



MONITORUL OFICIAL

AL

ROMÂNIEI

Anul 176 (XX) — Nr. 254

PARTEA I
LEGI, DECRETE, HOTĂRĂRI ȘI ALTE ACTE

Marti, 1 aprilie 2008

SUMAR

<u>Nr.</u>		<u>Pagina</u>
	HOTĂRĂRI ALE GUVERNULUI ROMÂNIEI	
295.	— Hotărâre privind analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre textile	2-16

HOTĂRĂRI ALE GUVERNULUI ROMÂNIEI**GUVERNUL ROMÂNIEI****HOTĂRĂRE****privind analiza cantitativă a amestecurilor binare de fibre textile**

În temeiul art. 108 din Constituția României, republicată,

Guvernul României adoptă prezenta hotărâre.

Art. 1. — Prezenta hotărâre stabilește modalitatea de analiză cantitativă a amestecurilor binare de fibre textile, inclusiv pregătirea eșantioanelor de încercare și a epruvetelor de încercare.

Art. 2. — În sensul prezentei hotărâri, termenii și expresiile de mai jos au următoarele semnificații:

a) *eșantion de încercare* — eșantion de mărime adecvată pentru analiza luată dintr-un eșantion global de laborator, prelevat la rândul său dintr-un lot de articole de analizat;

b) *epruvetă de încercare* — acea parte dintr-un eșantion de încercare necesară pentru a da un rezultat de analiză individual.

Art. 3. — (1) Pregătirea eșantioanelor de încercare și a epruvetelor de încercare pentru determinarea compoziției fibroase a produselor textile este prevăzută în anexa nr. 1.

(2) Metodele de analiză cantitativă a anumitor amestecuri binare de fibre sunt prevăzute în anexa nr. 2.

Art. 4. — În cadrul acțiunilor de control care vizează determinarea compoziției produselor textile introduse pe piață în conformitate cu prevederile Hotărârii Guvernului nr. 527/2007 privind denumirea, marcarea compoziției fibroase și etichetarea produselor textile, se aplică prevederile anexelor nr. 1 și 2 privind metodele de analiză cantitativă ale unor amestecuri binare de fibre textile, inclusiv pregătirea eșantioanelor de încercare și a epruvetelor de încercare.

Art. 5. — În aplicarea prevederilor art. 4, toate laboratoarele responsabile pentru testarea amestecurilor binare pentru care nu există o metodă uniformă de analiză la nivelul Comunității determină compoziția unor asemenea amestecuri utilizând orice metodă valabilă aflată la dispoziția lor, indicând în buletinele de analiză rezultatul obținut și, în măsura în care se cunoaște, gradul de precizie a metodei folosite.

Art. 6. — Ministerul Economiei și Finanțelor transmite Comisiei Europene textele principalelor dispoziții de drept intern pe care le adoptă în domeniul reglementat de prezenta hotărâre.

Art. 7. — Anexele nr. 1 și 2 fac parte integrantă din prezenta hotărâre.

*

Prezenta hotărâre transpune Directiva 96/73/CE a Parlamentului și a Consiliului privind unele metode de analiză cantitativă a amestecurilor binare de fibre textile, publicată în Jurnalul Oficial al Comunităților Europene seria L nr. 32 din 3 februarie 1997, Directiva 2006/2/CE de modificare, în scopul adaptării la progresul tehnic a anexei II la Directiva 96/73/CE, publicată în Jurnalul Oficial al Uniunii Europene seria L nr. 5 din 10 ianuarie 2006, și Directiva 2007/4/CE de modificare, în scopul adaptării la progresul tehnic a anexei II la Directiva 96/73/CE a Parlamentului și a Comisiei, publicată în Jurnalul Oficial al Uniunii Europene seria L nr. 28 din 3 februarie 2007.

PRIM-MINISTRU
CĂLIN POPESCU-TĂRICEANU

Contrasemnează:

Ministrul economiei și finanțelor,

Varujan Vosganian

Președintele Autorității Naționale pentru Protecția
Consumatorilor,

Dan Vlaicu

Departamentul pentru Afaceri Europene,

Adrian Ciocănea,

secretar de stat

București, 12 martie 2008.
Nr. 295.

ANEXA Nr. 1

PREGĂTIREA
eșantioanelor de încercare și a epruvetelor de încercare pentru determinarea compoziției fibroase a produselor textile

1. Domeniul de aplicare

Prezenta anexă stabilește procedurile de obținere a eșantioanelor de încercare de laborator, de o dimensiune adecvată pentru tratare prealabilă în vederea analizei cantitative (de exemplu cu o masă care să nu depășească 100 g), din eșantioanele globale de laborator și pentru selecția epruvetelor

de încercare din eșantioanele de încercare care au fost tratate în prealabil pentru îndepărtarea materialelor nefibroase¹⁾.

2. Definiții

2.1. *Lot* — cantitatea de material care este evaluată pe baza unei serii de rezultate de analiză. Aceasta poate cuprinde, de exemplu, tot materialul dintr-o livrare de țesătură, cantitatea de

¹⁾ În unele cazuri este necesară tratarea prealabilă a epruvetelor de încercare individuale.

material țesută dintr-un anumit sul, o partidă de fir, un balot sau un set de baloți de fibre în stare crudă.

2.2. *Eșantion global de laborator* — porțiune a lotului considerată reprezentativă pentru întreg și care este pusă la dispoziția laboratorului. Mărimea și natura eşantionului global de laborator ar trebui să fie suficiente pentru a acoperi în mod corespunzător variabilitatea lotului și pentru a facilita manipularea în laborator²⁾.

2.3. *Eșantion de încercare de laborator* — parte a eşantionului global de laborator care este supusă tratării prealabile pentru îndepărtarea materialelor nefibroase și din care sunt prelevate epruvetele de încercare. Mărimea și natura eşantionului de încercare de laborator ar trebui să fie suficiente pentru a acoperi în mod corespunzător variabilitatea eşantionului global de laborator³⁾.

2.4. *Epruvetă de încercare* — parte de material necesară pentru a da un rezultat de analiză individual, selectat din eşantionul de încercare de laborator.

3. Principiu

Eșantionul de încercare de laborator este astfel selecționat încât să fie reprezentativ pentru eşantionul global de laborator.

Epruvetele de încercare sunt luate din eşantionul de încercare de laborator în așa fel încât fiecare dintre ele să fie reprezentativă pentru eşantionul de încercare de laborator.

4. Prelevare de probe de fibre în masă

4.1. *Fibre neorientate* — Se obține eşantionul de încercare de laborator selecționând la întâmplare mănunchiuri de fibre din eşantionul global de laborator. Se amestecă foarte bine întregul eşantion de încercare de laborator cu ajutorul unei carde de laborator⁴⁾. Se supun operației de tratare prealabilă stratul fibros sau amestecul, inclusiv fibrele în masă și fibrele care au aderat la dispozitivul de amestecare. Apoi se selecționează epruvetele de încercare, proporțional cu masele respective, din stratul fibros sau din amestec, din fibrele în masă și din fibrele care au aderat la dispozitivul de amestecare.

Dacă vâlul de cardă rămâne intact după tratarea prealabilă, epruvetele de încercare se selecționează după procedura descrisă la pct. 4.2. Dacă vâlul de cardă nu rămâne intact după tratarea prealabilă, fiecare epruvetă de încercare se selecționează prin prelevarea aleatorie a cel puțin 16 mănunchiuri mici, de dimensiune adecvată și aproximativ egală, urmată de amestecarea lor.

4.2. *Fibre orientate (vâluri de cardă, straturi de fibre, benzi de cardă, semitort)* — Din părți selectate aleatoriu din eşantionul global de laborator se taie minimum 10 secțiuni transversale, fiecare cu masa de aproximativ 1 g. Eșantioanele de încercare de laborator astfel obținute se supun tratării prealabile. Se recombina secțiunile transversale așezându-le una lângă alta și se obține epruveta de încercare tăind din ele în așa fel încât să se ia câte o porțiune din fiecare dintre cele 10 secțiuni.

5. Prelevare de probe de fir

5.1. *Fir pe formate sau în scul* — Se prelevă probe din toate formatele care formează eşantionul global de laborator.

Se iau lungimi continue, corespunzătoare și egale din fiecare format, fie prin formare de jurubițe cu același număr de înfășurări pe o vârtelniță⁵⁾, fie prin orice alt mijloc. Se reunesc lungimile de fir, fie sub forma unei jurubițe unice, fie sub formă de cablu pentru a obține eşantionul de încercare de laborator, verificându-se ca în jurubiță sau în cablu să se afle lungimi egale din fiecare format. Eșantionul de încercare de laborator se supune tratării prealabile. Se iau epruvete de încercare din eşantionul de încercare de laborator prin tăierea unui fascicul

de fire de lungime egală din jurubiță sau din cablu, avându-se grijă ca fasciculul să conțină toate firele din eşantion.

Dacă t este numărul de tex al firului și n este numărul formatelor de fir selecționate din eşantionul global de laborator, atunci pentru a obține un eşantion de încercare de 10 g, lungimea firului ce trebuie extras din fiecare format este:

$$\frac{10^6}{nt} \text{ cm}$$

Dacă nt este mare, de exemplu mai mare de 2.000, se înfășoară o jurubiță mai grea și se taie transversal în două locuri pentru a se obține un cablu cu o masă adecvată. Capetele oricărui eşantion sub formă de cablu trebuie legate înainte de tratarea prealabilă și epruvetele de încercare trebuie prelevate dintr-o zonă îndepărtată de capetele legate.

