

Dit document vormt slechts een documentatiehulpmiddel en verschijnt buiten de verantwoordelijkheid van de instellingen

► **B**                    **RICHTLIJN 96/73/EG VAN HET EUROPEES PARLEMENT EN DE RAAD**  
**van 16 december 1996**  
**betreffende bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels van**  
**textielvezels**  
(PB L 32 van 3.2.1997, blz. 1)

Gewijzigd bij:

		Publicatieblad		
		nr.	blz.	datum
► <b><u>M1</u></b>	Verordening (EG) nr. 1882/2003 van het Europees Parlement en de Raad van 29 september 2003	L 284	1	31.10.2003
► <b><u>M2</u></b>	Richtlijn 2006/2/EG van de Commissie van 6 januari 2006	L 5	10	10.1.2006
► <b><u>M3</u></b>	Richtlijn 2007/4/EG van de Commissie van 2 februari 2007	L 28	14	3.2.2007



**RICHTLIJN 96/73/EG VAN HET EUROPEES PARLEMENT EN  
DE RAAD**

**van 16 december 1996**

**betreffende bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van  
binaire mengsels van textielvezels**

HET EUROPEES PARLEMENT EN DE RAAD VAN DE EUROPESE UNIE,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Gemeenschap,  
inzonderheid op artikel 100 A,

Gezien het voorstel van de Commissie <sup>(1)</sup>,

Gezien het advies van het Economisch en Sociaal Comité <sup>(2)</sup>,

Volgens de procedure van artikel 189 B van het Verdrag <sup>(3)</sup>,

Overwegende dat Richtlijn 72/276/EEG van de Raad van 17 juli 1972  
betreffende de aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake  
bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels  
van textielvezels <sup>(4)</sup>, herhaaldelijk en ingrijpend is gewijzigd; dat der-  
halve, om redenen van zowel een rationele ordening als de duidelijkheid  
van de tekst, genoemde richtlijn dient te worden gecodificeerd;

Overwegende dat Richtlijn 96/74/EG van het Europees Parlement en de  
Raad van 16 december 1996 inzake textielbenamingen <sup>(5)</sup> de verplichte  
etikettering van de vezelsamenstelling van textielprodukten voorschrijft,  
waarbij met behulp van analyses wordt gecontroleerd of deze produkten  
met de aanduidingen op het etiket overeenstemmen;

Overwegende dat bij de officiële controles in de Lid-Staten eenvormige  
methoden moeten worden toegepast om de vezelsamenstelling van de  
textielprodukten te bepalen, zowel wat de voorbehandeling van het  
monster als wat de kwantitatieve analyse betreft;

Overwegende dat in Richtlijn 96/74/EG is bepaald dat bij bijzondere  
richtlijnen de voor de Lid-Staten geldende methoden zullen worden  
voorgeschreven voor het trekken van monsters en het verrichten van  
analyses ter bepaling van de vezelsamenstelling van de produkten; dat  
in bijlage II van de onderhavige richtlijn derhalve 15 eenvormige ana-  
lysemethoden zijn vastgesteld met betrekking tot de meeste uit binaire  
mengsels samengestelde textielprodukten die in de handel verkrijgbaar  
zijn;

Overwegende dat de vooruitgang der techniek een veelvuldige aanpas-  
sing vereist van de technische voorschriften, opgenomen in de bijzon-  
dere richtlijnen betreffende de methoden voor analyse van textielpro-  
dukten; dat, teneinde de uitvoering van de hiertoe noodzakelijke maat-  
regelen te vergemakkelijken, dient te worden voorzien in een procedure  
waardoor een nauwe samenwerking tussen de Lid-Staten en de Com-  
missie tot stand wordt gebracht in het Comité voor de sector richtlijnen  
met betrekking tot de benamingen en de etikettering van textielproduk-  
ten;

<sup>(1)</sup> PB nr. C 96 van 6. 4. 1994, blz. 20.

<sup>(2)</sup> PB nr. C 195 van 18. 7. 1994, blz. 10.

<sup>(3)</sup> Advies van het Europees Parlement van 15 februari 1995 (PB nr. C 56 van 6.  
3. 1995, blz. 53), gemeenschappelijk standpunt van de Raad van 26 februari  
1996 (PB nr. C 196 van 6. 7. 1996, blz. 20) en besluit van het Europees  
Parlement van 18 juni 1996 (PB nr. C 198 van 8. 7. 1996, blz. 25). Besluit  
van de Raad van 7 oktober 1996.

<sup>(4)</sup> PB nr. L 173 van 31. 7. 1972, blz. 1. Richtlijn laatstelijk gewijzigd bij  
Richtlijn 87/184/EEG (PB nr. L 75 van 17. 3. 1987, blz. 21).

<sup>(5)</sup> Zie bladzijde 38 van dit Publikatieblad.

