

SERVICE PUBLIC FEDERAL ECONOMIE,
P.M.E., CLASSES MOYENNES ET ENERGIE

F. 2007 — 1579

[C — 2007/11108]

14 MARS 2007. — Arrêté royal modifiant l'arrêté royal du 6 octobre 1981 établissant les méthodes pour le prélèvement d'échantillons et pour l'exécution des analyses quantitatives de mélanges binaires de fibres textiles

ALBERT II, Roi des Belges,
A tous, présents et à venir, Salut.

Vu la loi du 14 juillet 1991 sur les pratiques du commerce et sur l'information et la protection du consommateur, notamment l'article 14;

Vu l'arrêté royal du 6 octobre 1981 établissant les méthodes pour le prélèvement d'échantillons et pour l'exécution des analyses quantitatives de mélanges binaires de fibres textiles, notamment l'article 4 et l'annexe II annexée à cet arrêté, modifiée par l'arrêté royal du 15 juillet 1988;

Considérant que cet arrêté royal vise à transposer la directive 2006/2/CE de la Commission du 6 janvier 2006 portant modification, aux fins de l'adaptation au progrès technique, de l'annexe II de la directive 96/73/CE du Parlement européen et du Conseil relative à certaines méthodes d'analyse quantitative de mélanges binaires de fibres textiles;

Considérant que l'annexe II annexée à l'arrêté royal du 6 octobre 1981 établissant les méthodes pour le prélèvement d'échantillons et pour l'exécution des analyses quantitatives de mélanges binaires de fibres textiles a été modifiée de façon substantielle, il convient, dans un souci de clarté et de rationalité, de procéder à la rédaction d'une nouvelle annexe II;

Vu l'avis du Conseil de la Consommation, donné le 17 juillet 2006;

Vu l'avis du Conseil supérieur des Indépendants et des P.M.E., donné le 14 septembre 2006;

Vu l'avis n° 41.919/1 du Conseil d'Etat, donné le 4 janvier 2007 en application de l'article 84, § 1^{er}, alinéa 1^{er}, 1°, des lois coordonnées sur le Conseil d'Etat;

Sur la proposition de Notre Ministre de la Protection de la Consommation, Notre Ministre l'Economie et de Notre Ministre des Classes moyennes,

Nous avons arrêté et arrêtons :

Article 1^{er}. L'annexe II de l'arrêté royal du 6 octobre 1981 établissant les méthodes pour le prélèvement d'échantillons et pour l'exécution des analyses quantitatives de mélanges binaires de fibres textiles, modifiée par l'arrêté royal du 15 juillet 1988, est remplacée par l'annexe au présent arrêté.

Art. 2. L'article 4 du même arrêté est remplacé comme suit :

« Art. 4. Les contrôles officiels pour déterminer la composition en fibres de certains produits textiles, composés de mélanges binaires de fibres textiles, mis dans le commerce et pour lesquels il existe une obligation d'étiquetage conformément aux dispositions de l'arrêté royal du 14 mars 2007 relatif aux dénominations textiles, doivent être faits selon les méthodes d'analyse quantitative fixées aux annexes I^{re} et II du présent arrêté. »

Art. 3. Notre Ministre de la Protection de la Consommation, Notre Ministre de l'Economie et Notre Ministre des Classes moyennes sont chargés, chacun en ce qui le concerne, de l'exécution du présent arrêté.

Donné à Bruxelles, le 14 mars 2007.

ALBERT

Par le Roi :

La Ministre de la Protection de la Consommation,
Mme F. VAN DEN BOSSCHE
Le Ministre de l'Economie,
M. VERWILGHEN
La Ministre des Classes moyennes,
Mme S. LARUELLE

FEDERALE OVERHEIDSDIENST ECONOMIE,
K.M.O., MIDDENSTAND EN ENERGIE

N. 2007 — 1579

[C — 2007/11108]

14 MAART 2007. — Koninklijk besluit tot wijziging van het koninklijk besluit van 6 oktober 1981 houdende vaststelling van de methoden voor het trekken van monsters en voor het verrichten van kwantitatieve analyses van binaire mengsels van textielvezels

ALBERT II, Koning der Belgen,
Aan allen die nu zijn en hierna wezen zullen, Onze Groet.

Gelet op de wet van 14 juli 1991 betreffende de handelspraktijken en de voorlichting en bescherming van de consument, inzonderheid op artikel 14;

Gelet op het koninklijk besluit van 6 oktober 1981 houdende vaststelling van de methoden voor het trekken van monsters en voor het verrichten van kwantitatieve analyses van binaire mengsels van textielvezels, inzonderheid op artikel 4 en de bijlage II gevoegd bij dit besluit, gewijzigd bij het koninklijk besluit van 15 juli 1988;

Overwegende dat dit koninklijk besluit de omzetting beoogt van de richtlijn 2006/2/EG van de Commissie van 6 januari 2006 tot wijziging van bijlage II bij Richtlijn 96/73/EG van het Europees Parlement en de Raad betreffende bepaalde methodes voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels van textielvezels, met het oog op de aanpassing aan de technische vooruitgang;

Overwegende dat bijlage II gevoegd bij het koninklijk besluit van 6 oktober 1981 houdende vaststelling van de methoden voor het trekken van monsters en voor het verrichten van kwantitatieve analyses van binaire mengsels van textielvezels ingrijpend gewijzigd werd en om redenen van zowel een rationele ordening als de duidelijkheid van de tekst, dient te worden overgegaan tot de redactie van een nieuwe bijlage II;

Gelet op het advies van de Raad voor het Verbruik, gegeven op 17 juli 2006;

Gelet op het advies van de Hoge Raad voor de Zelfstandigen en de K.M.O., gegeven op 14 september 2006;

Gelet op het advies nr. 41.919/1 van de Raad van State, gegeven op 4 januari 2007, met toepassing van artikel 84, § 1, eerste lid, 1°, van de gecoördineerde wetten op de Raad van State;

Op de voordracht van Onze Minister van Consumentenzaken, Onze Minister van Economie en Onze Minister van Middenstand,

Hebben Wij besloten en besluiten Wij :

Artikel 1. De bijlage II van het koninklijk besluit van 6 oktober 1981 houdende vaststelling van de methoden voor het trekken van monsters en voor het verrichten van kwantitatieve analyses van binaire mengsels van textielvezels, gewijzigd bij het koninklijk besluit van 15 juli 1988, wordt vervangen door de bijlage bij dit besluit.

Art. 2. Artikel 4 van hetzelfde koninklijk besluit wordt vervangen als volgt :

« Art. 4. De officiële controles voor de bepaling van de vezelsamenstelling van bepaalde uit binaire mengsels van textielvezels samengestelde textielproducten die in de handel verkrijgbaar zijn en waarvoor overeenkomstig de bepalingen van het koninklijk besluit van 14 maart 2007 inzake textielbenamingen de verplichting tot etikettering geldt, moeten geschieden volgens de kwantitatieve analysemethoden vastgelegd in bijlage I en II van dit besluit. »

Art. 3. Onze Minister bevoegd voor Consumentenzaken, Onze Minister bevoegd voor Economie en Onze Minister bevoegd voor Middenstand zijn, ieder wat hem betreft, belast met de uitvoering van dit besluit.

Gegeven te Brussel, 14 maart 2007.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Consumentenzaken,
Mevr. F. VAN DEN BOSSCHE
De Minister van Economie,
M. VERWILGHEN
De Minister van Middenstand,
Mevr. S. LARUELLE

Annexe II

Méthodes d'analyse quantitative de certains mélanges binaires de fibres textiles**I. GENERALITES****Introduction**

Les méthodes d'analyse quantitative de fibres textiles en mélange sont fondées sur deux procédés principaux, celui de la séparation manuelle et celui de la séparation chimique des fibres.

Le procédé de séparation manuelle doit être choisi chaque fois que cela est possible car il donne généralement des résultats plus précis que le procédé chimique. Il est applicable à tous les produits textiles dans lesquels les fibres composantes ne forment pas un mélange intime, comme par exemple dans le cas des fils composés de plusieurs éléments dont chacun est constitué d'une seule sorte de fibre ou des tissus dans lesquels la fibre qui compose la chaîne est d'une nature différente de celle qui compose la trame ou des tricots démaillables composés de fils de natures diverses.

Le procédé d'analyse chimique quantitative des mélanges de fibres textiles est fondé généralement sur la solubilité sélective des composants individuels du mélange. Après élimination d'un des composants, le résidu insoluble est pesé et la proportion du composant soluble est calculée à partir de la perte de masse. Dans le présent document, ont été reprises les informations communes à l'analyse par ce procédé, valables pour les mélanges de fibres considérés dans la présente annexe, quelle qu'en soit la composition. Ce document devra donc être utilisé en liaison avec ceux qui contiennent les procédures détaillées applicables à des mélanges de fibres particuliers. Il se peut que certaines analyses chimiques soient fondées sur un principe différent de celui de la solubilité sélective. Dans ce cas, des détails complets sont fournis dans la partie appropriée de la méthode applicable.

Les mélanges de fibres utilisés pendant la fabrication des produits textiles et, à un moindre degré, ceux qui se trouvent dans les produits finis, contiennent parfois des matières non fibreuses telles que des graisses, des cires ou des adjuvants ou des produits solubles dans l'eau qui peuvent avoir une origine naturelle ou avoir été ajoutés pour faciliter la fabrication. Les matières non fibreuses doivent être éliminées avant l'analyse. C'est la raison pour laquelle on a décrit également une méthode de prétraitement permettant d'éliminer dans la majorité des cas les huiles, les graisses, les cires et les produits solubles dans l'eau.

Par ailleurs, les textiles peuvent contenir des résines ou d'autres matières ajoutées en vue de leur conférer des propriétés spéciales. De telles matières, y compris les colorants dans certains cas exceptionnels, peuvent modifier l'action du réactif sur le composant soluble et, de plus, être partiellement ou totalement éliminées par les réactifs. Ces matières ajoutées peuvent donc entraîner des erreurs et doivent être éliminées avant d'analyser l'échantillon. Au cas où cette élimination est impossible, les méthodes d'analyses chimiques quantitatives décrites dans la présente annexe ne sont plus applicables.

Le colorant présent dans les fibres teintées est considéré en tant que partie intégrante de la fibre et n'est pas éliminé.

Ces analyses sont effectuées sur la base de la masse anhydre et une méthode est fournie pour la déterminer.

Le résultat est exprimé en appliquant à la masse de chaque fibre à l'état sec, les taux conventionnels indiqués dans l'annexe II de l'arrêté royal du 14 mars 2007 relatif aux dénominations textiles.

Les fibres présentes dans le mélange doivent être identifiées avant de procéder aux analyses. Dans certaines méthodes chimiques, la partie insoluble des composants d'un mélange peut être partiellement solubilisée par le réactif utilisé pour dissoudre le composant soluble. Chaque fois que cela est possible, on a choisi des réactifs ayant un effet faible ou nul sur les fibres insolubles. Si l'on sait qu'une perte de masse apparaît lors de l'analyse, il convient d'en corriger le résultat; des facteurs de correction sont fournis à cette fin. Ces facteurs ont été déterminés dans différents laboratoires en traitant dans le réactif approprié, spécifié dans la méthode d'analyse, les fibres nettoyées lors du prétraitement. Ces facteurs ne s'appliquent qu'à des fibres normales et d'autres facteurs de correction peuvent être nécessaires si les fibres ont été dégradées avant ou durant le traitement. Les méthodes chimiques proposées s'appliquent à des analyses individuelles. Il conviendra d'effectuer au moins deux analyses sur des spécimens d'analyse séparés, tant en ce qui concerne le procédé de séparation manuelle que celui de séparation chimique. En cas de doute, sauf impossibilité technique, on devra effectuer une autre analyse en utilisant une méthode permettant la dissolution de la fibre qui constituait le résidu quant on procédait suivant la première méthode.

Bijlage II

Kwantitatieve analysemethoden voor bepaalde binaire mengsels van textielvezels**I. ALGEMEEN****Inleiding**

De methoden voor de kwantitatieve analyse van mengsels van textielvezels zijn gebaseerd op twee procédés: scheiding met de hand en scheiding langs chemische weg.

Scheiding met de hand moet telkens als het mogelijk is worden toegepast, daar dit procédé meestal nauwkeuriger uitslagen oplevert dan de chemische analyse. Dit procédé is bruikbaar voor alle textielproducten waarin de samenstellende vezels niet innig met elkaar zijn gemengd, zoals bijvoorbeeld garens die uit verschillende bestanddelen zijn samengesteld, waarbij ieder bestanddeel uit één enkele soort vezel bestaat, of weefsels waarvan de schering van een andere vezelsoort is gemaakt dan de inslag, of inslagbreisels, die uit verschillende soorten garens zijn samengesteld.

Kwantitatieve chemische analyse van mengsels van textielvezels is in de regel gebaseerd op de selectieve oplosbaarheid van de afzonderlijke bestanddelen van het mengsel. Na verwijdering van één bestanddeel wordt het onoplosbare residu gewogen en het aandeel van het oplosbare bestanddeel wordt berekend aan de hand van het gewichtsverlies. In het onderhavige document zijn de gegevens opgenomen voor de analyse met behulp van deze werkwijze, welke gelden voor de in deze bijlage in aanmerking genomen mengsels van vezels, ongeacht hun samenstelling. Dit document moet derhalve worden gebruikt samen met die welke de uitvoerige werkwijzen voor bepaalde vezelmengsels bevatten. Aangezien sommige chemische analyses op andere principes dan de selectieve oplosbaarheid gebaseerd kunnen zijn, worden in het overeenkomstige deel volledige gegevens over de te volgen methode verstrekt.

Vezelmengsels welke bij de vervaardiging van textielproducten worden gebruikt en in mindere mate die welke voorkomen in de eindproducten, kunnen niet-vezelbestanddelen zoals vetten, was, apprets of in water oplosbare stoffen bevatten, die van natuurlijke oorsprong kunnen zijn dan wel met het oog op de verwerking kunnen zijn toegevoegd. Deze niet-vezelbestanddelen dienen vóór de analyse te worden verwijderd. Daarom wordt ook een voorbehandelingsmethode beschreven waarmee in de meeste gevallen oliën, vetten, was en in water oplosbare stoffen kunnen worden verwijderd.

Bovendien kunnen textielproducten harsen of andere toegevoegde stoffen bevatten om het textielmateriaal speciale eigenschappen te verlenen. Dergelijke stoffen, met inbegrip van kleurstoffen in uitzonderingsgevallen, kunnen de werking van het reagens op het oplosbare bestanddeel wijzigen en bovendien geheel of gedeeltelijk door deze reagentia worden geëlimineerd. Deze toevoegingen kunnen dus tot fouten aanleiding geven en moeten vóór analyse van het monster worden verwijderd. Ingeval deze verwijdering onmogelijk is, kunnen de in deze bijlage beschreven methoden van kwantitatieve chemische analyse niet worden toegepast.

De kleurstof in geverfde vezels wordt beschouwd als integrerend bestanddeel van de vezel en wordt niet verwijderd.

De analyses worden verricht op basis van het drooggewicht en een werkwijze wordt gegeven om dit te bepalen.

Het resultaat wordt verkregen door op het drooggewicht van elke vezel de percentages toe te passen als aangegeven in het bijlage II bij het koninklijk besluit van 14 maart 2007 inzake textielbenamingen.

De in het mengsel aanwezige vezels moeten vóór het uitvoeren van de analyse worden geïdentificeerd. Bij sommige chemische methoden kan het onoplosbare bestanddeel van een mengsel gedeeltelijk worden opgelost door het reagens dat wordt gebruikt voor het oplossen van het oplosbare bestanddeel. Zo mogelijk koos men reagentia die slechts een gering of in het geheel geen effect hebben op de onoplosbare vezelbestanddelen. Wanneer men weet dat er bij de analyse gewichtsverlies optreedt, moeten de resultaten dienovereenkomstig worden gecorrigeerd. Hiervoor zijn correctiefactoren aangegeven. Deze factoren zijn in verschillende laboratoria bepaald door de bij de voorbehandeling gereinigde vezels met het reagens overeenkomstig de analysemethoden te behandelen. Deze correctiefactoren gelden slechts voor normale vezels, zodat andere correctiefactoren nodig kunnen zijn wanneer de vezels vóór of gedurende de behandeling zijn aangetast. De aangegeven chemische methoden zijn van toepassing op enkelvoudige analyses. Men dient ten minste twee bepalingen op aparte analysemonsters te verrichten, zowel bij scheiding met de hand als bij scheiding langs chemische weg. In geval van twijfel zal, indien dit technisch mogelijk is, een andere analyse moeten worden verricht volgens een methode waardoor de vezel die bij toepassing van de eerste methode als residu overbleef, wordt opgelost.

I. GENERALITES SUR LES METHODES D'ANALYSE CHIMIQUE QUANTITATIVE DES MELANGES DE FIBRES TEXTILES

Informations communes aux méthodes à appliquer en vue de l'analyse chimique quantitative de mélanges de fibres textiles.

I.1. Champ d'application

Dans le champ d'application de chaque méthode, on signale à quelles fibres cette méthode est applicable.