5.2. *Fir de urzeală* — Se prelevă un eşantion de încercare de laborator prin tăierea unei anumite lungimi din capătul sulului de urzeală, nu mai mică de 20 cm și cuprinzând toate firele de urzeală, cu excepția firelor de margine, care se elimină. Se leagă fasciculul de fire la unul dintre capete. Dacă eşantionul este prea mare pentru tratare prealabilă în totalitatea sa, se împarte eşantionul în două sau mai multe porțiuni, fiecare legată pentru tratare prealabilă, și se reunesc porțiunile după ce fiecare a fost tratată prealabil separat. Se ia o epruvetă de încercare prin tăierea unei lungimi adecvate din eşantionul de încercare de laborator de la capătul îndepărtat al legăturii cuprinzând toate firele din urzeală. Pentru urzeala de N fire de t tex, lungimea unei epruvete cu masa de 1 g este:

$$\frac{10^5}{Nt} \text{ cm}$$

6. Prelevare de probe de țesătură

6.1. Dintr-un eşantion global de laborator constând dintr-o singură mostră reprezentativă de țesătură se taie o fâșie diagonală dintr-un colț la altul și se îndepărtează marginile. Această fâșie este eşantion de încercare de laborator. Pentru a obține un eşantion de încercare de laborator de x g, suprafața fâșiei trebuie să fie:

$$\frac{x \cdot 10^4}{G} \text{ cm}^2,$$

unde G este masa țesăturii în g/m².

Se supune eşantionul de încercare de laborator tratării prealabile și apoi se taie fâșia transversal în patru lungimi egale care se suprapun. Se iau epruvete de încercare din oricare parte a țesăturii stratificate, tăindu-se toate straturile astfel încât fiecare epruvetă să conțină câte o lungime egală din fiecare strat. Dacă materialul are model din țesătură, se ia lățimea eşantionului de încercare de laborator, măsurată pe direcția urzelii, nu mai mică de un raport de țesătură. Dacă, după ce această cerință este satisfăcută, eşantionul de încercare de laborator este prea mare pentru a fi tratat ca un întreg, se taie în părți egale, se tratează prealabil părțile separat, se suprapun înainte de a alege epruveta de încercare, avându-se grijă ca părțile corespunzătoare desenului să nu coincidă.

6.2. Dintr-un eşantion global de laborator constând din mai multe mostre de țesătură se tratează fiecare mostră conform celor prevăzute la pct. 6.1 și se determină fiecare rezultat separat.

²⁾ Pentru confecții și articole finite, vezi pct. 7.

³⁾ Vezi pct. 1.

⁴⁾ Carda de laborator poate fi înlocuită cu un dispozitiv de amestecare a fibrelor sau fibrele se amestecă prin metoda „mănunchiuri și deșeuri”.

⁵⁾ Dacă formatele pot fi așezate într-un rastel convenabil, se poate depăna simultan un număr de fire.

7. Prelevare de probe de confecții și articole finite

Eșantionul global de laborator este în mod normal o confecție terminată sau un articol finit ori o parte reprezentativă dintr-un astfel de articol.

Unde este cazul, se determină procente ale diferitelor părți dintr-un articol, care nu au aceeași compoziție fibroasă pentru a se verifica respectarea art. 9 din Hotărârea Guvernului nr. 527/2007 privind denumirea, marcarea compoziției fibroase și etichetarea produselor textile.

Se selectează un eşantion de încercare de laborator, reprezentativ pentru o anume parte a confecției sau a articolului finit, a cărui compoziție trebuie să fie prevăzută pe etichetă. Dacă articolul are mai multe etichete, se selectează eşantioane

de încercare de laborator reprezentative pentru fiecare parte ce corespunde unei etichete.

Dacă articolul a cărui compoziție trebuie determinată nu este uniform, s-ar putea să fie necesar să se selecționeze eşantioane de încercare de laborator din fiecare parte a articolului și să se determine proporțiile relative ale diferitelor lor părți raportate la întregul articol în discuție.

Apoi se calculează procentul ținându-se seama de proporțiile relative ale părților eşantionate. Eşantioanele de încercare de laborator se supun tratării prealabile. Apoi se selectează epruvete de încercare reprezentative din eşantioane de încercare de laborator tratate prealabil.

ANEXA Nr. 2

M E T O D E

de analiză cantitativă a anumitor amestecuri binare de fibre

1. Generalități

Introducere

Metodele de analiză cantitativă a amestecurilor de fibre se bazează pe două procedee principale: separarea manuală și separarea chimică a fibrelor.

Metoda de separare manuală trebuie folosită ori de câte ori este posibil, deoarece dă în general rezultate mai precise decât metoda chimică. Ea se poate utiliza pentru toate textilele ale căror fibre componente nu formează un amestec intim, cum este cazul firelor formate din mai multe elemente, fiecare dintre ele constituite dintr-un singur tip de fibră, sau cazul țesăturilor la care fibra din urzeală este diferită de fibra din bățătură ori al tricotului care poate fi desfăcut în fire de diferite tipuri.

În general, metodele de analiză chimică cantitativă se bazează pe solubilizarea selectivă a componentelor individuale. După îndepărtarea unui component, se cântărește reziduu solid și se calculează proporția de component pe baza pierderii de masă. Această primă parte a anexei oferă informații comune despre analizele efectuate prin această metodă pentru toate amestecurile de fibre care fac obiectul anexei, indiferent de compoziția lor. Ea trebuie deci folosită asociat cu secțiunile individuale care urmează în anexă și care conțin procedurile detaliate aplicabile anumitor amestecuri fibroase. În mod ocazional, o analiză se poate baza pe un alt principiu decât solubilizarea selectivă; în astfel de cazuri, în secțiunea respectivă sunt furnizate detalii complete.

Amestecurile de fibre în timpul prelucrării și, într-o măsură mai mică, textilele finite pot conține materiale nefibroase, cum ar fi grăsimi, ceruri, produși auxiliari sau materiale solubile în apă, fie de proveniență naturală, fie adăugate intenționat pentru a facilita prelucrarea. Materialul nefibros trebuie îndepărtat înainte de analiză. Din acest motiv este prezentată și o metodă de îndepărtare a uleiurilor, grăsimilor, cerurilor și a substanțelor solubile în apă.

În plus, textilele pot conține rășini sau alți produși auxiliari utilizați pentru a le conferi proprietăți speciale. Acești produși, inclusiv coloranții, în cazuri excepționale, pot interacționa cu reactivul asupra componentei solubile și/sau pot fi parțial sau complet îndepărtați de către reactiv. Acest gen de produși auxiliari pot, în consecință, genera erori și ar trebui îndepărtați înainte ca eşantionul să fie analizat. Dacă este imposibil să se îndepărteze astfel de produși auxiliari, metodele de analiză chimică cantitativă prezentate în prezenta anexă nu mai sunt aplicabile.

Colorantul din țesăturile vopsite se consideră parte integrantă a fibrei și nu se îndepărtează.

Analizele se efectuează pe baza masei uscate, fiind prezentată și o procedură de determinare a masei uscate.

Rezultatul este obținut aplicându-se masei uscate a fiecărui tip de fibră repricele convenționale prevăzute în anexa nr. 2 la Hotărârea Guvernului nr. 527/2007.

Înainte de a fi supuse oricărei analize, trebuie identificate toate fibrele prezente în amestec. În unele metode, componentul insolubil al unui amestec poate fi parțial dizolvat de reactivul folosit pentru a dizolva componentul solubil. Unde este posibil, reactivii sunt astfel aleși încât să aibă un efect mic sau chiar niciun fel de efect asupra fibrelor insolubile. Dacă pierderea de masă survine în timpul analizei, rezultatul trebuie să fie corectat; în acest scop se dau și factorii de corecție. Acești factori au fost determinați în mai multe laboratoare prin tratarea cu un reactiv adecvat, după cum este specificat în metoda de analiză a fibrelor curățate prin tratare prealabilă. Acești factori de corecție se aplică numai fibrelor normale, pentru fibrele degradate înaintea sau în timpul prelucrării fiind necesari factori de corecție diferiți. Procedurile date se aplică numai în cazul determinărilor individuale. Trebuie efectuate cel puțin două determinări pe epruvete de încercare separate de analiză atât în cazul separării manuale, cât și în cazul separării pe cale chimică. Pentru confirmare, dacă nu este imposibil din punct de vedere tehnic, se recomandă folosirea procedurilor alternative, prin care constituenții care a fost reziduu în metoda standard să fie dizolvați primul.

I. Informații generale privind metodele de analiză chimică cantitativă a amestecurilor de fibre textile

Informații comune tuturor metodelor prezentate de analiză chimică cantitativă a amestecurilor de fibre

I.1. Sfera și domeniul de aplicare

Domeniul de aplicare pentru fiecare metodă precizează la ce tipuri de fibre se poate aplica metoda.

I.2. Principiu

După identificarea componentelor amestecului, materialul nefibros se îndepărtează printr-o tratare prealabilă adecvată și apoi se îndepărtează unul dintre componente, de obicei prin dizolvare selectivă¹⁾. Reziduu insolubil se cântărește și proporția de component solubil se calculează din pierderea de masă. Cu excepția situațiilor când această metodă prezintă dificultăți tehnice, este preferabil să se dizolve fibra prezentă în proporție mai mare, obținându-se astfel ca reziduu fibra prezentă în proporție mai mică.

¹⁾ Metoda 12 este o excepție. Ea se bazează pe o determinare a conținutului unei substanțe constituente a unuia dintre cele două componente.

I.3. Materiale și echipament**I.3.1. Aparatura**

I.3.1.1. Creuzete filtrante și flacoane de cântărire suficient de mari pentru a cuprinde astfel de creuzete sau orice fel de aparatură care dă rezultate identice

I.3.1.2. Vas de trompă pentru filtrare la vid

I.3.1.3. Excicator care conține silicagel autoindicator de umiditate

I.3.1.4. Etuvă cu ventilator pentru uscarea eșantioanelor la $150 \pm 3^\circ\text{C}$

I.3.1.5. Balanța analitică având o precizie de 0,0002 g

I.3.1.6. Extractor Soxhlet sau alt aparat capabil să asigure rezultate identice

I.3.2. Reactivi

I.3.2.1. Eter de petrol, redistilat, interval de fierbere $40-60^\circ\text{C}$

I.3.2.2. Alți reactivi sunt prevăzuți în secțiunile corespunzătoare de la fiecare metodă. Toți reactivii folosiți trebuie să fie chimic puri.

