородную мягкую массу, хорошо подходит для определенных кристаллических материалов, но является менее удовлетворительным для текстильных волокон и неприменим для вискозы, пластиков и каучукоподобных веществ. Изложенный ниже метод, который можно применять к данным, относительно трудно обрабатываемым веществам, гораздо быстрее и лучше работает, а мягкая смесь готовится за один прием. В этом методе материал растирают между притертыми стеклами, обеспечивая таким образом более мощное абразивное воздействие.

Измельчающие стекла получают из 5-миллиметрового стекла, вырезав из него пластинки удобного размера. Пары стекол шлифуют карборундовым порошком 200-меш, пока поверхность не станет равномерно шероховатой, затем их трут друг о друга, используя несколько капель медицинского масла в качестве смазки, пока не образуется новый стеклянный порошок. На стеклах образуются мельчайшие плоские участки с острыми режущими кромками.

Текстильные нити или ткань нарезают мелко, на отрезки длиной порядка от 0,5 до 2 мм, и быстро их смешивают, постепенно добавляя еще медицинского масла и измельченного волокна. В течение нескольких минут можно получить отличные смеси (суспензии в масле) из очень упругого волокна. При подготовке смеси требуется получить пасту маслянистой желеподобной консистенции. Правильную консистенцию определяют «на глаз», по внешнему виду, по сопротивлению движения стекол и по исчезновению таких явных признаков, как «крысиные хвостики» в смеси, которые указывают на присутствие макрочастиц. Наконец, стекла разделяют, и смесь переносят на пластинки из каменной соли для измерения ИК поглощения.

7.5.2.3 Пленки после окунания в раствор

Пленка после окунания в раствор дает лучший спектр, чем спектр, полученный диспергированием того же самого волокна в бромиде калия или в мягкой смеси. Метод получения пленки окунанием в раствор применяется не так часто, как например, техника прессованного диска, поскольку сначала необходимо выбрать подходящий растворитель, а для некоторых волокон такого растворителя не существует. Другие требования заключаются в том, что растворитель не должен вступать в реакцию с волокном и не должен оставлять осадка при выпаривании.

Если после окунания в растворитель покрыть пленкой гладкую стеклянную поверхность, то такие пленки могут давать интерференционную картину в спектре, благодаря высокой степени параллельности между их передней и задней поверхностями пленки. Полосы помех могут осложнять идентификацию слабых инфракрасных полос, но это затруднение можно преодолеть простым способом — применением шероховатой стеклянной поверхности. В этом случае одна из поверхностей пленки будет неравномерной, что будет мешать образованию полос помех.

Раствор приблизительно 5 %-ной концентрации готовят растворением волокна в горячем растворителе. Достаточное количество раствора, чтобы покрыть участок размерами примерно (50 х 25) мм, наливают на горизонтальную стеклянную пластинку, поверхность которой делают шероховатой с помощью карборунда 400—500 меш. Температура раствора должна быть существенно ниже, чем температура образования пузырьков, в противном случае на пленке останутся отверстия. Большую часть растворителя испаряют при температуре, достаточно низкой, чтобы избежать образования пузырьков, и когда пленка застынет, пластинку с пленкой нагревают до более высокой температуры, предпочтительно в вакууме, чтобы удалить оставшийся растворитель.

Обычно полученную пленку можно счистить со стеклянной пластинки, приподняв за край с помощью лезвия бритвы. Если пленка прилипла, иногда помогает смачивание водой.

Большинство растворителей полностью удаляются при нагревании, но там где растворитель остался, его можно удалить с помощью экстракции на приборе Сокслета или нагреванием с обратным

холодильником, например, диметилформамид (DMF) цепко удерживается акриловыми волокнами, но полностью удаляется кипячением пленки в воде в течение от 0,5 до 1,0 ч. В данном методе подготовки пробы важно полностью удалить растворитель, в противном случае полосы поглощения (в первую очередь при 5,98 мкм), ввиду удерживания DMF, будут присутствовать в спектре волокна.

7.5.2.4 Плавленые литые пленки

Плавленые литые пленки волокон термопластов можно получить посредством сдавливания волокон, помещенных между листами политетрафторэтилена (ПТФЭ), между нагретыми плитами на лабораторном гидравлическом прессе. Обычно рекомендуется делать тонкие, почти прозрачные пленки (от 5 до 35 мкм).

7.5.2.5 Спектроскопия нарушенного полного внутреннего отражения (НПВО)

НПВО-спектроскопия используется для анализа поверхности материалов с помощью ИК-спектрометра, реализующего НПВО (см. 6.1.4.1). Поскольку этот метод не требует подготовки пробы, по времени он менее длительный, чем ранее описанные методы.

ИК-излучение проходит через ИК-пропускающий кристалл с высоким показателем преломления, позволяя лучам отражаться несколько раз в пределах элемента НПВО.

Поверхность пробы прижимают до тесного оптического контакта с верхней поверхностью кристалла.

Наиболее простой кристалл, используемый в НПВО-приборах, это бромид-йодид таллия KRS-5. Обычно призма бывает длиной 5 см, шириной 2 см и толщиной 4 мм со сторонами под углом 45°. Свет входит с расположенной под углом стороны призмы и отражается приблизительно 25 раз, прежде чем выйдет из кристалла.

Волокна и ткани, которые относятся к наиболее сложным материалам в отношении исследования с помощью спектроскопии пропускания, показали себя с хорошей стороны в отношении исследований с помощью спектроскопии многократного внутреннего отражения, поскольку они не требуют специальной подготовки для этой цели. Слово «многократное» следует подчеркнуть, поскольку природа самого волокна обеспечивает плохой контакт, и множество отражений необходимо для получения достаточного поглощения (см. рисунок 2).

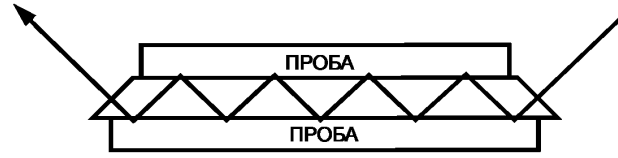


Рисунок 2 — Многократное внутреннее отражение

7.5.2.6 Спектроскопия диффузного отражения

ИК-спектроскопия диффузного отражения с преобразованием Фурье (ИК-ПФ) является более новым методом, чем НПВО. При использовании ИК-ПФ спектрометра (см. 6.1.4.2) пробы можно анализировать непосредственно либо как дисперсии на непоглощающих матрицах, например, KBr. Сравнение техники отбора проб для описания хлопчатобумажных изделий показало, что наилучший спектр получился при простом помещении вырезанного из ткани круга в чашку для пробы.

При направлении ИК-излучения на поверхность твердой пробы можно получить отраженное излучение двух типов. Один тип — это зеркальное отражение, а другой тип — это диффузное отражение. Зеркальная составляющая — это излучение, которое отражает непосредственно поверхность пробы. Диффузное отражение — это излучение, которое проникает в пробу и затем выходит. Приспособление для диффузного отражения сконструировано таким образом, чтобы диффузно отраженная энергия была оптимизирована, а зеркальная составляющая сведена к минимуму. Рассеянное излучение собирают с помощью сферического зеркала, которое фокусируется на детектор.

7.5.2.7 ИК-ПФ микроскопия

Можно исследовать отдельные волокна, для чего их обычно разглаживают на валке, причем это единственный деструктивный этап метода. Волокна разглаживают перед проведением анализа, чтобы минимизировать диффузию излучения, получить более равномерную толщину (сводя таким образом к минимуму отклонение от закона Бера и поглощение волокна) и увеличить площадь поверхности пробы,

увеличивая отношение «сигнал-шум» и снижая эффекты дифракции на краях волокна. Минимальный размер пробы обычно берется порядка (10 х 10) мкм^2.

В ИК-микроскопе пробу устанавливают в держатель (слайд с 13-миллиметровым окошком или опорный 13-миллиметровый золотой отражательный диск). Затем пробу помещают в фокус на столике микроскопа, используя проходящее или отраженное видимое излучение. Рассматриваемый участок на пробе идентифицируют и изолируют, используя регулируемые апертуры. На этом этапе можно сфотографировать пробу. ИК-спектр пробы затем регистрируют, переключившись с видимой области на инфракрасную, пользуясь зеркалами, встроенными в микроскоп. Инфракрасный луч проникает или отражается от пробы, а результирующий луч принимается высокочувствительным детектором, оптимизированным для небольших изображений, обычно применяемых в ИК-ПФ микроскопии.

7.5.3 Интерпретация спектров

Инфракрасный метод зависит, в первую очередь, от установки, что спектр неизвестного волокна точно совпадает со спектром известного вещества, исследованного в той же самой физической форме.

Для этого необходимо суметь назвать соединение по полосам поглощения, которые оно имеет в инфракрасной области.

Например, в таблице 3 приведены несколько пиков поглощения, которые являются характерными для некоторых основных химических связей.

Таблица 3 — Примеры волнового числа некоторых химических связей

Волновое число, см$^{-1}$	Химическая связь	Химическое семейство
Примерно 3300	O-H	< 3300 в спиртах > 3300 в кислотах
Примерно 3250	N-H	Амины, амиды
Примерно 3000	C-H	2800—3000 в алифатических компонентах > 3000 в ароматических компонентах
Примерно 2200	C≡N	Нитриловые компоненты (Акриловые)
Примерно 1700	C=0	Кетоны, амиды, кислоты
Примерно 1200	C-O-C	Компоненты сложных эфиров
Примерно 800	C-Cl	Хлор-компоненты

Лаборатория, выполняющая качественные исследования, собирает свою коллекцию кривых поглощения для веществ, которые могут встретиться при анализе. Для коллекции спектров предпочтительно использовать спектры, записанные на одном и том же приборе, поскольку в этом случае не требуется введения поправки на различия в разрешающей способности или калибровку по длине волны. Если спектр не совпадает с каким-либо спектром из собственной коллекции, существует возможность, что совпадающий спектр найдется в библиотеке. В приложении Е используется простой метод визуального сравнения неизвестного спектра со спектрами известных волокон.

В настоящее время имеются компьютерные библиотеки спектров, и большинство пакетов программ ИК-ПФ включают программу поиска для доступа к коммерческим библиотекам или библиотекам, созданным пользователем.

7.6 Термический анализ

7.6.1 Определение точки плавления

Если волокно получено из термопласта, оно будет иметь точку плавления. Точку плавления можно определить как температуру (или температурный интервал), при которой плавятся кристаллические зоны волокна или при которой твердое волокно становится жидким.

Методы измерения точки плавления обычно основаны на применении нагревательного блока (6.1.5), на котором температуру можно поднимать с переменной, но регулируемой скоростью. Волокна можно помещать в непосредственном контакте с блоком или в стеклянную капиллярную трубку, основание которой вставлено в блок. Если используется поляризационный микроскоп (блок просмотра), то можно получить информацию о плавлении кристаллов. В другом варианте регистрируют температуру, при которой образуется жидкость.

Информацию о точках плавления можно найти в приложении F.

Примечание — В приложении F можно также найти другие переходные температуры, относящиеся к нетермопластичным волокнам.

Существуют более сложные методы [дифференциальная сканирующая калориметрия или термический гравиметрический анализ (ДСК или ТГА)], которые обычно применяют, когда требуется более детальная информация об идентифицируемом волокне (см. 7.6.2 и 7.6.3).

7.6.2 Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)

7.6.2.1 Общие положения

Дифференциальная сканирующая калориметрия является инструментальным методом, который можно использовать для изучения таких явлений, как различные фазовые переходы и химические реакции, включающие либо поглощение, либо выделение тепла, что может происходить в процессе нагревания вещества. В случае волокон эти изменения могут включать фазовый переход второго порядка или переход в стеклообразное состояние, десорбцию влаги, кристаллизацию, плавление, химические реакции и процессы необратимого разложения. Одной из наиболее интересных характеристик для идентификации является точка плавления волокна, которая может помочь в идентификации даже таких волокон, которые уже отнесены к одному и тому же классу, например разные типы полиамида (полиамида 6 и полиамида 6.6).

Дифференциальная сканирующая калориметрия является методом, в котором измеряется разность между тепловым потоком (теплоэнергией), поступающим в испытуемый образец, и тепловым потоком, поступающим в контрольный образец (эталонный образец), как функция температуры и/или времени, причем испытуемые и контрольные образцы нагревают в соответствии с контролируемой температурной программой. В результате получают кривую зависимости или термограмму, в которой температуру или время откладывают на оси *X*, а разность тепловых потоков — по оси *Y*. Пики на термограмме представляют изменения с момента термически стабильного состояния и соответствуют трансформациям, которым подвергается проба. Характер изменений дает возможность различить эндотермические и экзотермические изменения, первые обычно на графике выстраиваются в нисходящем направлении, а экзотермы показывают отклонения вверх.

Оборудование (6.1.6), используемое для измерения, может быть двух различных конструкций: ДСК с компенсацией мощности и ДСК теплового потока (количества теплоты). В первом случае температуру как испытуемого, так и контрольного образца поддерживают одинаковой и измеряют разность между тепловым потоком в двух образцах как функцию температуры или времени, при этом температуру образцов изменяют в соответствии с контролируемой программой. Во втором случае разность между температурой испытуемого образца и температурой контрольного образца будет пропорциональна разности теплового потока, который измеряют как функцию температуры или времени, изменяя температуру образцов в соответствии с контролируемой программой.

В некоторых условиях показано, что для текстильных материалов, как и для некоторых других материалов, наблюдаемые эндотермические и экзотермические изменения воспроизводимы и являются уникальной характеристикой для данного материала, поэтому кривая ДСК подобна отпечатку пальца и может быть использована для идентификации волокон. Для этой цели ДСК можно также использовать на смеси волокон, при условии, что точки плавления различных компонентов этой смеси достаточно различны.

7.6.2.2 Проведение испытания

7.6.2.2.1 Температурный интервал

Выбранный температурный интервал зависит в некоторой степени от типа и происхождения волокна, но наиболее часто используется интервал от 25 °С до примерно 600 °С. Для большинства синтетических волокон кривой ДСК, проходящей через точку плавления, было бы достаточно для идентификации волокна, тогда как для натуральных и целлюлозных искусственных волокон идентификация зависит от регистрации химических реакций и реакций химического разложения, проходящих при высоких температурах.

7.6.2.2.2 Скорость нагревания

Обычно скорости нагревания от 5 до 10 °С/мин (или даже 20 °С/мин) являются удовлетворительными и позволяют получить полезную термограмму. При быстром нагревании существует тенденция получения острых основных пиков, но при слишком высоких скоростях теряются детали и мелкие реакции. Наоборот, медленное нагревание, менее 5 °С/мин, позволяет выявить мелкие изменения и облег-

чить разделение реакций, но затрудняет определение площади пиков. Таким образом, выбор скорости нагрева всегда является компромиссом. В общем, температуры обратимого перехода, например плавления, в основном не зависит от скорости нагревания, тогда как пиковые температуры необратимых реакций зависят от нее. В последнем случае пиковые температуры движутся вверх при увеличении скорости нагревания. Скорости нагревания необходимо тщательно устанавливать для того, чтобы избежать некорректных сравнений.

7.6.2.2.3 Контроль атмосферных условий

Атмосферные условия являются важной переменной в термическом разложении полимерных материалов. Чтобы предотвратить трудные для контроля окислительные реакции при повышенных температурах, которые обычно дают плохо определяемые кривые, рекомендуется использовать инертные атмосферы, предпочтительно сухой азот.

7.6.2.2.4 Проблемы, связанные с образцами

В общем, чем меньше образец, тем лучше результаты. Поскольку требуется определенное время для преобразования, большой образец может влиять на наблюдаемую температуру и поднимать ее, образуя заметный термический градиент внутри образца. В небольшом образце (от 1 до 10 мг) термический градиент уменьшается, требуются только полумикроколичества, и легче выделяются летучие продукты разложения. Одновременно необходимо тщательно следить за процессом, поскольку для гетерогенных систем, в большой степени, очень мелкие образцы могут оказаться непоказательными, дающими кривые с плохой воспроизводимостью.

Волокно необходимо измельчить: отличные результаты получаются, если волокно, пряжу или ткань режут на кусочки длиной от 2 до 3 мм или мелкими квадратиками. Если исследуют низкотемпературные переходы, не рекомендуется измельчать образец в порошок, поскольку в процессе испытания может образоваться достаточное количество теплоты и изменить идентификацию образца. В общем, обычной практикой является испытание образца в состоянии сразу после получения, и если требуется уменьшение размера образца, то для этого используют наиболее щадящий процесс.

7.6.2.2.5 Стандартные образцы

В большинстве примеров, где размер пробы составляет от 0,1 до 10 мг, стандартный образец не требуется, за исключением пустой кюветы для контроля. Если используют стандартный образец, он должен быть инертным и термостойким в используемом интервале температур. Наиболее часто используемым стандартным образцом является обожженный глинозем, оксид алюминия (Al_2O_3). Можно использовать два метода паковки образца:

- паковка «сэндвич», когда прессованную таблетку из измельченного образца помещают между слоями стандартного образца;
- перемешивание образца со стандартным образцом как с разбавителем, чтобы получить концентрацию образца от 5 % до 30 %.

7.6.2.2.6 Идентификация

Идентификацию синтетических волокон можно осуществить посредством:

- сопоставления кривой неизвестного волокна с опубликованными кривыми;
- измерением исходной пробы в идентичных условиях для последующего сравнения;
- проверки точки плавления и других данных по переходу.

7.6.3 Термические гравиметрические методы (ТГА)

Термический гравиметрический анализ (ТГА) или термогравиметрия включает применение термовесов (6.1.7) с регистрацией, чтобы автоматически измерить и записать изменения массы, которые происходят, когда пробу нагревают или охлаждают по контролируемой программе на контролируемом оборудовании. Результирующая кривая зависимости изменения массы от температуры или ее производные дают информацию, касающуюся термической стабильности и разложения исходной пробы.

7.7 Методы измерения плотности

Плотность волокон обычно определяют, используя колонку градиента плотности (6.1.8), применяемую совместно с калиброванными стеклянными шариками. В мерный цилиндр последовательно наливают слои жидкости в порядке уменьшения плотности и одновременно размещают калиброванные стеклянные шарики известной плотности, используемые как стандартные образцы. Волокно известной плотности помещают в цилиндр, а затем по уровню, на котором волокно остановится, определяют его плотность.

Информацию по плотности можно найти в приложении G.

7.8 Другие инструментальные методы

7.8.1 Энергодисперсионный рентгеновский (ЭДР) анализ

Энергодисперсионный рентгеновский (ЭДР) анализатор (см. 6.1.9) используют совместно с растровым микроскопом (см. 6.1.2), чтобы обеспечить уникальную возможность анализа элементов, присутствующих в текстильных волокнах, вплоть до лития, по атомному номеру. Можно оценить наличие предэкструзионных добавок, таких как диоксид титана, а также постэкструзионных добавок, таких как серебро. Можно получить полуколичественные значения для концентрации элементов и составить карты, показывающие распределение элементов в волокне.

ЭДР можно использовать как вдоль волокна, так и по перечному сечению. В зависимости от типа используемого растрового электронного микроскопа часто требуется устройство для напыления ионов углерода или золота, чтобы получить высококачественные изображения и элементный состав. Если используется устройство для напыления золотых ионов, которые будут скрывать присутствующее в анализируемой пробе золото, то обычно наилучшим выбором является устройство для напыления ионов углерода.

Примечание — Покрытия и вспомогательные химические вещества на текстильных волокнах можно также характеризовать по мере их обнаружения. Обработка веществами на основе фтора, а также ингибиторы горения являются примерами компонентов элементного покрытия, которые можно обнаружить с помощью ЭДР.

Считается, что ЭДР имеет предел обнаружения порядка 0,1 % для части пробы, которая взаимодействует с анализирующим лучом. Рентгеновская флуоресценция в дополнение к энергодисперсионному анализу обеспечивает обнаружение до 0,0001 % для оптимальной матрицы и комбинаций элементов.

ЭДР является отличным инструментом для микроанализа размера пятен в диапазоне порядка 100 нм.

