

Този документ е средство за документиране и не обвързва институциите

► **V** **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
(ОВ L 32, 3.2.1997 г., стр. 1)

Изменена със:

		Официален вестник		
		№	страница	дата
► <u>M1</u>	Регламент (ЕО) № 1882/2003 на Европейския парламент и на Съвета от 29 септември 2003 година	L 284	1	31.10.2003 г.
► <u>M2</u>	Директива 2006/2/ЕО на Комисията от 6 януари 2006 година	L 5	10	10.1.2006 г.
► <u>M3</u>	Директива 2007/4/ЕО на Комисията от 2 февруари 2007 година	L 28	14	3.2.2007 г.
► <u>M4</u>	Регламент (ЕО) № 1137/2008 на Европейския парламент и на Съвета от 22 октомври 2008 година	L 311	1	21.11.2008 г.
► <u>M5</u>	Директива 2009/122/ЕО на Комисията от 14 септември 2009 година	L 242	14	15.9.2009 г.
► <u>M6</u>	Директива 2011/74/ЕС на Комисията от 29 юли 2011 година	L 198	32	30.7.2011 г.



**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 Комисията ⁽¹⁾,

като взеха предвид становището на Икономическия и социален комитет ⁽²⁾,

в съответствие с процедурата, предвидена в член 189б от Договора ⁽³⁾,

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 влакна ⁽⁴⁾ 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 продукти ⁽⁵⁾, 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;

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

⁽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 ОВ L 32, 3.2.1997 г., стр. 38.

▼B

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 етикетирването, 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 равнище, 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 етикетирването;

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 тестовете на двукомпонентни смеси, за които няма унифициран метод за анализ на общностно равнище, 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.

▼M4*Член 5*

Комисията адаптира към техническия прогрес методите за количествен анализ, предвидени в приложение II. Тези мерки, предназначени да изменят несъществени елементи на настоящата директива, се приемат в съответствие с процедурата по регулиране с контрол, посочена в член 6, параграф 2.

Член 6

1. Комисията се подпомага от Комитет по директивите за наименованията на текстилните продукти и етикетирването.
2. При позоваване на настоящия параграф се прилагат член 5а, параграфи 1—4 и член 7 от Решение 1999/468/ЕО, като се вземат предвид разпоредбите на член 8 от него.

▼B*Член 7*

Държавите-членки съобщават на Комисията текстовете на основните разпоредби от националното си законодателство, които те приемат в областта, уредена 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-ия ден след деня на публикуването ѝ в *Официален вестник на Европейските общности*.



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 съставки ⁽¹⁾.

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 обработка ⁽²⁾.
- 2.3. Лабораторна проба за тестване — Тази част от лабораторната пробна маса, която е подложена на предварителна обработка за премахване на невлакните 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 маса ⁽³⁾.
- 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.

Образците за тестване се вземат от лабораторната проба за тестване по такъв начин, че всяка от тях да е представителна 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 разчепкване ⁽⁴⁾. Тъканта или сместа, в т.ч. свободните влакна, както и тези, които са залепнали за устройството за смесване, се подлага 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, се 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.

⁽¹⁾ В някои случаи е необходимо отделните проби за тестване да бъдат подложени на предварителна обработка.

⁽²⁾ В случай на готови изделия: виж раздел 7.

⁽³⁾ Виж точка 1.

⁽⁴⁾ Устройството за разчепкване може да бъде заменено от смесител за влакна или влакната могат да бъдат смесени по метода „папери и брак“.

▼B

- 4.2. Ориентирани влакна (кардни влакна, ленти, ленти на руло, пред-прежда) — 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. Преди 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 намотки⁽¹⁾ 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.

Вземат се образци от лабораторната проба за тестване, като се изрязват снопове прежда с равни дължини от общата част. Снопът съдържа от всички преди 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 2 000, 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 $\frac{x \cdot 10^4}{G}$ cm², 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 наплас-тената материя, като се срежат всички слоеве, така че всеки образец да съдържа равни дължини от всеки пласт.

⁽¹⁾ В случай че опаковките могат да се монтират в подходяща кошница, няколко от тях може да се навиват едновременно

▼B

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, какъвто 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, попаднали в тях или по естествен път или са били добавени за улесняване на обработката. Невлакнестите елементи трябва да бъдат отстранени 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

▼B

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 разтваряне⁽¹⁾. 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 $150\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$.

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 °C 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.

▼M3

I.3.2.4. Ацетон.

I.3.2.5. Ортофосфорна киселина.

⁽¹⁾ Метод № 12 прави изключение. Той се основава на определяне състава на един от двата компонента.

▼ M3

I.3.2.6. Карбамид.

I.3.2.7. Натриев бикарбонат.

▼ B**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 тестване ⁽¹⁾**▼ M3**

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 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 Сокслетов екстрактор с петролен етер за време от един час при най-малко 6 цикъла/час. Остава се петролният етер да се изпари от пробата, която след това се обработва директно чрез накисване на образеца във вода със стайна температура за 1 час и след това чрез накисване във вода с температура $65\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ за още 1 час, като течността от време на време се разбърква. Използва се съотношение образец/течност = 1:100. Излишната вода се отстранява чрез изстискване, всмукване или центрофугиране и след това пробата се оставя да изсъхне.

