



# DZIENNIK USTAW RZECZYPOSPOLITEJ POLSKIEJ

Warszawa, dnia 26 kwietnia 2004 r.

Nr 81

TREŚĆ:  
Poz.:

## ROZPORZĄDZENIE RADY MINISTRÓW

743 — z dnia 6 kwietnia 2004 r. w sprawie bezpieczeństwa i znakowania produktów włókienniczych . 5117

## ROZPORZĄDZENIE

744 — Ministra Finansów z dnia 19 kwietnia 2004 r. w sprawie dokumentacji związanej z przemieszczaniem wyrobów akcyzowych zharmonizowanych . . . . . 5179

## 743

### ROZPORZĄDZENIE RADY MINISTRÓW

z dnia 6 kwietnia 2004 r.

w sprawie bezpieczeństwa i znakowania produktów włókienniczych<sup>1)</sup>

Na podstawie art. 8 ust. 1 pkt 2 ustawy z dnia 12 grudnia 2003 r. o ogólnym bezpieczeństwie produktów (Dz. U. Nr 229, poz. 2275) zarządza się, co następuje:

Rozdział 1

#### Przepisy ogólne

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

§ 2. Użyte w ustawie określenia oznaczają:

- 1) produkt włókienniczy — surowiec, półprodukt na każdym etapie przetworzenia lub produkt składający się wyłącznie z włókien tekstylnych, niezależnie od zastosowanego sposobu ich mieszania i łączenia;
- 2) włókno tekstylne:
  - a) jednostkę strukturalną mającą właściwą dla siebie elastyczność, delikatność i wysoki wskaźnik długości w stosunku do maksymalnego wymiaru poprzecznego, która dzięki tym cechom jest odpowiednia do stosowania we włókiennictwie,

<sup>1)</sup> Niniejsze rozporządzenie dokonuje transpozycji następujących dyrektyw Wspólnot Europejskich:  
— dyrektywy 96/74 z 16 grudnia 1996 r., Dz. Urz. WE L 032 z 3 lutego 1997 r. w sprawie nazewnictwa produktów włókienniczych,  
— dyrektywy 97/37 z 19 czerwca 1997 r., Dz. Urz. WE L 169 z 27 czerwca 1997 r. w sprawie dostosowania do postępu technicznego załączników nr 1 i nr 2 do dyrektywy 96/74,  
— dyrektywy 96/73 z 16 grudnia 1996 r., Dz. Urz. WE L 032 z 3 lutego 1997 r. w sprawie szczegółowych metod ilościowej analizy dwuskładnikowych mieszanek włókien tekstylnych,  
— dyrektywy 73/44 z 26 lutego 1973 r., Dz. Urz. WE L 083 z 30 marca 1973 r. w sprawie metod ilościowej analizy trójskładnikowych mieszanek włókien tekstylnych.

- b) elastyczne taśmy lub rurki, których widoczna szerokość nie przekracza 5 mm, w tym tasiemki cięte z szerszych taśm lub folii, wytworzone z substancji używanych do produkcji włókien wymienionych pod lp. 19—44 załącznika nr 1 do rozporządzenia i odpowiednich do zastosowania we włókiennictwie; widoczna szerokość oznacza szerokość tasiemki lub rurki po złożeniu, spłaszczeniu lub skręceniu albo średnią szerokość, jeżeli nie jest jednakowa;
- 3) ustawa — ustawę z dnia 12 grudnia 2003 r. o ogólnym bezpieczeństwie produktów.

§ 3. Przepisy rozporządzenia stosuje się również do:

- 1) produktów, których co najmniej 80 % masy stanowią włókna tekstylne;
- 2) pokryć mebli, parasoli i osłon przeciwsłonecznych, których co najmniej 80 % masy stanowią włókna tekstylne;
- 3) składników włókienniczych wielowarstwowych pokryć podłogowych, materacy, sprzętu kempingowego, wkładek ocieplających do obuwia, rękawic, rękawiczek, mitenek, jeżeli takie składniki stanowią co najmniej 80 % masy całego produktu;
- 4) materiałów włókienniczych zawartych w innych produktach i stanowiących nieodłączną część tych produktów, pod warunkiem że ich skład surowcowy został określony.

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

- 1) przeznaczonych do wywozu poza obszar celny Wspólnoty Europejskiej;
- 2) przewożonych przez terytorium Rzeczypospolitej Polskiej w ramach procedury tranzytu;
- 3) obejmowanych procedurą uszlachetniania czynnego w rozumieniu przepisów prawa celnego;
- 4) powierzonych osobom wykonującym pracę nakładczą lub przedsiębiorcom w celu przetworzenia, pod warunkiem że osoby wykonujące pracę nakładczą ani przedsiębiorcy nie są właścicielami przetwarzanych produktów.

## Rozdział 2

### Znakowanie produktów włókienniczych

§ 5. 1. Produkty włókiennicze znakuje się w sposób określony w rozporządzeniu, stosując nazwy włókien tekstylnych, określone w załączniku nr 1 do rozporządzenia.

2. Nazwy włókien tekstylnych, o których mowa w ust. 1, mogą być stosowane wyłącznie dla włókien,

których cechy zostały opisane, odpowiednio dla każdego włókna, zgodnie z kolumną 3 załącznika nr 1 do rozporządzenia.

3. Nazwy włókien tekstylnych w formie określonej w załączniku nr 1 do rozporządzenia, a także w formie przymiotnika lub jako rdzeń wyrazu stanowiącego taką nazwę, nie mogą być stosowane w odniesieniu do innych włókien, bez względu na język używany do opisu włókna tekstylnego.

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

§ 6. Oznakowanie produktu włókienniczego zawiera określenie:

- 1) składu surowcowego produktu;
- 2) sposobu konserwacji produktu.

§ 7. 1. Produkt włókienniczy nie może być określany jako „100 %” lub „czysty” albo „cały z” ani żadnym podobnym określeniem, jeżeli nie składa się wyłącznie z jednego rodzaju włókna tekstylnego, z zastrzeżeniem ust. 2 i 3.

2. Produkt włókienniczy uważa się za składający się z jednego rodzaju włókna tekstylnego, także w przypadku gdy zawartość innych włókien tekstylnych nie jest większa niż 2 % masy, pod warunkiem że jest to usprawiedliwione przyczynami technicznymi i te inne włókna nie są rutynowo dodawane.

3. Procentowy udział innych włókien tekstylnych, o którym mowa w ust. 2, może być zwiększony do 5 % w przypadku produktów włókienniczych, które były poddane procesowi zgrzeblenia.

§ 8. 1. Produkt wełniany może być określany jako „żywa wełna” lub inną nazwą wełny dopuszczalną w Unii Europejskiej, tylko w przypadku gdy składa się wyłącznie z włókna uzyskanego ze strzyży żywego zwierzęcia, o ile włókno to nigdy nie wchodziło w skład produktu gotowego i nie było poddane innym procesom przedzenia lub spłśniania poza tymi, które były niezbędne w procesie wytwarzania tego produktu, ani nie było poddane obróbce lub użytkowaniu powodującemu uszkodzenie włókna.

2. Nazwy, o których mowa w ust. 1, mogą być także używane do określenia wełny zawartej w mieszance włókien, jeżeli:

- 1) cała ilość wełny zawarta w mieszance odpowiada cechom określonym w ust. 1;
- 2) wełna ta stanowi nie mniej niż 25 % całkowitej masy mieszanki;

3) w przypadku mieszanki czesanej — wełna jest zmieszana tylko z jednym rodzajem innego włókna.

3. W przypadkach określonych w ust. 2 należy podać w składzie surowcowym pełny skład procentowy mieszanki.

4. Tolerancja uzasadniona przyczynami technicznymi związanymi z produkcją powinna być ograniczona do 0,3 % włóknistych zanieczyszczeń w przypadku produktów, o których mowa w ust. 2 pkt 1 i 2, łącznie z produktami wełnianymi, które zostały poddane procesowi zgrzeblenia.

§ 9. 1. Skład surowcowy produktu włókienniczego składającego się z dwu lub więcej rodzajów włókien, z których jeden stanowi co najmniej 85 % całkowitej masy produktu, jest określany:

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

2. Skład surowcowy produktu włókienniczego składającego się z dwu lub więcej rodzajów włókien, z których żaden nie stanowi 85 % masy całkowitej, określa się nazwą i procentowym udziałem w masie co najmniej dwu głównych rodzajów włókien, następnie umieszcza się nazwy pozostałych włókien składowych w kolejności według malejącego udziału w masie, z podaniem lub bez podania ich udziału procentowego, z zastrzeżeniem ust. 3.

3. W odniesieniu do składu surowcowego, o którym mowa w ust. 2, włókna, z których każde stanowi mniej niż 10 % całkowitej masy produktu, mogą być określane łącznie terminem „inne włókna”, po którym podaje się ich całkowitą zawartość procentową, lub w przypadku, jeżeli wymieniona jest nazwa włókna, które stanowi mniej niż 10 % całkowitej masy produktu, podaje się pełen skład procentowy danego produktu.

§ 10. Produkty zawierające osnowę z czystej bawełny i wątek z czystego lnu, w których zawartość procentowa lnu nie przekracza 40 % całkowitej masy niezagruntowanego produktu, mogą nosić nazwę „mieszanka bawełny i lnu”, której musi towarzyszyć specyfikacja składu „osnowa — czysta bawełna, wątek — czysty len”, z zastrzeżeniem § 14 ust. 2.

