II

(Atti per i quali la pubblicazione non è una condizione di applicabilità)

CONSIGLIO

DIRETTIVA DEL CONSIGLIO

del 17 luglio 1972

relativa al ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri concernenti taluni metodi di analisi quantitativa di mischie binarie di fibre tessili

(72/276/CEE)

IL CONSIGLIO DELLE COMUNITÀ EUROPEE,

visto il trattato che istituisce la Comunità economica europea, in particolare l'articolo 100,

vista la proposta della Commissione,

considerando che la direttiva del Consiglio, del 26 luglio 1971, per l'armonizzazione delle legislazioni degli Stati membri relative alle denominazioni del settore tessile [1], prescrive talune disposizioni in materia di etichettatura basate sulla composizione fibrosa dei prodotti tessili ;

considerando che, in occasione dei controlli ufficiali effettuati negli Stati membri, è necessario applicare metodi uniformi per stabilire la composizione fibrosa dei prodotti tessili per quanto concerne sia il trattamento preliminare del campione che l'analisi quantitativa ;

considerando che la predetta direttiva prevede all'articolo 13 che speciali direttive preciseranno i metodi di prelievo dei campioni e di analisi da seguire in tutti gli Stati membri per determinare la composizione in fibre dei prodotti ;

considerando che in una prima fase è necessario prevedere i metodi applicabili ad alcune mischie binarie di fibre tessili e definire quindi, in ulteriori direttive, i metodi applicabili alle mischie composte di più di due fibre tessili o di fibre della stessa natura chimica (in particolare analisi microscopiche) ;

considerando che il progresso della tecnica rende necessario un frequente adattamento delle prescrizioni tecniche definite dalle direttive particolari relative ai metodi d'analisi applicabili nel settore dei tessili ; che, per agevolare l'applicazione delle misure a tal fine necessarie, è opportuno prevedere una procedura che instauri una stretta cooperazione tra gli stati membri e la Commissione in seno al Comitato per l'adattamento al progresso tecnico dei metodi d'analisi nel settore dei tessili ;

considerando che il laboratorio incaricato del controllo determina la composizione delle mischie binarie per le quali non esiste nessun metodo di analisi uniformato sul piano comunitario utilizzando qualsiasi metodo valido a sua disposizione e indicando, nel rapporto di analisi i risultati ottenuti e il grado di precisione del metodo, sempreché sia conosciuto,

HA ADOTTATO LA PRESENTE DIRETTIVA :

Articolo 1

La presente direttiva concerne i metodi di analisi quantitativa di alcune mischie binarie di fibre tessili,

[1] GU n. L 185 del 16. 8. 1971, pag. 16.

compresa la preparazione dei campioni ridotti e delle provette.

Articolo 2

Per campione ridotto s'intende un campione di dimensione adatta alle analisi, proveniente da campioni globali per laboratorio che sono stati prelevati su una partita di articoli da analizzare.

Per provetta s'intende la frazione del campione ridotto necessaria per ottenere un singolo risultato analitico.

Articolo 3

Gli Stati membri adottano tutte le misure utili affinché le disposizioni degli allegati I e II concernenti i metodi di analisi quantitativa di alcune mischie binarie di fibre tessili, compresa la preparazione dei campioni ridotti e delle provette, vengano applicate, durante i controlli ufficiali, per determinare la composizione dei prodotti tessili immessi sul mercato, in conformità delle disposizioni della direttiva del 26 luglio 1971.

Articolo 4

Il laboratorio incaricato del controllo delle mischie binarie per le quali non esiste un metodo d'analisi uniformato sul piano comunitario determina la composizione di dette mischie utilizzando qualsiasi metodo valido a sua disposizione e indicando nel rapporto d'analisi i risultati ottenuti e il grado di precisione del metodo, sempreché sia conosciuto.

Articolo 5

1. È istituito un Comitato per l'adattamento al progresso tecnico dei metodi d'analisi nel settore dei tessili, in appresso denominato « il Comitato » ; esso è composto di rappresentanti degli Stati membri e presieduto da un rappresentante della Commissione.

2. Il Comitato stabilisce il suo regolamento interno.

3. L'adattamento al progresso tecnico dei metodi di analisi quantitativa di cui all'allegato II si effettua secondo la procedura prevista dall'articolo 6.

Articolo 6

1. Nel caso in cui viene fatto riferimento alla procedura definita nel presente articolo, il Comitato è investito della questione dal suo presidente, sia ad iniziativa di quest'ultimo, sia a richiesta del rappresentante di uno Stato membro.

2. Il rappresentante della Commissione sottopone al Comitato un progetto delle misure da adottare. Il Comitato formula il suo parere in merito a tale progetto entro un termine che il presidente può stabilire in relazione all'urgenza dei problemi in questione. Il Comitato si pronuncia a maggioranza di dodici voti ; ai voti degli Stati membri è attribuita la ponderazione di cui all'articolo 148, paragrafo 2, del trattato.

Il presidente non partecipa al voto.

3. a) La Commissione adotta le misure progettate quando esse sono conformi al parere del Comitato.

b) Quando le misure progettate non sono conformi al parere formulato dal Comitato, o in mancanza di parere, la Commissione sottopone immendiatamente al Consiglio una proposta relativa alle misure da adottare.

Il Consiglio delibera a maggioranza qualificata.

c) Se, al termine di un periodo di tre mesi a decorrere dal momento in cui la proposta è pervenuta al Consiglio quest'ultimo non ha deliberato, le misure proposte sono adottate della Commissione.

Articolo 7

1. Gli Stati membri mettono in vigore le disposizioni necessarie per conformarsi alla presente direttiva entro un termine di diciotto mesi dalla sua notifica e ne informano immediatamente la Commissione.

2. Gli Stati membri provvedono a comunicare alla Commissione il testo delle disposizioni essenziali di diritto interno che essi adottano nel settore disciplinato dalla presente direttiva.

Articolo 8

Gli Stati membri sono destinatari della presente direttiva.

Fatto a Bruxelles, addì 17 luglio 1972.

Per il Consiglio
Il Presidente
P. LARDINOIS

ALLEGATO I

PREPARAZIONE DEI CAMPIONI RIDOTTI E DELLE PROVETTE PER DETERMINARE LA COMPOSIZIONE FIBROSA DEI PRODOTTI TESSILI

1. CAMPO DI APPLICAZIONE

Il presente allegato fornisce indicazioni generali sulla preparazione di campioni ridotti di dimensione adatta (cioè non superiori a 100 g) per il trattamento preliminare ai fini delle analisi quantitative a partire da campioni globali di laboratorio e sulla selezione delle provette a partire da campioni ridotti che abbiano subito un trattamento preliminare per eliminare le materie non fibrose [1].

2. DEFINIZIONI

2.1. **Partita** — È la quantità di materiale che viene valutata in base ad una serie di risultati di prove. Essa può includere, ad esempio, tutto il materiale che corrisponde ad una stessa fornitura di tessuto, tutto il tessuto ottenuto da un determinato subbio, una spedizione di filati, una balla o un gruppo di balle di fibre gregge.

2.2. **Campione globale per laboratorio** — È la frazione della partita che è stata prelevata in modo da essere rappresentativa dell'insieme e che è inviata al laboratorio. La grandezza e la natura del campione globale per laboratorio saranno fissate in modo da riflettere adeguatamente la variabilità della composizione della partita e da facilitare le manipolazioni di laboratorio [2].

2.3. **Campione ridotto** — È la parte di campione globale per laboratorio sottoposta ad un trattamento preliminare per eliminare le materie non fibrose e dalla quale vengono successivamente prelevate delle provette per l'analisi. La grandezza e la natura del campione ridotto saranno sufficienti per rispecchiare adeguatamente la varietà di composizione del campione globale per laboratorio [3].

2.4. **Provetta** — È la parte di materiale prelevata da un campione ridotto necessaria per ottenere un singolo risultato analitico.

3. PRINCIPIO

Il campione ridotto viene scelto in modo da essere rappresentativo del campione globale per laboratorio.

Le provette vengono prelevate su un campione ridotto in modo che siano rappresentative di quest'ultimo.

4. CAMPIONATURA DELLE FIBRE SCIOLTE

4.1. **Fibre non orientate** — Costituire un campione ridotto prelevando dei ciuffi a caso dal campione globale per laboratorio. Prelevare tutto il campione ridotto, mischiarlo in modo adeguato con l'aiuto di una carda per laboratorio [4]. Sottoporre il velo o la mischia, nonché le fibre aderenti e quelle che fuoriescono dall'apparecchio, al trattamento preliminare. Prelevare in seguito, in proporzione della massa, le provette dal velo, le fibre aderenti e quelle che fuoriescono dall'apparecchio.

Se la forma del velo di carda non ha subito modifiche a seguito del trattamento preliminare, prelevare le provette nel modo descritto al punto 4.2. Se il velo è stato scomposto durante il pretrattamento, scegliere le provette prelevando dal campione sottoposto a tale trattamento almeno 16 piccoli ciuffi di dimensioni adatte, più o meno uguali, e quindi riunirli.

