

METODE KVANTITATIVNE ANALIZE DOLOČENIH DVOKOMPONENTNIH MEŠANIC VLAKEN

1. OSNOVE

Uvod

Metode kvantitativne analize mešanic vlaken temeljijo na dveh glavnih procesih ločevanja: ročnem in kemičnem ločevanju vlaken. Kadar je le mogoče, se uporabi metoda ročnega ločevanja, kajti ta metoda daje v splošnem točnejše rezultate kot kemična metoda. Le-ta je primerna za vse tekstilije katerih vlakna ne tvorijo "intimne mešanice", tako kot npr.

- pri prejah, ki so sestavljene iz več elementov (jedro in plašč), od katerih je vsak izdelan iz samo ene vrste vlaken;
- pri tkaninah, pri katerih je osnova iz različnih vlaken kot votek;
- pri pleteninah, ki jih je mogoče razplesti v posamezne preje različnih tipov.

Metode kemične kvantitativne analize v glavnem temeljijo na selektivnem raztapljanju posameznih komponent. Po odtopitvi ene komponente se neraztopljen preostanek stehta, delež raztopljene komponente pa se izračuna iz izgube v masi. V tem prvem poglavju priloge so podane splošne informacije, o metodah kemične kvantitativne analize za vse v tej prilogi obravnavane mešanice vlaken. Zatorej je ta del priloge potrebno uporabljati skupaj s posameznimi poglavji (opisanimi metodami od št. 1-15) v nadaljevanju, ki podajajo podrobne postopke za posamezne mešanice vlaken. Kadar analiza temelji na načelu, drugačnem od selektivnega raztapljanja, so vse podrobnosti podane v poglavju pri analizi.

Med predelavo, nekaj manj pa tudi v končnih tekstilnih izdelkih, lahko mešanice vlaken vsebujejo nevlaknate snovi, kot npr. maščobe, voske in apreture, ali v vodi topne snovi, ki so bodisi naravnega izvora ali pa so dodane zaradi lažje predelave. Pred analizo je te nevlaknate snovi potrebno odstraniti. V ta namen je podana tudi metoda za odstranjevanje olj, maščob, voskov in v vodi topnih snovi.

Nadalje lahko tekstilije vsebujejo smole ali druge snovi, dodane za doseganje posebnih lastnosti. Taka snov lahko, vključno z barvili v izjemnih primerih, moti pri reakciji reagenta na topno komponento in/ali se lahko v celoti ali deloma odstrani z reagentom. Te vrste snovi povzročajo napake in jih je potrebno odstraniti pred analizo vzorca. Če ni mogoče odstraniti tovrstnih dodanih snovi, metode kvantitativne kemične analize, podane v tej prilogi, niso uporabne.

Barvila obarvanih tekstilnih vlaken veljajo za sestavni del vlakna in se ne odstranjujejo.

Analize se izvajajo na podlagi suhe mase, zato je postopek določanja suhe mase podan v nadaljevanju. V dobljeni rezultat se upošteva uporaba dogovorjenih dodatkov na suho maso vsake posamezne vrste vlaken, naštetih v Prilogi II predpisa o navajanju surovinske sestave in o tekstilnih imenih. Pred izvajanjem analize je potrebno razpoznati vrsto vlaken, prisotnih v mešanici vlaken. Pri nekaterih metodah lahko reagent, uporabljen za raztapljanje topne

komponente, delno raztopi tudi netopno komponento mešanice. Kolikor je le mogoče, so izbrani taki reagenti, ki nimajo nikakršnega ali imajo kar najmanjši učinek na netopno komponento mešanice. Če je znano, da pri analizi pride do izgube mase, je potrebno rezultate korigirati; v ta namen so podani potrebni korekcijski faktorji.

Korekcijski faktorji so bili glede na zahteve posameznih metod analize določeni v več različnih laboratorijih in veljajo samo za nerazgrajena vlakna; če pride pred ali med obdelavo do razgradnje vlaken, je potrebno uporabljati drugačne korekcijske faktorje. Podani postopki veljajo za posamične določitve. Na ločenih preskusnih primerkih je potrebno izvesti najmanj dve določitvi, tako v primeru ročnega kot v primeru kemičnega ločevanja. Za potrditev rezultatov je priporočljiva, če le ni tehnično nemogoče, uporaba alternativnih postopkov, pri katerih se komponenta, ki je pri standardni metodi preostanek, raztopi prva.

I. SPLOŠNE INFORMACIJE O METODAH KVANTITATIVNE KEMIČNE ANALIZE MEŠANIC TEKSTILNIH VLAKEN

V nadaljevanju so podane informacije, ki so skupne vsem metodam kvantitativne kemične analize mešanic vlaken.

I.1. VELJAVNOST IN PODROČJE UPORABE

Področje uporabe pri vsaki metodi opredeljuje, za katero vrsto vlaken je metoda uporabna.

I.2. PRINCIP

Po razpoznavanju posameznih komponent v mešanici, se z ustrezno predobdelavo izločijo nevlaknate snovi, nato pa običajno, s selektivnim raztapljanjem⁶ ena od komponent. Netopni preostanek se stehta, nakar se iz izgube v masi izračuna delež topne komponente. Razen v primerih, ko bi takšno raztapljanje povzročilo tehnične težave, je priporočljivo najprej raztopiti tisto komponento katere delež je večji, pri čemer komponenta, ki je zastopana v manjšem deležu predstavlja preostanek po raztapljanju.

I.3. OPREMA IN REAGENTI

I.3.1. Oprema

I.3.1.1. Stekljeni filtrirni lončki in tehtiči, ki so dovolj veliki, da lahko vsebujejo filtrirne lončke ali druga oprema, ki da enake rezultate.

I.3.1.2. Presesalna buča.

I.3.1.3. Desikator z vsebujočim silikagelom.

I.3.1.4. Sušilnik z ventilatorjem za sušenje primerkov pri 105 +/- 3 stopinje C.

I.3.1.5. Analitska tehtnica z natančnostjo 0,0002 g.

I.3.1.6. Soxhlet aparat (aparat za ekstrakcijo) ali druga naprava, ki daje enake rezultate.

I.3.2. Reagenti

I.3.2.1. Petroleter, redestilirani, s temperaturo vrelišča 40 do 60 stopinj C.

I.3.2.2. Drugi reagenti so podrobno navedeni in opisani v odgovarjajočih točkah opisov posameznih metod. Vsi uporabljeni reagenti naj bodo kemično čisti.

I.3.2.3. Destilirana ali deionizirana voda.

I. 3.2.4 Aceton

I. 3.2.5 Ortofosforna kislina

I. 3.2.6 Sečnina

I. 3.2.7 Natrijev bikarbonat.

I.4. KONDICIONIRANJE VZORCA IN POGOJI TESTIRANJA

Ker se absolutno suhe mase določujejo posebej, je kondicioniranje preskusnih primerkov ali izvajanje analiz v standardni atmosferi nepotrebno.

I.5. LABORATORIJSKI PRESKUSNI PRIMEREK

Laboratorijski preskusni vzorec, reprezentativen za laboratorijski osnovni vzorec naj bo dovolj velik, da se iz njega pridobi vse potrebne preskusne primerke, od katerih naj tehta vsak vsaj 1 g.

I.6. PREDOBDELAVA LABORATORIJSKEGA PRESKUSNEGA VZORCA⁷

Kadar je prisotna snov, ki se je ne upošteva pri izračunu odstotkov (glej tudi drugi odstavek 4. člena predpisa o navajanju surovinske sestave in o tekstilnih imenih), je treba to snov najprej odstraniti z ustrežno metodo, ki ne vpliva na nobeno vlaknato komponento.

Nevlaknate snovi, katere je možno ekstrahirati s petroletrom in vodo, se odstrani tako, da se na zraku posušeni preskusni vzorec obdeluje v Soxhlet aparatu s petroletrom eno uro s hitrostjo najmanj šestih ciklov na uro. Ko petroleter izhlapi iz vzorca, se vzorec ekstrahira z direktno obdelavo, ki jo sestavljata enourno namakanje vzorca v vodi pri sobni temperaturi in nato še enourno namakanje v vodi pri temperaturi 65 ± 5 °C, pri čemer se vsebino od časa do časa premeša. Uporabljeno razmerje tekočina:vzorec je 100:1. Sledi ožemanje, odsesavanje ali centrifugiranje, nakar se vzorec posuši prosto na zraku.