§ 11. 1. W przypadku produktów włókienniczych przeznaczonych do użytku konsumentów, w składach procentowych wymienionych w § 9, 10 i 13 dopuszcza się ilość innych włókien do 2 % ogólnej masy produktu włókienniczego, pod warunkiem że ilość ta jest uzasadniona przyczynami technicznymi i nie jest dodawa-

na rutynowo; udział ten może być zwiększony do 5 % w przypadku produktów, które zostały poddane procesowi zgrzeblenia, jednakże z uwzględnieniem tolerancji, o której mowa w § 8 ust. 4.

2. W przypadkach określonych w ust. 1 oraz w § 8 ust. 2 pkt 2, dopuszcza się tolerancję produkcyjną w wysokości 3 % między deklarowanym udziałem procentowym włókien a wynikami przeprowadzonych badań, w stosunku do ogólnej masy włókien wymienionych na etykiecie; taką tolerancję stosuje się także do włókien, które zgodnie z § 9 ust. 2 są wymienione w kolejności według malejącego ich udziału w masie bez wskazywania ich udziału procentowego.

3. Podczas przeprowadzania badań tolerancji, o których mowa w ust. 1 i 2, oblicza się oddzielnie; masa, którą należy przyjąć przy obliczaniu tolerancji, o której mowa w ust. 2, jest masą włókien gotowego produktu pomniejszoną o masę wszystkich innych włókien, z uwzględnieniem tolerancji, o której mowa w ust. 1.

4. Dodawanie tolerancji wymienionych w ust. 1 i 2 jest dopuszczalne tylko wtedy, gdy inne włókna ujawnione podczas przeprowadzania badań, z uwzględnieniem tolerancji, o której mowa w ust. 1, należą do tego samego typu chemicznego co jeden lub więcej rodzajów włókien wymienionych na etykiecie.

§ 12. W przypadku produktów, których proces wytwarzania wymaga wyższych tolerancji niż podane w § 11, zastosowanie wyższych tolerancji jest możliwe, pod warunkiem że została sprawdzona zgodność składu surowcowego produktu z jego oznakowaniem i tylko w wyjątkowych przypadkach, kiedy producent produktu przedstawi odpowiednie uzasadnienie.

§ 13. Terminy „różne włókna” lub „nieokreślony skład surowcowy” 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.

§ 14. 1. Niezależnie od tolerancji ustalonych w § 7 ust. 2 i 3, § 8 ust. 4 oraz w § 11, włókna widoczne i dające się łatwo oddzielić, mające znaczenie tylko dekoracyjne, w ilości nieprzekraczającej 7 % masy gotowego produktu, nie muszą być wymieniane w składach surowcowych włókien, o których mowa w § 7 i 9—13. Dotyczy to również włókien zastosowanych w celu uzyskania efektu antystatycznego, w szczególności włókien metalowych, i w ilości nieprzekraczającej 2 % masy gotowego produktu.

2. W przypadku produktów włókienniczych wymienionych w § 10, udział procentowy, o którym mowa w ust. 1, oblicza się nie w stosunku do masy produk-

tu, ale oddzielnie w stosunku do masy osnowy i oddzielnie do masy wątku.

§ 15. 1. Produkty włókiennicze znakuje się w sposób określony w rozporządzeniu w każdym przypadku wprowadzania ich na rynek w celach produkcyjnych lub handlowych.

2. Jeżeli produkt włókienniczy nie jest oferowany konsumentom lub jest dostarczany w ramach zamówień publicznych, wymóg oznakowania uważa się za spełniony w przypadku dołączenia do produktu dokumentów handlowych zawierających informacje określone w § 6.

§ 16. 1. Dane dotyczące produktu włókienniczego, odnoszące się do zawartości włókien tekstylnych, o których mowa w § 5, 7—13 oraz w załączniku nr 1 do rozporządzenia, powinny być umieszczone w dokumentach handlowych dotyczących produktu włókienniczego. Niedopuszczalne jest w szczególności stosowanie skrótów w umowach sprzedaży, rachunkach i fakturach, z wyjątkiem kodów kreskowych, pod warunkiem że w tym samym dokumencie znajdzie się ich objaśnienie.

2. Jeżeli produkt włókienniczy jest wprowadzany na rynek, dane dotyczące tego produktu, odnoszące się do zawartości włókien tekstylnych, o których mowa w § 5, 7—13 oraz w załączniku nr 1 do rozporządzenia, podaje się jednolitym, czytelnym i wyraźnie widocznym drukiem. Dotyczy to w szczególności informacji podawanych w katalogach lub prospektach albo na opakowaniach, etykietach i innych oznakowaniach produktu włókienniczego.

§ 17. 1. Informacje o produkcie włókienniczym, wykraczające poza zakres ustalony w rozporządzeniu, z wyjątkiem znaków towarowych i nazw przedsiębiorstw, powinny być odpowiednio oddzielone od oznakowania zawierającego określenie składu surowcowego produktu włókienniczego, z zastrzeżeniem ust. 2.

2. Jeżeli na wprowadzonym na rynek produkcie włókienniczym umieszczono znak towarowy lub nazwę przedsiębiorstwa, zawierające jedną z nazw włókien tekstylnych, o których mowa w załączniku nr 1 do rozporządzenia, użytą w formie rzeczownika, przymiotnika lub rdzenia wyrazu stanowiącego tę nazwę lub inny wyraz, który można pomylić z taką nazwą włókna tekstylnego, oznakowanie zawierające określenie składu surowcowego produktu włókienniczego powinno zostać umieszczone wyraźnym i czytelnym drukiem bezpośrednio obok tego znaku lub nazwy przedsiębiorstwa.

§ 18. 1. Oznakowanie produktów włókienniczych wprowadzanych na rynek polski powinno być podane także w języku polskim.

2. W przypadku szpilek, cewek, motków, pasm, kłębków lub innych małych ilości nici do szycia, cerowania i wyszywania oznakowanie w języku polskim jest wymagane tylko w odniesieniu do etykiety zbiorczej, umieszczonej na opakowaniu produktu lub wywieszce dotyczącej produktu, umieszczonej w miejscu jego ekspozycji handlowej.

3. Z zastrzeżeniem przypadków wymienionych pod lp. 18 załącznika nr 3 do rozporządzenia, pojedyncze produkty, o których mowa w ust. 2, mogą być oznakowane w dowolnym języku państwa członkowskiego Unii Europejskiej.

§ 19. Dopuszczalne jest również stosowanie oznakowania dotyczącego innych cech produktów włókienniczych niż skład surowcowy, gdy jest ono zgodne z dobrą praktyką handlową dotyczącą tych produktów.

§ 20. 1. Jeżeli produkt włókienniczy składa się z dwu lub więcej części składowych, mających różną zawartość włókien tekstylnych, w oznakowaniu należy podać skład surowcowy dla każdej części składowej.

2. Wymóg, o którym mowa w ust. 1, nie dotyczy części składowych stanowiących mniej niż 30 % całkowitej masy produktu włókienniczego, z wyjątkiem podszewek.

3. Do dwóch lub więcej produktów włókienniczych o tej samej zawartości włókien tekstylnych, tworzących zwyczajowo nierozdzieloną całość (komplet), można dołączyć jedno oznakowanie.

§ 21. 1. Skład surowcowy następujących produktów gorseciarskich określa się przez podanie składu surowcowego całego produktu lub składu surowcowego jego części, traktując je łącznie lub oddzielnie:

- 1) dla biustonoszy: zewnętrzny i wewnętrzny materiał miseczek i tyłu;
- 2) dla gorsetów: przód, tył i boczne usztywnienia;
- 3) dla półgorsetów: zewnętrzny i wewnętrzny materiał miseczek, przednie i tylne usztywnienia i boczne części.

2. Skład surowcowy produktów gorseciarskich innych, niż określone w ust. 1, określa się przez podanie składu surowcowego całego produktu lub przez łączne albo oddzielne podanie składu surowcowego jego części.

3. Jeżeli części składowe produktu gorseciarskiego stanowią mniej niż 10 % ogólnej masy produktu, w przypadku, o którym mowa w ust. 2, podaje się skład surowcowy całego produktu.

4. Oddzielne oznakowanie części produktów gorseciarskich podaje się w taki sposób, aby konsument mógł łatwo zrozumieć, do jakiej części produktu odnosi się informacje zawarte w oznakowaniu.

§ 22. 1. Skład surowcowy produktów drukowanych metodą wytrawiania podaje się dla całego produktu.

2. W przypadku, o którym mowa w ust. 1, skład surowcowy może być określony również przez podanie oddzielnie nazwy składników wchodzących w skład materiału podstawowego i nazwy składników wchodzących w skład części po wytrawieniu.

§ 23. 1. Skład surowcowy haftowanych produktów włókienniczych podaje się dla całego produktu.

2. W przypadku, o którym mowa w ust. 1, skład surowcowy może być określony również przez podanie oddzielnie nazwy składników wchodzących w skład materiału podstawowego i nazwy składników wchodzących w skład nici do haftowania.

3. Jeżeli części haftowane stanowią mniej niż 10 % powierzchni wyrobu, wystarczy podać skład materiału podstawowego.

§ 24. 1. Skład surowcowy przędz złożonych z rdzenia i oplotu, wykonanych z różnych włókien i wprowadzanych na rynek jako takie, podaje się dla całego produktu.

2. W przypadku, o którym mowa w ust. 1, skład surowcowy może być określony przez podanie oddzielnie nazwy składników wchodzących w skład rdzenia i nazwy składników wchodzących w skład oplotu.

§ 25. 1. Skład surowcowy aksamitnych i pluszowych produktów włókienniczych lub produktów podobnych do aksamitu lub pluszu podaje się dla całego produktu.