Тази процедура трябва леко да се измени, всъщност петролният етер трябва да се замени с ацетон, в случай на elastolefin или смеси за влакна, съдържащи elastolefin и други влакна (вълна, животинска козина, коприна, памук, лен, истински коноп, юта, манилски коноп, алфа, влакна от кокосов орех, метла, рамия, сизал, купро, модал, протеин, вискоза, акрил, полиамид или найлон, полиестер, еластомултиестер).

В случай на двукомпонентни смеси, съдържащи elastolefin и ацетат, следната процедура трябва да се прилага като предварителна обработка. Пробата се обработва за 10 минути при температура 80 °C с разтвор, съдържащ 25 g/l 50 % ортофосфорна киселина и 50 g/l карбамид. Използва се съотношение образец/течност = 1:100. Образецът се измива във вода, след това се изсушава и се измива в 0.1 % разтвор на натриев бикарбонат, и накрая се измива внимателно във вода.

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 с петролен етер и вода не отстранява всички естествени невлакнести съставки; въпреки това не се прилага допълнителна предварителна обработка, освен ако пробата съдържа апретура, неразтворима както в петролният етер, така и във водата.

⁽¹⁾ Виж приложение 1.1.

▼ **M3**

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

▼ **B****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 $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ 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 по-нататъшно подсушаване в продължение на 60 min 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 наблизко. След сушенето тя се запушва, преди да се махне от камерата, и бързо се пренася до ексикатора.

Филтърният съд се подсушава в камерата, поставен в теглителна колба заедно с капачката ѝ в близост до нея. След подсушаването теглителната колба се затваря и се пренася бързо в 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 два часа.

I.7.1.3. Теглене

Тегленето се извършва не повече от две min 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 общностен метод, отново се претегля веднага теглителната колба и се изчислява сухата маса на образца 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 общо от 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.

▼B

- 1.8.1. 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 образеца 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.

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

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.

▼B

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 текстилни 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 $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$.

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 $40\text{ °C} — 60\text{ °C}$.

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 g. За много фина прежда анализът може да се извърши върху дължина най-малко 30 m, 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 $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ до получаване на постоянна маса, както е описано в точки 1.7.1. и 1.7.2.

▼B**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 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 I.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

III.2.1. Подтвърждава, 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.

▼ M6

2. ОБОБЩЕНА ТАБЛИЦА

Метод	Област на приложение ⁽¹⁾		Реактив
	Разтворим компонент	Неразтворим компонент	
1.	Ацетат	Някои други влакна	Ацетон
2.	Някои протеинови влакна	Някои други влакна	Хипохлорит
3.	Вискоза, купро или някои видове модал	Някои други влакна	Мравчена киселина и цинков хлорид
4.	Полиамид или найлон	Някои други влакна	Мравчена киселина, 80 % m/m
5.	Ацетат	Някои други влакна	Бензилов алкохол
6.	Триацетат или полилактид	Някои други влакна	Дихлорметан
7.	Някои целулозни влакна	Някои други влакна	Сярна киселина, 75 % m/m
8.	Акрили, някои модакрили или някои хлоровлакна	Някои други влакна	Диметилформамид
9.	Някои хлоровлакна	Някои други влакна	Въглероден дисулфид/ацетон, 55,5/44,5 v/v
10.	Ацетат	Някои други влакна	Кристализирана оцетна киселина
11.	Коприна, полиамид или найлон	Някои други влакна	Сярна киселина, 75 % m/m
12.	Юта	Някои животински влакна	Метод с определяне на съдържанието на азот
13.	Полипропилен	Някои други влакна	Ксилол
14.	Някои влакна	Някои други влакна	Метод с концентрирана сярна киселина
15.	Хлоровлакна, някои модакрили, някои еластани, ацетати и триацетати	Някои други влакна	Циклохексанон
16.	Меламин	Някои други влакна	Гореща мравчена киселина 90 % m/m

⁽¹⁾ Подробен списък на влакната, към които се прилага всеки метод.

▼B

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

▼M6

2. вълна (1), животински косми (2 и 3), коприна (4), памук (5), лен (7), коноп (8), юта (9), абака (10), алфа (11), кокосово влакно (12), зановец (13), рамия (14), сизал (15), купро (21), модал (22), протеин (23), вискоза (25), акрил (26), полиамид или найлон (30), полиестер (35), полипропилен (37) еластомултиестер (46), еластолефин (47), меламин (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

Този метод не трябва да се прилага при никакви обстоятелства за ацетатни влакна, които са били деацетализирани по повърхността.

▼B

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 (в допълнение на посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

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

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 ml се добавят по 100 ml ацетон на всеки грам от образца, колбата се разклаща, оставя се за 30 min 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 min 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.

▼M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00 с изключение на меламина, за който „d“ = 1,01.

