

Tento dokument je třeba brát jako dokumentační nástroj a instituce nenesou jakoukoli odpovědnost za jeho obsah

► **B****SMĚRNICE EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY 96/73/ES**

ze dne 16. prosince 1996

o některých metodách kvantitativní analýzy dvousložkových směsí textilních vláken

(Úř. věst. L 32, 3.2.1997, s. 1)

Ve znění:

		Úřední věstník		
		Č.	Strana	Datum
► <u>M1</u>	Nářízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 1882/2003 ze dne 29. září 2003	L 284	1	31.10.2003
► <u>M2</u>	Směrnice Komise 2006/2/ES ze dne 6. ledna 2006	L 5	10	10.1.2006
► <u>M3</u>	Směrnice Komise 2007/4/ES ze dne 2. února 2007	L 28	14	3.2.2007
► <u>M4</u>	Nářízení Evropského parlamentu a Rady (ES) č. 1137/2008 ze dne 22. října 2008	L 311	1	21.11.2008
► <u>M5</u>	Směrnice Komise 2009/122/ES ze dne 14. září 2009	L 242	14	15.9.2009



SMĚRNICE EVROPSKÉHO PARLAMENTU A RADY 96/73/ES

ze dne 16. prosince 1996

o některých metodách kvantitativní analýzy dvousložkových směsí textilních vláken

EVROPSKÝ PARLAMENT A RADA EVROPSKÉ UNIE,

s ohledem na Smlouvu o založení Evropského společenství, a zejména na článek 100a této smlouvy,

s ohledem na návrh Komise ⁽¹⁾,

s ohledem na stanovisko Hospodářského a sociálního výboru ⁽²⁾,

v souladu s postupem stanoveným v článku 189b Smlouvy ⁽³⁾,

vzhledem k tomu, že směrnice Rady 72/276/EHS ze dne 17. července 1972 o sblížení právních předpisů členských států týkajících se některých metod kvantitativní analýzy dvousložkových směsí textilních vláken ⁽⁴⁾ byla opakovaně a podstatně pozměněna; že by z důvodu srozumitelnosti a přehlednosti měla být uvedena směrnice kodifikována;

vzhledem k tomu, že směrnice Evropského parlamentu a Rady 96/74/ES ze dne 16. prosince 1996 o názvech textilií ⁽⁵⁾ vyžaduje označování etiketami k určení složení vláknenných směsí textilních výrobků spolu s prováděním kontrol shody těchto výrobků s údaji na etiketě prostřednictvím analýzy;

vzhledem k tomu, že metody používané při úředních zkouškách v členských státech ke stanovení složení vláknenných směsí textilních výrobků by měly být jednotné, pokud jde jak o předúpravu vzorků, tak i o jejich kvantitativní analýzu;

vzhledem k tomu, že směrnice 96/74/ES předpokládá, že metody odběru vzorků a analýzy, které se mají používat v členských státech pro účely stanovení složení vláknenných směsí výrobků, budou stanoveny v samostatných směrnících; že příloha II této směrnice stanoví 15 jednotných metod analýzy pro většinu textilních výrobků složených z dvousložkových směsí, jež jsou na trhu;

vzhledem k tomu, že technický pokrok vyžaduje časté přizpůsobování technických specifikací, které jsou uvedeny v samostatných směrnících o metodách textilních analýz; že za účelem usnadnění provádění opatření pro to vyžadovaných musí být v rámci Výboru pro směrnice o názvech a označování textilií etiketami stanoven postup, který zajistí úzkou spolupráci mezi členskými státy a Komisí;

vzhledem k tomu, že v případě dvousložkových směsí, pro které neexistuje na úrovni Společenství žádná jednotná metoda analýzy, mohou laboratoře pověřené prováděním zkoušek stanovit složení takovéto směsi za použití jakékoli platné metody, kterou mají k dispozici, přičemž uvedou v protokolu o zkoušce získaný výsledek a, pokud je znám, stupeň přesnosti použité metody;

⁽¹⁾ Úř. věst. C 96, 6.4.1994, s. 20.

⁽²⁾ Úř. věst. C 195, 18.7.1994, s. 20.

⁽³⁾ Stanovisko Evropského parlamentu ze dne 15. února 1995 (Úř. věst. C 56, 6.3.1995, s. 53), společný postoj Rady ze dne 26. února 1996 (Úř. věst. C 196, 6.7.1996, s. 20) a rozhodnutí Evropského parlamentu ze dne 18. června 1996 (Úř. věst. C 198, 8.7.1996, s. 25), rozhodnutí Rady ze dne 7. října 1996.

⁽⁴⁾ Úř. věst. L 173, 31.7.1972, s. 1, směrnice naposledy pozměněná směrnicí 87/184/EHS (Úř. věst. L 75, 17.3.1987, s. 21).

⁽⁵⁾ Úř. věst. L 32, 3.2.1997, s. 38.

▼ B

vzhledem k tomu, že ustanovení této směrnice jsou v souladu se stanoviskem Výboru pro směrnice o názvech a označování textilií etiketami;

vzhledem k tomu, že touto směrnicí nesmí být dotčeny povinnosti členských států týkající se lhůt pro provedení směrnic uvedených v příloze III, části B,

PŘIJALY TUTO SMĚRNICI:

Článek 1

Tato směrnice se týká metod kvantitativní analýzy některých dvousložkových směsí textilních vláken včetně přípravy laboratorních a zkušebních vzorků.

Článek 2

„Laboratorním vzorkem“ se rozumí vzorek o vhodné velikosti pro analýzu, připravený ze vzorků odebraných z dávek, postupně odebíraných z celkového množství výrobků určených ke zkoušce.

„Zkušebním vzorkem“ se rozumí část laboratorního vzorku potřebná k získání jednotlivého výsledku zkoušky.

Článek 3

Členské státy přijmou všechna nezbytná opatření k zajištění toho, aby v souladu se směrnicí 96/74/ES byla ustanovení příloh I a II o metodách kvantitativní analýzy některých dvousložkových směsí textilních vláken, včetně přípravy laboratorních a zkušebních vzorků, použita při všech úředních zkouškách pro stanovení složení textilních výrobků uváděných na trh.

Článek 4

Každá laboratoř pověřená prováděním zkoušek dvousložkových směsí, pro které neexistuje na úrovni Společenství jednotná metoda analýzy, stanoví složení takových směsí za použití jakékoliv platné metody, kterou má k dispozici, přičemž v protokolu o zkoušce uvede získaný výsledek a, pokud je znám, stupeň přesnosti použité metody.

▼ M4*Článek 5*

Komise přizpůsobuje metody kvantitativní analýzy uvedené v příloze II technickému pokroku. Tato opatření, jež mají za účel změnit jiné než podstatné prvky této směrnice, se přijímají regulativním postupem s kontrolou podle čl. 6 odst. 2.

Článek 6

1. Komisi je nápomocen Výbor pro směrnice o názvech a označování textilií etiketami.
2. Odkazuje-li se na tento odstavec, použijí se čl. 5a odst. 1 až 4 a článek 7 rozhodnutí 1999/468/ES s ohledem na článek 8 zmíněného rozhodnutí.

▼B*Článek 7*

Členské státy sdělí Komisi znění hlavních ustanovení vnitrostátních právních předpisů, které přijmou v oblasti působnosti této směrnice.

Článek 8

Zrušují se směrnice uvedené v části A přílohy III, aniž jsou dotčeny povinnosti členských států, které se týkají lhůt pro provedení obsažených v části B přílohy III.

Odkazy na zrušené směrnice se považují za odkazy na tuto směrnici v souladu se srovnávací tabulkou obsaženou v příloze IV.

Článek 9

Tato směrnice je určena členskými státním.

Tato směrnice vstupuje v platnost dvacátým dnem po vyhlášení v *Úředním věstníku Evropských společenství*.



PŘÍLOHA I

PŘÍPRAVA LABORATORNÍCH A ZKUŠEBNÍCH VZORKŮ PRO STANOVENÍ SLOŽENÍ VLÁKENNÝCH SMĚSÍ TEXTILNÍCH VÝROBKŮ

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato příloha uvádí postupy pro získání laboratorních vzorků vhodné velikosti k předúpravě pro kvantitativní analýzu (tj. o hmotnosti nepřesahující 100 g) ze vzorků dávky a pro výběr zkušebních vzorků z laboratorních vzorků, které byly předupraveny za účelem odstranění nevláknenných látek ⁽¹⁾.

2. DEFINICE

- 2.1. Dávka – množství materiálu, které je hodnoceno na základě jedné série výsledků zkoušky. Může zahrnovat např. všechny materiál v jedné dodávce látky; veškerou tkaninu utkanou z jednoho osnovního válu; zásilku příze, balík nebo skupinu balíků surového vlákna.
- 2.2. Vzorek dávky – část dávky, která byla odebrána jako reprezentativní vzorek celku a která je k dispozici laboratoři. Velikost a povaha tohoto vzorku dávky musí být dostatečná, aby byla přiměřeně překonána nestejnoměrnost dávky a umožněna snadná manipulace v laboratoři ⁽²⁾.
- 2.3. Laboratorní vzorek – část vzorku dávky, která je podrobena předúpravě za účelem odstranění nevláknenných látek a ze které jsou odebírány zkušební vzorky. Velikost a povaha vzorku dávky musí být dostatečná, aby byla přiměřeně překonána nestejnoměrnost vzorku dávky ⁽³⁾.
- 2.4. Zkušební vzorek – část materiálu potřebná k získání jednotlivého výsledku zkoušky a vybraná z laboratorního vzorku.

3. PODSTATA METODY

Laboratorní vzorek se vybere tak, aby reprezentoval vzorek dávky.

Zkušební vzorky se odebírají z laboratorního vzorku tak, aby každý z nich reprezentoval laboratorní vzorek.

4. ODBĚR VZORKŮ Z VOLNÝCH VLÁKEN

- 4.1. Neorientovaná vlákna - laboratorní vzorek se získá náhodným výběrem chomáček ze vzorku dávky. Celý laboratorní vzorek se důkladně promísí pomocí laboratorního mykacího stroje ⁽⁴⁾. Pavučina z mykacího stroje či směs, jakož i volná vlákna a vlákna zachycená na zařízení použitým k mísení, se podrobí předúpravě. Pak se z pavučiny či směsi, z volných vláken a z vláken zachycených na zařízení odebere zkušební vzorek v poměru k hmotnosti.

Jestliže pavučina z mykacího stroje zůstane po předúpravě neporušená, odeberou se zkušební vzorky způsobem popsáním v bodu 4.2. Je-li pavučina z mykacího stroje předúpravou narušena, připraví se každý zkušební vzorek náhodným odběrem nejméně 16 malých chomáček o vhodném a přibližně stejném rozměru, které se pak sloučí.

- 4.2. Orientovaná vlákna (mykaná vlákna, pavučiny, prameny, přásty) - z náhodně vybraných částí vzorku dávky se vyřízne nejméně 10 vzorků tak, aby zahrnovaly celý průřez, každý přibližně o hmotnosti 1 g. Takto vytvořený laboratorní vzorek se podrobí předúpravě. Jednotlivé odříznuté části se spojí tak, že se položí vedle sebe a zkušební vzorek se odebere z celého průřezu tak, aby se odebrala část z každé z deseti délek.

5. ODBĚR VZORKŮ PŘÍZE

- 5.1. Příze na cívkách nebo v přadenech - Vzorky se odebírají ze všech cívek nebo přaden vzorku dávky.

Odvinou se vhodné spojené stejné délky z každé cívky nebo přadena, buď navinutím přaden se stejným počtem ovinů na třídícím vijáku ⁽⁵⁾

⁽¹⁾ V některých případech je nezbytné jednotlivé zkušební vzorky předupravit.

⁽²⁾ Pro zhotovené a hotové výrobky viz bod 7.

⁽³⁾ Viz bod 1.

