AANBEVELING VAN DE COMMISSIE

van 6 februari 1987

betreffende de kwantitatieve analysemethoden voor de identificatie van acrylvezels en modacrylvezels, alsmede van chloorvezels en trivinylvezels

(87/185/EEG)

DE COMMISSIE VAN DE EUROPESE GEMEENSCHAPPEN,

Gelet op het Verdrag tot oprichting van de Europese Economische Gemeenschap, inzonderheid op artikel 155, tweede streepje,

Overwegende dat in bijlage I van Richtlijn 71/307/EEG van de Raad van 26 juli 1971 betreffende de onderlinge aanpassing van de wetgevingen der Lid-Staten inzake textielbenamingen (1), laatstelijk gewijzigd bij Richtlijn 83/623/EEG (2), waarin de verplichte etikettering van textielprodukten wordt geregeld, de benaming en de omschrijving van textielprodukten zijn vastgesteld ; dat de vezels waaruit deze produkten zijn samengesteld en waarvan de benaming op het etiket is aangegeven moeten voldoen aan deze beschrijving ;

Overwegende dat in genoemde bijlage is bepaald, dat de onder de nummers 24, 25, 27 en 35 genoemde vezels in de keten vastgestelde percentages van een gegeven monomeer moeten bevatten, welke percentages het enige criterium vormen voor de identificatie van en in bepaalde gevallen voor het onderscheid tussen deze vezels ;

Overwegende dat het, bij het controleren of de textielprodukten voldoen aan de op het etiket vermelde samenstelling, nodig kan blijken voor het herkennen van bovengenoemde vezels deze percentages te verifiëren ; dat de analyselaboratoria daartoe moeten kunnen beschikken over geschikte en zoveel mogelijk uniforme methoden voor de kwantitatieve bepaling van stikstof en chloor die bestanddelen vormen van de monomeren van genoemde chemische vezels ;

Overwegende dat het bij de huidige stand van de techniek niet altijd mogelijk is de percentages stikstof of chloor die uitsluitend het gevolg zijn van de aanwezigheid van de genoemde monomeren te bepalen, omdat de hoeveelheid van deze elementen slechts bij benadering kan worden vastgesteld, aangezien in de vezel bijvoorbeeld ook kleurstoffen en additieven aanwezig kunnen zijn die stikstof of chloor bevatten ; dat er onder deze omstandigheden geen dwingende analysemethoden kunnen worden vastgesteld ;

Overwegende dat het niettemin gewenst is, ten einde de noodzakelijke gelijkvormigheid van de resultaten van in de Gemeenschap uitgevoerde controles op textielprodukten te waarborgen, de analyselaboratoria volgens de stand van de techniek zo nauwkeurig mogelijke methoden voor de kwantitatieve bepaling van stikstof en chloor te verschaffen, waarvan zij gebruik kunnen maken ; dat dergelijke methoden dank zij een groot aantal onder auspiciën van de Commissie uitgevoerde rondzendonderzoeken konden worden ontwikkeld ; dat de toepassing hiervan derhalve dient te worden aanbevolen overeenkomstig de inzichten die tot uitdrukking zijn gebracht binnen het Comité voor de sector richtlijnen met betrekking tot de benamingen en de etikettering van textielprodukten,

DOET DE VOLGENDE AANBEVELING :

Artikel 1

Aanbevolen wordt dat de laboratoria die de controles op de samenstelling van textielprodukten uitvoeren voor de identificatie van de onder de nummers 24, 25, 27 en 35 in bijlage I van Richtlijn 71/307/EEG genoemde vezels, de kwantitatieve analysemethoden gebruiken die zijn opgenomen in de bijlage van deze aanbeveling.

Artikel 2

De Lid-Staten stellen de Commissie op de hoogte van de maatregelen die zij uit hoofde van deze aanbeveling treffen.

Artikel 3

Deze aanbeveling is gericht tot de Lid-Staten.

Gedaan te Brussel, 6 februari 1987.

Voor de Commissie
Grigoris VARFIS
Lid van de Commissie

(1) PB nr. L 185 van 16. 8. 1971, blz. 16.
(2) PB nr. L 353 van 15. 12. 1983, blz. 8.

