RECOMMANDATION DE LA COMMISSION

du 6 février 1987

concernant les méthodes d'analyse quantitative pour l'identification des fibres acryliques et modacryliques ainsi que des chlorofibres et des fibres trivinyl

(87/185/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne, et notamment son article 155 deuxième tiret,

considérant que l'annexe I de la directive 71/307/CEE du Conseil, du 26 juillet 1971, concernant le rapprochement des législations des États membres relatives aux dénominations textiles (1), modifiée en dernier lieu par la directive 83/623/CEE (2), et prévoyant l'étiquetage obligatoire des produits textiles, établit la dénomination et la description des fibres textiles ; que les fibres composant ces produits et dont la dénomination est indiquée dans l'étiquette doivent être conformes à cette description ;

considérant que ladite annexe prévoit que les fibres visées sous les numéros 24, 25, 27 et 35 doivent présenter, dans la chaîne, des pourcentages définis d'un motif monomère donné qui constituent le seul critère permettant de les identifier et de les distinguer entre elles, dans certains cas ;

considérant que, lors des contrôles de la conformité des produits textiles à la composition déclarée dans l'étiquette, il peut se révéler nécessaire, pour reconnaître les fibres susmentionnées, de vérifier ces pourcentages ; que, à cette fin, les laboratoires d'analyse doivent pouvoir disposer de méthodes appropriées et autant que possible uniformes pour la détermination quantitative de l'azote et du chlore, composant les motifs monomères desdites fibres ;

considérant qu'il n'est pas toujours possible, dans l'état actuel de la technique, de déterminer les pourcentages en azote ou en chlore inhérents exclusivement auxdits motifs monomères, car la quantité de ces substances ne peut être déterminée que globalement, en tenant compte également de la présence éventuelle dans la fibre de matières tels que les colorants et les additifs, contenant de l'azote ou du chlore ; que, dans ces conditions, des méthodes d'analyse contraignantes ne sauraient pas être établies ;

considérant qu'il est toutefois opportun, afin d'assurer l'indispensable uniformité des résultats des contrôles de conformité des produits textiles effectués dans la Communauté, d'indiquer aux laboratoires des méthodes de détermination quantitative de l'azote et du chlore aussi précises que possible, compte tenu de la technique actuelle, auxquelles ils puissent avoir recours ; que de nombreux essais interlaboratoires effectués dans le cadre de la Commission ont permis d'élaborer de telles méthodes ; qu'il convient donc d'en recommander l'utilisation conformément aux vues exprimées au sein du comité pour le secteur des directives relatives aux dénominations et à l'étiquetage des produits textiles,

A FORMULÉ LA PRÉSENTE RECOMMANDATION :

Article premier

Il est recommandé que les laboratoires effectuant les contrôles de conformité de la composition des produits textiles utilisent, pour l'identification des fibres visées sous les numéros 24, 25, 27 et 35 de l'annexe I de la directive 71/307/CEE, les méthodes d'analyse quantitative figurant dans l'annexe de la présente recommandation.

Article 2

Les États membres informent la Commission des mesures prises en application de la présente recommandation.

Article 3

Les États membres sont destinataires de la présente recommandation.

Fait à Bruxelles, le 6 février 1987.

Par la Commission

Grigoris VARFIS

Membre de la Commission

(1) JO n° L 185 du 16. 8. 1971, p. 16.
(2) JO n° L 353 du 15. 12. 1983, p. 8.

ANNEXE

MÉTHODES RECOMMANDÉES D'ANALYSE QUANTITATIVE POUR L'IDENTIFICATION DES FIBRES ACRYLIQUES ET MODACRYLIQUES AINSI QUE DES CHLOROFIBRES ET FIBRES TRIVINYL

Avertissement

Les méthodes visées aux points A et B ci-dessous permettent de vérifier les pourcentages du motif monomère prescrits pour les fibres acryliques et modacryliques ainsi que pour les chlorofibres et les fibres trivinyl sous les numéros 24 et 27, d'une part, et sous les numéros 25 et 35, d'autre part, de l'annexe I de la directive 71/307/CEE.

