372L0276

31. 7. 72 Diario Oficial de las Comunidades Europeas Nº L 173/1

DIRECTIVA DEL CONSEJO

de 17 de julio de 1972

relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre determinados métodos de análisis cuantitativo de mezclas binarias de fibras textiles

(72/276/CEE)

EL CONSEJO DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea y, en particular, su artículo 100,

Vista la propuesta de la Comisión,

Considerando que la Directiva del Consejo, de 26 de julio de 1971, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre denominaciones textiles [1] contiene disposiciones en materia de etiquetado basadas en la composición en fibras de los productos textiles;

Considerando que es conveniente que los métodos que se utilicen en los Estados miembros para efectuar controles oficiales con objeto de determinar la composición en fibras de los productos textiles, sean uniformes tanto en lo que se refiere al tratamiento previo de la muestra como a su análisis cuantitativo;

Considerando que el artículo 13 de la Directiva más arriba citada establece que los métodos de toma de muestras y de análisis que deberán aplicarse en todos los Estados miembros para determinar la composición en fibras de los productos serán objeto de regulación en directivas particulares;

Considerando que, inicialmente, conviene establecer los métodos aplicables a ciertas mezclas binarias de fibras textiles, dejando para ulteriores directivas la regulación de los métodos aplicables a las mezclas compuestas de más de dos fibras textiles o de fibras de la misma naturaleza química (en particular análisis microscópicos);

Considerando que el progreso técnico exige una adaptación frecuente de las prescripciones técnicas contenidas en las directivas particulares relativas a los métodos de análisis aplicables en el sector textil; que para facilitar la puesta en práctica de medidas tendentes a este fin, conviene establecer un procedimiento que permita una estrecha cooperación entre los Estados miembros y la Comisión en el seno del Comité para la adaptación al progreso técnico de los métodos de análisis en el sector de los textiles;

Considerando que, en el caso de las mezclas binarias para las que no exista un método de análisis uniforme en el ámbito comunitario, el laboratorio encargado del control podrá determinar la composición de estas mezclas utilizando cualquier método válido a su disposición; que dicho laboratorio deberá indicar en el informe del análisis el resultado obtenido y la precisión del método, si fuese conocida,

HA ADOPTADO LA PRESENTE DIRECTIVA:

Artículo 1

La presente Directiva trata de los métodos de análisis de determinadas mezclas binarias de fibras textiles, y del modo

[1] DO nº L 185 de 16. 8. 1971, p. 16.

de preparación de las muestras reducidas y de las muestras de análisis.

Artículo 2

Por muestra reducida se entiende una muestra de un tamaño apropiado para los análisis, prodecente de muestras globales para laboratorio tomadas a su vez de una partida de artículos para analizar.

Por muestra de análisis se entiende la porción de la muestra reducida necesaria para obtener un resultado analítico individual.

Artículo 3

De conformidad con lo dispuesto en la Directiva, de 26 de julio de 1971, los Estados miembros tomarán todas las medidas necesarias para que en los controles oficiales que se efectuen para determinar la composición de productos textiles ya comercializados, se apliquen las disposiciones de los Anexos I y II relativas a los métodos de análisis cuantitativo de determinadas mezclas binarias de fibras textiles y al modo de preparación de muestras reducidas y muestras de análisis.

Artículo 4

El laboratorio encargado del control de las mezclas binarias para las que no exista método de análisis uniforme en el ámbito comunitario, determinará la composición de estas mezclas utilizando cualquier método válido a su disposición, e indicará en el informe del análisis el resultado obtenido y la precisión del método, si fuese conocida.

Artículo 5

1. Se crea un Comité para la adaptación al progreso técnico de los métodos de análisis en el sector de los textiles, en lo sucesivo denominado el «Comité», que estará formado por los representantes de los Estados miembros y presidido por un representante de la Comisión.

2. El Comité establecerá su reglamento interno.

3. La adaptación al progreso técnico de los métodos de análisis cuantitativo previstos en el Anexo II se efectuará según el procedimiento del artículo 6.

Artículo 6

1. En caso de que se recurra al procedimiento definido en el presente artículo el presidente someterá el asunto al Comité, bien sea a iniciativa propia o a petición del representante de un Estado miembro.

2. El representante de la Comisión presentará al Comité un proyecto de las medidas que hayan de tomarse. El Comité emitirá su dictamen sobre este proyecto en un plazo que el presidente podrá fijar en función de la urgencia del asunto de que se trate. Se resolverá por mayoría de doce votos, ponderándose los votos de los Estados miembros según lo previsto en el apartado 2 del artículo 148 del Tratado.

El presidente no tomará parte en la votación.

3. a) La Comisión adoptará las medidas proyectadas cuando sean conformes con el dictamen del Comité.

b) en defecto de dictamen, o cuando las medidas proyectadas no sean conformes con el dictamen del Comité, la Comisión someterá de inmediato al Consejo una propuesta relativa a las medidas que hayan de adoptarse.

El Consejo resolverá por mayoría cualificada.

c) Si, transcurridos tres meses desde el sometimiento de la propuesta al Consejo éste no hubiese resuelto, la Comisión adoptará las medidas propuestas.

Artículo 7

1. Los Estados miembros adoptarán en un plazo de dieciocho meses a partir del día de su notificación, las medidas necesarias para cumplir la presente Directiva, e informarán de ello inmediatamente a la Comisión.

2. Los Estados miembros comunicarán a la Comisión el Texto de las disposiciones básicas de Derecho interno que adopten en el ámbito regulado por la presente Directiva.

Artículo 8

Los destinatarios de la presente Directiva serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 17 de julio de 1972.

Por el Consejo

El Presidente

P. LARDINOIS

ANEXO I

PREPARACIÓN DE MUESTRAS REDUCIDAS Y DE MUESTRAS DE ANÁLISIS PARA DETERMINAR LA COMPOSICIÓN EN FIBRAS DE LOS PRODUCTOS TEXTILES

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

El presente Anexo tiene por objeto fijar el procedimiento que deberá seguirse para la preparación de muestras reducidas de un tamaño apropiado (es decir, de un peso no superior a 100 g) para los tratamientos previos a los análisis cuantitativos a partir de muestras globales para laboratorio, y para la selección de muestras de análisis a partir de muestras reducidas que hayan sido sometidas a tratamiento previo para eliminar las materias no fibrosas (1).

2. DEFINICIONES

2.1. **Partida.** Es la cantidad de material que se valora sobre la base de una serie de resultados de pruebas. Puede comprender, por ejemplo, todo el material que corresponda a una misma entrega de tejido, toda la tela tejida a partir de un enjulio determinado, una expedición de hilados, una o varias balas de fibras en bruto.

2.2. **Muestra global para laboratorio.** Es aquella porción del lote tomada de forma que sea representativa del conjunto, y que se envía al laboratorio. La muestra global para laboratorio tendrá el tamaño y la naturaleza que basten para reflejar convenientemente la variabilidad del lote y para que sea fácil su manipulación en el laboratorio (2).

2.3. **Muestra reducida.** Es la porción de la muestra global para laboratorio que se somete a un tratamiento previo para eliminar las materias no fibrosas, y de la cual se toman las muestras para el análisis. La muestra reducida tendrá el tamaño y la naturaleza que basten para reflejar convenientemente la variabilidad de la muestra global para laboratorio (3).

2.4. **Muestra de análisis o toma de prueba.** Es la porción de material tomada de la muestra reducida necesaria para dar un resultado analítico individual.

3. PRINCIPIO

La muestra reducida se escogerá de manera que sea representativa de la muestra global para laboratorio.

Las muestras de análisis se tomarán de la muestra reducida de manera que sean representativas de esta última.

4. PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE FIBRAS LIBRES

4.1. **Fibras no orientadas.** Constituir la muestra reducida tomando al azar varias mechas de la muestra global para laboratorio. Mezclar convenientemente toda la muestra reducida con ayuda de una carda de laboratorio (4). Someter el velo o la mezcla así obtenidos a tratamiento previo, incluyendo las fibras sueltas y las que se adhieran al aparato utilizado para la mezcla. Tomar a continuación muestras de análisis del velo, de las fibras adherentes y de las que se deslicen fuera del aparato, en proporción al peso.

Si el velo de carda permaneciera intacto después del tratamiento previo, tomar las muestras de análisis del modo descrito en el número 4.2. Si el velo hubiese sido afectado por el tratamiento previo, escoger en él las muestras tomando al azar un mínimo de 15 mechas pequeñas de tamaño apropiado y aproximadamente iguales, reuniéndolas a continuación.

4.2. **Fibras orientadas (velos de carda, cintas, mechas).** De partes de la muestra global para laboratorio escogidas al azar cortar un mínimo de 10 secciones transversales que pesen cada una alrededor de 1 g.

