

ZBIERKA ZÁKONOV SLOVENSKEJ REPUBLIKY

Ročník 2003

Vyhlásené: 30.01.2003 Časová verzia predpisu účinná od: 01.02.2003 do: 31.12.2006

Obsah tohto dokumentu má informatívny charakter.

23

NARIADENIE VLÁDY

Slovenskej republiky

z 11. decembra 2002,

**ktorým sa ustanovujú laboratórne postupy na kvantitatívnu analýzu
dvojzložkových zmesí textilných vlákien a trojzložkových zmesí
textilných vlákien**

Vláda Slovenskej republiky podľa § 2 ods. 1 písm. h) zákona č. 19/2002 Z. z., ktorým sa ustanovujú podmienky vydávania aproximačných nariadení vlády Slovenskej republiky nariaďuje:

§ 1

(1) Týmto nariadením sa transponujú do právneho poriadku Slovenskej republiky smernice Európskych spoločenstiev uvedené v prílohe č. 1.

(2) Toto nariadenie upravuje laboratórne postupy na kvantitatívnu analýzu (ďalej len „analýza“) dvojzložkových zmesí textilných vlákien a trojzložkových zmesí textilných vlákien vrátane prípravy skúšobných vzoriek a skúšobných vzoriek na analýzu na účely určenia zloženia textilných výrobkov¹⁾ uvádzaných na trh.

§ 2

Na účely tohto nariadenia sa rozumie

- a) laboratórnou objemovou vzorkou časť vzorky textilného materiálu predbežne spracovaného na účel odstránenia nevláknových látok, z ktorej sa odoberajú skúšobné vzorky,
- b) skúšobnou vzorkou vzorka vhodnej veľkosti na analýzu získaná z laboratórnych objemových vzoriek z násady predmetov určených na analýzu,
- c) skúšobnou vzorkou na analýzu časť skúšobnej vzorky, z ktorej sa má určiť jednotlivý skúšobný výsledok.

§ 3

(1) Každá fyzická osoba alebo právnická osoba, ktorá laboratórne určuje zloženie textilných výrobkov¹⁾ uvádzaných na trh, je povinná postupovať

- a) pri príprave skúšobných vzoriek a skúšobných vzoriek na analýzu podľa prílohy č. 2,
- b) pri analýze dvojzložkových zmesí textilných vlákien podľa prílohy č. 3,
- c) pri analýze trojzložkových zmesí textilných vlákien podľa prílohy č. 4.

(2) Ak fyzická osoba alebo právnická osoba skúša také dvojzložkové zmesi textilných vlákien textilných výrobkov uvádzaných na trh, pri ktorých nie je určená žiadna záväzná metóda analýzy, určí zloženie textilných výrobkov¹⁾ metódou, ktorú si vyberie.

§ 4

(1) Každá fyzická osoba alebo právnická osoba, ktorá postupuje podľa § 3, je povinná vypracovať správu o výsledku analýzy zmesí textilných vlákien.

(2) Správa o výsledku analýzy zmesí textilných vlákien obsahuje

- a) varianty, ktoré sa použili na analýzu, opis použitých postupov, výsledky reakcií a opravy,
- b) podrobnosti o každej osobitnej predbežnej príprave vzoriek,
- c) jednotlivé výsledky a ich aritmetický priemer zaokrúhlený na jedno desatinné miesto,
- d) ak je to možné, presnosť metódy pre každú zo zložiek podľa prílohy č. 4 časti IV,
- e) stupeň presnosti použitej metódy podľa § 3 ods. 2, ak je známy.

§ 5

Toto nariadenie nadobúda účinnosť 1. februára 2003.

Mikuláš Dzurinda v. r.

Príloha č. 1
k nariadeniu vlády č. 23/2003 Z. z.

Týmto nariadením sa úplne transponujú tieto smernice:

1. Smernica Európskeho parlamentu a Rady č. 96/73/ES zo 16. decembra 1996 o určitých metódach na kvantitatívnu analýzu binárnych zmesí textilných vlákien a Smernica Rady č. 73/44/EHS z 26. februára 1973 o aproximácii zákonov členských štátov, ktoré sa vzťahujú na kvantitatívnu analýzu trojzložkových zmesí vlákien.
2. Preklad týchto smerníc sa nachádza v Centrálnej prekladateľskej jednotke sekcie Inštitút pre aproximáciu práva Úradu vlády Slovenskej republiky.

Príloha č. 2
k nariadeniu vlády č. 23/2003 Z. z.

**PRÍPRAVA LABORATÓRNYCH A SKÚŠOBNÝCH VZORIEK NA URČENIE OBSAHU VLÁKEN
TEXTILNÝCH VÝROBKOV**

1. OBLASŤ POUŽITIA

Táto príloha ustanovuje postupy získavania laboratórnych vzoriek vhodnej veľkosti na predbežné spracovanie na účely kvantitatívnej analýzy (t. j. hmotnosť nepresahujúca 100 g zo vzoriek partii) a postupy odberu skúšobných vzoriek z laboratórnych vzoriek, ktoré boli predbežne spracované na účely odstránenia nevláknových látok.¹⁾

2. DEFINÍCIE

2.1. Partia - množstvo materiálu, ktoré sa posudzuje na základe jednej série skúšobných výsledkov. Môže zahŕňať napríklad všetok materiál v jednej dodávke tkaniny, všetku tkaninu tkanú z jedného osnového návoja, zásielku priadze, balík alebo niekoľko balíkov surového vlákna.

2.2. Vzorka partie - časť partie odobraná ako reprezentačná vzorka celku, ktorá je k dispozícii pre laboratórium. Veľkosť a povaha vzorky partie musia byť dostatočné vzhľadom na nerovnomernosť partie a zároveň musia umožňovať ľahkú manipuláciu v laboratóriu.²⁾

3. PODSTATA

Laboratórna vzorka sa odoberie tak, aby reprezentovala vzorku partie. Veľkosť a objem laboratórnej vzorky musia byť dostatočné vzhľadom na nerovnomernosť vzorky partie.³⁾

Skúšobné vzorky sa odoberú z laboratórnej vzorky tak, aby každá z nich reprezentovala laboratórnu skúšobnú vzorku.

4. ODBER VZORIEK VOĽNÝCH VLÁKEN

4.1. Neorientované vlákna - laboratórna vzorka sa získa náhodným výberom chumáčikov zo vzorky partie. Celá laboratórna vzorka sa dokonale premieša pomocou laboratórneho mykacieho stroja.⁴⁾ Rúno alebo zmes obsahujúca voľné vlákna a vlákna prilipnuté k zariadeniu použitému na zmiešavanie sa podrobí predbežnému spracovaniu. Potom sa z rúna alebo zo zmesi, z voľných vlákien a z vlákien prilipnutých k zariadeniu odoberú skúšobné vzorky zodpovedajúcej hmotnosti. Ak rúno z mykacieho stroja zostane po predbežnom spracovaní neporušené, skúšobné vzorky sa odoberú postupom opísaným v bode 4.2. Ak je rúno z mykacieho stroja predbežným spracovaním narušené, jednotlivé skúšobné vzorky sa pripravujú náhodným odberom najmenej 16 malých chumáčikov zodpovedajúcej a približne rovnakej veľkosti, ktoré sa zlúčia.

4.2. Orientované vlákna (česance, rúna, pramene, predpriadze) - z náhodne vybraných častí vzorky partie sa vystrihne najmenej 10 vzoriek tak, aby zahŕňali celý prierez, každá s hmotnosťou približne 1 g. Takto vytvorená laboratórna vzorka sa podrobí laboratórnemu spracovaniu. Jednotlivé odstrihnuté časti sa spoja tak, že sa položia vedľa seba a skúšobná vzorka sa odoberie z celého prierezu tak, že sa odoberie časť z každej z desiatich odstrihnutých častí.

5. ODBER VZORIEK PRIADZE

5.1. Priadza na cievkach alebo v pradenách - vzorky sa odoberú zo všetkých cievok vzorky partie. Odvinú sa vhodné rovnaké dĺžky z každej cievky buď navinutím do pradien s rovnakým počtom ovinov na navíjadle,⁵⁾ alebo inými prostriedkami. Jednotlivé priadze sa uložia vedľa seba buď ako jedno pradené, alebo ako káblik a vytvorí sa laboratórna vzorka s rovnakými dĺžkami priadze z každej cievky v pradené alebo v kábliku.

Laboratórna vzorka sa podrobí predbežnému spracovaniu.

Z laboratórnej vzorky sa odoberú skúšobné vzorky vystrihnutím zväzku nití rovnakej dĺžky z pradena alebo z káblika, pričom treba dbať na to, aby zväzok obsahoval všetky nite vo vzorke. Ak dĺžková hmotnosť priadze v texoch je t a počet cievok vo vzorke partie je N , potom na získanie skúšobnej vzorky s hmotnosťou 10 g dĺžka priadze, ktorú treba odvinúť z každej cievky, je

$$\frac{10^5}{N_t} \text{ cm.}$$

Ak je hodnota N_t vysoká, t. j. viac ako 2 000, navinie sa ťažšie pradené a rozreže sa naprieč na dvoch miestach, aby sa vytvoril káblik vhodnej hmotnosti. Konce vzoriek vo forme káblika musia byť pred predbežným spracovaním pevne spojené a skúšobné vzorky sa odoberú z miesta vzdialeného od tohto spojenia.

- 5.2. Priadza v osnove - laboratórna vzorka sa odoberie odstrihnutím časti z konca osnovy s dĺžkou najmenej 20 cm, zahŕňajúceho všetky priadze v osnove s výnimkou okrajových priadzí, ktoré sa vyradia. Zväzok priadzí sa na jednom konci zviaže. Ak je vzorka na predbežné spracovanie ako celok príliš veľká, rozdelí sa do dvoch alebo viacerých častí, ktoré sa spracujú jednotlivo. Každá časť sa pred predbežným spracovaním zviaže priadzou na jednom konci a po predbežnom spracovaní sa časti opäť spoja. Skúšobná vzorka sa odoberie odstrihnutím vhodnej dĺžky priadze z laboratórnej vzorky z neviazaného konca zahŕňajúceho všetky priadze v osnove. Pre osnovu s počtom nití N s dĺžkovou hmotnosťou v texoch t dĺžka skúšobnej vzorky s hmotnosťou 1 g je

$$\frac{10^5}{N_t} \text{ cm.}$$

6. ODBER VZORIEK PLOŠNÝCH TEXTÍLIÍ

- 6.1. Zo vzorky partie reprezentovanej jedným odstrižkom plošnej textílie sa odstrihne po uhlopriečke pásik od jedného rohu k druhému a odstránia sa okrajové nite. Tento pásik je laboratórna vzorka. Na získanie laboratórnej vzorky s hmotnosťou x gramov plocha pásika musí byť

$$\frac{x \cdot 10^4}{G} \text{ cm}^2, \text{ kde } G \text{ je hmotnosť textílie v g/m}^2.$$

Laboratórna vzorka sa podrobí predbežnému spracovaniu a potom sa priečne rozstrihne na štyri rovnaké časti, ktoré sa položia na seba.

Skúšobné vzorky sa odoberú z každej časti navrstveného materiálu prerezaním všetkých vrstiev tak, aby každá vzorka obsahovala rovnakú dĺžku každej vrstvy.

Ak má tkanina tkaný vzor, odoberie sa laboratórna vzorka v smere osnovy s rozmerom, ktorý sa rovná najmenej osnovnému raportu vzoru. Ak je po splnení tejto podmienky laboratórna vzorka príliš veľká, aby sa dala spracovať ako celok, rozreže sa na rovnaké časti, tie sa samostatne predbežne spracujú a pred odberom skúšobnej vzorky sa položia na seba, pričom sa dbá na to, aby sa zodpovedajúce časti vzoru neprekryvali.

- 6.2. Zo vzorky partie pozostávajúcej z niekoľkých odstrižkov sa každý odstrižok spracuje podľa bodu 6.1. a každý výsledok sa uvedie osobitne.

7. ODBER VZORIEK KONFEKČNÝCH A HOTOVÝCH KUSOVÝCH VÝROBKOV

Laboratórnou vzorkou partie je zvyčajne konfekčný výrobok, hotový kusový výrobok alebo jeho reprezentatívna časť.

Pri odbere vzoriek treba brať do úvahy aj tie časti výrobkov, ktoré nemajú rovnaký obsah vlákien podľa § 3 a 4 vyhlášky Ministerstva hospodárstva Slovenskej republiky č. 18/1999 Z. z., ktorou sa ustanovujú podrobnosti o označovaní zloženia a spôsobe zaobchádzania s textilnými výrobkami.

Odoberie sa laboratórna skúšobná vzorka reprezentujúca časť konfekčného výrobku alebo hotového kusového výrobku, ktorého zloženie musí byť uvedené na etikete. Ak má výrobok niekoľko etikiet, odoberú sa reprezentatívne laboratórne vzorky z každej časti zodpovedajúcej príslušnej etikete.

Ak je výrobok vyrobený z častí, ktoré majú rôzne zloženie, treba odobrať laboratórne vzorky z každej časti výrobku a určiť relatívne podiely jednotlivých častí vo vzťahu k celému príslušnému výrobku.

Potom sa vypočíta percento, pričom sa berú do úvahy podiely častí, z ktorých boli odobrané vzorky.

Laboratórne skúšobné vzorky sa podrobia predbežnému spracovaniu.

Potom sa odoberú skúšobné vzorky reprezentujúce predbežne spracované laboratórne skúšobné vzorky.

Príloha č. 3
k nariadeniu vlády č. 23/2003 Z. z.

METÓDY NA KVANTITATÍVNU ANALÝZU URČITÝCH DVOJZLOŽKOVÝCH VLÁKNOVÝCH ZMESÍ

VŠEOBECNÉ USTANOVENIA

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

Metóda ručnej separácie sa použije vždy, keď je to možné, keďže vo všeobecnosti poskytuje oveľa presnejšie výsledky ako chemická metóda. Možno ju použiť na všetky textílie, 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 sa dajú rozplieť, vytvorených priadzami rôznych typov.

