

**EUROPAPARLAMENTS- OG RÅDSDIREKTIV 96/73/EF****av 16. desember 1996****om visse metoder for kvantitative analyser av binære tekstilfiberblandinger(\*)****EUROPAPARLAMENTET OG RÅDET FOR DEN EUROPEISKE UNION HAR -**

under henvisning til traktaten om opprettelse av Det europeiske fællesskap, særlig artikkel 100 A,

under henvisning til forslag fra Kommisjonen<sup>(1)</sup>,

under henvisning til uttalelse fra Den økonomiske og sosiale komité<sup>(2)</sup>,

etter framgangsmåten fastsatt i traktatens artikkel 189 B<sup>(3)</sup> og

ut fra følgende betraktninger:

Rådsdirektiv 72/276/EØF av 17. juli 1972 om tilnærming av medlemsstatenes lovgivning om metoder for kvantitative analyser av binære tekstilfiberblandinger<sup>(4)</sup> er blitt betydelig endret en rekke ganger. Av klarhetshensyn og av praktiske årsaker bør direktivet konsolideres.

I europaparlaments- og rådsdirektiv 96/74/EF av 16. desember 1996 om navn på tekstilprodukter<sup>(5)</sup> er det fastsatt krav til merking som angir tekstilenes fibersammensetning, mens kontroller av samsvaret mellom disse produktene og opplysningene på etiketten utføres ved analyse.

Ved offentlige kontroller utført i medlemsstatene bør det brukes ensartede metoder til bestemmelse av tekstilproduktenes fibersammensetning, både ved forbehandlingen av prøven og ved den kvantitative analysen.

I direktiv 96/74/EF er det fastsatt at metodene for prøvetaking og analyse som skal brukes i medlemsstatene for bestemmelse av produktenes fibersammensetning, skal fastlegges i særdirrektiver. I vedlegg II til dette direktiv er det derfor fastsatt 15 ensartede analysemetoder for de fleste tekstilprodukter sammensatt av binære blandinger som finnes på markedet.

Den tekniske utvikling nødvendiggjør hyppige tilpasninger av de tekniske spesifikasjonene fastlagt i særdirrektivene om analysemetoder på området tekstiler. For å lette gjennomføringen av de tiltak som er nødvendige i denne sammenheng, bør det fastsettes en framgangsmåte som sikrer et nært samarbeid mellom medlemsstatene og Kommisjonen innen rammen av Komiteen for direktiver om tekstilnavn og tekstilmerking.

For binære blandinger som det ikke foreligger noen ensartet analysemetode for på fællesskapsplan, kan laboratoriet med ansvar for prøvingen bestemme blandingens sammensetning ved hjelp av enhver anerkjent metode det har til rådighet, og oppgi i analyserapporten det resultat som er oppnådd, og, i den utstrekning det er kjent, metodens grad av nøyaktighet.

Bestemmelsene i dette direktiv er i samsvar med uttalelse fra Komiteen for direktiver om tekstilnavn og tekstilmerking.

Dette direktiv berører ikke medlemsstatenes forpliktelser i forbindelse med fristene for gjennomføring av direktiver som fastsatt i vedlegg III del B -

**VEDTATT DETTE DIREKTIV:****Artikkel 1**

Dette direktiv omhandler metoder for kvantitativ analyse av visse binære tekstilfiberblandinger, herunder forberedelse av prøvemateriale og enkeltprøver.

(\*) Denne EF-rettsakten, kunngjort i EFT L 32, 3.2.1997, s. 1, er omhandlet i EØS-komiteens beslutning nr. 45/98 av 29. mai 1998 om endring av EØS-avtalens vedlegg II (Tekniske forskrifter, standarder, prøving og sertifisering), se denne utgaven av EØS-tillegget til De Europeiske Fællesskaps Tidende.

(1) EFT nr. C 96 av 6.4.1994, s. 20.

(2) EFT nr. C 195 av 18.7.1994, s. 10.

(3) Europaparlamentsuttalelse av 15. februar 1995 (EFT nr. C 56 av 6.3.1995, s.53), Rådets felles holdning av 26. februar 1996 (EFT nr. C 196 av 6.7.1996, s. 20), europaparlamentsbeslutning av 18. juni 1996 (EFT nr. C 198 av 8.7.1996, s. 25) og rådsbeslutning av 7. oktober 1996.

(4) EFT nr. L 173 av 31.7.1972, s. 1. Direktivet sist endret ved direktiv 87/184/EØF (EFT nr. L 75 av 17.3.1987, s. 21).

(5) EFT nr. L 32 av 3.2.1997, s. 38.

### Artikkel 2

Med prøvemateriale menes en stikkprøve av en størrelse som egner seg til analyseformål, hentet fra de samlede laboratorieprøver som er tatt fra et parti av de varer som skal analyseres.

Med enkeltprøve menes den del av prøvematerialet som er nødvendig for å gi ett enkelt analyseresultat.

### Artikkel 3

Medlemsstatene skal i samsvar med direktiv 96/74/EF treffe alle nødvendige tiltak for å sikre at bestemmelsene i vedlegg I og II om metoder for kvantitativ analyse av visse binære tekstilfiberblandinger, herunder forberedelse av prøvemateriale og enkeltprøver, overholdes ved alle offentlige kontroller utført for å bestemme markedsførte tekstilprodukters sammensetning.

### Artikkel 4

Laboratoriet med ansvar for prøving av binære blandinger som det ikke foreligger noen ensartet analysemetode for på fællesskapsplan, skal bestemme blandingens sammensetning ved hjelp av enhver egnet metode det har til rådighet, og oppgi i analyserapporten det resultat som er oppnådd, og, i den utstrekning det er kjent, metodens grad av nøyaktighet.

### Artikkel 5

1. Det skal nedsettes en komité for direktiver om tekstilnavn og tekstilmerking, heretter kalt «komiteen», sammensatt av representanter for medlemsstatene og ledet av Kommisjonens representant.
2. Komiteen fastsetter sin forretningsorden.
3. Tilpasninger til den tekniske utvikling av de kvantitative analysemetodene fastsatt i vedlegg II skal vedtas etter framgangsmåten fastsatt i artikkel 6.

### Artikkel 6

1. Når det vises til framgangsmåten fastsatt i denne artikkel, skal lederen forelegge saken for komiteen enten på eget initiativ eller på anmodning fra en medlemsstats representant.

2. Kommisjonens representant skal framlegge for komiteen et utkast til tiltak som skal treffes. Komiteen skal uttale seg om utkastet innen en frist som lederen kan fastsette etter hvor mye saken haster. Uttalelsen skal avgis med det flertall som er fastsatt i traktatens artikkel 148 nr. 2 for beslutninger som Rådet skal treffe etter forslag fra Kommisjonen. Ved avstemning i komiteen skal stemmer avgitt av medlemsstatenes representanter ha vekt som fastsatt i nevnte artikkel. Lederen skal ikke avgi stemme.

3. a) Kommisjonen skal vedta de planlagte tiltakene dersom de er i samsvar med komiteens uttalelse.
- b) Dersom de planlagte tiltakene ikke er i samsvar med komiteens uttalelse eller ingen uttalelse er avgitt, skal Kommisjonen omgående framlegge for Rådet et forslag til tiltak som skal treffes. Rådet skal treffe sin beslutning med kvalifisert flertall.
- c) Dersom Rådet ikke har truffet sin beslutning innen tre måneder etter at forslaget ble framlagt, skal Kommisjonen vedta de foreslåtte tiltakene.

### Artikkel 7

Medlemsstatene skal oversende Kommisjonen teksten til de viktigste internrettslige bestemmelser som de vedtar på det området dette direktiv omhandler.

### Artikkel 8

Direktivene oppført i listen i vedlegg III del A oppheves, uten at medlemsstatenes forpliktelser i forbindelse med fristene for gjennomføring angitt i vedlegg III del B berøres.

Henvisninger til de opphevede direktivene skal forstås som henvisninger til dette direktiv og leses som angitt i sammenligningstabellen oppført i vedlegg IV.

### Artikkel 9

Dette direktiv er rettet til medlemsstatene.

Dette direktiv trer i kraft den 20. dag etter at det er kunngjort i *De Europeiske Fællesskaps Tidende*.

Utfærdiget i Brussel, 16. desember 1996.

For Europaparlamentet

**K. HÄNSCH**

President

For Rådet

**I. YATES**

Formann

## VEDLEGG I

### FORBEREDELSE AV PRØVEMATERIALE OG ENKELTPRØVER FOR Å BESTEMME FIBERSAMMENSETNINGEN I TEKSTILPRODUKTER

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Dette vedlegg gir generelle anvisninger om framstilling av prøvemateriale med en størrelse som egner seg til forbehandling (dvs. ikke mer enn 100 g) med sikte på kvantitativ analyse på grunnlag av de samlede laboratorieprøver, og om utvelgelse av enkeltprøver fra prøvematerialet, som er blitt forbehandlet for å fjerne de ikke-fiberholdige delene<sup>(1)</sup>.

#### 2. DEFINISJONER

2.1. Vareparti — Den materialmengden som skal vurderes på grunnlag av en rekke prøveresultater. Det kan f.eks. omfatte alt materiale som tilsvare én enkelt stoffleveranse, alt stoff som er vevd på en bestemt bom, en forsendelse med garn eller én eller flere baller med råfibrer.

2.2. Samlet laboratorieprøve — Den delen av varepartiet som er tatt ut som representativt for hele varemengden, og som innsendes til laboratorieundersøkelse. Den samlede laboratorieprøvens størrelse og art skal velges slik at den på en egnet måte gjenspeiler variasjonen i varepartiet og er lett å arbeide med i laboratoriet<sup>(2)</sup>.

2.3. Prøvemateriale — Den delen av den samlede laboratorieprøven som blir underkastet en forbehandling for å fjerne de ikke-fiberholdige delene, og som enkeltprøvene deretter tas fra. Prøvematerialets størrelse og art skal være tilstrekkelig til å gjenspeile variasjonen i den samlede laboratorieprøven på riktig måte<sup>(3)</sup>.

2.4. Enkeltprøve — Den delen av materialet som er nødvendig for å gi ett enkelt analyseresultat.

#### 3. PRINSIPP

Prøvematerialet velges slik at det er representativt for den samlede laboratorieprøven.

Enkeltprøvene tas fra prøvematerialet på en slik måte at de er representative for det.

#### 4. PRØVETAKING AV LØSE FIBRER

4.1. Uorienterte fibrer — Prøvematerialet sammensettes av dotter som tas tilfeldig fra den samlede laboratorieprøven. Hele prøvematerialet blandes grundig ved hjelp av en laboratoriekarder<sup>(4)</sup>. Kardefloret eller blandingen, også fibrer som henger fast ved karden og småfibrer som har falt av karden, forbehandles. Deretter tas det enkeltprøver i riktig innbyrdes vektforhold fra kardefloret eller blandingen, fra fasthengende fibrer og fra småfibrer som har falt av.

