

I

(Säädökset, jotka on julkaistava)

EUROOPAN PARLAMENTIN JA NEUVOSTON DIREKTIIVI 96/73/EY,

annettu 16 päivänä joulukuuta 1996,

kahden tekstiilikuitulajin sekoitteisiin sovellettavista tietyistä kvantitatiivisista analyysimenetelmistä

EUROOPAN PARLAMENTTI JA EUROOPAN UNIONIN NEUVOSTO, jotka

ottavat huomioon Euroopan talousyhteisön perustamissopimuksen ja erityisesti sen 100 a artiklan,

ottavat huomioon komission ehdotuksen ⁽¹⁾,

ottavat huomioon talous- ja sosiaalikomitean lausunnon ⁽²⁾,

noudattavat perustamissopimuksen 189 b artiklassa määrättyä menettelyä ⁽³⁾,

sekä katsovat, että

kahden tekstiilikuitulajin sekoitteisiin sovellettavia tiettyjä kvantitatiivisia analyysimenetelmiä koskevan jäsenvaltioiden lainsäädännön lähentämisestä 17 päivänä heinäkuuta 1972 annettu neuvoston direktiivi 72/276/ETY ⁽⁴⁾ on muutettu merkittäväällä tavalla useita kertoja; selvyys ja järkevyyden vuoksi olisi kyseinen direktiivi kodifioitava,

tekstiilien nimityksistä 16 päivänä joulukuuta 1996 annetussa Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivissä 96/74/EY ⁽⁵⁾ säädetään tekstiilituotteiden kuitukoostumusta koskevista pakollisista merkinnöistä ja tarkastuksista sen todentamiseksi, että nämä tuotteet vastaavat merkinnöissä olevia tietoja,

menetelmien, joita jäsenvaltioissa käytetään virallisissa tarkastuksissa tekstiilituotteiden kuitukoostumuksen määrittämiseksi, tulisi olla yhtenäisiä sekä näytteiden esikäsittelyn että kvantitatiivisen analyysin osalta,

direktiivissä 96/74/EY säädetään, että erityisdirektiiveissä vahvistetaan kaikissa jäsenvaltioissa sovellettavat näytteenotto- ja analyysimenetelmät tuotteiden kuitukoostumuksen määrittämiseksi; tämän vuoksi tämän direktiivin liitteessä II määrätään 15 yhtenäisestä analyysimenetelmästä, jotka koskevat useimpia markkinoilla olevia kahden tekstiilikuitulajin sekoitteista koostuvia tekstiilituotteita,

tekniikan kehityksen vuoksi on tarpeen mukauttaa usein tekstiilien analyysimenetelmiä koskevissa erityisdirektiiveissä annettuja teknisiä säännöksiä; tätä varten tarpeellisten toimenpiteiden täytäntöönpanon helpottamiseksi olisi säädettävä menettelystä jäsenvaltioiden ja komission välisen yhteistyön toteuttamiseksi tekstiilien nimityksiä ja merkintää koskevia direktiivejä käsittelevässä komiteassa,

kun on kyse kahden kuitulajin sekoitteista, joiden osalta yhteisön tasolla ei ole yhtenäistä analyysimenetelmää, tarkastuksesta vastaava laboratorio voi määrittää näiden sekoitteiden koostumuksen käytettävissään olevilla asianmukaisilla menetelmillä ja ilmoittaa tutkimuselosteessa saadun tuloksen sekä käytetyn menetelmän tarkkuuden, jos se on tiedossa,

tämän direktiivin säännökset ovat tekstiilien nimityksiä ja merkintää koskevia direktiivejä käsittelevän komitean lausunnon mukaiset, ja

tämä direktiivi ei vaikuta jäsenvaltioiden velvollisuuksiin saattaa liitteessä III olevassa B osassa mainitut direktiivit osaksi kansallista lainsäädäntöä kyseisessä liitteessä mainituissa määräajoissa,

⁽¹⁾ EYVL N:o C 96, 6.4.1994, s. 20.

⁽²⁾ EYVL N:o C 195, 18.7.1994, s. 10.

⁽³⁾ Euroopan parlamentin lausunto, annettu 15 päivänä helmikuuta 1995 (EYVL N:o C 56, 6.3.1995, s. 53), neuvoston yhteinen kanta, vahvistettu 26 päivänä helmikuuta 1996 (EYVL N:o C 196, 6.7.1996, s. 20) ja Euroopan parlamentin päätös, tehty 18 päivänä kesäkuuta 1996 (EYVL N:o C 198, 8.7.1996, s. 25) sekä neuvoston päätös, tehty 7 päivänä lokakuuta 1996.

⁽⁴⁾ EYVL N:o L 173, 31.7.1972, s. 1, direktiivi sellaisena kuin se on viimeksi muutettuna direktiivillä 87/184/ETY (EYVL N:o L 75, 17.3.1987, s. 38).

⁽⁵⁾ Ks. tämän virallisen lehden sivu 38.

OVAT ANTANEET TÄMÄN DIREKTIIVIN:

1 artikla

Tämä direktiivi koskee tiettyihin kahden tekstiilikuitulajin sekoitteisiin sovellettavia kvantitatiivisia analyysimenetelmiä, mukaan lukien laboratorionäytteiden ja analyysinäytteiden valmistelu.

2 artikla

Laboratorionäytteellä tarkoitetaan näytettä, joka kokonsa puolesta soveltuu analyysiin ja on peräisin laboratorion kokonaisnäytteestä, joka puolestaan on otettu analysoitavasta tavaraerästä.

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

3 artikla

Jäsenvaltioiden on toteutettava kaikki tarvittavat toimenpiteet sen varmistamiseksi, että liitteissä I ja II vahvistetuja määräyksiä tiettyihin kahden tekstiilikuitulajin sekoitteisiin sovellettavasta kvantitatiivisesta analyysistä, mukaan lukien laboratorionäytteiden ja analyysinäytteiden valmistelu, sovelletaan kaikissa virallisissa tarkastuksissa määrittäessä markkinoille saatettavien tekstiilituotteiden koostumusta, direktiivin 96/74/EY säännösten mukaisesti.

4 artikla

Jollei yhteisön tasolla ole kahden tekstiilikuitulajin sekoitteiden osalta yhtenäistä analyysimenetelmää, tarkastuksesta vastaavan laboratorion on määritettävä näiden sekoitteiden koostumus käytettävissään olevilla asianmukaisilla menetelmillä 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', joka muodostuu jäsenvaltioiden edustajista ja jonka puheenjohtajana on komission edustaja.

2. Komitea vahvistaa työjärjestyksensä.

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

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 kiireellisyiden mukaan. Lausunto annetaan perustamissopimuksen 148 artiklan 2 kohdassa niiden päätösten edellytykseksi määrättyllä enemmistöllä, jotka neuvosto tekee komission ehdotuksesta. Komiteaan kuuluvien jäsenvaltioiden äänet painotetaan mainitussa artiklassa määrättyllä 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

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

8 artikla

Kumotaan liitteessä III olevassa A osassa mainitut direktiivit, sanotun kuitenkin vaikuttamatta jäsenvaltioiden velvollisuuksiin saattaa liitteessä III olevassa B osassa mainituissa määräajoissa direktiivit osaksi kansallista lainsäädäntöä.

