

I

(Πράξεις για την ισχύ των οποίων απαιτείται δημοσίευση)

ΟΔΗΓΙΑ 96/73/ΕΚ ΤΟΥ ΕΥΡΩΠΑΪΚΟΥ ΚΟΙΝΟΒΟΥΛΙΟΥ ΚΑΙ ΤΟΥ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟΥ

της 16ης Δεκεμβρίου 1996

περί ορισμένων μεθόδων ποσοτικής ανάλυσεως διμερών μειγμάτων υφανσίμων ινών

ΤΟ ΕΥΡΩΠΑΪΚΟ ΚΟΙΝΟΒΟΥΛΙΟ ΚΑΙ ΤΟ ΤΟ ΣΥΜΒΟΥΛΙΟ
ΤΗΣ ΕΥΡΩΠΑΪΚΗΣ ΕΝΩΣΗΣ,

Έχοντας υπόψη:

τη συνθήκη για την ίδρυση της Ευρωπαϊκής Κοινότητας,
και ιδίως το άρθρο 100 Α,

την πρόταση της Επιτροπής ⁽¹⁾,

τη γνώμη της Οικονομικής και Κοινωνικής Επιτροπής ⁽²⁾,

Αποφασίζοντας σύμφωνα με τη διαδικασία του άρθρου
189 Β της συνθήκης ⁽³⁾,

Εκτιμώντας:

ότι η οδηγία 72/276/ΕΟΚ του Συμβουλίου, της 17ης Ιουλίου 1972, περί προσεγγίσεως των νομοθεσιών των κρατών μελών που αφορούν ορισμένες μεθόδους ποσοτικής ανάλυσεως διμερών μειγμάτων υφανσίμων ινών ⁽⁴⁾ τροποποιήθηκε πολλές φορές και σε σημαντική έκταση: ότι είναι, ως εκ τούτου, σκόπιμη, για λόγους σαφήνειας και ορθολογισμού, η κωδικοποίηση της εν λόγω οδηγίας·

ότι η οδηγία 96/74/ΕΚ του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 16ης Δεκεμβρίου 1996, περί των ονομασιών των υφανσίμων ⁽⁵⁾ προβλέπει την υποχρεωτική αναγραφή της σύνθεσης των κλωστοϋφαντουργικών προϊόντων ως προς τις ίνες, ενώ η εξακρίβωση της συμφωνίας αυτών των προϊόντων με τις ενδείξεις της ετικέτας γίνεται με ανάλυση·

⁽¹⁾ ΕΕ αριθ. C 56 της 6. 4. 1994, σ. 20.

⁽²⁾ ΕΕ αριθ. C 195 της 18. 7. 1994, σ. 10.

⁽³⁾ Γνώμη του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου της 15ης Φεβρουαρίου 1995 (ΕΕ αριθ. C 56 της 6. 3. 1995, σ. 53): κοινή θέση του Συμβουλίου της 26ης Φεβρουαρίου 1996 (ΕΕ αριθ. C 196 της 6. 7. 1996, σ. 20) και απόφαση του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου της 18ης Ιουνίου 1996 (ΕΕ αριθ. C 198 της 8. 7. 1996, σ. 25). Απόφαση του Συμβουλίου της 7ης Οκτωβρίου 1996.

⁽⁴⁾ ΕΕ αριθ. L 173 της 31. 7. 1972, σ. 1· οδηγία όπως τροποποιήθηκε τελευταία από την οδηγία 87/184/ΕΟΚ (ΕΕ αριθ. L 75 της 17. 3. 1987, σ. 21).

⁽⁵⁾ Βλέπε σελίδα 38 της παρούσας Επίσημης Εφημερίδας.

ότι θα πρέπει, κατά τους επίσημους ελέγχους που πραγματοποιούνται στα κράτη μέλη, να χρησιμοποιούνται ενιαίες μέθοδοι για τον προσδιορισμό της σύνθεσης ως προς τις ίνες των υφανσίμων προϊόντων, τόσο όσον αφορά την προκατεργασία του δείγματος όσο και την ποσοτική ανάλυση·

ότι η οδηγία 96/74/ΕΚ προβλέπει ότι οι μέθοδοι δειγματοληψίας και ανάλυσης που πρέπει να εφαρμόζονται σε όλα τα κράτη μέλη για τον προσδιορισμό της σύνθεσης ως προς τις ίνες των προϊόντων θα προσδιοριστούν με ειδικές οδηγίες· ότι, ως εκ τούτου, η παρούσα οδηγία καθορίζει στο παράρτημα ΙΙ 15 ενιαίες μεθόδους ανάλυσης, που αφορούν τα περισσότερα κλωστοϋφαντουργικά προϊόντα τα οποία υπάρχουν στην αγορά και συντίθενται από διμερή μείγματα·

ότι η τεχνική πρόοδος καθιστά αναγκαία τη συχνή προσαρμογή των τεχνικών προδιαγραφών οι οποίες καθορίζονται από τις ειδικές οδηγίες, σχετικά με τις μεθόδους ανάλυσεως που πρέπει να εφαρμόζονται στον τομέα των υφανσίμων· ότι είναι σκόπιμο, προκειμένου να διευκολυνθεί η θέση σε εφαρμογή των αναγκαίων μέτρων, να προβλεφθεί διαδικασία με την οποία να θεσπίζεται στενή συνεργασία μεταξύ των κρατών μελών και της Επιτροπής, στα πλαίσια της επιτροπής για τον τομέα των οδηγιών των σχετικών με τις ονομασίες και την επισήμανση των κλωστοϋφαντουργικών προϊόντων·

ότι, στην περίπτωση των διμερών μειγμάτων για τα οποία δεν υπάρχει ομοίμορφη μέθοδος ανάλυσεως σε κοινοτικό επίπεδο, το εργαστήριο που είναι επιφορτισμένο με τον έλεγχο προσδιορίζει τη σύνθεση αυτών των μειγμάτων χρησιμοποιώντας κάθε έγκυρη μέθοδο που έχει στη διάθεσή του και αναφέροντας, στην έκθεση ανάλυσεως, το αποτέλεσμα που έχει επιτευχθεί και την ακρίβεια της μεθόδου, εφόσον αυτή είναι γνωστή·

ότι οι διατάξεις της παρούσας οδηγίας είναι σύμφωνες με τη γνώμη της επιτροπής για τον τομέα των οδηγιών των σχετικών με τις ονομασίες και την επισήμανση των κλωστοϋφαντουργικών προϊόντων·

ότι η παρούσα οδηγία δεν πρέπει να θίξει τις υποχρεώσεις των κρατών μελών όσον αφορά τις προθεσμίες μεταφοράς στο εθνικό δίκαιο των οδηγιών που αναφέρονται στο παράρτημα ΙΙΙ τμήμα Β,

ΕΞΕΔΩΣΑΝ ΤΗΝ ΠΑΡΟΥΣΑ ΟΔΗΓΙΑ:

Άρθρο 1

Η παρούσα οδηγία αφορά τις μεθόδους ποσοτικής αναλύσεως ορισμένων διμερών μειγμάτων υφανσίμων ινών, συμπεριλαμβανομένης της προετοιμασίας των δειγμάτων δοκιμής και των δοκιμών.

Άρθρο 2

Ως «δείγμα δοκιμής» νοείται δείγμα κατάλληλου μεγέθους για τις αναλύσεις, προερχόμενο από συνολικά δείγματα για το εργαστήριο τα οποία έχουν ληφθεί από μια παρτίδα των προς ανάλυση προϊόντων.

Ως «δοκίμιο» νοείται η ποσότητα του δείγματος δοκιμής η οποία είναι αναγκαία για να δώσει ένα ανεξάρτητο αναλυτικό αποτέλεσμα.

Άρθρο 3

Τα κράτη μέλη λαμβάνουν όλα τα κατάλληλα μέτρα ώστε οι διατάξεις οι προβλεπόμενες στα παραρτήματα I και II περί των μεθόδων ποσοτικής αναλύσεως ορισμένων διμερών μειγμάτων υφανσίμων ινών, συμπεριλαμβανομένης της προετοιμασίας των δειγμάτων δοκιμής και των δοκιμών, να χρησιμοποιούνται κατά τους επίσημους ελέγχους για τον προσδιορισμό της σύνθεσης των υφανσίμων προϊόντων τα οποία τίθενται σε κυκλοφορία στην αγορά, σύμφωνα με τις διατάξεις της οδηγίας 96/74/ΕΚ.

Άρθρο 4

Το εργαστήριο που είναι επιφορτισμένο με τον έλεγχο των διμερών μειγμάτων για τα οποία δεν υπάρχει ομοιόμορφη μέθοδος αναλύσεως σε κοινοτικό επίπεδο προσδιορίζει τη σύνθεση αυτών των μειγμάτων, χρησιμοποιώντας κάθε έγκυρη μέθοδο την οποία έχει στη διάθεσή του και αναφέροντας στην έκθεση αναλύσεως το αποτέλεσμα που έχει επιτευχθεί και την ακρίβεια της μεθόδου, εφόσον αυτή είναι γνωστή.

Άρθρο 5

1. Συνιστάται επιτροπή για τον τομέα των οδηγιών των σχετικών με τις ονομασίες και την επισήμανση των κλωστοϋφαντουργικών προϊόντων, καλούμενη εφεξής «επιτροπή», η οποία αποτελείται από αντιπροσώπους των κρατών μελών και της οποίας προεδρεύει ο αντιπρόσωπος της Επιτροπής.

2. Η επιτροπή καταρτίζει τον εσωτερικό της κανονισμό.

3. Η προσαρμογή στην τεχνική πρόοδο των μεθόδων ποσοτικής αναλύσεως, οι οποίες προβλέπονται στο παράρτημα II, πραγματοποιείται σύμφωνα με τη διαδικασία του άρθρου 6.

Άρθρο 6

1. Στην περίπτωση που γίνεται προσφυγή στη διαδικασία που ορίζεται στο παρόν άρθρο, η επιτροπή συγκαλείται από τον πρόεδρό της, είτε κατόπιν πρωτοβουλίας του είτε κατόπιν αιτήσεως του αντιπροσώπου ενός κράτους μέλους.

2. Ο αντιπρόσωπος της Επιτροπής υποβάλλει στην επιτροπή σχέδιο των μέτρων που πρέπει να ληφθούν. Η επιτροπή διατυπώνει τη γνώμη της για το σχέδιο αυτό εντός προθεσμίας την οποία μπορεί να ορίσει ο πρόεδρος ανάλογα με τον επείγοντα χαρακτήρα του θέματος. Αποφασίζει με πλειοψηφία που προβλέπει το άρθρο 148 παράγραφος 2 της συνθήκης για την έκδοση των αποφάσεων που καλείται να λάβει το Συμβούλιο βάσει πρότασης της Επιτροπής. Κατά την ψηφοφορία στην Επιτροπή, οι ψήφοι των αντιπροσώπων των κρατών μελών σταθμίζονται σύμφωνα με το προαναφερόμενο άρθρο. Ο πρόεδρος δεν λαμβάνει μέρος στην ψηφοφορία.

3. α) Η Επιτροπή θεσπίζει τα σχεδιαζόμενα μέτρα εφόσον είναι σύμφωνα με τη γνώμη της επιτροπής·

β) όταν τα σχεδιαζόμενα μέτρα δεν είναι σύμφωνα με τη γνώμη της επιτροπής ή ελλείπει γνώμη, η Επιτροπή υποβάλλει, χωρίς καθυστέρηση, στο Συμβούλιο πρόταση σχετικά με τα μέτρα που πρέπει να ληφθούν.

Το Συμβούλιο αποφασίζει με ειδική πλειοψηφία·

γ) εάν, μετά τη λήξη προθεσμίας τριών μηνών από την υποβολή της πρότασης στο Συμβούλιο, το τελευταίο δεν έχει αποφασίσει, τα προτεινόμενα μέτρα θεσπίζονται από την Επιτροπή.

Άρθρο 7

Τα κράτη μέλη γνωστοποιούν στην Επιτροπή το κείμενο των ουσιωδών διατάξεων εσωτερικού δικαίου που θεσπίζουν στον τομέα που διέπεται από την παρούσα οδηγία.

Άρθρο 8

Οι οδηγίες που αναφέρονται στο παράρτημα III τμήμα Α καταργούνται, με την επιφύλαξη των υποχρεώσεων των κρατών μελών όσον αφορά τις προθεσμίες μεταφοράς στο εθνικό δίκαιο που αναφέρονται στο παράρτημα III τμήμα Β.

Οι αναφορές στις καταργούμενες οδηγίες θεωρούνται ότι γίνονται στην παρούσα οδηγία και διαβάζονται σύμφωνα με τον πίνακα αντιστοιχίας που αναφέρεται στο παράρτημα IV.

Άρθρο 9

Η παρούσα οδηγία απευθύνεται στα κράτη μέλη.

Η παρούσα οδηγία αρχίζει να ισχύει την 20ή ημέρα από τη δημοσίευσή της στην *Επίσημη Εφημερίδα των Ευρωπαϊκών Κοινοτήτων*.

Βρυξέλλες, 16 Δεκεμβρίου 1996.

Για το Ευρωπαϊκό Κοινοβούλιο

Ο Πρόεδρος

K. HÄNSCH

Για το Συμβούλιο

Ο Πρόεδρος

I. YATES

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ Ι

ΠΡΟΕΤΟΙΜΑΣΙΑ ΔΕΙΓΜΑΤΩΝ ΔΟΚΙΜΗΣ ΚΑΙ ΔΟΚΙΜΩΝ ΓΙΑ ΤΟΝ ΠΡΟΣΔΙΟΡΙΣΜΟ ΤΗΣ ΣΥΝΘΕΣΕΩΣ ΩΣ ΠΡΟΣ ΤΙΣ ΙΝΕΣ ΤΩΝ ΥΦΑΝΣΙΜΩΝ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ**1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ**

Το παρόν παράρτημα παρέχει γενικές οδηγίες για την προετοιμασία των δειγμάτων δοκιμής μεγέθους καταλλήλου για τις προκατεργασίες που διενεργούνται για τις ποσοτικές αναλύσεις (ήτοι μη υπερβαίνοντες τα 100 γραμμάρια) τα οποία προέρχονται από συνολικά δείγματα για το εργαστήριο και για την επιλογή των δοκιμών από δείγματα δοκιμής έχοντα υποστεί προκατεργασία για την απομάκρυνση των μη ινωδών υλών⁽¹⁾.

2. ΟΡΙΣΜΟΙ

- 2.1. Παρτίδα — Είναι η ποσότητα του υλικού που αξιολογείται επί τη βάσει μιας σειράς αποτελεσμάτων δοκιμών. Δύνανται να περιλαμβάνει επί παραδείγματι ότι το υλικό το οποίο αντιστοιχεί στην ίδια παράδοση υφάσματος, όλο το ύφασμα το υφανθέν από προκαθορισμένη ποσότητα υφανσίμου υλικού, μια αποστολή νημάτων, μια μπάλα ή μια ομάδα από μπάλες ακατεργάστων ινών.
- 2.2. Συνολικό δείγμα για το εργαστήριο — Είναι το τμήμα της παρτίδας το οποίο έχει ληφθεί έτσι ώστε να είναι αντιπροσωπευτικό του συνόλου και το οποίο αποστέλλεται στο εργαστήριο. Το μέγεθος και η φύση του συνολικού δείγματος για το εργαστήριο θα επιλέγονται έτσι ώστε να αποδίδουν σωστά τις διάφορες συστάσεις της παρτίδας και να εξασφαλίζουν τον εύκολο χειρισμό στο εργαστήριο⁽²⁾.
- 2.3. Δείγμα δοκιμής — Είναι το τμήμα του συνολικού δείγματος για το εργαστήριο το οποίο υποβάλλεται σε προκατεργασία για να απομακρυνθούν οι μη ινώδεις ύλες και από το οποίο λαμβάνονται εν συνεχεία τα δοκίμια. Το μέγεθος και η φύση δείγματος δοκιμής θα επιλέγονται έτσι ώστε να αποδίδουν σωστά τις διαφοροποιήσεις συνολικού δείγματος για το εργαστήριο⁽³⁾.
- 2.4. Δοκίμιο — Είναι το τμήμα του υλικού που είναι αναγκαίο για να δώσει ένα ανεξάρτητο αναλυτικό αποτέλεσμα και το οποίο λαμβάνεται από εργαστηριακό δείγμα δοκιμής.

3. ΑΡΧΗ

Το εργαστηριακό δείγμα δοκιμής επιλέγεται κατά τέτοιο τρόπο, ώστε να είναι αντιπροσωπευτικό του συνολικού δείγματος για το εργαστήριο.

Τα δοκίμια λαμβάνονται από εργαστηριακό δείγμα δοκιμής κατά τέτοιο τρόπο, ώστε να είναι αντιπροσωπευτικά αυτού του τελευταίου.

4. ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ ΕΛΕΥΘΕΡΩΝ ΙΝΩΝ

- 4.1. Ίνες μη διευθετημένες — Σχηματίζεται εργαστηριακό δείγμα δοκιμής λαμβάνοντας, τούφες στην τύχη από συνολικό δείγμα για το εργαστήριο. Λαμβάνεται όλο το εργαστηριακό δείγμα δοκιμής και αναμειγνύεται κατάλληλα με τη βοήθεια ενός εργαστηριακού λαναριού⁽⁴⁾. Το πέπλο (voile) ή το μείγμα καθώς και οι προσκολλημένες ίνες και αυτές που διαφεύγουν έξω από τη συσκευή αναμείξεως υποβάλλονται σε προκατεργασία. Λαμβάνονται στη συνέχεια ανάλογα με τη μάζα, τα δοκίμια από το πέπλο, από τις προσκολλημένες ίνες και από εκείνες που διαφεύγουν από τη συσκευή.

