



EUROPAPARLAMENTETS OCH RÅDETS DIREKTIV 96/73/EG
av den 16 december 1996
om vissa metoder för kvantitativ analys av binära
textilfiberblandningar

EUROPAPARLAMENTET OCH EUROPEISKA UNIONENS RÅD HAR ANTAGIT DETTA DIREKTIV

med beaktande av Fördraget om upprättandet av Europeiska gemenskapen, särskilt artikel 100a i detta,

med beaktande av kommissionens förslag ⁽¹⁾,

med beaktande av Ekonomiska och sociala kommitténs yttrande ⁽²⁾,

i enlighet med det i artikel 189b i fördraget angivna fördraget ⁽³⁾, och

med beaktande av följande:

Rådets direktiv 72/276/EEG av den 17 juli 1972 om tillnärmning av medlemsstaternas lagstiftning om vissa metoder för kvantitativ analys av binära textilfiberblandningar ⁽⁴⁾, har vid ett flertal tillfällen ändrats på väsentliga punkter. Av klarhets- och effektivitetsskäl bör direktivet kodifieras.

Europaparlamentets och rådets direktiv 96/74/EG av den 16 december 1996 om benämningar på textilier ⁽⁵⁾ föreskriver obligatorisk märkning för att ange vilka fibrer som ingår i textilvaror. Att märkningarna överensstämmer med innehållet i varorna kontrolleras genom analyser.

De metoder som används vid officiella provningar i medlemsstaterna för att bestämma fibersammansättningen för textilvaror bör vara enhetliga både vad beträffar förbehandlingen av provet och den kvantitativa analysen.

Direktivet 96/74/EG föreskriver att den provtagning och de analysmetoder som skall användas i medlemsstaterna för att bestämma fibersammansättningen i varor skall anges i särdirektiv. Följaktligen fastställs i bilaga II till detta direktiv femton enhetliga analysmetoder för de flesta på marknaden förekommande textilvaror som består av binära blandningar.

Den tekniska utvecklingen gör det nödvändigt att med täta mellanrum anpassa de tekniska specifikationer som definieras i särdirektiven om metoder för analys av textilier. För att underlätta genomförandet av de åtgärder som krävs för detta bör ett förfarande fastställas som upprättar ett nära samarbete mellan medlemsstaterna och kommissionen, i Kommittén för direktiv om benämningen och märkningen av textilier.

I fråga om binära blandningar för vilka det inte finns någon enhetlig analysmetod på gemenskapsnivå, får det laboratorium som ansvarar för provningen bestämma sammansättningen av sådana blandningar. De får därvid använda någon vedertagen metod och ange resultatet i analys-

⁽¹⁾ EGT nr C 96, 6.4.1994, s. 20.

⁽²⁾ EGT nr C 195, 18.7.1994, s. 10.

⁽³⁾ Europaparlamentets yttrande av den 15 februari 1995 (EGT nr C 56, 6.3.1995, s. 53), rådets gemensamma ståndpunkt av den 26 februari 1996 (EGT nr C 196, 6.7.1996, s. 20) och Europaparlamentets beslut av den 18 juni 1996 (EGT nr C 198, 8.7.1996, s. 25). Rådets beslut av den 7 oktober 1996.

⁽⁴⁾ EGT nr L 173, 31.7.1972, s. 1. Direktivet senast ändrat genom direktiv 87/184/EEG (EGT nr L 75, 17.3.1987, s. 21).

⁽⁵⁾ Se s. 38 i detta nummer av EGT.

▼B

rapporten samt hur tillförlitlig den använda metoden är, i den mån detta är känt.

Bestämmelserna i detta direktiv överensstämmer med det yttrande som avgivits av Kommittén för direktiv om benämningen och märkningen av textilier.

Detta direktiv skall inte påverka medlemsstaternas skyldigheter att överföra direktiven inom de tidsfrister som anges i bilaga III del B.

HÄRIGENOM FÖRESKRIVS FÖLJANDE.

Artikel 1

Detta direktiv gäller metoder för kvantitativ analys av vissa binära textilfiberblandningar, inklusive framtagning av analysprov och provexemplar.

Artikel 2

Analysprov avser ett med hänsyn till analysen lämpligt stort prov, som tas ut från laboratorieprovet, som i sin tur tagits ut från ett varuparti för analys.

Provexemplar avser den del av analysprovet som behövs för ett enskilt provningsresultat.

Artikel 3

Medlemsstaterna skall vidta alla nödvändiga åtgärder för att i enlighet med direktivet 96/74/EG säkerställa att bestämmelserna i bilaga I och II om metoder för den kvantitativa analysen av vissa binära blandningar, inklusive framtagningen av analysprov och provexemplar, tillämpas vid alla officiella provningar för att bestämma sammansättningen av de textilvaror som släpps ut på marknaden.

Artikel 4

Det laboratorium som ansvarar för provningen av binära blandningar för vilka det inte finns någon enhetlig analysmetod på gemenskapsnivå skall bestämma sammansättningen av sådana blandningar genom att använda en vedertagen metod och ange resultatet i analysrapporten och hur tillförlitlig den använda metoden är, i den mån detta är känt.

▼M4*Artikel 5*

Kommissionen ska anpassa de metoder för kvantitativ analys som anges i bilaga II till den tekniska utvecklingen. Dessa åtgärder som avser att ändra icke väsentliga delar i detta direktiv, ska antas i enlighet med det föreskrivande förfarande med kontroll som avses i artikel 6.2.

Artikel 6

1. Kommissionen ska biträdas av en kommitté för direktiv om benämning och märkning av textilier.
2. När det hänvisas till denna punkt ska artikel 5a.1–5a.4 och artikel 7 i beslut 1999/468/EG tillämpas, med beaktande av bestämmelserna i artikel 8 i det beslutet.

▼B

Artikel 7

Medlemsstaterna skall till kommissionen överlämna texterna till centrala bestämmelser i nationell lagstiftning som de antar inom det område som omfattas av detta direktiv.

Artikel 8

Direktiven som nämns i bilaga III del A upphävs utan att detta påverkar medlemsstaternas skyldigheter vad gäller de tidsfrister för överförande som anges i bilaga III del B.

Hänvisningar till de upphävda direktiven skall uppfattas som hänvisningar till detta direktiv och läsas enligt jämförelsetabellen i bilaga IV.

Artikel 9

Detta direktiv riktar sig till medlemsstaterna.

Detta direktiv träder i kraft den tjugonde dagen efter det att det har offentliggjorts i *Europeiska gemenskapernas officiella tidning*.



BILAGA I

FRAMTAGNING AV ANALYSPROV OCH PROVEXEMPLAR FÖR BESTÄMMNING AV FIBERSAMMANSÄTTNINGEN I TEXTILVAROR

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna bilaga anger förfaranden för framtagandet av analysprov av lämplig storlek för förbehandling avseende kvantitativ analys (t.ex. av den mängd om högst 100 g) från laboratorieprov samt för urval av provexemplar från de analysprov som har förbehandlats för att avlägsna fiberfrämmande ämnen ⁽¹⁾.

2. DEFINITIONER

- 2.1 *parti*: den materialmängd som skall bedömas på grundval av en serie provningsresultat. Det kan till exempel omfatta allt material i en tygleverans: allt tyg som är vävt vid en särskild bom; en garnleverans, en bal eller en grupp balar av råfiber.
- 2.2 *laboratorieprov*: del av parti som kan antas vara representativt för hela partiet och som finns tillgängligt i laboratoriet. Det skall ha en storlek och beskaffenhet som är tillräcklig för att utjämna variationer i partiet och för att underlätta hanteringen i laboratoriet ⁽²⁾.
- 2.3 *analysprov*: den del av laboratorieprovet som är föremål för förbehandling för att avlägsna fiberfrämmande ämnen och från vilket provexemplar tas. De skall ha en storlek och beskaffenhet som är tillräcklig för att utjämna variationer i laboratorieprovet ⁽³⁾.
- 2.4 *provexemplar*: den del av materialet som behövs för ett enskilt provningsresultat och som valts ut från analysprovet.

3. PRINCIP

Analysprov skall tas på sådant sätt att det är representativt för laboratorieprovet.

Provexemplar skall tas från analysprovet på sådant sätt att vart och ett är representativt för analysprovet.

4. PROVTAGNING AV LÖSA FIBRER

- 4.1 Oorienterat fibermaterial — Analysprovet erhålls genom att man slumpvis tar knippen från laboratorieprovet. Blanda noga hela analysprovet med hjälp av en laboratoriekarda ⁽⁴⁾. Låt floret eller blandningen, även lösa fibrer och de fibrer som fastnat på utrustningen som använts vid blandningen, genomgå en förbehandling. Välj sedan ut provexemplar i proportion till respektive massa från floret eller fiberblandningen, från de lösa fibrerna och från fibrerna som fastnat på utrustningen.

Om kardfloret inte förändrats under förbehandlingen väljs provexemplaren ut på det sätt som beskrivs i punkt 4.2. Om kardfloret har förändrats under förbehandlingen väljs provexemplaren ut genom att slumpvis avlägsna minst 16 små knippen av lämplig och ungefär samma storlek och massa som sedan kombineras.

- 4.2 Orienterat fibermaterial (kardflor, fiberband, förgarn) — Ur slumpvis valda delar av laboratorieprovet tas minst tio tvärsnitt, vardera ca 1 g. Låt detta analysprov genomgå förbehandling. Sätt ihop tvärsnitten igen genom att placera dem sida vid sida. Ett provexemplar erhålls genom att ett tvärsnitt tas ut av de tio samlade längderna.

5. PROVTAGNING AV GARN

- 5.1 Garn i förpackning eller härvor — Tag prov från samtliga förpackningar i laboratorieprovet.

Tag ut lämpliga, lika långa, löpande längder från varje förpackning antingen genom upphaspling ⁽⁵⁾ av härvor med samma antal trådar eller på annat sätt. Föreina längderna antingen till en härva eller en fibersträng så att ett analysprov erhålls varvid tillses att längderna från varje förpackning i härvan eller fibersträngen är lika långa.

⁽¹⁾ I vissa fall är det nödvändigt att förbehandla det enskilda provexemplaret.

⁽²⁾ För färdigtillverkade och bearbetade varor, se punkt 7.

⁽³⁾ Se punkt 1.

⁽⁴⁾ Laboratoriekardan kan ersättas med en fiberblandare, eller också kan fibrerna blandas enligt delnings- och kasseringsmetoden.

⁽⁵⁾ Om förpackningarna kan monteras i en lämplig ram kan flera avhasplas samtidigt.

▼B

Förbehandla analysprovet.

