

Tento dokument slúži čisto na potrebu dokumentácie a inštitúcie nenesú nijakú zodpovednosť za jeho obsah

► **B**

SMERNICA 96/73/ES EURÓPSKEHO PARLAMENTU A RADY

zo 16. decembra 1996

o určitých metódach na kvantitatívnu analýzu binárnych zmesí textilných vlákien

(Ú. v. ES L 32, 3.2.1997, s. 1)

Zmenené a doplnené:

	Úradný vestník			
	Č.	Strana	Dátum	
► <u>M1</u>	Nariadenie európskeho parlamentu a rady (ES) č. 1882/2003 z 29. septembra 2003	L 284	1	31.10.2003
► <u>M2</u>	Smernica Komisie 2006/2/ES zo 6. januára 2006	L 5	10	10.1.2006
► <u>M3</u>	Smernica Komisie 2007/4/ES z 2. februára 2007	L 28	14	3.2.2007
► <u>M4</u>	Nariadenie Európskeho parlamentu a Rady (ES) č. 1137/2008 z 22. októbra 2008	L 311	1	21.11.2008
► <u>M5</u>	Smernica Komisie 2009/122/ES zo 14. septembra 2009	L 242	14	15.9.2009
► <u>M6</u>	Smernica Komisie 2011/74/EÚ z 29. júla 2011	L 198	32	30.7.2011



**SMERNICA 96/73/ES EURÓPSKEHO PARLAMENTU A RADY
zo 16. decembra 1996
o určitých metódach na kvantitatívnu analýzu binárnych zmesí
textilných vlákien**

EURÓPSKY PARLAMENT A RADA EURÓPSKEJ ÚNIE,

So zreteľom na Zmluvu o založení Európskeho spoločenstva, a najmä na článok 100a,

So zreteľom na návrh Komisie ⁽¹⁾,

So zreteľom na stanovisko Hospodárskeho a sociálneho výboru ⁽²⁾,

V súlade s postupom stanoveným v článku 189b zmluvy ⁽³⁾,

keďže smernica Rady 72/276/EHS zo 17. júla 1972 o aproximácii právnych predpisov členských štátov, týkajúcich sa určitých metód na kvantitatívnu analýzu binárnych zmesí textilných vlákien ⁽⁴⁾, bola často a rozsiahle menená a dopĺňaná; keďže pre príčiny jasnosti a racionality by sa uvedená smernica mala konsolidovať;

keďže smernica 96/74/ES Európskeho parlamentu a Rady zo 16. decembra 1996 o názvoch textílií ⁽⁵⁾ požaduje označovanie (etiketami) na indikovanie zloženia vlákien textilných výrobkov, pričom sa vykonávajú kontroly analýzou zhody týchto výrobkov s indikáciami, uvedenými na označení;

keďže metódy používané na oficiálne testy uskutočňované v členských štátoch na stanovovanie zloženia vlákien textilných výrobkov by mali byť jednotné, pokiaľ ide o predbežné spracovanie, ako aj o ich kvantitatívnu analýzu;

keďže smernica 96/74/ES ustanovuje, že metódy na vzorkovanie a analýzu, ktoré sa majú používať v členských štátoch na účely stanovovania zloženia vlákien výrobkov, musia byť špecifikované v separátnych smerniciach; keďže príloha II k tejto smernici stanovuje 15 jednotných metód analýzy pre väčšinu textilných výrobkov zložených z binárnych zmesí, ktoré sú na trhu;

keďže technický pokrok vyžaduje časté prispôsobovanie technických špecifikácií definovaných jednotlivými smernicami o metódach analýzy textílií; nakoľko v záujme uľahčenia vykonania opatrení požadovaných pre tento účel by sa mal zaviesť postup stanovujúci v rámci Výboru pre

⁽¹⁾ Ú. v. ES C 96, 6. 4. 1994, s. 20.

⁽²⁾ Ú. v. ES C 195, 18. 7. 1994, s. 20.

⁽³⁾ Stanovisko Európskeho parlamentu z 15. februára 1995 (Ú. v. ES C 56, 6. 3. 1995, s. 53), spoločná pozícia Rady z 26. februára 1996 (Ú. v. ES C 196, 6. 7. 1996, s. 20) a rozhodnutie Európskeho parlamentu z 18. júna 1996 (Ú. v. ES C 198, 8. 7. 1996, s. 25), rozhodnutie Rady zo 7. októbra 1996.

⁽⁴⁾ Ú. v. ES L 173, 31. 7. 1972, s. 1. smernica, ako bola posledne novelizovaná smernicou 87/184/EHS (Ú. v. ES L 75, 17. 3. 1987, s. 21).

⁽⁵⁾ Pozri stranu 38 tohto úradného vestníka

▼B

smernice, týkajúce sa textilných názvov a označovania (etiketami), úzku spoluprácu medzi členskými štátmi a Komisiou;

keďže v prípade binárnych zmesí, pre ktoré neexistuje jednotná metóda analýzy na úrovni Spoločenstva, môže laboratórium zodpovedné za test určiť zloženie takýchto zmesí s použitím akejkoľvek platnej metódy, ktorú má k dispozícii, indikujúc v správe o analýze obdržaný výsledok, a pokiaľ je známy, stupeň presnosti použitej metódy;

keďže ustanovenia tejto smernice sú v súlade s názorom Výboru pre smernice, týkajúce sa textilných názvov a označovania (etiketami);

keďže táto smernica nesmie ovplyvniť povinnosti členských štátov, týkajúce sa časových limitov pre transpozíciu smerníc uvedených v prílohe III, časť B,

PRIJALI TÚTO SMERNICU:

Článok 1

Táto smernica sa týka metód na kvantitatívnu analýzu určitých binárnych zmesí textilných vlákien, vrátane prípravy skúšobných vzoriek a skúšobných vzoriek pre analýzu.

Článok 2

„Skúšobná vzorka“ znamená vzorku vhodnej veľkosti pre analýzu, zobrať z laboratórnych objemových vzoriek, ktoré sú vzaté z násady predmetov pre analýzu.

„Skúšobná vzorka pre analýzu“ znamená tú časť skúšobnej vzorky, od ktorej sa požaduje, aby poskytla individuálny skúšobný výsledok.

Článok 3

Členské štáty musia podniknúť všetky potrebné opatrenia pre zabezpečenie, aby v súlade so smernicou 96/74/ES, ustanovenia v prílohách I a II o metódach pre kvantitatívnu analýzu určitých binárnych zmesí textilných vlákien, vrátane prípravy skúšobných vzoriek a skúšobných vzoriek pre analýzu, boli aplikované vo všetkých oficiálnych testoch na stanovenie zloženia textilných výrobkov uvádzaných na trh.

Článok 4

Akékoľvek laboratórium, zodpovedné za testovanie binárnych zmesí, pre ktoré neexistuje žiadna jednotná metóda analýzy na úrovni Spoločenstva, musí stanoviť zloženie takýchto zmesí s použitím nejakej platnej metódy, ktorú má k dispozícii, indikujúc v správe o analýze obdržaný výsledok, a pokiaľ je známy, aj stupeň presnosti použitej metódy.

▼M4*Článok 5*

Komisia prispôsobuje metódy kvantitatívnej analýzy ustanovené v prílohe II technickému pokroku. Tieto opatrenia zamerané na zmenu nepodstatných prvkov tejto smernice sa prijímú v súlade s regulačným postupom s kontrolou uvedeným v článku 6 ods. 2.

Článok 6

1. Komisii pomáha Výbor pre smernice týkajúce sa názvov textílií a ich označovania.
2. Ak sa odkazuje na tento odsek, uplatňuje sa článok 5a ods. 1 až 4 a článok 7 rozhodnutia 1999/468/ES so zreteľom na jeho článok 8.

▼B*Článok 7*

Členské štáty musia oznámiť Komisii texty hlavných opatrení vnútroštátnych právnych predpisov, ktoré prijali v oblasti pokrytej touto smernicou.

Článok 8

Smernice uvedené v prílohe III, časť A, sa týmto anulujú bez ujmy voči povinnostiam členských štátov, týkajúcich sa časovým limitov pre transpozíciu, stanovených v prílohe III, časť B.

Referencie na anulované smernice musia byť vykladané ako referencie na túto smernicu a ich znenie by malo byť v súlade s opravnou tabuľkou, uvedenou v prílohe IV.

Článok 9

Táto smernica je adresovaná členským štátom.

Táto smernica nadobudne účinnosť dvadsiaty deň po dni jej uverejnenia v *Úradnom vestníku Európskych spoločstiev*.



PRÍLOHA I

PRÍPRAVA SKÚŠOBNÝCH VZORIEK A SKÚŠOBNÝCH VZORIEK PRE ANALÝZU STANOVENIE ZLOŽENIA VLÁKEN TEXTILNÝCH VÝROBKOV

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto príloha uvádza postupy na získavanie laboratórných skúšobných vzoriek vhodnej veľkosti pre predbežné spracovanie na kvantitatívnu analýzu (t.j. hmota nepresahujúca 100 g) z laboratórných objemových vzoriek, a na výber skúšobných vzoriek pre analýzu z laboratórných skúšobných vzoriek, ktoré boli predbežne spracované pre odstránenie nevláknovej hmoty ⁽¹⁾

2. DEFINÍCIE

- 2.1. Objemový zdroj - množstvo materiálu, ktoré je posudzované na základe jednej série skúšobných výsledkov. Môže zahŕňať napríklad všetok materiál v jednej dodávke látky; všetku látku tkanú z konkrétneho návoja; zásielku priadze, bal alebo viac balov surového vlákna.
- 2.2. Laboratórna objemová vzorka - časť objemového zdroja, odobratá na reprezentovanie celku, ktorá je k dispozícii pre laboratórium. Veľkosť a povaha laboratórnej objemovej vzorky by mala byť dostatočná na primeranú reprezentáciu rôznorodosti objemového zdroja a na umožnenie jednoduchosti manipulácie v laboratóriu. ⁽²⁾
- 2.3. Laboratórna skúšobná vzorka - časť laboratórnej objemovej vzorky, ktorá je podrobená predbežnému spracovaniu na odstránenie nevláknových látok, a z ktorej sa berú skúšobné vzorky pre analýzu. Veľkosť a povaha laboratórnej skúšobnej vzorky by mala byť dostatočná na vhodné prekonanie variability laboratórnej objemovej vzorky ⁽³⁾.
- 2.4. Skúšobná vzorka pre analýzu - časť materiálu potrebná na poskytnutie individuálneho skúšobného výsledku, vyberaná z laboratórnej skúšobnej vzorky.

3. PRINCÍP

Laboratórna skúšobná vzorka sa vyberá tak, aby bola reprezentatívna pre laboratórnu objemovú vzorku.

Skúšobné vzorky pre analýzu sa berú z laboratórnej skúšobnej vzorky takým spôsobom, aby každá z nich reprezentovala laboratórnu skúšobnú vzorku.

4. ODBER VZORIEK VOĽNÝCH VLÁKEN

- 4.1. Neorientované vlákna - laboratórnu skúšobnú vzorku získajte náhodilým selektovaním chumáčov z laboratórnej objemovej vzorky. Zmiešajte dokonale celok laboratórnej skúšobnej vzorky pomocou laboratórneho mykacieho stroja ⁽⁴⁾. Tkaninu alebo zmes, vrátane voľných vlákien a vlákien priľnutých k zariadeniu použitému na mixovanie, podrobte predbežnému spracovaniu. Potom selektujte skúšobné vzorky pre analýzu v proporcii k príslušným hmotám z tkaniny alebo zmesi z voľných vlákien a z vlákien priľnutých k zariadeniu.

Ak mykaná tkanina zostane po predbežnej úprave nedotknutá, selektujte skúšobné vzorky pre analýzu spôsobom popísaným v 4.2. Ak je mykaná tkanina narušená predbežnou úpravou, selektujte každú skúšobnú vzorku pre analýzu náhodilým odstránením najmenej 16 malých chumáčov vhodnej a primerane rovnakej veľkosti a potom ich spojte.

⁽¹⁾ V niektorých prípadoch je potrebné predbežne spracovať individuálnu skúšobnú vzorku pre analýzu.

⁽²⁾ Ohľadom konfekčných a dokončených predmetov pozri časť 7

⁽³⁾ Pozri bod 1.

⁽⁴⁾ Laboratórny mykací stroj môže byť nahradený miešačom vlákien, alebo vlákna môžu byť zmiešané metódou odberu a zlučovania chumáčikov.

▼B

- 4.2. Orientované vlákna (česance, rúna, pramene, predpriadze) - z náhodile vybraných častí laboratórnej objemovej vzorky nastrihajte nie menej ako 10 prierezov, každý s hmotnosťou približne 1 g. Podrobte laboratórnu skúšobnú vzorku takto vytvorenú predbežnej úprave. Opätovne skombinujte križné rezy ich uložením vedľa seba a získajte skúšobné vzorky pre analýzu rezom cez ne tak, aby ste vzali časť každej z 10 dĺžok.