**▼B**

Overwegende dat, wanneer het binaire mengsels betreft waarvoor op het communautaire vlak geen eenvormige analysemethode bestaat, het met de controle belaste laboratorium de samenstelling van die mengsels bepaalt met behulp van iedere geldige methode die tot zijn beschikking staat, en met vermelding, in het verslag van de analyse, van het verkregen resultaat en van de nauwkeurigheid van de methode, voorzover zij bekend is;

Overwegende dat de bepalingen van deze richtlijn overeenstemmen met het advies van het Comité voor de sector richtlijnen met betrekking tot de benamingen en de etikettering van textielproducten;

Overwegende dat deze richtlijn geen afbreuk mag doen aan de verplichtingen van de Lid-Staten wat de termijnen voor de omzetting van de richtlijnen betreft, die in bijlage III, deel B, zijn opgenomen,

HEBBEN DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

*Artikel 1*

Deze richtlijn heeft betrekking op de methoden voor de kwantitatieve analyses van bepaalde binaire mengsels van textielvezels, met inbegrip van het gereedmaken van gereduceerde monsters en analysemonsters.

*Artikel 2*

Onder een „gereduceerd monster” wordt verstaan, een monster van een voor de analysedoeleinden geschikte omvang, afkomstig van de globale laboratoriummonsters die zijn getrokken uit een partij te analyseren goederen.

Onder „analysemonster” wordt verstaan, het deel van het gereduceerde monster dat nodig is om een enkelvoudig analyseresultaat te verkrijgen.

*Artikel 3*

De Lid-Staten nemen alle dienstige maatregelen om de bepalingen van de bijlagen I en II betreffende de methoden voor kwantitatieve analyse van bepaalde binaire mengsels van textielvezels, met inbegrip van het gereedmaken van gereduceerde monsters en analysemonsters, te doen hanteren bij de officiële controles ter bepaling van de samenstelling van de textielproducten die in de handel worden gebracht, overeenkomstig de bepalingen van Richtlijn 96/74/EG.

*Artikel 4*

Het laboratorium dat is belast met de controle op binaire mengsels waarvoor op het communautaire vlak geen eenvormige analysemethode bestaat, bepaalt de samenstelling van die mengsels met behulp van iedere geldige methode die tot zijn beschikking staat, en met vermelding, in het verslag van de analyse, van het verkregen resultaat en van de nauwkeurigheid van de methode, voor zover zij bekend is.

**▼M1***Artikel 5*

1. De Commissie wordt bijgestaan door een comité voor de sector richtlijnen met betrekking tot de benamingen en de etikettering van textielproducten hierna „het comité” te noemen.

2. De aanpassing van de in bijlage II vermelde methoden voor kwantitatieve analyse aan de technische vooruitgang vindt plaats volgens de procedure van artikel 6.

▼ **M1**

*Artikel 6*

1. Wanneer naar dit artikel wordt verwezen, zijn de artikelen 5 en 7 van Besluit 1999/468/EG <sup>(1)</sup> van toepassing, met inachtneming van het bepaalde in artikel 8 van dat besluit.

De in artikel 5, lid 6, van Besluit 1999/468/EG bedoelde termijn wordt vastgesteld op drie maanden.

2. Het comité stelt zijn reglement van orde vast.

▼ **B**

*Artikel 7*

De Lid-Staten delen de Commissie de tekst van de belangrijke bepalingen van intern recht mede die zij op het onder deze richtlijn vallende gebied vaststellen.

*Artikel 8*

De richtlijnen die in bijlage III, deel A, zijn opgenomen, worden hierbij ingetrokken, onverminderd de verplichtingen van de Lid-Staten wat de in bijlage III, deel B, bedoelde omzettingstermijnen betreft.

Verwijzingen naar de ingetrokken richtlijnen gelden als verwijzingen naar de onderhavige richtlijn en worden gelezen volgens de concordantietabel in bijlage IV.

*Artikel 9*

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Deze richtlijn treedt in werking op de twintigste dag volgende op die van haar bekendmaking in het *Publikatieblad van de Europese Gemeenschappen*.

<sup>(1)</sup> Besluit 1999/468/EG van de Raad van 28 juni 1999 tot vaststelling van de voorwaarden voor de uitoefening van de aan de Commissie verleende uitvoeringsbevoegdheden (PB L 184 van 17.7.1999, blz. 23).



*BIJLAGE I*

**HET GEREEDMAKEN VAN GEREDUCEERDE MONSTERS EN VAN  
ANALYSEMONSTERS VOOR DE BEPALING VAN DE  
VEZELSAMENSTELLING VAN TEXTIELPRODUKTEN**

1. TOEPASSINGSGEBIED

Deze bijlage bevat algemene aanwijzingen voor het gereedmaken van gereduceerde monsters van een geschikte grootte voor de voorbehandelingen voor kwantitatieve analyse (dat wil zeggen van niet meer dan 100 g) uitgaande van globale laboratoriummonsters en voor het trekken van analysemonsters uit gereduceerde monsters waaruit door een voorbehandeling alle niet-vezelbestanddelen zijn verwijderd <sup>(1)</sup>.

2. DEFINITIES

- 2.1. Partij: de hoeveelheid materiaal die wordt beoordeeld op grond van een serie proefresultaten. Zij kan bij voorbeeld bestaan uit al het materiaal van een enkele levering weefsels, al het weefsel geweven uit een bepaalde kettingboom, een zending garens, een baal of een aantal balen ruwe vezels.
- 2.2. Globaal laboratoriummonster: het uit een partij genomen deel dat representatief is voor het geheel en dat naar een laboratorium wordt gezonden. De grootte en de aard van het globale laboratoriummonster worden gekozen dat zij de variaties binnen de partij juist weergeven en dat de bewerkingen in het laboratorium zo veel mogelijk worden vergemakkelijkt <sup>(2)</sup>.
- 2.3. Gereduceerd monster: het deel van het globale laboratoriummonster dat met het oog op de verwijdering van niet-vezelbestanddelen wordt voorbehandeld en waarvan vervolgens proefmonsters voor analyse worden genomen. De grootte en de aard van het gereduceerde monster moeten voldoende zijn om de variaties in het globale laboratoriummonster juist weer te geven <sup>(3)</sup>.
- 2.4. Analysemonster: het deel van het materiaal van het gereduceerde monster, dat nodig is om een enkelvoudig analyseresultaat te verkrijgen.

