# II

*(Besluiten waarvan de publikatie niet voorwaarde is voor de toepassing)*

# RAAD

## RICHTLIJN VAN DE RAAD

**van 17 juli 1972**

**betreffende de aanpassing van de wetgevingen van de Lid-Staten inzake bepaalde methoden voor de kwantitatieve analyse van binaire mengsels van textielvezels**

(72/276/EEG)

DE RAAD VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

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

Gezien het voorstel van de Commissie,

Overwegende dat de richtlijn van de Raad van 26 juli 1971 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake textielbenamingen [1], voorschriften bevat ten aanzien van de etikettering die zijn gebaseerd op de vezelsamenstelling van de textielprodukten;

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

Overwegende dat in artikel 13 van bovengenoemde richtlijn is bepaald dat bij bijzondere richtlijnen de voor alle Lid-Staten geldende methoden zullen worden voorgeschreven voor het trekken van monsters en het verrichten van analyses ter bepaling van de vezelsamenstelling van de produkten;

Overwegende dat er in een eerste fase moet worden voorzien in methoden voor bepaalde binaire mengsels van textielvezels en dat er naderhand in richtlijnen een omschrijving dient te worden gegeven van de methoden die moeten worden toegepast voor mengsels van meer dan twee textielvezels of van vezels van dezelfde chemische aard (met name microscopische analyses);

Overwegende dat de vooruitgang der techniek een veelvuldige aanpassing vereist van de technische voorschriften, opgenomen in de bijzondere richtlijnen betreffende de methoden voor analyse van textielprodukten; dat, ten einde de uitvoering van de hiertoe noodzakelijke maatregelen te vergemakkelijken, dient te worden voorzien in een procedure waardoor een nauwe samenwerking tussen de Lid-Staten en de Commissie tot stand wordt gebracht in het Comité voor de aanpassing van de analysemethoden in de textielsector aan de technische vooruitgang;

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

HEEFT DE VOLGENDE RICHTLIJN VASTGESTELD:

*Artikel 1*

Deze richtlijn heeft betrekking op de methoden voor kwantitatieve analyses van bepaalde binaire meng-

[1] PB nr. L 185 van 16. 8. 1971, blz. 16.

sels van textielvezels, met inbegrip van het gereedmaken van gereduceerde monsters en analysemonsters.

*Artikel 2*

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

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

*Artikel 3*

De Lid-Staten nemen alle dienstige maatregelen om de bepalingen van de bijlagen I en II betreffende de methoden voor kwantitatieve analyse van bepaalde binaire mengsels van textielvezels, met inbegrip van het gereedmaken van gereduceerde monsters en analysemonsters, te doen hanteren bij de officiële controles ter bepaling van de samenstelling van de textielprodukten die in de handel worden gebracht, overeenkomstig de bepalingen van de richtlijn van 26 juli 1971.

*Artikel 4*

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

*Artikel 5*

1. Er is ingesteld een Comité voor de aanpassing van de analysemethoden in de textielsector aan de technische vooruitgang hierna „het Comité" genoemd, dat is samengesteld uit vertegenwoordigers van de Lid-Staten en wordt voorgezeten door een vertegenwoordiger van de Commissie.

2. Het Comité stelt zijn reglement van orde vast.

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

*Artikel 6*

1. In de gevallen waarin wordt verwezen naar de in dit artikel omschreven procedure, leidt de voorzitter van het Comité deze procedure, hetzij op eigen initiatief, hetzij op verzoek van een vertegenwoordiger van een Lid-Staat, in bij het Comité.

2. De vertegenwoordiger van de Commissie dient bij het Comité een ontwerp in van de te nemen maatregelen. Het Comité brengt over dit ontwerp advies uit binnen een termijn die de voorzitter kan vaststellen naar gelang van de urgentie van het betrokken vraagstuk. Het spreekt zich uit met een meerderheid van twaalf stemmen, waarbij de stemmen van de Lid-Staten worden gewogen overeenkomstig artikel 148, lid 2, van het Verdrag.

De voorzitter neemt niet deel aan de stemming.

3. a) De Commissie stelt de beoogde maatregelen vast, wanneer zij in overeenstemming zijn met het advies van het Comité.

b) Wanneer de beoogde maatregelen niet in overeenstemming zijn met het advies van het Comité of wanneer het Comité geen advies heeft uitgebracht, legt de Commissie onverwijld aan de Raad een voorstel betreffende de te nemen maatregelen voor.

De Raad besluit met gekwalificeerde meerderheid van stemmen.

c) Indien de Raad binnen drie maanden na indiening van het voorstel geen besluit heeft genomen, stelt de Commissie de voorgestelde maatregelen vast.

*Artikel 7*

1. Binnen een termijn van achttien maanden volgende op de kennisgeving van deze richtlijn, treffen de Lid-Staten de nodige maatregelen om aan deze richtlijn te voldoen; zij stellen de Commissie onverwijld hiervan in kennis.

2. De Lid-Staten zorgen ervoor dat de tekst van alle belangrijke nationale wettelijke bepalingen die zij aanvaarden op het gebied waarop deze richtlijn van toepassing is, ter kennis van de Commissie wordt gebracht.

*Artikel 8*

Deze richtlijn is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 17 juli 1972.

*Voor de Raad*
*De Voorzitter*
P. LARDINOIS

*BIJLAGE I*

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

### 1. TOEPASSINGSGEBIED

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

### 2. DEFINITIES

2.1. **Partij:** de hoeveelheid materiaal die wordt beoordeeld op grond van een serie proefresultaten. Zij kan bij voorbeeld bestaan uit al het materiaal van een enkele levering weefsels, al het weefsel geweven uit een bepaalde kettingboom, een zending garens, een baal of een aantal balen ruwe vezels.

2.2. **Globaal laboratoriummonster:** het uit een partij genomen deel dat representatief is voor het geheel en dat naar een laboratorium wordt gezonden. De grootte en de aard van het globale laboratoriummonster worden zo gekozen dat zij de variaties binnen de partij juist weergeven en dat de bewerkingen in het laboratorium zo veel mogelijk worden vergemakkelijkt (2).

2.3. **Gereduceerd monster:** het deel van het globale laboratoriummonster dat met het oog op de verwijdering van niet-vezelbestanddelen wordt voorbehandeld en waarvan vervolgens proefmonsters voor analyse worden genomen. De grootte en de aard van het gereduceerde monster moeten voldoende zijn om de variaties in het globale laboratoriummonster juist weer te geven (3).

2.4. **Analysemonster:** het deel van het materiaal van het gereduceerde monster, dat nodig is om een enkelvoudig analyseresultaat te verkrijgen.

### 3. PRINCIPE

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

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

### 4. BEMONSTERING VAN LOSSE VEZELS

4.1. **Niet parallel liggende vezels:** het gereduceerde monster samenstellen door uit het globale laboratoriummonster willekeurige bundeltjes vezels te nemen. Het volledige gereduceerde monster goed mengen met behulp van een laboratoriumkaarde (4). Het vlies of de gemengde vezels alsmede de aanklevende en uit het apparaat gevallen vezels voorbehandelen. Vervolgens de analysemonsters trekken uit het vlies, de aanklevende en de gevallen vezels, rekening houdend met de gewichten van deze drie categorieën. Wanneer de vorm van het kaardvlies geen verandering heeft ondergaan als gevolg van de voorbehandeling, de analysemonsters trekken op de wijze beschreven onder 4. 2. Wanneer het kaardvlies als gevolg van de voorbehandeling de samenhang heeft verloren, de monsters samenstellen door uit het voorbehandelde monster ten minste 16 bundeltjes van een passende, ongeveer gelijke grootte te nemen en deze vervolgens samen te voegen.

4.2. **Parallel liggende vezels (kaardvliezen, band, lont):** Snijd in de dwarsrichting uit het globale laboratoriummonster op willekeurig gekozen plaatsen ten minste 10 stukken, die

(1) Eventueel kan het analysemonster rechtstreeks voorbehandeld worden.
(2) Voor de afgewerkte en geconfectioneerde produkten, zie punt 7.
(3) Zie 1 van bijlage I.
(4) De laboratoriumkaarde kan vervangen worden door een vezelmenger. Voor het reduceren van het monster kan ook de methode van het herhaald halveren en wegwerpen worden gebruikt.

elk ongeveer 1 gram wegen. Het aldus gereduceerde monster voorbehandelen. Vervolgens het analysemonster samenstellen door twee maal dwars door de 10 in de lengterichting naast elkaar gelegde stukken te knippen.

