

31996L0073

3.2.1997

JURNALUL OFICIAL AL COMUNITĂȚILOR EUROPENE

L 32/1

**DIRECTIVA 96/73/CE A PARLAMENTULUI EUROPEAN ȘI A CONSILIULUI
din 16 decembrie 1996
privind anumite metode de analiză cantitativă a amestecurilor binare de fibre textile**

PARLAMENTUL EUROPEAN ȘI CONSILIUL UNIUNII EUROPENE,

având în vedere Tratatul de instituire a Comunității Europene, în special articolul 100a,

având în vedere propunerea Comisiei ⁽¹⁾,

având în vedere avizul Comitetului Economic și Social ⁽²⁾,

în conformitate cu procedura prevăzută la articolul 189b din tratat ⁽³⁾,

întrucât Directiva 72/276/CEE a Consiliului din 17 iulie 1972 privind aproximarea legislațiilor statelor membre cu privire la anumite metode de analiză cantitativă a amestecurilor binare de fibre textile ⁽⁴⁾ a fost modificată și completată în mod frecvent și substanțial; întrucât directiva menționată trebuie codificată din motive de claritate și temeinicie;

întrucât Directiva 96/74/CE a Parlamentului European și a Consiliului din 16 decembrie 1996 privind denumirile textilelor ⁽⁵⁾ impune ca etichetarea să indice compoziția fibroasă a produselor textile, cu verificări făcute prin analize care să certifice conformitatea acestor produse cu indicațiile menționate pe etichete;

întrucât metodele utilizate pentru analizele oficiale efectuate în statele membre în scopul determinării compoziției fibroase a produselor textile trebuie să fie uniforme în ceea ce privește atât tratarea prealabilă a probei de analiză, cât și analiza cantitativă;

întrucât Directiva 96/74/CE prevede ca metodele de eșantionare și analizele care se aplică în statele membre în ceea ce privește determinarea compoziției fibroase a produselor să fie menționate în directive speciale; întrucât anexa II la prezenta directivă prevede 15 metode uniforme de analiză pentru majoritatea produselor textile din amestecuri binare ce se găsesc pe piață;

întrucât progresul tehnic necesită adaptarea frecventă a specificațiilor tehnice definite prin directive speciale privind metodele de analiză a textilelor; întrucât pentru a facilita punerea în aplicare a măsurilor necesare în acest sens, în cadrul comitetului pentru directive referitoare la denumirile și etichetarea produselor textile trebuie impusă o procedură care să stabilească o strânsă cooperare între statele membre și Comisie;

întrucât, în cazul amestecurilor binare pentru care nu există o metodă uniformă de analiză la nivelul Comunității, laboratorul care răspunde de analiză poate determina compoziția unor asemenea amestecuri utilizând orice metoda valabilă aflată la dispoziția sa, indicând în buletinul de analiză rezultatul obținut și, în măsura în care se cunoaște, gradul de precizie a metodei folosite;

întrucât dispozițiile prezentei directive sunt în conformitate cu avizul Comitetului pentru directive privind denumirile și etichetarea produselor textile;

întrucât prezenta directivă nu trebuie să aducă atingere obligațiilor statelor membre referitoare la termenele pentru transpunerea directivelor menționate în anexa III partea B,

⁽¹⁾ JO C 96, 6.4.1994, p. 20.

⁽²⁾ JO C 195, 18.7.1994, p. 20.

⁽³⁾ Avizul Parlamentului European din 15 februarie 1995 (JO C 56, 6.3.1995, p. 53), Poziția comună a Consiliului din 26 februarie 1996 (JO C 196, 6.7.1996, p. 20) și Decizia Parlamentului European din 18 iunie 1996 (JO C 198, 8.7.1996, p. 25), Decizia Consiliului din 7 octombrie 1996.

⁽⁴⁾ JO L 173, 31.7.1972, p. 1. Directivă, astfel cum a fost modificată ultima dată prin Directiva 87/184/CEE (JO L 75, 17.3.1987, p. 21).

⁽⁵⁾ JO L 32, 3.2.97, p. 38.

ADOPTĂ PREZENTA DIRECTIVĂ:

Articolul 1

Prezenta directivă se referă la metodele de analiză cantitativă a anumitor amestecuri binare de fibre textile, inclusiv la pregătirea probelor și eșantioanelor de analiză.

Articolul 2

„Probă de analiză” înseamnă o mostră de mărime adecvată pentru analiză, prelevată din proba globală de analiză de laborator, luată la rândul său dintr-un lot de articole de analizat.

„Eșantion de analiză” înseamnă acea parte dintr-o probă de analiză utilizată pentru o analiză individuală.

Articolul 3

Statele membre trebuie să întreprindă toate măsurile necesare pentru a se asigura că, în conformitate cu Directiva 96/74/CE, dispozițiile anexelor I și II privind metodele de analiză cantitativă a anumitor amestecuri binare de fibre textile, inclusiv pregătirea probelor și eșantioanelor de analiză, se aplică tuturor analizelor oficiale pentru determinarea compoziției produselor textile de pe piață.

Articolul 4

Orice laborator abilitat să analizeze amestecurile binare pentru care nu există o metodă uniformă de analiză la nivelul Comunității determină compoziția unor asemenea amestecuri utilizând orice metodă valabilă aflată la dispoziția sa, indicând în buletinul de analiză rezultatul obținut și, în măsura în care se cunoaște, gradul de precizie a metodei folosite.

Articolul 5

(1) Prin prezenta decizie se instituie un comitet pentru directive privind denumirile și etichetarea produselor textile, numit în continuare „comitet”; acesta este format din reprezentanți ai statelor membre, având la conducerea sa în calitate de președinte un reprezentant al Comisiei.

(2) Comitetul își stabilește regulamentul de funcționare.

(3) Adaptările la progresul tehnic în ceea ce privește metodele de analiză cantitativă prevăzute de anexa II trebuie să fie efectuate în conformitate cu procedura prevăzută la articolul 6.

Articolul 6

(1) În cazul în care se recurge la procedura prevăzută de prezentul articol, comitetul este sesizat de președinte, fie la inițiativa acestuia, fie la cererea reprezentantului statului membru.

(2) Reprezentantul Comisiei înaintează comitetului un proiect cu măsurile ce urmează să fie luate. Comitetul își dă avizul cu privire la proiect în termenul pe care președintele îl poate stabili în funcție de urgența subiectului în cauză. Avizul este emis cu majoritatea prevăzută la articolul 148 alineatul (2) din tratat pentru deciziile pe care trebuie să le adopte Consiliul pe baza unei propuneri venite de la Comisie. Voturile reprezentanților statelor membre din cadrul comitetului sunt ponderate în conformitate cu dispozițiile prevăzute la articolul respectiv. Președintele nu participă la vot.

(3) (a) Comisia adoptă măsurile preconizate în cazul în care acestea sunt conforme cu avizul comitetului.

(b) În cazul în care măsurile preconizate corespund avizului comitetului sau în absența avizului, Comisia înaintează imediat Consiliului o propunere cu privire la măsurile ce trebuie adoptate.

Consiliul decide cu majoritate calificată.

(c) În cazul în care în termen de trei luni de la înaintarea propunerii Consiliul nu decide, măsurile propuse vor fi adoptate de către Comisie.

Articolul 7

Comisiei i se comunică de către statele membre textele principalelor dispoziții de drept intern pe care le adoptă în domeniul reglementat de prezenta directivă.

Articolul 8

Prin prezenta se abrogă directivele enumerate de anexa III partea A fără a aduce atingere obligațiilor statelor membre referitoare la termenele de transpunere prevăzute de anexa III partea B.

Trimiterile făcute la directivele abrogate trebuie să fie interpretate ca trimiteri la prezenta directivă și trebuie citite în conformitate cu tabelul de corespondență prevăzută de anexa IV.

Articolul 9

Prezenta directivă se adresează statelor membre.

Prezenta directivă intră în vigoare în a douăzecea zi de la data publicării în *Jurnalul Oficial al Comunităților Europene*.

Adoptată la Bruxelles, 16 decembrie 1996.

Pentru Parlamentul European

Președintele

K. HÄNSCH

Pentru Consiliu

Președintele

I. YATES

ANEXA I

**PREGĂTIREA PROBELOR ȘI EȘANTIOANELOR DE ANALIZĂ PENTRU DETERMINAREA
COMPOZIȚIEI FIBROASE A PRODUSELOR TEXTILE**

1. DOMENIUL DE APLICARE

Prezenta anexă prezintă procedurile de obținere a probelor de analiză de laborator de o dimensiune adecvată pentru tratare prealabilă în vederea analizei cantitative (de exemplu, cu o masă care să nu depășească 100 g) din probele globale de laborator și pentru selecția eșantioanelor de analiză din probele de laborator care au fost tratate în prealabil pentru îndepărtarea materialelor nefibroase ⁽¹⁾.

2. DEFINIȚII

- 2.1. „Lot” reprezintă cantitatea de material care este evaluată pe baza unei serii de rezultate de analiză. Aceasta poate cuprinde, de exemplu, tot materialul dintr-o livrare de țesătură; cantitatea de material țesută dintr-un anumit sul; o partidă de fir, un balot sau un set de baloți de fibre în stare crudă.
- 2.2. „Probă globală pentru analiza de laborator” reprezintă acea porțiune a lotului considerată reprezentativă pentru întreg și care este pusă la dispoziția laboratorului. Mărimea și natura probei globale ar trebui să fie suficientă pentru a acoperi în mod corespunzător variabilitatea lotului și pentru a facilita manipularea în laborator ⁽²⁾.
- 2.3. Probă redusă pentru analiza de laborator reprezintă acea porțiune a probei globale pentru analiza de laborator care este supusă tratării prealabile pentru îndepărtarea materialelor nefibroase și din care sunt prelevate eșantioanele de analiză. Mărimea și natura probei reduse de analiză de laborator ar trebui să fie suficientă pentru a acoperi în mod corespunzător variabilitatea probei globale de analiză de laborator ⁽³⁾.
- 2.4. Eșantion de analiză reprezintă acea porțiune de material necesară pentru a da un rezultat individual selectată din proba redusă de analiză de laborator.

3. PRINCIPIU

Proba redusă de analiză de laborator este astfel selecționată încât să fie reprezentativă pentru proba globală de analiză de laborator.

Eșantioanele de analiză sunt luate din proba redusă de analiză de laborator în așa mod încât fiecare din ele să fie reprezentative pentru proba redusă de analiza de laborator.