8 Примеры методов

8.1 Методы, использующие микроскоп, определение растворимости и испытания ИК-ПФ (примеры)

8.1.1 Пример № 1

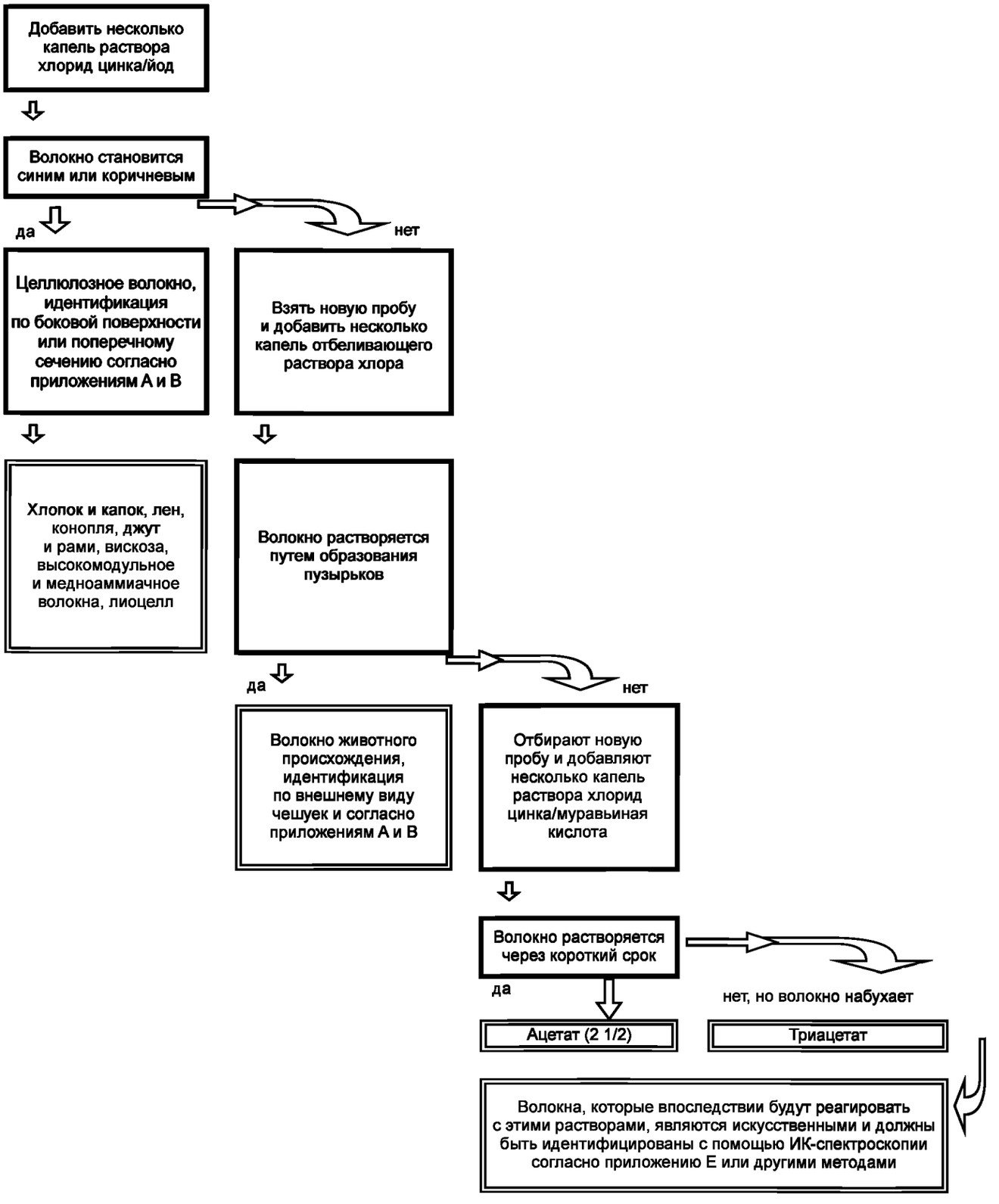


Рисунок 3 — Метод, использующий микроскоп при определении растворимости

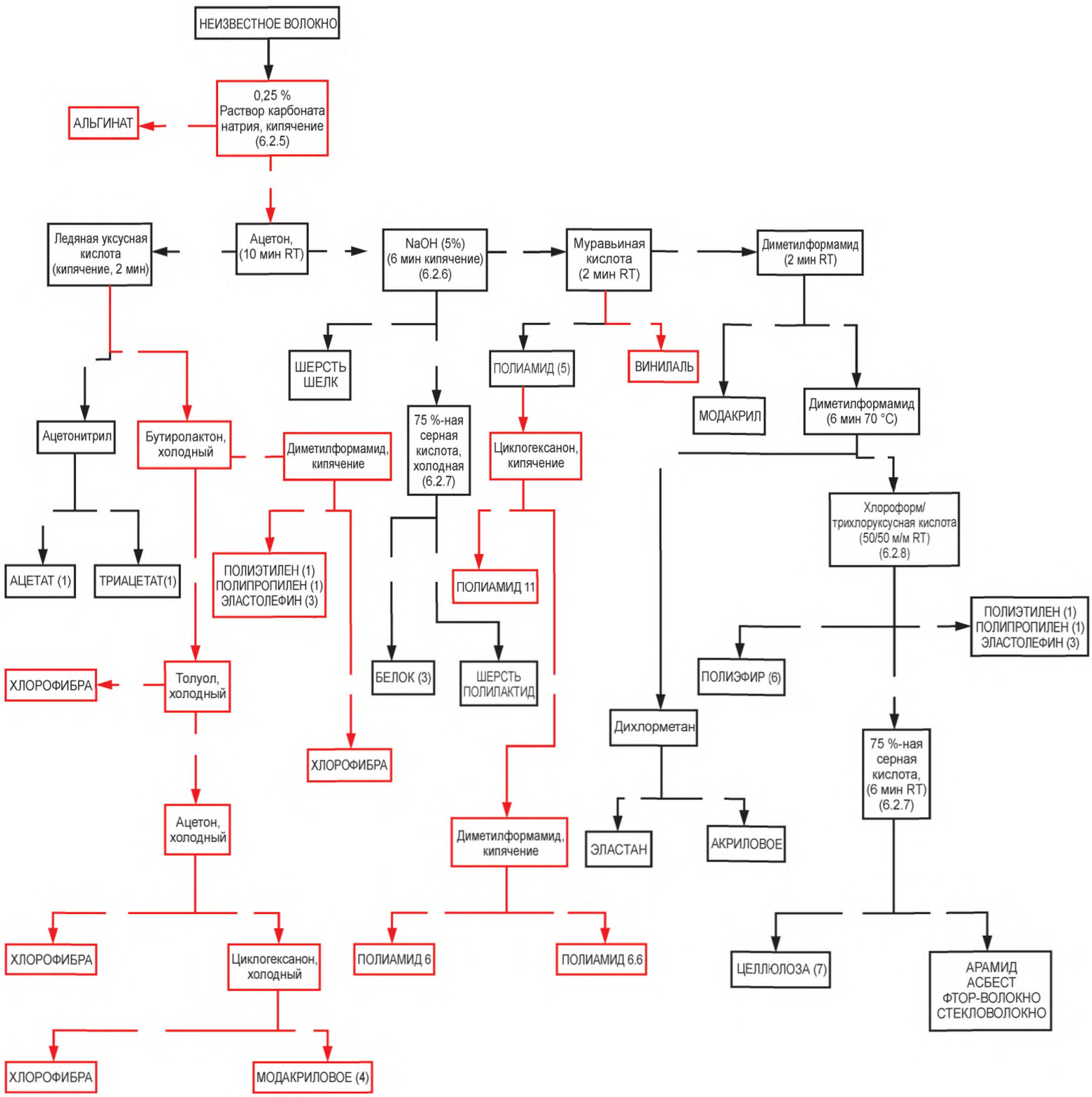
8.1.2 Пример № 2

Таблица 4 — Метод с применением микроскопа, определение растворимости и ИК-ПФ испытания

Образец, который содержит только одно волокно	Натуральное волокно	Исследование под микроскопом вдоль волокна	
	Искусственное или минеральное волокно	Исследование под микроскопом вдоль волокна	
	Синтетическое волокно	Исследование с помощью ИК-ПФ спектрофотометра	
Образец, который содержит более одного волокна	Смесь натуральных волокон с одинаковым химическим составом	Исследование под микроскопом вдоль волокна (и микроскопическое исследование поперечного сечения для смесей либерийских волокон, исследование под электронным растровым микроскопом для шерстяных и специальных волокон)	
	Смесь химических синтетических и/или искусственных и/или минеральных волокон	Однородная смесь	Исследование по растворимости
		Пряжу/нити можно разделить вручную	Исследование с помощью ИК-ПФ спектрофотометра
			Исследование под микроскопом вдоль волокна (для искусственных и/или минеральных волокон)
	Смесь (волокон растительного и/или животного происхождения) натуральных волокон с синтетическими и/или искусственными и/или минеральными волокнами	Однородная смесь	Исследование по растворимости (если присутствует шерсть, ее следует удалить перед началом испытания)
		Пряжу/нити можно разделить вручную	Исследование под микроскопом вдоль волокна (для искусственных и/или минеральных волокон)
			Исследование с помощью ИК-ПФ спектрофотометра

8.2 Процедура с использованием испытаний на растворимость (примеры)

8.2.1 Пример № 1



(S) Растворимый; (I) Нерастворимый; (RT) Комнатная температура

(1) Подтверждается точкой плавления.

(2) Волокно изменяется морфологически (набухает).

(3) Следует подтвердить методом ИК-ПФ или другими.

(4) В растворе ацетона (равномерное кипение) волокно не растворяется. Волокно изменяется морфологически.

(5) В раствор муравьиной кислоты, используемой для идентификации волокна, добавляют двукратный объем холодной воды. Помутнение указывает на присутствие нейлонового волокна.

(6) Препарат для исследования под микроскопом, изготовленный на основе раствора этилового спирта и гидроксида калия. Медленно подогревают. Волокно изменяется морфологически («волос растет»). См. 7.4.1.

(7) Препарат для исследования под микроскопом, изготовленный на основе раствора этилендиамина меди (II). Если присутствует целлюлозное волокно, оно растворится в этом растворе. См. 7.4.2.

8.2.2 Пример № 2

Таблица 5 — Предварительная обработка гипохлоритом натрия в течение 10 мин при комнатной температуре в холодной бане в случае шерстяных или шелковых волокон

Этапы	Остатки после обработки	Растворитель и условия	Среда для разбавления	В случае образования осадка или хлопьев ....
1	N[a]	Уксусная кислота 96 % 10 мин при комнатной температуре	Вода	Ацетат (*) или триацетат (**)
1a (*)	N	Ацетон 80 % 5 мин при комнатной температуре	Вода	Ацетат
1b (**)	(R)*[b] от 1a	Хлороформ 10 мин при комнатной температуре	Вода	Триацетат
2	(R)*	Уксусная кислота 96 % 2 мин в кипящей водяной бане	Вода	Полиамид
3	(R)*	Циклогексан 5 мин в кипящей водяной бане	Оставить холодным	Хлорофибра
4	(R)*	н,н Диметилформамид 5 мин в кипящей водяной бане	Спиртовой раствор гидроксида калия и дают подогреться	Акриловое, модакриловое волокно или полиамидимидное
5	(R)*	м-Ксилол или тетрахлорэтилен 2 мин из кипящего раствора	Оставить холодным	Полипропилен или полиэтилен
6	(R)*	Фенол 1 мин из кипящего раствора	Оставить холодным	Полиэфир
7	(R)*	Исследование остатков под микроскопом и с помощью ИК-ПФ спектрофотометром (при необходимости)		

[a] N — новый испытуемый образец .

[b] (R)* — образец остатка от предыдущего этапа.

8.3 Процедура, использующая испытания на сжигание и определение точки плавления (пример)

Таблица 6 — Испытания в пламени и при сжигании

Поведение образца			Тип волокна
Приближение к пламени	На нагревательной плитке	В пламени	
От пламени не сжимается и не плавится	Обугливается при температуре ниже 337 °С. Не плавится	Горит неравномерным, неожиданно возрастающим пламенем, оставляя черный, вспученный, легко превращающийся в порошок остаток, выделяет запах жженого волоса [ab]	Белковое волокно
		Легко загорается, испуская запах горелой бумаги, оставляет небольшое количество золы (иногда испускает явный запах рыбы, оставляет темный, губчатый остаток)	Целлюлозное (или целлюлозное просмоленное волокно)
		Горит медленно, гаснет, если удалить пламя. Горение может сопровождаться образованием дымов, имеющих едкий запах. Карбонизированный губчатый остаток	Вискозное или целлюлозное волокно с огнезащитной отделкой
		Легко загорается, гаснет, как только извлекают из пламени, оставляя раскаленный до свечения остаток	Альгинат кальция
	Не обугливается и не плавится [c]	Плавится до прозрачного твердого шарика	Стекловолокно
		Накаливается, но формы не теряет	Асбест [d]
Сжимается и плавится до горошины	Плавится при температуре ниже 337 °С	Горит и капает в пламени	Термопласт при низкой температуре
	Не плавится при температуре ниже 337 °С	Горит и капает в пламени или обугливается	Арамидное волокно

[a] Взвешенный в жестянке шелк дает губчатый остаток, который светится в пламени.

[b] Шерстяное волокно при удалении из пламени гаснет.

[c] В случае стекловолокна пропитка может выделять дым , может произойти обесцвечивание.

[d] Следует помнить, что асбест обычно смешивают с хлопком или каким-либо иным волокном.

8.4 Методы, использующие микроскоп, ИК-ПФ анализ и термический анализ, случаи бикомпонентных волокон (примеры)

8.4.1 Случай бикомпонентного полиэтилен/полипропиленового (ПЭ/ПП) волокна

8.4.1.1 Анализ под микроскопом

На рисунке 5 показан вид под оптическим микроскопом бикомпонентного волокна по длине, где можно разглядеть конфигурацию «сердцевина/оболочка», хорошо различимую на виде его поперечного сечения (см. рисунок 4).

Вид поперечного сечения бикомпонентного волокна при использовании растрового электронного микроскопа (РЭМ) (см. рисунок 6) дает конфигурацию «сердцевина/оболочка», а на виде вдоль волокна с помощью растрового электронного микроскопа (см. рисунок 7) эту конфигурацию разглядеть невозможно.

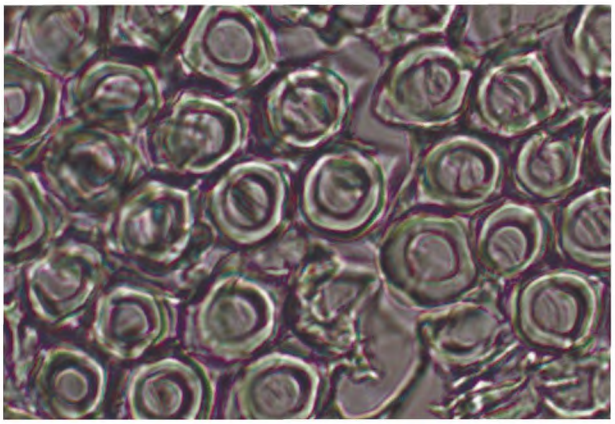


Рисунок 4 — Оптический микроскоп: вид поперечного сечения бикомпонентного ПЭ/ПП волокна

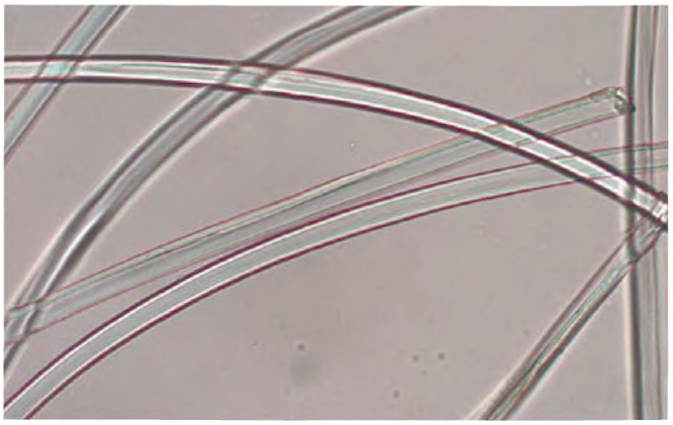


Рисунок 5 — Оптический микроскоп: вид бикомпонентного ПЭ/ПП волокна по длине

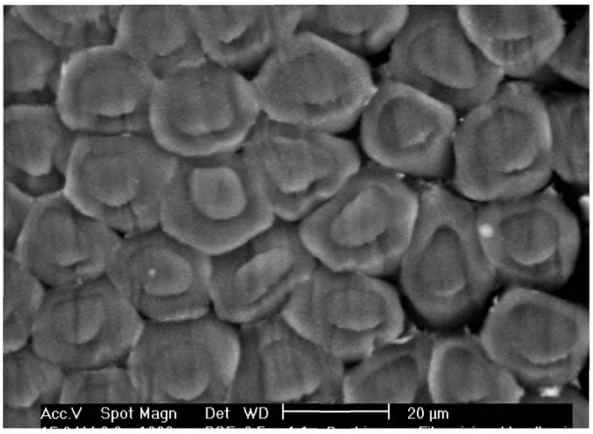


Рисунок 6 — РЭМ: вид поперечного сечения бикомпонентного ПЭ/ПП волокна

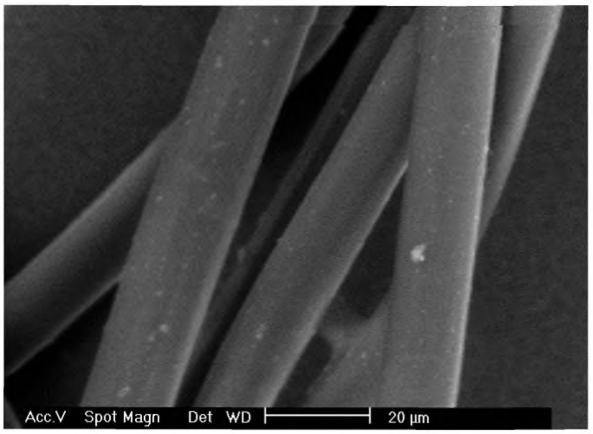


Рисунок 7 — РЭМ: вид бикомпонентного ПЭ/ПП волокна по длине

8.4.1.2 ИК-ПФ анализ

Применение ИК-ПФ анализа вдоль волокна позволяет идентифицировать только присутствие полиэтилена (см. рисунок 8), тогда как применение этого метода в поперечном сечении позволяет определить присутствие и полиэтилена и полипропилена (см. рисунок 9).

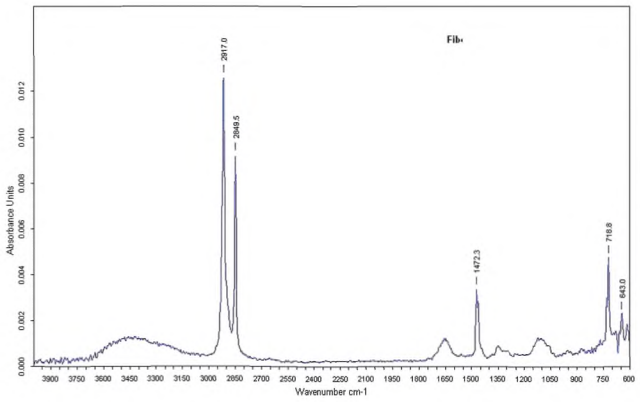


Рисунок 8 — ИК-ПФ спектры бикомпонентного ПЭ/ПП волокна (вдоль волокна)

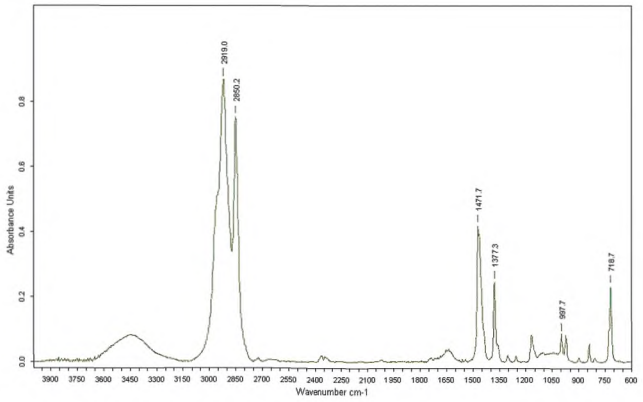


Рисунок 9 — ИК-ПФ спектры бикомпонентного ПЭ/ПП волокна (поперек волокна)

8.4.1.3 Термический анализ (ДСК)

Применение анализа ДСК (см. рисунок 10) дает два пика (на этапах нагревания), относящихся к двум различным материалам.

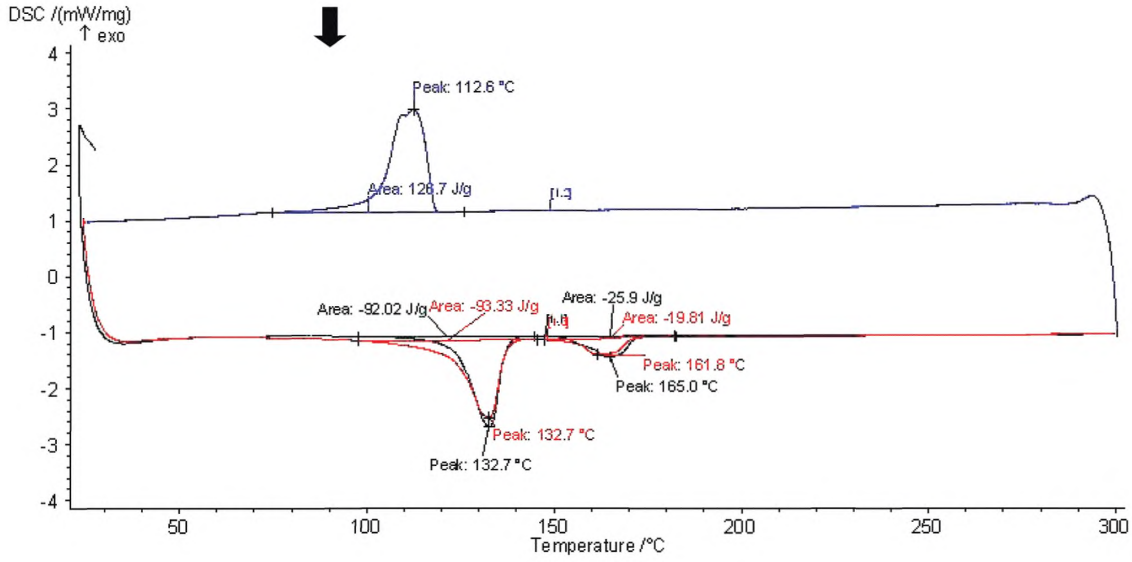


Рисунок 10 — Спектры ДСК бикомпонентного ПЭ/ПП волокна (поперек волокна)

8.4.2 Случай бикомпонентного полиэфир/полиэфирного волокна (пример)

8.4.2.1 Анализ под микроскопом

На рисунке 11 показан вид под оптическим микроскопом бикомпонентного волокна по длине, где можно разглядеть конфигурацию «сердцевина/оболочка», которая хорошо различима на виде поперечного сечения (см. рисунок 12).

