RACCOMANDAZIONE DELLA COMMISSIONE

del 6 febbraio 1987

concernente i metodi di analisi quantitativi per l'identificazione delle fibre acriliche e modacriliche, delle clorofibre e delle triviniliche

(87/185/CEE)

LA COMMISSIONE DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea, in particolare l'articolo 155, secondo trattino,

considerando che l'allegato I della direttiva 71/307/CEE del Consiglio, del 26 luglio 1971, per l'armonizzazione delle legislazioni degli Stati membri relative alle denominazioni del settore tessile [1], modificata da ultimo dalla direttiva 83/623/CEE [2] e che prescrive l'etichettatura obbligatoria dei prodotti tessili, stabilisce la denominazione e la descrizione delle fibre tessili ; che se le fibre che compongono detti prodotti e la cui denominazione figura nell'etichetta debbono essere conformi a tale descrizione ;

considerando che tale allegato prevede che le fibre di cui ai nn. 24, 25, 27 e 35 devono presentare nella catena determinate percentuali di un dato motivo monomerico, le quali costituiscono l'unico criterio atto ad identificarle e, in taluni casi, a distinguerle tra loro ;

considerando che, in occasione dei controlli della conformità dei prodotti tessili alla composizione dichiarata nell'etichetta, può risultare necessario verificare dette percentuali per riconoscere le fibre di cui sopra ; che a tal fine i laboratori di analisi devono poter disporre di metodi adeguati e per quanto possibile uniformi per la determinazione quantitativa dell'azoto e del cloro, che compongono i motivi monomerici di dette fibre ;

considerando che, allo stato attuale della tecnica, non è sempre possibile determinare le percentuali di azoto o di cloro inerenti esclusivamente ai suddetti motivi monomerici, poiché la quantità di tali sostanze può essere determinata solo globalmente, tenendo anche conto dell'eventuale presenza nella fibra di coloranti e additivi contenenti azoto e cloro ; che in tali condizioni non sarebbe possibile stabilire metodi di analisi obbligatori ;

considerando che è tuttavia opportuno, al fine di assicurare l'indispensabile uniformità dei risultati dei controlli di conformità dei prodotti tessili effettuati nella Comunità, indicare ai laboratori dei metodi quanto più precisi possibile, tenuto conto della tecnica attuale, per la determinazione quantitativa dell'azoto e del cloro, ai quali l'analista possa ricorrere ; che numerose prove interlaboratorio effettuate nell'ambito della Commissione hanno permesso di elaborare detti metodi ; che è quindi opportuno raccomandarne l'impiego in conformità degli orientamenti emersi in seno al comitato per il settore delle direttive relative alle denominazioni e all'etichettatura dei prodotti tessili,

HA FORMULATO LA PRESENTE RACCOMANDAZIONE :

Articolo 1

Si raccomanda che laboratori che effettuano i controlli di conformità della composizione dei prodotti tessili impieghino, per l'identificazione delle fibre di cui ai nn. 24, 25, 27 e 35 dell'allegato I della direttiva 71/307/CEE, i metodi di analisi quantitativa che figurano nell'allegato della presente raccomandazione.

Articolo 2

Gli Stati membri comunicano alla Commissione le misure adottate in applicazione della presente raccomandazione.

Articolo 3

Gli Stati membri sono destinatari della presente raccomandazione.

Fatto a Bruxelles, il 6 febbraio 1987.

Per la Commissione

Grigoris VARFIS

Membro della Commissione

---

[1] GU n. L 185 del 16. 8. 1971, pag. 16.
[2] GU n. L 353 del 15. 12. 1983, pag. 8.

ALLEGATO

METODI RACCOMANDATI DI ANALISI QUANTITATIVA PER L'IDENTIFICAZIONE DELLE FIBRE ACRILICHE E MODACRILICHE, DELLE CLOROFIBRE E DELLE FIBRE TRIVINILICHE

Avvertenza

I metodi di cui ai punti A e B permettono di verificare le percentuali del motivo monomerico prescritte per le fibre acriliche e modacriliche, per le clorofibre e le fibre triviniliche ai nn. 24, 25, 27 e 35 dell'allegato I della direttiva 71/307/CEE.

Tali metodi non possono tuttavia essere considerati come il solo mezzo per verificare la conformità delle fibre in questione alle rispettive definizioni. Nei casi dubbi, i risultati ottenuti applicando questi metodi potranno essere controllati mediante altre tecniche adeguate, in particolare quando essi si situano al limite dei valori caratterizzanti i tipi di fibra in oggetto.