I.3.2.3. Apă distilată sau deionizată

I.3.2.4. Acetonă

I.3.2.5. Acid ortofosforic

I.3.2.6. Uree

I.3.2.7. Bicarbonat de sodiu.

I.4. Atmosferă de condiționare și încercare

Deoarece se determină masa uscată, nu este necesară condiționarea epruvetei sau efectuarea analizelor într-o atmosferă condiționată.

I.5. Eșantion de încercare de laborator

Se ia un eșantion de încercare de laborator care este reprezentativ pentru eșantionul global de laborator și suficient de mare ca să furnizeze toate epruvetele, fiecare având minimum 1 g, conform cerințelor.

I.6. Tratarea prealabilă a eșantionului de încercare de laborator²⁾

Dacă este prezentă o substanță ce nu trebuie luată în considerare în calculele procentuale (vezi art. 12 pct. 3 din Hotărârea Guvernului nr. 527/2007), substanța respectivă trebuie mai întâi îndepărtată printr-o metodă care să nu afecteze vreunul dintre componentele fibroase.

În acest sens, materialul nefibros care poate fi extras cu eter de petrol și apă este îndepărtat prin tratarea eșantionului de încercare uscat cu aer într-un extractor Soxhlet cu eter de petrol, timp de o oră, la minimum 6 cicluri de extracție pe oră. Se lasă ca eterul de petrol să se evapore din eșantion, care este apoi extras prin tratament direct constând în înmuierea epruvetei în apă la temperatura camerei timp de o oră, apoi în înmuierea eșantionului în apă la temperatura de $65 \pm 5^\circ\text{C}$ timp de încă o oră, agitând lichidul din timp în timp. Se folosește un raport lichid/epruvetă de 100:1. Se îndepărtează excesul de apă din eșantion prin stoarcere, filtrare la vid sau centrifugare, apoi se lasă eșantionul să se usuce la aer.

În cazul elastolefinei sau al amestecurilor de fibre care conțin elastolefină și alte fibre (lână, păr de origine animală, mătase, bumbac, in, cânepă, iută, abaca, alfa, fibră de nucă de cocos, sorg, ramie, sisal, cupro, fibre modale, fibre proteice, viscoză, fibre acrilice, poliamidă sau nailon, poliester, elastomultiester), procedura descrisă anterior ar trebui ușor modificată, prin înlocuirea eterului de petrol cu acetonă.

În cazul amestecurilor binare care conțin elastolefină și acetat, se aplică următoarea procedură de tratare prealabilă. Se extrage epruveta timp de 10 minute la 80°C cu o soluție care să conțină 25 g/l de 50% acid ortofosforic și 50 g/l de uree. Se folosește un raport lichid/epruvetă de 100:1. Se spală epruveta cu apă, apoi se scurge și se spală într-o soluție de 0,1% bicarbonat de sodiu, după care se spală cu atenție în apă.

În situația în care materialul nefibros nu poate fi extras cu eter de petrol și apă, el trebuie îndepărtat înlocuindu-se metoda cu apă descrisă anterior cu o altă metodă adecvată, care să nu modifice substanțial niciun constituent fibros. Totuși, pentru unele fibre naturale de origine vegetală nealbite (de exemplu, iută, fibră de nucă de cocos) se ia în considerare faptul că tratarea prealabilă normală cu eter de petrol și cu apă nu îndepărtează toate substanțele naturale nefibroase. Nu se aplică o tratare prealabilă suplimentară decât dacă proba conține produși de finisare insolubili atât în eter de petrol, cât și în apă.

Buletinele de analiză trebuie să includă detalii complete privind metodele de tratare prealabilă folosite.

I.7. Mod de lucru**I.7.1. Instrucțiuni generale****I.7.1.1. Uscarea**

Operațiile de uscare trebuie să dureze cel puțin 4 ore și cel mult 16 ore la o temperatură de $105 \pm 3^\circ\text{C}$ într-o etuvă cu ventilator, cu ușa etuvei închisă în permanență. Dacă perioada de uscare este mai mică de 14 ore, epruveta trebuie cântărită pentru a verifica dacă masa ei a devenit constantă. Se consideră că masa a devenit constantă dacă, după o perioadă suplimentară de 60 de minute de uscare, variația sa este mai mică de 0,05%.

Se recomandă să se evite manevrarea creuzetelor, a flacoanelor de cântărire, a epruvetelor și a reziduurilor cu mâinile neprotejate, pe perioada operațiilor de uscare, răcire și cântărire.

Epruvetele se usucă în flacoane de cântărire, cu capacul flaconului plasat alături. După uscare se pune dopul la flaconul de cântărire și se transferă repede în excicator.

Creuzetele filtrante se usucă în flacoane de cântărire, cu capacul flaconului plasat alături. După uscare se pune dopul la flaconul de cântărire și se transferă rapid în excicator.

Când se folosesc alte aparate decât creuzetele filtrante, operația de uscare în etuvă se efectuează în așa fel încât să asigure determinarea masei uscate a fibrelor, fără pierderi.

I.7.1.2. Răcirea

Operația de răcire se efectuează în excicator, acesta fiind plasat lângă balanță, până la răcirea completă a flaconului de cântărire și, în orice caz, nu trebuie să dureze mai puțin de două ore.

I.7.1.3. Cântărirea

După răcire se efectuează cântărirea flaconului de cântărire în interval de două minute de la scoaterea acestuia din excicator. Cântărirea se efectuează cu o precizie de 0,0002 g.

I.7.2. Mod de lucru

Se ia din eșantionul de încercare de laborator tratat prealabil o epruvetă de încercare cântărind cel puțin 1 g. Se taie firul sau țesătura în lungimi de circa 10 mm, destrămate cât mai mult posibil. Se usucă epruveta într-un flacon de cântărire, se răcește în excicator și se cântărește. Se transferă epruveta în vasul de sticlă prevăzut în secțiunea corespunzătoare a metodei comunitare respective, se recântărește flaconul de cântărire imediat și se obține masa uscată a epruvetei prin diferență. Se finalizează analiza în modul prevăzut în secțiunea corespunzătoare a metodei aplicabile. Se examinează reziduuul la microscop pentru a verifica dacă prin tratament s-a îndepărtat complet fibra solubilă.

I.8. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Masa componentei insolubile se exprimă în procente raportat la masa totală de fibră din amestec. Procentul de componentă solubilă se obține prin diferență. Se calculează rezultatul pe baza masei uscate și pure, corectată cu: a) reprizele convenționale și b) factorii de corecție necesari pentru a lua în

²⁾ Vezi anexa nr. 1 pct. 1 „Domeniul de aplicare”.

calcul pierderea de material în timpul tratării prealabile și analizei. Calculele se fac aplicându-se formula prezentată la pct. I.8.2.

I.8.1. Calcularea procentului de component insolubil pe baza masei uscate și pure, fără a lua în considerare pierderea de material în timpul tratării prealabile

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

unde:

P_1 este procentul componentului insolubil uscat și pur;

m este masa uscată a epruvetei după tratarea prealabilă;

r este masa uscată a rezidului;

d este factorul de corecție pentru pierderea de masă a componentului insolubil în reactiv în timpul analizei. Valorile adecvate ale lui „ d ” sunt prezentate în secțiunile corespunzătoare de la fiecare metodă.

Asemenea valori ale lui „ d ” sunt, desigur, valorile normale aplicabile fibrelor nedegradate chimic.

I.8.2. Calcularea procentului de component insolubil pe baza masei uscate și pure, cu ajustările date de factori convenționali, și, unde este cazul, de factori de corecție pentru pierderea de material în timpul tratării prealabile

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

unde:

P_{1A} este procentul de component insolubil corectat cu reprizele convenționale și pierderea de masă în timpul tratării prealabile;

P_1 este procentul de component insolubil uscat și pur, așa cum a fost calculat cu formula de la pct. I.8.1;

a_1 este repriza convențională pentru componentul insolubil (vezi anexa nr. 2 la Hotărârea Guvernului nr. 527/2007);

a_2 este repriza convențională pentru componentul solubil (vezi anexa nr. 2 la Hotărârea Guvernului nr. 527/2007);

b_1 este pierderea procentuală a componentului insolubil cauzată de tratarea prealabilă;

b_2 este pierderea procentuală a componentului solubil cauzată de tratarea prealabilă.

Procentul celui de-al doilea component ($p_{2A}\%$) este egal cu $100 - p_{1A}\%$.

În cazul în care se folosește o tratare prealabilă specială, valorile b_1 și b_2 trebuie determinate, dacă este posibil, supunându-se fiecare dintre constituenții fibrei pure tratării prealabile aplicate în metoda de analiză. Fibrele pure sunt acelea care nu conțin niciun fel de material nefibros, cu excepția celui conținut în mod normal (fie natural, fie datorită procesului de fabricație), în starea în care se află în materialul supus analizei (nealbită, albită).

Când nu sunt disponibile fibrele separate și pure folosite în producerea materialului supus analizei, ar trebui să se folosească valorile medii ale lui b_1 și b_2 , obținute din încercările efectuate pe fibre pure, similare celor din amestecul supus examinării.

Dacă se aplică o tratare prealabilă normală prin extracție cu eter de petrol și apă, factorii de corecție b_1 și b_2 pot fi în general neglijați, cu excepția bumbacului Nealbit, inului Nealbit și a

cânepii Nealbite, unde pierderea datorată tratării prealabile este considerată în mod convențional ca fiind 4% și în cazul polipropilenei 1%.

În cazul altor fibre, pierderile datorate tratării prealabile nu sunt luate în calcul.

