II

(Actes dont la publication n'est pas une condition de leur applicabilité)

CONSEIL

DIRECTIVE DU CONSEIL

du 17 juillet 1972

concernant le rapprochement des législations des États membres relatives à certaines méthodes d'analyse quantitative de mélanges binaires de fibres textiles

(72/276/CEE)

LE CONSEIL DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne, et notamment son article 100,

vu la proposition de la Commission,

considérant que la directive du Conseil, du 26 juillet 1971, concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux dénominations textiles [1] prescrit des dispositions en matière d'étiquetage fondées sur la composition en fibres des produits textiles ;

considérant qu'il convient, lors des contrôles officiels effectués dans les États membres, d'utiliser des méthodes uniformes pour déterminer la composition en fibres des produits textiles, tant en ce qui concerne le prétraitement de l'échantillon que l'analyse quantitative ;

considérant que ladite directive prévoit en son article 13, que des directives particulières préciseront les méthodes de prélèvement d'échantillons et d'analyse applicables dans tous les États membres pour déterminer la composition en fibres des produits ;

considérant que, dans un premier stade, il convient de prévoir les méthodes applicables à certains mélanges binaires de fibres textiles, des directives ultérieures précisant les méthodes applicables aux mélanges composés de plus de deux fibres textiles ou de fibres de même nature chimique (analyses microscopiques notamment) ;

considérant que le progrès de la technique nécessite une adaptation fréquente des prescriptions techniques définies par les directives particulières relatives aux méthodes d'analyse applicables dans le domaine textile ; qu'il convient, pour faciliter la mise en œuvre des mesures nécessaires à cet effet, de prévoir une procédure instaurant une coopération étroite entre les États membres et la Commission au sein du Comité pour l'adaptation au progrès technique des méthodes d'analyse dans le secteur des textiles ;

considérant que, dans le cas des mélanges binaires pour lesquels il n'existe pas de méthode d'analyse uniformisée sur le plan communautaire, le laboratoire chargé du contrôle détermine la composition de ces mélanges en utilisant toute méthode valable à sa disposition et en indiquant, dans le rapport d'analyse, le résultat obtenu et la précision de la méthode, pour autant qu'elle soit connue,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE :

Article premier

La présente directive concerne les méthodes d'analyse quantitative de certains mélanges binaires de

[1] JO n° L 185 du 16. 8. 1971, p. 16.

fibres textiles, y compris la préparation des échantillons réduits et des spécimens d'analyse.

Article 2

Par échantillon réduit, on entend un échantillon d'une taille appropriée aux analyses, provenant des échantillons globaux pour laboratoire qui ont été prélevés sur un lot d'articles à analyser.

Le spécimen d'analyse est la portion de l'échantillon réduit nécessaire pour donner un résultat analytique individuel.

Article 3

Les États membres prennent toutes mesures utiles pour que les dispositions prévues aux annexes I et II concernant les méthodes d'analyse quantitative de certains mélanges binaires de fibres textiles, y compris la préparation des échantillons réduits et des spécimens d'analyse, soient utilisées, lors des contrôles officiels, pour déterminer la composition des produits textiles mis sur le marché, conformément aux dispositions de la directive du 26 juillet 1971.

Article 4

Le laboratoire chargé du contrôle des mélanges binaires, pour lesquels il n'existe pas de méthode d'analyse uniformisée sur le plan communautaire, détermine la composition de ces mélanges en utilisant toute méthode valable à sa disposition et en indiquant, dans le rapport d'analyse, le résultat obtenu et la précision de la méthode, pour autant qu'elle soit connue.

Article 5

1. Il est institué un comité pour l'adaptation au progrès technique des méthodes d'analyse dans le secteur des textiles, ci-après dénommé le « Comité », qui est composé de représentants des États membres et présidé par un représentant de la Commission.

2. Le Comité établit son règlement intérieur.

3. L'adaptation au progrès technique des méthodes d'analyse quantitative prévues à l'annexe II s'effectue selon la procédure à l'article 6.

Article 6

1. Dans le cas où il est fait appel à la procédure définitive au présent article le Comité est saisi par son président, soit à l'initiative de celui-ci, soit à la demande du représentant d'un État membre.

2. Le représentant de la Commission soumet au Comité un projet de mesures à prendre. Le Comité émet son avis sur ce projet dans un délai que le président peut fixer en fonction de l'urgence de la question en cause. Il se prononce à la majorité de douze voix, les voix des États membres étant affectées de la pondération prévue à l'article 148 paragraphe 2 du traité.

Le président ne prend pas part au vote.

