

31996L0073

3.2.1997

DZIENNIK URZĘDOWY WSPÓLNOT EUROPEJSKICH

L 32/1

**DYREKTYWA 96/73/WE PARLAMENTU EUROPEJSKIEGO I RADY****z dnia 16 grudnia 1996 r.****w sprawie niektórych metod analizy ilościowej dwuskładnikowych mieszanek włókien przędnych**

PARLAMENT EUROPEJSKI I RADA UNII EUROPEJSKIEJ,

uwzględniając Traktat ustanawiający Wspólnotę Europejską, w szczególności jego art. 100a,

uwzględniając wniosek Komisji <sup>(1)</sup>,uwzględniając opinię Komitetu Ekonomiczno-Społecznego <sup>(2)</sup>,stanowiąc zgodnie z procedurą określoną w art. 189b Traktatu <sup>(3)</sup>,

a także mając na uwadze, co następuje:

dyrektywa Rady 72/276/EWG z dnia 17 lipca 1972 r. w sprawie zbliżania ustawodawstw Państw Członkowskich dotyczących niektórych metod analizy ilościowej dwuskładnikowych mieszanek włókien przędnych <sup>(4)</sup> była często i zasadniczo zmieniana; dla jasności oraz ze względów praktycznych wspomnianą dyrektywę należy ujednoczyć;

dyrektywa 96/74/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 16 grudnia 1996 r. w sprawie nazewnictwa produktów włókienniczych <sup>(5)</sup> wymaga załączania etykiet ze wskazaniem składu włókien wyrobów włókienniczych oraz wykonywania analiz mających na celu kontrolę zgodności tych wyrobów ze wskazaniami podanymi na etykiecie;

w trakcie urzędowych badań przeprowadzanych w Państwach Członkowskich celem ustalenia składu włókien w wyrobach włókienniczych należy stosować jednolite metody, zarówno w zakresie wstępnej obróbki próbek, jak i ich analizy ilościowej;

dyrektywa 96/74/WE przewiduje, że metody pobierania próbek i analizy, które mają być stosowane w Państwach Członkow-

skich do celów określania składu włókien poszczególnych wyrobów, zostaną określone w oddzielnych dyrektywach; w związku z tym załącznik II do niniejszej dyrektywy ustanawia piętnaście jednolitych metod analizy w odniesieniu do większości wyrobów włókienniczych, składających się z występujących na rynku mieszanek dwuskładnikowych;

postęp techniczny wymaga częstego dostosowywania specyfikacji technicznych określonych w oddzielnych dyrektywach w sprawie metod analizy wyrobów włókienniczych; aby ułatwić wprowadzenie środków wymaganych w tym celu, w ramach Komitet ds. Dyrektyw dotyczących Nazw i Etykietowania Wyrobów Włókienniczych należy ustanowić procedurę ustanawiającą ścisłą współpracę między Państwami Członkowskimi a Komisją;

w przypadku mieszanek dwuskładnikowych, dla których nie istnieją ujednoczone na szczeblu Wspólnoty metody przeprowadzania analiz, laboratorium przeprowadzające badanie może ustalić skład tych mieszanek z wykorzystaniem jakiegokolwiek obowiązującej metody, którą dysponuje, podając w raporcie z badań uzyskane wyniki i dokładność metody, o ile jest ona znana;

przepisy niniejszej dyrektywy są zgodne z opinią Komitet ds. Dyrektyw dotyczących Nazw i Etykietowania Wyrobów Włókienniczych;

niniejsza dyrektywa nie może naruszać obowiązków Państw Członkowskich dotyczących terminów transpozycji dyrektyw wymienionych w załączniku III, część B,

<sup>(1)</sup> Dz.U. C 96 z 6.4.1994, str. 20.

<sup>(2)</sup> Dz.U. C 195 z 18.7.1994, str. 20.

<sup>(3)</sup> Opinia Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 15 lutego 1995 r. (Dz.U. C 56 z 6.3.1995, str. 53), wspólne stanowisko Rady z dnia 26 lutego 1996 r. (Dz.U. C 196 z 6.7.1996, str. 20) oraz decyzja Parlamentu Europejskiego z dnia 18 czerwca 1996 r. (Dz.U. C 198 z 8.7.1996, str. 25), decyzja Rady z dnia 7 października 1996 r.

<sup>(4)</sup> Dz.U. L 173 z 31.7.1972, str. 1. Dyrektywa ostatnio zmieniona dyrektywą 87/184/EWG (Dz.U. L 75 z 17.3.1987, str. 21).

<sup>(5)</sup> Dz.U. L 32 z 3.2.1997, str. 38.

PRZYJMUJĄ NINIEJSZĄ DYREKTYWĘ:

#### Artykuł 1

Niniejsza dyrektywa dotyczy metod przeprowadzania analizy ilościowej niektórych mieszanek dwuskładnikowych włókien przędnych, wraz z przygotowaniem próbek analitycznych i próbek do badań.

#### Artykuł 2

„Próbka analityczna” to próbka, której rozmiar dostosowany jest do analiz, pochodząca z ogólnej próbki laboratoryjnej, która została pobrana z partii artykułów do analizy.

„Próbka do badań” oznacza część próbki analitycznej, wymaną w celu uzyskania jednego wyniku badania.

#### Artykuł 3

Państwa Członkowskie zobowiązane są podjąć wszelkie niezbędne kroki celem zapewnienia, aby zgodnie z dyrektywą 96/74/WE przepisy ustanowione w załącznikach I i II w sprawie metod przeprowadzania analizy ilościowej niektórych dwuskładnikowych włókien przędnych, wraz z przygotowaniem próbek analitycznych i próbek do badań, były stosowane przy przeprowadzaniu urzędowych badań mających na celu ustalenie składu wyrobów włókienniczych wprowadzanych do obrotu.

#### Artykuł 4

Laboratorium odpowiedzialne za badanie mieszanek dwuskładnikowych, dla których nie istnieją wspólnotowe ujednolicone metody przeprowadzania analiz, ustala skład takich mieszanek z zastosowaniem obowiązujących metod, którymi dysponuje, oraz wskazując w raporcie z badań uzyskane wyniki i dokładność metody, o ile jest ona znana.

#### Artykuł 5

1. Niniejszym ustanawia się Komitet ds. Dyrektyw dotyczących Nazw i Etykietowania Wyrobów Włókienniczych, zwany dalej „Komitetem”; składa się on z przedstawicieli Państw Członkowskich i któremu przewodniczy przedstawiciel Komisji.
2. Komitet przyjmie swój regulamin.
3. Metody przeprowadzania analizy ilościowej przewidziane w załączniku II dostosowuje się do postępu technicznego zgodnie z procedurą przewidzianą w art. 6.

#### Artykuł 6

1. W przypadku zastosowania procedury ustanowionej w niniejszym artykule przewodniczący przekazuje sprawę Komitetowi z własnej inicjatywy lub na wniosek przedstawiciela Państwa Członkowskiego.

2. Przedstawiciel Komisji przedkłada Komitetowi projekt środków, które należy podjąć. Komitet wyraża swoją opinię na temat tego projektu w terminie, który przewodniczący może ustanowić w zależności od pilności sprawy. Opinia wydawana jest większością głosów, ustanowioną w art. 148 ust. 2 Traktatu, w odniesieniu do decyzji, które Rada zobowiązana jest przyjąć na wniosek Komisji. Głosy przedstawicieli Państw Członkowskich w Komitecie waży się w sposób określony w wymienionym artykule. Przewodniczący nie bierze udziału w głosowaniu.

3. a) Komisja przyjmuje przewidziane środki, jeżeli są one zgodne z opinią Komitetu.
- b) Jeżeli przewidziane środki nie są zgodne z opinią Komitetu lub w przypadku braku takiej opinii, Komisja niezwłocznie przedkłada Radzie wniosek w sprawie środków, jakie należy przyjąć.  
Rada stanowi większością kwalifikowaną.
- c) Jeżeli Rada nie podejmie decyzji w ciągu trzech miesięcy od dnia skierowania do niej wniosku, Komisja przyjmie proponowane środki.

#### Artykuł 7

Państwa Członkowskie prześlą Komisji teksty podstawowych przepisów prawa krajowego, przyjętych w dziedzinie objętej niniejszą dyrektywą.

#### Artykuł 8

Niniejszym tracą moc dyrektywy wymienione w załączniku III, część A, bez uszczerbku dla zobowiązań Państw Członkowskich dotyczących terminów transpozycji określonych w załączniku III, część B.

Odniesienia do uchylonych dyrektyw traktuje się jako odniesienia do niniejszej dyrektywy i odczytuje się je zgodnie z tabelą korelacji przedstawioną w załączniku IV.

#### Artykuł 9

Niniejsza dyrektywa skierowana jest do Państw Członkowskich.  
Niniejsza dyrektywa wchodzi w życie dwudziestego dnia po jej opublikowaniu w *Dzienniku Urzędowym Wspólnot Europejskich*.

Sporządzono w Brukseli, dnia 16 grudnia 1996 r.

W imieniu Parlamentu  
Europejskiego  
K. HÄNSCH  
Przewodniczący

W imieniu Rady  
I. YATES  
Przewodniczący

## ZAŁĄCZNIK I

**PRZYGOTOWANIE PRÓBEK ANALITYCZNYCH I PRÓBEK DO BADAŃ W CELU OKREŚLENIA SKŁADU WŁÓKIEN W WYROBACH WŁÓKIENNICZYCH**

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszy Załącznik zawiera procedury pozyskiwania laboratoryjnych próbek analitycznych o wielkości odpowiedniej do wstępnej obróbki, celem przeprowadzenia analizy ilościowej (tzn. próbek o masie nieprzekraczającej 100 g), z ogólnej próbki laboratoryjnej, oraz procedury doboru próbek do badań spośród laboratoryjnych próbek analitycznych, które zostały poddane wstępnej obróbce, celem usunięcia substancji niewłóknistej<sup>(1)</sup>.

## 2. DEFINICJE

- 2.1. Partia to ilość materiału, która jest poddawana ocenie na podstawie serii wyników prób. W jej skład może wchodzić na przykład cały materiał z jednej dostawy tkaniny, cały materiał utkany z określonego nawoju, przesyłka przędzy, bela lub kilka bel surowych włókien.
- 2.2. Ogólna próbka laboratoryjna jest to część partii, która została pobrana jako reprezentatywna dla całości i udostępniona laboratorium. Wielkość i charakter ogólnej próbki laboratoryjnej dobiera się w taki sposób, aby odpowiednio odzwierciedlała zróżnicowanie partii i aby można było bez problemu zbadać ją w laboratorium<sup>(2)</sup>.
- 2.3. Laboratoryjna próbka analityczna jest to część ogólnej próbki laboratoryjnej, która poddawana jest wstępnej obróbce mającej na celu usunięcie substancji niewłóknistych i z której następnie pobiera się próbki do badania. Wielkość i charakter ogólnej laboratoryjnej próbki analitycznej dobiera się w taki sposób, aby odpowiednio odzwierciedlała zróżnicowanie ogólnej próbki laboratoryjnej<sup>(3)</sup>.
- 2.4. Próbka do badań – część materiału wymagana dla uzyskania jednego wyniku badania i wybrana z laboratoryjnej próbki analitycznej.

## 3. ZASADA

Laboratoryjną próbkę do badań dobiera się w taki sposób, aby była reprezentatywna dla ogólnej próbki laboratoryjnej.

Próbki do badań pobiera się z próbki analitycznej w taki sposób, aby były reprezentatywne dla tej ostatniej.

## 4. POBIERANIE PRÓBEK LUŻNYCH WŁÓKIEN

- 4.1. Włókna niezorientowane – uzyskać próbkę analityczną, pobierając na zasadzie losowej pasemka z ogólnej próbki laboratoryjnej. Wszystkie próbki analityczne należy dokładnie wymieszać w zgrzeblarce laboratoryjnej<sup>(4)</sup>. Tkaninę lub mieszankę, wraz z włóknami przylegającymi i włóknami, które przylegają do urządzenia do mieszania, należy poddać wstępnej obróbce. Następnie, proporcjonalnie do ciężaru, należy pobrać próbki do badań, z tkaniny lub mieszanki, z włókien pozostających luzem oraz z włókien, które przylegają do urządzenia.

Jeżeli tkanina zgrzeblarkowa pozostaje nienaruszona po obróbce wstępnej, próbki do badań należy pobrać w sposób opisany w pkt 4.2. Jeżeli w wyniku wstępnej obróbki tkanina zostanie naruszona, z każdej próbki do badań należy pobrać przynajmniej 16 małych kępek, o odpowiedniej i w przybliżeniu równej wielkości, a następnie je połączyć.