Viittauksia kumottuihin direktiiveihin pidetään viittauksina tähän direktiiviin liitteessä IV olevan vastaavuustaulukon mukaisesti.

9 artikla

Tämä direktiivi on osoitettu kaikille jäsenvaltioille.

Tämä direktiivi tulee voimaan kahdentenakymmenentenä päivänä sen jälkeen, kun se on julkaistu *Euroopan yhteisöjen virallisessa lehdessä*.

Tehty Brysselissä 16 päivänä joulukuuta 1996.

Euroopan parlamentin puolesta *Neuvoston puolesta*

K. HÄNSCH

I. YATES

Puhemies

Puheenjohtaja

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, lankaerä, 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 laboratoriokäsittely on helppoa ⁽²⁾.
- 2.3. Laboratorionäyte — Laboratorion kokonaisnäytteen osa, joka esikäsitellään muiden kuin 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 laboratoriokarstalla ⁽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 esikäsittely ei vaikuta karstaharson muotoon, analyysinäytteet otetaan 4.2. kohdassa selostetulla tavalla. Jos esikäsittely sotkee harson, analyysinäytteet valitaan poimimalla esikäsitelystä näytteestä 16 pientä sopivankokoista ja keskenään suunnilleen samankokoista kuitutukkoa, jotka yhdistetään.

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

5. NÄYTTEENOTTO LANGOISTA

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

⁽¹⁾ Esikäsittely voi kohdistua myös suoraan analyysinäytteisiin.

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

⁽³⁾ Ks. 1 kohta.

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

Jokaisesta puolasta otetaan sopivan mittaiset, yhtäjaksoiset ja samanpituiset erät, joko kerimällä 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 kerityistä 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 $\frac{10^6}{Nt}$ cm, jotta saataisiin aikaan 10 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:n 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:n painavan koepalan pituus on: $\frac{10^5}{Nt}$ 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 $\frac{x \cdot 10^4}{G}$ cm², jossa G on kankaan massa g/m².

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 6.1. kohdassa selostetulla tavalla ja jokainen tulos ilmoitetaan erikseen.

7. NÄYTTEENOTTO OMMELLUISTA TAI VALMIISTA TEKSTIILITUOTTEISTA

Laboratorion kokonaisnäyte koostuu tavallisesti valmiista tekstiilituotteesta tai siitä edustavasta osasta.

Määritetään tarvittaessa näytteen niiden osien prosenttiosuus, joiden kuitusisältö ei ole sama, ja tarkastetaan yhdenmukaisuus tekstiilien nimityksistä 16 päivänä joulukuuta 1996 annetun Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivin 96/74/EY 9 artiklan säännösten kanssa.

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

Otetaan edustava laboratorionäyte ommellun tai valmiin tuotteen siitä osasta, jonka koostumus ilmoitetaan selosteessa. Jos tuotteessa on useita selosteita, edustavat laboratorionäytteet otetaan jokaista selostetta vastaavasta 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 TEKSTIILIKUITULAJIN 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 käsiteltyjen kuitusekoitteiden osalta niiden koostumuksesta riippumatta. Tätä osaa on siten käytettävä yhdessä sitä seuraavien jaksojen kanssa, joissa käsitellään tiettyihin kuitusekoitteisiin sovellettavia yksityiskohtaisia menetelmiä. Jorkut 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, jotka voivat olla luonnollisia tai jotka on lisätty valmistuksen helpottamiseksi. Nämä muut kuin 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 sekoitteen aineesta. 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.

Värjättyissä 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 kuivassa tilassa olevan kuidun sovittuja massalisiä, jotka esitetään tekstiilien nimityksistä 16 päivänä joulukuuta 1996 annetun Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivin 96/74/EY liitteessä II.

Sekoitteessa esiintyvät kuidut on tunnistettava ennen analyysiin ryhtymistä. Joissakin kemiallisissa menetelmissä liukenevan aineosan liuottamiseen käytetty reagenssi voi liuottaa osittain myös sekoitteen liukenemattoma 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 olisi korjattava; 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 KEMIALLISTA
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 esikäsittelyllä muut kuin 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**

I.3.1.1. Lasisuodattimia ja punnituslaseja, joihin suodattimet mahtuvat, taikka muita välineitä, joilla päästään samanlaisiin tuloksiin.

I.3.1.2. Imupullo.

I.3.1.3. Eksikkaattori, joka sisältää silikageeliä kosteudenilmaisimena.

I.3.1.4. Ilmankierrolla varustettu lämpökaappi, jossa analyysinäytteet 3 °C.

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

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

I.3.2. Reagenssit

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

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

I.3.2.3. Tislattu tai ionivaihdedettu vesi.

I.4. Ilmastointi ja testausolosuhteet

Koska määritetään vedettömiä massoja, ei ole tarpeen ilmastoida näytteitä eikä tehdä analyysejä 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 esikäsittely ⁽²⁾

Jos sekoitteessa on ainetta, joka ei kuulu laskettaviin prosenttiosuuksiin (katso tekstiilien nimityksistä 16 päivänä joulukuuta 1996 annetun Euroopan parlamentin ja neuvoston direktiivin 96/74/EY 12 artiklan 3 kohta), se poistetaan ensin käyttämällä sopivaa menetelmää, joka ei vaikuta mihinkään kuitukomponenteista.

Tätä tarkoitusta varten muut kuin kuituaineet, jotka liukenevat petrolieetteriin ja veteen, poistetaan käsittelemällä ilmakuivaa näytettä Soxhlet-uuttolaitteessa petrolieetterissä tunnin ajan, vähintään kuusi uutoskiertoa tunnissa. Petrolieetterin annetaan haihtua näytteestä, jota liotetaan sen jälkeen tunnin ajan huoneenlämpöisessä 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 ilmakuivaksi.

⁽¹⁾ Menetelmä 12 on poikkeus. Se perustuu toisen komponentin olennaisen rakenne-elementin määrittämiseen.

⁽²⁾ Ks. liite I.1.

Jos muita kuin kuituaineita ei voi poistaa petroolieetterillä ja vedellä, edellä selostettu vesikäsitteily on korvattava muulla sopivalla käsittelyllä, joka ei aiheuta olennaisia muutoksia minkään kuitukomponentin ainekseen. Joidenkin valkaisemattomien luonnon kasvikuitujen osalta (kuten juutti ja kookos) on kuitenkin huomattava, että normaali petroolieetteri- ja vesikäsitteily ei poista kaikkia luonnollisia muita kuin kuituaineita; siitä huolimatta näytteelle ei tehdä lisäkäsitteilyä, ellei näyte sisällä viimeisteitä, jotka ovat sekä petroolieetteriin että veteen liukenemattomia.

Näytteen esikäsitteilymenetelmät on selostettava tutkimusselosteissa 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 $105 \pm 3^\circ\text{C}$:n lämpötilassa ilmankierrolla 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 lämpökaapista ottamista, punnituslasi suljetaan kannella, minkä jälkeen se siirretään nopeasti eksikkaattoriin.

Punnituslasiin asetettu lasisuodatin ja punnituslasin 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:n 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. Analyysia täydennetään kyseistä menetelmää koskevassa jaksossa selostetulla tavalla. Jäännös tutkitaan mikroskoopilla ja tarkastetaan, että liukeneva kuitu on käsittelyssä 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 sovittuja massalisiä ja korjauskertoimia, joilla otetaan huomioon ainehäviö esikäsitteilyn ja analyysin aikana.

