

Forslag til Europa-Parlamentets og Rådets direktiv om visse metoder til kvantitativ analyse af binære tekstilfiberblandinger

(94/C 96/02)

(Tekst af betydning for EØS)

KOM(93) 713 endelig udg.

(Forelagt af Kommissionen den 25. januar 1994)

EUROPA-PARLAMENTET OG RÅDET FOR DEN
EUROPÆISKE UNION HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det Europæiske Fællesskab, særlig artikel 100 A,

under henvisning til forslag fra Kommissionen,

under henvisning til udtalelse fra Det Økonomiske og Sociale Udvalg, og

ud fra følgende betragtninger:

- 1) Rådets direktiv 72/276/EØF af 17. juli 1972 om tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om visse metoder til kvantitativ analyse af binære tekstilfiberblandinger ⁽¹⁾, senest ændret ved direktiv 87/184/EØF ⁽²⁾, har ved flere lejligheder været underkastet omfattende ændringer; direktivet bør derfor kodificeres, således at dets bestemmelser kan fremtræde klart og rationelt;
- 2) Europa-Parlamentets og Rådets direktiv .../EF af ... 19 ... om betegnelser for tekstilprodukter, indeholder bestemmelser om obligatorisk mærkning af tekstilprodukter, og disse produkters fibersammensætning skal være i overensstemmelse med den på etiketten angivne, hvilket kontrolleres ved analyse;
- 3) ved den officielle kontrol i medlemsstaterne bør der anvendes ensartede metoder til bestemmelse af tekstilprodukters fibersammensætning, med hensyn til såvel forbehandling af prøven som til den kvantitative analyse;
- 4) direktiv .../EF bestemmer, at de metoder til prøveudtagning og de analysemetoder, der skal anvendes i alle medlemsstater til bestemmelse af produkternes fibersammensætning, vil blive fastlagt i særlige direktiver; i bilag II til dette direktiv er der derfor angivet 15 ensartede analysemetoder for størsteparten af de på markedet forekommende tekstilprodukter, der er sammensat af binære blandinger;

- 5) den tekniske udvikling nødvendiggør, at der ofte sker tilpasning af de tekniske forskrifter, der er fastsat i de særlige direktiver om de analysemetoder, der skal anvendes inden for tekstilområdet; for at lette gennemførelsen af de hertil nødvendige foranstaltninger bør der fastsættes en procedure, der sikrer et snævert samarbejde mellem medlemsstaterne og Kommissionen inden for Komitéen for tilpasning af analysemetoderne inden for Tekstilsektoren til den tekniske udvikling;
- 6) med hensyn til binære blandinger, for hvilke der ikke findes nogen ensartet analysemetode på fællesskabsplan, bestemmes sammensætningen af disse blandinger af det laboratorium, der har til opgave at foretage kontrollen, ved hjælp af enhver egnet metode, der står til dets rådighed, idet der i analyserapporten gives oplysninger om det opnåede resultat og metodens nøjagtighed, for så vidt den kendes;
- 7) de i dette direktiv fastsatte foranstaltninger er i overensstemmelse med udtalelse fra Udvalget for direktiverne om betegnelser for og etikettering af Tekstilprodukter;
- 8) nærværende direktiv bør ikke berøre medlemsstaternes forpligtelser med hensyn til de i bilaget III, del B, anførte gennemførelsesfrister —

VEDTAGET FØLGENDE DIREKTIV:

Artikel 1

Dette direktiv vedrører metoder til kvantitativ analyse af visse binære tekstilfiberblandinger, herunder forberedelsen af forprøver og analyseprøver.

Artikel 2

Ved forprøve forstås en til analyseformål egnet delprøve af de samlede laboratorieprøver, der er udtaget af et parti af den vare, der skal analyseres.

⁽¹⁾ EFT nr. L 173 af 31. 7. 1972, s. 1.

⁽²⁾ EFT nr. L 75 af 17. 3. 1987, s. 21.

Analyseprøven er den del af forprøven, der kræves til opnåelse af et enkelt analyseresultat.

Artikel 3

Medlemsstaterne træffer i overensstemmelse med direktiv .../EF alle nødvendige foranstaltninger, for at bestemmelserne i bilag I og II om metoderne til kvantitativ analyse af visse binære tekstilfiberblandinger, herunder forberedelse af forprøver og analyseprøver, overholdes ved den officielle kontrol til bestemmelse af sammensætningen af tekstilvarer, der bringes på markedet.

Artikel 4

Det laboratorium, der har til opgave at kontrollere binære blandinger, for hvilke der ikke findes nogen ensartet analysemetode på fællesskabsplan, bestemmer sammensætningen af disse blandinger ved hjælp af enhver egnet metode, der står til dets rådighed, og giver i analyserapporten oplysning om det opnåede resultat og metodens nøjagtighed, for så vidt denne er kendt.

Artikel 5

1. Der nedsættes en komité for tilpasning af analysemetoderne inden for tekstilsektoren til den tekniske udvikling, i det følgende benævnt »Komitéen«, der består af repræsentanter for medlemsstaterne og har en repræsentant for Kommissionen som formand.

2. Komitéen fastsætter selv sin forretningsorden.

3. Tilpasningen af de i bilag II omhandlede kvantitative analysemetoder til den tekniske udvikling sker efter proceduren i artikel 6.

Artikel 6

1. Når der henvises til den procedure, der er fastsat i denne artikel, indbringer formanden sagen for Komitéen enten på eget initiativ eller på begæring af en medlemsstats repræsentant.

2. Kommissionens repræsentant forelægger Komitéen et udkast til de foranstaltninger, der skal træffes. Komitéen afgiver en udtalelse om dette udkast inden for en frist, som formanden kan fastsætte under hensyn til, hvor meget det forelagte spørgsmål haster. Udtalelsen vedtages med et flertal på 54 stemmer, idet der tildeles medlemsstaternes stemmer vægt i henhold til traktatens artikel 148, stk. 2.

Formanden deltager ikke i afstemningen.

3. a) Kommissionen vedtager de påtænkte foranstaltninger, når de er i overensstemmelse med Komitéens udtalelse.

b) Såfremt disse foranstaltninger ikke er i overensstemmelse med Komitéens udtalelse, eller har Komitéen ikke afgivet nogen udtalelse, forelægger Kommissionen straks Rådet et udkast til de foranstaltninger, der skal træffes.

Rådet træffer beslutning med kvalificeret flertal.

c) Har Rådet ikke truffet nogen beslutning inden tre måneder efter sagens forelæggelse, vedtager Kommissionen de foreslåede foranstaltninger.

Artikel 7

Medlemsstaterne meddeler Kommissionen teksten til de vigtigste nationale retsfor skrifter, som de udsteder på det område, der er omfattet af dette direktiv.

Artikel 8

De i bilag III, del A, anførte direktiver ophæves, dog uden at medlemsstaternes forpligtelser med hensyn til de i bilag III, del B, anførte gennemførelsesfrister berøres heraf.

Henvisninger til de ophævede direktiver gælder som henvisninger til nærværende direktiv og læses i henhold til den i bilag IV anførte sammenligningstabel.

Artikel 9

Dette direktiv er rettet til medlemsstaterne.

Dette direktiv træder i kraft på tyvendedagen efter offentliggørelsen i *De Europæiske Fællesskabers Tidende*.

BILAG I

FORBEREDELSE AF FORPRØVER OG ANALYSEPRØVER TIL BESTEMMELSE AF TEKSTIL-
PRODUKTERS SAMMENSÆTNING

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Dette bilag indeholder almindelige anvisninger for fremstilling af forprøver af egnet størrelse (dvs. ikke over 100 g) til forbehandling med henblik på kvantitative analyser af laboratorieprøver samt udvælgelse af analyseprøver af forprøver, fra hvilke andre bestanddele end fibre er fjernet ved en forbehandling⁽¹⁾.

2. DEFINITIONER

- 2.1. Vareparti — den mængde, der skal bedømmes på basis af en række undersøgelsesresultater. Den kan f.eks. omfatte hele det materiale, der udgør en enkelt leverance, totalmængden af tekstilvarer fra en bestemt maskine, en sending garn, en eller flere baller råfibre.
- 2.2. Laboratorieprøve — den del af varepartiet, der er udtaget af totalmængden som repræsentativ for denne, og som indsendes til laboratoriet. Laboratorieprøvens størrelse og art skal vælges således, at den på korrekt måde gengiver varens variabilitet og er nem at arbejde med i laboratoriet⁽²⁾.
- 2.3. Forprøve — den del af laboratorieprøven, fra hvilken andre bestanddele end fibre er fjernet ved en forbehandling, og af hvilken analyseprøverne derefter udtages⁽³⁾. Forprøvens størrelse og art skal være egnet til på korrekt måde at gengive laboratorieprøvens variabilitet.
- 2.4. Analyseprøve — den del af materialet udtaget af forprøven, der er nødvendig for at opnå et enkelt analyseresultat.

3. PRINCIP

Forprøven udtages således, at den er repræsentativ for den samlede laboratorieprøve.

Analyseprøverne udtages således af forprøven, at de er repræsentative for denne.

4. PRØVEUDTAGNING AF LØSE FIBRE

- 4.1. Ikke-parallellagte fibre — forprøven sammensættes af totter, der er tilfældigt udtaget af laboratorieprøven. Hele forprøven blandes grundigt ved hjælp af en laboratoriekarde⁽⁴⁾. Kardefloret samt de fibre, der endnu hænger ved karden, og de korte fibre, der er faldet af karden, forbehandles. Derefter udtages analyseprøverne af kardefloret, de vedhængende fibre og de nedfaldne korte fibre i rigtigt indbyrdes vægtforhold.

Forbliver kardeflorets form i det væsentlige uforandret ved forbehandlingen, udtages analyseprøverne på den under punkt 4.2 beskrevne måde. Ødelægges kardefloret ved forbehandlingen, udtages med henblik på de resterende prøver mindst 16 små totter af egnet og så vidt muligt ens størrelse af den forbehandlede prøve og samles til én prøve.

- 4.2. Parallellagte fibre (kardeflor, tops, forgarn) — af tilfældigt udvalgte dele af laboratorieprøven fremstilles mindst 10 snitprøver på hver ca. 1 g. Den således fremkomne forprøve forbehandles. Derefter lægges snitprøverne ved siden af hinanden kant ved kant, og analyseprøverne fremstilles heraf på en sådan måde, at der hver gang lægges et snit gennem de ti prøver således, at det omfatter en del af hver af de ti længder.

5. PRØVEUDTAGNING AF GARNER

- 5.1. Garner på spoler eller i strenge — alle spoler eller strenge i laboratorieprøven skal anvendes.

(1) Eventuelt kan analyseprøverne forbehandles direkte.