5. VZORKOVANIE PRIADZE

- 5.1 Priadza v balíkoch alebo v plástoch - navzorkujte všetky balíky do objemovej laboratórnej vzorky.

Zoberte primerané kontinuálne rovnaké dĺžky z každého balíka, buď navíjaním pradien s rovnakým počtom otáčok na navíjaciu cievku⁽¹⁾, alebo nejakými inými prostriedkami. Zjednotte dĺžky, stranu vedľa strany, buď ako jedno kľbko alebo ako rad, pre vytvorenie laboratórnej skúšobnej vzorky, zabezpečiac, aby boli v kľbku alebo kúdele rovnaké dĺžky z každého balíka.

Podrobte laboratórnu skúšobnú vzorku predbežnej úprave.

Zoberte skúšobné vzorky pre analýzu z laboratórnej skúšobnej vzorky odrezaním chumáča vlákien rovnakej dĺžky z kľbka alebo kúdele, venujte pritom pozornosť tomu, aby chumáč obsahoval vo vzorke všetky nite.

Ak tex priadze je t a počet balíkov vybraných z laboratórnej objemovej vzorky je N , potom na získanie skúšobnej vzorky 10 g, dĺžka priadze, ktorá má byť vybraná z každého balíka je $\frac{10^6}{Nt}$.

Ak je N_t vysoké, t.j. viac ako 2000, navíňte ťažšie kľbko a prerežte ho naprieč na dvoch miestach, aby ste urobili kúdeľ vhodnej hmotnosti. Konce akejkolvek vzorky vo forme kúdele by mali byť bezpečne zviazané pred predbežnou úpravou a skúšobné vzorky pre analýzu vzaté z miesta vzdialeného od viazacích pásov.

- 5.2. Priadza na osnove - zoberte laboratórnu skúšobnú vzorku odstrihnutím dĺžky od konca osnovy, nie menej ako 20 cm dlhú, a obsahujúcu všetky priadze v osnove, s výnimkou okrajových priadzí, ktoré sa vyradia. Zviažte zväzok nití dokopy blízko jedného konca. Ak je vzorka príliš veľká na predbežnú úpravu ako celok, rozdeľte ju do dvoch alebo viac častí, každú zviažte dokopy na predbežnú úpravu a zjednotte časti po tom, čo každá bola predbežne upravená separátne. Zoberte skúšobné vzorky pre analýzu odstrihnutím vhodnej dĺžky z laboratórnej skúšobnej vzorky od konca vzdialeného od zviazaného pásu a zahrňujúcu všetky nite v osnove. Pre osnovu s N niťami, s texom t , dĺžka telieska hmotnosti 1 g je $\frac{10^5}{Nt}$.

6. VZORKOVANIE PLOŠNÝCH TEXTÍLIÍ

- 6.1. Z laboratórnej objemovej vzorky pozostávajúcej z jediného výstrižku, reprezentujúceho plošnú textíliu.

— Odstrihnite diagonálny pás od jedného rohu k druhému a odstráňte okrajové nite. Tento pás je laboratórna skúšobná vzorka. Pre získanie laboratórnej skúšobnej vzorky x gramov, plocha pásu musí byť $\frac{x \cdot 10^4}{G}$, kde G je hmotnosť látky v gramoch/m².

Podrobte laboratórnu skúšobnú vzorku predbežnej úprave a potom odstrihnite pás priečne do štyroch rovnakých dĺžok a navzájom ich preložte.

Zoberte skúšobné vzorky pre analýzu z akejkolvek časti prevrstveného materiálu prerezaním cez všetky vrstvy tak, aby každá vzorka pre analýzu obsahovala rovnakú dĺžku každej vrstvy.

⁽¹⁾ Ak balíky možno namontovať do vhodnej cievkovnice, určitý počet sa môže navíjať súčasne.

▼B

Ak má plošná textília tkaný dizajn, urobte šírku laboratórnej skúšobnej vzorky, meranú paralelne k smeru osnovy, nie menej ako jednu osnovu opakovania vzoru. Ak pri splnení tejto podmienky laboratórna skúšobná vzorka je príliš veľká, aby sa dala spracovávať ako celok, rozrežte ju na rovnaké časti, predbežne ich upravujte separátne a poprikladajte tieto časti pred selekciu skúšobného telieska, pričom dajte pozor aby sa korešpondujúce časti vzoru neprekryvali.

6.2 Z laboratórnej objemovej vzorky, pozostávajúcej z niekoľkých rezov

— Spracujte každý rez, ako je popísané v 6.1 a predložte každý výsledok osobitne.

7. VZORKOVANIE KONFEKČNÝCH A HOTOVÝCH VÝROBKOV

Objemová laboratórna vzorka je normálne kompletná konfekcia, dokončený výrobok alebo jeho reprezentatívna časť.

Kde je to primerané, určite percento rozličných častí výrobku, ktoré nemajú rovnaký obsah vlákien, aby ste skontrolovali zhodu s článkom 9 smernice 96/74/ES Európskeho parlamentu a Rady, zo 16. decembra 1996 o textilných názvoch.

Selektujte laboratórnu skúšobnú vzorku, reprezentujúcu časť konfekcie alebo dokončeného výrobku, ktorej zloženie musí byť uvedené na štítku. Ak má výrobok niekoľko štítkov, selektujte laboratórne skúšobné vzorky, reprezentujúce každú časť korešpondujúcu s daným štítkom.

Ak výrobok, ktorého zloženie má byť stanovené, nie je jednotný, môže byť potrebné selektovať laboratórne skúšobné vzorky z každej z častí výrobku a stanoviť relatívne proporcie rozličných častí v pomere k celému predmetnému výrobku.

Potom vypočítajte percentá, berúc do úvahy relatívne proporcie vzorkovaných častí.

Podrobte laboratórne skúšobné vzorky predbežnej úprave.

Potom selektujte skúšobné vzorky pre analýzu, reprezentujúce predbežne upravené laboratórne skúšobné vzorky.



PRÍLOHA II

METÓDY NA KVANTITATÍVNU ANALÝZU URČITÝCH BINÁRNYCH VLÁKNOVÝCH ZMESÍ

1. VŠEOBECNE

Úvod

Metódy na kvantitatívnu analýzu vláknových zmesí sú založené na dvoch hlavných procesoch, na ručnej separácii a chemickej separácii vlákien.

Metóda ručnej separácie by mala byť použitá vždy, keď je to možné, keďže vo všeobecnosti poskytuje oveľa presnejšie výsledky než chemická metóda. Možno ju použiť na všetky textilie, ktorých vlákna nevytvárajú dobre premiešanú zmes, ako napríklad v prípade priadzí zložených z niekoľkých prvkov, z ktorých každý je vytvorený len jedným typom vlákna, alebo látok, v ktorých vlákno osnovy je odlišného druhu než vlákno útku (tkaniny), alebo pletených látok, ktoré je možno rozplieť, vytvorených priadzami odlišných typov.

Vo všeobecnosti, metódy chemickej kvantitatívnej analýzy sú založené na selektívnom rozpúšťaní jednotlivých komponentov. Po odstránení komponentu sa zváži nerozpustný zvyšok a proporcia rozpustného komponentu sa vypočíta zo straty na hmotnosti. Prvá časť prílohy uvádza informácie spoločné pre analýzy podľa tejto metódy u všetkých vláknových zmesí, ktorými sa zaoberá príloha, bez ohľadu na ich zloženie. Preto by sa mala používať v spojení s následnými jednotlivými časťami prílohy, ktoré obsahujú podrobné postupy aplikovateľné na konkrétne vláknové zmesi. Príležitostne je analýza založená na inom princípe než selektívne rozpúšťanie; v takýchto prípadoch sú úplné podrobnosti uvedené v príslušnej časti.

Zmesi vlákien počas spracovania a v menšom rozsahu ukončené textilie môžu obsahovať nevláknové látky, ako tuky, vosky alebo aplikácie, alebo vodorozpustné látky buď vyskytujúce sa prirodzene alebo pridané na uľahčenie spracovania. Nevláknové látky sa pred analýzou musia odstrániť. Pre toto sa používa taktiež uvedená metóda na odstraňovanie olejov, tukov, voskov a vo vode rozpustných látok.

Okrem toho môžu textilie obsahovať živice alebo inú hmotu pridávanú na dosiahnutie špeciálnych vlastností. Takáto látka, vrátane farbív vo výnimočných prípadoch, môže rušiť účinok činidla na rozpustnú zložku a/alebo môže byť čiastočne alebo úplne odstránená pomocou činidla. Tento typ pridanej látky môže takto spôsobiť chyby a mal by byť odstránený predtým, než sa vzorka analyzuje. Ak nie je možné odstrániť takúto pridanú látku, metódy pre kvantitatívnu chemickú analýzu, uvedené v tejto prílohe, nie sú aplikovateľné.

Farba vo farbených látkach sa považuje za integrálnu súčasť vlákna a neodstraňuje sa.

Analýzy sa vykonávajú na základe suchej hmotnosti a je uvedený postup pre stanovenie suchej hmotnosti.

Výsledok sa získava aplikovaním odsúhlasených prídavkov na suchú hmotnosť každého vlákna, ktoré sú uvedené v prílohe II k smernici 96/74/ES Európskeho parlamentu a Rady zo 16. decembra 1996 o textilných názvoch.

Pred vykonaním akejkoľvek analýzy by sa všetky vlákna prítomné v zmesi mali identifikovať. V niektorých metódach nerozpustný komponent zmesi môže byť čiastočne rozpustený v činidle použitom na rozpúšťanie rozpustného komponentu. Kde je to možné, tam boli zvolené činidlá, ktoré majú malý alebo žiadny účinok na nerozpustné vlákna. Ak je známe, že sa počas analýzy vyskytuje strata na hmotnosti, výsledok by mal byť korigovaný, korekčné faktory pre tento účel sú uvedené. Tieto faktory boli stanovené v niekoľkých laboratóriách spracovávaním s príslušným činidlom, ako je špecifikovaný v metóde analýzy vlákien, očistených predbežnou úpravou. Tieto korekčné faktory platia len pre nedegradované vlákna a môžu byť potrebné rozličné korekčné faktory, ak vlákna boli degradované pred spracovaním alebo počas spracovania. Uvedené postupy platia

▼ B

pre jednotlivé stanovenia. Mali by sa robiť najmenej dve stanovenia na separátnych skúšobných vzorkách pre analýzu, tak v prípade ručnej separácie, ako aj v prípade chemickej separácie. Pre potvrdenie, pokiaľ to nie je technicky nemožné, sa odporúča použiť alternatívne postupy, v ktorých sa rozpúšťa najprv zložka, ktorá bola zvyškom v štandardnej metóde.

I. VŠEOBECNÉ INFORMÁCIE O METÓDACH PRE KVANTITATÍVNU CHEMICKÚ ANALÝZU TEXTILNÝCH VLÁKNOVÝCH ZMESÍ

Informácie spoločné pre uvedené metódy na kvantitatívnu chemickú analýzu vláknových zmesí.

I.1. **Rozsah a oblasť aplikovania**

Oblasť aplikovania pre každú metódu špecifikuje, pre ktoré vlákna je metóda aplikovateľná.

I.2. **Princíp**

Po identifikovaní komponentov zmesi sa nevláknový materiál odstráni vhodnou predbežnou úpravou a potom jeden z komponentov obyčajne selektívnym rozpúšťaním⁽¹⁾. Nerozpustný zvyšok sa zváži a proporcia rozpustného komponentu sa vypočíta zo straty na hmotnosti. Okrem prípadov, keď to predstavuje technické ťažkosti, sa uprednostňuje rozpúšťať vlákno prítomné vo väčšej proporcii, čím sa získa vlákno prítomné v menšej proporcii ako zvyšok.

I.3. **Materiály a zariadenie**

I.3.1. *Vybavenie*

I.3.1.1. Filtračné téglíky a odvažovačky dostatočne veľké, aby sa do nich zmestili takéto téglíky alebo nejaké iné vybavenie, dávajúce identické výsledky.

I.3.1.2. Banka pre vákuovú destiláciu

I.3.1.3. Exikátor so silikagélom s indikátorom vlhkosti

I.3.1.4. Vetraná sušiareň na sušenie vzoriek pri 150 °C ± 3°

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

I.3.1.6. Soxhletov extraktor alebo iné vybavenie dávajúci identické výsledky

I.3.2. *Činidlá*

I.3.2.1. Petroléter, redestilovaný, rozmedzie varu 40 až 60 °C

I.3.2.2. Ostatné činidlá sú špecifikované v príslušných častiach každej metódy. Všetky použité činidlá by mali byť chemicky čisté.