3. PRINCIPE

Het gereduceerde monster wordt zodanig gekozen dat het representatief is voor het globale laboratoriummonster.

De analysemonsters worden op een zodanige wijze uit een gereduceerd monster getrokken dat zij voor dat monster representatief zijn.

4. BEMONSTERING VAN LOSSE VEZELS

- 4.1. Niet parallel liggende vezels: het gereduceerde monster samenstellen door uit het globale laboratoriummonster willekeurige bundeltjes vezels te nemen. Het volledige gereduceerde monster goed mengen met behulp van een laboratoriumkaart <sup>(4)</sup>. Het vlies of de gemengde vezels alsmede de aanklevende en uit het apparaat gevallen vezels voorbehandelen. Vervolgens de analysemonsters trekken uit het vlies, de aanklevende en de gevallen vezels, rekening houdend met de gewichten van deze drie categorieën.

Wanneer de vorm van het kaardvlies geen verandering heeft ondergaan als gevolg van de voorbehandeling, de analysemonsters trekken op de wijze beschreven onder 4.2. Wanneer het kaardvlies als gevolg van de voorbehandeling de samenhang heeft verloren, de monsters samenstellen door uit het voorbehandelde monster ten minste 16 bundeltjes van een passende, ongeveer gelijke grootte te nemen en deze vervolgens samen te voegen.

- 4.2. Parallel liggende vezels (kaardvliezen, band, lont): in de dwarsrichting uit het globale laboratoriummonster op willekeurig gekozen plaatsen ten minste tien stukken snijden, die elk ongeveer 1 gram wegen. Het aldus

<sup>(1)</sup> Eventueel kan het analysemonster rechtstreeks voorbehandeld worden.

<sup>(2)</sup> Voor de afgewerkte en geconfectioneerde produkten, zie punt 7.

<sup>(3)</sup> Zie punt 1.

<sup>(4)</sup> De laboratoriumkaart kan vervangen worden door een vezelmenger. Voor het reduceren van het monster kan ook de methode van het herhaald halveren en verwerpen worden gebruikt.

**▼B**

gereduceerde monster voorbehandelen. Vervolgens het analysemonster samenstellen door twee maal dwars door de tien in de lengterichting naast elkaar gelegde stukken te knippen.

## 5. BEMONSTERING VAN GARENS

- 5.1. Garens op spoelen of in streng: Gebruik alle opmaakeenheden van het globale laboratoriummonster.

Van elke spoel ononderbroken, gelijke en passende lengten afnemen, herzij door streng van een zelfde aantal windingen op een haspel te wikkelen<sup>(1)</sup>, hetzij door enig ander middel. De lengten tot één enkele streng of kabel verenigen en zich ervan vergewissen dat de streng of de kabel is samengesteld uit gelijke lengten van elke spoel.

Het aldus samengestelde gereduceerde monster voorbehandelen.

De analysemonsters uit het voorbehandelde gereduceerde monster trekken door een bundel garens van gelijke lengte uit de streng of de kabel te snijden, waarbij er zorg voor moet worden gedragen dat alle draden daarin vervat zijn.

Indien  $t$  de „tex” is van het garen en  $n$  het aantal spoelen van het globale laboratoriummonster, dan zal van elke spoel een draadlengte van  $\frac{10^6}{nt}$  cm moeten worden genomen om een gereduceerd monster van 10 g te verkrijgen.

Indien  $nt$  hoog ligt, dat wil zeggen boven 2 000, kan een grotere streng worden samengesteld en kan deze op twee plaatsen dwars worden doorgesneden zodat een kabel van een passend gewicht wordt verkregen. De uiteinden van een monster in de vorm van een kabel moeten voor de voorbehandeling goed worden vastgebonden, terwijl de analysemonsters op een voldoende afstand van de knoop moeten worden genomen.

- 5.2. Garens op kettingboom: een gereduceerd monster trekken door van het eind van de kettingboom een bundel van ten minste 20 cm lengte te knippen, die alle draden bevat behalve die van de zelfkant, die verwijderd worden. De bundel draden aan een van de einden afbinden. Indien het monster te groot is om in zijn geheel te worden voorbehandeld, het in twee of meer delen verdelen, die met het oog op de voorbehandeling worden afgebonden en na afzonderlijke voorbehandeling opnieuw worden samengebracht. Een analysemonster van een passende lengte trekken uit het gereduceerde monster, waarbij voldoende ver van de knoop moet worden geknipt en alle draden van de kettingboom aanwezig moeten zijn. Voor een kettingboom met  $N$  draden van „tex” $t$ , bedraagt de lengte van een proefmonster van 1 g:  $\frac{10^7}{Nt}$  cm.

