

372L0276

31.7.72

EUROOPAN YHTEISÖJEN VIRALLINEN LEHTI

N:o L 173/1

**NEUVOSTON DIREKTIIVI,
annettu 17 päivänä heinäkuuta 1972,
kahden tekstiilikuidun sekoitteisiin sovellettavia tiettyjä kvantitatiivisia analyysimenetelmiä
koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä**

(72/276/ETY)

EUROOPAN YHTEISÖJEN NEUVOSTO, joka
ottaa huomioon Euroopan talousyhteisön perustamissopi-
muksen, ja erityisesti sen 100 artiklan,

ottaa huomioon komission ehdotuksen,

sekä katsoo, että

tekstiilien nimityksiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädän-
nön lähentämisestä 26 päivänä heinäkuuta 1971 annetussa
neuvoston direktiivissä⁽¹⁾ säädetään tekstiilituotteiden kuitu-
koostumukseen perustuvista merkinnöistä,

menetelmien, joita jäsenvaltioissa käytetään virallisissa tar-
kastuksissa tekstiilituotteiden kuitukoostumuksen määrittä-
miseksi, tulisi olla yhtenäisiä sekä näytteiden esikäsittelyn
että kvantitatiivisen analyysin osalta,

edellä mainitun direktiivin 13 artiklassa säädetään, että eri-
tyisdirektiiveissä vahvistetaan kaikissa jäsenvaltioissa sovel-
lettavat näytteenotto- ja analyysimenetelmät tuotteiden kui-
tukoostumuksen määrittämiseksi,

ensi vaiheessa tulisi säätää kahden tekstiilikuidun tiettyihin
sekoitteisiin sovellettavista menetelmistä ja myöhemmin
annettavissa direktiiveissä tulisi vahvistaa menetelmät, joita
sovelletaan useammasta kuin kahdesta tekstiilikuidusta
koostuviin sekoitteisiin tai kemiallisesti samaa ainetta ole-
viin kuituihin (erityisesti mikroskooppianalyysiin),

tekniikan kehityksen vuoksi on tarpeen mukauttaa usein
tekstiilien analyysimenetelmiä koskevissa erityisdirektiiv-
eissä annettuja teknisiä säännöksiä; tätä varten tarpeellisten
toimenpiteiden täytäntöönpanon helpottamiseksi tulisi sää-
tää menettelystä jäsenvaltioiden ja komission välisen yhteis-
työn toteuttamiseksi tekstiilien analyysimenetelmien
mukauttamista tekniikan kehitykseen käsittelevässä komite-
assa, ja

kun on kyse kahden tekstiililaadun sekoitteista, joiden osalta
yhteisön tasolla ei ole yhtenäistä analyysimenetelmää, tar-
kastuksesta vastaava laboratorio voi määrittää näiden sekoit-

teiden koostumuksen käytettävissään olevilla asianmukai-
silla menetelmillä ja ilmoittaa tutkimuselosteessa saadun
tuloksen sekä käytetyn menetelmän tarkkuuden, jos se on tie-
dossa,

ON ANTANUT TÄMÄN DIREKTIIVIN:

1 artikla

Tämä direktiivi koskee tiettyihin kahden tekstiilikuidun
sekoitteisiin sovellettavia kvantitatiivisia analyysimenetel-
miä, mukaan lukien laboratorionäytteiden ja analyysinäyttei-
den valmistelu.

2 artikla

”Laboratorionäytteellä” tarkoitetaan näytettä, joka kokonsa
puolesta soveltuu analyysiin ja on peräisin laboratorion
kokonaisnäytteestä, joka puolestaan on otettu analysoita-
vasta tavaraerästä.

”Analyysinäyte” on laboratorionäytteestä erotettu osa, jota
käytetään yksittäisen analyysituloksen saamiseksi.

3 artikla

Jäsenvaltioiden on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpi-
teet sen varmistamiseksi, että liitteissä I ja II vahvistettuja
määräyksiä tiettyihin kahden tekstiilikuidun sekoitteisiin
sovellettavasta kvantitatiivisesta analyysistä, mukaan lukien
laboratorionäytteiden ja analyysinäytteiden valmistelu,
sovelletaan kaikissa virallisissa tarkastuksissa määritettäessä
markkinoille saatettavien tekstiilituotteiden koostumusta, 26
heinäkuuta 1971 annetun direktiivin säännösten mukaisesti.

4 artikla

Jollei yhteisön tasolla ole kahden tekstiilikuidun sekoitteiden
osalta yhtenäistä analyysimenetelmää, tarkastuksesta vastaav-
an laboratorion on määritettävä näiden sekoitteiden koos-
tumus käytettävissään olevilla asianmukaisilla menetel-

⁽¹⁾ EYVL N:o L 185, 16.8.1971, s. 16

millä ja ilmoitettava tutkimuselosteessa saatu tulos sekä käytetyn menetelmän tarkkuus, jos se on tiedossa.

5 artikla

1. Perustetaan komitea käsittelemään tekstiilien analyysimenetelmien mukauttamista tekniikan kehitykseen, jäljempänä ”komitea”, jossa on jäsenvaltioiden edustajat ja puheenjohtajana komission edustaja.

2. Komitea vahvistaa työjärjestyksensä.

3. Liitteessä II vahvistetut kvantitatiiviset analyysimenetelmät mukautetaan tekniikan kehitykseen noudattaen 6 artiklassa säädettyä menettelyä.

6 artikla

1. Jos tässä artiklassa säädettyä menettelyä on noudatettava, puheenjohtaja saattaa asian komitean käsiteltäväksi omasta aloitteestaan tai jonkin jäsenvaltion edustajan pyynnöstä.

2. Komission edustaja tekee komitealle ehdotuksen tarvittavista toimenpiteistä. Komitea antaa lausuntonsa ehdotuksesta määräajassa, jonka puheenjohtaja asettaa asian kiireellisyyden mukaan. Lausunto annetaan sellaisella 12 äänen enemmistöllä, joka saadaan, kun jäsenvaltioiden edustajien äänet painotetaan perustamissopimuksen 148 artiklan 2 kohdassa säädetyllä tavalla.

Puheenjohtaja ei osallistu äänestykseen.

3. a) Komissio päättää suunnitelluista toimenpiteistä, jos ne ovat komitean lausunnon mukaiset.
- b) Jos suunnitellut toimenpiteet eivät ole komitean lausunnon mukaisia tai lausuntoa ei ole annettu, komissio tekee viipymättä neuvostolle ehdotuksen tarvittavista toimenpiteistä.
- Neuvosto ratkaisee asian määräenemmistöllä.
- c) Jos neuvosto ei ole ratkaissut asiaa kolmen kuukauden kuluessa siitä, kun asia on saatettu neuvostossa vireille, komissio tekee päätöksen ehdotetuista toimenpiteistä.

7 artikla

1. Jäsenvaltioiden on saatettava tämän direktiivin noudattamisen edellyttämät säännökset voimaan 18 kuukauden kuluessa sen tiedoksi antamisesta ja ilmoitettava tästä komissiolle viipymättä.

2. Jäsenvaltioiden on huolehdittava, että niiden tässä direktiivissä tarkoitetuista kysymyksistä antamat keskeiset kansalliset säännökset toimitetaan kirjallisina komissiolle.

8 artikla

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tehty Brysselissä 17 päivänä heinäkuuta 1972.

Neuvoston puolesta

Puheenjohtaja

P. LARDINOIS

LIITE I

NÄYTTEIDEN JA KOEPALOJEN VALMISTELU TEKSTIILITUOTTEIDEN
KUITUKOOSTUMUKSEN MÄÄRITTÄMISEKSI

1 SOVELTAMISALA

Tässä liitteessä vahvistetaan menettelyt kooltaan kvantitatiivisten analyysien esikäsittelyyn sopivien (eli enintään 100 g) näytteiden valmistamisesta laboratorion kokonaisnäytteestä sekä analyysinäytteen ottamisesta laboratorionäytteestä, joka on esikäsitelty muiden kuin kuituainesten poistamiseksi⁽¹⁾.

2 MÄÄRITELMÄT

- 2.1 **Tavaraerä** — Tavaramäärä, joka arvioidaan koetulossarjan perusteella. Tavaraerään voi kuulua esimerkiksi koko yhtä kangastoimitusta vastaava tavaramäärä, samasta loimituksesta kudottu kangaserä, lancaerä, raakakuitupaali tai -paaliryhmä.
- 2.2 **Laboratorion kokonaisnäyte** — Tavaraerän osa, joka on otettu niin, että se edustaa kokonaisuutta, ja joka on lähetetty laboratorioon. Kokonaisnäytteen koko ja laatu valitaan niin, että se vastaa sopivasti tavaraerän vaihtelevuutta ja että sen laboratorioskäsitely on helppoa⁽²⁾.
- 2.3 **Laboratorionäyte** — Laboratorion kokonaisnäytteen osa, joka esikäsitellään ei-kuituainesten poistamiseksi ja josta sitten otetaan analyysinäytteet analyysia varten. Laboratorionäytteen koko ja laatu valitaan niin, että se vastaa sopivasti laboratorion kokonaisnäytteen vaihtelevuutta⁽³⁾.
- 2.4 **Analyysinäyte** — Laboratorionäytteestä otettu materiaali, joka tarvitaan yksittäisen analyysituloksen saamiseksi.

3 PERIAATE

Laboratorion kokonaisnäytteestä otetaan sitä edustava laboratorionäyte.

Laboratorionäytteestä otetaan sitä edustavat analyysinäytteet.

4 NÄYTTEENOTTO IRTOKUIDUISTA

- 4.1 **Yhdensuuntaistamattomat kuidut** — laboratorionäyte otetaan erottamalla sattumanvaraisesti kuitutukkoja laboratorion kokonaisnäytteestä. Kun koko laboratorionäyte on otettu, se sekoitetaan huolellisesti laboratorionkarstalla⁽⁴⁾. Harso tai sekoite, irralliset kuidut ja laitteeseen takertuneet kuidut esikäsitellään. Sen jälkeen otetaan analyysinäytteet harsosta, irtokuiduista ja laitteeseen takertuneista kuiduista niiden massoja vastaavassa suhteessa.