I.2. Principe

Dans le champ d'application de chaque méthode, on signale à quelles fibres cette méthode est applicable. Après avoir identifié les composants d'un mélange, on élimine d'abord les matières non fibreuses par un prétraitement approprié puis l'un des deux composants, généralement par solubilisation sélective ⁽¹⁾, on pèse le résidu insoluble et on calcule la proportion du composant soluble à partir de la perte de masse. Sauf difficultés techniques, il est préférable de dissoudre la fibre se trouvant en plus grande proportion, afin d'obtenir comme résidu la fibre se trouvant en plus faible proportion.

I.3. Matériel nécessaire

I.3.1. Appareillage

I.3.1.1. Creusets filtrants et pèse-filtres permettant l'incorporation des creusets ou tout autre appareillage donnant des résultats identiques.

I.3.1.2. Fiole à vide.

I.3.1.3. Dessiccateur contenant du gel de silice coloré au moyen d'un indicateur.

I.3.1.4. Etuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 ± 3 °C.

I.3.1.5. Balance analytique, sensible à 0,0002 g.

I.3.1.6. Appareil d'extraction Soxhlet ou appareillage permettant un résultat identique.

I.3.2. Réactifs

I.3.2.1. Ether de pétrole redistillé bouillant entre 40 et 60 °C.

I.3.2.2. Les autres réactifs sont mentionnés dans les parties appropriées de la méthode. Tous les réactifs utilisés doivent être chimiquement purs.

I.3.2.3. Eau distillée ou désionisée.

I.4. Atmosphère de conditionnement et d'analyse

Comme on détermine des masses anhydres, il n'est pas nécessaire de conditionner les spécimens ni de faire les analyses dans une atmosphère conditionnée.

I.5. Echantillon réduit

Choisir un échantillon réduit représentatif de l'échantillon global pour laboratoire et suffisant pour fournir tous les spécimens d'analyse nécessaires de 1 g au minimum chacun.

I.6. Prétraitement de l'échantillon réduit ⁽²⁾

Si un élément n'entrant pas en ligne de compte pour le calcul des pourcentages article 11, § 2, 3°, de l'arrêté royal du 14 mars 2007 relatif aux dénominations textiles) est présent, on commencera par l'éliminer par une méthode appropriée n'affectant aucun des composants fibreux.

Dans ce but, les matières non fibreuses extractibles à l'éther de pétrole et à l'eau sont éliminées en traitant l'échantillon réduit, séché à l'air, à l'appareil Soxhlet, à l'éther de pétrole léger pendant une heure à un taux minimal de six cycles par heure.

Evaporer le pétrole léger de l'échantillon qui sera ensuite extrait par traitement direct comportant un trempage d'une heure à l'eau à température ambiante suivi d'un trempage d'une heure à l'eau à 65 ± 5 °C en agitant de temps en temps, rapport de bain 1/100. Eliminer l'excès d'eau de l'échantillon par exprimage, application du vide ou centrifugation et laisser sécher ensuite l'échantillon à l'air.

Dans le cas où les matières non fibreuses ne peuvent être extraites à l'aide de l'éther de pétrole et à l'eau, on devra, pour les éliminer, remplacer le procédé à l'eau, décrit ci-avant, par le procédé qui n'altère substantiellement aucun des composants fibreux. Toutefois, pour certaines fibres végétales naturelles écruées (jute, coco, par exemple) il est à remarquer que le prétraitement normal à l'éther de pétrole et à l'eau n'élimine pas toutes les substances non fibreuses naturelles; malgré cela, on n'applique pas de prétraitements complémentaires, pour autant que l'échantillon ne contienne pas d'apprêts non solubles dans l'éther de pétrole et dans l'eau.

Dans les rapports d'analyse, devront être décrites de façon détaillée les méthodes de prétraitement adoptées.

I. ALGEMENE AANWIJZINGEN VOOR DE KWANTITATIEVE CHEMISCHE ANALYSE-METHODEN VAN TEXTIELVEZELMENGSELS

Algemene aanwijzingen over de voor de kwantitatieve chemische analyse van mengsels van textielvezels toe te passen methoden.

I.1. Toepassingsgebied

Onder « toepassingsgebied » wordt bij elke methode vermeld op welke vezels de betreffende methode van toepassing is.

I.2. Principe

Na de bestanddelen van een mengsel te hebben geïdentificeerd, verwijdert men eerst de niet-vezelbestanddelen door een geschikte voorbehandeling en vervolgens één van de twee bestanddelen, in het algemeen door selectieve oplossing ⁽¹⁾, men weegt het onoplosbare residu en men berekent het gehalte aan het oplosbaar bestanddeel uit het gewichtsverlies. Behalve indien dit technische moeilijkheden oplevert, geniet het de voorkeur steeds die vezel op te lossen die in de grootste hoeveelheid voorkomt, zodat de vezel die het kleinste aandeel vormt als residu wordt overgehouden.

I.3. Benodigdheden

I.3.1. Apparatuur

I.3.1.1. Glazen filterkroezen en weegflesjes waarin de kroezen kunnen worden geplaatst, of iedere andere apparatuur die identieke resultaten oplevert.

I.3.1.2. Afzuigkolf.

I.3.1.3. Exsiccator voorzien van gekleurd silicagel als indicator.

I.3.1.4. Droogstoof met ventilatie voor het drogen van de monsters bij 105 ± 3 °C.

I.3.1.5. Analysebalans nauwkeurig tot op 0,0002 g.

I.3.1.6. Extractie-apparaat volgens Soxhlet of apparatuur waarmee een identiek resultaat kan worden bereikt.

I.3.2. Reagentia

I.3.2.1. Geherdistilleerde petroleumether, kookpunt tussen 40 en 60 °C.

I.3.2.2. De overige reagentia als vermeld in de overeenkomstige delen van de methode. Alle gebruikte reagentia moeten chemisch zuiver zijn.

I.3.2.3. Gedistilleerd of gedeïoniseerd water.

I.4. Conditionerings- en analyseatmosfeer

Aangezien drooggewichten worden bepaald, is het niet nodig de monsters te conditioneren noch de analyses in een geconditioneerde atmosfeer uit te voeren.

I.5. Gereduceerd monster

Men kiest een voor het globale laboratoriummonster representatief gereduceerd monster dat voldoende is om alle nodige analysemonsters van elk minstens 1 g te trekken.

I.6. Voorbehandeling van het gereduceerd monster ⁽²⁾

Wanneer het monster een element bevat dat buiten beschouwing blijft bij het berekenen van de percentages (artikel 11, § 2, 3°, van het koninklijk besluit van 14 maart 2007 inzake textielbenamingen), begint men met het verwijderen daarvan door middel van een geschikte methode die de vezelbestanddelen niet aantast.

Met dit doel worden de niet-vezelbestanddelen die oplosbaar zijn in petroleumether en water, verwijderd door het aan de lucht gedroogde gereduceerde monster gedurende één uur en met ten minste zes cycli per uur met petroleumether te behandelen in een Soxhletapparaat.

De petroleumether wordt daarna uit het monster verdampt, dat vervolgens met water wordt geëxtraheerd door een behandeling van het monster met water van kamertemperatuur gedurende één uur, gevolgd door een behandeling in water van 65 ± 5 °C, onder af en toe roeren, eveneens gedurende één uur, bij een vlotverhouding 1 : 100. Het overtollige water wordt uitgerst, afgezogen of gecentrifugeerd, waarna het monster aan de lucht wordt gedroogd.

Indien de niet-vezelbestanddelen niet kunnen worden geëxtraheerd met petroleumether en met water, dienen deze te worden verwijderd met behulp van een andere geschikte methode die geen van de vezelbestanddelen ernstig aantast. Er moet evenwel worden opgemerkt dat voor bepaalde ongebleekte natuurlijke plantaardige vezels (bijvoorbeeld jute, kokos) de normale voorbehandeling met petroleumether en water niet alle natuurlijke niet-vezelbestanddelen verwijdert. Desondanks worden geen extra voorbehandelingen toegepast, wanneer het monster geen niet in petroleumether en water oplosbare apprets bevat.

In de analyserapporten moet een uitvoerige beschrijving worden gegeven van de bij de voorbehandeling gevolgde methoden.

I.7. Procédure d'analyse

I.7.1. Instructions générales

I.7.1.1. Séchage

Effectuer toutes les opérations de séchage pendant une durée non inférieure à 4 heures ni supérieure à 16 heures, à 105 ± 3 °C, dans une étuve munie d'un passage pour l'air et dont la porte sera fermée pendant toute la durée du séchage. Si la durée de séchage est inférieure à 14 heures, on doit vérifier que l'on a obtenu une masse constante. Celle-ci pourra être considérée comme atteinte lorsque la variation de masse, après un nouveau séchage de 60 minutes, sera inférieure à 0,05 %.

Eviter de manipuler les creusets et les pèse-filtres, les prises d'essais ou les résidus avec les mains nues pendant les opérations de séchage, de refroidissement et de pesage.

Sécher les spécimens dans un pèse-filtre dont le couvercle est placé à proximité. Après séchage, obturer le pèse-filtre avant de l'enlever de l'étuve et le placer rapidement dans le dessiccateur.

Sécher à l'étuve le creuset filtrant placé dans un pèse-filtre avec son couvercle à ses côtés. Après séchage, fermer le pèse-filtre et transférer rapidement dans un dessiccateur.

Au cas où un appareillage autre que le creuset filtrant est employé, on sèche à l'étuve de façon à déterminer la masse des fibres à l'état sec sans perte.

I.7.1.2. Refroidissement

Effectuer toutes les opérations de refroidissement dans le dessiccateur, celui-ci étant placé à côté de la balance, pendant une durée suffisante pour obtenir le refroidissement total des pèse-filtres, et, en tout cas, une durée non inférieure à 2 heures.

I.7.1.3. Pesée

Après refroidissement, peser le pèse-filtre dans les 2 minutes après qu'il a été sorti du dessiccateur. Peser à 0,0002 g près.

I.7.2. Mode opératoire

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'analyse d'une masse d'au moins 1 g. Les fils ou l'étoffe sont découpés en parties de 10 mm de long environ que l'on désagrège autant que possible. Sécher le spécimen dans un pèse-filtre, refroidir dans un dessiccateur et peser. Transférer le spécimen dans le récipient de verre mentionné dans la partie appropriée de la méthode communautaire, repeser le pèse-filtre immédiatement après et calculer la masse anhydre du spécimen par différence. Compléter le processus d'analyse de la façon mentionnée dans la partie appropriée de la méthode applicable. Examiner au microscope le résidu pour vérifier que le traitement a bien éliminé complètement la fibre soluble.

I.8. Calcul et expression des résultats

Exprimer la masse du composant insoluble sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres présentes dans le mélange. Le pourcentage du composant soluble est obtenu par différence. Calculer les résultats sur la base des masses de fibres pures à l'état sec auxquelles on a appliqué, d'une part, les taux conventionnels et, d'autre part, les facteurs de correction nécessaires pour tenir compte des pertes de matière lors des opérations de prétraitement et d'analyse.

Ces calculs se font en appliquant la formule donnée au point I.8.2.

I.8.1. Calcul du pourcentage de la masse composant insoluble sec et pur, ne tenant pas compte de la perte de masse subie par les fibres au cours du prétraitement.

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

P_1 est le pourcentage du composant insoluble sec et pur,

m est la masse du spécimen à l'état sec après prétraitement,

r est la masse du résidu à l'état sec,

d est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du composant insoluble dans le réactif lors de l'analyse. Les valeurs convenables de « d » sont fournies dans les parties appropriées du texte de chaque méthode.

Bien entendu ces valeurs de « d » sont les valeurs normales applicables aux fibres non dégradées chimiquement.

I.7. Werkwijze

I.7.1. Algemene aanwijzingen

I.7.1.1. Drogen

Alle droogbewerkingen worden gedurende ten minste vier uur en ten hoogste 16 uur op 105 ± 3 °C uitgevoerd in een droogstoof met luchtcirculatie, waarbij de deur gedurende het drogen gesloten blijft. Wanneer korter dan 14 uur wordt gedroogd, moet worden gecontroleerd of het gewicht constant is gebleven, hetgeen bereikt wordt geacht wanneer na een nieuwe droging van 60 minuten een gewichtsverschil van minder dan 0,05 % wordt verkregen.

De filterkroezen, weegglasjes, analysemonsters en residu's mogen niet met de blote hand worden aangeraakt tijdens het drogen, het afkoelen en het wegen.

De monsters worden gedroogd in een weegflesje met afgenomen stop. Na het drogen wordt het weegflesje afgesloten alvorens het uit de stoof wordt genomen en zo snel mogelijk in de exsiccator gebracht.

De filterkroes wordt, geplaatst in het weegflesje met afgenomen stop, in de stoof gedroogd. Na het drogen wordt het weegflesje afgesloten en zo snel mogelijk in een exsiccator geplaatst.

Bij gebruik van andere apparatuur dan de filterkroes wordt zodanig in de stoof gedroogd dat het drooggewicht der vezels zonder verlies wordt bepaald.

I.7.1.2. Afkoelen

Het afkoelen wordt in de exsiccator uitgevoerd die naast de balans is geplaatst en wel gedurende een tijdsduur die voldoende is om de weegflesjes volledig af te koelen; in geen geval mag de afkoelperiode minder dan twee uur bedragen.

I.7.1.3. Wegen

Na het afkoelen wordt het weegflesje binnen twee minuten nadat het uit de exsiccator is genomen, op 0,0002 g nauwkeurig gewogen.

I.7.2. Werkwijze

Uit het voorbehandelde monster wordt een analysemonster getrokken van ten minste 1 g. Het garen of het weefsel wordt in stukken ter lengte van ca. 10 mm gesneden, welke zoveel mogelijk uiteengevuld worden. Het analysemonster in een weegflesje drogen, afkoelen in een exsiccator en wegen. Het analysemonster wordt in het glazen vaatje als bedoeld in het overeenkomstig gedeelte van de communautaire methode overgebracht, onmiddellijk daarna het weegflesje nog eens wegen en het drooggewicht van het analysemonster berekenen door vaststelling van het verschil. De analyse voltooien als beschreven in het overeenkomstige deel van de toe te passen methode. Dan het residu microscopisch onderzoeken om na te gaan of de oplosbare vezel geheel door de behandeling is verwijderd.

I.8. Berekening en weergave van de resultaten

Het gewicht van het onoplosbare bestanddeel wordt uitgedrukt als een percentage van het totale gewicht van de vezels in het mengsel. Het percentage van het oplosbare bestanddeel wordt verkregen door aftrekking. De resultaten worden berekend op basis van de gewichten aan zuivere vezels in droge toestand waarop de overeengekomen percentages zijn toegepast en waarop de benodigde correctiefactoren worden toegepast teneinde rekening te houden met het verlies tijdens de voorbehandelings- en analysebewerkingen.

Deze berekeningen worden uitgevoerd volgens de in punt I.8.2. vermelde formule.

I.8.1. Berekening van het percentage van het gewicht van het onoplosbare bestanddeel in droge en zuivere toestand, waarbij geen rekening wordt gehouden met het verlies aan gewicht van de vezels door de voorbehandeling.

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

P_1 is het percentage van het droge en zuivere onoplosbare bestanddeel,

m is het drooggewicht van het monster na voorbehandeling,

r is het drooggewicht van het residu,

d is de correctiefactor voor het gewichtsverlies van het onoplosbare bestanddeel in het reagens tijdens de analyse. De overeenkomstige waarden voor « d » worden gegeven in de desbetreffende gedeelten van de tekst voor elke methode.

Vanzelfsprekend zijn deze waarden voor « d » de normale waarden die van toepassing zijn op chemisch niet afgebroken vezels.

I.8.2. Calcul du pourcentage de la masse du composant insoluble après application des taux conventionnels et des éventuels facteurs de correction tenant compte de la perte de masse occasionnée par le prétraitement.

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

P_{1A} est le pourcentage du composant insoluble en tenant compte du taux conventionnel et de la perte de masse subie au cours du prétraitement,

P_1 est le pourcentage du composant insoluble sec et pur calculé avec la formule indiquée au point I.8.1,

a_1 est le taux conventionnel du composant insoluble (annexe II de l'arrêté royal du 14 mars 2007 relatif aux dénominations textiles),

a_2 est le taux conventionnel du composant soluble (annexe II de l'arrêté royal du 14 mars 2007 relatif aux dénominations textiles),

b_1 est la perte de pourcentage du composant insoluble occasionnée par le prétraitement,

b_2 est la perte du pourcentage du composant soluble occasionnée par le prétraitement.

Le pourcentage du deuxième composant ($P_{2A} \%$) est égal à $100 - P_{1A} \%$.

Dans le cas où l'on emploie un prétraitement spécial, les valeurs de b_1 et de b_2 doivent être déterminées si possible en soumettant chacune des fibres composantes pures au prétraitement appliqué lors de l'analyse. Par fibres pures, il faut entendre les fibres exemptes de toutes les matières non fibreuses, à l'exception de celles qu'elles contiennent normalement (de par leur nature ou en raison du procédé de fabrication), dans l'état (écreu, blanchi) où elles se trouvent dans l'article soumis à l'analyse.

Au cas où l'on ne dispose pas de fibres composantes séparées et pures ayant servi à la fabrication de l'article soumis à l'analyse, il faut adopter les valeurs moyennes de b_1 et de b_2 résultant d'essais effectués sur des fibres pures semblables à celles contenues dans le mélange examiné.

Si le prétraitement normal par extraction à l'éther de pétrole et à l'eau est appliqué, on peut en général négliger les facteurs de correction b_1 et b_2 sauf dans le cas du coton écreu, du lin écreu et du chanvre écreu, où l'on admet conventionnellement que la perte due au prétraitement est égale à 4 % et dans le cas du polypropylène où l'on admet conventionnellement qu'elle est égale à 1 %.

