

008189/EU XXIV.GP
Eingelangt am 04/03/09

FR

FR

FR



COMMISSION DES COMMUNAUTÉS EUROPÉENNES

Bruxelles, le 4.3.2009
COM(2009) 31 final/2

2009/0006 (COD)

CORRIGENDUM:

Annule et remplace le document COM(2009) 31 final du 30.1.2009

Concerne toutes les versions linguistiques:

erreur au niveau du titre sur la page de couverture

Proposition de

RÈGLEMENT DU PARLEMENT EUROPÉEN ET DU CONSEIL

relatif aux dénominations des produits textiles et à l'étiquetage y afférent

{SEC(2009)91}
{SEC(2009)90}

EXPOSÉ DES MOTIFS

1. CONTEXTE DE LA PROPOSITION

Au cours des dernières années, l'idée d'une révision de la législation relative aux dénominations textiles est née à la suite de l'expérience résultant des modifications techniques régulières visant à introduire de nouvelles dénominations de fibres dans les directives existantes. Cette expérience a montré qu'il était possible de simplifier le cadre juridique existant et de produire ainsi des effets positifs potentiels pour les parties prenantes privées et les administrations publiques. Par conséquent, la révision de cette législation vise à simplifier et à améliorer le cadre réglementaire existant du développement et de l'utilisation de nouvelles fibres, en vue de promouvoir l'innovation dans le secteur du textile et de l'habillement et de permettre aux utilisateurs et aux consommateurs de fibres de bénéficier plus rapidement de produits innovants.

En outre, la révision proposée améliorera également la transparence du processus par lequel de nouvelles fibres sont ajoutées à la liste des dénominations de fibres harmonisées. En même temps, elle introduira une plus grande flexibilité dans l'adaptation de la législation afin de suivre les besoins de l'évolution technique attendue dans l'industrie textile.

La révision ne vise pas à étendre la législation de l'UE à d'autres exigences en matière d'étiquetage au-delà de la composition de fibres et de l'harmonisation des dénominations des fibres textiles couvertes par les directives actuelles.

La révision de la législation de l'UE relative aux dénominations et à l'étiquetage des produits textiles¹ a été annoncée en 2006 dans le «Premier rapport sur la mise en œuvre de la stratégie de simplification de l'environnement réglementaire»² et figure dans le programme législatif et de travail de la Commission pour 2008.

2. CONSULTATION DES PARTIES INTERESSEES

Compte tenu de la portée limitée de la présente révision, il a été procédé à une consultation ciblée des parties intéressées. Un vaste éventail de parties prenantes a été consulté: industrie et associations de distributeurs, syndicats, organisations de consommateurs, organismes européens de normalisation et administrations nationales³.

Les parties prenantes et les représentants des États membres ont été invités à présenter leurs points de vue, leurs suggestions et leurs propositions entre janvier et

¹ Directives 96/74/CE (telle que modifiée), 96/73/CE (telle que modifiée) et 73/44/CEE.

² Document de travail de la Commission COM (2006) 690 final.

³ CIRFS/BISFA (Bureau international pour la standardisation de la rayonne et des fibres synthétiques), Euratex, AEDT (Association européenne des organisations nationales des détaillants en textile), syndicats, ANEC (Association européenne pour la coordination de la représentation des consommateurs pour la normalisation), BEUC (Bureau européen des unions de consommateurs), CEN (Comité européen de normalisation), représentants des États membres.

août 2008 dans le cadre des réunions organisées par les services de la Commission et par écrit.

Les parties prenantes estiment que l'introduction de nouvelles dénominations de fibres dans la législation européenne est importante pour promouvoir l'innovation dans l'industrie européenne et dans la perspective de l'information des consommateurs. Or, le contenu politique des modifications techniques de la législation relative aux dénominations textiles ne justifie pas les procédures complexes et les coûts liés à la transposition d'une directive; c'est pourquoi il convient de mettre en œuvre une solution législative plus simple.

Les résultats de la consultation sont repris dans le rapport sur l'analyse d'impact et ses annexes.

3. ANALYSE D'IMPACT

Sur la base des résultats de la consultation des parties prenantes et de l'étude sur l'impact de la simplification de la législation de l'UE dans le domaine des dénominations et de l'étiquetage des produits textiles⁴, la Commission a réalisé une analyse d'impact des diverses options permettant d'atteindre les objectifs susmentionnés.

Le comité d'analyse d'impact de la Commission européenne a évalué le projet du rapport sur l'analyse d'impact élaboré par le service compétent et l'a approuvé sous réserve de quelques modifications⁵.

L'analyse et la comparaison des diverses options et de leur impact ont conduit aux conclusions suivantes:

- L'inclusion d'instructions relatives au contenu du dossier de demande et la reconnaissance des laboratoires chargés d'assister les entreprises dans l'établissement du dossier présentent des avantages potentiels s'ils ont pour effet de rendre la présentation des dossiers de demande plus conforme aux exigences des services de la Commission. Il pourrait en résulter des gains de temps significatifs pour l'industrie comme pour les administrations publiques.
- Les principaux avantages pour l'industrie résultent du raccourcissement du délai entre le dépôt d'une demande de nouvelle dénomination de fibre et la possibilité de commercialiser la fibre sous la nouvelle dénomination. Il en résulte des économies de coûts administratifs et l'obtention plus rapide de recettes tirées de la vente de la fibre.
- Les principaux avantages pour les États membres résultent du remplacement des directives par un règlement, puisqu'ils ne devront plus transposer les modifications dans la législation nationale. Les États membres pourraient ainsi réaliser d'importantes économies.

⁴ Étude disponible à l'adresse suivante: http://ec.europa.eu/enterprise/textile/index_fr.htm.
⁵ http://ec.europa.eu/governance/impact/iab_fr.htm.

– Aux consommateurs, la révision donnera l'avantage de la garantie que les fibres dénommées répondent à des caractéristiques particulières. Les consommateurs pourraient également tirer des avantages supplémentaires de la mise sur le marché plus rapide de nouvelles fibres.

4. BASE JURIDIQUE ET SUBSIDIARITE

La législation de l'UE relative aux dénominations et à l'étiquetage des produits textiles repose sur l'article 95 du traité CE. Elle vise à établir un marché intérieur des produits textiles tout en assurant que le consommateur reçoit les informations appropriées.

Dans les années 1970, les États membres ont reconnu la nécessité d'harmoniser la législation communautaire dans le domaine des dénominations textiles. Des dénominations de fibres textiles différentes (non harmonisées) dans les États membres de l'UE sont susceptibles de créer un obstacle technique aux échanges au sein du marché intérieur. De plus, les intérêts des consommateurs seraient mieux protégés si les informations fournies dans ce domaine étaient identiques sur tout le territoire du marché intérieur.

La présente proposition ne modifie pas l'équilibre politique entre les États membres et l'UE. Un comité est prévu pour assister la Commission et donner un avis sur les mesures de mise en œuvre proposées pour modifier le règlement, sur la base des règles régissant le comité de réglementation avec contrôle. C'est le système qui s'applique actuellement aux directives en vigueur.

5. PRINCIPAUX ELEMENTS DE LA PROPOSITION ET MODIFICATIONS DE LA LEGISLATION EN VIGUEUR RELATIVE AUX DENOMINATIONS ET A L'ETIQUETAGE DES PRODUITS TEXTILES

Les principales modifications de la législation en vigueur peuvent être résumées comme suit:

5.1. Faciliter le processus législatif pour adapter la législation au progrès technique

5.1.1. Transformer la directive 96/74/CE en un règlement

La législation de l'UE sur les dénominations et l'étiquetage des produits textiles doit être adaptée à chaque fois qu'une nouvelle dénomination de fibre est ajoutée à la liste des dénominations harmonisées; de telles modifications sont de nature purement technique et peuvent être introduites plus simplement sous la forme d'un règlement, ce qui réduit la charge administrative pesant sur les autorités nationales.

5.1.2. Abroger les directives relatives aux méthodes et les transformer en une annexe technique

Les méthodes de quantification sont un instrument essentiel qui permet de vérifier les informations figurant sur l'étiquette de composition, qui doit également être mise à jour pour tenir compte des nouvelles dénominations de fibres. Compte tenu de leur contenu technique détaillé, il est préférable de réaliser l'adaptation de telles méthodes

uniformes sous la forme d'annexes du règlement principal. C'est pourquoi l'article 22 abroge les directives 96/73/CE et 73/44/CEE et le règlement proposé comprend une annexe VIII établissant des méthodes d'analyse uniformes.

5.2. Raccourcir le délai entre le dépôt d'une demande et l'adoption d'une nouvelle dénomination de fibre

Afin de permettre aux fabricants, aux utilisateurs et aux consommateurs de fibres de bénéficier plus rapidement de l'utilisation de fibres nouvelles et de produits innovants, il convient que les nouvelles dénominations de fibres soient adoptées plus rapidement par la législation de l'UE. Outre le temps gagné par la transformation de la directive 96/74/CE en un règlement, le délai nécessaire à l'examen technique des demandes de nouvelles dénominations de fibres pourrait être raccourci si les demandes déposées par les fabricants étaient plus exactes et complètes compte tenu des exigences imposées.

5.2.1. Exigences minimales applicables aux demandes de nouvelle dénomination de fibre

Un nouvel article (article 6) établit la procédure à suivre par le fabricant qui demande l'ajout d'une nouvelle dénomination de fibre aux annexes techniques du règlement. Le fabricant doit présenter un dossier de demande à la Commission, en prenant en considération les exigences minimales prévues à l'annexe II.

5.2.2. Rapport sur la mise en œuvre du règlement

L'article 21 prévoit qu'après cinq ans, la Commission présente un rapport sur la mise en œuvre du règlement. Le rapport sera axé sur l'évaluation de l'expérience acquise au regard de demandes de nouvelles dénominations de fibres reçues au cours de cette période et examinera la question de savoir si une révision des procédures proposées permettra de nouveaux gains de temps.

5.3. Autres modifications

Hormis les modifications énoncées aux points 5.1 et 5.2, le texte de la législation en vigueur a été révisé conformément aux récentes normes législatives visant à faciliter son applicabilité directe et à assurer que les citoyens, les opérateurs économiques et les administrations publiques puissent aisément connaître leurs droits et obligations.

Les modifications fondamentales figurant dans la proposition sont les suivantes:

- l'article 1^{er} présente l'objet du règlement;
- l'article 3 comprend de nouvelles définitions;
- l'article 4 définit les obligations générales en matière de mise sur le marché de produits textiles;
- l'article 11, paragraphe 2, énonce explicitement l'obligation des opérateurs économiques de fournir l'étiquette et d'assurer l'exactitude des mentions qu'elle contient;

- l'article 14 portant dispositions spéciales se réfère à une annexe technique qui définit des règles détaillées applicables à certains produits textiles;
- de même, l'article 16 relatif aux éléments exclus de la détermination du pourcentage de fibres se réfère à une annexe technique;
- l'article 17 établit les dispositions relatives à la surveillance du marché;
- l'article 18 spécifie les tolérances en matière de fibres étrangères et de fabrication.

6. MODIFICATION EN COURS DES DIRECTIVES SUR LES PRODUITS TEXTILES

En 2006, les services de la Commission ont reçu une demande visant à inclure la nouvelle dénomination de fibre «mélamine» aux annexes de la directive 96/74/CE. Lors de réunions exploratoires et techniques du groupe de travail avec des experts des États membres, un consensus s'est dégagé sur le bien-fondé technique de la demande. Il convient donc d'adapter au progrès technique les directives 96/74/CE et 96/73/CE.

Les directives 96/74/CE et 96/73/CE seront ainsi modifiées en vue d'inclure la nouvelle dénomination de fibre «mélamine» dans leurs annexes techniques. Conformément à l'article 16, paragraphe 1, de la directive 96/74/CE et à l'article 5, paragraphe 2, de la directive 96/73/CE, les ajouts des annexes I et II de la directive 96/74/CE ainsi que les ajouts et modifications de l'annexe II de la directive 96/73/CE sont arrêtés par la Commission conformément à l'avis du comité pour le secteur des directives relatives aux dénominations et à l'étiquetage des produits textiles.

Il est envisagé que la Commission consulte le comité pendant que la présente proposition de nouveau règlement suit la procédure législative d'adoption au Conseil et au Parlement européen. Il est prévu que la nouvelle fibre «mélamine» soit ajoutée aux annexes des directives dès que le comité aura rendu un avis favorable sur la proposition de la Commission. Afin d'éviter des retards et des modifications supplémentaires inutiles, il convient donc que le nouveau règlement inclue la nouvelle fibre entre parenthèses [mélamine], sous réserve de l'avis favorable du comité.

Proposition de

RÈGLEMENT N° .../.../CE DU PARLEMENT EUROPÉEN ET DU CONSEIL

du [...]

relatif aux dénominations des produits textiles et à l'étiquetage y afférent

(Texte présentant de l'intérêt pour l'EEE)

LE PARLEMENT EUROPÉEN ET LE CONSEIL DE L'UNION EUROPÉENNE,

vu le traité instituant la Communauté européenne, et notamment son article 95,

vu la proposition de la Commission,

vu l'avis du Comité économique et social européen⁶,

statuant conformément à la procédure visée à l'article 251 du traité⁷,

considérant ce qui suit:

- (1) La directive 73/44/CEE du Conseil du 26 février 1973 concernant le rapprochement des législations des États membres relatives à l'analyse quantitative de mélanges ternaires de fibres textiles⁸, la directive 96/73/CE du Parlement européen et du Conseil du 16 décembre 1996 relative à certaines méthodes d'analyse quantitative de mélanges binaires de fibres textiles⁹ et la directive 96/74/CE du Parlement européen et du Conseil du 16 décembre 1996 relative aux dénominations textiles (refonte)¹⁰ ont été modifiées à plusieurs reprises. À l'occasion de nouvelles modifications, il convient, dans un souci de clarté, de les remplacer par un instrument juridique unique.
- (2) La législation communautaire relative aux dénominations et à l'étiquetage des produits textiles est très technique et comporte des dispositions détaillées qui doivent être adaptées régulièrement. Afin d'éviter la nécessité pour les États membres de transposer les modifications techniques dans la législation nationale et, par conséquent, de réduire la charge administrative pesant sur les autorités nationales, et en vue de permettre qu'une adoption plus rapide de nouvelles dénominations de fibres intervienne en même temps dans toute la Communauté, le règlement s'impose comme l'instrument juridique le plus approprié pour réaliser la simplification législative.

⁶ JO C ... du ..., p. .

⁷ JO C ... du ..., p. .

⁸ JO L 83 du 30.3.1973, p. 1

⁹ JO L 32 du 3.2.1997, p. 1.

¹⁰ JO L 32 du 3.2.1997, p. 38.

- (3) Afin d'éliminer les obstacles potentiels au bon fonctionnement du marché intérieur causés par les dispositions divergentes des États membres en ce qui concerne les dénominations, la composition et l'étiquetage des produits textiles, il est nécessaire d'harmoniser les dénominations des fibres textiles et les mentions figurant sur les étiquettes, marquages et documents qui accompagnent les produits textiles à l'occasion des différentes opérations inhérentes aux cycles de la production, du traitement et de la distribution.
- (4) Il convient d'établir les règles permettant aux fabricants de demander que la dénomination d'une nouvelle fibre soit inscrite sur la liste des dénominations de fibres autorisées.
- (5) Il y a lieu également de prévoir des dispositions relatives à certains produits qui ne sont pas exclusivement composés de textiles, mais dont la partie textile constitue un élément essentiel ou est mise en valeur par une spécification du producteur, du transformateur ou du commerçant.
- (6) La tolérance pour fibres étrangères qui ne figurent pas sur l'étiquette devrait s'appliquer à la fois aux produits purs et aux produits mélangés.
- (7) L'étiquetage de composition devrait être obligatoire pour assurer la communication d'informations exactes à tous les consommateurs de la Communauté à un niveau uniforme. S'il est techniquement difficile de préciser la composition d'un produit au moment de la fabrication, les fibres éventuellement connues à ce moment-là peuvent être indiquées sur l'étiquette, à condition qu'elles représentent un certain pourcentage du produit fini.
- (8) Il est opportun, afin d'éviter les divergences d'application entre les États membres, de déterminer avec précision les modalités particulières d'étiquetage de certains produits textiles composés de deux ou plusieurs parties, ainsi que les éléments des produits textiles dont il ne doit pas être tenu compte lors de l'étiquetage et de l'analyse.
- (9) La présentation à la vente des produits textiles soumis uniquement à l'obligation d'étiquetage global et de ceux vendus au mètre ou en coupe, doit être effectuée de manière que le consommateur puisse réellement prendre connaissance des indications apposées sur l'emballage global ou sur le rouleau.
- (10) L'usage de qualificatifs ou de dénominations bénéficiant d'un crédit particulier auprès des utilisateurs et des consommateurs devrait être soumis à certaines conditions. En outre, afin de fournir des informations aux utilisateurs et aux consommateurs, il convient que les dénominations des fibres soient liées aux caractéristiques de celles-ci.
- (11) La surveillance du marché des produits faisant l'objet du présent règlement dans les États membres devrait être soumise aux dispositions de la directive 2001/95/CE du Parlement européen et du Conseil du 3 décembre 2001 relative à la sécurité générale des produits¹¹.
- (12) Il est nécessaire de prévoir des méthodes d'échantillonnage et d'analyse des textiles pour éliminer toutes les possibilités de contestation des méthodes appliquées. Les

¹¹ JO L 35 du 6.2.2004, p. 39.

méthodes utilisées pour les essais officiels réalisés dans les États membres en vue de déterminer la composition en fibres de produits textiles composés de mélanges binaires et ternaires devraient être uniformes, tant en ce qui concerne le prétraitement de l'échantillon que son analyse quantitative; c'est pourquoi le présent règlement devrait établir les méthodes d'analyse uniformes applicables à la plupart des produits textiles composés de mélanges binaires et ternaires qui sont sur le marché.

- (13) Dans le cas de mélanges binaires pour lesquels il n'existe pas de méthode d'analyse uniformisée au niveau communautaire, le laboratoire chargé du contrôle devrait être autorisé à déterminer la composition de ces mélanges en utilisant toute méthode valable à sa disposition, en indiquant, dans le rapport d'analyse, le résultat obtenu et, pour autant qu'elle soit connue, la précision de la méthode.
- (14) Le présent règlement devrait fixer les taux conventionnels à appliquer à la masse anhydre de chaque fibre lors de la détermination par analyse de la composition fibreuse des produits textiles et devrait donner deux taux conventionnels différents pour le calcul de la composition des produits cardés ou peignés contenant de la laine et/ou du poil. Comme il ne peut pas toujours être établi si un produit est cardé ou peigné et que, par conséquent, des résultats incohérents peuvent résulter de l'application de tolérances lors des contrôles de conformité des produits textiles effectués dans la Communauté, les laboratoires chargés de ces contrôles devraient être autorisés dans les cas douteux à appliquer un taux conventionnel unique.
- (15) Il convient d'établir des règles relatives aux produits exemptés des exigences générales du présent règlement en matière d'étiquetage, notamment les produits jetables ou les produits pour lesquels seul un étiquetage global se justifie.
- (16) Il convient d'établir une procédure à observer par le fabricant ou son représentant qui souhaite inclure une nouvelle dénomination de fibre dans les annexes techniques. Le présent règlement devrait donc établir les exigences applicables à la demande ayant pour objet l'ajout d'une nouvelle dénomination de fibre aux annexes techniques.
- (17) Il y a lieu d'arrêter les mesures nécessaires pour la mise en œuvre du présent règlement en conformité avec la décision 1999/468/CE du Conseil du 28 juin 1999 fixant les modalités de l'exercice des compétences d'exécution conférées à la Commission¹².
- (18) Il convient en particulier d'habiliter la Commission à adapter au progrès technique la liste des dénominations de fibres et les descriptions y afférentes, les exigences minimales applicables au dossier technique à annexer à la demande par le fabricant en vue de l'ajout de la dénomination d'une nouvelle fibre à la liste des dénominations de fibres autorisées, les dispositions spéciales concernant les produits de corsetterie et certains types de textiles, la liste des produits pour lesquels l'étiquetage ou le marquage n'est pas obligatoire, la liste des produits pour lesquels seul l'étiquetage ou le marquage global est obligatoire, la liste des produits dont il n'est pas tenu compte pour la détermination des pourcentages de fibres, les taux conventionnels utilisés pour le calcul de la masse de fibres contenues dans un produit textile, ainsi que pour adapter les méthodes d'analyse quantitative existantes des mélanges binaires et ternaires ou en adopter des nouvelles. Ces mesures ayant une portée générale et ayant pour objet de modifier des éléments non essentiels du présent règlement, y compris en le complétant

¹² JO L 184 du 17.7.1999, p. 23.

par de nouveaux éléments non essentiels, elles doivent être arrêtées selon la procédure de réglementation avec contrôle prévue à l'article 5 *bis* de la décision 1999/468/CE.

- (19) Étant donné que les objectifs de l'action envisagée, à savoir l'adoption de règles uniformes applicables à l'utilisation de dénominations textiles et à l'étiquetage correspondant des produits textiles, ne peuvent pas être réalisés de manière suffisante par les États membres et peuvent donc, en raison des dimensions de l'action, être mieux réalisés au niveau communautaire, la Communauté peut arrêter des mesures, conformément au principe de subsidiarité consacré à l'article 5 du traité. Conformément au principe de proportionnalité, énoncé audit article, le présent règlement n'excède pas ce qui est nécessaire pour atteindre ces objectifs.
- (20) Il convient d'abroger les directives 96/74/CE [ou refonte], 96/73/CE et 73/44/CEE,

ONT ARRÊTÉ LE PRÉSENT RÈGLEMENT:

Chapitre 1

Dispositions générales

Article premier

Objet

Le présent règlement établit les règles relatives à l'utilisation des dénominations textiles et à l'étiquetage correspondant des produits textiles, ainsi que les règles relatives à l'analyse quantitative des mélanges binaires et ternaires de fibres textiles.

Article 2

Champ d'application

1. Le présent règlement s'applique aux produits textiles.

Il s'applique également aux produits suivants:

- a) les produits qui comprennent au moins 80 % de leur poids en fibres textiles;
- b) les recouvrements de meubles, de parapluies et de parasols dont les parties textiles représentent au moins 80 % du poids;
- c) les parties textiles des revêtements de sol à plusieurs couches, des matelas et des articles de camping, ainsi que les doublures chaudes des articles chaussants et de ganterie, à condition que ces parties ou doublures représentent au moins 80 % en poids du produit complet;
- d) les textiles incorporés à d'autres produits dont ils font partie intégrante en cas de spécification de leur composition.