II. Metoda de analiză cantitativă prin separare manuală

II.1. Domeniul de aplicare

Metoda poate fi folosită pentru fibre de toate tipurile, cu condiția ca ele să nu formeze un amestec intim și să poată fi separate manual.

II.2. Principiu

După identificarea componentelor textile, materialul nefibros se îndepărtează printr-o tratare prealabilă adecvată și apoi fibrele se separă manual, se usucă și se cântăresc pentru a calcula proporția fiecărei fibre în amestec.

II.3. Aparatura

II.3.1. Flacoane de cântărire sau orice fel de aparatură care furnizează rezultate identice

II.3.2. Excicator care conține silicagel autoindicator de umiditate

II.3.3. Etuvă cu ventilator pentru uscarea epruvetelor la $150 \pm 3^\circ\text{C}$

II.3.4. Balanța analitică cu o precizie de 0,0002 g

II.3.5. Extractor Soxhlet sau alt aparat capabil să asigure rezultate identice

II.3.6. Ac

II.3.7. Torsiometru sau un aparat similar.

II.4. Reactivi

II.4.1. Eter de petrol, redistilat, interval de fierbere $40\text{—}60^\circ\text{C}$.

II.4.2. Apă distilată sau deionizată.

II.5. Atmosferă de condiționare și încercare

Vezi pct. I.4.

II.6. Eșantionul de încercare de laborator

Vezi pct. I.5.

II.7. Tratarea prealabilă a eșantionului de încercare de laborator

Vezi pct. I.6.

II.8. Mod de lucru

II.8.1. Analiza firului

Se selectează din eșantionul de încercare de laborator tratat prealabil o epruvetă cu masa de minimum 1 g. Pentru un fir foarte fin, analiza se poate efectua pe o lungime minimă de 30 m, indiferent de masă. Se taie firul în bucăți de o lungime corespunzătoare și se separă tipurile de fibre cu ajutorul unui ac sau, dacă este necesar, cu ajutorul unui torsiometru. Tipurile de fibre astfel obținute se plasează în flacoane de cântărire cântărite în prealabil și se usucă la $105 \pm 3^\circ\text{C}$ până la obținerea unei mase constante, conform descrierii de la pct. I.7.1 și I.7.2.

II.8.2. Analiza țesăturii

Se prelevă din eșantionul de încercare de laborator tratat prealabil o epruvetă fără lizieră, cu masa de minimum 1 g, cu marginile prinse cu grijă pentru a evita destrămarea și paralel cu direcția firelor de urzeală sau de bătătură ori, în cazul tricotelurilor, cu direcția șirurilor sau a rândurilor. Se separă diferitele tipuri de fibre, se colectează în flacoane de cântărire cântărite în prealabil și se continuă ca la pct. II.8.1.

II.9. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se exprimă masa fiecărei fibre din amestec în procente din masa totală a amestecului de fibre. Se calculează rezultatul pe baza masei uscate și pure, corectată cu: a) reprizele convenționale și b) factorii de corecție necesari pentru a lua în calcul pierderea de material în timpul tratării prealabile.

II.9.1. Calcularea procentului de component insolubil pe baza masei uscate și pure, fără a lua în considerare pierderea de material în timpul tratării prealabile

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

unde:

P_1 este procentul primului component în stare uscată și pură;

m_1 este masa uscată și pură a primului component;

m_2 este masa uscată și pură a celui de-al doilea component.

II.9.2. Pentru calcularea procentului fiecărui component după aplicarea reprizelor convenționale și, după caz, a factorilor de corecție pentru pierderea de masă în timpul tratării prealabile, vezi pct. I.8.2.

III.1. Precizia metodelor

Precizia indicată în metodele individuale se referă la reproductibilitate. Reproductibilitatea se referă la fiabilitate, în

sensul unor valori experimentale foarte apropiate obținute de laboranții din diferite laboratoare, în momente diferite folosind aceeași metodă și obținând rezultate individuale pe epruvete dintr-un amestec omogen identic. Reproductibilitatea se exprimă prin limite de încredere a rezultatelor la un nivel de încredere de 95%. Prin aceasta se înțelege că diferența dintre două rezultate dintr-o serie de analize efectuate în laboratoare diferite, în condițiile aplicării normale și corecte a metodei la un amestec omogen identic, nu va fi depășită decât în 5 cazuri din 100.

III.2. Buletinul de analiză

III.2.1. Se afirmă că analiza a fost efectuată în conformitate cu această metodă.

III.2.2. Se dau detalii cu privire la toate tratările prealabile speciale (vezi pct. I.6).

III.2.3. Se dau rezultatele individuale și media aritmetică, cu o precizie de 0,1 fiecare.

2. Metode speciale — Tabel sintetic

Metoda	Domeniul de aplicare		Reactivul
	Componenta solubilă	Componenta insolubilă	
Nr. 1	Acetat	Alte fibre prevăzute	Acetonă
Nr. 2	Anumite fibre proteinice	Alte fibre prevăzute	Hipoclorit
Nr. 3	Viscoză, cupro sau anumite tipuri de fibre modale	Bumbac sau elastolefină	Acid formic și clorură de zinc
Nr. 4	Poliamidă sau nailon	Alte fibre prevăzute	Acid formic, 80% m/m
Nr. 5	Acetat	Triacetat sau elastolefină	Alcool benzilic
Nr. 6	Triacetat sau poliactide	Alte fibre prevăzute	Diclorometan
Nr. 7	Anumite fibre celulozice	Poliester, elastomultiester sau elastolefină	Acid sulfuric, 75% m/m
Nr. 8	Fibre acrilice, anumite fibre modacrilice sau anumite clorofibre	Alte fibre prevăzute	Dimetil formamidă
Nr. 9	Anumite clorofibre	Alte fibre prevăzute	Sulfură de carbon/acetona 55,5/44,5 v/v
Nr. 10	Acetat	Anumite clorofibre sau elastolefină	Acid acetic glacial
Nr. 11	Mătase	Lână, păr sau elastolefină	Acid sulfuric, 75% m/m
Nr. 12	Iută	Anumite fibre de origine animală	Metoda conținutului de azot
Nr. 13	Polipropilenă	Alte fibre prevăzute	Xilen
Nr. 14	Clorofibre (homopolimeri ai clorurii de vinil) sau elastolefină	Alte fibre prevăzute	Metoda cu acid sulfuric concentrat
Nr. 15	Clorofibre, anumite fibre modacrilice, anumiți elastani, acetaji, triacetaji	Alte fibre prevăzute	Ciclohexanonă

METODA Nr. 1

Acetat și alte fibre prevăzute

(metoda cu acetona)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acetat (19)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), in (7), cânepă (8), iută (9), abaca (10), alfa (11),

fibră de nucă de cocos (12), sorg (13), ramie (14), sisal (15), cupro (21), fibre modale (22), fibre proteinice (23), viscoză (25), fibre acrilice (26), poliamidă sau nailon (30), poliester (34), elastomultiester (45) și elastolefină (46).

Metoda nu se aplică în niciun caz fibrelor de acetat care au fost dezacetilate la suprafață.

2. Principiu

Fibrele de acetat se dizolvă cu acetona pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduu se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia,

corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de acetat uscat se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (suplimentare față de cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml

3.2. Reactivi:

Acetonă

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta aflată într-un vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml se adaugă 100 ml de acetonă pentru fiecare gram de epruvetă, se agită vasul, se lasă la temperatura camerei timp de 30 de minute, agitându-se ocazional, și apoi se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se repetă tratamentul de încă două ori (efectuându-se în total 3 extracții), dar pe perioade de numai 15 minute, așa încât timpul total de tratare în acetonă să fie de o oră. Se transferă rezidul în creuzetul filtrant. Se spală rezidul cu acetonă și se filtrează la vid. Se reumple creuzetul cu acetonă și se lasă lichidul să curgă liber. În final creuzetul se filtrează la vid, se usucă creuzetul și rezidul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 2

Anumite fibre proteinice și alte fibre prevăzute

(metoda cu hipoclorit)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. anumite fibre proteinice, respectiv: lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), fibre proteinice (23)

cu

2. bumbac (5), cupro (21), viscoză (25), fibre acrilice (26), clorofibre (27), poliamidă sau nailon (30), poliester (34), polipropilenă (36), elastan (42), fibră de sticlă (43), elastomultiester (45) și elastolefină (46).

Dacă sunt prezente mai multe fibre de tip proteinic, prin această metodă se determină cantitatea totală, dar nu și cantitățile lor individuale.

2. Principiu

Fibra proteinică se dizolvă cu soluție de hipoclorit pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Rezidul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre.

Procentul de fibră proteinică uscată se calculează prin diferență.

Pentru prepararea soluției de hipoclorit se poate folosi fie hipoclorit de litiu, fie hipoclorit de sodiu.

Hipocloritul de litiu se recomandă în cazurile care presupun un număr mic de analize sau pentru analize efectuate la intervale de timp destul de mari. Aceasta, deoarece procentul de hipoclorit din hipocloritul de litiu solid — spre deosebire de hipocloritul de sodiu — este practic constant. Dacă se cunoaște procentul de hipoclorit, conținutul de hipoclorit nu trebuie

verificat iodometric pentru fiecare analiză, deoarece se poate utiliza o cantitate cu o greutate constantă de hipoclorit de litiu.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) vas Erlenmeyer de 250 ml cu dop de sticlă rodat;

(ii) termostat, reglabil la $20 (\pm 2)^\circ\text{C}$.