## 6. BEMONSTERING VAN WEEFSEL

- 6.1. Globaal laboratoriummonster bestaande uit een enkele coupon die representatief is voor het weefsel.

Knip één, de diagonaal bevattende strook uit het weefsel en verwijder de zelfkanten ervan. Deze strook vormt het gereduceerde monster. Om een gereduceerd monster van  $x$  g te verkrijgen moet de strook een oppervlakte hebben van  $\frac{x \cdot 10^7}{G}$  cm<sup>2</sup>. Hierin is  $G$  het gewicht van het weefsel in g per m<sup>2</sup>.

Na de strook voorbehandeld te hebben, wordt deze in vier gelijke delen geknipt welke op elkaar worden gelegd. Uit een willekeurig deel van het zo voorbereide materiaal worden analysemonsters verkregen door alle lagen door te knippen zodat elk monster een gelijke lengte van elke laag bevat.

Wanneer het weefsel een ingeweven patroon heeft, mag de breedte van het gereduceerde monster, gemeten in de kettingrichting, niet kleiner zijn dan één rapport van het patroon in de kettingrichting. Wanneer, als aan deze voorwaarde is voldaan, het gereduceerde monster te groot is om gemakkelijk in zijn geheel te worden voorbehandeld, moet het in gelijke delen worden geknipt die afzonderlijk worden voorbehandeld. Alvorens de analysemonsters te nemen, moeten de voorbehandelde delen zo op elkaar worden gelegd, dat geen overeenkomende delen van het dessin samenvallen.

<sup>(1)</sup> Wanneer zij op een geschikt rek worden geplaatst, kan een aantal spoelen gelijktijdig worden afgewikkeld.

**▼B**

6.2. Globaal laboratoriummonster samengesteld uit verschillende coupons: elke coupon wordt geanalyseerd volgens 6.1 en elk resultaat wordt afzonderlijk opgegeven.

**7. BEMONSTERING VAN AFGEWERKTE EN GECONFECTIONEERDE PRODUKTEN**

Het globale laboratoriummonster bestaat normaal uit een afgewerkt en geconfectioneerd produkt in zijn geheel of uit een representatief deel hiervan.

Zo nodig het percentage bepalen van de verschillende delen die niet dezelfde vezelsamenstelling hebben, teneinde te kunnen verifiëren of er is voldaan aan de bepalingen van artikel 9 van Richtlijn 96/74/EG van het Europees Parlement en de Raad van 16 december 1996 inzake textielbenamingen.

Een gereduceerd monster trekken dat representatief is voor het deel van het afgewerkte en geconfectioneerde produkt waarvan op het etiket de samenstelling moet zijn aangegeven. Indien het geconfectioneerde produkt voorzien is van verschillende etiketten, gereduceerde monsters trekken die representatief zijn voor elk deel waarop een bepaald etiket betrekking heeft.

Indien het produkt waarvan de samenstelling moet worden bepaald, niet homogeen is, kan het nodig zijn gereduceerde monsters te trekken van elk van de delen van het produkt en de onderlinge verhouding van de verschillende delen te bepalen ten opzichte van dat volledige geconfectioneerde produkt.

In dit geval zullen de percentages worden berekend op grond van de onderlinge verhoudingen van de bemonsterde delen.

De gereduceerde monsters voorbehandelen.

Vervolgens representatieve analysemonsters trekken uit de gereduceerde voorbehandelde monsters.

*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 bij voorbeeld 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 te zamen 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 waarmede 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 bijlage II van Richtlijn 96/74/EG van het Europees Parlement en de Raad van 16 december 1996 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.



**▼ B**

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. **ALGEMENE AANWIJZINGEN VOOR DE KWANTITATIEVE CHEMISCHE ANALYSEMETHODEN 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 een van de twee bestanddelen, in het algemeen door selectieve oplossing<sup>(1)</sup>; 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. **Benodigheden**

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  $105 \pm 3$  °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.

**▼ M3**

I.3.2.4. Aceton.

I.3.2.5. Orthofosforzuur.

I.3.2.6. Ureum.

I.3.2.7. Natriumbicarbonaat.

**▼ B**

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.

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

**▼M3****I.6. Voorbehandeling van het gereduceerd monster<sup>(1)</sup>**

Wanneer het monster een element bevat dat buiten beschouwing blijft bij het berekenen van de percentages (artikel 12, lid 3, van Richtlijn 96/74/EG van het Europees Parlement en de Raad van 16 december 1996 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  $65 \text{ }^\circ \pm 5 \text{ }^\circ\text{C}$ , onder af en toe roeren, eveneens gedurende één uur, bij een vlotverhouding 1:100. Het overtollige water wordt uitgeperst, afgezogen of gecentrifugeerd, waarna het monster aan de lucht wordt gedroogd.

In het geval van elastolefine of vezelmengsels die elastolefine en andere vezels (wol, dierlijk haar, zijde, katoen, linnen, hennep, jute, abaca, alfa, kokos, brem, ramee, sisal, cupro, modal, proteïne, viscose, acryl, polyamide of nylon, polyester, elastomultiester) bevatten, moet de hierboven beschreven procedure enigszins worden gewijzigd, waarbij petroleumether door aceton moet worden vervangen.