4. PRELEVARE DE PROBE DE FIBRE ÎN MASĂ

- 4.1. Fibre neorientate – Se obține proba de analiză de laborator selecționând la întâmplare mănunchiuri de fibre din proba globală de analiză de laborator. Se amestecă foarte bine întreaga probă de analiză de laborator cu ajutorul unei carde de laborator ⁽⁴⁾. Se supune operației de tratare prealabilă stratul fibros sau amestecul, inclusiv fibrele în masă și fibrele care au aderat la dispozitivul de melanjare. Apoi se selecționează eșantioane de analiză, proporțional cu masele respective, din stratul fibros sau din amestec, din fibrele în masă și din fibrele care au aderat la dispozitivul de amestecare.

Dacă vâlul de cardă rămâne intact după tratarea prealabilă, eșantioanele de analiză se selecționează după procedura descrisă la punctul 4.2. Dacă vâlul de cardă nu rămâne intact după tratarea prealabilă, eșantioanele de analiză se selecționează prin prelevarea aleatorie a cel puțin 16 mănunchiuri mici, de dimensiune adecvată și aproximativ egală urmată de amestecarea lor.

- 4.2. Fibre orientate (vâluri de cardă, straturi de fibre, benzi de cardă, semitort) – Din părți selectate aleatoriu din proba globală de analiză de laborator se taie minimum 10 secțiuni transversale, fiecare cu masa de aproximativ 1 g. Probele reduse de analiză de laborator astfel obținute se supun tratării prealabile. Se combină secțiunile transversale așezându-le una lângă alta și se obține eșantionul de analiză tăind din ele în așa fel încât să se ia câte o porțiune din fiecare din cele 10 secțiuni.

5. PRELEVARE DE PROBE DE FIR

- 5.1. Fir pe formate sau în scul - Se prelevează probe din toate formatele care formează proba globală de analiză de laborator.

⁽¹⁾ În unele cazuri este necesară tratarea prealabilă a eșantioanelor de analiză individuale.

⁽²⁾ Pentru confecții și articole finisate, a se vedea secțiunea 7.

⁽³⁾ A se vedea punctul 1.

⁽⁴⁾ Carda de laborator poate fi înlocuită cu un dispozitiv de melanjare a fibrelor sau fibrele se amestecă prin metoda „mănunchiuri și deșeuri”.

Se iau lungimi continue, corespunzătoare și egale din fiecare format, fie prin formare de jurubițe cu același număr de înfășurări pe o vârtelniță ⁽¹⁾, fie prin orice alt mijloc. Se reunesc lungimile de fir, fie sub forma unei jurubițe unice, fie sub formă de cablu pentru a obține proba de analiză de laborator, verificându-se ca în jurubiță sau în cablu să se afle lungimi egale din fiecare format.

Se supun probele de analiză de laborator tratării prelabile.

Se iau eșantioane de analiză din proba de analiză de laborator prin tăierea unui fascicul de fire de lungime egală din jurubiță sau din cablu, având grijă ca fasciculul să conțină toate firele din probă.

Dacă t este numărul de tex al firului și N este numărul formatelor de fir selecționate din proba globală de analiză de laborator, atunci proba de analiză de 10 g, lungimea firului ce trebuie

extras din fiecare format este de $\frac{10^6}{Nt}$ cm.

Dacă Nt este mare, adică mai mare de 2 000, se înfășoară o jurubiță mai grea și se taie transversal în două locuri pentru a se obține un cablu cu o masă adecvată. Capetele oricărei probe sub formă de cablu trebuie legate înainte de tratarea prelabilă și eșantioanele de analiză trebuie prelevate dintr-o zonă îndepărtată de capetele legate.

- 5.2. Fire de urzeală – Se prelevează probe reduse de analiză de laborator prin tăierea unei anumite lungimi din capătul sulului de urzeală, nu mai mică de 20 cm și cuprinzând toate firele de urzeală cu excepția firelor de margine, care se elimină. Se leagă fasciculul de fire la unul din capete. Dacă proba de analiză este prea mare pentru tratare prelabilă în totalitatea sa, se împarte proba în două sau mai multe porțiuni, fiecare legată pentru tratare prelabilă și se reunesc porțiunile după ce fiecare a fost tratată prelabil separat. Se ia un eșantion de analiză prin tăierea unei lungimi adecvate din proba de analiză de laborator de la capătul îndepărtat al legăturii cuprinzând toate firele din urzeală. Pentru urzeala de N fire de t tex, lungimea unui eșantion cu masa de 1 g este $\frac{10^5}{Nt}$ cm.

6. PRELEVARE DE PROBE DE ȚESĂTURĂ

- 6.1. Dintr-o probă globală de analiză de laborator constând dintr-o singură mostră reprezentativă de țesătură

— Se taie o fâșie diagonală dintr-un colț în altul și se îndepărtează marginile. Această fâșie este proba redusă de analiză de laborator. Pentru a obține o probă redusă de analiză de laborator de x g, suprafața fâșiei trebuie să fie $\frac{x \cdot 10^4}{G}$ cm², unde G este masa țesăturii în g/m².

Se supune proba redusă de analiză de laborator tratării prelabile și apoi se taie fâșia transversal în patru lungimi egale care se suprapun.

Se iau eșantioane de analiză din oricare parte a țesăturii stratificate tăind toate straturile așa încât fiecare eșantion să conțină câte o lungime egală din fiecare strat.

Dacă țesătura are model, se ia lățimea probei reduse de analiză de laborator, măsurată pe direcția urzelii, nu mai mică de un raport de țesătură. Dacă, pentru a satisface această cerință, proba redusă de analiză de laborator este prea mare pentru a fi tratată ca un întreg, se taie în părți egale, se tratează prelabil părțile separat, se suprapun înainte de a alege eșantionul de analiză, având grijă ca părțile corespunzătoare desenului să nu coincidă.

- 6.2. Dintr-o probă globală de laborator constând din mai multe mostre de țesătură

— Se tratează fiecare mostră conform celor menționate la punctul 6.1 și se determină fiecare rezultat separat.

7. PRELEVARE DE PROBE DE CONFECȚII ȘI ARTICOLE FINITE

Proba globală de laborator este în mod normal un articol confecționat, finit sau o parte reprezentativă dintr-un astfel de articol.

Unde este cazul, se determină diferitele procente ale diferitelor părți dintr-un articol, care nu au aceeași compoziție fibroasă pentru a se verifica respectarea articolului 9 din Directiva 96/74/CE a Parlamentului European și a Consiliului din 16 decembrie 1996 privind denumirile texturilor.

⁽¹⁾ Dacă formatele pot fi așezate într-un rastel convenabil, se poate depăna simultan un număr de fire.

Se selectează o probă redusă de analiză de laborator, reprezentativă pentru o anumită parte a confecției sau a articolului finit, a cărei compoziție trebuie să fie menționată pe etichetă. Dacă articolul are mai multe etichete, se selectează probe de analiză de laborator reprezentative pentru fiecare parte ce corespunde unei etichete.

Dacă articolul a cărui compoziție trebuie determinată nu este uniform, s-ar putea să fie necesar să se selecționeze probe reduse de analiză de laborator din fiecare parte a articolului și să se determine proporțiile relative ale diferitelor părți raportate la întregul articol în discuție.

Apoi se calculează procentul ținând seama de proporția relativă a diferitelor părți eșantionate.

Se supun probele reduse de analiză de laborator tratării prealabile.

Apoi se selectează eșantioane de analiză reprezentative din probele reduse de analiză de laborator tratate prealabil.

ANEXA II

METODE DE ANALIZĂ CANTITATIVĂ A ANUMITOR AMESTECURI BINARE DE FIBRE

1. GENERALITĂȚI

Introducere

Metodele de analiză cantitativă a amestecurilor de fibre se bazează pe două procedee principale: separarea manuală și separarea chimică a fibrelor.

Metoda de separare manuală trebuie folosită ori de câte ori este posibil, deoarece dă în general rezultate mai precise decât metoda chimică. Ea se poate utiliza pentru toate textilele ale căror fibre componente nu formează un amestec intim, cum este cazul firelor formate din mai multe elemente, fiecare din ele constituite dintr-un singur tip de fibră sau cazul țesăturilor, la care fibra din urzeală este diferită de fibra din bătătură sau al tricotului care poate fi desfăcut în fire de diferite tipuri.

În general, metodele chimice de analiză cantitativă se bazează pe solubilizarea selectivă a componentelor individuali. După îndepărtarea unui component, se cântărește reziduul solid și se calculează proporția de component pe baza pierderii de masă. Această primă parte a anexei dă informații comune despre analizele efectuate prin această metodă pentru toate amestecurile de fibre care fac obiectul anexei, indiferent de compoziția lor. Ea trebuie deci folosită asociat cu secțiunile individuale care urmează în anexă și care conțin procedurile detaliate aplicabile anumitor amestecuri fibroase. În mod ocazional, o analiză se poate baza pe un alt principiu decât solubilizarea selectivă; în astfel de cazuri, în secțiunea respectivă sunt furnizate detalii complete.

Amestecurile de fibre în timpul prelucrării și, într-o măsură mai mică, textilele finite pot conține materiale nefibroase, cum ar fi grăsimi, ceruri, produși auxiliari sau materiale solubile în apă, fie de proveniență naturală, fie adăugate intenționat pentru a facilita prelucrarea. Materialul nefibros trebuie îndepărtat înainte de analiză. Din acest motiv este prezentată și o metodă de îndepărtare a uleiurilor, grăsimilor, cerurilor și a substanțelor solubile în apă.

În plus, textilele pot conține rășini sau alți produși auxiliari utilizați pentru a le conferi proprietăți speciale. Acești produși, inclusiv coloranții, în cazuri excepționale, pot interacționa cu reactivul chimic asupra componentei solubile, și/sau pot fi parțial sau complet îndepărtați de către reactivul chimic. Acest gen de produși auxiliari pot, în consecință, genera erori și trebuie îndepărtați înainte ca proba să fie analizată. Dacă este imposibil să se îndepărteze astfel de produși auxiliari, metodele de analiză prezentate în anexa de față nu mai sunt aplicabile.

Colorantul din țesăturile vopsite se consideră parte integrantă a fibrei și nu se îndepărtează.

Analizele se efectuează pe baza masei uscate, fiind prezentată și o procedură de determinare a masei uscate.

Rezultatul este obținut aplicând masei uscate a fiecărei fibre toleranța menționată în lista din anexa II la Directiva 96/74/CE a Parlamentului European și a Consiliului din 16 decembrie 1996 privind denumirile textilelor.