Αν το σχήμα του ξασμένου πέπλου δεν επηρεάζεται καθόλου από την προκατεργασία λαμβάνονται τα δοκίμια κατά τον τρόπο που περιγράφεται στο σημείο 4.2. Αν το πέπλο επηρεάζεται από την προκατεργασία, τα δοκίμια επιλέγονται λαμβάνοντας από το προκατεργασμένο δείγμα, τουλάχιστον 16 μικρές τούφες ικανοποιητικού μεγέθους περίπου ίσες οι οποίες ακολουθώς ενώνονται.

- 4.2. Ίνες διευθετημένες (πέπλα λαναριού, κορδέλες, φυτίλια) — Αποκόπτονται σε μέρη επιλεγέντα στην τύχη από το συνολικό δείγμα για το εργαστήριο τουλάχιστον 10 εγκάρσια τμήματα τα οποία ζυγίζουν κάθε ένα περίπου 1 γραμμάριο. Το εργαστηριακό δείγμα δοκιμής που σχηματίστηκε κατ' αυτό τον τρόπο υποβάλλεται στη διαδικασία της προκατεργασίας. Ακολουθώς ενώνονται τα αντιπροσωπευτικά τμήματα διά της τοποθέτησής του ενός παραπλεύρως του άλλου και λαμβάνεται το δοκίμιο, δι' εγκάρσιας τομής ώστε να ληφθεί ένα μέρος από καθένα από τα 10 μέρη.

5. ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ ΝΗΜΑΤΩΝ

- 5.1. Νήματα σε μπομπίνες ή σε κουβάρια — Χρησιμοποιούνται όλες οι μπομπίνες του συνολικού δείγματος για το εργαστήριο.

⁽¹⁾ Ενδεχομένως είναι δυνατόν να προκατεργασθούν απευθείας τα δοκίμια.

⁽²⁾ Για τα προϊόντα τα τελεωμένα και τα έτοιμα βλέπε σημείο 7.

⁽³⁾ Βλέπε σημείο 1.

⁽⁴⁾ Μπορεί να αντικατασταθεί το εργαστηριακό λανάρι από έναν αναμεικτήρα ινών ή από τη μέθοδο την επονομαζόμενη «τούφες και απορρίματα».

Λαμβάνονται από κάθε μομπίνα συνεχή μήκη, ίσα και κατάλληλα, είτε παίρνοντας, ίσο αριθμό περιελίξεων σε μία ανέμη⁽¹⁾ ή με κάθε άλλο μέσο. Για να σχηματισθεί το δείγμα δοκιμής τοποθετούνται το ένα δίπλα στο άλλο τα μήκη με τη μορφή δέσμης με νήματα ενιαίου μήκους ή με μορφή χονδρού κορδονιού και εξασφαλίζεται ότι ίσα μήκη από κάθε μομπίνα αποτελούν τη δέσμη ή το χονδρό κορδόνι.

Υποβάλλεται σε προκατεργασία το ούτως σχηματισθέν δείγμα δοκιμής.

Τα δοκίμια λαμβάνονται από το προκατεργασμένο δείγμα δοκιμής κόβοντας μια δεσμίδα νημάτων ίδιου μήκους από τη δέσμη ή το χονδρό κορδόνι και προσέχοντας ώστε η δεσμίδα να περιλαμβάνει όλα τα νήματα του δείγματος.

Αν t είναι τα «tex» (ο τίτλος) του νήματος ή/και ο αριθμός των μομπινών του συνολικού δείγματος για το εργαστήριο, για να έχουμε δείγμα δοκιμής 10 γραμμαρίων πρέπει να ληφθεί από κάθε μομπίνα μήκος νήματος $\frac{10^4}{n \cdot t}$ εκατοστά. Αν το $n \cdot t$ είναι υψηλό, ήτοι υπερβαίνει το 2000, σχηματίζεται μια δεσμίδα μεγαλύτερου βάρους και κόβεται εγκαρσίως σε δύο μέρη, έτσι ώστε να ληφθεί ένα χονδρό κορδόνι κατάλληλου βάρους. Τα άκρα ενός δείγματος που είναι υπό μορφή χονδρού κορδονιού πρέπει να δένονται κατάλληλα πριν να πραγματοποιηθεί η προκατεργασία, και τα δοκίμια να λαμβάνονται σε αρκετή απόσταση από τον κόμπο.

- 5.2. Νήματα στήμονος σε καρούλι — Λαμβάνεται δείγμα δοκιμής κόβοντας από την άκρη του καρουλιού, μία δέσμη τουλάχιστον 20 εκατοστών μήκους στην οποία περιλαμβάνονται όλα τα νήματα, εξαιρέσει των νημάτων των άκρων τα οποία απορρίπτονται. Δένεται η δέσμη των νημάτων με τη μία από τις άκρες της. Αν το δείγμα είναι πολύ μεγάλο για να πραγματοποιηθεί μία προκατεργασία σε ολόκληρο το δείγμα, διαχωρίζεται σε δύο ή περισσότερα μέρη κάθε ένα από τα οποία θα δεθεί με σκοπό την προκατεργασία και θα ενωθούν μεταξύ τους τους αφού θα έχουν υλοστεί προκατεργασία χωριστά. Λαμβάνεται ένα δοκίμιο ικανοποιητικού μήκους από το δείγμα δοκιμής, κόβοντας το αρκετά μακριά από τον κόμπο και μη παραλείποντας κανένα από τα νήματα του καρουλιού. Αν N ο αριθμός κλωστών ενός νήματος στήμονος που έχει $t = \text{«tex»}$, τότε το μήκος ενός δοκιμίου που ζυγίζει ένα γραμμάριο θα είναι $\frac{10^5}{N \cdot t}$ εκατοστά.

6. ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ ΥΦΑΣΜΑΤΟΣ

- 6.1. Συνολικό δείγμα για το εργαστήριο συνιστάμενο από ένα ενιαίο αντιπροσωπευτικό κομμάτι του υφάσματος — Κόβεται από το δείγμα μια διαγώνια λωρίδα από τη μια γωνία στην άλλη και αφαιρούνται οι σύγιες. Αυτή η λωρίδα συνιστά το δείγμα δοκιμής. Για να ληφθεί ένα δείγμα δοκιμής x γραμμαρίων, η επιφάνεια της λωρίδας θα πρέπει να είναι $\frac{x \cdot 10^4}{G}$ τετραγωνικά εκατοστά, όπου G είναι η μάζα του υφάσματος σε γραμμάρια ανά τετραγωνικό μέτρο.

Αφού υποβληθεί σε προκατεργασία, η λωρίδα κόβεται εγκαρσίως σε τέσσερα ίσα μέρη και τοποθετούνται το ένα επί του άλλου. Τα δοκίμια λαμβάνονται από ένα οποιοδήποτε μέρος του κατ' αυτόν τον τρόπο ετοιμασθέντος υλικού, κόβοντας όλα τα στρώματα, έτσι ώστε κάθε δοκίμιο να περιλαμβάνει ένα ίσο μήκος από κάθε στρώμα. Αν το ύφασμα παρουσιάζει ένα υφασμένο σχέδιο, το πλάτος του δείγματος δοκιμής, μετρούμενο προς τη διεύθυνση του στημονιού, δεν πρέπει να είναι μικρότερο από τη σχέση του σχεδίου προς το στημόνι.

Αν, πληρουμένης αυτής της προϋποθέσεως, το δείγμα δοκιμής είναι πολύ μεγάλο, για να προκατεργαστεί εύκολα ολόκληρο, πρέπει να κοπεί σε ίσα μέρη τα οποία θα προκατεργαστούν χωριστά, και αυτά τα μέρη θα τοποθετηθούν το ένα επί του άλλου πριν να ληφθούν τα δοκίμια, αλλά προσέχοντας ώστε τα αντίστοιχα μέρη του σχεδίου να μη συμπίπτουν.

- 6.2. Συνολικό δείγμα για το εργαστήριο συνιστάμενο από πολλά κομμάτια — Επεξεργάζεται κάθε κομμάτι σύμφωνα με το σημείο 6.1 και δίδεται κάθε αποτέλεσμα ξεχωριστά.

7. ΔΕΙΓΜΑΤΟΛΗΨΙΑ ΤΕΛΕΙΩΜΕΝΩΝ ΚΑΙ ΕΤΟΙΜΩΝ ΠΡΟΪΟΝΤΩΝ

Το συνολικό δείγμα για το εργαστήριο συνιστάται κανονικά από ένα ολόκληρο αντικείμενο τελειωμένο και έτοιμο ή από ένα μέρος αντιπροσωπευτικό του αντικειμένου.

Προσδιορίζεται ενδεχομένως η εκατοστιαία αναλογία των διαφόρων μερών τα οποία δεν έχουν την ίδια περιεκτικότητα σε ίνες για να μπορούν να ελεγχθούν οι διατάξεις του άρθρου 9 της οδηγίας 96/74/ΕΚ του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 16ης Δεκεμβρίου 1996, περί των ονομασιών των υφανσίμων.

(1) Αν οι μομπίνες δύνανται να τοποθετηθούν σε κατάλληλη ανέμη, κάποια ποσότης δύνανται να τυλιχθεί ταυτόχρονα.

Λαμβάνεται δείγμα δοκιμής αντιπροσωπευτικό του μέρους του τελειωμένου και ετοίμου προϊόντος του οποίου η σύνθεση πρέπει να φαίνεται στην ετικέτα. Αν το έτοιμο προϊόν φέρει περισσότερες ετικέτες λαμβάνονται δείγματα δοκιμής αντιπροσωπευτικά από κάθε μέρος που αντιστοιχεί σε μια δεδομένη ετικέτα.

Αν το αντικείμενο του οποίου πρόκειται να προσδιορισθεί η σύνθεση δεν είναι ομοιογενές πρέπει να ληφθούν δείγματα δοκιμής από κάθε ένα από τα μέρη του αντικειμένου και να προσδιορισθούν οι σχετικές αναλογίες των διαφόρων μερών σε αναλογία με το σύνολο του εν λόγω προϊόντος.

Ο υπολογισμός των εκατοστιαίων αναλογιών γίνεται, λαμβάνοντας υπόψη τις σχετικές αναλογίες των δειγματοσθέντων μερών.

Υποβάλλονται τα δείγματα δοκιμής σε προκατεργασία.

Λαμβάνονται στή συνέχεια τα δοκίμια τα οποία πρέπει να είναι αντιπροσωπευτικά των προκατεργασμένων δειγμάτων δοκιμής.

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ ΙΙ

ΜΕΘΟΔΟΙ ΠΟΣΟΤΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΕΩΣ ΟΡΙΣΜΕΝΩΝ ΔΙΜΕΡΩΝ ΜΕΙΓΜΑΤΩΝ ΥΦΑΝΣΙΜΩΝ ΙΝΩΝ

Ι. ΓΕΝΙΚΕΣ ΟΔΗΓΙΕΣ

Εισαγωγή

Οι μέθοδοι ποσοτικής ανάλυσης μειγμάτων υφανσίμων ινών βασίζονται σε δύο κύριες μεθόδους, αυτή του διαχωρισμού με το χέρι και αυτή του χημικού διαχωρισμού των ινών.

Η μέθοδος διαχωρισμού με το χέρι πρέπει να προτιμάται κάθε φορά που αυτό είναι δυνατόν γιατί δίνει γενικά πιο ακριβή αποτελέσματα από το χημικό διαχωρισμό. Εφαρμόζεται σε όλα τα υφάσματα προϊόντα στα οποία οι ίνες που τα συνθέτουν δεν σχηματίζουν ένα μείγμα ομοιογενές, όπως παραδείγματος χάρη στην περίπτωση των νημάτων των συνισταμένων από περισσότερα στοιχεία, κάθε ένα των οποίων αποτελείται από ένα μόνο είδος ίνας ή των υφασμάτων στα οποία η ίνα του στήμονος είναι διαφορετική από την ίνα του υφαιδιού ή των πλεκτών υφασμάτων τα οποία δύνανται να ξηλωθούν και τα οποία συντίθενται από νήματα διαφόρου φύσεως.

Η μέθοδος της ποσοτικής χημικής ανάλυσης των μειγμάτων υφανσίμων ινών, βασίζεται γενικά στην εκλεκτική διαλυτότητα των διαφόρων συστατικών του μείγματος. Μετά την αφαίρεση ενός από τα συστατικά, το αδιάλυτο υπόλειμμα ζυγίζεται και η αναλογία του διαλυτού συστατικού υπαλογίζεται από την απώλεια της μάζας. Στο παρόν, δίδονται κοινές πληροφορίες της ανάλυσης βάσει αυτής της μεθόδου, οι οποίες ισχύουν για τα μείγματα ινών που εξετάζονται στο παρόν παράρτημα οποιαδήποτε κι αν είναι η σύνθεσή τους. Ως εκ τούτου, το παρόν πρέπει να χρησιμοποιείται σε συνδυασμό με τα επόμενα ξεχωριστά τμήματα, τα οποία περιέχουν τις λεπτομερείς μεθόδους που πρέπει να εφαρμόζονται σε μείγματα ειδικών ινών. Μπορεί ορισμένες χημικές αναλύσεις να βασίζονται σε μια αρχή διάφορη από αυτή της εκλεκτικής διαλυτότητας. Σε αυτή την περίπτωση πλήρεις λεπτομέρειες παρέχονται στο αντίστοιχο μέρος της εφαρμοστέας μεθόδου.

Τα μείγματα ινών τα οποία χρησιμοποιούνται κατά την κατασκευή υφανσίμων προϊόντων και σε μικρότερο βαθμό, αυτά τα οποία βρίσκονται σε τελειωμένα προϊόντα, περιέχουν συχνά υλικά μη ινώδη όπως λίπη, κηρούς ή πρόσθετα ή προϊόντα υδατοδιαλυτά τα οποία δύνανται να έχουν φυσική προέλευση ή να έχουν προστεθεί για να διευκολύνουν την παραγωγή. Τα μη ινώδη υλικά πρέπει να αφαιρεθούν πριν από την ανάλυση. Αυτή είναι η αιτία για την οποία περιγράφεται παράλληλα μια μέθοδος προκατεργασίας η οποία επιτρέπει να απομακρύνονται στην πλειονότητα των περιπτώσεων τα έλαια, τα λίπη, οι κηροί και τα υδατοδιαλυτικά προϊόντα.

Εξάλλου, τα υφάσματα δύνανται να περιέχουν ρητίνες ή άλλα υλικά προστιθέμενα με σκοπό να προσδώσουν ιδιαίτερες ιδιότητες στα υφάσματα. Τέτοια υλικά, συμπεριλαμβανομένων των χρωστικών σε ορισμένες εξαιρετικές περιπτώσεις, δύνανται να τροποποιήσουν τη δράση του αντιδραστήριου επί του διαλυτού συστατικού και επιπλέον να απομακρυνθούν μερικώς ή ολικώς από τα αντιδραστήρια. Αυτά τα προστιθέμενα υλικά δύνανται, ως εκ τούτου να προξενήσουν σφάλματα και πρέπει να απομακρύνονται πριν από την ανάλυση του δείγματος. Στην περίπτωση όπου η απομάκρυνση αυτή είναι αδύνατη, οι μέθοδοι ποσοτικής ανάλυσης οι οποίες περιγράφονται σε αυτό το παράρτημα δεν είναι πλέον εφαρμόσιμες.

Η χρωστική η οποία υπάρχει στις βαμμένες ίνες θεωρείται αναπόσπαστο μέρος της ίνας και δεν απομακρύνεται.

Οι αναλύσεις αυτές πραγματοποιούνται επί τη βάση της ανύδρου μάζας και παρέχεται μια μέθοδος για τον προσδιορισμό της.

Το αποτέλεσμα εκφράζεται εφαρμόζοντας για τη μάζα κάθε ίνας σε ξηρά κατάσταση τους συμβατικούς συντελεστές που δεικνύονται στο παράρτημα ΙΙ της οδηγίας 96/74/ΕΚ του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου και του Συμβουλίου, της 16ης Δεκεμβρίου 1996, περί των ονομασιών των υφανσίμων.

Οι ίνες που υπάρχουν στο μείγμα πρέπει να αναγνωρισθούν πριν να γίνουν οι αναλύσεις. Σε ορισμένες χημικές μεθόδους, το αδιάλυτο μέρος των συστατικών ενός μείγματος δύνανται να διαλυτοποιείται μερικώς από το αντιδραστήριο το οποίο χρησιμοποιείται για να διαλύσει το διαλυτό συστατικό. Κάθε φορά που τούτο είναι δυνατόν, εκλέγονται αντιδραστήρια που έχουν ασθενή ή/και καμία επίδραση επί των αδιάλυτων ινών. Είναι γνωστό ότι μια απώλεια μάζας παρουσιάζεται κατά την ανάλυση, και το αποτέλεσμα πρέπει να διορθώνεται. Γι' αυτό το σκοπό παρέχονται συντελεστές διορθώσεως. Οι συντελεστές αυτοί έχουν προσδιορισθεί σε διάφορα εργαστήρια διά κατεργασίας με το κατάλληλο αντιδραστήριο, όπως καθορίζεται στη μέθοδο ανάλυσεως, των ινών που έχουν καθοριστεί κατά την προκατεργασία. Οι συντελεστές αυτοί διορθώσεως εφαρμόζονται μόνο για κανονικές ίνες ενώ αν οι ίνες έχουν αποικοδομηθεί πριν ή κατά τη διάρκεια της κατεργασίας μπορεί να χρειάζονται διαφορετικοί συντελεστές διορθώσεως. Οι προτεινόμενες χημικές μέθοδοι εφαρμόζονται σε ανεξάρτητες αναλύσεις. Πρέπει να πραγματοποιούνται τουλάχιστον δύο αναλύσεις σε χωριστά δοκίμια όσον αφορά τόσο τη μέθοδο του διαχωρισμού με το χέρι όσο και τη μέθοδο του χημικού διαχωρισμού. Σε περιπτώσεις αμφιβολίας, εκτός αν είναι τεχνικά αδύνατο, πρέπει να πραγματοποιείται μια άλλη ανάλυση, χρησιμοποιώντας μέθοδο που επιτρέπει τη διάλυση της ίνας που με την πρώτη μέθοδο παραμένει σαν υπόλειμμα.