(2) Vedr. færdigvarer og konfektionsartikler se punkt 7.

(3) Se bilag I.1.

(4) I stedet for en laboratoriekarde kan anvendes en fiberblender, eller metoden med »udkæmmede totter« (udkæmning og neddeling) kan anvendes.

Fra hver spole eller streng udtages sammenhængende garner af egnet længde enten ved at vikke garnet i samme antal omgange på en garnvinde ⁽¹⁾ eller på anden måde. De enkelte længder lægges sammen til en streng eller et kabel, idet det påses, at der i hver enkelt streng eller kabel stadig er lige mange garnlængder fra hver spole eller hver streng.

Den på denne måde fremkomne forprøve forbehandles.

Til udtagelse af analyseprøver af den forbehandlede forprøve skæres garnafsnit i samme længde af strengen eller kablet; det skal derved påses, at der ikke udelades noget af de deri indeholdte garner.

Såfremt ter garnnummeret i »tex« og n antallet af spoler eller strenge i laboratorieprøven, udgør garnlængden af hver spole eller streng, der giver en forprøve på 10 g,

$$\frac{10^6}{nt} \text{ cm.}$$

Er nt meget højt, dvs. over 2 000, kan opvikles en tykkere streng, der skæres over to steder for at opnå et kabel af egnet vægt. Enderne af en prøve i kabelfori skal før forbehandlingens begyndelse sammenbindes omhyggeligt; analyseprøverne skal udtages på et sted, der er tilstrækkelig langt fra knuden.

- 5.2. Kæder (warps) — forprøven udtages således, at der af kædeenden afskæres et stykke, der er mindst 20 cm langt og indeholder samtlige kædeetråde med undtagelse af kanttrådene, der kasseres. Nogle tråde bindes sammen i den ene ende. Er prøven for stor til at blive forbehandlet som en helhed, adskilles den i to eller flere dele, idet hver del bindes sammen før forbehandlingen. De enkelte dele forbehandles hver for sig og samles derefter igen. Af forprøven afskæres en analyseprøve af passende længde og i tilstrækkelig afstand fra knuden, idet det må påses, at ingen af kædeetrådene udelades. For en kæde af N-tråde med garnnummeret t »tex« udgør længden af en prøve på 1 g
- $$\frac{10^5}{Nt} \text{ cm.}$$

6. PRØVEUDTAGNING AF TEKSTILSTOFFER

- 6.1. Laboratorieprøve bestående af en enkelt repræsentativ kupon — en diagonal strimmel afskæres fra hjørne til hjørne og ægkanterne fjernes. Denne strimmel udgør forprøven.

For at opnå en forprøve på x g skal strimlens areal udgøre $\frac{x \cdot 10^4}{G}$ cm², idet G er stoffets vægt i g/m².

Efter forbehandlingen skæres strimlen over på tværs i fire lige store dele, der lægges oven på hinanden.

Der udtages analyseprøver af en vilkårlig del af materialet, idet alle lag skæres igennem på en sådan måde, at der af hvert lag fås en analyseprøve af samme længde.

Indeholder stoffet et vævet mønster, må forprøvens bredde målt parallelt med kæderetningen ikke være mindre end svarende til mønsterrapporten i kæderetningen. Er forprøven under disse betingelser for stor til uden besvær at kunne forbehandles som en helhed, skal den skæres i lige store dele, der forbehandles hver for sig; disse dele lægges oven på hinanden, før analyseprøven fremstilles, idet det påses, at tilsvarende dele af mønstret ikke falder sammen.

- 6.2. Laboratorieprøver, der består af flere kuponer — hver kupon analyseres i overensstemmelse med 6.1; resultaterne angives hver for sig.

7. PRØVEUDTAGNING AF FÆRDIGVARER OG KONFEKTIONSARTIKLER

Laboratorieprøven består som regel af en hel færdigvare eller konfektionsartikel eller en repræsentativ del af disse.

Eventuelt skal procentsatsen bestemmes for de forskellige dele, der ikke har samme fiberindhold, for at det kan konstateres, om artikel 9 i direktivet om betegnelser for tekstilprodukter kan finde anvendelse.

(1) Kan spolerne anbringes på en egnet spoleramme, kan garn fra flere spoler vikles op samtidig.

Af den pågældende del af den færdige vare eller af konfektionsartiklen, hvis sammensætning bør være angivet ved en etiket, udtages en repræsentativ forprøve. Har den konfektionerede artikel flere etiketter, skal der udtages repræsentative forprøver af hver del, der er betegnet med en etiket.

Er den artikel, hvis sammensætning skal bestemmes, ikke homogen, kan det være nødvendigt at udtage forprøver af hver del af artiklen og at bestemme de enkelte deles forholdsmæssige andele af hele den pågældende artikel.

Procenterne udregnes derefter under hensyn til de undersøgte deles forholdsmæssige andele.

Disse forprøver forbehandles.

Derefter udtages der repræsentative analyseprøver af de forbehandlede forprøver.

BILAG II

KVANTITATIVE ANALYSEMETODER FOR VISSE BINÆRE TEKSTILFIBERBLANDINGER

1. ALMINDELIG DEL

Indledning

De kvantitative analysemetoder for tekstilfiberblandinger bygger hovedsagelig på to metoder, nemlig den manuelle og den kemiske udskillelse af fibre.

Den manuelle metode bør så vidt muligt anvendes, da den i almindelighed fører til mere nøjagtige resultater end den kemiske metode. Den manuelle metode kan anvendes på alle tekstilprodukter, i hvilke de fibre, der danner produktet, ikke udgør nogen uadskillelig blanding, f.eks. i tilfælde af, at garnet består af flere bestanddele, hvoraf de enkelte bestanddele kun består af en slags fibre, samt tekstilstoffer, i hvilke kæden består af en anden fiber end skudgarnet, eller trikotage, der er sammensat af forskellige slags garner.

Som regel bygger den kvantitative kemiske analysemetode for tekstilfiberblandinger på enkeltbestanddelens selektive opløselighed. Efter fjernelsen af en bestanddel vejes det uopløselige restprodukt, og den opløselige bestanddels andel beregnes på grundlag af vægttabet. I dette dokument sammenstilles de oplysninger, der generelt fremgår af en analyse efter denne metode, og som gælder for de i dette bilag nævnte fiberblandinger af enhver sammensætning. Dette dokument må derfor benyttes i forbindelse med de andre tekster, der indeholder udførlige metoder for særlige fiberblandinger. Det kan forekomme, at visse kemiske analyser bygger på andre principper end den selektive opløselighed. I så fald gives der udførlige oplysninger herom i den pågældende del af metoden.

De fiberblandinger, der anvendes under fremstillingen af tekstilprodukter, og i ringere grad også fiberblandingerne i de færdige tekstiler, kan ofte indeholde andre bestanddele end fibre såsom fedtstoffer, voks eller hjælpemidler eller vandopløselige stoffer, der kan være af naturlig oprindelse eller være tilføjet for at lette fremstillingen. Af denne grund gives de ligeledes en forbehandlingsmetode til fjernelse af olier, fedtstoffer, voks og vandopløselige stoffer.

Tekstiler kan desuden indeholde harpikser eller andre substanser, der skal give dem bestemte egenskaber. Disse substanser, hvortil i undtagelsestilfælde også hører farvestoffer, kan ændre reagensets indvirkning på de opløselige bestanddele, og endvidere helt eller delvis fjernes ved reagenserne. Disse tilsætninger kan således være årsag til fejl og må udskilles før analysen af prøven. Er dette ikke muligt, kan de i dette bilag beskrevne metoder for kvantitativ kemisk analyse ikke anvendes.

Farvestof i farvede fibre anses som integrerende bestanddele af fibre og fjernes ikke.

Disse analyser foretages på grundlag af tørvægten; der angives derfor en metode til bestemmelse af tørvægten.

Resultatet opnås ved på de enkelte fibres tørvægt at anvende de i bilag II til direktivet om betegnelser for tekstilprodukter angivne fugtighedstillæg.

De i blandingen indeholdte fibre skal identificeres før analysen. Ved visse kemiske metoder kan den uopløselige bestanddel i en blanding delvis opløses i det reagens, der anvendes til opløsning af de opløselige bestanddele. Så vidt muligt er reagenserne valgt således, at de kun har ringe eller slet ingen virkning på de uopløselige fibre. Må der ved en analyse regnes med vægttab, skal resultaterne korrigeres i overensstemmelse hermed; der er angivet korrektionsfaktorer herfor. Disse korrektionsfaktorer er bestemt i flere laboratorier ved, at fibre, rensede ved forbehandling, er blevet behandlet med det pågældende reagens under anvendelse af analysemetoden. Disse korrektionsfaktorer gælder kun for normale fibre, og yderligere korrektionsfaktorer kan være nødvendige, når fibre ikke er forblevet intakte før eller under behandlingen. De angivne kemiske analysemetoder gælder for enkeltanalyser. Der skal foretages mindst to analyser på hver analyseprøve, både for så vidt angår den manuelle adskillelsesmetode og den kemiske adskillelsesmetode. I tvivlstilfælde må der, såfremt dette er teknisk muligt, foretages en yderligere analyse, ved anvendelse af en metode, ved hvilken den fiber, der er forblevet som restprodukt ved den første metode, opløses.

I. Almindelige oplysninger om de kvantitative kemiske analysemetoder for fiberblandinger.

Almindelige oplysninger om de metoder, der skal anvendes til kvantitativ kemisk analyse af tekstilfiberblandinger.

