II

(Actes dont la publication n'est pas une condition de leur applicabilité)

COMMISSION

DIRECTIVE DE LA COMMISSION

du 6 février 1987

modifiant l'annexe II de la directive 72/276/CEE du Conseil concernant le rapprochement des législations des États membres relatives à certaines méthodes d'analyse quantitative de mélanges binaires de fibres textiles

(87/184/CEE)

LA COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES,

vu le traité instituant la Communauté économique européenne,

vu 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 notamment son article 15 *bis* paragraphe 2,

considérant que la directive 71/307/CEE prévoit l'étiquetage obligatoire de la composition fibreuse des produits textiles, les contrôles de la conformité de ces produits aux indications résultant de l'étiquette étant effectués par analyse ;

considérant que, en application de l'article 13 paragraphe 2 de la directive 71/307/CEE, la directive 72/276/CEE du Conseil [3], modifiée en dernier lieu par la directive 81/75/CEE [4], établit dans son annexe II quinze méthodes uniformes d'analyse, relatives à la plupart des produits textiles, composés de mélanges binaires, existant sur le marché ;

considérant que, conformément à l'expérience progressivement acquise par les laboratoires nationaux et aux résultats d'essais interlaboratoires expressément effectués dans le cadre de la Commission, il s'est révélé nécessaire :

— de réélaborer la méthode n° 2, en prévoyant notamment l'utilisation d'un réactif supplémentaire caractérisé par sa stabilité et sa facilité de préparation,

— de modifier certains points de la méthode n° 8, afin d'en simplifier les modes opératoires et d'en uniformiser les résultats,

— de supprimer la méthode n° 12, qui s'est révélée dépourvue de la précision nécessaire ;

considérant que les produits textiles composés de chlorofibre, certains modacryliques, certains élasthannes, acétate, triacétate et certaines autres fibres, également assujettis à l'obligation d'étiquetage prévue à la directive 71/307/CEE, ne sont pas couverts par la directive 72/276/CEE ; qu'il convient dès lors d'établir la méthode uniforme d'analyse applicable à ces produits ;

considérant que les dispositions de la présente directive sont conformes à l'avis du comité pour le secteur des directives relatives aux dénominations et à l'étiquetage des produits textiles,

A ARRÊTÉ LA PRÉSENTE DIRECTIVE :

Article premier

L'annexe II partie 2 de la directive 72/276/CEE est modifiée comme suit :

1) les méthodes particulières n° 2, n° 8 et n° 12 sont modifiées conformément à l'annexe I de la présente directive ;

2) la méthode particulière n° 16 figurant à l'annexe II de la présente directive est ajoutée.

(1) JO n° L 185 du 16. 8. 1971, p. 16.
(2) JO n° L 353 du 15. 12. 1983, p. 8.
(3) JO n° L 173 du 31. 7. 1972, p. 1.
(4) JO n° L 57 du 4. 3. 1981, p. 23.

Article 2

1. Les États membres mettent en vigueur les dispositions nécessaires pour se conformer à la présente directive au plus tard le 1er septembre 1988. Ils en informent immédiatement la Commission.

2. Dès la notification de la présente directive, les États membres veillent à informer la Commission en temps utile, pour lui permettre de présenter ses observations, de tout projet de dispositions d'ordre législatif, réglementaire ou administratif qu'ils envisagent d'adopter dans le domaine régi par la présente directive.

Article 3

Les États membres sont destinataires de la présente directive.

Fait à Bruxelles, le 6 février 1987.

Par la Commission

Grigoris VARFIS

Membre de la Commission

ANNEXE I

Modifications de l'annexe II partie 2 « méthodes particulières » de la directive 72/276/CEE

Méthode n° 2 :

Le texte est remplacé par le suivant :

« MÉTHODE N° 2

CERTAINES FIBRES PROTÉINIQUES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'hypochlorite)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. certaines fibres protéiniques, à savoir laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), protéinique (21)

avec

2. coton (5), cupro (19) modal (20), viscose (23), acrylique (24), chlorofibre (25), polyamide ou nylon (28), polyester (29), polypropylène (31), élasthanne (37) et fibres de verre (38).

Si des fibres protéiniques différentes sont présentes, la méthode en fournit leur quantité globale, mais non leur pourcentage individuel.

