





**EUROOPA PARLAMENDI JA NÕUKOGU DIREKTIIV 96/73/  
EÜ,**

**16. detsember 1996,**

**kahekomponentsete tekstiilkiusegude teatavate kvantitatiivsete  
analüüsimeetodite kohta**

EUROOPA PARLAMENT JA EUROOPA LIIDU NÕUKOGU,

võttes arvesse Euroopa Ühenduse asutamislepingut, eriti selle artiklit 100a,

võttes arvesse komisjoni ettepanekut, <sup>(1)</sup>

võttes arvesse majandus- ja sotsiaalkomitee arvamust, <sup>(2)</sup>

toimides asutamislepingu artiklis 189b sätestatud korras <sup>(3)</sup>

ning arvestades, et:

nõukogu 17. juuli 1972. aasta direktiivi 72/276/EMÜ kahekomponentsete tekstiilkiusegude teatavate kvantitatiivsete analüüsimeetoditega seotud õigusaktide ühtlustamise kohta liikmesriikides <sup>(4)</sup> on korduvalt ja oluliselt muudetud; mainitud direktiiv tuleks selguse ja otstarbekuse huvides konsolideerida;

Euroopa Parlamendi ja nõukogu 16. detsembri 1996. aasta direktiiv 96/74/EÜ tekstiilnimetuste kohta <sup>(5)</sup> nõuab tekstiiltoodete kiukoostise märgistust ning nende toodete ja etiketil esitatud kiukoostise vastavuse kontrollimist analüüsi teel;

meetodid, mida liikmesriikides kasutatakse tekstiiltoodete kiukoostise määramise ametlikes katsetes, peaksid olema ühtsed nii proovi eeltöötuse kui ka kvantitatiivse analüüsi korral;

direktiivis 96/74/EÜ on sätestatud, et liikmesriikides kasutatavad proovivõtu- ja analüüsimeetodid toodete kiukoostise määramiseks täpsustatakse eraldi direktiivides; seepärast kehtestatakse käesoleva direktiivi II lisas 15 ühtset analüüsimeetodit, mis hõlmavad enamikku müügil olevaid kahekomponentsetest segudest koosnevaid tekstiiltooteid;

tehnilise arengu tõttu on vaja sageli kohandada tekstiilmaterjalide analüüsimeetodeid käsitletavates eraldi direktiivides määratletud tehnilisi spetsifikatsioone; et hõlbustada kohandamiseks nõutavate meetmete rakendamist, tuleks kehtestada menetlus, mis seab direktiivides tekstiilnimetusi ja märgistamist käsitlevas komitees sisse tiheda koostöö liikmesriikide ja komisjoni vahel;

kahekomponentsete segude puhul, mille kohta ühtne analüüsimeetod ühenduse tasandil puudub, võib katsete eest vastutav labor määrata selliste segude koostise mis tahes tema käsutuses olevat kehtivat meetodit kasutades ja esitada katseprotokollis saadud tulemuse ning kasutatud meetodi täpsusastme, niipalju kui see on teada;

käesoleva direktiivi sätted on kooskõlas direktiivides tekstiilnimetusi ja märgistamist käsitleva komitee arvamusega;

<sup>(1)</sup> EÜT C 96, 6.4.1994, lk 20.

<sup>(2)</sup> EÜT C 195, 18.7.1994, lk 20.

<sup>(3)</sup> Euroopa Parlamendi 15. veebruari 1995. aasta arvamus (EÜT C 56, 6.3.1995, lk 53), nõukogu 26. veebruari 1996. aasta ühine seisukoht (EÜT C 196, 6.7.1996, lk 20) ja Euroopa Parlamendi 18. juuni 1996. aasta otsus (EÜT C 198, 8.7.1996, lk 25), nõukogu 7. oktoobri 1996. aasta otsus.

<sup>(4)</sup> EÜT 173, 31.7.1972, lk 1. Direktiivi on viimati muudetud direktiiviga 87/184/EMÜ (EÜT L 75, 17.3.1987, lk 21).

<sup>(5)</sup> EÜT L 32, 3.2.1997, lk 38.

**▼B**

käesolev direktiiv ei tohi mõjutada liikmesriikide kohustusi, mis on seotud III lisa B osas esitatud direktiivide ülevõtmise tähtaegadega,

ON VASTU VÕTNUD KÄESOLEVA DIREKTIIVI:

*Artikkel 1*

Käesolev direktiiv käsitleb teatavate kahekomponentsete tekstiilkiusegude kvantitatiivseid analüüsimeetodeid, kaasa arvatud laboriproovide ja analüütiliste proovide ettevalmistamine.

*Artikkel 2*

“Laboriproov” tähendab analüüsiks sobiva suurusega proovi, mis on võetud lähteproovist, mis omakorda on võetud analüüsivast kaubapartiist.

“Analüütiline proov” on laboriproovist eraldatud osa, mis on nõutav üksiku katsetulemuse saamiseks.

*Artikkel 3*

Liikmesriigid astuvad kõik vajalikud sammud, et tagada teatavate kahekomponentsete tekstiilkiusegude kvantitatiivsete analüüsimeetodite, sealhulgas laboriproovi ja analüütilise proovi ettevalmistamise kohta I ja II lisas esitatud sätete kohaldamine turule saadetavate tekstiiltoodete koostise määramise kõigis ametlikes katsetes vastavalt direktiivile 96/74/EÜ.

*Artikkel 4*

Kui kahekomponentsete kiusegude ühtne analüüsimeetod ühenduse tasandil puudub, määrab katsete eest vastutav labor selliste segude koostise mis tahes tema käsutuses olevat kehtivat meetodit kasutades, esitades katseprotokollis saadud tulemuse ning kasutatud meetodi täpsustamise, niivõrd kui see on teada.

**▼M1***Artikkel 5*

1. Komisjoni abistab direktiivides tekstiilnimetusi ja märgistamist käsitlev komitee, edaspidi “komitee”.
2. II lisas sätestatud kvantitatiivse analüüsi meetodite määramiseks ja tehnika arenguga kohandamiseks vajalikud sätted võetakse vastu artiklis 6 sätestatud korras.

*Artikkel 6*

1. Kui viidatakse käesolevale artiklile, kohaldatakse otsuse 1999/468/EÜ<sup>(1)</sup> artikleid 5 ja 7, võttes arvesse selle artikli 8 sätteid.

Otsuse 1999/468/EÜ artikli 5 lõikes 6 sätestatud tähtajaks kehtestatakse kolm kuud.

2. Komitee võtab vastu oma töökorra.

<sup>(1)</sup> Nõukogu 28. juuni 1999. aasta otsus 1999/468/EÜ, millega kehtestatakse komisjoni rakendusvolituste kasutamise menetlused (EÜT L 184, 17.7.1999, lk 23).

**▼B***Artikkel 7*

Liikmesriigid edastavad komisjonile käesoleva direktiiviga reguleeritavas valdkonnas nende poolt vastuvõetud siseriiklike põhiliste õigusnormide teksti.

*Artikkel 8*

Käesolevaga tunnistatakse kehtetuks III lisa A osas loetletud direktiivid, ilma et see mõjutaks liikmesriikide kohustusi ülevõtmise tähtaegade kohta, mis on sätestatud III lisa B osas.

Viiteid kehtetuks tunnistatud direktiividele tõlgendatakse viidetena käesolevale direktiivile ja loetakse vastavalt IV lisas esitatud vastavustabelile.

*Artikkel 9*

Käesolev direktiiv on adresseeritud liikmesriikidele.

Käesolev direktiiv jõustub kahekümnendal päeval pärast selle avaldamist *Euroopa Ühenduste Teatajas*.



## I LISA

**LABORIPROOVIDE JA ANALÜÜTILISTE PROOVIDE  
ETTEVALMISTAMINE TEKSTIILTOODETE KIUKOOSTISE  
MÄÄRAMISEKS**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev lisa esitab menetlused kvantitatiivsete analüüside eeltötluseks sobiva suurusega laboriproovide (st massiga mitte üle 100 g) võtmiseks lähte- proovidest ning analüütiliste proovide võtmiseks laboriproovidest, mis on eeltöödeldud mittekiuliste ainete eemaldamiseks. (1)

## 2. MÕISTED

- 2.1. *Kaubapartii* – kauba kogus, mida hinnatakse ühe katseseeria tulemuste põhjal. Kaubapartii võib hõlmata näiteks ühe kaubasaadete riidekogust, samalt lõimepoomilt pärit riidepartiid, lõngapartiid, toorkiupalli või - pallide rühma.
- 2.2. *Lähteproov* – kaubapartii osa, mis on võetud esindama tervikut ja on laboratooriumis kättesaadav. Lähteproovi suurus ja laad peaksid olema piisavad, et küllaldaselt ületada kaubapartii variaablus ja tagada käsitluse hõlpsus laboratooriumis. (2)
- 2.3. *Laboriproov* – lähteproovi osa, mida eeltöödeldakse mittekiuliste ainete eemaldamiseks ja millest võetakse analüütilised proovid. Laboriproovi suurus ja laad peaksid olema piisavad, et küllaldaselt ületada lähteproovi variaablus. (3)
- 2.4. *Analüütiline proov* – laboriproovist võetud materjaliosa, mis on nõutav üksiku katsetulemuse saamiseks.

## 3. PÕHIMÕTE

Laboriproov võetakse selliselt, et see esindaks lähteproovi.

Analüütilised proovid võetakse laboriproovist selliselt, et igaüks neist esindaks laboriproovi.

## 4. PROOVIVÕTT LAHTISTEST KIUDUDEST

- 4.1. Orienteerimata kiud – laboriproov võetakse, eraldades lähteproovist juhuvalikuliselt tupsu. Laboriproov segatakse laborikraasi abil põhjalikult läbi. (4) Kraasloor või segu, lahtised kiud ja segamisseadme külge jäänud kiud eeltöödeldakse. Seejärel võetakse analüütilised proovid kraasloorist või segust, lahtistest kiududest ja seadme külge jäänud kiududest proportsionaalselt nende massiosadega.

Kui kraasloor säilitab pärast eeltöötlemist oma vormi, võetakse analüütilised proovid punktis 4.2. kirjeldatud viisil. Kui kraasloor on eeltöötlu- sega sasinunud, võetakse analüütiliseks prooviks juhuvalikuliselt vähe- malt 16 lähedase suurusega väikest tupsu, mis ühendatakse.

- 4.2. Orienteeritud kiud (kraaslint, kraasloor, kammlint, heie) – lähteproovi juhuvalikulistest kohtadest lõigatakse ristikiudu vähemalt 10 kiutükki, igaüks massiga ligikaudu 1 g. Selliselt saadud laboriproov eeltöödel- dakse. Kiutükid asetatakse seejärel kõrvuti ja lõigatakse ristisuunas läbi, analüütiliseks prooviks võetakse üks osa igast 10 kiutükist.

## 5. PROOVIVÕTT LÕNGAST

- 5.1. Lõng pakmes – kasutatakse kõiki lähteproovi kuuluvaid pakmeid.

Igast pakmest võetakse sobiva suurusega pidevad ja ühepikkused lõngaosad kas kerides haspliga võrdse pöörete arvuga pasmasid (5) või mõnel muul viisil. Laboriproovi saamiseks asetatakse lõngaosad kõrvuti nii, et moodustuks pasmas või köisik, mis sisaldab kõikidelt pakmetelt keritud võrdse pikkusega lõngaosaid.

Laboriproov eeltöödeldakse.

(1) Mõnel juhul on vaja eeltöödelda analüütilist proovi.

(2) Ömmeldud või valmistekstiiltoodete kohta vt 7. jagu.

(3) Vt punkt 1.

(4) Laborikraasi asemel võib kasutada kiusegajat või nn “ühenda ja jaota” meetodit.

(5) Kui pakmed saab paigutada sobivale pooliraamile, keritakse korraga mitmelt pakmelt.