- I.1. *Anvendelsesområde*
Under den enkelte metodes anvendelsesområde anføres de fibre, for hvilke den skal anvendes.
- I.2. *Princip*
Efter identificering af de enkelte bestanddele i en fiberblanding fjernes først de bestanddele, der ikke er fibre, ved en egnet forbehandling, derefter en af de to bestanddele, som regel ved selektiv opløsning ⁽¹⁾, idet det uopløselige restprodukt vejes, og den opløselige bestanddels andel beregnes af vægttabet. Bortset fra tilfælde, hvor der foreligger tekniske vanskeligheder, skal fortrinsvis den fiber, der er til stede i størst mængde, opløses, således at man får den fiber som restprodukt, der er til stede i ringere mængde.
- I.3. *Nødvendigt materiale*
- I.3.1. *Apparatur*
- I.3.1.1. Filterdigler og vejglas, der kan rumme diglerne, eller andet udstyr, der giver samme resultater.
- I.3.1.2. Sugetlaske.
- I.3.1.3. Eksikkator med farvet silikagel som fugtighedsindikator.
- I.3.1.4. Tørreovn med ventilator til tørring af analyseprøverne ved 105 °C ± 3 °C.
- I.3.1.5. Analysevægt, følsomhed 0,0002 g.
- I.3.1.6. Ekstraktionsapparat Soxhlet eller apparatur, med hvilket samme resultat kan opnås.
- I.3.2. *Reagenser*
- I.3.2.1. Petroleumsæter, redestilleret, kogepunktsinterval 40 °C til 60 °C.
- I.3.2.2. Andre reagenser er angivet i de pågældende dele af metoden. Alle reagenser skal være kemisk rene.
- I.3.2.3. Destilleret eller afioniseret vand.
- I.4. *Konditionerings- og analyseatmosfære*
Da tørmassen bestemmes, kræves der hverken konditionering af prøven eller analyse i klimatiseret atmosfære.
- I.5. *Forprøve*
Der udvælges en for laboratorieprøven repræsentativ forprøve, der indeholder tilstrækkeligt materiale til samtlige krævede analyseprøver på hver mindst 1 g.
- I.6. *Forprøvens forbehandling ⁽²⁾*
Foreligger der en bestanddel, der ikke skal tages i betragtning ved beregning af procentsatserne (artikel 12, stk. 3, i direktivet »Betegnelser for tekstilprodukter«), skal denne først fjernes ved anvendelse af en egnet metode, der ikke må angribe nogen af fiberbestanddelene.
Med henblik herpå fjernes de ved hjælp af petroleumsæter og vand ekstraherbare bestanddele, der ikke er fiberbestanddele, idet den lufttørrede forprøve behandles med petroleumsæter i Soxhlet-apparatet i en time og med mindst seks vendinger pr. time. Derefter afdampes

⁽¹⁾ Metode nr. 12 danner en undtagelse. Den er baseret på bestemmelse af en komponent ved en af de to bestanddele.

⁽²⁾ Jfr. bilag I.1.

petroleumsæteren fra prøven, hvorefter prøven ekstraheres ved direkte behandling, dvs. ved en times nedsænkning i vand med stuetemperatur med derpå følgende nedsænkning i en time i vand med en temperatur på $65\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ under rystning nu og da, flottesforhold 1:100. Det overskydende vand trykkes, suges eller centrifugeres ud, hvorefter prøven lufttørres.

Såfremt de bestanddele, der ikke er fibre, ikke kan ekstraheres ved hjælp af petroleumsæter og vand, må de på anden måde end med vand, som beskrevet i det foregående, fjernes med en egnet metode, der ikke i væsentlig grad forandrer nogen af fiberbestanddelene. For nogle ublegede naturlige plantefibres vedkommende (som f.eks. jute- og kokosfibre) må det tages i betragtning, at ikke alle naturlige bestanddele, der ikke er fibre, udskilles ved den normale forbehandling med petroleumsæter og vand. Alligevel foretages der ikke yderligere forbehandlinger, når prøven ikke indeholder appreturmidler, der ikke er opløselige i petroleumsæter og i vand.

I analyserapporterne skal de valgte forbehandlingsmetoder indgående beskrives.

I.7. *Analysegang*

I.7.1. *Almindelige anvisninger*

I.7.1.1. *Tørring*

Alle tørreoperationer skal have en varighed af mindst fire timer, dog ikke over 16 timer, ved $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ i en ventileret ovn med lukket ovndør. Er tørretiden under 14 timer, skal det kontrolleres, om der er opnået en konstant vægt. Konstant vægt kan anses for opnået, når vægtforskellen efter en ny tørringsperiode af 60 minutters varighed udgør under 0,05 %.

Filterdigler og vejglas samt prøver eller restprodukter må ikke berøres med bare hænder under tørrings-, afkølings- og vejeprocessen.

Analyseprøverne tørres i et vejglas med aftaget prop. Efter tørringen lukkes vejglasset, før det tages ud af ovnen, og anbringes hurtigst muligt i ekssikkatoren.

Filterdigelen, der sammen med sit låg er anbragt i et vejglas, tørres i ovnen. Efter tørringen lukkes vejglasset og stilles hurtigst muligt i ekssikkatoren.

Benyttes andet apparatur end filterdigelen, foretages tørring i tørreovnen for at bestemme fibrenes tørvægt uden tab.

I.7.1.2. *Afkøling*

Alle afkølingsprocesser udføres i den ved siden af vægten opstillede ekssikkator i tilstrækkelig lang tid til, at der opnås fuldstændig afkøling af vejglassene, idet afkølingstiden skal udgøre mindst to timer.

I.7.1.3. *Vejning*

Efter afkølingen vejes vejglasser inden to minutter efter, at det er taget ud af ekssikkatoren. Vejenøjagtighed 0,0002 g.

I.7.2. *Fremgangsmåde*

Af den forbehandlede forprøve udtages en analyseprøve på mindst 1 g. Garn og stof udskæres i længder på ca. 10 mm og sønderdeles så vidt muligt. Analyseprøven tørres i et vejglas, afkøles i ekssikkatoren og vejes. Prøven anbringes i en glasbeholder, der er beskrevet i den pågældende del af fællesskabsmetoden, derefter vejes vejglasset straks igen, og prøvens tørvægt bestemmes som differencen. Analysen afsluttes i overensstemmelse med anvisningerne i den pågældende del af metoden. Restproduktet undersøges mikroskopisk, for at det kan konstateres, om den opløselige fiber er helt fjernet ved behandlingen.

I.8. *Beregning og angivelse af resultatet*

Den uopløselige bestanddels vægt udtrækkes i procent af totalvægten af de i blandingen indeholdte fibre. Procentsatsen for den opløselige fiberandel fremgår af differencen. Beregning af resultatet sker på basis af de rene fibres tørvægte, idet der med henblik på tabene ved forbehandlingen og analysen dels benyttes fugtighedstillæg, dels korrektionsfaktorer. Disse beregninger foretages i overensstemmelse med den under punkt I.8.2 angivne formel.

- I.8.1. Beregningen af den procentvise vægtandel af de tørre og rene uopløselige bestanddele uden hensyn til fibrenes vægttab ved forbehandlingen:

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

P_1 er procentsatsen for den tørre og rene uopløselige fiberandel

m er prøvens tørmasse efter forbehandlingen

r er det tørre restprodukts masse

d er korrektionsfaktoren, hvorved der tages hensyn til vægttabet for de uopløselige bestanddele i reagenset ved analysen.

Egnede værdier for »d« er angivet i den pågældende tekstdel i de enkelte metoder.

Naturligvis gælder de i normale tilfælde anvendelige »d«-værdier ikke for kemisk angrebne fibre.

- I.8.2. Beregning af procentsatsen for de uopløselige bestanddele efter anvendelse af de konventionelle fugtighedstillæg og eventuelle korrektionsfaktorer, hvorved der tages hensyn til vægttabet ved forbehandlingen:

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

P_{1A} er procentsatsen for den uopløselige fiberandel under hensyn til det konventionelle fugtighedstillæg og vægttabet ved forbehandlingen

P_1 er procentsatsen for den uopløselige, tørre og rene fiberandel, udregnet efter den under punkt I.8.1 anførte formel

a_1 er det konventionelle fugtighedstillæg for den uopløselige andel (jfr. bilag II til direktivet »Betegnelser for tekstilvarer«)

a_2 er det konventionelle fugtighedstillæg for den opløselige fiberandel (jfr. bilag II til direktivet »Betegnelser for tekstilvarer«)

b_1 er den uopløselige fiberandels procentvise vægttab ved forbehandlingen

b_2 er den opløselige fiberandels procentvise vægttab ved forbehandlingen.

Procentsatsen for den anden bestanddel ($P_{2A} \%$) udgør $100 - P_{1A} \%$.

Ved anvendelse af en særlig forbehandling skal værdierne b_1 og b_2 så vidt muligt bestemmes ved, at alle rene fiberbestanddele underkastes den i forbindelse med analysen anvendte forbehandling. Ved rene fibre forstås fibre, der er fri for enhver ikke-fiberholdig substans med undtagelse af substanser, som de normalt (på grund af deres beskaffenhed og fremstillingsprocessen) indeholder i den tilstand (ubleget, bleget), i hvilken varen, der analyseres, befinder sig.

Råder man ikke over separate, rene fiberbestanddele, der har været anvendt til fremstilling af varen, der analyseres, skal der for b_1 og b_2 lægges gennemsnitsværdier til grund, der er konstateret ved undersøgelse af lignende, rene fibre som de, der er indeholdt i den undersøgte blanding.

Gennemføres den normale forbehandling ved ekstraktion med petroleumsæter og vand, kan man i almindelighed give afkald på korrektionsfaktorerne b_1 og b_2 bortset fra råbomuld, råhør og råhamp, for hvilke et af forbehandlingen betinget vægttab på 4 %, og for polypropylen på 1 %, er konventionelt fastlagt.

For andre fibres vedkommende fastlægges det konventionelt, at det af forbehandlingen betingede vægttab ikke tages i betragtning ved beregningen.

II. *Kvantitativ analysemetode ved manuel adskillelse*

II.1. *Anvendelsesområde*

Metoden kan anvendes for tekstilfibre af en hvilken som helst beskaffenhed, forudsat at de ikke udgør en uadskillelig blanding, og at de kan adskilles manuelt.

II.2. *Princip*

Efter identificering af tekstilets bestanddele udskilles først ved en egnet forbehandling de bestanddele, der ikke er fibre, hvorefter fibrene adskilles manuelt, tørres og vejes med henblik på beregningen af de enkelte fiberarters andel i blandingen.

II.3. *Nødvendigt apparatur*

II.3.1. Vejeglas eller lignende udstyr, der giver samme resultater.

II.3.2. Ekssikator med farvet silikagel som fugtighedsindikator.

II.3.3. Tørreovn med ventilator til tørring af analyseprøverne ved 105 ± 3 °C.

II.3.4. Analysevægt, følsomhed 0,0002 g.

II.3.5. Ekstraktionsapparat Soxhlet eller apparatur, med hvilket samme resultat kan opnås.

II.3.6. Præparérnål.

II.3.7. Snoningstæller eller lignende apparatur.

II.4. *Reagenser*

II.4.1. Petroleumssæter, redestilleret, kogepunktsinterval 40 °C til 60 °C.

II.4.2. Destilleret eller afioniseret vand.

II.5. *Konditionerings- og analyseatmosfære*

Jfr. punkt I.4.

II.6. *Forprøve*

Jfr. punkt I.5.

II.7. *Forprøvens forbehandling*

Jfr. punkt I.6.

II.8. *Analysegang*

II.8.1. *Analyse af garner*

Af en forbehandlet prøve udtages en analyseprøve på mindst 1 g. For meget fine garner kan analysen uanset vægt foretages på en mindstelængde på 30 m.

