

ДИРЕКТИВА 96/73/ЕО НА ЕВРОПЕЙСКИЯ ПАРЛАМЕНТ И НА СЪВЕТА

от 16 декември 1996 година

относно някои методи за количествен анализ на двукомпонентни смеси от текстилни влакна

ЕВРОПЕЙСКИЯТ ПАРЛАМЕНТ И СЪВЕТЪТ НА ЕВРОПЕЙСКИЯ СЪЮЗ,

като взеха предвид Договора за създаване на Европейската общност, и по-специално член 100а от него,

като взеха предвид предложението на Комисията¹,

като взеха предвид становището на Икономическия и социален комитет²,

в съответствие с процедурата, предвидена в член 189б от Договора³,

като има предвид, че Директива 72/276/ЕИО на Съвета от 17 юли 1972 г. относно сближаването на законодателствата на държавите-членки в областта на някои методи за количествен анализ на двукомпонентни смеси от текстилни влакна⁴ е претърпяла многократни и съществени промени; като има предвид, че с оглед на яснотата и рационалността посочената директива следва да бъде консолидирана;

като има предвид, че Директива 96/74/ЕО на Европейския парламент и на Съвета от 16 декември 1996 г. относно наименованията на текстилните продукти⁵, изисква поставянето на етикети, в които да се посочва състава на влакната в текстилните изделия, а проверките да се извършват чрез анализи за съответствието на тези изделия с посочените данни в етикета;

като има предвид, че използваните методи за официалните тестове, извършвани в държавите-членки за определяне състава на влакната в текстилните изделия следва да бъдат унифицирани както по отношение предварителната обработка на пробата, така и при нейния количествен анализ;

¹ ОВ С 96, 6.4.1994 г., стр. 20.

² ОВ С 195, 18.7.1994 г., стр. 20.

³ Становище на Европейския парламент от 15 февруари 1995 г. (ОВ С 56, 6.3.1995 г., стр. 53), Общо становище на Съвета от 26 февруари 1996 г. (ОВ С 196, 6.7.1996 г., стр. 20) и Решение на Европейския парламент от 18 юни 1996 г. (ОВ С 198, 8.7.1996 г., стр. 25.), Решение на Съвета от 7 октомври 1996 г.

⁴ ОВ L 173, 31.7.1972 г., стр. 1. Директива, последно изменена с Директива 87/184/ЕИО (ОВ № L 75, 17.3.1987 г., стр. 21)

⁵ Виж стр. 38 от настоящия *Официален вестник*.

като има предвид, че Директива 96/74/ЕО предвижда, че методите за вземане на проби и анализите, които ще бъдат използвани в държавите-членки с цел определяне състава на влакната в изделията, ще бъдат определени в отделни директиви; като има предвид поради това, че приложение II към настоящата Директива определя 15 унифицирани метода за анализ на преобладаваща част от текстилните изделия, произведени от двукомпонентни смеси, които се предлагат на пазара;

като има предвид, че техническият напредък се нуждае от по-честа адаптация на техническите спецификации, дефинирани в отделните директиви относно методите на текстилен анализ; като има предвид, че за да се улесни прилагането на мерките, необходими за тази цел, следва да бъде определена процедура, която да установи, в рамките на Комитета по директивите за наименованията на текстилните продукти и етикетирането, тясно сътрудничество между държавите-членки и Комисията;

като има предвид, че по отношение на двукомпонентните смеси, за които няма унифициран метод за анализ на Общностно ниво, лабораторията, отговорна за извършването на теста, може да определи състава на такива смеси, използвайки всеки валиден метод на нейно разположение, като в доклада за анализа посочва получения резултат, и доколкото това е известно, степента на точност на използвания метод;

като има предвид, че разпоредбите на настоящата директива са в съответствие със становището на Комитета по директивите за наименованията на текстилните продукти и етикетирането;

като има предвид, че настоящата директива не трябва да засяга задълженията на държавите-членки по отношение на сроковете за транспониране на директивите, посочени в приложение III, част Б,

ПРИЕХА НАСТОЯЩАТА ДИРЕКТИВА:

Член 1

Настоящата директива се отнася до методи за количествен анализ на някои двукомпонентни смеси от текстилни влакна, включително и подготовката на пробите за тестване и образците за тестване.

Член 2

“Проба за тестване” означава проба в подходящ размер за анализ, взета от лабораторната пробна маса, след като тя е била взета за анализ от дадена партида изделия.

“Образец за тестване” означава тази част от пробата за тестване, която е предназначена за получаване на индивидуален резултат от теста.

Член 3

Държавите-членки предприемат всички необходими мерки, за да гарантират, че в съответствие с Директива 96/74/ЕО, разпоредбите в приложения I и II относно методите за количествен анализ на някои двукомпонентни смеси от текстилни влакна, включително и подготовката на пробите за тестване и образците за тестване, се прилагат при всички официални тестове за определяне състава на текстилните продукти, които се пускат на пазара.

Член 4

Всяка лаборатория, отговорна за извършването на тестове на двукомпонентни смеси, за които няма унифициран метод за анализ на Общностно ниво, определя състава на такива смеси, използвайки всеки валиден метод на нейно разположение, като в доклада за анализа посочва получения резултат, и доколкото това е известно, точността на използвания метод.

Член 5

1. Създава се Комитет по директивите за наименованията на текстилните продукти и етиктирането, наричан от тук нататък “Комитетът”; той се състои от представители на държавите-членки, а негов председател е представител на Комисията.
2. Комитетът приема свой процедурен правилник.
3. Привеждането в съответствие към техническия напредък при методите за количествен анализ, предвидени в приложение II се осъществява в съответствие с процедурите, установени в член 6.

Член 6

1. Когато се прилага процедурата, установена в настоящия член, въпросите следва да се разглеждат в Комитета по инициатива на нейния председател или по искане на представител на държава-членка.
2. Представителят на Комисията изпраща на Комитета проект за мерките, които следва да се предприемат. Комитетът представя своето становище по проекта в даден срок, който може да бъде определен от председателя в зависимост от спешността на проблема. Становището се приема с мнозинството, определено в

член 148, параграф 2 от Договора в случай на решения, които Съветът се изисква да приеме по предложение на Комисията. Гласовете на представителите на държавите-членки в рамките на Комитета се претеглят по начина, определен в цитирания член. Председателят не гласува.

3. а) Комисията приема посочените мерки, когато те са в съответствие със становището на Комитета.

б) Когато посочените мерки не са в съответствие със становището на Комитета или ако не е представено становище, Комисията незабавно предлага на Съвета мерките, които трябва да бъдат приети.

Съветът взема решения с квалифицирано мнозинство.

в) Ако в рамките на 3 месеца, след като му бъде представено предложението, Съветът не е предприел никакви действия, предложените мерки се приемат от Комисията.

Член 7

Държавите-членки съобщават на Комисията текста на основните разпоредби от националното си законодателство, които те приемат в областта, регулирана с настоящата директива.

Член 8

Директивите, изброени в приложение III, част А, се отменят, без да се накърняват задълженията на държавите-членки по отношение на сроковете за транспониране, посочени в приложение III, част Б.

Позоваванията на отменените директиви се тълкуват като позовавания на настоящата директива и се разглеждат в съответствие с таблицата на съответствие в приложение IV.

Член 9

Адресати на настоящата директива са държавите-членки.

Настоящата директива влиза в сила на 20-тия ден след деня на публикуването ѝ в *Официален вестник на Европейските общности*.

Съставено в Брюксел на 16 декември 1996 година.

За Европейския парламент:

Председател

K. HÄNSCH

За Съвета:

Председател

I. YATES

ПРИЛОЖЕНИЕ I

ПОДГОТОВКА НА ПРОБИТЕ ЗА ТЕСТВАНЕ И ОБРАЗЦИТЕ ЗА ТЕСТВАНЕ ПРИ ОПРЕДЕЛЯНЕ СЪСТАВА НА ВЛАКНАТА В ТЕКСТИЛНИТЕ ИЗДЕЛИЯ

1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

Настоящото приложение определя процедурите за вземане на лабораторни проби за тестване в подходящ размер, за предварителна обработка за количествен анализ (т.е. маса, не по-голяма от 100 г), от лабораторна пробна маса, както и за подбора на образци за тестване от лабораторните проби за тестване, предварително обработени за отделяне на невлакнести съставки⁶.

2. ДЕФИНИЦИИ

2.1. Източник - Това количество от материала, което трябва да бъде оценено на базата на една серия тестови резултати. То може да обхваща например, целия материал от една партида на дадена тъкан; цялата тъкана материя от определен стан; една партида от прежда, бала или няколко бали от необработено влакно.

2.2. Лабораторна пробна маса - Тази част от източника, взета като представителна за цялото количество, и която е на разположение в лабораторията. Размерът и естеството на пробната маса трябва да бъдат достатъчни за адекватно преодоляване на нехомогенността на източника и за улесняване и облекчаване на лабораторната обработка⁷.

2.3. Лабораторна проба за тестване – Тази част от лабораторната пробна маса, която е подложена на предварителна обработка за премахване на невлакнестите съставки и от която се вземат образци за тестване. Размерът и естеството на пробната маса за тестване трябва да бъдат достатъчни за адекватното преодоляване на нехомогенността на пробната маса⁸.

2.4. Образец за тестване – Тази част от материала, която трябва да даде индивидуален тестов резултат, и която е подбрана от лабораторната проба за тестване.

3. ПРИНЦИП

Лабораторната проба за тестване се подбира така, че да бъде представителна за цялата пробна маса.

⁶ В някои случаи е необходимо отделните проби за тестване да бъдат подложени на предварителна обработка

⁷ В случай на готови изделия: виж раздел 7.

⁸ Виж точка 1.

Образците за тестване се вземат от лабораторната проба за тестване по такъв начин, че всяка от тях да е представителен за лабораторната проба за тестване.

4. ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ОТ СВОБОДНИ ВЛАКНА

4.1. Неориентирани влакна – Лабораторна проба за тестване се получава чрез подбор на произволни папери от пробната маса. Цялото количество от пробата се смесва добре чрез устройство за разчепкване⁹. Тъканта или сместа, в т.ч. свободните влакна, както и тези, които са залепнали за устройството за смесване, на предварителна обработка. След това от тъканта или сместа, от свободните влакна и от залепналите за устройството влакна проби, се избират образци за тестване, пропорционални на съответните маси.

Ако разчепканата тъкан остане ненарушена след предварителната обработка, избират проби за тестване по описания в точка 4.2. начин. Ако разчепканата тъкан е разрушена след предварителната обработка, всяка проба за тестване се подбира чрез произволно отделяне на най-малко 16 малки папери с подходящ и приблизително еднакъв размер, след което те се смесват.

4.2. Ориентирани влакна (кардни влакна, ленти, ленти на руло, препрежда)
От произволно избрани части от лабораторната пробна маса се изрязват напречно най-малко 10 части, всяка с приблизителна маса 1 г. Така получената проба се подлага на предварителна обработка. Отново се съединяват частите, като се нареждат една до друга и се взема образецът, като се срежат така, че да се обхване част от всяка от 10-те дължини.

5. ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ОТ ПРЕЖДА

5.1. Препрежда в опаковки или в банки - Вземат се проби от всички опаковки от пробната маса.

Изваждат се подходящите непрекъснати равни дължини от всяка опаковка или чрез навиване на гранчета с еднакъв брой намотки¹⁰, или по някакъв друг начин. Обединяват се дължините на отделните части в общо гранче или къделя, за да формират лабораторната проба за тестване, като се осигурява да има еднакви дължини от всеки един от пакетите в гранчето или къделята.

Лабораторната проба се подлага на предварителна обработка.

⁹ Устройството за разчепкване може да бъде заменено от смесител за влакна, или влакната могат да бъдат смесени по метода "папери и брак".

¹⁰ В случай че опаковките могат да се монтират в подходяща кошница, няколко от тях може да се навиват едновременно

Вземат се образци от лабораторната проба за тестване, като се изрязват снопове прежда с равни дължини от общата част. Снопът съдържа от всички прежди в пробата.

Ако текстът на преждата е “t”, а броят на опаковките, избрани от пробната маса е “n”, то за да се получи проба от 10 г, дължината на преждата, която трябва да се извади от всяка опаковка, е $\frac{10^6}{Nt}$ cm

Ако стойността на Nt е висока, т.е. над 2000, се навива по-тежко гранче и се срязва напречно на две места, за да се получи къделя с подходяща маса. Краищата на всяка проба във формата на къделя трябва да се завържат здраво преди предварителната обработка, а образците за тестване – да се вземат най-далеч от възлите.

5.2. Прежда на основа - Взема се лабораторната проба за тестване, като се изреже част от края на основата, не по-къса от 20 cm, която да съдържа от всички нишки в основата, с изключение на кантиращите нишки, които се отстраняват. Снопът нишки се завързва близо до единия край. Ако пробата е твърде голяма за предварителна обработка като цяло, тя се разделя на две или повече части, всяка от които се завързва преди предварителната обработка, а после, след като са били обработени поотделно, частите отново се съединяват. Взема се образец за тестване, като се изреже подходяща дължина от пробата по-далеч от възела, съдържаща от всички нишки във основата. За основа от N нишки и текст “t”, дължината на

образца с маса 1 г се равнява на $\frac{10^5}{Nt}$ cm .

6. ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ОТ ТЪКАНИ

6.1. От пробна маса, съставена от единично парче на материята

- Изрязва се диагонално ивица от единия ъгъл до другия и се отделят кенарите. Тази ивица представлява лабораторната проба за тестване. За да се получи лабораторна проба за тестване с тегло

x г, площта на ивицата трябва да е $\frac{x10^4}{G}$,

където G е масата на плата в г/м².

Лабораторната проба за тестване се подлага на предварителна обработка и след това ивицата се срязва напречно на 4 равни части, които се наслагват една на друга.

Вземат се образци за тестване от която и да е част на напластената материя, като се срежат всички слоеве, така че всеки образец да съдържа равни дължини от всеки пласт.

Ако платът е с тъкан десен, ширината на лабораторната проба за тестване, измерена успоредно на направлението на основата, не трябва да е по-малка от една стъпка на десена. Ако при това положение пробата е твърде голяма, за да бъде обработена като цяло, тя се срязва на равни части, които се обработват поотделно, след което тези части се наслагват една върху друга преди да се подбере образецът за тестване, като се внимава съответните части от десена да не съвпадат.

6.2. От пробна маса, състояща се от няколко парчета

- Всяко парче се обработва, както е описано в точка 6.1., и всеки резултат се посочва отделно.

7. ВЗЕМАНЕ НА ПРОБИ ОТ ГОТОВИ ТЕКСТИЛНИ ИЗДЕЛИЯ

Пробната маса представлява готово изделие или представителна част от него.

Когато е подходящо, се определя процентното съдържание на отделните детайли от изделието, които са с еднакъв влакнест състав, с цел да се провери съответствието с член 9 от Директива 96/74/ЕО на Европейския парламент и на Съвета от 16 декември 1996 г. относно наименованията на текстилните продукти.

Избира се лабораторна проба за тестване, която е представителна за частта от готовото изделие, чийто състав трябва да е посочен на етикета. Ако изделието има няколко етикета, се избират лабораторни проби за тестване, които са представителни за всяка част, съответстваща на даден етикет.

Ако изделието, чийто състав трябва да се определи, не е еднородно, може да се наложи да се подберат лабораторни проби за тестване от всяка част от изделието и да се определят относителните пропорции на различните части спрямо цялото изделие.

След това се изчислява частите в проценти, като се вземат предвид относителните им пропорции.

Лабораторните проби се подлагат на предварителна обработка.

След това се подбират образците, представителни за предварително обработените лабораторни проби.

ПРИЛОЖЕНИЕ II

МЕТОДИ ЗА КОЛИЧЕСТВЕН АНАЛИЗ НА НЯКОИ ДВУКОМПОНЕНТНИ СМЕСИ ОТ ВЛАКНА

1. ОБЩО

Въведение

Методите за количествен анализ на смесите от текстилни влакна се основават главно на два процеса – ръчно отделяне и химическо разделяне на влакната.

Методът на ръчно отделяне трябва да се използва винаги, когато е възможно, тъй като той дава много по-точни резултати от химическия метод. Той може да се прилага за всички текстилни изделия, чиито съставлящи влакна не са плътно свързани, както например е случаят с прежди, съставени от няколко елемента, всеки от които е изработен само от един вид влакно, или при платове, в които влакното на основата е различно от това на вътъка, или при плетени платове от различни видове прежди, които могат да се разплитат.

Най-общо, методите за химически количествен анализ се основават на селективното разтваряне на отделните компоненти. След отстраняването на някой компонент неразтворимият остатък се претегля и частта на разтворената съставка се изчислява спрямо загубата в масата. Първата част на приложението предоставя обща информация за анализите по този метод за всички типове смеси от влакна, разглеждани в приложението независимо от техния състав. Следователно тази част трябва да се ползва заедно със следващите отделни раздели на приложението, които съдържат подробна информация за процедурите, приложими за конкретни смеси от влакна. Понякога анализът се основава на принцип, различен от селективната разтворимост; за такива случаи подробностите са дадени в подходящ раздел.

Влакнестите смеси по време на обработката и в по-малка степен, готовите платове могат да съдържат невлакнести елементи като мазнини, восъци или апретура, или водоразтворими вещества, попадат в тях или по естествен път, или са били добавени за улесняване на обработката. Невлакнестите елементи трябва да бъде отстранена преди анализа. За тази цел е посочен и метод за премахване на масла, мазнини, восъци и водоразтворими вещества.

Освен това, текстилните изделия могат да съдържат смоли или други вещества, които се добавят за придаване на специални свойства на материята. Такива вещества, включително оцветители, в изключителни случаи могат да попречат на действието на реактива върху разтворимия компонент и/или могат да бъдат частично или напълно премахнати от реактива. По този начин такива вещества

могат да доведат до грешки и затова те трябва да бъдат отстранявани преди анализирането на пробата. Ако не е възможно да се отстранят тези добавки, то методите за количествен химически анализ, посочени в настоящото приложение, са неприложими.

Багрилата в оцветените текстилни изделия се смятат за неразделна част от влакното и не се отстраняват.

Анализите се осъществяват на базата на сухото вещество и процедурата, която се описва, е за определяне на сухото вещество.

Резултатът се получава, като към сухото вещество на всяко влакно се приложат допустимите отклонения в стойностите съгласно приложение II към Директива 96/74/ЕО на Европейския парламент и на Съвета от 16 декември 1996 г. относно наименованията на текстилните продукти.

Преди започване на всеки химически анализ, трябва да се установи типът на всички влакна в сместа. При някои методи неразтворимата част от сместа може частично да бъде разтворена в реактива, използван за разтваряне на разтворимия компонент. Където е възможно, се избират такива химически реактиви, които да имат минимално влияние върху неразтворимите влакна. Ако се знае, че по време на анализа се губи маса, резултатът трябва да бъде коригиран. За тази цел са указани коефициенти за корекция. Тези фактори са определени от няколко лаборатории чрез обработка с подходящия реактив, определен от аналитичния метод, на влакна, почистени чрез предварителна обработка. Тези стойности са приложими само за неразложени влакна, а за влакна, разложени преди или по време на обработката, може да са необходими други стойности. Посочените процедури се прилагат за единични анализи. Трябва да се проведат най-малко два анализа на отделни образци както при ръчно, така и при химично отделяне. За потвърждаване на резултатите, освен ако това е технически невъзможно, се препоръчва използването на алтернативни процедури, чрез които съставката, която е била остатък в стандартния метод, се разтваря първа.

I. ОБЩА ИНФОРМАЦИЯ ЗА МЕТОДИТЕ ЗА КОЛИЧЕСТВЕН ХИМИЧЕСКИ АНАЛИЗ НА СМЕСИ ОТ ТЕКСТИЛНИ ВЛАКНА

Сведения, общи за методите, които се използват при количествен анализ на смеси от текстилни влакна

I.1. Обхват и област на приложение

Приложението на всеки метод определя за кои влакна е приложим методът.