BIJLAGE

AANBEVOLEN KWANTITATIEVE ANALYSEMETHODEN VOOR DE IDENTIFICATIE VAN ACRYLVEZELS EN MODACRYLVEZELS ALSMEDE VAN CHLOORVEZELS EN TRIVINYLVEZELS

Waarschuwing

Met behulp van de hieronder bij de punten A en B beschreven methoden is het mogelijk de monomeerpercentages te controleren die voor acrylvezels en modacrylvezels alsmede voor chloorvezels en trivinylvezels in bijlage I bij Richtlijn 71/307/EEG zijn voorgeschreven onder de nummers 24 en 27, enerzijds, en de nummers 25 en 35, anderzijds.

Deze methoden kunnen echter niet worden beschouwd als het enige middel om na te gaan of bovengenoemde vezels overeenkomen met de daarop betrekking hebbende beschrijvingen. In twijfelgevallen kunnen de door toepassing van deze methoden verkregen resultaten worden geverifieerd met behulp van andere daarvoor geschikte technieken, met name als de resultaten in de buurt liggen van de grenswaarden voor de karakterisering van deze vezeltypen.

A. METHODE VOOR DE KWANTITATIEVE BEPALING VAN STIKSTOF VOOR DE IDENTIFICATIE VAN ACRYLVEZELS EN MODACRYLVEZELS DIE ONDER DE NUMMERS 24 EN 27 WORDEN GENOEMD IN BIJLAGE I BIJ RICHTLIJN 71/307/EEG

1. Toepassingsgebied

Deze methode kan worden toegepast voor het onderscheiden van zuivere of uit een mengsel afgescheiden acrylvezel en modacrylvezel, waarbij alle niet-vezelbestanddelen vooraf zijn verwijderd.

De methode is alleen bruikbaar wanneer de toegevoegde stoffen vooraf volledig kunnen worden verwijderd, met name de stikstofhoudende toegevoegde stoffen ; kleurstoffen zijn hierbij eveneens als toegevoegde stoffen te beschouwen, waarbij een uitzondering wordt gemaakt op Richtlijn 72/276/EEG van de Raad [1] betreffende de analyse van binaire mengsels.

2. Principe

Het stikstofgehalte wordt bepaald en met behulp van een omrekeningsfactor wordt het massapercentage acrylonitril in de vezel berekend.

3. Apparatuur en reagentia

3.1. *Apparatuur*

i) Kjeldahl-kolf, 500 ml.

ii) Kjeldahl-destillatieapparaat.

iii) Titreerapparaat met een nauwkeurigheid van 0,05 ml.

3.2. *Reagentia*

Alle reagentia dienen van p.a.-kwaliteit te zijn en er wordt alleen van gedestilleerd water gebruik gemaakt.

i) Kaliumsulfaat, watervrij.

ii) Kopersulfaat ($CuSO_4 \cdot 5\ H_2O$).

iii) Geconcentreerd zwavelzuur (d = 1,84 bij 20 °C).

iv) Zwavelzuur 0,1 N (gestelde oplossing).

v) Natriumhydroxide-oplossing, 400 g/l = 400 g natriumhydroxide opgelost in 400 tot 500 ml water en met water tot 1 l aangevuld.

vi) Natriumhydroxide-oplossing 0,1 N (gestelde oplossing).

vii) Fenolftaleïne-oplossing (indicator).

4. Werkwijze

Voor de monsterneming, de voorbehandeling, het drogen en het wegen wordt verwezen naar de „Algemene aanwijzingen voor de kwantitatieve chemische analysemethoden van binaire textielvezelmengsels" onder punt I van bijlage II.1 van Richtlijn 72/276/EEG.

[1] PB nr. L 173 van 31. 7. 1972.

Ongeveer 0,5 g nauwkeurig afgewogen gedroogd vezelmateriaal wordt overgebracht in de Kjeldahl-kolf en hieraan wordt 10 g kaliumsulfaat, 1 g kopersulfaat en 25 ml geconcentreerd zwavelzuur (dichtheid 1,84) toegevoegd. De kolf wordt enige malen heen en weer bewogen zodat alle vezels volledig ondergedompeld zijn.

De kolf wordt in een zuurkast schuin opgesteld en langzaam en voorzichtig met een bunsenbrander of een ander verwarmingstoestel verwarmd totdat alle vezels zijn opgelost. Vervolgens wordt de oplossing verder verhit en ongeveer 30 minuten aan de kook gehouden (ongeveer 350 °C), waarna deze helder en bijna kleurloos moet zijn geworden.