I.3.2.3. Destilovaná alebo deionizovaná voda

▼ M3

I.3.2.4. Acetón

I.3.2.5. Kyselina trihydrogénfosforečná

⁽¹⁾ Metóda 12 je výnimkou. Je založená na stanovovaní obsahu rozhodujúcej zložky jednej zo zložiek.

▼ M3

I.3.2.6. Močovina

I.3.2.7. Hydrogénuhličitan sodný

▼ B**I.4. Kondicionovanie a skúšobná atmosféra**

Pretože sa stanovujú suché hmotnosti, je potrebné kondicionovať vzorku pre analýzu alebo vykonávať analýzy v kondicionovanej atmosfére.

I.5. Laboratórna skúšobná vzorka

Zoberte laboratórnu skúšobnú vzorku, ktorá je reprezentatívna pre laboratórnu objemovú vzorku a dostatočná na poskytnutie všetkých vzoriek pre analýzu, každú s najmenej 1 g, ktoré sú požadované.

I.6. Predbežná úprava laboratórnej skúšobnej vzorky ⁽¹⁾**▼ M3**

Ak je prítomná látka, ktorá sa pri percentuálnych výpočtoch nemá zohľadniť (pozri článok 12 ods. 3 smernice Európskeho parlamentu a Rady 96/74/ES zo 16. decembra 1996 o názvoch textílií), mala by sa najskôr odstrániť vhodnou metódou, ktorá neovplyvní žiadnu zo zložiek vlákna.

Na tento účel sa nevláknová látka, ktorá môže byť extrahovaná petroléterom a vodou, odstráni spracovaním skúšobnej vzorky vysušenej na vzduchu v Soxhletovom extraktore pomocou petrolétera počas jednej hodiny, pri minimálnej rýchlosti 6 cyklov za hodinu. Petroléter sa nechá vypariť zo vzorky, ktorá sa potom extrahuje priamym spracovaním pozostávajúcím z namáčania vzorky na analýzu vo vode pri izbovej teplote počas jednej hodiny a potom jej namáčaním vo vode pri 65 ± 5 °C počas ďalšej hodiny, pričom sa tekutina z času na čas premieša. Použitý pomer tekutiny k vzorke na analýzu je 100 : 1. Prebytočná voda sa zo vzorky odstráni stláčaním, satím alebo odstredením a potom sa vzorka nechá vysušiť na vzduchu.

V prípade elastolefinu alebo zmesi vlákien obsahujúcich elastolefin a iné vlákna (vlnu, zvieraciu srst', hodváb, bavlnu, ľan, pravé konope, jutu, abaku, alfu, kokosové vlákno, broom, ramiu, sisal, mednaté vlákno, modal, proteín, viskózu, akryl, polyamid alebo nylon, polyester, elastomultiester) by sa postup opísaný vyššie mal mierne upraviť a petroléter by sa mal nahradiť acetónom.

V prípade zmesi vlákien obsahujúcich elastolefin a acetát sa ako predbežná úprava uplatňuje tento postup. Vzorka na analýzu sa extrahuje 10 minút pri 80 °C s roztokom obsahujúcim 25 g/l 50 % kyseliny trihydrogénfosforečnej a 50 g/l močoviny. Použitý pomer tekutiny k vzorke na analýzu je 100 : 1. Vzorka na analýzu sa premyje vo vode, potom sa voda odstráni, vzorka na analýzu sa premyje v 0,1 % roztoku hydrogénuhličitanu sodného a nakoniec sa opatrne premyje vo vode.

Ak nevláknovú látku nemožno extrahovať pomocou petrolétera a vody, mala by sa odstrániť vhodnou metódou, ktorou sa nahradí vodná metóda opísaná vyššie a ktorou sa podstatne nezmení žiadna zo zložiek vlákna. Pri niektorých nebielených prírodných rastlinných vláknach (napríklad juta, kokosové vlákno) si však treba uvedomiť, že zvyčajnou predbežnou úpravou pomocou petrolétera a vody sa neodstránia všetky prírodné látky nevláknovej povahy; dodatočná predbežná úprava sa napriek tomu neuplatňuje, s výnimkou prípadu, keď vzorka obsahuje apretúry, ktoré nie sú rozpustné ani v petrolétere, ani vo vode.

⁽¹⁾ Pozri prílohu 1.1.

▼M3

Správa o analýze zahŕňa všetky podrobnosti o použitých metódach predbežnej úpravy.

▼B**1.7 Skúšobný postup****1.7.1. Všeobecné inštrukcie****1.7.1.1. Sušenie**

Vykonávajúte všetky sušiacie operácie počas nie menej ako štyroch hodín a nie viac ako 16 hodín, pri 105 ± 3 °C vo vetranej sušiarňi, s dverami sušiarne pevne zatvorenými. Ak je čas sušenia menej ako 14 hodín, vzorka sa musí zvážiť, aby sa skontrolovalo, či je už jej hmotnosť konštantná. Hmotnosť môže byť považovaná za konštantnú, ak po ďalšom čase sušenia 60 minút je zmena menej ako 0,05%.

Vyhňte sa manipulácii s téglikmi a odvažovačkami, vzorkami alebo zvyškami pomocou holých rúk počas sušiacej, chladiacej a vážiacej operácie.

Vzorky vysušujte v odvažovačke so zátkou vedľa nej. Po vysušení zazátkujte odvažovačku pred jej vybratím zo sušiarne a preneste ju rýchlo do vysušovača.

Filtračný téglik sušte v odvažovačke s jej krytom vedľa nej v sušiarňi. Po vysušení zatvorte odvažovačku a preneste ju rýchlo do vysušovača.

Kde sa použije iné vybavenie než filtračný téglik, sušiacie operácie v sušiarňi by sa mali vykonávať takým spôsobom, ktorý umožňuje, aby sa hmotnosť vlákien mohla stanoviť bez strát.

1.7.1.2. Chladenie

Vykonávajúte všetky chladiace operácie vo vysušovači, tento umiestnite vedľa váhy, pokým sa nedosiahne úplné ochladenie odvažovačiek, a v každom prípade počas nie menej ako dvoch hodín.

1.7.1.3. Váženie

Po ochladení ukončíte váženie odvažovačky do dvoch minút po jej vybratí z vysušovača. Vážte z presnosťou 0,0002 g.

1.7.2. Postup

Zoberte z predbežne upravenej laboratórnej skúšobnej vzorky skúšobnú vzorku pre analýzu, vážiacu najmenej 1 g. Nastrihajte priadzu alebo látku do dĺžok približne 10 mm, čo najviac rozčlenené. Vysušte priadzu v odvažovačke, ochlaďte v sušičke a zväžte ju. Presuňte vzorku pre analýzu do sklenenej nádoby špecifikovanej v príslušnej časti relevantnej metódy Spoločenstva, opätovne okamžite odvážte odvažovačku a odčítaním dostanete suchú hmotnosť vzorky pre analýzu. Ukončíte test, ako je špecifikované v príslušnej časti aplikovateľnej metódy. Preverte zvyšok mikroskopicky, aby ste skontrolovali, či spracovanie fakticky úplne odstránilo rozpustné vlákno.

1.8 Výpočet a vyjadrenie výsledkov

Hmotnosť nerozpustného komponentu vyjadrite ako percento celkovej hmotnosti vlákna v zmesi. Percento rozpustného komponentu sa dostane diferenciou. Výsledky vypočítajte na základe čistej suchej hmotnosti, upravenej (a) odsúhlasenými prídavkami a (b) korekčnými faktormi, pričom je potrebné vziať do úvahy straty hmoty počas predbežnej úpravy a analýzy. Výpočty by sa mali robiť aplikovaním vzorca uvedeného v 1.8.2.

▼B

- I.8.1. Výpočet percenta nerozpustného komponentu na báze čistej suchej hmotnosti, zanedbávajúc stratu hmotnosti vlákna počas predbežnej úpravy.

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

kde

P_1 je percento čistého, suchého, nerozpustného komponentu,

m je suchá hmotnosť vzorky pre analýzu po predbežnej úprave,

r je suchá hmotnosť zvyšku

d je korekčný faktor na stratu hmotnosti nerozpustného komponentu v činidle počas analýzy. Vhodné hodnoty „ d “ sú uvedené v príslušnej časti každej metódy.

Takéto hodnoty „ d “ sú prirodzene normálnymi hodnotami, aplikovateľnými na chemicky nedegradované vlákna.

- I.8.2. Výpočet percenta nerozpustného komponentu na báze čistej suchej hmotnosti s úpravou konvenčnými faktormi, a kde je primerané, korekčnými faktormi na stratu hmotnosti počas predbežnej úpravy.

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

kde

P_{1A} je percento nerozpustného komponentu, upravené odsúhlasenými prídavkami a na stratu hmotnosti počas predbežnej úpravy,

P_1 je percento čistého suchého nerozpustného komponentu, ako je vypočítané zo vzorca uvedeného v 1.8.1.,

a_1 je odsúhlasený prídavok pre nerozpustný komponent (pozri prílohu II k smernici o textilných názvoch),

a_2 je odsúhlasený prídavok pre rozpustný komponent (pozri prílohu II k smernici o textilných názvoch),

b_1 je percentuálna strata nerozpustného komponentu, spôsobená predbežnou úpravou,

b_2 je percentuálna strata rozpustného komponentu, spôsobená predbežnou úpravou.

Percento druhého komponentu ($P_{2A}\%$) je rovné $100 - P_{1A} \%$.

Tam, kde bola použitá špeciálna predbežná úprava, by hodnoty b_1 a b_2 mali byť stanovené, ak je to možné, podrobením každej čistej vláknovej zložky predbežnej úprave, aplikovanej v analýze. Čisté vlákna sú tie, ktoré sú bez všetkých nevláknových materiálov, s výnimkou, keď sú tieto normálne obsiahnuté (buď prirodzene alebo pre výrobný proces) v stave (nebielenom, bielenom), v ktorom sa nachádzajú v materiáli, ktorý sa má analyzovať.

Kde nie sú k dispozícii žiadne čisté vlákna separátnej zložky použité vo výrobe materiálu, ktorý sa má analyzovať, mali by sa použiť priemerné hodnoty b_1 , b_2 , ako sú získané z testov vykonávaných na čistých vláknoch podobných tým v zmesi, ktorá sa preveruje.

▼B

Ak sa aplikuje normálna predbežná úprava extrakciou petroléterom a vodou, korekčné faktory b_1 a b_2 môžu byť všeobecne ignorované, okrem prípadov nebielenej bavlny, nebieleného ľanu a nebieleného konope, kde sa strata v dôsledku predbežnej úpravy konvenčne berie ako 4%, a v prípade polypropylénu, kde sa berie ako 1%.

V prípade ostatných vlákien sú straty v dôsledku predbežnej úpravy konvenčne vo výpočtoch zanedbávané.

II. METÓDA KVANTITATÍVNEJ ANALÝZY RUČNOU SEPARÁ-CIOU

II.1. Oblasť aplikovania

Táto metóda je aplikovateľná na textilné vlákna všetkých typov za predpokladu, že netvoria dobre premiešanú zmes a že je možné separovať ich rukami.

II.2. Princíp

Po identifikovaní zložiek textilu sa nevláknový materiál odstráni vhodnou predbežnou úpravou a potom sa vlákna separujú rukou, vysušia a zväžia sa, aby sa vypočítala proporcia každého vlákna v zmesi.

II.3. Vybavenie

II.3.1. Odvažovačka alebo akékoľvek iné vybavenie dávajúce identické výsledky.

II.3.2. Exikátor so silikagélom s indikátorom vlhkosti.

II.3.3. Vetraná sušiareň na sušenie vzoriek pre analýzu pri 105 ± 3 °C.

II.3.4. Analytické váhy, presnosť 0,0002 g.

II.3.5. Soxhletov extraktor alebo iné vybavenie dávajúce identické výsledky.

II.3.6. Ihla

II.3.7. Zákrutomer alebo podobný aparát

II.4. Činidlá

II.4.1. Petroléter, redestilovaný, rozsah varu 40 až 60 °C.

II.4.2. Destilovaná alebo deionizovaná voda

II.5. Klimatizácia a skúšobná atmosféra,

pozri 1.4

II.6. Laboratórna skúšobná vzorka,

pozri 1.5

II.7. Predbežná úprava laboratórnej skúšobnej vzorky,

pozri 1.6

II.8. Postup

II.8.1. Analýza priadze

Selektujte z predbežne upravenej laboratórnej skúšobnej vzorky vzorku pre analýzu hmotností nie menej ako 1 g. Pre veľmi jemnú priadzu analýza môže byť robená na minimálnej dĺžke 30 m, bez ohľadu na jej hmotnosť.

