II

(Nicht veröffentlichungsbedürftige Rechtsakte)

RAT

RICHTLINIE DES RATES

vom 17. Juli 1972

zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten über bestimmte Methoden der quantitativen Analyse von binären Textilfasergemischen

(72/276/EWG)

DER RAT DER EUROPÄISCHEN GEMEINSCHAFTEN –

gestützt auf den Vertrag zur Gründung der Europäischen Wirtschaftsgemeinschaft, insbesondere auf Artikel 100,

auf Vorschlag der Kommission,

in Erwägung nachstehender Gründe:

Die Richtlinie des Rates vom 26. Juli 1971 zur Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für die Bezeichnung von Textilerzeugnissen [1] sieht Bestimmungen über eine auf der Faserzusammensetzung der Textilerzeugnisse beruhende Etikettierung vor.

Bei amtlichen Kontrollen in den Mitgliedstaaten müssen einheitliche Methoden zur Bestimmung der Faserzusammensetzung der Textilerzeugnisse angewandt werden, und zwar sowohl in bezug auf die Vorbehandlung der Probe als auch bei der quantitativen Analyse.

Die vorgenannte Richtlinie sieht in Artikel 13 vor, daß in besonderen Richtlinien die Methoden der Probenahme und die Analysenmethoden angegeben werden, die in allen Mitgliedstaaten zur Bestimmung der Faserzusammensetzung der Erzeugnisse anzuwenden sind.

In einem ersten Stadium sind die Methoden vorzuschreiben, die für bestimmte Textilfasergemische gelten, während durch weitere Richtlinien die Methoden für Gemische festgelegt werden, die aus mehr als zwei Textilfasern oder aus Fasern gleicher chemischer Beschaffenheit bestehen (insbesondere mikroskopische Analysen).

Der technische Fortschritt macht eine häufige Anpassung der in den Einzelrichtlinien über die Analysenmethoden auf dem Textilsektor aufgeführten technischen Vorschriften erforderlich; um die Durchführung der hierfür erforderlichen Maßnahmen zu erleichtern, muß ein Verfahren geschaffen werden, das vorsieht, daß im Rahmen des Ausschusses für die Anpassung der Analysenmethoden an den technischen Fortschritt bei Textilien eine enge Zusammenarbeit zwischen Mitgliedstaaten und Kommission stattfindet.

Bei binären Gemischen, für die keine einheitliche Analysenmethode auf Gemeinschaftsebene besteht, wird die Zusammensetzung dieser Gemische von dem mit der Prüfung betrauten Laboratorium mit Hilfe einer ihm zur Verfügung stehenden geeigneten Methode bestimmt, wobei in dem Analysenbericht das erzielte Ergebnis und die bei der Methode gegebene Genauigkeit, soweit sie bekannt ist, angegeben werden —

HAT FOLGENDE RICHTLINIE ERLASSEN:

Artikel 1

Diese Richtlinie betrifft Methoden zur quantitativen Analyse von bestimmten binären Textilfaserge-

[1] ABl. Nr. L 185 vom 16. 8. 1971, S. 16.

mischen und die Vorbereitung von Vorproben und Analysenproben.

Artikel 2

Unter Vorprobe ist eine für Analysenzwecke geeignete Teilprobe aus den Laboratoriumssammelproben zu verstehen, die ihrerseits aus einer Lieferung des zu prüfenden Gutes entnommen worden sind.

Die Analysenprobe ist der Teil der Vorprobe, der zur Erzielung eines Analysenergebnisses im Einzelfall erforderlich ist.

Artikel 3

Die Mitgliedstaaten treffen gemäß der Richtlinie vom 26. Juli 1971 alle erforderlichen Maßnahmen, damit bei amtlichen Prüfungen zur Bestimmung der Zusammensetzung von auf den Markt gebrachten Textilerzeugnissen die Bestimmungen der Anhänge I und II über die Methoden zur quantitativen Analyse bestimmter binärer Textilfasergemische sowie über die Vorbereitung der Vorproben und Analysenproben befolgt werden.

Artikel 4

Das Laboratorium, das mit der Prüfung eines binären Gemisches, für das keine einheitliche Analysenmethode auf Gemeinschaftsebene besteht, betraut ist, bestimmt die Zusammensetzung dieses Gemisches mit Hilfe einer ihm zur Verfügung stehenden geeigneten Methode und gibt in dem Analysenbericht das erzielte Ergebnis und die bei der Methode gegebene Genauigkeit, soweit sie bekannt ist, an.

Artikel 5

(1) Es wird ein Ausschuß für die Anpassung der Analysenmethoden an den technischen Fortschritt bei Textilien eingesetzt, im folgenden „der Ausschuß" genannt, der sich aus Vertretern der Mitgliedstaaten zusammensetzt und in dem ein Vertreter der Kommission den Vorsitz führt.

(2) Der Ausschuß gibt sich seine Geschäftsordnung.

(3) Die Anpassung der in Anhang II vorgesehenen quantitativen Analysenmethoden an den technischen Fortschritt erfolgt nach dem Verfahren des Artikels 6.

Artikel 6

(1) Wird auf das in diesem Artikel festgelegte Verfahren Bezug genommen, so befaßt der Vorsitzende den Ausschuß von sich aus oder auf Antrag des Vertreters eines Mitgliedstaats.

(2) Der Vertreter der Kommission unterbreitet dem Ausschuß einen Entwurf der zu treffenden Maßnahmen. Der Ausschuß nimmt zu diesem Entwurf innerhalb einer Frist Stellung, die der Vorsitzende nach der Dringlichkeit der betreffenden Frage bestimmen kann. Die Stellungnahme kommt mit einer Mehrheit von zwölf Stimmen zustande, wobei die Stimmen der Mitgliedstaaten nach Artikel 148 Absatz 2 des Vertrages gewogen werden.

Der Vorsitzende nimmt an der Abstimmung nicht teil.

(3) a) Die Kommission trifft die geplanten Maßnahmen, wenn sie der Stellungnahme des Ausschusses entsprechen.

b) Entsprechen die in Betracht gezogenen Maßnahmen nicht der Stellungnahme des Ausschusses oder ist keine Stellungnahme ergangen, so schlägt die Kommission dem Rat unverzüglich die zu treffenden Maßnahmen vor.

Der Rat beschließt mit qualifizierter Mehrheit.

c) Hat der Rat nach Ablauf einer Frist von drei Monaten, nachdem ihm der Vorschlag übermittelt worden ist, keinen Beschluß gefaßt, so werden die vorgeschlagenen Maßnahmen von der Kommission getroffen.

Artikel 7

(1) Die Mitgliedstaaten setzen die erforderlichen Vorschriften in Kraft, um dieser Richtlinie innerhalb von 18 Monaten nach ihrer Bekanntmachung nachzukommen, und setzen die Kommission hiervon unverzüglich in Kenntnis.

(2) Die Mitgliedstaaten tragen dafür Sorge, daß der Kommission der Wortlaut der wichtigsten innerstaatlichen Rechtsvorschriften übermittelt wird, die sie auf dem unter diese Richtlinie fallenden Gebiet erlassen.

Artikel 8

Diese Richtlinie ist an die Mitgliedstaaten gerichtet.

Geschehen zu Brüssel am 17. Juli 1972.

Im Namen des Rates
Der Präsident
P. LARDINOIS

ANHANG I

VORBEREITUNG DER VORPROBEN UND DER ANALYSENPROBEN ZUR BESTIMMUNG DER ZUSAMMENSETZUNG VON TEXTILERZEUGNISSEN

1. ANWENDUNGSBEREICH

Diese Anlage enthält allgemeine Hinweise für die Herstellung von Vorproben geeigneter Größe (d. h. nicht über 100 g) zur Vorbehandlung für quantitative Analysen aus Laboratoriumssammelproben sowie für die Auswahl von Analysenproben aus Vorproben, aus denen die nichtfaserigen Bestandteile in einer Vorbehandlung entfernt worden sind (1).

2. BEGRIFFSBESTIMMUNGEN

2.1. Prüfgut — Diejenige Materialmenge, die auf Grund einer Reihe von Untersuchungsergebnissen beurteilt werden soll. Dazu kann zum Beispiel das gesamte Material einer Stofflieferung gehören, das gesamte von einer bestimmten Maschine gewebte Gewebe, eine Sendung Garne oder ein Ballen bzw. eine aus mehreren Ballen bestehende Lieferung.

2.2. **Laboratoriumssammelprobe** — Teil des Prüfguts, der als repräsentativ aus der Gesamtmenge entnommen worden ist und an das Laboratorium eingesandt wird. Größe und Art der Laboratoriumssammelprobe sind so zu wählen, daß sie die Schwankungen innerhalb der Lieferung richtig wiedergibt und im Laboratorium leicht zu handhaben ist (2).

2.3. **Vorprobe** — Teil der Laboratoriumssammelprobe, aus dem in einer Vorbehandlung die nichtfaserigen Bestandteile entfernt und anschließend die Analysenproben entnommen werden (3). Größe und Art der Vorprobe sind so zu wählen, daß sie die Schwankungen innerhalb der Laboratoriumssammelprobe richtig wiedergibt.

2.4. **Analysenprobe** — Teil der Vorprobe, der für die quantitative Einzelanalyse erforderlich ist.

3. PRINZIP

Die Vorprobe wird so ausgewählt, daß sie die Laboratoriumssammelprobe repräsentiert.

Die Analysenproben werden aus der Vorprobe so ausgewählt, daß sie die letztere repräsentieren.

4. PROBEENTNAHME AUS LOSEN FASERN

4.1. **Ungerichtete Fasern** — Die Vorprobe wird aus zufallsbedingt der Laboratoriumssammelprobe entnommenen Büscheln zusammengestellt. Die gesamte Vorprobe mischt man gründlich mit Hilfe einer Laboratoriumskrempel (4). Der Krempelflor sowie die noch in der Krempel hängenden Fasern und der aus der Krempel herausgefallene Faserbruch werden vorbehandelt. Anschließend werden die Analysenproben im jeweiligen Gewichtsverhältnis aus dem Krempelflor, den anhängenden Fasern und den herausgefallenen Fasern entnommen.

Bleibt die Form des Krempelflors durch die Vorbehandlung im wesentlichen unverändert, so werden die Analysenproben in der unter Punkt 4.2 beschriebenen Weise entnommen. Wird der Krempelflor durch die Vorbehandlung zerstört, so werden für die Restproben mindestens 16 kleine Büschel von geeigneter und unter sich möglichst gleicher Größe aus der vorbehandelten Probe herausgenommen und zu einer Probe zusammengefaßt.