Dersom formen på kardefloret ikke berøres av forbehandlingen, tas enkeltprøven på den måten som er beskrevet i 4.2. Dersom kardefloret ødelegges av forbehandlingen, velges det fra den forhandlede prøven minst 16 dotter av en egnet og mest mulig lik størrelse som sammenføyes til én enkelt prøve.

4.2. Orienterte fibrer (kardeflor, lunter, forgarn) — Fra tilfeldig valgte deler av den samlede laboratorieprøven tas det minst 10 snittprøver som hver veier ca. 1 g. Prøvematerialet som er sammensatt på denne måten, forbehandles. Deretter legges snittprøvene side om side og enkeltprøven oppnås ved at det skjæres et snitt gjennom de 10 prøvene, slik at det tas en del fra hver av de 10 lengdene.

<sup>(1)</sup> Enkeltprøvene kan eventuelt forbehandles direkte.

<sup>(2)</sup> For ferdigvarer og konfeksjonsvarer se avsnitt 7.

<sup>(3)</sup> Se avsnitt 1.

<sup>(4)</sup> Laboratoriekarden kan erstattes med en fiberblander eller ved en metode med «utkjemmede dotter».

## 5. PRØVETAKING FRA GARN

- 5.1. Garn på spoler eller i hesper — Alle spoler i den samlede laboratorieprøven skal brukes.

Fra hver spole tas det sammenhengende, like og passende lengder, enten ved å spole fedd med samme antall omganger på en garnvinde<sup>(1)</sup>, eller på annen måte. De enkelte lengdene legges sammen side om side, i form av et enkelt fedd eller én enkelt garnlengde, og det sørges for at feddet eller garnlengden hele tiden består av like lengder fra hver spole.

Prøvematerialet forbehandles.

Enkeltprøven tas fra det forbehandlede prøvematerialet ved at det skjæres en bunt tråder av lik lengde av feddet eller kabelen samtidig som det sørges for at ikke noe av garnet utelates.

Dersom  $t$  er garnets «tex», og  $n$  er antallet spoler i den samlede laboratorieprøven, skal det

trekkes en garnlengde fra hver spole på  $\frac{10^6}{N_t}$  cm for å få et prøvemateriale på 10 g.

Dersom  $nt$  er meget høyt, dvs. mer enn 2000, kan et tykkere fedd spoles opp og skjæres opp i to deler for å få en kabel av passende vekt. Endene av en prøve i kabelform skal bindes nøyaktig sammen før forbehandlingen, og enkeltprøven skal tas ut i tilstrekkelig avstand fra knuten.

- 5.2. Varptråd — Prøvematerialet uttas ved at det i enden av renningen skjæres av en bunt på minst 20 centimeters lengde som inneholder alle trådene unntatt jaretrådene, som kastes. Trådbunten bindes sammen i en av endene. Dersom prøvematerialet er for stort til at det kan forbehandles i sin helhet, skal det deles opp i to eller flere deler med hver del bundet sammen for forbehandling, og føyes sammen på nytt etter å ha vært forbehandlet hver for seg. Fra prøvematerialet tas det en enkeltprøve av egnet lengde i tilstrekkelig avstand fra knuten der alle varptrådene er med. I en renning med  $N$  tråder med  $t$  «tex», utgjør lengden av en prøve på 1 g

$$\frac{10^3}{N_t} \text{ cm.}$$

## 6. PRØVETAKING AV STOFFER

- 6.1. Samlet laboratorieprøve som består av et avskåret stykke tøy som er representativt for stoffet:

— En diagonal strimmel skjæres av prøven fra hjørne til hjørne, og jarekantene fjernes. Denne strimmelen er laboratoriets prøvemateriale. For å få et prøvemateriale på  $x$  g, skal strimmelens overflate være

$$\frac{x10^4}{G} \text{ cm}^2 \text{ der } G \text{ er stoffets vekt i gram per m}^2.$$

Etter forbehandlingen skal strimmelen skjæres i fire like store deler som legges oppå hverandre.

Enkeltprøvene tas fra en hvilket som helst del av materialet ved å skjære gjennom alle lagene på en slik måte at det oppnås en enkeltprøve med lik lengde fra hvert lag.

Dersom stoffet har et vevd mønster, skal prøvematerialets lengde målt parallelt i renningens retning, ikke være mindre enn mønsterrapporten i renningens retning. Er prøvematerialet under slike forhold for stort til å kunne forbehandles i sin helhet, skal det skjæres i like

<sup>(1)</sup> Dersom spolene kan plasseres på en egnet spolehekk, er det mulig å spole opp flere spoler samtidig.

deler som forbehandles hver for seg, og disse delene skal legges oppå hverandre før enkeltprøven tas, samtidig som det legges vekt på at tilsvarende deler av mønsteret ikke faller sammen.

6.2. Samlet laboratorieprøve som består av flere stykker avskåret tøy

— Hvert tøyestykke analyseres som beskrevet i 6.1, deretter angis resultatene enkeltvis.

7. PRØVETAKING AV FERDIGVARER OG KONFEKSJONSVARER

Den samlede laboratorieprøven består vanligvis av en hel ferdig- eller konfeksjonsvare eller av en representativ del av varen.

Eventuelt skal prosentsatsen bestemmes for de forskjellige deler som ikke har samme fiberinnhold for å kontrollere samsvar med bestemmelsene i artikkel 9 i europaparlaments- og rådsdirektiv 96/74/EF av 16. desember 1996 om navn på tekstilprodukter.

Det tas et representativt prøvemateriale fra delen av ferdigvaren eller konfeksjonsvaren, som må ha sin sammensetning angitt på etiketten. Dersom varen har flere etiketter, skal det tas representative prøvematerialer fra hver del som er forsynt med etikett.

Dersom sammensetningen skal bestemmes for en vare som ikke er homogen, kan det være nødvendig å ta prøvematerialer fra hver enkelt del av varen og bestemme de enkelte delers forholdsmessige andel av hele den aktuelle varen.

Prosentandelene skal deretter beregnes idet det tas hensyn til de forholdsmessige andeler av de undersøkte delene.

Prøvematerialene forbehandles.

Deretter tas det representative enkeltprøver fra de forbehandlede prøvematerialene.

## VEDLEGG II

### KVANTITATIVE ANALYSEMETODER FOR VISSE BINÆRE TEKSTILFIBERBLANDINGER

#### 1. GENERELL DEL

##### **Innledning**

Kvantitative analysemetoder for tekstilfiberblandinger er basert på to hovedmetoder, henholdsvis manuell og kjemisk separering av fibrer.

Den manuelle metoden bør velges så langt det er mulig, fordi den vanligvis gir nøyaktigere resultater enn den kjemiske. Den kan brukes på alle tekstilprodukter der fibre ikke utgjør en sammensatt blanding, f.eks. på garn som består av flere bestanddeler der hver enkelt del utgjør én enkelt fibertype, på stoffer der renningen består av en annen fiber enn innslaget, eller på strikket stoff sammensatt av ulike garntyper.

Den kvantitative kjemiske analysemetoden for tekstilfiberblandinger er vanligvis basert på de enkelte bestanddelenes selektive løselighet. Etter at en av bestanddelene er fjernet, veies de uløselige restfibre, og den løselige bestanddelen beregnes på grunnlag av vekttapet. I første del av dette vedlegg sammenstilles de opplysninger som vanligvis framkommer etter en analyse basert på denne metoden, og som gjelder for blandingene av tekstilfibrer nevnt i dette vedlegg, uansett sammensetning. Første del av dette vedlegg bør derfor brukes i tilknytning til de følgende delene av vedlegget, som inneholder detaljerte framgangsmåter for særskilte fiberblandinger. Det kan forekomme at visse kjemiske analyser er basert på et annet prinsipp enn selektiv løselighet. I så fall gis det utførlige opplysninger om dette i den aktuelle del av metoden.

De fiberblandinger som brukes ved framstilling av tekstilprodukter, og i mindre grad også de fiberblandinger som finnes i de ferdige produktene, inneholder noen ganger ikke-fiberholdig materiale som fettstoffer, voks eller hjelpestoffer, eller vannløselige produkter som kan ha en naturlig opprinnelse eller være tilsatt for å lette framstillingen. Ikke-fiberholdig materiale må fjernes før analysen finner sted. Dette er grunnen til at det også er beskrevet en forbehandlingsmetode som i de fleste tilfeller gjør det mulig å fjerne oljer, fettstoffer, voks og vannløselige produkter.

Tekstilene kan ellers inneholde harpikser eller andre stoffer tilsatt for å gi produktene særskilte egenskaper. Slike stoffer, herunder fargestoffer i særskilte tilfeller, kan endre reagensens innvirkning på den løselige bestanddelen og dessuten helt eller delvis elimineres av reagensen. Disse tilsetningsstoffene kan følgelig føre til feil og må fjernes før analysen foretas. Dersom det ikke er mulig å fjerne dem, kan de kvantitative kjemiske analysemetodene som er beskrevet i dette vedlegg, ikke lenger brukes.

Fargestoffer i fargede fibrer betraktes som en integrert del av fiberen, og skal ikke fjernes.

Disse analyser foretas på grunnlag av tørrvekten, og det er redegjort for en metode for å bestemme denne.

Resultatet oppnås ved at de fuktighetsfaktorer som er fastsatt i vedlegg II til europaparlaments- og rådsdirektiv 96/74/EF av 16. desember 1996 om navn på tekstilprodukter, anvendes på de enkelte fibrers tørrvekt.

De fibrer som finnes i blandingen skal identifiseres før analysen foretas. Ved visse kjemiske metoder kan den uløselige bestanddelen i en blanding delvis oppløses av reagensen som brukes til å oppløse den løselige bestanddelen. Der det er mulig er de reagenser blitt valgt som bare har liten eller ingen innvirkning på de uløselige fibre. Dersom det må påregnes vekt tap i forbindelse med analysen, skal resultatene korrigeres i samsvar med dette. For dette formål er det oppgitt korreksjonsfaktorer. Disse faktorene er blitt bestemt i forskjellige laboratorier ved at fibrer renses gjennom forbehandling er blitt behandlet med en egnet reagens, som spesifisert i analysemetoden. Disse faktorene skal bare brukes på normale fibrer, og andre korreksjonsfaktorer kan vise seg nødvendige dersom fibre er blitt nedbrutt før eller under behandlingen. De foreslåtte kjemiske metodene brukes på enkeltanalyser. Det skal foretas minst to analyser på separate enkeltprøver, både når det gjelder manuell og kjemisk separeringsmetode. Forutsatt at det er teknisk mulig, bør det i tvilstilfeller foretas en annen analyse med en metode som gjør det mulig å oppløse den fiberen som resten består av dersom den første metoden er fulgt.

I.        **GENERELLE OPPLYSNINGER OM KVANTITATIVE KJEMISKE ANALYSEMETODER FOR TEKSTILFIBERBLANDINGER**

Opplysninger som er felles for de metoder som skal brukes ved kvantitativ kjemisk analyse av tekstilfiberblandinger.