4.2. **Fibre orientate (veli, nastri, stoppini)** — Tagliare, nelle parti scelte a caso del campione globale per laboratorio, almeno 10 sezioni trasversali di 1 grammo circa ciascuna. Sotto-

---

[1] Si possono anche pretrattare direttamente le provette.
[2] Per gli articoli finiti e confezionati cfr. punto 7.
[3] Vedere nota 1.1. — Allegato I.
[4] Si può sostituire la carda per laboratorio con un miscelatore di fibre o con il metodo detto di « accoppiamento e divisione dei ciuffetti ».

porre il campione ridotto così ottenuto all'operazione del pretrattamento. Riunire in seguito le sezioni ponendole una accanto all'altra e formare la provetta tagliando trasversalmente in modo da prelevare una parte di ciascuna delle 10 lunghezze.

5. CAMPIONATURA DEI FILATI

5.1. **Filati in bobine od in matasse** — Utilizzare tutte le bobine del campione globale per laboratorio.

Prelevare da ciascuna bobina delle lunghezze continue, uguali ed adeguate, o avvolgendo delle matassine dello stesso numero di giri suun aspo [1] o con qualsiasi altro mezzo. Riunire le lunghezze una accanto all'altra sotto forma di una matassina unica o di una mazzetta ed assicurarsi che delle lunghezze uguali di ciascuna bobina costituiscano la matassina o la mazzetta.

Sottoporre al trattamento preliminare il campione ridotto, ottenuto in questo modo.

Prelevare le provette dal campione ridotto sottoposto a trattamento preliminare tagliando un fascio di fili di uguale lunghezza dalla matassina o dalla mazzetta e curando di non omettere nessuno dei fili che vi sono contenuti.

Se t è il « tex » del filo ed n il numero di bobine del campione globale per laboratorio, si dovrà prelevare da ciascuna bobina una lunghezza di filo di $\frac{10^6}{nt}$ cm per ottenere un campione ridotto di 10 g. Se il valore nt è elevato, vale a dire è superiore a 2 000, si può preparare una matassina più grossa e tagliarla trasversalmente in due punti in modo da ottenere una mazzetta di massa adeguata. Le estremità di un campione che si presenta sotto forma di una mazzetta verranno legate in modo adeguato prima di effettuare il trattamento preliminare e le provette verranno prelevate ad una distanza sufficiente dal nodo.

5.2. **Fili su subbio** — Prelevare un campione ridotto tagliando all'estremità del subbio un fascio di almeno 20 cm di lunghezza che comprenda tutti i fili, ad eccezione dei fili di cimosa che vengono esclusi. Legare il fascio di fili ad una delle estremità. Se il campione è troppo grosso per effettuare un trattamento preliminare globale, dividerlo in due o più parti, ciascuna delle quali verrà legata per il trattamento preliminare; le parti verranno riunite dopo essere state sottoposte separatamente a tale pretrattamento. Prelevare una provetta di lunghezza adatta dal campione ridotto, tagliando sufficientemente lontano dal nodo e non tralasciando alcuno dei fili del subbio. Per dei subbi che comprendono N fili di t « tex », la lunghezza di una provetta della massa di 1 g è di $\frac{10^5}{Nt}$ cm.

6. CAMPIONATURA DEL TESSUTO

6.1. **Campione globale per laboratorio costituito da un taglio unico rappresentativo del tessuto** — Ritagliare dal campione una striscia diagonale che va da un angolo all'altro e togliere le cimose. Tale striscia rappresenta il campione ridotto. Per ottenere un campione ridotto di x grammi, la superficie della striscia sarà di $\frac{x\ 10^4}{G}$ cm²; G essendo la massa del tessuto in grammi per m².

Dopo averla sottoposta al trattamento preliminare, tagliare la striscia trasversalmente in quattro parti uguali e sovrapporle. Prelevare le provette da una parte qualsiasi del materiale così preparato, tagliando trasversalmente tutti gli strati in modo che ogni provetta contenga una lunghezza uguale di ciascuno di essi.

Se il tessuto presenta un disegno operato, la larghezza del campione ridotto, misurata parallelamente alla direzione dell'ordito non deve essere inferiore ad un rapporto di ordito del disegno. Se, essendo soddisfatta questa condizione, il campione ridotto è troppo

[1] Se le bobine possono essere sistemate su una rastrelliera adeguata è possibile svolgerne parecchie contemporaneamente.

grande per venire facilmente trattato preliminarmente per intero, esso deve essere tagliato in parti uguali che verranno sottoposte separatamente al trattamento preliminare, dopo di che tali parti verranno sovrapposte prima di prelevare le provette, curando però che le parti corrispondenti del disegno non coincidano.

6.2. **Campione globale per laboratorio formato da più tagli** — Si analizza ciascun taglio come indicato al paragrafo 6.1., poi si indica separatamente ciascun risultato.

7. CAMPIONATURA DEGLI ARTICOLI FINITI E CONFEZIONATI

Il campione globale per laboratorio è costituito normalmente da un articolo intero finito e confezionato o da una parte rappresentativa dell'articolo.

Determinare eventualmente le percentuali delle varie parti che non hanno la stessa composizione fibrosa, allo scopo di verificare le disposizioni dell'articolo 9 della direttiva sul ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri in materia di denominazioni nel settore dei tessili.

Prelevare un campione ridotto rappresentativo della parte dell'articolo finito e confezionato la cui composizione deve essere indicata sull'etichetta. Se l'articolo confezionato è munito di più etichette, prelevare dei campioni ridotti rappresentativi di ciascuna parte corrispondente ad una determinata etichetta.

Se l'articolo di cui si deve determinare la composizione non è omogeneo, può essere necessario prelevare dei campioni ridotti di ciascuna delle parti dell'articolo e determinare le proporzioni relative delle diverse parti rispetto all'insieme dell'articolo previsto.

Il calcolo delle percentuali verrà effettuato tenendo conto delle proporzioni relative delle parti campionate.

Sottoporre i campioni ridotti al trattamento preliminare.

Prelevare in seguito delle provette rappresentative dei campioni ridotti sottoposti al trattamento preliminare.

ALLEGATO II

METODI D'ANALISI QUANTITATIVA DI ALCUNE MISCHIE BINARIE DI FIBRE TESSILI

1. CONSIDERAZIONI GENERALI

Introduzione

I metodi di analisi quantitativa delle mischie di fibre tessili si basano su due procedimenti principali, quello di separazione manuale e quello chimico.

Il procedimento di separazione manuale deve essere impiegato ogni qualvolta è possibile, perché dà generalmente risultati più precisi di quello chimico. Esso è applicabile a tutti quei prodotti tessili in cui le fibre costituenti non sono in mischia intima, come per esempio nel caso di filati ritorti a più capi, ciascuno dei quali è costituito da un solo tipo di fibra, o di tessuti, in cui il filato di ordito è costituito da un tipo di fibra diverso da quello filato di trama, o di tessuti a maglia demagliabile composti di filati di costituzione diversa.

Il procedimento di analisi chimica quantitativa delle mischie di fibre tessili si basa generalemente sulla solubilità selettiva dei singoli componenti della mischia. Dopo aver eliminato uno dei componenti si pesa il residuo insolubile: la proporzione del componente solubile si calcola partendo dalla perdita di massa. Nel presente documento sono raccolte le informazioni comuni all'analisi effettuata con questo procedimento, valide per le mischie di fibre considerate nel presente allegato, qualunque ne sia la composizione. Questo documento dovrà pertanto essere utilizzato assieme con quelli che descrivono particolareggiatamente i procedimenti applicabili a mischie di fibre particolari. È possibile che alcune analisi chimiche si basino su un principio diverso da quello della solubilità selettiva. In tal caso si possono trovare completi dettagli nella parte corrispondente del metodo applicabile.

Le mischie di fibre utilizzate nella fabbricazione dei prodotti tessili e, in proporzione minore, quelle che si trovano nei prodotti finiti, contengono talvolta delle materie non fibrose, come grassi, cere o prodotti ausiliari e prodotti solubili in acqua che possono essere di origine naturale od essere stati aggiunti per facilitare il processo di fabbricazione. Le materie non fibrose debbono essere eliminate prima dell'analisi. A tale scopo è stato descritto anche un metodo di trattamento preliminare che consente di eliminare nella maggior parte dei casi gli oli, i grassi, le cere ed i prodotti solubili in acqua.

I tessili possono contenere ancora resine o altre materie aggiunte allo scopo di conferire loro proprietà speciali. Tali materie, compresi in alcuni casi eccezionali i coloranti, possono modificare l'azione del reattivo sul componente solubile ed essere parzialmente o totalmente eliminate dai reattivi stessi. Le materie aggiunte possono pertanto dar luogo ad errori e debbono essere eliminate prima dell'analisi del campione. Quando questa eliminazione non sia possibile, non sono applicabili i metodi di analisi chimica quantitativa descritti nel presente allegato.

Il colorante presente nelle fibre tinte è considerato parte integrante della fibra e non viene eliminato.

Tali analisi vengono effettuate sulla base della massa secca, per cui viene fornito anche un metodo per la sua determinazione.

