

1616**ROZPORZĄDZENIE RADY MINISTRÓW**

z dnia 19 października 2001 r.

w sprawie bezpieczeństwa i znakowania produktów włókienniczych.

Na podstawie art. 23 ust. 1 pkt 3 ustawy z dnia 22 stycznia 2000 r. o ogólnym bezpieczeństwie produktów (Dz. U. Nr 15, poz. 179) zarządza się, co następuje:

Rozdział 1**Przepisy ogólne**

§ 1. Rozporządzenie określa szczegółowe warunki dotyczące bezpieczeństwa i znakowania produktów włókienniczych.

§ 2. Ilekroć w rozporządzeniu jest mowa o:

- 1) produkcie włókienniczym — rozumie się przez to każdy surowiec, półprodukt lub produkt składający się wyłącznie z włókien tekstylnych, niezależnie od stopnia przetworzenia i zastosowanego sposobu mieszania włókien i łączenia elementów, a także:
 - a) produkt zawierający wagowo co najmniej 80% włókien tekstylnych,
 - b) włókiennicze pokrycia podłogowe,

- c) pokrycia mebli, parasoli i oston przeciwśonecznych zawierające wagowo co najmniej 80% włókien tekstylnych oraz składniki włókiennicze wielowarstwowych pokryć podłogowych, materacy, sprzętu kempingowego i wkładek ocieplających do obuwia, rękawic i rękawiczek, jeżeli takie składniki stanowią co najmniej 80% masy całego produktu,
- d) składniki włókiennicze, w przypadku określenia przez producenta ich składu surowcowego, stanowiące nieodłączną część innych produktów,

2) włóknie tekstylnym — rozumie się przez to:

- a) jednostkę materii mającą właściwą dla siebie elastyczność, masę liniową i wysoki wskaźnik długości w stosunku do maksymalnego wymiaru poprzecznego, która dzięki tym cechom może być używana do produkcji produktów włókienniczych,
- b) elastyczne taśmy lub rurki, których widoczna szerokość nie przekracza 5 mm, w tym tasiemka

cięta z szerszych taśm lub folii, wytworzone z substancji używanych do produkcji włókien, wymienionych w lp. 19—42 załącznika nr 8 do rozporządzenia, i odpowiednich do użytku tekstylnego; widoczna szerokość to szerokość taśmki lub rurki po złożeniu, spłaszczeniu lub skręceniu albo średnia szerokość, jeżeli nie jest jednakowa,

- 3) produkcie metrażowym — rozumie się przez to produkt włókienniczy sprzedawany na metry lub kilogramy,
- 4) ustawie — rozumie się przez to ustawę z dnia 22 stycznia 2000 r. o ogólnym bezpieczeństwie produktów.

§ 3. Przepisów rozporządzenia nie stosuje się do produktów włókienniczych:

- 1) przeznaczonych na eksport, z wyjątkiem produktów przeznaczonych do państw członkowskich Unii Europejskiej,
- 2) znajdujących się na terenie Rzeczypospolitej Polskiej w tranzycie,
- 3) importowanych w celu przetworzenia (obróbki) na terenie Rzeczypospolitej Polskiej,
- 4) importowanych lub eksportowanych na zamówienie dla chałupników lub dla przedsiębiorców w celu wykonania usługi (przetworzenia) bez przeniesienia prawa własności.

§ 4. Do obrotu mogą być wprowadzane jedynie te produkty włókiennicze, które spełniają wymagania ustawy, niniejszego rozporządzenia i odrębnych przepisów dotyczących certyfikacji, normalizacji oraz oceny zgodności.

§ 5. Postępowanie organów celnych w zakresie kontroli importu i eksportu produktów włókienniczych reguluje rozporządzenie wydane na podstawie art. 21 ust. 4 ustawy.

Rozdział 2

Bezpieczeństwo produktów włókienniczych

§ 6. 1. Wytwarzanie produktów włókienniczych powinno zapewniać zachowanie przez produkt składu związków chemicznych i dopuszczalnego poziomu ich emisji, bezpiecznego dla konsumentów. Bezpieczeństwo produktów włókienniczych ocenia się w szczególności z uwzględnieniem warunków technicznych, takich jak:

- 1) dopuszczalna zawartość amin, które w warunkach redukcyjnych nie mogą być odszczepiane z barwników azowych, określona w załączniku nr 1 do rozporządzenia,
- 2) dopuszczalne zawartości wolnego lub uwalniającego się formaldehydu w produktach włókienniczych, określone w załączniku nr 2 do rozporządzenia,

3) dopuszczalna wartość emisji związków lotnych z włókienniczych elementów wyposażenia wnętrza, w tym materiałów tapicerskich, określona w załączniku nr 3 do rozporządzenia,

4) wykaz substancji i preparatów, których stosowanie jest zabronione, określony w załączniku nr 4 do rozporządzenia.

2. Produkt włókienniczy nie spełnia wymagań bezpieczeństwa, jeżeli do jego wytworzenia zastosowano przynajmniej jedną substancję wymienioną w załączniku nr 4 do rozporządzenia lub przekroczony został dopuszczalny poziom stężeń substancji wymienionych w załącznikach nr 1—3 do rozporządzenia.

§ 7. 1. W celu potwierdzenia zgodności produktu włókienniczego z wymaganiami bezpieczeństwa należy stosować metody badań określone w odpowiednich Polskich Normach lub normach europejskich albo normach międzynarodowych.

2. W przypadku braku metod, o których mowa w ust. 1, dopuszcza się stosowanie w pełni udokumentowanych i sprawdzonych w praktyce laboratoryjnej metod, dla których dokonano walidacji.

§ 8. Producent, który wprowadził do obrotu produkt włókienniczy, jest obowiązany do posiadania dokumentów potwierdzających spełnienie przez ten produkt wymagań bezpieczeństwa; dokumentami takimi mogą być w szczególności: deklaracje własne, deklaracje dostawców produktu, wyniki badań lub certyfikaty.

§ 9. 1. Organem sprawującym nadzór nad bezpieczeństwem produktów włókienniczych jest Prezes Urzędu Ochrony Konkurencji i Konsumentów, zwany dalej „organem nadzoru”.

2. Nadzór, o którym mowa w ust. 1, jest wykonywany przez działania określone w art. 12—19 ustawy, zwane dalej „środkami nadzoru”, i na podstawie informacji uzyskiwanych w ramach krajowego systemu informowania o produktach niebezpiecznych, krajowego systemu monitorowania wypadków konsumenckich oraz od Inspekcji Handlowej.

§ 10. Na poczet kosztów związanych z badaniem produktów włókienniczych pod względem wymogów bezpieczeństwa, określonych w rozporządzeniu — będącym następstwem zastosowania wobec producenta środków nadzoru — producent wpłaca zaliczkę na konto akredytowanego laboratorium, wskazanego przez organ nadzoru, w terminie ustalonym przez tenże organ.

Rozdział 3

Znakowanie produktów włókienniczych

§ 11. 1. Każdy produkt włókienniczy wprowadzany do obrotu wymaga oznakowania w sposób określony w rozporządzeniu, z zastrzeżeniem ust. 2 i 3.

2. Obowiązkowi oznakowania w sposób określony w rozporządzeniu nie podlegają produkty włókiennicze wymienione w wykazie stanowiącym załącznik nr 5 do rozporządzenia.

3. Przepisu ust. 2 nie stosuje się, jeżeli produkt ma oznakowanie zawierające w znaku handlowym lub w nazwie producenta jedną z nazw włókien tekstylnych, o których mowa w § 17 ust. 1 pkt 2, użytą w formie rzeczownika, przymiotnika lub rdzenia wyrazu stanowiącego tę nazwę.

§ 12. Produkt włókienniczy oznakowuje się jednostkowo, za pomocą etykiety jednostkowej, wszytki firmowej oraz wszytki informacyjnej, z zastrzeżeniem § 14—16.

§ 13. 1. Na etykiecie jednostkowej należy podać następujące informacje, zwane dalej „istotnymi informacjami”:

- 1) nazwę i adres producenta oraz kraj pochodzenia produktu,
- 2) pełną nazwę produktu, a w przypadku produktów metrażowych — także przeznaczenie,
- 3) skład surowcowy, z którego wykonano produkt,
- 4) wielkość produktu, oznaczoną zgodnie z zasadami i w sposób opisany w Polskich Normach lub normach europejskich,
- 5) przepis konserwacji,
- 6) rodzaj wykończenia, w przypadku gdy nadaje ono produktowi włókienniczemu specyficzne cechy użytkowe, w tym wymagane według odpowiednich Polskich Norm lub norm europejskich.

2. Jeżeli etykieta dotyczy produktu włókienniczego, składającego się z dwu lub więcej części składowych, mających różne zawartości włókien tekstylnych, należy podać na niej także informację wskazującą zawartość włókien w każdej części składowej; wymóg ten nie dotyczy części składowych stanowiących mniej niż 30% całkowitej masy produktu, z wyjątkiem podszewek.

3. Dwa lub więcej produkty włókiennicze o tej samej zawartości włókien, tworzące zwyczajowo nierozdzielną całość (komplet), mogą być zaopatrzone tylko w jedną etykietę.

4. Etykieta powinna być przymocowana do produktu włókienniczego, z zastrzeżeniem ust. 5.

5. W przypadku produktów włókienniczych oferowanych do sprzedaży w opakowaniu jednostkowym, informacje określone w ust. 1 i 2 umieszcza się na tym opakowaniu.

§ 14. 1. Wszytki firmowa zawiera nazwę producenta.

2. Wszytki informacyjna zawiera dane o składzie surowca oraz znaki graficzne o sposobie konserwacji.

3. Oznakowanie, o którym mowa w ust. 1 i 2, wszywa się trwale do produktu włókienniczego, z zastrzeżeniem ust. 4.

4. W przypadku braku możliwości trwałego wszycia oznakowania, dopuszcza się stosowanie trwale zamocowanych nalepek, zawierających wymagane dla danej wszytki informacje, których usunięcie nie spowoduje uszkodzenia produktu włókienniczego.

5. Dopuszcza się podawanie informacji, o których mowa w ust. 1 i 2, na jednej wszytce lub nalepce.

6. Obowiązek oznaczania wszytką informacyjną nie dotyczy: produktów pończoszniczych, pieluch, chustek do nosa, bielizny stołowej oraz produktów metrażowych, a w przypadku wszytki firmowej — także bielizny pościelowej i stołowej.

§ 15. 1. W przypadku produktów metrażowych wymóg oznakowania dotyczy kuponu lub beli (rolki) oferowanej do sprzedaży; oznakowanie to zawiera istotne informacje oraz jest wykonane w sposób czytelny, w formie wybranej przez producenta produktu.

2. W przypadku szpilek, cewek, motków, pasm, kłębków lub wszelkich innych małych ilości nici do szycia, cerowania i wyszywania, wymóg oznakowania uważa się za spełniony, jeżeli istotne informacje zostaną zamieszczone na opakowaniu produktu lub wywieszce dotyczącej produktu, umieszczonej w miejscu jego ekspozycji handlowej.

3. Jeżeli produkt włókienniczy nie jest oferowany konsumentom lub jest dostarczany w ramach zamówień publicznych, na podstawie odrębnych przepisów, wymóg oznakowania uważa się za spełniony w przypadku dołączenia do produktu dokumentów handlowych, zawierających istotne informacje.

§ 16. Produkty włókiennicze, dla których jest wymagana jedynie etykieta zbiorcza, określa załącznik nr 6 do rozporządzenia.

§ 17. 1. Skład surowca produktu włókienniczego należy podać w procentach, stosując:

- 1) wymagania szczegółowe, dotyczące sposobu podawania składu surowca produktów włókienniczych, określone w załączniku nr 7 do rozporządzenia,
- 2) nazwy włókien tekstylnych, określone w załączniku nr 8 do rozporządzenia.

2. Nazwy włókien tekstylnych, o których mowa w ust. 1, mogą być stosowane wyłącznie dla włókien, których charakterystyka jest przedstawiona w kolumnie 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, obok nazwy włókna.

3. Nazwy, o których mowa w ust. 1, nie mogą być stosowane, nawet w formie przymiotnika lub jako rdzeń wyrazu stanowiącego tę nazwę, dla innych włókien, których cechy nie odpowiadają opisom dotyczącym tych nazw zawartym w załączniku nr 8 do rozporządzenia.

§ 18. 1. Produkt włókienniczy nie może być określanym jako „100%” lub „czysty”, jeżeli nie składa się wyłącznie z jednego rodzaju włókien tekstylnych; nie można również w stosunku do takiego produktu używać określeń, które by wskazywały na 100% skład włókna tekstylnego, z zastrzeżeniem ust. 2 i 3.

2. Produkt włókienniczy może zawierać do 2% wagowych innych włókien tekstylnych, pod warunkiem że jest to usprawiedliwione przyczynami technicznymi i nie wynika z celowego dodawania.

3. Udział innych włókien tekstylnych może być zwiększony do 5% w przypadku produktów włókienniczych, które były poddane procesowi zgrzeblenia.

§ 19. 1. W dokumentacji handlowej dotyczącej produktu włókienniczego, w szczególności umowach sprzedaży, rachunkach i fakturach, podaje się nazwy, opisy i skład surowca, zwane dalej „danymi o właściwościach produktu”, ustalone zgodnie z przepisami rozporządzenia.

2. Dane o właściwościach produktu podaje się w sposób jasny i zrozumiały; nie jest dopuszczalne stosowanie w tym zakresie skrótów, z zastrzeżeniem ust. 3.

3. Dopuszczalne jest stosowanie w dokumencie handlowym kodów kreskowych, jeżeli w tym samym dokumencie znajdzie się ich objaśnienie.

§ 20. 1. Jeżeli produkt włókienniczy jest oferowany konsumentom, dane o właściwościach produktu podaje się w katalogach lub w prospektach albo na opakowaniach, etykietach i innych oznakowaniach dotyczących produktu.

2. Dane o właściwościach produktu podaje się jednolitym, czytelnym i wyraźnie widocznym drukiem — w taki sposób, aby przed dokonaniem zakupu produktu włókienniczego konsument mógł łatwo się z nimi zapoznać.

§ 21. Wszelkie informacje o właściwościach produktu włókienniczego wykraczające poza zakres ustalony w rozporządzeniu podaje się osobno; nie dotyczy to znaków towarowych i nazw przedsiębiorstw.

Rozdział 4

Wyznaczanie składu surowcowego

§ 22. 1. Skład surowcowy produktu włókienniczego wyznacza się, stosując:

- 1) metody przygotowania i pobierania próbek w celu wyznaczenia składu surowca produktu włókienniczego, określone w załączniku nr 9 do rozporządzenia,
- 2) metody przeprowadzania analizy ilościowej dwuskładnikowych mieszanek włókien tekstylnych, określone w załączniku nr 10 do rozporządzenia,
- 3) metody przeprowadzania analizy ilościowej trójskładnikowych mieszanek włókien tekstylnych, określone w załączniku nr 11 do rozporządzenia,
- 4) metody analityczne, dotyczące metod pobierania próbek i przeprowadzania analiz, opisane w odpowiednich Polskich Normach, normach europejskich lub normach międzynarodowych

— z zastrzeżeniem ust. 2 i 3.

2. Udziały procentowe włókien tekstylnych w produkcie włókienniczym określa się i podaje z doliczeniem do suchej masy każdego włókna tekstylnego dopuszczalnych dodatków, określonych w załączniku nr 12 do rozporządzenia.

3. W każdym przypadku, gdy jest to możliwe, analizę ilościową dwuskładnikowych i trójskładnikowych mieszanek włókien tekstylnych przeprowadza się metodą rozdzielania ręcznego poszczególnych włókien.

§ 23. W sposób określony w § 22 przeprowadza się także badania kontrolne dotyczące zgodności składu surowca produktu włókienniczego z istotnymi informacjami.

§ 24. Jeżeli wyznaczenie składu procentowego włókien nie jest możliwe przy zastosowaniu metod i norm określonych tym rozporządzeniem, skład taki należy ustalać oraz podawać z uwzględnieniem innych, dostępnych krajowych lub międzynarodowych metod analitycznych.

Rozdział 5

Przepis końcowy

§ 25. Rozporządzenie wchodzi w życie po upływie 6 miesięcy od dnia ogłoszenia.

Prezes Rady Ministrów: *J. Buzek*

Załączniki do rozporządzenia Rady Ministrów
z dnia 19 października 2001 r. (poz. 1616)

Załącznik nr 1

DOPUSZCZALNA ZAWARTOŚĆ AMIN, KTÓRE W WARUNKACH
REDUKCYJNYCH NIE MOGĄ BYĆ ODSZCZEPIANE Z BARWNIKÓW
AZOWYCH¹⁾

Lp.	Nazwa aminy	Nr CAS ²⁾	Wartość dopuszczalna [mg/kg]
1	4-aminodifenyl	92-67-1	30
2	Benzydyna	92-87-5	
3	4-chloro-o-toluidyna	95-69-2	
4	2-naftyloamina	91-59-8	
5	p-chloroanilina	106-47-8	
6	2,4-diaminoanizol	615-05-4	
7	4,4'-diaminodifenylometan	101-77-9	
8	3,3'-dichlorobenzydyna	91-94-1	
9	3,3'-dimetoksybenzydyna	119-90-4	
10	3,3'-dimetylobenzydyna	119-93-7	
11	3,3'-dimetylo-4,4' - diaminodifenylometan	838-88-0	
12	2-metoksy-5-metyloanilina	120-71-8	
13	4,4'-metyleno-bis-(2-chloroanilina)	101-14-4	
14	4,4'-epoksydianilina	101-80-4	
15	4,4'-tiodianilina	139-65-1	
16	o-toluidyna	95-53-4	
17	2,4-diaminotoluen	95-80-7	
18	2,4,5-trimetyloanilina	137-17-7	
19	2-amino-4-nitrotoluen	99-55-8	
20	o – aminoazotoluen	97-56-3	
21	o-anizydyna	90-04-0	
22	4-aminoazobenzen	60-09-3	

¹⁾ Dotyczy produktów włókienniczych, które mogą potencjalnie pozostawać w bezpośrednim i przedłużonym kontakcie ze skórą człowieka lub mogą być umieszczone w ustach, np:

- odzież, bielizna osobista, pościel, ręczniki, peruki, tropy, kapelusze, pieluszki i inne artykuły sanitarne,
- obuwie, rękawice, paski do zegarków, torebki, portmonetki, portfele, aktówki, pokrycia meblowe,
- włókiennicze zabawki, zabawki zawierające dodatki włókiennicze,
- produkty włókiennicze przeznaczone na artykuły dla niemowląt,
- dywany i wykładziny.

²⁾ Numeracja według Chemical Abstracts Service (Międzynarodowej Klasyfikacji Związków Chemicznych).

DOPUSZCZALNE ZAWARTOŚCI WOLNEGO LUB UWALNIAJĄCEGO SIĘ
FORMALDEHYDU W PRODUKTACH WŁÓKIENNICZYCH

Lp.	Grupa produktów	Wartość dopuszczalna [mg/kg]
1	2	3
1	<p>Produkty dla dzieci do lat 3:</p> <ul style="list-style-type: none"> - produkty płaskie, konfekcja, dodatki np. zamki, taśmy, koronki, - koce, kołdry, poduszki, materace i ich wypełnienia itp. 	20
2	<p>Produkty użytkowane w bezpośrednim kontakcie ze skórą:</p> <ul style="list-style-type: none"> - produkty płaskie przeznaczone na: bieliznę osobistą i pościelową, bluzki, koszule, sukienki, spodnie, podszewki, odzież sportową oraz dodatki, - produkty pończosznicze i galanteria tekstylna: rękawice, chustki, szaliki itp., - ręczniki i produkty kąpielowe, - włóczki 	150
3	<p>Produkty użytkowane w pośrednim kontakcie ze skórą:</p> <ul style="list-style-type: none"> - produkty płaskie przeznaczone na okrycia wierzchnie: ubrania, kostiumy, płaszcze, odzież roboczą itp. oraz dodatki, - pokrycia meblowe 	300
4	Produkty dekoracyjne, pokrycia ścienne i podłogowe oraz dodatki	500
5	Produkty przeznaczone na bieliznę stołową (np. obrusy, serwetki) oraz dodatki	500
6	Tkaniny wyspowe, koce, kołdry, poduszki oraz ich wypełnienia	150

DOPUSZCZALNA WARTOŚĆ EMISJI ZWIĄZKÓW LOTNYCH Z WŁÓKIENNICZYCH ELEMENTÓW WYPOSAŻENIA WNĘTRZ, W TYM MATERIAŁÓW TAPICERSKICH

Lp.	Nazwa związku	Wartość emisji lotnych związków organicznych (LZO) [mg/m ² ·h] z powierzchni produktu w kategoriach pomieszczeń	
		A ¹⁾	B ²⁾
1	Formaldehyd	0.050	0.100
2	Styren	0.020	0.030
3	Etylobenzen	0.100	0.150
4	Benzen	0.010	0.020
5	Toluen	0.200	0.250
6	Octan winylu	0.050	0.100
7	Ksylen	0.100	0.150
8	Butadien	0.100	0.300
9	Chlorek winylu	0.005	0.010

- 1) Pomieszczenia kategorii A - pomieszczenia mieszkalne, pomieszczenia przeznaczone na stały pobyt chorych w budynkach zakładów opieki zdrowotnej oraz przeznaczone na stały pobyt dzieci i młodzieży w budynkach służących na cele oświaty, a także pomieszczenia przeznaczone do przechowywania żywności.
- 2) Pomieszczenia kategorii B - pomieszczenia przeznaczone na pobyt ludzi w budynkach użyteczności publicznej inne niż zaliczone do pomieszczeń kategorii A oraz pomieszczenia pomocnicze w mieszkaniach.

