

Priloga:

»PRILOGA II

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 vrotek;
- pri pleteninah, ki jih je mogoče razplesti v posamezne preje različnih vrst.

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 treba uporabljati skupaj s posameznimi poglavji (opisanimi metodami od št. 1-16) 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 treba 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 treba 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 delajo na podlagi suhe mase, zato je postopek določanja suhe mase opisan v nadaljevanju. Pri dobljenem rezultatu se upošteva uporaba dogovorjenih dodatkov na suho maso vseh posameznih vrst vlaken, naštetih v prilogi II pravilnika o navajanju surovinske sestave in o tekstilnih imenih. Pred analizo je treba prepoznati vrsto vlaken, prisotnih v mešanici vlaken. Pri nekaterih metodah lahko reagent, uporabljen za raztapljanje topne

komponente, delno raztopi tudi netopno komponento mešanice. Po možnosti, so izbrani taki reagenti, ki nimajo nikakršnega ali imajo čim manjši učinek na netopno komponento mešanice. Če je znano, da se pri analizi izgubi masa, je treba rezultate korigirati; v ta namen so dani 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 njihove razgradnje, je treba uporabljati drugačne korekcijske faktorje. Navedeni so postopki, ki veljajo za posamične določitve. Na ločenih preizkusnih primerkih je treba 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 informacije 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, nato 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 pomeni preostanek po raztapljanju.

I.3 OPREMA IN REAGENTI

I.3.1 Oprema:

I.3.1.1 stekleni 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 aparat soxhlet (aparat za ekstrakcijo) ali druga naprava, ki daje enake rezultate.

I.3.2 Reagenti:

I.3.2.1 petroleter, redestiliran, 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 preizkusnih primerkov ali opravljanje analiz v standardni atmosferi nepotrebno.

I.5 LABORATORIJSKI PREIZKUSNI PRIMEREK

Laboratorijski preizkusni vzorec, reprezentativen za laboratorijski osnovni vzorec naj bo dovolj velik, da se iz njega dobijo vsi potrebni preizkusni primerki, od katerih naj tehta vsak vsaj 1 g.

I.6 PREDOBDELAVA LABORATORIJSKEGA PREIZKUSNEGA VZORCA⁷

Kadar je prisotna snov, ki se 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, ki jih je mogoče ekstrahirati s petroletrom in vodo, se odstranijo tako, da se na zraku posušeni preizkusni vzorec obdeluje v aparatu soxhlet s petroletrom eno uro s hitrostjo najmanj šestih ciklov na uro. Ko petroleter izhlapi iz vzorca, se vzorec ekstrahira z neposredno 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 vsebina od časa do časa premeša. Uporabljeno razmerje tekočina : vzorec je 100 : 1. Sledita ožemanje, odsesavanje ali centrifugiranje, nato se vzorec posuši prosto na zraku.

Pri elastolefinu ali mešanicah vlaken, ki vsebujejo elastolefin in druga vlakna (volna, živalske dlake, svila, bombaž, lan, konoplja, juta, abaka, alfa ali esparto, kokos, žuka, ramija, sisal, bakrova vlakna, 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. Sledijo 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 ustrezno 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 aperture, netopne v petroletru in vodi.

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

I.7. PREIZKUSNI POSTOPEK

I.7.1 Splošna navodila

I.7.1.1 Sušenje

Vsak postopek sušenja mora trajati 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 treba 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. Tehtiči se po sušenju pokrijejo ter se čim hitreje prestavijo 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, morajo trajati 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 v dveh minutah po njihovi odstranitvi iz desikatorja. Natančnost tehtanja je 0,0002 g.

I.7.2 Postopek

Iz predobdelanega laboratorijskega preizkusnega vzorca se izloči preizkusni primerek mase najmanj 1 g. Preja ali tkanina se nareže na dolžino približno 10 mm, čim bolj 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, nato se tehtič ponovno stehta in iz razlike izračuna suho maso primerka. Preskušanje se izvede po navodilih opisanih v ustrezni točki opisa metode, ki se uporablja. Preostanek se pregleda mikroskopsko da se ugotovi ali je z obdelavo dosežena popolna odstranitev vlaken, ki se je odapljala.

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 podlagi 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 iz točke I.8.2.

I.8.1 Izračun deleža netopne komponente na podlagi absolutno suhe mase, brez upoštevanja izgube mase vlaken med predobdelavo:

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

pri čemer 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 ustreznih točkah opisov posameznih metod.