2. W przypadku gdy spód i powierzchnia użytkowa produktów, o których mowa w ust. 1, odróżniają się i są złożone z różnych włókien, skład surowcowy może być określony przez podanie oddzielnie nazwy włókien wchodzących w skład spodu i nazwy włókien wchodzących w skład powierzchni użytkowej.

§ 26. Skład wykładzin podłogowych i dywanów, w których warstwa spodnia i warstwa użytkowa złożone są z różnych włókien, może być określony tylko przez podanie nazwy włókien wchodzących w skład warstwy użytkowej.

§ 27. 1. Produkty włókiennicze, które nie podlegają obowiązkowemu znakowaniu, określa załącznik nr 2 do rozporządzenia.

2. W przypadku gdy produkt włókienniczy, wymieniony w załączniku nr 2 do rozporządzenia, jest oznakowany znakiem handlowym lub nazwą producenta, które zawierają jedną z nazw włókien tekstylnych, o których mowa w załączniku nr 1 do rozporządzenia, użytą w formie rzeczownika, przymiotnika lub rdzenia wyrazu stanowiącego tę nazwę lub inny wyraz, który można pomylić z taką nazwą włókna tekstylnego, podlega znakowaniu na zasadach określonych w rozporządzeniu.

§ 28. Produkty włókiennicze, określone w załączniku nr 3 do rozporządzenia, oferowane do sprzedaży razem mogą być oznakowane etykietą zbiorczą, pod warunkiem że są tego samego typu i mają ten sam skład surowcowy.

§ 29. W przypadku produktów włókienniczych sprzedawanych na metry wymóg oznakowania dotyczy kuponu lub beli (rolki) oferowanej do sprzedaży.

§ 30. Informacje umieszczone na produktach włókienniczych, o których mowa w § 28 i 29, powinny być prezentowane tak, aby konsument mógł w pełni zapoznać się ze składem surowcowym tych produktów.

§ 31. Przy określaniu składu surowcowego wszystkich produktów włókienniczych, udziały procentowe włókien, o których mowa w § 7—13, określa się, nie uwzględniając części niewłóknistych, krajek, etykiet i oznaczeń, lamówek i ozdób niestanowiących integralnej części produktu włókienniczego, guzików i klamerek pokrytych materiałem włókienniczym, dodatków, dekoracji, nieelastycznych wstążek, nici i taśm elastycznych dodanych w określonych i ograniczonych miejscach produktu włókienniczego oraz podlegających warunkom określonym w § 14, widocznych i łatwo dających się oddzielić włókien mających charakter wyłącznie dekoracyjny lub włókien antystatycznych.

§ 32. Przy określaniu składu surowcowego wykładzin podłogowych i dywanów, udziały procentowe włókien, o których mowa w § 7—13, określa się, uwzględniając tylko składniki warstwy użytkowej.

§ 33. Przy określaniu składu surowcowego materiałów tapicerskich, udziały procentowe włókien, o których mowa w § 7—13, określa się, uwzględniając osnowy i wątki łączące i wypełniające, które stanowią część składową warstwy użytkowej.

§ 34. Przy określaniu składu surowcowego firan i zasłon, udziały procentowe włókien, o których mowa w § 7—13, określa się, nie uwzględniając osnow i wątków łączących i wypełniających, które nie wchodzi w skład prawej strony materiału.

§ 35. 1. Przy określaniu składu surowcowego produktów włókienniczych, innych niż produkty, o których

mowa w § 32—34, udziały procentowe włókien, określonych w § 7—13, podaje się, nie uwzględniając materiałów podkładu i podłoża, usztywnień i wzmocnień, wyłożeń i podkładów brezentowych, nici przesywających i łączących, chyba że zastępują osnowę lub wążek materiału, wypełnień niepełniących funkcji izolującej oraz podszewek, o których mowa w § 20 ust. 2.

2. W przypadkach, o których mowa w ust. 1, 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 uznaje się za podłoże do usunięcia.

3. Usztywnienia i wzmocnienia, o których mowa w ust. 1, oznaczają przędze lub materiały dodane w określonych i ograniczonych miejscach produktu włókienniczego w celu wzmocnienia go lub nadania mu sztywności lub grubości.

§ 36. 1. Przy określaniu składu surowcowego wszystkich produktów włókienniczych, udziały procentowe włókien, określonych w § 7—13, podaje się nie uwzględniając substancji tłuszczowych, środków wiążących i obciążających, klejonek i preparacji, środków impregnacyjnych, dodatkowych środków barwiących i drukarskich oraz innych produktów stosowanych w obróbce włókienniczej.

2. Substancje, o których mowa w ust. 1, nie mogą występować w ilościach mogących wprowadzić w błąd konsumenta.

### Rozdział 3

#### Wyznaczanie składu surowcowego

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

- 1) metody przygotowania i pobierania próbek, określone w załączniku nr 4 do rozporządzenia,
- 2) metody przeprowadzania analizy ilościowej dwuskładnikowych mieszanek włókien tekstylnych, określone w załączniku nr 5 do rozporządzenia,
- 3) metody przeprowadzania analizy ilościowej trójskładnikowych mieszanek włókien tekstylnych, określone w załączniku nr 6 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, o których mowa w § 7—13, określa się i podaje, doliczając do suchej masy każdego włókna tekstylnego dopuszczalnych dodatków, określonych w załączniku nr 7 do

rozporządzenia, po usunięciu elementów określonych w § 31—36.

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

§ 38. W sposób określony w § 37 przeprowadza się także badania kontrolne dotyczące zgodności składu surowcowego produktu włókienniczego z jego oznakowaniem.

§ 39. Jeżeli wyznaczenie udziału procentowego włókien nie jest możliwe przy zastosowaniu metod i norm określonych w rozporządzeniu, skład taki należy ustalać oraz podawać z uwzględnieniem innych dostępnych krajowych lub międzynarodowych metod analitycznych.

### Rozdział 4

#### Bezpieczeństwo produktów włókienniczych

§ 40. 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 8 do rozporządzenia;
- 2) dopuszczalne zawartości wolnego lub uwalnianego się formaldehydu w produktach włókienniczych, określone w załączniku nr 9 do rozporządzenia;
- 3) dopuszczalna wartość emisji związków lotnych z włókienniczych elementów wyposażenia wnętrza, w tym materiałów tapicerskich, określona w załączniku nr 10 do rozporządzenia;
- 4) wykaz substancji i preparatów, których stosowanie jest zabronione, określony w załączniku nr 11 do rozporządzenia.

2. Produkt włókienniczy nie spełnia wymagań bezpieczeństwa, jeżeli do jego wytworzenia zastosowano przynajmniej jedną substancję wymienioną w załączniku nr 11 do rozporządzenia lub przekroczony został dopuszczalny poziom stężeń substancji wymienionych w załącznikach nr 8—10 do rozporządzenia.

§ 41. 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 innych metod w pełni udokumentowanych i sprawdzonych w praktyce laboratoryjnej.

§ 42. Producent, który wprowadził na rynek 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.

§ 43. 1. Odzież używana przed wprowadzeniem na rynek powinna być poddana procesom prania oraz

wolna od zanieczyszczeń drobnoustrojami chorobotwórczymi i insektami.

2. Odzież, o której mowa w ust. 1, nie podlega obowiązkowi znakowania określonego w rozporządzeniu.

## Rozdział 5

### Przepis końcowy

§ 44. Rozporządzenie wchodzi w życie z dniem uzyskania przez Rzeczpospolitą Polską członkostwa w Unii Europejskiej.

Prezes Rady Ministrów: *L. Miller*

Załączniki do rozporządzenia Rady Ministrów z dnia 6 kwietnia 2004 r. (poz. 743)

### Załącznik nr 1

TABELA WŁÓKIEN TEKSTYLNICH

Lp.	Nazwa	Opis włókien
1	2	3
1	wełna <sup>1)</sup>	włókno z run owczych lub jagnięcych ( <i>Ovis aries</i> )
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	włókno pochodzące wyłącznie z gruczołów przędnych jedwabników
5	bawełna	włókno pochodzące z nasion bawełny ( <i>Gossypium</i> )
6	kapok	włókno pochodzące z wnętrza owocu kapoku ( <i>Ceiba pentandra</i> )
7	len	włókno pochodzące z łyka lnu ( <i>Linum usitatissimum</i> )
8	konopie	włókno pochodzące z łyka konopi ( <i>Cannabis sativa</i> )
9	juta	włókno uzyskane z łyka <i>Corchorus olitorius</i> i <i>Corchorus capsularis</i> ; włókna łykowe uzyskane z następujących gatunków roślin: <i>Hibiscus cannabinus</i> , <i>Hibiscus sabdariffa</i> , <i>Abutilon avicennae</i> , <i>Urena lobata</i> , <i>Urena sinuata</i> powinny być traktowane w ten sam sposób, co juta
10	abaka (manila)	włókno pochodzące z liści rośliny <i>Musa textilis</i>
11	ostnica	włókno pochodzące z liści rośliny <i>Stipa tenacissima</i>
12	kokos	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	sunn	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 Cantala
19	acetat	włókno acetylocelulozowe, w którym mniej niż 92%, lecz co najmniej 74% grup hydroksylowych jest zacetylowanych
20	alginat	włókno uzyskane z soli kwasu alginowego
21	włókno miedziowe (jedwab miedziowy)	włókno z celulozy regenerowanej uzyskane w procesie miedziowo-amoniakalnym
22	modal	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) => $1,3 \sqrt{T} + 2T$  $B_M$ (CN) => $0,5 \sqrt{T}$ , gdzie T oznacza masę liniową wyrażoną w decyteksach
23	włókno białkowe	włókno uzyskane z naturalnych substancji białkowych regenerowane i stabilizowane czynnikami chemicznymi
24	triacetat	włókno acetylocelulozowe, w którym co najmniej 92% grup hydroksylowych jest acetylowanych
25	wiskoza	włókno z celulozy regenerowanej, otrzymane w procesie wiskozowym jako włókno ciągłe i odcinkowe
26	akryl	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	modakryl	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu od 50% do 85% masy merów akrylonitrylu
30	polyamid 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	aramid	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	poliimid	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 <sup>2)</sup>
34	poliester	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu co najmniej 85% estru diolu i kwasu tereftalowego