3. a) La Commission arrête les mesures envisagées lorsqu'elles sont conformes à l'avis du Comité.

b) Lorsque les mesures envisagées ne sont pas conformes à l'avis du Comité, ou en l'absence d'avis, la Commission soumet sans tarder au Conseil une proposition relative aux mesures à prendre.

Le Conseil statue à la majorité qualifiée.

c) Si, à l'expiration d'un délai de trois mois à compter de la saisine du Conseil, celui-ci n'a pas statué, les mesures proposées sont arrêtées par la Commission.

Article 7

1. Les États membres mettent en vigueur les dispositions nécessaires pour se conformer à la présente directive dan un délai de dix-huit mois à compter de sa notification et en informent immédiatement la Commission.

2. Les États membres veillent à communiquer à la Commission le texte des dispositions essentielles de droit interne qu'ils adoptent dans le domaine régi par la présente directive.

Article 8

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 17 juillet 1972.

Par le Conseil

Le président

P. LARDINOIS

ANNEXE I

PRÉPARATION DES ÉCHANTILLONS RÉDUITS ET DES SPÉCIMENS D'ANALYSE EN VUE DE DÉTERMINER LA COMPOSITION EN FIBRES DES PRODUITS TEXTILES

1. CHAMP D'APPLICATION

La présente annexe fournit des indications générales pour préparer des échantillons réduits d'une taille appropriée aux prétraitements en vue des analyses quantitatives (c'est-à-dire ne dépassant pas 100 g), à partir d'échantillons globaux pour laboratoire et pour sélectionner des spécimens d'analyse à partir d'échantillons réduits ayant subi un prétraitement pour en éliminer les matières non fibreuses [1].

2. DÉFINITIONS

2.1. **Lot** — C'est la quantité de matériel qui est appréciée sur la base d'une série de résultats d'essais. Elle peut comprendre, par exemple, tout le matériel correspondant à une même livraison de tissu, tout le tissu tissé à partir d'une ensouple déterminée, une expédition de filés, une balle ou un groupe de balles de fibres brutes.

2.2. **Échantillon global pour laboratoire** — C'est la portion du lot qui a été prélevée en vue d'être représentative de l'ensemble et qui est envoyée au laboratoire. La grandeur et la nature de l'échantillon global pour laboratoire seront choisies pour refléter convenablement la variabilité du lot et pour assurer la facilité des manipulations de laboratoire [2].

2.3. **Échantillon réduit** — C'est la portion de l'échantillon global pour laboratoire qui est soumise à un prétraitement pour en éliminer les matières non fibreuses et sur laquelle sont prélevés ensuite des spécimens en vue de l'analyse. La grandeur et la nature de l'échantillon réduit seront suffisantes pour refléter convenablement la variabilité de l'échantillon global pour laboratoire [3].

2.4. **Spécimen d'analyse ou prise d'essai** — C'est la portion du matériel nécessaire pour donner un résultat analytique individuel, prélevée sur l'échantillon réduit.

3. PRINCIPE

L'échantillon réduit est choisi de manière à être représentatif de l'échantillon global pour laboratoire.

Les spécimens d'analyse sont prélevés sur un échantillon réduit de manière à ce qu'ils soient représentatifs de ce dernier.

4. ÉCHANTILLONNAGE DE FIBRES LIBRES

4.1. **Fibres non orientées** — Constituer l'échantillon réduit en prélevant des touffes au hasard dans l'échantillon global pour laboratoire. Prélever la totalité de l'échantillon réduit, le mélanger convenablement à l'aide d'une carde de laboratoire [4]. Soumettre le voile ou le mélange, de même que les fibres adhérentes et celles qui s'échappent en dehors de l'appareil, au prétraitement. Prélever ensuite, en proportion de la masse, les spécimens d'analyse sur le voile les fibres adhérentes et celles qui s'échappent hors de l'appareil.

Si la forme de voile de carde n'est guère affectée par le prétraitement, prélever les spécimens d'analyse de la façon décrite au point 4.2. Si le voile est dérangé par le prétraitement, choisir les spécimens en prélevant sur l'échantillon prétraité, au moins 16 petites mèches de taille convenable, approximativement égales, et les réunir ensuite,

4.2. **Fibres orientées (voiles de carde, rubans, mèches)** — Couper dans des parties choisies au hasard de l'échantillon global pour laboratoire, au moins 10 sections transversales pesant

---

(1) Éventuellement, on peut prétraiter directement les spécimens d'analyse.
(2) Pour les articles finis et confectionnés, voir point 7.
(3) Voir 1.
(4) On peut remplacer la carde de laboratoire par un mélangeur de fibres ou par la méthode dite des « touffes et rejets ».

chacune 1 g environ. Soumettre l'échantillon réduit ainsi formé, à l'opération de prétraitement. Réunir ensuite les sections en les plaçant côte à côte et former le spécimen d'analyse en coupant transversalement de manière à prélever une portion de chacune des 10 longueurs.