Metódy chemickej kvantitatívnej analýzy sú vo všeobecnosti založené na selektívnom rozpúšťaní jednotlivých komponentov. Po odstránení komponentu sa odváži nerozpustný zvyšok a podiel 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 sa použije v spojení s nasledujúcimi časťami prílohy, ktoré obsahujú podrobné postupy použiteľné na konkrétne vláknové zmesi. Príležitostne je analýza založená na inom princípe ako selektívne rozpúšťanie; v takýchto prípadoch sú úplné podrobnosti uvedené v príslušnej časti.

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

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

Farbivá vo farbených látkach sa považujú za integrálnu súčasť vlákna a neodstraňujú sa.

Analýzy sa vykonávajú na základe suchej hmotnosti, ak je uvedený postup na stanovenie suchej hmotnosti.

Výsledok sa získava aplikovaním na suchú hmotnosť každého vlákna, odsúhlasených prídavkov, uvedených v metódach 1 až 15.

Pred vykonaním akejkoľvek analýzy sa všetky vlákna prítomné v zmesi identifikujú. 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 sa koriguje, korekčné faktory na tento účel sú uvedené. Tieto faktory boli stanovené v niekoľkých laboratóriách spracúvaním s príslušným činidlom, ako sú špecifikované 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 pre jednotlivé stanovenia. Vykonávajú sa najmenej dve stanovenia na výberových skúšobných vzorkách pre analýzu, tak v prípade ručnej separácie, ako aj v prípade chemickej separácie. Na potvrdenie, ak to nie je technicky nemožné, sa odporúčajú použiť alternatívne postupy, v ktorých sa rozpúšťa najprv zložka, ktorá bola zvyškom v štandardnej metóde.

I. VŠEOBECNÉ INFORMÁCIE O METÓDACH NA 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 použiteľná.

I.2. Podstata

Po identifikovaní komponentov zmesi sa nevláknový materiál odstráni vhodnou predbežnou úpravou, a potom jeden z komponentov, obvyčajne selektívnym rozpúšťaním.¹⁾ Nerozpustný zvyšok sa odváži a podiel rozpustného komponentu sa vypočíta zo straty na hmotnosti. Ale kde to predstavuje technické ťažkosti, uprednostňuje sa rozpúšťať vlákno prítomné vo väčšom podiele, čím sa získa vlákno prítomné v menšom podiele ako zvyšok.

I.3. Prístroje, pomôcky a chemikálie (čínidlá)

I.3.1. Prístroje

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

I.3.1.2. Banka pre vákuovú destiláciu (výveva)

I.3.1.3. Exsikátor so silikagélom s indikátorom vlhkosti

I.3.1.4. Sušiareň s nútenou cirkuláciou vzduchu na sušenie vzoriek pri $150\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}$

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

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

I.3.2. Chemikálie - čínidlá

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

I.3.2.2. Ostatné čínidlá sú špecifikované v príslušných častiach každej metódy. Všetky použité čínidlá majú byť chemicky čisté

I.3.2.3. Destilovaná alebo deionizovaná voda

I.4. Kondicionovanie a skúšobná atmosféra

Pretože sa stanovujú suché hmotnosti, treba kondicionovať vzorku na analýzu alebo vykonávať analýzy v kondicionovanej atmosfére.

I.5. Laboratórna skúšobná vzorka

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

I.6. Predbežná úprava laboratórnej skúšobnej vzorky²⁾

Tam, kde je prítomná látka, ktorá sa nemá zohľadniť pri percentuálnych výpočtoch, odstráni sa vhodnou metódou, ktorá neovplyvní niektorú zo zložiek vlákna. Je to niektorá z týchto látok: mastné látky, spojivá, plnidlá, šlichtovacie a preparačné prostriedky,

impregnačné materiály, pomocné prostriedky na farbenie a tlač a ďalšie textilné pomocné prípravky.

Na tento účel sa nevláknová látka, ktorá sa dá extrahovať petroleterom a vodou, odstráni spracovaním skúšobnej vzorky vysušenej na vzduchu v Soxhletovom extraktore pomocou petroleteru počas jednej hodiny, pri minimálnej rýchlosti 6 cyklov za hodinu. Petroleter sa nechá vypariť zo vzorky, ktorá sa potom extrahuje priamym spracovaním, pozostávajúcim z namáčania vzorky na analýzu do vody pri izbovej teplote počas jednej hodiny a potom namáčaním vo vode pri 65 ± 5 °C počas ďalšej hodiny, pričom sa tekutina z času na čas premieša. Použiť pomer tekutiny ku vzorke na analýzu 100 : 1. Odstrániť prebytok vody zo vzorky stláčaním, saním alebo odstredením a potom vzorku vysušiť na vzduchu.

Tam, kde nevláknovú látku nemožno extrahovať pomocou petroleteru a vody, sa odstráni nahradením vhodnej metódy už opísanej za inú vhodnú metódu, ktorá podstatne nezmení niektorú zo zložiek vlákna. Pre niektoré nebielené prírodné rastlinné vlákna (napríklad juta, kokos) treba však poznamenať, že normálna predbežná úprava pomocou petroleteru a vody neodstraňuje všetky prírodné nevláknové látky; tak či tak dodatočná predbežná úprava sa nepoužíva, ak vzorka neobsahuje apretúry, ktoré nie sú rozpustné ani v petroletere, ani vo vode.

Protokol o analýze obsahuje všetky podrobnosti o použitých metódach predbežnej úpravy.

I.7. Skúšobný postup

I.7.1. Všeobecné inštrukcie

I.7.1.1. Sušenie

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

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

Vzorky vysúšať v odvažovačke so zátkou vedľa nej. Po vysušení zazátkovať odvažovačku pred jej vybratím zo sušiarne a preniesť ju rýchlo do vysušovača.

Sklený fritový filter sušiť v odvažovačke s jej krytom vedľa nej v sušiarni. Po vysušení zatvoriť odvažovačku a preniesť ju rýchlo do vysušovača.

Kde sa použije iné vybavenie ako sklený fritový filter, sušiace operácie v sušiarni sa vykonávajú takým spôsobom, ktorý umožňuje, aby sa hmotnosť vlákien mohla určiť bez strát.

I.7.1.2. Ochladzovanie

Vykonávať všetky chladiace operácie vo vysušovači, ten umiestniť vedľa váhy, pokiaľ sa nedosiahne úplné ochladenie odvažovačiek, a v každom prípade počas nie menej ako dvoch hodín.

I.7.1.3. Váženie

Po ochladení ukončiť váženie odvažovačky do dvoch minút po jej vybratí z vysušovača. Vážiť s presnosťou 0,0002 g.

I.7.2. Postup

Zobrať z predbežne upravenej laboratórnej skúšobnej vzorky skúšobnú vzorku na analýzu, s hmotnosťou najmenej 1 g. Nastrihať priadzu alebo látku do dĺžok približne 10 mm, čo najviac rozčlenene. Vysušiť priadzu v odvažovačke, ochladiť v sušičke a odvážiť ju. Presunúť vzorku na analýzu do sklenej nádoby špecifikovanej v príslušnej časti relevantnej metódy, opätovne odvážiť bezprostredne odvažovačku a diferenciou dosiahnuť suchú hmotnosť vzorky na analýzu. Ukončiť test tak, ako je špecifikované v príslušnej časti použiteľnej metódy. Zvyšok preveriť mikroskopicky, aby sa skontrolovalo, či spracovanie fakticky úplne odstránilo rozpustné vlákno.

I.8. Výpočet a vyjadrenie výsledkov

Hmotnosť nerozpustného komponentu vyjadriť ako percento celkovej hmotnosti vlákna v zmesi. Percento rozpustného komponentu sa dostane diferenciou. Výsledky vypočítať na základe čistej suchej hmotnosti, upravenej a) odsúhlasenými prídavkami a b) opravnými faktormi, pričom treba vziať do úvahy stratu hmotnosti počas predbežnej úpravy a analýzy. Výpočty sa robia aplikovaním vzorca uvedeného v bode 1.8.2.

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

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

kde

P_1 je percento čistého, suchého, nerozpustného komponentu,

m je suchá hmotnosť vzorky na analýzu po predbežnej úprave,

r je suchá hmotnosť zvyšku,

d je opravný 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 použiteľnými na chemicky nedegradované vlákna.

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

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

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 bode 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} %) sa rovná $100 - P_{1A}$ %.

Tam, kde bola použitá špeciálna predbežná úprava, hodnoty b_1 a b_2 sa určia, 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 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 výberovej zložky použité vo výrobe materiálu, ktorý sa má analyzovať, treba použiť priemerné hodnoty b_1 , b_2 , ako sú získané z testov vykonávaných na čistých vláknach, podobných tým v zmesi, ktorá sa preveruje.

Ak sa aplikuje normálna predbežná úprava extrakciou petroléterom a vodou, korekčné faktory b_1 a b_2 netreba zohľadniť okrem nebielenej bavlny, nebieleného ľanu a nebielenej konopy, 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 SEPARÁCIOU

II.1. Oblasť aplikovania

Táto metóda je použiteľná na textilné vlákna všetkých typov za predpokladu, že netvoría dobre premiešanú zmes a že ich možno separovať ručne.

II.2. Princíp

Po identifikovaní zložiek textilu sa nevláknový materiál odstráni vhodnou predbežnou úpravou a potom sa vlákna separujú ručne, vysušia a odvážia, aby sa vypočítal podiel každého vlákna v zmesi.

II.3. Vybavenie

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

II.3.2. Exsikátor so silikagélom s indikátorom vlhkosti

II.3.3. Vetraná sušiareň na sušenie vzoriek na 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. Preparačná ihla

II.3.7. Zákrutomer alebo podobný prístroj

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 bod 1.4.

II.6. Laboratórna skúšobná vzorka, pozri bod 1.5.

II.7. Predbežná úprava laboratórnej skúšobnej vzorky, pozri bod 1.6.

II.8. Postup

II.8.1. Analýza priadze

Selektovať z predbežne upravenej laboratórnej skúšobnej vzorky vzorku na analýzu s hmotnosťou nie menšou ako 1 g. Pri veľmi jemnej priadzi sa analýza môže robiť na minimálnej dĺžke 30 m bez ohľadu na jej hmotnosť.

Postrihať priadzu na kusy vhodnej dĺžky a separovať typy vlákien pomocou ihly, a ak je to potrebné, skúšačky zákrutu. Takto získané typy vlákien sa umiestnia do vopred odvážených odvažovačiek a vysušujú sa pri 105 ± 3 °C, kým sa nedosiahne konštantná hmotnosť, ako je to opísané v bodoch 1.7.1. a 1.7.2.

II.8.2. Analýza látky (plošnej textílie)

Selektovať z vopred upravenej laboratórnej skúšobnej vzorky, dobre zbavenej všetkých okrajov, vzorku na analýzu s hmotnosťou nie menšou ako 1 g, s okrajmi starostlivo pristrihnutými, aby sa zamedzilo ostrapkaniu a paralelne s útkom alebo osnovou priadzi, alebo v prípade pletených textílií, stĺpikov a riadkov. Separovať rozličné typy vlákien, zhromaždiť ich vo vopred zvážených odvažovačkách a postupovať, ako je to opísané v bode II.8.1.

II.9. Výpočet a vyjadrenie výsledkov

Hmotnosť každej vláknovej zložky vyjadriť ako percento celkovej hmotnosti vlákien v zmesi. Výsledky počítať na báze čistej suchej hmotnosti, upravenej (a) odsúhlasenými prídavkami a (b) opravnými faktormi, pričom je potrebné vziať do úvahy straty 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. Na výpočet percenta každej zložky s úpravou odsúhlasenými prídavkami a tam, kde je to primerané, opravnými faktormi na stratu hmoty počas predbežnej úpravy, pozri bod 1.8.2.

III.1. Presnosť metód

Presnosť indikovaná v jednotlivých metódach súvisí s reprodukovateľnosťou.

Reprodukovateľnosť sa vzťahuje na spoľahlivosť, t. j. tesnosť zhody medzi experimentálnymi hodnotami získanými obsluhou v rôznych laboratóriách alebo v rôznych časoch s použitím tej istej metódy, a na získanie individuálnych výsledkov na vzorkách na analýzu z identickej konzistentnej zmesi. Reprodukovateľnosť je vyjadrená intervalom spoľahlivosti výsledkov pre hladinu významnosti 95 %.

Tým sa myslí, že rozdiel medzi dvoma výsledkami v sérii analýz vykonaných v rôznych laboratóriách sa pri normálnom a správnom aplikovaní metódy na identickej a konzistentnej zmesi prekročí len v piatich prípadoch zo sto.

III.2. Skúšobná správa

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

II.2.2. Uviesť podrobnosti o akejkoľvek špeciálnej predbežnej úprave, pozri bod 1.6.

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

2. ŠPECIÁLNE METÓDY - SÚHRNNÁ TABUĽKA

Metóda číslo	Oblasť aplikovania		Činidlo
1	Acetát	Určité iné vlákna	Acetón
2	Určité proteínové vlákna	Určité iné vlákna	Chlórnán
3	Viskóza, medňaté vlákno alebo určité typy modalu	Bavlna	Kyselina mravčia a chlorid zinočnatý
4	Polyamid alebo nylon	Určité iné vlákna	Kyselina mravčia, 80 % m/m
5	Acetát	Triacetát	Benzylalkohol
6	Triacetát	Určité iné vlákna	Dichlórmétán
7	Určité celulókové vlákna	Polyester	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	Sírouhlík/acetón, 55,5/44,5 v/v
10	Acetát	Určité chloridové vlákna	Ľadová kyselina octová
11	Hodváb	Vlna alebo vlasy (chlpy)	Kyselina sírová, 75 % m/m
12	Juta	Určité živočíšne vlákna	Metóda na obsah dusíka
13	Polypropylén	Určité iné vlákna	Xylén
14	Chloridové vlákna (homopolyméry vinylchloridu)	Určité iné vlákna	Metóda s koncentrovanou kyselinou sírovou
15	Chloridové vlákna, určité modakrylové vlákna, určité elastanové vlákna, acetátové vlákna, triacetátové vlákna	Určité iné vlákna	Cyklohexanón

METÓDA č. 1
ACETÁT A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(acetónová metóda)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej hmoty pri dvojzložkových zmesiach:

1.1. acetátu (19),

1.2. s vlnou (1), zvieracími chlpmi (2 a 3), hodvádom (4), bavlnou (5), ľanom (7), pravými konope (8), jutou (9), manilskými konope (10), alfou (11), kokosovým vláknom (12), kanafom (13), ramiou (14), sisalom - mexickými konope (15), medňatým vláknom (21), modalom (22),

proteínom (23), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30) a polyesterom (31).