⁽⁴⁾ Laboratorní mykací stroj může být nahrazen mísičem vláken nebo mohou být vlákna mísená metodou tvorby a odhazování chomáček.

⁽⁵⁾ Mohou-li být cívky umístěny na vhodnou cívečnici, může jich být současně navijena celá řada.

▼B

nebo jinými prostředky. Jednotlivé délky se uloží vedle sebe buď jako jediné přadeno nebo svazek ve formě kabelu a vytvoří laboratorní vzorek, přičemž je třeba se ujistit, aby obsahoval stejné délky z každé cívky v přadenu nebo svazku ve formě kabelu.

Laboratorní vzorek se podrobí předúpravě.

Z laboratorního vzorku se odeberou zkušební vzorky vyříznutím svazku nití stejné délky z přadenu nebo svazku ve formě kabelu, přičemž se musí pečlivě dbát na to, aby svazek obsahoval všechny nitě ve vzorku.

Pro získání zkušebního vzorku o hmotnosti 10 g je délka příze odvinutá z každé cívky: $\frac{10^6}{N_t}$,

kde

l je délka příze v cm,

N je počet cívek odebraných ze vzorku dávky,

t je délková hmotnost příze v tex.

Je-li hodnota N_t vysoká, tj. více než 2 000, navine se těžší přadeno a rozřízne se napříč ve dvou místech, aby se vytvořil svazek ve formě kabelu o vhodné hmotnosti. Konce vzorku ve formě kabelu musí být před předúpravou spolehlivě spojeny a zkušební vzorky se odeberou z místa dostatečně vzdáleného od tohoto spojení.

- 5.2. Příze v osnově - laboratorní vzorek se odebere odstřížením části z konce osnovy o délce nejméně 20 cm a zahrnující všechny příze v osnově s výjimkou okrajových přízí, které se vyřadí. Svazek přízí se sváže dohromady u jednoho konce. Je-li vzorek příliš velký pro předúpravu jako celek, rozdělí se do dvou nebo více částí, přičemž každá část se pro předúpravu sváže dohromady a poté, co byla každá část samostatně předupravena, se části opět spojí. Zkušební vzorek se odebere odstřížením vhodné délky z laboratorního vzorku z konce dostatečně vzdáleného od spojení a musí zahrnovat všechny příze v osnově. Délka vzorku o hmotnosti 1 g je: $\frac{10^5}{N_t}$,

kde

l je délka vzorku v cm,

N je počet nití v osnově,

t je délková hmotnost příze v tex.

6. ODBĚR VZORKŮ PLOŠNÝCH TEXTILIÍ

- 6.1. Ze vzorku dávky, který se skládá z jediného reprezentativního odstříhu látky, se vystříhne proužek po úhlopříčce od jednoho rohu ke druhému a odstraní se okraje.

— proužek je laboratorní vzorek. Pro získání laboratorního vzorku o hmotnosti x g se stanoví plocha proužku podle vzorce: $\frac{x \cdot 10^4}{G}$,

kde

P je plocha vzorku v cm^2 ,

x je hmotnost vzorku v g,

G je plošná hmotnost látky v g/m^2 .

Laboratorní vzorek se podrobí předúpravě a pak se proužek příčně rozstříhne na čtyři stejně dlouhé části, které se položí na sebe.

Zkušební vzorky se odeberou ze všech částí navrstveného materiálu proříznutím všech vrstev tak, aby každý vzorek obsahoval stejnou délku každé vrstvy.

Má-li textilie tkaný vzor, odebere se laboratorní vzorek ve směru osnovy o rozměru, který se rovná nejméně jedné osnovní střídě vzoru. Je-li při splnění této podmínky takový laboratorní vzorek příliš velký, aby mohl být upravován jako celek, rozřeže se na stejné části, ty se samostatně předupraví a před odebráním zkušebního vzorku se položí na sebe, přičemž se dbá na to, aby se odpovídající části vzoru nepřekrývaly.

- 6.2. Ze vzorku dávky, který se skládá z několika odstřihů,

▼B

— zpracuje každý odstříh podle bodu 6.1 a každý výsledek se uvede samostatně.

7. ODBĚR VZORKŮ ZHOTOVENÝCH A HOTOVÝCH VÝROBKŮ

Vzorek dávky je obvykle celý zhotovený nebo hotový výrobek nebo jeho reprezentativní část.

V případě potřeby se stanoví procentuální podíl různých částí výrobku, které nemají stejný obsah vláken, aby mohl být ověřen soulad s článkem 9 směrnice Evropského parlamentu a Rady 96/74/ES ze dne 16. prosince 1996 o názvech textilií.

Odebere se reprezentativní laboratorní vzorek z části zhotoveného nebo hotového výrobku, jehož složení musí být uvedeno na etiketě. Má-li zboží několik etiket, odeberou se reprezentativní laboratorní vzorky z každé části odpovídající dané etiketě.

Jestliže výrobek, jehož složení má být určeno, není homogenní, může být nezbytné odebrat laboratorní vzorky z každé části výrobku a stanovit poměrné podíly jednotlivých částí ve vztahu k celému výrobku.

Poté se vypočte procentuální podíl, přičemž se berou v úvahu poměrné podíly zkoumaných částí.

Laboratorní vzorky se podrobí předúpravě.

Poté se odeberou reprezentativní zkušební vzorky z předupravených laboratorních vzorků.



PŘÍLOHA II

METODY KVANTITATIVNÍ ANALÝZY NĚKTERÝCH DVOUSLOŽKOVÝCH SMĚSÍ TEXTILNÍCH VLÁKEN

1. OBECNÁ USTANOVENÍ

Úvod

Metody kvantitativní analýzy směsí textilních vláken jsou založeny na dvou hlavních postupech, ručním dělení a chemickém dělení jednotlivých druhů vláken.

Metodu ručního dělení je třeba používat všude tam, kde je to možné, protože obecně dává přesnější výsledky než chemická metoda. Může být použita pro všechny textilie, jejichž vláknenné složky netvoří dokonalou směs, například příze složené z několika součástí, z nichž každá je zhotovena pouze z jednoho druhu vlákna, nebo tkaniny, u nichž je útek z jiného druhu vlákna než osnova, nebo páratelné pletené textilie, které jsou zhotoveny z přízí různých druhů.

Metody kvantitativní chemické analýzy jsou obecně založeny na selektivním rozpouštění jednotlivých složek směsi. Po odstranění jedné složky je zvážen nerozpustný zbytek a je vypočten podíl rozpustné složky ze ztráty hmotnosti. Tato první část přílohy poskytuje obecné informace k analýze všech směsí vláken metodou, o které se pojednává v příloze, bez ohledu na jejich složení. Musí být tedy použita společně s následujícími jednotlivými oddíly této přílohy, které obsahují podrobné postupy použitelné pro jednotlivé směsi vláken. Analýza může být založena na principu jiném než je selektivní rozpouštění; potom jsou všechny podrobnosti uvedeny v příslušném oddíle.

Směsi vláken používané v průběhu zpracování a v menší míře i v hotových textiliích mohou obsahovat nevláknenné látky jako jsou tuky, vosky nebo preparace či vodorozpustné látky, které se vyskytují buď v surovině, nebo jsou přidávány pro usnadnění zpracování. Nevláknenné látky musí být před analýzou odstraněny. Z tohoto důvodu je rovněž uvedena metoda pro odstranění olejů, tuků, vosků a vodorozpustných látek.

Textilie mohou dále obsahovat pryskyřice nebo jiné látky přidané s cílem propůjčit jim zvláštní vlastnosti. Takové látky, k nimž patří ve výjimečných případech barviva, mohou narušovat působení činidla na rozpustnou složku a/nebo mohou být částečně či úplně tímto činidlem odstraněny. Tyto přidané látky mohou být příčinou chyb, a proto musí být před analýzou vzorku odstraněny. Jestliže není možné tyto přidané látky odstranit, nemohou být již použity metody kvantitativní chemické analýzy uvedené v této příloze.

Barvivo v barvených vláknech se považuje za neoddělitelnou část vlákna a neodstraňuje se.

Analýzy jsou prováděny na základě suché hmotnosti a postup stanovení této suché hmotnosti je uveden.

Výsledek se získá přepočtem suché hmotnosti každého druhu vláken pomocí smluvních přírážek uvedených v příloze II směrnice Evropského parlamentu a Rady 96/74/ES ze dne 16. prosince 1996 o názvech textilií.

Před provedením každé analýzy musí být identifikována všechna vlákna přítomná ve směsi. U některých metod se nerozpustná složka směsi může částečně rozpouštět v činidle, které bylo použito k rozpouštění rozpustné složky. Kde je to možné, měla by být zvolena taková činidla, která mají malý nebo žádný vliv na nerozpustná vlákna. Je-li známo, že během analýzy dojde ke ztrátě hmotnosti, měl by být výsledek opraven; k tomuto účelu jsou uvedeny opravné koeficienty. Tyto koeficienty byly stanoveny v několika laboratořích zpracováním vláken čištěných v rámci předúpravy, pomocí příslušných činidel uvedených v metodách analýzy. Tyto opravné koeficienty platí pouze pro nedegradovaná vlákna a pokud vlákna před zpracováním nebo během zpracování degradovala, je nutné použít jiné opravné koeficienty. Uvedené chemické metody platí pro jednotlivé analýzy. Jak v případě ručního dělení, tak i v případě chemického dělení se musí provést alespoň dvojitý stanovení na samostatném zkušebním vzorku. Pokud se vyskytnou pochybnosti a není to technicky nemožné, musí se pro ověření provést další analýza za použití alternativního postupu, kdy se složka, která tvořila zbytek při standardní metodě, nejdříve rozpustí.

I. OBECNÉ INFORMACE O METODÁCH KVANTITATIVNÍ CHEMICKÉ ANALÝZY SMĚSÍ TEXTILNÍCH VLÁKEN

Obecné informace k metodám kvantitativní chemické analýzy směsí vláken.

▼ B**I.1. Oblast použití**

Oblast použití každé metody stanoví, pro která vlákna je metoda použitelná.

I.2. Podstata metody

Po identifikaci složek směsi se vhodnou předúpravou odstraní nevlákněný materiál a poté jedna ze složek, obvykle selektivním rozpouštěním⁽¹⁾. Nerozpustný zbytek se zváží a podíl rozpustné složky se vypočte ze ztráty hmotnosti. Pokud to nečiní technické obtíže, je výhodnější rozpouštět největší vlákněnou složku, čímž se jako zbytek získá vlákno s nižším zastoupením.

I.3. Materiály a zařízení**I.3.1. Přístroje a pomůcky**

I.3.1.1. Filtrační kelímky a váženky, které jsou dostatečně velké, aby obsáhly tyto kelímky, nebo jakékoliv jiné přístroje, které dávají shodné výsledky.

I.3.1.2. Odsávací baňka.

I.3.1.3. Exsikátor obsahující silikagel s indikátorem vlhkosti.

I.3.1.4. Sušárna s odvětráním pro sušení zkušebních vzorků při teplotě $105^{\circ} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

I.3.1.5. Analytické váhy s přesností 0,0002 g.

I.3.1.6. Soxhletův extrakční přístroj nebo jiný přístroj, který dává shodné výsledky.

I.3.2. Činidla

I.3.2.1. Petrolether, redestilovaný, rozmezí bodu varu $40 - 60^{\circ}\text{C}$.

I.3.2.2. Další činidla jsou uvedena v příslušných oddílech každé metody. Všechna použitá činidla musí být chemicky čistá.

I.3.2.3. Destilovaná nebo deionizovaná voda.

▼ M3

I.3.2.4. Aceton.

I.3.2.5. Kyselina orthofosforečná.

I.3.2.6. Močovina.

I.3.2.7. Hydrogenuhličitan sodný.

▼ B**I.4. Klimatizace a zkušební ovzduší**

Protože se stanovuje suchá hmotnost, není nutné vzorek klimatizovat nebo provádět analýzy v klimatizovaném ovzduší.