4.2. **Gerichtete Fasern (Krempelflor, Kammzug, Vorgarne)** — Aus zufällig ausgewählten Teilen der Laboratoriumssammelprobe werden mindestens 10 Schnittproben zu je etwa 1 g hergestellt. Die so entstandene Vorprobe wird vorbehandelt. Dann werden die

---

(1) Gegebenenfalls kann man direkt die Analysenproben vorbehandeln.
(2) Für Enderzeugnisse und Konfektionsartikel siehe Absatz 7.
(3) Siehe Anhang I 1.
(4) Statt mit einer Laboratoriumskrempel kann auch mit einem Fasermischer gearbeitet oder das Verfahren der „ausgekämmten Büschel" (Hecheln des Doublierens, Teilens und anteiliges Verwerfen) angewendet werden.

Schnittproben Kante an Kante aneinandergelegt und daraus die Analysenproben in der Weise hergestellt, daß jeweils ein Schnitt so durch die 10 Muster gelegt wird, daß von jeder der 10 Längen ein Teil erfaßt wird.

5. PROBENAHME AUS GARNEN

5.1. **Garne auf Hülsen oder in Strängen** — Es müssen alle Hülsen oder Stränge der Laboratoriumssammelprobe verwendet werden.

Man entnimmt jeder Hülse oder jedem Strang entsprechend zusammenhängende Fäden gleicher Länge, indem man Stränge gleicher Zahl auf eine Haspel (1) aufwindet oder auf andere Weise. Die einzelnen Längen werden zu einem einzigen Strang oder Kabel zusammengelegt, wobei darauf zu achten ist, daß in jedem Strang oder Kabel immer gleiche Fadenlängen von jeder Hülse oder jedem Strang vorhanden sind.

Die auf diese Weise erhaltene Vorprobe wird vorbehandelt.

Zur Entnahme von Analysenproben aus der vorbehandelten Vorprobe werden Fadenabschnitte gleicher Menge aus dem Strang oder Kabel herausgeschnitten; dabei ist darauf zu achten, daß keiner der darin enthaltenen Fäden ausgelassen wird.

Ist t die Feinheit in „Tex" und n die Anzahl der Hülsen oder Stränge der Laboratoriumssammelprobe, so beträgt die Fadenlänge von jeder Hülse oder jedem Strang, die eine Vorprobe von 10 g ergibt, $\frac{10^6}{nt}$ cm.

Ist nt sehr hoch, zum Beispiel über 2000, so wird ein schwererer Fadenstrang aufgewunden und in zwei Teile zerschnitten, um einen Strang von geeignetem Gewicht herzustellen. Die Enden einer Probe in Strangform sind vor Beginn der Vorbehandlung sorgfältig zusammenzubinden; die Analysenproben sind an einer Stelle zu entnehmen, die von dem abgebundenen Ende genügend weit entfernt ist.

5.2. **Kettfäden** — Die Vorprobe wird in der Weise entnommen, daß man vom Ende der Kette ein Stück abschneidet, das mindestens 20 cm lang ist und alle Kettfäden mit Ausnahme der Webkante enthält, die verworfen wird. Man bündelt einige Fäden an einem Ende zusammen. Ist die Probe zu schwer, um im ganzen vorbehandelt zu werden, so wird sie in zwei oder mehr Teile unterteilt, wobei jedes Teil vor der Vorbehandlung zusammengebunden wird. Die einzelnen Teile werden getrennt vorbehandelt und danach wieder zusammengefaßt. Von der Vorprobe wird eine Analysenprobe von passender Länge in genügendem Abstand von der Bündelung abgeschnitten, wobei darauf zu achten ist, daß keiner der Kettfäden ausgelassen wird. Bei einer Kette mit n Fäden der Feinheit t in „Tex" beträgt die Länge einer Probe von 1 g Gewicht $\frac{10^5}{nt}$ cm.

6. PROBENAHME AUS TEXTILEN FLÄCHENGEBILDEN

6.1. **Laboratoriumssammelprobe bestehend aus einem einzigen repräsentativen Abschnitt** —

Man schneidet einen diagonalen Streifen von Ecke zu Ecke und entfernt die Webkanten. Dieser Streifen ist die Vorprobe. Für eine Vorprobe x g beträgt die Fläche des Streifens $\frac{x \cdot 10^4}{m}$ cm². m = Flächengewicht des Gewebes in g/m².

Nach der Vorbehandlung zerschneidet man den Streifen quer zur Länge in 4 gleiche Teile und legt diese übereinander.

Man entnimmt Analysenproben aus einem beliebigen Teil des übereinandergeschichteten Materials, in dem man alle Lagen in der Weise durchschneidet, daß man von jeder Lage eine Analysenprobe mit gleicher Länge erhält.

Enthält der Stoff ein gewebtes Muster, so darf die Breite der Vorprobe, parallel zur Richtung der Kette gemessen, nicht kleiner sein als eine Wiederholung des Musters in der Kette. Ist unter diesen Bedingungen die Vorprobe zu groß, um im ganzen vorbehandelt zu werden, so muß sie in gleiche Teile zerschnitten werden, die getrennt vorzubehandeln sind; diese Teile sind vor der Herstellung der Analysenprobe übereinanderzulegen, doch ist darauf zu achten, daß entsprechende Teile des Musters nicht zusammenfallen.

(1) Bei Verwendung in einer geeigneten Haspel können mehrere Hülsen gleichzeitig aufgewunden werden.

6.2. **Laboratoriumssammelproben, die aus mehreren Stoffabschnitten bestehen** — Jeder Abschnitt wird gemäß 6.1 analysiert; die Ergebnisse werden getrennt angegeben.

7. PROBENAHME VON ENDERZEUGNISSEN UND/ODER KONFEKTIONSARTIKELN

Die Laboratoriumssammelprobe besteht in der Regel aus einem ganzen Konfektionsartikel oder aus einem repräsentativen Teilstück des Artikels.

Gegebenenfalls ist der Prozentsatz der verschiedenen Teile zu bestimmen, die nicht den gleichen Fasergehalt haben, damit festgestellt werden kann, ob Artikel 9 der Richtlinie über die Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für die Bezeichnung von Textilerzeugnissen anwendbar ist. Dem Teil des Enderzeugnisses bzw. des Konfektionsartikels, dessen Zusammensetzung durch ein Etikett gekennzeichnet werden soll, ist eine repräsentative Vorprobe zu entnehmen. Trägt der Fertigartikel mehrere Etiketten, so müssen repräsentative Vorproben aus jedem Teil, der durch ein Etikett bezeichnet werden soll, entnommen werden. Ist der Artikel, dessen Zusammensetzung bestimmt werden soll, nicht homogen, so kann es erforderlich sein, aus jedem Teil des Artikels Vorproben zu entnehmen und den proportionalen Anteil der einzelnen Teile, bezogen auf den ganzen Artikel, zu bestimmen.

Die Prozentsätze werden dann unter Berücksichtigung der verhältnismäßigen Anteile der untersuchten Teile errechnet.

Diese Vorproben werden vorbehandelt.

Anschließend werden den vorbehandelten Vorproben repräsentative Analysenproben entnommen.

ANHANG II

QUANTITATIVE ANALYSENMETHODEN FÜR BESTIMMTE BINÄRE TEXTILFASERGEMISCHE

1. ALLGEMEINER TEIL

Einleitung

Die quantitativen Analysenmethoden bei Textilfasermischungen stützen sich hauptsächlich auf zwei Verfahren, nämlich auf das der manuellen Trennung und das der chemischen Trennung der Fasern.

Dem manuellen Trennverfahren sollte nach Möglichkeit der Vorzug gegeben werden, denn im allgemeinen führt es zu genaueren Ergebnissen als das chemische Verfahren. Das manuelle Verfahren läßt sich auf alle Textilerzeugnisse, bei denen die dieses Erzeugnis bildenden Fasern keine untrennbare Mischung darstellen, anwenden, z. B. auf die aus mehreren Bestandteilen zusammengesetzten Garne, bei denen die einzelnen Bestandteile aus einer einzigen Faserart gebildet werden, sowie auf Gewebe, bei denen die Kette aus einer anderen Faser als der Schuß besteht, oder auf Gewirke, die aus verschiedenartigen Garnen zusammengesetzt sind.

In der Regel stützt sich die quantitative chemische Analysenmethode bei Textilfasergemischen auf die selektive Lösbarkeit der Einzelbestandteile der Mischung. Nach Entfernung eines Bestandteils wird der unlösliche Rückstand gewogen, und der Anteil des löslichen Bestandteils wird unter Zugrundelegung des Gewichtsverlusts berechnet. Im vorliegenden Dokument werden die Angaben, die sich generell bei einer Analyse nach diesem Verfahren ergeben und für die im vorliegenden Anhang genannten Fasergemische jeder Zusammensetzung gelten, zusammengestellt. Dieses Dokument muß daher in Verbindung mit den anderen Texten benutzt werden, die ausführliche Verfahren für besondere Fasermischungen enthalten. Es kann vorkommen, daß bestimmte chemische Analysen auf anderen Prinzipien als dem der selektiven Auflösbarkeit beruhen. In diesem Fall werden in dem entsprechenden Teil der einschlägigen Methode ausführliche Angaben hierüber gemacht.

Die während der Herstellung der Textilerzeugnisse benutzten Fasergemische und in geringerem Maße auch die Fasergemische in den fertigen Textilien können oftmals als natürliche Beimengungen oder Erleichterung des Verarbeitungsvorgangs Fette, Wachse oder Hilfsstoffe bzw. wasserlösliche Stoffe enthalten. Diese nicht zur Faser gehörenden Stoffe müssen vor der Analyse ausgesondert werden. Aus diesem Grund wird ebenfalls eine Methode der Vorbehandlung zwecks Entfernung von Ölen, Fetten, Wachsen und wasserlöslichen Stoffen angegeben.

Textilien können außerdem Kunstharze oder andere Stoffe enthalten, die ihnen bestimmte Eigenschaften verleihen sollen. Diese Stoffe, zu denen in Ausnahmefällen auch Farbstoffe gehören, können die Einwirkung des Reagenzes auf die löslichen Bestandteile beeinträchtigen bzw. teilweise oder vollständig durch das Reagenz beseitigt werden. Diese Zusatzstoffe können somit Fehler hervorrufen und müssen vor der Analyse der Probe ausgeschieden werden. Ist dies unmöglich, so sind die in diesem Anhang beschriebenen Verfahren der quantitativen Analyse nicht mehr anwendbar.

Farbstoffe in gefärbten Fasern werden als integrierender Bestandteil der Faser angesehen und nicht entfernt.

Bei diesen Analysen wird vom Trockengewicht ausgegangen; es wird daher ein Verfahren zur Bestimmung des Trockengewichts angegeben.