Вид поперечного сечения бикомпонентного волокна при использовании РЭМ (см. рисунок 13) дает конфигурацию «сердцевина/оболочка», а на виде вдоль волокна с помощью растрового электронного микроскопа (см. рисунок 14) эту конфигурацию разглядеть невозможно.



Рисунок 11 — Оптический микроскоп: вид поперечного сечения бикомпонентного полиэфир/ полиэфирного волокна

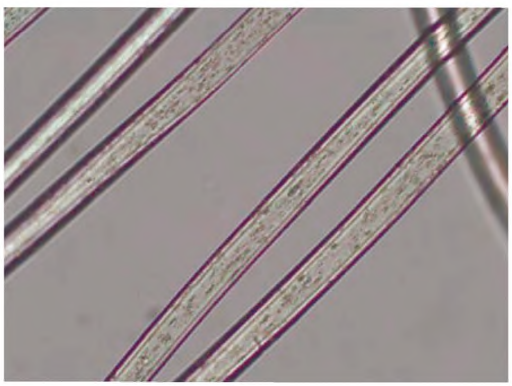


Рисунок 12 — Оптический микроскоп: вид бикомпонентного полиэфир/полиэфирного волокна по длине

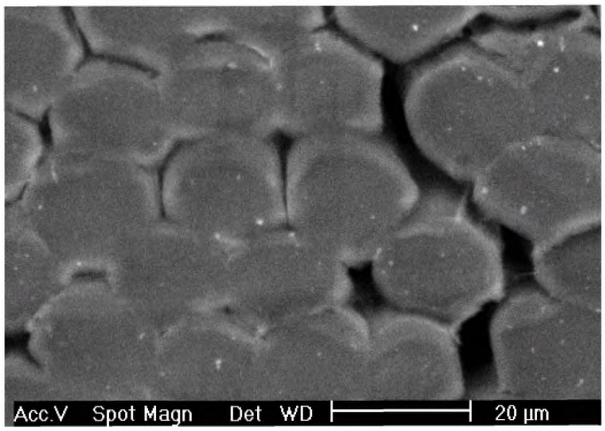


Рисунок 13 — РЭМ: вид поперечного сечения бикомпонентного полиэфир/полиэфирного волокна

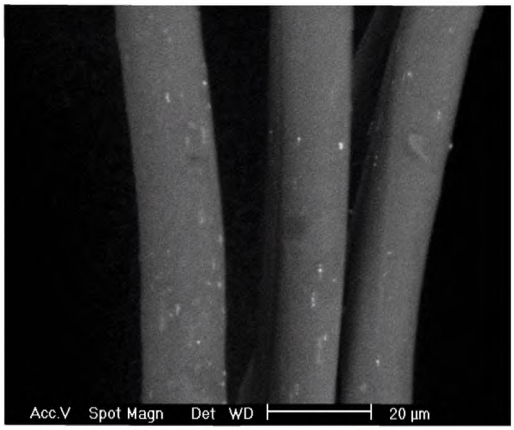


Рисунок 14 — РЭМ: вид бикомпонентного полиэфир/ полиэфирного волокна по длине

8.4.2.2 ИК-ПФ анализ

Применение ИК-ПФ анализа вдоль волокна позволяет идентифицировать присутствие полиэфира (см. рисунок 15).

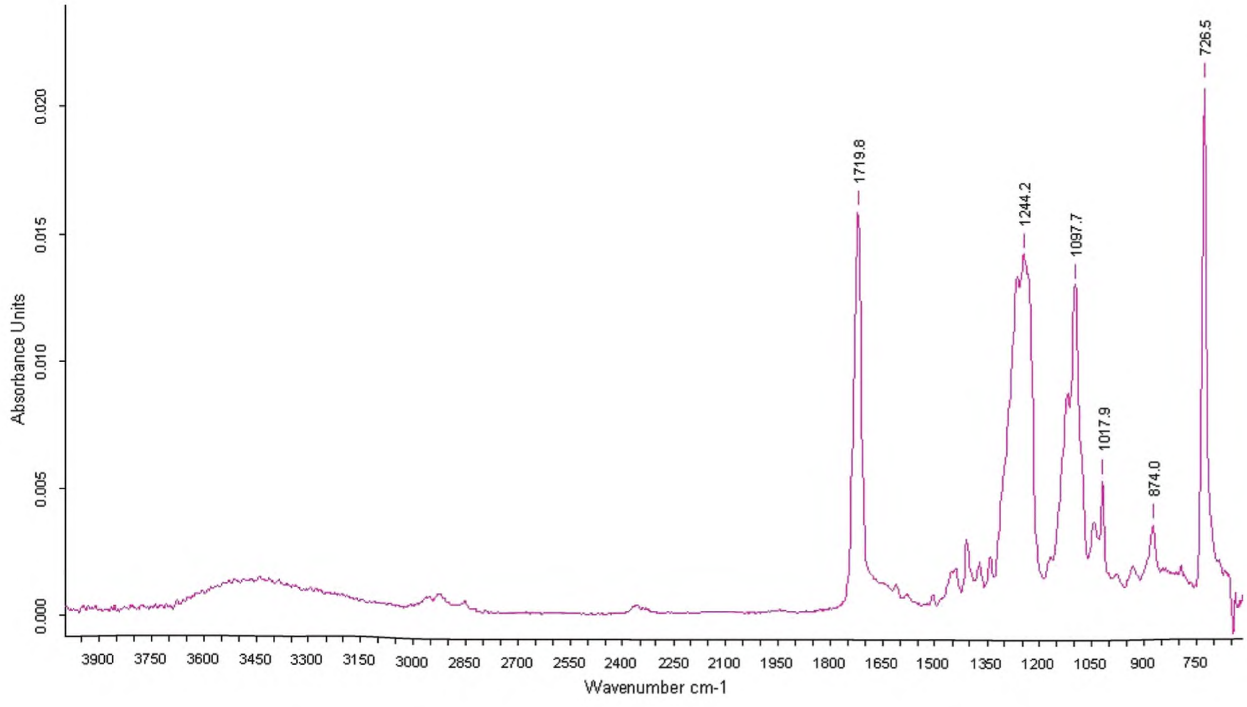


Рисунок 15 — ИК-ПФ спектры бикомпонентного полиэфир/полиэфирного волокна

8.4.2.3 Термический анализ (ТГА и ДСК)

Применение метода ТГА (см. рисунок 16) показывает изменение массы, связанное с полиэфирным материалом.

Применение метода ДСК (см. рисунок 17) дает два пика (на первых этапах нагревания), относящихся к двум различным материалам.

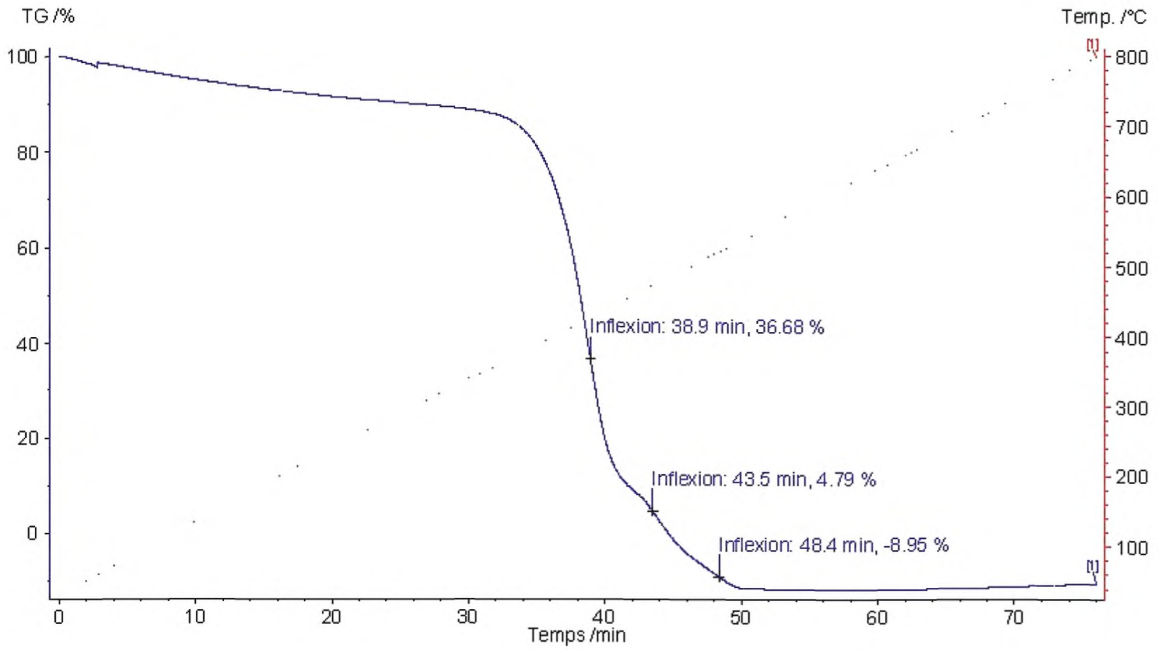


Рисунок 16 — Кривая ТГА бикомпонентного полиэфир/ полиэфирного волокна

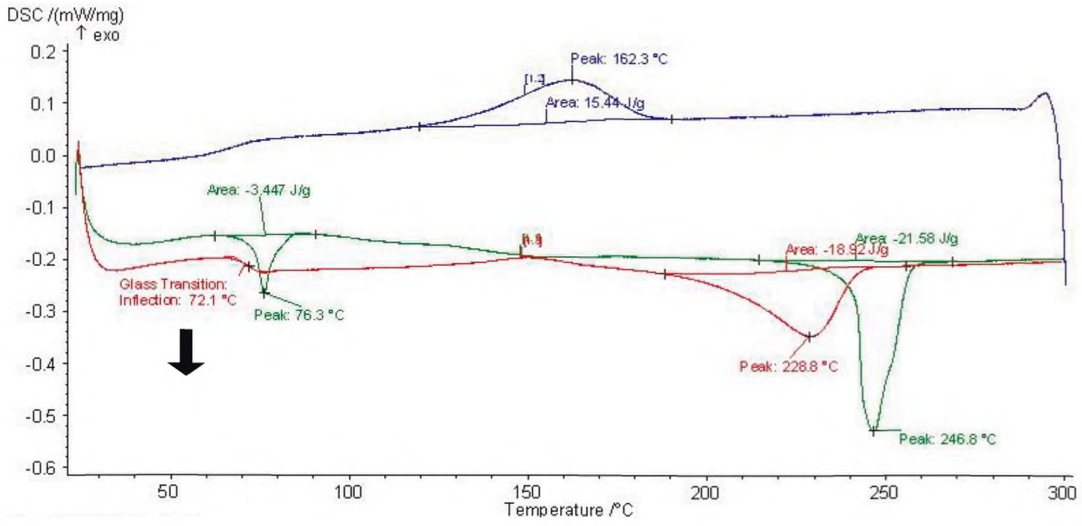


Рисунок 17 — Спектры ДСК бикомпонентного полиэфир/ полиэфирного волокна

Приложение А
(справочное)

Характеристики испытаний для идентификации волокон

Таблица А.1 — Характеристики испытаний для идентификации волокон

Наименование волокна	Испытание на сжигание					Наличие хлора	Наличие азота	Внешний вид под микроскопом		Окрашивание йодом/ иодидом калия	Ксантопротеиновая реакция
	При приближении к пламени	В пламени	При удалении из пламени	Запах	Зола			Боковая поверхность	Поперечное сечение		
Хлопок	Горит сразу же при попадании в пламя	Горит	Непрерывное горение, сгорает очень быстро, наличие остаточного свечения	Запах горелой бумаги	Очень мало, мягкий серый цвет	Нет	Нет	Вид плоской ленты с естественными изгибами по всей длине (в мерсеризованном хлопке изгибов мало)	Существуют различные типы, например в форме садового боба, подковы и т.д., и типы, имеющие полую часть (в мерсеризованном хлопке принимает форму круга)	Окрашивания не происходит (мерсеризованный хлопок становится бледно-голубым)	Нет
Конопля Лен Рами	Как выше	Как выше	Как выше	Как выше	Как выше	Нет	Нет	Полосы проходят в направлении оси волокна. Верхние концы полос с узелками в некоторых местах, с острым углом в льняных волокнах и с тупым углом у волокон рами	У льняных волокон многоугольник с полой частью. У волокон рами — в форме плоского эллипса, с полой частью	Окрашивания не происходит	Нет

[а] Внешний вид под микроскопом описан для обычных волокон. Если волокно модифицировано, его внешний вид будет в большинстве случаев отличен от описания.

Продолжение таблицы А.1

Наименование волокна	Испытание на сжигание					Наличие хлора	Наличие азота	Внешний вид под микроскопом		Окрашивание йодом/ иодидом калия	Ксантопротеиновая реакция
	При приближении к пламени	В пламени	При удалении из пламени	Запах	Зола			Боковая поверхность	Поперечное сечение		
Шелк	Сжимается и расщепляется в пламени	Сжимается и горит	Подобно шерсти, но горит вспышками	Запах жженых волос	Пузырится до черноты, хрупкая, легко разрушаемая	Нет	Есть	Гладкая, без изменений	В форме треугольника	Бледно-желтый цвет	Имеется
Шерсть	Как выше	Как выше	Продолжает гореть, но с трудом, и перед сгоранием сжимается	Как выше	Как выше	Нет	Есть	Появляются чешуйки	У большинства волокон круглой формы	Как выше	Имеется
Вискоза	Сразу загорается при попадании в пламя	Горит	Горит непрерывно и очень быстро, остаточного свечения не происходит	Запах горелой бумаги	Золы почти не остается	Нет	Нет	Редкие полосы вдоль оси волокна	Профиль в форме неправильного лепестка	Черный, синий, зеленый цвет	Нет
Медноаммиачное и высокомодульное, лиоцелл	Как выше	Как выше	Как выше	Как выше	Как выше	Нет	Нет	Поверхность гладкая	Круглой формы	Как выше	Нет
Ацетат	Плавится и расщепляется в пламени	Плавится и горит	Непрерывное горение с плавлением	Запах уксусной кислоты	Черные, твердые, хрупкие частицы неправильной формы	Нет	Нет	Одна или две полосы вдоль оси волокна	Форма листа клевера	Темно-коричневый цвет	Нет
Триацетат	Как выше	Как выше	Как выше	Как выше	Как выше	Нет	Нет	Как выше	Как выше	Как выше	Нет

Продолжение таблицы А.1

Наименование волокна	Испытание на сжигание					Наличие хлора	Наличие азота	Внешний вид под микроскопом		Окрашивание йодом/ иодидом калия	Ксантопротеиновая реакция
	При приближении к пламени	В пламени	При удалении из пламени	Запах	Зола			Боковая поверхность	Поперечное сечение		
Ивинилал	Сжимается и плавится	Плавится и горит	Как выше	Сладкий приятный аромат, когда горит поливиниловый спирт	Твердые, темно-коричневые кусочки неправильной формы	Нет	Нет	Белая линия вдоль оси волокна появляется в средней части	Наличие сердцевины в оболочке подтверждается. Также в форме круга	Слабый темно-синий цвет	Нет
Полиамид	Плавится	Как выше	Горение не продолжается	Запах, присущий амидам	Твердые крупинки от темно-коричневого до серого цвета	Нет	Есть	Гладкая	В большинстве случаев форма круга	Темно-коричневый цвет	Нет
Винилиден	Сжимается и расщепляется в пламени	Плавится и горит, выделяя дым. Основная часть зеленого цвета	Как выше	Острый возбуждающий запах	Хрупкие черные кусочки неправильной формы	Есть	Нет	Как выше	Как выше	Не окрашивается	Нет
Поливинилхлорид	Как выше	Плавится и горит, выделяя черный дым	Как выше	Похож на винилиден, но слабый	Как выше	Есть	Нет	Как выше	Как выше	Как выше	Нет
Полиэфир	Плавится	Плавится и горит	Продолжает горение	Сладкий приятный аромат (слабый)	Твердые круглые частицы черного цвета	Нет	Нет	Как выше	Как выше	Как выше	Нет

Продолжение таблицы А.1

Наименование волокна	Испытание на сжигание					Наличие хлора	Наличие азота	Внешний вид под микроскопом		Окрашивание йодом/ иодидом калия	Ксантопротеиновая реакция
	При приближении к пламени	В пламени	При удалении из пламени	Запах	Зола			Боковая поверхность	Поперечное сечение		
Акриловое волокно	Плавится и вспыхивает	Как выше	Быстро горит	Похож на запах запекаемого мяса	Твердые круглые и неправильной формы частицы черного цвета	(Нет)[b]	Есть	Существует множество видов и нет единого, но большинство волокон с гладкой поверхностью	В большинстве случаев в форме круга, но иногда в форме сердечка	Темно-коричневый цвет	Нет
Модифицированное акриловое волокно	Сжимается и расщепляется в пламени	Плавится и горит, выделяя черный дым	Прекращает гореть	Напоминает запах горящего мыла	Хрупкие черные кусочки неправильной формы	(Есть)[b]	Есть	Одна жирная линия в направлении оси волокна	В форме подковы	Темно-коричневый цвет	Нет
Полипропилен	Как выше	Плавится и медленно горит, выделяя дым	Горит и медленно плавится	Напоминает запах горящего парафина	Твердые крошки серого цвета	Нет	Нет	Гладкая	В форме круга	Не окрашивается	Нет
[b] Наличие скобки означает, что для разных типов волокон ответ может быть разным.											
Эластан	Плавится	Плавится и горит	Не продолжает гореть	Очень необычный запах	Резиноподобные кусочки, клейкие	Нет	Есть	Как выше	Множество видов, нет единого	Темно-коричневый цвет	Нет

Окончание таблицы А.1

Наименование волокна	Испытание на сжигание					Наличие хлора	Наличие азота	Внешний вид под микроскопом		Окрашивание йодом/ иодидом калия	Ксантопротеиновая реакция
	При приближении к пламени	В пламени	При удалении из пламени	Запах	Зола			Боковая поверхность	Поперечное сечение		
Арамид (пара-) [d]	Красное свечение, но нет горения с пламенем	Красное свечение	Красное свечение исчезает	Сладкий возбуждающий запах	Черная зола в форме остатков волокон.	Нет	Есть [c]	Поверхность гладкая, без изменений. В некоторых случаях имеются узелки	Круглой формы	Нет	Нет
Арамид (пара-) [e]	Красное свечение и горение с пламенем	Горит	Горит, но недолго, быстро гаснет	Сладко-кислый запах	Черная, твердая, хрупкая	Нет	Есть [c]	Поверхность гладкая	Круглой формы	Нет	Нет
Арамид (мета-)	От пламени сжимается и расщепляется	Сжимается и горит	Прекращает горение	Сладковатый запах	Черная, твердая, хрупкая	Нет	Есть [c]	Поверхность гладкая, и полоса проходит в направлении оси волокна	Похожее на сердечко	Нет	Нет
Полилактид	Плавится	Плавится и горит	Медленно плавится и горит	Ароматический и сладкий приятный запах	Черные твердые кусочки	Нет	Нет	Поверхность гладкая	В большинстве случаев круглой формы	Не окрашивается	Нет

[c] При выявлении азота в арамидном волокне необходимо уделить внимание для распознавания незначительного изменения с помощью лакмусовой бумажки, указывающего на наличие азота.

[d] Этот тип арамидного волокна получают из одного диамина и хлорида. Такое арамидное волокно разрушается на мелкие сегменты в гипохлорите натрия.

[e] Этот тип арамидного волокна получают из двух разных диаминов и хлорида.