▼B

6. ТОЧНОСТ

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

▼B

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

▼M6

2. памук (5), купро (21), вискоза (25), акрил (26), хлоровлакна (27), полиамид или найлон (30), полиестер (35), полипропилен (37), еластан (43), стъкловлакно (44), еластомултиестер (46), еластолефин (47), меламин (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

Ако има различни протеинови влакна, методът дава тяхното общо количество, а не техните индивидуални количества.

▼B

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 ml;
- ii) термостат, пригоден на 20 (\pm 2) °C.

3.2. Химически реактиви

- i) *Хипохлоритен агент*
 - a) Разтвор на литиев хипохлорит

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

▼B

б) Разтвор на натриев хипохлорит

Той се състои от прясно приготвен разтвор със съдържание 35 (± 2) g/l активен хлор (приблизително 1 M), към който се прибавят 5 ($\pm 0,5$) g/l 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 ml ледена оцетна киселина в 1 l вода.

4. ПРОЦЕДУРА НА ТЕСТА

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

След това колбата се загрява в продължение на 40 min 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 min 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.

▼M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00 с изключение на памук, вискозат, модал и меламин, за които „d“ = 1,01 и за неизбелен памук, за който „d“ = 1,03.

▼B

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 %.

▼ B*МЕТОД № 3***▼ M6****ВИСКОЗА, КУПРО ИЛИ НЯКОИ ВИДОВЕ МОДАЛ И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА****(Метод с мравчена киселина и цинков хлорид)****▼ B****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

▼ M6

2. памук (5), полипропилен (37), еластолефин (47) и меламина (48).

При наличие на модални влакна се извършва предварителен тест, за да се установи дали те се разтварят в реактива.

Този метод не е приложим за смеси, в които памукът е претърпял значително химично разлагане, както и в случаите на вискоза или купро, ненапълно разтворими поради наличието на някои багрила или апретури, които не могат да бъдат изцяло отстранени.

▼ B**2. ПРИНЦИП**

Вискозните, купро-влакната 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 посочените в общите инструкции)**3.1. Апаратура**

- i) Конични колби със стъклени запушалки с минимална вместимост 200 ml;
- ii) Уред за поддържане температурата в колбите на 40 (± 2°) °C.

3.2. Реактиви

- i) Разтвор, съдържащ 20 g. разтопен безводен цинков хлорид и 68 g. безводна мравчена киселина, допълнен с вода до 100 g (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 амониен хидроксид: разреждат се 20 ml от концентриран амониен разтвор (специфично тегло 0,880 g/ml) с 1 l 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 ml от разтвора на мравчена киселина и цинков хлорид, предварително загрети до 40 °C, на всеки грам от пробата. Поставя се запушалката и колбата се разклаща енергично. На колбата и съдържанието в нея се поддържа

▼B

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 ml от реактива.

Промиват се тигелът и утайката внимателно с вода при температура 40 °C. Влакнестата утайка се изплаква в приблизително 100 ml студен амонячен разтвор (3.2. ii), така че тази утайка да бъде изцяло потопена в разтвора в продължение на 10 min ⁽¹⁾; след това се изплаква внимателно със студена вода.

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.

▼M6

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00, освен за памук, за който „d“ = 1,02, и за меламина, за който „d“ = 1,01.

▼B

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 %.

⁽¹⁾ 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.

▼B

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

▼M5

2. вълна (1), животински косми (2 и 3), памук (5), купро (21), модал (22), вискоза (25), акрил (26), хлорирани влакна (27), полиестер (35), полипропилен (37), стъкловлакна (44), еластомултиестер (46), еластолефин (47) и меламин (48).

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

▼B

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 посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml.

3.2. Реактиви

- i) Мравчена киселина (80 % m/m, относителна плътност при 20 °C: 1,186). Разреждат се 880 ml от 90 %-на m/m мравчена киселина (относителна плътност при 20 °C: 1,204) в 1 l вода. Алтернативно се разреждат 780 ml от 98 до 100 % m/m мравчена киселина (относителна плътност при 20 °C: 1,220) в 1 l 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 ml от концентриран амонячен разтвор (относителна плътност при 20 °C: 0,880) в 1 l 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 ml, се добавят по 100 ml мравчена киселина на всеки грам от пробата. Слага се капачката и колбата се разклаща, за да се омокри пробата. Остава се колбата за 15 min 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 амонячен 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.

▼M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00 с изключение на меламина, за който „d“ = 1,01.

▼B

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 %.

▼ **B**

МЕТОД № 5

▼ **M6**

АЦЕТАТ И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА

(Метод с бензилов аcohol)

▼ **M5**

1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

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

1. ацетат (19)

със

▼ **M6**

2. триацетат (24), полипропилен (37), еластолефин (47), меламин (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

▼ **B**

2. ПРИНЦИП

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

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 (различни от посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

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

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 ml 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 $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ и се разбърква в продължение на 20 min 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 min при $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

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

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

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

▼B

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.

▼M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00 с изключение на меламина, за който „d“ = 1,01.