35	polietylen	włókno utworzone z liniowych makrocząsteczek niepodstawionych nasyconych węglowodorów alifatycznych
36	polipropylen	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	polikarbamid	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu powtarzające się grupy funkcyjne mocznikowe (NH-CO-NH)
38	poliuretan	włókno utworzone z makrocząsteczek liniowych zawierających w łańcuchu powtarzające się uretanowe grupy funkcyjne
39	wynylal	włókno utworzone z liniowych makrocząsteczek polialkoholu winylowego o różnym stopniu zacetalowania
40	triwinylal	włókno utworzone z tripolimeru: akrylonitryl  - chlorek winylu - inny monomer winylowy, z których żaden nie stanowi 50% masy całkowitej
41	elastodien	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

42	elastan	włókno elastyczne składające się w co najmniej 85% swojej masy ze składników poliuretanowych. Włókno to rozciągnięte do trzykrotnej długości początkowej, po odjęciu naprężenia samoistnie wraca natychmiast do swej długości początkowej
43	włókno szklane	włókno ze 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

<sup>1)</sup> 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 § 6 i 7 rozporządzenia oraz do tych ujętych w § 8 rozporządzenia, które częściowo składają się z włókien wymienionych w lp. 1 i 2 niniejszego załącznika.

<sup>2)</sup> Przez pojęcie „rozpuszczalnik organiczny” rozumie się mieszaninę związków organicznych i wody.

Załącznik nr 2

## WYKAZ PRODUKTÓW WŁÓKIENNICZYCH NIEPODLEGAJĄCYCH OBOWIĄZKOWEMU ZNAKOWANIU

### A. WYKAZ PRODUKTÓW WŁÓKIENNICZYCH NIEPODLEGAJĄCYCH OBOWIĄZKOWEMU ZNAKOWANIU INFORMACJĄ O SKŁADZIE SUROWCOWYM ORAZ O SPOSOBIE KONSERWACJI

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	podusieczki do szpilek
11	plótna malarskie
12	produkty włókiennicze przeznaczone na wzmocnienia i usztywnienia
13	filce
14	konfekcyjne wyroby używane, jeżeli wyraźnie deklarowane są jako takie
15	getry
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	guziki i sprzączki pokryte materiałem włókienniczym
22	tekstylne okładki do książek
23	części tekstylne obuwia, z wyjątkiem wkładów ocieplających
24	serwety z różnych komponentów, których powierzchnia nie przekracza 500 cm <sup>2</sup>
25	rękawice kuchenne i ściereczki służące do wyjmowania potraw z piecyka
26	nakrycie na jajko
27	kosmetyczki
28	woreczki na tytoń z materiałów włókienniczych
29	tekstylne etui na okulary, papierosy i cygara, zapalniczki i grzebienie
30	sportowe artykuły ochronne, z wyjątkiem rękawic
31	saszetki na przybory toaletowe
32	saszetki na przybory do czyszczenia butów
33	galanteria pogrzebowa
34	artykuły jednorazowego użytku <sup>1)</sup> , z wyjątkiem waty

35	produkty włókiennicze podlegające przepisom Europejskiej Farmakopei i z adnotacją związaną z tymi przepisami, bandaże do wielokrotnego użytku do celów medycznych oraz ortopedyczne produkty włókiennicze w ogólności
36	produkty włókiennicze obejmujące liny, sznurki i powrozy, objęte lp. 12 załącznika nr 3 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, niesprzedawanego łącznie z pojazdem
37	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)
38	konstrukcje nośne pneumatyczne (np. hale sportowe, stoiska wystawowe lub obiekty magazynowe), pod warunkiem dostarczenia szczegółów określających własności użytkowe i charakterystykę techniczną tych produktów
39	żagle
40	ubioiry dla zwierząt
41	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.

**B. WYKAZ PRODUKTÓW WŁÓKIENNICZYCH NIEPODLEGAJĄCYCH OBOWIĄZKOWEMU ZNAKOWANIU INFORMACJĄ O SKŁADZIE SUROWCOWYM**

Lp.	Rodzaj produktu
1	2
1	zamki błyskawiczne
2	zabawki

## 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. 36 załącznika nr 2 <sup>1)</sup> do rozporządzenia
13	serwety i 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

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

## METODY PRZYGOTOWANIA I POBIERANIA PRÓBEK W CELU WYZNACZENIA SKŁADU SUROWCOWEGO 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 niewłóknistych<sup>1)</sup>, a następnie pobrania z nich próbek roboczych.

Procedurę opisaną w załączniku stosuje się do wyznaczania składu surowcowego 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 laboratoryjne<sup>2)</sup>.

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 ogólnej<sup>3)</sup>.

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

<sup>1)</sup> W niektórych przypadkach konieczne jest przygotowanie bezpośrednio próbek roboczych.

<sup>2)</sup> Dla wyrobów gotowych i wykończonych - patrz poz. 7.

<sup>3)</sup> Patrz poz. 1.

### 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 zgrzeblarce 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 odpowiedniej 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 nitek z krajki, które odrzuca się. Wiązkę nitek 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  $N$  nitek 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 [cm<sup>2</sup>] powinna wynosić  $X 10^4 / g$ , przy czym  $g$  stanowi masę płaskiego wyrobu w g/m<sup>2</sup>. 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 rozdziale 2 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 WŁÓKIEŃ 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 nitek złożonych 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 odczynniki. 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 7 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 1 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. Ekspikator 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 Soxhleta lub inny dający identyczne wyniki.

### I.3.2. Odczynniki

I.3.2.1. Petroolej 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 § 31 - 36 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 petrooleju i wody. Ekstrakcję prowadzi się w aparacie Soxhleta przy użyciu petrooleju przez 1 godzinę przy minimum 6 cyklach na godzinę. Należy pozwolić, aby petroolej 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 petrooleju 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, kokosu) należy zaznaczyć, że zwykła obróbka wstępna przy użyciu petrooleju 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 petrooleju.

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 tygły filtracyjne, 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.

#### I.7.2. Sposób postępowania

Z laboratoryjnej próbki badawczej poddanej obróbce wstępnej pobrać próbkę roboczą o masie co najmniej 1 g. Pociąć przędzy 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.

#### I.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 I.8.2.

I.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<sub>1</sub> - zawartość procentowa suchego i czystego 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.

I.8.2. Obliczanie zawartości (w %) masy składnika nierozpuszczalnego, z uwzględnieniem dodatków oraz współczynników korygujących uwzględniających ubytek masy, jaki nastąpił w wyniku obróbki wstępnej.

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

P<sub>1A</sub> - zawartość procentowa składnika nierozpuszczalnego, z uwzględnieniem dodatków handlowych i ubytku masy, jaki nastąpił w wyniku obróbki wstępnej,

P<sub>1</sub> - zawartość procentowa składnika nierozpuszczalnego, obliczona z zastosowaniem wzoru podanego w pkt. I.8.1,

a<sub>1</sub> - dodatek handlowy składnika nierozpuszczalnego, ustalony w załączniku nr 7 do rozporządzenia,

a<sub>2</sub> - dodatek handlowy składnika rozpuszczalnego, ustalony w załączniku nr 7 do rozporządzenia,

b<sub>1</sub> - ubytek masy składnika nierozpuszczalnego w wyniku obróbki wstępnej,

b<sub>2</sub> - ubytek masy składnika rozpuszczalnego w wyniku obróbki wstępnej.

Zawartość procentowa składnika rozpuszczonego (P<sub>2A</sub>) oblicza się w procentach według wzoru: 100 - P<sub>1A</sub>.

W przypadku gdy była stosowana specjalna metoda obróbki wstępnej, wartości b<sub>1</sub> i b<sub>2</sub> 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 b1 i b2 uzyskane w badaniach przeprowadzonych na włóknach tego samego rodzaju, jak włókna wchodzące w skład mieszanki.

Jeżeli włókna zostały poddane obróbce wstępnej metodą ekstrakcji w petrooleju i wodzie, można w obliczeniach pominąć współczynniki b1 i b2, z wyjątkiem: niebielonej bawełny, niebielonego lnu i niebielonych konopi, dla których ubytek masy przy usuwaniu substancji niewłóknistych wynosi 4%, oraz w przypadku polipropylenów, 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 rozdzielenie.