Pri elastofinu ali mešanica vlaken, ki vsebujejo elastofin in druga vlakna (volna, živalske dlake, svila, bombaž, lan, konoplja, juta, abaka, alfa ali esparto, kokos, žuka, ramija, sisal, bakro, modal, proteinska vlakna, viskoza, akril, poliamid ali najlon, poliester,

elastomultiester), je treba pravkar opisani postopek nekoliko spremeniti, in sicer petroleter je treba nadomestiti z acetonom.

Pri mešanicah vlaken, ki vsebujejo elastolefin in acetat, se za predobdelavo uporabi naslednji postopek. Vzorec se ekstrahira 10 minut pri 80 °C z raztopino, ki vsebuje 25 g/l 50 % ortofosforne kisline in 50 g/l sečnine. Uporabljeno razmerje tekočina:vzorec je 100:1. Sledi izpiranje vzorca v vodi, ožemanje in ponovno izpiranje v 0,1 % raztopini natrijevega bikarbonata ter nazadnje dobro izpiranje v vodi.

Kadar nevlaknatih snovi ni mogoče ekstrahirati s petroletrom in vodo, potem zgoraj opisano metodo nadomestimo z ustrežno drugo metodo, ki bistveno ne vpliva na vlaknate komponente. Pri nekaterih nebeljenih, naravnih rastlinskih vlaknih (npr. juta, kokos) običajna predobdelava s petroletrom in vodo ne odstrani vseh naravnih nevlaknatih snovi; kljub temu se dodatna predobdelava ne uporablja, razen če vzorec vsebuje apreture, netopne v petroletru in vodi.

Poročila o analizi morajo vsebovati vse podatke o uporabljenih metodah predobdelave.

I.7. PRESKUSNI POSTOPEK

I.7.1. Splošna navodila

I.7.1.1. Sušenje

Vsak postopek sušenja se izvaja najmanj štiri ure in največ šestnajst ur pri temperaturi 105 + / - 3 stopinje C v sušilniku z ventilatorjem, pri čemer naj bodo vrata sušilnika neprestano zaprta.

Če je čas sušenja krajši od 14 ur, je potrebno primerek stehtati, da se ugotovi, ali je njegova masa konstantna. Masa je konstantna takrat, ko se v razmaku 60-tih minut sušenja spremeni za manj kot 0,05%.

Med sušenjem, hlajenjem in tehtanjem naj se lončki, tehtiči, primerki in preostanki raztapljanja čim manj prijemajo z golimi rokami.

Primerki se sušijo v tehtičih katerih pokrovčki so položeni v sušilniku. Tehtiče se po sušenju pokrije ter se jih kar se da hitro prestavi v desikator.

Kadar se namesto filtrirnega lončka uporablja kakšna druga oprema, mora sušenje v sušilniku potekati tako, da se lahko ugotovi masa suhih vlaken brez izgub.

I.7.1.2. Hlajenje

Vsi postopki hlajenja v desikatorju, ki je običajno poleg tehtnice, se izvajajo toliko časa da se doseže popolna ohladitev tehtičev, v vsakem primeru pa ne manj kot dve uri.

I.7.1.3. Tehtanje

Po ohladitvi se tehtiči stehtajo tekom dveh minut po njihovi odstranitvi iz desikatorja. Natančnost tehtanja je 0,0002 g.

I.7.2. Postopek

Iz predobdelanega laboratorijskega preskusnega vzorca se izloči preskusni primerek mase najmanj 1 g. Prejo ali tkanino se nareže na dolžino približno 10 mm, kolikor se da na drobno. Primerek se posuši v tehtiču, ohladi v desikatorju in stehta. Primerek se prenese v stekleno posodo, določeno v točki 3.1 (i) metode št. 15, nakar se tehtič ponovno stehta in iz razlike izračuna suho maso primerka. Preskušanje se izvede po navodilih opisanih v odgovarjajoči točki opisa metode, ki se uporablja. Preostanek se pregleda mikroskopsko da se ugotovi ali je z obdelavo dosežena popolna odstranitev vlaken, katere se je odtapljalo.

I.8. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Masa netopne komponente se izrazi v odstotkih celotne mase vlaken v mešanici. Delež topne komponente se izračuna kot razlika. Rezultati se izračunajo na osnovi čiste suhe mase, z upoštevanjem

(a) dogovorjenih dodatkov in

(b) korekcijskih faktorjev,

ki jih je treba upoštevati zaradi izgube nevlaknatih snovi med predobdelavo in analizo. Pri izračunih naj se uporabljajo enačbe, podane v točki I.8.2.

I.8.1. Izračun deleža netopne komponente na osnovi absolutno suhe mase, ne upoštevajoč izgubo mase vlaken med predobdelavo.

$$P(1) \% = \frac{100 \text{ krat } r \text{ krat } d}{m}$$

kjer so:

P(1) delež netopne, absolutno suhe komponente

m masa absolutno suhega primerka (po predobdelavi)

r masa absolutno suhega preostanka

d korekcijski faktor mase netopne komponente zaradi izgube med analizo. Ustrezne vrednosti "d" so podane v odgovarjajočih točkah opisov posameznih metod.

Vrednosti "d" so normalne vrednosti, ki jih uporabimo pri kemično nerazgrajenih vlaknih.

I.8.2. Izračun odstotka netopne komponente na osnovi absolutno suhe mase, upoštevajoč dogovorjene dodatke in kjer je potrebno korekcijske faktorje izgube mase vlaken med predobdelavo.

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

kjer so:

P(1A) delež netopne komponente, korigiran z dogovorjenimi dodatki in s faktorji izgube mase med predobdelavo

P(1) delež čiste, suhe, netopne komponente, izračunan s pomočjo enačbe iz I.8.1.

a(1) dogovorjeni dodatek netopne komponente (Priloga II predpisa o navajanju surovinske sestave in o tekstilnih imenih)

a(2) dogovorjeni dodatek topne komponente (Priloga II predpisa o navajanju surovinske sestave in o tekstilnih imenih)

b(1) delež izgube mase netopne komponente, ki jo povzroči predobdelava

b(2) delež izgube mase topne komponente, ki jo povzroči predobdelava

Delež druge komponente (P(2A) %) je enak $100 - P(1A) \%$.

Kadar je uporabljena posebna predobdelava, je potrebno določiti vrednosti b_1 in b_2 tako, da se vsako od čistih vlaknatih komponent mešanice predobdelava enako kot v analizi. Čista vlakna so tista, ki ne vsebujejo nevlaknatih snovi razen tistih, normalno vsebovanih (bodisi naravno prisotnih ali dodanih v procesu obdelave) in v stanju (nebeljena, beljena), v katerem so prisotna v materialu, ki ga analiziramo.

Kadar čista, posamezna vlakna kot komponente v procesu proizvodnje materiala, ki se ga želi analizirati, niso na voljo, se uporabi povprečne vrednosti b_1 in b_2 , dobljene na osnovi preskusov na čistih vlaknih, ki so podobna tistim v mešanici, ki se jo preiskuje.

Če se uporablja normalna predobdelava z ekstrakcijo s petroletrom in vodo, se lahko korekcijska faktorja b_1 in b_2 v splošnem zanemarita, razen v primerih nebeljenega bombaža,

nebeljenega lanu in nebeljene konoplje, kjer se upošteva že določena 4% izguba zaradi predobdelave, ter v primeru polipropilena, kjer je le-ta 1%.

Po dogovoru se pri ostalih vlaknih v izračunih zanemari izguba mase zaradi predobdelave.

II. METODA KVANTITATIVNE ANALIZE Z ROČNIM LOČEVANJEM

II.1. VELJAVNOST IN PODROČJE UPORABE

Ta metoda je uporabna za vse vrste tekstilnih vlaken pod pogojem, da ne tvorijo "intimne mešanice" in da jih je mogoče ločevati z roko.

II.2. PRINCIP

Po identifikaciji komponent se z vlaken odstrani nevlaknate snovi z ustrezno predobdelavo. Sledi ročno ločevanje vlaken, sušenje in tehtanje ter izračun deleža posameznih komponent mešanice.

II.3. OPREMA

II.3.1. Tehtiči ali druga oprema, ki daje enake rezultate.

II.3.2. Desikator z vsebujočim silikagelom.

II.3.3. Sušilnik z ventilatorjem za sušenje primerkov pri 105 ± 3 stopinje C.