Garnerne klippes i stykker af egnet længde; af disse udskilles de enkelte elementer ved hjælp af en præparérnål og om nødvendigt ved hjælp af snoningstælleren. De således isolerede elementer anbringes derefter i et tareret vejeglas og tørres ved $105 \text{ °C} \pm 3 \text{ °C}$, indtil der er opnået en konstant vægt i overensstemmelse med I.7.1 og I.7.2.

II.8.2. *Analyse af stof*

Af en forbehandlet prøve udtages en analyseprøve på mindst 1 g, således at den ligger inden for ægkanten, har nøjagtigt afskårne kanter uden trevler og er skåret parallelt med skud- og kæderetningerne eller for trikotages vedkommende parallelt på langs og tværs af maskerækkerne. De enkelte garner adskilles og samles igen i tarerede vejeglas, hvorefter fremgangsmåden er som angivet under punkt II.8.1.

II.9. *Beregning og angivelse af resultatet*

Den enkelte bestanddels vægt udtrykkes som procentsats af totalvægten af de i blandingen indeholdte fibre. Beregningen sker på basis af de rene fibres tørvægt med anvendelse af fugtighedstillæg samt nødvendige korrektionsfaktorer under hensyn til de under forbehandlingen forekomne vægttab.

II.9.1. Beregning af procentsatsen for de rene tørvægte uden hensyn til fibrenes vægttab ved forbehandlingen:

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

P_1 er procentsatsen for den tørre og rene første fiberandel

m_1 er den første fiberandels rene tørmasse

m_2 er den anden fiberandels rene tørmasse.

II.9.2. Beregning af procentsatsen for hver enkelt bestanddel efter anvendelse af de konventionelle fugtighedstillæg og eventuelle korrektionsfaktorer under hensyn til vægttabet ved forbehandlingen: jfr. punkt I.8.2.

III.1. *Metodens nøjagtighed*

Den for den enkelte metode angivne nøjagtighed refererer til reproducerbarheden.

Reproducerbarheden repræsenterer pålidelighedsgraden, dvs. den indsnævring i overensstemmelsen mellem forsøgsresultater, der opnås i forskellige laboratorier eller inden for forskellige tidsrum, når der herved altid fremskaffes enkeltresultater med samme metode og for samme homogene vare.

Reproducerbarheden udtrykkes ved sikkerhedsgrænserne for forsøgsresultaterne ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

Dette vil sige, at afvigelsen mellem resultaterne af en i forskellige laboratorier gennemført analyserække ved rigtig og normal anvendelse af metoden på samme homogene blanding kun må overskrides i fem ud af hundrede tilfælde.

III.2. *Analyserapport*

III.2.1. Angivelse af, hvorvidt analysen er gennemført efter den her beskrevne metode.

III.2.2. Detaljerede oplysninger om eventuelle specielle forbehandlinger (jfr. punkt I.6.)

III.2.3. Angivelse af enkeltresultaterne samt den aritmetiske middelværdi med en decimals nøjagtighed.

2. DE ENKELTE METODER — OVERSIGTSTABEL

Metode	Anvendelsesområde		Reagens
Nr. 1	Acetat	Visse andre fibre	Acetone
Nr. 2	Visse proteinfibre	Visse andre fibre	Natriumhypochlorit
Nr. 3	Viskose, cupro og visse typer af modal	Bomuld	Myresyre-zinkchlorid
Nr. 4	Polyamid eller nylon	Visse andre fibre	80 % myresyre
Nr. 5	Acetat	Triacetat	Benzylalkohol
Nr. 6	Triacetat	Visse andre fibre	Dichlormethan
Nr. 7	Visse cellulosefibre	Polyester	75 % svovlsyre
Nr. 8	Acrylfibre, visse modacrylfibre eller visse polychloridfibre	Visse andre fibre	Dimethylformamid
Nr. 9	Visse polychloridfibre	Visse andre fibre	Kuldisulfid/ Acetone 55,5/44,5
Nr. 10	Acetat	Visse polychloridfibre	Eddikesyre
Nr. 11	Silke	Uld eller dyrehår	75 % svovlsyre
Nr. 12	Jute	Visse fibre af dyrisk oprindelse	Kvælstofbestemmelsesmetode
Nr. 13	Polypropylen	Visse andre fibre	Xylen
Nr. 14	Polychloridfibre (på basis af homopolymere af vinylchlorid)	Visse andre fibre	Koncentreret svovlsyre
Nr. 15	Chlorofibre, visse modacryltyper, visse elasthantyper, acetat, triacetat	Visse andre fibertyper	Cyclohexanon

METODE Nr. 1

ACETAT OG VISSE ANDRE FIBRE

(Acetonemetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Metoden skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. acetat (19)

med

2. uld (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomuld (5), hør (7), hamp (8), jute (9), manila (10), alfa (11), kokos (12), gyvel (13), ramie (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), proteinfibre (23), viskose (25), acryl (26), polyamid eller nylon (30) og polyester (31).

Denne metode er naturligvis ikke anvendelig på overfladeacetylerede acetatfibre.

2. PRINCIP

Acetatfibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af acetone. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af det tørre acetatfibre, bestemmes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

200-ml-Erlenmeyerkolbe med indsleber glasprop.

3.2 Reagens

Acetone

4. UDFØRELSE

Den i den almindelige del beskrevne analysegang følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven, der befinder sig i en Erlenmeyerkolbe, størrelse mindst 200 ml og forsynet med indslebet glasprop, tilsættes 100 ml acetone pr. gram prøve; kolben rystes og henstår i 30 minutter ved stuetemperatur, idet den nu og da rystes; derefter dekanteres væsken gennem en tareret glasfilterdigel.

Denne behandling gentages yderligere to gange (i alt tre ekstraktioner), dog kun 15 minutter hver gang, således at den samlede tid for acetonebehandlingen er en time. Restprodukter overføres til en glasfilterdigel og udvaskes derefter med acetone under sugning. Digen fyldes på ny med acetone, som man lader løbe fra uden sugning.

Til sidst tømmes digelen under sugning; digel og restprodukt tørres, afkøles og vejes.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den metode, der er angivet i den almindelige del. Værdien »d« udgør 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 2

VISSE PROTEINFIBRE OG VISSE ANDRE FIBRE

(Hypochloritmetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Metoden skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. visse proteinfibre som: uld (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), regenererede proteinfibre (23)
med
2. bomuld (5), cupro (21), modal (22), viskose (25), acryl (26), chlorofibre (27), polyamid (30) eller nylon (30), polyester (31), polypropylen (33), elasthan (39) og glasfibre (40).

Er der tale om flere typer af proteinfibre, giver metoden disses totalmængde, men ikke de procentvise andele.

2. PRINCIP

Proteinfibrene i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af en hypochloritopløsning. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af de tørre proteinfibre, beregnes som differencen.

Til fremstilling af hypochloritopløsningen kan anvendes lithiumhypochlorit eller natriumhypochlorit.

Lithiumhypochlorit anbefales i tilfælde, hvor der kun er tale om få analyser, eller analyserne foretages med forholdsvis lange mellemrum. Grunden hertil er, at fast lithiumhypochlorit i modsætning til natriumhypochlorit indeholder en næsten konstant hypochloritandel. Kendes denne hypochloritandel, er det ikke nødvendigt at kontrollere hypochloritindholdet iodometrisk ved hver analyse; tværtimod kan der arbejdes med konstant indvejet mængde af lithiumhypochlorit.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparat

- i) 250-ml-Erlenmeyerkolbe med slebet glasprop.
- ii) termostat, indstillelig på $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.2 Reagenser

i) Hypochloritreagens

a) Lithiumhypochloritopløsning

består af en frisk tilberedt opløsning med 35 ± 2 g/l aktivt chlor (ca. 1 M), der tilsættes $5 \pm 0,5$ g/l forud opløst natriumhydroxid. Man opløser hertil 100 gram lithiumhypochlorit med 35 % aktivt chlor (henholdsvis 115 gram med 30 % aktivt chlor) i ca. 700 ml destilleret vand, tilføjer 5 g natriumhydroxid opløst i ca. 200 ml destilleret vand og fylder op til 1 liter. Denne først tilberedte opløsning behøver ikke at kontrolleres iodometrisk.

b) Natriumhypochloritopløsning

består af en frisk tilberedt opløsning med 35 ± 2 g/l aktivt chlor (ca. 1 M), der tilsættes $5 \pm 0,5$ g/l forud opløst natriumhydroxid.

Før hver analyse skal opløsningens indhold af aktivt chlor kontrolleres iodometrisk.

ii) Fortyndet eddikesyre

5 ml 100 procent eddikesyre fortyndes med vand til 4 liter.

4. UDFØRELSE

Den i den almindelige del beskrevne analysegang følges ved anvendelsen af følgende fremgangsmåde:

ca. 1 g af prøven anbringes i 250 ml-kolben med ca. 100 ml af hypochloritopløsningen (lithium- eller natriumhypochlorit) og omrystes kraftigt for at væde prøven.

Derefter sættes kolben 40 minutter i en termostat ved 20 °C og omrystes kontinuert eller med regelmæssige mellemrum. Da opløsningen af uld forløber eksotermt, skal reaktionsvarmen fordeles og bortledes ved denne fremgangsmåde. I modsat fald kan der opstå betydelige fejl som følge af begyndende opløsning af de uopløselige fibre.

Efter 40 minutter filtreres kolbens indhold gennem en vejet glasfilterdigel; eventuelt resterende fibre skylles over i glasfilterdigelen med lidt hypochloritreagens. Filterdigelen tømmes ved hjælp af undertryk, og restproduktet vaskes successivt med vand, fortyndet eddikesyre og atter med vand, idet digelen efter hver tilsætning af væske tømmes under sugning, dog først efter at væsken er løbet igennem uden sugning.

Sluttelig tømmes digelen ved sugning, tørres sammen med restproduktet, afkøles og vejes.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del angivne metode. Værdien »d« udgør 1,00; for bomuld, viskose og modal udgør den 1,01 og for råbomuld udgør den 1,03.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 3

VSKOSE, CUPRO ELLER VISSE TYPER AF MODAL OG BOMULD

(Metode med myresyre/zinkchlorid)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. viskose (25) eller cupro (21), herunder visse typer af modal fibre (22)

med

2. bomuld (5).

Konstateres tilstedeværelsen af modal fibre, skal der udføres et for-forsøg, for at undersøge, om de er opløselige i reagenset. Denne metode kan ikke anvendes for blandinger, i hvilke bomulden er forandret ved et for stærkt kemisk angreb, eller såfremt viskose- eller cuprofibre ikke mere er fuldt opløselige på grund af tilstedeværelsen af visse farvestoffer eller appreturmidler, der ikke har kunnet fjernes fuldstændigt.

