

QUANTITATIEVE BEPALING VAN COTONINE IN MENGSELS VAN COTONINE MET KUNSTZIJDE OF CELVEZEL

DOOR DRS. J. P. DEN HERDER

MEDEDEELING No. 69 VAN HET VEZELINSTITUUT T. N. O.

INDEELING.

- I. DEFINITIE VAN COTONINE.
- II. LITERATUUR.
- III. DE METHODE-MARSHALL.
- IV. EIGEN ONDERZOEK.
- V. CONCLUSIE.

I. DEFINITIE COTONINE.

Cotonine (duitsch : Flockenbast) is de verzamelnaam voor kortvezelig („katoenachtig”) materiaal, vervaardigd uit vlas of hennep, door deze grondstoffen door middel van één of andere speciale chemische behandeling min of meer volledig te laten uiteenvallen in elementair-vezels. Daar de lange vlas- en hennepvezels gewoonlijk voor andere doeleinden worden toegepast, worden in den regel slechts de afvallen voor de vervaardiging van cotonine gebruikt.

Volgens deze definitie is het begrip cotonine niet scherp omlind en zullen de hieronder vallende soorten waarschijnlijk nog aanzienlijk in eigenschappen kunnen variëren naar gelang van verschillen in uitgangsmateriaal en chemische behandeling.

Wat het uitgangsmateriaal betreft, is voor ons land vrijwel uitsluitend vlas van belang. De term „Flockenbast” in de duitsche literatuur geeft daarentegen omtrent de herkomst minder zekerheid, hoewel meestal vlasafval het uitgangsmateriaal is. Van hennep afkomstige cotonine wordt wel met „Hanfflockenbast” aangeduid.

II. LITERATUUR.

Het probleem van de analyse van cotonine-kunstzijde vezelmengsels is een bijzonder geval van het meer algemeene probleem van de scheiding van natieve cellulose en geregenereerde cellulose. Verreweg de meeste hierover handelende literatuur heeft in het bijzonder betrekking op de scheiding katoen-kunstzijde (celvezel). Voor zoover de analyse van cotonine(vlas)-kunstzijde in de literatuur behandeld wordt, vindt men meestal analysemethoden vermeld, welke reeds eerder voor de katoen-kunstzijdescheiding werden toegepast.

In het hieronder volgende literatuuroverzicht vindt men derhalve allereerst een opsomming van de bestaande literatuur over de katoen-kunstzijdescheiding (a). Daarop volgen enkele literatuur-aanhalingen, welke meer in het bijzonder voor cotonine-kunstzijde gelden (b).

a) Scheiding katoen-kunstzijde.

De verschillende in de literatuur vermelde chemische methoden onderscheiden zich in de eerste plaats in de keuze van oplosmiddel. Door dit oplosmiddel moet kunstzijde volledig, katoen niet of slechts in onbelangrijke mate opgelost worden. Speciaal de geregenereerde cellulose van relatief hoge polymerisatiegraad (zooals lanusa) kan moeilijkheden geven ten aanzien van de eerste voorwaarde.

In de literatuur worden de volgende analysemethoden vermeld :

1. *Zuurhydrolyse methode van Lloyd en Priestley*
J. Soc. Dyers Colourists **45**, 201, (1929).
Oplosmiddel : 30 vol. %-ig zwavelzuur.

2. *Calcium rhodanidemethode*

a) oorspronkelijk volgens Kraiss en Markert, M.schr. *Text.-Ind.* **46**, 169-171, (1931).
Gewijzigd door :

b) Mc. Gregor en Fryd, *J. Textile Inst.* **24**, T 103, (1933).

c) Mease en Jessup, *J. Res. nat. Bur. Standards* **15**, 189, (1935).

d) Viertel, M.schr. *Text.-Ind.* **51**, Fachh. II, 42-43, (1936). *Melliand Textilber.* **17**, 841, (1936).

Oplosmiddel (bij a, b, c en d): een geconcentreerde $\text{Ca}(\text{CNS})_2$ oplossing.

