KOMMISSIONENS HENSTILLING

af 6. februar 1987

om de kvantitative analysemetoder til identifikation af acryl- og modacryl- samt chloro- og trivinylfibre

(87/185/EØF)

KOMMISSIONEN FOR DE EUROPÆISKE FÆLLESSKABER HAR —

under henvisning til traktaten om oprettelse af Det europæiske økonomiske Fællesskab, særlig artikel 155, andet led, og

ud fra følgende betragtninger:

I bilag I til Rådets direktiv 71/307/EØF af 26. juli 1971 om tilnærmelse af medlemsstaternes lovgivning om betegnelser for tekstilprodukter [1], senest ændret ved direktiv 83/623/EØF [2], der indeholder bestemmelser om obligatorisk mærkning af tekstilprodukter, er betegnelsen og beskrivelsen fastlagt for forskellige tekstilfibre; de fibre, der indgår i disse produkter, og hvis betegnelse er anført på etiketten, skal være i overensstemmelse med denne beskrivelse;

i nævnte bilag er det fastsat, at de under nr. 24, 25, 27 og 35 omhandlede fibre i kæden skal indeholde en bestemt procentdel af en given monomér, hvilket udgør det eneste kriterium, som gør det muligt at identificere disse fibre og i visse tilfælde at skelne dem fra hinanden;

ved kontrollen af, om tekstilprodukterne er i overensstemmelse med den på etiketten angivne sammensætning, kan det blive nødvendigt af hensyn til identifikation af ovennævnte fibre at undersøge disse procentsatser; med henblik herpå bør analyselaboratorierne kunne råde over egnede og så vidt muligt ensartede metoder til kvantitativ bestemmelse af nitrogen og chlor, som er indeholdt i de pågældende fibres monomérer;

på teknikkens nuværende stade er det ikke altid muligt at bestemme den procentdel nitrogen eller chlor, der udelukkende skyldes de nævnte monomérer, da mængden af disse stoffer kun kan bestemmes totalt under samtidig medregning af eventuel tilstedeværelse i fibrene af sådanne stoffer som farvestoffer og tilsætningsstoffer, der indeholder nitrogen eller chlor; under disse omstændigheder kan der ikke fastlægges bindende analysemetoder;

det er imidlertid hensigtsmæssigt af hensyn til den fornødne ensartethed i resultaterne fra den overensstemmelseskontrol med tekstilprodukter, der gennemføres i Fællesskabet, at give laboratorierne oplysning om metoder til kvantitativ bestemmelse af nitrogen og chlor, der er så nøjagtige som muligt i betragtning af teknikkens nuværende stade, og som disse laboratorier kan benytte; talrige ringanalyser, som Kommissionen har foranstaltet, har gjort det muligt at udarbejde sådanne metoder; det bør derfor henstilles at disse metoder anvendes i overensstemmelse med de synspunkter, der er kommet til udtryk i Udvalget for direktiver om betegnelser for og etikettering af Tekstilprodukter —

VEDTAGET FØLGENDE HENSTILLING:

Artikel 1

Det henstilles, at de laboratorier, der udfører overensstemmelseskontrol med sammensætningen af tekstilprodukter, ved identifikation af de fibre, som er omhandlet i nr. 24, 25, 27 og 35 i bilag I til direktiv 71/307/EØF, anvender de metoder til kvantitativ analyse, der er anført i bilaget til denne henstilling.

Artikel 2

Medlemsstaterne underretter Kommissionen om de foranstaltninger, de træffer på grundlag af denne henstilling.

Artikel 3

Denne henstilling er rettet til medlemsstaterne.

Udfærdiget i Bruxelles, den 6. februar 1987.

På Kommissionens vegne

Grigoris VARFIS

Medlem af Kommissionen

---

[1] EFT nr. L 185 af 16. 8. 1971, s. 16.
[2] EFT nr. L 353 af 15. 12. 1983, s. 8.