2. Les dispositions du présent règlement ne s'appliquent pas aux produits textiles qui:

- a) sont destinés à être exportés vers des pays tiers;
- b) sont introduits à des fins de transit, sous contrôle douanier, dans les États membres;
- c) sont importés des pays tiers et destinés à faire l'objet d'un trafic de perfectionnement actif;
- d) sans donner lieu à cession à titre onéreux, sont confiés pour ouvraison à des travailleurs à domicile ou à des entreprises indépendantes travaillant à façon.

Article 3

Définitions

1. Aux fins du présent règlement, on entend par:

- a) «produits textiles»: tous ceux qui, à l'état brut, semi-ouvrés, ouvrés, semi-manufacturés, manufacturés, semi-confectionnés ou confectionnés, sont exclusivement composés de fibres textiles, quel que soit le procédé de mélange ou d'assemblage mis en œuvre;
- b) «fibre textile»:
 - i) un élément caractérisé par sa flexibilité, sa finesse et sa grande longueur par rapport à la dimension transversale maximale, qui le rendent apte à des applications textiles;
 - ii) les bandes souples ou les tubes ne dépassant pas 5 millimètres de largeur apparente, y compris les bandes coupées de bandes plus larges ou de feuilles fabriquées à partir des substances servant à la fabrication des fibres classées au tableau 2 de l'annexe I et aptes à des applications textiles;
- c) «largeur apparente»: la largeur de la bande ou du tube sous forme pliée, aplatie, compressée ou tordue ou, dans le cas de largeur non uniforme, la largeur moyenne;
- d) «partie textile»: une partie d'un produit textile ayant un contenu en fibre distinct;
- e) «fibres étrangères»: les fibres autres que celles mentionnées sur l'étiquette;
- f) «doublures»: un élément séparé utilisé dans la confection de tissus et autres produits, comprenant une ou plusieurs couches de matière textile maintenues lâchement sur un ou plusieurs bords;
- g) «étiquetage global»: un mode d'étiquetage consistant à utiliser une étiquette unique pour plusieurs produits ou parties textiles;
- h) «produits jetables»: les produits textiles destinés à être utilisés une fois ou pendant un temps limité et dont l'utilisation normale exclut toute remise en état pour le même usage ou un usage similaire ultérieur.

Article 4

Règles générales

1. Les produits textiles ne peuvent être mis sur le marché à l'intérieur de la Communauté, soit antérieurement à toute transformation, soit au cours du cycle industriel et au cours des diverses opérations inhérentes à leur distribution, que s'ils satisfont aux dispositions du présent règlement.

2. L'application du présent règlement ne porte pas préjudice à l'application de règles nationales ou communautaires relatives à la protection de la propriété industrielle et commerciale, aux indications de provenance, aux marques d'origine et à la prévention de la concurrence déloyale.

Chapitre 2

Dénominations de fibres textiles et exigences y afférentes en matière d'étiquetage

Article 5

Dénominations de fibres textiles

1. Seules les dénominations de fibres énumérées à l'annexe I sont utilisées pour l'étiquetage de composition.

2. L'utilisation des dénominations figurant à l'annexe I est réservée aux fibres dont la nature correspond à la description qu'elle énonce.

L'utilisation des dénominations est interdite pour désigner toutes les autres fibres, à titre principal ou à titre de racine, ou sous forme d'adjectif.

L'utilisation de la dénomination «soie» est interdite pour indiquer la forme ou présentation particulière en fil continu des fibres textiles.

Article 6

Demande de nouvelles dénominations de fibres

Tout fabricant ou son représentant peut demander à la Commission l'ajout d'une nouvelle dénomination de fibre à la liste figurant à l'annexe I.

La demande est accompagnée d'une annexe technique établie conformément à l'annexe II.

Article 7

Produits purs

1. Un produit textile ne peut être étiqueté «100 %», «pur» ou «tout» que s'il est composé en totalité de la même fibre.

Il est interdit d'utiliser ces expressions ou des expressions équivalentes pour d'autres produits.

2. Une quantité d'autres fibres est tolérée à concurrence de 2 % du poids du produit textile si elle est justifiée par des motifs techniques et ne résulte pas d'une addition systématique.

Cette tolérance est portée à 5 % pour les produits obtenus par le cycle du cardé.

Article 8

Produits de laine

1. Un produit de laine peut être qualifié par une des dénominations visées à l'annexe III pourvu qu'il soit exclusivement composé d'une fibre n'ayant jamais été incorporée à un produit fini et n'ayant pas subi des opérations de filature et/ou de feutrage autres que celles requises par la fabrication du produit, ni un traitement ou une utilisation qui ait endommagé la fibre.

2. Par dérogation au paragraphe 1, les dénominations visées à l'annexe III peuvent être utilisées pour qualifier la laine contenue dans un mélange de fibres lorsque:

- a) la totalité de la laine contenue dans le mélange répond aux caractéristiques définies au paragraphe 1;
- b) la quantité de cette laine par rapport au poids total du mélange n'est pas inférieure à 25 %;
- c) en cas de mélange intime, la laine n'est mélangée qu'avec une seule autre fibre.

L'indication de la composition centésimale complète est obligatoire.

3. La tolérance justifiée par des motifs techniques inhérents à la fabrication est limitée à 0,3 % d'impuretés fibreuses pour les produits visés aux paragraphes 1 et 2, même pour les produits obtenus par le cycle du cardé.

Article 9

Produits textiles composés de plusieurs fibres

1. Tout produit textile composé de deux fibres ou plus dont l'une représente au moins 85 % du poids total est désigné:

- a) par la dénomination de la fibre qui représente au moins 85 % du poids total, suivie de son pourcentage en poids;

- b) par la dénomination de la fibre qui représente au moins 85 % du poids total, suivie de l'indication «85 % au minimum»;
- c) par la composition centésimale complète du produit.

2. Tout produit textile composé de deux ou plusieurs fibres dont aucune n'atteint 85 % du poids total est désigné par la dénomination et le pourcentage en poids d'au moins les deux fibres ayant les pourcentages les plus importants, suivis de l'énumération des dénominations des autres fibres qui composent le produit dans l'ordre décroissant des poids, avec ou sans indication de leur pourcentage en poids.

Toutefois:

- a) l'ensemble des fibres dont chacune entre pour moins de 10 % dans la composition d'un produit peut être désigné par l'expression «autres fibres», suivie d'un pourcentage global;
- b) au cas où serait spécifiée la dénomination d'une fibre entrant pour moins de 10 % dans la composition d'un produit, la composition centésimale complète du produit est mentionnée.

3. Les produits comportant une chaîne en pur coton et une trame en pur lin et dont le pourcentage de lin n'est pas inférieur à 40 % du poids total du tissu désencollé peuvent être désignés par la dénomination «métis» obligatoirement complétée par l'indication de composition «chaîne pur coton – trame pur lin».

4. Les expressions «fibres diverses» ou «composition textile non déterminée» peuvent être utilisées pour tout produit dont il est difficile de préciser la composition au moment de la fabrication.

Article 10

Fibres à effet décoratif et fibres antistatiques

Les fibres visibles et isolables destinées à produire un effet purement décoratifs et ne dépassant pas 7 % du poids du produit fini ne doivent pas être mentionnées dans les compositions en fibres prévues aux articles 7 et 9.

Le même principe s'applique aux fibres métalliques et aux autres fibres qui sont incorporées en vue d'obtenir un effet antistatique et qui ne dépassent pas 2 % du poids du produit fini.

Dans le cas des produits visés à l'article 9, paragraphe 3, ces pourcentages sont calculés séparément pour le poids de la chaîne et celui de la trame.

Article 11

Étiquetage et marquage

1. Les produits textiles sont étiquetés ou marqués à l'occasion de toute opération de mise sur le marché.

Cependant, l'étiquetage et le marquage peuvent être remplacés ou complétés par des documents commerciaux d'accompagnement, lorsque ces produits ne sont pas offerts à la vente au consommateur final ou lorsqu'ils sont livrés en exécution d'une commande de l'État ou d'une autre personne juridique de droit public.

2. Le fabricant ou son agent autorisé établis dans la Communauté ou, si ni le fabricant, ni son agent autorisé ne sont établis dans la Communauté, l'opérateur économique responsable de la première mise sur le marché communautaire du produit textile assurent la fourniture de l'étiquette et l'exactitude de l'information qu'elle contient.

Le distributeur assure que les produits textiles vendus par lui portent l'étiquetage approprié prescrit par le présent règlement.

Les personnes visées aux premier et deuxième alinéas assurent que toute information fournie lorsque les produits textiles sont mis sur le marché ne peut être confondue avec les dénominations et les descriptions établies par le présent règlement.

Article 12

Usage des dénominations et des qualificatifs

1. Les dénominations et les qualificatifs prévus aux articles 5, 7, 8 et 9 sont à indiquer clairement dans les contrats ainsi que sur les factures, les bordereaux de vente et les autres documents commerciaux.

Le recours à des abréviations est interdit. Le recours à un code mécanographique est toutefois admis à condition que la signification des codifications figure sur le même document.

2. Lors de l'offre à la vente de produits textiles, les dénominations et les qualificatifs prévus aux articles 5, 7, 8 et 9 sont indiqués dans les catalogues, les prospectus ainsi que sur les emballages, étiquettes et marquages avec les mêmes caractères typographiques facilement lisibles et nettement apparents.

3. Les marques et la raison sociale peuvent accompagner immédiatement les désignations et les qualificatifs prévus aux articles 5, 7, 8 et 9.

Toutefois, si la marque ou la raison sociale comporte, soit à titre principal, soit à titre d'adjectif ou de racine, l'usage d'une dénomination prévue à l'annexe I ou pouvant prêter à confusion avec celle-ci, la marque ou la raison sociale doit accompagner immédiatement les dénominations et les qualificatifs prévus aux articles 5, 7, 8 et 9.

Toute autre information doit toujours apparaître séparément.

4. Les États membres peuvent exiger que, sur leur territoire, lors de l'offre à la vente et de la vente au consommateur final, l'étiquetage ou le marquage soient exprimés dans leur langue nationale.

Pour des bobines, fusettes, échevettes, pelotes ou toute autre petite unité de fil à coudre, à reprendre et à broder, le premier alinéa s'applique à l'étiquetage global prévu à l'article 15, paragraphe 3. Les unités individuelles peuvent être étiquetées dans une quelconque des langues de la Communauté.

Article 13

Produits textiles composés de plusieurs parties

1. Tout produit textile, composé de deux parties ou plus, est muni d'une étiquette indiquant la teneur en fibres de chacune des parties.

Cet étiquetage n'est pas obligatoire pour les parties qui représentent moins de 30 % du poids total du produit, à l'exception des doublures principales.

2. Si deux produits textiles ou plus ont la même teneur en fibres qui forment, de manière usuelle, un ensemble inséparable, ils peuvent être munis d'une seule étiquette.

Article 14

Dispositions spéciales

La composition en fibres des produits visés à l'annexe IV est indiquée conformément aux règles d'étiquetage qu'elle énonce.

Article 15

Déroptions

1. Par dérogation aux articles 11, 12 et 13, les règles prévues aux paragraphes 2, 3 et 4 du présent article s'appliquent.

En tout état de cause, les produits visés aux paragraphes 3 et 4 du présent article sont offerts à la vente de telle sorte que le consommateur final puisse réellement prendre connaissance de leur composition.

2. L'indication des dénominations et de la composition des fibres sur les étiquettes ou marquages des produits textiles énumérés à l'annexe V n'est pas requise.

Toutefois, si une marque ou une raison sociale contient, soit à titre principal, soit à titre d'adjectif ou de racine, une des dénominations prévues à l'annexe I ou pouvant prêter à confusion avec celle-ci, les articles 11, 12 et 13 s'appliquent.

3. Lorsque les produits textiles visés à l'annexe VI sont de même type et de même composition, ils peuvent être présentés à la vente, groupés sous un étiquetage global.

4. L'étiquetage de composition des produits textiles qui se vendent au mètre peut figurer sur la pièce ou sur le rouleau présenté à la vente.

Chapitre 3

Pourcentages de fibres et tolérances

Article 16

Éléments non pris en considération dans la détermination des pourcentages de fibres

En vue de la détermination des pourcentages prévus aux articles 7, 8 et 9 devant être affichés en vertu de l'article 11, les éléments visés à l'annexe VII ne sont pas pris en considération.

Article 17

Dispositions relatives à la surveillance du marché

1. Les autorités nationales de surveillance du marché procèdent aux contrôles de conformité de la composition des produits textiles avec les indications sur la composition de ces produits conformément à la directive 2001/95/CE.

2. Les contrôles prévus au paragraphe 1 sont réalisés conformément aux méthodes d'échantillonnage et d'analyse quantitative de certains mélanges binaires et ternaires de fibres définies à l'annexe VIII.

À cette fin, les pourcentages de fibres prévus aux articles 7, 8 et 9 sont déterminés en appliquant à la masse anhydre de chaque fibre le taux conventionnel s'y rapportant, prévu à l'annexe IX, après avoir éliminé les éléments visés à l'annexe VII.

3. Tout laboratoire responsable des essais de mélanges textiles pour lesquels il n'existe pas de méthode d'analyse uniforme au niveau communautaire détermine la composition de ces mélanges en utilisant toute méthode valable dont il dispose, en indiquant dans le rapport d'analyse le résultat obtenu et, dans la mesure où il est connu, le degré de précision de la méthode utilisée.

Article 18

Tolérances

1. Lors de l'établissement de la composition des produits textiles destinés au consommateur final, les tolérances prévues aux paragraphes 2, 3 et 4 s'appliquent.

2. La présence de fibres étrangères dans la composition à fournir conformément à l'article 9 ne doit pas être indiquée si le pourcentage de ces fibres n'atteint pas les taux suivants:

- a) 2 % du poids total du produit textile, si cette quantité est justifiée par des motifs techniques et ne résulte pas d'une addition systématique;
- b) 5 % pour les produits obtenus par le cycle du cardé.

Le point b) du présent paragraphe s'entend sans préjudice de l'article 8, paragraphe 3.

3. Une tolérance de fabrication de 3 % par rapport au poids total des fibres mentionnées sur l'étiquette est admise entre les pourcentages de fibres indiqués conformément à l'article 9 et les pourcentages résultant de l'analyse réalisée conformément à l'article 17. Elle est également appliquée:

- a) aux fibres qui, conformément à l'article 9, paragraphe 2, sont énumérées sans indication de pourcentage;
- b) au pourcentage de laine visé à l'article 8, paragraphe 2, point b).

Lors de l'analyse, ces tolérances sont calculées séparément. Le poids total à prendre en considération pour le calcul de la tolérance visée au présent paragraphe est celui des fibres du produit fini, à l'exclusion des fibres étrangères éventuellement constatées en application de la tolérance visée au paragraphe 2.

Le cumul des tolérances visées aux paragraphes 2 et 3 n'est admis que dans le cas où les fibres étrangères éventuellement constatées lors de l'analyse, en application de la tolérance visée au paragraphe 2), se révèlent être de la même nature chimique qu'une ou plusieurs fibres mentionnées sur l'étiquette.

4. Pour des produits particuliers dont la technique de fabrication nécessite des tolérances supérieures à celles indiquées aux paragraphes 2 et 3, des tolérances plus élevées ne peuvent être admises par la Commission, lors des contrôles de la conformité des produits prévus à l'article 17, paragraphe 1, qu'à titre exceptionnel et sur justification adéquate fournie par le fabricant.

Le fabricant présente une demande indiquant des raisons suffisantes et des preuves des circonstances de fabrication exceptionnelles.

Chapitre 4

Dispositions finales

Article 19

Modification des annexes

1. La Commission peut adopter les modifications des annexes I, II, IV, V, VI, VII, VIII et IX qui sont nécessaires pour adapter ces annexes au progrès technique.

2. Les mesures prévues au paragraphe 1, ayant pour objet de modifier des éléments non essentiels du présent règlement, y compris en le complétant, sont arrêtées en conformité avec la procédure de réglementation avec contrôle visée à l'article 20, paragraphe 2.

Article 20

Comité

1. La Commission est assistée par le comité des dénominations et de l'étiquetage des produits textiles.

2. Dans le cas où il est fait référence au présent paragraphe, l'article 5 *bis*, paragraphes 1 à 4, et l'article 7 de la décision 1999/468/CE s'appliquent, dans le respect des dispositions de l'article 8 de celle-ci.

Article 21

Rapports

Le [DATE = 5 ans à compter de l'entrée en vigueur du présent règlement] au plus tard, la Commission présente un rapport au Parlement européen et au Conseil sur la mise en œuvre du présent règlement, en mettant l'accent sur les demandes et l'adoption de nouvelles dénominations de fibres.

Article 22

Abrogation

Les directives 73/44/CEE, 96/73/CE et 96/74/CE [ou refonte] sont abrogées à compter de la date d'entrée en vigueur du présent règlement.

Les références faites aux directives abrogées s'entendent comme faites au présent règlement et sont à lire selon le tableau de correspondance figurant à l'annexe X.

Article 23

Entrée en vigueur

Le présent règlement entre en vigueur le vingtième jour suivant celui de sa publication au *Journal officiel des Communautés européennes*.

Le présent règlement est obligatoire dans tous ses éléments et directement applicable dans tout État membre.

Fait à Bruxelles, le [...]

Par le Parlement européen
Le président
[...]

Par le Conseil
Le président
[...]

ANNEXE I

TABLEAU DES FIBRES TEXTILES

Tableau 1

N°	Dénomination	Description des fibres
1	Laine (f)	Fibre de la toison du mouton (<i>Ovis aries</i>) ou mélange de fibre de la toison du mouton et de poils d'animaux visés au n° 2
2	Alpaga (m), lama (m), chameau (m), cachemire (m), mohair (m), angora (m), vigogne (f), yack (m), guanaco (m), cashgora (m), castor (m), loutre (f), précédée ou non de la dénomination «laine» ou «poil»	Poils des animaux mentionnés ci-après: alpaga, lama, chameau, chèvre cachemire, chèvre angora, lapin angora, vigogne, yack, guanaco, chèvre cashgora (croisement de la chèvre cachemire et de la chèvre angora), castor, loutre
3	Poil (m) ou crin (m) avec ou sans indication d'espèce animale (par exemple, poil de bovin, poil de chèvre commune, crin de cheval)	Poils de divers animaux autres que ceux mentionnés sous les n°s 1 et 2
4	Soie (f)	Fibre provenant exclusivement des insectes séricigènes
5	Coton (m)	Fibre provenant des graines du cotonnier (<i>Gossypium</i>)
6	Capoc (m)	Fibre provenant de l'intérieur du fruit du capoc (<i>Ceiba pentandra</i>)
7	Lin (m)	Fibre provenant du liber du lin (<i>Linum usitatissimum</i>)
8	Chanvre (m)	Fibre provenant du liber du chanvre (<i>Cannabis sativa</i>)
9	Jute (m)	Fibre provenant du liber du <i>Corchorus olitorius</i> et du <i>Corchorus capsularis</i> . Aux fins du présent règlement, sont assimilées au jute les fibres libériennes provenant de: <i>Hibiscus cannabinus</i> , <i>Hibiscus sabdariffa</i> , <i>Abutilon avicennae</i> , <i>Urena lobata</i> , <i>Urena sinuata</i>
10	Abaca (m)	Fibre provenant des gaines foliaires de la <i>Musa textilis</i>
11	Alfa (m)	Fibre provenant de la feuille de la <i>Stipa tenacissima</i>
12	Coco (m)	Fibre provenant du fruit de la <i>Cocos nucifera</i>

13	Genêt (m)	Fibre provenant du liber du <i>Cytisus scoparius</i> et/ou du <i>Spartium Junceum</i>
14	Ramie (f)	Fibre provenant du liber de la <i>Boehmeria nivea</i> et de la <i>Boehmeria tenacissima</i>
15	Sisal (m)	Fibre provenant des feuilles de l' <i>Agave sisalana</i>
16	Sunn (m)	Fibre provenant du liber de <i>Crotalaria juncea</i>
17	Henequen (m)	Fibre provenant du liber de l' <i>Agave Fourcroydes</i>
18	Maguey (m)	Fibre provenant du liber de l' <i>Agave Cantala</i>

Tableau 2

19	Acétate (m)	Fibre d'acétate de cellulose dont moins de 92 %, mais au moins 74 % des groupes hydroxyles sont acétylés
20	Alginate (m)	Fibre obtenue à partir de sels métalliques d'acide alginique
21	Cupro (m)	Fibre de cellulose régénérée obtenue par le procédé cupro-ammoniacal
22	Modal (m)	Fibre de cellulose régénérée obtenue moyennant une procédure viscose modifiée ayant une force de rupture élevée et un haut module au mouillé. La force de rupture (B_C) à l'état conditionné et la force (B_M) nécessaire pour donner un allongement de 5 % à l'état mouillé sont telles que: $B_C(\text{CN}) \geq 1,3 \sqrt{T} + 2 T$ $B_M(\text{CN}) \geq 0,5 \sqrt{T}$ où T est la masse linéique moyenne en décitex
23	Protéinique (f)	Fibre obtenue à partir de substances protéiniques naturelles régénérées et stabilisées sous l'action d'agents chimiques
24	Triacétate (m)	Fibre d'acétate de cellulose dont 92 % au moins des groupes hydroxyles sont acétylés
25	Viscose (f)	Fibre de cellulose régénérée obtenue par le procédé viscose pour le filament et pour la fibre discontinue
26	Acrylique (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires présentant dans la chaîne 85 % au moins en masse du motif acrylonitrilique

