NORME INTERNATIONALE

ISO 17751-2

Première édition
2016-03-15

Textiles — Analyse quantitative du cachemire, de la laine, d'autres fibres animales spéciales et leurs mélanges —

Partie 2: Méthode par microscopie électronique à balayage

Textiles — Quantitative analysis of cashmere, wool, other specialty animal fibers and their blends —

Part 2: Scanning electron microscopy method

Numéro de référence
ISO 17751-2:2016(F)

© ISO 2016



DOCUMENT PROTÉGÉ PAR COPYRIGHT

© ISO 2016, Publié en Suisse

Droits de reproduction réservés. Sauf indication contraire, aucune partie de cette publication ne peut être reproduite ni utilisée sous quelque forme que ce soit et par aucun procédé, électronique ou mécanique, y compris la photocopie, l'affichage sur l'internet ou sur un Intranet, sans autorisation écrite préalable. Les demandes d'autorisation peuvent être adressées à l'ISO à l'adresse ci-après ou au comité membre de l'ISO dans le pays du demandeur.

ISO copyright office
Ch. de Blandonnet 8 • CP 401
CH-1214 Vernier, Geneva, Switzerland
Tel. +41 22 749 01 11
Fax +41 22 749 09 47
copyright@iso.org
www.iso.org

Sommaire

Page

Avant-propos ..... **iv**
Introduction ..... **v**
1 Domaine d'application **1**
2 Termes et définitions **1**
3 Principe **2**
4 Appareillage, équipements et réactifs **2**
4.1 Appareillage 2
4.2 Équipements 3
4.3 Réactifs 3
5 Prélèvement d'échantillons **3**
6 Préparation des éprouvettes **3**
6.1 Nombre d'éprouvettes 3
6.2 Méthode de préparation des éprouvettes de divers types d'échantillons 3
6.2.1 Fibres en vrac 3
6.2.2 Ruban 4
6.2.3 Fil 4
6.2.4 Étoffe tissée 5
6.2.5 Étoffe tricotée 5
6.3 Recouvrement des éprouvettes 5
7 Mode opératoire d'essai **5**
7.1 Essai sur chaque porte-éprouvette 5
7.2 Analyse qualitative (analyse de pureté) et détermination de la teneur en fibres 6
8 Calcul du résultat d'essai **6**
Annexe A (informative) **Prélèvement d'échantillon de lot et d'échantillon de laboratoire** **8**
Annexe B (informative) **Morphologie de surface de fibres animales communes** **9**
Annexe C (normative) **Masse volumique de fibres animales communes** **49**
Bibliographie **50**

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Avant-propos

L'ISO (Organisation internationale de normalisation) est une fédération mondiale d'organismes nationaux de normalisation (comités membres de l'ISO). L'élaboration des Normes internationales est en général confiée aux comités techniques de l'ISO. Chaque comité membre intéressé par une étude a le droit de faire partie du comité technique créé à cet effet. Les organisations internationales, gouvernementales et non gouvernementales, en liaison avec l'ISO participent également aux travaux. L'ISO collabore étroitement avec la Commission électrotechnique internationale (IEC) en ce qui concerne la normalisation électrotechnique.

Les procédures utilisées pour élaborer le présent document et celles destinées à sa mise à jour sont décrites dans les Directives ISO/IEC, Partie 1. Il convient, en particulier de prendre note des différents critères d'approbation requis pour les différents types de documents ISO. Le présent document a été rédigé conformément aux règles de rédaction données dans les Directives ISO/IEC, Partie 2 (voir www.iso.org/directives).

L'attention est appelée sur le fait que certains des éléments du présent document peuvent faire l'objet de droits de propriété intellectuelle ou de droits analogues. L'ISO ne saurait être tenue pour responsable de ne pas avoir identifié de tels droits de propriété et averti de leur existence. Les détails concernant les références aux droits de propriété intellectuelle ou autres droits analogues identifiés lors de l'élaboration du document sont indiqués dans l'Introduction et/ou dans la liste des déclarations de brevets reçues par l'ISO (voir www.iso.org/brevets).

