



MONITORUL OFICIAL

AL

ROMÂNIEI

Anul XIII — Nr. 494

PARTEA I
LEGI, DECRETE, HOTĂRĂRI ȘI ALTE ACTE

Joi, 23 august 2001

SUMAR

<u>Nr.</u>	<u>Pagina</u>
HOTĂRĂRI ALE GUVERNULUI ROMÂNIEI	
762. — Hotărâre privind stabilirea metodelor de analiză utilizate pentru determinarea și verificarea compoziției fibroase a produselor textile	1—32

HOTĂRĂRI ALE GUVERNULUI ROMÂNIEI

GUVERNUL ROMÂNIEI

HOTĂRÂRE

privind stabilirea metodelor de analiză utilizate pentru determinarea și verificarea compoziției fibroase a produselor textile

În temeiul prevederilor art. 107 din Constituția României și ale art. 12 alin. (2) din Hotărârea Guvernului nr. 332/2001 privind denumirea, marcarea compoziției fibroase și etichetarea produselor textile,

Guvernul României adoptă prezenta hotărâre.

Art. 1. — (1) Începând cu data de 1 ianuarie 2002 metodele de analiză utilizate pentru determinarea și verificarea compoziției fibroase a produselor textile constituite din amestecuri binare de fibre textile sunt cele prevăzute în anexa nr. 1, iar pentru amestecuri ternare de fibre textile sunt cele prevăzute în anexa nr. 2.

(2) Pentru amestecurile de fibre textile la care metodele de analiză prevăzute la alin. (1) nu sunt aplicabile analiza compoziției fibroase se efectuează prin orice altă metodă cunoscută în domeniu, cu condiția ca în buletinul de încercări să se menționeze metoda folosită, rezultatul obținut și, în măsura în care se cunoaște, gradul de precizie al acesteia.

Art. 2. — Agenții economici care produc, importă, amba-lează sau comercializează produse textile au obligația înscrierii pe etichetă, pe produs sau pe ambalaj, după caz, a compoziției fibroase determinate în condițiile prevăzute la art. 1.

Art. 3. — Pentru reclamații sau litigii privind compoziția fibroasă a produselor textile verificările se efectuează numai de laboratoare acreditate, în condițiile legii, independente față de clienții lor și/sau de alte părți interesate.

Art. 4. — Anexele nr. 1 și 2 fac parte integrantă din prezenta hotărâre.

PRIM-MINISTRU
ADRIAN NĂSTASE

Contrasemnează:

Ministrul industriei și resurselor,

Dan Ioan Popescu

p. Ministrul integrării europene,

Andrei Popescu,
secretar de stat

Autoritatea Națională pentru Protecția Consumatorilor,

Rovana Plumb,
secretar de stat

București, 26 iulie 2001.
Nr. 762.

ANALIZA CANTITATIVĂ a amestecurilor binare de fibre textile

CAPITOLUL I

Pregătirea probelor și eşantioanelor de analiză pentru determinarea compoziției fibroase a produselor textile

1. DOMENIUL DE APLICARE

Prezentul capitol stabilește procedurile de obținere a probelor reduse pentru analiză de laborator cu o dimensiune adecvată, pentru tratare prealabilă conform cap. II pct. I.6, în vederea analizei cantitative (de ex. cu o masă care să nu depășească 100 g) din probele globale pentru analiză de laborator și pentru selecția eşantioanelor de analiză din probele reduse pentru analiză de laborator care au fost tratate în prealabil pentru îndepărtarea materialelor nefibroase.

2. DEFINIȚII:

(1) *Lot* reprezintă cantitatea de material care este evaluată pe baza unei serii de rezultate de analiză. Acesta poate cuprinde, de exemplu, tot materialul dintr-o livrare de țesătură, cantitatea de material țesută dintr-un anumit sul, o partidă de fir, un balot sau un set de baloți de fibre în stare crudă.

(2) *Probă globală pentru analiza de laborator* reprezintă acea parte a lotului considerată reprezentativă pentru întreg și care este pusă la dispoziție laboratorului. Mărimea și natura probei globale trebuie să fie suficiente pentru a acoperi în mod corespunzător variabilitatea lotului și pentru a facilita manipularea în laborator.

(3) *Probă redusă pentru analiza de laborator* reprezintă acea parte a probei globale pentru analiza de laborator care este supusă tratării prelabile pentru îndepărtarea materialelor nefibroase și din care sunt prelevate eşantioanele de analiză. Mărimea și natura probei reduse de analiză de laborator trebuie să fie suficiente pentru a acoperi în mod corespunzător variabilitatea probei globale de analiză de laborator.

(4) *Eşantion de analiză* reprezintă acea parte din material necesară pentru a da un rezultat individual, selectat din proba redusă de analiză de laborator.

3. PRINCIPIU

Proba redusă pentru analiză de laborator este astfel selecționată încât să fie reprezentativă pentru proba globală pentru analiză de laborator.

Eşantioanele de analiză sunt prelevate din proba redusă pentru analiză de laborator în așa fel încât fiecare dintre ele să fie reprezentativ pentru proba redusă pentru analiza de laborator.

4. PRELEVARE DE PROBE DE FIBRE ÎN MASĂ

4.1. Fibre neorientate — proba redusă pentru analiză de laborator se obține selecționând la întâmplare mănunchiuri de fibre din proba globală pentru analiza de laborator. Se amestecă foarte bine întreaga probă redusă pentru analiză de laborator cu ajutorul unei carde de laborator sau al unui dispozitiv de amestecare a fibrelor. Se supune operațiunii de tratare prealabilă stratul fibros sau amestecul, inclusiv

fibrele în masă și fibrele care au aderat la dispozitivul de amestecare. Apoi se selecționează eşantioane de analiză, 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, eşantioanele de analiză se selecționează după procedura descrisă la pct. 4.2. Dacă vâlul de cardă nu rămâne intact după tratarea prealabilă, eşantioanele de analiză se selecționează prin prelevarea aleatorie a cel puțin 16 mănunchiuri mici, de dimensiune adecvată și aproximativ egale, urmată de amestecarea lor.

4.2. Fibre orientate (vâluri de cardă, straturi de fibre, benzi de cardă, semitort) — din părți selectate aleatoriu din proba globală pentru analiză de laborator se taie minimum 10 secțiuni transversale, fiecare cu masa de aproximativ 1 g. Probele reduse pentru analiză de laborator astfel obținute sunt supuse tratării prelabile. Se recombina secțiunile transversale așezându-le una lângă alta și se obține eşantionul de analiză, tăindu-se din ele în așa fel încât să se ia câte o parte din fiecare dintre cele 10 secțiuni.

5. PRELEVARE DE PROBE DE FIR

5.1. Fir pe formate sau în scul — se prelevează probe din toate formatele care formează proba globală de analiză de laborator.

Se iau lungimi continue, corespunzătoare și egale din fiecare format, fie prin formare de jurubițe cu același număr de înfășurări pe o vârtelniță, fie prin orice alt mijloc. Se reunesc lungimile de fir, fie sub forma unei jurubițe unice, fie sub formă de cablu pentru a obține proba redusă pentru analiză de laborator, verificându-se ca în jurubiță sau în cablu să se afle lungimi egale din fiecare format.

Probele reduse pentru analiză de laborator se supun tratării prelabile.

Se iau eşantioane de analiză din proba redusă pentru analiză de laborator prin tăierea unui fascicul de fire de lungime egală din jurubiță sau din cablu, având grijă ca fasciculul să conțină toate firele din probă.

Dacă t este numărul de tex al firului și N este numărul formatelor de fir selecționate din proba globală de analiză de laborator, atunci pentru a obține o probă redusă de analiză de 10 g lungimea firului ce trebuie extras din fiecare format este de

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

Dacă Nt este 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 oricărei probe sub formă de cablu trebuie legate înainte de tratarea prealabilă și eşantioanele de analiză trebuie prelevate dintr-o zonă îndepărtată de capetele legate.

5.2. Fire de urzeală — se prelevează probe reduse pentru analiză de laborator prin tăierea unei lungimi nu mai mică de 20 cm din capătul sulului de urzeală și cuprinzând toate firele de urzeală cu excepția firelor de margine, care se elimină. Se leagă fasciculul de fire la unul din capete. Dacă proba redusă pentru analiză este prea mare pentru tratare prealabilă în totalitatea sa, se împarte proba în două sau în mai multe porțiuni, fiecare legată pentru tratare prealabilă, și se reunesc porțiunile după ce fiecare a fost tratată prealabil separat. Se ia un eșantion de analiză prin tăierea unei lungimi adecvate din proba pentru analiză de laborator de la capătul îndepărtat al legăturii cuprinzând toate firele din urzeală. Pentru urzeala de N fire de t tex lungimea unui eșantion cu masa de 1 g este

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

6. PRELEVARE DE PROBE DE ȚESĂTURĂ

6.1. Dintr-o probă globală de analiză 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 proba redusă pentru analiză de laborator. Pentru a obține o probă redusă de analiză de laborator de „x” g, suprafața fâșiei trebuie să fie

$$\frac{x10^4}{G} \text{ cm}^2,$$

în care G este masa țesăturii în g/m^2 .

Se supune proba redusă pentru analiză de laborator tratării prelabile, după care se taie fâșia transversal în patru lungimi egale care se suprapun.

Se iau eșantioane de analiză din oricare parte a țesăturii stratificate, tăind toate straturile în așa fel încât fiecare eșantion să conțină câte o lungime egală din fiecare strat.

Dacă țesătura are model, se ia lățimea probei reduse pentru analiză de laborator, măsurată pe direcția urzelii, nu mai mică de un raport de țesătură. Dacă pentru a satisface această cerință proba redusă de analiză de laborator este prea mare pentru a fi tratată ca un întreg, se taie în părți egale, se tratează în prealabil părțile separat, se suprapun înainte de a alege eșantionul de analiză, având grijă ca părțile corespunzătoare desenului să nu coincidă.

6.2. Dintr-o probă globală de laborator constând din mai multe mostre de țesătură se tratează fiecare mostră conform celor menționate la pct. 6.1 și se determină fiecare rezultat separat.

7. PRELEVARE DE PROBE DE CONFECȚII ȘI ARTICOLE FINITE

Proba globală pentru analiză de laborator este în mod normal un produs confecționat, finit sau o parte reprezentativă dintr-un astfel de articol.

Unde este cazul, se determină diferitele procente ale diferitelor părți dintr-un articol, care nu au aceeași compoziție fibroasă, pentru a se verifica respectarea art. 9 din Hotărârea Guvernului nr. 332/2001 privind denumirea, marcarea compoziției fibroase și etichetarea produselor textile.