Bei der Ergebnisdarstellung werden zum Trockengewicht der einzelnen Fasern die in Anhang II der Richtlinie über die Angleichung der Rechtsvorschriften der Mitgliedstaaten für die Bezeichnung von Textilerzeugnissen angegebenen Feuchtigkeitszuschläge zugerechnet.

Die in der Mischung enthaltenen Fasern sind vor der Analyse zu identifizieren. Bei bestimmten chemischen Methoden kann der unlösliche Bestandteil von Gemischen teilweise in dem Reagenz aufgelöst werden, das zur Auflösung der löslichen Bestandteile verwendet wird. Nach Möglichkeit wurden die Reagenzien so gewählt, daß sie nur einen geringen oder überhaupt keinen Einfluß auf die unlöslichen Fasern haben. Ist bei der Analyse mit einem Gewichtsverlust zu rechnen, so müssen die Ergebnisse entsprechend korrigiert werden; Korrekturfaktoren hierfür sind angegeben. Diese Korrekturfaktoren wurden in mehreren Laboratorien dadurch bestimmt, daß durch Vorbehandlung gereinigte Fasern mit dem entsprechenden Reagenz unter Befolgung der Analysenmethode behandelt wurden.

Diese Korrekturfaktoren gelten nur für normale Fasern, und weitere Korrekturfaktoren können erforderlich sein, wenn die Fasern vor oder während der Verarbeitung nicht intakt geblieben sind. Die angegebenen chemischen Analysenmethoden gelten für Einzelanalysen. Es muß mindestens an zwei getrennten Analysenproben je eine Analyse sowohl beim manuellen Trennungsverfahren als auch beim chemischen Trennungsverfahren durchgeführt werden. In Zweifelsfällen muß, sofern dies nicht technisch unmöglich ist, eine weitere Analyse durchgeführt werden, und zwar nach einem Verfahren, mit dem sich die bei dem ersten Verfahren als Rückstand gebliebene Faser auflösen läßt.

I. *Allgemeines über die quantitativ-chemischen Analysenmethoden für Fasergemische*

Generelle Angaben zu den Verfahren der quantitativen chemischen Analyse von Fasergemischen

I.1. *Anwendungsbereich*

Unter dem „Anwendungsbereich" jeder Methode werden die Fasern aufgeführt, auf die sie anzuwenden ist.

I.2. *Prinzip*

Nach Identifizierung der einzelnen Bestandteile der Fasergemische wird einer der beiden Bestandteile entfernt, und zwar in der Regel durch selektive Auflösung (1), wobei der unlösliche Rückstand gewogen und der Anteil des löslichen Bestandteils aus dem Gewichtsverlust berechnet wird. Außer bei technischen Schwierigkeiten ist vorzugsweise die in größerer Menge vorhandene Faser aufzulösen, damit man die in geringerer Menge vorhandene Faser als Rückstand erhält.

I.3. *Erforderliches Material*

I.3.1. *Geräte*

I.3.1.1. Filtertiegel und Wägegläser zum Einsetzen von Tiegeln oder andere gleichwertige Geräte

I.3.1.2. Absaugflasche

I.3.1.3. Exsikkator mit gefärbtem Kieselgel als Feuchtigkeitsindikator

I.3.1.4. Trockenofen mit Ventilator zur Trocknung der Analysenproben bei (105 ± 3)° C

I.3.1.5. Analysenwaage, Empfindlichkeit 0,0002 g

I.3.1.6. Extraktionsapparat Soxhlet oder gleichwertige Apparatur

I.3.2. *Reagenzien*

I.3.2.1. Petroläther, nachdestilliert, Siedebereich 40 bis 60° C

I.3.2.2. Sonstige Reagenzien sind in den entsprechenden Teilen der Methode angegeben. Alle Reagenzien müssen chemisch rein sein.

I.3.2.3. Destilliertes oder entionisiertes Wasser

I.4. *Konditionierungs- und Analysenatmosphäre*

Da die Trockenmasse bestimmt wird, ist weder eine Konditionierung der Probe noch eine Untersuchung in klimatisierter Atmosphäre erforderlich.

I.5. *Vorprobe*

Es wird eine für die Laboratoriumsprobe repräsentative Vorprobe gewählt, die für sämtliche erforderlichen Analysenproben von jeweils mindestens 1 g ausreicht.

I.6. *Vorbehandlung der Vorprobe* (2)

Ist einer der bei der Berechnung der Prozentsätze nicht zu berücksichtigenden Bestandteile vorhanden (Artikel 12 (2d) der Richtlinie „Bezeichnung von Textilerzeugnissen"),

(1) Methode Nr. 13 bildet eine Ausnahme. Sie geht von der Bestimmung eines wesentlichen Faktors einer der beiden Bestandteile aus.
(2) Vgl. Anhang I, 1.

so ist dieser zunächst durch eine geeignete Methode zu entfernen, die jedoch keinen der Faserbestandteile angreifen darf.

Zu diesem Zweck werden die mit Hilfe von Petroläther und Wasser extrahierbaren nichtfaserigen Bestandteile entfernt, indem die luftgetrocknete Probe im Soxhlet-Apparat mit Petroläther während einer Stunde und mit mindestens sechs Umläufen pro Stunde behandelt wird.

Anschließend wird der Petroläther der Probe verdampft; danach wird die Probe durch Direktbehandlung extrahiert, das heißt durch einstündiges Eintauchen in Wasser bei Zimmertemperatur mit darauffolgendem einstündigen Eintauchen in Wasser bei (65 ± 5)° C unter zeitweiligem Schütteln, Flottenverhältnis 1:100. Danach wird das überschüssige Wasser durch Ausquetschen, Absaugen oder Zentrifugieren entfernt, bis die Probe lufttrocken ist.

Falls die nichtfaserigen Bestandteile nicht mit Hilfe von Petroläther und Wasser extrahiert werden können, so müssen sie anstatt mit Wasser, wie oben beschrieben, mit einem geeigneten Stoff entfernt werden, der keinen der Faserbestandteile wesentlich verändert. Bei einigen natürlichen Pflanzen-Rohfasern (wie zum Beispiel Jute-, Kokosfasern) ist zu beachten, daß durch die normale Vorbehandlung mit Petroläther und Wasser nicht alle natürlichen nichtfaserigen Bestandteile ausgesondert werden. Trotzdem werden keine weiteren Vorbehandlungen vorgenommen, soweit die Probe keine in Petroläther und in Wasser unlöslichen Appreturen enthält.

In den Analysenberichten müssen die gewählten Vorbehandlungsmethoden eingehend geschildert werden.

I.7. *Analysengang*

I.7.1. *Allgemeine Anweisungen*

I.7.1.1. *Trocknung*

Alle Trockenoperationen sind mindestens 4 Stunden, jedoch nicht mehr als 16 Stunden, bei (105 ± 3)° C in einem belüfteten Ofen bei geschlossener Ofentür durchzuführen. Beträgt die Trocknungsdauer weniger als 14 Stunden, muß überprüft werden, ob ein konstantes Gewicht erreicht wurde. Dieses Gewicht kann als erreicht gelten, wenn der Gewichtsunterschied nach einer neuen Trocknung von 60 Minuten weniger als 0,05 % beträgt.

Die Filtertiegel und Wägegläser sowie die Proben oder die Rückstände sollen während des Trocknungs-, Abkühlungs- und Wägevorgangs nicht mit bloßen Händen berührt werden.

Die Analysenproben werden in einem Wägeglas mit abgenommenen Stopfen getrocknet. Nach der Trocknung wird das Wägeglas vor Herausnahme aus dem Ofen geschlossen und so schnell wie möglich in den Exsikkator gebracht.

Der Filtertiegel, der mit seinem Deckel in einem Wägeglas untergebracht ist, wird im Ofen getrocknet. Nach der Trocknung wird das Wägeglas verschlossen und so schnell wie möglich in den Exsikkator gestellt.

Wird ein anderes Gerät als der Filtertiegel verwendet, so trocknet man im Trockenofen, um das Trockengewicht der Fasern ohne Verlust zu bestimmen.

I.7.1.2. *Kühlung*

Alle Kühlvorgänge werden in dem neben der Waage aufgestellten Exsikkator ausreichend lange durchgeführt, um ein völliges Abkühlen der Wägegläser zu erreichen, wobei die Abkühldauer mindestens 2 Stunden beträgt.

I.7.1.3. *Wägung*

Nach dem Kühlen wird das Wägeglas innerhalb von zwei Minuten nach Herausnahme aus dem Exsikkator gewogen. Wägegenauigkeit 0,0002 g.

I.7.2. *Verfahren*

Man entnimmt aus der vorbehandelten Vorprobe eine Analysenprobe von mindestens 1 g Gewicht. Das Garn und die Gewebe werden in Längen von etwa 10 mm ausgeschnitten und soweit wie möglich zerlegt (zerschnitten). Die Analysenprobe wird in einem Wägeglas getrocknet, im Exsikkator gekühlt und gewogen. Die Probe wird in

ein Glasgefäß gegeben, das im entsprechenden Teil der Gemeinschaftsmethode beschrieben ist, anschließend wird das Wägeglas sofort wieder gewogen und das Trokkengewicht der Probe durch Differenzbildung ermittelt. Die Analyse wird gemäß den Angaben in dem entsprechenden Teil der Methode zu Ende geführt. Der Rückstand wird mikroskopisch geprüft, um festzustellen, ob durch die Behandlung die lösliche Faser völlig ausgesondert worden ist.

I.8. *Berechnung und Ergebnisdarstellung*

Das Gewicht des unlöslichen Bestandteils wird als Prozentsatz des Gesamtgewichts der im Gemisch enthaltenen Fasern ausgedrückt. *Der Prozentsatz des löslichen Faseranteils ergibt sich aus der Differenz.* Die Ergebnisberechnung erfolgt auf der Basis der Trockengewichte der reinen Fasern, wobei einmal Feuchtigkeits*zuschläge,* zum anderen Berichtigungsfaktoren zur Berücksichtigung der Verluste bei der Vorbehandlung und der Analyse angewendet werden. Diese Berechnungen erfolgen nach der unter Punkt I.8.2. angegebenen Formel.

I.8.1. Berechnung des prozentualen Gewichtsanteils der trockenen und reinen unlöslichen Bestandteile ohne Berücksichtigung des Gewichtsverlusts der Fasern bei der Vorbehandlung:

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

P_1 ist der Prozentsatz des trockenen, reinen unlöslichen Faseranteils,

m ist die Trockenmasse der Probe nach der Vorbehandlung,

r ist die Masse des trockenen Rückstands,

d ist der Berichtigungsfaktor zur Berücksichtigung des Gewichtsverlusts der unlöslichen Bestandteile im Reagenz bei der Analyse.