Приложение В
(справочное)

Микрофотографии волокон (оптическая микроскопия)

В.1 Монокомпонентные волокна

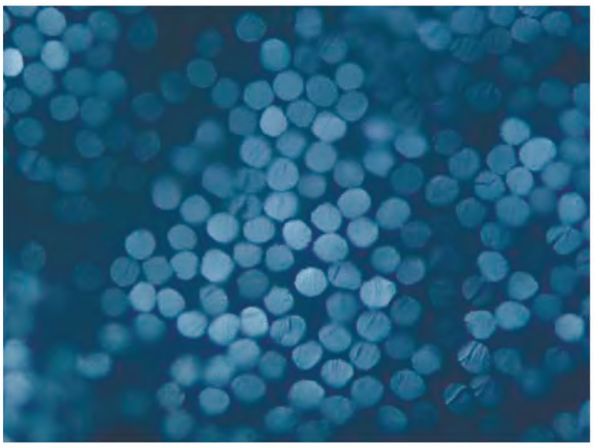


Рисунок В.1 — Акриловое волокно: поперечное сечение



Рисунок В.2 — Акриловое волокно: продольный вид



Рисунок В.3 — Кошачий волос: продольный вид

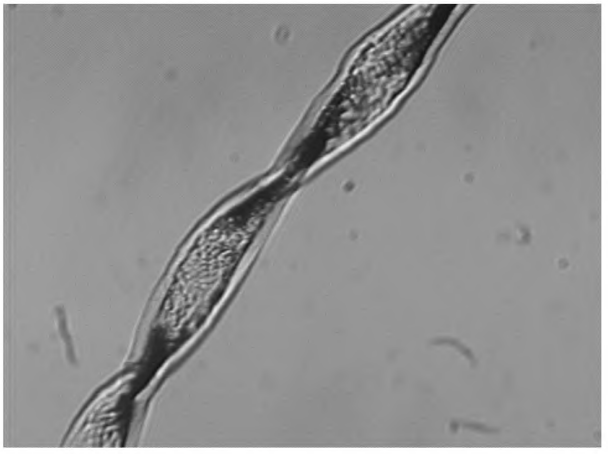


Рисунок В.4 — Хлопок: продольный вид

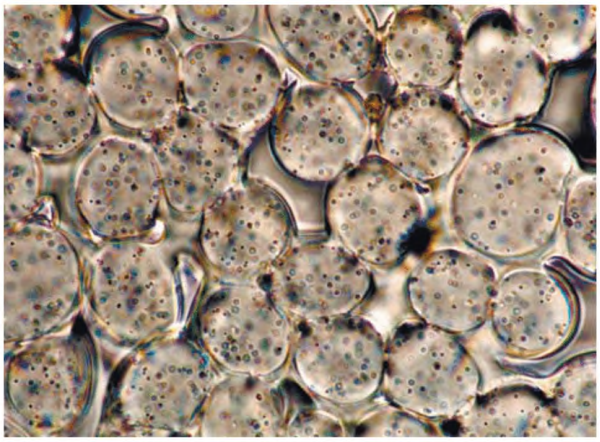


Рисунок В.5 — Медноаммиачное волокно: поперечное сечение



Рисунок В.6 — Медноаммиачное волокно: продольный вид



Рисунок В.7 — Эластолефин: поперечное сечение

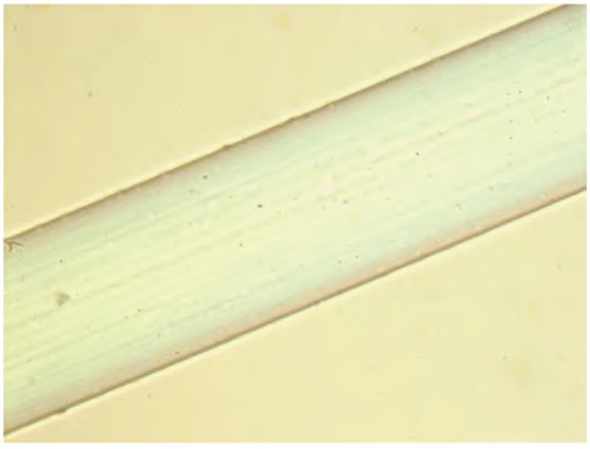


Рисунок В.8 — Эластолефин: продольный вид

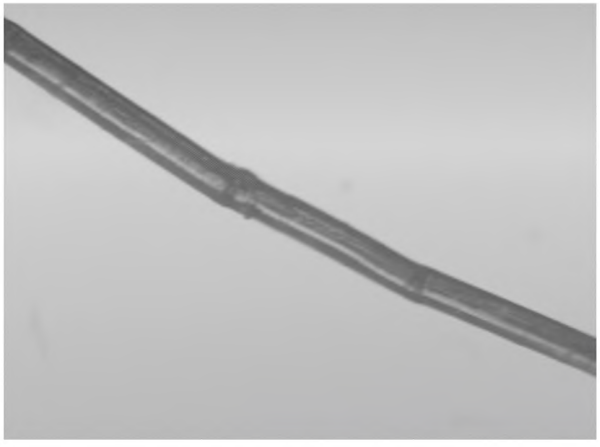


Рисунок В.9 — холст (лен): продольный вид

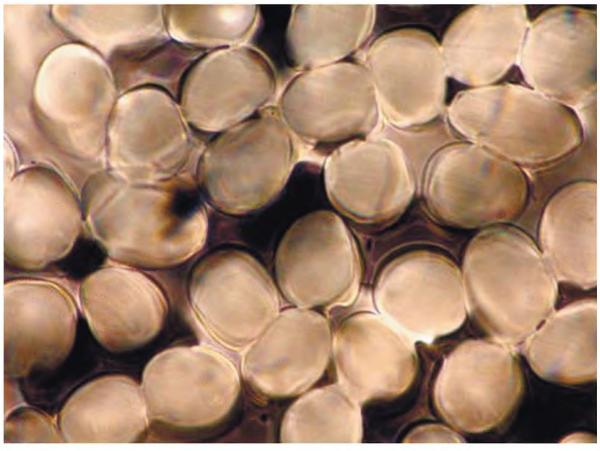


Рисунок В.10 — Лиоцелл: поперечное сечение

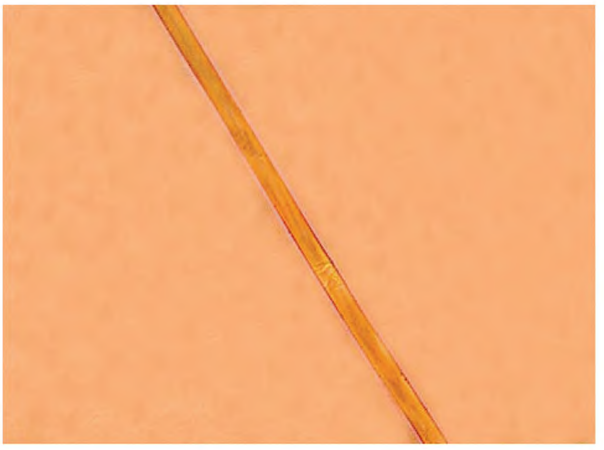


Рисунок В.11 — Лиоцелл: продольный вид

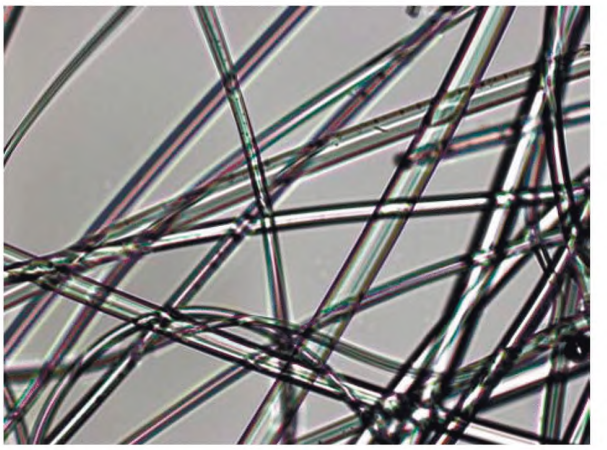


Рисунок В.12 — Меламин: продольный вид

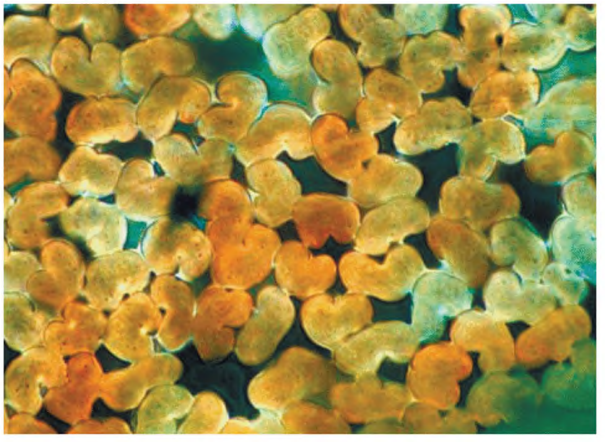


Рисунок В.13 — Высокомодульное волокно: поперечное сечение

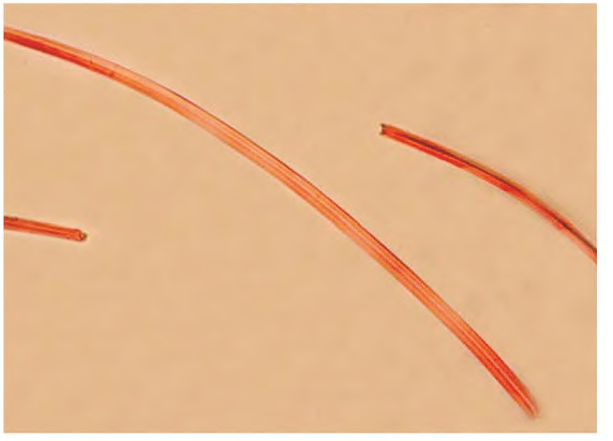


Рисунок В.14 — Высокомодульное волокно: продольный вид

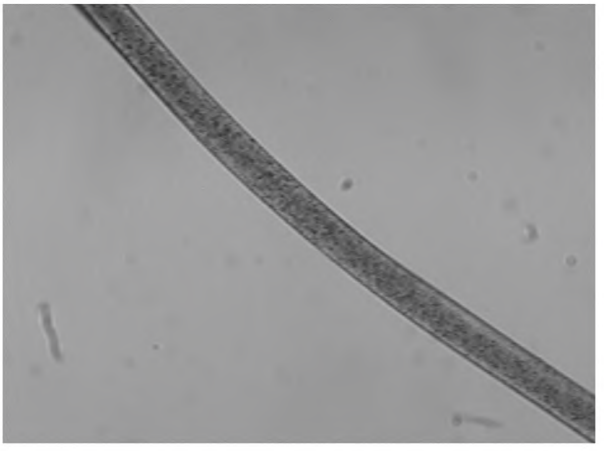


Рисунок В.15 — Полиамид: продольный вид



Рисунок В.16 — Полиэфир: продольный вид

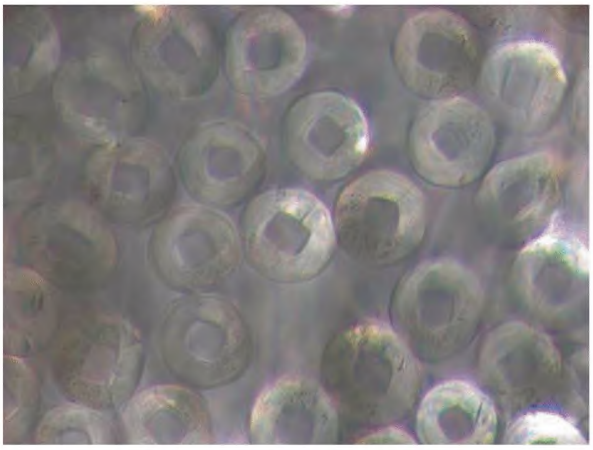


Рисунок В.17 — Полилактид с отверстием: поперечное сечение

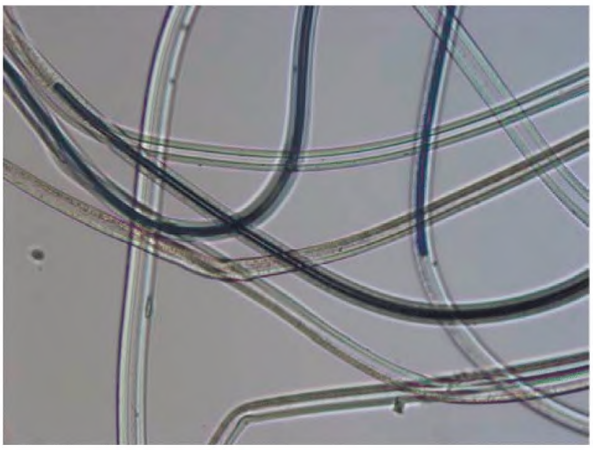


Рисунок В.18 — Полилактид с отверстием: продольный вид

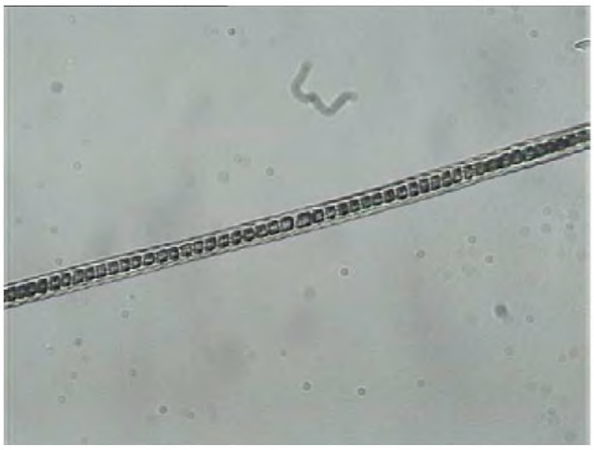


Рисунок В.19 — Кроличий волос: продольный вид

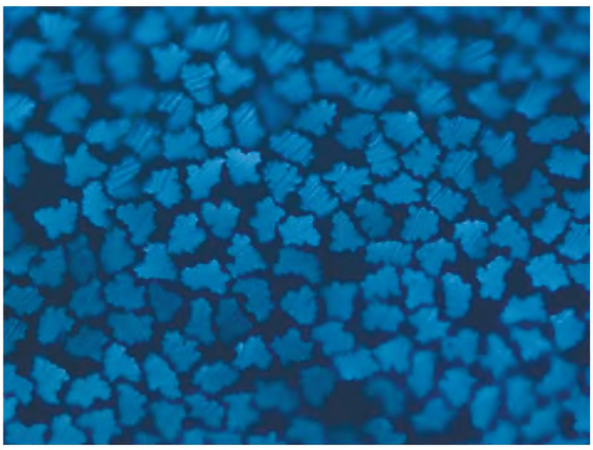


Рисунок В.20 — Вискоза: поперечное сечение

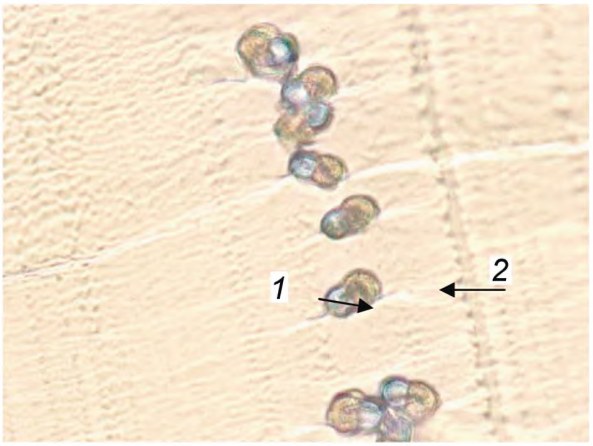


Рисунок В.21 — Вискоза: продольный вид



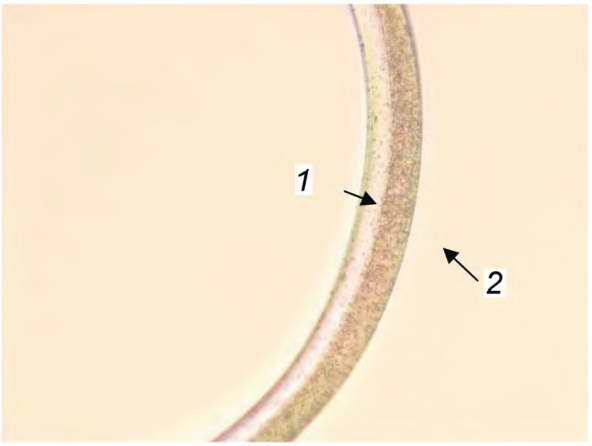
Рисунок В.22 — Шерсть: продольный вид

В.2 Бикомпонентные волокна



1 — полиэфир «*a*»; *2* — полиэфир «*b*»

Рисунок В.23 — Эластомультиэфир: поперечное сечение



1 — полиэфир «*a*»; *2* — полиэфир «*b*»

Рисунок В.24 — Эластомультиэфир: продольный вид

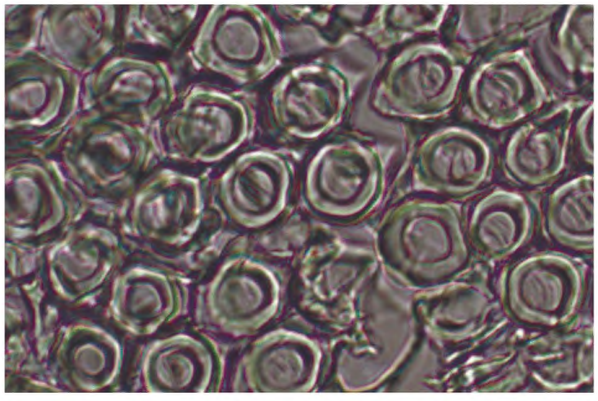


Рисунок В.25 — Оптическая микроскопия: поперечное сечение бикомпонентного ПЭ/ ПП волокна

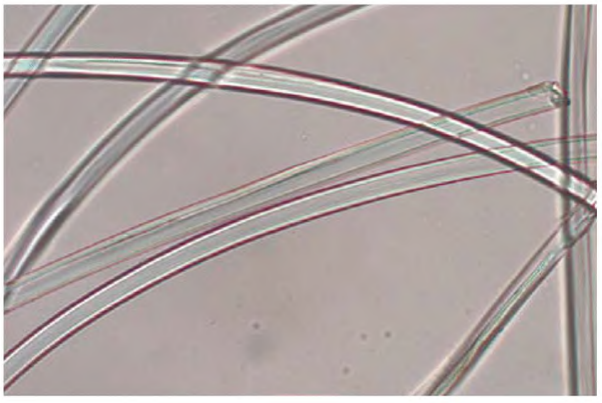


Рисунок В.26 — Оптическая микроскопия: продольный вид бикомпонентного ПЭ/ ПП волокна



Рисунок В.27 — Оптическая микроскопия: поперечное сечение бикомпонентного полиэфир/ полиэфирного волокна

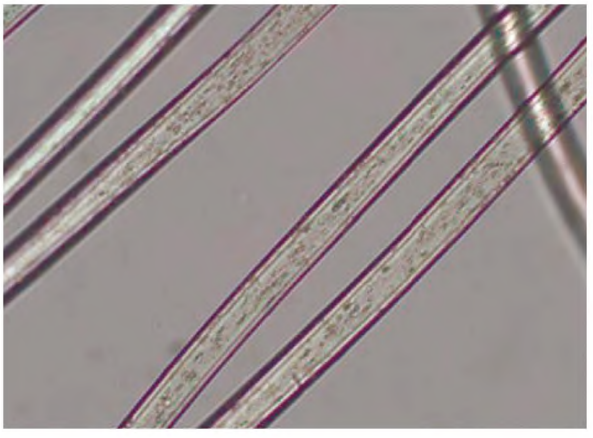


Рисунок В.28 — Оптическая микроскопия: продольный вид бикомпонентного полиэфир/ полиэфирного волокна

Приложение С
(справочное)