Na afkoeling wordt de inhoud van de kolf zorgvuldig verdund met 150 ml water.

In een erlenmeyer van 250 ml wordt 100 ml 0,1 N zwavelzuur gebracht en deze opvangkolf wordt zodanig onder de koeler van het destillatieapparaat geplaatst dat het uiteinde daarvan zich net onder het vloeistofoppervlak bevindt.

De Kjeldahl-kolf wordt aan het destillatieapparaat aangesloten en de inhoud wordt langzaam en voorzichtig met 120 ml natriumhydroxide-oplossing van 400 g/l geneutraliseerd.

De vloeistof in de destillatiekolf wordt aan de kook gebracht. Om de ammoniak kwantitatief over te brengen moet ten minste 100 ml destillaat worden opgevangen.

De opvangkolf wordt nu zover omlaag gebracht dat het uiteinde van de koelbuis zich ongeveer 20 mm boven het vloeistofoppervlak bevindt, waarna nog 1 minuut wordt gedestilleerd.

Het uiteinde van de buis wordt met gedestilleerd water nagespoeld en de spoelvloeistof wordt bij het opgevangen destillaat gevoegd.

Het destillaat wordt getitreerd met de gestelde natriumhydroxide-oplossing van 0,1 N met fenolftaleïne als indicator.

5. **Berekening**

Het percentage stikstof in het droge monster wordt als volgt berekend :

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

waarin :

$A\,\%$ = percentage stikstof in het droge zuivere monster ;

V_1 = aantal milliliter verbruikte zwavelzuuroplossing 0,1 N ;

n_1 = normaliteit van de zwavelzuuroplossing ;

V_2 = aantal milliliter verbruikte natriumhydroxide-oplossing 0,1 N ;

n_2 = normaliteit van de natriumhydroxide-oplossing ;

m = massa van het voorbehandelde en gedroogde monster in gram.

Het percentage acrylonitril-monomeer wordt berekend volgens de onderstaande formule en op 1 decimaal afgerond :

acrylonitrilgroepen % = A % × 3,788.

6. **Nauwkeurigheid van de methode**

De betrouwbaarheidsgrenzen voor het stikstofgehalte van de volgens deze methode verkregen resultaten zijn niet groter dan ± 1 bij een betrouwbaarheid van 95 %.

B. METHODE VOOR DE KWANTITATIEVE BEPALING VAN CHLOOR VOOR DE IDENTIFICATIE VAN CHLOORVEZELS EN TRIVINYLVEZELS DIE ONDER DE NUMMERS 25 en 35 WORDEN GENOEMD IN BIJLAGE I BIJ RICHTLIJN 71/307/EEG

1. **Toepassingsgebied**

Deze methode is toepasbaar voor het onderscheiden van chloorvezel en trivinylvezel in zuivere toestand of na afscheiding uit een mengsel, waarbij alle niet-vezelbestanddelen vooraf zijn verwijderd.

Deze methode is alleen bruikbaar wanneer de toegevoegde stoffen vooraf volledig kunnen worden verwijderd, met name de chloorbevattende toegevoegde stoffen ; kleurstoffen zijn hierbij eveneens als toegevoegde stoffen te beschouwen, waarbij een uitzondering wordt gemaakt op de richtlijn betreffende de analyse van binaire mengsels.

2. **Principe**

Na verbranding van het monster in een zuurstofatmosfeer wordt het chloorgehalte bepaald en wordt met behulp van omrekeningsfactoren het massapercentage vinyl- of vinylideenchloride in de vezel berekend.

3. **Apparatuur en reagentia**

3.1. *Apparatuur*

i) Verbrandingskolf van borosilicaatglas of soortgelijk materiaal van ongeveer 500 ml waarvan de opening aan de buitenkant is voorzien van een opstaande rand met een geslepen stop van borosilicaat, waaraan een platinadraad van 0,5 tot 0,7 mm doorsnede en ongeveer 100 mm lengte is gelast (figuur 1).

De kolf en de stop moeten zodanig bij elkaar kunnen worden gehouden dat tijdens de verbranding geen gas kan ontwijken.

ii) Inrichting voor het ontsteken en verbranden van het materiaal (infrarood wordt aanbevolen).

iii) Filtreerpapier met laag chloor- en asgehalte.