27	Chlorofibre (f)	Fibre formée de macromolécules linéaires présentant dans la chaîne plus de 50 % en masse d'un motif monomère vinyle chloré ou vinylidène chloré
28	Fluorofibre (f)	Fibre formée de macromolécules linéaires obtenues à partir de monomères aliphatiques fluorocarbonés
29	Modacrylique (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires présentant dans la chaîne plus de 50 % et moins de 85 % en masse du motif acrylonitrilique
30	Polyamide (m) ou nylon (m)	Fibre de macromolécules linéaires synthétiques ayant dans leur chaîne des liaisons amides récurrentes dont au moins 85 % sont liées à des motifs aliphatiques ou cycloaliphatiques
31	Aramide (m)	Fibre de macromolécules linéaires synthétiques formées de groupes aromatiques liés entre eux par des liaisons amides et imides, dont au moins 85 % sont directement liées à deux noyaux aromatiques et dont le nombre de liaisons imides, lorsqu'elles sont présentes, ne peut pas excéder celui des liaisons amides
32	Polyimide (m)	Fibre de macromolécules linéaires synthétiques ayant des motifs imides récurrents dans la chaîne
33	Lyocell (m)	Fibre de cellulose régénérée obtenue par un procédé de dissolution et de filage en solvant organique (mélange de produits chimiques organiques et d'eau), sans formation de dérivés
34	Poly lactide (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires présentant dans la chaîne au moins 85 % (en masse) d'unités d'esters d'acide lactique obtenus à partir de sucres naturels et dont la température de fusion est d'au moins 135 °C
35	Polyester (m)	Fibre formée de macromolécules présentant dans la chaîne au moins 85 % (en masse) d'un ester de diol et d'acide téréphtalique
36	Polyéthylène (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires saturées d'hydrocarbures aliphatiques non substitués
37	Polypropylène (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires saturées d'hydrocarbures aliphatiques, dont un atome de carbone sur deux porte une ramification méthyle, en disposition isotactique, et sans substitutions ultérieures

38	Polycarbamide (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires présentant dans la chaîne la répétition du groupement fonctionnel uréylène (NH-CO-NH)
39	Polyuréthane (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires présentant dans la chaîne la répétition du groupement fonctionnel uréthane
40	Vinylal (m)	Fibre formée de macromolécules linéaires dont la chaîne est constituée d'alcool polyvinylique à taux d'acétalisation variable
41	Trivinyll (m)	Fibre formée de terpolymère d'acrylonitrile, d'un monomère vinylique chloré et d'un troisième monomère vinylique dont aucun ne représente 50 % de la masse totale
42	Élastodiène (m)	Élastofibre constituée soit de polyisoprène naturel ou synthétique, soit d'un ou de plusieurs diènes polymérisés avec ou sans un ou plusieurs monomères vinyliques, qui, allongée sous une force de traction jusqu'à atteindre trois fois sa longueur initiale, reprend rapidement et substantiellement cette longueur dès que la force de traction cesse d'être appliquée
43	Élasthanne (m)	Élastofibre constituée pour au moins 85 % (en masse) de polyuréthane segmentaire, qui, allongée sous une force de traction jusqu'à atteindre trois fois sa longueur initiale, reprend rapidement et substantiellement cette longueur dès que la force de traction cesse d'être appliquée
44	Verre (m) textile	Fibre constituée de verre
45	Dénomination correspondant à la matière dont les fibres sont composées, par exemple: métal (métallique, métallisé), amiante, papier (papetier), précédée ou non du mot «fil» ou «fibre»	Fibres obtenues à partir de matières diverses ou nouvelles autres que celles énumérées ci-dessus
46	Élastomultiester (m)	Fibre obtenue à partir de l'interaction, au cours de deux phases distinctes ou davantage, d'au moins deux macromolécules linéaires chimiquement distinctes (aucune d'entre elles n'excédant 85 % en masse), qui contient des groupes d'esters comme unité fonctionnelle dominante (au moins 85 %) et qui, après traitement convenable, lorsqu'elle est allongée sous une force de traction jusqu'à atteindre une fois et demie sa longueur initiale, reprend rapidement et

		substantiellement cette longueur dès que la force de traction cesse d'être appliquée
47	Élastoléfine (f)	Fibre composée pour au moins 95 % (en masse) de macromolécules partiellement réticulées, constituées d'éthylène et d'au moins une autre oléfine, et qui, lorsqu'elle est allongée sous une force de traction jusqu'à atteindre une fois et demie sa longueur initiale, reprend rapidement et substantiellement cette longueur dès que la force de traction cesse d'être appliquée
48	Mélamine (f)	Fibre composée pour au moins 85 % en masse de macromolécules réticulées, constituées de dérivés de la mélamine

ANNEXE II

EXIGENCES MINIMALES AUXQUELLES DOIT RÉPONDRE LE DOSSIER TECHNIQUE RELATIF À LA DEMANDE D'UNE NOUVELLE DÉNOMINATION DE FIBRE

(Article 6)

Un dossier technique destiné à proposer une nouvelle dénomination de fibre en vue de son inclusion dans l'annexe I, tel que visé à l'article 6, contient au moins les informations suivantes:

– Dénomination proposée de la fibre

La dénomination proposée doit être liée à la composition chimique et donner des informations sur les caractéristiques de la fibre, le cas échéant. La dénomination proposée doit être libre de droits et ne pas être liée au fabricant.

– Définition proposée de la fibre

Les caractéristiques mentionnées dans la définition de la nouvelle fibre, comme par exemple l'élasticité, doivent être vérifiables par des méthodes d'analyse qui doivent figurer dans le dossier technique, accompagnées des résultats expérimentaux des analyses.

– Identification de la fibre: formule chimique, différences par rapport aux fibres existantes et, le cas échéant, données détaillées, comme le point de fusion, la densité, l'indice de réfraction, le comportement au feu et le spectre FTIR;

– Taux conventionnels proposés

– Méthodes d'identification et de quantification suffisamment élaborées, y compris des données expérimentales

Le demandeur doit évaluer la possibilité d'appliquer les méthodes visées à l'annexe VIII du présent règlement en vue d'analyser les mélanges commerciaux les plus attendus de la nouvelle fibre avec d'autres fibres et proposer au moins l'une de ces méthodes. En ce qui concerne les méthodes pour lesquelles la fibre peut être considérée comme le composant insoluble, le demandeur doit évaluer les facteurs de correction de masse de la nouvelle fibre. Toutes les données expérimentales doivent accompagner la demande.

Si les méthodes énoncées dans le présent règlement ne conviennent pas, le demandeur doit fournir une motivation adéquate et proposer une nouvelle méthode.

La demande doit contenir toutes les données expérimentales des méthodes proposées. Des informations relatives à la précision, à la robustesse et à la reproductibilité des méthodes sont jointes au dossier.

– Informations supplémentaires à l'appui de la demande: processus de production, intérêt pour les consommateurs

- À la demande de la Commission, le fabricant ou son représentant fournit des échantillons représentatifs de la nouvelle fibre pure et des mélanges de fibres qui permettent de valider les méthodes d'identification et de quantification proposées.
-

ANNEXE III

DÉNOMINATIONS VISÉES À L'ARTICLE 8, PARAGRAPHE 1

- en bulgare: «необработена вълна»,
- en espagnol: «lana virgen» ou «lana de esquilado»,
- en tchèque: «střižní vlna»,
- en danois: «ren, ny uld»,
- en allemand: «Schurwolle»,
- en estonien: «uus vill»,
- en irlandais: «olann lomra»,
- en grec: «παρθένο μαλλί»,
- en anglais: «fleece wool» ou «virgin wool»,
- en français: «laine vierge» ou «laine de tonte»,
- en italien: «lana vergine» ou «lana di tosa»,
- en letton: «pirmlietojuma vilna» ou «cirptā vilna»,
- en lituanien: «natūralioji vilna»,
- en hongrois: «élőgyapjú»,
- en maltais: «suf vergni»,
- en néerlandais: «scheerwol»,
- en polonais: «żywa wełna»,
- en portugais: «lã virgem»,
- en roumain: «lână virgină»,
- en slovaque: «strižná vlna»,
- en slovène: «runska volna»,
- en finnois: «uusi villa»,
- en suédois: «ren ull».

ANNEXE IV

DISPOSITIONS SPÉCIALES RELATIVES À L'ÉTIQUETAGE DE CERTAINS PRODUITS

(Article 14)

Produits	Dispositions relatives à l'étiquetage
1. Les articles suivants de corsetterie:	La composition fibreuse est indiquée sur l'étiquette en donnant la composition de l'ensemble du produit ou bien, soit globalement, soit séparément, celle des parties visées ci-dessous:
a) Soutiens-gorge	tissus extérieur et intérieur des bonnets et du dos
b) Corsets	plastrons avant et arrière et de côté
c) Combinés	tissus extérieur et intérieur des bonnets, plastrons avant et arrière et panneaux de côté
2. Articles de corsetterie autres que ceux visés ci-dessus	La composition fibreuse est indiquée en donnant la composition de l'ensemble du produit ou, soit globalement, soit séparément, la composition des diverses parties de ces articles, l'étiquetage n'étant pas obligatoire pour les parties qui représentent moins de 10 % du poids total du produit.
3. Tous les articles de corsetterie	L'étiquetage séparé des diverses parties des articles de corsetterie est effectué de manière que le consommateur final puisse aisément comprendre à quelle partie du produit se rapportent les indications figurant sur l'étiquette.
4. Produits textiles dévorés	La composition fibreuse est donnée pour la totalité du produit et peut être indiquée en donnant séparément la composition du tissu de base et celle du tissu dévoré, ces éléments devant être nommément indiqués.
5. Produits textiles brodés	La composition fibreuse est donnée pour la totalité du produit et peut être indiquée en donnant séparément la composition de l'étoffe de base et celle des fils de broderie, ces éléments devant être nommément indiqués; si les parties brodées sont inférieures à 10 % de la surface du produit, il suffit d'indiquer la composition du tissu de base.
6. Fils constitués d'une âme et d'un habillage composés de fibres différentes, qui sont présentés en tant que tels aux consommateurs	La composition fibreuse est donnée pour la totalité du produit et peut être indiquée en donnant séparément la composition de l'âme et celle de l'habillage, ces éléments devant être nommément indiqués.

7. Produits textiles en velours et en peluche, ou ceux qui sont semblables à ceux-ci	La composition fibreuse est donnée pour la totalité du produit et peut être indiquée, lorsque ces produits sont constitués d'un dossier et d'une couche d'usage distincts et composés de fibres différentes, séparément pour ces deux éléments, qui doivent être nommément indiqués.
8. Revêtements de sol et tapis dont le soubassement et la couche d'usage sont composés de fibres différentes	La composition peut être donnée pour la seule couche d'usage, qui doit être nommément indiquée.

ANNEXE V

PRODUITS POUVANT NE PAS ÊTRE SOUMIS À UNE OBLIGATION D'ÉTIQUETAGE OU DE MARQUAGE

(Article 15, paragraphe 2)

1. Soutiens-manches de chemise
2. Bracelets de montre en textile
3. Étiquettes et écussons
4. Poignées rembourrées et en textile
5. Couvre-cafetières
6. Couvre-théières
7. Manches protectrices
8. Manchons autres qu'en peluche
9. Fleurs artificielles
10. Pelotes d'épingles
11. Toiles peintes
12. Produits textiles pour renforts et supports
13. Feutres
14. Produits textiles confectionnés usagés, dans la mesure où ils sont explicitement déclarés comme tels
15. Guêtres
16. Emballages autres que neufs et vendus comme tels
17. Chapeaux en feutre
18. Articles de maroquinerie et de sellerie en textile
19. Articles de voyage en textile
20. Tapisseries brodées à la main, finies ou à parachever, et matériaux pour leur fabrication, y compris les fils à broder, vendus séparément du canevas et spécialement conditionnés pour être utilisés pour de telles tapisseries
21. Fermetures à glissières
22. Boutons et boucles recouverts de textile

23. Couvertures de livres en textile
24. Jouets
25. Parties textiles des chaussures, à l'exception des doublures chaudes
26. Napperons composés de plusieurs éléments et dont la surface est inférieure à 500 cm²
27. Tissus et gants pour retirer les plats du four
28. Couvre-œufs
29. Étuis de maquillage
30. Blagues à tabac en tissu
31. Boîtes en tissu pour lunettes, cigarettes et cigares, briquets et peignes
32. Articles de protection pour le sport, à l'exclusion des gants
33. Nécessaires de toilette
34. Nécessaires à chaussures
35. Articles funéraires
36. Produits jetables, à l'exception des ouates
37. Articles textiles assujettis aux règles de la pharmacopée européenne et couverts par une mention s'y référant, bandages non jetables à usage médical et orthopédique et articles textiles d'orthopédie en général
38. Articles textiles, y compris cordes, cordages et ficelles (sous réserve de l'annexe VI, n° 12), destinés normalement:
 - a) à être utilisés de manière instrumentale dans les activités de production et de transformation des biens;
 - b) à être incorporés dans des machines, installations (de chauffage, climatisation, éclairage, etc.), appareils ménagers et autres, véhicules et autres moyens de transport, ou à servir au fonctionnement, à l'entretien et à l'équipement de ceux-ci, à l'exception des bâches et des accessoires en textiles pour voitures automobiles, vendus séparément des véhicules
39. Articles textiles de protection et de sécurité, tels que ceintures de sécurité, parachutes, gilets de sauvetage, descentes de secours, dispositifs contre les incendies, corsets antiprojectiles, vêtements de protection spéciaux (par exemple: protection contre le feu, les agents chimiques ou d'autres risques de sécurité)
40. Structures gonflables à pression pneumatique (halls pour sports, stands d'exposition, de stockage, etc.), à condition que des indications soient fournies concernant les performances et spécifications techniques de ces articles

41. Voiles
 42. Articles textiles pour animaux
 43. Drapeaux et bannières
-

ANNEXE VI

PRODUITS POUR LESQUELS SEUL UN ÉTIQUETAGE OU MARQUAGE GLOBAL EST OBLIGATOIRE

(Article 15, paragraphe 3)

1. Serpillières
2. Torchons de nettoyage
3. Bordures et garnitures
4. Passementerie
5. Ceintures
6. Bretelles
7. Jarretelles et jarretières
8. Lacets
9. Rubans
10. Élastiques
11. Emballages neufs et vendus comme tels
12. Ficelles d'emballage et agricoles; ficelles, cordes et cordages autres que ceux visés à l'annexe V, n° 38¹³
13. Napperons
14. Mouchoirs
15. Résilles et filets à cheveux
16. Cravates et nœuds papillons pour enfants
17. Bavoirs; gants et chiffons de toilette
18. Fils à coudre, à repriser et à broder, conditionnés pour la vente au détail en petites unités et dont le poids net ne dépasse pas 1 gramme
19. Sangles pour rideaux et persiennes

¹³ Pour les produits figurant sous ce numéro et vendus en coupes, l'étiquetage global est celui du rouleau. Parmi les cordes et cordages visés sous ce numéro figurent notamment ceux d'alpinisme et pour le sport nautique.

ANNEXE VII

ÉLÉMENTS DONT IL N'EST PAS TENU COMPTE POUR LA DÉTERMINATION DES POURCENTAGES DE FIBRES

(Article 16)

Produits	Éléments exclus
a) Tous les produits textiles	<p>i) Parties non textiles, lisières, étiquettes et écussons, bordures et garnitures ne faisant pas partie intégrante du produit, boutons et boucles recouverts de textiles, accessoires, ornements, rubans non élastiques, fils et bandes élastiques ajoutés à des endroits spécifiques et limités du produit</p> <p>ii) Corps gras, liants, charges, apprêts, produits d'imprégnation, produits auxiliaires de teinture et d'impression et autres produits de traitement des textiles</p>
b) Revêtements de sol et tapis	Tous les éléments constituant autres que la couche d'usage
c) Tissus de recouvrement des meubles	Chaînes et trames de liage et de remplissage ne faisant pas partie de l'endroit de l'étoffe
d) Tentures, rideaux et doubles rideaux	Chaînes et trames de liage et de remplissage ne faisant pas partie de la couche d'usage
e) Chaussettes	Fils élastiques utilisés à la cheville et fils de raidissement et de renforcement de la pointe et du talon
f) Collants	Fils élastiques utilisés à la taille et fils de raidissement et de renforcement de la pointe et du talon
g) Produits textiles autres que ceux visés aux points b) à f)	<p>Supports, renforts, triplures et entoilages, fils de couture et d'assemblage à moins qu'ils ne remplacent la trame et/ou la chaîne du tissu, rembourrage n'ayant pas une fonction isolante, et sous réserve de l'article 13, paragraphe 1, doublures.</p> <p>Au sens de la présente disposition:</p> <p>i) ne sont pas considérés comme des supports à éliminer, les étoffes de fond des produits textiles qui servent de support à la couche d'usage, notamment les étoffes de fond des couvertures et des tissus doubles et les dossiers des produits en velours ou en peluche et apparentés,</p> <p>ii) on entend par renforts les fils ou étoffes ajoutés à des endroits spécifiques et limités du produit textile afin de les renforcer ou de leur conférer rigidité ou épaisseur</p>

ANNEXE VIII

MÉTHODES D'ANALYSE QUANTITATIVE DE MÉLANGES BINAIRES ET TERNAIRES DE FIBRES TEXTILES

CHAPITRE 1

I. Préparation des échantillons réduits et des spécimens d'analyse en vue de déterminer la composition en fibres des produits textiles

1. CHAMP D'APPLICATION

Le présent chapitre fournit des procédures à suivre pour préparer des échantillons réduits d'une taille appropriée aux prétraitements en vue des analyses quantitatives (c'est-à-dire d'une masse nette ne dépassant pas 100 g), à partir d'échantillons globaux pour laboratoire, et pour sélectionner des spécimens d'analyse à partir d'échantillons réduits ayant subi un prétraitement pour en éliminer les matières non fibreuses¹⁴.

2. DÉFINITIONS

2.1. Lot – C'est la quantité de matériel qui est appréciée sur la base d'une série de résultats d'essais. Elle peut comprendre, par exemple, tout le matériel correspondant à une même livraison de tissu, tout le tissu tissé à partir d'une ensouple déterminée, une expédition de filés, une balle ou un groupe de balles de fibres brutes.

2.2. Échantillon global pour laboratoire – C'est la portion du lot qui a été prélevée en vue d'être représentative de l'ensemble et qui est envoyée au laboratoire. La taille et la nature de l'échantillon global pour laboratoire seront choisies de manière à neutraliser valablement les effets de la variabilité du lot et pour assurer la facilité des manipulations de laboratoire¹⁵.

2.3. Échantillon réduit – C'est la portion de l'échantillon global pour laboratoire qui est soumise à un prétraitement pour en éliminer les matières non fibreuses et sur laquelle sont prélevés ensuite des spécimens en vue de l'analyse. La taille et la nature de l'échantillon réduit seront choisies de manière à neutraliser valablement les effets de la variabilité de l'échantillon global pour laboratoire¹⁶.

2.4. Spécimen d'analyse ou prise d'essai – C'est la portion du matériel nécessaire pour donner un résultat analytique individuel, prélevée sur l'échantillon réduit.

3. PRINCIPE

L'échantillon réduit est choisi de manière à être représentatif de l'échantillon global pour laboratoire.

Les spécimens d'analyse sont prélevés sur un échantillon réduit de manière à ce qu'ils soient représentatifs de ce dernier.

¹⁴ Éventuellement, on peut prétraiter directement les spécimens d'analyse.

¹⁵ Pour les articles finis et confectionnés, voir point 7.

¹⁶ Voir point 1.

4. ÉCHANTILLONNAGE DE FIBRES LIBRES

4.1. Fibres non orientées – Constituer l'échantillon réduit en prélevant des touffes au hasard dans l'échantillon global pour laboratoire. Prélever la totalité de l'échantillon réduit, le mélanger convenablement à l'aide d'une carte de laboratoire¹⁷. Soumettre au prétraitement le voile ou le mélange, de même que les fibres adhérentes et celles qui s'échappent de l'appareil. Prélever ensuite, en proportion de la masse, les spécimens d'analyse sur le voile ou le mélange, parmi les fibres adhérentes et celles qui s'échappent de l'appareil.

Si la forme de voile de carte n'est guère affectée par le prétraitement, prélever les spécimens d'analyse de la façon décrite au point 4.2. Si le voile est dérangé par le prétraitement, choisir les spécimens en prélevant sur l'échantillon prétraité au moins 16 petites mèches de taille convenable, approximativement égales, et les réunir ensuite.

4.2. Fibres orientées (voiles de carte, rubans, mèches) – Couper dans des parties choisies au hasard de l'échantillon global pour laboratoire au moins 10 sections transversales pesant chacune 1 g environ. Soumettre l'échantillon réduit ainsi formé à l'opération de prétraitement. Réunir ensuite les sections en les plaçant côte à côte et former le spécimen d'analyse en coupant transversalement de manière à prélever une portion de chacune des 10 longueurs.

5. ÉCHANTILLONNAGE DES FILS

5.1. Fils en bobines ou en écheveaux – Utiliser toutes les bobines de l'échantillon global pour laboratoire.

Retirer de chaque bobine des longueurs continues, égales et appropriées, en bobinant des échevettes d'un même nombre de tours sur un dévidoir¹⁸ ou par tout autre moyen. Réunir les longueurs côte à côte, sous forme d'une échevette unique ou d'un câble et s'assurer que des longueurs égales de chaque bobine constituent l'échevette ou le câble.

Soumettre au prétraitement l'échantillon réduit ainsi formé.

Prélever les spécimens d'analyse sur l'échantillon réduit prétraité, en coupant un faisceau de fils d'égale longueur à partir de l'échevette ou du câble et en veillant à n'omettre aucun des fils qui y sont contenus.

Si t est le «tex» du fil, et n le nombre de bobines de l'échantillon global pour laboratoire, il faudra retirer de chaque bobine une longueur de fil de $10^6/Nt$ cm pour obtenir un échantillon réduit de 10 g.

Si nt est élevé, c'est-à-dire supérieur à 2 000, on peut constituer une échevette plus importante et la couper transversalement en deux endroits, de manière à obtenir un câble d'un poids approprié. Les extrémités d'un échantillon se présentant sous forme d'un câble seront convenablement liées avant d'effectuer le prétraitement et les spécimens d'analyse seront prélevés à une distance suffisante du nœud.

¹⁷ On peut remplacer la carte de laboratoire par un mélangeur de fibres ou par la méthode dite des «touffes et rejets».

¹⁸ Si les bobines peuvent être placées sur un râtelier approprié, il est possible d'en dérouler simultanément un certain nombre.

5.2. Fils sur ensouple – Prélever un échantillon réduit en coupant à l'extrémité de l'ensouple un faisceau d'au moins 20 cm de long et comprenant tous les fils, à l'exception des fils de lisière, qui sont rejetés. Lier le faisceau de fils par l'une de ses extrémités. Si l'échantillon est trop important pour effectuer un prétraitement global, le séparer en deux ou plusieurs portions qui seront chacune liées en vue du prétraitement et réunies après qu'elles auront été séparément prétraitées. Prélever un spécimen d'analyse de longueur appropriée sur l'échantillon réduit, en coupant suffisamment loin du nœud et en n'omettant aucun des fils de l'ensouple. Pour des ensouples comprenant N fils de t «tex», la longueur d'un spécimen pesant 1 g est de $10^5/Nt$ cm.