Il risultato è espresso applicando alla massa di ciascuna fibra allo stato secco i tassi di ripresa indicati nell'allegato II della direttiva per il ravvicinamento delle legislazioni degli Stati membri in materia di denominazioni nel settore dei tessili.

Le fibre presenti nella mista devono essere identificate prima di effettuare le analisi. In alcuni metodi chimici il o i componenti insolubili di una mista possono essere solubilizzati parzialmente dal reattivo utilizzato per sciogliere il componente solubile. Ogniqualvolta è stato possibile, si sono scelti reattivi che hanno effetto scarso o nullo sulle fibre insolubili. Quando si sa che all'analisi risulta una perdita di massa è necessario correggerne il risultato; a tal fine sono forniti i fattori di correzione. Tali fattori sono stati determinati in diversi laboratori trattando, nel reattivo appropriato specificato nel metodo d'analisi, le fibre depurate con il trattamento preliminare. Tali fattori di correzione si applicano soltanto a fibre normali; altri fattori di correzione possono rendersi necessari qualora le fibre siano state alterate prima o durante il trattamento. I metodi chimici illustrati si applicano a singole determinazioni. Sia per il procedimento di separazione manuale che per quello chimico sarà necessario effettuare almeno due determinazioni su provette separate. In casi dubbi, salvo impossibilità tecnica, si dovrà effettuare un'altra analisi impiegando un medodo che permetta la dissoluzione della fibra costituente il residuo ottenuto operando con il primo metodo.

I. *Generalità sui metodi d'analisi chimica quantitativa delle mischie di fibre tessili*

Informazioni comuni ai metodi da applicare per l'analisi chimica quantitativa di mischie di fibre tessili.

I.1. *Campo di applicazione*

Nel campo di applicazione di ogni metodo è indicato per quali fibre il metodo è applicabile.

I.2. *Principio*

Dopo aver identificato i diversi componenti di una mischia, si eliminano dapprima le materie non fibrose con un trattamento preliminare appropriato e poi uno dei due componenti, in generale mediante solubilizzazione selettiva [1]; si pesa il residuo insolubile e si calcola la proporzione del componente solubile partendo dalla perdita di massa. Salvo difficoltà tecniche, è preferibile sciogliere la fibra che si trova in maggiori proporzioni, onde ottenere come residuo la fibra che si trova in minori proporzioni.

I.3. *Materiale necessario*

I.3.1. *Apparecchiatura*

I.3.1.1. Crogioli filtranti e pesafiltri che consentono di incorporare i crogioli, o qualsiasi altra apparecchiatura che dia risultati identici.

I.3.1.2. Beuta caudata da collegare al vuoto.

I.3.1.3. Essiccatore contenente gel di silice colorato mediante un indicatore.

I.3.1.4. Stufa ventilata per essiccare le provette a 105 ° ± 3 °C.

I.3.1.5. Bilancia analitica, sensibile a 0,0002 g.

I.3.1.6. Apparecchio di estrazione Soxhlet o apparecchiatura che consenta un risultato identico.

I.3.2. *Reattivi*

I.3.2.1. Etere di petrolio ridistillato con punto di ebollizione fra 40 °C e 60 °C.

I.3.2.2. Gli altri reattivi sono indicati nelle parti corrispondenti di ciascun metodo. Tutti i reattivi impiegati devono essere chimicamente puri.

I.3.2.3. Acqua distillata o deionizzata.

I.4. *Atmosfera di condizionamento e di analisi*

Poiché si determinano delle masse secche, non è necessario condizionare le provette o eseguire le analisi in un'atmosfera condizionata.

I.5. *Campione ridotto*

Si sceglie un campione ridotto rappresentativo del campione globale per laboratorio, sufficiente a fornire tutte le provette necessarie, ciascuna delle quali di almeno 1 g.

I.6. *Trattamento preliminare del campione ridotto* [2]

Qualora sia presente un elemento che non viene preso in considerazione per il calcolo delle percentuali (art. 12 par. 2 d) della direttiva « denominazioni tessili ») si comincerà con l'eliminarlo mediante un metodo appropriato che non intacchi nessuno dei componenti fibrosi.

---

[1] Il metodo n. 13 rappresenta una eccezione ed è basato sul dosaggio di un elemento costitutivo di uno dei due componenti.

[2] Vedere 1. — Allegato I.

A tale scopo le materie non fibrose estraibili con etere di petrolio e con acqua sono eliminate trattando il campione ridotto, seccato all'aria, in apparecchio Soxhlet con etere di petrolio per 1 ora, per un minimo di 6 cicli all'ora. Si evapora l'etere di petrolio dal campione, che sarà poi estratto per trattamento diretto mediante immersione per 1 ora in acqua a temperatura ambiente, seguito da immersione per 1 ora in acqua a 65 ° ± 5 °C, agitando di tanto in tanto, rapporto di bagno 1 : 100. Si elimina l'eccesso d'acqua dal campione mediante spremitura, applicazione del vuoto e centrifugazione e si lascia essiccare successivamente il campione all'aria.

Nei casi in cui le materie non fibrose non possono essere estratte mediante etere di petrolio e acqua, esse dovranno essere eliminate sostituendo il procedimento in acqua, sopra descritto, con un procedimento appropriato che non alteri sostanzialmente nessuno dei componenti fibrosi. Tuttavia per certe fibre vegetali naturali gregge (juta o cocco, per esempio) si deve far rilevare che il pretrattamento normale con etere di petrolio e con acqua non elimina tutte le sostanze non fibrose naturali; non si applicano comunque dei pretrattamenti supplementari, a meno che il campione non contenga degli appretti non solubili in etere di petrolio ed in acqua.

Nei rapporti di analisi dovranno essere descritti dettagliatamente i metodi di pretrattamento adottati.

I.7. *Procedimento d'analisi*

I.7.1. *Istruzioni generali*

I.7.1.1. *Essiccazione*

Si effettuano tutte le operazioni di essiccazione per un tempo non inferiore a 4 ore e non superiore a 16 ore a 105 ± 3 °C in una stufa munita di un passaggio per l'aria e la cui porta resterà chiusa per tutta la durata dell'essiccazione. Se la durata dell'essiccazione è inferiore a 14 ore ci si deve accertare di aver ottenuto una massa costante. Quest'ultima si può considerare raggiunta quando la variazione di massa, dopo una nuova essiccazione di 60 minuti, è inferiore allo 0,05 %.

Si eviti di manipolare i crogioli, i pesafiltri, le provette e i residui a mani nude durante le operazioni di essiccazione, di raffreddamento o di pesatura.

Si essiccano le provette in un pesafiltro, tenendo il coperchio in prossimità. Dopo l'essiccazione, si chiude il pesafiltro prima di toglierlo dalla stufa e lo si trasferisce rapidamente nell'essiccatore.

Si essiccano nella stufa il crogiolo filtrante posto in un pesafiltro con il suo coperchio a lato. Dopo l'essiccazione si chiude il pesafiltro e lo si trasferisce rapidamente in un essiccatore.

Qualora si utilizzi un'apparecchiatura diversa dal crogiolo filtrante, si essicca nella stufa in modo da determinare la massa delle fibre secche senza perdita.

I.7.1.2. *Raffreddamento*

Si effettuano tutte le operazioni di raffreddamento nell'essiccatore, tenendo quest'ultimo a lato della bilancia per un tempo sufficiente ad ottenere il raffreddamento totale dei pesafiltri e, in ogni caso, per un tempo non inferiore a due ore.

I.7.1.3. *Pesatura*

Dopo il raffreddamento, si pesa il pesafiltro al massimo nei 2 minuti successivi alla sua estrazione dall'essiccatore. Si pesa con l'approssimazione di 0,0002 g.

I.7.2. *Procedimento d'analisi*

Si preleva dal campione sottoposto a trattamento preliminare una provetta di almeno 1 g di massa. I filati o il tessuto sono tagliati in tratti di circa 10 mm di lunghezza, che si

disgregano per quanto possibile. Si essicca la provetta in un pesafiltro, si raffredda in un essiccatore e si pesa. Si trasferisce la provetta nel recipiente di vetro indicato nella parte corrispondente del metodo comunitario, si ripesa subito dopo il pesafiltro e si calcola per differenza la massa secca della provetta. Si completa il procedimento di analisi nel modo indicato nella parte corrispondente del metodo applicabile. Si esamina al microscopio il residuo per accertarsi che il trattamento abbia eliminato completamente la fibra solubile.

I.8. *Calcolo ed espressione dei risultati*

Si esprime la massa del componente insolubile come percentuale della massa totale delle fibre presenti nella mischia. La percentuale del componente solubile si ottiene per differenza. Si calcolano i risultati sulla base delle masse delle fibre depurate secche, alle quali siano stati applicati i tassi di ripresa ed i fattori di correzione necessari per tener conto delle perdite di materia durante le operazioni di trattamento preliminare e di analisi.

Tale calcolo viene effettuato applicando la formula descritta al punto I.8.2.