Postrihajte priadzu na kusy vhodnej dĺžky a separujte typy vlákien pomocou ihly a ak je to potrebné, skúšačky zákrutu. Typy vlákien takto získané sa umiestnia do odvažovačiek vopred zvážených a vysušujú sa pri 105 ± 3 °C, pokiaľ sa nedosiahne konštantná hmotnosť, ako je popísané v 1.7.1 a 1.7.2.

▼BII.8.2. *Analýza látky (plošnej textilie)*

Selektujte z vopred upravenej laboratórnej skúšobnej vzorky, dobre zbavenej všetkých okrajov, vzorku pre analýzu o hmotnosti nie menej ako 1 g s okrajmi starostlivo pristríhnutými, aby sa zamedzilo ostrápaniu a behu paralelne s útokom alebo osnovou priadzí, alebo v prípade pletených tkanín, v linke pruhov a riadkov. Separujte rozličné typy vlákien, zhromaždite ich vo vopred zvážených odvažovačkách a postupujte, ako je popísané v II.8.1.

II.9. **Výpočet a vyjadrenie výsledkov**

Hmotnosť každej vláknovej zložky vyjadrite ako percento celkovej hmotnosti vlákien v zmesi. Výsledky počítajte na báze čistej suchej hmotnosti, upravenej (a) odsúhlasenými prídavkami a (b) korekčnými faktormi, pričom je potrebné vziať do úvahy stratu hmoty počas predbežnej úpravy.

II.9.1. Výpočet percentuálnych hmotností čistého suchého vlákna, zanedbávajúc stratu hmotnosti vlákna počas predbežnej úpravy:

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

kde

P_1 je percento prvej čistej suchej zložky,

m_1 je čistá suchá hmotnosť prvej zložky,

m_2 je čistá suchá hmotnosť druhej zložky.

II.9.2. Pre výpočet percenta každej zložky s úpravou odsúhlasenými prídavkami, a kde je primerané, korekčnými faktormi na stratu hmoty počas predbežnej úpravy, pozri 1.8.2.

III.1. **Presnosť metód**

Presnosť indikovaná v jednotlivých metódach súvisí s reprodukovateľnosťou.

Reprodukovateľnosť sa vzťahuje na spoľahlivosť, t.j. blízkosť zhody medzi experimentálnymi hodnotami získanými operátormi v odlišných laboratóriách, alebo v odlišných časoch s použitím tej istej metódy a získanie individuálnych výsledkov na vzorkách pre analýzu z identickej konzistentnej zmesi.

Reprodukovateľnosť je vyjadrená intervalom spoľahlivosti výsledkov pre hladinu významnosti 95%.

Týmto sa myslí, že rozdiel medzi dvoma výsledkami v sérii analýz robených v odlišných laboratóriách bude, pri normálnom a správnom aplikovaní metódy na identickej a konzistentnej zmesi, prekročený len v piatich prípadoch zo 100.

III.2. **Skúšobná správa**

III.2.1. Uveďte, či analýza bola vykonaná v súlade s touto metódou.

III.2.2. Uveďte podrobnosti o akejkoľvek špeciálnej predbežnej úprave (pozri 1.6).

III.2.3. Uveďte individuálne výsledky a aritmetický stred, všetko s presnosťou 0,1.

▼ M6

2. SÚHRNNÁ TABUĽKA

Metóda	Oblasť aplikovania (1)		Činidlo
	Rozpustná zložka	Nerazpustná zložka	
1.	acetát	určité iné vlákna	acetón
2.	určité proteínové vlákna	určité iné vlákna	chlórnan
3.	viskóza, meďnaté vlákno alebo určité typy modalu	určité iné vlákna	kyselina mravčia a chlorid zinočnatý
4.	polyamid alebo nylon	určité iné vlákna	kyselina mravčia, 80 % m/m
5.	acetát	určité iné vlákna	benzylalkohol
6.	triacetát alebo polylaktid	určité iné vlákna	dichlórmetán
7.	určité celulózoové vlákna	určité iné vlákna	kyselina sírová, 75 % m/m
8.	akrylové vlákna, určité modakrylové vlákna alebo určité chloridové vlákna	určité iné vlákna	dimetylformamid
9.	určité chloridové vlákna	určité iné vlákna	sírouhlik/acetón, 55,5/44,5 v/v
10.	acetát	určité iné vlákna	ľadová kyselina octová
11.	hodváb, polyamid alebo nylon	určité iné vlákna	kyselina sírová, 75 % m/m
12.	juta	určité živočíšne vlákna	metóda stanovenia obsahu dusíka
13.	polypropylén	určité iné vlákna	xylén
14.	určité iné vlákna	určité iné vlákna	metóda s koncentrovanou kyselinou sírovou
15.	chloridové vlákna, určité modakrylové vlákna, určité elasthanové vlákna, acetátové vlákna a triacetátové vlákna	určité iné vlákna	cyklohexanón
16.	melamín	určité iné vlákna	horúca kyselina mravčia, 90 % m/m

(1) Podrobný zoznam vlákien je uvedený pri každej metóde.

▼ B*METÓDA č. 1***ACETÁT A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Acetónová metóda)****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je aplikovateľná po odstránení nevláknovej hmoty na binárne zmesi:

1. acetátu (19)

s

▼ M6

2. vlnou (1), zvieracou srst'ou (2 a 3), hodváhom (4), bavlnou (5), ľanom (7), pravým konope (8), jutou (9), abakou (10), alfou (11), kokosovým vláknom (12), broomom (13), ramiou (14), sisalom (15), med'natým vláknom (21), modalom (22), proteínom (23), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (35), polypropylénom (37), elastomultiesterom (46), elastoolefinom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

Uvedená metóda nie je za žiadnych okolností aplikovateľná na acetátové vlákna, ktoré boli deacetylované na povrchu.

▼ B**2. PRINCÍP**

Acetát sa rozpustí zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou acetónu. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zväží; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého acetátu sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (dodatočné k tým, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)**3.1 Vybavenie**

Kužeľová banka so zábrusom s objemom minimálne 200 ml.

3.2 Činidlo

Acetón.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke so zábrusom s objemom najmenej 200 ml pridajte 100 ml acetónu na gram vzorky, potraсте bankou, nechajte postáť 30 minút pri izbovej teplote, z času načas premiešajte a potom dekantujte kvapalinu cez zväžený filtračný téglik.

Opakujte spracovanie ešte dvakrát (čím urobíte celkove tri extrakcie), ale len počas 15 minút tak, aby celkový čas spracovania v acetóne bol 1 hodina. Preneste zvyšok do filtračného téglika. Opláchnite zvyšok vo filtračnom tégliku acetónom a odsajte tekutinu. Opätovne naplňte téglik acetónom a nechajte ho stieť gravitačne.

Napokon odvodnite téglik saním, vysušte téglik a zvyšok ochladte a zväžte.

▼ M5**5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV**

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou melamínu, v prípade ktorého „d“ = 1,01.

▼ B**6. PRESNOSŤ**

Interval spoľahlivosti získaných výsledkov pomocou tejto metódy nie je väčší ako ± 1 pre hladinu významnosti 95%.

▼B

METÓDA Č. 2

URČITÉ PROTEÍNOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA**(Metóda s použitím chlórnanu)**

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej hmoty, na binárne zmesi:

1. Určitých proteínových vlákien, konkrétne: vlny (1), zvieracej srsti (2 a 3), hodvábu (4), proteínu (23)

s

▼M6

2. bavlnou (5), meďnatým vláknom (21), viskózou (25), akrylom (26), chloridovými vláknami (27), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (35), polypropylénom (37), elastanom (43), skleným vláknom (44), elastomultiesterom (46), elastoolefinom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

Ak sú prítomné odlišné proteínové vlákna, metóda udáva ich celkové množstvo, ale nie ich percentuálne podiely.

▼B

2. PRINCÍP

Proteínové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi roztokom chlórnanu. Zvyšok sa sústreďí, premyje, vysuší a zväží; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého proteínového vlákna sa zisťuje rozdielom.

Na prípravu chlórnanového roztoku možno použiť buď chlórnan lítny alebo chlórnan sodný.

Chlórnan lítny sa odporúča v prípadoch zahrňujúcich malý počet analýz alebo pre analýzy vykonávané v primerane dlhých intervaloch. A to preto, že percento chlórnanu v pevnom chlórnanom lítnom - na rozdiel od chlórnanu sodného - je prakticky konštantné. Ak je percento chlórnanu známe, obsah chlórnanu nie je potrebné kontrolovať jodometricky pre každú analýzu, keďže možno použiť konštantnú váženú časť chlórnanu lítneho.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (Iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1. Vybavenie

- (i) Kužeľová banka so zábrusom, 250 ml.
- (ii) Termostat nastaviteľný na 20 (\pm 2) °C.

3.2. Činidlá

- (i) Chlórnanové činidlo

a) Roztok chlórnanu lítneho

Tento pozostáva z čerstvo pripraveného roztoku obsahujúceho 35 (\pm 2) g/l aktívneho chlóru (približne 1 M), do ktorého sa pridá 5 (\pm 0,5) g/l predtým rozpusteného hydroxidu sodného. Pre prípravu rozpustíte 100 g chlórnanu lítneho, obsahujúceho 35 % aktívneho chlóru (alebo 115 gramov obsahujúcich 30% aktívneho chlóru) v približne 700 ml destilovanej vody, pridajte 5 g hydroxidu sodného, rozpusteného v približne 200 ml destilovanej vody a doplňte destilovanou vodou. Roztok, ktorý bol čerstvo pripravený, nie je potrebné kontrolovať jodometricky.

▼B

(b) Roztok chlórnanu sodného

Tento pozostáva z čerstvo pripraveného roztoku obsahujúceho 35 (± 2) g/l aktívneho chlóru (približne 1M), do ktorého sa pridá 5 ($\pm 0,5$) g/l predtým rozpusteného hydroxidu sodného.

Pred každou analýzou skontrolujte obsah aktívneho chlóru v roztoku jodometricky.

ii) *Kyselina octová, zriedený roztok*

Rozriedte 50 ml ľadovej kyseliny octovej na 1 liter vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a pokračujte nasledovne: zmiešajte približne 1 g vzorky s približne 100 ml roztoku chlórnanu (litého alebo sodného) v 250 ml v banke a dôkladne potraste, aby sa navlhčila vzorka.

Potom nahrievajte banku počas 40 minút v termostate pri 20 °C a trvalo traste alebo prinajmenšom v pravidelných intervaloch. Keďže rozpúšťanie vlny pokračuje exotermne, reakčné teplo pri tejto metóde musí byť distribuované a odstraňované. Inak sa môžu spôsobiť značné chyby začínajúcim rozpúšťaním nerozpustných vlákien.

Po 40 minútach odfiltrujte obsah banky cez vážený sklenený filtračný téglik a preneste zvyšok vlákien do filtračného téglika opláchnutím banky trochou chlórnanového činidla. Odvodnite téglik saním a premyte zvyšok postupne vodou, zriedenou kyselinou octovou a napokon vodou, odvodnite téglik saním po každom pridávaní. Nepoužívajte odsávanie, pokiaľ každá premývacia kvapalina nestečie gravitačne.

Napokon vyprázdňte téglik odsávaním, vysušte téglik so zvyškom, ochladte a zvažte.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou bavlny, viskózy, modalu a melamínu, v prípade ktorých „d“ = 1,01 a nebielenej bavlny, v prípade ktorej „d“ = 1,03.

▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnych zmesiach textilných materiálov nie je interval spoľahlivosti získaných výsledkov pomocou tejto metódy väčší ako ± 1 pre hladinu významnosti 95%.

▼ B*METÓDA č. 3***▼ M6****VISKÓZA, MEĎNATÉ VLÁKNO ALEBO URČITÉ TYPY MODALU
A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Metóda používajúca kyselinu mravčiu a chlorid zinočnatý)****▼ B****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. viskózy (25) alebo meďnatého vlákna (21), vrátane určitých typov modálového vlákna (22),

s

▼ M6

2. bavlnou (5), polypropylénom (37), elastoolefínom (47) a melamínom (48).

Ak sa zistí prítomnosť modálového vlákna, vykoná sa predbežný test s cieľom zistiť, či je rozpustné v činidle.

Táto metóda nie je uplatniteľná na zmesi, v ktorých bola bavlna nadmerne chemicky degradovaná, alebo na zmesi, v ktorých sa viskóza alebo meďnaté vlákno stali neúplne rozpustnými v dôsledku prítomnosti určitých farbív alebo apretúr, ktoré nemožno úplne odstrániť.

▼ B**2. PRINCÍP**

Viskózové, meďnaté alebo modálové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi s činidlom pozostávajúcim z kyseliny mravčej a chloridu zinočnatého. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zváži; jeho korigovaná hmotnosť sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchej hmotnosti viskózy, meďnatého alebo modálneho vlákna sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné, ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)**3.1 Vybavenie**

- (i) Kužeľová banka so zábrusom s objemom najmenej 200 ml;
- (ii) Vybavenie pre udržiavanie baniek pri 40 (± 2)°C.