Från analysprovet tas provexemplar genom att en bunt trådar med samma längd skärs ut från härvan eller fibersträngen varvid man ser till att buntens innehåller samtliga trådar i provet.

Om garnets "tex" är t och antalet förpackningar som tagits ur laboratorieprovet är n , blir längden på garnet från varje förpackning $\frac{10^6}{nt}$ cm för att erhålla ett analysprov om 10 g.

Om nt är stort, det vill säga över 2 000, kan en tyngre härva göras, vilken skärs av på två ställen så att en fibersträng med lämplig massa bildas. Ändarna på en fibersträng bör knytas ordentligt före förbehandlingen och provexemplar bör tas på visst avstånd från ändarna.

- 5.2 Garn i varp — Tag analysprov genom att från slutet på varpen klippa av en minst 20 cm lång längd, innehållande samtliga trådar i varpen utom stadkantstrådarna. Bind ihop trådbuntens i ena ändan. Om provet är för stort för förbehandling, delas det i två eller flera delar. Varje del knyts ihop före förbehandlingen och förbehandlas var för sig. Delarna läggs sedan ihop igen. Från analysprovet tas ett provexemplar ut genom att en lämplig längd innehållande alla trådarna skärs ut från den ände som inte är hopbunden. För varp med N trådar med längdvidken t "tex" blir längden på ett provexemplar med massan 1 g: $\frac{10^5}{Nt}$ cm.

6. PROVTAGNING AV TYGER

- 6.1 Ur ett laboratorieprov bestående av ett enda stycke av tyget:

— Klipp en diagonal remsa från hörn till hörn. Avlägsna stadkanterna. Denna remsa skall utgöra analysprov. För ett analysprov med massan x g krävs en remsa med ytan $\frac{x \cdot 10^4}{G}$ cm² där G är remsans vikt i g/m².

Förbehandla remsan och skär den sedan i hela sin längd i fyra lika stora bitar, vilka läggs ovanpå varandra. Provexemplar skall tas genom att man skär genom alla lagren, så att varje provexemplar innehåller ett lika långt stycke från varje lager.

Om tyget har ett invävt mönster skall analysprovet vara brett nog, mätt parallellt med varpen, för att innehålla minst en mönsterrapport. Om detta villkor uppfylls och remsan då är för stor för att behandlas i ett stycke klippas hela remsan i lika stora bitar som förbehandlas separat och sedan läggs ovanpå varandra innan provexemplaret tas ut varvid tillses att identiska mönsterinslag inte sammanfaller.

- 6.2 Ur laboratorieprov bestående av flera stycken: Behandla varje stycke enligt 6.1 och ange resultaten för varje stycke separat.

7. PROVTAGNING AV FÄRDIGTILLVERKADE OCH BEARBETADE VAROR

Laboratorieprovet består vanligtvis av en komplett färdigtillverkad eller bearbetad vara eller en representativ del av en sådan.

I fall då alla delarna av varan inte har samma sammansättning bestäms de olika delarnas procentandel för att kontrollera överensstämmelse med artikel 9 i Europaparlamentets och rådets direktiv 96/74/EG av den 16 december 1996 om benämningar på textilier.

Tag ut ett analysprov som är representativt för den del av den färdigtillverkade eller bearbetade varan vars sammansättning måste framgå av märkningen. Om varan har flera märkningar tas de analysprov ut som är representativa för varje del med en viss märkning.

Om den vara vars sammansättning skall bestämmas inte är enhetlig kan det bli nödvändigt att ta analysprov från varje del av varan och att bestämma de relativa proportionerna för de olika delarna i relation till hela varan.

Procentandelarna beräknas sedan varvid hänsyn tas till de relativa proportionerna av de provade delarna.

Förbehandla analysproven.

Tag sedan ut provexemplar som är representativa för de förbehandlade analysproven.



BILAGA II

METODER FÖR KVANTITATIV ANALYS AV VISSA BINÄRA TEXTILFIBERBLANDNINGAR

1. ALLMÄNT

Inledning

Metoderna för kvantitativ analys av fiberblandningar baseras på två grundprocesser: manuell och kemisk separation av fibrer.

När så är möjligt bör den manuella separationsmetoden användas, eftersom den i allmänhet ger exaktare resultat än den kemiska metoden. Den manuella metoden kan användas för alla textilier där de ingående fibrerna inte bildar en intim blandning, t.ex. för garner med flera ingående komponenter som vardera består av endast en fibertyp, eller för tyger där fibern i varpen och väften inte är densamma, eller för trikåväv som kan repas upp och som tillverkats av olika typer av garn.

Metoderna för kemisk kvantitativ analys av textilfiberblandningar är i allmänhet baserade på selektiv upplösning av de enskilda komponenterna. När en komponent lösts ut, vägs återstoden och mängden upplöst material beräknas sedan på förlusten av massa. Allmänna anvisningar för analysmetoderna, oavsett fibersammansättning, ges i bilagans första del. Denna del bör därför användas tillsammans med den för varje särskild fiberblandning detaljerade beskrivningen av metoderna i bilagan. När analysmetoder som inte är baserade på selektiv upplösning används, ges en fullständig beskrivning i aktuellt avsnitt.

Fiberblandningar som används under tillverkningsprocessen och, i mindre utsträckning färdiga textilvaror, kan innehålla fiberfrämmande ämnen, t.ex. fetter, vaxer eller appreturer eller vattenlösliga ämnen, som antingen är naturligt förekommande eller har tillsatts för att underlätta tillverkningen. Fiberfrämmande ämnen måste avlägsnas före analysen. Av denna anledning finns också en metod medtagen för avlägsnandet av oljor, fetter, vaxer och vattenlösliga ämnen.

Textilier kan dessutom innehålla hartser eller andra ämnen för att ge den vissa speciella egenskaper. Sådana ämnen, inklusive i vissa fall färgämnen, kan hindra reagensens inverkan på den komponent som skall lösas ut och/eller kan helt eller delvis försvinna med reagenserna. Dessa tillsatta ämnen kan också förorsaka fel och bör därför avlägsnas innan provet analyseras. Om det är omöjligt att avlägsna dessa ämnen är metoderna för kvantitativ kemisk analys enligt denna bilaga inte längre tillämpliga.

Färgämnen i färgade tyger anses vara i tyget ingående beståndsdelar och avlägsnas inte.

Analyserna utförs på basis av torr massa och ett sätt att bestämma torrvikten beskrivs.

Resultatet erhålls genom att på torrmassan tillämpa de godtagna toleranser som anges i bilaga II till Europaparlamentets och rådets direktiv 96/74/EG av den 16 december 1996 om benämningar på textilier.

Innan en analys påbörjas måste alla i blandningen ingående fiberslag identifieras. Med vissa metoder kan den olösliga komponenten i en blandning delvis ha upplösts i reagensen som använts för att lösa upp den lösliga komponenten. När så är möjligt har sådana reagenser valts som har liten eller ingen effekt på olösliga fibrer. Om det är känt att massaförlust inträffar under analysen bör resultatet korrigeras. Korrektionsfaktorer för detta ändamål finns angivna. Dessa faktorer har bestämts genom försök vid flera laboratorier med den för metoden kända reagensen. Dessa korrektionsfaktorer är endast tillämpliga på opåverkade fibrer, varför andra korrektionsfaktorer kan behövas om fiber materialet har påverkats före eller under behandlingen. De angivna metoderna gäller för enstaka bestämningar. Minst två bestämningar bör göras på separata provexemplar, både vid manuell och kemisk separation. Som bekräftelse, såvida det inte är tekniskt omöjligt, rekommenderas användning av alternativa metoder, varigenom den komponent som skulle bli återstoden enligt standardmetoden löses ut först.

I. ALLMÄNT OM METODERNA FÖR KVANTITATIV KEMISK ANALYS AV TEXTILFIBERBLANDNINGAR

Anvisningar som är gemensamma för metoderna för kvantitativ kemisk analys av fiberblandningar.

▼ B**I.1 Tillämpningsområde**

Tillämpningsområdet för varje metod anger på vilka fibrer metoden är tillämpbar.

I.2 Princip

Efter identifiering av komponenterna i en blandning avlägsnas det fiberfrämmande materialet med hjälp av lämplig förbehandling och därefter en av komponenterna, vanligen genom selektiv upplösning ⁽¹⁾. Sedan vägs den olösta återstoden och andelen löslig komponent beräknas på vikt förlusten. Utom när detta möter tekniska svårigheter är det att föredra att först avlägsna det fiberslag som överväger. Det fiberslag som ingår i mindre del bildar återstod.

I.3 Material och utrustning**I.3.1 Utrustning**

I.3.1.1 Filterdeglar och väggglas som är stora nog att hålla sådana deglar eller annan utrustning som ger motsvarande resultat.

I.3.1.2 Filterkolv.

I.3.1.3 Exsickator med fuktindikerande blågel.

I.3.1.4 Ventilerad ugn för torkning av provkroppar vid 105 °C ± 3 °C.

I.3.1.5 Analysvåg med största fel ± 0,0002 g.

I.3.1.6 Soxhlet extraktionsutrustning eller annan utrustning som ger motsvarande resultat.

I.3.2 Reagenser

I.3.2.1 Petroleumeter, redestillerad, kokintervall 40 °C till 60 °C.

I.3.2.2 Övriga reagenser anges i avsnittet för aktuell metod. Samtliga reagenser skall vara kemiskt rena.

I.3.2.3 Destillerat eller dejoniserat vatten.

I.3.2.4. Aceton.

I.3.2.5. Ortofosforsyra.

I.3.2.6. Urea.

I.3.2.7. Natriumbikarbonat.

▼ M3**▼ B****I.4 Konditionerings- och provingsatmosfär**

Eftersom det är torrvikter som bestäms är det onödigt att konditionera provmaterialet eller att utföra analyser i konditionerad atmosfär.

I.5 Analysprov

Ta ut ett analysprov som är representativt för laboratorieprovet och tillräckligt stort för att räkna till erforderligt antal provexemplar, vardera om minst 1 g.

▼ M3**I.6 Förbehandling av analysprovet ⁽²⁾**

När det ingår ett ämne som inte skall medtas vid procentberäkningar (se artikel 12.3 i Europaparlamentets och rådets direktiv 96/74/EG av den 16 december 1996 om benämningar på textilier) bör detta avlägsnas före behandlingen med lämplig metod som inte påverkar några av de övriga fiberna.

I detta syfte avlägsnas fiberfrämmande ämnen som kan extraheras med petroleumeter och vatten genom att behandla det lufttorra provet en timme i en apparat för Soxhlet-extraktion med petroleumeter med en minsta hastighet av sex cykler per timme. Låt petroleumetern avdunsta från provmaterialet. Detta extraheras sedan genom direktbehandling som innebär att provkroppen först blötläggs i vatten i rumstemperatur i en

⁽¹⁾ Metod nr 12 är ett undantag. Den grundar sig på bestämning av förekomsten av ett ingående ämne i en av de två komponenterna.