3. *Zinkaاتمethode*

a) oorspronkelijk volgens Howlett en Urquart, *J. Textile Inst.* **29** T. 43-54, (1938).

b) gewijzigd volgens Kirret, *Klepzig's Text. Z.* **43**, 969, (1940).

Oplosmiddel (bij a en b): natriumzinkaam + natriumhydroxyde.

4. *Methode Schwertassek* („Auswalfverfahren“)

Melliand Textilber. **20**, 797-800, (1939).

Chemisch-mechanische methode, waarbij de ééne grondstof niet geheel wordt opgelost, maar tot zwellung gebracht in 10 %-ige natronloog en uitgewreven door een zeef.

5. *Koude Natronloogmethode van Mc. Kay*

Amer. Dyestuff Reporter **29**, 25, (1940).

Oplosmiddel: 2 n-NaOH-oplossing (bij -3°C).

6. *Zinkchloridmethode van Cappelli en Tuffi*

Boll. Assoc. Ital. Chim. Tess. Colorist 1939, 111-117.

Oplosmiddel: een geconcentreerde oplossing van ZnCl_2 .

7. *Mierenzuurmethode van Marshall*

Kunstseide u. Zellwolle **22**, 215, (1940).

Oplosmiddel: oplossing van CaCl_2 in 85 %-ig mierenzuur.

Waardebeoordeling.

Op grond van critische beschouwingen (o.a. Kirret, *Klepzig's Text. Z.* **43**, 744, (1940); Buschmann, *Kunstseide u. Zellwolle* **23**, 40, (1941); Marshall, *Kunstseide u. Zellwolle* **23**, 160, 462, (1941)) en andere aanwijzingen in de vakliteratuur schijnen van de verschillende hierboven beschreven methoden enkele de voorkeur te verdienen. Dit zijn:

de rhodanidemethode in de uitvoering volgens Viertel,

de zinkaاتمethode in de uitvoering volgens Kirret,

de methode Marshall,

de methode Schwertassek.

De andere bepalingwijzen hebben alle min of meer het bezwaar de kunstzijde niet voldoende op te lossen of/en de katoen te sterk aan te tasten. Daarnaast kunnen nog bezwaren van meer practischen aard optreden (b.v. hoge viscositeit der ontstane oplossing).

b) *Scheiding cotonine-kunstzijde (celvezel).*

Bij deze scheiding moet de kunstzijde zoo volledig mogelijk in oplossing gaan en tegelijkertijd de cotonine weinig of niet opgelost of aangetast worden.

Literatuurmededeelingen op dit gebied zijn weinig talrijk.

De toegepaste scheidingsmethoden zijn niet nieuw, doch reeds vermeld bij de katoen-kunstzijde scheiding.

De volgende artikelen geven echter nog vermeldenswaardige bijzonderheden:

Kurtz: Über die quantitative Bestimmung des Zellwoll- und Flockenbasteils von Zellwoll-Flockenbastmischgeweben, *Klepzig's Text. Z.* **44**, 45, (1941).

K. past de rhodanidemethode toe volgens Kraiss en Markert (*M.schr. Textile Ind.* no. 5). Bepaald werd:

1. de oplosbaarheid van zuivere cotonine; deze bedroeg 9.3 %;

2. het celvezelgehalte van een celvezel-cotonine garen 60/40 met gebruikmaking van de onder 1° aangegeven correctie.

Gevonden celvezelgehalte: 63.8 %.

Volgens K. moet men bij 60/40 garens met een mengspreiding van 3-4 % rekening houden.

Opmerking : Het verdient de aandacht dat K. de rhodanidemethode in de oorspronkelijke vorm (volgens Kraiss en Markert, zie pag. 2) toepast. Voor de katoen-kunstzijde-scheiding is deze werkwijze niet meer gebruikelijk sedert aan Viertel's gewijzigde uitvoering (zie pag. 2) de voorkeur is gegeven.

Viertel: Quantitative Bestimmung des Flockenbasteiles von Zellwoll-Flockenbast-Mischgespinsten, Klepzigs Text. Z. 44, 331, (1941).