WYKAZ SUBSTANCJI I PREPARATÓW,
KTÓRYCH STOSOWANIE JEST ZABRONIONE

Lp.	Nazwa substancji	Nr CAS ³⁾
1	2	3
1	Nikiel (Ni) ¹⁾	7440-02-0
2	Kadm (Cd) i jego związki ²⁾	7440-43-9
3	Ołów (Pb) i jego związki ²⁾	7439-92-1
4	Rtęć (Hg) i jej związki ²⁾	7439-97-6
5	Arsen (As) i jego związki ²⁾	7440-32-2
6	Pentachlorofenol (PCP), jego sole lub estry ²⁾	87-86-5
7	Polichlorowane bifenylole lub terfenylole PCB i PCT	1336-36-3
8	Fosforan tri(2,3-dibromopropylowy); TEPA	126-72-7
9	Tlenek tris(azirydynylo)fosfiny TRIS	5455-55-1
10	Polibromobifenylole PBB	59536-65-1

¹⁾ Nie może być stosowany jako powłoka w akcesoriach i dodatkach.

²⁾ Dotyczy produktów włókienniczych, które mogą potencjalnie pozostawać w bezpośrednim i przedłużonym kontakcie ze skórą człowieka lub mogą być umieszczone w ustach, np.:

- odzież, bielizna osobista, pościel, ręczniki, peruki, tropy, kapelusze, pieluszki i inne artykuły sanitarne,
- obuwie, rękawice, paski do zegarków, torebki, portmonetki, portfele, aktówki, pokrycia meblowe,
- włókiennicze zabawki, zabawki zawierające dodatki włókiennicze,
- elementy włókiennicze na akcesoria niemowlęce,
- dywany i wykładziny.

³⁾ Numeracja według Chemical Abstracts Service (Międzynarodowej Klasyfikacji Związków Chemicznych).

WYKAZ PRODUKTÓW NIEPODLEGAJĄCYCH OBOWIĄZKOWI
ZNAKOWANIA

Lp.	Rodzaj produktu
1	2
1	wzmocnienia rękawów
2	tekstylne paski do zegarków
3	etykiety i emblematy
4	uchwyty wyściełane materiałem włókienniczym i uchwyty z materiałów włókienniczych
5	watowane pokrowce na dzbanki do kawy
6	watowane pokrowce na dzbanki do herbaty
7	rękawy ochronne
8	mufki inne niż pluszowe
9	kwiaty sztuczne
10	poduszeczki do szpilek
11	plótna malarskie
12	produkty włókiennicze przeznaczone na wzmocnienia i usztywnienia
13	filce
14	używane włókiennicze produkty konfekcyjne, jeżeli wyraźnie deklarowane są jako takie
15	ochraniacze na buty – typu kamasz
16	opakowania używane i jako takie sprzedawane
17	kapelusze filcowe
18	włókiennicze produkty rymarskie i galanteryjne
19	włókiennicze produkty podróżne
20	ręcznie haftowane gobeliny, wykończone lub do wykończenia, oraz materiały do ich produkcji, łącznie z przędzą do haftowania sprzedawaną bez kanwy i specjalnie oferowaną do stosowania w gobelinach
21	zamki błyskawiczne
22	guziki i sprzączki pokryte materiałem włókienniczym
23	tekstylne okładki do książek
24	zabawki
25	części tekstylne obuwia, z wyjątkiem wkładów ocieplających
26	serwetki, których powierzchnia nie przekracza 500 cm ²
27	tkaniny i rękawice służące do wyjmowania potraw z pieca
28	nakrycie na jajko
29	kosmetyczki
30	woreczki na tytoń z materiałów włókienniczych
31	tekstylne etui na okulary, papierosy i cygara, zapalniczki i grzebienie
32	sportowe artykuły ochronne, z wyjątkiem rękawic
33	saszetki na przybory toaletowe
34	saszetki na buty
35	galanteria pogrzebowa

1	2
36	artykuły jednorazowego użytku ¹⁾ , z wyjątkiem waty
37	produkty włókiennicze podlegające przepisom Europejskiej Farmakopei i z adnotacją związaną z tymi przepisami, bandaże do wielokrotnego użytku do celów medycznych i ortopedycznych oraz ortopedyczne produkty włókiennicze w ogólności
38	produkty włókiennicze obejmujące liny, sznurki i powrozy, objęte lp. 12 załącznika nr 6 do rozporządzenia, normalnie przeznaczone do: a) użytku jako części składowe wyposażenia w procesie wytwarzania i przerobu towarów; b) zastosowania w maszynach, instalacjach (np. do ogrzewania, klimatyzacji lub oświetlenia), urządzeniach domowych i innych, pojazdach i innych środkach transportu lub do ich obsługi, konserwacji lub wyposażenia, z wyłączeniem pokryć brezentowych i tekstylnego wyposażenia pojazdów silnikowych nie-sprzedawanego łącznie z pojazdem
39	produkty włókiennicze przeznaczone do ochrony i zabezpieczeń, takie jak pasy bezpieczeństwa, spadochrony, kamizelki bezpieczeństwa, rękawy ratownicze, materace ratownicze, skokochrony, inny sprzęt pożarniczy, kamizelki kuloodporne i specjalna odzież ochronna (np. zabezpieczająca przed ogniem, substancjami chemicznymi i innym zagrożeniem)
40	konstrukcje nośne pneumatyczne (np. hale sportowe, stoiska wystawowe lub obiekty magazynowe), pod warunkiem dostarczenia szczegółów określających własności użytkowe i charakterystykę techniczną tych produktów
41	żagle
42	ubioiry dla zwierząt
43	flagi i transparenty

¹⁾ Za artykuły jednorazowego użytku należy uważać produkty włókiennicze przeznaczone tylko do jednego użycia w ograniczonym czasie i których normalne użycie wyklucza przywrócenie do stanu używalności do kolejnych zastosowań w tym samym lub podobnym celu.

PRODUKTY, DLA KTÓRYCH WYMAGANA JEST JEDYNNIE
ETYKIETA ZBIORCZA

Lp.	Rodzaj produktu
1	2
1	ścierki do podłogi
2	ścierki do czyszczenia
3	lamówki i przystrojenia
4	pasmanteria
5	paski
6	szelki
7	podwiązki i opaski elastyczne
8	sznurowadła
9	wstążki
10	taśmy elastyczne
11	opakowania nowe przeznaczone do sprzedaży
12	sznurek pakowy i szpagat rolniczy; sznurki, liny i powrozy niemieszczące się w grupie ujętej w lp. 38 załącznika nr 5 ¹⁾ do rozporządzenia
13	serwetki
14	chustki do nosa
15	siatki do włosów i do koków
16	krawaty i muszki dla dzieci
17	śliniaczki, rękawice do mycia i flanelki do twarzy
18	nici do szycia, cerowania i haftowania oferowane w handlu detalicznym w małych ilościach o masie netto jednego grama lub mniejszej
19	taśmy do firanek, zasłon i żaluzji

¹⁾ Do produktów objętych tą lp. i sprzedawanych w odcinanych kawałkach etykieta zbiorcza powinna być na szpulce. Produkty powroźnicze i liny wymienione w tej lp. obejmują również artykuły używane we wspinaczce wysokogórskiej i w sportach wodnych.

WYMAGANIA SZCZEGÓŁOWE DOTYCZĄCE SPOSOBU PODAWANIA SKŁADU SUROWCA PRODUKTÓW WŁÓKIENNICZYCH

1.1. Do określenia składu surowca produktu wełnianego określenie „żywa wełna” można stosować tylko wtedy, gdy składa się wyłącznie z włókna uzyskanego ze strzyży żywego zwierzęcia, jeżeli włókno to nigdy nie wchodziło w skład produktu gotowego i nigdy nie było poddane innym procesom przędzenia i/lub spłóśniania poza tymi, które były niezbędne w procesie wytwarzania tego produktu, ani też obróbce lub użytkowaniu powodującym uszkodzenie włókna.

1.2. Nazwa „żywa wełna” może być również używana do określenia wełny zawartej w mieszance włókien, jeżeli:

- a) cała ilość wełny zawarta w mieszance odpowiada charakterystyce zdefiniowanej w pkt 1.1,
- b) wełna ta stanowi nie mniej niż 25% całkowitej masy mieszanki,
- c) wełna jest zmieszana tylko z jednym rodzajem innego włókna.

W takich przypadkach konieczne jest podanie pełnego składu procentowego mieszanki.

1.3. Tolerancja wynikająca z przyczyn technicznych związanych z produkcją powinna być ograniczona do 0,3% zanieczyszczeń włóknistych w produktach, o których mowa w pkt 1.1 i 1.2, łącznie z produktami wełnianymi, które poddane zostały procesowi zgrzeblenia.

2. 1. Produkt włókienniczy składający się z dwu lub więcej rodzajów włókien, z których jeden stanowi co najmniej 85% całkowitej masy, określany jest:

- nazwą tego włókna i jego procentową zawartością w całkowitej masie lub
- nazwą tego włókna ze wskazaniem „co najmniej 85%”, lub
- przez podanie pełnego składu procentowego produktu.

2.2. Produkt włókienniczy składający się z dwu lub więcej rodzajów włókien, z których żaden nie stanowi 85% masy całkowitej, powinien być określany nazwą i procentowym udziałem co najmniej dwu głównych rodzajów włókien, po których należy podać nazwy pozostałych włókien składowych w kolejności według malejącego udziału procentowego, z podaniem lub bez podania ich udziału procentowego. Jednakże:

- a) wszystkie włókna, z których każde stanowi mniej niż 10% całkowitej masy produktu, mogą być określane terminem „inne włókna”, po którym podawana jest ich całkowita zawartość procentowa,
- b) jeżeli wymieniona jest nazwa włókna, które stanowi mniej niż 10% całkowitej masy produktu, podaje się pełen skład procentowy danego produktu.

2.3. Produkty zawierające osnowę z czystej bawełny, a wątek z czystego lnu, w których udział lnu stanowi nie mniej niż 40% całkowitej masy odklejonego produktu, mogą nosić nazwę „mieszanka bawełna len”, której musi towarzyszyć specyfikacja składu „osnowa — czysta bawełna, wątek — czysty len”; dla takich produktów udział procentowy oblicza się nie w stosunku do masy produktu, ale w stosunku do masy osnowy i masy wątku, oddzielnie.

2.4. Terminy „inne włókna” lub „nieokreślony skład surowca” mogą być stosowane tylko w przypadku takiego produktu włókienniczego, którego składu nie można jednoznacznie ustalić w trakcie wytwarzania, bez względu na procentowy udział jego składników.

2.5. W przypadku produktów włókienniczych przeznaczonych dla konsumenta, w składach procentowych wymienionych w pkt 2.1, 2.2, 2.3 oraz 2.4:

- a) dopuszcza się ilość włókien obcych do 2% ogólnej masy produktu włókienniczego pod warunkiem, że ilość ta umotywowana jest przyczynami technicznymi i nie jest dodawana rutynowo; udział ten może być zwiększony do 5% w przypadku produktów, które poddane były procesowi zgrzeblenia, jednak bez uszczerbku dla tolerancji 0,3% określonej w pkt 1.3,
- b) dopuszcza się tolerancję produkcyjną 3% między deklarowanym udziałem procentowym włókien a procentami uzyskanymi w analizie w stosunku do ogólnej masy włókien wymienionych na etykiecie; taka tolerancja ma być stosowana także do włókien, które zgodnie z pkt 2.2 są wymienione w kolejności według malejącego ich udziału wagowego bez wykazywania ich udziału procentowego. Tolerancja ta ma również zastosowanie do pkt 1.2 lit. b).

W analizie tolerancje, o których mowa w lit. a) i b), należy obliczać oddzielnie; ogólna masa, którą należy przyjąć przy obliczaniu tolerancji, o której mowa w lit. b), jest masą włókien gotowego produktu pomniejszoną o masę wszystkich obcych włókien, stwierdzoną przy tolerancji, o której mowa w lit. a).

Dodawanie tolerancji wymienionych w lit. a) i b) dopuszczalne jest tylko wtedy, gdy jakiegokolwiek obce włókna ujawnione drogą analizy, przy zastosowaniu tolerancji, o której mowa w lit. a), należą do tego samego typu chemicznego co jeden lub więcej rodzajów włókien wymienionych na etykiecie.

W przypadku produktów specjalnych, których proces wytwarzania wymaga wyższych tolerancji niż podane w lit. a) i b), w wyjątkowych przypadkach mogą być dopuszczone wyższe tolerancje, gdy zgodność produktu jest sprawdzona i kiedy producent produktu dostarczy odpowiednie uzasadnienie.

2.6. Nie naruszając tolerancji ustalonych w § 18 ust. 2 i 3 rozporządzenia oraz w pkt 1.3 i pkt 2.4 załącznika, włókna widoczne i dające się łatwo oddzielić, mające znaczenie tylko dekoracyjne, w ilości nieprzekraczającej 7% masy gotowego produktu, nie muszą być wymieniane w składach włókien przedstawionych w § 18 rozporządzenia i pkt 2.1—2.4 niniejszego załącznika; dotyczy to również włókien wprowadzonych do produktu w celu uzyskania efektu antystatycznego, np. włókien metalowych, i w ilości nieprzekraczającej 2% masy wykończonego produktu.

3. Z uwzględnieniem postanowień pkt 4 :

1) Skład surowca następujących produktów gorseciarskich opisuje się przez podanie składu całego produktu lub składu wymienionych niżej jego części, traktując je jako całość lub oddzielnie:

— dla biustonoszy: zewnętrzny i wewnętrzny materiał miseczek i tytu,

— dla gorsetów: przód, tył i boczne usztywnienia,

— dla półgorsetów: zewnętrzny i wewnętrzny materiał miseczek, przednie i tylne usztywnienia i boczne części.

Skład surowca artykułów gorseciarskich innych niż wymienione wyżej opisuje się przez podanie składu surowca całego produktu lub przez łączne albo oddzielne podanie składu surowca różnych jego części; takie oznaczenie nie jest wymagane dla części składowych stanowiących mniej niż 10% ogólnej masy produktu.

Oddzielne oznaczenie różnych części produktów gorseciarskich wymienionych wyżej wykonuje się w taki sposób, aby konsument mógł łatwo zrozumieć, do jakiej części produktu odnoszą się szczegóły podane na etykiecie.

2) Skład surowca produktów drukowanych metodą wytrawiania powinien być podany dla produktu jako całości i może być opisany przez podanie oddzielnie składu materiału podstawowego i składu części po wytrawieniu. Składniki te muszą być wymienione z nazwy.

3) Skład surowca haftowanych produktów włókienniczych podaje się dla produktu w całości i może być opisany przez wymienienie oddzielnie składu materiału podstawowego i składu nici do haftowania; składniki te muszą być wymienione z nazwy; jeżeli części haftowane stanowią mniej niż 10% powierzchni wyrobu, wystarczy podać jedynie skład materiału podstawowego.

4) Skład surowca przędz złożonych z rdzenia i oplotu, wykonanych z różnych włókien i oferowanych konsumentowi, podaje się dla produktu jako całość i może być opisany przez podanie składu rdzenia i oplotu oddzielnie; składniki te muszą być wymienione z nazwy.

5) Skład surowca aksamitnych i pluszowych produktów włókienniczych lub produktów podobnych do aksamitu lub pluszu podaje się dla całego produk-

tu, a tam gdzie spód i powierzchnia użytkowa produktu odróżniają się i są złożone z różnych włókien, skład może być podany oddzielnie dla tych części, które muszą być wymienione z nazwy.

6) Skład wykładzin podłogowych i dywanów, w których warstwa spodnia i warstwa użytkowa złożone są z różnych włókien, może być opisany jedynie dla warstwy użytkowej wymienionej z nazwy.

4. W celu realizacji przepisów rozporządzenia dotyczących znakowania produktów włókienniczych, udziały procentowe włókien, o których mowa w § 18 rozporządzenia oraz pkt 1 i 2 niniejszego załącznika, określa się bez uwzględnienia następujących elementów:

1) we wszystkich produktach włókienniczych: części niewłókniste, krajki, etykiety i oznaczenia, lamówki i ozdoby niestanowiące integralnej części produktu, guziki i klamerki pokryte materiałem włókienniczym, dodatki, dekoracje, nieelastyczne wstążki, nici i taśmy elastyczne dodane w określonych i ograniczonych miejscach produktu oraz, ujęte w pkt 2.5, widoczne i łatwo dające się oddzielić włókna mające charakter wyłącznie dekoracyjny lub włókna antystatyczne,

2) we wszystkich wykładzinach podłogowych i dywanach: wszystkie inne składniki niż warstwa użytkowa,

3) w materiałach tapicerskich: osnowy i wątki łączące i wypełniające, niestanowiące części składowej warstwy użytkowej,

4) w firankach i zastonach: osnowy i wątki łączące i wypełniające niewchodzące w skład prawej strony materiału,

5) w innych produktach włókienniczych: materiały podkładu i podłoża, usztywnienia i wzmocnienia, wyłożenia i podkłady brezentowe, nici przesywające i łączące, chyba że zastępują osnowę i/lub wątek materiału, wypełnienia niepełniące funkcji izolującej oraz podszewki ujęte w § 13 ust. 2 rozporządzenia, z tym że:

— materiał podkładu lub podłoża produktu włókienniczego stanowiący podłoże warstwy użytkowej, zwłaszcza koców i materiałów podwójnych, oraz podłoża materiałów aksamitnych i pluszowych i produktów podobnych nie są uważane za podłoże do usunięcia,

— usztywnienia i wzmocnienia oznaczają przedde lub materiały dodane w określonych i ograniczonych miejscach produktu włókienniczego w celu wzmocnienia go lub nadania mu sztywności lub grubości,

6) substancji tłuszczowych, środków wiążących i obciążających, klejonek i preparacji, środków impregnacyjnych, dodatkowych środków barwiących i drukarskich oraz innych produktów stosowanych w obróbce włókienniczej; substancje te nie mogą występować w ilościach mogących wprowadzić w błąd konsumenta.

TABELA WŁÓKIEN TEKSTYLNYCH

Lp.	Nazwa	Opis włókien
1	2	3
1	włna ¹⁾	włókno z run owczych lub jagnięcych (Ovis aries)
2	alpaka, lama, wełna wielbłądzia, kaszmir, mohair, angora, wigoń, sierść jaka, guanako, kaszgora, bobra, wydry, poprzedzone określeniem „wełna” lub „sierść”	sierść następujących zwierząt: alpaki, lamy, wielbłąda, kozy kaszmirskiej, kozy angorskiej, królika angorskiego, wigonia, jaka, guanako, kozy kaszgora (skrzyżowanie kozy kaszmirskiej oraz kozy angorskiej), bobra, wydry
3	sierść lub włosie ze wskazaniem lub bez wskazania gatunku zwierzęcia (np. sierść bydłęca, sierść kozy pospolitej, włosie końskie)	sierść różnych zwierząt, innych niż wymienione w lp. 1 i 2
4	jedwab ²⁾	włókno pochodzące wyłącznie z gruczołów przednich jedwabnika morwowego
5	bawełna	włókno jednokomórkowe pochodzące z nasion bawełny (Gossypium)
6	kapok	włókno pochodzące z wnętrza owocu kapoku (Ceiba pentandra)
7	len	włókno pochodzące z łyka lnu (Linum usitatissimum)
8	konopie	włókno pochodzące z łyka konopi (Cannabis sativa)
9	juta	włókno uzyskane z łyka Corchorus olitorius i Corchorus capsularis; włókna łykowe uzyskane z następujących gatunków roślin: Hibiscus cannabinus, Hibiscus sabdariffa, Abutilon avicennae, Urena lobata, Urena sinuata powinny być traktowane w ten sam sposób co juta
10	abaka (manila)	włókno pochodzące z liści rośliny Musa textilis

1	2	3
11	ostnica	włókno pochodzące z liści rośliny <i>Stipa tenacissima</i>
12	włókno kokosowe	włókno uzyskane z owocu orzecha kokosowego <i>Cocos nucifera</i>
13	żarnowiec	włókno uzyskane z łyka rośliny <i>Cytisus scoparius</i> i/lub <i>Spartium junceum</i>
14	ramia	włókno uzyskane z łyka rośliny <i>Boehmeria nivea</i> i <i>Boehmeria tenacissima</i>
15	sizal	włókno uzyskane z liści agawy <i>sisalana</i>
16	sumn	włókno pochodzące z łyka rośliny <i>Crotalaria juncea</i>
17	heneken	włókno pochodzące z liści agawy <i>Fourcroydes</i>
18	maguey	włókno pochodzące z liści agawy <i>Cantala</i>
19	włókno octanowe	włókno acetylocelulozowe, w którym mniej niż 92%, lecz co najmniej 74% grup hydroksylowych jest zacetylowanych
20	włókno alginowe	włókno uzyskane z soli kwasu alginowego
21	włókno miedziowe	włókno z celulozy regenerowanej uzyskane w procesie miedziowo-amoniakalnym
22	włókno modalne	włókno z celulozy regenerowanej uzyskane w wyniku modyfikowania wiskozy, o wysokiej wytrzymałości na rozciąganie i wysokim module sprężystości w stanie mokrym. Siła zrywająca (B_C) w stanie aklimatyzowanym i siła wydłużenia (B_M) niezbędna do uzyskania wydłużenia 5% w stanie mokrym wynoszą: $B_C (CN) \Rightarrow 1,3 \sqrt{T} + 2T$ $B_M (CN) \Rightarrow 0,5 \sqrt{T}$, gdzie T oznacza masę liniową wyrażoną w decyteksach
23	włókno białkowe	włókno uzyskane z naturalnych substancji białkowych regenerowane i stabilizowane czynnikami chemicznymi