2. PRINCIP

Viskose-, cupro- eller modal fibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses med myresyre og zinkchlorid. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af de tørre viskose-, cupro- eller modal fibre, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop
- ii) anordning til at holde Erlenmeyerkolben på en temperatur på $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$.

3.2 Reagenser

- i) »Opløsning af 20 g smeltet vandfri zinkchlorid og 68 g vandfri myresyre, fyldt op med vand til 100 g (dvs. med 20 vægtdele smeltet vandfri zinkchlorid i 80 vægtdele myresyre, 85 vægtprocent).

I denne forbindelse henledes opmærksomheden på bilag II, stk. 1, punkt 1.3.2.2, som foreskriver, at alle reagenser skal være kemisk rene; desuden er det nødvendigt udelukkende at anvende smeltet vandfri zinkchlorid.

- ii) Ammoniumhydroxid-opløsning: 20 ml af en koncentreret ammoniakopløsning (vægtfylde 0,88 g/ml) fortyndes med vand til 1 liter.

4. UDFØRELSE

Den i den almindelige del beskrevne analysegang følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

prøven anbringes straks i en Erlenmeyerkolbe, forvarmet til $40\text{ }^{\circ}\text{C}$, og tilsættes 100 ml af myresyre-zinkchlorid-opløsningen, der er forvarmet til $40\text{ }^{\circ}\text{C}$, pr. gram prøve. Kolben lukkes og rystes. Kolben og dens indhold henstår i $2\frac{1}{2}$ time ved $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ og rystes to gange i dette tidsrum med en times mellemrum. Kolbens indhold filtreres gennem en tareret glasfilterdigel; herved skylles eventuelle fibre, der bliver hængende i kolben, med reagensopløsning ned i filterdigelen. Der efterskylles med 20 ml reagens.

Filterdigel og fiberrest vaskes fuldstændigt med vand ved $40\text{ }^{\circ}\text{C}$. Fiberresten skylles med ca. 100 ml kold ammoniakopløsning (3.2 (ii)), idet det påses, at fiberresten forbliver helt nedsænket i opløsningen i ti minutter; derefter skylles grundigt med koldt vand (1).

Der anvendes ikke undertryk, så længe skyllevæsken ikke er løbet helt igennem af sig selv. Sluttelig fjernes det endnu tilstedeværende væskeoverskud ved sugning, og digel og restprodukt tørres, afkøles og vejes.

(1) For at sikre at fiberresten er helt dækket af ammoniakopløsningen i ti minutter, kan der f.eks. under filteret monteres en beholder med en hane, der kan regulere ammoniakopløsningens udløb.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del angivne beregningsmetode. Værdien af »d« for bomuld er 1,02.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 2 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 4

POLYAMID ELLER NYLON OG VISSE ANDRE FIBRE

(Metode med 80 % myresyre)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. polyamid eller nylon (30)

med

2. uld (1), dyrehår (2 og 3), bomuld (5), cupro (21), modal (22), viskose (25), acryl (26), polychlorid (27), polyester (31), polypropylen (33) og glasfibre (40).

Denne metode kan som angivet foran anvendes for blandinger, der indeholder uld; er uldindholdet over 25 %, anvendes dog metode nr. 2, dvs. opløsning af ulden i en natriumhypochloritopløsning.

2. PRINCIP

Polyamid-fibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af myresyre. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af tør polyamid eller nylon, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop.

3.2 Reagenser

i) Myresyre med 80 vægtprocent (vægtfylde ved 20 °C: 1,186), 880 ml myresyre med 90 vægtprocent (vægtfylde ved 20 °C: 1,204) fyldes op med vand til 1 liter, eller 780 ml myresyre med 98—100 % (vægtfylde ved 20 °C: 1,220) fyldes op med vand til 1 liter. Mellem 77 og 83 vægtprocent myresyre er koncentrationen ikke kritisk.

ii) Fortyndet ammoniumhydroxidopløsning: 80 ml koncentreret ammoniumhydroxidopløsning (vægtfylde ved 20 °C: 0,880) fyldes op med vand til 1 liter.

4. UDFØRELSE

Den i den almindelige del beskrevne analysegang følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

prøven anbringes i en 200 ml-Erlenmeyerkolbe med 100 ml myresyre pr. gram prøve; kolben lukkes og rystes, for at prøven kan blive gennemvædet. Henstilles i 15 minutter ved stuetemperatur, idet væsken nu og da rystes. Erlenmeyerkolbens indhold filtreres gennem en tareret glasfilterdigel, og tilbageblevne fibre overføres til filterdigelen ved, at kolben udvaskes med lidt myresyreopløsning. Filterdigelen tømmes under sugning, og restprodukter vaskes successivt med myresyre, varmt vand, fortyndet ammoniumhydroxidopløsning samt til sidst med koldt vand, idet digelen tømmes efter hver væsketil-sætning under sugning, dog først efter at væsken er løbet igennem uden sugning. Sluttelig tømmes digelen ved sugning og tørres, afkøles og vejes sammen med restproduktet.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del angivne beregningsmetode. Værdien »d« udgør 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 5

ACETATFIBRE OG TRIACETATFIBRE

(Benzylalkoholmetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Metoden skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

- acetatfibre (19)
- med
- triacetatfibre (24).

2. PRINCIP

Acetatfibrene i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af benzylalkohol ved 52 ± 2 °C. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes; dets vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af det tørre acetat, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) 200-ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop.
- ii) mekanisk rysteapparat
- iii) termostat eller andet apparat, der kan holde kolben på en temperatur på $52 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$.

3.2 Reagenser

- i) benzylalkohol
- ii) ætylalkohol.

4. UDFØRELSE

Den i den almindelige del givne anvisninger ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven i Erlenmeyerkolben tilsættes 100 ml benzylalkohol pr. gram prøve. Kolben lukkes med en prop og fastgøres på et rysteapparat, således at den sænkes i et vandbad, der holdes på $52 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$, hvor den rystes i 20 minutter. (Eventuelt kan det mekaniske rysteapparat erstattes med kraftig rystning med hånden.) Væsken dekanteres gennem en tareret glasfilterdigel. En ny portion benzylalkohol tilsættes, og kolben rystes i yderligere 20 minutter ved $52 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$. Derefter dekanteres den gennem filterdigelen. Denne behandling gentages en tredje gang. Derefter hældes væske og restproduktet i filterdigelen. Eventuelt tilbageblevne fibre overføres fra kolben til filterdigelen ved yderligere skylning med benzylalkohol ved $52 \text{ °C} \pm 2 \text{ °C}$. Digen centrifugeres nu fuldstændig tør. Fibrene overføres til en kolbe; der tilsættes ætylalkohol til skylning. Efter at kolben er rystet kraftig i hånden, dekanteres gennem filterdigelen. Denne skylningsproces gentages to eller tre gange. Restproduktet overføres til digelen og centrifugeres fuldstændig tørt. Filterdigel og restprodukt tørres, afkøles og vejes.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del beskrevne metode. Værdien »d« udgør 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 6

TRIACETATFIBRE OG VISSE ANDRE FIBRE

(Dichlormethanmetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. triacetatfibre (24)

med

2. uld (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomuld (5), cupro (21), modal (22), viskose (25), acryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (31) og glasfibre (40).

Anmærkning:

Triacetatfibre, der som følge af en speciel efterbehandling er delvis forsæbede, er ikke fuldt opløselige i reagenset. I så fald kan metoden ikke anvendes.

2. PRINCIP

Triacetatfibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af dichlormethan. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af de tørre triacetatfibre, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparat

200 ml-Erlenmeyerkolbe med indsebet glasprop.

3.2 Reagens

Dichlormethan (methylenchlorid).

4. UDFØRELSE

De i den almindelige del givne anvisninger følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven, der er anbragt i en 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indsebet glasprop, tilsættes 100 ml dichlormethan pr. gram prøve; kolben lukkes med proppen og rystes kraftigt hvert 10. minut, for at prøven kan blive fuldstændigt gennemvædet, og henstår i 30 minutter ved stuetemperatur, idet den rystes med regelmæssige mellemrum. Væsken dekanteres gennem en tareret glasfilterdigel. 60 ml dichlormethan hældes i kolben med restproduktet, kolben rystes i hånden, og dens indhold filteres gennem glasfilterdigelen. Eventuelt tilbageblevne fibre overføres til digelen, idet der skylles med lidt ekstra dichlormethan. Væskeoverskuddet fjernes under sugning, og diglen fyldes derpå igen med dichlormethan, som løber helt fra sugning.

Endelig fjernes væskeoverskuddet under sugning, hvorefter restproduktet behandles med kogende vand for at fjerne alt opløsningsmiddel, digelen og restproduktet tørres, det afkøles og vejes.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del angivne beregningsmetode. Værdien »d« udgør 1,00 undtagen for polyester, hvor værdien »d« udgør 1,01.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 7

VISSE CELLULOSEFIBRE OG POLYESTERFIBRE

(Metode med 75 % svovlsyre)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Metoden skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. bomuld (5), hør (7), hamp (8), ramie (14), cupro (21), modal (22) og viskose (25)
2. polyester (31).

2. PRINCIP

Cellulosefibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af 75 % svovlsyre. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes; dets vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af de tørre cellulosefibre, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparat

- i) 500 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop
- ii) termostat eller andet apparat, med hvilket Erlenmeyerkolben kan holdes på $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

3.2 Reagenser

- i) *svovlsyre med 75 vægtprocent $\pm 2\%$:*
fremstilles ved at 700 ml svovlsyre, vægtfyldt ved 20 °C : 1,84 forsigtigt og under afkøling sættes til 350 ml destilleret vand. Efter afkøling til stuetemperatur fyldes op med vand til 1 liter
- ii) *fortyndet ammoniumhydroxidopløsning:*
80 ml ammoniumhydroxidopløsning, vægtfyldt ved 20 °C : 0,88, fyldes op med vand til 1 liter.

4. UDFØRELSE

De i den almindelige del givne anvisninger følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven, der er anbragt i en 500 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop, tilsættes 200 ml 75 % svovlsyre pr. gram prøve, hvorefter kolben lukkes med proppen og rystes forsigtigt, for at prøven kan blive helt gennemvædet. Kolben holdes i en time ved $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ og rystes med ca. 10 minutters mellemrum. Derefter filtreres dens indhold under sugning gennem en filterdigel. Eventuelt tilbageblevne fibre overføres til glasfilterdigelen, ved at kolben skylles med lidt 75 % svovlsyre. Glasfilterdigelen tømmes ved sugning, og restproduktet på filtret udvaskes første gang ved tilsætning af frisk 75 % svovlsyre. Der suges først, efter at væsken er løbet igennem uden sugning.