### 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. Skrętomiernicz lub inny podobny przyrząd.

### II.4. Odczynniki

II.4.1. Petroolej 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, skrętomiernicza. 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 krajki płaskiego wyrobu, ze starannie przyciętymi, niepostrzępionymi brzegami, tak aby nitki osnowy i/lub wątku przebiegały w stosunku do nich równolegle lub w przypadku dzianin - równolegle do rzędków i kolumienek. 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:

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

P1 - zawartość procentowa pierwszego czystego suchego składnika,

m1 - masa pierwszego czystego suchego składnika,

m2 - 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	acetat	niektóre inne włókna	aceton
nr 2	niektóre włókna białkowe	niektóre inne włókna	podchloryn
nr 3	wiskoza, włókno miedziowe lub typy modalne	bawełna	kwasy mrówkowy i chlorek cynku
nr 4	polyamid lub nylon	niektóre inne włókna	kwasy mrówkowy 80%
nr 5	acetat	triacetat	alkohol benzylowy

nr 6	triacetat	niektóre inne włókna	dichlorometan
nr 7	niektóre włókna celulozowe	poliester	kwaskiarkowy 75%
nr 8	akryl, niektóre modakryle 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	acetat	niektóre inne włókna	kwaskiarkowy 75%
nr 11	jedwab	wełna lub sierść	kwaskiarkowy 75%
nr 12	juta	niektóre włókna pochodzenia zwierzęcego	oznaczanie zawartości azotu
nr 13	polipropylen	niektóre inne włókna	ksylen
nr 14	włókna chlorowe	niektóre inne włókna	stężony kwas siarkowy
nr 15	włókna chlorowe, niektóre modakryle, niektóre elastany, acetaty i triacetaty	niektóre inne włókna	cykloheksanon

### METODA NR 1

#### Acetat i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem acetonu)

##### 1. Zakres stosowania

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

- 1) acetatu

z

- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 1 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, lnem, konopiami, jutą, manilą, ostnicą, kokosem, żarnowcem, ramią, sizalem, włóknem miedziowym, modalem, włóknem białkowym, wiskozą, akrylem, polyamidem lub nylonem i poliestrem.

Metody tej nie stosuje się do acetatu zdeacetylowanego powierzchniowo.

## 2. Zasada metody

Acetaty 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 acetatu 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 kolbę, 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  $\pm 1$  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 1 do rozporządzenia, jedwabiu, włókien białkowych

z

- 2) bawełną, włóknem miedziowym, modalem, włóknem chlorowym, polyamidem lub nylonem, poliestrem, polipropylenem, elastanem 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, wykorzystując 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  $35 \pm 2$  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 trzeba przeprowadzać kontroli jodometrycznej.

###### b) Roztwór podchlorynu sodu

Odczynnik ten stanowi świeżo przygotowany roztwór, o zawartości  $35 \pm 2$  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  $20^\circ\text{C}$  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 rozprzewadzić 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 pozostałościami, ostudzić i zważyć.

### 5. Obliczanie i podawanie wyników

Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Współczynnik korygujący  $d$  wynosi 1,00. Dla bawełny, wiskozy, modalu 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  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

## METODA NR 3

### Wiskoza, włókno miedziowe lub niektóre typy modalu 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) wiskozy lub włókna miedziowe, włącznie z niektórymi typami modalu

z

2) bawełną.

Jeżeli stwierdzono obecność modalu, 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 wiskoza lub włókno miedziowe nie rozpuszczają się całkowicie z powodu obecności niektórych barwników lub apretur, które nie mogą być całkowicie usunięte.

#### 2. Zasada metody

Wiskoza, włókno 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 wiskozy, 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  $20^{\circ}\text{C}$ , 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  $40^{\circ}\text{C}$ . Dodać roztworu kwasu mrówkowego i chlorku cynku ogrzanego wcześniej do temperatury  $40^{\circ}\text{C}$  w ilości 100 ml na każdy gram próbki. Zamknąć kolbę i energicznie wstrząsnąć. Utrzymywać kolbę wraz z jej zawartością w temperaturze  $40^{\circ}\text{C}$  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  $40^{\circ}\text{C}$ . Włókniste pozostałości przepłukać ok. 100 ml zimnego roztworu amoniaku, upewniając się, czy pozostałości te pozostawały przez 10 minut całkowicie zanurzone w roztworze<sup>1)</sup>, 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  $\pm 2$  dla poziomu ufności 95%.

<sup>1)</sup> 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

### Polyamid lub nylon 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) polyamidu lub nylonu

z

2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 1 do rozporządzenia, bawełną, włóknem miedziowym, modalem, wiskożą, akrylem, włóknem chlorowym, poliestrem, polipropylenem 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

Włókno 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 poliamidu 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  $20^\circ\text{C}$ . Uzpełnić wodą 880 ml 90% m/m kwasu mrówkowego o gęstości względnej 1,204 w  $20^\circ\text{C}$ , do objętości 1 litra, lub też rozcieńczyć wodą 780 ml kwasu mrówkowego o stężeniu 98-100% m/m i gęstości względnej 1,220 w  $20^\circ\text{C}$ , 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  $20^\circ\text{C}$ , 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, spłukując 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 ufności wyników uzyskanych z zastosowaniem tej metody nie przekraczają  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

## METODA NR 5

### Acetat i triacetat (metoda z zastosowaniem alkoholu benzylowego)

#### 1. Zakres stosowania

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

- 1) acetatu
- z
- 2) triacetatem.

#### 2. Zasada metody

Włókno acetatowe 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 acetatu 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. Wyrząsarka.

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

(Wytrząsanie mechaniczne można zastąpić energicznym wytrząsaniem ręcznym).

Zdekantować ciecz przez zważony tygiel filtracyjny. Do kolby dodać nową porcję alkoholu benzyłowego 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 benzyłowym 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. 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  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

### METODA NR 6

#### Triacetat i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem dichlorometanu)

##### 1. Zakres stosowania

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

- 1) triacetatu
- z
- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 1 do rozporządzenia, bawełną, włóknem miedziowym, modalem, akrylem, polyamidem lub nylonem, poliestrem i włóknem szklanym.

##### Uwaga:

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

##### 2. Zasada metody

Włókno triacetatowe 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 acetatu 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 poliestru, 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  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

### METODA NR 7

#### Niektóre włókna celulozowe i poliestry (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, modalu, wiskozy

z

2) poliestrem.

##### 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 acetatu 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  $20^\circ\text{C}$ , 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  $20^\circ\text{C}$ , 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  $50^\circ\text{C}$  ( $\pm 5^\circ\text{C}$ ), mieszając jej zawartość regularnie, co dziesięć minut. Przesączyć zawartość kolby przez zważony 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  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

**METODA NR 8****Akryle, niektóre modakryle 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) akryli, niektórych modakryli lub niektórych włókien chlorowych<sup>1)</sup>
  - z
  - 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 1 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, włóknem miedziowym, modalem, wiskożą, polyamidem lub nylonem i poliestrem.
- Stosuje się ją również do akryli oraz niektórych modakryli wybarwionych barwnikami metalokompleksowymi, niewymagającymi chromowania po barwieniu.

**2. Zasada metody**

Akryle, niektóre modakryle 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 akryli, modakryli 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 pozostałością, 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
modalu:	1,01
poliestru:	1,01

**6. Dokładność metody**

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

1) Przed przystąpieniem do przeprowadzenia analizy należy sprawdzić rozpuszczalność modakryli 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<sup>1)</sup>
- z
- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 1 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, włóknem miedziowym, modalem, wiskoza, akrylem, polyamidem lub nylonem, poliestrem, włóknem szklanym.

Jeżeli zawartość wełny lub jedwabiu w mieszance przekracza 25%, należy stosować metodę nr 2. Jeżeli zawartość w mieszance polyamidu 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 polichloroku 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. alkoholu etylowy lub alkohol metylowy.

**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. Wyszuszyć tygiel z pozostałościami, ostudzić i zważyć.

**Uwaga:**

Próbki niektórych mieszanek o wysokiej zawartości polichloroku winylu w trakcie suszenia kurczą się, co stanowi przeszkodę w ekstrahowaniu polichloroku winylu rozpuszczalnikiem. Kurczenie to nie przeszkadza jednak w całkowitym rozpuszczeniu polichloroku 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  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

<sup>1)</sup> Przed przystąpieniem do przeprowadzenia analiz należy sprawdzić rozpuszczalność włókien chlorowych w odczynniku.

**METODA NR 10****Acetat 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) acetonu
- z
- 2) niektórymi włóknami chlorowymi, tzn. polichlorkiem winylu, dochlorowanymi lub nie.

**2. Zasada**

Włókno acetonowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w lodowatym kwasie octowym. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę, po wprowadzeniu ewentualnej poprawki, wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa suchego acetonu 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 z nad 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  $\pm 1$  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 1 do rozporządzenia.

**2. Zasada metody**

Włókna jedwabiu znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się w 75% kwasie siarkowym<sup>1)</sup>. 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±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 rozcieńczonego kwasu siarkowego, 50 ml wody i 50 ml rozcieńczonego 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 1 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 mieszaninie.

### 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 <sup>1)</sup>.

3.2.4. Siarczan potasu <sup>1)</sup>.

3.2.5. Dwutlenek selenu <sup>1)</sup>.

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±3°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 odcisnięcie, 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. Odnotać 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  $\pm 1$  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 1 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, włóknem miedziowym, modalem, triacetatem, wiskozą, akrylem, polyamidem lub nylonem, poliestrem i włóknem szklanym.

## 2. Zasada metody

Włókno polipropylenowe znajdujące się w znanej masie mieszanki w stanie suchym rozpuszcza się we wrzącym ksylenu. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę po wprowadzeniu ewentualnej poprawki wyraża się jako odsetek suchej masy mieszanki. Zawartość procentowa polipropylenu 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 ksyleny na gram próbki. Połączyć chłodnicę z kolbą, doprowadzić ksylen do wrzenia i utrzymywać w tym stanie 3 minuty. Gorący ekstrakt przedcedzić natchmiast 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 ksyleny (dwukrotnie), a następnie dwa razy 75 ml petrooleju (I.3.2.1 Zasad ogólnych). Po czynnościach, w których używa się wrzącego ksyleny, należy kolbę z pozostałościami ochłodzić do temperatury pokojowej przed waniem do niej eteru naftowego. Po drugim myciu petroolejem zawartość kolby przefiltrować przez tygiel filtracyjny, a pozostałości włókien przenieść do tygla za pomocą niewielkiej dodatkowej ilości petrooleju. 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.<sup>1)</sup>

#### 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  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

<sup>1)</sup> Patrz np. aparatura opisana w "Meiland Textilberichte" 56 (1975) str. 643-645.