Geeignete Werte für „d" sind im entsprechenden Textteil der einzelnen Methoden angegeben.

Selbstverständlich gelten die im Normalfall anwendbaren „d"-Werte nicht für chemisch angegriffene Fasern.

I.8.2. Berechnung des Prozentsatzes der unlöslichen Komponente nach Anwendung der üblichen Feuchtigkeitszuschläge und etwaiger Berichtigungsfaktoren zur Berücksichtigung des Gewichtsverlusts durch die Vorbehandlung

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

P_{1A} % ist der Prozentsatz des unlöslichen Faseranteils unter Berücksichtigung des konventionellen Feuchtigkeitszuschlags und des Gewichtverlusts durch die Vorbehandlung,

P_1 ist der Prozentsatz des unlöslichen, trockenen und reinen Faseranteils, errechnet aus der Formel nach I.8.1,

a_1 ist der konventionelle Feuchtigkeitszuschlag für den unlöslichen Anteil (vgl. Anhang II der Richtlinie „Bezeichnung von Textilerzeugnissen"),

a_2 ist der konventionelle Feuchtigkeitszuschlag des löslichen Faseranteils (vgl. Anhang II der Richtlinie „Bezeichnung von Textilerzeugnissen"),

b_1 ist der prozentuale Gewichtsverlust des unlöslichen Faseranteils durch die Vorbehandlung,

b_2 ist der prozentuale Gewichtsverlust des löslichen Faseranteils durch die Vorbehandlung.

Der Prozentsatz der zweiten Komponente (P_{2A} %) beträgt 100 – P_{1A}%

Bei Anwendung einer besonderen Vorbehandlung müssen die Werte b_1 und b_2 nach Möglichkeit dadurch bestimmt werden, daß alle reinen Faserbestandteile der bei der Analyse angewandten Vorbehandlung unterworfen werden. Als reine Fasern gelten die Fasern, die frei von jeglichen nichtfaserhaltigen Stoffen sind, mit Ausnahme derjenigen Stoffe, die sie normalerweise (auf Grund ihrer Beschaffenheit und des Herstellungsprozesses) in dem Zustand (roh, gebleicht) enthalten, in dem sich die zu analysierende Ware befindet.

Verfügt man nicht getrennt über reine Faserbestandteile, die zur Herstellung der zu analysierenden Ware gedient haben, so sind für b_1 und b_2 Durchschnittswerte zugrunde zu legen, die aus der Prüfung ähnlicher Fasern ermittelt wurden, wie sie die untersuchte Mischung enthält.

Wird die normale Vorbehandlung durch Extraktion mit Petroläther und mit Wasser durchgeführt, so kann man im allgemeinen auf die Berichtigungsfaktoren b_1 und b_2 verzichten, außer im Fall von Rohbaumwolle, Rohflachs und Rohhanf, für die ein durch die Vorbehandlung bedingter Gewichtsverlust, von 4 %, im Fall von Polypropylen ein solcher von 1 % konventionell festgelegt ist.

Im Fall anderer Fasern wird konventionell festgelegt, daß der durch die Vorbehandlung bedingte Gewichtsverlust für die Berechnung unberücksichtigt bleibt.

II. *Quantitative Analyse von Fasergemischen durch manuelle Trennung*

II.1. *Anwendungsbereich*

Die Methode läßt sich auf Fasermischungen beliebiger Beschaffenheit anwenden, vorausgesetzt, daß sie keine untrennbare Mischung darstellen, und daß sie sich manuell trennen lassen.

II.2. *Prinzip*

Nach Identifizierung der einzelnen Bestandteile der Fasergemische werden zunächst die nicht faserhaltigen Bestandteile durch eine geeignete Vorbehandlung ausgesondert, anschließend die Fasern von Hand getrennt, getrocknet und zwecks Berechnung des Anteils der einzelnen Faserarten am Gemisch gewogen.

II.3. *Erforderliche Geräte*

II.3.1. Wägeglas bzw. andere Geräte, die gleichartige Ergebnisse liefern

II.3.2. Exsikkator mit gefärbtem Kieselgel als Feuchtigkeitsindikator

II.3.3. Trockenofen mit Ventilator zur Trocknung der Analysenproben bei $(105 \pm 3)^\circ$ C

II.3.4. Analysenwaage, Empfindlichkeit 0,0002 g

II.3.5. Extraktionsapparat Soxhlet oder gleichwertige Apparatur

II.3.6. Nadel

II.3.7. Garndrehungszähler oder gleichwertige Apparatur

II.4. *Reagenzien*

II.4.1. Petroläther, nachdestilliert, Siedebereich 40–60° C

II.4.2. Destilliertes oder entionisiertes Wasser

II.5. *Konditionierungs- und Analysenatmosphäre*

II.6. *Vorprobe*

Vgl. Punkt I.5

II.7. *Vorbehandlung der Probe*

Vgl. Punkt I.6

II.8. *Analysengang*

II.8.1. *Analyse von Garnen*

Eine Analysenprobe von mindestens 1 g wird aus einer vorbehandelten Probe entnommen. Bei sehr feinen Garnen kann die Analyse ungeachtet des Gewichts auf einer Mindestlänge von 30 m durchgeführt werden.

Die Garne sind in Stücke von geeigneter Länge zu schneiden; aus diesen sind die einzelnen Elemente mit Hilfe einer Präpariernadel und, falls erforderlich, mit Hilfe des Garndrehungszählers herauszutrennen. Die auf diese Weise herausgetrennten Elemente werden dann in ein tariertes Wägeglas gegeben und bei $(105 \pm 3)^\circ$ C getrocknet, bis ein konstantes Gewicht gemäß I.7.1 und I. 7. 2 erreicht ist.

II.8.2. *Analyse eines Gewebes*

Eine Analysenprobe von mindestens 1 g wird aus einer vorbehandelten Probe entnommen, die Analysenprobe wird so ausgeschnitten, daß sie außerhalb der Webkante liegt, exakt geschnittene Ränder ohne Kräuselung aufweist und parallel zu Schuß und Kette bzw. bei Gewirken gleichlaufend längs und quer zu den Maschenreihen geschnitten ist. Die einzelnen Garne werden getrennt und in tarierten Wägegläsern gesammelt; dann wird wie unter Punkt II.8.1 vorgegangen.

II.9. *Berechnung und Ergebnisdarstellung*

Das Gewicht jedes Bestandteils wird als Prozentsatz des Gesamtgewichts der im Gemisch enthaltenen Fasern ausgedrückt. Die Berechnung erfolgt auf der Basis des Trokkengewichts der reinen Fasern unter Anwendung von Feuchtigkeitszuschlägen sowie von Berichtigungsfaktoren zur Berücksichtigung der während der Vorbehandlung aufgetretenen Gewichtsverluste.

II.9.1. Berechnung des Prozentsatzes der reinen Trockengewichte ohne Berücksichtigung des Gewichtsverlusts der Fasern durch die Vorbehandlung.

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

P_1 ist der Prozentsatz des trockenen und reinen ersten Faseranteils,

m_1 ist die reine Trockenmasse des ersten Faseranteils,

m_2 ist die reine Trockenmasse des zweiten Faseranteils.

II.9.2. Berechnung des Prozentsatzes jeder einzelnen Komponente nach Anwendung der üblichen Feuchtigkeitszuschläge und etwaiger Berichtigungsfaktoren zur Berücksichtigung des Gewichtsverlusts durch die Vorbehandlung: siehe Punkt I.8.2.

III.1. *Genauigkeit der Verfahren*

Die für jedes Verfahren angegebene Genauigkeit bezieht sich auf die Reproduzierbarkeit (Wiederholstreubereich).

Die Reproduzierbarkeit ist der Zuverlässigkeitsgrad, d. h. die Einengung der Übereinstimmung zwischen den Versuchsergebnissen, die in verschiedenen Laboratorien oder zu verschiedenen Zeiträumen erzielt werden, wenn dabei jeweils nach demselben Verfahren und an demselben homogenen Prüfgut Einzelergebnisse ermittelt werden.

Die Reproduzierbarkeit wird durch die Zuverlässigkeitsgrenzen der Versuchsergebnisse bei einer statistischen Sicherheit von 95 % ausgedrückt.

Dies besagt, daß die Abweichung zwischen den Ergebnissen einer in verschiedenen Laboratorien durchgeführten Analysenreihe bei richtiger und normaler Anwendung der Methode an einer gleichartigen homogenen Mischung nur in fünf von hundert Fällen überschritten werden darf.

III.2. *Analysenbericht*

III.2.1. Angabe, ob die Analyse nach dem hier beschriebenen Verfahren durchgeführt worden ist.

III.2.2. Detaillierte Angaben über etwaige Spezial-Vorbehandlungen (siehe Punkt I.6)

III.2.3. Angabe der Einzelergebnisse sowie des arithmetischen Mittels auf eine Dezimalstelle genau.

2. EINZELVERFAHREN — ÜBERSICHTSTABELLE

Verfahren	Anwendungsbereich		Reagenz	Seite
Nr. 1	Acetat	Bestimmte andere Fasern	Aceton	13
Nr. 2	Bestimmte Eiweißfasern	Bestimmte andere Fasern	Natriumhypochlorit	14
Nr. 3	Viskose, Cupro und gewisse Typen von Modal	Baumwolle	Ameisensäure-Zinkchlorid	15
Nr. 4	Polyamid 6 oder Polyamid 6-6	Bestimmte andere Fasern	80 %ige Ameisensäure	16
Nr. 5	Acetat	Triacetat	Benzylalkohol	17
Nr. 6	Triacetat	Bestimmte andere Fasern	Dichlormethan	18
Nr. 7	Bestimmte Zellulosefasern	Polyester	75 %ige Schwefelsäure	19
Nr. 8	Acrylfasern, bestimmte Modacrylfasern oder bestimmte Chlorvynil-fasern	Bestimmte andere Fasern	Dimethylformamid	20
Nr. 9	Bestimmte Chlorvinylfasern	Bestimmte andere Fasern	Schwefelkohlenstoff/ Azeton (55,5/44,5)	21
Nr. 10	Acetat	Bestimmte Chlorvinylfasern	Essigsäure	22
Nr. 11	Seide	Wolle oder Tierhaare	75 %ige Schwefelsäure	23
Nr. 12	Bestimmte Zellulosefasern	Wolle oder Tierhaare	70 %ige Schwefelsäure	24
Nr. 13	Jute	Bestimmte Fasern tierischen Ursprungs	Stickstoffbestim-mungsverfahren	26

VERFAHREN NR. 1

ACETAT- UND BESTIMMTE ANDERE FASERN

(Azeton-Verfahren)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren eignet sich nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Acetat (17)

   mit

2. Wolle (1), Tierhaaren (2 und 3), Seide (4), Baumwolle (5), Flachs (7), Hanf (8), Jute (9), Abaca (10), Alfagras (11), Kokos (12), Ginster (13), Kenaf (14), Ramie (15), Sisal (16), Cupro (19), Modal (20), regenerierten Proteinfasern (21), Viskose (23), Acryl (24), Polyamid (28) und Polyester (29)

Selbstverständlich ist diese Vorschrift nicht auf oberflächen-entacetylierte Acetatfasern anwendbar.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Acetatfasern werden mittels Aceton aus einer bekannten Trockenmasse herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine — erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse einer Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Acetatfasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. Gerät

200-ml-Erlenmeyerkolben mit Glasschliffstopfen

3.2. Reagenz

Aceton

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist der im Allgemeinen Teil beschriebene Analysengang zu befolgen und dabei folgendermaßen vorzugehen:

Der Probe, die sich in einem mit einem Glasschliffstopfen versehenen Erlenmeyerkolben von mindestens 200 ml befindet, werden 100 ml Aceton je Gramm Probe zugegeben; der Kolben wird geschüttelt und 30 Minuten lang bei Raumtemperatur unter zeitweiligem Schütteln stehengelassen, anschließend wird die Flüssigkeit über einen gewogenen Glasfiltertiegel dekantiert.