- 4.2. Włókna zorientowane (runa zgrzeblarkowe, tkaniny, taśmy, niedoprzędzy) należy pociąć na części przynajmniej 10 przekrojów poprzecznych wybranych losowo z ogólnej próbki laboratoryjnej o ciężarze około 1 g każdy. Przygotowaną w ten sposób laboratoryjną próbkę analityczną należy poddać obróbce wstępnej. Następnie należy połączyć przekroje, umieszczając je obok siebie, i utworzyć próbkę do badań poprzez ich poprzeczne pocięcie, aby z każdego została pobrana 1/10 długości.

## 5. POBIERANIE PRÓBEK PRZĘDZY

- 5.1. Przędza nawinięta na nawoje lub motki – próbki należy pobrać ze wszystkich nawojów ogólnej próbki laboratoryjnej.

<sup>(1)</sup> W niektórych przypadkach zachodzi konieczność poddania wstępnej obróbce pojedynczych próbek do badań.

<sup>(2)</sup> W przypadku artykułów gotowych i wykończonych: patrz sekcja 7.

<sup>(3)</sup> Patrz pkt 1.

<sup>(4)</sup> Zgrzeblarkę laboratoryjną można zastąpić mieszarką do włókien albo włókna można wymieszać za pomocą metody „kępki i odrzuty”.

Z każdego nawoju należy pobrać ciągłe, równe i odpowiednie długości próbki, odwijając przędzę o taką samą liczbę obrotów ze szpuli<sup>(1)</sup> lub w jakikolwiek inny sposób. Kawałki przędzy zebrać obok siebie, w formie jednolitego pasma lub przędzy nitkowanej wielokrotnie, celem utworzenia laboratoryjnej próbki analitycznej, upewniając się, czy kawałki w każdym motku lub kablu są równe.

Laboratoryjną próbkę analityczną poddaje się obróbce wstępnej.

Z laboratoryjnej próbki analitycznej należy pobrać próbki do badań, odcinając z motka lub kabla wiązkę przędzy o równej długości, zwracając uwagę, aby nie pominąć żadnego kawałka przędzy, który wchodzi w jego skład.

Jeżeli „t” jest „teksem” przędzy, a „n” liczbą nawojów w ogólnej próbce laboratoryjnej, w celu uzyskania próbki do badań o masie 10 g, z każdego nawoju należy wziąć kawałek przędzy o długości  $\frac{10^6}{Nt}$  cm.

Jeżeli wartość „nt” jest wysoka, tzn. przekracza 2000, należy nawinąć większy motek i przeciąć go poprzecznie w dwóch miejscach, aby uzyskać kabel o odpowiedniej masie. Przed przystąpieniem do wstępnej obróbki końcówki próbek w kształcie kabla należy odpowiednio związać, a próbki do badań pobrać z miejsca odległego od tych wiązań.

- 5.2. Przędza w osnowie – należy pobrać laboratoryjną próbkę analityczną, obcinając na końcu nawoju wiązkę o długości przynajmniej 20 cm, w skład której wchodzi wszystkie nici, z wyjątkiem nici z krajki, które się wyrzuca. Wiązkę nici należy na końcu związać. Jeżeli próbka jest zbyt duża, aby można ją było w całości poddać obróbce wstępnej, należy podzielić ją na dwie lub więcej części, z których każda musi być związana do wstępnej obróbki, a po wstępnej obróbce każdej części oddzielnie można je ponownie połączyć. Z laboratoryjnej próbki analitycznej należy pobrać próbkę do badań o odpowiedniej długości. Zabieg ten należy przeprowadzić, obcinając kawałek w wystarczającej odległości od węzła i nie pomijając żadnej nici z nawoju. Dla nawojów zawierających „N” nici i „t” „teksów” długość próbki o masie 1 g wynosi  $\frac{10^5}{Nt}$  cm.

## 6. POBIERANIE PRÓBEK TKANINY

- 6.1. Z ogólnej próbki laboratoryjnej, składającej się z jednego reprezentatywnego kuponu materiału

— odciąć ukośnicę, idącą od jednego do drugiego brzegu tkaniny, i usunąć krajki. Ten pas materiału stanowi laboratoryjną próbkę analityczną. Aby uzyskać laboratoryjną próbkę do badań o masie x g, powierzchnia pasa powinna wynosić  $\frac{x \cdot 10^4}{G}$  przy czym G stanowi masę tkaniny w g/m<sup>2</sup>.

Po dokonaniu wstępnej obróbki laboratoryjnej próbki analitycznej należy pociąć pas materiału w poprzek, na cztery równe części, a następnie te ostatnie nałożyć na siebie.

Z jakiegokolwiek części w ten sposób przygotowanego materiału pobrać próbki do badań. Zabieg ten należy przeprowadzić, tnąc wszystkie warstwy, aby długość każdej próbki była równa długości każdej z warstw.

Jeżeli na tkaninie występuje tkany wzór, szerokość laboratoryjnej próbki analitycznej, mierzona równolegle w kierunku osnowy, nie powinna być mniejsza niż jedno powtórzenie osnowy wzoru. Jeżeli warunek ten jest spełniony, a laboratoryjna próbka analityczna jest zbyt duża, aby można ją było poddać obróbce w całości, należy ją pociąć na równe części, które poddaje się wstępnej obróbce oddzielnie, a przed pobraniem próbek do badań części te należy na siebie nałożyć, zwracając uwagę, aby odpowiednie części wzoru nie nachodziły na siebie.

- 6.2. Z ogólnej próbki laboratoryjnej, składającej się z kilku skrawków

— Każdy skrawek poddaje się obróbce zgodnie z pkt 6.1, a każdy wynik podaje się oddzielnie.

## 7. POBIERANIE PRÓBEK ARTYKUŁÓW GOTOWYCH I WYKOŃCZONYCH

Ogólna próbka laboratoryjna składa się zwykle z gotowego i w całości wykończonego wyrobu lub też z jego reprezentatywnej części.

W razie potrzeby, w celu sprawdzenia zgodności z art. 9 dyrektywy 96/74/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 16 grudnia 1996 r. w sprawie nazewnictwa wyrobów włókienniczych, można ustalić odsetek poszczególnych części o różnej zawartości włókien.

(<sup>1</sup>) Jeżeli szpule mogą być umieszczone na odpowiedniej drabinie natykowej, przędzę można odwijać równolegle.

Z części gotowego lub wykończonego artykułu, którego skład musi być poddany na etykiecie, należy pobrać reprezentatywną próbkę analityczną. Jeżeli artykuł opatrzony jest większą liczbą etykiet, należy pobrać laboratoryjne próbki analityczne reprezentatywne dla każdej partii materiału opatrzonej daną etykietą.

Jeżeli artykuł, którego skład trzeba określić, nie jest jednorodny, może zaistnieć potrzeba pobrania laboratoryjnych próbek analitycznych z każdej części artykułu i określenia procentowej zawartości różnych części w stosunku do całości danego artykułu.

Następnie należy obliczyć stosunek procentowy, z uwzględnieniem proporcji odnoszących się do części, z których pobrano próbki.

Laboratoryjne próbki analityczne należy poddać obróbce wstępnej.

Następnie z laboratoryjnych próbek analitycznych, poddanych obróbce wstępnej, należy pobrać reprezentatywne próbki do badań.

---

## ZAŁĄCZNIK II

**METODY PRZEPROWADZANIA ANALIZY ILOŚCIOWEJ NIEKTÓRYCH DWUSKŁADNIKOWYCH MIESZANEK WŁÓKIEŃ PRZĘDNYCH**

## 1. PRZEPISY OGÓLNE

**Wstęp**

Metody analizy ilościowej mieszanek włókien przędnych opierają się na dwóch podstawowych procesach: ręcznym rozdzielaniu włókien i rozdzielaniu chemicznym.

Metodę rozdzielania ręcznego należy wybrać w każdym przypadku, gdy jest to możliwe, gdyż z reguły daje ona bardziej dokładne wyniki niż metoda chemiczna. Stosuje się ją w odniesieniu do wszystkich materiałów włókienniczych, w których włókna wchodzące w ich skład nie tworzą jednorodnej mieszanki, tak jak na przykład w przypadku przędzy składającej się z kilku elementów, z których każdy stanowi jeden rodzaj włókna, lub w przypadku tkanin, w których włókno, które tworzy łańcuch, jest inne niż włókno tworzące wątek lub dzianin, które można rozmotać, składających się z różnych typów przędzy.

Metody ilościowej analizy chemicznej mieszanki włókien przędnych opierają się w zasadzie na wybiórczej rozpuszczalności poszczególnych składników mieszanki. Po wyeliminowaniu jednego ze składników nierozpuszczalne pozostałości waży się i z utraconego ciężaru oblicza się zawartość procentową składnika rozpuszczalnego. W pierwszej części niniejszego załącznika ujęte zostały informacje dotyczące analizy przeprowadzanej z zastosowaniem tej metody w odniesieniu do wszystkich mieszanek włókien uwzględnionych w niniejszym załączniku, niezależnie od ich składu. Informacje te należy zatem wykorzystywać w połączeniu z kolejnymi sekcjami niniejszego załącznika, zawierającymi szczegółowe procedury mające zastosowanie do poszczególnych mieszanek włókien. Czasami analiza opiera się na zasadzie innej niż zasada rozpuszczalności wybiórczej; w takich przypadkach we właściwych sekcjach podano informacje szczegółowe.

Mieszanki włókien w trakcie przetwarzania oraz, w mniejszym stopniu, wchodzące w skład gotowych materiałów włókienniczych mogą czasami zawierać substancje niewłókniste, takie jak tłuszcze, woski lub klejonki bądź substancje rozpuszczalne w wodzie, które mogą być produktami naturalnymi lub mogą zostać dodane do ułatwienia procesu przetwarzania. Przed przystąpieniem do analizy należy usunąć substancje niewłókniste. Z tego względu podana została również metoda usuwania olejów, tłuszczów, wosków i substancji rozpuszczalnych w wodzie.

Ponadto materiały włókiennicze mogą zawierać żywice lub inne substancje mające na celu nadanie tym materiałom szczególnych własności. Substancje takie, włączając barwniki, w wyjątkowych przypadkach, mogą modyfikować działanie odczynnika na składniki rozpuszczalne i/albo mogą zostać częściowo lub całkowicie wyeliminowane za pomocą odczynnika. W ten sposób dodane substancje mogą doprowadzić do wystąpienia błędów i należy je usunąć przed przystąpieniem do analizy próbek. W przypadku braku możliwości usunięcia takich dodanych substancji metody ilościowej analizy chemicznej podane w niniejszym załączniku nie mają zastosowania.

Barwnik obecny w barwionych włóknach uważa się za integralną część włókna i nie usuwa się go.

Analizy przeprowadza się na podstawie suchej masy, a procedura określania suchej masy została podana.

Wynik otrzymuje się poprzez zastosowanie względem suchej masy każdego włókna, tolerancji umownych wymienionych w załączniku II do dyrektywy 96/74/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 16 grudnia 1996 r. w sprawie nazewnictwa wyrobów włókienniczych.

Przed przystąpieniem do analizy należy zidentyfikować wszystkie włókna występujące w mieszaninie. W przypadku zastosowania niektórych metod nierozpuszczalną część składników mieszanki można częściowo rozpuścić w odczynniku do rozpuszczania składników rozpuszczalnych. W przypadku gdy istnieje taka możliwość, należy wybrać odczynniki o słabym działaniu lub braku oddziaływania na nierozpuszczalne włókna. Jeżeli wiemy, że podczas przeprowadzania analizy następuje ubytek masy, należy przeprowadzić odpowiednią korektę wyników; w tym celu podawane są odpowiednie współczynniki korekcyjne. Współczynniki te zostały określone w różnych laboratoriach poprzez poddanie działaniu odpowiedniego odczynnika, określonego w metodzie analitycznej, włókien oczyszczonych poprzez wstępną obróbkę. Współczynniki korekcyjne znajdują zastosowanie jedynie w odniesieniu do włókien nie poddanych rozkładowi, natomiast, jeżeli przed lub w trakcie przetwarzania włókna uległy rozkładowi, może zachodzić konieczność zastosowania innych współczynników korekcyjnych. Przedstawione procedury mają zastosowanie do pojedynczych przypadków oznaczania. Należy dokonać przynajmniej dwóch oznaczeń, zarówno w przypadku ręcznego, jak i chemicznego rozdzielania włókien. Dla potwierdzenia, o ile nie jest to niemożliwe z przyczyn technicznych, zaleca się przeprowadzenia procedur alternatywnych, pozwalających na rozpuszczenie włókna, które pozostało po zastosowaniu metody standardowej.

**I. OGÓLNE INFORMACJE DOTYCZĄCE METOD PRZEPROWADZANIA ILOŚCIOWEJ ANALIZY CHEMICZNEJ MIESZANEK WŁÓKIEŃ PRZĘDNYCH**

Informacje odnoszące się do wszystkich metod, które stosuje się w celu przeprowadzenia ilościowej analizy chemicznej mieszanek włókien przędnych.