⁽²⁾ Se bilaga I punkt 1.

▼ **M3**

timme och sedan blötläggs i vatten i 65 ± 5 °C i ytterligare en timme, medan man rör om då och då. Badförhållandet vätska:provexemplaret skall vara 100:1. Avlägsna överflödigt vatten från provexemplaret genom utkrämning, avsugning eller centrifugering och låt det lufttorka.

När det gäller elastolefin eller fiberblandningar som innehåller elastolefin och andra fibrer (ull, djurhår, silke, bomull, lin, äkta hampa, jute, manillahampa, alfa, kokos, ginst, rami, sisal, kupro, modal, protein, viskos, akryl, polyamid eller nylon, polyester och elastomultiester) måste det ovan nämnda förfarandet anpassas något, nämligen genom att petroleumeter ersätts med aceton.

När det gäller fiberblandningar som innehåller elastolefin och acetat skall följande förfarande användas som förbehandling. Extrahera provkroppen i tio minuter i 80 °C med en lösning som innehåller 25 g/l av 50-procentig ortofosforsyra och 50 g/l av urea. Badförhållandet vätska:provexemplaret skall vara 100:1. Skölj provkroppen i vatten, låt rinna av, skölj i en 0,1-procentig natriumbikarbonatlösning och skölj sedan omsorgsfullt i vatten.

Om fiberfrämmande ämnen inte kan extraheras med petroleumeter och vatten bör de avlägsnas genom att den ovan beskrivna vattenmetoden ersätts med annan lämplig metod som inte väsentligt förändrar någon av fiberkomponenterna. Vad gäller vissa oblekta vegetabiliska fibrer (t.ex. jute och kokos) bör det noteras att normal förbehandling med petroleumeter och vatten inte avlägsnar alla naturligt förekommande fiberfrämmande ämnen. Trots detta görs ingen ytterligare förbehandling, såvida provet inte innehåller appretur som är olöslig i både petroleumeter och vatten.

Analysrapporterna skall innehålla fullständiga upplysningar om de förbehandlingsmetoder som använts.

▼ **B****I.7 Provningsförfarande****I.7.1 Allmänna anvisningar****I.7.1.1 Torkning**

Torka i minst 4 timmar, dock högst 16 timmar, vid $105 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ i en ventilerad ugn med ugnsluckan stängd hela tiden. Om torkperioden är kortare än 14 timmar måste provexemplaret vägas för att kontrollera att massan har blivit konstant. Massan kan anses konstant om variationen är under 0,05 % efter ytterligare 60 minuters torkning.

Undvik att med bara händer hantera deglar och vägglas, provexemplar eller återstoder vid torkning, kylning och vägning.

Torka provexemplaren i ett vägglas med locket liggande bredvid i ugnen. Vid torktidens slut tillsluts vägglaset innan det tas ut ur ugnen och placeras snabbt i exsickatorn.

Torka filterdegeln i ett vägglas med locket liggande bredvid i ugnen. Vid torktidens slut tillsluts vägglaset innan det tas ut ur ugnen och placeras snabbt i exsickatorn.

När annan utrustning än filterdeglar används bör torkningen i ugnen ske på sådant sätt att fibrernas torrmasa kan bestämmas utan viktförlust.

I.7.1.2 Kylning

Kyl tills fullständig avkylning av vägglaset har uppnåtts, dock minst 2 timmar och med exsickatorn placerad bredvid vägen.

I.7.1.3 Vägning

Efter kylning vägs vägglaset inom 2 minuter från det att det avlägsnats ur exsickatorn. Väg med en noggrannhet av 0,0002 g.

I.7.2 Tillvägagångssätt

Ta från det förbehandlade analysprovet ut ett provexemplar om ungefär 1 g. Skär garn eller tyg i ca 10 mm längder och skilj dem åt så mycket det går. Torka provexemplaret i ett vägglas, låt det svalna i exsickatorn samt väg det. Flytta över provexemplaret i aktuellt kärl enligt tillämpligt avsnitt av relevant gemenskapsmetod och väg därefter åter vägglaset omgående. Provexemplarets torrsvikt erhålls som mellanskillnad. Slutför analysen enligt tillämpligt avsnitt av relevant metod. Undersök återstoden

▼B

i mikroskop, eller på annat lämpligt sätt, för att kontrollera att det fiberlag som skulle avlägsnas verkligen har lösts ut.

I.8 Beräkning och redovisning av resultat

Den olösta komponentens massa uttrycks i procent av den totala blandningens massa. Procent löslig komponent erhålls som mellanskillnaden. Resultatet beräknas på ren, torr massa som justerats med hänsyn till a) relevanta återvinningsfaktorer och b) nödvändiga korrektionsfaktorer för att den massaförlust som uppstår under förbehandlingen och analysen skall beaktas. Beräkningarna bör utföras med användande av formeln i punkt I.8.2.

I.8.1 Beräkning av den procentuella andelen olöslig komponent på basis av ren torr massa utan att beakta förlust av fibermassa under förbehandlingen.

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

där

P_1 är den procentuella andelen ren, torr olöslig komponent,

m är provexemplarets torrsvikt efter förbehandling,

r är återstodens torrsvikt,

d är korrektionsfaktorn för viktförlust hos den olösliga komponenten i reagensen under analysen.

Lämpliga värden på d ges i aktuella avsnitt under varje metod.

Dessa värden för d är naturligtvis de normalvärden som gäller för kemiskt opåverkade fibrer.

I.8.2 Beräkning av den procentuella andelen olöslig komponent baserad på ren, torr massa justerad med hänsyn till godtagna toleranser och i tillämpliga fall korrektionsfaktorer för massaförlust under förbehandlingen.

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

där

P_{1A} är den procentuella andelen olöslig komponent justerad med hänsyn till godtagna toleranser och massaförlust under förbehandlingen,

P_1 är den procentuella andelen ren, torr, olöslig komponent som beräknats enligt formeln i punkt I.8.1,

a_1 är den godtagna toleransen för den olösliga komponenten (se bilaga II till direktivet om benämningar på textilier),

a_2 är den godtagna toleransen för den utlösta komponenten (se bilaga II till direktivet om benämningar på textilier),

b_1 är den procentuella förlusten av den olösliga komponenten som erhålls genom förbehandling,

b_2 är den procentuella förlusten av den utlösta komponenten som erhålls genom förbehandling.

Den procentuella andelen av den andra komponenten ($P_{2A} \%$) är lika med $100 - P_{1A} \%$.

Där en speciell förbehandling har använts, skall värdena för b_1 och b_2 om möjligt bestämmas genom att var och en av de enskilda fiberslagen förbehandlas enligt tillämplig analysmetod. Rena fibrer är fibrer som är fria från fiberfrämmande ämnen, förutom ämnen som de normalt innehåller (antingen naturligt förekommande eller genom tillverkningsprocessen), i det tillstånd (oblekta, blekta) de befinner sig i hos det material som skall analyseras.

▼B

Om det inte finns några rena separata fiberbeståndsdelar, som använts vid tillverkningen av det material som skall analyseras, skall man använda sig av de genomsnittsvärden för b_1 och b_2 som erhållits vid de provningar som utförts på sådana rena fibrer som liknar dem som finns i den blandning som skall undersökas.

Om den normala förbehandlingen genomförs genom extraktion med petroleumeter och vatten kan man i allmänhet bortse från korrektionsfaktorn b_1 och b_2 utom i fråga om oblekt bomull, oblekt lin och oblekt hampa, där förlusten på grund av förbehandlingen är konventionellt fastslagen till 4% och i fråga om polypropylen till 1%.

Vad beträffar andra fibrer har man konventionellt fastslagit att man kan bortse från förluster på grund av förbehandlingen vid beräkningen.

II. METOD FÖR KVANTITATIV ANALYS GENOM MANUELL SEPARATION

II.1 Tillämpningsområde

Denna metod är tillämplig på alla typer av textilfibrer förutsatt att de inte bildar en intim blandning och att det är möjligt att skilja dem åt för hand.

II.2 Princip

Efter identifiering av komponenterna i textilvaran avlägsnas det fiberfrämmande materialet genom lämplig förbehandling och sedan separeras fibrerna för hand, torkas och vägs varpå varje fibers andel i blandningen beräknas.

II.3 Utrustning

- II.3.1 Vägglas eller annan utrustning som ger motsvarande resultat.
- II.3.2 Exsickator med fuktindikerande blågel.
- II.3.3 Ventilerad ugn för torkning av provexemplar i $105 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$.
- II.3.4 Analysvåg med största fel 0,0002 g.
- II.3.5 Soxhlet extraktionsutrustning eller annan utrustning som ger motsvarande resultat.
- II.3.6 Nål.
- II.3.7 Torsionsprovare eller liknande utrustning.

II.4 Reagenser

- II.4.1 Petroleumeter, redestillerad, kokintervall 40 °C till 60 °C .
- II.4.2 Destillerat eller dejoniserat vatten.

II.5 Konditionerings- och provningsatmosfär

Se punkt I.4.

II.6 Analysprov

Se punkt I.5.

II.7 Förbehandling av analysprov

Se punkt I.6.

II.8 Tillvägagångssätt

II.8.1 *Analys av garn*

Ta ut ett provexemplar som väger minst 1 g från ett förbehandlat analysprov. Om garnet är mycket fint kan analysen göras på en längd som är minst 30 m lång oavsett massa.

Klipp garnet i lämpligt stora bitar och skilj fibertyperna åt med en nål och om så krävs med en torsionsprovare. De fibertyper som erhålls på detta sätt placeras i förvägda vägglas och torkas vid $105 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$ tills man får en konstant massa enligt beskrivningen i punkt I.7.1 och I.7.2.

II.8.2 *Analys av tyg*

Ta ut ett provexemplar som väger minst 1 g från ett förbehandlat analysprov. Inga stadkanter får ingå och kanterna skall vara noggrant putsade för att undvika fransning. Fibrerna skall löpa parallellt med väft- eller

▼B

varptrådarna eller, i trikåväv parallellt med längs- eller tvärgående maskrader. Skilj de olika fibertyperna åt, samla ihop dem i förvägda väggglas och förfar i enlighet med punkt II.8.1.

II.9 Beräkning och redovisning av resultat

Varje fiberkomponents massa uttrycks i procent av blandningens totala massa. Resultatet beräknas på ren, torr massa som justerats med hänsyn till a) godtagna toleranser och b) erforderliga korrektionsfaktorer för den massaförlust som uppstår under förbehandlingen.