Diese Behandlung wird noch zweimal wiederholt (insgesamt drei Extraktionen), doch jeweils nur 15 Minuten lang, so daß die Gesamtdauer der Acetonbehandlung eine Stunde beträgt. Der Rückstand wird in einen Glasfiltertiegel überführt und danach mit Aceton unter Absaugen ausgewaschen. Der Tiegel wird erneut mit Aceton gefüllt, das man ohne Absaugen von selbst ablaufen läßt.

Zum Schluß wird der Tiegel unter Absaugen entleert; Tiegel und Rückstand werden getrocknet, gekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im allgemeinen Teil angegebenen Verfahren berechnet. Der Wert „d" beträgt 1,00.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 2

BESTIMMTE EIWEISSFASERN UND BESTIMMTE ANDERE FASERN

(Natriumhypochlorit-Verfahren)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren eignet sich nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. bestimmten Eiweißfasern wie: Wolle (1), Tierhaare (2 und 3), Seide (4), regenerierte Proteinfasern auf Kaseinbasis (21)

mit

2. Baumwolle 5, Cupro (19), Modal (20), Viskose (23), Acryl (24), Chlorovinyl (25), Polyamid (28), Polyester (29), Polypropylen (31) und Glasfasern (38).

Sind mehrere Eiweißfasern vorhanden, so liefert das Verfahren deren Gesamtmenge, jedoch nicht die prozentualen Anteile.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Eiweißfasern werden mittels Natriumhypochlorit aus einer bekannten Trockenmasse herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine — erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Eiweißfasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Gerät**

Glasgefäß von mindestens 500 ml

3.2. **Reagenzien**

(i) *Hypochloritreagenz*

Dieses Reagenz besteht aus einer frisch zubereiteten Lösung (etwa 1 M), mit 33 bis 37 g aktivem Chlor je Liter, dem eine ausreichende Menge Natriumhydroxyd zugegeben wird, um eine NaOH-Konzentration von 5 g/l zu erreichen (± 0,5 g/l). Vor jeder Analyse ist der Lösungstiter iodemetrisch zu überprüfen.

(ii) *Verdünnte Essigsäure*

5 ml Eisessigsäure werden mit Wasser auf 1 Liter aufgefüllt.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist der im Allgemeinen Teil beschriebene Analysengang zu befolgen und folgendermaßen vorzugehen: Die Probe wird in einem 500-ml-Kolben mit 100 ml Hypochloritreagenz je Gramm Probe versetzt und kräftig geschüttelt, um die Probe gut zu benetzen, anschließend 40 Minuten bei Raumtemperatur unter zeitweiligem, kräftigem Schütteln in regelmäßigen Abständen stehen lassen. Der Inhalt des Kolbens wird über einen gewogenen Glasfiltertiegel gefiltert; etwa zurückgebliebene Fasern werden durch Auswaschen des Kolbens mit etwas Hypochloritreagenz in den Filtertiegel nachgespült. Der Filtertiegel wird mittels Unterdruck entleert und der Rückstand nacheinander mit Wasser, verdünnter Essigsäure und wieder mit Wasser gewaschen, wobei der Tiegel nach jeder Flüssigkeitszugabe unter Absaugen entleert wird, jedoch erst, nachdem die Flüssigkeit ohne Absaugen durchgelaufen ist. Zum Schluß wird der Tiegel durch Absaugen geleert, zusammen mit dem Rückstand getrocknet, gekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Verfahren berechnet. Der Korrekturfaktor „d" hat den Wert 1,00; nur für Rohbaumwolle beträgt er 1,03.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 3

VISKOSE, CUPRO ODER GEWISSE TYPEN VON MODAL UND BAUMWOLLE

(Ameisensäure/Zinkchlorid)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Diese Methode gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Viskose (23) oder Cupro (19) sowie bestimmten Modalfasern (20)

mit

2. Baumwolle (5).

Wird die Anwesenheit von Modalfasern festgestellt, so ist ein Vorversuch auszuführen, um zu untersuchen, ob diese im Reagenz löslich sind. Das Verfahren gilt nicht für Mischungen, bei denen die Baumwolle durch übermäßigen chemischen Angriff verändert worden ist oder die Viskose- oder Cuprofasern durch Anwesenheit bestimmter Farbstoffe, Reagenzien oder Appreturmittel, die nicht vollständig entfernt werden können, nicht mehr vollständig löslich sind.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Viskose-, Cupro- oder Modalfasern werden aus einer bekannten Trockenmasse mit einem Reagenz aus Ameisensäure und Zinkchlorid herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine -- erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Viskose-, Cupro- oder Modalfasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Glasschliffstopfen

(ii) Einrichtung zur Erwärmung des Erlenmeyerkolbens auf 40 ± 2° C

3.2. **Reagenzien**

(i) Lösung aus 20 g wasserfreiem Zinkchlorid und 68 g wasserfreier Ameisensäure, mit Wasser auf 100 g aufgefüllt (d. h. aus 20 Gewichtsteilen wasserfreies Zinkchlorid in 80 Gewichtsteilen Ameisensäure, 85 Gewichtsprozent).

(ii) Lösung aus 20 g wasserfreiem Zinkchlorid: 20 ml einer konzentrierten Ammoniaklösung (Volumenmasse 0,880 g/ml) werden mit Wasser auf 1 l verdünnt.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist der im Allgemeinen Teil beschriebene Analysengang zu befolgen und folgendermaßen vorzugehen: Man gibt die Probe sofort in einen auf 40° C vorgewärmten Erlenmeyer, versetzt sie mit 100 ml der Ameisensäure-Zinkchloridlösung je Gramm Probe, die auf 40° C vorgewärmt ist. Der Kolben wird verschlossen und geschüttelt. Der Kolben und sein Inhalt werden 2½ Stunden lang bei 40° C stehengelassen und während dieser Zeit zweimal in Intervallen von je 1 Stunde geschüttelt. Der Inhalt des Kolbens wird über einen gewogenen Glasfiltertiegel filtriert; dabei werden etwa am Kolben haftende Fasern mit Reagenzlösung in den Filtertiegel gespült. Mit 20 ml Reagenz nachspülen.

Man wäscht Filtertiegel und Rückstand vollständig mit Wasser von 40° C, danach spült man mit 100 ml Ammoniaklösung und anschließend mit Wasser, bis kein Ammoniak mehr nachgewiesen wird. Keinen Unterdruck anwenden, solange die Spülflüssigkeit nicht von selbst vollständig durchgelaufen ist. Zum Schluß wird der noch verbleibende Flüssigkeitsüberschuß durch Absaugen entfernt und Tiegel und Rückstand getrocknet, abgekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Berechnungsverfahren berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" für Rohbaumwolle beträgt 0,96.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 2 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 4:

POLYAMID 6 — ODER POLYAMID 6-6 — UND BESTIMMTE ANDERE FASERN

(Verfahren mit 80%iger Ameisensäure)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Dieses Verfahren eignet sich nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Polyamid 6 oder Polyamid 6-6 (28)

   mit

2. Wolle (1), Tierhaaren (2 und 3), Baumwolle (5), Cupro (19), Modal (20), Viskose (23), Acryl (24), Chlorvinyl (25), Polyester (29), Polypropylen (31) und Glasfasern (38).

Das Verfahren gilt wie vorstehend angegeben für wollhaltige Mischungen, doch ist bei einem Wollgehalt über 25 % das Verfahren Nr. 2 anzuwenden, d. h. Auflösung der Wolle in einer Natriumhypochlorit-Lösung.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Das Polyamid wird aus einer bekannten Trockenmasse mittels Ameisensäure herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine – erforderlichenfalls berichtigte – Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenem Polyamid 6 oder Polyamid 6-6 wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. Gerät

200-ml-Erlenmeyerkolben mit Glasschliffstopfen.

3.2. Reagenzien

(i) Ameisensäure zu 80 Gewichtsprozent, Dichte bei 20° C: 1,186. 880 ml Ameisensäure zu 90 Gewichtsprozent, Dichte bei 20° C: 1,204 werden mit Wasser auf 1 l aufgefüllt, oder es werden 780 ml Ameisensäure von 98 bis 100 % Dichte bei 20° C: 1,220 mit Wasser auf 1 l aufgefüllt. Zwischen 77 und 83 Gewichtsprozent Ameisensäure ist die Konzentration nicht kritisch.

(ii) Verdünntes Ammoniak: 80 ml konzentriertes Ammoniak (Dichte bei 20° C: 0,880) werden mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist der im Allgemeinen Teil beschriebene Analysengang zu befolgen und folgendermaßen vorzugehen:

Die Probe wird in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben mit 100 ml Ameisensäure je Gramm Probe versetzt, der Kolben wird verschlossen und geschüttelt, um die Probe vollständig zu benetzen; 15 Minuten bei Raumtemperatur unter zeitweiligem Schütteln stehenlassen. Der Inhalt des Erlenmeyerkolbens wird durch einen gewogenen Glasfiltertiegel filtriert; etwa zurückbleibende Fasern werden durch Auswaschen des Kolbens mit etwas Ameisensäurelösung in den Filtertiegel überführt. Der Filtertiegel wird unter Absaugen entleert und der Rückstand nacheinander mit Ameisensäure, warmem Wasser, verdünntem Ammoniak und schließlich mit kaltem Wasser gewaschen, wobei der Tiegel nach jeder Flüssigkeitszugabe unter Absaugen entleert wird, jedoch erst, nachdem die Flüssigkeit ohne Absaugen durchgelaufen ist. Zum Schluß wird der Tiegel durch Absaugen geleert, zusammen mit dem Rückstand getrocknet, gekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Berechnungsverfahren berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" hat den Wert 1,00.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 5

ACETATFASERN UND TRIACETATFASERN

(Benzylalkohol-Verfahren)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

— Acetatfasern (17)
mit
— Triacetatfasern (22).