Ι. ΓΕΝΙΚΕΣ ΟΔΗΓΙΕΣ ΕΠΙ ΤΩΝ ΜΕΘΩΝ ΠΟΣΟΤΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΕΩΣ ΤΩΝ ΜΕΙΓΜΑΤΩΝ ΥΦΑΝΣΙΜΩΝ ΙΝΩΝ

Πληροφορίες κοινές για τις μεθόδους οι οποίες εφαρμόζονται για την ποσοτική χημική ανάλυση των μειγμάτων των υφανσίμων ινών.

I.1. Πεδίο εφαρμογής

Στο πεδίο εφαρμογής κάθε μεθόδου σημειώνεται σε ποιες ίνες είναι εφαρμόσιμη η μέθοδος αυτή.

I.2. Αρχή

Αφού έχουν προσδιορισθεί τα συστατικά ενός μείγματος, αφαιρούνται καταρχάς τα υλικά τα μη ινώδη με μια κατάλληλη προκατεργασία, έπειτα το ένα από τα συστατικά, συνήθως με εκλεκτική διαλυτοποίηση⁽¹⁾. Ζυγίζεται το αδιάλυτο υπόλειμμα και υπολογίζεται η αναλογία του διαλυτού συστατικού από την απώλεια της μάζας. Εκτός τεχνικών δυσκολιών, είναι προτιμότερο να διαλύεται η ίνα η οποία βρίσκεται σε μεγαλύτερη αναλογία, για να λαμβάνεται σαν υπόλειμμα η ίνα η οποία βρίσκεται σε μικρότερη αναλογία.

I.3. Αναγκαίο υλικό**I.3.1. Εξοπλισμός**

I.3.1.1. Χωνευτήρια διηθήσεως και φιάλες ζυγίσεως που επιτρέπουν την ενσωμάτωση των χωνευτηρίων ή κάθε άλλος εξοπλισμός ο οποίος δίνει ταυτόσημα αποτελέσματα.

I.3.1.2. Φιάλη κενού.

I.3.1.3. Ξηραντήρας περιέχων silica gel κεχωρισμένο με ένα δείκτη.

I.3.1.4. Πυριαντήριο με κυκλοφορία αέρος για την ξήρανση των δοκιμών σε $150^{\circ} \pm 3^{\circ} \text{C}$.

I.3.1.5. Αναλυτικός ζυγός ακριβείας 0,0002 γραμμαρίων.

I.3.1.6. Συσκευή εκχυλίστως Soxhlet ή εξοπλισμός ο οποίος δίνει ταυτόσημο αποτέλεσμα.

I.3.2. Αντιδραστήρια

I.3.2.1. Πετρελαϊκός αιθέρας διασπασταγμένος ζέων μεταξύ 40°C και 60°C .

I.3.2.2. Τα άλλα αντιδραστήρια μνημονεύονται στα οικεία μέρη της μεθόδου. Όλα τα αντιδραστήρια τα οποία χρησιμοποιούνται πρέπει να είναι χημικώς καθαρά.

I.3.2.3. Νερό απεσταγμένο ή απιονισμένο.

I.4. Συνθήκες κλιματισμού και δοκιμής

Επειδή προσδιορίζονται άνυδρες μάζες δεν είναι αναγκαίο τα δοκίμια να κλιματίζονται ούτε να γίνονται οι αναλύσεις σε κλιματισμένο χώρο.

I.5. Δείγμα δοκιμής

Λαμβάνεται δείγμα δοκιμής αντιπροσωπευτικό του συνολικού δείγματος για το εργαστήριο και επαρκές για να δώσει όλα τα αναγκαία δοκίμια μάζας τουλάχιστον ενός γραμμαρίου το καθένα.

I.6. Προκατεργασία του δείγματος δοκιμής⁽²⁾

Αν παρουσιάζεται ένα στοιχείο, το οποίο δεν υπεισέρχεται στον υπολογισμό των εκατοστιαίων αναλογιών (άρθρο 12 παράγραφος 3 της οδηγίας 96/74/ΕΚ του Ευρωπαϊκού Κοινοβουλίου που του Συμβουλίου, της 16ης Δεκεμβρίου 1996, περί των ονομασιών των υφανσίμων), πρέπει να απομακρύνεται πρώτα με μια κατάλληλη μέθοδο η οποία δεν έχει επίδραση σε κανένα από τα ινώδη συστατικά.

Για το σκοπό αυτό τα μη ινώδη υλικά που μπορούν να εκχυλισθούν με πετρελαϊκό αιθέρα και με νερό απομακρύνονται με κατεργασία του ξηρανθέντος δείγματος δοκιμής στη συσκευή Soxhlet, με ελαφρό πετρελαϊκό αιθέρα επί μια ώρα και με ρυθμό 6 κύκλους ανά ώρα. Εξατμίζεται ο

(¹) Η μέθοδος αριθ. 12 αποτελεί εξαίρεση. Βασίζεται στον ποσοτικό προσδιορισμό ενός στοιχείου το οποίο αποτελεί συστατικό μέρος ενός εκ των δύο συστατικών.

(²) Βλέπε παράρτημα I.1.

πετρελαϊκός αιθέρας του δείγματος, το οποίο στη συνέχεια εκχυλίζεται με απευθείας κατεργασία η οποία συνίσταται στη διαβροχή του δοκιμίου με νερό στη θερμοκρασία περιβάλλοντος επί μία ώρα και ακολούθως στη διαβροχή του με νερό στους $65 \pm 5^\circ \text{C}$ επί μία ώρα επιπλέον αναδεύοντας κατά διαστήματα. Αναλογία υγρού: δοκιμίου 100 : 1. Απομακρύνεται η περίσσεια του νερού του δείγματος διά πίεσης, εφαρμογής κενού ή φυγοκεντρίσεως και αφήνεται στη συνέχεια το δείγμα να ξηραθεί στον αέρα.

Στην περίπτωση κατά την οποία οι μη ινώδεις ύλες δεν δύνανται να εκχυλισθούν με τον πετρελαϊκό αιθέρα και το νερό, πρέπει για την απομακρυνσή τους να αντικατασταθεί η μέθοδος του νερού, η οποία περιγράφεται ανωτέρω, με την κατάλληλη μέθοδο η οποία δεν αλλοιώνει ουσιαστικά κανένα από τα ινώδη συστατικά. Εντούτοις για ορισμένες φυσικές φυτικές ακατέργαστες ίνες (γιούτα, κοκό, παραδείγματος χάρη) πρέπει να σημειωθεί ότι η κανονική προκατεργασία με πετρελαϊκό αιθέρα και νερό δεν απομακρύνει όλες τις μη ινώδεις φυσικές ουσίες· παρά ταύτα δεν εφαρμόζονται συμπληρωματικές προκατεργασίες, εφόσον το δείγμα δεν περιέχει ύλες επεξεργασίας αδιάλυτες σε πετρελαϊκό αιθέρα και νερό.

Στις εκθέσεις της ανάλυσης, θα πρέπει να περιγράφονται κατά λεπτομερή τρόπο οι μέθοδοι προκατεργασίας που χρησιμοποιήθηκαν.

1.7 Διαδικασία της ανάλυσης

1.7.1. Γενικές οδηγίες

1.7.1.1. Ξήρανση

Όλες οι ξηράσεις πραγματοποιούνται για χρονικό διάστημα που δεν είναι κατώτερο των τεσσάρων ωρών ούτε ανώτερο των 16 ωρών, σε $105 \pm 3^\circ \text{C}$ και σε πυριαντήριο με κυκλοφορία αέρος και του οποίου η πόρτα είναι κλειστή καθ' όλη τη διάρκεια της ξηράσεως. Αν η διάρκεια της ξηράσεως είναι μικρότερη από 14 ώρες το δοκίμιο πρέπει να ζυγίζεται για να ελέγχεται αν έχει ληφθεί μια σταθερή μάζα. Τούτο θα θεωρηθεί ότι έχει επιτευχθεί όταν η μεταβολή της μάζας, μετά από μια νέα ξήρανση 60 λεπτών, θα είναι κατώτερη από 0,05 %.

Πρέπει να αποφεύγεται ο χειρισμός των χωνευτηρίων των φιαλιδίων ζυγίσεως, των δοκιμών ή των υπολειμμάτων με γυμνά τα χέρια κατά τη διάρκεια των διαδικασιών της ξηράσεως, της ψύξεως και της ζυγίσεως.

Ξηραίνονται τα δοκίμια σε φιαλίδια ζυγίσεως των οποίων το πάμα τοποθετείται πλησίον. Μετά την ξήρανση, κλείνεται ερμητικά το προς ζύγιση φιαλίδιο πριν απομακρυνθεί από το πυριαντήριο και τοποθετείται γρήγορα στον ξηραντήρα.

Ξηραίνεται στο πυριαντήριο το χωνευτήριο διηθήσεως τοποθετημένο σε ένα φιαλίδιο ζυγίσεως με το πάμα του πλησίον. Μετά την ξήρανση πωματίζεται το φιαλίδιο ζυγίσεως και μεταφερέται ταχέως σε έναν ξηραντήρα.

Στην περίπτωση όπου χρησιμοποιείται μια άλλη συσκευή από το χωνευτήριο διηθήσεως πρέπει να ξηραθεί στο πυριαντήριο κατά τέτοιο τρόπο ώστε να προσδιορίζεται η ξηρά μάζα των ινών χωρίς απώλεια.

1.7.1.2. Ψύξη

Διεξάγονται όλες οι διαδικασίες της ψύξεως στον ξηραντήρα ο οποίος τοποθετείται πλησίον του ζυγού, κατά τη διάρκεια μιας περιόδου επαρκούς για να επιτευχθεί πλήρης ψύξη των φιαλιδίων ζυγίσεως, σε όλες όμως τις περιπτώσεις για διάρκεια η οποία να μην είναι κατώτερη.

1.7.1.3. Ζύγιση

Μετά την ψύξη ζυγίζεται το φιαλίδιο ζυγίσεως εντός δύο λεπτών, από της απομακρύνσεως από τον ξηραντήρα. Ακρίβεια ζυγίσεως 0,0002 γραμμαρίων περίπου.

1.7.2. Τρόπος εργασίας

Λαμβάνεται από το προκατεργασμένο εργαστηριακό δείγμα δοκιμής ένα δοκίμιο μάζας τουλάχιστον 1 γραμμαρίου. Τα νήματα ή το ύφασμα κόπτονται σε τεμάχια περίπου 10 χιλιοστών μήκους τα οποία αποσυντίθενται όσον είναι δυνατόν. Ξηραίνεται το δοκίμιο σ' ένα φιαλίδιο ζυγίσεως, ψύχεται σε ένα ξηραντήρα και ζυγίζεται. Μεταφέρεται το δοκίμιο σε ειδικό υάλινο περιέκτη ο οποίος αναφέρεται στο αντίστοιχο μέρος της σχετικής κοινοτικής μεθόδου, ξαναζυγίζεται το φιαλίδιο ζυγίσεως αμέσως μετά και υπολογίζεται η «άνυδρη μάζα του δοκιμίου» από τη διαφορά. Η διαδικασία της ανάλυσης συμπληρώνεται κατά τον τρόπο που αναφέρεται στο οικείο μέρος της εφαρμοζόμενης μεθόδου. Εξετάζεται στο μικροσκόπιο το υπόλειμμα για να εξακριβωθεί αν μετά την κατεργασία έχει απομακρυνθεί πλήρως η διαλυτή ίνα.

1.8. Υπολογισμός και έκφραση των αποτελεσμάτων

Εκφράζεται η μάζα του αδιάλυτου συστατικού ως η εκατοστιαία αναλογία, επί της ολικής μάζας των ινών οι οποίες υπάρχουν στο μείγμα. Η εκατοστιαία αναλογία του διαλυτού συστατικού βρίσκεται από τη διαφορά. Τα αποτελέσματα υπολογίζονται επί της μάζας των καθαρών ινών σε ξηρά κατάσταση επί της οποίας έχουν εφαρμοσθεί, αφενός μεν, οι σχετικοί συντελεστές ανατήσεως και αφετέρου, οι απαραίτητοι συντελεστές διορθώσεως που απαιτούνται για τον υπολογισμό της απώλειας της ύλης κατά την προκατεργασία και την ανάλυση. Οι υπολογισμοί γίνονται εφαρμόζοντας τον τύπο που δίνεται στο σημείο 1.8.2.

- I.8.1. Υπολογισμός της εκατοστιαίας αναλογίας του αδιαλύτου, ξηρού και καθαρού συστατικού, μη λαμβανομένης υπόψη της απώλειας της μάζας την οποία υφίστανται οι ίνες κατά την προκατεργασία.

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

όπου

P_1 είναι η εκατοστιαία αναλογία του αδιαλύτου, ξηρού και καθαρού συστατικού

m είναι η μάζα του δοκιμίου σε ξηρά κατάσταση μετά την προκατεργασία

r είναι η μάζα του υπολείμματος σε ξηρή κατάσταση

d είναι ο συντελεστής διορθώσεως που αντιστοιχεί στην απώλεια μάζας του αδιαλύτου στο αντιδραστήριο συστατικού κατά την ανάλυση.

Οι κατάλληλες τιμές του « d » δίνονται στα οικεία μέρη του κειμένου κάθε μεθόδου. Βέβαια αυτές οι τιμές του « d » είναι οι κανονικές τιμές οι οποίες δεν έχουν αποικοδομηθεί χημικά.

- I.8.2. Υπολογισμός της εκατοστιαίας αναλογίας της μάζας του αδιαλύτου συστατικού μετά την εφαρμογή των συντελεστών ανακτήσεως και των ενδεχομένων συντελεστών διορθώσεως όπου προβλέπονται από την απώλεια μάζας κατά την προκατεργασία.

$$P_1A \% = \frac{100 P_1 \left(1 + \frac{\alpha_1 + \beta_1}{100} \right)}{P_1 \left(1 + \frac{\alpha_1 + \beta_1}{100} \right) + (100 - P_1) \left(1 + \frac{\alpha_2 + \beta_2}{100} \right)}$$

όπου

P_1A είναι η εκατοστιαία περιεκτικότητα του αδιαλύτου συστατικού υπολογιζόμενη από το συμβατικό συντελεστή ανακτήσεως και την απώλεια της μάζας η οποία επέρχεται κατά την προκατεργασία

P_1 είναι η εκατοστιαία περιεκτικότητα του αδιαλύτου ξηρού και καθαρού συστατικού υπολογιζόμενη με τον τύπο που εμφανίζεται στο σημείο I.8.1

α_1 είναι ο συμβατικός συντελεστής του αδιαλύτου συστατικού (παράρτημα II της οδηγίας «ονομασίες υφανσίμων»)

α_2 είναι ο συμβατικός συντελεστής του διαλυτού συστατικού (παράρτημα II της οδηγίας «ονομασίες υφανσίμων»)

β_1 είναι η απώλεια της εκατοστιαίας αναλογίας του αδιαλύτου συστατικού η οποία επέρχεται κατά την προκατεργασία

β_2 είναι η απώλεια της εκατοστιαίας αναλογίας του διαλυτού συστατικού η οποία επέρχεται κατά την προκατεργασία

Η εκατοστιαία αναλογία του δευτέρου συστατικού (P_2A) είναι ίση με $100 - P_1A$.

Στην περίπτωση που χρησιμοποιείται μια ειδική προκατεργασία οι τιμές β_1 και β_2 πρέπει να προσδιορίζονται αν είναι δυνατόν, υποβάλλοντας καθεμία από τις καθαρές συστατικές ίνες στην προκατεργασία την εφαρμοζόμενη κατά την ανάλυση. Ως καθαρές ίνες πρέπει να εννοούνται οι ίνες οι απαλλαγμένες από όλες τις μη ινώδεις ύλες, εξαιρέσει εκείνων που περιέχονται κανονικά (από τη φύση τους ή από τη βιομηχανική επεξεργασία), στην κατάσταση (αλεύκαστο, λευκασμένο) την οποία αυτές βρίσκονται στο προϊόν το οποίο πρόκειται να αναλυθεί.

Στην περίπτωση που δεν χρησιμοποιούνται καθαρές συστατικές ίνες κατά τη βιομηχανοποίηση του υλικού που πρέπει να αναλυθεί, θα πρέπει να χρησιμοποιούνται οι μέσες τιμές των β_1 και β_2 όπως αυτές προκύπτουν κατά τις δοκιμές που διεξάγονται σε καθαρές ίνες όμοιες με εκείνες του υπό εξέταση δείγματος.

Αν εφαρμόζεται η κανονική προκατεργασία δι' εκχυλίσεως σε πετρελαϊκό αιθέρα και νερό, είναι δυνατό να αγνοηθούν οι συντελεστές διορθώσεως β_1 και β_2 , εκτός της περιπτώσεως του αλευκάστου βάμβακος, του αλευκάστου λίνου και της αλευκάστου κανάβεως, όπου είναι παραδεκτό συμβατικώς ότι η απώλεια που οφείλεται στην προκατεργασία είναι ίση με 4 % και στην περίπτωση του πολυπροπυλενίου όπου είναι παραδεκτό συμβατικώς ότι είναι ίση με 1 %.

Στην περίπτωση άλλων ινών, είναι συμβατικώς παραδεκτό να μην υπολογίζεται στους υπολογισμούς η απώλεια κατά την προκατεργασία.