Les appellations commerciales éventuellement mentionnées dans le présent document sont données pour information, par souci de commodité, à l'intention des utilisateurs et ne sauraient constituer un engagement.

Pour une explication de la signification des termes et expressions spécifiques de l'ISO liés à l'évaluation de la conformité, ou pour toute information au sujet de l'adhésion de l'ISO aux principes de l'OMC concernant les obstacles techniques au commerce (OTC), voir le lien suivant: Avant-propos — Informations supplémentaires.

Le comité chargé de l'élaboration du présent document est l'ISO/TC 38, *Textiles*.

L'ISO 17751 comprend les parties suivantes, présentées sous le titre général *Textiles — Analyse quantitative du cachemire, de la laine, d'autres fibres animales spéciales et leurs mélanges*:

— *Partie 1: Méthode de microscopie optique*

— *Partie 2: Méthode par microscopie électronique à balayage*

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Introduction

Le cachemire est une fibre animale spéciale de grande valeur. Toutefois, le cachemire et d'autres fibres de laine animale, telle que la laine de mouton, de yack, de chameau, etc., présentent de grandes similitudes dans leurs propriétés physiques et chimiques, leurs mélanges sont donc difficiles à distinguer les uns des autres, que ce soit par des moyens mécaniques ou chimiques. De plus, ces fibres présentent des structures d'écailles similaires. Il est très difficile de déterminer avec exactitude la teneur en fibres de tels mélanges avec les méthodes d'essai actuelles.

Les travaux de recherche portant sur l'identification exacte des fibres de cachemire constituent une entreprise de longue haleine. À l'heure actuelle, la méthode par microscopie optique (MO) et la méthode par microscopie électronique à balayage (MEB) font partie des procédés les plus couramment utilisés et les plus fiables. L'avantage de la méthode MO est qu'elle permet l'observation de la médullation interne et de la pigmentation des fibres, mais certaines structures de surface subtiles ne peuvent pas être clairement affichées. Aux fins de l'essai, il est nécessaire d'appliquer un processus de décoloration sur les échantillons foncés, en sachant qu'un processus de décoloration mal effectué est susceptible d'affecter le jugement de l'analyste des fibres. La méthode par microscopie électronique à balayage (MEB) présente des caractéristiques complémentaires de celles de la méthode MO; ainsi, certains types de fibres ont besoin d'être identifiés par microscopie électronique à balayage. La méthode par microscopie optique et la méthode par microscopie électronique à balayage nécessitent d'être toutes les deux d'être employées ensemble pour l'identification d'échantillons difficilement identifiables, afin de bénéficier des avantages de chacune de ces méthodes.

La pratique a démontré que l'exactitude de l'analyse des fibres est fortement liée à une bonne expérience, une pleine compréhension et une grande connaissance, de la part de l'analyste des fibres, de la morphologie de surface de divers types de fibres animales. C'est pourquoi, en plus des descriptions écrites, de nombreuses micrographies de différents types de fibres animales sont fournies en annexe de la présente partie de l'ISO 17751.

© ISO 2016 – Tous droits réservés

Textiles — Analyse quantitative du cachemire, de la laine, d'autres fibres animales spéciales et leurs mélanges —

Partie 2:
Méthode par microscopie électronique à balayage

1 Domaine d'application

La présente partie de l'ISO 17751 spécifie une méthode pour l'identification et l'analyse, qualitative et quantitative, du cachemire, de la laine et d'autres fibres animales spéciales, ainsi que de leurs mélanges, au moyen de la microscopie électronique à balayage (MEB).

La présente partie de l'ISO 17751 s'applique aux fibres en vrac, aux produits intermédiaires et aux produits finaux de cachemire, de laine et d'autres fibres animales spéciales, ainsi que de leurs mélanges.

2 Termes et définitions

Pour les besoins du présent document, les termes et définitions suivants s'appliquent.