2. PRINCIPE

Les fibres protéiniques sont dissoutes à l'aide d'une solution d'hypochlorite à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec. Le résidu est recueilli, lavé, séché puis pesé. Sa masse — éventuellement corrigée — est exprimée en pourcentage de la masse sèche du mélange. Le pourcentage de fibres protéiniques sèches est obtenu par différence.

Pour préparer la solution d'hypochlorite, on peut utiliser de l'hypochlorite de lithium ou de l'hypochlorite de sodium.

L'hypochlorite de lithium est indiqué lorsque le nombre d'analyses est faible ou lorsque les analyses sont effectuées à intervalles assez longs. L'hypochlorite de lithium solide présente en effet, contrairement à l'hypochlorite de sodium, une teneur en hypochlorite pratiquement constante. Si elle est connue, il n'est plus nécessaire de la contrôler par iodométrie lors de chaque analyse, et l'on peut travailler avec des reprises d'essai d'hypochlorite de lithium constantes.

3. APPAREILLAGE ET RÉACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. **Appareillage**

i) Fiole conique de 250 ml avec bouchon en verre rodé.

ii) Thermostat réglable à 20 (± 2) °C.

3.2. **Réactifs**

i) *Réactif à base d'hypochlorite*

a) Solution d'hypochlorite de lithium

Ce réactif est constitué d'une solution fraîchement préparée, d'une teneur en chlore actif de 35 (± 2) g/l (environ 1 M) à laquelle a été ajouté de l'hydroxyde de sodium préalablement dissous à raison de 5 (± 0,5) g/l. Pour préparer la solution, dissoudre 100 g d'hypochlorite de lithium présentant une teneur en chlore actif de 35 % (ou 115 g avec une teneur en chlore actif de 30 %) dans environ 700 ml d'eau distillée. Ajouter 5 g d'hydroxyde de sodium dissous dans environ 200 ml d'eau distillée et compléter à 1 l avec H_2o distillée. Il n'est pas nécessaire de contrôler par iodométrie cette solution fraîchement préparée.

b) Solution d'hypochlorite de sodium

Cette solution est constituée d'une solution fraîchement préparée d'une teneur en chlore actif de 35 (±2) g/l (environ 1 M) à laquelle a été ajouté de l'hydroxyde de sodium préalablement dissous à raison de 5 (± 0,5) g/l. Vérifier par iodométrie, avant chaque analyse, le titre de la solution en chlore actif.

ii) *Acide acétique dilué*

Étendre 5 ml d'acide acétique glacial à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités et procéder comme suit : introduire environ 1 g de l'échantillon dans la fiole de 250 ml ; ajouter environ 100 ml de solution d'hypochlorite (hypochlorite de lithium ou de sodium). Agiter vigoureusement pour bien humecter l'échantillon.

Placer ensuite la fiole dans un thermostat à 20 °C pendant 40 minutes ; au cours de ce laps de temps, agiter en permanence, ou, tout au moins, fréquemment et à intervalles réguliers. Étant donné le caractère exothermique de la dissolution de la laine, la chaleur de réaction doit être répartie et évacuée de cette manière pour éviter d'importantes erreurs éventuelles dues à l'attaque des fibres insolubles.

À la fin des 40 minutes, filtrer le contenu de la fiole à travers un creuset filtrant en verre taré. Rincer la fiole au moyen d'un peu de réactif à l'hypochlorite pour enlever les fibres éventuellement encore présentes et verser le tout dans le creuset filtrant. Vider le creuset filtrant par dépression ; laver le résidu successivement à l'eau, à l'acide acétique dilué, puis de nouveau à l'eau. Au cours de cette opération, assécher le creuset par dépression après chaque adjonction de liquide, en attendant toutefois que le liquide se soit écoulé sans application de vide.