Снимки волокон, полученные с помощью РЭМ

С.1 Монокомпонентные волокна

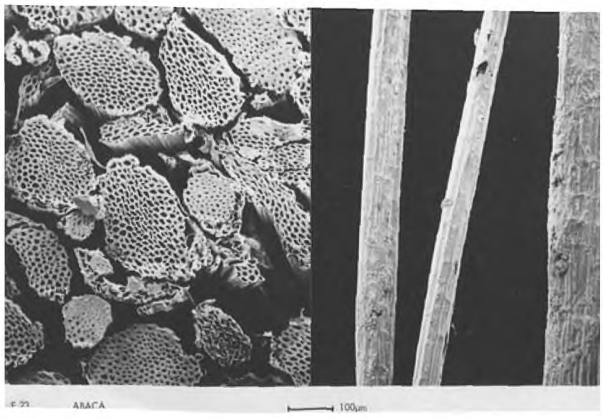


Рисунок С.1 — Абака: поперечное сечение и продольный вид

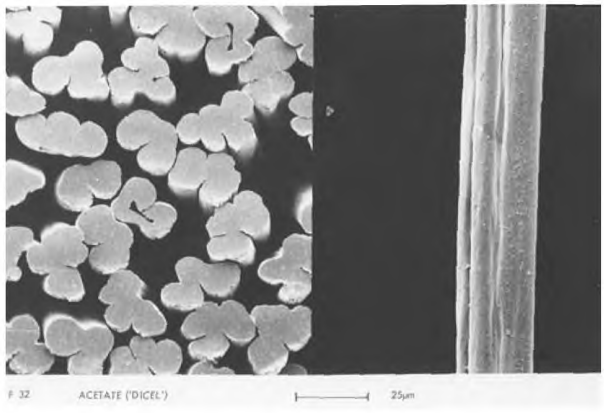


Рисунок С.2 — Ацетат: поперечное сечение и продольный вид

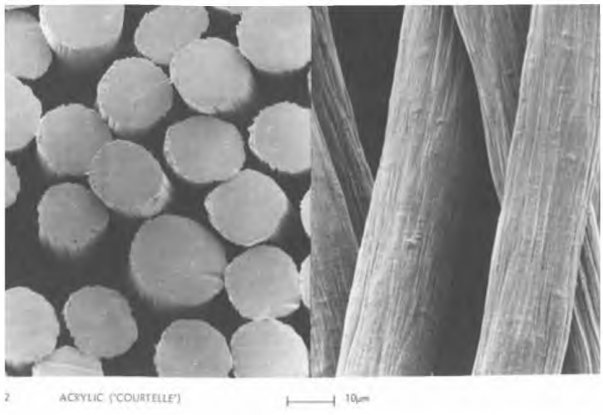


Рисунок С.3 — Акриловое волокно: поперечное сечение и продольный вид

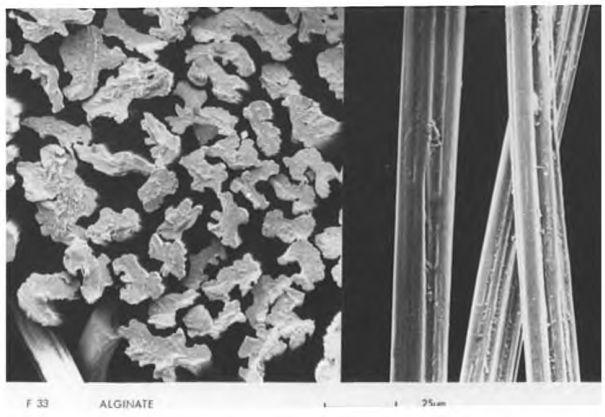


Рисунок С.4 — Альгинат: поперечное сечение и продольный вид

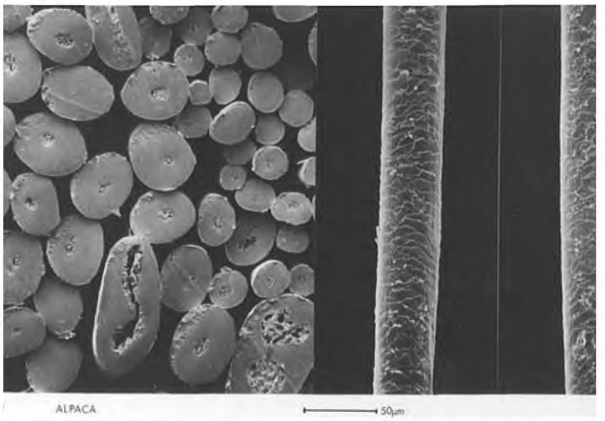


Рисунок С.5 — Альпака: поперечное сечение и продольный вид

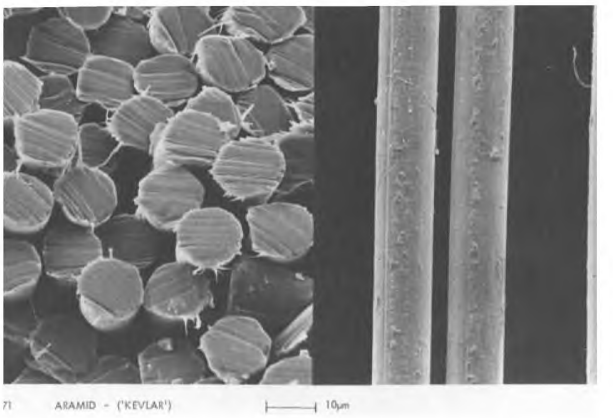


Рисунок С.6 — Арамид (пара-): поперечное сечение и продольный вид

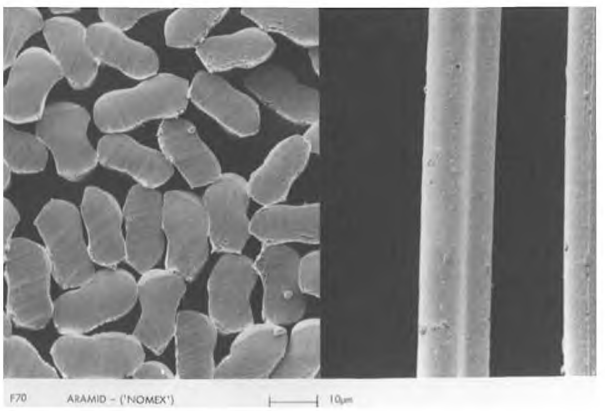


Рисунок С.7 — Арамид (мета-): поперечное сечение и продольный вид

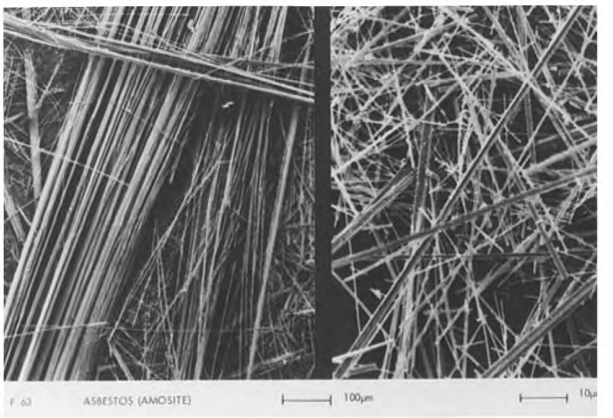


Рисунок С.8 — Асбест (амозит): поперечное сечение и продольный вид

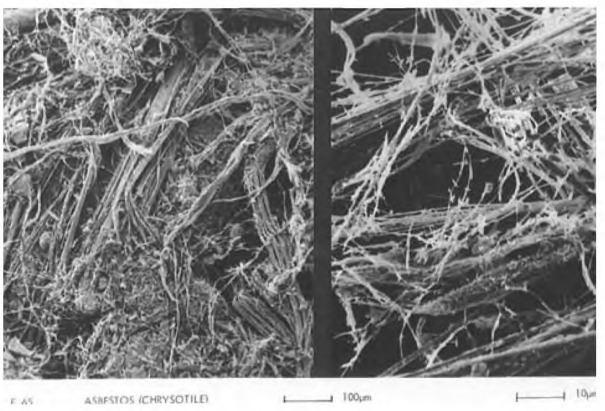


Рисунок С.9 — Асбест (хризотил): поперечное сечение и продольный вид

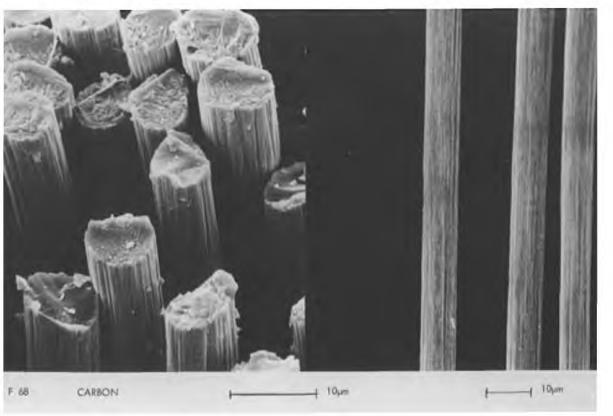


Рисунок С.10 — Углеродное волокно: поперечное сечение и продольный вид

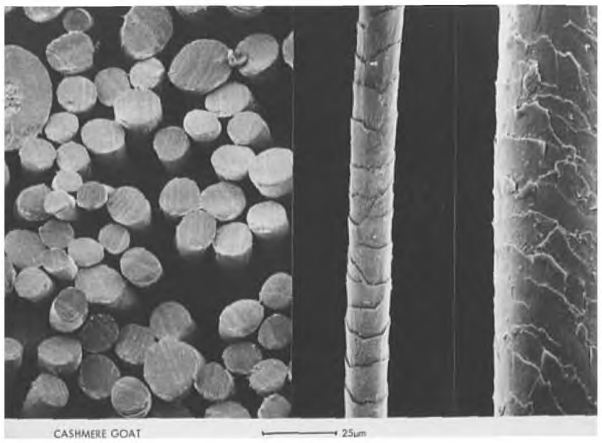


Рисунок С.11 — Кашемир: поперечное сечение и продольный вид

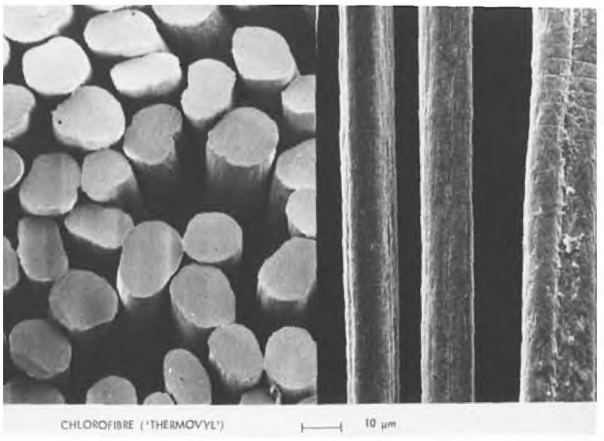


Рисунок С.12 — Хлорофибра: поперечное сечение и продольный вид

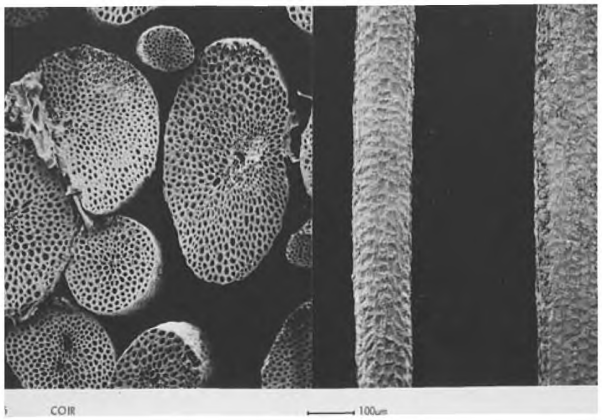


Рисунок С.13 — Волокно кокоса: поперечное сечение и продольный вид



Рисунок С.14 — Хлопок: поперечное сечение и продольный вид

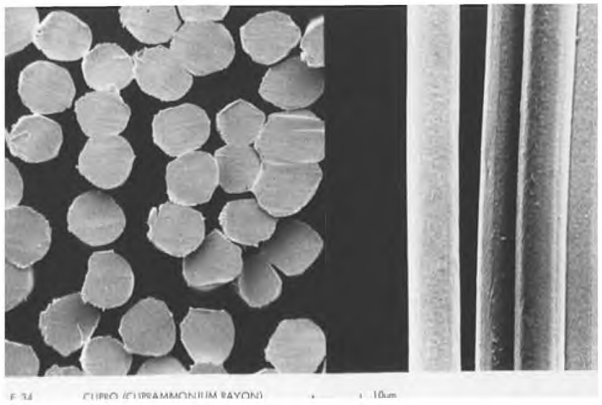


Рисунок С.15 — Купро: поперечное сечение и продольный вид

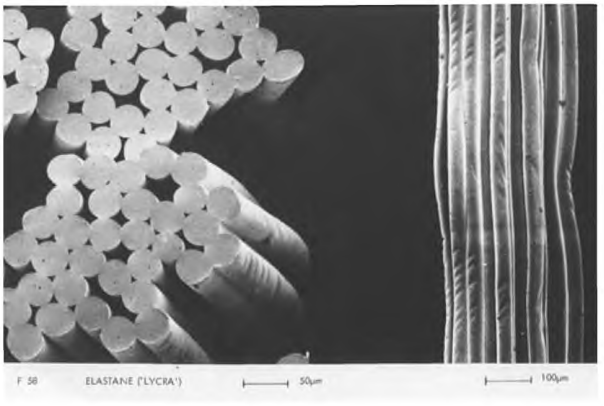


Рисунок С.16 — Эластан: поперечное сечение и продольный вид

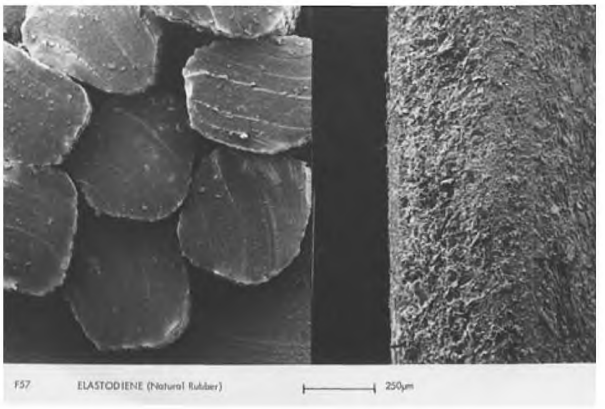


Рисунок С.17 — Эластодиен: поперечное сечение и продольный вид

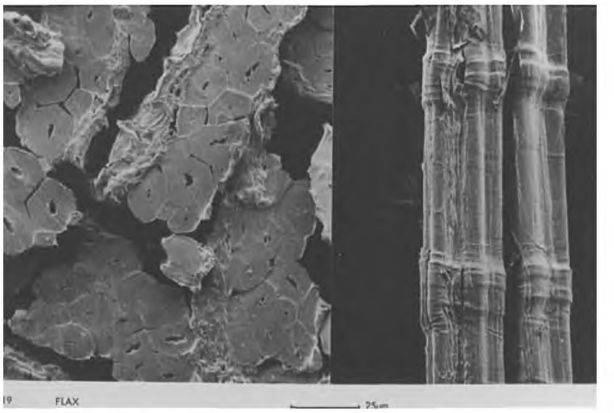


Рисунок С.18 — Холст (лен): поперечное сечение и продольный вид

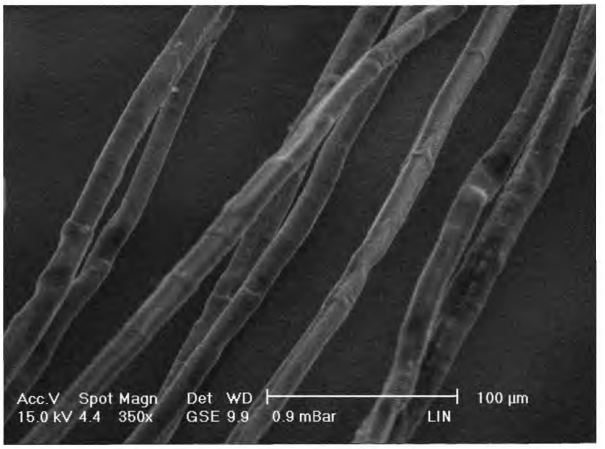


Рисунок С.19 — Лен: продольный вид

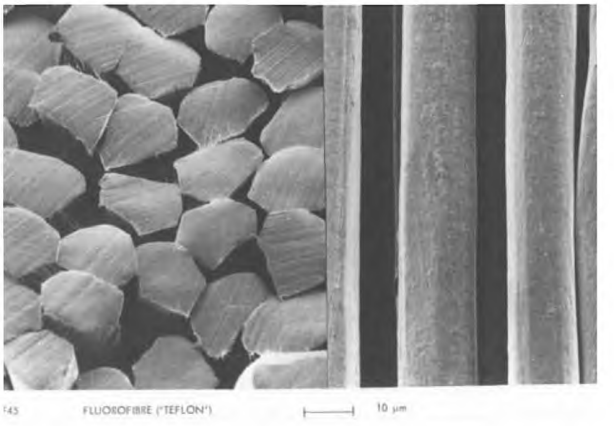


Рисунок С.20 — Фторволокно: поперечное сечение и продольный вид

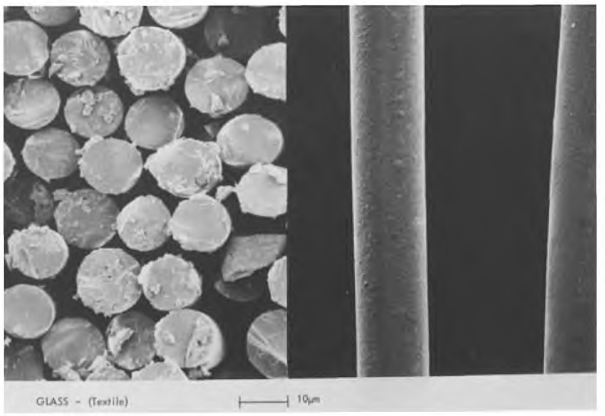


Рисунок С.21 — Стекловолокно: поперечное сечение и продольный вид

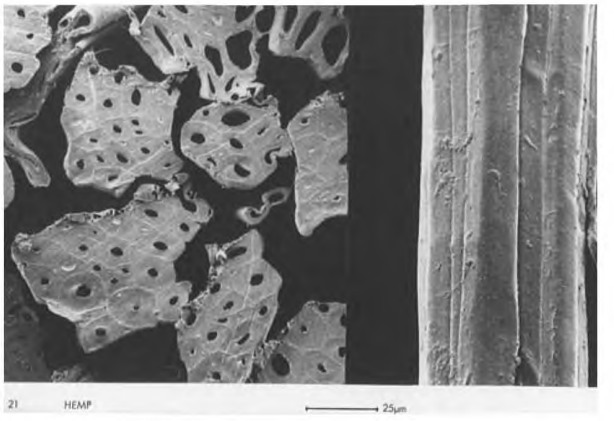


Рисунок С.22 — Конопля: поперечное сечение и продольный вид

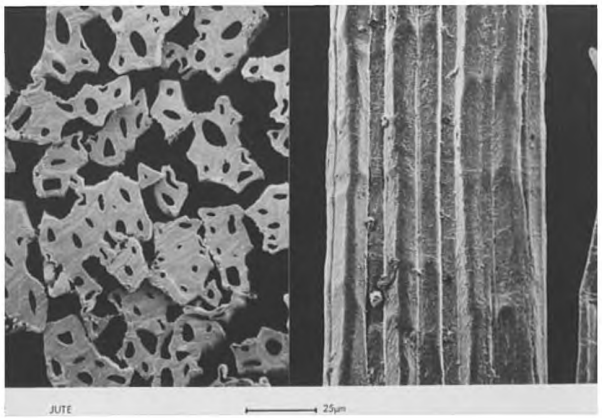


Рисунок С.23 — Джут: поперечное сечение и продольный вид

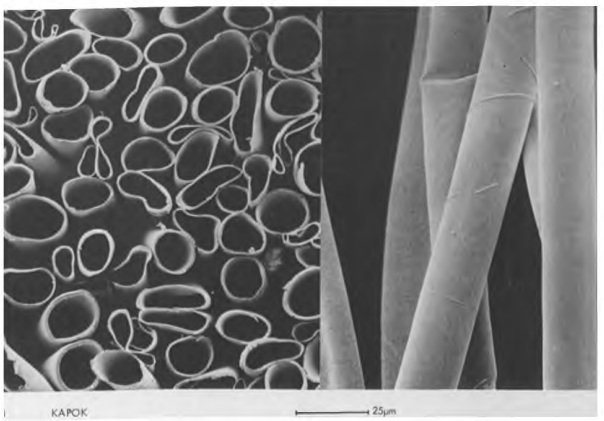


Рисунок С.24 — Капок: поперечное сечение и продольный вид

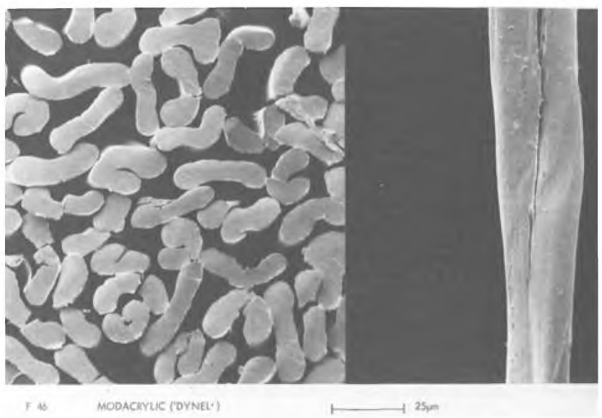


Рисунок С.25 — Модифицированное акриловое волокно: поперечное сечение и продольный вид