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

I.8.2 Izračun odstotka netopne komponente na podlagi absolutno suhe mase, upoštevajoč dogovorjene dodatke in pri čemer so potrebni korekcijski faktorji izgube mase vlaken med predobdelavo:

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

pri čemer so:

P (1 A) 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 Pravilnika o navajanju surovinske sestave in o tekstilnih imenih)

a (2) dogovorjeni dodatek topne komponente (Priloga II Pravilnika 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 (2 A) %) je enak $100 - P(1 A) \%$.

Kadar je uporabljena posebna predobdelava, je treba določiti vrednosti b_1 in b_2 tako, da se vsaka čista vlaknata komponenta mešanice predobdela 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 podlagi preizkusov 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, pri čemer se upošteva že določena 4-odstotna izguba zaradi predobdelave, ter v primeru polipropilena, pri čemer je le-ta 1-odstotna.

Po dogovoru se pri preostalih 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, če ne tvorijo "intimne mešanice" in jih je mogoče ločevati ročno.

II.2 PRINCIP

Po identifikaciji komponent se z vlaken odstranijo nevlaknate snovi z ustrezno predobdelavo. Sledijo 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 aparat soxhlet (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, redestiliran, 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 PREIZKUSNI PRIMEREK

Glej I.5.

II.7 PREDOBDELAVA LABORATORIJSKEGA PREIZKUSNEGA VZORCA

Glej I.6.

II.8 POSTOPEK

II.8.1 Analiza preje

Iz predobdelanega laboratorijskega preizkusnega 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 posamezne vrste vlaken; po potrebi se uporabi torziometer. Posamezne vrste vlaken se prenesejo v predhodno stehtane tehtiče, nato se sušijo 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 preizkusnega vzorca se dovolj stran od robov odvzame primerek mase najmanj 1 g, ki se mu 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 vrst se zberejo v predhodno stehtanem tehtiču, nato se nadalje ravna po navodilih v točki II.8.1.

II.9 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Masa vsake posamezne komponente je v odstotkih celotne mase vlaken v mešanici. Rezultati se računajo na podlagi 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 podlagi mase absolutno suhih vlaken, brez upoštevanja izgube mase med predobdelavo

Pri čemer 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 preizkusnih 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 sto primerov.

III.2 POROČILO O PREIZKUSU

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

III.2.2 Navedba podatkov o 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	nekatera proteinska vlakna	druga vlakna	hipoklorit
št. 3	viskoza, bakrova ali nekatera modalna vlakna	bombaž, elastolefin ali melaminska vlakna	mravljična kislina in cinkov klorid

št. 4	poliamid ali najlon	nekatera druga vlakna	mravljična kislina, 80 % (m/m)
št. 5	acetat	triacetat, elastolefin ali melaminska vlakna	benzil alkohol
št. 6	triacetat ali polilaktid	druga vlakna	diklormetan
št. 7	nekatera celulozna vlakna	poliester, elastomultiester ali elastolefin	žveplova kislina, 75 % (m/m)
št. 8	akril, nekatera modakrilna ali klorovlakna	druga vlakna	dimetilformamid
št. 9	nekatera klorovlakna	druga vlakna	ogljikov disulfid/ aceton, 55,5/44,5 v/v
št. 10	acetat	nekatera klorovlakna, elastolefin ali melaminska vlakna	ledocetna kislina
št. 11	svila	volna, dlake, elastolefin ali melaminska vlakna	žveplova kislina, 75 % (m/m)
št. 12	juta	vlakna živalskega izvora	metoda z določanjem vsebnosti dušika
št. 13	polipropilen	nekatera druga vlakna	ksilen
št. 14	druga vlakna	klorovlakna (homopolimeri iz vinilklorida), elastolefin ali melaminska vlakna	metoda z uporabo koncentrirane žveplove kisline
št. 15	klorova vlakna, nekatera modakrilna vlakna, elastanska vlakna, acetat, triacetat	druga vlakna	cikloheksanon
Št. 16	melaminska vlakna	bombaž ali aramid	vroča mravljična kislina 90 % (m/m)

METODA št. 1

ACETAT IN DRUGA VLAJNA (Metoda z uporabo acetona)

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- acetata (19)

in

- volne (1), živalske dlake (2 in 3), svile (4), bombaža (5), lanu (7), prave konoplje (8), jute (9), abake (10), alfe (11), kokosa (12), žuke (13), ramije (14), sisala (15), bakrovih vlaken

(21), modalnih vlaken (22), proteinskih vlaken (23), viskoze (25), akrila (26), poliamida ali najlona (30), poliestra (35), elastomultiestra (46), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

Ta metoda nikakor ni uporabna za acetatna vlakna, ki so bila površinsko deacetatilizirana.