Înainte de a fi supuse oricărei analize, trebuie identificate toate fibrele prezente în amestec. În unele metode componentul insolubil al unui amestec poate fi parțial dizolvat de reactivul folosit pentru a solubiliza componentul solubil. Unde este posibil, reactivii sunt astfel aleși încât să aibă un efect mic sau chiar nici un fel de efect asupra fibrelor insolubile. Dacă pierderea de masă survine în timpul analizei, rezultatul trebuie să fie corectat; în acest scop se dau și factorii de corecție. Acești factori au fost determinați în mai multe laboratoare prin tratarea cu reactivul adecvat după cum este specificat în metoda de analiză a fibrelor curățate prin tratare prealabilă. Acești factori de corecție se aplică numai fibrelor normale, pentru fibrele degradate înaintea sau în timpul prelucrării fiind necesari factori de corecție diferiți. Procedurile date se aplică numai în cazul determinărilor individuale. Trebuie efectuate cel puțin două determinări pe eşantioane separate de analiză atât în cazul separării manuale, cât și în cazul separării pe cale chimică. Pentru confirmare, dacă nu este imposibil din punct de vedere tehnic, se recomandă folosirea procedurilor alternative, prin care constituentul care a fost reziduu în metoda standard să fie dizolvat primul.

I. INFORMAȚII GENERALE PRIVIND METODELE CHIMICE DE ANALIZĂ CANTITATIVĂ A AMESTECURILOR DE FIBRE TEXTILE

Informații comune tuturor metodelor chimice de analiză cantitativă a amestecurilor de fibre, care sunt prezentate.

I.1. Sfera și domeniul de aplicare

Domeniul de aplicare pentru fiecare metodă precizează la ce tipuri de fibre se poate aplica metoda.

I.2. Principiu

După identificarea componentelor amestecului, materialul nefibros se îndepărtează printr-o tratare prealabilă adecvată și apoi se îndepărtează unul din componenți, de obicei prin dizolvare selectivă ⁽¹⁾. Reziuuul insolubil se cântărește și proporția de component solubil se calculează din pierderea de masă. Cu excepția situațiilor când această metodă prezintă dificultăți tehnice, este preferabil să se dizolve fibra prezentă în proporție mai mare, obținând astfel ca reziduu fibra prezentă în proporție mai mică.

I.3. Materiale și echipament**I.3.1. Aparatura**

I.3.1.1. Creuzete filtrante și flacoane de cântărire suficient de mari pentru a cuprinde astfel de creuzete filtrante sau orice fel de aparatură care dă rezultate identice.

I.3.1.2. Vas de trompă pentru filtrare în vid.

I.3.1.3. Exicator care conține silicagel auto-indicator de umiditate.

I.3.1.4. Etuvă cu ventilator pentru uscarea eşantioanelor la $150^{\circ} \pm 3^{\circ} \text{C}$.

I.3.1.5. Balanța analitică având o precizie de 0,0002 g.

I.3.1.6. Extractor Soxhlet sau alt aparat capabil să asigure rezultate identice.

I.3.2. Reactivi

I.3.2.1. Eter de petrol, redistilat, interval de fierbere 40-60 °C.

I.3.2.2. Alți reactivi sunt menționați în secțiunile corespunzătoare de la fiecare metodă. Toți reactivii folosiți trebuie să fie chimic puri.

I.3.2.3. Apă distilată sau deionizată.

I.4. Atmosferă de condiționare și încercare

Deoarece se determină masa uscată, nu este necesară condiționarea eşantionului sau efectuarea analizelor într-o atmosferă condiționată.

I.5. Proba redusă de analiză de laborator

Se ia o probă redusă de analiză de laborator care este reprezentativă pentru proba globală de analiză de laborator și suficient de mare ca să furnizeze toate eşantioanele de laborator, fiecare având minimum 1 g.

I.6. Tratarea prealabilă a probei reduse de analiză de laborator ⁽²⁾

Dacă este prezentă o substanță ce nu trebuie luată în considerare în calculele procentuale [a se vedea articolul 12 alineatul (3) din Directiva 96/74/CE a Parlamentului European și a Consiliului din 16 decembrie 1996 privind denumirile textilelor], substanța respectivă trebuie mai întâi îndepărtată printr-o metodă care să nu afecteze vreunul din componenții fibroși.

În acest sens, materialul nefibros care poate fi extras cu eter de petrol și apă este îndepărtat prin tratarea probei uscate la aer într-un extractor Soxhlet cu eter de petrol timp de o oră, la minimum șase cicluri de extracție pe oră. Se lasă ca eterul de petrol să se evapore din proba de analiză, care este apoi extrasă prin

⁽¹⁾ Metoda 12 este o excepție. Ea se bazează pe o determinare a conținutului unei substanțe constituate a unuia dintre cei doi componenți.

⁽²⁾ A se vedea anexa I.1.

tratament direct constând în înmuierea eşantionului în apă la temperatura camerei timp de o oră, apoi în înmuierea eşantionului în apă la temperatura de 65 ± 5 °C timp de încă o oră, agitând lichidul din timp în timp. Se foloseşte un raport lichid/eşantion de 100:1. Se îndepărtează excesul de apă din probă prin stoarcere, extracţie prin vidare sau centrifugare, apoi se lasă proba de analiză să se usuce la aer.

Când materialul nefibros nu poate fi extras cu eter de petrol şi apă, el trebuie îndepărtat prin înlocuirea metodei cu apă descrisă mai sus cu o altă metodă adecvată care să nu modifice substanţial vreunul din constituenţii fibroşi. Totuşi, pentru unele fibre naturale de origine vegetală nealbite (de exemplu iuta, fibra de nucă de cocos) trebuie să se ţină seama că tratarea prealabilă normală cu eter de petrol şi cu apă nu îndepărtează toate substanţele naturale nefibroase. Totuşi, nu se aplică o tratare prealabilă suplimentară dacă proba nu conţine agenţi de finisare insolubili atât în eter de petrol, cât şi în apă.

Buletinele de analiză trebuie să includă detalii complete privind metodele de tratare prealabilă folosite.

I.7. Mod de lucru

I.7.1. Instrucţiuni generale

I.7.1.1. Uscarea

Operaţiile de uscare trebuie să dureze cel puţin patru ore şi cel mult şaisprezece ore la o temperatură de 105 ± 3 °C într-o etuvă cu ventilator, cu uşa etuvei închisă în permanenţă. Dacă perioada de uscare este mai mică de 14 ore, eşantionul trebuie cântărit pentru a verifica dacă masa lui a devenit constantă. Se consideră că masa a devenit constantă dacă, după o perioadă suplimentară de 60 de minute de uscare, variaţia sa este mai mică de 0,05 %.

Se recomandă să se evite manevrarea creuzetelor filtrante, a flacoanelor de cântărire, a eşantioanelor şi a reziduurilor cu mâinile neprotejate, pe perioada operaţiunilor de uscare, răcire şi cântărire.

Eşantioanele se usucă în flacoane de cântărire, cu capacul flaconului plasat alături. După uscare, se pune dopul la flaconul de cântărire şi se transferă repede în exicator.

Creuzetele filtrante se usucă în flacoane de cântărire, cu capacul flaconului plasat alături. După uscare, se pune dopul la flaconul de cântărire şi se transferă rapid în exicator.

Când se folosesc alte aparate decât creuzetele filtrante, operaţia de uscare în etuvă se efectuează în aşa fel încât să asigure determinarea masei uscate a fibrelor, fără pierderi.

I.7.1.2. Răcirea

Operaţia de răcire se efectuează în exicator, acesta fiind plasat lângă balanţă, până la răcirea completă a flaconului de cântărire şi, în orice caz, nu trebuie să dureze mai puţin de două ore.

I.7.1.3. Cântărirea

După răcire se efectuează cântărirea flaconului de cântărire în interval de două minute de la scoaterea acestuia din exicator. Cântărirea se efectuează cu o precizie de 0,0002 g.

I.7.2. Mod de lucru

Se ia din proba redusă de analiză de laborator tratată prealabil un eşantion de analiză cântărind cel puţin 1 g. Se taie firul sau ţesătura în lungimi de circa 10 mm, destrămate cât mai mult posibil. Se usucă eşantionul într-un flacon de cântărire, se răceşte în exicator şi se cântăreşte. Se transferă eşantionul în vasul de sticlă menţionat în secţiunea corespunzătoare a metodei comunitare respective, se re-cântăreşte flaconul de cântărire imediat şi se obţine masa uscată a eşantionului prin diferenţă. Se finalizează analiza în modul prevăzut în secţiunea corespunzătoare a metodei aplicabile. Se examinează reziduul la microscop pentru a verifica dacă prin tratament s-a îndepărtat complet fibra solubilă.

I.8. Calcularea şi exprimarea rezultatelor

Masa componentei insolubile se exprimă în procente raportat la masa totală de fibră din amestec. Procentul de componentă solubilă se obţine prin diferenţă. Se calculează rezultatul pe baza masei uscate şi pure, corectată cu (a) reprizele convenţionale şi (b) factorii de corecţie necesari pentru a lua în calcul pierderea de material în timpul tratării prealabile şi analizei. Calculele se fac aplicând formula prezentată la punctul I.8.2.

- I.8.1. Calcularea procentului de component insolubil pe baza masei uscate și pure, fără a lua în considerare pierderea de material în timpul tratării prealabile.

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

unde

P_1 este procentul componentului insolubil uscat și pur

m este masa uscată a eșantionului după tratare prealabilă

r este masa uscată a rezidului

d este factorul de corecție pentru pierderea de masă a componentului insolubil în reactiv în timpul analizei. Valorile adecvate ale lui „ d ” sunt prezentate în secțiunile corespunzătoare de la fiecare metodă.

Asemenea valori ale lui „ d ” sunt, desigur, valorile normale aplicabile fibrelor nedegradate chimic.

- I.8.2. Calcularea procentului de component insolubil pe baza masei uscate și pure, cu ajustările date de factori convenționali, și, unde este cazul, de factori de corecție pentru pierderea de material în timpul tratării prealabile.

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

unde

P_{1A} este procentul de component insolubil corectat cu reprizele convenționale stabilite și pierderea de masă în timpul tratării prealabile.

P_1 este procentul de component insolubil uscat și pur, așa cum a fost calculat cu formula de la punctul I.8.1.

a_1 este repriza convențională stabilită pentru componentul insolubil (a se vedea anexa II la directiva privind denumirile textilelor)

a_2 este repriza convențională stabilită pentru componentul solubil (a se vedea anexa II la directiva privind denumirile textilelor)

b_1 este pierderea procentuală a componentului insolubil cauzată de tratarea prealabilă

b_2 este pierderea procentuală a componentului solubil cauzată de tratarea prealabilă

Procentul celui de-al doilea component (P_{2A} %) este egal cu $100 - P_{1A}$ %.