**I.1. Zakres zastosowania**

W zakresie zastosowania każdej metody podano informację dotyczącą włókien, do których ma zastosowanie dana metoda.

**I.2. Zasada**

Po zidentyfikowaniu składników mieszanki, poprzez zastosowanie odpowiednich zabiegów wstępnych, usuwa się materiały niewłókniste, a następnie, z zastosowaniem metody wybiórczego rozpuszczania składników<sup>(1)</sup>, jeden ze składników. Następnie waży się nierozpuszczalne pozostałości i na podstawie utraconej masy oblicza się proporcjonalną zawartość składnika rozpuszczalnego. Z wyjątkiem przypadków, gdy występują trudności natury technicznej, zaleca się rozpuszczenie włókien występujących w największej proporcji, aby na zakończenie otrzymać pozostałości włókna, którego zawartość jest najmniejsza..

**I.3. Materiały i wyposażenie****I.3.1. Aparatura**

I.3.1.1. Tygły filtracyjne i naczynko wagowe pozwalające na umieszczenie tygli lub innych przyrządów, których użycie gwarantuje uzyskanie identycznych wyników.

I.3.1.2. Kolba próżniowa

I.3.1.3. Eksykator zawierający zabarwiony indykatorem żel krzemionkowy.

I.3.1.4. Piec wentylowany do suszenia próbek w temperaturze  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

I.3.1.5. Waga analityczna, o czułości 0,0002 g.

I.3.1.6. Aparat Soxhleta lub inne urządzenie pozwalające na uzyskanie identycznych wyników.

**I.3.2. Odczynniki**

I.3.2.1. Redestylowany eter naftowy o temperaturze wrzenia 40–60 °C.

I.3.2.2. Inne odczynniki zostały określone we właściwych sekcjach dla każdej metody. Wszystkie wykorzystywane odczynniki muszą być odczynniki chemicznie czystymi.

I.3.2.3. Woda destylowana lub dejonizowana.

**I.4. Kondycjonowanie i warunki otoczenia**

Ponieważ suche masy zostały oznaczone, próbek nie trzeba kondycjonować, a analizy nie muszą być przeprowadzane w atmosferze klimatyzowanej.

**I.5. Laboratoryjna próbka analityczna**

Pobrać laboratoryjną próbkę analityczną, reprezentatywną dla ogólnej próbki laboratoryjnej i wystarczającą, aby dostarczyć wymagane próbki do badań, z czego każda o wadze przynajmniej 1 g.

**I.6. Wstępna obróbka laboratoryjnej próbki analitycznej<sup>(2)</sup>**

W przypadku obecności substancji, której nie uwzględnia się w obliczeniach zawartości procentowej włókien (patrz: art. 12 ust. 3 dyrektywy 96/74/WE Parlamentu Europejskiego i Rady z dnia 16 grudnia 1996 r. w sprawie nazewnictwa materiałów włókienniczych), substancję tę należy najpierw usunąć z zastosowaniem odpowiedniej metody, która nie ma wpływu na żaden ze składników włóknistych.

<sup>(1)</sup> Wyjątek stanowi metoda 12. Opiera się ona na oznaczeniu zawartości substancji składowej jednego bądź dwóch składników.

<sup>(2)</sup> Patrz: załącznik I.1.

W tym celu substancje niewłókniste, dające się ekstrahować z zastosowaniem eteru naftowego i wody, usuwa się, umieszczając próbkę analityczną, wysuszoną powietrzem, w aparacie Soxhleta w lekkim eterze naftowym na jedną godzinę, przy minimalnej liczbie sześciu cykli na godzinę. Odparować z próbki eter naftowy, a następnie próbkę wyekstrahować za pomocą godzinnego moczenia w wodzie o temperaturze pokojowej, i dalej -godzinne moczenia w wodzie o temperaturze  $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , wstrząsając roztworem od czasu do czasu. Stosunek objętości próbki do wody wynosi 1:100. Usunąć z próbki nadmiar wody, wyciskając ją, odlewając lub odwirowywując, a następnie wysuszyć próbkę powietrzem.

W przypadku gdy substancji niewłóknistych nie można oddzielić za pomocą eteru naftowego i wody, w celu ich usunięcia należy zastąpić opisaną wyżej metodę, w której wykorzystywana jest woda, inną odpowiednią metodą, która nie spowoduje istotnych zmian żadnego ze składników włóknistych. Niemniej jednak w przypadku niektórych naturalnych niebielonych włókien pochodzenia roślinnego (np. juta, włókna kokosowe) należy zwrócić uwagę na fakt, że normalna wstępna obróbka z użyciem eteru naftowego i wody nie eliminuje wszystkich niewłóknistych substancji naturalnych; mimo to nie stosuje się dodatkowej obróbki wstępnej, chyba że próbka zawiera apretury nierozpuszczalne zarówno w eterze naftowym, jak i w wodzie.

W raportach z przeprowadzonych analiz należy szczegółowo opisać zastosowane metody obróbki wstępnej.

## I.7. Procedura badawcza

### I.7.1. Wskazówki ogólne

#### I.7.1.1. Suszenie

Wszystkie zabiegi związane z suszeniem należy przeprowadzać w czasie nie krótszym niż 4 godziny i nie dłuższym niż 16 godzin, w temperaturze  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  w piecu wentylowanym, z drzwiami zamkniętymi na czas suszenia. Jeżeli suszenie trwa mniej niż 14 godzin, próbkę należy zważyć, celem sprawdzenia, czy otrzymano stałą masę. Masę można uznać za stałą, jeżeli po dalszym suszeniu przez 60 minut odchylenie masy jest niższe niż 0,05 %.

Należy unikać manipulowania tyglami filtracyjnymi i naczynkami wagowymi, pobierania próbek lub pozostałości gołymi rękami w trakcie suszenia, chłodzenia i ważenia.

Próbki należy wysuszyć w naczynku wagowym, którego wieko powinno znajdować się w pobliżu. Po wysuszeniu naczynie wagowe należy zamknąć i szybko przenieść do ekcykatora.

Tygle filtracyjne umieszczone w naczynku wagowym oraz wieko suszyć w suszarce. Po wysuszeniu naczynie wagowe należy zamknąć i szybko przenieść do ekcykatora.

W przypadku gdy używa się innego sprzętu niż tygiel filtracyjny, suszenie przeprowadza się w piecu w taki sposób, aby możliwe było określenie suchej masy włókien bez ubytków.

#### I.7.1.2. Chłodzenie

Wszystkie zabiegi związane z chłodzeniem należy przeprowadzać w umieszczonym obok wagi ekcykatorze, przez okres czasu pozwalający na całkowite schłodzenie naczynia wagowego, lecz w żadnym przypadku nie krócej niż przez dwie godziny.

#### I.7.1.3. Ważenie

Po schłodzeniu, w ciągu dwóch minut po wyjęciu z ekcykatora, naczynie wagowe należy zważyć. Zabieg ten należy przeprowadzić z dokładnością do 0,0002 g.

### I.7.2. Procedura

Z poddanej wstępnej obróbce próbki analitycznej należy pobrać laboratoryjne próbki do badań o wadze przynajmniej 1 g. Przędza lub tkanina zostaje pocięta na części o długości ok. 10 mm, które należy, na tyle, na ile jest to możliwe, oddzielić od siebie. Próbki wysuszyć w naczynku wagowym, schłodzić w ekcykatorze i zważyć. Przenieść próbkę do szklanych pojemników, określonych we właściwej sekcji odnośnej metody wspólnotowej, bezpośrednio po tym ponownie zważyć naczynka wagowe i na podstawie różnicy obliczyć suchą masę próbki. Badanie należy dokończyć zgodnie z opisem we właściwej sekcji dotyczącej stosowanej metody. Po ważeniu zbadać pod mikroskopem resztki, w celu sprawdzenia, czy w wyniku przeprowadzonych zabiegów włókna rozpuszczalne zostały w całości usunięte.

## I.8. Obliczanie i przedstawianie wyników

Masa każdego z nierozpuszczalnych składników wyrażana jest w procentach całkowitej masy włókien obecnych w mieszanke. Zawartość procentową składników rozpuszczalnych uzyskuje się na podstawie różnicy. Wyniki oblicza się na podstawie suchej masy czystych włókien, dostosowując je za pomocą a) ustalonych tolerancji oraz b) współczynników korekcyjnych, niezbędnych do uwzględnienia ubytku substancji w trakcie wstępnej obróbki i analizy. Obliczenia te przeprowadza się według wzoru przedstawionego w pkt I.8.2.



- I.8.1. Obliczanie zawartości procentowej składnika nierozpuszczalnego w czystej suchej masie, bez uwzględnienia utraty masy włókien podczas obróbki wstępnej.

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

gdzie:

- $P_1$  stanowi zawartość procentową suchego i czystego składnika nierozpuszczalnego
- $m$  stanowi suchą masę próbki po wstępnej obróbce
- $r$  stanowi suchą masę pozostałości
- $d$  stanowi współczynnik korekcyjny, który uwzględnia ubytek masy składnika nierozpuszczalnego w odczynniku w trakcie przeprowadzania analizy. Odpowiednie wartości „ $d$ ” podane są we właściwych sekcjach odnoszących się do każdej metody.

Wartości „ $d$ ” są oczywiście zwykłymi wartościami mającymi zastosowanie do włókien niepoddanych rozkładowi metodą chemiczną.

- I.8.2. Obliczanie zawartości procentowej składnika nierozpuszczalnego w czystej suchej masie, z dostosowaniem za pomocą współczynników umownych oraz, w miarę potrzeb, współczynników korekcyjnych, dla ubytku masy w trakcie wstępnej obróbki.

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

gdzie:

- $P_{1A}$  stanowi zawartość procentową nierozpuszczalnego składnika, dostosowaną z uwzględnieniem ustalonych tolerancji i ubytku masy, jaki nastąpił w trakcie wstępnej obróbki
- $P_1$  stanowi zawartość procentową czystej suchej masy składnika nierozpuszczalnego, obliczoną z zastosowaniem wzoru podanego w pkt I.8.1.
- $a_1$  stanowi ustaloną tolerancję w odniesieniu do składnika nierozpuszczalnego (patrz: załącznik II do dyrektywy w sprawie nazewnictwa wyrobów włókienniczych)
- $a_2$  stanowi ustaloną tolerancję w odniesieniu do składnika rozpuszczalnego (patrz: załącznik II do dyrektywy w sprawie nazewnictwa wyrobów włókienniczych)
- $b_1$  stanowi procentowy ubytek składnika nierozpuszczalnego spowodowany wstępną obróbką
- $b_2$  stanowi procentowy ubytek składnika rozpuszczalnego spowodowany wstępną obróbką

Zawartość procentowa drugiego składnika ( $P_{2A} \%$ ) jest równa  $100 - P_{1A} \%$ .

W przypadku gdy przeprowadza się specjalną obróbkę wstępną, należy określić wartości  $b_1$  i  $b_2$ , o ile jest to możliwe – poddając każde z wchodzących w skład tkaniny czystych włókien wstępnej obróbce analitycznej. Za włókna czyste uważa się włókna pozbawione wszelkich substancji niewłóknistych, z wyjątkiem tych, które normalnie je zawierają (ze względu na ich budowę lub ze względu na proces produkcyjny), w stanie (niebielone, bielone), w jakim występują w materiale, który jest poddawany analizie.

W przypadku gdy nie dysponujemy oddzielnymi i czystymi włóknami, służącymi do produkcji materiału, który ma zostać poddany analizie, należy przyjąć średnie wartości  $b_1$  i  $b_2$ , otrzymane w wyniku badań przeprowadzonych na czystych włóknach, podobnych do włókien wchodzących w skład badanej mieszanki.

Jeżeli włókna zostały w normalny sposób poddane wstępnej obróbce przez ekstrakcję w eterze naftowym i wodzie, współczynniki korekcyjne  $b_1$  i  $b_2$  z reguły pomijają się, z wyjątkiem przypadku niebielonej bawełny, niebielonego lnu lub niebielonych konopi, kiedy to przyjmujemy umownie, że ubytek, jaki wystąpił w wyniku wstępnej obróbki wynosi 4 %, oraz w przypadku polipropylenu, gdy przyjmujemy, iż ubytek wyniósł 1 %.

W przypadku innych włókien, przyjmuje się umownie, że w obliczeniach nie uwzględnia się ubytków powstałych w trakcie wstępnej obróbki.

## II. METODA ANALIZY ILOŚCIOWEJ POLEGAJĄCA NA RĘCZNYM ROZDZIELANIU WŁÓKIEN PRZĘDNYCH

### II.1. Zakres zastosowania

Metodę stosuje się do wszystkich rodzajów włókien przędnych, z zastrzeżeniem, że nie tworzą jednorodnej mieszanki i można je rozdzielić ręcznie.