## 5. BEMONSTERING VAN GARENS

5.1. **Garens op spoelen of in strengen:** Gebruik alle opmaakeenheden van het globale laboratoriummonster.

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

Het aldus samengestelde gereduceerde monster voorbehandelen.

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

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

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

5.2. **Garens op kettingboom:** Een gereduceerd monster trekken door van het eind van de kettingboom een bundel van ten minste 20 cm lengte te knippen, die alle draden bevat behalve die van de zelfkant, die verwijderd worden. De bundel draden aan een van de einden afbinden. Indien het monster te groot is om in zijn geheel te worden voorbehandeld, het in twee of meer delen verdelen, die met het oog op de voorbehandeling worden afgebonden en na afzonderlijke voorbehandeling opnieuw worden samengebracht. Een analysemonster van een passende lengte trekken uit het gereduceerde monster, waarbij voldoende ver van de knoop moet worden geknipt en alle draden van de kettingboom aanwezig moeten zijn. Voor een kettingboom met N draden van „tex" $t$, bedraagt de lengte van een proefmonster van 1 g: $\frac{10^5}{Nt}$ cm.

## 6. BEMONSTERING VAN WEEFSEL

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

Knip één, de diagonaal bevattende strook uit het weefsel en verwijder de zelfkanten ervan. Deze strook vormt het gereduceerde monster. Om een gereduceerd monster van $x$ g te verkrijgen moet de strook een oppervlakte hebben van $\frac{x\ 10^4}{G}$ cm². Hierin is G het gewicht van het weefsel in g per m².

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

Wanneer het weefsel een ingeweven patroon heeft, mag de breedte van het gereduceerde monster, gemeten in de kettingrichting, niet kleiner zijn dan één rapport van het patroon in de kettingrichting.

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

Wanneer, als aan deze voorwaarde is voldaan, het gereduceerde monster te groot is om gemakkelijk in zijn geheel te worden voorbehandeld, moet het in gelijke delen worden geknipt die afzonderlijk worden voorbehandeld. Alvorens de analysemonsters te nemen, moeten de voorbehandelde delen zo op elkaar worden gelegd, dat geen overeenkomende delen van het dessin samenvallen.

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

## 7. BEMONSTERING VAN AFGEWERKTE EN GECONFECTIONEERDE PRODUKTEN

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

Zo nodig het percentage bepalen van de verschillende delen die niet dezelfde vezelsamenstelling hebben, ten einde te kunnen verifiëren of er is voldaan aan de bepalingen van artikel 9 van de richtlijn betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake textielbenamingen.

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

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

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

De gereduceerde monsters voorbehandelen.

Vervolgens representatieve analysemonsters trekken uit de gereduceerde voorbehandelde monsters.

*BIJLAGE II*

# KWANTITATIEVE ANALYSEMETHODEN VOOR BEPAALDE BINAIRE MENGSELS VAN TEXTIELVEZELS

## I. ALGEMEEN

### Inleiding

De methoden voor de kwantitatieve analyse van mengsels van textielvezels zijn gebaseerd op twee procédés: scheiding met de hand en scheiding langs chemische weg.

Scheiding met de hand moet telkens als het mogelijk is worden toegepast, daar dit procédé meestal nauwkeuriger uitslagen oplevert dan de chemische analyse. Dit procédé is bruikbaar voor alle textielprodukten waarin de samenstellende vezels niet innig met elkaar zijn gemengd, zoals bij voorbeeld garens die uit verschillende bestanddelen zijn samengesteld, waarbij ieder bestanddeel uit één enkele soort vezel bestaat, of weefsels waarvan de schering van een andere vezelsoort is gemaakt dan de inslag, of inslagbreisels, die uit verschillende soorten garens zijn samengesteld.

Kwantitatieve chemische analyse van mengsels van textielvezels is in de regel gebaseerd op de selectieve oplosbaarheid van de afzonderlijke bestanddelen van het mengsel. Na verwijdering van één bestanddeel wordt het onoplosbare residu gewogen en het aandeel van het oplosbare bestanddeel wordt berekend aan de hand van het gewichtsverlies. In het onderhavige document zijn de gegevens opgenomen voor de analyse met behulp van deze werkwijze, welke gelden voor de in deze bijlage in aanmerking genomen mengsels van vezels, ongeacht hun samenstelling. Dit document moet derhalve worden gebruikt te zamen met die welke de uitvoerige werkwijzen voor bepaalde vezelmengsels bevatten. Aangezien sommige chemische analyses op andere principes dan de selectieve oplosbaarheid gebaseerd kunnen zijn, worden in het overeenkomstige deel volledige gegevens over de te volgen methode verstrekt.

Vezelmengsels welke bij de vervaardiging van textielprodukten worden gebruikt en in mindere mate die welke voorkomen in de eindprodukten, kunnen niet-vezelbestanddelen zoals vetten, was, apprets of in water oplosbare stoffen bevatten, die van natuurlijke oorsprong kunnen zijn dan wel met het oog op de verwerking kunnen zijn toegevoegd. Deze niet-vezelbestanddelen dienen vóór de analyse te worden verwijderd. Daarom wordt ook een voorbehandelingsmethode beschreven waarmede in de meeste gevallen oliën, vetten, was en in water oplosbare stoffen kunnen worden verwijderd.

Bovendien kunnen textielprodukten harsen of andere toegevoegde stoffen bevatten om het textielmateriaal speciale eigenschappen te verlenen. Dergelijke stoffen, met inbegrip van kleurstoffen in uitzonderingsgevallen, kunnen de werking van het reagens op het oplosbare bestanddeel wijzigen en bovendien geheel of gedeeltelijk door deze reagentia worden geëlimineerd. Deze toevoegingen kunnen dus tot fouten aanleiding geven en moeten vóór analyse van het monster worden verwijderd. Ingeval deze verwijdering onmogelijk is, kunnen de in deze bijlage beschreven methoden van kwantitatieve chemische analyse niet worden toegepast.

De kleurstof in geverfde vezels wordt beschouwd als integrerend bestanddeel van de vezel en wordt niet verwijderd.

De analyses worden verricht op basis van het drooggewicht en een werkwijze wordt gegeven om dit te bepalen.

Het resultaat wordt verkregen door op het drooggewicht van elke vezel de reprisepercentages toe te passen als aangegeven in bijlage II van de richtlijn betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake textielbenamingen.

De in het mengsel aanwezige vezels moeten vóór het uitvoeren van de analyse worden geïdentificeerd. Bij sommige chemische methoden kan het onoplosbare bestanddeel van een mengsel gedeeltelijk worden opgelost door het reagens dat wordt gebruikt voor het oplossen van het oplosbare bestanddeel. Zo mogelijk koos men reagentia die slechts een gering of in het geheel geen effect hebben op de onoplosbare vezelbestanddelen. Wanneer men weet dat er bij de analyse gewichtsverlies optreedt, moeten de resultaten dienovereenkomstig worden gecorrigeerd; hiervoor zijn correctiefactoren aangegeven. Deze factoren zijn in verschillende laboratoria bepaald door de bij de voorbehandeling gereinigde vezels met het reagens overeenkomstig de analysemethoden te behandelen. Deze correctiefactoren gelden slechts voor normale vezels, zodat andere correctiefactoren nodig kunnen zijn wanneer de vezels vóór of gedurende de behandeling zijn aangetast. De aangegeven chemische methoden zijn van toepassing op enkelvoudige analyses. Men dient ten minste twee bepalingen op aparte analysemonsters te verrichten, zowel bij scheiding met de hand

als bij scheiding langs chemische weg. In geval van twijfel zal, indien dit technisch mogelijk is, een andere analyse moeten worden verricht volgens een methode waardoor de vezel die bij toepassing van de eerste methode als residu overbleef, wordt opgelost.

I. *Algemene aanwijzingen voor de kwantitatieve chemische analysemethoden van textielvezelmengsels*

Algemene aanwijzingen over de voor de kwantitatieve chemische analyse van mengsels van textielvezels toe te passen methoden.

I.1. *Toepassingsgebied*

Onder „toepassingsgebied" wordt bij elke methode vermeld op welke vezels de betreffende methode van toepassing is.

I.2. *Principe*

Na de bestanddelen van een mengsel te hebben geïdentificeerd, verwijdert men eerst de niet-vezelbestanddelen door een geschikte voorbehandeling en vervolgens een van de twee bestanddelen, in het algemeen door selectieve oplossing (1); men weegt het onoplosbare residu en men berekent het gehalte aan het oplosbaar bestanddeel uit het gewichtsverlies. Behalve indien dit technische moeilijkheden oplevert, geniet het de voorkeur steeds die vezel op te lossen die in de grootste hoeveelheid voorkomt, zodat de vezel die het kleinste aandeel vormt als residu wordt overgehouden.