I.2. Принцип

След идентификация на компонентите в дадена смес, невлакнестите вещества се отстраняват чрез подходяща предварителна обработка, а след това – една от съставките, обикновено чрез селективно разтваряне¹¹. Неразтворимият остатък се претегля и се изчислява частта на разтворимия компонент спрямо загубата на маса. С изключение на случаите, когато това е технически невъзможно, е препоръчително да се разтвори този компонент, чийто относителен дял е по-голям, и по този начин остава влакното, което представлява по-малката част от сместа.

I.3. Материали и оборудване

I.3.1. Апаратура

I.3.1.1. Филтърен съд и колби за претегляне, достатъчно големи да поемат такива тигли, или някаква друг уред, който ще даде идентични резултати.

I.3.1.2. Херметична колба.

I.3.1.3. Ексикатор, съдържащ силикагел с индикатор за влага.

I.3.1.4. Вентилирана камера за изсушаване на образците при температура $150^{\circ} \pm 3^{\circ} \text{C}$.

I.3.1.5. Аналитични везни с точност до 0,0002 г.

I.3.1.6. Сокслетов екстрактор или друг уред, който ще даде идентични резултати.

I.3.2. Реактиви

I.3.2.1. Петролен етер, редестилиран, с температура на кипене между 40° и 60°C .

I.3.2.2. Другите реактиви са определени в съответните раздели към всеки метод. Всички използвани реактиви трябва да са химически чисти.

I.3.2.3. Дестилирана или дейонизирана вода.

I.4. Кондициониране и обработка на тестовата атмосфера

Определя се сухо вещество, поради което не е необходимо образецът да се обработва или анализът да се провежда в обработена атмосфера.

I.5. Лабораторна проба за тестване

Взема се лабораторна проба за тестване, която е представителна за пробната маса и достатъчна за получаване на всички необходими образци, всеки от които не по-малко от 1 г.

I.6. Предварителна обработка на лабораторната проба за тестване¹²

В случай че в пробата има вещество, което не трябва да се взема под внимание в изчисленията на частите (виж член 12, параграф 3 от Директива 96/74/ЕО на

¹¹ Метод № 12 прави изключение. Той се основава на определяне състава на един от двата компонента.

¹² Виж приложение 1.1.

Европейския парламент и на Съвета от 16 декември 1996 г. относно наименованията на текстилните продукти), то трябва най-напред да бъде отстранено чрез подходящ метод, който да не засегне никой от компонентите на влакното.

За целта, невлакнестата материя, която може да бъде екстрахирана с петролен етер и вода, се премахва, като изсушената проба се обработва в Соклетов екстрактор с петролен етер за време от един час най-малко 6 цикъла/час. Оставя се етерът да се изпари от пробата, която след това се обработва директно чрез нагиване на образеца във вода със стайна температура за 1 час и след това чрез нагиване във вода с температура $65 \pm 5^{\circ}\text{C}$ за още 1 час, като течността от време на време се разбърква. Използва се съотношение образец/течност = 1:100. Излишната вода се отстранява чрез изтискване, всмукване или центрофугиране и след това пробата се оставя да изсъхне.

Когато невлакнестата материя не може да се отдели с петролен етер и вода, тя трябва да се отстрани, като се замести посоченият по-горе воден метод с друг подходящ метод, който да не засегне никой от съставките на влакното. Относно някои неизбелени естествени растителни влакна (напр. юта, влакна от кокосов орех) следва да се отбележи, че обикновената предварителна обработка не отстранява всички естествени невлакнести съставки; въпреки това не се прилага допълнителна предварителна обработка, освен ако пробата съдържа апретура, неразтворима както в етера, така и във водата.

Протоколите от изпитването трябва да съдържат пълна информация за използваните методи при предварителната обработка.

I.7. Процедура на теста

I.7.1. Общи инструкции

I.7.1.1. Сушене

Всички операции по изсушаването трябва да продължат не по-малко от 4 часа и не по-дълго от 16 часа при $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$ във вентилирана камера при затворена врата през цялото време. Ако изсушаването продължи по-малко от 14 часа, образецът трябва да бъде претеглен, за да се провери дали неговата маса е станала постоянна. Може да се смята, че масата е става постоянна, ако след понататъшно подсушаване в продължение на 60 минути отклонението в нейната стойност е по-малко от 0,05%.

По време на изсушаването, охлаждането и претеглянето не трябва да се хващат с голи ръце филтърните съдове, теглителните колби, образците и остатъците.

Образците се сушат в теглителна колба, чиято капачка е наблизно. След сушенето тя се запушва, преди да се махне от камерата, и бързо се пренася до ексикатора.

В случай, че се използва друг уред освен филтърен съд, операциите по изсушаване в камерата трябва да се провеждат така, че сухата маса на влакната да може да се установи без загуби.

I.7.1.2. Охлаждане

Всички операции по охлаждането се извършват в ексикатор, който е поставен близо до везната до приключване на охлаждането на тегловните колби, както и във всеки друг случай, за не по-малко от 2 часа.

I.7.1.3. Теглене

Тегленето се извършва не повече от две минути след изваждане на теглителната колба от ексикатора. Претегля се с точност до 0,0002 г.

I.7.2. Процедура

От предварително обработената лабораторна проба се взема образец с тегло най-малко 1 г. Нишката или платът се нарязва на дължини от около 10 mm и се нарязват колкото е възможно повече. Образецът се изсушава в теглителната колба, охлажда се в ексикатор и се претегля. Прехвърля се образецът в стъклен съд, определен от съответната част на конкретния Общостен метод, отново претегля се веднага теглителната колба и се изчислява сухата маса на образца се получава като разлика от двете маси. Тестът завършва по начина, описан в съответната част на прилагания метод. Остатъкът се разглежда под микроскоп, за да се провери дали обработката е премахнала напълно разтворимото влакно.

I.8. Изчисляване и изразяване на резултатите

Масата на неразтворимия компонент се изразява като процент от общата влакното в сместа. Процентът на разтворимия компонент се получава като разлика. Резултатите се изчисляват на базата на чиста суха маса и се пригаждат към а) допустимите отклонения в стойностите и б) коефициентите за корекция, необходими за отразяване на загубата на маса по време на предварителната обработка и анализа. Изчисленията се извършват по формулата, посочена в точка I.8.2.

I.8.1. Изчисляване на частта на неразтворимия компонент на базата на чиста суха маса, без да се взема под внимание загубата на известна влакнеста маса по време на предварителната обработка.

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

където:

P_1 е процентното съдържание на чистия сух неразтворим компонент;

m е сухата маса на образца след предварителната обработка;

g е сухата маса на утайката;

d е коефициентът за поправка на загубата на маса от неразтворимия компонент в реактива по време на анализа. Съответните стойности на " d " са дадени в частта на всеки отделен метод.

Това са нормалните стойности на " d ", които се прилагат за химически неразложени влакна.

1.8.2. Изчисляване на процента на неразтворимия компонент на базата на чиста суха маса с промяна чрез стандартни коефициенти и където е необходимо, чрез коефициенти за загуба на маса по време на предварителната обработка.

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

където:

P_{1A} е процентът на неразтворимия компонент, коригирано с допустимите отклонения в стойността и за компенсиране загубата на маса по време на предварителната обработка;

P_1 е процентът на чистия сух неразтворим компонент, изчислен по описаната формула в точка 1.8.1.;

a_1 е допустимото отклонение в стойността за неразтворимия компонент (виж приложение II към Директивата за текстилните наименования);

a_2 е допустимото отклонение в стойността за разтворимия компонент (виж приложение II към Директивата за текстилните наименования);

b_1 е загубата в проценти на неразтворимия компонент, причинена от предварителната обработка;

b_2 е загубата в проценти на разтворимия компонент, причинена от предварителната обработка.

Процентът на втория компонент ($P_{2A} \%$) се равнява на $100 - P_{1A} \%$.

В случай че е извършена специална предварителна обработка, стойностите на b_1 и b_2 трябва да се определят, ако е възможно, като се подложи всеки от чистите компоненти на предварителната обработка, прилагана в анализа. Чисти влакна са тези, които не съдържат невлакнести съставки, освен такава, която те нормално съдържат (поради естеството на влакната или поради производствения процес) в състоянието (неизбелени, избелени), в което присъстват в текстилния материал за анализ.

В случай че няма чисти компонентни влакна в състава на продукта за анализ, следва да се прилагат усреднените стойности на b_1 и b_2 , получени при анализ на чисти влакна, подобни на използваните в сместа, която се анализира.

Ако се прилага стандартната предварителна обработка с петролен етер и вода, коефициентите b_1 и b_2 може да бъдат пренебрегнати, освен ако се анализира неизбелен памук, неизбелен лен и неизбелен коноп, където стандартната загуба на маса в резултат на предварителната обработка по правило се приема за 4%, а при полипропилен – за 1%.

Ако се анализират други тестилни влакна, загубите от предварителната обработка като цяло се пренебрегват в изчисленията.

II. МЕТОД ЗА КОЛИЧЕСТВЕН АНАЛИЗ ЧРЕЗ РЪЧНО ОТДЕЛЯНЕ

II.1. Област на приложение

Този метод се прилага за всички видове текстилни влакна, които не образуват еднородна смес и е възможно да бъдат отделени ръчно.

II.2. Принцип

След идентификация на компонентите на текстилните влакна, невлакнестите съставки се отделят чрез подходяща предварителна обработка, а след това влакната се отделят ръчно, изсушават се и се претеглят, за да се изчисли частта на всяко влакно в сместа.

II.3. Апаратура

II.3.1. Теглителна колба или друг уред, даващ идентичен резултат;

II.3.2. Ексикатор със силикагел-индикатор;

II.3.3. Вентилационна камера за сушене за сушене на образците при температура $105 \pm 3^\circ\text{C}$;

II.3.4. Аналитична везна с точност до 0,0002 г;

II.3.5. Сокслетов екстрактор или друг уред, даващ идентични резултати;

II.3.6. Игла;

II.3.7. Сукомер или друг подобен уред.

