RECOMENDACIÓN DE LA COMISIÓN

de 6 de febrero de 1987

sobre los métodos de análisis cuantitativo para la identificación de las fibras acrílicas y modacrílicas, las clorofibras y las fibras de trivinilo

(87/185/CEE)

LA COMISIÓN DE LAS COMUNIDADES EUROPEAS,

Visto el Tratado constitutivo de la Comunidad Económica Europea y, en particular, el segundo guión de su artículo 155,

Considerando que el Anexo I de la Directiva 71/307/CEE del Consejo (1), de 26 de julio de 1971, relativa a la aproximación de las legislaciones de los Estados miembros sobre las denominaciones textiles, cuya última modificación la constituye la Directiva 83/623/CEE (2), y que prevé el etiquetado obligatorio de los productos textiles, establece la denominación y la descripción de las fibras textiles ; que las fibras que componen dichos productos y cuya denominación figura en la etiqueta deben ajustarse a dicha descripción ;

Considerando que el citado Anexo establece que las fibras correspondientes a los números 24, 25, 27 y 35 deben presentar, en la cadena, porcentajes definidos de un motivo monómero dado, los cuales, en algunos casos, constituyen el único criterio que permite identificar las fibras y distinguirlas unas de otras ;

Considerando que, al proceder a los controles de conformidad de los productos textiles con la composición indicada en la etiqueta, puede resultar necesario, a fin de reconocer las fibras antes citadas, comprobar estos porcentajes ; que, para ello, los laboratorios de análisis deben poder disponer de métodos adecuados y en la medida de lo posible para la determinación cuantitativa del nitrógeno y del cloro, que componen los motivos monómeros de dichas fibras ;

Considerando que no siempre es posible, en el estado actual de la técnica, determinar los porcentajes de nitrógeno y cloro inherentes exclusivamente a los motivos monómeros citados, ya que la cantidad de dichas sustancias sólo puede determinarse globalmente, teniendo también en cuenta la posible presencia en la fibra de materias tales como colorantes y aditivos que contengan nitrógeno o cloro ; que, en estas circunstancias, no pueden establecerse métodos de análisis obligatorios ;

Considerando que resulta, sin embargo, oportuno, a fin de asegurar la indispensable uniformidad de los resultados de los controles de conformidad de los productos textiles efectuados en la Comunidad, indicar a los laboratorios los métodos que pueden utilizarse para la determinación cuantitativa del nitrógeno y del cloro lo más precisos posible, habida cuenta del estado de la técnica actual ; que los numerosos ensayos interlaboratorios efectuados en el marco de la Comisión han permitido elaborar tales métodos ; que procede, por lo tanto, recomendar su utilización en conformidad con las opiniones expuestas en el seno del Comité para el sector de las directivas relativas a las denominaciones y al etiquetado de los productos textiles,

HA FORMULADO LA PRESENTE RECOMENDACIÓN :

Artículo 1

Se recomienda que los laboratorios que efectúen los controles de conformidad de la composición de los productos textiles utilicen, para la identificación de las fibras correspondientes a los números 24, 25, 27 y 35 del Anexo I de la Directiva 71/307/CEE, los métodos de análisis cuantitativo que figuran en el Anexo de la presente Recomendación.

Artículo 2

Los Estados miembros informarán a la Comisión acerca de las medidas que adopten en aplicación de la presente Recomendación.

Artículo 3

Los destinatarios de la presente Recomendación serán los Estados miembros.

Hecho en Bruselas, el 6 de febrero de 1987.

Por la Comisión

G. VARFIS

Miembro de la Comisión

(1) DO nº L 185 de 16. 8. 1971, p. 16.
(2) DO nº L 353 de 15. 12. 1983, p. 8.