I.3. *Benodigdheden*

I.3.1. *Apparatuur*

I.3.1.1. Glazen filterkroezen en weegflesjes waarin de kroezen kunnen worden geplaatst, of iedere andere apparatuur die identieke resultaten oplevert.

I.3.1.2. Afzuigkolf.

I.3.1.3. Exsiccator voorzien van gekleurd silicagel als indicator.

I.3.1.4. Droogstoof met ventilatie voor het drogen van de monsters bij 105 ± 3° C.

I.3.1.5. Analysebalans nauwkeurig tot op 0,0002 g.

I.3.1.6. Extractie-apparaat volgens Soxhlet of apparatuur waarmede een identiek resultaat kan worden bereikt.

I.3.2. *Reagentia*

I.3.2.1. Geherdistilleerde petroleumether, kookpunt tussen 40 en 60° C.

I.3.2.2. De overige reagentia als vermeld in de overeenkomstige delen van de methode. Alle gebruikte reagentia moeten chemisch zuiver zijn.

I.3.2.3. Gedistilleerd of gedeïoniseerd water.

I.4. *Conditionerings- en analyseatmosfeer*

Aangezien drooggewichten worden bepaald, is het niet nodig de monsters te conditioneren noch de analyses in een geconditioneerde atmosfeer uit te voeren.

I.5. *Gereduceerd monster*

Men kieze een voor het globale laboratoriummonster representatief gereduceerd monster dat voldoende is om alle nodige analysemonsters van elk minstens 1 g te trekken.

I.6 . *Voorbehandeling van het gereduceerd monster* (2)

Wanneer het monster een element bevat dat buiten beschouwing blijft bij het berekenen der percentages (artikel 12, lid 2, sub d), van de richtlijn „textielbenamingen"), begint

(1) De methode nr. 13 vormt een uitzondering. Zij is gebaseerd op de bepaling van een onderdeel van een van de beide bestanddelen.
(2) Zie 1. bijlage I.

men met het verwijderen daarvan door middel van een geschikte methode die de vezelbestanddelen niet aantast.

Met dit doel worden de niet-vezelbestanddelen die oplosbaar zijn in petroleumether, en water, verwijderd door het aan de lucht gedroogde gereduceerde monster gedurende één uur en met ten minste zes cycli per uur met petroleumether te behandelen in een Soxhletapparaat.

De petroleumether wordt daarna uit het monster verdampt, dat vervolgens met water wordt geëxtraheerd door een behandeling van het monster met water van kamertemperatuur gedurende 1 uur, gevolgd door een behandeling in water van 65 ° ± 5° C, onder af en toe roeren, eveneens gedurende 1 uur, bij een vlotverhouding 1 : 100. Het overtollige water wordt uitgeperst, afgezogen of gecentrifugeerd, waarna het monster aan de lucht wordt gedroogd.

Indien de niet-vezelbestanddelen niet kunnen worden geëxtraheerd met petroleumether en met water, dienen deze te worden verwijderd met behulp van een andere geschikte methode die geen van de vezelbestanddelen ernstig aantast. Er moet evenwel worden opgemerkt dat voor bepaalde ongebleekte natuurlijke plantaardige vezels (bij voorbeeld jute, kokos) de normale voorbehandeling met petroleumether en water niet alle natuurlijke niet-vezelbestanddelen verwijdert; desondanks worden geen extra voorbehandelingen toegepast, wanneer het monster geen niet in petroleumether en water oplosbare apprets bevat.

In de analyserapporten moet een uitvoerige beschrijving worden gegeven van de bij de voorbehandeling gevolgde methoden.

I.7. *Werkwijze*

I.7.1. *Algemene aanwijzingen*

I.7.1.1. *Drogen*

Alle droogbewerkingen worden gedurende ten minste 4 uur en ten hoogste 16 uur op 105 ± 3 °C uitgevoerd in een droogstoof met luchtcirculatie, waarbij de deur gedurende het drogen gesloten blijft. Wanneer korter dan 14 uur wordt gedroogd, moet worden gecontroleerd of het gewicht constant is gebleven, hetgeen bereikt wordt geacht wanneer na een nieuwe droging van 60 minuten een gewichtsverschil van minder dan 0,05 % wordt verkregen.

De filterkroezen, weegglaasjes, analysemonsters en residu's mogen niet met de blote hand worden aangeraakt tijdens het drogen, het afkoelen en het wegen.

De monsters worden gedroogd in een weegflesje met afgenomen stop. Na het drogen wordt het weegflesje afgesloten alvorens het uit de stoof wordt genomen en zo snel mogelijk in de exsiccator gebracht.

De filterkroes wordt, geplaatst in het weegflesje met afgenomen stop, in de stoof gedroogd. Na het drogen wordt het weegflesje afgesloten en zo snel mogelijk in een exsiccator geplaatst.

Bij gebruik van andere apparatuur dan de filterkroes wordt zodanig in de stoof gedroogd dat het drooggewicht der vezels zonder verlies wordt bepaald.

I.7.1.2. *Afkoelen*

Het afkoelen wordt in de exsiccator uitgevoerd die naast de balans is geplaatst en wel gedurende een tijdsduur die voldoende is om de weegflesjes volledig af te koelen; in geen geval mag de afkoelperiode minder dan 2 uur bedragen.

I.7.1.3. *Wegen*

Na het afkoelen wordt het weegflesje binnen twee minuten nadat het uit de exsiccator is genomen, op 0,0002 g nauwkeurig gewogen.

I.7.2. *Werkwijze*

Uit het voorbehandelde monster wordt een analysemonster getrokken van ten minste 1 g. Het garen of het weefsel wordt in stukken ter lengte van ca. 10 mm gesneden, welke zoveel mogelijk uiteengerafeld worden. Het analysemonster in een weegflesje drogen,

afkoelen in een exsiccator en wegen. Het analysemonster wordt in het glazen vaatje als bedoeld in het overeenkomstig gedeelte van de communautaire methode overgebracht, onmiddellijk daarna het weegflesje nog eens wegen en het drooggewicht van het analysemonster berekenen door vaststelling van het verschil. De analyse voltooien als beschreven in het overeenkomstige deel van de toe te passen methode. Dan het residu microscopisch onderzoeken om na te gaan of de oplosbare vezel geheel door de behandeling is verwijderd.

I.8. *Berekening*

Het gewicht van het onoplosbare bestanddeel wordt uitgedrukt als een percentage van het totale gewicht van de vezels in het mengsel. Het percentage van het oplosbare bestanddeel wordt verkregen door aftrekking. De resultaten worden berekend op basis van de gewichten aan zuivere vezels in droge toestand waarop de reprisepercentages zijn toegepast en waarop de benodigde correctiefactoren worden toegepast ten einde rekening te houden met het verlies tijdens de voorbehandelings- en analysebewerkingen.

Deze berekeningen worden uitgevoerd volgens de in punt I.8.2. vermelde formule.

I.8.1. Berekening van het percentage van het gewicht van het onoplosbare bestanddeel in droge en zuivere toestand, waarbij geen rekening wordt gehouden met het verlies aan gewicht van de vezels door de voorbehandeling

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

$P_1$ is het percentage van het droge en zuivere onoplosbare bestanddeel,

m is het drooggewicht van het monster na voorbehandeling,

r is het drooggewicht van het residu,

d is de correctiefactor voor het gewichtsverlies van het onoplosbare bestanddeel in het reagens tijdens de analyse. De overeenkomstige waarden voor „d" worden gegeven in de desbetreffende gedeelten van de tekst voor elke methode.

Vanzelfsprekend zijn deze waarden voor „d" de normale waarden die van toepassing zijn op chemisch niet afgebroken vezels.

I.8.2. Berekening van het percentage van het gewicht van het onoplosbare bestanddeel na toepassing van de conventionele reprisepercentages en van de eventuele correctiefactoren waarbij rekening wordt gehouden met het gewichtsverlies door de voorbehandeling.

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

$P_{1A}$ is het percentage van het onoplosbare bestanddeel waarbij rekening wordt gehouden met het conventionele reprisepercentage en het gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling.

$P_1$ is het percentage van het zuivere en droge onoplosbare bestanddeel berekend volgens de in punt I.8.1. vermelde formule.

$a_1$ is het conventionele reprisepercentage van het onoplosbare bestanddeel (bijlage II van de richtlijn „Textielbenamingen").

$a_2$ is het conventionele reprisepercentage van het oplosbare bestanddeel (bijlage II van de richtlijn „Textielbenamingen").