Restproduktet vaskes successivt flere gange med koldt vand, to gange med fortyndet ammoniumhydroxidopløsning og derefter grundigt med koldt vand, idet der suges efter hver væsketilsætning, dog hver gang først efter at væsken er løbet igennem uden sugning. Til sidst tømmes digelen ved sugning og tørres, afkøles og vejes sammen med restproduktet.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del angivne beregningsmetode. Værdien »d« udgør 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 8

ACRYLFIBRE, VISSE MODACRYLFIBRE ELLER VISSE POLYCHLORIDFIBRE SAMT VISSE ANDRE FIBRE

(Dimethylformamidmetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. acrylfibre (26), visse modacrylfibre (29) eller visse polychloridfibre (27) (1)
med
2. uld (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomuld (5), cupro (21), modal (22), viskose (25), polyamid eller nylon (30) og polyester (31).

Den gælder desuden for acryl- og visse modacrylfibre, der er behandlet med præmetalliserede farvestoffer (kompleksfarvestoffer), dog ikke med efterchromerede farvestoffer.

2. PRINCIP

Acrylfibre, visse modacrylfibre eller visse polychloridfibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af dimethylformamid i kogende vandbad. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af tørre acrylfibre, modacrylfibre eller polychloridfibre, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparat

- i) 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop
- ii) kogende vandbad.

3.2 Reagens

Dimethylformamid (kogepunkt $153\text{ °C} \pm 1\text{ °C}$) med ikke over 0,1 % vand. Da reagentet er giftigt, anbefales det at arbejde med aftræk.

4. UDFØRELSE

De i den almindelige del angivne anvisninger følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven, der er anbragt i en 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop, tilsættes pr. gram prøve 80 ml dimethylformamid, der er forvarmet i kogende vandbad; kolben lukkes med proppen, rystes, for at prøven kan blive helt gennemvædet, og forbliver i kogende vandbad i en time. I dette tidsrum rystes kolben og dens indhold forsigtigt fem gange.

Væsken dekanteres gennem en tareret glasfilterdigel, idet fibre holdes tilbage i Erlenmeyerkolben. 60 ml dimethylformamid hældes igen i kolben og opvarmes igen i 30 minutter i kogende vandbad, idet kolben med indhold rystes forsigtigt to gange i hånden.

Kolbens indhold filtreres gennem en glasfilterdigel under sugning.

De tilbageblevne fibre overføres til glasfilterdigelen ved, at kolben skylles med dimethylformamid. Væskeoverskuddet fjernes under sugning. Restproduktet udvaskes med ca. 1 liter 70 ° — 80 ° varmt vand, idet digelen hver gang fyldes med vand. Der suges kort efter hver skylning, men først efter at vandet selv er løbet fra. Hvis skyllevæsken løber for langsomt ud af digelen, kan der foretages en let sugning.

Digelen og restproduktet tørres, afkøles og vejes sammen.

(1) Sådanne modacryl- eller polychloridfibres opløselighed i reagentet undersøges før analysen.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del angivne metode. Værdien »d« udgør 1,00, bortset fra i følgende tilfælde:

uld:	1,01
bomuld:	1,01
cupro:	1,01
modal:	1,01
polyester:	1,01.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 9

VISSE POLYCHLORIDFIBRE OG VISSE ANDRE FIBRE

(Metode med kuldisulfid/acetone 55,4/44,5)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Metoden skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. visse polychloridfibre (27), dvs. visse, også efterchlorerede, polyvinylchloridfibre ⁽¹⁾ med
2. uld (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomuld (5), cupro (21), modal (22), viskose (25), acryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (31) og glasfibre (40).

Er indholdet af uld eller silke større end 25 %, anvendes metode nr. 2. Er indholdet af polyamid eller nylon større end 25 % i blandingen, anvendes metode nr. 4.

2. PRINCIP

Polychloridfibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af en azeotropisk blanding af kuldisulfid og acetone. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af de tørre polyvinylchloridfibre, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop
- ii) mekanisk rysteapparat.

3.2 Reagenser

- i) azeotropisk blanding af kuldisulfid og acetone (55,5 volumenprocent kuldisulfid og 44,5 volumenprocent acetone). Da reagenset er giftigt, anbefales det at arbejde med aftræk
- ii) ætylalkohol, 92 volumenprocent, eller metylalkohol.

4. UDFØRELSE

De i den almindelige del givne anvisninger følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven, der er anbragt i en 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop, tilsættes 100 ml azeotropisk blanding pr. gram prøve. Kolben lukkes omhyggeligt og rystes kraftigt ved stuetemperatur i 20 minutter i det mekaniske rysteapparat eller i hånden. Væsken dekanteres gennem en tareret glasfilterdigel.

Behandlingen gentages med 10 ml frisk opløsningsmiddel. Behandlingen gentages så mange gange, at en dråbe opløsningsmiddel efter afdampning på et urglas ikke efterlader nogen polymeraflejring. Restprodukter overføres til filterdigelen ved hjælp af en yderligere mængde opløsningsmiddel, og filterdigelen tømmes ved sugning; digel og restprodukt skylles med 20 ml alkohol og skylles derefter tre gange med vand. Før sugning af overskydende væske skal skyllevasken være løbet helt igennem. Digel og restprodukt tørres, afkøles og vejes.

NB: Prøverne af visse blandinger med et højt indhold af polyvinylchlorid skrumper ind i betydelig grad ved tørring, hvilket vanskeliggør fjernelsen af polyvinylchloridet med opløsningsmidlet. Sådan indskumpning forhindrer dog ikke, at polyvinylchloridet opløses fuldstændigt.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del angivne beregningsmetode. Værdien »d« udgør 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

⁽¹⁾ Polychloridfibrener opløselighed i reagenset må kontrolleres, før analysen foretages.

METODE Nr. 10

ACETAT- OG VISSE POLYCHLORIDFIBRE

(Eddikesyremetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. acetatfibre (19)

med

2. visse polychloridfibre (27), dvs. polyvinylchloridfibre, også efterchlorerede.

2. PRINCIP

Acetatfibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af eddikesyre. Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af tørre acetatfibre, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop.
- ii) mekanisk rysteapparat.

3.2 Reagens

Eddikesyre (over 99 %). Dette reagens er meget ætsende, hvorfor der må udvises forsigtighed ved anvendelsen.

4. UDFØRELSE

De i den almindelige del givne anvisninger følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven, der er anbragt i en 200 ml-Erlenmeyerkolbe, tilsættes 100 ml eddikesyre pr. gram prøve. Kolben lukkes omhyggeligt og rystes kraftigt ved stuetemperatur i 20 minutter i det mekaniske rysteapparat eller i hånden. Væsken dekanteres gennem den tærede glasfilterdigel. Denne behandling gentages to gange, idet der hver gang anvendes 100 ml frisk opløsningsmiddel, således at der i alt udføres tre ekstraktioner. Restprodukter overføres til filterdigelen, og denne tømmes under sugning; digel og restprodukt skylles med 50 ml eddikesyre og derefter tre gange med vand. Efter hver udvaskning skal væsken løbe igennem af sig selv, før der suges. Digel og restprodukt tørres, afkøles og vejes.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes på den i den almindelige del angivne måde. Værdien »d« udgør 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 11

SILKE OG ULD ELLER DYREHÅR

(Metode med 75 % svovlsyre)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. silke (4)
med
2. uld (1) eller dyrehår (2 og 3).

2. PRINCIP

Silken i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af 75 % svovlsyre (1).

Restproduktet samles, vaskes, tørres og vejes. Dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Andelen af tør silke beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparat

200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop.

3.2 Reagenser

- i) *svovlsyre med vægtprocent 75 ± 2 %*:
fremstillingsmåde: 700 ml svovlsyre, vægtfylde 1,84 ved 20 °C, sættes forsigtigt til 350 ml destilleret vand. Efter afkøling til stuetemperatur fyldes op med vand til 1 liter
- ii) *fortyndet svovlsyre*: 100 ml koncentreret svovlsyre, vægtfylde 1,84 ved 20 °C, sættes langsomt til 1 900 ml destilleret vand
- iii) *fortyndet ammoniak*: 200 ml koncentreret ammoniak, vægtfylde 0,880 ved 20 °C, fyldes op til 1 000 ml med destilleret vand.

4. UDFØRELSE

De i den almindelige del givne anvisninger følges ved anvendelse af følgende fremgangsmåde:

Prøven, der er anbragt i en 200 ml-Erlenmeyerkolbe med indslebet glasprop, tilsættes 100 ml 75 % svovlsyre pr. gram prøve. Kolben lukkes, rystes kraftig og henstår i 30 minutter ved stuetemperatur. Derefter rystes den igen og henstår i 30 minutter. Kolben rystes en sidste gang, og kolbens indhold overføres til den tærede glasfilterdigel. Eventuelt tilbageblevne fibre i kolben skylles ud med 75 % svovlsyre. Restproduktet udvaskes i filterdigelen successivt med 50 ml fortyndet svovlsyre, 50 ml vand og 50 ml fortyndet ammoniak. Fibrene skal forblive i kontakt med væsken i ca. ti minutter, før der suges. Til sidst skylles med vand, idet fibrene forbliver i vandet i 30 minutter. Restvæsken fjernes under sugning. Digel og restprodukt tørres, afkøles og vejes.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes efter den i den almindelige del beskrevne måde. Værdien »d« udgør 0,985 for uld (1).

6. METODENS NØJAGTIGHED

Ved homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

(1) Vild silke, f.eks. tussahsilke, opløses ikke fuldstændigt med 75 % svovlsyre.

METODE Nr. 12

JUTE OG VISSE FIBRE AF DYRISK OPRINDELSE

(Metode ved hjælp af kvælstofbestemmelse)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Metoden skal, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, anvendes for binære blandinger af:

1. jute (9)

med

2. visse fibre af dyrisk oprindelse.

Sidsnævnte kan være dyrehår (2 og 3) eller uld (1) eller en blanding af dyrehår og uld, Metoden er naturligvis ikke egnet for tekstilfiberblandinger, der indeholder bestanddele på kvælstofbasis, der ikke er fibre (farvestoffer, appreturmidler osv.).