2 PRINCIP

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

3 OPREMA IN REAGENTI (poleg navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

erlenmajerica s prostornino najmanj 200 ml z brušenim zamaškom.

3.2 Reagenti:

aceton.

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7.) in se nadaljuje tako:

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

Postopek se ponovi še dvakrat po 15 minut; skupno so tako 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 tekočina iz filtrirnega lončka presesa v presesalno bučo, filtrirni lonček z vsebino (preostanek) posuši, ohladi in stehta.

5 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" znaša 1,00, razen za melaminska vlakna, za katera velja vrednost "d" = 1,01.

6 NATANČNOST

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

METODA št. 2

NEKATERA PROTEINSKA IN DRUGA VLAKNA (Metoda z uporabo hipoklorita)

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- volne (1), živalske dlake (2 in 3), svile (4), proteinskih vlaken (23)

in

- bombaža (5), bakra (21), viskoze (25), akrila (26), klorovlakna (27), poliamida ali najlona (30), poliestra (35), polipropilena (37), elastana (43), steklenih vlaken (44), elastomultiestra (46), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

Če so v mešanici prisotna različna proteinska vlakna, se z analizo po tej metodi določi njihova skupna količina, ne pa količina 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 popravljena, 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, kadar gre za manjše število analiz ali za analize, ki jih opravljamo 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 treba določati jodometrijsko za vsako analizo posebej, saj lahko uporabimo konstantni utežni delež litijevega hipoklorita.

3 OPREMA IN REAGENTI (poleg 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

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 treba 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 vodo do skupno 1 litra. Sveže pripravljeno raztopino ni treba jodometrijsko preverjati.

(b) raztopina natrijevega hipoklorita

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 treba jodometrijsko preveriti vsebnost aktivnega klora.

- (ii) očetna kislina, razredčena raztopina.

Razredčite 5 ml ledocetne kisline v 1 litru vode.

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

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

Po 40 minutah se vsebina erlenmajerice odlije v stekleni filtrirni lonček, predhodno stehtan; iz erlenmajerice se morebitna preostala vlakna sperejo 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 tekočina 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 preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen za bombaž, viskozo, modalna vlakna in melaminska vlakna, za katera velja vrednost "d" = 1,01, in za nebeljeni bombaž, za katerega velja vrednost "d" = 1,03.

6 NATANČNOST

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

METODA št. 3

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

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- viskoze (25) ali bakrovih vlaken (21), vključno s posameznimi vrstami modalnih vlaken (22)
in
- bombaža (5), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

Če se ugotovi prisotnost modalnega vlakna, je treba izvesti predhodni preizkus 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, 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 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 stopinji 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 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

primerk se prenese v erlenmajerico v vodni kopeli, v kateri je bila erlenmajerica predhodno ogreta na 40 stopinj C. Primerk se prelije s 100 ml raztopine mravljinčne kisline in cinkovega klorida na gram primerka; raztopina mora biti predhodno segreti na 40 stopinj C. Erlenmajerico se zapre z zamaškom, močno pretrese in pusti v vodni kopeli pri konstantni temperaturi 40 stopinj C dve uri in pol, pri čemer se pretrese vsako uro. Vsebina erlenmajerice se prelije na predhodno stehran filtrirni lonček; erlenmajerica 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 amoniaka (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 tekočina iz filtrirnega lončka presesa v presesalno bučo, filtrirni lonček z vsebino (preostanek) pa posuši, ohladi in stehta.

5 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,02 za bombaž, 1,01 za melaminska vlakna in 1,00 za elastolefin.