Dans le cas des autres fibres, on admet conventionnellement de ne pas tenir compte dans les calculs de la perte au prétraitement.

II. METHODE D'ANALYSE QUANTITATIVE PAR SEPARATION MANUELLE

II.1. Champ d'application

La méthode s'applique aux fibres textiles quelle que soit leur nature à condition qu'elles ne forment pas un mélange intime et qu'il soit possible de les séparer à la main.

II.2. Principe

Après avoir identifié les composants du textile, on élimine d'abord les matières non fibreuses par un prétraitement approprié puis on sépare les fibres à la main, on les sèche et on les pèse pour calculer la proportion de chaque fibre dans le mélange.

II.3. Matériel nécessaire

II.3.1. Pèse-filtres ou tout autre appareillage donnant des résultats identiques.

II.3.2. Dessiccateur contenant du gel de silice coloré au moyen d'un indicateur.

II.3.3. Etuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 ± 3 °C.

II.3.4. Balance analytique sensible à 0,0002 g.

II.3.5. Appareil d'extraction Soxhlet ou appareillage permettant un résultat identique.

II.3.6. Aiguille.

II.3.7. Torsiomètre ou appareil équivalent.

I.8.2. Berekening van het percentage van het gewicht van het onoplosbare bestanddeel na toepassing van de overeengekomen percentages en van de eventuele correctiefactoren waarbij rekening wordt gehouden met het gewichtsverlies door de voorbehandeling.

P_{1A} is het percentage van het onoplosbare bestanddeel waarbij rekening wordt gehouden met het overeengekomen percentage en het gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling,

P_1 is het percentage van het zuivere en droge onoplosbare bestanddeel berekend volgens de in punt I.8.1 vermelde formule,

a_1 is het overeengekomen percentage van het onoplosbare bestanddeel (bijlage II van het koninklijk besluit van 14 maart 2007 inzake textielbenamingen),

a_2 is het overeengekomen percentage van het oplosbare bestanddeel (bijlage II van het koninklijk besluit van 14 maart 2007 inzake textielbenamingen),

b_1 is het percentageverlies van het oplosbare bestanddeel door de voorbehandeling,

b_2 is het percentageverlies van het oplosbare bestanddeel door de voorbehandeling.

Het percentage van het tweede bestanddeel ($P_{2A} \%$) is gelijk aan $100 - P_{1A} \%$.

Ingeval een speciale voorbehandeling wordt toegepast moet de waarde van b_1 en b_2 zo mogelijk worden bepaald door elk der samenstellende zuivere vezels de bij de analyse toegepaste voorbehandeling te doen ondergaan. Onder zuivere vezels worden verstaan vezels, ontdaan van alle niet-vezelbestanddelen, met uitzondering van die welke er normaal in aanwezig zijn (hetzij door hun aard, hetzij als gevolg van het gebruikte fabricageproces), in de toestand (ongebleet, gebleekt) waarin zij in het te analyseren artikel voorkomen.

Beschikt men niet over afzonderlijke en zuivere vezelbestanddelen welke bij de vervaardiging van het te analyseren artikel zijn gebruikt, dan moeten voor b_1 en b_2 de gemiddelde waarden worden aangenomen die men verkrijgt uit proeven, uitgevoerd met zuivere vezels welke gelijken op die welke het te analyseren mengsel bevat.

Wordt de gewone extractie met petroleumether en water bestaande voorbehandeling toegepast, dan kunnen de correctiefactoren b_1 en b_2 meestal worden verwaarloosd, behalve voor ongebleekte katoen, ongebleekt vlas of linnen en ongebleekte hennep, waarbij wordt aangenomen dat het verlies bij de voorbehandeling gelijk is aan 4 % en voor polypropreen waarbij wordt aangenomen dat het verlies gelijk is aan 1 %.

Voor de andere vezels wordt bij de berekeningen geen rekening gehouden met het verlies bij de voorbehandeling.

II. KWANTITATIEVE ANALYSEMETHODE DOOR SCHEIDING MET DE HAND

II.1. Toepassingsgebied

De methode geldt voor textielvezels, ongeacht hun aard, op voorwaarde dat zij niet innig met elkaar gemengd zijn en dat het mogelijk is ze met de hand te scheiden.

II.2. Principe

Na identificering van de bestanddelen van het weefsel, worden eerst door een geschikte voorbehandeling de niet-vezelbestanddelen verwijderd en vervolgens worden de vezels met de hand gescheiden; deze daarna laten drogen en wegen om het aandeel van elke vezel in het mengsel te bepalen.

II.3. Apparatuur

II.3.1. Weegflesje of elk ander flesje waarmee identieke resultaten worden verkregen.

II.3.2. Exsiccator voorzien van gekleurd silicagel als indicator.

II.3.3. Droogstoof met ventilatie voor het drogen van de monsters bij 105 ± 3 °C.

II.3.4. Analysebalans nauwkeurig tot op 0,0002 g.

II.3.5. Extractieapparaat volgens Soxhlet of apparatuur waarmee identieke resultaten kunnen worden verkregen.

II.3.6. Naald.

II.3.7. Twistmeter of gelijkwaardig apparaat.

II.4. Réactifs

II.4.1. Ether de pétrole redistillé bouillant entre 40 et 60 °C.

II.4.2. Eau distillée ou désionisée.

II.5. Atmosphère de conditionnement et d'analyse

Voir point I.4.

II.6. Echantillon réduit

Voir point I.5.

II.7. Prétraitement de l'échantillon réduit

Voir point I.6.

II.8. Procédure d'analyse

II.8.1. Analyse d'un fil

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'une masse d'au moins 1 g. Dans le cas d'un fil très fin, l'analyse peut être effectuée sur une longueur minimale de 30 m quelle que soit sa masse.

Couper le fil en morceaux de longueur convenable et en isoler les éléments à l'aide d'une aiguille et, si nécessaire, du torsiomètre. Les éléments ainsi isolés seront mis dans des pèse-filtres tarés et séchés à 105 ± 3 °C, jusqu'à obtention d'une masse constante comme décrit aux points I.7.1. et I.7.2.

II.8.2. Analyse d'un tissu

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'une masse d'au moins 1 g, en dehors de la lisière, avec des bords taillés avec précision, sans effilochure, et parallèles aux fils de chaîne ou de trame ou, dans le cas de tissus à mailles, parallèles aux rangs et aux fils des mailles. Séparer les fils de nature différente, les recueillir dans des pèse-filtres tarés et procéder pour ce faire comme indiqué au point II.8.1.

II.9. Calcul et expression des résultats

Exprimer la masse de chacun des composants sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres présentes dans le mélange. Calculer les résultats sur la base des masses de fibres pures à l'état sec auxquelles on a appliqué, d'une part, les taux conventionnels et, d'autre part, les facteurs de correction nécessaires pour tenir compte des pertes de matières lors des opérations de prétraitement.

II.9.1. Calcul des pourcentages des masses sèches et pures ne tenant pas compte de la perte de masse subie par la fibre de par le prétraitement.

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

P_1 est le pourcentage du premier composant sec et pur,

m_1 est la masse sèche et pure du premier composant,

m_2 est la masse sèche et pure du deuxième composant.

II.9.2. Calcul des pourcentages de chacun des composants après avoir appliqué les taux conventionnels et les éventuels facteurs de correction qui tiennent compte des pertes de masse subies lors du prétraitement : voir I.8.2.

III.1. Précision des méthodes

La précision indiquée pour chaque méthode se rapporte à la reproductibilité.

La reproductibilité est la fidélité, c'est-à-dire l'étroitesse de l'accord entre les valeurs expérimentales obtenues dans le cas d'opérateurs travaillant dans des laboratoires différents ou à des époques différentes, chacun d'eux obtenant avec la même méthode des résultats individuels sur un produit homogène identique.

La reproductibilité est exprimée par les limites de confiance des résultats pour un seuil de confiance de 95 %.

Par cela, on entend l'écart entre deux résultats qui, dans un ensemble d'analyses effectuées dans différents laboratoires, ne serait dépassé que dans cinq cas sur cent, en appliquant normalement et correctement la méthode sur un mélange homogène identique.

II.4. Reagentia

II.4.1. Geherdistilleerde petroleumether, kookpunt tussen 40 en 60 °C.

II.4.2. Gedistilleerd of gedeïoniseerd water.

II.5. Conditionerings- en analyseatmosfeer

Zie punt I.4.

II.6. Gereduceerd monster

Zie punt I.5.

II.7. Voorbehandeling van het gereduceerde monster

Zie punt I.6.

II.8. Werkwijze voor de analyse

II.8.1. Garenanalyse

Van het voorbehandelde monster wordt een analysemonster van minstens 1 g afgenomen. Bij zeer fijne garens kan de analyse worden verricht met een monster van minstens 30 m, ongeacht het gewicht.

Het garen in stukken van geschikte lengte knippen; de bestanddelen ervan met de naald en zo nodig met behulp van de twistmeter afzonderen. Deze bestanddelen worden in gewogen weegflesjes geplaatst en gedroogd bij 105 ± 3 °C, tot het gewicht constant blijft, overeenkomstig I.7.1 en I.7.2.

II.8.2. Weefselanalyse

Van het voorbehandelde monster een analysemonster buiten de zelfkant van minstens 1 g nemen, de randen nauwkeurig afsnijden, zonder rafels, evenwijdig met de schering- of inslagdraden of, bij materiaal vervaardigd met naalden, evenwijdig met de steekrijen. De garens van verschillende aard afzonderen en in gewogen weegflesjes plaatsen overeenkomstig de werkwijze beschreven in II.8.1.

II.9. Berekening en weergave van de resultaten

Het gewicht van elk bestanddeel uitdrukken als percentage van het totale gewicht van de in het mengsel aanwezige vezels. De resultaten berekenen op basis van de gewichten aan zuivere vezels in droge toestand waarop de percentages zijn toegepast en waarop de vereiste correctiefactoren worden toegepast voor gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling.

II.9.1. Berekening van het percentage zuiver drooggewicht, waarbij geen rekening wordt gehouden met het gewichtsverlies van de vezel door de voorbehandeling :

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

P_1 is het percentage van het eerste droge en zuivere bestanddeel,

m_1 is het drooggewicht van het eerste zuivere bestanddeel,

m_2 is het drooggewicht van het tweede zuivere bestanddeel.

II.9.2. Berekening van de percentages van elk bestanddeel na toepassing op het drooggewicht van de overeengekomen percentages en de eventuele correctiefactoren, waarbij rekening wordt gehouden met het gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling : zie I.8.2.

III.1. Nauwkeurigheid van de methoden

De nauwkeurigheid van elke methode staat in verband met de reproduceerbaarheid.

De reproduceerbaarheid is de betrouwbaarheid, dit wil zeggen de mate van overeenstemming tussen de meetwaarden, verkregen door waarnemers, op verschillende tijden of in verschillende laboratoria werkend, waarvan elk volgens dezelfde methode enkelvoudige meetresultaten verkreeg bij het onderzoek van een identiek en homogeen product.

De reproduceerbaarheid wordt uitgedrukt door de betrouwbaarheids grenzen van een resultaat bij een betrouwbaarheid van 95 %.

Hieronder wordt verstaan het verschil tussen twee resultaten, dat bij een universum van analyses uitgevoerd in verschillende laboratoria slechts in gemiddeld vijf gevallen op de honderd overschreden zou worden, bij normale en correcte toepassing van de methode op een homogeen, identiek mengsel.

III.2. Rapport d'analyse

III.2.1. Indiquer que l'analyse a été effectuée conformément à la présente méthode.

III.2.2. Fournir des renseignements détaillés concernant les prétraitements spéciaux (voir point I.6).

III.2.3. Indiquer les résultats individuels ainsi que la moyenne arithmétique à la première décimale.

III.2. Analyserapport

III.2.1. Aangegeven dient te worden dat de analyse is uitgevoerd overeenkomstig de hier beschreven methode.

III.2.2. Er dienen gedetailleerde gegevens te worden verstrekt over de speciale voorbehandelingen (zie punt I.6).

III.2.3. De enkelvoudige resultaten en het rekenkundig gemiddelde moeten op een decimaal nauwkeurig worden aangegeven.

2. METHODES PARTICULIÈRES — TABLEAU RECAPITULATIF

Méthode	Champ d'application		Réactif
n° 1	Acétate	Certaines autres fibres	Acétone
n° 2	Certaines fibres protéiniques	Certaines autres fibres	Hypochlorite
n° 3	Viscose, cupro ou certains types de modal	Coton	Acide formique et chlorure de zinc
n° 4	Polyamide ou nylon	Certaines autres fibres	Acide formique à 80 %
n° 5	Acétate	Triacétate	Alcool benzylique
n° 6	Triacétate ou polylactide	Certaines autres fibres	Dichlorométhane
n° 7	Certaines fibres cellulosiques	Polyester ou élastomultiester	Acide sulfurique à 75 %
n° 8	Acryliques, certains modacryliques ou certaines chlorofibres	Certaines autres fibres	Diméthylformamide
n° 9	Certaines chlorofibres	Certaines autres fibres	Sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5
n° 10	Acétate	Certaines chlorofibres	Acide acétique glacial
n° 11	Soie	Laine ou poils	Acide sulfurique à 75 %
n° 12	Jute	Certaines fibres d'origine animale	Méthode par dosage de l'azote
n° 13	Polypropylène	Certaines autres fibres	Xylène
n° 14	Certaines autres fibres	Chlorofibres (à base d'homopolymères de chlorure de vinyle)	Acide sulfurique concentré
n° 15	Chlorofibres, certains modacryliques, certains élasthannes, acétate, triacétate	Certaines autres fibres	Cyclohexanone

2. BIJZONDERE METHODEN — SAMENVATTENDE TABEL

Methode	Toepassingsgebied		Reagens
nr. 1	Acetaat	Bepaalde andere vezels	Aceton
nr. 2	Bepaalde proteïnevezels	Bepaalde andere vezels	Hypochloriet
nr. 3	Viscose, cupro of bepaalde modaltypen	Katoen	Mierenzuur en zinkchloride
nr. 4	Polyamide of nylon	Bepaalde andere vezels	80 % mierenzuur
nr. 5	Acetaat	Triacetaat	Benzylalcohol
nr. 6	Triacetaat of polylactide	Bepaalde andere vezels	Dichloormethaan
nr. 7	Bepaalde cellulosevezels	Polyester of elastomultiester	75 % zwavelzuur
nr. 8	Acrylvezels, bepaalde modacrylvezels of bepaalde chloorvezels	Bepaalde andere vezels	Diméthylformamide
nr. 9	Bepaalde chloorvezels	Bepaalde andere vezels	Zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5
nr. 10	Acetaat	Bepaalde chloorvezels	Ijsazijn
nr. 11	Zijde	Wol of haar	75 % zwavelzuur
nr. 12	Jute	Bepaalde dierlijke vezels	Methode door middel van stikstofbepaling
nr. 13	Polypropreen	Bepaalde andere vezels	Xyleen
nr. 14	Chloorvezels (homopolymeren van vinylchloride)	Bepaalde andere vezels	Methode met behulp van geconcentreerd zwavelzuur
nr. 15	Chloorvezels, bepaalde modacrylsoorten, bepaalde elastanen, acetaat, triacetaat	Bepaalde andere vezels	Cyclohexanon

METHODE N° 1
ACETATE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acétone)

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode s'applique, après avoir éliminé les matières non fibreuses, à des mélanges binaires de :

1. acétate (19)
avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), lin (7), chanvre (8), jute (9), abaca (10), alfa (11), coco (12), genêt (13), ramie (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), protéinique (23), viscosse (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (34) et élastomultiester (45).

Il est bien certain que cette méthode ne s'applique pas à l'acétate désacétylé en surface.

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate sont dissoutes à l'aide d'acétone à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, éventuellement corrigée, est exprimée sous forme d'un pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage d'acétate sec est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

Fioles coniques d'au moins 200 ml munies d'un bouchon rodé.

3.2. Réactif

Acétone

4. MODE OPERATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter 100 ml d'acétone par gramme de spécimen contenu dans la fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, secouer la fiole, laisser pendant 30 minutes à la température ambiante en agitant de temps en temps et décanter ensuite le liquide à travers le creuset filtrant taré.

Répéter ce traitement encore deux fois (trois extractions au total), mais uniquement pendant 15 minutes chaque fois, de manière à ce que le temps total du traitement acétonique soit d'une heure. Transvaser le résidu dans le creuset filtrant. Laver le résidu dans le creuset filtrant au moyen d'acétone, en s'aidant du vide. Remplir à nouveau le creuset d'acétone que l'on laisse ensuite s'écouler naturellement, sans suction.

Finalement, assécher le creuset à l'aide du vide, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 2
CERTAINES FIBRES PROTEINIQUES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'hypochlorite)

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. certaines fibres protéiniques, à savoir laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), protéinique (23)
avec

2. coton (5), cupro (21), viscosse (25), acrylique (26), chlorofibre (27), polyamide ou nylon (30), polyester (34), polypropylène (36), élasthanne (42), verre textile (43) et élastomultiester (45).

Si des fibres protéiniques différentes sont présentes, la méthode en fournit leur quantité globale, mais non leur pourcentage individuel.