▼B

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 %.

▼ B*МЕТОД № 6***▼ M6****ТРИАЦЕТИ ИЛИ ПОЛИЛАКТИД И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА
(Метод с дихлорметан)****▼ M2****1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ**

Настоящият метод се прилага след отстраняване на невлакнестия материал за двукомпонентни смеси от:

1. триацетат (24) или полилактид (33а)

със

▼ M6

2. вълна (1), животински косми (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модал (22), вискоза (25), акрил (26), полиамид или найлон (30), полиестер (35), полипропилен (37), стъкловлакно (44), еластомултиестер (46), еластолефин (47), меламин (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

Забележка

Триацетатни влакна, които са били подложени на апретурата, довела до частична хидролиза, вече не са напълно разтворими в реактива. В такива случаи методът не е приложим.

▼ M2**2. ПРИНЦИП**

Триацетатните или полилактидните влакна се извличат от известна суха маса на сместа чрез разтваряне с дихлорметан. Остатъкът се събира, промива се, изсушава се и се претегля; масата му се коригира, ако е необходимо, и се изразява като процент суха маса от сместа. Процентът на сух триацетат или полилактид се намира чрез разлика.

▼ B**3. АПАРАТУРА И РЕАКТИВИ (различни от посочените в общите инструкции)****3.1. Апаратура**

Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml.

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-милилитровата колба със стъклена запушалка, се добавят по 100 ml дихлоретан на всеки грам от пробата, поставя се запушалката и се разбърква колбата на всеки 10 min, за да се омокри пробата; оставя се за 30 min на стайна температура, като се разбърква на равни интервали. Течността се декантира през претеглен филтърен съд. Доливат се 60 ml 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 се прилага 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.

▼M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00, с изключение на полиестер, еластомултиестер, еластолефин и меламин, за които стойността на „d“ е 1,01.

▼B

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 %.

▼B

МЕТОД № 7

▼M6**НЯКОИ ЦЕЛУЛОЗНИ ВЛАКНА И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА**

(Метод със 75 % m/m сярна киселина)

▼B

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

▼M6

2. полиестер (35), полипропилен (37), еластомултиестер (46), еластолефин (47) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

▼B

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.

3. АПАРАТУРА И РЕАКТИВИ (освен посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

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

3.2. Реактиви

- i) Сярна киселина, 75 % $\pm 2\text{ }%$ m/m

Приготвя сеq като се добавят внимателно, в процес на охлаждане, 700 ml сярна киселина (относителна плътност при $200\text{ }^{\circ}\text{C}$: 1,84) към 350 ml дестилирана вода. След изстиване на разтвора при стайна температура той се разрежда с 1 l вода.

- ii) Амоняк, разреден разтвор

Разреждат се 80 ml амонячен разтвор (относителна плътност при $20\text{ }^{\circ}\text{C}$: 0,88) в 1 l 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 ml, се добавят по 200 ml 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 $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ в продължение на 1 час, като се разбърква на равни интервали от около 10 min. 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.

▼M6

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00, освен за двукомпонентен полипропилен/полиамид, за който „d“ е 1,01.

▼B

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 %.

▼ B

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) ⁽¹⁾ със

▼ M6

2. вълна (1), животински косми (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модал (22), вискоза (25), полиамид или найлон (30), полиестер (35), полипропилен (37), еластомултиестер (46), еластолефин (47), меламина (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

Той е еднакво приложим както за акрили, така и за някои модакрили, обработени с предварително метализирани багрила, но не и за оцветените с хромови багрила.

▼ B

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 (освен посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

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

3.2. Реактив

Диметилформамид (температура на кипене $153\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$), 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:

Към образеца, поставен в коничната колба със стъклена запушалка и с минимална вместимост 200 ml се добавят 80 ml диметилформамид, предварително загрят на кипяща водна баня, поставя се запушалката, разклаща се колбата, за да се 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 ml диметилформамид в колбата и се загрява още 30 min, разклащайки внимателно колбата и съдържанието ѝ на ръка два пъти през този период.

Съдържанието на колбата се филтрува през филтърния съд посредством вакуумиране.

⁽¹⁾ Разтворимостта на такива модакрили или хлоровлакна в реактива трябва да се проверява преди анализа.

▼B

Пренася се влакнестата утайка върху тигела чрез промиване на стъклената с диметилформамид. Изсушава се тигелът чрез вакуумиране. Промива се утайката с около 1 l гореща вода при температура 70 °C — 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 отцежда много бавно през тигела, може да се приложи леко вакуумиране.

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

▼M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00, с изключение на вълна, памук, купро, модал, полиестер, еластомултиестер и меламин, за които стойността на „d“ е 1,01.

▼B

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 %.

▼B

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 не ⁽¹⁾

сътс

▼M6

2. вълна (1), животински косми (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модал (22), вискоза (25), акрил (26), полиамид или найлон (30), полиестер (35), полипропилен (37), стъкловолакно (44), еластомултиестер (46), меламин (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

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

Когато съдържанието на полиамид или найлон в сместа надхвърля 25 %, се използва метод № 4.