II.3.4. Analitska tehtnica z natančnostjo 0,0002 g.

II.3.5. Soxhlet aparat (aparat za ekstrakcijo) ali druga naprava, ki daje enake rezultate.

II.3.6. Igla

II.3.7. Torziometer ali podobna naprava.

II.4. REAGENTI

II.4.1. Petroleter, redestilirani, temperatura vrelišča 40 do 60 stopinj C.

II.4.2. Destilirana ali deionizirana voda.

II.5. KONDICIONIRANJE VZORCA IN POGOJI TESTIRANJA

Glej I.4.

II.6. LABORATORIJSKI PRESKUSNI PRIMEREK

Glej I.5.

II.7. PREDOBDELAVA LABORATORIJSKEGA PRESKUSNEGA VZORCA

Glej I.6.

II.8. POSTOPEK

II.8.1. Analiza preje

Iz predobdelanega laboratorijskega preskusnega vzorca se izloči primerek mase najmanj 1 g. Pri zelo fini preji, se analiza lahko izvede na preji dolžine najmanj 30 m, ne glede na maso primerka. Prejo se razreže na kose primerne dolžine; z iglo se ločijo posamezni tipi vlaken; po potrebi se uporabi torziometer. Posamezne tipe vlaken se prenese v predhodno stehtane tehtiče, nakar se jih suši pri temperaturi 105 ± 3 stopinje C do konstantne mase, kot je opisano v točkah I.7.1 in I.7.2.

II.8.2. Analiza ploskega tekstila

Iz predobdelanega laboratorijskega preskusnega vzorca se dovolj stran od robov odvzame primerek mase najmanj 1 g, kateremu se skrbno obrežejo robovi, da ne pride do "cefranja"; primerek se izreže v smeri

- osnove ali votka za tkanino ter
- v smeri vrst in stolpičev za pletenino.

Ločena vlakna različnih tipov se zberejo v predhodno stehtanem tehtiču, nakar se nadalje postopa po navodilih v točki II.8.1.

II.9. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Masa vsake posamezne komponente se podaja v odstotkih celotne mase vlaken v mešanici. Rezultati se računajo na osnovi absolutno suhe mase, z upoštevanjem

- (a) dogovorjenih odstopanj in
- (b) korekcijskih faktorjev,

ki jih je treba upoštevati zaradi zmanjšanja mase med predobdelavo in analizo.

II.9.1. Izračun deležev mas na osnovi mase absolutno suhih vlaken, neupoštevajoč izgubo mase med predobdelavo

kjer so:

P(1) delež prve absolutno suhe komponente

m(1) masa absolutno suhe prve komponente

m(2) masa absolutno suhe druge komponente

II.9.2. Navodila za izračun deležev posameznih komponent z upoštevanjem dogovorjenih dodatkov in po potrebi korekcijskih faktorjev zaradi izgube mase med predobdelavo so navedena v točki I.8.2.

III.1. NATANČNOST METOD

Natančnost, navedena pri posameznih metodah, se nanaša na njihovo ponovljivost.

Ponovljivost se nanaša na zanesljivost, t. j. sovpadanje preskusnih vrednosti, ki jih pridobijo delavci v različnih laboratorijih ali ob različnih časih pri uporabi iste metode ali pri obdelavi primerkov iste konsistentne mešanice.

Ponovljivost se izraža z intervalom zaupanja rezultatov za statistično zaupanja $S = 95\%$. To pomeni, da bo razlika med dvema rezultatoma v seriji analiz narejenih v različnih laboratorijih z natančno in normalno uporabo metode na enaki in obstoječi mešanici, presežena le v petih od 100 primerov.

III.2. POROČILO O PRESKUSU

III.2.1. Navedba, da je bila analiza izvedena v skladu s to metodo.

III.2.2. Navedba podatkov o kakršnikoli posebni predobdelavi (Glej točko I.6).

III.2.3. Navedba posameznih rezultatov in aritmetične srednje vrednosti, vsake z natančnostjo 0,1.

POSEBNE METODE - ZBIRNA TABELA

Metode	Področje uporabe		Reagent
	Topna komponenta	Netopna komponenta	
št. 1	acetat	druga vlakna	aceton
št. 2	določena proteinska vlakna	druga vlakna	hipoklorit
št. 3	viskoza, bakro ali določena modalna vlakna	bombaž ali elastolefin	mravljična kislina in cinkov klorid
št. 4	poliamid ali najlon	določena druga vlakna	mravljična kislina, 80 % (m/m)
št. 5	acetat	triacetat ali elastolefin	benzil alkohol
št. 6	triacetat ali polilaktid	druga vlakna	metilenklorid
št. 7	določena celulozna vlakna	poliester, elastomultiester ali elastolefin	žveplova kislina, 75 % (m/m)

št. 8	akril, določena modakrilna ali klorovlakna	druga vlakna	dimetilformamid
št. 9	določena klorovlakna	druga vlakna	ogljikov disulfid/ acetona, 55,5/44,5 v/v
št. 10	acetat	določena klorovlakna ali elastolefin	ledocetna kislina
št. 11	svila	volna, dlake ali elastolefin	žveplova kislina, 75 % (m/m)
št. 12	juta	vlakna živalskega izvora	metoda vsebnosti dušika
št. 13	polipropilen	določena druga vlakna	ksilen
št. 14	druga vlakna	klorovlakna (homopolimeri iz vinilklorida) ali elastolefin	metoda s koncentrirano žveplovo kislino
št. 15	klorova vlakna, določena modakrilna vlakna, določena elastanska vlakna, acetat, triacetat	druga vlakna	cikloheksanon

METODA št. 1

ACETAT IN DRUGA VLAKNA (Metoda z uporabo acetona)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- acetat (19)

in

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), svila (4), bombaž (5), lan (7), konoplja (8), juta (9), abaka (10), alfa (11), kokos (12), žuka (13), ramija (14), sisal (15), bakro (21), modal (22), proteinska vlakna (23), viskoza (25), akril (26), poliamid ali najlon (30), poliester (34), elastomultiester (45) in elastolefin (46).

V nobenem primeru ta metoda ni uporabna za acetatna vlakna, ki so bila deacetatilizirana.

2. PRINCIP

Acetat se otopi iz mešanice z znano suho maso z acetonom. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, ki se po potrebi korigira, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhega acetata se izračuna kot razlika.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

Erlenmajerica s prostornino najmanj 200 ml z brušenim zamaškom.

3.2. Reagenti

Aceton.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljujte, kakor sledi:

primerek se vstavi v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom in prelije s 100 ml acetona na gram primerka; erlenmajerico se pretrese ter vsebino pusti stati 30 minut pri sobni temperaturi; vsebino se od časa do časa premeša; tekočino se nato odlije prek steklenega filtrirnega lončka, katerega suha masa je predhodno že določena.

Postopek se ponovi še dvakrat po 15 minut; skupno se tako izvede tri ekstrakcije, končni skupni čas obdelave v acetonu pa je eno uro. Preostanek (raztopina z neraztopljenimi vlakni) se odlije prek steklenega filtrirnega lončka, temeljito spere z acetonom in presesa. Filtrirni lonček se ponovno napolni z acetonom ter pusti, da tekočina zaradi težnosti odteče.

Na koncu se tekočino iz filtrirnega lončka presesa v presesalno bučo, filtrirni lonček z vsebino (preostanek) posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 2

DOLOČENA PROTEINSKA IN DRUGA VLAKNA (Metoda z uporabo hipoklorita)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), svila (4), proteinska vlakna (23)

in

- bombaž (5), bakro (21), viskoza (25), akril (26), klorovlakna (27), poliamid ali najlon (30), poliester (34), polipropilen (36), elastan (42), steklena vlakna (43) in elastomultiester(45) in elastolefin (46).

Če so v mešanici prisotna različna proteinska vlakna, se z analizo po tej metodi določi njihova skupna količina, ne pa količine posameznih vrst teh vlaken.

2. PRINCIP

Proteinsko vlakno se iz mešanice znane suhe mase odtopi z raztopino hipoklorita. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih proteinskih vlaken se dobi iz razlike.

Za pripravo hipokloritne raztopine se lahko uporabi bodisi litijev ali natrijev hipoklorit.