6 NATANČNOST

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

METODA št. 4

POLIAMID ALI NAJLON IN NEKATERA DRUGA VLAKNA
(Metoda z uporabo mravljinčne kisline konc. 80 % (m/m))

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- poliamida ali najlona (30)

in

- volne (1), živalske dlake (2 in 3), bombaža (5), bakra (21), modalnih vlaken (22), viskoze (25), akrila (26), klorovlaken (27), poliestra (35), polipropilena (37), steklenih vlaken (44), elastomultiestra (46), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

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

2 PRINCIP

Poliamidna vlakna se odtopijo 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 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 amoniaka, razredčena:

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

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

primerk se prenese v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml in prelije s 100 ml mravljinčne kisline na gram primerka. Erlenmajerica se zapre z zamaškom, dobro pretrese, da se primerk omoči in pusti 15 minut pri sobni temperaturi z občasnim pretresanjem. Vsebina se prelije na predhodno stehtan filtrirni lonček; erlenmajerica se spere z manjšo količino mravljinčne kisline. Vlakna na filtrirnem lončku se postopno sperejo 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 tekočina iz filtrirnega lončka presesa v presesalno bučo, filtrirni lonček z vsebino (preostanek) pa posuši, ohladi in stehta.

5 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen za melaminska vlakna, za katera velja vrednost "d" = 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 $S = 95 \%$.

METODA št. 5

ACETAT IN TRIACETAT, ELASTOLEFIN ALI MELAMINSKA VLAKNA (Metoda z uporabo benzilalkohola)

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- acetata (19)

in

- triacetata (24), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

2 PRINCIP

Acetat se odtopi iz mešanice znane suhe mase z benzilalkoholom pri temperaturi 52 ± 2 stopinji 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 navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

(i) erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom;

(ii) mehanični vibracijski mešalnik;

(iii) vodna kopel s termostatom za vzdrževanje temperature vode pri 52 ± 2 stopinji C.

3.2 Reagenti:

(i) benzilalkohol;

(ii) etanol.

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

primerk 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 mehničnega mešala se lahko erlenmajerica stresa tudi ročno.

Raztopina se odlije v presesalno bučko prek filtrirnega lončka. Vlakna, ki se prelijejo na filtrirni lonček, se s palčko prenesejo 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, erlenmajerica pa spere z benzilalkoholom, segretim na 52 ± 2 stopinji C; preostala raztopina v vlaknih na filtrirnem lončku se presesa prek presesalne bučke.

Vlakna se s filtrirnega lončka prenesejo v erlenmajerico, prelijejo z etanolom, ročno stresejo in odlijejo nazaj v filtrirni lonček. Spiranje z etanolom se ponovi dvakrat do trikrat. Ostanek se prenese v filtrirni lonček, nato se tekočina temeljito izsesa. Ostanek vlaken se skupaj z filtrirnim lončkom posuši, ohladi in stehta.

5 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen za melaminska vlakna, za katera velja vrednost "d" = 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 $S = 95\%$.

METODA št. 6

TRIACETAT ALI POLIAKTID IN DRUGA VLAKNA (Metoda z uporabo diklormetana)

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna metoda dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- triacetata (24) ali polilaktida (34)

in

- volne (1), živalske dlake (2 in 3), svile (4), bombaža (5), bakrovih vlaken (21), modala (22), viskoze (25), akrila (26), poliamida ali najlona (30), poliestra (35), steklenih vlaken (44), elastomultiestra (46), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

Opomba:

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

2 PRINCIP

Triacetatna ali poliaktidna vlakna se odtopijo 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 navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

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

3.2 Reagenti:

(i) diklormetan.

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

primerki se prenese v 200 ml erlenmajerico ter prelije s 100 ml diklormetana na gram primerka. Erlenmajerica 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. Raztopina 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, nato se postopek obdelave ponovi. Po obdelavi se raztopina z vlakni odlije prek filtrirnega lončka, erlenmajerica pa se spere z diklormetanom; filtrirni lonček se napolni z diklormetanom in pusti, da najprej samodejno odteče, nato se ostanek raztopine presesa; vlakna se sperejo 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

Rezultati se izračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen pri poliestru, elastomultiestru, elastolefinu in melaminskih vlaknih, za katera velja vrednost "d" 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 $S = 95 \%$.

METODA št. 7

NEKATERA CELULOZNA VLAKNA IN POLIESTER, ELASTOMULTIESTER ALI ELASTOLEFIN

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

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- bombaža (5), lanu (7), konoplje (8), ramije (14), bakrovih vlaken (21), modala (22) in viskoze (25)

in

- poliestra (35), elastomultiestra (46) in elastolefina (47).