I.1.    **Bruksområde**

Bruksområdet for hver metode angir hvilke fibrer denne metoden skal brukes på.

I.2.    **Prinsipp**

Etter at bestanddelene i en blanding er identifisert, fjernes først de ikke-fiberholdige bestanddelene med en egnet forbehandling, deretter fjernes den ene av de to bestanddelene, vanligvis ved selektiv løselighet<sup>(1)</sup>. De uløselige restfibre veies og andelen av den løselige bestanddelen beregnes på grunnlag av vekttapet. Med mindre det oppstår tekniske vanskeligheter, bør den fiberen det er mest av oppløses for å få den fiberen det er minst av som rest.

I.3.    **Nødvendig materiale**

I.3.1.    *Apparatur*

I.3.1.1. Filterdigler og veieglass som rommer diglene, eller annen apparatur som kan gi samme resultat.

I.3.1.2. Sugokolbe

I.3.1.3. Eksikator med farget silikagel som fuktighetsindikator.

I.3.1.4. Tørkeovn med vifte til tørking av enkeltprøver ved  $105 \pm 3^\circ\text{C}$

I.3.1.5. Analysevekt, følsomhet 0,0002 g.

I.3.1.6. Soxhlet ekstraksjonsapparat eller apparatur som gir samme resultat.

I.3.2.    *Reagenser*

I.3.2.1. Redestillert petroleumseter, kokepunkt mellom  $40^\circ\text{C}$  og  $60^\circ\text{C}$ .

I.3.2.2. Andre reagenser er omhandlet i den relevante delen av metoden. Alle reagenser som brukes må være kjemisk rene.

I.3.2.3. Destillert eller avionisert vann.

I.4.    **Kondisjonerings- og analyseatmosfære**

Ettersom det er tørrvekter som bestemmes, kreves det verken kondisjonering eller analyse i kondisjonert atmosfære.

I.5.    **Prøvemateriale**

Fra den samlede laboratorieprøven velges det et representativt prøvemateriale som er tilstrekkelig til å gi de nødvendige enkeltprøver med en vekt på minst 1 g hver.

(<sup>1</sup>)    Metode nr. 12 er et unntak. Den er basert på å bestemme en stoffbestanddel i en av de to bestanddelene.

## I.6. **Forbehandling av prøvematerialet<sup>(1)</sup>**

Foreligger det en bestanddel som det ikke skal tas hensyn til ved beregningen av prosentandelene (artikkel 12 nr. 3 i europaparlaments- og rådsdirektiv 96/74/EF av 16. desember 1996 om navn på tekstilprodukter), skal denne fjernes først med en egnet metode som ikke berører fiberbestanddelene.

For dette formål skal de ikke-fiberholdige bestanddelene som kan ekstraheres ved hjelp av petroleumseter og vann, fjernes, ved å behandle det lufttørkede prøvematerialet med petroleumseter i Soxhlet-apparatet i én time og med minst 6 omganger per time. Deretter avdampes petroleumseteren fra prøven som i sin tur ekstraheres med direkte behandling ved å bløtes først én time i vann i romtemperatur og deretter én time i vann ved  $65 \pm 5^\circ\text{C}$ , samtidig som den ristes med jevne mellomrom. Forholdstallet mellom væske og prøve skal være 100/1. Vannoverskuddet fjernes ved trykking, suging eller sentrifugering, og deretter lufttørkes prøven.

Dersom de ikke-fiberholdige stoffene ikke lar seg ekstrahere ved hjelp av petroleumseter og vann, skal metoden med vann nevnt ovenfor for å fjerne disse stoffene erstattes med en egnet metode som ikke i vesentlig grad forandrer noen av fiberbestanddelene. For visse ublekede naturlige plantefibrer (som f.eks. jute- og kokosfibrer), bemerkes det imidlertid at normal forbehandling med petroleumseter og vann ikke fjerner alle de naturlige ikke-fiberholdige stoffene. Til tross for dette skal det ikke foretas ytterligere forbehandling dersom prøven ikke inneholder etterbehandlingsmidler som ikke oppløses i petroleumseter og vann.

I analyserapportene skal de forbehandlingsmetodene som er brukt, beskrives inngående.

## I.7. **Framgangsmåte ved analysen**

### I.7.1. *Allmenn veiledning*

#### I.7.1.1. Tørking

Alle tørkeoperasjoner skal vare minst 4 timer, og høyst 16 timer, og finne sted ved  $105 \pm 3^\circ\text{C}$  i en ventilert ovn med ovnsdør som er lukket under hele tørketiden. Dersom tørketiden er mindre enn 14 timer, må det kontrolleres om det er oppnådd en konstant vekt. Denne vekten kan anses for oppnådd når vektforskjellen etter ny tørking i 60 minutter er mindre enn 0,05 %.

Unngå håndtering med bare hender av filterdiglene og veieglassene samt prøvene og restfibrene under tørkingen, avkjølingen og veiingen.

Tørk enkeltprøvene i et veieglass med proppen av. Etter tørkingen lukkes veieglasset før det tas ut av ovnen og raskt plasseres i eksikkatoren.

Plasser filterdigelen i veieglasset og tørk den sammen med lokket i ovnen. Etter tørkingen lukkes veieglasset og overføres raskt til eksikkatoren.

Dersom det brukes annet utstyr enn filterdigel, bør tørkingen i ovnen utføres slik at det blir mulig å bestemme fibrenes tørrvekt uten vekttap.

#### I.7.1.2. Avkjøling

Alle kjøleprosesser skal foretas i eksikkatoren, som plasseres ved siden av vekten så lenge at veieglassene blir fullstendig avkjølt, og ikke i noe tilfelle i mindre enn 2 timer.

<sup>(1)</sup> Se vedlegg I avsnitt 1.



## I.7.1.3. Veing

Etter å ha blitt avkjølt veies veieglasset i to minutter etter at det er tatt ut av eksikkatoren. Det veies med en nøyaktighet på 0,0002 g.

## I.7.2. Framgangsmåte

Fra det forbehandlede prøvematerialet tas en enkeltprøve med en vekt på minst 1 g. Garnet eller stoffet skjæres opp i omkring 10 mm lange deler som rives mest mulig i stykker. Enkeltprøven tørkes i et veieglass, avkjøles i eksikkatoren og veies. Overfør enkeltprøven til glassbeholderen beskrevet i den relevante delen av fellesskapsmetoden, vei deretter straks veieglasset på nytt og beregn enkeltprøvens tørrvekt ved differanse. Analyseprosessen fullføres i samsvar med anvisningene i den relevante delen av den gjeldende metoden. Resten undersøkes i mikroskopet for å kontrollere om behandlingen har fjernet den løselige fiberen fullstendig.

## I.8. Beregning og angivelse av resultatet

Den uløselige bestanddelens vekt uttrykkes som prosent av den samlede fibervekten i blandingen. Prosentandelen for den løselige bestanddelen framgår av differansen. Resultatene beregnes på grunnlag av rene fibrers tørrvekt ved bruk av vedtatte fuktighetsfaktorer og korreksjonsfaktorer for å utligne vekttapet under forbehandlingen og analysen. Denne beregningen foretas etter formelen angitt i I.8.2.

I.8.1. Beregning av prosentandel av uløselig bestanddel på grunnlag av ren tørrvekt, uten hensyn til fibrenes vekttap under forbehandlingen:

$$P_1 \% = \frac{100rd}{m}$$

der

$P_1$  er prosentandelen av den rene og tørre uløselige bestanddelen,

$m$  er enkeltprøvens tørrmasse etter forbehandlingen,

$r$  er restfibreens tørrmasse,

$d$  er korreksjonsfaktoren som tar hensyn til den uløselige bestanddelens vekttap i reagensen under analysen.

De egnede verdier for «d» framgår av de aktuelle deler av teksten for hver metode.

Disse «d»-verdiene er naturlig nok de normale verdier som brukes på fibrer som ikke er kjemisk nedbrutt.

I.8.2. Beregning av prosentandel av den uløselige bestanddelen på grunnlag av ren tørrvekt med justering for vekttap under forbehandlingen ved hjelp av vedtatte fuktighetsfaktorer og eventuelt korreksjonsfaktorer:

$$P_{1A} \% = \frac{100 P_1 \left(1 + \frac{a_1 + b_1}{100}\right)}{P_1 \left(1 + \frac{a_1 + b_1}{100}\right) + (100 - P_1) \left(1 + \frac{a_2 + b_2}{100}\right)}$$

der

$P_{1A}$  er prosentandelen av den uløselige bestanddelen justert med vedtatte fuktighetsfaktorer og for vekttap under forbehandlingen,

$P_1$  er prosentandelen av den rene og tørre uløselige bestanddelen beregnet med formelen angitt i I.8.1,

$a_1$  er den vedtatte fuktighetsfaktoren for den uløselige bestanddelen (se vedlegg II i direktivet om navn på tekstilprodukter),

$a_2$  er den vedtatte fuktighetsfaktoren for den løselige bestanddelen (se vedlegg II i direktivet om navn på tekstilprodukter),

$b_1$  er det prosentvise tap av den uløselige bestanddelen forårsaket av forbehandlingen,

$b_2$  er det prosentvise tap av den løselige bestanddelen forårsaket av forbehandlingen.

Prosentandelen for den andre bestanddelen ( $P_{2A}$  %) tilsvarende  $100 - P_{1A}$  %.

Dersom det er brukt en særskilt forbehandling, skal verdiene for  $b_1$  og  $b_2$  om mulig bestemmes ved at alle rene fiberbestanddeler underkastes den forbehandling som brukes i analysen. Med rene fibrer menes fibrer som er fri for alle ikke-fiberholdige stoffer, med unntak av stoffer de normalt inneholder (av naturlige årsaker eller på grunn av produksjonsprosessen) i den tilstand (ubleket, bleket) de forekommer i varen som skal analyseres.

Dersom rene og atskilte fiberbestanddeler som har vært brukt til framstilling av varen som skal analyseres, ikke er tilgjengelige, skal det brukes middelverdier for  $b_1$  og  $b_2$  slik disse framkommer ved prøvinger utført på rene fibrer av samme type som fibre i den undersøkte blandingen.

Brukes den normale forbehandling ved ekstraksjon med petroleumseter og vann, kan det vanligvis ses bort fra korreksjonsfaktorene  $b_1$  og  $b_2$  unntatt for ubleket bomull, ubleket lin og ubleket hamp, der det vanligvis forutsettes et vekttap forårsaket av forbehandlingen på 4 % og for polypropylen på 1 %.

Når det gjelder andre fibrer, blir vekttap forårsaket av forbehandlingen normalt ikke tatt i betraktning ved beregningene.

## II. KVANTITATIV ANALYSEMETODE MED MANUELL SEPARERING

### II.1. Bruksområde

Metoden brukes på tekstilfibrer av enhver art forutsatt at de ikke utgjør en sammensatt blanding og at det er mulig å skille dem manuelt.