- II. ΜΕΘΟΔΟΣ ΠΟΣΟΤΙΚΗΣ ΑΝΑΛΥΣΕΩΣ ΔΙΑΧΩΡΙΣΜΟΥ ΜΕ ΤΟ ΧΕΡΙ**
- II.1. Πεδίο εφαρμογής**
Η μέθοδος εφαρμόζεται σε υφάνιμες ίνες οιαδήποτε κι αν είναι η φύση τους υπό την προϋπόθεση ότι δεν σχηματίζουν ένα ομοιογενές μείγμα και ότι είναι δυνατό να διαχωρισθούν με το χέρι.
- II.2. Αρχή**
Αφού έχουν προσδιορισθεί τα συστατικά του υφανσίμου, αφαιρούνται καταρχήν τα μη ινώδη υλικά με μια κατάλληλη προκατεργασία κατόπιν διαχωρίζονται οι ίνες με το χέρι, ξηραίνονται και ζυγίζονται για να υπολογισθεί η αναλογία καθεμιάς ίνας στο μείγμα.
- II.3. Αναγκαίο υλικό**
- II.3.1. Φιαλίδιο ζυγίσεως ή κάθε άλλη συσκευή που δίνει τα ίδια αποτελέσματα.
- II.3.2. Ξηραντήρας, περιέχων silica gel χρωματισμένο με ένα δείκτη.
- II.3.3. Πυριαντήριο με κυκλοφορία αέρος για την ξήρανση των δοκιμών στους $105 \pm 3^\circ \text{C}$.
- II.3.4. Αναλυτικός ζυγός ευαισθησίας 0,0002 γραμμαρίων.
- II.3.5. Συσκευή εκχυλίσσεως Soxhlet ή άλλη συσκευή η οποία δίνει ίδιο αποτέλεσμα.
- II.3.6. Βελόνα.
- II.3.7. Στρεψόμετρο ή όμοια συσκευή.
- II.4. Αντιδραστήρια**
- II.4.1. Πετρελαϊκός αιθέρας διασπασταγμένος ζέων μεταξύ 40 και 60°C .
- II.4.2. Νερό απεσταγμένο ή απιονισμένο.
- II.5. Συνθήκες κλιματισμού και αναλύσεως**
Βλέπε σημείο I.4.
- II.6. Εργαστηριακό δείγμα δοκιμής**
Βλέπε σημείο I.5.
- II.7. Προκατεργασία του δείγματος δοκιμής**
Βλέπε σημείο I.6.
- II.8. Διαδικασία της αναλύσεως**
- II.8.1. *Ανάλυση του νήματος*
Λαμβάνεται από το προκατεργασμένο δείγμα δοκιμής ένα δοκίμιο μάζας τουλάχιστον 1 γραμμαρίου. Στην περίπτωση ενός νήματος πολύ λεπτού, η ανάλυση δύναται να πραγματοποιείται επί ενός μήκους τουλάχιστον 30 μέτρων όποια κι αν είναι η μάζα του.
Κόπτεται το νήμα σε τεμάχια καταλλήλου μήκους και ξεχωρίζουν οι ίνες μεταξύ τους με μια βελόνα κι αν είναι αναγκαίο με στρεψόμετρο. Οι αποχωρισθείσες ίνες τοποθετούνται σε προζυγισμένα φιαλίδια και ξηραίνονται στους $105 \pm 3^\circ \text{C}$ μέχρι επιτεύξεως σταθερού βάρους όπως περιγράφεται στα σημεία I.7.1 και I.7.2.
- II.8.2. *Ανάλυση υφάσματος*
Λαμβάνεται από το προκατεργασμένο δείγμα δοκιμής ένα δοκίμιο μάζας τουλάχιστον 1 γραμμάριον, εκτός της ούγκιας, με τα άκρα κομμένα με προσοχή, χωρίς ξέφτια και παράλληλα προς τα νήματα του στημονιού και του υφιδιού ή στην περίπτωση πλεκτού υφάσματος παράλληλα προς τις σειρές και τις θηλιές. Διαχωρίζονται τα διαφόρου φύσεως νήματα, συλλέγονται στα προζυγισμένα φιαλίδια ζυγίσεως και ακολουθείται η μέθοδος όπως περιγράφεται στο σημείο II.8.1.

Π.9. Υπολογισμός και έκφραση των αποτελεσμάτων

Εκφράζεται η μάζα καθενός εκ των συστατικών ως η εκατοστιαία αναλογία της ολικής μάζας των ινών που βρίσκονται στο μείγμα. Υπολογίζονται τα αποτελέσματα επί της μάζας των καθαρών ινών σε ξηρή κατάσταση υπολογισμένα, αφενός μεν, με τους συμβατικούς συντελεστές και, αφετέρου, με τους συντελεστές διορθώσεως που απαιτούνται για τον υπολογισμό της απώλειας της ύλης κατά την προκατεργασία.

Π.9.1. Υπολογισμός των εκατοστιαίων αναλογιών των ξηρών και καθαρών μαζών των ινών μη υπολογιζόμενης της απώλειας της μάζας των ινών η όποια γίνεται κατά την προκατεργασία.

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

όπου

P_1 είναι η εκατοστιαία αναλογία του πρώτου συστατικού ξηρού και καθαρού·

m_1 είναι η ξηρή και καθαρή μάζα του πρώτου συστατικού·

m_2 είναι η ξηρή και καθαρή μάζα του δευτέρου συστατικού.

Π.9.2. Υπολογίζεται η εκατοστιαία αναλογία καθενός από τα συστατικά αφού έχουν εφαρμοσθεί οι συμβατικοί συντελεστές και οι ενδεχόμενοι συντελεστές διορθώσεως οι οποίοι υπολογίζουν τις απώλειες της μάζας οι οποίες γίνονται κατά την προκατεργασία: βλέπε σημείο I.8.2.

ΠΙ.1. Ακρίβεια των μεθόδων

Η σημειούμενη ακρίβεια σε καθεμία από τις μεθόδους σχετίζεται με την αναπαραγωγιμότητα.

Η αναπαραγωγιμότητα αναφέρεται στη σταθερότητα δηλαδή εφαρμόζοντας την ίδια μέθοδο και λαμβάνοντας ξεχωριστά αποτελέσματα σε δοκίμια ενός και του αυτού σταθερού μείγματος, να συμφωνούν οι λαμβανόμενες πειραματικές τιμές που έγιναν σε διαφορετικά εργαστήρια ή σε διαφορετικούς χρόνους.

Η αναπαραγωγιμότητα εκφράζεται διά των ορίων εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

Διά του ανωτέρω νοείται η διαφορά μεταξύ δύο αποτελεσμάτων η οποία, σε μια σειρά αναλύσεων που γίνονται σε διαφορετικά εργαστήρια, μπορεί να ξεπεράσει τα όρια μόνο σε πέντε από τις εκατό περιπτώσεις όταν εφαρμόζεται κανονικά και ορθά η μέθοδος σ' ένα και το αυτό σταθερό μείγμα.

ΠΙ.2. Έκθεση ανάλυσεως

ΠΙ.2.1. Αναφέρεται ότι η ανάλυση πραγματοποιήθηκε σύμφωνα με την παρούσα μέθοδο.

ΠΙ.2.2. Δίνονται λεπτομερείς πληροφορίες σχετικά με τις ειδικές προκατεργασίες (βλέπε σημείο I.6).

ΠΙ.2.3. Δίνονται τα επιμέρους αποτελέσματα καθώς και η μέση αριθμητική τιμή με ακρίβεια πρώτου δεκαδικού ψηφίου.

2. ΙΔΙΑΙΤΕΡΕΣ ΜΕΘΟΔΟΙ — ΣΥΓΚΕΝΤΡΩΤΙΚΟΣ ΠΙΝΑΚΑΣ

Μέθοδος	Πεδίο εφαρμογής		Αντιδραστήρια
αριθ. 1	οξεικές ίνες	ορισμένες άλλες ίνες	ακετόνη
αριθ. 2	ορισμένες πρωτεϊνικές ίνες	ορισμένες άλλες ίνες	υποχλωριώδες άλας
αριθ. 3	βισκόζη, ίνες χαλκαμμωνίας ή ορισμένοι τύποι μοντάλ	βαμβάκι	μυρμηκικό οξύ και χλωριούχος ψευδάργυρος
αριθ. 4	πολυαμίδιο ή νάιλον	ορισμένες άλλες ίνες	μυρμηκικό οξύ, 80 % m/m
αριθ. 5	οξεικές ίνες	τριοξεικές ίνες	βενζυλική αλκοόλη
αριθ. 6	τριοξεικές ίνες	ορισμένες άλλες ίνες	διχλωρομεθάνιο
αριθ. 7	ορισμένες ίνες κυτταρίνης	πολυεστερικές ίνες	θειικό οξύ 75 % m/m
αριθ. 8	ακρυλικές ορισμένες μοντακρυλικές ή ορισμένες χλωριούχες	ορισμένες άλλες ίνες	διμεθυλοφορμαμίδιο
αριθ. 9	ορισμένες χλωριούχες	ορισμένες άλλες ίνες	διθειάνθρακας/ακετόνη 55,5/44,5 v/v
αριθ. 10	οξεικές ίνες	ορισμένες χλωριούχες	Παγόμορφο οξεικό οξύ
αριθ. 11	μέταξα	μαλλί ή τρίχες	θειικό οξύ 75 % m/m
αριθ. 12	γιούτα	ορισμένες ίνες ζωικής προέλευσης	μέθοδος δια ποσοτικού υπολογισμού του αζώτου
αριθ. 13	πολυροπυλένιο	ορισμένες άλλες ίνες	ξυλένιο
αριθ. 14	χλωριούχες (βάσει ομοιοπολυμερούς χλωριούχου βινυλίου)	ορισμένες άλλες ίνες	πυκνό θειικό οξύ
αριθ. 15	χλωριούχες ορισμένες μοντακρυλικές ίνες, ορισμένες ίνες ελαστομερούς πολυουρεθάνης, οξεικές, τριοξεικές ίνες	ορισμένες άλλες ίνες	κυκλοεξανόνη

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 1

ΟΞΕΙΚΕΣ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος ακετόνης)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η παρούσα μέθοδος εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες σε διμερή μείγματα από:

1. οξεικές ίνες (19)

με

2. μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), μέταξα (4), βαμβάκι (5), λίνο (7), κάνναβι (8), γιούτα (9), άμπακα (10), άλφα (11), κοΐφ (12), σπαρτόινα (13), ραμί (14), σιζάλ (15), ίνες χαλκαμμωνίας (21), μοντάλ (22), πρωτεϊνικές ίνες (23), βισκόζη (25), ακρυλικές ίνες (26), πολυαμιδικές ή νάιλον (30), και πολυεστερικές (31).

Σε καμιά περίπτωση δεν εφαρμόζεται η μέθοδος αυτή στην οξεική κυτταρίνη την επιφανειακά αποακετυλιωμένη.

2. ΑΡΧΗ

Οι ίνες της οξεικής κυτταρίνης διαλύονται με ακετόνη από μια γνωστή ξηρή μάζα του μείγματος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, πλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται, αν απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό αναλογία της ξηρής οξεικής κυτταρίνης βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

Κωνικές φιάλες χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πόμα.

3.2. Αντιδραστήριο

Ακετόνη.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία η περιγραφόμενη στις γενικές οδηγίες και εν συνεχεία εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται σε κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πόμα και προστίθενται 100 χιλιοστόλιτρα ακετόνης ανά γραμμάριο δοκιμίου. Αναταράσσεται η φιάλη και αφήνεται 30 λεπτά στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος ανακινώντας την, αποχύνεται εν συνεχεία το υγρό μέσω ενός προζυγισμένου χωνευτηρίου διηθήσεως.

Επαναλαμβάνεται αυτή η κατεργασία άλλες δύο φορές (τρεις εκχυλίσεις εν συνόλω), αλλά μόνο για 15 λεπτά κάθε φορά, έτσι ώστε ο συνολικός χρόνος κατεργασίας με ακετόνη να είναι διαρκείας μιας ώρας. Μετατρέπεται το υπόλειμμα στο χωνευτήριο διηθήσεως. Εκπλύνεται το υπόλειμμα που βρίσκεται στο χωνευτήριο διηθήσεως με ακετόνη και με τη βοήθεια κενού. Πληρούται εκ νέου το χωνευτήριο με ακετόνη και αφήνεται να διέλθει το υγρό λόγω της βαρύτητας.

Τελικά απομακρύνεται το υγρό με τη βοήθεια κενού, το χωνευτήριο και το υπόλειμμα ξηραίνονται, ψύχονται και ζυγίζονται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του «d» είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα του ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 2

ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΠΡΩΤΕΪΝΙΚΕΣ ΙΝΕΣ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος υποχλωριώδους άλατος)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται, μετά την απομάκρυνση των μη ινωδών υλών, στα διμερή μείγματα από:

1. ορισμένες πρωτεϊνικές ίνες: μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), μέταξα (4), πρωτεϊνικές ίνες (23) και
2. βαμβάκι (5), ίνες χαλκαμμωνίας (21), μοντάλ (22), βισκόζη (25), ακρυλικές ίνες (26), χλωριόινες (27), πολυαμίδιο ή νάλον (30), πολυεστερικές (31), πολυπροπυλενικές ίνες (33), ελαστομερής πολυουρεθάνη (39) και ίνες υάλου (40).

2. ΑΡΧΗ

Οι πρωτεϊνικές ίνες από μια γνωστή ξηρή μάζα του μείγματος διαλύονται με τη βοήθεια διαλύματος υποχλωριώδους άλατος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και στη συνέχεια ζυγίζεται. Η μάζα του — διορθωμένη αν χρειάζεται — εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό αναλογία των ξηρών πρωτεϊνικών ινών λαμβάνεται από τη διαφορά.

Για την παρασκευή του διαλύματος υποχλωριώδους άλατος είναι δυνατόν να χρησιμοποιηθεί υποχλωριώδες λίθιο ή υποχλωριώδες νάτριο.

Το υποχλωριώδες λίθιο ενδείκνυται στις περιπτώσεις που ο αριθμός των αναλύσεων είναι μικρός ή όταν οι αναλύσεις πραγματοποιούνται σε αρκετά μεγάλα χρονικά διαστήματα. Πραγματικά το στερεό υποχλωριώδες λίθιο παρουσιάζει, αντίθετα με το υποχλωριώδες νάτριο, σταθερή ουσιαστικά περιεκτικότητα σε υποχλωριώδες άλας. Αν αυτή είναι γνωστή, δεν είναι πια αναγκαίος ο έλεγχός της με ιωδομετρία πριν από κάθε ανάλυση και είναι δυνατόν να εργαστεί κανείς με σταθερές ποσότητες υποχλωριώδους λιθίου.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

- i) κωνικές φιάλες χωρητικότητας 250 χιλιοστόλιτρων με πώμα εσμιρισμένης υάλου,
- ii) θερμοστάτης ρυθμιζόμενος στη θερμοκρασία των 20 (± 2) °C.

3.2. Αντιδραστήρια

- i) Αντιδραστήριο με βάση υποχλωριώδες άλας

α) Διάλυμα υποχλωριώδους λιθίου

Το αντιδραστήριο αυτό συνίσταται από πρόσφατα παρασκευασθέν διάλυμα, με περιεκτικότητα 35 (± 2) γραμμάρια ανά λίτρο σε ενεργό χλώριο (περίπου 1 M), στο οποίο προστίθεται καυστικό νάτριο που έχει προηγουμένως διαλυθεί σε αναλογία 5 ($\pm 0,5$) γραμμαρίων ανά λίτρο. Για την παρασκευή του διαλύματος, διαλύονται 100 γραμμάρια υποχλωριώδους λιθίου με περιεκτικότητα 35 % σε ενεργό χλώριο (ή 115 γραμμάρια με περιεκτικότητα σε ενεργό χλώριο 30 %) σε περίπου 700 χιλιοστόλιτρα αποσταγμένου νερού. Προστίθενται 5 γραμμάρια καυστικού νατρίου διαλυμένου σε περίπου 200 χιλιοστόλιτρα αποσταγμένου νερού και συμπληρώνεται ο όγκος έως το 1 λίτρο με αποσταγμένο νερό. Δεν είναι αναγκαίο να ελεγχθεί με ιωδομετρία αυτό το πρόσφατα παρασκευασθέν διάλυμα.

β) Διάλυμα υποχλωριώδους νατρίου

Το διάλυμα αυτό συνίσταται από πρόσφατα παρασκευασθέν διάλυμα με περιεκτικότητα 35 (± 2) γραμμάρια ανά λίτρο σε ενεργό χλώριο (περίπου 1 M), στο οποίο προστίθεται καυστικό νάτριο, που έχει προηγουμένως διαλυθεί, σε αναλογία 5 ($\pm 0,5$) γραμμαρίων ανά λίτρο.

Ελέγχεται με ιωδομετρία πριν από κάθε ανάλυση, ο τίτλος του διαλύματος σε ενεργό χλώριο.

- ii) Αραιό διάλυμα οξείκου οξέος

Αραιώνονται με νερό 5 χιλιοστόλιτρα παγόμενου οξείκου οξέος έως το 1 λίτρο.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Εισάγεται περίπου 1 γραμμάριο του δείγματος στη φιάλη των 250 χιλιοστόλιτρων και προστίθενται περίπου 100 χιλιοστόλιτρα διαλύματος υποχλωριώδους άλατος (υποχλωριώδες λίθιο ή νάτριο). Η φιάλη ανακινείται έντονα για να διαβραχεί καλά το δείγμα.