ANEXO

MÉTODOS RECOMENDADOS DE ANÁLISIS CUANTITATIVO PARA LA IDENTIFICACIÓN DE LAS FIBRAS ACRÍLICAS Y MODACRÍLICAS, ASÍ COMO LAS CLOROFIBRAS Y FIBRAS DE TRIVINILO

Advertencias

Los métodos expuestos a continuación en los puntos A y B permiten comprobar los porcentajes del motivo monómero aplicables a las fibras acrílicas y modacrílicas, así como a las clorofibras y a las fibras de trivinilo correspondientes, por una parte, a los números 24 y 27 y, por otra, a los números 25 y 35 del Anexo I de la Directiva 71/307/CEE.

Sin embargo, estos métodos no pueden considerarse como el único medio para comprobar la conformidad de las fibras mencionadas a las descripciones de las mismas. Los resultados obtenidos al aplicarlos podrán, en los casos que ofrezcan dudas, verificarse mediante otras técnicas adecuadas, especialmente si los resultados se sitúan en el límite de los valores que caracterizan los tipos de fibra de que, en cada caso, se trate.

A. MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL NITRÓGENO CON VISTAS A LA IDENTIFICACIÓN DE LAS FIBRAS ACRÍLICA Y MODACRÍLICA CORRESPONDIENTES A LOS NÚMEROS 24 Y 27 DEL ANEXO DE LA DIRECTIVA 71/307/CEE

1. Ámbito de aplicación

Este método se aplicará, después de proceder a la eliminación de las materias no fibrosas, a la identificación de las fibras acrílica y modacrílica en su estado puro, o separadas de una mezcla.

El método sólo será aplicable cuando sea factible eliminar previamente todas las materias añadidas, especialmente las materias nitrogenadas. No obstante lo dispuesto en la Directiva 72/276/CEE del Consejo (1), las materias colorantes deberán, en ese caso, considerarse como materias añadidas.

2. Principio

Se determinará el contenido en nitrógeno y se calculará, mediante un factor de conversión, el porcentaje en masa del motivo acrilonitrílico presente en la fibra.

3. Instrumental y reactivos

3.1. *Instrumental*

i) Matraz de digestión Kjeldahl de 500 ml.

ii) Aparato de destilación Kjeldahl.

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

3.2. *Reactivos*

Todos los reactivos utilizados deberán ser de calidad « puro, para análisis » y el agua será destilada.

i) Sulfato de potasio anhidro.

ii) Sulfato de cobre ($CuSo_4$ 5 H_2O).

iii) Ácido sulfúrico concentrado (d = 1,84 a 20° C).

iv) Ácido sulfúrico 0,1 N (solución valorada).

v) Solución de hidróxido de sodio 400 g/l : disolver 400 g de hidróxido de sodio en 400 o 500 ml de agua y, a continuación, añadir agua hasta llegar a 1 l.

vi) Solución de hidróxido de sodio 0,1 N (solución valorada).

vii) Solución indicadora de fenolftaleína.

4. Modo de operar

Por lo que respecta a la toma, tratamiento previo, secado y pesada de la muestra síganse las instrucciones del punto I « Generalidades sobre los métodos de análisis químico cuantitativo de las mezclas binarias de fibras textiles » de la Directiva 72/276/CEE.

(1) DO nº L 173 de 31. 7. 1972.

Transferir al matraz de digestión Kjeldahl, aproximadamente 0,5 g de la muestra pesada con exactitud, en su estado seco y añadir 10 g de sulfato de potasio, 1 g de sulfato de cobre y 25 ml de ácido sulfúrico concentrado (densidad 1,84). Hacer girar suavemente el matraz a fin de que todas las fibras queden completamente impregnadas de ácido.

Colocar el matraz en posición inclinada bajo una campana de aspiración y calentar lentamente y con precaución con un mechero Bunsen o con cualquier otro aparato hasta que se destruyan totalmente las fibras. A continuación, aumentar el calor a fin de mantener la solución en ebullición moderada (aproximadamente 350 °C) durante 30 minutos, es decir, hasta que se vuelva casi incolora (límpida).

Dejar enfriar el matraz y diluir el contenido, con precaución, en 150 ml de agua.

Verter unos 100 ml de solución de ácido sulfúrico 0,1 N en un matraz cónico de 250 ml que se colocará bajo el refrigerador del aparato de destilación de manera que el tubo de salida quede apenas sumergido en el líquido.