Laskemisessa sovelletaan 1.8.2. kohdassa esitettyä kaavaa.

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

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

jossa

P_1 on puhtaan ja kuivan liukenemattoman komponentin prosenttiosuus,

m on kuivan analyysinäytteen massa esikäsittelyn jälkeen,

r on jäännöksen kuiva massa,

d on korjauskerron, 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.

- 1.8.2. Liukenemattoman komponentin massan prosenttiosuuden laskeminen käyttämällä sovittuja massalisia ja mahdollisia korjauskertoimia, joilla otetaan huomioon esikäsittelyssä tapahtuva massahäviö.

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

jossa

P_{1A} on liukenemattoman komponentin prosenttiosuus, kun laskennassa käytetään sovittuja massalisia ja otetaan huomioon esikäsittelyssä tapahtuva massahäviö,

P_1 on puhtaan ja kuivan liukenemattoman komponentin prosenttiosuus laskettuna 1.8.1 kohdassa esitetyllä kaavalla,

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

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

b_1 on liukenemattoman komponentin prosentuaalinen häviö esikäsittelyssä,

b_2 on liukenevan komponentin prosentuaalinen häviö esikäsittelyssä.

Toisen komponentin (P_{2A}) prosenttiosuus on $100 - P_{1A}$.

Jos analyysinäytteelle on tehty muu kuin tavanomainen esikäsittely, b_1 :n ja b_2 :n arvot on määritettävä tekemällä kummallekin puhtaalle kuitukomponentille analyysissä käytettävä esikäsittely. Puhtailla kuiduilla tarkoitetaan kuituja, joista on poistettu kaikki muut kuin kuituaineet, lukuun ottamatta sellaisia aineita, joita ne sisältävät normaalisti (luonnostaan tai valmistusmenetelmän takia) siinä tilassa (valkaisemattomana 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 petrolietterillä ja vedellä suoritettavaa esikäsittelyä korjauskertoimet b_1 ja b_2 voidaan yleensä jättää huomiotta, paitsi silloin, kun on kyse valkaisemattomasta puuvillasta, valkaisemattomasta pellavasta ja valkaisemattomasta hampusta, joiden massahäviön esikäsittelyssä katsotaan yleensä olevan neljä prosenttia, sekä silloin, kun on kyse polypropeenista, jonka massahäviöksi katsotaan yleensä yksi prosentti.

Muiden kuitujen yhteydessä esikäsittelyssä 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 esikäsitellyllä muut kuin 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—60 °C.

II.4.2. Tislattu tai ionivaihdettu vesi.

II.5. Ilmastointi ja testausolosuhteet

Katso I.4. kohta.

II.6. Laboratorionäyte

Katso I.5. kohta.

II.7. Näytteen esikäsitely

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:n 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 punnitustilaisiin ja kuivataan 105 ± 3 °C:n 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 hupiota 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 punnitustilaisiin 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 sovittuja 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 sovittuja 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 kyseisen menetelmän toistettavuuteen.

Toistettavuus on menetelmän luotettavuutta, toisin sanoen eri laboratorioissa tai eri aikoina työskentelevien analysoijien saamien koetulosten yhdenmukaisuutta silloin, kun kukin analysoijista 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
N:o 1	asetaatti	tietyt muut kuidut	asetoni
N:o 2	tietyt proteiinikuidut	tietyt muut kuidut	hypokloriitti
N:o 3	viskoosi, kupro tai tietyt modaalilajit	puuvilla	muurahaishappo ja sinkki-kloridi
N:o 4	polyamidi tai nailon	tietyt muut kuidut	muurahaishappo 80 %
N:o 5	asetaatti	triasetaatti	bentsyylialkoholi
N:o 6	triasetaatti	tietyt muut kuidut	dikloorimetaani
N:o 7	tietyt selluloosakuidut	polyesteri	rikkihappo 75 %
N:o 8	akryylit, tietyt modakryylit tai tietyt klorokuidut	tietyt muut kuidut	dimetyyliformamidi
N:o 9	tietyt klorokuidut	tietyt muut kuidut	rikkihiili/asetoni 55,5/44,5
N:o 10	asetaatti	tietyt klorokuidut	jäätikka
N:o 11	silkki	villa tai karva	rikkihappo 75 %
N:o 12	juutti	tietyt eläinkuidut	typpipitoisuusmenetelmä
N:o 13	polypropeeni	tietyt muut kuidut	ksyleeni
N:o 14	klorokuidut (vinyylikloridin homopolymeereihin pohjautuvat)	tietyt muut kuidut	väkevä rikkihappo
N:o 15	klorokuidut, tietyt modakryylit, tietyt elastaanit	tietyt muut kuidut	sykloheksanooni

MENETELMÄ N:o 1

ASETAATTI JA TIETYYT MUUT KUIDUT

(Asetonimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. asetaatti (19)

ja

2. villa (1), eläinkarva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), pellava (7), hamppu (8), juuti (9), manilla (10), esparto (11), kookoskuidut (12), genista (13), rami (14), sisali (15), kupro (21), modaali (22), proteiini (23), viskoosi (25), akryyli (26), polyamidi tai nailon (30) tai polyesteri (31).

Tämä menetelmä ei missään tapauksessa sovellu pinnaltaan deasetyloidulle 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:n erlenmeyerpulloja, joissa on hiottu lasitulppa.

3.2. Reagenssi

Asetoni.

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml:n vetoiseen lasitulppalliseen erlenmeyerpulloon ja lisätään 100 ml asetonia näytegrammaa 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

(Hypokloriittimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. tietyt proteiinikuidut kuten villa (1), eläinkarva (2 ja 3), silkki (4) ja proteiini (23)
ja
2. puuvilla (5), kupro (21), modaali (22), viskoosi (25), akryyli (26), klorokuidut (27), polyamidi tai nailon (30), polyesteri (31), polypropeeni (33), elastaani (39) ja tekstiililasi (40).

Jos sekoite sisältää erilaisia proteiinikuituja, menetelmällä saadaan vain niiden yhteismäärä, ei kunkin määrää erikseen.

2. PERIAATE

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

Hypokloriittiliuoksen valmistukseen voidaan käyttää joko litium- tai natriumhypokloriittia.

Litiumhypokloriittia suositellaan silloin, kun analyysien määrä on vähäinen tai niiden väli pitkä. Syynä tähän on, että kiinteän litiumhypokloriitin hypokloriittipitoisuus säilyy periaatteessa muuttumattomana toisin kuin natriumhypokloriitin. Jos hypokloriittipitoisuus tunnetaan, sitä ei tarvitse tarkistaa jodometrisesti jokaista analyysia varten erikseen, vaan analyysissa voidaan käyttää tiettyä tarkoin punnittua litiumhypokloriittimäärää.

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

3.1. Laitteet

- i) Erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa, tilavuus 250 ml.
- ii) Termostaatilla varustettu vesihaude, jonka lämpötila voidaan säätää 20 ± 2 °C:een.