---

(1) En ciertos casos, las muestras de análisis podrán someterse directamente a tratamiento previo.
(2) Para los artículos acabados y confeccionados ver número 7.
(3) Ver 1.
(4) Se podrá sustituir la carda de laboratorio por un mezclador de fibras o por el método llamado «enjambres de mechones».

Someter la muestra reducida así formada a tratamiento previo. Reunir a continuación las secciones colocándolas una al lado de la otra y formar la muestra de análisis cortando transversalmente de manera que se tome una porción de cada una de las 10 longitudes.

5. PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE LOS HILADOS

5.1. **Hilos en bobinas o en madejas.** Tomar muestras de todas las bobinas de la muestra global para laboratorio.

Retirar de cada bobina longitudes continuas, iguales y aopropiadas, sea devanando ovillos de un mismo número de vueltas en una devanadera (1) o por cualquier otro medio. Reunir los largos uno al lado de otro, en forma de ovillo único o cable y cuidando que en el ovillo o cable haya largos iguales de cada bobina.

Someter la muestra reducida así formada a tratamiento previo.

Tomar las muestras de análisis de la muestra reducida cortando del ovillo o del cable un haz de hilos de igual longitud, teniendo cuidado que el haz contenga todos los hilos de la muestra.

Si t es el «tex» del hilo, y n el número de bobinas de la muestra global para laboratorio, habrá que sacar de cada bobina una longitud de hilo de $\frac{10^6}{nt}$ cm para obtener una muestra reducida de 10 g. Si nt es alto, es decir, si es superior a 2 000, podrá tejerse un ovillo de mayor peso y cortarlo transversalmente en dos puntos, de modo que se obtenga un cable de un peso apropiado. Las extremidades de una muestra que se presente en forma de cable se atarán convenientemente antes de someterlas al pretratamiento, tomándose las muestras de análisis a suficiente distancia del nudo.

5.2. **Hilo sobre enjulio.** Tomar una muestra reducida cortando en la extremidad del enjulio un haz de al menos 20 cm de largo que contenga todos los hilos, a excepción de los hilos de la orilla, que se desecharán, Atar el haz de hilos por una de sus extremidades. Si la muestra fuera demasiado ancha para someterla entera a tratamiento previo, dividirla en dos o más partes, atar cada una de ellas por separado, someterlas a tratamiento previo también por separado y reunirlas de nuevo una vez concluido éste. Tomar una muestra de análisis de longitud conveniente de la muestra reducida, cortándola a suficiente distancia del nudo y sin dejarse ninguno de los hilos del enjulio. Para enjulios que contengan N hilos de t «tex», la longitud de una muestra que pese 1 g será de $\frac{10^6}{nt}$ cm.

6. PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE TEJIDO

6.1. **Muestra global para laboratorio constituida por un retazo único representativo del tejido.** Cortar en la muetra una banda diagonal que vaya de una esquina a otra y quitar las orillas. Esta banda constituirá la muestra reducida. Para obtener una muestra reducida de x g, la superficie de la banda será de $\frac{x\ 10^4}{G}$ cm², siendo G el peso del tejido en g por m².

Después de haberla sometido al tratamiento previo, cortar la banda transversalmente en cuatro partes iguales y ponerlas unas encima de otras. Tomar las muestras de análisis de una parte cualquiera del material así preparado, cortando transversalmente todas las capas, de manera que cada muestra comprenda una longitud igual de cada una de ellas.

Si la tela presentase un dibujo tejido, la anchura de la muestra reducida, medida paralelamente a la dirección de la urdimbre, no deberá ser inferior a la distancia que exista entre repeticiones del dibujo en la urdimbre. Si, cumplida esta condición, la muestra reducida fuese demasiado anche para ser

(1) Si las bobinas pudieran ponerse en un portabobinas apropiado, podría desenrollarse simultáneamente un gran número de ellas.

sometida entera a tratamiento previo, córtese en partes iguales, sométanse éstas a tratamiento previo separadamente y, colóquese unas encima de otras antes de tomar las pruebas de análisis, tratando que las partes correspondientes del dibujo no coincidan.

6.2. **Muestra global para laboratorio constituida por varios retazos:** Tratar cada retazo según lo dispuesto en el número 6.1, y dar los resultados por separado.

7. PREPARACIÓN DE MUESTRAS DE LOS ARTÍCULOS ACABADOS Y CONFECCIONADOS

La muestra global para laboratorio estará normalmente constituida por un artículo acabado y confeccionado, o por una fracción representativa de uno de estos artículos.

Determinar en su caso el porcentaje de las diferentes partes del artículo que no tengan el mismo contenido en fibras, con objeto de comprobar si se cumplen las disposiciones del artículo 9 de la Directiva relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre denominaciones textiles.

Tomar una muestra reducida representativa de la parte del artículo acabado y confeccionado, cuya composición deberá indicarse en la etiqueta. Si el artículo confeccionado llevara varias etiquetas, deberán tomarse muestras reducidas representativas de la parte o partes correspondientes a cada etiqueta.

Si el artículo cuya composición se trata de determinar no fuese homogéneo, pudiera ser necesario tomar muestras reducidas de cada una de las partes del artículo y determinar las proporciones relativas de las diversas partes con relación al conjunto del artículo de que se trate.

El cálculo de los porcentajes se hará teniendo en cuenta las proporciones relativas de las partes de las que se tomen muestras.

Someter las muestras reducidas a tratamiento previo.

Tomar a continuación muestras de análisis representativas de las muestras reducidas sometidas a tratamiento previo.

ANEXO II

MÉTODOS DE ANÁLISIS CUANTITATIVO DE CIERTAS MEZCLAS BINARIAS DE FIBRAS TEXTILES

1. GENERALIDADES

Introducción

Los métodos de análisis cuantitativo de las mezclas de fibras textiles se basan en dos procedimientos principales, el de la separación manual y el de la separación química de las fibras.

El procedimiento de separación manual deberá utilizarse siempre que sea posible, ya que generalmente se obtienen con él resultados más precisos que con el procedimiento químico. Es aplicable a todos los productos textiles en los que las fibras componentes no formen una mezcla íntima, como por ejemplo en el caso de hilados compuestos de varios elementos cada uno de ellos constituido por una sola clase de fibra, o de tejidos en los que la fibra que compone la urdimbre sea de naturaleza diferente a la que compone la trama, o de géneros de punto que puedan destejerse compuestos de hilos de diversas clases.

El procedimiento de análisis químico cuantitativo de mezclas de fibras textiles se funda generalmente en la solubilidad selectiva de los componentes individuales de la mezcla. Después de la eliminación de uno de los componentes, el residuo insoluble se pesa y la proporción del componente soluble se calcula a partir de la pérdida de peso. Esta primera parte del Anexo contiene la información común a los análisis por este procedimiento de todas las mezclas de fibras consideradas en el presente Anexo, cualquiera que sea su composición. Deberá por tanto utilizarse conjuntamente con aquellas secciones del Anexo que contengan los procedimientos detallados aplicables a mezclas de fibras concretas. Puede ocurrir que algunos análisis químicos se basen en un prinicipio que no sea el de la solubilidad selectiva. En estos casos, podrá hallarse información completa y detallada sobre ello en la sección correspondiente en la del método aplicable.

Las mezclas de fibras utilizadas durante la fabricación de los productos textiles y, en menor grado, las que se encuentran en los productos acabados, contienen a veces materias no fibrosas como grasas, ceras o aditivos, o productos solubles en el agua, que pueden tener origen natural o haber sido añadidos para facilitar la fabricación. Las materias no fibrosas deberán eliminarse antes del análisis. Esta es la razón por la cual se describe igualmente un método de tratamiento previo que permite eliminar los aceites, las grasas, las ceras y los productos solubles en el agua en la mayoría de los casos.

Los productos textiles pueden contener además resinas u otras materias añadidas para conferirles propiedades especiales. Tales materias, incluidos los colorantes en ciertos casos excepcionales, pueden modificar la acción del reactivo sobre el componente soluble e incluso ser parcial o totalmente eliminadas por los reactivos. Estas materias añadidas pueden por tanto inducir a error y deberán eliminarse antes de analizar la muestra. En caso de que esta eliminación sea imposible, los métodos de análisis químico cuantitativo descritos en el presente Anexo no serán aplicables.

El colorante presente en las fibras teñidas se considera como parte integrante de la fibra y no se eliminará.

Estos análisis se efectúan sobre la base del peso en seco y se suministra un método para determinarlo.

El resultado se obtendrá aplicando al peso en seco de cada fibra los factores de recuperación indicados en el Anexo II de la Directiva relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre denominaciones textiles.