2 PRINCIP

Celulozna vlakna se odtopijo 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 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 razredči z vodo do 1 litra;

(ii) amoniak, razredčena raztopina;

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

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 500 ml prilije 200 ml žveplove kisline koncentracije 75 %. Erlenmajerica se zamaši in previdno pretrese, da se poskusni primerki omoči. Erlenmajerica se vstavi v vodno kopel temperature 50 ± 5 stopinj C za 60 minut in se vsakih 10 minut pretrese. Raztopina se po obdelavi odlije v presesalno bučko prek steklenega filtrirnega lončka, katerega suha masa je predhodno že določena. Morebitna preostala vlakna v erlenmajerici se oplaknejo z manjšo količino 75 % žveplove kisline ter prenesejo v filtrirni lonček. Tekočina se iz lončka odsesa, nato 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 amoniaka, 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

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

6 NATANČNOST

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

METODA št. 8

AKRIL, NEKATERA MODAKRILNA ALI KLOROVA VLAKNA IN DRUGA VLAKNA
(Metoda z uporabo dimetilformamida)

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- akrila (26), modakrila (29) ali klorovlakna (27)⁹

in

volne (1), živalske dlake (2 in 3), svile (4), bombaža (5), bakrenih vlaken (21), modala (22), viskoze (25), poliamida ali najlona (30), poliestra (35), elastomultiestra (46), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

Metoda je uporabna tudi za akril 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 navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

- (i) erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom;
- (ii) vodna kopel s konstantno 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 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

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

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

Vsebino iz erlenmajerice se po končani obdelavi odlije na filtrirni lonček ter raztopina odsesa. Morebitna preostala vlakna v erlenmajerici se v filtrirni lonček oplaknejo z manjšo količino dimetilformamida. Tekočina 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, 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

Rezultati se izračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen za volno, bombaž, bakrova, modalna vlakna, poliester, elastomultiester in melaminska vlakna, za katera velja vrednost "d" 1,01.

6 NATANČNOST

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

METODA št. 9

NEKATERA KLOROVLAKNA IN DRUGA VLAKNA

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

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- klorovlakna (27), polivinilklorida, bodisi kloriranega ali nekloriranega¹⁰

in

- volne (1), živalske dlake (2 in 3), svile (4), bombaža (5), bakrenih vlaken (21), modalom (22), viskoze (25), akrila (26), poliamida ali najlona (30), poliestra (35), steklenih vlaken (44), elastomultiestra (46) in melaminskih vlaken (48).

Kadar vsebnost volne ali svile v mešanici presega 25 %, se uporabi metoda št. 2. Kadar vsebnost poliamida ali najlona v mešanici presega 25 %, se uporabi metoda št. 4.

2 PRINCIP

Klorovlakna se odtopijo 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 navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

(i) erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom;

(ii) mehanični vibracijski mešalnik.

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 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

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 mešalnik 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 katero 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 trikrat 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 preizkusni 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

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen za melaminska vlakna, za katera velja vrednost "d" = 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 $S = 95 \%$.

METODA št. 10

ACETAT IN NEKATERA KLOROVLAKNA, ELASTOLEFIN IN MELAMINSKA VLAKNA

(Metoda z uporabo ledocetne kisline)

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz:

- acetata (19)

in

- klorovlaken (27), polivinilklorida, kloriranega ali nekloriranega, elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

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 navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

(i) erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom;

(ii) mehanični vibracijski mešalnik..

3.2 Reagenti:

(i) ledocetna kislina (nad 99 %)

Zaradi njegove močne jedkosti je potrebna previdnost pri ravnanju z njim.

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 100 ml ledocetne kisline. Erlenmajerica se zamaši, postavi na mešalnik ter pusti na njem 20 minut. Stresanje je lahko tudi ročno 20 minut pri sobni temperaturi. Zgornja plast raztopine se odlije v presesalno bučko prek steklenega filtrirnega lončka, predhodno stehtanega. Obdelava 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 tekočina. Lonček in preostanek se spereta 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

Rezultati se preračunajo 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. 11

SVILA IN VOLNA, DLAKE, ELASTOLEFIN ALI MELAMINSKA VLAKNA
(Metoda z uporabo žveplove kisline konc. 75 % (m/m))

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- svile (4)

in

- volne (1) ali živalskih dlak (2 in 3), elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

2 PRINCIP

Svila se iz mešanice z znano suho maso odtopi s 75 % (m/m) žveplove kisline¹². 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 navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

(iii) erlenmajerica prostornine najmanj 200 ml z brušenim zamaškom.