Se selectează o probă redusă pentru analiză de laborator, reprezentativă pentru o anumite parte a confecției sau a

articolului finit, a cărei compoziție trebuie să fie menționată pe etichetă. Dacă articolul are mai multe etichete, se selectează probe reduse pentru analiză 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 probe reduse pentru analiză de laborator din fiecare parte a articolului și să se determine proporțiile relative ale diferitelor lor părți raportate la întregul articol în discuție. În acest caz se calculează procentele ținându-se seama de proporția relativă a diferitelor părți eșantionate.

Probele reduse pentru analiză de laborator se supun tratării prelabile.

Se selectează eșantioane de analiză reprezentative din probele reduse pentru analiză de laborator tratate prealabil.

CAPITOLUL II

Metode 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.

Separarea manuală a fibrelor trebuie folosită ori de câte ori este posibil, deoarece conduce în general la rezultate mai precise decât separarea chimică. Ea se poate utiliza pentru toate produsele ale căror fibre componente nu formează un amestec intim, cum este cazul firelor formate din mai mulți componenți, fiecare dintre aceștia constituit dintr-un singur tip de fibră, sau în cazul țesăturilor la care fibra din urzeală este diferită de fibra din bătătură ori al tricouturilor care pot fi desfăcute în fire de diferite tipuri.

În general metodele de analiză cantitativă prin separare chimică se bazează pe solubilizarea selectivă a componentelor individuali. După îndepărtarea unui component se cântărește reziduul solid și se calculează proporția de component pe baza pierderii de masă. Această primă parte oferă informații comune despre analizele efectuate prin această metodă pentru toate amestecurile de fibre, indiferent de compoziția lor. Ea trebuie deci folosită asociat cu secțiunile individuale care urmează 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 tratare prealabilă 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 chimic asupra componentei solubile și/sau pot fi parțial sau complet îndepărtați de către reactivul chimic. Acest gen de produși auxiliari pot genera, în consecință, erori și trebuie îndepărtați înainte ca proba să fie analizată. Dacă este imposibil să se îndepărteze astfel de produși auxiliari, metodele de analiză 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 se obține aplicând masei uscate a fiecărei fibre reprizele convenționale prezentate în anexa nr. 2 la Hotărârea Guvernului nr. 332/2001 privind denumirea, marcarea compoziției fibroase și etichetarea produselor textile.

Înainte de a fi supuse oricărei analize trebuie identificate toate fibrele prezentate în amestec. În unele metode chimice componentul insolubil dintr-un amestec poate fi parțial dizolvat de reactivul folosit pentru a dizolva componentul solubil. Atunci când este posibil reactivii trebuie să fie astfel aleși încât să aibă un efect mic sau chiar să nu aibă nici un 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 corespunzător, astfel 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 eșantioane 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 procedeelelor alternative prin care constituentul care a fost reziduu în metoda standard să fie dizolvat primul.

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

Informații comune tuturor metodelor chimice de analiză cantitativă a amestecurilor de fibre, care sunt prezentate.

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 componenți, de obicei prin dizolvare selectivă (exceptând metoda nr. 12 care se bazează pe determinarea conținutului unei substanțe constituente). Reziduu insolubil se cântărește și proporția de component solubil se calculează din pierderea de masă. Cu excepția situațiilor în care 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.

I.3. Materiale și echipamente

I.3.1. Aparatura

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

I.3.1.2. Vas de trompă pentru filtrare în vid

I.3.1.3. Exicator care conține silicagel autoindicator de umiditate

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

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 $40\text{--}60^{\circ}\text{C}$

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

I.3.2.3. Apă distilată sau deionizată

I.4. Atmosferă de condiționare și încercare

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

I.5. Proba redusă de analiză de laborator

Din proba globală de analiză pentru laborator se eșantionează o probă redusă de analiză de laborator, care este reprezentativă și suficient de mare ca să furnizeze toate eșantioanele de laborator, fiecare având minimum 1 g.

I.6. Tratarea prealabilă a probei reduse de analiză de laborator

Dacă este prezentă o substanță ce nu trebuie luată în considerare la determinarea procentuală a compoziției fibroase, conform Hotărârii Guvernului nr. 332/2001, substanța respectivă trebuie mai întâi îndepărtată printr-o metodă care să nu afecteze vreunul dintre componenții fibroși. În acest sens, materialul nefibros care poate fi extras cu eter de petrol și apă este îndepărtat prin tratarea probei uscate la aer într-un extractor Soxhlet cu eter de petrol timp de o oră, la minimum șase cicluri de extracție pe oră. Se lasă ca eterul de petrol să se evapore din proba de analiză, care este apoi extrasă prin tratament direct constând în înmuierea eșantionului în apă la temperatura camerei timp de o oră, apoi în înmuierea eșantionului în apă la temperatura de $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ timp de încă o oră, agitând lichidul din timp în timp. Se folosește un raport lichid/eșantion de 100:1. Se îndepărtează excesul de apă din probă prin stoarcere, extracție prin vidare sau centrifugare, apoi se lasă proba de analiză să se usuce la aer.

În situația în care materialul nefibros nu poate fi extras cu eter de petrol și apă, el trebuie îndepărtat prin înlocuirea metodei cu apă descrise mai sus cu o altă metodă adecvată care să nu modifice substanțial vreunul dintre constituentii fibroși. Totuși pentru unele fibre naturale de origine vegetală nealbite (de exemplu: iuta, fibra de nucă de cocos) trebuie să se țină seama 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.

1.7. Mod de lucru

1.7.1. Instrucțiuni generale

1.7.1.1. Uscarea

Operațiunile 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, eșantionul trebuie cântărit pentru a verifica dacă masa lui 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 filtrante, a flacoanelor de cântărire, a eșantioanelor și a reziduurilor cu mâinile neprotejate, pe perioada operațiunilor de uscare, răcire și cântărire.

Eșantioanele 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 exicator.

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 exicator.

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

1.7.1.2. Răcirea

Operațiunea de răcire se efectuează în exicator, 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.

1.7.1.3. Cântărire

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

1.7.2. Modul de lucru

Se ia din proba redusă de analiză de laborator tratată prealabil un eșantion de analiză cântărind cel puțin 1g. Se taie firul sau țesătura în lungimi de circa 10 mm, desfăcute cât mai mult posibil. Se usucă eșantionul într-un flacon de cântărire, se răcește în exicator și se cântărește. Se transferă eșantionul în vasul de sticlă menționat în secțiunea corespunzătoare a metodei comunitare respective, se recântărește flaconul de cântărire imediat și se obține masa uscată a eșantionului prin diferență. Se finalizează analiza în modul prevăzut la secțiunea corespunzătoare a metodei aplicabile. Se examinează reziduul la microscop pentru a se verifica dacă prin tratament s-a îndepărtat complet fibra solubilă.

1.8. 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 se lua în calcul pierderea de material în timpul tratării prealabile și al analizei. Calculele se fac aplicându-se formula prezentată la pct. 1.8.2.

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

$$p_1\% = \frac{100 \cdot rd}{m}$$

în care:

p_1 — procentul componentului insolubil uscat și pur;
 m — masa uscată a eșantionului după tratare prealabilă;

r — masa uscată a reziduului;

d — 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.

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

$$p_{1A}\% = \frac{100 \cdot p_1 \left(1 + \frac{a_1 + b_1}{100}\right)}{p_1 \left(1 + \frac{a_1 + b_1}{100}\right) + (100 - p_1) \left(1 + \frac{a_2 + b_2}{100}\right)}$$

în care:

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

p_1 — procentul de component insolubil uscat și pur, astfel cum a fost calculat pe baza formulei prezentate la pct. 1.8.1;

a_1 — repriza convențională stabilită pentru componentul insolubil;

a_2 — repriza convențională stabilită pentru componentul solubil;

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

b_2 — 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 nici un 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 (nealbit, albit).

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, a inului nealbit și a cânepei nealbite, unde pierderea datorată tratării prealabile este considerată în mod convențional ca fiind 4% și, în cazul polipropilenei, 1%.

În cazul altor fibre pierderile datorită 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 textili materialul nefibros se îndepărtează printr-o tratare prealabilă adecvată și apoi fibrele se separă manual, se usucă și se cântăresc pentru a se calcula proporția fiecărei fibre în amestec.

II.3. Aparatura

II.3.1. Flacoane de cântărire sau altă aparatură care dă rezultate identice

II.3.2. Excicator care conține silicagel autoindicator de umiditate

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

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 $40-60^{\circ}\text{C}$

II.4.2. Apă distilată sau deionizată

II.5. Atmosferă de condiționare și încercare

conform pct. I.4

II.6. Proba redusă pentru analiză de laborator

conform pct. I.5

II.7. *Tratarea prealabilă a probei reduse pentru analiză de laborator*

conform pct. I.6

II.8. Modul de lucru

II.8.1. Analiza firelor

Se selectează din proba redusă pentru analiză de laborator, tratată prealabil, un eșantion 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 temperatura de $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ până la obținerea unei mase constante, conform descrierii de la pct. I.7.1 și I.7.2.

II.8.2. Analiza țesăturii

Se prelevează din proba redusă pentru analiză de laborator, tratată prealabil, un eșantion fără lizieră, cu masa de minimum 1 g, cu marginile prinse cu grijă pentru a se 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 conform 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 stabilite” și cu b) „factorii de corecție corespunzători pentru a se 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 se lua în considerare pierderea de material în timpul tratării prealabile.

$$p_1\% = \frac{100 m_1}{m_1 + m_2} = \frac{100}{1 + \frac{m_2}{m_1}},$$

în care:

p_1 — procentul primului component în stare uscată și pură;

m_1 — masa uscată și pură a primului component;

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

II.9.2. Pentru calcularea procentului fiecărui component se aplică reprizele convenționale și, după caz, factorii de corecție pentru pierderea de masă în timpul tratării prealabile, conform 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 eșantioane dintr-un amestec omogen.

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

M E T O D A Nr. 1**Acetat și alte fibre menționate**
(metoda cu acetonă)1. Domeniul de aplicare

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

1. acetat

cu

2. lână, păr de origine animală, mătase, bumbac, in, cânepă, iută, abaca, alfa, fibră din coajă de nucă de cocos, sorg, ramie, sisal, cupro, fibre modale, fibre proteinice, viscoză, fibre acrilice, poliamidă sau nailon și poliester.

Metoda nu se aplică, fibrelor de acetat care au fost dezacetilate la suprafață.

2. Principiu

Fibrele de acetat se dizolvă cu acetonă pornind 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 menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură

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

3.2. Reactivi chimici

Acetonă

4. Mod de lucru

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

La eșantionul aflat 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 eșantion, se agită vasul, se lasă la temperatura camerei timp de 30 de minute, agitând 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, astfel încât timpul total de tratare în acetonă să fie de o oră. Se transferă reziduul în creuzetul filtrant. Se spală reziduul cu acetonă și se extrage prin vidare. Se umple creuzetul filtrant din nou cu acetonă și se lasă să se golească prin curgerea liberă a lichidului.