METHODE NR. 1
ACETAAT EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

(Methode met behulp van aceton)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. acetaat (19)
met

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), linnen (7), hennep (8), jute (9), abaca (10), alfa (11), kokos (12), brem (13), ramee (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), proteïne (23), viscosse (25), acryl (26), polyamide of nylon (30), polyester (34) en elastomultiester (45).

Het is duidelijk dat deze methode niet van toepassing is op aan de oppervlakte gedeacetyleerd acetaat.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acetaatvezels opgelost met behulp van aceton. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge acetaat wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

Erlenmeyers van 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. Reagens

Aceton.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemeen gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan :

Per gram van het analysemonster in een erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop, 100 ml aceton toevoegen, schudden, gedurende 30 minuten onder af en toe schudden bij kamertemperatuur laten staan en vervolgens de vloeistof decanteren in de gewogen filterkroes.

Deze behandeling nog tweemaal herhalen (drie extracties in totaal), doch telkens slechts gedurende 15 minuten, zodat de behandeling met aceton in totaal een uur duurt. Daarna het residu in de filterkroes overbrengen. Het residu in de filterkroes onder afzuiging wassen met aceton. De filterkroes nogmaals met aceton vullen en zonder afzuigen laten doorlopen.

Tenslotte de filterkroes afzuigen, filterkroes met residu in de droogstoof drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » bedraagt 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 2
BEPAAALDE EIWITVEZELS EN BEPAAALDE ANDERE VEZELS

(Hypochlorietmethode)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode is, na verwijdering van niet-vezelbestanddelen, geschikt voor binaire mengsels van :

1. bepaalde eiwitvezels zoals : wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), proteïne (23)

met

2. katoen (5), cupro (21), viscosse (25), acryl (26), chloorvezel (27), polyamide of nylon (30), polyester (34), polypropyleen (36), elastaan (42), glasvezel (43) en elastomultiester (45).

Wanneer meer dan één soort eiwitvezel aanwezig is levert deze methode de totale hoeveelheid, maar niet de afzonderlijke gehalten daarvan.

2. PRINCIPE

Les fibres protéiniques sont dissoutes à l'aide d'une solution d'hypochlorite à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec. Le résidu est recueilli, lavé, séché puis pesé. Sa masse - éventuellement corrigée - est exprimée en pourcentage de la masse sèche du mélange. Le pourcentage de fibres protéiniques sèches est obtenu par différence.

Pour préparer la solution d'hypochlorite, on peut utiliser de l'hypochlorite de lithium ou de l'hypochlorite de sodium.

L'hypochlorite de lithium est indiqué lorsque le nombre d'analyses est faible ou lorsque les analyses sont effectuées à intervalles assez longs. L'hypochlorite de lithium solide présente en effet, contrairement à l'hypochlorite de sodium, une teneur en hypochlorite pratiquement constante. Si elle est connue, il n'est plus nécessaire de la contrôler par iodométrie lors de chaque analyse, et l'on peut travailler avec des reprises d'essai d'hypochlorite de lithium constantes.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

- i) Fiоле conique de 250 ml avec bouchon en verre rodé.
- ii) Thermostat réglable à 20 (\pm 2) °C.

3.2. Réactifs

- i) Réactif à base d'hypochlorite
 - a) Solution d'hypochlorite de lithium

Ce réactif est constitué d'une solution fraîchement préparée, d'une teneur en chlore actif de 35 (\pm 2) g/l (environ 1 M) à laquelle a été ajouté de l'hydroxyde de sodium préalablement dissous à raison de 5 (\pm 0,5) g/l. Pour préparer la solution, dissoudre 100 g d'hypochlorite de lithium présentant une teneur en chlore actif de 35 % (ou 115 g avec une teneur en chlore actif de 30 %) dans environ 700 ml d'eau distillée. Ajouter 5 g d'hydroxyde de sodium dissous dans environ 200 ml d'eau distillée et compléter à 1 l avec H₂O distillée. Il n'est pas nécessaire de contrôler par iodométrie cette solution fraîchement préparée.

b) Solution d'hypochlorite de sodium

Cette solution est constituée d'une solution fraîchement préparée d'une teneur en chlore actif de 35 (\pm 2) g/l (environ 1 M) à laquelle a été ajouté de l'hydroxyde de sodium préalablement dissous à raison de 5 (\pm 0,5) g/l. Vérifier par iodométrie, avant chaque analyse, le titre de la solution en chlore actif.

ii) Acide acétique dilué

Etendre 5 ml d'acide acétique glacial à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPERATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités et procéder comme suit. Introduire environ 1 g de l'échantillon dans la fiole de 250 ml; ajouter environ 100 ml de solution d'hypochlorite (hypochlorite de lithium ou de sodium). Agiter vigoureusement pour bien humecter l'échantillon.

Placer ensuite la fiole dans un thermostat à 20 °C pendant 40 minutes. Au cours de ce laps de temps, agiter en permanence, ou, tout au moins, fréquemment et à intervalles réguliers. Etant donné le caractère exothermique de la dissolution de la laine, la chaleur de réaction doit être répartie et évacuée de cette manière pour éviter d'importantes erreurs éventuelles dues à l'attaque des fibres insolubles.

A la fin des 40 minutes, filtrer le contenu de la fiole à travers un creuset filtrant en verre taré. Rincer la fiole au moyen d'un peu de réactif à l'hypochlorite pour enlever les fibres éventuellement encore présentes et verser le tout dans le creuset filtrant. Vider le creuset filtrant par dépression; laver le résidu successivement à l'eau, à l'acide acétique dilué, puis de nouveau à l'eau. Au cours de cette opération, assécher le creuset par dépression après chaque adjonction de liquide, en attendant toutefois que le liquide se soit écoulé sans application de vide.

Finalement assécher le creuset par dépression, puis sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats selon la méthode exposée dans les généralités. Le coefficient de correction « d » a la valeur 1,00. Il a la valeur 1,01 pour le coton, la viscose, le modal, et la valeur 1,03 pour le coton écru.

6. PRECISION DE LA METHODE

Dans le cas de mélanges homogènes de fibres textiles, les limites de confiance des résultats obtenus par la présente méthode ne sont pas supérieures à \pm 1, pour un seuil de confiance de 95 %.

2. PRINCIPE

Uit een monster met een bekend drooggewicht worden de eiwitvezels met een hypochlorietoplossing in oplossing gebracht. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht wordt eventueel gecorrigeerd en uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het gehalte aan droog eiwitvezel wordt berekend uit het verschil.

Voor de bereiding van de hypochlorietoplossing kan lithiumhypochloriet of natriumhypochloriet worden gebruikt.

Lithiumhypochloriet heeft de voorkeur wanneer het aantal analyses klein is of wanneer tussen opeenvolgende analyses veel tijd verloopt. De reden hiervoor is dat vast lithiumhypochloriet in tegenstelling tot natriumhypochloriet een vrijwel constant hypochlorietgehalte heeft. Indien dit gehalte eenmaal bekend is behoeft het niet bij elke analyse opnieuw jodometrisch te worden bepaald maar kan steeds dezelfde hoeveelheid lithiumhypochloriet worden ingewogen.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

- i) 250 ml erlenmeyerkolven met ingeslepen glazen stop.
- ii) Thermostaat, instelbaar op 20 (\pm 2) °C.

3.2. Reagentia

- i) Hypochlorietreagens
 - a) Lithiumhypochlorietoplossing

Dit is een vers bereide oplossing met 35 (\pm 2) g/l actief chloor (\pm 1 M) waaraan 5 (\pm 0,5) g/l vooraf opgelost natriumhydroxide is toegevoegd. Hiertoe wordt 100 g lithiumhypochloriet met 35 % actief chloor (of 115 g met 30 % actief chloor) opgelost in ongeveer 700 ml gedestilleerd water, wordt hieraan 5 g in ongeveer 200 ml gedestilleerd water opgelost natriumhydroxide toegevoegd en het geheel tot 1 l aangevuld. Het is niet nodig de vers bereide oplossing jodometrisch te controleren.

b) Natriumhypochlorietoplossing

Dit is een vers bereide oplossing met 35 (\pm 2) g/l actief chloor (\pm 1 M) waaraan 5 (\pm 0,5) g/l vooraf opgelost natriumhydroxide is toegevoegd. Kort voor elke analyse moet het actief chloorgehalte van de oplossing jodometrisch worden gecontroleerd.

ii) Verdund azijnzuur

5 ml ijsazijn wordt met water tot 1 l aangevuld.

4. WERKWIJZE

Met inachtneming van de aanwijzingen van het algemene gedeelte wordt als volgt te werk gegaan: ongeveer 1 g monster wordt in een 250 ml-kolf met ongeveer 100 ml hypochlorietoplossing (lithium- of natriumhypochloriet) goed geschud zodat het monster geheel onder de vloeistof staat.

Vervolgens wordt de kolf 40 minuten in een thermostaatbad op 20 °C gehouden en daarbij continu of met korte tussenpozen geschud. Het oplossen van wol verloopt exotherm en dus moet de reactiewarmte door schudden in de thermostaat worden verdeeld en afgevoerd, omdat anders grote fouten kunnen ontstaan doordat bij hogere temperaturen andere onoplosbare vezels kunnen worden aangetast.

Na 40 minuten wordt de inhoud van de kolf door een glasfilterkroes van bekend gewicht gefiltreerd; eventuele in de kolf achtergebleven vezels worden met wat hypochlorietoplossing in de filterkroes gespoeld. De vloeistof wordt door afzuigen verwijderd en het residu wordt achtereenvolgens met water, verdund azijnzuur en nogmaals met water gewassen; hierbij laat men de vloeistof eerst zonder afzuigen doorlopen en pas daarna wordt het restant afgezogen.

Tenslotte wordt de filterkroes met het residu gedroogd, afgekoeld en gewogen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten worden berekend zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De correctiefactor « d » heeft de waarde 1,00; voor katoen, viscose en modal 1,01 en voor ecru katoen 1,03.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheidsgrenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan \pm 1 bij een betrouwbaarheid van 95 %.

METHODE N° 3

VISCOSE, CUPRO OU CERTAINS TYPES DE MODAL ET COTON
(Méthode à l'acide formique et au chlorure de zinc)

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente méthode s'applique, après avoir éliminé les matières non fibreuses, à des mélanges binaires de :

1. viscose (25) ou cupro (21), y compris certains types de modal (22) avec
2. coton (5).

Si on constate la présence d'une fibre modal, il est nécessaire d'effectuer un test préliminaire pour vérifier si cette fibre est soluble dans le réactif.

Cette méthode n'est pas applicable aux mélanges dans lesquels le coton a subi une dégradation chimique excessive ni lorsque la viscose ou le cupro est rendue incomplètement soluble par la présence de certains colorants ou d'apprêts qui ne peuvent être éliminés complètement.

2. PRINCIPE

Les fibres de viscose, de cupro ou de modal sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec à l'aide d'un réactif composé d'acide formique et de chlorure de zinc. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; après correction, sa masse est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de viscose, de cupro ou de modal sec est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

- i) Fioles coniques d'au moins 200 ml munies d'un bouchon rodé.
- ii) Dispositif permettant de maintenir les fioles à 40 ± 2 °C.

3.2. Réactifs

i) Solution contenant 20 g de chlorure de zinc anhydre fondu et 68 g d'acide formique anhydre portée à 100 g avec de l'eau (soit 20 parties en masse de chlorure de zinc anhydre fondu dans 80 parties en masse d'acide formique à 85 % en masse).

A cet égard, l'attention est attirée sur l'annexe II, I, point 1.3.2.2., prescrivant que tous les réactifs utilisés doivent être chimiquement purs; en outre, il est nécessaire d'utiliser uniquement du chlorure de zinc anhydre fondu.

ii) Solution d'hydroxyde d'ammonium : diluer 20 ml d'une solution concentrée d'ammoniaque (masse volumique : 0,880 g/ml) à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPERATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités et procéder comme suit : introduire immédiatement le spécimen dans la fiole préchauffée à 40 °C. Ajouter 100 ml de solution d'acide formique et de chlorure de zinc préchauffée à 40 °C, par g de spécimen. Boucher la fiole et secouer. Maintenir la fiole et son contenu à 40 °C pendant deux heures et demi en agitant deux fois à intervalles d'une heure. Filtrer le contenu de la fiole à travers un creuset filtrant taré et transférer dans le creuset, à l'aide du réactif, les fibres éventuellement présentes dans la fiole. Rincer avec 20 ml de réactif. Laver à fond le creuset et le résidu à l'aide d'eau à 40 °C.

Rincer le résidu fibreux avec environ 100 ml de solution froide d'ammoniaque (3.2.ii), en s'assurant que ce résidu reste totalement immergé dans la solution pendant 10 minutes. Pour assurer l'immersion pendant 10 minutes du résidu fibreux dans la solution d'ammoniaque on peut, par exemple, adapter au creuset filtrant une allonge avec un robinet permettant de régler l'écoulement de l'ammoniaque.

Puis rincer à fond avec de l'eau froide. Ne pas appliquer le vide avant que le liquide de lavage ne se soit écoulé par gravité. Eliminer enfin l'excédant de liquide à l'aide du vide, sécher le creuset et son résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » pour le coton est de 1,02.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 2 , pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE NR. 3

VISCOSE, CUPRO OF BEPAALDE MODALTYPEN EN KATOEN
(Methode met behulp van mierenzuur en zinkchloride)

1. TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. viscose (25) of cupro (21) inclusief bepaalde typen modal (22) met
2. katoen (5).

Indien de aanwezigheid van een modalvezel wordt vastgesteld, moet door een voorafgaande proef worden geverifieerd of deze vezel in het reagens oplost.

Deze methode geldt niet voor mengsels waarin de katoen chemisch sterk is aangetast en evenmin in de gevallen waarin de viscose of de cupro gedeeltelijk onoplosbaar is geworden door de aanwezigheid van bepaalde reactieve kleurstoffen of van permanente finishes, die niet volledig kunnen worden verwijderd.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de viscose, cupro- of modalvezels opgelost met behulp van een reagens bestaande uit mierenzuur en zinkchloride. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge viscose, cupro of modal wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

- i) Erlenmeyers van minstens 200 ml met ingeslepen stop.
- ii) Apparaat om de erlenmeyers op een temperatuur van 40 ± 2 °C te houden.

3.2. Reagentia

i) Een waterige oplossing die 20 g gesmolten watervrij zinkchloride en 68 g watervrij mierenzuur per 100 g oplossing bevat (d. w. z. 20 gewichtsdelen gesmolten watervrij zinkchloride op 80 gewichtsdelen mierenzuur van 85 gewichtsprocenten).

In dit verband wordt de aandacht gevestigd op bijlage II, I, punt 1.3.2.2., waarin wordt voorgeschreven dat alle gebruikte reagentia chemisch zuiver moeten zijn; voorts is het noodzakelijk uitsluitend gebruik te maken van gesmolten watervrij zinkchloride.

ii) Ammoniumhydroxydeoplossing : 20 ml van een geconcentreerde ammoniakoplossing (volumetrische massa : 0,880 g/ml) met water verdunnen tot 1 l.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan : het analysemonster onmiddellijk in de vooraf tot 40 °C verwarmde erlenmeyer brengen, 100 ml van de tot 40 °C voorverwarmde oplossing van zinkchloride in mierenzuur per g analysemonster toevoegen. De erlenmeyer sluiten en schudden. De erlenmeyer met inhoud gedurende 2 ½ uur op een temperatuur van 40 °C houden en tweemaal schudden met een tussenpoos van één uur. De inhoud van de erlenmeyer filteren door een vooraf gewogen filterkroes en hierin met behulp van het reagens de eventueel in de erlenmeyer achtergebleven vezels overbrengen. Spoelen met 20 ml reagens. De filterkroes en het residu grondig wassen met behulp van water van 40 °C.

Het vezelresidu spoelen met ongeveer 100 ml koude ammoniakoplossing (3.2. ii) en er hierbij voor zorgen dat dit residu gedurende tien minuten geheel is ondergedompeld in de oplossing. Teneinde de onderdompeling gedurende tien minuten van het vezelresidu in de ammoniakoplossing te verzekeren, kan men bijvoorbeeld de filterkroeshouder voorzien van een uitloop met kraantje, waarmee het wegvloeien van de ammoniakoplossing kan worden geregeld.

Vervolgens grondig met koud water spoelen. Niet afzuigen alvorens de wasvloeistof uit zichzelf is doorgelopen. Vervolgens de resterende vloeistof door af te zuigen verwijderen, de filterkroes en het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » voor katoen bedraagt 1,02.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 2 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE N° 4
POLYAMIDE OU NYLON ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acide formique à 80 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. polyamide ou nylon (30)

avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrylique (26), chlorofibre (27), polyester (34), polypropylène (36), verre textile (43) et élastomultiester (45).

Comme indiqué ci-dessus, cette méthode est applicable aux mélanges contenant de la laine, mais, quand la proportion de cette dernière est supérieure à 25 %, on devra appliquer la méthode n° 2 (dissolution de la laine dans la solution d'hypochlorite de sodium alcalin).

2. PRINCIPE

Les fibres de polyamide sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec à l'aide d'acide formique. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de polyamide ou nylon sec est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux décrits dans les généralités)

3.1. Appareillage

Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

3.2. Réactifs

i) Acide formique à 80 % en masse, densité à 20 °C : 1,186. Amener 880 ml d'acide formique à 90 % en masse, densité à 20 °C : 1,204, à 1 l avec de l'eau. Ou encore, amener 780 ml d'acide formique entre 98 et 100 % en masse, densité à 20 °C : 1,220, à 1 l avec de l'eau.