Las fibras presentes en la mezcla deberán identificarse antes de efectuar los análisis. En ciertos métodos químicos, la parte insolubles de los componentes de una mezcla podrá disolverse parcialmente en el reactivo utilizado para disolver el componente soluble. Siempre que sea posible, se escogerán reactivos que tengan un efecto débil o nulo sobre las fibras insolubles. Si se supiera que durante el análisis se produce una pérdida de peso, convendrá corregir el resultado; se acompañan factores de corrección a tal fin. Estos factores han sido determinados en diferentes laboratorios tratando las fibras depuradas mediante tratamiento previo con el reactivo apropiado especificado en el método de análisis. Estos factores sólo se aplicarán a fibras normales y podrán ser necesarios otros factores de corrección si las fibras se hubiesen deteriorado antes o durante el tratamiento. Los métodos químicos propuestos se aplicarán a análisis individuales. Convendrá efectuar como mínimo dos análisis sobre muestras de análisis separadas, tanto cuando se siga el procedimiento de separación manual como cuando se utilice el de separación química. En caso de duda, y salvo imposibilidad técnica, se deberá efectuar otro análisis siguiendo un método alternativo que permita la disolución de las fibras no disueltas al utilizar el primer método.

I. *Generalidades sobre los métodos de análisis químico cuantitativo de las mezclas de fibras textiles*

Informaciones comunes a los métodos que deberán seguirse, para el análisis químico cuantitativo de mezclas de fibras textiles.

I.1 *Ámbito de aplicación*

En el ámbito de aplicación de cada método se indican las fibras a las que el método es aplicable.

I2. *Principio*

Después de haber identificado los componentes de una mezcla, se eliminarán en primer lugar las materias no fibrosas por medio de un tratamiento previo apropiado y después uno de los dos componentes, generalmente por disolución selectiva (1). Se pesará el residuo insoluble y se calculará la proporción del componente soluble a partir de la pérdida de peso. Salvo que ello plantee dificultades técnicas, será preferible disolver la fibra presente en mayor proporción, a fin de obtener como residuo la fibra que se encuentre en menor proporción.

I.3. *Material necesario*

I.3.1. *Instrumental*

I.3.1.1. Placas filtrates y vidrios de reloj que permitan la incorporación de placas, o cualquier otro instrumental que dé idénticos resultados.

I.3.1.2. Matraz de succión.

I.3.1.3. Desecado que contenga gel de sílice coloreado mediante un indicador.

I.3.1.4. Horno de secado con ventilador para secar las muestras a 105 ° ± 3 °C.

I.3.1.5. Balanza analítica, sensibilidad 0,0002 g.

I.3.1.6. Equipo de extracción Soxhlet o instrumental que permita alcanzar idénticos resultados.

I.3.2. *Reactivos*

I.3.2.1. Eter de petróleo redestilado, con punto de ebullición entre 40 °C y 60 °C.

I.3.2.2. Los otros reactivos se mencionan en la sección correspondiente de cada método. Todos los reactivos utilizados deberán ser químiciamente puros.

I.3.2.3. Agua destilada o desionazada.

I.4. *Atmósfera de acondicionamiento y de análisis*

Como lo que se determina es el peso en seco, no será necesario acondicionar las muestras ni hacer los análisis en una atmósfera acondicionada.

I.5. *Muestra reducida*

Escoger una muestra reducida representativa de la muestra global para laboratorio suficiente para suministrar todas las muestras de análisis necesarias de 1 g como mínimo cada una.

I.6. *Tratamiento previo de la muestra reducida* (2)

Si estuviese presente un elemento que no deba tenerse en cuenta para el cálculo de los porcentajes (ver letra d) del apartado 2 del artículo 12 de la Directiva «Denominaciones textiles» se comenzará por eliminarlo mediante un método apropiado que no afecte a ninguno de los componentos fibrosos.

---

(1) El método nº 13 constituye una excepción. Se basa en la determinación del contenido en un elemento constitutivo de uno de los dos componentes.

(2) Ver anexo I.1

Con esta finalidad, las materias no fibrosas que se puedan extraer con éter de petróleo y agua se eliminarán tratando le muestra reducida, secada al aire, en el extractor Soxhlet con éter de petróleo durante una hora, a una cadecia mínima de seis ciclos por hora. Evaporar el éter de petróleo de la muestra, que se extraerá después por tratamiento directo mediante inmersión durante una hora en agua a temperatura ambiente, seguida de inmersión durante una hora en agua a 65 ° ± 5 °C, agitando de vez en cuando. La relación muestra/agua será de 1/100. Eliminar el exceso de agua de la muestra por estrujamiento, succión o centrifugación. A continuación, dejar secar la muestra al aire.

En caso de que las materias no fibrosas no pudieran extraerse con éter de petróleo y agua, deberán eliminarse sustituyendo el procedimiento más arriba descrito por un procedimiento apropiado que no altere sustancialmente ninguno de los componentes fibrosos. Sin embargo, para ciertas fibras vegetales naturales crudas (yute, coco, por ejemplo) hay que señalar que el tratamiento previo normal con éter de petróleo y agua no elimina todas las sustancias no fibrosas naturales; a pesar de ello, no se aplicarán tratamientos previos complementarios a menos que la muestra contenga aprestos no solubles en el éter de petróleo y en el agua.

En los informes del análisis deberán describirse detalladamente los métodos de tratamiento previo utilizados.

I.7. *Procedimiento de análisis*

I.7.1. *Instrucciones generales*

I.7.1.1. *Secado*

Todas las operaciones de secado deberán efectuarse en un tiempo no inferior a 4 horas ni superior a 16 horas, a 105 ° ± 3 °C, en un horno ventilado cuya puerta permanezca cerrada durante toda la duración del secado. Si la duración del secado fuera inferior a 14 horas, deberá comprobarse si se ha obtenido una masa constante. Se considerará alcanzada ésta cuando la variación de masa, después de un nuevo secado de 60 minutos, sea inferior a 0,05%.

Durante las operaciones de secado, de enfriamiento y de pesado, evitar manipular las placas filtrantes y los vidrios de reloj, las tomas de pruebas o los residuos con las manos desnudas.

Secar las muestras en un vidrio de reloj sin taparlo, pero con la tapa metida también en el horno. Después del secado, tapar el vidrio de reloj antes de sacarlo del horno y ponerlo rápidamente en el desecador.

Secar en el horno la placa filtrante colocada en un vidrio de reloj destapado. Introducir también en el horno la tapa de éste. Después del secado, tapar el vidrio de reloj y ponerlo rápidamente en el desecador.

En caso de que se emplease un instrumental que no fuese la placa filtrante, las operaciones de secado en el horno se llevarán a cabo de manera que el peso en seco de las fibras pueda determinarse sin pérdida.

I.7.1.2. *Enfriamiento*

Efectuar todas las operaciones de enfriamiento en el desecador, manteniéndolo al lado de la balanza durante el tiempo suficiente para que los vidrios de reloj se enfrien totalmente, y en cualquier caso, durante un mínimo de 2 horas.

I.7.1.3. *Pesado*

Después del enfriamiento, pesar los vidrios de reloj en los dos minutos siguientes al acto de sacarlos del desecador. Pesar con 0,0002 g de precisión.

I.7.2. *Modo de operar*

Tomar de la muestra sometida a tratamiento previo una muestra de análisis con un peso mínimo de 1 g. Cortar el hilado o el tejido en partes de 10 mm de largo aproximadamente y disgregarlas lo mejor

posible. Secar la muestra en un vidrio de reloj, enfriar en un desecador y pesar. Trasferir la muestra al recipiente de cristal indicado en la parte correspondiente del método comunitario; inmediatamente después, pesar de nuevo el vidrio de reloj y calcular por diferencia el peso en seco de la muestra. Completar el análisis del modo indicado en la parte correspondiente del método aplicable. Examinar el residuo al microscopio para cerciorarse de que el tratamiento haya eliminado completamente la fibra soluble.

I.8. *Cálculo y presentación de los resultados*

Expresar el peso del componente insoluble en forma de porcentaje del peso total de las fibras presentes en la mezcla. El porcentaje del componente soluble se obtendrá por diferencia. Calcular los resultados sobre la base del peso en seco de las distintas fibras puras, ajustado con los factores de recuperación y con los factores de corrección necesarios para tener en cuenta las pérdidas de materia durante el tratamiento previo y el análisis.

Estos cálculos se harán aplicando la fórmula dada en el punto I.8.2.

I.8.1. Cálculo de porcentaje del peso del componente insoluble puro, no teniendo en cuenta la pérdida de peso sufrida por las fibras durante el tratamiento previo.

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

P_1 es el porcentaje del componente insoluble seco y puro

m es el peso en seco de la muestra después del tratamiento previo

r es el peso en seco del residuo

d es el factor de corrección que tiene en cuenta la pérdida de peso del componente insoluble en el reactivo durante el análisis. Los valores apropiados de «d» se dan en la parte correspondiente del texto de cada método.

Estos valores de «d» son, por supuesto, los valores normales aplicables a las fibras no degradadas químicamente.