2.1
fibre animale spéciale
tout type de fibre kératinique issue (du poil) d'animaux autres que le mouton

2.2
microscope électronique à balayage
type d'instrument d'observation de morphologie microscopique intermédiaire, situé entre le microscope électronique en transmission et le microscope optique, qui utilise un faisceau d'électrons à haute énergie afin de générer divers signaux d'informations physiques

Note 1 à l'article: Le principe de cet appareil consiste à balayer toute une zone à étudier sur la surface d'un solide avec un faisceau d'électrons primaire; ensuite, le signal obtenu à partir de cette opération est capté, amplifié et affiché en images pour une observation complète de la topographie de surface de l'éprouvette.

Note 2 à l'article: Les signaux obtenus par un microscope électronique à balayage sont, par exemple, des *électrons secondaires* (2.3), des électrons Auger, des rayons X caractéristiques, etc.

2.3
secondary electron
électron extra-nucléaire à faible énergie, libéré par et à partir de l'ionisation d'un atome métallique dans la région des 5 nm à 10 nm de la couche métallique balayée, d'une épaisseur inférieure à 10 nm, la plus proche de la surface métallisée extérieure d'une éprouvette frappée par le faisceau d'électrons primaire dont l'énergie se compte en dizaines de keV

Note 1 à l'article: Il est sensible en surface en raison du faible libre parcours moyen de l'électron pour s'échapper des profondeurs de l'éprouvette, et son signal produit donc les images morphologiques en haute définition de la surface recouverte.

2.4
écaille
cuticule recouvrant la surface des fibres animales

2.5
densité d'écailles
nombre d'*écailles (2.4)* présentes le long de l'axe de la fibre par unité de longueur

© ISO 2016 – Tous droits réservés

2.6
hauteur d'écaille
hauteur de cuticule au niveau du bord distal de l'*écaille (2.4)*

2.7
morphologie de surface de fibre
ensemble des propriétés/attributs physiques caractérisant la surface de fibre

EXEMPLE La morphologie de surface de fibre englobe la *densité d'écailles (2.5)*, la *hauteur d'écaille (2.6)*, la morphologie de bord d'écaille, le caractère lisse de la surface d'écaille, l'uniformité de la fibre le long de son axe, la transparence sous microscope optique, etc.

2.8
échantillon de lot
portion représentative du même type et du même lot de matériau sur lequel elle est prélevée conformément aux exigences

2.9
échantillon de laboratoire
portion prélevée sur un *échantillon de lot (2.8)*, conformément aux exigences, en vue de préparer des éprouvettes

2.10
éprouvette
portion de tronçons de fibre découpés aléatoirement sur l'*échantillon de laboratoire (2.9)* à des fins de mesurage

3 Principe

Une image en vue longitudinale de tronçons de fibre représentatifs d'une éprouvette, recouverts d'une fine couche d'or, est produite au moyen d'un microscope électronique à balayage en balayant la surface latérale de l'éprouvette avec un faisceau incident d'électrons à haute énergie, en détectant les signaux des électrons secondaires émis par les atomes d'or excités lorsque le faisceau incident d'électrons les frappe, et en combinant la position du faisceau avec les signaux détectés contenant les informations sur la topographie de surface de l'éprouvette.

Tous les types de fibres observés dans l'éprouvette sont identifiés grâce aux différences de morphologie de surface de fibre connues existant entre les différents types de fibres animales.

Le nombre et le diamètre moyen des tronçons de fibre sont respectivement comptés et mesurés pour chaque type de fibre. Le pourcentage en masse est calculé à partir des données concernant le nombre de tronçons de fibre comptés, la valeur moyenne et l'écart-type des diamètres de tronçon, ainsi que la masse volumique vraie pour chaque type de fibre.

4 Appareillage, équipements et réactifs

4.1 Appareillage

4.1.1 Microscope électronique à balayage.

Le microscope électronique à balayage proprement dit doit comporter les éléments suivants: un système de vide, un système optique électronique, un système d'imagerie et de collecte de signal, un système d'affichage et un logiciel de mesurage.

4.1.2 Pulvérisateur cathodique avec cathode en or.

© ISO 2016 – Tous droits réservés