## METODA NR 14

### Włókna chlorowe (na bazie homopolimeru 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 homopolimeru chlorku winylu (dochlorowanego lub nie)

z

2) bawełną, acetatem, włóknem miedziowym, modalem, wiskożą, niektórymi akrylami, niektórymi modakrylami, polyamidem lub nylonem i poliestrem.

Modakryle 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 rozpuszcza 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  $\pm 1$  dla poziomu ufności 95%.

### METODA NR 15

#### **Włókna chlorowe, niektóre modakryle, niektóre elastany, acetaty, triacetaty i niektóre inne włókna (metoda z zastosowaniem cykloheksanonu)**

##### 1. Zakres stosowania

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

- 1) acetatu, triacetatu, włókien chlorowych, modakryli i niektórych elastanów
- z
- 2) wełną, sierścią zwierzęcą, o której mowa w lp. 2 i 3 załącznika nr 1 do rozporządzenia, jedwabiem, bawełną, włóknem miedziowym, modalem, wiskożą, polyamidem lub nylonem, akrylem, włóknem szklanym.

Jeżeli stwierdzono obecność modakrylu lub elastanu, 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 acetatowe, triacetatowe, chlorowe, niektóre modakryle, niektóre elastany rozpuszcza się, ekstrahując je cykloheksanonem w temperaturze zbliżonej do temperatury wrzenia. Pozostałości zbiera się, przemywa, suszy i waży; ich masę wyraża się jako zawartość procentową suchej masy mieszanek. Zawartość procentowa suchej masy włókna chlorowego, modakrylu, elastanu, acetatu, triacetatu 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.<sup>1)</sup>

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 pozostałościami, ostudzić i zważyć.

#### 5. Obliczanie i podawanie wyników

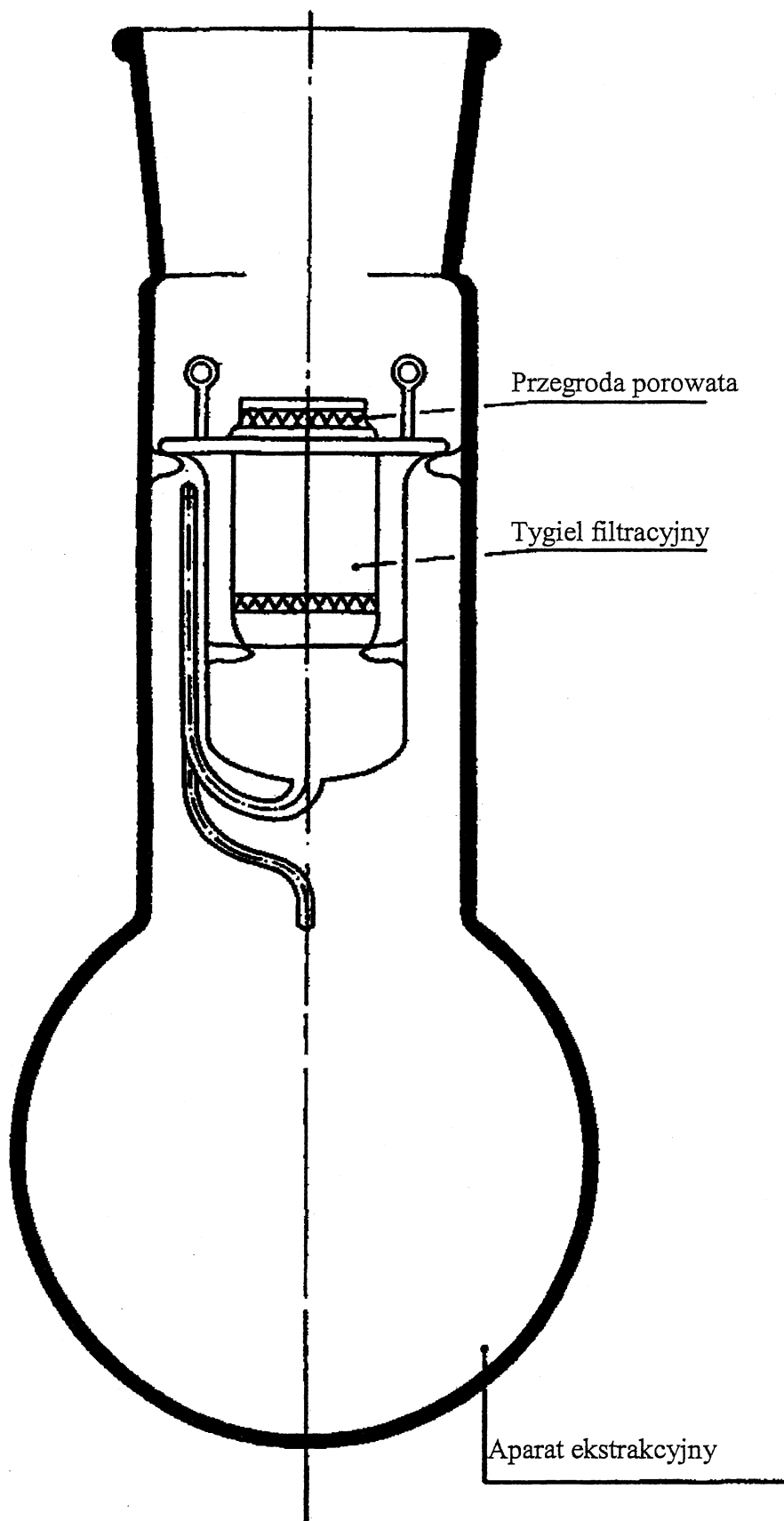
Wyniki obliczyć w sposób opisany w Zasadach ogólnych. Wartość  $d$  wynosi 1,00, z wyjątkiem: jedwabiu, dla którego wynosi 1,01, i włókna akrylowego, dla którego wynosi 0,98.

#### 6. Dokładność metody

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

1) Patrz np. aparatura opisana w "Meilland Textilberichte" 56 (1975) str. 643-645.

Szkic aparatu określony w pkt 3.1.1 metody nr 15



## METODY PRZEPROWADZANIA ANALIZY ILOŚCIOWEJ TRÓJSKŁADNIKOWYCH MIESZANEK WŁÓKIEŃ TEKSTYLNICH

### 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 nitki złożonej 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 drugiego 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 żywice 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 7 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 przędnych.

### I.1. Zakres stosowania

Zakres stosowania każdej metody analitycznej dwuskładnikowych mieszanek włókien określa, do jakich trójskładnikowych włókien stosuje się daną metodę (patrz załącznik nr 5 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. Petroolej redestylowany o temperaturze wrzenia w zakresie od 40 do  $60^\circ\text{C}$ .

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 § 31 – 36 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 petrooleju i wody przez obróbkę wysuszonej powietrzem laboratoryjnej próbki badawczej w aparacie Soxhleta za pomocą petrooleju przez jedną godzinę przy minimum 6 cyklach na godzinę. Należy pozwolić, aby petroolej 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 petrooleju i wody, należy ją usunąć przez zastąpienie metody wodnej opisanej powyżej odpowiednią metodą, która nie zmienia w istotny sposób żadnego ze składników. Jednakże w przypadku niektórych niebielonych naturalnych włókien roślinnych (na przykład juty, kokosu) należy zaznaczyć, że zwykła obróbka wstępna przy użyciu petrooleju i wody nie usuwa wszystkich naturalnych substancji niewłóknistych. Pomimo tego nie stosuje się dodatkowej obróbki wstępnej, jeżeli próbka zawiera apertury nierozpuszczalne zarówno w wodzie, jak i w petrooleju.

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 wysuszyć 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 ekcykatora.

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 ekcykatora.

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 prowadzić w ekcykatorze, umieszczonym poza wagą, do czasu całkowitego schłodzenia, nie krócej niż 2 godziny.

#### I.7.1.3. Wążenie

Po schłodzeniu należy zważyć naczynka wagowe w czasie nie dłuższym niż 2 minuty od chwili wyjęcia ich z ekcykatora; 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 długości około 10 mm. Wysuszyć próbki robocze w naczynkach wagowych, schłodzić je w ekcykatorze 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 5 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:

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

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

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

- P1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej z użyciem pierwszego odczynnika),
- P2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w drugiej próbce z użyciem drugiego odczynnika),
- P3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika nierozpuszczonego w żadnej z obydwu próbek roboczych),
- m1 masa pierwszej próbki roboczej po obróbce wstępnej,
- m2 masa drugiej próbki roboczej po obróbce wstępnej,
- r1 sucha masa pozostałości po usunięciu pierwszego składnika z pierwszej próbki roboczej pierwszym odczynnikiem,
- r2 sucha masa pozostałości po usunięciu drugiego składnika z drugiej próbki roboczej drugim odczynnikiem,
- d1 współczynnik korygujący ubytek masy w pierwszym odczynniku drugiego nierozpuszczonego składnika w pierwszej próbce roboczej,
- d2 współczynnik korygujący ubytek masy w pierwszym odczynniku trzeciego nierozpuszczonego składnika w pierwszej próbce roboczej,
- d3 współczynnik korygujący ubytek masy w drugim odczynniku pierwszego składnika nierozpuszczonego w drugiej próbce roboczej,
- d4 współczynnik korygujący ubytek masy w drugim odczynniku trzeciego składnika nierozpuszczonego w drugiej próbce roboczej.