**▼B**

Analüütiliste proovide saamiseks lõigatakse pasmasest või köisikust kimp ühepikkuseid lõngu, jälgides, et see kimp sisaldaks laboriproovi kõiki lõngu.

Kui lõnga number teksides on  $t$  ja lähteproovist võetud pakmete arv on  $N$ , siis 10 g massiga laboriproovi saamiseks igalt pakmelt eemaldatava lõngaosa pikkus on  $\frac{10^6}{Nt}$  cm.

Kui  $Nt$  väärtus on suur, st üle 2 000, keritakse suurem pasmas ja lõigatakse see sobiva massiga köisiku saamiseks kahest kohast läbi. Köisikukujuliste proovide otsad seotakse enne eeltöötlemist kinni ja analüütilised proovid võetakse sidumiskohtadest kaugemal asetsevatest osadest.

- 5.2. Lõimelõng – laboriproovi saamiseks lõigatakse lõime otsast vähemalt 20 cm pikkune osa, mis sisaldab kõiki lõimelõngu, välja arvatud ultuselõngad. Lõngakimp seotakse ühe otsa lähedalt kinni. Kui laboriproov on nii suur, et seda ei saa ühekorraga eeltöödelda, siis jagatakse lõngakimp mitmeks osaks, mis seotakse eeltöötlemiseks kinni, pärast osade eraldi eeltöötlemist taasühendatakse osad üheks kimbuks. Analüütilise proovi saamiseks lõigatakse laboriproovi sidumiskohast eemal asuvast osast sobiva pikkusega lõik, mis sisaldab kõiki lõimelõngu. Kui lõimes on  $N$  lõnga numbriga  $t$  teksti, siis 1 g massiga analüütilise proovi pikkus on  $\frac{10^5}{Nt}$  cm.

## 6. PROOVIVÕTT KANGASMATERJALIDEST

- 6.1. Lähteproov koosneb ühest kangasmaterjali esindavast tükist.

— Lähteproovist lõigatakse diagonaalselt ühest nurgast teise materjaliriba, millelt eemaldatakse ultused. See materjaliriba moodustab laboriproovi. Massiga  $x$  g laboriproovi saamiseks vajaliku materjaliriba pindala on  $\frac{x \cdot 10^7}{G}$  cm<sup>2</sup>, kus  $G$  on riide pindtihedus g/m<sup>2</sup>.

Laboriproov eeltöödeldakse ja lõigatakse siis põikisuunaliselt neljaks ühepikkuseks tükiks, mis asetatakse üksteise peale.

Analüütilised proovid võetakse materjalilademe mis tahes osast, lõigates kõik kihid läbi selliselt, et iga proov sisaldab võrdset osa igast materjalikihist.

Koemustriga riide laboriproovi laius lõimesuunas mõõdetuna peab olema vähemalt mustri lõimerapoori laiune. Kui selle tingimuse täitmisel osutub laboriproov nii suureks, et seda ei saa ühekorraga eeltöödelda, lõigatakse see võrdseteks osadeks, mis eeltöödeldakse eraldi, seejärel asetatakse need enne analüütiliste proovide võtmist üksteise peale nii, et sarnased mustriosad ei kattuks.

- 6.2. Lähteproov koosneb mitmest tükist.

— Iga tükki käsitletakse punktis 6.1 kirjeldatud viisil ja iga tulemus esitatakse eraldi.

## 7. PROOVIVÕTT ÖMMELDUD VÕI VALMISTEKSTIILTOODETEST

Lähteproov on tavaliselt valmis tekstiiltoode või seda esindav osa.

Vajaduse korral määratakse erineva kiusisaldusega tooteosade osatähtsused, et kontrollida tekstiilnimetusit käsitleva Euroopa Parlamendi ja nõukogu 16. detsembri 1996. aasta direktiivi 96/74/EÜ artikli 9 järgimist.

Esinduslik laboriproov võetakse ömmeldud või valmistekstiiltoote sellest osast, mille kiusisaldus peab olema esitatud etiketil. Kui tootel on mitu etiketti, võetakse laboriproovid nii, et need esindaksid igat etiketil märgistatud osa.

Kui toode, mille kiukoostist määratakse, ei ole ühtlase koostisega, võib osutada vajalikuks võtta laboriproovid igast tooteosast ja määrata eri osade osatähtsus tootes.

Seejärel arvutatakse protsendimäärad, võttes arvesse prooviks võetud osade suhtelisi osatähtsusi.

Laboriproovid eeltöödeldakse.

Eeltöödeldud laboriproovidest võetakse esinduslikud analüütilised proovid.



## II LISA

### TEATAVATE KAHEKOMPONENTSETE KIUSEGUDE KVANTITATIIVSED ANALÜÜSIMEETODID

#### 1. ÜLDIST

##### Sissejuhatus

Kiusegude kvantitatiivsed analüüsimeetodid põhinevad kahel peamisel menetlusel: kiudude eraldamine käsitsi ja kiudude eraldamine keemiliselt.

Käsitsi eraldamise menetlust tuleks kasutada igal juhul, kui see on võimalik, kuna selle menetlusega saadakse tavaliselt täpsemaid tulemusi kui kiudude eraldamisega keemiliselt. Käsitsi eraldamise menetlust võib kasutada kõikide tekstiilmaterjalide puhul, mille komponentkiud ei moodusta homogeenset segu, näiteks lõnga puhul, mis koosneb mitmest koostisosast, millest iga koostisosa koosneb üksnes ühest kiuliigist, või riide puhul, mille lõime- ja koelõng on eri liiki kiududest, või ülesharutatavad silmkoekangad, mis koosnevad erisugustest lõngadest.

Kvantitatiivsed keemilised analüüsimeetodid põhinevad üldiselt kiusegu komponentide valikulisel lahustamisel. Pärast ühe lahustuva komponendi eemaldamist kaalutakse lahustumatu jääk ja lahustuva komponendi osatähtsus arvutatakse massikao põhjal. Käesoleva lisa esimeses osas esitatakse üldinformatsiooni selle analüüsimeetodi kohta, mis kehtib kõigi lisa käsitletud kiusegude puhul nende koostisest sõltumata. Järelikult tuleks seda osa kasutada koos sellele järgnevate lisa jagudega, kus käsitletakse teatavatele kiusegudele kohaldatavaid üksikasjalikke menetlusi. Mõned keemilised analüüsid põhinevad muul põhimõttel kui valikuline lahustamine, sel juhul esitatakse täpsemad üksikasjad kõnealust meetodit käsitlevas jaos.

Töötlemisstaadiumis olevad kiusegud, vähemal määral ka viimistletud tekstiilmaterjalid võivad sisaldada mittekiulisi aineid, nagu rasvu, vahasid, aprette või vees lahustuvad ained, mis võivad olla looduslikku päritolu või on lisatud, et töötlemist hõlbustada. Mittekiulised ained tuleb enne analüüsimist eemaldada. Seetõttu on esitatud ka meetod õlide, rasvade, vahade ja vees lahustuvate ainete eemaldamiseks.

Veel võivad tekstiilmaterjalid sisaldada vaike või muid aineid, mis on lisatud eriomaduste andmiseks. Sellised ained, mille hulka võib erandjuhul arvata ka värvained, võivad muuta reagenti toimet lahustuvasse komponenti ja/või reagent võib need ained osaliselt või täielikult segust eemaldada. Sellised lisaained võivad seega põhjustada vigu ning need tuleb enne proovi analüüsimist eemaldada. Kui lisaainete eemaldamine ei ole võimalik, siis käesolevas lisa esitatud kvantitatiivsed keemilised analüüsimeetodid ei ole kohaldatavad.

Värvitud kius olevat värvainet käsitletakse kiu lahutamatu osana ja seda ei eemaldata.

Analüüsid põhinevad kiusegu kuivmassil, mille määramiseks vajalikku menetlust samuti kirjeldatakse.

Tulemused saadakse, kui kohaldatakse kuivale kiule kokkuleppelist massilisa, mis on esitatud Euroopa Parlamendi ja nõukogu 16. detsembri 1996. aasta tekstiilnimetuste direktiivi 96/74/EÜ II lisa.

Kõik segus esinevad kiud tuleks enne analüüsimist identifitseerida. Mõnede keemiliste meetodite puhul võib lahustuva komponendi lahustamiseks kasutatav reagent lahustada osaliselt ka kiusegu lahustumatu osa. Seetõttu on võimaluse korral valitud reagentid, mille toime lahustumatutesse kiududesse on nõrk või olematu. Kui on teada, et analüüsimise käigus tekib massikadu, tuleks tulemusi korrigeerida; selleks esitatakse parandustegurid. Need parandustegurid on määratud eri laboratooriumides, käsitledes eeltöödeldud kiude kõnealuses analüüsimeetodis nimetatud reagentiga. Neid parandustegureid kohaldatakse üksnes tavaliste kiudude suhtes; kui kiud on enne töötlemist või töötlemise ajal kahjustunud, võib osutada vajalikuks kasutada muid parandustegureid. Esitatud menetlusi kohaldatakse ühe analüüsi suhtes. Nii käsitsi kiudude eraldamisel kui ka kiudude eraldamisel keemiliselt tuleks teha vähemalt kaks analüüsi eri analüütiliste proovidele. Kui see on tehniliselt võimalik, soovitatakse tulemuste tõendamiseks kasutada alternatiivset menetlust, mille puhul lahustatakse kõigepealt see koostisosa, mis standardmeetodis on lahustumatu jääk.

**▼B****I. ÜLDTEAVE TEKSTIILKIUSEGUDE KVANTITATIIVSETE KEEMILISTE ANALÜÜSIMEETODITE KOHTA**

Tekstiilkiusegude kvantitatiivseid keemilisi analüüsimeetodeid käsitlev üldinfo.

**I.1. Reguleerimis- ja rakendusala**

Iga meetodi rakendusallas määratakse kindlaks need kiud, mille suhtes analüüsimeetod on kohaldatav.

**I.2. Põhimõte**

Pärast kiusegu komponentide identifitseerimist eemaldatakse kõigepealt asjakohase eeltöötusega mittekiulised ained ja seejärel üks komponentidest, tavaliselt valikulise lahustamise teel<sup>(1)</sup>. Lahustumatu jääk kaalutakse ja lahustuva komponendi osatähtsus arvutatakse massikao põhjal. Kui see ei tekita tehnilisi raskusi, soovitatakse kiusegust lahustada suurema osatähtsusega kiud, seega jäävad järele väiksema osatähtsusega kiud.

**I.3. Materjalid ja seadmed****I.3.1. Seadmed**

I.3.1.1. Filtertiigid ja nende mahutamiseks piisava suurusega kaaluklaasid või muud seadmed, millega saadakse samased tulemused.

I.3.1.2. Kolb vaakumfiltrerimiseks.

I.3.1.3. Eksikaator, mis sisaldab niiskuse toimel värvust muutvat silikageeli.

I.3.1.4. Ventileeritav kuivatuskapp analüütiliste proovide kuivatamiseks temperatuuril  $150 \pm 3$  °C.

I.3.1.5. Analüütilised kaalud täpsusega 0,0002 g.

I.3.1.6. Soxhleti ekstraktor või muu seade, millega saadakse samased tulemused.

**I.3.2. Reagendid**

I.3.2.1. Redestilleeritud petrooleeter, mille keemisivahemik on 40–60 °C.

I.3.2.2. Muud reagentid määratakse kindlaks iga meetodi asjakohases jaos. Kõik kasutatavad reagentid peaksid olema keemiliselt puhtad.

I.3.2.3. Destilleeritud või deioniseeritud vesi.

I.3.2.4. Atsetoon

I.3.2.5. Ortofosforhape.

I.3.2.6. Karbamiid.

I.3.2.7. Naatriumbikarbonaat.

**▼M3****▼B****I.4. Konditsioneerimine ja katsetamise kliima**

Kuna määratakse kuivmasse, ei ole vaja proove konditsioneerida ega neid analüüsida konditsioneeritud kliimas.