I.8.1. Calcolo della percentuale della massa del componente insolubile secco e depurato non tenendo conto della perdita di massa subita dalle fibre per effetto del trattamento preliminare

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

P_1 è la percentuale del componente insolubile secco e depurato

m è la massa secca della provetta dopo il trattamento preliminare

r è la massa del residuo secco

d è il fattore di correzione che tiene conto della perdita di massa del componente insolubile nel reattivo durante l'analisi. Gli opportuni valori di « d » sono indicati nelle parti corrispondenti del testo di ciascun metodo.

Questi valori di « d » sono naturalmente i valori normali applicabili alle fibre non alterate chimicamente.

I.8.2. Calcolo della percentuale della massa del componente insolubile dopo aver applicato i tassi di ripresa convenzionali e gli eventuali fattori di correzione che tengono conto della perdita di massa per effetto del trattamento preliminare.

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

P_{1A} è la percentuale del componente insolubile tenuto conto del tasso di ripresa convenzionale e della perdita di massa subita durante il trattamento preliminare

P_1 è la percentuale del componente insolubile secco e depurato ricavata con la formula indicata al punto I.8.1

a_1 è il tasso di ripresa convenzionale del componente insolubile (Allegato II della direttiva denominazioni tessili)

a_2 è il tasso di ripresa convenzionale del componente solubile (Allegato II della direttiva denominazioni tessili)

b_1 è la perdita percentuale del componente insolubile per effetto del trattamento preliminare

b_2 è la perdita percentuale del componente solubile per effetto del trattamento preliminare.

La percentuale del 2° componente ($P_{2A}\,\%$) è eguale a $100 - P_{1A}\,\%$.

Nel caso in cui si impieghi un trattamento preliminare speciale, il valore di b_1 e b_2 devono essere determinati, se possibile, sottoponendo ciascuna delle fibre componenti pure al trattamento preliminare applicato durante l'analisi. Per fibre pure si intendono le fibre prive di tutte le materie non fibrose, salvo quelle che esse contengono normalmente (a causa della loro natura od in seguito al processo di fabbricazione) allo stato in cui esse si trovano nell'articolo sottoposto all'analisi (greggio, bianchito).

Nel caso in cui non si dispogna di fibre componenti separate e pure che abbiano servito alla fabbricazione dell'articolo sottoposto all'analisi, bisogna adottare i valori medi di b_1 e b_2

risultanti dalle prove condotte su fibre pure simili a quelle contenute nella mischia esaminata.

Nel caso in cui si proceda ad un trattamento preliminare normale mediante estrazione con etere di petrolio e con acqua si possono trascurare, in generale, i fattori di correzione b_1 e b_2, salvo nel caso del cotone greggio, del lino greggio, della canapa greggia, in cui si ammette convenzionalmente che la perdita nel trattamento preliminare è eguale al 4 % e nel caso della fibra polipropilenica, in cui si ammette convenzionalmente che è eguale all'1 %.

Nel caso delle altre fibre, si ammette convenzionalmente di non tener conto nei calcoli della perdita subita nel trattamento preliminare.

II. *Procedimento di analisi quantitativa mediante separazione manuale*

II.1. *Campo di applicazione*

Il procedimento si applica alle fibre tessili di qualsiasi natura, purché non siano in mischia intima e sia possibile la loro separazione manuale.

II.2. *Principio*

Dopo aver identificato i diversi componenti del tessile, si eliminano dapprima le materie non fibrose con un trattamento preliminare appropriato e poi si separano le fibre manualmente, si seccano e si pesano per calcolarne la proporzione.

II.3. *Materiale necessario*

II.3.1. Pesafiltro, o qualsiasi altra apparecchiatura che dia risultati identici.

II.3.2. Essiccatore contenente gel di silice colorato mediante un indicatore.

II.3.3. Stufa ventilata per essiccare le provette a 105 ° ± 3 °C.

II.3.4. Bilancia analitica, sensibile a 0,0002 g.

II.3.5. Apparecchio di estrazione Soxhlet o apparecchiatura che consenta un risultato identico.

II.3.6. Ago.

II.3.7. Torcimetro, od apparecchio equivalente.

II.4. *Reattivi*

II.4.1. Etere di petrolio ridistillato, con punto di ebollizione tra 40° e 60 ° C.

II.4.2. Acqua distillata o deionizzata.

II.5. *Atmosfera di condizionamento e d'analisi*

Vedere il punto I.4.

II.6. *Campione ridotto*

Vedere il punto I.5.

II.7. *Trattamento preliminare del campione ridotto*

Vedere punto I.6.

II.8. *Procedimento di analisi*

II.8.1. *Analisi di un filato*

Si preleva dal campione sottoposto al trattamento preliminare una provetta di almeno 1 g di massa. In caso di filato di titolo molto fine l'analisi può essere effettuata su una lunghezza minima di 30 m, indipendentemente dalla massa.

Si taglia il filato in tratti di lunghezza conveniente e se ne isolano gli elementi servendosi di un ago e se necessario di un torcimetro. Gli elementi così isolati verranno posti in pesafiltri tarati ed essiccati a 105° ± 3° C, finché si ottenga una massa costante come descritto al punto I.7.1. e I.7.2.

II.8.2. *Analisi di un tessuto*

Si preleva dal campione sottoposto a trattamento preliminare una provetta di almeno 1 g di massa, escludendo le cimose, con i margini tagliati esattamente, senza sbavature, e paralleli ai fili di ordito e di trama, oppure, nel caso di tessuti a maglia, paralleli ai ranghi ed alle file di maglia. Si separano i fili di differente materia, raccogliendoli in pesafiltri tarati; si procede quindi come indicato al punto II.8.1.

II.9. *Calcolo ed espressione dei risultati*

Si esprime la massa di ciascun componente come percentuale della massa totale delle fibre presenti nella mista. Si calcolano i risultati sulla base delle masse secche delle fibre, depurate, alle quali sono stati applicati i tassi di ripresa ed i fattori di correzione necessari per tener conto delle perdite di materia durante le operazioni di trattamento preliminare.

II.9.1. Calcolo delle percentuali delle masse secche e depurate senza tener conto della perdita di massa subita dalla fibra in seguito al trattamento preliminare:

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

P_1 è la percentuale del 1° componente secco e depurato.

m_1 è la massa secca depurata del 1° componente

m_2 è la massa secca e depurata del 2° componente.

II.9.2. Calcolo delle percentuali di ciascun componente previa applicazione dei tassi di ripresa convenzionali e degli eventuali fattori di correzione che tengono conto delle perdite di massa subite durante il trattamento preliminare: cfr. I.8.2.

III.1 *Precisione dei metodi*

La precisione indicata per ogni metodo è relativa alla riproducibilità.

La riproducibilità è la fedeltà, cioè la concordanza tra i valori sperimentali ottenuti da operatori che lavorino in laboratori diversi od in tempi differenti, ognuno ottenendo con lo stesso metodo risultati individuali su un prodotto omogeneo identico.

La riproducibilità è espressa dai limiti di confidenza dei risultati, per un livello di confidenza del 95 %.

Si intende con ciò lo scarto tra due risultati che, in una serie di analisi effettuate in diversi laboratori, non viene oltrepassato che in 5 casi su 100, applicando normalmente e correttamente il metodo su una mischia omogenea identica.

III.2. *Rapporto di analisi*

III.2.1. Indicare che l'analisi è stata effettuata in conformità del presente metodo.

III.2.2. Fornire indicazioni particolareggiate in merito ai pretrattamenti speciali (vedere punto I.6.)

III.2.3. Indicare i singoli risultati nonché la media aritmetica con l'approssimazione alla prima decimale.

2. METODI PARTICOLARI — TABELLA RICAPITOLATIVA

Metodo	Campo di applicazione		Reattivo	Pagina
n. 1	acetato	determinate altre fibre	acetone	13
n. 2	determinate fibre proteiche	determinate altre fibre	ipoclorito di sodio alcalino	14
n. 3	viscosa, cupro o determinati tipi di modal	cotone	cloruro di zinco-acido formico	15
n. 4	poliammidica 6 oppure 6.6	determinate altre fibre	acido formico all'80 %	16
n. 5	acetato	triacetato	alcol benzilico	17
n. 6	triacetato	determinate altre fibre	diclorometano	18
n. 7	determinate fibre cellulosiche	poliestere	acido solforico al 75 %	19
n. 8	acriliche, determinate modacriliche o determinate clorofibre	determinate altre fibre	dimetilformammide	20
n. 9	determinate clorofibre	determinate altre fibre	solfuro di carbonio/ acetone 55,5/44,5	21
n. 10	acetato	determinate clorofibre	acido acetico glaciale	22
n. 11	seta	lana o peli	acido solforico al 75 %	23
n. 12	determinate fibre cellulosiche	lana o peli	acido solforico al 70 %	24
n. 13	juta	determinate fibre di origine animale	procedimento mediante dosaggio dell'azoto	26

METODO N. 1

ACETATO E DETERMINATE ALTRE FIBRE

(Procedimento all'acetone)

1. CAMPO DI APPLICAZIONE

Il presente metodo si applica, dopo aver eliminato le materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. acetato (17)

con

2. lana (1), peli d'animali (2 e 3), seta (4), cotone (5), lino (7), canapa (8), juta (9), abaca (10), alfa (11), cocco (12), ginestra (13), kenaf (14), ramiè (15), sisal (16), cupro (19), modal (20), proteica (21), viscosa (23), acrilica (24), poliammidica (28), poliestere (29).