3.2 Činidlá

- (i) Roztok obsahujúci 20 g roztaveného bezvodého chloridu zinočnatého a 68 g bezvodéj kyseliny mravčej, doplnené na 100 g vodou (konkrétne 20 častí hmotnostných roztaveného bezvodého chloridu zinočnatého k 80 častiam hmotnostným 85 % m/m kyseliny mravčej).

POZNÁMKA:

V tomto ohľade upriamujeme pozornosť na bod 1.3.2.2., ktorý stanovuje, že všetky použité činidlá by mali byť chemicky čisté; okrem toho je dôležité použiť len roztavený bezvodý chlorid zinočnatý.

- (ii) Roztok hydroxidu amónneho: rozriedte 20 ml koncentrovaného roztoku amoniaku (špecifická váha 0,880 g/ml) do 1 l vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a pokračujte nasledovne: Umiestnite vzorku bezprostredne do banky predhriatej na 40 °C. Pridajte 100 ml roztoku kyseliny mravčej a chloridu zinočnatého predhriate na 40 °C na gram vzorky. Vložte zátku a energicky potraste bankou. Udržiavajte banku a jej obsah pri konštantnej teplote 40 °C počas dvoch a pol hodiny, potriasajúc banku v hodinových intervaloch.

▼ B

Prefiltrujte obsah banky cez zväžený filtračný téglík a pomocou činidla preneste do téglíka akékoľvek vlákna, ktoré zostali v banke. Prepláchnite 20 ml činidla.

Opláchnite téglík a zvyšok dokonale pomocou vody pri 40 °C. Opláchnite vláknový zvyšok v približne 100 ml chladného amónneho roztoku (3.2.ii), zabezpečiac, aby tento zvyšok zostal plne ponorený do roztoku počas 10 minút⁽¹⁾; potom dokonale opláchnite chladnou vodou.

Nepoužívajte odsávanie, pokým každá premývacia kvapalina nestečie gravitačne. Napokon odstráňte zvyšujúcu kvapalinu saním, vysušte téglík a zvyšok ochladte a zväžte.

▼ M6

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou bavlny, v prípade ktorej „d“ = 1,02, a melaminu, v prípade ktorého „d“ = 1,01.

▼ B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov nie je interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou väčší ako ± 2 , pre hladinu významnosti 95 %.

⁽¹⁾ Pre zabezpečenie, aby vláknový zvyšok bol ponorený do amoniakálneho roztoku počas 10 minút, možno použiť napríklad adaptér filtračného téglíka vybaveného kohútikom, ktorým možno regulovať prietok roztoku amoniaku.

▼B

METÓDA Č. 4

POLYAMID ALEBO NYLON A URČITÉ INÉ VLÁKNA**(Metóda používajúca 80% m/m kyselinu mravčiu)**

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. polyamidu alebo nylonu (30)

s

▼M5

2. vlnou (1), zvieracou sršťou (2 a 3), bavlnou (5), meďnatým vláknom (21), modalom (22), viskózou (25), akrylom (26), chloridovým vláknom (27), polyesterom (35), polypropylénom (37), skleným vláknom (44), elastomultiesterom (46), elastolefinom (47) a melamínom (48).

Ako bolo uvedené vyššie, táto metóda je taktiež aplikovateľná na zmesi s vlnou, ale ak je obsah vlny väčší ako 25 %, použije sa metóda č. 2 (rozpúšťanie vlny v roztoku alkalického chlórnanu sodného).

▼B

2. PRINCÍP

Polyamidové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou kyseliny mravčej. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zväží; jeho korigovaná hmotnosť sa vyjadri ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého polyamidu alebo nylonu sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1 Vybavenie

Kužel'ová banka so zábrusom s objemom najmenej 200 ml;

3.2 Činidlá

- (i) Kyselina mravčia (80 % m/m, relatívna hustota pri 20 °C: 1,186). Rozriedte 880 ml 90% m/m kyseliny mravčej (relatívna hustota pri 20 °C: 1,204) na 1 l vodou. Alternatívne, rozriedte 780 ml 98 - 100 % m/m kyseliny mravčej (relatívna hustota pri 20 °C: 1,220) na 1 l vodou.

Koncentrácia nie je kritická v rámci rozsahu 77 - 83 % m/m kyseliny mravčej.

- (ii) Amoniak, zriedený roztok: rozriedte 80 ml koncentrovaného roztoku amoniaku (relatívna hustota pri 20 °C: 0,880) na 1 l vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne: ku vzorke umiestnenej v kužel'ovej banke so zábrusom s objemom najmenej 200 ml pridajte 100 ml kyseliny mravčej na gram vzorky. Zazátkujte, potraďte banku, aby sa zvlhčila vzorka. Nechajte stáť banku počas 15 minút pri izbovej teplote, pravidelne ju potriasajúc. Prefiltrujte obsah banky cez zväžený filtračný téglik a preneste akékoľvek zvyšné vlákna do téglika opláchnutím banky malým množstvom činidla - kyseliny mravčej. Odvodnite téglik saním a premyte zvyšok na filtri postupne činidlom - kyselinou mravčou, horúcou vodou, zriedeným roztokom amoniaku a napokon studenou vodou, odvodnite lievik saním po každom pridaní. Sanie neaplikujte, pokiaľ každá premývacia kvapalina nestečie gravitačne. Napokon odvodnite téglik saním, vysušte téglik a zvyšok ochlaďte a zväžte.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou melamínu, v prípade ktorého „d“ = 1,01.

▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov nie je interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou väčší ako ± 1 pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B

METÓDA č. 5

▼ M6

ACETÁT A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(Metóda používajúca benzylalkohol)

▼ M5

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná po odstránení nevláknovej látky na binárne zmesi:

1. acetátu (19)

s

▼ M6

2. triacetátom (24), polypropylénom (37), elastoolefínom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

▼ B

2. PRINCÍP

Acetátové vlákno sa rozpustí zo známej suchej hmotnosti zmesi benzylalkoholom pri $52 \pm 2^\circ\text{C}$.

Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zváži; jeho hmotnosť sa vyjadrí ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého acetátu sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1 Vybavenie

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.
- (ii) Mechanická trepačka.
- (iii) Termostat alebo iné vybavenie na udržiavanie banky pri teplote $52 \pm 2^\circ\text{C}$.

3.2 Činidlá

- (i) Benzylalkohol,
- (ii) Etanol.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke pridajte 100 ml benzylalkoholu na gram vzorky. Zazátkujte, pripevnite banku na trepačku tak, aby bola ponorená vo vodnom kúpeli, udržiavajte pri $52 \pm 2^\circ\text{C}$ a traste počas 20 minút pri tejto teplote.

(Namiesto použitia mechanickej trepačky môže byť banka trepaná energicky rukou.)

Dekantujte kvapalinu cez zvážený filtračný téglík. Pridajte ďalšiu dávku benzylalkoholu do banky a potrate ako predtým pri $52 \pm 2^\circ\text{C}$ počas 20 minút. Dekantujte kvapalinu cez téglík.

Opakujte cyklus operácií tretikrát.

Nakon prelejte kvapalinu a zvyšok do téglíka; opláchnite akékoľvek zvyšné vlákna z banky do téglíka pomocou dodatočného množstva benzylalkoholu pri $52 \pm 2^\circ\text{C}$. Téglík dokonale odvodnite.

Preňte vlákna do banky, prepláchnite etanolom a po potrasení ručne dekantujte cez filtračný téglík.

▼ B

Túto preplachovaciau operáciu opakujte dva alebo trikrát. Preneste zvyšok do téglíka a dokonale odvodnite. Vysušte téglík a zvyšok a ochladte a zvažte.

▼ M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou melamínu, v prípade ktorého „d“ = 1,01.

▼ B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov nie je interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou väčší ako ± 1 pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B*METÓDA č. 6***▼ M6****TRIACETÁTOVÉ ALEBO POLYLAKTIDOVÉ A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Metóda používajúca dichlórmetán)****▼ M2****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

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

s

▼ M6

2. vlnou (1), zvieracou srst'ou (2 a 3), hodvábom (4), bavlnou (5), med'natým vláknom (21), modalom (22), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (35), polypropylénom (37), skleným vláknom (44), elastomultiesterom (46), elastoolefínom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

Poznámka

Triacetátové vlákna, ktoré boli získané úpravou vedúcou k čiastočnej hydrolyze, už nie sú v činidle úplne rozpustné. V takýchto prípadoch metóda nie je aplikovateľná.

▼ M2**2. PRINCÍP**

Triacetátové alebo polylaktidové vlákna sa získavajú zo známej suchej hmotnosti zmesi prostredníctvom rozpúšťania dichlórmetánom. Zvyšok sa zhromažďuje, premýva, suší a váži; jeho hmotnosť, ktorá sa v prípade potreby upravuje, sa vyjadrí ako percentuálny podiel zo suchej hmotnosti zmesi. Percentuálny podiel suchého triacetátu sa zisťuje na základe vyjadrenia rozdielu.

▼ B**3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)****3.1 Vybavenie**

kužeľová banka so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.

3.2 Činidlo

Dichlórmetán.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsahnutej v 200 ml kužeľovej banke so sklenou zátkou pridajte 100 ml dichlórmetánu na gram vzorky. Zazátkujte, traste bankou každých 10 minút, aby ste zvlhčili vzorku a nechajte stáť 30 minút pri izbovej teplote a potriasajte banku v pravidelných intervaloch. Dekantujte kvapalinu cez zvažovaný filtračný téglík. Pridajte 60 ml dichlórmetánu do banky obsahujúcej zvyšok, ručne potraďte a prefiltrujte obsah banky cez filtračný téglík. Preneste zvyšné vlákna do téglíka opláchnutím banky malým množstvom dichlórmetánu. Odvodnite téglík saním, aby ste odstránili prebytok kvapaliny, znovu naplňte téglík dichlórmetánom a nechajte stiecť gravitačne.

Napokon aplikujte odsávanie pre eliminovanie prebytku kvapaliny, potom pridajte k zvyšku horúcu vodu, aby ste eliminovali všetko rozpúšťadlo, použite odsávanie, vysušte téglík a zvyšok ochladte a zvažte.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou polyesteru, elastomultiesteru, elastolefinu a melamínu, v prípade ktorých hodnota „d“ je 1,01.

▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov nie je interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou väčší ako ± 1 pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B

METÓDA č. 7

▼ M6**URČITÉ CELULÓZOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA**

(Metóda používajúca 75 % m/m kyselinu sírovú)

▼ B

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. bavlny (5), ľanu (7), pravého konope (8), ramie - čínskej trávy (14), meďnatého vlákna (21), modalu (22), viskózy (25)

s

▼ M6

2. polyesterom (35), polypropylénom (37), elastomultiesterom (46), elastolefinom (47) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

▼ B

2. PRINCÍP

Celulóзовé vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou 75 % m/m kyseliny sírovej. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zväží; jeho hmotnosť sa vyjadrí ako percento suchej hmotnosti zmesi. Proporcía suchého celulóзовého vlákna sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1 Vybavenie

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 500 ml.
- (ii) Termostat alebo iné vybavenie na udržiavanie banky pri 50 ± 5 °C

3.2 Činidlá

- (i) Kyselina sírová 75 ± 2 % m/m

Prípravte opatrným pridaním za stáleho chladenia 700 ml kyseliny sírovej (relatívna hustota pri 20°C: 1,84) do 350 ml destilovanej vody. Po ochladení roztoku na izbovú teplotu rozriedte na 1 liter vodou.

- (ii) Amoniak, zriedený roztok

Rozriedte 80 ml roztoku amoniaku (relatívna hustota pri 20 °C: 0,88) na 1 liter vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke, zazátkovanej, s objemom najmenej 500 ml, pridajte 200 ml 75% kyseliny sírovej na gram vzorky. Zazátkujte, traste bankou dôkladne, aby ste zvlhčili vzorku. Udržiavajte banku pri 50 ± 5 °C počas 1 hodiny, potriasajúc v pravidelných intervaloch približne 10 minút. Prefiltrujte obsah banky cez zväžený filtračný téglík pomocou odsávania. Preneste akékoľvek zvyšné vlákna opláchnutím banky malým množstvom 75 % kyseliny sírovej. Odvodnite téglík saním a opláchnite zvyšok na filtri jedenkrát naplnením téglíka čerstvou dávkou kyseliny sírovej. Nepoužite odsávanie, pokiaľ kyselina nestečie gravitačne.

Opláchnite zvyšok postupne niekoľkokrát chladnou vodou, dvakrát zriedeným roztokom amoniaku a potom dokonale studenou vodou, odvodnite téglík odsávaním po každom pridaní. Nepoužite odsávanie, pokiaľ každá preplachovacia kvapalina nestečie gravitačne. Napokon odvodnite zvyšnú kvapalinu z téglíka odsávaním, vysušte téglík a zvyšok, ochlaďte a zväžte.