$b_1$ is het percentageverlies van het oplosbare bestanddeel door de voorbehandeling.

$b_2$ is het percentageverlies van het oplosbare bestanddeel door de voorbehandeling.

Het percentage van het 2e bestanddeel ($P_{2A}$ %) is gelijk aan 100 — $P_{1A}$ %.

Ingeval een speciale voorbehandeling wordt toegepast moet de waarde van $b_1$ en $b_2$ zo mogelijk worden bepaald door elk der samenstellende zuivere vezels de bij de analyse toegepaste voorbehandeling te doen ondergaan. Onder zuivere vezels worden verstaan vezels, ontdaan van alle niet-vezelbestanddelen, met uitzondering van die welke er normaal in aanwezig zijn (hetzij door hun aard, hetzij als gevolg van het gebruikte fabricageprocédé), in de toestand (ongebleekt, gebleekt) waarin zij in het te analyseren artikel voorkomen.

Beschikt men niet over afzonderlijke en zuivere vezelsbestanddelen welke bij de vervaardiging van het te analyseren artikel zijn gebruikt, dan moeten voor $b_1$ en $b_2$ de gemiddelde

waarden worden aangenomen die men verkrijgt uit proeven, uitgevoerd met zuivere vezels welke gelijken op die welke het te analyseren mengsel bevat.

Wordt de gewone uit extractie met petroleumether en water bestaande voorbehandeling toegepast, dan kunnen de correctiefactoren, $b_1$ en $b_2$ meestal worden verwaarloosd, behalve voor ongebleekte katoen, ongebleekt vlas of linnen en ongebleekte hennep, waarbij wordt aangenomen dat het verlies bij de voorbehandeling gelijk is aan 4% en voor polypropeen waarbij wordt aangenomen dat het verlies gelijk is aan 1%.

Voor de andere vezels wordt bij de berekeningen geen rekening gehouden met het verlies bij de voorbehandeling.

II. *Kwantitatieve analysemethode door scheiding met de hand*

II.1. *Toepassingsgebied*

De methode geldt voor textielvezels, ongeacht hun aard, op voorwaarde dat zij niet innig met elkaar gemengd zijn en dat het mogelijk is ze met de hand te scheiden.

II.2. *Principe*

Na identificering van de bestanddelen van het weefsel, worden eerst door een geschikte voorbehandeling de niet-vezelbestanddelen verwijderd en vervolgens worden de vezels met de hand gescheiden; deze daarna laten drogen en wegen om het aandeel van elke vezel in het mengsel te bepalen.

II.3. *Apparatuur*

II.3.1. Weegflesje of elk ander flesje waarmede identieke resultaten worden verkregen.

II.3.2. Exsiccator voorzien van gekleurd silicagel als indicator.

II.3.3. Droogstoof met ventilatie voor het drogen van de monsters bij 105 ± 3 °C.

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

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

II.3.6. Naald

II.3.7. Twistmeter of gelijkwaardig apparaat.

II.4. *Reagentia*

II.4.1. Geherdistilleerde petroleumether, kookpunt tussen 40 en 60 °C.

II.4.2. Gedistilleerd of gedeioniseerd water.

II.5. *Conditionerings- en analyse-atmosfeer*

Zie punt I.4.

II.6. *Gereduceerd monster*

Zie punt I.5.

II.7. *Voorbehandeling van het gereduceerde monster*

Zie punt I.6.

II.8. *Werkwijze voor de analyse*

II.8.1. *Garenanalyse*

Van het voorbehandelde monster wordt een analysemonster van minstens 1 g afgenomen. Bij zeer fijne garens kan de analyse worden verricht met een monster van minstens 30 m, ongeacht het gewicht.

Het garen in stukken van geschikte lengte knippen; de bestanddelen ervan met de naald en zo nodig met behulp van de twistmeter afzonderen. Deze bestanddelen worden in gewogen weegflesjes geplaatst en gedroogd bij 105 ± 3 °C, tot het gewicht constant blijft, overeenkomstig I.7.1. en I.7.2.

II.8.2. *Weefselanalyse*

Van het voorbehandelde monster een analysemonster buiten de zelfkant van minstens 1 g nemen, de randen nauwkeurig afsnijden, zonder rafels, evenwijdig met de schering- of inslagraden of, bij materiaal vervaardigd met naalden, evenwijdig met de steekrijen. De garens van verschillende aard afzonderen en in gewogen weegflesjes plaatsen overeenkomstig de werkwijze beschreven in II.8.1.

II.9. *Berekening*

Het gewicht van elk bestanddeel uitdrukken als percentage van het totale gewicht van de in het mengsel aanwezige vezels. De resultaten berekenen op basis van de gewichten aan zuivere vezels in droge toestand waarop de reprisepercentages zijn toegepast en waarop de vereiste correctiefactoren worden toegepast voor gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling.

II.9.1. Berekening van het percentage zuiver drooggewicht, waarbij geen rekening wordt gehouden met het gewichtsverlies van de vezel door de voorbehandeling:

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

waarin

$P_1$ is het percentage van het 1e droge en zuivere bestanddeel,

$m_1$ is het drooggewicht van het 1e zuivere bestanddeel,

$m_2$ is het drooggewicht van het 2e zuivere bestanddeel.

II.9.2. Berekening van de percentages van elk bestanddeel na toepassing op het drooggewicht van de conventionele reprisepercentages en de eventuele correctiefactoren, waarbij rekening wordt gehouden met het gewichtsverlies tijdens de voorbehandeling : zie I.8.2.

III.1. *Nauwkeurigheid van de methoden.*

De nauwkeurigheid van elke methode staat in verband met de reproduceerbaarheid.

De reproduceerbaarheid is de betrouwbaarheid, d.w.z. de mate van overeenstemming tussen de meetwaarden, verkregen door waarnemers, op verschillende tijden of in verschillende laboratoria werkend, waarvan elk volgens dezelfde methode enkelvoudige meetresultaten verkreeg bij het onderzoek van een identiek en homogeen produkt.

De reproduceerbaarheid wordt uitgedrukt door de betrouwbaarheidsgrenzen van een resultaat bij een betrouwbaarheid van 95 %.

Hieronder wordt verstaan het verschil tussen twee resultaten, dat bij een universum van analyses uitgevoerd in verschillende laboratoria slechts in gemiddeld vijf gevallen op de honderd overschreden zou worden, bij normale en correcte toepassing van de methode op een homogeen, identiek mengsel.

III.2. *Analyserapport*

III.2.1. Aangegeven dient te worden dat de analyse is uitgevoerd overeenkomstig de hier beschreven methode.

III.2.2. Er dienen gedetailleerde gegevens te worden verstrekt over de speciale voorbehandelingen (zie punt I.6.).

III.2.3. De enkelvoudige resultaten en het rekenkundig gemiddelde moeten op een decimaal nauwkeurig worden aangegeven.

## 2. BIJZONDERE METHODEN — SAMENVATTENDE TABEL

| Methode | Toepassingsgebied | | Reagens | Blz. |
|---|---|---|---|---|
| nr. 1 | acetaat | bepaalde andere vezels | aceton | 13 |
| nr. 2 | bepaalde proteïnevezels | bepaalde andere vezels | alcalische natrium-hypochloriet | 14 |
| nr. 3 | viscose, cupro of bepaalde modaltypen | katoen | zinkchloride mierenzuur | 15 |
| nr. 4 | polyamide 6 of 6-6 | bepaalde andere vezels | 80 % mierenzuur | 16 |
| nr. 5 | acetaat | triacetaat | benzylalcohol | 17 |
| nr. 6 | triacetaat | bepaalde andere vezels | dichloormethaan | 18 |
| nr. 7 | bepaalde cellulose-vezels | polyester | 75 % zwavelzuur | 19 |
| nr. 8 | acrylvezels, bepaalde modacrylvezels of bepaalde chloorvezels | bepaalde andere vezels | dimethylformamide | 20 |
| nr. 9 | bepaalde chloorvezels | bepaalde andere vezels | zwavelkoolstof/ aceton 55,5/44,5 | 21 |
| nr. 10 | acetaat | bepaalde chloorvezels | ijsazijn | 22 |
| nr. 11 | zijde | wol of haar | 75 % zwavelzuur | 23 |
| nr. 12 | bepaalde cellulosevezels | wol of haar | 70 % zwavelzuur | 24 |
| nr. 13 | jute | bepaalde andere dierlijke vezels | methode door middel van stikstofbepaling | 26 |

*METHODE Nr. 1*

## ACETAAT EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

**(Methode met behulp van aceton)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. acetaat (17)

met

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), linnen (7), hennep (8), jute (9), abaca (10), alfa (11), kokos (12), brem (13), kenaf (14), ramee (15), sisal (16), cupro (19), modal (20), proteïne (21), viscose (23), acryl (24), polyamide (28) en polyester (29).