**I.5. Laboriproov**

Lähteproovist võetakse seda esindav laboriproov, mille suurus on piisav kõikide nõutavate, vähemalt 1 g massiga analüütiliste proovide saamiseks.

**▼M3****I.6. Laboriproovi eeltöötlemine (?)**

Kui kiusegus on ainet, mida ei võeta protsentuaalse koostise arvutamisel arvesse (vt artikli 12 lõiget 3 Euroopa Parlamendi ja nõukogu 16. detsembri 1996. aasta direktiivis 96/74/EÜ tekstiilnimetuste kohta), tuleks see esmalt eemaldada kohase meetodiga, mis ei mõjuta ühtegi kiusegus olevat kiudu.

(<sup>1</sup>) Meetod 12 on erand. See põhineb teise komponendi olulise koostisaine sisalduse määramisel.

(<sup>2</sup>) Vt I lisa punkti 1.



**▼M3**

Petrooleetri ja veega ekstraheeruvad mittekiulised ained eemaldatakse õhukuiva laboriproovi töötlemisel petrooleetriga Soxhleti ekstraktoris tunni aja kestel, vähemalt kuus tsükli tunnis. Petrooleetrit lastakse laboriproovist aurustuda, seejärel leotatakse laboriproovi tund aega toatemperatuuril olevas vees ja järgmine tund vees temperatuuril  $65 \pm 5$  °C, aegajalt segades. Vee ja proovi suhe on 100 : 1. Liigne vesi eemaldatakse väänamise, vaakumfiltrereerimise või tsentrifuugimise teel ning laboriproov kuivatatakse õhukuivaks.

Elastolefiini või kiusegude puhul, mis sisaldavad elastolefiini koos teiste kiududega (lambavill, teiste loomade vill ja loomakarvad, siid, puuvill, lina, harilik kanep, džuu, manillakanep, halfa, kookoskiud, genista, ramjee, sisal, vaskammoniaak, modaal, valkkiud, viskoos, akriül, polüamiid või nailon, polüester, elastomultiester), on vaja eespool kirjeldatud menetlust veidi muuta ning asendada petrooleeter atsetooniga.

Elastolefiini ja atsetaati sisaldavate kiusegude puhul kohaldatakse järgmist eeltötlusmenetlust. Proovi leotatakse 10 minutit 80 °C juures lahuses, mis sisaldab 50-protsendilist ortofosforhapet 25 g/l ja karbamiidi 50 g/l. Vee ja proovi suhe on 100 : 1. Proov pestakse veega, siis eemaldatakse liigne vesi ja pestakse 0,1 % naatriumbikarbonaadi lahuses ning lõpuks pestakse rohke veega hoolikalt.

Kui mittekiulisi aineid petrooleetri ja veega ekstraheerida ei saa, tuleb nende ainete eemaldamiseks kasutada eespool kirjeldatud meetodi asemel muud kohast meetodit, mis ei mõjuta oluliselt ühtegi kiusegus olevat kiudu. Mõnede pleegitamata looduslike taimsete kiudude puhul (nt džuu, kookoskiud) on siiski täheldatud, et tavaline töötlemine petrooleetri ja veega ei eemalda kõiki looduslikke mittekiulisi aineid; sellest hoolimata proovi täiendavalt ei töödelda, kui proov ei sisalda petrooleetris ja vees lahustumatuid viimistlusaineid.

Kasutatud eeltötlusmenetlused peaksid üksikasjaliselt sisalduma katseprotokollis.

**▼B****I.7. Katsemenetlus****I.7.1. Üldist****I.7.1.1. Kuivatamine**

Kuivatamine kestab vähemalt 4 tundi ja mitte üle 16 tunni kindlalt suletud uksega ventileeritavas kuivatuskapis temperatuuril  $105 \pm 3$  °C. Kui kuivatamine kestab alla 14 tunni, tuleb proovi kaaluda, et kontrollida, kas see on saavutanud püsiva massi. Mass loetakse püsivaks, kui selle muutus pärast uut 60minutilist kuivatamist ei ületa 0,05 %.

Kuivatamisel, jahutamisel ja kaalumisel välditakse tiiglite, kaaluklaaside, analüütiliste proovide ja jääkide käsitsemist paljaste kätega.

Proovid kuivatatakse kaaluklaasis, mille kaas on selle kõrval. Pärast kuivatamist suletakse kaaluklaas enne kuivatuskapist väljavõtmist kaanega ja asetatakse seejärel kiiresti eksikaatorisse.

Kaaluklaasi paigutatud filtertiigel ja kaaluklaasi eraldi asetsev kaas kuivatatakse kuivatuskapis. Pärast kuivatamist suletakse kaaluklaas kaanega ja asetatakse seejärel kiiresti eksikaatorisse.

Kui filtertiigli asemel kasutatakse muud vahendit, tuleks see kuivatada kuivatuskapis selliselt, et kiudude kuivmassi saab määrata ilma kadudeta.

**I.7.1.2. Jahutamine**

Kõik jahutustoimingud sooritatakse eksikaatoris, mis on asetatud kaalude vahetusse lähedusse, jahutamine kestab kaaluklaaside täieliku jahtumiseni, kuid vähemalt kaks tundi.

**I.7.1.3. Kaalumine**

Pärast jahutamist kaalutakse kaaluklaas kahe minuti jooksul pärast selle väljavõtmist eksikaatorist. Kaalutakse täpsusega 0,0002 g.

**I.7.2. Menetlus**

Eeltöödeldud laboriproovist võetakse vähemalt 1 g massiga analüütiline proov. Lõng või kangasmaterjal lõigatakse umbes 10 mm pikkusteks tükkideks. Analüütiline proov kuivatatakse kaaluklaasis, jahutatakse eksi-

**▼B**

kaatoris ja kaalutakse. Analüütiline proov teisaldatakse kaaluklaasist ühenduse meetodi asjakohases jaos kindlaksmääratud klaasnõusse, tühi kaaluklaas kaalutakse kohe ja proovitüki kuivmass arvutatakse kaalutiste vahena. Katse viiakse lõpule kohaldatava meetodi asjakohases osas kindlaksmääratud viisil. Jääki uuritakse mikroskoobiga, kontrollimaks, et lahustuv kiud on töötlusega täielikult eemaldatud.

**I.8. Tulemuste arvutamine ja esitamine**

Lahustumatu komponendi mass esitatakse protsendina kiusegu kogumassist. Lahustuva komponendi massiprotsent arvutatakse lahustumatu komponendi protsentuaalse sisalduse lahutamise saajast protsendist. Tulemused arvutatakse puhaste kuivade kiudude massi põhjal, kasutades (a) kokkuleppelisi massilisasid ning (b) eeltöötlemise ja analüüsi ajal ainekadu arvesse võtvaid parandustegureid. Arvutused tuleks teha punktis I.8.2. esitatud valemit kasutades.

**I.8.1. Puhta ja kuiva lahustumatu komponendi massiprotsendi arvutamine eeltöötlemisel toimunud massikadusid arvesse võtmata:**

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

kus

$P_1$  on puhta ja kuiva lahustumatu komponendi massiprotsent,

$m$  on kuiva analüütilise proovi mass pärast eeltöötlemist,

$r$  on jäägi kuivmass,

$d$  on parandustegur, mis võtab arvesse lahustumatu komponendi massikadu reagentis analüüsi ajal. Sobivad  $d$  väärtused esitatakse iga meetodi asjakohases jaos.

Need  $d$  väärtused on mõistagi keemiliselt kahjustamata kiudude suhtes kohaldatavad tavaväärtused.

**I.8.2. Lahustumatu komponendi massiprotsendi arvutamine puhta ja kuiva massi põhjal, kasutades kokkuleppelisi massilisasid ja võimalikke parandustegureid, mis võtavad arvesse eeltöötlemise ajal toimunud massikadu.**

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

kus

$P_{1A}$  on lahustumatu komponendi massiprotsent, kui arvutamisel kasutatakse kokkuleppelisi massilisasid ja võetakse arvesse eeltöötlemise ajal toimunud massikadu,

$P_1$  on puhta ja kuiva lahustumatu komponendi massiprotsent, arvutatuna punktis I.8.1. esitatud valemi põhjal,

$a_1$  on lahustumatu komponendi kokkuleppeline massilisa (vt tekstiiliniimetuste direktiivi II lisa),

$a_2$  on lahustuva komponendi kokkuleppeline massilisa (vt tekstiiliniimetuste direktiivi II lisa),

$b_1$  on lahustumatu komponendi kadu eeltöötlemisel, protsentides,

$b_2$  on lahustuva komponendi kadu eeltöötlemisel, protsentides.

Teise komponendi massiprotsent ( $P_{2A} \%$ ) on  $100 - P_{1A} \%$ .

Kui eeltöötlemiseks on kasutatud erimenetlust, tuleks  $b_1$  ja  $b_2$  väärtused võimaluse korral määrata mõlemat ehedat kiukomponenti analüüsis kasutatava menetlusega eeltöödeldes. Ehedad kiud on vabad kõigist mittekiulistest ainetest, välja arvatud sellised ained, mida need tavaliselt sisaldavad (looduslikku päritolu või tootmisprotsessist tingitult) analüüsitava tootes esinevas olekus (pleegitamata või pleegitatult).

**▼B**

Kui analüüsitava tootes sisalduvad kiuliigid ei ole puhaste kiududena eraldi kättesaadavad, tuleks kasutada samalaadsete puhaste kiududega katsetamisel saadud  $b_1$  ja  $b_2$  keskmisi väärtusi.

Kui rakendatakse tavapäraselt eeltötlust petrooleetri ja veega, võib parandustegureid  $b_1$  ja  $b_2$  üldiselt mitte arvestada, välja arvatud pleegitamata puuvilla, pleegitamata lina ja pleegitamata kanepi puhul, mille massikao suuruseks eeltöötlemisel peetakse tavaliselt 4 %, aga samuti polüpropreeni puhul, mille massikao suuruseks loetakse 1 %.

Muude kiudude puhul kadu eeltötlusel arvutustes tavaliselt arvesse ei võeta.

## II. KIUDUDE KÄSITSI ERALDAMISEL PÕHINEV KVANTITATIIVNE ANALÜÜSIMEETOD

### II.1. Rakendusala

Käesolev meetod on kohaldatav kõikide tekstiilkiuliikide suhtes tingimusel, et need ei moodusta homogeenset segu ning on käsitsi eraldatavad.

### II.2. Põhimõte

Pärast tekstiilmaterjali koostisosade identifitseerimist eemaldatakse mittekiulised ained sobiva eeltötlusega, seejärel eraldatakse kiud käsitsi, kuivatatakse ja kaalutakse iga kiu osatähtsuse arvutamiseks kiusegus.

### II.3. Seadmed

II.3.1. Kaaluklaas või muu vahend, millega saadakse samased tulemused.

II.3.2. Eksikaator, mis sisaldab niiskuse toimet värvust muutvat silikageeli.

II.3.3. Ventileeritav kuivatuskapp proovide kuivatamiseks temperatuuril  $105 \pm 3$  °C.

II.3.4. Analüütilised kaalud täpsusega 0,0002 g.

II.3.5. Soxhleti ekstraktor või muu seade, millega saadakse samased tulemused.

II.3.6. Nõel.

II.3.7. Keerumõõtur või samalaadne seade.

### II.4. Reagendid

II.4.1. Redestilleeritud petrooleeter, mille keemivahemik on 40–60 °C.

II.4.2. Destilleeritud või deioniseeritud vesi.

### II.5. Konditsioneerimine ja katsetamise kliima

Vt I.4.

### II.6. Laboriproov

Vt I.5.

### II.7. Laboriproovi eeltöötlemine

Vt I.6.