▼M6

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou polypropylénového/polyamidového dvojzložkového vlákna, v prípade ktorého hodnota „d“ je 1,01.

▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov nie je interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou väčší ako ± 1 pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B

METÓDA č. 8

**AKRYLÁTY, URČITÉ MODAKRYLÁTY ALEBO URČITÉ
CHLÓROVANÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Metóda používajúca dimetylformamid)**

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. akrylátov (26), určitých modakrylátov (29) alebo určitých chloridových vlákien (27) ⁽¹⁾

s

▼ M6

2. vlnou (1), zvieracou srst'ou (2 a 3), hodvábom (4), bavlnou (5), med'natým vláknom (21), modalom (22), viskózou (25), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (35), polypropylénom (37), elastomul-tiesterom (46), elastoolefinom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

Je rovnako aplikovateľná na akrylové vlákna a určité modakrylové vlákna upravené metalizovanými farbivami, nie však na tie, ktoré sú farbené s dodatočným chrómovaním.

▼ B

2. PRINCÍP

Akrylové, modakrylové alebo chloridové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou dimetylformamidu, nahriateho vo vodnom kúpeli na bod varu. Zvyšok sa zhromaždí, vysuší a zváži; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadrí ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého akrylového, modakrylového alebo chloridového vlákna sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1 Vybavenie

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 500 ml.
- (ii) Vodný kúpeľ pri bode varu.

3.2 Činidlá

Dimetylformamid (bod varu 153 ± 1 °C) neobsahujúci viac ako 0,1 % vody.

Toto činidlo je toxické, a preto sa odporúča použitie digestória.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridajte na gram vzorky 80 ml dimetylformamidu, predhriateho vo vodnom kúpeli na bod varu, vložte zátku, zatraste banku, aby ste zvlhčili vzorku a nahrievajte vo vodnom kúpeli na bod varu počas jednej hodiny. Traste banku a jej obsah jemne rukou päťkrát počas tohto obdobia.

Dekantujte kvapalinu cez zvážený filtračný téglík, ponechávajúc vlákna v banke. Pridajte ďalších 60 ml dimetylformamidu do banky a ohrievajte počas ďalších 30 minút, pričom traste bankou a obsahom jemne rukou dvakrát počas tohto obdobia.

Prefiltrujte obsah banky cez filtračný téglík pomocou odsávania.

⁽¹⁾ Rozpustnosť takýchto modakrylátov alebo chloridových vlákien v činidle by sa mala vyskúšať pred uskutočnením analýzy.

▼B

Preňte akékoľvek zvyškové vlákno do téglíka opláchnutím banky dime-tylformamidom. Odvodnite téglík odsávaním. Premyte zvyšok s približne 1 l horúcej vody pri 70 - 80 °C, pričom zakaždým naplňte téglík. Po každom pridaní vody nakrátko aplikujte odsávanie, ale nie pokým voda nestečie gravitačne. Ak premývacia kvapalina tečie cez téglík príliš pomaly, môže sa aplikovať mierne odsávanie.

Napokon vysušte téglík so zvyškom, vychladte a zvažte ho.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou vlny, bavlny, mednatého vlákna, modalu, polyesteru, elastomultiesteru a melamínu, v prípade ktorých hodnota „d“ je 1,01.

▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov, interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 , pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B*METÓDA č. 9***URČITÉ CHLORIDOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Metóda používajúca zmes 55,5/44,5 sulfidu uhličitého a acetónu)****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. určitých chloridových vlákien (27), menovite určitých polyvinylchloridových vlákien, či už sú následne chlórované alebo nie ⁽¹⁾

s

▼ M6

2. vlnou (1), zvieracou srst'ou (2 a 3), hodváhom (4), bavlnou (5), med'natým vláknom (21), modalom (22), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (35), polypropylénom (37), skleným vláknom (44), elastomultiesterom (46), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

Ak je obsah vlny alebo hodvábu v zmesi viac ako 25 %, použije sa metóda č. 2.

Ak je obsah polyamidu alebo nylonu v zmesi viac ako 25 %, použije sa metóda č. 4.

▼ B**2. PRINCÍP**

Chloridové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi s azeotropickou zmesou sulfidu uhličitého a acetónu. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zväží; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého polyvinylchloridového vlákna sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)**3.1 Vybavenie**

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.
- (ii) Mechanická trepačka

3.2 Činidlá

- (i) Azeotropická zmes sírouhlika a acetónu (55,5 % objemových sírouhlika k 44,5 % acetónu). Keďže toto činidlo je toxické, odporúča sa používať digestorium.
- (ii) Etanol (92 % objemových) alebo metanol.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridajte 100 ml azeotropickej zmesi na gram vzorky. Banku bezpečne utesnite a potriasajte bankou na mechanickej trepačke alebo dôkladne rukou počas 20 minút pri izbovej teplote. Dekantujte kvapalinu nad usadeninou cez zväžený filtračný téglík.

Spracovanie opakujte so 100 ml čerstvého činidla. Pokračujte s týmto cyklom operácií, pokiaľ žiadna usadenina polyméru nebude zanechaná na hodinovom sklíčku, keď sa vyparí kvapka extrakčnej kvapaliny. Preneste zvyšok do filtračného téglíka s použitím väčšieho množstva činidla, aplikujte odsávanie na odstránenie kvapaliny a prepláchnite téglík a zvyšok 20 ml alkoholu a potom trikrát vodou. Nechajte preplachovú kvapalinu stiecť gravitačne pred drenážou pomocou odsávania. Vysušte téglík a zvyšok a ochlaďte a zväzte ich.

⁽¹⁾ Pred uskutočnením analýzy mala by sa skontrolovať rozpustnosť polyvinylchloridových vlákien v činidle.

▼B*Poznámka:*

U určitých zmesí s vysokým obsahom chloridového vlákna môže nastať značné zrazenie vzorky počas postupu sušenia, ako výsledok tohto je rozpúšťanie chloridového vlákna rozpúšťadlom oneskorené. Toto však neovplyvňuje konečné rozpustenie chloridového vlákna v rozpúšťadle.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou melamínu, v prípade ktorého „d“ = 1,01.

▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov, interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 , pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B

METÓDA č. 10

▼ M6

ACETÁT A URČITÉ INÉ VLÁKNA
(Metóda používajúca ľadovú kyselinu octovú)

▼ B

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. acetátu (19)

s

▼ M6

2. určitými chloridovými vláknami (27), a to polyvinylchloridovými vláknami, tiež dodatočne chlórovanými, polypropylénom (37), elastooléfinom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

▼ B

2. PRINCÍP

Acetátové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi ľadovou kyselinou octovou. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zväží; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého acetátu vlákna sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1 Vybavenie

(i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.

(ii) Mechanická trepačka

3.2 Činidlá

Ľadová kyselina octová (viac ako 99 %). S týmto činidlom by sa malo manipulovať opatrne, keďže je vysoko žieravé.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridajte 100 ml ľadovej kyseliny octovej na gram vzorky. Banku bezpečne utesnite a traste na mechanickej trepačke alebo dokonale rukou počas 20 minút pri izbovej teplote. Dekantujte kvapalinu nad usadeninou cez zväžený filtračný téglík. Toto spracovanie opakujte dvakrát, zakaždým s použitím 100 ml čerstvého činidla, čím urobíte celkovo tri extrakcie. Preneste zvyšok na filtračný téglík, odvodnite odsávaním, aby ste odstránili kvapalinu a prepláchnite téglík a zvyšok 50 ml ľadovej kyseliny octovej a potom trikrát vodou. Po každom oplachovaní nechajte kvapalinu stiecť gravitačne pred použitím odsávania. Vysušte téglík a zvyšok a ochlaďte a zväžte.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00.

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov, interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 , pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B*METÓDA č. 11***▼ M6****HODVÁB ALEBO POLYAMID A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Metóda používajúca 75 % m/m kyselinu sírovú)****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je uplatniteľná po odstránení nevláknovej hmoty na binárne zmesi:

1. hodvábu (4) alebo polyamidu, alebo nylonu (30)
 - s
2. vlnou (1), zvieracou srst'ou (2 a 3), polypropylénom (37), elastoo-
lefinom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým
dvojzložkovým vláknom (49).

2. PRINCÍP

Hodvábné alebo polyamidové, alebo nylonové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi so 75 % m/m kyselinou sírovou.

Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zváži. Jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého hodvábu alebo polyamidu, alebo nylonu sa zistí rozdielom.

▼ B**3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)****3.1 Vybavenie**

Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.

3.2 Činidlá

- (i) Kyselina sírová (75 ± 2 % m/m).

Pripravte opatrným pridaním, za chladenia, 700 ml kyseliny sírovej (hustota pri 20 °C: 1,84) do 350 ml destilovanej vody.

Po ochladení na izbovú teplotu zriedte roztok na 1 l vodou.

- (ii) Kyselina sírová, zriedený roztok: pridajte 100 ml kyseliny sírovej (hustota pri 20 °C: 1,84) pomaly do 1900 ml destilovanej vody.

- (iii) Amoniak, zriedený roztok: zriedte 200 ml koncentrovaného amoniaku (hustota pri 20 °C: 0,880) do 1000 ml vodou.

▼ M6**4. SKÚŠOBNÝ POSTUP**

Dodržiavajte postup opísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte takto:

K vzorke obsahnutej v kužeľovej banke so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridajte 100 ml 75 % m/m kyseliny sírovej na gram vzorky a vložte zátku. Dôkladne potraste a nechajte stáť 30 minút pri izbovej teplote. Potraste znovu a nechajte stáť 30 minút. Potraste naposledy a prefiltrujte obsah banky cez zvážený filtračný téglík. Zmyte všetky zvyšné vlákna z banky pomocou 75 % kyseliny sírovej. Premyte zvyšok na téglíku postupne 50 ml zriedenej kyseliny sírovej, 50 ml vody a 50 ml zriedeného roztoku amoniaku. Zakaždým nechajte vlákna, aby zostali v styku s kvapalinou počas približne 10 minút pred použitím odsávania. Napokon prepláchnite vodou, pričom vlákna ponechajte v styku s vodou približne 30 minút. Odsajte kvapalinu, téglík a zvyšok vysušte, ochladte a zvažte.

▼ M6

V prípade binárnych zmesí polypropylénových/polyamidových dvojzložkových vlákien sa po filtrovaní vlákien zväženým filtračným téglikom a pred použitím opísaného postupu prepláchnutia zvyšok vo filtračnom tégliku vždy dvakrát premyje 50 ml 75 % zriedenej kyseliny sírovej.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou vlny, v prípade ktorej „d“ = 0,985, polypropylénového/polyamidového dvojzložkového vlákna, v prípade ktorého „d“ = 1,005, a melamínu, v prípade ktorého „d“ = 1,01.

6. PRESNOSŤ

Pri homogénnych zmesiach textilných materiálov interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 pre hladinu významnosti 95 % s výnimkou binárnych zmesí polyamidu s polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom, v prípade ktorých interval spoľahlivosti výsledkov nie je väčší ako ± 2 .



METÓDA č. 12

JUTA A URČITÉ ŽIVOČÍŠNE VLÁKNA

(Metóda stanovením obsahu dusíka)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. juty (9)
 - s
 2. určitými živočíšnymi vláknami.

Živočíšna vláknová zložka môže pozostávať výlučne zo srsti (2 a 3) alebo vlny (1) alebo nejakej zmesi oboch. Táto metóda nie je aplikovateľná na textilné zmesi obsahujúce nevláknovú látku (farbivá, apretúry, atď.) s dusíkovou bázou.

2. PRINCÍP

Stanoví sa obsah dusíka v zmesi a z tohto a známeho alebo predpokladaného obsahu dusíka oboch komponentov sa vypočíta proporcia každého komponentu.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1 Vybavenie

- (i) Kjeldahlova lúhovacia banka, objem 200 - 300 ml.
- (ii) Kjeldahlov destilačný aparát so vstrekaním pary
- (iii) Titračný aparát umožňujúci presnosť 0,05 ml.

3.2 Činidlá

- (i) Toluén
- (ii) Metanol
- (iii) Kyselina sírová, relatívna hustota pri 20 °C: 1,84 (1)
- (iv) Síran draselný (1)
- (v) Oxid seléničitý (1)
- (vi) Roztok hydroxidu sodného (400 g/liter). Rozpustíte 400 g hydroxidu sodného v 400 - 500 ml vody a nariedíte na 1 liter vodou.
- (vii) Zmiešaný indikátor. Rozpustíte 0,1 g metylčervene v 95 ml etanolu a 5 ml vody a zmiešajte s 0,5 g brómkrezolovej zelene rozpustenej v 475 ml etanolu a 25 ml vody.
- (viii) Roztok kyseliny bórovej. Rozpustíte 20 g kyseliny bórovej v 1 litri vody.
- (ix) Kyselina sírová 0,02 N (štandardný volumetrický roztok).