È ovvio che questo metodo non si applica all'acetato disacetilato in superficie.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, si sciolgono le fibre di acetato con acetone. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la sua massa, eventualmente corretta, viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca di acetato si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

Matracci conici di almeno 200 ml, muniti di tappo smerigliato.

3.2. **Reattivo**

Acetone.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere alla provetta contenuta in un matraccio conico di almeno 200 ml, munito di tappo smerigliato, 100 ml di acetone per grammo di materiale, scuotere quindi il matraccio, lasciare per 30 minuti a temperatura ambiente agitando di tanto in tanto e decantare quindi il liquido attraverso il crogiolo filtrante tarato.

Ripetere il trattamento per altre due volte (in tutto, tre estrazioni), ma per soli 15 minuti ogni volta, in modo che il tempo totale del trattamento con acetone sia di un'ora. Trasferire il residuo nel crogiolo filtrante. Lavare il residuo nel crogiolo filtrante con acetone, aiutandosi con il vuoto. Riempire di nuovo il crogiolo di acetone, che si lascia scolare naturalmente, senza aspirazione.

Asciugare infine il crogiolo per mezzo del vuoto, seccare il crogiolo e il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano $\pm$ 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 2

DETERMINATE FIBRE PROTEICHE E DETERMINATE ALTRE FIBRE

(Procedimento all'ipoclorito di sodio alcalino)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, dopo aver eliminato le materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. determinate fibre proteiche, vale a dire: lana (1), peli d'animali (2 e 3), seta (4), proteiche rigenerate a base di caseina (21);

con

2. cotone (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23), acrilica (24), clorofibre (25), poliammidica (28), poliestere (29), polipropilenica (31) e vetro tessile (38).

Se sono presenti più fibre proteiche, il metodo permette di determinarne la quantità globale, ma non le singole percentuali.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, si sciolgono le fibre proteiche con ipoclorito di sodio alcalino. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la sua massa, eventualmente corretta, viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale delle fibre proteiche secche si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

Recipiente di vetro di almeno 500 ml.

3.2. **Reattivi**

(i) *Reattivo a base di ipoclorito*

Questo reattivo è costituito da una soluzione preparata di recente, circa 1 M, contenente da 33 a 37 g di cloro attivo per litro, alla quale è stata aggiunta una quantità sufficiente di idrato di sodio in modo da portare la concentrazione in idrato di sodio a 5 g/l (± 0,5 g/l).

(ii) *Acido acetico diluito*

Portare 5 ml di acido glaciale a 1 litro con acqua.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue: aggiungere alla provetta, contenuta in un recipiente di vetro di almeno 500 ml, 100 ml di reattivo a base di ipoclorito per grammo di provetta; agitare energicamente per bagnare bene la provetta, lasciare in riposo per 40 minuti a temperatura ambiente scuotendo energicamente ad intervalli regolari. Filtrare il contenuto del recipiente attraverso un crogiolo filtrante tarato e trasferire nel crogiolo le fibre residue eventualmente presenti, lavando il recipiente con un pò di reattivo a base di ipoclorito. Asciugare il crogiolo con il vuoto e lavare successivamente il residuo con acqua, acido acetico diluito e infine acqua, asciugando il crogiolo con il vuoto dopo ogni aggiunta di liquido. Non applicare il vuoto prima che il liquido di lavaggio sia scolato per gravità. Asciugare infine il crogiolo con il vuoto, seccare il crogiolo e il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di «d» è 1,00, eccetto per il cotone greggio per il quale il valore di « d » è 1,03.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 3

VISCOSA CUPRO O DETERMINATI TIPI DI MODAL E COTONE

(Procedimento all'acido formico e al cloruro di zinco)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, dopo aver eliminato le materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. cupro (19), taluni tipi di modal (20), viscosa (23)

con

2. cotone (5)

Se si constata la presenza di una fibra modal, occorre procedere ad una prova preliminare per accertare se la fibra è solubile nel reattivo.

Questo metodo non si applica alle miste in cui il cotone abbia subito una eccessiva degradazione chimica, né qualora la viscosa o il cupro siano resi non completamente solubili per la presenza di certi coloranti reattivi o appretti che non è possibile eliminare completamente.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, si sciolgono le fibre di viscosa, di cupro o di modal con un reattivo composto di acido formico e di cloruro di zinco. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; dopo correzione, la sua massa è espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca di viscosa, di cupro o di modal si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Matracci conici di almeno 200 ml, muniti di tappo smerigliato;

(ii) Dispositivo che consenta di mantenere i matracci a 40° C ± 2° C.

3.2. **Reattivi**

(i) Soluzione contenente 20 g di cloruro di zinco anidro e 68 g di acido formico anidro e portata a 100 g con acqua;

(ossia 20 parti in massa di cloruro di zinco anidro in 80 parti in massa di acido formico all'85 % in massa)

(ii) Soluzione di idrato di ammonio: diluire in acqua 20 ml di una soluzione concentrata di ammoniaca (massa volumica: 0,880 g/ml) sino ad ottenere un litro.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere quindi come segue: introdurre immediatamente la provetta nel matraccio preriscaldato a 40° C. Aggiungere 100 ml di soluzione di acido formico e di cloruro di zinco preriscaldata a 40° C per grammo di provetta. Chiudere il matraccio ed agitare. Mantenere il matraccio ed il contenuto a 40° C per due ore e mezzo, agitando due volte ad intervalli di un'ora. Filtrare il contenuto del matraccio attraverso un crogiolo filtrante tarato o far passare nel crogiolo, per mezzo del reattivo, le fibre eventualmente presenti nel matraccio. Lavare con 20 ml di reattivo.

Lavare a fondo il crogiolo ed il residuo con acqua a 40° C. Lavare quindi con 100 ml di soluzione ammoniacale, poi con acqua fino all'eliminazione dell'ammoniaca. Non applicare il vuoto prima che il liquido di lavaggio sia scolato per gravità. Eliminare quindi l'eccesso di liquido con il vuoto, seccare il crogiolo e il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » per il cotone è 0,96.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 2, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 4

POLIAMMIDICA 6 O POLIAMMIDICA 6.6. E DETERMINATE ALTRE FIBRE

(Procedimento all'acido formico all'80 %)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, previa eliminazione delle materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. poliammidica 6 o poliammidica 6.6. (28)
   con:
2. lana (1), peli d'animali (2 e 3), cotone (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23), acrilica (24), clorofibra (25), poliestere (29), polipropilenica (31), vetro tessile (38).

Come sopra indicato, questo metodo è applicabile alle miste contenenti lana, ma, quando la proporzione di quest'ultima supera il 25 %, si dovrà applicare il metodo n. 2, che prevede la dissoluzione della lana nella soluzione di ipoclorito di sodio alcanino.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, le poliammidiche vengono sciolte con acido formico. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la sua massa, se necessario corretta, viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca di poliammidica 6 o di poliammidica 6.6. si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**
Matraccio conico di almeno 200 ml, munito di un tappo smerigliato.

3.2. **Reattivi**

(i) Acido formico all'80 % in massa (densità a 20 °C: 1.186). Portare 880 ml di acido formico al 90 % in massa (densità a 20 °C: 1.204) ad 1 litro con acqua. Oppure, portare 780 ml di acido formico al 98-100 % in massa (densità a 20 °C: 1.220) ad 1 litro con acqua.

La concentrazione non è critica fra il 77 e l' 83 % in massa di acido formico.

(ii) Ammoniaca diluita: portare 80 ml di ammoniaca concentrata (densità a 20 °C: 0,880) ad 1 litro con acqua.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue: aggiungere 100 ml di acido formico per grammo di materiale alla provetta contenuta in un matraccio conico di almeno 200 ml. Tappare, agitare affinché la provetta si bagni. Lasciare a riposo per 15 minuti a temperatura ambiente agitando di tanto in tanto. Filtrare il contenuto del matraccio sul crogiolo filtrante tarato, lavare il matraccio con una piccola quantità di acido formico per trasferire tutte le fibre nel crogiolo. Asciugare il crogiolo mediante aspirazione e lavare il residuo sul filtro, successivamente mediante acido formico, acqua calda, ammoniaca diluita ed infine acqua fredda. Asciugare il crogiolo mediante aspirazione dopo ogni aggiunta di liquido. Non applicare l'aspirazione finché ogni soluzione di lavaggio non sia scolata per gravità. Infine asciugare il crogiolo mediante aspirazione, essiccarlo con il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano $\pm$ 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 5

ACETATO E TRIACETATO

(Procedimento all'alcol benzilico)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Il metodo si applica, dopo aver eliminato le materie non fibrose, alle mischie binarie di fibre di:

— acetato (17)
con
— triacetato (22)

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa nota della mista allo stato secco, le fibre di acetato vengono sciolte con alcol benzilico a 52 ± 2 °C. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la massa del residuo viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale di acetato secco si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (diversi da quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Matraccio conico di almeno 200 ml, munito di tappo smerigliato;
(ii) agitatore meccanico;
(iii) termostato o altro apparecchio per mantenere il matraccio alla temperatura di 52 ± 2° C.