### II.8. Menetlus

#### II.8.1. Lõnga analüüs

Eeltöödeldud laboriproovist võetakse analüütiline proov massiga vähemalt 1 g. Väga peene lõnga puhul võib analüüsida mis tahes massiga lõnga pikkusega vähemalt 30 m.

Lõng lõigatakse sobiva pikkusega tükkideks ja kiuliigid eraldatakse nõela abil, vajaduse korral kasutatakse keerumõõturit. Sellisel eraldatud kiuliigid asetatakse eelnevalt kaalutud kaaluklaasidesse ja kuivatatakse temperatuuril  $105 \pm 3$  °C kuni jääva massi saavutamiseni, nagu on kirjeldatud punktides I.7.1 ja I.7.2.

#### II.8.2. Kangasmaterjali analüüs

Eeltöödeldud laboriproovist võetakse analüütiline proov massiga vähemalt 1 g, mis ei tohi sisaldada ultusääri; hargnemise vältimiseks lõigatakse proovi servad täpselt koe- või lõimelõngadega paralleelseks või silmkoekanga puhul silmussammaste või ridadega paralleelseks. Eri

**▼B**

kiuliigid eraldatakse, kogutakse eelnevalt kaalutud kaaluklaasidesse ja käsitletakse punktis II.8.1. kirjeldatud viisil.

### II.9. Tulemuste arvutamine ja esitamine

Mõlema kiu mass esitatakse massiprotsentidena segus olevate kiudude kogumassist. Tulemused arvutatakse puhta kuivmassi järgi, kasutades kokkuleppelisi massilisasid (a) ja eeltöötlemisel toimunud massikadusid arvesse võtvaid parandustegureid (b).

#### II.9.1. Puhta ja kuiva lahustumatu komponendi massiprotsendi arvutamine eeltöötlemisel toimunud massikadusid arvesse võtmata:

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

kus

$P_1$  on puhta ja kuiva esimese komponendi massiprotsent,

$m_1$  on puhta ja kuiva esimese komponendi mass,

$m_2$  on puhta ja kuiva teise komponendi mass.

#### II.9.2. Mõlema kiu massiprotsentide arvutamist kokkuleppelisi massilisasid ja vajaduse korral eeltöötlemisel toimunud massikadusid arvesse võtvaid parandustegureid kasutades selgitatakse punktis I.8.2.

### III.1. Meetodite täpsus

Iga meetodi kohta esitatud täpsus on seotud korratavusega.

Korratavus on meetodi usaldatavus ehk eri laboratooriumides või eri aegadel töötavate analüüsijate saadud katsetulemuste ühetaolisus, kui samase koostisega kiusegu katsetamiseks on kasutatud sama meetodit.

Korratavus väljendatakse tulemuste usalduspiiridena, kui usaldusnivoo on 95 %.

See tähendab, et kahes eri laboratooriumis tehtud analüüsiseeriade tulemuste erinevus ületaks usalduspiire üksnes viiel juhul sajast, kui meetodit on samaste segude analüüsimisel asjakohaselt ja õigesti kohaldatud.

### III.2. Katseprotokoll

#### III.2.1. Sedastatakse, et analüüs tehti kooskõlas käesoleva meetodiga.

#### III.2.2. Esitatakse eeltöötamise konkreetsed üksikasjad (vt I.6).

#### III.2.3. Esitatakse üksiktulemused ja aritmeetilised keskmised täpsusega 0,1.

## ▼M3

## 2. ERIMEETODID – KOKKUVÕTLIK TABEL

Meetod	Rakendusala		Reagent
	Lahustuv aine	Lahustumatu aine	
Nr 1	Atsetaat	Teatavad muud kiud	Atsetoon
Nr 2	Teatavad valkkiud	Teatavad muud kiud	Hüpoklorit
Nr 3	Viskoos, vaskamoniaak või teatavad modaalkiu liigid	Puu vill või elastolefiin	Sipelghape ja tsinkkloriid
Nr 4	Polüamiid või nailon	Teatavad muud kiud	80-massiprotsendiline sipelghape
Nr 5	Atsetaat	Triatsetaat või elastolefiin	Bensüülalkohol
Nr 6	Triatsetaat või polülaktiid	Teatavad muud kiud	Diklorometaan
Nr 7	Teatavad tsellulooskiud	Polüester, elastomultiester või elastolefiin	75-massiprotsendiline väävelhape
Nr 8	Akrüülid, teatavad modakrüülid või teatavad kloorikiud	Teatavad muud kiud	Dimetüülformamiid
Nr 9	Teatavad kloorikiud	Teatavad muud kiud	55,5/44,5-mahuprotsendiline süsinikdisulfiid/atsetoon
Nr 10	Atsetaat	Teatavad kloorikiud või elastolefiin	Jää-äädikhape
Nr 11	Siid	Vill, loomakarvad või elastolefiin	75-massiprotsendiline väävelhape
Nr 12	Džuut	Teatavad loomsed kiud	Lämmastikusisalduse meetod
Nr 13	Polüpropüleen	Teatavad muud kiud	Ksüleen
Nr 14	Teatavad muud kiud	Kloorikiud (vinüülkloriidi homopolümeerid) või elastolefiin	Kontsentreeritud väävelhappe meetod
Nr 15	Kloorikiud, teatavad modakrüülid, teatavad elastaanid, atsetaadid ja triatsetaadid	Teatavad muud kiud	Tsükloheksanoon

**▼B***MEETOD nr 1***ATSETAAT JA TEATAVAD MUUD KIUD****(Atsetoonimeetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

## 1. atsetaat (19)

ja

**▼M3**

2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), siid (4), puuvill (5), lina (7), harilik kanep (8), džuu (9), manillakanep (10), halfa (11), kookoskiud (12), genista (13), ramjee (14), sisal (15), vaskammoniaak (21), modaali (22), valkkiud (23), viskoos (25), akrüül (26), polüamiid või nailon (30), polüester (34), elastomultiester (45) ja elastolefiin (46).

Käesolev meetod ei ole mitte mingil juhul kohaldatav pinnalt deatsetüülitud atsetaadi suhtes.

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Teadaoleva kuivmassiga kiusegust lahustatakse atsetaat atsetooniga. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva atsetaadi massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

Lihvkorgiga koonilised kolvid vähemalt 200 ml mahutavusega.

## 3.2. Reagent

Atsetoon.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Vähemalt 200 ml mahutavusega ja lihvkorgiga varustatud koonilises kolvis olevale proovile lisatakse 100 ml atsetooni proovi iga grammi kohta, kolbi loksutatakse, hoitakse 30 minutit toatemperatuuril aeg-ajalt segades, seejärel dekanteeritakse vedelik eelnevalt kaalutud filtriiglisse.

Seda menetlust korratakse veel kaks korda (ühtekokku kolm ekstraheermist), kuid mõlemal korral vaid 15 minutit selliselt, et proovi atsetooniga töötlemise aeg on ühtekokku üks tund. Jääk teisaldatakse filtriiglisse. Jääk pestakse filtriiglis atsetooniga ning vedelik eemaldatakse vaakumfiltrereermise teel. Filtriigel täidetakse uuesti atsetooniga, lastes sellel vabalt valguda.

Lõpuks filtriigel vaakumfiltrereeritakse, tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ning kaalutakse.

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 2***TEATAVAD PROTEIINKIUD JA TEATAVAD MUUD KIUD****(Hüpokloritimeetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

1. teatavad proteiinkiud, nagu lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), siid (4) ja valkkiud (23)

ja

**▼M3**

2. puuvill (5), vaskammoniaak (21), viskoos (25), akrüül (26), kloorkiud (27), polüamiid või nailon (30), polüester (34), polüpropüleen (36), elastaan (42), klaaskiud (43), elastomultiester (45) ja elastolefiin (46).

Kui kiusegu sisaldab eri proteiinkiude, saadakse käesoleva meetodi kohaldamisel üksnes nende summaarne kogus, mitte aga iga üksiku kiu kogused.

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Teadu oleva kuivmassiga kiusegust lahustatakse proteiinkiud hüpokloriti lahusega. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva proteiinkiu massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

Hüpokloriti lahuse valmistamiseks võib kasutada kas liitiumhüpokloritit või naatriumhüpokloritit.

Liitiumhüpokloriti kasutamine on soovitatav juhul, kui analüüside arv on väike või analüüse tehakse harva. Selle põhjuseks on see, et tahke liitiumhüpokloriti hüpokloritisaldus on erinevalt naatriumhüpokloritist peaaegu püsiv. Kui hüpokloriti sisaldus on teada, ei ole vaja seda eraldi iga analüüsi jaoks jodomeetriliselt kontrollida, vaid analüüsimisel võidakse kasutada teatavat täpselt kaalutud liitiumhüpokloritkogust.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

3.1. **Seadmed**

- i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 250 ml mahutavusega;
- ii) termostaat, mis on reguleeritav temperatuurile 20 ( $\pm$  2) °C.

3.2. **Reandid**

- i) *Hüpokloritit sisaldav reagent*

a) **Liitiumhüpokloriti lahus**

Äsja analüüsimiseks valmistatud lahus sisaldab 35 ( $\pm$  2) g/l (ligikaudu 1 M) aktiivset kloori, millele lisatakse 5 ( $\pm$  0,5) g liitri kohta eelnevalt lahustatud naatriumhüdroksiidi. Lahuse valmistamiseks lahustatakse 100 g 35 14 %lise aktiivse kloori sisaldusega (või 115 g 30 14%lise aktiivse kloori sisaldusega) liitiumhüpokloritit ligikaudu 700 ml destilleeritud vees, seejärel lisatakse 5 g naatriumhüdroksiidi, mis on lahustatud ligikaudu 200 ml destilleeritud vees ning lisatakse destilleeritud vett kuni lahust on 1 liiter. Äsja valmistatud lahust ei ole vaja jodomeetriliselt kontrollida.

b) **Naatriumhüpokloriti lahus**

Äsja analüüsimiseks valmistatud lahus sisaldab 35 ( $\pm$  2) g/l (ligikaudu 1 M) aktiivset kloori, millele lisatakse 5 ( $\pm$  0,5) g/l eelnevalt lahustatud naatriumhüdroksiidi.

Aktiivse kloori sisaldust kontrollitakse jodomeetriliselt enne iga analüüsi.

- ii) *Äädikhappe lahjendatud lahus*

5 ml jää-äädikhappele lisatakse vett, kuni lahust on 1 liiter.

**▼B**

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt. Ligikaudu 1 g massiga proov ja ligikaudu 100 ml hüpokloriti lahust (liitium- või naatriumhüpoklorit) segatakse 250 ml mahutavusega kolvis, mida loksutatakse põhjalikult, et proov märguks.

Seejärel hoitakse kolbi 40 minutit termostaadis temperatuuril 20 °C ning kolvi sisu segatakse pidevalt või korrapäraste ajavahemike järel. Kuna lambavilla lahustumine toimub eksotermiliselt, tuleb eralduv reaktsioonisoojus eemaldada. Vastasel juhul võidakse analüüsimisel saada väärtumusi, kui ka lahustumatud kiud hakkavad lahustuma.

40 minuti pärast kallatakse kolvi sisu kaalutud filtertiiglisse ja hüpokloriti lahuse vähese kogusega uhutakse sinna ka kolbi jäänud kiud. Tiiglist eemaldatakse vedelik vaakumfiltreerimise teel ning jääki pestakse järjestikku vee, jää-äädikhappe lahjendatud lahuse ja lõpuks veega nii, et iga kord pärast vedeliku lisamist eemaldatakse see vaakumfiltreerimise teel. Vaakumfiltreerimist ei alustata enne, kui pesemisvedelik on vabalt oma raskuse toimele läbi filtri valgunud.

Lõpuks tiigel vaakumfiltreeritakse, tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil.  $d$  väärtus on 1,00, välja arvatud puuvilla, viskoosi ja modaali puhul, kui  $d = 1,01$ , ja pleegitamata puuvilla puhul, kui  $d = 1,03$ .

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.