Jos esikäsitely ei vaikuta karstaharson muotoon, analyysinäytteet otetaan kohdassa 4.2 selostetulla tavalla. Jos esikäsitely sotkee harson, analyysinäytteet valitaan poimimalla esikäsitellyistä näytteistä 16 pientä sopivankokoista ja keskenään suunnilleen samankokoista kuitutukkoa, jotka yhdistetään.

- 4.2 **Yhdensuuntaistetut kuidut (karstaharsot, hahtuvat, esilangat)** — Laboratorion kokonaisnäytteestä sattumanvaraisesti otetuista kappaleista leikataan vähintään kymmenen palaa poikittain, joista kukin painaa noin 1 g. Näin saatu laboratorionäyte esikäsitellään. Sen jälkeen palat yhdistetään asettamalla ne vieretysten ja valmistetaan analyysinäyte leikkaamalla poikittain ja ottamalla yksi osa jokaisesta kymmenestä palasta.

⁽¹⁾ Esikäsitely voi kohdistua myös suoraan analyysinäytteisiin.

⁽²⁾ Ommeltujen tuotteiden osalta, ks. 7 kohta.

⁽³⁾ Ks. 1 kohta.

⁽⁴⁾ Laboratorionkarstan asemesta voi käyttää myös kuitusekoitinta tai ns. "yhdistä ja jaa" -menetelmää.

5 NÄYTTEENOTTO LANGOISTA

5.1 Puolatut tai vyyhdetyt langat — Käytetään kaikkia laboratorion kokonaisnäytteeseen kuuluvia puolia.

Jokaisesta puolasta otetaan sopivan mittaiset, yhtäjaksoiset ja samanpituiset erät, joko kehimällä vyyhdeksi yhtä monta kierrosta vyyhdinpuulla tai jollain muulla tavalla⁽¹⁾. Langat yhdistetään rinnakkain yhdeksi vyyhdeksi tai köydeksi ja varmistetaan, että vyyhti tai köysi koostuu jokaisesta puolasta kehitystyistä yhtä pitkistä lankaeristä.

Näin saatu laboratorionäyte esikäsitellään.

Analyysinäytteet otetaan leikkaamalla vyyhdestä tai köydestä kimppu yhtä pitkiä lankoja unohtamatta yhtään vyyhteen tai köyteen kuuluvaa lankaa.

Jos t on langan tex-arvo ja n on laboratorion kokonaisnäytteen puolien lukumäärä, kustakin puolasta on otettava lanka, jonka pituus on:

$$\frac{10^6}{nt} \text{ cm, jotta saataisiin aikaan } 10 \text{ g painava näyte.}$$

Jos nt :n arvo on suuri, toisin sanoen enemmän kuin 2 000, voidaan valmistaa suurempi vyyhti ja leikata se poikki kahdesta kohdasta niin, että saadaan sopivan painoinen köysi. Köysimäisen näytteen päät sidotaan asianmukaisesti ennen esikäsitelyä, ja analyysinäytteet otetaan riittävän kaukaa sitomiskohdista.

5.2 Loimilangat — Otetaan laboratorionäyte leikkaamalla loimen päästä vähintään 20 cm pituinen pala, jossa ovat mukana kaikki loimilangat, lukuun ottamatta hulpiolankoja, jotka heitetään pois. Kimppu sidotaan toisesta päästään. Jos näyte on niin suuri, että sitä ei voi esikäsitellä yhdellä kertaa, se jaetaan kahteen tai useampaan osaan, joista kukin sidotaan esikäsitelyä varten ja yhdistetään sen jälkeen, kun ne on esikäsitelty erikseen. Laboratorionäytteestä otetaan analyysinäyte leikkaamalla sopivan pituinen pala riittävän kaukaa sitomiskohdasta ja unohtamatta yhtään langoista. Jos loimessa on N lankaa, joiden tex-arvo on t , 1 g painavan koepalan pituus on:

$$\frac{10^5}{Nt} \text{ cm}$$

6 NÄYTTEENOTTO KANKAISTA

6.1 Laboratorion kokonaisnäyte koostuu yhdestä kangasta edustavasta palasta.

— Kokonaisnäytteestä leikataan halkaisijan suuntainen, nurkasta toiseen ulottuva kaistale ja hulpiot poistetaan. Tämä kaistale muodostaa laboratorionäytteen. Jotta näytteen massa olisi x grammaa, kaistaleen pinta-alan on oltava:

$$\frac{x \cdot 10^4}{G} \text{ cm}^2, \text{ jossa } G \text{ on kankaan massa g/m}^2.$$

Kaistale esikäsitellään ja leikataan poikittaissuunnassa neljään yhtä suureen osaan, jotka asetetaan päällekkäin.

Näin valmistellun materiaalin jostakin osasta otetaan analyysinäytteet leikkaamalla kerrosten lävitse niin, että jokaisessa analyysinäytteessä on yhtä pitkä kappale jokaista kerrosta.

Jos kankaassa on kudottu kuvio, laboratorionäytteen leveys mitattuna loimen suuntaan ei saa olla pienempi kuin kuvion loimiraportti. Jos tämä edellytys ei täyty ilman, että näytteestä tulee liian suuri esikäsiteltäväksi yhdellä kertaa, se on leikattava yhtä suuriin osiin, jotka esikäsitellään erikseen, minkä jälkeen osat asetetaan päällekkäin ennen analyysinäytteiden ottamista, varoen kuitenkin, että kuvion vastaavat osat eivät osu päällekkäin.

6.2 Laboratorion kokonaisnäyte koostuu useista paloista.

— Jokainen pala käsitellään kohdassa 6.1 selostetulla tavalla ja jokainen tulos ilmoitetaan erikseen.

7 NÄYTTEENOTTO KOOTUSTA TAI VALMIISTA TEKSTIILITUOTTEISTA

Laboratorion kokonaisnäyte koostuu tavallisesti valmiista tekstiilituotteesta tai sitä edustavasta osasta.

⁽¹⁾ Jos puolat voidaan asettaa sopivaan telineeseen, niistä voidaan kehii vyyhdet samanaikaisesti.

Määritetään tarvittaessa näytteen niiden osien prosenttiosuus, joiden kuitusisältö ei ole sama ja tarkastetaan yhdenmukaisuus tekstiilien nimityksiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä annetun direktiivin 9 artiklan säännösten kanssa.

Otetaan edustava laboratorionäyte kootun tai valmiin tuotteen siitä osasta, jonka koostumus ilmoitetaan selosteessa. Jos tuotteessa on useita selosteita, edustavat laboratorionäytteet otetaan jokaisesta tietyä selostetta vastaavasta tuotteen osasta.

Jos tuote, jonka koostumus on määritettävä, ei ole tasakoosteinen, voi olla tarpeellista ottaa laboratorionäytteitä kustakin tuotteen osasta ja määrittää eri osien suhteellinen osuus koko tuotteessa.

Tämän jälkeen lasketaan prosenttiosuudet ottaen huomioon näytteiksi valittujen kappaleiden suhteelliset osuudet.

Näytteet esikäsitellään.

Esikäsitellyistä laboratorionäytteistä otetaan edustavat analyysinäytteet.

LIITE II

TIETTYJEN KAHDEN TEKSTIILIKUIDUN SEKOITTEIDEN KVANTITATIIVISET ANALYYSIMENETELMÄT

1. YLEISTÄ

Johdanto

Tekstiilikuitusekoitteiden kvantitatiiviset analyysimenetelmät perustuvat kahteen päämenetelmään: käsin tehtävään kuitujen erotteluun ja kemiallisesti tapahtuvaan kuitujen erotteluun.

Käsin erotteluun perustuva menetelmä on valittava aina, kun se on mahdollista, koska sillä saadaan yleensä tarkempia tuloksia kuin kemiallisella menetelmällä. Käsin tehtävää erottelua voidaan soveltaa kaikkiin tekstiilituotteisiin, joissa kuidut eivät muodosta homogeenista sekoitetta, kuten esimerkiksi lankoihin, jotka koostuvat useista osista, jotka puolestaan koostuvat yhdestä ainoasta kuitulajista, tai kankaisiin, joissa loimen muodostava lanka on eri lajia kuin kuteen lanka, tai purettavissa olevaan neulokseen, joka koostuu erilaisista langoista.

Tekstiilikuitusekoitteiden kvantitatiiviset kemialliset analyysimenetelmät perustuvat yleensä sekoitteen yksittäisten komponenttien valikoivaan liuottamiseen. Kun yksi komponenteista on poistettu, liukenematon jäännös punnitaan, ja liuenneen komponentin osuus lasketaan massahäviön perusteella. Tässä liitteen ensimmäisessä osassa esitetään menetelmästä yleisluonteisia tietoja, jotka ovat voimassa kaikkien tässä liitteessä käsiteltävien kuitusekoitteiden osalta niiden koostumuksesta riippumatta. Tätä osaa on siten käytettävä yhdessä sitä seuraavien jaksosten kanssa, joissa käsitellään tiettyihin kuitusekoitteisiin sovellettavia yksityiskohtaisia menetelmiä. Jotkut kemialliset analyysit saattavat perustua muuhun kuin valikoivan liuottamisen periaatteeseen; niissä tapauksissa tarkemmat yksityiskohdat esitetään kyseistä menetelmää käsittelevässä jaksossa.

Jalostusvaiheessa olevat kuitusekoitteet ja, vähäisemmässä määrin, viimeistellyt tekstiilit sisältävät toisinaan muitakin kuin kuituaineita, esimerkiksi rasvoja, vahoja, liistereitä tai veteen liukenevia aineita, joiden alkuperä voi olla luonnossa tai jotka on lisätty valmistuksen helpottamiseksi. Nämä ei-kuituaineet on poistettava ennen analyysia. Tästä syystä liitteessä on kuvaus myös menetelmästä, jolla poistetaan öljyt, rasvat, vahat ja veteen liukenevat tuotteet.