La concentration n'est pas critique entre 77 et 83 % en masse d'acide formique.

ii) Ammoniaque diluée : amener 80 ml d'ammoniaque concentrée (densité à 20 °C : 0,880) à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPERATOIRE

Suivre le processus décrit dans les généralités et procéder comme suit :

Le spécimen, placé dans la fiole conique d'au moins 200 ml, est additionné de 100 ml d'acide formique par gramme de spécimen. Boucher, agiter pour mouiller le spécimen. Laisser reposer pendant 15 minutes à température ambiante en agitant de temps en temps. Filtrer le contenu de la fiole sur un creuset filtrant taré, passer toutes les fibres dans le creuset par lavage de la fiole avec un peu d'acide formique. Assécher le creuset par succion et laver le résidu sur le filtre, successivement avec de l'acide formique, de l'eau chaude, de l'ammoniaque diluée et finalement avec de l'eau froide. Assécher le creuset par succion après chaque addition. Ne pas appliquer la succion tant que chaque solution de lavage s'écoule par gravité. Finalement, assécher le creuset par succion, le sécher avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE NR. 4
POLYAMIDE OF NYLON EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

(Methode met 80 % mierenzuur)

1. TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. polyamide of nylon (30)

met

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), katoen (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acryl (26), chloorvezel (27), polyester (34), polypropene (36), glasvezel (43) en elastomultiester (45).

Zoals hierboven vermeld geldt deze methode voor mengsels die wol bevatten, doch wanneer het wolgehalte hoger ligt dan 25 % moet de methode nr. 2 worden toegepast (oplossen van de wol in een alkalische natrium-hypochlorietoplossing).

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de polyamidevezels opgelost met behulp van mierenzuur. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge polyamide of nylon wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. Reagentia

i) Mierenzuur van 80 gewichtsprocenten, dichtheid bij 20 °C : 1,186. Vul 880 ml mierenzuur van 90 gewichtsprocenten, dichtheid bij 20 °C : 1,204, met water aan tot 1 liter of vul 780 ml mierenzuur van 98-100 gewichtsprocenten, dichtheid bij 20 °C : 1,220, aan met water tot 1 liter.

De concentratie is niet kritisch tussen 77 en 83 gewichtsprocenten mierenzuur.

ii) Verdunde ammonia : vul 80 ml geconcentreerde ammonia (dichtheid bij 20 °C : 0,880) met water aan tot 1 liter.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemeen gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan :

Bij het analysemonster wordt in de erlenmeyer van 200 ml, 100 ml mierenzuur per gram analysemonster gevoegd. Sluiten. Schudden om het monster te bevochtigen. Gedurende 15 minuten laten staan bij kamertemperatuur en van tijd tot tijd schudden. De inhoud van de erlenmeyer filteren door een gewogen filterkroes en alle vezels overbrengen in de filterkroes door de erlenmeyer met een weinig mierenzuur uit te spoelen. De filterkroes afzuigen en het residu op het filter achtereenvolgens wassen met mierenzuur, warm water en verdunde ammonia en tenslotte met koud water. Na elke wasbehandeling de filterkroes afzuigen. Niet afzuigen zolang de wasoplossing uit zichzelf doorloopt. Tenslotte de filterkroes afzuigen en samen met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » is gelijk aan 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE N° 5
ACETATE ET TRIACETATE

(Méthode à l'alcool benzylique)

1. CHAMP D'APPLICATION

La méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. acétate (19)

avec

2. triacétate (24).

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange, à l'état sec, au moyen d'alcool benzylique à 52 ± 2 °C. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée en pourcentage de la masse à l'état sec du mélange. Le pourcentage d'acétate sec est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Agitateur mécanique.

iii) Thermostat ou autre permettant de maintenir la fiole à la température de 52 ± 2 °C.

3.2. Réactifs

i) Alcool benzylique

ii) Alcool éthylique

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter à la prise d'essai contenue dans la fiole conique, 100 ml d'alcool benzylique par gramme de spécimen.

Insérer le bouchon, fixer la fiole sur le dispositif d'agitation de manière à ce qu'elle plonge dans le bain d'eau maintenu à 52 ± 2 °C et agiter pendant 20 minutes à cette température.

(On peut éventuellement remplacer l'agitation mécanique par une agitation manuelle vigoureuse).

Décanté le liquide à travers le creuset filtrant taré. Ajouter dans la fiole une nouvelle portion d'alcool benzylique et agiter de nouveau à 52 ± 2 °C durant vingt minutes.

Décanté à travers le creuset. Répéter ce cycle d'opérations une troisième fois.

Verser enfin le liquide et le résidu dans le creuset; transférer les fibres qui pourraient rester dans la fiole, par addition d'une quantité supplémentaire d'alcool benzylique porté à 52 ± 2 °C. Essorer à fond le creuset.

Transférer les fibres dans une fiole, ajouter de l'alcool éthylique pour le rinçage; après agitation manuelle, décanter à travers le creuset filtrant.

Répéter cette opération de rinçage deux ou trois fois. Transférer le résidu dans le creuset et essorer à fond. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE NR. 5
ACETAAT EN TRIACETAAT

(Methode met behulp van benzylalcohol)

1. TOEPASSINGSGEBIED

De methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. acetaat (19)

met

2. triacetaat (24).

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acetaatvezels opgelost met behulp van benzylalcohol bij 52 ± 2 °C. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge acetaat wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

i) Erlenmeyer van ten minste 200 ml met ingeslepen stop.

ii) Mechanische schudinrichting.

iii) Thermostaat of ander apparaat dat de temperatuur van de erlenmeyer op 52 ± 2 °C kan houden.

3.2. Reagens

i) Benzylalcohol

ii) Ethylalcohol

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan :

Aan het analysemonster in de erlenmeyer 100 ml benzylalcohol per gram monster toevoegen.

De erlenmeyer sluiten en op zodanige wijze op de schudmachine bevestigen dat hij volledig wordt ondergedompeld in water dat op 52 ± 2 °C wordt gehouden; gedurende 20 minuten bij deze temperatuur schudden.

(Men kan het mechanisch schudden eventueel vervangen door flink schudden met de hand).

De vloeistof decanteren in de gewogen filterkroes. Een hoeveelheid benzylalcohol in de erlenmeyer brengen en opnieuw gedurende 20 minuten schudden bij 52 ± 2 °C.

Decanteren in de kroes. Deze behandeling nog een derde maal herhalen.

Tenslotte de vloeistof en het residu in de kroes overbrengen; de vezels die eventueel in de erlenmeyer zijn achtergebleven, worden overgebracht met behulp van een extra hoeveelheid benzylalcohol van 52 ± 2 °C. De kroes volledig afzuigen.

De vezels overbrengen in een erlenmeyer, ethylalcohol toevoegen om te spoelen; na schudden met de hand, decanteren in de filterkroes.

Deze spoelbehandeling twee- of driemaal herhalen. Het residu overbrengen in de kroes en volledig afzuigen. De kroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » bedraagt 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE N° 6
TRIACETATE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au dichlorométhane)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. triacétate (24) ou de polylactide (33a)
avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (21), modal (22), viscosse (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (34), verre textile (43) et élastomultiester (45).

Observation : Les fibres de triacétate partiellement saponifiées par un apprêt spécial cessent d'être complètement solubles dans le réactif. Dans ce cas, la méthode n'est pas applicable.

2. PRINCIPE

Les fibres de triacétate ou de polylactide sont dissoutes à partir d'une masse connue de mélange à l'état sec au moyen de dichlorométhane. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de triacétate ou de polylactide sec est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

Flûte conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

3.2. Réactif

Dichlorométhane (chlorure de méthylène)

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une flûte conique de 200 ml munie d'un bouchon rodé, 100 ml de dichlorométhane par gramme de spécimen, insérer le bouchon, agiter le flacon toutes les 10 minutes pour bien humecter le spécimen et laisser reposer le flacon pendant 30 minutes à température ambiante en agitant à intervalles réguliers. Décanter le liquide à travers le creuset filtrant taré. Ajouter 60 ml de dichlorométhane dans le flacon contenant le résidu, agiter manuellement et filtrer le contenu du flacon à travers le creuset filtrant. Transférer les fibres résiduelles dans le creuset par lavage à l'aide d'une petite quantité supplémentaire de dichlorométhane. Appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide, remplir à nouveau le creuset de dichlorométhane et laisser s'écouler le liquide par gravité.

Finalement appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide, puis traiter le résidu à l'eau bouillante pour éliminer tout le solvant, appliquer le vide, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00, sauf pour le polyester et l'élastomultiester, pour lesquels la valeur de « d » est de 1,01.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 7
CERTAINES FIBRES CELLULOSIQUES ET POLYESTER

(Méthode à l'acide sulfurique à 75 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

La méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. coton (5), lin (7), chanvre (8), ramie (14), cupro (21), modal (22), viscosse (25)
avec

2. Polyester (34) et élastomultiester (45).

2. PRINCIPE

Les fibres cellulosiques sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec à l'aide d'acide sulfurique à 75 %. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. La proportion de fibres cellulosiques sèches est obtenue par différence.

METHODE NR. 6
TRIACETAAT EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

(Méthode met behulp van dichloormethaan)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode is, na verwijdering van niet-vezelbestanddelen, geschikt voor binaire mengsels van :

1. triacetaat (24) of polylactide (33a)
met

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (21), modal (22), viscosse (25), acryl (26), polyamide of nylon (30), polyester (34), glasvezel (43) en elastomultiester (45).

Opmerking : Triacetaatvezels die gedeeltelijk zijn verzeepd door een speciale nabehandeling, zijn niet meer volledig oplosbaar in het reagens. In dit geval kan de methode niet worden toegepast.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de triacetaat- of polylactidevezels opgelost met behulp van dichloormethaan. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht wordt eventueel gecorrigeerd en uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droog triacetaat of droge polylactide wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. Reagens

Dichloormethaan (methyleenchloride)

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan :

Aan het analysemonster in een erlenmeyer van 200 ml met ingeslepen stop 100 ml dichloormethaan per gram monster toevoegen, sluiten, om de tien minuten schudden om het monster goed te bevochtigen en de erlenmeyer gedurende 30 minuten bij kamertemperatuur laten staan en met regelmatige tussenpozen schudden. De vloeistof decanteren in de vooraf gewogen filterkroes, 60 ml dichloormethaan toevoegen aan het residu in de erlenmeyer, met de hand schudden en de inhoud filteren door de filterkroes. De resterende vezels overbrengen in de filterkroes door te spoelen met een kleine extra hoeveelheid dichloormethaan. De filterkroes nogmaals vullen met dichloormethaan en de vloeistof laten doorlopen zonder af te zuigen.

Ten slotte de overmaat vloeistof afzuigen, vervolgens het residu met kokend water behandelen om het gehele resterende oplosmiddel te verwijderen, afzuigen, de kroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVEN VAN DE RESULTATEN

De resultaten worden berekend zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » bedraagt 1,00, behalve voor polyester en elastomultiester, waarvoor de waarde van « d » 1,01 bedraagt.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 7
BEPAALDE CELLULOSEVEZELS EN POLYESTER

(Méthode met behulp van 75 % zwavelzuur)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. katoen (5), vlas (7), hennep (8), ramee (14), cupro (21), modal (22), viscosse (25)

met

2. Polyester (34) en elastomultiester (45).

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de cellulosevezels opgelost met behulp van 75 % zwavelzuur. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge cellulosevezels wordt verkregen door aftrekking.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

- i) Fiole conique d'au moins 500 ml, munie d'un bouchon rodé.
- ii) Thermostat ou autre appareil permettant de maintenir le flacon à la température de 50 ± 5 °C.

3.2. Réactifs

- i) Acide sulfurique à $75 \% \pm 2$ % en masse

Préparer, en ajoutant prudemment en refroidissant, 700 ml d'acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C, à 350 ml d'eau distillée. Après refroidissement à la température ordinaire, porter le volume à 1 l avec de l'eau.

- ii) Solution d'ammoniaque diluée

Etendre 80 ml de solution d'ammoniaque de densité à 0,88 à 20 °C à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter à la prise d'essai contenue dans la fiole conique d'au moins 500 ml, munie d'un bouchon rodé, 200 ml d'acide sulfurique à 75 % par gramme de spécimen, insérer le bouchon et agiter prudemment la fiole conique pour bien humecter la prise d'essai. Maintenir le flacon à 50 ± 5 °C pendant une heure en agitant à intervalles réguliers de 10 minutes environ. Filtrer le contenu du flacon à travers un creuset filtrant taré en s'aidant du vide. Transférer les fibres résiduelles en lavant le flacon à l'aide d'un peu d'acide sulfurique à 75 %. Assécher le creuset à l'aide du vide et laver une première fois le résidu se trouvant sur le filtre en remplissant le creuset d'acide sulfurique à 75 % frais. N'appliquer le vide qu'après écoulement de l'acide par gravité.

Laver le résidu à plusieurs reprises à l'aide d'eau froide, deux fois avec la solution d'ammoniaque diluée, puis à fond avec de l'eau froide, en asséchant le creuset à l'aide du vide après chaque addition. Attendre que chaque portion de liquide de lavage se soit écoulée par gravité avant d'appliquer le vide. Eliminer enfin les dernières portions de liquide à l'aide du vide, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 8

ACRYLIQUES, CERTAINS MODACRYLIQUES
OU CERTAINES CHLOROFIBRES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au diméthylformamide)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

- 1. acryliques (26), certains modacryliques (29) ou certaines chlorofibres (27) ⁽³⁾

avec

- 2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), polyamide ou nylon (30), polyester (34) et élastomultiester (45).

Elle s'applique également aux acryliques et à certains modacryliques traités au moyen de colorants prémétallisés, mais non à ceux traités au moyen de colorants chromatables.

2. PRINCIPE

Les fibres acryliques, certains modacryliques ou certaines chlorofibres sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec au moyen de diméthylformamide à température de bain-marie bouillant. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé. Sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec et le pourcentage d'acryliques, modacryliques ou de chlorofibres sèches est obtenu par différence.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

- i) Erlenmeyer van minstens 500 ml met ingeslepen stop.
- ii) Thermostaat of ander apparaat waarmee de erlenmeyer op een temperatuur van 50 ± 5 °C kan worden gehouden.

3.2. Reagentia

- i) 75 % zwavelzuur ± 2 gewichtsprocenten :

Aan te maken door voorzichtig en onder koeling 700 ml zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20 °C toe te voegen aan 350 ml gedestilleerd water. Na afkoeling tot kamertemperatuur, het volume aanvullen tot één liter met behulp van water.

- ii) Oplossing van verdunde ammonia :

80 ml ammonia met een dichtheid van 0,88 bij 20 °C aanvullen met water tot één liter.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan :

Aan het analysemonster in een erlenmeyer van 500 ml met ingeslepen stop 200 ml van 75 % zwavelzuur per gram monster toevoegen, sluiten en de erlenmeyer voorzichtig schudden om het monster goed te bevochtigen. De erlenmeyer op een temperatuur houden van 50 ± 5 °C gedurende één uur en met regelmatige tussenpozen van ongeveer tien minuten schudden. Onder afzuiging de inhoud van de erlenmeyer filteren door een vooraf gewogen filterkroes. De overblijvende vezels overbrengen door de erlenmeyer te spoelen met een weinig 75 % zwavelzuur. De filterkroes afzuigen en het residu op het filter spoelen door deze te vullen met vers 75 % zwavelzuur. Pas afzuigen nadat het zuur uit zichzelf is doorgelopen.

Het residu herhaaldelijk wassen met koud water, tweemaal met de verdunde ammonia, vervolgens nogmaals grondig met koud water en na elke spoeling de filterkroes afzuigen. Telkens wachten tot de spoelvloeistof uit zichzelf is doorgelopen alvorens af te zuigen. Tenslotte de laatste overgebleven vloeistof afzuigen, filterkroes met residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » is gelijk aan 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 8

ACRYL, BEPAALDE MODACRYL-
OF BEPAALDE CHLOORVEZELS EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

(Methode met behulp van dimethylformamide)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

- 1. acryl (26) of bepaalde modacrylvezels (29) of bepaalde chloorvezels (27) ⁽³⁾

met

- 2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), polyamide of nylon (30), polyester (34) en elastomultiester (45).

Zij geldt eveneens voor acryl en bepaalde modacrylvezels die met metaalcomplex-kleurstoffen zijn geleverd, doch zij is niet van toepassing voor dergelijke vezels die zijn geleverd met chromeringskleurstoffen.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acrylvezels, modacrylvezels of bepaalde chloorvezels opgelost met behulp van dimethylformamide verhit in een kokend waterbad. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen. Het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel en het percentage droge acryl, modacryl of chloorvezels wordt verkregen door aftrekking.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

- i) Fiole conique d'au moins 200 ml, munie d'un bouchon rodé.
- ii) Bain-marie bouillant.

3.2. Réactif

Diméthylformamide (point d'ébullition 153 ± 1 °C) ne contenant pas plus de 0,1 % d'eau.

Ce réactif étant toxique, il est recommandé de travailler sous une hotte.