### II.2. Prinsipp

Etter at bestanddelene i tekstilet er identifisert, fjernes først de ikke-fiberholdige stoffene med en egnet forbehandling, og deretter skilles fibre manuelt, tørkes og veies slik at andelen av de enkelte fibre kan beregnes.

### II.3. Apparat

II.3.1. Veieglass eller annen apparatur som gir samme resultater.

II.3.2. Eksikator med farget silikagel som fuktighetsindikator.

II.3.3. Tørkeovn med vifte til tørking av enkeltprøver ved  $105 \pm 3^\circ\text{C}$ .

II.3.4. Analysevekt, følsomhet 0,0002 g.

II.3.5. Soxhlet ekstraksjonsapparat eller apparatur som gir samme resultat.

II.3.6. Nål.

II.3.7. Snoteller eller tilsvarende apparatur.

#### II.4. **Reagenser**

II.4.1. Redestillert petroleumseter, kokepunkt mellom 40 og  $60^\circ\text{C}$ .

II.4.2. Destillert eller avionisert vann.

#### II.5. **Kondisjonserings- og analyseatmosfære**

Se I.4.

#### II.6. **Prøvemateriale**

Se I.5.

#### II.7. **Forbehandling av prøvematerialet**

Se I.6.

#### II.8. **Framgangsmåte ved analysen**

##### II.8.1. *Analyse av garn*

Av det forbehandlede prøvematerialet tas en enkeltprøve med en vekt på minst 1 g. Dersom det dreier seg om svært fint garn, kan analysen foretas med en minstelengde på 30 m, uansett vekt.

Garnet skjæres i stykker av passende lengde, og de enkelte delene skilles fra hverandre med en nål, og om nødvendig med en snoteller. Når de enkelte deler er skilt på denne måten, plasseres de i et forhåndsveid veieglass og tørkes ved  $105 \pm 3^\circ\text{C}$ , til det oppnås en konstant vekt som beskrevet i I.7.1. og I.7.2.

##### II.8.2. *Analyse av stoff*

Fra det forbehandlede prøvematerialet tas det i god avstand fra jarekanten en enkeltprøve med en vekt på minst 1 g med nøyaktig avskårne kanter uten frynser som løper parallelt med varp- eller innslagstrådene, eller for strikkes stoffs vedkommende, på langs eller tvers av maskerekkene. Skill tråder av forskjellig type, samle dem i forhåndsveide veieglass og fortsett som beskrevet i II.8.1.

#### II.9. **Beregning og angivelse av resultatene**

Vekten av de enkelte fiberbestanddelene uttrykkes som prosent av den samlede fibervekten i blandingen. Resultatene beregnes på grunnlag av rene fibrers tørrvekt ved bruk av vedtatte fuktighetsfaktorer og korreksjonsfaktorer for å utligne vekttapet under forbehandlingen.

II.9.1. Beregning av prosentandel av fibrenes rene tørrvekt uten hensyn til fiberens vekttap under forbehandlingen:

$$P_1 \% = \frac{100m_1}{m_1 + m_2} = \frac{100}{1 + \frac{m_2}{m_1}}$$

der

$P_1$  er prosentandelen av den første bestanddelen i tørr og ren tilstand,

$m_1$  er den første bestanddelens rene tørrvekt,

$m_2$  er den andre bestanddelens rene tørrvekt.

II.9.2. Se I.8.2. for beregning av prosentandelen av hver enkelt bestanddel med justering ved hjelp av vedtatte fuktighetsfaktorer og eventuelt korreksjonsfaktorer for å ta hensyn til vekttapet under forbehandlingen.

### III.1. Metodenes nøyaktighet

Den nøyaktighet som er angitt for hver enkelt metode gjelder reproduserbarheten.

Reproduserbarheten viser til påliteligheten, det vil si det nære samsvaret mellom forsøksresultater som oppnås i forskjellige laboratorier eller i forskjellige tidsrom, når det oppnås enkeltresultater med samme metode fra samme homogene blanding.

Reproduserbarheten uttrykkes i pålitelighetsgrenser for forsøksresultatene med et konfidensintervall på 95 %.

Dette betyr at avviket mellom resultatene i en analyserekke utført i forskjellige laboratorier ved korrekt og normal bruk av metoden og for samme homogene blanding bare vil overskrides i fem av hundre tilfeller.

### III.2. Analyserapport

III.2.1. Det oppgis at analysen er utført i samsvar med denne metode.

III.2.2. Det angis detaljerte opplysninger om eventuelle særskilte forbehandlinger (se I.6.).

III.2.3. Enkeltresultatene samt det aritmetiske gjennomsnitt angis med én desimals nøyaktighet.

## 2. SÆRSKILTE METODER — OVERSIKTSTABELL

Metode	Bruksområde		Reagens
Nr. 1	Acetat	Visse andre fibrer	Aceton
Nr. 2	Visse proteinfibrer	Visse andre fibrer	Hypokloritt
Nr. 3	Viskose, kupro, visse typer modal	Bomull	Maurisyre/sinkklorid
Nr. 4	Polyamid eller nylon	Visse andre fibrer	80 % maursyre
Nr. 5	Acetat	Triacetat	Benzylalkohol
Nr. 6	Triacetat	Visse andre fibrer	Diklormetan
Nr. 7	Visse cellulosefibrer	Polyester	Svovelsyre 75 vektprosent
Nr. 8	Akrylfibrer, visse modakryler eller visse klorfibrer	Visse andre fibrer	Dimetylformamid
Nr. 9	Visse klorfibrer	Visse andre fibrer	Karbondisulfid/acetone 55,5/44,5 volumprosent
Nr. 10	Acetat	Visse klorfibrer	Isedik
Nr. 11	Silke	Ull eller dyrehår	Svovelsyre 75 vektprosent
Nr. 12	Jute	Visse animalske fibrer	Bestemmelse av nitrogeninnholdet
Nr. 13	Polypropylen	Visse andre fibrer	Xylen
Nr. 14	Klorfibrer (basert på homopolymerer av vinylklorid)	Visse andre fibrer	Konsentrert svovelsyre
Nr. 15	Klorfibrer, visse modakryler, visse elastaner, acetat, triacetat	Visse andre fibrer	Sykloheksanon

## METODE NR. 1

### ACETAT OG VISSE ANDRE FIBRER

#### (Metode med acetone)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. acetat (19)  
med
2. ull (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomull (5), lin (7), hamp (8), jute (9), manilla (10), alfa (11), kokos (12), gyvel (13), rami (14), sisal (15), kupro (21), modal (22), proteinfiber (23), viskose (25), akrylfiber (26), polyamid eller nylon (30) og polyester (31).

Denne metoden må ikke under noen omstendigheter brukes på overflateacetylerede acetatfibrer.

#### 2. PRINSIPP

Acetatfibre i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med acetone. Resten samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre acetatfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

- 3.1. **Apparatur**  
Erlenmeyerkolber på minst 200 ml med glasspropp
- 3.2. **Reagens**  
Acetone

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres i en erlenmeyerkolbe på minst 200 ml som er utstyrt med glasspropp, og det tilsettes 100 ml acetone per gram, kolben ristes og oppbevares i 30 minutter i romtemperatur mens den ristes fra tid til annen, og væsken dekanteres deretter igjennom en forhåndsveid glassfilterdigel.

Denne behandlingen gjentas to ganger (i alt tre ekstraksjoner), men hver gang bare i 15 minutter, slik at den samlede behandlingstid med acetone er én time. Resten overføres til en glassfilterdigel. Glassfilterdigelen vaskes ut med acetone og tømmes med suging. Digelen fylles på nytt med acetone som deretter får renne ut av seg selv, uten suging.

Til slutt tømmes digelen med suging, digelen og resten avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» utgjør 1,00.

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

## METODE NR. 2

### VISSE PROTEINFIBRER OG VISSE ANDRE FIBRER

#### (Metode med hypokloritt)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av

1. visse proteinfibrer som: ull (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), proteinfiber (23)  
med
2. bomull (5), kupro (21), modal (22), viskose (25), akryl (26), klorfiber (27), polyamid eller nylon (30), polyester (31), polypropylen (33), elastan (39) og glassfiber (40).

Dersom det finnes flere typer proteinfibrer, gir denne metoden fibrenes samlede mengde, men ikke de enkelte prosentandelene.

#### 2. PRINSIPP

Proteinfibrene i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med en løsning av hypokloritt. Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre proteinfibrer beregnes ved differanse.

For å tilberede løsningen med hypokloritt, kan litium- eller natriumhypokloritt brukes.

Litiumhypokloritt anbefales dersom det bare dreier seg om et lite antall analyser eller dersom analysene utføres med ganske lange mellomrom. Dette fordi fast litiumhypokloritt — i motsetning til natriumhypokloritt — inneholder en nærmest konstant hypoklorittandel. Dersom denne andelen er kjent, er det ikke nødvendig å kontrollere den ved hjelp av jodometri for hver enkelt analyse, fordi det kan brukes en konstant veid porsjon med hypokloritt.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

- i) Erlenmeyerkolbe på 250 ml med glasspropp
- ii) Termostat som kan reguleres til 20 ( $\pm 2$ ) °C

##### 3.2. Reagenser

- i) *Hypoklorittreagens*
  - a) Løsning med litiumhypokloritt

Denne reagensen består av en nylig tilberedt løsning som inneholder 35 ( $\pm 2$ ) g aktivt klor per liter (ca. 1 M), som tilsettes 5 ( $\pm 0,5$ ) g/l natriumhydroksyd som er oppløst på forhånd. For å tilberede løsningen oppløses 100 g litiumhypokloritt som inneholder 35 % aktivt klor (eller 115 g med et innhold av aktiv klor på 30 %) i ca. 700 ml destillert vann. Tilsett 5 g natriumhydroksyd oppløst i ca. 200 ml destillert vann og fyll opp til 1 liter med destillert H<sub>2</sub>O. En nylig tilberedt løsning behøver ikke å kontrolleres med jodometri.

## b) Løsning med natriumhypokloritt

Denne løsningen består av en nylig tilberedt løsning som inneholder  $35 (\pm 2)$  g aktivt klor per liter (ca. 1 M), som tilsettes  $5 (\pm 0,5)$  g/l natriumhypokloritt som er oppløst på forhånd. Innholdet av aktivt klor i løsningen kontrolleres med jodometri før hver analyse.

ii) *Fortynnet edikksyre*

5 ml isedikk tynnes ut med vann til 1 liter.

## 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Ca. 1 g av prøven plasseres i kolben på 250 ml. Ca. 100 ml hypoklorittløsning (litiumhypokloritt eller natriumhypokloritt) tilsettes, og kolben ristes kraftig slik at prøven blir gjennomfuktet.

Kolben plasseres deretter i en termostat ved  $20^{\circ}\text{C}$  i 40 minutter og ristes kontinuerlig eller i det minste med jevne mellomrom. Det avgis varme når ull oppløses, og reaksjonsvarmen som utvikler seg ved bruk av denne metoden, må fordeles og bortledes. Det kan ellers oppstå betydelige feil på grunn av en begynnende oppløsning av de uløselige fibrene.