I.5. Laboratorní vzorek

Odebere se laboratorní vzorek, který reprezentuje vzorek dávky a postačuje pro přípravu všech potřebných zkušebních vzorků, z nichž každý má hmotnost nejméně 1 g.

▼ M3**I.6. Předúprava laboratorního vzorku⁽¹⁾**

Pokud je přítomna látka, která nemá být brána v úvahu při výpočtech procentuálních podílů (viz čl. 12 bod 3 směrnice Evropského parlamentu a Rady 96/74/ES ze dne 16. prosince 1996 o názvech textilií), musí být tato látka nejdříve odstraněna vhodnou metodou, která neovlivní žádnou z vlákněných složek.

Za tímto účelem je nevlákněná látka, která může být extrahována pomocí petroletheru a vody, odstraněna úpravou vzorku usušeného na vzduchu v Soxhletově extrakčním přístroji petroletherem po dobu jedné hodiny při nejmenší rychlosti 6 cyklů za hodinu. Petrolether se nechá ze vzorku vypařit a vzorek je poté extrahován přímým zpracováním, tzn. že se nejprve namáčí ve vodě po dobu jedné hodiny při pokojové teplotě

⁽¹⁾ Výjimku představuje metoda č. 12. Je založena na stanovení obsahu podstatné látky jedné ze dvou složek.

⁽¹⁾ Viz příloha I. oddíl I.

▼M3

a poté po dobu další hodiny při teplotě 65 ± 5 °C za občasného míchání kapaliny. Poměr kapalina:vzorek je 100:1. Přebytečná voda se ze vzorku odstraní ždímáním, odsáváním nebo odstřediváním a poté se vzorek nechá usušit na vzduchu.

V případě elastolefinu nebo směsi vláken obsahujících elastolefin a jiná vlákna (vlnu, zvířecí chlupy, hedvábí, bavlnu, len, konopí, jutu, manilské konopí, alfu, kokosové vlákno, broom, ramii, sisal, měďnatá vlákna, modalová vlákna, protein, viskózu, akryl, polyamid nebo nylon, polyester, elastomultiester) se výše popsany postup mírně upraví a petrolether se nahradí acetonem.

V případě dvousložkových směsí, které obsahují elastolefin a acetát, se pro předúpravu použije tento postup. Vzorek se extrahuje 10 minut při 80 °C roztokem obsahujícím 25 g/l 50 % kyseliny orthofosforečné a 50 g/l močoviny. Poměr kapalina:vzorek je 100:1. Vzorek se promyje vodou, vysuší, promyje 0,1 % roztokem hydrogenuhličitanu sodného a nakonec opatrně promyje vodou.

Pokud není možné nevlákněné látky odstranit extrakcí pomocí petroletheru a vody, měly by se odstranit jinou vhodnou metodou, která podstatně nemění žádnou z vlákněných složek a která nahradí výše popsanou metodu s použitím vody. Je však třeba poznamenat, že u některých nebělených přírodních rostlinných vláken (např. juta, kokosová vlákna) neodstraní běžná předúprava petroletherem a vodou všechny přírodní nevlákněné látky; přesto se další předúprava nepoužívá, pokud vzorek neobsahuje úpravárenský prostředek nerozpustný jak v petroletheru tak ve vodě.

V protokolu o zkoušce musí být podrobně popsány metody použité pro předúpravu.

▼B**I.7. Postup zkoušky****I.7.1. Obecné pokyny****I.7.1.1. Sušení**

Všechny postupy sušení se provádějí v sušárně s odvětráním po dobu nejméně 4 hodiny a nejvíce 16 hodin při teplotě 105 ± 3 °C, přičemž dveře sušárny jsou uzavřené. Pokud je doba sušení kratší než 14 hodin, ověřuje se, zda bylo dosaženo konstantní hmotnosti vzorku. Hmotnost může být považována za konstantní, jestliže změna hmotnosti po dalším sušení po dobu 60 minut je menší než 0,05 %.

Není dovoleno dotýkat se kelímků a váženek, vzorků nebo zbytků holýma rukama během sušení, ochlazování a vážení.

Vzorky se suší ve váženec s víčkem položeným vedle. Po vysušení se váženka před vyjmutím ze sušárny uzavře a rychle se přenesení do exsikatoru.

Filtrační kelímek se suší v sušárně, ve váženec s víčkem položeným vedle. Po vysušení se váženka uzavře a rychle se přenesení do exsikatoru.

Je-li použit jiný přístroj než filtrační kelímek, musí být sušení v sušárně provedeno tak, aby byla suchá hmotnost vláken stanovena beze ztrát.

I.7.1.2. Ochlazování

Veškeré ochlazování se provádí v exsikatoru umístěném vedle vah po dobu nejméně 2 hodiny, dokud se nedocílí úplného ochlazení váženek.

I.7.1.3. Vážení

Po ochlazení se váženka zváží tak, aby bylo vážení ukončeno do 2 minut po vyjmutí z exsikatoru. Váží se s přesností na 0,0002 g.

I.7.2. Postup zkoušky

Z předupraveného laboratorního vzorku se odebere zkušební vzorek o hmotnosti nejméně 1 g. Příze nebo tkanina se rozstříhá na odstříhy asi 10 mm dlouhé a co možná nejvíce se rozvlákní. Vzorek se suší ve váženec, ochladí se v exsikatoru a zváží. Vzorek se přemístí do skleněné nádoby uvedené v příslušné části odpovídající metody Společenství, váženka se ihned převáží a z rozdílu se vypočítá suchá hmotnost vzorku. Poté se provede zkouška uvedená v příslušné části použitelné metody.

▼B

Zbytek vzorku se prozkoumá pod mikroskopem, aby se ověřilo, že bylo úpravou skutečně zcela odstraněno rozpustné vlákno.

I.8. Výpočet a vyjádření výsledků

Hmotnost nerozpustné složky se vyjádří jako procentuální podíl z celkové hmotnosti vláken obsažených ve směsi. Procentuální podíl rozpustné složky se získá rozdílem. Výsledky se vypočtou na základě suché hmotnosti čistých vláken, která se opraví pomocí (a) smluvních přírážek a (b) opravných koeficientů, jimiž se zohlední ztráty hmotnosti během předúpravy a analýzy. Výpočty se provádějí podle vzorce uvedeného v bodu I.8.2.

- I.8.1. Výpočet procentuálního hmotnostního podílu nerozpustné složky v čistém a suchém stavu bez ohledu na ztrátu hmotnosti vláken během předúpravy vzorku.

$$P_1\% = \frac{100 \text{ rd}}{m},$$

kde

P_1 je procentuální podíl čisté a suché nerozpustné složky

m je suchá hmotnost vzorku po předúpravě

r je suchá hmotnost zbytku

d je opravný koeficient pro ztrátu hmotnosti nerozpustné složky v činidle během analýzy. Vhodné hodnoty pro „ d “ jsou uvedeny v příslušné části každé metody.

Uvedené hodnoty pro „ d “ jsou samozřejmě běžné hodnoty použitelné pro chemicky nedegradovaná vlákna.

- I.8.2. Výpočet procentuálního podílu nerozpustné složky na základě suché hmotnosti čistých vláken s použitím smluvních přírážek a případně opravných koeficientů, jimiž se zohlední ztráta hmotnosti během předúpravy.

$$P_{1A}\% = \frac{100 P_1 \left(\frac{1+a_1+b_1}{100} \right)}{P_1 \left(\frac{1+a_1+b_1}{100} \right) + (100 - P_1) \left(\frac{1+a_2+b_2}{100} \right)},$$

kde

P_{1A} je procentuální podíl nerozpustné složky beroucí v úvahu smluvní přírážky a ztráty hmotnosti vzniklé během předúpravy

P_1 je procentuální podíl čisté suché nerozpustné složky vypočtený podle vzorce uvedeného v bodu I.8.1.

a_1 je smluvní přírážka pro nerozpustnou složku (viz příloha II směrnice o názvech textilií)

a_2 je smluvní přírážka pro rozpustnou složku (viz příloha II směrnice o názvech textilií)

b_1 je procentuální podíl ztráty hmotnosti nerozpustné složky vzniklé během předúpravy

b_2 je procentuální podíl ztráty hmotnosti rozpustné složky vzniklé během předúpravy

Procentuální podíl druhé složky ($P_{2A}\%$) se rovná rozdílu $100 - P_{1A}\%$.

Je-li použit zvláštní způsob předúpravy, stanoví se hodnoty b_1 a b_2 , pokud je to možné, provedením předúpravy používané při analýze u každé čisté vlákenné složky. Čistými vlákny se rozumí vlákna zbavená všech nevlákenných látek s výjimkou těch, které běžně obsahují (v surovině nebo přidané při zpracování), v takovém stavu, ve kterém se nalézají v analyzovaném materiálu (nebělená, bělená).

Nejsou-li pro analýzu k dispozici čistá separovaná vlákna použitá při výrobě zboží, použijí se průměrné hodnoty b_1 a b_2 zjištěné při zkouškách čistých vláken podobných těm, která jsou ve zkoušené směsi.

▼B

Je-li použit běžný způsob předúpravy, tj. extrakce petroletherem a vodou, neberou se obecně opravné koeficienty b_1 a b_2 v úvahu s výjimkou nebělené bavlny, neběleného lnu a neběleného konopí, kde ztráty hmotnosti způsobené předúpravou jsou obvykle stanoveny ve výši 4 %, a v případě polypropylenu ve výši 1 %.

V případě ostatních vláken se obvykle při výpočtech neberou ztráty hmotnosti způsobené předúpravou v úvahu.

II. METODA KVANTITATIVNÍ ANALÝZY RUČNÍM DĚLENÍM**II.1. Oblast použití**

Tato metoda je použitelná pro všechny typy textilních vláken za předpokladu, že nevytváří dokonalou směs a že je možno je ručně dělit.

II.2. Podstata metody

Po identifikaci textilních složek se vhodnou předúpravou odstraní nevlákněné látky a poté se vlákna ručně oddělí, usuší a zváží, aby se vypočítal podíl každého druhu vlákna ve směsi.

II.3. Přístroje a pomůcky

II.3.1. Váženky nebo jiné přístroje, které dávají shodné výsledky.

II.3.2. Exsikátor obsahující silikagel s indikátorem vlhkosti.

II.3.3. Sušárna s odvětráním pro sušení zkušebních vzorků při teplotě 105 ± 3 °C.

II.3.4. Analytické váhy s přesností 0,0002 g.

II.3.5. Soxhletův extrakční přístroj nebo jiný přístroj, který dává shodné výsledky.

II.3.6. Jehla.

II.3.7. Zákrutoměr nebo obdobný přístroj.

II.4. Činidla

II.4.1. Petrolether, redestilovaný, rozmezí bodu varu 40 °C až 60 °C.

II.4.2. Destilovaná nebo deionizovaná voda.

II.5. Klimatizace a zkušební ovzduší

Viz bod I.4.

II.6. Laboratorní vzorek

Viz bod I.5.

II.7. Předúprava laboratorního vzorku

Viz bod I.6.

II.8. Postup zkoušky**II.8.1. Analýza přízí**

Z laboratorního vzorku se po předúpravě odebere zkušební vzorek o hmotnosti nejméně 1 g. U velmi jemné příze se analýza může provádět na délce nejméně 30 m bez ohledu na její hmotnost.

Příze se rozstříhá na kousky vhodné délky a jednotlivé druhy vláken se oddělují pomocí jehly a, pokud je to nutné, pomocí zákrutoměru. Takto získané druhy vláken se ukládají do předem zvážených váženek a suší se při teplotě 105 ± 3 °C, dokud není dosaženo konstantní hmotnosti, jak je popsáno v bodech I.7.1. a I.7.2.