▼B

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 (освен посочените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml.
- 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:

Към образеца, поставен в коничната колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml, се добавят по 100 ml 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 min при стайна температура. Декантира се течността над утайката през претеглен филтърен съд.

Повтаря се обработката с нови 100 ml 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 ml 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.

⁽¹⁾ Преди анализа е необходимо да се провери разтворимостта на ПВХ в реактива.

▼ B*Бележка:*

С някои смеси, които са с високо съдържание на хлоридни влакна, може да има значително смаляване на образеца по време на процедурата в резултат на което се забавя разтварянето на хлоридните влакна от разтворителя. Все пак това не влияе върху крайното разтваряне на хлоридните влакна в разтворителя.

▼ M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00 с изключение на меламина, за който „d“ = 1,01.

▼ B

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 %.

▼B

МЕТОД № 10

▼M6

АЦЕТАТ И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА
(Метод с кристализирана оцетна киселина)

▼B

1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

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

1. ацетат (19)

със

▼M6

2. някои хлоровлакна (27), по-точно поливинилхлоридни влакна, независимо дали са претърпели последващо хлориране, или не, полипропилен (37), еластолефин (47), меламина (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

▼B

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 определените в общите инструкции)

3.1. Апаратура

- i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml.
- 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 200 ml, се добавя по 100 ml на всеки грам от пробата. Колбата се запушва здраво и се разклаща с механична бъркалка или енергично на ръка в продължение на 20 min 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 ml 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 ml 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 %.

▼ В*МЕТОД № 11***▼ М6****КОПРИНА ИЛИ ПОЛИАМИД И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА****(Метод със 75 % m/m сярна киселина)****1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ**

Настоящият метод се прилага след отстраняването на невлакнестите вещества за двукомпонентни смеси от:

1. коприна (4) или полиамид или найлон (30)
със:
 2. вълна (1), животински косми (2 и 3), полипропилен (37), еластолефин (47), меламин (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

2. ПРИНЦИП

Копринените, полиамидните или найлоновите влакна се разтварят от сухата маса на сместа, която трябва да е известна, със 75 % m/m сярна киселина.

Утайката се събира, промива, изсушава и претегля. Нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от сухата маса на сместа. Процентното съдържание на сухата коприна, полиамид или найлон се намира като разлика.

▼ В**3. АПАРАТУРА И РЕАКТИВИ (различни от тези, определени в общите инструкции)****3.1. Апаратура**

Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml.

3.2. Реактиви

- i) Сярна киселина (75 % \pm 2 % m/m)
Вземат се 700 ml сярна киселина (плътност при 20 °C: 1,84) и докато се охлажда, към нея внимателно се добавят 350 ml дестилирана вода.
След охлаждане при стайна температура разтворът се разрежда с 1 l вода.
- ii) Сярна киселина, разреден разтвор: 100 ml сярна киселина (плътност при 20 °C: 1,84) се добавят бавно към 1 900 ml дестилирана вода.
- iii) Амоняк, разреден разтвор: разреждат се 200 ml концентриран амоняк (плътност при 20 °C: 0,880) с 1 000 ml вода.

▼ М6**4. ПРОЦЕДУРА НА ТЕСТА**

Следва се процедурата, описана в общите инструкции, и се процедира, както следва:

Към образеца, поставен в конична колба със стъклена запушалка с минимална вместимост 200 ml, се добавят по 100 ml от 75 % m/m сярна киселина на всеки грам от образеца и се поставя запушалката. Разклаща се енергично и се оставя да престои в продължение на 30 минути на стайна температура. Разклаща се отново и се оставя да престои още 30 минути. Разклаща се за последен път и съдържанието на колбата се филтрира през претеглен филтравален тигел. Останалите в колбата влакна се отмиват с реактива от 75 % сярна киселина. Утайката върху тигела се измива последователно с 50 ml от реактива от разрежена сярна киселина, 50 ml вода и 50 ml разреден амонячен разтвор. Всеки път влакната се оставят в контакт с течността в продължение на около 10 минути, преди да се приложи изсмукване. Накрая се изплакват с вода, като се оставят в контакт с водата за около 30 минути. Тигелът се отцежда с изсмукване, тигелът и утайката се изсушават, охлаждат се и се претеглят.

▼M6

При двукомпонентни смеси от полиамид с двукомпонентен полипропилен/полиамид след филтриране на влакната с помощта на претеглен филтрувален тигел и преди да се приложи описаната процедура за измиване, утайката във филтрувалния тигел се измива два пъти с по 50 ml от реактива от 75 % сярна киселина.

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00, освен за вълна, за която „d“ = 0,985, за двукомпонентен полипропилен/полиамид, за който „d“ = 1,005, и за меламина, за който „d“ = 1,01.

6. ТОЧНОСТ

За хомогенна смес от текстилни материали границите за отклонение на получените по този метод резултати са не повече от ± 1 при степен на точност от 95 %, освен за двукомпонентните смеси от полиамид с двукомпонентен полипропилен/полиамид, за които границите за отклонение на резултатите са не повече от ± 2 .