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, 80 ml de diméthylformamide par gramme de spécimen préchauffé au bain-marie bouillant, insérer le bouchon, agiter de façon à humecter à fond la prise d'essai et maintenir dans le bain-marie bouillant pendant une heure. Agiter manuellement le flacon et son contenu à cinq reprises pendant cette période, en procédant prudemment. Décanter le liquide à travers un creuset filtrant taré, en maintenant les fibres dans la fiole conique. Ajouter de nouveau 60 ml de diméthylformamide dans la fiole et chauffer encore pendant 30 minutes, agiter manuellement la fiole et son contenu à deux reprises pendant cette période, en procédant prudemment.

Filter le contenu de la fiole à travers le creuset filtrant en s'aidant du vide. Transférer les fibres résiduelles dans le creuset en lavant la fiole au moyen de diméthylformamide. Appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Laver le résidu au moyen de 1 l environ d'eau chaude à 70-80 °C, le creuset étant chaque fois rempli d'eau. Après chaque addition d'eau appliquer brièvement le vide mais seulement après que l'eau s'est écoulée spontanément. Si le liquide de lavage s'écoule trop lentement à travers le creuset, on peut appliquer un léger vide.

Sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00 sauf pour :

- la laine 1,01
- le coton 1,01
- le cupro 1,01
- le modal 1,01
- le polyester 1,01
- le élastomultiester 1,01

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 9

CERTAINES CHLOROFIBRES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

- 1. certaines chlorofibres (27), à savoir certains polychlorures de vinyle, surchlorés ou non (4)

Avec

- 2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (34), verre textile (43) et élastomultiester (45).

Si la teneur en laine ou en soie du mélange dépasse 25 %, il convient d'utiliser la méthode n° 2. Si la teneur en polyamide ou nylon dépasse 25 % dans le mélange, on utilisera la méthode n° 4.

2. PRINCIPE

Les fibres de chlorofibres sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec à l'aide du mélange azeotropique de sulfure de carbone et d'acétone. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de fibres de polychlorure de vinyle sèches est obtenu par différence.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparaat

- i) Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.
- ii) Een kokend waterbad.

3.2. Reagentia

Dimethylformamide (kookpunt 153 ± 1 °C) met niet meer dan 0,1 % water.

Daar dit reagens giftig is wordt aanbevolen te werken in een zuurkast.

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte gegeven instructies opvolgen en als volgt te werk gaan :

Aan het analysemonster in een erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop, 80 ml dimethylformamide per gram monster toevoegen, dat vooraf in een kokend waterbad is verwarmd. De stop op de erlenmeyer plaatsen, schudden om het monster goed te bevochtigen en gedurende één uur in een kokend waterbad houden. De erlenmeyer met de inhoud gedurende deze tijd vijfmaal met de hand voorzichtig schudden. De vloeistof decanteren in een vooraf gewogen filterkroes doch de vezels in de erlenmeyer houden. Nogmaals 60 ml dimethylformamide toevoegen en gedurende 30 minuten verwarmen in een kokend waterbad; de erlenmeyer gedurende deze tijd tweemaal voorzichtig met de hand schudden.

De inhoud van de erlenmeyer onder afzuiging filteren door de filterkroes. De in de erlenmeyer overgebleven vezels overbrengen in de filterkroes door de erlenmeyer nogmaals met dimethylformamide te spoelen. De overmaat aan vloeistof afzuigen. Het residu tweemaal met ongeveer 1 l water van 70 tot 80 °C wassen, waarbij de filterkroes steeds met water wordt gevuld. Na elke toevoeging van water kort afzuigen, maar pas nadat het water vanzelf is doorgelopen. Indien het waswater te langzaam door de filterkroes loopt kan een geringe onderdruk worden aangebracht.

De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten worden berekend zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde « d » bedraagt 1,00, behalve in de volgende gevallen :

- wol 1,01
- katoen 1,01
- cupro 1,01
- modal 1,01
- polyester 1,01
- elastomultiester 1,01.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 9

BEPAAALDE CHLOORVEZELS EN BEPAAALDE ANDERE VEZELS

(Methode met behulp van zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

- 1. bepaalde chloorvezels (27), te weten bepaalde polyvinylchloriden, al of niet nagechloreerd (4)

met

- 2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acryl (26), polyamide of nylon (30), polyester (34), glasvezel (43) en élastomultiester (45).

Wanneer het gehalte aan wol of zijde van het mengsel groter is dan 25 % dient methode nr. 2 te worden toegepast. Wanneer het gehalte van het mengsel aan polyamide of nylon groter is dan 25 %, dan moet methode nr. 4 worden toegepast.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de chloorvezels opgelost met behulp van een azeotropisch mengsel van zwavelkoolstof en aceton. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerd gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge polyvinylchloridevezels wordt verkregen door aftrekking.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

- i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.
- ii) Agitateur mécanique.

3.2. Réactifs

i) Mélange azeotropique de sulfure de carbone et d'acétone (55,5 % de sulfure de carbone et 44,5 % d'acétone en volume). Ce réactif étant toxique, il est recommandé de travailler sous une hotte.

- ii) Alcool éthylique à 92 % en volume ou alcool méthylique.

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, 100 ml de mélange azeotropique par gramme de spécimen. Obturer convenablement le flacon et agiter à température ambiante pendant 20 minutes au moyen de l'agitateur mécanique ou manuellement de façon vigoureuse. Décanter le liquide surnageant à travers le creuset filtrant taré. Répéter le traitement à l'aide de 100 ml de solvant frais.

Continuer ce cycle d'opérations jusqu'à ce qu'une goutte de liquide d'extraction ne laisse plus de dépôt de polymère après évaporation sur un verre de montre. Transférer le résidu dans le creuset filtrant à l'aide d'une quantité supplémentaire de solvant, appliquer le vide pour éliminer le liquide et rincer le creuset et le résidu avec 20 ml d'alcool puis, à trois reprises, avec de l'eau. Laisser s'écouler le liquide de lavage par gravité avant d'appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

Observation :

Les échantillons de certains mélanges à haute teneur en polychlorure de vinyle se contractent fortement pendant l'opération de séchage, ce qui entrave l'élimination du polychlorure de vinyle par le solvant. Cette contraction n'empêche toutefois pas la dissolution totale du polychlorure de vinyle.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 avec un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 10
ACETATE ET CERTAINES CHLOROFIBRES

(Méthode à l'acide acétique glacial)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

- 1. acétate (19)

avec

2. certaines chlorofibres (27), à savoir le polychlorure de vinyle, surchloré ou non.

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec au moyen d'acide acétique glacial. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, éventuellement corrigée, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage d'acétate sec est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

- i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.
- ii) Agitateur mécanique

3.2. Réactifs

Acide acétique glacial (plus de 99 %). Ce réactif étant très caustique, il faut le manipuler avec précaution.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

- i) Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.
- ii) Mechanische schudinrichting.

3.2. Reagentia

i) Azeotropisch mengsel van zwavelkoolstof en aceton (55,5 volume-percenten zwavelkoolstof en 44,5 volume-percenten aceton). Daar dit reagens giftig is wordt aanbevolen te werken in een zuurkast.

- ii) Ethylalcohol van 92 volumepercenten of methylalcohol.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan :

Aan het analysemonster in een erlenmeyer, van minstens 200 ml met ingeslepen stop ten minste 100 ml van het azeotropisch mengsel per gram monster toevoegen. De erlenmeyer sluiten en bij kamertemperatuur gedurende 20 minuten schudden met behulp van de mechanische schudinrichting of met de hand. De vloeistof decanteren in een gewogen filterkroes. De behandeling herhalen met 100 ml vers oplosmiddel.

Deze werkwijze herhalen totdat een druppel van de extractievloeistof na verdamping op een horlogeglas geen polymeerresidu meer achterlaat. Het residu overbrengen in de filterkroes met behulp van een extra hoeveelheid oplosmiddel, de vloeistof afzuigen en het residu in de filterkroes spoelen met 20 ml alcohol en vervolgens driemaal met water. De spoelvloeistof uit zichzelf laten doorlopen alvorens de overmaat vloeistof af te zuigen. De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

Opmerking :

De monsters van sommige mengsels met hoog gehalte aan chloorvezels krimpen sterk tijdens de droging, waardoor de verwijdering van de chloorvezel door het oplosmiddel sterk wordt belemmerd. Dit verschijnsel belet evenwel de volledige oplossing van het polyvinylchloride niet.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde « d » bedraagt 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 10
ACETAAT- EN BEPAALDE CHLOORVEZELS

(Methode met behulp van ijsazijn)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

- 1. acetaat (19)

met

2. bepaalde chloorvezels (27) : polyvinylchloride, of nagechlorideerde polyvinylchloride.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het monster wordt het secundaire celluloseacetaat opgelost met behulp van ijsazijn. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge acetaat wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

- i) Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.
- ii) Mechanische schudinrichting.

3.2. Reagens

Ijsazijn (minstens 99 %). Daar dit reagens agressief is, moet er voorzichtig mee worden omgegaan.

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, 100 ml d'acide acétique glacial par gramme de spécimen. Fermer convenablement le flacon et agiter pendant 20 minutes à température ambiante au moyen de l'agitateur mécanique ou manuellement de façon vigoureuse. Décanter le liquide surnageant à travers le creuset filtrant taré. Répéter ce traitement deux fois en utilisant chaque fois 100 ml de solvant frais, de manière à effectuer trois extractions au total. Transférer le résidu dans le creuset filtrant, appliquer le vide pour éliminer le liquide et rincer le creuset et le résidu au moyen de 50 ml d'acide acétique glacial, puis, à trois reprises au moyen d'eau. Après chaque rinçage laisser s'écouler le liquide par gravité avant d'appliquer le vide. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer le résultat de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 11
SOIE ET LAINE OU POILS

(Méthode à l'acide sulfurique à 75 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses aux mélanges binaires de :

1. soie (4)
avec
2. laine (1) ou poils d'animaux (2 et 3).

2. PRINCIPE

Les fibres de soie sont dissoutes à partir d'une masse sèche connue du mélange, au moyen d'acide sulfurique à 75 % en masse ⁽⁵⁾.

Le résidu est recueilli, lavé, séché, pesé. Sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse totale sèche du mélange. Le pourcentage de soie sèche est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux décrits dans les généralités)

3.1. Appareillage

Fioles coniques d'au moins 200 ml munies d'un bouchon rodé.

3.2. Réactifs

- i) Acide sulfurique à 75 % \pm 2 % en masse

Préparer, en ajoutant prudemment, en refroidissant, 700 ml d'acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C, à 350 ml d'eau distillée. Après refroidissement à la température ambiante, porter le volume à un litre avec de l'eau.

ii) Acide sulfurique dilué : ajouter lentement 100 ml d'acide sulfurique, de densité 1,84 à 20 °C, à 1 900 ml d'eau distillée.

iii) Ammoniaque diluée : 200 ml d'ammoniaque concentrée (de densité 0,880 à 20 °C) sont portés à 1 000 ml par de l'eau.

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, 100 ml d'acide sulfurique à 75 % par gramme de spécimen, insérer le bouchon. Agiter vigoureusement et abandonner 30 minutes à la température ambiante. Agiter à nouveau, abandonner 30 minutes. Agiter une dernière fois et faire passer le contenu de la fiole sur le creuset filtrant taré. Entraîner les fibres restant éventuellement dans la fiole au moyen d'acide sulfurique à 75 %. Laver le résidu sur le creuset, successivement avec 50 ml d'acide sulfurique dilué, 50 ml d'eau, 50 ml d'ammoniaque diluée. Laisser chaque fois les fibres en contact avec le liquide pendant environ 10 minutes avant d'appliquer le vide. Rincer enfin à l'eau en laissant les fibres en contact avec l'eau pendant 30 minutes environ. Appliquer le vide pour éliminer l'excédent de liquide. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en als volgt te werk gaan :

Aan het analysemonster in de erlenmeyer van 200 ml met ingeslepen stop, 100 ml ijszijn per gram monster toevoegen. De erlenmeyer sluiten en met behulp van de mechanische schudinrichting gedurende 20 minuten schudden bij kamertemperatuur of schudden met de hand. De vloeistof decanteren in de vooraf gewogen filterkroes. Deze behandeling tweemaal herhalen en telkens gebruik maken van 100 ml vers oplosmiddel, zodat in totaal drie extracties worden uitgevoerd. Het residu overbrengen in de filterkroes, de vloeistof afzuigen, het residu in de filterkroes spoelen met 50 ml ijszijn en vervolgens driemaal met water. Na elke spoeling de vloeistof laten doorlopen zonder af te zuigen, daarna afzuigen. De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

Het resultaat berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde « d » bedraagt 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 11
ZIJDE EN WOL OF HAAR

(Methode met behulp van 75 % zwavelzuur)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. zijde (4)
met
2. wol (1) of dierlijk haar (2 en 3).

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de zijdevezels opgelost met behulp van zwavelzuur van 75 gewichtsprocenten ⁽⁵⁾.

Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen. Het eventueel gecorrigeerd gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het totale drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge zijde wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

Erlenmeyers van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. Reagentia

- i) 75 % zwavelzuur \pm 2 gewichtsprocenten

Bereiden door, onder afkoeling, 700 ml zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20 °C voorzichtig toe te voegen aan 350 ml gedestilleerd water. Na afkoelen tot kamertemperatuur, het volume met water op 1 liter brengen.

ii) Verdund zwavelzuur : 100 ml geconcentreerd zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20 °C langzaam toevoegen aan 1 900 ml gedestilleerd water.

iii) Verdunde ammonia : 200 ml geconcentreerde ammonia (dichtheid 0,880 bij 20 °C) verdunnen tot 1 000 ml met gedestilleerd water.

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en als volgt te werk gaan :

Aan het analysemonster in een erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop 100 ml 75 % zwavelzuur per gram monster toevoegen en de erlenmeyer sluiten. Goed schudden en gedurende 30 minuten bij kamertemperatuur laten staan. Nogmaals schudden en nogmaals 30 minuten laten staan. Een laatste maal schudden en de inhoud van de erlenmeyer in de vooraf gewogen filterkroes gieten. De eventueel in de erlenmeyer achtergebleven vezels overbrengen in de filterkroes met 75 % zwavelzuur. Het residu in de filterkroes achtereenvolgens wassen met 50 ml verdund zwavelzuur, 50 ml water en 50 ml verdunde ammonia. Telkens de vezels gedurende ongeveer tien minuten in de vloeistof laten staan alvorens af te zuigen. Tenslotte spoelen met water en de vezels hierin gedurende ongeveer 30 minuten laten staan. De overmaat vloeistof afzuigen. De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 0,985 pour la laine ⁽⁵⁾.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 12

JUTE ET CERTAINES FIBRES D'ORIGINE ANIMALE

(Méthode par dosage de l'azote)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. jute (9)
avec
2. certaines fibres d'origine animale.

Ces dernières peuvent être constituées de poils (2 et 3) ou de laine (1) ou d'un mélange de poils et de laine. Il est entendu que cette méthode ne s'applique pas à des mélanges textiles comportant des matières non fibreuses (colorants, apprêts, etc.) à base d'azote.

2. PRINCIPE

On détermine la teneur en azote du mélange et on calcule, à partir de cette donnée et de la teneur en azote connue des deux composants, la proportion de chacun des composants du mélange.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

- i) Ballon de digestion Kjeldahl de 200 à 300 ml
- ii) Appareils à distiller Kjeldahl avec injection de vapeur
- iii) Appareillage de titrage permettant une précision de 0,05 ml

3.2. Réactifs

- i) Toluène.
- ii) Méthanol.
- iii) Acide sulfurique (densité 1,84 à 20 °C ⁽⁶⁾).
- iv) Sulfate de potassium ⁽⁶⁾.
- v) Bioxyde de sélénium ⁽⁶⁾.
- vi) Solution d'hydroxyde de sodium (400 g/l).

Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium dans 400-500 ml d'eau et porter à un l avec de l'eau.

vii) Mélange d'indicateurs. Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 95 ml d'éthanol et 5 ml d'eau, et mélanger cette solution avec 0,5 g de vert de bromocrésol dissous dans 475 ml d'éthanol et 25 ml d'eau.

viii) Solution d'acide borique. Dissoudre 20 g d'acide borique dans un l d'eau.

- ix) Acide sulfurique 0,02 N (solution volumétrique étalon).

4. PRETRAITEMENT DE L'ECHANTILLON REDUIT

Le prétraitement décrit dans les généralités est remplacé par le prétraitement suivant :

Extraire l'échantillon séché à l'air dans un appareil Soxhlet à l'aide d'un mélange d'un volume de toluène et de trois volumes de méthanol pendant 4 heures au taux minimal de cinq cycles par heure. Exposer l'échantillon à l'air pour permettre l'évaporation du solvant et éliminer les dernières traces de ceux-ci par chauffage dans une étuve à 105 ± 3 °C. Extraire ensuite l'échantillon dans de l'eau (50 ml/g d'échantillon) en portant à l'ébullition sous reflux pendant 30 minutes. Filtrer, réintroduire l'échantillon dans le flacon et répéter l'extraction au moyen d'un volume identique d'eau. Filtrer, éliminer l'excès d'eau de l'échantillon par expression, succion ou centrifugation et sécher ensuite l'échantillon à l'air.

Observation :

Le toluène et le méthanol étant toxiques, il conviendra d'utiliser ces produits avec toute la prudence requise.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde « d » bedraagt 0,985 voor wol ⁽⁵⁾.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 12

JUTE EN BEPAALDE DIERLIJKE VEZELS

(Méthode door middel van stikstofgehaltebepaling)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. jute (9)
met
2. bepaalde dierlijke vezels.