- II.9.1 Beräkning av den procentuella andelen olöslig komponent på basis av ren torr massa utan att beakta förlust av fibermassa under förbehandlingen.

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

där

P_1 är den procentuella andelen ren, torr, olöslig komponent,

m_1 är den första komponentens torrsvikt,

m_2 är den andra komponentens torrsvikt.

- II.9.2 För beräkning av den procentuella andelen av varje komponent som justerats med hänsyn till godtagna toleranser och i tillämpliga fall korrektionsfaktorer för massaförlust under förbehandlingen, se punkt I.8.2.

III.1 Metodernas precision

Precisionen som anges i de olika metoderna avser reproducerbarheten.

Reproducerbarheten syftar på tillförlitligheten, dvs. den inbördes överensstämmelsen mellan experimentellt framtagna värden, erhållna vid olika laboratorier eller vid olika tillfällen, vid användning av samma analysmetod på provexemplar från en identiskt överensstämmande blandning.

Reproducerbarheten anges av konfidensintervallet för resultaten vid 95 % konfidensnivå.

Detta innebär, förutsatt att metoden tillämpats på en identiskt överensstämmande blandning, att skillnaden mellan två resultat i en serie analyser, gjorda vid olika laboratorier, kommer att överskridas endast i 5 fall av 100.

III.2 Provningsrapport

- III.2.1 Ange att analysen har utförts i enlighet med denna metod.
- III.2.2 Redovisa alla detaljer som rör någon speciell förbehandlingen (se punkt I.6).
- III.2.3 Redovisa de enskilda resultaten och det aritmetiska medelvärdet, samtliga med noggrannheten 0,1.

▼ M5

2. SAMMANFATTANDE TABELL

Metod	Tillämpning		Reagens
	Löslig komponent	Olöslig komponent	
1.	Acetat	Vissa andra fibrer	Aceton
2.	Vissa proteinfibrer	Vissa andra fibrer	Hypoklorit
3.	Viskos, kupro eller vissa typer av modal	Bomull, elastolefin eller melamin	Myrsyra och zinkklorid
4.	Polyamid eller nylon	Vissa andra fibrer	Myrsyra, 80 % m/m
5.	Acetat	Triacetat, elastolefin eller melamin	Bensylalkohol
6.	Triacetat eller polylaktid	Vissa andra fibrer	Diklormetan
7.	Vissa cellulosafibrer	Polyester, elastomultiester eller elastolefin	Svavelsyra, 75 % m/m
8.	Akrylfibrer, vissa modakrylfibrer eller vissa klorfibrer	Vissa andra fibrer	Dimetylformamid
9.	Vissa klorfibrer	Vissa andra fibrer	Karbondisulfidacetone, 55,5/44,5 v/v
10.	Acetat	Vissa klorfibrer, elastolefin eller melamin	Isättika
11.	Silke	Ull, hår, elastolefin eller melamin	Svavelsyra, 75 % m/m
12.	Jute	Vissa djurfibrer	Kväveinnehållsmetoden
13.	Polypropylenfibrer	Vissa andra fibrer	Xylen
14.	Vissa andra fibrer	Klorfibrer (homopolymerer av vinylklorid), elastolefin eller melamin	Metod med koncentrerad svavelsyra
15.	Klorfibrer, vissa modakrylfibrer, vissa elasthanfibrer, acetatfibrer, triacetatfibrer	Vissa andra fibrer	Cyklohexanon
16.	Melamin	Bomull eller aramid	Het myrsyra, 90 % m/m

▼B*METOD nr 1***ACETAT OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Acetonmetoden)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

1) acetat (19)

med

▼M5

2) ull (1), djurhår (2 och 3), silke (4), bomull (5), lin (7), äkta hampa (8), jute (9), manillahampa (10), alfa (11), kokos (12), ginst (13), rami (14), sisal (15), kupro (21), modal (22), protein (23), viskos (25), akryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (35), elastomultiester (46), elastolefin (47) och melamin (48).

Metoden får under inga förhållanden användas för acetatfibrer som har avacetylerats på ytan.

▼B

2. PRINCIP

Acetatfibrerna löses ut med aceton från en känd, torr massa av blandningen. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, korrigerad om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen torr acetat erhålls som mellanskillnaden.

3. UTRUSTNING OCH REAGENS (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.

3.2 Reagens

Aceton.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml aceton per gram provmaterial till provexemplaret i Erlenmeyerkolven. Kolven skall ha minsta kapacitet 200 ml. Skaka kolven och låt den stå 30 minuter i rumstemperatur. Rör om då och då. Håll därefter vätskan genom den vägda filterdegeln.

Upprepa behandlingen ytterligare två gånger (totalt tre gånger) men nu endast under 15 minuter, så att den totala behandlingstiden med aceton blir en timme. Håll över återstoden i filterdegeln. Skölj ur återstoden av provmaterialet i filterdegeln med aceton och avvattna genom avsugning. Fyll filterdegeln med aceton och låt den avvattnas under självtryck.

Avvattna slutligen genom avsugning, torka, avkyl och väg.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för melamin, där d är 1,01.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilbehandling skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 2***VISSA PROTEINFIBRER OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Metod med användande av hypoklorit)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) vissa proteinfibrer, nämligen ull (1), djurhår (2 och 3), silke (4), protein (23)

med

▼M5

- 2) bomull (5), kupro (21), viskos (25), akryl (26), klorfibrer (27), polyamid eller nylon (30), polyester (35), polypropylen (37), elastan (43), glasfiber (44), elastomultiester (46), elastolefin (47) och melamin (48).

Om olika proteinfibrer ingår ger metoden den totala mängden men inte de enskilda kvantiteterna.

▼B

2. PRINCIP

Proteinfibrerna i en känd torr massa av blandningen löses ut med en hypokloritlösning. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, korrigerad om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torr-vikt. Den procentuella andelen torr proteinfiber erhålls som mellanskillnaden.

För beredning av hypokloritlösningen kan antingen litiumhypoklorit eller natriumhypoklorit användas.

Litiumhypoklorit rekommenderas när endast ett mindre antal analyser skall utföras eller för analyser som utförs med ganska långa intervaller. Anledningen till detta är att den procentuella andelen hypoklorit i litiumhypoklorit i fast form — till skillnad mot natriumhypoklorit — är praktiskt taget konstant. Om den procentuella andelen hypoklorit är känd behöver hypoklorithalten inte kontrolleras jodometriskt för varje analys, eftersom en konstant vägd del av litiumhypoklorit kan utnyttjas.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

- i) Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 250 ml.
- ii) Termostatreglerad behållare, inställbar till 20 (\pm 2) °C.

3.2 Reagenser

i) *Hypokloritreagens*a) *Litiumhypokloritlösning*

Denna består av en nytillredd lösning som innehåller 35 (\pm 2) g/l aktivt klor (ca 1 M) till vilken tillsätts 5 (\pm 0,5) g/l i förväg upplöst natriumhydroxid. Upplös 100 g litiumhypoklorit som innehåller 35 % aktivt klor (eller 115 g som innehåller 30 % aktivt klor) i ca 700 ml destillerat vatten, tillsätt 5 g natriumhydroxid upplöst i ca 200 ml destillerat vatten till 1 liter med destillerat vatten. Den nytillredda lösningen behöver inte kontrolleras jodometriskt.

b) *Natriumhypokloritlösning*

Denna består av en nytillredd lösning som innehåller 35 (\pm 2) g/l aktivt klor (ca 1 M) till vilken tillsätts 5 (\pm 0,5) g/l i förväg upplöst natriumhydroxid.

Kontrollera lösningens innehåll av aktivt klor jodometriskt före varje analys.

ii) *Ättiksyra, utspädd lösning.*

5 ml isättika späds med vatten till 1 liter.

▼B

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer: Blanda ca 1 g av provet med ca 100 ml hypokoritlösnings (litum- eller natriumhypoklorit) i 250 ml-kolven och skaka kraftigt så att provmaterialet blöts ordentligt. Håll sedan flaskan varm vid en temperatur av 20 °C i en termostatreglerad behållare i 40 minuter och skaka kraftigt hela tiden eller åtminstone med jämna mellanrum. Eftersom utlösningen av ull försiggår exotermiskt måste reaktionsvärmen med denna metod fördelas och avlägsnas. Annars kan betydliga fel uppstå p.g.a. den begynnande utlösningen av de olösliga fibrerna.

Filtrera innehållet i kolven 40 minuter genom en vägd filterdegel och för över allt återstående fibermaterial till filterdegeln genom att skölja kolven med en liten mängd hypokloritreagens. Avvattna degeln genom avsugning och skölj återstoden med i tur och ordning vatten, utspädd ättiksyra och till sist vatten. Avvattna genom avsugning efter varje sköljning. Låt varje sköljvätska självrinna före avsugning.

Avvattna slutligen genom avsugning, torka, låt degeln svalna och väg den med innehåll.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för bomull, viskos, modal och melamin där d är 1,01 och för oblekt bomull där d är 1,03.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 3***VISKOS, KUPRO ELLER VISSA SLAG AV MODAL OCH BOMULL****(Metod med användande av myrsyra och zinkklorid)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) viskos (25) eller kupro (21), inklusive vissa typer av modalfiber (22),
med

▼M5

- 2) bomull (5), elastolefin (47) och melamin (48).

Om modal ingår ska en förberedande provning göras för att kontrollera om detta fiberslag löses av reagensen.

Metoden är inte tillämplig på blandningar där bomullen har utsatts för omfattande kemisk nedbrytning, inte heller då komponenten av viskos eller kupro bara delvis upplöses på grund av förekomst av vissa färgämnen eller appreturer som inte helt kan avlägsnas.

▼B

2. PRINCIP

Viskos-, kupro- eller modalfibrerna skall lösas ut från en känd torr massa av blandningen med en reagens sammansatt av myrsyra och zinkklorid. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess korrigerade massa anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen viskos, kupro eller modal erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

- i) Erlenmeyerkolvar med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Utrustning för att hålla kolvarna vid en temperatur av $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

3.2 Reagenser

- i) Lösning innehållande 20 g smält vattenfri zinkklorid och 68 g vattenfri myrsyra som späds med vatten tills massan blir 100 g (dvs. 20 viktdelar smält vattenfri zinkklorid till 80 viktdelar 85 % m/m myrsyra).

Anmärkning:

I detta sammanhang hänvisas till punkt I.3.2.2, som föreskriver att samtliga reagenser måste vara kemiskt rena. Dessutom är det av största vikt att använda endast smält vattenfri zinkklorid.