### II.2. Zasada

Po dokonaniu identyfikacji materiału włókienniczego w pierwszej kolejności usuwa się materiały niewłókniste, a następnie ręcznie rozdziela się włókna, suszy się je i waży, w celu obliczenia procentowej zawartości każdego z włókien w mieszaneczce.

### II.3. Aparatura

II.3.1. Naczynko wagowe lub inny przyrząd dający identyczne wyniki.

II.3.2. Eksykator zawierający zabarwiony indykatorem żel krzemionkowy.

II.3.3. Piec wentylowany do suszenia próbek w temperaturze  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

II.3.4. Waga analityczna, o czułości 0,0002 g.

II.3.5. Aparat Soxhleta lub inne urządzenie pozwalające na uzyskanie identycznych wyników.

II.3.6. Igła.

II.3.7. Torsjometr lub podobne urządzenie.

### II.4. Odczynniki

II.4.1. Redystylowany eter naftowy o temperaturze wrzenia  $40\text{--}60^{\circ}\text{C}$ .

II.4.2. Woda destylowana lub woda dejonizowana.

### II.5. Kondycjonowanie i warunki otoczenia

Patrz: pkt I.4.

### II.6. Laboratoryjna próbka analityczna

Patrz: pkt I.5.

### II.7. Wstępna obróbka laboratoryjnej próbki analitycznej

Patrz: pkt I.6.

### II.8. Procedura

#### II.8.1. Analiza przędzy

Z laboratoryjnej próbki analitycznej poddawanej wstępnej obróbce należy pobrać próbkę do badań o masie przynajmniej 1 g. W przypadku bardzo cienkiej przędzy analizę można przeprowadzać z wykorzystaniem przędzy o minimalnej długości 30 m, niezależnie od jej masy.

Przędzę pociąć na odcinki o odpowiedniej długości i oddzielić poszczególne rodzaje włókien za pomocą igły oraz, w razie konieczności, torsjometru. W ten sposób rozdzielone rodzaje włókien umieszcza się w wytarowanym i wysuszonym naczynku wagowym w temperaturze  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ , aż do uzyskania stałej masy, zgodnie z opisem w pkt I.7.1 i I.7.2.

#### II.8.2. Analiza tkaniny

Z laboratoryjnej próbki analitycznej poddawanej wstępnej obróbce należy pobrać próbkę do badań o masie przynajmniej 1g, z dala od krajkę, ze starannie wyrównanymi brzegami, aby nitki lub wątek przebiegały w stosunku do nich równolegle lub, w przypadku dzianin, w jednej linii z wypukłymi prążkami i rzędami. Rozdzielić różne rodzaje przędzy, zebrać je w wytarowanym naczynku wagowym i dalej postępować zgodnie ze wskazówkami przedstawionymi w pkt II.8.1.

## II.9. Obliczanie i przedstawianie wyników

Masę każdego składnika wyraża się w procentach całkowitej masy włókien obecnych w mieszance. Wyniki oblicza się na podstawie czystej suchej masy, dostosowując je za pomocą a) ustalonych tolerancji oraz b) współczynników korekcyjnych, niezbędnych do uwzględnienia ubytku substancji w trakcie wstępnej obróbki.

- II.9.1. Obliczanie zawartości procentowej masy czystych suchych włókien, bez uwzględnienia ubytku masy włókien w trakcie wstępnej obróbki:

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

gdzie:

$P_1$  stanowi zawartość procentową pierwszego suchego i czystego składnika

$m_1$  jest masą pierwszego suchego i czystego składnika

$m_2$  jest masą drugiego suchego i czystego składnika.

- II.9.2. Obliczanie zawartości każdego ze składników, z dostosowaniem za pomocą ustalonych tolerancji oraz, w miarę potrzeb, współczynników korekcyjnych dla ubytku substancji w trakcie wstępnej obróbki, patrz: pkt I.8.2.

## III.1. Dokładność metod

Stopień dokładności określony dla każdej metody ma związek z odtwarzalnością.

Odtwarzalność nawiązuje do wiarygodności, tzn. zgodności wartości uzyskanych w wyniku doświadczeń przeprowadzanych przez laborantów w różnych laboratoriach lub w różnych okresach czasu, z zastosowaniem takiej samej metody i przy uzyskaniu oddzielnych wyników dla próbek takiej samej mieszanki.

Odtwarzalność wyrażana jest granicami ufności wyników dla 95 % poziomu ufności.

Rozumie się przez to, że różnica między dwoma wynikami, które we wszystkich analizach przeprowadzonych w różnych laboratoriach, przekroczona została tylko w pięciu przypadkach na 100, przy zwykłym i prawidłowym zastosowaniu metody badania identycznej jednorodnej mieszanki.

## III.2. Raport z badań

- III.2.1. Należy podać, że analiza została przeprowadzona z zastosowaniem niniejszej metody.
- III.2.2. Należy podać szczegółowe informacje dotyczące specjalnej obróbki wstępnej (patrz: pkt 1.6).
- III.2.3. Należy podać wyniki jednostkowe oraz średnią arytmetyczną z dokładnością do jednej dziesiątej.

## 2. METODY SZCZEGÓLNE – TABELA PODSUMOWUJĄCA

Metoda	Zakres stosowania		Odczynnik
Nr 1	Włókno octanowe	Niektóre inne włókna	Aceton
Nr 2	Niektóre włókna proteinowe	Niektóre inne włókna	Podchloryn
Nr 3	Wiskoza, włókno miedziowe lub typy modalne	Bawełna	Kwas mrówkowy i chlorek cynku
Nr 4	Poliamid lub nylon	Niektóre inne włókna	Kwas mrówkowy 80 %
Nr 5	Włókno octanowe	Włókno trójoctanowe	Alkohol benzylowy
Nr 6	Włókno trójoctanowe	Niektóre inne włókna	Dwuchlorometan
Nr 7	Niektóre włókna celulozy	Włókno poliestrowe	Kwas siarkowy 75 %
Nr 8	Włókno akrylowe, niektóre włókna modakrylowe lub niektóre włókna polichlorowinyłowe	Niektóre inne włókna	Dimetyloformamid
Nr 9	Niektóre włókna polichlorowinyłowe	Niektóre inne włókna	Dwusiarczek węgla/acetonu 55,5/44,5 v/v
Nr 10	Włókno octanowe	Niektóre włókna polichlorowinyłowe	Kwas octowy lodowaty
Nr 11	Jedwab	Wełna lub sierść	Kwas siarkowy 75 % m/m
Nr 12	Juta	Niektóre włókna pochodzenia zwierzęcego	Metoda dawkowania azotu
Nr 13	Włókno polipropylenowe	Niektóre inne włókna	Ksylen
Nr 14	Włókna polichlorowinyłowe (na bazie homopolimeru chloru winylu)	Niektóre inne włókna	Stężony kwas siarkowy
Nr 15	Włókna polipropylenowe, niektóre włókna modakrylowe, niektóre włókna elastomerowe poliuretanowe, włókno octanowe, włókno trójoctanowe	Niektóre inne włókna	Cykloheksan

## METODA NR 1

## WŁÓKNO OCTANOWE I NIEKTÓRE INNE WŁÓKNA

## (Metoda z zastosowaniem octanu)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

## 1. włókna octanowego (19)

z

## 2. wełną (1), sierścią zwierzęcą (2 i 3), jedwabiem (4), bawełną (5), lnem (7), konopiami (8), jutą (9), manilą (10), trawą alfa (11), włóknem kokosowym (12), janowcem (13), ramią (14), sizalem (15), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), włóknem proteinowym (23), wiskozą (25), włóknem akrylowym (26), włóknem poliamidowym lub nylonem (30) i włóknem poliestrowym (31).

Metody tej nie stosuje się po żadnym pozorem do włókna octanowego odacetylowanego na powierzchni.

## 2. ZASADA

Włókna octanowe znajdujące się w znanej suchej masie mieszanki rozpuszcza się za pomocą acetonu. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyrażona zostaje jako odsetek suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchego włókna octanowego.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (oprócz tych określonych we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.

## 3.2. Odczynnik

Aceton.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych i postępować w następujący sposób:

Do kolby stożkowej o pojemności wynoszącej przynajmniej 200 ml, zaopatrzonej w korek ze szlifem, w której znajduje się próbka, należy dodać 100 ml acetonu na gram próbki, wstrząsnąć kolbą, pozostawić na 30 minut w temperaturze pokojowej, mieszając od czasu do czasu, a następnie odcedzić ciecz przez wytarowany tygiel filtracyjny.

Zabieg ten należy powtórzyć jeszcze dwukrotnie (w sumie trzy zabiegi ekstrakcji), ale każdorazowo tylko przez 15 minut, aby całkowity czas poddania działaniu acetonu wynosił jedną godzinę. Pozostałości należy przelać do tygla filtracyjnego. Pozostałości znajdujące się w tyglu filtracyjnym należy wymyć acetonem i opróżnić metodą odsysania. Tygiel filtracyjny napełnić ponownie acetonem, a następnie, nie odsysając go, pozostawić do odcedzenia na zasadzie grawitacji.

Na koniec opróżnić tygiel metodą odsysania, wysuszyć tygiel i odpady, ostudzić je i zważyć.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnej mieszanki materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

## METODA NR 2

## NIEKTÓRE WŁÓKNA PROTEINOWE I NIEKTÓRE TYPY INNYCH WŁÓKIEN

## (Metoda z zastosowaniem podchlorynu)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. niektórych włókien proteinowych, tzn. wełny (1), sierści zwierzęcej (2 i 3), jedwabiu (4), włókien proteinowych (23)  
z
2. bawełną (5), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), włóknem polichlorowiny (27), włóknem poliamidowym lub nylonem (30), włóknem poliestrowym (31), włóknem polipropylenowym (33), włóknem elastomerowym poliuretanowym (39) i włóknem szklanym (40).

Jeżeli występują różne włókna proteinowe, w wyniku zastosowania tej metody można określić ich całkowitą ilość, ale nie można określić zawartości procentowej każdego z tych włókien oddzielnie.

## 2. ZASADA

Włókna octanowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą roztworu podchlorynu. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyrażona zostaje jako odsetek suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchego włókna proteinowego.

Aby przygotować roztwór podchlorynu, można wykorzystać podchloryn litu lub podchloryn sodowy.

Użycie podchlorynu litu zaleca się w przypadku, gdy liczba analiz do przeprowadzenia jest niewielka lub gdy analizy przeprowadzane są w dużych odstępach czasowych. Podchloryn litu w stanie stałym posiada, w przeciwieństwie do podchlorynu sodowego, praktycznie stałą zawartość podchlorynu. Jeżeli zawartość procentowa podchlorynu jest znana, nie ma konieczności przeprowadzania podczas każdej analizy kontroli jodometrii, ponieważ można powtarzać próby z wykorzystaniem stałych ilości podchlorynu litu.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem
- ii) Termostat z regulatorem do  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$

## 3.2. Odczynniki

- i) Odczynniki na bazie podchlorynu

## a) Roztwór podchlorynu litu

Odczynnik ten stanowi świeżo przygotowany roztwór, o zawartości czynnego chloru  $35 (\pm 2)\text{ g/l}$  (około 1 M), do którego dodano uprzednio rozwiązany wodorotlenek sodu w ilości  $5\text{ g/l} (\pm 0,5)$ . W celu przygotowania roztworu należy rozpuścić 100 g podchlorynu litu zawierającego 35 % chloru czynnego (lub 115 g zawierającego 30 % chloru czynnego) w około 700 ml wody destylowanej, dodać 5 g wodorotlenku sodu rozpuszczonego w ok. 200 ml wody destylowanej i uzupełnić wodą destylowaną do objętości 1 litra. W przygotowanym w ten sposób świeżym roztworze nie trzeba przeprowadzać kontroli jodometrii.

## b) Roztwór podchlorynu sodowego

Odczynnik ten stanowi świeżo przygotowany roztwór, o zawartości czynnego chloru  $35 (\pm 2)\text{ g/l}$  (około 1 M), do którego dodano uprzednio rozwiązany wodorotlenek sodu w ilości  $5\text{ g/l} (\pm 0,5)$ .

Przed każdą analizą należy sprawdzić zawartość chloru czynnego w roztworze za pomocą metody jodometrii.

- ii) Kwas octowy, roztwór rozcieńczony

Rozpuścić 5 ml lodowatego kwasu octowego wodą do objętości 1 litra.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób: w kolbie stożkowej o pojemności przynajmniej 200 ml umieścić 1 g próbki z około 100 ml roztworu podchlorynu (podchlorynu litu lub sodowego). Energicznie wstrząsnąć w celu dobrego nawilżenia próbki.

Następnie kolbę należy umieścić w termostacie w temperaturze 20 °C na 40 minut. Ponieważ rozkład wełny następuje w sposób egzotermiczny, ciepło reakcji wywołane w trakcie reakcji należy rozprzewadzić i wypuścić. W przeciwnym razie mogą wystąpić istotne błędy spowodowane zapoczątkowaniem reakcji rozkładu nierozpuszczalnych włókien.