**▼B***MEETOD nr 3***VISKOOS, VASKAMMONIAAK VÕI TEATAVAD MODAALILIIGID JA PUUVILL****(Sipelghappe-tsinkkloriidimeetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

1. viskoos (25) või vaskammoniaak (21), ka teatavad modaaliliigid (22)
- ja

**▼M3**

2. puuvill (5) ja elastolefiin (46).

**▼B**

Kui segus esineb modaali, tuleb selle lahustuvus reagensis eelnevalt välja selgitada.

Käesolev meetod ei ole kohaldatav selliste segude suhtes, kus puuvill on keemiliselt kahjustunud ega juhul, kui viskoos või vaskammoniaak on muutunud mittetäielikult lahustuvaks mõnede viimistlus- või värvainete toimel, mida ei saa täielikult eemaldada.

## 2. PÕHIMÕTE

Teadaoleva kuivmassiga kiusegust lahustatakse viskoos, vaskammoniaak või modaali sipelghappest ja tsinkkloriidist koosneva reagensiga. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva viskoosi, vaskammoniaagi või modaali massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

- i) Lihvkorgiga koonilised kolvid vähemalt 200 ml mahutavusega.
- ii) Seade kolvi hoidmiseks temperatuuril 40 (± 2) °C.

## 3.2. Reagensid

- i) Lahus, mis sisaldab 20 g sulatatud veevaba tsinkkloriidi ja 68 g veevaba sipelghapet ning on lahjendatud veega 100 grammini (ehk 20 massiosa sulatatud veevaba tsinkkloriidi ja 80 massiosa 85massiprotsendilist sipelghapet).

*NB:*

Sellega seoses tuleks pöörata tähelepanu punktide I.3.2.2, mis näeb ette, et kõik kasutatavad reagensid peavad olema keemiliselt puhtad; veel on oluline, et kasutataks üksnes sulatatud veevaba tsinkkloriidi.

- ii) Ammoniaagi lahus: 20 ml kontsentreeritud ammoniaagilahust (suhteline tihedus 0,880 g/ml) lahjendatakse veega 1 liitrini.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt. Proov asetatakse kiiresti 40 °C temperatuurini eelsoojendatud kolbi. Kolbi lisatakse proovi 1 g kohta 100 ml 40 °C temperatuurini eelsoojendatud sipelghappe ja tsinkkloriidi lahust. Kolb suletakse korgiga ja seda loksutatakse intensiivselt. Kolvi sisu hoitakse konstantsel temperatuuril 40 °C kaks ja pool tundi, segades seda iga tunni järel. Kolvi sisu valatakse kaalutud filtertiiglisse ning kolvi jäänud kiud teisaldatakse tiiglisse reagensi abil. Kolbi loputatakse 20 ml reagensiga.

Tiiglit ja jääki pestakse põhjalikult veega temperatuuril 40 °C. Kiujääki loputatakse ligikaudu 100 ml külma ammoniaagilahusega (3.2.ii), veendudes, et jääk on üleni lahusesse vajunud 10 minuti jooksul, <sup>(1)</sup> seejärel loputatakse jääki põhjalikult külma veega.

<sup>(1)</sup> Kindlustamaks, et kiujääk püsib ammoniaagilahuses 10 minutit, võib kasutada kraaniga filtertiiglit adapterit, millega saab reguleerida ammoniaagilahuse voolamiskiirust.

**▼B**

Vaakumfiltreerimist ei alustata enne, kui pesemisvedelik on oma raskuse toimel filtreerunud. Lõpuks eemaldatakse tiiglist vedelik vaakumfiltreerimise teel, tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

**▼M3**

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,02 puuvilla puhul ja 1,00 elastolefiini puhul.

**▼B**

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 2$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 4***POLÜAMIID VÕI NAILON JA TEATAVAD MUUD KIUD****(80massiprotsendilise sipelghappe meetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

## 1. polüamiid või nailon (30)

ja

**▼M3**

## 2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), puuvill (5), vaskammoniaak (21), modaal (22), viskoos (25), akrüül (26), kloorkiud (27), polüester (34), polüpropüleen (36), klaaskiud (43), elastomultiester (45) ja elastolefiin (46).

Nagu eespool nimetatud, on käesolev meetod kohaldatav ka villasegude suhtes, kuid kui villasisaldus ületab 25 %, tuleks kasutada meetodit nr 2 (villa lahustamine leeliselise naatriumhüpokloriti lahusega).

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Polüamiid lahustatakse teada oleva kuivmassiga kiusegust sipelghappega. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva polüamiidi või nailoni massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.

## 3.2. Reagendid

- i) Sipelghape (80massiprotsendiline, suhteline tihedus 20 °C juures 1,186). Lahustatakse 880 ml 90massiprotsendilist sipelghapet (suhteline tihedus 20 °C juures 1,204) veega 1 liitrini. Teine võimalus: lahjendatakse 780 ml 98–100 massiprotsendilist sipelghapet (suhteline tihedus 20 °C juures 1,220) veega 1 liitrini.

Sipelghappe kontsentratsioon ei ole kriitiline vahemikus 77–83 massiprotsenti.

- ii) Ammoniaagi lahjendatud lahus: 80 ml kontsentreeritud ammoniaaki (suhteline tihedus 20 °C juures 0,880) lahjendatakse veega 1 liitrini.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt. Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega kolbi ja lisatakse 100 ml sipelghapet proovi iga grammi kohta. Kolb suletakse korgiga ja loksutatakse proovi määrgumiseks. Kolbi hoitakse 15 minutit toatemperatuuril seda aeg-ajalt loksutades. Kolvi sisu valatakse kaalutud filtriigilisse, kolbi jäänud kiud teisaldatakse tiigilisse kolbi vähese koguse sipelghappega uhtudes. Tiiglist eemaldatakse vedelik vaakumfiltreerimise teel ning jääki pestakse tiiglis järjestikku sipelghappe, kuuma vee, lahja ammoniaagi ja lõpuks külma veega; tiigel vaakumfiltreeritakse iga kord pärast vedeliku lisamist. Vaakumfiltreerimist ei alustata enne, kui pesemisvedelik on vabalt oma raskuse toimele läbi filtri valgunud. Lõpuks tiigel vaakumfiltreeritakse, tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 5***ATSETAAT JA TRIATSETAAT****(Bensüülalkoholimeetod)****▼M3**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kasutatav kahekomponentsete segude puhul, mille koostisse kuuluvad:

- atsetaat (19)  
ning
- triatsetaat (24) ja elastolefiin (46).

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Atsetaat lahustatakse teadaoleva kuivmassiga kiusegust bensüülalkoholiga temperatuuril  $52 \pm 2$  °C.

Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva atsetaadi massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

- i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.
- ii) Mehaaniline loksuti.
- iii) Termostaat või muu seade kolvi hoidmiseks temperatuuril  $52 \pm 2$  °C.

## 3.2. Reandid

- i) Bensüülalkohol.
- ii) Etanool.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega kolbi ning lisatakse 100 ml bensüülalkoholi proovi iga grammi kohta. Kolb suletakse korgiga ja asetatakse loksutisse nii, et see oleks üleni vees temperatuuril  $52 \pm 2$  °C. Kolbi loksutatakse sellel temperatuuril 20 minutit.

(Mehaanilise loksuti kasutamise asemel võib kolbi käsitsi intensiivselt loksutada.)

Vedelik dekanteeritakse eelnevalt kaalutud filtertigliisse. Kolbi lisatakse uus kogus bensüülalkoholi ja seda loksutatakse uuesti 20 minutit temperatuuril  $52 \pm 2$  °C.

Vedelik dekanteeritakse filtertigliisse. Toimingute tsüklit korratakse veel kolmandat korda.

Lõpuks valatakse vedelik ja jääk tiiglisse, kolbi jäänud kiud teisaldatakse tiiglisse, uhtudes kolbi bensüülalkoholi täiendava kogusega, mille temperatuur on  $52 \pm 2$  °C. Tiiglist eemaldatakse vedelik vaakumfiltreerimise teel.

Kiud teisaldatakse kolbi, loputatakse etanooliga ja pärast käsitsi loksutamist dekanteeritakse etanool läbi filtertigli.

Loputamist korratakse kaks kuni kolm korda. Jääk teisaldatakse filtertigliisse ja kuivendatakse põhjalikult. Tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeenetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼ B***MEETOD nr 6***TRIATSETAAT JA TEATAVAD MUUD KIUD****(Diklorometaanimeetod)****▼ M2**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kasutatav kahekomponentsete segude puhul, mille koostisse kuuluvad

1. triatsetaat (24) või polülaktiid (33a)
- ja

**▼ M3**

2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), siid (4), puuvill (5), vaskammoniaak (21), modaal (22), viskoos (25), akrüül (26), polüamiid või nailon (30), polüester (34), klaaskiud (43), elasto-multiester (45) ja elastolefiin (46).

*Märkus*

Teatavate viimistlusmenetluste toimel osaliselt hüdrolüüsunud triatsetaatkuid ei lahustu enam täielikult reagensis. Sellisel juhul ei ole meetod kohaldatav.

**▼ M2**

## 2. PÕHIMÕTE

Triatsetaat või polülaktiid lahustatakse teadaoleva kuivmassiga kiusegust välja diklorometaaniga. Jääk kogutakse, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass väljendatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva triatsetaadi või polülaktiidi massiprotsent leitakse kaalutiste vahest.

**▼ B**

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

3.1. **Seadmed**

Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.

3.2. **Reagent**

Diklorometaan.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega ja lihvkorgiga varustatud kolbi ning lisatakse 100 ml diklorometaani proovi iga grammi kohta, kolb suletakse korgiga ja loksutatakse proovi 10minutiliste vaheaegade järel proovi märgumiseks ning lastakse seejärel 30 minutit toatemperatuuril seista seda korrapäraste vaheaegade järel loksutades. Vedelik dekanteeritakse kaalutud filtertiiglisse. Kolvis sisalduvale jäägile lisatakse 60 ml diklorometaani, loksutatakse käsitsi ning kolvi sisu valatakse filtertiiglisse. Kolbi jäänud kiud uhutakse tiiglisse vähese koguse diklorometaaniga. Liigne vedelik eemaldatakse vaakumfiltreerimise teel, tiigel täidetakse uuesti diklorometaaniga ja vedelikul lastakse valguda oma raskuse toimel.

Lõpuks eemaldatakse liigne vedelik vaakumfiltreerimise teel, seejärel töödeldakse jääki keeva veega lahusti täielikuks eemaldamiseks, vaakumfiltreeritakse, tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

**▼ M3**

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. *d* väärtus on 1,00, välja arvatud polüester- ja elastomultiester- ja elastolefiinkiu puhul, mille puhul *d* väärtus on 1,01.

**▼ B**

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 7***TEATAVAD TSELLULOOSKIUD JA POLÜESTERKIUD****(75massiprotsendilise väävelhappe meetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

1. puuvill (5), lina (7), harilik kanep (8), ramjee (14), vaskammoniaak (21), modaal (22), viskoos (25)

ja

**▼M3**

2. polüester (34), elastomultiester (45) ja elastolefiin (46).

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Tsellulooskiud lahustatakse teada oleva kuivmassiga kiusegust 75massiprotsendilise väävelhappega. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuivade tsellulooskiudude massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

- i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 500 ml mahutavusega.
- ii) Termostaat või muu seade kolvi hoidmiseks temperatuuril  $50 \pm 5$  °C.