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)

със

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, финашна 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 дялът на всяка компонента се изчислява.

3. АПАРАТУРА И РЕАКТИВИ (различни от посочените в общата информация)

3.1. Апаратура

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

3.2. Реактиви

- i) Толуол.
- ii) Метанол.
- iii) Сярна киселина относителна плътност при 20 °C: 1,84 ⁽¹⁾.
- iv) Калиев сулфат ⁽¹⁾.
- v) Селенов диоксид ⁽¹⁾.
- vi) Разтвор на натриев хидроксид (400г/л). Разтварят се 400 g натриев хидроксид в 400-500 ml вода и се разрежда до 1 l с вода.
- vii) Смесен индикатор. Разтваря се 0,1 g метиленово червено в 95 ml етанол и 5 ml вода, смесват се с 0,5 g бромкрезолово зелено, разтворени в 475 ml етанол и 25 ml вода.
- viii) Разтвор на борна киселина. Разтварят се 20 g борна киселина в 1 l вода.
- ix) Сярна киселина 0,02 N (стандартен обемно-измерителен разтвор).

4. 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 °C ± 3 °C. След това пробата се екстрахира във вода (50 ml на грам от пробата) чрез кипене под кондензатор в продължение на 30 min. 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.

⁽¹⁾ Реактивът не трябва да съдържа азот.

▼B

Забележка:

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

5. ПРОЦЕДУРА НА ТЕСТА

5.1. **Общи инструкции.**

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

5.2. **Подробно описание.**

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 g калиев сулфат, 0,1 — 0,2 g селенов диоксид и 10 ml сярна киселина (относителна плътност 1,84). Колбата се загрява, първоначално внимателно, до пълно разпадане на цялата влакнеста маса, след което се нагрява по-енергично, докато разтворът се избистри и стане почти безцветен. Загрява се за още 15 min. Остава се колбата да изстине, внимателно се разрежда съдържанието на колбата с 10 — 20 ml вода, охлажда се, пренася се съдържанието количествено в 200 ml мерителна колба и се долива до мярката с вода до формиране на преварения разтвор.

Изливат се около 20 ml разтвор на борна киселина в 100-милилитрова конична колба, поставя се колбата под кондензора на Кийлдалов дестилационен апарат, така че захранващата тръба да бъде потопена точно под повърхността на разтвора с борна киселина. Пренасят се точно 10 ml от преварения разтвор в дестилационната колба, добавят се не по-малко от 5 ml 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. Нагрява се внимателно дестилационната колба и се поставя вътре в парната струя на генератора. Вземат се около 20 ml от дестилата, смъква се коничната колба, така че краят на захранващата тръба на кондензора да бъде на около 20 mm над повърхността на течността, и се дестилира още 1 минута. Изплаква се краят на захранващата 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 ml разтвор на борна киселина, и се събират около 10 ml 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 ml, тестът се повтаря и се започва нова дестилация, използвайки нова аликвотна 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 = процентно съдържание на азот в чистия сух образец,

V = общ обем в ml на стандартната сярна киселина, използвана при измерването,

▼B

b = общ обем в ml на стандартната сярна киселина, използвана при празната проба,

N = нормалност на стандартната сярна киселина,

W = суха маса (в g) 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 % = процентно 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 %.

▼B*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:

▼M2**1. Полипропиленови влакна (36)**

със

▼M5

2. вълна (1), животински косми (2 и 3), коприна (4), памук (5), ацетат (19), купро (21), модал (22), триацетат (24), вискоза (25), акрил (26), полиамид или найлон (30), полиестер (35), стъклени влакна (44), еластомулиестер (46) и меламин (48).

▼B**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 изчислява по разликата.

3. АПАРАТУРА И РЕАКТИВИ (освен посочените в общите инструкции)**3.1. Апаратура**

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

3.2. Реактив

Ксилол, който се дестилира между 137 °C 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 ml 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 min . 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 ml от разтворителя.

Промива се останалата в колбата утайка последователно с 30 ml кипящ ксилол (два пъти), след това със 75 ml 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.

▼B

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 резултати ⁽¹⁾.

▼M5

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00 с изключение на меламина, за който „d“ = 1,01.

▼B

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 %.

⁽¹⁾ За пример виж апаратурата, описана в *Melliand Textilberichte* 56 (1975 г.), стр. 643—645.

▼ B*МЕТОД № 14***▼ M6****НЯКОИ ВЛАКНА И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА****(Метод с концентрирана сярна киселина)****▼ M5****1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ**

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

1. памук (5), ацетат (19) купро (21) модал (22), триацетат (24), вискоза (25) някои акрили (26), някои модакрили (29), полиамид или найлон (30), полиестер (35) и еластомулиестер (46)

със

▼ M6

2. хлоровлакна (27) на основата на хомополимери на вилхлорид, независимо дали са претърпели последващо хлориране или не, полипропилен (37) еластолефин (47), меламин (48) и двукомпонентен полипропилен/полиамид (49).