Etter 40 minutter filtreres innholdet i kolben gjennom en forhåndsveid glassfilterdigel. Kolben skylles deretter med litt hypoklorittreagens for å fjerne eventuelle restfibrer, og innholdet helles i glassfilterdigelen. Digelen tømmes med suging, og restfibrene vaskes etter tur med vann, fortynnet edikksyre, og deretter med vann igjen. Tøm digelen med suging etter hver tilsetning av væske. Ikke bruk suging før væsken har rent ut av seg selv.

Til slutt tømmes digelen med suging, tørkes sammen med restfibrene, avkjøles og veies.

## 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00. For bomull, viskose og modal er den 1,01, og for ubleket bomull 1,03.

## 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.



## METODE NR. 3

### VISKOSE, KUPRO ELLER VISSE TYPER MODAL OG BOMULL

(Metode med maursyre og sinkklorid)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. Viskose (25) eller kupro (21), herunder visse typer modalfibrer (22)

med

2. bomull (5).

Dersom det påvises at det finnes en modalfiber i blandingen, er det nødvendig å foreta en foreløpig prøve for å bringe på det rene om denne fiberen er løselig i reagensen.

Denne metoden kan ikke brukes på blandinger der bomullen har gjennomgått en omfattende kjemisk nedbryting, heller ikke dersom viskose- eller kuprofibre ikke lenger er fullstendig løselige fordi det finnes visse farge- eller etterbehandlingsmidler i blandingen som ikke kan fjernes fullt ut.

#### 2. PRINSIPP

Viskose-, kupro eller modalfibre i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med en reagens som består av maursyre og sinkklorid. Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies, og den korrigerte vekten uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre viskose-, kupro eller modalfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

- i) Erlenmeyerkolber på minst 200 ml med glasspropp
- ii) Apparat som gjør det mulig å holde kolbene ved  $40 \pm 2^\circ\text{C}$

##### 3.2. Reagenser

- i) Løsning som består av 20 g smeltet vannfri sinkklorid og 68 g vannfri maursyre tynnet ut med vann til 100 g (det vil si 20 vektdeler smeltet vannfri sinkklorid til 80 vektdeler maursyre med en vektprosent på 85).

*Merknad:*

Det vises i denne forbindelse til I.3.2.2. som fastsetter at alle anvendte reagenser skal være kjemisk rene. Det er dessuten nødvendig å bruke utelukkende smeltet vannfri sinkklorid.

- ii) Ammoniumhydroksidløsning: 20 ml konsentrert ammoniakkløsning (spesifikk vekt 0,880 g/ml) tynnes ut med vann til 1 liter.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres straks i kolben som er forhåndsoppvarmet til 40°C. Deretter tilsettes 100 ml av maursyre/sinkloridløsningen, forhåndsoppvarmet til 40°C, per g av prøven. Kolben lukkes og ristes kraftig. Hold kolben med innhold konstant ved 40°C i to og en halv time, og rist den to ganger med én times mellomrom. Kolbens innhold filtreres gjennom en forhåndsveid glassfilterdigel. Fibrer som eventuelt er igjen kolben, skylles ned i digelen ved hjelp av reagensen. Det etterskylles med 20 ml av reagensen.

Filterdigelen og restfibrene vaskes grundig med vann ved 40°C. Den fiberholdige resten skylles med ca. 100 ml kald ammoniakkløsning (3.2.ii). Sørg for at restfibrene er fullstendig nedsenket i løsningen i 10 minutter<sup>(1)</sup>, skyll deretter grundig med kaldt vann.

Det suges ikke så lenge skyllevæsken ikke har rent helt ut av seg selv. Gjenværende væskeoverskudd fjernes til slutt med suging, og digel og restfibrer avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» for bomull er 1,02.

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 2$  med et konfidensintervall på 95 %.

<sup>(1)</sup> For å sikre at den fiberholdige resten er nedsenket i ammoniakkløsningen i 10 minutter, kan det for eksempel under filterdigelen monteres en kopling med ventil som gjør det mulig å regulere strømmen med ammoniak.

## METODE NR. 4

### POLYAMID ELLER NYLON OG VISSE ANDRE FIBRER

(Metode med 80 % maursyre)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. polyamid eller nylon (30)  
med
2. ull (1), dyrehår (2 og 3), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskose (25), akryl (26), klorfiber (27), polyester (31), polypropylen (33) og glassfiber (40).

Som nevnt ovenfor kan denne metoden også brukes på ullblandinger, men når andelen av ull overstiger 25 %, bør metode nr. 2 brukes (oppløsning av ullen i en natriumhypoklorittløsning).

#### 2. PRINSIPP

Polyamidfibrene i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med maursyre. Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre polyamid- eller nylonfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

Erlenmeyerkolber på minst 200 ml med glasspropp

##### 3.2. Reagenser

- i) 80 % maursyre, (relativ densitet ved 20°C: 1,186). 880 ml 90 % maursyre (relativ densitet ved 20°C: 1,204) tynnes ut med vann til 1 liter. Alternativt tynnes 780 ml 98-100 % maursyre (relativ densitet ved 20°C: 1,220) ut med vann til 1 liter.

Konsentrasjonen er ikke kritisk mellom 77 og 83 vektprosent maursyre.

- ii) Fortynnet ammoniakkløsning: 80 ml konsentrert ammoniakkløsning (relativ densitet ved 20°C: 0,880 g/ml) tynnes ut med vann til 1 liter.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres i en erlenmeyerkolbe på 200 ml og det tilsettes 100 ml maursyre per gram. Kolben lukkes og ristes slik at prøven blir gjennomfuktet. La prøven stå i 15 minutter ved romtemperatur mens den ristes med jevne mellomrom. Kolbens innhold filtreres gjennom en forhåndsveid filterdigel, og eventuelle restfibrer vaskes ut i digelen med litt maursyrereagens. Filterdigelen tømmes med suging, og kolben samt restfibre vaskes etter tur ut med maursyre, varmt vann, fortynnet ammoniakkløsning og til slutt med kaldt vann. Digelen tømmes med suging etter hver tilsetning. Det suges ikke før skyllevæsken har rent ut av seg selv. Til sist tømmes digelen med suging, og digelen og restfibre tørkes, avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00.

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

## METODE NR. 5

### ACETAT OG TRIACETAT

#### (Metode med benzylalkohol)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1) acetat (19)

med

2) triacetat (24).

#### 2. PRINSIPP

Acetatfibrene i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med benzylalkohol ved  $52 \pm 2^\circ\text{C}$ .

Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies, og vekten uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre acetatfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

- i) Erlenmeyerkolbe på minst 200 ml med glasspropp
- ii) Mekanisk risteapparat
- iii) Termostat eller et annet apparat som gjør det mulig å holde kolben ved en temperatur på  $52^\circ\text{C} \pm 2$

##### 3.2. Reagenser

- i) Benzylalkohol
- ii) Etanol

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven i erlenmeyerkolben tilsettes 100 ml benzylalkohol per gram av prøven.

Kolben lukkes og festes til risteapparatet slik at den nedsenkes i et vannbad med en temperatur på  $52 \pm 2^\circ\text{C}$  og ristes i 20 minutter ved denne temperaturen.

(Bruk av risteapparatet kan eventuelt erstattes med kraftig risting for hånd.)

Væsken dekanteres gjennom en forhåndsveid filterdigel. En ny porsjon benzylalkohol tilsettes, og kolben ristes på nytt ved  $52 \pm 2^\circ\text{C}$  i 20 minutter.

Væsken dekanteres gjennom digelen. Denne framgangsmåten gjentas en tredje gang.

Væsken og restfibrene helles til slutt i digelen. Eventuelle gjenværende fibrer i kolben skylles ut ved å tilsette en ekstra porsjon benzyalkohol ved  $52 \pm 2^\circ\text{C}$ . Tøm digelen grundig.

Fibrene overføres til en kolbe, skylles med etanol og dekanteres gjennom filterdigelen etter at kolben er ristet for hånd.

Utskyllingen gjentas to eller tre ganger. Restfibrene overføres til digelen som tømmes grundig. Digel samt restfibrer tørkes, avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00.

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

## METODE NR. 6

### TRIACETAT OG VISSE ANDRE FIBRER

#### (Metode med diklormetan)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. triacetat (24)  
med
2. ull(1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskose (25), akryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (31) og glassfiber (40).

*Merknad:*

Triacetatfibrer som har fått en særskilt etterbehandling som fører til delvis hydrolyse, kan ikke lenger oppløses fullt ut i reagensen. Dersom dette er tilfelle, kan metoden ikke brukes.

#### 2. PRINSIPP

Triacetat i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med diklormetan. Resten samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre triacetatfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

Erlenmeyerkolbe på minst 200 ml med glasspropp

##### 3.2. Reagens

Diklormetan (metylenklorid)

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres i en erlenmeyerkolbe på 200 ml med glasspropp og det tilsettes 100 ml diklormetan per gram av prøven, kolben lukkes med proppen og ristes hvert tiende minutt, slik at prøven blir gjennomfuktet. Oppbevar prøven 30 minutter i romtemperatur mens den ristes med jevne mellomrom. Væsken dekanteres gjennom en forhåndsveid filterdigel. 60 ml diklormetan tilsettes i kolben med restfibre, kolben ristes for hånd og innholdet filtreres gjennom filterdigelen. Restfibrer overføres til digelen ved utskylning med litt diklormetan. Væskeoverskuddet fjernes med suging, digelen fylles på nytt med diklormetan som får renne ut av seg selv.

Til sist fjernes væskeoverskuddet med suging, deretter behandles restfibre med kokende vann for å fjerne løsemiddelet fullstendig, det suges og digelen og restfibre tørkes, avkjøles og veies.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00, med unntak for polyester, der verdien «d» er 1,01.

6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.



## METODE NR. 7

### VISSE CELLULOSEFIBRER OG POLYESTER

(Metode med 75 % svovelsyre)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. bomull (5), lin (7), hamp (8), rami (14), kupro (21), modal (22), viskose (25)

med

2. polyester (31).

#### 2. PRINSIPP

Cellulosefibrene i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med 75 % svovelsyre.

Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies, og vekten uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre cellulosefibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

- i) Erlenmeyerkolbe på minst 500 ml med glasspropp
- ii) Termostat eller et annet apparat som gjør det mulig å holde kolben ved en temperatur på  $50 \pm 5^\circ\text{C}$

##### 3.2. Reagenser

- i) *Svovelsyre med  $75 \pm 2$  vektprosent*

Framstilles ved at 700 ml svovelsyre (relativ densitet ved  $20^\circ\text{C}$ : 1,84) forsiktig og under avkjøling tilsettes til 350 ml destillert vann. Etter at løsningen er nedkjølt til romtemperatur, tynnes den ut med vann til 1 liter.