## 3.2. Reandid

- i) Väävelhappe kontsentratsiooniga  $75 \pm 2$  massiprotsenti  
Valmistamisel lisatakse ettevaatlikult, pidevalt segades ja jahutades 350 ml destilleeritud veele 700 ml väävelhappet (suhteline tihedus 20 °C juures 1,84). Pärast lahuse jahtumist toatemperatuurini lahjendatakse see veega 1 liitrini.
- ii) Ammoniaagi lahjendatud lahus  
80 ml ammoniaagilahust (suhteline tihedus 20 °C juures 0,88) lahjendatakse veega 1 liitrini.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 500 ml mahutavusega ja lihvkorgiga varustatud kolbi ning lisatakse 200 ml 75 14% väävelhappet proovi iga grammi kohta, kolb suletakse korgiga ja seda loksutatakse ettevaatlikult proovi märgumiseks. Kolbi hoitakse tund aega temperatuuril  $50 \pm 5$  °C, seda umbes 10minutilise vaheaegade järel korrapäraselt loksutades. Kolvi sisu vaakumfiltreeritakse läbi filtri kaalutud filtertiiglisse. Kolbi jäänud kiud uhitakse tiiglisse vähese koguse 75 14% väävelhappega. Filtertiigel vaakumfiltreeritakse ja tiiglis olev jääk pestakse esimest korda, lisades tiiglisse uuesti 75 14% väävelhappet. Vaakumfiltreerimist ei alustata enne kui vedelik on oma raskuse toimele läbi filtri valgunud.

Jääki pestakse mitu korda külma veega, kaks korda lahja ammoniaagilahusega, seejärel põhjalikult külma veega ning tiigel vaakumfiltreeritakse pärast igat vedeliku lisamist. Enne vaakumfiltreerimist tuleb oodata, et pesuveelik on läbi filtri valgunud oma raskuse toimele. Lõpuks eemaldatakse üleliigne vedelik vaakumfiltreerimise teel, tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 8***POLÜAKRÜÜLNITRIIL, TEATAVAD MODAKRÜÜLID VÕI  
TEATAVAD KLOORKIUD JA TEATAVAD MUUD KIUD****(Dimetüülformamiidimeetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

1. polüakrüülnitriil (26), teatavad modakrüülid (29) või teatavad kloorkiud (27) <sup>(1)</sup>

ja

**▼M3**

2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), siid (4), puuvill (5), vaskammoniaak (21), modaal (22), viskoos (25), polüamiid või nailon (30), polüester (34), elastomultiester (45) ja elastolefiin (46).

Meetod on kohaldatav ka metallkompleksvärvidega värvitud akrüülkiudude ja teatavate modakrüülkiudude suhtes, kuid ei ole kohaldatav peitskroomvärvidega värvitud kiudude suhtes.

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Polüakrüülnitriil-, modakrüül- või kloorkiud lahustatakse teadaoleva kuivmassiga kiusegust veevannis keemistemperatuurini eelkuumutatud dimetüülformamiidiga. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist ja kuivade polüakrüülnitriil-, modakrüül- või kloorkiudude massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

- i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.
- ii) Keemistemperatuuril veevann.

## 3.2. Reagent

Dimetüülformamiid (keemistemperatuur  $153 \pm 1$  °C), mille niiskusesisaldus ei ületa 0,1 %.

Reagent on mürgine ja seetõttu soovitatakse seda käsitseda tõmbekapis.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega ja lihvkorgiga varustatud kolbi ning lisatakse 80 ml veevannis keemistemperatuurini eelkuumutatud dimetüülformamiidi proovi iga grammi kohta, kolb suletakse korgiga ja proovi loksutatakse nii, et see märguks täielikult, kolbi hoitakse tund aega veevannis keevas vees. Sel ajal loksutatakse kolbi käsitsi ettevaatlikult viis korda.

Vedelik dekanteeritakse kaalutud filtertigliisse, kiud jäävad kolbi. Kolbi lisatakse uuesti 60 ml dimetüülformamiidi ning seda kuumutatakse veel 30 minutit, loksutades sel ajal kolbi ettevaatlikult kaks korda käsitsi.

Kolvi sisu valatakse filtertigliisse ja eemaldatakse vedelik vaakumfiltreerimise teel.

Kolbi jäänud kiud uhitakse tiiglisel dimetüülformamiidiga. Filtertigel vaakumfiltreeritakse. Jääk pestakse 1 liitri kuuma veega temperatuuril 70–80 °C, täites selleks iga kord tiigli. Pärast igat vee lisamist vaakumfiltreeritakse lühiajaliselt, kuid mitte enne, kui vedelik on oma raskuse toimel läbi filtri valgunud. Kui pesemisvedelik valgub liiga aeglaselt, võib ka valgumise ajal lühiajaliselt vaakumfiltreerida.

Lõpuks tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

<sup>(1)</sup> Enne analüüsimist tuleks kontrollida modakrüüli või kloorkiudude lahustuvust käesoleva meetodi puhul kasutatavas reagensis.

**▼M2**

5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00, välja arvatud järgmistel juhtudel:

lambavill 1,01

puuvill 1,01

vaskammoniaak 1,01

modaal 1,01

polüester 1,01

elastomultiester 1,01.

**▼B**

6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeenetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.



**▼B***MEETOD nr 9***TEATAVAD KLOORKIUD JA TEATAVAD MUUD KIUD****(Süsinikdisulfiidi/atsetooni (55,5/44,5)-meetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

1. teatavad kloorkiud (27), nimelt teatavad järelklooritud või järelkloorimata polüvinüülkloriidkiud (1)

ja

**▼M2**

2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), siid (4), puuvill (5), vaskammoniaak (21), modaal (22), viskoos (25), akrüül (26), polüamiid või nailon (30), polüester (34), klaaskiud (43) või elastomultiester (45).

**▼B**

Kui villa- või siidkiu sisaldus segus ületab 25 %, tuleks kasutada meetodit nr 2.

Kui polüamiidi või nailoni sisaldus segus ületab 25 %, tuleks kasutada meetodit nr 4.

## 2. PÕHIMÕTE

Kloorkiud lahustatakse teadaoleva kuivmassiga kiusegust süsinikdisulfiidi ja atsetooni aseotroopse seguga. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuivade polüvinüülkloriidkiudude massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

- i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega,
- ii) Mehaaniline loksuti.

## 3.2. Reandid

- i) Süsinikdisulfiidi ja atsetooni aseotroopne segu (55,5 mahuprotsenti süsinikdisulfiidi ja 44,5 mahuprotsenti atsetooni). Reagent on mürgine ja seetõttu soovitatakse seda käsitseda tõmbekapis.
- ii) Etanool (92mahuprotsendiline) või metanool.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega ja lihvkorgiga varustatud kolbi ning lisatakse 100 ml aseotroopset segu proovi iga grammi kohta. Kolb suletakse hoolikalt ja seda loksutatakse toatemperatuuril 20 minutit intensiivselt kas mehaaniliselt või käsitsi. Supernatantvedelik dekanteeritakse kaalutud filtertiigilisse.

Menetlust korratakse 100 ml värske lahustiga. Menetlust korratakse seni, kuni ekstraktsioonivedeliku tilgast ei jää pärast vedeliku aurustumist kellaklaasile polümeerisadet. Jääk uhutakse filtertiigilisse reagenti lisakogust kasutades, vedelik eemaldatakse vaakumfiltreerimise teel, filtertiiglit koos jäägiga loputatakse esmalt 20 ml alkoholiga ja seejärel kolm korda veega. Loputusvedelikul lastakse enne vaakumfiltreerimist oma raskuse toimel läbi filtri valguda. Tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

Märkus:

Teatavad suure kloorkiusisaldusega proovid võivad kuivatamise ajal tugevasti kokku tõmbuda, mis aeglustab kloorkiu lahustumist. Kokkumine ei takista siiski kloorkiu täielikku lahustumist.

(1) Enne analüüsimist tuleks kontrollida polüvinüülkloriidkiudude lahustuvust käesoleva meetodi puhul kasutatavas reagensis.

**▼B**

5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeenetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 10***ATSETAAT JA TEATAVAD KLOORKIUD****(Jää-äädikhappemeetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

## 1. atsetaat (19)

ja

**▼M3**

## 2. teatavad kloorkiud (27), nimelt teatavad järelklooritud või järelkloorimata polüvinüülkloriidkiud ja elastolefiin (46).

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Atsetaat lahustatakse teadaoleva kuivmassiga kiusegust jää-äädikhappega. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva atsetaadi massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

3.1. **Seadmed**

i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.

ii) Mehaaniline loksuti.

3.2. **Reagent**

Jää-äädikhape (üle 99& 14;%line). Reagent on eriti sööbiv ja seetõttu tuleks seda käsitseda ettevaatlikult.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega ja lihvkorgiga varustatud kolbi ning lisatakse 100 ml jää-äädikhapet proovi iga grammi kohta. Kolb suletakse hoolikalt ja seda loksutatakse toatemperatuuril 20 minutit intensiivselt kas mehaaniliselt või käsitsi. Supernatantvedelik dekanteeritakse kaalutud filtertiiglisse. Menetlust korratakse veel kaks korda 100 ml värskel lahustiga, seega tehakse ühtekokku kolm ekstraktsiooni. Jääk teiseldatakse filtertiiglisse, vedelik eemaldatakse vaakumfiltrerimise teel, filtertiiglit koos jääga loputatakse esmalt 50 ml jää-äädikaga ja seejärel kolm korda veega. Loputusvedelikul lastakse enne vaakumfiltrerimist oma raskuse toimele läbi filtri valguda. Tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 11***SIID JA VILL VÕI LOOMAKARVAD****(75massiprotsendilise väävelhappe meetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

## 1. siid (4)

ja

**▼M3**

## 2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3) ja elastolefiin (46).

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Siid lahustatakse teada oleva kuivmassiga kiusegust 75% ja 14%lise väävelhappega. (1)

Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kuiva siidi massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.

## 3.2. Reandid

## i) Väävelhape (75 ± 2massiprotsendiline)

Valmistamisel lisatakse ettevaatlikult, pidevalt segades ja jahutades 700 ml väävelhapet (tihedus 20 °C juures 1,84) 350 ml destilleeritud veele.

Pärast toatemperatuurini jahutamist lahjendatakse lahus veega 1 liitrini.

## ii) Väävelhappe lahjendatud lahus: 100 ml väävelhapet (tihedus 20 °C juures 1,84) lisatakse aeglaselt 1 900 ml destilleeritud veele.

## iii) Ammoniaagi lahjendatud lahus: 200 ml kontsentreeritud ammoniaaki (tihedus 20 °C juures 0,880) lahjendatakse veega 1 000 ml-ni.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega ja lihvkorgiga varustatud kolbi, lisatakse 100 ml 75massiprotsendilist väävelhapet proovi iga grammi kohta ning kolb suletakse korgiga. Kolbi loksutatakse intensiivselt ning lastakse 30 minutit toatemperatuuril seista. Loksutatakse veel kord ning jäetakse taas 30 minutiks seisma. Seejärel loksutatakse veel kord ning kolvi sisu teisaldatakse kaalutud filtertiiglisse. Kolbi jäänud kiud uhutakse filtertiiglisse 75protsendilise väävelhappega. Filtertiiglis olev jääk pestakse esmalt 50 ml lahja väävelhappelahusega, seejärel 50 ml veega ja lõpuks 50 ml lahja ammoniaagilahusega. Kiujäägil lastakse enne igakordset vaakumfiltreerimist ligikaudu 10 minutit pesemisvedelikuga kokkupuutes olla. Lõpuks uhutakse kiujääke veega, jättes need sellega kokkupuutes ligikaudu 30 minutiks. Filtertiigel vaakumfiltreeritakse, tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

**▼M3**

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 0,985 lambavilla puhul ja 1,00 elastolefiini puhul.

(1) Metsiksiid nagu tussorsiid ei lahustu täielikult 75massiprotsendilise väävelhappega.

**▼B**

6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.



MEETOD nr 12

**DŽUUT JA TEATAVAD LOOMSED KIUD**

**(Lämmastikuisaldusel põhinev meetod)**

1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

1. dž uut (9)

ja

2. teatavad loomsed kiud.