Отнася се за модакрилите, при които се получава бистър разтвор при потапянето им в концентрирана сярна киселина (относителна плътност 1,84 при 20 °C).

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

2. ПРИНЦИП

Компонент, различен от хлоровлакна, полипропилен, еластолефин, меламин или двукомпонентен полипропилен/полиамид (т.е., влакната посочени в точка 1.1), се разтваря от сухата маса на сместа, която трябва да е известна, с концентрирана сярна киселина (относителна плътност 1,84 при 20 °C). Утайката, състояща се от хлоровлакна, полипропилен, еластолефин, меламин или двукомпонентен полипропилен/полиамид, се събира, изплаква, изсушава и претегля; нейната маса, коригирана при необходимост, се изразява като процент от сухата маса на сместа. Процентното съдържание на втория компонент се намира като разлика.

▼ B**3. АПАРАТУРА И РЕАКТИВИ (различни от посочените в общите инструкции)****3.1. Апаратура**

- i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml.
- 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 ml сярна киселина (относителна плътност 1,84 при 20 °C) към 500 ml дестилирана или дейонизирана вода. След охлаждане на стайна температура разтворът се разрежда с 1 l вода.
- iii) Амоняк разреден разтвор:
разреждат се 60 ml концентриран амонячен разтвор (относителна плътност 0,880 при 20 °C) с 1 l 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 ml сярна киселина (точка 3.2. i) на всеки грам от пробата.

▼B

Остава се колбата с нейното съдържание на стайна температура в продължение на 10 min , през които образецът за тестване се разбърква от време на време с помощта на стъклената пръчка. Ако се изследва тъкана или плетена материя, образецът се заклещва 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 ml 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.

▼M6

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ е 1,00, освен за меламин и двукомпонентен полипропилен/полиамид, за които „d“ е 1,01.

▼B

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 %.

▼B

МЕТОД № 15

**ХЛОРОВЛАКНА, НЯКОИ МОДАКРИЛИ, НЯКОИ ЕЛАСТАНИ,
АЦЕТАТИ, ТРИАЦЕТАТИ И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА****(Метод с циклохексан)****▼M5**

1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

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

1. ацетат (19), триацетат (24), хлорирани влакна (27), някои модакрили (29), някои еластани (43)

със

2. вълна (1), животински косми (2 и 3), коприна (4), памук (5), купро (21), модал (22), вискоза (25), полиамид или найлон (30), акрил (26), стъклени влакна (44) и меламин (48).

Ако сместа съдържа влакна от модакрил или еластан, се извършва предварително изпитване, за да се провери дали те се разтварят в реагента.

Също така е възможно да се изследват смесите, които съдържат хлорирани влакна, като се приложат методи № 9 или 14.

▼B

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 г.), 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 °С.
- 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 ml 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

▼B

кондензаторът. Загрява се до точката на кипене и се провежда екстракция в продължение на 60 min 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 l вода при 60 °C.

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

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

▼M5

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 и меламин 1,01

акрил 0,98.