II.8.2. Analýza plošných textilií

Z laboratorního vzorku se po předúpravě odebere zkušební vzorek neobsahující okraje o hmotnosti nejméně 1 g s pečlivě zastřiženými okraji, aby nedocházelo ke třepení, a s paralelními útkovými nebo osnovními nitěmi nebo u pletenin ve směru sloupků a řádků. Jednotlivé druhy vláken se oddělí a uloží do předem zvážených váženek; poté se postupuje, jak je popsáno v bodu II.8.1.

▼B**II.9. Výpočet a vyjádření výsledků**

Hmotnost každé vláknenné složky se vyjádří jako procentuální podíl z celkové hmotnosti vláken obsažených ve směsi. Výsledky se vypočtou na základě suché hmotnosti čistých vláken, která se upraví pomocí (a) smluvních přírážek a (b) opravných koeficientů, jimiž se zohlední ztráty hmotnosti během předúpravy vzorků.

- II.9.1. Výpočet procentuálního hmotnostního podílu čisté suché vláknenné složky bez ohledu na ztrátu hmotnosti vláken během předúpravy:

$$P_1 \square \% = \frac{100 m_1}{m_1 + m_2} = \frac{100}{1 + \frac{m_2}{m_1}},$$

kde

P_1 14 % je procentuální podíl první čisté a suché složky

m_1 je čistá a suchá hmotnost první složky

m_2 je čistá a suchá hmotnost druhé složky.

- II.9.2. Výpočet procentuálního podílu každé složky s opravou pomocí smluvních přírážek a popřípadě opravných koeficientů, jimiž se zohlední ztráta hmotnosti během předúpravy, se provede podle bodu I.8.2.

III.1. Přesnost metod

Přesnost uvedená u jednotlivých metod se vztahuje k reprodukovatelnosti.

Reprodukovatelnost se týká spolehlivosti, tj. blízkosti shody mezi experimentálními hodnotami získanými pracovníky v různých laboratořích nebo v různých časových obdobích při použití stejné metody a jednotlivými výsledky získanými u vzorků shodné homogenní směsi.

Reprodukovatelnost se vyjadřuje konfidenčním intervalem pro výsledky, a to s konfidenční úrovní 95 %.

Znamená to, že rozdíl mezi dvěma výsledky série analýz provedených v různých laboratořích by byl při běžném a správném použití metody na stejnou a homogenní směs překročen pouze v pěti případech ze sta.

III.2. Protokol o zkoušce

- III.2.1. Uvede se, že analýza byla provedena v souladu se zde popsanou metodou.
- III.2.2. Uvede se podrobný popis případné zvláštní předúpravy (viz bod I.6).
- III.2.3. Uvedou se jednotlivé výsledky a aritmetický průměr výsledků, zaokrouhlené na jedno desetinné místo.

▼ M5

2. SOUHRNNÁ TABULKA

Metoda	Oblast použití		Činidlo
	Rozpustná složka	Nerazpustná složka	
1.	Acetát	Další stanovená vlákna	Aceton
2.	Stanovená proteinová vlákna	Další stanovená vlákna	Chlornan
3.	Viskóza, měďnatá vlákna nebo stanovené typy modalových vláken	Bavlna, elastolefin nebo melamin	Kyselina mravenčí a chlorid zinečnatý
4.	Polyamid nebo nylon	Další stanovená vlákna	Kyselina mravenčí, 80 % hmot.
5.	Acetát	Triacetát, elastolefin nebo melamin	Benzylalkohol
6.	Triacetát nebo polyaktid	Další stanovená vlákna	Dichlormethan
7.	Stanovená celulózová vlákna	Polyester, elastomultiester nebo elastolefin	Kyselina sírová, 75 % hmot.
8.	Akrylová vlákna, stanovená modakrylová vlákna nebo stanovená chlorovlákna	Další stanovená vlákna	Dimethylformamid
9.	Stanovená chlorovlákna	Další stanovená vlákna	Sirouhlík/acetón, 55,5/44,5 % obj.
10.	Acetát	Stanovená chlorovlákna, elastolefin nebo melamin	Bezvodá (ledová) kyselina octová
11.	Hedvábí	Vlna, chlupy, elastolefin nebo melamin	Kyselina sírová, 75 % hmot.
12.	Juta	Stanovená živočišná vlákna	Metoda určující obsah dusíku
13.	Polypropylen	Další stanovená vlákna	Xylen
14.	Další stanovená vlákna	Chlorovlákna (homopolymery vinylchloridu), elastolefin nebo melamin	Metoda s koncentrovanou kyselinou sírovou
15.	Chlorovlákna, stanovená modakrylová, stanovená elastanová, acetátová, triacetátová vlákna	Další stanovená vlákna	Cyklohexanon
16.	Melamin	Bavlna nebo aramid	Horká kyselina mravenčí, 90 % hmot.

▼ B*METODA č. 1***ACETÁTOVÁ A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA****(Metoda s použitím acetonu)****1. OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkovou směs:

1. acetátu (19)

s

▼ M5

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), hedvábím (4), bavlnou (5), lnem (7), konopím (8), jutou (9), manilským konopím (10), alfou (11), kokosovým vláknem (12), broomem (13), ramií (14), sisalem (15), měďnatými vlákny (21), modalovými vlákny (22), proteinem (23), viskózou (25), akrylem (26), polyamidem nebo nylonem (30), polyesterem (35), elasto-multiesterem (46), elastolefinem (47) a melaminem (48).

Tuto metodu nelze za žádných okolností použít pro ta acetátová vlákna, která byla na povrchu deacetylována.

▼ B**2. PODSTATA METODY**

Acetát se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní acetonem. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě nutnosti opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchého acetátu se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)**3.1. Přístroje a pomůcky**

Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.

3.2. Činidlo

Aceton.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanovení a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml se na 1 gram vzorku přidá 100 ml acetonu, baňka se protřepe a nechá stát 30 minut při pokojové teplotě za občasného míchání a poté se kapalina filtruje zváženým filtračním kelímkem.

Tato úprava se opakuje ještě dvakrát (tj. celkem tři extrakce), ale pouze po dobu 15 minut tak, aby celková doba úpravy v acetonu byla jedna hodina. Zbytek se přenese do filtračního kelímku. Ve filtračním kelímkem se zbytek promývá acetonem a ten se odvádí odsáváním. Kelímkem se znovu naplní acetonem a ten se nechá samovolně odtéct.

Nakonec se kelímkem vyprázdní odsáváním, kelímkem a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

▼ M5**5. VÝPOČET A VYJÁDRĚNÍ VÝSLEDKŮ**

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou melaminu, pro který hodnota „d“ = 1,01.

▼ B**6. PŘESNOST**

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼B

METODA č. 2

STANOVENÁ PROTEINOVÁ VLÁKNA A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA**(Metoda s použitím chlornanu)**

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkové směsi:

1. stanovených proteinových vláken, jmenovitě: vlny (1), zvířecích chlupů (2 a 3), hedvábí (4), regenerovaných proteinových vláken (23)

s

▼M5

2. bavlnou (5), měďnatými vlákny (21), viskózou (25), akrylem (26), chlorovláknem (27), polyamidem nebo nylonem (30), polyesterem (35), polypropylenem (37), elastanem (43), skleněnými vlákny (44), elastomultimerem (46), elastolefinem (47) a melaminem (48).

Jsou-li přítomna rozdílná proteinová vlákna, udává metoda jejich celkové množství, nikoli však jejich jednotlivá množství.

▼B

2. PODSTATA METODY

Proteinové vlákno se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní roztokem chlornanu. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě nutnosti opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchého proteinového vlákna se zjistí rozdílem.

Pro přípravu roztoku chlornanu lze použít chlornan lithný nebo chlornan sodný.

Chlornan lithný se doporučuje použít v případech s malým počtem analýz nebo analýz prováděných v poměrně dlouhých časových intervalech. Procentuální podíl chlornanu v tuhém chlornanu lithném je na rozdíl od chlornanu sodného totiž v podstatě konstantní. Je-li znám procentuální podíl chlornanu, nemusí se obsah chlornanu kontrolovat jodometricky pro každou analýzu, neboť se může pracovat s konstantní navázkou chlornanu lithného.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu 250 ml;
- ii) termostat nastavitelný na teplotu 20 ± 2 °C.

3.2. Činidla

i) Chlornanové činidlo

a) Roztok chlornanu lithného

Sestává z čerstvě připraveného roztoku obsahujícího 35 ± 2 g/l aktivního chlóru (přibližně 1 M), ke kterému se přidá $5 \pm 0,5$ g/l předem rozpuštěného hydroxidu sodného. K přípravě se rozpustí 100 g chlornanu lithného obsahujícího 35 % aktivního chlóru (nebo 115 g obsahujícího 30 % aktivního chlóru) v přibližně 700 ml destilované vody, přidá se 5 g hydroxidu sodného rozpuštěného v přibližně 200 ml destilované vody a doplní se na 1 litr destilovanou vodou. Roztok, který byl čerstvě připraven, není nutno kontrolovat jodometricky.

b) Roztok chlornanu sodného

Sestává z čerstvě připraveného roztoku obsahujícího 35 ± 2 g/l aktivního chlóru (přibližně 1 M), ke kterému se přidá $5 \pm 0,5$ g/l předem rozpuštěného hydroxidu sodného.

Před každou analýzou je nutno zkontrolovat jodometricky obsah aktivního chlóru v roztoku.

▼B

ii) *Roztok zředěné kyseliny octové*

5 ml bezvodé (ledové) kyseliny octové se doplní do 1 litru vodou.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto: Přibližně 1 g vzorku se smíchá s přibližně 100 ml roztoku chlornanu (lithného nebo sodného) v 250 ml baňce a důkladně se protřepe, aby se vzorek navlhčil.

Poté se baňka umístí na 40 minut do termostatu při teplotě 20 °C a plynule nebo alespoň v pravidelných intervalech se protřepává. Rozpouštění vlny probíhá exotermicky, a proto se musí reakční teplo rozptylovat a odvádět. Jinak mohou vzniknout značné chyby způsobené počátečním rozpouštěním nerozpustných vláken.

Po 40 minutách se obsah baňky filtruje zváženým skleněným filtračním kelímkem a případná zbytková vlákna se přenesou do filtračního kelímku propláchnutím baňky malým množstvím chlornanu. Kelímek se vyprázdní odsáváním a zbytek se postupně promyje vodou, zředěnou kyselinou octovou a nakonec vodou, přičemž se po každém přidání kapaliny kelímek vyprázdní odsáváním. Neodsává se, dokud každá promývací kapalina samovolně neodteče.

Nakonec se kelímek vyprázdní odsáváním, kelímek se zbytkem se usuší, ochladí a zváží.

▼M5**5. VÝPOČET A VYJÁDRĚNÍ VÝSLEDKŮ**

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou bavlny, viskózy, modalových vláken a melaminu, pro které hodnota „d“ = 1,01, a nebělené bavlny, pro kterou hodnota „d“ = 1,03.

▼B**6. PŘESNOST**

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼B*METODA č. 3***VISKÓZA, MĚĎNATÁ VLÁKNA NEBO STANOVENÉ TYPY
MODALOVÝCH VLÁKEN A BAVLNA****(Metoda s použitím kyseliny mravenčí a chloridu zinečnatého)****1. OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkové směsi:

1. viskózy (25) nebo měďnatých vláken (21), včetně stanovených typů modalových vláken (22),

s

▼M5

2. bavlnou (5), elastolefinem (47) a melaminem (48).

Je-li zjištěna přítomnost modalových vláken, provede se předběžná zkouška, aby se zjistilo, zda jsou v činidle rozpustná.

Tuto metodu nelze použít pro směsi, v nichž by byla bavlna silně chemicky degradována nebo v nichž jsou viskózová nebo měďnatá vlákna nedokonalě rozpustná vzhledem k přítomnosti určitých barviv nebo úprav, které nemohou být zcela odstraněny.