Loomsete kiudude komponent võib koosneda üksnes teiste loomade kui lamba villast ja loomakarvadest (2 ja 3) või lambavillast (1) või nende kahe segust. Käesolev meetod ei ole kohaldatav selliste tekstiilkiusegude suhtes, mis sisaldavad lämmastikupõhiseid mittekiulisi aineid (värv- ja viimistlusained jms).

2. PÕHIMÕTE

Määratakse kiusegu lämmastikuisaldus ja selle ning mõlema komponendi teadaoleva või eeldatava lämmastikuisalduse põhjal arvutatakse mõlema komponendi osatähtsus segus.

3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

3.1. **Seadmed**

- i) 200–300 ml mahutavusega Kjeldahli kolb.
- ii) Kjeldahli destillatsiooniseade (aurudestillatsiooniga).
- iii) Tiitrimisseade mõõtetäpsusega 0,05 ml.

3.2. **Reagendid**

- i) Toluene.
- ii) Metanool.
- iii) Väävelhape suhtelise tihedusega 20 °C juures 1,84. <sup>(1)</sup>
- iv) Kaaliumsulfaat. <sup>(1)</sup>
- v) Seleendioksiid. <sup>(1)</sup>
- vi) Naatriumhüdroksiidi lahus (400 g/l). Lahustatakse 400 g naatriumhüdroksiidi 400–500 ml vees ja lahjendatakse veega 1 liitriini.
- vii) Seguindikaator. Lahustatakse 0,1 g metüülpunast 95 ml etanooli ja 5 ml vee segus, sellele lisatakse 0,5 g bromokresoolrohelist, mis on lahustatud 475 ml etanooli ja 25 ml vee segus.
- viii) Boorhappe lahus. Lahustatakse 20 g boorhapet 1 liitris vees.
- ix) Väävelhape, 0,02 N (normaallahus).

4. LABORIPROOVI EELTÖÖTLEMINE

Üldosas kirjeldatud eeltöötamise asemel kasutatakse järgmist eeltöötlust.

Õhukuiva laboriproovi ekstraheeritakse Soxhleti ekstraktoris lahusega, milles on 1 mahuosa tolueni ja 3 mahuosa metanooli, neli tundi, vähemalt 5 tsükli tunnis. Lahustil lastakse laboriproovist aurustuda, lahusti viimased jäljed eemaldatakse kuivatuskapis temperatuuril  $105 \pm 3$  °C. Seejärel ekstraheeritakse laboriproovi veega (50 ml proovi grammi kohta), keetes seda püstjahuti all 30 minutit. Filtreeritakse, laboriproov pannakse kolbi tagasi ja ekstraheerimist korratakse samase veekogusega. Filtreeritakse, ülemäärane vesi eemaldatakse laboriproovist kas pressimise, vaakumfiltrimise või tsentrifuugimisega, seejärel laboriproov kuivatatakse õhukuivaks.

<sup>(1)</sup> Need reagentid peavad olema lämmastikuvabad.

**▼B**

Märkus:

Tolueen ja metanool on mürgised reagentid, mida tuleks käsitseda kõiki ettevaatusabinõusid tarvitusele võttes.

## 5. KATSEMENETLUS

### 5.1. Üldjuhised

Järgitakse üldosas kirjeldatud proovivõtu, kuivatamise ja kaalumise menetlusi.

### 5.2. Erijuhised

Proov asetatakse Kjeldahli kolbi. Vähemalt 1 grammisele proovile lisatakse esitatud järjekorras: 2,5 g kaaliumsulfaati, 0,1–0,2 g seleendioksiidi ja 10 ml väävelhapet (suhteline tihedus 1,84). Kolbi soojendatakse esmalt ettevaatlikult, kuni kõik kiud on lagunened, seejärel kuumutatakse lahust tugevamini, kuni see muutub selgeks ja peaaegu värvituks. Kuumutamist jätkatakse veel 15 minutit. Seejärel lastakse kolvil jahtuda, sisu lahjendatakse ettevaatlikult 10–20 ml veega, jahutatakse, kolvi sisu teiseldatakse 200 milliliitrisse mõõtekolbi ja lisatakse vett 200 ml analüüsilahuse saamiseks.

Ligikaudu 20 ml boorhappelahust kallatakse 100 milliliitri mahutavusega koonilisse kolbi, mis ühendatakse Kjeldahli destillatsiooniseadmega nii, et väljavoolutoru ots jääb täpselt boorhappe lahuse pinna alla. Destillatsioonikolbi kallatakse täpselt 10 ml analüüsilahust, lehrisse kallatakse vähemalt 5 ml naatriumhüdroksiidilahust, korki kergitatakse veidi ja naatriumhüdroksiidilahusel lastakse aeglaselt kolbi valguda. Kui analüüsilahus ja naatriumhüdroksiidilahus kipuvad moodustama kahte eri kihti, siis segatakse need kihid kergelt läbi. Destillatsioonikolbi kuumutatakse ettevaatlikult ja sinna juhitakse aurugeneraatorist tulev veeaur. Kogutakse ligikaudu 20 ml destillaati, kooniline kolb lastakse allapoole selliselt, et väljavoolutoru ots jääb umbes 20 mm vedeliku pinnast kõrgemale, destilleerimist jätkatakse veel ühe minuti vältel. Väljavoolutoru ots loputatakse veega ja pesemisvedelik kogutakse koonilisse kolbi. Kooniline kolb eemaldatakse ja asendatakse teise koonilise kolviga, mis sisaldab ligikaudu 10 ml boorhappelahust, ning kogutakse ligikaudu 10 ml destillaati.

Mõlemad destillaadid tiitritakse eraldi väävelhappega (0,02 N) seguindikaatorit kasutades. Mõlemate destillaatide tiitrimise tulemused märgitakse üles. Kui teise destillaadi tiitrimise tulemus on üle 0,2 ml, korratatakse katset ja destilleeritakse uuesti värsket destilleerimislahust kasutades.

Tehakse pimekatse, kasutades digereerimisel ja destilleerimisel üksnes reagente.

## 6. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

6.1. Lämmastiku protsentuaalne sisaldus kuivas proovis arvutatakse järgmiselt:

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

kus

A = on lämmastiku protsentuaalne sisaldus kuivas proovis,

V = on tiitrimisel kasutatud standardse väävelhappe kogumaht (ml),

b = on pimekatsel kasutatud standardse väävelhappe kogumaht (ml),

N = on standardse väävelhappe normaalsus,

W = on proovi kuivmass (g).

6.2. Džuudi lämmastikusisalduseks peetakse 0,22 % ja loomse kiu lämmastikusisalduseks 16,2 % kuivmassist ning kiusegu koostis arvutatakse järgmise valemiga:

**▼B**

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

kus

PA % = on loomse kiu massiprotsent puhtas ja kuivas proovis.

**7. TÄPSUS**

Käesoleva meetodiga homogeenetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.



**▼B***MEETOD nr 13***POLÜPROPEENKIUD JA TEATAVAD MUUD KIUD****(Ksüleenimeetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

**▼M2**

## 1. polüpropüleen (36)

ja

## 2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), siid (4), puuvill (5), atsetaat (19), vaskammoniaak (21), modaal (22), triatsetaat (24), viskoos (25), akrüül (26), polüamiid või nailon (30), polüester (34), klaaskiud (43) või elastomultiester (45).

**▼B**

## 2. PÕHIMÕTE

Polüpropeen lahustatakse teadaoleva kuivmassiga kiusegust keeva ksüleeniga. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korrigeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Polüpropeeni massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

- i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.
- ii) Püstjahuti (kõrge keemistemperatuuriga vedelike käsitlemiseks), mis sobib koonilise kolviga (i).

## 3.2. Reagent

Ksüleen, mis on destilleeritav temperatuuril 137–142 °C.

Märkus:

Ksüleen on kergsüttiv ja mürgine aine. Selle kasutamisel tuleb tarvitusele võtta asjakohased ettevaatusabinõud.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse koonilisse kolbi (3.1 (i)) ja lisatakse 100 ml ksüleeni (3.2) proovi iga grammi kohta. Püstjahuti (3.1 (ii)) asetatakse kohale, kolvi sisu kuumutatakse keemiseni ja hoitakse keemistemperatuuril kolm minutit. Kuum vedelik dekanteeritakse kohe kaalutud filtriiglisse (vt märkust 1). Seda korratakse veel kaks korda, mõlemal korral 50 ml värsket lahustit kasutades.

Kolbi jäänud kiudu pestakse esmalt 30 ml keeva ksüleeniga (kaks korda), siis 75 ml destilleeritud petrooleetriga (üldosa I.3.2.1) (kaks korda). Pärast teist pesemist petrooleetriga filtreeritakse kolvi sisu läbi tiigli, kolbi jäänud kiud uhutakse tiiglisse vähese petrooleetriga ja lastakse lahustil aurustuda. Tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

Märkused:

- 1. Ksüleeni dekanteerimiseks kasutatav filtriigel peab olema eelnevalt soojendatud.
- 2. Pärast töötlemist keeva ksüleeniga tuleb jääki sisaldav kolb enne petrooleetri kasutamist jahutada.
- 3. Tule- ja mürgistusohu vähendamiseks võib kasutada samaseid tulemusi andvat kuumekstraktsiooniseadet. <sup>(1)</sup>

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

<sup>(1)</sup> Näiteks vt *Meiland Textilberichte* 56 (1975), lk 643–645 kirjeldatud seadet.

**▼B**

6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼ B***MEETOD nr 14***KLOORKIUD (VINÜÜLKLORIIDI HOMOPOLÜMEERID) JA  
TEATAVAD MUUD KIUD****(Kontsentreeritud väävelhappe meetod)**

## 1. RAKENDUSALA

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

**▼ M3**

1. (järelklooritud või järelkloorimata) vinüülkloriidi homopolümeeridel põhinevad kloorkiud (27), elastolefiin (46)

ja

**▼ M2**

2. puuvill (5), atsetaat (19), vaskammoniaak (21), modaal (22), triatsetaat (24), viskoos (25), teatavad akrüülid (26), teatavad modakrüülid (29), polüamiid või nailon (30), polüester (34) või elastomultiester (45).

**▼ B**

Kõnealused modakrüülid moodustavad kontsentreeritud väävelhappesse (suhteline tihedus 20 °C juures 1,84) uputatuna läbipaistva lahuse.

Käesolevat meetodit võib kasutada meetodite nr 8 ja 9 asemel.

**▼ M3**

## 2. PÕHIMÕTE

Teada oleva kuivmassiga kiusegust lahustatakse muud kiud kui kloorkiud või elastolefiin ehk punkti 1 alapunktis 2 nimetatud kiud kontsentreeritud väävelhappes (suhteline tihedus 20 °C juures 1,84). Kloorkiududest või elastolefiinist koosnev jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; vajaduse korral korregeeritud jäägi mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Teise komponendi massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

**▼ B**

## 3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)

## 3.1. Seadmed

- i) Lihvkorgiga kooniline kolb vähemalt 200 ml mahutavusega.
- ii) Lameda otsaga klaaspulk.

## 3.2. Reagendid

- i) Kontsentreeritud väävelhape (suhteline tihedus 20 °C juures 1,84).
- ii) Lahjendatud väävelhape (ligikaudu 50massiprotsendiline).

Valmistamisel valatakse ettevaatlikult, pidevalt segades ja jahutades 400 ml väävelhapet (suhteline tihedus 20 °C juures 1,84) 500 ml destilleeritud või deioniseeritud vette. Pärast toatemperatuurini jahutamist lahjendatakse lahus veega ühe liitrini.

- iii) Ammoniaagi lahjendatud lahus.

60 ml kontsentreeritud ammoniaagi vesilahust (suhteline tihedus 20 °C juures 0,880) lahjendatakse destilleeritud veega ühe liitrini.

## 4. KATSEMENETLUS

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Proov asetatakse vähemalt 200 ml mahutavusega kolbi (3.1 (i)) ja lisatakse 100 ml väävelhapet (3.2 (i)) proovi iga grammi kohta.