A. METODO DI DETERMINAZIONE QUANTITATIVA DELL'AZOTO PER L'IDENTIFICAZIONE DELLE FIBRE ACRILICHE E MODACRILICHE DI CUI AI NN. 24 E 27 DELL'ALLEGATO I DELLA DIRETTIVA 71/307/CEE

1. Campo di applicazione

Questo metodo si applica, dopo l'eliminazione delle materie non fibrose, al riconoscimento qualitativo delle fibre acriliche o delle fibre modacriliche quando sono allo stato puro o sono state separate da una mischia.

Il metodo è applicabile solo qualora sia possibile eliminare totalmente e preliminarmente le materie aggiunte, in particolare quelle azotate : le materie coloranti debbono in questo caso essere considerate come materie aggiunte in deroga alla direttiva sulle analisi delle miste binarie (direttiva 72/276/CEE del Consiglio) (1).

2. Principio

Si determina il contenuto in azoto e si calcola, mediante un fattore di conversione, la percentuale in massa del motivo acrilonitrilico presente nella fibra.

3. Apparecchiatura e reattivi

3.1. *Apparecchiatura*

(i) Pallone di digestione Kjeldahl di 500 ml ;

(ii) Apparecchio di distillazione Kjeldahl ;

(iii) Apparecchio di titolazione che permette una precisione di 0,05ml.

3.2. *Reattivi*

Tutti i reattivi impiegati devono essere puri per analisi e l'acqua deve essere distillata.

(i) Potassio solfato anidro ;

(ii) Rame solfato ($CuSo_4 \cdot 5\ H_2O$) ;

(iii) Acido solforico concentrato (d = 1,84 a 20 °C) ;

(iv) Acido solforico 0,1 N (soluzione titolata) ;

(v) Soluzione di sodio idrato 400 g/l : sciogliere 400 g di idrossido di sodio in 400-500 ml di acqua e portare ad 1 l con acqua ;

(vi) Soluzione di sodio idrato 0,1 N (soluzione titolata) ;

(vii) Soluzione di fenolftaleina, come indicatore.

4. Procedimento di analisi

Per quanto riguarda il prelevamento, il trattamento preliminare, l'essiccamento e la pesata seguire le istruzioni riportate nel punto I « Generalità sui metodi di analisi chimica quantitativa delle mischie binarie di fibre tessili » della direttiva 72/276/CEE.

(1) GU n. L 173 del 31. 7. 1972.

Trasferire circa 0,5 g della provetta secca, esattamente pesata, nel pallone Kjeldhal e aggiungere 10 g di potassio solfato, 1 g di rame solfato e 25 ml di acido solforico concentrato (densità 1,84). Ruotare leggermente il pallone fino a quando tutte le fibre sono bagnate completamente dall'acido.

Fissare il pallone in posizione inclinata sotto una cappa d'aspirazione e riscaldare lentamente e con cautela su un becco Bunsen o altra apparecchiatura di riscaldamento sino a distruzione delle fibre. Aumentare quindi il riscaldamento in modo da mantenere la soluzione moderatamente in ebollizione (circa 350 °C) per 30 minuti, cioè fino a quando la soluzione non diventi quasi incolore (limpida).

Lasciare raffreddare il pallone e diluire con precauzione il contenuto con 150 ml di acqua.

Versare circa 100 ml di soluzione di acido solforico 0,1 N in un matraccio conico da 250 ml che viene posto sotto il refrigerante dell'apparecchio di distillazione facendo in modo che l'orifizio di scarico peschi nella prossimità immediata della superficie del liquido.

Raccordare il pallone Kjeldahl all'apparecchio di distillazione e neutralizzare lentamente e con cautela con 120 ml di soluzione di sodio idrato (400 g/l).

Riscaldare fino a moderata ebollizione e raccogliere almeno 100 ml di distillato per recuperare quantitativamente tutta l'ammoniaca.

Alla fine della distillazione abbassare il matraccio conico in modo che l'estremità del tubo del refrigerante si trovi a circa 20 mm sopra il livello del liquido e distillare ancora per 1 minuto.

Lavare l'estremità del tubo con acqua distillata raccogliendo il liquido di lavaggio nel matraccio conico.

Titolare il distillato con la soluzione titolata di sodio idrato 0,1 N, usando la fenolftaleina come indicatore.

5. **Calcolo ed espressione dei risultati**

Calcolare la percentuale di azoto della provetta, considerata al secco, come segue :

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

dove :

$A\,\%$ = percentuale di azoto nella provetta secca o purgata ;

V_1 = volume in millilitri della soluzione di acido solforico 0,1 N ;

n_1 = normalità della soluzione di acido solforico ;

V_2 = volume in millilitri della soluzione di sodio idrato 0,1 N ;

n_2 = normalità della soluzione di sodio idrato ;

m = massa della provetta, purgata ed essiccata, in grammi.