5. ÉCHANTILLONNAGE DES FILS

5.1. **Fils en bobines ou en écheveaux** — Utiliser toutes les bobines de l'échantillon global pour laboratoire.

Retirer de chaque bobine des longueurs continues, égales et appropriées, soit en bobinant des échevettes d'un même nombre de tours sur un dévidoir [1] ou par tout autre moyen. Réunir les longueurs côte à côte, sous forme d'une échevette unique ou d'un câble et s'assurer que des longueurs égales de chaque bobine constituent l'échevette ou le câble.

Soumettre au prétraitement l'échantillon réduit ainsi formé.

Prélever les spécimens d'analyse sur l'échantillon réduit prétraité, en coupant un faisceau de fils d'égale longueur à partir de l'échevette ou du câble et en veillant à n'omettre aucun des fils qui y sont contenus.

Si t est le « tex » du fil, et n le nombre de bobines de l'échantillon global pour laboratoire, il faudra retirer de chaque bobine une longueur de fil de $\frac{10^6}{nt}$ cm pour obtenir un échantillon réduit de 10 g.

Si nt est élevé, c'est-à-dire dépasse 2 000, on peut constituer une échevette plus importante et la couper transversalement en deux endroits, de manière à obtenir un câble d'un poids approprié. Les extrémités d'un échantillon se présentant sous forme d'un câble seront convenablement liées avant d'effectuer le prétraitement, et les spécimens d'analyse seront prélevés à une distance suffisante du nœud.

5.2. **Fils sur ensouple** — Prélever un échantillon réduit en coupant à l'extrémité de l'ensouple, un faisceau d'au moins 20 cm de long et comprenant tous les fils, à l'exception des fils de lisière qui sont rejetés. Lier le faisceau de fils par l'une de ses extrémités. Si l'échantillon est trop important pour effectuer un prétraitement global, le séparer en deux ou plusieurs portions qui seront chacune liées en vue du prétraitement et réunies après qu'elles auront été séparément prétraitées. Prélever un spécimen d'analyse de longueur convenable sur l'échantillon réduit, en coupant suffisamment loin du nœud et en n'omettant aucun des fils de l'ensouple. Pour des ensouples comprenant N fils de t « tex », la longueur d'un spécimen pesant 1 g est de $\frac{10^5}{Nt}$ cm.

6. ÉCHANTILLONNAGE DE TISSU

6.1. **Échantillon global pour laboratoire constitué d'un coupon unique représentatif du tissu** — Découper dans l'échantillon une bande diagonale allant d'un coin à l'autre et retirer les lisières. Cette bande constitue l'échantillon réduit. Pour obtenir un échantillon réduit de x g, la surface de bande sera de $\frac{x\,10^4}{G}$ cm², G étant la masse du tissu en g par m².

Après l'avoir soumise au prétraitement, couper la bande transversalement en quatre parties égales et superposer ces dernières.

Prélever les spécimens d'analyse sur une partie quelconque du matériel ainsi préparé, en coupant au travers de toutes les couches, de manière à ce que tout spécimen comprenne une longueur égale de chacune d'elles.

---

[1] Si les bobines peuvent être placées sur un ratelier approprié, il est possible d'en dérouler simultanément un certain nombre.

Si le tissu présente un dessin tissé, la largeur de l'échantillon réduit, mesurée parallèlement à la direction de la chaîne, ne doit pas être inférieure à un rapport en chaîne du dessin. Si, cette condition étant remplie, l'échantillon réduit est trop grand pour être prétraité aisément en entier, il doit être coupé en parties égales qui seront prétraitées séparément, et ces parties seront superposées avant de prélever les spécimens d'analyse, mais en veillant à ce que les parties correspondantes du dessin ne coïncident pas.

6.2. **Échantillon global pour laboratoire constitué de plusieurs coupons** — On analyse chaque coupon suivant 6.1, puis l'on donne chaque résultat séparément.

7. ÉCHANTILLONNAGE DES ARTICLES FINIS ET CONFECTIONNÉS

L'échantillon global pour laboratoire est normalement constitué d'un article fini et confectionné entier ou d'une fraction représentative de l'article.

Déterminer éventuellement le pourcentage des différentes parties n'ayant pas la même teneur en fibre afin de pouvoir vérifier les dispositions de l'article 9 de la directive concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux dénominations textiles.

Prélever un échantillon réduit représentatif de la partie de l'article fini et confectionné dont la composition doit être indiquée par l'étiquette. Si l'article confectionné comporte plusieurs étiquettes, prélever des échantillons réduits représentatifs de chaque partie correspondant à une étiquette donnée.