În final se videază creuzetul filtrant, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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. 2

Anumite fibre proteinice și alte fibre menționate (metoda cu hipoclorit)

1. Domeniul de aplicare

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

1.1. anumite fibre proteinice, cum ar fi: lână, păr de origine animală, mătase, fibre proteinice cu

1.2. bumbac, cupro, viscoză, acrilice, clorofibre, poliamidă sau nailon, poliester, polipropilenă, elastan și fibră de sticlă.

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 acid formic, pornind 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 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 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 menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură

- (i) Vas Erlenmeyer de 250 ml cu dop de sticlă rodat;
- (ii) Termostat, reglabil la 20 (± 2)°C.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Reactiv pe bază de hipoclorit

a) Soluție de hipoclorit de litiu

Aceasta constă într-o soluție proaspăt preparată conținând 35 (± 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 grame hipoclorit de litiu conținând 35% clor activ (sau 115 grame conținând 30% clor activ) în aproximativ 700 ml de apă distilată, se adaugă 5 grame de hidroxid de sodiu dizolvat 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 (± 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 continuă astfel: se amestecă aproximativ 1 gram din probă 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 bine proba. 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 vedează creuzetul și se spală reziduul în mod succesiv cu apă, acid acetic diluat și în final cu apă, uscând creuzetul prin vidare după

fiecare adaos. Nu se vedează creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final se usucă creuzetul prin vidare, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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

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. 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:

- 1.1. viscoză sau cupro, inclusiv anumite tipuri de fibre modale cu
- 1.2. bumbac.

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

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 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. Reziduu 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 menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatura

- (i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml;
- (ii) Aparatură pentru menținerea vaselor la $40 (\pm 2)^\circ\text{C}$.

3.2. Reactivi chimici

- (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 puri din punct de vedere chimic; 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. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel: se plasează imediat eșantionul în vasul preîncălzit la temperatura de 40°C . Se adaugă câte 100 ml de soluție de acid formic și clorură de zinc preîncălzită la 40°C pentru fiecare gram de eșantion. 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, agitând vasul o dată pe oră. Se filtrează conținutul vasului printr-un creuzet filtrant, cântărit în prealabil, și se transferă eventualele urme de fibre de pe vas în creuzet cu ajutorul reactivului chimic. Se spală vasul cu 20 ml de reactiv.

Se spală foarte bine creuzetul filtrant și reziduu cu apă la temperatura de 40°C . Se clătește reziduu fibros cu aproximativ 100 ml de soluție rece de amoniac [3.2. (ii)], asigurându-se imersarea reziduuului în amoniac timp de 10 minute, folosindu-se, dacă este cazul, un adaptor la creuzetul filtrant prevăzut cu robinet prin care să se regleze debitul soluției amoniacale, apoi se clătește bine cu apă rece.

Nu se vedează creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final se vedează creuzetul filtrant, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” pentru bumbac este 1,02.

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%.

M E T O D A Nr. 4

Poliamidă sau nailon și alte fibre menționate (metoda care folosește acid formic 80% m/m)

1. Domeniul de aplicare

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

1.1. poliamidă sau nailon

cu

1.2. lână, păr de origine animală, bumbac, cupro, fibre modale, viscoză, acrilice, clorofibre, poliester, polipropilenă și fibră de sticlă.

După cum s-a menționat 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 de hipoclorit).

2. Principiu

Fibra poliamidică se dizolvă cu acid formic pornindu-se 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 menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură

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

3.2. Reactivi chimici

- (i) Acid formic (80% m/m, densitate relativă la temperatura de 20°C: 1,186). Se diluează 880 ml acid formic 90% m/m (densitate relativă la temperatura de 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 temperatura de 20°C: 0,880) până la 1 litru cu apă.

4. Modul de lucru

La eșantionul aflat 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 eșantion. Se pune dopul și se agită vasul pentru a se uda eșantionul. Se lasă la temperatura camerei timp de 15 minute, agitând 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 vidare și se spală reziduurile de pe filtru în mod 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 vedează creuzetul înainte de curgerea liberă a soluției de spălare. În final se vedează creuzetul filtrant, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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%.

M E T O D A 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
cu
2. triacetat.

2. Principiu

Acetatul se dizolvă cu alcool benzilic la temperatura de $52 (\pm 2)^\circ\text{C}$ pornind 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 menționate în instrucțiunile generale)**3.1. Aparatură**

- (i) Vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml.
- (ii) Agitator mecanic de tip leagăn.
- (iii) Termostat sau alt dispozitiv pentru menținerea vasului la o temperatură de $52 (\pm 2)^\circ\text{C}$.

3.2. Reactivi chimici

- (i) Alcool benzilic
- (ii) Etanol.

4. Modul de lucru

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

La eșantionul aflat într-un vas conic se adaugă 100 ml de alcool benzilic pentru fiecare gram de eșantion. Se pune dopul și se fixează vasul în agitatorul de tip leagăn astfel încât să fie imersat în baia de apă menținută la temperatura de $52 (\pm 2)^\circ\text{C}$ 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 temperatura de $52 (\pm 2)^\circ\text{C}$ timp de 20 de minute.

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant. Se repetă ciclul de operațiuni și a treia oară. În final se toarnă lichidul și reziduul în creuzetul filtrant. Se spală eventualele resturi de fibre rămase în vas cu o cantitate suplimentară de alcool benzilic la temperatura de $52^\circ\text{C} \pm 2^\circ\text{C}$. Se videază bine creuzetul filtrant. Se transferă fibrele într-un vas, se spală cu etanol și, după agitare manuală, se decantează prin creuzetul filtrant. Se repetă această operațiune de clătire de două-trei ori. Se transferă reziduul în creuzet și se extrage prin vidare. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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%.

M E T O D A Nr. 6**Triacetat și alte fibre menționate**
(metoda cu diclormetan)**1. Domeniul de aplicare**

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

1. triacetat
cu
2. lână, păr de origine animală, mătase, bumbac, cupro, fibre modale, viscoză, acrilice, poliamidă sau nailon, poliester și fibră de sticlă.

NOTĂ:

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

2. Principiu

Fibrele de triacetat se dizolvă cu diclormetan 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 se calculează prin diferență.

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

3.1. Aparatură

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

3.2. Reactivi chimici

Diclormetan.

4. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

La eșantionul conținut într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă 100 ml de diclormetan pentru fiecare gram de eșantion, se pune dopul, se agită vasul la fiecare 10 minute pentru a uda proba, se lasă la temperatura camerei timp de 30 de minute, agitând la intervale regulate. Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant, cântărit în prealabil. Se adaugă 60 ml diclormetan 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 diclormetan. Creuzetul se usucă prin vidare pentru a se îndepărta excesul de lichid, se reumple creuzetul filtrant cu diclormetan și se lasă lichidul să curgă liber.

În final se usucă creuzetul prin vidare pentru îndepărtarea excesului de lichid, apoi se tratează reziduul cu apă fierbinte pentru a se elimina tot solventul, se videază, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

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

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. 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, in, cânepă, ramie, cupro, fibre modale, viscoză
cu

2. poliester

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 menționate 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 o temperatură de 50 (± 5)°C.

3.2. Reactivi chimici

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

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

(ii) Soluție diluată de amoniac

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

4. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

La eșantionul aflat 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 eșantion, se pune dopul, se agită vasul cu grijă pentru a uda eșantionul. Se menține vasul la temperatura de $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 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 videază creuzetul pentru a îndepărta excesul de lichid și, pentru a spăla reziduul, se umple creuzetul filtrant din nou cu acid sulfuric. Nu se videază creuzetul înainte de curgerea liberă a acidului.

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 vidare. Nu se aplică vidare înainte de curgerea liberă a fiecărei soluții de spălare. În final, se extrage lichidul din creuzet prin vidare, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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%.

M E T O D A Nr. 8

Fibre acrilice, anumite fibre modacrilice sau anumite clorofibre și alte fibre menționate (metoda care folosește dimetilformamidă)

1. Domeniul de aplicare

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

1.1. acrilice, anumite fibre modacrilice sau anumite clorofibre (înaintea efectuării analizei trebuie verificată solubilitatea fibrelor modacrilice și a clorofibrelor în reactiv)

cu

1.2. lână, păr de origine animală, mătase, bumbac, cupro, fibre modale, viscoză, poliamidă sau nailon și poliester.

Este în egală măsură aplicabilă la fibrele acrilice, la 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 menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură

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

(ii) Baie de apă cu menționarea temperaturii la punctul de fierbere.

3.2. Reactivi chimici

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. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

La eșantionul conținut într-un vas conic cu dop de sticlă, cu o capacitate de minimum 200 ml, se adaugă pentru fiecare gram de eșantion 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 eșantionul 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. 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 conținutul vasului în vid, prin creuzetul filtrant. Se transferă urmele de fibră rămase pe creuzet spălând vasul cu încă puțină dimetilformamidă. Se usucă creuzetul prin vidare. Se spală reziduul cu circa 1 litru de apă fierbinte la temperatura de $70-80^{\circ}\text{C}$, umplându-se de fiecare dată creuzetul filtrant. După fiecare adăugare de apă se videază pentru o perioadă scurtă

de timp, dar nu până la evacuarea apei prin curgere liberă. Dacă lichidul de spălare se scurge prea încet prin creuzetul filtrant, se poate aplica o ușoară extracție prin vidare. În final, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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

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%.

M E T O D A Nr. 9

Anumite clorofibre și alte fibre menționate

(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:

1.1. anumite clorofibre, și anume fibre de policlorură de vinil, indiferent dacă au fost post-clorurate sau nu (înaintea efectuării analizei se verifică în reactiv solubilitatea fibrelor de policlorură de vinil)

cu

1.2. lână, păr de origine animală, mătase, bumbac, cupro, fibre modale, viscoză, fibre acrilice, poliamidă sau nailon, poliester, fibră de sticlă.

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

Când conținutul de poliamidă sau de 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. 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 policlorură de vinil uscată se calculează prin diferență.

3. Aparatură și reactivi (altele decât cele menționate 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 chimici

(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. Modul de lucru

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

La eșantionul conținut 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 eșantion, 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 reziduu în creuzetul filtrant folosind mai mult reactiv,

se aplică vid pentru a îndepărta excesul de lichid și se clătește creuzetul cu reziduu cu 20 ml alcool și apoi de trei ori cu apă. Se lasă ca lichidul de spălare să se evacueze prin curgere liberă înainte de a se usca prin vidare. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

NOTĂ:

La anumite amestecuri, cu un conținut ridicat de clorofibră, se poate constata o contracție substanțială a dimensiunilor eșantionului 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

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. 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:

1.1. acetat

cu

1.2. anumite clorofibre, și anume fibre de policlorură de vinil, indiferent dacă au fost post-clorurate sau nu.