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Acetatfasern werden aus einer bekannten Trockenmasse des Gemischs mit Hilfe von Benzylalkohol von 52 ± 2° C herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen; seine Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenem Acetat wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Glasschliffstopfen

(ii) mechanischer Schüttler

(iii) Thermostat oder anderes Gerät, das den Kolben einer Temperatur von 52 ± 2° C aussetzen kann

3.2. **Reagenzien**

(i) Benzylalkohol

(ii) Äthylalkohol

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist den im Allgemeinen Teil gegebenen Anweisungen zu folgen und folgendermaßen vorzugehen:

Der im Kolben befindlichen Probe werden 100 ml Benzylalkohol je Gramm Probe zugegeben. Der Kolben wird mit einem Stopfen verschlossen und so auf einem Schüttler befestigt, daß er in ein Wasserbad von 52 ± 2° C taucht, wo er mindestens 20 Minuten geschüttelt wird. (Unter Umständen kann der mechanische Schüttler durch kräftiges Schütteln mit der Hand ersetzt werden.)

Die Flüssigkeit wird über einen gewogenen Glasfiltertiegel dekantiert. Eine neue Portion Benzylalkohol wird hinzugefügt und der Kolben nochmals 20 Minuten lang bei 52 ± 2° C geschüttelt. Dann wird über den Filtertiegel dekantiert. Diese Behandlung wird ein drittes Mal wiederholt.

Danach wird die Flüssigkeit und der Rückstand in den Filtertiegel gegossen. Etwa im Kolben zurückbleibende Fasern werden durch Hinzufügung einer zusätzlichen Menge Benzylalkohol von 52 ± 2° C übergespült.

Der Tiegel wird nun vollständig trockengeschleudert.

Die Fasern werden in einen Kolben überführt; Äthylalkohol wird zum Spülen beigefügt. Nach kräftigem Schütteln mit der Hand wird über den Filtertiegel dekantiert.

Dieser Spülvorgang ist zwei- oder dreimal zu wiederholen. Der Rückstand wird in den Tiegel überführt und vollständig trockengeschleudert. Filtertiegel und Rückstand werden getrocknet und nach Abkühlung gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil beschriebenen Verfahren berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" hat den Wert 1,00.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenem Textilfasergemisch liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 6

TRIACETATFASERN UND BESTIMMTE ANDERE FASERN

(Dichlormethan-Verfahren)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Dieses Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Triacetatfasern (22)

   mit

2. Wolle (1), Tierhaaren (2 und 3), Seide (4), Baumwolle (5), Cupro (19), Modal (20), Viskose (23), Acryl (24), Polyamid (28), Polyester (29) und Glasfasern (38).

Anmerkung:

Triazetatfasern, die durch besondere Behandlung partiell verseift sind, sind im Reagenz nicht mehr voll löslich. In diesem Fall ist das Verfahren nicht anwendbar.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Triazetatfasern werden aus einer bekannten Trockenmasse mit Hilfe von Dichlormethan herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine — erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenem Triazetat wird durch Differenzbildung erreicht.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Gerät**

200-ml-Erlenmeyerkolben mit Glasschliffstopfen

3.2. **Reagenz**

Dichlormethan (Methylenchlorid)

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist nach den im Allgemeinen Teil gegebenen Anweisungen zu arbeiten und folgendermaßen vorzugehen:

Die in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen befindliche Probe wird mit 100 ml Dichlormethan je Gramm Probe versetzt, der Kolben wird mit dem Stopfen verschlossen, in Abständen von zehn Minuten kräftig geschüttelt zwecks vollständiger Benetzung der Probe und 30 Min. bei Raumtemperatur unter zeitweiligem, regelmäßigem Schütteln stehengelassen. Die Flüssigkeit wird durch einen gewogenen Glasfiltertiegel dekantiert. Man gibt 60 ml Dichlormethan in den Kolben mit dem Rückstand, schüttelt von Hand und filtriert den Inhalt des Kolbens über den Glasfiltertiegel. Etwa zurückbleibende Fasern werden durch Spülen mit einer kleinen zusätzlichen Menge von Dichlormethan in den Tiegel überführt. Der Tiegel wird unter Absaugen entleert, dann erneut mit Dichlormethan gefüllt, das man vollständig ablaufen läßt. Anschließend wird der Flüssigkeitsüberschuß unter Absaugen durch eine Behandlung mit kochendem Wasser entfernt; Tiegel und Rückstand werden getrocknet, gekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Berechnungsverfahren berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" beträgt 1,00, ausgenommen bei Polyester, für den der Berichtigungsfaktor 1,01 beträgt.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 7

BESTIMMTE ZELLULOSEFASERN UND POLYESTERFASERN

(Verfahren mit 75%iger Schwefelsäure)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Baumwolle (5), Flachs (7), Hanf (8), Ramie (15), Cupro (19), Modal (20) und Viskose (23)
2. Polyester (29).

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Zellulosefasern werden aus einer bekannten Trockenmasse mit Hilfe 75%iger Schwefelsäure herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen; seine Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Zellulosefasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) 500-ml-Erlenmeyerkolben mit Glasschliffstopfen

(ii) Thermostat oder anderes Gerät zur Erwärmung des Erlenmeyers auf 50 ± 5° C

3.2. **Reagenzien**

(i) *Schwefelsäure zu 75 Gewichtsprozent (± 2 %):*
Herstellung in der Weise, daß 700 ml Schwefelsäure, Dichte bei 20° C: 1,84, vorsichtig zu 350 ml destilliertem Wasser zugesetzt werden. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur mit Wasser auf 1 l auffüllen.

(ii) *Verdünnte Ammoniaklösung:*
80 ml Ammoniaklösung, Dichte bei 20°C: 0,88, werden mit Wasser auf 1 l aufgefüllt.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist nach den im Allgemeinen Teil gegebenen Anweisungen zu arbeiten und folgendermaßen vorzugehen:

Die in einem 500-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen befindliche Probe wird mit 200 ml 75%iger Schwefelsäure je Gramm Probe versetzt, der Kolben wird mit dem Stopfen verschlossen und vorsichtig geschüttelt, um die Probe vollständig zu benetzen. Der Kolben wird eine Stunde lang auf einer Temperatur von 50 ± 5° C gehalten und in Abständen von etwa 10 Minuten geschüttelt. Danach wird der Inhalt des Kolbens unter Absaugen durch einen Filtertiegel filtriert. Etwa zurückgebliebene Fasern werden durch Spülen des Kolbens mit etwas 75%iger Schwefelsäure in den Glasfiltertiegel überführt. Der Glasfiltertiegel wird durch Absaugen geleert und der auf dem Filter verbliebene Rückstand durch erneute Zugabe von 75%iger Schwefelsäure ein erstes Mal ausgewaschen. Es ist erst abzusaugen, nachdem die Flüssigkeit ohne Absaugen hindurchgelaufen ist. Der Rückstand wird nacheinander mehrmals mit kaltem Wasser, zweimal mit verdünnter Ammoniaklösung und dann gründlich mit kaltem Wasser gewaschen, wobei nach jeder Flüssigkeitszugabe abzusaugen ist, jedoch jedesmal erst, nachdem die Flüssigkeit ohne Absaugen hindurchgelaufen ist. Schließlich wird der Tiegel durch Absaugen entleert, zusammen mit dem Rückstand getrocknet, abgekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Berechnungsverfahren berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" hat den Wert 1,00.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 8

ACRYLFASERN, MODACRYLFASERN, BESTIMMTE CHLORVINYLFASERN UND BESTIMMTE ANDERE FASERN

(Dimethylformamid-Verfahren)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Dieses Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Acrylfasern (24), bestimmten Modacrylfasern (27) oder bestimmten Chlorvinylfasern (25) (1)

   mit

2. Wolle (1), Tierhaaren (2 und 3), Seide (4), Baumwolle (5), Cupro (19), Modal (20), Viskose (23), Polyamid (28) und Polyester (29).

Es gilt ferner für Acryl- und bestimmte Modacrylfasern, die mit vormetallisierten Farbstoffen, jedoch nicht mit Nachchromierfarbstoffen behandelt sind.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Acrylfasern, bestimmte Modacrylfasern oder bestimmte Chlorvinylfasern werden aus einer bekannten Trockenmasse mittels Dimethylformamid im kochenden Wasserbad herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine — erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Acrylfasern, Modacrylfasern oder Chlorvinylfasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Glasschliffstopfen

(ii) kochendes Wasserbad

3.2. **Reagenz**

Dimethylformamid (Siedepunkt 153 ± 1)° C) mit nicht mehr als 1 % Wasser. Da das Reagenz giftig ist, wird empfohlen, unter dem Abzug zu arbeiten.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist nach den im Allgemeinen Teil angegebenen Anweisungen zu arbeiten und folgendermaßen vorzugehen:

Die in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen befindliche Probe wird mit 80 ml im kochenden Wasserbad vorgewärmtem Dimethylformamid je Gramm Probe versetzt, der Kolben mit dem Stopfen verschlossen, geschüttelt zwecks vollständiger Benetzung der Probe und eine Stunde lang im kochenden Wasserbad belassen. Während dieser Zeit wird der Kolben und sein Inhalt fünfmal vorsichtig geschüttelt.

Die Flüssigkeit wird durch einen gewogenen Glasfiltertiegel dekantiert, wobei die Fasern im Erlenmeyer zurückgehalten werden. Man gibt erneut 60 ml Dimethylformamid in den Kolben und erwärmt wiederum 30 Minuten im kochenden Wasserbad, wobei der Kolben und sein Inhalt zweimal vorsichtig von Hand geschüttelt werden.

Der Inhalt des Kolbens wird durch einen Glasfiltertiegel unter Absaugen filtriert.

Die zurückbleibenden Fasern werden durch Ausspülen des Kolbens mit Dimethylformamid in den Glasfiltertiegel überführt. Der Tiegel wird unter Absaugen entleert und anschließend zweimal mit kaltem Wasser in folgender Weise ausgewaschen: Füllen des Tiegels, Ablaufenlassen des Wassers, Absaugen der Restflüssigkeit.

Besteht der Rückstand aus Polyamid- oder Polyesterfasern, so wird der Tiegel und der Inhalt getrocknet, abgekühlt und gewogen.