Cependant, ces méthodes ne peuvent pas être considérées comme le seul moyen de vérifier la conformité des fibres susmentionnées aux descriptions s'y rapportant. Dans les cas douteux, les résultats obtenus en les appliquant pourront être vérifiés moyennant d'autres techniques appropriées, notamment s'ils se situent à la limite des valeurs caractérisant les types de fibre dont il s'agit.

A. MÉTHODE POUR LA DÉTERMINATION QUANTITATIVE DE L'AZOTE EN VUE DE L'IDENTIFICATION DES FIBRES ACRYLIQUE ET MODACRYLIQUE VISÉES SOUS LES N°s 24 ET 27 DE L'ANNEXE I DE LA DIRECTIVE 71/307/CEE

1. Champ d'application

Cette méthode s'applique, après l'élimination des matières non fibreuses, à l'identification des fibres acryliques et des fibres modacryliques à l'État pur ou séparées d'un mélange.

La méthode n'est applicable que s'il est possible d'éliminer totalement au préalable les matières ajoutées, en particulier les matières azotées. Les matières colorantes doivent, dans ce cas, être considérées comme matières ajoutées en dérogation à la directive 72/276/CEE du Conseil [1] concernant les analyses des mélanges binaires.

2. Principe

On dose la teneur en azote et on calcule, au moyen d'un facteur de conversion, le pourcentage en masse du motif acrylonitrile présent dans la fibre.

3. Appareillage et réactifs

3.1. *Appareillage*

i) Ballon de digestion Kjeldahl de 500 ml.

ii) Appareil à distiller Kjeldahl.

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

3.2. *Réactifs*

Tous les réactifs utilisés doivent être de la qualité « pur pour analyse » et l'eau doit être distillée.

i) Sulfate de potassium anhydre.

ii) Sulfate de cuivre ($CuSo_4$ 5 H_2O).

iii) Acide sulfurique concentré (d = 1,84 à 20 °C).

iv) Acide sulfurique 0,1 N (solution titrée).

v) Solution d'hydroxyde de sodium 400 g/l = dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium dans 400 à 500 ml d'eau et porter à 1 l avec de l'eau.

vi) Solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N (solution titrée).

vii) Solution de phénolphtaléine, comme indicateur.

4. Mode opératoire

En ce qui concerne le prélèvement, le traitement préliminaire, le séchage et la pesée, suivre les instructions fournies au point I « Généralités sur les méthodes d'analyse chimique quantitative des mélanges binaires de fibres textiles » de l'annexe II partie 1 de la directive 72/276/CEE du Conseil.

[1] JO n° L 173 du 31. 7. 1972, p. 1.

Transférer environ 0,5 g de l'échantillon, pesé exactement, à l'état sec, dans le ballon Kjeldahl et ajouter 10 g de sulfate de potassium, 1 g de sulfate de cuivre et 25 ml d'acide sulfurique concentré (densité 1,84). Faire tourner légèrement le ballon pour que toutes les fibres baignent complètement dans l'acide.

Placer le ballon en position inclinée sous une hotte d'aspiration et chauffer lentement et avec précaution sur un bec Bunsen ou un autre appareil de chauffage jusqu'à la destruction des fibres. Augmenter ensuite le chauffage de manière à maintenir la solution en ébullition modérée (environ 350 °C) pendant 30 minutes, c'est-à-dire jusqu'à ce qu'elle devienne presque incolore (limpide).

Laisser refroidir le ballon et diluer le contenu, avec précaution, avec 150 ml d'eau.

Verser environ 100 ml de solution d'acide sulfurique 0,1 N dans un matras conique de 250 ml que l'on place sous le réfrigérant de l'appareil de distillation de manière que l'orifice du tube d'écoulement soit tout juste immergé dans le liquide.