4. PREDBEŽNÁ ÚPRAVA SKÚŠOBNEJ VZORKY

Nasledovná predbežná úprava nahrádza predbežnú úpravu popísanú vo všeobecných inštrukciách:

Extrahujte suchú, na vzduchu vysušenú vzorku v Soxhletovom aparáte so zmesou jeden objem toluénu a tri objemy metanolu počas 4 hodín pri minimálnej rýchlosti 5 cyklov za hodinu. Ponechajte, aby sa rozpúšťadlo vyparilo zo vzorky na vzduchu a odstráňte posledné stopy v peci pri 105 ± 3 °C. Potom extrahujte vzorku vo vode (50 ml na 1 g vzorky) varením s refluxom počas 30 minút. Odfiltrujte, vráťte vzorku do banky a opakujte extrakciu s identickým objemom vody. Prefiltrujte, odstráňte nadbytok vody zo vzorky stláčaním, odsávaním alebo odstredením a potom nechajte vzorku na vzduchu vysušiť.

(1) Tieto činidlá by mali byť bez dusíka.

▼B*Poznámka:*

Treba mať na mysli toxické účinky toluénu a metanolu a pri ich používaní by sa mali podniknúť predbežné bezpečnostné opatrenia.

5. SKÚŠOBNÝ POSTUP

5.1. Všeobecné inštrukcie

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách, pokiaľ ide selekciu, sušenie a váženie telieska.

5.2. Podrobný postup

Presuňte vzorku do Kjeldahlovej lúhovacej banky. Ku vzorke vážiacej najmenej 1 gram, danej do lúhovacej banky, pridajte v nasledovnom poradí 2,5 g síranu draselného, 0,1 - 0,2 g oxidu selénitého a 10 ml kyseliny sírovej (relatívna hustota 1,84). Banku nahrejte spočiatku jemne, pokým celé vlákna nebudú rozložené, a potom ohrievajte oveľa energetickejšie, pokým sa roztok nevyjasní a nebude takmer bezfarebný. Ohrievajte ho počas ďalších 15 minút. Nechajte banku ochladiť, rozriedte obsah opatrne 10 - 20 ml vody, ochlaďte, preneste obsah kvantitatívne do 200 ml kalibrovanej banky a doplňte objem vodou pre vytvorenie lúhovacieho roztoku.

Dajte približne 20 ml roztoku kyseliny bórovej do 100 ml kužeľovej banky a umiestnite banku pod kondenzátor Kjeldahlovoho destilačného aparátu, tak aby výtoková trubka bola ponorená práve pod povrch roztoku kyseliny bórovej. Premiestnite presne 10 ml lúhovacieho roztoku do destilačnej banky, pridajte nie menej ako 5 ml roztoku hydroxidu sodného do lievika, zľahka zdvihnite zátku a nechajte roztok hydroxidu sodného natekať pomaly do banky. Ak lúhovací roztok a roztok hydroxidu sodného zostanú ako dve separátne vrstvy, zmiešajte ich miernym miešaním. Ohrievajte jemne destilačnú banku a dajte ju do pary z generátora. Zhromaždíte približne 20 ml destilátu, spustíte kužeľovú banku tak, aby špička výtokovej rúrky kondenzátora bola približne 20 mm pod povrchom kvapaliny a destilujte ešte jednu minútu. Opláchnite špičku výtlačnej rúrky vodou a zachyťte opláchnutú kvapalinu do kužeľovej banky. Vyberte kužeľovú banku a nahraďte ju ďalšou kužeľovou bankou, obsahujúcou zhruba 10 ml roztoku kyseliny bórovej a odoberte približne 10 ml destilátu.

Titrujte oba destiláty separátne s 0,02 N kyselinou sírovou, použite zmiešaný indikátor. Zaznamenajte celkový titer pre oba destiláty. Ak titer pre druhý destilát je viac ako 2 ml, opakujte test a začnite destiláciu znovu s použitím čerstvého podielu lúhovacieho roztoku.

Uskutočnite slepé stanovenie, t.j. lúhovanie a destiláciu len s použitím činidiel.

6. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

6.1 Vypočítajte percento obsahu dusíka v suchej vzorke nasledovne:

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

kde

A = percento dusíka v čistej suchej vzorke,

W = celkový objem v ml štandardnej kyseliny sírovej použitej v stanovení,

▼B

b = celkový objem v ml štandardnej kyseliny sírovej použitej v slepom pokuse,

N = normalita štandardnej kyseliny sírovej,

W = suchá hmotnosť (g) vzorky.

6.2. S použitím hodnôt 0,22 % pre obsah dusíka juty a 16,2 % pre obsah dusíka živočíšneho vlákna, pričom obe percentá sú vyjadrené na suchú hmotnosť vlákna, vypočítajte zloženie zmesi nasledovne:

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

kde

PA % = percento živočíšneho vlákna v čistej suchej vzorke.

7. Presnosť

Na homogénnej zmesi textilných materiálov, interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 , pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B*METÓDA č. 13***POLYPROPYLENOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Xylénová metóda)****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

▼ M2

1. propylénových vlákien (36)

s

▼ M5

2. vlnou (1), zvieracou srst'ou (2 a 3), hodvábom (4), bavlnou (5), acetátom (19), med'natým vláknom (21), modalom (22), triacetátom (24), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (35), skleneným vláknom (44), elastomultiesterom (46) a melamínom (48).

▼ B**2. PRINCÍP**

Polypropylénové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi vriacim xylénom. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a zváži; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento polypropylénu sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)**3.1 Vybavenie**

(i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.

(ii) Kondenzátor refluxu (vhodný pre kvapaliny s vysokým bodom varu) vhodný pre kužeľovú banku (i)

3.2 Činidlo

Xylén destilujúci medzi 137 a 142 °C.

Poznámka:

Toto činidlo je vysoko horľavé a má toxické výpary. Pri jeho používaní musia byť podniknuté vhodné bezpečnostné opatrenia.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke (3.1 (i)) pridajte 100 ml xylénu (3.2) na gram vzorky. Pripojte kondenzátor (3.1 (ii)), prived'te obsah do varu a udržiavajte na bode varu počas troch minút. Okamžite dekantujte horúcu kvapalinu cez zvažovaný filtračný téglík (pozri poznámku 1). Toto spracovanie opakujte ešte dvakrát, zakaždým s použitím čerstvej 50 ml dávky rozpúšťačadla.

Premyte zvyšok, ktorý zostane v banke postupne s 30 ml vriaceho xylénu (dvakrát), potom so 75 ml petroléru (I.3.2.1 vo všeobecných inštrukciách) (dvakrát). Po druhom premývaní petrolérom prefiltrujte obsah banky cez téglík, preneste akékoľvek zvyšné vlákna do téglíka s pomocou malého množstva petroléru a nechajte rozpúšťačadlo vypariť sa. Vysušte téglík a zvyšok, ochlaďte a zvažte ich.

Poznámky:

1. Filtračný téglík, cez ktorý má byť dekantovaný xylén, musí byť vopred predhriaty.

▼B

2. Po spracovaní s vriacim xylénom zabezpečte, aby banka obsahujúca zvyšok bola dostatočne ochladená predtým, než sa pridá petroléter.
3. Aby sa redukovalo nebezpečenstvo požiaru a toxicity pre operátora, možno použiť extrakčný aparát s použitím primeraných postupov, dávajúcich identické výsledky ⁽¹⁾.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou melamínu, v prípade ktorého „d“ = 1,01.

▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov, interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 , pre hladinu významnosti 95 %.

⁽¹⁾ Pozri napríklad aparát popísaný v Melland Textilberichte 56 (1975), strany 643-645.

▼ B*METÓDA č. 14***▼ M6****URČITÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Metóda s koncentrovanou kyselinou sírovou)****▼ M5****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. bavlny (5), acetátu (19), med'natého vlákna (21), modalu (22), triacetátu (24), viskózy (25), určitých akrylových vlákien (26), určitých modakrylových vlákien (29), polyamidu alebo nylonu (30), polyesteru (35) a elastomultiesteru (46)

s

▼ M6

2. chloridovými vláknami (27) založenými na homopolyméroch vinylchloridu, tiež dodatočne chlórovanými, polypropylénom (37), elastoolefinom (47), melamínom (48) a polypropylénovým/polyamidovým dvojzložkovým vláknom (49).

Ide o tie modakrylové vlákna, ktoré dávajú číry roztok po ponorení do koncentrovanej kyseliny sírovej (relatívna hustota 1,84 pri 20 °C).

Túto metódu možno použiť namiesto metód č. 8 a 9.

2. PRINCÍP

Zložka iná ako chloridové vlákno, polypropylén, elastoolefin, melamín alebo polypropylénové/polyamidové dvojzložkové vlákno (t. j. vlákna uvedené v odseku 1.1) sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou koncentrovanej kyseliny sírovej (relatívna hustota 1,84 pri 20 °C). Zvyšok pozostávajúci z chloridového vlákna, polypropylénu, elastoolefinu, melamínu alebo polypropylénového/polyamidového dvojzložkového vlákna sa zhromaždí, premyje, vysuší a zváži; jeho hmotnosť, v prípade potreby korigovaná, sa vyjadrí ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento druhých zložiek sa zistí rozdielom.

▼ B**3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)****3.1 Vybavenie**

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.
- (ii) Sklená tyčinka s plochým koncom

3.2 Činidlá

- i) Kyselina sírová koncentrovaná (relatívna hustota 1,84 pri 20 °C.)
- ii) Kyselina sírová, približne 50 % (m/m) vodný roztok.

Pripravte opatrným pridaním za chladenia 400 ml kyseliny sírovej (relatívna hustota 1,84 pri 20 °C) do 500 destilovanej alebo deionizovanej vody. Po ochladení na izbovú teplotu rozried'te roztok na 1 liter vodou.

- iii) Amoniak, zriedený roztok.

Rozried'te 60 ml koncentrovaného roztoku amoniaku (relatívna hustota 0,880 pri 20 °C) na jeden liter destilovanou vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dozriavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke (3.1 (i)) pridajte 100 ml kyseliny sírovej (3.2 (i)) na gram vzorky.

▼ B

Nechajte obsah banky stáť pri izbovej teplote počas 10 minút a v priebehu tohto času príležitostne miešajte skúšobnú vzorku pomocou sklenej tyčinky. Ak sa spracováva tkaná alebo pletená látka, zakliňte ju medzi stenu banky a sklenú tyčinku a vyvíňte ľahký tlak, aby ste separovali materiál rozpustený kyselinou sírovou.

Dekantujte kvapalinu cez zvažný filtračný téglik. Pridajte do banky čerstvú dávku 100 ml kyseliny sírovej (3.2 (i)) a opakujte tú istú operáciu. Preneste obsah banky do filtračného téglika a prenesť tam vláknitý zvyšok pomocou sklenej tyčinky. Ak je potrebné, pridajte trochu koncentrovanej kyseliny sírovej (3.2 (i)) do banky, aby sa odstránili akékoľvek vlákna prilepené na stenu. Odvodnite filtračný téglik odsávaním; odstráňte filtrát vyprázdnením alebo výmenou filtračnej banky, opláchnite zvyšok v tégliku postupne 50%-ným roztokom kyseliny sírovej (3.2(ii)), destilovanou alebo deionizovanou vodou (i) 3.2.3 vo všeobecných inštrukciách), roztokom amoniaku (3.2 (iii)) a napokon dôkladne opláchnite destilovanou alebo deionizovanou vodou., odvodnite téglik odsávaním po každom pridaní. (Nepoužívajte odsávanie počas premývacej operácie, ale len po tom, čo kvapalina stečie gravitačne).

Vysušte téglik a zvyšok ochlaďte a odvážte ich.

▼ M6

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s výnimkou melamínu a polypropylénového/polyamidového dvojzložkového vlákna, v prípade ktorých hodnota „d“ je 1,01.

▼ B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov, interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 , pre hladinu významnosti 95 %.

▼ B*METÓDA č. 15***CHLORIDOVÉ VLÁKNA, URČITÉ MODAKRYLÁTY, URČITÉ ELASTÁNY, ACETÁTY, TRIACETÁTY A URČITÉ INÉ VLÁKNA****(Metóda používajúca cyklohexanón)****▼ M5****1. OBLASŤ APLIKOVANIA**

Táto metóda je aplikovateľná, po odstránení nevláknovej látky, na binárne zmesi:

1. acetátu (19), triacetátu (24), chloridového vlákna (27), určitých modakrylových vlákien (29), určitých elasthanových vlákien (43)

s

2. vlnou (1), zvieracou srst'ou (2 a 3), hodváhom (4), bavlnou (5), meďnatým vláknom (21), modalom (22), viskózou (25), polyamidom alebo nylonom (30) akrylom (26), skleným vláknom (44) a melamínom (48).