Si l'article dont il s'agit de déterminer la composition n'est pas homogène, il peut être nécessaire de prélever des échantillons réduits de chacune des parties de l'article et de déterminer les proportions relatives des diverses parties par rapport à l'ensemble de l'article envisagé.

Le calcul des pourcentages se fera alors en tenant compte des proportions relatives des parties échantillonnées.

Soumettre les échantillons réduits au prétraitement.

Prélever ensuite des spécimens d'analyse représentatifs des échantillons réduits prétraités.

ANNEXE II

MÉTHODES D'ANALYSE QUANTITATIVE DE CERTAINS MÉLANGES BINAIRES DE FIBRES TEXTILES

1. GÉNÉRALITÉS

Introduction

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

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

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

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

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

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

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

Le résultat est exprimé en appliquant à la masse de chaque fibre à l'état sec, les taux de reprise ndiqués dans l'annexe II de la directive concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux dénominations textiles.

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

procédé de séparation manuelle que celui de séparation chimique. En cas de doute, sauf impossibilité technique, on devra effectuer une autre analyse en utilisant une méthode permettant la dissolution de la fibre qui constituait le résidu quand on procédait suivant la première méthode.

I. *Généralités sur les méthodes d'analyse chimique quantitative des mélanges de fibres textiles*

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

I.1. *Champ d'application*

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

I.2. *Principe*

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

I.3. *Matériel nécessaire*

I.3.1. *Appareillage*

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

I.3.1.2. Fiole à vide.

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

I.3.1.4. Étuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 $\pm$ 3 °C.

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

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

I.3.2. *Réactifs*

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

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

I.3.2.3. Eau distillée ou désionisée.

I.4. *Atmosphère de conditionnement et d'analyse*

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

I.5. *Échantillon réduit*

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

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

Si un élément n'entrant pas en ligne de compte pour le calcul des pourcentages (article 12 (2d) de la directive « dénominations textiles ») est présent, on commencera par l'éliminer par une méthode appropriée n'affectant aucun des composants fibreux.

(1) La méthode n° 13 constitue une exception. Elle est basée sur le dosage d'un élément constitutif d'un des deux composants.
(2) Voir annexe I. 1.

Dans ce but, les matières non fibreuses extractibles à l'éther de pétrole et à l'eau sont éliminées en traitant l'échantillon réduit, séché à l'air, à l'appareil Soxhlet, à l'éther de pétrole léger pendant une heure à un taux minimum de six cycles par heure. Évaporer le pétrole léger de l'échantillon qui sera ensuite extrait par traitement direct comportant un trempage d'une heure à l'eau à température ambiante suivi d'un trempage d'une heure à l'eau à 65 ± 5 °C en agitant de temps de temps, rapport de bain 1/100. Eliminer l'excès d'eau de l'échantillon par exprimage, application du vide ou centrifugation et laisser sécher ensuite l'échantillon à l'air.

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

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

I.7. *Procédure d'analyse*

I.7.1. *Instructions générales*

I.7.1.1. *Séchage*

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

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

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

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

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

I.7.1.2. *Refroidissement*

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

I.7.1.3. *Pesée*

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

I.7.2. *Mode opératoire*

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

de la façon mentionnée dans la partie appropriée de la méthode applicable. Examiner au microscope le résidu pour vérifier que le traitement a bien éliminé complètement la fibre soluble.

I.8. *Calcul et expression des résultats*

Exprimer la masse du composant insoluble sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres présentes dans le mélange. Le pourcentage du composant soluble est obtenu par différence. Calculer les résultats sur la base des masses de fibres pures à l'état sec auxquelles on a appliqué, d'une part, les taux de reprise et, d'autre part, les facteurs de correction nécessaires pour tenir compte des pertes de matière lors des opérations de prétraitement et d'analyse. Ces calculs se font en appliquant la formule donnée au point I.8.2.

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

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

P_1 est le pourcentage du composant insoluble sec et pur

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

r est la masse du résidu à l'état sec

d est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du composant insoluble dans le réactif lors de l'analyse.

Les valeurs convenables de « d » sont fournies dans les parties appropriées du texte de chaque méthode.

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

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

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

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

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

a_1 est le taux de reprise conventionnel du composant insoluble (Annexe II de la directive « Dénominations textiles »)

a_2 est le taux de reprise conventionnel du composant soluble (Annexe II de la directive « Dénominations textiles »)

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

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

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

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

Au cas où l'on ne dispose pas de fibres composantes séparées et pures ayant servi à la fabrication de l'article soumis à l'analyse, il faut adopter les valeurs moyennes de b_1 et

de b_2 résultant d'essais effectués sur des fibres pures semblables à celles contenues dans le mélange examiné.