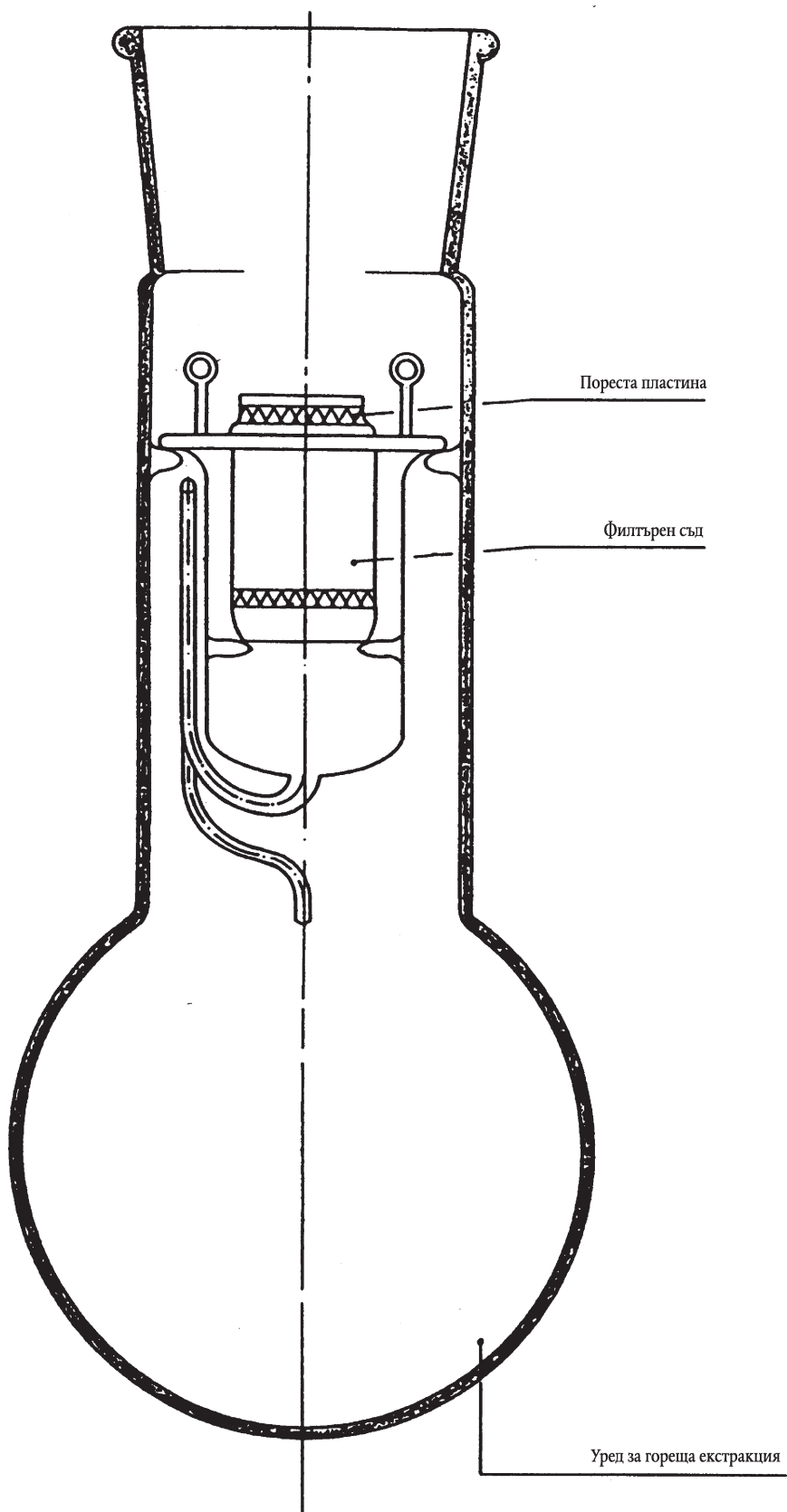
▼B

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 %.

▼B

Фигура по точка 3.1. i) на метод № 15



▼ M5

МЕТОД № 16

▼ M6

МЕЛАМИН И НЯКОИ ДРУГИ ВЛАКНА

(Метод с гореща мравчена киселина)

▼ M5

1. ОБЛАСТ НА ПРИЛОЖЕНИЕ

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

1. Меламин (48)

със

▼ M6

2. памук (5), арамид (31) и полипропилен (37)

▼ M5

2. ПРИНЦИП

Влакната от меламин, от определена суха маса на сместа, се разтварят в гореща мравчена киселина (90 % на част).

Утайката се събира, промива, изсушава 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.

Бележка Строго поддържайте препоръчания температурен диапазон, тъй като разтворимостта на меламина много зависи от температурата.

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

3.1. Апаратура

- i) Конична колба със стъклена запушалка и минимална вместимост 200 ml.
- ii) Водна баня с бъркалка или друга апаратура за разбъркване и поддържане на колбата на температура от 90 ± 2 °C.

3.2. Реактиви

- i) Мравчена киселина (90 % m/m, относителна плътност при 20 °C: 1,204 g/ml). Разреждат се 890 ml от 98 до 100 % m/m мравчена киселина (относителна плътност при 20 °C: 1,220 g/ml) на литър вода.

Горещата мравчена киселина е силно корозивна и трябва да се третира с повишено внимание.

- ii) Амоняк, разреден разтвор: Разреждат се 80 ml концентриран амонячен разтвор (относителна плътност при 20 °C: 0,880) на литър вода.

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 200 ml, се добавя по 100 ml мравчена киселина на всеки грам от пробата. Слага се капачката и колбата се разклаща, за да се омокри пробата. Колбата се поддържа във водна баня, която се разбърква, на 90 ± 2 °C за един час, като се разклаща енергично. Колбата се охлажда до стайна температура. Течността се декантира през претеглен филтърен съд. Доливат се 50 ml мравчена киселина 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 реактив мравчена киселина. Тигелът се изсушава чрез вакуумиране, а утайката върху филтъра се промива последователно с реактив мравчена киселина, гореща вода, разреден амонячен разтвор и накрая със студена вода, като след всеки цикъл тигелът се изсушава чрез

▼ M5

вакуумиране. Не се прилага вакуумиране, докато всяка промивна течност не се отцеди гравитачно. Накрая, останалата течност в тигела се отстранява чрез вакуумиране, изсушават се тигелът и утайката, охлаждат се и се претеглят.

Бележка Температурата има силно влияние върху свойствата на разтворимост на меламина и тя трябва да бъде внимателно контролирана.

5. ИЗЧИСЛЯВАНЕ И ИЗРАЗЯВАНЕ НА РЕЗУЛТАТИТЕ

Резултатите се изчисляват, както е описано в общите инструкции. Стойността на „d“ за памук и арамид 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 %.



ПРИЛОЖЕНИЕ III

ЧАСТ А

ОТМЕНЕНИ ДИРЕКТИВИ

(посочени в член 8)

- Директива 72/276/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, параграф 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	—