În cazul în care se folosește o tratare prealabilă specială, valorile b_1 și b_2 trebuie determinate, dacă este posibil, supunând fiecare dintre constituenții fibrei pure tratării prealabile aplicată în metoda de analiză. Fibrele pure sunt acelea care nu conțin nici un fel de material nefibros cu excepția celui conținut în mod normal (fie natural, fie datorită procesului de fabricație), în starea în care se află în materialul supus analizei (nealbită, albită).

Când nu sunt disponibile fibrele separate și pure folosite în producerea materialului supus analizei, ar trebui să se folosească valorile medii ale lui b_1 și b_2 , obținute din încercările efectuate pe fibre pure, similare celor din amestecul supus examinării.

Dacă se aplică o tratare prealabilă normală prin extracție cu eter de petrol și apă, factorii de corecție b_1 și b_2 pot fi în general neglijați, cu excepția bumbacului Nealbit, inului Nealbit și a cănepei Nealbite, unde pierderea datorită tratării prealabile este considerată în mod convențional ca fiind 4 % și în cazul polipropilenei 1 %.

În cazul altor fibre, pierderile datorită tratării prealabile nu sunt luate în calcul.

II. METODA DE ANALIZĂ CANTITATIVĂ PRIN SEPARARE MANUALĂ

II.1. Domeniul de aplicare

Metoda poate fi folosită pentru fibre de toate tipurile cu condiția ca ele să nu formeze un amestec intim și să poată fi separate manual.

II.2. Principiu

După identificarea componentelor textili, materialul nefibros se îndepărtează printr-o tratare prealabilă adecvată și apoi se îndepărtează fibrele manual, se usucă și se cântăresc pentru a calcula proporția fiecărei fibre în amestec.

II.3. Aparatura

II.3.1. Flacoane de cântărire sau orice fel de aparatură care furnizează rezultate identice.

II.3.2. Exicator care conține silicagel autoindicator de umiditate.

II.3.3. Etuvă cu ventilator pentru uscarea eșantioanelor la 150 ± 3 °C.

II.3.4. Balanța analitică cu o precizie de 0,0002 g.

II.3.5. Extractor Soxhlet sau alt aparat capabil să asigure rezultate identice.

II.3.6. Ac.

II.3.7. Torsiometru sau un aparat similar.

II.4. Reactivi

II.4.1. Eter de petrol, redistilat, interval de fierbere 40-60 °C.

II.4.2. Apă distilată sau deionizată.

II.5. Atmosferă de condiționare și încercare

A se vedea I.4.

II.6. Proba redusă de analiză de laborator

A se vedea I.5.

II.7. Tratarea prealabilă a probei reduse de analiză de laborator

A se vedea I.6.

II.8. Mod de lucru

II.8.1. Analiza firelor

Se selectează din proba redusă de analiză de laborator tratată prealabil un eșantion cu masa de minimum 1 g. Pentru un fir foarte fin, analiza se poate efectua pe o lungime minimă de 30 m, indiferent de masă.

Se taie firul în bucăți de o lungime corespunzătoare și se separă tipurile de fibre cu ajutorul unui ac sau, dacă este necesar, cu ajutorul unui torsiometru. Tipurile de fibre astfel obținute se plasează în flacoane de cântărire cântărite în prealabil și se usucă la 105 ± 3 °C până la obținerea unei mase constante, conform descrierii de la punctele I.7.1 și I.7.2.

II.8.2. Analiza țesăturilor

Se prelevează din proba redusă de analiză de laborator tratată prealabil un eșantion fără lizieră, cu masa de minimum 1 g, cu marginile prinse cu grijă pentru a evita destrămarea și paralel cu direcția firelor de urzeală sau de bătătură sau, în cazul tricotelurilor, cu direcția șirurilor sau a rândurilor. Se separă diferitele tipuri de fibre, se colectează în flacoane de cântărire cântărite în prealabil și se continuă ca la punctul II.8.1.

II.9. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se exprimă masa fiecărei fibre din amestec în procente din masa totală a amestecului de fibre. Se calculează rezultatul pe baza masei uscate și pure, corectată cu (a) reprizele convenționale stabilite și (b) factorii de corecție necesari pentru a lua în calcul pierderea de material în timpul tratării prelabile.

- II.9.1. Calcularea procentului de component insolubil pe baza masei uscate și pure, fără a lua în considerare pierderea de material în timpul tratării prelabile.

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

unde

P_1 este procentul primului component în stare uscată și pură

m_1 este masa uscată și pură a primului component

m_2 este masa uscată și pură a celui de-al doilea component

- II.9.2. Pentru calcularea procentului fiecărui component cu aplicarea toleranțelor stabilite și, după caz, a factorilor de corecție pentru pierderea de masă în timpul tratării prelabile, a se vedea punctul I.8.2.

III.1. Precizia metodelor

Precizia indicată în metodele individuale se referă la reproductibilitate.

Reproductibilitatea se referă la fiabilitate, în sensul unor valori experimentale foarte apropiate obținute de laboranții din diferite laboratoare, în momente diferite folosind aceeași metodă și obținând rezultate individuale pe eşantioane dintre un amestec omogen.

Reproductibilitatea se exprimă prin limite de încredere a rezultatelor la un nivel de încredere de 95 %.

Prin aceasta se înțelege că diferența între două rezultate dintr-o serie de analize efectuate în laboratoare diferite, în condițiile aplicării normale și corecte a metodei la un amestec omogen identic, nu va fi depășită decât în cinci cazuri din 100.

III.2. Buletinul de analiză

- III.2.1. Se afirmă că analiza a fost efectuată în conformitate cu această metodă.

- III.2.2. Se dau detalii cu privire la toate tratările prelabile speciale (a se vedea punctul I.6.).

- III.2.3. Se dau rezultatele individuale și media aritmetică, cu o precizie de 0,1 fiecare.

2. METODE SPECIALE – TABEL SINTETIC

Metoda	Domeniul de aplicare		Reactivul chimic
Nr. 1	Acetat	Alte fibre menționate	Acetonă
Nr. 2	Anumite fibre proteice	Alte fibre menționate	Hipoclorit
Nr. 3	Viscoză, cupro sau anumite tipuri de fibre modale	Bumbac	Acid formic și clorură de zinc
Nr. 4	Poliamidă sau nailon	Alte fibre menționate	Acid formic, 80 % m/m
Nr. 5	Acetat	Triacetat	Alcool benzilic
Nr. 6	Triacetat	Alte fibre menționate	Diclorometan
Nr. 7	Anumite fibre celulozice	Poliester	Acid sulfuric, 75 % m/m
Nr. 8	Fibre acrilice, anumite fibre modacrilice sau anumite clorofibre	Alte fibre menționate	Dimetilformamidă
Nr. 9	Anumite clorofibre	Alte fibre menționate	Sulfură de carbon/acetona, 55,5/44,5 v/v
Nr. 10	Acetat	Anumite clorofibre	Acid acetic glacial
Nr. 11	Mătase	Lână sau păr	Acid sulfuric, 75 % m/m
Nr. 12	Iută	Anumite fibre de origine animală	Metoda conținutului de azot
Nr. 13	Polipropilenă	Alte fibre menționate	Xilen
Nr. 14	Clorofibre (homopolimeri ai clorurii de vinil)	Alte fibre menționate	Metoda cu acid sulfuric concentrat
Nr. 15	Clorofibre, anumite fibre modacrilice, anumiți elastani, acetati, triacetati	Alte fibre menționate	Ciclohexanonă

METODA Nr. 1

ACETAT ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE

(Metoda cu acetonă)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acetat (19)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), in (7), cânepă (8), iută (9), abaca (10), alfa (11), fibră din coajă de nucă de cocos (12), sorg (13), ramie (14), sisal (15), cupro (21), fibre modale (22), fibre proteinice (23), viscoză (25), fibre acrilice (26), poliamidă sau nailon (30) și poliester (31).

Metoda nu se aplică în nici un caz fibrelor de acetat care au fost dezacetilate la suprafață.

2. PRINCIPIU

Fibrele de acetat se dizolvă cu acetonă pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de acetat uscat se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

3.2. Reactiv chimic

Acetonă.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul aflat într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml se adaugă 100 ml de acetonă pentru fiecare gram de eșantion, se agită vasul, se lasă la temperatura camerei timp de 30 minute, agitând ocazional și apoi se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil.

Se repetă tratamentul de încă două ori (efectuând în total trei extracții), dar pe perioade de numai 15 minute, așa încât timpul total de tratare în acetonă să fie de o oră. Se transferă reziduul în creuzetul filtrant. Se spală reziduul cu acetonă și se extrage prin vidare. Se umple creuzetul filtrant din nou cu acetonă și se lasă să se golească prin curgerea liberă a lichidului.

În final se videază creuzetul filtrant, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 2

ANUMITE FIBRE PROTEINICE ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE

(Metoda cu hipoclorit)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. anumite fibre proteice, adică: lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), fibre proteice (23)
cu
2. bumbac (5), cupro (21), viscoză (25), acrilic (26), clorofibre (27), poliamide sau nailon (30), poliester (31), polipropilenă (33), elastan (39) și fibră de sticlă (40).

Dacă sunt prezente mai multe fibre de tip proteic, prin această metodă se determină cantitatea totală, dar nu și cantitățile lor individuale.

2. PRINCIPIU

Fibra proteică se dizolvă cu soluție de acid formic pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de fibră proteică uscată se calculează prin diferență.

Pentru prepararea soluției de hipoclorit se poate folosi fie hipoclorit de litiu, fie hipoclorit de sodiu.

Hipocloritul de litiu se recomandă în cazurile care presupun un număr mic de analize sau pentru analize efectuate la intervale de timp destul de mari. Aceasta, deoarece procentul de hipoclorit din hipocloritul de litiu solid – spre deosebire de hipocloritul de sodiu – este practic constant. Dacă se cunoaște procentul de hipoclorit, conținutul de hipoclorit nu trebuie verificat iodometric pentru fiecare analiză, deoarece se poate utiliza o cantitate cu o greutate constantă de hipoclorit de litiu.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas Erlenmeyer de 250 ml cu dop de sticlă rodat;
- (ii) Termostat, reglabil la 20 (\pm 2) °C.