3.2 Reagenti:

(ii) žveplova kislina (75 $\pm$ 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 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) amoniak, razredčena raztopina:

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

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in se nadaljuje tako:

na gram primerka se v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml prilije 100 ml 75 % žveplove kisline. Erlenmajerica se zamaši, močno pretrese in pusti stati. Po 30 minutah pri sobni temperaturi se ponovno pretrese in pusti stati nadaljnjih 30 minut. Preden se preostanek prenese v filtrirni lonček, se s predhodno določeno maso erlenmajerica ponovno dobro pretrese. Vsa preostala vlakna se iz erlenmajerice izperejo 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. Preden 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

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 0,985 za volno, 1,00 za elastolefin in 1,01 za melaminska vlakna.

6 NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopok od vsebine največ $\pm$ 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:

- jute (9)

in

- vlaken 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 podlagi.

2 PRINCIP

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

3 OPREMA IN REAGENTI (poleg 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; dobljena raztopina 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) Žveplove kisline 0,02 N (standardna volumetrična raztopina)

4 PREDOBDELAVA PREIZKUSNEGA VZORCA

Namesto predobdelave, opisane v splošnih navodilih, se opravi postopek predobdelave:

Vzorec posušen na zraku, se ekstrahira v aparatu Soxhlet 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; ostanki topila se dokončno odstranijo 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. Odcejeni 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 treba upoštevati varnostne ukrepe zaradi strupenih vplivov toluena in metanola.

5 PREIZKUSNI POSTOPEK

5.1 Splošna navodila

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

5.2 Opis postopka

Primer ek mase najmanj 1 g se vloži v Kjeldahlovo bučko in dodajo reagenti v tem zaporedju: 2,5 g kalijevega sulfata, 0,1-0,2 g selenovega dioksida in 10 ml žveplove kisline (relativna gostota 1,84 g/ml). Bučka se najprej rahlo in previdno segreva, dokler se vlakna v celoti ne razgradijo, nato sledi močno segrevanje, dokler se raztopina ne zbistri in postane skoraj brezbarvna. Bučka se nadalje segreva še 15 minut in nato ohladi. Ohlajena raztopina se razredči z 10-20 ml vode in ponovno ohladi. Vsebina iz bučke se kvantitativno prenese v merilno bučko s prostornino 200 ml in dolije voda do nasičenja - do oznake 200 ml.

V erlenmajerico prostornine 100 ml se nalije približno 20 ml raztopine borove kisline. Erlenmajerica 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 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 treba zmešati z rahlim stresanjem. Sledi počasno segrevanje in dovajanje pare. V erlenmajerici za zbiranje destilata se zbere približno 20 ml destilata. Erlenmajerica se spusti toliko, da je vrh dovodne cevi približno 20 mm nad površino tekočine, nato se destilacija nadaljuje še eno minuto. Vrh dovodne cevi se spere z vodo tako, da se raztopino pri izpiranju lovi v isto erlenmajerico. Dobljena je prva raztopina za titracijo. S pripravo za destilacijo se sname dovodna cev in 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. Zapisati je treba 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 treba 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:

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

pri čemer 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 tako:

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

pri čemer je

PA % odstotek vlaken živalskega izvora v čistem suhem primerku.

7 NATANČNOST

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

METODA št. 13

PROPILEN IN NEKATERA DRUGA VLAKNA (Metoda z uporabo ksilena)

1 PODROČJE UPORABE

Kvantitativna analiza dvokomponentne mešanice, sestavljene iz

- polipropilena (37)

in

- volne (1), živalske dlake (2 in 3), svile (4), bombaža (5), acetata (19), bakrovih vlaken (21), modala (22), triacetata (24), viskoze (25), akrila (26), poliamida ali najlona (30), poliestra (35), steklenih vlaken (44), elastomultiestra (46) in melamina (48).

2 PRINCIP

Propilenska vlakna se odtopijo 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 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 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in nadaljuje tako:

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. Vrela raztopina se prelije iz erlenmajerice v presesalno bučo prek steklenega filtrirnega lončka, ki mu 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 tekočina v filtrirni lonček, vlakna v erlenmajerici pa se izperejo najprej dvakrat s 30 ml vrelega ksilena in nato dvakrat s 75 ml petroletra (I.3.2.1 v splošnih navodilih) (dvakrat). Po drugem spiranju s petroletrom se vsa preostala vlakna prenesejo 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 treba 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

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen za melaminska vlakna, za katera je vrednost "d" = 1,01.