▼B**2. PODSTATA METODY**

Viskóza, měďnatá nebo modalová vlákna se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní činidlem sestávajícím z kyseliny mravenčí a chloridu zinečnatého. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho upravená hmotnost se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchých viskózových, měďnatých nebo modalových vláken se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)**3.1. Přístroje a pomůcky**

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml;
- ii) přístroj umožňující zahřátí Erlenmeyerovy baňky na teplotu 40 ± 2 °C.

3.2. Činidla

- i) Roztok obsahující 20 g roztaveného bezvodého chloridu zinečnatého a 68 g bezvodé kyseliny mravenčí, doplněný na 100 g vodou (tj. 20 hmotnostních podílů roztaveného bezvodého chloridu zinečnatého ku 80 hmotnostním podílům 85 % hmot. kyseliny mravenčí).

Poznámka:

V této souvislosti je třeba věnovat pozornost bodu I.3.2.2., ve kterém se stanoví, že všechna používaná činidla musí být chemicky čistá; navíc je nezbytné používat pouze roztavený bezvodý chlorid zinečnatý.

- ii) Roztok hydroxidu amonného: 20 ml koncentrovaného roztoku hydroxidu amonného (hustota 0,880 g/ml) se doplní do 1 litru vodou.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto: Vzorek se ihned vloží do baňky předem zahřáté na teplotu 40 °C. Na 1 gram vzorku se přidá 100 ml roztoku chloridu zinečnatého v kyselině mravenčí předem zahřátého na teplotu 40 °C. Baňka se zazátkuje a důkladně se protřepe. Baňka s obsahem se ponechá při stálé teplotě 40 °C po dobu dvou a půl hodiny a protřepává se v hodinových intervalech. Obsah baňky se poté filtruje zváženým filtračním kelímkem a pomocí činidla se vypláchnou do kelímku všechna vlákna zbývající v baňce. Opláchnou se 20 ml činidla.

▼ B

Kelímek a zbytek se důkladně promyje vodou o teplotě 40 °C. Vláknový zbytek se propláchne přibližně 100 ml studeného roztoku čpavku (viz 3.2.ii), přičemž musí být zajištěno, že tento zbytek zůstane celý ponořený v roztoku po dobu 10 minut⁽¹⁾; poté se důkladně propláchne studenou vodou.

Neodsává se, dokud každá promývací kapalina samovolně neodteče. Nakonec se odstraní zbývající kapalina odsáváním, kelímek a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

▼ M5

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,02 pro bavlnu, 1,01 pro melamin a 1,00 pro elastolefin.

▼ B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 2 .

⁽¹⁾ Aby bylo zajištěno ponoření vláknového zbytku do roztoku čpavku po dobu 10 minut, je možné např. použít nástavec k filtračnímu kelímku vybavený kohoutkem, který může upravovat průtok roztoku čpavku.

▼ B*METODA č. 4***POLYAMID NEBO NYLON A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA****(Metoda s použitím 80 % hmot. kyseliny mravenčí)****1. OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkovou směs:

1. polyamidu nebo nylonu (30)

s

▼ M5

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), bavlnou (5), měďnatými vlákny (21), modalovými vlákny (22), viskózou (25), akrylem (26), chloro-
vlákny (27), polyesterem (35), polypropylenem (37), skleněnými vlákny (44), elastomultiesterem (46), elastolefinem (47) a melaminem (48).

Jak bylo uvedeno výše, tuto metodu lze rovněž použít pro směsi obsahující vlnu, avšak pokud obsah vlny přesahuje 25 %, použije se metoda č. 2 (rozpuštění vlny v roztoku alkalického chlornanu sodného).

▼ B**2. PODSTATA METODY**

Polyamidové vlákno se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí kyseliny mravenčí. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě nutnosti opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchého polyamidu nebo nylonu se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)**3.1. Přístroje a pomůcky**

Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.

3.2. Činidla

- i) Kyselina mravenčí (80 % hmot., relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,186). 880 ml 90 % hmot. kyseliny mravenčí (relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,204) se doplní na 1 litr vodou. Případně se doplní 780 ml 98 až 100 % hmot. kyseliny mravenčí (relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,220) na 1 litr vodou.

Koncentrace není kritická v rozsahu 77 % až 83 % hmot. kyseliny mravenčí.

- ii) Zředěný roztok čpavku: 80 ml koncentrovaného roztoku čpavku (relativní hustota při teplotě 20 °C: 0,880) se doplní na 1 litr vodou.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto: Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce o objemu nejméně 200 ml se na 1 gram vzorku přidá 100 ml kyseliny mravenčí. Baňka se zazátkuje a protřepe, aby se vzorek navlhčil. Ponechá se stát po dobu 15 minut při pokojové teplotě a za občasných protřepání. Obsah baňky se filtruje zváženým filtračním kelímkem a případná zbytková vlákna se přenesou do kelímku vymytím baňky malým množstvím roztoku kyseliny mravenčí. Kelímek se vyprázdní odsáváním a zbytek na filtru se postupně promyje kyselinou mravenčí, horkou vodou, zředěným roztokem čpavku a nakonec studenou vodou, přičemž se po každém přidání kelímek vyprázdní odsáváním. Neodsává se, dokud každá promývací kapalina samovolně neodteče. Nakonec se kelímek vyprázdní odsáváním, kelímek a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

▼ M5**5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ**

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou melaminu, pro který hodnota „d“ = 1,01.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼B

METODA č. 5

ACETÁT A TRIACETÁT**(Metoda s použitím benzylalkoholu)****▼M5**

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkové směsi:

1. acetátu (19)
 - s
2. triacetátem (24), elastolefinem (47) a melaminem (48).

▼B

2. PODSTATA METODY

Acetátové vlákno se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní benzylalkoholem při teplotě 52 ± 2 °C.

Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží: jeho hmotnost se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchého acetátu se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.
- ii) Mechanická třepačka.
- iii) Termostat nebo jiný přístroj umožňující vystavení Erlenmeyerovy baňky teplotě 52 ± 2 °C.

3.2. Činidla

- i) Benzylalkohol,
- ii) Ethanol.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se přidá 100 ml benzylalkoholu na 1 gram vzorku. Baňka se zazátkuje, zajistí se na třepačce tak, aby byla ponořena ve vodní lázni udržované při teplotě 52 ± 2 °C a protřepává se při této teplotě 20 minut.

(Místo použití mechanické třepačky může být baňka důkladně protřepávána ručně).

Kapalina se filtruje zváženým filtračním kelímkem. Do baňky se přidá další dávka benzylalkoholu a protřepává se jako předtím po 20 minut při teplotě 52 ± 2 °C.

Kapalina se filtruje filtračním kelímkem. Postup se opakuje potřetí.

Nakonec se nalije kapalina a zbytek do filtračního kelímku; všechna zbývající vlákna se z baňky vypláchnou do filtračního kelímku dodatečným množstvím benzylalkoholu při teplotě 52 ± 2 °C. Kelímkem se nyní úplně vyprázdní.

Vlákna se přenesou do baňky, propláchnou se ethanolem a po ručním protřepání baňky se filtruje filtračním kelímkem.

Toto proplachování se opakuje dvakrát nebo třikrát. Zbytek se přenesou do kelímku a důkladně vymačká. Kelímkem a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou melaminu, pro který hodnota „d“ = 1,01.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼ B*METODA č. 6***TRIACETÁTOVÁ A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA****(Metoda s použitím dichlormethanu)****▼ M2****1. OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkové směsi:

1. triacetátu (24) nebo polylaktidu (33a)

s

▼ M5

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), hedvábím (4), bavlnou (5), měďnatými vlákny (21), modalem (22), viskózou (25), akrylem (26), polyamidem nebo nylonem (30), polyesterem (35), skleněnými vlákny (44), elastomultiesterem (46), elastolefinem (47) a melaminem (48).

Poznámka

Triacetátová vlákna, která byla získána úpravou vedoucí k částečné hydrolyze, přestala být úplně rozpustná v daném činidle. V takovém případě není metoda použitelná.

▼ M2**2. PODSTATA METODY**

Triacetátová nebo polylaktidová vlákna se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí dichlormethanu. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě potřeby opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchého triacetátu nebo polyaktidu se zjistí rozdílem.

▼ B**3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)****3.1. Přístroje a pomůcky**

Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.

3.2. Činidlo

Dichlormethan (methylenchlorid).

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml se přidá 100 ml dichlormethanu na 1 gram vzorku, baňka se zadržuje, každých 10 minut se protřepe, aby se vzorek navlhčil, a ponechá se stát po dobu 30 minut při pokojové teplotě, přičemž se v pravidelných intervalech protřepává. Kapalina se filtruje zváženým filtračním kelímkem. Do baňky obsahující zbytek se přidá 60 ml dichlormethanu, ručně se protřepe a obsah baňky se filtruje filtračním kelímkem. Zbytková vlákna se přenesou do kelímku vymytím baňky malým množstvím dichlormethanu. Kelímkem se vyprázdňuje odsáváním, aby se odstranila přebytečná kapalina, znovu se naplní dichlormethanem a ten se nechá samovolně odtéct.

Nakonec se přebytečná kapalina odsaje, zbytek se upraví vroucí vodou, aby se odstranilo veškeré rozpouštědlo, odsaje se, filtrační kelímkem a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

▼ M5**5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ**

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou polyesteru, elastomultiesteru, elastolefinu a melaminu, pro které hodnota „d“ = 1,01.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼B

METODA č. 7

STANOVENÁ CELULOSOVÁ VLÁKNA A POLYESTER**(Metoda s použitím 75 % hmot. kyseliny sírové)**

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkovou směs:

1. bavlny (5), lnu (7), konopí (8), ramie (14), mědřnatých vláken (21), modalu (22), viskózy (25)

s

▼M3

2. polyesterem (34), elastomultiesterem (45) a elastolefinem (46).

▼B

2. PODSTATA METODY

Celulose vlákno se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí 75 % hmot. kyseliny sírové. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Podíl suchého celulosového vlákna se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 500 ml.
- ii) Termostat nebo jiný přístroj umožňující zahřátí Erlenmeyerovy baňky na teplotu 50 ± 5 °C.

3.2. Činidla

- i) Kyselina sírová 75 ± 2 % hmot.

Připraví se opatrným přidáním 700 ml kyseliny sírové (relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,84) k 350 ml destilované vody za současného ochlazování. Po ochlazení roztoku na pokojovou teplotu se doplní vodou na 1 litr.

- ii) Zředěný roztok čpavku

80 ml roztoku čpavku (relativní hustota při teplotě 20 °C: 0,88) se doplní vodou na 1 litr.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 500 ml se přidá 200 ml 75 % hmot. kyseliny sírové na 1 gram vzorku, baňka se zazátkuje a opatrně protřepe, aby se vzorek navlhčil. Baňka se udržuje při teplotě 50 ± 5 °C po dobu 1 hodiny a protřepává se v pravidelných, asi 10 minutových intervalech. Obsah baňky se odsáváním filtruje zváženým filtračním kelímkem. Všechna zbytková vlákna se přenesou vymytím baňky malým množstvím 75 % hmot. kyseliny sírové. Kelímek se vyprázdní odsáváním a zbytek na filtru se jednou promyje novou dávkou kyseliny sírové. Neodsává se, dokud kyselina samovolně neodteče.

Zbytek se postupně promyje několikrát studenou vodou, dvakrát zředěným roztokem čpavku a poté důkladně studenou vodou, přičemž se kelímek vyprázdní odsáváním po každém přidání kapaliny. Neodsává se, dokud každá promývací kapalina samovolně neodteče. Nakonec se z kelímku odsáváním odstraní zbývající kapalina, kelímek a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00.