Toisaalta tekstiilit voivat sisältää hartseja tai muita aineita, jotka on lisätty antamaan niille erityispiirteitä. Tällaiset aineet, joihin poikkeusoloissa voidaan lukea myös väriaineet, voivat muuttaa reagenssin vaikutusta liukenevaan aineosaan ja/tai reagenssi voi liuottaa ne osittain tai kokonaan sekoitteesta. Tällaiset lisäaineet voivat siten aiheuttaa virheitä, ja ne on poistettava ennen näytteen analysointia. Jos niiden poistaminen on mahdotonta, tässä liitteessä selostettuja kvantitatiivisia kemiallisia analyysimenetelmiä ei voi käyttää.

Värjätyissä kuiduissa esiintyvää väriainetta pidetään kuidun olennaisena osana, eikä sitä poisteta.

Nämä analyysit perustuvat sekoitteen vedettömään massaun, jonka määrittämistä varten tarvittava menetelmä myös selostetaan.

Tulokset esitetään soveltamalla kunkin kuivassa tilassa olevan kuidun massaun kertoimia, jotka on esitetty tekstiilien nimityksiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä annetun direktiivin liitteessä II.

Sekoitteessa esiintyvät kuidut on tunnistettava ennen analyysiin ryhtymistä. Joissakin kemiallisissa menetelmissä liukenevan aineosan liuottamiseen käytetty reagenssi voi liuottaa osittain myös sekoitteen liukenematonta osaa. Tätä silmällä pitäen menetelmiin on valittu, aina kun se on ollut mahdollista, reagensseja, joiden vaikutus liukenemattomiin kuituihin on heikko tai olematon. Jos on tiedossa, että analyysin aikana tapahtuu massahäviötä, tulokset tulisi korjata; tätä varten on annettu korjauskertoimet. Nämä kertoimet on määritetty eri laboratorioissa käsittelemällä esikäsiteltyjä kuituja kyseisellä analyysimenetelmässä mainitulla reagenssilla. Nämä kertoimet ovat voimassa vain normaalien kuitujen osalta, muut korjauskertoimet voivat olla tarpeen, jos kuidut ovat vahingoittuneet ennen käsittelyä tai sen aikana. Esitetyt menetelmät koskevat yhtä analyysia. Sekä käytettäessä käsin tehtyyn erotteluun perustuvaa menetelmää että kemiallisen erottelun menetelmää tulisi tehdä ainakin kaksi analyysia eri analyysinäytteille. Epävarmoissa tapauksissa kannattaa tehdä toinen analyysi liuottamalla pois se komponentti, joka varsinaisessa menetelmässä on liukenematon jäännös, jos se ei ole teknisesti mahdotonta.

I Yleistä tekstiilikuitusekoitteiden kvantitatiivisista kemiallisista analyysimenetelmistä

Tekstiilikuitusekoitteiden kvantitatiivisia kemiallisia analyysimenetelmiä koskevia yleistietoja.

I.1 Soveltamisala

Menetelmän soveltamisala luettelee ne kuidut, joiden analyysiin kyseinen menetelmä soveltuu.

I.2 *Periaate*

Kun sekoitteen komponentit on tunnistettu, sekoitteesta poistetaan ensin sopivalla esikäsitellyllä ei-kuituaineet ja sen jälkeen toinen komponenteista, yleensä käyttämällä hyväksi valikoivaa liuottamista⁽¹⁾. Liukenematon jäännös punnitaan ja liuenneen komponentin osuus lasketaan massahäviön perusteella. On suositeltavaa liuottaa se kuitu, jonka osuus sekoitteessa on suurempi, jos se ei aiheuta teknisiä ongelmia, jolloin jäljelle jää se kuitu, jonka osuus sekoitteessa on vähäisempi.

I.3 *Tarvikkeet*

I.3.1 *Laitteet*

Lasisuodattimia ja punnituslaseja, joihin suodattimet mahtuvat, taikka muita välineitä, joilla päästään samantyyppisiin tuloksiin.

I.3.1.2 Imupullo.

I.3.1.3 Eksikkaattori, joka sisältää silikageeliä kosteudenilmaisimena.

I.3.1.4 Ilmankierrolla varustettu lämpökaappi, jossa analyysinäytteet voidaan kuivata lämpötilassa 105 ± 3 °C.

I.3.1.5 Analyysivaaka, jonka tarkkuus on 0,0002 g.

I.3.1.6 Soxhlet-uuttolaite tai välineitä, joilla saadaan samantyyppiset tulokset.

I.3.2 *Reagenssit*

I.3.2.1 Toistotislattu petrolicetteri, jonka kiehumispiste on 40 °C — 60 °C.

I.3.2.2 Muut reagenssit mainitaan kullekin menetelmälle omistettussa jaksossa. Kaikkien reagenssien on oltava kemiallisesti puhtaita.

I.3.2.3 Tislattu tai ionivaihdettu vesi.

I.4 *Ilmastointi ja testausolosuhteet*

Koska määritetään vedettömiä massoja, ei ole tarpeen ilmastoida näytteitä eikä tehdä analyyseja vakioilmassa.

I.5 *Laboratorionäyte*

Laboratorioon toimitetusta erästä otetaan edustava laboratorionäyte, jonka koko on riittävä kaikkien tarvittavien, vähintään yhden gramman painoisten analyysinäytteiden saamiseksi.

I.6 *Laboratorionäytteen esikäsitely⁽²⁾*

Jos sekoitteessa on ainetta, joka ei kuulu laskettaviin prosenttiosuuksiin, (katso tekstiilien nimityksiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä annetun direktiivin 12 artiklan 2 kohdan d alakohta), se poistetaan ensin käyttämällä sopivaa menetelmää, joka ei vaikuta mihinkään kuitukomponenteista.

Tätä tarkoitusta varten ei-kuituaineet, jotka liukenevat petrolicetteriin ja veteen, poistetaan käsittelemällä ilmakeuiva näyte Soxhlet-uuttolaitteessa petrolicetterissä tunnin ajan, vähintään kuusi uutoskiertoa tunnissa. Petrolicetterin annetaan haihtua näytteestä, jota liotetaan sen jälkeen tunnin ajan huoneenlämpötilassa vedessä ja sitten toisen tunnin ajan vedessä, jonka lämpötila on 65 ± 5 °C, välillä sekoittaen. Veden ja näytteen seossuhteen on oltava 100/1. Ylimääräinen vesi poistetaan näytteestä pusertamalla, imulla tai linkoamalla, ja näyte kuivataan ilmakeuivaksi.

⁽¹⁾ Menetelmä 13 on poikkeus. Se perustuu toisen komponentin olennaisen rakenne-elementin määrittämiseen.

⁽²⁾ Ks. liite I.1.

Jos ei-kuituaineita ei voi poistaa petrolietterillä ja vedellä, edellä selostettu vesikäsitteily on korvattava muulla sopivalla käsittelyllä, joka ei aiheuta olennaisia muutoksia minkään kuitukomponentin ainekseen. Joidenkin valkaisuomattomien luonnon kasvukuitujen osalta (kuten juutti ja kookos) on kuitenkin huomattava, että normaali petrolietteri- ja vesikäsitteily ei poista kaikkia luonnonmukaisia ei-kuituaineita; siitä huolimatta näytteeseen ei kohdisteta lisäkäsittelyä, ellei näyte sisällä viimeisteitä, jotka ovat liukenemattomia sekä petrolietteriin että veteen.

Näytteen esikäsitteilymenetelmät on selostettava tutkimuselosteissa yksityiskohtaisesti.

1.7 Suoritusmenetelmä

1.7.1 Yleistä

1.7.1.1 Kuivaus

Kuivaus kestää vähintään 4 ja enintään 16 tuntia, ja sen on tapahduttava 105 ± 3 °C lämpötilassa ilman-kierrolla varustetussa lämpökaapissa, jonka ovi on koko kuivauksen ajan suljettuna. Jos kuivaus kestää alle 14 tuntia, massan vakioituminen on tarkastettava punnitsemalla näyte. Massa katsotaan vakioituneeksi, jos sen muutos uuden 60 minuuttia kestävä kuivauksen jälkeen on alle 0,05 prosenttia.

Suodattimien, punnituslasien, näytteiden ja jäännösten käsittelyä paljain käsin on vältettävä kuivauksen, jäähdytyksen ja punnituksen aikana.

Näytteet kuivataan punnituslasissa, jonka kansi on vieressä. Kuivauksen jälkeen, ennen lämpökaapistä ottamista, punnituslasi suljetaan kannella, minkä jälkeen se siirretään nopeasti eksikkaattoriin.

Punnituslasiin asetettu lasisuodatin ja sen erillään oleva kansi kuivataan lämpökaapissa. Kuivauksen jälkeen punnituslasi suljetaan ja siirretään nopeasti eksikkaattoriin.

Jos analyysissä käytetään lasisuodattimen asemesta toista välinettä, se kuivataan lämpökaapissa niin, että on mahdollista määrittää kuitujen kuiva massa ilman häviötä.

1.7.1.2 Jäähdytys

Kaikki jäähdytystoimet suoritetaan eksikkaattorissa, joka on sijoitettu vaa'an viereen. Jäähdytyksen on kestävä riittävän kauan niin, että punnituslasit jäähtyvät kokonaan, aina vähintään kaksi tuntia.

1.7.1.3 Punnitus

Jäähdytyksen jälkeen punnituslasi punnitaan kahden minuutin kuluessa siitä, kun se on otettu eksikkaattorista. Punnitus tehdään 0,0002 gramman tarkkuudella.