Uvedenú metódu nemožno za žiadnych okolností použiť pri acetátových vláknach, ktoré boli deacetylované na povrchu.

2. PRINCÍP

Acetát sa rozpustí zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou acetónu. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, vyjadří sa 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

Kuželová banka so zábrusom s objemom minimálne 200 ml.

3.2. Činidlo

Acetón.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

k vzorke obsiahnutej v kuželovej banke so zábrusom a s objemom najmenej 200 ml pridať 100 ml acetónu na gram vzorky, potriasť bankou, nechať stáť 30 minút pri izbovej teplote, z času na čas premiešať a potom dekantovať kvapalinu cez odvážený filtračný téglik.

Opakovať spracovanie ešte dvakrát (čím sa dosiahnu dovedna tri extrakcie), ale len počas 15 minút tak, aby celkovo spracovanie v acetóne trvalo 1 hodinu. Zvyšok preniesť do skleného fritového filtra. Zvyšok opláchnuť v sklenom fritovom filtri acetónom a odsať tekutinu. Opäť naplniť filter acetónom a nechať ho stiecť samovoľne.

Napokon odvodniť téglik saním, vysušiť filter a zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 2

URČITÉ PROTEÍNOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(metóda s použitím chlórnanu)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej hmoty pri dvojzložkových zmesiach:

- 1.1. určitých proteínových vlákien, konkrétne: vlny (1), zvieracích chlupov (2 a 3), hodvábu (4), proteínu (23),
- 1.2. s bavlnou (5), mednatým vláknom (21), viskózou (25), akrylom (26), chloridovými vláknami (27), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (31), polypropylénom (33), elastanom (39) a sklenými vláknami (40).

Ak sú prítomné odlišné proteínové vlákna, metóda dáva súhrn ich častok, ale nie ich jednotlivé množstvá.

2. PRINCÍP

Proteínové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi roztokom chlórnanu. Zvyšok sa sústreďí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak je potrebné, korigovaná, vyjadří sa 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 zahŕňajúcich malý počet analýz alebo na analýzy vykonávané v primerane dlhých intervaloch, a to preto, lebo percento chlórnanu v pevnom chlórnanе lítnom - na rozdiel od chlórnanu sodného - je prakticky konštantné. Ak je percento chlórnanu známe, obsah chlórnanu netreba kontrolovať jodometricky pri každej analýze, 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 nastavený na $20 (\pm 2) ^\circ\text{C}$.

3.2. Činidlá

- (i) Chlórnanové činidlo
 - (a) Roztok chlórnanu lítneho

Ten pozostáva z čerstvo pripraveného roztoku obsahujúceho $35 (\pm 2) \text{ g/l}$ aktívneho chlóru (približne 1 M), do ktorého sa pridá $5 (\pm 0,5) \text{ g/l}$ predtým rozpusteného hydroxidu sodného. Na prípravu rozpustí 100 g chlórnanu lítneho, obsahujúceho 35 % aktívneho chlóru (alebo 115 g obsahujúcich 30 % aktívneho chlóru) približne v 700 ml destilovanej vody, pridá 5 g hydroxidu sodného, rozpusteného približne v 200 ml destilovanej vody a doplní destilovanou vodou. Roztok, ktorý bol čerstvo pripravený, netreba kontrolovať jodometricky.

- (b) Roztok chlórnanu sodného

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

Pred každou analýzou treba skontrolovať obsah aktívneho chlóru v roztoku jodometricky.

- (ii) Kyselina octová, zriedený roztok

Rozriedí 50 ml ľadovej kyseliny octovej na 1 liter vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať postup opísaný vo všeobecných inštrukciách a pokračovať takto: zmiešať približne 1 g vzorky približne so 100 ml roztoku chlórnanu (lítneho alebo sodného) v 250 ml v banke a dôkladne ňou potriasť, aby sa navlhčila vzorka.

Potom nahrievať banku 40 minút v termostate pri $20 ^\circ\text{C}$ a stále triasť alebo v pravidelných intervaloch. Keďže rozpúšťanie vlny pokračuje exotermne, reakčné teplo pri tejto metóde sa

musí distribuovať a odstraňovať. Inak môžu vzniknúť značné chyby začínajúcim sa rozpúšťaním nerozpustných vlákien.

Po 40 minútach odfiltrovať obsah banky cez vážený sklenený filtrovací téglík a preniesť zvyšok vlákien do skleneného fritového filtra opláchnutím banky malým množstvom chlórnanového činidla. Odvodniť téglík saním a premyť zvyšok postupne vodou, zriedenou kyselinou octovou a napokon vodou, odvodniť téglík saním po každom pridávaní. Nepoužívať odsávanie, kým každá premývací kvapalina nestečie samovoľne.

Napokon vyprázdniť téglík odsávaním, vysušiť téglík so zvyškom, ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je to opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$ okrem bavlny, viskózy a modalu, pri ktorých $d = 1,01$, a nebielenej bavlny, pri ktorej $d = 1,03$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 3

VISKÓZA, MEĎNATÉ VLÁKNO ALEBO URČITÉ TYPY MODALU A BAVLNY

(metóda, pri ktorej sa používa kyselina mravčia a chlorid zinočnatý)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky pri dvojzložkových zmesiach:

1. viskózy (25) alebo meďnatého vlákna (21) vrátane určitých typov modalového vlákna (22),
2. s bavlnou (5).

Ak sa ukáže, že modalové vlákno je prítomné, treba uskutočniť predbežný test s cieľom zistiť, či je rozpustné v činidle. Túto metódu nemožno použiť pri zmesiach, pri ktorých bavlna utrpela nadmernú chemickú degradáciu, ani vtedy, keď viskóza alebo meďnaté vlákno nie sú úplne rozpustné, čo zapríčiňuje prítomnosť určitých farbív alebo apretúr, ktoré nemožno úplne odstrániť.

2. PRINCÍP

Viskózové, meďnaté alebo modalové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi s činidlom pozostávajúcím z kyseliny mravčej a chloridu zinočnatého. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho korigovaná hmotnosť sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchej hmotnosti viskózy, meďnatého alebo modalového 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 na udržiavanie baniek pri $40 (\pm 2) ^\circ\text{C}$.

3.2. Činidlá

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

Poznámka

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

- (ii) Roztok hydroxidu amónneho: rozriediť 20 ml koncentrovaného roztoku amoniaku (špecifická hmotnosť 0,880 g/ml) do 1 litra vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať postup opísaný vo všeobecných inštrukciách a pokračovať takto: umiestniť vzorku bezprostredne do banky predhriatej na 40 °C. Pridať 100 ml roztoku kyseliny mravčej a chloridu zinočnatého predhriatych na 40 °C na 1 g vzorky. Uzavrieť zátkou a silne potriasť bankou. Udržiavať banku a jej obsah pri konštantnej teplote 40 °C dva a pol hodiny, potriasajúc bankou v hodinových intervaloch. Prefiltrovať obsah banky cez odvážený sklený fritový filter a pomocou činidla preniesť do téglíka akékoľvek vlákna, ktoré zostali v banke. Prepláchnuť 20 ml činidla.

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

Nepoužívať odsávanie, kým každá premývací kvapalina nestečie samovoľne. Napokon odstrániť zvyšujúcu kvapalinu saním, vysušiť téglík a zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Pre bavlnu hodnota $d = 1,02$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 4

POLYAMID ALEBO NYLON A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(metóda používajúca 80 % m/m kyselinu mravčiu)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

1.1. polyamidu alebo nylonu (30)

1.2. s vlnou (1), zvieracími chlpmi (2 a 3), bavlnou (5), mednatým vláknom (21), modalovým vláknom (22), viskózou (25), akrylom (26), chloridovými vláknami (27), polyesterom (31), polypropylénom (33) a so skleným vláknom (40).

Ako bolo uvedené, táto metóda je taktiež použiteľná na zmesi s vlnou, no v prípade, ak je obsah vlny nad 25 %, mala by sa použiť metóda č. 2 (rozpušťanie vlny v roztoku alkalického chlórnanu sodného).

2. PRINCÍP

Polyamidové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou kyseliny mravčej. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho korigovaná hmotnosť sa vyjadří 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

Kuželová banka so zábrusom s objemom najmenej 200 ml.

3.2. Činidlá

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

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

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

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

K vzorke obsiahnutej v kuželovej banke so zábrusom s objemom najmenej 200 ml pridať 100 ml kyseliny mravčej na 1 g vzorky. Zazátkovať, potriasť bankou, aby sa zvlhčila vzorka. Banku nechať stáť 15 minút pri izbovej teplote, pravidelne ju potriasajúc. Prefiltrovať obsah banky cez odvážený sklený fritový filter a preniesť akékoľvek zvyšné vlákna do téglíka opláchnutím banky malým množstvom činidla - kyseliny mravčej. Odvodniť téglík saním a premyť zvyšok na filtri postupne činidlom - kyselinou mravčou, horúcou vodou, zriedeným roztokom amoniaku a napokon studenou vodou, odvodniť lievik saním po každom pridaní. Sanie neaplikovať, kým každá premývací kvapalina nestečie samovoľne. Napokon téglík odvodniť saním, vysušiť ho, zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítateľ, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 5 **ACETÁT A TRIACETÁT**

(metóda používajúca benzylalkohol)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

1.1. acetátu (19)

1.2. s triacetátom (24).

2. PRINCÍP

Acetátové vlákno sa rozpustí zo známej suchej hmotnosti zmesi benzylalkoholom pri 52 ± 2 °C. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť sa vyjadří 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) Kuželová banka so zábrusom so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.

(ii) Mechanická trepačka.

(iii) Termostat alebo iné vybavenie na udržiavanie banky pri teplote 52 ± 2 °C.

3.2. Činidlá

(i) Benzylalkohol.

(ii) Etanol.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

Ku vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke pridať 100 ml benzylalkoholu na 1 g vzorky. Zazátkovať, pripevniť banku na trepačku tak, aby bola ponorená vo vodnom kúpeli, udržiavať pri 52 ± 2 °C a triasť 20 minút pri tejto teplote. (Namiesto použitia mechanickej trepačky možno banku silno potriasť rukou.)

Dekantovať kvapalinu cez odvážený sklený fritový filter. Pridať ďalšiu dávku benzylalkoholu do banky a potriasť ako predtým pri 52 ± 2 °C počas 20 minút. Dekantovať kvapalinu cez téglík.

Opakovať cyklus operácií trikrát.

Napokon preliať kvapalinu a zvyšok do téglíka; opláchnuť akékoľvek zvyšné vlákna z banky do téglíka pomocou dodatočného množstva benzylalkoholu pri 52 ± 2 °C. Téglík dokonale odvodniť. Preniesť vlákna do banky, prepláchnuť etanolom a po potrasení ručne dekantovať cez sklený fritový filter. Túto preplachovaciu operáciu opakovať dvakrát alebo trikrát. Preniesť zvyšok do téglíka a dokonale odvodniť. Vysušiť téglík a zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 6

TRIACETÁTOVÉ A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(metóda používajúca dichlórmetán)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

1.1. triacetátu (24)

1.2. s vlnou (1), zvieracími chlpmi (2 a 3), hodváhom (4), bavlnou (5), mednatým vláknom (21), modalovým vláknom (22), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (31) a so skleným vláknom (40).

Poznámka

Triacetátové vlákna, ktoré dostali apretúru vedúcu k čiastočnej hydrolýze, nebudú v činidle úplne rozpustné. V takýchto prípadoch metóda nie je použiteľná.

2. PRINCÍP

Triacetátové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou dichlórmetánu. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak je to potrebné korigovaná, sa vyjadrí ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého triacetátu sa zistí rozdielom.

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

3.1. Vybavenie

Kuželová banka so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.

3.2. Činidlo

Dichlórmetán.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

Ku vzorke obsiahnutej v 200 ml kuželovej banke so sklenou zátkou pridať 100 ml dichlórmetánu na 1 g vzorky. Zazátkovať, potriasť bankou každých 10 minút, aby sa zvlhčila vzorka, nechať stáť 30 minút pri izbovej teplote a potriasť bankou v pravidelných intervaloch. Dekantovať kvapalinu cez odvážený sklený fritový filter. Pridať 60 ml dichlórmetánu do banky obsahujúcej zvyšok, ručne potriasť a prefiltrovať obsah banky cez sklený fritový filter. Preniesť zvyšné vlákna do téglíka opláchnutím banky malým množstvom dichlórmetánu. Odvodniť téglík saním, aby sa odstránil prebytok kvapaliny, téglík znovu naplniť dichlórmetánom a nechať stiecť samovoľne.

Napokon aplikovať odsávanie na eliminovanie prebytku kvapaliny, potom pridať k zvyšku horúcu vodu, aby sa eliminovalo všetko rozpúšťadlo, použiť odsávanie, téglík vysušiť a zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítateľ, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$ okrem polyesteru, pre ktorý hodnota $d = 1,01$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 7

URČITÉ CELULÓZOVÉ VLÁKNA A POLYESTER

(metóda používajúca 75 % m/m kyselinu sírovú)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

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

1.2. s polyesterom (31).

2. PRINCÍP

Celulózové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou 75 % m/m kyseliny sírovej. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Podiel suchého celulózového vlákna sa zistí diferenciou.

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

3.1. Vybavenie

- (i) Kuželová banka so zábrusom so sklenou 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.

Pripraviť 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 rozriediť na 1 liter vodou.

- (ii) Amoniak, zriedený roztok.

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

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

Ku vzorke obsiahnutej v kuželovej banke, zazátkovanej, s objemom najmenej 500 ml pridať 200 ml 75 % kyseliny sírovej na 1 g vzorky. Zazátkovať, dôkladne potriasť bankou, aby sa zvlhčila vzorka. Udržiavať banku pri 50 ± 5 °C počas 1 hodiny, potriasajúc v pravidelných intervaloch približne 10 minút.