1	2	3
24	włókno trójoctanowe	włókno acetylocelulozowe, w którym co najmniej 92% grup hydroksylowych jest acetylowanych
25	włókno wiskozowe	włókno z celulozy regenerowanej, otrzymane w procesie wiskozowym jako włókno ciągłe i odcinkowe
26	włókno akrylowe	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych mających w swoim łańcuchu co najmniej 85% masy merów akrylonitrylu
27	włókno chlorowe	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych, mających w łańcuchu powyżej 50% masy merów chlorku winylu lub winylidenu
28	włókno fluorowe	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych, uzyskane z alifatycznych monomerów fluorowęglowych
29	włókno modakrylowe	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu od 50% do 85% masy merów akrylonitrylu
30	włókno poliamidowe lub nylon	włókno utworzone z syntetycznych makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu powtarzające się wiązania amidowe, z których co najmniej 85% jest dołączonych do segmentów alifatycznych lub cykloalifatycznych
31	włókno aramidowe	włókno utworzone z syntetycznych makrocząsteczek liniowych zawierających grupy aromatyczne połączone wiązaniami amidowymi lub imidowymi, w których co najmniej 85% połączonych jest bezpośrednio z dwoma pierścieniami aromatycznymi i o liczbie wiązań imidowych, jeśli są obecne, nieprzekraczającej liczby wiązań amidowych
32	włókno poliimidowe	włókno utworzone z syntetycznych makrocząsteczek liniowych mających w łańcuchu powtarzające się wiązania imidowe
33	Lyocell	włókno utworzone z celulozy regenerowanej, bez tworzenia pochodnych, formowane z roztworu celulozy w rozpuszczalniku organicznym ³⁾

1	2	3
34	włókno poliestrowe	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu co najmniej 85% estru diolu i kwasu tereftalowego
35	włókno polietylenowe	włókno utworzone z liniowych makrocząsteczek niepodstawionych nasyconych węglowodorów alifatycznych
36	włókno polipropylenowe	włókno utworzone z liniowych makrocząsteczek alifatycznych węglowodorów nasyconych, w których jeden z każdego dwóch kolejnych atomów węgla ma odgałęzienie metylowe w układzie izotaktycznym i bez dalszych podstawników
37	włókno polikarbamidowe	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu powtarzające się grupy funkcyjne mocznikowe (NH-CO-NH)
38	włókno poliuretanowe	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu powtarzające się uretanowe grupy funkcyjne
39	włókno winylowe	włókno utworzone z liniowych makrocząsteczek polialkoholu winylowego o różnym stopniu zacetalowania
40	włókno triwinylowe	włókno utworzone z tripolimeru: akrylonitryl - chlorek winylu - inny monomer winylowy, z których żaden nie stanowi 50% masy całkowitej
41	włókno elastodienowe	włókno elastyczne, utworzone z poliizoprenu naturalnego lub syntetycznego, który może zawierać jeden lub więcej spolimeryzowanych dienów lub jeden lub więcej monomerów winylowych. Włókno to rozciągnięte do trzykrotnej długości początkowej, po odjęciu naprężenia samoistnie wraca natychmiast do swej długości początkowej

1	2	3
42	włókno elastomerowe	włókno elastyczne zawierające co najmniej 85% masy polimeru. Włókno to rozciągnięte do trzykrotnej długości początkowej, po odjęciu naprężenia samoistnie wraca natychmiast do swej długości początkowej
43	włókno szklane	włókno ze stopionego szkła
44	włókna o nazwie substancji, z której się składają, np. metal (metalowe, metalizowane), papier, poprzedzonej słowem „przędza” lub „włókno”	włókno uzyskane z różnych surowców lub z nowych, innych niż wyżej wymienione

¹⁾ Nazwa „wełna” w lp. 1 może być także używana do określenia mieszanki włókien z runa owczego i jagnięcego oraz sierści lub włosia wyszczególnionych w trzeciej kolumnie lp. 2. Ma to zastosowanie do produktów włókienniczych wymienionych w § 18 rozporządzenia i w pkt 1 załącznika nr 7 do rozporządzenia oraz do tych ujętych w pkt 2 załącznika nr 7 do rozporządzenia, które częściowo składają się z włókien wymienionych w lp. 1 i 2 niniejszego załącznika.

²⁾ Nazwy „jedwab” nie wolno używać dla określenia kształtu lub szczególnej postaci włókna tekstylnego jako włókna ciągłego.

³⁾ Przez pojęcie „rozpuszczalnik organiczny” rozumie się mieszaninę związków organicznych i wody.

METODY PRZYGOTOWANIA I POBIERANIA PRÓBEK W CELU WYZNACZENIA SKŁADU SUROWCA PRODUKTU WŁÓKIENNICZEGO

1. Zakres stosowania

Niniejszy załącznik zawiera procedurę przygotowania laboratoryjnych próbek badawczych odpowiedniej wielkości (tzn. o masie nieprzekraczającej 100 g), pobranych z próbki ogólnej, którą przed analizą należy poddać obróbce wstępnej, mającej na celu usunięcie substancji niewłóknistych¹⁾, a następnie pobrania z nich próbek roboczych.

Procedurę opisaną w załączniku stosuje się do wyznaczania składu surowca dwuskładnikowych i trójskładnikowych mieszanek włókien.

2. Definicje

2.1. Partia — jest to ilość materiału, która została określona na podstawie jednej serii wyników badań. W skład jej może wchodzić np. cała dostawa tkaniny, cały materiał z jednej dostawy dzianiny, dostawa przędzy, bela lub kilka bel włókien stanowiących surowiec.

2.2. Próbką ogólna — jest to część partii, która została pobrana jako reprezentatywna dla całości i która została przesłana do laboratorium. Wielkość i rodzaj próbki ogólnej zostaje dobrana w taki sposób, aby we właściwy sposób odzwierciedlała zmienność partii i ułatwiała czynności laboratoryjne²⁾.

2.3. Laboratoryjna próbka badawcza — jest to część próbki ogólnej poddanej obróbce wstępnej, mającej na celu wyeliminowanie substancji niewłóknistych, i z której pobierane są próbki robocze. Wielkość i rodzaj próbki laboratoryjnej dobrana jest w taki sposób, aby odzwierciedlała zmienność próbki ogólnej³⁾.

2.4. Próbką roboczą — jest to część materiału niezbędna do uzyskania pojedynczego wyniku pomiaru, pobrana z laboratoryjnej próbki badawczej.

3. Zasada

Laboratoryjną próbkę badawczą pobiera się w taki sposób, aby była reprezentatywna dla próbki ogólnej. Próbki robocze pobiera się z laboratoryjnej próbki badawczej w taki sposób, aby były dla niej reprezentatywne.

4. Pobieranie próbek luźnego włókna

4.1. Włókna nieukierunkowane — laboratoryjną próbkę badawczą należy utworzyć, pobierając losowo pęczki włókien z próbki ogólnej. Pobrać wszystkie laboratoryjne próbki badawcze i wymieszać je w zgrzeblar-

ce laboratoryjnej (zgrzeblarka laboratoryjna może być zastąpiona mieszarką do włókien albo włókna mogą być zmieszane metodą „losowania i odrzucania”). Runo lub taśmę, jak również włókna przylegające do urządzenia i te, które wydostały się poza urządzenie, poddać obróbce wstępnej. Następnie, z tak przygotowanej próbki, proporcjonalnie do masy, pobrać próbki robocze.

Jeżeli runo zgrzeblarkowe nie zostało naruszone podczas obróbki wstępnej, próbki robocze pobrać w sposób opisany w pkt 4.2. Jeżeli w wyniku obróbki wstępnej runo zostało naruszone, utworzyć próbkę roboczą, pobierając z laboratoryjnej próbki badawczej co najmniej 16 małych pęczków o odpowiedniej wielkości, w przybliżeniu równej, i następnie połączyć je w całość.

4.2. Włókna ukierunkowane (runo zgrzeblarkowe, taśmy, pęczki, niedoprzęd) — wyciąć co najmniej 10 odcinków wybranych losowo z próbki ogólnej o masie ok. 1 g każdy. W ten sposób utworzoną laboratoryjną próbkę badawczą poddać obróbce wstępnej. Następnie połączyć odcinki, układając je równolegle obok siebie, i utworzyć próbkę roboczą przez poprzeczne ich pocięcie na 10 odcinków.

5. Pobieranie próbek przędzy

5.1. Przędza nawinięta na nawoje lub motki.

W celu utworzenia próbki ogólnej pobrać próbki ze wszystkich nawojów lub motków.

Z każdego nawoju lub motka pobrać odcinki o odpowiedniej długości, odwijając przędzę o taką samą liczbę obrotów (jeżeli nawoje mogą być umieszczone na ramie natykowej, przędza może być odwijana z nich równocześnie) lub w jakikolwiek inny sposób. Odcinki przędzy ułożyć obok siebie równolegle, tworząc jednolite pasemka lub motki, i upewnić się, czy mają tę samą długość.

W ten sposób utworzoną próbkę laboratoryjną badawczą poddać obróbce wstępnej.

Z próbki laboratoryjnej badawczej pobrać próbki robocze, odcinając od pasemka lub motka wiązkę przędzy o równej długości, zwracając uwagę na to, aby zawierały one wszystkie nitki tworzące próbkę laboratoryjną.

Jeżeli t jest masą liniową przędzy, a n liczbą nawojów w próbce ogólnej, w celu uzyskania laboratoryjnej próbki badawczej o masie 10 g należy z każdego nawoju pobrać odcinek przędzy o długości : [cm] $10^6/n$ t.

Jeżeli wartość n t jest wysoka, tzn. przekracza 2000, można pobrać większe pasemko przędzy i przeciąć je w dwóch miejscach tak, aby uzyskać pasmo o odpo-

¹⁾ W niektórych przypadkach konieczne jest przygotowanie bezpośrednio próbek roboczych.

²⁾ Dla wyrobów gotowych i wykończonych — patrz poz. 7.

³⁾ Patrz poz. 1.

wiedniej masie. Przed wstępną obróbką końce próbek należy odpowiednio związać.

5.2. Przędza osnowowa.

Laboratoryjną próbkę badawczą pobrać, obcinając na końcu nawoju wiązkę o długości co najmniej 20 cm, w skład której wchodzi wszystkie nitki, z wyjątkiem nitki z krajki, które odrzuca się. Wiązkę nitki należy na końcu związać. Jeżeli próbka jest zbyt duża do obróbki wstępnej, należy ją podzielić na dwie lub więcej części, z których każdą przed obróbką wstępną należy związać. Po przeprowadzeniu obróbki wstępnej wszystkie części połączyć. Z laboratoryjnej próbki badawczej pobrać próbkę roboczą o odpowiedniej długości. Czynność tę należy przeprowadzić, odcinając odcinek, w dostatecznej odległości od miejsca związania, nie pomijając żadnej nitki osnowy. Dla przędz osnowowych zawierających N nitki o masie liniowej t , długość próbki roboczej [cm] o masie 1 g wynosi: $10^5 / N t$.

6. Pobieranie próbek płaskich produktów włókienniczych.

6.1. Próbkę ogólną stanowi jednolity kupon materiału.

Wyciąć pasek płaskiego produktu po przekątnej od jednego do drugiego jego brzegu i usunąć krajki. Ten pasek materiału stanowi laboratoryjną próbkę badawczą. Aby uzyskać laboratoryjną próbkę badawczą o masie X g, powierzchnia paska [cm²] powinna wynosić $X \cdot 10^4 / g$, przy czym g stanowi masę płaskiego wyrobu w g/m². Po wstępnej obróbce pociąć pasek płaskiego produktu na cztery równe części, a następnie nałożyć je na siebie.

Próbki robocze pobrać z dowolnej części tak przygotowanego materiału. Czynność tę należy przeprowadzić, przecinając wszystkie warstwy w taki sposób, aby każda próbka składała się z odcinków o jednakowej długości, pochodzących z każdej warstwy materiału.

Jeżeli na płaskim produkcie występuje raport wzoru, to szerokość laboratoryjnej próbki badawczej mierzona równolegle w kierunku osnowy nie powinna być mniejsza od długości raportu w osnowie. Jeżeli warunek ten jest spełniony, a próbka laboratoryjna jest zbyt

duża, aby można ją było poddać obróbce wstępnej w całości, należy ją pociąć na równe części, które zostaną poddane obróbce wstępnej oddzielnie. Przed pobraniem próbki roboczej części te należy nałożyć jedna na drugą, zwracając uwagę na to, aby odpowiednie części raportu wzoru nie pokrywały się.

6.2. Próbka ogólna składa się z kilku odcinków materiału.

Analizie poddaje się każdy odcinek tak, jak zostało to określone w pkt 6.1, a wyniki dla każdego z nich podawane są oddzielnie.

7. Pobieranie próbek produktów gotowych i wykończonych.

Próbkę ogólną stanowi produkt gotowy lub wykończony lub jego reprezentatywna część.

Jeżeli próbka pobierana jest w celu sprawdzenia przestrzegania wymagań ustalonych w § 13 ust. 2 i 3 rozporządzenia lub w załączniku nr 7 do rozporządzenia, określić można procentową zawartość włókien w poszczególnych częściach produktu.

Pobrać laboratoryjną próbkę badawczą z części produktu gotowego lub wykończonego, której skład jest podany na etykiecie. Jeżeli produkt posiada kilka etykiet, pobrać laboratoryjne próbki badawcze z każdej części produktu odpowiadającej etykiecie.

Jeżeli produkt, którego skład trzeba określić, nie jest jednorodny, może być konieczne pobranie laboratoryjnych próbek badawczych z każdej części produktu i określenie udziału procentowego każdej części w stosunku do całego produktu.

Obliczenia procentowej zawartości włókien dokonuje się, uwzględniając proporcje udziału poszczególnych części, z których pobrano próbki.

Laboratoryjne próbki badawcze należy poddać obróbce wstępnej.

Następnie pobrać próbki robocze reprezentatywne dla laboratoryjnych próbek badawczych po obróbce wstępnej.

METODY PRZEPROWADZANIA ANALIZY ILOŚCIOWEJ DWUSKŁADNIKOWYCH MIESZANEK WŁÓKIEN TEKSTYLNYCH

1. Zasady ogólne

Wprowadzenie

Metoda analizy ilościowej dwuskładnikowych mieszanek włókien polega na rozdzielaniu ręcznym lub chemicznym różnych rodzajów włókien.

Metodę rozdzielania ręcznego stosuje się w każdym przypadku, gdy jest to możliwe, ponieważ daje ona zwykle bardziej wiarygodne wyniki niż metoda chemiczna. Może być ona stosowana w przypadku wszystkich wyrobów włókienniczych, w których przędze składowe nie tworzą jednorodnej mieszanki, na przykład: w przypadku nitki złożonej z kilku przędz, z których każda utworzona jest z jednego rodzaju włókien, lub płaskie wyroby, w których osnowę tworzy inny rodzaj przędzy niż wątek, lub wyroby dziane wytworzone z różnych rodzajów przędz.

Metody chemicznej analizy ilościowej mieszanek opierają się na selektywnym rozpuszczaniu poszczególnych składników. Po rozpuszczeniu jednego ze składników nierozpuszczone pozostałości waży się i na podstawie ubytku masy oblicza się zawartość procentową składnika rozpuszczonego. W niniejszym załączniku ujęte zostały informacje dotyczące analizy ilościowej mieszanek włókien niezależnie od ich składu. Metody te należy stosować w połączeniu z innymi, które dotyczą szczegółowych zasad postępowania mających zastosowanie dla poszczególnych mieszanek. W przypadku gdy analizy chemiczne oparte będą na innej zasadzie niż zasada rozpuszczalności selektywnej, szczegółowe informacje zostaną podane we właściwej części odnoszącej się do stosowanej metody.

Mieszanki włókien lub gotowe wyroby mogą zawierać substancje niewłókniste, takie jak: tłuszcze, woski lub klejonki, lub substancje rozpuszczalne w wodzie, zarówno pochodzenia naturalnego, jak i dodane celem usprawnienia procesu. Substancje niewłókniste muszą zostać usunięte przed przystąpieniem do analizy. Z tego względu podano również metodę obróbki wstępnej służącą do usunięcia olejów, tłuszczów, wosków oraz substancji rozpuszczalnych w wodzie.

Dodatkowo wyroby włókiennicze mogą zawierać żywice lub inne substancje dodane w celu nadania specyficznych właściwości. Taka substancja, którą może być w wyjątkowych przypadkach barwnik, może zakłócić działanie odczynnika na składniki rozpuszczalne oraz/lub może zostać częściowo lub całkowicie usunięta przez odczynnik. Dodana substancja może spowodować błędy i dlatego przed przeprowadzeniem analizy powinna być usunięta. Jeżeli usunięcie jej nie jest możliwe, nie można stosować ilościowej analizy chemicznej przedstawionej w niniejszym załączniku.

Barwnik obecny w wybarwionych włóknach jest uznawany za integralną część włókna i nie podlega usunięciu.

Wynik analiz odnosi się do suchej masy próbki, stosując odpowiednią metodę.

Wynik uzyskuje się przez uwzględnienie w suchej masie każdego z włókien dodatków handlowych podanych w załączniku nr 12 do rozporządzenia.

Przed rozpoczęciem każdej analizy należy zidentyfikować wszystkie włókna występujące w mieszance. W niektórych metodach chemicznych nierozpuszczalny składnik mieszanki może ulec częściowemu rozpuszczeniu w odczynniku używanym do rozpuszczenia innego składnika. Jeżeli istnieje takie niebezpieczeństwo, należy dobierać odczynniki mające mały wpływ lub też niewywierające żadnego wpływu na włókna nierozpuszczane. Jeżeli w trakcie analizy zostanie stwierdzony ubytek masy, należy skorygować wyniki analizy; w tym celu podano współczynniki korygujące. Współczynniki te zostały określone w różnych laboratoriach w wyniku pracy z zastosowaniem odpowiedniego odczynnika, jak to podano w metodach analizy, włókien oczyszczonych w obróbce wstępnej. Współczynniki korygujące stosuje się wyłącznie do włókien niezdegradowanych, inne współczynniki — w przypadku gdy włókna zostały zniszczone przed lub w trakcie procesu. Przedstawione metody chemiczne mają zastosowanie w indywidualnych przypadkach. Należy dokonać przynajmniej dwóch oznaczeń zarówno w przypadku rozdzielania ręcznego, jak i chemicznego.

Nazwy włókien tekstylnych zawarte w części 2 niniejszego załącznika (Metody szczegółowe) zostały ustalone zgodnie z wymaganiami załącznika nr 8 do rozporządzenia.

I. Metody analizy chemicznej

Informacje dotyczą wszystkich metod stosowanych do wyznaczania zawartości włókien w mieszanekach.

I.1. Zakres stosowania

Zakres stosowania określa, do jakich włókien stosuje się daną metodę.

I.2. Zasada wyznaczania

Po zidentyfikowaniu składników mieszanki substancje niewłókniste usuwa się w odpowiedniej obróbce wstępnej, a następnie stosuje się metodę selektywnego rozpuszczania jednego z dwóch składników. Nierozpuszczoną pozostałość waży się i na podstawie ubytku masy oblicza zawartość składnika rozpuszczonego. Z wyjątkiem sytuacji, gdy stwarza to trudności techniczne, zaleca się rozpuszczenie głównego składnika włóknistego w taki sposób, aby otrzymać jako pozostałość ten składnik włóknisty, którego ilość jest najmniejsza.

I.3. Aparatura i odczynniki

I.3.1. Aparatura

I.3.1.1. Tygle filtracyjne i naczynka wagowe dostatecznie duże, aby pomieścić te tygle, albo każdy inny sprzęt dający identyczne wyniki.

I.3.1.2. Kolba ssawkowa.

I.3.1.3. Eksykator zawierający żel krzemionkowy zabarwiony wskaźnikiem.

I.3.1.4. Suszarka z wymuszonym obiegiem powietrza do suszenia próbek w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$.

I.3.1.5. Waga analityczna, o dokładności 0,0002 g.

I.3.1.6. Aparat Soxhleeta lub inny dający identyczne wyniki.

I.3.2. Odczynniki

I.3.2.1. Eter naftowy redestylowany o temperaturze wrzenia $40\text{—}60^\circ\text{C}$.

I.3.2.2. Inne odczynniki wymienione zostały w odpowiednich częściach tekstu niniejszego załącznika dotyczącego danej metody. Wszystkie stosowane odczynniki powinny być chemicznie czyste.

I.3.2.3. Woda destylowana lub dejonizowana

I.4. Klimat do aklimatyzacji i badań

Ponieważ określa się suche masy, nie jest konieczne klimatyzowanie próbek lub przeprowadzenie analiz w klimatyzowanej atmosferze.

I.5. Laboratoryjna próbka badawcza

Pobrać reprezentatywną laboratoryjną próbkę badawczą o masie co najmniej 1 g.