II.4. Реактиви

II.4.1. Дестилиран петролен етер, температура на кипене $40 - 60^\circ\text{C}$.

II.4.2. Дестилирана или дейонизирана вода.

II.5. Обработка на тестовата атмосфера

Виж точка 1.4.

II.6. Лабораторна проба за тестване

Виж точка 1.5.

II.7. Предварителна обработка на лабораторната проба за тестване

Виж точка 1.6.

II.8. Процедура

II.8.1. Анализ на прежда

Взема се образец от предварително обработената лабораторна проба с маса не по-малка от 1 г. За много фина прежда анализът може да се извърши върху дължина най-малко 30 м, независимо от нейната маса.

Преждата се нарязва на парчета с подходяща дължина, а влакната се отделят с помощта на игла и ако е необходимо, със сукомер. Така получените влакна се поставят в предварително претеглени теглителни колби и се подсушават при температура $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$ до получаване на постоянна маса, както е описано в точки 1.7.1. и 1.7.2.

II.8.2. Анализ на тъкан

Избира се от предварително обработената лабораторна проба за тестване, достатъчно далеч от всички ивици, образец с маса не по-малка от 1 г, с внимателно обримчени краища, за да се предотврати за да се предотврати разнищването и пускането на бримки, успоредни на основата или вътъка, или при плетени продукти, по линията на изпъкналите ивици. Отделят се различните видове влакна, събират се в предварително претеглените теглителни колби и се процедира, както е описано в точка II.8.1.

II.9. Изчисляване и изразяване на резултатите

Масата на всяко съставно влакно се изразява като процент от общата маса на влакната в сместа. Резултатите се изчисляват на базата на чиста суха маса и се регулират с а) допустимите отклонения и б) коефициентите за корекция, необходими за отразяване на загубата на материя по време на предварителната обработка.

II.9.1. Изчисляване на процента на чистата суха маса, без да се взема предвид загубата на влакнеста маса по време на предварителната обработка:

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

където:

P_1 = е процентът на първата чиста суха съставка;

m_1 = е чистата суха маса на първата съставка;

m_2 = е чистата суха маса на втората съставка.

II.9.2. За изчисляване на процента на всяка съставка с промените от допустимите отклонения и където е приложимо, от коефициентите за корекция на загубите на вещество по време на предварителната обработка, виж точка 1.8.2.

III.1. Точност на методите

Точността, посочена в отделните методи, е свързана с възпроизводимостта.

Възпроизводимостта се изразява в надежността, т.е. близостта на съответствието между експерименталните стойности, получени от операторите в различни лаборатории или по различно време, като е използван един и същи метод и са получени индивидуални резултати за образците с еднаква постоянна смес.

Възпроизводимостта се изразява в границите за отклонение на резултатите при степен на точност от 95%.

Това означава, че разликата между 2 резултата в серия от анализи, направени в различни лаборатории, би могла, при нормално и точно прилагане на метода към еднаква постоянна смес, да бъде надхвърлена само в 5 от общо 100 случая.

III.2. Протокол от изпитването

I.2.1. Потвърждава, че анализът е извършен в съответствие с този метод.

III.2.2. Съдържа подробности за всеки вид специална предварителна обработка (виж точка I.6).

III.2.3. Представят се индивидуалните резултати и средноаритметичните стойности, всеки от които е с точност до 0,1.

1. СПЕЦИАЛНИ МЕТОДИ – ОБОБЩЕНА ТАБЛИЦА

Метод	Област на приложение		Реактив
№ 1	Ацетатни влакна	Някои други влакна	Ацетон
№ 2	Някои протеинови влакна	Някои други влакна	Хипохлорит
№ 3	Вискоза, купро или някои видове модални влакна	Памук	Мравчена киселина или цинков хлорид
№ 4	Полиамидни или найлонови влакна	Някои други влакна	Мравчена киселина, 80% m/m
№ 5	Ацетатни влакна	Триацетатни влакна	Бензил-алкохол

№ 6	Триацетатни влакна	Някои други влакна	Дихлорметан
№ 7	Някои целулозни влакна	Полиестерни влакна	Сярна киселина, 75% m/m
№ 8	Акрилни влакна, някои модакрилни влакна или някои хлоридни влакна	Някои други влакна	Диметилформамид
№ 9	Някои хлоридни влакна	Някои други влакна	Въглероден дисулфид/ацетон, 55,5 / 44,5 v/v
№ 10	Ацетатни влакна	Някои хлоридни влакна	Ледена оцетна киселина
№ 11	Коприна	Вълна или козина	Сярна киселина, 75% m/m
№ 12	Юта	Някои животински влакна	Азотен метод
№ 13	Полипропиленови влакна	Някои други влакна	Ксилен
№ 14	Хлоровлакна (хомополимери на винилхлорид)	Някои други влакна	Метод с концентрирана сярна киселина
№ 15	Хлоровлакна, някои модакрили, някои еластани, ацетати, триацетати	Някои други влакна	Циклохексан

МЕТОД № 1

АЦЕТАТНИ ВЛАКНА И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с ацетон)

1. Област на приложение

Този метод се прилага след отстраняване на невлакнести вещества на двукомпонентни смеси от:

1. ацетатни влакна /19/

със

2. вълна (1), животинска козина (2 и 3), коприна (4), памук (5), лен (7), коноп (8), юта (9), абака (10), алфа (11), кокосови влакна (12), зановец (13), рамия (14),

сизал (15), купро (21), модал (22), протеин (23), вискоза (25), акрил (26), полиамид или найлон (30) и полиестер (31).

Този метод не трябва да се използва при никакви обстоятелства за ацетатни влакна, които са се деацетизирали на повърхността.

2. Принцип

Ацетатът се отделя от определена суха маса на сместа с помощта на ацетон. Остатъкът се събира, пере, суши и тегли: масата му, поправена при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сух ацетат се намира от разликата.

3. Апаратура и реактиви

3.1. Апаратура

Конични колби със стъклени запушалки и вместимост най-малко 200 мл.

3.2. Реактив

Ацетон

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Към поставения образец в конична колба със стъклена запушалка с минимален капацитет 200 мл се добавят по 100 мл ацетон на всеки грам от образца, колбата се разклаща, оставя се за 30 минути на стайна температура, разбърква се от време на време, след което течността се декантира през претеглен филтърен съд (тигел).

Обработката се повтаря още два пъти (правят се 3 пълни екстракции), но всеки за 15 минути само, така че общият период на обработката с ацетон продължава 1 час. Пренася се утайката върху филтърния съд. Промива се утайката в тигела с ацетон, който се отстранява чрез вакуумиране. Тигелът повторно се залива с ацетон и се оставя да се отцеди гравитачно.

Накрая, тигелът се изсушава чрез вакуумиране, подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 2

НЯКОИ ПРОТЕИНОВИ ВЛАКНА И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с хипохлорит)

1. Област на приложение

Този метод е приложим, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. някои протеинови влакна, по-точно: вълна (1), животинска козина (2 и 3), коприна (4), протеин (23) със
2. памук (5), купро (21), вискоза (25), акрил (26), хлоровлакна (27), полиамид или найлон (30), полиестер (31), полипропилен (33), еластан (39) и стъклени влакна (40).

Ако сместа съдържа различни протеинови влакна, методът дава резултат за техния общ дял, а не за индивидуалните количества.

2. Принцип

Протеиновите влакна, отделени от определена суха маса на сместа, се разтварят в разтвор на хипохлорит. Остатъкът се събира, измива, суши и претегля; тяхната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент в общата маса на сместа. Процентното съдържание на сухите протеинови влакна се равнява на разликата.

За приготвяне на разтвора от хипохлорит може да се използва или литиев хипохлорит, или натриев хипохлорит.

Литиевият хипохлорит се препоръчва в случаи, когато се извършват малък брой анализи или при анализи, провеждани на сравнително дълги интервали. Това е така, защото процентното съдържание на хипохлорита в твърдия хипохлорит – за разлика от това в натриевия хипохлорит – е практически постоянно. Ако процентът на хипохлорита е известен, не се налага да се проверява съдържанието на хипохлорит йодометрично за всеки анализ, тъй като може да използва тегловният дял на литиевия хипохлорит като константа.

3. Апаратура и реактиви (освен посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- (i) Ерленмайерова колба с шлифована стъклена запушалка, вместимост 250 мл;

(ii) термостат, пригоден на $20 (\pm 2)^\circ \text{C}$.

4. Химически реактиви

(i) хипохлоритен агент

а) Разтвор на литиев хипохлорит

Той се състои от прясно приготвен разтвор със съдържание $35 (\pm 2)$ г/л активен хлор (приблизително 1 М), към който се прибавят $5 (\pm 0,5)$ г/л от предварително разтворен натриев хидроксид. За да се приготви, разтварят се 100 г литиев хипохлорит, съдържащ 35% активен хлор (или 115 г, съдържащи 30% активен хлор) в приблизително 700 мл дестилирана вода, добавят се 5 г натриев хидроксид, разтворен в приблизително 200 мл дестилирана вода, и се долива дестилирана вода до 1 л. Разтворът, който е прясно приготвен, не се налага да бъде проверяван йодометрично.

б) Разтвор на натриев хипохлорит

Той се състои от прясно приготвен разтвор със съдържание $35 (\pm 2)$ г/л активен хлор (приблизително 1 М), към който се прибавят $5 (\pm 0,5)$ г/л от предварително разтворен натриев хидроксид.

Съдържанието на активен хлор в разтвора се проверява йодометрично преди всеки анализ.

(ii) Оцетна киселина, разреден разтвор

Разреждат се 5 мл ледена оцетна киселина в 1 л вода.

5. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации: близо 1 г от пробата се смесва с приблизително 100 мл от разтвора на хипохлорит (литиев или натриев хипохлорит) в колба с вместимост 250 мл и се разбърква внимателно, за да се омокри пробата.