3.2. *Reagentia*

Alle reagentia dienen van p.a.-kwaliteit te zijn en er wordt alleen van gedestilleerd water gebruik gemaakt.

i) Kaliumhydroxide-oplossing 0,01 N (gestelde oplossing);

ii) Waterstofperoxide, 30 % (m/m);

iii) Zuurstof uit cilinder;

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

v) Difenylcarbazon-oplossing, 0,1 % (m/m) in alcohol;

vi) Kwik(II)perchloraat-oplossing 0,01 N gesteld met standaard-natriumhydrochloride-oplossing. De oplossing wordt bereid door 1,1 g (geel) kwikoxide door schudden in water uiteen te doen vallen en daaraan 1,54 ml 70 % (m/m) perchloorzuur toe te voegen; het volume wordt op 1000 ml gebracht en de oplossing wordt met een natriumchloride-oplossing van bekende titer gesteld.

4. **Werkwijze**

Voor de monsterneming, de voorbehandeling, het drogen en het wegen wordt verwezen naar de „Algemene aanwijzingen voor de kwantitatieve chemische analysemethoden van binaire textielvezelmengsels" onder punt I van bijlage II.1 bij Richtlijn 72/276/EEG.

Ongeveer 30 mg monster teruggerekend op het drooggewicht wordt nauwkeurig afgewogen en op een stuk filtreerpapier gebracht dat volgens de stippellijn in figuur 2 is gevouwen en van onder naar boven is opgerold.

De aan de stop verbonden platinadraad wordt strak om het pakketje met het monster gewikkeld en wel zo dat de lont vrij blijft hangen.

In de verbrandingskolf worden 10 ml water, 20 ml 0,01 N kaliumhydroxide-oplossing en 3 of 4 druppels waterstofperoxide gebracht.

In de kolf wordt gedurende enige seconden zuurstof geleid. De lont wordt aangestoken, de kolf onmiddellijk gesloten en de stop gezekerd.

Laat het geheel gedurende 25 tot 30 minuten afkoelen; de kolf wordt intussen enige malen krachtig geschud ten einde de absorptie van de verbrandingsprodukten te bespoedigen.

In de rand op de hals van de kolf worden enige ml water gebracht en vervolgens wordt de stop verwijderd. De platinadraad en de wanden van de kolf worden met 50 tot 60 ml water gespoeld.

De alkalische oplossing wordt 3 tot 5 minuten aan de kook gehouden en vervolgens wordt de oplossing met 70 % perchloorzuur aangezuurd tot ongeveer pH 3,5.

Er wordt 2 ml difenylcarbazon-indicator toegevoegd en met 0,01 N kwik(II)perchloraat getitreerd tot omslag van kleurloos naar licht paars.

Tenslotte wordt met dezelfde hoeveelheden reagentia en filtreerpapier een blancobepaling uitgevoerd.

(In plaats van de titratie met kwik(II)perchloraat met kleuromslag mag de titratie ook potentiometrisch worden uitgevoerd met een zilverelektrode en een zilvernitraatoplossing van bekende titer.)

5. **Berekening**

Het percentage chloor in het droge vezelmonster wordt als volgt berekend :

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

waarin :

Cl = chloorgehalte in procenten in het droge, zuivere monster ;

A = aantal milliliter 0,01 N kwikperchloraatoplossing, verbruikt voor het titreren van het monster ;

B = aantal milliliter 0,01 N kwikperchloraatoplossing, verbruikt voor het titreren van de blancobepaling ;

n = normaliteit van de kwikperchloraatoplossing ;

m = massa van het voorbehandelde en gedroogde monster in milligram.

Het percentage vinyl- of vinylideenchloridegroepen wordt berekend volgens de onderstaande formules en op één decimaal afgerond :

— percentage vinylchloridegroepen = Cl % × 1,762 ;

— percentage vinylideenchloridegroepen = Cl % × 1,367.

6. **Nauwkeurigheid van de methode**

De betrouwbaarheidsgrenzen van de bepaling van het chloorgehalte volgens deze methode zijn niet groter dan ± 0,5 bij een betrouwbaarheid van 95 %.

7. **Voorzorgsmaatregelen**

— De verbrandingskolf mag geen resten of damp van organische oplosmiddelen bevatten.