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼B

METODA č. 8

AKRYLOVÁ, STANOVENÁ MODAKRYLOVÁ VLÁKNA NEBO STANOVENÁ CHLOROVLÁKNA A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA**(Metoda s použitím dimethylformamidu)**

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkové směsi:

1. akrylu (26), stanovených modakrylových vláken (29) nebo stanovených chlorovláken (27) ⁽¹⁾

s

▼M5

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), hedvábím (4), bavlnou (5), měďnatými vlákny (21), modalem (22), viskózou (25), polyamidem nebo nylonem (30), polyesterem (35), elastomultiesterem (46), elastolefinem (47) a melaminem (48).

Tato metoda je rovněž použitelná pro akrylová a stanovená modakrylová vlákna obarvená kovokomplexními barvivy, avšak není použitelná pro vlákna barvená s dodatečným chromováním.

▼B

2. PODSTATA METODY

Akrylová vlákna, stanovená modakrylová vlákna nebo stanovená chlorovlákná se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí dimethylformamidu zahřátého ve vroucí vodní lázni. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě potřeby opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi a procentuální podíl suchých vláken akrylových, modakrylových nebo chlorovláken se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. **Přístroje a pomůcky**

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.
- ii) Vroucí vodní lázeň.

3.2. **Činidlo**

Dimethylformamid (bod varu 153 ± 1 °C) neobsahující více než 0,1 % vody.

Toto činidlo je toxické, doporučuje se proto pracovat pod digestoří.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml se přidá na 1 gram vzorku 80 ml dimethylformamidu zahřátého ve vroucí vodní lázni, baňka se zazátkuje, protřepe, aby se vzorek navlhčil, a zahřívá se ve vroucí vodní lázni po dobu 1 hodiny. Baňka a její obsah se během této doby opatrně ručně pětkrát protřepe.

Kapalina se filtruje zváženým filtračním kelímkem, přičemž vlákna zůstávají v baňce. Do baňky se přidá dalších 60 ml dimethylformamidu a zahřívá se ve vroucí vodní lázni dalších 30 minut, přičemž se baňka a její obsah během této doby opatrně ručně dvakrát protřepe.

Obsah baňky se filtruje filtračním kelímkem odsáváním.

Zbytková vlákna se přenesou do kelímku vymytím baňky dimethylformamidem. Kelímkem se vyprázdní odsáváním. Zbytek se postupně propláchně 1 litrem horké vody o teplotě 70 – 80 °C, přičemž se kelímkem pokaždé naplní vodou. Po každém přidání vody se voda nechá nejprve samovolně odtéct a pak se kelímkem krátce odsaje. Vytéká-li promývací kapalina kelímkem příliš pomalu, může se použít mírné odsávání.

⁽¹⁾ Před prováděním analýzy se musí zkontrolovat rozpustnost těchto modakrylových vláken nebo chlorovláken v daném činidle.

▼B

Nakonec se kelímek se zbytkem usuší, ochladí a zváží.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou vlny, bavlny, měďnatých vláken, modalu, polyesteru, elastomul-tiesteru a melaminu, pro které hodnota „d“ =1,01.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼ B*METODA č. 9***STANOVENÁ CHLOROVLÁKNA A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA****(Metoda s použitím směsi sirouhlíku a acetonu 55,5/44,5)****1. OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkovou směs:

1. stanovených chlorovláken (27), zejména stanovených polyvinylchloridových vláken, též dodatečně chlorovaných, ⁽¹⁾

s

▼ M5

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), hedvábím (4), bavlnou (5), měďnatými vlákny (21), modalem (22), viskózou (25), akrylem (26), polyamidem nebo nylonem (30), polyesterem (35), skleněnými vlákny (44), elastomultiesterem (46) a melaminem (48).

Přesahuje-li obsah vlny nebo hedvábí ve směsi 25 %, použije se metoda č. 2.

Přesahuje-li obsah polyamidu nebo nylonu ve směsi 25 %, použije se metoda č. 4.

▼ B**2. PODSTATA METODY**

Chlorovlákně se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí azeotropní směsi sirouhlíku a acetonu. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě nutnosti opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchého polyvinylchloridového vlákna se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)**3.1. Přístroje a pomůcky**

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.
- ii) Mechanická třepačka.

3.2. Činidla

- i) Azeotropní směs sirouhlíku a acetonu (55,5 % obj. sirouhlíku a 44,5 % obj. acetonu). Toto činidlo je toxické, doporučuje se proto pracovat pod digestoří.
- ii) Ethanol (92 % obj.) nebo methanol.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou zátkou o objemu nejméně 200 ml se přidá 100 ml azeotropní směsi na 1 gram vzorku. Baňka se bezpečně uzavře a protřepává na mechanické třepačce nebo důkladně rukou po dobu 20 minut při pokojové teplotě. Supernatant se odstraní filtrací zváženým filtračním kelímkem.

Úprava se opakuje se 100 ml čerstvého činidla. Tento cyklus operací pokračuje, dokud nezůstane hodinové sklíčko po odpaření kapky extrakčního roztoku beze stopy po odparku polymeru. Zbytek se vypláchne do filtračního kelímku za použití většího množství činidla, kapalina se odstraní odsáváním a kelímkem a zbytek se dále propláchne 20 ml alkoholu a poté třikrát vodou. Promývací kapalina se nechá samovolně odtéct a teprve pak se odsává. Kelímkem a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

⁽¹⁾ Před provedením analýzy se musí zkontrolovat rozpustnost polyvinylchloridových vláken v činidle.

▼B*Poznámka:*

Při použití určitých směsí, které mají vysoký obsah chlorovláken, může dojít k podstatnému vysrážení vzorku během sušení, následkem čehož je zpomalení rozpouštění chlorovláken rozpouštědlem. To však neovlivní konečné rozpouštění chlorovláknů.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou melaminu, pro který hodnota „d“ = 1,01.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼B

METODA č. 10

ACETÁT A STANOVENÁ CHLOROVLÁKNA

(Metoda s použitím bezvodé (ledové) kyseliny octové)

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkovou směs:

1. acetátu (19)

se

▼M5

2. stanovenými chlorovláknými (27), zejména polyvinylchloridovými vlákny, též dodatečně chlorovanými, elastolefinem (47) a melaminem (48).

▼B

2. PODSTATA METODY

Acetátové vlákno se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí bezvodé (ledové) kyseliny octové. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě potřeby opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchých acetátových vláken se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.

ii) Mechanická třepačka.

3.2. Činidlo

Bezvodá (ledová) kyselina octová (více než 99,14%). S tímto činidlem se musí manipulovat opatrně, neboť je vysoce žíravé.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml se přidá 100 ml bezvodé (ledové) kyseliny octové na 1 gram vzorku. Baňka se bezpečně uzavře a protřepává na mechanické třepačce nebo důkladně rukou po dobu 20 minut při pokojové teplotě. Kapalina se filtruje zváženým filtračním kelímkem. Uvedený postup se opakuje ještě dvakrát za použití vždy 100 ml čerstvého činidla, takže se extrakce provádí celkem třikrát. Zbytek se přenese do filtračního kelímku, kapalina se odstraní odsáváním a kelímek a zbytek se propláchnou 50 ml bezvodé (ledové) kyseliny octové a poté třikrát vodou. Po každém propláchnutí se kapalina nechá samovolně odtéct a teprve pak se odsává. Kelímek a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00.

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼ B*METODA č. 11***HEDVÁBÍ A VLNA NEBO ZVÍŘECÍ CHLUPY****(Metoda s použitím 75 % hmot. kyseliny sírové)**

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkovou směs:

1. hedvábí (4)

s

▼ M5

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), elastolefinem (47) a melaminem (48).

▼ B

2. PODSTATA METODY

Hedvábné vlákno se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí 75 % hmot. kyseliny sírové⁽¹⁾.

Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží. Jeho hmotnost, v případě potřeby opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl suchého hedvábí se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.

3.2. Činidla

i) Kyselina sírová 75 ± 2 % hmot.

Připraví se opatrným přidáním 700 ml kyseliny sírové (hustota při teplotě 20 °C: 1,84) k 350 ml destilované vody za současného ochlazování.

Po ochlazení na pokojovou teplotu se roztok doplní vodou na výsledný objem 1 litr.

ii) Zředěný roztok kyseliny sírové: pomalu se přidává 100 ml kyseliny sírové (hustota při teplotě 20 °C: 1,84) do 1900 ml destilované vody.

iii) Zředěný roztok čpavku: 200 ml koncentrovaného čpavku (hustota při teplotě 20 °C: 0,880) se doplní vodou na výsledný objem 1 litr.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml se přidá 100 ml 75 % hmot. kyseliny sírové na 1 gram vzorku a baňka se zazátkuje. Důkladně se protřepe a nechá se stát 30 minut při pokojové teplotě. Opět se protřepe a nechá se stát 30 minut. Naposledy se protřepe a obsah baňky se filtruje zváženým filtračním kelímkem. Zbývající vlákna se z baňky vypláchnou 75 % hmot. kyselinou sírovou. Zbytek v kelímku se postupně promyje 50 ml zředěné kyseliny sírové, 50 ml vody a 50 ml zředěného čpavku. Vlákna se před odsáváním ponechávají vždy ve styku s kapalinou po dobu asi 10 minut. Nakonec se vlákna propláchnou vodou, přičemž se ponechávají ve styku s vodou po dobu asi 30 minut. Kapalina se odsaje, kelímek a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

▼ M5

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 0,985 pro vlnu, 1,00 pro elastolefin a 1,01 pro melamin.

⁽¹⁾ Divoká hedvábí, jako např. tussah, nejsou v 75 % hmot. kyselině sírové úplně rozpustná.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .



METODA č. 12

JUTA A STANOVENÁ ŽIVOČIŠNÁ VLÁKNA

(Metoda určující obsah dusíku)

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkovou směs:

1. juty (9)

se

2. stanovenými živočišnými vlákny.

Složka živočišných vláken se může skládat pouze ze zvířecích chlupů (2 a 3) nebo vlny (1) nebo jakékoli směsi těchto dvou složek. Tato metoda není použitelná pro textilní směsi obsahující nevláknenné látky (barviva, úpravy atd.) s obsahem dusíku.

2. PODSTATA METODY

Stanoví se obsah dusíku ve směsi a z tohoto údaje a ze známého či předpokládaného obsahu dusíku obou složek se vypočte poměr každé složky.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

- i) Kjeldahlova digesční baňka o objemu 200 ml až 300 ml.
- ii) Kjeldahlův destilační přístroj s injektorem páry.
- iii) Titrační přístroj s přesností 0,05 ml.

3.2. Činidla

- i) Toluén.
- ii) Methanol.
- iii) Kyselina sírová, relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,84 (1).
- iv) Síran draselný (1)
- v) Oxid seleničitý (1)
- vi) Roztok hydroxidu sodného (400 g/l). Rozpustí se 400 g hydroxidu sodného ve 400 - 500 ml vody a zředí se vodou na 1 litr.
- vii) Směsný indikátor. Rozpustí se 0,1 g methylenové červeně v 95 ml ethanolu a 5 ml vody a smíchá se s 0,5 g bromokrezolové zeleně rozpuštěné ve 475 ml ethanolu a 25 ml vody.
- viii) Roztok kyseliny borité: Rozpustí se 20 g kyseliny borité v 1 litru vody.
- ix) Kyselina sírová 0,02 N (standardní odměrný roztok).

4. PŘEDÚPRAVA ZKUŠEBNÍHO VZORKU

Tato předúprava nahrazuje předúpravu popsanou v obecných ustanoveních.

Vzorek usušený na vzduchu se extrahuje v Soxhletově přístroji směsí 1 dílu toluenu a 3 dílů methanolu po dobu 4 hodin při nejmenší rychlosti 5 cyklů za hodinu. Rozpouštědlo se nechá na vzduchu ze vzorku odpařit a jeho poslední stopy se odstraní v sušárně při teplotě 105 ± 3 °C. Poté se vzorek extrahuje ve vodě (50 ml vody na 1 gram vzorku) za varu pod zpětným chladičem po dobu 30 minut. Filtruje se, vzorek se vrátí do baňky a extrahování se opakuje se stejným objemem vody. Filtruje se, odmačkáváním, odsáváním nebo odstředováním se odstraní přebytečná voda ze vzorku a poté se vzorek nechá usušit na vzduchu.