- ii) *Fortynnet ammoniakkløsning*

80 ml ammoniakkløsning, relativ densitet ved  $20^\circ\text{C}$ : 0,88, fylles opp med vann til 1 liter.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres i en erlenmeyerkolbe på 500 ml med glasspropp og det tilsettes 200 ml 75 % svovelsyre per gram av prøven, kolben lukkes med proppen og ristes forsiktig slik at prøven blir gjennomfuktet. Kolben oppbevares i én time ved  $50 \pm 5^\circ\text{C}$  mens den ristes regelmessig med omkring 10 minutters mellomrom. Kolbens innhold filtreres gjennom en forhåndsveid filterdigel med suging. Eventuelle restfibrer overføres til digelen ved at kolben skylles med litt 75 % svovelsyre. Digelen tømmes med suging, og restfibrene som befinner seg i filteret, skylles én gang ved hjelp av en ny porsjon 75 % svovelsyre. Det suges først når væsken har rent ut av seg selv.

Restfibrene vaskes gjentatte ganger ved hjelp av kaldt vann, to ganger med fortynnet ammoniakkløsning og deretter grundig med kaldt vann, idet digelen tømmes med suging etter hver væsketilsetning. Det suges først når væsken har rent ut av seg selv. Til slutt tømmes den gjenværende væsken fra digelen med suging, og kolben og restfibrene tørkes, avkjøles og veies.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00.

6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

## METODE NR. 8

### AKRYLFIBRER, VISSE MODAKRYLER ELLER VISSE KLORFIBRER OG VISSE ANDRE FIBRER

(Metode med dimetylformamid)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. akrylfibrer (26), visse modakryler (29) eller visse klorfibrer (27)<sup>(1)</sup>  
med
2. ull (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskose (25), polyamid eller nylon (30) og polyester (31).

Metoden brukes også på akrylfibrer og visse modakryler som er behandlet med premetalliserte fargestoffer, men ikke på dem som er behandlet med etterkromerte fargestoffer.

#### 2. PRINSIPP

Akrylfibrer, visse modakryler eller visse klorfibrer i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med dimetylformamid oppvarmet i kokende vannbad. Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre akrylfibrer, modakrylfibrer eller klorfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

- i) Erlenmeyerkolbe på minst 200 ml med glasspropp
- ii) Kokende vannbad

##### 3.2. Reagens

Dimetylformamid (kokepunkt  $153 \pm 1^\circ\text{C}$ ) som ikke inneholder mer enn 0,1 % vann.

Denne reagensen er giftig, og det anbefales å arbeide under avtrekk.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres i en erlenmeyerkolbe på 200 ml med glasspropp, og det tilsettes 80 ml dimetylformamid per gram av prøven, forhåndsoppvarmet i kokende vannbad. Kolben lukkes med proppen, ristes slik at prøven blir gjennomfuktet og varmes i vannbadet på kokepunktet i ca. én time. Kolben med innhold ristes forsiktig for hånd fem ganger i løpet av denne tiden.

Væsken dekanteres gjennom en forhåndsveid filterdigel slik at fibre holdes tilbake i kolben. Kolben tilsettes nye 60 ml dimetylformamid, oppvarm igjen i 30 minutter, og rist forsiktig for hånd to ganger i løpet av denne tiden.

<sup>(1)</sup> Modakrylfibre og klorfibre løselighet i reagensen bør kontrolleres før analysen foretas.

Kolbens innhold filtreres gjennom filterdigelen med suging.

Eventuelle restfibrer overføres til digelen ved at kolben skylles ut med dimetylformamid. Tøm digelen med suging. Restfibrene vaskes med ca. 1 liter vann oppvarmet til 70-80°C, og digelen fylles hver gang med vann. Etter hver tilsetning med vann suges det en kort stund, men ikke før vannet har rent ut av seg selv. Dersom skyllevæsken renner for langsomt gjennom digelen, kan det suges lett.

Digelen med restfibre tørkes, avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00 unntatt i følgende tilfeller:

ull:	1,01
bomull:	1,01
kupro:	1,01
modal:	1,01
polyester:	1,01

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

## METODE NR. 9

### VISSE KLORFIBRER OG VISSE ANDRE FIBRER

(Metode med karbondisulfid/acetone 55,5/44,5)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. visse klorfibrer (27), dvs. visse polyvinylklorider, eventuelt etterklorete<sup>(1)</sup>  
med
2. ull (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskose (25), akryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (31), glassfiber (40),

Dersom innholdet av ull eller silke i blandingen er høyere enn 25 %, bør metode nr. 2 brukes.

Dersom innholdet av polyamid eller nylon i blandingen er høyere enn 25 %, bør metode nr. 4 brukes.

#### 2. PRINSIPP

Klorfibre i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med en azeotrop blanding av karbondisulfid og acetone. Restfibre samlles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre polyvinylkloridfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

- i) Erlenmeyerkolbe på minst 200 ml med glasspropp
- ii) Mekanisk risteapparat

##### 3.2. Reagenser

- i) Azeotrop blanding av karbondisulfid og acetone (55,5 volumprosent karbondisulfid og 44,5 volumprosent acetone).

Denne blandingen er giftig, og det anbefales å arbeide under avtrekk.

- ii) 92 % etanol eller metanol.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres i en erlenmeyerkolbe på 200 ml med glasspropp og det tilsettes 100 ml azeotrop blanding per gram av prøven. Kolben lukkes omhyggelig, og ristes i romtemperatur i 20 minutter på et mekanisk risteapparat eller for hånd med kraftige bevegelser. Dekanter supernatanten gjennom den forhåndsveide filterdigelen.

<sup>(1)</sup> Polyvinylkloridenes løselighet i reagensen bør kontrolleres før analysen foretas.

Denne behandlingen gjentas ved hjelp av 100 ml fersk reagens. Prosessen gjentas helt til en dråpe av løsemiddelet etter avdampning på et urglass ikke lenger etterlater seg noen polymeravleiring. Restfibrene overføres til filterdigelen med mer reagens, væsken tømmes med suging og digelen og restfibrene skylles med 20 ml alkohol og deretter tre ganger med vann. La skyllevæsken renne ut av seg selv før digelen tømmes med suging. Digelen og restfibrene tørkes, avkjøles og veies.

*Merknad:*

Prøver med høyt innhold av polyvinylklorid skrumper sterkt under tørkingen, og dette sinker oppløsningen av polyvinylkloridet med reagensen. Skrumpingen forhindrer likevel ikke at polyvinylkloridet oppløses fullstendig.

5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00.

6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

## METODE NR. 10

### ACETAT OG VISSE KLORFIBRER

#### (Metode med isedikk)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. acetat (19)

med

2. visse klorfibrer (27), dvs. visse polyvinylklorider, eventuelt etterklorerte.

#### 2. PRINSIPP

Acetatfibre i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med isedikk. Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre acetatfibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

i) Erlenmeyerkolbe på minst 200 ml med glasspropp

ii) Mekanisk risteapparat

##### 3.2. Reagens

Isedikk (mer enn 99 %). Denne blandingen er svært etsende, og må derfor håndteres med forsiktighet.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven som er plassert i en erlenmeyerkolbe på 200 ml med glasspropp, tilsettes 100 ml isedikk per gram av prøven. Kolben lukkes omhyggelig, ristes i romtemperatur i 20 minutter på et mekanisk risteapparat eller for hånd med kraftige bevegelser. Dekanter supernatanten gjennom den forhåndsveide filterdigelen. Denne behandlingen gjentas to ganger ved hjelp av 100 ml fersk reagens, slik at det i alt foretas tre ekstraksjoner. Restfibrene overføres til filterdigelen, og denne tømmes med suging. Digelen og restfibrene skylles med 50 ml isedikk og deretter tre ganger med vann. La væsken renne ut av seg selv etter hver skylling før det suges. Digelen og restfibrene tørkes, avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,0.

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

## METODE NR. 11

### SILKE OG ULL ELLER DYREHÅR

(Metode med 75 % svovelsyre)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. silke (4)  
med
2. ull (1) eller dyrehår (2 og 3).

#### 2. PRINSIPP

Silkefibrene i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med 75 % svovelsyre<sup>(1)</sup>.

Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av tørre silkefibrer beregnes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

Erlenmeyerkolbe på minst 200 ml med glasspropp

##### 3.2. Reagenser

- i) Svovelsyre med vektprosent  $75 \pm 2$  % m/m

Framstilles ved at 700 ml svovelsyre (relativ densitet ved 20°C: 1,84) tilsettes forsiktig og under avkjøling til 350 ml destillert vann. Etter at løsningen er nedkjølt til romtemperatur, tynnes den ut med vann til 1 liter.

- ii) Fortynnet svovelsyre: 100 ml svovelsyre (relativ densitet ved 20 °C: 1,84) tilsettes langsomt til 1 900 ml destillert vann.

- iii) Fortynnet ammoniakkløsning: 200 ml konsentret ammoniakk (relativ densitet ved 20°C: 0,880), fylles opp til 1 000 ml med vann.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Prøven plasseres i en erlenmeyerkolbe på 200 ml med glasspropp og det tilsettes 100 ml 75 % svovelsyre per gram av prøven, før proppen settes i. Rist kraftig og la kolben stå i romtemperatur i 30 minutter. Rist kolben på nytt og la stå i 30 minutter. Kolben ristes en siste gang og innholdet filtreres gjennom den forhåndsveide glassfilterdigelen. Eventuelle restfibrer i kolben skylles ut med 75 % svovelsyre. Restfibrene vaskes i filterdigelen etter tur med 50 ml fortynnet svovelsyre, 50 ml vann og 50 ml fortynnet ammoniakkløsning. Fibrene skal hver gang være i kontakt med væsken i ca. 10 minutter før det suges. Skyll til sist med vann og la fibrene ligge i vannet i 30 minutter. Digelen tømmes med suging, og digelen og restfibrene tørkes, avkjøles og veies.

<sup>(1)</sup> Vill silke, som f.eks. tussahsilke, oppløses ikke fullstendig med 75 % svovelsyre.



5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 0,985 for ull<sup>(1)</sup>.

6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

<sup>(1)</sup> Vill silke, som f.eks. tussahsilke, oppløses ikke fullstendig med 75 % svovelsyre.

## METODE NR. 12

### JUTE OG VISSEANIMALSKE FIBRER

#### (Metode med bestemmelse av nitrogeninnholdet)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. jute (9)

med

2. visse animalske fibrer.

Bestandelen av animalske fibrer kan bestå utelukkende av hår (2 og 3), eller ull (1), eller en blanding av disse. Denne metoden kan ikke brukes på tekstilblandinger som inneholder ikke-fiberholdige stoffer på nitrogenbasis (fargestoffer, etterbehandlingsmidler osv.).

#### 2. PRINSIPP

Blandingens nitrogeninnhold bestemmes, og på grunnlag av dette og det kjente eller antatte nitrogeninnholdet i de to bestanddelene, beregnes deres forholdsmessige andel.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparatur

- i) Kjeldahl-kolbe på 200-300 ml.
- ii) Kjeldahl-destillasjonsapparat med dampgenerator.
- iii) Titreringsapparat med en nøyaktighet på 0,05 ml.