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

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acetaatvezels opgelost met behulp van aceton. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge acetaat wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

Erlenmeyers van 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. **Reagens**

Aceton.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemeen gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan:

Per gram van het analysemonster in een erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop, 100 ml aceton toevoegen, schudden, gedurende 30 min. onder af en toe schudden bij kamertemperatuur laten staan en vervolgens de vloeistof decanteren in de gewogen filterkroes.

Deze behandeling nog tweemaal herhalen (drie extracties in totaal), doch telkens slechts gedurende 15 minuten, zodat de behandeling met aceton in totaal een uur duurt. Daarna het residu in de filterkroes overbrengen. Het residu in de filterkroes onder afzuiging wassen met aceton. De filterkroes nogmaals met aceton vullen en zonder afzuigen laten doorlopen.

Tenslotte de filterkroes afzuigen, filterkroes met residu in de droogstoof drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

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

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 2*

## BEPAALDE PROTEÏNEVEZELS EN EEN AANTAL ANDERE VEZELS

**(Methode met behulp van een alkalische natriumhypochlorietoplossing)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. bepaalde proteïnevezels, namelijk: wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), geregenereerde proteïne op basis van caseïne (21);

met

2. katoen (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acryl (24), chloorvezel (25), polyamide (28), polyester (29), polypropeen (31) en glasvezel (38).

Wanneer verschillende proteïnevezels aanwezig zijn, geeft de methode de totale hoeveelheid hiervan, doch niet de afzonderlijke percentages.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de proteïnevezels opgelost met behulp van een alkalische natriumhypochlorietoplossing. Het residu wordt verzameld gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerd gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge proteïne wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

Een bekerglas van minstens 500 ml.

3.2. **Reagentia**

(i) *Een alkalische natriumhypochlorietoplossing*

Dit reagens is een vers bereide oplossing, ongeveer 1 M, die 33 tot 37 g actief chloor per liter bevat, waaraan een voldoende hoeveelheid natriumhydroxyde wordt toegevoegd om een concentratie hiervan van 5 g/l (± 0,5 g/l) te verkrijgen. Voor elke analyse de titer van de oplossing jodometrisch verifiëren.

(ii) *Verdund azijnzuur*

5 ml ijsazijn verdunnen met water tot 1 liter.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan: 100 ml van de alkalische natrium-hypochlorietoplossing bij 1 g van het analysemonster in een bekerglas van 500 ml voegen. Krachtig roeren om het monster goed te bevochtigen, 40 min. bij kamertemperatuur laten staan waarbij met regelmatige tussenpozen wordt geroerd. De inhoud van het bekerglas filtreren door een vooraf gewogen filterkroes en eventueel de nog in het bekerglas achtergebleven vezels met een weinig van een alkalische natriumhypochloriet-oplossing uitspoelen en overbrengen in de kroes. De vloeistof uit de kroes afzuigen en het residu achtereenvolgens wassen met water, verdund azijnzuur en ten slotte nogmaals met water en hierbij telkens de vloeistof afzuigen. Niet afzuigen alvorens de wasvloeistof uit zichzelf is doorgelopen. Ten slotte de resterende vloeistof uit de kroes afzuigen, de kroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d" bedraagt 1,00 behalve voor ongebleekte katoen waarvoor „d" = 1,03.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 3*

## VISCOSE, CUPRO OF BEPAALDE MODALTYPEN EN KATOEN OF VLAS

**(Methode met behulp van mierenzuur en zinkchloride)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. viscose (23) of cupro (19), inclusief bepaalde typen modal (20)

met

2. katoen (5).

Indien de aanwezigheid van een modalvezel wordt vastgesteld, moet door een voorafgaande proef worden geverifieerd of deze vezel in het reagens oplost.

Deze methode geldt niet voor mengsels waarin de katoen chemisch sterk is aangetast en evenmin in de gevallen waarin de viscose of de cupro gedeeltelijk onoplosbaar is geworden door de aanwezigheid van bepaalde reactieve kleurstoffen of van permanente finishes, die niet volledig kunnen worden verwijderd.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de viscose, cupro- of modalvezels opgelost met behulp van een reagens bestaande uit mierenzuur en zinkchloride. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge viscose, cupro of modal wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

(i) Erlenmeyers van minstens 200 ml met ingeslepen stop;

(ii) Apparaat om de erlenmeyers op een temperatuur van 40 ± 2° C te houden.

3.2. **Reagentia**

(i) Een waterige oplossing, die 20 g watervrij zinkcloride en 68 g watervrij mierenzuur per 100 g oplossing bevat;
(d.w.z. 20 gewichtsdelen watervrij zinkchloride op 80 gewichtsdelen mierenzuur van 85 gewichtsprocenten).

(ii) Ammoniumhydroxideoplossing: 20 ml van een geconcentreerde ammoniakoplossing (volumetrische massa: 0,880 g/ml) met water verdunnen tot 1 l.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan: het analysemonster onmiddellijk in de vooraf tot 40° C verwarmde erlenmeyer brengen, 100 ml van de tot 40° C voorverwarmde oplossing van zinkchloride in mierenzuur per g analysemonster toevoegen. De erlenmeyer sluiten en schudden. De erlenmeyer met inhoud gedurende 2½ uur op een temperatuur van 40° C houden en tweemaal schudden met een tussenpoos van één uur. De inhoud van de erlenmeyer filtreren door een vooraf gewogen filterkroes en hierin met behulp van het reagens de eventueel in de erlenmeyer achtergebleven vezels overbrengen. Spoelen met 20 ml reagens. De filterkroes en het residu grondig wassen met behulp van water van 40° C. Vervolgens spoelen met behulp van 100 ml ammoniakoplossing en vervolgens met water tot alle ammoniak is verdwenen. Niet afzuigen alvorens de wasvloeistof uit zichzelf is doorgelopen. Vervolgens de resterende vloeistof door af te zuigen verwijderen, de filterkroes en het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d" voor katoen bedraagt 0,96.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 4*

## POLYAMIDE 6 OF POLYAMIDE 6-6 EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

**(Methode met 80 % mierenzuur)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

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

met:

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), katoen (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acryl (24), chloorvezel (25), polyester (29), polypropeen (31) en glasvezel (38).

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

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de polyamidevezels opgelost met behulp van mierenzuur. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge polyamide 6 of polyamide 6-6 wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. **Reagentia**

(i) Mierenzuur van 80 gewichtsprocenten, dichtheid bij 20° C: 1,186. Vul 880 ml mierenzuur van 90 gewichtsprocenten, dichtheid bij 20° C: 1,204, met water aan tot 1 liter of vul 780 ml mierenzuur van 98—100 gewichtsprocenten bij 20° C: 1,220 aan met water tot 1 liter. De concentratie is niet kritisch tussen 77 en 83 gewichtsprocenten mierenzuur;

(ii) Verdunde ammonia: vul 80 ml geconcentreerde ammonia (dichtheid bij 20° C: 0,880) met water aan tot 1 liter.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemeen gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan: bij het analysemonster wordt in de erlenmeyer van 200 ml mierenzuur per gram analysemonster gevoegd. Sluiten. Schudden om het monster te bevochtigen. Gedurende 15 minuten laten staan bij kamertemperatuur en van tijd tot tijd schudden. De in houd van de erlenmeyer filtreren door een gewogen filterkroes en alle vezels overbrengen in de filterkroes door de erlenmeyer met een weinig mierenzuur uit te spoelen. De filterkroes afzuigen en het residu op het filter achtereenvolgens wassen met mierenzuur, warm water en verdunde ammonia en tenslotte met koud water. Na elke wasbehandeling de filterkroes afzuigen. Niet afzuigen zolang de wasoplossing uit zichzelf doorloopt. Tenslotte de filterkroes afzuigen en te zamen met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

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

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 5*

## ACETAAT EN TRIACETAAT

**(Methode met behulp van benzylalcohol)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

— acetaat (17)

met

— triacetaat (22)

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acetaatvezels opgelost met behulp van benzylalcohol bij 52 ± 2° C. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge acetaat wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

(i) Erlenmeyer van ten minste 200 ml met ingeslepen stop.

(ii) Mechanische schudinrichting.

(iii) Thermostaat of ander apparaat dat de temperatuur van de erlenmeyer op 52 ± 2° C kan houden.