V. past de rhodanidemethode toe (uitvoering volgens Viertel, zie 2d pag. 2).

De oplosbaarheid van verschillende soorten (zuivere) cotonine varieerde van 6—13 %. Het bleek evenwel, dat in mengsels een correctie van 8 % gemiddeld reeds voldoende was.

V. komt tot de conclusie, dat de rhodanidemethode voor cotoninemengsels geenszins een volledig exacte bepalingswijze, doch voor de bedrijfscontrôle zeer zeker bruikbaar te achten is.

Opmerking : Volgens V. zijn bij het verspinnen van cotonine mengingsfouten van 5 % geen uitzondering.

Viertel: Quantitative Bestimmung des Flockenbasteiles von Zellwoll-Flockenbast-Mischgespinsten, Klepzigs Text. Z. 44, 772, (1941).

In dit artikel beschrijft V. zijn onderzoek naar de bruikbaarheid van andere methoden. De zinkaatmethode volgens Kirret bleek voor het gestelde doel weinig geschikt te zijn. Voor de oplosbaarheid van cotonine werd nl. 10—20 % gevonden !

De methode volgens Marshall bleek daarentegen goed bruikbaar. De oplosbaarheid van cotonine was relatief gering (5—7 %, gemiddeld 5,6 %).

Voor gehaltebepalingen moeten ook hier blanco-bepalingen worden uitgevoerd, nl. :

- 1°. een blanco-bepaling met de zuivere cotonine, welke bij voorkeur dezelfde mechanische bewerkingen moet hebben ondergaan.
- 2°. een blanco-bepaling met de in het mengsel voorkomende celvezel om te constateeren, welke de minimale tijdsduur is, noodig om deze op te lossen.

Cappelli en Tuffi: Über die Quantitative Bestimmung der einzelnen Faseranteile bei Mischgeweben aus Baumwolle, Zellwolle und Hanfflockenbast, gerefereerd in Melliand Textilber. 23, 609, (1942). Oorspr. in Boll. Assoc. Ital. Chim. Tess. Colorist 1940 1/2, 2.

Van het materiaal, dat uit 3 componenten bestaat, wordt eerst het katoengehalte bepaald door behandeling met een koperoxydammoniakoplossing van bepaalde sterkte, waarin (hennep)cotonine en celvezel oplossen. De correctie voor de oplosbaarheid van katoen bedraagt 5 %. Daarna wordt het gehalte aan katoen + cotonine bepaald door behandeling met zinkchlorideoplossing (s.g. 1,835) onder bepaalde condities. De correctie voor de oplosbaarheid van de cotonine in de zinkchlorideoplossing zou ca. 7 % moeten bedragen.

Schwertassek: Eine einfache und rasch auszuführende Methode zur quantitativen Trennung von Kunstfasern aus Hydratzellulose und Fasern aus nativer Zellulose, Melliand Textilber. 20, 797, (1939).

S. heeft zijn methode („Auswalzverfahren”) ook op cotoninehoudende mengsels toegepast. Hij vond voor zuivere cotonine een oplosbaarheid variërende van 2.7—5.7 %. Gemiddelde correctie ca. 4 %.

Waardebeoordeling.

Volgens bovenstaande literatuuropgaven zijn door de verschillende auteurs ervaringen opgedaan met de rhodanide-methode, de zinkaatmethode (Kirret), Marshall's methode en Schwertassek's methode.

De bruikbaarheid van bovengenoemde methoden voor het gestelde doel is o.m. afhankelijk van de oplosbaarheid van cotonine in de resp. oplosmiddelen. Het blijkt, dat bij alle methoden deze oplosbaarheid zoo groot is, dat men in elk geval moet werken met een correctiefactor hiervoor. Wordt deze correctiefactor te groot, dan is de betreffende methode niet bruikbaar te achten. Hieronder volgen naast elkaar de oplosbaarheden, welke volgens de verschillende auteurs behooren bij de bovengenoemde methoden.

TABEL I.