In het geval van binaire mengsels die elastolefine en acetaat bevatten, wordt de volgende procedure als voorbehandeling toegepast. Extraheer het monster gedurende 10 minuten bij  $80 \text{ }^\circ\text{C}$  met een oplossing die 25 g/l 50 % orthofosfoszuur en 50 g/l ureum bevat. De vlotverhouding bedraagt 1:100. Was het monster in water, laat het vervolgens uitdruipen en was het in een natriumbicarbonaatoplossing van 0,1 %, en was het ten slotte zorgvuldig in water.

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 (bv. 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 wordt een uitvoerige beschrijving gegeven van de bij de voorbehandeling gevolgde methoden.

**▼B****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  $105 \pm 3 \text{ }^\circ\text{C}$  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.

<sup>(1)</sup> Zie bijlage I, punt 1.

**▼B**

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. Afkoele n

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. Wege n

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 uiteengerafeld 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**

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.

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

$P_1$  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. 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.

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

**▼ B**

$P_{1A}$  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 de richtlijn „textielbenamingen”),

$a_2$  is het overeengekomen percentage van het oplosbare bestanddeel (bijlage II van de richtlijn „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 fabricageprocédé), in de toestand (ongebleekt, 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 uit 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 polypropeen 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 waarmede 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  $105 \pm 3$  °C.

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

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

II.3.6. Naald.

**▼ B**

II.3.7. Twistmeter of gelijkwaardig apparaat.

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  $105 \pm 3$  °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**

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:

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

waarin

$P_1$  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, d. w. z. de mate van overeenstemming tussen de meetwaarden, verkregen door waarnemers, op verschillende tijden of in verschillende laboratoria werkend, waarvan

**▼B**

elk volgens dezelfde methode enkelvoudige meetresultaten verkreeg bij het onderzoek van een identiek en homogeen produkt.

De reproduceerbaarheid wordt uitgedrukt door de betrouwbaarheidsgrenzen 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. 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.

▼ **M3**

## 2. BIJZONDERE METHODEN — SAMENVATTENDE TABEL

Methode	Toepassingsgebied		Reagentia
	Oplosbaar bestanddeel	Onoplosbaar bestanddeel	
Nr. 1	Acetaat	Bepaalde andere vezels	Aceton
Nr. 2	Bepaalde proteïnevezels	Bepaalde andere vezels	Hypochloriet
Nr. 3	Viscose, cupro of bepaalde modaltypen	Katoen of elastolefine	Mierenzuur en zinkchloride
Nr. 4	Polyamide of nylon	Bepaalde andere vezels	Mierenzuur, 80 % m/m
Nr. 5	Acetaat	Triacetaat of elastolefine	Benzylalcohol
Nr. 6	Triacetaat of polylactide	Bepaalde andere vezels	Dichloormethaan
Nr. 7	Bepaalde cellulosevezels	Polyester, elastomultiester of elastolefine	75 % zwavelzuur m/m
Nr. 8	Acrylvezels, bepaalde modacrylvezels of bepaalde chloorvezels	Bepaalde andere vezels	Dimethylformamide
Nr. 9	Bepaalde chloorvezels	Bepaalde andere vezels	Zwavelkoolstof/acetone 55,5/44,5 (v/v)
Nr. 10	Acetaat	Bepaalde chloorvezels of elastolefine	IJsazijn
Nr. 11	Zijde	Wol, haar of elastolefine	Zwavelzuur, 75 % m/m
Nr. 12	Jute	Bepaalde dierlijke vezels	Methode door middel van stikstofbepaling
Nr. 13	Polypropreen	Bepaalde andere vezels	Xyleen
Nr. 14	Bepaalde andere vezels	Chloorvezels (homopolymeren van vinylchloride) of elastolefine	Methode met behulp van geconcentreerd zwavelzuur
Nr. 15	Chloorvezels, bepaalde modacrylsoorten, bepaalde elasthanen, acetaat, triacetaat	Bepaalde andere vezels	Cyclohexanon

**▼B***METHODE Nr. 1***ACETAAT EN BEPAALDE ANDERE VEZELS****(Methode met behulp van aceton)**

## 1. TOEPASSINGSGEBIED

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

## 1. acetaat (19)

met

**▼M3**

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), viscose (25), acryl (26), polyamide of nylon (30), polyester (34), elastomultiester (45) en elastolefine (46).

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

**▼B**

## 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

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  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.



**▼ B***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

**▼ M3**

2. katoen (5), cupro (21), viscose (25), acryl (26), chloorvezel (27), polyamide of nylon (30), polyester (34), polypropreen (36), elastaan (42), glasvezel (43), elastomultiester (45) en elastolefine (46).

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

**▼ B**

## 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.

**▼B**

## 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

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 %.

**▼B***METHODE Nr. 3***VISCOSE, CUPRO OF BEPAALDE MODALTYPEN EN KATOEN****(Methode met behulp van mierenzuur en zinkchloride)**

## 1. TOEPASSINGSGBIED

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

**▼M3**

2. katoen (5) en elastofine (46).

**▼B**

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 (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  $40 \pm 2$  °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).

*Opmerking:*

In dit verband wordt de aandacht gevestigd op punt I.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) Ammoniumhydroxideoplossing: 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.

**▼B**

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 <sup>(1)</sup>; 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.

**▼M3**

## 5. BEREKENING

De resultaten worden berekend zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d” bedraagt 1,02 voor katoen en 1,00 voor elastolefine.