Prefiltrovať obsah banky cez odvážený sklený fritový filter pomocou odsávania. Preniesť akékoľvek zvyšné vlákna opláchnutím banky malým množstvom 75 % kyseliny sírovej. Odvodniť téglík saním a opláchnuť zvyšok na filtri jedenkrát naplnením téglíka čerstvou dávkou kyseliny sírovej. Nepoužiť odsávanie, pokiaľ kyselina nestečie samovoľne.

Opláchnuť zvyšok postupne niekoľkokrát chladnou vodou, dvakrát zriedeným roztokom amoniaku a potom dokonale studenou vodou, odvodniť téglík odsávaním po každom pridaní. Nepoužiť odsávanie, pokiaľ každá preplachová kvapalina nestečie samovoľne.

Napokon odvodniť zvyšnú kvapalinu z téglíka odsávaním, téglík vysušiť a zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 8

AKRYLY, URČITÉ MODAKRYLY ALEBO URČITÉ CHLORIDOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(metóda používajúca dimetylformamid)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

- 1.1. akrylov (26), určitých modakrylov (29) alebo určitých chloridových vlákien (27)¹⁾
- 1.2. s vlnou (1), so zvieracími chlpmi (2 a 3), s hodváhom (4), bavlnou (5), mednatým vláknom (21), modalom (22), viskózou (25), polyamidom alebo nylonom (30) a polyesterom (31).

Je rovnako použiteľná na akryly a určité modakryly spracovávané s kovovokomplexnými farbivami, ale nie tie, ktoré sú farbené chrómovými farbami.

2. PRINCÍP

Akrylové, modakrylové alebo chloridové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi pomocou dimetylformamidu zohriateho vo vriacom vodnom kúpeli. Zvyšok sa zhromaždí, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak je to potrebné, korigovaná, vyjadří sa 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) Kuželová banka so zábrusom so sklenou 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, preto sa odporúča použiť digestor.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

K vzorke obsiahnutej v kuželovej banke so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridať na 1 g vzorky 80 ml dimetylformamidu zohriateho vo vriacom vodnom kúpeli, vložiť zátku, potriasť bankou, aby sa zvlhčila vzorka a zohrievať vo vriacom vodnom kúpeli jednu hodinu. Potriasť bankou päťkrát jemne rukou po uvedený čas.

Dekantovať kvapalinu cez odvážený sklený fritový filter, ponechávajúc vlákna v banke. Pridať ďalších 60 ml dimetylformamidu do banky a zohrievať ďalších 30 minút, potriasť bankou dvakrát jemne rukou po uvedený čas.

Prefiltrovať obsah banky cez sklený fritový filter pomocou odsávania.

Preniesť akékoľvek zvyškové vlákno do téglíka opláchnutím banky dimetylformamidom. Odvodniť téglík odsávaním. Premýť zvyšok približne s 1 litrom horúcej vody pri 70 - 80 °C, pričom zakaždým naplniť téglík. Po každom pridaní vody nakrátko aplikovať odsávanie, ale až potom, keď voda stečie samovoľne. Ak prepieracia kvapalina tečie cez téglík príliš pomaly, môže sa aplikovať mierne odsávanie.

Napokon vysušiť téglík so zvyškom, vychladiť ho a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$ okrem prípadov:

pre vlnu $d = 1,01$

pre bavlnu $d = 1,01$

pre mednaté vlákno $d = 1,01$

pre modal $d = 1,01$

pre polyester $d = 1,01$

6. PRESNOST

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

METÓDA č. 9

URČITÉ CHLORIDOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(metóda používajúca zmes 55,5/44,5 sulfidu uhličitého a acetónu)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

- 1.1. určitých chloridových vlákien (27), menovite určitých polyvinylchloridových vlákien, či už sú následne chlórované alebo nie¹⁾
- 1.2. s vlnou (1), so zvieracími chlpmi (2 a 3), s hodváhom (4), bavlnou (5), mednatými vláknami (21), modalom (22), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (31), so skleným vláknom (40).

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.

2. PRINCÍP

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

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

3.1. Vybavenie

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenou 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 použiť digestor.
- (ii) Etanol (92 % objemových) alebo metanol.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

K vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridať 100 ml azeotropickej zmesi na 1 g vzorky. Banku bezpečne utesniť a pretrepávať bankou na mechanickej trepačke alebo dôkladne potriať rukou 20 minút pri izbovej teplote. Dekantovať kvapalinu nad usadeninou cez odvážený sklený fritový filter.

Spracovanie opakovať so 100 ml čerstvého činidla. Pokračovať s týmto cyklom operácií, pokiaľ žiadna usadenina polyméru nezostane na hodinovom sklíčku, keď sa vyparí kvapka extrakčnej kvapaliny. Preniesť zvyšok na sklený fritový filter s použitím väčšieho množstva činidla, aplikovať odsávanie na odstránenie kvapaliny a téglik s obsahom zvyšku prepláchnuť 20 ml alkoholu a potom trikrát vodou. Nechať preplachovú kvapalinu stiecť samovoľne pred drenážou pomocou odsávania. Vysušiť téglik a zvyšok ochladiť a odvážiť.

Poznámka

S určitými zmesami majúcimi vysoký obsah chloridového vlákna môže nastať značné zrazenie vzorky počas postupu sušenia, čoho výsledkom je oneskorené rozpúšťanie chloridového vlákna rozpúšťadlom. Toto však neovplyvňuje konečné rozpustenie chloridového vlákna v rozpúšťadle.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítajte, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 10**ACETÁTOVÉ A URČITÉ CHLORIDOVÉ VLÁKNA**

(metóda používajúca ľadovú kyselinu octovú)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

1.1. acetátu (19)

1.2. s určitými chloridovými vláknami (27), menovite polyvinylchloridovými vláknami, či už sú následne chlórované alebo nie.

2. PRINCÍP

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

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

3.1. Vybavenie

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenou 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

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

K vzorke obsiahnutej v kužeľovej banke so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridať 100 ml ľadovej kyseliny octovej na 1 g vzorky. Banku bezpečne utesniť a pretrepávať na mechanickej trepačke alebo dôkladne potriasť rukou počas 20 minút pri izbovej teplote.

Dekantovať kvapalinu nad usadeninou cez odvážený sklený fritový filter. Toto spracovanie opakovať dvakrát, zakaždým s použitím 100 ml čerstvého činidla, čím sa dosiahnu celkovo tri extrakcie. Preniesť zvyšok na sklený fritový filter, odvodniť odsávaním, aby sa odstránila kvapalina a téglík s obsahom zvyšku prepláchnuť 50 ml ľadovej kyseliny octovej a potom trikrát vodou. Po každom oplachovaní nechať kvapalinu stiecť samovoľne a potom použiť odsávanie. Vysušiť téglík a zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 11

HODVÁB A VLNA ALEBO CHLPY

(metóda používajúca 75 % m/m kyselinu sírovú)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

1.1. hodvábu (4)

1.2. s vlnou (1) alebo so zvieracími chlpmi (2 a 3).

2. PRINCÍP

Hodvábne vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi so 75 % m/m kyselinou sírovou.¹⁾

Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak je to potrebné, korigovaná, vyjadrí sa ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento suchého hodvábu sa zistí diferenciou.

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

3.1. Vybavenie

Kuželová banka so zábrusom so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.

3.2. Činidlá

(i) Kyselina sírová (75 ± 2 % m/m).

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

Po ochladení na izbovú teplotu zriediť roztok na 1 liter vodou.

(ii) Kyselina sírová, zriedený roztok: pridajte 100 ml kyseliny sírovej (hustota pri 20 °C : 1,84) pomaly do 1 900 ml destilovanej vody.

(iii) Amoniak, zriedený roztok: zriediť 200 ml koncentrovaného amoniaku (hustota pri 20 °C : 0,880) do 1 000 ml vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

K vzorke obsiahnutej v kuželovej banke so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml pridať 100 ml 75 % m/m kyseliny sírovej na 1 g vzorky a vložiť zátku. Dôkladne potriasť a nechať stáť 30 minút pri izbovej teplote. Znovu potriasť a nechať stáť 30 minút. Napokon potriasť a prefiltrovať obsah banky cez odvážený sklený fritový filter. Zmyť akékoľvek zvyšné vlákna z banky pomocou 75 % kyseliny sírovej - činidla. Premýť zvyšok na filtri postupne 50 ml roztoku kyseliny sírovej, 50 ml vody a 50 ml roztoku amoniaku. Zakaždým nechať vlákna, aby zostali v kontakte s kvapalinou približne 10 minút pred použitím odsávania. Napokon prepláchnuť vodou, ponechajúc vlákna v kontakte s vodou približne 30 minút. Odvodniť téglík odsávaním. Vysušiť téglík a zvyšok ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Pre vlnu hodnota $d = 0,985$.¹⁾

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 12

JUTA A URČITÉ ŽIVOČÍŠNE VLÁKNA

(metóda stanovením obsahu dusíka)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

1.1. juty (9)

1.2. s určitými živočíšnymi vláknami.

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

2. PRINCÍP

Stanoví sa obsah dusíka v zmesi a z tohto obsahu a zo známeho alebo z predpokladaného obsahu dusíka oboch zložiek sa vypočíta podiel obsahu dusíka v oboch zložkách.

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

3.1. Vybavenie

(i) Kjeldahlova mineralizačná banka, objem 200 - 300 ml.

(ii) Kjeldahlov destilačný prístroj so vstrekaním pary.

(iii) Titračný prístroj 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 selénitý.¹⁾

(vi) Roztok hydroxidu sodného (400 g/liter). Rozpustíť 400 g hydroxidu sodného v 400 - 500 ml vody a zriediť na 1 liter vodou.

(vii) Zmiešaný indikátor. Rozpustíť 0,1 g metylčervene v 95 ml etanolu a 5 ml vody a zmiešať s 0,5 g brómkrezolovej zelene rozpustenej v 475 ml etanolu a 25 ml vody.

(viii) Roztok kyseliny boritej. Rozpustíť 20 g kyseliny boritej v 1 litri vody.

(ix) Kyselina sírová 0,02 N (štandardný volumetrický roztok).

4. PREDBEŽNÁ ÚPRAVA SKÚŠOBNEJ VZORKY

Nasledujúca predbežná úprava nahrádza predbežnú úpravu opísanú vo všeobecných inštrukciách:

Extrahovať suchú, na vzduchu vysušenú vzorku v Soxhletovom prístroji so zmesou jeden objem toluénu a tri objemy metanolu počas 4 hodín pri minimálnej rýchlosti 5 cyklov za hodinu. Ponechať, aby sa rozpúšťadlo vyparilo zo vzorky na vzduchu a odstrániť posledné stopy v sušiarňi pri 105 ± 3 °C. Potom extrahovať vzorku vo vode (50 ml na 1 g vzorky) varením s refluxom počas 30 minút. Odfiltrovať, vrátiť vzorku do banky a opakováť extrakciu s identickým objemom vody. Prefiltrovať, odstrániť nadbytok vody zo vzorky stláčaním, odsávaním alebo odstredením a potom nechať vzorku na vzduchu vysušiť.

Poznámka

Treba mať na mysli toxické účinky toluénu a metanolu a pri ich používaní treba urobiť bezpečnostné opatrenia.

5. SKÚŠOBNÝ POSTUP

5.1. Všeobecné inštrukcie

Dodržiavať postup opísaný vo všeobecných inštrukciách, ak ide o selekciu, sušenie a váženie telieska.

Podrobný postup

Presunúť vzorku do Kjeldahlovej mineralizačnej banky. K vzorke vážiacej najmenej 1 g, danej do mineralizačnej banky, pridať v nasledujúcom poradí 2,5 g síranu draselného, 0,1 - 0,2 g oxidu selénitického a 10 ml kyseliny sírovej (relatívna hustota 1,84). Banku nahriať spočiatku mierne, kým celé vlákna nebudú rozložené, a potom ohrievať oveľa energetickejšie, kým sa roztok nevyjasní a nebude takmer bezfarebný. Ohrievať ho počas ďalších 15 minút. Nechať banku ochladiť, rozriediť obsah opatrne 10 - 20 ml vody, ochladiť, preniesť obsah kvantitatívne do 200 ml kalibrovannej banky a doplniť objem vodou na vytvorenie mineralizačného roztoku.

Dať približne 20 ml roztoku kyseliny boritej do 100 ml kužeľovej banky a umiestniť banku pod chladič Kjeldahlovho destilačného prístroja tak, aby výtoková trubička bola ponorená práve pod povrch roztoku kyseliny boritej. Premiestniť presne 10 ml mineralizačného roztoku do destilačnej banky, pridať nie menej ako 5 ml roztoku hydroxidu sodného do lievika, zľahka zdvihnúť zátku a nechať roztok hydroxidu sodného natekať pomaly do banky. Ak mineralizačný roztok a roztok hydroxidu sodného zostanú ako dve oddelené vrstvy, zmiešať ich miernym miešaním. Ohrievať jemne destilačnú banku a dať ju do pary z generátora. Zhromaždiť približne 20 ml destilátu, spustiť kužeľovú banku tak, aby špička výtokovej trubičky chladiča bola približne 20 mm pod povrchom kvapaliny a destilovať ešte jednu minútu. Opláchnuť špičku výtláčnej rúrky vodou a zachytiť opláchnutú kvapalinu do kužeľovej banky. Vybrať kužeľovú banku a nahradiť ju ďalšou kužeľovou bankou obsahujúcou zhruba 10 ml roztoku kyseliny boritej a odobrať približne 10 ml destilátu.

Titrovať oba destiláty oddelene s 0,02 N kyselinou sírovou, použiť zmiešaný indikátor. Zaznamenať celkový titer pre oba destiláty. Ak titer pre druhý destilát je viac ako 2 ml, opakováť test a začať destiláciu znovu s použitím čerstvého podielu mineralizačného roztoku.