6. ÉCHANTILLONNAGE DE TISSU

6.1. Échantillon global pour laboratoire constitué d'un coupon unique représentatif du tissu

– Découper dans l'échantillon une bande diagonale allant d'un coin à l'autre et retirer les lisières. Cette bande constitue l'échantillon réduit. Pour obtenir un échantillon réduit de x g, la surface de la bande sera de $x10^4/G$ cm²,

G étant la mesure du tissu en g par m².

Après l'avoir soumise au prétraitement, couper la bande transversalement en quatre parties égales et superposer ces dernières. Prélever les spécimens d'analyse sur une partie quelconque du matériel ainsi préparé, en coupant au travers de toutes les couches, de manière à ce que tout spécimen comprenne une longueur égale de chacune d'elles.

Si le tissu présente un dessin tissé, la largeur de l'échantillon réduit, mesurée parallèlement à la direction de la chaîne, ne doit pas être inférieure à un rapport en chaîne du dessin. Si, cette condition étant remplie, l'échantillon réduit est trop grand pour être prétraité aisément en entier, il doit être coupé en parties égales qui seront prétraitées séparément, et ces parties seront superposées avant de prélever les spécimens d'analyse, mais en veillant à ce que les parties correspondantes du dessin ne coïncident pas.

6.2. Échantillon global pour laboratoire constitué de plusieurs coupons

– Analyser chaque coupon comme indiqué au point 6.1, puis donner chaque résultat séparément.

7. ÉCHANTILLONNAGE DES ARTICLES FINIS ET CONFECTIONNÉS

L'échantillon global pour laboratoire est normalement constitué d'un article fini et confectionné entier ou d'une fraction représentative de l'article.

Déterminer éventuellement le pourcentage des différentes parties n'ayant pas la même teneur en fibres afin de pouvoir vérifier le respect des dispositions de l'article 13.

Prélever un échantillon réduit représentatif de la partie de l'article fini et confectionné dont la composition doit être indiquée par l'étiquette. Si l'article confectionné comporte plusieurs étiquettes, prélever des échantillons réduits représentatifs de chaque partie correspondant à une étiquette donnée.

Si l'article dont il s'agit de déterminer la composition n'est pas homogène, il peut être nécessaire de prélever des échantillons réduits de chacune des parties de l'article et de

déterminer les proportions relatives des diverses parties par rapport à l'ensemble de l'article en cause.

Le calcul des pourcentages se fera alors en tenant compte des proportions relatives des parties échantillonnées.

Soumettre les échantillons réduits au prétraitement.

Prélever ensuite des spécimens d'analyse représentatifs des échantillons réduits prétraités.

II. Introduction aux méthodes d'analyse quantitative de mélanges de fibres textiles

Les méthodes d'analyse quantitative de fibres textiles en mélange sont fondées sur deux procédés principaux, celui de la séparation manuelle et celui de la séparation chimique des fibres.

Le procédé de séparation manuelle doit être choisi chaque fois que cela est possible, car il donne généralement des résultats plus précis que le procédé chimique. Il est applicable à tous les produits textiles dans lesquels les fibres composantes ne forment pas un mélange intime, comme par exemple dans le cas des fils composés de plusieurs éléments dont chacun est constitué d'une seule sorte de fibre, ou des tissus dans lesquels la fibre qui compose la chaîne est d'une nature différente de celle qui compose la trame, ou encore des tricotés démaillables composés de fils de natures diverses.

Le procédé d'analyse chimique quantitative des mélanges de fibres textiles est fondé généralement sur la solubilité sélective des composants individuels du mélange. Après élimination d'un des composants, le résidu insoluble est pesé et la proportion du composant soluble est calculée à partir de la perte de masse. La présente première partie de l'annexe reprend les informations communes à l'analyse par ce procédé, valables pour les mélanges de fibres considérés dans la présente annexe, quelle qu'en soit la composition. Ce document devra donc être utilisé en liaison avec ceux qui décrivent les procédures détaillées applicables à des mélanges de fibres particuliers. Il se peut que certaines analyses chimiques soient fondées sur un principe différent de celui de la solubilité sélective. Dans ce cas, des détails complets sont fournis dans la partie appropriée de la méthode applicable.

Les mélanges de fibres utilisés pendant la fabrication des produits textiles et, à un moindre degré, ceux qui se trouvent dans les produits finis contiennent parfois des matières non fibreuses, telles que des graisses, des cires ou des adjuvants, ou des produits solubles dans l'eau qui peuvent avoir une origine naturelle ou avoir été ajoutés pour faciliter la fabrication. Les matières non fibreuses doivent être éliminées avant l'analyse. C'est la raison pour laquelle une méthode de prétraitement permettant d'éliminer dans la majorité des cas les huiles, les graisses, les cires et les produits solubles dans l'eau est également décrite.

Par ailleurs, les textiles peuvent contenir des résines ou d'autres matières ajoutées en vue de leur conférer des propriétés spéciales. De telles matières, y compris les colorants dans certains cas exceptionnels, peuvent modifier l'action du réactif sur le composant soluble et, de plus, être partiellement ou totalement éliminées par les réactifs. Ces matières ajoutées peuvent donc entraîner des erreurs et doivent être éliminées avant d'analyser l'échantillon. Au cas où cette élimination est impossible, les méthodes d'analyses chimiques quantitatives décrites dans la présente annexe ne sont plus applicables.

Le colorant présent dans les fibres teintées est considéré comme faisant partie intégrante de la fibre et n'est pas éliminé.

Ces analyses sont effectuées sur la base de la masse anhydre et une méthode est fournie pour la déterminer.

Le résultat est obtenu en appliquant à la masse de chaque fibre à l'état sec les taux conventionnels indiqués à l'annexe IX du présent règlement.

Les fibres présentes dans le mélange doivent être identifiées avant de procéder aux analyses. Dans certaines méthodes, la partie insoluble des composants d'un mélange peut être partiellement solubilisée par le réactif utilisé pour dissoudre le ou les composants solubles.

Chaque fois que cela est possible, les réactifs ont un effet faible ou nul sur les fibres insolubles. Si on sait qu'une perte de masse apparaît lors de l'analyse, il convient d'en corriger le résultat; des facteurs de correction sont fournis à cette fin. Ces facteurs ont été déterminés dans différents laboratoires en traitant dans le réactif approprié, spécifié dans la méthode d'analyse, les fibres nettoyées lors du prétraitement.

Ces facteurs de correction ne s'appliquent qu'à des fibres normales et d'autres facteurs peuvent être nécessaires si les fibres ont été dégradées avant ou durant le traitement. Les méthodes proposées s'appliquent à des analyses individuelles.

Il conviendra d'effectuer au moins deux analyses sur des spécimens d'analyse distincts, en ce qui concerne aussi bien le procédé de séparation manuelle que celui de séparation chimique.

En cas de doute, sauf impossibilité technique, il est recommandé d'effectuer une autre analyse en utilisant une méthode permettant la dissolution de la fibre qui constituait le résidu dans le cas de la première méthode.

CHAPITRE 2

Méthodes d'analyse quantitative de certains mélanges binaires de fibres textiles

I. Informations générales communes aux méthodes à appliquer en vue de l'analyse chimique quantitative de mélanges de fibres textiles

I.1. Champ d'application

Dans le champ d'application de chaque méthode, il est précisé à quelles fibres cette méthode est applicable.

I.2. Principe

Après avoir identifié les composants d'un mélange, on élimine d'abord les matières non fibreuses par un prétraitement approprié, puis l'un des deux composants, généralement par solubilisation sélective¹⁹. On pèse le résidu insoluble et on calcule la proportion du composant soluble à partir de la perte de masse. Sauf difficultés techniques, il est préférable de dissoudre la fibre présente en plus grande proportion, afin d'obtenir comme résidu la fibre présente en plus faible proportion.

I.3. Matériel nécessaire

I.3.1. Appareillage

I.3.1.1. Creusets filtrants et pèse-filtres permettant l'incorporation des creusets, ou tout autre appareillage donnant des résultats identiques

I.3.1.2. Fiole à vide

I.3.1.3. Dessiccateur contenant du gel de silice coloré au moyen d'un indicateur

I.3.1.4. Étuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 ± 3 °C

I.3.1.5. Balance analytique sensible à 0,0002 g près

I.3.1.6. Appareil d'extraction Soxhlet ou appareillage permettant d'obtenir un résultat identique

I.3.2. Réactifs

I.3.2.1. Éther de pétrole redistillé bouillant entre 40 et 60° C

I.3.2.2. Les autres réactifs sont mentionnés dans les parties appropriées de la méthode. Tous les réactifs utilisés doivent être chimiquement purs.

I.3.2.3. Eau distillée ou désionisée

I.3.2.4. Acétone

¹⁹ La méthode n° 12 constitue une exception. Elle se base sur la détermination du contenu d'une substance constitutive de l'une des deux composantes.

I.3.2.5. Acide orthophosphorique

I.3.2.6. Urée

I.3.2.7. Bicarbonate de sodium

Tous les réactifs utilisés doivent être chimiquement purs.

I.4. Atmosphère de conditionnement et d'analyse

Comme on détermine des masses anhydres, il n'est pas nécessaire de conditionner les spécimens, ni de faire les analyses dans une atmosphère conditionnée.

I.5. Échantillon réduit

Choisir un échantillon réduit représentatif de l'échantillon global pour laboratoire et suffisant pour fournir tous les spécimens d'analyse nécessaires, de 1 g au minimum chacun.

I.6. Prétraitement de l'échantillon réduit²⁰

Si un élément n'entrant pas en ligne de compte pour le calcul des pourcentages (voir article 16 du présent règlement) est présent, on commencera par l'éliminer par une méthode appropriée n'affectant aucun des composants fibreux.

Dans ce but, les matières non fibreuses extractibles à l'éther de pétrole et à l'eau sont éliminées en traitant l'échantillon réduit, séché à l'air, à l'appareil Soxhlet, à l'éther de pétrole léger pendant une heure à un rythme minimal de 6 cycles par heure. Évaporer l'éther de pétrole de l'échantillon, qui sera ensuite extrait par traitement direct comportant un trempage d'une heure à l'eau à température ambiante suivi d'un trempage d'une heure à l'eau à 65 ± 5 °C en agitant de temps en temps, rapport de bain 1/100. Éliminer l'excès d'eau de l'échantillon par exprimage, application du vide ou centrifugation et laisser sécher ensuite l'échantillon à l'air.

Dans le cas de l'élastoléfine ou de mélanges de fibres contenant de l'élastoléfine et d'autres fibres (laine, poil, soie, coton, lin, chanvre, jute, abaca, alfa, coco, genêt, ramie, sisal, cupro, modal, protéinique, viscosse, acrylique, polyamide ou nylon, polyester, élastomultiester), la procédure décrite plus haut est légèrement modifiée en ce sens que l'éther de pétrole est remplacé par de l'acétone.

Dans le cas de mélanges binaires contenant de l'élastoléfine et de l'acétate, la procédure suivante sera appliquée comme prétraitement. Extraire l'échantillon pendant 10 minutes à 80 °C avec une solution contenant 25 g/l de 50 % d'acide orthophosphorique et 50 g/l d'urée. Rapport de bain 1/100. Laver l'échantillon dans l'eau, puis égoutter et laver dans une solution de bicarbonate de sodium de 0,1 % et enfin laver soigneusement dans l'eau.

Dans le cas où les matières non fibreuses ne peuvent être extraites à l'aide de l'éther de pétrole et à l'eau, on devra, pour les éliminer, remplacer le procédé à l'eau décrit plus haut par un procédé qui n'altère substantiellement aucun des composants fibreux. Toutefois, pour certaines fibres végétales naturelles écrues (jute, coco, par exemple), il est à remarquer que le prétraitement normal à l'éther de pétrole et à l'eau n'élimine pas toutes les substances non

²⁰ Voir chapitre 1.1.

fibreuses naturelles; malgré cela, on n'applique pas de prétraitements complémentaires, pour autant que l'échantillon ne contienne pas d'apprêts non solubles dans l'éther de pétrole et dans l'eau.

Dans les rapports d'analyse, les méthodes de prétraitement appliquées devront être décrites de façon détaillée.

1.7. Procédure d'analyse

1.7.1. Instructions générales

1.7.1.1. Séchage

Effectuer toutes les opérations de séchage pendant une durée non inférieure à 4 heures, ni supérieure à 16 heures, à 105 ± 3 °C, dans une étuve munie d'un passage pour l'air et dont la porte sera fermée pendant toute la durée du séchage. Si la durée de séchage est inférieure à 14 heures, vérifier qu'on a obtenu une masse constante. Celle-ci pourra être considérée comme atteinte lorsque la variation de masse, après un nouveau séchage de 60 minutes, sera inférieure à 0,05 %.

Éviter de manipuler les creusets et les pèse-filtres, les prises d'essais ou les résidus à mains nues pendant les opérations de séchage, de refroidissement et de pesage.

Sécher les spécimens dans un pèse-filtre dont le couvercle est placé à proximité. Après séchage, obturer le pèse-filtre avant de l'enlever de l'étuve et le placer rapidement dans le dessiccateur.

Sécher à l'étuve le creuset filtrant placé dans un pèse-filtre avec son couvercle à ses côtés. Après séchage, fermer le pèse-filtre et le transférer rapidement dans le dessiccateur.

Au cas où un appareillage autre que le creuset filtrant est employé, sécher à l'étuve de façon à déterminer la masse de fibres à l'état sec sans perte.

1.7.1.2. Refroidissement

Effectuer toutes les opérations de refroidissement dans le dessiccateur, celui-ci étant placé à côté de la balance, pendant une durée suffisante pour obtenir le refroidissement total des pèse-filtres et, en tout cas, une durée non inférieure à 2 heures.

1.7.1.3. Pesée

Après refroidissement, peser le pèse-filtre dans les 2 minutes suivant sa sortie du dessiccateur. Peser à 0,0002 g près.

1.7.2. Mode opératoire

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'analyse d'une masse d'au moins 1 g. Les fils ou l'étoffe sont découpés en parties de 10 mm de long environ qu'on désagrège autant que possible. Sécher le spécimen dans un pèse-filtre, refroidir dans un dessiccateur et peser. Transférer le spécimen dans le récipient de verre mentionné dans la partie appropriée de la méthode communautaire, repeser le pèse-filtre immédiatement après et calculer la masse anhydre du spécimen par différence. Compléter le processus d'analyse de la façon décrite dans

la partie appropriée de la méthode applicable. Examiner au microscope le résidu pour vérifier que le traitement a bien éliminé complètement la fibre soluble.

I.8. Calcul et expression des résultats

Exprimer la masse du composant insoluble sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres présentes dans le mélange. Le pourcentage du composant soluble est obtenu par différence. Calculer les résultats sur la base des masses de fibres pures à l'état sec auxquelles ont été appliqués, d'une part, les taux conventionnels et, d'autre part, les facteurs de correction nécessaires pour tenir compte des pertes de matière lors des opérations de prétraitement et d'analyse. Ces calculs se font en appliquant la formule donnée au point I.8.2.

I.8.1. Calcul du pourcentage de la masse du composant insoluble sec et pur, en ne tenant pas compte de la perte de masse subie par les fibres lors du prétraitement

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

où

$P_1\%$ est le pourcentage du composant insoluble sec et pur;

m est la masse du spécimen à l'état sec après prétraitement;

r est la masse du résidu à l'état sec;

d est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du composant insoluble dans le réactif lors de l'analyse. Les valeurs appropriées de « d » sont fournies dans les parties appropriées du texte de chaque méthode.

Bien entendu ces valeurs de « d » sont les valeurs normales applicables aux fibres non dégradées chimiquement.

I.8.2. Calcul du pourcentage de la masse du composant insoluble après application des taux conventionnels et des éventuels facteurs de correction, en tenant compte de la perte de masse occasionnée par le prétraitement

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

où

$P_{1A}\%$ est le pourcentage du composant insoluble, en tenant compte du taux conventionnel et de la perte de masse subie au cours du prétraitement;

P_1 est le pourcentage du composant insoluble sec et pur obtenu par la formule donnée au point I.8.1;

a_1 est le taux conventionnel du composant insoluble (voir annexe IX);

a_2 est le taux conventionnel du composant soluble (voir annexe IX);

b_1 est la perte de pourcentage du composant insoluble occasionnée par le prétraitement;

b_2 est la perte de pourcentage du composant soluble occasionnée par le prétraitement.

Le pourcentage du deuxième composant ($P_{2A}\%$) est égal à $100 - P_{1A}\%$.

Dans le cas où on applique un prétraitement spécial, les valeurs de b_1 et b_2 doivent être déterminées, si possible, en soumettant chacune des fibres composantes pures au prétraitement appliqué lors de l'analyse. Par fibres pures, il y a lieu d'entendre les fibres exemptes de toutes les matières non fibreuses, à l'exception de celles qu'elles contiennent normalement (de par leur nature ou en raison du procédé de fabrication), dans l'état (écru, blanchi) où elles se trouvent dans l'article soumis à l'analyse.

Au cas où on ne dispose pas de fibres composantes séparées et pures ayant servi à la fabrication de l'article soumis à l'analyse, il convient d'adopter les valeurs moyennes de b_1 et b_2 résultant d'essais effectués sur des fibres pures semblables à celles contenues dans le mélange examiné.

Si le prétraitement normal par extraction à l'éther de pétrole et à l'eau est appliqué, on peut en général négliger les facteurs de correction b_1 et b_2 , sauf dans le cas du coton écru, du lin écru et du chanvre écru, où on admet conventionnellement que la perte due au prétraitement est égale à 4 %, et dans le cas du polypropylène, où on admet conventionnellement qu'elle est égale à 1 %.

Dans le cas des autres fibres, on admet conventionnellement de ne pas tenir compte dans les calculs de la perte due au prétraitement.

II. Méthode d'analyse quantitative par séparation manuelle

II.1. Champ d'application

La méthode s'applique aux fibres textiles quelle que soit leur nature, à condition qu'elles ne forment pas un mélange intime et qu'il soit possible de les séparer à la main.

II.2. Principe

Après avoir identifié les composants du textile, on élimine d'abord les matières non fibreuses par un prétraitement approprié, puis on sépare les fibres à la main, on les sèche et on les pèse pour calculer la proportion de chaque fibre dans le mélange.

II.3. Matériel nécessaire

II.3.1. Pèse-filtres ou tout autre appareillage donnant des résultats identiques

II.3.2. Dessiccateur contenant du gel de silice coloré au moyen d'un indicateur

II.3.3. Étuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 ± 3 °C

II.3.4. Balance analytique sensible à 0,0002 g

II.3.5. Appareil d'extraction Soxhlet ou appareillage permettant d'obtenir un résultat identique

II.3.6. Aiguille

II.3.7. Torsiomètre ou appareil équivalent

II.4. Réactifs

II.4.1. Éther de pétrole redistillé bouillant entre 40 et 60 °C

II.4.2. Eau distillée ou désionisée

II.5. Atmosphère de conditionnement et d'analyse

Voir point I.4.

II.6. Échantillon réduit

Voir point I.5.

II.7. Prétraitement de l'échantillon réduit

Voir point I.6.

II.8. Procédure d'analyse

II.8.1. Analyse d'un fil

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'une masse d'au moins 1 g. Dans le cas d'un fil très fin, l'analyse peut être effectuée sur une longueur minimale de 30 m, quelle que soit sa masse.

Couper le fil en morceaux de longueur appropriée et en isoler les éléments à l'aide d'une aiguille et, si nécessaire, du torsiomètre. Les éléments ainsi isolés seront mis dans des pèse-filtres tarés et séchés à 105 ± 3 °C jusqu'à obtention d'une masse constante, comme décrit aux points I.7.1 et I.7.2.

II.8.2. Analyse d'un tissu

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'une masse d'au moins 1 g, en dehors de la lisière, aux bords taillés avec précision, sans effilochure, et parallèles aux fils de chaîne ou de trame ou, dans le cas de tissus à mailles, parallèles aux rangs et aux fils des mailles. Séparer les fils de nature différente, les recueillir dans des pèse-filtres tarés et poursuivre comme indiqué au point II.8.1.

II.9. Calcul et expression des résultats

Exprimer la masse de chacun des composants sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres présentes dans le mélange. Calculer les résultats sur la base des masses de fibres pures à l'état sec auxquelles ont été appliqués, d'une part, les taux conventionnels et, d'autre part, les facteurs de correction nécessaires pour tenir compte des pertes de matières lors des opérations de prétraitement.

II.9.1. Calcul des pourcentages des masses pures à l'état sec, en ne tenant pas compte de la perte de masse subie par la fibre lors du prétraitement:

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

$P_1\%$ est le pourcentage du premier composant sec et pur;

m_1 est la masse pure à l'état sec du premier composant;

m_2 est la masse pure à l'état sec du deuxième composant.

II.9.2. Calcul des pourcentages de chacun des composants après avoir appliqué les taux conventionnels et les éventuels facteurs de correction qui tiennent compte des pertes de masse subies lors du prétraitement (voir point I.8.2)

III.1. Précision des méthodes

La précision indiquée pour chaque méthode se rapporte à la reproductibilité.

La reproductibilité est la fidélité, c'est-à-dire la concordance entre les valeurs expérimentales obtenues dans le cas d'opérateurs travaillant dans des laboratoires différents ou à des moments différents, chacun d'eux obtenant avec la même méthode des résultats individuels sur un produit homogène identique.

La reproductibilité est exprimée par les limites de confiance des résultats pour un seuil de confiance de 95 %.

Par cela, on entend l'écart entre deux résultats qui, dans un ensemble d'analyses effectuées dans différents laboratoires, ne serait dépassé que dans 5 cas sur 100, en appliquant normalement et correctement la méthode sur un mélange homogène identique.

III.2. Rapport d'analyse

III.2.1. Indiquer que l'analyse a été effectuée conformément à la présente méthode.

III.2.2. Fournir des renseignements détaillés concernant les prétraitements spéciaux (voir point I.6).

III.2.3. Indiquer les résultats individuels ainsi que la moyenne arithmétique à la première décimale.