BILAG

ANBEFALEDE METODER TIL KVANTITATIV ANALYSE FOR IDENTIFIKATION AF ACRYL- OG MODACRYL- SAMT CHLORO- OG TRIVINYLFIBRE

Advarsel

De unter punt A og B nedenfor omhandlede metoder gør det muligt at verificere de foreskrevne procentandele af monomérer for acryl- og modacrylfibre samt for chloro- og trivinylfibre under henholdsvis nr. 24 og 27 og under nr. 25 og 33 i bilag I til direktiv 71/307/EØF.

Disse metoder kan imidlertid ikke opfattes som det eneste middel til at efterprøve ovennævnte fibres overensstemmelse med de tilhørende beskrivelser. I tvivlstilfælde kan de resultater, der er opnået ved anvendelsen af disse metoder, verificeres ved anvendelse af andre passende teknikker, navnlig hvis de befinder sig på grænsen af de værdier, som er karakteristiske for de pågældende fibertyper.

A. METODE TIL DEN KVANTITATIVE BESTEMMELSE AF NITROGEN FOR IDENTIFIKATION AF ACRYLFIBRE OG MODACRYLFIBRE, DER ER OMHANDLET I Nr. 24 OG 27 I BILAG I TIL DIREKTIV 71/307/EØF

1. Anvendelsesområde

Denne metode anvendes, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, til identifikation af fibre af acryl og modacryl, når de forekommer alene eller er adskilt fra en fiberblanding.

Metoden kan kun anvendes, hvis alle, især nitrogenholdige, tilsætningsstoffer lader sig fjerne fuldstændigt før selve analysen : under fravigelse af direktivet om analyse af binære blandinger (72/276/EØF) (1) betragtes farvestoffer i dette tilfælde som tilsætningsstoffer.

2. Princip

Indholdet af nitrogen bestemmes, og ved hjælp af en omregningsfaktor beregnes vægtprocenten af acrylnitril i fiberen.

3. Apparatur og reagenser

3.1. *Apparatur*

i) Kjeldahlkolbe, 500 ml

ii) Kjeldahl-destillationsapparat

iii) Titreringsapparatur med en nøjagtighed på 0,05 ml

3.2. *Reagenser*

Alle benyttede reagenser skal være analyserene, og vandet skal være deioniseret.

i) Vandfrit kaliumsulfat

ii) Cuprisulfat ($CuSO_4$, 5 H_2O)

iii) Koncentreret svovlsyre (d = 1,84 ved 20 °C)

iv) 0,1 N svovlsyre (indstillet opløsning)

v) Natriumhydroxidopløsning, 400 g/l : 400 g natriumhydroxid opløses i 400 — 500 ml vand og fortyndes op til 1 l

vi) 0,1 N natriumhydroxidopløsning (indstillet opløsning)

vii) Phenolpthaleinopløsning som indikator.

4. Udførelse

Hvad angår udtagning, tørring og vejning og forbehandling, føles anvisningerne i punkt I »Almindelige oplysninger om de kvantitative kemiske analysemetoder for binære fiberblandinger« i Rådets direktiv 72/276/EØF.

(1) EFT nr. L 173 af 31. 7. 1972.

En prøve med ca. 0,5 g tørvægt afvejes nøjagtigt og overføres til Kjeldahlkolben. Der tilsættes 10 g kaliumsulfat, 1 g cuprisulfat og 25 ml koncentreret svovlsyre (d = 1,84). Kolben rystes forsigtigt, således at alle fibrene er neddyppet i syren.

Kolben anbringes skråt i et stinkskab og opvarmes langsomt og forsigtigt med en bunsenbrænder eller anden opvarmning, indtil fibrene er destrueret. Opvarmningen øges dernæst, således at der opretholdes en moderat kogning (ca. 350 °C) i 30 min, det vil sige indtil opløsningen bliver næsten farveløs (klar).