Litijev hipoklorit je priporočljiv v primerih, ko gre za manjše število analiz ali za analize, ki jih izvajamo v daljših presledkih. Razlog za to je, da je delež hipoklorita v trdnem litijevem hipokloritu - nasprotno kot v primeru natrijevega hipoklorita - skoraj konstanten. Če je delež hipoklorita poznan, vsebnosti hipoklorita ni potrebno določati jodometrijsko za vsako analizo posebej, saj lahko uporabimo konstantni utežni delež litijevega hipoklorita.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerice prostornine 250 ml z brušenimi zamaški

(ii) Termostat, nastavljen na 20 (+ / - 2) stopinji C

3.2. Reagenti

(i) Hipokloritni reagent

(a) Raztopina litijevega hipoklorita

Ta sestoji iz sveže pripravljene raztopine, ki vsebuje 35 (+ / - 2) g/l aktivnega klora (približno 1 M), ki ji je dodano 5 (+ / - 0,5) g/l predhodno raztopljenega natrijevega hidroksida. Za pripravo raztopine je potrebno raztopiti 100 gramov litijevega hipoklorita, ki vsebuje 35% aktivnega klora (ali 115 gramov, ki vsebuje 30% aktivnega klora) v približno 700 ml destilirane vode, dodati 5 gramov natrijevega hidroksida, raztopljenega v približno 200 ml destilirane vode, ter doliti destilirano voda do skupno 1 litra. Sveže pripravljeno raztopino ni potrebno jodometrijsko preverjati.

(b) Raztopina natrijevega hipoklorita

Raztopina sestoji iz sveže pripravljene raztopine, ki vsebuje 35 (+ / - 2) g/l aktivnega klora (približno 1 M), ki ji je dodano 5 (+ / - 0,5) g/l predhodno raztopljenega natrijevega hidroksida.

Pred vsako analizo je potrebno jodometrijsko preveriti vsebnost aktivnega klora.

(ii) Ocetna kislina, razredčena raztopina

Raztopite 5 ml ledocetne kisline z 1 litrom vode.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljujte, kakor sledi:

približno 1 gram vzorca se prelije s približno 100 ml raztopine hipoklorita (litijevega ali natrijevega hipoklorita) v 250 ml erlenmajerici; erlenmajerico se temeljito pretrese da se vzorec omoči. Erlenmajerico se z vsebino namesti v termostat za 40 minut pri temperaturi 20 stopinj C, pri čemer se jo ves čas ali vsaj v rednih časovnih presledkih stresa. Ker je raztapljanje volne eksotermen proces, je potrebno reakcijsko toploto pri tej metodi odvajati. V nasprotnem primeru lahko pride do precejšnih napak zaradi pričetka raztapljanja netopnih vlaken.

Po 40 minutah se vsebino erlenmajerice odlije v stekleni filtrirni lonček, predhodno stehtan; iz erlenmajerice se morebitna preostala vlakna spere v filtrirni lonček z manjšo količino hipokloritnega reagenta. Tekočino iz filtrirnega lončka se presesa; preostanek v filtrirnem lončku se temeljito spere najprej z vodo, nato z razredčeno očetno kislino in končno z vodo; po vsakem dolitju se tekočino z lončka odstrani s presesavanjem v presesalno bučo šele po tem, ko je tekočina že odtekla zaradi težnosti.

Na koncu se tekočino iz filtrirnega lončka presesa v presesalno bučo, filtrirni lonček z vsebino (preostanek) pa posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00 razen za bombaž, viskozo in modalna vlakna, za katere je "d" = 1,01 in nebeljen bombaž, kjer je "d" = 1,03.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju S = 95%.

VISKOZA, BAKRO ALI DOLOČENA MODALNA VLAKNA IN BOMBAŽ (Metoda z uporabo mravljinčne kisline in cinkovega klorida)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- viskoza (25) ali bakro (21), vključno z določenimi vrstami modalnih vlaken (22)

in

- bombaž (5) in elastolefin (46).

Če se ugotovi prisotnost modalnega vlakna, je potrebno izvesti predhodni preskus z namenom da se ugotovi, ali je to vlakno topno v reagentu.

Ta metoda se ne uporablja za mešanice z bombažem, ki je bil v tehnološki predelavi opazno kemično poškodovan, prav tako se ne uporablja v primerih, kadar so zaradi prisotnosti sredstev za vrhunsko plemenitenje, ki jih ni mogoče v celoti odstraniti, viskozna ali bakrova vlakna postala netopna.

2. PRINCIP

Viskozna, bakrova ali modalna vlakna se z raztopino mravljinčne kisline in cinkovega klorida odtopi iz mešanice, katere suha masa je znana. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhe mase viskoze, bakrovih ali modalnih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerice prostornine 250 ml z brušenimi zamaški

(ii) Vodna kopel, s termostatom za vzdrževanje temperature vode pri 40 ± 2 stopinj C

3.2. Reagenti

(i) Pripravi se raztopina, ki vsebuje 20 g brezvodnega cinkovega klorida in 68 g brezvodne mravljinčne kisline in dopolni do 100 g z vodo (20 masnih deležev brezvodnega klorida na 80 masnih deležev 85% (m/m) mravljinčne kisline).

OPOMBA:

Vsi uporabljeni reagenti morajo biti kemično čisti; uporablja se izključno brezvodni cinkov klorid.

(ii) Raztopina amonijevega hidroksida: 20 ml koncentrirane raztopine amoniaka (s specifično težo 0,880 g/ml) se razredči v 1 litru vode.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljujte, kakor sledi:

primerek se prenese v erlenmajerico v vodni kopeli, v kateri je bila erlenmajerica predhodno ogreta na 40 stopinj C. Primerek se prelije s 100 ml raztopine mravljinčne kisline in cinkovega klorida na gram primerka; raztopina mora biti predhodno segreta na 40 stopinj C. Erlenmajerico se zapre z zamaškom, močno pretrese in pusti v vodni kopeli pri konstantni temperaturi 40 stopinj C dve ure in pol, pri čemer se jo na eno uro pretrese. Vsebino erlenmajerice se prelije na predhodno stehšan filtrirni lonček; erlenmajerico se izpere z 20 ml reagenta, tako da se izpere še ostanek vlaken.

Filtrirni lonček in preostanek se temeljito izpereta z vodo ogreto na 40 stopinj C. Vlaknati preostanek s približno 100 ml hladne raztopine amonijaka (3.2.(ii)) se izpira tako, da je ostanek stalno potopljen v raztopini amoniaka⁸; sledi temeljito izpiranje neraztopljenih vlaken s hladno vodo.

Raztopina mora pri vsaki obdelavi ali izpiranju prosto teči v presesalno bučko, ostanek raztopine pa se po vsaki obdelavi ali izpiranju presesa iz filtrirnega lončka v presesalno bučo. Na koncu se tekočino iz filtrirnega lončka presesa v presesalno bučo, filtrirni lonček z vsebino (preostanek) pa posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je za bombaž 1,02 in za elastolefin 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopke od vsebine največ ± 2 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 4

POLIAMID IN DRUGA VLAKNA

(Metoda z uporabo mravljinčne kisline konc. 80% (m/m))

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- poliamid ali najlon (30)

in

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), bombaž (5), bakro (21), modal (22), viskoza (25), akril (26), klorovlakna (27), poliester (34), polipropilen (36) ali steklena vlakna (43) in elastomultiester (45) in elastolefin (46).

Kot je navedeno zgoraj, je metoda uporabna tudi za mešanice z volno, vendar le v primeru, da vsebnost volne ne presega 25%; v slednjem primeru je potrebno uporabljati metodo št. 2 (raztapljanje volne v raztopini alkalnega natrijevega hipoklorita).

2. PRINCIP

Poliamidna vlakna se odtopi z mravljinčno kislino iz mešanice z znano suho maso. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih poliamidnih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom.

3.2. Reagenti

(i) Mravljinčna kislina (80% (m/m), relativna gostota 1,186 g/ml pri 20 stopinj C). 880 ml mravljinčne kisline koncentracije 90% (m/m) (relativna gostota 1,204 g/ml pri 20 stopinj C) se razredči do 1 litra z vodo. Druga možnost je, da se razredči 780 ml mravljinčne kisline koncentracije 90 do 100% (m/m) (relativna gostota 1,220 g/ml pri 20 stopinj C) z vodo do 1 litra.

Koncentracija mravljinčne kisline ni kritična v območju 77 do 83% (m/m).