3.2. Reagenssit

i) Hypokloriittireagenssi

a) Litiumhypokloriittiliuos

Analyysia varten juuri valmistettu liuos sisältää $35 (\pm 2)$ g/l aktiiviklooria (noin 1 M), johon lisätään $5 (\pm 0,5)$ g/l aiemmin liuotettua natriumhydroksidia. Liuos valmistetaan siten, että 100 g litiumhypokloriittia, joka sisältää 35 prosenttia aktiiviklooria (tai 115 g litiumhypokloriittia, joka sisältää 30 prosenttia aktiiviklooria) liuotetaan noin 700 millilitraan tislattua vettä, minkä jälkeen lisätään 5 g natriumhydroksidia, joka on liuotettu noin 200 millilitraan tislattua vettä. Vettä lisätään, kunnes liuosta on yksi litra. Tuoretta liuosta ei tarvitse tarkistaa jodometrisesti.

b) Natriumhypokloriittiliuos

Analyysia varten valmistettu tuore liuos sisältää $35 (\pm 2)$ g/l aktiiviklooria (noin 1 M), johon lisätään $5 (\pm 0,5)$ g/l aiemmin liuotettua natriumhydroksidia. Liuoksen aktiivikloripitoisuus täytyy tarkistaa jodometrisesti ennen jokaista analyysia.

ii) Etikkahappo, laimennettu liuos

Laimennetaan 5 ml jäätikkää 1 litraksi vedellä.

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti: noin 1 g:n näyte ja noin 100 ml hypokloriittiliuosta (litium- tai natriumhypokloriittia) sekoitetaan 250 ml:n pullossa, jota ravistellaan näytteen kastumisen tehostamiseksi.

Tämän jälkeen pulloa pidetään termostaatissa 20 °C:n lämpötilassa 40 minuutin ajan ja seosta hämmennetään jatkuvasti tai säännöllisin väliajoin. Koska villan liukeneminen on eksotermisen prosessin, reaktiolämpö on johdettava pois. Muussa tapauksessa analyysi voi antaa virheellisen tuloksen, kun liukenemattomat kuidut alkavat liueta.

Pullon sisältö suodatetaan 40 minuutin kuluttua punnitun lasisuodattimen läpi ja pulloon mahdollisesti jääneet kuidut huuhdellaan suodattimeen hypokloriittireagenssilla. Suodatin imetään kuivaksi ja jäännökset pestään peräkkäin vedellä, laimennetulla jääetikalla ja lopuksi vedellä siten, että suodatin imetään tyhjäksi aina nesteen lisäyksen jälkeen.

Imua ei kuitenkaan saa käynnistää ennen kuin neste on valunut omalla painollaan.

Lopuksi suodatin imetään kuivaksi ja kuivataan jäännöksineen. Jäähdytetään ja punnitaan.

5. TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMAISEMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa kuvatulla tavalla. d:n arvo on 1,00 paitsi puuvillan ja viskoosi- ja modaalikuitujen osalta $d = 1,01$ ja valkaisemattoman puuvillan osalta $d = 1,03$.

6. MENETELMÄN TARKKUUS

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

MENETELMÄ N:o 3

VISKOOSI, KUPRO TAI TIETTY MODAALILAJIT JA PUUVILLA

(Muurahaishappo-sinkkikloridimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. viskoosi (25) tai kupro (21), mukaan lukien tietyt modaalilajit (22)

ja

2. puuvilla (5).

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

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 kertomilla 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:n vetoisia erlenmeyerpulloja, joissa on hiottu lasitulppa.
- ii) Laite, jossa pullot voi säilyttää 40 ± 2 °C:n lämpötilassa.

3.2. Reagenssit

- i) Liuos, joka sisältää 20 g vedetöntä sinkkikloridia ja 68 g vedetöntä muurahaishappoa ja joka on laimennettu vedellä 100 g:ksi; (toisin sanoen 20 paino-osaa sulatettua vedetöntä sinkkikloridia ja 80 paino-osaa muurahaishappoa, jonka väkevyys on 85 painoprosenttia).

Huomaa:

tässä yhteydessä on syytä kiinnittää huomiota 1.3.2.2. kohtaan, jossa säädetään, että kaikkien reagenssien on oltava kemiallisesti puhtaita; lisäksi on tärkeää käyttää vain sulatettua vedetöntä sinkkikloridia.

- 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:n lämpötilaan. Näytegrammaa kohti lisätään 100 ml muurahaishapon ja sinkkikloridin seosta, joka on esilämmitetty 40 °C:n lämpötilaan. Pullo suljetaan ja ravistetaan. Pullo sisältöineen säilytetään kahden ja puolen tunnin ajan 40 °C:n 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. Kuitujäännös huuhdellaan noin 100 milligrammalla kylmää ammoniakkiliuosta (3.2.ii) varmistaen, että jäännös on kokonaan upoksissa liuoksessa 10 minuuttia⁽¹⁾, ja huuhdellaan sitten perusteellisesti kylmällä vedellä.

Imua ei käytetä, ennen kuin pesuliuos on suodattunut omalla painollaan. Lopuksi suodattimesta imetään jäljellä oleva neste, suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

⁽¹⁾ Haluttaessa varmistaa, että kuitujäännös on upoksissa liuoksessa 10 minuuttia, voidaan käyttää esimerkiksi lasisuodattinta, jossa olevalla hanalla ammoniakkiliuoksen virtausta voi säätää.

5. TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa kuvatulla tavalla. Puuvillan osalta d:n arvo on 1,02.

6. MENETELMÄN TARKKUUS

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

MENETELMÄ N:o 4

POLYAMIDI TAI NAILON JA TIETYT MUUT KUIDUT

(80 painoprosentin muurahaishappomenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. polyamidi tai nailon (30)

ja

2. villa (1), eläinkarva (2 ja 3), puuvilla (5), kupro (21), modaali (22), viskoosi (25), akryyli (26), klorokuitu (27), polyesteri (31), polypropeeni (33) ja tekstiililasi (40).

Kuten edellä on sanottu, menetelmä soveltuu myös villasekoitteille, mutta jos villan osuus on yli 25 prosenttia, olisi käytettävä 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. Kuivan polyamidin tai nailonin prosenttiosuus saadaan erotuksena.

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

3.1. Laitteet

Vähintään 200 ml:n 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. Vaihtoehtoisesti 780 ml 98—100-painoprosenttista muurahaishappoa, jonka tiheys 20 °C:ssa on 1,220, laimennetaan vedellä yhdeksi litraksi.

Väkevyys ei ole kriittinen välillä 77—83-painoprosenttista muurahaishappoa.

- ii) Laimea ammoniakkiliuos: laimennetaan 80 ml väkevää ammoniakkia (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:n pulloon ja näytegrammaa kohti lisätään 100 ml muurahaishappoa. Pullo suljetaan ja sitä 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 ammoniakkia 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, 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 5

ASETAATTI JA TRIASETAATTI

(Bentsyylialkoholimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

- asetaatti (19)
- ja
- triasettaatti (24).

2. PERIAATE

Asetaattikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä bentsyylialkoholiin 52 ± 2 °C:n lämpötilassa. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; 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:n vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa.
- ii) Mekaaninen ravistin.
- iii) Termostaatilla varustettu lämpöhaude tai muu laite, jolla pullo voidaan pitää 52 ± 2 °C:n lämpötilassa.

3.2. Reagenssit

- i) Bentsyylialkoholi.
- ii) Etyylialkoholi.