Ak sú prítomné modakrylové alebo elasthanové vlákna, musí sa najskôr vykonať predbežný test s cieľom zistiť, či sú vlákna úplne rozpustné v činidle.

Zmesi obsahujúce chloridové vlákna je tiež možné analyzovať pomocou metódy č. 9 alebo 14.

▼ B**2. PRINCÍP**

Acetátové a triacetátové vlákna, chloridové vlákna, určité modakryláty a určité elastány sa rozpúšťajú zo známej suchej hmotnosti s cyklohexanómom pri teplote blízkej bodu varu. Zvyšok sa zhromaždí, prepláčne, vysuší a zväží; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento chloridového vlákna, modakrylátu, elastánu, acetátu a triacetátu sa zistí rozdielom.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)**3.1 Vybavenie**

- i) Vybavenie pre horúcu extrakciu, vhodný pre použitie v skúšobnom postupe v časti 4. (Pozri obrázok: toto je variant aparátu popísaného v Melliland Textilberichte 56 (1975), 643 - 645).
- ii) Filtračný téglík na zachytenie vzorky
- iii) Porózna zarážka (stupeň poróznosti 1)
- iv) Kondenzátor refluxu, ktorý môže byť adaptovaný na destilačnú banku.
- v) Ohrevné zariadenie.

3.2 Činidlá

- i) Cyklohexanón, bod varu 156 °C
- ii) Etylakohol, 50% objemových

POZNÁMKA:

Cyklohexanón je horľavý a toxický. Pri jeho používaní sa musia podniknúť vhodné bezpečnostné opatrenia.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Vlejte do destilačnej banky 100 ml cyklohexanónu na gram materiálu, vložte extrakčný kontajner, v ktorom je filtračný téglík obsahujúci vzorku a poróznu zarážku mierne naklonenú, ktorá bola umiestnená predtým. Vložte kondenzátor refluxu. Uvedte do varu a pokračujte s extrakciu

▼B

počas 60 minút pri minimálnej rýchlosti 12 cyklov za hodinu. Po extrakcii a ochladení, vyberte extrakčný kontajner, vytiahnite filtračný téglik a vyberte poróznu záťažku. Opláchnite obsah filtračného téglika 3 alebo 4 krát 50% etylalkoholom ohriatym na približne 60 °C a následne jedným litrom vody pri 60 °C.

Nepoužívajte odsávanie počas preplachovacích operácií alebo medzi nimi. Nechajte kvapalinu stiecť gravitačne a potom použite odsávanie.

Napokon vysušte téglik so zvyškom, ochlaďte a zvažte.

▼M5

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ je 1,00 s týmito výnimkami:

hodváb a melamín 1,01

akryl 0,98

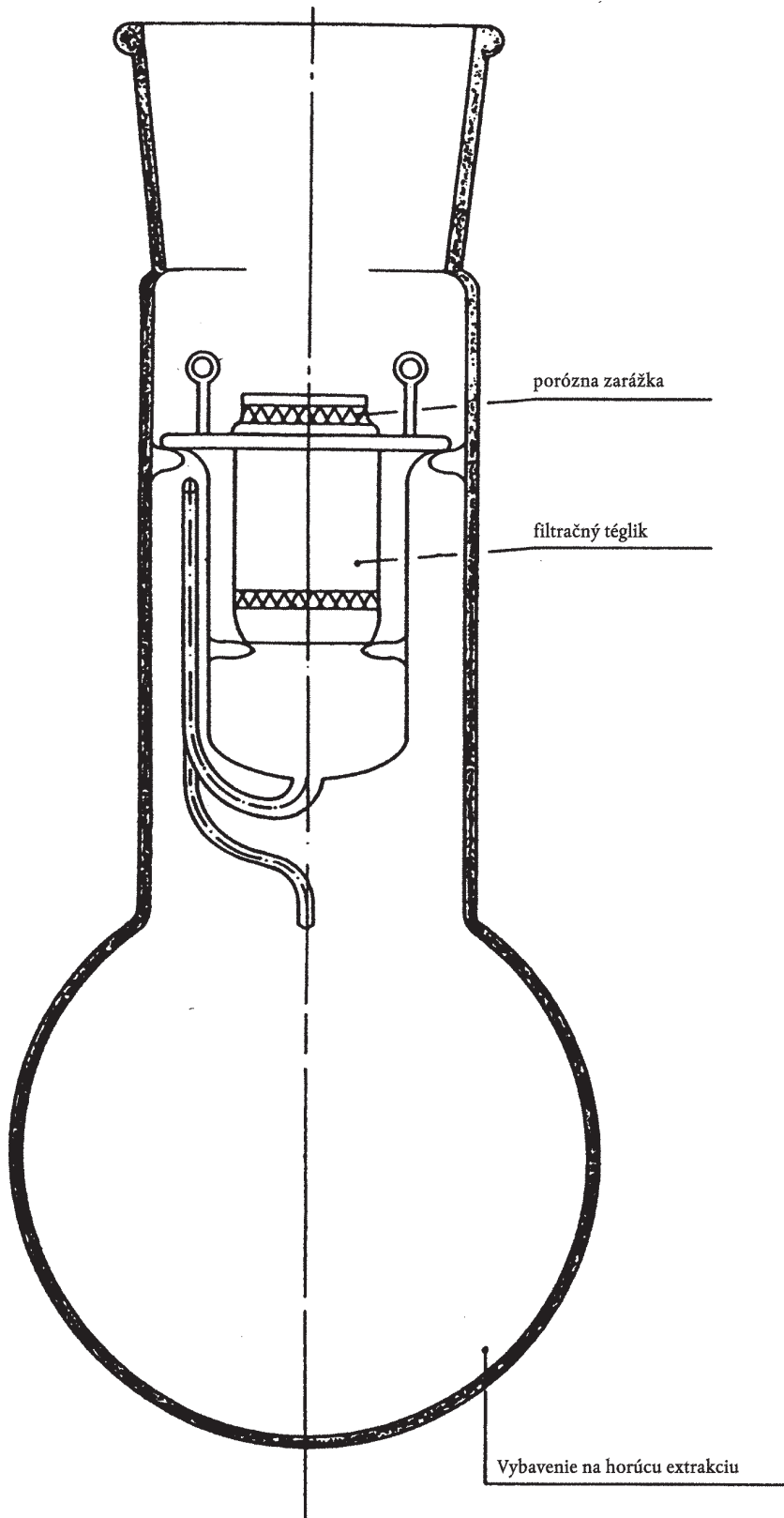
▼B

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov, interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou nie je väčší ako ± 1 , pre hladinu významnosti 95 %.

▼B

Obrázok, na ktorý sa odvoláva bod 3.1 (i) metódy č. 15



▼ **M5**

METÓDA č. 16

▼ **M6**

MELAMÍN A URČITÉ INÉ VLÁKNA
(Metóda s použitím horúcej kyseliny mravčej)

▼ **M5**

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Táto metóda je aplikovateľná po odstránení nevláknovej látky na binárne zmesi:

1. melamínu (48)

s

▼ **M6**

2. bavlnou (5), aramidom (31) a polypropylénom (37).

▼ **M5**

2. PRINCÍP

Melamín sa rozpustí zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou horúcej kyseliny mravčej (90 % hmotnosti).

Zvyšok sa zhromaždí, prepláchne, vysuší a zváži; jeho hmotnosť, v prípade potreby korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento druhých zložiek sa zistí rozdielom.

Poznámka: Prísne dodržiavajte odporúčaný rozsah teplôt, pretože rozpustnosť melamínu v značnej miere závisí od teploty.

3. VYBAVENIE A ČINIDLÁ (iné ako tie, ktoré sú špecifikované vo všeobecných inštrukciách)

3.1. Vybavenie

- i) Kužeľová banka so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.
- ii) Trepací vodný kúpeľ alebo iný prístroj na pretrepávanie a udržanie banky na teplote 90 ± 2 °C.

3.2. Činidlá

- i) Kyselina mravčia (90 % m/m, relatívna hustota pri 20 °C: 1,204 g/ml). Rozriedte 890 ml kyseliny mravčej 98 – 100 % m/m (relatívna hustota pri 20 °C: 1,220 g/ml) na 1 liter vodou.

Horúca kyselina mravčia je vysoko žieravá a musí sa s ňou opatrne zaobchádzať.

- ii) Amoniak, zriedený roztok: rozriedte 80 ml koncentrovaného roztoku amoniaku (relatívna hustota pri 20 °C: 0,880) na 1 liter vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavajte postup popísaný vo všeobecných inštrukciách a postupujte nasledovne:

Ku vzorke obsahnutej v kužeľovej banke so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridajte 100 ml kyseliny mravčej na gram vzorky. Zazátkujte a potraste banku, aby sa zvlhčila vzorka. Ponechajte banku v trepacom vodnom kúpeľi pri teplote 90 ± 2 °C jednu hodinu a dôkladne pretrepávajte. Nechajte banku vychladnúť na izbovú teplotu. Dekantujte kvapalinu cez zvažovaný filtračný téglík. Pridajte 50 ml kyseliny mravčej do banky obsahujúcej zvyšok, ručne pretrepte a prefiltrujte obsah banky cez filtračný téglík. Akékoľvek zvyšné vlákna preneste do téglíka opláchnutím banky malým množstvom činidla – kyseliny mravčej. Odvodnite téglík saním a premyte

▼ M5

zvyšok činidlom – kyselinou mravčou, horúcou vodou, zriedeným roztokom amoniaku a napokon studenou vodou, odvodnite lievik saním po každom pridaní. Nepoužite odsávanie, pokým každá preplachovacia kvapalina nestečie gravitačne. Napokon odvodnite téglík saním, vysušte téglík a zvyšok a ochlaďte, a zväžte ich.

Poznámka: Teplota má veľmi výrazný vplyv na rozpustnosť melamínu a mala by sa dôkladne kontrolovať.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je popísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota „d“ v prípade bavlny a aramidu je 1,02.

6. PRESNOSŤ

Na homogénnej zmesi textilných materiálov nie je interval spoľahlivosti výsledkov získaných touto metódou väčší ako ± 2 pri hladine významnosti 95 %.

▼B

PRÍLOHA III

ČASŤ A

SÚVISIACE SMERNICE

(o ktorých je referované v článku 8)

- Smernica Rady 72/276/EHS (Ú. v. ES č. L 173, 31. 7. 1972, s. 1) a jej následné novely:
 - Smernica Komisie 79/76/EHS (Ú. v. ES č. L 17, 24. 1. 1979, s. 17)
 - Smernica Rady 81/75/EHS (Ú. v. ES č. L 57, 4. 3. 1981, s. 23)
 - Smernica Komisie 87/184/EHS (Ú. v. ES č. L 75, 17. 3. 1987, s. 21)

ČASŤ B

LIMITY PRE TRANSPOZÍCIU

Smernica	Časové limity pre transpozíciu
72/276/EHS	18. január 1974
79/76/EHS	28. jún 1979
81/75/EHS	27. február 1982
87/184//EHS	1. september 1988



PRÍLOHA IV

KORELAČNÁ TABUĽKA

Táto smernica	Smernica 72/276/EHS
Článok 1	Článok 1
Článok 2	Článok 2
Článok 3	Článok 3
Článok 4	Článok 4
Článok 5	Článok 5
Článok 6	Článok 6
Článok 7	Článok 7 (2)
Článok 8	—
Článok 9	Článok 8
Príloha I	Príloha I
Príloha II (1)	Príloha II (1)
Príloha II (2)	Príloha II (2)
Príloha II, metóda č. 1	Príloha II, metóda č. 1
Príloha II, metóda č. 2	Príloha II, metóda č. 2
Príloha II, metóda č. 3	Príloha II, metóda č. 3
Príloha II, metóda č. 4	Príloha II, metóda č. 4
Príloha II, metóda č. 5	Príloha II, metóda č. 5
Príloha II, metóda č. 6	Príloha II, metóda č. 6
Príloha II, metóda č. 7	Príloha II, metóda č. 7
Príloha II, metóda č. 8	Príloha II, metóda č. 8
Príloha II, metóda č. 9	Príloha II, metóda č. 9
Príloha II, metóda č. 10	Príloha II, metóda č. 10
Príloha II, metóda č. 11	Príloha II, metóda č. 11
Príloha II, metóda č. 12	Príloha II, metóda č. 13
Príloha II, metóda č. 13	Príloha II, metóda č. 14
Príloha II, metóda č. 14	Príloha II, metóda č. 15
Príloha II, metóda č. 15	Príloha II, metóda č. 16
Príloha III	—
Príloha IV	—