**▼B**

## 6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

Voor een homogeen mengsel van textielmaterialen liggen de betrouwbaarheidsgrenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan  $\pm 2$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

---

<sup>(1)</sup> 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.

**▼B***METHODE Nr. 4***POLYAMIDE OF NYLON EN BEPAALDE ANDERE VEZELS****(Methode met 80 % mierenzuur)**

## 1. TOEPASSINGSGBIED

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

1. polyamide of nylon (30)  
met

**▼M3**

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), katoen (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acryl (26), chloorvezel (27), polyester (34), polypropreen (36), glasvezel (43), elastomultiester (45) en elastolefine (46).

Zoals hierboven vermeld geldt deze methode voor mengsels die wol bevatten, maar wanneer het volgehalte hoger ligt dan 25 % moet methode nr. 2 worden toegepast volgens welke de wol wordt opgelost in een oplossing van een alkalische natriumhypochlorietoplossing.

**▼B**

## 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 (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 filtreren 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 te zamen met het residu drogen, afkoelen en wegen.

## 5. BEREKENING

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemeen gedeelte. De waarde van „d” is gelijk aan 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  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

**▼B***METHODE Nr. 5***ACETAAT EN TRIACETAAT****(Methode met behulp van benzylalcohol)****▼M3**

## 1. TOEPASSINGSGEBIED

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

- acetaat (19)
- met:
- triacetaat (24) en elastolefine (46).

**▼B**

## 2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acetaatvezels opgelost met behulp van benzylalcohol bij  $52 \pm 2$  °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 (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  $52 \pm 2$  °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  $52 \pm 2$  °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  $52 \pm 2$  °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  $52 \pm 2$  °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

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

**▼B**

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 betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

**▼ B***METHODE Nr. 6***TRIACETAAT EN BEPAALDE ANDERE VEZELS****(Methode met behulp van dichloormethaan)****▼ M2**

## 1. TOEPASSINGSGEBIED

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

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

**▼ M3**

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), elastomultiester (45) en elastolefine (46).

*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.

**▼ M2**

## 2. BEGINSEL

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.

**▼ B**

## 3. APPARATUUR EN REAGENTIA (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 filtreren 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.

**▼ M3**

## 5. BEREKENING

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

**▼ B**

## 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  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.



**▼B***METHODE Nr. 7***BEPAAALDE CELLULOSEVEZELS EN POLYESTER****(Methode 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), viscose (25)

met

**▼M3**

2. polyester (34), elastomultiester (45) en elastolefine (46).

**▼B**

## 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. APPARATUUR EN REAGENTIA (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  $50 \pm 5$  °C kan worden gehouden.

3.2. **Reagentia**

- i) 75 % zwavelzuur  $\pm 2$  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  $50 \pm 5$  °C gedurende één uur en met regelmatige tussenpozen van ongeveer tien minuten schudden. Onder afzuiging de inhoud van de erlenmeyer filtreren 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

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

**▼B**

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 betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

**▼B***METHODE Nr. 8***ACRYL, BEPAALDE MODACRYL- OF BEPAALDE CHLOORVEZELS  
EN BEPAALDE ANDERE VEZELS****(Methode met behulp van dimethylformamide)****1. TOEPASSINGSGEBIED**

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

1. acryl (26) of bepaalde modacrylvezels (29) of bepaalde chloorvezels (27) <sup>(1)</sup>

met

**▼M3**

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), polyamide of nylon (30), polyester (34), elastomul-tiester (45) en elastolefine (46).

Zij geldt eveneens voor acryl en bepaalde modacrylvezels die met metaal-complexkleurstoffen zijn geleverd, maar zij is niet van toepassing voor dergelijke vezels die zijn geleverd met chromeringskleurstoffen.

**▼B****2. PRINCIPE**

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acryl-vezels, 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. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)****3.1. Apparatuur**

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

**3.2. Reagentia**

Dimethylformamide (kookpunt  $153 \pm 1$  °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.

<sup>(1)</sup> Alvorens de analyse uit te voeren moet de oplosbaarheid van de modacrylvezels of van de chloorvezels in het reagens worden vastgesteld.

**▼B**

De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

**▼M2**

5. BEREKENING

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.

**▼B**

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 betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

**▼ B***METHODE Nr. 9***BEPAALENDE CHLOORVEZELS EN BEPAALENDE 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 <sup>(1)</sup>

met

**▼ M2**

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 elastomultiester (45).

**▼ B**

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. 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. Reagentia

- i) Azeotropisch mengsel van zwavelkoolstof en aceton (55,5 volumepercenten zwavelkoolstof en 44,5 volumepercenten aceton). Daar dit reagens giftig is wordt aanbevolen te werken in een zuurkast.
- ii) Ethylalcohol van 92 volumepercenten of methylalcohol.

## 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 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 polymeeresidu 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.

<sup>(1)</sup> Alvorens de analyse uit te voeren moet worden nagegaan of de chloorvezels oplossen in het reagens.

**▼B**

5. BEREKENING

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 betrouwbaarheidsgrenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

**▼B***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

**▼M3**

2. bepaalde chloorvezels (27), te weten polyvinylchloridevezels, al of niet nagechloreerd, en elastolefine (46).