Po 40 minutach zawartość kolby należy przefiltrować przez wytarowany szklany tygiel filtracyjny i przenieść pozostałe włókna do tygla filtracyjnego, poprzez przepłukanie niewielką ilością odczynnika podchlorynowego. Opróżnić tygiel filtracyjny poprzez odsysanie, a pozostałości wymyć kolejno wodą, rozcieńczonym kwasem octowym, a następnie znowu wodą. W trakcie tego zabiegu, po każdym dodaniu płynu, tygiel osuszyć przez odsysanie. Odsysania nie należy jednak przeprowadzać do czasu spłynięcia roztworu do przemywania na zasadzie grawitacji.

Na koniec należy osuszyć tygiel przez odsysanie, wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić je i zważyć.

#### 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Współczynnik korekcyjny „d” wynosi 1,00. Dla bawełny, wiskozy, włókna modalnego jego wartość wynosi 1,01, a dla surowej bawełny 1,03.

#### 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

---

## METODA NR 3

## WISKOZA, WŁÓKNO MIEDZIOWE LUB NIEKTÓRE TYPY WŁÓKNA MODALNEGO I BAWELNY

## (Metoda z zastosowaniem kwasu mrówkowego i chlorku cynku)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. wiskozy (25) lub włókna miedziowego (21), włącznie z niektórymi typami włókna modalnego (22),

z

2. bawełną (5).

Jeżeli stwierdzono obecność włókna modalnego, należy przeprowadzić wstępne badanie w celu sprawdzenia, czy włókno rozpuszcza się w odczynniku.

Metody tej nie stosuje się do mieszanek, w których bawełna uległa nadmiernemu rozkładowi chemicznemu, ani gdy wiskoza lub włókno miedziowe nie są całkowicie rozpuszczalne ze względu na obecność niektórych barwników lub apretur, których nie można całkowicie wyeliminować.

## 2. ZASADA

Włókna wiskozy, włókna miedziowe lub modalne, znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą odczynnika, w skład którego wchodzi kwas mrówkowy lub chlorek cynku. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyrażona zostaje jako odsetek suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową wiskozy, włókna miedziowego lub modalnego.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem;
- ii) urządzenie pozwalające na utrzymanie kolb w temperaturze  $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ .

## 3.2. Odczynniki

- i) Roztwór zawierający 20 g rozpuszczonego bezwodnego chlorku cynku i 68 g bezwodnego kwasu mrówkowego, uzupełniony do 100 g wodą (lub 20 częściami wagowymi rozpuszczonego bezwodnego chlorku cynku w 80 częściach wagowych 85 % kwasu mrówkowego).

*Notabene:*

W tym przypadku należy zwrócić uwagę na pkt I.3.2.2., który ustanawia, że wszystkie wykorzystywane odczynniki muszą być chemicznie czyste; ponadto należy wykorzystywać wyłącznie rozpuszczony bezwodny chlorek cynku.

- ii) Roztwór wodorotlenku amonu: rozcieńczyć 20 ml stężonego roztworu amoniaku (ciężar właściwy: 0,880 g/ml) w 1 litrze wody.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób: próbkę umieścić niezwłocznie w kolbie, wstępnie ogrzanej do temperatury  $40\text{ °C}$ . Dodać 100 ml roztworu kwasu mrówkowego i chlorku cynku, wstępnie ogrzanych do temperatury  $40\text{ °C}$  na gram próbki. Zamknąć kolbę i energicznie nią wstrząsnąć. Utrzymywać kolbę wraz z jej zawartością w stałej temperaturze  $40\text{ °C}$  przez dwie i pół godziny, wstrząsając nią co godzinę. Zawartość kolby przefiltrować przez wytarowany tygiel filtracyjny i za pomocą odczynnika przenieść do tygla wszystkie pozostałe w kolbie włókna. Wypłukać 20 ml odczynnika.

Wymyć dokładnie tygiel i pozostałości wodą o temperaturze  $40\text{ °C}$ . Włókniste pozostałości spłukać zimnym roztworem amoniaku w ilości około 100 ml (pkt 3.2. ii)), upewniając się, czy pozostałości te pozostawały przez 10 minut całkowicie zanurzone w roztworze<sup>(1)</sup>; następnie dokładnie wypłukać zimną wodą.

Nie należy stosować metody odsysania do czasu, kiedy pozostały po myciu płyn nie wycieknie na zasadzie grawitacji. Na koniec pozostałości płynu należy usunąć metodą odsysania, wysuszyć tygiel i znajdujące się w nim pozostałości, ostudzić je i zważyć.

(<sup>1</sup>) Aby włókniste pozostałości pozostawały zanurzone przez 10 minut w roztworze amoniaku, można na przykład połączyć tygiel filtracyjny z zaworem kurkowym pozwalającym regulować przepływ amoniaku.



#### 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” dla bawełny wynosi 1,02.

#### 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 2$  dla poziomu ufności 95 %.

---

## METODA NR 4

**WŁÓKNO POLIAMIDOWE I NIEKTÓRE INNE WŁÓKNA****(metoda z zastosowaniem 80 % kwasu mrówkowego)**

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. włókna poliamidowe lub nylonu, (30),

z

2. wełną (5), sierścią zwierzęcą (2 i 3), bawełną (5), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), wiskozą (25), włóknem akrylowym (26), włóknem polichlorowiny (27), włóknem poliestrowym (31), włóknem polipropylenowym (33) i włóknem szklanym (40).

Tak jak podano powyżej, metoda ta stosowana jest do mieszanek zawierających wełnę, lecz w przypadku gdy zawartość tej ostatniej przekracza 25 %, należy stosować metodę nr 2 (rozpuszczenie wełny w zasadowym roztworze podchlorynu sodowego).

## 2. ZASADA

Włókna poliamidowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą kwasu mrówkowego. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyrażona zostaje jako odsetek suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową włókna poliamidowego lub nylonu.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem

## 3.2. Odczynniki

i) 80 % m/m kwas mrówkowy, o gęstości względnej przy temperaturze 20 °C: 1,186. Rozcieńczyć 880 ml 90 % m/m kwasu mrówkowego (o gęstości względnej przy temperaturze 20 °C: 1,204) do 1 litra wodą. Alternatywnie rozcieńczyć 780 ml kwasu mrówkowego o stężeniu 98–100 % m/m (o gęstości względnej przy temperaturze 20 °C: 1,220) do 1 litra wodą.

Stężenie kwasu mrówkowego mieszczące się w przedziale 77–83 % m/m nie jest stężeniem krytycznym.

ii) Rozcieńczony roztwór amoniak: rozcieńczyć 80 ml stężonego amoniaku (o gęstości względnej przy 20°C: 0,880) do 1 litra wodą.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób: Do próbki umieszczonej w kolbie stożkowej o pojemności przynajmniej 200 ml dodać 100 ml kwasu mrówkowego na gram próbki. Kolbę zatkać i wstrząsnąć w celu namoczenia próbki. Pozostawić na 15 minut w temperaturze pokojowej, od czasu do czasu mieszając. Zawartość kolby przefiltrować przez wytarowany tygiel filtracyjny, a wszystkie włókna przepuścić przez tygiel, spłukując kolbę niewielką ilością kwasu mrówkowego. Osuszyć kolbę metodą odsysania i zmyć osad z filtra, kolejno kwasem mrówkowym, ciepłą wodą, rozcieńczonym amoniakiem i na końcu zimną wodą. Po każdym dodaniu płynu osuszyć tygiel metodą odsysania. Nie stosować metody odsysania, w przypadku gdy każdy spłukany roztwór ścieknie na zasadzie grawitacji. Na koniec osuszyć tygiel metodą odsysania, wysuszyć go wraz z pozostałościami, ostudzić je i zważyć.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

## METODA NR 5

**WŁÓKNO OCTANOWE I TRÓJOCTANOWE****(Metoda z zastosowaniem alkoholu benzyłowego)**

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- włókna octanowego (19)
- z
- włóknem trójoctanowym (24).

## 2. ZASADA

Włókna octanowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą alkoholu benzyłowego w temperaturze  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyrażona zostaje jako odsetek suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchego włókna octanowego.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.
- ii) Mieszadło mechaniczne.
- iii) Termostat lub inne urządzenie pozwalające na utrzymanie kolby w temperaturze  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

## 3.2. Odczynniki

- i) Alkohol benzyłowy,
- ii) Alkohol etylowy,

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki znajdującej się w kolbie stożkowej dodać 100 ml alkoholu benzyłowego na gram próbki. Włożyć korek, umocować kolbę na urządzeniu mieszającym tak, aby pozostała zanurzona w łaźni wodnej o temperaturze utrzymywanej na poziomie  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ , i mieszać przez 20 minut w tej temperaturze.

(Mieszanie mechaniczne można zastąpić energicznym mieszaniem ręcznym).

Odczędzić płyn przez wytarowany tygiel filtracyjny. Do kolby dodać nową porcję alkoholu benzyłowego i ponownie mieszać w temperaturze  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  przez 20 minut.

Odczędzić przez tygiel. Opisany cykl zabiegów powtórzyć po raz trzeci.

Na koniec wlać płyn i pozostałości do tygla; przenieść włókna, które mogły pozostać w kolbie za pomocą dodatkowej ilości alkoholu benzyłowego o temperaturze  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Tygiel dokładnie wysuszyć.

Przenieść włókna do kolby, wypłukać alkoholem etylowym i po ręcznym wymieszaniu odczędzić przez tygiel filtracyjny.

Zabieg płukania powtórzyć dwa lub trzy razy. Pozostałości przenieść do tygla i dokładnie wysuszyć. Wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić je i zważyć.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają 1 dla poziomu ufności 95 %.

## METODA NR 6

**WŁÓKNO TRÓJOCTANOWE I NIEKTÓRE INNE WŁÓKNA****(metoda z zastosowaniem dichlorometanu)**

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

## 1. włókna trójocianowego (24)

z

## 2. wełną (1), sierścią zwierzęcą (2 i 3), bawełną (5), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), włóknem akrylowym (26), włóknem poliamidowym lub nylonem (30), włóknem poliestrowym (31) i włóknem szklanym (40).

Uwaga:

Włókna trójocianowe, wykończone apreturą prowadzącą do częściowej hydrolizy, przestają być całkowicie rozpuszczalne w odczynniku. W takich przypadkach niniejsza metoda nie ma zastosowania.

## 2. ZASADA

Włókna trójocianowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą dichlorometanu. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyrażona zostaje jako odsetek suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchego włókna trójocianowego.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.

## 3.2. Odczynnik

Dichlorometan (chlorek etylenu)

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności 200 ml, zaopatrzonej w korek ze szlifem, dodać 100 ml dichlorometanu na gram wzorca, włożyć korek, wstrząsać kolbą co 10 minut celem zwilżenia próbki, pozostawić na 30 minut w temperaturze pokojowej, mieszając w regularnych odstępach czasu. Następnie przez wytarowany tygiel filtracyjny odcedzić płyn. Do kolby zawierającej pozostałości dodać 60 ml dichlorometanu, wymieszać ręcznie i przefiltrować zawartość kolby przez tygiel filtracyjny. Przenieść pozostałości włókien do tygla, zmywając je niewielką ilością dichlorometanu. W celu wyeliminowania nadmiaru płynu zastosować metodę odsysania, ponownie napełnić tygiel dichlorometanem i pozostawić, aż płyn wycieknie na zasadzie grawitacji.

Na koniec, w celu wyeliminowania nadmiaru płynu, zastosować metodę odsysania, a następnie, w celu wyeliminowania rozpuszczalnika, do pozostałości dolać wrzącą wodę, zastosować metodę odsysania, wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić je i zważyć.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00, z wyjątkiem włókna poliestrowego, dla którego wartość „d” wynosi 1,01.

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

## METODA NR 7

## NIEKTÓRE WŁÓKNA CELULOZOWE I WŁÓKNO POLIESTROWE

(metoda z zastosowaniem 75 % m/m kwasu siarkowego)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. bawełny (5), lnu (7), konopii (8), ramii (14), włókna miedziowego (21), włókna modalnego (22), wiskozy (25)  
z
2. z włóknem poliestrowym (31).

## 2. ZASADA

Włókna celulozowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą 75 % m/m kwasu siarkowego. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa wyrażona zostaje jako zawartość procentowa suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchych włókien celulozowych.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 500 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.
- ii) Termostat lub inne urządzenie pozwalające na utrzymanie kolby w temperaturze  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

## 3.2. Odczynniki

- i) 75 % m/m  $\pm 2\%$  kwas siarkowy

Przygotować, ostrożnie dodając, przy jednoczesnym chłodzeniu, 700 ml kwasu siarkowego (o gęstości względnej 1,84 przy  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) do 350 ml wody destylowanej. Po schłodzeniu do temperatury pokojowej zawartość kolby uzupełnić wodą do objętości 1 litra.