Kolvi sisu hoitakse 10 minutit toatemperatuuril ja seda segatakse aeg-ajalt klaaspulgaga. Kui analüüsitakse riiet või silmkoekangast, surutakse seda kergelt kolvi seinale ja klaaspulga vahele väävelhappe poolt lahustatud materjali eraldamiseks.

Vedelik dekanteeritakse eelnevalt kaalutud filtertiiglisse. Kolbi lisatakse 100 ml värsket väävelhapet (3.2 (i)) ja korratakse sama menetlust. Kolvi sisu teiseldatakse filtertiiglisse, kolbi jäänud kiud klaaspulga abil. Võimalikud seinale külge kleepunud kiud uhutakse vajaduse korral välja vähese

**▼B**

koguse väävelhappega (3.2 (i)). Filtritiigel vaakumfiltreeritakse ja filtraat kogutakse vaakumkolvi tühjendamise või vahetamisega, tiiglis olevat jääki pestakse esmalt 50% väävelhappelahusega (3.2 (ii)), siis üldosa punktis I.3.2.3 nimetatud destilleeritud või deioniseeritud veega, seejärel ammoniaagilahusega (3.2 (iii)) ja lõpuks põhjalikult destilleeritud või deioniseeritud veega, tiigel vaakumfiltreeritakse pärast igat vedeliku lisamist. (Vaakumfiltreerimist ei saa alustata pesemise ajal, vaid alles pärast seda, kui vedelik on oma raskuse toimele läbi filtri valgunud.)

Tiigel ja jääk kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00.

6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeensetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

**▼B***MEETOD nr 15***KLOORKIUD, TEATAVAD MODAKRÜÜLID, TEATAVAD ELASTAANID, ATSETAADID, TRIATSETAADID JA TEATAVAD MUUD KIUD****(Tsükloheksanoonimeetod)****1. RAKENDUSALA**

Käesolev meetod on pärast mittekiuliste ainete eemaldamist kohaldatav kahekomponentsete segude suhtes, mille koostisse kuuluvad:

1. atsetaat (19), triatsetaat (24), kloorkiud (27), teatavad modakrüülid (29), teatavad elastaanid (39)

ja

2. lambavill (1), teiste loomade vill ja loomakarvad (2 ja 3), siid (4), puuvill (5), vaskammoniaak (21), modaal (22), viskoos (25), polüakrüülnitriil (26), polüamiid ehk nailon (30) või klaaskiud (40).

Kui segu sisaldab modakrüüle või elastaane, tuleb teha eelkatse, määramaks, kas kiud lahustuvad reagensis täielikult.

Kloorkiude sisaldavate segude analüüsimiseks võib kasutada ka meetodit nr 9 või 14.

**2. PÕHIMÕTE**

Atsetaat- ja triatsetaatküü, kloorkiud, teatavad modakrüülid ja teatavad elastaanid lahustatakse teadaoleva kuivmassiga küusegust keemispunktile lähedasel temperatuuril tsükloheksanooniga. Jääk kogutakse kokku, pestakse, kuivatatakse ja kaalutakse; jäägi vajaduse korral korregeeritud mass esitatakse massiprotsendina segu kuivmassist. Kloorkiu, modakrüüli, elastaani, atsetaadi ja triatsetaadi massiprotsent leitakse kaalutiste erinevuse kaudu.

**3. SEADMED JA REAGENDID (lisaks üldosas esitatutele)****3.1. Seadmed**

- i) Kuumekstraktsiooni seade, mida saab kasutada 4. jaos esitatud katsemenetluses. (Vt joonis 1: seade on *Melliand Textilberichte* 56 (1975), lk 643–645 kirjeldatud seadme versioon.)
- ii) Filtritiigel proovi mahutamiseks.
- iii) Poorne plaat (poorsusaste 1).
- iv) Destillatsioonikolville sobiv püstjahuti.
- v) Kuumutusseade.

**3.2. Reagendid**

- i) Tsükloheksanoon keemistemperatuuriga 156 °C.
- ii) Etüülalkohol, 50mahuprotsendiline.

*NB:* tsükloheksanoon on süttiv ja mürgine aine. Selle kasutamisel tuleb tarvitusele võtta asjakohased ettevaatusabinõud.

**4. KATSEMENETLUS**

Järgitakse üldosas kirjeldatud menetlust ja jätkatakse järgnevalt.

Destillatsioonikolvi valatakse 100 ml tsükloheksanooni materjali grammi kohta ja paigaldatakse ekstraktsiooninõu, millesse on eelnevalt asetatud proovi sisaldav filtritiigel ja kergelt painutatud poorne plaat. Paigaldatakse püstjahuti. Tsükloheksanooni kuumutatakse keemiseni ja ekstraheeritakse 60 minutit, vähemalt 12 tsükli tunnis. Pärast ekstraktsiooni ja jahutamist eemaldatakse ekstraktsiooninõu, võetakse välja filtritiigel ja eemaldatakse poorne plaat. Filtritiigeli sisu pestakse kolm või neli korda ligikaudu 60 °C temperatuurini kuumutatud etanooli 50protsendilise vesilahusega ja seejärel 1 liitri veega temperatuuril 60 °C.

Vaakumfiltreerimist ei kasutata pesemise ajal ega pesemistoimingute vahel. Vedelik lastakse oma raskuse toimele läbi filtri valguda ja alles siis kasutatakse vaakumfiltreerimist.

Lõpuks tiigel koos jäägiga kuivatatakse, jahutatakse ja kaalutakse.

**▼B**

## 5. TULEMUSTE ARVUTAMINE JA ESITAMINE

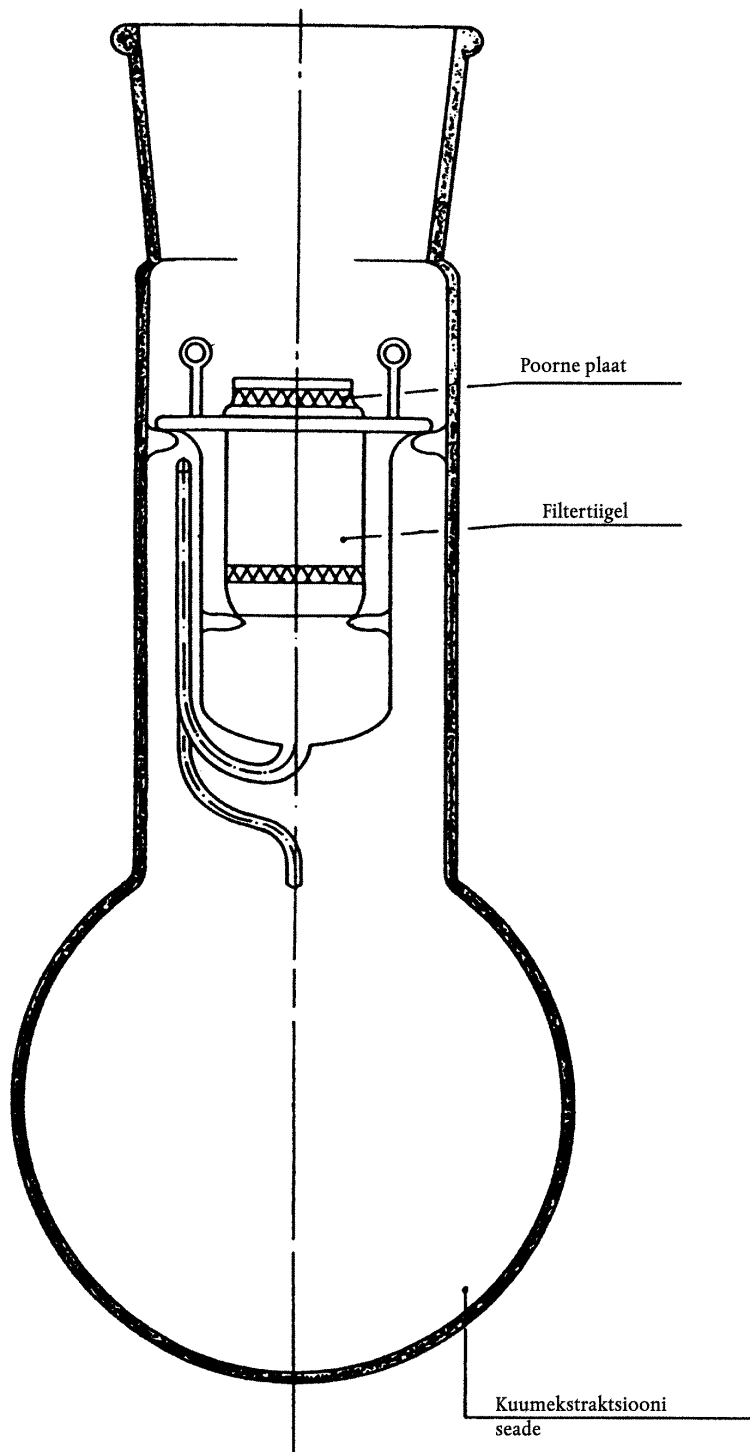
Tulemused arvutatakse üldosas kirjeldatud viisil. d väärtus on 1,00 järgmiste eranditega:

siid	1,01
polüakrüültriil	0,98.

## 6. TÄPSUS

Käesoleva meetodiga homogeenetest tekstiilkiusegudest saadud tulemuste usalduspiirid ei ületa  $\pm 1$ , kui usaldusnivoo on 95 %.

▼B



Joonis 1.

Kuumeekstraktsiooni seade (vt meetod nr 15, punkt 3.1 (i)).



*III LISA*

A OSA

**KEHTETUKS TUNNISTATUD DIREKTIIVID**

**(märgitud artiklis 8)**

— Nõukogu direktiiv 72/276/EMÜ (EÜT L 173, 31.7.1972, lk 1) ja sellele järgnenud muudatused:

- Komisjoni direktiiv 79/76/EMÜ (EÜT L 17, 24.1.1979, lk 17)
- Nõukogu direktiiv 81/75/EMÜ (EÜT L 57, 4.3.1981, lk 23)
- Komisjoni direktiiv 87/184/EMÜ (EÜT L 75, 17.3.1987, lk 21)

B OSA

**ÜLEVÕTMISE TÄHTAJAD**

Direktiiv	Tähtajad
72/276/EMÜ	18. jaanuar 1974
79/76/EMÜ	28. juuni 1979
81/75/EMÜ	27. veebruar 1982
87/184/EMÜ	1. september 1988





*IV LISA*  
**VASTAVUSTABEL**

Käesolev direktiiv	Direktiiv 72/276/EMÜ
artikkel 1	artikkel 1
artikkel 2	artikkel 2
artikkel 3	artikkel 3
artikkel 4	artikkel 4
artikkel 5	artikkel 5
artikkel 6	artikkel 6
artikkel 7	artikkel 7 (2)
artikkel 8	—
artikkel 9	artikkel 8
I lisa	I lisa
II lisa (1)	II lisa (1)
II lisa (2)	II lisa (2)
II lisa, meetod nr 1	II lisa, meetod nr 1
II lisa, meetod nr 2	II lisa, meetod nr 2
II lisa, meetod nr 3	II lisa, meetod nr 3
II lisa, meetod nr 4	II lisa, meetod nr 4
II lisa, meetod nr 5	II lisa, meetod nr 5
II lisa, meetod nr 6	II lisa, meetod nr 6
II lisa, meetod nr 7	II lisa, meetod nr 7
II lisa, meetod nr 8	II lisa, meetod nr 8
II lisa, meetod nr 9	II lisa, meetod nr 9
II lisa, meetod nr 10	II lisa, meetod nr 10
II lisa, meetod nr 11	II lisa, meetod nr 11
II lisa, meetod nr 12	II lisa, meetod nr 13
II lisa, meetod nr 13	II lisa, meetod nr 14
II lisa, meetod nr 14	II lisa, meetod nr 15
II lisa, meetod nr 15	II lisa, meetod nr 16
III lisa	—
IV lisa	—