Στη συνέχεια τοποθετείται η φιάλη σε θερμοστάτη στη θερμοκρασία των 20 °C για 40 λεπτά. Κατά τη διάρκεια αυτού του χρονικού διαστήματος, η φιάλη ανακινείται συνεχώς ή τουλάχιστον συχνά και σε τακτικά διαστήματα. Δεδομένου του εξώθερμου χαρακτήρα της διάλυσης του μαλλιού, η θερμότητα της αντίδρασης πρέπει να κατανεμηθεί και να απομακρυνθεί με αυτόν τον τρόπο ώστε να αποφευχθούν ενδεχόμενα σημαντικά σφάλματα εξαιτίας της προσβολής των μη διαλυτών ινών.

Μετά την πάροδο των 40 λεπτών, διηθείται το περιεχόμενο της φιάλης μέσω ενός προζυγισμένου γυάλινου χωνευτηρίου διήθησης. Η φιάλη εκπλύνεται με λίγο αντιδραστήριο υποχλωριώδους άλατος, για την απομάκρυνση των ινών που έχουν ενδεχόμενα απομείνει και το σύνολο μεταφέρεται στο χωνευτήριο διήθησης. Το χωνευτήριο κενώνεται με υποπίεση. Το υπόλειμμα εκπλύνεται διαδοχικά με νερό, με αραιό διάλυμα οξεϊκού οξέος και κατόπιν πάλι με νερό. Κατά τη διάρκεια αυτής της εργασίας στραγγίζεται το χωνευτήριο με τη βοήθεια υποπίεσης μετά από κάθε προσθήκη υγρού, περιμένοντας όμως την εκροή του υγρού χωρίς εφαρμογή κενού.

Στο τέλος στραγγίζεται το χωνευτήριο με τη βοήθεια υποπίεσης και στη συνέχεια το χωνευτήριο μαζί με το υπόλειμμα ξηραίνεται ψύχεται και ζυγίζεται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τη μέθοδο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Ο συντελεστής διορθώσεως «d» έχει την τιμή 1,00. Η τιμή του «d» είναι 1,01 για το βαμβάκι τη βισκόζη, το μοντάλ και 1,03 για το αλεύκαστο βαμβάκι.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Στην περίπτωση ομοιογενών μειγμάτων υφανσίμων ινών, τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με τη μέθοδο αυτή δεν υπερβαίνουν το ± 1 για στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 3

ΒΙΣΚΟΖΗ, ΙΝΕΣ ΧΑΛΚΑΜΜΩΝΙΑΣ Ή ΟΡΙΣΜΕΝΟΙ ΤΥΠΟΙ ΜΟΝΤΑΛ ΚΑΙ ΒΑΜΒΑΚΙ

(Μέθοδος μυρμηκικού οξέος και χλωριούχου ψευδαργύρου)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. βισκόζη (25) ή ίνες χαλκαμμωνίας (21), περιλαμβανομένων ορισμένων τύπων ινών από μοντάλ (22) με
2. βαμβάκι (5).

Αν διαπιστωθεί η παρουσία ινός μοντάλ είναι απαραίτητο να πραγματοποιηθεί μια προκαταρκτική δοκιμή για να πιστοποιηθεί αν η ίνα αυτή είναι διαλυτή στο αντιδραστήριο.

Η μέθοδος αυτή δεν εφαρμόζεται στα μείγματα στα οποία το βαμβάκι υπέστη μια εκτεταμένη χημική αποικοδόμηση, ούτε και όταν η βισκόζη ή οι ίνες χαλκαμμωνίας δεν διαλύονται πλήρως εξαιτίας της παρουσίας ορισμένων χρωστικών ή υλικών φινιρίσματος τα οποία δεν δύνανται να απομακρυνθούν πλήρως.

2. ΑΡΧΗ

Οι ίνες της βισκόζης, της χαλκαμμωνίας ή του μοντάλ, διαλύονται από μια γνωστή ξηρή μάζα μείγματος με τη βοήθεια ενός αντιδραστήριου που αποτελείται από μυρμηκικό οξύ και χλωριούχο ψευδάργυρο. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Διορθώνεται η μάζα του και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία επί ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό αναλογία της ξηρής βισκόζης, των ινών της χαλκαμμωνίας ή του μοντάλ βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)**3.1. Εξοπλισμός**

- α) Κωνικές φιάλες χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πόμα.
- β) Συσκευή για τη διατήρηση των κωνικών φιαλών στη θερμοκρασία των $40 \pm 2^\circ \text{C}$.

3.2. Αντιδραστήρια

- α) Διάλυμα περιέχον 20 γραμμάρια άνυδρου χλωριούχου ψευδαργύρου και 68 γραμμάρια άνυδρου μυρμηκικού οξέος συμπληρώνεται με νερό στα 100 γραμμάρια (ήτοι 20 μέρη μάζας άνυδρου χλωριούχου ψευδαργύρου και 80 μέρη μάζας μυρμηκικού οξέος περιεκτικότητας 85 % κατά βάρος).

Σημείωση:

Για το σκοπό αυτό, εφιστάται η προσοχή στο σημείο 1.3.2.2 που καθορίζει ότι όλα τα χρησιμοποιούμενα αντιδραστήρια πρέπει να είναι χημικώς καθαρά. Εξάλλου, είναι απαραίτητο να χρησιμοποιείται αποκλειστικά άνυδρος χλωριούχος ψευδάργυρος τετηγμένος.

- β) Διάλυμα υδροξειδίου του αμμωνίου: αραιώνονται 20 χιλιοστόλιτρα πυκνού διαλύματος αμμωνίας (ειδικού βάρους 0,880 γραμμάρια ανά χιλιοστόλιτρο) σε ένα λίτρο με νερό.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία η περιγραφόμενη στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα: το δοκίμιο τοποθετείται στην κωνική φιάλη η οποία έχει προθερμανθεί στους 40°C . Για κάθε γραμμάριο δοκιμίου προστίθενται 100 χιλιοστόλιτρα διαλύματος μυρμηκικού οξέος και χλωριούχου ψευδαργύρου το οποίο έχει προθερμανθεί στους 40°C . Πωματίζεται η φιάλη και ανακινείται. Η φιάλη και το περιεχόμενο της διατηρούνται σε σταθερή θερμοκρασία των 40°C επί 2½ ώρες ανακινώντας τη φιάλη σε ωριαία διαστήματα. Δηθείται το περιεχόμενο της φιάλης δι' ενός προξυγισθέντος χωνευτηρίου διηθήσεως και μεταφέρεται στο χωνευτήριο τη βοήθεια αντιδραστήριου τυχόν υπόλειμμα ινών που παρέμεινε στη φιάλη. Εκπλύνεται με 20 χιλιοστόλιτρα αντιδραστήριου.

Εκπλύνεται το χωνευτήριο και το υπόλειμμα με νερό 40°C . Το ινώδες υπόλειμμα εκπλύνεται με 100 ml περίπου ψυχρού διαλύματος αμμωνίας [3.2 ii)], ώστε να εξασφαλίζεται ότι το υπόλειμμα αυτό παραμένει πλήρως εμβυθισμένο εντός του διαλύματος επί 10 λεπτά⁽¹⁾ και εν συνεχεία εκπλύνεται τελείως με ψυχρό νερό. Δεν εφαρμόζεται κενό μέχρις ότου κάθε υγρό εκπλύσεως έχει διέλθει υπό την επίδραση της βαρύτητας. Τελικά το απομένον υγρό απομακρύνεται με τη βοήθεια κενού. Το χωνευτήριο με το αδιάλυτο υπόλειμμα ξηραίνεται, ψύχεται και ζυγίζεται.

(¹) Για να εξασφαλιστεί η εμβύθιση επί 10 λεπτά του ινώδους υπολείμματος εντός του διαλύματος αμμωνίας, είναι δυνατόν, παραδείγματος χάρι, να προσαρμοσθεί στο χωνευτήριο διηθήσεως μια προέκταση με στροβίγγα που να επιτρέπει τη ρύθμιση της ροής του αμμωνιακού διαλύματος.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του d για το βαμβάκι είναι 1,02.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα του ± 2 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 4

ΠΟΛΥΑΜΙΔΙΟ Ή ΝΑΪΛΟΝ ΜΕ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος μυρμηγκικού οξέος 80 %)

I. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. πολυαμίδιο ή νάιλον (30)

με

2. μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), βαμβάκι (5), ίνες χαλκαμμωνίας (21), μοντάλ (22), βισκόζη (25), ακρυλικές (26), γλωριόινες (27), πολυεστέρα (31), πολυπροπυλενίου (33) και ίνες υάλου (40).

Όπως αναφέρεται ανωτέρω, αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται σε μείγματα που περιέχουν μαλλί, αλλά όταν η αναλογία αυτού είναι μεγαλύτερη από 25 % εφαρμόζεται η μέθοδος αριθ. 2 (διάλυση του μαλλιού με διάλυμα αλκαλικού υποχλωριώδους νατρίου).

2. ΑΡΧΗ

Οι πολυαμιδικές ίνες διαλύονται από μια γνωστή ξηρή μάζα του μείγματος με μυρμηγκικό οξύ. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται αν απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό αναλογία του ξηρού πολυαμιδίου ή νάιλον βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

Κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πόμα.

3.2. Αντιδραστήρια

α) Μυρμηγκικό οξύ (80 % κατά βάρος πυκνότητας σε 20° C: 1,186). Αραιώνονται 880 χιλιοστόλιτρα μυρμηγκικού οξέος 90 % κατά βάρος (πυκνότητας στους 20° C: 1,204) μέχρις όγκου ενός λίτρου με νερό ή αραιώνονται 780 χιλιοστόλιτρα μυρμηγκικού οξέος 98-100 % κατά βάρος (πυκνότητας στους 20° C: 1,220) μέχρις όγκου ενός λίτρου με νερό.

Η συγκέντρωση δεν έχει επιπτώσεις όταν είναι μεταξύ 77 και 89 % κατά βάρος.

δ) Αραιό διάλυμα αμμωνίας (πυκνότητα σε 20° C) μέχρις όγκου ενός λίτρου με νερό.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία η περιγραφόμενη στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται εντός κωνικής φιάλης τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων και προστίθενται 100 χιλιοστόλιτρα μυρμηγκικού οξέος ανά γραμμάριο δείγματος. Πωματίζεται η φιάλη και ανακινείται για να διαβραχεί το δείγμα. Αφήνεται 15 λεπτά στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος ανακινώντας την κατά διαστήματα. Διηθείται το περιεχόμενο της φιάλης μέσω ενός προζυγισθέντος χωνευτηρίου διηθήσεως και μεταφέρεται στο χωνευτήριο τυχόν υπόλειμμα ινών δι' εκπλύσεως της φιάλης με λίγο μυρμηγκικό οξύ. Στραγγίζεται το χωνευτήριο δι' εφαρμογής κενού και εκπλύνεται το υπόλειμμα επί του φίλτρου διαδοχικώς με μυρμηγκικό οξύ, θερμό νερό, αραιό διάλυμα αμμωνίας και τέλος με ψυχρό νερό. Στραγγίζεται το χωνευτήριο δι' εφαρμογής κενού μετά από κάθε προσθήκη. Δεν εφαρμόζεται κενό μέχρις ότου κάθε υγρό εκπλύσεως διέλθει υπό την επίδραση της βαρύτητας. Τελικά στραγγίζεται το χωνευτήριο δι' εφαρμογής κενού. Το χωνευτήριο με το αδιάλυτο υπόλειμμα ξηραίνεται, ψύχονται και ζυγίζονται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του d είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών, τα όρια των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο, δεν είναι μεγαλύτερα από ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 5

ΟΞΕΙΚΗ ΜΕ ΤΡΙΟΞΕΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ

(Μέθοδος βενζυλικής αλκοόλης)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. οξεική κυτταρίνη (19)
με
2. τριοξεική κυτταρίνη (24).

2. ΑΡΧΗ

Οι ίνες από οξεική κυτταρίνη διαλύονται με βενζυλική αλκοόλη στους $52 \pm 2^\circ \text{C}$ από μια γνωστή ξηρή μάζα του μείγματος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό αναλογία της ξηρής κυτταρίνης βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)**3.1. Εξοπλισμός**

- α) Κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εομυρισμένο πάμα.
- β) Μηχανικός αναδευτήρας.
- γ) Θερμοστάτης ή άλλη συσκευή για τη διατήρηση της φιάλης στη θερμοκρασία των $52 \pm 2^\circ \text{C}$.

3.2. Αντιδραστήρια

- α) Βενζυλική αλκοόλη.
- β) Αιθυλική αλκοόλη.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Τοποθετείται το δοκίμιο στην κωνική φιάλη και προστίθενται 100 χιλιοστόλιτρα βενζυλικής αλκοόλης ανά γραμμάριο δοκιμίου.

Πωματίζεται η φιάλη, τοποθετείται στον αναδευτήρα κατά τρόπον ώστε η φιάλη να βυθίζεται εντός του υδρολούτρου το οποίο διατηρείται στη θερμοκρασία των $52 \pm 2^\circ \text{C}$ και ανακινείται επί 20 λεπτά. (Η φιάλη μπορεί ενδεχομένως ν' ανακινήθει ισχυρά με το χέρι, αντί να χρησιμοποιηθεί μηχανικός αναδευτήρας.)

Αποχύνεται το υγρό μέσω του προζυγισθέντος χωνευτηρίου διηθήσεως. Προστίθεται εντός της φιάλης μια νέα ποσότητα βενζυλικής αλκοόλης και ανακινείται εκ νέου στους $52 \pm 2^\circ \text{C}$ επί 20 λεπτά.

Αποχύνεται το υγρό μέσω του χωνευτηρίου. Επαναλαμβάνεται η ίδια εργασία για τρίτη φορά.

Μεταφέρονται το υγρό και το υπόλειμμα εντός του χωνευτηρίου.

Τέλος μεταφέρονται οι ίνες που τυχόν παρέμειναν εντός της φιάλης διά προσθήκης μιας συμπληρωματικής ποσότητας βενζυλικής αλκοόλης η οποία βρίσκεται στη θερμοκρασία των $52 \pm 2^\circ \text{C}$.

Στραγγίζεται τελείως το χωνευτήριο. Μεταφέρονται οι ίνες σε μια κωνική φιάλη και εκπλύνονται με αιθυλική αλκοόλη. Μετά από ανακίνηση με το χέρι αποχύνεται του χωνευτηρίου διηθήσεως.

Επαναλαμβάνεται η εργασία της εκπλύσεως δύο ή τρεις φορές. Μεταφέρεται το υπόλειμμα στο χωνευτήριο και στραγγίζεται. Το χωνευτήριο με το αδιάλυτο υπόλειμμα ξηραίνεται, ψύχεται και ζυγίζεται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του d είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών, τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα από ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 6

ΤΡΙΟΞΕΙΚΗ ΚΥΤΤΑΡΙΝΗ ΜΕ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος διχλωρομεθανίου)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. τριοξεική κυτταρίνη (24)

με

2. μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), μέταξα (4), βαμβάκι (5) ίνες χαλακαμμωνίας (21), μοντάλ (22), βισκόζη (25), ακρυλικές ίνες (26), πολυαμίδιο ή νάιλον (30), πολυεστέρα (31) και ίνες υάλου (40).

Παρατήρηση:

Οι ίνες της τριοξεικής κυτταρίνης οι οποίες έχουν σαπωνοποιηθεί μερικώς μετά από ειδική φινιριστική επεξεργασία δεν είναι πλήρως διαλυτές στο αντιδραστήριο. Σ' αυτήν την περίπτωση η μέθοδος δεν εφαρμόζεται.

2. ΑΡΧΗ

Οι ίνες από τριοξεική κυτταρίνη διαλύονται με διχλωρομεθάνιο από μια γνωστή ξηρή μάζα του μείγματος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται αν απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό αναλογία της τριοξεικής κυτταρίνης βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που αναφέρονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

Κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πόμα.

3.2. Αντιδραστήρια

Διχλωρομεθάνιο.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Τοποθετείται το δοκίμιο στην κωνική φιάλη με εσφυρισμένο πόμα των 200 χιλιοστόλιτρων και προστίθενται 100 χιλιοστόλιτρα διχλωρομεθανίου ανά γραμμάριο δείγματος. Πωματίζεται η φιάλη και ανακινείται κάθε 10 λεπτά για να διαβραχεί τελείως το δοκίμιο και αφήνεται 30 λεπτά στη θερμοκρασία του περιβάλλοντος ανακινώντας τη φιάλη κατά κανονικά διαστήματα. Αποχύνεται υγρό μέσω του προζυγισθέντος χωνευτηρίου διηθήσεως. Προστίθενται 60 χιλιοστόλιτρα διχλωρομεθανίου στη φιάλη που περιέχει το υπόλειμμα, ανακινείται με το χέρι και διηθείται το περιεχόμενο της φιάλης μέσω του χωνευτηρίου διηθήσεως. Μεταφέρονται στο χωνευτήριο οι ίνες που τυχόν παρέμειναν στη φιάλη, δι' εκπλύσεως της φιάλης με μια μικρή συμπληρωματική ποσότητα διχλωρομεθανίου. Στραγγίζεται το χωνευτήριο δι' εφαρμογής κενού για να απομακρυνθεί η περίσσεια του υγρού, πληρούται εκ νέου το χωνευτήριο με διχλωρομεθάνιο και αφήνεται να στραγγίσει το υγρό υπό την επίδραση της βαρύτητας. Τελικά κατεργάζεται το υπόλειμμα με ζέον νερό και εφαρμόζεται κενό για να απομακρυνθεί η περίσσεια του υγρού.