2. Principiu

Fibra de acetat se dizolvă cu acetonă 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 (altele decât cele menționate 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 chimici

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

4. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

La eșantionul conținut 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 eșantion. 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 proaspăt de încă două ori, făcând în total 3 extracții. Se transferă reziduu în creuzetul filtrant, se usucă prin vidare pentru a îndepărta excesul de lichid și se spală creuzetul și reziduu cu 50 ml acid acetic glacial și apoi de 3 ori cu apă. După fiecare clătire se lasă ca lichidul de spălare să se evacueze prin curgere liberă înainte de extracția prin vidare. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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. 11**Mătase și lână sau păr**

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

Domeniul de aplicare

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

1.1. mătase

cu

1.2. lână sau păr de origine animală.

2. Principiu

Mătasea 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, 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 menționate în instrucțiunile generale)3.1. Aparatură

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

3.2. Reactivi chimici

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

Se prepară adăugând cu atenție, în timp ce se răcește, 700 ml acid sulfuric (densitate relativă la temperatura de 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 relativă la temperatura de 20°C: 1,84) la 1.900 ml apă distilată

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

4. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

La eșantionul conținut 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 eșantion și se pune dopul. Se agită viguros vasul și se păstrează la temperatura camerei timp de 30 de minute. Se agită din nou și apoi se lasă în repaus timp de 30 minute. Se spală resturile de fibre din vas cu 75% reactiv pe bază de acid sulfuric. Se spală succesiv reziduul din creuzet 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 ca fibrele să stea în contact cu lichidul câte 10 minute înainte de a se vida pentru extracție. În final se clătește cu apă, lăsând fibrele în contact cu apa timp de 30 de minute. Se videază creuzetul, se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

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

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. 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:

1.1. iută

cu

1.2. anumite fibre de origine animală.

Componentul de fibră de origine animală poate consta doar din păr ori lână sau din 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 doi componenți se calculează proporția fiecărui component.

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

3.1. Aparatură

- (i) Flacon 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 chimici

- (i) Toluen
 - (ii) Metanol
 - (iii) Acid sulfuric de densitate relativă la 20°C: 1,84
 - (iv) Sulfat de potasiu
 - (v) Dioxid de seleniu
 - (vi) Soluție de hidroxid de sodiu (400 g/litru). 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 bromocrezol 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, 0,02 N (soluție volumetrică standard)
- Reactivii de la poz. (iii), (iv) și (v) nu trebuie să conțină azot.

4. Tratarea prealabilă a probei de analiză

Tratarea prealabilă descrisă în instrucțiunile generale se înlocuiește cu următoarea procedură:

Se extrage proba uscată la aer într-un extractor Soxhlet cu un amestec de un 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 probă la aer și se îndepărtează ultimele urme într-o etuvă la temperatura de 105°C ± 3°C. Apoi se extrage proba în apă (50 ml la gram de probă) prin fierbere la reflux timp de 30 de minute. Se filtrează, se introduce proba din nou în balon și se repetă extracția cu un volum identic de apă. Se filtrează, se îndepărtează excesul de apă din probă prin stoarcere, extracție prin vidare sau centrifugare, apoi se lasă proba să se usuce la aer.

NOTĂ:

Nu trebuie ignorate efectele toxice ale toluenului și ale metanolului, iar 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 eșantionului.

5.2. Mod de lucru detaliat

Se transferă eșantionul într-un flacon de descompunere Kjeldahl. La eșantionul aflat în balon, care trebuie să cântărească cel puțin 1 g, 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 cotate de 200 ml și se aduce la semn cu apă pentru a se obține soluția de descompunere.

Într-un pahar conic de 100 ml se introduc circa 20 ml soluție de acid boric și se așază paharul sub condensorul aparatului de distilare Kjeldahl, astfel încât tubul de colectare al condensorului 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 condensorului să ajungă la circa 20 mm deasupra lichidului și se mai distilează încă un minut. Se clătește capătul tubului de colectare al condensorului 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 eșantionul uscat după cum urmează:

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

în care:

A — procentul de azot în eșantionul pur și uscat;

V — volumul total în ml al soluției standard de acid sulfuric folosite în determinare;

b — volumul total în ml al soluției standard de acid sulfuric folosite la proba oarbă;

N — normalitatea soluției standard de acid sulfuric;

W — masa uscată (g) a eșantionului.

6.2. Utilizându-se valori de 0,22% pentru conținutul de azot al iutei și de 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:

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

în care:

PA% — procentul de fibră de origine animală în eșantionul curat și uscat.

7. 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. 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:

1.1. fibre de polipropilenă

cu

1.2. lână, păr de origine animală, mătase, bumbac, acetat, cupro, fibre modale, viscoză, acrilice, poliamide sau nailon, poliester și fibră de sticlă.

2. Principiu

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

acestui, 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 menționate 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 chimici

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. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

La eșantionul conținut în vasul conic [3.1. pct. (i)] se adaugă 100 ml xilen (3.2) pentru un gram de eșantion. Se atașează condensatorul de reflux [3.1. pct. (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 reziduu 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 al cap. II) (de două ori). După cea de-a doua spălare cu eter de petrol se filtrează conținutul vasului în creuzetul filtrant, se transferă eventualele fibre reziduale prin clătirea vasului cu puțin eter de petrol și se lasă solventul să se evapore. Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

NOTĂ:

- (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 reziduu 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 rezultate.

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%.

M E T O D A Nr. 14

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

(metoda care folosește acid sulfuric concentrat)

1. Domeniul de aplicare

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

1.1. anumite clorofibre pe bază de homopolimeri de clorură de vinil, indiferent dacă au fost postclorurate sau nu

cu

1.2. bumbac, acetat, cupro, fibre modale, triacetat, viscoză, acrilice, anumite fibre modacrilice, poliamidă sau nailon și poliester.

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

Această metodă poate înlocui metodele nr. 8 și 9.

2. Principiu

Constituentul, altul decât clorofibra (de exemplu fibrele menționate la pct. 1 poz. 2), se dizolvă cu acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la temperatura de 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 menționate 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 chimici

- (i) Acid sulfuric concentrat (densitate relativă 1,84 la temperatura de 20°C)
- (ii) Acid sulfuric, aproximativ 50% (m/m) soluției apoasă
Se prepară adăugând cu atenție, în timp ce se răcește, 400 ml acid sulfuric (densitate relativă 1,84 la temperatura de 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 temperatura de 20°C) cu apă distilată până la 1 litru.

4. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

La eșantionul aflat în vas [3.1. pct. (i)] se adaugă 100 ml de acid sulfuric [3.2. pct. (i)] pentru fiecare gram de eșantion.

Se menține vasul la temperatura camerei timp de 10 minute, agitând ocazional eșantionul de analiză cu bagheta de sticlă. Dacă se tratează un material țesut sau tricatat se freacă materialul între baghetă și peretele vasului, exercitând o ușoară presiune pentru a separa materialul dizolvat de acidul sulfuric.

Se decantează lichidul printr-un creuzet filtrant cântărit în prealabil. Se adaugă în vas o cantitate proaspătă de acid sulfuric [3.2. pct. (i)] și se repetă operațiunea. 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 [3.2. pct. (i)] pentru a îndepărta resturile de fibre care aderă la pereți. Se videază creuzetul filtrant; se îndepărtează filtratul golind sau schimbând vasul de filtrare, se spală reziduul din creuzet succesiv cu soluție de acid sulfuric 50% [3.2. pct. (ii)], apă distilată sau deionizată (pct. I.3.2.3. al cap. II), soluție de amoniac [3.2. pct. (iii)] și în final se spală foarte bine cu apă distilată sau deionizată, se usucă creuzetul filtrant prin vidare după fiecare adăugare. (Nu se videază în timpul operațiunii de spălare înainte de curgerea liberă a lichidului).

Se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

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 modacrilice, anumiți elastani, acetati, triacetati și alte fibre menționate (metoda cu ciclohexanonă)

1. Domeniul de aplicare

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

- 1.1. acetat, triacetat, clorofibre, anumite fibre modacrilice, anumiți elastani

cu

1.2. lână, păr de origine animală, mătase, bumbac, cupro, fibre modale, viscoză, poliamidă sau nailon, fibre acrilice și fibre de sticlă.

Acolo unde sunt prezente fibrele modacrilice sau elastanii trebuie făcută o analiză preliminară pentru a determina dacă fibra este complet solubilă în reactiv. Este posibil, de asemenea, să se analizeze amestecurile conținând clorofibre folosind metodele 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 menționate în instrucțiunile generale)

3.1. Aparatură

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

(ii) Creuzet filtrant pentru eșantion

(iii) Diafragmă poroasă (grad de porozitate 1)

(iv) Condensator de reflux adaptabil la balonul de distilare

(v) Dispozitiv pentru încălzire.

3.2. Reactivi chimici

(i) Ciclohexanonă, punct de fierbere 156°C

(ii) Alcool etilic, 50% din volum.

NOTĂ:

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

4. Modul de lucru

Se urmează procedura descrisă în instrucțiunile generale și se continuă astfel:

Se toarnă în balonul de distilare 100 ml de ciclohexanonă pentru fiecare gram de eșantion, se atașează vasul de extracție în care a fost așezat în prealabil în poziție ușor înclinată creuzetul filtrant cu eșantionul de analiză și diafragma poroasă. Se atașează condensorul de reflux. Se aduce la punctul de 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 de 4 ori cu alcool etilic 50% încălzit la temperatura de circa 60°C și apoi cu 1 litru de apă la temperatura de 60°C. Nu se aplică vid în timpul sau între operațiile de spălare. Se evacuează lichidul prin curgere liberă, apoi se aplică vid.

În final se usucă creuzetul cu reziduu, se răcește și se cântărește.