3.2. Reactivi:

(i) Reactiv pe bază de hipoclorit

a) Soluție de hipoclorit de litiu

Aceasta constă într-o soluție proaspăt preparată conținând $35 (\pm 2)$ g/l clor activ (aproximativ 1 M) la care se adaugă o soluție de hidroxid de sodiu cu o concentrație de $5 (\pm 0,5)$ g/l preparată anterior. Pentru preparare, se dizolvă 100 g hipoclorit de litiu conținând 35% clor activ (sau 115 g conținând 30% clor activ) în aproximativ 700 ml de apă distilată, se adaugă 5 g de hidroxid de sodiu dizolvate în aproximativ 200 ml apă distilată și se completează până la 1 litru cu apă distilată. Soluția proaspăt preparată nu trebuie verificată iodometric.

b) Soluție de hipoclorit de sodiu

Aceasta constă într-o soluție proaspăt preparată conținând $35 (\pm 2)$ g/l clor activ (aproximativ 1 M) la care se adaugă o soluție de hidroxid de sodiu de concentrație $5 (\pm 0,5)$ g/l pregătită anterior.

Se controlează conținutul de clor activ al soluției prin iodometrie înaintea fiecărei analize.

(ii) Soluție diluată de acid acetic

Se diluează 5 ml acid acetic glacial cu apă până la un volum total de 1 litru.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează: se amestecă aproximativ 1 g din eșantion cu aproximativ 100 ml soluție de hipoclorit (hipoclorit de litiu sau de sodiu) în vasul de 250 ml, se agită bine vasul pentru a uda eșantionul. Apoi se încălzește vasul timp de 40 de minute într-un termostat la temperatura de 20°C , agitând continuu sau măcar la intervale regulate. Deoarece dizolvarea lânii decurge exotermic, căldura de reacție a acestei metode trebuie să fie disipată și îndepărtată. Altfel, se pot produce erori considerabile datorită dizolvării incipiente a fibrelor insolubile.

După 40 de minute se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil și se transferă eventualele fibre reziduale în creuzet prin clătirea vasului cu puțin reactiv pe bază de hipoclorit. Se filtrează la vid creuzetul și se spală rezidul în mod succesiv cu apă, acid acetic diluat și în final cu apă, uscând creuzetul prin filtrare la vid după fiecare adaos. Nu se filtrează la vid înainte de curgerea liberă a soluției de spălare.

În final creuzetul se filtrează la vid, se usucă creuzetul cu rezidul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu excepția bumbacului, viscozei și fibrelor modale, pentru care $d = 1,01$, și a bumbacului nealbit, pentru care $d = 1,03$.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 3

Viscoză, cupro sau anumite tipuri de fibre modale și bumbac

(metoda cu acid formic și clorură de zinc)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. viscoză (25) sau cupro (21), inclusiv anumite tipuri de fibre modale (22)

cu

2. bumbac (5) și elastolefină (46).

Dacă se constată prezența vreunei fibre modale, trebuie făcută o analiză preliminară pentru a verifica dacă aceasta este solubilă în reactiv.

Metoda nu se aplică amestecurilor în care bumbacul a suferit o degradare chimică importantă și nici în cazurile în care fibrele de viscoză sau cupro au devenit incomplet solubile datorită prezenței anumitor coloranți sau a unor agenți de finisare care nu pot fi îndepărtați complet.

2. Principiu

Viscoza, fibrele cupro sau fibrele modale se dizolvă cu un reactiv constând din acid formic și clorură de zinc, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, după care se usucă și se cântărește; masa acestuia corectată se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de viscoză, fibre cupro sau fibre modale uscate se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;

(ii) aparatură pentru menținerea vaselor la 40 (±2)°C.

3.2. Reactivi:

(i) Soluție conținând 20 g de clorură de zinc anhidră topită și 68 g de acid formic anhidru, adusă la 100 g cu apă (adică 20 părți în greutate de clorură de zinc anhidră topită la 80 părți în greutate de acid formic 85% m/m)

NOTĂ:

Se atrage atenția în această privință la pct. I.3.2.2, care stipulează că toți reactivii folosiți trebuie să fie chimic puri; în plus, este esențial să se folosească numai clorură de zinc anhidră topită.

(ii) Soluție de hidroxid de amoniu: se diluează 20 ml de soluție concentrată de amoniac (greutate specifică 0,880 g/ml) până la 1 litru cu apă.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează: se plasează imediat epruveta în vasul preîncălzit la 40°C. Se adaugă câte 100 ml de soluție de acid formic și clorură de zinc, preîncălzită la 40°C, pentru fiecare gram de epruvetă. Se pune dopul și se agită foarte bine vasul. Se menține vasul împreună cu conținutul său la o temperatură constantă de 40°C timp de două ore și jumătate, agitându-se vasul o dată pe oră. Se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil și, cu ajutorul reactivului, se transferă în creuzet eventualele fibre rămase în vas. Se clătește cu 20 ml de reactiv.

Se spală foarte bine creuzetul și reziduul cu apă la 40°C. Se clătește reziduul fibros cu aproximativ 100 ml de soluție rece de amoniac [pct. 3.2 (ii)], asigurându-se imersarea reziduului în amoniac timp de 10 minute³⁾, apoi se clătește bine cu apă rece.

Nu se filtrează la vid creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final se filtrează la vid lichidul rămas, se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” pentru bumbac este 1,02 și 1,00 pentru elastolefină (46).

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 2 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 4

Poliamidă sau nailon și alte fibre prevăzute

(metoda care folosește acid formic 80% m/m)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. poliamidă sau nailon (30)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), fibre acrilice (26), clorofibre (27), poliester (34), polipropilenă (36), fibră de sticlă (43), elastomultiester (45) și elastolefină (46).

După cum s-a prevăzut mai sus, această metodă se poate aplica și amestecurilor cu lână, dar când conținutul de lână depășește 25%, trebuie aplicată metoda nr. 2 (dizolvarea lânii într-o soluție alcalină de hipoclorit de sodiu).

2. Principiul

Fibra poliamidică se dizolvă cu acid formic pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, apoi se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de poliamidă sau nailon uscat se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

3.2. Reactivi:

(i) acid formic (80% m/m, densitate relativă la 20°C: 1,186). Se diluează 880 ml acid formic 90% m/m (densitate relativă la 20°C: 1,204) până la 1 litru cu apă. Alternativ, se pot dilua 780 ml acid formic de 98—100% m/m (densitate relativă la 20°C: 1,220) până la 1 litru cu apă. Concentrația nu este critică în intervalul 77—83 % m/m acid formic;

(ii) soluție diluată de amoniac: se diluează 80 ml soluție concentrată de amoniac (densitate relativă la 20°C: 0,880) până la 1 litru cu apă.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează: la epruveta aflată într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de acid formic pentru fiecare gram de epruvetă. Se pune dopul și se agită vasul pentru a se uda epruveta. Se lasă la temperatura camerei timp de 15 minute, agitându-se ocazional. Se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil și se transferă eventualele resturi de fibră în creuzet prin spălarea vasului cu puțin reactiv pe bază de acid formic. Se usucă creuzetul prin filtrare la vid și se spală reziduurile de pe filtru succesiv cu reactiv pe bază de acid formic, cu apă fierbinte, cu soluție diluată de amoniac și în final cu apă rece, uscând creuzetul prin vidare după fiecare adăugare. Nu se filtrează la vid înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final se filtrează la vid creuzetul, se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

³⁾ Pentru a se asigura o imersare de 10 minute a reziduului fibros în soluția de amoniac, se poate folosi, de exemplu, un adaptor la creuzetul filtrant prevăzut cu robinet prin care să se regleze debitul soluției de amoniac.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 5**Acetat și triacetat**

(metoda cu alcool benzilic)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acetat (19)

cu

2. triacetat (24) și elastolefină (46).

2. Principiu

Acetatul se dizolvă cu alcool benzilic la $52 \pm 2^\circ\text{C}$, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de acetat uscat se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

a) Aparatură:

(i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;

(ii) agitator mecanic;

(iii) termostat sau alt dispozitiv pentru menținerea vasului la o temperatură de $52 \pm 2^\circ\text{C}$.

b) Reactivi:

(i) alcool benzilic;

(ii) etanol.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta aflată într-un vas conic se adaugă 100 ml de alcool benzilic pentru fiecare gram de epruvetă. Se pune dopul și se fixează vasul în agitator astfel încât să fie imersat în baia de apă menținută la $52 \pm 2^\circ\text{C}$ și se agită vasul timp de 20 de minute la această temperatură. (În loc să se agite mecanic, se poate scutura vasul manual, cu putere.)

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se adaugă încă o doză de alcool benzilic în vas și se agită ca mai sus, la $52 \pm 2^\circ\text{C}$ timp de 20 de minute.

Se decantează lichidul printr-un creuzet. Se repetă ciclul de operații și a treia oară.

În final, se toarnă lichidul și reziduul în creuzet. Se spală eventualele resturi de fibre rămase în vas cu o cantitate suplimentară de alcool benzilic la $52 \pm 2^\circ\text{C}$. Se usucă foarte bine creuzetul.

Se transferă fibrele într-un vas, se spală cu etanol și după agitare manuală se decantează prin creuzetul filtrant.

Se repetă această operație de spălare de două-trei ori.

Se transferă reziduul în creuzet și se usucă foarte bine. Se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 6**Triacetat și alte fibre prevăzute**

(metoda cu diclorometan)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. triacetat (24) sau polilactidă (33a)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), fibre acrilice (26), poliamidă sau nailon (30), poliester (34), fibră de sticlă (43), elastomultiester (45) și elastolefină (46).

NOTĂ:

Fibrele de triacetat care în urma finisării au suferit o hidroliză parțială încetează să mai fie complet solubile în reactiv. În acest caz metoda nu se aplică.