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

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

II. *Méthode d'analyse quantitative par séparation manuelle*

II.1. *Champ d'application*

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

II.2. *Principe*

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

II.3. *Matériel nécessaire*

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

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

II.3.3. Étuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 $\pm$ 3 °C.

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

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

II.3.6. Aiguille.

II.3.7. Torsiomètre ou appareil équivalent.

II.4. *Réactifs*

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

II.4.2. Eau distillée ou désionisée.

II.5. *Atmosphère de conditionnement et d'analyse*

Voir point I.4.

II.6. *Échantillon réduit*

Voir point I.5.

II.7. *Prétraitement de l'échantillon réduit*

Voir point I.6.

II.8. *Procédure d'analyse*

II.8.1. *Analyse d'un fil*

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

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

II.8.2. *Analyse d'un tissu*

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

II.9. *Calcul et expression des résultats*

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

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

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

P_1 est le pourcentage du 1er composant sec et pur,

m_1 est la masse sèche et pure du 1er composant,

m_2 est la masse sèche et pure du 2e composant.

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

III.1. *Précision des méthodes*

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

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

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

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

III.2. *Rapport d'analyse*

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

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

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

2. MÉTHODES PARTICULIÈRES — TABLEAU RÉCAPITULATIF

Méthode	Champ d'application		Réactif	Pages
n° 1	acétate	certaines autres fibres	acétone	13
n° 2	certaines fibres protéiniques	certaines autres fibres	hypochlorite de sodium alcalin	14
n° 3	viscose, cupro ou certains types de modal	coton	chlorure de zinc acide formique	15
n° 4	Polyamide 6 ou 6-6	certaines autres fibres	acide formique à 80 %	16
n° 5	acétate	triacétate	alcool benzylique	17
n° 6	triacétate	certaines autres fibres	dichlorométhane	18
n° 7	certaines fibres cellulosiques	polyester	acide sulfurique à 75 %	19
n° 8	acryliques, certains modacryliques ou certaines chlorofibres	certaines autres fibres	diméthylformamide	20
n° 9	certaines chlorofibres	certaines autres fibres	sulfure de carbone/ acétone 55,5/44,5	21
n° 10	acétate	certaines chlorofibres	acide acétique glacial	22
n° 11	soie	laine ou poils	acide sulfurique à 75 %	23
n° 12	certaines fibres cellulosiques	laine ou poils	acide sulfurique à 70 %	24
n° 13	jute	certaines fibres d'origine animale	méthode par dosage de l'azote	26

MÉTHODE N° 1

ACÉTATE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acétone)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. acétate (17)

   avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), lin (7), chanvre (8), jute (9), abaca (10), alfa (11), coco (12), genêt (13), kénaf (14), ramie (15), sisal (16), cupro (19), modal (20), protéinique (21), viscose (23), acrylique (24), polyamide (28) et polyester (29).

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

2. PRINCIPE

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

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

3.1. **Appareillage**

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

3.2. **Réactif**

Acétone.

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

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

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 2

CERTAINES FIBRES DE NATURE PROTÉINIQUE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'hypochlorite de sodium alcalin)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après avoir éliminé les matières non fibreuses, aux mélanges binaires de:

1. certaines fibres protéiniques à savoir: laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), protéines régénérées à base de caséine (21)

   avec

2. coton (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acrylique (24), chlorofibres (25), polyamide (28), polyester (29), polypropylène (31) et verre textile (38).

Si plusieurs fibres protéiniques sont présentes, la méthode fournit leur quantité globale, mais non leurs pourcentages individuels.

2. PRINCIPE

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

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

3.1. **Appareillage**

Récipient de verre d'au moins 500 ml.

3.2. **Réactifs**

i) *Réactif à base d'hypochlorite*

Ce réactif est constitué d'une solution fraîchement préparée, environ 1 M, contenant 33 à 37 g de chlore actif par litre à laquelle est ajoutée une quantité suffisante d'hydroxyde de sodium pour amener la concentration en hydroxyde de sodium à 5 g/l (± 0,5 g/l). Vérifier avant chaque analyse, par iodométrie, le titre de la solution.