3.2. Reactivi chimici

- (i) *Reactiv pe bază de hipoclorit*

(a) Soluție de hipoclorit de litiu

Aceasta constă într-o soluție proaspăt preparată conținând 35 (\pm 2) g/l clor activ (aproximativ 1 M) la care se adaugă o soluție de hidroxid de sodiu cu o concentrație de 5 (\pm 0,5) g/l preparată anterior. Pentru preparare, se dizolvă 100 grame hipoclorit de litiu conținând 35 % clor activ (sau 115 grame conținând 30 % clor activ) în aproximativ 700 ml de apă distilată, se adaugă 5 grame de hidroxid de sodiu dizolvate în aproximativ 200 ml apă distilată și se completează până la 1 litru cu apă distilată. Soluția proaspăt preparată nu trebuie verificată iodometric.

(b) Soluție de hipoclorit de sodiu

Aceasta constă într-o soluție proaspăt preparată conținând 35 (\pm 2) g/l clor activ (aproximativ 1 M) la care se adaugă o soluție de hidroxid de sodiu de concentrație 5 (\pm 0,5) g/l pregătită anterior.

Se controlează conținutul de clor activ al soluției prin iodometrie înaintea fiecărei analize.

- (ii) *Soluție diluată de acid acetic*

Se diluează 5 ml acid acetic glacial cu apă până la un volum total de 1 litru.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează: se amestecă aproximativ 1 gram din probă cu aproximativ 100 ml soluție de hipoclorit (hipoclorit de litiu sau de sodiu) în vasul de 250 ml, se agită bine vasul pentru a uda bine proba.

Apoi se încălzește vasul timp de 40 de minute într-un termostat la temperatura de 20 °C, agitând continuu, sau măcar la intervale regulate. Deoarece dizolvarea lânii decurge exotermic, căldura de reacție a acestei metode trebuie să fie disipată și îndepărtată. Altfel, se pot produce erori considerabile datorită dizolvării incipiente a fibrelor insolubile.

După 40 de minute se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil și se transferă eventualele fibre reziduale în creuzet prin clătirea vasului cu puțin reactiv pe bază de hipoclorit. Se videază creuzetul și se spală reziduul în mod succesiv cu apă, acid acetic diluat și în final cu apă, uscând creuzetul prin vidare după fiecare adaos. Nu se videază creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare.

În final se usucă creuzetul prin vidare, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu excepția bumbacului, viscozei și fibrelor modale, pentru care $d = 1,01$ și a bumbacului nealbit, pentru care $d = 1,03$.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 3

VISCOZĂ, CUPRO SAU ANUMITE TIPURI DE FIBRE MODALE ȘI BUMBAC

(Metoda cu acid formic și clorură de zinc)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. viscoză (25) sau cupro (21), inclusiv anumite tipuri de fibre modale (22)

cu

2. bumbac (5).

Dacă se constată prezența vreunei fibre modale, trebuie făcută o analiză preliminară pentru a verifica dacă aceasta este solubilă în reactivul chimic.

Metoda nu se aplică amestecurilor în care bumbacul a suferit o degradare chimică importantă și nici în cazurile în care fibrele de viscoză sau cupro au devenit incomplet solubile datorită prezenței anumitor coloranți sau a unor agenți de finisare care nu pot fi îndepărtați complet.

2. PRINCIPIU

Viscoza, fibrele cupro sau modale se dizolvă cu un reactiv constând din acid formic și clorură de zinc, pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziuduul se colectează, se spală, după care se usucă și se cântărește; masa acestuia corectată se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de viscoză, fibre cupro sau fibre modale uscate se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;
- (ii) aparatură pentru menținerea vaselor la 40 (± 2) °C.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Soluție conținând 20 g de clorură de zinc anhidră topită și 68 g de acid formic anhidru, adusă la 100 g cu apă (adică 20 părți în greutate de clorură de zinc anhidră topită la 80 părți în greutate de acid formic 85 % m/m).

NB:

Se atrage atenția în această privință la punctul I.3.2.2 care stipulează că toți reactivii folosiți trebuie să fie chimic puri; în plus, este esențial să se folosească numai clorură de zinc anhidră topită.

- (ii) Soluție de hidroxid de amoniu: se diluează 20 ml de soluție concentrată de amoniac (greutate specifică 0,880 g/ml) până la 1 litru cu apă.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează: se plasează imediat eșantionul în vasul preîncălzit la 40 °C. Se adaugă câte 100 ml de soluție de acid formic și clorură de zinc, preîncălzită la 40 °C pentru fiecare gram de eșantion. Se pune dopul și se agită foarte bine vasul. Se menține vasul împreună cu conținutul său la o temperatură constantă de 40 °C timp de două ore și jumătate, agitând vasul o dată pe oră. Se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil și se transferă eventualele urme de fibre de pe vas în creuzet, cu ajutorul reactivului chimic. Se spală vasul cu 20 ml de reactiv.

Se spală foarte bine creuzetul filtrant și reziuduul cu apă la 40 °C. Se clătește reziuduul fibros cu aproximativ 100 ml de soluție rece de amoniac (3.2.ii) asigurându-se imersarea reziuduului în amoniac timp de 10 minute ⁽¹⁾, apoi se clătește bine cu apă rece.

Nu se vedează creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final se vedează creuzetul filtrant, se usucă creuzetul cu reziuduul, se răcește și se cântărește.

⁽¹⁾ Pentru a se asigura o imersare de 10 minute a reziuduului fibros în soluția de amoniac, se poate folosi, de exemplu, un adaptor la creuzetul filtrant prevăzut cu robinet prin care să se regleze debitul soluției amoniacale.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” pentru bumbac este 1,02.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 2 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 4

POLIAMIDĂ SAU NAILON ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE

(Metoda care folosește acid formic 80 % m/m)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. poliamidă sau nailon (30)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), acrilic (26), clorofibre (27), poliester (31), polipropilenă (33), și fibră de sticlă (40).

După cum s-a menționat mai sus, această metodă se poate aplica și amestecurilor cu lână, dar când conținutul de lână depășește 25 %, trebuie aplicată metoda nr. 2 (dizolvarea lânii într-o soluție de hipoclorit).

2. PRINCIPIUL

Fibra poliamidică se dizolvă cu acid formic pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, apoi se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de poliamidă sau nailon uscat se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Acid formic (80 % m/m, densitate relativă la 20 °C: 1,186). Se diluează 880 ml acid formic 90 % m/m (densitate relativă la 20 °C: 1,204) până la 1 litru, cu apă. Alternativ, se pot dilua 780 ml acid formic de 98-100 % m/m (densitate relativă la 20 °C: 1,220) până la 1 litru, cu apă.

Concentrația nu este critică în intervalul 77-83 % m/m acid formic.

- (ii) Soluție diluată de amoniac: se diluează 80 ml soluție concentrată de amoniac (densitate relativă la 20 °C: 0,880) până la 1 litru, cu apă.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează: la eșantionul aflat într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de acid formic pentru fiecare gram de eșantion. Se pune dopul și se agită vasul pentru a se uda eșantionul. Se lasă la temperatura camerei timp de 15 minute, agitând ocazional. Se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil și se transferă eventualele resturi de fibră în creuzet prin spălarea vasului cu puțin reactiv pe bază de acid formic. Se usucă creuzetul prin vidare și se spală reziduurile de pe filtru succesiv cu reactiv pe bază de acid formic, cu apă fierbinte, cu soluție diluată de amoniac și în final cu apă rece, uscând creuzetul prin vidare după fiecare adăugare. Nu se vedează creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final se vedează creuzetul filtrant, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 5

ACETAT ȘI TRIACETAT
(Metoda cu alcool benzilic)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

- acetat (19)
- cu
- triacetat (24).

2. PRINCIPIU

Acetatul se dizolvă cu alcool benzilic la 52 ± 2 °C pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată.

Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de acetat uscat se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.
- (ii) Agitator mecanic de tip leagăn.
- (iii) Termostat sau alt dispozitiv pentru menținerea vasului la o temperatură de 52 ± 2 °C.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Alcool benzilic,
- (ii) Etanol.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul aflat într-un vas conic se adaugă 100 ml de alcool benzilic pentru fiecare gram de eșantion. Se pune dopul și se fixează vasul în agitatorul de tip leagăn astfel încât să fie imersat în baia de apă menținută la 52 ± 2 °C și se agită vasul timp de 20 minute la această temperatură.

(În loc să se agite mecanic, se poate scutura vasul manual, cu putere).

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se adaugă încă o doză de alcool benzilic în vas și se agită ca mai sus la 52 ± 2 °C timp de 20 minute.

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant. Se repetă ciclul de operații și a treia oară.

În final, se toarnă lichidul și reziduul în creuzetul filtrant. Se spală eventualele resturi de fibre rămase în vas cu o cantitate suplimentară de alcool benzilic la 52 ± 2 °C. Se videază bine creuzetul filtrant.

Se transferă fibrele într-un vas, se spală cu etanol și după agitare manuală se decantează prin creuzetul filtrant.

Se repetă această operație de clătire de două-trei ori. Se transferă reziduul în creuzet și se extrage prin vidare. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 6

TRIACETAT ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE**(Metoda cu diclormetan)**

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. triacetat (24)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), acrilic (26), poliamidă sau nylon (30) și poliester (31) și fibră de sticlă (40).

Notă:

Fibrele de triacetat care în urma finisării au suferit o hidroliză parțială încetează să mai fie complet solubile în acest reactiv. În acest caz metoda nu se aplică.

2. PRINCIPIU

Fibrele de triacetat se dizolvă cu diclormetan pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de triacetat uscat se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. **Aparatura**

Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

3.2. **Reactiv chimic**

Diclormetan.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul conținut într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de diclormetan pentru fiecare gram de eșantion, se pune dopul, se agită vasul la fiecare 10 minute pentru a uda proba, se lasă la temperatura camerei timp de 30 minute, agitând la intervale regulate. Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se adaugă 60 ml diclormetan în vasul cu reziduu, se agită manual și se filtrează conținutul vasului prin creuzetul filtrant. Se transferă resturile de fibră rămase în vas spălând vasul cu încă puțin diclormetan. Se usucă prin vidare creuzetul pentru a îndepărta excesul de lichid, se reumple creuzetul filtrant cu diclormetan și se lasă lichidul să curgă liber.

În final, se usucă creuzetul prin vidare pentru îndepărtarea excesului de lichid, apoi se tratează reziduul cu apă fierbinte pentru a elimina tot solventul, se videază, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu excepția poliesterului, pentru care valoarea lui „d” este 1,01.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 7

ANUMITE FIBRE CELULOZICE ȘI POLIESTER**(Metoda care folosește acid sulfuric 75 % m/m)**

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. bumbac (5), in (7), cânepă (8), ramie (14), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25)

cu

2. poliester (31).