2. Principiu

Fibrele de triacetat sau polilactidă se dizolvă cu diclorometan, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de triacetat uscat sau de polilactidă uscată se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

3.2. Reactivi:

Diclorometan.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta conținută într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de 200 ml, se adaugă 100 ml de diclorometan pentru fiecare gram de epruvetă, se pune dopul, se agită vasul la fiecare 10 minute pentru a uda epruveta, se lasă la temperatura camerei timp de 30 de minute, agitând vasul la intervale regulate. Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se adaugă 60 ml diclorometan în vasul cu reziduu, se agită manual și se filtrează conținutul vasului prin creuzetul filtrant. Se transferă resturile de fibră rămase în vas spălând vasul cu încă puțin diclorometan. Se usucă prin filtrare la vid creuzetul pentru a îndepărta excesul de lichid, se reumple creuzetul cu diclorometan și se lasă lichidul să curgă liber. În final, se elimină excesul de lichid prin filtrare la vid, apoi se tratează reziduul cu apă fierbinte pentru a elimina tot solventul, se filtrează la vid, se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu excepția poliesterului, elastomultiesterului și elastolefinei (46), pentru care valoarea lui „d” este 1,01.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 7**Anumite fibre celulozice și poliester**

(metoda care folosește acid sulfuric 75% m/m)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. bumbac (5), in (7), cânepă (8), ramie (14), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25)

cu

2. poliester (34), elastomultiester (45) și elastolefină (46).

2. Principiu

Fibra celulozică se dizolvă cu acid sulfuric 75% m/m, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de celuloză uscată se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 500 ml;

(ii) termostat sau alt aparat pentru menținerea vasului la $50 \pm 5^\circ\text{C}$.

3.2. Reactivi:

(i) acid sulfuric de $75 \pm 2\%$ m/m

Se prepară adăugându-se cu atenție, în timp ce se răcește, 700 ml acid sulfuric (densitate relativă la 20°C : 1,84) la 350 ml apă distilată. După ce soluția s-a răcit la temperatura camerei, se diluează până la 1 litru cu apă;

(ii) soluție diluată de amoniac

Se diluează o soluție de 80 ml amoniac (densitate relativă la 20°C : 0,88) până la 1 litru cu apă.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta aflată într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 500 ml, se adaugă 200 ml de acid sulfuric 75% m/m pentru fiecare gram de epruvetă, se pune dopul, se agită vasul cu grijă, pentru a uda epruveta. Se menține vasul la temperatura de $50 \pm 5^\circ\text{C}$ timp de o oră, agitând la intervale regulate de circa 10 minute. Se filtrează la vid conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se transferă resturile de fibre rămase în vas spălând vasul cu încă puțin acid sulfuric 75%. Se filtrează la vid creuzetul și se spală reziduul rămas pe filtru, se reumple creuzetul cu acid sulfuric. Nu se filtrează la vid înainte de curgerea liberă a acidului sub efectul gravitației. Se spală reziduul succesiv de mai multe ori cu apă rece, de două ori cu soluție de amoniac diluat și apoi, foarte bine, cu apă rece, uscând creuzetul de fiecare dată prin filtrare la vid. Nu se filtrează la vid creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final, se elimină lichidul din creuzet prin filtrare la vid, se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 8**Fibre acrilice, anumite fibre modacrilice sau anumite clorofibre și alte fibre prevăzute**

(metoda care folosește dimetilformamidă)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. fibre acrilice (26), anumite fibre modacrilice (29) sau anumite clorofibre (27)⁴⁾

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), poliamidă sau nailon (30), poliester (34), elastomultiester (45) și elastolefină (46).

Este în egală măsură aplicabilă la fibrele acrilice, anumite fibre modacrilice, tratate cu coloranți premetalizați, dar nu la cele vopsite cu coloranți cromatabili.

2. Principiu

Fibra acrilică, modacrilică sau clorofibra se dizolvă cu dimetilformamidă încălzită la temperatura de fierbere în baie de apă, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de fibră acrilică, modacrilică sau clorofibră uscată se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;

(ii) baie de apă la temperatura de fierbere.

3.2. Reactivi:

— Dimetilformamidă (temperatura de fierbere $153 \pm 1^\circ\text{C}$) care să nu conțină mai mult de 0,1% apă.

Reactivul este toxic și de aceea se recomandă folosirea unei nișe de laborator.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta conținută într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă pentru fiecare gram de epruvetă câte 80 ml de dimetilformamidă încălzită în prealabil la temperatura de fierbere pe baie de apă, se pune dopul, se agită vasul pentru a uda epruveta și se încălzește în baia de apă la temperatura de fierbere timp de o oră. În această perioadă se agită ușor vasul cu conținutul său, manual, de 5 ori.

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil, reținându-se fibrele în vas. Se mai adaugă încă 60 ml dimetilformamidă în vas și se mai încălzește încă 30 de minute, agitând ușor vasul cu conținutul său, manual, de două ori în această perioadă.

Se filtrează la vid conținutul vasului prin creuzetul filtrant. Se transferă resturile de fibră rămase pe creuzet prin spălarea vasului cu dimetilformamidă. Se usucă creuzetul prin filtrare la vid. Se spală reziduul cu circa 1 litru de apă fierbinte la $70-80^\circ\text{C}$, umplând de fiecare dată creuzetul. După fiecare adăugare de apă, se lasă lichidul să curgă liber, apoi se filtrează la vid pentru o perioadă scurtă de timp. Dacă lichidul de spălare se

⁴⁾ Înainte de efectuarea analizei trebuie verificată solubilitatea unor astfel de fibre modacrilice sau clorofibre în reactiv.

scurge prea încet prin creuzet, se poate filtra ușor la vid. În final, se usucă creuzetul cu reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu excepția următoarelor cazuri:

- lână 1,01;
- bumbac 1,01;
- cupro 1,01;
- modal 1,01;
- poliester 1,01;
- elastomultiester 1,01.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 9

Anumite clorofibre și alte fibre prevăzute

(metoda care folosește amestec de sulfură de carbon cu acetonă 55,5/44,5)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. anumite clorofibre (27), respectiv anumite fibre de policlorură de vinil, indiferent dacă au fost postclorurate sau nu ⁵⁾ cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), fibre acrilice (26), poliamidă sau nailon (30), poliester (34), fibră de sticlă (43) și elastomultiester (45).

Când conținutul de lână sau mătase din amestec depășește 25%, trebuie aplicată metoda nr. 2.

Când conținutul de poliamidă sau nailon din amestec depășește 25%, trebuie aplicată metoda nr. 4.

2. Principiu

Clorofibra se dizolvă cu un amestec azeotrop de sulfură de carbon și acetonă, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de policlorură de vinil uscată se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

- (i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;
- (ii) agitator mecanic.

3.2. Reactivi:

- (i) amestec azeotrop de sulfură de carbon și acetonă (55,5% în volume sulfură de carbon și 44,5% acetonă). Deoarece reactivul este toxic, se recomandă folosirea nișei de laborator;
- (ii) etanol (92% în volume) sau metanol.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta conținută într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de amestec azeotrop pentru fiecare gram de epruvetă, se etanșează foarte bine și se agită vasul cu un agitator mecanic sau viguros, manual, timp de 20 de minute la temperatura camerei. Se

decantează lichidul din stratul superior printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil.

Se repetă tratamentul cu încă 100 ml de reactiv proaspăt. Se continuă acest ciclu de operații până când nu se mai depune reziduu de polimer pe lamelă atunci când se evaporă o picătură de solvent de extracție. Se transferă reziduul în creuzetul filtrant folosindu-se mai mult reactiv, se filtrează la vid pentru a îndepărta lichidul și se spală creuzetul și reziduul cu 20 ml alcool și apoi de 3 ori cu apă. Se lasă lichidul de spălare să curgă liber înainte de a se usca prin filtrare la vid. Se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

NOTĂ:

La anumite amestecuri cu un conținut ridicat de clorofibră, se poate constata o contracție substanțială a dimensiunilor epruvetei în timpul procesului de uscare, care are ca rezultat întârzierea dizolvării clorofibre de către solvent. Aceasta nu afectează totuși dizolvarea finală a clorofibre în solvent.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 10

Acetat și anumite clorofibre

(metoda care folosește acid acetic glacial)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acetat (19)

cu

2. anumite clorofibre (27), respectiv fibre de policlorură de vinil, indiferent dacă au fost postclorurate sau nu, și elastolefină (46).

2. Principiu

Fibra de acetat se dizolvă cu acetonă, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de acetat uscat se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

- (i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;
- (ii) agitator mecanic.

3.2. Reactivi:

— Acid acetic glacial (peste 99%). Acest reactiv trebuie manipulat cu grijă, fiind foarte caustic.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta conținută într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de acid acetic glacial pentru fiecare gram de epruvetă. Se etanșează foarte bine vasul și se agită cu un agitator mecanic sau viguros, manual, timp de 20 de minute la temperatura camerei. Se decantează lichidul din stratul superior printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se repetă tratamentul cu câte 100 ml reactiv

⁵⁾ Solubilitatea fibrelor de policlorură de vinil în reactiv trebuie să fie verificată înainte de a efectua analiza.

proaspăt, de încă două ori, făcând în total 3 extracții. Se transferă reziduul în creuzetul filtrant, se usucă prin filtrare la vid pentru a îndepărta lichidul și se spală creuzetul și reziduul cu 50 ml acid acetic glacial și apoi de 3 ori cu apă. După fiecare spălare, se lasă lichidul să curgă liber înainte de a se usca prin filtrare la vid. Se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 11

Mătase și lână sau păr

(metoda care folosește acid sulfuric 75% m/m)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. mătase (4)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3) și elastolefină (46).

2. Principiu

Mătasea se dizolvă cu acid sulfuric 75% m/m pornind de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată⁶⁾. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește. Masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de mătase uscată se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

— vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.

3.2. Reactivi:

(i) acid sulfuric de $75 \pm 2\%$ m/m.

Se prepară adăugându-se cu atenție, în timp ce se răcește, 700 ml acid sulfuric (densitate la 20°C: 1,84) la 350 ml apă distilată.

După ce soluția s-a răcit la temperatura camerei, se diluează până la 1 litru cu apă.

(ii) acid sulfuric, soluție diluată: se adaugă încet 100 ml acid sulfuric (densitate la 20°C: 1,84) la 1:900 ml apă distilată.