След това колбата се загрява в продължение на 40 минути в термостат при температура 20°C при непрекъснато разбъркване или поне на постоянни интервали. Тъй като разтварянето на вълната протича екзотермично, реакционната топлина при този метод трябва да бъде отделена и отстранена. В противен случай могат да бъдат допуснати значителни грешки в резултат от започващ процес на разтваряне на неразтворимите влакна.

След 40 минути съдържанието на колбата се филтрува през претеглен стъклен филтърен съд, като всички утайки се пренасят във филтърния съд чрез изплакване на колбата с малко количество от реактива хипохлорит. Изсушава се тигелът чрез вакуумиране, а утайката се промива последователно с вода, разредена оцетна киселина и накрая пак с вода, като след всеки цикъл тигелът се изсушава чрез вакуумиране. Да не се прилага повече вакуумиране, докато цялата промивна течност не се отцеди гравитачно.

Накрая тигелът се изсушава чрез вакуумиране, подсушават се тигелът с утайката, след което се охлаждат и претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на “d” е 1,00, с изключение при памука, вискозата и модалните влакна, за които “d” = 1,01, и при неизбелен памук, за който “d” = 1,03.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 3

ВИСКОЗА, КУПРО ИЛИ НЯКОИ ВИДОВЕ МОДАЛ И ПАМУК (Метод с мравчена киселина и цинков хлорид)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. вискоза (25) или купро (21), включително и някои видове модални влакна (22),
със
2. памук (5).

Ако в сместа присъстват модални влакна, налага се извършването на предварителен тест, за да се установи дали те се разтварят в реактива.

Този метод не трябва да се използва за смеси, в които памукът е претърпял значителна химическа деструкция, нито когато вискозните или купровлакната не са напълно разтворени, поради наличието на багрилни вещества или частици от крайната обработка, които не могат да бъдат изцяло отстранени.

2. Принцип

Вискозните, купровлакната и модалните влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в химически агент, съдържащ мравчена киселина и цинков хлорид. Утайката се събира, промива, подсушава претегля; нейната коригирана маса се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухата маса от вискозни, купро или модални влакна се изчислява по разликата.

3. Апаратура и реактиви (различни от тези, които са посочени в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- (i) Конични колби със стъклени запушалки с минимална вместимост 200 мл;
- (ii) Уред за поддържане температурата в колбите на 40 ($\pm 2^\circ$) C.

3.2. Реактиви

(i) Разтвор, съдържащ 20 г разтопен безводен цинков хлорид и 68 г безводна мравчена киселина, допълнен с вода до 100 г (или по-точно: 20 части от масата е разтопен безводен цинков хлорид, а 80 части от нея е 85%-на m/m мравчена киселина).

Забележка:

Трябва да се обърне внимание на точка 1.3.2.2., която постановява, че всички използвани реактиви следва да са химически чисти; освен това, много е важно да се използва само разтопен безводен цинков хлорид.

- (iii) Разтвор на амониев хидроксид: разреждат се 20 мл от концентриран амонячен разтвор (специфично тегло 0,880 г/мл) с 1 л вода.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации: образецът се поставя незабавно в колбата, предварително загрята до 40°C. Добавят се по 100 мл от разтвора на мравчена киселина и цинков хлорид, предварително загреети до 40°C, на всеки грам от пробата. Поставя се запушалката и колбата се разклаща енергично. На колбата и съдържанието в нея се поддържа постоянна температура от 40°C в продължение на 2 часа и половина, разклащайки колбата на часови интервали. Съдържанието на колбата се филтрува през претеглен филтърен съд и с помощта на реактива се поставят върху тигела всички останали в колбата влакна. Изплаква се с 20 мл от реактива.

Промиват се тигелът и утайката внимателно с вода при температура 40⁰ C. Влакнестата утайка се изплаква в приблизително 100 мл студен амонячен разтвор (3.2.ii), така че тази утайка да бъде изцяло потопена в разтвора в продължение на 10 минути¹³; след това се изплаква внимателно със студена вода.

¹³ За да е сигурно, че влакнестата утайка стои потопена в амонячния разтвор в продължение на 10 минути, може например, да се използва адаптер към филтърния съд, снабден с кранче, чрез което може да се регулира изтичането на амонячния разтвор.

Да не се прилага вакуумиране, докато цялата промивна течност не се отцеди гравитачно. Накрая, останалата течност се отстранява чрез вакуумиране, подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" за памука е 1,02.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 2 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 4

ПОЛИАМИД ИЛИ НАЙЛОН И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с 80%-на мравчена киселина)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. полиамид или найлон (30)
със

2. вълна (1), животинска козина (2 и 3), памук (5), купро (21), модални влакна (22), вискоза (25), акрил (26), хлоровлакна (27), полиестер (31), полипропилен (33) и стъклени влакна (40).

Както се отбелязва по-горе, този метод е приложим и за смеси с вълна, но когато съдържанието на вълната надхвърля 25%, тогава следва да се използва метод № 2 (разтваряне на вълна в разтвор от алкален натриев хипохлорит).

2. Принцип

Полиамидните влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в мравчена киселина. Утайката се събира, промива, подсушава и претегля; нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухите полиамидни или найлонови влакна се получава от разликата.

3. Апаратура и реактиви (освен тези, които са посочени в общите инструкции)

3.1. Апаратура

Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.

3.2. Реактиви

(i) Мравчена киселина (80% m/m, относителна плътност при 20°C: 1,186). Разреждат се 880 мл от 90%-на m/m мравчена киселина (относителна плътност при 20°C: 1,204) в 1 литър вода. Алтернативно се разреждат 780 мл от 98 до 100% m/m мравчена киселина (относителна плътност при 20°C: 1,220) в 1 литър вода.

Не е критично за концентрацията на мравчена киселина, когато тя е в рамките от 77 до 83% m/m.

(ii) Амоняк, разреден разтвор: разреждат се 80 мл от концентриран амониачен разтвор (относителна плътност при 20°C: 0,880) в 1 л вода.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации: към образеца, поставен в коничната колба с минимална вместимост 200 мл, се добавят по 100 мл мравчена киселина на всеки грам от пробата. Слага се капачката и колбата се разклаща, за да се омокри пробата. Остава се колбата за 15 минути на стайна температура, като се разклаща на интервали. Съдържанието на колбата се филтрува през претеглен филтърен съд, като всяка влакнеста утайка се пренася върху тигела след промиване на колбата с малко количество от реактива мравчена киселина. Тигелът се изсушава чрез вакуумиране, а утайката върху филтъра се промива последователно с мравчена киселина, гореща вода, разреден амониачен разтвор, и накрая със студена вода, като след всеки цикъл тигелът се изсушава чрез вакуумиране. Да не се прилага вакуумиране, докато цялата промивна течност не се отцеди гравитачно. Накрая, останалата течност в тигела се отстранява чрез вакуумиране, подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 5

АЦЕТАТ И ТРИАЦЕТАТ
(Метод с бензилов алкохол)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

- ацетатни влакна (19)
със
- триацетатни влакна (24)

2. Принцип

Ацетатните влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в бензилов алкохол при $52 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Утайката се събира, измива, изсушава и претегля; нейната маса се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухите ацетатни влакна се получава от разликата.

3. Апаратура и реактиви

3.1. Апаратура

- (i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.
- (ii) Механична бъркалка.
- (iii) Термостат или друг уред за поддържане температурата на колбата при $52 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

3.2. Реактиви

- (i) Бензилов алкохол,
- (ii) Етанол

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Към поставения образец в коничната колба се добавят по 100 мл бензилов алкохол на всеки грам от пробата. Поставя се капачката, закрепва се колбата към бъркалката, така че тя да е потопена във водна баня, поддържа се температура $52 \pm 2^{\circ}\text{C}$, и се разбърква в продължение на 20 минути при тази температура.

(Вместо да се използва механична бъркалка, колбата може да се разбърква енергично и на ръка.)

Течността се декантира през претеглен филтърен съд. Прибавя се допълнителна доза от бензилов алкохол в колбата и се разбърква както преди – в продължение на 20 минути при $52 \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Течността се декантира през филтърния съд. Цикълът от операции се повтаря за трети път.

Накрая течността и утайката се изливат върху филтърния съд; промиват всички останали от колбата влакна върху тигела с допълнително количество бензилов алкохол при $52 \pm 2^\circ\text{C}$. Тигелът се изсушава внимателно.

Пренасят се влакната в колба, изплакват се с етанол и след ръчно разбъркване се декантират през филтърния съд.

Повтаря се операцията изплакване още два или три пъти. Пренася се утайката върху тигела и се изсушава внимателно. Подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 6

ТРИАЦЕТАНТИ И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с дихлорметан)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. триацетат (24)

със

2. вълна (1), животинска козина (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модални влакна (22), вискоза (25), акрилни влакна (26), полиамидни или найлонови влакна (30), полиестерни и стъклени влакна (40).

Забележка:

Триацетатни влакна, чиято финишна обработка е причинила частична хидролиза, не могат да бъдат изцяло разтворени в реактива. В такива случаи методът не се прилага.

2. Принцип

Триацетатните влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в дихлорметан. Утайката се събира, измива, подсушава и претегля; нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухите триацетатни влакна се получава от разликата.

3. Апаратура и реактиви

3.1. Апаратура

Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.

3.2. Реактив

Дихлорметан

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Към образеца, поставен в 200-милиметровата колба със стъклена запушалка, се добавят по 100 мл дихлоретан на всеки грам от пробата, поставя се запушалката и се разбърква колбата на всеки 10 минути, за да се омокри пробата; оставя се за 30 минути на стайна температура, като се разбърква на равни интервали. Течността се декантира през претеглен филтърен съд. Доливат се 60 мл дихлорметан в колбата, съдържаща утайката, разбърква се ръчно и съдържанието на колбата се филтрува през филтърния съд. Пренасят се утаените влакна върху тигела след промиване на колбата с малко количество дихлорметан. Изсушава се тигелът чрез вакуумиране за отстраняване на излишната течност, залива се тигелът отново с дихлорметан и се остава да се отцеди гравитачно.