##### 3.2. Reagenser

- i) Toluen
- ii) Metanol
- iii) Svovelsyre, relativ densitet ved 20°C: 1,84<sup>(1)</sup>
- iv) Kaliumsulfat<sup>(1)</sup>
- v) Selendioksid<sup>(1)</sup>
- vi) Natriumhydroksidløsning (400 g/l). 400 g natriumhydroksid oppløses i 400-500 ml vann og væsken tynnes til 1 liter med vann.
- vii) Indikatorblanding. 0,1 g metylrødt oppløses i 95 ml etanol og 5 ml vann, og løsningen blandes med 0,5 g bromkresolgrønt oppløst i 475 ml etanol og 24 ml vann.
- viii) Borsyreløsning. 20 g borsyre oppløses i 1 liter vann.
- ix) Svovelsyre 0,02 N (standardvolumløsning).

<sup>(1)</sup> Disse reagensene skal være nitrogenfrie.

#### 4. FORBEHANDLING AV PRØVEMATERIALET

Forbehandlingen beskrevet i den generelle delen erstattes av følgende forbehandling:

Den lufttørkede prøven ekstraheres i et Soxhlet-apparat ved hjelp av en blanding av én volumdel toluen og tre volumdeler metanol i fire timer med minst fem omganger per time. Prøven eksponeres for luft slik at løsemiddelet kan fordampes og de siste restene av det fjernes ved å varme opp prøven i en varmeovn ved  $105 \pm 3^\circ\text{C}$ . Deretter ekstraheres prøven i vann (50 ml/g) ved koking med tilbakeløp i 30 minutter. Etter filtrering plasseres prøven på nytt i flasken og ekstraksjonen gjentas med samme mengde vann. Etter ny filtrering fjernes vannoverskuddet ved vridning, suging eller sentrifugering, og til slutt lufttørkes prøven.

*Merknad:*

Toluen og metanol er giftige, og alle nødvendige forholdsregler bør derfor treffes når de er i bruk.

#### 5. FRAMGANGSMÅTE

##### 5.1 Allmenn veiledning

Følg framgangsmåten beskrevet i den generelle delen når det gjelder utvelging, tørking og veiing av prøven.

##### 5.2 Detaljert framgangsmåte

Prøven plasseres i en Kjeldahl-kolbe. Prøven som veier minst 1 g, tilsettes etter tur 2,5 g kaliumsulfat, 0,1-0,2 g selendioksyd og 10 ml svovelsyre ( $d = 1,84$ ). Flasken varmes opp, først forsiktig til fibrene er fullstendig ødelagt, dernest kraftigere helt til løsningen er blitt klar og nesten fargeløs. Kolben oppvarmes i ytterligere 15 minutter. Kolben avkjøles, innholdet tynnes ut med 10-20 ml vann, avkjøles og overføres kvantitativt til en 200 ml målekolbe, og analyseløsningen framstilles deretter ved å fylle opp med vann til målemerket.

Det fylles ca. 20 ml borsyre i en erlenmeyerkolbe på 100 ml og kolben plasseres under kondensatoren i Kjeldahl-destillasjonsapparatet slik at avløpsrøret munner ut like under overflaten på borsyreløsningen. Nøyaktig 10 ml av analyseløsningen overføres til destillasjonskolben, minst 5 ml natriumhydroksidløsning tilsettes i trakten, proppen løsnes forsiktig slik at natriumhydroksidløsningen renner langsomt inn i kolben. Dersom analyseløsningen og natriumhydroksidløsningen danner to atskilte lag, blandes disse ved forsiktig risting. Destillasjonskolben oppvarmes forsiktig, samtidig som damp fra generatoren ledes inn i væsken. Omkring 20 ml av destillatet samles opp, erlenmeyerkolben senkes slik at avløpet på kondensatoren befinner seg omkring 20 mm over væskens overflate, og destillasjonen fortsetter deretter i ytterligere ett minutt. Enden på avløpet skylles med vann, mens skyllevæsken samles opp i erlenmeyerkolben. Kolben fjernes og erstattes av en annen erlenmeyerkolbe som inneholder ca. 10 ml borsyre, deretter samles det opp ca. 10 ml destillat.

De to destillatene titreres hver for seg med 0,02 N svovelsyre ved hjelp av indikatorblandingen. Titreringsresultatene for de to destillatene noteres. Dersom resultatet for det andre destillatet er høyere enn 0,2 ml, gjentas prøven og destillasjonen finner sted med en annen delmengde av analyseløsningen.

Det tas en blindprøve, dvs. at oppløsningen og destillasjonen finner sted bare ved bruk av reagensene.

## 6. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

6.1 Nitrogenets prosentvise andel av den tørre prøven beregnes slik:

$$A\% = \frac{28 (V - b)N}{W}$$

der

A = prosentinnhold av nitrogen i den tørre og rene prøven,

V = samlet forbruk av svovelsyre i prøven,

b = samlet forbruk av svovelsyre i blindprøven,

N = svovelsyrens faktiske titer,

W = enkeltprøvens tørrvekt (g).

6.2. Ved bruk av verdiene 0,22 % for nitrogeninnholdet i jute og 16,2 % for nitrogeninnholdet i animalske fibrer, der begge prosentdelene er uttrykt på grunnlag av fibrenes tørrvekt, beregnes blandingens sammensetning ved hjelp av følgende formel:

$$PA\% = \frac{A - 0,22}{16,2 - 0,22} \times 100$$

der

P<sub>A</sub> % = prosentinnhold av animalske fibrer i prøven.

## 7. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

**METODE NR. 13****POLYPROPYLEN OG VISSE ANDRE FIBRER****(Metode med xylene)****1. BRUKSOMRÅDE**

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. polypropylen (33)  
med
2. ull (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomull (5), acetat (19), kupro (21), modal (22), triacetat (24), viskose (25), akryl (26), polyamid eller nylon (30), polyester (31) og glassfiber (40).

**2. PRINSIPP**

Polypropylenfibren i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med kokende xylene. Restproduktet samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av polypropylen bestemmes ved differanse.

**3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)****3.1. Apparat**

- i) Erlenmeyerkolber på minst 200 ml med glasspropp
- ii) Tilbakekjøler (tilpasset væsker med høyt kokepunkt) med sliping tilpasset erlenmeyerkolbene i)

**3.2. Reagens**

Xylene som destillerer mellom 137 og 142°C.

*Merknad:*

Denne reagensen er meget brannfarlig og avgir giftig damp. Når dette stoffet brukes må det treffes egnede sikkerhetstiltak.

**4. FRAMGANGSMÅTE**

Følg anvisningene i den generelle delen og gå deretter fram på følgende måte:

Prøven plasseres i erlenmeyerkolben (3.1.i)) og det tilsettes 100 ml xylene (3.2) per gram av prøven. Kjølere (3.1.ii)) settes på plass, og innholdet bringes til kokepunktet og kokes i 3 minutter. Den varme væsken dekanteres straks gjennom den forhåndsveide filterdigelen (se merknad 1). Behandlingen gjentas to ganger, hver gang med 50 ml ferskt løsemiddel.

Resten som er igjen i kolben vaskes etter tur med 30 ml kokende xylene (to ganger), deretter to ganger med 75 ml petroleumseter (I.3.2.1 i den generelle delen). Etter annen gangs vasking med petroleumseter filtreres kolbens innhold gjennom filterdigelen og de siste restfibrer skylles over i digelen ved hjelp av en liten porsjon med petroleumseter. La løsemiddelet fordampe fullstendig. Digelen og restproduktet tørkes, avkjøles og veies.

*Merknader*

1. Filterdigelen som xylenet dekanteres gjennom, må være oppvarmet på forhånd.
2. Etter behandlingen med kokende xylen må det påses at kolben som inneholder resten, er tilstrekkelig nedkjølt før petroleumseteren tilsettes.
3. For å begrense faren for brann og forgiftning kan det brukes apparater for varmekstraksjon og framgangsmåter som gir identiske resultater<sup>(1)</sup>.

**5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET**

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00.

**6. METODENS NØYAKTIGHET**

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

<sup>(1)</sup> Se f.eks. apparatet som er beskrevet i *Melliand Textilberichte* 56 (1975), s. 643-645.

**METODE NR. 14****KLORFIBRER (BASERT PÅ HOMOPOLYMERER AV VINYLKLORID)  
OG VISE ANDRE FIBRER****(Metode med konsentrert svovelsyre)****1. BRUKSOMRÅDE**

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av:

1. klorfibrer (27) basert på homopolymerer av vinylklorid, eventuelt etterklorerte,  
med
2. bomull (5), acetat (19), kupro (21), modal (22), triacetat (24), viskose (25), visse akryler (26), visse modakryler (29), polyamid eller nylon (30) og polyester (31).

De modakrylene det dreier seg om, gir en klar løsning ved nedsenkning i konsentrert svovelsyre ( $d_{20} = 1,84$  g/ml).

Denne metoden kan særlig brukes i stedet for metode nr. 8 og 9.

**2. PRINSIPP**

Fibrene nevnt i nr. 2 i avsnitt 1 i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med konsentrert svovelsyre ( $d_{20} = 1,84$  g/ml). Resten som består av klorfibrer, samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av den andre bestanddelen bestemmes ved differanse.

**3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen):****3.1. Apparat**

- i) Erlenmeyerkolber på minst 200 ml med glasspropp
- ii) Glasstav med flat ende

**3.2. Reagenser**

- i) Konsentrert svovelsyre ( $d_{20} = 1,84$  g/ml).
- ii) Vannløsning av svovelsyre, ca. 50 vekstprosent.

For å tilberede denne reagensen tilsettes 400 ml svovelsyre ( $d_{20} = 1,84$  g/ml) forsiktig og under avkjøling til 500 ml destillert eller avionisert vann. Når løsningen er avkjølt til romtemperatur, tynnes den ut med vann til 1 liter.

- iii) Fortynnet ammoniakkløsning.

60 ml konsentrert ammoniakkløsning ( $d_{20} = 0,880$  g/ml) tynnes med destillert vann til 1 liter.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå deretter fram på følgende måte:

Til prøven som er plassert i kolben (3.1.i)) tilsettes 100 ml svovelsyre (3.2.i)) per gram av prøven.

Oppbevar prøven i romtemperatur i 10 minutter, og rør i den av og til med glasstaven. Dersom det dreier seg om et vevd eller strikket stoff, presses det med glasstaven mot kolbeveggen med et lett trykk for lettere å løse opp materialet i svovelsyren.