Methode	Zinkaat (Kirret)	Rhodanide		Marshall	Schwertassek	Cappelli en Tuffi
		Krais en Markert	Viertel			
oplosbaarheid v. d. cotonine in %	10—20 (Viertel)	9.3 (Kurtz)	ca. 8 (Viertel)	ca. 5.6 (5—7) (Viertel)	ca. 4 (2.7—5.7) (Schw.)	ca. 7 ¹⁾ (C. & T.)

1) Geldt voor uit hennep vervaardigde cotonine.

Conclusie op grond van het literatuuronderzoek.

Afgaande op de grootte der oplosbaarheidswaarden (zie tabel I), verdienen de methoden van Marshall en Schwertassek nadere aandacht.

In aanmerking nemende, dat bij de semi-mechanische scheidingsmethode van Schwertassek het persoonlijk element zeker een relatief belangrijke rol speelt, komt in de eerste plaats de methode-Marshall in aanmerking om op bruikbaarheid beproefd te worden.

III. DE METHODE MARSHALL.

De methode Marshall in de oorspronkelijke vorm, Marshall, Kunstseide u. Zellw. 22, 215, (1940).

Oplosmiddel:

85 dln mierenzuur (85 %, technisch);

15 dln calciumchloride (droog, technisch).

Vlotverhouding:

0.1—0.2/50.

Uitvoering:

0.1—0.2 g vezelmateriaal (bij dichte weefsels goed losmaken of scheiden in ketting en inslag of in kleinere stukken knippen) wordt in een Erlenmeyerkolf met ingeslepen stop met 50 ml oplossing van 40° C in aanraking gebracht. Na krachtig schudden wordt de kolf in een thermostaat van 40° C gezet. Na 2½ uur worden de niet opgeloste vezels afgefiltreerd door een glasfilter (Jena 17 G 1) en grondig met gedest. water gewasschen. Ter snellere droging wascht men ze tenslotte na met alcohol of aceton.

Het vochtgehalte van het vezelmateriaal wordt bepaald van een apart monster en in het analyseresultaat verrekend.

Opmerking:

Marshall heeft bovenstaand voorschrift in de eerste plaats opgesteld voor katoen-kunstsijdemengsels (niet voor cotonine-kunstsijde).

De methode Marshall voor cotonine-celvezelmengsels in de uitvoering van Viertel, Klepzigs Text. Z. 44, 772, (1941).

Bereiding der oplossing:

85 g mierenzuur (85 %-ig, technisch) worden met 15 g calciumchloride (droog, technisch, van te voren fijngemaakt in een mortier) gemengd en onder zwak verwarmen (hoogstens 40° C) en roeren in oplossing gebracht.

Voorbereiding:

0.2—0.4 g van het van olie, vet, apprêt of andere verontreinigingen bevrijde vezelmateriaal (garens moeten bij voorkeur losgedraaid of in 1 cm lange stukken geknipt worden) wordt nauwkeurig afgewogen (tot in de 4e decimaal). Van een afzonderlijk monster wordt het vochtgehalte bepaald door drogen tot constant gewicht.

Uitvoering:

Het vezelmateriaal wordt in een glazen kolf met ingeslepen stop gebracht, daarna wordt 50 resp. 100 ml oplossing van 40° C toegevoegd en krachtig doorgeschied totdat het vezelmateriaal goed door de oplossing bevochtigd is. De kolf wordt in een thermostaat of waterbad van 40° C gebracht en iedere 10 à 15 minuten krachtig geschud.

Na een uur worden de overgebleven vezels op een glasfilter (Jena 1G2 of 17G2) goed afgezogen en rijkelijk met gedest. water gespoeld. Tenslotte wordt het residu met weinig alcohol nagewasschen en in een droogstoof bij 105° C gedroogd. Na het terugwegen

wordt met gebruikmaking van de door een blanco proef bepaalde correctiefactor en de vochtigheidsstoelag het cottoninegehalte berekend.

Opmerking :

Het verdient aanbeveling eerst een blanco proef met de in het garen verwerkte celvezel (0.2 g in 50 ml oplossing) uit te voeren om vast te stellen na welke inwerkingstijd de celvezel geheel in oplossing is gegaan. Bij normale viscosecelvezel zou dit na één uur het geval moeten zijn. Een tweede blanco moet worden uitgevoerd met zuivere cottonine om de correctiefactor te bepalen.