Der afkøles til rumtemperatur og forsigtigt tilsættes 150 ml vand til kolben.

I en 250 ml kolbe til opsamling af destillatet hældes 100 ml 0,1 N indstillet svovlsyre, og den anbringes under svaleren, således at udløbsrørets munding befinder sig lige under væskeoverfladen.

Kjeldahlkolben forbindes med destillationsapparatet, og der neutraliseres langsomt og forsigtigt med 120 ml natriumhydroxid (400 g/l).

Der opvarmes til moderat kogning, og omsamles mindst 100 ml destillat for at overføre ammoniakken kvantitativt.

Kolben sænkes, således at enden af røret fra svaleren befinder sig ca. 20 mm over væskeoverfladen, og der destilleres i yderligere 1 min.

Rørets ende skylles med destilleret vand, som opsamles i kolben.

Destillatet titreres med den indstillede 0,1 N natriumhydroxidopløsning med phenolphatelein som indikator.

5. **Beregning og angivelse af resultater**

Det procentiske indhold af nitrogen i den tørre prøve beregnes således:

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

hvor

$A\,\%$ = det procentiske indhold af nitrogen i den tørre og rene prøve;

V_1 = antal milliliter svovlsyre (0,1 N);

n_1 = svovlsyrens opløsningsnormalitet;

V_2 = antal milliliter natriumhydroxidopløsning (0,1 N);

n_2 = natriumhydroxidopløsningens normalitet;

m = massen i gram af den forbehandlede tørre prøve.

Det procentiske acrylnitrilmonomerindhold beregnes med 1 decimal efter:

— $R\,\% = A\,\% \times 3{,}788$

hvor $R\,\%$ = vægtprocenten af acrylnitril.

6. **Metodens nøjagtighed**

For resultaterne af det procentiske nitrogen ved denne metode er sikkerhedsgrænserne masimalt ± 1 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

B. METODE TIL DEN KVANTITATIVE BESTEMMELSE AF CHLOR FOR IDENTIFIKATION AF CHLOROFIBRE OG TRIVINYLFIBRE, DER ER OMHANDLET I Nr. 25 OG 35 I BILAG I TIL DIREKTIV 71/307/EØF

1. **Anvendelsesområde**

Denne metode anvendes, efter at bestanddele, der ikke er fibre, er fjernet, til identifikation af chlorofibre og trivinylfibre, når de forekommer alene eller er adskilt fra en fiberblanding.

Metoden kan kun anvendes, hvis alle, især chlorholdige, tilsætningsstoffer lader sig fjerne fuldstændigt før selve analysen. Under fravigelse af direktivet om analyse af binære blandinger (72/276/EØF) behandles farvestoffer i dette tilfælde som tilsætningsstoffer.

2. **Princip**

Chlorindholdet bestemmes, efter forbrænding af prøven i oxygen, og ved hjælp af omregningsfaktorer beregnes vægtprocenten af vinylchlorid eller vinylidenchlorid i fiberen.

3. **Apparatur og reagenser**

3.1. *Apparatur*

i) Forbrændingskolbe af borsilikatglas eller tilsvarende på ca. 500 ml med slebet prop af borsilikatglas, hvortil en ca. 100 mm lang platintråd med diameter 0,5 — 0,7 mm er påsmeltet (fig. 1).

Kolben og proppen skal være forsynet med en spændeanordning, der sikrer tæthed, således at der under forbrændingen ikke sker tab af gas.

ii) Varmekilde til forbrænding af materialet (infrarød anbefales).

iii) Filtrerpapir med lavt indhold af chlor og aske.