1.7.2 Menettely

Esikäsitellystä näytteestä otetaan analyysinäyte, jonka massa on vähintään yksi gramma. Langat tai kangas leikataan noin 10 mm mittaisiksi helposti hajoaviksi kappaleiksi. Analyysinäyte kuivataan punnituslasissa, jäähdytetään eksikkaattorissa ja punnitaan. Analyysinäyte siirretään kyseistä menetelmää koskevassa luvussa määritettyyn lasiastiaan, punnituslasi punnitaan heti uudestaan ja koepalan vedetön massa lasketaan erotuksena. Analyysi täydennetään kyseistä menetelmää koskevassa jaksossa selostetulla tavalla. Jäännös tutkitaan mikroskoopilla ja tarkastetaan, että liukeneva kuitu on käsitellyssä hävinnyt kokonaan.

1.8 Tulosten laskeminen ja ilmoittaminen

Liukenemattoman komponentin massa ilmoitetaan prosentteina sekoitteen kuitujen kokonaismassasta. Liukenevan komponentin prosenttiosuus saadaan erotuksena. Tulokset lasketaan puhtaiden, kuivien kuitujen massojen perusteella käyttämällä sovitun toisaalta massalisiä ja toisaalta korjauskertoimia, joilla otetaan huomioon ainehäviö esikäsitteilyn ja analyysin aikana.

Laskemisessa sovelletaan kohdassa 1.8.2 esitettyä kaavaa.

- I.8.1 *Puhtaan ja kuivan liukenemattoman komponentin massan prosenttiosuuden laskeminen ottamatta huomioon esikäsitteilyn aikana tapahtunutta kuitujen massahäviötä.*

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

jossa

P_1 on puhtaan ja kuivan liukenemattoman komponentin prosenttiosuus;

m on kuivan analyysinäytteen massa esikäsitteilyn jälkeen;

r on jäännöksen kuiva massa;

d on korjauskertoimen, jolla otetaan huomioon liukenemattoman komponentin massahäviö reagenssin analyysin aikana.

$d:n$ arvot annetaan kutakin menetelmää kuvaavan jakson yhteydessä.

$d:n$ arvot ovat normaaliarvoja, jotka koskevat kemiallisesti vahingoittumattomia kuituja.

- I.8.2 *Liukenemattoman komponentin massan prosenttiosuuden laskeminen käyttämällä sovittuja massalisiä ja mahdollisia korjauskertoimia, joilla otetaan huomioon esikäsitteilyssä tapahtuva massahäviö.*

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

jossa

$P_1 A$ on liukenemattoman komponentin prosenttiosuus, kun laskennassa käytetään sovittuja massalisiä ja otetaan huomioon esikäsitteilyssä tapahtuva massahäviö;

P_1 on puhtaan ja kuivan liukenemattoman komponentin prosenttiosuus laskettuna kohdassa I.8.1 esitettyllä kaavalla;

a_1 on liukenemattoman komponentin sovittu massalisiä (Tekstiilien nimityksiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä annetun direktiivin liite II);

a_2 on liukenevan komponentin sovittu massalisiä (Tekstiilien nimityksiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä annetun direktiivin liite II);

b_1 on liukenemattoman komponentin prosentuaalinen häviö esikäsitteilyssä;

b_2 on liukenevan komponentin prosentuaalinen häviö esikäsitteilyssä.

Toisen komponentin ($P_2 A$) prosenttiosuus on $100 - P_1 A$.

Muussa kuin tavanomaisessa esikäsitteilyssä $b_1:n$ ja $b_2:n$ arvot on määritettävä tekemällä kummallekin puhtaalle kuitukomponentille analyysissä käytettävä esikäsitteily. Puhtailla kuiduilla tarkoitetaan kuituja, joista on poistettu kaikki ei-kuituaineet, lukuun ottamatta sellaisia aineita, joita ne sisältävät normaalisti (luonnostaan tai valmistusmenetelmän takia) siinä tilassa (valkaisuamattomana tai valkaistuna), jossa ne ovat analysoitavassa tuotteessa.

Jos käytettävissä ei ole analysoitavassa tuotteessa olevia kuitulajeja erikseen puhtaana, on sovellettava $b_1:n$ ja $b_2:n$ keskiarvoja, jotka on saatu testeissä puhtailla kuiduilla, jotka ovat samantapaisia kuin analysoitavassa sekoitteessa.

Käytettäessä normaalia petrolicetterillä ja vedellä suoritettavaa esikäsitteilyä korjauskertoimet b_1 ja b_2 voidaan yleensä jättää huomiotta, paitsi silloin, kun on kyse valkaisuamattomasta puuvillasta, valkaisuamattomasta pellavasta ja valkaisuamattomasta hampusta, joiden massahäviön esikäsitteilyssä katsotaan yleensä olevan neljä prosenttia, sekä silloin, kun on kyse polypropeenista, jonka massahäviöksi katsotaan yleensä yksi prosentti.

Muiden kuitujen yhteydessä esikäsitteilyssä tapahtuvaa massahäviötä ei ole tapana ottaa huomioon.

II *Käsin tehtävään erotteluun perustuva kvantitatiivinen analyysimenetelmä*

II.1 *Soveltamisala*

Tätä menetelmää käytetään kaikenlaisiin tekstiilikuituihin, jotka eivät muodosta homogeenista sekoitetta ja jotka on mahdollista erotella käsin.

II.2 *Periaate*

Kun sekoitteen komponentit on tunnistettu, sekoitteesta poistetaan sopivalla esikäsitteilyllä ei-kuituaineet, kuidut erotellaan käsin, kuivataan ja punnitaan niin, että voidaan laskea kunkin kuidun prosenttiosuus sekoitteesta.

II.3 *Laitteet*

II.3.1 Punnituslasi tai vastaava laite, jolla saadaan samanlaisia tuloksia.

II.3.2 Eksikkaattori, joka sisältää silikageeliä kosteudenilmaisimena.

II.3.3 Ilmankierrolla varustettu lämpökaappi, jossa näytteet voidaan kuivata lämpötilassa 105 ± 3 °C.

II.3.4 Analyysivaaka, jonka tarkkuus on 0,0002 g.

II.3.5 Soxhlet-uuttolaite tai välineitä, joilla saadaan samanlaiset tulokset.

II.3.6 Neula.

II.3.7 Kierremittari tai vastaava laite.

II.4 *Reagenssit*

II.4.1 Toistotislattu petrolieetteri, jonka kiehumispiste on 40 °C — 60 °C.

II.4.2 Tislattu tai ionivaihdedtu vesi.

II.5 *Ilmastointi ja testausolosuhteet*

Katso I.4 kohta.

II.6 *Laboratorionäyte*

Katso I.5 kohta.

II.7 *Näytteen esikäsitteily*

Katso I.6 kohta.

II.8 *Menettely*

II.8.1 *Langan analyysi*

Esikäsitellystä laboratorionäytteestä otetaan analyysinäyte, jonka massa on vähintään 1 g. Jos lanka on erittäin ohutta, analyysi voidaan tehdä vähintään 30 m pituisella langalla sen massasta riippumatta. Lanka leikataan sopivan pituisiksi palasiksi, ja sen komponentit erotetaan toisistaan käyttämällä neulaa ja tarvittaessa kierremittaria. Näin erotellut langat asetetaan esipunnittuihin punnituslaseihin ja kuivataan 105 ± 3 °C lämpötilassa, kunnes saadaan I.7.1 ja I.7.2 kohdassa esitetty vakioitunut massa.

II.8.2 *Kankaan analyysi*

Esikäsitellystä laboratorionäytteestä otetaan analyysinäyte, jossa ei ole hulpiota ja jonka massa on vähintään 1 g; näytteen reunat leikataan tarkasti loimen tai kuteen lankojen suuntaisesti tai neuloksia analysoitaessa rivien ja vakojen suuntaisesti. Eri langat erotetaan, asetetaan esipunnittuihin punnituslaseihin ja käsitellään II.8.1 kohdassa selostetulla tavalla.

II.9 Tulosten laskeminen ja ilmoittaminen

Kunkin komponentin massa ilmoitetaan prosentteina sekoitteen kuitujen kokonaismassasta. Tulokset lasketaan puhtaasta, kuivasta massasta käyttämällä sovitulta massalisiä ja korjauskertoimia, joilla otetaan huomioon massahäviö esikäsittelyn aikana.

II.9.1 Puhtaan ja kuivan liukenemattoman komponentin massan prosenttiosuuden laskeminen ottamatta huomioon esikäsittelyn aikana tapahtunutta kuitujen massahäviötä.

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

jossa

P_1 on puhtaan ja kuivan ensimmäisen komponentin prosenttiosuus;

m_1 on puhtaan ja kuivan ensimmäisen komponentin massa;

m_2 on puhtaan ja kuivan toisen komponentin massa.

II.9.2 Kunkin komponentin massan prosenttiosuuden laskeminen käyttämällä sovitulta massalisiä ja mahdollisia korjauskertoimia, joilla otetaan huomioon esikäsittelyssä tapahtuva massahäviö, selostetaan 1.8.2. kohdassa.

III.1 Menetelmien tarkkuus

Kunkin menetelmän kohdalla ilmoitettu tarkkuus liittyy sen toistettavuuteen.

Toistettavuus on menetelmän luotettavuutta, toisin sanoen eri laboratorioissa tai eri aikoina työskentelevien analyysoijien saamien koetulosten yhdenmukaisuutta silloin, kun kukin analyysoijista käyttää samaa menetelmää ja samaa tasa-aineista sekoitetta.

Toistettavuus esitetään tulosten varmuusrajoina todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

Tämä tarkoittaa, että kahdessa eri laboratorioissa tehtyjen analyysisarjojen tuloksen erotus ylittää rajat vain viidessä tapauksessa sadasta, kun menetelmää on sovellettu tavanomaisella ja oikealla tavalla samoihin tasa-aineisiin sekoitteisiin.

III.2 Koeseloste

III.2.1 Todetaan, että analyysi on suoritettu kyseisen menetelmän mukaisesti.

III.2.2 Annetaan erityisistä esikäsittelyistä yksityiskohtaiset tiedot (katso I.6 kohta).