Poznámka:

Při použití toluenu a methanolu musí být brány v úvahu jejich toxické účinky a přijata veškerá nezbytná bezpečnostní opatření.

(1) Činidla nesmějí obsahovat dusík.

▼B

5. POSTUP ZKOUŠKY

5.1. Obecná ustanovení

Při odběru, sušení a vážení vzorku se postupuje podle obecných ustanovení.

5.2. Podrobný postup

Vzorek se přenesse do Kjeldahlovy digesční baňky. Ke vzorku o hmotnosti nejméně 1 g obsaženému v digesční baňce se přidá v tomto pořadí: 2,5 g síranu draselného, 0,1 g až 0,2 g oxidu seleničitého a 10 ml kyseliny sírové (relativní hustota 1,84). Baňka se zahřívá nejprve mírně, dokud nejsou vlákna rozrušena, a poté silněji, dokud není roztok čirý a téměř bezbarvý. Poté se zahřívá ještě dalších 15 minut. Baňka se nechá ochladit, obsah se opatrně zředí 10 ml až 20 ml vody, ochladí se, obsah se přenesse kvantitativně do odměrné baňky o objemu 200 ml a doplní se vodou po značku, aby vznikl mineralizovaný roztok.

Do 100 ml Erlenmeyerovy baňky se dá asi 20 ml roztoku kyseliny borité a baňka se umístí pod chladič Kjeldahlova destilačního přístroje tak, aby byla výstupní trubice ponořena právě pod hladinou roztoku kyseliny borité. Přesně 10 ml mineralizovaného roztoku se přenesse do destilační baňky, do nálevky se přidá roztok hydroxidu sodného o objemu nejméně 5 ml, zátka se lehce nadzdvihne a roztok hydroxidu sodného se nechá pomalu vytékat do baňky. Pokud mineralizovaný roztok a roztok hydroxidu sodného vytvoří dvě oddělené vrstvy, promíchají se opatrným protřepáváním. Destilační baňka se mírně zahřeje a zavede se do ní pára z vyvíječe páry. Shromáždí se asi 20 ml destilátu, Erlenmeyerova baňka se umístí níže tak, aby konec výstupní trubice chladiče byl asi 20 mm nad hladinou kapaliny, a destiluje se další 1 minutu. Konec výstupní trubice se opláchne vodou a oplachovací kapalina se zachytí do Erlenmeyerovy baňky. Erlenmeyerova baňka se vyjme, nahradí se jinou Erlenmeyerovou baňkou obsahující asi 10 ml roztoku kyseliny borité a shromáždí se v ní asi 10 ml destilátu.

Oba destiláty se odděleně titrují 0,02 N kyselinou sírovou za použití směšného indikátoru. Celkový titr obou destilátů se zaznamená. Je-li titr druhého destilátu více než 0,2 ml, zkouška se opakuje a začne se opět destilací za použití čerstvé alikvotní části mineralizovaného roztoku.

Provede se slepé stanovení, tj. mineralizace a destilace pouze za použití činidel.

6. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

6.1. Procentuální podíl obsahu dusíku v suchém vzorku se vypočítá takto:

$$A\% = \frac{28 (V - b) N}{W}$$

kde

A = je procentuální podíl dusíku v čistém suchém vzorku,

V = je celkový objem standardní kyseliny sírové použité při stanovení v ml,

b = je celkový objem standardní kyseliny sírové použité při slepém stanovení v ml,

N = je normalita standardní kyseliny sírové,

W = je suchá hmotnost vzorku v g.

6.2. Při použití hodnot 0,22 % pro obsah dusíku v jutě a 16,2 % pro obsah dusíku v živočišných vláknech, přičemž obě hodnoty jsou vyjádřeny v procentuálním podílu suché hmotnosti vláken, se vypočítá složení směsi takto:

▼B

$$PA\% = \frac{A - 0,22}{16,2 - 0,22} \times 100$$

kde

P_A % = je procentuální podíl živočišných vláken v čistém suchém vzorku.

7. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼ B*METODA č. 13***POLYPROPYLENOVÁ VLÁKNA A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA****(Metoda s použitím xylenu)****1. OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda je použitelná po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkovou směs:

▼ M2

1. polypropylenem (36)

s

▼ M5

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), hedvábím (4), bavlnou (5), acetátem (19), měďnatými vlákny (21), modalem (22), triacetátem (24), viskózou (25), akrylem (26), polyamidem nebo nylonem (30), polyesterem (35), skleněnými vlákny (44) a elastomultiesterem (46) a melaminem (48).

▼ B**2. PODSTATA METODY**

Polypropylenové vlákno se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí vroucího xylenu. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě potřeby opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl polypropylenu se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)**3.1. Přístroje a pomůcky**

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.
- ii) Zpětný chladič (vhodný pro kapaliny s vysokým bodem varu) se zábrusem uzpůsobeným k nasazení Erlenmeyerovy baňky (i).

3.2. Činidlo

Xylen destilující mezi teplotami 137 °C a 142 °C.

Poznámka:

Toto činidlo má vysokou zápalnost a toxicitu par. Při použití je nutné provést příslušná bezpečnostní opatření.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v Erlenmeyerově baňce (viz 3.1.i) se přidá 100 ml xylenu (viz 3.2) na 1 gram vzorku. Připojí se zpětný chladič (viz 3.1.ii), obsah se uvede do varu a udržuje se na bodu varu po dobu 3 minut. Horká kapalina se ihned filtruje zváženým filtračním kelímkem (viz poznámka 1). Tento postup se opakuje dvakrát, vždy za použití 50 ml čerstvého rozpouštědla.

Zbytek, který zůstane v baňce, se postupně promyje 30 ml vroucího xylenu (dvakrát), poté dvakrát 75 ml petroletheru (bod I.3.2.1. obecných ustanovení). Po druhém promývání petroletherem se obsah baňky filtruje filtračním kelímkem, zbytková vlákna se přenesou do kelímku pomocí malého množství petroletheru a rozpouštědlo se nechá odpařit. Kelímkem a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

Poznámky:

1. Filtrační kelímkem, přes který má být xylen filtrován, musí být předem zahřátý.

▼B

2. Po použití vroucího xylenu zajistěte, aby byla baňka obsahující zbytek před přidáním petroletheru dostatečně ochlazena.
3. Ke snížení nebezpečí vzniku ohně a toxicity pro obsluhu je možné použít přístroj pro extrakci za horka a využít vhodné postupy, které dávají stejné výsledky ⁽¹⁾.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou melaminu, pro který hodnota „d“ = 1,01.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

⁽¹⁾ Viz např. přístroj popsany v Melliand Textilberichte 56 (1975), s. 643 - 645.

▼B

METODA č. 14

**CHLOROVLÁKNA (HOMOPOLYMERY VINYLCHORIDU) A DALŠÍ
STANOVENÁ VLÁKNA****(Metoda s použitím koncentrované kyseliny sírové)****▼M5**

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevlákněných látek, pro dvousložkovou směs:

1. bavlny (5), acetátu (19), měďnatých vláken (21), modalu (22), triacetátu (24), viskózy (25), stanovených akrylových vláken (26), stanovených modakrylových vláken (29), polyamidu nebo nylonu (30), polyesteru (35) a elastomultiesteru (46)

s

2. chlorovláknů (27) založenými na homopolymerech vinylchloridu, též dodatečně chlorovanými, elastolefinem (47) a melaminem (48).

Uvedená modakrylová vlákna jsou ta, která dávají čirý roztok po ponoření do koncentrované kyseliny sírové (relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,84).

Tuto metodu lze použít místo metod č. 8 a 9.

2. PODSTATA METODY

Složky jiné než chlorovlákná, elastolefin nebo melamin (tj. vlákna uvedená v odstavci 1.1) se odstraní ze suché navážky vzorku rozpouštěním v koncentrované kyselině sírové (relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,84). Zbytek po rozpouštění skládající se z chlorovláken, elastolefinu nebo melaminu se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě potřeby upravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché navážky vzorku. Procentuální podíl druhé složky se vypočte z rozdílu hmotností.

▼B

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml.
- ii) Skleněná tyčinka s plochým koncem.

3.2. Činidla

- i) Kyselina sírová koncentrovaná (relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,84).
- ii) Kyselina sírová, přibližně 50 % hmot. vodný roztok.

Připravuje se opatrným přidáváním 400 ml kyseliny sírové (relativní hustota při teplotě 20 °C: 1,84) k 500 ml destilované nebo deionizované vody za stálého ochlazování. Po ochlazení na pokojovou teplotu se roztok doplní vodou do 1 litru.

- iii) Zředěný roztok čpavku.

60 ml koncentrovaného roztoku čpavku (relativní hustota při teplotě 20 °C: 0,880) se zředí destilovanou vodou do 1 litru.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Ke vzorku obsaženému v baňce (viz 3.1.i)) se přidá 100 ml kyseliny sírové (viz 3.2.i)) na 1 g vzorku.

Obsah baňky se ponechá při pokojové teplotě po dobu 10 minut a občas se promíchá skleněnou tyčinkou. Je-li zpracovávána tkanina nebo pletenina, mírně se přitlačí na stěnu baňky skleněnou tyčinkou, aby se oddělil materiál rozpouštěný kyselinou sírovou.

Kapalina se filtruje zváženým filtračním kelímkem. Do baňky se přidá nových 100 ml kyseliny sírové (viz 3.2.i)) a celý postup se opakuje. Obsah baňky se přenese do filtračního kelímku, kam se přenese pomocí

▼B

skleněné tyčinky i vlákenný zbytek. Je-li to nezbytné, přidá se do baňky malé množství koncentrované kyseliny sírové (viz 3.2.i)), aby se odstranila všechna vlákna ulpívající na stěnách. Filtrační kelímek se vyprázdní odsáváním; filtrát se odstraní vyprázdněním či výměnou filtračního kelímku, zbytek v kelímku se postupně promyje roztokem 50 % kyseliny sírové (viz 3.2.ii)), destilované nebo deionizované vody (viz I.3.2.3 obecných ustanovení), roztokem čpavku (viz 3.2.iii)) a nakonec se důkladně promyje destilovanou nebo deionizovanou vodou, přičemž se kelímek po každém přidání zcela vyprázdní odsáváním. (Nesmí se odsávat v průběhu promývání, ale až teprve poté, co kapalina samovolně odteče).

Kelímek a zbytek se usuší, ochladí a zváží.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s výjimkou melaminu, pro který hodnota „d“ = 1,01.

▼B

6. PŘESNOST

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼ B

METODA č. 15

CHLOROVLÁKNA, STANOVENÁ MODAKRYLOVÁ, STANOVENÁ ELASTANOVÁ, ACETÁTOVÁ, TRIACETÁTOVÁ A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA**(Metoda s použitím cyklohexanonu)****▼ M5**

1. OBLAST POUŽITÍ

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkovou směs:

1. acetátových vláken (19), triacetátových vláken (24), chlorovláken (27), stanovených modakrylových vláken (29), stanovených elastanových vláken (43)

s

2. vlnou (1), zvířecími chlupy (2 a 3), hedvábím (4), bavlnou (5), měďnatými vlákny (21), modalem (22), viskózou (25), polyamidem nebo nylonem (30), akrylem (26), skleněnými vlákny (44) a melaminem (48).

Pokud jsou přítomna modakrylová nebo elastanová vlákna, je třeba nejdříve provést předběžnou zkoušku, aby se zjistilo, zda je vlákno v činidle zcela rozpustné.

Směsi obsahující chlorovlákna lze analyzovat rovněž s použitím metody č. 9 nebo 14.