Накрая, прилага се вакуумиране за елиминиране на излишната течност, след това утайката се обработва с кипяща вода за отстраняване на разтворителя, отново се вакуумира, подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00, с изключение на полиестерните влакна, за които "d" е 1,01.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 7

НЯКОИ ЦЕЛУЛОЗНИ ВЛАКНА И ПОЛИЕСТЕРНИ ВЛАКНА (Метод със 75% m/m сярна киселина)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. памук (5), коноп (8), рами (14), купро (21), модални влакна (22), вискоза (25)
със
2. полиестерни влакна (31).

2. Принцип

Целулозните влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в 75% m/m сярна киселина. Утайката се събира, промива, подсушава и претегля; нейната маса се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухите целулозни влакна се получава от разликата.

2. Апаратура и реактиви (освен посочените в общите инструкции)

Апаратура

- (i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 500 мл.
- (ii) Термостат или друг уред за поддържане температурата на колбата при $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$.

3.2. Реактиви

- (i) Сярна киселина, $75 \pm 2\%$ m/m

Приготвя се като се добавят внимателно, в процес на охлаждане, 700 мл сярна киселина (относителна плътност при 200 C: 1,84) към 350 мл дестилирана вода. След изстиване на разтвора при стайна температура, той се разрежда с 1 л вода.

- (ii) Амоняк, разреден разтвор

Разреждат се 80 мл амонячен разтвор (относителна плътност при 20°C: 0,88) в 1 л вода.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Към образеца, поставен в конична колба със стъклена запушалка и с вместимост 500 мл, се добавят по 200 мл от 75%-на сярна киселина на всеки грам от пробата, поставя се запушалката и внимателно се разбърква колбата,

за да се омокри добре пробата. Поддържа се колбата при $50 \pm 5^{\circ}\text{C}$ в продължение на 1 час, като се разбърква на равни интервали от около 10 минути. Съдържанието на колбата се филтрува през претеглен филтърен съд посредством вакуумиране. Пренасят се всички утаени влакна чрез промиване на колбата с малко количество 75%-на сярна киселина. Изсушава се тигелът чрез вакуумиране и се промива утайката върху филтъра еднократно чрез заливане на тигела с нова порция сярна киселина. Да не се прилага вакуумиране, докато киселината не се оттеди гравитачно.

Промива се утайката няколко пъти последователно със студена вода, два пъти с разреден амонячен разтвор и след това внимателно със студена вода, като тигелът се изсушава чрез вакуумиране след всеки цикъл. Не се прилага вакуумиране, докато всяка промивна течност не се оттеди гравитачно. Накрая се изсушава останалата течност по тигела чрез вакуумиране, подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 8

АКРИЛИ, НЯКОИ МОДАКРИЛИ ИЛИ ХЛОРОВЛАКНА И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с диметилформамид)

1. Област на приложение

Методът се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. акрили (26), някои модакрили (29), или някои хлоровлакна (27)¹⁴ със
2. вълна (1), животинска козина (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модални влакна (22), вискоза (25), полиамидни или найлонови влакна (30) и полиестерни влакна (31).

Той е еднакво приложим както за акрилни влакна, така и за някои модакрилни влакна, обработени с метало̀съдържащи багрила, но не за такива, оцветени с хромирани бои.

2. Принцип

Акрилите, модакрилите и хлоровлакната, от определена суха маса на сместа, се разтварят в диметилформамид, загрят на кипяща водна баня. Утайката се събира, промива, подсушава и претегля. Нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа, а процентното съдържание на сухите акрили, модакрили или хлоровлакна се изчислява по разликата.

3. Апаратура и реактиви

3.1. Апаратура

- (i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.
- (ii) Водна баня, нагрята до кипене.

3.2. Реактив

Диметилформамид (температура на кипене $153 \pm 1^\circ\text{C}$), който не съдържа повече от 0,1% вода.

Този реактив е токсичен и затова се препоръчва употребата на капак.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

¹⁴ Разтворимостта на такива модакрили или хлоровлакна в реактива трябва да се проверява преди анализа.

Към образеца, поставен в коничната колба със стъклена запушалка и с минимална вместимост 200 мл, се добавят 80 мл диметилформамид, предварително загрят на кипяща водна баня, поставя се запушалката, разклаща се колбата, за да е омокри добре пробата, и се загрява на кипяща водна баня в продължение на 1 час. Разклаща се внимателно колбата и нейното съдържание на ръка 5 пъти в течение на този период.

Течността се декантира през претеглен филтърен съд, а влакната остават в колбата. Добавят се още 60 мл диметилформамид в колбата и се загрява още 30 минути, разклащайки внимателно колбата и съдържанието ѝ на ръка два пъти през този период.

Съдържанието на колбата се филтрува през филтърния съд посредством вакуумиране.

Пренася се влакнестата утайка върху тигела чрез промиване на стъклените с диметилформамид. Изсушава се тигелът чрез вакуумиране. Промива се утайката с около 1 литър гореща вода при температура 70 – 80°C, запълвайки тигела всеки път. След всяко добавяне на вода се прилага кратко вакуумиране, но не преди водата да се е отцедила гравитачно. Ако промивната течност се оттежда много бавно през тигела, може да се приложи леко вакуумиране.

Накрая се подсушават тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на “d” е 1,00, с изключение на следните случаи:

вълна	1,01
памук	1,01
купро-влакна	1,01
модални влакна	1,01
полиестерни влакна	1,01

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 9

НЯКОИ ХЛОРОВЛАКНА И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод със 55,5/44,5 смес от въглероден дисулфид и ацетон)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. някои хлоровлакна (27), по-точно някои поливинилхлориди (ПВХ), независимо дали впоследствие са били хлорирани или не¹⁵ със
2. вълна (1), животинска козина (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модални влакна (22), вискоза (25), акрил (26), полиамид или найлон (30), полиестер (31), стъклени влакна (40).

Когато съдържанието на вълна или коприна в сместа надхвърля 25%, следва да се използва метод № 2.

Когато съдържанието на полиамидни или найлонови влакна в сместа надхвърля 25%, следва да се използва метод № 4.

2. Принцип

Хлоридните влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в азеотропна смес на въглероден дисулфид (серовъглерод) и ацетон. Утайката се събира, промива, подсушава и претегля; нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухите ПВХ влакна се изчислява от разликата.

3. Апаратура и реактиви

3.1. Апаратура

- (i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.
- (ii) Механична бъркалка

3.2. Реактиви

- (i) Азеотропна смес от серовъглерод и ацетон (55,5% об. въглероден дисулфид и 44,5% об. ацетон). Тъй като този реактив е токсичен, препоръчва се използването на капак.
- (ii) Етанол (95% об.) или метанол

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

¹⁵ Преди анализа е необходимо да се провери разтворимостта на ПВХ в реактива.

Към образеца, поставен в коничната колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл, се добавят по 100 мл от азеотропната смес на всеки грам от пробата. Запушва се колбата здраво, след което колбата се разклаща върху механична бъркалка, или енергично на ръка, в продължение на 20 минути при стайна температура. Декантира се течността над утайката през претеглен филтърен съд.

Повтаря се обработката с нови 100 мл от реактива. Цикълът на операциите продължава, докато след изпаряване на капка от екстракционната течност, върху предметното стъкло не остава никаква полимерна утайка. Пренася се утайката върху филтърния съд, използвайки допълнително количество от реактива, прилага се вакуумиране за отстраняване на течността; изплакват се тигелът и утайката с 20 мл алкохол и после 3 пъти с вода. Остава се промивната течност да се отцеди гравитачно преди изсушаване чрез вакуумиране. Подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 10

АЦЕТАТ И НЯКОИ ХЛОРОВЛАКНА (Метод с ледена оцетна киселина)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. ацетат (19)

с

2. някои хлоровлакна (27), по-точно поливинилхлоридни (ПВХ) влакна, независимо дали те са били впоследствие хлорирани или не.

2. Принцип

Ацетатните влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в ледена оцетна киселина. Утайката се събира, промива, подсушава и претегля; нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухата ацетатна маса се изчислява по разликата.

3. Апаратура и реактиви (различни от тези, определени в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- (i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.
- (ii) Механична бъркалка

3.2. Реактив

Ледена оцетна киселина (над 99 %). Реактивът трябва да се третира с повишено внимание, тъй като има силно разяждащо действие.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Към образеца, поставен в коничната колба със стъклена запушалка и минимална вместимост, се добавя по 100 мл на всеки грам от пробата. Колбата се запушва здраво и се разклаща с механична бъркалка, или енергично на ръка, в продължение на 20 минути при стайна температура. Декантира се течността над утайката през претеглен филтърен съд. Повтаря се тази обработка още два пъти, използвайки всеки път още по 100 мл от реактива, извършвайки общо 3 екстракции. Пренася се утайката върху филтърния съд, изсушава се чрез вакуумиране за отстраняване на течността и се изплакват тигелът и утайката с 50 мл ледена оцетна киселина, след което три пъти с вода. След всяко изплакване течността се оставя да се отцеди гравитачно преди да се приложи вакуумиране. Подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 11

КОПРИНА И ВЪЛНА ИЛИ КОЗИНА
(Метод със 75% m/m сярна киселина)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. коприна (4)

със

2. вълна (1) или животинска козина (2 и 3)

2. Принцип

Копринените влакна, от определена суха маса на сместа, се разтваря в 75% m/m сярна киселина¹⁶.

Утайката се събира, промива, подсушава и претегля. Нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на сухата коприна се изчислява по разликата.

3. Апаратура и реактиви (различни от тези, определени в общите инструкции)

3.1. Апаратура

Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.

3.2. Реактиви

(i) Сярна киселина ($75 \pm 2\%$ m/m)

Вземат се 700 мл сярна киселина (плътност при 20°C: 1,84) и докато се охлажда, към нея внимателно се добавят 350 мл дестилирана вода.

След охлаждане при стайна температура, разтворът се разрежда с 1 литър вода.

(ii) Сярна киселина, разреден разтвор: 100 мл сярна киселина (плътност при 20°C: 1,84) се добавят бавно към 1900 мл дестилирана вода.