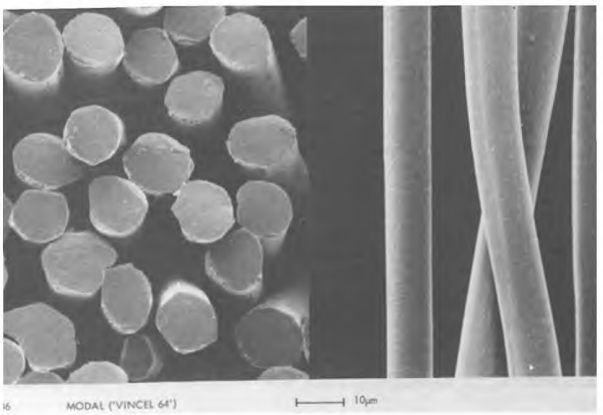


Рисунок С.26 — Высокомодульное волокно: поперечное сечение и продольный вид

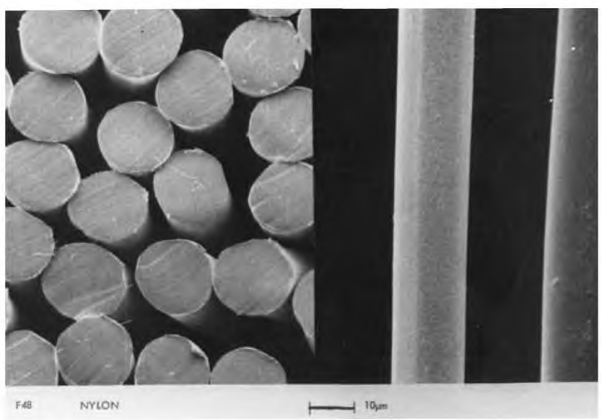


Рисунок С.27 — Полиамид: поперечное сечение и продольный вид

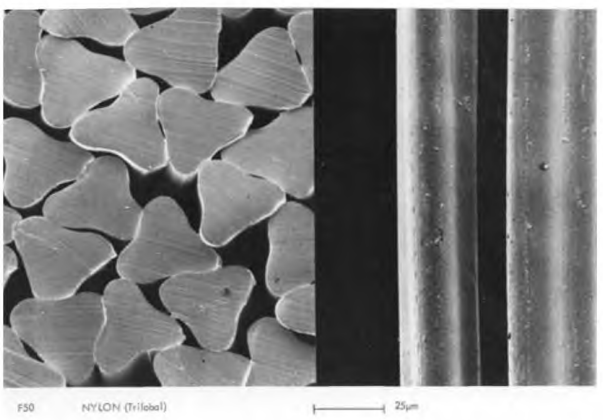


Рисунок С.28 — Полиамид (трилобал): поперечное сечение и продольный вид

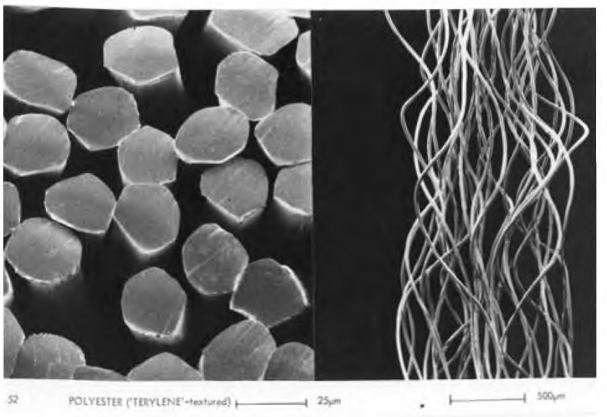


Рисунок С.29 — Полиэфир: поперечное сечение и продольный вид

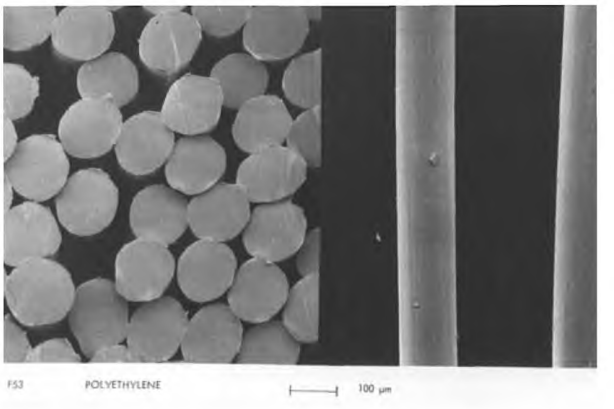


Рисунок С.30 — Полиэтилен: поперечное сечение и продольный вид

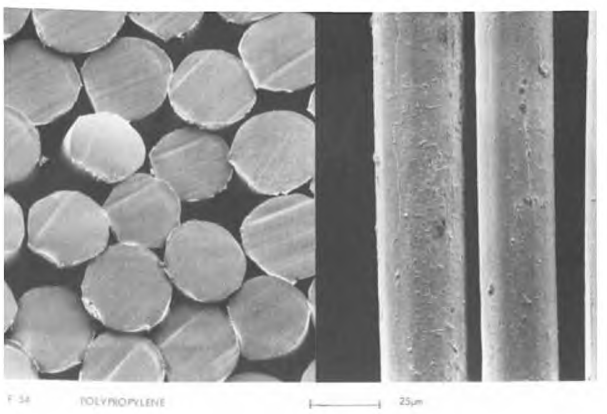


Рисунок С.31 — Полипропилен: поперечное сечение и продольный вид

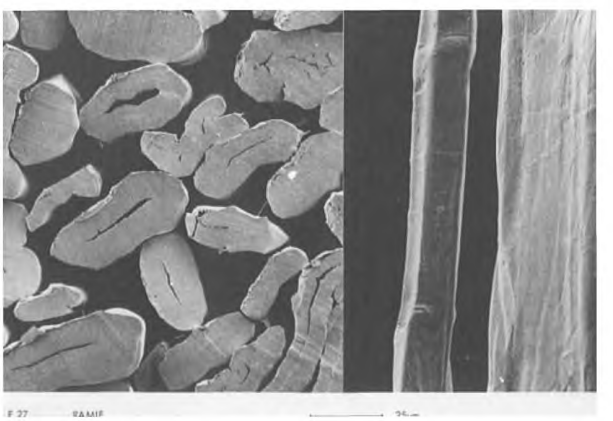


Рисунок С.32 — Рами: поперечное сечение и продольный вид

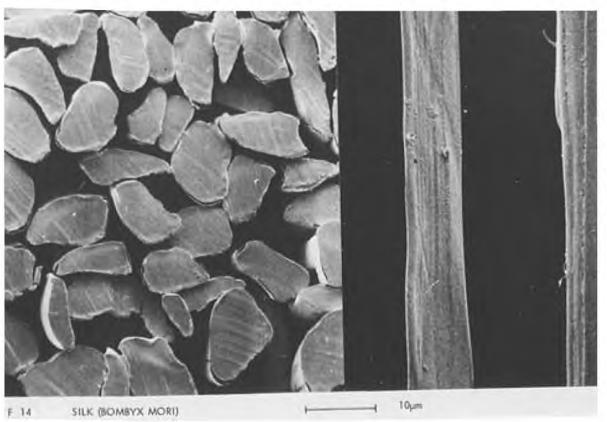


Рисунок С.33 — Шелк (тутовый шелкопряд): поперечное сечение и продольный вид

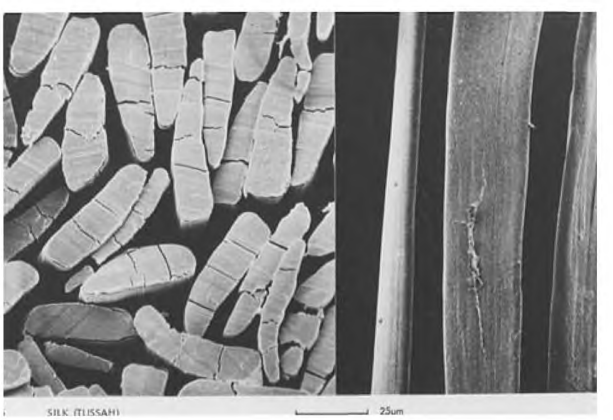


Рисунок С.34 — Шелк (дубовый шелкопряд): поперечное сечение и продольный вид

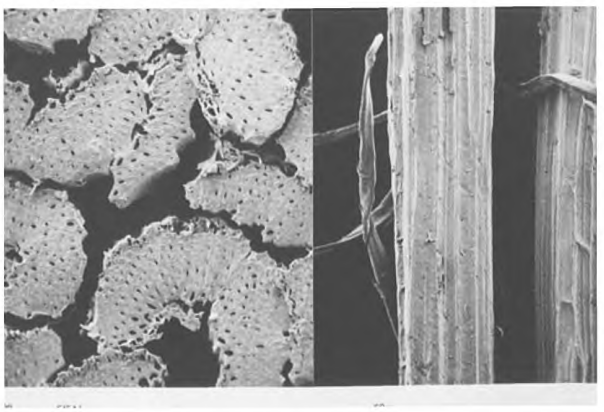


Рисунок С.35 — Сизаль: поперечное сечение и продольный вид

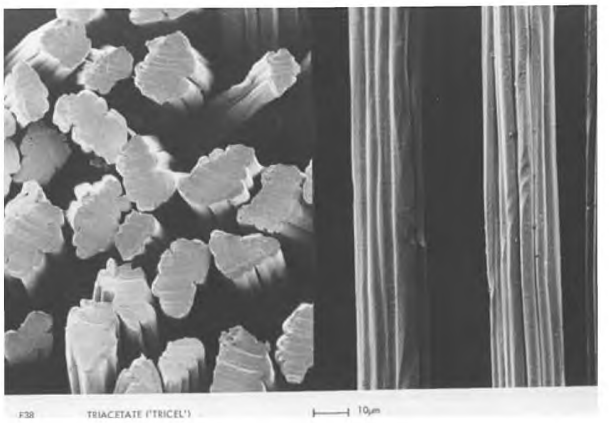


Рисунок С.36 — Триацетат: поперечное сечение и продольный вид

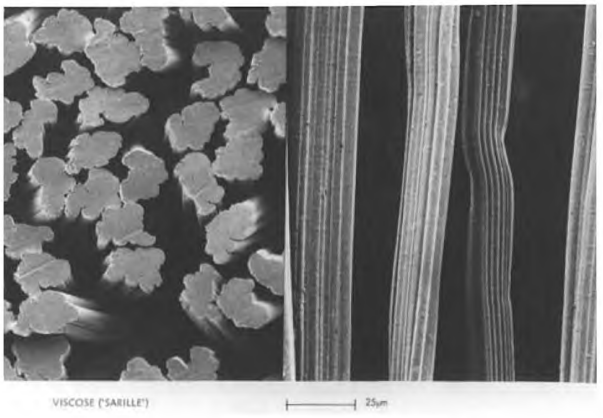


Рисунок С.37 — Вискоза: поперечное сечение и продольный вид

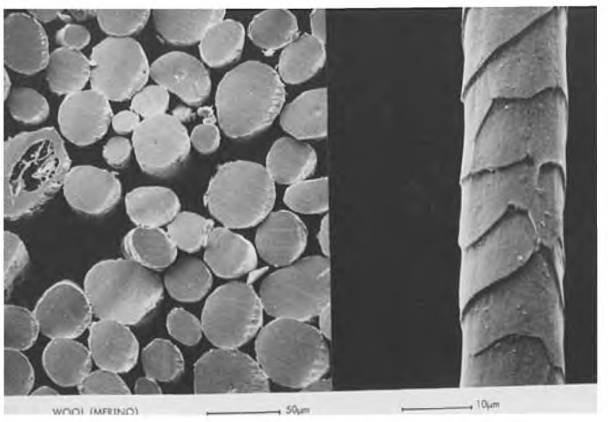


Рисунок С.38 — Шерсть: поперечное сечение и продольный вид



Рисунок С.39 — Шерсть: продольный вид

С.2 Бикомпонентные волокна



Рисунок С.40 — Бикомпонентные волокна: поперечное сечение конфигурации «сердечник/оболочка»



Рисунок С.41 — Бикомпонентные волокна: поперечное сечение конфигурации «сердечник/оболочка»

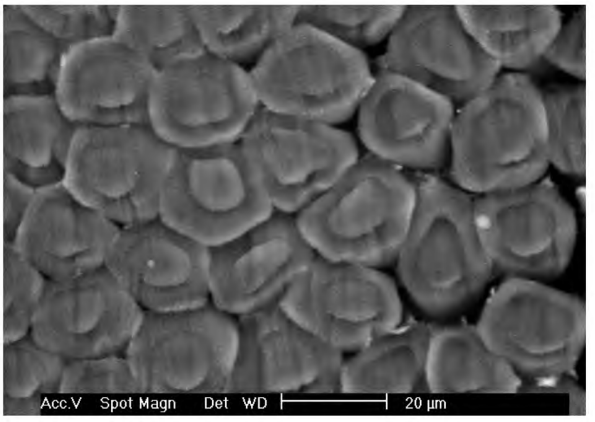


Рисунок С.42 — РЭМ: поперечное сечение бикомпонентного ПЭ/ПП волокна

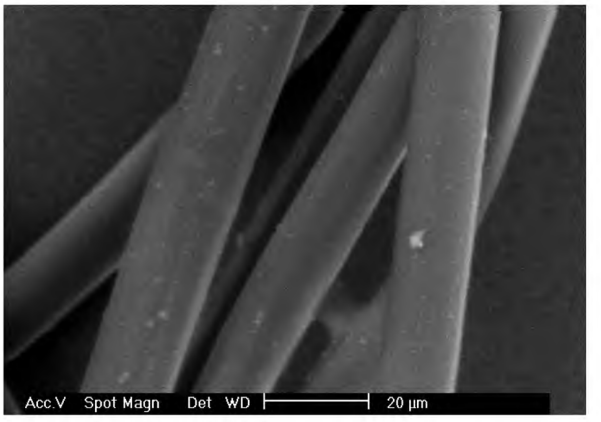


Рисунок С.43 — РЭМ: продольный вид бикомпонентного ПЭ/ ПП волокна

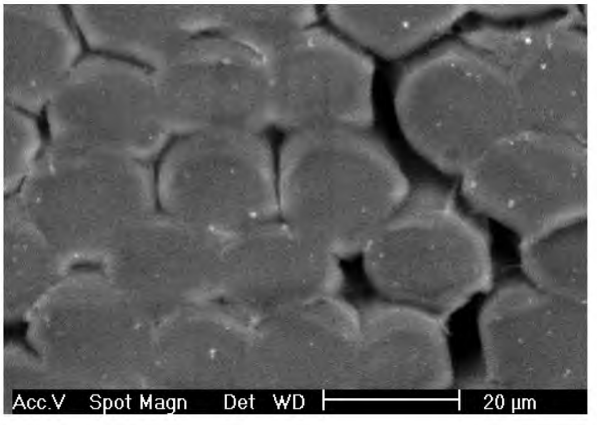


Рисунок С.44 — РЭМ: поперечное сечение бикомпонентного ПЭ/ПП волокна

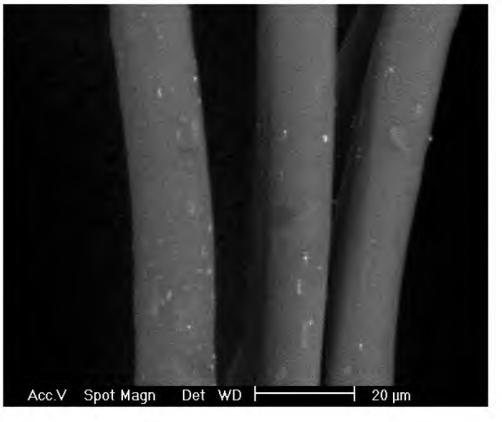


Рисунок С.45 — РЭМ: продольный вид бикомпонентного полиэфир/ полиэфирного волокна

Приложение D
(справочное)

Растворимость волокон

Таблица D.1 — Растворимость волокон

Растворитель	60 %-ная серная кислота		70 %-ная серная кислота		Концентрированная серная кислота		Концентрированная азотная кислота		Этилендиамин меди		20 %-ная соляная кислота		35 %-ная соляная кислота		Ледяная уксусная кислота		5 %-ный гидроксид натрия		Гипохлорит натрия		100 %-ный ацетон	
Наименование волокна	Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура				Кипячение		Нормальная температура			
Хлопок	I		S	①	S	①	I		S	①	I		I		I	△	I		I		I	△
Конопля	I		S	①	S	①	I		S	②	I		I		I	△	I		I		I	△
Шелк	S	①	S	①	S	①	I	набухание	S	○	SS	③	S	①	I	△	S	③	S	①	I	△
Шерсть	I		I		SS	③	I		I		I		I		I	△	S	②	S	②	I	△
Вискоза Купро Лиоцелл	CS ※	①	S	○	S	○	I		S	○	I		S	①	I	△	I		I		I	△
Ацетат	S	①	S	○	S	○	S	○	I		I		S	○	S	□ ○	CS	③	I		S	□ ○
Триацетат	CS	③	S	②	S	①	S	①	I		I		SS	③	S	□ ①	I		I		S	□ ○
Полиамид 6	S	①	S	○	S	○	S	○	I		S	○	S	○	S	△ ○	I		I		I	△
Полиамид 6.6	S	①	S	○	S	○	S	○	I		S	○	S	○	S	△ ○	I		I		I	△
Ивинилал	S	①	S	○	S	○	S	○	I		S	○	S	○	I	△	I		I		I	△
Акриловое	I		I		S	○	S	○	I		I		I		I	△	I		I		I	△

Окончание таблицы D.1

Растворитель	60 %-ная серная кислота		70 %-ная серная кислота		Концентрированная серная кислота		Концентрированная азотная кислота		Этилендиамин меди		20 %-ная соляная кислота		35 %-ная соляная кислота		Ледяная уксусная кислота		5 %-ный гидроксид натрия		Гипохлорит натрия		100 %-ный ацетон	
Наименование волокна	Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура		Нормальная температура				Кипячение		Нормальная температура			
Модакриловое	I		I		S	○	CS	③	I		I		I		I	△	I		I		※ S	40~50 ℃ ○
Полиэфирное	I		I		S	○	I		I		I		I		I	△	I		I		I	△
Поливинилхлорид	I		I		I		I		I		I		I		I	△	I		I		SS	△ ③
Винилиден	I		I		I		I		I		I		I		I	△	I		I		I	△
Полипропилен	I		I		I		I		I		I		I		I	△	I		I		I	△
Эластан	※		※		※		※		I		I		※		※		I		I		I	△
Арамид (пара-) [a]	I		I		S	○	I		I		I		I		I	△	I		I	d)	I	△
Арамид (пара-) [b]	I		I		SS	③ сгустки	I		I		I		I		I	△	I		I		I	△
Арамид (мета-)	I		I		S	①	I		I		I		I		I	△	I		I		I	△
Полилактид	I		I		S	○	SS	③ сгустки	I		I		I		I	△	S	※	I		I	△

[a] Этот тип арамидного волокна получают из одного диамина и хлорида. Этот тип разрушается на мелкие частички в гипохлорите натрия.

[b] Этот тип арамидного волокна получают из двух различных диаминов и хлорида.

I — нерастворимо при погружении на 3 мин (SS: частично растворимо; CS: растворимо заметно; S: растворимо полностью);

□ — комнатная температура;

△ — кипячение;

○ — немедленно, сразу (①, ②, ③: в течение соответственно, 1, 2 или 3 мин);

※ — разная растворимость для разных типов.

Приложение Е
(справочное)

Примеры инфракрасных спектров

Е.1 Примеры спектров по отношению к «% пропускания»

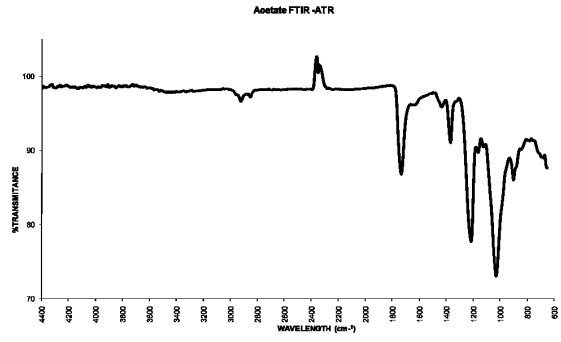


Рисунок Е.1 — ИК-ПФ спектры ацетата

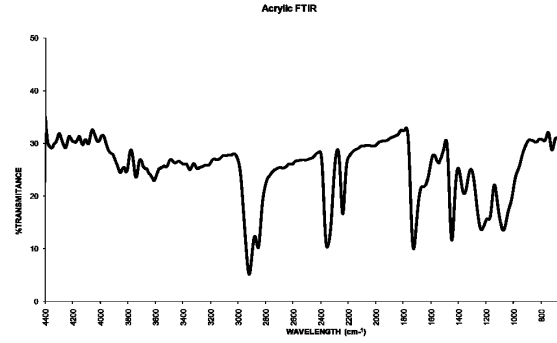


Рисунок Е.2 — ИК-ПФ спектры акрилового волокна

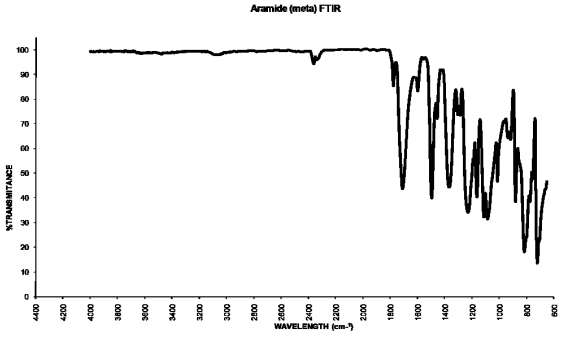


Рисунок Е.3 — ИК-ПФ спектры арамида (мета-)

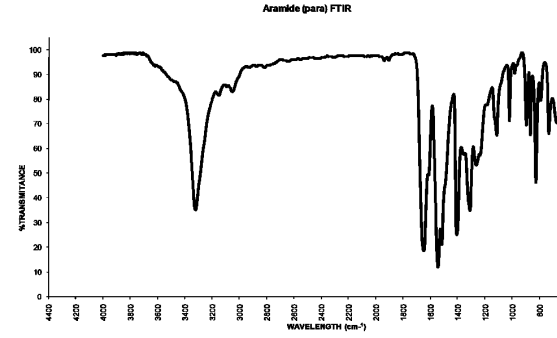


Рисунок Е.4 — ИК-ПФ спектры арамида (пара-)