III.2.3 Esitetään yksittäiset tulokset sekä aritmeettinen keskiarvo yhden desimaalin tarkkuudella.

2. ERITYISMENETELMÄT — SISÄLLYSLUETTELO

Menetelmä	Soveltamisala		Reagenssi	Sivu
N:o 1	asetaaatti	tietyt muut kuidut	asetoni	13
N:o 2	tietyt proteiinikuidut	tietyt muut kuidut	alkalinen natriumhypokloriitti	14
N:o 3	viskoosi, kupro tai tietyt lajit	puuvilla	sinkkikloridi, muurahaishappo	15
N:o 4	Polyamidi 6 tai 6-6	tietyt muut kuidut	muurahaishappo 80 %	16
N:o 5	asetaaatti	triasetaatti	bensyylialkoholi	17
N:o 6	triasetaatti	tietyt muut kuidut	dikloorimetaani	18
N:o 7	tietyt selluloosakuidut	polyesteri	rikkihappo 75 %	19
N:o 8	akryylit, tietyt modakryylit tai tietyt klorokuidut	tietyt muut kuidut	dimetyyliformadi	20
N:o 9	tietyt klorokuidut	tietyt muut kuidut	rikkihiili/asetoni 55,5/44,5	21
N:o 10	asetaaatti	tietyt klorokuidut	jäätikka 75 %	22
N:o 11	silkki	villa tai karva	rikkihappo 75 %	23
N:o 12	tietyt selluloosakuidut	villa tai karva	rikkihappo 70 %	24
N:o 13	juutti	tietyt eläinkuidut	typpipitoisuusmenetelmä	26

*MENETELMÄ N:o 1***ASETAATTI JA TIETYT MUUT KUIDUT
(Asetonimenetelmä)****1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. asetaatti (17)
ja
2. villa (1), eläimen karva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), pellava (7), hamppu (8), juutti (9), manilla (10), esparto (11), kookoskuidut (12), genista (13), kenaf (14), rami (15), sisali (16), kupro (19), modaali (20), proteiini (21), viskoosi (23), akryyli (24), polyamidi (28) tai polyesteri (29).

Tämä menetelmä ei missään tapauksessa sovellu pinnaltaan desasetyloituneelle asetaatille.

2 PERIAATE

Asetaattikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä asetoniin. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan, sen tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivan asetaatin prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut).**3.1 Laitteet**

Vähintään 200 ml erlenmeyerpulloja, joissa on hiottu lasitulppa.

3.2 Reagenssi

Asetoni.

4 ANALYYSIN SUORITUS

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml vetoiseen lasitulppalliseen erlenmeyerpulloon ja lisätään 100 ml asetoninäytegrammaa kohti, ravistetaan pulloa ja annetaan sen seistä huoneenlämmössä 30 minuuttia sekoittaen aika ajoin, minkä jälkeen neste dekantoidaan punnittuun lasisuodattimeen.

Sama käsittely toistetaan vielä kahdesti (kaikkiaan kolme uuttokertaa), mutta kummallakin kerralla vain 15 minuutin ajan niin, että asetonikäsittelyn kokonaisaika on yksi tunti. Jäännös kaadetaan lasisuodattimeen. Jäännös pestään lasisuodattimessa asetonilla ja imetään kuivaksi. Suodatin täytetään uudestaan asetonilla, jonka annetaan valua omalla painollaan, ilman imua.

Lopuksi suodatin imetään kuivaksi, suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 2

**TIETYT PROTEIINIKUIDUT JA TIETYT MUUT KUIDUT
(Natriumhypokloriittimenetelmä)****1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. seuraavat proteiinikuidut: villa (1), eläimen karva (2 ja 3), silkki (4) ja kaseiinipohjaiset regeneroidut proteiinit (21)
ja
2. puuvilla (5), kupro (19), modaali (20), viskoosi (23), akryyli (24), klorokuidut (25), polyamidi (28), polyesteri (29), polypropeeni (31) ja lasikuitu (38).

Jos materiaali sisältää erilaisia proteiinikuituja, menetelmällä saadaan niiden yhteismäärä, mutta ei yksittäismääriä.

2 PERIAATE

Proteiinikuitu liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä alkaliseen natriumhypokloriittiin. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan, ja sen tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivan proteiinikuidun prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)**3.1 Laitteet**

Vähintään 500 ml lasiastia.

3.2 Reagenssit**i) Hypokloriittireagenssi**

Reagenssi koostuu analyysia varten valmistetusta noin yhden moolin juuri valmistetusta liuoksesta (33—37 g/l aktiiviklooria), johon on lisätty natriumhydroksidia niin paljon, että natriumhydroksidipitoisuudeksi tulee 5 (\pm 0,5) g/l. Liuoksen tiitteri täytyy tarkistaa jodometrisesti ennen jokaista analyysia.

ii) Etikkahappo, laimennettu liuos

laimennetaan 5 ml jäätikkää vedellä yhdeksi litraksi.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti: Näyte pannaan vähintään 500 ml vetoiseen lasiastiaan ja lisätään 100 ml hypokloriittipohjaista reagenssia näytegrammaa kohti; astiaa ravistellaan imeytymisen tehostamiseksi; astian annetaan seistä 40 minuutin ajan huoneenlämmössä sekoittaen sisältöä voimakkaasti säännöllisesti. Astian sisältö kaadetaan punnittuun lasisuodattimeen ja astiaan mahdollisesti jääneet kuidut huuhdellaan suodattimeen hypokloriittireagenssilla. Suodatin imetään kuivaksi ja jäännös pestään ensin vedellä, sitten laimennetulla etikkahapolla ja lopuksi vedellä siten, että suodatin imetään kuivaksi aina nesteen lisäyksen jälkeen. Imua ei kuitenkaan saa käynnistää ennen kuin neste on valunut omalla painollaan. Lopuksi suodatin imetään kuivaksi ja kuivataan jäännöksineen, minkä jälkeen niiden annetaan jäähtyä ja ne punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00, paitsi valkaisemattoman puuvillan osalta, jolloin d:n arvo on 1,03.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään \pm 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 3

VISKOOSI, KUPRO TAI ERÄÄT MODAALILAJIT JA PUUVILLA
(Muurahaishappo-sinkkikloridimenetelmä)**1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. viskoosi (23) tai kupro, mukaan lukien tietyt modaalikuitulajit (20)
ja
2. puuvilla (5).

Jos sekoitteessa todetaan olevan modaalikuitua, sen liukeneminen reagenssiin on tarkistettava ennakkolta.

Tätä menetelmää ei voi soveltaa sekoitteisiin, joiden puuvilla on vahingoittunut kemiallisesti eikä silloin, kun viskoosi tai kupro on muuttunut epätäydellisesti liukenevaksi joidenkin väri- tai viimeistelyaineiden vaikutuksesta, joita ei voi poistaa kokonaan.

2 PERIAATE

Viskoosi-, kupro- tai modaalikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä muurahaishaposta ja sinkkikloridista koostuvaan reagenssiin. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan, ja kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivan viskoosin, kupron tai modaalin prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)**3.1 Laitteet**

- i) Vähintään 200 ml vetoisia erlenmeyerpulloja, joissa on hiottu lasitulppa.
- ii) Laite, jossa pullot voi säilyttää 40 ± 2 °C lämpötilassa.

3.2 Reagenssit

- i) Liuos, joka sisältää 20 g vedetöntä sinkkikloridia ja 68 g vedetöntä muurahaishappoa ja joka on täydennetty vedellä 100 g:ksi; (toisin sanoen 20 paino-osaa vedetöntä sinkkikloridia ja 80 paino-osaa muurahaishappoa, jonka väkevyys on 85 painoprosenttia).
- ii) Ammoniakkiliuos: 20 ml väkevää ammoniakkiliuosta (tiheys 0,880 g/ml) laimennetaan vedellä yhdeksi litraksi.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan välittömästi pulloon, joka on esilämmitetty 40 °C lämpötilaan. Näytegrammaa kohti lisätään 100 ml muurahaishapon ja sinkkikloridin seosta, joka on esilämmitetty 40 °C lämpötilaan. Pullo suljetaan ja ravistetaan. Pullo sisältöineen säilytetään kahden ja puolen tunnin ajan 40 °C lämpötilassa sekoittaen tunnin väliajoin. Pullon sisältö kaadetaan punnittuun lasisuodattimeen ja pullossa mahdollisesti olevat kuidut siirretään suodattimeen reagenssin avulla. Huuhdellaan käyttämällä 20 ml reagenssia.

Suodatin ja jäännös pestään 40-asteisella vedellä. Suodatin huuhdellaan ensin ammoniakkiliuoksella ja sitten vedellä, kunnes ammoniakki häviää. Imua ei käytetä, ennen kuin pesuliuos on suodattunut omalla painollaan. Lopuksi suodattimesta imetään jäljellä oleva neste, suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Puuvillan osalta d:n arvo on 0,96.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 2 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 4

**POLYAMIDI 6 TAI POLYAMIDI 6-6 JA TIETYT MUUT KUIDUT
(80 painoprosentin muurahaishappomenetelmä)****1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. polyamidi 6 tai polyamidi 6-6 (28)
ja
2. villa (1), eläimen karva (2 ja 3), puuvilla (5), kupro (19), modaali (20), viskoosi (23) akryyli (24), klorokuitu (25), polyesteri (29), polypropeeni (31) ja lasikuitu (38).

Kuten edellä on sanottu, menetelmä soveltuu myös villasekoitteille, mutta jos villan osuus on yli 25 prosenttia, tulisi käyttää menetelmää N:o 2 (villan liuottaminen alkaliseen natriumhypokloriittiin).

2 PERIAATE

Polyamidikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä muurahaishappoon. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan, ja tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Polyamidi 6:n tai polyamidi 6-6:n prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)**3.1 Laitteet**

Vähintään 200 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa.