Deze kunnen zijn : haar (2 en 3) of wol (1) of een mengsel van haar en wol. Het is duidelijk dat deze methode geen toepassing vindt op mengsels van textiel die niet-vezelbestanddelen (kleurstoffen, apprêts, enz.) op basis van stikstof bevatten.

2. PRINCIPE

Men bepaalt het stikstofgehalte van het mengsel en berekent, uitgaande van dit gegeven en van het bekende gehalte aan stikstof van de twee bestanddelen, de verhouding van de bestanddelen van het mengsel.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

- i) Kjeldahl-destructiekolf van 200 tot 300 ml
- ii) Kjeldahl-stoomdestillatiotoestel
- iii) Een maatkolf van 200 ml en twee erlenmeyers van 100 ml. Buret waarmee een nauwkeurigheid van 0,05 ml mogelijk is.

3.2. Reagentia

- i) Toluene.
- ii) Methanol.
- iii) Zwavelzuur (dichtheid 1,84 bij 20 °C ⁽⁶⁾).
- iv) Kaliumsulfaat ⁽⁶⁾.
- v) Seleniumdioxide ⁽⁶⁾.
- vi) Oplossing van natriumhydroxyde (400 g/liter).

400 g natriumhydroxyde oplossen in 400 tot 500 ml water en verdunnen met water tot één liter.

vii) Indicatormengsel, 0,1 g methylrood oplossen in 95 ml ethanol en 5 ml water en deze oplossing vermengen met 0,5 g broomkreselgroen opgelost in 475 ml ethanol en 25 ml water.

viii) Boorzuoroplossing, 20 g boorzuur oplossen in één liter water.

- ix) Zwavelzuur 0,02 N (gestelde oplossing).

4. VOORBEHANDELING VAN HET GEREDUCEERDE MONSTER

De voorbehandeling beschreven in het algemene gedeelte wordt vervangen door de volgende behandeling :

Het luchtdroge monster in een Soxhletapparaat extraheren met behulp van een mengsel van één deel toluene en drie delen methanol gedurende vier uur met ten minste vijf hevelingen per uur. Het monster drogen eerst aan de lucht en daarna in een droogstoof van 105 ± 3 °C. Vervolgens het monster extraheren in water (50 ml/g monster) door onder terugvloei koeling te koken gedurende 30 minuten. Filteren, het monster terugbrengen in de kolf en de extractie herhalen met behulp van hetzelfde volume water. Filteren, de overmaat aan water verwijderen door uitknippen, afzuigen of centrifugeren en het monster aan de lucht drogen.

Opmerking :

Daar toluene en methanol giftig zijn, moeten de nodige voorzorgsmaatregelen worden getroffen.

5. MODE OPERATOIRE

5.1. Instructions générales

Suivre les instructions fournies dans les généralités, en ce qui concerne le prélèvement, le séchage et la pesée du spécimen.

5.2. Instructions détaillées

Transférer le spécimen dans un ballon Kjeldahl. Ajouter au spécimen d'au moins 1 g contenu dans le ballon de digestion et en respectant l'ordre suivant, 2,5 g de sulfate de potassium, 0,1-0,2 g de bioxyde de sélénium et 10 ml d'acide sulfurique ($d = 1,84$). Chauffer le ballon, d'abord doucement, jusqu'à destruction totale des fibres, puis plus fortement, jusqu'à ce que la solution devienne claire et pratiquement incolore. Continuer à chauffer pendant 15 minutes. Laisser refroidir le ballon, diluer prudemment le contenu avec 10-20 ml d'eau, refroidir, transférer le contenu quantitativement dans un ballon gradué de 200 ml et porter au volume à l'aide d'eau pour obtenir la solution d'analyse.

Introduire 20 ml environ de solution d'acide borique dans une fiole conique de 100 ml et placer cette dernière sous le réfrigérant de l'appareil à distiller Kjeldahl de manière que le tube de sortie plonge exactement sous la surface de la solution d'acide borique. Transférer exactement 10 ml de la solution d'analyse dans le ballon de distillation, introduire 5 ml au moins de solution d'hydroxyde de sodium dans l'entonnoir, soulever légèrement le bouchon et laisser s'écouler lentement la solution d'hydroxyde de sodium dans le ballon. Si la solution d'analyse et la solution d'hydroxyde de sodium tendent à former deux couches séparées, mélanger celles-ci en agitant prudemment. Chauffer légèrement le ballon de distillation et introduire dans le liquide la vapeur en provenance du générateur. Recueillir 20 ml environ de distillat, abaisser la fiole conique de manière que l'extrémité du tube du réfrigérant soit située à 20 mm environ au-dessus de la surface du liquide et distiller pendant une minute supplémentaire. Rincer l'extrémité du tube à l'aide d'eau, en recueillant le liquide de lavage dans la fiole conique. Enlever cette dernière et placer une seconde fiole conique contenant 10 ml environ de solution d'acide borique, puis recueillir environ 10 ml de distillat.

Titre séparément les deux distillats avec l'acide sulfurique 0,02 N en utilisant le mélange d'indicateurs. Noter les résultats de titrage pour les deux distillats. Si le dosage du second distillat donne un résultat supérieur à 0,2 ml, répéter l'essai et recommencer la distillation sur une autre partie aliquote de la solution d'analyse.

Effectuer un essai à blanc, en soumettant uniquement les réactifs à la digestion et à la distillation.

6. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

6.1. Calculer comme suit le pourcentage d'azote dans l'échantillon séché :

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

A % = pourcentage d'azote dans l'échantillon sec et pur;

V = volume total en ml d'acide sulfurique étalon de l'essai;

b = volume total en ml d'acide sulfurique étalon de l'essai à blanc;

N = titre réel de l'acide sulfurique étalon;

W = masse (g) de la prise d'essai à l'état sec.

6.2. En utilisant les valeurs de 0,22 % pour la teneur en azote du jute et de 16,2 % pour celle des fibres d'origine animale, ces deux pourcentages étant exprimés sur la base de la masse des fibres à l'état sec, calculer la composition du mélange à l'aide de la formule suivante :

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

PA % = pourcentage de fibres d'origine animale dans l'échantillon.

7. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

5. WERKWIJZE

5.1. Algemene instructies

De algemene instructies gegeven in het algemene gedeelte, wat betreft het nemen van het monster, het drogen en het wegen, opvolgen.

5.2. Nadere instructies

Het analysemonster in een Kjeldahlkolf overbrengen en aan het analysemonster in de destructiekolf, dat ten minste 1 g bedraagt, in deze volgorde toevoegen : 2,5 g kaliumsulfaat, 0,1-0,2 g seleniumdioxide en 10 ml zwavelzuur ($d = 1,84$). De kolf eerst zachtjes verwarmen tot volledige afbraak van het materiaal, daarna krachtiger tot de oplossing helder en bijna kleurloos wordt. En hierna nog 15 minuten verwarmen. De kolf laten afkoelen, de inhoud voorzichtig verdunnen met 10-20 ml water, afkoelen, de inhoud kwantitatief overbrengen in een maatkolf van 200 ml en met water aanvullen tot de merkstreep, waarbij de analyse-oplossing wordt verkregen.

In een erlenmeyer van 100 ml ongeveer 20 ml boorzuoroplossing gieten en deze plaatsen onder de koeler van het Kjeldahldestilleerapparaat op zodanige wijze dat de uitloop juist beneden het oppervlak van de boorzuoroplossing komt. Breng precies 10 ml van de analyse-oplossing in de destillatiekolf, ten minste 5 ml natriumhydroxyde in de trechter brengen, de stop even oplichten en de natriumhydroxydeoplossing langzaam in de kolf laten vloeien. Indien de analyseoplossing en de natriumhydroxyde-oplossing neiging vertonen om twee afzonderlijke lagen te vormen, deze vermengen door voorzichtig schudden. De destillatiekolf even verwarmen en stoom in de vloeistof leiden. Ongeveer 20 ml destillaat opvangen, de erlenmeyer lager plaatsen zodat de uitloop van de koeler zich ongeveer 20 mm boven het vloeistofoppervlak bevindt en nog een minuut langer de destillatie voortzetten. Het uiteinde van de buis spoelen met water en het spoelwater opvangen in de erlenmeyer. Deze wegnemen en vervangen door een tweede erlenmeyer die ongeveer 10 ml boorzuoroplossing bevat en vervolgens ongeveer 10 ml destillaat opvangen.

De twee destillaten afzonderlijk titreren met zwavelzuur van 0,02 N met gebruik van het indicatormengsel. De resultaten voor beide titraties noteren. Indien het verbruik van de tweede titratie groter is dan 0,2 ml, moet de proef herhaald worden en de destillatie opnieuw worden uitgevoerd met een evengrote hoeveelheid van de analyseoplossing.

Een blancobepaling uitvoeren waarbij uitsluitend gebruik wordt gemaakt van de bij de destructie en de destillatie gebruikte reagentia.

6. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

6.1. Het percentage stikstof in het droge monster als volgt berekenen :

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

A % = percentage stikstof van het gereinigde en droge analysemonster;

V = totaal verbruik (ml) van de gestelde zwavelzuoroplossing bij het monster;

b = totaal verbruik (ml) van de gestelde zwavelzuoroplossing bij de blancobepaling;

N = normaliteit van de gestelde zwavelzuoroplossing en

W = gewicht (g) van het analysemonster in droge toestand.

6.2. Uitgaande van een waarde van 0,22 % voor het stikstofgehalte van jute en van 16,2 % voor dierlijke vezels, welke percentages zijn uitgedrukt ten opzichte van het drooggewicht van het materiaal, wordt de samenstelling van het mengsel met behulp van de volgende formule berekend :

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

PA % = percentage dierlijke vezels in het monster.

7. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE N° 13
POLYPROPYLENE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au xylène)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de fibres :

1. polypropylène (36)

avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), acétate (19), cupro (21), modal (22), triacétate (24), viscose (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (34), verre textile (43) et elastomultiester (45).

2. PRINCIPE

La fibre de polypropylène est dissoute à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec par dissolution dans le xylène à l'ébullition. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. La proportion de polypropylène est obtenue par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

i) Fioles coniques d'au moins 200 ml, munies d'un bouchon rodé.

ii) Réfrigérant à reflux (adapté à des liquides à point d'ébullition élevé), à rodage adaptable aux fioles coniques i).

3.2. Réactif

Xylène distillant entre 137 et 142 °C.

Observation :

Ce réactif est très inflammable et donne des vapeurs toxiques. Des précautions doivent être prises lors de son utilisation.

4. MODE OPERATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit :

À la prise d'essai placée dans la fiole conique (3.1.i) ajouter 100 ml de xylène (3.2) par gramme de prise d'essai. Mettre en place le réfrigérant (3.1.ii), porter à l'ébullition qui sera maintenue pendant 3 minutes. Décanter immédiatement le liquide chaud sur le creuset en verre fritté taré (voir note 1). Répéter ce traitement deux autres fois en utilisant à chaque fois 50 ml de solvant frais.

Laver le résidu resté dans la fiole successivement par 30 ml de xylène bouillant (deux fois), puis à deux reprises par 75 ml à chaque fois d'éther de pétrole (I.3.2.1 des généralités).

Après le second lavage par l'éther de pétrole, filtrer le contenu de la fiole à travers le creuset filtrant et transférer les fibres résiduelles dans le creuset à l'aide d'une petite quantité supplémentaire d'éther de pétrole. Faire évaporer complètement le solvant. Sécher le creuset et le résidu, les refroidir et les peser.

Notes :

1. Le creuset filtrant sur lequel on décante le xylène doit être préchauffé.

2. Après les opérations au xylène bouillant, veiller à ce que la fiole contenant le résidu soit suffisamment refroidie avant d'y introduire l'éther de pétrole.

3. Afin d'atténuer pour les manipulateurs les dangers d'inflammabilité et de toxicité, des appareils d'extraction à chaud et modes opératoires appropriés, donnant des résultats identiques, peuvent être utilisés (7).

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur un mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont dépassent pas ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE NR. 13
POLYPROPEEN EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

(Methode met behulp van xyleen)

1. TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van vezels van :

1. polypropeen (36)

met

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), acetaat (19), cupro (21), modal (22), triacetaat (24), viscose (25), acryl (26), polyamide of nylon (30), polyester (34), glasvezel (43) en elastomultiester (45).

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de polypropeenvezels opgelost met behulp van kokend xyleen. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage polypropeen wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (voor zover niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

i) Erlenmeyers van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

ii) Terugvloeikoeler (geschikt voor vloeistoffen met hoog kookpunt), met slijpstuk, dat kan worden aangesloten op de erlenmeyers i).

3.2. Reagens

Xyleen, met kookpunt tussen 137 en 142 °C.

Opmerking :

Dit reagens is zeer brandbaar en geeft giftige dampen. Bij gebruik ervan dienen de nodige voorzorgsmaatregelen te worden genomen.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan :

Aan het in de erlenmeyer (3.1.i) overgebrachte analysemonster 100 ml xyleen (3.2) per gram monster toevoegen. De terugvloeikoeler (3.1.ii) aansluiten, de inhoud aan de kook brengen en gedurende drie minuten laten koken. De warme vloeistof onmiddellijk decanteren in een gewogen filterkroes van gefrit glas (zie opmerking 1). De behandeling nog tweemaal herhalen en hierbij telkens 50 ml vers oplosmiddel gebruiken.

Het in de erlenmeyer achtergebleven residu achtereenvolgens spoelen met 30 ml kokende xyleen (tweemaal) en vervolgens tweemaal met telkens 75 ml petroleumether (I.3.2.1 van het algemene gedeelte).

Het residu in de erlenmeyer na de tweede maal spoelen met petroleumether filtereren door de filterkroes en de achtergebleven vezels in de filterkroes overbrengen met behulp van een kleine extra hoeveelheid petroleumether. Het oplosmiddel volledig laten verdampen, de filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

Opmerkingen :

1. De filterkroes, waardoor het xyleen wordt gedecanteerd, moet worden voorverwarmd.

2. Na de behandelingen met kokend xyleen moet de erlenmeyer, waarin het residu zich bevindt, voldoende zijn afgekoeld, voordat er petroleumether wordt ingegoten.

3. Teneinde voor de analist de gevaren, verbonden aan de ontvlambaarheid en de giftigheid van de reagentia, te verminderen, mag apparatuur voor warme extractie en geschikte werkwijzen, waarbij identieke resultaten worden verkregen, worden gebruikt (7).

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » bedraagt 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheids grenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE N° 14

CHLOROFIBRES (À BASE D'HOMOPOLYMÈRE DE CHLORURE DE VINYLE) ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acide sulfurique concentré)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. chlorofibres (27) à base d'homopolymère de chlorure de vinyle (surchloré ou non)

avec

2. coton (5), acétate (19), cupro (21), modal (22), triacétate (24), viscose (25), certains acryliques (26), certains modacryliques (29), polyamide ou nylon (30), polyester (34) et élastomultiester (45).

Les modacryliques concernés sont ceux qui donnent une solution limpide par immersion dans l'acide sulfurique concentré ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

Cette méthode peut être utilisée notamment en lieu et place des méthodes n° 8 et n° 9.

2. PRINCIPE

Les fibres mentionnées au point 2 du paragraphe 1^{er} sont éliminées d'une masse connue du mélange à l'état sec par dissolution dans l'acide sulfurique concentré ($d_{20} = 1,84$ g/ml). Le résidu, constitué de la chlorofibre, est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. La proportion du second constituant est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

i) Fioles coniques, capacité minimale 200 ml, à bouchon rodé.

ii) Baguette de verre, à bout aplati.

3.2. Réactifs

i) Acide sulfurique, concentré ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

ii) Acide sulfurique, solution aqueuse, environ 50 % (m/m) d'acide sulfurique

Pour préparer ce réactif, ajouter avec précaution et en refroidissant 400 ml d'acide sulfurique ($d_{20} = 1,84$ g/ml) à 500 ml d'eau. Lorsque la solution a été refroidie à la température ambiante, porter à 1 l avec de l'eau.

iii) Ammoniaque, solution diluée

Diluer avec de l'eau distillée 60 ml d'une solution d'ammoniaque concentrée ($d_{20} = 0,880$ g/ml) pour obtenir 1 l.

4. MODE OPERATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit :

A la prise d'essai placée dans la fiole (3.1.i) ajouter 100 ml d'acide sulfurique (3.2.i) par gramme de prise d'essai.

Abandonner 10 minutes à température ambiante, en agitant de temps à autre la prise d'essai à l'aide de la baguette de verre. S'il s'agit d'un tissu ou d'un tricot, le coincer entre la paroi et la baguette de verre et exercer à l'aide de la baguette une légère pression de façon à séparer la matière dissoute par l'acide sulfurique.

Décanner le liquide sur le creuset de verre fritté taré. Ajouter à nouveau, dans la fiole, 100 ml d'acide sulfurique (3.2.i) et reprendre la même opération.

Verser le contenu de la fiole sur le creuset et y entraîner le résidu fibreux en s'aidant de la baguette de verre. Au besoin ajouter un peu de l'acide sulfurique concentré (3.2.i) dans la fiole pour entraîner les restes des fibres adhérant sur les parois.