Raccorder le ballon Kjeldahl à l'appareil de distillation et neutraliser lentement et prudemment avec 120 ml de solution d'hydroxyde de sodium (400 g/l).

Chauffer jusqu'à obtenir une ébullition modérée e recueillir au moins 100 ml de distillat afin de récupérer quantitativement toute l'ammoniaque.

À la fin de la distillation, abaisser le matras conique de telle sorte que l'extrémité du tube de réfrigérant se trouve à environ 20 mm au-dessus du niveau du liquide et distiller encore pendant une minute.

Laver l'extrémité du tube à l'eau distillée et recueillir le liquide de lavage dans le matras conique.

Titrer le distillat avec la solution titrée d'hydroxyde de sodium 0,1 N, en utilisant la phénolphaléine comme indicateur.

5. **Calcul et expression des résultats**

Calculer comme suit le pourcentage d'azote dans l'échantillon sec :

$$A\,\% = \frac{14\,(V_1 n_1 - V_2 n_2)}{10\ m}$$

où :

$A\,\%$ = pourcentage d'azote dans l'échantillon sec et pur ;

V_1 = volume en millilitres de la solution d'acide sulfurique 0,1 N ;

n_1 = normalité de la solution d'acide sulfurique ;

V_2 = volume en millilitres de la solution d'hydroxyde de sodium 0,1 N ;

n_2 = normalité de la solution d'hydroxyde de sodium ;

m = masse en grammes de l'éprouvette prétraitée sèche.

Calculer le pourcentage du motif monomère acrylonitrile jusqu'à la première décimale, en utilisant la formule suivante :

motif acrylonitrile % = A % × 3,788.

6. **Précision de la méthode**

Les limites de confiance des résultats concernant le pourcentage d'azote obtenu selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1 pour un seuil de confiance de 95 %.

B. MÉTHODE POUR LA DÉTERMINATION QUANTITATIVE DU CHLORE EN VUE DE L'IDENTIFICATION DES CHLOROFIBRES ET DES FIBRES TRIVINYL VISÉES SOUS LES N^{os} 25 ET 35 DE L'ANNEXE I DE LA DIRECTIVE 71/307/CEE

1. **Champ d'application**

Cette méthode s'applique, après l'élimination des matières non fibreuses, à l'identification des chlorofibres et des fibres trivinyl à l'état pur ou séparées d'un mélange.

La méthode n'est applicable que lorsqu'il est possible d'éliminer totalement au préalable les matières ajoutées, en particulier, les matières chlorées. Les matières colorantes doivent dans ce cas être considérées comme matières ajoutées en dérogation à la directive concernant les analyses des mélanges binaires.

2. **Principe**

Après combustion de l'échantillon dans une atmosphère d'oxygène, on dose la teneur en chlore et on calcule, par des facteurs de conversion, le pourcentage en masse du motif vinyl ou vinylidène chloré présent dans la fibre.

3. **Appareillage et réactifs**

3.1. *Appareillage*

i) Matras de combustion avec collerette, en verre au borosilicate, ou équivalent, de 500 ml environ, fermé par un bouchon rodé en verre au borosilicate sur lequel est soudé un fil de platine de 0,5 — 0,7 mm de diamètre et de 100 mm de long environ (figure 1).

Le matras et le bouchon doivent être dotés d'un dispositif assurant l'étanchéité de ce dernier, de manière à éviter les pertes de gaz pendant la combustion.

(ii) Dispositif pour brûler la matière (l'infrarouge est recommandé).

(iii) Papier filtre à faible teneur en chlore et en cendres.

3.2. *Réactifs*

Tous les réactifs utilisés doivent être de la qualité « pur pour analyse » et l'eau doit être distillée.

i) Solution d'hydroxyde de potassium 0,01 N (solution titrée).

ii) Eau oxygénée à 30 % (m/m).

iii) Oxygène en bouteille.

iv) Acide perchlorique (70 % m/m ; d = 1,67).

v) Solution alcoolique de diphénylcarbazone 0,1 % (m/m).

vi) Solution de mercure (II) perchloré 0,01 N étalonnée au chlorure de sodium étalon pour analyse élémentaire. On prépare la solution en dispersant 1,1 g d'oxyde de mercure (jaune) dans 800 ml d'eau et en ajoutant 1,54 ml d'acide perchlorique à 70 % ; on porte à 1 000 ml et on étalonne avec une solution de chlorure de sodium de titre connu.