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

6. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

6.1. Vypočítať percento obsahu dusíka v suchej vzorke takto:

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

kde:

A % je množstvo dusíka v čistej suchej vzorke v percentách,

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

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

N je normalita štandardnej kyseliny sírovej,

W je suchá hmotnosť vzorky v gramoch.

- 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, vypočítať zloženie zmesi takto:

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

kde:

PA % je množstvo živočíšneho vlákna v čistej suchej vzorke v percentách.

7. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 13

POLYPROPYLÉNOVÉ VLÁKNA A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(xylénová metóda)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

1.1. polypropylénových vlákien (33)

1.2. s vlnou (1), živočíšnymi chlpmi (2 a 3), hodváhom (4), bavlnou (5), acetátom (19), mednatým vláknom (21), modalom (22), triacetátom (24), viskózou (25), akrylom (26), polyamidom alebo nylonom (30), polyesterom (31) a skleným vláknom (40).

2. PRINCÍP

Polypropylénové vlákno sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi vriacim xylénom. Zvyšok sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak treba korigovaná, sa vyjadrí ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento polypropylénu sa zistí diferenciou.

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

3.1. Vybavenie

- (i) Kuželová banka so zábrusom so sklenou zátkou s objemom najmenej 200 ml.
- (ii) Spätný chladič (vhodný pre kvapaliny s vysokým bodom varu) vhodný pre kuželovú banku.

3.2. Činidlo

Xylén destilujúci medzi 137 až 142 °C.

Poznámka:

Toto činidlo je vysoko horľavé a má toxické pary. Pri jeho používaní sa musia vykonať vhodné bezpečnostné opatrenia.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať všeobecné inštrukcie a postupovať takto:

Ku vzorke obsiahnutej v kuželovej banke [(3.1 (i))] pridať 100 ml xylénu (3.2) na gram vzorky. Pripojiť chladič [3.1 (ii)], priviesť obsah do varu a udržiavať na bode varu počas troch minút. Okamžite dekantovať horúcu kvapalinu cez odvážený sklený fritový filter (pozri poznámku 1). Toto spracovanie opakovať ešte dvakrát, zakaždým s použitím čerstvej 50 ml dávky rozpúšťadla.

Premýť 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 prefiltrovať obsah banky cez téglík, preniesť akékoľvek zvyšné vlákna do téglíka pomocou malého množstva petroléru a nechať rozpúšťadlo vypariť. Vysušiť téglík a zvyšok, ochladiť a odvážiť ich.

Poznámky:

1. Sklený fritový filter, cez ktorý sa má dekantovať xylén, musí byť vopred predhriaty.
2. Po spracovaní s vriacim xylénom zabezpečiť, aby banka obsahujúca zvyšok bola dostatočne ochladená predtým, ako sa pridá petroléter.
3. Aby sa redukovalo nebezpečenstvo požiaru a toxicity pre obsluhu, možno použiť extrakčný prístroj s použitím primeraných postupov dávajúcich identické výsledky.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$.

6. PRESNOSŤ

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

METÓDA č. 14

CHLORIDOVÉ VLÁKNA (HOMOPOLYMÉRY VINYLCHLORIDU) A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(metóda s koncentrovanou kyselinou sírovou)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

- 1.1. chloridových vlákien (27) založených na homopolyméroch vinylchloridu, či už následne chlórovaných alebo nie
- 1.2. s bavlnou (5), acetátom (19), mednatým vláknom (21), modalom (22), triacetátom (24), viskózou (25), určitými akrylmi (26), určitými modakrylmi (29), polyamidom alebo nylonom (30) a polyesterom (31).

Príslušné modakryly sú tie, ktoré dávajú číry roztok, keď sú ponorené 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 (t. j. vlákna uvedené v bode 1.2.) sa rozpúšťa zo známej suchej hmotnosti zmesi koncentrovanou kyselinou sírovou (relatívna hustota 1,84 pri 20 °C). Zvyšok pozostávajúci z chloridového vlákna sa zhromaždí, premyje, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak ju treba korigovať, vyjadří sa ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento druhej zložky sa zistí diferenciou.

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

3.1. Vybavenie

- (i) Kužeľová banka so zábrusom so sklenou 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. Pripraviť 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 rozriediť roztok na 1 liter vodou.
- (iii) Amoniak, zriedený roztok. 60 ml koncentrovaného roztoku amoniaku (relatívna hustota 0,880 pri 20 °C) sa doplní na jeden liter destilovanou vodou.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať postup opísaný vo všeobecných inštrukciách a postupovať takto:

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

Obsah banky nechaj stáť pri izbovej teplote počas 10 minút a v priebehu tohto času príležitostne miešať skúšobnú vzorku pomocou sklenej tyčinky. Ak sa spracováva tkaná alebo pletená textília, zakliní ju medzi stenu banky a sklenú tyčinku a vyvinúť ľahký tlak, aby sa separoval materiál rozpustený kyselinou sírovou.

Dekantovať kvapalinu cez odvážený sklený fritový filter. Pridať do banky čerstvú dávku 100 ml kyseliny sírovej [3.2 (i)] a opakovať tú istú operáciu. Preniesť obsah banky do skleného fritového filtra, preniesť tam vláknitý zvyšok pomocou sklenej tyčinky. Ak treba, pridať trochu koncentrovanej kyseliny sírovej [3.2 (i)] do banky, aby sa odstránili akékoľvek vlákna prilepené na stenu. Odvodniť sklený fritový filter odsávaním; odstrániť filtrát vyprázdnením alebo výmenou filtračnej banky, opláchnuť zvyšok v téglíku postupne 50 %-ným roztokom kyseliny sírovej [3.2(ii)], destilovanou alebo deionizovanou vodou podľa všeobecných inštrukcií, roztokom amoniaku [3.2 (iii)] a napokon dôkladne opláchnuť destilovanou alebo deionizovanou vodou, odvodniť téglík odsávaním po každom pridaní. (Nepoužívať odsávanie počas premývacej operácie, ale len po tom, čo kvapalina stečie samovoľne).

Téglík a zvyšok vysušiť, ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota d = 1,00.

6. PRESNOST

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

METÓDA č. 15

CHLORIDOVÉ VLÁKNA, URČITÉ MODAKRYLY, URČITÉ ELASTANY, ACETÁTY, TRIACETÁTY A URČITÉ INÉ VLÁKNA

(metóda používajúca cyklohexanón)

1. OBLASŤ APLIKOVANIA

Túto metódu možno použiť po odstránení nevláknovej látky na dvojzložkové zmesi:

- 1.1. acetátu (19), triacetátu (24), chloridových vlákien (27), určitých modakrylov (29), určitých elastanov (39)
- 1.2. s vlnou (1), živočíšnymi chlpmi (2 a 3), hodváhom (4), bavlnou (5), mednatým vláknom (21), modalom (22), viskózou (25), polyamidom alebo nylonom (30), akrylom (26) a skleným vláknom (40).

Tam, kde sú prítomné modakryly alebo elastany, musí sa najprv uskutočniť predbežný test na stanovenie, či je vlákno úplne rozpustné v činidle.

Možno tiež analyzovať zmesi obsahujúce chloridové vlákna s použitím metódy č. 9 alebo 14.

2. PRINCÍP

Acetátové a triacetátové vlákna, chloridové vlákna, určité modakryly a určité elastany sa rozpúšťajú zo známej suchej hmotnosti s cyklohexanónom pri teplote blízkej bodu varu. Zvyšok a zhromaždí, prepláchne, vysuší a odváži; jeho hmotnosť, ak treba korigovaná, sa vyjadří ako percento suchej hmotnosti zmesi. Percento chloridového vlákna, modakrylu, elastanu, acetátu a triacetátu sa zistí z rozdielu hodnôt.

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

3.1. Vybavenie

- (i) Vybavenie na horúcu extrakciu, vhodné na použitie v skúšobnom postupe v časti 4.
- (ii) Sklený fritový filter na zachytenie vzorky.
- (iii) Pórovitá priehradka (stupeň pórovitosti 1).
- (iv) Spätný chladič, 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 vykonať vhodné bezpečnostné opatrenia.

4. SKÚŠOBNÝ POSTUP

Dodržiavať postup opísaný vo všeobecných inštrukciách a postupovať takto:

Vliať do destilačnej banky 100 ml cyklohexanónu na gram materiálu, vložiť extrakčný kontajner, v ktorom je sklený fritový filter obsahujúci vzorku a pórovitú priehradku mierne naklonenú, ktorá bola umiestnená predtým. Vložiť spätný chladič. Uviesť do varu a pokračovať

s extrakciu počas 60 minút pri minimálnej rýchlosti 12 cyklov za hodinu. Po extrakcii a ochladení vybrať extrakčný kontajner, vytiahnuť sklený fritový filter a vybrať pórovitú priehradku. Opláchnuť obsah skleného fritového filtra 3- alebo 4-krát 50 % etylalkoholom ohriatym na približne 60 °C a následne jedným litrom vody pri 60 °C.

Nepoužívať odsávanie počas preplachovacích operácií alebo medzi nimi. Nechať stiecť kvapalinu samovoľne a potom použiť odsávanie. Napokon vysušiť téglík so zvyškom, ochladiť a odvážiť.

5. VÝPOČET A VYJADRENIE VÝSLEDKOV

Výsledky vypočítať, ako je opísané vo všeobecných inštrukciách. Hodnota $d = 1,00$ okrem:

hodvábu $d = 1,01$,

akrylu $d = 0,98$.

6. PRESNOSŤ

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

Príloha č. 4
k nariadeniu vlády č. 23/2003 Z. z.

KVANTITATÍVNA ANALÝZA TROJZLOŽKOVÝCH ZMESÍ VLÁKEN

ÚVODNÉ USTANOVENIA

Metódy, ktoré sa používajú na kvantitatívnu analýzu zmesí vláken, sú založené na dvoch postupoch - na ručnom a chemickom oddeľovaní typov vláken.

Metódu ručného oddeľovania treba používať vždy, keď je to možné, pretože všeobecne dáva presnejšie výsledky ako chemická metóda. Môže sa používať pri všetkých textilných materiáloch, ktorých vláknové zložky netvoria neoddeliteľnú zmes, ako napríklad priadze vyrobené z rôznych prvkov, z ktorých každý pozostáva z jedného typu vláken alebo tkaniny, v ktorých osnova je z iného typu vlákna ako útok, alebo pletené výrobky, ktoré možno rozparať a ktoré sú vyrobené z rôznych typov priadzí.

Metódy kvantitatívnej chemickej analýzy zmesí textilných vláken sú založené všeobecne na selektívnom rozpúšťaní jednotlivých zložiek. Existujú štyri možné varianty tejto metódy:

1. Použijú sa dve rôzne skúšané vzorky a zložka (a) sa rozpustením odstráni z prvej skúšobnej vzorky a zložka (b) z druhej skúšobnej vzorky. Nerozpustné zvyšky každej skúšobnej vzorky sa odvážia a na základe príslušného úbytku hmotnosti sa vypočíta zastúpenie obidvoch rozpustných zložiek v percentách. Percentuálne zastúpenie tretej zložky (c) sa vypočíta ako rozdiel.
2. Použijú sa dve rôzne skúšobné vzorky, zložka (a) sa rozpustením odstráni z prvej skúšobnej vzorky a dve zložky (b a c) z druhej skúšobnej vzorky. Nerozpustný zvyšok z prvej skúšobnej vzorky sa odváži a z úbytku hmotnosti sa vypočíta zastúpenie zložky (a) v percentách. Odváži sa nerozpustný zvyšok druhej skúšobnej vzorky, ktorý zodpovedá zložke (c). Percentuálne zastúpenie tretej zložky (b) sa vypočíta ako rozdiel.
3. Použijú sa dve rozdielne skúšobné vzorky, dve zložky (a) a (b) sa odstránia rozpustením z prvej skúšobnej vzorky a dve zložky (b a c) sa rozpustia z druhej skúšobnej vzorky. Nerozpustné zvyšky zodpovedajú zložkám (c) a (a). Percentuálne zastúpenie tretej zložky (b) sa vypočíta ako rozdiel.
4. Použije sa iba jedna skúšobná vzorka. Po odstránení jednej zo zložiek rozpustením sa odváži nerozpustný zvyšok tvorený dvoma zostávajúcimi zložkami a na základe úbytku hmotnosti sa vypočíta zastúpenie rozpustenej zložky v percentách. Jeden z dvoch druhov vláken vo zvyšku sa rozpustí, nerozpustná zložka sa odváži a percentuálny obsah druhej rozpustenej zložky sa vypočíta na základe úbytku hmotnosti. Ak je to možné, odporúča sa použiť niektorý z prvých troch variantov.

Pri chemickej analýze treba voliť metódu s použitím rozpúšťadiel, ktoré rozpúšťajú iba určené vlákna a pri ktorých ostatné vlákna zostávajú neporušené. V prílohe je ako príklad tabuľka, v ktorej je uvedených niekoľko trojzložkových zmesí a metódy analýzy dvojzložkových zmesí, ktoré možno v zásade použiť na analýzu takýchto trojzložkových zmesí.

V záujme zníženia možnosti chýb na minimum sa odporúča, aby sa vždy, keď je to možné, vykonala chemická analýza s použitím najmenej dvoch z uvedených štyroch variantov.

Zmesi použité pri spracovaní a v menšej miere aj hotové textílie môžu obsahovať nevláknový materiál, ako sú napríklad tuky, vosky alebo úpravárske prostriedky, prípadne vo vode rozpustné látky, ktoré sa v nich vyskytujú prirodzene alebo ktoré sa pridávajú na ľahšie spracovanie. Materiál nevláknovej povahy sa musí pred analýzou zo vzorky odstrániť. Z tohto dôvodu je uvedená aj metóda predbežného spracovania vzorky, t. j. odstránenia olejov, tukov, voskov a látok rozpustných vo vode.

Textílie môžu okrem toho obsahovať aj živice alebo iné látky, ktoré sa pridávajú s cieľom dosiahnuť špeciálne vlastnosti. Takéto látky a vo výnimočných prípadoch aj farbivá môžu ovplyvňovať pôsobenie chemikálií alebo sa môžu ich pôsobením čiastočne alebo úplne odstrániť. Tento typ pridávaných látok môže teda spôsobovať chyby, a preto ich pred analýzou vzorky treba odstrániť. Ak odstránenie týchto pridaných látok nie je možné, metódy kvantitatívnej chemickej analýzy uvedené v tabuľke sa nemôžu použiť.