Calcolare la percentuale del motivo monomerico acrilonitrilico, con l'approssimazione alla prima cifra decimale, con la formula :

motivo acrilonitrilico % = A % × 3,788.

6. **Precisione del metodo**

I limiti di confidenza dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 1 per un livello di confidenza del 95 %.

B. METODO DI DETERMINAZIONE QUANTITATIVA DEL CLORO PER L'IDENTIFICAZIONE DELLE CLOROFIBRE E DELLE FIBRE TRIVINILICHE DI CUI AI NUMERI 25 E 35 DELL'ALLEGATO I DELLA DIRETTIVA 71/307/CEE

1. **Campo di applicazione**

Questo metodo si applica, dopo l'eliminazione delle materie non fibrose, per l'identificazione delle clorofibre e delle fibre triviniliche quando sono allo stato puro o quando sono state separate da una miscela.

Il metodo è applicabile solo qualora sia possibile eliminare totalmente e preliminarmente le materie aggiunte, in particolare quelle contenenti cloro. In questo caso le materie coloranti devono essere considerate come materie aggiunte in deroga alla direttiva sulle analisi delle miscele binarie.

2. **Principio**

Dopo combustione della provetta in atmosfera d'ossigeno, si determina il tenore di cloro e si calcola, mediante fattori di conversione, la percentuale in massa del motivo vinilico o vinilidenico clorurato al presente nella fibra.

3. **Apparecchiatura e reattivi**

3.1. *Apparecchiatura*

(i) Beuta di combustione a collo stretto in vetro borosilicato o simile da circa 500 ml completo di tappo smerigliato in vetro al borosilicato sul quale è saldato un filo di platino del diametro di 0,5-0,7 mm e della lunghezza di circa 100 mm (figura 1).

La beuta ed il tappo devono essere muniti di un dispositivo che assicura la tenuta della chiusura in modo da evitare perdite di gas durante la combustione.

(ii) Dispositivo per bruciare il materiale (si raccomanda l'infrarosso).

(iii) Carta da filtro a basso contenuto in cloro e ceneri.

3.2. *Reattivi*

Tutti i reattivi impiegati devono essere « puri per analisi » e l'acqua deve essere distillata.

(i) Potassio idrato 0,01 N (soluzione titolata);

(ii) Acqua ossigenata al 30 % (m/m);

(iii) Ossigeno in bombola;

(iv) Acido perclorico (70 % m/m; d = 1,67);

(vi) Soluzione di mercurio (II) perclorato 0,01 N standardizzata con sodio cloruro standard primario. La soluzione si prepara disperdendo sotto agitazione 1,1 g di mercurio ossido (giallo) in 800 ml di acqua ed addizionando 1,54 ml di acido perclorico 70 % ; si porta a volume di 1 000 ml e si standardizza con soluzione a titolo noto di sodio cloruro.

4. **Procedimento di analisi**

Per quanto riguarda il prelevamento, il trattamento preliminare, l'essiccamento e la pesata, seguire le istruzioni riportate nel punto I « Generalità sui metodi di analisi chimica quantitativa delle mischie binarie di fibre tessili » della direttiva 72/276/CEE.

Pesare esattamente una provetta di circa 30 mg considerati al secco, e posarla sulla carta da filtro che è piegata (secondo le linee tratteggiate della figura 2) e arrotolata dal basso verso l'alto.

Con il filo di platino applicato al tappo avvolgere stretto il pacchetto di carta contenente la provetta facendo in modo che la linguella di accensione esca liberamente.

Versare nella beuta di combustione 10 ml di acqua, 20 ml di soluzione di potassio idrato 0,01 N e 3-4 gocce di acqua ossigenata.

Fare passare per alcuni secondi nella beuta ossigeno fino a saturarla. Accendere la linguella, chiudere immediatamente la beuta, ed assicurare il tappo.

Lasciare raffreddare il tutto per 25-30 minuti agitando energicamente più volte la beuta, in modo da accelerare l'assorbimento dei prodotti di combustione.

Riempire il collo della beuta con qualche millilitro di acqua sistillata e togliere quindi il tappo. Lavare il filo di platino e le pareti con 50-60 ml di acqua.

Fare bollire per 3-5 minuti la soluzione alcalina ed acidificarla fino a pH 3,5 circa con acido perclorico al 70 %.

Aggiungere 2 ml dell'indicatore al difenilcarbazone e titolare con soluzione di mercurio perclorato 0,01 N fino al viraggio da incolore a lilla.

Eseguire una titolazione in bianco usando le stesse quantità di reagente e di carta da filtro utilizzati per l'esecuzione della prova.

(In luogo della titolazione con mercurio (II) perclorato ed indicatore cromatico, si può procedere alla titolazione potenziometrica, a mezzo di un elettrodo d'argento, con soluzione a titolo noto di nitrato di argento).