Door Viertel werd voor cottonine een gemiddelde oplosbaarheid van 5.6 % gevonden.

IV. EIGEN ONDERZOEK.

Het doel was nu na te gaan of de methode Marshall als analysemethode inderdaad bevredigende resultaten opleverde. Uitgangspunt hiervoor was het voorschrift, zoals dat gegeven is door Viertel (zie Hst. III). Het bleek evenwel gewenscht hierin nog enkele wijzigingen aan te brengen.

De inwerkingstijd van 1 uur bleek voor alle door ons onderzochte monsters (zie verder) te kort te zijn. De tijd van 2½ uur volgens Marshall was in sommige gevallen voldoende, in andere niet. Goede resultaten bleken in bijna alle gevallen verkregen te kunnen worden met de volgende behandeling :

Aan het begin van den middag de proef inzetten. Na 3 à 3½ uur inwerking bij 40° C (ieder kwartier krachtig schudden) wordt de thermostaat uitgeschakeld, terwijl de kolven in het langzaam afkoelende bad blijven staan. Na een nacht staan worden ze den volgende morgen tot 40° C opgewarmd. De inhoud wordt daarna door een glasfilter afgezogen, het residu met op 40° C voorgewarmde versche oplossing (mierenzuur-calciumchloride) gespoeld, daarna met water gewasschen enz.

Het voorschrift werd tenslotte in onderstaande uiteindelijke vorm toegepast.

Voorschrift.

O p l o s m i d d e l :

85 dln mierenzuur (85 %, technisch).

15 dln calciumchloride ($\text{CaCl}_2 \cdot 0.0\text{aq}$, technisch, van te voren in een mortier fijngemaakt).

Men lost het calciumchloride bij maximaal 40° C in het mierenzuur op. Wanneer de oplossing niet helder is, filtreert men door een Gooch kroes met asbestvulling of door glaswol.

W e r k w i j z e :

In een weegfleschje wordt een bepaalde hoeveelheid van het met aether ontvette vezelmateriaal afgewogen en tot constant gewicht gedroogd (105° C). Het drooggewicht hiervan bedrage ca. 300 mg. Men brengt het afgewogen materiaal in een Erlenmeyer-kolf met ingeslepen stop en voegt hieraan 80 ml van de tevoren op 40° C gebrachte oplossing toe. Nadat het vezelmateriaal door krachtig schudden van de kolf goed bevochtigd is, plaatst men de kolf in een thermostaat van 40° C. Vanaf dat oogenblik wordt ieder kwartier krachtig geschud. Het oplosmiddel moet zoo lang inwerken, dat alle kunstzijde (celvezel) opgelost is. (Soms is hiervoor een inwerkingsduur van 2½ à 3 uur al voldoende, in vele gevallen echter zijn 3 à 3½ uur inwerking, gevolgd door een nacht overstaan in de afkoelende thermostaat, noodig. (Zie boven)). Zoo mogelijk controleere men dit door een blanco proef op de betreffende kunstzijde.

De kolfinhoud wordt nu bij 40° C afgezogen door een glasfilter (Jena 17 G 1). De kolf wordt nagespoeld met 50 ml versch oplosmiddel van 40° C en het vezelresidu hiermee gewasschen. Daarna wordt nog rijkelijk nagespoeld met koud gedest. water (0.5—1 l). Hierbij moeten alle vezelresten, welke eventueel aan de wand van de kolf zijn achtergebleven, op het filter worden overgebracht (zoo noodig van een glazen staaf gebruik maken). Vervolgens wordt nagespoeld met weinig alcohol en bij 105° C gedroogd tot constant gewicht.

Men onderzoeke steeds het vezelresidu (na de eindweging) onder het microscoop op de aanwezigheid van kunstzijde of celvezel. Vanzelfsprekend mogen deze laatste er niet meer in voorkomen.