- ii) Ammoniakhydroxidlösning: Späd 20 ml koncentrerad ammoniak (specifik vikt 0,880 g/ml) till 1 liter med vatten.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer: Placera provexemplaret omedelbart i kolven som förvärmats till 40 °C . Tillsätt 100 ml myrsyra/zinkklorid-reagens, som förvärmats till 40 °C , per gram provmaterial. Sätt i proppen och skaka kolven kraftigt. Håll kolven med innehåll vid konstant 40 °C i två och en halv timme och skaka kolven en gång i timmen. Filtrera innehållet i kolven genom den vägda filterdegeln. För att allt fibermaterial skall överföras till filterdegeln sköljs kolven ur med reagenslösningen. Skölj med ytterligare 20 ml reagenslösning.

▼ B

Skölj återstoden i degeln grundligt med 40-gradigt vatten. Skölj det återstående fibermaterialet med ca 100 ml kall ammoniaklösning (punkt 3.2ii) och se till att fibermaterialet är fullständigt nedsänkt i lösningen i 10 minuter⁽¹⁾. Skölj därefter grundligt med kallt vatten.

Låt varje sköljning självrinna innan avsugning sker. Avvattna slutligen den återstående vätskan genom avsugning, torka, låt degeln svalna och väg den med innehåll.

▼ M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,02 för bomull, 1,01 för melamin och 1,00 för elastolefin.

▼ B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 2 vid 95 % konfidensnivå.

⁽¹⁾ För att säkerställa att det återstående fibermaterialet är fullständigt nedsänkt i ammoniaklösningen i 10 minuter kan filterdegeln förses med en kran med hjälp av vilken tillförseln av ammoniaklösning kan regleras.

▼B*METOD nr 4***POLYAMID ELLER NYLON OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Metod med användande av 80 % myrsyra)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) polyamid eller nylon (30)
med

▼M5

- 2) ull (1), djurhår (2 och 3), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskos (25), akryl (26), klorfiber (27), polyester (35), polypropylen (37), glasfiber (44), elastomultiester (46), elastolefin (47) och melamin (48).

Som nämnts ovan är metoden också tillämplig på blandningar med ull, men om ullinnehållet överstiger 25 % ska metod nr 2 användas (utlösning av ull i en alkalisk natriumhypokloritlösning).

▼B

2. PRINCIP

Polyamiden löses genom blandningen med myrsyra ut från en känd torr massa. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, korrigerad om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen polyamid eller nylon erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.

3.2 Reagenser

- i) Myrsyra, 80 % m/m (relativ densitet vid 20 °C: 1,186). Späd 880 ml 90 % m/m myrsyra (relativ densitet vid 20 °C: 1,204) till 1 liter med vatten. Alternativt kan 780 ml 98-100 % myrsyra (relativ densitet vid 20 °C: 1,220) spädas till 1 liter med vatten.

Lösningens koncentration är inte kritisk inom intervallet 77-83 % m/m myrsyra.

- ii) Ammoniak, utspädd lösning: Späd 80 ml koncentrerad ammoniak (relativ densitet vid 20 °C: 0,880) till 1 liter med vatten.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer: Tillsätt 100 ml myrsyra per gram provmaterial till provexemplaret i kolven som skall ha minsta kapacitet 200 ml. Sätt i proppen, skaka kolven så att allt provmaterial blir genomblött. Låt kolven stå 15 minuter i rumstemperatur. Skaka då och då. Filtera innehållet i kolven genom den vägda filterdegeln. För att allt fibermaterial skall överföras till filterdegeln sköljs kolven ur med litet mer myrsyra. Avvattna genom avsugning och skölj återstoden med i tur och ordning myrsyra, hett vatten, utspädd ammoniak och slutligen kallt vatten. Avvattna filterdegeln genom avsugning efter varje sköljning. Låt varje sköljning självrinna innan avsugning sker. Avvattna slutligen genom avsugning, torka, låt degeln svalna och väg den med innehåll.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för *d* är 1,00 utom för melamin, där *d* är 1,01.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textiltblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 5***ACETAT OCH TRIACETAT****(Metod med användande av bensylalkohol)****▼M5**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) acetat (19)
med
- 2) triacetat (24), elastolefin (47) och melamin (48).

▼B

2. PRINCIP

Acetatfibrerna löses ut från en känd torr massa av blandningen med bensylalkohol vid $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen acetat erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

- i) Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Mekanisk skakapparat.
- iii) Termostat eller annan utrustning lämplig för att hålla kolven vid en temperatur av $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

3.2 Reagenser

- i) Bensylalkohol.
- ii) Etanol.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml bensylalkohol per gram provmaterial till provexemplaret i kolven.

Sätt i proppen och sätt fast kolven i skakapparaten så att den sänks ner i vattenbadet, som skall hålla $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Skaka flaskan i 20 minuter vid denna temperatur.

(I stället för att använda en mekanisk skakapparat kan kolven skakas kraftigt manuellt.)

Häll innehållet genom den vägda filterdegeln. Tillsätt ytterligare en dos bensylalkohol till kolven och skaka som förut vid $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ i 20 minuter.

Häll innehållet genom filterdegeln och upprepa proceduren en tredje gång.

För slutligen över innehållet i filterdegeln. För att allt fibermaterial skall överföras till filterdegeln sköljs kolven med en extra omgång bensylalkohol vid $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$. Avvattna filtret genom avsugning.

För över det återstående fibermaterialet till en kolv och skölj med etanol och skaka manuellt. Häll innehållet genom filterdegeln.

Upprepa denna sköljning två eller tre gånger. Överför sedan fibermaterialet till filterdegeln och avvattna grundligt. Torka, låt degeln svalna och väg den med innehåll.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för melamin, där d är 1,01.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼ B*METOD nr 6***TRIACETAT OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Metod med användande av diklormetan)****▼ M2**

1. TILLÄMPNING

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) triacetat (24) or polyaktid (33a)
- med

▼ M5

- 2) ull (1), djurhår (2 och 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskos (25), akryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (35), glasfiber (44), elastomultiester (46), elastolefin (47) och melamin (48).

Anmärkning:

Triacetatfibrer som delvis hydrolyserats genom efterbehandling kan inte utlösas helt i reagensen. I dessa fall är metoden inte tillämplig.

▼ M2

2. PRINCIP

Triacetatfibrerna eller polyaktidfibrerna löses ut från en känd torr massa av blandningen med diklormetan. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Denna massa, som korrigeras om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen triacetat eller polyaktid erhålls som mellanskillnad.

▼ B

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 **Utrustning**

Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.

3.2 **Reagens**

Diklormetan.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml diklormetan per gram provmaterial till provexemplaret i kolven, som skall ha minsta kapacitet 200 ml. Sätt i proppen och skaka kolven var tionde minut så att provmaterialet genomväts. Låt kolven stå i 30 minuter och skaka med jämna mellanrum. Häll av vätskan genom den vägda filterdegeln. Tillsätt 60 ml diklormetan till fibermaterialet i kolven, skaka manuellt och filtera över allt genom filterdegeln. För att allt fibermaterial skall kunna överföras till filterdegeln sköljs kolven med ytterligare diklormetan. Avvattna degeln genom avsugning för att avlägsna överflödig vätska. Fyll åter filterdegeln med diklormetan och låt självrinna. Låt slutligen återstoden genomgå behandling med kokande vatten. Avvattna slutligen genom avsugning. Behandla sedan återstoden med kokande vatten för att avlägsna allt lösningsmedel. Avvattna genom avsugning. Torka, låt degeln svalna och väg den med innehåll.

▼ M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för polyester, elastomultiester, elastolefin och melamin, där d är 1,01.

▼ B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 7***VISSA CELLULOSAFIBRER OCH POLYESTER****(Metod med användande av 75 % m/m svavelsyra)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) bomull (5), lin (7), äkta hampa (8), rami (14), kupro (21), modal (22), viskos (25)

med

▼M3

- 2) Polyester (34), elastomultiester (45) och elastolefin (46).

▼B

2. PRINCIP

Cellulosafibrerna löses ut från en känd torr massa av blandningen med 75 % m/m svavelsyra. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen cellulosafiber erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

- i) Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 500 ml.
- ii) Termostat eller annan utrustning för att hålla kolven vid en temperatur av $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

3.2 Reagenser

- i) Svalvelsyra, 75 % \pm 2 % m/m.

Tillsätt försiktigt under kylning 700 ml svavelsyra (relativ densitet vid 20 °C: 1,84) till 350 ml destillerat vatten. När lösningen svalnat till rumstemperatur späds den till 1 liter med vatten.

- ii) Ammoniak, utspädd lösning.

Späd 80 ml ammoniak (relativ densitet vid 20 °C: 0,88) till 1 liter med vatten.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 200 ml 75 % svavelsyra per gram provmaterial till provexemplaret i kolven, som skall ha minsta kapacitet 500 ml. Sätt i glasproppen och skaka kolven försiktigt så att provmaterialet genomväts ordentligt. Låt kolven stå en timme i $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ och skaka den regelbundet ungefär var tionde minut. Filtrera återstoden genom den vägda filterdegeln med hjälp av avsugning. För att allt fibermaterial skall kunna överföras till filterdegeln sköljs kolven ur med 75 % svavelsyra. Avvattna filtret genom avsugning och skölj återstoden en gång genom att fylla filterdegeln med en ny portion svavelsyra. Låt självrinna innan avsugning sker.

Skölj återstoden med i tur och ordning flera omgångar kallt vatten, två gånger utspädd ammoniak och sedan grundligt med kallt vatten. Avvattna genom avsugning efter varje omgång. Avvattna slutligen genom avsugning. Låt varje sköljning självrinna innan avsugning sker. Torka, låt degeln svalna och väg den med innehåll.

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet på d är 1,00.

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 8***POLYAKRYL, VISSA MODAKRYLTYPEN ELLER VISSA POLYKLORIDTYPER OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Metod med användande av dimetylformamid)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) polyakryl (26), vissa modakryltyper (29) eller vissa polykloridtyper (27) ⁽¹⁾

med

▼M5

- 2) ull (1), djurhår (2 och 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskos (25), polyamid eller nylon (30), polyester (35), elastomultiester (46), elastolefin (47) och melamin (48).

Metoden är tillämplig även på akrylfibrer och vissa modakrylfibrer som färgats med metallkomplexfärgämnen, men inte på de fibrer som färgats med färgämnen som kräver efterbetning med kromsalter.

▼B

2. PRINCIP

Polyakryl-, modakryl- eller polykloridfibrerna löses ut från en känd torr massa av blandningen med dimetylformamid som värmts upp till kokpunkten i vattenbad. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, korrigerad om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torr-vikt. Den procentuella andelen torr polyakryl, modakryl eller polyklorid erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

- i) Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Vattenbad vid kokpunkten.

3.2 Reagens

Dimetylformamid (kokintervall $153\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$) som inte innehåller mer än 0,1 % vatten.