3.2. **Reagens**

(i) Benzylalcohol

(ii) Ethylalcohol

4. WERKWIJZE

De werkwijze, die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan:

Aan het analysemonster in de erlenmeyer, van 200 ml met ingeslepen stop, 100 ml benzylalcohol per gram monster toevoegen. De erlenmeyer sluiten en gedurende 20 minuten bij 52° ± 2° C in een schudmachine schudden.

(Men kan het mechanisch schudden eventueel vervangen door flink schudden met de hand). De vloeistof decanteren in de gewogen filterkroes. Opnieuw een hoeveelheid benzylalcohol in de erlenmeyer brengen en gedurende 20 minuten schudden bij 52 ± 2° C.

Decanteren in de kroes. Deze behandeling nog een derde maal herhalen.

Tenslotte de vloeistof en het residu in de kroes overbrengen; de vezels, die in de erlenmeyer zouden kunnen overblijven, worden overgebracht met behulp van een extra hoeveelheid benzylalcohol van 52 ± 2° C. De kroes volledig afzuigen.

De vezels worden overgebracht in een erlenmeyer en gespoeld met ethylalcohol.

Na schudden met de hand, decanteren in de filterkroes.

Deze spoelbehandeling twee- of driemaal herhalen. Het residu overbrengen in de kroes en volledig afzuigen. De kroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

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

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 6*

## TRIACETAAT EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

**(Methode met behulp van dichloormethaan)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. triacetaat (22)

   met

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acryl (24), polyamide (28), polyester (29) en glasvezel (38).

*Opmerking*

De triacetaatvezels die gedeeltelijk zijn verzeept door een speciale nabehandeling zijn niet meer volledig oplosbaar in het reagens. In dit geval kan de methode niet worden toegepast.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de triacetaatvezels opgelost met behulp van dichloormethaan. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerd gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge triacetaat wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemeen gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. **Reagens**

Dichloormethaan (methyleenchloride)

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemene gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan:

Aan het analysemonster in een erlenmeyer van 200 ml met ingeslepen stop 100 ml dichloormethaan per gram monster toevoegen, sluiten, om de tien minuten schudden om het monster goed te bevochtigen en de erlenmeyer gedurende 30 minuten bij kamertemperatuur laten staan en met regelmatige tussenpozen schudden. De vloeistof decanteren in de vooraf gewogen filterkroes. 60 ml dichloormethaan toevoegen aan het residu in de erlenmeyer, met de hand schudden en de inhoud filtreren door de filterkroes. De resterende vezels overbrengen in de filterkroes door te spoelen met een kleine extra hoeveelheid dichloormethaan. De filterkroes nogmaals vullen met dichloormethaan en de vloeistof laten doorlopen zonder af te zuigen. Tenslotte de overmaat vloeistof afzuigen door middel van een behandeling met kokend water, de kroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d" bedraagt 1,00, behalve voor polyester, waarvoor de waarde van „d" 1.01 bedraagt.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 7*

## BEPAALDE CELLULOSEVEZELS EN POLYESTER

**(Methode met behulp van 75 % zwavelzuur)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. Katoen (5), vlas (7), hennep (8), ramee (15), cupro (19), modal (20), viscose (23),
2. polyester (29)

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de cellulosevezels opgelost met behulp van 75 % zwavelzuur. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge cellulosevezels wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

(i) Erlenmeyer van minstens 500 ml met ingeslepen stop;

(ii) Thermostaat of ander apparaat waarmee de erlenmeyer op een temperatuur van 50 ± 5° C kan worden gehouden.

3.2. **Reagentia**

(i) *75 % zwavelzuur ± 2 gewichtsprocenten:*

Aan te maken door voorzichtig en onder koeling 700 ml zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20° C toe te voegen aan 350 ml gedestilleerd water. Na afkoeling tot kamertemperatuur, het volume aanvullen tot een liter met behulp van water.

(ii) *Oplossing van verdunde ammonia:*

80 ml ammonia met een dichtheid van 0,88 bij 20° C aanvullen met water tot één liter.

4. WERKWIJZE

De werkwijze die in het algemeen gedeelte is aangegeven volgen en als volgt te werk gaan:

Aan het analysemonster in een erlenmeyer van 500 ml met ingeslepen stop, 200 ml van 75 % zwavelzuur per gram monster toevoegen, sluiten en de erlenmeyer voorzichtig schudden om het monster goed te bevochtigen. De erlenmeyer op een temperatuur houden van 50 ± 5° C gedurende één uur en met regelmatige tussenpozen van ongeveer 10 minuten schudden. Onder afzuiging de inhoud van de erlenmeyer filtreren door een vooraf gewogen filterkroes. De overblijvende vezels overbrengen door de erlenmeyer te spoelen met een weinig 75 % zwavelzuur. De filterkroes afzuigen en het residu op het filter spoelen door deze te vullen met vers 75 % zwavelzuur. Pas afzuigen nadat het zuur uit zichzelf is doorgelopen.

Het residu herhaaldelijk wassen met koud water, tweemaal met de verdunde ammonia, vervolgens nogmaals grondig met koud water en na elke spoeling de filterkroes afzuigen. Telkens wachten tot de spoelvloeistof uit zichzelf is doorgelopen alvorens af te zuigen. Tenslotte de laatste overgebleven vloeistof afzuigen, filterkroes met residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

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

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 8*

## ACRYL, BEPAALDE MODACRYL- OF BEPAALDE CHLOORVEZELS EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

**(Methode met behulp van dimethylformamide)**

### 1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. acryl (24) of bepaalde modacrylvezels (27) of bepaalde chloorvezels (25) [1]

met :

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), polyamide (28) en polyester (29).

Zij geldt eveneens voor acryl en bepaalde modacrylvezels die met metaalcomplex-kleurstoffen zijn geverfd, doch zij is niet van toepassing voor dergelijke vezels die zijn geverfd met chromeringskleurstoffen.

### 2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de acrylvezels, modacrylvezels of bepaalde chloorvezels opgelost met behulp van dimethylformamide verhit in een kokend waterbad. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen. Het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel en het percentage droge acryl, modacryl of chloorvezels wordt verkregen door aftrekking.

### 3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemeen gedeelte)

#### 3.1. **Apparatuur**

(i) Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop;

(ii) een kokend waterbad.

#### 3.2. **Reagentia**

Dimethylformamide (kookpunt 153 $\pm$ 1° C) met niet meer dan 0,1 % water.

Daar dit reagens giftig is wordt aanbevolen te werken in een zuurkast.

### 4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte gegeven instructies opvolgen en als volgt te werk gaan:

Aan het analysemonster in een erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop, 80 ml dimethylformamide per gram monster toevoegen, dat vooraf in een kokend waterbad is verwarmd. De stop op de erlenmeyer plaatsen, schudden om het monster goed te bevochtigen en gedurende één uur in een kokend waterbad houden. De erlenmeyer met de inhoud gedurende deze tijd vijfmaal met de hand voorzichtig schudden. De vloeistof decanteren in een vooraf gewogen filterkroes doch de vezels in de erlenmeyer houden. Nogmaals 60 ml dimethylformamide toevoegen en gedurende 30 minuten verwarmen in een kokend waterbad, de erlenmeyer gedurende deze tijd tweemaal voorzichtig met de hand schudden.

De inhoud van de erlenmeyer onder afzuiging filtreren door de filterkroes.

De in de erlenmeyer overgebleven vezels overbrengen in de filterkroes door de erlenmeyer nogmaals met dimethylformamide te spoelen. De overmaat vloeistof afzuigen. Het residu tweemaal met koud water op de volgende wijze wassen: de filterkroes vullen, het water uit zichzelf laten doorlopen, daarna de overmaat vloeistof afzuigen.

Wanneer het residu bestaat uit vezels van polyamide of polyester de filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

---

[1] Alvorens de analyse uit te voeren moet de oplosbaarheid van de modacrylvezels of van de chloorvezels in het reagens worden vastgesteld.

Wanneer het residu bestaat uit geregenereerde of natuurlijke cellulose, zijde of wol, het met behulp van een pincet overbrengen in een erlenmeyer van ten minste 200 ml met ingeslepen stop, 160 ml water toevoegen, gedurende 5 minuten bij kamertemperatuur laten staan en met regelmatige tussenpozen krachtig schudden. Het water decanteren in de filterkroes en deze wasbehandeling nog driemaal herhalen. Na de laatste wassing onder afzuiging de inhoud van de erlenmeyer filtreren door de filterkroes. De overblijvende vezels overbrengen in de filterkroes door de erlenmeyer met water te spoelen. Het water afzuigen, de filterkroes met inhoud drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte.