I.8.2. Cálculo del porcentaje del peso del componente insoluble, ajustado con los factores de recuperación convencionales y en su caso, con los factores de corrección de la pérdida de peso ocasionada por el tratamiento previo.

$$P_1A\% = \frac{100\ P_1 \left(\frac{a_1 + b_1}{100}\right)}{P_1\left(1 + \frac{a_1 + b_1}{100}\right) + (100 - P_1)\left(; + \frac{a_2 + b_2}{100}\right)}$$

P_1A es el porcentaje del componente insoluble teniendo en cuenta el factor de recuperación convencional y la pérdida de peso experimentada durante el tratamiento previo

P_1 es el porcentaje del componente insoluble seco y puro calculado con la fórmula indicada en el punto I.8.1.

a_1 es el factor de recuperación convencional del componente insoluble (Anexo II de la Directiva «Denominaciones textiles»

a_2 es el factor de recuperacion convencional del componente soluble (Anexo II de la Directiva «Denominaciones Textiles»)

b_1 es la pérdida porcentual del componente insoluble por efecto del tratamiento previo

b_2 es la pérdida porcentual del componente soluble por efecto del tratamiento previo.

El porcentaje del 2 ° componente ($P_{2\ A}\%$) es igual a $100\text{-}P_{1A}\%$.

En caso de que se utilice un tratamiento previo especial, los valores de b_1 y de b_2 deberán determinarse, si fuera posible, sometiendo cada una de las fibras componentes puras al tratamiento previo aplicado durante el análisis. Se entiende por fibras puras, las fibras exentas de toda materia no fibrosa, a excepción de las que contengan normalmente (por su naturaleza o como consecuencia del proceso de fabricación) en el estado (crudo, blanqueado) en que se encuentren en el artículo sometido al análisis.

En caso de que no se disponga de fibras componentes separadas y puras que hayan servido para la fabricación del artículo sometido a análisis, se adoptarán, los valores medios de b_1 y de b_2 resultantes

de pruebas efectuadas en fibras puras parecidas a las que contenga la mezcla examinada.

Si se aplica el tratamiento previo normal por extracción con éter de petróleo y agua, podrán despreciarse los factores de corrección b_1 y b_2, salvo en los casos del algodón crudo, del lino crudo y del cáñamo crudo, en los que se admite convencionalmente que la pérdida debida al tratamiento previo es igual al 4%, y salvo en el caso polipropileno, en el que se admite convencionalmente que dicha pérdida es igual al 1%.

En el caso de otras fibras, se admite convencionalmente que no se tengan en cuenta en los cálculos las pérdidas por efecto del tratamiento previo.

II. *Método de análisis cuantitativo por separación manual*

II.1. *Ámbito de aplicación*

El método se aplicará a las fibras textiles, cualquiera que sea su naturaleza, a condición que no formen una mezcla íntima y que sea posible separarlas a mano.

II.2. *Principio*

Después de haber identificado los componentes del tejido, se eliminarán primero las materias no fibrosas por un tratamiento previo apropiado y después se separarán las fibras a mano, se secarán y pesarán para calcular la proporción de cada fibra en la mezcla.

II.3. *Material necesario*

II.3.1. Vidrio de reloj o cualquier otro instrumental que dé idénticos resultados.

II.3.2. Desecador que contenga gel de sílice coloreado par medio de un indicador.

II.3.3. Horno de secado con ventilador para secar las muestras a 105 °C ± 3 °C.

II.3.4. Balanza analítica, sensibilidad 0,0002 g.

II.3.5. Equipo de extracción Soxhlet o instrumental que permita idéntico resultado.

II.3.6. Aguja.

II.3.7. Torsiómetro o aparato equivalente.

II.4. *Reactivos*

II.4.1. Éter de petróleo redestilado con punto de ebullición entre 40 ° y 60 °C.

II.4.2. Agua destilada o desionizada.

II.5. *Atmósfera de acondicionamiento y de análisis*

Ver punto I.4.

II.6. *Muestra reducida*

Ver punto I.5.

II.7. *Tratamiento previo de la muestra reducida*

Ver punto I.6.

II.8. *Procedimiento de análisis*

II.8.1. *Análisis de un hilo*

Tomar de la muestra sometida a tratamiento previo una muestra de un peso mínimo de 1 g. En caso de un hilo muy fino, el análisis podrá efectuarse sobre un largo de 30 m como mínimo, cualquiera que sea su peso.

Cortar el hilo en trozos de longitud conveniente y separar las distintas fibras con la ayuda de una aguja y, si fuese necesario, del torsiómetro. Los tipos de fibras así separadas se pondrán en vidrios de reloj tarados y secados a 105 ° ± 3 °C hasta obtener una masa constante, tal y como se describe en los puntos I.7.1 y I.7.2.

II.8.2. *Análisis de un tejido*

Tomar de la muestra sometida a tratamiento previo una muestra de un peso mínimo de 1 g, que no sea de la orilla, con brodes cortados con precisión, sin hilachas, y paralelos a los hilos de urdimbre o de trama o, en caso de tejidos de punto, paralelos a las hileras y a los hilos de los puntos. Separar los hilos de tipos diferentes, recogerlos en los vidrios de reloj tarados y proceder como se indica en el punto II.8.1.

II.9. *Cálculo y presentación de los resultados*

Expresar el peso de cada uno de los componentes en forma de porcentaje del peso total de las fibras presentes en la mezcla. Calcular los resultados sobre la base del peso en seco de las distantas fibras puras, ajustado con los factores de recuperación y con los factores de corrección necesarios para tener en cuenta las pérdidas de masa por efecto del tratamiento previo.

II.9.1. Cálculo de los porcentajes del peso en seco de las distintas fibras depuradas, no teniendo en cuenta la pérdida de peso sufrida por las fibras por efecto del tratamiento previo.

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

P_1 es el porcentaje del primer componente seco y depurado

m_1 es la masa del primer componente seco y depurado

m_2 es la masa del segundo componente seco y depurado.

II.9.2. Cálculo de los porcentajes del peso en seco de cada uno de los componentes, ajustado con los factores de recuperación convencionales y en su caso, con los factores de corrección de las pérdidas de peso ocasionadas por el tratamiento previo: ver I.8.2.

III.1. *Precisión de los métodos*

La precisión indicada para cada método se relaciona con la reproductibilidad.

La reproductibilidad es la fidelidad, es decir, el mayor o menor grado de concordancia entre los valores experimentales obtenidos por operadores que trabajen en laboratorios diferentes o en épocas diferentes, y obtengan cada uno de ellos con el mismo método resultados individuales sobre un producto homogéneo idéntico.

La reproductibilidad se expresa por los márgenes de fiabilidad de los resultados, para un margen de fiabilidad del 95%.

Se entiende con ello la diferencia entre dos resultados que, en una serie de análisis efectuados en diferentes laboratorios, sólo se superaría en el cinco por ciento de los casos, aplicando normal y correctamente el método a una mezcla homogénea idéntica.

III.2. *Informe del análisis*

III.2.1. Indicar que el análisis se ha efectuado conforme al presente método.

III.2.2. Dar información detallada referente a los tratamientos previos especiales (ver punto I.6).

III.2.3. Indicar los resultados individuales y la media aritmética con un decimal.

2. MÉTODOS PARTICULARES — CUADRO RESUMEN

Método	Ámbito de aplicación		Reactivo	Página
nº 1	acetato	otras fibras determinadas	acetona	13
nº 2	determinadas fibras proteínicas	otras fibras determinadas	hipoclorito de sodio alcalino	14
nº 3	viscosa cupreno o ciertos tipos de modal	algodón	cloruro de cinq ácido fórmico	15
nº 4	poliamida 6 o 6—6	otras fibras determinadas	ácido fórmico al 80%	16
nº 5	acetato	triacetato	alcohol bencílico	17
nº 6	triacetato	otras fibras determinadas	diclorometano	18
nº 7	determinadas fibras celulósicas	poliéster	ácido sulfúrico al 75%	19
nº 8	acrílicas, determinados modacrílicas o determinados clorofibras	otras fibras determinadas	dimetilformamida	20
nº 9	determinados clorofibras	otras fibras determinadas	sulfuro de carbono/ acetona 55,5/44,5	21
nº 10	acetato	determinadas clorofibras	ácido acético glacial	22
nº 11	seda	lana o pelos	ácido sulfúrico al 75%	23
nº 12	determinados fibras celulósicas	lana o pelos	ácido sulfúrico al 70%	24
nº 13	yute	determinadas fibras de origen animal	determinación del contenido en nitrógeno	26

MÉTODO Nº 1

ACETATO Y OTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método de la acetona)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

El presente método se aplicará, después de haber eliminado las materias no fibrosas, a mezclas binarias de:

1. acetato (17)

   con

2. Lana (1), pelos de animales (2 y 3), seda (4), algodón (5), Lino (7), cáñamo (8), yute (9), abacá (10), alfa (11), coco (12), retama (13), kenaf (14), ramio (15), sisal (16), cupreno (19), modal (20), proteínica (21), viscosa (23), acrílica (24), poliamida (28) y poliéster (29).

Obviamente, este método no se aplicará al acetato desacetilizado en superficie.