2. PRINCIPIU

Fibra celulozică se dizolvă cu acid sulfuric 75 % m/m pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de celuloză uscată se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 500 ml.
- (ii) Termostat sau alt aparat pentru menținerea vasului la 50 ± 5 °C.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Acid sulfuric de 75 ± 2 % m/m

Se prepară adăugând cu atenție, în timp ce se răcește, 700 ml acid sulfuric (densitate relativă la 20 °C: 1,84) la 350 ml apă distilată. După ce soluția s-a răcit la temperatura camerei, se diluează până la 1 litru cu apă.

- (ii) Soluție diluată de amoniac

Se diluează o soluție de 80 ml amoniac (densitate relativă la 20 °C: 0,88) până la 1 litru cu apă.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul aflat într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 500 ml, se adaugă 200 ml de acid sulfuric 75 % m/m pentru fiecare gram de eșantion, se pune dopul, se agită vasul cu grijă, pentru a uda eșantionul. Se menține vasul la temperatura de 50 ± 5 °C timp de o oră, agitând la intervale regulate de circa 10 minute. Se filtrează la vid conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se transferă resturile de fibre rămase în vas spălând vasul cu încă puțin acid sulfuric 75 %. Se videază creuzetul pentru a îndepărta excesul de lichid, și pentru a spăla reziduul, se umple creuzetul filtrant din nou cu acid sulfuric. Nu se videază creuzetul înainte de curgerea liberă a acidului.

Se spală reziduul succesiv de mai multe ori cu apă rece, de două ori cu soluție de amoniac diluat, și apoi foarte bine cu apă rece, uscând creuzetul de fiecare dată prin vidare. Nu se aplică vid înainte de curgerea liberă a fiecărei soluții de spălare. În final, se extrage lichidul din creuzet prin vidare, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 8

FIBRE ACRILICE, ANUMITE FIBRE MODACRILICE SAU ANUMITE CLOROFIBRE ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE**(Metoda care folosește dimetilformamidă)**

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acrilice (26), anumite fibre modacrilice (29), sau anumite clorofibre (27) (*)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), poliamidă sau nailon (30) și poliester (31).

Este în egală măsură aplicabilă la fibrele acrilice, anumite fibre modacrilice, tratate cu coloranți premetalizați, dar nu la cele vopsite cu coloranți cromatabili.

2. PRINCIPIU

Fibra acrilică, modacrilică sau clorofibra se dizolvă cu dimetilformamidă încălzită la temperatura de fierbere în baie de apă pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de fibră acrilică, modacrilică sau clorofibră uscată se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.
- (ii) Baie de apă la temperatura de fierbere.

3.2. Reactiv chimic

Dimetilformamidă (temperatura de fierbere 153 ± 1 °C) care să nu conțină mai mult de 0,1 % apă.

Reactivul este toxic și de aceea se recomandă folosirea unei nișe de laborator.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul conținut într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă pentru fiecare gram de eșantion câte 80 ml de dimetilformamidă încălzită în prealabil la temperatura de fierbere pe baie de apă, se pune dopul, se agită vasul pentru a uda eșantionul și se încălzește în baia de apă la temperatura de fierbere timp de o oră. În această perioadă se agită ușor vasul cu conținutul său, manual, de cinci ori.

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se mai adaugă încă 60 ml dimetilformamidă în vas și se mai încălzește încă 30 minute, agitând ușor vasul cu conținutul său, manual, de două ori în această perioadă.

Se filtrează conținutul vasului în vid, prin creuzetul filtrant.

Se transferă urmele de fibră rămase pe creuzet spălând vasul cu încă puțină dimetilformamidă. Se usucă creuzetul prin vidare. Se spală reziduul cu circa 1 litru de apă fierbinte la 70-80 °C, umplând de fiecare dată creuzetul filtrant. După fiecare adăugare de apă, se vedează pentru o perioadă scurtă de timp, dar nu până la evacuarea apei prin curgere liberă. Dacă lichidul de spălare se scurge prea încet prin creuzetul filtrant, se poate aplica o ușoară extracție prin vidare.

În final, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

(*) Înainte de efectuarea analizei trebuie verificată solubilitatea unor astfel de fibre modacrilice sau clorofibre în reactiv.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu excepția următoarelor cazuri:

lână	1,01
bumbac	1,01
cupro	1,01
fibră modală	1,01
poliester	1,01

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 9

ANUMITE CLOROFIBRE ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE
(Metoda care folosește amestec de sulfură de carbon cu acetonă 55,5/44,5)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. anumite clorofibre (27), și anume anumite fibre de policlorura de vinil, indiferent dacă au fost postclorurate sau nu ⁽¹⁾

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), fibre acrilice (26), poliamidă sau nailon (30), poliester (31), fibră de sticlă (40).

Când conținutul de lână sau mătase din amestec depășește 25 %, trebuie aplicată metoda nr. 2.

Când conținutul de poliamidă sau nailon din amestec depășește 25 %, trebuie aplicată metoda nr. 4.

2. PRINCIPIU

Clorofibra se dizolvă cu un amestec azeotrop de sulfură de carbon și acetonă pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de policlorură de vinil uscată se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.
- (ii) Agitator mecanic.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Amestec azeotrop de sulfură de carbon și acetonă (55,5 % în volume sulfură de carbon și 44,5 % acetonă). Deoarece reactivul este toxic, se recomandă folosirea nișei de laborator.
- (ii) Etanol (92 % în volume), sau metanol.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul conținut într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de amestec azeotrop pentru fiecare gram de eșantion, se etanșează foarte bine și se agită vasul cu un agitator mecanic, sau viguros, manual, timp de 20 minute la temperatura camerei. Se decantează lichidul din stratul superior printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil.

Se repetă tratamentul cu încă 100 ml de reactiv proaspăt. Se continuă acest ciclu de operații până când nu se mai depune reziduu de polimer pe lamelă atunci când se evaporă o picătură de solvent de extracție. Se transferă reziduul în creuzetul filtrant, folosind mai mult reactiv, se aplică vid pentru a îndepărta excesul de lichid, și se clătește creuzetul cu reziduu cu 20 ml alcool și apoi de trei ori cu apă. Se lasă ca lichidul de spălare să se evacueze prin curgere liberă înainte de a usca prin vidare. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

Notă: La anumite amestecuri, cu un conținut ridicat de clorofibră, se poate constata o contrac

ție substanțială a dimensiunilor eșantionului în timpul procesului de uscare, care are ca rezultat întârzierea dizolvării clorofibre de către solvent. Aceasta nu afectează, totuși, dizolvarea finală a clorofibre în solvent.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

(1) Solubilitatea fibrelor de policlorură de vinil în reactiv trebuie să fie verificată înainte de a efectua analiza.

METODA Nr. 10

ACETAT ȘI ANUMITE CLOROFIBRE
(Metoda care folosește acid acetic glacial)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acetat (19)

cu

2. anumite clorofibre (27), și anume fibre de policlorură de vinil, indiferent dacă au fost post-clorurate sau nu.

2. PRINCIPIU

Fibra de acetat se dizolvă cu acetonă pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziuul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de acetat uscat se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

(i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

(ii) Agitator mecanic.

3.2. Reactiv chimic

Acid acetic glacial (peste 99 %). Acest reactiv trebuie manipulat cu grijă, fiind foarte caustic.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul conținut într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml se adaugă 100 ml de acid acetic glacial pentru fiecare gram de eșantion. Se etanșează foarte bine vasul și se agită cu un agitator mecanic sau viguros, manual, timp de 20 minute la temperatura camerei. Se decantează lichidul din stratul superior printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se repetă tratamentul cu câte 100 ml reactiv proaspăt, de încă două ori, făcând în total trei extracții. Se transferă reziduul în creuzetul filtrant, se usucă prin vidare pentru a îndepărta excesul de lichid și se spală creuzetul și reziduul cu 50 ml acid acetic glacial și apoi de trei ori cu apă. După fiecare clătire, se lasă ca lichidul de spălare să se evacueze prin curgere liberă înainte de extracția prin vidare. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 11

MĂTASE ȘI LÂNĂ SAU PĂR
(Metoda care folosește acid sulfuric 75 % m/m)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. mătase (4)
cu
2. lână (1) sau păr de origine animală (2 și 3)

2. PRINCIPIU

Mătasea se dizolvă cu acid sulfuric 75 % m/m pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată ⁽¹⁾.

Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește. Masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de mătase uscată se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Acid sulfuric de 75 ± 2 % m/m

Se prepară adăugând cu atenție, în timp ce se răcește, 700 ml acid sulfuric (densitate relativă la 20 °C: 1,84) la 350 ml apă distilată.

După ce soluția s-a răcit la temperatura camerei, se diluează până la 1 litru cu apă.

- (ii) Acid sulfuric, soluție diluată: se adaugă încet 100 ml acid sulfuric (densitate relativă la 20 °C 1,84) la 1 900 ml apă distilată.

- (iii) Soluție diluată de amoniac: se diluează 200 ml amoniac concentrat (densitate relativă la 20 °C: 0,88) cu apă până la 1 000 ml.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul conținut într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 500 ml, se adaugă 200 ml de acid sulfuric 75 % m/m pentru fiecare gram de eșantion și se pune dopul. Se agită viguros vasul și se ține la temperatura camerei timp de 30 minute. Se agită din nou și apoi se lasă în repaus timp de 30 minute. Se spală resturile de fibre din vas cu 75 % reactiv pe bază de acid sulfuric. Se spală reziduul din creuzet succesiv cu 50 ml de reactiv pe bază de acid sulfuric diluat, 50 ml apă și 50 ml soluție diluată de amoniac. De fiecare dată, lăsați ca fibrele să stea în contact cu lichidul câte 10 minute înainte de a aplica vid pentru extracție. În final se clătește cu apă, lăsând fibrele în contact cu apa timp de 30 minute. Se videază creuzetul, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 0,985 pentru lână ⁽¹⁾.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

⁽¹⁾ Mătasea sălbatică, de exemplu, mătasea tussah, nu este complet solubilă în acid sulfuric 75 %.

METODA Nr. 12

IUTA ȘI ANUMITE FIBRE DE ORIGINE ANIMALĂ**(Metoda prin determinarea conținutului de azot)**

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. iută (9)

cu

2. anumite fibre de origine animală.