2. PRINCIP

Blandingens kvælstofindhold bestemmes, og på grundlag heraf samt af det kendte kvælstofindhold for blandingens to bestanddele beregnes deres forholdsmæssige andel.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) Kjeldahl-destruktionskolbe med rumindhold på 200 til 300 ml
- ii) Kjeldahl-destillationskolbe med dampgenerator
- iii) titreringsopstilling med en nøjagtighed på 0,05 ml

3.2 Reagenser

- i) toluol
- ii) methanol
- iii) svovlsyre, vægtfylde 1,84 ved 20 °C⁽¹⁾
- iv) kaliumsulfat⁽¹⁾
- v) selendioxid⁽¹⁾
- vi) natriumhydroxidopløsning (400 g/l), 400 g natriumhydroxyd opløses i 400 til 500 ml vand, og væsken fortyndes med vand til 1 liter
- vii) indikatorblanding. 0,1 g methylrødt opløses i 95 ml ethanol og 5 ml vand; denne opløsning blandes med 0,5 g bromkresolgrønt, der er opløst i 475 ml ethanol og 25 ml vand
- viii) borsyreopløsning. 20 g borsyre opløses i en liter vand
- ix) svovlsyre 0,02 N (indstillet titreringsopløsning).

4. FORPRØVENS FORBEHANDLING

Den i den almindelige del beskrevne forbehandling erstattes af følgende forbehandling:

Den lufttørrede prøve ekstraheres i et Soxhlet-apparat med en blanding af en volumedel toluol og tre volumendele methanol i fire timer med mindst fem vendinger pr. time. Man lader opløsningsmidlerne fordampe frit fra prøven, og de sidste spor fjernes i et varmeskab ved 105 °C ± 3 °C. Derefter ekstraheres prøven i vand (50 ml/g prøvemængde) ved kogning med tilbagesvaling i 30 minutter. Efter filtering anbringes prøven igen i kolben, og ekstraktionen gentages med samme volumen frisk vand. Efter ny filtering fjernes det overskydende vand fra prøven ved, at der trykkes, suges eller centrifugeres ud, hvorefter prøven lufttørres.

⁽¹⁾ Disse reagenser skal være kvælstoffri.

NB:

Toluol og methanol er giftige; der må derfor træffes alle nødvendige sikkerhedsforanstaltninger ved anvendelsen heraf.

5. UDFØRELSE

5.1 Almindelige anvisninger

Med hensyn til udtagning, tørring og vejning af prøven følges de i den almindelige del givne anvisninger.

5.2 Udførlig vejledning

Prøven på mindst 1 g i Kjeldahl-kolben tilsættes successivt 2,5 kg kaliumsulfat, 0,1 til 0,2 g selenioxid og 10 ml svovlsyre (vægtfylde: 1,84). Kolben opvarmes først svagt, indtil alt fibermaterialet er sønderdelt, hvorefter der opvarmes kraftigere, indtil opløsningen er klar og næsten farveløs. Opvarmningen fortsættes i 15 minutter; man lader kolben afkøle, hvorefter indholdet forsigtigt fortyndes med 10 til 20 ml vand, afkøles, overføres kvantitativt til en 200 ml målekolbe, og analyseopløsningen fremstilles ved at fylde målekolben op med vand til mærket.

I en 100 ml-Erlenmeyerkolbe hældes ca. 20 ml borsyreopløsning, og kolben opstilles under kondensatoren til Kjeldahl-destillationsapparatet, således at afløbsrøret munder ud lige under borsyreopløsningens overflade. Der overføres nøjagtigt 10 ml analyseopløsning til destillationskolben og hældes mindst 5 ml natriumhydroxidopløsning i tragten. Proppen løftes lidt, og man lader natriumhydroxidopløsningen flyde langsomt ind i kolben. Hvis analyseopløsningen og natriumhydroxidopløsningen viser tilbøjelighed til at danne to adskilte lag, blandes de ved forsigtig rystning. Destillationskolben opvarmes lidt, og samtidig føres der damp fra dampgeneratoren ind i den. Der samles ca. 20 ml destillat, og Erlenmeyerkolben sænkes så meget, at kondensatorens afløbsrør befinder sig ca. 20 mm over væskens overflade, hvorefter der destilleres videre i et minut. Afløbsrørets ende udskylles med vand, og dette opfanges i Erlenmeyerkolben. Derefter fjernes denne og erstattes med en anden Erlenmeyerkolbe, der indeholder ca. 10 ml borsyreopløsning; heri opsamles ca. 10 ml destillat.

De to destillater titreres hver for sig med 0,02 N svovlsyre med anvendelse af indikatorblandingen. Resultaterne for de to destillater noteres. Ligger forbruget af titreringsopløsning for det andet destillat over 0,2 ml, gentages forsøget; der må destilleres en gang med en anden aliquot del af analyseopløsningen.

Der foretages et blindforsøg, idet destruktion og destillation sker med anvendelse af reagenserne alene.

6. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

6.1 Kvælstoffets procentvise andel i den tørre prøve beregnes således:

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

A % = procentindhold af kvælstof beregnet på prøvens rene tørvægt

V = totalt forbrugt volumen svovlsyre titreringsopløsning i ml ved analysen

b = totalt forbrugt volumen svovlsyre-titreringsopløsning i ml ved blindforsøget

N = svovlsyre-titreringsopløsningens faktiske titer

W = analyseprøvens tørvægt (g).

6.2 Ved anvendelse af værdierne 0,22 % for kvælstofindholdet i jute og 16,2 % for kvælstofindholdet i de dyriske fibre — begge værdier beregnet ud fra tørvægten — beregnes blandingens sammensætning efter følgende formel:

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

PA % = procentindhold af de dyriske fibre i prøven.

7. METODENS NØJAGTIGHED

For homogene tekstilfiberblandinger er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 13

POLYPROPYLEN OG VISSE ANDRE FIBRE

(Xylenmetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode anvendes, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, på binære fiberblandinger af:

1. polypropylen (33)

med

2. uld (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomuld (5), acetat (19), cupro (21), modal (22), triacetat (24), viskose (25), acryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (31) og glasfibre (40).

2. PRINCIP

Polypropylenfibre i en kendt tørvægt af blandingen opløses ved hjælp af kogende xylen. Remanensen opsamles, vaskes, tørres og vejes, og dets — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af polypropylen, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) Erlenmeyerkolber, beregnet til mindst 200 ml og forsynet med slebet prop
- ii) tilbagesvaler (beregnet til væsker med højt kogepunkt), med slib passende til Erlenmeyerkolber i).

3.2 Reagens

Xylen, der destillerer mellem 137 °C og 142 °C.

NB. Dette reagens er meget brændbart og afgiver giftige dampe, hvorfor der må udvises forsigtighed ved brugen.

4. UDFØRELSE

Den i den almindelige del beskrevne analysemetode følges, hvorefter der fortsættes på følgende måde:

Prøven, der er anbragt i kolben (3.1. i), tilsættes 100 ml xylen (3.2) pr. gram prøve. Tilbagesvaleren (3.1. ii) anbringes på kolben, og xylenet bringes til kogning og holdes i kog i tre minutter. Den varme opløsning hældes omgående over i en tareret glasfilterdigel (se note 1). Behandlingen gentages endnu to gange, idet der hver gang anvendes 50 ml frisk opløsningsmiddel.

Remanensen i kolben udvaskes to gange med 30 ml kogende xylen og derefter to gange med 75 ml petroleumsæter (1.3.2.1 i den almindelige del). Efter den anden udvaskning med petroleumsæter filtreres kolbens indhold gennem en filterdigel, idet de sidste fiberrester skylles over i digelen ved hjælp af en lille portion petroleumsæter. Efter fuldstændig afdampning af opløsningsmidlet tørres, afkøles og vejes digelen og remanensen.

NB:

1. Glasfilterdigelen, gennem hvilken xylenet skal hældes, skal være forvarmet før dekanteringen.
2. Efter behandlingerne med kogende xylen må det påses, at kolben med remanensen afkøles tilstrækkeligt, inden petroleumsæteren hældes på.
3. For at mindske faren for brand og forgiftning kan anvendes ekstraktionsapparater og fremgangsmåder, der giver identiske resultater ⁽¹⁾.

⁽¹⁾ Se f. eks. det apparatur, der er beskrevet i Melliand Textilberichte 56 (1975) s. 643-645.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATERNE

Resultaterne beregnes som beskrevet i den almindelige del. Værdien af »d« er 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For en homogen tekstilfiberblanding er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 14

POLYCHLORIDFIBRE (PÅ BASIS AF HOMOPOLYMERE AF VINYLCHLORID) OG VISSE ANDRE FIBRE

(Metode med anvendelse af koncentreret svovlsyre)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode anvendes, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, på binære blandinger af:

1. polychloridfibre (27) på basis af homopolymere af vinylchlorid (efter-chloreret eller ej)
med
2. bomuld (5), acetat (19), cupro (21), modal (22), triacetat (24), viskose (25), visse acryler (26), visse modacryler (29), polyamid eller nylon (30) og polyester (31).

De modacryler, der kan komme på tale, er dem, som giver en klar opløsning ved nedsænkning i koncentreret svovlsyre ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

Denne metode kan navnlig anvendes i stedet for metode 8 og 9.

2. PRINCIP

De fibre, der er nævnt i afsnit 1, punkt 2, fjernes fra en kendt tørvægt af blandingen ved opløsning i koncentreret svovlsyre ($d_{20} = 1,84$ g/ml). Remanensen, der består af polychloridfibre, opsamles, vaskes, tørres og vejes, og dens — om nødvendigt korrigerede — vægt udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, der udgøres af en anden bestanddel, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) Erlenmeyerkolber, beregnet til mindst 200 ml og forsynet med slebet prop
- ii) glasspatel.

3.2 Reagenser

- i) koncentreret svovlsyre ($d_{20} = 1,84$ g/ml)
- ii) vandig opløsning af svovlsyre, ca. 50 % (m/m)
dette reagens tilberedes ved med forsigtighed og under afkøling at tilsætte 400 ml svovlsyre ($d_{20} = 1,84$ g/ml) til 500 ml vand. Når opløsningen er afkølet til stuetemperatur, fyldes op med vand til 1 liter
- iii) fortyndet ammoniakopløsning
med destilleret vand fortyndes 60 ml af en koncentreret ammoniakopløsning ($d_{20} = 0,880$ g/ml) for at opnå 1 liter.

4. UDFØRELSE

Den i den almindelige del beskrevne analysemetode følges, hvorefter der fortsættes på følgende måde:

Prøven, der er anbragt i kolben (3.1.i) tilsættes 100 ml svovlsyre (3.2.i) pr. gram prøve.

Man lader kolben henstå ved stuetemperatur i ti minutter, idet prøven fra tid til anden omrøres med glasspatelen. Er der tale om en vævet eller strikket vare, trykkes prøven mod glasset med et let tryk for at fraskille det allerede opløste materiale.