---

(1) Die Löslichkeit dieser Modacryl- oder Chlorvinylfasern im Reagenz ist vor der Analyse zu prüfen.

Besteht der Rückstand aus natürlicher oder regenerierter Zellulose, aus Seide oder Wolle, so wird er mittels Pinzette in einen Erlenmeyerkolben von mindestens 200 ml Inhalt mit Schliffstopfen überführt, mit 160 ml Wasser versetzt, fünf Minuten bei Raumtemperatur stehengelassen; während dieser Zeit wird der Kolben und sein Inhalt regelmäßig kräftig geschüttelt. Das Wasser wird durch den Glasfiltertiegel dekantiert und das Auswaschen noch weitere dreimal wiederholt. Nach der letzten Waschung wird der Inhalt des Kolbens durch den Glasfiltertiegel unter Absaugen filtriert. Die zurückbleibenden Fasern werden durch Auswaschen des Kolbens mit Wasser in den Glasfiltertiegel überführt. Der Tiegel wird nunmehr unter Absaugen entleert, Tiegel und Rückstand getrocknet, abgekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Berechnung der Ergebnisse nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Verfahren. Die Werte für „d" sind folgende:

Seide	: 1,00
Polyamid 6, 6–6 oder 11	: 1,01
Wolle	: 1,01
Baumwolle	: 1,01
Cupro, Modal, Viskose	: 1,01
Polyester	: 1,02

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei max. ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 9

BESTIMMTE CHLORVINYLFASERN UND BESTIMMTE ANDERE FASERN

(Verfahren mit Schwefelkohlenstoff/Aceton 55,5/44,5)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. bestimmten Chlorvinylfasern (25), d. h. bestimmten, auch nachchlorierten Polyvinylchloridfasern [1]

   mit

2. Wolle (1), Tierhaaren (2 und 3), Seide (4), Baumwolle (5), Cupro (19), Modal (20), Viskose (23), Acryl (24), Polyamid (28), Polyester (29), Glasfasern (38).

Ist der Gehalt an Wolle oder Seide größer als 25 %, so ist Verfahren Nr. 2 anzuwenden. Ist der Gehalt an Polyamid 6 oder 6-6 größer als 25 % in der Mischung, so wird Verfahren Nr. 4 angewendet.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Chlorvinylfasern werden aus einer bekannten Trockenmasse mit Hilfe einer azeotropischen Mischung von Schwefelkohlenstoff und Aceton herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine — erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Chlorvinylfasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

---

[1] Die Löslichkeit der Chlorvinylfasern im Reagenz muß überprüft werden, bevor die Analyse durchgeführt wird.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen

(ii) mechanischer Schüttler

3.2. **Reagenzien**

(i) Aseotropische Mischung von Schwefelkohlenstoff und Aceton (55,5 Volumprozent Schwefelkohlenstoff und 44,5 Volumprozent Aceton). Da das Reagenz giftig ist, wird empfohlen, unter dem Abzug zu arbeiten.

(ii) Äthylalkohol 92 Volumprozent, oder Methanol.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist nach den im Allgemeinen Teil gegebenen Anweisungen zu arbeiten und folgendermaßen vorzugehen:

Die in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen befindliche Probe wird mit 100 ml aseotropischer Mischung je Gramm Probe versetzt. Der Kolben wird sorgfältig verschlossen und 20 Minuten lang mit dem mechanischen Schüttler oder von Hand kräftig geschüttelt. Die Flüssigkeit wird durch einen gewogenen Glasfiltertiegel dekantiert.

Die Behandlung wird mit 100 ml frischem Lösungsmittel wiederholt. Diese Behandlung wird so oft fortgesetzt, bis ein Tropfen Lösungsmittel nach Verdunstung auf einem Uhrglas keinerlei Polymerniederschlag hinterläßt. Der Rückstand wird mit Hilfe einer zusätzlichen Menge Lösungsmittel in den Filtertiegel überführt, der Filtertiegel durch Sauganwendung entleert; Tiegel und Rückstand werden mit 20 ml Alkohol gespült und anschließend dreimal mit Wasser nachgespült. Vor dem Absaugen muß die Spülflüssigkeit vollständig durchgelaufen sein. Tiegel und Rückstand werden getrocknet, abgekühlt und gewogen.

Anmerkung:

Die Proben mancher Mischungen mit hohem Gehalt an Polyvinylchlorid schrumpfen beim Trocknen beträchtlich, was die Beseitigung des Polyvinylchlorids durch das Lösungsmittel erschwert. Jedoch verhindert diese Schrumpfung nicht die vollständige Auflösung des Polyvinylchlorids.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Berechnungsverfahren berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" beträgt 1,00.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 10

ACETAT- UND BESTIMMTE CHLORVENYLFASERN

(Essigsäure-Verfahren)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Dieses Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Acetatfasern

mit

2. bestimmten Chlorvinylfasern (25), und zwar Polyvinylchloridfasern, auch nachchloriert.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Acetatfasern werden aus einer bekannten Trockenmasse mittels Essigsäure aufgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine — erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Acetatfasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen

(ii) mechanischer Schüttler

3.2. **Reagenz**

Essigsäure (mehr als 99 %). Dieses Reagenz ist sehr ätzend, und bei seiner Verwendung ist daher Vorsicht geboten.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist nach den im Allgemeinen Teil gegebenen Anweisungen zu arbeiten und folgendermaßen vorzugehen:

Die in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen befindliche Probe wird mit 100 ml Essigsäure je Gramm Probe versetzt. Der Kolben wird sorgfältig verschlossen und bei Raumtemperatur 20 Minuten mit dem mechanischen Schüttler oder von Hand kräftig geschüttelt. Die Flüssigkeit wird durch den gewogenen Glasfiltertiegel dekantiert. Diese Behandlung wird zweimal unter Verwendung von jeweils 100 ml frischem Lösungsmittel wiederholt, so daß insgesamt drei Extraktionen ausgeführt werden. Der Rückstand wird in den Filtertiegel überführt, der Flüssigkeitsrückstand unter Sauganwendung entleert; Tiegel und Rückstand werden mit 50 ml Essigsäure sowie anschließend dreimal mit Wasser nachgespült. Nach jedem Auswaschen muß die Flüssigkeit von selbst durchlaufen, bevor abgesaugt wird. Tiegel und Rückstand trocknen, abkühlen und wägen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden in der im Allgemeinen Teil angegebenen Weise berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" beträgt 1,00.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 11

SEIDE UND WOLLE ODER TIERHAARE

(Verfahren mit 75%iger Schwefelsäure)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Dieses Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Seide (4)

mit

2. Wolle (1) oder Tierhaaren (2 und 3).

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Seide wird aus einer bekannten Trockenmasse mit 75gewichtsprozentiger Schwefelsäure herausgelöst (1).

Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen. Seine — erforderlichenfalls berichtigte — Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockener Seide wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Gerät**

200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen

3.2. **Reagenzien**

(i) 75gewichtprozentige Schwefelsäure (± 2 %):
Herstellungsweise: 700 ml Schwefelsäure, Dichte 1,84, werden vorsichtig zu 350 ml destilliertem Wasser zugesetzt. Nach Abkühlung auf Raumtemperatur mit Wasser auf 1 l auffüllen.

(ii) Verdünnte Schwefelsäure: 100 ml konzentrierte Schwefelsäure werden mit destilliertem Wasser auf 1900 ml aufgefüllt.

(iii) Verdünntes Ammoniak: 200 ml konzentriertes Ammoniak (0,880 Dichte bei 20° C) werden mit destilliertem Wasser auf 1000 ml aufgefüllt.

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist der im Allgemeinen Teil beschriebene Analysengang zu befolgen und folgendermaßen vorzugehen:

Die in einem 200-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen befindliche Probe wird mit 100 ml 75prozentiger Schwefelsäure je Gramm Probe versetzt. Der Kolben wir verschlossen, kräftig geschüttelt und 30 Minuten bei Raumtemperatur stehengelassen. Erneut schütteln, 30 Minuten stehenlassen. Ein letztes Mal schütteln und den Inhalt des Kolbens in den gewogenen Glasfiltertiegel überführen. Etwa im Kolben zurückbleibende Fasern werden mit 75prozentiger Schwefelsäure nachgespült. Der Rückstand wird im Filtertiegel nacheinander mit 50 ml verdünnter Schwefelsäure, 50 ml Wasser und 50 ml verdünntem Ammoniak ausgewaschen. Die Fasern müssen etwa 10 Minuten lang mit der Flüssigkeit in Kontakt bleiben, bevor abgesaugt wird. Schließlich wird mit Wasser nachgewaschen, wobei die Fasern 30 Minuten im Wasser verbleiben. Die Restflüssigkeit wird unter Absaugen entfernt. Tiegel und Rückstand werden getrocknet, abgekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden in der im Allgemeinen Teil beschriebenen Weise berechnet. Der Faktor „d" hat den Wert 0,985 für Wolle (1).

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 12

BESTIMMTE ZELLULOSEFASERN UND WOLLE ODER TIERHAARE

(Verfahren mit 70%iger Schwefelsäure)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

---

(1) Wildseiden, wie zum Beispiel Tussahseide, werden mit 75 %iger Schwefelsäure nicht vollständig herausgelöst.

1. Baumwolle (5), Flachs (7), Hanf (8), Ramie (15), Cupro (19), Modal (20) und Viskose (23)
2. Wolle (1) und Tierhaaren (2 und 3).

Beträgt der Anteil an Wolle über 25 %, so ist das Verfahren Nr. 2 mit Natriumhypochlorit vorzuziehen.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Die Zellulosefasern werden mit 70prozentiger Schwefelsäure aus einer bekannten Trockenmasse der Mischung herausgelöst. Der Rückstand wird gesammelt, gewaschen, getrocknet und gewogen, seine Masse wird in Prozentsätzen der Trockenmasse der Mischung ausgedrückt. Der Anteil an trockenen Zellulosefasern wird durch Differenzbildung ermittelt.

3. GERÄT UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) 300-ml-Erlenmeyerkolben mit Schliffstopfen

(ii) Thermostat oder anderes Gerät zur Erwärmung des Erlenmeyerkolbens auf 38 ± 1° C.

3.2. **Reagenzien**

(i) Schwefelsäure zu 70 Gewichtsprozent (± 2 %).
Herstellung in der Weise, daß 500 ml Schwefelsäure, Dichte bei 20° C 1,84, vorsichtig zu 380 ml destilliertem Wasser zugesetzt werden. Nach Abkühlung auf 20° C muß das Gemisch eine Dichte von 1,62 haben.

(ii) 1prozentige Schwefelsäure
1 Liter Wasser werden vorsichtig 6 ml Schwefelsäure, Dichte bei 20° C 1,84, zugesetzt.