IV. Méthodes particulières

TABLEAU RÉCAPITULATIF

Méthodes	Champ d'application		Réactif
	Composant soluble	Composant insoluble	
N° 1	Acétate	Certaines autres fibres	Acétone

N° 2	Certaines fibres protéiniques	Certaines autres fibres	Hypochlorite
N° 3	Viscose, cupro ou certains types de modal	Coton, élastoléfine ou mélamine	Acide formique et chlorure de zinc
N° 4	Polyamide ou nylon	Certaines autres fibres	Acide formique à 80 %
N° 5	Acétate	Triacétate, élastoléfine ou mélamine	Alcool benzylique
N° 6	Triacétate ou polylactide	Certaines autres fibres	Dichlorométhane
N° 7	Certaines fibres celluloses	Polyester, élastomultiester ou élastoléfine	Acide sulfurique à 75 %
N° 8	Acryliques, certains modacryliques ou certaines chlorofibres	Certaines autres fibres	Diméthylformamide
N° 9	Certaines chlorofibres	Certaines autres fibres	Sulfure de carbone/acétone, 55,5/44,5
N° 10	Acétate	Certaines chlorofibres, élastoléfine ou mélamine	Acide acétique glacial
N° 11	Soie	Laine, poil, élastoléfine ou mélamine	Acide sulfurique à 75 %
N° 12	Jute	Certaines fibres animales	Méthode par dosage de l'azote
N° 13	Polypropylène	Certaines autres fibres	Xylène
N° 14	Certaines autres fibres	Chlorofibres (à base d'homopolymères de chlorure de vinyle), élastoléfine ou mélamine	Acide sulfurique concentré
N° 15	Chlorofibres, certains modacryliques, certains élasthannes, acétate, triacétate	Certaines autres fibres	Cyclohexanone
N° 16	Mélamine	Coton ou aramide	Acide formique chaud à 90 %

MÉTHODE N° 1

ACÉTATE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acétone)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. acétate (19)

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), soie (4), coton (5), lin (7) chanvre (8), jute (9), abaca (10), alfa (11), coco (12), genêt (13), ramie (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), protéinique (23), viscosse (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (35), élastomultiester (46), élastoléfine (47) et mélamine (48).

En aucun cas, cette méthode ne s'applique à l'acétate désacétylé en surface.

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate sont dissoutes à l'aide d'acétone à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, éventuellement corrigée, est exprimée sous forme d'un pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage d'acétate sec est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

Fioles coniques d'au moins 200 ml munies d'un bouchon rodé.

3.2. Réactif

Acétone.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter 100 ml d'acétone par gramme de spécimen contenu dans la fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, secouer la fiole, laisser pendant 30 minutes à la température ambiante en agitant de temps en temps et décanter ensuite le liquide à travers le creuset filtrant taré.

Répéter ce traitement encore deux fois (trois extractions au total), mais uniquement pendant 15 minutes chaque fois, de manière à ce que le temps total du traitement acétonique soit d'une heure. Transvaser le résidu dans le creuset filtrant. Laver le résidu dans le creuset filtrant au moyen d'acétone, en s'aidant du vide. Remplir à nouveau le creuset d'acétone qu'on laisse ensuite s'écouler naturellement, sans succion.

Finalemant, assécher le creuset à l'aide du vide, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00, sauf pour la mélamine, où elle est de 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 2

CERTAINES FIBRES PROTÉINIQUES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'hypochlorite)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. certaines fibres protéiniques, à savoir laine (1), poil (2 et 3), soie (4), protéinique (3)

avec

2. coton (5), cupro (21), viscose (25), acrylique (26), chlorofibre (27), polyamide ou nylon (30), polyester (35), polypropylène (37), élasthanne (43), verre textile (44), élastomultiester (46), élastoléfine (47) et mélamine (48).

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

2. PRINCIPE

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

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

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

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique de 250 ml munie d'un bouchon en verre rodé;

ii) Thermostat réglable à 20 (\pm 2) °C.

3.2. Réactifs

i) Réactif à base d'hypochlorite

a) Solution d'hypochlorite de lithium

Ce réactif est constitué d'une solution fraîchement préparée, d'une teneur en chlore actif de $35 (\pm 2)$ g/l (environ 1 M), à laquelle a été ajouté de l'hydroxyde de sodium préalablement dissous à raison de $5 (\pm 0,5)$ g/l. Pour préparer la solution, dissoudre 100 g d'hypochlorite de lithium présentant une teneur en chlore actif de 35 % (ou 115 g avec une teneur en chlore actif de 30 %) dans environ 700 ml d'eau distillée. Ajouter 5 g d'hydroxyde de sodium dissous dans environ 200 ml d'eau distillée et amener à 1 l avec H₂O distillée. Il n'est pas nécessaire de contrôler par iodométrie cette solution fraîchement préparée.

b) Solution d'hypochlorite de sodium

Cette solution est constituée d'une solution fraîchement préparée d'une teneur en chlore actif de $35 (\pm 2)$ g/l (environ 1 M), à laquelle a été ajouté de l'hydroxyde de sodium préalablement dissous à raison de $5 (\pm 0,5)$ g/l.

Vérifier par iodométrie, avant chaque analyse, le titre de la solution en chlore actif.

ii) Acide acétique dilué

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

4. MODE OPÉRATOIRE

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

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

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

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 3

VISCOSE, CUPRO OU CERTAINS TYPES DE MODAL ET COTON

(Méthode à l'acide formique et au chlorure de zinc)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. viscose (25) ou cupro (21), y compris certains types de modal (22),

avec

2. coton (5), élastoléfine (47) et mélamine (48).

Si on constate la présence d'une fibre de modal, il est nécessaire d'effectuer un test préliminaire pour vérifier si cette fibre est soluble dans le réactif.

Cette méthode n'est pas applicable aux mélanges dans lesquels le coton a subi une dégradation chimique excessive, ni lorsque la viscose ou le cupro est rendu incomplètement soluble par la présence de certains colorants ou d'apprêts qui ne peuvent être éliminés complètement.

2. PRINCIPE

Les fibres de viscose, de cupro ou de modal sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, à l'aide d'un réactif composé d'acide formique et de chlorure de zinc. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; après correction, sa masse est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de viscose, de cupro ou de modal sec est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

- i) Fioles coniques d'au moins 200 ml munies d'un bouchon rodé;
- ii) Dispositif permettant de maintenir les fioles à 40 (\pm 2) °C.

3.2. Réactifs

- i) Solution contenant 20 g de chlorure de zinc anhydre fondu et 68 g d'acide formique anhydre portée à 100 g avec de l'eau (soit 20 parties en masse de chlorure de zinc anhydre fondu dans 80 parties en masse d'acide formique à 85 % en masse).

Note:

À cet égard, l'attention est attirée sur le point I.3.2.2 prescrivant que tous les réactifs utilisés doivent être chimiquement purs; en outre, il est nécessaire d'utiliser uniquement du chlorure de zinc anhydre fondu.

ii) Solution d'hydroxyde d'ammonium: diluer 20 ml d'une solution concentrée d'ammoniaque (masse volumique: 0,880 g/ml) à 1 litre avec de l'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit. Introduire immédiatement le spécimen dans la fiole préchauffée à 40 °C. Ajouter 100 ml de solution d'acide formique et chlorure de zinc préchauffée à 40 °C par gramme de spécimen. Boucher la fiole et secouer vigoureusement. Maintenir la fiole et son contenu à 40 °C pendant deux heures et demie en agitant deux fois à intervalles d'une heure.

Filtrer le contenu de la fiole à travers un creuset filtrant taré et transférer dans le creuset, à l'aide du réactif, les fibres éventuellement présentes dans la fiole. Rincer avec 20 ml de réactif.

Laver à fond le creuset et le résidu à l'aide d'eau à 40 °C. Rincer le résidu fibreux avec environ 100 ml de solution froide d'ammoniaque [point 3.2.ii)], en s'assurant que ce résidu reste totalement immergé dans la solution pendant 10 minutes, puis rincer à fond avec de l'eau froide.

Ne pas appliquer le vide avant que le liquide de lavage ne se soit écoulé par gravité.

Éliminer enfin l'excès de liquide à l'aide du vide, sécher le creuset et son résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,02 pour le coton, de 1,01 pour la mélamine et de 1,00 pour l'élastoléfine.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

Sur un mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 2 pour un seuil de confiance de 95 %.

MÉTHODE N° 4

POLYAMIDE OU NYLON ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acide formique à 80 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. polyamide ou nylon (30),

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrylique (26), chlorofibre (27), polyester (35), polypropylène (37), verre textile (44), élastomultiester (46), élastoléfine (47) et mélamine (48).

Comme indiqué ci-dessus, cette méthode s'applique aussi aux mélanges contenant de la laine, mais, quand la proportion de cette dernière est supérieure à 25 %, on devra appliquer la méthode n° 2 (dissolution de la laine dans la solution d'hypochlorite de sodium alcalin).

2. PRINCIPE

Les fibres de polyamide sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, à l'aide d'acide formique. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de polyamide ou de nylon sec est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé

3.2. Réactifs

i) Acide formique à 80 % en masse, densité à 20 °C: 1,186. Amener 880 ml d'acide formique à 90 % en masse, densité à 20 °C: 1,204, à 1 l avec de l'eau. Ou encore, amener 780 ml d'acide formique entre 98 et 100 % en masse, densité à 20 °C: 1,220, à 1 l avec de l'eau.

La concentration n'est pas critique entre 77 et 83 % en masse d'acide formique.

ii) Ammoniaque diluée: amener 80 ml d'ammoniaque concentrée (densité à 20 °C: 0,880) à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit. Le spécimen, placé dans la fiole conique d'au moins 200 ml, est additionné de 100 ml d'acide formique par gramme de spécimen. Boucher, agiter pour mouiller le spécimen. Laisser reposer pendant 15 minutes à température ambiante en agitant de temps en temps. Filtrer le contenu de la fiole

sur un creuset filtrant taré, passer toutes les fibres dans le creuset par lavage de la fiole avec un peu d'acide formique.

Assécher le creuset par succion et laver le résidu sur le filtre, successivement avec de l'acide formique, de l'eau chaude, de l'ammoniaque diluée et finalement avec de l'eau froide. Assécher le creuset par succion après chaque addition. Ne pas appliquer la succion avant que chaque solution de lavage ne se soit écoulée par gravité.

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

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00, sauf pour la mélamine, où elle est de 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 5

ACÉTATE ET TRIACÉTATE

(Méthode à l'alcool benzylique)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

– acétate (19)

avec

– triacétate (24), élastoléfine (47) et mélamine (48).

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec au moyen d'alcool benzylique à 52 ± 2 °C.

Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée en pourcentage de la masse à l'état sec du mélange. Le pourcentage d'acétate sec est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé

ii) Agitateur mécanique

iii) Thermostat ou autre appareil permettant de maintenir la fiole à 52 ± 2 °C.

3.2. Réactifs

i) Alcool benzylique

ii) Alcool éthylique.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter à la prise d'essai contenue dans la fiole conique 100 ml d'alcool benzylique par gramme de spécimen. Insérer le bouchon, fixer la fiole sur le dispositif d'agitation de manière à ce qu'elle plonge dans le bain d'eau maintenu à 52 ± 2 °C et agiter pendant 20 minutes à cette température.

(On peut éventuellement remplacer l'agitation mécanique par une agitation manuelle vigoureuse.)

Décanner le liquide à travers le creuset filtrant taré. Ajouter dans la fiole une nouvelle portion d'alcool benzylique et agiter de nouveau à 52 ± 2 °C durant 20 minutes.

Décanner à travers le creuset. Répéter ce cycle d'opérations une troisième fois.

Verser enfin le liquide et le résidu dans le creuset; transférer les fibres qui pourraient rester dans la fiole, par addition d'une quantité supplémentaire d'alcool benzylique porté à 52 ± 2 °C. Essorer à fond le creuset.

Transférer les fibres dans une fiole, ajouter de l'alcool éthylique pour le rinçage; après agitation manuelle, décanter à travers le creuset filtrant.

Répéter cette opération de rinçage deux ou trois fois. Transférer le résidu dans le creuset et essorer à fond. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00, sauf pour la mélamine, où elle est de 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 6

TRIACÉTATES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au dichlorométhane)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. triacétate (24) ou polylactide (34)

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), soie (4), coton (5), (21), modal (22), viscose (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (35), verre textile (44), élastomultiester (46), élastoléfine (47) et mélamine (48).

Note

Les fibres de triacétate partiellement saponifiées par un apprêt spécial cessent d'être complètement solubles dans le réactif. Dans ce cas, la méthode n'est pas applicable.

2. PRINCIPE

Les fibres de triacétate ou de polylactide sont dissoutes à partir d'une masse connue de mélange à l'état sec, au moyen de dichlorométhane. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de triacétate ou de polylactide sec est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

FiOLE conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

3.2. Réactif

Dichlorométhane.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique de 200 ml 100 ml de dichlorométhane par gramme de spécimen, insérer le bouchon, agiter le flacon toutes les 10 minutes pour bien humecter le spécimen et laisser reposer le flacon pendant 30 minutes à température ambiante en agitant à intervalles réguliers. Décanter le liquide à travers le creuset filtrant taré. Ajouter 60 ml de dichlorométhane dans le flacon contenant le résidu, agiter manuellement et filtrer le contenu du flacon à travers le creuset filtrant. Transférer les fibres résiduelles dans le creuset par lavage à l'aide d'une petite quantité supplémentaire de

dichlorométhane. Appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide, remplir à nouveau le creuset de dichlorométhane et laisser s'écouler le liquide par gravité.

Enfin, appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide, puis traiter le résidu à l'eau bouillante pour éliminer tout le solvant, appliquer le vide, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00, sauf pour le polyester, l'élastomultiester, l'élastoléfine et la mélamine, où elle est de 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 7

CERTAINES FIBRES CELLULOSIQUES ET POLYESTER

(Méthode à l'acide sulfurique à 75 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. coton (5), lin (7), chanvre (8), ramie (14), cupro (21), modal (22), viscose (25)

avec

2. polyester (35), élastomultiester (46) et élastoléfine (47).

2. PRINCIPE

Les fibres cellulosiques sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, à l'aide d'acide sulfurique à 75 %. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. La proportion de fibres cellulosiques sèches est obtenue par différence.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 500 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Thermostat ou autre appareil permettant de maintenir le flacon à 50 ± 5 °C.

3.2. Réactifs

i) Acide sulfurique à 75 ± 2 % en masse.

Préparer, en ajoutant prudemment, en refroidissant, 700 ml d'acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C à 350 ml d'eau distillée.

Après refroidissement à la température ordinaire, porter le volume à 1 l avec de l'eau.

ii) Solution d'ammoniaque diluée

Étendre 80 ml de solution d'ammoniaque de densité à 0,88 à 20 °C à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter à la prise d'essai contenue dans la fiole conique d'au moins 500 ml 200 ml d'acide sulfurique à 75 % par gramme de spécimen, insérer le bouchon et agiter prudemment la fiole conique pour bien humecter la prise d'essai.

Maintenir le flacon à 50 ± 5 °C pendant une heure en agitant à intervalles réguliers de 10 minutes environ. Filtrer le contenu du flacon à travers un creuset filtrant taré en s'aidant du vide. Transférer les fibres résiduelles en lavant le flacon à l'aide d'un peu d'acide sulfurique à 75 %. Assécher le creuset à l'aide du vide et laver une première fois le résidu se trouvant sur le filtre en remplissant le creuset d'acide sulfurique à 75 % frais. N'appliquer le vide qu'après écoulement de l'acide par gravité.

Laver le résidu à plusieurs reprises à l'aide d'eau froide, deux fois avec la solution d'ammoniaque diluée, puis à fond avec de l'eau froide, en asséchant le creuset à l'aide du vide après chaque addition. Attendre que chaque portion de liquide de lavage se soit écoulée par gravité avant d'appliquer le vide. Éliminer enfin les dernières portions de liquide à l'aide du vide, sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 8

ACRYLIQUES, CERTAINS MODACRYLIQUES OU CERTAINES CHLOROFIBRES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au diméthylformamide)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. acryliques (26), certains modacryliques (29) ou certaines chlorofibres (27)²¹

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), polyamide ou nylon (30), polyester (35), élastomultiester (46), élastoléfine (47) et mélamine (48).

Elle s'applique également aux acryliques et à certains modacryliques traités au moyen de colorants prémétallisés, mais non à ceux traités au moyen de colorants chromatables.

2. PRINCIPE

Les fibres acryliques, certains modacryliques ou certaines chlorofibres sont dissous à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, au moyen de diméthylformamide à température de bain-marie bouillant. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé. Sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec et le pourcentage d'acryliques, de modacryliques ou de chlorofibres sèches est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Bain-marie bouillant.

3.2. Réactif

Diméthylformamide (point d'ébullition 153 ± 1 °C) ne contenant pas plus de 0,1 % d'eau.

Ce réactif étant toxique, il est recommandé de travailler sous une hotte.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

²¹ La solubilité de ces modacryliques ou chlorofibres dans le réactif est contrôlée avant de procéder à l'analyse.

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml 80 ml de diméthylformamide par gramme de spécimen préchauffé au bain-marie bouillant, insérer le bouchon, agiter de façon à humecter à fond la prise d'essai et maintenir dans le bain-marie bouillant pendant une heure. Agiter manuellement le flacon et son contenu à cinq reprises pendant cette période, en procédant prudemment.

Décanner le liquide à travers un creuset filtrant taré, en maintenant les fibres dans la fiole conique. Ajouter de nouveau 60 ml de diméthylformamide dans la fiole et chauffer encore pendant 30 minutes, agiter manuellement la fiole et son contenu à deux reprises pendant cette période, en procédant prudemment.

Filtrer le contenu de la fiole à travers le creuset filtrant en s'aidant du vide.

Transférer les fibres résiduelles dans le creuset en lavant la fiole au moyen de diméthylformamide. Appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Laver le résidu au moyen de 1 l environ d'eau chaude à 70-80 °C, le creuset étant chaque fois rempli d'eau.

Après chaque addition d'eau, appliquer brièvement le vide, mais seulement après que l'eau s'est écoulée spontanément. Si le liquide de lavage s'écoule trop lentement à travers le creuset, un léger vide peut être appliqué.

Sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

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

la laine: 1,01

le coton: 1,01

le cupro: 1,01

le modal: 1,01

le polyester: 1,01

l'élastomultiester: 1,01

la mélamine: 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 9

CERTAINES CHLOROFIBRES ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. certaines chlorofibres (27), à savoir certains polychlorures de vinyle, surchlorés ou non²²

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (35), verre textile (44), élastomultiester (46) et mélamine (48).

Si la teneur en laine ou en soie du mélange dépasse 25 %, il convient d'utiliser la méthode n° 2.

Si la teneur en polyamide ou en nylon du mélange dépasse 25 %, on utilisera la méthode n° 4.

2. PRINCIPE

Les fibres de chlorofibres sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, à l'aide du mélange azéotrope de sulfure de carbone et d'acétone. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage de fibres de polychlorure de vinyle sèches est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Agitateur mécanique.

3.2. Réactifs

i) Mélange azéotrope de sulfure de carbone et d'acétone (55,5 % de sulfure de carbone et 44,5 % d'acétone en volume). Ce réactif étant toxique, il est recommandé de travailler sous une hotte.

ii) Alcool éthylique à 92 % en volume ou alcool méthylique.

²² La solubilité des polychlorures de vinyle dans le réactif est contrôlée avant de procéder à l'analyse.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml 100ml de mélange azéotrope par gramme de spécimen. Obturer convenablement le flacon et agiter à température ambiante pendant 20 minutes au moyen de l'agitateur mécanique ou manuellement de façon vigoureuse.

Décanter le liquide surnageant à travers le creuset filtrant taré.

Répéter le traitement à l'aide de 100 ml de solvant frais. Continuer ce cycle d'opérations jusqu'à ce qu'une goutte de liquide d'extraction ne laisse plus de dépôt de polymère après évaporation sur un verre de montre. Transférer le résidu dans le creuset filtrant à l'aide d'une quantité supplémentaire de solvant, appliquer le vide pour éliminer le liquide et rincer le creuset et le résidu avec 20 ml d'alcool puis, à trois reprises, avec de l'eau. Laisser s'écouler le liquide de lavage par gravité avant d'appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

Note:

Les échantillons de certains mélanges à haute teneur en chlorofibre se contractent fortement pendant l'opération de séchage, ce qui entrave l'élimination de la chlorofibre par le solvant.

Cette contraction n'empêche toutefois pas la dissolution totale de la chlorofibre.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00, sauf pour la mélamine, où elle est de 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 10

ACÉTATE ET CERTAINES CHLOROFIBRES

(Méthode à l'acide acétique glacial)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. acétate (19)

avec

2. certaines chlorofibres (27), à savoir le polychlorure de vinyle, surchloré ou non, l'élastoléfine (47) et la mélamine (48).

2. PRINCIPE

Les fibres d'acétate sont dissoutes à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec, au moyen d'acide acétique glacial. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, éventuellement corrigée, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage d'acétate sec est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Agitateur mécanique.

3.2. Réactif

Acide acétique glacial (plus de 99 %). Ce réactif est très caustique et doit être manipulé avec précaution.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml 100 ml d'acide acétique glacial par gramme de spécimen. Fermer soigneusement le flacon et agiter pendant 20 minutes à température ambiante au moyen de l'agitateur mécanique ou manuellement de façon vigoureuse. Décanter le liquide surnageant à travers le creuset filtrant taré. Répéter ce traitement deux fois en utilisant chaque fois 100 ml de solvant frais, de manière à effectuer trois extractions au total.

Transférer le résidu dans le creuset filtrant, appliquer le vide pour éliminer le liquide et rincer le creuset et le résidu au moyen de 50 ml d'acide acétique glacial, puis à trois reprises au moyen d'eau. Après chaque rinçage, laisser s'écouler le liquide par gravité avant d'appliquer le vide. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer le résultat de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 11

SOIE ET LAINE OU POIL

(Méthode à l'acide sulfurique à 75 %)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. soie (4)

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), élastoléfine (47) et mélamine (48).

2. PRINCIPE

Les fibres de soie sont dissoutes à partir d'une masse sèche connue du mélange, au moyen d'acide sulfurique à 75 % en masse²³.

Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé. Sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse totale sèche du mélange. Le pourcentage de soie sèche est obtenu par différence.

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

3.1. Appareillage

Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

3.2. Réactifs

i) Acide sulfurique (75 ± 2 % en masse).

Préparer, en ajoutant prudemment, en refroidissant, 700 ml d'acide sulfurique, de densité 1,84 à 20 °C, à 350 ml d'eau distillée.