Farbivá vo farbených vláknach sa považujú za integrálnu súčasť vlákien a neodstraňujú sa.

Analýzy sa vykonávajú na základe suchej hmotnosti. Postup jej stanovenia je uvedený.

Výsledok sa získa na základe suchej hmotnosti jednotlivých vlákien s použitím zmluvných prirážok uvedených v prílohe č. 3 vyhlášky Ministerstva hospodárstva Slovenskej republiky č. 18/1999 Z. z.

Pred analýzou treba identifikovať všetky vlákna prítomné v zmesi. Pri niektorých chemických metódach sa môžu nerozpustné zložky zmesi čiastočne rozpúšťať v činidlách, ktoré sa používajú na rozpustenie rozpustných zložiek. Všade tam, kde je to možné, sa zvolí činidlo s minimálnym alebo nulovým účinkom na nerozpustné vlákna. Ak je známy úbytok hmotnosti počas analýzy, výsledok treba opraviť. Na tento účel sú stanovené opravné koeficienty. Tieto koeficienty boli stanovené vo viacerých laboratóriách tak, že na vlákna, z ktorých boli predbežným spracovaním odstránené látky nevláknovej povahy, sa nechali pôsobiť príslušné činidlá uvedené v analytickej metóde. Tieto opravné koeficienty platia iba pre nedegradované vlákna. Ak vlákna pred spracovaním alebo počas neho podliehajú degradácii, potom treba použiť iné opravné koeficienty. Ak treba použiť štvrtý variant, v ktorom sa na textilné vlákna postupne pôsobí dvoma rôznymi rozpúšťadlami, potom treba použiť opravné koeficienty zohľadňujúce možné úbytky hmotnosti, ku ktorým dochádza pri vlákne počas pôsobenia týchto rozpúšťadiel. V prípade ručného aj chemického oddeľovania treba vykonať najmenej dve stanovenia.

I. VŠEOBECNÉ INFORMÁCIE O METÓDACH KVANTITATÍVNEJ CHEMICKEJ ANALÝZY TROJZLOŽKOVÝCH ZMESÍ VLÁKEN

Informácie spoločné pre metódy chemickej analýzy trojzložkových zmesí vlákien.

I.1. Rozsah a oblasť použitia

Pri jednotlivých metódach analýzy dvojzložkových zmesí vlákien je v časti Oblasť použitia uvedené, na ktoré vlákna sa príslušná metóda môže používať.

I.2. Podstata

Po identifikácii zložiek zmesi sa vhodným predbežným spracovaním odstráni nevláknový materiál a použije sa jeden variant alebo viacero zo štyroch variantov postupov selektívneho rozpúšťania uvedených v úvode. Ak to nespôsobí technické problémy, prednostne sa rozpúšťa najväčšia zložka vlákna, aby sa ako výsledný zvyšok získala najmenšia zložka vlákna.

I.3. Prístroje, pomôcky a chemikálie

I.3.1. Prístroje

I.3.1.1. Fritové filtre a odvažovačky s dostatočnou veľkosťou, aby sa do nich zmestili tieto fritové filtre alebo iné pomôcky poskytujúce rovnaké výsledky

I.3.1.2. Výveva

I.3.1.3. Exsikátor so silikagélom s indikátorom vlhkosti

I.3.1.4. Sušiareň s nútenou cirkuláciou vzduchu na sušenie skúšobných vzoriek pri teplote 105 ± 3 °C

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

I.3.1.6. Soxhletov extrakčný prístroj alebo iné zariadenie poskytujúce rovnaké výsledky

1.3.2. Chemikálie

1.3.2.1 Petroléter, redestilovaný, rozsah bodu varu od 40 do 60 °C

1.3.2.2. Ďalšie chemikálie sú uvedené v príslušných častiach textu metódy. Všetky chemikálie musia byť chemicky čisté

1.3.2.3. Destilovaná alebo deionizovaná voda

1.4. Ovzdušie na klimatizovanie a skúšanie

Keďže sa stanovuje suchá hmotnosť, skúšobné vzorky netreba klimatizovať ani analyzovať v klimatizovanom ovzduší.

1.5. Laboratórna vzorka

Odoberie sa laboratórna vzorka, ktorá je reprezentatívna pre partiu a ktorá je dostatočne veľká, aby sa z nej dal odobrať potrebný počet skúšobných vzoriek s minimálnou hmotnosťou 1 g.

1.6. Predbežné spracovanie laboratórnej vzorky

Ak je prítomná látka, ktorá sa nemá pri výpočtoch percentuálneho obsahu brať do úvahy, treba ju najprv odstrániť vhodnou metódou, ktorá neovplyvní žiadnu z vláknových zložiek.

Látky nevláknovej povahy extrahovateľné petroléterom a vodou sa najprv odstránia spracovaním vzorky v Soxhletovom extrakčnom prístroji počas 1 hodiny pri minimálnej rýchlosti 6 cyklov za hodinu. Petroléter sa nechá zo vzorky odpariť a vzorka sa potom priamo extrahuje vodou. Vzorka sa namáča vo vode 1 hodinu pri izbovej teplote, potom nasleduje namáčanie pri teplote 65 ± 5 °C za občasného premiešania kvapaliny. Pomer kúpeľa je 1 : 100. Nadbytočná voda sa zo vzorky odstráni žmýkaním, odsávaním alebo odstredením a potom sa vzorka nechá voľne vysušiť na vzduchu.

Látky nevláknovej povahy, ktoré sa nedajú odstrániť petroléterom a vodou, sa odstránia inou vhodnou metódou, ktorá nesmie ovplyvňovať vláknové zložky a ktorá nahradí uvedenú extrakciu vodou. Pri niektorých nebielených prírodných rastlinných vláknach (napríklad juta, kokosové vlákno) sa postupom s petroléterom a vodou neodstránia všetky prírodné látky nevláknovej povahy. Ak vzorka neobsahuje úpravárenské prostriedky nerozpustné v petroléteru a vo vode, ďalšie predbežné spracovanie sa už nevykonáva.

V protokole o skúške sa uvedú všetky podrobnosti o metóde použitej pri predbežnej úprave vzorky.

I.7. Postup skúšky

I.7.1. Všeobecné pokyny

I.7.1.1. Sušenie

Všetky postupy sušenia sa vykonávajú v sušiarňi s nútenou cirkuláciou vzduchu počas minimálne 4 hodín a maximálne 16 hodín pri teplote 105 ± 3 °C so zatvorenými dvierkami sušiarne. Ak je čas sušenia kratší ako 14 hodín, zisťuje sa, či bola dosiahnutá konštantná hmotnosť. Hmotnosť možno považovať za konštantnú, ak zmena hmotnosti po ďalšom sušení v trvaní 60 minút je menšia ako 0,05 %.

Pri sušení, ochladzovaní a vážení sa nesmie s téglíkmi, odvažovačkami, vzorkami ani so zvyškami manipulovať holými rukami.

Skúšobné vzorky sa sušia v odkrytej odvažovačke. Po vysušení sa odvažovačka pred vybratím zo sušičky uzavrie a rýchlo sa preniesie do exsikátora.

Fritový filter sa suší v odkrytej odvažovačke. Po vysušení sa odvažovačka uzavrie a rýchlo sa preniesie do exsikátora.

Ak sa používa iná pomôcka ako fritový filter, musí sa sušenie vykonať v sušiarňi tak, aby sa dala určiť suchá hmotnosť vlákien bez straty.

I.7.1.2. Ochladzovanie

Všetky ochladzovacie kroky sa musia vykonávať tak, aby bol exsikátor umiestnený vedľa analytických váh až do úplného ochladenia odvažovačiek, minimálne dve hodiny.

I.7.1.3. Váženie

Po ochladení sa odvážia odvažovačky do dvoch minút po ich vyňatí z exsikátora. Vážiť s presnosťou 0,0002 g.

I.7.2. Postup

Z laboratórnej vzorky po predbežnom spracovaní odobrať skúšobnú vzorku na stanovenie minimálne 1 g. Priadzu alebo tkaninu postrihať na kúsky dlhé približne 10 mm, treba ich postrihať čo najviac. Vysušiť skúšobnú vzorku v odvažovačke, ochladiť ju v exsikátore a potom ju odvážiť. Preniesť vzorku/vzorky do sklenej nádoby/sklených nádob, ktoré sú uvedené v príslušnej časti metódy používanej v rámci spoločenstva, a odvažovačku ihneď opätovne odvážiť a z rozdielu hmotností určiť obsah suchej hmotnosti vzorky/vzoriek. Test skončíte postupom, ktorý je uvedený v príslušnej časti používanej metódy. Kontrolou vzorky/vzoriek pod mikroskopom overiť, či sa postupom skutočne odstránili všetky rozpustné vlákna.

I.8. Výpočet a vyjadrenie výsledkov

Hmotnosť každej zložky vyjadriť ako percento z celkovej hmotnosti vlákien v zmesi. Vypočítať výsledky na základe suchej hmotnosti opravenej pomocou (a) zmluvných prirážok a (b) opravných koeficientov, ktoré berú do úvahy úbytok hmotnosti počas prípravy vzoriek a analýzy.

I.8.1. Výpočet čistej suchej hmotnosti vlákien v percentách bez ohľadu na úbytok hmotnosti vlákien počas predbežného spracovania vzorky

I.8.1.1. VARIANT 1

Vzorcu, ktoré treba použiť v prípadoch, keď sa jedna zložka zmesi odstraňuje z jednej skúšanej vzorky a druhá zložka z druhej skúšanej vzorky:

$$P_1 \% = [d_2/d_1 - d_2 \times r_1/m_1 + r_2/m_2 \times (1 - d_2/d_1)] \times 100,$$

$$P_2 \% = [d_4/d_3 - d_4 \times r_2/m_2 + r_1/m_1 \times (1 - d_4/d_3)] \times 100,$$

$$P_3 \% = 100 - (P_1 \% + P_2 \%),$$

P_1 % je percentuálny podiel prvej čistej suchej zložky (zložka v prvej vzorke rozpustenej v prvom činidle),

P_2 % je percentuálny podiel druhej čistej suchej zložky (zložka v druhej vzorke rozpustenej v druhom činidle),

P_3 % je percentuálny podiel tretej čistej suchej zložky (zložka, ktorá je v oboch zložkách nerozpustná),

m_1 je suchá hmotnosť prvej vzorky po predbežnom spracovaní,

m_2 je suchá hmotnosť druhej vzorky po predbežnom spracovaní,

r_1 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení prvej zložky z prvej vzorky prvým činidlom,

r_2 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení druhej zložky z druhej vzorky druhým činidlom,

d_1 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti druhej zložky nerozpustnej v prvom činidle v prvej vzorke,¹⁾

d_2 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti tretej zložky nerozpustnej v prvom činidle v prvej vzorke,¹⁾

d_3 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti prvej zložky nerozpustnej v druhom činidle v druhej vzorke,¹⁾

d_4 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti tretej zložky nerozpustnej v druhom činidle v druhej vzorke.¹⁾

I.8.1.2. VARIANT 2

Vzorce, ktoré treba použiť v prípadoch, keď sa jedna zložka (a) odstraňuje z prvej vzorky, pričom ako zvyšok zostávajú zvyšné dve zložky (b + c), a dve zložky (a + b) sa odstraňujú z druhej vzorky, pričom ako zvyšok zostáva tretia zložka (c):

$$P_1 \% = 100 - (P_2 \% + P_3 \%),$$

$$P_2 \% = 100 \times d_1 r_1 / m_1 - d_1 / d_2 \times P_3 \%,$$

$$P_3 \% = d_4 r_2 / m_2 \times 100,$$

P_1 % je obsah prvej čistej suchej zložky (zložka v prvej vzorke rozpustená prvým činidlom) vyjadrený v %,

P_2 % je obsah druhej čistej suchej zložky (zložka, ktorá je spolu s prvou zložkou druhej vzorky rozpustená druhým činidlom) vyjadrený v %,

P_3 % je obsah tretej čistej suchej zložky (zložka, ktorá nebola rozpustená v obidvoch vzorkách) vyjadrený v %,

m_1 je suchá hmotnosť prvej vzorky po predbežnom spracovaní,

m_2 je suchá hmotnosť druhej vzorky po predbežnom spracovaní,

r_1 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení prvej zložky z prvej vzorky prvým činidlom,

r_2 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení druhej zložky z druhej vzorky druhým činidlom,

d_1 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti druhej zložky nerozpustenej v prvom činidle v prvej vzorke,¹⁾

d_2 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti tretej zložky nerozpustenej v prvom činidle v prvej vzorke,¹⁾

d_4 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti tretej zložky nerozpustenej v druhom činidle v druhej vzorke.¹⁾

I.8.1.3. VARIANT 3

Vzorce, ktoré treba použiť v prípadoch, keď sa z jednej vzorky odstraňujú dve zložky (a + b), pričom ako zvyšok zostáva tretia zložka (c), a potom sa dve zložky (b + c) odstraňujú z druhej vzorky, pričom ako zvyšok zostáva prvá zložka (a):

$$P_1 \% = d_3 r_2 / m_2 \times 100,$$

$$P_2 \% = 100 - (P_1 \% + P_3 \%),$$

$$P_3 \% = d_2 r_1 / m_1 \times 100,$$

P_1 % je obsah prvej čistej suchej zložky (zložka, ktorá je činidlom rozpustená) vyjadrený v %,

P_2 % je obsah druhej čistej suchej zložky (zložka, ktorá je činidlom rozpustená) vyjadrený v %,

P_3 % je obsah tretej čistej suchej zložky (zložka druhej vzorky, ktorá je činidlom rozpustená) vyjadrený v %,

m_1 je suchá hmotnosť prvej vzorky po predbežnom spracovaní,

m_2 je suchá hmotnosť druhej vzorky po predbežnom spracovaní,

r_1 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení prvej a druhej zložky z prvej vzorky prvým činidlom,

r_2 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení druhej a tretej zložky z druhej vzorky druhým činidlom,

d_2 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti tretej zložky nerozpustenej v prvej vzorke prvým činidlom,¹⁾

d_3 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti prvej zložky nerozpustenej v druhej vzorke druhým činidlom.¹⁾