3.2. *Reagenser*

Alle reagenser skal være af analysekvalitet, og vandet skal være deioniseret.

i) Ca. 0,01 N kaliumhydroxidopløsning (indstillet)

ii) 30 % hydrogenperoxid (vægtprocent: m/m)

iii) Oxygen på flaske

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

v) 0,1 % alkoholisk diphenylcarbazonopløsning (m/m)

vi) 0,01 N mercuriperchloralopløsning, indstillet med en natriumchloridopløsning. Opløsningen fremstilles ved at ryste 1,1 g (gult) mercurioxid med 800 ml vand, hvorefter der tilsættes 1,54 ml 70 % perchlorsyre, fortyndes op med vand til 1 000 ml og indstilles med en natriumchloridopløsning med kendt normalitet.

4. **Udførelse**

Hvad angår udtagning, forbehandling, tørring og vejning følges anvisningerne i punkt I »Almindelige oplysninger om de kvantitative kemiske analysemetoder for binære fiberblandinger« i Rådets direktiv 72/276/EØF af 17. juli 1972.

En prøve med ca. 30 mg tørvægt afvejes nøjagtigt og anbringes på det foldede filtrerpapir (efter linjerne, der er vist i figur 2), som rulles sammen nedefra og op.

Platintråden, der er påsmeltet proppen, rulles stramt omkring papirpakken med prøven, idet man lader den smalle strimmel hænge frit.

I forbrændingskolben hældes 10 ml vand, 20 ml 0,01 N kaliumhydroxidopløsning og 3-4 dråber hydrogenperoxid.

I nogle sekunder ledes der oxygen ind i kolben, indtil den er fyldt. Strimmelen tændes, kolben lukkes straks, og proppen fastgøres.

Kolben henstår 25-30 min for at denne og indholdet kan blive koldere. I løbet heraf rystes kolben kraftigt flere gange for at fremskynde forbrændingsprodukternes absorption.

Kolbens hals fyldes med nogle ml destilleret vand, hvorefter proppen fjernes. Platintråden og kolbens sider skylles med 50 — 60 ml vand.

Den alkaliske opløsning koges i 3 — 5 min, hvorefter pH indstilles til ca. 3,5 med 70 % perchlorsyre.

Efter tilsætning af 2 ml diphenylcarbazonindikator titreres med 0,01 N mercuriperchloratopløsning indtil omslag fra farveløs til lilla.

Der udføres en blindprøve med samme mængder reagenser og filtrerpapir.

(Titrering med mercuriperchlorat (II) og diphenylcarbazonindikator kan erstattes af potentiometrisk titrering med en indstillet sølvnitratopløsning og et sølvelektrodesystem).

5. **Beregning og angivelse af resultaterne**

Det procentiske indhold af chlor i den tørre fiberprøve beregnes ved hjælp af formlen:

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

Hvor:

Cl = chlorindholdet i procent af den rene og tørrede prøve

A = antal milliliter 0,01 N mercuriperchloratopløsning til titrering af prøven

B = antal milliliter 0,01 N mercuriperchloratopløsning til titrering af blindprøven

n = mercuriperchloratopløsnings normalitet

m = massen i milligram af den forbehandlede tørre prøve.

Det procentiske indhold af vinylchloridmonomer eller vinylidenchloridmonomer beregnes med 1 decimal efter en af følgende formler:

— vinylchlorid % = Cl % × 1,762

— vinylidenchlorid % = Cl % × 1,367

6. **Metodens nøjagtighed**

For resultaterne af det procentiske chlorindhold ved denne metode er sikkerhedsgrænserne maksimalt ± 0,5 ved en statistisk sikkerhed på 95 %.

7. **Forsigtighedsregler**

— Kolben må før analysen ikke indeholde rester eller dampe af organiske opløsningsmidler.