De waarde „d" bedraagt:

| | |
|---|---|
| zijde: | 1,00 |
| polyamide 6, 6-6 of 11: | 1,01 |
| wol: | 1,01 |
| katoen: | 1,01 |
| cupro, modal, viscose: | 1,01 |
| polyester: | 1,02 |

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

---

*METHODE Nr. 9*

## BEPAALDE CHLOORVEZELS EN BEPAALDE ANDERE VEZELS

**(Methode met behulp van zwavelkoolstof/aceton 55,5/44,5)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. chloorvezels (25), te weten bepaalde polyvinylchloriden, al of niet nagechloreerd [1]

   met

2. wol (1), dierlijk haar (2 en 3), zijde (4), katoen (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acryl (24), polyamide (28), polyester (29), glasvezel (38).

Wanneer het gehalte aan wol of zijde van het mengsel groter is dan 25 % dient methode nr. 2 te worden toegepast. Wanneer het gehalte van het mengsel aan polyamide 6 of 6-6 groter is dan 25 %, dan moet methode nr. 4 worden toegepast.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de chloorvezels opgelost met behulp van een azeotropisch mengsel van zwavelkoolstof en aceton. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerd gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge chloorvezel wordt verkregen door aftrekking.

---

[1] Alvorens de analyse uit te voeren moet worden nagegaan of de chloorvezels oplossen in het reagens.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

(i) Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

(ii) Mechanische schudinrichting.

3.2. **Reagentia**

(i) Azeotropisch mengsel van zwavelkoolstof en aceton (55,5 volumeprocenten zwavelkoolstof en 44,5 volumeprocenten aceton). Daar dit reagens giftig is wordt aanbevolen te werken in een zuurkast.

(ii) Ethylalcohol van 92 volumeprocenten of methylalcohol

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en als volgt te werk gaan:

Aan het analysemonster in een erlenmeyer, van minstens 200 ml met ingeslepen stop ten minste 100 ml van het azeotopisch mengsel per gram monster toevoegen. De erlenmeyer sluiten en bij kamertemperatuur gedurende 20 minuten schudden met behulp van de mechanische schudinrichting of met de hand. De vloeistof decanteren in een gewogen filterkroes. De behandeling herhalen met 100 ml vers oplosmiddel.

Deze werkwijze herhalen totdat een druppel van de extractievloeistof na verdamping op een horlogeglas geen polymeerresidu meer achterlaat. Het residu overbrengen in de filterkroes met behulp van een extra hoeveelheid oplosmiddel, de vloeistof afzuigen en het residu in de filterkroes spoelen met 20 ml alcohol en vervolgens driemaal met water. De spoelvloeistof uit zichzelf laten doorlopen alvorens de overmaat vloeistof af te zuigen. De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

*Opmerking*

De monsters van sommige mengsels met hoog gehalte aan chloorvezels krimpen sterk tijdens de droging, waardoor de verwijdering van de chloorvezel door het oplosmiddel sterk wordt belemmerd. Dit verschijnsel belet evenwel de volledige oplossing van het polyvinylchloride niet.

5. BEREKENING

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

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

---

*METHODE Nr. 10*

## ACETAAT- EN BEPAALDE CHLOORVEZELS

**(Methode met behulp van ijsazijn)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. acetaat (17)

met

2. bepaalde chloorvezels (25): polyvinylchloride, of na-gechloreerde polyvinylchloride.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het monster wordt het secundaire celluloseacetaat opgelost met behulp van ijsazijn. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het eventueel gecorrigeerde gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge acetaat wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

(i) Erlenmeyer van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

(ii) Mechanische schudinrichting.

3.2. **Reagens**

IJsazijn (minstens 99 %).

Daar dit reagens agressief is, moet er voorzichtig mee worden omgegaan.

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en als volgt te werk gaan: aan het analysemonster in de erlenmeyer van 200 ml met ingeslepen stop, 100 ml ijsazijn per gram monster toevoegen. De erlenmeyer sluiten en met behulp van de mechanische schudinrichting gedurende 20 minuten schudden bij kamertemperatuur of schudden met de hand. De vloeistof decanteren in de vooraf gewogen filterkroes. Deze behandeling twee maal herhalen en telkens gebruik maken van 100 ml vers oplosmiddel, zodat in totaal drie extracties worden uitgevoerd. Het residu overbrengen in de filterkroes, de vloeistof afzuigen, het residu in de filterkroes spoelen met 50 ml ijsazijn en vervolgens driemaal met water.

Na elke spoeling de vloeistof laten doorlopen zonder af te zuigen, daarna afzuigen. De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

Het resultaat berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde „d" bedraagt 1,00.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

---

*METHODE Nr. 11*

## ZIJDE EN WOL OF HAAR

**(Methode met behulp van 75 % zwavelzuur)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. zijde (4)

met

2. wol (1) of dierlijk haar (2 en 3)

2. PRINCIPE

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

Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen. Het eventueel gecorrigeerd gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het totale drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge zijde wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

Erlenmeyers van minstens 200 ml met ingeslepen stop.

3.2. **Reagentia**

(i) 75 % Zwavelzuur ± 2 gewichtsprocenten

Bereiden door, onder afkoeling, 700 ml zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20 °C voorzichtig toe te voegen aan 350 ml gedestilleerd water. Na afkoelen tot kamertemperatuur, het volume met water op 1 liter brengen.

(ii) Verdund zwavelzuur: 100 ml geconcentreerd zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20 °C langzaam toevoegen aan 1 900 ml gedestilleerd water.

(iii) Verdunde ammonia: 200 ml geconcentreerde ammonia (dichtheid 0,880 bij 20 °C) verdunnen tot 1000 ml met gedestilleerd water.

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en als volgt te werk gaan:

Aan het analysemonster in een erlenmeyer minstens 200 ml met ingeslepen stop 100 ml 75 % zwavelzuur per gram monster toevoegen en de erlenmeyer sluiten. Goed schudden en gedurende 30 minuten bij kamertemperatuur laten staan. Nogmaals schudden en nogmaals 30 minuten laten staan. Een laatste maal schudden en de inhoud van de erlenmeyer in de vooraf gewogen filterkroes gieten. De eventueel in de erlenmeyer achtergebleven vezels overbrengen in de filterkroes met 75 % zwavelzuur. Het residu in de filterkroes achtereenvolgens wassen met 50 ml verdund zwavelzuur, 50 ml water en 50 ml verdunde ammonia. Telkens de vezels gedurende ongeveer 10 minuten in de vloeistof laten staan alvorens af te zuigen. Tenslotte spoelen met water en de vezels hierin gedurende ongeveer 30 minuten laten staan. De overmaat vloeistof. afzuigen. De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d" bedraagt 0,985 voor wol (1).

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

---

*METHODE Nr. 12*

## BEPAALDE CELLULOSEVEZELS EN WOL OF HAAR

**(Methode met behulp van 70 % zwavelzuur)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

---

(1) Wilde zijde, zoals tussahzijde, wordt niet geheel opgelost met behulp van 75 % zwavelzuur.

1. katoen (5), vlas (7), hennep (8), ramee (15), cupro (19), modal (20), viscose (23)

2. wol (1) of dierlijk haar (2 en 3)

Wanneer het gehalte aan wol hoger ligt dan 25 % verdient het de voorkeur de methode nr. 2 met behulp van een alkalische natriumhypochloriet-oplossing toe te passen.

2. PRINCIPE

Uitgaande van een bekend drooggewicht van het mengsel worden de cellulosevezels opgelost met behulp van 70% zwavelzuur. Het residu wordt verzameld, gewassen, gedroogd en gewogen; het gewicht ervan wordt uitgedrukt in procenten van het drooggewicht van het mengsel. Het percentage droge cellulosevezel wordt verkregen door aftrekking.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

(i) Bekerglas van minstens 300 ml met ingeslepen stop.
(ii) Thermostaat of ander apparaat waarmee de erlenmeyer op een temperatuur van 38 ± 1 °C kan worden gehouden.

3.2. **Reagentia**

(i) 70% Zwavelzuur ± 2 gewichtsprocenten.
Voorzichtig en onder afkoeling 500 ml zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20 °C toevoegen aan 380 ml gedestilleerd water. Na afkoeling tot 20 °C moet dit mengsel een dichtheid hebben van 1,62 bij 20 °C.
(ii) 1 % zwavelzuur.
Voorzichtig 6 ml zwavelzuur met een dichtheid van 1,84 bij 20 °C toevoegen aan 1 liter water.
(iii) Oplossing van 20 g natriumbicarbonaat per liter.
(iv) Ethylalcohol van 96 volumeprocenten.