Væsken hældes over i en tareret glasfilterdigel. Der tilsættes på ny 100 ml svovlsyre (3.2.i) i kolben, og behandlingen gentages. Kolbens indhold hældes i filterdigelen, og fiberresten skræbes ud ved hjælp af spatelen. Om nødvendigt tilsættes lidt koncentreret svovlsyre (3.2.i) til kolben for at frigøre fiberrester, der klæber til glasset. Digelen suges tom, og filtratet bortkastes, eller filterflasken udskiftes. Remanensen udvaskes i digelen successivt med 50 % svovlsyreopløsning (3.2.ii) destilleret eller deioniseret vand

(1.3.2.3 i den almindelige del), og ammoniakopløsning (3.2.iii), og til slut vaskes grundigt med destilleret eller deioniseret vand, idet digelen suges fuldstændig tom efter hver tilsætning. (Der suges ikke under skylningerne, men kun efter at væsken er løbet igennem af sig selv).

Digelen og remanensen tørres, afkøles og vejes.

Under og mellem skylningerne anvendes ikke vakuum, men man lader opløsningsmidlet løbe ud af sig selv, hvorefter der sættes vakuum på.

Digelen og restproduktet tørres, afkøles og vejes sammen.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes som anført i den almindelige del. Værdien »d« udgør 1,00, undtagen for følgende fibre:

— silke: 1,01

— acryl: 0,98.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For en homogen tekstilfiberblanding er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

METODE Nr. 15

CHLOROFIBRE, VISSE MODACRYLTYPEN, VISSE ELASTHANTYPEN, ACETAT, TRIACETAT OG VISSE ANDRE FIBERTYPEN

(Cyclohexanonmetode)

1. ANVENDELSESOMRÅDE

Denne metode anvendes, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, på binære blandinger af:

1. acetat (19), triacetat (24), chlorofibre (27), visse modacryltyper (29), visse elasthantyper (39)

med

2. uld (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomuld (5), cupro (21), modal (22), viskose (25), polyamid eller nylon (30), acryl (26) og glasfibre (40).

Hvis der er modacryl- eller elasthanfibre til stede, foretages en indledende prøve for at bestemme, om de er helt opløselige i reagenset.

Til analyse af blandinger med chlorofibre kan metode nr. 9 og metode nr. 14 også anvendes.

2. PRINCIP

Acetat-, triacetat- og chlorofibre, visse modacryltyper og visse elasthantyper, fjernes fra en kendt tørvægt af blandinger ved opløsning i cyclohexanon ved en temperatur nær kogepunktet. Remanensen opsamles, vaskes, tørres og vejes, og dens — om nødvendigt korrigerede — masse udtrykkes i procent af blandingens tørvægt. Den andel, som udgøres af de tørre chlorofibre, modacryl og elasthan, acetat eller triacetat, beregnes som differencen.

3. APPARATUR OG REAGENSER (foruden de i den almindelige del nævnte)

3.1 Apparatur

- i) apparatur til varm ekstraktion, der gør det muligt at foretage analysen som angivet i stk. 4, (f.eks. som det, der er vist på skitsen, som er en variant af det i Melliand Textilberichte 56 (1975), s. 643-645 omtalte apparat)
- ii) filterdigel til prøven
- iii) porøs plade med porøsitet 1
- iv) svaler for væsker med højt kogepunkt og som passer til destillationsapparatet
- v) opvarmningsanordning.

3.2 Reagenser

- i) cyclohexanon, kogepunkt: 156 °C
- ii) ethanol, 50 volumenprocent.

NB: Cyclohexanon er brændbar og afgiver giftige dampe; ved anvendelsen må der træffes passende beskyttelsesforanstaltninger.

4. UDFØRELSE

Anvisningerne i den almindelige del følges, og der fortsættes således:

I destillationskolben hældes 100 ml cyclohexanon pr. gram prøve; dernæst indsættes ekstraktionsbeholderen, hvori filterdigelen med prøven og den svagt skråstillede porøse flade i forvejen er anbragt. Svaleren påsættes. Der opvarmes til kogning, og ekstraktionen fortsættes i 60 min. med mindst tolv vendinger i timen. Efter ekstraktion og afkøling fjernes ekstraktionsbeholderen, filterdigelen udtages, og den porøse plade fjernes. Digelens indhold vaskes 3-4 gange med ca. 60 °C varm 50 % ethanol og derefter med 1 l 60 °C varmt vand.

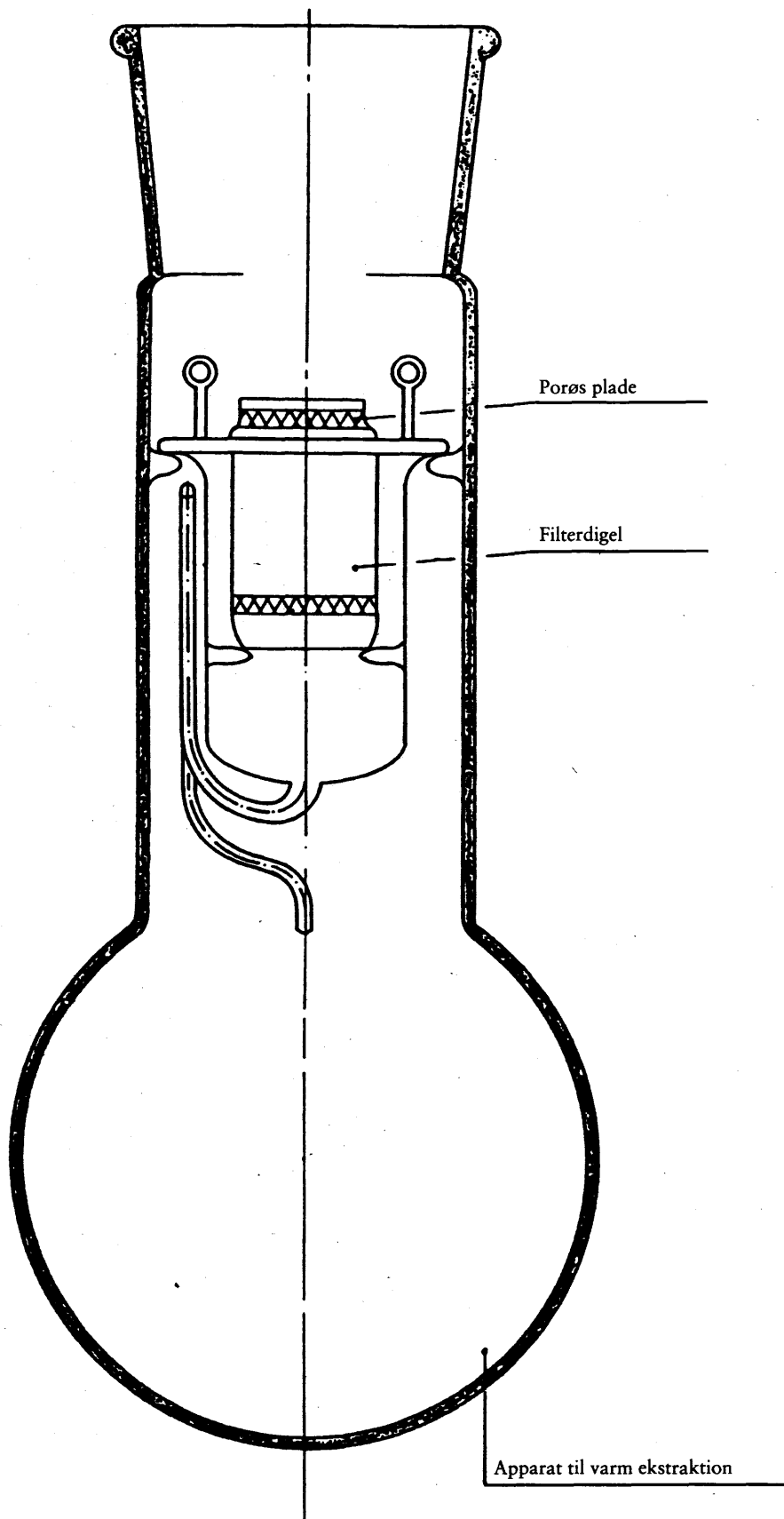
5. BEREGNING OG ANGIVELSE AF RESULTATET

Resultaterne beregnes som beskrevet i den almindelige del; værdien af »d« er 1,00.

6. METODENS NØJAGTIGHED

For en homogen tekstilfiberblanding er sikkerhedsgrænserne for de efter denne metode opnåede resultater maksimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

Skitse ifølge metode nr. 15, punkt 3.1. i)



BILAG III**DEL A****OPHÆVEDE DIREKTIVER**

(jf. artikel 8)

— Direktiv 72/276/EØF og dets efterfølgende ændringer:

- direktiv 79/76/EØF
- direktiv 81/75/EØF
- direktiv 87/184/EØF.

—

DEL B**GENNEMFØRELSESRIST**

Direktiv	Gennemførelsesfrist
— 72/276/EØF (EFT nr. L 173 af 31. 7. 1972, s. 1)	18. januar 1974
— 79/76/EØF (EFT nr. L 17 af 24. 1. 1979, s. 17)	28. juni 1979
— 81/75/EØF (EFT nr. L 57 af 4. 3. 1981, s. 23)	27. februar 1982
— 87/184/EØF (EFT nr. L 75 af 17. 3. 1987, s. 21)	1. september 1988

BILAG IV

SAMMENLIGNINGSTABEL

Dette direktiv	Direktiv 72/276/EØF
Artikel 1	Artikel 1
Artikel 2	Artikel 2
Artikel 3	Artikel 3
Artikel 4	Artikel 4
Artikel 5	Artikel 5
Artikel 6	Artikel 6
Artikel 7	Artikel 7, stk. 2
Artikel 8	—
Artikel 9	Artikel 8
Bilag I	Bilag I
Bilag II nr. 1	Bilag II nr. 1
Bilag II nr. 2	Bilag II nr. 2
Bilag II metode nr. 1	Bilag II metode nr. 1
Bilag II metode nr. 2	Bilag II metode nr. 2
Bilag II metode nr. 3	Bilag II metode nr. 3
Bilag II metode nr. 4	Bilag II metode nr. 4
Bilag II metode nr. 5	Bilag II metode nr. 5
Bilag II metode nr. 6	Bilag II metode nr. 6
Bilag II metode nr. 7	Bilag II metode nr. 7
Bilag II metode nr. 8	Bilag II metode nr. 8
Bilag II metode nr. 9	Bilag II metode nr. 9
Bilag II metode nr. 10	Bilag II metode nr. 10
Bilag II metode nr. 11	Bilag II metode nr. 11
Bilag II metode nr. 12	Bilag II metode nr. 13
Bilag II metode nr. 13	Bilag II metode nr. 14
Bilag II metode nr. 14	Bilag II metode nr. 15
Bilag II metode nr. 15	Bilag II metode nr. 16
Bilag III	—
Bilag IV	—