3.2 Reagenssit

- i) muurahaishappo, (80-painoprosenttinen, tiheys 20 °C:ssa 1,186). Laimennetaan 880 ml 90 painoprosenttista muurahaishappoa, (suhteellinen tiheys 20 °C:ssa 1,204) vedellä yhdeksi litraksi. Vaihtelemalla pullo pienellä määrällä muurahaishappoa, jonka tiheys 20 °C:ssa on 1,220, laimennetaan vedellä yhdeksi litraksi.

Väkevyys ei ole kriittinen välillä 77—83 painoprosenttista muurahaishappoa.

- ii) Laimennettu ammoniakki: laimennetaan 80 ml väkevoityä ammoniakkaa (suhteellinen tiheys 20 °C:ssa 0,880) vedellä yhdeksi litraksi.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml pulloon ja näytegrammaa kohti lisätään 100 ml muurahaishappoa. Pullo suljetaan ja ravistetaan näytteen kastelemiseksi. Annetaan seistä 15 minuuttia huoneenlämmössä ravistellen aika ajoin. Pullon sisältö kaadetaan punnittuun lasisuodattimeen, loput kuidut siirretään suodattimeen huuhtelemalla pullo pienellä määrällä muurahaishappoa. Pullo imetään kuivaksi ja jäännös pestään suodattimessa käyttämällä järjestyksessä muurahaishappoa, kuumaa vettä, laimennettua ammoniakkaa ja lopuksi kylmää vettä; suodatin imetään kuivaksi jokaisen lisäyksen jälkeen. Imua ei saa käyttää niin kauan, kuin pesuliuos valuu omalla painollaan. Lopuksi suodatin imetään kuivaksi, suodatinta ja jäännös kuivataan, jäädytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

*MENETELMÄ N:o 5***ASETAATTI JA TRIASETAATTI
(Bentsyylialkoholimenetelmä)****1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. asetaatti (17)
- ja
2. triasettaatti (22)

2 PERIAATE

Asetaattikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä bentsyylialkoholiin $52 \pm 2^\circ\text{C}$ lämpötilassa.

Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivan asetaatin prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSsit (muut kuin yleisessä osassa mainitut)**3.1 Laitteet**

- i) Vähintään 200 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa.
- ii) Mekaaninen ravistelija.
- iii) Termostaatilla varustettu lämpöhaude tai muu laite, jolla pullo voidaan pitää $52 \pm 2^\circ\text{C}$ lämpötilassa.

3.2 Reagenssit

- i) Bentsyylialkoholi
- ii) Etyylialkoholi

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml pulloon ja näytegrammaa kohti lisätään 100 ml bentsyylialkoholia.

Pullo suljetaan ja asetetaan ravistimeen niin, että se on 52 ± 2 -asteisen veden peitossa, minkä jälkeen sitä ravistetaan tässä lämpötilassa 20 minuutin ajan.

(Mekaanisen ravistamisen asemesta pulloa voi myös ravistaa voimakkaasti käsin.)

Neste dekantoidaan punnittuun lasisuodattimeen. Pulloon lisätään uusi annos bentsyylialkoholia ja ravistetaan uudestaan 52 ± 2 asteen lämpötilassa kaksikymmentä minuuttia.

Dekantoidaan suodattimeen. Sama toistetaan kolmannen kerran.

Lopuksi neste ja jäännös kaadetaan suodattimeen, pulloon mahdollisesti jääneet kuidut huuhdotaan mukaan lisäämällä uusi annos 52 ± 2 -asteista bentsyylialkoholia. Suodatin imetään kuivaksi.

Kuidut siirretään pulloon, huuhdellaan etyylialkoholilla, ravistetaan käsin ja dekantoidaan lasisuodattimeen.

Huuhtelu toistetaan kahdesti tai kolmasti. Jäännös siirretään suodattimeen ja imetään kuivaksi. Suodatin sisältöineen kuivataan, jäädytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 6

**TRIASETAATTI JA TIETYT MUUT KUIDUT
(Dikloorimetaanimenetelmä)****1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. triasettaatti (22)

ja

2. villa (1), eläimen karva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), kupro (19), modaali (20), viskoosi (23) akryyli (24), polyamidi (28), polyesteri (29), ja lasikuitu (38).

Huomaa:

Tietyissä viimeistelyissä osittain hydrolysoituneet triasettaattikuidut eivät enää liukene kokonaan reagenssiin. Tällöin menetelmä ei ole käyttökelpoinen.

2 PERIAATE

Triasettaattikuidut liuotetaan kuivasta punnista näytteestä dikloorimetaaniin. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan, ja tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivan triasettaatin prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)**3.1 Laitteet**

Vähintään 200 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa.

3.2 Reagenssit

Dikloorimetaani (metyleenikloridi).

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml erlenmeyerpulloon ja näytegrammaa kohti lisätään 100 ml dikloorimetaania, pullo suljetaan ja sitä ravistetaan kymmenen minuutin väliajoin näytteen kastelemiseksi kunnolla ja annetaan sitten seistä 30 minuuttia huoneenlämmössä ravistaen säännöllisin väliajoin. Neste dekantoidaan punnittuun lasisuodattimeen. Pullossa olevaan jäännökseen lisätään 60 ml dikloorimetaania, ravistetaan käsin ja pullon sisältö kaadetaan lasisuodattimeen. Pulloon jääneet kuidut huuhdotaan suodattimeen pienellä annoksella diklorometaania. Ylimääräinen neste poistetaan imulla, suodatin täytetään uudestaan dikloorimetaanilla ja nesteen annetaan valua omalla painollaan. Lopuksi ylimääräinen neste poistetaan imulla käyttämällä kiehuva vettä, suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00, paitsi polyesterin osalta, jolla d:n arvo on 1,01.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:O 7

**TIETYT SELLULOOSAKUIDUT JA POLYESTERI
(75 painoprosentin rikkihappomenetelmä)****1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. puuvilla (5), pellava (7), hamppu (8), rami (15), kupro (19), modaali (20), viskoosi (23)
ja
2. polyesteri (29).

2 PERIAATE

Selluloosakuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä 75 painoprosentin vahvuiseen rikkihappoon. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan, ja massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivien selluloosakuitujen prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)**3.1 Laitteet**

- i) Vähintään 500 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa;
- ii) Termostaatilla varustettu lämmityslaitte tai muu väline, jolla pullo voidaan pitää 50 ± 5 °C lämpötilassa.

3.2 Reagenssit

- i) Rikkihappo, jonka väkevyys on 75 ± 2 painoprosenttia:
Valmistetaan lisäämällä varovasti ja jäädyttäen 700 ml rikkihappoa, (suhteellinen tiheys 20 °C lämpötilassa 1,84, 350 millilitraan tislattua vettä. Kun liuos on jäähtynyt huonelämpötilaan, se laimennetaan vedellä yhden litran tilavuuteen.
- ii) Laimennettu ammoniakkiliuos:
laimennetaan 80 ml ammoniakkiliuosta, (väkevyys 20 °C lämpötilassa 0,88) vedellä yhden litran tilavuuteen.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 500 ml erlenmeyerpulloon ja näytegrammaa kohti lisätään 200 ml 75-prosenttista rikkihappoa, pullo suljetaan ja sitä ravistetaan varovasti näytteen kastelemiseksi kunnolla. Pullo pidetään tunnin ajan 50 ± 5 °C lämpötilassa ravistaen säännöllisesti noin 10 minuutin väliajoin. Pullon sisältö suodatetaan punnitun lasisuodattimen läpi imun avulla. Pulloon jääneet kuidut huuhdotaan suodattimeen pienellä määrällä 75-prosenttista rikkihappoa. Suodatin imetään kuivaksi ja suodattimessa oleva jäännös pestään ensimmäisen kerran täyttämällä suodatin tuoreella 75-prosentin rikkihapolla. Imua ei käytetä, ennen kuin happo on valunut omalla painollaan.

Jäännös pestään peräkkäin useaan kertaan kylmällä vedellä, kaksi kertaa laimennetulla ammoniakkiliuoksella, sitten perusteellisesti kylmällä vedellä ja suodatin imetään kuivaksi jokaisen lisäyksen jälkeen. Ennen imun käyttöä on odotettava, että pesuneste on valunut omalla painollaan. Lopuksi poistetaan loput nesteet imulla, suodatin sisältöineen kuivataan, jäädytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 8

**AKRYYLI, TIETYT MODAKRYYLIT TAI TIETYT KLOOROKUIDUT JA ERÄÄT MUUT KUIDUT
(Dimetyyliformamidimenetelmä)****1 SOVELTAMISALA**

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. akryyli (24), tietyt modakryylit (27) tai tietyt klorokuidut (25)⁽¹⁾.
ja
2. villa (1), eläimen karva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), kupro (19), modaali (20), viskoosi (23), polyamidi (28) ja polyesteri (29).

Se soveltuu myös akryylikuiduille ja tietyille modakryylikuiduille, jotka on värjätty metallikompleksiväreillä, mutta ei jälkikromiväreillä värjättyille.

2 PERIAATE

Akryylikuidut, modakryylikuidut tai klorokuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä kiehuvaan vesihautessa olevaan dimetyyliformamidiin. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan, tarvittaessa kerrotoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivien akryyli-, modakryyli- tai klorokuitujen prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3. LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)**3.1 Laitteet**

- i) Vähintään 200 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa;
- ii) Kiehuva vesihaude.

3.2 Reagenssit

Dimetyyliformamidi (kiehumispiste 153 ± 1 °C), jossa on korkeintaan 0,1 prosenttia vettä.

Reagenssi on myrkyllistä, ja sen käsittely on syytä tehdä vetokaapissa.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, näytegrammaa kohti lisätään 80 ml dimetyyliformamidia, joka on esikuumennettu kiehuvaan vesihautessa, tulppa suljetaan, pulloa ravistetaan niin, että koepala kastuu perusteellisesti, ja pullon annetaan olla kiehuvaan vesihautessa tunnin ajan. Tänä aikana pulloa sisältöineen ravistetaan varovasti käsin viisi kertaa.