Componentul de fibră de origine animală poate consta doar din păr (2 și 3) sau lână (1) sau orice alt amestec al celor două. Această metodă nu se aplică amestecurilor textile care conțin materiale nefibroase (coloranți, agenți de finisare etc.) pe bază de azot.

2. PRINCIPIU

Se determină conținutul de azot al amestecului și din acesta și din conținutul cunoscut sau presupus al cei doi componenți, se calculează proporția fiecărui component.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

(i) Balon de descompunere Kjeldahl, de 200-300 ml capacitate.

(ii) Aparat de distilare Kjeldahl cu injecție de vapori de apă.

(iii) Aparat de titrare cu precizie de 0,05 ml.

3.2. Reactivi chimici

(i) Toluen.

(ii) Metanol.

(iii) Acid sulfuric de densitate relativă la 20 °C: 1,84 ⁽¹⁾.

(iv) Sulfat de potasiu ⁽¹⁾.

(v) Dioxid de seleniu ⁽¹⁾.

(vi) Soluție de hidroxid de sodiu (400 g/litru). Se dizolvă 400 g de hidroxid de sodiu în 400-500 ml apă și se diluează până la 1 litru cu apă.

(vii) Indicator mixt. Se dizolvă 0,1 g roșu de metil în 95 ml etanol și 5 ml apă și se amestecă cu 0,5 g verde de bromocrezol dizolvat în 475 ml etanol și 25 ml apă.

(viii) Soluție de acid boric. Se dizolvă 20 g acid boric în 1 litru de apă.

(ix) Acid sulfuric, 0,02 N (soluție volumetrică standard).

4. TRATAREA PREALABILĂ A PROBEI DE ANALIZĂ

Tratarea prealabilă descrisă în instrucțiunile generale se înlocuiește cu următoarea procedură:

Se extrage proba uscată la aer într-un extractor Soxhlet cu un amestec de 1 volum de toluen și 3 volume de metanol, timp de patru ore la o viteză de minimum 5 cicluri pe oră. Se lasă să se evapore solventul de pe probă la aer și se îndepărtează ultimele urme într-o etuvă la 105 ± 3 °C. Apoi se extrage proba în apă (50 ml la gram de probă) prin fierbere la reflux timp de 30 de minute. Se filtrează, se introduce proba din nou în balon și se repetă extracția cu un volum identic de apă. Se filtrează, se îndepărtează excesul de apă din probă prin stoarcere, extracție prin vidare sau centrifugare, apoi se lasă proba să se usuce la aer.

⁽¹⁾ Acești reactivi nu trebuie să conțină azot.

Notă:

Nu trebuie ignorate efectele toxice ale toluenului și metanolului și la folosirea lor trebuie luate toate măsurile de protecție a muncii.

5. MOD DE LUCRU

5.1. Instrucțiuni generale

Se aplică procedura descrisă în instrucțiunile generale cu privire la selectarea, uscarea și cântărirea eșantionului.

5.2. Mod de lucru detaliat

Se transferă eșantionul într-un balon de descompunere Kjeldahl. La eșantionul aflat în balon care trebuie să cântărească cel puțin 1 g, se adaugă în ordinea următoare: 2,5 g sulfat de potasiu, 0,1-0,2 g dioxid de seleniu și 10 ml acid sulfuric (densitate relativă 1,84). Se încălzește balonul, mai întâi ușor, până când toată fibra este distrusă, apoi se încălzește mai puternic până când soluția devine limpede și aproape incoloră. Se încălzește încă 15 minute. Se lasă balonul să se răcească, se diluează conținutul cu grijă cu 10-20 ml apă, se răcește, se transferă conținutul cantitativ într-un balon cotat de 200 ml și se aduce la semn cu apă pentru a se obține soluția de descompunere.

Într-un pahar conic de 100 ml se introduc circa 20 ml soluție de acid boric și se așează paharul sub condensorul aparatului de distilare Kjeldahl, așa încât tubul de colectare al condensorului să fie imersat chiar sub suprafața soluției de acid boric. Se transferă exact 10 ml soluție de descompunere în balonul de distilare, se adaugă minimum 5 ml soluție de hidroxid de sodiu în pâlnia de picurare, se ridică ușor dopul pâlniei și se lasă să curgă ușor soluția de hidroxid de sodiu în balon. Dacă soluția de hidroxid de sodiu și soluția de descompunere rămân ca două straturi separate, se agită ușor pentru amestecarea lor. Se încălzește ușor balonul de distilare și se trece abur din generator. Se colectează circa 20 ml de distilat, se coboară vasul conic astfel încât capătul tubului de colectare al condensorului să ajungă la circa 20 milimetri deasupra lichidului și se mai distilează încă un minut. Se clătește capătul tubului de colectare al condensorului cu apă, colectând apele de spălare în vasul conic. Se îndepărtează vasul conic și se înlocuiește cu un alt vas conic care conține aproximativ 10 ml soluție de acid boric și se colectează circa 10 ml distilat.

Se titrează cele două distilate separat cu acid sulfuric 0,02 N, folosind indicatorul mixt. Se înregistrează titrul total al celor două distilate. Dacă titrul celui de-al doilea distilat este mai mare de 0,2 ml, se repetă analiza și se începe din nou distilarea, folosind o nouă cantitate de soluție de descompunere.

Se efectuează o determinare oarbă, adică se descompune și se distilează folosindu-se numai reactiv.

6. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

6.1. Se calculează procentual conținutul de azot din eșantionul uscat după cum urmează:

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

unde

A = procentul de azot în eșantionul pur și uscat,

V = volumul total în ml al soluției standard de acid sulfuric, folosită în determinare,

b = volumul total în ml al soluției standard de acid sulfuric, folosită la proba oarbă,

N = normalitatea soluției standard de acid sulfuric,

W = masa uscată (g) a eșantionului.

6.2. Utilizând valori de 0,22 % pentru conținutul de azot al iutei și 16,2 % pentru conținutul de azot al fibrei de origine animală, ambele procente fiind exprimate față de masa uscată a fibrei, compoziția amestecului se calculează după cum urmează:

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

unde

PA % = procentul de fibră de origine animală în eșantionul curat și uscat.

7. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 13

FIBRE DE POLIPROPILENĂ ȘI ALTE FIBRE

(Metoda cu xilen)

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. fibre de polipropilenă (33)
cu
2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), acetat (19), cupro (21), fibre modale (22), triacetat (24), viscoză (25), acrilic (26), poliamide sau nailon (30), poliester (31) și fibră de sticlă (40).

2. PRINCIPIU

Fibra de polipropilenă se dizolvă cu xilen la fierbere pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduu se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de polipropilenă uscată se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml.
- (ii) Condensator de reflux (adecvat pentru lichide cu punct de fierbere ridicat) atașabil la vasul conic (i).

3.2. Reactiv chimic

Xilen cu intervalul de distilare 137-142 °C.

Notă:

Acest reactiv este foarte inflamabil și emană vapori toxici. La utilizarea lui trebuie luate măsurile adecvate de protecție.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul conținut în vasul conic [punctul 3.1 litera (i)] se adaugă 100 ml xilen (punctul 3.2) pentru un 1 gram de eșantion. Se atașează condensorul de reflux [punctul 3.1 litera (ii)], se aduce conținutul la fierbere și se menține la punctul de fierbere timp de aproximativ trei minute. Se decantează imediat lichidul fierbinte printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil (a se vedea nota 1). Se repetă acest tratament de încă două ori, folosindu-se de fiecare dată o cantitate de 50 ml de solvent proaspăt.

Se spală reziduu rămas în vas succesiv cu 30 ml xilen la fierbere (de două ori), apoi cu 75 ml eter de petrol (punctul I.3.2.1 de la instrucțiunile generale) (de două ori). După cea de-a doua spălare cu eter de petrol, se filtrează conținutul vasului în creuzetul filtrant, se transferă eventualele fibre reziduale prin clătirea vasului cu puțin eter de petrol și se lasă solventul să se evaporeze. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

Note:

1. Creuzetul filtrant prin care urmează să se decanteze xilenul trebuie încălzit în prealabil.
2. După tratamentul cu xilen la fierbere, se asigură răcirea suficientă a vasului care conține reziduu înainte de a introduce eterul de petrol.
3. Pentru a reduce pericolele de incendiu și toxicitate la care este expus laborantul, se poate folosi un aparat de extracție la cald, folosind procedura adecvată, obținându-se aceleași rezultate ⁽¹⁾.

⁽¹⁾ A se vedea, de exemplu, aparatul descris în *Melliand Textilberichte* 56 (1975), p. 643-645.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 14

CLOROFIBRE (HOMOPOLIMERI AI CLORURII DE VINIL) ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE**(Metoda care folosește acid sulfuric concentrat)**

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. anumite clorofibre (27) pe bază de homopolimeri de clorură de vinil, indiferent dacă au fost postclorurate sau nu

cu

2. bumbac (5), acetat (19), cupro (21), fibre modale (22), triacetat (24), viscoză (25), anumite acrilice (26), anumite fibre modacrilice (29), poliamidă sau nylon (30) și poliester (31).

Fibrele modacrilice implicate sunt cele care dau o soluție limpede când sunt introduse în acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la 20 °C).

Această metodă poate înlocui metodele nr. 8 și 9.

2. PRINCIPIU

Constituentul, altul decât clorofibra [de exemplu, fibrele menționate la alineatul (1) punctul 2], se dizolvă cu acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la 20 °C) pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul constând din clorofibră se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul celui de-al doilea constituent se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.
- (ii) Baghetă de sticlă cu capătul plat.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la 20 °C).
- (ii) Acid sulfuric, aproximativ 50 % (m/m) soluție apoasă.

Se prepară adăugând cu atenție, în timp ce se răcește, 400 ml acid sulfuric (densitate relativă 1,84 la 20 °C) la 500 ml apă distilată sau deionizată. După ce soluția s-a răcit la temperatura camerei, se diluează până la 1 litru cu apă.

- (iii) Soluție diluată de amoniac.

Se diluează o soluție de 60 ml amoniac concentrat (densitate relativă 0,880 la 20 °C) cu apă distilată până la 1 litru.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

La eșantionul aflat în vas [punctul 3.1 litera (i)] se adaugă 100 ml de acid sulfuric [punctul 3.2 litera (i)] pentru fiecare gram de eșantion.

Se menține vasul la temperatura camerei timp 10 minute, agitând ocazional eșantionul de analiză cu bagheta de sticlă. Dacă se tratează un material țesut sau tricotat, se freacă materialul între baghetă și peretele vasului exercitând o ușoară presiune pentru a separa materialul dizolvat de acidul sulfuric.