4. **Mode opératoire**

En ce qui concerne le prélèvement, le traitement préliminaire, le séchage et la pesée, suivre les instructions contenues au point I « Généralités sur les méthodes d'analyse chimique quantitative des mélanges de fibres textiles » de la directive 72/276/CEE.

Peser exactement environ 30 mg d'échantillon, à l'état sec, que l'on place sur le papier filtre plié (suivant les lignes hachurées de la figure 2) et rouler de bas en haut.

Enrouler, en serrant, le fil de platine appliqué au bouchon autour du papier contenant l'échantillon en dégageant la mèche pour qu'elle sorte librement.

Verser dans le matras de combustion 10 ml d'eau, 20 ml de solution d'hydroxyde de potassium 0,01 N et 3 à 4 gouttes d'eau oxygénée.

Faire passer un courant d'oxygène dans le matras pendant quelques secondes, jusqu'à saturation. Allumer la mèche, fermer immédiatement le matras et assujettir le bouchon.

Laisser refroidir le tout pendant 25 à 30 minutes pendant lesquelles on agitera plusieurs fois le matras énergiquement de manière à accélérer l'absorption des produits de combustion.

Remplir la collerette du matras avec quelques millilitres d'eau distillée, puis enlever le bouchon. Laver le fil de platine et les parois du matras avec 50 à 60 ml d'eau.

Faire bouillir la solution alcaline pendant 3 à 5 minutes, puis acidifier la solution à l'acide perchlorique à 70 % jusqu'à un pH de 3,5 environ.

Ajouter 2 ml de l'indicateur au diphénylcarbazone et titrer avec la solution de mercure perchloré N/100 jusqu'au virage d'incolore à lilas.

Effectuer un titrage à blanc en utilisant les mêmes quantités de réactif et de papier filtre que pour l'exécution de l'essai.

[Le titrage au perchlorate de mercure (II) et à l'indicateur chromatique peut être remplacé par un titrage potentiométrique, au moyen d'une électrode d'argent, avec une solution de nitrate d'argent de titre connu].

5. **Calcul et expression des résultats**

Calculer le pourcentage de chlore dans l'échantillon de fibre sec à l'étude, par la formule :

$$Cl\ \% = \frac{(A-B) \times n \times 35{,}46 \times 100}{m}$$

dans laquelle :

Cl = teneur en chlore en pourcentage dans l'échantillon sec et pur ;

A = millilitres de solution de perchlorate de mercure 0,01 N utilisés pour le titrage de l'échantillon ;

B = millilitres de solution de perchlorate de mercure 0,01 N utilisés pour le titrage de l'essai à blanc ;

n = normalité de la solution de perchlorate de mercure ;

m = masse de l'éprouvette prétraitée sèche, en milligrammes.

Calculer le pourcentage du motif monomère vinyl chloré ou vinylidène chloré jusqu'à la première décimale, suivant une des formules ci-après :

— motif vinyl chloré % = Cl % × 1,762,

— motif vinylidène chloré % = Cl % × 1,367.

6. **Précision de la méthode**

Les limites de confiance des résultats concernant le pourcentage de chlore obtenu par cette méthode ne sont pas supérieures à ± 0,5 pour un seuil de confiance de 95 %.

7. **Précautions**

— Le matras ne doit pas contenir de résidus ou de vapeurs de solvants organiques.