Conectar el matraz Kjeldahl al aparato de destilación y neutralizar lenta y precavidamente con 120 ml de solución de hidróxido de sodio (400 g/l).

Calentar hasta conseguir una ebullición moderada y recoger, al menos, 100 ml del destilado para recuperar cuantitativamente todo el amoníaco.

Al finalizar la destilación, bajar el matraz cónico hasta que el extremo del tubo de refrigeración se encuentre a unos 20 mm por encima del nivel del líquido y destilar durante un minuto más.

Lavar el extremo del tubo con agua destilada y recoger el líquido de lavado en el matraz cónico.

Valorar el destilado con la solución valorada de hidróxido de sodio 0,1 N utilizando como indicador la fenolftaleína.

5. **Cálculo y presentación de los resultados**

Calcular el porcentaje de nitrógeno contenido en la muestra, en su estado seco, del modo siguiente :

$$A\,\% = \frac{14\,(V_1 n_1 - V_2 n_2)}{10.m}$$

donde,

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

V_1 = volumen en mililitros de la solución de ácido sulfúrico 0,1 N ;

n_1 = normalidad de la solución de ácido sulfúrico ;

V_2 = volumen en mililitros de la solución de hidróxido de sodio 0,1 N ;

n_2 = normalidad de la solución de hidróxido de sodio ;

m = masa en gramos de la toma de prueba pretratada y en estado seco.

Calcular el porcentaje del motivo monómero acrilonitrílico hasta el primer decimal, utilizando la fórmula siguiente :

motivo acrilonitrílico % = A % × 3,788.

6. **Precisión del método**

Los márgenes de fiabilidad de los resultados relativos al porcentaje de nitrógeno obtenido según este método no son superiores a ± para un margen de fiabilidad del 95 %.

B. MÉTODO PARA LA DETERMINACIÓN CUANTITATIVA DEL CLORO CON VISTAS A LA IDENTIFICACIÓN DE LAS CLOROFIBRAS Y DE LAS FIBRAS DE TRIVINILO CORRESPONDIENTES A LOS NÚMEROS 25 Y 35 DEL ANEXO I DE LA DIRECTIVA 71/307/CEE

1. **Ámbito de aplicación**

Este método se aplicará, después de proceder a la eliminación de las materias no fibrosas, a la identificación de las clorofibras y de las fibras de trivinilo en su estado puro, o separadas de una mezcla.

El método sólo será aplicable cuando sea factible eliminar previamente todas las materias añadidas, especialmente las materias cloradas. No obstante lo dispuesto en la Directiva relativa a los análisis de las mezclas binarias, las materias colorantes deberán, en ese caso, considerarse como materias añadidas.

2. **Principio**

Después de proceder a la combustión de la muestra en atmósfera de oxígeno, se determinará el contenido en cloro y se calculará, mediante factores de conversión, el porcentaje en masa del motivo vinilo o vinilideno clorado presente en la fibra.

3. **Instrumental y reactivos**

3.1. *Instrumental*

i) Matraz de combustión con cuello de reborde, de vidrio al borosilicato, o similar, de aproximadamente 500 ml, cerrado mediante un tapón esmerilado de vidrio al borosilicato en el que se habrá soldado un hilo de platino de 05 — 0,7 mm de diámetro y de unos 100 mm de largo (figura 1).

El matraz y el tapón deberán estar provistos de un dispositivo que garantice la estanqueidad de este último a fin de evitar las pérdidas de gas durante la combustión.

ii) Dispositivo para quemar la materia (se recomienda el infrarrojo).

iii) Papel de filtro con bajo contenido en cloro y cenizas.