3.2. **Reattivi**

(i) Alcol benzilico
(ii) Alcole etilico

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere 100 ml d'alcol benzilico per grammo di materiale alla provetta contenuta nel matraccio conico.

Mettere il tappo, fissare il matraccio sul dispositivo agitatore in modo che sia immerso in un bagno d'acqua mantenuto alla temperatura di 52 ° ± 2 °C e agitare per 20 minuti a tale temperatura. (L'agitazione meccanica può eventualmente essere sostituita da una energica agitazione manuale).

Decantare il liquido attraverso il crogiolo filtrante tarato. Aggiungere nel matraccio una nuova porzione di alcol benzilico e agitare di nuovo alla temperatura di 52 ° ± 2 °C per 20 minuti.

Decantare attraverso il crogiolo. Ripetere questo ciclo di operazioni una terza volta.

Versare infine il liquido e il residuo nel crogiolo; trasferire le fibre che potrebbero restare nel matraccio con una quantità supplementare di alcol benzilico alla temperatura di 52 ° ± 2 °C.

Asciugare completamente il crogiolo. Trasferire la fibre in un matraccio, aggiungere dell'alcole etilico per il lavaggio e, dopo agitazione manuale, decantare attraverso il crogiolo filtrante.

Ripetere tale operazione di lavaggio due o tre volte. Trasferire il residuo nel crogiolo e far evaporare completamente il solvente. Seccare il crogiolo e il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 6

TRIACETATO E DETERMINATE ALTRE FIBRE

(Procedimento al diclorometano)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, dopo aver eliminato le materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. triacetato (22)

con

2. lana (1), peli animali (2 e 3), seta (4), cotone (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23), acrilica (24), poliammidica (28), poliestere (29), vetro tessile (38).

Nota:

Le fibre di triacetato parzialmente saponificato da un appretto speciale non sono più completamente solubili nel reattivo. In questo caso il metodo non è applicabile.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, le fibre di triacetato vengono sciolte con diclorometano. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la massa del residuo, se necessario corretta, viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca di triacetato si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

Matraccio conico di almeno 200 ml, munito di tappo smerigliato.

3.2. **Reattivo**

Diclorometano (cloruro di metilene).

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere 100 ml di diclorometano per grammo di materiale alla provetta contenuta in un matraccio conico di 200 ml munito di tappo smerigliato, tappare, agitare il matraccio ogni dieci minuti affinché la provetta si imbeva completamente di reattivo e lasciar riposare il matraccio per 30 minuti a temperatura ambiente agitando ad intervalli regolari. Decantare il liquido attraverso il crogiolo filtrante tarato. Aggiungere 60 ml di diclorometano nel matraccio contenente il residuo, agitare a mano e filtrare il contenuto del matraccio attraverso il crogiolo filtrante. Trasferire le fibre residue nel crogiolo lavando con una piccola quantità supplementare di diclorometano. Applicare il vuoto per eliminare l'eccesso di liquido, riempire di nuovo il crogiolo di diclorometano e lasciare scolare il liquido per gravità. Infine applicare il vuoto per eliminare l'eccesso di liquido mediante trattamento in acqua bollente, seccare il crogiolo con il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEL RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00, ad eccezione del poliestere per il quale il valore di « d » è 1,01.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano $\pm$ 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 7

DETERMINATE FIBRE CELLULOSICHE E POLIESTERE

(Procedimento all'acido solforico al 75 %)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, previa eliminazione delle materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. cotone (5), lino (7), canapa (8), ramié (15), cupro (19), modal (20), viscosa (23)

con

2. poliestere (29)

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, si sciolgono le fibre cellulosiche con acido solforico al 75 %. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la massa del residuo viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca di fibre cellulosiche si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Matraccio conico di almeno 500 ml, munito di tappo smerigliato.

(ii) Termostato o altro apparecchio per mantenere il matraccio a temperatura di 50 ° ± 5 °C.

3.2. **Reattivi**

(i) *Acido solforico al 75 % ± 2 % in massa:*

Preparare il reattivo aggiungendo con precauzione e raffreddando 700 ml di acido solforico, di densità 1,84 a 20 °C, a 350 ml di acqua distillata. Dopo che la soluzione è stata raffreddata a temperatura ambiente, portarla ad 1 litro con acqua.

(ii) *Soluzione di ammoniaca diluita:*

Diluire 80 ml di soluzione di ammoniaca con densità 0,88 a 20 °C ad 1 litro con acqua.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere alla provetta contenuta in un matraccio conico di almeno 500 ml, munito di tappo smerigliato, 200 ml di acido solforico al 75 % per ogni grammo di materiale, tappare ed agitare il matraccio conico con prudenza affinché la provetta si imbeva completamente di reattivo. Mantenere il matraccio a temperatura di 50 ° ± 5 °C per un'ora, agitando ad intervalli regolari di circa 10 minuti. Filtrare il contenuto del matraccio attraverso un crogiolo filtrante tarato ricorrendo all'aspirazione. Trasferire le fibre residue nel crogiolo lavando il matraccio con una piccola quantità di acido solforico al 75 %. Asciugare il crogiolo mediante aspirazione e lavare il residuo sul filtro una prima volta riempiendo il crogiolo stesso con nuovo acido solforico al 75 %. Applicare il vuoto dopo scolamento dell'acido per gravità. Lavare il residuo a più riprese con acqua fredda, due volte con la soluzione di ammoniaca diluita e quindi a fondo con acqua fredda, asciugando il crogiolo mediante aspirazione dopo ogni aggiunta. Non ricorrere all'aspirazione fino a quando il liquido di lavaggio non sia scolato per gravità. Alla fine eliminare le ultime porzioni di liquido mediante aspirazione, essiccare il crogiolo ed il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 8

FIBRE ACRILICHE, DETERMINATE MODACRILICHE O DETERMINATE CLOROFIBRE E DETERMINATE ALTRE FIBRE

(Procedimento alla dimetilformammide)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo medoto si applica, previa eliminazione delle materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. acriliche (24), determinate modacriliche (27) o determinate clorofibre (25) (1)

   con

2. lana (1), peli animali (2 e 3), seta (4), cotone (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23), poliammidica (28) e poliestere (29).

Si applica parimenti alle fibre acriliche e a determinate modacriliche tinte con coloranti premetallizzati, ma non a quelle trattate con coloranti al cromo.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, le fibre acriliche, determinate modacriliche o determinate clorofibre vengono sciolte con dimetilformammide alla temperatura del bagnomaria bollente. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato. La massa del residuo, se necessario, corretta, è espressa in percentuale della massa secca della mista, e le percentuali secche di acrilica, modacrilica e clorofibra si ottengono per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Matraccio conico di almeno 200 ml, munito di tappo smerigliato.

(ii) Bagnomaria bollente.

3.2. **Reattivo**

Dimetilformammide (punto di ebollizione 153 ° ± 1 °C) che non contenga più dello 0,1 % d'acqua.

Data la tossicità del reattivo, si raccomanda di lavorare sotto cappa.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere alla provetta contenuta in un matraccio conico di almeno 200 ml, munito di un tappo smerigliato, 80 ml di dimetilformammide per grammo di materiale preventivamente riscaldato in bagnomaria bollente, tappare, agitare affinché la provetta si imbeva completamente di reattivo e mantenere per un'ora in bagnomaria bollente. Durante questo periodo agitare a mano il matraccio con il suo contenuto con precauzione, per cinque volte.

Decantare il liquido attraverso un crogiolo filtrante tarato, mantenendo le fibre nel matraccio. Aggiungere di nuovo 60 ml di dimetilformammide nel matraccio e riscaldare ancora per 30 minuti, agitando a mano il matraccio con il contenuto con precausione per 2 volte durante questo periodo.

Filtrare il contenuto del matraccio attraverso il crogiolo filtrante mediante aspirazione.

Trasferire le fibre residue nel crogiolo, lavando il matraccio con dimetilformammide. Eliminare il liquido dal crogiolo mediante aspirazione. Lavare due volte il residuo con acqua fredda, procedendo come segue: riempire il crogiolo, lasciare scolare l'acqua per gravità, eliminare l'eccesso di liquido mediante aspirazione.

Se il residuo è costituito da fibra poliammidica o poliestere, seccare crogiolo e residuo, raffreddare e pesare.

---

(1) Si deve verificare la solubilità di queste modacriliche o di queste clorofibre nel reattivo prima di procedere all'analisi.