4. WERKWIJZE

De in het algemene gedeelte verstrekte instructies opvolgen en als volgt te werk gaan:

Bij het analysemonster in een bekerglas van minstens 300 ml, 100 ml kokend 1 % zwavelzuur gieten.

Gedurende 10 minuten onder omroeren met behulp van een roerstaafje aan de kook houden.

De inhoud van het bekerglas, onder afzuigen, filtreren door een vooraf gewogen filterkroes. De achtergebleven vezels overbrengen in de filterkroes door het bekerglas met water na te spoelen, de overmaat vloeistof afzuigen.

De vezels kwantitatief overbrengen in een erlenmeyer van minstens 300 ml. 200 ml 70 % zwavelzuur van 38 ± 1 °C per gram analysemonster toevoegen.

De stop op de erlenmeyer plaatsen en schudden. De erlenmeyer in de thermostaat plaatsen gedurende 15 minuten bij een temperatuur van 38 ± 1 °C en schudden met regelmatige tussenpozen van ongeveer 5 minuten.

De inhoud van de erlenmeyer onder afzuiging filtreren door dezelfde gewogen filterkroes. De overblijvende vezels overbrengen in de filterkroes door de erlenmeyer te spoelen met 70 % zwavelzuur. Afzuigen en het residu op het filter de eerste maal wassen door de kroes te vullen met 70 % vers zwavelzuur. Pas afzuigen nadat het zuur uit zichzelf is doorgelopen. Het residu verschillende malen wassen met koud water, vervolgens met 100 ml van de bicarbonaatoplossing die men uit zichzelf laat doorlopen, grondig wassen met koud water, tenslotte het residu overgieten met een weinig ethylalcohol en afzuigen.

De filterkroes met het residu drogen, afkoelen en wegen.

5. BEREKENING

De resultaten berekenen zoals aangegeven in het algemene gedeelte. De waarde van „d" bedraagt 1,00 voor niet chemisch aangetaste wol en haar. Zij kan voor chemisch aangetaste wol of chemisch aangetast haar hoger liggen.

6. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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

*METHODE Nr. 13*

## JUTE EN BEPAALDE DIERLIJKE VEZELS

**(Methode door middel van stikstofgehaltebepaling)**

1. TOEPASSINGSGEBIED

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

1. jute (9)

met

2. bepaalde dierlijke vezels.

Deze kunnen zijn: haar (2 en 3) of wol (1) of een mengsel van haar en wol. Het is duidelijk dat deze methode geen toepassing vindt op mengsels van textiel die niet-vezelbestanddelen (kleurstoffen, apprets, enz.) op basis van stikstof bevatten.

2. PRINCIPE

Men bepaalt het stikstofgehalte van het mengsel en berekent, uitgaande van dit gegeven en van het bekende gehalte aan stikstof van de twee bestanddelen, de verhouding van de bestanddelen van het mengsel.

3. APPARATUUR EN REAGENTIA (niet vermeld in het algemene gedeelte)

3.1. **Apparatuur**

(i) Kjeldahl-destructiekolf van 200 tot 300 ml.

(ii) Kjeldahl-stoomdestillatietoestel.

(iii) Een maatkolf van 200 ml en twee erlenmeyers van 100 ml. Buret waarmee een nauwkeurigheid van 0,05 ml mogelijk is.

3.2. **Reagentia**

(i) Tolueen

(ii) Methanol

(iii) Zwavelzuur (dichtheid 1,84 bij 20 °C [1])

(iv) Kaliumsulfaat [1]

(v) Seleniumdioxyde [1]

(vi) Oplossing van natriumhydroxyde (400 g/liter)
400 g natriumhydroxyde oplossen in 400 tot 500 ml water en verdunnen met water tot één liter.

(vii) Indicatormengsel, 0,1 g methylrood oplossen in 95 ml ethanol en 5 ml water en deze oplossing vermengen met 0,5 g broomkreselgroen opgelost in 475 ml ethanol en 25 ml water.

(viii) Boorzuuroplossing, 20 g boorzuur oplossen in één liter water.

(ix) Zwavelzuur 0,02 N (gestelde oplossing).

4. VOORBEHANDELING VAN HET GEREDUCEERDE MONSTER

De voorbehandeling beschreven in het algemene gedeelte wordt vervangen door de volgende behandeling:

Het luchtdroge monster in een Soxhletapparaat extraheren met behulp van een mengsel van één deel tolueen en drie delen methanol gedurende vier uur met ten minste vijf hevelingen per uur. Het monster drogen eerst aan de lucht en daarna in een droogstoof van 105 ± 3 °C. Vervolgens het monster extraheren in water (50 ml/g monster) door onder terugvloeikoeling te koken gedurende 30 minuten. Filtreren, het monster terug brengen in de kolf en de extractie herhalen met behulp van hetzelfde volume water. Filtreren, de overmaat aan water verwijderen door uitknijpen, afzuigen of centrifugeren en het monster aan de lucht drogen.

---

[1] Deze reagentia moeten stikstofvrij zijn.

*Opmerking*

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

5. WERKWIJZE

5.1. **Algemene instructies**

De algemene instructies gegeven in het algemene gedeelte, wat betreft het nemen van het monster, het drogen en het wegen, opvolgen.

5.2. **Nadere instructies**

Het analysemonster in een Kjeldahlkolf overbrengen en aan het analysemonster in de destructiekolf, dat ten minste 1 g bedraagt, in deze volgorde toevoegen: 2,5 g kaliumsulfaat, 0,1-0,2 g seleniumdioxyde en 10 ml zwavelzuur (d = 1,84). De kolf eerst zachtjes verwarmen tot volledige afbraak van het materiaal, daarna krachtiger tot de oplossing helder en bijna kleurloos wordt. En hierna nog 15 minuten verwarmen.

De kolf laten afkoelen, de inhoud voorzichtig verdunnen met 10-20 ml water, afkoelen, de inhoud kwantitatief overbrengen in een maatkolf van 200 ml en met water aanvullen tot de merkstreep, waarbij de analyse-oplossing wordt verkregen.

In een erlenmeyer van 100 ml ongeveer 20 ml boorzuuroplossing gieten en deze plaatsen onder de koeler van het Kjehdahldestilleerapparaat op zodanige wijze dat de uitloop juist beneden het oppervlak van de boorzuuroplossing komt. Breng precies 10 ml van de analyse-oplossing in de destillatiekolf, ten minste 5 ml natriumhydroxyde in de trechter brengen, de stop even oplichten en de natriumhydroxyde-oplossing langzaam in de kolf laten vloeien. Indien de analyse-oplossing en de natriumhydroxyde-oplossing neiging vertonen om twee afzonderlijke lagen te vormen, deze vermengen door voorzichtig schudden. De destillatiekolf even verwarmen en stoom in de vloeistof leiden. Ongeveer 20 ml destillaat opvangen, de erlenmeyer lager plaatsen zodat de uitloop van de koeler zich ongeveer 20 mm boven het vloeistof-oppervlak bevindt en nog een minuut langer de destillatie voortzetten. Het uiteinde van de buis spoelen met water en het spoelwater opvangen in de erlenmeyer. Deze wegnemen en vervangen door een tweede erlenmeyer die ongeveer 10 ml boorzuuroplossing bevat en vervolgens ongeveer 10 ml destillaat opvangen.

De twee destillaten afzonderlijk titreren met zwavelzuur van 0,02 N met gebruik van het indicatormengsel. De resultaten voor beide titraties noteren. Indien het verbruik van de tweede titratie groter is dan 0,2 ml, moet de proef herhaald worden en de destillatie opnieuw worden uitgevoerd met een evengrote hoeveelheid van de analyse-oplossing.

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

6. BEREKENING

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

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

A % = percentage stikstof van het gereinigde en droge analysemonster

V = totaal verbruik (ml) van de gestelde zwavelzuuroplossing bij het monster

b = totaal verbruik (ml) van de gestelde zwavelzuuroplossing bij de blancobepaling

N = normaliteit van de gestelde zwavelzuuroplossing en

W = gewicht (g) van het analysemonster in droge toestand.

6.2. Uitgaande van een waarde van 0,22 % voor het stikstofgehalte van jute en van 16,2 % voor dierlijke vezels, welke percentages zijn uitgedrukt ten opzichte van het drooggewicht van het materiaal, wordt de samenstelling van het mengsel met behulp van de volgende formule berekend:

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

PA% = percentage dierlijke vezels in het monster.

7. NAUWKEURIGHEID VAN DE METHODE

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