Denna reagens är giftig och bör hanteras i dragskåp.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 80 ml dimetylformamid per gram provmaterial, som förvärmats i kokande vattenbad, till provexemplaret i kolven, som skall ha minsta kapacitet 200 ml. Sätt i proppen, skaka kolven så att provmaterialet genomväts och värm i kokande vattenbad 1 timme. Skaka försiktigt för hand fem gånger under behandlingstiden.

Håll av vätskan genom den vägda filterdegeln, men låt fibermaterialet vara kvar i kolven. Tillsätt ytterligare 60 ml dimetylformamid till kolven och värm kolven ytterligare 30 minuter med försiktig skakning för hand två gånger under behandlingstiden.

Filtrera över innehållet genom den tidigare använda filterdegeln med avsugning.

För över allt återstående fibermaterial till filterdegeln genom att skölja bägaren med dimetylformamid. Avvattna degeln genom avsugning. Skölj återstoden med ca 1 liter varmt vatten (70-80 °C) och fyll degeln varje gång. Efter varje tillsats av vatten gör man en snabb avsugning men inte förrän vattnet självrunnit. Om sköljvätskan rinner genom degeln för långsamt kan den avsugas något.

Avvattna slutligen filterdegeln, låt den svalna och väg den med innehåll.

⁽¹⁾ Möjligheten att lösa ut sådana modakryl- eller polykloridfibertyper i reagensen bör kontrolleras innan analysen påbörjas.

▼ **M5**

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för ull, bomull, kupro, modal, polyester, elastomultiester och melamin, där d är 1,01.

▼ **B**

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 9***VISSA POLYKLORIDFIBERTYPER OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG
(Metoder med användande av 55,5/44,5 blandning av koldisulfid och aceton)****1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE**

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) vissa polykloridfibertyper (27), nämligen vissa polyvinyla klorfibrer, vare sig de är efterklorerade eller inte ⁽¹⁾,
med

▼M5

- 2) ull (1), djurhår (2 och 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskos (25), akryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (35), glasfiber (44), elastomultiester (46) och melamin (48).

Om innehållet av ull eller silke i blandningen överstiger 25 % ska metod nr 2 användas.

Om innehållet av polyamid eller nylon i blandningen överstiger 25 %, ska metod nr 4 användas.

▼B**2. PRINCIP**

Polykloridfibrerna löses ut från en känd torr massa av blandningen med en azeotropisk blandning av koldisulfid och aceton. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, korrigerad om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen polykloridfibrer erhålls som mellanskillnaden.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)**3.1 Utrustning**

- i) Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Mekanisk skakapparat.

3.2 Reagenser

- i) Azeotropisk blandning av koldisulfid och aceton (55,5 volymprocent koldisulfid till 44,5 volymprocent aceton). Denna reagens är giftig och bör hanteras i dragskåp.
- ii) Etanol (92 volymprocent) eller metanol.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml av den azeotropiska blandningen per gram provmaterial till provexemplaret i kolven, som skall ha minsta kapacitet 200 ml. Tillslut kolven noggrant och låt den skaka i skakapparaten eller skaka den kraftigt manuellt 20 minuter i rumstemperatur. Håll av det översta klara vätskeskiktet genom den vägda filterdegeln.

Upprepa proceduren med ytterligare 100 ml reagens. Fortsätt denna behandling till dess att en droppe av extraktionsvätskan vid avdunstning på urglaset inte lämnar någon avlagring. För över återstoden från kolven till filterdegeln med hjälp av mer reagens, avvattna genom avsugning och skölj degeln och återstoden med 20 ml alkohol och sedan tre gånger med vatten. Låt varje sköljning självrinna innan avsugning sker. Torka degeln med innehåll, låt den svalna och väg den.

Anmärkning:

Hos vissa blandningar som har en stor andel klorfibrer kan provexemplaret krympa kraftigt under torkbehandlingen och som en följd härav hämma upplösandet av klorfibern. Detta påverkar emellertid inte lösningsmedlets förmåga att slutligen upplösa klorfibrerna.

⁽¹⁾ Möjligheten att lösa ut polykloridfibrerna i reagensen bör kontrolleras innan analysen påbörjas.

▼ **M5**

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för melamin, där d är 1,01.

▼ **B**

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 10***ACETAT OCH VISSA POLYKLORIDFIBERSLAG****(Metod med användande av isättika)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) acetat (19)
med

▼M5

- 2) vissa klorfibrer (27), dvs. polyvinylkloridfibrer (vare sig de efterklorerats eller inte), elastolefin (47) och melamin (48).

▼B

2. PRINCIP

Acetatfibrerna löses ut från en känd torr massa av blandningen med isättika. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Denna massa, som korrigeras om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen acetat erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

- i) Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Mekanisk skakapparat.

3.2 Reagens

Isättika (över 99 %). Denna reagens bör hanteras varsamt eftersom den är mycket frätande.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml isättika per gram provmaterial till provexemplaret i kolven, som skall ha minsta kapacitet 200 ml. Tillslut kolven noggrant och skaka den i den mekaniska skakapparaten eller skaka den kraftigt manuellt 20 minuter i rumstemperatur. Håll av det översta klara vätskeskiktet genom den vägda filterdegeln. Upprepa behandlingen två gånger med 100 ml ny reagens varje gång till totalt tre gånger. Överför återstoden till filterdegeln, avvattna genom avsugning, skölj med 50 ml isättika och sedan tre gånger med vatten. Låt vätskan självrinna efter varje sköljning innan avsugning sker. Torka degeln, låt den svalna och väg den med innehåll.

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet på d är 1,00.

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 11***SILKE OCH ULL ELLER HÅR****(Metod med användande av 75 % m/m svavelsyra)**

1. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) silke (4)
med

▼M5

- 2) ull (1) djurhår (2 och 3), elastolefin (47) och melamin (48).

▼B

2. PRINCIP

Silket löses ut från en känd torr massa av blandningen med 75 % m/m svavelsyra (1).

Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, korrigerad om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen torrt silke erhålls som mellanskillnaden.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1 Utrustning

Erlenmeyerkolvar med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.

3.2 Reagenser

- i) Svavelsyra (75 % ± 2 % m/m):

Bered denna reagens genom att försiktigt under kylning tillsätta 700 ml svavelsyra (densitet 1,84 vid 20 °C) till 350 ml destillerat vatten.

Efter kylning till rumstemperatur späds till 1 liter med vatten.

- ii) Svavelsyra, utspädd lösning: Tillsätt långsamt 100 ml svavelsyra (densitet 1,84 vid 20 °C) till 1 900 ml destillerat vatten.

- iii) Ammoniak, utspädd lösning: Späd 200 ml koncentrerad ammoniak (densitet 0,880 vid 20 °C) till 1 000 ml med vatten.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml 75 % m/m svavelsyra per gram provmaterial till provexemplaret i kolven, som skall ha minsta kapacitet 200 ml. Sätt i proppen, skaka kraftigt och låt stå 30 minuter i rumstemperatur. Skaka igen och låt stå 30 minuter. Skaka en sista gång och filtera innehållet genom den vägda filterdegeln. För att allt fibermaterial skall kunna överföras till filterdegeln sköljs kolven med 75 % svavelsyra. Skölj återstoden med i tur och ordning 50 ml utspädd svavelsyra, 50 ml vatten och 50 ml utspädd ammoniak. Låt varje gång fiber materialet vara i kontakt med skölvätskan ca 10 minuter innan avsugning sker. Skölj slutligen med vatten och låt fiber materialet vara i kontakt med vattnet ca 30 minuter. Avvattna genom avsugning, torka degeln, låt den svalna och väg den med innehåll.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 0,985 för ull, 1,00 för elastolefin och 1,01 för melamin.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textiltblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

(1) Vildsilke, t.ex. tussah, löses inte fullständigt i 75 % m/m svavelsyra.



METOD nr 12

JUTE OCH VISSA ANIMALISKA FIBERSLAG

(Metod varigenom kväveinnehållet bestäms)

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

1) jute (9)

med

2) vissa animaliska fiberslag.

Den animaliska komponenten kan bestå enbart av hår (2 och 3) eller ull (1) eller en blandning av dessa två. Metoden är inte tillämplig på textilblandningar som innehåller fiberfrämmande material (färgämnen, appreturer etc.) som innehåller kväve.

2. PRINCIP

Blandningens kväveinnehåll bestäms och från detta och de två komponenternas kända eller antagna kväveinnehåll beräknas andelen av varje komponent.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)>

3.1. Utrustning

- i) Kjeldahlkolv, kapacitet 200-300 ml.
- ii) Kjeldahl destilleringsapparat med ångtillförsel.
- iii) Titreringsapparat som medger noggrannheten 0,05 ml.

3.2. Reagenser

- i) Toluén.
- ii) Metanol.
- iii) Svavelsyra, relativ densitet vid 20 °C: 1,84 (1).
- iv) Kaliumsulfat (1).
- v) Selendioxid (1).
- vi) Natriumhydroxidlösning (400 g/l). Lös 400 g natriumhydroxid i 400-500 ml vatten och späd till 1 liter med vatten.
- vii) Blandad indikator. Lös 0,1 g metylrött i 95 ml etanol och 5 ml vatten. Blanda sedan denna lösning med 0,5 g bromkresolgrönt löst i 475 ml etanol och 25 ml vatten.
- viii) Borsyralösning. Lös 20 g borsyra i 1 liter vatten.
- ix) Svavelsyra, 0,001-molar standardlösning.

4. FÖRBEHANDLING AV PROVET

Följande förbehandling ersätter den förbehandling som beskrivs i de allmänna anvisningarna:

Extrahera det lufttorra provmaterialet i Soxhletapparat med en blandning av 1 del toluén och 3 delar metanol i 4 timmar med en minsta hastighet av 5 cykler per timme. Låt lösningsmedlet avdunsta från provmaterialet i luft och avlägsna de sista resterna i ugn vid 105 °C ± 3 °C. Extrahera därefter provmaterialet i vatten (50 ml per gram provmaterial) genom kokning med återloppskydlare i 30 minuter. Filtrera och för över provet till kolven och upprepa extraktionen med samma volym vatten. Filtrera och avvattna provmaterialet genom urkrämning, avsugning eller centrifugering och låt det lufttorka.

Anmärkning:

Toluén och metanol är giftiga och bör hanteras i dragskåp.

(1) Denna reagens skall vara kvävefri.

▼B

5. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

5.1 Allmänna anvisningar

Följ de allmänna anvisningarna vad gäller provuttag samt torkning och vägning av provexemplaret.