Après refroidissement à la température ambiante, porter le volume à 1 l avec de l'eau.

ii) Acide sulfurique dilué: ajouter lentement 100 ml d'acide sulfurique, de densité 1,84 à 20 °C, à 1 900 ml d'eau distillée.

iii) 200 ml d'ammoniaque diluée concentrée, de densité 0,880 à 20° C, sont portés à 1 000 ml par de l'eau.

²³ Les soies sauvages, telles que la soie tussah, ne sont pas complètement solubles dans l'acide sulfurique à 75 %.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter à la prise d'essai contenue dans une fiole conique d'au moins 200 ml 100 ml d'acide sulfurique à 75 % par gramme de spécimen et insérer le bouchon. Agiter vigoureusement et laisser reposer 30 minutes à température ambiante. Agiter à nouveau, laisser reposer 30 minutes.

Agiter une dernière fois et faire passer le contenu de la fiole sur le creuset filtrant taré. Entraîner les fibres restant éventuellement dans la fiole au moyen d'acide sulfurique à 75 %. Laver le résidu sur le creuset, successivement avec 50 ml d'acide sulfurique dilué, 50 ml d'eau et 50 ml d'ammoniaque diluée. Laisser chaque fois les fibres en contact avec le liquide pendant environ 10 minutes avant d'appliquer le vide. Rincer enfin à l'eau en laissant les fibres en contact avec l'eau pendant 30 minutes environ.

Appliquer le vide pour éliminer l'excès de liquide. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur «d» est de 0,985 pour la laine, de 1,00 pour l'élastoléfine et de 1,01 pour la mélamine.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 12

JUTE ET CERTAINES FIBRES D'ORIGINE ANIMALE

(Méthode par dosage de l'azote)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. jute (9)

avec

2. certaines fibres d'origine animale.

Ces dernières peuvent être constituées de poil (2 et 3) ou de laine (1) ou d'un mélange de poil et de laine. Il est entendu que cette méthode ne s'applique pas à des mélanges textiles comportant des matières non fibreuses (colorants, apprêts, etc.) à base d'azote.

2. PRINCIPE

On détermine la teneur en azote du mélange et on calcule, à partir de cette donnée et de la teneur en azote connue des deux composants, la proportion de chacun des composants du mélange.

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

3.1. Appareillage

- i) Ballon de digestion Kjeldahl de 200 à 300 ml.
- ii) Appareils à distiller Kjeldahl avec injection de vapeur.
- iii) Appareillage de titrage précis à 0,05 ml près.

3.2. Réactifs

- i) Toluène.
- ii) Méthanol.
- iii) Acide sulfurique de densité 1,84 à 20 °C.
- iv) Sulfate de potassium.
- v) Dioxyde de sélénium.
- vi) Solution d'hydroxyde de sodium (400 g/l). Dissoudre 400 g d'hydroxyde de sodium dans 400-500 ml d'eau et porter à 1 l avec de l'eau.

vii) Mélange d'indicateurs. Dissoudre 0,1 g de rouge de méthyle dans 95 ml d'éthanol et 5 ml d'eau, et mélanger cette solution avec 0,5 g de vert de bromocrésol dissous dans 475 ml d'éthanol et 25 ml d'eau.

viii) Solution d'acide borique. Dissoudre 20 g d'acide borique dans 1 l d'eau.

ix) Acide sulfurique 0,02 N (solution volumétrique étalon).

4. PRÉTRAITEMENT DE L'ÉCHANTILLON RÉDUIT

Le prétraitement requis dans les généralités est remplacé par le prétraitement suivant.

Extraire l'échantillon séché à l'air dans un appareil Soxhlet à l'aide d'un mélange d'un volume de toluène et de 3 volumes de méthanol pendant 4 heures à un rythme minimal de 5 cycles par heure. Exposer l'échantillon à l'air pour permettre l'évaporation du solvant et éliminer les dernières traces de ceux-ci par chauffage dans une étuve à 105 ± 3 °C. Extraire ensuite l'échantillon dans de l'eau (50 ml/g d'échantillon) en portant à ébullition sous reflux pendant 30 minutes. Filtrer, réintroduire l'échantillon dans le flacon et répéter l'extraction au moyen d'un volume identique d'eau. Filtrer, éliminer l'excès d'eau de l'échantillon par exprimage, succion ou centrifugation et sécher ensuite l'échantillon à l'air.

Note:

Le toluène et le méthanol sont toxiques et doivent être utilisés avec toute la prudence requise.

5. MODE OPÉRATOIRE

5.1. Instructions générales

Appliquer la procédure décrite dans les généralités en ce qui concerne le prélèvement, le séchage et la pesée du spécimen.

5.2. Instructions détaillées

Transférer le spécimen dans un ballon Kjeldahl. Ajouter au spécimen d'au moins 1 g contenu dans le ballon de digestion et en respectant l'ordre suivant, 2,5 g de sulfate de potassium, 0,1-0,2 g de dioxyde de sélénium et 10 ml d'acide sulfurique ($d = 1,84$). Chauffer le ballon, d'abord doucement, jusqu'à destruction totale des fibres, puis plus fortement, jusqu'à ce que la solution devienne claire et pratiquement incolore. Continuer à chauffer pendant 15 minutes. Laisser refroidir le ballon, diluer prudemment le contenu avec 10-20 ml d'eau, refroidir, transférer le contenu quantitativement dans un ballon gradué de 200 ml et porter au volume à l'aide d'eau pour obtenir la solution d'analyse. Introduire 20 ml environ de solution d'acide borique dans une fiole conique de 100 ml et placer cette dernière sous le réfrigérant de l'appareil à distiller Kjeldahl de manière que le tube de sortie plonge exactement sous la surface de la solution d'acide borique. Transférer exactement 10 ml de la solution d'analyse dans le ballon de distillation, ajouter au moins 5 ml de solution d'hydroxyde de sodium dans l'entonnoir, soulever légèrement le bouchon et laisser s'écouler lentement la solution d'hydroxyde de sodium dans le ballon. Si la solution d'analyse et la solution d'hydroxyde de sodium tendent à former deux couches séparées, mélanger celles-ci en agitant prudemment. Chauffer légèrement le ballon de distillation et introduire dans le liquide la vapeur en provenance du générateur. Recueillir 20 ml environ de distillat, abaisser la fiole conique de manière que l'extrémité du tube du réfrigérant soit située à 20 mm environ au-dessus de la

surface du liquide et distiller pendant une minute supplémentaire. Rincer l'extrémité du tube à l'aide d'eau en recueillant le liquide de lavage dans la fiole conique. Enlever cette dernière et placer une seconde fiole conique contenant 10 ml environ de solution d'acide borique, puis recueillir environ 10 ml de distillat.

Titre séparément les deux distillats avec l'acide sulfurique 0,02 N en utilisant le mélange d'indicateurs. Noter les résultats de titrage pour les deux distillats. Si le dosage du second distillat donne un résultat supérieur à 0,2 ml, répéter l'essai et recommencer la distillation sur une autre partie aliquote de la solution d'analyse.

Effectuer un essai à blanc, en soumettant les réactifs à la digestion et la distillation.

6. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

6.1. Calculer comme suit le pourcentage d'azote dans l'échantillon séché:

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

où

A = pourcentage d'azote dans l'échantillon sec et pur;

V = volume total en ml d'acide sulfurique étalon de l'essai;

b = volume total en ml d'acide sulfurique étalon de l'essai à blanc;

N = titre réel de l'acide sulfurique étalon;

W = masse (g) de la prise d'essai à l'état sec.

6.2. En utilisant les valeurs de 0,22 % pour la teneur en azote du jute et de 16,2 % pour celle des fibres d'origine animale, ces deux pourcentages étant exprimés sur la base de la masse des fibres à l'état sec, calculer le composition du mélange à l'aide de la formule suivante:

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

PA % = pourcentage de fibres d'origine animale dans l'échantillon pur à l'état sec.

7. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 13

POLYPROPYLENE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode au xylène)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. fibres de polypropylène (37)

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), soie (4), coton (5), acétate (19), cupro (21), modal (22), triacétate (24), viscose (25), acrylique (26), polyamide ou nylon (30), polyester (35), verre textile (44), élastomultiester (46) et mélamine (48).

2. PRINCIPE

La fibre de polypropylène est dissoute à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec par dissolution dans le xylène à l'ébullition. Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. La proportion de polypropylène est obtenue par différence.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Réfrigérant à reflux (adapté à des liquides à points d'ébullition élevés) à rodage adapté aux fioles coniques i).

3.2. Réactif

Xylène distillant entre 137 et 142 °C.

Note:

Ce réactif est très inflammable et dégage des vapeurs toxiques. Des précautions doivent être prises lors de son utilisation.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Ajouter à la prise d'essai placée dans la fiole conique [point 3.1 i)] 100 ml de xylène (point 3.2) par gramme de prise d'essai. Mettre en place le réfrigérant [point 3.1 ii)] et porter à l'ébullition, qui sera maintenue pendant 3 minutes.

Décanter immédiatement le liquide chaud sur le creuset en verre fritté taré (voir note 1). Répéter ce traitement encore deux fois en utilisant à chaque fois 50 ml de solvant frais.

Laver le résidu resté dans la fiole successivement par 30 ml de xylène bouillant (deux fois), puis à deux reprises par 75 ml à chaque fois d'éther de pétrole (point I.3.2.1 des généralités). Après le second lavage par l'éther de pétrole, filtrer le contenu de la fiole à travers le creuset filtrant et transférer les fibres résiduelles dans le creuset à l'aide d'une petite quantité supplémentaire d'éther de pétrole. Faire évaporer complètement le solvant. Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

Notes:

1. Le creuset filtrant sur lequel on décante le xylène doit être préchauffé.
2. Après les opérations au xylène bouillant, veiller à ce que la fiole contenant le résidu soit suffisamment refroidie avant d'y introduire l'éther de pétrole.
3. Afin d'atténuer pour les manipulateurs les dangers d'inflammabilité et de toxicité, des appareils d'extraction à chaud et des modes opératoires appropriés, donnant des résultats identiques, peuvent être utilisés²⁴.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00, sauf pour la mélamine, où elle est de 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

²⁴ Voir, par exemple, l'appareillage décrit dans *Melliand Textilberichte* 56 (1975), pp. 643 à 645.

MÉTHODE N° 14

CHLOROFIBRES (À BASE D'HOMOPOLYMÈRES DE CHLORURE DE VINYLE) ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acide sulfurique concentré)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. chlorofibres (27) à base d'homopolymères de chlorure de vinyle (surchloré ou non), élastoléfine (47)

avec

2. coton (5), acétate (19), cupro (21), modal (22), triacétate (24), viscose (25), certains acryliques (26), certains modacryliques (29), polyamide ou nylon (30), polyester (35), élastomultiester (46) et mélamine (48).

Les modacryliques concernés sont ceux qui donnent une solution limpide par immersion dans l'acide sulfurique concentré ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

Cette méthode peut être utilisée en lieu et place des méthodes n° 8 et n° 9.

2. PRINCIPE

Les constituants autres que la chlorofibre ou l'élastoléfine (c'est-à-dire les fibres mentionnées au point 1.2) sont éliminés d'une masse connue du mélange à l'état sec par dissolution dans l'acide sulfurique concentré ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

Le résidu, constitué de la chlorofibre ou de l'élastoléfine, est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. La proportion des deuxièmes constituants est obtenue par différence.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Baguette de verre à bout aplati.

3.2. Réactifs

i) Acide sulfurique concentré ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

ii) Acide sulfurique, solution aqueuse, acide sulfurique à environ 50 %.

Pour préparer ce réactif, ajouter avec précaution, et en refroidissant, 400 ml d'acide sulfurique ($d_{20} = 1,84$ g/ml) à 500 ml d'eau distillée ou désionisée. Lorsque la solution a été refroidie à la température ambiante, porter à 1 l avec de l'eau.

iii) Ammoniaque, solution diluée

Diluer avec de l'eau distillée 60 ml d'une solution d'ammoniaque concentrée ($d_{20} = 0,880 \text{ g/ml}$) pour obtenir 1 l.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit:

À la prise d'essai placée dans la fiole [point 3.1 i)], ajouter 100 ml d'acide sulfurique [point 3.2 i)] par gramme de prise d'essai.

Abandonner 10 minutes à température ambiante, en agitant de temps à autre la prise d'essai à l'aide de la baguette de verre. S'il s'agit d'un tissu ou d'un tricot, le coincer entre la paroi et la baguette de verre et exercer à l'aide la baguette une légère pression de façon à séparer la matière dissoute par l'acide sulfurique.

Décanner le liquide sur le creuset de verre fritté taré. Ajouter à nouveau, dans la fiole, 100 ml d'acide sulfurique [point 3.2 i)] et reprendre la même opération. Verser le contenu de la fiole sur le creuset et y entraîner le résidu fibreux en s'aidant de la baguette de verre. Au besoin, ajouter un peu de l'acide sulfurique concentré [point 3.2 i)] dans la fiole pour entraîner les restes des fibres adhérant aux parois. Vider le creuset par aspiration, éliminer le filtrat de la fiole à vide ou changer de fiole, puis laver le résidu dans le creuset successivement par la solution d'acide sulfurique à 50 % [point 3.2 ii)], de l'eau distillée ou désionisée (point I.3.2.3 des généralités), la solution d'ammoniaque [point 3.2 iii)], et enfin laver à fond avec de l'eau distillée ou désionisée, en vidant complètement le creuset par aspiration après chaque addition (ne pas appliquer l'aspiration au cours de l'opération de lavage, mais seulement après que le liquide s'est écoulé par gravité). Sécher le creuset et le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» est de 1,00, sauf pour la mélamine, où elle est de 1,01.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

MÉTHODE N° 15

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

(Méthode à la cyclohexanone)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. acétate (19), triacétate (24), chlorofibre (27), certains modacryliques (29) et certains élasthannes (43)

avec

2. laine (1), poil (2 et 3), soie (4), coton (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), polyamide ou nylon (30), acrylique (26), verre textile (44) et mélamine (48).

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

Pour l'analyse des mélanges contenant des chlorofibres, la méthode n° 9 ou la méthode n° 14 peuvent également être appliquées.

2. PRINCIPE

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

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

3.1. Appareillage

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

ii) Creuset filtrant destiné à contenir l'échantillon.

iii) Cloison poreuse de porosité 1.

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

v) Appareil de chauffage.

3.2. Réactifs

- i) Cyclohexanone, point d'ébullition à 156 °C.
- ii) Alcool éthylique, dilué à 50 % en volume.

Note:

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

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Verser dans le ballon de distillation 100 ml de cyclohexanone par gramme de matière, insérer le récipient d'extraction dans lequel ont été préalablement disposés le creuset filtrant contenant l'échantillon et la cloison poreuse maintenue légèrement inclinée. Introduire le réfrigérant à reflux. Porter à ébullition et poursuivre l'extraction pendant 60 minutes à un rythme minimal de 12 cycles par heure.

Après extraction et refroidissement, enlever le récipient d'extraction, en ôter le creuset filtrant et retirer la cloison poreuse. Laver trois ou quatre fois le contenu du creuset filtrant à l'alcool éthylique à 50 %, préchauffé à environ 60 °C, puis avec 1 l d'eau à 60 °C.

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

Sécher le creuset avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon indiquée dans les généralités; la valeur de «d» est de 1,00, sauf dans le cas de:

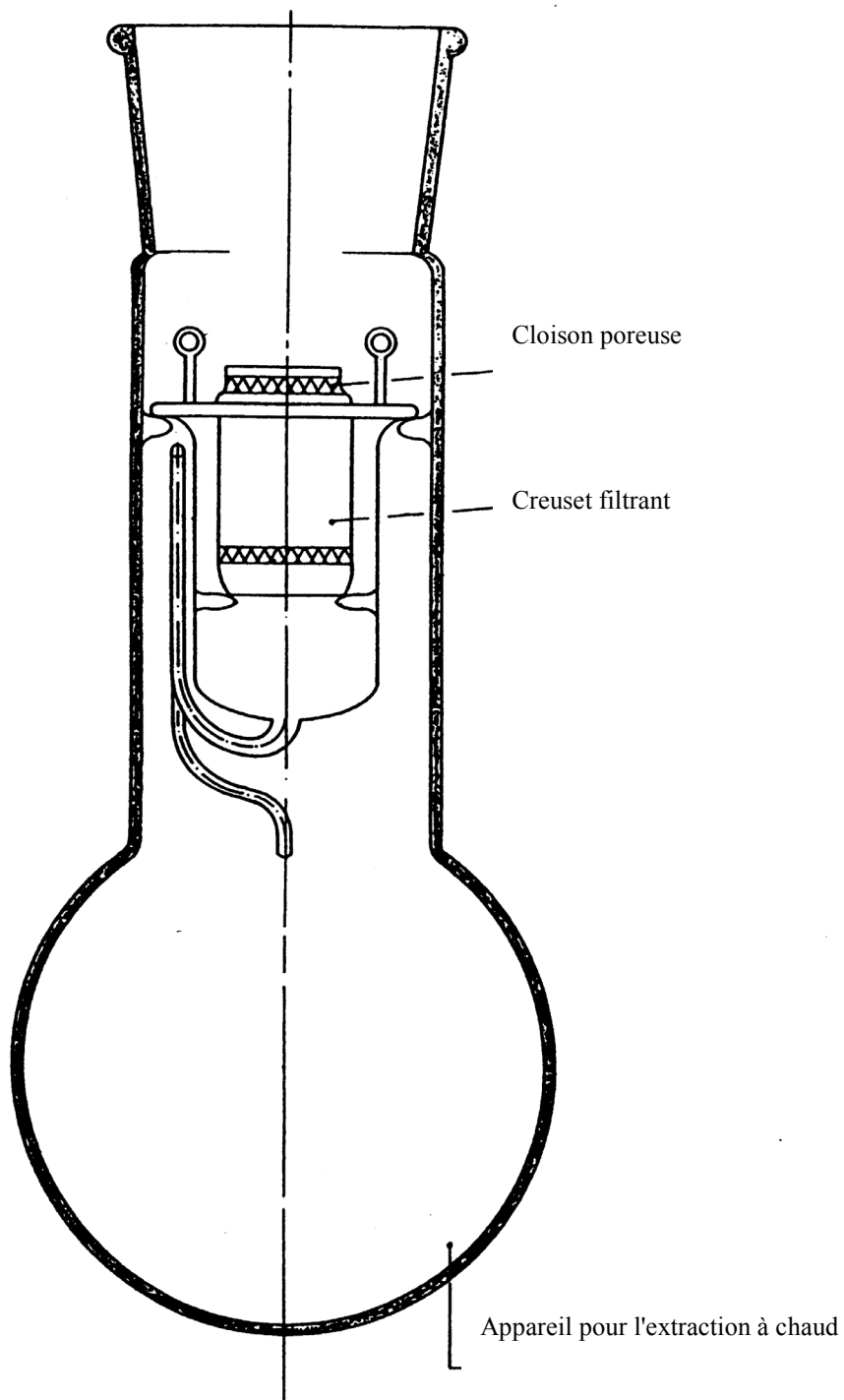
la soie et la mélamine: 1,01

l'acrylique: 0,98.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

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

Croquis visé au point 3.1 i) de la méthode n° 15



MÉTHODE N° 16

MÉLAMINE ET CERTAINES AUTRES FIBRES

(Méthode à l'acide formique chaud)

1. CHAMP D'APPLICATION

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

1. mélamine (47)

avec

2. coton (5) et aramide (31).

2. PRINCIPE

La mélamine est dissoute à partir d'une masse connue du mélange à l'état sec à l'aide d'acide formique à 90 %.

Le résidu est recueilli, lavé, séché et pesé; sa masse, corrigée si nécessaire, est exprimée en pourcentage de la masse du mélange à l'état sec. Le pourcentage des deuxièmes constituants est obtenu par différence.

Note: conserver strictement la gamme de températures recommandée, étant donné que la solubilité de la mélamine dépend très largement de la température.

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

3.1. Appareillage

i) Fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé.

ii) Bain-marie vibrant ou autre appareil agitateur maintenant la fiole à 90 ± 2 °C.

3.2. Réactifs

i) Acide formique à 90 % en masse, densité à 20 °C: 1,204). Amener 890 ml d'acide formique à 98-100 %, densité à 20 °C: 1,220), à 1 l avec de l'eau.

L'acide formique chaud est très corrosif et doit être manipulé avec précaution.

ii) Ammoniaque diluée: amener 80 ml d'ammoniaque concentrée (densité à 20 °C: 0,880) à 1 l avec de l'eau.

4. MODE OPÉRATOIRE

Appliquer la procédure décrite dans les généralités, puis procéder comme suit.

Le spécimen, placé dans la fiole conique d'au moins 200 ml munie d'un bouchon rodé, est additionné de 100 ml d'acide formique par gramme de spécimen. Boucher, agiter pour

mouiller le spécimen. Maintenir la fiole dans un bain-marie vibrant à 90 ± 2 °C pendant une heure, en l'agitant vigoureusement. Refroidir la fiole à température ambiante. Décanter le liquide sur un creuset filtrant taré. Ajouter 50 ml d'acide formique à la fiole contenant le résidu, agiter manuellement et filtrer le contenu de la fiole sur un creuset filtrant. Passer toutes les fibres résiduelles dans le creuset par lavage de la fiole avec une petite quantité supplémentaire d'acide formique. Assécher le creuset par succion et laver le résidu sur le filtre, successivement avec de l'acide formique, de l'eau chaude, de l'ammoniaque diluée et finalement avec de l'eau froide. Assécher le creuset par succion après chaque addition. Ne pas appliquer la succion tant que chaque solution de lavage ne s'est pas écoulée par gravité. Finalement, assécher le creuset par succion, le sécher avec le résidu, refroidir et peser.

5. CALCUL ET EXPRESSION DES RÉSULTATS

Calculer les résultats de la façon décrite dans les généralités. La valeur de «d» pour le coton et l'aramide est de 1,02.

6. PRÉCISION DE LA MÉTHODE

Sur un mélange homogène de matières textiles, les limites de confiance des résultats obtenus selon cette méthode ne sont pas supérieures à ± 2 pour un seuil de confiance de 95 %.

CHAPITRE 3

Analyse quantitative de mélanges ternaires de fibres textiles

INTRODUCTION

Le procédé d'analyse chimique quantitative des mélanges de fibres textiles est fondé généralement sur la solubilité sélective des composants individuels du mélange. Quatre variantes de ce procédé sont possibles.