(ii) Raztopina amonijaka, razredčena:

80 ml koncentrirane amoniakove raztopine (relativna gostota 0,88 g/ml pri 20 stopinj C) se z vodo razredči do 1l.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljujte, kakor sledi:

primerek se prenese v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml in prelije z 100 ml mravljinčne kisline na gram primerka. Erlenmajerico se zapre z zamaškom, dobro pretrese da se primerek omoči in pusti 15 minut pri sobni temperaturi z občasnim pretresanjem. Vsebino se prelije na predhodno stehtan filtrirni lonček; erlenmajerico se spere z manjšo količino mravljinčne kisline. Vlakna na filtrirnem lončku se postopno spere najprej z raztopino mravljinčne kisline, nato s toplo vodo, z raztopino amoniaka in na koncu še s hladno vodo. Raztopina mora pri vsakem izpiranju prosto teči v presesalno bučko brez sesanja, ostanek raztopine pa se po vsakem izpiranju presesa iz filtrirnega lončka v presesalno bučo. Na koncu se tekočino iz filtrirnega lončka presesa v presesalno bučo, filtrirni lonček z vsebino (preostanek) pa posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopke od vsebine največ $+ / - 1$ v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 5

ACETAT IN TRIACETAT
(Metoda z uporabo benzilalkohola)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- acetat (19)

in

- triacetat (24) in elastolefin (46).

2. PRINCIP

Acetat se odtopi iz mešanice znane suhe mase z benzilalkoholom pri temperaturi $52 + / - 2$ stopinj C. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih acetatnih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

- (i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom
- (ii) Mehanični vibracijski mešalec
- (iii) Vodna kopel, s termostatom za vzdrževanje temperature vode pri $52 (+ / - 2)$ stopinji C

3.2. Reagenti

- (i) Benzilalkohol
- (ii) Etanol

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljujte, kakor sledi:

primerek se prenese v erlenmajerico in prelije s 100 ml benzilalkohola na gram primerka. Erlenmajerico se zamaši in pritrdi na mehanično mešalo in potopi v vodno kopel segreto na $52 + / - 2$ stopinji C; obdelava in mešanje potekata 20 minut. Namesto mehaničnega mešala, se lahko erlenmajerico stresa tudi ročno.

Raztopino se odlije v presesalno bučko prek filtrirnega lončka. Vlakna, ki se prelijejo na filtrirni lonček, se s palčko prenese nazaj v erlenmajerico in ves postopek obdelave z benzilalkoholom se ponovi še dvakrat pri temperaturi $52 + / - 2$ stopinji C in času 20 minut. Po tretji obdelavi se raztopino z vlakni odlije prek filtrirnega lončka, erlenmajerico pa spere z benzilalkoholom, segretim na $52 + / - 2$ stopinji C; preostalo raztopino v vlaknih na filtrirnem lončku se presesa prek presesalne bučke.

Vlakna se s filtrirnega lončka prenese v erlenmajerico, prelije z etanolom, ročno strese in odlije nazaj v filtrirni lonček. Spiranje z etanolom se ponovi dva do trikrat. Ostanek se prenese v filtrirni lonček nakar se tekočino temeljito izsesa. Ostanek vlaken se skupaj z filtrirnim lončkom posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1.00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ $+ / - 1$ v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

TRIACETAT IN DRUGA VLAKNA
(Metoda z uporabo diklormetana)

1. PODROČJE UPORABE

Ta metoda je po odstranitvi nevlakenskih snovi uporabna za dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- triacetat (24) ali polilaktid (33a)

in

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), svila (4), bombaž (5), bakro (21), modal (22), viskoza (25), akril (26), poliamid ali najlon (30), poliester (34), steklena vlakna (43), elastomultiester (45) in elastolefin (46).

Opomba:

Triacetatna vlakna, ki so bila delno hidrolizirana s posebno obdelavo, niso več popolno topljiva v reagentu. V tem primeru ta metoda ni uporabna.

2. PRINCIP

Triacetatna ali poliaktidna vlakna se odtopi iz mešanice znane suhe mase z diklormetanom. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; iz mase preostanka, po potrebi korigirane, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih triacetatnih ali poliatidnih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom.

3.2. Reagenti

(i) Diklormetan

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljujte, kakor sledi:

primerki se prenese v 200 ml erlenmajerico ter prelije s 100 ml diklormetana na gram primerka. Erlenmajerico se zamaši ter vsakih 10 minut dobro pretrese, da se primerki omoči. Obdelava traja 30 minut pri sobni temperaturi z rednim stresanjem vsakih 10 minut. Raztopino se po obdelavi odlije v presesalno bučko prek steklenega filtrirnega lončka, katerega suha masa je predhodno že določena. V erlenmajerico se na vlakna dolije 60 ml diklormetana, nakar se postopek obdelave ponovi. Po obdelavi se raztopino z vlakni odlije prek filtrirnega lončka, erlenmajerico pa se spere z diklormetanom; filtrirni lonček se napolni z diklormetanom in pusti, da najprej samodejno odteče, nakar se ostanek raztopine presesa; vlakna se spere z vrelo vodo. Preostanek raztopine v vlaknih na filtrirnem lončku se presesa prek presesalne bučke. Ostanek vlaken se skupaj s filtrirnim lončkom posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1,00 razen za poliester, elastomultiester in elastolefin kjer znaša 1,01.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopki od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 7

CELULOZNA VLAKNA IN POLIESTER

(Metoda z uporabo žveplove kisline konc. 75% (m/m))

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- bombaž (5), lan (7), konoplja (8), ramija (14), bakro (21), modal (22) in viskoza (25)

in

- poliester (34), elastomultiester (45) in elastolefin (46).

2. PRINCIP

Celulozna vlakna se odtopi iz mešanice z znano suho maso z žveplovo kislino konc. 75% (m/m). Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih celuloznih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 500 ml z brušenim zamaškom

(ii) Vodna kopel, s termostatom za vzdrževanje temperature vode pri 52 (+ / - 2) stopinji C ali kakšna druga naprava.

3.2. Reagenti

(i) Žveplova kislina, 75 + / - 2% (m/m)

700 ml žveplove kisline (relativna gostota 1,84 g/ml pri temperaturi 20 stopinj C) se previdno doliva v 350 ml destilirane vode ob stalnem hlajenju. Ko se raztopina ohladi na sobno temperaturo, se jo razredči z vodo do 1 litra.

(ii) Amonijak, razredčena raztopina

80 ml amonijeve raztopine (relativna gostota 0,88 g/ml pri temperaturi 20 stopinj C) se razredči z 1 litrom vode

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi: na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 500 ml prilije 200 ml žveplove kisline koncentracije 75%. Erlenmajerico se zamaši in previdno pretrese da se poskusni primerek omoči. Erlenmajerico se vstavi v vodno kopel temperature 50 + / - 5 stopinj C za 60 minut kjer se jo vsakih 10 minut pretrese. Raztopino se po obdelavi odlije v presesalno bučko prek steklenega filtrirnega lončka, katerega suha masa je predhodno že določena. Morebitna preostala vlakna v erlenmajerici se oplakne z manjšo količino 75% žveplove kisline ter prenese v filtrirni lonček. Tekočino se iz lončka odsesa, nakar se preostanek spere z enkratnim dolitjem sveže žveplove kisline. Odsesavanje se uporabi šele po samodejnem odteku tekočine. Preostanek v filtrirnem lončku se izpere večkrat zaporedoma s hladno vodo, nato dvakrat z razredčeno raztopino amonijaka, nato pa temeljito še s hladno vodo. Po vsakem dolitju se tekočino iz lončka odstrani z odsesavanjem potem, ko je tekočina že odtekla zaradi težnosti. Ostanek vlaken se skupaj s filtrirnim lončkom posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 8

AKRIL, DOLOČENA MODAKRILNA ALI Klorova vlakna in druga vlakna
(Metoda z uporabo dimetilformamida)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- akril (26), modakril (29) ali klorovlakna (27)⁹

in

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), svila (4), bombaž (5), bakro (21), modal (22), viskoza (25), poliamid ali najlon (30), poliester (34), elastomultiester (45) in elastolefin (46).

Metoda je prav tako uporabna za akrilna vlakna in nekatera modakrilna vlakna, ki so barvana s kovinsko kompleksnimi barvili, vendar ne za vlakna, barvana s kromirnimi barvili.

2. PRINCIP

Akrilna, modakrilna ali klorovlakna se odtopijo iz mešanice z znano suho maso z dimetilformamidom, ogretim v vreli vodni kopeli. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih akrilnih, modakrilnih ali klorovlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom

(ii) Vodna kopel s konst. temperaturo pri vrenju.