#### I.8.1.2. Wariant 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:

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

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

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

- P1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (składnika pierwszej próbki roboczej, rozpuszczalnej z użyciem pierwszego odczynnika),
- P2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w tym samym czasie, co pierwszy składnik drugiej próbki roboczej, z użyciem drugiego odczynnika),
- P3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika nierozpuszczonego w żadnej z obydwu próbek roboczych),
- m1 masa pierwszej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,
- m2 masa drugiej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,
- r1 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego składnika pierwszej próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego odczynnika,

- r2 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego i drugiego składnika drugiej próbki roboczej z wykorzystaniem drugiego odczynnika,  
d1 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia pierwszego odczynnika, drugiego składnika nierozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej,  
d2 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia pierwszego odczynnika, trzeciego składnika nierozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej,  
d4 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia drugiego odczynnika, trzeciego składnika nierozpuszczonego w drugiej próbce roboczej.

## I.8.1.3. Wariant 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:

$$P1 = \frac{d3r2}{m2} \times 100\%$$

$$P2 = 100 - (P1 + P3)\%$$

$$P3 = \frac{d2r1}{m1} \times 100\%$$

- P1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego z użyciem odczynnika),  
P2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego z użyciem odczynnika),  
P3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczonego w drugiej próbce roboczej z użyciem odczynnika),  
m1 masa pierwszej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,  
m2 masa drugiej próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,  
r1 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego i drugiego składnika pierwszej próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego odczynnika,  
r2 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu drugiego i trzeciego składnika drugiej próbki roboczej z wykorzystaniem drugiego odczynnika,  
d2 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy, w wyniku użycia pierwszego odczynnika, trzeciego składnika nierozpuszczonego w pierwszej próbce roboczej,  
d3 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:

$$P1 = 100 - (P2 + P3)\%$$

$$P2 = \frac{d1r1}{m} \times 100 - \frac{d1}{d2} \times P3$$

$$P3 = \frac{d3r2}{m} \times 100\%$$

- P1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika (pierwszego składnika rozpuszczalnego),  
P2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika (drugiego składnika rozpuszczalnego),  
P3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika (składnika rozpuszczalnego),  
m masa próbki roboczej w stanie suchym po wstępnym przygotowaniu,

- r1 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego składnika próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego odczynnika,  
 r2 masa suchych pozostałości po wyeliminowaniu pierwszego i drugiego składnika próbki roboczej z wykorzystaniem pierwszego i drugiego odczynnika,  
 d1 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy drugiego składnika w pierwszym odczynniku,  
 d2 współczynnik korygujący, który uwzględnia ubytek masy trzeciego składnika w pierwszym odczynniku,  
 d3 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 7 do rozporządzenia, i z uwzględnieniem współczynników korygujących ubytków masy podczas obróbki wstępnej:

Mamy:

$$A=1+\frac{a1+b1}{100} \quad B=1+\frac{a2+b2}{100} \quad C=1+\frac{a3+b3}{100}$$

więc:

$$P1A = \frac{P1A}{P1A + P2B + P3C} \times 100\%$$

$$P2A = \frac{P2B}{P1A + P2B + P3C} \times 100\%$$

$$P3A = \frac{P3C}{P1A + P2B + P3C} \times 100\%$$

- P1A zawartość procentowa pierwszego czystego suchego składnika, z uwzględnieniem dodatku handlowego i ubytku masy podczas obróbki wstępnej,  
 P2A zawartość procentowa drugiego czystego suchego składnika, z uwzględnieniem dodatku handlowego i ubytku masy podczas obróbki wstępnej,  
 P3A zawartość procentowa trzeciego czystego suchego składnika, z uwzględnieniem dodatku handlowego i ubytku masy podczas obróbki wstępnej,  
 P1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika otrzymana w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w punkcie I.8.1,  
 P2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika otrzymana w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w punkcie I.8.1,  
 P3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika otrzymana w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w punkcie I.8.1,  
 a1 poziom dopuszczalnej wartości dodatku handlowego pierwszego składnika,  
 a2 poziom dopuszczalnej wartości dodatku handlowego drugiego składnika,  
 a3 poziom dopuszczalnej wartości dodatku handlowego trzeciego składnika,  
 b1 utracona w trakcie wstępnego przygotowania masa (w %) pierwszego składnika,  
 b2 utracona w trakcie wstępnego przygotowania masa (w %) drugiego składnika,  
 b3 utracona w trakcie wstępnego przygotowania masa (w %) trzeciego składnika.

W przypadku gdy przeprowadza się specjalne przygotowanie wstępne, należy określić wartości b1, b2 i b3, o ile jest to możliwe, poddając każde z wchodzących w skład tkaniny czystych włókien wstępnej obróbce laboratoryjnej (tzw. odłuszczenie). 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 (niebielonym, wybielonym), w jakim występują w produkcie, który poddawany jest analizie.

W przypadku gdy nie dysponujemy oddzielnymi i czystymi włóknami, które służą do wytworzenia produktu, który ma zostać poddany analizie, należy przyjąć średnie wartości b1, b2 i b3, 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 petrooleju i wodzie, zasadą ogólną jest, że można pominąć wartości b1, b2 i b3, z wyjątkiem przypadku bawełny niebielonej, lnu niebielonego lub niebielonych 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. Skrętomiernik lub podobny przyrząd.

### II.4. Odczynniki

II.4.1. Petroolej redestylowany o temperaturze wrzenia w zakresie od 40 do  $60^{\circ}\text{C}$ .

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 skrętomiernika. 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 rzędków 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:

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

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

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

P1 zawartość procentowa pierwszego suchego i czystego składnika,

P2 zawartość procentowa drugiego suchego i czystego składnika,

P3 zawartość procentowa trzeciego suchego i czystego składnika,

Zawartość procentową P1, P2 i P3 otrzymuje się w wyniku obliczeń z zastosowaniem jednego z wzorów podanych w pkt I.8.1.

m1 czysta sucha masa pierwszego składnika,

m2 czysta sucha masa drugiego składnika,

m3 czysta sucha masa trzeciego składnika.

II.9.1.2. Obliczanie procentowej zawartości każdego składnika, z uwzględnieniem dopuszczalnych wartości dodatków handlowych (zob. załącznik nr 7 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 laboratoriach, 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 5 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 E1 i E2 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	E1	E1	E1
B	E2	E1 + E2	E1 + E2
C	E1 + E2	E2	E1 + E2

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 mieszankach 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. niebielona bawełna.

##### Wariant 1

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

- Sucha masa pierwszej próbki, po obróbce wstępnej  $(m_1) = 1,6000 \text{ g}$
  - Sucha masa pozostałości, po poddaniu działaniu alkalicznego podchlorynu sodowego (poliamid + bawełna)  $(r_1) = 1,4166 \text{ g}$
  - Sucha masa drugiej próbki, po obróbce wstępnej  $(m_2) = 1,8000 \text{ g}$
  - Sucha masa pozostałości, po poddaniu działaniu kwasu mrówkowego (wełna + bawełna)  $(r_2) = 0,9000 \text{ g}$
- Poddanie działaniu alkalicznego podchlorynu sodowego nie powoduje żadnego ubytku masy poliamidu, natomiast niebielona 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 niebielonej bawełny, tak że  $d_3$  i  $d_4 = 1,0$ .

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 7 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 petroolej i wody nastąpił 4% ubytek masy niebielonej bawełny. Otrzymujemy więc:

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

$$P_{2A}(\text{poliamid}) = \frac{50,00 \cdot \left(1 + \frac{6,25+0,0}{100}\right)}{109,8385} \cdot 100\% = 48,37\%$$

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

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, niebielona bawełna.

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

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 niebielona 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 (przypomnijmy, 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 I.8.1.4 części 1, wartości uzyskane w wyniku przeprowadzenia analizy chemicznej i po wprowadzeniu współczynników korygujących będą następujące:

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

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

$$P_1 (\text{wełna}) = 100\% - (48,74 + 41,02) = 10,23\%$$

Tak jak w przypadku wariantu 1, wyniki te należy skorygować, korzystając z wzorów przedstawionych w punkcie I.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 mieszanki	Włókna składnikowe				Numer metody
	1	2	3	4	
1	wełna lub sierść zwierzęca	wiskoza, włókno miedziowe lub niektóre rodzaje modal	bawełna	1 i/lub 4	2 (alkaliczny podchloryn sodu) i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
2	wełna lub sierść zwierzęca	polyamid 6 lub 6-6	bawełna, wiskoza, włókno miedziowe lub modal	1 i/lub 4	2 (alkaliczny podchloryn sodu) i 4 (kwas mrówkowy 80% w/w)
3	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	niektóre włókna chlorowe	wiskoza, włókno miedziowe, modal lub bawełna	1 i/lub 4	2 (alkaliczny podchloryn sodu) i 9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5 w/w)

4	wełna lub sierść zwierzęca	polyamid 6 lub 6-6	poliester,  polipropy len, akryl lub włókno szklane	1 i/lub 4	2 (alkaliczny podchloryn sodu) i  4 (kwas mrówkowy 80% w/w)
5	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	niektóre włókna  chlorowe	poliester,  akryl, polyamid lub włókno szklane	1 i/lub 4	2 (alkaliczny podchloryn sodu) i  9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5 w/w)
6	jedwab	wełna lub sierść zwierzęca	poliester	2	11 (kwas siarkowy 75% w/w)  i  2 (alkaliczny podchloryn sodu)
7	polyamid 6 lub 6-6	akryl	bawełna, wiskoza, włókno miedziowe lub modal	1 i/lub 4	4 (kwas mrówkowy 80% w/w) i 8 (dimetyloformamid)
8	niektóre włókna chlorowe	polyamid 6 lub 6-6	bawełna, wiskoza, włókno miedziowe lub modal	1 i/lub 4	8 (dimetyloformamid) i 4 (kwas mrówkowy 80% w/w)  lub  9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5 w/w)  i 4 (kwas mrówkowy 80% w/w)