Se il residuo è costituito invece di fibre di cellulosa rigenerata o naturale, seta o lana, trasferirle con una pinzetta in un matraccio conico di almeno 200 ml munito di tappo smerigliato, aggiungere 160 ml di acqua, lasciare per 5 minuti a temperatura ambiente agitando energicamente il matraccio e il suo contenuto ad intervalli regolari. Decantare l'acqua attraverso il crogiolo e ripetere questo procedimento di lavaggio ancora per tre volte. Dopo l'ultimo lavaggio filtrare il contenuto del matraccio attraverso il crogiolo mediante aspirazione. Trasferire le fibre residue nel crogiolo, lavando il matraccio con acqua. Eliminare l'acqua dal crogiolo mediante aspirazione, essiccare crogiolo e residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. I valori di « d » sono i seguenti:

seta	1,00
poliammidica 6, 6.6 o 11	1,01
lana	1,01
cotone	1,01
cupro, modal, viscosa	1,01
poliestere	1,02

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 9

DETERMINATE CLOROFIBRE E DETERMINATE ALTRE FIBRE

(Procedimento al solfuro di carbonio/acetone 55,5/44,5)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, previa eliminazione delle materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. determinate clorofibre (25), cioè determinati policloruri di vinile, surclorurati o no (1)

   con

2. lana (1), peli animali (2 e 3), seta (4), cotone (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23), acrilica (24), poliammidica (28), poliestere (29), vetro tessile (38).

Se la percentuale di lana o di seta della mista supera il 25 % si deve ricorrere al metodo n. 2. Se la percentuale di poliammidica 6 o 6.6 della mista supera il 25 % deve essere applicato il metodo n. 4.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, la clorofibre vengono sciolte con miscela azeotropica di solfuro di carbonio e acetone. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la massa del residuo, se necessario, corretta, viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca di policloruro di vinile si ottiene per differenza.

---

(1) Si deve verificare la solubilità delle clorofibre nel reattivo prima di procedere all'analisi.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Matraccio conico di almeno 200 ml, munito di tappo smerigliato.

(ii) Agitatore meccanico.

3.2. **Reattivi**

(i) Miscela azeotropica di solfuro di carbonio e acetone (55,5 % di solfuro di carbonio e 44,5 % di acetone in volume). Data la tossicità di questo reattivo, si raccomanda di effettuare il trattamento sotto cappa.

(ii) Alcole etilico al 92 % in volume o alcole metilico.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere alla provetta contenuta in un matraccio conico di almeno 200 ml, munito di un tappo smerigliato, 100 ml della miscela azeotropica per grammo di materiale. Tappare bene il matraccio ed agitarlo con l'agitatore meccanico per 20 minuti, a temperatura ambiante, oppure a mano energicamente. Decantare il liquido sovrastante attraverso il crogiolo filtrante tarato.

Ripetere il trattamento con ulteriore aggiunta di 100 ml di solvente nuovo. Continuare con questo ciclo di operazioni fino a quando una goccia di questo liquido di estrazione, posta su un vetrino di orologio, non lascia più un deposito di polimero dopo evaporazione. Trasferire il residuo nel crogiolo filtrante usando dell'altro solvente, asciugare quindi mediante aspirazione e lavare il crogiolo ed il residuo successivamente con 20 ml di alcole e quindi tre volte con acqua. Applicare l'aspirazione solo quando il liquido sia scolato naturalmente per gravità. Seccare crogiolo e residuo, raffreddare e pesare.

Nota:

Con talune miste aventi un elevato contenuto di policloruro di vinile si può avere una forte contrazione della provetta durante l'essiccamento, il che disturba la dissoluzione del policloruro di vinile da parte del solvente. Tuttavia ciò non impedisce la dissoluzione totale del policloruro di vinile da parte del solvente.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONI DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano $\pm$ 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 10

ACETATO E DETERMINATE CLOROFIBRE

(Procedimento all'acido acetico glaciale)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo è applicabile, previa eliminazione delle materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. acetato (17)

con

2. determinate clorofibre (25), cioè policloruro di vinile, surclorurato o no.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, le fibre di acetato vengono sciolte mediante acido acetico glaciale. Il residuo è raccolto, lavato, seccato e pesato; la sua massa, eventualmente, corretta, viene espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca di acetato si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Matraccio conico di almeno 200 ml, munito di tappo smerigliato.

(ii) Agitatore meccanico.

3.2. **Reattivo**

Acido acetico glaciale (più di 99 %). Poiché il reattivo è molto caustico è necessario manipolarlo con precauzione.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere alla provetta contenuta in un matraccio conico di almeno 200 ml, munito di un tappo smerigliato, 100 ml di acido acetico glaciale per grammo, di materiale. Tappare bene il matraccio e agitare per 20 minuti a temperatura ambiante con agitatore meccanico o energicamente a mano. Decantare il liquido sovrastante attraverso il crogiolo filtrante tarato. Ripetere questo trattamento due volte, usando 100 ml di solvente nuovo ogni volta, effettuando in tutto tre estrazioni. Trasferire il residuo nel crogiolo filtrante, eliminare il liquido mediante aspirazione e lavare crogiolo e residuo con 50 ml di acido acetico glaciale e poi tre volte con acqua. Dopo ogni lavaggio lasciare scolare il liquido per gravità prima di ricorrere all'aspirazione. Essiccare crogiolo e residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 11

SETA E LANA O PELI

(Procedimento all'acido solforico al 75 %)

1. CAMPO DI APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, dopo eliminazione delle materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. seta (4)

con

2. lana (1) o peli animali (2 e 3)

2. PRINCIPIO

Le fibre di seta vengono eliminate, partendo da una massa secca nota della mista, mediante dissoluzione in acido solforico al 75 % in massa (1).

Il residuo viene raccolto, lavato, seccato e pesato. La sua massa, se necessario, corretta, viene espressa in percentuale della massa secca totale della mista. La percentuale secca di seta è ottenuta per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli menzionati nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

Matracci conici di 200 ml muniti di tappo smerigliato.

3.2. **Reattivi**

(i) *Acido solforico al 75 % ± 2 % in massa:*

Preparare il reattivo aggiungendo con precauzione e raffreddando 700 ml di acido solforico, di densità a 20°C 1,84, a 350 ml di acqua distillata.

Dopo che la soluzione è stata raffreddata a temperatura ambiente, portarla ad 1 litro con acqua.

(ii) Acido solforico diluito: aggiungere lentamente 100 ml di acido solforico di densità a 20°C 1,84 a 1 900 ml d'acqua distillata.

(iii) Ammoniaca diluita: 200 ml d'ammoniaca concentrata di densità a 20°C 0,880, vengono portati a 1 000 ml con acqua distillata.

4. PROCEDIMENTO D'ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere alla provetta, contenuta in un matraccio conico di almeno 200 ml munito di tappo smerigliato, 100 ml di acido solforico al 75 % per ogni grammo di materiale e quindi tappare. Agitare energicamente e lasciare per 30 minuti a temperatura ambiente. Agitare di nuovo e lasciare quindi a riposo per altri 30 minuti. Agitare un'ultima volta e far passare il contenuto del matraccio nel crogiolo filtrante tarato. Asportare le fibre che restano eventualmente nel matraccio mediante acido solforico al 75 %. Lavare il residuo sul crogiolo, trattandolo successivamente con 50 ml di acido solforico diluito, 50 ml d'acqua e 50 ml d'ammoniaca diluita. Lasciare ogni volta le fibre in contatto con il liquido per circa 10 minuti prima di applicare il vuoto. Lavare infine con acqua, lasciando le fibre a contatto con l'acqua per 30 minuti circa. Applicare il vuoto per eliminare l'eccesso di liquido. Essiccare il crogiolo ed il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 0,985 per la lana (1).

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con questo metodo non superano ± 1, per un livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 12

DETERMINATE FIBRE CELLULOSICHE E LANA O PELI

(Procedimento all'acido solforico al 70 %)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Questo metodo si applica, previa eliminazione delle materie non fibrose, alle mischie binarie di:

---

(1) Le sete selvatiche, come il tussah, non sono sciolte completamente dall'acido solforico a 75 %.

1. cotone (5), lino (7), canapa (8), ramié (15), cupro (19), modal (20), viscosa (23)
   con
2. lana (1) o peli animali (2 e 3)

Quando la percentuale di lana è superiore al 25 %, è preferibile ricorrere al metodo n. 2 all'ipoclorito di sodio alcalino.

2. PRINCIPIO

Partendo da una massa secca nota della mista, le fibre cellulosiche vengono sciolte con acido solforico al 70 %. Il residuo viene raccolto, lavato, seccato e pesato; la massa del residuo è espressa in percentuale della massa secca della mista. La percentuale secca della fibre cellulosiche si ottiene per differenza.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli descritti nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Bicchiere di almeno 300 ml e matraccio conico di almeno 300 ml, munito di tappo smerigliato.

(ii) Termostato od apparecchio analogo per mantenere la temperatura del matraccio a 38 ° ± 1 °C.

3.2. **Reattivi**

(i) Acido solforico al 70 % ± 2 % in massa.
Aggiungere con prudenza, raffreddando, 500 ml di acido solforico di densità 1,84 a 20 °C, a 380 ml di acqua distillata. Dopo raffreddamento a 20 °C la soluzione deve avere la densità di 1,62 a 20 °C.