(iii) soluție diluată de amoniac: se diluează 200 ml amoniac concentrat (densitate la 20°C: 0,88) cu apă până la 1.000 ml.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta conținută într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de acid sulfuric 75% m/m pentru fiecare gram de epruvetă și se pune dopul. Se agită viguros vasul și se ține la temperatura camerei timp de 30 de minute. Se agită din nou și apoi se lasă în repaus timp de 30 de minute. Se agită pentru ultima dată și se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant cântărit. Se spală resturile de fibre din vas cu 75% reactiv pe bază de acid sulfuric. Se spală reziduul din creuzet succesiv cu 50 ml de reactiv pe bază de acid sulfuric diluat, 50 ml apă și 50 ml soluție diluată de amoniac. De fiecare dată, se lasă fibrele să stea în contact cu lichidul câte 10 minute înainte de filtrarea la vid. În final se spală cu apă, lăsând fibrele în contact cu apa timp de 30 de minute.

Se filtrează la vid creuzetul, se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 0,985 pentru lână și 1,00 pentru elastolefină.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 12

Iuta și anumite fibre de origine animală

(metoda prin determinarea conținutului de azot)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. iută (9)

cu

2. anumite fibre de origine animală.

Componentul de fibră de origine animală poate consta doar din păr (2 și 3) sau lână (1) sau orice alt amestec al celor două. Această metodă nu se aplică amestecurilor textile care conțin materiale nefibroase (coloranți, agenți de finisare etc.) pe bază de azot.

2. Principiu

Se determină conținutul de azot al amestecului, iar din acesta și din conținutul cunoscut sau presupus al celor două componente se calculează proporția fiecărui component.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) balon de descompunere Kjeldahl, de 200-300 ml capacitate;

(ii) aparat de distilare Kjeldahl cu injecție de vapori de apă;

(iii) aparat de titrare cu precizie de 0,05 ml.

3.2. Reactivi:

(i) toluen;

(ii) metanol;

(iii) acid sulfuric de densitate relativă la 20°C: 1,84⁷⁾;

(iv) sulfat de potasiu⁷⁾;

(v) dioxid de seleniu⁷⁾;

(vi) soluție de hidroxid de sodiu (400g/l). Se dizolvă 400 g de hidroxid de sodiu în 400-500 ml apă și se diluează până la 1 litru cu apă;

(vii) indicator mixt. Se dizolvă 0,1 g roșu de metil în 95 ml etanol și 5 ml apă și se amestecă cu 0,5 g verde de bromcrezol dizolvat în 475 ml etanol și 25 ml apă;

(viii) soluție de acid boric. Se dizolvă 20 g acid boric în 1 litru de apă;

(ix) acid sulfuric, 0,02N (soluție volumetrică standard).

4. Tratarea prealabilă a eșantionului de încercare

Următoarea tratare prealabilă se înlocuiește cu tratarea prealabilă descrisă în instrucțiunile generale.

Se extrage eșantionul uscat la aer într-un extractor Soxhlet cu un amestec de 1 volum de toluen și 3 volume de metanol, timp de 4 ore la o viteză de minimum 5 cicluri pe oră. Se lasă să se evapore solventul de pe eșantion la aer și se îndepărtează ultimele urme într-o etuvă la $105 \pm 3^\circ\text{C}$. Apoi se extrage eșantionul în apă (50 ml la un gram de eșantion) prin fierbere la reflux timp de 30 de minute. Se filtrează, se introduce eșantionul din nou în balon și se repetă extracția cu un volum identic de apă. Se filtrează, se îndepărtează excesul de apă din eșantion

⁶⁾ Mătasea sălbatică, de exemplu mătasea tussah, nu este complet solubilă în acid sulfuric 75%.

⁷⁾ Acești reactivi nu trebuie să conțină azot.

prin stoarcere, filtrare la vid sau centrifugare, apoi se lasă eșantionul să se usuce la aer.

NOTĂ:

Nu trebuie ignorate efectele toxice ale toluenului și metanolului și la folosirea lor trebuie luate toate măsurile de protecție a muncii.

5. Mod de lucru

5.1. Instrucțiuni generale

Se aplică procedura descrisă în instrucțiunile generale cu privire la selectarea, uscarea și cântărirea epruvetei.

5.2. Mod de lucru detaliat

Se transferă epruveta într-un balon de descompunere Kjeldahl. La epruveta, care trebuie să cântărească cel puțin 1 g, aflată în balon, se adaugă în ordinea următoare: 2,5 g sulfat de potasiu, 0,1-0,2 g dioxid de seleniu și 10 ml acid sulfuric (densitate relativă 1,84). Se încălzește balonul, mai întâi ușor, până când toată fibra este distrusă, apoi se încălzește mai puternic până când soluția devine limpede și aproape incoloră. Se încălzește încă 15 minute. Se lasă balonul să se răcească, se diluează conținutul cu grijă cu 10-20 ml apă, se răcește, se transferă conținutul cantitativ într-un balon cotat de 200 ml și se aduce la semn cu apă pentru a se obține soluția de descompunere.

Într-un vas conic de 100 ml se introduc circa 20 ml soluție de acid boric și se așază vasul sub condensatorul aparatului de distilare Kjeldahl, așa încât tubul de colectare al condensatorului să fie imersat chiar sub suprafața soluției de acid boric. Se transferă exact 10 ml soluție de descompunere în balonul de distilare, se adaugă minimum 5 ml soluție de hidroxid de sodiu în pâlnia de picurare, se ridică ușor dopul pâlniei și se lasă să curgă ușor soluția de hidroxid de sodiu în balon. Dacă soluția de hidroxid de sodiu și soluția de descompunere rămân ca două straturi separate, se agită ușor pentru amestecarea lor. Se încălzește ușor balonul de distilare și se trece abur din generator. Se colectează circa 20 ml de distilat, se coboară vasul conic astfel încât capătul tubului de colectare al condensatorului să ajungă la circa 20 mm deasupra lichidului și se mai distilează încă un minut. Se clătește capătul tubului de colectare al condensatorului cu apă, colectând apele de spălare în vasul conic. Se îndepărtează vasul conic și se înlocuiește cu un alt vas conic care conține aproximativ 10 ml soluție de acid boric și se colectează circa 10 ml distilat.

Se titrează cele două distilate separat cu acid sulfuric 0,02 N, folosind indicatorul mixt. Se înregistrează titrul total al celor două distilate. Dacă titrul celui de-al doilea distilat este mai mare de 0,2 ml, se repetă analiza și se începe din nou distilarea, folosind o nouă cantitate de soluție de descompunere.

Se efectuează o determinare oarbă, adică se descompune și se distilează folosindu-se numai reactiv.

6. Calcularea și exprimarea rezultatelor

6.1. Se calculează procentual conținutul de azot din epruveta uscată după cum urmează:

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

unde:

A = procentul de azot în epruveta curată și uscată;

V = volumul total în ml al soluției standard de acid sulfuric, folosită în determinare;

b = volumul total în ml al soluției standard de acid sulfuric, folosită la proba oarbă;

N = normalitatea soluției standard de acid sulfuric;

W = masa uscată (g) a epruvetei.

6.2. Utilizându-se valori de 0,22% pentru conținutul de azot al iutei și 16,2% pentru conținutul de azot al fibrei de origine animală, ambele procente fiind exprimate față de masa uscată

a fibrei, compoziția amestecului se calculează după cum urmează:

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

unde:

PA % = procentul de fibră de origine animală în epruveta curată și uscată.

7. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 13

Fibre de polipropilenă și alte fibre

(metoda cu xilen)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. fibre de polipropilenă (36)

cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), acetat (19), cupro (21), fibre modale (22), triacetat (24), viscoză (25), fibre acrilice (26), poliamidă sau nailon (30), poliester (34), fibră de sticlă (43) și elastomultiester (45).

2. Principii

Fibra de polipropilenă se dizolvă cu xilen la fierbere, pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de polipropilenă uscată se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) vas conic cu dop de sticlă cu o capacitate de minimum 200 ml;

(ii) condensator de reflux (adecvat pentru lichide cu punct de fierbere ridicat) atașabil la vasul conic (i).

3.2. Reactivi:

— Xilen cu intervalul de distilare 137—142°C.

NOTĂ:

Acest reactiv este foarte inflamabil și emană vapori toxici. La utilizarea lui trebuie luate măsurile adecvate de protecție.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta conținută în vasul conic [pct. 3.1 (i)] se adaugă 100 ml xilen (pct. 3.2) pentru un 1 gram de epruvetă. Se atașează condensatorul de reflux [pct. 3.1 (ii)], se aduce conținutul la fierbere și se menține la punctul de fierbere timp de aproximativ 3 minute. Se decantează imediat lichidul fierbinte printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil (vezi nota 1). Se repetă acest tratament de încă două ori, folosindu-se de fiecare dată o cantitate de 50 ml de solvent proaspăt.

Se spală reziduul rămas în vas succesiv cu 30 ml xilen la fierbere (de două ori), apoi cu 75 ml eter de petrol (pct. I.3.2.1 din instrucțiunile generale) de două ori. După cea de-a doua spălare cu eter de petrol, se filtrează conținutul vasului prin creuzet, se transferă toate fibrele reziduale în creuzet cu ajutorul unei cantități mici de eter de petrol și se lasă solventul să se evapore. Se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

NOTE:

1. Creuzetul filtrant prin care urmează să se decanteze xilenul trebuie încălzit în prealabil.

2. După tratamentul cu xilen la fierbere, se asigură răcirea suficientă a vasului care conține reziduul înainte de a introduce eterul de petrol.

3. Pentru a reduce pericolele de incendiu și toxicitate la care este expus laborantul, se poate folosi un aparat de extracție la cald, folosindu-se procedura adecvată, obținându-se aceleași rezultate⁸⁾.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 14

Clorofibre (homopolimeri ai clorurii de vinil) și alte fibre prevăzute

(metoda care folosește acid sulfuric concentrat)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. clorofibre (27) pe bază de homopolimeri de clorură de vinil, indiferent dacă au fost postclorurate sau nu, elastolefină (46) cu

2. bumbac (5), acetat (19), cupro (21), fibre modale (22), triacetat (24), viscoză (25), anumite fibre acrilice (26), anumite fibre modacrilice (29), poliamidă sau nailon (30), poliester (34) și elastomultiester (45).