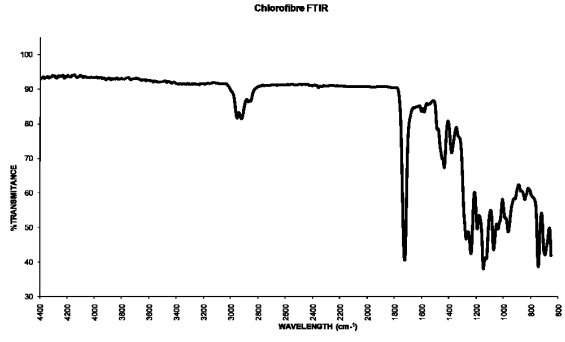


Рисунок Е.5 — ИК-ПФ спектры хлорофибры

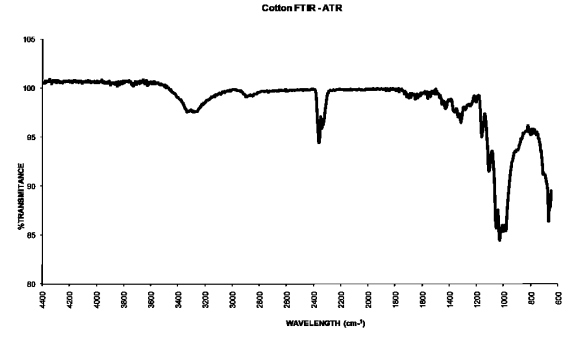


Рисунок Е.6 — ИК-ПФ спектры хлопка

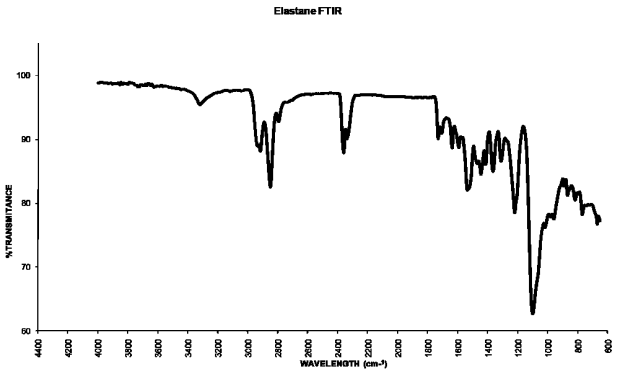


Рисунок Е.7 — ИК-ПФ спектры эластана

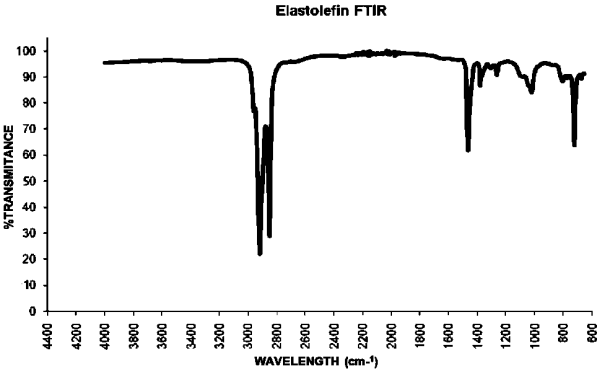


Рисунок Е.8 — ИК-ПФ спектры эластолефина

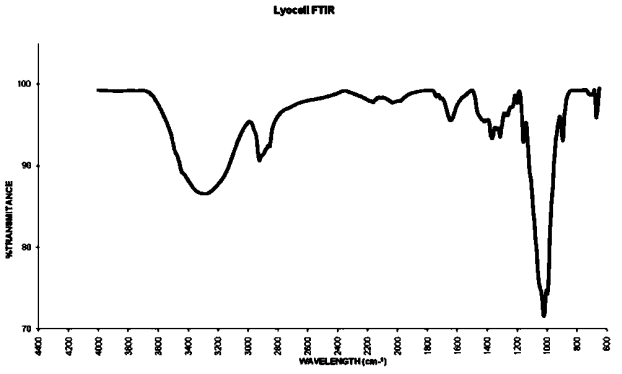


Рисунок Е.9 — ИК-ПФ спектры лиоцелла

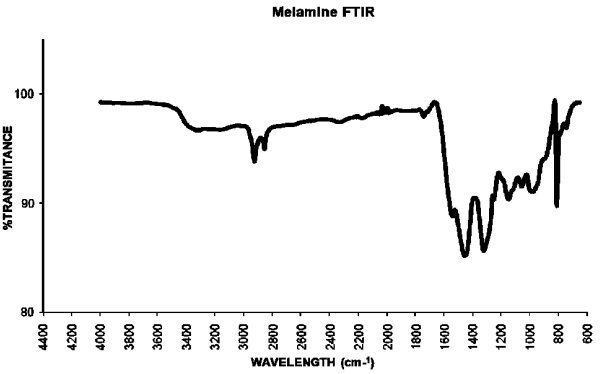


Рисунок Е.10 — ИК-ПФ спектры меламина

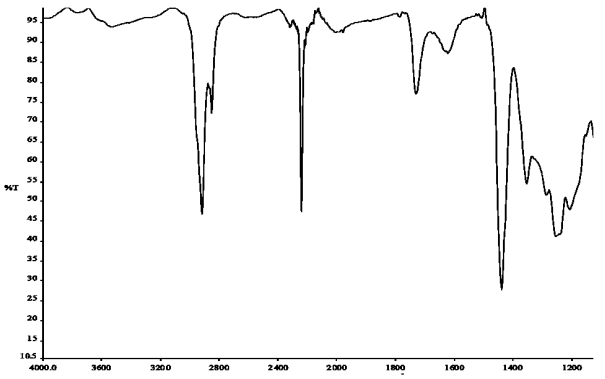


Рисунок Е.11 — ИК-ПФ спектры модифицированного акрилового волокна

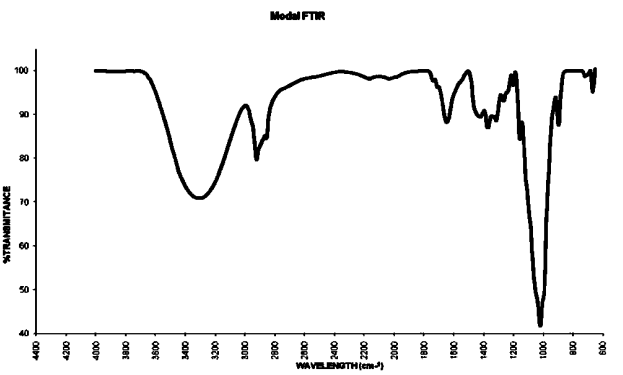


Рисунок Е.12 — ИК-ПФ спектры высокомодульного волокна

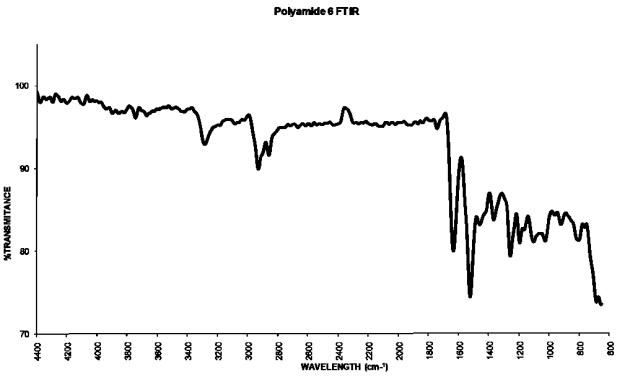


Рисунок Е.13 — ИК-ПФ спектры полиамида 6

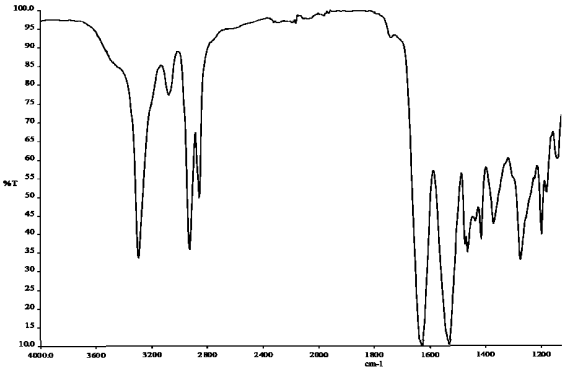


Рисунок Е.14 — ИК-ПФ спектры полиамида 6.6

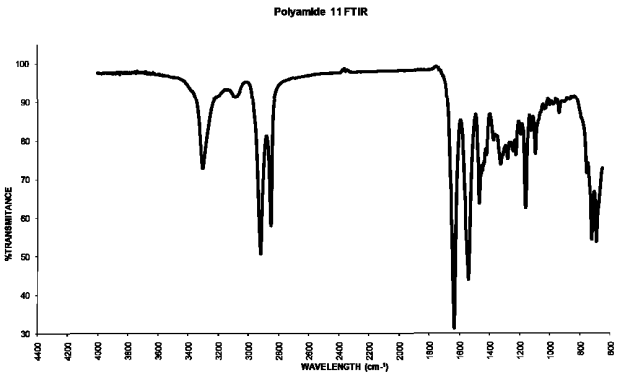


Рисунок Е.15 — ИК-ПФ спектры полиамида 11

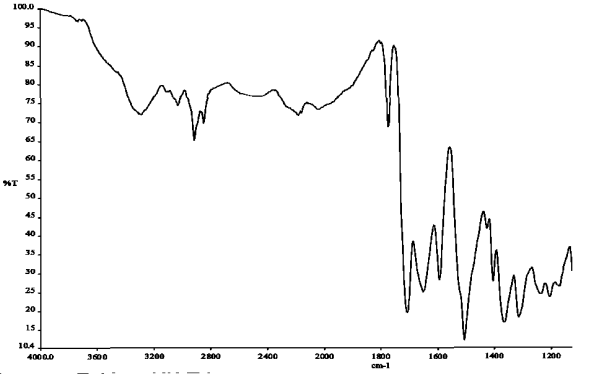


Рисунок Е.16 — ИК-ПФ спектры полиамидимида

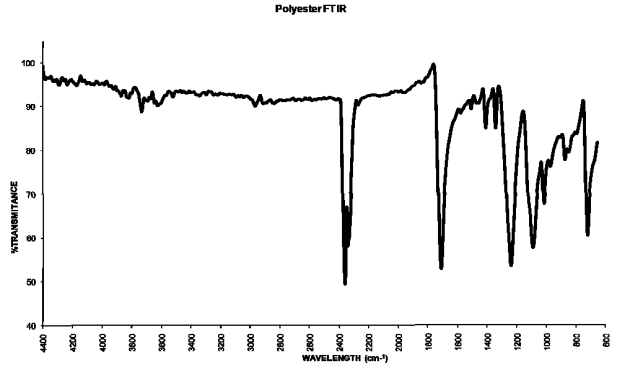


Рисунок Е.17 — ИК-ПФ спектры полиэфира

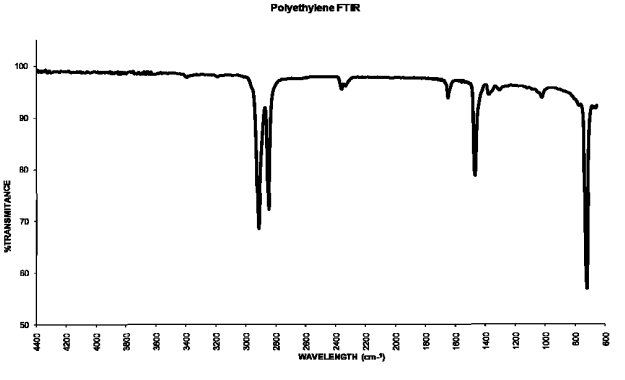


Рисунок Е.18 — ИК-ПФ спектры полиэтилена

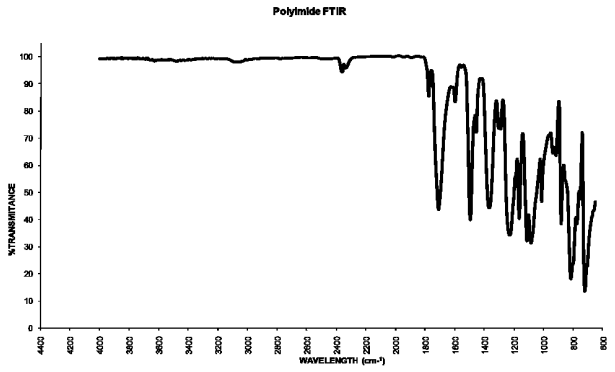


Рисунок Е.19 — ИК-ПФ спектры полиимида

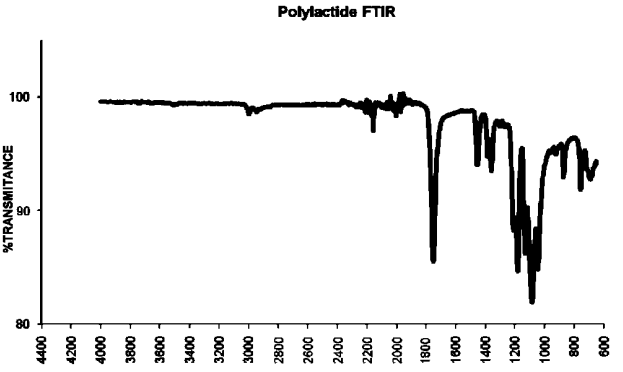


Рисунок Е.20 — ИК-ПФ спектры полилактида

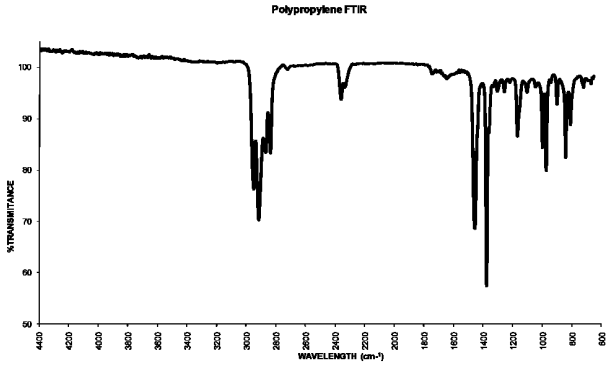


Рисунок Е.21 — ИК-ПФ спектры полипропилена

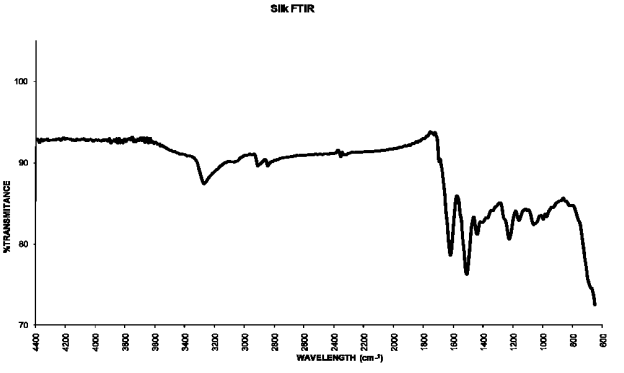


Рисунок Е.22 — ИК-ПФ спектры шелка

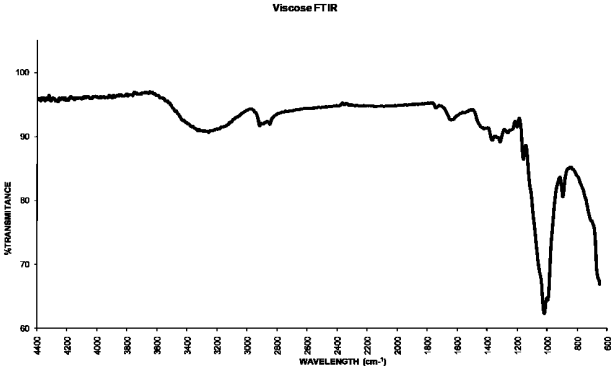


Рисунок Е.23 — ИК-ПФ спектры вискозы

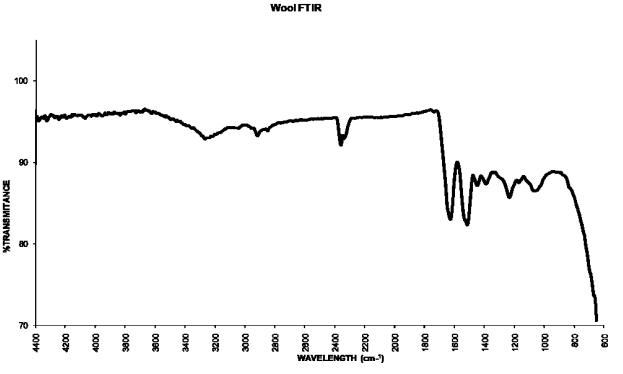


Рисунок Е.24 — ИК-ПФ спектры шерсти

Е.2 Примеры спектров в отношении «поглощения»

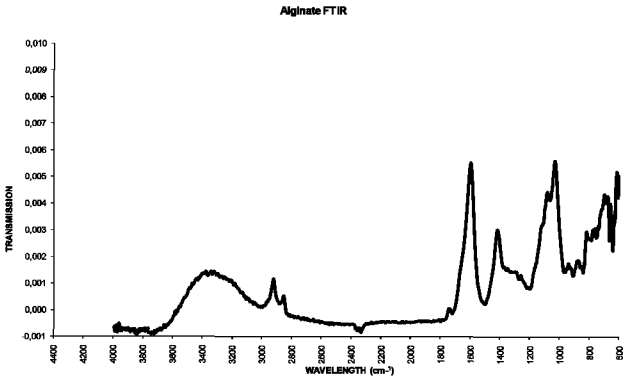


Рисунок Е.25 — Спектры поглощения альгината

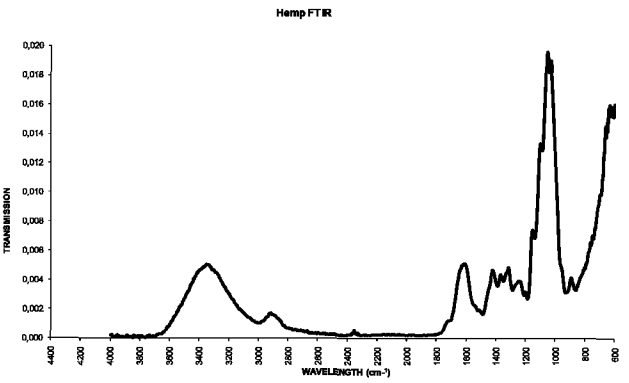


Рисунок Е.26 — Спектры поглощения конопли

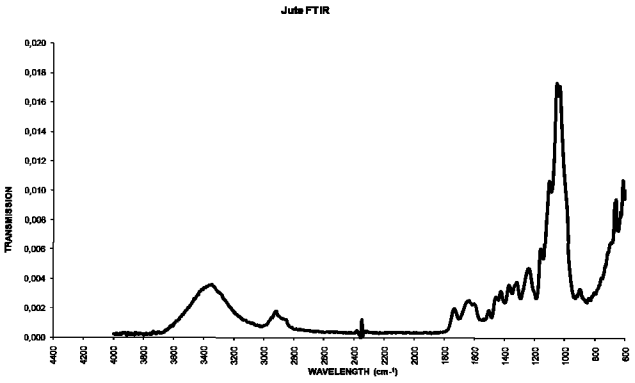


Рисунок Е.27 — Спектры поглощения джута

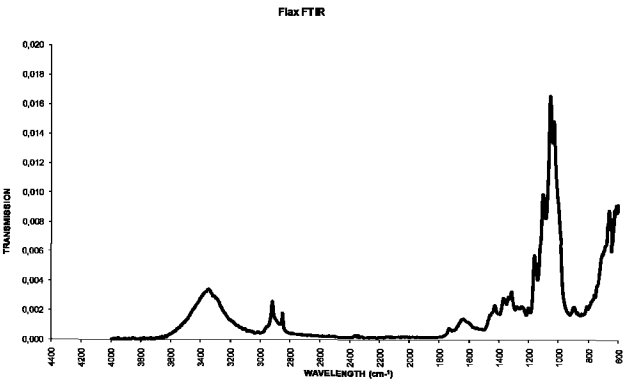


Рисунок Е.28 — Спектры поглощения льна

Приложение F
(справочное)

Температура теплопередачи

F.1 Примеры температур плавления

Таблица F.1 — Точки плавления волокон

Волокно	Точка плавления, °С	Другая температура фазового перехода, °С
Эластодиен (натуральный каучук)	Не плавится	350 (разложение)
Ацетат	От 255 до 260	
Триацетат	300	
Акриловое волокно	Не плавится	330 (разложение)
Модифицированное акриловое волокно	Не плавится	От 180 до190 (размягчение)
Хлорофибра	Не плавится	От 200 до 210 (разложение)
Эластан	От 230 до 290	
Полиамид	Полиамид 6: от 215 до 225 Полиамид 6.6: от 260 до 265 Полиамид 11: от 185 до 190	
Полиэфир	Полиэфир 2GT: от 250 до 260 Полиэфир 3GT and 4GT: 226	
Полипропилен	От 160 до 175	
Полиэтилен	От 130 до 150	
Металлическое (стальное)	1 400	
Стекловолокно	Не плавится	Стекловолокно типа E: 850 (размягчение)
Керамическое волокно	Глинозем: 2 000	
Арамид	Не плавится	Арамид (пара-): 500 (разложение) Арамид (мета-): от 400 до 450 (разложение) Полиамидимид: 420 (разложение)

F.2 Примеры спектров ДСК

F.2.1 Примеры спектров ДСК монокомпонентного волокна

Направление стрелки (вверх ⬆ или вниз ⬇) каждого спектра представляет эндометрическое измерение.