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml:n 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, 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 6

TRIASETAATTI JA TIETYT MUUT KUIDUT

(Dikloorimetaanimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. triasettaatti (24)

ja

2. villa (1), eläinkarva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), kupro (21), modaali (22), viskoosi (25), akryyli (26), polyamidi tai nailon (30), polyesteri (31), ja tekstiililasi (40).

Huomaa:

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

2. PERIAATE

Triasettaattikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta 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:n 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:n 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 dikloorimetaania. Ylimääräinen neste poistetaan imulla, suodatin täytetään uudestaan dikloorimetaanilla ja nesteen annetaan valua omalla painollaan.

Lopuksi ylimääräinen neste poistetaan imulla, jonka jälkeen jäännös käsitellään kiehuvalle vedelle kaiken liuottimen poistamiseksi, imetään kuivaksi, lasisuodatin 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

TIETYYT SELLULOOSAKUIDUT JA POLYESTERI

(75 painoprosentin rikkihappomenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. puuvilla (5), pellava (7), hamppu (8), rami (14), kupro (21), modaali (22), viskoosi (25) ja

2. polyesteri (31).

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

3.2. Reagenssit

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

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 500 ml:n erlenmeyerpulloon ja näytegrammaa kohti lisätään 200 ml 75-prosenttista rikkihappoa, pullo suljetaan ja sitä ravistetaan varovasti näytteen kastelemiseksi kunolla. Pullo pidetään tunnin ajan 50 ± 5 °C:n 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-prosenttisella rikkihapolla. Imua ei käytetä, ennen kuin happo on valunut omalla painollaan. Jäännös pestään peräkkäin useaan kertaan kylmällä vedellä, kaksi kertaa laimealla 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, 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 8

AKRYYLI, TIETYT MODAKRYYLIT TAI TIETYT KLOROKUIDUT JA ERÄÄT MUUT KUIDUT

(Dimetyyliformamidimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat:

1. akryyli (26), tietyt modakryylit (29) tai tietyt klorokuidut (27) ⁽¹⁾

ja

2. villa (1), eläinkarva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), kupro (21), modaali (22), viskoosi (25), polyamidi tai nailon (30) ja polyesteri (31).

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 vesihauteeseen olevaan dimetyyliformamidiin. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; tarvittaessa kertoimilla 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:n 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:n erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, näytegrammaa kohti lisätään 80 ml dimetyyliformamidia, joka on esikuumennettu kiehuvaan vesihauteeseen, tulppa suljetaan, pulloa ravistetaan niin, että koepala kastuu perusteellisesti, ja pullon annetaan olla kiehuvaan vesihauteessa 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 mahdollisesti jääneet kuidut huuhdellaan suodattimeen dimetyyliformamidilla. Suodatin imetään kuivaksi. Jäännös pestään 1 litralla kuumaa vettä, jonka lämpötila on 70–80 °C, siten että suodatin täytetään kokonaan joka pesukerralla. Aina veden lisäyksen jälkeen imua käytetään lyhyesti, mutta ei ennen kuin vesi on valunut omalla painollaan. Imua voidaan käyttää myös silloin, jos pesuveden virtaus suodattimen läpi on liian hidasta.

Lopuksi suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

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

5. TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa kuvatulla tavalla. d:n arvo on 1,00, paitsi seuraavissa tapauksissa:

villa:	1,01
puuvilla:	1,01
kupro:	1,01
modaali:	1,01
polyesteri:	1,01.

6. MENETELMÄN TARKKUUS

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

MENETELMÄ N:o 9

TIETYT Klorokuidut JA TIETYT MUUT Kuidut

(Rikkihiili/asetoni 55,5/44,5 -menetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. tietyt klorokuidut (27), varsinkin tietyt jälkiklooratut tai jälkiklooraamattomat polyvinyylikloridit ⁽¹⁾

ja

2. villa (1), eläinkarva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), kupro (21), modaali (22), viskoosi (25), akryyli (26), polyamidi tai nailon (30), polyesteri (31) ja tekstiililasi (40).

Jos sekoitteen villa- tai silkkipitoisuus on yli 25 prosenttia, tulisi käyttää menetelmää N:o 2. Jos sekoitteessa on polyamidia tai nailonia 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 polyvinyylikloridikuitujen prosenttiosuus saadaan erotuksena.

3. LAITTEET JA REAGENSsit (muut kuin yleisessä osassa mainitut)

3.1. Laitteet

- i) Vähintään 200 ml:n vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa.
- ii) Mekaaninen ravistin.

3.2. Reagenssit

- i) Rikkihiilen ja asetonin atseotrooppinen seos (55,5 tilavuusprosenttia rikkihiiltä ja 44,5 tilavuusprosenttia asetonia).

Reagenssi on myrkyllistä, ja 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:n erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, näytegrammaa kohti lisättään 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, jäähdytetään ja punnitaan.

Huomaa:

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

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.

⁽¹⁾ Klorokuitujen liukenevuus reagenssiin on testattava ennen varsinaista analyysia.

MENETELMÄ N:o 10

ASETAATTI JA TIETYT KLOROKUIDUT

(Jäätikkamenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. asetaatti (19)

ja

2. tietyt klorokuidut (27), varsinkin tietyt jälkiklooratut tai jälkiklooraamattomat polyvinylikloridit.

2. PERIAATE

Asetaattikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä jäätikkään. 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:n vetoinen erlenmeyerpullo, jossa on hiottu lasitulppa.
- ii) Mekaaninen ravistin.

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:n erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa; näytegrammaa kohti lisätään 100 ml jäätikkoa. Pullo suljetaan huolellisesti ja sitä ravistetaan huoneenlämmössä voimakkaasti mekaanisesti tai käsin 20 minuutin ajan. Pinnalla oleva neste dekantoidaan punnittuun lasisuodattimeen. Käsitely toistetaan vielä kaksi kertaa käyttämällä 100 ml tuoretta liuotinta, jolloin käsitelykertoja tulee siis yhteensä kolme. Jäännös siirretään lasisuodattimeen, neste poistetaan imulla, suodatin sisältöineen huuhdotaan käyttämällä ensin 50 ml jäätikkoa ja sitten kolme kertaa vettä. Pesunesteen annetaan valua omalla painollaan ennen kuin imua käytetään. 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 11

SILKKI JA VILLA TAI KARVA

(75 painoprosentin rikkihappomenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. silkki (4)

ja

2. villa (1) tai eläinkarva (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.

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

3.1. Laitteet

Vähintään 200 ml:n 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) Laimea rikkihappoliuos: lisätään hitaasti 100 ml rikkihappoa (tiheys 20 °C:ssa 1,84) 1 900 millilitraan tislattua vettä.

iii) Laimea ammoniakkiliuos: 200 ml väkevää ammoniakkia (tiheys 20 °C:ssa 0,880) laimennetaan vedellä 1 000 millilitran tilavuuteen.

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan vähintään 200 ml:n erlenmeyerpulloon, jossa on hiottu lasitulppa, näytegrammaa kohti lisätään 100 ml 75-painoprosenttista 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 laimeata rikkihappoa, sitten 50 ml vettä ja lopuksi 50 ml laimeata ammoniakkia. Kuidut jätetään joka kerta nestekoskerukseen 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.