**▼B**

## 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. 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 ijsazijn 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 ijsazijn 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

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 betrouwbaarheidsgrenzen van de volgens deze methode verkregen resultaten niet hoger dan  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

**▼ B***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

**▼ M3**

## 2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3) en elastolefine (46)

**▼ B**

## 2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de zijdevezels opgelost met behulp van zwavelzuur van 75 gewichtsprocenten <sup>(1)</sup>.

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 (niet vermeld in het algemene gedeelte)

## 3.1. Apparatuur

Erlenmeyers van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

## 3.2. Reagentia

## i) 75 % zwavelzuur ± 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.

**▼ M3**

## 5. BEREKENING

De resultaten worden berekend zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d” bedraagt 0,985 voor wol en 1,00 voor elastolefine <sup>(1)</sup>.

<sup>(1)</sup> Wilde zijde, zoals tussazijde, wordt niet geheel opgelost met behulp van 75 % zwavelzuur.



**▼B**

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 betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.



*METHODE Nr. 12*

**JUTE EN BEPAALDE DIERLIJKE VEZELS**

**(Methode 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, apprets, 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 (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

- i) Kjeldahl-destructiekolf van 200 tot 300 ml.
- ii) Kjeldahl-stoomdestillatietoestel.
- 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) Toluëen.
- ii) Methanol.
- iii) Zwavelzuur (dichtheid 1,84 bij 20 °C<sup>(1)</sup>).
- iv) Kaliumsulfaat<sup>(1)</sup>.
- v) Seleniumdioxide<sup>(1)</sup>.
- 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) Indicatorengemengsel, 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 toluëen 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  $105 \pm 3$  °C. Vervolgens het monster extraheren in water (50 ml/g monster) door onder terugvloeiende koken gedurende 30 minuten. Filtreren, het monster terugbrengen in de kolf en de extractie herhalen met behulp van hetzelfde volume water. Filtreren, de overmaat aan water verwijderen door uitknijpen, afzuigen of centrifugeren en het monster aan de lucht drogen.

<sup>(1)</sup> Deze reagentia moeten stikstofvrij zijn.

**▼ B***Opmerking*

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

## 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 natriumhydroxyde-oplossing langzaam in de kolf laten vloeien. Indien de analyse-oplossing 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 even grote hoeveelheid van de analyse-oplossing.

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

## 6. BEREKENING

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

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

waarin

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:

**▼B**

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

PA % = percentage dierlijke vezels in het monster.

**7. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE**

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

**▼B***METHODE Nr. 13***POLYPROPEEN EN BEPAALDE ANDERE VEZELS****(Methode met behulp van xyleen)**

## 1. TOEPASSINGSGBIED

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

**▼M2**

## 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).

**▼B**

## 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 (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 in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en daarna 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 filtreren 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.

**▼B**

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 <sup>(1)</sup>.
5. BEREKENING  
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  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

---

<sup>(1)</sup> Zie bij voorbeeld de apparatuur beschreven in Melliand Textilberichte 56 (1975), blz. 643-645.

**▼ B***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:

**▼ M3**

1. chloorvezels (27) op basis van het homopolymeer van vinylchloride (al of niet nagechloreerd), elastolefine (46)

met:

**▼ M2**

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).

**▼ B**

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.

**▼ M3**

## 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 of de elastolefine bestaande residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht wordt eventueel gecorrigeerd en uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage van de tweede bestanddelen wordt verkregen door aftrekking.

**▼ B**

## 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 weefsel 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.

**▼B**

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 gedeïoniseerdwater (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. BEREKENING**

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  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.





*METHODE Nr. 15*

**CHLOORVEZEL, BEPAALDE MODACRYLSOORTEN, BEPAALDE ELASTHANEN, ACETAAT, TRIACETAAT EN BEPAALDE ANDERE VEZELS**

**(Methode met cyclohexanon)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. acetaat (19), triacetaat (24), chloorvezels (27), bepaalde modacrylsoorten (29), bepaalde elasthanen (39)

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 (40).

Indien is vastgesteld dat modacryl- of elasthaanvezel 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 elasthaanvezels 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-, elasthaan-, 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 „Melliand Textilberichte 56 (1975), blz. 643-645”).
- ii) Filterkroes waar het monster in past.
- iii) Poreus plaatje, porositeit 1.
- iv) Terugvloekoeler, 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. 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 uittomen 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.