Για την απομάκρυνση της περισσίας του υγρού εφαρμόζεται τελικά κενό, εν συνεχεία το υπόλειμμα υφίσταται επεξεργασία δια ζέοντος ύδατος για την πλήρη απομάκρυνση του διαλύτου, εφαρμόζεται κενό, ξηραίνεται το χωνευτήριο και το υπόλειμμα, ψύχεται και ζυγίζεται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του d είναι 1,00, εκτός του πολυεστέρα για τον οποίο η τιμή του d είναι 1,01.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών, τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα από ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 7

ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΚΥΤΤΑΡΙΝΙΚΕΣ ΚΑΙ ΠΟΛΥΕΣΤΕΡΙΚΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος θειικού οξέως 75 %)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται αφού απομακρυνθούν οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. βάμβακα (5), λίνω (7), κάνναβι (8), ραμί (14), ίνες χαλκαμιωνίας (21), μοντάλ (22), βισκόζη (25),
με
2. πολυεστερικές ίνες (31).

2. ΑΡΧΗ

Οι κυτταρινικές ίνες διαλύονται με θειικό οξύ 75 % από μια γνωστή ξηρή μάζα μείγματος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η αναλογία των ξηρών κυτταρινικών ινών βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

- α) Κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 500 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πώμα.
- β) Θερμοστάτης ή άλλη συσκευή για τη διατήρηση της φιάλης στους $50 \pm 5^\circ \text{C}$.

3.2. Αντιδραστήρια

- α) Θειικό οξύ 75 \pm 2 % κατά βάρος:

Παρασκευάζεται το διάλυμα διά προσθήκης 700 χιλιοστόλιτρων θειικού οξέος, πυκνότητας 1,84 σε 20°C με ταυτόχρονη ψύξη και μετά προσοχής, σε 350 χιλιοστόλιτρα απεσταγμένου ύδατος. Όταν το διάλυμα αποκτήσει τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος, αραιώνεται δι' ύδατος στον όγκο του ενός λίτρου.

- β) Αραιό διάλυμα αμμωνίας:

80 χιλιοστόλιτρα πυκνού διαλύματος αμμωνίας (πυκνότητας 0,88 στους 20°C) αραιώνονται δι' ύδατος στον όγκο του ενός λίτρου.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται στην κωνική φιάλη με εσφυρισμένο πώμα χωρητικότητας τουλάχιστον 500 χιλιοστόλιτρων και προστίθενται 200 χιλιοστόλιτρα θειικού οξέος 75 % ανά γραμμάριο δείγματος. Ποματίζεται η φιάλη και ανακινείται προσεκτικά ώστε να διαβραχεί καλάς το δοκίμιο.

Η φιάλη διατηρείται στους $50 \pm 5^\circ \text{C}$ επί μία ώρα ανακινώντας την κάθε 10 λεπτά περίπου. Διηθείται το περιεχόμενο της φιάλης μέσω ενός προζυγισμένου χωνευτηρίου διηθήσεως τη βοήθεια κενού.

Τυχόν απομένον υπόλειμμα ινών μεταφέρεται στο χωνευτήριο εκπλύνοντας τη φιάλη με λίγο θειικό οξύ 75 %. Στραγγίζεται το χωνευτήριο τη βοήθεια κενού και εκπλύνεται μια φορά το υπόλειμμα το ευρισκόμενο επί του ηθμού διά πλήρωσεως του χωνευτηρίου με θειικό οξύ 75 %. Δεν εφαρμόζεται κενό πριν το οξύ διέλθει υπό την επίδραση της βαρύτητας. Εκπλύνεται το υπόλειμμα μερικές φορές με ψυχρό νερό, δύο φορές με αραιό διάλυμα αμμωνίας και τέλος με ψυχρό νερό. Στραγγίζεται εν κενώ το χωνευτήριο μετά από κάθε προσθήκη. Δεν εφαρμόζεται κενό μέχρις ότου κάθε υγρό εκπλύσεως διέλθει υπό την επίδραση της βαρύτητας. Τελικά απομακρύνονται οι τελευταίες ποσότητες υγρού τη βοήθεια κενού. Το χωνευτήριο με το υπόλειμμα ξηραίνονται, ψύχονται και ζυγίζονται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του d είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομογενούς μείγματος υφανσίμων υλών τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα του ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 8

ΑΚΡΥΛΙΚΕΣ, ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΜΟΝΤΑΚΡΥΛΙΚΕΣ Ή ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΧΛΩΡΙΟΪΝΕΣ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ**(Μέθοδος διμεθυλοφορμαμίδιου)****1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ**

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού απομακρυνθούν οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. ακρυλικές ίνες (26), ορισμένες μοντακρυλικές (29) ή ορισμένες χλωριοΐνες (27) ⁽¹⁾
με
2. μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), μέταξα (4), βάμβακα (5), ίνες χαλκαμμωνίας (21), μοντάλ (22), βισκόζη (25), πολυαμίδιο ή νάilon (30) πολυεστέρα (31).

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται σε ακρυλικές και ορισμένες μοντακρυλικές ίνες βαμμένες με σύμπλοκα χρώματα μετάλλων αλλά όχι σε εκείνες που είναι βαμμένες με χρώματα μεταχρωμώσεως.

2. ΑΡΧΗ

Οι ακρυλικές ορισμένες μοντακρυλικές ή ορισμένες χλωριοΐνες διαλύονται με διμεθυλοφορμαμίδιο σε θερμοκρασία ζέοντος υδρολούτρου από μια γνωστή ξηρή μάζα του μείγματος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται αν απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό αναλογία των ξηρών ακρυλικών, μοντακρυλικών ή χλωριοϊνών βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που αναφέρονται στις γενικές οδηγίες)**3.1. Εξοπλισμός**

- α) Κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πώμα.
- β) Ζέον υδρολούτρο.

3.2. Αντιδραστήρια

Διμεθυλοφορμαμίδιο (σημείο ζέσεως $153 \pm 1^\circ \text{C}$) μη περιέχον περισσότερο από 0,1 % νερό.

Επειδή αυτό το αντιδραστήριο είναι τοξικό συνιστάται να γίνεται χρήση του αντιδραστηρίου σε απαγωγό.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία η περιγραφόμενη στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται σε κωνική φιάλη με εσφυρισμένο πώμα χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων προστίθενται ανά γραμμάριο δοκιμίου 80 χιλιοστόλιτρα διμεθυλοφορμαμίδιο που έχει προθερμανθεί. Ποματίζεται η φιάλη, αναταράσσεται έτσι ώστε να διαβραχεί τελείως το δοκίμιο και διατηρείται εντός ζέοντος υδρολούτρου επί μία ώρα. Η φιάλη με το περιεχόμενο της αναταράσσονται διά της χειρός προσεκτικά πέντε φορές σ' αυτό το διάστημα.

Αποχύνεται το υγρό μέσω ενός προξυλισθέντος χωνευτηρίου διηθήσεως, διατηρώντας τις ίνες εντός της κωνικής φιάλης. Προστίθενται εκ νέου 60 χιλιοστόλιτρα διμεθυλοφορμαμίδιου στην κωνική φιάλη, θερμαίνεται ακόμα 30 λεπτά και ανακινείται προσεκτικά διά της χειρός η φιάλη με το περιεχόμενο της δύο φορές σ' αυτό το χρονικό διάστημα.

Διηθείται το περιεχόμενο της φιάλης μέσω του χωνευτηρίου διηθήσεως με τη βοήθεια κενού.

Μεταφέρεται το υπόλειμμα των ινών στο χωνευτήριο εκπλύνοντας τη φιάλη με διμεθυλοφορμαμίδιο. Εφαρμόζεται κενό για να απομακρυνθεί η περίσσεια του υγρού. Εκπλύνεται το υπόλειμμα με 1 λίτρο περίπου θερμού νερού θερμοκρασίας 70-80 °C, ενώ κάθε φορά το χωνευτήριο είναι γεμάτο με νερό. Μετά από κάθε προσθήκη νερού εφαρμόζεται κενό για σύντομο χρονικό διάστημα αλλά μόνο αφού το νερό έχει εκρθείσει χωρίς επέμβαση. Αν το υγρό της έκπλυσης εκρθεί πολύ αργά μέσω του χωνευτηρίου, είναι δυνατόν να εφαρμοστεί χαμηλό κενό.

Το χωνευτήριο μαζί με το υπόλειμμα ξηραίνεται, ψύχεται και ζυγίζεται.

⁽¹⁾ Πρέπει να πιστοποιηθεί η διαλυτότητα τοιούτων μοντακρυλικών ή χλωριοϊνών στο αντιδραστήριο πριν αρχίσει η πορεία της ανάλυσεως.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του «d» είναι 1,00 με εξαίρεση:

το μαλλί:	1,01
το βαμβάκι:	1,01
τη χαλκαμμωνιακή:	1,01
το μοντάλ:	1,01
την πολυεστερική ίνα:	1,01.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών, τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτήν τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα από ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 9

ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΧΛΩΡΙΟΪΝΕΣ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος με μείγμα διθειάνθρακος/ακετόνης 55,5/44,5)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού απομακρυνθούν οι μη ινώδεις ύλες σε διμερή μείγματα από:

1. ορισμένες χλωριόινες (27), κυρίως ορισμένες ίνες πολυβινυλοχλωριδίου (υπερχλωρωμένο ή μη) ⁽¹⁾ με
2. μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), μέταξα (4), βάμβακα (5) ίνες χαλκαμμωνίας (21), μοντάλ (22), βισκόζη (25), ακρυλικές ίνες (26), πολυαμίδιο ή νάιλον (30), πολυεστέρα (31), ίνες νάιλου (40).

Αν η περιεκτικότητα του μείγματος σε μαλλί ή μέταξα υπερβαίνει το 25 %, πρέπει να χρησιμοποιηθεί η μέθοδος αριθ. 2.

Αν η περιεκτικότητα του μείγματος σε πολυαμίδιο ή νάιλον υπερβαίνει το 25 %, πρέπει να χρησιμοποιηθεί η μέθοδος αριθ. 4.

2. ΑΡΧΗ

Οι χλωριόινες διαλύονται με τη βοήθεια αζεοτροπικού μείγματος διθειάνθρακα-ακετόνης από μία γνωστή ξηρή μάζα μείγματος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται αν απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η αναλογία των ξηρών ινών πολυβινυλοχλωριδίου βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που αναφέρονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

- α) Φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσφυρισμένο πώμα.
- β) Μηχανικός αντιδραστήρας.

3.2. Αντιδραστήρια

- α) Αζεοτροπικό μείγμα διθειάνθρακος και ακετόνης (55,8 % διθειάνθρακος και 44,5 % ακετόνη κατ' όγκο). Επειδή το αντιδραστήριο είναι τοξικό, συνιστάται να γίνεται χρήση του αντιδραστήριου σε απαγωγό.
- β) Αιθυλική αλκοόλη (92 % κατ' όγκο) ή μεθυλική αλκοόλη.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία η περιγραφόμενη στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται σε κωνική φιάλη με εσφυρισμένο πώμα χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων και προστίθενται ανά γραμμάριο δοκίμιου 100 χιλιοστόλιτρα αζεοτροπικού μείγματος. Πωματίζεται η φιάλη καλά και ανακινείται στο μηχανικό αντιδραστήρα επί 20 λεπτά σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ή ανακινείται με το χέρι έντονα. Αποχύνεται το υπερκείμενο υγρό μέσω ενός προζυγισθέντος χωνευτηρίου διηθήσεως.

Επαναλαμβάνεται η κατεργασία με 100 χιλιοστόλιτρα αντιδραστήριου, πρόσφατα παρασκευασθέντος. Συνεχίζεται αυτή η κατεργασία ως ότου μια σταγόνα από το υγρό εκχύλισης δεν αφήνει υπόλειμμα πολυμερούς σε υάλο ωρολογίου μετά από εξάτμιση. Το υπόλειμμα μεταφέρεται στο χωνευτήριο διηθήσεως χρησιμοποιώντας επί πλέον αντιδραστήριο, εφαρμόζεται κενό για να απομακρυνθεί το υγρό, και ακολουθώντας το χωνευτήριο με το υπόλειμμα εκπλύνεται με 20 χιλιοστόλιτρα αλκοόλης και κατόπιν τρεις φορές με νερό. Αφήνεται να διέλθει το υγρό εκχύλισης λόγω της βαρύτητας προτού διηθηθεί με τη βοήθεια κενού. Το χωνευτήριο και το υπόλειμμα ξηραίνονται, ψύχονται και ζυγίζονται.

Σημείωση: Σε ορισμένα μείγματα με μεγάλη περιεκτικότητα σε χλωριόινες, δυνατό να υπάρξει ουσιαδής συστολή του δοκίμιου κατά τη διαδικασία της ξηράνσεως, γεγονός που παρεμποδίζει τη διάλυση της χλωριόινας με το διαλύτη. Εντούτοις η συστολή αυτή δεν εμποδίζει την ολική διάλυση της χλωριόινας.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του «d» είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτήν τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα του ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

(1) Πρέπει να πιστοποιηθεί η διαλυτότητα των χλωριοϊνών στο αντιδραστήριο πριν αρχίσει η πορεία της αναλύσεως.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 10

ΟΞΕΙΚΕΣ ΙΝΕΣ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΧΛΩΡΙΟΪΝΕΣ

(Μέθοδος παγομόρφου glacial οξεικού οξέος)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. οξεικές ίνες (19)

με

2. ορισμένες χλωριοΐνες (27) κυρίως πολυβινυλοχλωριδίου κατόπιν χλωριώσεως ή όχι

2. ΑΡΧΗ

Οι οξεικές ίνες διαλύονται με παγομόρφο οξεικό οξύ από μια γνωστή ξηρή μάζα μείγματος. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται αν απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος.

Η αναλογία των ξηρών οξεικών ινών βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που αναφέρονται στις γενικές οδηγίες)**3.1. Εξοπλισμός**

- α) Κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσμηρισμένο πόμα.
- β) Μηχανικός αναδευτήρας.

3.2. Αντιδραστήριο

Παγομόρφο οξεικό οξύ (άνω του 99 %). Επειδή το αντιδραστήριο αυτό είναι πολύ καυστικό πρέπει να χειρίζεται με προσοχή.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία η περιγραφόμενη στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται σε κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων και προστίθενται ανά γραμμάριο δοκίμιου 100 χιλιοστόλιτρα παγομόρφου οξεικού οξέος. Πωματίζεται η φιάλη και αναταράσσεται επί 20 λεπτά σε θερμοκρασία περιβάλλοντος με το μηχανικό αναδευτήρα ή έντονα με το χέρι. Αποχύνεται το υγρό μέσω προξυρισθέντος χωνευτηρίου διηθήσεως. Επαναλαμβάνεται η διαδικασία χρησιμοποιώντας 100 χιλιοστόλιτρα προσφάτως παρασκευασθέντος αντιδραστηρίου κάθε φορά, πραγματοποιώντας εν συνόλω τρεις εκχυλίσεις. Το υπόλειμμα μεταφέρεται στο χωνευτήριο διηθήσεως, διηθείται το υγρό με τη βοήθεια κενού και εκπλύνεται το χωνευτήριο και το υπόλειμμα με 50 χιλιοστόλιτρα παγομόρφου οξεικού οξέος και ακολούθως τρεις φορές με νερό.

Μετά από κάθε έκπλυση αφήνεται να διέλθει το υγρό υπό την επίδραση της βαρύτητας προτού εφαρμοσθεί κενό. Το υπόλειμμα και το χωνευτήριο ξηραίνονται, ψύχονται και ζυγίζονται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του «d» είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών, τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα από ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 11

ΜΕΤΑΞΙ ΚΑΙ ΜΑΛΛΙ Ή ΤΡΙΧΕΣ

(Μέθοδος θεικού οξέος 75 % κατά βάρος)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες σε διμερή μείγματα από:

1. μετάξι (4)
 με
2. μαλλί (1) ή τρίχες ζώων (2 και 3).

ΑΡΧΗ

Οι ίνες μετάξης διαλύονται με θεικό οξύ ⁽¹⁾ 75 % κατά βάρος από μια γνωστή ξηρή μάζα μείγματος.

Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται αν απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία επί ολικής ξηρής μάζας του μείγματος. Η αναλογία της ξηρής μέταξης βρίσκεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

Κωνικές φιάλες χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων με εσυρσιζόμενο πόμα.

3.2. Αντιδραστήρια

α) *Θεικό οξύ (75 ± 2 % κατά βάρος):*

Παρασκευάζεται διά προσθήκης προσεκτικά 700 χιλιοστόλιτρων θεικού οξέος (πυκνότητα 1,84 στους 20° C) σε 350 χιλιοστόλιτρα απεσταγμένου νερού με ταυτόχρονη ψύξη. Μετά την ψύξη σε θερμοκρασία δωματίου αραιώνεται το διάλυμα σε ένα λίτρο με νερό.

β) *Αραιό διάλυμα θεικού οξέος:*

Προστίθενται βραδέως 100 χιλιοστόλιτρα θεικού οξέος (πυκνότητα σε 20° C: 1,84) σε 1900 χιλιοστόλιτρα απεσταγμένου νερού.