⁽¹⁾ Villisilkkit, kuten tussah, eivät liukene kokonaan 75-painoprosenttiseen rikkihappoon.

MENETELMÄ N:o 12

JUUTTI JA TIETYT ELÄINKUIDUT

(Tyypipitoisuuteen perustuva menetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden 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 muita kuin kuituaineita (kuten väri- tai viimeistysaineita).

2. PERIAATE

Määritetään sekoitteen tyypipitoisuus ja lasketaan sen sekä molempien komponenttien tiedossa olevan tai oletetun tyypipitoisuuden perusteella kummankin komponentin osuus sekoitteessa.

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

3.1. Laitteet

- i) 200—300 ml:n vetoinen Kjeldahlin pullo.
- ii) Kjeldahlin tislauslaite, jossa on vesihöyrytisläus.
- iii) Titrauslaite, mittaustarkkuus 0,05 ml.

3.2. Reagenssit

- i) Tolueeni.
- 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 metyylipunaista 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 tolueenia 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, liikavesi poistetaan näytteestä puristamalla, imemällä tai linkoamalla, minkä jälkeen näyte kuivataan ilmakuivaksi.

⁽¹⁾ Tämä reagenssi on tyytetön.

Huomaa:

Toluene 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 pulloon. Vähintään 1 gramman näytteelle lisätään seuraavassa järjestyksessä 2,5 g kaliumsulfaattia, 0,1—0,2 g seleenidioksidia ja 10 ml rikkihappoa (tiheys 1,84). Pullo kuumennetaan, ensin varovasti, kunnes kaikki kuidut ovat tuhoutuneet, sitten voimakkaammin, kunnes liuoksesta tulee kirkasta ja lähes väritöntä. Kuumentamista jatketaan vielä 15 minuuttia. Pullon annetaan jäähtyä, sisältö laimennetaan varovasti 10—20 millilitralla vettä, jäähdytetään, siirretään sisältö kokonaisuudessaan 200 millilitran mittapulloon ja laimennetaan vedellä 200 millilitran analyysiliuokseksi.

Kaadetaan noin 20 ml boorihappoliuosta 100 millilitran erlenmeyerpulloon, joka asetetaan Kjeldahlin tislauslaitteen jäähdyttimen alle siten, että poistoputki jää juuri boorihappoliuoksen pinnan alapuolelle. Tislauspulloon siirretään tasan 10 ml analyysiliuosta, suppiloon kaadetaan vähintään 5 ml natriumhydroksiliuosta, tulppa poistetaan varovasti ja natriumhydroksiliuoksen annetaan valua omalla painollaan hitaasti kolviin. Jos uuttoliuos ja natriumhydroksiliuos pyrkivät muodostamaan kaksi erillistä kerrosta, ne yhdistetään sekoittamalla varovasti. Tislauspulloa kuumennetaan varovasti ja siihen johdetaan höyrykehittimestä tuleva höyry. Erotetaan 20 ml tislettä, keräysastiaa lasketaan niin, että jäähdyttimen putken pää tulee noin 20 mm nesteeseen pinnan yläpuolelle ja tislataan vielä minuutin ajan. Putken pää huuhdotaan vedellä ja kerätään pesuneste keräysastiaan. Pullo poistetaan ja paikalle asetetaan toinen pullo, jossa on noin 10 ml boorihappoliuosta; lopuksi kootaan noin 10 ml tislettä.

Molemmat tisleet titraataan 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 käyttäen uutta erää uuttoliuosta.

Suoritetaan sokea koe, eli uutto ja tislauksen käyttöä vain reagensseja.

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 = sokeassa kokeessa tarvittu rikkihapon kokonaistilavuus (ml);

N = rikkihapon väkevyyden normaalisuutena;

W = näytteen kuiva massa (g).

6.2. Juutin tyypipitoisuudeksi katsotaan 0,22 prosenttia ja eläinkuidun tyypipitoisuudeksi 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.

MENETELMÄ N:o 13

POLYPROPEENIKUIDUT JA TIETYT MUUT KUIDUT

(Ksyleenimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. polypropeeni (33)

ja

2. villa (1), eläinkarva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), asetaatti (19), kupro (21), modaali (22), triasetaatti (24), viskoosi (25), akryyli (26), polyamidi tai nailon (30), polyesteri (31) ja tekstiililasi (40).

2. PERIAATE

Polypropeenikuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä kiehuvaan ksyleeniin. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; sen tarvittaessa kertoimilla korjattu massa esitetään prosentteina näytteen kuivasta massasta. Polypropeenin osuus saadaan erotuksena.

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

3.1. Laitteet

- i) Lasitulpalla varustettu, vähintään 200 ml:n erlenmeyerpullo.
- ii) Palautusjäähdytin, joka sopii korkean kiehumispisteen nesteiden käsittelyyn sekä erlenmeyerpulloon i).

3.2. Reagenssi

Ksyleeni, tislautuvuus 137—142 °C.

Huomaa: Ksyleeni on palava ja myrkyllinen aine. Sen käyttö edellyttää riittäviä varotoimenpiteitä.

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan erlenmeyerpulloon (3.1.i) ja näytegrammaa kohti lisätään 100 ml ksyleeniä (3.2). Pulloon kiinnitetään palautusjäähdytin (3.1.ii), sisältö kuumennetaan kiehumispisteeseen ja pidetään kiehumispisteessä kolme minuuttia. Kuuma neste dekantoidaan punnitun lasisuodattimen läpi (ks. huomautus 1). Sama toistetaan vielä kahdesti käyttämällä kummallakin kerralla 50 ml tuoretta liuotinta.

Pulloon jäänyt kuitu huuhdotaan ensin peräkkäin (kahdesti) käyttämällä 30 ml kiehuvaa ksyleeniä ja sitten käyttämällä 75 ml tislattua petroleetteriä (yleisten ohjeiden I.3.2.1 kohta) (kahdesti). Viimeisen petroleetteripesun jälkeen pullon sisältö suodatetaan lasisuodattimen läpi, pulloon mahdollisesti jääneet kuidut huuhdotaan suodattimeen pienellä määrällä petroleetteriä ja liuoksen annetaan haihtua. Suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

Huomaa:

- 1) Lasisuodatin, jonka läpi ksyleeni dekantoidaan, on esilämmitettävä.
- 2) Kun pullo on käsitelty kiehuvalle ksyleenille, se täytyy jäähdyttää ennen petroleetterin käyttöä.
- 3) Palo- ja myrkytysvaarojen vähentämiseksi voidaan käyttää myös kuumauuttolaitetta, jolla saadaan sopivia menetelmiä käyttäen vastaavia tuloksia ⁽¹⁾.

⁽¹⁾ Ks. esim. julkaisussa "Melliand Textilberichte" 56 (1975) s. 643—645 kuvattu laite.

5. TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa kuvatulla tavalla. 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 14

KLOROKUIDUT (VINYLIKLORIDIN HOMOPOLYMEERIT) JA TIETYT MUUT KUIDUT

(Väkevää rikkihappoa käyttävä menetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. (jälkiklooratun tai jälkiklooraamattoman) vinylikloridin homopolymeereihin pohjautuvat klorokuidut (27)

ja

2. puuvilla (5), asetaatti (19), kupro (21), modaali (22), triasettaatti (24), viskoosi (25), tietyt akryylit (26), tietyt modakryylit (29), polyamidi tai nailon (30) ja polyesteri (31).