ii) *Acide acétique dilué*

Étendre 5 ml d'acide acétique glacial à 1 l, à l'aide d'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités et procéder comme suit: ajouter 100 ml de réactif à base d'hypochlorite par gramme de spécimen contenu dans un récipient de verre d'au moins 500 ml; agiter vigoureusement pour bien humecter le spécimen; laisser reposer pendant 40 minutes à température ambiante en remuant vigoureusement à intervalles réguliers. Filtrer le contenu du récipient à travers un creuset filtrant taré et transférer les fibres résiduelles éventuellement présentes dans le creuset en lavant le récipient au moyen d'un peu de réactif à base d'hypochlorite. Assécher le creuset en s'aidant du vide et laver le résidu successivement au moyen d'eau, d'acide acétique dilué et enfin d'eau, en asséchant le creuset au moyen du vide après chaque addition de liquide. Ne pas appliquer le vide avant que le liquide de lavage ne se soit écoulé sous l'effet de la gravité. Finalement, assécher le creuset en s'aidant du vide, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00, sauf pour le coton écru où « d » = 1,03.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE Nº 3

VISCOSE, CUPRO OU CERTAINS TYPES DE MODAL ET COTON

(Méthode à l'acide formique et au chlorure de zinc)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après avoir éliminé les matières non fibreuses, aux mélanges binaires de:

1. viscose (23) ou cupro (19), y compris certains types de fibres modal (20)

avec

2. coton (5).

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

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

2. PRINCIPE

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

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

3.1. **Appareillage**

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

ii) Dispositif permettant de maintenir les fioles à 40 ± 2 °C.

3.2. **Réactifs**

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

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

4. MODE OPÉRATOIRE

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

Laver à fond le creuset et le résidu à l'aide d'eau à 40 °C . Rincer ensuite au moyen de 100 ml de solution ammoniacale, puis d'eau, jusqu'à disparition de l'ammoniaque. Ne pas appliquer le vide avant que le liquide de lavage ne se soit écoulé par gravité. Eliminer enfin l'excédant de liquide à l'aide du vide, sécher le creuset et son résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » pour le coton est de 0,96.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 4

POLYAMIDE 6 OU POLYAMIDE 6-6 ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acide formique à 80 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. polyamide 6 ou polyamide 6-6 (28)

   avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), coton (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acrylique (24), chlorofibre (25), polyester (29), polypropylène (31) et verre textile (38).

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

2. PRINCIPE

Les fibres de polyamide sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec à l'aide d'acide formique. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de polyamide 6 ou de polyamide 6-6 sec est obtenu par différence.

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

3.1. **Appareillage**

Fiole conique d'au moins 200 ml, bouchée par un bouchon rodé.

3.2. **Réactifs**

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

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

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

4. MODE OPÉRATOIRE

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE Nº 5

ACÉTATE ET TRIACÉTATE

(Méthode à l'alcool benzylique)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

— l'acétate (17)
avec
— triacétate (22).

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange, à l'état sec, au moyen d'alcool benzylique à 52 ± 2 °C.

Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée en pourcentage de la masse à l'état sec du mélange. Le pourcentage d'acétate sec est obtenu par différence.

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

3.1. **Appareillage**

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé;
ii) Agitateur mécanique;
iii) Thermostat ou autre appareil permettant de maintenir la fiole à la température de 52 ± 2 °C.

3.2. **Réactifs**

i) Alcool benzylique;
ii) Alcool éthylique.

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

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

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

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

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

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

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

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 6

TRIACÉTATE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au dichlorométhane)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. triacétate (22)

   avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acrylique (24), polyamide (28), polyester (29) et verre textile (38).

Observation:

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

2. PRINCIPE

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

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

3.1. **Appareillage**

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

3.2. **Réactif**

Dichlorométhane (chlorure de méthylène).

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 7

CERTAINES FIBRES CELLULOSIQUES ET POLYESTER

(Méthode à l'acide sulfurique à 75 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. coton (5), lin (7), chanvre (8), ramie (15), cupro (19), modal (20), viscose (23)
2. polyester (29).

3. PRINCIPE

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

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

3.1. **Appareillage**

i) Fiole conique d'au moins 500 ml, munie d'un bouchon rodé;

ii) Thermostat ou autre appareil permettant de maintenir le flacon à la température de 50 ± 5 °C.

3.2. **Réactifs**

i) *Acide sulfurique à 75 % ± 2 % en masse:*

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

ii) *Solution d'ammoniaque diluée:*

Étendre 80 ml de solution d'ammoniaque de densité à 0,88 à 20 °C à un litre avec de l'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 8

ACRYLIQUES, CERTAINS MODACRYLIQUES OU CERTAINES CHLOROFIBRES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au diméthylformamide)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. acryliques (24), certains modacryliques (27) ou certaines chlorofibres (25) (1)

avec:

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), polyamide (28) et polyester (29).

Elle s'applique également aux acryliques et à certaines modacryliques traitées au moyen de colorants prémétallisés, mais non à celles traitées au moyen de colorants chromatables.