3.2. Reagenti

(i) Dimetilformamid (vrelišče 153 ± 1 stopinja C), ki ne vsebuje več kot 0,1% vode.

Zaradi strupenosti reagenta je priporočljiva uporaba nape.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 80 ml dimetilformamida, predhodno segretega v vreli vodni kopeli. Erlenmajerico se zamaši, pretrese da se primerek omoči, in vloži v vrelo vodno kopel za eno uro. Vsakih pet minut se erlenmajerico rahlo pretrese.

Raztopino se po obdelavi odlije v presesalno bučko prek steklenega filtrirnega lončka, kateremu je predhodno že določena suha masa. Vlakna naj ostanejo v erlenmajerici, v katero se dolije 60 ml dimetilformamida. Erlenmajerico se segreva nadaljnjih 30 minut ter medtem dvakrat pretrese.

Vsebino iz erlenmajerice se po končani obdelavi odlije na filtrirni lonček ter raztopino odsesa. Morebitna preostala vlakna v erlenmajerici se v filtrirni lonček oplaknejo z manjšo količino dimetilformamida. Tekočino se s filtrirnega lončka odsesa, preostanek vlaken pa spere s približno 1 litrom vroče vode temperature 70-80 stopinj C. Lonček se z vodo polni zaporedoma, sledi kratko odsesavanje, vendar šele po tem, ko voda odteče zaradi težnosti. Če tekočina odteka skozi lonček prepočasi, se lahko uporabi rahlo odsesavanje. Ostanek vlaken se skupaj s filtrirnim lončkom posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1,00 razen v naslednjih primerih:

volna	1,01
bombaž	1,01
baker	1,01
modal	1,01
poliester	1,01
alastomultiester	1,01.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ ± 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

DOLOČENA KLOROVLAJNA IN DRUGA VLAJNA

(Metoda z uporabo mešanice ogljikov disulfid/acetona v razmerju 55,5/44,5)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- klorovlakna (27), polivinilklorid, bodisi kloriran ali nekloriran¹⁰

in

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), svila (4), bombaž (5), bakro (21), modal (22), viskoza (25), akril (26), poliamid ali najlon (30), poliester (34), steklena vlakna (43) in elastomultiester (45).

Kadar vsebnost volne ali svile v mešanici presega 25%, se uporabi metoda št. 2. Kadar vsebnost poliamida v mešanici presega 25%, je potrebno uporabiti metodo št. 4.

2. PRINCIP

Klorovlakna se odtopi iz mešanice znane suhe mase z azeotropno¹¹ mešanico acetona in ogljikovega disulfida. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa ostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih polivinilkloridnih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom

(ii) Mehanični vibracijski mešalec.

3.2. Reagenti

(i) Azeotropna mešanica ogljikovega disulfida in acetona (55,5 vol. % ogljikovega disulfida in 44,5 vol. % acetona).

Ker je ta reagent strupen, je priporočena uporaba nape.

(ii) Etanol (92 vol. %) ali metanol

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 100 ml azeotropne mešanice ogljikovega disulfida in acetona. Erlenmajerico se zamaši in postavi na mešalec za 20 minut. Stresa se lahko tudi ročno 20 minut pri sobni temperaturi. Med mešanjem se dvakrat za trenutek dvigne zamašek, da se izenačita zunanji in notranji tlak. Zgornja plast raztopine se odlije prek predhodno stehtanega steklenega filtrirnega lončka v presesalno bučko. Obdelava vzorca v erlenmajerici se ponavlja s 100 ml svežega reagenta toliko časa, dokler na stekelcu, na katerega se kane kapljica raztopine, ni sledu o klorovlaknih potem, ko se je kapljica posušila. Z manjšo količino reagenta se prenese preostanek v filtrirni lonček, presesa tekočina in spere lonček ter preostanek z 20 ml alkohola, nato še 3x z vodo. Pred odsesavanjem naj ostanek tekočine najprej odteče zaradi težnosti. Ostanek vlaken se skupaj s filtrirnim lončkom posuši, ohladi in stehta.

Opomba:

Pri mešanicah z veliko vsebnostjo klorovlaken se lahko preskusni primerek med sušenjem občutno skrči, zaradi česar se raztapljanje v topilu upočasni, kar pa ne vpliva na končno raztopitev klorovlaken v topilu.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopke od vsebine največ $+ / - 1$ v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 10

ACETAT IN DOLOČENA KLOROVLAČNA
(Metoda z uporabo ledocetne kisline)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- acetat (19)

in

- določena klorovlakna (27), polivinilklorid, bodisi kloriran ali nekloriran in elastolefin (46).

2. PRINCIP

Acetatna vlakna se odtopi iz mešanice z znano suho maso z ledocetno kislino. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih acetatnih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom

(ii) Mehanični vibracijski mešalec.

3.2. Reagenti

(i) Ledocetna kislina (nad 99%)

Zaradi njegove močne jedkosti je potrebna previdnost pri ravnanju s tem reagentom.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 100 ml ledocetne kisline. Erlenmajerico se zamaši, postavi na mešalec ter pusti na mešalcu 20 minut. Stresanje je lahko tudi ročno 20 minut pri sobni temperaturi. Zgornjo plast raztopine se odlije v presesalno bučko prek steklenega filtrirnega lončka, predhodno stehtanega. Obdelavo vzorca se ponovi še dvakrat, vsakič s 100 ml svežega reagenta, tako da so na koncu skupno izvedene tri ekstrakcije.

V filtrirni lonček se prenese preostanek ter presesa tekočino. Lonček in preostanek se spere s 50 ml ledocetne kisline, nato pa še trikrat z vodo. Pred vsakim odsesavanjem se pusti, da izpiralna tekočina odteče najprej zaradi težnosti, šele nato sledi presesavanje. Ostanek vlaken se skupaj s filtrirnim lončkom posuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

SVILA IN VOLNA ALI DLAKE

(Metoda z uporabo žveplove kisline konc. 75% (m/m))

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- svila (4)

in

- volna (1) ali živalske dlake (2 in 3) in elastolefin (46).

2. PRINCIP

Svila se iz mešanice z znano suho maso odtopi s 75% (m/m) žveplovo kislino¹². Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih svilenih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(iii) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom

3.2. Reagenti

(ii) Žveplova kislina (75 + / - 2% (m/m))

700 ml žveplove kisline (relativna gostota 1,84 g/ml pri temperaturi 20 stopinj C) se previdno doliva v 350 ml destilirane vode ob stalnem hlajenju. Ko se raztopina ohladi na sobno temperaturo, se jo razredči z vodo do 1 litra.

(iii) Žveplova kislina, razredčena:

100 ml žveplove kisline (relativna gostota pri temperaturi 20 stopinj C: 1,84 g/ml) se počasi dodaja v 1900 ml vode.

(iv) Amonijak, razredčena raztopina:

200 ml koncentriranega amonijaka (relativna gostota 0,880 g/ml pri 20 stopinj C) se razredči z vodo do 1000 ml.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 100 ml 75% žveplove kisline. Erlenmajerico se zamaši, močno pretrese in pusti stati. Po 30 minutah pri sobni temperaturi se jo ponovno pretrese in pusti stati nadaljnjih 30 minut. Preden se preostanek prenese v filtrirni lonček, s predhodno določeno maso se erlenmajerico ponovno dobro pretrese. Vsa preostala vlakna se iz erlenmajerice izpere s 75% žveplovo kislino. Preostanek v lončku se izpere zaporedoma s 50 ml razredčene žveplove kisline, 50 ml vode in 50 ml razredčene raztopine amoniaka. Predno se vsako od tekočin presesa v presesalno bučo naj bodo vlakna v stiku s tekočino vsaj 10 minut. Ostanek vlaken se spere z vodo, tako, da so vlakna v stiku z vodo približno 30 minut. Tekočina iz lončka se presesa, posuši skupaj z lončkom, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 0,985 za volno in 1,00 za elastolefin.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopke od vsebine največ $+ / - 1$ v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 12

JUTA IN VLAKNA ŽIVALSKEGA IZVORA (Metoda z določanjem vsebnosti dušika)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- juta (9)

in

- vlakna živalskega izvora.