▼ B

2. PODSTATA METODY

Acetátová a triacetátová vlákna, chlorovlákna, stanovená modakrylová a stanovená elastanová vlákna se ze známé suché hmotnosti směsi uvolní pomocí cyklohexanonu při teplotě blízké bodu varu. Zbytek se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě potřeby opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl chlorovláken, vláken modakrylových, elastanových, acetátových a triacetátových se zjistí rozdílem.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)

3.1. Přístroje a pomůcky

- i) Přístroj pro extrakci za horka vhodný pro použití při zkušebním postupu podle oddílu 4. (Viz obrázek: Jedná se o variantu přístroje popsaného v *Melliand Textilberichte* 56 (1975), s. 643 - 645).
- ii) Filtrační kelímek pro uložení vzorku.
- iii) Porézní přepážka (stupeň poréznosti 1).
- iv) Zpětný chladič vhodný pro připojení k destilační baňce.
- v) Zařízení k ohřevu.

3.2. Činidla

- i) Cyklohexanon, bod varu 156 °C.
- ii) Ethylalkohol, 50 % obj.

Poznámka: Cyklohexanon je hořlavý a toxický. Při jeho použití je nutno provést příslušná bezpečnostní opatření.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

Do destilační baňky se nalije 100 ml cyklohexanonu na 1 gram materiálu, nasadí se extrakční přístroj, do kterého se předem umístí filtrační kelímek se vzorkem a mírně nakloněnou porézní přepážkou. Nasadí se zpětný chladič. Kapalína se uvede do varu a extrakce se provádí po dobu 60 minut při nejmenší rychlosti 12 cyklů za 1 hodinu. Po extrakci a ochlazení se odstraní extrakční část přístroje, vyjme se filtrační kelímek a odstraní se porézní přepážka. Obsah filtračního kelímku se promyje třikrát až čtyřikrát 50 % ethylalkoholem zahřátým na teplotu 60 °C a následně 1 litrem vody o teplotě 60 °C.

▼B

Během promývání nebo mezi promýváním se neodsává. Kapalina se nechá odtéct samovolně a teprve poté se odsává.

Nakonec se kelímek se zbytkem usuší, ochladí a zvaží.

▼M5**5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ**

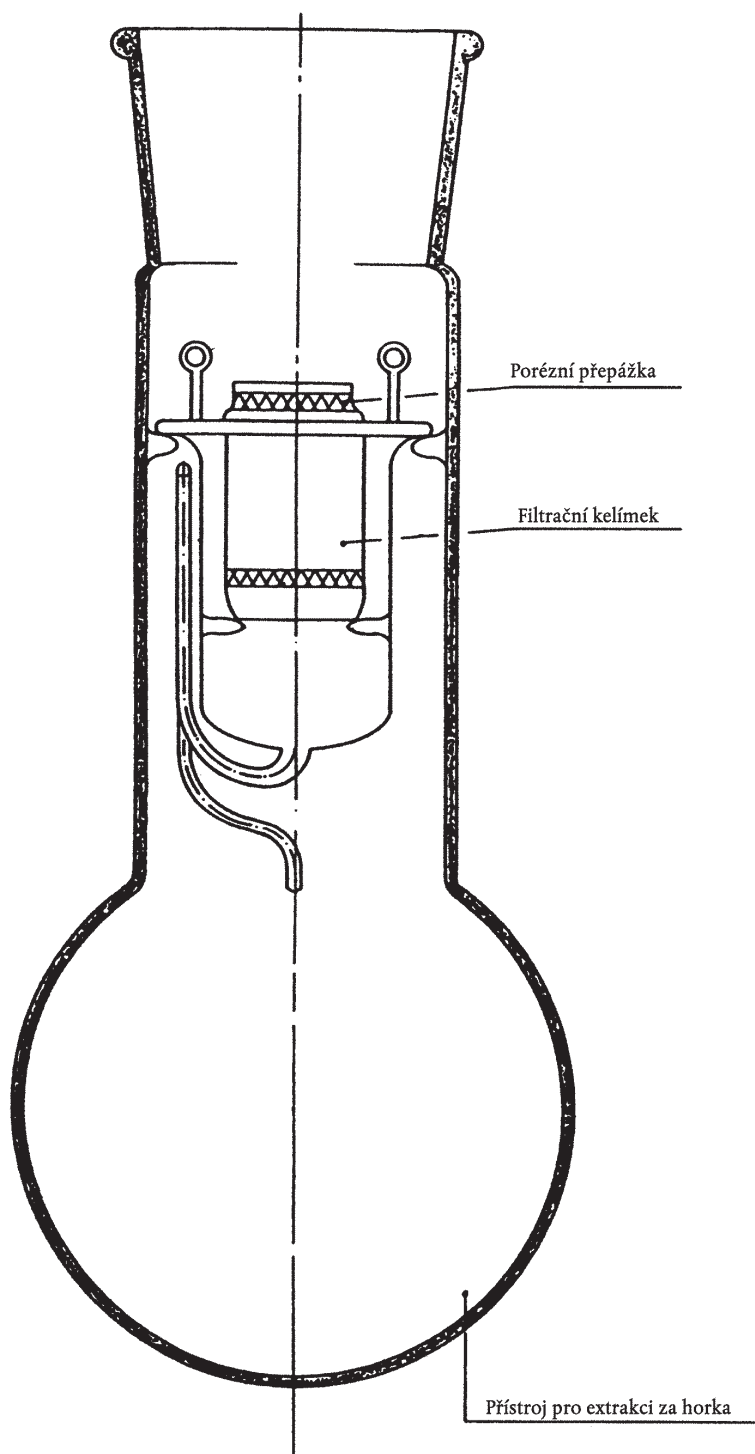
Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ je 1,00 s těmito výjimkami:

hedvábí a melamin 1,01

akryl 0,98

▼B**6. PŘESNOST**

U homogenní směsi textilních materiálů není při konfidenční úrovni 95 % konfidenční interval pro výsledky získané touto metodou větší než ± 1 .

▼B

Obrázek podle bodu 3.1. písm. i metody č. 15.

▼ **M5***METODA č. 16***MELAMIN A DALŠÍ STANOVENÁ VLÁKNA****(Metoda s použitím horké kyseliny mravenčí)****1. OBLAST POUŽITÍ**

Tato metoda je použitelná, po odstranění nevláknenných látek, pro dvousložkovou směs:

1. melaminu (48)
- s
2. bavlnou (5) a aramidem (31).

2. PODSTATA METODY

Melaminová vlákna se odstraní ze suché navážky vzorku rozpouštěním v horké kyselině mravenčí (90 % hmot.).

Zbytek po rozpouštění se shromáždí, promyje, usuší a zváží; jeho hmotnost, v případě potřeby opravená, se vyjádří jako procentuální podíl ze suché hmotnosti směsi. Procentuální podíl druhých složek se vypočte z rozdílu hmotnosti.

Poznámka: Dodržujte přesně doporučený rozsah teplot, jelikož rozpustnost melaminu je značně závislá na teplotě.

3. PŘÍSTROJE A ČINIDLA (kromě uvedených v obecných ustanoveních)**3.1. Přístroje a pomůcky**

- i) Erlenmeyerova baňka se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml,
- ii) třepací vodní lázeň nebo jiný přístroj umožňující protřepávání a udržení baňky při teplotě 90 ± 2 °C.

3.2. Činidla

- ii) zředěný roztok čpavku: 80 ml koncentrovaného roztoku čpavku (relativní hustota při teplotě 20 °C: 0,880) se doplní na 1 litr vodou.
- (ii) Ammonia, dilute solution: dilute 80 ml of concentrated ammonia solution (relative density at 20 °C: 0,880) to 1 litre with water.

4. POSTUP ZKOUŠKY

Při zkoušce se dodržují postupy popsané v obecných ustanoveních a postupuje se takto:

ke vzorku v Erlenmeyerově baňce se zabroušenou skleněnou zátkou o objemu nejméně 200 ml se přidá 100 ml kyseliny mravenčí na 1 gram vzorku. Baňka se zazátkuje a protřepe, aby se vzorek smočil. Baňka se ponechá v třepací vodní lázni při teplotě 90 ± 2 °C po dobu jedné hodiny a důkladně se protřepává. Poté se nechá vychladnout na laboratorní teplotu. Kapalina se odlijí přes zvážený filtrační kelímek. Do baňky obsahující zbytek se přidá 50 ml kyseliny mravenčí, ručně se protřepe a obsah baňky se opět filtruje filtračním kelímkem. Zbytková vlákna se přenesou do kelímku vymytím baňky malým množstvím kyseliny mravenčí. Filtrace se urychlí připojením vakua a zbytek se promyje kyselinou mravenčí, horkou vodou, zředěným roztokem čpavku a nakonec studenou vodou, přičemž se po každém přidání kelímek vyprázdní odsáváním. Neodsává se, dokud každá promývací kapalina samovolně neodteče. Po odsátí poslední promývací kapaliny se kelímek a zbytek usuší, ochladí a zváží.

Poznámka: Teplota má velmi výrazný vliv na rozpustnost melaminu a měla by být pečlivě kontrolována.

5. VÝPOČET A VYJÁDŘENÍ VÝSLEDKŮ

Výsledky se vypočtou podle obecných ustanovení. Hodnota „d“ pro bavlnu a aramid je 1,02.

6. SHODNOST

U homogenní směsi textilních materiálů je povolený kritický rozdíl mezi výsledky dosaženými touto metodou max. ± 2 při pravděpodobnosti 95 %.

▼B*PŘÍLOHA III*

ČÁST A

ZRUŠENÉ SMĚRNICE**(podle článku 8)**

- Směrnice Rady 72/276/EHS (Úř. věst. L 173, 31.7.1972, s. 1) a její následné změny:
 - směrnice Komise 79/76/EHS (Úř. věst. L 17, 24.1.1979, s. 17)
 - směrnice Rady 81/75/EHS (Úř. věst. L 57, 4.3.1981, s. 23)
 - směrnice Komise 87/184/EHS (Úř. věst. L 75, 17.3.1987, s. 21)

ČÁST B

LHŮTY pro PROVEDENÍ

Směrnice	Lhůty pro provedení
72/276/EHS	18. leden 1974
79/76/EHS	28. červen 1979
81/75/EHS	27. únor 1982
87/184/EHS	1. září 1988



PŘÍLOHA IV
SROVNÁVACÍ TABULKA

Tato směrnice	Směrnice 72/276/EHS
Článek 1	Článek 1
Článek 2	Článek 2
Článek 3	Článek 3
Článek 4	Článek 4
Článek 5	Článek 5
Článek 6	Článek 6
Článek 7	Čl. 7odst. 2)
Článek 8	—
Článek 9	Článek 8
Příloha I	Příloha I
Příloha II oddíl I	Příloha II oddíl I
Příloha II oddíl II	Příloha II oddíl II
Příloha II, metoda č. 1	Příloha II, metoda č. 1
Příloha II, metoda č. 2	Příloha II, metoda č. 2
Příloha II, metoda č. 3	Příloha II, metoda č. 3
Příloha II, metoda č. 4	Příloha II, metoda č. 4
Příloha II, metoda č. 5	Příloha II, metoda č. 5
Příloha II, metoda č. 6	Příloha II, metoda č. 6
Příloha II, metoda č. 7	Příloha II, metoda č. 7
Příloha II, metoda č. 8	Příloha II, metoda č. 8
Příloha II, metoda č. 9	Příloha II, metoda č. 9
Příloha II, metoda č. 10	Příloha II, metoda č. 10
Příloha II, metoda č. 11	Příloha II, metoda č. 11
Příloha II, metoda č. 12	Příloha II, metoda č. 13
Příloha II, metoda č. 13	Příloha II, metoda č. 14
Příloha II, metoda č. 14	Příloha II, metoda č. 15
Příloha II, metoda č. 15	Příloha II, metoda č. 16
Příloha III	—
Příloha IV	—