3.2. *Reactivos*

Todos los reactivos utilizados deberán ser de calidad « puro, para análisis » y el agua será destilada.

i) Solución de hidróxido de potasio 0,01 N (solución valorada)

ii) Agua oxigenada a 30 % (m/m)

iii) Oxígeno en botella

iv) Ácido perclórico (70 % m/m ; d = 1,67)

v) Solución alcohólica de difenilcarbazono 0,1 % (m/m)

vi) Solución de mercurio (II) perclorado 0,01 N contrastado con un patrón de cloruro de sodio para análisis elemental. Se preparará la solución dispersando 1,1 g de óxido de mercurio (amarillo) en 800 ml de agua y añadiendo 1,54 ml de ácido perclórico al 70 % ; se aumentará hasta 1 000 ml y se contrastará con una solución de cloruro de sodio de valor conocido.

4. **Modo de operar**

Por lo que respecta a la toma, tratamiento previo, secado y pesada de la muestra síganse las instrucciones del punto I « Generalidades sobre los métodos de análisis químico cuantitativo de las mezclas binarias de las fibras textiles » de la Directiva 72/276/CEE.

Pesar con exactitud unos 30 mg de la muestra en su estado seco y colocarla en un papel de filtro doblado (siguiendo las líneas sombreadas de la figura 2) y enrollar de abajo arriba.

Enrollar, apretando bien, el hilo de platino del tapón alrededor del papel que contiene la muestra soltando la mecha para que pueda salir libremente.

Verter en el matraz de combustión 10 ml de agua, 20 ml de solución de hidróxido de potasio 0,01 N y 3 ó 4 gotas de agua oxigenada.

Hacer circular una corriente de oxígeno en el matraz durante unos segundos hasta saturación. Encender la mecha, cerrar inmediatamente el matraz y sujetar el tapón.

Dejar enfriar durante unos 25 ó 30 minutos durante los que se agitará enérgicamente el matraz a fin de acelerar la absorción de los productos de combustión.

Llenar el reborde del cuello del matraz con unos ml de agua destilada y, a continuación, quitar el tapón. Lavar el hilo de platino y las paredes del matraz con unos 50 ó 60 ml de agua.

Hervir la solución alcalina durante unos 3 ó 5 minutos y acidificar la solución con ácido perclórico al 70 % hasta alcanzar un pH de 3,5 aproximadamente.

Añadir 2 ml del indicador de difenilcarbazono y valorar con la solución de mercurio perclorado 0,01 N hasta que cambie del incoloro al lila.

Efectuar una valoración en blanco utilizando las mismas cantidades de reactivo y de papel de filtro que las utilizadas para el ensayo.

La valoración con perclorato de mercurio (II) y con el indicador cromático puede reemplazarse por una valoración potenciométrica, mediante un electrodo de plata, con una solución de nitrato de plata de valor conocido.

5. **Cálculo y presentación de los resultados**

Calcular el porcentaje de cloro en la muestra de fibra en su estado seco mediante la fórmula:

$$Cl\ \% = \frac{(A-B) \times n \times 35{,}46 \times 100}{m}$$

donde,

Cl = contenido en cloro, en porcentaje, de la muestra seca y pura;

A = mililitros de solución de perclorato de mercurio 0,01 N utilizados para la valoración de la muestra;

B = mililitros de solución de perclorato de mercurio 0,01 N utilizados para la valoración del ensayo en blanco;

n = normalidad de la solución de perclorato de mercurio;

m = masa de la toma de prueba pretratada y seca, en miligramos.

Calcular el porcentaje del motivo monómero vinilo clorado o vinilideno clorado hasta el primer decimal, mediante una de las fórmulas siguientes:

— motivo de vinilo clorado % = Cl % 1,762

— motivo de vinilideno clorado % = Cl % 1,367

6. **Precisión del método**

Los márgenes de fiabilidad de los resultados relativos al porcentaje de cloro obtenido mediante este método no son superiores a ± 0,5 para un margen de fiabilidad del 95 %.

7. **Precauciones**

— El matraz no debe contener residuos o vapores de disolventes orgánicos.