6 NATANČNOST

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

METODA št. 14

NEKATERA DRUGA VLAKNA IN KLOROVLAKNA (HOMOPOLIMERI VINILKLORIDA), ELASTOLEFIN ALI MELAMINSKA VLAKNA
(Metoda z uporabo koncentrirane žveplove kisline)

1 PODROČJE UPORABE

Ta metoda se po odstranitvi nevlakenskih snovi uporablja za dvokomponentne mešanice iz:

- bombaža (5), acetata (19), bakra (21), modalnih vlaken (22), triacetata (24), viskoze (25), nekaterih akrilnih vlaken (26), nekaterih modakrilnih vlaken (29), poliamida ali najlona (30), poliestra (35) in elastomultiestra (46)

in

- klorovlaken (27) na podlagi homopolimerov vinilklorida, naknadno kloriranih ali ne, elastolefina (47) in melaminskih vlaken (48).

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

Metoda se lahko uporablja namesto metod št. 8 in št. 9.

2 PRINCIP

Vse sestavine, razen klorovlaken, elastolefina ali melaminskih vlaken (tj. vlakna, našeta v prvi alineji prvega odstavka), se odtopijo iz znane suhe mase mešanice s koncentrirano žveplovo kislino (relativne gostote $1,84$ pri temperaturi $20\text{ }^{\circ}\text{C}$). Preostanek, ki ga sestavljajo klorovlakna, elastolefin ali melaminska vlakna, se zbere, izpere, osuši in stehta; masa ostanka, ki se po potrebi korigira, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Odstotek druge sestavine se izračuna iz razlike.

3 OPREMA IN REAGENTI (poleg 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 razredči z vodo do skupne prostornine 1 liter;

- (iii) amoniak, razredčena raztopina.

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

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in nadaljuje tako:

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 primerek tkanina ali pletenina se s paličico pritisne ob steno erlenmajerice tako, da se iz tkanine izloči snov, ki jo je kislina že raztopila. Tekočina se odlije v filtrirni lonček. V erlenmajerico se nalije 100 ml sveže žveplove kisline in ponovi postopek. Vsebina erlenmajerice se prelije v filtrirni lonček in s pomočjo steklene paličice se prenesejo 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.

Tekočina 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 jo odsesa iz lončka, potem ko večina tekočine že odteče zaradi težnosti. Lonček s preostankom se osuši, ohladi in stehta.

5 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00, razen za melaminska vlakna, za katera velja vrednost "d" = 1,01.

6 NATANČNOST

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

METODA št. 15

KLOROVLAJNA, NEKATERA MODAKRILNA, ELASTANSKA VLAJNA, ACETAT, TRIACETAT TER DRUGA VLAJNA
(Metoda z uporabo cikloheksanona)

1 PODROČJE UPORABE

Ta metoda se po odstranitvi nevlakenskih snovi uporablja za dvokomponentne mešanice iz:

- acetata (19), triacetata (24), klorovlaken (27), nekaterih modakrilnih vlaken (29), nekaterih elastanskih vlaken (43)

in

- volne (1), živalske dlake (2 in 3), svile (4), bombaža (5), bakrovih vlaken (21), modala (22), viskoze (25), poliamida ali najlona (30), akrila (26), steklenih vlaken (44) in melaminskih vlaken (48).

Če so prisotna modakrilna ali elastanska vlakna, je treba pred analizo preveriti, ali so ta vlakna popolnoma topna v reagentu.

Mešanice, ki vsebujejo klorovlakna, je mogoče preizkušati tudi z metodo št. 9 ali št. 14.

2 PRINCIP

Acetatna, triacetatna, klorovlakna, modakrilna oziroma elastanska vlakna se odtopijo iz mešanice znane suhe mase s cikloheksanonom pri temperaturi blizu vrelišča. Preostanek se zbere, spere, posuši in stehta; masa 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 navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

- (i) aparat za vročo ekstrakcijo, primeren za uporabo v preizkusnem postopku, opisanem v točki 4 (slika: Varianta aparature, Melland Textilberichte 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 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodil (I.7) in nadaljuje tako:

v destilacijsko posodo se naliže 100 ml cikloheksanona na gram primerka, vstavi ekstrakcijska posodica, v katero se pred tem vstavi rahlo poševno filtrirni lonček s preizkusnim 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 ekstrakcijska posodica, 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 odsesa.