1. On opère sur deux spécimens d'analyse différents en dissolvant un composant (a) du premier spécimen d'analyse et un autre composant (b) du deuxième spécimen d'analyse. Les résidus insolubles de chaque spécimen sont pesés et le pourcentage de chacun des deux composants solubles est calculé à partir des pertes de masse respectives. Le pourcentage du troisième composant (c) est calculé par différence.

2. On opère sur deux spécimens d'analyse différents en dissolvant un composant (a) du premier spécimen d'analyse et deux composants (a) et (b) du deuxième spécimen d'analyse. Le résidu insoluble du premier spécimen d'analyse est pesé et le pourcentage du composant (a) est calculé à partir de la perte de masse. Le résidu insoluble du deuxième spécimen d'analyse est pesé; il correspond au composant (c). Le pourcentage du troisième composant (b) est calculé par différence.

3. On opère sur deux spécimens d'analyse différents en dissolvant deux composants (a) et (b) du premier spécimen d'analyse et deux composants (b) et (c) du deuxième spécimen d'analyse. Les résidus insolubles correspondent respectivement aux composants (c) et (a). Le pourcentage du troisième composant (b) est calculé par différence.

4. On opère sur un seul spécimen d'analyse. Après dissolution d'un des composants, le résidu insoluble constitué des deux autres fibres est pesé et le pourcentage du composant soluble est calculé à partir de la perte de masse. Une des deux fibres du résidu est éliminée par dissolution. Le composant insoluble est pesé et le pourcentage du deuxième composant soluble est calculé à partir de la perte de masse.

Au cas où le choix est possible, il est recommandé d'utiliser l'une des trois premières variantes.

L'expert chargé de l'analyse doit veiller, dans le cas de l'analyse chimique, à choisir des méthodes prescrivant des solvants qui ne dissolvent que la ou les fibres voulues, en laissant non dissoutes la ou les autres fibres.

À titre d'exemple, il est donné au chapitre 3.VI un tableau présentant un certain nombre de mélanges ternaires, ainsi que les méthodes d'analyse de mélanges binaires qui peuvent, en principe, être employées pour l'analyse de ces mélanges ternaires.

Afin de réduire au minimum les possibilités d'erreur, il est recommandé d'effectuer l'analyse chimique, dans tous les cas où cela est possible, selon au moins deux des quatre variantes mentionnées plus haut.

Les fibres présentes dans le mélange doivent être identifiées avant de procéder aux analyses. Dans certaines méthodes chimiques, la partie insoluble des composants d'un mélange peut être partiellement solubilisée par le réactif utilisé pour dissoudre le ou les composants

solubles. Chaque fois que cela était possible, des réactifs ayant un effet faible ou nul sur les fibres insolubles ont été choisis. Si on sait qu'une perte de masse se produit lors de l'analyse, il est nécessaire d'en corriger le résultat; des facteurs de correction sont fournis à cette fin. Ces facteurs ont été déterminés dans différents laboratoires en traitant dans le réactif approprié, spécifié dans la méthode d'analyse, les fibres nettoyées lors du prétraitement. Ils ne s'appliquent qu'à des fibres normales et d'autres facteurs de correction peuvent être nécessaires si les fibres ont été dégradées avant ou durant le traitement. Au cas où on doit employer la quatrième variante, dans laquelle une fibre textile est soumise à l'action successive de deux solvants différents, il est nécessaire d'appliquer des facteurs de correction tenant compte des éventuelles pertes de masse subies par la fibre au cours des deux traitements. Il conviendra d'effectuer les déterminations au moins en double, en ce qui concerne aussi bien le procédé de séparation manuelle que celui de séparation par voie chimique.

I. Généralités sur les méthodes d'analyse chimique quantitative de mélanges ternaires de fibres textiles

Informations communes aux méthodes à appliquer en vue de l'analyse chimique quantitative de mélanges ternaires de fibres textiles

I.1. Champ d'application

Dans le champ d'application de chaque méthode d'analyse de mélanges binaires, il est précisé à quelles fibres cette méthode est applicable. (Voir chapitre 2 relatif à certaines méthodes d'analyse quantitative de mélanges binaires de fibres textiles.)

I.2. Principe

Après avoir identifié les composants d'un mélange, on élimine d'abord les matières non fibreuses par un prétraitement approprié, puis on applique une ou plusieurs des quatre variantes du procédé de dissolution sélective décrites dans l'introduction. Il est préférable, sauf difficultés techniques, de dissoudre les fibres présentes en plus grande proportion, afin d'obtenir comme résidu final la fibre présentes en plus faible proportion.

I.3. Appareillage et réactifs

I.3.1. Appareillage

I.3.1.1. Creusets filtrants et pèse-filtres permettant l'incorporation des creusets, ou tout autre appareillage donnant des résultats identiques

I.3.1.2. Fiole à vide

I.3.1.3. Dessiccateur contenant du gel de silice coloré au moyen d'un indicateur

I.3.1.4. Étuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 ± 3 °C

I.3.1.5. Balance analytique sensible à 0,0002 g près

I.3.1.6. Appareil d'extraction Soxhlet ou appareillage permettant d'obtenir un résultat identique

I.3.2. Réactifs

I.3.2.1. Éther de pétrole redistillé bouillant entre 40 et 60° C

I.3.2.2. Les autres réactifs sont mentionnés dans les parties appropriées de chaque méthode.

Tous les réactifs utilisés doivent être chimiquement purs.

I.3.2.3. Eau distillée ou désionisée

I.3.2.4. Acétone

I.3.2.5. Acide orthophosphorique

I.3.2.6. Urée

I.3.2.7. Bicarbonate de sodium

I.4. Atmosphère de conditionnement et d'analyse

Comme on détermine des masses anhydres, il n'est pas nécessaire de conditionner les spécimens, ni de faire les analyses dans une atmosphère conditionnée.

I.5. Échantillon réduit

Choisir un échantillon réduit représentatif de l'échantillon global pour laboratoire et suffisant pour fournir tous les spécimens d'analyse nécessaires de 1 g minimum chacun.

I.6. Prétraitement de l'échantillon réduit²⁵

Si un élément n'entrant pas en ligne de compte pour le calcul des pourcentages (voir article 16 du présent règlement) est présent, on commencera par l'éliminer par une méthode appropriée n'affectant aucun des composants fibreux.

Dans ce but, les matières non fibreuses extractibles à l'éther de pétrole et à l'eau sont éliminées en traitant l'échantillon réduit, séché à l'air, à l'appareil Soxhlet, à l'éther de pétrole pendant une heure à un rythme minimum de 6 cycles par heure. Évaporer l'éther de pétrole de l'échantillon, qui sera ensuite extrait par traitement direct comportant un trempage d'une heure à l'eau à température ambiante suivi d'un trempage d'une heure à l'eau à 65 ± 5 °C en agitant de temps en temps, rapport de bain 1/100. Éliminer l'excès d'eau de l'échantillon par exprimage, application du vide ou centrifugation et laisser sécher ensuite l'échantillon à l'air.

Dans le cas de l'élastoléfine ou de mélanges de fibres contenant de l'élastoléfine et d'autres fibres (laine, poil, soie, coton, lin, chanvre, jute, abaca, alfa, coco, genêt, ramie, sisal, cupro, modal, protéinique, viscose, acrylique, polyamide ou nylon, polyester, élastomultiester), la procédure décrite plus haut est légèrement modifiée en ce sens que l'éther de pétrole est remplacé par l'acétone.

Dans le cas où les matières non fibreuses ne peuvent être extraites à l'aide de l'éther de pétrole et à l'eau, on devra, pour les éliminer, remplacer le procédé à l'eau décrit plus haut par un

²⁵ Voir chapitre 1.1.

procédé qui n'altère substantiellement aucun des composants fibreux. Toutefois, pour certaines fibres végétales naturelles écrues (jute, coco, par exemple), il est à remarquer que le prétraitement normal à l'éther de pétrole et à l'eau n'élimine pas toutes les substances non fibreuses naturelles; malgré cela, on n'applique pas de prétraitements complémentaires, pour autant que l'échantillon ne contienne pas d'apprêts non solubles dans l'éther de pétrole et dans l'eau.

Dans les rapports d'analyse, les méthodes de prétraitement appliquées devront être décrites de façon détaillée.

1.7. Procédure d'analyse

1.7.1. Instructions générales

1.7.1.1. Séchage

Effectuer toutes les opérations de séchage pendant une durée non inférieure à 4 heures, ni supérieure à 16 heures, à 105 ± 3 °C, dans une étuve munie d'un passage pour l'air et dont la porte sera fermée pendant toute la durée du séchage. Si la durée de séchage est inférieure à 14 heures, vérifier qu'on a obtenu une masse constante. Celle-ci pourra être considérée comme atteinte lorsque la variation de masse, après un nouveau séchage de 60 minutes, sera inférieure à 0,05 %.

Éviter de manipuler les creusets et les pèse-filtres, les prises d'essais ou les résidus à mains nues pendant les opérations de séchage, de refroidissement et de pesage.

Sécher les spécimens dans un pèse-filtre dont le couvercle est placé à proximité. Après séchage, obturer le pèse-filtre et le placer rapidement dans le dessiccateur.

Sécher à l'étuve le creuset placé dans un pèse-filtre avec son couvercle à ses côtés. Après séchage, fermer le pèse-filtre et le transférer rapidement dans le dessiccateur.

Au cas où un appareillage autre que le creuset filtrant est employé, sécher à l'étuve de façon à déterminer la masse des fibres à l'état sec sans perte.

1.7.1.2. Refroidissement

Effectuer toutes les opérations de refroidissement dans le dessiccateur, celui-ci étant placé à côté de la balance, pendant une durée suffisante pour obtenir le refroidissement total des pèse-filtres et, en tout cas, une durée non inférieure à 2 heures.

1.7.1.3. Pesée

Après refroidissement, peser le pèse-filtre dans les 2 minutes suivant sa sortie du dessiccateur. Peser à 0,0002 g près.

1.7.2. Mode opératoire

Prélever sur l'échantillon prétraité des spécimens d'une masse d'au moins 1 g. Les fils ou l'étoffe sont découpés en parties de 10 mm de long environ, qu'on désagrège autant que possible. Sécher le(s) spécimen(s) dans un pèse-filtre, refroidir dans un dessiccateur et peser. Transférer le(s) spécimen(s) dans le(s) récipient(s) de verre mentionné(s) dans la partie

appropriée de la méthode communautaire, repeser le(s) pèse-filtre(s) immédiatement après et calculer la masse anhydre du (des) spécimen(s) par différence. Compléter le processus d'analyse de la façon décrite dans la partie appropriée de la méthode applicable. Après pesée, examiner au microscope le résidu pour vérifier que le traitement a bien éliminé complètement la ou les fibres solubles.

I.8. Calcul et expression des résultats

Exprimer la masse de chaque composant sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres présentes dans le mélange. Calculer les résultats sur la base des masses de fibres pures à l'état sec auxquelles ont été appliqués, d'une part, les taux conventionnels et, d'autre part, les facteurs de correction nécessaires pour tenir compte des pertes de matière non fibreuse lors des opérations de prétraitement et d'analyse.

I.8.1. Calcul des pourcentages des masses de fibres pures à l'état sec, en ne tenant pas compte des pertes de masse subies par les fibres lors du prétraitement

I.8.1.1. – VARIANTE 1 –

Formules à appliquer dans le cas où un composant du mélange est éliminé d'un seul spécimen et un autre composant d'un deuxième spécimen:

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

$$P_2 \% = \left[\frac{d_4}{d_3} - d_4 \times \frac{r_2}{m_2} + \frac{r_1}{m_1} \times \left(1 - \frac{d_4}{d_3} \right) \right] \times 100$$

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

$P_1\%$ est le pourcentage du premier composant sec et pur (composant du premier spécimen dissous dans le premier réactif);

$P_2\%$ est le pourcentage du deuxième composant sec et pur (composant du deuxième spécimen dissous dans le deuxième réactif);

$P_3\%$ est le pourcentage du troisième composant sec et pur (composant non dissous dans les deux spécimens);

m_1 est la masse du premier spécimen à l'état sec après prétraitement;

m_2 est la masse du deuxième spécimen à l'état sec après prétraitement;

r_1 est la masse du résidu à l'état sec après élimination du premier composant du premier spécimen dans le premier réactif;

r_2 est la masse du résidu à l'état sec après élimination du deuxième composant du deuxième spécimen dans le deuxième réactif;

d_1 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse dans le premier réactif du deuxième composant non dissous dans le premier spécimen²⁶,

d_2 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse dans le premier réactif du troisième composant non dissous dans le premier spécimen;

d_3 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse dans le deuxième réactif du premier composant non dissous dans le deuxième spécimen;

d_4 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse dans le second réactif du troisième composant non dissous dans le deuxième spécimen.

I.8.1.2. – VARIANTE 2 –

Formules à appliquer dans le cas où on élimine un composant (a) du premier spécimen d'analyse, avec comme résidu les deux autres composants (b) et (c), et deux composants (a) et (b) du deuxième spécimen d'analyse, avec comme résidu le troisième composant (c):

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

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

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

$P_1\%$ est le pourcentage du premier composant sec et pur (composant du premier spécimen dissous dans le premier réactif);

$P_2\%$ est le pourcentage du deuxième composant sec et pur (composant soluble, en même temps que le premier composant du deuxième spécimen dans le deuxième réactif);

$P_3\%$ est le pourcentage du troisième composant sec et pur (composant non dissous dans les deux spécimens);

m_1 est la masse du premier spécimen à l'état sec après prétraitement;

m_2 est la masse du deuxième spécimen à l'état sec après prétraitement;

r_1 est la masse du résidu à l'état sec après élimination du premier composant du premier spécimen dans le premier réactif;

r_2 est la masse du résidu à l'état sec après élimination des premier et deuxième composants du deuxième spécimen dans le deuxième réactif;

d_1 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse dans le premier réactif du deuxième composant non dissous dans le premier spécimen;

²⁶ Les valeurs de «d» sont indiquées au chapitre 2 de la présente annexe relative aux diverses méthodes d'analyse des mélanges binaires.

d_2 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse dans le premier réactif du troisième composant non dissous dans le premier spécimen;

d_4 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse dans le deuxième réactif du troisième composant non dissous dans le deuxième spécimen.

I.8.1.3. – VARIANTE 3 –

Formules à appliquer dans le cas où on élimine deux composants (a) et (b) d'un spécimen, avec comme résidu le troisième composant (c), puis deux composants (b) et (c) d'un autre spécimen, avec comme résidu le premier composant (a):

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

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

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

$P_1\%$ est le pourcentage du premier composant sec et pur (composant dissous par le réactif);

$P_2\%$ est le pourcentage du deuxième composant sec et pur (composant dissous par le réactif);

$P_3\%$ est le pourcentage du troisième composant sec et pur (composant dissous dans le deuxième spécimen par le réactif);

m_1 est la masse du premier spécimen à l'état sec après prétraitement;

m_2 est la masse du deuxième spécimen à l'état sec après prétraitement;

r_1 est la masse du résidu à l'état sec après élimination des premier et deuxième composants du premier spécimen avec le premier réactif;

r_2 est la masse du résidu à l'état sec après élimination des deuxième et troisième composants du deuxième spécimen avec le deuxième réactif;

d_2 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du premier réactif du troisième composant non dissous dans le premier spécimen;

d_3 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du deuxième réactif du premier composant non dissous dans le deuxième spécimen.

I.8.1.4. – VARIANTE 4 –

Formules à appliquer dans le cas où on élimine successivement deux composants du mélange du même spécimen:

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

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

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

$P_1\%$ est le pourcentage du premier composant sec et pur (premier composant soluble);

$P_2\%$ est le pourcentage du deuxième composant sec et pur (deuxième composant soluble);

$P_3\%$ est le pourcentage du troisième composant sec et pur (composant insoluble);

m est la masse du spécimen à l'état sec après prétraitement;

r_1 est la masse du résidu à l'état sec après élimination du premier composant par le premier réactif;

r_2 est la masse du résidu à l'état sec après élimination des premier et deuxième composants par les premier et deuxième réactifs;

d_1 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du deuxième composant dans le premier réactif;

d_2 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du troisième composant dans le premier réactif;

d_3 est le facteur de correction qui tient compte de la perte de masse du troisième composant dans les premier et deuxième réactifs.

1.8.2. Calcul des pourcentages de chaque composant après application des taux conventionnels et des éventuels facteurs de correction, en tenant compte des pertes de masse occasionnées par le prétraitement

Si

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

alors

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

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

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

$P_1A\%$ est le pourcentage du premier composant sec et pur, en tenant compte de la teneur en humidité et de la perte de masse lors du prétraitement;

$P_2A\%$ est le pourcentage du deuxième composant sec et pur, en tenant compte de la teneur en humidité et de la perte de masse lors du prétraitement;

$P_3A\%$ est le pourcentage du troisième composant sec et pur, en tenant compte de la teneur en humidité et de la perte de masse lors du prétraitement;

P_1 est le pourcentage du premier composant sec et pur obtenu par l'une des formules données au point I.8.1;

P_2 est le pourcentage du deuxième composant sec et pur obtenu par l'une des formules données au point I.8.1;

P_3 est le pourcentage du troisième composant sec et pur obtenu par l'une des formules données au point I.8.1;

a_1 est le taux conventionnel du premier composant;

a_2 est le taux conventionnel du deuxième composant;

a_3 est le taux conventionnel du troisième composant;

b_1 est le pourcentage de la perte de masse du premier composant occasionnée par le prétraitement;

b_2 est le pourcentage de la perte de masse du deuxième composant occasionnée par le prétraitement;

b_3 est le pourcentage de la perte de masse du troisième composant occasionnée par le prétraitement.

Dans le cas où on applique un prétraitement spécial, les valeurs de b_1 , b_2 et b_3 doivent être déterminées, si possible, en soumettant chacune des fibres composantes pures au prétraitement appliqué lors de l'analyse. Par fibres pures, il y a lieu d'entendre les fibres exemptes de toutes les matières non fibreuses, à l'exception de celles qu'elles contiennent normalement (par leur nature ou en raison du procédé de fabrication), dans l'état (écru, blanchi) où elles se trouvent dans l'article soumis à l'analyse.

Au cas où on ne dispose pas de fibres composantes séparées et pures ayant servi à la fabrication de l'article soumis à l'analyse, il convient d'adopter les valeurs moyennes de b_1 , b_2 et b_3 résultant d'essais effectués sur des fibres pures semblables à celles contenues dans le mélange examiné.

Si le prétraitement normal par extraction à l'éther de pétrole et à l'eau est appliqué, on peut en général négliger les valeurs de b_1 , b_2 et b_3 , sauf dans le cas du coton écru, du lin écru et du chanvre écru, où on admet conventionnellement que la perte due au prétraitement est égale à 4 %, et dans le cas du polypropylène, où on admet conventionnellement qu'elle est égale à 1 %.

Dans le cas des autres fibres, on admet conventionnellement de ne pas tenir compte dans les calculs de la perte due au prétraitement.

I.8.3. Note:

Des exemples de calcul sont donnés au chapitre 3.V.

II. Méthode d'analyse quantitative par séparation manuelle de mélanges ternaires de fibres textiles

II.1. Champ d'application

La méthode s'applique aux fibres textiles quelle que soit leur nature, à condition qu'elles ne forment pas un mélange intime et qu'il soit possible de les séparer à la main.

II.2. Principe

Après avoir identifié les composants du textile, on élimine d'abord les matières non fibreuses par un prétraitement approprié, puis on sépare les fibres à la main, on les sèche et on les pèse pour calculer la proportion de chaque fibre dans le mélange.

II.3. Matériel nécessaire

II.3.1. Pèse-filtres ou tout autre appareillage donnant des résultats identiques

II.3.2. Dessiccateur contenant du gel de silice coloré au moyen d'un indicateur

II.3.3. Étuve ventilée pour sécher les spécimens à 105 ± 3 °C

II.3.4. Balance analytique sensible à 0,0002 g près

II.3.5. Appareil d'extraction Soxhlet ou appareillage permettant d'obtenir un résultat identique

II.3.6. Aiguille

II.3.7. Torsiomètre ou appareil équivalent

II.4. Réactifs

II.4.1. Éther de pétrole redistillé bouillant entre 40 et 60 °C

II.4.2. Eau distillée ou désionisée

II.5. Atmosphère de conditionnement et d'analyse

Voir point I.4.

II.6. Échantillon réduit

Voir point I.5.

II.7. Prétraitement de l'échantillon réduit

Voir point I.6.

II.8. Procédure d'analyse

II.8.1. Analyse du fil

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'une masse d'au moins 1 g. Dans le cas d'un fil très fin, l'analyse peut être effectuée sur une longueur minimum de 30 m, quelle que soit sa masse.

Couper le fil en morceaux de longueur appropriée et en isoler les éléments à l'aide d'une aiguille et, si nécessaire, du torsiomètre. Les éléments ainsi isolés seront mis dans des pèse-filtres tarés et séchés à 105 ± 3 °C, jusqu'à obtention d'une masse constante, comme décrit aux points I.7.1 et I.7.2.

II.8.2. Analyse d'un tissu

Prélever sur l'échantillon prétraité un spécimen d'une masse d'au moins 1 g, en dehors de la lisière, aux bords taillés avec précision, sans effilochure, et parallèles aux fils de chaîne ou de trame ou, dans le cas de tissus à mailles, parallèles aux rangs et aux fils des mailles. Séparer les fils de nature différente, les recueillir dans des pèse-filtres tarés et poursuivre comme indiqué au point II.8.1.

II.9. Calcul et expression des résultats

Exprimer la masse de chacun des composants sous forme d'un pourcentage de la masse totale des fibres présentes dans le mélange. Calculer les résultats sur la base des masses de fibres pures à l'état sec auxquelles ont été appliqués, d'une part, les taux conventionnels et, d'autre part, les facteurs de correction nécessaires pour tenir compte des pertes de masse lors des opérations de prétraitement.

II.9.1. Calcul des pourcentages de masses pures à l'état sec, en ne tenant pas compte des pertes de masse subies par les fibres lors du prétraitement:

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

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

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

$P_1\%$ est le pourcentage du premier composant pur à l'état sec;

$P_2\%$ est le pourcentage du deuxième composant pur à l'état sec;

$P_3\%$ est le pourcentage du troisième composant pur à l'état sec;

m_1 est la masse pure à l'état sec du premier composant;

m_2 est la masse pure à l'état sec du deuxième composant;

m_3 est la masse pure à l'état sec du troisième composant.

II.9.2. Calcul des pourcentages de chacun des composants après avoir appliqué les taux de reprise conventionnels et les éventuels facteurs de correction qui tiennent compte des pertes de masse subies lors du prétraitement (voir point I.8.2).