B l a n c o p r o e v e n :

Tegelijk met de eigenlijke proef wordt zoo mogelijk een blanco proef ingezet van de zuivere cottonine, welke in het vezelmengsel is verwerkt.

Bovendien wordt, indien mogelijk, van de zuivere kunstzijde (celvezel), welke in het te onderzoeken monster voorkomt, een blancoproef ingezet om te controleeren, wanneer deze volledig in oplossing is gegaan.

Voor de blancoproeven neme men ongeveer dezelfde vlotverhouding als voor de eigenlijke proef.

Berekening :

Stel hoeveelheid afgewogen materiaal (drooggewicht) = a gram
gewicht vezelresidu (drooggewicht) = b gram

factor voor oplosbaarheid cotonine = $\frac{\text{gew. residu cotonine}}{\text{oorspr. gew. cotonine}}$ bij de blanco proef = F_c

dan is het gehalte aan cotonine (uitgedrukt in % van het drooggewicht) = $\frac{b}{F_c} \times \frac{100}{a}$

Toetsing der methode.

Van verschillende zelsamengestelde celvezel-cotonine(linnen)mengsels werd volgens bovenstaande werkwijze het cotoninegehalte bepaald. Als grondstoffen dienden cotoninemonsters afkomstig van verschillende bedrijven hier te lande en kunstzijde- en celvezelmonsters van binnen- en buitenlandsch fabriikaat.

Aanduiding der monsters.

In de tabellen worden de componenten (cotonine, linnen, celvezel, effilochée) van de zelsamengestelde mengmonsters als volgt aangeduid :

cotonine : 1, 2, 3, 3a ;

linnen : 4 ;

celvezel : 5, Twentenka, Vistra WW, Vistra XT (mat), Cuprama SK (mat), Lanusa, Floxalan KG (mat), Telusa T 16, Schwarza W8 (mat), Vistra V.I. ;

effilochées : 6 (versch. soorten kunstz. en katoen) ;

7 (kunstzijde en andere vezels, w.o. katoen) ;

„katoen” : 8 (grootendeels katoen, daarnaast kunstzijde).

Mengverhouding.

Het cotoninegehalte van de vezelmengsels werd in de meeste gevallen op ca. 40 % gebracht. Tweemaal werden mengsels met ca. 20 % cotonine samengesteld.

A. Mengsels bestaande uit 2 vezelsoorten.

TABEL II.

Zelsamengesteld mengsel		Werkelijk cotonine-gehalte	F _c	Gevonden cotonine-gehalte, ongecorr.	Δ ongecorr.	Gevonden cotonine-gehalte, gecorr.	Δ gec.
cotonine (linnen)	Kunstzijde						
1	5	41.0	1.016	41.5	+0.5	40.8	-0.2
2	5	43.2	1.009	42.8	-0.4	42.5	-0.7
3	5	21.0	1.009	20.4	-0.6	20.3	-0.7
		46.2	1.017	47.7	+1.5	46.9	+0.7
		42.1	1.017	38.9 (?)	-3.1 (?)	38.3 (?)	-3.8 (?)
		41.4	1.017	40.6	-0.8	40.0	-1.4
		20.7	1.017	19.7	-1.0	19.4	-1.3
3a	—	—	1.005	—	—	—	—
4	5	44.1	0.900	39.7	-4.4	44.1	+0.0
		38.0	0.900	34.3	-3.7	38.1	+0.1
1	Vistra WW	40.6	1.016	40.6	+0.0	40.0	-0.6
1	Vistra XT 1)	42.2	1.016	42.0	-0.2	41.3	-0.9
1	Floxalan Kg ¹⁾	43.3	1.016	43.7	+0.4	43.0	-0.3
1	Telusa T16	41.2	1.016	40.6	-0.6	39.9	-1.3
1	Schwarza W8 ¹⁾	41.8	1.016	42.6	+0.8	41.9	+0.1
1	Vistra V.I.	39.5	1.016	39.4	-0.1	38.7	-0.8
1	Twentenka	41.0	1.016	41.1	+0.1	40.5	-0.5

1) gematteerd

Bij cuprama en lanusa werden bij normale behandelingsduur geen goede resultaten verkregen. Getracht werd betere uitkomsten te verkrijgen door verlenging van de inwerkingsduur en door toevoeging van 0.2 % van een „Netzmittel” aan het oplosmiddel. Juiste reproduceerbare resultaten konden evenwel niet bereikt worden.