(iii) Амоняк, разреден разтвор: разреждат се 200 мл концентриран амоняк (плътност при 20°C: 0,880) с 1000 мл вода.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Към образеца, поставен в конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл, се добавят по 100 мл от 75% m/m сярна киселина на всеки грам от пробата и се слага запушалката. Разклаща се енергично и се оставя в продължение на 30 минути при стайна температура.

¹⁶ Следва да се има предвид, че някои груби коприни (като например тази на индийската копринена буба) не се разтварят напълно в 75 % сярна киселина.

Разклаща се отново и се оставя да престои още 30 минути. Разклаща се за последен път и съдържанието на колбата се филтрува през претеглен филтърен съд. Промива се всяка останала влакнеста маса с реактива 75%-на сярна киселина. Промива се утайката върху тигела последователно с реактива 50 мл разредена сярна киселина, 50 мл вода и 50 мл разреден амонячен разтвор. Всеки път се дава възможност на влакната да бъдат в контакт с течността в продължение на около 10 минути преди да се приложи вакуумиране. Накрая се изплакват с вода, като се оставят в контакт с водата за около 30 минути. Изсушава се тигелът чрез вакуумиране, подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" за вълната е 0,985¹⁷.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 12

ЮТА И НЯКОИ ЖИВОТИНСКИ ВЛАКНА

(Метод с определяне съдържанието на азот)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. юта (9)
с
2. някои животински влакна.

Компонентът животински влакна може да се състои или изцяло от козина (2 и 3) или вълна (1), или от някаква смес от двата вида. Този метод не се прилага за смеси от текстилни влакна, съдържащи невлакнеста материя (багрила, финишна обработка и т.н.) на азотна основа.

2. Принцип

Определя се съдържанието на азот в сместа, а от него и известното или предполагаемо азотно съдържание в двата компонента, като делът на всяка компонента се изчислява.

3. Апаратура и реактиви (различни от описаните в общата информация)

¹⁷ Грубите коприни, каквато например е коприната от индийска буба, не са напълно разтворими в 75% m/m сярна киселина.

3.1. Апаратура

- (i) Кийлдалова колба за изваряване, с вместимост 200 – 300 мл.
- (ii) Кийлдалов дестилационен апарат с паров инжектор.
- (iii) Апарат за титруване, с точност до 0,05 мл.

3.2. Реактиви

- (i) Толуол
- (ii) Метанол
- (iii) Сярна киселина, относителна плътност при 20°C: 1,84¹⁸.
- (iv) Калиев сулфат¹⁸.
- (v) Селенов диоксид¹⁸.
- (vi) Разтвор на натриев хидроксид (400г/л). Разтварят се 400 г натриев хидроксид в 400-500 мл вода и се разрежда до 1 литър с вода.
- (vii) Смесен индикатор. Разтваря се 0,1 g метиленово червено в 95 мл етанол и 5 мл вода, смесват се с 0,5 г бромкрезолово зелено, разтворени в 475 мл етанол и 25 мл вода.
- (viii) Разтвор на борна киселина. Разтварят се 20 г борна киселина в 1 литър вода.
- (ix) Сярна киселина, 0,02 N

3. Предварителна обработка на пробата

Следната предварителна обработка се използва вместо описаната предварителна обработка в общите инструкции:

Екстрахира се въздушно сухата проба в Сокслетов апарат със смес от 1 обем толуен и 3 обема метанол в продължение на 4 часа при минимална скорост 5 цикъла/час. Остава се разтворът да се изпари от пробата на въздуха, а последните следи се отстраняват в сушилня при температура $105 \pm 3^{\circ}\text{C}$. След това пробата се екстрахира във вода (50 мл на грам от пробата) чрез кипене под кондензатор в продължение на 30 минути. Филтрува се, връща се пробата в колбата и екстракцията се повтаря със същия обем вода. Филтрува се, отстранява се излишната вода от пробата чрез изстискване, вакуумиране или центрофугиране и след това се оставя пробата да изсъхне на въздуха.

Забележка: Трябва да се има предвид токсичният ефект на толуола и метанола и да се вземат всички предпазни мерки при тяхната употреба.

4. Процедура на теста

5.1. Общи инструкции.

Следва се описаната процедура в общите инструкции по отношение на подбор, подсушаване и претегляне на образца.

5.2. Подробно описание.

¹⁸ Реактивът не трябва да съдържа азот.

Поставя се пробата в Кийлдалова колба за изваряване. Към образеца с минимално тегло 1 г, съдържащ се в колбата за изваряване, се добавят по следния ред: 2,5 г калиев сулфат, 0,1 – 0,2 г селенов диоксид и 10 мл сярна киселина (относителна плътност 1,84). Колбата се загрява, първоначално внимателно, до пълно разпадане на цялата влакнеста маса, след което се нагрива по-енергично, докато разтворът се избистри и стане почти безцветен. Загрива се за още 15 минути. Остава се колбата да изстине, внимателно се разрежда съдържанието на колбата с 10 – 20 мл вода, охлажда се, пренася се съдържанието количествено в 200 мл мерителна колба и се долива до мярката с вода до формиране на преварения разтвор.

Изливат се около 20 мл разтвор на борна киселина в 100 милилитрова конична колба, поставя се колбата под кондензора на Келдалов дестилационен апарат, така че хранващата тръба да бъде потопена точно под повърхността на разтвора с борна киселина. Пренасят се точно 10 мл от преварения разтвор в дестилационната колба, добавят се не по-малко от 5 мл разтвор на натриев хидроксид във фунията, повдига се леко запушалката с оглед бавното изтичане на разтвора от натриев хидроксид в колбата. Ако превареният разтвор и натриевият хидроксид са разслоени, те се смесват чрез внимателно разклащане. Нагрива се внимателно дестилационната колба и се поставя вътре в парната струя на генератора. Вземат се около 20 мл от дестилата, смъква се коничната колба, така че краят на хранващата тръба на кондензора да бъде на около 20 мл над повърхността на течността и се дестилира още 1 минута. Изплаква се краят на хранващата тръба с вода, като промивната вода се събира в коничната колба. Отстранява се коничната колба от апаратурата и се заменя с друга конична колба, съдържаща около 10 мл разтвор на борна киселина, и се събират около 10 мл от дестилата.

Титруват се двата дестилата поотделно с 0,02 N сярна киселина, използвайки смесен индикатор. Отчита се общият титър (общото количество сярна киселина) за двата дестилата. Ако вторият дестилат е титруван с повече от 0,2 мл, тестът се повтаря и се започва нова дестилация, използвайки нова аликуотна порция преварен разтвор.

Провежда се празна проба, т.е. при изваряването и дестилацията да се използват само реактиви.

6. Изчисляване и изразяване на резултатите

6.1. Съдържанието на азот в сухия образец се изчислява по формулата:

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

където:

A е процентното съдържание на азот в чистия сух образец;

V е общият обем в мл на стандартната сярна киселина, използвана при измерването;

b е общият обем в мл на стандартната сярна киселина, използвана при празната проба;

N е нормалността на стандартната сярна киселина;

W е сухата маса (в г) на пробата образец.

6.2. Когато се използват стойностите 0,22% за съдържанието на азот в ютата и 16,2% за съдържанието на азот в животинските влакна, и когато двата процента участват в сухата маса на влакната, съставът на сместа се изчислява по формулата:

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

където:

PA% е процентното съдържание на животинските влакна в чистия сух образец.

7. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 13

ПОЛИПРОПИЛЕНОВИ ВЛАКНА И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с ксилол)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. полипропиленови влакна (33)

със

2. вълна (1), животинска козина (2 и 3), коприна (5), ацетат (19), купро (21), модални влакна (22), триацетат (24), вискоза (25), акрил (26), полиамид или найлон (30), полиестер (31) и стъклени влакна (40).

2. Принцип

Полипропиленовите влакна, от определена суха маса на сместа, се разтварят в кипящ ксилол. Утайката се събира, промива, подсушава и претегля. Нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на полипропиленовите влакна се изчисляват по разликата.

3. Апаратура и реактиви (освен посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- (i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.
- (ii) Кондензатор (подходящ за течности с висока точка на кипене), свързан с коничната колба (i)

Реактив

Ксилол, който се дестилира между 137 и 142°C.

Забележка: Реактивът е лесно запалим и неговите пари са токсични. Ето защо при неговата употреба трябва да бъдат взети подходящи предпазни мерки.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции, след което се извършват следните манипулации.

Към образеца, поставен в коничната колба (точка 3.1.(i)), се добавят по 100 мл ксилен (точка 3.2.) на всеки грам от пробата. Прикрепва се към кондензатора (точка 3.1.(ii)), довежда се съдържанието на колбата до кипене, като кипенето се поддържа в продължение на 3 минути. Веднага след това горещата течност се декантира през претеглен филтърен съд (Виж Забележка 1). Обработката се повтаря още 2 пъти, като всеки път се използва нова порция 50 мл от разтворителя.

Промива се останалата в колбата утайка последователно с 30 мл кипящ ксилол (два пъти), след това със 75 мл петролен етер (точка I.3.2.1.от общите инструкции) (два пъти). След втората промивка с петролен етер съдържанието в колбата се филтрува през филтърен съд, пренася се всяка останала влакнеста утайка върху тигела с помощта на малко количество от петролния етер и се оставя разтворителят да се изпари. Подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

Забележки:

- 1. Филтърният съд, през който ще се декантира ксилолът, трябва да бъде предварително нагрят.
- 2. След третирането с кипящ ксилол трябва да има сигурност, че колбата с утайката е охладена достатъчно преди използването на петролния етер.
- 3. За да бъдат избягнати всички рискове за оператора, свързани с евентуално запалване или отравяне, може да бъде използван апарат за гореща екстракция, прилагащ подходящи процедури и даващ идентични резултати¹⁹.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

¹⁹ За пример виж апаратурата, описана в Melliland Textilberichte 56 (1975), стр. 643-645.