5.2 Detaljerat förfarande

Överför provexemplaret till en Kjeldahkolv. Till provexemplaret, som skall väga minst 1 g, i kolven tillsätts i följande ordning: 2,5 g kaliumsulfat, 0,1 till 0,2 g selendioxid och 10 ml svavelsyra (relativ densitet 1,84). Värm kolven, först försiktigt tills fibermaterialet är sönderdelat, därefter kraftigare tills lösningen blir klar och nästan färglös. Värm ytterligare 15 minuter. Låt kolven svalna, späd innehållet försiktigt med 10-20 ml vatten och låt det svalna. Överför innehållet till en graderad 200 ml kolv och späd med vatten till 200 ml för att erhålla uppslutningslösningen.

Häll ca 20 ml borsyralösning i en 100 ml Erlenmeyerkolv (mottagarkärl) och placera kolven under destillationsapparatusens kylare så att avrinningsröret just sänks ner under ytan i borsyralösningen. Överför exakt 10 ml av uppslutningslösningen till destillationskolven, tillsätt minst 5 ml natriumhydroxidlösning till tratten, lyft proppen något så att natriumhydroxidlösningen långsamt rinner ner i kolven. Om uppslutningslösningen och natriumhydroxidlösningen förblir två separata fraktioner, blanda dem genom försiktig skakning. Värm destillationskolven försiktigt och för in ånga från generatoren. Samla ca 20 ml destillat, sänk mottagarkärl (E-kolven), så att spetsen på avrinningsröret är ca 20 mm ovanför vätskans yta. Destillera ytterligare i 1 minut. Skölj spetsen på avrinningsröret med vatten så att sköljvattnet samlas i mottagarkärl. Avlägsna mottagarkärl och ersätt det med ett annat innehållande ca 10 ml borsyralösning och samla ca 10 ml destillat.

Titra de båda destillaten separat med 0,001-molar svavelsyra med hjälp av den blandade indikatorn. Notera den totala titern för de två destillaten. Om titern för det andra destillatet är mer än 0,2 ml upprepas provningen och destillationen påbörjas igen med en ny omgång av uppslutningslösningen.

Gör ett nollprov, dvs. uppslutning och destillering med enbart reagenserna.

6. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

6.1 Beräkna det procentuella kväveinnehållet på det torra provexemplaret enligt nedan:

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

där

$A\%$ = det procentuella kväveinnehållet hos det rena torra provexemplaret,

V = den totala volymen i ml svavelsyra (0,001-molar standardlösning) som åtgått vid nollprovbestämningen,

b = den totala volymen i ml svavelsyra (0,001-molar standardlösning) som åtgått vid blindprovet,

N = svavelsyras (0,001-molar standardlösning) koncentration uttryckt som normalitet,

W = provexemplarets torrsvikt i g.

6.2 Beräkna blandningens sammansättning med hjälp av följande värden på kväveinnehåll: jute 0,22 % och animalisk fiber 16,2 %, båda beräknade på torrsvikt. Blandningens sammansättning blir då

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

där

▼B

PA % = den procentuella andelen animalisk fiber hos det rena, torra provexemplaret.

7. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼ B*METOD nr 13***POLYPROPYLEN OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Xylenmetoden)**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

▼ M2

- 1) polypropylen (36)

med

▼ M5

- 2) ull (1), djurhår (2 och 3), silke (4), bomull (5), acetat (19), kupro (21), modal (22), triacetat (24), viskos (25), akrylfiber (26), polyamid eller nylon (30), polyester (35), glasfiber (44), elastomultiester (46) och melamin (48).

▼ B

2. PRINCIP

Polypropylenfibrerna löses ut från en känd, torr massa av blandningen med kokande xylen. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, korregerad om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torr-vikt. Den procentuella andelen polypropylen erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENS (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1. Utrustning

- i) Erlenmeyerkolvar med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Återloppskylare (lämplig för vätskor med hög kokpunkt) som passar till kolvarna (punkt 3.1 i).

3.2. Reagens

Xylen, kokintervall 137-142 °C.

Anmärkning:

Denna reagens är mycket lättantändlig och avger giftiga ångor. Den bör hanteras i dragskåp.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ förfarandet i de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan enligt nedan:

Tillsätt 100 ml xylen (3.2) per gram provmaterial till provexemplaret i kolven (3.1 i). Sätt på kylaren (3.1 ii) och låt innehållet koka 3 minuter. Håll omedelbart av den varma vätskan genom den vägda filterdegeln (se anm. 1). Upprepa behandlingen ytterligare två gånger, varje gång med 50 ml nytt lösningsmedel.

Skölj återstoden, fortfarande i kolven, med i tur och ordning 30 ml kokande xylen (två gånger), sedan med 75 ml petroleumeter (I.3.2.1 i de allmänna anvisningarna, två gånger). Efter den andra sköljningen med petroleumeter filtreras innehållet genom filterdegeln. Sedan överförs återstående fibrer till degeln med hjälp av en liten mängd petroleumeter varpå lösningsmedlet får avdunsta. Torka, kyl och väg degeln och återstoden.

Anmärkningar:

1. Förvärm degeln genom vilken xylenet skall filtreras.
2. Efter behandlingen med kokande xylen är det viktigt att kolven avkyls ordentligt innan petroleumeter tillsätts.

▼B

3. För att begränsa den brand- och giftfara som operatören utsätts för kan man använda en extraheringsapparat, som vid lämplig användning ger identiskt resultat ⁽¹⁾.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för melamin, där d är 1,01.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

⁽¹⁾ Se t.ex. den apparat som beskrivs i *Melliand Textilberichte* 56 (1975), s. 643-654.

▼B*METOD nr 14***BLANDNINGAR AV KLORFIBRER (HOMOPOLYMERER AV VINYLKLORID) OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Metod med användande av koncentrerad svavelsyra)****▼M5**

1. TILLÄMPNINGSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) bomull (5), acetat (19), kupro (21), modal (22), triacetat (24), viskos (25), vissa akrylfibrer (26), vissa modakrylfibrer (29), polyamid eller nylon (30), polyester (35) och elastomultiester (46)

med

- 2) klorfibrer (27) baserade på homopolymerer av vinylklorid, vare sig de är efterklorerade eller inte, elastolefin (47) och melamin (48).

De modakryltyper som avses är de som ger en klar lösning när de doppas i koncentrerad svavelsyra (relativ densitet 1,84 vid 20 °C).

Denna metod kan användas i stället för metod nr 8 och nr 9.

2. PRINCIP

Ingående komponent, annan än klorfiber, elastolefin eller melamin (dvs. de fibrer som omnämns i punkt 1.1) löses ut från en känd, torr massa av blandningen med koncentrerad svavelsyra (relativ densitet 1,84 vid 20 °C). Återstoden, som består av klorfiber, elastolefin eller melamin, samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, vid behov korrigerad, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen annat fiberslag erhålls som mellanskillnad.

▼B

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1. Utrustning

- i) Erlenmeyerkolvar med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Glasstav med tillplattad ände.

3.2. Reagenser

- i) Svavelsyra, koncentrerad (relativ densitet 1,84 vid 20 °C).
- ii) Svavelsyra, ca 50 % (m/m) vattenhaltig lösning.

Tillred lösningen genom att försiktigt under avkylning tillsätta 400 ml svavelsyra (relativ densitet 1,84 vid 20 °C) till 500 ml destillerat eller dejoniserat vatten. Efter nedkylning till rumstemperatur späds lösningen med vatten till 1 liter.

- iii) Ammoniak, utspädd lösning.

Späd 60 ml koncentrerad ammoniak (relativ densitet 0,880 vid 20 °C) med destillerat vatten till 1 liter.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ förfarandet i de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml svavelsyra (3.2 i) per gram provmaterial till provexemplaret i kolven (3.1 i)

Låt kolven stå i rumstemperatur i 10 minuter. Rör under tiden om då och då med glasstaven. Om ett vävt eller stickat tyg behandlas, tryck det mot kolvväggen med glasstaven så att det material som lösts upp av svavelsyran avskiljs.

Häll vätskan genom den vägda filterdegeln. Tillsätt 100 ml ny svavelsyra (3.2 i) till kolven och upprepa behandlingen. Överför innehållet i kolven till filterdegeln med hjälp av glasstaven. Om nödvändigt, tillsätt litet koncentrerad svavelsyra (3.2 i) till kolven för att fibrer som klibbar fast vid kolvväggen skall kunna överföras till filterdegeln. Töm filterdegeln genom avsugning och ta bort filtratet genom att tömma eller byta ut filterkolven. Skölj med, i tur och ordning, 50 % svavelsyrelösning (3.2 ii), destillerateller

▼B

avjoniserat vatten (I.3.2.3 i de allmänna anvisningarna), ammoniaklösning (3.2 iii) och skölj slutligen noggrant med destillerat eller dejoniserat vatten och avvattna degeln genom avsugning efter varje påfyllning. (Låt skölvätskan självrinna före avsugningen.)

Torka degeln, låt den svalna och väg den med innehåll.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 utom för melamin, där d är 1,01.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen blandning av textilmaterial skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B*METOD nr 15***KLORFIBRER, VISSA MODAKRYLTYPEN, VISSA ELASTANTYPEN, ACETAT, TRIACETAT OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Metod med användande av cyklohexanon)****▼M5**

1. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) acetat (19), triacetat (24), klorfibrer (27), vissa modakrylfibrer (29), vissa elasthanfibrer (43)

med

- 2) ull (1), djurhår (2 och 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskos (25), polyamid eller nylon (30), akryl (26), glasfiber (44) och melamin (48).

Vid förekomst av modakryler eller elastaner måste ett prov först utföras för att utröna om fibrerna kan utlösas helt i reagensen.

Det är också möjligt att analysera blandningar som innehåller klorfibrer med användning av metod nr 9 eller metod nr 14.

▼B

2. PRINCIP

Acetat- och triacetatfibrerna, klorfibrerna, vissa modakryltyper och elastantyper löses ut från en känd, torr massa med cyklohexanon vid den temperatur nära kokpunkten. Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess vikt, korrigeras om så krävs, anges som procentuell av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen klorfibrer, modakryl, elasthan, acetat och triacetat erhålls som mellanskillnad.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)

3.1. Utrustning

- i) Utrustning för extrahering under värme som lämpar sig för användning vid provningsförfarandet enligt avsnitt 4 (se figur: detta är en variant av den apparat som beskrivs i *Melliand Textilberichte* 56 (1975) - 643-645).
- ii) Filterdegel för provkroppen.
- iii) Poröst mellanlägg (porositetsgrad 1).
- iv) Återloppskylare som kan anpassas till destillationskolven.
- v) Uppvärmningsanordning.

3.2. Reagenser

- i) Cyklohexanon, kokpunkt 156 °C.
- ii) Etylalkohol, 50 % volymprocent.