TABEL III.

Zelfsamengesteld mengsel		Behandeling		Werkelijk cottonine-gehalte	Gevonden cottonine-gehalte	Δ
Cotonine	Celvezel	Tijdsduur	„Netzmittel“			
1	Cuprama SK ¹⁾	normaal	—	39.7	57.8	+18.1
		normaal	—	41.4	47.5	+ 6.1
		7½ uur	—	39.4	38.0	— 1.4
		5 uur	—	41.5	49.3	+ 7.8
		+ nacht (zonder schudden)	—	—	—	—
1	Lanusa	normaal	—	41.5	47.6	+ 6.1
		5 uur	0.2 % igepon	41.5	91.2	+49.7
		7½ uur	0.2 % igepon	40.6	42.6	+ 2.0

¹⁾ gematteerd

De bij lanusa en cuprama verkregen uitkomsten zijn in 't algemeen te hoog, wat er op wijst, dat de betreffende celvezel niet geheel in oplossing is gegaan. Dit liet zich voor alle gevallen door microscopisch onderzoek bevestigen. Ook zonder microscopisch onderzoek heeft men reeds een indicatie in het hard en stug aanvoelen van het vezelresidu. Verwacht kon worden, dat de beide soorten celvezel een relatief hoge polymerisatiegraad zouden bezitten. Het slechte oplossen zou hierdoor verklaard kunnen worden. Inderdaad bleek de fluiditeit van oplossingen van lanusa en cuprama in koperoxydammoniak in verhouding laag te zijn.

TABEL IV.

Celvezel	Fluiditeit (in rhé's)
cuprama (2 %)	3.2
lanusa (2 %)	2.5
normale viscose-kunstzijde	8—12

B. Cottoninehoudende vezelmengsels bestaande uit meer dan twee vezelsoorten.

Zijn in het vezelmengsel behalve cottonine en celvezel ook nog andere vezels aanwezig, welke in het oplosmiddel niet oplossen (b.v. katoen) dan is het bepalen van het cottoninegehalte zonder meer niet direct mogelijk.

Heeft men met een gemengd garen te doen, dat samengesteld is uit cottonine eenerzijds en celvezelhoudend vezelmengsel (b.v. een effilochée) anderzijds, dan is een cottoninebepaling in het garen alleen mogelijk, wanneer men over de tweede component in de afzonderlijke vorm beschikt. Men kan dan n.l. hierop een blancobepaling uitvoeren, de correctiefactor bepalen en deze in de berekening verwerken. De analysesresultaten zullen hier uiteraard minder nauwkeurig zijn dan bij zuivere cottonine-celvezelmengsels, aangezien in het eerste geval de niet-cottoninecomponent steeds min of meer inhomogeen zal zijn.

In dit laatste geval wordt het cottoninegehalte als volgt berekend :

$$\begin{aligned} \text{Stel hoeveelheid afgewogen materiaal (drooggewicht)} &= \dots \dots \dots a \text{ gram} \\ \text{gewicht vezelresidu (drooggewicht)} &= \dots \dots \dots b \text{ gram} \\ \text{correctiefactor voor gebruikte cottonine} &= \frac{\text{gew. residu cot.}}{\text{oorspr. gew. cot.}} \text{ b. d. blancoproef} = F_c \\ \text{correctiefactor voor 2e (samengestelde) component} &= \\ &= \frac{\text{gew. residu 2e comp.}}{\text{oorspr. gew. 2e comp.}} \text{ b. d. blancoproef} = F_m \end{aligned}$$

dan is het cottoninegehalte (uitgedrukt in % v. h. drooggewicht)

$$= \frac{b - (a \times F_m)}{F_c - F_m} \times \frac{100}{a}$$

TABEL V.