Končno se lonček s preostankom osuši, ohladi in stehta.

5 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se preračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" je 1,00 s tema izjemama:

svila in melaminska vlakna 1,01;

akril 0,98.

6 NATANČNOST

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

METODA št. 16

MELAMINSKA IN NEKATERA DRUGA VLAKNA

(Metoda z uporabo vroče mravljične kisline)

1 PODROČJE UPORABE

Ta metoda se po odstranitvi nevlakenskih snovi uporablja za dvokomponentne mešanice iz:

- melaminskih vlaken (48)

in

- bombaža (5) in aramida (31).

2 PRINCIP

Melaminska vlakna se iz znane suhe mase mešanice odtopijo z vročo mravljično kislino (90 % masnega deleža).

Preostanek se zbere, izpere, osuši in stehta; masa preostanka, ki se po potrebi korigira, se izrazi kot delež suhe mase mešanice. Deli suhega acetata se izračunajo kot razlika.

Opomba: Ohranite priporočeni temperaturni razpon, ker je topnost melaminskih vlaken močno odvisna od temperature.

3 OPREMA IN REAGENTI (poleg navedenih v splošnih navodilih)

3.1 Oprema:

- (i) erlenmajerica s prostornino najmanj 200 ml z brušenim zamaškom;
- (ii) vodna kopel, s termostatom za vzdrževanje temperature vode pri 90 ± 2 °C.

3.2 Reagenti:

- (i) mravljična kislina (koncentracije 90 % m/m, relativne gostote pri 20 °C: 1,204 g/ml). Z vodo se do 1 litra razredči 890 ml mravljične kisline, koncentracije 98 do 100 % m/m (relativna gostota pri 20 °C: 1,220 g/ml).

Vroča mravljična kislina je zelo jedka, zato je treba z njo ravnati previdno;

- (ii) amoniak, razredčena raztopina: z vodo do 1 litra se razredči 80 ml koncentrirane raztopine amoniaka (relativna gostota pri 20 °C: 0,880).

4 PREIZKUSNI POSTOPEK

Izvede se postopek iz splošnih navodilih, in nadaljuje tako:

primerek se prenese v erlenmajerico prostornine najmanj 200 ml, prilije se 100 ml mravljične kisline na gram vzorca. Erlenmajerica se zapre z zamaškom, močno pretrese in pusti v vodni kopeli eno uro pri konstantni temperaturi 90 ± 2 °C, pri tem se jo močno stresa. Erlenmajerica se ohladi na sobno temperaturo. Vsebina erlenmajerice se prelije na predhodno stehtan filtrirni lonček. V erlenmajerico, v kateri je ostanek, se dolije 50 ml mravljične kisline, ročno pretrese in filtrira vsebina skozi filtrirni lonček. Vsebina erlenmajerice se spere z nekaj mravljične kisline, da se prenesejo vsa preostala vlakna v filtrirni lonček. Tekočina se iz lončka odsesa, ostanek pa spere z mravljično kislino, vročo vodo, razredčeno raztopino amoniaka in nazadnje s hladno vodo, pri čemer se po vsakem dodajanju ta tekočina odsesa iz lončka. Odsesavanje se uporabi vsakič šele, ko je tekočina že odtekla zaradi težnosti. Nazadnje se tekočina iz lončka odstrani z odsesavanjem, lonček z ostankom se osuši, ohladi in stehta.

Opomba: Temperatura močno vpliva na topnost melaminskih vlaken, zato jo je treba skrbno nadzirati.

5 IZRAČUN IN PRIKAZ REZULTATOV

Rezultati se izračunajo, kakor je opisano v splošnih navodilih. Vrednost "d" za bombaž in aramid je 1,02.

6 NATANČNOST

V homogenih mešanicah vlaken znaša odstopanje od vsebine največ ± 2 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 amonijske raztopine.

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

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

11 Azeotropne mešanice so tiste mešanice, ki pri vrenju ali destilaciji ne menjajo svoje sestave.

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 Taka aparatura je opisana v Melliand Textillberichte 56 (1975), str. 643-645.«