γ) *Αραιό διάλυμα αμμωνίας:*

Αραιώνονται 200 χιλιοστόλιτρα αμμωνίας (πυκνότητα στους 20° C: 0,880) στα 1000 χιλιοστόλιτρα, με νερό.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΛΕΓΧΟΥ

Ακολουθείται η διαδικασία η περιγραφόμενη στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται σε κωνική φιάλη χωρητικότητας τουλάχιστον 200 χιλιοστόλιτρων, και προστίθεται ανά γραμμάριο δοκίμιου, 100 χιλιοστόλιτρα θεικού οξέως 75 %. Πωματίζεται η φιάλη, ανακινείται εντόνως και αφήνεται σε ηρεμία για μισή ώρα σε θερμοκρασία δωματίου. Ανακινείται πάλι και αφήνεται σε ηρεμία για 30 λεπτά. Ανακινείται για τελευταία φορά και διηθείται το περιεχόμενο της φιάλης μέσω προζυγισθέντος χωνευτηρίου διήθησεως. Οποιοδήποτε υπόλειμμα ινών εντός της φιάλης εκπλύνεται με θεικό οξύ 75 %. Το υπόλειμμα εντός του χωνευτηρίου εκπλύνεται με 50 χιλιοστόλιτρα αραιού θεικού οξέως, 50 χιλιοστόλιτρα νερού και 50 χιλιοστόλιτρα αραιό διάλυμα αμμωνίας. Καθε φορά, αφήνονται οι ίνες να παραμείνουν σε επαφή με το υγρό επί 10 λεπτά προτού εφαρμοσθεί κενό. Τελικά εκπλύνεται με νερό, αφήνοντας τις ίνες σε επαφή με το νερό επί 30 περίπου λεπτά. Στραγγίζεται το χωνευτήριο με τη βοήθεια κενού, το υπόλειμμα και το χωνευτήριο ξηραίνονται, ψύχονται και ζυγίζονται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Τα αποτελέσματα υπολογίζονται με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή «d» για το μαλλί είναι 0,985.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν είναι μεγαλύτερα από ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

(¹) Άγριο μετάξι όπως Tussah, δεν διαλύεται πλήρως σε διάλυμα θεικού οξέος 75 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 12

ΠΟΥΤΑ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΙΝΕΣ ΖΩΙΚΗΣ ΠΡΟΕΛΕΥΣΕΩΣ**(Μέθοδος προσδιορισμού του περιεχομένου αζώτου)****1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ**

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται, αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες σε διμερή μείγματα από:

1. γιούτα (9)
με
2. ορισμένες ίνες ζωικής προελεύσεως.

Οι τελευταίες αυτές δύνανται να αποτελούνται αποκλειστικά από τρίχες (2 και 3) ή μαλλί ή μείγμα από αυτά τα δύο. Η μέθοδος δεν εφαρμόζεται σε μείγματα υφανσίμων που περιέχουν μη ινώδεις ύλες (χρώματα φινιριστικές ύλες κ.λπ.) με βάση το άζωτο.

2. ΑΡΧΗ

Προσδιορίζεται η περιεκτικότητα σε άζωτο του μείγματος και από αυτή και τη γνωστή περιεκτικότητα σε άζωτο των δύο συστατικών, υπολογίζεται η αναλογία συστατικού του μείγματος.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)**3.1. Εξοπλισμός**

- α) Φιάλη Kjeldahl χωρητικότητας 200-300 χιλιοστόλιτρων
- β) Φιάλη αποστάξεως Kjeldahl με έγχυση ατμού
- γ) Συσκευή τιτλοδοτήσεως ακριβείας 0,05 χιλιοστόλιτρων

3.2. Αντιδραστήρια

- α) Τολουόλιο
- β) Μεθυλική αλκοόλη
- γ) Θεωκό οξύ πυκνότητας 1,84 στους 20° C (1)
- δ) Θεωκό κάλιο (1)
- ε) Διοξειδίο σεληνίου (1)
- στ) Διάλυμα υδροξειδίου του νατρίου (400 g/lr). Διαλύονται 400 g υδροξειδίου του νατρίου σε 400-500 χιλιοστόλιτρα νερού και αραιώνεται το διάλυμα μέχρις 1 λίτρου με νερό
- ζ) Μείγμα δεικτών. Διαλύονται 0,1 g ερυθρού του μεθυλίου σε 95 χιλιοστόλιτρα αιθυλικής αλκοόλης και 5 χιλιοστόλιτρα νερού και αναμειγνύεται με 0,5 g πρασίνου της βρωμοκρεζόλης διαλυμένου σε 475 χιλιοστόλιτρα αιθυλικής αλκοόλης και 25 χιλιοστόλιτρα νερού
- η) Διάλυμα βορικού οξέος. Διαλύονται 20 g βορικού οξέος σε 1 λίτρο νερού
- θ) Θεωκό οξύ 0,02 N (πρότυπο διάλυμα)

4. ΠΡΟΚΑΤΕΡΓΑΣΙΑ ΔΕΙΓΜΑΤΟΣ ΔΟΚΙΜΗΣ

Η προκατεργασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες αντικαθίσταται από την ακόλουθη προκατεργασία:

Το ξηραθέν στον αέρα δείγμα εκχυλίζεται σε συσκευή Soxhlet με μείγμα 1 όγκου τολουολίου και 3 όγκους μεθυλικής αλκοόλης επί 4 ώρες με ελάχιστο ρυθμό 5 κύκλων ανά ώρα. Ακολούθως αφήνεται να εξατμισθεί στον αέρα ο διαλύτης του δείγματος και απομακρύνονται τα τελευταία ίχνη σε κλίβανο στους $105 \pm 3^\circ \text{C}$. Ακολούθως το δείγμα εκχυλίζεται με νερό (50 χιλιοστόλιτρα ανά γραμμάριο δείγματος) διά ζέσεως με κάθετο ψυκτήρα επί 30 λεπτά. Μετά διηθείται και το δείγμα τοποθετείται πάλι στη φιάλη και επαναλαμβάνεται η εκχύλιση με ίσο όγκο νερού. Ακολούθως διηθείται, απομακρύνεται η περίσσεια του νερού από το δείγμα διά πύεσης δημιουργίας κενού ή φυγοκεντρίσεως και τέλος αφήνεται το δείγμα να ξηρανθεί στον αέρα.

(1) Τα αντιδραστήρια αυτά πρέπει να είναι απαλλαγμένα αζώτου.

Σημείωση:

Επειδή το τολουόλιο και η μεθυλική αλκοόλη είναι τοξικά, πρέπει να λαμβάνονται κάθε είδους προφυλάξεις κατά τη χρήση τους.

5. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ**5.1. Γενικές οδηγίες**

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες όσον αφορά τη λήψη, την ξήρανση και τη ζύγιση του δοκιμίου.

5.2. Λεπτομέρειες διαδικασίας

Το δοκίμιο μεταφέρεται σε φιάλη Kjeldahl. Στο δοκίμιο που ζυγίζει τουλάχιστον 1 g και βρίσκεται στη φιάλη, προστίθενται κατά σειρά τα ακόλουθα:

2,5 g θεικού καλίου 0,1-0,2 g διοξειδίου του σεληνίου και 10 χιλιοστόλιτρα θεικού οξέος (πυκνότητας $d = 1,84$). Η φιάλη θερμαίνεται καταρχάς ήπια μέχρις ότου όλες οι ίνες καταστραφούν. Ακολουθώς θερμαίνεται περισσότερο έντονα μέχρις ότου το διάλυμα γίνει διαυγές και σχεδόν άχρωμο. Θερμαίνεται ακολούθως για επιπλέον δέκα πέντε λεπτά. Αφήνεται η φιάλη να ψυχθεί και αραιώνεται το περιεχόμενο προσεκτικά με 10-20 χιλιοστόλιτρα νερού, μετά ψύχεται και το περιεχόμενο μεταφέρεται ποσοτικά σε ογκομετρική φιάλη 200 χιλιοστόλιτρων. Ακολούθως συμπληρώνεται μέχρι του δεικνυμένου όγκου με νερό ώστε να σχηματισθεί το διάλυμα αναλύσεως.

Σε κωνική φιάλη 100 χιλιοστόλιτρων εισάγονται 20 χιλιοστόλιτρα περίπου διαλύματος βορικού οξέος και η φιάλη τοποθετείται κάτω από τον ψυκτή της συσκευής αποστάξεως Kjeldahl με τέτοιο τρόπο ώστε ο σωλήνας εξόδου να βυθίζεται ακριβώς κάτω από την επιφάνεια του διαλύματος βορικού οξέος. Στη φιάλη αποστάξεως μεταφέρονται ακριβώς 10 χιλιοστόλιτρα διαλύματος αναλύσεως, προστίθενται 5 χιλιοστόλιτρα τουλάχιστον διαλύματος υδροξειδίου του νατρίου στη χοάνη, απομακρύνεται ελαφρά το πάμα και αφήνεται διάλυμα του υδροξειδίου του νατρίου να ρεώσει αργά εντός της φιάλης. Αν το διάλυμα αναλύσεως και το διάλυμα του υδροξειδίου του νατρίου παραμένουν ως δύο ξεχωριστές στοιβάδες αναμειγνύονται με ήρεμη ανατάραξη. Ακολούθως η φιάλη αποστάξεως θερμαίνεται ελαφρά και διαβιβάζεται από τον αποστακτήρα ατμός εντός της φιάλης. Συλλέγονται περίπου 20 χιλιοστόλιτρα αποστάγματος, χαμηλώνεται η κωνική φιάλη σε τρόπο ώστε η άκρη του ψυκτήρος να βρίσκεται στα 20 χιλιοστόλιτρα περίπου, πάνω από την επιφάνεια του υγρού. Τέλος αποστάζεται για ένα ακόμη λεπτό. Η άκρη του σωλήνα εξόδου εκπλύνεται με νερό, και το υγρό εκπλύσεως συλλέγεται στην κωνική φιάλη.

Η κωνική φιάλη απομακρύνεται και αντικαθίσταται με άλλη κωνική φιάλη η οποία περιέχει περίπου 10 χιλιοστόλιτρα διαλύματος βορικού οξέος και συλλέγονται περίπου 10 χιλιοστόλιτρα αποστάγματος.

Τα δύο αποστάγματα ογκομετρούνται ξεχωριστά με θεικό οξύ 0,02 N χρησιμοποιώντας το μείγμα των δεικτών. Σημειώνονται τα αποτελέσματα των ογκομετρήσεων για τα δύο αποστάγματα.

Αν η τιμή της ογκομετρήσεως για το δεύτερο απόσταγμα είναι μεγαλύτερη από 0,2 χιλιοστόλιτρα η δοκιμή επαναλαμβάνεται και επαναποστάζεται νέα κατάλληλη ποσότητα από διάλυμα αναλύσεως. Εκτελείται τυφλός προσδιορισμός χρησιμοποιώντας μόνο τα αντιδραστήρια της αναλύσεως και της αποστάξεως.

6. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

6.1. Η επί τοις εκατό περιεκτικότητα σε άζωτο του ξηρού δοκιμίου, υπολογίζεται ως εξής:

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

όπου

A % = η αναλογία αζώτου στο καθαρό και ξηρό δείγμα,

V = ο ολικός όγκος σε χιλιοστόλιτρα, του καταναλωθέντος κατά τον προσδιορισμό προτύπου διαλύματος θεικού οξέος,

b = ο ολικός όγκος σε χιλιοστόλιτρα του καταναλωθέντος κατά τον τυφλό προσδιορισμό προτύπου διαλύματος θεικού οξέος,

N = η κανονικότητα του προτύπου διαλύματος θεικού οξέος,

W = η ξηρή μάζα (g) του δοκιμίου.

6.2. Χρησιμοποιώντας τις τιμές 0,22 % για την περιεκτικότητα σε άζωτο της γιούτας και 16,28 % για την περιεκτικότητα σε άζωτο των ζωικών ινών, αμφοτέρων των τιμών εκπεφρασμένων επί ξηρής μάζας των ινών, υπολογίζεται η σύνθεση του μείγματος ως εξής:

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

όπου

PA % είναι η αναλογία των ζωικών ινών στο καθαρό και ξηρό δείγμα.

7. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών, τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που προκύπτουν με τη μέθοδο αυτή δεν είναι μεγαλύτερα του ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 13

ΠΟΛΥΠΡΟΠΥΛΕΝΙΟ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος διά Ξυλενίου)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται, μετά την απομάκρυνση μη ινωδών ουσιών, στα διμερή μείγματα ινών:

1. πολυπροπυλένιο (33)

με

2. μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), μέταξα (4), βαμβάκι (5), οξεική κυτταρίνη (19), ίνες χαλκαμμωνίας (21), μοντάλ (22), τριωξεική κυτταρίνη (24), βισκόζη (25) άκρυλο (26), πολυαμίδιο ή νάιλον (30), πολυεστέρας (31) και ίνες υάλου (40).

2. ΑΡΧΗ

Η διάλυση της ίνας προπυλενίου πραγματοποιείται με τη διάλυση μιας ποσότητας γνωστής ξηρής μάζας του μείγματος εντός Ξυλενίου σε κατάσταση βρασμού. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται, αν απαιτείται, εκφράζεται σε εκατοστιαία αναλογία της μάζας του μείγματος σε ξηρή κατάσταση. Η επί τοις εκατό αναλογία του προπυλενίου προκύπτει από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)**3.1. Εξοπλισμός**

- i) Κωνικές φιάλες, χωρητικότητας τουλάχιστον 200 ml, με εσμηρισμένο πώμα.
- ii) Ψυκτήρας ανακυκλώσεως (προσαρμοσμένος σε υγρά σε υψηλό σημείο βρασμού) με εσμηρισμένο στόμιο δυνάμενο να προσαρμόζεται σε κωνικές φιάλες i).

3.2. Αντιδραστήριο

Ξυλένιο, το οποίο αποστάζει μεταξύ 137° και 142° C.

Σημείωση: Αυτό το αντιδραστήριο είναι πολύ εύφλεκτο και εκπέμπει τοξικές αναθυμιάσεις. Πρέπει να λαμβάνονται προφυλάξεις κατά τη χρήση του.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες και εν συνεχεία εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Στο δοκίμιο, το οποίο τοποθετείται σε κωνική φιάλη, [3.1.i)] προστίθενται 100 ml Ξυλενίου (3.2) ανά γραμμάριο δοκιμίου. Τοποθετείται ο ψυκτήρας [3.1.ii)] και φέρεται σε βρασμό επί 3 λεπτά. Το θερμό υγρό μεταγγίζεται αμέσως σε ένα προζυγισμένο χωνευτήριο από πεφρυγμένη ύαλο (βλέπε σημείωση 1). Η διαδικασία επαναλαμβάνεται δύο ακόμη φορές χρησιμοποιώντας κάθε φορά 50 ml νέου διαλύτη.

Εκπλύνεται το υπόλειμμα που παρέμεινε στη φιάλη διαδοχικά με 30 ml ζέοντος Ξυλενίου (δύο φορές), εν συνεχεία δύο φορές με 75 ml κάθε φορά πετρελαϊκού αιθέρος (I.3.2.1 των γενικών οδηγιών). Μετά τη δεύτερη πλύση με πετρελαϊκό αιθέρα, διηθείται το περιεχόμενο της φιάλης μέσω του χωνευτηρίου διηθήσεως και μεταφέρεται το ινώδες υπόλειμμα στο χωνευτήριο με τη βοήθεια μιας συμπληρωματικής μικρής ποσότητας πετρελαϊκού αιθέρα. Ο διαλύτης εξατμίζεται πλήρως. Το χωνευτήριο και το υπόλειμμα ξηραίνονται, ψύχονται και ζυγίζονται.

Σημειώσεις:

1. Το χωνευτήριο διηθήσεως στο οποία διαχωρίζεται το Ξυλένιο πρέπει να προθερμαίνεται.
2. Μετά την περάτωση των ανωτέρω διαδικασιών η φιάλη η οποία περιέχει το υπόλειμμα ψύχεται επαρκώς πριν προστεθεί σ' αυτήν ο πετρελαϊκός αιθέρας.
3. Προκειμένου να μειωθούν οι κίνδυνοι της αναφλεξιμότητας και της τοξικότητας για τους χειριστές πρέπει να χρησιμοποιούνται όργανα εκχυλίσεως εν θερμώ και κατάλληλες μέθοδοι, οι οποίες να παρέχουν ταυτόσημα αποτελέσματα (¹).

(¹) Βλέπε π.χ. τον εξοπλισμό που περιγράφεται στο Melliland, Textilberichte 56 (1975) σσ. 643-645.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Υπολογίζονται τα αποτελέσματα κατά τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του «d» είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Σε ένα ομοιογενές μείγμα υφαντικών υλών, τα όρια εμπιστοσύνης των αποτελεσμάτων που λαμβάνονται με αυτή τη μέθοδο δεν υπερβαίνουν το ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 14

**ΧΛΩΡΙΟΪΝΕΣ (ΒΑΣΕΙ ΟΜΟΙΟΠΟΛΥΜΕΡΟΥΣ ΧΛΩΡΙΟΥΧΟΥ ΒΙΝΥΛΙΟΥ) ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ
ΙΝΕΣ**

(Μέθοδος διά πυκνού θεικού οξέος)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Αυτή η μέθοδος εφαρμόζεται, μετά την απομάκρυνση μη ινωδών υλών, στα διμερή μείγματα ινών:

1. χλωριοϊνών (27) με βάση ομοιοπολυμερές χλωριούχο βινύλιο (υπερχλωρομένο ή μη)
με
2. βάμβακα (5), οξείκη κντταρίνη (19), ίνες χαλκαμμωνίας (21), μοντάλ (22), τριωξεική κντταρίνη (24), βισκόζη (25), ορισμένες ακρυλικές ίνες (26), ορισμένες μοντακρυλικές (29), πολυαμίδιο ή νάλον (30) και πολυεστέρας (31).

Οι σχετικές μοντακρυλικές ίνες είναι αυτές που δίνουν διαυγές διάλυμα δι' εμβάπτισews σε πυκνό θεικό οξύ (πυκνότητας 1,84 σε 20° C).

Αυτή η μέθοδος δύναται να χρησιμοποιηθεί και αντί των μεθόδων αριθ. 8 και αριθ. 9.

2. ΑΡΧΗ

Οι αναφερόμενες ίνες στο σημείο 2 της παραγράφου 1 απομακρύνονται από μια γνωστή ξηρή μάζα του μείγματος διά διαλύσεως σε πυκνό θεικό οξύ (πυκνότητας 1,84 σε 20° C). Το υπόλειμμα, αποτελούμενο από χλωριοϊνες, συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται αν απαιτείται, εκφράζεται σε εκατοστιαία αναλογία της μάζας του μείγματος σε ξηρή κατάσταση. Η αναλογία του δεύτερου συστατικού προκύπτει από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός από εκείνα που καθορίζονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

- i) Κοινικές φιάλες χωρητικότητας τουλάχιστον 200 ml με εσυρσιμένο πόμα.
- ii) Υάλινη ράβδος με πεπλατυσμένο άκρο.