I.8.1.4. VARIANT 4

Vzorce, ktoré treba použiť, ak sa dve zložky odstránia po sebe zo zmesi s použitím tej istej vzorky:

$$P_1 \% = 100 - (P_2 \% + P_3 \%),$$

$$P_2 \% = d_1 r_1 / m \times 100 - d_1 / d_2 \times P_3 \%,$$

$$P_3 \% = d_3 r_2 / m \times 100,$$

P_1 % je obsah prvej čistej suchej zložky (prvá rozpustná zložka) v %,

P_2 % je obsah druhej čistej suchej zložky (druhá rozpustná zložka) v %,

P_3 % je obsah tretej čistej suchej zložky (nerozpustená zložka) v %,

m je suchá hmotnosť skúšobnej vzorky po predbežnom spracovaní,

r_1 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení prvej zložky prvým činidlom,

r_2 je suchá hmotnosť zvyšku po odstránení prvej a druhej zložky prvým a druhým činidlom,

d_1 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti druhej zložky v prvom činidle,¹⁾

d_2 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti tretej zložky v prvom činidle,¹⁾

d_3 je opravný koeficient pre úbytok hmotnosti tretej zložky v prvom a druhom činidle.²⁾

I.8.2. Výpočet obsahu jednotlivých zložiek v % s použitím zmluvných prirážok a opravných koeficientov, ktoré berú do úvahy úbytok hmotnosti počas predbežného spracovania vzorky:

Ak

$$A = 1 + (a_1 + b_1)/100 \quad B = 1 + (a_2 + b_2)/100 \quad c = 1 + (a_3 + b_3)/100,$$

potom

$$P_{1A} \% = P_{1A} / (P_{1A} + P_{2B} + P_{3C}) \times 100,$$

$$P_{2A} \% = P_{2B} / (P_{1A} + P_{2B} + P_{3C}) \times 100,$$

$$P_{3A} \% = P_{3C} / (P_{1A} + P_{2B} + P_{3C}) \times 100,$$

P_{1A} % je obsah prvej čistej suchej zložky vrátane obsahu vlhkosti a úbytku hmotnosti počas predbežného spracovania v %,

P_{2A} % je obsah druhej čistej suchej zložky vrátane obsahu vlhkosti a úbytku hmotnosti počas predbežného spracovania v %,

P_{3A} % je obsah tretej čistej suchej zložky vrátane obsahu vlhkosti a straty hmotnosti počas predbežného spracovania v %,

P_1 je obsah prvej čistej suchej zložky v % vypočítaný podľa niektorého zo vzorcov uvedených v I.8.1,

P_2 je obsah druhej čistej suchej zložky v % vypočítaný podľa niektorého zo vzorcov uvedených v I.8.1,

P_3 je obsah tretej čistej suchej zložky v % vypočítaný podľa niektorého zo vzorcov uvedených v I.8.1,

a_1 je zmluvná prirážka pre prvú zložku v %,

a_2 je zmluvná prirážka pre druhú zložku v %,

a_3 je zmluvná prirážka pre tretiu zložku v %,

b_1 je úbytok hmotnosti prvej zložky počas predbežného spracovania v %,

b_2 je úbytok hmotnosti druhej zložky počas predbežného spracovania v %,

b_3 je úbytok hmotnosti tretej zložky počas predbežného spracovania v %.

V prípade použitia špeciálneho spôsobu predbežného spracovania hodnoty b_1 , b_2 a b_3 sa stanovia tak, že sa vykoná predbežné spracovanie každej čistej vláknovej zložky použitej pri analýze. Čisté vlákna sú také, ktoré sú zbavené všetkých látok nevláknovej povahy okrem tých, ktoré bežne obsahujú (buď prirodzene, alebo tie, ktoré sa pridávajú v priebehu výrobného procesu) a sú v takom stave (bielené alebo nebielené), v akom sa nachádzajú v analyzovanom materiáli.

V prípade nedostupnosti čistých oddelených vláken, ktoré tvoria zložky zmesi, ktorá sa má analyzovať, používajú sa priemerné hodnoty b_1 , b_2 a b_3 zistené pri skúškach čistých vláken podobných tým, ktoré sa nachádzajú v analyzovanej zmesi.

V prípade bežného spôsobu predbežného spracovania pomocou extrakcie petroleterom a vodou môžu sa opravné koeficienty b_1 , b_2 a b_3 zanedbať s výnimkou nebielenej bavlny, nebieleného ľanu a nebieleného konope, kde úbytky hmotnosti pri predbežnom spracovaní predstavujú 4 %, a s výnimkou polypropylénu, kde tento úbytok predstavuje 1 %.

V prípade ostatných vláken sa úbytky spôsobené predbežným spracovaním pri výpočtoch zvyčajne zanedbávajú.

I.8.3. Poznámka

Príklady výpočtov sú uvedené v tejto prílohe.

II. METÓDA KVANTITATÍVNEJ ANALÝZY TROJZLOŽKOVÝCH ZMESÍ S RUČNÝM ODDELOVANÍM

II.1. Oblasť použitia

Túto metódu možno použiť pri textilných vláknach všetkých typov, ktoré netvoria neoddeliteľnú zmes a ktoré možno ručne oddeliť.

II.2. Podstata

Po identifikácii textilných zložiek sa vhodným predbežným spracovaním odstráni nevláknový materiál, vlákna sa ručne oddelia, vysušia a odvážia, aby sa mohol vypočítať podiel jednotlivých druhov vlákien v zmesi.

II.3. Prístroje

II.3.1. Odvažovačky alebo iné zariadenie poskytujúce rovnaké výsledky

II.3.2. Exsikátor so samoindikátorovým silikagélom

II.3.3. Sušiareň s nútenou cirkuláciou vzduchu na sušenie vzoriek pri teplote 105 ± 3 °C

II.3.4. Analytické váhy vážiace s presnosťou 0,0002 g

II.3.5. Soxhletov extrakčný prístroj alebo iný prístroj poskytujúci rovnaké výsledky

II.3.6. Ihla

II.3.7. Zákrutomer alebo podobné zariadenie

II.4. Chemikálie

II.4.1 Petroléter, redestilovaný, bod varu od 40 do 60 °C

II.4.2. Destilovaná alebo deionizovaná voda

II.5. Ovzdušie na klimatizáciu a skúšanie

Pozri I.4.

II.6. Laboratórne vzorky

Pozri I.5.

II.7. Predbežné spracovanie laboratórnych vzoriek

Pozri I.6.

II.8. Postup skúšky

II.8.1. Analýza priadzí

Z predbežne spracovanej laboratórnej vzorky odobrať skúšobnú vzorku v množstve minimálne 1 g. Pri veľmi jemných priadkach možno analýzu vykonať na vlákne s minimálnou dĺžkou 30 m bez ohľadu na jeho hmotnosť.

Postrihať priadze na kusy vhodnej dĺžky a jednotlivé typy vlákien oddeliť pomocou ihly, prípadne zákrutomera. Takto získané vlákna sa vložia do vopred odvážených odvažovačiek a sušia pri teplote 105 ± 3 °C do konštantnej hmotnosti, ako je uvedené v I.7.1 a I.7.2.

II.8.2. Analýza látky

Z predbežne spracovanej vzorky odoberať skúšobnú vzorku s hmotnosťou minimálne 1 g paralelne s útkovými alebo osnovnými niťami. Vzorka nesmie obsahovať okraje. Vzorka sa starostlivo zarovná, aby sa zabránilo strapkaniu. Pri pleteninách sa vzorka odoberie v smere stĺpikov alebo riadkov. Oddeliť jednotlivé typy vlákien, vložiť ich do vopred odvážených odvažovačiek a postupovať podľa II.8.1.

II.9. Výpočet a vyjadrenie výsledkov

Vyjadriť hmotnosť každej vláknovej zložky v percentách celkovej hmotnosti vlákien v zmesi. Výsledky vypočítať na základe čistej suchej hmotnosti upravenej pomocou zmluvných prirážok (a) a opravných koeficientov (b), ktoré berú do úvahy úbytok hmotnosti počas predbežného spracovania.

II.9.1. Výpočet percentuálneho obsahu hmotnosti čistých suchých vláknových zložiek bez ohľadu na stratu hmotnosti počas predbežného spracovania:

$$P_1\% = 100 m_1 / (m_1 + m_2 + m_3) = 100 / 1 + [(m_2 + m_3) / m_1],$$

$$P_2\% = 100 m_2 / (m_1 + m_2 + m_3) = 100 / 1 + [(m_1 + m_3) / m_2],$$

$$P_3\% = 100 - (P_1\% + P_2\%),$$

kde

$P_1\%$ je obsah prvej čistej suchej zložky v %,

$P_2\%$ je obsah druhej čistej suchej zložky v %,

$P_3\%$ je obsah tretej čistej suchej zložky v %,

m_1 je čistá suchá hmotnosť prvej zložky,

m_2 je čistá suchá hmotnosť druhej zložky,

m_3 je čistá suchá hmotnosť tretej zložky.

II.9.2. Na výpočet obsahu každej zložky s opravou pomocou zmluvných prirážok (a) a v prípade potreby opravných koeficientov pre úbytok hmotnosti (b) počas predbežného spracovania (pozri bod I.8.2).

III. METÓDA KVANTITATÍVNEJ ANALÝZY TROJZLOŽKOVÝCH ZMESÍ VLÁKEN POMOCOU KOMBINÁCIE RUČNÉHO A CHEMICKÉHO ODDELOVANIA

Vždy, keď je to možné, treba používať ručné oddeľovanie vláken, pričom sa berú do úvahy podiely oddelených zložiek, skôr ako sa pristúpi k chemickému pôsobeniu na jednotlivé oddelené zložky.

IV. PRESNOSŤ METÓDY

Presnosť, ktorá je uvedená pri každej metóde na analyzovanie dvojzložkových zmesí, sa vzťahuje na reprodukovateľnosť (pozri prílohu č. 3).

Reprodukovateľnosť sa vzťahuje na spoľahlivosť, t. j. na tesnosť zhody medzi experimentálnymi hodnotami získanými pracovníkmi v rôznych laboratóriách alebo v rôznom čase pri použití tej istej metódy a na skúšobných vzorkách z tej istej homogénnej zmesi.

Reprodukovateľnosť sa vyjadruje hranicami spoľahlivosti výsledkov s úrovňou spoľahlivosti 95 %.

To znamená, že rozdiel medzi dvoma výsledkami série analýz uskutočnených v rôznych laboratóriách pri bežnom a správnom použití metódy na rovnakej homogénnej zmesi by vznikol iba v piatich prípadoch zo sto.

Na stanovenie presnosti analýzy trojzložkovej zmesi sa zvyčajne používajú hodnoty uvedené v metódach analýzy dvojzložkových zmesí, ktoré sa použili na analýzu trojzložkových zmesí.

Pri štyroch variantoch kvantitatívnej chemickej analýzy trojzložkových zmesí sa vykoná korekcia pri dvoch rozpúšťaniach (s použitím dvoch vzoriek pri prvých troch variantoch a jednej vzorky pri štvrtom variante). Za predpokladu, že E_1 a E_3 označujú presnosť dvoch metód

analýzy dvojzložkových zmesí, je presnosť výsledkov pre každú zložku uvedená v nasledujúcej tabuľke:

	Varianty		
Vláknové zložky	1	2 a 3	4
A	E_1	E_1	E_1
B	E_2	$E_1 + E_2$	$E_1 + E_2$
C	$E_1 + E_2$	E_2	$E_1 + E_2$

Pri použití štvrtého variantu možno zistiť, že presnosť je nižšia ako presnosť vypočítaná pomocou vyššie uvedenej metódy, čo je pravdepodobne spôsobené účinkom prvého rozpúšťadla na zvyšok pozostávajúci zo zložiek B a C, ktorý sa ťažko stanovuje.

V. PROTOKOL O SKÚŠKE

- V.1. Uviesť varianty, ktoré sa použili na analýzu, metódy, chemikálie a opravné koeficienty.
- V.2. Uviesť podrobnosti prípadného špeciálneho predbežného spracovania (pozri bod I.6.).
- V.3. Uviesť jednotlivé výsledky a aritmetický priemer na jedno desatinné miesto.
- V.4. Ak je to možné, uviesť presnosť metódy pre každú zložku vypočítanú na základe tabuľky v časti IV.

PRÍKLADY VÝPOČTU OBSAHU ZLOŽIEK V NIEKTORÝCH TROJZLOŽKOVÝCH ZMESIACH V PERCENTÁCH S POUŽITÍM NIEKTORÝCH VARIANTOV OPÍSANÝCH V BODE I.8.1.

Uvažujme o zmesi vlákien, ktorá bola podrobená kvalitatívnej analýze, ktorá preukázala, že pozostáva z týchto zložiek: 1. mykaná vlna, 2. nylon (polyamid), 3. nebielená bavlna.

VARIANT č. 1:

Pri použití tohto variantu, t. j. s použitím dvoch rôznych vzoriek a rozpustením jednej zložky (a = vlna) z prvej vzorky a druhej zložky (b = polyamid) z druhej vzorky možno získať nasledujúce výsledky:

1. suchá hmotnosť prvej vzorky po predbežnom spracovaní (m_1) = 1,6000 g,
2. suchá hmotnosť zvyšku po predbežnom spracovaní alkalickým chlórnanom sodným (polyamid + bavlna) (r_1) = 1,4166 g,
3. suchá hmotnosť druhej vzorky po predbežnom spracovaní (m_2) = 1,8000 g,
4. suchá hmotnosť zvyšku po pôsobení kyseliny mravčej (vlna + bavlna) (r_2) = 0,9000 g.

Pôsobením alkalického chlórnanu sodného nevzniká úbytok na hmotnosti polyamidu, kým úbytok na hmotnosti nebielenej bavlny bude 3 %, takže $d_1 = 1,0$ a $d_2 = 1,03$.