5. **Calcolo ed espressione dei risultati**

Calcolare la percentuale di cloro nel campione di fibra in esame, considerata al secco, come segue :

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

dove :

Cl = percentuale di cloro nella provetta secca e pura ;

A = soluzione di mercurio perclorato 0,01 N consumata nella titolazione della provetta, in millilitri ;

B = soluzione di mercurio perclorato 0,01 N consumata nella titolazione della prova in bianco, in mililitri ;

n = normalità della soluzione di mercurio perclorato ;

m = massa della provetta, purgata ed essiccata, in milligrammi.

Calcolare la percentuale del motivo monomerico vinilico clorurato o vinilidenico clorurato, con l'approssimazione alla prima cifra decimale, con una delle seguenti formule :

— motivo vinilico clorurato % = Cl % × 1,762,

— motivo vinilidenico clorurato % = Cl % × 1,367.

6. **Precisione del metodo**

I limiti di confidenza dei risultati della percentuale di cloro ottenuti con questo metodo non superano ± 0,5, per un livello di confidenza del 95 %.

7. **Precauzioni**

— La beuta di combustione non deve contenere residui o vapori di solventi organici.

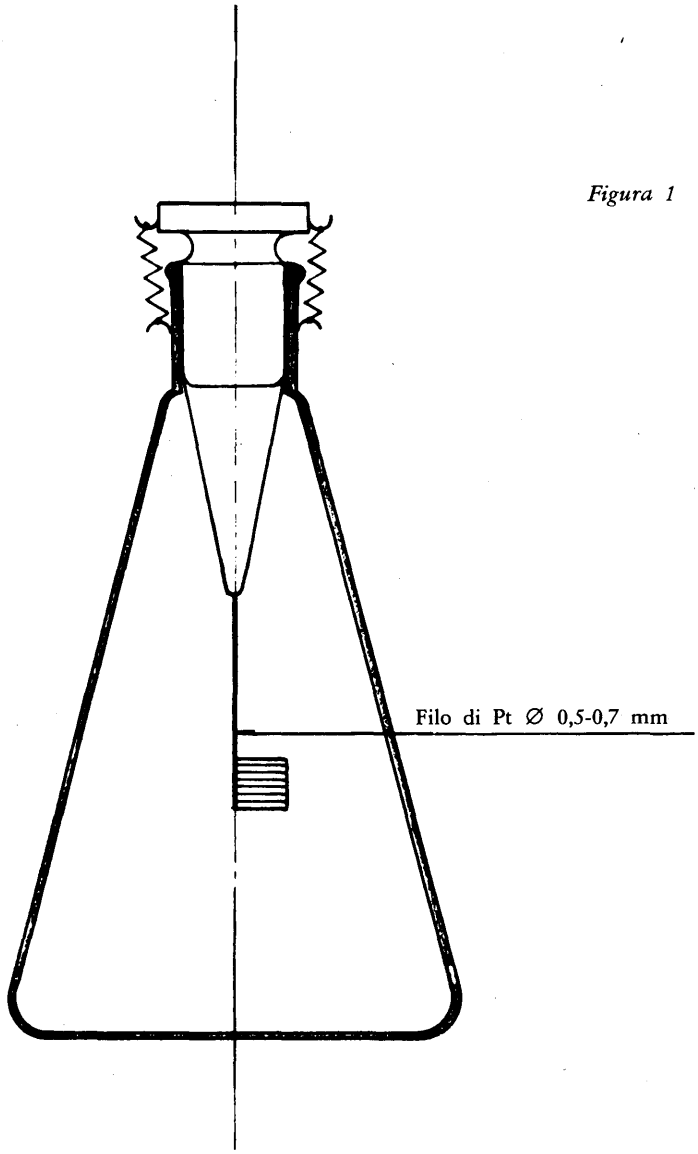
— Utilizzando l'innesco manuale devono essere prese opportune precauzioni per evitare incidenti all'operatore nel caso di una eventuale esplosione della beuta.

— Assicurarsi, dopo aver chiuso la provetta nella beuta, della perfetta tenuta della stessa, in quanto il primo stadio di combustione produce una elevata pressione.

Figura 1

Beuta di Schöninger

da 500 ml



Carta da filtro

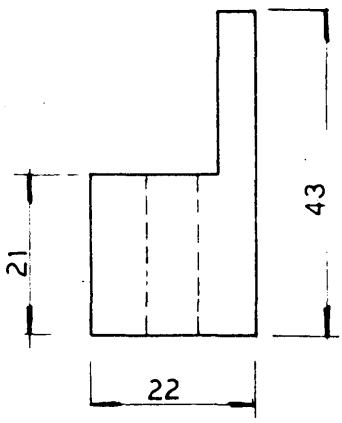


Figura 2