Anmärkning:

Cyklohexanon är brandfarligt och giftigt. Iakta försiktighet vid användningen.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml cyklohexanon per gram fibermaterial till provexemplaret i destillationskolven. Sätt in extraheringsbehållaren i vilken placerats filterdegeln med provexemplaret och det porösa mellanlägget i något lutande ställning. Sätt in återloppskylaren. Värm upp till kokpunkten och fortsätt extraheringen i 60 minuter med en omloppshastighet om minst 12 cykler i timmen. Avlägsna extraheringsbehållaren efter extrahering och avkylning, tag ut filterdegeln och avlägsna det porösa mellanlägget. Skölj innehållet i filterdegeln tre eller fyra gånger med 50 % etylalkohol som värmts upp till 60 °C och därefter med 1 liter 60-gradigt vatten.

▼B

Avsug inte under eller mellan sköljningarna. Låt sköljvätskan självrinna före avsugningen.

Torka slutligen degeln, låt den svalna och väg den med innehåll.

▼M5

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d är 1,00 med följande undantag:

Silke och melamin: 1,01.

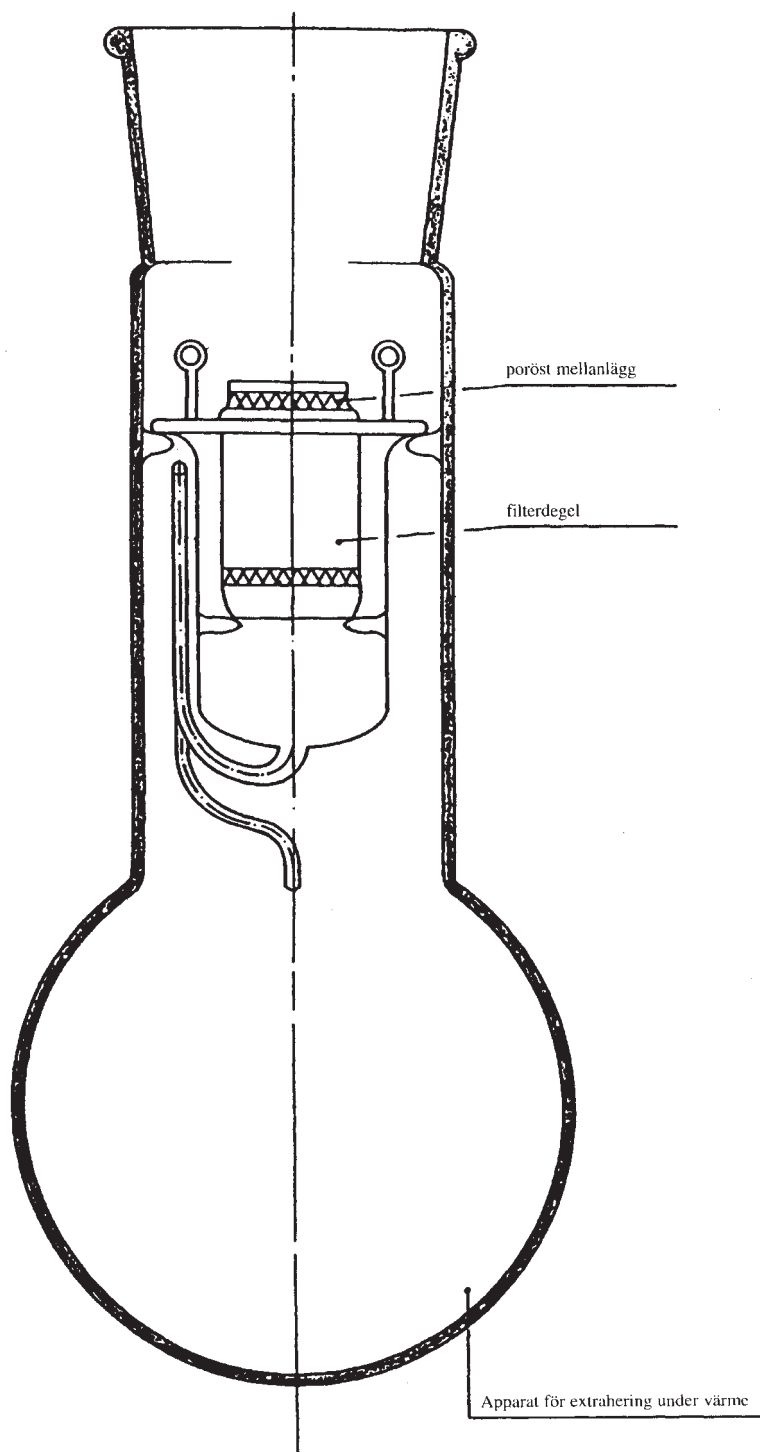
Akryl: 0,98.

▼B

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning skall konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 1 vid 95 % konfidensnivå.

▼B



Figur som avses i punkt 3.1 i i metod nr 15

▼ **M5***METOD nr 16***MELAMIN OCH VISSA ANDRA FIBERSLAG****(Metod med användande av het myrsyra)****1. TILLÄMPNINGSSOMRÅDE**

Denna metod är, efter avlägsnande av fiberfrämmande ämnen, tillämplig på binära blandningar av

- 1) melamin (48)
med
- 2) bomull (5) och aramid (31).

2. PRINCIP

Melaminet löses ut från en känd, torr massa av blandningen med het myrsyra (90 viktprocent).

Återstoden samlas, sköljs, torkas och vägs. Dess massa, som korrigeras om så krävs, anges som procentuell andel av blandningens torrsvikt. Den procentuella andelen annat fiberslag erhålls som mellanskillnad.

Anmärkning: Iaktta noga det rekommenderade temperaturområdet eftersom melaminets löslighet är starkt beroende av temperaturen.

3. UTRUSTNING OCH REAGENSER (andra än de som anges i de allmänna anvisningarna)**3.1. Utrustning**

- i) Erlenmeyerkolv med glaspropp, minsta kapacitet 200 ml.
- ii) Skakvattenbad eller annan utrustning för att skaka kolven under bi-behållande av temperaturen 90 ± 2 °C.

3.2. Reagenser

- i) Myrsyra, 90 % m/m (relativ densitet vid 20 °C: 1,204 g/ml). Späd 890 ml 98–100 m/m myrsyra (relativ densitet vid 20 °C: 1,220 g/ml) med vatten till 1 liter.
Het myrsyra är starkt frätande och måste hanteras med varsamhet.
- ii) Ammoniak, utspädd lösning: Späd 80 ml koncentrerad ammoniaklösning (relativ densitet vid 29 °C: 0,880) med vatten till 1 liter.

4. TILLVÄGAGÅNGSSÄTT

Följ förfarandet i de allmänna anvisningarna och fortsätt sedan som följer:

Tillsätt 100 ml myrsyra per gram provmaterial till provet i kolven, som ska ha en minsta kapacitet på 200 ml. Sätt i proppen och skaka kolven så att allt provmaterial blir genomblött. Håll kolven i skakvattenbad vid 90 ± 2 °C under en timme under kraftiga skakningar. Låt svalna till rumstemperatur. Häll vätskan genom den vägda filterdegeln. Tillsätt 50 ml myrsyra till fibermaterialet i kolven, skaka manuellt och filtrera över allt genom filterdegeln. För att allt fibermaterial ska kunna överföras till filterdegeln sköljs kolven med ytterligare myrsyra. Avvattna genom avsugning och skölj återstoden med myrsyra, hett vatten, utspädd ammoniak och slutligen kallt vatten. Avvattna filterdegeln genom avsugning efter varje sköljning. Låt varje sköljvätska självrinna innan avsugning sker. Avvattna slutligen genom avsugning, torka, låt degeln svalna och väg den med innehåll.

Anmärkning: Temperaturen har mycket stor betydelse för melaminets lösningsegenskaper och bör därför noggrant övervakas.

5. BERÄKNING OCH REDOVISNING AV RESULTAT

Beräkna resultaten enligt de allmänna anvisningarna. Värdet för d för bomull och aramid är 1,02.

6. METODENS PRECISION

För en homogen textilblandning ska konfidensintervallet för de erhållna resultaten inte överstiga ± 2 vid 95 % konfidensnivå.

*BILAGA III*

DEL A

FÖRTECKNING ÖVER UPPHÄVDA DIREKTIV

(som avses i artikel 8)

- Rådets direktiv 72/276/EEG (EGT nr L 173, 31.7.1972, s. 1) och följande ändringar av detta:
 - Kommissionens direktiv 79/76/EEG (EGT nr L 17, 24.1.1979, s. 17).
 - Rådets direktiv 81/75/EEG (EGT nr L 57, 4.3.1981, s. 23).
 - Kommissionens direktiv 87/184/EEG (EGT nr L 75, 17.3.1987, s. 21).

DEL B

TIDSFRISTER FÖR GENOMFÖRANDE

Direktiv	Tidsfrister för genomförande
— 72/276/EEG	18 januari 1974
— 79/76/EEG	28 juni 1979
— 81/75/EEG	27 februari 1982
— 87/184/EEG	1 september 1988



BILAGA IV
JAMFÖRELSETABELL

Detta direktiv	Direktiv 72/276/EEG
Artikel 1	Artikel 1
Artikel 2	Artikel 2
Artikel 3	Artikel 3
Artikel 4	Artikel 4
Artikel 5	Artikel 5
Artikel 6	Artikel 6
Artikel 7	Artikel 7 andra stycket
Artikel 8	—
Artikel 9	Artikel 8
Bilaga I	Bilaga I
Bilaga II punkt 1	Bilaga II punkt 1
Bilaga II punkt 2	Bilaga II punkt 2
Bilaga II metod nr 1	Bilaga II metod nr 1
Bilaga II metod nr 2	Bilaga II metod nr 2
Bilaga II metod nr 3	Bilaga II metod nr 3
Bilaga II metod nr 4	Bilaga II metod nr 4
Bilaga II metod nr 5	Bilaga II metod nr 5
Bilaga II metod nr 6	Bilaga II metod nr 6
Bilaga II metod nr 7	Bilaga II metod nr 7
Bilaga II metod nr 8	Bilaga II metod nr 8
Bilaga II metod nr 9	Bilaga II metod nr 9
Bilaga II metod nr 10	Bilaga II metod nr 10
Bilaga II metod nr 11	Bilaga II metod nr 11
Bilaga II metod nr 12	Bilaga II metod nr 13
Bilaga II metod nr 13	Bilaga II metod nr 14
Bilaga II metod nr 14	Bilaga II metod nr 15
Bilaga II metod nr 15	Bilaga II metod nr 16
Bilaga III	—
Bilaga IV	—