**▼B**

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

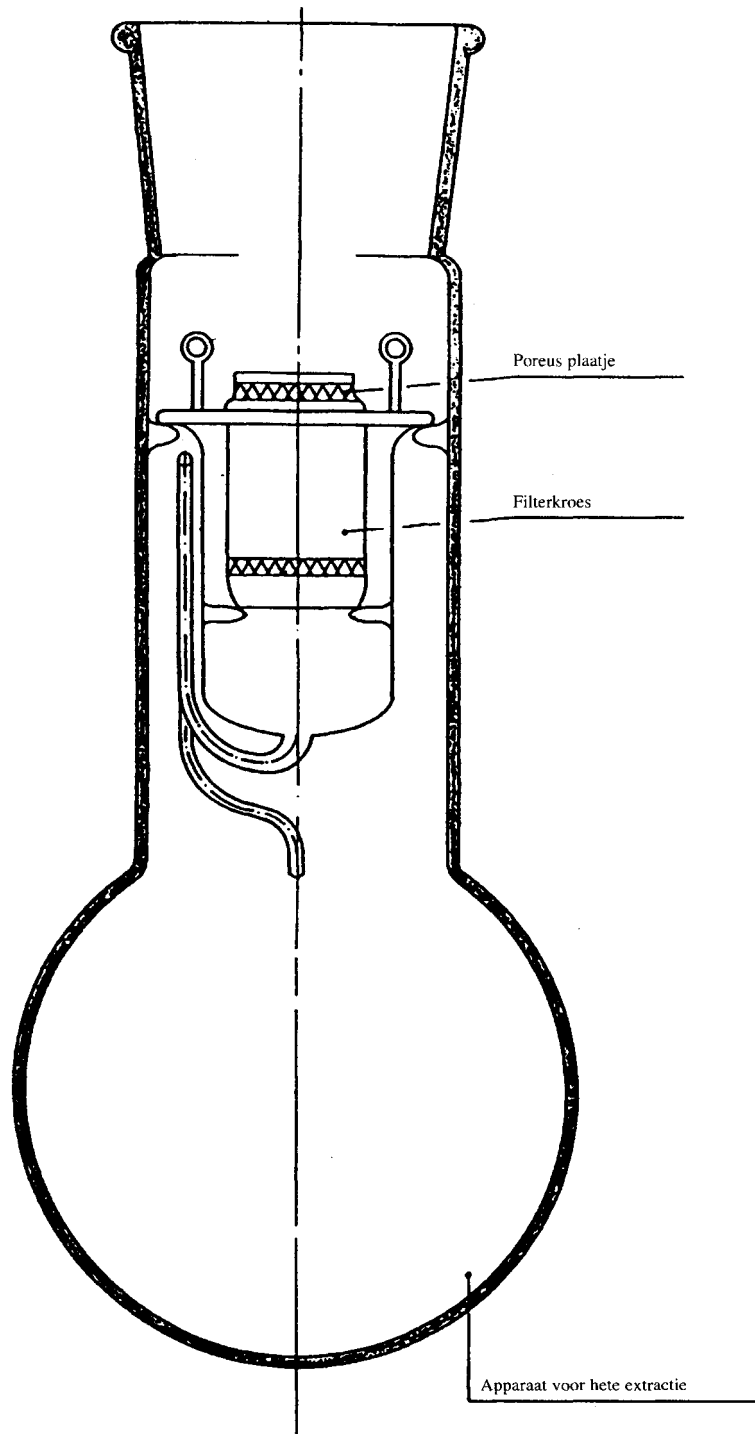
De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d” bedraagt 1,00 behalve voor de volgende vezels:

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  $\pm 1$  bij een betrouwbaarheidsdrempel van 95 %.

▼B



Afbeelding als bedoeld in punt 3.1. i) van methode nr. 15

**▼B***BIJLAGE III*

## DEEL A

**INGETROKKEN RICHTLIJNEN**

(bedoeld in artikel 8)

- Richtlijn 72/276/EEG van de Raad (PB nr. L 173 van 31. 7. 1972, blz. 1) nadien gewijzigd bij:
  - Richtlijn 79/76/EEG van de Commissie (PB nr. L 17 van 24. 1. 1979, blz. 17);
  - Richtlijn 81/75/EEG van de Raad (PB nr. L 57 van 4. 3. 1981, blz. 23);
  - Richtlijn 87/184/EEG van de Commissie (PB nr. L 75 van 17. 3. 1987, blz. 21).

## DEEL B

**OMZETTINGSTERMIJNEN**

Richtlijn	Uiterste termijn van omzetting
72/276/EEG	18 januari 1974
79/76/EEG	28 juni 1979
81/75/EEG	27 februari 1982
87/184/EEG	1 september 1988



## BIJLAGE IV

## CONCORDANTIETABEL

Deze richtlijn	Richtlijn 72/276/EEG
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, lid 2
Artikel 8	—
Artikel 9	Artikel 8
Bijlage I	Bijlage I
Bijlage II, punt 1	Bijlage II, punt 1
Bijlage II, punt 2	Bijlage II, punt 2
Bijlage II, methode nr. 1	Bijlage II, methode nr. 1
Bijlage II, methode nr. 2	Bijlage II, methode nr. 2
Bijlage II, methode nr. 3	Bijlage II, methode nr. 3
Bijlage II, methode nr. 4	Bijlage II, methode nr. 4
Bijlage II, methode nr. 5	Bijlage II, methode nr. 5
Bijlage II, methode nr. 6	Bijlage II, methode nr. 6
Bijlage II, methode nr. 7	Bijlage II, methode nr. 7
Bijlage II, methode nr. 8	Bijlage II, methode nr. 8
Bijlage II, methode nr. 9	Bijlage II, methode nr. 9
Bijlage II, methode nr. 10	Bijlage II, methode nr. 10
Bijlage II, methode nr. 11	Bijlage II, methode nr. 11
Bijlage II, methode nr. 12	Bijlage II, methode nr. 13
Bijlage II, methode nr. 13	Bijlage II, methode nr. 14
Bijlage II, methode nr. 14	Bijlage II, methode nr. 15
Bijlage II, methode nr. 15	Bijlage II, methode nr. 16
Bijlage III	—
Bijlage IV	—