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se adaugă în vas o cantitate proaspătă de acid sulfuric [punctul 3.2 litera (i)] și se repetă operația. Se transferă conținutul vasului în creuzetul filtrant și se transferă reziduul cu ajutorul baghetei de sticlă. Dacă este necesar, se adaugă puțin acid sulfuric concentrat în vas [punctul 3.2 litera (i)] pentru a îndepărta resturile de fibre care aderă la pereți. Se vedează creuzetul filtrant; se îndepărtează filtratul golind sau schimbând vasul de filtrare, se spală reziduul din creuzet succesiv cu soluție de acid sulfuric 50 % [punctul 3.2 litera (ii)], apă distilată sau deionizată (punctul I.3.2.3 din instrucțiunile generale), soluție de amoniac

[punctul 3.2 litera (iii)] și în final se spală foarte bine cu apă distilată sau deionizată, se usucă creuzetul filtrant prin vidare după fiecare adăugare. (Nu se vedează în timpul operației de spălare înainte de curgerea liberă a lichidului.)

Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. PRECIZIA

La un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

METODA Nr. 15

CLOROFIBRE, ANUMITE MODACRILICE, ANUMIȚI ELASTANI, ACETAȚI, TRIACETAȚI ȘI ALTE FIBRE MENȚIONATE**(Metoda cu ciclohexanonă)**

1. DOMENIUL DE APLICARE

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acetat (19), triacetat (24), clorofibre (27), anumite fibre modacrilice (29), anumiți elastani (39)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), poliamidă sau nailon (30), fibre acrilice (26) și fibre de sticlă (40).

Unde sunt prezente fibrele modacrilice sau elastanii, trebuie făcută o analiză preliminară pentru a determina dacă fibra este complet solubilă în reactiv.

Este de asemenea posibil să se analizeze amestecurile conținând clorofibre folosind metoda nr. 9 sau 14.

2. PRINCIPIU

Fibrele acetat și triacetat, clorofibrele, anumite fibre modacrilice și anumiți elastani se dizolvă cu ciclohexanonă la o temperatură apropiată de punctul de fierbere pornind de la o masă cunoscută în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de clorofibre, fibre modacrilice, elastan, acetat și triacetat se calculează prin diferență.

3. APARATURĂ ȘI REACTIVI (altele decât cele menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Aparat pentru extracție la cald adecvat pentru utilizarea în modul de lucru din secțiunea 4. [A se vedea figura: aceasta este o variantă a aparatului descris în *Melliand Textilberichte* 56 (1975) 643-645)].
- (ii) Creuzet filtrant pentru eșantion.
- (iii) Diafragmă poroasă (grad de porozitate 1).
- (iv) Condensator de reflux adaptabil la balonul de distilare
- (v) Dispozitiv pentru încălzire.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Ciclohexanonă, punct de fierbere 156 °C.
- (ii) Alcool etilic, 50 % din volum.

NB: Ciclohexanona este inflamabilă și toxică. La utilizarea sa trebuie luate măsurile de protecție corespunzătoare.

4. MOD DE LUCRU

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă după cum urmează:

Se toarnă în balonul de distilare 100 ml de ciclohexanonă pentru fiecare gram de eșantion, se atașează vasul de extracție în care a fost în prealabil așezat în poziție ușor înclinată creuzetul filtrant cu eșantionul de analiză și diafragma poroasă. Se atașează condensatorul de reflux. Se aduce la fierbere și se continuă extracția timp de 60 minute la o viteză minimă de 12 cicluri pe oră. După extracție și răcire, se îndepărtează vasul de extracție, se scoate creuzetul filtrant și se îndepărtează diafragma poroasă. Se spală conținutul creuzetului filtrant de trei sau patru ori cu alcool etilic 50 % încălzit la circa 60 °C și apoi cu 1 litru de apă la 60 °C.

Nu se aplică vid în timpul sau între operațiile de spălare. Se evacuează lichidul prin curgere liberă, apoi se aplică vid.

În final se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. CALCULAREA ȘI EXPRIMAREA REZULTATELOR

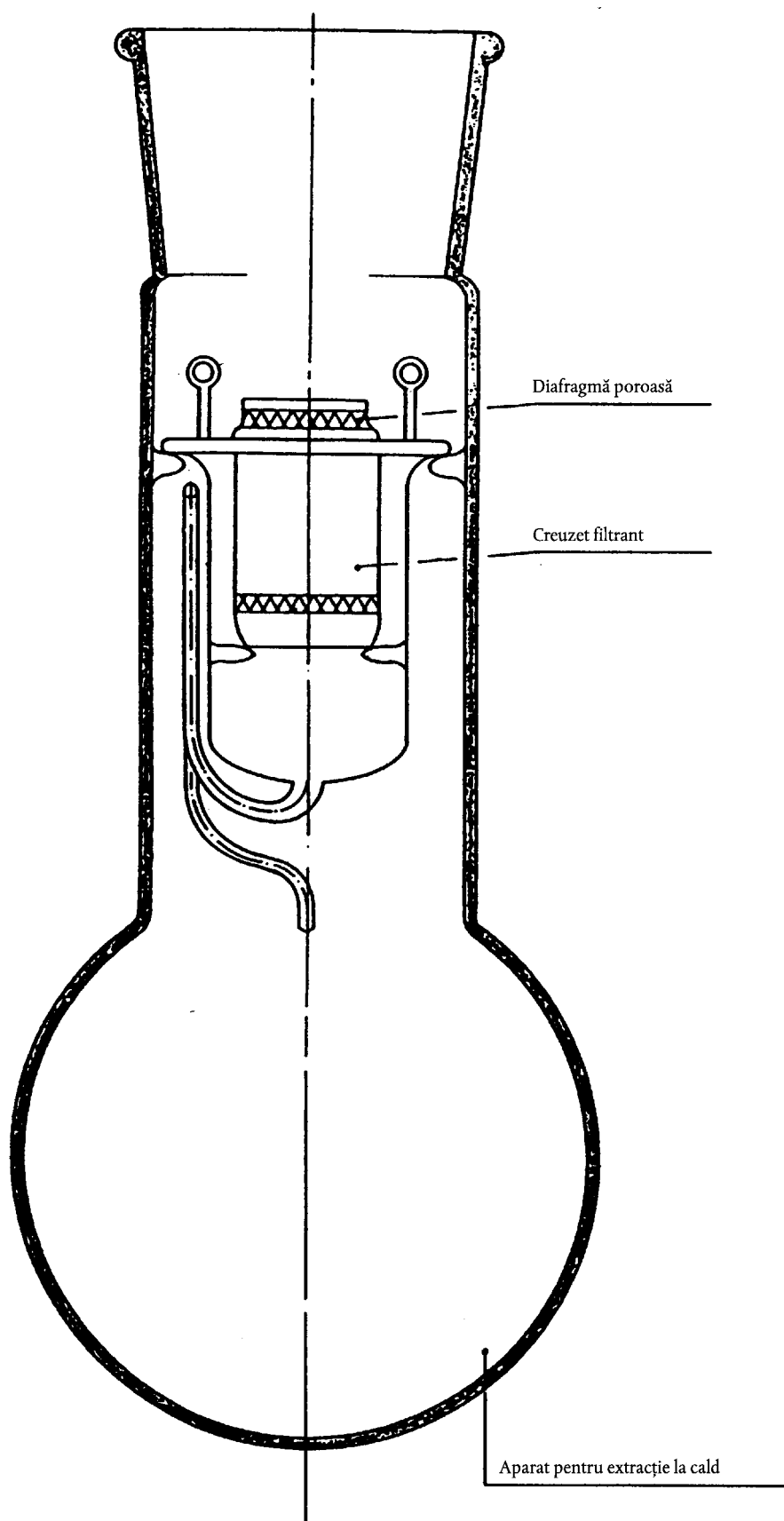
Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00 cu următoarele excepții:

mătase	1,01
fibre acrilice	0,98.

6. PRECIZIA

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95 %.

Figura menționată la punctul 3.1 litera (i) din metoda nr. 15



ANEXA III

PARTEA A

DIRECTIVE ABROGATE

(prevăzute la articolul 8)

- Directiva 72/276/CEE a Consiliului (JO L 173, 31.7.1972, p. 1) cu modificările ulterioare:
 - Directiva 79/76/CEE a Comisiei (JO L 17, 24.1.1979, p. 17)
 - Directiva 81/75/CEE a Consiliului (JO L 57, 4.3.1981, p. 23)
 - Directiva 87/184/CEE a Comisiei (JO L 75, 17.3.1987, p. 21)

PARTEA B

TERMENE DE TRANSPUNERE

Directiva	Termen de transpunere
72/276/CEE	18 ianuarie 1974
79/76/CEE	28 iunie 1979
81/75/CEE	27 februarie 1982
87/184/CEE	1 septembrie 1988

ANEXA IV

TABEL DE CORESPONDENȚĂ

Prezenta directivă	Directiva 72/276/CEE
Articolul 1	Articolul 1
Articolul 2	Articolul 2
Articolul 3	Articolul 3
Articolul 4	Articolul 4
Articolul 5	Articolul 5
Articolul 6	Articolul 6
Articolul 7	Articolul 7 alineatul (2)
Articolul 8	—
Articolul 9	Articolul 8
Anexa I	Anexa I
Anexa II punctul 1	Anexa II punctul 1
Anexa II punctul 2	Anexa II punctul 2
Anexa II, metoda nr. 1	Anexa II, metoda nr. 1
Anexa II, metoda nr. 2	Anexa II, metoda nr. 2
Anexa II, metoda nr. 3	Anexa II, metoda nr. 3
Anexa II, metoda nr. 4	Anexa II, metoda nr. 4
Anexa II, metoda nr. 5	Anexa II, metoda nr. 5
Anexa II, metoda nr. 6	Anexa II, metoda nr. 6
Anexa II, metoda nr. 7	Anexa II, metoda nr. 7
Anexa II, metoda nr. 8	Anexa II, metoda nr. 8
Anexa II, metoda nr. 9	Anexa II, metoda nr. 9
Anexa II, metoda nr. 10	Anexa II, metoda nr. 10
Anexa II, metoda nr. 11	Anexa II, metoda nr. 11
Anexa II, metoda nr. 12	Anexa II, metoda nr. 13
Anexa II, metoda nr. 13	Anexa II, metoda nr. 14
Anexa II, metoda nr. 14	Anexa II, metoda nr. 15
Anexa II, metoda nr. 15	Anexa II, metoda nr. 16
Anexa III	—
Anexa IV	—