(iii) Lösung von 20 g Natriumbikarbonat in 1 Liter Wasser

(iv) Äthylalkohol 96 Volumprozent

4. DURCHFÜHRUNG

Es ist nach den im Allgemeinen Teil gegebenen Anweisungen zu arbeiten und folgendermaßen vorzugehen:

Die Probe wird in ein Becherglas von etwa 300 ml gegeben und mit 100 ml siedender 1prozentiger Schwefelsäure versetzt.

Man läßt unter Umrühren mit einem Glasstab 10 Minuten lang sieden.

Danach wird der Inhalt des Becherglases unter Absaugen durch einen gewogenen Filtertiegel filtriert. Die zurückgebliebenen Fasern werden durch Spülen des Becherglases mit Wasser in den Filtertiegel überführt, der Filtertiegel wird durch Absaugen entleert.

Die Fasern werden in einen 300-ml-Erlenmeyerkolben überführt.

Je Gramm Probe werden 200 ml 70prozentige Schwefelsäure, die auf 38 ± 1° C erwärmt ist, zugesetzt.

Der Kolben wird mit dem Stopfen verschlossen und geschüttelt. Dann wird der Kolben in den Thermostaten gesetzt und 15 Minuten lang auf einer Temperatur von 38 ± 1° C gehalten und in regelmäßigen Abständen von etwa 5 Minuten geschüttelt.

Der Inhalt des Kolbens wird unter Absaugen durch den gewogenen Filtertiegel filtriert. Die zurückgebliebenen Fasern werden durch Spülen des Kolbens mit etwa 70prozentiger Schwefelsäure in den Filtertiegel überführt. Der Filtertiegel wird durch Absaugen entleert und der auf dem Filter verbliebene Rückstand durch erneute Zugabe von 70prozentiger Schwefelsäure ein erstes Mal ausgewaschen. Es wird erst abgesaugt, nachdem die Flüssigkeit ohne Absaugen durchgelaufen ist. Der Rückstand wird mehrmals mit kaltem Wasser gewaschen, danach mit 100 ml der Bikarbonatlösung, die man ohne Absaugen durchlaufen läßt, zuletzt gründlich mit kaltem Wasser; zum Schluß wird etwas Äthylalkohol auf den Rückstand gegeben und der Filtertiegel durch Absaugen entleert. Der Tiegel wird zusammen mit dem Rückstand getrocknet, abgekühlt und gewogen.

5. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

Die Ergebnisse werden nach dem im Allgemeinen Teil angegebenen Berechnungsverfahren berechnet. Der Berichtigungsfaktor „d" hat bei chemisch nicht veränderter Wolle oder Haaren den Wert 1,00. Er kann bei chemisch veränderter Wolle oder Haaren über 1,00 liegen.

6. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bei maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.

VERFAHREN NR. 13

JUTE UND BESTIMMTE FASERN TIERISCHEN URSPRUNGS

(Verfahren mittels Stickstoffbestimmung)

1. ANWENDUNGSBEREICH

Das Verfahren gilt nach Entfernung der nichtfaserigen Bestandteile für binäre Mischungen von:

1. Jute (9)
   mit
2. bestimmten Fasern tierischen Ursprungs.

Letztere können aus Tierhaaren (2 und 3) oder aus Wolle (1) oder einer Mischung von Tierhaaren und Wolle bestehen. Selbstverständlich eignet sich das Verfahren nicht für Textilfasermischungen, die nichtfaserige Bestandteile (Farbstoffe, Appreturmittel usw.) auf Stickstoffbasis enthalten.

2. GRUNDLAGE DES VERFAHRENS

Man bestimmt den Stickstoffgehalt der Mischung und berechnet hieraus sowie aus dem bekannten Stickstoffgehalt der beiden Bestandteile der Mischung deren proportionalen Anteil.

3. GERÄTE UND REAGENZIEN (neben den im Allgemeinen Teil genannten)

3.1. **Geräte**

(i) Kjeldahl-Zersetzungskolben von 200 bis 300 ml

(ii) Kjeldahl-Destillationskolben mit Dampferzeuger

(iii) Titriergerät, mit einer Genauigkeit bis zu 0,05 ml.

3.2. **Reagenzien**

(i) Toluol

(ii) Methanol

(iii) Schwefelsäure (d = 1,84 bei 20° C) (1)

(iv) Kaliumsulfat (1)

(v) Selendioxyd (1)

(vi) Natriumhydroxydlösung (400 g/l). 400 g Natriumhydroxyd werden in 400 bis 500 ml Wasser aufgelöst und die Flüssigkeit mit Wasser auf 1 Liter verdünnt.

(vii) Indikatormischung. 0,1 g Methylrot werden in 95 ml Äthanol und 5 ml Wasser gelöst; diese Lösung wird mit 0,5 g Bromkresolgrün, das in 475 ml Äthanol und 25 ml Wasser aufgelöst ist, vermischt.

(viii) Borsäurelösung. 20 g Borsäure werden in einem Liter Wasser gelöst.

(ix) Schwefelsäure 0,02 N (Normvolumenlösung).

4. VORBEHANDLUNG DER VORPROBE

An Stelle der im Allgemeinen Teil beschriebenen Vorbehandlung wird wie folgt vorgegangen:

Die lufttrockene Probe wird in einem Soxhlet-Apparat mit einer Mischung von einem Volumenteil Toluol und drei Volumenteilen Methanol 4 Stunden lang bei mindestens 5 Umläufen pro Stunde extrahiert. Man läßt die Lösungsmittel aus der Probe in Luft verdampfen und entfernt die letzten Spuren in einem Wärmeschrank bei 105 ± 3° C. Sodann wird die Probe im Wasser (50 ml/g Probemenge) durch Sieden mit Rückkühlung 30 Minuten lang extrahiert. Nach dem Filtrieren wird die Probe in den Kolben zurückgegeben und die Extraktion mit einem gleichen Volumen frischen Wassers wiederholt. Nach erneutem Filtrieren wird das überschüssige Wasser durch Ausdrücken, Absaugen oder Zentrifugieren aus der Probe entfernt, die man dann an der Luft trocknen läßt.

(1) Diese Reagenzien müssen stickstoffrei sein.

Anmerkung:

Toluol und Methanol sind giftig; deshalb sind bei ihrer Verwendung alle erforderlichen Vorsichtsmaßnahmen zu treffen.

5. ANALYSIERUNG

5.1. Allgemeine Anweisung

Hinsichtlich Entnahme, Trocknung und Wägung der Probe sind die im Allgemeinen Teil gemachten Angaben zu befolgen.

5.2. Ausführliche Anleitung

Zu der Probe von mindestens 1 g im Kjeldahl-Kolben werden der Reihe nach 2,5 g Kaliumsulfat 0,1 bis 0,2 g Selendioxyd und 10 ml Schwefelsäure (d = 1,84) gegeben. Der Kolben wird zunächst schwach erhitzt, bis das ganze Fasermaterial zersetzt ist, sodann wird kräftiger erhitzt, bis die Lösung klar und nahezu farblos geworden ist. Die Erhitzung wird 15 Minuten lang fortgesetzt, dann läßt man den Kolben abkühlen, verdünnt den Inhalt vorsichtig mit 10 bis 20 ml Wasser, kühlt ab, überführt den Inhalt quantitativ in einen 200-ml-Maßkolben und füllt das Volumen mit Wasser auf, um die Analysenlösung herzustellen.

In einen 100-ml-Erlenmeyerkolben werden etwa 20 ml Borsäurelösung gegeben; der Kolben wird unter dem Kondensator des Kjeldahl-Destilliergeräts so aufgestellt, daß das Ablaufrohr gerade unter den Spiegel der Borsäurelösung eintaucht. Es werden genau 10 ml Analysenlösung in den Destillierkolben überführt und mindestens 5 ml Natriumhydroxydlösung in den Trichter gegeben. Man hebt den Stopfen leicht an und läßt die Natriumhydroxydlösung langsam in den Kolben fließen. Wenn die Analysenlösung und die Natriumhydroxydlösung bestrebt sind, zwei getrennte Schichten zu bilden, so sind sie durch vorsichtiges Schütteln zu vermischen. Der Destillierkolben wird leicht erwärmt und gleichzeitig Dampf aus dem Dampferzeuger in ihn eingeführt. Es werden etwa 20 ml Destillat gesammelt und das Auffanggefäß so weit gesenkt, daß sich das Ende des Ablaufrohrs etwa 20 mm über dem Spiegel der Flüssigkeit befindet, danach wird eine Minute lang weiter destilliert. Das Ende des Ablaufrohrs wird mit Wasser ausgespült und das Reinigungswasser im Erlenmeyer aufgefangen. Der Erlenmeyer wird sodann entfernt und durch einen zweiten Erlenmeyer ersetzt, der etwa 10 ml Borsäurelösung enthält; darin werden etwa 10 ml Destillat aufgesammelt.

Die beiden Destillate werden getrennt mit 0,02-N-Schwefelsäure unter Verwendung der Indikatormischung titriert. Die Ergebnisse für die beiden Destillate werden notiert. Wenn das Bestimmungsergebnis des zweiten Destillats über 0,2 ml liegt, so ist die Bestimmung zu wiederholen; es muß also nochmals mit einem anderen aliquoten Teil der Analysenlösung destilliert werden.

Es wird ein Blindversuch durchgeführt, wobei die Zersetzung und Destillation lediglich unter Verwendung der Reagenzien erfolgt.

6. BERECHNUNG UND ERGEBNISDARSTELLUNG

6.1. Der prozentuale Anteil des Stickstoffs in der trockenen Probe wird folgendermaßen berechnet: $A\,\% = \frac{28\,(V-b)\,N}{W}$

$A\,\%$ = Prozentsatz Stickstoff im reinen Trockengewicht der Probe

V = Gesamtvolumen in ml der Standardschwefelsäure für die Bestimmung

b = Gesamtvolumen in ml der Standardschwefelsäure beim Blindversuch

N = tatsächlicher Titel der Standardschwefelsäure

W = Trockenmasse (g) der Testprobe.

6.2. Bei Verwendung des Wertes 0,22 % für den Stickstoffgehalt der Jute bzw. 16,2 % für den Stickstoffgehalt der tierischen Fasern — beide Werte auf die Trockenmasse bezogen — berechnet sich die Zusammensetzung der Mischung nach folgender Formel:

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

P_A % = Prozentsatz der tierischen Faser im reinen Trockengewicht der Probe.

7. GENAUIGKEIT DES VERFAHRENS

Bei homogenen Textilfasergemischen liegen die Zuverlässigkeitsgrenzen der nach diesem Verfahren ermittelten Ergebnisse bis maximal ± 1 mit einer statistischen Sicherheit von 95 %.