Komponento vlaken živalskega izvora lahko predstavljajo samo dlake (2 in 3) ali volna (1) oziroma poljubna mešanica teh dveh. Ta metoda ni uporabna za tekstilne mešanice, ki vsebujejo nevlaknate snovi (barvila, apreture itd.) na dušikovi osnovi.

2. PRINCIP

Določi se vsebnost dušika v mešanici nakar se iz te vsebnosti in iz poznane ali predpostavljene vsebnosti dušika v vsaki od komponent izračuna delež vsake.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

- (i) Kjeldahlova bučka prostornine 200 do 300 ml
- (ii) Priprava za destilacijo po Kjeldahlu z injektorjem za paro
- (iii) Priprava za titracijo, natančnost odčitavanja 0,05 ml

3.2. Reagenti

- (i) Toluen
- (ii) Metanol
- (iii) Žveplova kislina, relativna gostota 1,84 g/ml pri temperaturi 20 stopinj C¹³
- (iv) Kalijev sulfat¹⁴
- (v) Selenov dioksid¹⁴
- (vi) Raztopina natrijevega hidroksida (400 g/l)

V 400-500 ml vode se doda 400 g natrijevega hidroksida ter razredči z vodo do 1 litra

- (vii) Mešana raztopina indikatorja

V 95 ml metanola in 5 ml vode se raztopi 0,1 g metilrdečega; dobljeno raztopino se zmeša z 0,5 g bromkrezol zelenim, predhodno raztopljenim v 475 ml etanola in 25 ml vode

- (viii) Raztopina borove kisline.

20 g borove kisline se raztopi v 1 litru vode

- (ix) Žveplova kislina 0,02 N (standardna volumetrična raztopina)

4. PREDOBDELAVA PRESKUSNEGA VZORCA

Namesto predobdelave opisane v splošnih navodilih, se izvede naslednji postopek predobdelave:

Vzorec posušen na zraku se ekstrahira v Soxhlet aparatu najmanj štiri ure z mešanico, ki vsebuje en prostorninski del toluena in tri prostorninske dele metanola, s hitrostjo 5 ciklov na uro. Po končani ekstrakciji se vzorec pusti na zraku, da topilo izhlapi; ostanke topila se dokončno odstrani s sušenjem v sušilniku pri temperaturi 105 ± 3 stopinje C. Vzorec se nato ekstrahira 30 minut v bučki s povratnim hladilnikom z vodo (50 ml na gram vzorca) pri temperaturi vrenja. Odcejani vzorec se vrne v bučko in ponovi ekstrakcija z enako količino vode. Po obdelavi se raztopina prefiltrira, vzorec ožame, odsesa ali centrifugira, nato pa pusti, da se na zraku posuši.

Opomba:

Pri delu je potrebno upoštevati varnostne ukrepe zaradi strupenih vplivov toluena in metanola.

5. PRESKUSNI POSTOPEK

5.1. Splošna navodila

Izvede se postopek, opisan v splošnih navodilih za selektiranje, sušenje in tehtanje preskusnega primerka.

5.2. Opis postopka

Primerek mase najmanj 1 g se vloži v Kjeldahlovo bučko in doda reagente v naslednjem zaporedju: 2,5 g kalijevega sulfata, 0,1- 0,2 g selenovega dioksida in 10 ml žveplove kisline (relativna gostota 1,84 g/ml). Bučko se najprej rahlo in previdno segreva, dokler se vlakna v celoti ne razgradijo, nakar sledi močno segrevanje, dokler se raztopina ne zbistri in postane skoraj brezbarvna. Bučko se nadalje segreva še 15 minut in nato ohladi. Ohlajeno raztopino se razredči z 10-20 ml vode in ponovno ohladi. Vsebino iz bučke se kvantitativno prenese v merilno bučko s prostornino 200 ml in dolije vodo do nasičenja - do oznake 200 ml.

V erlenmajerico prostornine 100 ml se nalije približno 20 ml raztopine borove kisline. Erlenmajerico se priključi na kondenzator priprave za destilacijo po Kjeldahlu, tako, da je dovodna cev v erlenmajerici potopljena v raztopino (pod površino raztopine). V bučko priprave za destilacijo se vlije 10 ml nasičene raztopine. V lij na pripravi se doda najmanj 5 ml raztopine natrijevega hidroksida in pusti, da le-ta iz lija počasi steče v bučko z raztopino preiskovane mešanice vlaken. Če nasičena raztopina in raztopina natrijevega hidroksida ostaneta ločeni v dveh plasteh, jih je potrebno zmešati z rahlim stresanjem. Sledi počasno segrevanje in dovajanje pare. V erlenmajerici za zbiranje destilata se zbere približno 20 ml destilata. Erlenmajerico se spusti toliko, da je vrh dovodne cevi približno 20 mm nad površino tekočine, nakar se destilacija nadaljuje še eno minuto. Vrh dovodne cevi se spere z vodo tako, da se raztopino pri izpiranju lovi v isto erlenmajerico. Pridobljena je prva raztopina za titracijo. S priprave za destilacijo se sname dovodna cev in le-ta zamenja z novo. S postopkom destilacije se nadaljuje v drugo erlenmajerico, ki vsebuje novih 10 ml raztopine borove kisline. Pridobi se približno 10 ml druge raztopine za titracijo.

Oba destilata se titrirata ločeno z žveplovo kislino 0.02 N, ob dodatku mešanega indikatorja. Zabeležiti je potrebno celotno titracijsko vrednost vsakega destilata. Če je titracijska vrednost drugega destilata večja od 0,2 ml, se celoten postopek destilacije ponovi in začne spet destilirati novi odmerek nasičene raztopine.

Narediti je potrebno tudi določitev v prazno, t.j. nasičenje in destilacijo samih reagentov.

6. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

6.1. Odstotek vsebnosti dušika se izračuna v suhem primerku na naslednji način:

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

kjer je

A odstotek dušika v suhem primerku

V skupna prostornina standardne žveplove kisline, uporabljene pri titraciji prve in druge razt. v ml

B skupna prostornina standardne žveplove kisline, uporabljene pri titraciji raztopine slepega poskusa v ml

N normalnost standardne žveplove kisline

W suha masa primerka v gramih

6.2. Ob upoštevanju vrednosti 0,22% za vsebnost dušika v juti in vrednosti 16,2% za vsebnost dušika v vlaknih živalskega izvora, pri čemer sta obe vsebnosti izraženi glede na suho maso vlakna, izračunajte sestavo mešanice na naslednji način

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

kjer je

PA % odstotek vlaken živalskega izvora v čistem suhem primerku.

7. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju S = 95%.

PROPILEN IN DRUGA VLAKNA (Metoda z uporabo ksilena)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- polipropilen (36)

in

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), svila (4), bombaž (5), acetat (19), bakro (21), modal (22), triacetat (24), viskoza (25), akril (26), poliamid ali najlon (30), poliester (34), steklena vlakna (43) in elastomultiester (45).

2. PRINCIP

Propilenska vlakna se odtopi iz znane suhe mase mešanice z vrelim ksilenom. Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež suhih polipropilenskih vlaken se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom

(ii) Povratni hladilnik za tekočine z visokim vreliščem; mere grla erlenmajerice na katero se vstavlja hladilnik, morajo biti v skladu z merami spodnjega dela hladilnika

3.2. Reagenti

(i) Ksilen, destilacijske frakcije med 137 in 142 stopinj C

Opomba:

Ksilen je močno vnetljiv, njegove pare pa so strupene. Pri njegovi uporabi so potrebni ustrezni varnostni ukrepi.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 100 ml ksilena. Na erlenmajerico se nastavi povratni hladilnik (kondenzator), segreje in pusti vreti tri minute. Vrelo raztopino se prelije iz erlenmajerice v presesalno bučo prek steklenega filtrirnega lončka, kateremu je predhodno določena suha masa. Postopek se ponovi še dvakrat, pri čemer se vsakič uporabi odmerek 50 ml svežega topila (namesto 100 ml). Po tretji obdelavi se odlije tekočino v filtrirni lonček, vlakna v erlenmajerici pa se izpere najprej 2x s 30 ml vrelega ksilena in nato 2x s 75 ml petroletra (I.3.2.1 v splošnih navodilih) (dvakrat). Po drugem spiranju s petroletrom se vsa preostala vlakna prenese v lonček s pomočjo manjše količine petroletra in pusti, da topilo izhlapi. Lonček s preostankom se osuši, ohladi in stehta.