Neste dekantoidaan punnittuun lasisuodattimeen, kuidut jätetään pulloon. Pulloon lisätään uudelleen 60 ml dimetyyliformamidia ja sitä lämmitetään vielä 30 minuutin ajan. Pulloa ravistetaan tänä aikana varovasti käsin kaksi kertaa.

Pullon sisältö kaadetaan lasisuodattimeen ja suodatetaan imulla.

Pulloon jääneet kuidut huuhdotaan suodattimeen dimetyyliformamidilla. Ylimääräinen neste poistetaan imulla. Jäännös pestään kahteen kertaan kylmällä vedellä seuraavasti: suodatin täytetään, veden annetaan valua omalla painollaan ja ylijäämävesi poistetaan imulla.

Jos jäännös koostuu polyamidi- tai polyesterikuiduista, suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

⁽¹⁾ Modakryyliin ja klorokuitujen liukenevuus reagenssiin on testattava ennen varsinaista analyysia.

Jos jäännös koostuu regeneroidusta tai luonnon selluloosasta, silkistä tai villasta, se siirretään pinseteillä vähintään 200 ml erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, lisätään 160 ml vettä, pullo jätetään viideksi minuutiksi huoneenlämpötilaan, jossa sitä ravistetaan säännöllisin väliajoin. Vesi dekantoidaan lasisuodatimeen ja pesu toistetaan vielä kolme kertaa. Viimeisen pesun jälkeen pullon sisältö kaadetaan suodatimeen ja suodatetaan imulla. Pulloon jääneet kuidut siirretään suodatimeen huuhtomalla pullo vedellä. Vesi poistetaan imulla, suodatin sisältöineen kuivataan, jäädytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on eri tapauksissa seuraava:

silkki:	1,00
polyamidi 6,6-6 tai 11:	1,01
villa:	1,01
puuvilla:	1,01
kupro: }	
modaali: }	1,01
viskoosi: }	
polyesteri:	1,02

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 9

TIETYT KLOOROKUIDUT JA TIETYT MUUT KUIDUT (Rikkihiili/asetoni 55,5/44,5 -menetelmä)

1 SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. tietyt klorokuidut (25), varsinkin tietyt jälkiklooratut tai jälkiklooraamattomat polyvinylikloridit⁽¹⁾
ja
2. villa (1), eläimen karva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), kupro (19), modaali (20), viskoosi (23), akryyli (24), polyamidi (28), polyesteri (29) ja lasikuitu (38).

Jos sekoitteen villa- tai silkkipitoisuus on yli 25 prosenttia, tulisi käyttää menetelmää n:o 2.

Jos sekoitteessa on polyamidia 6 tai 6-6 yli 25 prosenttia, tulisi käyttää menetelmää n:o 4.

2 PERIAATE

Klorokuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä rikkihiilen ja asetonin atseotrooppiseen seokseen. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivien polyvinylikloridikuitujen prosenttiosuus saadaan erotuksena.

⁽¹⁾ Klorokuitujen liukenevuus reagenssiin on testattava ennen varsinaista analyysia

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)

3.1 Laitteet

- i) Vähintään 200 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa;
- ii) Mekaaninen ravistelija.

3.2 Reagenssit

- i) Rikkihiilen ja asetonin atseotrooppinen seos. (55,5 tilavuusprosenttia rikkihiiltä ja 44,5 tilavuusprosenttia asetonia).
Reagenssi on myrkyllistä, sen käsittely on syytä tehdä vetokaapissa.
- ii) etyylialkoholi (92 tilavuusprosenttinen) tai metyylialkoholi.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, näytegrammaa kohti lisätään 100 ml atseotrooppista seosta. Pullo suljetaan huolellisesti ja sitä ravistetaan huoneenlämmössä voimakkaasti mekaanisesti tai käsin 20 minuutin ajan. Pinnalla oleva neste dekantoidaan punnittuun lasisuodattimeen.

Käsittely toistetaan käyttämällä 100 ml uutta liuotinta. Käsittelyä jatketaan, kunnes tipasta nestettä ei jää polymeerisakkaa kellolasilta haihdutettaessa. Jäännös siirretään lasisuodattimeen uuden liuoserän avulla, neste poistetaan imulla, suodatin sisältöineen huuhdotaan käyttämällä ensin 20 ml alkoholia ja sitten kolme kertaa vettä. Pesunesteen annetaan valua omalla painollaan ja ylimääräinen neste poistetaan imulla. Suodatin sisältöineen kuivataan, jäädytetään ja punnitaan.

Huomaa:

Tietyt sekoitenäytteet, joiden klorokuitupitoisuus on suuri, kutistuvat voimakkaasti kuivauksen aikana, mikä hidastaa klorokuitujen liukenemistä. Kutistuminen ei kuitenkaan estä klorokuitujen täydellistä liukenemistä.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 10

ASETAATTI JA TIETYT KLOOROKUIDUT (Jäätikkamenetelmä)

1 SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. asetaatti (17)
ja
2. tietyt klorokuidut (25), varsinkin tietyt jälkiklooratut tai jälkiklooraamattomat polyvinyylikloridit.

2 PERIAATE

Asetaattikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä jäätikkaan. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivan asetaatin prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)

3.1 Laitteet

- i) Vähintään 200 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa;
- ii) Mekaaninen ravistelija.

3.2 Reagenssi

Jäätikka (yli 99 prosenttinen). Tämä reagenssi on erittäin syövyttävää, ja sitä on käsiteltävä varoen.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, näytegrammaa kohti lisätään 100 ml jäätikkää. Pullo suljetaan huolellisesti ja sitä ravistetaan huoneenlämmössä voimakkaasti mekaanisesti tai käsin 20 minuutin ajan. Pinnalla oleva neste dekantoidaan punnittuun lasisuodattimeen. Käsittely toistetaan vielä kaksi kertaa käyttämällä 100 ml tuoretta liuotinta, jolloin käsittelykertoja tulee siis yhteensä kolme. Jäännös siirretään lasisuodattimeen, neste poistetaan imulla, suodatin sisältöineen huuhdotaan käyttämällä ensin 50 ml jäätikkää ja sitten kolme kertaa vettä. Pesunesteen annetaan valua omalla painollaan ennen kuin imua käytetään. Suodatin ja jäännös kuivataan, jäädytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo on 1,00.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 11

SILKKI JA VILLA TAI KARVA (75 painoprosentin rikkihappomenetelmä)

1 SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. silkki (4)
ja
2. villa (1) tai eläimen karva (2 ja 3).

2 PERIAATE

Silkkikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä rikkihappoon, jonka väkevyys on 75 painoprosenttia.⁽¹⁾

Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan. (tarvittaessa kertoimilla korjattu) massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivan silkin prosenttiosuus saadaan erotuksena.

(1) Tussah-silkin kaltaiset villisilkkit eivät liukene kokonaan 75 painoprosenttiseen rikkihappoon

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)

3.1 Laitteet

Vähintään 200 ml vetoisia erlenmeyerpulloja, joissa on hiottu lasitulppa;

3.2 Reagenssit

- i) Rikkihappo, jonka väkevyys on 75 ± 2 painoprosenttia:

Valmistetaan lisäämällä varovasti ja jäähdyttäen 700 ml rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa 1,84) 350 millilitraan tislattua vettä.

Jäähdytetään huoneenlämpöön ja laimennetaan sitten vedellä yhden litran tilavuuteen.

- ii) Laimennettu rikkihappo: lisätään hitaasti 100 ml rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa 1,84) 1 900 millilitraan tislattua vettä.

- iii) Laimennettu ammoniakki: 200 ml väkevää ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa 1,84) laimennetaan vedellä 1 000 millilitran tilavuuteen.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, näytegrammaa kohti lisätään 100 ml 75 painoprosenttia rikkihappoa. Pullo suljetaan, sitä ravistetaan voimakkaasti ja jätetään 30 minuutiksi huoneenlämpöön. Ravistetaan uudestaan ja annetaan taas seistä 30 minuuttia. Ravistetaan vielä kerran ja sisältö siirretään punnittuun lasisuodattimeen. Pulloon mahdollisesti jääneet kuidut siirretään huuhtomalla 75-prosenttisellä rikkihapolla. Jäännös pestään suodattimessa käyttämällä ensin 50 ml laimennettua rikkihappoa, sitten 50 ml vettä ja lopuksi 50 ml laimennettua ammoniakkia. Kuidut jätetään joka kerta nestekosketukseen noin 10 minuutiksi ennen kuin imua käytetään. Lopuksi huuhdotaan vedellä jättäen kuidut vesikosketukseen noin 30 minuutiksi. Suodatin imetään kuivaksi, suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo villan osalta on 0,985⁽¹⁾.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 12

TIETYT SELLULOOSAKUIDUT JA VILLA TAI KARVA (70 painoprosentin rikkihappomenetelmä)

1 SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

- puuvilla (5), pellava (7), hamppu (8), rami (15), kupro (19), modaali (20), viskoosi (23)

ja

- villa (1) tai eläimen karva (2 ja 3).

Kun villan osuus on yli 25 prosenttia, on suositeltavaa käyttää menetelmää n:o 2, alkalinen natriumhypokloriitti.

⁽¹⁾ Tussah-silkin kaltaiset villisilkkit eivät liukene kokonaan 75 painoprosenttiseen rikkihappoon

2 PERIAATE

Selluloosakuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä rikkihappoon, jonka väkevyys on 70 painoprosenttia. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Kuivien selluloosakuitujen prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)

3.1 Laitteet

- i) Vähintään 300 ml vetoinen keittolasi ja vähintään 300 ml vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa;
- ii) Termostaatilla varustettu lämpöhaude tai muu väline, jolla pullo voidaan pitää 38 ± 1 °C lämpötilassa.