5. Calcularea și exprimarea rezultatelor

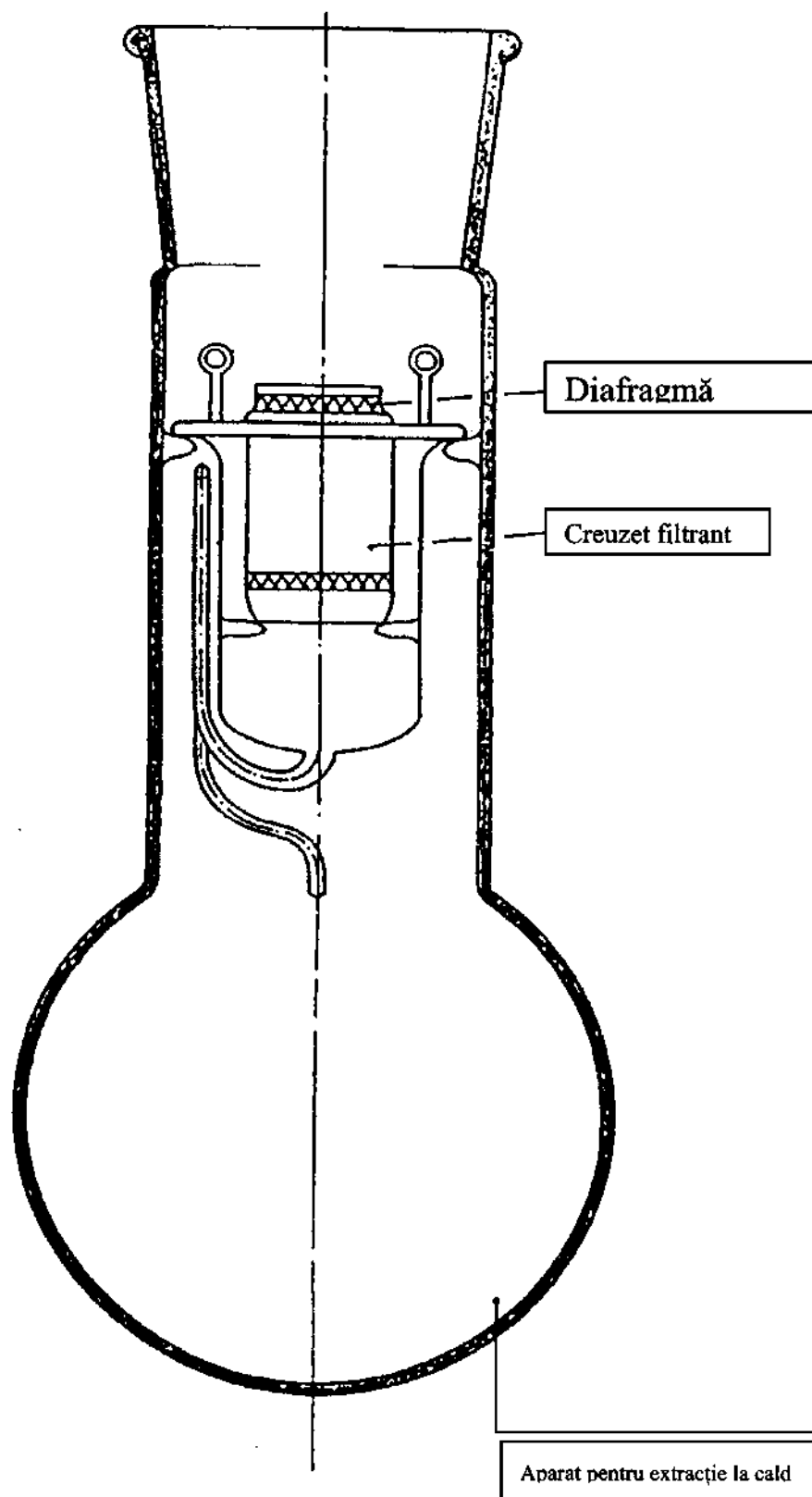
Se calculează rezultatele conform descrierii din instrucțiunile generale. Valoarea lui „d” este 1,00, cu următoarele excepții:

- | | |
|------------------|------|
| — mătase | 1,01 |
| — fibre acrilice | 0,98 |

6. Precizia

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%.

[Figura menționată la pct. 3.1 (i) din metoda nr. 15]



ANALIZA CANTITATIVĂ A AMESTECURILOR TERNARE DE FIBRE TEXTILE

CAPITOLUL I

Analiza cantitativă a amestecurilor ternare de fibre

GENERALITĂȚI

Introducere

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

Separarea manuală a fibrelor trebuie folosită ori de câte ori este posibil, deoarece conduce în general la rezultate mai precise decât metoda chimică. Ea se poate utiliza pentru textilele ale căror fibre componente nu formează un amestec intim, cum este cazul firelor formate din mai mulți componenți, fiecare dintre ei constituit dintr-un singur tip de fibră, sau cazul țesăturilor, la care fibra din urzeală este diferită de fibra din bătătură, ori al tricotelurilor care pot fi desfăcute în fire de diferite tipuri.

În general metodele de analiză cantitativă prin separare chimică se bazează pe dizolvarea selectivă a componentelor individuali. Există patru variante posibile ale acestei metode:

1. Folosind două eșantioane de analiză diferite se dizolvă un component (a) din primul eșantion de analiză și alt component (b) din cel de-al doilea eșantion de analiză. Se cântăresc reziduurile insolubile din fiecare eșantion și se calculează procentul fiecăruia dintre cei doi componenți solubili, pornindu-se de la pierderea de masă respectivă. Procentul celui de al treilea component (c) se calculează prin diferență.

2. Folosind două eșantioane de analiză diferite, se dizolvă un component (a) din primul eșantion de analiză și doi componenți [(a) și (b)] din cel de-al doilea eșantion de analiză. Se cântărește reziduul insolubil din primul eșantion și se calculează procentul primului component (a) din pierderea de masă. Se cântărește reziduul insolubil din cel de-al doilea eșantion de analiză; acesta corespunde componentului (c). Procentul celui de-al treilea component (b) se calculează prin diferență.

3. Folosind două eșantioane de analiză diferite, se dizolvă doi componenți [a și b)] din primul eșantion de analiză și doi componenți [(b) și (c)] din cel de-al doilea eșantion de analiză. Reziduurile insolubile corespund componentelor [(a) și (c)]. Procentul celui de al treilea component se calculează prin diferență.

4. Folosind un singur eșantion de analiză, după îndepărtarea unuia dintre componenți se cântărește reziduul insolubil format de celelalte două fibre și se calculează procentul de component solubil din pierderea de masă. Se dizolvă una dintre cele două fibre din reziduu, se cântărește componentul insolubil și se calculează procentul celui de al doilea component solubil din pierderea de masă.

Când se poate alege metoda, se recomandă utilizarea uneia din primele trei variante. Când se utilizează o metodă chimică specialistul care răspunde de analiză trebuie să aibă grijă să aleagă solvenți care dizolvă numai fibra sau fibrele selectate, lăsând celelalte fibre intacte.

În cap. III este dat ca exemplu un tabel care conține o serie de amestecuri ternare împreună cu metode de analiză a amestecurilor binare care, în principiu, pot fi utilizate pentru analiza amestecurilor ternare. Pentru a se reduce la minimum posibilitatea erorilor se recomandă ca ori de câte ori este posibil analiza chimică să se efectueze folosind cel puțin două dintre variantele menționate mai sus.

Amestecurile de fibre utilizate în timpul prelucrării și într-o măsură mai mică în 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 tratare prealabilă pentru îndepărtarea uleiurilor, grăsimilor, cerurilor și a substanțelor solubile în apă. În plus, textilele pot conține rășini sau alte produse auxiliare utilizate pentru a le conferi proprietăți speciale. Aceste produse, inclusiv coloranții, în cazuri excepționale pot interacționa cu reactivul chimic ce acționează asupra componentei solubile și/sau pot fi parțial ori complet îndepărtate de către reactivul chimic. Acest gen de produse auxiliare pot genera, în consecință, erori și deci trebuie îndepărtate înainte ca proba să fie analizată. Dacă este imposibil să se îndepărteze astfel de produse auxiliare, metodele de analiză 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 dată și o procedură de determinare a masei uscate. Rezultatul se obține aplicând masei uscate a fiecărei fibre reprizele convenționale prezentate în anexa nr. 2 la Hotărârea Guvernului nr. 332/2001. Înainte de a începe orice analiză trebuie identificate toate fibrele prezente în amestec. În unele metode chimice componentul insolubil dintr-un amestec poate fi parțial dizolvat de reactivul folosit pentru dizolvarea componentului solubil. Acolo unde este posibil trebuie aleși reactivi care să aibă efect mic sau care să nu aibă nici un efect asupra fibrelor insolubile. Dacă pe parcursul analizei se înregistrează o pierdere de masă, rezultatul trebuie corectat; în acest sens, sunt precizați factorii de corecție. Acești factori au

fost determinați în mai multe laboratoare prin tratarea cu un reactiv corespunzător, astfel cum prevede 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. Dacă trebuie folosită cea de a patra variantă, în care o fibră textilă este supusă acțiunilor succesive a doi solvenți, factorii de corecție trebuie aplicați pentru posibilele pierderi de masă ale fibrei pe parcursul ambelor tratamente. Trebuie făcute cel puțin două determinări atât în cazul separării manuale, cât și în cazul separării chimice.

I. Informații generale privind metodele de analiză cantitativă prin separare chimică a amestecurilor ternare de fibre

Informații comune tuturor metodelor prezentate pentru procedeele chimice de analiză cantitativă a amestecurilor ternare de fibre

I.1. Sfera și domeniul de aplicare

Domeniul de aplicare a fiecărei metode de analiză a amestecurilor binare de fibre specifică fibrele pentru care se aplică metoda, conform cap. II din anexa nr. 1.

I.2. Principiu

După identificarea componentelor unui amestec materialul nefibros se îndepărtează printr-o tratare prealabilă corespunzătoare și apoi se aplică una sau mai multe dintre cele 4 variante ale procedurii de dizolvare selectivă descris în introducere. Cu excepția situațiilor în care această metodă prezintă dificultăți tehnice, este preferabilă dizolvarea componentului principal al fibrei în așa fel încât componentul secundar să fie obținut ca reziduu final.

I.3. Aparatură și reactivi

I.3.1. Aparatură

I.3.1.1. Creuzete filtrante și flacoane de cântărire suficient de mari pentru a cuprinde astfel de creuzete filtrante sau orice alte aparate care dau rezultate identice

I.3.1.2. Vas de trompă pentru filtrare la vid

I.3.1.3. Excicator conținând silicagel autoindicator al gradului de umiditate

I.3.1.4. Etuvă ventilată pentru uscarea eşantioanelor la temperatura de $105^{\circ}\text{C}\pm 3^{\circ}\text{C}$

I.3.1.5. Balanță analitică cu 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 la temperatura de 40°C — 60°C

I.3.2.2. Alți reactivi sunt menționați în secțiunile corespunzătoare din textul metodei. Toți reactivii folosiți trebuie să fie puri din punct de vedere chimic

I.3.2.3. Apă distilată sau deionizată

I.4. Atmosfera de condiționare și încercare

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

I.5. Proba redusă pentru analiza de laborator

Din proba globală pentru analiza de laborator se eşantionează o probă redusă pentru analiza de laborator, care este reprezentativă și suficient de mare pentru a furniza toate eşantioanele de laborator, fiecare având minimum 1 g.

I.6. Tratarea prealabilă a probei reduse pentru analiza de laborator

Când în amestec este prezentă o substanță care nu trebuie luată în considerare la calcularea procentuală, conform Hotărârii Guvernului nr. 332/2001, substanța respectivă trebuie mai întâi îndepărtată printr-o metodă care să nu afecteze celelalte fibre care formează amestecul.