I.6. Obróbka wstępna laboratoryjnej próbki badawczej

W przypadku gdy w mieszance występują substancje (elementy), które zgodnie z pkt 4 załącznika nr 7 do rozporządzenia nie zostają uwzględniane w obliczeniach składu próbki, należy je najpierw usunąć poprzez zastosowanie odpowiedniej metody, która nie uszkadza żadnego z włókien składowych.

W tym celu substancje niewłókniste mogą być ekstrahowane za pomocą eteru naftowego i wody. Ekstrakcję prowadzi się w aparacie Soxhleeta przy użyciu eteru naftowego przez 1 godzinę przy minimum 6 cyklach na godzinę. Należy pozwolić, aby eter naftowy odparował z próbki, która będzie ekstrahowana wodą poprzez moczenie przez 1 godzinę w temperaturze pokojowej, a następnie moczenie przez kolejną godzinę w temperaturze $65 \pm 5^\circ\text{C}$, okresowo mieszając zawartość naczynia, przy czym stosunek masy próbki/wody powinien wynosić 1:100. Nadmiar wody należy usunąć

z próbki przez wyciśnięcie, odsysanie lub odwirowanie, a następnie pozostawić próbkę do wyschnięcia na powietrzu.

W przypadku gdy substancja niewłóknista nie może zostać wyekstrahowana za pomocą eteru naftowego i wody, należy ją usunąć przez zastąpienie metody wodnej opisanej powyżej odpowiednią metodą, która nie zmienia w sposób istotny żadnego ze składników. Jednakże w przypadku niektórych surowych naturalnych włókien roślinnych (np. juty, włókien kokosowych) należy zaznaczyć, że zwykła obróbka wstępna przy użyciu eteru naftowego i wody nie usuwa wszystkich naturalnych substancji niewłóknistych. Pomimo tego nie stosuje się dodatkowej obróbki wstępnej, jeżeli próbka zawiera apretury nierozpuszczalne zarówno w wodzie, jak i w eterze naftowym.

Raporty z analiz powinny zawierać pełną informację na temat metod użytych w obróbce wstępnej.

I.7. Wyznaczanie

I.7.1. Uwagi ogólne

I.7.1.1. Suszenie

Wszystkie operacje suszenia przeprowadza się w czasie nie krótszym niż 4 godziny, nie dłuższym niż 16 godzin w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$, w suszarce z wymuszonym obiegiem powietrza, przy zamkniętych drzwiach suszarki przez cały czas trwania procesu. Jeżeli czas suszenia jest krótszy niż 14 godzin, należy ponownie sprawdzić wagę próbki, w celu stwierdzenia, czy jej masa jest stała. Masa próbki może być uznana za stałą, jeżeli po suszeniu przez kolejnych 60 minut zmiana masy wynosi mniej niż 0,05%.

Należy unikać trzymania tygli i naczynek wagowych, próbek lub odczynników gołymi rękami podczas operacji suszenia, chłodzenia i ważenia.

Należy suszyć próbki w naczynku wagowym bez przykrycia w suszarce. Po wysuszeniu należy zamknąć naczynko wagowe przed wyjęciem go z suszarki, a następnie przenieść je szybko do eksykatora.

Wysuszyć tygle filtracyjne w naczynku wagowym bez przykrycia w suszarce. Po wysuszeniu należy zamknąć naczynko przed wyjęciem go z suszarki, a następnie przenieść je szybko do eksykatora.

W przypadku gdy używa się innego sprzętu niż tygli filtracyjnych, operacje suszenia wykonuje się w suszarce, tak aby określić suchą masę włókien.

I.7.1.2. Chłodzenie

Wszystkie operacje chłodzenia prowadzi się w eksykatorze do czasu całkowitego schłodzenia, nie krócej niż 2 godziny.

I.7.1.3. Ważenie

Po schłodzeniu należy zważyć naczynka wagowe w czasie nie dłuższym niż 2 minuty od chwili wyjęcia

ich z eksykatora; ważyć należy z dokładnością do 0,0002 g.

1.7.2. Sposób postępowania

Z laboratoryjnej próbki badawczej poddanej obróbce wstępnej pobrać próbkę roboczą o masie co najmniej 1 g. Pociąć przędzie lub wyrób na odcinki o długości około 10 mm. Wysuszyć próbki robocze w naczynkach wagowych, schłodzić je w eksykatorze i zważyć. Następnie przenieść próbki do szklanych naczyń, a naczynka wagowe niezwłocznie zważyć. Suchą masę próbki uzyskuje się na podstawie różnicy mas; następnie dokończyć badanie w sposób opisany w odpowiedniej metodzie. Z badać pozostałości pod mikroskopem, aby sprawdzić, czy w procesie obróbki rzeczywiście usunięte zostało włókno/a rozpuszczalne.

1.8. Obliczanie i podawanie wyników

Masę każdego włókna składowego należy wyrazić w procentach całkowitej masy włókien obecnych w mieszance. Wyniki oblicza się w stosunku do suchej, czystej masy włókien, uwzględniając dodatki handlowe, oraz współczynników korygujących wyrażających ubytek masy substancji włóknistej poddanej obróbce wstępnej. Obliczenia przeprowadza się, korzystając z wzoru zamieszczonego w pkt 1.8.2.

1.8.1. Obliczanie zawartości (w %) masy czystych włókien w stanie suchym, bez uwzględnienia ubytku masy włókien podczas obróbki wstępnej.

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

- P_1 — zawartość procentowa składnika nierozpuszczalnego,
 r — masa suchej pozostałości po rozpuszczeniu, w gramach,
 d — współczynnik korygujący, uwzględniający ubytek masy składnika nierozpuszczonego w trakcie analizy,
 m — masa suchej próbki po obróbce wstępnej, w gramach.

Wartości liczbowe współczynnika korygującego (d) podane są przy odpowiednich metodach.

1.8.2. Obliczanie zawartości (w %) masy składnika nierozpuszczalnego, z uwzględnieniem dodatków oraz współczynników korygujących uwzględniających ubytek masy, jaki nastąpił w wyniku obróbki wstępnej.

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

- P_{1A} — zawartość procentowa składnika nierozpuszczalnego, z uwzględnieniem dodatków handlowych i ubytku masy, jaki nastąpił w wyniku obróbki wstępnej,
 P_1 — zawartość procentowa składnika nierozpuszczalnego, obliczona z zastosowaniem wzoru podanego w pkt. 1.8.1,

- a_1 — dodatek handlowy składnika nierozpuszczalnego, ustalony w załączniku nr 12 do rozporządzenia,
 a_2 — dodatek handlowy składnika rozpuszczalnego, ustalony w załączniku nr 12 do rozporządzenia,
 b_1 — ubytek masy składnika nierozpuszczalnego w wyniku obróbki wstępnej,
 b_2 — ubytek masy składnika rozpuszczalnego w wyniku obróbki wstępnej.

Zawartość procentowa składnika rozpuszczonego (P_{2A}) oblicza się w procentach według wzoru: $100 - P_{1A}$.

W przypadku gdy była stosowana specjalna metoda obróbki wstępnej, wartości b_1 i b_2 powinny być określone, jeżeli jest to możliwe, przez traktowanie w warunkach metody każdego składnika włóknistego w stanie czystym. Przez włókna czyste rozumie się włókna pozbawione wszystkich substancji niewłóknistych, z wyjątkiem substancji związanych z naturą włókna lub procesem wytwarzania, i występujące w stadium, w jakim występują w wyrobach poddawanych analizie (włókna surowe, bielone).

W przypadku gdy laboratorium nie dysponuje oddzielnymi czystymi włóknami występującymi w badanym wyrobie, przyjmuje się wartości średnie b_1 i b_2 uzyskane w badaniach przeprowadzonych na włóknach tego samego rodzaju, jak włókna wchodzące w skład mieszanki.

Jeżeli włókna zostały poddane obróbce wstępnej metodą ekstrakcji w eterze naftowym i wodzie, można w obliczeniach pominąć współczynniki b_1 i b_2 , z wyjątkiem: surowej bawełny, surowego lnu i surowych konopi, dla których ubytek masy przy usuwaniu substancji niewłóknistych wynosi 4%, oraz w przypadku włókien polipropylenowych, dla których przyjmuje się umownie ubytek masy 1%.

W przypadku innego rodzaju włókien przyjęto, że w obliczeniach nie będą uwzględniane ubytki powstałe w trakcie obróbki wstępnej.

II. Metoda rozdzielania ręcznego

II.1. Zakres stosowania

Metodę stosuje się do wszystkich rodzajów włókien tekstylnych, pod warunkiem że nie tworzą one jednorodnej mieszanki i możliwe jest ich ręczne rozdzielanie.

II.2. Zasada wyznaczania

Po dokonaniu identyfikacji włókien, w pierwszej kolejności usuwa się substancje niewłókniste przez odpowiednią obróbkę wstępną, a następnie włókna rozdziela się ręcznie, suszy się je, waży i kolejno obliczana jest procentowa zawartość każdego rodzaju włókna w mieszance.

II.3. Aparatura

II.3.1. Naczynko wagowe lub inny przyrząd o identycznym zastosowaniu.

II.3.2. Eksykator zawierający żel krzemionkowy zabarwiony wskaźnikiem.

II.3.3. Suszarka z wymuszonym obiegiem powietrza do suszenia próbek w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$

II.3.4. Waga analityczna o dokładności 0,0002 g.

II.3.5. Aparat Soxhleta lub inny dający identyczne wyniki.

II.3.6. Igła preparacyjna.

II.3.7. Skrętomierz lub inny podobny przyrząd.

II.4. Odczynniki

II.4.1. Eter naftowy redestylowany o temperaturze wrzenia $40\text{--}60^\circ\text{C}$.

II.4.2. Woda destylowana lub zdejonizowana.

II.5. Klimat do aklimatyzacji i badań

Jak w pkt I.4.

II.6. Laboratoryjna próbka badawcza

Jak w pkt I.5.

II.7. Obróbka wstępna laboratoryjnej próbki badawczej

Jak w pkt I.6.

II.8. Sposób postępowania

II.8.1. Analiza przędzy

Z laboratoryjnej próbki badawczej poddanej obróbce wstępnej pobrać próbkę roboczą o masie co najmniej 1 g. W przypadku bardzo cienkiej przędzy analizę można przeprowadzić na próbce o długości nie mniejszej niż 30 m, niezależnie od jej masy.

Przędzę pociąć na odcinki o odpowiedniej długości oraz oddzielić poszczególne rodzaje włókien za pomocą igły preparacyjnej i, o ile to będzie konieczne, skrętomierza. W ten sposób rozdzielone rodzaje włókien umieścić w zważonych uprzednio naczynkach wagowych i wysuszyć w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$ do stałej masy, tak jak zostało to opisane w pkt I.7.1 i I.7.2.

II.8.2. Analiza wyrobu włókienniczego

Z laboratoryjnej próbki badawczej, poddanej obróbce wstępnej, pobrać próbkę roboczą o masie nie mniejszej niż 1 g, bez krawki płaskiego wyrobu, ze starannie przyciętymi, niepostrzępionymi brzegami, tak aby nitki osnowy i/lub wątku przebiegały w stosunku do nich równoległe lub w przypadku dzianin — równoległe do rzędków i kolumnienek. Następnie rozdzielić różnego rodzaju przędze i umieścić je w uprzednio zważonych naczynkach wagowych, i postępować zgodnie z pkt II.8.1.

II.9. Obliczanie i podawanie wyników

Masę każdego ze składników należy wyrazić jako zawartość procentową całkowitej masy włókien w mieszance. Wyniki obliczyć na podstawie czystej suchej masy włókien, uwzględniając przeliczniki wartości umownych dodatków oraz współczynniki korygujące uwzględniające ubytki masy powstałe w czasie obróbki wstępnej.

II.9.1. Obliczanie zawartości procentowej masy czystego suchego włókna z pominięciem ubytków masy włókna podczas obróbki wstępnej:

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

P_1 — zawartość procentowa pierwszego czystego suchego składnika,

m_1 — masa pierwszego czystego suchego składnika,

m_2 — masa drugiego czystego suchego składnika.

II.9.2. Obliczanie zawartości każdego ze składników po uwzględnieniu dodatków handlowych i współczynników korygujących uwzględniających ubytek masy powstały w czasie obróbki wstępnej — jak w pkt I.8.2.

III. Dokładność

III.1. Dokładność metody

Stopień dokładności określony dla każdej metody analizy dwuskładnikowych mieszanek jest związany z odtwarzalnością metody.

Przez odtwarzalność rozumie się dokładność, to znaczy zgodność wartości liczbowych uzyskanych w wyniku badań prowadzonych w różnych laboratoriach, w różnym czasie, przez różnych laborantów przy zastosowaniu tej samej metody, otrzymując pojedyncze wyniki przy badaniu identycznej mieszanki.

Odtwarzalność określana jest przez granice przedziału ufności na poziomie ufności 95%. Rozumie się przez to, że różnice pomiędzy dwoma wynikami we wszystkich badaniach przeprowadzonych w różnych laboratoriach przekroczone zostały tylko w 5 przypadkach na 100, przy prawidłowym zastosowaniu metody w badaniu identycznej mieszanki.

III.2. Sprawozdanie z badań

III.2.1. Podać, że analiza została przeprowadzona z zastosowaniem określonej metody.

III.2.2. Podać szczegóły każdej specjalnej obróbki wstępnej — jak w pkt I.6.

III.2.3. Podać pojedyncze wyniki i ich średnią arytmetyczną z dokładnością do 0,1.

2. Metody szczegółowe

Tabela podsumowująca

Metoda	Zakres stosowania		Odczynnik
nr 1	włókno octanowe	niektóre inne włókna	aceton
nr 2	niektóre włókna białkowe	niektóre inne włókna	podchloryn
nr 3	włókno wiskozowe, miedziowe lub typy modalne	bawełna	kwasy mrówkowy i chlorek cynku
nr 4	włókno poliamidowe lub nylon	niektóre inne włókna	kwasy mrówkowy 80%
nr 5	włókno octanowe	włókna trójoctanowe	alkohol benzyłowy
nr 6	włókno trójoctanowe	niektóre inne włókna	dichlorometan
nr 7	niektóre włókna celulozowe	włókno poliestrowe	kwasy siarkowy 75%
nr 8	włókno akrylowe, niektóre włókna modakrylowe lub niektóre włókna chlorowe	niektóre inne włókna	dimetyloformamid
nr 9	niektóre włókna chlorowe	niektóre inne włókna	disiarczek węgla / aceton 55,5/44,5
nr 10	włókno octanowe	niektóre inne włókna	kwasy octowy lodowaty
nr 11	jedwab	włókna lub sierść	kwasy siarkowy 75%
nr 12	juta	niektóre włókna pochodzenia zwierzęcego	oznaczanie zawartości azotu
nr 13	włókno polipropylenowe	niektóre inne włókna	ksylen
nr 14	włókna chlorowe	niektóre inne włókna	stężony kwas siarkowy
nr 15	włókno chlorowe, niektóre włókna modakrylowe, niektóre włókna elastomerowe, włókno octanowe i trójoctanowe	niektóre inne włókna	cykloheksanon

METODA NR 1**Włókno octanowe i niektóre inne włókna
(metoda z zastosowaniem acetonu)****1. Zakres stosowania**

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) włókna octanowego

z

- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, lnem, konopiami, jutą, manilą, ostnicą, włóknem kokosowym, żarnowcem, ramią, sizalem, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem białkowym, włóknem wiskozowym, włóknem akrylowym, włóknem poliamidowym lub nylonem i włóknem poliestrowym.

Metody tej nie stosuje się do włókna octanowego zdeacetylowanego powierzchniowo.

2. Zasada metody

Włókna octanowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w acetonie. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchego włókna octanowego jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych — części 1)

3.1. Sprzęt

Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.2. Odczynnik

Aceton

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych (część 1), postępując w podany niżej sposób.

Do kolby stożkowej o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzonej w korek ze szlifem, w której znajduje się próbka robocza, dodać 100 ml acetonu na gram próbki, wstrząsnąć kolbą, pozostawić na 30 minut w temperaturze otoczenia, mieszając od czasu do czasu. Następnie zdekantować ciecz przez zważony tygiel filtracyjny.

Czynność tę należy powtórzyć jeszcze dwukrotnie (w sumie trzy ekstrakcje), ale każdorazowo tylko przez 15 minut, tak aby całkowity czas działania acetonu wynosił 1 godzinę. Pozostałość przenieść do tygla filtracyjnego. Pozostałości znajdujące się w tyglu filtracyjnym przemyć acetonem i odessać go. Tygiel filtracyjny napełnić ponownie acetonem, a następnie, nie odsysając, pozostawić, aż się przesączy.

Na koniec, obniżając ciśnienie, opróżnić tygiel, wysuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnej mieszanki materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

METODA NR 2**Niektóre włókna białkowe i niektóre inne włókna
(metoda z zastosowaniem podchlorynu)****1. Zakres stosowania**

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- 1) niektórych włókien białkowych, tzn. wełny, sierści zwierzęcej, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, jedwabiu, włókien białkowych

z

- 2) bawełną, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem chlorowym, włóknem poliamidowym lub nylonem, włóknem poliestrowym, włók-

nem polipropylenowym, włóknem elastomerowym i włóknem szklanym.

Jeżeli w mieszance występują różne włókna białkowe, to stosując tę metodę można określić ich całkowitą ilość, ale nie można określić zawartości procentowej każdego z tych włókien oddzielnie.

2. Zasada metody

Włókna białkowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w podchlorynie. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki,

wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchego włókna białkowego jest różnicą.

Aby przygotować roztwór podchlorynu, można użyć podchlorynu litu lub podchlorynu sodu.

Użycie podchlorynu litu jest wskazane wtedy, gdy liczba analiz do przeprowadzenia jest niewielka lub gdy analizy przeprowadzane są w dużych odstępach czasu. Podchloryn litu w stanie stałym posiada, w przeciwieństwie do podchlorynu sodu, praktycznie stałą zawartość podchlorynu. Jeżeli jest ona znana, nie jest potrzebne przeprowadzenie podczas każdej analizy kontroli jodometrycznej i można powtarzać próby, wykonywując stałą ilość podchlorynu litu.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności 250 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Termostat pozwalający na utrzymanie kolb w temperaturze $20 \pm 2^\circ\text{C}$.

3.2. Odczynniki

3.2.1. Odczynniki na bazie podchlorynu

a) Roztwór podchlorynu litu

Odczynnik ten to świeżo przygotowany roztwór, zawierający 35 ± 2 g/l (około 1M) czynnego chloru, do którego dodano $5 \pm 0,5$ g/l uprzednio rozpuszczonego wodorotlenku sodu. Aby go otrzymać, należy rozpuścić 100 g podchlorynu litu zawierającego 35% czynnego chloru (lub 115 g zawierającego 30% czynnego chloru) w ok. 700 ml wody. Dodać 5 g wodorotlenku sodu rozpuszczonego w ok. 200 ml wody i uzupełnić wodą do objętości 1 litra. W tak przygotowanym roztworze nie potrzeba przeprowadzać kontroli jodometrycznej.

b) Roztwór podchlorynu sodu

Odczynnik ten stanowi świeżo przygotowany roztwór, o zawartości 35 ± 2 g/l (około 1M) czynnego chloru, do którego dodano $5 \pm 0,5$ g/l uprzednio rozpuszczonego wodorotlenku sodu. Przed każdą analizą należy sprawdzić zawartość czynnego chloru w roztworze metodą jodometryczną.

3.2.2. Rozcieńczony kwas octowy

Uzupełnić wodą 5 ml lodowatego kwasu octowego do objętości 1 litra.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

W kolbie stożkowej o pojemności 250 ml umieścić 1 g próbki roboczej; dodać ok. 100 ml roztworu podchlorynu litu lub sodu. Energicznie wstrząsnąć w celu dobrego zwilżenia próbki.

Kolbę należy umieścić w termostacie o temperaturze 20°C na okres 40 minut. W tym czasie roztwór należy mieszać stale lub dość często, w stałych odstępach czasu. Znając charakter egzotermiczny procesu rozpuszczania wełny, ciepło reakcji wywołane w trakcie reakcji należy rozprowadzić i odprowadzić w sposób, który umożliwi uniknięcie wystąpienia błędów spowodowanych trawieniem nierozpuszczonych włókien.

Po 40 minutach zawartość kolby przefiltrować przez zważony szklany tygiel filtracyjny. W celu usunięcia obecnych jeszcze włókien kolbę przepłukać niewielką ilością podchlorynu i całość wlać do tygla filtracyjnego, i odessać. Pozostałości przemyć kolejno wodą, rozcieńczonym kwasem octowym, a następnie znowu wodą.

Po każdym dodaniu cieczy poczekać, aż ścieknie ona grawitacyjnie do kolby ssawkowej, i dopiero resztę odessać pod zmniejszonym ciśnieniem.

Na koniec, obniżając ciśnienie, opróżnić tygiel, wysuszyć tygiel z pozostałością, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Współczynnik korygujący d wynosi 1,00. Dla bawełny, włókna wiskozowego, włókna modalnego jego wartość wynosi 1,01, a dla niebielonej bawełny 1,03.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

METODA NR 3

Włókno wiskozowe, włókno miedziowe lub niektóre typy włókna modalnego i bawełny (metoda z zastosowaniem kwasu mrówkowego i chlorku cynku)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- 1) włókna wiskozowego lub włókna miedziowego, włącznie z niektórymi typami włókna modalnego
- z
- 2) bawełną.

Jeżeli stwierdzono obecność włókna modalnego, należy przeprowadzić wstępny test, aby sprawdzić, czy włókno to rozpuszcza się w odczynniku.