3.2. Αντιδραστήρια

- i) Θεικό οξύ, πυκνό (πυκνότητας 1,84 σε 20° C).
- ii) Θεικό οξύ, υδατικό διάλυμα περίπου 50 % (m/m) θεικού οξέος.
Γιά την παρασκευή αυτού του αντιδραστηρίου, προστίθεται μετά προσοχής και ταυτόχρονης ψύξεως 400 ml θεικού οξέος (πυκνότητας 1,84 σε 20° C) σε 500 ml ύδατος. Όταν το διάλυμα αποκτήσει τη θερμοκρασία του περιβάλλοντος αραιώνεται δι' ύδατος στον όγκο του ενός λίτρου.
- iii) Αραιό διάλυμα αμμωνίας.
Διαλύεται με απεσταγμένο ύδωρ 60 ml ένα διάλυμα πυκνής αμμωνίας (πυκνότητας 0,880 g/ml σε 20° C) για την απόκτηση ενός λίτρου.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες και εν συνεχεία εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Το δοκίμιο τοποθετείται στη φιάλη [3.1. i)] και προστίθενται 100 ml θεικού οξέος [3.2. i)] ανά γραμμάριο δείγματος.

Εκτίθεται για 10 λεπτά σε θερμοκρασία περιβάλλοντος ανακινείται από καιρού εις καιρόν το δοκίμιο με τη βοήθεια υάλινης ράβδου. Προκειμένου για ύφασμα ή πλεκτό, τίθεται μεταξύ του τοιχώματος της υάλινης ράβδου και με τη βοήθεια της ράβδου ασκείται ελαφρά πίεση κατά τρόπο ώστε να διαχωρισθεί η διαλυμένη ουσία από το θεικό οξύ.

Το υγρό μεταγγίζεται σε ένα προζυγισμένο χωνευτήριο εκ πεφρυγμένης υάλου. Χύνονται εκ νέου εντός της φιάλης 100 ml θεικού οξέος [3.2. i)] και επαναλαμβάνεται η ίδια εργασία. Αποχύνεται το περιεχόμενο της φιάλης εντός του χωνευτηρίου και το ινώδες υπόλειμμα παρασύρεται με τη βοήθεια της υάλινης ράβδου. Αν χρειασθεί, προστίθεται ολίγο πυκνό θεικό οξύ [3.2. i)] στη φιάλη για να παρασυρθούν τα υπολείμματα των ινών που προσκολλούνται στα τοιχώματα. Αδειάζεται το χωνευτήριο δι' αναρροφήσεως, αφαιρείται πλήρως το διήθημα από τη φιάλη ή γίνεται αλλαγή της φιάλης, κατόπιν εκπλύνεται το υπόλειμμα εντός του χωνευτηρίου διαδοχικά με διάλυμα θεικού οξέος 50 % [3.2. ii)], με απεσταγμένο ή απιονισμένο ύδωρ

(1.3.2.3 των γενικών οδηγιών), το διάλυμα αμμωνίας [3.2. iii)] και τελικά εκπλύνεται με απεσταγμένο ή απιονισμένο ύδωρ, αδειάζοντας τελείως το χωνευτήριο δι' αναρροφήσεως κατά τη διάρκεια της εργασίας πλύσεως αλλά μόνον μετά αφήνεται το υγρό να διέλθει με την επίδραση της βαρύτητας.

Ξηραίνεται το χωνευτήριο και τα υπολείμματα ψύχονται και ζυγίζονται.

Κατά τη διάρκεια των εκπλύσεων και στα διαστήματα που μεσολαβούν μεταξύ τους δεν εφαρμόζεται κενό, αλλά αφήνεται ο διαλύτης να εκρεύσει με τη βοήθεια της βαρύτητας και στη συνέχεια εφαρμόζεται κενό.

Το χωνευτήριο μαζί με το υπόλειμμα ξηραίνεται, ψύχεται και ζυγίζεται.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Τα αποτελέσματα υπολογίζονται με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του «d» είναι 1,00.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΤΗΣ ΜΕΘΟΔΟΥ

Στην περίπτωση ομοιογενούς μείγματος υφανσίμων υλών, τα όρια εμπιστοσύνης για τα αποτελέσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο αυτή δεν υπερβαίνουν το ± 1 για στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

ΜΕΘΟΔΟΣ αριθ. 15

ΧΛΩΡΙΟΪΝΕΣ, ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΜΟΝΤΑΚΡΥΛΙΚΕΣ ΙΝΕΣ, ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΙΝΕΣ ΕΛΑΣΤΟΜΕΡΟΥΣ ΠΟΛΥΟΥΡΕΘΑΝΗΣ, ΟΞΕΙΚΕΣ, ΤΡΙΟΞΕΙΚΕΣ ΙΝΕΣ ΚΑΘΩΣ ΚΑΙ ΟΡΙΣΜΕΝΕΣ ΑΛΛΕΣ ΙΝΕΣ

(Μέθοδος κυκλοεξανόνης)

1. ΠΕΔΙΟ ΕΦΑΡΜΟΓΗΣ

Η μέθοδος αυτή εφαρμόζεται αφού έχουν απομακρυνθεί οι μη ινώδεις ύλες στα διμερή μείγματα από:

1. οξεικές (19), τριοξεικές ίνες (24), χλωριοΐνες (27), ορισμένες μοντακρυλικές ίνες (29) και ορισμένες ίνες ελαστομερούς πολυουρεθάνης (39)

και

2. μαλλί (1), τρίχες ζώων (2 και 3), μέταξα (4), βαμβάκι (5), ίνες χαλκαμμονίας (21), μοντάλ (22), βισκόζη (25), πολυαμίδιο ή νάιλον (30), ακρυλικές ίνες (26), ίνες υάλου (40).

Αν διαπιστωθεί η παρουσία ίνας μοντακρυλικής ή ελαστομερούς πολυουρεθάνης είναι αναγκαίο να πραγματοποιηθεί μια προκαταρκτική δοκιμή για να προσδιοριστεί κατά πόσον η ίνα διαλύεται πλήρως στο αντιδραστήριο.

Για την ανάλυση των μειγμάτων που περιέχουν χλωριοΐνες μπορεί επίσης να εφαρμοστεί η μέθοδος αριθ. 9 ή η μέθοδος αριθ. 14.

2. ΑΡΧΗ

Οι οξεικές ίνες, οι τριοξεικές ίνες, οι χλωριοΐνες, ορισμένες μοντακρυλικές ίνες, ορισμένες ίνες ελαστομερούς πολυουρεθάνης, από μια γνωστή ξηρή μάζα μείγματος, διαλύονται με εκχύλιση σε θερμοκρασία που πλησιάζει το σημείο ζέσεως με τη βοήθεια κυκλοεξανόνης. Το υπόλειμμα συλλέγεται, εκπλύνεται, ξηραίνεται και ζυγίζεται. Η μάζα του διορθώνεται εφόσον απαιτείται και εκφράζεται ως εκατοστιαία αναλογία της ξηρής μάζας του μείγματος. Η επί τοις εκατό ξηρή αναλογία της χλωριοΐνας της ακρυλικής ίνας, της ίνας ελαστομερούς πολυουρεθάνης, της οξεικής και τριοξεικής ίνας λαμβάνεται από τη διαφορά.

3. ΕΞΟΠΛΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΑΝΤΙΔΡΑΣΤΗΡΙΑ (εκτός αυτών που αναφέρονται στις γενικές οδηγίες)

3.1. Εξοπλισμός

- i) συσκευή εκχυλίσεως εν θερμώ που καθιστά δυνατές τις εργασίες που προβλέπονται στο σημείο 4 [βλέπε σχέδιο, παραλλαγή του εξοπλισμού που περιγράφεται στο Melliland Textilberichte 56 (1975) σσ. 643-645],
- ii) χωνευτήριο διήθησης κατάλληλο για να δεχθεί το δείγμα,
- iii) πορώδες διάφραγμα με μέγεθος πόρων 1,
- iv) ψυκτήρας ανακυκλώσεως που προσαρμόζεται στη φιάλη αποστάξεως,
- v) συσκευή θερμάνσεως.

3.2. Αντιδραστήρια

- i) κυκλοεξανόνη (σημείο ζέσεως 156° C),
- ii) αιθυλική αλκοόλη (αραιό διάλυμα 50 % κατ' όγκο).

Σημείωση: Δεδομένου ότι η κυκλοεξανόνη είναι εύφλεκτη και τοξική, πρέπει όταν χρησιμοποιείται, να λαμβάνονται τα κατάλληλα μέτρα προστασίας.

4. ΤΡΟΠΟΣ ΕΡΓΑΣΙΑΣ

Ακολουθείται η διαδικασία που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες και στη συνέχεια εφαρμόζονται τα ακόλουθα:

Φέρονται στη φιάλη αποστάξεως 100 χιλιοστόλιτρα κυκλοεξανόνης ανά γραμμάριο ύλης, τοποθετείται το δοχείο εκχυλίσεως, στο οποίο έχουν προηγουμένως τοποθετηθεί το χωνευτήριο διήθησεως που περιέχει το δείγμα και το πορώδες διάφραγμα που συγκρατείται σε ελαφρά κλίση. Εισάγεται ο ψυκτήρας ανακυκλώσεως. Θερμαίνονται μέχρι βρασμού και διεξάγεται η εκχύλιση για 60 λεπτά με ελάχιστη ταχύτητα 12 κύκλων ανά ώρα. Μετά την εκχύλιση και την ψύξη, αφαιρείται το δοχείο εκχυλίσεως, αποσύρεται το χωνευτήριο διήθησης και απομακρύνεται το πορώδες διάφραγμα. Εκπλύνεται 3 ή 4 φορές το περιεχόμενο του χωνευτηρίου διήθησης με αιθυλική αλκοόλη 50 %, η οποία έχει προθερμανθεί στους 60° C περίπου, και στη συνέχεια με 1 λίτρο νερού στους 60° C.

5. ΥΠΟΛΟΓΙΣΜΟΣ ΚΑΙ ΕΚΦΡΑΣΗ ΤΩΝ ΑΠΟΤΕΛΕΣΜΑΤΩΝ

Τα αποτελέσματα υπολογίζονται με τον τρόπο που περιγράφεται στις γενικές οδηγίες. Η τιμή του «d» είναι 1,00, με εξαίρεση:

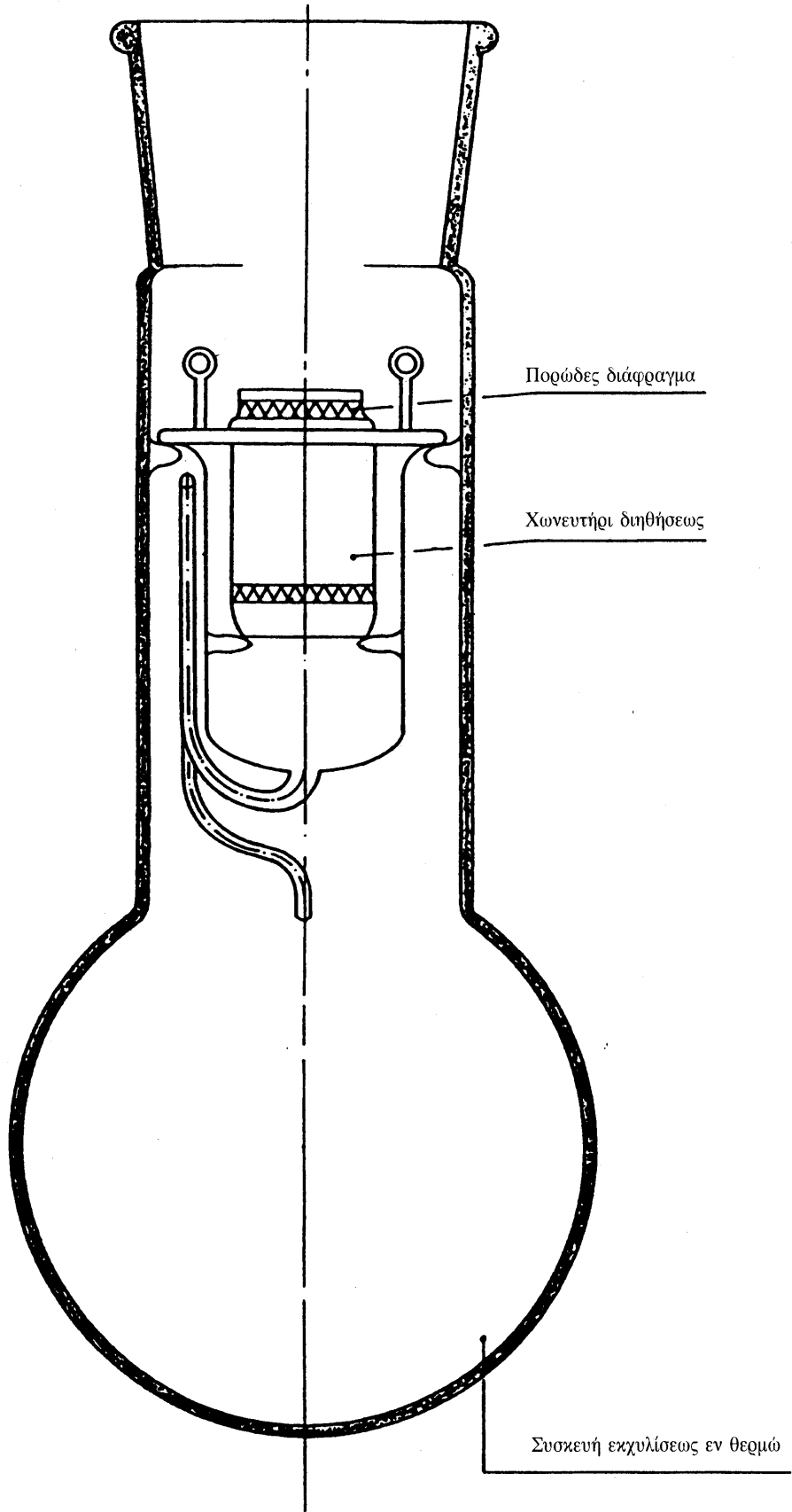
τό μεταξύ: 1,01

την ακρυλική ίνα: 0,98.

6. ΑΚΡΙΒΕΙΑ ΜΕΘΟΔΟΥ

Επί ομοιογενούς μείγματος υφαντικών υλών, τα όρια εμπιστοσύνης για τα αποτελέσματα που λαμβάνονται με τη μέθοδο αυτή δεν είναι μεγαλύτερα του ± 1 για μια στάθμη εμπιστοσύνης 95 %.

Σχέδιο που αναγράφεται στο σημείο 3.1.i), της μεθόδου αριθ. 15.



ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ ΙΙΙ

ΤΜΗΜΑ Α

ΚΑΤΑΛΟΓΟΣ ΚΑΤΑΡΤΗΘΕΙΣΩΝ ΟΔΗΓΙΩΝ

(που αναφέρονται στο άρθρο 8)

- Οδηγία 72/276/ΕΟΚ του Συμβουλίου (ΕΕ αριθ. L 173 της 31. 7. 1972, σ. 1) και οι διαδοχικές της τροποποιήσεις:
 - οδηγία 79/76/ΕΟΚ της Επιτροπής (ΕΕ αριθ. L 17 της 24. 1. 1979, σ. 17),
 - οδηγία 81/75/ΕΟΚ του Συμβουλίου (ΕΕ αριθ. L 57 της 9. 3. 1981, σ. 23),
 - οδηγία 87/184/ΕΟΚ της Επιτροπής (ΕΕ αριθ. L 75 της 17. 3. 1987, σ. 21).

ΤΜΗΜΑ Β

ΠΡΟΘΕΣΜΙΕΣ ΜΕΤΑΦΟΡΑΣ ΣΤΟ ΕΘΝΙΚΟ ΔΙΚΑΙΟ

Οδηγία	Λήξη προθεσμίας μεταφοράς στο εθνικό δίκαιο
— 72/276/ΕΟΚ	18 Ιανουαρίου 1974
— 79/76/ΕΟΚ	28 Ιουνίου 1979
— 81/75/ΕΟΚ	27 Φεβρουαρίου 1982
— 87/184/ΕΟΚ	1 Σεπτεμβρίου 1988

ΠΑΡΑΡΤΗΜΑ IV

ΠΙΝΑΚΑΣ ΑΝΤΙΣΤΟΙΧΙΑΣ

Παρούσα οδηγία	Οδηγία 72/276/ΕΟΚ
Άρθρο 1	Άρθρο 1
Άρθρο 2	Άρθρο 2
Άρθρο 3	Άρθρο 3
Άρθρο 4	Άρθρο 4
Άρθρο 5	Άρθρο 5
Άρθρο 6	Άρθρο 6
Άρθρο 7	Άρθρο 7 παράγραφος 2
Άρθρο 8	—
Άρθρο 9	Άρθρο 8
Παράρτημα I	Παράρτημα I
Παράρτημα II σημείο 1	Παράρτημα II σημείο 1
Παράρτημα II σημείο 2	Παράρτημα II σημείο 2
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 1	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 1
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 2	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 2
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 3	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 3
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 4	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 4
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 5	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 5
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 6	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 6
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 7	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 7
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 8	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 8
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 9	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 9
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 10	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 10
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 11	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 11
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 12	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 13
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 13	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 14
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 14	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 15
Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 15	Παράρτημα II μέθοδος αριθ. 16
Παράρτημα III	—
Παράρτημα IV	—