2. PRINCIPIO

Las fibras de acetato se disolverán con acetona a partir de una candidad conocida de la mezcla en estado seco. Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; su peso, corregido en su caso, se expresará en forma de porcentaje del peso en seco de la mezcla. El porcentaje de acetato en seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los mencionados en el apartado generalidades).

3.1. **Instrumental**

Frascos cónicos de una capacidad mínima de 200 ml, provistos de un tapón esmerilado.

3.2. **Reactivo**

Acetona.

4. MODO DE OPERAR

Aplicar el procedimiento descrito en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir 100 ml de acetona por gramo de muestra contenida en el frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml provisto de un tapón esmerilado, agitar el frasco, dejar durante 30 minutos a temperatura ambiente agitando de vez en cuando y decantar después el líquido a través de la placa filtrante tarada.

Repetir este tratamiento dos veces más (en total tres extracciones), pero sólo durante 15 minutos cada vez, de manera que el tiempo total del tratamiento con acetona sea de una hora. Transvasar el residuo a la placa filtrante. Lavar el residuo en la placa filtrante por medio de acetona, ayudándose del vacío. Llenar de nuevo la placa filtrante de acetona que se dejará después filtrar naturalmente, sin succión.

Finalmente, escurrir la placa por medio del vacío, secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y EXPRESIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en la generalidades. El valor de «d» es de 1,00.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con el método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO Nº 2

DETERMINADAS FIBRAS PROTEÍNICAS Y OTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método del hipoclorito de sodio alcalino)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de haber eliminado las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. determinadas fibras proteínicas, a saber: lana (1), pelos de animales (2 y 3), seda (4), proteínas regeneradas a base de caseína (21)

con

2. algodón (5), cupreno (19), modal (20), viscosa (23), acrílico (24), clorofibras (25), poliamida (28), poliéster (29), polipropileno (31) y fibra de vidrio (38).

Si estuviesen presentes varias fibras proteínicas, el método permitirá determinar su cantidad total, pero no sus cantidades individuales.

2. PRINCIPIO

Las fibras proteínicas se disolverán con hipoclorito de sodio alcalino a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco. Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; su peso corregido, en su caso, se expresará en forma de porcentaje del peso en seco de la mezcla. El porcentaje de las fibras proteínicas secas se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los mencionados en las generalidades).

3.1. **Instrumental**

Recipiente de crital de una capacidad mínima de 500 ml.

3.2. **Reactivos**

i) *Reactivo a base de hipoclorito:*

Este reactivo esterá constituido por una solución recién preparada, aproximadamente 1 M, que contenga de 33 a 37 g de cloro activo por litro, a la que habrá añadido una cantidad suficiente de hidrocido de sodio para llevar la concentración de hidróxido de sodio a 5 g/l (± 0,5 g/l). Antes de cada análisis comprobar por yodometria la concentración de la solución.

ii) *Ácido acético diluido:*

Diluir 5 ml de ácido acético glacial en 995 ml de agua.

4. MODO DE OPERAR

Aplicar el procedimiento descrito en las generalidades y proceder como sigue: añadir 100 ml de reactivo a base de hipoclorito por gramo de muestra contenida en un recipiente de cristal de 500 ml de capacidad mínima; agitar vigorosamente para empapar bien la muestra; dejar reposar durante 40 minutos a temperatura ambiente agitando vigorosamente a intervalos regulares. Filtrar el contenido del recipiente a través de una placa filtrante tarada y transferir a ésta las posibles fibras residuales lavando el recipiente por medio de un poco de reactivo a base de hipoclorito. Escurrir la placa por medio del vacío y lavar el residuo sucesivamente con agua, ácido acético diluido y de nuevo con agua, escurriendo la placa mediante vacío después de cada adición de líquido. No aplicar el vacío hasta que cada solución de lavado no se haya filtrado por gravedad. Por último, escurrir la placa por medio del vacío, secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00, salvo para el algodón crudo, en que «d» es de 1,03.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1, para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO Nº 3

VISCOSA, CUPRENO O DETERMINADOS TIPOS DE MODAL Y ALGODÓN

(Método del ácido fórmico y del cloruro de cinc)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de haber eliminado las mateias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. viscosa (23) o cupreno (19) incluidos determinados tipos de fibras de modal (20)

   con

2. algodón (5).

Si se comprobase la presencia de una fibra modal, deberá efectuarse una prueba preliminar para comprobar si esta fibra es soluble en el reactivo.

Este método no se aplicará a las mezclas en las que el algodón haya sufrido una degradación química excesiva, ni cuando la viscosa o el cupreno se hayan vuelto parcialmente insolubles por la presencia de colorantes o aprestos que no puedan eliminarse completamente.

2. PRINCIPIO

Las fibras de viscosa, de cupreno o de modal se disolverán, a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco, con un reactivo compuesto por ácido fórmico y cloruro de cinc. Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; después de corrección, su peso de expresará en porcentaje del peso en seco de la mezcla. El porcentaje de viscosa, de cupreno o de modal en seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los descritos en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Frascos cónicos de una capacidad mínima de 200 ml provistos de tapón esmerilado.

ii) Dispositivo que permita mantener los frascos a 40 °C ± 2 °C.

3.2. **Reactivos**

i) Solución que contenga 20 g de cloruro de cinc anhidrido y 68 g de ácido fórmico anhidro, llevada a 100 g con agua (es decir, 20 partes en peso de cloruro de cinc anhidro en 80 partes en peso de ácido fórmico al 85% en peso).

ii) Solución de hidróxido de amonio: diluir 20 ml de una solución concentrada de amoníaco (0,880 g/l) en 980 ml de agua.

4. MODO DE OPERAR

Aplicar el precedimiento descrito en las generalidades y proceder como sigue: introducir inmediatamente la muestra en el frasco, previamente calentado a 40 °C. Añadir 100 ml de solución de ácido fórmico y de cloruro e cinc previamente calentada a 40 °C, por g de muestra. Cerrar el frasco y agitar. Mantener el frasco y su contenido a 40 °C durante dos horas y media agitando dos veces a intervalos de una hora. Filtrar el contenido del frasco a través de una placa filtrante tarada y con la ayuda del reactivo, transferir a ésta las fibras que pudieran haber quedado en el frasco. Enjuagar con 20 ml de reactivo.

Lavar a fondo la placa y el residuo con agua a 40 °C. Aclarar con 100 ml de solución amoniacal, y después con agua, hasta la total desaparición del amoníaco. No aplicar el vacío hasta que cada solución de lavado no se haya filtrado por gravedad. Eliminar finalmente el líquido restante por medio del vacío, secar la placa y su residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» para el algodón es de 0,96.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 2, para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO N° 4

POLIAMIDA 6 O POLIAMIDA 6-6 Y OTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método del ácido fórmico al 80%)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. poliamida 6 o poliamida 6-6 (28)

   con

2. lana (1), pelos de animales (2 y 3), algodón (5), cupreno (19), modal (20), viscosa (23), acrílico (24), clorofibra (25), poliester (29), polipropileno (31) y fibra de vidrio (38).

Como se acaba de indicar, este método se aplicará a las mezclas que contengan lana. Ahora bien, cuando la proporción de esta última sea superior al 25%, deberá aplicarse, el método n° 2 (disolución de la lana en la solución de hipoclorito de sodio alcalino).

2. PRINCIPIO

Las fibras de poliamida se disolverán con ácido fórmico a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco. El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado. Corregido su peso si fuese necesario, se expresará en porcentaje del peso en seco de la mezcla. El porcentaje de poliamida 6 o de poliamida 6-6 en seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los descritos en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

Frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml, provisto de un tapón esmerilado.

3.2. **Reactivos**

i) Ácido fórmico al 80% m/m (densidad a 20 °C: 1,186). LLevar 880 ml de ácido fórmico al 90% m/m (densidad a 20 °C: 1,204), a 1 l con agua, o bien llevar 780 ml de ácido fórmico al 98—100% m/m (densidad a 20 °C: 1,220), a 1 l con agua.

La concentración no es crítica entre 77 y 83 % m/m de ácido fórmico.

ii) Amoniaco diluido: llevar 80 ml de amoniaco concentrado (densidad a 20 °C: 0,880), a 1 l con agua.

4. MODO DE OPERAR

Seguir el proceso descrito en las generalidades y proceder como sigue: añadir a la muestra, contenida en el frasco cónico de 200 ml de capacidad mínima, 100 ml de ácido fórmico por gramo de muestra. Tapar y agitar para empapar la muestra. Dejar reposar durante 15 minutos a temperatura ambiente, agitando de vez en cuando. Filtrar el contenido del frasco en una placa filtrante tarada y pasar a ésta las posibles fibras residuales lavando el frasco con un poco de ácido fórmico. Escurrir la placa por succión y lavar el residuo sobre la placa, sucesivamente con ácido fórmico, agua caliente, amoniaco diluido y por último con agua fría. Escurrir el crisol por succión después de cada adición. No aplicar el vacío hasta que cada solución de lavado no se haya filtrado por gravedad. Finalmente, escurrir el crisol por succión, secarlo con el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1, para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO Nº 5

ACETATO Y TRIACETATO

(Método del alcohol bencílico)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

El método se aplicará, después de la eliminación de ls materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

— acetato (17)

con

— triacetato (22).