Finalement assécher le creuset par dépression, puis sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats selon la méthode exposée dans les généralités. Le coefficient de correction "d" a la valeur 1,00. Il a la valeur 1,01 pour le coton, la viscose, le modal, et la valeur 1,03 pour le coton écru.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

Dans le cas de mélanges homogènes de fibres textiles, les limites de confiance des résultats obtenus par la présente méthode ne sont pas supérieures à ± 1, pour un seuil de confiance de 95 %. »

Méthode n° 8 :

Le texte est modifié comme suit :

Au point « 4. MODE OPÉRATOIRE », cinquième, sixième et septième alinéas, lire :

« Transférer les fibres résiduelles dans le creuset en lavant la fiole au moyen de diméthylformamide. Appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Laver le résidu au moyen de 1 litre environ d'eau chaude à 70-80 °C, le creuset étant chaque fois rempli d'eau. Après chaque addition d'eau appliquer brièvement le vide mais seulement après que l'eau se soit écoulée spontanément. Si le liquide de lavage s'écoule trop lentement à travers le creuset, on peut appliquer un léger vide.

Sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser. »

Au point « 5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS », lire :

« Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de "d" est de 1,00 sauf pour :

la laine :	1,01
le coton :	1,01
le cupro :	1,01
le modal :	1,01
le polyester :	1,01. »

Méthode n° 12 :

La méthode est supprimée.

ANNEXE II

MÉTHODE N° 16

CHLOROFIBRE, CERTAINS MODACRYLIQUES, CERTAINS ÉLASTHANNES, ACÉTATE, TRIACÉTATE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à la cyclohexanone)

1. CHAMP D'APPLICATION

Cette méthode s'applique, après élimination des matières non fibreuses, aux mélanges binaires de :

1. acétate (17), triacétate (22), chlorofibres (25), certains modacryliques (27) et certains élasthannes (37)

avec

2. laine (1), poils d'animaux (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), polyamide ou nylon (28), acrylique (24), verre textile (38).

Si la présence d'une fibre modacrylique ou élasthanne est constatée, il y a lieu de procéder à un essai préliminaire pour déterminer si elle est complètement soluble dans le réactif.

Pour l'analyse des mélanges contenant des chlorofibres, on peut également appliquer la méthode n° 9 ou la méthode n° 15.

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate, de triacétate, les chlorofibres, certains modacryliques, certains élasthannes sont dissous, à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, par extraction à température voisine de celle de l'ébullition au moyen de la cyclohexanone. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé ; sa masse, éventuellement corrigée, est exprimée en pourcentage de la masse à l'état sec du mélange. Le pourcentage à l'état sec de chlorofibre, modacrylique, élasthanne, acétate, triacétate, est obtenu par différence.

3. APPAREILLAGE ET RÉACTIFS (autres que ceux mentionnés dans les généralités)

3.1. **Appareillage**

i) Appareil pour l'extraction à chaud permettant le mode opératoire prévu au point 4 [voir croquis joint, variante de l'appareillage décrit dans « Melliand Textilberichte 56 (1975)-643-645 »].

ii) Creuset filtrant destiné à contenir l'échantillon.

iii) Cloison poreuse, de posorité 1.

iv) Réfrigérant à reflux qui s'adapte au ballon de distillation.

v) Appareil de chauffage.

3.2. **Réactifs**

i) Cyclohexanone, point d'ébullition à 156 °C.

ii) Alcool éthylique, dilué à 50 % en volume.

Note : La cyclohexanone est inflammable et toxique ; lors de son utilisation, il y a lieu de prendre des mesures de protection adéquates.

4. MODE OPÉRATOIRE

Suivre les instructions fournies dans les généralités et procéder comme suit :

Verser dans le ballon de distillation 100 ml de cyclohexanone par gramme de matière, insérer le récipient d'extraction dans lequel ont été préalablement disposés le creuset filtrant contenant l'échantillon et la cloison poreuse maintenue légèrement inclinée. Introduire le réfrigérant à reflux. Porter à ébullition et poursuivre l'extraction pendant 60 minutes à une vitesse minimale de 12 cycles par heure. Après extraction et refroidissement, enlever le récipient d'extraction, en ôter le creuset filtrant et retirer la cloison poreuse. Laver 3 ou 4 fois le contenu du creuset filtrant à l'alcool éthylique à 50 %, préchauffé à environ 60 °C puis avec 1 l d'eau à 60 °C.

Pendant et entre les lavages, ne pas appliquer le vide, mais laisser le solvant s'écouler par gravité, puis appliquer le vide.

Sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

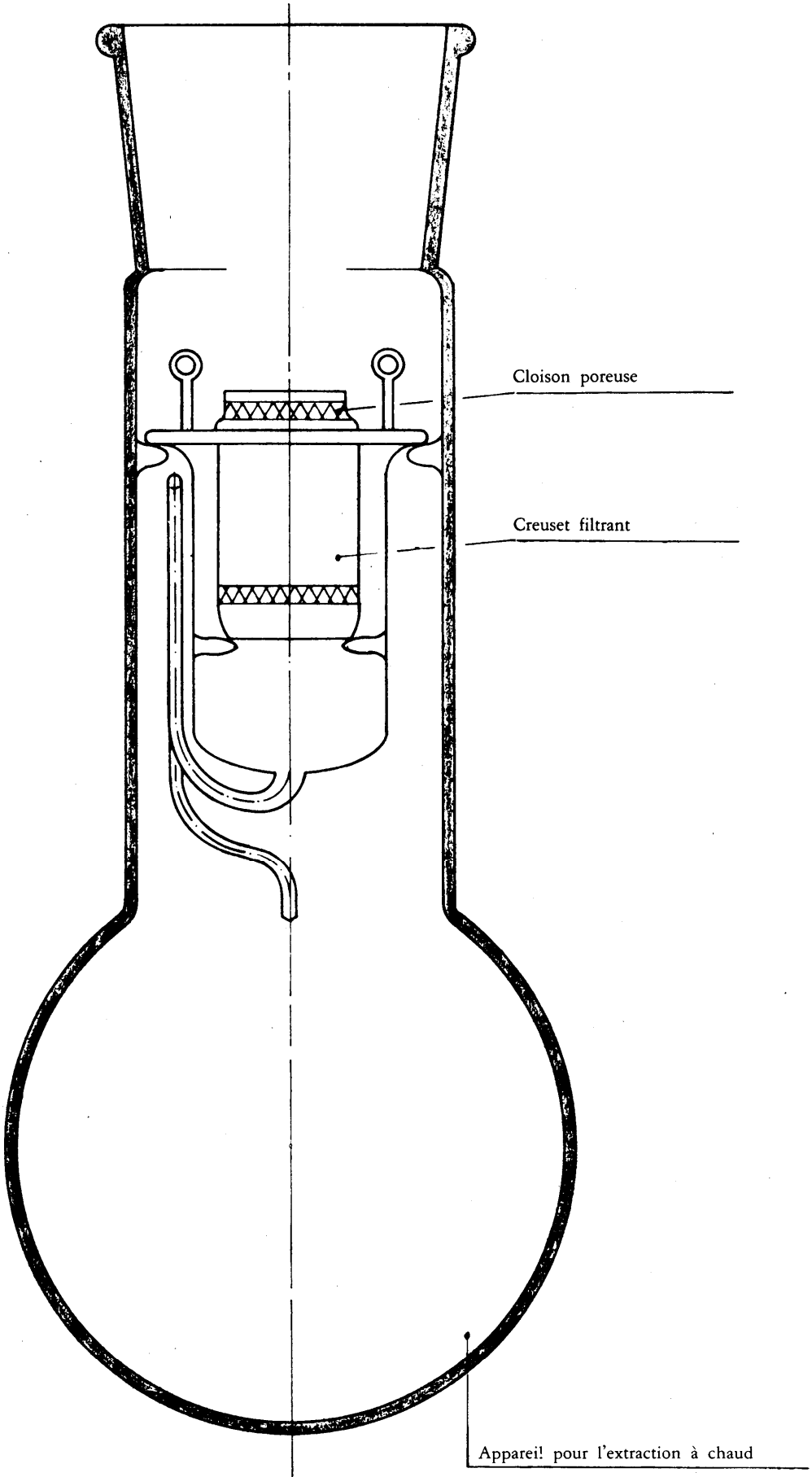
Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de « d » est de 1,00, à l'exception de :

la soie : 1,01

l'acrylique : 0,98.

6. PRÉCISION DES RÉSULTATS

Sur mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus par cette méthode ne sont pas supérieures à ± 1, pour un seuil de confiance de 95 %.


Cloison poreuse
Creuset filtrant
Appareil pour l'extraction à chaud