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД № 14

ХЛОРОВЛАКНА (ХОМОПОЛИМЕРИ НА ВИНИЛХЛОРИДА) И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с концентрирана сярна киселина)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. хлоровлакна (27) на база хомополимери на винилхлорида, независимо дали след хлориране или нехлорирани, със
2. памук (5), ацетат (19) купро (21) модални влакна (22), триацетат (24), вискоза (25) някои акрили (26), някои модакрили (29), полиамид или найлон (30) и полиестер (31) .

Отнася се за тези модакрилни влакна, при които се получава бистър разтвор след потапяне в концентрирана сярна киселина (относителна плътност 1,84 при 20°C).

Този метод може да бъде използван вместо методи № 8 и № 9.

2. Принцип

Съставните части с изключение на хлоровлакното (т.е. влакната, посочени в параграф 1 на точка 2), от определена суха маса на сместа, се разтварят в концентрирана сярна киселина (относителна плътност 1,84 при 20°C). Утайката, състояща се от хлоровлакна, се събира, промива, подсушава и претегля; нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на втория компонент се получава от разликата.

3. Апаратура и реактиви (различни от тези, определени в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- (i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 мл.

(ii) Стъклена пръчка с плосък край.

3.2. Реактиви

(i) Концентрирана сярна киселина (относителна плътност 1,84 при 20°C).

(ii) Воден разтвор на сярна киселина (приблизително 50% (m/m): Приготвя се чрез внимателно добавяне, по време на охлаждане, на 400 мл сярна киселина (относителна плътност 1,84 при 20°C) към 500 мл дестилирана или дейонизирана вода. След охлаждане на стайна температура разтворът се разрежда с 1 литър вода.

(iii) Амоняк, разреден разтвор: разреждат се 60 мл концентриран амонячен разтвор (относителна плътност 0,880 при 20°C) с 1 литър дестилирана вода.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Към образеца, съдържащ се в коничната колба (точка 3.1.(i)), се добавят по 100 мл сярна киселина (точка 3.2.(i)) на всеки грам от пробата.

Оставя се колбата с нейното съдържание на стайна температура в продължение на 10 минути, през което образецът за тестване се разбърква от време на време с помощта на стъклената пръчка. Ако се изследва тъкана или плетена материя, образецът се заклепва между стената на колбата и стъклената пръчка и се оказва лек натиск с цел да се отдели разтворената в сярна киселина маса.

Течността се декантира през претеглен филтърен съд. Добавя се към колбата нова порция 100 мл сярна киселина (точка 3.2.(i)) и се повтаря същата операция. Пренася се съдържанието на колбата върху филтърния съд, като влакнестата утайка се пренася там с помощта на стъклената пръчка. При необходимост се добавя малко концентрирана сярна киселина (точка 3.2.(i)) към колбата, за да се отстранят всички останали влакнести части по стените ѝ. Изсушава се филтърния съд чрез вакуумиране; отстранява се филтратът чрез изпразване или подменяне на филтър-колбата, промива се утайката в тигела последователно с 50%-ен разтвор на сярна киселина (точка 3.2.(ii)), дестилирана или дейонизирана вода (точка I.3.2.3. от общите инструкции), амонячен разтвор (точка 3.2.(iii)) и накрая се промива внимателно с дестилирана или дейонизирана вода, като след всяка операция тигелът се изсушава чрез вакуумиране. (Да не се прилага вакуумиране по време на промивната операция, а само след като течността се е отцедила гравитачно.) Подсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на “d” е 1,00.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.

МЕТОД №15

ХЛОРОВЛАКНА, НЯКОИ МОДАКРИЛИ, НЯКОИ ЕЛАСТАНИ, АЦЕТАТИ, ТРИАЦЕТАТИ И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА (Метод с циклохексан)

1. Област на приложение

Този метод се прилага, след отстраняване на невлакнестата материя, за двукомпонентни смеси на:

1. ацетат (19), триацетат (24), хлоровлакна (27), някои модакрилни влакна (29), някои еластани (39)

със

2. вълна (1), животинска козина (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модални влакна (22), вискоза (25), полиамид или найлон (30) и стъклени влакна (40)

Когато в сместа присъстват модакрилни влакна или еластани, следва да се извърши предварителен тест, за да се определи дали влакната са напълно разтворими в реактива.

Възможно е също да се анализират смеси, съдържащи хлоровлакна, чрез използване на методи № 9 или № 14.

2. Принцип

Ацетатните и триацетатните влакна, хлоровлакната, някои модакрилни влакна и някои еластани, от определена суха маса, се разтварят в циклохексан при температура, близка до точката на кипене. Утайката се събира, промива, подсушава и претегля; нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от общата суха маса на сместа. Процентното съдържание на хлоровлакна, модакрилни влакна, еластани, ацетатни и триацетатни влакна се изчислява по разликата.

3. Апаратура и реактиви (освен посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- (i) Апарат за гореща екстракция, подходящ за използване в тестовата процедура от точка 4 (Виж фигурата: това е вариант, описан в *Melliand Textilberichte* 56 (1975), стр. 643-645).
- (ii) Филтърен съд, в който се поставя пробата.
- (iii) Пореста пластина (степен на порьозност 1).
- (iv) Кондензатор, който да бъде прикрепен към дестилационната колба.
- (v) Нагревател.

3.2. Реактиви

- (i) Циклохексан с температура на кипене 156°C.
- (ii) Етилов алкохол, 50% обемни.

Забележка: Циклохексанът е лесно запалим и токсичен. Следва да се вземат предпазни мерки при употребата му.

4. Процедура на теста

Следва се описаната процедура в общите инструкции и се извършват следните манипулации:

Изливат се в дестилационна колба по 100 мл циклохексан на всеки грам от пробата, поставя се вътре апаратът за екстракция, където преди това е бил вмъкнат филтърен съд, съдържащ образец от пробата и порьозната преграда, леко наклонена. Поставя се вътре кондензаторът. Загрява се до точката на кипене и се провежда екстракция в продължение на 60 минути при минимална скорост 12 цикъла/час. След екстракцията и охлаждането се отстранява апаратът за екстракция, изважда се филтърният съд и се премахва порьозната преграда. Промива се съдържанието в тигела на филтъра 3 или 4 пъти с 50%-ен етилов алкохол, загрят до около 60°C, и след това с 1 литър вода при 60°C.

Да не се прилага вакуумиране по време или между промивните операции. Остава се течността да се оттеди гравитачно и след това се вакуумира.

Накрая се изсушават тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

5. Изчисляване и изразяване на резултатите

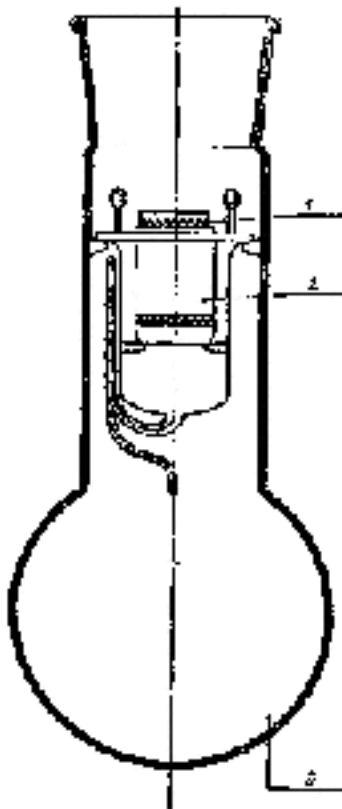
Резултатите се изчисляват както е описано в общите инструкции. Стойността на "d" е 1,00 при следните изключения:

коприна – 1,01

акрилни влакна – 0,98.

6. Точност

За хомогенна смес от текстилни материали, границите за отклонение на получените резултати с този метод са не повече от ± 1 при степен на точност от 95%.



Фигура по точка 3.1. (i) на метод № 15

1. Пореста пластина
2. Филтърен съд
3. Уред за гореща екстракция

ПРИЛОЖЕНИЕ III

ЧАСТ А

ОТМЕНЕНИ ДИРЕКТИВИ

(посочени в член 8)

- Директива 79/276/ЕИО на Съвета (ОВ L 173, 31.7.1972 г., стр.1) и последващи изменения;
 - Директива 79/76/ЕИО на Комисията (ОВ L 17, 24.1.1979 г., стр.17);
 - Директива 81/75/ЕИО на Съвета (ОВ L 57, 4.3.1981 г., стр.23);
 - Директива 87/184/ЕИО на Комисията (ОВ L 75, 17.3.1987 г., стр.21).
-

ЧАСТ Б

СРОКОВЕ ЗА ТРАНСПОНИРАНЕ

Директива	Срок за транспониране
72/276/ЕИО	18 януари 1974 г.
79/76/ЕИО	28 юни 1979 г.
81/75/ЕИО	27 февруари 1982 г.
87/184/ЕИО	1 септември 1988 г.

ПРИЛОЖЕНИЕ IV

ТАБЛИЦА НА СЪОТВЕТСТВИЕ

Настоящата директива	Директива 72/276/ЕИО
Член 1	Член 1
Член 2	Член 2
Член 3	Член 3
Член 4	Член 4
Член 5	Член 5
Член 6	Член 6
Член 7	Член 7 (2)
Член 8	-
Член 9	Член 8
Приложение I	Приложение I
Приложение II (1)	Приложение II (1)
Приложение II (2)	Приложение II (2)
Приложение II, метод № 1	Приложение II, метод № 1
Приложение II, метод № 2	Приложение II, метод № 2
Приложение II, метод № 3	Приложение II, метод № 3
Приложение II, метод № 4	Приложение II, метод № 4
Приложение II, метод № 5	Приложение II, метод № 5
Приложение II, метод № 6	Приложение II, метод № 6
Приложение II, метод № 7	Приложение II, метод № 7
Приложение II, метод № 8	Приложение II, метод № 8
Приложение II, метод № 9	Приложение II, метод № 9
Приложение II, метод № 10	Приложение II, метод № 10
Приложение II, метод № 11	Приложение II, метод № 11
Приложение II, метод № 12	Приложение II, метод № 13
Приложение II, метод № 13	Приложение II, метод № 14
Приложение II, метод № 14	Приложение II, метод № 15
Приложение II, метод № 15	Приложение II, метод № 16
Приложение III	-
Приложение IV	-