În acest sens, materialele nefibroase care pot fi extrase cu eter de petrol și apă se îndepărtează prin tratarea probei reduse uscate cu aer într-un extractor Soxhlet cu eter de petrol timp de o oră, la o viteză de 6 cicluri pe oră. Se lasă eterul de petrol să se evapore din proba care se extrage, apoi direct cu apa, prin înmuiere timp de o oră la temperatura camerei, urmată de înmuiere la temperatura de $65^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ timp de încă o oră, agitându-se lichidul din când în când; raportul eşantion/apă trebuie să fie 1:100. Se îndepărtează apa în exces din probă prin stoarcere, extragere prin vidare sau centrifugare și apoi se lasă proba să se usuce la aer.

Când materialul nefibros nu poate fi extras cu eter de petrol și apă, el trebuie îndepărtat înlocuind metoda cu apă, descrisă anterior, cu o metodă corespunzătoare care să nu modifice substanțial nici unul dintre componentele fibroase. Totuși trebuie menționat că în cazul unor fibre vegetale naturale (de exemplu iuta, fibra de nucă de cocos) prin tratarea prealabilă obișnuită cu eter de petrol și apă nu se îndepărtează toate substanțele naturale nefibroase. Totuși nu se aplică o tratare prealabilă suplimentară decât dacă proba conține produse de finisare insolubile 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

Se efectuează toate operațiunile de uscare timp de cel puțin 4 ore și nu mai mult de 16 ore, la o temperatură de $105^{\circ}\text{C}\pm 3^{\circ}\text{C}$, într-o etuvă ventilată, cu ușa etuvei în permanență închisă. Dacă perioada de uscare este mai mică de 14 ore, eşantionul trebuie verificat prin cântărire pentru a se determina dacă masa lui a rămas constantă. Masa poate fi considerată constantă dacă variază cu mai puțin de 0,05% după o perioadă de uscare de 60 de minute.

În timpul operațiunilor de uscare, răcire și cântărire trebuie să se evite manevrarea cu mâinile neprotejate a creuzetelor filtrante, flacoanelor de cântărire, eșantioanelor sau a reziduurilor.

Se usucă eșantioanele într-un flacon de cântărire, păstrând capacul acestuia alături. După uscare se pune dopul la flaconul de cântărire și se transferă repede în exicator.

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 exicator.

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

1.7.1.2. Răcirea

Toate operațiunile de răcire se efectuează în exicator, acesta fiind plasat lângă balanță, până la răcirea completă a flaconului de cântărire și, în orice caz, nu trebuie să dureze mai puțin de 2 ore.

1.7.1.3. Cântărirea

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

1.7.2. Modul de lucru

Se ia din proba redusă pentru analiza de laborator, tratată prealabil, un eșantion cu masa de cel puțin 1 g. Se taie firul sau țesătura în lungimi de aproximativ 10 mm, desfăcute cât de mult este posibil. Se usucă eșantionul (eșantioanele) în flaconul (flacoanele) de cântărire, se răcește (se răcesc) în exicator și se cântărește (cântăresc). Se transferă eșantionul (eșantioanele) într-un vas (vase) din sticlă de tipul celui indicat în secțiunea corespunzătoare a metodei comunitare, se recântărește flaconul (flacoanele) de cântărire imediat și se obține masa uscată a eșantionului (eșantioanelor) prin diferență. Se finalizează analiza în modul prevăzut la secțiunea corespunzătoare a metodei aplicabile. Se examinează reziduul (reduurile) la microscop pentru a verifica dacă prin tratament s-a îndepărtat complet fibra (fibrele) solubilă (solubile).

1.8. Calcularea și exprimarea rezultatelor

Se exprimă masa fiecărui component ca procent din masa totală a fibrelor din amestec. Se calculează rezultatul pe baza masei pure uscate, corectată prin aplicarea: a) reprizelor convenționale; și b) factorilor de corecție corespunzători pentru luarea în calcul a pierderilor de materiale nefibroase în timpul tratării prealabile și analizei.

1.8.1. Calcularea procentelor de masă ale fibrelor uscate pure fără a ține seama de pierderile de masă ale fibrelor în timpul tratării prealabile

1.8.1.1. — Varianta 1

Formulele care se aplică atunci când se îndepărtează un component al amestecului dintr-un eșantion și un alt component dintr-un alt eșantion:

$$P_1\% = \left[\frac{d_2}{d_1} - d_2 \times \frac{r_1}{m_1} + \frac{r_2}{m_2} \times \left(1 - \frac{d_2}{d_1} \right) \right] \times 100$$

$$P_2\% = \left[\frac{d_4}{d_3} - d_4 \times \frac{r_2}{m_3} + \frac{r_1}{m_1} \times \left(1 - \frac{d_4}{d_3} \right) \right] \times 100$$

$$P_3\% = 100 - (P_1\% + P_2\%),$$

în care:

$P_1\%$ — procentul primului component pur uscat (componentul din primul eșantion dizolvat de primul reactiv);

$P_2\%$ — procentul celui de al doilea component pur uscat (componentul din al doilea eșantion dizolvat de al doilea reactiv);

$P_3\%$ — procentul celui de al treilea component pur uscat (componentul rămas nedizolvat în ambele eșantioane);

m_1 — masa uscată a primului eșantion după tratarea prealabilă;

m_2 — masa uscată a celui de al doilea eșantion după tratarea prealabilă;

r_1 — masa uscată a reziduului obținut după îndepărtarea primului component din primul eșantion cu primul reactiv;

r_2 — masa uscată a reziduului obținut după îndepărtarea celui de al doilea component din al doilea eșantion cu al doilea reactiv;

d_1 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în primul reactiv a celui de al doilea component, nedizolvat în primul eșantion;

d_2 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în primul reactiv a celui de al treilea component, nedizolvat în primul eșantion;

d_3 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în cel de al doilea reactiv a primului component, nedizolvat în al doilea eșantion;

d_4 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în al doilea reactiv a celui de al treilea component, nedizolvat în al doilea eșantion.

I.8.1.2. Varianta 2

Formulele care se aplică atunci când se îndepărtează un component a) din primul eşantion, ceilalți doi componenți [b) + c)] rămânând ca reziduu și doi componenți [a) + b)] din al doilea eşantion, componentul al treilea c) rămânând ca reziduu:

$$P_1\% = 100 - (P_2\% + P_3\%)$$

$$P_2\% = 100 \times \frac{d_1 \times r_1}{m_1} - \frac{d_1}{d_2} \times P_3\%$$

$$P_3\% = \frac{d_4 \times r_2}{m_2} \times 100,$$

în care:

$P_1\%$ — procentul primului component pur uscat (componentul din primul eşantion dizolvat în primul reactiv);

$P_2\%$ — procentul celui de al doilea component pur uscat (componentul solubil, în același timp cu primul component al celui de al doilea eşantion, în al doilea reactiv);

$P_3\%$ — procentul celui de al treilea component pur uscat (componentul insolubil în ambele eşantioane);

m_1 — masa uscată a primului eşantion după tratarea prealabilă;

m_2 — masa uscată a celui de al doilea eşantion după tratarea prealabilă;

r_1 — masa uscată a reziduuului obținut după îndepărtarea primului component din primul eşantion cu primul reactiv;

r_2 — masa uscată a reziduuului obținut după îndepărtarea primului și a celui de al doilea component din al doilea eşantion cu al doilea reactiv;

d_1 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în primul reactiv a celui de al doilea component, nedizolvat în primul eşantion;

d_2 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în primul reactiv a celui de al treilea component, nedizolvat în primul eşantion;

d_4 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în doilea reactiv a celui de al treilea component, nedizolvat în al doilea eşantion.

I.8.1.3. Varianta 3

Formulele care se aplică atunci când se îndepărtează două componente [a) + b)] dintr-un eşantion, lăsând ca reziduu al treilea component c), apoi două componente [b) + c)] dintr-un alt eşantion, lăsând ca reziduu primul component a):

$$P_1\% = \frac{d_3 \times r_2}{m_2} \times 100$$

$$P_2\% = 100 - (P_1\% + P_3\%)$$

$$P_3\% = \frac{d_2 \times r_1}{m_1} \times 100,$$

în care:

$P_1\%$ — procentul primului component pur uscat (component dizolvat de reactiv);

$P_2\%$ — procentul celui de al doilea component pur uscat (component dizolvat de reactiv);

$P_3\%$ — procentul celui de al treilea component pur uscat (component dizolvat de reactiv în al doilea eşantion);

m_1 — masa uscată a primului eşantion după tratarea prealabilă;

m_2 — masa uscată a celui de al doilea eşantion după tratarea prealabilă;

r_1 — masa uscată a reziduuului obținut după îndepărtarea primului și a celui de al doilea component din primul eşantion în primul reactiv;

r_2 — masa uscată a reziduuului obținut după îndepărtarea celui de al doilea și a celui de al treilea component din al doilea eşantion în al doilea reactiv;

d_2 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în primul reactiv a celui de al treilea component, nedizolvat în primul eşantion;

d_3 — factorul de corecție pentru pierderea de masă în al doilea reactiv a primului component, nedizolvat în al doilea eşantion.

I.8.1.4. Varianta 4

Formulele care se aplică atunci când se îndepărtează succesiv două componente din amestec folosind același eşantion:

$$P_1\% = 100 - (P_2\% + P_3\%)$$

$$P_2\% = \frac{d_1 \times r_1}{m} \times 100 - \frac{d_1}{d_2} \times P_3\%$$

$$P_3\% = \frac{d_3 \times r_2}{m} \times 100,$$

în care:

$P_1\%$ — procentul primului component pur uscat (primul component solubil);

$P_2\%$ — procentul celui de al doilea component pur uscat (al doilea component solubil);

$P_3\%$ — procentul celui de al treilea component pur uscat (componentul insolubil);

m — masa uscată a eșantionului după tratarea prealabilă;

r_1 — masa uscată a reziduului obținut după îndepărtarea primului component cu primul reactiv;

r_2 — masa uscată a reziduului obținut după îndepărtarea primului și a celui de al doilea component cu primul și cu cel de al doilea reactiv;

d_1 — factorul de corecție pentru pierderea de masă a celui de al doilea component în primul reactiv;

d_2 — factorul de corecție pentru pierderea de masă a celui de al treilea component în primul reactiv;

d_3 — factorul de corecție pentru pierderea de masă a celui de al treilea component în primul și în al doilea reactiv.

Observație: Pentru toate variantele valorile lui „d” sunt indicate în secțiunile corespunzătoare din anexa A privind diferitele metode de analiză a amestecurilor binare.

De câte ori este posibil „d₃” trebuie determinat în prealabil prin metode experimentale.