Væsken dekanteres gjennom den forhåndsveide filterdigelen. 100 ml svovelsyre (3.2.i)) tilsettes på nytt i kolben og operasjonen gjentas. Kolbens innhold helles i filterdigelen og den fiberholdige resten skrapes ut med glasstaven. Ved behov tilsettes litt konsentrert svovelsyre (3.2.i)) for å fjerne fibrer som kleber seg til kolbeveggen. Digelen tømmes med suging. Fjern filtratet ved å tømme eller skifte filterkolben, deretter vaskes resten i digelen etter tur med 50 % svovelsyreløsning (3.2.ii)), destillert eller avionisert vann (I. 3.2.3 i den generelle delen), ammoniakkløsning (3.2.iii)), og til sist vaskes det grundig med destillert eller avionisert vann, idet digelen suges fullstendig tom etter hver tilsetning. (Det må ikke suges under skyllingene, bare etter at væsken har rent ut av seg selv.)

Digelen og resten tørkes, avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00.

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilmaterialer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.



## METODE NR. 15

### KLORFIBRER, VISSE MODAKRYLER, VISSE ELASTANER, ACETAT, TRIACETAT OG VISSE ANDRE FIBRER

(Metode med sykloheksanon)

#### 1. BRUKSOMRÅDE

Etter at ikke-fiberholdige stoffer er fjernet, skal denne metoden brukes på binære blandinger av

1. acetat (19), triacetat (24), klorfibrer (27), visse modakryler (29) og visse elastaner (39)  
  
med
2. ull (1), dyrehår (2 og 3), silke (4), bomull (5), kupro (21), modal (22), viskose (25), polyamid eller nylon (30), akryl (26), glassfiber (40).

Dersom det finnes modakryler eller elastaner, må det foretas en forundersøkelse for å undersøke om fiberen er fullstendig løselig i reagensen.

Til analyse av blandinger som inneholder klorfibrer, kan også metode nr. 9 eller nr. 15 brukes.

#### 2. PRINSIPP

Acetat- og triacetatfibrer, klorfibrer, visse modakryler og visse elastaner i en kjent tørrvekt av blandingen oppløses med sykloheksanon ved en temperatur nær kokepunktet. Restfibrene samles opp, vaskes, tørkes og veies. Vekten korrigeres om nødvendig, og uttrykkes i prosent av blandingens tørrvekt. Prosentandelen av klorfiber, modakryl, elastan, acetat og triacetat i tørr tilstand bestemmes ved differanse.

#### 3. APPARATUR OG REAGENSER (i tillegg til dem som er omhandlet i den generelle delen)

##### 3.1. Apparat

- i) Apparat for varmekstraksjon som gjør det mulig å bruke framgangsmåten i avsnitt 4 (se figuren nedenfor, som viser en variant av apparatet beskrevet i Melliand Textilberichte 56 (1975) 643-645).
- ii) Filterdigel til prøven.
- iii) Porøs plate, porøsitetgrad 1.
- iv) Tilbakeløpskjøler som kan festes til destillasjonskolben.
- v) Varmeapparat.

##### 3.2. Reagenser

- i) Sykloheksanon, kokepunkt 156 °C.
- ii) Eanol 50 volumprosent

*NB:* Sykloheksanon er brennbart og giftig. Når dette stoffet brukes må det treffes egnede sikkerhetstiltak.

#### 4. FRAMGANGSMÅTE

Følg anvisningene i den generelle delen og gå fram på følgende måte:

Destillasjonskolben fylles med 100 ml sykloheksanon per gram av prøven og deretter innsettes ekstraksjonsapparatet, der filterdigelen som inneholder prøven og den porøse platen i lett skråstilling, er plassert på forhånd. Tilbakeløpskjøleren innsettes. Væsken kokes opp og ekstraksjonen fortsetter i 60 minutter med minst 12 omganger i timen. Etter ekstraksjon og avkjøling fjernes ekstraksjonsbeholderen, filterdigelen tas ut og den porøse platen fjernes. Innholdet i filterdigelen vaskes 3 eller 4 ganger med 50 % etanol, som er oppvarmet på forhånd til omkring 60 °C, og deretter med 1 liter vann ved 60 °C.

Det må ikke suges mellom skyllingene. Løsemiddelet må renne ut av seg selv, og deretter suges det.

Digelen og restfibrene tørkes, avkjøles og veies.

#### 5. BEREGNING OG ANGIVELSE AV RESULTATET

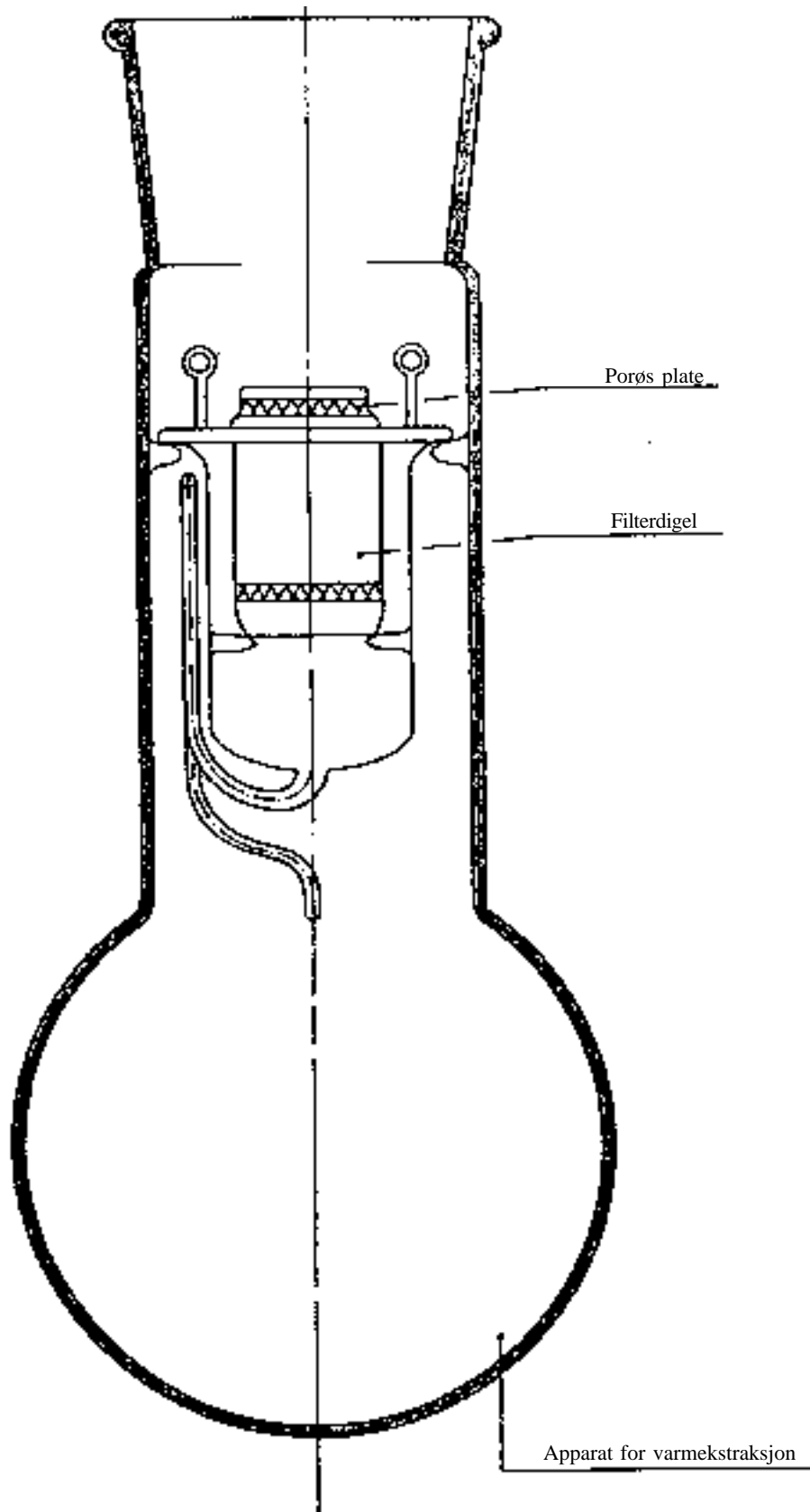
Resultatene beregnes som beskrevet i den generelle delen. Verdien «d» er 1,00 unntatt i følgende tilfeller:

silke: 1,01  
akryl: 0,98.

#### 6. METODENS NØYAKTIGHET

For en homogen blanding av tekstilfibrer er pålitelighetsgrensene for resultater oppnådd med denne metoden høyst  $\pm 1$  med et konfidensintervall på 95 %.

Figur nevnt i 3.1 (i) i metode nr. 15



**VEDLEGG III****DEL A****LISTE OVER OPPHEVEDE DIREKTIVER**

- Rådsdirektiv 72/276/EØF (EFT nr. L 173 av 31.7.1972, s. 1) med påfølgende endringsdirektiver:
  - Kommisjonsdirektiv 79/76/EØF (EFT nr. L 17 av 24.1.1979, s. 17)
  - Rådsdirektiv 81/75/EØF (EFT nr. L 57 av 4.3.1981, s. 23)
  - Kommisjonsdirektiv 87/184/EØF (EFT nr. L 75 av 17.3.1987, s. 21)

**DEL B****FRISTER FOR GJENNOMFØRING**

Direktiv	Frist for gjennomføring
72/276/EØF	18. januar 1974
79/76/EØF	28. juni 1979
81/75/EØF	27. februar 1982
87/184/EØF	1. september 1988

## VEDLEGG IV

## SAMMENLIGNINGSTABELL

Dette direktiv	Direktiv 72/276/EØF
Artikkel 1	Artikkel 1
Artikkel 2	Artikkel 2
Artikkel 3	Artikkel 3
Artikkel 4	Artikkel 4
Artikkel 5	Artikkel 5
Artikkel 6	Artikkel 6
Artikkel 7	Artikkel 7 nr. 2
Artikkel 8	—
Artikkel 9	Artikkel 8
Vedlegg I	Vedlegg I
Vedlegg II nr. 1	Vedlegg II nr. 1
Vedlegg II nr. 2	Vedlegg II nr. 2
Vedlegg II metode nr. 1	Vedlegg II metode nr. 1
Vedlegg II metode nr. 2	Vedlegg II metode nr. 2
Vedlegg II metode nr. 3	Vedlegg II metode nr. 3
Vedlegg II metode nr. 4	Vedlegg II metode nr. 4
Vedlegg II metode nr. 5	Vedlegg II metode nr. 5
Vedlegg II metode nr. 6	Vedlegg II metode nr. 6
Vedlegg II metode nr. 7	Vedlegg II metode nr. 7
Vedlegg II metode nr. 8	Vedlegg II metode nr. 8
Vedlegg II metode nr. 9	Vedlegg II metode nr. 9
Vedlegg II metode nr. 10	Vedlegg II metode nr. 10
Vedlegg II metode nr. 11	Vedlegg II metode nr. 11
Vedlegg II metode nr. 12	Vedlegg II metode nr. 13
Vedlegg II metode nr. 13	Vedlegg II metode nr. 14
Vedlegg II metode nr. 14	Vedlegg II metode nr. 15
Vedlegg II metode nr. 15	Vedlegg II metode nr. 16
Vedlegg III	—
Vedlegg IV	—