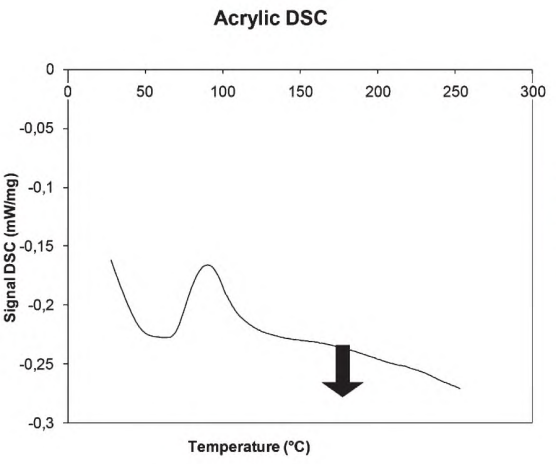


Рисунок F.1 — Спектры ДСК акрилового волокна

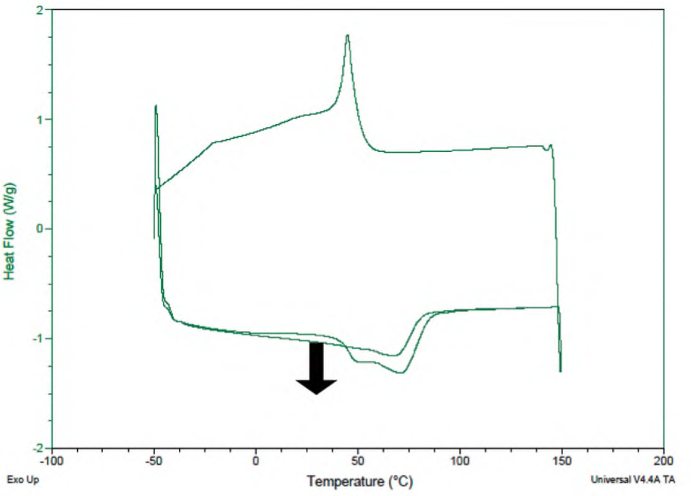


Рисунок F.2 — Спектры ДСК эластолефина

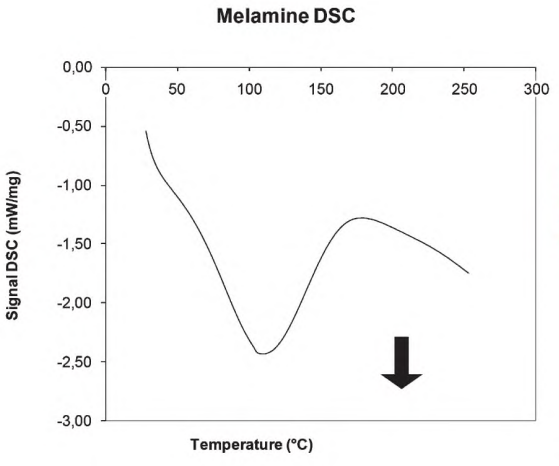


Рисунок F.3 — Спектры ДСК меламина

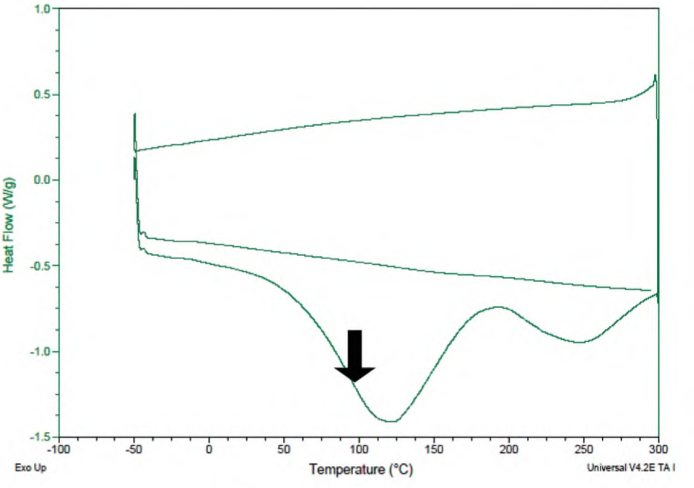


Рисунок F.4 — Спектры ДСК меламина

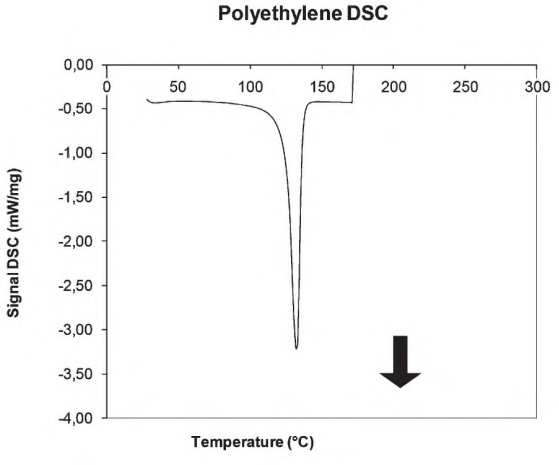


Рисунок F.5 — Спектры ДСК полиэтилена

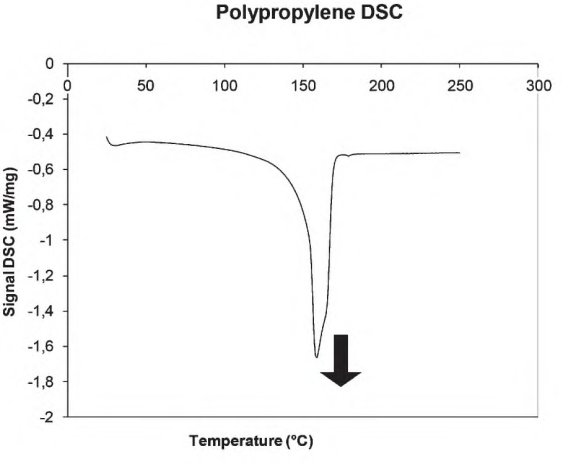


Рисунок F.6 — Спектры ДСК полипропилена

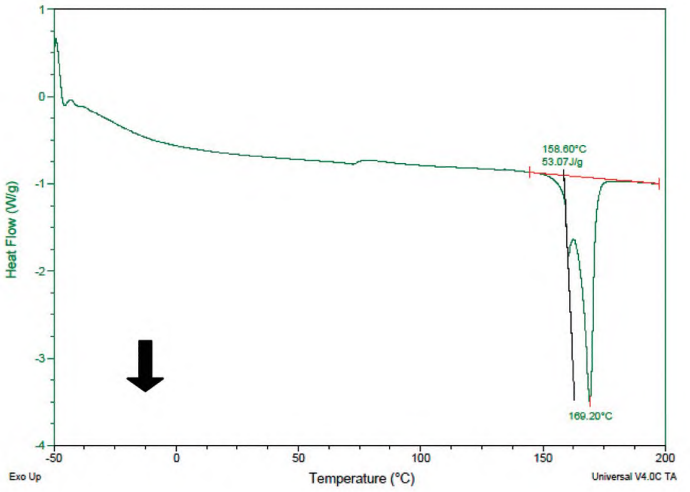


Рисунок F.7 — Спектры ДСК полилактида

F.2.2 Примеры спектров ДСК бикомпонентного волокна

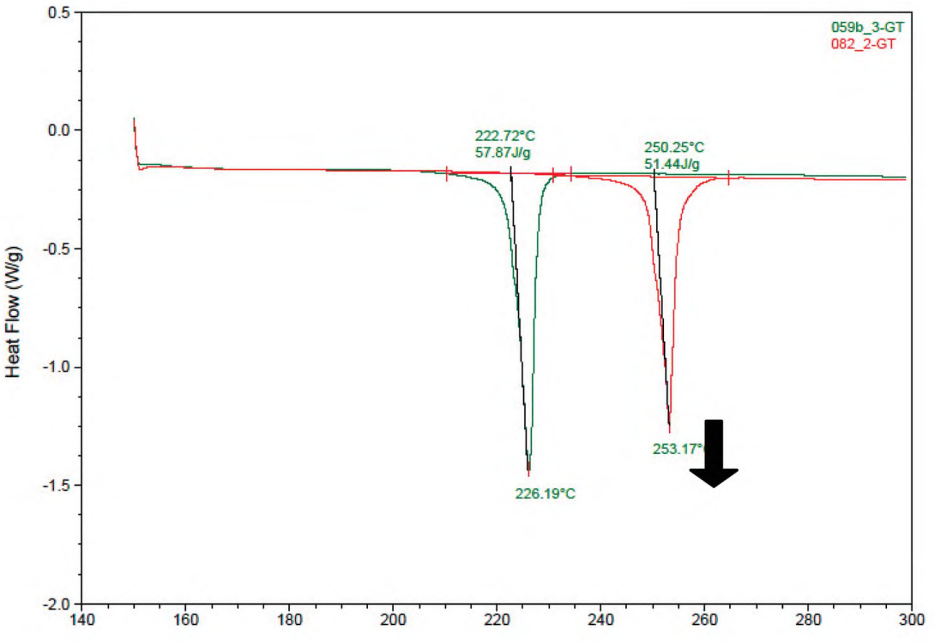


Рисунок F.8 — Спектры ДСК эластомультиэфира (бикомпонентного полиэфир/полиэфирного волокна)

F.3 Примеры спектров ДСК в случае эффекта термофиксации

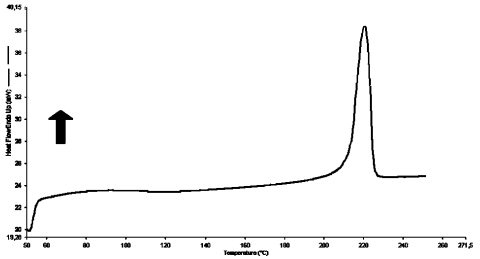


Рисунок F.9 — Спектры ДСК полиамида 6

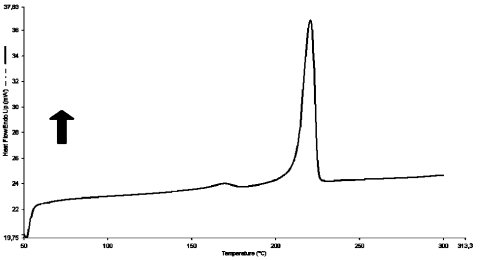


Рисунок F.10 — Спектры ДСК полиамида 6: термофиксация

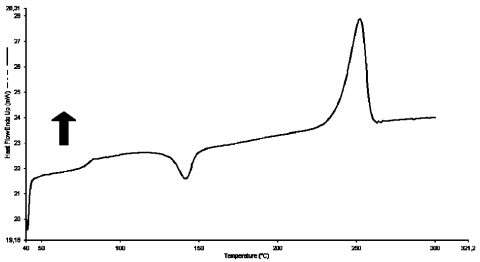


Рисунок F.11 — Спектры ДСК слабоориентированного полиэфира

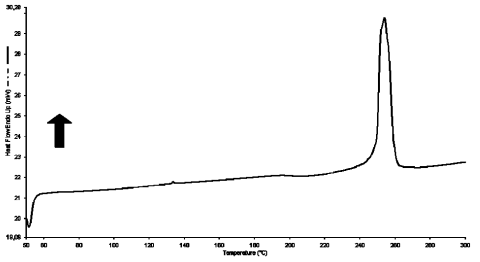


Рисунок F.12 — Спектры ДСК полиэфира: термофиксация (источник: INTEXTER)

Приложение G
(справочное)

Плотность

Таблица G.1 — Плотность волокон

Волокно	Плотность, г/см^3
Эластодиен	0,90—1,03
Конопля	1,48—1,50
Хлопчатобумажное волокно	1,48—1,50
Джут	1,48—1,52
Шерсть	1,32—1,35
Лен	1,48—1,52
Рами	1,50—1,51
Шелк	1,25—1,36
Ацетат	1,33
Вискоза/Высокомодульное волокно	1,50—1,53
Волокно на основе акрилонитрила	1,16—1,20
Модифицированное акриловое волокно	1,24—1,37
Хлорофибра	1,38—1,44
Эластан	1,16—1,20
Полиамид «6»: «6.6»: «11»:	1,12—1,14 1,14 1,04
Полиэфир	1,31—1,40
Полипропилен	0,91—0,95
Полиэтилен	0,95—0,97
Стекловолокно	2,60
Арамид «пара»: «мета»:	1,44—1,47 1,38

Приложение Н
(справочное)

Алфавитный указатель рисунков

Абака	С.1 — Абака: продольный вид и поперечное сечение
Акриловое волокно	В.1 — Акриловое волокно; поперечное сечение, В.2 — Акриловое волокно: продольный вид, С.3 — Акриловое волокно: поперечное сечение и продольный вид, Е.2 — ИК-ПФ спектры акрилового волокна, F.1 — Спектры ДСК акрилового волокна
Альгинат	С.4 — Альгинат: поперечное сечение и продольный вид, Е.25 — Спектры поглощения альгината
Альпака	С.5 — Альпака: поперечное сечение и продольный вид
Арамид (мета-)	С.7 — Арамид (мета-): поперечное сечение и продольный вид, Е.3 — ИК-ПФ спектры арамида (мета-)
Арамид (пара-)	С.6 — Арамид (пара-): поперечное сечение и продольный вид, Е.4 — ИК-ПФ спектры арамида (пара-)
Асбест (амозит)	С.8 — Асбест (амозит): поперечное сечение и продольный вид
Асбест (хризотил)	С.9 — Асбест (хризотил): поперечное сечение и продольный вид
Ацетат	С.2 Ацетат: поперечное сечение и продольный вид, Е.1 — ИК-ПФ спектры ацетата
Вискоза	В.20 — Вискоза: поперечное сечение, В.21 — Вискоза: продольный вид, С.37 — Вискоза: поперечное сечение и продольный вид, Е.23 — ИК-ПФ спектры вискозы
Волокно кокоса	С.13 — Волокно кокоса: поперечное сечение и продольный вид
Высокомодульное волокно	В.13 — Высокомодульное волокно: поперечное сечение, В.14 — Высокомодульное волокно: продольный вид, С.26 — Высокомодульное волокно: поперечное сечение и продольный вид, Е.12 — ИК-ПФ спектры высокомодульного волокна
Джут	С.23 — Джут: поперечное сечение и продольный вид, Е.27 — Спектры поглощения джута
Капок	С.24 — Капок: поперечное сечение и продольный вид
Кашемир	С.11 — Кашемир: поперечное сечение и продольный вид
Конопля	С.22 — Конопля: поперечное сечение и продольный вид, Е.26 — Спектры поглощения конопли
Кошачий волос	В.3 — Кошачий волос: продольный вид
Кроличий волос	В.19 — Кроличий волос: продольный вид
Лен	В.9 — Холст (лен): продольный вид, С.18 — Холст (лен): поперечное сечение и продольный вид, С.19 — Лен: продольный вид, Е.28 — Спектры поглощения льна
Лиоцелл	В.10 — Лиоцелл: поперечное сечение, В.11 — Лиоцелл: продольный вид, Е.9 — ИК-ПФ спектры лиоцелла
Медноаммиачное волокно	В.5 — Медноаммиачное волокно: поперечное сечение, В.6 — Медноаммиачное волокно: продольный вид, С.15 — Медноаммиачное волокно: поперечное сечение и продольный вид
Меламин	В.12 — Меламин: продольный вид, Е.10 — ИК-ПФ спектры меламина, F.3 — Спектры ДСК меламина, F.4 — Спектры ДСК меламина

Модифицированное акриловое волокно	С.25 — Модифицированное акриловое волокно: поперечное сечение и продольный вид, Е.11 — ИК-ПФ спектры модифицированного акрилового волокна
Полиамид	В.15 — Полиамид: продольный вид, С.27 — Полиамид: поперечное сечение и продольный вид, С.28 — Полиамид (трилобал): поперечное сечение и продольный вид
Полиамид 6	Е.13 — ИК-ПФ спектры полиамида 6, F.9 — Спектры ДСК полиамида 6, F.10 — Спектры ДСК полиамида 6: термофиксация
Полиамид 6.6	Е.14 — ИК-ПФ спектры полиамида 6.6
Полиамид 11	Е.15 — ИК-ПФ спектры полиамида 11
Полиэфир	В.16 — Полиэфир: продольный вид, С.29 — Полиэфир: поперечное сечение и продольный вид, Е.17 — ИК-ПФ спектры полиэфира, F.11 — Спектры ДСК слабоориентированного полиэфира, F.12 — Спектры ДСК полиэфира: термофиксация, (источник INTEXTER) Н.1 — ИК-ПФ спектры полиамидимида
Полиэтилен	С.30 — Полиэтилен: поперечное сечение и продольный вид, Е.18 — ИК-ПФ спектры полиэтилена, F.5 — Спектры ДСК полиэтилена
Полиимид	Е.19 — ИК-ПФ спектры полиимида
Полилактид	В.17 — Полилактид с отверстием: поперечное сечение, В.18 — Полилактид с отверстием: продольный вид, Е.20 — ИК-ПФ спектры полилактида, F.7 — Спектры ДСК полилактида
Полипропилен	С.31 — Полипропилен: поперечное сечение и продольный вид, Е.21 — ИК-ПФ спектры полипропилена, F.6 — Спектры ДСК полипропилена
Рами	С.32 — Рами: поперечное сечение и продольный вид
Стекловолокно	С.21 — Стекловолокно: поперечное сечение и продольный вид
Сизаль	С.35 — Сизаль: поперечное сечение и продольный вид
Триацетат	С.36 — Триацетат: поперечное сечение и продольный вид
Углеродное волокно	С,10 — Углеродное волокно: поперечное сечение и продольный вид
Фторволокно	С.20 — Фторволокно: поперечное сечение и продольный вид
Хлорофибра	С.12 — Хлорофибра: поперечное сечение и продольный вид, Е.5 — ИК-ПФ спектры хлорофибры
Хлопок	В.4 — Хлопок: поперечное сечение и продольный вид, С.14 — Хлопок: поперечное сечение и продольный вид, Е.6 — ИК-ПФ спектры хлопка
Холст	(см. Лен)
Шелк (тутовый шелкопряд)	С.33 — Шелк (тутовый шелкопряд): поперечное сечение и продольный вид, Е.22 — ИК-ПФ спектры шелка
Шелк (дубовый шелкопряд)	С.34 — Шелк (дубовый шелкопряд): поперечное сечение и продольный вид
Шерсть	В.22 — Шерсть: продольный вид, С.38 — Шерсть: поперечное сечение и продольный вид, С.39 — Шерсть: продольный вид, Е.24 — ИК-ПФ спектры шерсти
Эластан	С.16 — Эластан: продольный вид и поперечное сечение, Е.7 — ИК-ПФ спектры эластана
Эластодиен	С.17 — Эластодиен: поперечное сечение и продольный вид
Эластолефин	В.8 — Эластолефин: продольный вид, Е.8 — ИК-ПФ спектры эластолефина, F.2 — Спектры ДСК эластолефина

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 1833-4:2006	—	*
ИСО 2076:2013	—	*
ИСО 6938:2012	IDT	ГОСТ Р ИСО 6938—2014 «Материалы текстильные. Волокна натуральные. Общие наименования и определения»

* Соответствующий национальный стандарт отсутствует. До его утверждения рекомендуется использовать перевод на русский язык данного международного стандарта. Перевод данного международного стандарта находится в Федеральном информационном фонде технических регламентов и стандартов.

Примечание — В настоящей таблице использовано следующее условное обозначение степени соответствия стандарта:

- IDT — идентичный стандарт.

Библиография

[1] Identification of Textile Materials, Seventh Edition, The Textile Institute, 1985.

[2] «Les Matières Textiles», Institut Textile de France (former name of IFTH).

[3] JIS L 1030-1, Testing methods for quantitative analysis of fibre mixtures-Part 1: Testing methods for fibre identification.

[4] AATCC Test Method 20, Fibre Analysis — Qualitative.

[5] AATCC Test Method 20A Fibre Analysis — Quantitative.

[6] AATCC Fiber Identification Supplement to AATCC Test Methods 20 and 20A.

[7] «Fibre Labelling. Polylactide — Cargill Dow», P. Piccinini, C. Senaldi, EUR 21001 EN, 2003.

[8] «Fibre Labelling. Elastomultiester — DuPont», P. Piccinini, C. Senaldi, EUR 21760 EN, 2005.

[9] «Fibre Labelling. Elastolefin — Dow Chemicals», P. Piccinini, E. Buriova, S. Yazgan, C. Senaldi, EUR 22308 EN, 2006.

[10] «Fibre Labelling. Melamine — Basofil», P. Piccinini, E. Buriova, C. Senaldi, S. Yazgan, EUR 23482 EN, 2008, ISBN 978-92-79-09577-1.

[11] «Fibre Labelling. Polypropylene/polyamide bicomponent — Aquafil», P. Piccinini, R. Alvarez-Sarandes, M. De Sertorio, M. Trantallidi, EUR 24574 EN, 2010, ISBN 978-92-79-17456-8.

[12] «Identification of textile fibres», Max M. Houck, Woodhead Publishing, 2009.

[13] «Microscopy of textile fibres», P.H. Greaves, B.P. Saville, H Greaves, Royal Microscopical Society, 1995.

[14] «Characterization of Plastics by Physical Methods», Hanser Publishers, Munich, 1986.

[15] C. N. R. Rao. « Chemical Applications of Infrared Spectroscopy», Academic Press, 1963.

[16] A. D. Cross. «Introduction to Practical Infrared Spectroscopy», Butterworths Scientific Publications, London, 1960.

[17] R. W. Hannah and J. S. Swinehart «Experiments in Techniques of Infrared Spectroscopy» Perkin-Elmer Corporation, Connecticut, 1968.

[18] Official Digest, Part 2, March, 1961. Federation of Societies for Paint Technology, Philadelphia, USA.

[19] ASTM D276—87 (Reapproved 1993).

[20] G. Duyckaerts. Analyst, 1959, 84, 201.

[21] A. Crook and P. J. Taylor. Chem. & Industr., 1958, 25 Jan., 95.

[22] B. H. Baxter and N. A. Puttnam. Nature, 1965, 207, 288.

[23] P. A. Wilks and M. R. Izard. «Internal Reflectance Spectra of Fibres and Fabrics»', Wilks Scientific Corporation, 1964.

[24] N.M. Morris. Textile Chemist and Colorist, 1991, 27(4), 19.

[25] «The Complete Guide to FT-IR», Spectra Tech Inc., Connecticut, 1993.

[26] M.W. Tungol, E.G. Bartick and A. Montaser, Applied Spectroscopy, 1990, 44(4), 543.

[27] D. Hummel «Kunstoff, Lack- und Gummi Analyse», Carl Hanser Verlag, Munich, 1958.

[28] D.O. Hummel «Infrared Analysis of Polymers, Resins & Additives — An Atlas, Vol. 1 Plastics, Elastomers, Fibres and Resins, Part 2 Spectra, Tables, Index.» Wiley-Interscience, London, 1969.

[29] D.O. Hummel «Atlas of Polymer and Plastics Analysis Vol. 2 Plastics, Fibres, Rubbers, Resins; Starting and Auxiliary Materials, Degradation Products.» Carl Hanser Verlag, Munich, 1984.

[30] «The Sadtler Infrared Spectra Atlas of Monomers and Polymers», Heyden & Son Ltd., London, 1990.

[31] «The Documentation of Molecular Spectroscopy (D.M.S.) Punched Cards», Butterworths Scientific Publications, London.

[32] «The Wyandotte-A.S.T.M. System», American Society for Testing Materials.

[33] ISO 11357-1 Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 1: General principles (ИСО 11357-1, Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 1. Общие принципы)

[34] ISO 11357-3 Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 3: Determination oftemperature and enthalpy of melting and crystallisation (ИСО 11357-3, Пластмассы. Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК). Часть 3. Определение температуры и энтальпии плавления и кристаллизации)

[35] ISO 1183-2 Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 2: Density gradient column method (ИСО 1183-2, Пластмассы. Методы определения плотности непористых пластмасс. Часть 2. Метод с использованием колонки градиента плотности)

УДК 677.014.5:006.354 ОКС 59.060.01

Ключевые слова: текстильные материалы, состав, определение, волокна, идентификация, методы, термины, определения, свойства, изменения, фотографии, спектры, сравнения

Редактор *И.В. Гоголь*
Технический редактор *В.Н. Прусакова*
Корректор *В.И. Варенцова*
Компьютерная верстка *Е.А. Кондрашовой*

Сдано в набор 26.11.2015. Подписано в печать 08.02.2016. Формат 60×84⅛. Гарнитура Ариал.
Усл. печ. л. 6,98. Уч.-изд. л. 6,55. Тираж 35 экз. Зак. 4278.

Издано и отпечатано во ФГУП «СТАНДАРТИНФОРМ», 123995 Москва, Гранатный пер., 4.

gost.e-ecolog.ru gost.e-ecolog.ru

gost.e-ecolog.ru