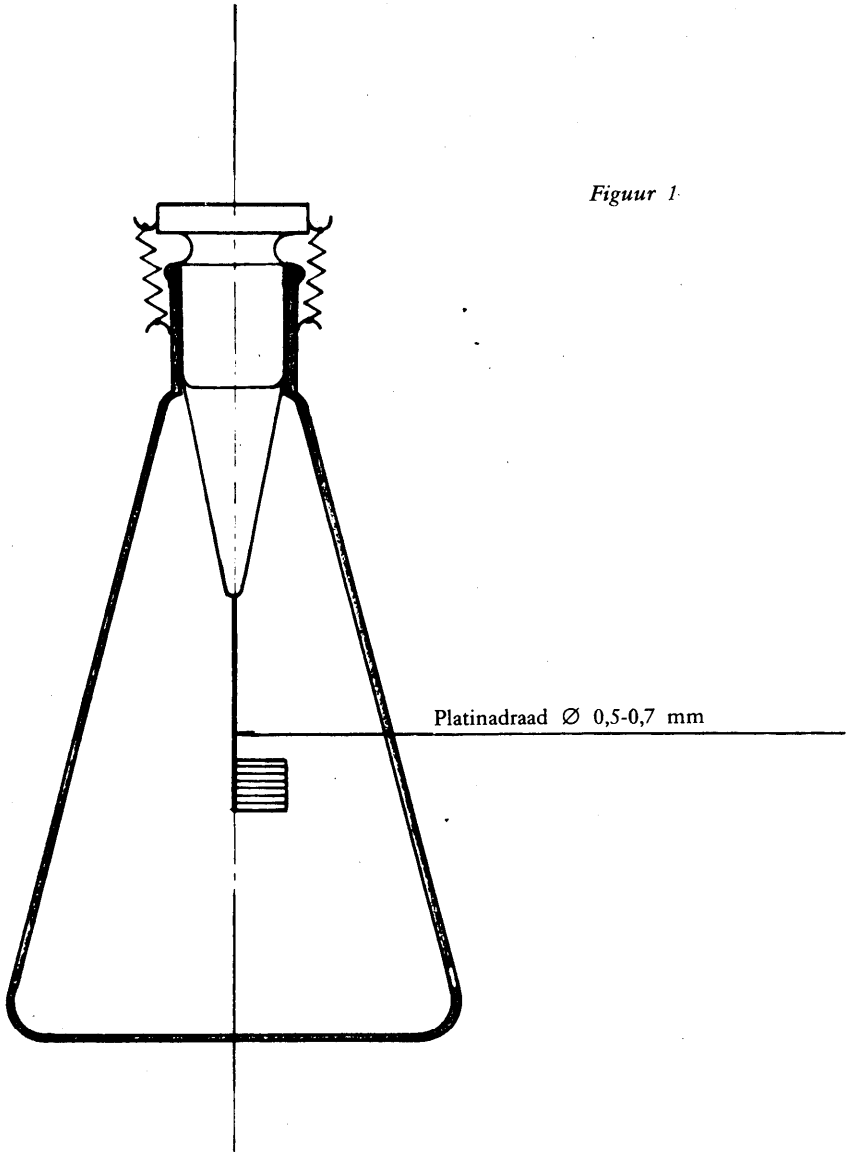
— Bij aansteken met de hand moet ervoor worden gezorgd dat zich bij een eventuele explosie van de kolf geen persoonlijke ongelukken kunnen voordoen.

— Nadat het monster in de kolf is gebracht moet worden gecontroleerd of deze luchtdicht en degelijk is gesloten, omdat er bij het begin van de verbranding een hoge druk ontstaat.

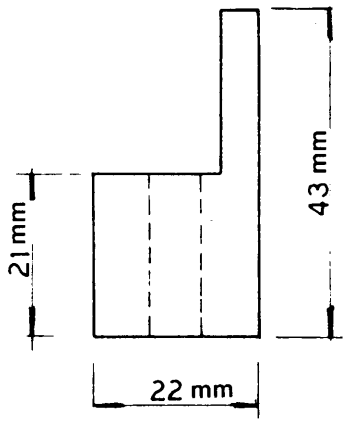
Figuur 1

Schöninger-kolf

500 ml



Filtreerpapier



Figuur 2