1.8.2. Calcularea procentului fiecărui component cu aplicarea corecțiilor prin reprizele convenționale și, atunci când este cazul, a factorilor de corecție pentru pierderile de masă din timpul tratării prealabile.

Se dau:

$$A = 1 + \frac{a_1 + b_1}{100}; \quad B = 1 + \frac{a_2 + b_2}{100}; \quad C = 1 + \frac{a_3 + b_3}{100}$$

atunci:

$$P_{1A}\% = \frac{P_1 A}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \times 100$$

$$P_{2A}\% = \frac{P_2 B}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \times 100$$

$$P_{3A}\% = \frac{P_3 C}{P_1 A + P_2 B + P_3 C} \times 100,$$

în care:

$P_{1A}\%$ — procentul primului component pur uscat, inclusiv conținutul de umiditate și pierderea de masă din timpul tratării prealabile;

$P_{2A}\%$ — procentul celui de al doilea component pur uscat, inclusiv conținutul de umiditate și pierderea de masă din timpul tratării prealabile;

$P_{3A}\%$ — procentul celui de al treilea component pur uscat, inclusiv conținutul de umiditate și pierderea de masă din timpul tratării prealabile;

P_1 — procentul primului component pur uscat, obținut prin una dintre formulele indicate la pct. 1.8.1;

P_2 — procentul celui de al doilea component pur uscat, obținut prin una dintre formulele indicate la pct. 1.8.1;

P_3 — procentul celui de al treilea component pur uscat, obținut prin una dintre formulele indicate la pct. 1.8.1;

a_1 — repriza convențională a primului component;

a_2 — repriza convențională a celui de al doilea component;

a_3 — repriza convențională a celui de al treilea component;

b_1 — procentul pierderii de masă suferite de primul component în timpul tratării prealabile;

b_2 — procentul pierderii de masă suferite de al doilea component în timpul tratării prealabile;

b_3 — procentul pierderii de masă suferite de al treilea component în timpul tratării prealabile.

Când se aplică o tratare prealabilă valorile b_1 , b_2 și b_3 trebuie determinate, dacă este posibil, prin supunerea fiecăreia dintre fibrele care compun amestecul la tratarea prealabilă aplicată în analiză. Fibrele pure sunt acele fibre care nu conțin nici un fel de material nefibros, cu excepția celor pe care le conțin în mod normal (fie naturală, fie în urma procesului de fabricație), în starea în care se găsesc în materialul de analizat (crudă, albită).

Când fibrele separate și pure folosite în producerea materialului supus analizei nu sunt disponibile trebuie să se utilizeze valorile medii ale lui b_1 , b_2 și b_3 , 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 , b_2 și b_3 pot fi în general neglijați, cu excepția bumbacului nealbit, a inului nealbit și a cănepei nealbite, unde pierderea datorită tratării prealabile este considerată ca fiind 4%, iar în cazul polipropilenei, 1%. În cazul altor fibre de obicei pierderile datorită tratării prealabile nu sunt în calcul.

I.8.3. Notă:

În capitolul II la prezenta anexă sunt prezentate exemple de calcul.

II. **Metoda de analiză cantitativă prin separarea manuală a amestecurilor ternare de fibre**II.1. *Domeniul de aplicare*

Această metodă se aplică fibrelor textile de orice fel, cu condiția ca acestea să nu formeze un amestec intim, inseparabil în componentele inițiale și să fie posibilă separarea lor manuală.

II.2. *Principiu*

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

II.3. *Aparatură*

II.3.1. Flacoane de cântărire sau alte aparate care dau rezultate identice

II.3.2. Exicator conținând silicagel autoindicator al gradului de umiditate

II.3.3. Etuvă cu ventilator pentru uscarea eșantioanelor la $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$

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 alt aparat similar

II.4. *Reactivi*

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

II.4.2. Apă distilată sau deionizată

II.5. *Atmosfera de condiționare și încercare*

Conform pct. I.4

II.6. *Proba redusă pentru analiza de laborator*

Conform pct. I.5

II.7. *Tratarea prealabilă a probei reduse pentru analiza de laborator*

Conform pct. I.6.

II.8. *Modul de lucru*II.8.1. *Analiza firului*

Se selectează din proba redusă pentru analiza de laborator, tratată prealabil, un eșantion 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 și, 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 temperatura de $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ până la obținerea unei mase constante, conform descrierii de la pct. I.7.1. și I.7.2.

II.8.2. *Analiza țesăturii*

Se prelevează din proba redusă pentru analiza de laborator, tratată prealabil, un eșantion fără lizieră, cu masa de minimum 1 g, cu marginile prinse cu grijă pentru a se 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 potrivit 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 corespunzători pentru a lua în calcul pierderea de material în timpul tratării prealabile.

II.9.1. Calcularea procentului de masă al fibrelor pure și uscate, fără să se țină seama de pierderile de masă din timpul tratării prealabile:

$$P_1\% = \frac{100 \times m_1}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100}{1 + \frac{m_2 + m_3}{m_1}}$$

$$P_2\% = \frac{100 \times m_2}{m_1 + m_2 + m_3} = \frac{100}{1 + \frac{m_1 + m_3}{m_2}}$$

$$P_3\% = 1 - (P_1\% + P_2\%),$$

în care:

$P_1\%$ — procentul primului component pur uscat;

$P_2\%$ — procentul celui de al doilea component pur uscat;

$P_3\%$ — procentul celui de al treilea component pur uscat;

m_1 — masa uscată a primului component;

m_2 — masa uscată a celui de al doilea component;

m_3 — masa uscată a celui de al treilea component.

II.9.2. Pentru calcularea procentului fiecărui component cu aplicarea reprizelor convenționale și a factorilor de corecție pentru pierderea de masă din timpul tratării prealabile, conform pct. I.8.2.

III. Metoda de analiză cantitativă prin utilizarea ambelor procedee de separare manuală și chimică a amestecurilor ternare de fibre

De câte ori este posibil trebuie utilizată separarea manuală, ținându-se seama de proprietățile diferite ale componentelor, înainte de a se trece la orice tip de tratament chimic al fiecărei componente individuale.

IV. Precizia metodelor

Precizia indicată în fiecare dintre metodele de analiză a amestecurilor binare de fibre 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 eșantioane dintr-un amestec omogen.

Reproductibilitatea se exprimă prin limita de încredere a rezultatelor la un nivel de încredere de 95%. Prin aceasta se înțelege că diferența între două rezultate dintr-o serie de analize efectuate în laboratoare diferite, în condițiile aplicării normale și corecte a metodei la amestecuri omogene identice, nu va fi depășită decât în 5 cazuri din 100.

Pentru determinarea preciziei de analiză a unui amestec ternar de fibre, la analiza amestecului se aplică în mod obișnuit valorile indicate a fi folosite în metodele de analiză a amestecurilor binare de fibre.

Având în vedere că în toate cele 4 variante ale analizei chimice cantitative a amestecurilor ternare de fibre au fost prevăzute două dizolvări (folosind două eșantioane diferite în primele trei variante și un singur eșantion în cazul celei de a patra variante) și presupunând că E_1 și E_2 reprezintă precizia celor două metode pentru analiza amestecurilor binare, precizia rezultatelor pentru fiecare componentă este ilustrată în tabelul următor:

Variante Fibra componentă	1	2 și 3	4
a	E_1	E_1	E_1
b	E_2	$E_1 + E_2$	$E_1 + E_2$
c	$E_1 + E_2$	E_2	$E_1 + E_2$

Dacă se folosește cea de a patra variantă, gradul de precizie se poate dovedi mai mic decât cel calculat prin metoda indicată mai sus, din cauza posibilei acțiuni a primului reactiv asupra rezidului format de componentele b și c, care ar fi greu de evaluat.

V. Buletinul de analiză

V.1. Se indică varianta sau variantele folosite pentru efectuarea analizei, metodele, reactivii și factorii de corecție.

V.2. Se dau informații detaliate cu privire la toate tratările prealabile speciale, conform pct. I.6.

V.3. Se dau rezultatele individuale și media aritmetică, cu o precizie de 0,1 pentru fiecare.

V.4. De câte ori este posibil se precizează pentru fiecare componentă precizia metodei calculate în conformitate cu tabelul de la pct. IV.

CAPITOLUL II

Exemple de calculare a procentelor componentelor anumitor amestecuri ternare de fibre folosind unele dintre variantele descrise la pct. I.8.1. din cap. I

Se consideră un amestec de fibre a cărui analiză calitativă a relevat următoarele componente: 1. lână cardată, 2. poliamidă, 3. bumbac nealbit.

Varianta 1

Folosind această variantă, în care se iau două eșantioane diferite și se îndepărtează o componentă (a = lână) prin dizolvare din primul eșantion și o a doua componentă (b = poliamidă) din al doilea eșantion se obțin următoarele rezultate:

1. masa uscată a primului eșantion după tratarea prealabilă: $(m_1) = 1,6000$ g;

2. masa uscată a rezidului obținut după tratarea prealabilă cu soluție alcalină de hipoclorit de sodiu (poliamidă + bumbac): $(r_1) = 1,4166$ g;

3. masa uscată a celui de al doilea eșantion după tratarea prealabilă: $(m_2) = 1,8000$ g;

4. masa uscată a rezidului obținut după tratarea cu acid formic (lână + bumbac):

$(r_2) = 0,9000$ g.

Tratarea amestecului cu soluție alcalină de hipoclorit de sodiu nu determină nici o pierdere de masă a fibrei de poliamidă, în timp ce bumbacul pierde 3%, astfel încât $d_1 = 1,0$ și $d_2 = 1,03$.

Tratarea cu acid formic nu determină pierderi de masă în cazul lânii și al bumbacului nealbit, astfel încât $d_3 = d_4 = 1,0$.

Dacă în formula prezentată la pct. I.8.1.1. din cap. I se introduc valorile obținute în urma analizei chimice și factorii de corecție, se obține următorul rezultat:

$$P_1\% \text{ (lână)} = \left[\frac{1,03}{1,0} - 1,03 \times \frac{1,4166}{1,6000} + \frac{0,9000}{1,8000} \times \left(1 - \frac{1,03}{1,0} \right) \right] \times 100 = 10,30$$

$$P_2\% \text{ (poliamidă)} = \left[\frac{1,0}{1,0} - 1,0 \times \frac{0,9000}{1,8000} + \frac{1,4166}{1,6000} \times \left(1 - \frac{1,0}{1,0} \right) \right] \times 100 = 50,00$$

$$P_3\% \text{ (bumbac)} = 100 - (10,30 + 50,00) = 39,70.$$

Procentele diferitelor fibre pure uscate din amestec sunt următoarele:

- lână 10,30%
- poliamidă 50,00%
- bumbac 39,70%

Aceste procente trebuie corectate conform formulelor indicate la pct. I.8.2. din cap. I, pentru a ține seama de reprizele convenționale și de factorii de corecție pentru pierderile de masă din timpul tratării prealabile.