2. PRINCIPIO

Las fibras de acetato se disolverán, a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco, con alcohol bencílico a 52° ± 2 °C.

Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; se expresará su peso en porcentaje del peso en seco de la mezcla. El porcentaje de acetato en seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml provisto de un tapón esmerilado.

ii) Agitador mecánico.

iii) Termostato o cualquier otro aparato que permita mantener el frasco a la temperatura de 52° ± 2 °C.

3.2. **Reactivos**

i) Alcohol bencílico.

ii) Alcohol etílico.

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir a la toma de prueba contenida en el frasco cónico 100 ml de alcohol bencílico por gramo de muestra.

Poner el tapón, fijar el frasco al agitador de tal manera que se sumerja en un baño de agua mantenido a 52° ± 2 °C y agitar durante 20 minutos a esta temperatura. (Se podrá ocasionalmente sustituir la agitación mecánica por una enérgica agitación manual).

Decantar el líquido a través de la placa filtrante tarada. Añadir al frasco una nueva dosis, de alcohol bencílico y agitar de nuevo a 52° ± 2 °C durante veinte minutos.

Decantar a través de la placa. Repetir este ciclo de operaciones una tercera vez.

Finalmente, verter el líquido y el residuo en la placa y transferir a ésta las fibras que pudieran quedar en el frasco, utilizando para ello una cantidad suplementaria de alcohol bencílico a 52° ± 2 °C.

Escurrir bien la placa. Transferir las fibras a un frasco, enjuagar con alcohol etílico y después de agitar manualmente, decantar a través de la placa filtrante.

Repetir esta operación de enjuague dos o tres veces. Transferir el residuo a la placa y escurrirla a fondo. Secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO N° 6

TRIACETATO Y OTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método del diclorometano)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosa, a las mezclas binarias de:

1. triacetato (22)

   con

2. lana (1), pelos de animales (2 y 3), seda (4), algodón (5), cupreno (19), modal (20), viscosa (23), acrílico (24), poliamida (28), poliester (29) y fibra de vidrio (38).

Nota:

Las fibras de triacetato parcialmente saponificadas por un apresto especial dejan de ser completamente solubles en el reactivo. En este caso, el método no será aplicable.

2. PRINCIPIO

Las fibras de triacetato con diclorometano, se disolverán a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco. Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; su peso, corregido si fuese necesario, se expresará en porcentaje del peso de la mezcla en estado seco. El porcentaje de triacetato en seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

Frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml provisto de un tapón esmerilado.

3.2. **Reactivo**

Diclorometano (cloruro de metileno).

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir a la toma de prueba contenida en un frasco cónico de 200 ml provisto de un tapón esmerilado, 100 ml de diclorometano por gramo de muestra; poner el tapón, agitar el frasco cada diez minutos para empapar bien la muestra y dejar reposar el frasco durante 30 minutos a temperatura ambiente, agitando a intervalos regulares. Decantar el líquido a través de la placa filtrante tarada. Añadir 60 ml de diclorometano al frasco que contenga el residuo, agitar manualmente y filtrar el contenido del frasco a través de la placa filtrante. Transferir a ésta las fibras residuales con ayuda de una pequeña cantidad suplementaria de diclorometano. Aplicar el vacío a la placa para eliminar el exceso de líquido, llenarla de nuevo de diclorometano y dejar que éste se filtre por gravedad. Finalmente, añadir agua hirviendo al residuo, transferirlo a la placa, eliminar el exceso de líquido por succión, secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00, salvo para el poliéster, para el que el valor de «d» es de 1,01.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resulados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.

METODO Nº 7

DETERMINADAS FIBRAS CELULÓSICAS Y POLIÉSTER

(Método del ácido sulfúrico al 75%)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

El método se aplicará, después de la eliminación de materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. algodón (5), Lino (7), cáñamo (8), ramio (15), cupreno (19), modal (20), viscosa (23)
2. poliéster (29).

3. PRINCIPO

Las fibras celulósicas se disolverán con ácido sulfúrico al 75% a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco. El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado; su peso se expresará en porcentaje del peso de la mezcla en estado seco. La proporción de fibras celulósicas secas se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Frasco cónico de una capacidad mínima de 500 ml, provisto de un tapón esmerilado.

ii) Termostato o cualquier otro aparato que permita mantener el frasco a temperatura de 50° ± 5 ° C.

3.2. **Reactivos**

i) *Ácido sulfúrico al 75% ± 2% m/m:*

Añadir con cuidado y enfriándolo, 700 ml de ácido sulfúrico de densidad 1,84 a 20 °C, a 350 ml de agua destilada. Una vez enfriada la solución a temperatura ambiente, llevar el volumen a 1 l con agua.

ii) *Solución de amoniaco diluida:*

Diluir 80 ml de solución de amoniaco de densidad 0,88 a 20 °C en 920 ml de agua.

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir a la toma de prueba contenida en el frasco cónico de 500 ml de capacidad mínima provisto de un tapón esmerilado, 200 ml de ácido sulfúrico al 75% por gramo de muestra; poner el tapón y agitar con cuidado el frasco para empapar bien la toma de prueba. Mantener el frasco a 50 ° ± 5 °C durante una hora agitando a intervalos regulares de aproximadamente 10 minutos. Filtrar por succión el contenido del frasco a través de una placa filtrante tarada. Transferir a ésta las fibras residuales enjuagando el frasco con un poco de ácido sulfúrico al 75%. Escurrir la placa mediante succión y lavar una vez el residuo que se encuentre en la placa, llenando ésta de ácido sulfúrico al 75%. No aplicar el vacío hasta que el ácido no se haya filtrado por gravedad.

Lavar el residuo varias veces con agua fría, dos veces con la solución de amoniaco diluída, y después a fondo con agua fría, escurriendo la placa por succión después de cada adición. No aplicar el vacío hasta que cada una de las soluciones de lavado no se haya filtrado por gravedad. Eliminar en fin el líquido restante por medio del vacío, secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores al ± para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO Nº 8

ACRÍLICAS, DETERMINADAS MODACRÍLICAS O DETERMINADAS CLOROFIBRAS Y OTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método del dimetilformamida)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. acrílicas (24), determinadas modacrílicas (27), o determinadas clorofibras (25) (1)

   con

2. lana (1), pelos de animales (2 y 3), seda (4), algodón (5), cupreno (19), modal (20), viscosa (23), poliamida (28) y poliéster (29).

Se aplicará igualmente a las acrílicas y a determinadas modacrílicas tratadas con colorantes premetalizados, pero no a las tratadas con colorantes cromotrópicos.

2. PRINCIPIO

Las fibras acrílicas, determinadas modacrílicas o determinadas clorofibras se disolverán a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco por medio de dimetilformamida a temperatura de baño María hirviendo. El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado. Su peso, corregido si fuese necesario, se expresará en porcentaje del peso de la mezcla en estado seco y el porcentaje de acrílicas, modacrílicas o de clorofibras secas se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml, provisto de un tapón esmerilado.

ii) Baño María en ebullición.

3.2. **Reactivo**

Dimetilformamida (punto de ebullición 153° ± 1 °C) que no contenga más de un 0,1% de agua.

Se recomienda trabajar con una protección adecuada, ya que este reactivo es tóxico.

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir a la toma de prueba contenida en el frasco cónico 80 ml de dimetilformamida por gramo de muestra calentada previamente al baño María hirviendo, tapar, agitar para que la toma de prueba se empape bien y mantener en el baño María hirviendo durante una hora.

Agitar manualmente el frasco y su contenido cinco veces durante este tiempo, procediendo con cuidado.

Decantar el líquido a través de una placa filtrante tarada, manteniendo las fibras en el frasco cónico. Añadir al frasco 60 ml de dimetilformamida y calentar de nuevo durante 30 minutos. Durante este tiempo, agitar manualmente el frasco y su contenido dos veces, procediendo con cuidado.

Filtrar por medio del vacío el contenido del frasco a través de la placa filtrante.

Transferir a ésta las fibras residulaes enjuagando el frasco con dimetilformamida. Aplicar el vacío para eliminar el exceso de líquido. Lavar el residuo dos veces con agua fría procediendo de la siguiente forma: llenar la placa, dejar que el agua se filtre por gravedad, y aplicar después el vacío para eliminar el resto del líquido.

Si el residuo estuviera constituido por fibras de poliamida o de poliéster, secar el crisol y el residuo, enfriar y pesar.

---

(1) Antes de proceder al análisis se deberá comprobar la solubilidad de estas modacrílicas o clorofibras en el reactivo.