Pôsobením kyseliny mravčej nevzniká úbytok na hmotnosti vlny ani nebielenej bavlny, takže d_3 a $d_4 = 1,0$.

Po dosadení výsledkov chemickej analýzy a opravných koeficientov do vzorca uvedeného v bode I.8.1. dostaneme nasledujúci výsledok:

$$P_1\% (\text{vlna}) = [1,03/1,0 - 1,03 \times 1,4166/1,6000 + 0,9000/1,8000 \times (1 - 1,03/1,0)] \times 100 = 10,30,$$

$$P_2\% (\text{polyamid}) = [1,0/1,0 - 1,0 \times 0,9000/1,8000 + 1,4166/1,6000 \times (1 - 1,0/1,0)] \times 100 = 50,00,$$

$$P_3\% (\text{bavlna}) = 100 - (10,30 + 50,00) = 39,70.$$

Obsah jednotlivých čistých vlákien v zmesi vyjadrený v % je takýto:

vlna 10,3 %,

polyamid 50,0 %,

bavlna 39,7 %.

Tento obsah v % treba upraviť podľa vzorca uvedeného v prílohe č. 3 v bode I.8.2 pomocou zmluvných prirážok a opravných koeficientov pre prípadné úbytky na hmotnosti po predbežnom spracovaní.

V prílohe č. 3 vyhlášky Ministerstva hospodárstva Slovenskej republiky č. 18/1999 Z. z. sú uvedené takéto zmluvné prirážky: 17,0 % pre mykanú vlnu; 6,25 % pre polyamid; 8,5 % pre bavlnu; úbytok na hmotnosti bavlny po predbežnom spracovaní petroléterom a vodou je 4 %. Preto:

$$P_{1A}\% (\text{vlna}) = [10,30 \times (1 + \{17,0 + 0,0\}/100)/10,30 \times (1 + \{17,0 + 0,0\}/100) + 50,00 \times (1 + \{6,25 + 0,0\}/100) + 39,70 \times (1 + \{8,5 + 4,0/100\})] \times 100 = 10,97,$$

$$P_{2A}\% (\text{polyamid}) = [50,00 \times (1 + \{6,25 + 0,0\}/100)/109,8385] \times 100 = 48,37,$$

$$P_{3A}\% (\text{bavlna}) = 100 - (10,97 + 48,37) = 40,66.$$

Zloženie priadze je preto takéto:

polyamid 48,4 %,

bavlna 40,6 %,

vlna 11,0 %,

spolu 100 %.

VARIANT č. 4

Uvažujme o zmesi vlákien, ktorá bola podrobená kvalitatívnej analýze a ktorá preukázala, že ju tvoria nasledujúce zložky: mykaná vlna, viskóza, nebielená bavlna.

Predpokladajme, že použitím variantu č. 4, pomocou ktorého odstránime postupne dve zložky zo zmesi z jednej vzorky, dostaneme takýto výsledok:

1. suchá hmotnosť vzorky po predbežnom spracovaní: (m_1) = 1,6000 g,
2. suchá hmotnosť zvyšku po prvom pôsobení alkalického chlórnanu sodného (viskóza - bavlna): (r_1) = 1,4166 g,
3. suchá hmotnosť zvyšku po druhom pôsobení chloridu zinočnatého a kyseliny mravčej na zvyšok r_1 (bavlna): (r_2) = 0,6630.

Pôsobením alkalického chlórnanu sodného nevzniknú žiadne úbytky na hmotnosti viskózy, kým strata hmotnosti nebielenej bavlny je 3 %. Platí preto, že $d_1 = 1,0$ a $d_2 = 1,03$.

Výsledkom pôsobenia zmesi chloridu zinočnatého a kyseliny mravčej je nárast hmotnosti bavlny o 4 %, čiže $d_3 = (1,03 \times 0,96) = 0,9888$, po zaokrúhlení 0,99 (d_3 je opravný koeficient pre úbytok na hmotnosti alebo pre zvýšenie hmotnosti tretej zložky v prvom a druhom činidle).

Po dosadení hodnôt získaných pri chemickej analýze a opravných koeficientov do vzorca uvedeného v prílohe č. 3 v bode I.8.1 dostaneme nasledujúci výsledok:

$$P_2\% (\text{viskóza}) = [(1,0 \times 1,4166)/1,6000] \times 100 - 1,0/1,03 \times 40,98 = 48,75 \%,$$

$$P_3\% (\text{bavlna}) = [(0,99 \times 0,6630)/1,6000] \times 100 = 41,02 \%,$$

$$P_1\% (\text{vlňa}) = 100 - (48,75 + 41,02) = 10,23 \, \%.$$

Ako bolo uvedené pri variante č. 1, túto hmotnosť v % treba upraviť podľa vzťahu uvedeného v prílohe č. 3 v bode I.8.2.

$$P_{1A}\% (\text{vlňa}) = [10,23 \times (1 + \{17,00 + 0,0\}/100)] / 10,23 \times (1 + \{17,00 + 0,0\}/100 + 48,75 \times (1 + \{13,00 + 0,0\}/100 + 41,02 \times (1 + \{8,5 + 4,0\}/100)) \times 100 = 10,57 \, \%,$$

$$P_{2A}\% (\text{viskóza}) = [48,75 \times (1 + \{13 + 0,0\}/100)] / 113,2041 \times 100 = 48,65 \, \%,$$

$$P_{3A}\% (\text{bavlna}) = 100 (10,57 + 48,65) = 40,78 \, \%.$$

Zloženie zmesi je takéto:

viskóza 48,6 %,

bavlna 40,8 %,

vlňa 10,6 %,

spolu 100 %.

Tabuľka typických trojzložkových zmesí, na analýzu ktorých možno použiť metódy analýzy dvojzložkových zmesí

(názorný príklad)

Zmes č.	Vláknové zložky			Variant,)	Číslo metódy analýzy
	1. zložka	2. zložka	3. zložka		dvojzložkovej zmesi a chemikálie
1	vlňa alebo chlpy	viskóza, meďnaté vlákna alebo niektoré typy modálových vláken	bavlna	1 alebo 4	2 (alkalický Chlórnan sodný) a 3 (chlorid zinočnatý/kyselina mravčia)
2	vlňa alebo chlpy	Polyamid 6 alebo 6,6	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	1 alebo 4	2 (alkalický Chlórnan sodný) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)

3	vlna, chlpy alebo hodváb	niektoré chlórované vlákna	viskózové, meďnaté, modálové vlákna alebo bavlna	1 alebo 4	2 (alkalický Chlórnan sodný) a 9 (sírouhlík/ acetón 55,5/44,5 hmot.)
4	vlna alebo chlpy	Polyamid 6 alebo 6,6	polyesterové, polypropylénové, akrylové alebo sklenené vlákna	1 alebo 4	2 (alkalický Chlórnan sodný) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)
5	vlna, chlpy alebo hodváb	niektoré chlórované vlákna	polyesterové, akrylové, polyamidové alebo sklenené vlákna	1 alebo 4	2 (alkalický Chlórnan sodný) a 9 (sírouhlík/ acetón 55,5/44,5 hmot.)
6	hodváb	vlna alebo chlpy	polyesterové vlákna	2	11 (kyselina sírová 75 % hmot.) a 2 (alkalický Chlórnan sodný)
7	Polyamid 6 alebo 6,6	akrylové vlákna	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	1 alebo 4	4 (kyselina mravčia 80 % hmot.) a 8 (dimetylformamid)
8	niektoré chlórované vlákna	Polyamid 6 alebo 6,6	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	1 alebo 4	8 (dimetylformamid) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.) alebo 9 (sírouhlík/ acetón 55,5/44,5 hmot.) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)
9	akrylové vlákna	Polyamid 6 alebo 6,6	polyesterové vlákna	1 alebo 4	8 (dimetylformamid) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)
10	acetátové vlákna	Polyamid 6 alebo 6,6	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	4	1 (acetón) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)
11	niektoré chlórované vlákna	akrylové vlákna	polyamidové vlákna	2 alebo 4	9 (sírouhlík/ acetón 55,5/44,5 hmot.) a 8 (dimetylformamid)
12	niektoré chlórované vlákna	Polyamid 6 alebo 6,6	akrylové vlákna	1 alebo 4	9 (sírouhlík/ acetón 55,5/44,5 hmot.) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)
13	Polyamid 6 alebo 6,6	viskózové, meďnaté, modálové vlákna alebo bavlna	polyesterové vlákna	4	4 (kyselina mravčia 80 % hmot.) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)
14	acetátové vlákna	viskózové, meďnaté, modálové vlákna alebo bavlna	polyesterové vlákna	4	1 (acetón) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)
15	akrylové vlákna	viskózové, meďnaté, modálové vlákna alebo bavlna	polyesterové vlákna	4	8 (dimetylformamid) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)

16	acetátové vlákna	vlna, chlpy alebo hodváb	bavlna, viskózové, medňaté, modálové vlákna, polyamidové, polyesterové, akrylové vlákna	4	1 (acetón) a 2 (alkalický Chlórnan sodný)
17	triacetátové vlákna	vlna, chlpy alebo hodváb	bavlna, viskózové, medňaté, modálové vlákna, polyamidové, polyesterové, akrylové vlákna	4	6 (dichlórmetán) a 2 (alkalický Chlórnan sodný)
18	akrylové vlákna	vlna, chlpy alebo hodváb	polyesterové vlákna	1 alebo 4	8 (dimetylformamid) a 2 (alkalický Chlórnan sodný)
19	akrylové vlákna	hodváb	vlna alebo chlpy	4	8 (dimetylformamid) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)
20	akrylové vlákna	vlna, chlpy alebo hodváb	bavlna, viskózové, medňaté alebo modálové vlákna	1 alebo 4	8 (dimetylformamid) a 2 (alkalický Chlórnan sodný)
21	vlna, chlpy alebo hodváb	bavlna, viskózové, modálové, medňaté vlákna	polyesterové vlákna	4	2 (alkalický Chlórnan sodný) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)
22	viskózové, medňaté alebo niektoré typy modálových vláken	bavlna	polyesterové vlákna	2 alebo 4	3 (chlorid zinočnatý/ kyselina mravčia) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)
23	akrylové vlákna	viskózové, medňaté alebo niektoré typy modálových vláken	bavlna	4	8 (dimetylformamid) a 3 (chlorid zinočnatý/ kyselina mravčia)
24	niektoré chlórované vlákna	viskózové, medňaté alebo niektoré typy modálových vláken	bavlna	1 alebo 4	9 (sírouhlík/ acetón 55,5/44,5 hmot.) a 3 (chlorid zinočnatý/ kyselina mravčia) alebo 8 (dimetylformamid) a 3 (chlorid zinočnatý/ kyselina mravčia)
25	acetátové vlákna	viskózové, medňaté alebo niektoré typy modálových vláken	bavlna	4	1 (acetón) a 3 (chlorid zinočnatý/ kyselina mravčia)

26	triacetátové vlákna	viskózové, meďnaté alebo niektoré typy modálových vlákien	bavlna	4	6 (dichlórmetán) a 3 (chlorid zinočnatý/kyselina mravčia)
27	acetátové vlákna	hodváb	vlna alebo chlpy	4	1 (acetón) a 1 1 (kyselina sírová 75 % hmot.)
28	triacetátové vlákna	hodváb	vlna alebo chlpy	4	6 (dichlórmetán) a 1 1 (kyselina sírová 75 % hmot.)
29	acetátové vlákna	akrylové vlákna	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	4	1 (acetón) a 8 (dimetylformamid)
30	triacetátové vlákna	akrylové vlákna	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	4	6 (dichlórmetán) a 8 (dimetylformamid)
31	triacetátové vlákna	polyamid 6 alebo 6,6	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	4	6 (dichlórmetán) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)
32	triacetátové vlákna	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	polyesterové vlákna	4	6 (dichlórmetán) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)
33	acetátové vlákna	polyamid 6 alebo 6,6	polyesterové alebo akrylové vlákna	4	1 (acetón) a 4 (kyselina mravčia 80 % hmot.)
34	acetátové vlákna	akrylové vlákna	polyesterové vlákna	4	1 (acetón) a 8 (dimetylformamid)
35	niektoré chlórované vlákna	bavlna, viskózové, meďnaté alebo modálové vlákna	polyesterové vlákna	4	8 (dimetylformamid) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.) alebo 9 (sírouhlík/ acetón 55,5/44,5 hmot.) a 7 (kyselina sírová 75 % hmot.)

1) § 1 ods. 1 písm. a) vyhlášky Ministerstva hospodárstva Slovenskej republiky č. 18/1999 Z. z., ktorou sa ustanovujú podrobnosti o označovaní zloženia a spôsobe zaobchádzania s textilnými výrobkami.

1) V niektorých prípadoch je potrebné jednotlivé skúšobné vzorky predbežne spracovať.

2) Pre konfekčné a hotové kusové výrobky pozri bod 7.

3) Pozri bod 1.

4) Laboratórny mykací stroj sa môže nahradiť zmesovacím strojom, prípadne sa vlákna môžu miešať metódou vytvárania chumáčikov a ich vracania do zmesi.

5) Ak je možné nasadiť cievky do vhodnej cievkovnice, celé množstvo sa môže navinúť súčasne.

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

2) Pozri prílohu č. 2.

1) Na zabezpečenie ponorenia vláknového zvyšku roztoku amoniaku na 10 minút možno použiť napríklad adaptér skleného fritového filtra vybaveného kohútikom, ktorým možno regulovať prietok roztoku amoniaku.

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

1) Pred uskutočnením analýzy treba skontrolovať rozpustnosť polyvinylchloridových vláken v činidle.

1) Prírodné hodváby, ako je surový hodváb (tussah), nie sú úplne rozpustné so 75 % m/m kyselinou sírovou.

1) Tieto činidlá majú byť bez dusíka.

1) Pozri prílohu č. 3. Hodnoty pre d sú naznačené v príslušných častiach, ktoré sa týkajú rôznych metód analyzovania dvojzložkových zmesí.

2) Hodnotu d_3 treba vždy, keď to je možné, stanoviť vopred pomocou experimentálnej metódy.

1) V prípade použitia variantu č. 4 sa najprv odstráni prvá zložka prvým rozpúšťadlom.