- ii) Rozcieńczony roztwór amoniaku.

Rozcieńczyć 80 ml roztworu amoniaku (o gęstości względnej 0,88 w temperaturze  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) do objętości 1 litra wodą.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności przynajmniej 500 ml, zaopatrzonej w korek ze szlifem, dodać 200 ml 75 % kwasu siarkowego na gram próbki, włożyć korek i wstrząsnąć ostrożnie kolbą stożkową celem namoczenia próbki. Utrzymywać kolbę przez 1 godzinę w temperaturze  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , mieszając jej zawartość regularnie w dziesięciminutowych odstępach. Przefiltrować zawartość kolby przez wytarowany tygiel filtracyjny z zastosowaniem metody odsysania. Przenieść pozostałości włókien do tygla, zmywając kolbę niewielką ilością 75 % kwasu siarkowego. Osuszyć tygiel metodą odsysania i po raz pierwszy wymyć pozostałości znajdujące się na powierzchni filtra, napełniając tygiel świeżym 75 % kwasem siarkowym. Nie stosować metody odsysania, zanim pozostały po myciu płyn nie wycieknie na zasadzie grawitacji.

Wymyć pozostałości kilkakrotnie zimną wodą, dwa razy rozcieńczonym roztworem amoniaku, a następnie dokładnie zimną wodą, po każdej czynności susząc tygiel metodą odsysania. Przed zastosowaniem metody odsysania poczekać, aż cały płyn pozostały po myciu wycieknie na zasadzie grawitacji. Na koniec usunąć pozostałości płynu metodą odsysania, wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić je i zważyć.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

## METODA NR 8

**WŁÓKNA AKRYLOWE, NIEKTÓRE WŁÓKNA MODAKRYLOWE LUB NIEKTÓRE WŁÓKNA POLICHLOROWINYLOWE I NIEKTÓRE INNE WŁÓKNA****(Metoda z zastosowaniem dimetyloformamidu)**

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. włókien akrylowych (26), niektórych włókien modakrylowych (29) lub niektórych włókien polichlorowinyłowych<sup>(1)</sup>

z

2. z wełną (1), sierścią zwierzęcą (2 i 3), jedwabiem (3), bawełną (5), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), wiskozą (25), włóknem poliamidowym lub nylonem (30) i włóknem poliestrowym (31).

Stosuje się ją również do włókien akrylowych oraz niektórych włókien modakrylowych poddanych działaniu barwników wstępnie metalizowanych, ale nie do włókien poddawanych działaniu barwników chromujących się.

## 2. ZASADA

Włókna akrylowe, niektóre włókna modakrylowe lub niektóre włókna polichlorowinyłowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą dimetyloformamidu w temperaturze wrzenia łaźni wodnej. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży. Ich masę, po naniesieniu ewentualnych poprawek, wyraża się jako zawartość procentową suchej masy mieszanki, a różnica stanowi zawartość procentową suchych włókien akrylowych, włókien modakrylowych lub włókien polichlorowinyłowych.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.
- ii) Łaźnia wodna o temperaturze wrzenia.

## 3.2. Odczynnik

Dimetyloformamid (temperatura wrzenia  $153\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ ) niezawierający więcej niż 0,1 % wody.

Odczynnik ten jest toksyczny, w związku z czym zaleca się prowadzenie prac pod wyciągiem.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzonej w korek ze szlifem, dodać 80 ml dimetyloformamidu na gram próbki, wstępnie ogrzanej w łaźni wodnej w temperaturze wrzenia. Włożyć korek, wstrząsnąć ostrożnie kolbą stożkową celem namoczenia próbki. Utrzymywać łaźnię wodną w temperaturze wrzenia przez jedną godzinę. W tym czasie, zachowując ostrożność, pięciokrotnie wymieszać kolbę wraz z jej zawartością.

Odcedzić płyn przez wytarowany tygiel filtracyjny, zatrzymując włókna w kolbie stożkowej. Ponownie dolać do kolby 60 ml dimetyloformamidu i ogrzewać go przez 30 minut. W tym czasie, zachowując ostrożność, dwukrotnie wymieszać ręcznie kolbę wraz z jej zawartością.

Metodą odsysania przefiltrować zawartość kolby przez tygiel filtracyjny.

Przenieść pozostałości włókien do tygla, zmywając kolbę dimetyloformamidem. W celu usunięcia nadmiaru płynu zastosować metodę odsysania. Pozostałości wymyć, wykorzystując do tego około jednego litra ciepłej wody o temperaturze 70–80 °C, przy czym tygiel każdorazowo wypełniać wodą. Po każdym dolaniu wody zastosować metodę odsysania, ale dopiero wtedy, gdy płyn wycieknie na zasadzie grawitacji. Jeżeli płyn pozostały po myciu wycieka zbyt wolno, można zastosować metodę odsysania.

Wysuszyć tygiel, a pozostałości ostudzić i zważyć.

<sup>(1)</sup> Przed przystąpieniem do analizy należy sprawdzić rozpuszczalność włókien modakrylowych lub polichlorowinyłowych w odczynniku.

#### 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00 z wyjątkiem:

welny:	1,01
bawełny:	1,01
włókna miedziowego:	1,01
włókna modalnego:	1,01
włókna poliestrowego:	1,01.

#### 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

---

## METODA NR 9

## WŁÓKNA POLICHLOROWINYLOWE I NIEKTÓRE INNE WŁÓKNA

(Metoda z zastosowaniem siarczku węgla/acetonu 55,5/44,5)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. niektórych włókien polichlorowinyłowych (27), tzn. niektórych polichloroków winylu, nachlorowanych lub nie<sup>(1)</sup> z
2. z wełną (1), sierścią zwierzęcą (2 i 3), jedwabiem (3), bawełną (5), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), wiskozą (25), włóknem akrylowym (26), włóknem poliamidowym lub nylonem (30), włóknem poliesterowym (31), włóknem szklanym (40).

Jeżeli zawartość wełny lub jedwabiu w mieszance przekracza 25 %, należy zastosować metodę nr 2.

Jeżeli zawartość w mieszance włókna poliamidowego lub nylonu przekracza 25 %, wykorzystuje się metodę nr 4.

## 2. ZASADA

Włókna polichlorowinyłowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą azeotropowej mieszaniny siarczku węgla i acetonu. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa wyrażona zostaje jako zawartość procentowa suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchych włókien polichloroku winylu.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.
- ii) Mieszadło mechaniczne.

## 3.2. Odczynniki

- i) Azeotropowa mieszanina siarczku węgla i acetonu (obj. 55,5 % siarczku węgla i 44,5 % acetonu). Odczynnik ten jest toksyczny, w związku z czym zaleca się prowadzenie prac pod wyciągiem.
- ii) Alkohol etylowy o objętościowej zawartości alkoholu 92 % lub alkohol metylowy.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzonej w korek ze szlifem, dodać 100 ml azeotropowej mieszaniny na gram próbki. W odpowiedni sposób zatkać kolbę i przez 20 minut mieszać w temperaturze pokojowej z wykorzystaniem mieszadła mechanicznego lub energicznie metodą ręczną. Przez wytarowany tygiel filtracyjny odcedzić płyn powierzchniowy.

Powtórzyć ten zabieg z wykorzystaniem 100 ml świeżego odczynnika. Kontynuować operacje, dopóki ani jedna kropla płynu ekstrakcyjnego nie pozostanie w składzie polimeru po odparowaniu na szkiełko zegarka. Z użyciem dodatkowej ilości rozpuszczalnika przenieść pozostałości do tygla filtracyjnego. W celu usunięcia płynu zastosować metodę odsysania, wypłukać tygiel i pozostałości 20 ml alkoholu, a następnie trzykrotnie wodą. W celu usunięcia nadmiaru płynu zastosować metodę odsysania, ale dopiero wtedy, gdy płyn wycieknie na zasadzie grawitacji. Wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić i zważyć.

*Uwaga:*

Próbki niektórych mieszanek o wysokiej zawartości polichloroku winylu w trakcie suszenia ulegają kurczeniu, co stanowi przeszkodę w eliminacji polichloroku winylu przez rozpuszczalnik. Kurczenie to nie przeszkadza jednakże w całkowitym rozpuszczeniu polichloroku winylu.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

<sup>(1)</sup> Przed przystąpieniem do analizy należy sprawdzić rozpuszczalność włókien polichlorowinyłowych w odczynniku.



## METODA NR 10

## WŁÓKNO OCTANOWE I NIKTÓRE WŁÓKNA POLICHLOROWINYLOWE

## (Metoda z zastosowaniem kwasu octowego lodowatego)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. włókna octanowego (19)

z

2. z niektórymi włóknami polichlorowinyłowymi (27), tzn. polichlorkiem winylu, nawet nachlorowanym.

## 2. ZASADA

Włókna octanowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą kwasu octowego lodowatego. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, z naniesieniem ewentualnych poprawek, wyrażona zostaje jako zawartość procentowa suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchej masy włókna octanowego.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.
- ii) Mieszadło mechaniczne.

## 3.2. Odczynnik

Kwas octowy lodowaty (ponad 99 %). Odczynnik ten jest bardzo żrący, w związku z czym przy obchodzeniu się z nim należy zachować ostrożność.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzonej w korek ze szlifem, dodać 100 ml lodowatego kwasu octowego na gram próbki. W odpowiedni sposób zatkać kolbę i przez 20 minut mieszać w temperaturze pokojowej z wykorzystaniem mieszadła mechanicznego lub energiczne metodą ręczną. Przez wytarowany tygiel filtracyjny odcedzić płyn powierzchniowy. Powtórzyć ten zabieg dwukrotnie z wykorzystaniem 100 ml świeżego odczynnika, doprowadzając w sumie do trzech ekstrakcji. Przenieść pozostałości do tygla filtracyjnego. W celu usunięcia płynu zastosować metodę odsysania, wypłukać tygiel i pozostałości, używając do tego 50 ml lodowatego kwasu octowego, a następnie trzykrotnie przepłukać go wodą. Po każdym spłukaniu zastosować metodę odsysania, ale dopiero wtedy, gdy płyn wycieknie na zasadzie grawitacji. Wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić i zważyć.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

---

## METODA NR 11

**JEDWAB I WEŁNA LUB SIERŚĆ ZWIERZĘCA****(Metoda z zastosowaniem 75 % m/m kwasu siarkowego)**

## 1. ZAKRES STOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. jedwabiu (4)  
z
2. wełną (1) lub sierścią zwierzęcą (2 i 3).

## 2. ZASADA

Włókna jedwabiu znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą 75 % m/m kwasu siarkowego<sup>(1)</sup>.

Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa wyrażona zostaje jako zawartość procentowa suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchej masy jedwabiu.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.

## 3.2. Odczynniki

- i) 75 % ± 2 % kwas siarkowy  
Przygotować, ostrożnie dodając ci, przy jednoczesnym chłodzeniu, 700 ml kwasu siarkowego (o gęstości względnej 1,84 przy 20 °C) do 350 ml destylowanej wody.  
Po schłodzeniu do temperatury pokojowej zawartość kolby uzupełnić wodą do jednego litra.
- ii) Rozcieńczony roztwór kwasu siarkowego: do 1900 ml wody destylowanej powoli dodawać 100 ml kwasu siarkowego (o gęstości względnej 1,84 przy 20 °C).
- iii) Rozcieńczony roztwór amoniaku: 200 ml stężonego amoniaku (o gęstości względnej 0,880 przy 20 °C) uzupełnić wodą, do objętości 1 000 ml.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzonej w korek ze szlifem, dodać 100 ml 75 % m/m kwasu siarkowego na gram próbki i włożyć korek. Energicznie wymieszać i pozostawić na 30 minut w temperaturze pokojowej. Ponownie wymieszać i pozostawić na 30 minut. Wymieszać po raz ostatni i przepuścić zawartość kolby przez wytarowany tygiel filtracyjny. Stosując 75 % kwas siarkowy, wypłukać włókna pozostałe w kolbie. Nad tygłem wypłukać pozostałości, z zastosowaniem kolejno 50 ml rozcieńczonego kwasu siarkowego, 50 ml wody i 50 ml rozcieńczonego amoniaku. Każdorazowo przed zastosowaniem metody odsysania pozostawić włókna w kontakcie z płynem na około 10 minut. Na koniec spłukać wodą, pozostawiając włókna w kontakcie z wodą na około 30 minut. W celu usunięcia nadmiaru płynu zastosować metodę odsysania. Wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić i zważyć.

## 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00. (1)

## 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95 %.

---

(1) Jedwabie dzikie, takie jak gruby jedwab z kokonów dzikiego jedwabiu bengalskiego, nie rozpuszczają się całkowicie w 75 % m/m kwasu siarkowego.