Si el residuo estuviese constituido por celulosa regenerada o natural, seda o lana, transferirlo por medio de una pinzas a un frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml y provisto de un tapón esmerilado; añadir 160 ml de agua y dejar durante cinco minutos a la temperatura ambiente, agitando vigorosamente el frasco y su contenido a intervalos regulares. Decantar el agua a través de la placa filtrante y repetir tres veces más esta operación de lavado. Después del último lavado filtrar el contenido del frasco a través de la placa con ayuda del vacío. Transferir las fibras residuales a la placa enjuagando el frasco con agua. Aplicar el vacío para eliminar el agua, secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es el siguiente:

seda	1,00
poliamida 6, 6—6 o 11	1,01
lana	1,01
algodón	1,01
cupreno, modal, viscosa	1,01
poliéster	1,02

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO N° 9

DETERMINADAS CLOROFIBRAS Y OTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método del sulfuro de carbono/acetona 55,5/44,5)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. Determinadas clorofibras (25), a saber, determinados policloruros de vinilo, superclorados o no (1)

con

2. lana (1), pelos de animales (2 y 3), seda (4), algodón (5), cupreno (19), modal (20), viscosa (23), acrílica (24), poliamida (28), poliéster (29), fibra de vidrio (38).

Si el contenido en lana o en seda de la mezcla sobrepasase el 25%, convendrá utilizar el método n° 2.

Si el contenido en poliamida 6 o 6—6 sobrepasase el 25% en la mezcla, se utilizará el método n° 4.

2. PRINCIPIO

Se disolverán las fibras de clorofibras a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco con ayuda de la mezcla azeotrópica de sulfuro de carbono y de acetona. El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado; su peso, corregido si fuese necesario, se expresará en porcentaje del peso de la mezcla en estado seco. El porcentaje de fibras de policloruro de vinilo secas se obtendrá por diferencia.

---

(1) Antes de proceder al análisis se deberá comprobar la solubilidad de estas modacrílicas o clorofibras en el reactivo.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los descritos en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml provisto de un tapón esmerilado.

ii) Agitador mecánico.

3.2. **Reactivos**

i) Mezcla azeotrópica de sulfuro de carbono y de acetona (55,5% de sulfuro de carbono y 44,5% de acetona en volumen). Se recomienda trabajar con una protección adecuada ya que este reactivo es tóxico.

ii) Alcohol etílico al 92% en volumen, o alcohol metílico.

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir a la toma de prueba contenida en el frasco cónico de 200 ml de capacidad mínima provisto de un tapón esmerilado, 100 ml de mezcla azeotrópica por gramo de muestra. Tapar convenientemente el frasco y agitar a temperatura ambiente durante 20 minutos por medio del agitador mecánico, o manualmente de manera vigorosa. Decantar el líquido flotante a través de la placa filtrante tarada.

Repetir el tratamiento con otros 100 ml de disolvente. Continuar este ciclo de operaciones hasta que una gota del líquido de extracción colocada sobre un vidrio de reloj no deje depósito de polímero después de evaporarse. Transferir el residuo a una placa filtrante con ayuda de una cantidad suplementaria de disolvente, aplicar el vacío para eliminar el líquido y enjuagar el crisol y el résiduo, primero con 20 ml de alcohol y después, tres veces con agua. Dejar que la solución de lavado se filtre por gravedad antes de aplicar el vacío para eliminar el resto del líquido. Secar el crisol y el residuo, enfriar y pesar.

Nota:

Las muestras de ciertas mezclas con alto contenido de policloruro de vinilo encogen notablemente durante la operación de secado, lo que conlleva un retraso en la disolución del policloruro de vinilo por el disolvente. Sin embargo, esta contracción no impide la disolucioan total del policloruro de vinilo.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO N° 10

ACETATO Y DETERMINADAS CLOROFIBRAS

(Método del ácido acético glacial)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. acetato (17)

con

2. algunas clorofibras (25) a saber, el policloruro de vinilo superclorado o no.

2. PRINCIPIO

Las fibras de acetato se disolverán a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco con ácido acético glacial. El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado; su peso, corregido cuando sea necesario se expresará en porcentaje del peso de la mezcla en estado seco. El porcentaje de acetato seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los descritos en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Frasco cónico de una capacidad mínima de 200 ml, provisto de un tapón esmerilado.

ii) Agitador mecánico.

3.2. **Reactivo**

Ácido acético glacial (más del 99%). Este reactivo deberá manipularse con precaución, ya que es extremadamente caústico.

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir a la toma de prueba contenida en un frasco cónico de 200 ml de capacidad mínima provisto de un tapón esmerilado, 100 ml de ácido acético glacial por gramo de muestra. Tapar convenientemente el frasco y agitar durante 20 minutos a temperatura ambiente por medio del agitador mecánico, o manualmente de manera vigorosa. Decantar el líquido de la superficie a través de la placa filtrante tarada. Repetir este tratamiento dos veces más utilizando cada vez 100 ml de disolvente, de modo que se efectúen tres extracciones en total. Transferir el residuo a la placa filtrante, aplicar el vacío para eliminar el líquido y enjuagar la placa y el residuo, primero con 50 ml de ácido acético glacial, y después, tres veces con agua. Después de cada enjuagado dejar que la solución se filtre por gravedad antes de aplicar el vacío. Secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular el resultado de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad de 95%.

MÉTODO Nº 11

SEDA Y LANA O PELOS

(Método del ácido sulfúrico al 75%)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosas a las mezclas binarias de:

1. seda (4)

con

2. lana (1) o pelos de animales (2 y 3).

2. PRINCIPIO

Las fibras de seda se disolverán apartir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco por medio de ácido sulfúrico al 75% m/m (1).

El residuo se recogerá, lavado, secado, pesado. Su peso, corregido si fuese necesario, se expresará en porcentaje del peso total de la mezcla en estado seco. El porcentaje de seda en seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los descritos en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

Frascos cónicos de una capacidad mínima de 200 ml provistos de un tapón esmerilado.

3.2. **Reactivos**

i) Ácido sulfúrico al 75% ± 2% m/m:

Añadir con cuidado y enfriándolo, 700 ml de ácido sulfúrico de densidad 1,84 a 20 °C, a 350 ml de agua destilada.

Después de enfriar hasta alcanzar la temperatura ambiente, llevar el volumen a un litro con agua.

ii) Ácido sulfúrico diluido: añadir lentamente 100 ml de ácido sulfúrico, de densidad 1,84 a 20 °C, a 1 900 ml de agua destilada.

iii) Amoníaco diluido: llevar 200 ml de amoniaco concentrado, de densidad 0,880 a 20 °C, a 1 000 ml con agua.

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Añadir a la toma de prueba contenida en un frasco cónico de 200 ml como mínimo provisto de un tapón esmerilado, 100 ml de ácido sulfúrico al 75% por gramo de muestra, y tapar. Agitar vigorosamente y dejar 30 minutos a temperatura ambiente. Agitar de nuevo y dejar otros 30 minutos. Agitar una última vez y filtrar el contenido del frasco a través de la placa filtrante tarada. Arrastrar las fibras que pudieran quedar en la placa con ácido sulfúrico al 75%. Lavar el residuo sobre el crisol, sucesivamente con 50 ml de ácido sulfúrico diluido, 50 ml de agua, y 50 ml de amoníaco diluido. Dejar cada vez las fibras en contacto con el líquido durante aproximadamente 10 minutos antes de aplicar el vacío. Aclarar finalmente con agua dejando las fibras en contacto con el agua durante 30 minutos aproximadamente. Aplicar el vacío para eliminar el resto del líquido. Secar el crisol y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 0,985 para la lana (1).

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO Nº 12

DETERMINADAS FIBRAS CELULÓSICAS Y LANA O PELOS

(Método del ácido sulfúrico al 70%)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

---

(1) Las sedas silvestres, como el tusor, no son totalmente solubles en ácido sulfúrico al 75%.

1. algodón (5), lino (7), cáñamo (8), ramio (15), cupreno (19), modal (20), viscosa (23)

   con

2. lana (1), o pelos de animales (2 y 3).

Cuando la proporción de lana sea superior al 25% será preferible utilizar el método n° 2 del hipoclorito de sodio alcalino.

2. PRINCIPIO

Las fibras celulósicas se disolverán a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco con ácido sulfúrico al 70%. Se recogerá el residuo lavado, secado y pesado; su peso se expresará en porcentaje del peso de la mezcla en estado seco. La proporción de fibras celulósicas en seco se obtendrá por diferencia.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los descritos en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Vaso precipitado y frasco cónico, provisto de un tapón esmerilado, ambos de una capacidad mínima de 300 ml.

ii) Termostato u otro instrumental que permita mantener el frasco a temperatura de 38° ± 1 °C.