2. PRINCIPE

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

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

3.1. Appareillage

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

ii) Bain-marie bouillant.

3.2. Réactif

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

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

4. MODE OPÉRATOIRE

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

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, 80 ml de diméthylformamide par gramme de spécimen préchauffé au bain-marie bouillant, insérer le bouchon, agiter de façon à humecter à fond la prise d'essai et maintenir dans le bain-marie bouillant pendant une heure. Agiter manuellement le flacon et son contenu à cinq reprises pendant cette période, en procédant prudemment.

Décanter le liquide à travers un creuset filtrant taré, en maintenant les fibres dans la fiole conique. Ajouter de nouveau 60 ml de diméthylformamide dans la fiole et chauffer encore pendant 30 minutes, agiter manuellement la fiole et son contenu à deux reprises pendant cette période, en procédant prudemment.

Filtrer le contenu de la fiole à travers le creuset filtrant en s'aidant du vide.

Transférer les fibres résiduelles dans le creuset en lavant la fiole au moyen de diméthylformamide. Appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Laver le résidu à deux reprises à l'aide d'eau froide en procédant comme suit: remplir le creuset, laisser s'écouler l'eau par gravité, puis appliquer le vide pour éliminer l'excédent de liquide.

Si le résidu est constitué de fibres de polyamide ou de polyester, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

---

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

Si le résidu est constitué de cellulose régénérée ou naturelle, de soie ou de laine, le transférer au moyen de pinces dans une fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, ajouter 160 ml d'eau, laisser pendant cinq minutes à la température ordinaire en agitant vigoureusement le flacon et son contenu à intervalles réguliers. Décanter l'eau à travers le creuset et répéter encore trois fois cette opération de lavage. Après le dernier lavage, filtrer le contenu du flacon à travers le creuset en s'aidant du vide. Transférer les fibres résiduelles dans le creuset en lavant le flacon au moyen d'eau. Appliquer le vide pour éliminer l'eau, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est la suivante:

soie:	1,00
polyamide 6, 6-6 ou 11:	1,01
laine:	1,01
coton:	1,01
cupro modal: viscose	1,01
polyester:	1,02

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 9

CERTAINES CHLOROFIBRES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

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

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. certaines chlorofibres (25), à savoir certains polychlorures de vinyle, surchlorés ou non (1)

   avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acrylique (24), polyamide (28), polyester (29), verre textile (38).

Si la teneur en laine ou en soie du mélange dépasse 25 %, il convient d'utiliser la méthode n° 2. Si la teneur en polyamide 6 ou 6-6 dépasse 25 % dans le mélange, on utilisera la méthode n° 4.

2. PRINCIPE

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

---

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

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

3.1. **Appareillage**

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

ii) Agitateur mécanique.

3.2. **Réactifs**

i) Mélange azéotropique de sulfure de carbone et d'acétone (55,5 % de sulfure de carbone et 44,5 % d'acétone en volume).

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

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

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

Répéter le traitement à l'aide de 100 ml de solvant frais. Continuer ce cycle d'opérations jusqu'à ce qu'une goutte de liquide d'extraction ne laisse plus de dépôt de polymère après évaporation sur un verre de montre. Transférer le résidu dans le creuset filtrant à l'aide d'une quantité supplémentaire de solvant, appliquer le vide pour éliminer le liquide et rincer le creuset et le résidu avec 20 ml d'alcool puis, à trois reprises, avec de l'eau. Laisser s'écouler le liquide de lavage par gravité avant d'appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

Observation:

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 10

ACÉTATE ET CERTAINES CHLOROFIBRES

(Méthode à l'acide acétique glacial)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. acétate (17)

avec

2. certaines chlorofibres (25), à savoir le polychlorure de vinyle, surchloré ou non.

2. PRINCIPE

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

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

3.1. **Appareillage**

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

ii) Agitateur mécanique.

3.2. **Réactif**

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

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 11

SOIE ET LAINE OU POILS

(Méthode à l'acide sulfurique à 75 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. soie (4)

avec

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

2. PRINCIPE

Les fibres de soie sont dissoutes à partir d'une masse sèche connue du mélange, au moyen d'acide sulfurique à 75 % en masse (1).

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

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

3.1. **Appareillage**

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

3.2. **Réactifs**

i) *Acide sulfurique à 75 % ± 2 % en masse:*

Préparer, en ajoutant prudemment, en refroidissant, 700 ml d'acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C, à 350 ml d'eau distillée.

Après refroidissement à la température ambiante, porter le volume à un litre avec de l'eau.

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

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

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 0 ,985 pour la laine (1).