III. Méthode d'analyse quantitative, par séparation manuelle et par séparation par voie chimique combinées, de mélanges ternaires de fibres textiles

Dans toute la mesure du possible, il y a lieu de procéder à la séparation manuelle et de tenir compte des proportions des éléments séparés avant de passer aux dosages éventuels par voie chimique sur chacun des éléments séparés.

IV.1. Précision des méthodes

La précision indiquée pour chaque méthode d'analyse de mélanges binaires se rapporte à la reproductibilité (voir chapitre 2 relatif à certaines méthodes d'analyse quantitative de mélanges binaires de fibres textiles).

La reproductibilité est la fidélité, c'est-à-dire la concordance entre les valeurs expérimentales obtenues dans le cas d'opérateurs travaillant dans des laboratoires différents ou à des moments différents, chacun d'eux obtenant avec la même méthode des résultats individuels sur un produit homogène identique.

La reproductibilité est exprimée par les limites de confiance des résultats pour un seuil de confiance de 95 %.

Par cela, on entend l'écart entre deux résultats qui, dans un ensemble d'analyses effectuées dans différents laboratoires, ne serait dépassé que dans 5 cas sur 100, en appliquant normalement et correctement la méthode sur un mélange homogène identique.

Pour déterminer la précision de l'analyse d'un mélange ternaire, on applique normalement les valeurs indiquées dans les méthodes d'analyse de mélanges binaires qui ont été employées pour analyser le mélange ternaire.

Étant donné que, pour les quatre variantes de l'analyse chimique quantitative de mélanges ternaires, il est prévu deux dissolutions (sur deux spécimens distincts pour les trois premières variantes et sur le même spécimen pour la quatrième) et, en admettant qu'on désigne par E_1 et E_2 les précisions des deux méthodes d'analyse de mélanges binaires, la précision des résultats pour chaque composant figure dans le tableau suivant:

Fibre composante	Variantes		
	1	2 et 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

Si on utilise la quatrième variante, la précision peut se révéler inférieure à celle calculée comme indiquée ci-dessus, du fait d'une action éventuelle, difficilement évaluable, du premier réactif sur le résidu constitué des composants (b) et (c).

IV.2. Rapport d'analyse

IV.1. Indiquer la ou les variantes employées pour effectuer l'analyse, les méthodes, les réactifs et les facteurs de correction.

IV.2. Fournir des renseignements détaillés concernant les prétraitements spéciaux (voir point I.6).

IV.3. Indiquer les résultats individuels ainsi que la moyenne arithmétique à la première décimale.

IV.4. Indiquer, chaque fois que cela est possible, la précision de la méthode pour chaque composant, calculée suivant le tableau du point IV.1.

V. Exemples de calcul de pourcentages des composants de certains mélanges ternaires en utilisant certaines des variantes décrites au point I.8.1.

Considérons le cas d'un mélange de fibres dont l'analyse qualitative a donné les composants suivants: 1. laine cardée; 2. nylon (polyamide); 3. coton écru.

VARIANTE 1

Il est possible d'obtenir, en opérant suivant cette variante, c'est-à-dire avec deux spécimens différents, en éliminant par dissolution un composant (a = laine) du premier spécimen et un deuxième composant (b = polyamide) du deuxième spécimen, les résultats suivants:

1. Masse du premier spécimen à l'état sec après prétraitement (m_1) = 1,6000 g
2. Masse du résidu à l'état sec après traitement à l'hypochlorite de sodium alcalin (polyamide et coton) (r_1) = 1,4166 g
3. Masse du deuxième spécimen à l'état sec après prétraitement (m_2) = 1,8000 g
4. Masse du résidu à l'état sec après traitement à l'acide formique (laine et coton) (r_2) = 0,9000 g

Le traitement à l'hypochlorite de sodium alcalin n'entraîne aucune perte de masse de polyamide, alors que le coton écru perd 3 %, de sorte que $d_1 = 1,0$ et $d_2 = 1,03$.

Le traitement à l'acide formique n'entraîne aucune perte de masse de laine et de coton écru, de sorte que d_3 et $d_4 = 1,0$.

Si on reporte dans la formule indiquée au point I.8.1.1 les valeurs obtenues par analyse chimique et les facteurs de correction, on obtient:

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

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

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

Les pourcentages des différentes fibres pures à l'état sec du mélange sont les suivants:

Laine	10,30 %
Polyamide	50,00 %
Coton	39,70 %

Ces pourcentages doivent être corrigés selon les formules indiquées au point I.8.2. afin de tenir compte également des taux conventionnels ainsi que des facteurs de correction des pertes de masse éventuelles après prétraitement.

Ainsi qu'il est indiqué à l'annexe X, les taux conventionnels sont les suivants: laine cardée: 17,0 %, polyamide: 6,25 %, coton: 8,5 %; en outre, le coton écri accuse une perte de masse de 4 % après prétraitement à l'éther de pétrole et à l'eau.

On obtient donc:

$$P_{1A} \% (\text{laine}) = 10,30 \times [1 + (17,0 + 0,0) / 100] / [10,30 \times (1 + (17,0 + 0,0) / 100) + 50,00 \times (1 + (6,25 + 0,0) / 100) + 39,70 \times (1 + (8,5 + 4,0 / 00))] \times 100 = 10,97$$

$$P_{2A} \% (\text{polyamide}) = 50,0 \times (1 + (6,25 + 0,0) / 100) / 109,8385 \times 100 = 48,37$$

$$P_{3A} \% (\text{coton}) = 100 - (10,97 + 48,37) = 40,66$$

La composition du mélange est donc la suivante:

Polyamide	48,4 %
Coton	40,6 %
Laine	11,0 %
	<hr/>
	100,0 %

VARIANTE 4

Considérons le cas d'un mélange de fibres dont l'analyse qualitative a donné les composants suivants: laine cardée, viscosse, coton écri.

Admettons qu'en opérant suivant la variante 4, c'est-à-dire en éliminant successivement deux composants du mélange d'un même spécimen, on obtienne les résultats suivants:

1. Masse du spécimen à l'état sec après prétraitement (m_1) = 1,6000 g

2. Masse du résidu à l'état sec après traitement à l'hypochlorite de sodium alcalin (viscosse et coton) (r_1) = 1,4166 g

3. Masse du résidu à l'état sec après deuxième traitement du résidu r_1 au chlorure de zinc/acide formique (coton)

$$(r_2) = 0,6630 \text{ g.}$$

Le traitement à l'hypochlorite de sodium alcalin n'entraîne aucune perte de masse de viscose, alors que le coton écreu perd 3 %, de sorte que $d_1 = 1,0$ et $d_2 = 1,03$.

Par le traitement à l'acide formique-chlorure de zinc, la masse de coton augmente de 4 %, de sorte que $d_3 = 1,03 \times 0,96 = 0,9888$ arrondi à 0,99 (rappelons que d_3 est le facteur qui tient compte respectivement de la perte et de l'augmentation de masse du troisième composant dans le premier et le deuxième réactifs).

Si on reporte dans les formules indiquées au point I.8.1.4 les valeurs obtenues par analyse chimique, ainsi que les facteurs de correction, on obtient:

$$P_2\% (\text{viscose}) = 1,0 \times 1,4166 / 1,6000 \times 100 - 1,0 / 1,03 \times 40,98 = 48,75 \%$$

$$P_3\% (\text{coton}) = 0,99 \times 0,6630 / 1,6000 \times 100 = 41,02 \%$$

$$P_1\% (\text{laine}) = 100 - (48,75 + 41,02) = 10,23 \%$$

Comme nous l'avons déjà précisé pour la variante 1, ces pourcentages doivent être corrigés selon les formules indiquées au point I.8.2.

$$P_{1A}\% (\text{laine}) = 10,23 \times [1 + (17,0 + 0,0 / 100)] / [10,23 \times (1 + (17,00 + 0,0) / 100) + 48,75 \times (1 + (13 + 0,0 / 100) + 41,02 \times (1 + (8,5 + 4,0) / 100))] \times 100 = 10,57 \%$$

$$P_{2A}\% (\text{viscose}) = 48,75 \times [1 + (13 + 0,0) / 100] / 113,2041 \times 100 = 48,65 \%$$

$$P_{3A}\% (\text{coton}) = 100 - (10,57 + 48,65) = 40,78 \%$$

La composition du mélange est donc:

Viscose	48,6 %
Coton	40,8 %
Laine	10,6 %
	—————
	100,0 %

VI. Tableau de mélanges ternaires types pouvant être analysés à l'aide de méthodes communautaires d'analyse de mélanges binaires (donné à titre d'exemple)

Numéro du mélange	Fibres composantes			Variante	Numéro de la méthode utilisée et réactif pour les mélanges binaires
	Composant 1	Composant 2	Composant 3		
1.	Laine ou poil	Viscose, cupro ou certains types de modal	Coton	1 et/ou 4	2 (hypochlorite de sodium alcalin) et 3 (chlorure de zinc/acide formique)
2.	Laine ou poil	Polyamide 6 ou 6-6	Coton, viscose, cupro ou modal	1 et/ou 4	2 (hypochlorite de sodium alcalin) et 4 (acide formique, 80 %)
3.	Laine, poil ou soie	Certaines chlorofibres	Viscose, cupro, modal ou coton	1 et/ou 4	2 (hypochlorite de sodium alcalin) et 9 (sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5)
4.	Laine ou poil	Polyamide 6 ou 6-6	Polyester, polypropylène, acrylique ou verre textile	1 et/ou 4	2 (hypochlorite de sodium alcalin) et 4 (acide formique, 80 %)
5.	Laine, poil ou soie	Certaines chlorofibres	Polyester, acrylique, polyamide ou verre textile	1 et/ou 4	2 (hypochlorite de sodium alcalin) et 9 (sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5)
6.	Soie	Laine ou poil	Polyester	2	11 (acide sulfurique 75 %) et 2 (hypochlorite de sodium alcalin)
7.	Polyamide 6 ou 6-6	Acrylique	Coton, viscose, cupro ou modal	1 et/ou 4	4 (acide formique 80 %) et 8 (diméthylformamide)

Numéro du mélange	Fibres composantes			Variante	Numéro de la méthode utilisée et réactif pour les mélanges binaires
	Composant 1	Composant 2	Composant 3		
8.	Certaines chlorofibres	Polyamide 6 ou 6-6	Coton, viscose, cupro ou modal	1 et/ou 4	8 (diméthylformamide) et 4 (acide formique à 80 %) ou 9 (sulfure de carbone/acétone, 55,5/44,5 %) et 4 (acide formique 80 %)
9.	Acrylique	Polyamide 6 ou 6-6	Polyester	1 et/ou 4	8 (diméthylformamide) et 4 (acide formique 80 %)
10.	Acétate	Polyamide 6 ou 6-6	Viscose, coton, cupro ou modal	4	1 (acétone) et 4 (acide formique 80 %)
11.	Certaines chlorofibres	Acrylique	Polyamide	2 et/ou 4	9 (sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5 %) et 8 (diméthylformamide)
12.	Certaines chlorofibres	Polyamide 6 ou 6-6	Acrylique	1 et/ou 4	9 (sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5 %) et 4 (acide formique 80 %)
13.	Polyamide 6 ou 6-6	Viscose, cupro, modal ou coton	Polyester	4	4 (acide formique 80 %) et 7 (acide sulfurique 75 %)
14.	Acétate	Viscose, cupro, modal ou coton	Polyester	4	1 (acétone) et 7 (acide sulfurique 75 %)
15.	Acrylique	Viscose, cupro, modal ou coton	Polyester	4	8 (diméthylformamide) et 7 (acide sulfurique 75 %)
16.	Acétate	Laine, poil ou soie	Coton, viscose, cupro, modal, polyamide,	4	1 (acétone) et 2 (hypochlorite de sodium alcalin)

Numéro du mélange	Fibres composantes			Variante	Numéro de la méthode utilisée et réactif pour les mélanges binaires
	Composant 1	Composant 2	Composant 3		
			polyester, acrylique		
17.	Triacétate	Laine, poil ou soie	Coton, viscose, cupro, modal, polyamide, polyester, acrylique	4	6 (dichlorométhane) et 2 (hypochlorite de sodium alcalin)
18.	Acrylique	Laine, poil ou soie	Polyester	1 et/ou 4	8 (diméthylformamide) et 2 (hypochlorite de sodium alcalin)
19.	Acrylique	Soie	Laine ou poil	4	8 (diméthylformamide) et 11 (acide sulfurique 75 %)
20.	Acrylique	Laine, poil ou soie	Coton, viscose, cupro ou modal	1 et/ou 4	8 (diméthylformamide) et 2 (hypochlorite de sodium alcalin)
21.	Laine, poil ou soie	Coton, viscose, modal, cupro	Polyester	4	2 (hypochlorite de sodium alcalin) et 7 (acide sulfurique 75 %)
22.	Viscose, cupro ou certains types de modal	Coton	Polyester	2 et/ou 4	3 (chlorure de zinc/acide formique) et 7 (acide sulfurique 75 %)
23.	Acrylique	Viscose, cupro ou certains types de modal	Coton	4	8 (diméthylformamide) et 3 (chlorure de zinc/acide formique)
24.	Certaines chlorofibres	Viscose, cupro ou certains types de	Coton	1 et/ou 4	9 (sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5 %) et 3 (chlorure de zinc/acide formique) ou 8 (diméthylformamide) et 3 (chlorure de

Numéro du mélange	Fibres composantes			Variante	Numéro de la méthode utilisée et réactif pour les mélanges binaires
	Composant 1	Composant 2	Composant 3		
		modal			zinc/acide formique)
25.	Acétate	Viscose, cupro ou certains types de modal	Coton	4	1 (acétone) et 3 (chlorure de zinc/acide formique)
26.	Triacétate	Viscose, cupro ou certains types de modal	Coton	4	6 (dichlorométhane) et 3 (chlorure de zinc/acide formique)
27.	Acétate	Soie	Laine ou poil	4	1 (acétone) et 11 (acide sulfurique 75 %)
28.	Triacétate	Soie	Laine ou poil	4	6 (dichlorométhane) et 11 (acide sulfurique 75 %)
29.	Acétate	Acrylique	Coton, viscose, cupro ou modal	4	1 (acétone) et 8 (diméthylformamide)
30.	Triacétate	Acrylique	Coton, viscose, cupro ou modal	4	6 (dichlorométhane) et 8 (diméthylformamide)
31.	Triacétate	Polyamide 6 ou 6-6	Coton, viscose, cupro ou modal	4	6 (dichlorométhane) et 4 (acide formique 80 %)
32.	Triacétate	Coton, viscose, cupro ou modal	Polyester	4	6 (dichlorométhane) et 7 (acide sulfurique 75 %)
33.	Acétate	Polyamide 6 ou 6-6	Polyester ou acrylique	4	1 (acétone) et 4 (acide formique 80 %)

Numéro du mélange	Fibres composantes			Variante	Numéro de la méthode utilisée et réactif pour les mélanges binaires
	Composant 1	Composant 2	Composant 3		
34.	Acétate	Acrylique	Polyester	4	1 (acétone) et 8 (diméthylformamide)
35.	Certaines chlorofibres	Coton, viscose, cupro ou modal	Polyester	4	8 (diméthylformamide) et 7 (acide sulfurique 75 %) ou 9 (sulfure de carbone/acétone 55,5/44,5 %) et 7 (acide sulfurique 75 %)
36	Coton	Polyester	Élastoléfine	2 et/ou 4	7 (acide sulfurique 75 %) et 14 (acide sulfurique concentré)
[37	Certains modacryliques	Polyester	Mélamine	2 et/ou 4	8 (diméthylformamide) et 14 (acide sulfurique concentré)]

ANNEXE IX**TAUX CONVENTIONNELS À UTILISER POUR LE CALCUL DE LA MASSE DE FIBRES CONTENUES DANS UN PRODUIT TEXTILE**

(Article 17, paragraphe 2)

Numéros des fibres	Fibres	Pourcentages
1-2	Laine et poil:	
	Fibres peignées	18,25
	Fibres cardées	17,00 ⁽¹⁾
3	Poil:	
	Fibres peignées	18,25
	Fibres cardées	17,00 ⁽¹⁾
	Crin:	
	Fibres peignées	16,00
	Fibres cardées	15,00
4	Soie	11,00
5	Coton:	
	Fibres normales	8,50
	Fibres mercerisées	10,50
6	Capoc	10,90
7	Lin	12,00
8	Chanvre	12,00
9	Jute	17,00
10	Abaca	14,00
11	Alfa	14,00
12	Coco	13,00
13	Genêt	14,00
14	Ramie (fibre blanchie)	8,50

15	Sisal	14,00
16	Sunn	12,00
17	Henequen	14,00
18	Maguey	14,00
19	Acétate	9,00
20	Alginate	20,00
21	Cupro	13,00
22	Modal	13,00
23	Protéinique	17,00
24	Triacétate	7,00
25	Viscose	13,00
26	Acrylique	2,00
27	Chlorofibre	2,00
28	Fluorofibre	0,00
29	Modacrylique	2,00
30	Polyamide ou nylon:	
	Fibre discontinue	6,25
	Filament	5,75
31	Aramide	8,00
32	Polyimide	3,50
33	Lyocell	13,00
34	Poly lactide	1,50
35	Polyester:	
	Fibre discontinue	1,50
	Filament	1,50
36	Polyéthylène	1,50
37	Polypropylène	2,00

38	Polycarbamide	2,00
39	Polyuréthane	
	Fibre discontinue	3,50
	Filament	3,00
40	Vinylal	5,00
41	Trivinyll	3,00
42	Elastodiène	1,00
43	Élasthanne	1,50
44	Verre textile:	
	d'un diamètre moyen supérieur à 5 µm	2,00
	d'un diamètre moyen égal ou inférieur à 5 µm	3,00
45	Fibre métallique	2,00
	Fibre métallisée	2,00
	Amiante	2,00
	Fil papetier	13,75
46	Élastomultiester	1,50
47	Élastoléfine	1,50
48	Mélamine	7,00

⁽¹⁾ Le taux conventionnel de 17,00 % est appliqué dans les cas où il n'est pas possible de s'assurer si le produit textile contenant de la laine et/ou du poil appartient au cycle peigné ou cardé.

ANNEXE X

TABLES DE CORRESPONDANCE

Directive 96/74/CE	Le présent règlement
Article 1 ^{er}	Article 4, paragraphe 1
Article 2, paragraphe 1	Article 3, paragraphe 1, point a)
Article 2, paragraphe 2, mots introductifs	Article 3, paragraphe 1, mots introductifs
Article 2, paragraphe 2, premier tiret	Article 3, paragraphe 1, point b) i)
Article 2, paragraphe 2, deuxième tiret	Article 3, paragraphe 1, point b) ii)
Article 2, paragraphe 3, mots introductifs	Article 2, paragraphe 1, mots introductifs
Article 2, paragraphe 3, premier tiret	Article 2, paragraphe 1, point a)
Article 2, paragraphe 3, deuxième tiret	Article 2, paragraphe 1, points b) et c)
Article 2, paragraphe 3, troisième tiret	Article 2, paragraphe 1, point d)
Article 3	Article 5
Article 4	Article 7
Article 5, paragraphe 1	Article 8, paragraphe 1, et annexe III
Article 5, paragraphe 2	Article 8, paragraphe 2
Article 5, paragraphe 3	Article 8, paragraphe 3
Article 6, paragraphe 1	Article 9, paragraphe 1
Article 6, paragraphe 2	Article 9, paragraphe 2
Article 6, paragraphe 3	Article 9, paragraphe 3
Article 6, paragraphe 4	Article 18
Article 6, paragraphe 5	Article 9, paragraphe 4
Article 7	Article 10
Article 8, paragraphe 1	Article 11, paragraphe 1
Article 8, paragraphe 2, point a)	Article 12, paragraphe 1
Article 8, paragraphe 2, point b)	Article 12, paragraphes 2 et 3
Article 8, paragraphe 2, point c)	Article 12, paragraphe 4

Article 8, paragraphe 2, point d)	-
Article 9, paragraphe 1	Article 13, paragraphe 1
Article 9, paragraphe 2	Article 13, paragraphe 2
Article 9, paragraphe 3	Article 14 et annexe IV
Article 10, paragraphe 1, point a)	Article 15, paragraphe 2
Article 10, paragraphe 1, point b)	Article 15, paragraphe 3
Article 10, paragraphe 1, point c)	Article 15, paragraphe 4
Article 10, paragraphe 2	Article 15, paragraphe 1, deuxième alinéa
Article 11	Article 11, paragraphe 2, troisième alinéa
Article 12	Article 16 et annexe VII
Article 13	Article 17, paragraphe 2
Article 14, paragraphe 1	-
Article 14, paragraphe 2	Article 4, paragraphe 2
Article 15	Article 2, paragraphe 2
Article 16	Articles 19 et 20
Article 17	-
Article 18	-
Article 19	-
Annexe I, n ^{os} 1 à 46	Annexe I, n ^{os} 1 à 47
Annexe II, n ^{os} 1 to 46	Annexe IX, n ^{os} 1 à 47
Annexe III	Annexe V
Annexe III, point 36	Article 3, paragraphe 1, point h)
Annexe IV	Annexe VI
Annexe V	-
Annexe VI	-

Directive 96/73/CE	Le présent règlement
Article 1 ^{er}	Article 1 ^{er}
Article 2	Annexe VIII, chapitre 1, point I.2)
Article 3	Article 17, paragraphe 2, premier alinéa
Article 4	Article 17, paragraphe 3
Article 5, paragraphe 1	Article 20, paragraphe 1
Article 5, paragraphe 2	Article 19
Article 6	Article 20, paragraphe 2
Article 7	-
Article 8	-
Article 9	-
Annexe I	Annexe VIII, chapitre 1, point I
Annexe II, partie 1, introduction	Annexe VIII, chapitre 1, point II
Annexe II, partie 1, points I, II et III	Annexe VIII, chapitre 2, points I, II et III
Annexe II, partie 2	Annexe VIII, chapitre 2, point IV

Directive 73/44/CEE	Le présent règlement
Article 1 ^{er}	Article 1 ^{er}
Article 2	Annexe VIII, chapitre 1, point I
Article 3	Article 17, paragraphe 2, premier alinéa
Article 4	Article 17, paragraphe 3
Article 5	Articles 19 et 20
Article 6	-
Article 7	-
Annexe I	Annexe VIII, chapitre 3, introduction et points I à IV
Annexe II	Annexe VIII, chapitre 3, point V