3.2. **Reactivos**

i) Ácido sulfúrico al 70% ± 2% m/m:
Añadir con cuidado, enfriándolo, 500 ml de ácido sulfúrico de densidad 1,84 a 20 °C a 380 ml de agua destilada.
Después de enfrira a 20 °C, la mezcla deberá tener una densidad a 20 °C de 1,62.

ii) Ácido sulfúrico al 1%:
Añadir con cuidado 6 ml de ácido sulfúrico de densidad 1,84 a 20 °C, a 1 litro de agua.

iii) Solución que contenga 20 g de bicarbonato de sodio por litro.

iv) Alcohol etílico al 96% en volumen.

4. MODO DE OPERAR

Seguir las instrucciones dadas en las generalidades y proceder como sigue:

Verter en el vaso de precipitado de la menos 300 ml que contenga la toma de prueba, 100 ml de ácido sulfúrico al 1%, hirviendo.

Mantener la ebullición durante 10 minutos, agitando con una varilla de cristal.

Con ayuda del varío filtrar el contenido del vaso de precipitado a través de una placa filtrante tarada. Transferir a ésta las fibras residuales lavando el vaso de precipitado con gua y escurrir por medio del vacío.

Transferir las fibras al frasco cónico de 300 ml de capacidad mínima. Añadir 200 ml de ácido sulfúrico al 70% y a 38° ± 1 °C por gramo de muestra.

Tapar y agitar. Poner el frasco en el termostato a 38° ± 1 °C curante 15 minutos, agitando a intervalos regulares de 5 minutos.

Filtrar el contenido del frasco a través de la misma placa filtrante tarada, por medio del vacío. Transferir las fibras residuales enjuagando el frasco con un poco de ácido sulfúrico al 70%. Secar la placa con la ayuda del vacío y lavar una primera vez el residuo que se encuentre en la placa llenando ésta de ácido sulfúrico al 70%. No aplicar el vacío hasta que el ácido se haya filtrado por gravedad.

Lavar el residuo varias veces con agua fría y después con 100 ml de solución de bicarbonato, que se dejará filtrar por gravedad. Lavar a fondo con agua fría, verter finalmente un poco de alcohol etílico sobre el residuo y enjuagar mediante el vacío.

Secar el crisol y el residuo, enfriar y pesar.

5. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de «d» es de 1,00 para la lana o los pelos no tratados químicamente. Puede ser superior a 1,00 para la lana o los pelos tratados químicamente.

6. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.

MÉTODO Nº 13

YUTE Y ALGUNAS FIBRAS DE ORIGEN ANIMAL

(Método por determinación del contenido en nitrógeno)

1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método se aplicará, después de la eliminación de las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

1. yute (9)

con

2. algunas fibras de origen animal.

Estas últimas podrán estar constituídas por pelos (2 y 3) o por lana o por una mezcla de pelos y de lana. Este método no se aplicará a mezclas textiles que lleven materias no fibrosas (colorantes, aprestos, etc.) a base de nitrógeno.

2. PRINCIPIO

Se determinará el contenido en nitrógeno de la mezcla, y se calculará, a partir de este dato y del contenido en nitrógeno conocido de los dos componentes, la proporción de cada uno de los componentes de la mezcla.

3. INSTRUMENTAL Y REACTIVOS (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. **Instrumental**

i) Matraz de digestión Kjeldahl de 200 a 300 ml.

ii) Aparatos de destilación Kjeldahl por arrastre de vapor.

iii) Instrumental de valoración por retroceso que permita una precisión de 0,05 ml.

3.2. **Reactivos**

i) Tolueno.

ii) Metanol.

iii) Ácido sulfúrico de densidad 1,84 a 20 °C (1).

iv) Sulfato de potasio (1).

v) Bióxido de selenio (1).

vi) Solución de hidróxido de sodio (400 g/litro). Disolver 400 g de hidróxido de sodio en 400—500 ml de agua y llevar a un litro con agua.

vii) Mezcla de indicadores. Disolver 0,1 g de rojo de metilo en 95 ml de etanol y 5 ml de agua, y mezclar esta solución con 0,5 g de verde de bromocresol disuelto en 475 ml de etanol y 25 ml de agua.

viii) Solución de ácido bórico. Disolver 20 g de ácido bórico en un litro de agua.

ix) Ácido sulfúrico 0,02 N (solución volumétrica patrón).

4. TRATAMIENTO PREVIO DE LA MUESTRA REDUCIDA

El tratamiento previo descrito en las generalidades se sustituirá por el tratamiento previo siguiente:

En un aparato Soxhlet tratar la muestra secada al aire con una mezcla de un volumen de tolueno y de tres volúmenes de metanol durante cuatro horas, a una cadencia mínima de cinco ciclos por hora. Exponer la mezcla al aire para permitir la evaporación del disolvente y eliminar los últimos restos de éste por calentamiento de un horno a 105° ± 3 °C. Tratar después la muestra en agua (50 ml/g de muestra), haciéndola hervir por reflujo durante 30 minutos. Filtrar, reintroducir la muestra en el frasco y repetir la extracción con un volumen idéntico de agua. Filtrar, eliminar el exceso de agua de la muestra, por estrujamiento, succión o centrifugación y secar después la muestra al aire.

(1) Estos reactivos carecerán de nitrógeno.

Nota:

El tolueno y el metanol son tóxicos. Conviene utilizar estos productos con gran prudencia.

5. MODO DE OPERAR

5.1. **Instrucciones generales**

En lo que se refiere a la toma, el secado y la pesada de la muestra, seguir el procedimiento descrito en las generalidades.

5.2. **Procedimientos detallados**

Transferir al matraz de digestión Kjeldahl, una muestra que pese como mínimo 1 g. Añadir a la muestra contenida en el matraz de digestión y respetando el orden siguiente, 2,5 g de sulfato de potasio, 0,1—0,2 g de bióxido de selenio y 10 ml de ácido sulfúrico (d = 1,84). Calentar el matraz, primero lentamente, hasta la destrucción total de las fibras, después a juego más fuerte, hasta que la solución se vuelva clara y prácticamente incolora. Continuar calentando durante 15 minutos. Dejar enfriar el matraz, añadir con cuidado el contenido 10—20 ml de agua, enfriar, transferir el contenido cuantitativamente a un matraz aforado de 200 ml y enrasar con agua para obtener la solución de análisis.

Introducir alrededor de 20 ml de solución de ácido bórico en un frasco cónico de 100 ml y situar este último bajo el refrigerador del aparato de destilación Kjeldahl de manera que el tubo de salida quede sumergido justo por debajo de la superficie de la solución de ácido bórico. Transferir exactamente 10 ml de la solución de análisis al matraz de destilación, introducir un mínimo de 5 ml de solución de hidróxido de sodio en el embudo, levantar ligeramente el tapón y dejar que la solución de hidróxido de sodio caiga lentamente en el matraz. Si la solución de análisis y la solución de hidróxido de sodio tendiesen a formar dos capas diferentes, mezclarlas agitando con cuidado. Calentar ligeramente el matraz de destilación e introducir en el líquido el vapor procedente del generador. Regocer 20 ml aproximadamente del destilado, bajar el frasco cónico de manera que la extemidad del tubo del refrigerador quede situada a unos 20 mm por debajo de la superficie del líquido y destilar durante un minuto más. Aclarar la extremidad del tubo con agua, recogiendo el líquido de lavado en el frasco cónico. Retirar este último y colocar un segundo frasco cónico que contenga alrededor de 10 ml de solución de ácido bórico y a continuación recoger aproximadamente 10 ml del destilado.

Valorar separadamente ambos destilados con ácido sulfúrico 0,02 N utilizando la mezcla de indicadores. Anotar los resultados de las respectivas valoraciones. Si la valoración del segundo destilado diese un resultado superior a 0,2 ml, repetir la prueba y comenzar de nuevo la destilación utilizando otra parte alícuota de la solución de análisis.

Efectuar una prueba en blanco, sometiendo a la digestión y a la destilación únicamente los reactivos.

6. CÁLCULO Y PRESENTACIÓN DE LOS RESULTADOS

6.1. Calcular el porcentaje de nitrógeno contenido en lamuestra en estado seco del modo siguiente:

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

A% = porcentaje de nitrógeno en la muestra seca y pura,

V = volumen total en ml de ácido sulfúrico patrón utilizado para la determinación,

b = volumen total en ml de ácido sulfúrico patrón utilizado para la prueba en blanco,

N = valoración real del ácido sulfúrico patrón,

W = peso (g) de la toma de prueba en estado seco.

6.2. Aplicando valores del 0,22% para el contenido en nitrógeno del yute, y del 16,2% para el de las fibras de origen animal, (ambos porcentajes expresados sobre el peso en seco de las fibras), calcular la composición dé la mezcla con ayuda de la siguiente fórmula:

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

PA% = porcentaje de fibras de origen animal en la muestra.

7. PRECISIÓN DEL MÉTODO

Sobre mezcla homogénea de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores al ± 1 para un margen de fiabilidad del 95%.