Zelfsamengesteld mengsel		Werkelijk cottonine-gehalte	F _c	F _m	Gevonden cottonine-gehalte, gecorrigeerd	Δ
1e component (cotonine)	2e component (kunstzijde + katoen + dgl)					
1	6	44.8	1.016	0.326	46.6	+1.8
1	7	40.6	1.016	0.490	39.4	-1.2
		39.8	1.016	0.527	42.6	+2.8
1	8	39.8	1.016	0.847	39.2	-0.6
		41.7	1.016	0.847	38.6	-3.1

Voorbeeld van berekening :

Van het gemengde monster afgewogen 0.3200 g (drooggewicht)
gewicht residu 0.2072 g (")

Bepaling van F_c Bepaling van F_m
van cottonine afgewogen 0.1200 g van 2e component afgewogen 0.1734 g
residu 0.1219 g gewicht residu 0.0566 g

$$F_c = \frac{0.1219}{0.1200} = 1.016$$

$$F_m = \frac{0.0566}{0.1734} = 0.326$$

$$\text{berekend cottoninegehalte} = \frac{0.2072 - (0.3200 \times 0.326)}{1.016 - 0.326} \times \frac{100}{0.3200} = 46.6 \%$$

Uit het cijfermateriaal, verzameld in de tabellen II, III en V blijkt :

1°. dat voor de analyse van mengsels van cottonine en normale (d.w.z. relatief niet-hoog polymere) kunstzijde (celvezel) de methode van Marshall in de in Hst. IV beschreven uitvoering betrouwbare uitkomsten oplevert. De spreiding in de uitkomsten ligt beneden de „mengspreiding” van de practijk.

2°. dat de methode nog van waarde kan zijn, ook wanneer men niet beschikt over de in het mengsel verwerkte zuivere cottonine. Bij de onderzochte cottoninesoorten wijkt de waarde van F slechts weinig van 1 af. 1) Het verschil tusschen de gecorrigeerde en ongecorrigeerde analyseresultaten is daardoor gering. Dit geldt niet voor linnen (F = 0.900 !).

3°. dat de analyse van mengsels met hoog polymere kunstvezels (lanusa, cuprama) moeilijkheden kan geven.

4°. dat ook mengsels van cottonine met kunstzijdebevattende effilochées met redelijke nauwkeurigheid geanalyseerd kunnen worden, wanneer men over de in het mengsel verwerkte effilochées in afzonderlijke vorm beschikt.

Waarde der methode voor de practijk.

Uit het voorafgaande is gebleken, dat het voor het verkrijgen van exacte analyseresultaten van cottonine-kunstzidemengsels gewenscht is te beschikken over de in het mengsel verwerkte zuivere cottonine om daarvan m.b.v. een blancoproef de correctiefactor te kunnen bepalen.

In de practijk zal men hiertoe niet altijd in de gelegenheid zijn. In de gunstigste omstandigheden verkeerden in dit opzicht de spinnerijen, waar de methode-Marshall zonder twijfel haar nut kan bewijzen. Doch ook onder omstandigheden, waar men niet een blanco-bepaling met de zuivere, in het mengsel verwerkte, cottonine kan uitvoeren, heeft de bepaling nog waarde. Uit de resultaten van het onderzoek volgt n.l. de waarschijnlijkheid, dat de correctiefactor van goed ontsloten, inheemsche cottonine, voor verschillende soorten weinig spreiding vertoont en weinig van 1 afwijkt, in welk geval ook zonder blancoproef nog redelijk betrouwbare uitkomsten verwacht kunnen worden.

V. CONCLUSIE.

Voor de analyse van vezelmengsels (garens, weefsels) bestaande uit cottonine en kunstzijde celvezel, is de methode-Marshall zeer aan te bevelen, mits de kunstzijde of celvezel niet behoort tot de z.g. hoog-polymere soorten.

Een voordeel bij deze methode is de omstandigheid, dat cottonine door het oplosmiddel slechts weinig wordt aangetast.

1) De afwijking is veel geringer dan die, welke door Viertel werd gevonden.