Opombe:

1. Filtrirni lonček, skozi katerega se zliva ksilen, mora biti predhodno ogret.
2. Po obdelavi s ksilenom in pred nalivanjem petroletra je potrebno ohladiti erlenmajerico z vlakni.
3. Za zmanjšanje nevarnosti požara ali zastrupitve se uporablja naprava za vročo ekstrakcijo, ki ob ustreznih postopkih daje enake rezultate¹⁴.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopke od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 14

KLOROVLAKNA (HOMOPOLIMERI VINILKLORIDA) IN DRUGA VLAKNA
(Metoda z uporabo konc. žveplove kisline)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- klorovlakna (27) iz homopolimera vinilklorida, bodisi naknadno klorirana ali neklorirana in elastolefin (46)

in

- bombaž (5), acetat (19), bakro (21), modal (22), triacetat (24), viskoza (25), akril (26), poliamid ali najlon (30), poliester (34) in elastomultiester (45).

Metoda se ne uporablja za modakrilna vlakna, ki dajo prozorno raztopino, če jih potopimo v koncentrirano žveplovo kislino (relativna gostota pri temperaturi 20 °C: 1,84 g/ml).

Metodo lahko uporabljamo namesto metode št. 8 in metode št. 9.

2. PRINCIP

Vse sestavine razen klorovlaken ali elastolefina (t.j. vlaken, naštetih v drugi alineji prvega odstavka) se odtopi iz mešanice z znano suho maso s koncentrirano žveplovo kislino (relativne gostote 1,84 pri temperaturi 20°C). Preostanek, ki ga sestavljajo klorovlakna ali elastolefin, se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, po potrebi korigirana, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Delež druge komponente se izračuna iz razlike.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom.

(ii) Steklena paličica s ploščatim koncem.

3.2. Reagenti

(i) Žveplova kislina, koncentrirana (relativna gostota pri temperaturi 20 stopinj C: 1,84 g/ml)

(ii) Žveplova kislina, raztopina v vodi s približno koncentracijo 50% (m/m);

Priprava: 400 ml žveplove kisline (relativne gostote 1,84 g/ml pri temperaturi 20 stopinj C) se previdno doliva ob hlajenju v 500 ml destilirane ali deionizirane vode. Ko se raztopina ohladi na sobno temperaturo, se jo razredči z vodo do skupne prostornine 1 liter.

(iii) Amonijak, razredčena raztopina.

60 ml konc. amonijakove raztopine (relativna gostota pri 20 stopinj C: 0,88 g/ml) se razredči z vodo do 1 litra.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 100 ml žveplove kisline. Erlenmajerico z vsebino se pusti 10 minut pri sobni temperaturi z občasnim premešanjem s stekleno paličico. Če je primerka tkanina ali pletenina se le-to s paličico pritisne ob steno erlenmajerice tako, da se iz tkanine izloči snov, ki jo je kislina že raztopila. Tekočino se odlije v filtrirni lonček. V erlenmajerico se nalije 100 ml sveže žveplove kisline in ponovi postopek. Vsebino erlenmajerice se prelije v filtrirni lonček in s pomočjo steklene paličice prenese vanj tudi preostala vlakna. Po potrebi se v erlenmajerico nalije malo koncentrirane žveplove kisline (3.2 (i)), da se odstranijo morebitna preostala vlakna z njenih sten.

Tekočino iz lončka se odsesa ter odstrani filtrat tako, da se sprazni ali zamenja filtrirni lonček; preostanek v lončku se zaporedoma spere najprej z raztopino žveplove kisline koncentracije 50% (3.2 (ii)), nato z destilirano ali deionizirano vodo, nadalje z raztopino amoniaka (3.2 (iii)) in še enkrat z destilirano ali deionizirano vodo.

Po vsakem nalitju tekočine se le-to odsesa iz lončka potem, ko večina tekočine že odteče zaradi težnosti. Lonček s preostankom se osuši, ohladi in stehta.

5. IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultate se preračuna kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopke od vsebine največ $+ / - 1$ v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

METODA št. 15

KLOROVLAKNA, DOLOČENA MODAKRILNA, ELASTANSKA VLAKNA, ACETAT, TRIACETAT TER DRUGA VLAKNA
(Metoda z uporabo cikloheksanona)

1. PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- acetat (19), triacetat (24), klorovlakna (27), modakril (29), elastan (42)

in

- volna (1), živalske dlake (2 in 3), svila (4), bombaž (5), bakro (21), modal (22), viskoza (25), poliamid ali najlon (30), akril (26) in steklena vlakna (43).

Če so prisotna modakrilna ali elastanska vlakna, je potrebno pred analizo preveriti, ali so ta vlakna popolnoma topna v reagentu. Mešanice, ki vsebujejo klorovlakna, je mogoče preskušati tudi z metodo št. 9 ali metodo št. 14.

2. PRINCIP

Acetatna, triacetatna, klorovlakna, modakrilna, oziroma elastanska vlakna se odtopi iz mešanice znane suhe mase s cikloheksanonom pri temperaturi blizu vrelišča. Preostanek se zbere, spere, posuši in stehta; maso preostanka, po potrebi korigirano, se izrazi kot odstotek suhe mase mešanice. Odstotek klorovlaken, modakrilnih, elastanskih, acetatnih ali triacetatnih vlaken se izračuna kot razlika.

3. OPREMA IN REAGENTI (poleg tistih, navedenih v splošnih navodilih)

3.1. Oprema

(i) Aparat za vročo ekstrakcijo, primeren za uporabo v preskusnem postopku, opisanem v točki 4 (Slika: Varianta aparature, Mellian Textillberichte 56 (1975), str. 643-645)

(ii) Filtrirni lonček za primerek

(iii) Porozna pregrada (razred poroznosti 1)

(iv) Povratni hladilnik, ki ga je mogoče prilagoditi destilacijski posodi

(v) Grelnik

3.2. Reagenti

(i) Cikloheksanon z vreliščem 156 stopinj C

(ii) Etilalkohol, 50 vol. %;

Opomba:

Cikloheksanon je vnetljiv in strupen zato so pri njegovi uporabi potrebni ustrezni varnostni ukrepi.

4. PRESKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek, opisan v Splošnih navodilih (I.7.) in nadaljuje, kakor sledi:

v destilacijsko posodo se nalije 100 ml cikloheksanona na gram primerka, vstavi ekstrakcijsko posodico, v katero se pred tem vstavi rahlo poševno filtrirni lonček s preskusnim primerkom in porozno pregrado. Vstavi se povratni hladilnik. Sledi segrevanje do vrenja in nato ekstrakcija še nadaljnjih 60 minut ob najmanjši hitrosti 12 ciklov na uro. Po ekstrakciji in

ohladitvi se umakne ekstrakcijsko posodico, izvleče filtrirni lonček in odstrani porozna pregrada. Trikrat ali štirikrat se filtrirni lonček spere s 50 vol. % etilalkoholom, segretim na približno 60 stopinj C, nato pa še z 1 litrom vode temperature 60 stopinj C. Med posameznim izpiranjem ali med izpiranji se tekočina ne odsesava. Tekočina naj odteče zaradi težnosti in šele nato se jo odsesa.

Končno se lonček s preostankom osuši, ohladi in stehta.

5. IZRČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se preračunajo kot je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00.

6. NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ + / - 1 v absolutnih vrednostih, za interval zaupanja aritmetične sredine pri statističnem zaupanju $S = 95\%$.

Opombe:

6 Metoda 12 je izjema. Temelji na določanju vsebnosti sestavne snovi ene od dveh komponent.

7 Glej Prilogo I.1

8 Da ostane preostanek vlaken potopljen v amonijevo raztopino deset minut, lahko npr. uporabimo nastavek za filtrirni lonček z ventilom, s katerim uravnavamo pretok amonijeve raztopine.

9 Pred izvedbo analize je treba preveriti topnost dotičnih modakrilnih vlaken oziroma klorovih vlaken v reagentu.

10 Pred izvedbo analize je potrebno preveriti topnost polivinilkloridnih vlaken v reagentu.

11 Azeotropne mešanice so tiste mešanice, ki pri vrenju ali destilaciji ne menjajo svojo sestavo.

12 Nekatere divje svile, n. pr. tussah svila, niso popolnoma topne v 75% (m/m) žveplovi kislini.

13 Ti reagenti naj ne vsebujejo dušika.

14 Primer take aparature je aparatura, opisana v Melliand Textillberichte 56 (1975), str. 643-645.«