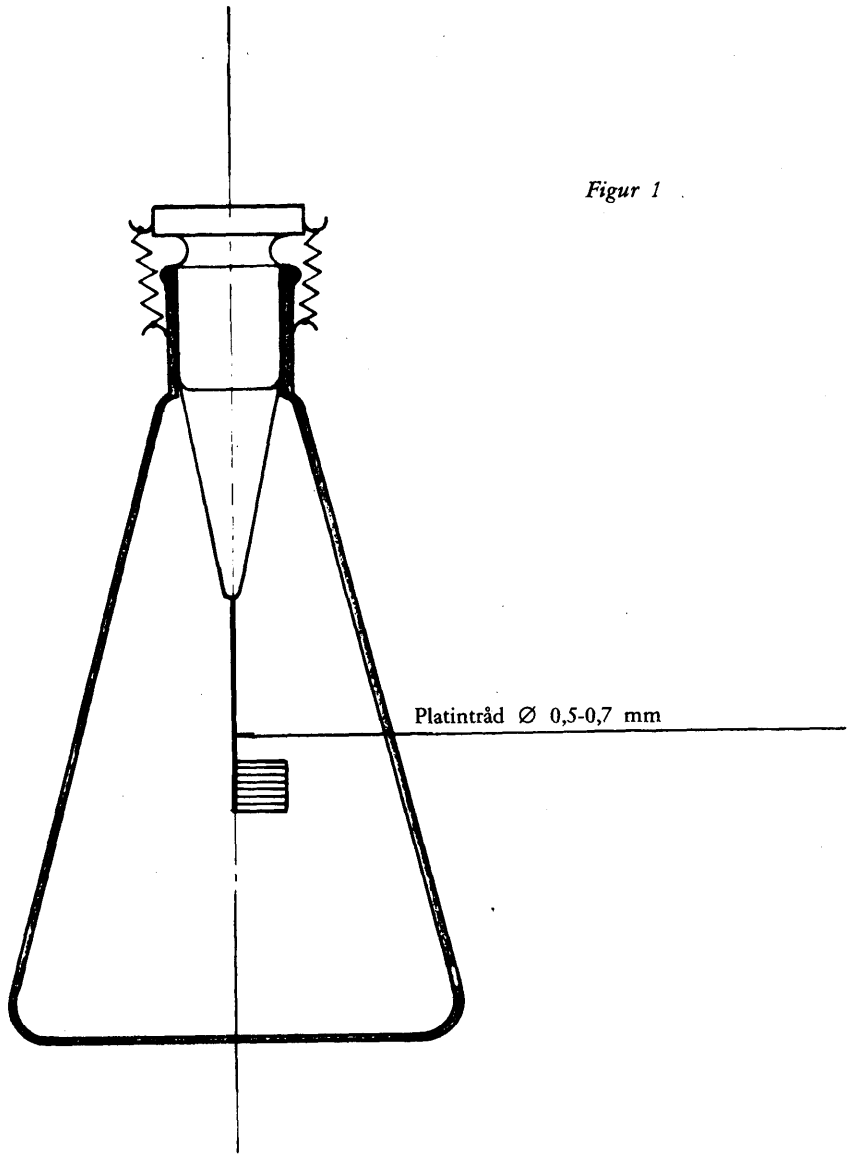
— Ved manuel antænding må der træffes sikkerhedsforanstaltninger for at undgå, at den, der udfører analysen, kommer til skade, hvis kolben eksploderer.

— Efter at have anbragt prøven i kolben, skal denne lukkes forsvarligt til, da der i forbrændingens første fase dannes et kraftigt overtryk.

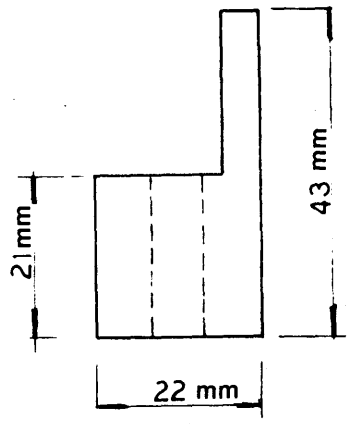
Schöninger-Kolbe

på 500 ml

Figur 1



Filtrerpapir



Figur 2