Kyseiset tietyt modakryylikuidut muodostavat kirkkaan liuoksen upotettaessa väkevään rikkihappoon (tiheys 20 °C:ssa = 1,84).

Tätä menetelmää voidaan käyttää menetelmien N:o 8 ja 9 asemesta.

2. PERIAATE

Muu kuin klorokuitukomponentti eli 1 kohdan 2 alakohdassa mainitut kuidut liuotetaan kuivasta punnitusta näytteestä väkevään rikkihappoon (suhteellinen tiheys 20 °C:ssa = 1,84). Klorokuidusta koostuva jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; sen tarvittaessa kertoimilla korjattu massa ilmoitetaan prosentteina sekoitteen kuivasta massasta. Toisen komponentin osuus saadaan erotuksena.

3. LAITTEET JA REAGENSsit (muut kuin yleisessä osassa mainitut)

3.1. Laitteet

- i) Lasitulpalla varustettu, vähintään 200 ml:n erlenmeyerpullo.
- ii) Päästään litistetty lasisauva.

3.2. Reagenssit

- i) Väkevä rikkihappo (suhteellinen tiheys 20 °C:ssa = 1,84).
- ii) Laimennettu rikkihappo, noin 50-painoprosenttinen.
Valmistetaan lisäämällä varovasti ja jäähdyttäen 400 ml rikkihappoa (suhteellinen tiheys 20 °C:ssa = 1,84) 500 millilitraan tislattua tai ionivaihdettua vettä. Jäähdytetään huoneenlämpöön ja laimennetaan vedellä yhden litran tilavuuteen.
- iii) Laimea ammoniakkiliuos
60 ml väkevää ammoniakkiliuosta (suhteellinen tiheys 20 °C:ssa = 0,880) laimennetaan tislattulla vedellä yhden litran tilavuuteen.

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Näyte pannaan erlenmeyerpulloon (3.1.i) ja näytegrammaa kohti lisätään 100 ml rikkihappoa (3.2.i).

Pullon sisältö jätetään huoneenlämpöön 10 minuutiksi, minä aikana näytettä sekoitetaan aika ajoin lasisauvalla. Jos analyysi tehdään kudotusta tai neulotusta kankaasta, sitä puristetaan kevyesti pullon seinän ja lasisauvan välissä rikkihapon liuottaman materiaalin erottamiseksi.

Neste dekantoidaan punnitun lasisuodattimen läpi. Pulloon lisätään 100 ml tuoretta rikkihappoa (3.2.i) ja sama toistetaan. Pullon sisältö siirretään lasisuodattimeen ja pulloon jääneet kuidut siirretään suodattimeen lasisauvan avulla. Pullon seinämiin mahdollisesti liimautuneet kuidut huuhdotaan tarvittaessa ulos pienellä määrällä väkevää rikkihappoa (3.2.i). Lasisuodatin imetään kuivaksi ja tyhjennetään suodatinpullo tai vaihdetaan puhtaaseen. Suodattimessa oleva jäännös pestään ensin 50-prosenttisella rikkihappoliuoksella (3.2.ii), sitten yleisissä ohjeissa I.3.2.3 kohdassa mainitulla tislattulla tai ionivaihde-

tulla vedellä, sen jälkeen ammoniakkiliuoksella (3.2.iii) ja lopuksi perusteellisesti tislattulla tai ionivaihdetulla vedellä, minkä jälkeen lasisuodatin imetään kuivaksi kunkin pesukerran jälkeen. (Imua ei saa käyttää pesun aikana, vaan vasta, kun neste on valunut itsestään pois.)

Suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

5. TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa kuvatulla tavalla. 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 15

KLOROKUIDUT, TIETYT MODAKRYYLIT, TIETYT ELASTAANIT, ASETAATIT, TRIASETAATIT
JA TIETYT MUUT KUIDUT

(Sykloheksanoonimenetelmä)

1. SOVELTAMISALA

Tätä menetelmää käytetään analysoitaessa muiden kuin kuituaineiden poiston jälkeen kahden komponentin sekoitteita, joissa komponentteina ovat

1. asetaatti (19), triasetaatit (24), klorokuidut (27), tietyt modakryylit (29), tietyt elastaanit (39),

ja

2. villa (1), eläinkarva (2 ja 3), silkki (4), puuvilla (5), kupro (21), modaali (22), viskoosi (25), polyamidi tai nailon (30), akryyli (26) ja tekstiililasi (40).

Jos analyysinäyte sisältää modakryylejä tai elastaaneja, on ensin tehtävä koe, jolla varmistetaan, että kuitu liukenee reagenssiin kokonaan.

Klorokuituja sisältäviä sekoitteita voidaan analysoida myös menetelmällä N:o 9 tai 14.

2. PERIAATE

Asetaatti- ja triasetaatikuidut, klorokuidut, tietyt modakryylit ja tietyt elastaanit liuotetaan sykloheksanoonin punnituskuivasta massasta lämpötilassa, joka on lähellä kiehumispistettä. Jäännös kootaan, pestään, kuivataan ja punnitaan; sen tarvittaessa kertoimilla korjattu massa ilmoitetaan prosentteina sekoitteen kuivasta massasta. Klorokuidun, modakryylin, elastaanin, asetaatin ja triasetaatin osuus saadaan erotuksena.

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

3.1. Laitteet

- i) Kuumauuttolaite, jota voidaan käyttää 4 jakson mukaisessa koemenetelmässä (ks. kuva: laite on muunnos julkaisussa Melland Textilberichte 56 (1975) 643—645 kuvatussa laitteesta).
- ii) Lasisuodatin näytettä varten.
- iii) Huokoinen levy (huokoisuusaste 1).
- iv) Palautusjäähdytin, joka sopii tislaukspulloon.
- v) Kuumennuslaite.

3.2. Reagenssit

- i) Sykloheksanooni, kiehumispiste 156 °C.
- ii) Etyylialkoholi, 50 tilavuusprosenttia.

Huomaa: Sykloheksanooni on palava ja myrkyllinen aine, joten sen käyttö edellyttää riittäviä varotoimenpiteitä.

4. MENETTELY

Noudatetaan yleisessä osassa esitettyjä ohjeita ja edetään seuraavasti:

Tislaukspulloon kaadetaan 100 ml sykloheksanoonia materiaaligrammaa kohti ja uuttosäiliö, jonka sisälle näytteen ja huokaisen levyn sisältävä lasisuodatin on aiemmin asetettu, pannaan pulloon. Seuraavaksi pulloon asetetaan palautusjäähdytin. Laitteiston lämpötila nostetaan kiehumispisteeseen 60 minuutin ajaksi siten, että uuttokierrojen määrä on vähintään 12 tunnissa. Uuttamisen ja jäähdytyksen jälkeen uuttosäiliö irrotetaan, lasisuodatin otetaan pullosta ja huokoinen levy poistetaan. Lasisuodatin sisältöineen pestään kolme tai neljä kertaa 50-prosenttisellä etyylialkoholilla, jonka lämpötila on noin 60 °C, ja tämän jälkeen 1 litralla 60-asteista vettä.

Imua ei käytetä pesun aikana tai pesukertojen välillä. Neste annetaan valua omalla painollaan, ennen kuin imu käynnistetään. Lopuksi suodatin ja jäännös kuivataan, jäähdytetään ja punnitaan.