Metody tej nie stosuje się do mieszanek, w których bawełna uległa nadmiernemu rozkładowi chemicznemu. Nie stosuje się również, gdy włókno wiskozowe lub włókno miedziowe nie rozpuszczają się całkowicie z powodu obecności niektórych barwników lub apretur, które nie mogą być całkowicie usunięte.

2. Zasada metody

Włókna wiskozowe, włókna miedziowe lub modalne znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się za pomocą odczynnika zawierającego kwas mrówkowy i chlorek cynku. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa włókna wiskozowego, włókna miedziowego lub modalnego jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Termostat pozwalający na utrzymanie kolb w temperaturze $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

3.2. Odczynniki

3.2.1. Roztwór zawierający: 20 g bezwodnego chlorku cynku i 68 g bezwodnego kwasu mrówkowego uzupełnione do 100 g wodą lub 20 części wagowych bezwodnego chlorku cynku w 80 częściach wagowych 85% m/m kwasu mrówkowego.

Uwaga:

W tym miejscu należy zwrócić uwagę na punkt I.3.2.2 Zasad ogólnych nakazujący, aby wszystkie używane odczynniki były chemicznie czyste. Używany chlorek cynku powinien być bezwzględnie bezwodny.

3.2.2. Roztwór wodorotlenku amonu: rozcieńczyć wodą 20 ml stężonego roztworu amoniaku o gęstości względnej 0,880 w 20°C , do objętości 1 litra.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Próbkę roboczą umieścić w kolbie ogrzanej wcześniej do temperatury 40°C . Dodać roztworu kwasu mrówkowego i chlorku cynku ogrzanego wcześniej do temperatury 40°C w ilości 100 ml na każdy gram próbki. Zamknąć kolbę i energicznie wstrząsnąć. Utrzymać kolbę wraz z jej zawartością w temperaturze 40°C przez dwie i pół godziny, mieszając dwukrotnie w godzinnych odstępach czasu. Zawartość kolby przesączyć przez zważony tygiel filtracyjny. Pozostałe w kolbie włókna przenieść również do tygla za pomocą odczynnika i przemyć je 20 ml odczynnika.

Tygiel i pozostałości przemyć dokładnie wodą o temperaturze 40°C . Włókniste pozostałości przepłukać ok. 100 ml zimnego roztworu amoniaku, upewniając się, czy pozostałości te pozostawały przez 10 minut całkowicie zanurzone w roztworze¹⁾, następnie dokładnie wypłukać je zimną wodą.

Po każdym dodaniu cieczy poczekać, aż ścieknie ona grawitacyjnie do kolby ssawkowej, i dopiero resztę odessać pod zmniejszonym ciśnieniem. Na koniec odessać resztki roztworu płuczącego z tygla, wysuszyć go wraz z zawartością, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość *d* dla bawełny wynosi 1,02.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 2 dla poziomu ufności 95%.

¹⁾ Aby włókniste pozostałości pozostawały zanurzone przez 10 minut w roztworze amoniaku, można np. połączyć tygiel filtracyjny z zaworem kurkowym pozwalającym regulować przepływ amoniaku.

METODA NR 4

Włókno poliamidowe i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem 80% kwasu mrówkowego)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) włókna poliamidowego lub nylonu

z

2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, bawełną, włók-

nem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem wiskozowym, włóknem akrylowym, włóknem chlorowym, włóknem poliestrowym, włóknem polipropylenowym i włóknem szklanym.

Jak podano wyżej, metodę stosuje się do mieszanek zawierających wełnę, ale kiedy zawartość jej przekracza 25%, należy stosować metodę nr 2 (rozpuszczenie wełny w zasadowym roztworze podchlorynu sodu).

2. Zasada metody

Włókna poliamidowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w kwasie mrówkowym. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa włókna poliamidowego lub nylonu jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Termostat pozwalający na utrzymanie kolb w temperaturze $40 \pm 2^\circ\text{C}$.

3.2. Odczynniki

3.2.1. 80% m/m kwas mrówkowy, o gęstości względnej 1,186 w 20°C . Uzupelnic wodą 880 ml 90% m/m kwasu mrówkowego o gęstości względnej 1,204 w 20°C , do objętości 1 litra, lub też rozcieńczyć wodą 780 ml kwasu mrówkowego o stężeniu 98—100% m/m i gęstości względnej 1,220 w 20°C , do objętości 1 litra.

Stężenie kwasu mrówkowego mieszczące się w przedziale 77—83% jest stężeniem dopuszczalnym.

3.2.2. Rozcieńczony amoniak: rozcieńczyć wodą 80 ml stężonego roztworu amoniaku o gęstości względnej 0,880 w 20°C , do objętości 1 litra.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej umieszczonej w kolbie stożkowej o pojemności co najmniej 200 ml dodać 100 ml kwasu mrówkowego na gram próbki. Kolbę zamknąć korkiem i wstrząsnąć w celu zwilżenia próbki. Pozostawić na 15 minut w temperaturze otoczenia, od czasu do czasu mieszając. Zawartość kolby przefiltrować przez zważony tygiel filtracyjny. Wszystkie włókna przenieść do tygla, sflukując kolbę niewielką ilością kwasu mrówkowego. Opróżnić tygiel, odsysając, i zawartość przemyć kolejno kwasem mrówkowym, gorącą wodą, rozcieńczonym amoniakiem i w końcu zimną wodą. Po każdym dodaniu cieczy poczekać, aż ścieknie ona grawitacyjnie do kolby ssawkowej, i dopiero resztę odessać pod zmniejszonym ciśnieniem. Na koniec odessać resztki roztworu płuczącego z tygla, wysuszyć go wraz z zawartością, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufnosci wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufnosci 95%.

METODA NR 5

Włókno octanowe i trójoctanowe (metoda z zastosowaniem alkoholu benzylowego)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) włókna octanowego

z

2) włóknem trójoctanowym.

2. Zasada metody

Włókna octanowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w alkoholu benzylowym o temperaturze $52 \pm 2^\circ\text{C}$. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchego włókna octanowego jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Wytrząsarka.

3.1.3. Termostat pozwalający na utrzymanie kolby w temp. $52 \pm 2^\circ\text{C}$.

3.2. Odczynniki

3.2.1. Alkohol benzylowy.

3.2.2. Alkohol etylowy.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej znajdującej się w kolbie stożkowej dodać 100 ml alkoholu benzylowego na gram

próbki. Kolbę zamknąć korkiem, umocować w wytrząsarce, tak aby pozostała zanurzona w wodzie o temperaturze 52°C ($\pm 2^{\circ}\text{C}$), i wytrząsać 20 minut.

(Wytrząsanie mechaniczne można zastąpić energicznym wytrząsaniem ręcznym).

Zdekantować ciecz przez zważony tygiel filtracyjny. Do kolby dodać nową porcję alkoholu benzylowego i ponownie mieszać 20 minut w temperaturze $52\pm 2^{\circ}\text{C}$.

Zdekantować ciecz przez tygiel. Ten cykl zabiegów powtórzyć trzeci raz.

Na koniec wlać ciecz i pozostałości do tygla, przenieść tam również włókna, które mogły pozostać w kolbie, przemywając je alkoholem benzylowym o temperaturze $52\pm 2^{\circ}\text{C}$. Tygiel dokładnie opróżnić z cieczy.

Przenieść włókna do kolby, dodać alkohol etylowy; po ręcznym wymieszaniu zdekantować przez tygiel filtracyjny.

Czynność płukania powtórzyć dwa lub trzy razy. Pozostałości przenieść do tygla i dokładnie odessać. Wyszuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

METODA NR 6

Włókno trójocianowe i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem dichlorometanu)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- 1) włókna trójocianowego z
- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, bawełną, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem akrylowym, włóknem poliamidowym lub nylonem, włóknem poliestrowym i włóknem szklanym.

Uwaga:

Włókna trójocianowe, które uległy częściowej hydrolizie podczas obróbki końcowej, przestają być całkowicie rozpuszczalne. W tym przypadku metody tej nie stosuje się.

2. Zasada metody

Włókna trójocianowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w dichlorometanie. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchego włókna octanowego jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.2. Odczynniki

Dichlorometan.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności 200 ml zaopatrzonej w korek ze szlifem dodać 100 ml dichlorometanu na gram próbki. Kolbę zamknąć korkiem, wstrząsnąć i pozostawić na 30 minut w temperaturze otoczenia, mieszając w regularnych odstępach czasu. Następnie odcedzić ciecz przez zważony tygiel filtracyjny. Do kolby zawierającej pozostałości dodać 60 ml dichlorometanu, wymieszać i przesączyć przez tygiel filtracyjny. Przenieść pozostałości włókien do tygla, zmywając je niewielką ilością dichlorometanu. W celu wyeliminowania nadmiaru cieczy odessać ją, ponownie napełnić tygiel dichlorometanem i pozostawić, aż ciecz wycieknie pod własnym ciężarem.

Na zakończenie odessać nadmiar rozpuszczalnika. Aby usunąć go całkowicie z pozostałości włókien i tygla, należy zalać je wrzącą wodą, odessać, wysuszyć, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00, z wyjątkiem włókna poliestrowego, dla którego wartość d wynosi 1,01.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

METODA NR 7

**Niektóre włókna celulozowe i włókno poliestrowe
(metoda z zastosowaniem 75% kwasu siarkowego)**

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- 1) bawełny, lnu, konopi, ramii, włókna miedziowego, włókna modalnego, włókna wiskozowego

z

- 2) włóknem poliestrowym.

2. Zasada metody

Włókna celulozowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w 75% kwasie siarkowym. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchego włókna octanowego jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 500 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Termostat lub inne urządzenie pozwalające na utrzymanie kolby w temperaturze $50 \pm 5^\circ\text{C}$.

3.2. Odczynniki

3.2.1. $75 \pm 2\%$ kwas siarkowy (m/m)

Przygotować, ostrożnie dodając, z jednoczesnym chłodzeniem i mieszaniem, 700 ml kwasu siarkowego o gęstości względnej 1,84 w 20°C , do 350 ml wody. Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zawartość kolby uzupełnić do 1 litra.

3.2.2. Rozcieńczony roztwór amoniaku

Rozcieńczyć wodą 80 ml roztworu amoniaku, o gęstości względnej 0,880 w 20°C , do objętości 1 litra.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany poniżej sposób.

Do próbki roboczej znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności co najmniej 500 ml zaopatrzonej w korek ze szlifem dodać 200 ml 75% kwasu siarkowego na gram próbki. Kolbę zamknąć korkiem, po czym wstrząsnąć ostrożnie, aby zwilżyć próbkę analityczną. Utrzymywać kolbę 1 godzinę w temperaturze 50°C ($\pm 5^\circ\text{C}$), mieszając jej zawartość regularnie, co dziesięć minut. Przesączyć zawartość kolby przez zwężony tygiel filtracyjny pod zmniejszonym ciśnieniem. Przenieść pozostałości włókien do tygla, zmywając kolbę niewielką ilością 75% kwasu siarkowego. Opróżnić tygiel, odsysając, i przemyć pozostałości znajdujące się na powierzchni filtra, napełniając go świeżym 75% kwasem siarkowym. Nie odsysać, zanim pozostała po przemyciu ciecz nie wycieknie pod własnym ciężarem.

Pozostałości przemyć kilkakrotnie zimną wodą, dwa razy rozcieńczonym roztworem amoniaku, a następnie dokładnie ponownie zimną wodą, po każdej czynności opróżniając tygiel przez odessanie. Przed odsysaniem poczekać, aż każda część cieczy pozostałej po myciu wycieknie pod własnym ciężarem. Na koniec usunąć pozostałości cieczy, odsysając, wysuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

METODA NR 8

**Włókna akrylowe, niektóre włókna modakrylowe lub niektóre włókna chlorowe
i niektóre inne włókna
(metoda z zastosowaniem dimetyloformamidu)**

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- 1) włókien akrylowych, niektórych włókien modakrylowych lub niektórych włókien chlorowych¹⁾

z

- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem wiskozowym, włóknem poliamidowym lub nylonem i włóknem poliestrowym.

Stosuje się ją również do włókien akrylowych oraz niektórych włókien modakrylowych wybarwionych barwnikami metalokompleksowymi, niewymagającymi chromowania po barwieniu.

2. Zasada metody

Włókna akrylowe, niektóre włókna modakrylowe lub niektóre włókna chlorowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w dimetyloformamidzie w temperaturze wrzenia łaźni wodnej. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchych włókien akrylowych, włókien modakrylowych lub włókien chlorowych jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Łaźnia wodna o temperaturze wrzenia.

3.2. Odczynniki

Dimetyloformamid (temperatura wrzenia $153 \pm 1^\circ\text{C}$) niezawierający więcej niż 0,1% wody. Odczynnik ten jest toksyczny. W związku z tym zaleca się prowadzenie prac pod wyciągiem.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzonej w korek ze szlifem dodać 80 ml dimetyloformamidu na gram próbki. Rozpuszczalnik powinien być wstępnie ogrzany we wrzącej łaźni wodnej. Kolbę zamknąć korkiem i wstrząsnąć, aby zwilżyć próbkę analityczną.

Utrzymywać łaźnię wodną w stanie wrzenia przez 1 godzinę. W tym czasie, zachowując ostrożność, pięciokrotnie zamieszać kolbę wraz z jej zawartością.

Odsączyć ekstrakt przez zważony tygiel filtracyjny, pozostawiając włókna w kolbie stożkowej. Ponownie wlać do kolby 60 ml dimetyloformamidu i ogrzewać go 30 minut. W tym czasie, zachowując ostrożność, dwukrotnie zamieszać kolbę wraz z jej zawartością.

Odsysając, przesączyć zawartość kolby przez tygiel filtracyjny.

Przenieść pozostałości włókien do tygla, przemywając kolbę dimetyloformamidem. W celu usunięcia nadmiaru cieczy odessać ją. Pozostałości przemyć 1 litrem wody o temperaturze $70\text{--}80^\circ\text{C}$, przy czym tygiel każdorazowo wypełniać wodą. Po każdym dolaniu wody zastosować odsysanie, ale dopiero wtedy, gdy ciecz wycieknie pod własnym ciężarem. Jeżeli ciecz pozostała po myciu wycieka zbyt wolno, można ją delikatnie odessać.

Wysuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00, z wyjątkiem:

wełny:	1,01
bawełny:	1,01
włókna miedziowego:	1,01
włókna modalnego:	1,01
włókna poliestrowego:	1,01

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

¹⁾ Przed przystąpieniem do przeprowadzenia analizy należy sprawdzić rozpuszczalność włókien modakrylowych lub włókien chlorowych w dimetyloformamidzie.

METODA NR 9

Włókna chlorowe i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem mieszaniny disiarczku węgla i acetonu w stosunku 55,5 : 44,5)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- 1) niektórych włókien chlorowych, tzn. niektórych polichloroków winylu, dochlorowanych lub nie ¹⁾

z

- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem wiskozowym, włóknem akrylowym, włóknem poliamidowym lub nylonem, włóknem poliestrowym, włóknem szklanym.

Jeżeli zawartość wełny lub jedwabiu w mieszance przekracza 25%, należy stosować metodę nr 2. Jeżeli zawartość w mieszance włókna poliamidowego lub nylonu przekracza 25%, stosuje się metodę nr 4.

2. Zasada metody

Włókna chlorowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w mieszaninie azeotropowej disiarczku węgla i acetonu. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchych włókien polichlorku winylu jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Wytrząsarka.

3.2. Odczynniki

3.2.1. Mieszanina azeotropowa disiarczku węgla i acetonu (obj. 55,5% disiarczku węgla i 44,5% acetonu). Odczynnik ten jest toksyczny, dlatego zaleca się prowadzenie wszystkich prac pod wyciągiem.

3.2.2. 92% obj. alkohol etylowy lub alkohol metylo-

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzonej

w korek ze szlifem dodać 100 ml mieszaniny azeotropowej na gram próbki. Dobrze zamknąć kolbę i przez 20 minut wytrząsać w temperaturze otoczenia, używając wytrząsarki, ewentualnie wytrząsać ręcznie.

Powtórzyć tę czynność z 100 ml świeżego rozpuszczalnika. Kontynuować rozpuszczanie, dopóki kropla ekstraktu odparowana na szkiełku zegarkowym nie pozostawi resztek ekstrahowanego polimeru (włókna). Używając dodatkowej ilości rozpuszczalnika, przenieść pozostałości do tygla filtracyjnego. W celu usunięcia cieczy odessać ją, wypłukać tygiel i pozostałości 20 ml alkoholu, a następnie trzykrotnie wodą. Aby usunąć nadmiar cieczy, zastosować odsysanie, ale dopiero wtedy, gdy ciecz wycieknie pod własnym ciężarem. Wysuszyć tygiel z pozostałością, ostudzić i zważyć.

Uwaga:

Próbki niektórych mieszanek o wysokiej zawartości polichlorku winylu w trakcie suszenia kurczą się, co stanowi przeszkodę w ekstrahowaniu polichlorku winylu rozpuszczalnikiem. Kurczenie to nie przeszkadza jednak w całkowitym rozpuszczeniu polichlorku winylu.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

¹⁾ Przed przystąpieniem do przeprowadzenia analiz należy sprawdzić rozpuszczalność włókien chlorowych w odczynniku.

METODA NR 10

Włókno octanowe i niektóre włókna chlorowe (metoda z zastosowaniem lodowatego kwasu octowego)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) włókna octanowego

z

2) niektórymi włóknami chlorowymi, tzn. polichlorkiem winylu, dochlorowanymi lub nie.

2. Zasada

Włókna octanowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w lodowa-

tym kwasie octowym. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchych włókien polichlorku winylu jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Wytrząsarka.

3.2. Odczynniki

Kwas octowy lodowaty (ponad 99%).

Uwaga:

Odczynnik ten jest bardzo żrący, dlatego przy pracy należy zachować szczególną ostrożność.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzonej w korek ze szlifem dodać 100 ml lodowatego kwasu octowego na gram próbki. Dobrze zakorkować kolbę i przez 20 minut wytrząsać w temperaturze otoczenia, używając wytrząsarki; ewentualnie energicznie wytrząsać ręcznie. Przez zważony tygiel filtracyjny odcedzić ciecz znad osadu. Powtórzyć tę czynność dwukrotnie

z wykorzystaniem 100 ml świeżego rozpuszczalnika tak, aby przeprowadzone zostały w sumie trzy ekstrakcje. Przenieść pozostałości do tygla filtracyjnego. W celu usunięcia cieczy zastosować pompę próżniową, wypłukać tygiel i pozostałości, używając do tego 50 ml lodowatego kwasu octowego, a następnie trzykrotnie wypłukać go wodą. Po każdym spłukaniu zastosować odsysanie, ale dopiero wtedy, gdy ciecz wycieknie pod własnym ciężarem. Wysuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

METODA NR 11

Jedwab i wełna lub sierść zwierzęca (metoda z zastosowaniem 75% kwasu siarkowego)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) jedwabiu

z

2) wełną lub sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia.

2. Zasada metody

Włókna jedwabiu znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w 75% kwasie siarkowym¹⁾. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę wyraża się jako zawartość procentową suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchej masy jedwabiu jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.2. Odczynniki

3.2.1. 75 \pm 2% kwas siarkowy (m/m).

Przygotować, dodając, z zachowaniem ostrożności, przy jednoczesnym chłodzeniu i mieszaniu, 700 ml

kwasu siarkowego o gęstości względnej 1,84 w 20°C, do 350 ml wody destylowanej.

Po ochłodzeniu do temperatury pokojowej zawartość kolby uzupełnić wodą do 1 litra.

3.2.2. Rozcieńczony kwas siarkowy

Do 1 900 ml wody destylowanej powoli dodać, przy jednoczesnym chłodzeniu i mieszaniu, 100 ml kwasu siarkowego o gęstości względnej 1,84 w 20°C.

3.2.3. Rozcieńczony amoniak

200 ml stężonego amoniaku o gęstości względnej 0,880 w 20°C uzupełnić wodą do objętości 1 litra.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej znajdującej się w kolbie stożkowej o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzonej w korek ze szlifem dodać 100 ml 75% kwasu siarkowego na gram próbki. Zakryć korkiem. Energicznie wymieszać i pozostawić na 30 minut w temperaturze otoczenia. Ponownie wymieszać i pozostawić na 30 minut. Wymieszać po raz ostatni i przesączyć zawartość kolby przez zważony tygiel filtracyjny. Stosując 75% kwas siarkowy, przemyć ewentualnie pozostałe w kolbie włókna. Pozostałości w tyglu przepłukać kolejno: 50 ml rozcieńzonego kwasu siarkowego, 50 ml wody i 50 ml rozcieńzonego amoniaku. Za każdym razem przed odessaniem na około 10 minut pozostawić włókna

w kontakcie z cieczą. Na koniec pozostawić włókna w kontakcie z wodą na około 30 minut. W celu usunięcia nadmiaru cieczy odessać ją. Wysuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

¹⁾ Dzikie jedwabie, takie jak tussah, nie rozpuszczają się całkowicie w 75% kwasie siarkowym.

METODA NR 12

Juta i niektóre włókna pochodzenia zwierzęcego (metoda z oznaczaniem zawartości azotu)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) juty

z

2) niektórymi włóknami pochodzenia zwierzęcego.

Włókno pochodzenia zwierzęcego może zawierać jedynie sierść, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, lub wełnę, ewentualnie mieszaninę tych dwóch składników. Metody nie stosuje się do mieszanek włókien zawierających substancje niewłókniste zawierające azot (barwniki, wykończenia itp.).