Vider le creuset par aspiration; éliminer le filtrat de la fiole à vide ou changer de fiole, puis laver le résidu dans le creuset successivement par la solution l'acide sulfurique à 50 % (3.2.ii), de l'eau distillée ou déionisée (I.3.2.3 des généralités), la solution d'ammoniaque (3.2.iii), et enfin laver à fond avec de l'eau distillée ou déionisée, en vidant complètement le creuset par aspiration après chaque addition (ne pas appliquer l'aspiration au cours de l'opération de lavage, mais seulement après que le liquide se soit écoulé par gravité).

Sécher le creuset et le résidu, les refroidir et les peser.

METHODE NR. 14

CHLOORVEZELS (OP BASIS VAN HET HOMOPOLYMEER VAN VINYLCHLORIDE) EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

(Methode met behulp van geconcentreerd zwavelzuur)

1. TOEPASSINGSGEBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van alle niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. chloorvezels (27) op basis van het homopolymeer van vinylchloride (al dan niet nagechloreerd)

met

2. katoen (5), acetaat (19), cupro (21), modal (22), triacetaat (24), viscose (25), bepaalde acrylvezels (26), bepaalde modacrylvezels (29), polyamide of nylon (30), polyester (34) en elastomultiester (45).

De betrokken modacrylvezels zijn die, welke een heldere oplossing geven bij onderdompeling in geconcentreerd zwavelzuur ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

Deze methode kan met name in plaats van de methoden nr. 8 en nr. 9 worden gebruikt.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de in punt 2 van paragraaf 1 vermelde vezels in geconcentreerd zwavelzuur ($d_{20} = 1,84$ g/ml) opgelost. Het uit de chloorvezel bestaande residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage van het tweede bestanddeel wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

i) Erlenmeyers van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

ii) Glasstaafje met afgeplat uiteinde.

3.2. Reagentia

i) Geconcentreerd zwavelzuur ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

ii) Zwavelzuur, verdund tot circa 50 % (m/m)

Bereiden door, onder afkoeling, 400 ml zwavelzuur ($d_{20} = 1,84$ g/ml) voorzichtig toe te voegen aan 500 ml gedestilleerd water. Na afkoelen tot kamertemperatuur het volume met water op 1 liter brengen.

iii) Verdunde ammonia

60 ml geconcentreerde ammonia ($d_{20} = 0,880$ g/ml) met gedestilleerd water verdunnen tot 1 000 ml.

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en als volgt te werk gaan :

Aan het in de erlenmeyer (3.1.i) overgebrachte analysemonster 100 ml zwavelzuur (3.2.i) per gram monster toevoegen.

De inhoud van de erlenmeyer gedurende tien minuten bij kamertemperatuur laten staan en van tijd tot tijd met het glazen staafje omroeren. Een wefsel of breisel moet tussen de wand en het staafje worden vastgezet, waarbij met het staafje een lichte druk wordt uitgeoefend, teneinde het door zwavelzuur opgeloste materiaal af te scheiden.

De vloeistof in een gewogen filterkroes van gefrit glas decanteren. Opnieuw 100 ml zwavelzuur (3.2.i) in de erlenmeyer brengen en de behandeling herhalen.

De inhoud van de erlenmeyer door de filterkroes gieten en het vezelresidu erin overbrengen met behulp van het glazen staafje. Zo nodig een weinig geconcentreerd zwavelzuur (3.2.i) toevoegen om de vezelresten, die nog aan de wand van de erlenmeyer vastzitten, mee te voeren.

De filterkroes afzuigen; de afzuigkolf ledigen of door een andere vervangen, daarna het residu in de filterkroes achtereenvolgens spoelen met 50 % zwavelzuur (3.2.ii) met gedestilleerd of gedeïoniseerd water (I.3.2.3 van het algemene gedeelte), met de verdunde ammonia (3.2.iii) en tenslotte grondig met gedestilleerd of gedeïoniseerd water, waarbij de filterkroes na iedere toevoeging volledig wordt afgezogen (niet afzuigen tijdens het spoelen, maar pas nadat de vloeistof uit zichzelf is doorgelopen).

De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus par cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

METHODE N° 15
CHLOROFIBRE, CERTAINS MODACRYLIQUES,
CERTAINS ELASTHANNES, ACETATE, TRIACETATE
ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à la cyclohexanone)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. acétate (19), triacétate (24), chlorofibres (27), certains modacryliques (29) et certains élasthannes (42)

avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), polyamide ou nylon (30), acrylique (26), verre textile (43).

Si la présente d'une fibre modacrylique ou élasthane est constatée, il y a lieu de procéder à un essai préliminaire pour déterminer si elle est complètement soluble dans le réactif.

Pour l'analyse des mélanges contenant des chlorofibres, on peut également appliquer la méthode n° 9 ou la méthode n° 14.

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate, de triacétate, les chlorofibres, certains modacryliques, certains élasthannes sont dissous, à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, par extraction à une température voisine de celle de l'ébullition au moyen de la cyclohexanone. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, éventuellement corrigée, est exprimée en pourcentage de la masse à l'état sec du mélange. Le pourcentage à l'état sec de chlorofibre, modacrylique, élasthane, acétate, triacétate, est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET REACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. Appareillage

i) Appareil pour l'extraction à chaud permettant le mode opératoire prévu au point 4 (voir croquis joint, variante de l'appareillage décrit dans « Melliland Textilberichte 56 (1975) 643-645 »).

ii) Creuset filtrant destiné à contenir l'échantillon.

iii) Cloison poreuse, de porosité 1.

iv) Réfrigérant à reflux qui s'adapte au ballon de distillation.

v) Appareil de chauffage.

3.2. Réactifs

i) Cyclohexanone, point d'ébullition à 156 °C.

ii) Alcool éthylique, dilué à 50 % en volume.

Note :

La cyclohexanone est inflammable et toxique; lors de son utilisation, il y a lieu de prendre des mesures de protection adéquates.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » bedraagt 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheidsgrenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

METHODE NR. 15
CHLOORVEZEL, BEPAALDE MODACRYL-SOORTEN,
BEPAALDE ELASTANEN, ACETAAT, TRIACETAAT
EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

(Methode met cyclohexanon)

1. TOEPASSINGSGBIED

Deze methode geldt, na verwijdering van niet-vezelbestanddelen, voor binaire mengsels van :

1. acetaat (19), triacetaat (24), chloorvezels (27), bepaalde modacrylsoorten (29), bepaalde elastanen (42)

met

2. wol (1), haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), polyamide of nylon (30), acryl (26), glasvezel (43).

Indien is vastgesteld dat modacryl- of elastaanvezel aanwezig is, dient in een voorafgaande proef te worden bepaald of die volledig in het reagens oplosbaar is.

De methoden nr. 9 en nr. 14 zijn eveneens toepasbaar voor het analyseren van mengsels die chloorvezels bevatten.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acetaatvezels, triacetaatvezels, chloorvezels, bepaalde modacrylvezels en bepaalde elastaanvezels opgelost in cyclohexanon door extractie, bij een temperatuur dichtbij het kookpunt. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht wordt eventueel gecorrigeerd en uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het drooggewichtspercentage chloor-, modacryl-, elastaan-, acetaat- en triacetaatvezel wordt verkregen uit het verschil.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. Apparatuur

i) Apparaat voor hete extractie, waarmee de werkwijze onder punt 4 kan worden uitgevoerd (zie bijgaande figuur, variante van de apparatuur beschreven in « Melliland Textilberichte 56 (1975), blz. 643-645 »).

ii) Filterkroes waar het monster in past.

iii) Poreus plaatje, porositeit 1.

iv) Terugvloeiakoeler, passend op de destillatiekolf.

v) Verwarmingstoestel.

3.2. Reagentia

i) Cyclohexanon, kookpunt 156 °C

ii) Ethylalcohol : 50 % (v/v) in volume

Opmerking :

Cyclohexanon is brandbaar en giftig; vóór het gebruik moeten dan ook de nodige voorzorgsmaatregelen worden getroffen.

4. MODE OPERATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Verser dans le ballon de distillation 100 ml de cyclohexanone par gramme de matière, insérer le récipient d'extraction dans lequel ont été préalablement disposés le creuset filtrant contenant l'échantillon et la cloison poreuse maintenue légèrement inclinée. Introduire le réfrigérant à reflux. Porter à ébullition et poursuivre l'extraction pendant 60 minutes à une vitesse minimale de 12 cycles par heure. Après extraction et refroidissement, enlever le récipient d'extraction, en ôter le creuset filtrant et retirer la cloison poreuse. Laver trois ou quatre fois le contenu du creuset filtrant à l'alcool éthylique à 50 %, préchauffé à environ 60 °C puis avec 1 l d'eau à 60 °C.

Pendant et entre les lavages, ne pas appliquer le vide, mais laisser le solvant s'écouler par gravité, puis appliquer le vide.

Sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RESULTATS

Calculer les résultats de la façon indiquée dans les généralités; la valeur de « d » est de 1,00, à l'exception de :

la soie : 1,01

l'acrylique : 0,98.

6. PRECISION DE LA METHODE

Sur un mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne dépassent pas ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

4. WERKWIJZE

De aanwijzingen van het algemene gedeelte volgen en als volgt te werk gaan :

In de destillatiekolf 100 ml cyclohexanon per gram materiaal brengen; het extractievat aanbrengen, waarin vooraf de filterkroes met monster en het poreuze plaatje enigszins schuin zijn aangebracht. De terugvloekoeler aansluiten. Het cyclohexanon aan de kook brengen en 60 minuten met een zodanige snelheid extraheren dat ten minste twaalf cycli per uur worden doorlopen. Na extractie en afkoelen het extractievat optrekken, de filterkroes uitnemen en het poreuze plaatje verwijderen. De inhoud van de filterkroes drie- tot viermaal spoelen met warme 50 %-ige ethylalcohol, voorverwarmd op ongeveer 60 °C en vervolgens met 1 liter water van 60 °C.

Tijdens het spoelen en tussendoor niet afzuigen maar het oplosmiddel vanzelf laten doorlopen; pas aan het einde afzuigen.

Tenslotte wordt de filterkroes met het residu gedroogd, afgekoeld en gewogen.

5. BEREKENING EN WEERGAVE VAN DE RESULTATEN

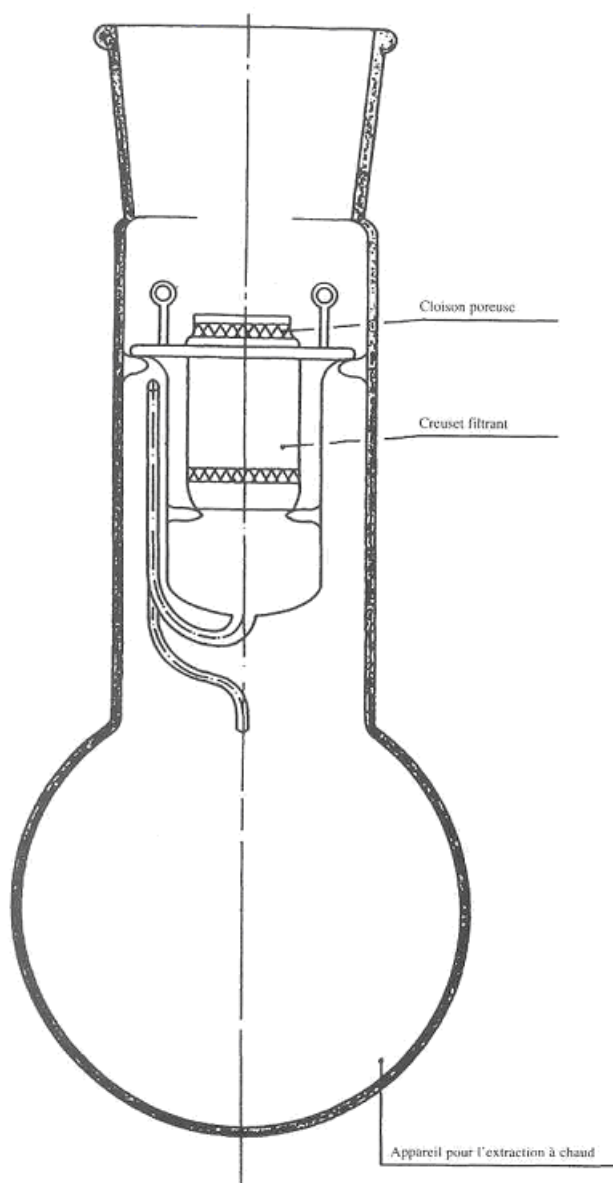
De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van « d » bedraagt 1,00 behalve voor de volgende vezels :

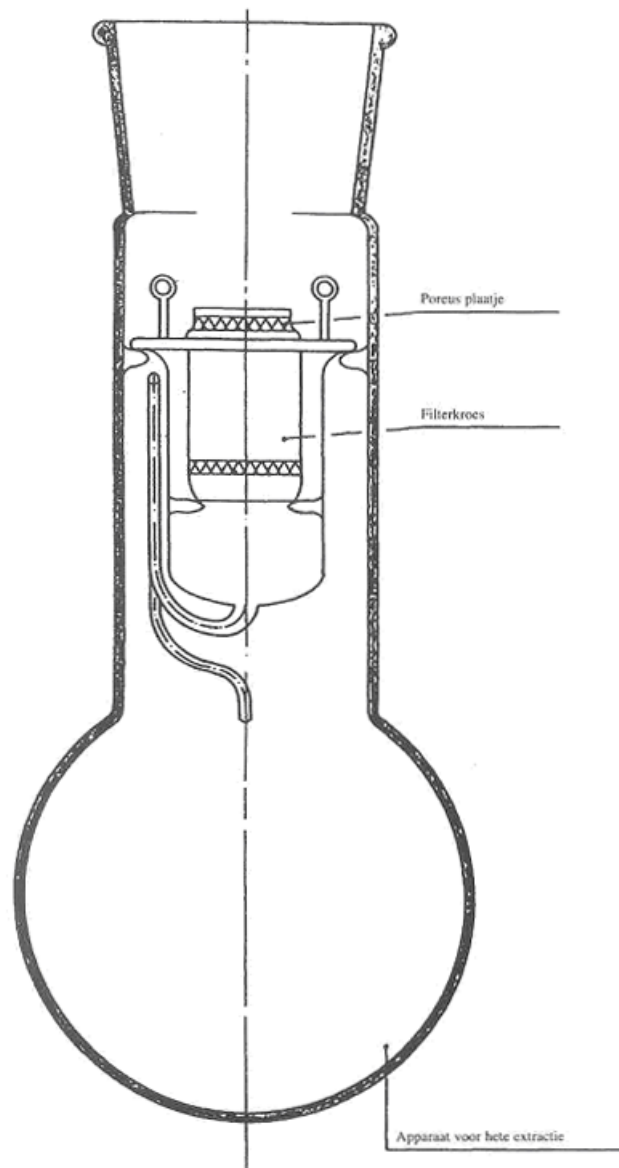
zijde : 1,01

acryl : 0,98.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheidsgrenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan ± 1 bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.





Vu pour être annexé à Notre arrêté du 14 mars 2007 modifiant l'arrêté royal du 6 octobre 1981 établissant les méthodes pour le prélèvement d'échantillons et pour l'exécution des analyses quantitatives de mélanges binaires de fibres textiles.

ALBERT

Par le Roi :

La Ministre de la Protection de la Consommation,
Mme F. VAN DEN BOSSCHE
Le Ministre de l'Economie,
M. VERWILGHEN
La Ministre des Classes moyennes,
Mme S. LARUELLE

Notes

(1) La méthode n° 12 constitue une exception. Elle est basée sur le dosage d'un élément constitué d'un des deux composants.

(2) Voir annexe I^{re} point 1.

(3) On doit vérifier la solution de ces modacryliques ou de ces chlorofibres dans le réactif avant de procéder à l'analyse.

(4) On doit vérifier la solubilité des chlorofibres dans le réactif avant de procéder à l'analyse.

(5) Les soies sauvages, telles que le tussah, ne sont pas totalement dissoutes par l'acide sulfurique à 75 %.

(6) Exempt d'azote.

(7) Voir, par exemple, l'appareillage décrit dans « Melliand Textilberichte » 56 (1975) p. 643 à 645.

Gezien om te worden gevoegd bij Ons besluit van 14 maart 2007 tot wijziging van het koninklijk besluit van 6 oktober 1981 houdende vaststelling van de methoden voor het trekken van monsters en voor het verrichten van kwantitatieve analyses van binaire mengsels van textielvezels.

ALBERT

Van Koningswege :

De Minister van Consumentenzaken,
Mevr. F. VAN DEN BOSSCHE
De Minister van Economie,
M. VERWILGHEN
De Minister van Middenstand,
Mevr. S. LARUELLE

Nota's

(1) De methode nr. 12 vormt een uitzondering. Zij is gebaseerd op de bepaling van een onderdeel van één van de beide bestanddelen.

(2) Zie bijlage I, punt 1.

(3) Alvorens de analyse uit te voeren moet de oplosbaarheid van de modacrylvezels of van de chloorvezels in het reagens worden vastgesteld.

(4) Alvorens de analyse uit te voeren moet worden nagegaan of de chloorvezels oplossen in het reagens.

(5) Wilde zijde, zoals tussahzijde, wordt niet geheel opgelost met behulp van 75 % zwavelzuur.

(6) Stikstofvrij.

(7) Zie bijvoorbeeld de apparatuur beschreven in « Melliand Textilberichte » 56 (1975), blz. 643-645.