Așa cum se arată în anexa nr. 2 la Hotărârea Guvernului nr. 332/2001, reprizele convenționale sunt următoarele: lână cardată 17,0%, poliamidă 6,25% și bumbac 8,5%. De asemenea, este menționată pierderea de masă a bumbacului nealbit în urma tratării prealabile cu eter de petrol și apă, care este de 4%. Astfel:

$$P_1\% \text{ (lână)} = \frac{10,30 \times \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100} \right)}{10,30 \times \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100} \right) + 50,00 \times \left(1 + \frac{6,25 + 0,0}{100} \right) + 50,00 \times \left(1 + \frac{8,5 + 4,0}{100} \right)} \times 100 = 10,97$$

$$P_2\% \text{ (poliamidă)} = \frac{50,00 \times \left(1 + \frac{6,25 + 0,0}{100} \right)}{109,8385} \times 100 = 48,37$$

$$P_3\% \text{ (bumbac)} = 100 - (10,97 + 48,37) = 40,66$$

Așadar, compoziția amestecului este următoarea:

- poliamidă 48,4%
- bumbac 40,6%
- lână 11,0%
- 100%

Varianta 4

Se consideră un amestec de fibre pentru care analiza calitativă a relevat prezența următoarelor componente: lână cardată, viscoză și bumbac nealbit.

Presupunând că se folosește varianta 4, adică se îndepărtează succesiv două componente ale amestecului dintr-un singur eșantion, se obțin următoarele rezultate:

1. masa uscată a eșantionului după tratarea prealabilă: (m_1) = 1,6000 g;
2. masa uscată a reziduului obținut după prima tratare prealabilă cu soluție alcalină de hipoclorit de sodiu (viscoză+bumbac): (r_1) = 1,4166 g;
3. masa uscată a reziduului obținut după a doua tratare prealabilă cu acid formic și clorură de zinc (bumbac): (r_1) = 0,6630 g.

Tratarea cu hipoclorit de sodiu nu determină nici o pierdere de masă a fibrei de viscoză, în timp ce bumbacul pierde 3%, astfel încât $d_1 = 1,0$ și $d_3 = (1,03 \times 0,96) = 0,9888$, valoare rotunjită la 0,99 (d_3 fiind factorul de corecție pentru pierderea de masă respectivă sau creșterea masei celui de al treilea component în primii doi reactivi).

Dacă în formula indicată la pct. I.8.1.4. se înlocuiesc valorile obținute prin analiza chimică și factorii de corecție corespunzători se obțin următoarele rezultate:

$$P_1\% \text{ (viscoză)} = \frac{1,0 \times 1,4166}{1,6000} \times 100 - \frac{1,0}{1,0} \times 40,98 = 48,75\%$$

$$P_2\%(\text{bumbac}) = \frac{0,99 \times 0,630}{1,6000} \times 100 = 41,02\%$$

$$P_3\%(\text{lână}) = 100 - (48,75 + 41,02) = 10,23\%$$

Așa cum s-a indicat deja pentru varianta 1, aceste procente trebuie corectate conform formulor prezentate la pct. I.8.2.

$$P_1\%(\text{lână}) = \frac{10,23 \times \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100}\right)}{10,23 \times \left(1 + \frac{17,0 + 0,0}{100}\right) + 48,75 \times \left(1 + \frac{13 + 0,0}{100}\right) + 41,020 \times \left(1 + \frac{8,5 + 4,0}{100}\right)} \times 100 = 10,57\%$$

$$P_2\%(\text{viscoză}) = \frac{48,75 \times \left(1 + \frac{13 + 0,0}{100}\right)}{113,2041} \times 100 = 48,65\%$$

$$P_3\%(\text{bumbac}) = 100 - (10,57 + 48,65) = 40,78\%$$

Așadar, compoziția amestecului este următoarea:

— viscoză	48,6%
— bumbac	40,8%
— lână	10,6%
	100%

CAPITOLUL III

Tabel cu amestecuri ternare tipice care pot fi analizate folosind metodele de analiză a amestecurilor binare

(cu scop ilustrativ)

Amestec nr.	Fibre componente			Varianta	Numărul metodei de analiză a amestecurilor binare și reactivi
	primul component	al doilea component	al treilea component		
0	1	2	3	4	5
1.	lână sau păr	viscoză, cupro sau fibre modale	bumbac	1 și/sau 4	2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu) și 3 (clorură de zinc/acid formic)
2.	lână sau păr	poliamida 6 sau 6—6	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	1 și/sau 4	2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu) și 4 (acid formic 80% m/m)
3.	lână, păr sau mătase	unele clorofibre	viscoză, cupro, fibre modale sau bumbac	1 și/sau 4	2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu) și 9 (sulfură de carbon/acetona 55,5/44,5 m/m)
4.	lână sau păr	poliamida 6 sau 6—6	poliester, polipropilenă, acrilice sau fibră de sticlă	1 și/sau 4	2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu) și 4 (acid formic 80% m/m)
5.	lână, păr sau mătase	anumite clorofibre	poliester, acrilice, poliamidă sau fibră de sticlă	1 și/sau 4	2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu) și 9 (sulfură de carbon/acetona 55,5/44,5 m/m)
6.	mătase	lână sau păr	poliester	2	11 (acid sulfuric 75% m/m) și 2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu)
7.	poliamida 6 sau 6—6	acrilice	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	1 și/sau 4	4 (acid formic 80% m/m) și 8 (dimetilformamidă)
8.	anumite clorofibre	poliamidă 6 sau 6—6	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	1 și/sau 4	8 (dimetilformamidă) și 4 (acid formic 80% m/m) sau 9 (sulfura de carbon/acetona 55,5/44,5 m/m) și 4 (acid formic 80% m/m)
9.	acrilice	poliamida 6 sau 6—6	poliester	1 și/sau 4	8 (dimetilformamidă) și 4 (acid formic 80% m/m)
10.	acetat	poliamida 6 sau 6—6	viscoză, bumbac, cupro sau fibre modale	4	1 (acetona) și 4 (acid formic 80% m/m)

0	1	2	3	4	5
11.	unele clorofibre	acrilice	poliamida	2 și/sau 4	9 (sulfura de carbon/acetona 55,5/44,5 m/m) și 8 (dimetilformamidă)
12.	unele clorofibre	poliamida 6 sau 6—6	acrilice	1 și/sau 4	9 (sulfura de carbon/acetona 55,5/44,5 m/m) și 4 (acid formic 80% m/m)
13.	poliamida 6 sau 6—6	viscoză, cupro, fibre modale sau bumbac	poliester	4	4 (acid formic 80% m/m) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)
14.	acetat	viscoză, cupro, fibre modale sau bumbac	poliester	4	1 (acetona) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)
15.	acrilice	viscoză, cupro, fibre modale sau bumbac	poliester	4	8 (dimetilformamidă) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)
16.	acetat	lână, păr sau bumbac	bumbac, viscoză, cupro, fibre modale, poliamida, poliester, acrilice	4	1 (acetona) și 2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu)
17.	triacetat	lână, păr sau bumbac	bumbac, viscoză, cupro, fibre modale, poliamida, poliester, acrilice	4	6 (diclormetan) și 2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu)
18.	acrilice	lână, păr sau bumbac	poliester	1 și/sau 4	8 (dimetilformamidă) și 2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu)
19.	acrilice	mătase	lână sau păr	4	8 (dimetilformamidă) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)
20.	acrilice	lână, păr sau bumbac	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	1 și/sau 4	8 (dimetilformamidă) și 2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu)
21.	lână, păr sau mătase	bumbac, viscoză, fibre modale, cupro	poliester	4	2 (soluție alcalină de hipoclorit de sodiu) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)
22.	viscoză, cupro sau fibre modale	bumbac	poliester	2 și/sau 4	3 (clorură de zinc/acid formic) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)
23.	acrilice	viscoză, cupro sau fibre modale	bumbac	4	8 (dimetilformamidă) și 3 (clorura de zinc/acid formic)
24.	anumite clorofibre	viscoză, cupro sau fibre modale	bumbac	1 și/sau 4	9 (sulfură de carbon/acetona 55,5/44,5 m/m) și 3 (clorură de zinc/acid formic) sau 8 (dimetilformamidă) și 3 (clorura de zinc/acid formic)
25.	acetona	viscoză, cupro sau fibre modale	bumbac	4	1 (acetona) și 3 (clorură de zinc/acid formic)
26.	triacetat	viscoză, cupro sau fibre modale	bumbac	4	6 (diclormetan) și 3 (clorură de zinc/acid formic)
27.	acetat	mătase	lână sau păr	4	1 (acetona) și 11 (acid sulfuric 75% m/m)
28.	triacetat	mătase	lână sau păr	4	6 (diclormetan) și 11 (acid sulfuric 75% m/m)
29.	acetat	acrilice	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	4	1 (acetona) și 8 (dimetilformamidă)
30.	triacetat	acrilice	bumbac, viscoză, cupro, sau fibre modale	4	6 (diclormetan) și 8 (dimetilformamidă)
31.	triacetat	poliamida 6 sau 6—6	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	4	6 (diclormetan) și 4 (acid formic 80% m/m)
32.	triacetat	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	poliester	4	6 (diclormetan) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)
33.	acetat	poliamida 6 sau 6—6	poliester sau acrilice	4	1 (acetona) și 4 (acid formic 80% m/m)
34.	acetat	acrilice	poliester	4	1 (acetona) și 8 (dimetilformamidă)
35.	anumite clorofibre	bumbac, viscoză, cupro sau fibre modale	poliester	4	8 (dimetilformamidă) și 7 (acid sulfuric 75% m/m) sau 9 (sulfura de carbon/acetona 55,5/44,5 m/m) și 7 (acid sulfuric 75% m/m)

În cazul folosirii variantei 4 se înlătură mai întâi primul component, folosind primul reactiv.

EDITOR: PARLAMENTUL ROMÂNIEI — CAMERA DEPUTAȚILOR

Regia Autonomă „Monitorul Oficial”, str. Izvor nr. 2—4, Palatul Parlamentului, sectorul 5, București, cont nr. 2511.1—12.1/ROL Banca Comercială Română — S.A. — Sucursala „Unirea” București și nr. 5069427282 Trezoreria sector 5, București (alocat numai persoanelor juridice bugetare).

Adresa pentru publicitate: Centrul pentru relații cu publicul, București, șos. Panduri nr. 1, bloc P33, parter, sectorul 5, tel. 411.58.33 și 411.97.54, tel./fax 410.77.36.

Tiparul : Regia Autonomă „Monitorul Oficial”, tel. 490.65.52, 335.01.11/2178 și 402.21.78, E-mail: ramomrk@bx.logicnet.ro, Internet: www.monitoruloficial.ro