## METODA NR 12

## JUTA I NIEKTÓRE WŁÓKNA POCHODZENIA ZWIERZĘCEGO

## (Metoda z oznaczeniem zawartości azotu)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

## 1. juty (9)

z

## 2. niektórymi włóknami pochodzenia zwierzęcego.

Składnik włókna pochodzenia zwierzęcego może składać się wyłącznie z sierści (2 i 3) lub wełny (1) albo z ich mieszanek. Metoda ta nie ma zastosowania do mieszanek włókien przędnych zawierających substancje niewłókniste (barwniki, apretury itd.) na bazie azotu.

## 2. ZASADA

Określa się zawartość azotu w mieszaninie, a na podstawie tych danych lub zakładanej zawartości azotu w obu składnikach oblicza się zawartość każdego składnika w mieszaninie.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba Kjeldahla o pojemności 200–300 ml.
- ii) Aparat destylacyjny Kjeldahla z wtryskiem pary.
- iii) Aparat do miareczkowania, o dokładności 0,05 ml.

## 3.2. Odczynniki

- i) Toluen.
- ii) Metanol.
- iii) Kwas siarkowy o gęstości względnej 1,84 przy 20 °C<sup>(1)</sup>.
- iv) Siarczan potasu<sup>(1)</sup>.
- v) Dwutlenek selenu<sup>(1)</sup>.
- vi) Roztwór wodorotlenku sodu (400 g/l). W 400–500 ml wody rozpuścić 400 g dwutlenku sodu i uzupełnić wodą do objętości 1 litra.
- vii) Mieszanka indykatorów. W 95 ml etanolu i 5 ml wody rozpuścić 0,1 g czerwieni metylowej, a następnie wymieszać ten roztwór z 0,5 g zieleni bromokrezolowej, rozpuszczonej w 474 ml etanolu i 25 ml wody.
- viii) Roztwór kwasu borowego. W jednym litrze wody rozpuścić 20 g kwasu borowego.
- ix) Kwas siarkowy 0,02 N (normalny roztwór objętościowy).

## 4. WSTĘPNA OBRÓBKA PRÓBKI ANALITYCZNEJ

Zamiast obróbki wstępnej opisanej we wskazówkach ogólnych przeprowadza się następującą obróbkę wstępną:

Ekstrahować próbkę wysuszoną powietrzem w aparacie Soxhleta, z wykorzystaniem mieszaniny składającej się z jednej części objętościowej toluenu i trzech części objętościowych metanolu, przez cztery godziny, przy co najmniej pięciu cyklach na godzinę. Wystawić próbkę na powietrze celem odparowania rozpuszczalnika i usunąć ostatnie ślady w piecu, w temperaturze 105 °C ± 3 °C. Następnie ekstrahować próbkę w wodzie (50 ml na 1 g próbki), pozostawiając w stanie wrzenia pod chłodnicą zwrotną przez na 30 minut.. Przefiltrować, ponownie umieścić próbkę w kolbie i powtórzyć ekstrakcję z wykorzystaniem takiej samej ilości wody. Przefiltrować, z próbki wyeliminować nadmiar wody poprzez wygniatanie, odsysanie lub odwirowanie, a następnie wysuszyć ją powietrzem.

<sup>(1)</sup> Odczynniki te nie powinny zawierać azotu.

Uwaga:

Toluen i metanol są związkami toksycznymi, w związku z czym należy zachować szczególną ostrożność.

## 5. PROCEDURA BADAWCZA

### 5.1. Wskazówki ogólne

W zakresie pobierania, suszenia i ważenia próbki stosuje się procedurę określoną we wskazówkach ogólnych.

### 5.2. Procedura szczegółowa

Próbkę przenieść do kolby Kjedahla. Do próbki o ciężarze wynoszącym przynajmniej 1 g i znajdującej się w kolbie dodać w następującej kolejności: 2,5 g siarczanu potasu, 0,1–0,2 g dwutlenku selenu i 10 ml kwasu siarkowego (gęstość względna 1,84). Podgrzewać kolbę, na początku powoli, aż do całkowitego rozkładu włókien, a następnie mocniej, aż roztwór stanie się klarowny i praktycznie bezbarwny. Podgrzewać przez dalszych 15 minut. Pozostawić kolbę do ostygnięcia, ostrożnie rozcieńczyć jej zawartość przy użyciu 10–20 ml wody, ostudzić, przelać zawartość ilościowo do wyskalowanej kolby o pojemności 200 ml i w celu uzyskania roztworu analitycznego uzupełnić jej zawartość wodą.

Do kolby stożkowej o pojemności 100 ml wlać około 20 ml roztworu kwasu borowego. Kolbę umieścić pod skraplaczem aparatu destylacyjnego Kjedahla tak, aby rura doprowadzająca pozostawała zanurzona dokładnie pod powierzchnią roztworu kwasu borowego. Dokładnie 10 ml roztworu analitycznego przelać do kolby destylacyjnej, do lejka wlać przynajmniej 5 ml wodorotlenku sodu, lekko uchylić korek i wolno przelać roztwór wodorotlenku sodu do kolby. Jeżeli roztwór analityczny i roztwór wodorotlenku sodu tworzą dwie oddzielne warstwy, należy je ostrożnie wymieszać. Kolbę destylacyjną lekko podgrzać i umieścić pod parą pochodzącą z generatora. Zebrać około 20 ml destylatu, pochylić kolbę stożkową tak, aby koniec rury doprowadzającej skraplacza znajdował się w odległości około 20 mm ponad powierzchnią cieczy, i destylować jeszcze przez minutę. Wypłukać wylot rury wodą, zbierając pozostałą po tym zabiegu ciecz do kolby stożkowej. Zabrać kolbę stożkową i zastąpić ją drugą kolbą stożkową, zawierającą około 10 ml roztworu kwasu borowego, a następnie zebrać około 10 ml destylatu.

Miareczkować oba destylaty oddzielnie, z zastosowaniem kwasu siarkowego 0,02 N, wykorzystując do tego mieszanek indykatorów. Odnotować wyniki miareczkowania dla obu destylatów. Jeżeli dla dawki drugiego destylatu uzyskano wynik wyższy niż 0,2 ml, badanie należy powtórzyć i ponownie rozpocząć proces destylacji, z zastosowaniem świeżej podwielokrotności roztworu analitycznego.

Przeprowadzić próbę zerową, tj. roztwarzanie i destylację tylko z zastosowaniem odczynników.

## 6. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

6.1. Procentową zawartość azotu w wysuszonej próbce oblicza się w następujący sposób:

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

gdzie:

A = procentowa zawartość azotu w suchej i czystej próbce,

V = całkowita objętość w ml kwasu siarkowego użytego do oznaczania,

b = całkowita objętość kwasu siarkowego użytego do próby zerowej,

N = rzeczywiste miano wzorcowego kwasu siarkowego,

W = sucha masa próbki (w gramach).

6.2. Przyjmując wartości 0,22 % dla zawartości azotu w jucie i 16,2 dla zawartości azotu we włóknach pochodzenia zwierzęcego, przy czym obie wartości procentowe określone są na podstawie masy włókien w stanie suchym, obliczyć skład mieszaniny z zastosowaniem następującego wzoru:

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

gdzie:

PA% = zawartość procentowa włókien pochodzenia zwierzęcego w próbce.

## 7. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

## METODA NR 13

## WŁÓKNO POLIPROPYLENOWE I NIEKTÓRE INNE WŁÓKNA

## (Metoda z zastosowaniem ksylenu)

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

## 1. włókna polipropylenowego (33)

z

## 2. wełną (1), sierścią zwierzęcą (2 i 3), jedwabiem (4), bawełną (5), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), włóknem trójoctanowym (24), wiskozą (25), włóknem akrylowym (26), włóknem poliamidowym lub nylonem (30), włóknem poliestrowym (31) i włóknem szklanym (40).

## 2. ZASADA

Włókno polipropylenowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się we wrzącym ksylenu. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa wyrażona zostaje jako zawartość procentowa suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową włókna polipropylenowego.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.
- ii) Skraplacz zwrotny (przystosowany do cieczy o wysokiej temperaturze wrzenia), dostosowany do kolb stożkowych i).

## 3.2. Odczynnik

Ksylene destylujący o temperaturze 137–142 °C.

*Uwaga:*

Odczynnik ten jest wysoce łatwopalny i uwalnia toksyczne opary. Przy jego użyciu należy podjąć odpowiednie środki ostrożności.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki umieszczonej w kolbie stożkowej (pkt 3.1 i)) dodać 100 ml ksylenu (pkt 3.2) na gram próbki. Ustawić skraplacz (pkt 3.1 ii)), doprowadzić zawartość do wrzenia i utrzymywać ten stan przez trzy minuty. Bezpośrednio po tym przecedzić ciepłą ciecz przez wytarowany tygiel z prażonego szkła (patrz: uwaga 1). Powtórzyć tę czynność jeszcze dwukrotnie, za każdym razem wykorzystując 50 ml świeżego rozpuszczalnika.

Wymyć pozostałe w kolbie pozostałości, korzystając kolejno z: 30 ml wrzącego ksylenu (dwukrotnie), a następnie dwukrotnie 75 ml za każdym razem) eteru naftowego (wskazówki ogólne: pkt I.3.2.1). Po drugim myciu eterem naftowym zawartość kolby przefiltrować przez tygiel filtracyjny, a pozostałości włókien przenieść do tygla za pomocą niewielkiej dodatkowej ilości eteru naftowego. Doprowadzić do tego, aby rozpuszczalnik w całości wyparował. Wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić je i zważyć.

*Uwagi:*

- 1) Tygiel filtracyjny, przez który przeciedza się ksylene, musi zostać wstępnie ogrzany.
- 2) Po obróbce z zastosowaniem wrzącego ksylenu należy się upewnić, czy kolba zawierająca pozostałości, przed waniem do niej eteru naftowego, została dostatecznie ostudzona.
- 3) Aby ograniczyć niebezpieczeństwo wystąpienia pożaru i zatrucia się przez osoby wykonujące te czynności, można wykorzystać odpowiednią aparaturę ekstrakcyjną i właściwe procedury, których zastosowanie gwarantuje otrzymanie identycznych wyników (<sup>1)</sup>).

(<sup>1)</sup> Patrz: na przykład aparatura opisana w Melland Textilberichte 56 (1975), str. 643–645.

#### 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

#### 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

---

## METODA NR 14

**WŁÓKNA POLICHLOROWINYLOWE (NA BAZIE HOMOPOLIMERU CHLORKU WINYLU) I NIEKTÓRE INNE WŁÓKNA****(Metoda z zastosowaniem stężonego kwasu siarkowego)**

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. włókien polichlorowinyłowych (27) na bazie homopolimeru chlorku winylu, nawet chlorowanego  
z
2. bawełną (5), włóknem octanowym (19), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), wiskozą (25), niektórymi włóknami akrylowymi (26), niektórymi włóknami modakrylowymi (29), włóknem poliamidowym lub nylonem (30) i włóknem poliestrowym (31).

Włókna modakrylowe są włóknami, które w wyniku zanurzenia w stężonym kwasie siarkowym (gęstość względna 1,84 przy 20 °C) dają klarowny roztwór.

Metodę tę można stosować zamiast metod nr 8 i 9.

## 2. ZASADA

Składnik inny niż włókna polichlorowinyłowe (tj. włókna określone w ust. 1 pkt 2) eliminuje się ze znanej mieszanki w stanie suchym za pomocą stężonego kwasu siarkowego (o gęstości względnej 1,84 przy 20 °C). Pozostałości włókna polichlorowinyłowego zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa, po naniesieniu ewentualnych poprawek, wyrażona zostaje jako zawartość procentowa suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową drugiego składnika.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Kolba stożkowa o pojemności przynajmniej 200 ml, zaopatrzona w korek ze szlifem.
- ii) Pałeczka szklana o płaskim zakończeniu.

## 3.2. Odczynniki

- i) Stężony kwas siarkowy (o gęstości względnej 1,84 przy 20 °C).
- ii) Kwas siarkowy, średnio 50 % m/m roztwór wodny.

Aby przygotować ten odczynnik, do 500 ml destylowanej lub dejonizowanej wody należy dodać 400 ml kwasu siarkowego (o gęstości względnej 1,84 przy 20 °C). Wykonując tę czynność, należy zachować ostrożność, a roztwór schładzać. Po schłodzeniu roztworu do temperatury pokojowej należy uzupełnić go wodą do objętości jednego litra.

- iii) Amoniak, roztwór rozcieńczony.

Stężony roztwór amoniaku (o gęstości względnej 1,84 przy 20 °C) rozcieńczyć wodą destylowaną w ilości 60 ml tak, aby uzyskać jeden litr roztworu.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do próbki umieszczonej w kolbie stożkowej (pkt 3.1.i)) dodać 100 ml kwasu siarkowego (pkt 3.2.i)) na gram próbki.