3.2 Reagenssit

- i) Rikkihappo, jonka väkevyys on 70 ± 2 painoprosenttia: Valmistetaan lisäämällä varovasti ja jäähdyttään 500 ml rikkihappoa (suhteellinen tiheys 20 °C:ssa 1,84) 380 millilitraan tislattua vettä. Jäähdytetään 20 °C:een, jolloin liuoksen suhteelliseksi tiheydeksi on tultava 1,62.
- ii) 1 painoprosenttinen rikkihappo: Valmistetaan lisäämällä varovasti ja jäähdyttään 6 ml rikkihappoa, jonka suhteellinen tiheys 20 °C:ssa on 1,84 yhteen litraan vettä.
- iii) Liuos, joka sisältää natriumbikarbonaattia 20 g/litra.
- iv) Etyylialkoholi, jonka väkevyys on 96 tilavuusprosenttia.

4 MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 300 ml keittolasiin ja lisätään 100 ml kiehuvaa 1 painoprosenttista rikkihappoa.

Pidetään kiehumispisteessä 10 minuuttia sekoittaen lasisauvalla.

Keittolasin sisältö kaadetaan punnittuun lasisuodattimeen ja suodatetaan käyttäen imua. Lasiin jääneet kuidut siirretään huuhtomalla lasi vedellä, minkä jälkeen suodatin imetään kuivaksi.

Kuidut siirretään vähintään 300 ml vetoiseen erlenmeyerpulloon. Näytegrammaa kohti lisätään 200 ml 70 painoprosenttista rikkihappoa, jonka lämpötila on 38 ± 1 °C.

Pullo suljetaan ja sitä ravistetaan. Pullo asetetaan termostaatilla varustettuun lämpöhauteeseen 38 ± 1 °C lämpötilaan 15 minuutiksi ja ravistetaan säännöllisesti noin viiden minuutin väliajoin.

Pullon sisältö kaadetaan samaan lasisuodattimeen ja suodatetaan imulla. Pulloon mahdollisesti jääneet kuidut siirretään huuhtomalla pienellä määrällä 70 painoprosenttista rikkihappoa. Suodatin imetään kuivaksi ja suodattimessa oleva kuitujäännös pestään kerran käyttämällä tuoretta 70 prosenttista rikkihappoa. Imua käytetään vasta, kun happo on valunut omalla painollaan. Jäännös pestään useaan otteeseen kylmällä vedellä, sitten käyttämällä 100 ml natriumbikarbonaattiliuosta, jonka annetaan valua omalla painollaan ja pestään taas perusteellisesti kylmällä vedellä. Lopuksi jäännöksen päälle kaadetaan pieni määrä etyylialkoholia ja jäännös imetään kuivaksi.

Suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

5 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa selostetulla tavalla. Tällöin d:n arvo kemiallisesti käsittelemättömän villan tai karvan osalta on 1,00. Kemiallisesti käsitellyn villan tai karvan osalta d:n arvo voi olla yli 1,00.

6 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.

MENETELMÄ N:o 13

**JUUTTI JA TIETYT ELÄINKUIDUT
(Typpipitoisuuden perustuva menetelmä)**

1 SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa ei-kuituainesten poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. juutti (9)
ja
2. tietyt eläinkuidut.

Viimeksi mainitut voivat koostua karvasta (2 ja 3) tai villasta (1) tai karvan ja villan sekoitteesta. Tämä menetelmä ei sovi tekstiilisekoitteille, jotka sisältävät tyypipohjaisia ei-kuituaineita (kuten väri- tai viimeistysaineita).

2 PERIAATE

Määritetään sekoitteen typpipitoisuus ja lasketaan sen sekä molempien komponenttien tiedossa olevan tai oletetun typpipitoisuuden perusteella kummankin komponentin osuus sekoitteesta.

3 LAITTEET JA REAGENSIT (muut kuin yleisessä osassa mainitut)

3.1 Laitteet

- i) 200—300 ml vetoinen Kjeldahlin kolvi.
- ii) Kjeldahlin tisluslaitte, jossa on höyrystyskammio.
- iii) Titrauslaitte, mittaustarkkuus 0,05 ml.

3.2 Reagenssit

- i) Toluenei.
- ii) Metanoli.
- iii) Rikkihappo jonka tiheys 20 °C:ssa on 1,84⁽¹⁾.
- iv) Kaliumsulfaatti⁽¹⁾.
- v) Seleenidioksidi⁽¹⁾.
- vi) Natriumhydroksidiliuos (400 g/l). Liuotetaan 400 g natriumhydroksidia 400—500 millilitraan vettä ja laimennetaan vedellä yhden litran tilavuuteen.
- vii) Seosindikaattori liuotetaan, 0,1 g metyyliipunaista 95 millilitraan etanolia ja 5 millilitraan vettä, tähän lisätään liuos, jossa on 0,5 g bromikresolivihreätä liuotettuna 475 millilitraan etanolia ja 25 millilitraan vettä.
- viii) Boorihappoliuos. Liuotetaan 20 g boorihappoa litraan vettä.
- ix) Rikkihappo, 0,02 N (standardiliuos).

4 NÄYTTEEN ESIKÄSITTELY

Yleisessä osassa selostetun esikäsitteilyn asemesta näyte käsitellään seuraavasti:

Ilmakuivattua näytettä uutetaan Soxhlet-uuttolaitteessa käyttämällä liuosta, jossa on yksi osa tolueneia ja kolme osaa metanolia neljän tunnin ajan, vähintään viisi uuttokierrosta tunnissa. Liuottimen annetaan haihtua näytteestä ilmaan ja loppujen jäänteiden lämpökaapissa 105 ± 3 °C:n lämpötilassa. Näytettä uutetaan vedellä (50 ml/näytegramma) keittämällä palautusjäähdyttimen alla 30 minuuttia. Suodatetaan, pannaan näyte takaisin pulloon ja uutto toistetaan samalla vesimäärällä. Suodatetaan, liikkavesi poistetaan näytteestä puristamalla, imemällä tai linkoamalla, minkä jälkeen näyte kuivataan ilmakeiväksi.

⁽¹⁾ Tämä reagenssi on tyytön.

Huomaa:

Toluenei ja metanoli ovat myrkyllisiä reagensseja, joiden käsittelyssä on noudatettava varovaisuutta.

5 MENETTELY**5.1 Yleiset ohjeet**

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita näytteen ottamisesta, kuivauksesta ja punnituksesta.

5.2 Erityisohjeet

Näyte pannaan Kjeldahlin kolviin. Vähintään 1 gramman näytteelle lisätään seuraavassa järjestyksessä 2,5 g kaliumsulfaattia, 0,1—0,2 g seleeniidioksidia ja 10 ml rikkihappoa (tiheys 1,84). Kolvi kuumentetaan, ensin varovasti, kunnes kaikki kuidut ovat tuhoutuneet, sitten voimakkaammin, kunnes liuoksesta tulee kirkasta ja lähes väritöntä. Kuumentamista jatketaan vielä 15 minuuttia. Kolvin annetaan jäähtyä, sisältö laimennetaan varovasti 10—20 millilitralla vettä, jäädytetään, siirretään sisältö kokonaisuudessaan 200 millilitran mittapulloon ja laimennetaan vedellä 200 millilitran analyysiliuokseksi.

Kaadetaan noin 20 ml boorihappoliuosta 100 millilitran erlenmeyerpulloon, joka asetetaan Kjeldahlin tislauslaitteen jäädyttimen alle siten, että poistoputki jää juuri boorihappoliuoksen pinnan alapuolelle. Tislaukolviin siirretään tasan 10 ml analyysiliuosta, suppiloon kaadetaan vähintään 5 ml natriumhydroksiliuosta, tulppa poistetaan varovasti ja natriumhydroksiliuoksen annetaan valua omalla painollaan hitaasti kolviin. Jos analyysiliuos ja natriumhydroksiliuos pyrkivät muodostamaan kaksi erillistä kerrosta, ne yhdistetään sekoittamalla varovasti. Tislaukolvia kuumentetaan varovasti ja liuokseen lisätään höyrykehittäimestä tuleva höyry. Erotetaan 20 ml tislettä, erlenmeyerpulloa lasketaan niin, että jäädyttimen putken pää tulee noin 20 mm nesteen pinnan yläpuolelle ja tislataan vielä minuutin ajan. Putken pää huuhdotaan vedellä ja kerätään pesuneste erlenmeyerpulloon. Pullo poistetaan ja paikalle asetetaan toinen pullo, jossa on noin 10 ml boorihappoliuosta, lopuksi kootaan noin 10 ml tislettä.

Molemmat tisleet titrataan erikseen rikkihapolla (0,02 N) käyttämällä seosindikaattoria. Molempien tisleiden titrauksen tulokset merkitään muistiin. Jos jälkimmäisestä tisleannoksesta saatu tulos on yli 0,2 ml, koe toistetaan ja tislauksen aloitetaan alusta toisella analyysiliuoksen alikvootilla.

Suoritetaan sokea koe, eli uutetaan ja tislataan ainoastaan reagenssit.

6 TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

6.1 Typen prosenttiosuus kuivatusta näytteestä lasketaan seuraavasti:

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

jossa

A % = typen prosenttiosuus kuivasta ja puhtaasta näytteestä;

V = titrauksessa tarvittu rikkihapon standardiliuoksen kokonaistilavuus (ml);

b = sokeakokeessa tarvittu rikkihapon kokonaistilavuus (ml);

N = rikkihapon väkevyyden normaalisuutena;

W = näytteen kuiva massa (g);

- 6.2 Juutin typpipitoisuudeksi katsotaan 0,22 prosenttia ja eläinkuidun typpipitoisuudeksi 16,2 prosenttia molemmat pitoisuudet laskettuna kuivasta massasta. Sekoitteen koostumus lasketaan seuraavalla kaavalla:

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

PA % = eläinkuitujen prosenttiosuus näytteestä.

7 MENETELMÄN TARKKUUS

Tasa-aineisista tekstiilikuitusekoitteista tällä menetelmällä saatujen tulosten varmuusrajat ovat enintään ± 1 todennäköisyyden ollessa 95 prosenttia.