(ii) Acido solforico all'1 %.
Aggiungere con prudenza 6 ml di acido solforico di densità 1,84 a 20 °C ad 1 litro d'acqua.

(iii) Soluzione contenente 20 grammi di bicarbonato di sodio per litro

(iv) Alcole etilico al 96 % in volume.

4. PROCEDIMENTO DI ANALISI

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali e procedere come segue:

Aggiungere alla provetta contenuta in un bicchiere, di almeno 300 ml, 100 ml, di acido solforico all'1 % bollente.

Mantenere all'ebollizione per 10 minuti agitando con una bacchetta di vetro.

Filtrare il contenuto del bicchiere attraverso un crogiolo filtrante tarato mediante aspirazione. Trasferire le fibre residue lavando il bicchiere con acqua; asciugare mediante aspirazione.

Trasferire le fibre in un matraccio conico di almeno 300 ml. Aggiungere 200 ml di acido solforico al 70 %, portato a 38 ± 1 °C, per grammo di materiale.

Tappare ed agitare. Riporre il matraccio nel termostato a 38 ± 1 °C per 15 minuti, agitando ad intervalli regolari di 5 minuti circa.

Filtrare il contenuto del matraccio attraverso lo stesso crogiolo filtrante tarato mediante aspirazione. Trasferire le fibre residue lavando il matraccio con un poco di acido solforico al 70 %. Asciugare il crogiolo mediante aspirazione e lavare una prima volta il residuo che si trova nel filtro riempiendo il crogiolo di acido solforico nuovo al 70 %. Aspirare soltanto dopo scolamento dell'acido per gravità.

Lavare il residuo a più riprese con acqua fredda, quindi con 100 ml della soluzione di bicarbonato, che si lascia scolare per gravità, lavare a fondo con acqua fredda, versare infine un poco di alcole etilico sul residuo, asciugare mediante aspirazione.

Essiccare il crogiolo ed il residuo, raffreddare e pesare.

5. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

Calcolare i risultati come descritto nelle considerazioni generali. Il valore di « d » è 1,00 per la lana o i peli non alterati chimicamente. Esso può essere superiore ad 1,00 per la lana od i peli alterati chimicamente.

6. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano ± 1, per in livello di confidenza del 95 %.

METODO N. 13

IUTA E DETERMINATE FIBRE DI ORIGINE ANIMALE

(Metodo mediante dosaggio dell'azoto)

1. CAMPO D'APPLICAZIONE

Il presente metodo si applica dopo aver eliminato le materie non fibrose, alle mischie binarie di:

1. iuta (9)

   con

2. determinate fibre animali

Queste ultime possono essere costituite da lana (1) o da peli (2 e 3), oppure da una mischia di peli e di lana. È sottinteso che tale metodo non si applica alle mischie tessili con materie non fibrose (coloranti, appretti, ecc.) a base di azoto.

2. PRINCIPIO

Si determina il contenuto in azoto della mischia e, partendo da questo dato e dal contenuto in azoto noto dei due componenti, si calcola la proporzione di ciascuno dei componenti la mischia.

3. APPARECCHIATURA E REATTIVI (oltre a quelli menzionati nelle considerazioni generali)

3.1. **Apparecchiatura**

(i) Pallone Kjeldahl della capacità di 200-300 ml.

(ii) Apparecchio di distillazione Kjeldahl con iniezione di vapore.

(iii) Apparecchiatura di titolazione che permetta una precisione di 0,05 ml.

3.2. **Reattivi**

(i) Toluene

(ii) Metanolo

(iii) Acido solforico di densità 1,84 a 20 °C (1)

(iv) Solfato di potassio (1)

(v) Diossido di selenio (1)

(vi) Soluzione d'idrato sodico (400 g per litro). Sciogliere 400 g di idrato di sodio in 400-500 ml d'acqua e portare ad 1 litro con acqua.

(vii) Indicatore misto. Sciogliere 0,1 g di rosso di metile in 95 ml di etanolo e 5 ml di acqua e mescolare questa soluzione con 0,5 g di verde di bromocresolo sciolti in 475 ml di etanolo e 25 ml di acqua.

(viii) Soluzione di acido borico. Sciogliere 20 g di acido borico in 1 litro d'acqua.

(ix) Acido solforico 0,02 N (soluzione titolata).

4. TRATTAMENTO PRELIMINARE DEL CAMPIONE RIDOTTO

Il pretattamento descritto nelle considerazioni generali è sostituito con quello riportato qui di seguito:

Estrarre il campione secco all'aria in un apparecchio Soxhlet von una miscela di un volume di toluene e tre volumi di metanolo per 4 ore, con un minimo di 5 cicli all'ora. Fare evaporare all'aria il solvente contenuto nel campione ed eliminarne le ultime tracce in una stufa alla temperatura di 105 ° ± 3 °C. Procedere quindi all'estrazione del campione con acqua (50 ml per g di materiale), facendo bollire a ricadere per 30 minuti. Filtrare, riportare il campione nel pallone e ripetere l'estrazione con un volume identico di acqua. Filtrare, eliminare l'eccesso di acqua dal campione mediante spremitura, aspirazione o centrifugazione e lasciare quindi asciugare all'aria il campione.

---

(1) Questi reattivi debbono essere « esenti » da azoto.

Nota:

Si tengano presenti gli effetti tossici del toluene e del metanolo e si maneggino queste sostanze con la massima precauzione.

5. PROCEDIMENTO DI ANALISI

5.1. **Istruzioni generali**

Seguire le istruzioni indicate nelle considerazioni generali relative al prelievo, essiccamento e pesata della provetta.

5.2. **Istruzioni dettagliate**

Trasferire la provetta in un pallone Kjeldahl. Aggiungere alla provetta di almeno 1 g posta nel pallone Kjeldahl, rispettando l'ordine seguente, 2,5 g di solfato di potassio, 0,1-0,2 g di diossido di selenio e 10 ml di acido solforico (d = 1,84). Riscaldare il pallone da prima dolcemente fino a distruzione totale delle fibre, poi più energicamente fino a quando la soluzione diventa chiara e praticamente incolore. Riscaldare per altri 15 minuti. Fare raffreddare il pallone, diluire il contenuto con precauzione con 10-20 ml di acqua, raffreddare, trasferire quantitativamente il contenuto in un pallone tarato di 200 ml e portare a volume con acqua par ottenere la soluzione di analisi.

Versare circa 20 ml di soluzione di acido borico in un matraccio conico di 100 ml e porre quest' ultimo sotto il refrigerante dell'apparecchio di distillazione Kjeldahl in modo tale che il tubo di uscita arrivi proprio sotto la superficie della soluzione di acido borico. Aggiungere 10 ml esatti di soluzione di analisi nel pallone di distillazione, aggiungere almeno 5 ml di soluzione di idrato di sodio nell'imbuto, sollevare leggermente il tappo e fare scendere lentamente la soluzione di idrato di sodio nel pallone. Se la soluzione di analisi e la soluzione di idrato di sodio tendono a formare due strati separati, mescolarli agitando con prudenza. Riscaldare leggermente il pallone di distillazione e far passare attraverso il liquido il vapore proveniente dal generatore. Raccogliere circa 20 ml di distillato, abbassare il matraccio conico in maniera tale che l'estremità del tubo del refrigerante venga a trovarsi 20 ml circa al di sopra della superficie del liquido e distillare ancora per un minuto. Lavare l'estremità del refrigerante con acqua, raccogliendo l'acqua di lavaggio nel matraccio conico. Allontanare quest'ultimo e sostituirlo con un secondo matraccio conico contenente circa 10 ml di soluzione di acido borico e raccogliere circa 10 ml di distillato.

Titolare separatamente i due distillati con acido solforico 0,02 N, utilizzando l'indicatore misto. Annotare i risultati della titolazione dei due distillati. Se la titolazione del secondo distillato è superiore a 0,2 ml, ripetere la prova ricominciando la distillazione su una nuova aliquota di soluzione di analisi.

Effettuare una prova in bianco usando per la digestione e per la distillazione soltanto i reattivi.

6. CALCOLO ED ESPRESSIONE DEI RISULTATI

6.1. Il calcolo della percentuale di azoto del campione secco viene effettuato come segue:

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

dove: A % = percentuale di azoto nel campione secco depurato.
V = volume totale (ml) dell'acido solforico titolato utilizzato per la determinazione.
b = volume totale (ml) dell'acido solforico titolato utilizzato per la determinazione in bianco.
N = titolo reale dell'acido solforico titolato.
W = massa secca (g) della provetta.

6.2. Applicando i valori di 0,22 % per l'azoto contenuto nella iuta e del 16,2 % per l'azoto contenuto nella fibra animale, queste due percentuali essendo espresse sulla base della massa secca delle fibre, si calcola la composizione della mischia come segue:

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

P_A % = percentuale di fibra animale nel campione

7. PRECISIONE DEL METODO

Su mischia omogenea di materie tessili, i limiti di fiducia dei risultati ottenuti con tale metodo non superano $\pm$ 1, per un livello di confidenza del 95 %.