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 12

CERTAINES FIBRES CELLULOSIQUES ET LAINE OU POILS

(Méthode à l'acide sulfurique à 70 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

---

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

1. coton (5), lin (7), chanvre (8), ramie (15), cupro (19), modal (20), viscose (23)

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

Quand la proportion de laine est supérieure à 25 %, il est préférable d'utiliser la méthode n° 2 à l'hypochlorite de sodium alcalin.

2. PRINCIPE

Les fibres cellulosiques sont dissoutes à partir d'une masse sèche connue du mélange à l'aide d'acide sulfurique à 70 %. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée en pourcentage de la masse sèche du mélange. La proportion de fibres cellulosiques sèches est obtenue par différence.

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

3.1. **Appareillage**

i) Bécher d'au moins 300 ml et fiole conique d'au moins 300 ml, munie d'un bouchon rodé.

ii) Thermostat ou autre appareillage permettant de maintenir la fiole à la température de 38 ± 1 °C.

3.2. **Réactifs**

i) Acide sulfurique à 70 % ± 2 % en masse.

Ajouter prudemment, en refroidissant, 500 ml d'acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C à 380 ml d'eau distillée.

Après refroidissement à 20 °C, le mélange doit avoir une densité à 20 °C de 1,62.

ii) Acide sulfurique à 1 %.

Ajouter prudemment 6 ml d'acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C, à 1 litre d'eau.

iii) Solution contenant 20 g de bicarbonate de sodium par litre.

iv) Alcool éthylique à 96 % en volume.

4. MODE OPÉRATOIRE

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

Verser sur la prise d'essai contenue dans un bécher d'au moins 300 ml, 100 ml d'acide sulfurique à 1 % bouillant.

Maintenir à l'ébullition pendant 10 minutes, en agitant au moyen d'une baguette de verre.

Filtrer le contenu du bécher à travers un creuset filtrant taré en s'aidant du vide. Transférer les fibres résiduelles en lavant le bécher à l'aide d'eau, assécher à l'aide du vide.

Transférer les fibres dans une fiole conique d'au moins 300 ml. Ajouter 200 ml d'acide sulfurique à 70 %, porté à 38 ± 1 °C, par gramme de spécimen.

Insérer le bouchon et agiter. Placer la fiole dans le thermostat à 38 ± 1 °C pendant 15 minutes, en agitant à intervalles réguliers de 5 minutes environ.

Filtrer le contenu de la fiole à travers le même creuset filtrant taré en s'aidant du vide. Transférer les fibres résiduelles en lavant la fiole à l'aide d'un peu d'acide sulfurique à 70 %. Assécher le creuset à l'aide du vide et laver une première fois le résidu se trouvant sur le filtre en remplissant le creuset d'acide sulfurique à 70 % frais. N'appliquer le vide qu'après écoulement de l'acide par gravité. Laver le résidu à plusieurs reprises à l'aide d'eau froide, ensuite avec 100 ml de la solution de bicarbonate qu'on laisse s'écouler par gravité, laver à fond avec de l'eau froide, verser finalement un peu d'alcool éthylique sur le résidu, assécher à l'aide du vide.

Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00 pour la laine ou les poils non altérés chimiquement. Elle peut être supérieure à 1,00 pour la laine ou les poils altérés chimiquement.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 13

JUTE ET CERTAINES FIBRES D'ORIGINE ANIMALE

(Méthode par dosage de l'azote)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. jute (9)

avec

2. certaines fibres d'origine animale.

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

2. PRINCIPE

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

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

3.1. **Appareillage**

i) Ballon de digestion Kjeldahl de 200 à 300 ml.

ii) Appareils à distiller Kjeldahl avec injection de vapeur.

iii) Appareillage de titrage permettant une précision de 0,05 ml.

3.2. **Réactifs**

i) Toluène

ii) Méthanol

iii) Acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C (1)

iv) Sulfate de potassium (1)

v) Bioxyde de sélénium (1)

vi) Solution d'hydroxyde de sodium (400 g/litre). Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium dans 400-500 ml d'eau et porter à un litre avec de l'eau.

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

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

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

4. PRÉTRAITEMENT DE L'ÉCHANTILLON RÉDUIT

Le prétraitement décrit dans les généralités est remplacé par le prétraitement ci-après:

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

---

(1) Ces réactifs seront exempts d'azote.

Observation:

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

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1. Instructions générales

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

5.2. Instructions détaillées

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

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

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

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

6. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

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

A % = pourcentage d'azote dans l'échantillon sec et pur,
V = volume total en ml d'acide sulfurique étalon de l'essai,
b = volume total en ml d'acide sulfurique étalon de l'essai à blanc,
N = titre réel de l'acide sulfurique étalon,
W = masse (g) de la prise d'essai à l'état sec.

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

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

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

7. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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