2. Zasada metody

Określa się zawartość azotu w mieszaninie oraz na podstawie tych danych i znanej zawartości azotu dla obydwu składników oblicza się procentową zawartość każdego ze składników w mieszance.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba Kjeldahla o pojemności 200—300 ml.

3.1.2. Aparat Parnasa-Wagnera do destylacji z parą wodną.

3.1.3. Sprzęt do miareczkowania o dokładności 0,05 ml.

3.2. Odczynniki

3.2.1. Toluen.

3.2.2. Metanol.

3.2.3. Kwas siarkowy o gęstości względnej 1,84 w 20°C ¹⁾.

3.2.4. Siarczan potasu¹⁾.

3.2.5. Dwutlenek selenu¹⁾.

3.2.6. Roztwór wodorotlenku sodu (400 g/l)

W 400—500 ml wody rozpuścić 400 g wodorotlenku sodu i po ochłodzeniu do temperatury pokojowej uzupełnić wodą do objętości 1 litra.

3.2.7. Mieszanina wskaźników. Rozpuścić 0,1 g czerwieni metylowej w 95 ml etanolu i 5 ml wody, a następnie wymieszać ten roztwór z 0,5 g zieleni bromokrezolowej rozpuszczonej w 475 ml etanolu i 25 ml wody. Do celów praktycznych wystarczy przyrządzić 10 razy mniejszą ilość wskaźnika.

3.2.8. Roztwór kwasu borowego. W 1 l wody rozpuścić 20 g kwasu borowego.

3.2.9. Kwas siarkowy 0,02 N (sporządzić z odważki analitycznej).

4. Obróbka wstępna laboratoryjnej próbki badawczej

Wstępne przygotowanie opisane w Zasadach ogólnych zostaje zastąpione obróbką wstępną, którą podano niżej.

Laboratoryjną próbkę badawczą powietrznie suchą ekstrahować w aparacie Soxhleta mieszaniną jednej części objętościowej toluenu i trzech części objętościowych metanolu przez 4 godziny przy co najmniej pięciu cyklach na godzinę. Wyjąć próbkę i pozostawić na powietrzu do odparowania mieszaniny ekstrahującej, a następnie ogrzewać w suszarce o temp. $105 \pm 3^\circ\text{C}$ w celu pozbycia się jej śladów. Następnie próbkę ekstrahować wrzącą wodą (50 ml/g próbki) przez 30 minut pod chłodnicą zwrotną. Ekstrakt przesączyć, a próbkę zawrócić do kolby i powtórzyć ekstrakcję, używając takiej samej ilości wody. Odsączyć, usunąć z próbki nadmiar wody przez odciśnięcie, odessanie lub wirowanie i pozostawić do wyschnięcia na powietrzu.

Uwaga:

Toluen i metanol są związkami toksycznymi, dlatego należy je używać z zachowaniem należytej ostrożności.

5. Sposób postępowania

5.1. Instrukcje ogólne

Pobieranie, suszenie i ważenie próbki należy przeprowadzić zgodnie z instrukcjami przedstawionymi w Zasadach ogólnych.

5.2. Instrukcje szczegółowe

Do próbki roboczej o masie przynajmniej 1 g umieszczonej w kolbie Kjeldahla dodać w następującej kolejności: 2,5 g siarczanu potasu, 0,1—0,2 g dwutlenku selenu i 10 ml kwasu siarkowego (gęstość względna 1,84). Podgrzewać kolbę, na początku delikatnie, aż do całkowitego zniszczenia włókien, a następnie mocniej, aż roztwór stanie się klarowny i praktycznie bezbarwny. Podgrzewać przez dalsze 15 minut. Pozostawić kolbę do ostygnięcia, z zachowaniem ostrożności rozcieńczyć jej zawartość 10—20 ml wody, ochłodzić, przelać zawartość ilościowo do kolby miarowej o pojemności 200 ml i w celu uzyskania roztworu analitycznego uzupełnić jej zawartość wodą do kreski.

Do kolby stożkowej o pojemności 100 ml wlać około 20 ml roztworu kwasu borowego. Kolbę umieścić pod chłodnicą aparatu destylacyjnego Parnasa-Wagnera tak, aby wylot chłodnicy pozostawał zanurzony dokładnie pod powierzchnią roztworu kwasu borowego. Odmierzyć pipetą 10 ml roztworu analitycznego i wlać do kolby destylacyjnej. Do lejka nalać co najmniej 5 ml roztworu wodorotlenku sodowego, lekko uchylić korek i pozwolić cieczy spokojnie spłynąć do kolby. Jeżeli roztwór analityczny i roztwór wodorotlenku sodu tworzą dwie oddzielne warstwy, należy je ostrożnie zmieszać. Lekko podgrzać kolbę destylacyjną i przepuszczać przez mieszaninę parę pochodzącą z generatora. Zebrać około 20 ml destylatu, obniżyć kolbę stożkową, tak aby koniec rury wylotowej chłodnicy znajdował się w odległości ok. 20 mm ponad powierzchnią cieczy, i destylować jeszcze przez minutę. Spłukać wylot chłodnicy wodą również do kolby stożkowej. Wymienić kolbę stożkową z destylatem i popłuczynami na inną kolbę stożkową zawierającą około 10 ml roztworu kwasu borowego i zebrać do niej następną porcję destylatu (około 10 ml).

Miareczkować oddzielnie obydwa destylaty kwasem siarkowym 0,02 N, wobec mieszaniny wskaźników. Odnotować wyniki miareczkowania dla obydwu

destylatów. Jeżeli dla drugiego destylatu uzyskano wynik wyższy od 0,2 ml, należy powtórzyć próbę i ponownie rozpocząć proces destylacji innej współmiernej porcji roztworu analitycznego.

Przeprowadzić próbę ślepa, poddając odczynniki trawieniu i destylacji.

6. Obliczanie i podawanie wyników

6.1. Procentową zawartość azotu w wysuszonej próbce oblicza się w następujący sposób:

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

- A(%) — procentowa zawartość azotu w suchej i czystej próbce,
 V — całkowita objętość kwasu siarkowego (w ml) użytego podczas miareczkowania destylatu,
 b — całkowita objętość kwasu siarkowego (w ml) użytego podczas miareczkowania próby ślepej,
 N — normalność użytego kwasu siarkowego,
 W — masa próbki analitycznej (w gramach) w stanie suchym.

6.2. Przyjmując wartość 0,22% dla zawartości azotu w jucie i 16,2% dla zawartości we włóknach pochodzenia zwierzęcego (przy czym te dwie wartości procentowe określone są na podstawie masy włókien w stanie suchym), obliczyć skład mieszaniny, korzystając z następującego wzoru:

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

PA(%) — zawartość procentowa włókien pochodzenia zwierzęcego w czystej i suchej próbce.

7. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

1) Odczynniki te nie powinny zawierać azotu.

METODA NR 13

**Włókna polipropylenowe i niektóre inne włókna
(metoda z zastosowaniem ksylenu)**

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) włókna polipropylenowe

z

2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, jedwabiem, ba-

wetną, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem trójoctanowym, włóknem wiskozywym, włóknem akrylowym, włóknem poliamidowym lub nylonem, włóknem poliestrowym i włóknem szklanym.

2. Zasada metody

Włókno polipropylenowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się we wrzącym ksylenie. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę po wprowadzeniu ewentualnej poprawki wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchego włókna polipropylenowego jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Chłodnica zwrotna (odpowiednia do cieczy o wysokiej temperaturze wrzenia i dająca się połączyć z ww. kolbą stożkową).

3.2. Odczynniki

Ksylen destylujący w temperaturze 137—142°C.

Uwaga:

Odczynnik ten jest wysoce łatwo palny i uwalnia toksyczne pary. Używając go, należy zachować szczególną ostrożność.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, postępując w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej umieszczonej w kolbie stożkowej dodać 100 ml ksylenu na gram próbki. Połączyć

chłodnicę z kolbą, doprowadzić ksylen do wrzenia i utrzymywać w tym stanie 3 minuty. Gorący ekstrakt precedzić natychmiast przez zważony tygiel filtracyjny. Tygiel filtracyjny, przez który precedza się ksylen, powinien być przedtem ogrzany. Powtórzyć tę czynność jeszcze dwukrotnie, za każdym razem używając 50 ml świeżego rozpuszczalnika.

Wymyć pozostałe w kolbie pozostałości 30 ml wrzącego ksylenu (dwukrotnie), a następnie dwa razy 75 ml eteru naftowego (I.3.2.1 Zasad ogólnych). Po czynnościach, w których używa się wrzącego ksylenu, należy kolbę z pozostałościami ochłodzić do temperatury pokojowej przed waniem do niej eteru naftowego. Po drugim myciu eterem naftowym zawartość kolby przefiltrować przez tygiel filtracyjny, a pozostałości włókien przenieść do tygla za pomocą niewielkiej dodatkowej ilości eteru. Następnie odessać go i pozostawić do odparowania na powietrzu. Wysuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

Uwagi:

Aby ograniczyć zagrożenie wystąpienia pożaru i zatrucia osób wykonujących oznaczenie, można użyć odpowiedniej aparatury ekstrakcyjnej i właściwego trybu postępowania, w wyniku których zastosowania uzyskuje się identyczne wyniki doświadczenia.¹⁾

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

¹⁾ Patrz np. aparatura opisana w „Meilland Textilberichte” 56 (1975) str. 643—645.

METODA NR 14

Włókna chlorowe (na bazie monomeru chlorku winylu) i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem stężonego kwasu siarkowego)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

- 1) włókien chlorowych na bazie monomeru chlorku winylu (dochlorowanego lub nie)

z

- 2) bawełną, włóknem octanowym, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem wiskozywym, niektórymi włóknami akrylowymi, niektóry-

mi włóknami modakrylowymi, włóknem poliamidowym lub nylonem i włóknem poliestrowym.

Włókna modakrylowe są włóknami, które zanurzone w stężonym kwasie siarkowym (gęstość względna 1,84 w 20°C) tworzą przezroczysty roztwór.

Metoda ta może być stosowana w szczególności zamiast metod nr 8 i nr 9.

2. Zasada metody

Włókna, o których mowa wyżej w pkt 1.2, znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym roz-

puszcza się w stężonym kwasie siarkowym (gęstość względna 1,84 w 20°C). Pozostałości włókna chlorowego zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa drugiego składnika jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Kolba stożkowa o pojemności co najmniej 200 ml zaopatrzona w korek ze szlifem.

3.1.2. Bagietka szklana z płaskim zakończeniem.

3.2. Odczynniki

3.2.1. Stężony kwas siarkowy o gęstości względnej 1,84 w 20°C.

3.2.2. Około 50% (m/m) kwas siarkowy.

Aby przygotować ten odczynnik, do 500 ml należy dodać ostrożnie 400 ml stężonego kwasu siarkowego (gęstość względna 1,84 w 20°C). Wykonując tę czynność, naczynie powinno się chłodzić, a jego zawartość mieszać. Po ochłodzeniu roztworu do temperatury otoczenia, należy uzupełnić go wodą do objętości 1 litra.

3.2.3. Amoniak, roztwór rozcieńczony

Rozcieńczyć wodą 60 ml stężonego amoniaku (gęstość względna 0,880 w 20°C) do objętości 1 litra.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, a następnie postępować w podany niżej sposób.

Do próbki roboczej umieszczonej w kolbie stożkowej dodać 100 ml stężonego kwasu siarkowego na gram próbki i, mieszając od czasu do czasu szklaną bagietką, pozostawić na 10 minut w temperaturze pokojowej. W przypadku tkaniny lub dzianiny, należy je umieścić pomiędzy ścianką a szklaną bagietką i, lekko naciskając, oddzielać materiał rozpuszczony w kwasie siarkowym.

Zdekantować ciecz przez zważony tygiel filtracyjny. Do kolby wlać świeżą porcję 100 ml stężonego kwasu siarkowego i powtórzyć tę samą czynność. Przebrać zawartość kolby do tygla i umieścić w nim za pomocą bagietki pozostałości włókien. O ile okaże się to konieczne, dodać do kolby niewielką ilość stężonego kwasu siarkowego, aby usunąć resztki włókien przylegających do ścianek, i odessać je. Wylać filtrat z kolby ssawkowej lub wymienić kolbę na inną, a następnie płukać pozostałości w tyglu, kolejno: 50% roztworem kwasu siarkowego, wodą, rozcieńczonym roztworem amoniaku, a na końcu dokładnie przemyć wodą. Po każdym dodaniu cieczy dokładnie opróżnić tygiel, odsysając. Odsysania nie stosować w trakcie mycia, ale dopiero wtedy, gdy ciecz wycieknie pod własnym ciężarem.

Wysuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

METODA NR 15

Włókna chlorowe, niektóre modakrylowe, niektóre elastomerowe, octanowe, trójoctanowe i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem cykloheksanonu)

1. Zakres stosowania

Niniejszą metodę stosuje się, po usunięciu substancji niewłóknistych, do mieszanek dwuskładnikowych:

1) włókna octanowe, włókna trójoctanowe, włókien chlorowych, włókien modakrylowych i niektórych włókien elastomerowych

z

2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 8 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, włóknem miedziowym, włóknem modalnym, włóknem wiskozowym, włóknem poliamido-

wym lub nylonem, włóknem akrylowym, włóknem szklanym.

Jeżeli stwierdzono obecność włókna modakrylowego lub włókna elastomerowego, to w celu stwierdzenia, czy włókno jest całkowicie rozpuszczalne w odczynniku, należy przeprowadzić próbę wstępną.

Do analizy mieszanek zawierających włókna chlorowe można stosować również metodę nr 9 lub metodę nr 14.

2. Zasada metody

Włókna octanowe, trójoctanowe, chlorowe, niektóre włókna modakrylowe, niektóre włókna elastomero-

we rozpuszcza się, ekstrahując je cykloheksanem w temperaturze zbliżonej do temperatury wrzenia. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę wyraża się jako zawartość procentową suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchej masy włókna chlorowego, modakrylowego, włókna elastomerowego, włókna octanowego, włókna trójoctanowego jest różnicą.

3. Sprzęt i odczynniki (inne niż opisane w Zasadach ogólnych)

3.1. Sprzęt

3.1.1. Aparat ekstrakcyjny pozwalający na wykonanie analizy zgodnie ze sposobem postępowania przewidzianym w punkcie 4.¹⁾

3.1.2. Tygiel filtracyjny z przegrodą porowatą o porowatości 1 do umieszczenia próbki.

3.1.3. Przegroda porowata, o porowatości 1.

3.1.4. Chłodnica zwrotna do połączenia z aparatem ekstrakcyjnym.

3.1.5. Urządzenie grzewcze.

3.2. Odczynniki

3.2.1. Cykloheksanon, o temperaturze wrzenia 156°C.

3.2.2. 50% obj. alkohol etylowy.

Uwaga:

Cykloheksanon jest substancją łatwo palną i toksyczną; używając go, należy stosować odpowiednie środki ochronne.

4. Sposób postępowania

Stosować procedurę opisaną w Zasadach ogólnych, a następnie postępować w podany niżej sposób.

Do kolby destylacyjnej wlać 100 ml cykloheksanonu na gram próbki i połączyć ją z aparatem ekstrakcyjnym, w którym umieszczono uprzednio zbiornik ekstrakcyjny z tygłem filtracyjnym z próbką roboczą, przykryty nachyloną przegrodą porowatą. Umieścić chłodnicę zwrotną. Doprowadzić do wrzenia i kontynuować ekstrakcję przez 60 minut z maksymalną szybkością 12 cykli na godzinę. Po przeprowadzeniu ekstrakcji i ostudzeniu wyjąć zbiornik ekstrakcyjny, a z niego tygiel filtracyjny, z którego zdjąć przegrodę porowatą. Trzy lub cztery razy przemyć zawartość tygla filtracyjnego 50% alkoholem etylowym, wstępnie ogrzanym do temperatury 60°C, a następnie 1 l wody o temperaturze 60°C.

W trakcie i między każdym myciem nie stosować odsysania, ale pozwolić, aby rozpuszczalnik wyciekł pod własnym ciężarem, i dopiero resztę odessać.

Wysuszyć tygiel z pozostałością, ostudzić i zważyć.

5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość d wynosi 1,00, z wyjątkiem: jedwabiu, dla którego wynosi 1,01, i włókna akrylowego, dla którego wynosi 0,98.

6. Dokładność metody

Dla jednorodnych mieszanek materiałów włókienniczych granice ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają ± 1 dla poziomu ufności 95%.

¹⁾ Patrz np. aparatura opisana w „Meilland Textilberichte” 56 (1975) str. 643—645.

METODY PRZEPROWADZANIA ANALIZY ILOŚCIOWEJ TRÓJSKŁADNIKOWYCH MIESZANEK WŁÓKIEN TEKSTYLNYCH

Część 1. Zasady ogólne

Wprowadzenie

Metoda analizy ilościowej trójskładnikowych mieszanek włókien polega na ręcznym lub chemicznym rozdzielaniu różnych rodzajów włókien.

Metoda ręcznego rozdzielania powinna być stosowana w każdym przypadku, gdy jest to możliwe, ponieważ daje ona zwykle bardziej wiarygodne wyniki niż metoda chemiczna. Może być ona stosowana w odniesieniu do wszystkich produktów włókienniczych, w których włókna wchodzące w ich skład nie tworzą jednorodnej mieszanki, tak jak np. w przypadku nitek złożonych z kilku przędz, z których każda utworzona jest z jednego rodzaju włókien lub tkaniny, w których osnowę tworzy inny rodzaj przędzy niż wątek, lub na przykład wyroby dziane z różnych rodzajów przędz.

Metoda ilościowej analizy chemicznej mieszanki włókien tekstylnych opiera się w zasadzie na selektywnym rozpuszczaniu poszczególnych składników tej mieszanki. Występują cztery możliwe warianty tej metody:

1. Badania należy przeprowadzić równolegle na dwóch próbkach roboczych. Składnik (A) rozpuścić z pierwszej próbki, a inny składnik (B) z drugiej próbki. Nierozpuszczone pozostałości każdej z próbek zważyć i obliczyć zawartość procentową każdego z dwóch rozpuszczonych składników na podstawie poszczególnych ubytków masy. Udział procentowy trzeciego składnika (C) obliczyć na podstawie różnicy.

2. Badania należy przeprowadzić równolegle na dwóch próbkach roboczych. Składnik (A) rozpuścić z pierwszej próbki, a dwa składniki (A i B) z drugiej próbki. Nierozpuszczoną pozostałość z pierwszej próbki zważyć i obliczyć udział procentowy składnika (A) na podstawie ubytku masy. Nierozpuszczoną pozostałość z drugiej próbki zważyć; jego masa odpowiada masie składnika (C). Udział procentowy trzeciego składnika (B) obliczyć na podstawie różnicy.

3. Badania należy przeprowadzić równolegle na dwóch próbkach roboczych. Dwa składniki (A i B) rozpuścić z pierwszej próbki, a dwa składniki (B i C) z drugiej próbki. Nierozpuszczona pozostałość odpowiada dwóm składnikom (C) i (A). Zawartość procentową trzeciego składnika (B) obliczyć na podstawie różnicy.

4. Badania należy przeprowadzić równolegle na dwóch próbkach roboczych. Po usunięciu (rozpuszczeniu) jednego ze składników zważyć nierozpuszczoną pozostałość pochodzącą z dwóch innych włókien, a zawartość procentową trzeciego składnika obliczyć na podstawie ubytku masy. Następnie rozpuścić jedno z dwóch włókien zawartych w pozostałości i zważyć nierozpuszczony składnik. Zawartość procentową dru-

giego rozpuszczonego składnika obliczyć na podstawie ubytku masy.

Jeżeli istnieje możliwość wyboru, zaleca się stosowanie jednego z trzech pierwszych wariantów.

W przypadku gdy stosowana jest analiza chemiczna, pracownik odpowiedzialny za analizę musi starannie dobrać metodę i posługiwać się takimi rozpuszczalnikami, które rozpuszczają tylko właściwe włókno(a), pozostawiając inne włókno w stanie nienaruszonym.

Dla przykładu w części 3 niniejszego załącznika podano tabelę zawierającą różne rodzaje trójskładnikowych mieszanek włókien, a także metody analizy dwuskładnikowych mieszanek włókien, które mogą w zasadzie być używane do analizy trójskładnikowych mieszanek włókien.

W celu ograniczenia do minimum możliwości wystąpienia błędów zaleca się, gdziekolwiek jest to możliwe, stosowanie w przypadku analizy chemicznej przynajmniej dwóch z wyżej wymienionych czterech wariantów.

Mieszanki włókien lub gotowe wyroby mogą zawierać substancje niewłókniste, takie jak tłuszcze, parafiny lub klejonki, lub substancje rozpuszczalne w wodzie, zarówno pochodzenia naturalnego, jak i dodane celem usprawnienia procesu. Substancje niewłókniste muszą zostać usunięte przed rozpoczęciem analizy. Z tego powodu podano również metodę obróbki wstępnej służącą do usunięcia olejów, tłuszczów, parafin oraz substancji rozpuszczalnych w wodzie.

Wyroby włókiennicze mogą dodatkowo zawierać żywicę lub inne substancje dodane w celu nadania specyficznych właściwości. Taka substancja, którą może być w wyjątkowych przypadkach barwnik, może zakłócać działanie odczynnika na składniki rozpuszczalne oraz/lub może zostać częściowo lub całkowicie usunięta przez odczynniki. Dodana substancja może spowodować błędy, a więc powinna być ona usunięta przed przystąpieniem do analizy badanej próbki. Jeżeli usunięcie jej nie jest możliwe, nie można stosować ilościowej analizy chemicznej przedstawionej w części 3 niniejszego załącznika.