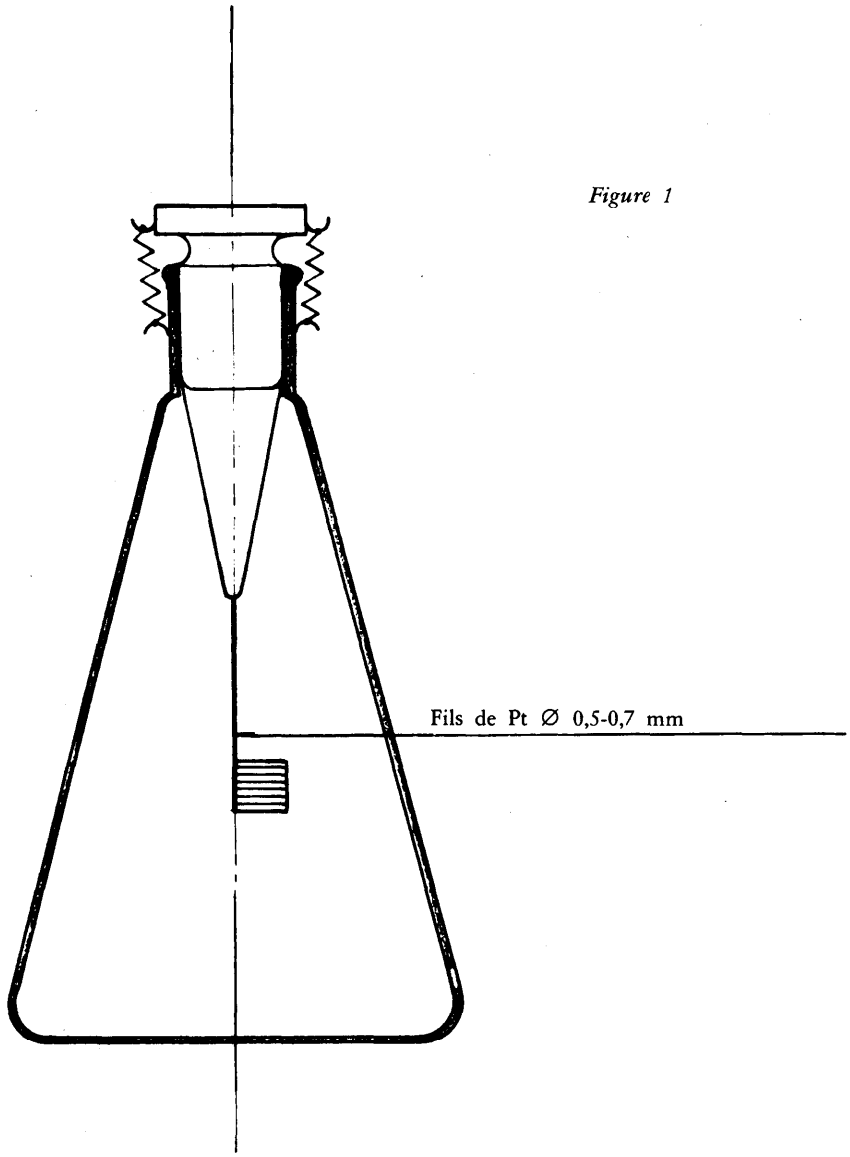
— En cas d'allumage manuel, toutes les précautions voulues doivent être prises pour éviter que l'opérateur ne soit accidenté s'il y a explosion du matras.

— Après avoir enfermé l'échantillon dans le matras, s'assurer de l'herméticité de ce dernier, le premier stade de combustion engendrant une forte pression.

Figure 1

Matras de Schöninger

de 500 ml



Papier filtre

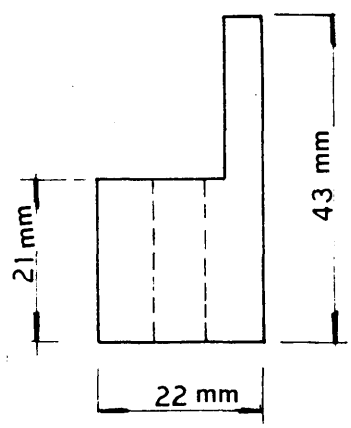


Figure 2