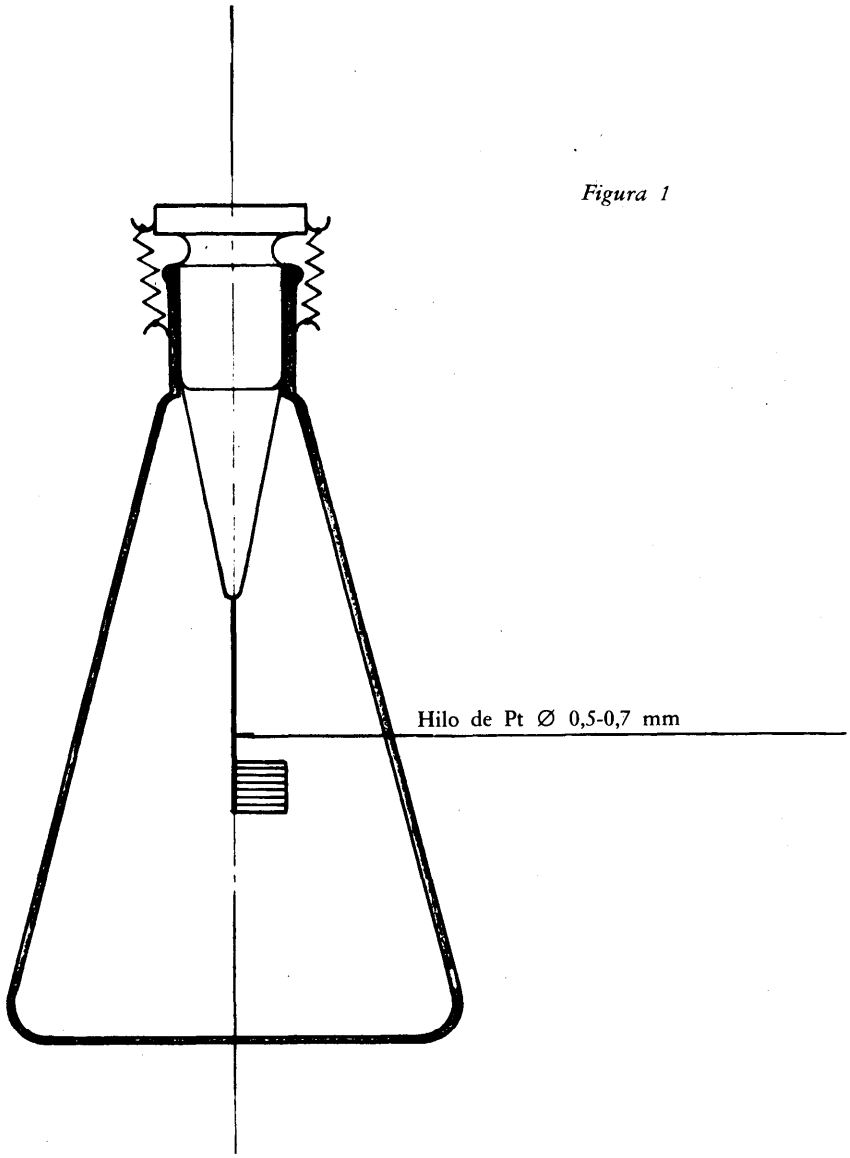
— En caso de encendido manual, deben tomarse todas las precauciones posibles a fin de evitar que el manipulador no sufra ningún daño en caso de explosión del matraz.

— Después de haber colocado la muestra en el interior del matraz, comprobar que el mismo esté cerrado herméticamente ya que el primer estadio de la combustión engendra una fuerte presión.

Figura 1

Matraz de Schöninger

de 500 ml



Papel de filtro

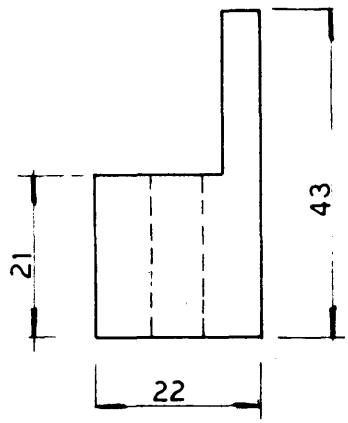


Figura 2