5. TULOSTEN LASKEMINEN JA ILMOITTAMINEN

Tulokset lasketaan yleisessä osassa kuvatulla tavalla. d:n arvo on 1,00 seuraavia poikkeuksia lukuun ottamatta:

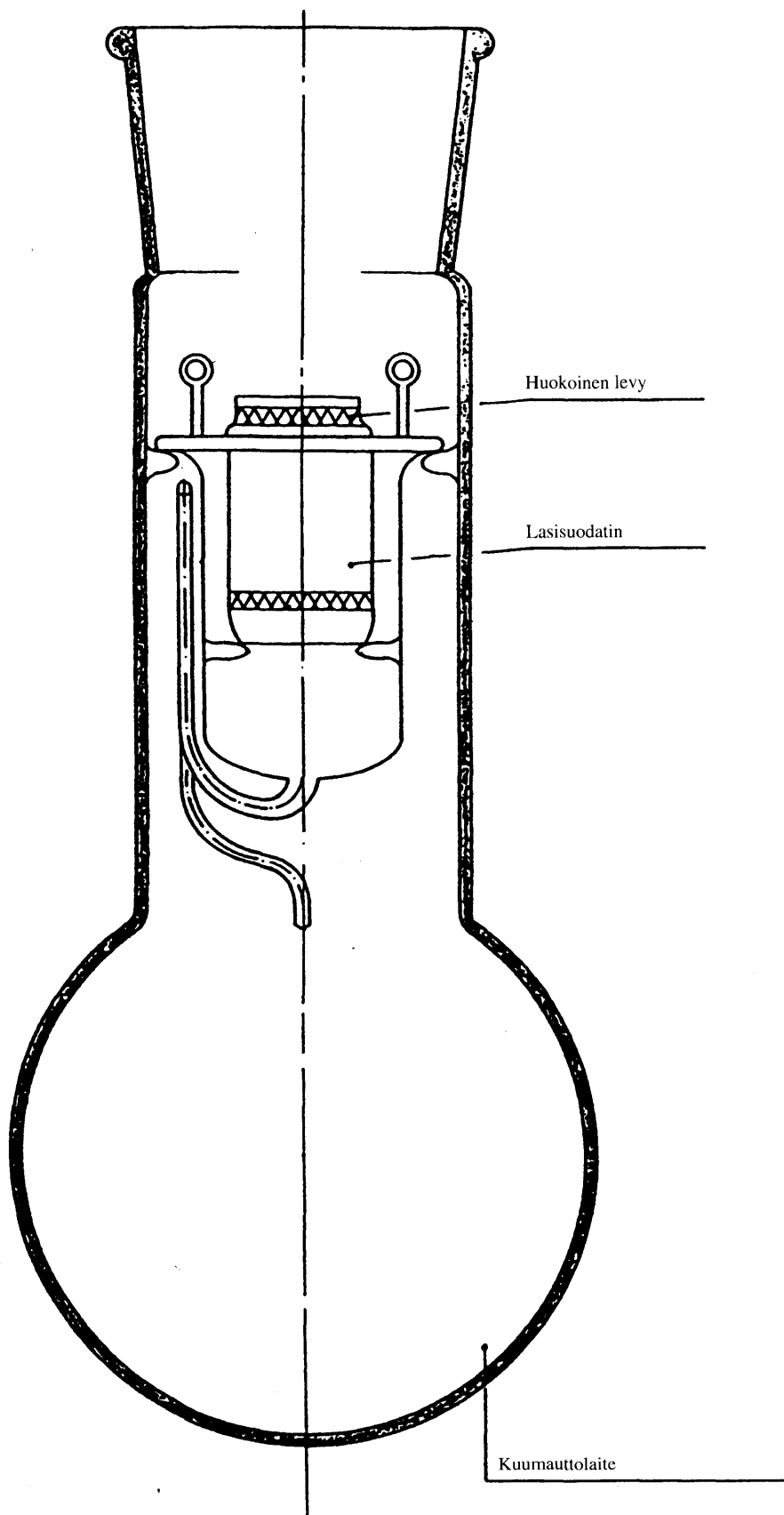
silkki: 1,01

akryyli: 0,98.

6. MENETELMÄN TARKKUUS

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

Menetelmässä N:o 15 olevassa 3.1.i kohdassa tarkoitettu kuva



LIITE III

A OSA

LUETTELO KUMOTUISTA DIREKTIIVEISTÄ

(jota tarkoitetaan 8 artiklassa)

- Neuvoston direktiivi 72/276/ETY (EYVL N:o L 173, 31.7.1972, s. 1) ja sen peräkkäiset muutokset:
- Komission direktiivi 79/76/ETY (EYVL N:o L 17, 24.1.1979, s. 17)
- Neuvoston direktiivi 81/75/ETY (EYVL N:o L 57, 4.3.1981, s. 23)
- Komission direktiivi 87/184/ETY (EYVL N:o L 75, 17.3.1987, s. 21)

B OSA

MÄÄRÄAJAT DIREKTIIVIEN SAATTAMISEKSI OSAKSI KANSALLISTA LAINSÄÄDÄNTÖÄ

Direktiivi	Määräpäivä direktiivin saattamiselle osaksi kansallista lainsäädäntöä
— 72/276/ETY	18. tammikuuta 1974
— 79/76/ETY	28. kesäkuuta 1979
— 81/75/ETY	27. helmikuuta 1982
— 87/184/ETY	1. syyskuuta 1988

LIITE IV

VASTAAVUUSTAULUKKO

Tämä direktiivi	Direktiivi 72/276/ETY
1 artikla	1 artikla
2 artikla	2 artikla
3 artikla	3 artikla
4 artikla	4 artikla
5 artikla	5 artikla
6 artikla	6 artikla
7 artikla	7 artiklan 2 kohta
8 artikla	—
9 artikla	8 artikla
Liite I	Liite I
Liite II, 1 kohta	Liite II, 1 kohta
Liite II, 2 kohta	Liite II, 2 kohta
Liite II, menetelmä N:o 1	Liite II, menetelmä N:o 1
Liite II, menetelmä N:o 2	Liite II, menetelmä N:o 2
Liite II, menetelmä N:o 3	Liite II, menetelmä N:o 3
Liite II, menetelmä N:o 4	Liite II, menetelmä N:o 4
Liite II, menetelmä N:o 5	Liite II, menetelmä N:o 5
Liite II, menetelmä N:o 6	Liite II, menetelmä N:o 6
Liite II, menetelmä N:o 7	Liite II, menetelmä N:o 7
Liite II, menetelmä N:o 8	Liite II, menetelmä N:o 8
Liite II, menetelmä N:o 9	Liite II, menetelmä N:o 9
Liite II, menetelmä N:o 10	Liite II, menetelmä N:o 10
Liite II, menetelmä N:o 11	Liite II, menetelmä N:o 11
Liite II, menetelmä N:o 12	Liite II, menetelmä N:o 13
Liite II, menetelmä N:o 13	Liite II, menetelmä N:o 14
Liite II, menetelmä N:o 14	Liite II, menetelmä N:o 15
Liite II, menetelmä N:o 15	Liite II, menetelmä N:o 16
Liite III	—
Liite IV	—