Fibrele modacrilice la care se face referire sunt cele care dau o soluție limpede când sunt introduse în acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la 20°C).

Această metodă poate înlocui metodele nr. 8 și 9.

2. Principiu

Constituentul, altul decât clorofibra sau elastolefina (de exemplu, fibrele prevăzute la secțiunea 1 „Domeniul de aplicare” pct. 2 se dizolvă cu acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la 20°C), pornindu-se de la o masă cunoscută a amestecului în stare uscată. Reziduul constând din clorofibră se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul celui de-al doilea constituent se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;

(ii) baghetă de sticlă cu capătul plat.

3.2. Reactivi:

(i) acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la 20°C);

(ii) acid sulfuric, aproximativ 50% (m/m) soluție apoasă.

Se prepară adăugându-se cu atenție, în timp ce se răcește, 400 ml acid sulfuric (densitate relativă 1,84 la 20°C) la 500 ml apă distilată sau deionizată. După ce soluția s-a răcit la temperatura camerei, se diluează până la 1 litru cu apă;

(iii) soluție diluată de amoniac.

Se diluează o soluție de 60 ml amoniac concentrat (densitate relativă 0,880 la 20°C) cu apă distilată până la 1 litru.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

La epruveta aflată în vas [pct. 3.1 (i)] se adaugă 100 ml de acid sulfuric [pct. 3.2 (i)] pentru fiecare gram de epruvetă.

Se menține vasul la temperatura camerei timp de 10 minute, agitând ocazional epruveta de încercare cu bagheta de sticlă.

Dacă se tratează un material țesut sau tricotat, se freacă materialul între baghetă și perețele vasului exercitând o ușoară presiune pentru a separa materialul dizolvat de acid sulfuric.

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se adaugă în vas o cantitate proaspătă de acid sulfuric de 100 ml [pct. 3.2 (i)] și se repetă operația. Se transferă conținutul vasului în creuzetul filtrant și se transferă reziduul cu ajutorul baghetei de sticlă. Dacă este necesar, se adaugă puțin acid sulfuric concentrat în vas [pct. 3.2 (i)] pentru a îndepărta resturile de fibre care aderă la pereți. Se filtrează la vid creuzetul; se îndepărtează filtratul golind sau schimbând vasul de filtrare, se spală reziduul din creuzet succesiv cu soluție de acid sulfuric 50% [pct. 3.2 (ii)], apă distilată sau deionizată (pct. 1.3.2.3. din instrucțiunile generale), soluție de amoniac [pct. 3.2 (iii)] și în final se spală foarte bine cu apă distilată sau deionizată, se usucă creuzetul prin filtrare la vid după fiecare adăugare. (Nu se filtrează la vid în timpul operațiunii de spălare, ci numai după ce lichidul a fost eliminat prin curgere liberă.) Se usucă creuzetul și reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00.

6. Precizia

La un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

METODA Nr. 15

Clorofibre, anumite fibre modacrilice, anumiți elastani, acetati, triacetati și alte fibre prevăzute

(metoda cu ciclohexanonă)

1. Domeniul de aplicare

Această metodă se aplică, după îndepărtarea materialelor nefibroase, amestecurilor binare de:

1. acetat (19), triacetat (24), clorofibre (27), anumite fibre modacrilice (29), anumiți elastani (39) cu

2. lână (1), păr de origine animală (2 și 3), mătase (4), bumbac (5), cupro (21), fibre modale (22), viscoză (25), poliamidă sau nailon (30), fibre acrilice (26) și fibre de sticlă (40).

Dacă sunt prezente fibrele modacrilice sau elastanii, trebuie făcută o analiză preliminară pentru a determina dacă fibra este complet solubilă în reactiv. Este de asemenea posibil să se analizeze amestecurile conținând clorofibre folosind metoda nr. 9 sau 14.

2. Principiu

Fibrele acetat și triacetat, clorofibrele, anumite fibre modacrilice și anumiți elastani se dizolvă cu ciclohexanonă la o temperatură apropiată de punctul de fierbere, pornindu-se de la o masă cunoscută în stare uscată. Reziduul se colectează, se spală, se usucă și se cântărește; masa acestuia, corectată dacă este necesar, se exprimă ca procent din masa uscată a amestecului de fibre. Procentul de clorofibre, fibre modacrilice, elastan, acetat și triacetat se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele prevăzute în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură:

(i) aparat pentru extracție la cald adecvat pentru utilizarea în modul de lucru din secțiunea 4 „Mod de lucru” [vezi figura: aceasta este o variantă a aparatului descris în *Melliand Textilberichte* 56 (1975) pp. 643—645];

(ii) creuzet filtrant pentru epruvetă;

(iii) diafragmă poroasă (grad de porozitate 1);

(iv) condensator de reflux adaptabil la balonul de distilare;

(v) dispozitiv pentru încălzire.

3.2. Reactivi:

(i) ciclohexanonă, punct de fierbere 156°C;

(ii) alcool etilic, 50% din volum.

⁸⁾ A se vedea, de exemplu, aparatul descris în *Melliand Textilberichte* 56 (1975), pp.643—645.

NOTĂ:

Ciclohexanona este inflamabilă și toxică. La utilizarea sa trebuie luate măsurile de protecție corespunzătoare.

4. Mod de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se procedează după cum urmează:

Se toarnă în vasul de distilare 100 ml de ciclohexanonă pentru fiecare gram de material, se atașează vasul de extracție în care a fost în prealabil așezat în poziție ușor înclinată creuzetul filtrant conținând epruveta și diafragma poroasă. Se atașează condensatorul de reflux. Se aduce la fierbere și se continuă extracția timp de 60 de minute la o viteză minimă de 12 cicluri pe oră. După extracție și răcire, se îndepărtează vasul de extracție, se scoate creuzetul filtrant și se îndepărtează diafragma poroasă. Se spală conținutul creuzetului filtrant de

3 sau 4 ori cu alcool etilic 50% încălzit la circa 60°C și apoi cu 1 litru de apă la 60°C.

Nu se filtrează la vid în timpul sau între operațiile de spălare. Se evacuează lichidul prin curgere liberă, apoi se filtrează la vid. În final se usucă creuzetul cu reziduul, se răcesc și se cântăresc.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

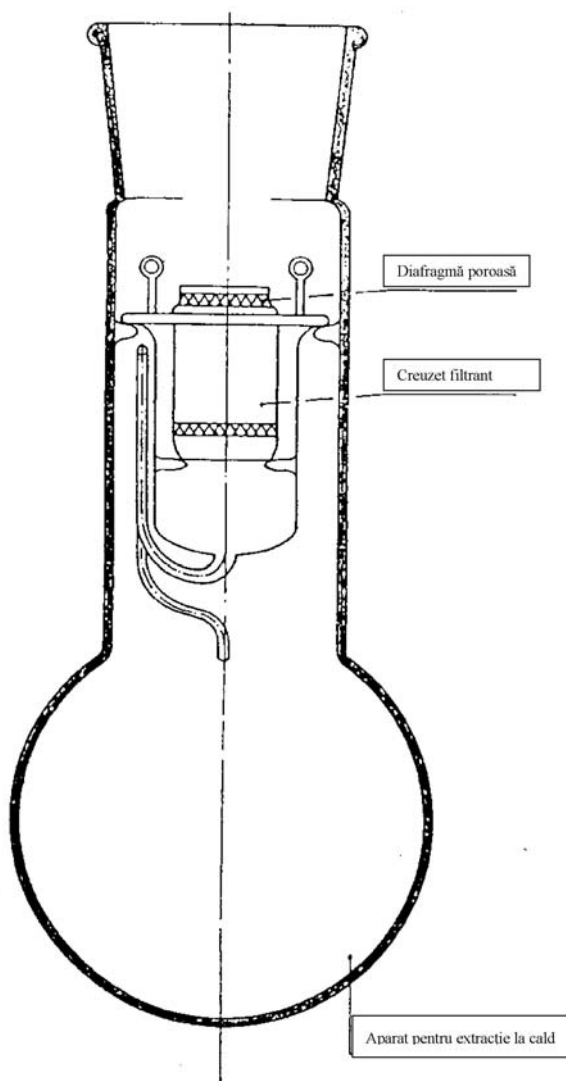
Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu următoarele excepții:

- mătase 1,01;
- fibre acrilice 0,98.

6. Precizia

Pe un amestec omogen de materiale textile, limitele de încredere ale rezultatelor obținute prin această metodă nu sunt mai mari de ± 1 la un nivel de încredere de 95%.

Figura prevăzută la pct. 3.1 (i) din metoda nr. 15



EDITOR: PARLAMENTUL ROMÂNIEI — CAMERA DEPUTAȚILOR



„Monitorul Oficial” R.A., Str. Parcului nr. 65, sectorul 1, București; C.I.F. RO427282,
IBAN: RO55RNCB0082006711100001 Banca Comercială Română — S.A. — Sucursala „Unirea” București
și IBAN: RO12TREZ7005069XXX000531 Direcția de Trezorerie și Contabilitate Publică a Municipiului București
(alocat numai persoanelor juridice bugetare)

Tel. 318.51.29/150, fax 318.51.15, e-mail: marketing@ramo.ro, internet: www.monitoruloficial.ro

Adresa pentru publicitate: Centrul de vânzări și informare, București, șos. Panduri nr. 1,
bloc P33, parter, sectorul 5, tel. 411.58.33 și 410.47.30, fax 410.77.36 și 410.47.23

Tiparul: „Monitorul Oficial” R.A.



5 948368 279865