Zawartość kolby pozostawić na 10 minut w temperaturze pokojowej, mieszając od czasu do czasu próbkę szklaną pałeczką. W przypadku obróbki tkaniny lub dzianiny należy je umieścić między ścianką a szklaną pałeczką i lekko naciskać pałeczką, w celu oddzielenia materiału rozpuszczonego kwasem siarkowym.

Odczędzić płyn przez wytarowany tygiel filtracyjny. Do kolby dolać 100 ml kwasu siarkowego (pkt 3.2.i)) i powtórzyć tę samą czynność. Przełąć zawartość kolby do tygla i umieścić w nim za pomocą szklanej pałeczki pozostałości włókien. W razie konieczności do kolby dodać niewielką ilość stężonego kwasu siarkowego (pkt 3.2.i)), w celu usunięcia resztek włókien przylegających do ścianek. Opróżnić tygiel filtracyjny za pomocą odsysania. Usunąć filtrat przez opróżnienie lub zmianę kolby, a następnie wypłukać pozostałości z tygla, kolejno 50 % roztworem kwasu siarkowego (pkt 3.2.ii)), wodą destylowaną lub dejonizowaną (pkt I.3.2.3 wskazówek ogólnych), roztworem amoniaku (pkt 3.2.iii)), a na koniec dokładnie wymyć wodą destylowaną lub dejonizowaną, opróżniając tygiel przez odsysanie po każdym dodaniu. (Metody odsysania nie należy stosować w trakcie mycia, ale dopiero wtedy, gdy płyn wycieknie na zasadzie grawitacji).

Wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić je i zważyć.

5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00.

6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek materiałów tekstylnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

---



## METODA NR 15

**WŁÓKNO POLIPROPYLENOWE, NIEKTÓRE WŁÓKNA MODAKRYLOWE, NIEKTÓRE WŁÓKNA ELASTOMEROWE POLIURETANOWE, WŁÓKNO OCTANOWE, WŁÓKNO TRÓJOCTANOWE****(Metoda z zastosowaniem cykloheksanonu)**

## 1. ZAKRES ZASTOSOWANIA

Niniejszą metodę stosuje się po wyeliminowaniu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1. włókna octanowego (19), włókna trójoctanowego (24), włókien polichlorowinylowych (27), włókien modakrylowych (29) i niektórych włókien elastomerowych poliuretanowych (39)

z

2. wełną (1), sierścią zwierzęcą (2 i 3), jedwabiem (4), bawełną (5), włóknem miedziowym (21), włóknem modalnym (22), viskozą (25), włóknem poliamidowym lub nylonem (30), włóknem akrylowym (26) i włóknem szklanym (40).

Jeżeli stwierdzono obecność włókna modakrylowego lub włókna elastomerowego poliuretanowego, w celu określenia, czy włókno takie jest całkowicie rozpuszczalne w odczynniku, przeprowadza się badanie wstępne.

Do analizy mieszanek zawierających włókna polichlorowinyłowe stosować można również metodę nr 9 lub 14.

## 2. ZASADA

Włókna octanowe, trójoctanowe, polichlorowinyłowe, niektóre włókna modakrylowe i niektóre włókna elastomerowe poliuretanowe rozpuszcza się w drodze ekstrakcji z wykorzystaniem cykloheksanonu, w temperaturze zbliżonej do temperatury wrzenia. Pozostałości zbiera się, myje, suszy i waży; ich masa wyrażona zostaje jako zawartość procentowa suchej masy mieszanki. Różnica stanowi zawartość procentową suchej masy włókna polichlorowinyłowego, modakrylowego, włókna elastomerowego poliuretanowego, włókna octanowego i włókna trójoctanowego.

## 3. APARATURA I ODCZYNNIKI (inne niż te określone we wskazówkach ogólnych)

## 3.1. Aparatura

- i) Aparat ekstrakcyjny pozwalający na zastosowanie procedury przedstawionej w sekcji 4. (Patrz: załączony szkic, wariant aparatury opisany w *Melliand Textilberichte* 56 (1975), str. 643–645).
- ii) Tygiel filtracyjny przeznaczony na próbkę.
- iii) Przegroda porowata, o porowatości 1.
- iv) Skraplacz zwrotny, przystosowany do kolby destylacyjnej.
- v) Urządzenie grzewcze.

## 3.2. Odczynniki

- i) Cykloheksanon, o temperaturze wrzenia 156 °C.
- ii) Alkohol etylowy, rozcieńczony do 50 % obj.

*Notabene:* Cykloheksan jest substancją łatwopalną i toksyczną. Przy jego użyciu należy zastosować właściwe środki ostrożności.

## 4. PROCEDURA BADAWCZA

Należy stosować procedurę określoną we wskazówkach ogólnych, postępując w następujący sposób:

Do kolby destylacyjnej wlać 100 ml cykloheksanonu na gram materiału, włożyć pojemnik ekstrakcyjny, w którym uprzednio umieszczono tygiel filtracyjny z próbką oraz lekko nachyloną przegrodę porowatą. Włożyć skraplacz zwrotny. Doprowadzić do wrzenia i kontynuować ekstrakcję przez 60 minut, z minimalną szybkością 12 cykli na godzinę. Po przeprowadzeniu ekstrakcji i ostudzeniu wyjąć pojemnik ekstrakcyjny, zdjąć z niego tygiel filtracyjny i wyjąć przegrodę porowatą. Trzy lub cztery razy wymyć zawartość tygla filtracyjnego 50 % alkoholem etylowym, ogrzanym do temperatury około 60 °C, a następnie jednym litrem wody o temperaturze 60 °C.

W trakcie i między każdym myciem nie stosować metody odsysania. Pozwolić, aby płyn wyciekł na zasadzie grawitacji, a następnie zastosować metodę odsysania.

Wysuszyć tygiel i pozostałości, ostudzić je i zważyć.

#### 5. OBLICZANIE I PRZEDSTAWIANIE WYNIKÓW

Wyniki oblicza się w sposób opisany we wskazówkach ogólnych. Wartość „d” wynosi 1,00, z wyjątkiem:

jedwabiu, dla którego wynosi 1,01

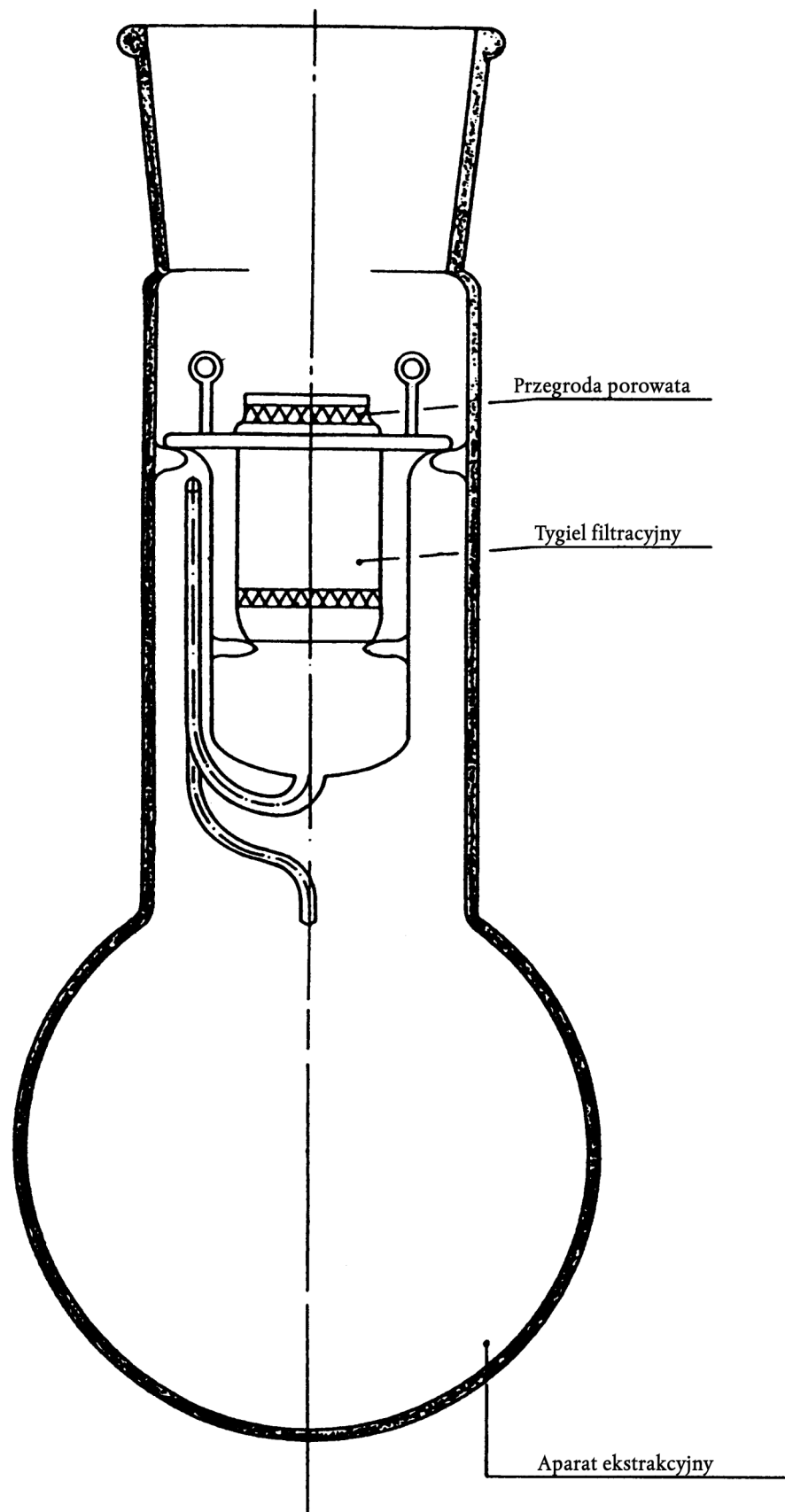
akrylu, dla którego wynosi 0,98.

#### 6. DOKŁADNOŚĆ METODY

Dla jednorodnych mieszanek włókien przędnych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95 %.

---

Szkic określony w pkt 3.1 i) metody nr 15



## ZAŁĄCZNIK III

## CZĘŚĆ A

## WYKAZ UCHYLONYCH DYREKTYW

(określonych w art. 8)

- Dyrektywa Rady 72/276/EWG (Dz.U. L 173 z 31.7.1972, str. 1) wraz z jej kolejnymi zmianami:
  - dyrektywa Komisji 79/76/EWG (Dz.U. L 17 z 24.1.1979, str. 17)
  - dyrektywa Rady 81/75/EWG (Dz.U. L 57 z 4.3.1981, str. 23)
  - dyrektywa Komisji 87/184/EWG (Dz.U. L 75 z 17.3.1987, str. 21)

—

## CZĘŚĆ B

## TERMINY TRANSPOZYCJI

Dyrektywa	Termin transpozycji
72/276/EWG	18 stycznia 1974 r.
79/76/EWG	28 czerwca 1979 r.
81/75/EWG	27 lutego 1982 r.
87/184/EWG	1 września 1988 r.

## ZAŁĄCZNIK IV

## TABELA KORELACJI

Niniejsza dyrektywa	Dyrektywa 72/276/EWG
artykuł 1	artykuł 1
artykuł 2	artykuł 2
artykuł 3	artykuł 3
artykuł 4	artykuł 4
artykuł 5	artykuł 5
artykuł 6	artykuł 6
artykuł 7	artykuł 7 ust. 2
artykuł 8	----
artykuł 9	artykuł 8
załącznik I	załącznik I
załącznik II (1)	załącznik II (1)
załącznik II (2)	załącznik II (2)
załącznik II, metoda nr 1	załącznik II, metoda nr 1
załącznik II, metoda nr 2	załącznik II, metoda nr 2
załącznik II, metoda nr 3	załącznik II, metoda nr 3
załącznik II, metoda nr 4	załącznik II, metoda nr 4
załącznik II, metoda nr 5	załącznik II, metoda nr 5
załącznik II, metoda nr 6	załącznik II, metoda nr 6
załącznik II, metoda nr 7	załącznik II, metoda nr 7
załącznik II, metoda nr 8	załącznik II, metoda nr 8
załącznik II, metoda nr 9	załącznik II, metoda nr 9
załącznik II, metoda nr 10	załącznik II, metoda nr 10
załącznik II, metoda nr 11	załącznik II, metoda nr 11
załącznik II, metoda nr 12	załącznik II, metoda nr 13
załącznik II, metoda nr 13	załącznik II, metoda nr 14
załącznik II, metoda nr 14	załącznik II, metoda nr 15
załącznik II, metoda nr 15	załącznik II, metoda nr 16
załącznik III	—
załącznik IV	—