9	akryl	polyamid 6 lub 6-6	poliester	1 i/lub 4	8 (dimetyloforma- mid) i 4 (kwas mrówkowy 80% w/w)
10	acetat	polyamid 6 lub 6-6	wiskoza, bawełna, włókno miedziowe lub modal	4	1 (aceton) i 4 (kwas mrówkowy 80% w/w)
11	niektóre włókna chlorowe	akryl	polyamid	2 i/lub 4	9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5 w/w) i  8 (dimetyloforma- mid)
12	niektóre włókna chlorowe	polyamid 6 lub 6-6	akryl	1 i/lub 4	9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5 w/w) i  4 (kwas mrówkowy 80% w/w)
13	polyamid 6 lub 6-6	wiskoza, włókno miedziowe,  modal lub bawełna	poliester	4	4 (kwas mrówkowy 80% w/w) i 7 (kwas siarkowy 75% w/w)
14	acetat	wiskoza,  włókno miedziowe,  modal lub bawełna	poliester	4	1 (aceton) i 7 (kwas siarkowy 75% w/w)
15	akryl	wiskoza, włókno miedziowe, modal lub bawełna	poliester	4	8 (dimetyloforma- mid) i 7 (kwas siarkowy 75% w/w)

16	acetat	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	bawełna, wiskoza, włókno miedziowe,  modal, polyamid, poliester, akryl	4	1 (aceton)  i  2 (alkaliczny podchloryn sodu)
17	triacetat	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	bawełna, wiskoza, włókno miedziowe,  modal, polyamid, poliester, akryl	4	6(dichlorometan)  i  2 (alkaliczny podchloryn sodu)
18	akryl	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	poliester	1 i/lub 4	8(dimetyloforma- mid) i  2 (alkaliczny podchloryn sodu)
19	akryl	jedwab	wełna lub sierść zwierzęca	4	8(dimetyloforma- mid) i  7 (kwas siarkowy 75% w/w)
20	akryl	wełna, sierść zwierzęca lub jedwab	bawełna, wiskoza, włókno miedziowe lub modal	1 i/lub 4	8(dimetyloforma- mid) i  2 (alkaliczny podchloryn sodu)

21	wełna, sierść zwierzęca lub  jedwab	bawełna, wiskoza, włókno miedziowe,  modal	poliester	4	2 (alkaliczny podchloryn sodu) i  7 (kwas siarkowy 75% w/w)
22	wiskoza, włókno miedziowe lub  niektóre rodzaje modalu	bawełna	poliester	2 i/lub 4	3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy) i  7 (kwas siarkowy 75% w/w)
23	akryl	wiskoza, włókno miedziowe lub  niektóre rodzaje modalu	bawełna	4	8(dimetyloforma- mid) i  3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
24	niektóre włókna chlorowe	wiskoza, włókno miedziowe lub  niektóre rodzaje modalu	bawełna	1 i/lub 4	9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5 w/w) i  3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy) lub  8(dimetyloforma- mid)  i 3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
25	acetat	wiskoza, włókno miedziowe lub niektóre rodzaje modalu	bawełna	4	1 (aceton) i  3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)

26	triacetat	wiskoza, włókno miedziowe lub niektóre rodzaje modalu	bawełna	4	6(dichlorometan)  i  3 (chlorek cynku/kwas mrówkowy)
27	acetat	jedwab	wełna lub sierść zwierzęca	4	1 (aceton) i  11 (kwas siarkowy 75% w/w)
28	triacetat	jedwab	wełna lub sierść zwierzęca	4	6(dichlorometan)  i  11 (kwas siarkowy 75% w/w)
29	acetat	akryl	bawełna, wiskoza,  włókno miedziowe lub modal	4	1 (aceton) i  8(dimetyloforma- mid)
30	triacetat	akryl	bawełna, wiskoza,  włókno miedziowe lub modal	4	6(dichlorometan)  i  8(dimetyloforma- mid)
31	triacetat	polyamid 6  lub 6-6	bawełna, wiskoza,  włókno miedziowe lub modal modalne	4	6(dichlorometan)  i  4 (kwas mrówkowy 80% w/w)
32	triacetat	bawełna, wiskoza,  włókno miedziowe lub modal modalne	poliester	4	6(dichlorometan)  i  7 (kwas siarkowy 75% w/w)

33	acetat	polyamid 6 lub 6-6	poliester lub akryl	4	1 (aceton) i  4 (kwas mrówkowy 80% w/w)
34	acetat	akryl	poliester	4	1 (aceton) i 8(dimetyloforma- mid)
35	niektóre włókna chlorowe	bawełna, wiskoza,  włókno miedziowe lub modal modalne	poliester	4	8(dimetyloforma- mid) i  7 (kwas siarkowy 75% w/w) lub  9 (disiarczek węgla/ aceton 55,5 : 44,5 w/w) i  7 (kwas siarkowy 75% w/w)

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

Załącznik nr 7

DODATKI HANDLOWE STOSOWANE DO OBLICZANIA MASY WŁÓKIEN  
ZAWARTYCH W PRODUKCIE WŁÓKIENNICZYM

Numery włókien	Włókna	Procenty
1	2	3
1.	wełna:  włókna czesankowe  włókna zgrzebne	18,25  17,00 <sup>1)</sup>



2.	sierść: włókna czesankowe włókna zgrzebne	18,25 17,00 <sup>1)</sup>
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.	kokos	13,00
13.	żarnowiec	14,00
14.	ramia (włókno bielone)	8,50
15.	sizal	14,00
16.	sun	12,00
17.	heneken	14,00
18.	maguey	14,00
19.	acetat	9,00
20.	alginat	20,00
21.	włókno miedziowe	13,00
22.	modal	13,00
23.	włókno białkowe	17,00
24.	triacetat	7,00
25.	wiskoza	13,00
26.	akryl	2,00

27.	włókno chlorowe	2,00
28.	włókno fluorowe	0,00
29.	modakryl	2,00
30.	polyamid lub nylon:	
	odcinkowe	6,25
	ciągłe	5,75
31.	aramid	8,00
32.	poliimid	3,50
33.	lyocell	13,00
34.	poliester:	
	odcinkowe	1,50
	ciągłe	1,50
35.	polietylen	1,50
36.	polipropylen	2,00
37.	polikarbamid	2,00
38.	poliuretan:	
	odcinkowe	3,50
	ciągłe	3,00
39.	winylal	5,00
40.	triwinylal	3,00
41.	elastodien	1,00
42.	elastan	1,50
43.	włókno szklane:	
	o przeciętnej średnicy powyżej 5 $\mu\text{m}$	2,00
	o przeciętnej średnicy 5 $\mu\text{m}$ 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.

DOPUSZCZALNA ZAWARTOŚĆ AMIN, KTÓRE W WARUNKACH REDUKCYJNYCH  
NIE MOGĄ BYĆ ODSZCZEPIANE Z BARWNIKÓW AZOWYCH<sup>1)</sup>

Lp.	Nazwa aminy	Nr CAS <sup>2)</sup>	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'-oksydianilina	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	

<sup>1)</sup> 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.

<sup>2)</sup> 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	Produkty dla dzieci do lat 3: - produkty płaskie, konfekcja, dodatki np. zamki, taśmy, koronki,  - koce, kołdry, poduszki, materace i ich wypełnienia itp.	20
2	Produkty użytkowane w bezpośrednim kontakcie ze skórą: - produkty płaskie przeznaczone na: bieliznę osobistą i pościelową, bluzki, koszule, sukienki, spodnie, podszewki, odzież sportową oraz dodatki,  - produkty pończosznice i galanteria tekstylna: rękawice, chustki, szaliki itp.,  - ręczniki i produkty kąpielowe,  - włóczki	150
3	Produkty użytkowane w pośrednim kontakcie ze skórą: - 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

## Załącznik nr 10

## 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 <sup>2</sup> x h] z powierzchni produktu w kategoriach pomieszczeń	
		A <sup>1)</sup>	B <sup>2)</sup>
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

<sup>1)</sup> 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.

<sup>2)</sup> Pomieszczenia kategorii B - pomieszczenia przeznaczone na pobyt ludzi w budynkach użyteczności publicznej inne niż zaliczone do pomieszczeń kategorii A oraz pomieszczenia pomocnicze w mieszkaniach.

## Załącznik nr 11

## WYKAZ SUBSTANCJI I PREPARATÓW, KTÓRYCH STOSOWANIE JEST ZABRONIONE

Lp.	Nazwa substancji	Nr CAS <sup>3)</sup>
1	2	3
1	Nikiel (Ni) <sup>1)</sup>	7440-02-0
2	Kadm (Cd) i jego związki <sup>2)</sup>	7440-43-9
3	Ołów (Pb) i jego związki <sup>2)</sup>	7439-92-1
4	Rtęć (Hg) i jej związki <sup>2)</sup>	7439-97-6
5	Arsen (As) i jego związki <sup>2)</sup>	7440-32-2

6	Pentachlorofenol (PCP), jego sole lub estry <sup>2)</sup>	87-86-5
7	Polichlorowane bifenyle lub terfenyle 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	Polibromobifenyle 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).