Barwnik obecny we włóknach wybarwionych jest uznawany za integralną część włókna i nie podlega usunięciu.

Wyniki analiz odnosi się do suchej masy próbki, stosując odpowiednią metodę.

Wynik uzyskuje się przez uwzględnienie w suchej masie każdego z włókien dodatków handlowych podanych w załączniku nr 12 do rozporządzenia.

Przed rozpoczęciem każdej z analiz należy zidentyfikować wszystkie włókna występujące w mieszance. W niektórych metodach chemicznych nierozpuszczalny składnik mieszanki może ulec częściowemu rozpuszczeniu w odczynniku stosowanym do rozpuszczenia innego składnika. Jeżeli istnieje takie niebezpieczeństwo, należy dobierać odczynniki mające mały wpływ lub też niewywierające żadnego wpływu na włókna nierozpuszczane. Jeżeli w trakcie analizy zostanie stwierdzony ubytek masy, należy skorygować wyniki analizy; w tym celu podano współczynniki korygujące. Współczynniki te zostały określone w różnych laboratoriach w wyniku pracy z zastosowaniem odpowiedniego odczynnika, jak to podano w metodach analizy włókien oczyszczonych w obróbce wstępnej. Współczynniki korygujące stosuje się wyłącznie do włókien niezdegradowanych, inne współczynniki mogą okazać się niezbędne w przypadku, gdy włókna zostały zniszczone przed lub w trakcie procesu. Jeżeli musi zostać zastosowany wariant czwarty, w którym włókno poddaje się kolejnemu działaniu dwóch różnych rozpuszczalników, muszą zostać zastosowane współczynniki korygujące dla obu możliwych ubytków mas, na jakie było narażone włókno w czasie dwóch obróbek. Należy dokonać przynajmniej dwóch oznaczeń, zarówno w przypadku rozdzielania ręcznego, jak i chemicznego.

W sprawozdaniu z badań laboratorium powinno podawać wszystkie informacje, o których mowa w rozdziale V załącznika.

Rozdział I: Metody analizy chemicznej

Informacje odnoszące się do wszystkich metod, które stosuje się w celu przeprowadzenia ilościowej analizy trójskładnikowych mieszanek włókien przednich.

I.1. Zakres stosowania

Zakres stosowania każdej metody analitycznej dwuskładnikowych mieszanek włókien określa, do jakich trójskładnikowych włókien stosuje się daną metodę (patrz załącznik nr 10 do rozporządzenia).

I.2. Zasada wyznaczania

Po zidentyfikowaniu składników mieszanki substancje niewłókniste usuwa się w odpowiedniej obróbce wstępnej, a następnie stosuje się jeden lub kilka z czterech wariantów procesu selektywnego rozpuszczania opisanych we wprowadzeniu. Z wyjątkiem sytuacji, gdy stwarza to trudności techniczne, zaleca się rozpuszczanie głównego składnika włóknistego w taki sposób, aby otrzymać jako pozostałość ten składnik włóknisty, którego ilość jest najmniejsza.

I.3. Aparatura i odczynniki

I.3.1. Aparatura

I.3.1.1. Tygłe filtracyjne oraz naczynka wagowe dostatecznie duże, aby pomieścić te tygłe, albo każdy inny sprzęt dający identyczne wyniki.

I.3.1.2. Kolba ssawkowa.

I.3.1.3. Eksykator zawierający żel krzemionkowy zabarwiony wskaźnikiem.

I.3.1.4. Suszarka z wymuszonym obiegiem powietrza do suszenia próbek w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$.

I.3.1.5. Waga analityczna o dokładności do 0,0002 g.

I.3.1.6. Aparat Soxhleta lub inny dający identyczne wyniki.

I.3.2. Odczynniki

I.3.2.1. Eter naftowy redestylowany o temperaturze wrzenia w zakresie od 40 do 60°C .

I.3.2.2. Inne odczynniki wymienione zostały w odpowiednich częściach tekstu dotyczącego danej metody. Wszystkie stosowane odczynniki powinny być chemicznie czyste.

I.3.2.3. Woda destylowana lub dejonizowana.

I.4. Klimat do aklimatyzacji i badań

Ponieważ określa się suche masy, nie jest konieczne klimatyzowanie próbek lub przeprowadzanie analiz w klimatyzowanej atmosferze.

I.5. Laboratoryjna próbka badawcza

Pobrać reprezentatywną laboratoryjną próbkę badawczą o masie co najmniej 1 g.

I.6. Obróbka wstępna laboratoryjnej próbki badawczej

W przypadku gdy w mieszance występują substancje, które zgodnie z pkt 4 załącznika nr 7 do rozporządzenia nie zostają uwzględniane w obliczeniach składu próbki, należy je najpierw usunąć, stosując odpowiednią metodę, która nie uszkadza żadnego z włókien składowych.

W tym celu substancje niewłókniste mogą być ekstrahowane za pomocą eteru naftowego i wody przez obróbkę wysuszonej powietrzem laboratoryjnej próbki badawczej w aparacie Soxhleta za pomocą eteru naftowego przez jedną godzinę przy minimum 6 cyklach na godzinę. Należy pozwolić, aby eter naftowy odparował z próbki, która będzie następnie ekstrahowana wodą przez moczenie przez jedną godzinę w temperaturze pokojowej i kolejno moczenie przez następną godzinę w temperaturze $65 \pm 5^\circ\text{C}$, okresowo mieszając zawartość naczynia, przy czym stosunek masy próbka/woda powinien wynosić 1:100. Nadmiar wody należy usuwać z próbki przez wyciśnięcie, odsysanie lub odwirowanie, a następnie pozostawić próbkę do wyschnięcia na powietrzu.

Jeżeli substancja niewłóknista nie może zostać wyekstrahowana za pomocą eteru naftowego i wody, na-

leży ją usunąć przez zastąpienie metody wodnej opisaną powyżej odpowiednią metodą, która nie zmienia w istotny sposób żadnego ze składników. Jednakże w przypadku niektórych surowych naturalnych włókien roślinnych (na przykład juty, włókien kokosowych) należy zaznaczyć, że zwykła obróbka wstępna przy użyciu eteru naftowego i wody nie usuwa wszystkich naturalnych substancji niewłóknistych. Pomimo tego nie stosuje się dodatkowej obróbki wstępnej, jeżeli próbka zawiera apretury nierozpuszczalne zarówno w wodzie, jak i w eterze naftowym.

Raporty z analiz powinny zawierać pełną informację na temat metod użytych w obróbce wstępnej.

I.7. Wyznaczanie

I.7.1. Uwagi ogólne

I.7.1.1. Suszenie

Wszystkie operacje suszenia przeprowadza się przez czas nie krótszy niż 4 godziny i nie dłuższy niż 16 godzin w temperaturze $105 \pm 3^\circ\text{C}$, w suszarce z wymuszonym obiegiem powietrza przy zamkniętych drzwiach suszarki przez cały czas trwania procesu. Jeżeli czas suszenia jest krótszy niż 14 godzin, należy ponownie sprawdzić wagę próbki, w celu stwierdzenia, czy jej masa jest stała. Masa próbki może być uznana za stałą, jeżeli po suszeniu przez kolejnych 60 minut zmiana masy wynosi mniej niż 0,05%.

Należy unikać trzymania tygli i naczynek wagowych, próbek lub odczynników gołymi rękami podczas operacji suszenia, chłodzenia i ważenia.

Należy suszyć próbki w naczynku wagowym bez przykrycia w suszarce. Po wysuszeniu należy zamknąć naczynko wagowe przed wyjęciem go z suszarki, a następnie przenieść je szybko do eksykatora.

Wysuszyć tygle filtracyjne w naczynku wagowym bez przykrycia w suszarce. Po wysuszeniu należy zamknąć naczynko przed wyjęciem go z suszarki, a następnie przenieść je szybko do eksykatora.

W przypadku gdy używa się innego sprzętu niż tygle filtracyjne, operacje suszenia wykonuje się w suszarce, tak aby określić suchą masę włókien.

I.7.1.2. Chłodzenie

Wszystkie operacje chłodzenia prowadzić w eksykatorze, umieszczonym poza wagą, do czasu całkowitego schłodzenia, nie krócej niż 2 godziny.

I.7.1.3. Ważenie

Po schłodzeniu należy zważyć naczynka wagowe w czasie nie dłuższym niż 2 minuty od chwili wyjęcia ich z eksykatora; ważyć należy z dokładnością do 0,0002 g.

I.7.2. Sposób postępowania

Z laboratoryjnej próbki badawczej poddanej obróbce wstępnej pobrać próbkę roboczą o masie co najmniej 1 g. Pociąć przędzę lub wyrób na odcinki o dłu-

gości około 10 mm. Wysuszyć próbki robocze w naczynkach wagowych, schłodzić je w eksykatorze i zważyć. Następnie przenieść próbki do szklanych naczyń, a naczynka wagowe niezwłocznie zważyć. Suchą masę próbki uzyskuje się na podstawie różnicy mas; następnie dokończyć badanie w sposób opisany w odpowiedniej metodzie. Z badać pozostałość pod mikroskopem, aby sprawdzić, czy w procesie obróbki rzeczywiście usunięte zostało włókno(a) rozpuszczalne.

I.8. Obliczanie i wyrażanie wyników

Masę każdego włókna składowego należy wyrazić jako zawartość procentową całkowitej masy włókien w mieszance. Wyniki obliczyć na podstawie czystej suchej masy każdego z włókien, uwzględniając wartości dodatków handlowych oraz współczynniki korygujące, uwzględniające ubytki masy powstałe w czasie obróbki wstępnej wyrobu.

I.8.1. Obliczanie zawartości procentowej masy czystych włókien w stanie suchym, bez uwzględnienia utraty masy włókien podczas wstępnego przygotowania.

Uwaga:

We wszystkich wariantach tego obliczania wartości współczynników korygujących d podane są w częściach odnoszących się do metod, o których mowa w załączniku nr 10 do rozporządzenia. Jeżeli jest to możliwe, współczynnik d_3 powinien zostać określony wcześniej na podstawie doświadczeń.

I.8.1.1. Wariant 1

W przypadku gdy jeden ze składników mieszanki jest eliminowany z jednej z próbek roboczych, a drugi składnik z drugiej próbki roboczej, stosuje się wzory:

$$P_1 = \left[\frac{d_2}{d_1} - d_2 \cdot \frac{r_1}{m_1} + \frac{r_2}{m_2} \cdot \left(1 - \frac{d_2}{d_1} \right) \right] \cdot 100\%$$

$$P_2 = \left[\frac{d_4}{d_3} - d_4 \cdot \frac{r_2}{m_3} + \frac{r_1}{m_1} \cdot \left(1 - \frac{d_4}{d_3} \right) \right] \cdot 100\%$$

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

P_1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej z użyciem pierwszego odczynnika),

P_2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w drugiej próbce z użyciem drugiego odczynnika),

P_3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika nierozpuszczonego w żadnej z obydwu próbek roboczych),

m_1 masa pierwszej próbki roboczej po obróbce wstępnej,

m_2 masa drugiej próbki roboczej po obróbce wstępnej,

- r_1 sucha masa pozostałości po usunięciu pierwszego składnika z pierwszej próbki roboczej pierwszym odczynnikiem,
- r_2 sucha masa pozostałości po usunięciu drugiego składnika z drugiej próbki roboczej drugim odczynnikiem,
- d_1 współczynnik korygujący ubytek masy w pierwszym odczynniku drugiego nierozpuszczonego składnika w pierwszej próbce roboczej,
- d_2 współczynnik korygujący ubytek masy w pierwszym odczynniku trzeciego nierozpuszczonego składnika w pierwszej próbce roboczej,
- d_3 współczynnik korygujący ubytek masy w drugim odczynniku pierwszego składnika nierozpuszczonego w drugiej próbce roboczej,
- d_4 współczynnik korygujący ubytek masy w drugim odczynniku trzeciego składnika nierozpuszczonego w drugiej próbce roboczej.

I.8.1.2. Warian 2

W przypadku gdy eliminuje się składnik (A) z pierwszej próbki roboczej z wykorzystaniem w charakterze pozostałości dwóch pozostałych składników (B + C) oraz dwóch składników (A + B) drugiej próbki roboczej, z wykorzystaniem w charakterze pozostałości trzeciego składnika (C), stosuje się następujące wzory:

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

$$P_2 = 100 \cdot \frac{d_1 r_1}{m_1} - \frac{d_1}{d_2} \cdot P_3$$

$$P_3 = \frac{d_4 r_2}{m_2} 100 \%$$

- P_1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (składnika pierwszej próbki roboczej, rozpuszczalnej z użyciem pierwszego odczynnika),
- P_2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w tym samym czasie, co pierwszy składnik drugiej próbki roboczej, z użyciem drugiego odczynnika),
- P_3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika nierozpuszczonego w żadnej z obydwu próbek roboczych),
- m_1 masa pierwszej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,
- m_2 masa drugiej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,
- r_1 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego składnika pierwszej próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego odczynnika,
- r_2 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego i drugiego składnika drugiej próbki roboczej z wykorzystaniem drugiego odczynnika,

- d_1 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia pierwszego odczynnika, drugiego składnika nierozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej,
- d_2 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia pierwszego odczynnika, trzeciego składnika nierozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej,
- d_4 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia drugiego odczynnika, trzeciego składnika nierozpuszczonego w drugiej próbce roboczej.

I.8.1.3. Warian 3

W przypadku gdy eliminuje się dwa składniki (A + B) z pierwszej próbki roboczej, z wykorzystaniem w charakterze pozostałości trzeciego składnika (C), a następnie dwóch składników (B + C) drugiej próbki roboczej, z wykorzystaniem w charakterze pozostałości pierwszego składnika (A), stosuje się następujące wzory:

$$P_1 = \frac{d_3 r_2}{m_2} \cdot 100\%$$

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

$$P_3 = \frac{d_2 r_1}{m_1} \cdot 100\%$$

- P_1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego z użyciem odczynnika),
- P_2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego z użyciem odczynnika),
- P_3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w drugiej próbce roboczej z użyciem odczynnika),
- m_1 masa pierwszej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,
- m_2 masa drugiej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,
- r_1 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego i drugiego składnika pierwszej próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego odczynnika,
- r_2 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu drugiego i trzeciego składnika drugiej próbki roboczej z wykorzystaniem drugiego odczynnika,
- d_2 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia pierwszego odczynnika, trzeciego składnika nierozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej,
- d_3 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia drugiego odczynnika, pierwszego składnika nierozpuszczonego w drugiej próbce roboczej.

I.8.1.4. Wariant 4

W przypadku gdy z tej samej próbki roboczej eliminuje się kolejno dwa składniki mieszaniny, stosuje się następujące wzory:

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

$$P_2 = \frac{d_1 r_1}{m} \cdot 100 - \frac{d_1}{d_2} \cdot P_3$$

$$P_3 = \frac{d_3 r_2}{m} \cdot 100\%$$

- P_1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (pierwszego składnika rozpuszczalnego),
- P_2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (drugiego składnika rozpuszczalnego),
- P_3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczalnego),
- m masa próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,
- r_1 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego składnika próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego odczynnika,
- r_2 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego i drugiego składnika próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego i drugiego odczynnika,
- d_1 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy drugiego składnika w pierwszym odczynniku,
- d_2 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy trzeciego składnika w pierwszym odczynniku,
- d_3 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy trzeciego składnika w pierwszym i drugim odczynniku.

I.8.2. Obliczanie procentowej zawartości każdego składnika, z uwzględnieniem dodatków handlowych, określonych w załączniku nr 12 do rozporządzenia, i z uwzględnieniem współczynników korygujących ubytków masy podczas obróbki wstępnej:

Mamy:

$$A = 1 + \frac{a_1 - b_1}{100} \quad B = 1 + \frac{a_2 + b_2}{100} \quad C = 1 + \frac{a_3 + b_3}{100}$$

więc:

$$P_{1A} = \frac{P_1 A}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \cdot 100\%$$

$$P_{2A} = \frac{P_2 B}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \cdot 100\%$$

$$P_{3A} = \frac{P_3 C}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \cdot 100\%$$

- P_{1A} zawartość procentowa pierwszego czystego suchego składnika, z uwzględnieniem dodatku handlowego i ubytku masy podczas obróbki wstępnej,
- P_{2A} zawartość procentowa drugiego czystego suchego składnika, z uwzględnieniem dodatku handlowego i ubytku masy podczas obróbki wstępnej,
- P_{3A} zawartość procentowa trzeciego czystego suchego składnika, z uwzględnieniem dodatku handlowego i ubytku masy podczas obróbki wstępnej,
- P_1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika otrzymana w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w punkcie I.8.1,
- P_2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika otrzymana w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w punkcie I.8.1,
- P_3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika otrzymana w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w punkcie I.8.1,
- a_1 poziom dopuszczalnej wartości dodatku handlowego pierwszego składnika,
- a_2 poziom dopuszczalnej wartości dodatku handlowego drugiego składnika,
- a_3 poziom dopuszczalnej wartości dodatku handlowego trzeciego składnika,
- b_1 utracona w trakcie wstępnego przygotowania masa (w %) pierwszego składnika,
- b_2 utracona w trakcie wstępnego przygotowania masa (w %) drugiego składnika,
- b_3 utracona w trakcie wstępnego przygotowania masa (w %) trzeciego składnika.

W przypadku gdy przeprowadza się specjalne przygotowanie wstępne, należy określić wartości b_1 , b_2 i b_3 , o ile jest to możliwe, poddając każde z wchodzących w skład tkaniny czystych włókien wstępnej obróbce laboratoryjnej (tzw. odfuszczenie). Za włókna czyste uważa się włókna pozbawione wszelkich materiałów niewłóknistych, z wyjątkiem tych, które normalnie je zawierają (ze względu na ich budowę lub ze względu na stosowaną metodę produkcji) w stanie (surowym, wybielonym), w jakim występują w produkcji, który poddawany jest analizie.

W przypadku gdy nie dysponujemy oddzielnymi i czystymi włóknami, które służą do wytworzenia produktu, który ma zostać poddany analizie, należy przyjmując średnie wartości b_1 , b_2 i b_3 , otrzymane w wyniku prób przeprowadzonych na włóknach podobnych do włókien wchodzących w skład badanej mieszanki.

Jeżeli włókna zostały w normalny sposób wstępnie poddane ekstrakcji w eterze naftowym i wodzie, zasadą ogólną jest, że nie można pominąć wartości b_1 , b_2 i b_3 , z wyjątkiem przypadku surowej bawełny, surowego lnu lub surowych włókien konopi, kiedy to przyjmujemy umownie, że ubytek, jaki wystąpił w wyniku obróbki wstępnej, wynosi 4%, oraz w przypadku polipropylenu, gdy przyjmujemy, iż ubytek wyniósł 1%.

W przypadku innego rodzaju włókien przyjęto umownie, że w obliczeniach nie będą uwzględniane ubytki powstałe w trakcie czynności obróbki wstępnej.

Uwaga:

Przykłady obliczeń umieszczone są w części 2 niniejszego załącznika.

Rozdział II: Metoda rozdzielania ręcznego

II.1. Zakres stosowania

Metodę tę stosuje się do wszystkich rodzajów produktów włókienniczych, pod warunkiem że nie tworzą one jednolitej mieszanki i możliwe jest ich ręczne rozdzielanie.

II.2. Zasada wyznaczania

Po zidentyfikowaniu składników produktu włókienniczego substancje niewłókniste usuwa się przez odpowiednią obróbkę wstępną, a następnie włókna rozdziela się ręcznie. Włókna suszy się, waży i kolejno oblicza się zawartość procentową każdego włókna w mieszance.

II.3. Aparatura

II.3.1. Naczynka wagowe albo każdy inny sprzęt dający identyczne wyniki.

II.3.2. Eksykator zawierający żel krzemionkowy zabarwiony wskaźnikiem.

II.3.3. Suszarka z wymuszonym obiegiem powietrza do suszenia próbek w temperaturze $105\pm 3^{\circ}\text{C}$.

II.3.4. Waga analityczna o dokładności do 0,0002 g.

II.3.5. Aparat Soxhleta lub inny dający identyczne wyniki.

II.3.6. Igła preparacyjna.

II.3.7. Skrętomierz lub podobny przyrząd.

II.4. Odczynniki

II.4.1. Eter naftowy redestylowany o temperaturze wrzenia w zakresie od 40 do 60°C .

II.4.2. Woda destylowana lub dejonizowana.

II.5. Klimat do aklimatyzacji i badań

Jak w pkt I.4.

II.6. Laboratoryjna próbka badawcza

Jak w pkt I.5.

II.7. Obróbka wstępna laboratoryjnej próbki badawczej

Jak w pkt I.6.

II.8. Sposób postępowania

II.8.1. Analiza przędzy

Z laboratoryjnej próbki badawczej poddanej obróbce wstępnej pobrać próbkę roboczą o masie nie mniejszej niż 1 g. W przypadku bardzo cienkiej przędzy, można przeprowadzić analizę przy minimalnej długości 30 m, niezależnie od masy.

Przędzę pociąć na odcinki o odpowiedniej długości oraz oddzielić rodzaje włókien za pomocą igły preparacyjnej; jeżeli to konieczne, użyć skrętomierza. Tak uzyskane rodzaje włókien umieścić w zważonych uprzednio naczynkach wagowych i wysuszyć w temperaturze $105\pm 3^{\circ}\text{C}$, do stałej masy, tak jak to było opisane w pkt I.7.1 i I.7.2.

II.8.2. Analiza wyrobu włókienniczego

Z laboratoryjnej próbki badawczej poddanej obróbce wstępnej pobrać próbkę roboczą o masie nie mniejszej niż 1 g bez krajki tkaniny, ze starannie przyciętymi brzegami równoległe do osnowy i/lub wątku, unikając strzępienia. W przypadku dzianin, należy odcinać wzdłuż rządów i kolumnienek. Następnie rozdzielić różne rodzaje włókien i umieścić je w uprzednio zważonych naczynkach wagowych, i postępować w sposób opisany w pkt II.8.1.

II.9. Obliczanie i podawanie wyników

Masę każdego włókna składowego należy wyrazić jako zawartość procentową całkowitej masy włókien w mieszance. Wyniki obliczyć na podstawie czystej suchej masy każdego z włókien, uwzględniając wartości dopuszczalnych dodatków handlowych (A) oraz współczynniki korygujące (B), uwzględniające ubytki masy powstałe w czasie obróbki wstępnej wyrobu.

II.9.1. Obliczenie zawartości procentowej masy czystego suchego włókna z pominięciem ubytków masy włókna podczas obróbki wstępnej

II.9.1.1. Obliczanie zawartości (w %) masy czystych włókien w stanie suchym, bez uwzględnienia utraty masy włókien podczas wstępnego przygotowania:

$$P_1 = \frac{100\%m_1}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100\%}{1 + \frac{m_2 + m_3}{m_1}}$$

$$P_2 = \frac{100\%m_2}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100\%}{1 + \frac{m_1 + m_3}{m_2}}$$

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

P_1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika,

P_2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika,

P_3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika,

Zawartość procentową P_1 , P_2 i P_3 otrzymuje się w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w pkt I.8.1.

m_1 czysta sucha masa pierwszego składnika,

m_2 czysta sucha masa drugiego składnika,

m_3 czysta sucha masa trzeciego składnika.

II.9.1.2. Obliczanie procentowej zawartości każdego składnika, z uwzględnieniem dopuszczalnych wartości dodatków handlowych (zob. załącznik nr 12 do rozporządzenia) i z uwzględnieniem współczynników korygujących ubytków masy podczas obróbki wstępnej (jak w pkt I.8.2).

Rozdział III: Metoda kombinacji analizy chemicznej i ręcznego rozdzielania

Za każdym razem, gdy jest to możliwe, należy stosować metodę rozdzielania ręcznego, uwzględniając udział składników rozdzielonych przed przystąpieniem do jakiegokolwiek obróbki chemicznej każdego ze składników.

Rozdział IV: Dokładność metod

Stopień dokładności, określony w każdej z metod analizy mieszanek włókien tekstylnych, jest powiązany z odtwarzalnością.

Przez odtwarzalność rozumie się precyzję, to znaczy dokładność i zgodność wartości liczbowych uzyskanych w badaniach przeprowadzanych w różnych la-

boratoriach, w różnym czasie, przez personel stosujący tę samą metodę i otrzymujący indywidualne wyniki na próbkach identycznych z jednorodnej mieszanki.

Odtwarzalność określona jest przez granice przedziału ufności na poziomie ufności 95%.

Rozumie się przez to, że różnice pomiędzy dwoma wynikami w seriach analiz wykonywanych w różnych laboratoriach, biorąc pod uwagę normalne i prawidłowe stosowanie danej metody do identycznej jednorodnej mieszanki, zostaną przekroczone tylko w 5 przypadkach na 100.

W celu ustalenia stopnia dokładności analizy trójskładnikowej mieszanki włókien wykorzystuje się zwykle (w podobny sposób) wartości wskazane w metodach analizy dwuskładnikowej mieszanki włókien, przedstawione w załączniku nr 10 do rozporządzenia, które zostały zastosowane do analizy trójskładnikowej mieszanki włókien.

Biorąc pod uwagę, że w czterech wariantach chemicznej analizy ilościowej trójskładnikowych mieszanek włókien powyższe postanowienia przyjęte są dla dwóch rozpuszczeń (używając dwóch oddzielnych próbek dla pierwszych trzech wariantów i pojedynczej próbki dla wariantu czwartego) oraz zakładając, że E_1 i E_2 oznaczają stopień dokładności dwóch metod analizy dwuskładnikowych mieszanek, dokładność wyników dla każdego składnika przedstawiona jest w następującej tabeli.

Warianty Składniki włókniste	1	2 i 3	4
A	E_1	E_1	E_1
B	E_2	$E_1 + E_2$	$E_1 + E_2$
C	$E_1 + E_2$	E_2	$E_1 + E_2$

W przypadku gdy stosowany jest wariant czwarty, stopień precyzji może okazać się niższy niż ten obliczony na podstawie metody wskazanej powyżej, dzięki możliwemu wpływowi pierwszego odczynnika na pozostałość złożoną ze składników B i C, co jest trudne do oceny.

Rozdział V: Wyniki badań

Należy wskazać wariant(y) użyty do przeprowadzenia analizy, metody, odczynniki i współczynniki korygujące.

Podać szczegóły obróbki wstępnej (jak w punkcie I.6).

Podać poszczególne wyniki i ich średnią arytmetyczną z dokładnością do 0,1.

Jeżeli jest to możliwe, podać precyzję metody dla każdego składnika, obliczoną zgodnie z tabelą podaną wyżej w rozdziale IV.

Część 2. Przykłady obliczania zawartości procentowej składników w niektórych mieszkankach trójskładnikowych z wykorzystaniem metod opisanych w punkcie I.8.1 rozdziału I części 1.

Rozpatrujemy następujący przypadek. W wyniku analizy ilościowej okazało się, że w skład mieszanki włókien wchodzi: 1. wełna zgrzebna; 2. poliamid; 3. surowa bawełna.

Wariant 1

Jeżeli stosujemy ten wariant, tzn. posługujemy się dwoma różnymi próbkami, usuwając jeden ze składników (A = wełnę) pierwszej próbki i drugi składnik (B = poliamid) drugiego wzorca, możemy otrzymać następujące wyniki:

1. Sucha masa pierwszej próbki, po obróbce wstępnej $(m_1) = 1,6000$ g
2. Sucha masa pozostałości, po poddaniu działaniu alkalicznego podchlorynu sodowego (poliamid + bawełna) $(r_1) = 1,4166$ g
3. Sucha masa drugiej próbki, po obróbce wstępnej $(m_2) = 1,8000$ g
4. Sucha masa pozostałości, po poddaniu działaniu kwasu mrówkowego (wełna + bawełna) $(r_2) = 0,9000$ g

Poddanie działaniu alkalicznego podchlorynu sodowego nie powoduje żadnego ubytku masy poliamidu, natomiast surowa bawełna traci 3% masy, tak że $d_1 = 1,0$ i $d_2 = 1,03$.

Poddanie działaniu kwasu mrówkowego nie powoduje żadnego ubytku masy wełny i surowej bawełny, tak że d_3 i $d_4 = 1,0$.

$$P_{1A}(\text{wełna}) = \frac{10,30 \cdot \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100}\right)}{10,30 \cdot \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100}\right) + 50,00 \cdot \left(1 + \frac{6,25 + 0,0}{100}\right) + 39,70 \cdot \left(1 + \frac{8,5 + 4,0}{100}\right)} \cdot 100\% = 10,97\%$$

$$P_{2A}(\text{poliamid}) = \frac{50,00 \cdot \left(1 + \frac{60,25 + 0,0}{100}\right)}{109,8385} \cdot 100\% = 48,37\%$$

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

Skład mieszanki jest więc następujący:

wełna 48,4%, poliamid 40,6%, bawełna 11,0% = 100%.

Wariant 4

Rozpatrujemy przypadek mieszanki włókien. W wyniku analizy ilościowej okazało się, że w skład mieszanki włókien wchodzi: wełna zgrzebna, wiskoza, surowa bawełna.

Postępując zgodnie z wariantem 4, tzn. kolejno eliminując dwa składniki mieszanki tej samej próbki, otrzymujemy następujące wyniki:

Jeżeli skorzystamy z wzoru przedstawionego w punkcie I.8.1.1 części 1, wartości uzyskane w wyniku przeprowadzenia analizy chemicznej i uwzględnienia współczynników korygujących będą następujące:

$$P_1(\text{wełna}) = \left[\frac{1,03}{1,0} - 1,03 \cdot \frac{1,4166}{1,6000} + \frac{0,9000}{1,8000} \cdot \left(1 - \frac{1,03}{1,0}\right) \right] \cdot 100\% = 10,30\%$$

$$P_2(\text{poliamid}) = \left[\frac{1,0}{1,0} - 1,0 \cdot \frac{0,9000}{1,8000} + \frac{1,4166}{1,6000} \cdot \left(1 - \frac{1,0}{1,0}\right) \right] \cdot 100\% = 50,00\%$$

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

Zawartość procentowa poszczególnych suchych i oczyszczonych włókien w mieszance jest następująca: wełna 10,30%, poliamid 50,00%, bawełna 39,70%.

Wartości te należy skorygować, korzystając z wzorów przedstawionych w punkcie I.8.2 części 1 niniejszego załącznika, uwzględniając wartości dodatków handlowych wilgotności oraz współczynniki korygujące, uwzględniające ewentualne ubytki masy, które nastąpiły w wyniku obróbki wstępnej.

Zgodnie z tym, co zostało określone w załączniku nr 12 do rozporządzenia, wartości dodatku handlowego w zakresie dopuszczalnej zawartości wilgotności są następujące: wełna zgrzebna 17,00%, poliamid 6,25%, bawełna 8,50%. Ponadto w wyniku obróbki wstępnej poprzez poddanie działaniu eteru naftowego i wody nastąpił 4% ubytek masy surowej bawełny. Otrzymujemy więc:

1. Sucha masa pierwszego wzorca, po wstępnym przygotowaniu $(m_1) = 1,6000$ g.

2. Sucha masa pozostałości, po poddaniu działaniu alkalicznego podchlorynu sodowego (wiskoza + bawełna) $(r_1) = 1,4166$ g.

3. Sucha masa pozostałości, po ponownym poddaniu pozostałości r_1 działaniu kwasu mrówkowego — chlorku cynku (bawełna) $(r_2) = 0,6630$ g.

Poddanie działaniu alkalicznego podchlorynu sodowego nie powoduje żadnego ubytku masy wiskozy,

natomiast surowa bawełna traci 3% masy, tak że $d_1 = 1,0$ i $d_2 = 1,03$.

W wyniku działania kwasu mrówkowego—chlorku cynku masa bawełny zwiększa się o 4%, tak że $d_3 = (1,03 \times 0,96) = 0,9888$ po zaokrągleniu 0,99 (przyjmijmy, że d_3 to współczynnik korygujący, który

uwzględnia odpowiednio ubytek i wzrost masy trzeciego składnika w pierwszym i drugim odczynniku).

Jeżeli skorzystamy z wzoru przedstawionego w punkcie 1.8.1.4 części 1, wartości uzyskane w wyniku przeprowadzenia analizy chemicznej i po wprowadzeniu współczynników korygujących będą następujące:

$$P_2 \text{ (wiskoza)} = \frac{1,0 \cdot 1,4166}{1,6000} \cdot 100\% - \frac{1,0}{1,03} \cdot 40,98 = 48,75\%$$

$$P_3 \text{ (bawełna)} = \frac{0,99 \cdot 0,6630}{1,6000} \cdot 100\% = 41,02\%$$

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

Tak jak w przypadku wariantu 1, wyniki te należy skorygować, korzystając z wzorów przedstawionych w punkcie 1.8.2 części 1.

$$P_{1A} \text{ (wełna)} = \frac{10,23 \cdot \left(1 + \frac{17,00 + 0,0}{100}\right)}{10,23 \cdot \left(1 + \frac{17,00 + 0,0}{100}\right) + 48,75 \cdot \left(1 + \frac{13 + 0,0}{100}\right) + 41,02 \cdot \left(1 + \frac{8,5 + 4,0}{100}\right)} \cdot 100\% = 10,57\%$$

$$P_{2A} \text{ (wiskoza)} = \frac{48,75 \cdot \left(1 + \frac{13 + 0,0}{100}\right)}{113,2041} \cdot 100\% = 48,65\%$$

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

Skład mieszanki jest więc następujący:

wiskoza 48,6%, bawełna 40,8%, wełna 10,6% = 100%

Część 3. Tabela rodzajów trójskładnikowych mieszanek włókien, do których analizy mogą być używane metody dla włókien dwuskładnikowych

Nr mieszan-ki	Włókna składnikowe			Wariant ¹⁾	Numer metody dla mieszanki dwuskładnikowej i nazwa odczynnika
	pierwszy składnik	drugi składnik	trzeci składnik		
1	2	3	4	5	6
1	włna lub sierść zwierzęca	włókno wiskozowe, miedziowe lub niektóre rodzaje włókna modalnego	bawełna	1 i/lub 4	2 (zasadowy podchloryn sodu) i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
2	włna lub sierść zwierzęca	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	1 i/lub 4	2 (chloran (I) sodu) i 4 (kwas mrówkowy 80%)
3	włna, sierść zwierzęca lub jedwab	niektóre włókna chlorowe	włókno wiskozowe, miedziowe, modalne lub bawełna	1 i/lub 4	2 (chloran (I) sodu) i 9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5)
4	włna lub sierść zwierzęca	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	włókno poliestrowe, polipropylenowe, akrylowe lub szklane	1 i/lub 4	2 (chloran (I) sodu) i 4 (kwas mrówkowy 80%)
5	włna, sierść zwierzęca lub jedwab	niektóre włókna chlorowe	włókno poliestrowe, akrylowe, poliamidowe lub szklane	1 i/lub 4	2 (chloran (I) sodu) i 9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5)
6	jedwab	włna lub sierść zwierzęca	włókno poliestrowe	2	11 (kwas siarkowy 75%) i 2 (chloran (I) sodu)
7	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	włókno akrylowe	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	1 i/lub 4	4 (kwas mrówkowy 80%) i 8 (dimetyloformamid)
8	niektóre włókna chlorowe	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	1 i/lub 4	8 (dimetyloformamid) i 4 (kwas mrówkowy 80%) lub 9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5) i 4 (kwas mrówkowy 80%)
9	włókno akrylowe	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	włókno poliestrowe	1 i/lub 4	8 (dimetyloformamid) i 4 (kwas mrówkowy 80%)

1	2	3	4	5	6
10	włókno octanowe	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	4	1 (aceton) i 4 (kwas mrówkowy 80%)
11	niektóre włókna chlorowe	włókno akrylowe	włókno poliamidowe	2 i/lub 4	9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5) i 8 (dimetyloformamid)
12	niektóre włókna chlorowe	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	włókno akrylowe	1 i/lub 4	9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5) i 4 (kwas mrówkowy 80%)
13	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	włókno wiskozowe, miedziowe, modalne lub bawełna	włókno poliestrowe	4	4 (kwas mrówkowy 80%) i 7 (kwas siarkowy 75%)
14	włókno octanowe	włókno wiskozowe, miedziowe, modalne lub bawełna	włókno poliestrowe	4	1 (aceton) i 7 (kwas siarkowy 75%)
15	włókno akrylowe	włókno wiskozowe, miedziowe, modalne lub bawełna	włókno poliestrowe	4	8 (dimetyloformamid) i 7 (kwas siarkowy 75%)
16	włókno octanowe	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe, modalne, poliamidowe, poliestrowe, akrylowe	4	1 (aceton) i 2 (chloran (I) sodu)
17	włókno trójoctanowe	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe, modalne, poliamidowe, poliestrowe, akrylowe	4	6 (dichlorometan) i 2 (chloran (I) sodu)
18	włókno akrylowe	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	włókno poliestrowe	1 i/lub 4	8 (dimetyloformamid) i 2 (chloran (I) sodu)
19	włókno akrylowe	jedwab	wełna lub sierść zwierzęca	4	8 (dimetyloformamid) i 7 (kwas siarkowy 75%)
20	włókno akrylowe	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	1 i/lub 4	8 (dimetyloformamid) i 2 (chloran (I) sodu)
21	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe, modalne	włókno poliestrowe	4	2 (chloran (I) sodu) i 7 (kwas siarkowy 75%)

1	2	3	4	5	6
22	włókno wiskozowe, miedziowe lub niektóre rodzaje włókna modalnego	bawełna	włókno poliestrowe	2 i/lub 4	3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy) i 7 (kwas siarkowy 75%)
23	włókno akrylowe	włókno wiskozowe, miedziowe lub niektóre rodzaje włókna modalnego	bawełna	4	8 (dimetyloformamid) i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
24	niektóre włókna chlorowe	włókno wiskozowe, miedziowe lub niektóre rodzaje włókna modalnego	bawełna	1 i/lub 4	9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5) i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy) lub 8 (dimetyloformamid) i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
25	włókno octanowe	włókno wiskozowe, miedziowe lub niektóre rodzaje włókna modalnego	bawełna	4	1 (aceton) i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
26	włókno trójoctanowe	włókno wiskozowe, miedziowe lub niektóre rodzaje włókna modalnego	bawełna	4	6 (dichlorometan) i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
27	włókno octanowe	jedwab	wełna lub sierść zwierzęca	4	1 (aceton) i 11 (kwas siarkowy 75%)
28	włókno trójoctanowe	jedwab	jedwab	4	6 (dichlorometan) i 11 (kwas siarkowy 75%)
29	włókno octanowe	włókno akrylowe	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	4	1 (aceton) i 8 (dimetyloformamid)
30	włókno trójoctanowe	włókno akrylowe	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	4	6 (dichlorometan) i 8 (dimetyloformamid)
31	włókno trójoctanowe	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	4	6 (dichlorometan) i 4 (kwas mrówkowy 80%)
32	włókno trójoctanowe	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	włókno poliestrowe	4	6 (dichlorometan) i 7 (kwas siarkowy 75%)

1	2	3	4	5	6
33	włókno octanowe	włókno poliamidowe 6 lub 6-6	włókno poliestrowe lub akrylowe	4	1 (aceton) i 4 (kwas mrówkowy 80%)
34	włókno octanowe	włókno akrylowe	włókno poliestrowe	4	1 (aceton) i 8 (dimetyloformamid)
35	niektóre włókna chlorowe	bawełna, włókno wiskozowe, miedziowe lub modalne	włókno poliestrowe	4	8 (dimetyloformamid) i 7 (kwas siarkowy 75%) lub 9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5) i 7 (kwas siarkowy 75%)

¹⁾ W przypadku gdy stosowany jest wariant 4, najpierw usunąć pierwszy składnik przy użyciu pierwszego odczynnika.

**DODATKI HANDLOWE STOSOWANE DO OBLICZANIA MASY
WŁÓKIEN ZAWARTYCH W PRODUKCIE WŁÓKIENNICZYM**

Numery włókien	Włókna	Procenty
1	2	3
1.	wetna: włókna czesankowe włókna zgrzebne	18,25 17,00 ¹⁾
2.	sierść: włókna czesankowe włókna zgrzebne	18,25 17,00 ¹⁾
3.	włosie: włókna czesankowe włókna zgrzebne	16,00 15,00
4.	jedwab	11,00
5.	bawełna: włókna normalne włókna merceryzowane	8,50 10,50
6.	kapok	10,90
7.	len	12,00
8.	konopie	12,00
9.	juta	17,00
10.	abaka (manila)	14,00
11.	ostnica	14,00
12.	włókno kokosowe	13,00
13.	żarnowiec	14,00
14.	ramia (włókno bielone)	8,50
15.	sizal	14,00
16.	sun	12,00

1	2	3
17.	heneken	14,00
18.	maguey	14,00
19.	włókno octanowe	9,00
20.	włókno alginowe	20,00
21.	włókno miedziowe	13,00
22.	włókno modalne	13,00
23.	włókno białkowe	17,00
24.	włókno trójoctanowe	7,00
25.	włókno wiskozowe	13,00
26.	włókno akrylowe	2,00
27.	włókno chlorowe	2,00
28.	włókno fluorowe	0,00
29.	włókno modakrylowe	2,00
30.	włókno poliamidowe lub nylon: odcinkowe ciągłe	6,25 5,75
31.	włókno aramidowe	8,00
32.	włókno poliimidowe	3,50
33.	włókno lyocell	13,00
34.	włókno poliestrowe: odcinkowe ciągłe	1,50 1,50
35.	włókno polietylenowe	1,50
36.	włókno polipropylenowe	2,00
37.	włókno polikarbamidowe	2,00
38.	włókno poliuretanowe: odcinkowe ciągłe	3,50 3,00

1	2	3
39.	włókno winylowe (winyłalowe)	5,00
40.	włókno triwinyłowe	3,00
41.	włókno elastodienowe	1,00
42.	włókno elastomerowe	1,50
43.	włókno szklane:	
	o przeciętnej średnicy powyżej 5 μm	2,00
	o przeciętnej średnicy 5 μm i mniejszej	3,00
44.	włókno metalowe	2,00
	włókno metalizowane	2,00
	przędza papierowa	13,75

- 1) Uzgodnione dodatki 17% należy stosować także w przypadku, gdy niemożliwe jest ustalenie, czy produkt włókienniczy zawierający wełnę i/lub sierść zwierzęcą był przerabiany sposobem czesankowym czy zgrzebnym.