

I. DISPOSICIONES GENERALES

MINISTERIO DE LA PRESIDENCIA

3583 *Orden PRE/347/2011, de 21 de febrero, por la que se modifica el Anexo II del Real Decreto 4/2007, de 12 de enero, por el que se aprueban los métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles.*

El Real Decreto 928/1987, de 5 de junio, relativo al etiquetado de composición de los productos textiles y sus posteriores modificaciones, prescriben un etiquetado que indique la composición de la fibra de los productos textiles, así como la realización de pruebas mediante análisis de la conformidad de dichos productos con las indicaciones que figuren en su etiqueta, adaptando así nuestro ordenamiento jurídico interno a las exigencias de la legislación comunitaria.

En virtud de las disposiciones de este Real Decreto y con objeto de garantizar la veracidad de la información a los consumidores a través del etiquetado, por medio del Real Decreto 4/2007, de 12 de enero, se aprobaron los métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles, procediendo a la codificación de esta materia e incorporando al ordenamiento jurídico interno las Directivas 96/73/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 1996, sobre determinados métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles, y la Directiva 2006/2/CE de la Comisión de 6 de enero de 2006, por la que se modifica, para su adaptación al progreso técnico, el anexo II de la Directiva 96/73/CE del Parlamento Europeo y del Consejo sobre determinados métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles.

Posteriormente, se aprobó la Directiva 2007/3/CE de la Comisión, de 2 de febrero de 2007, por la que se modifican, para adaptarlos al progreso técnico, los anexos I y II de la Directiva 96/74/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, relativa a las denominaciones textiles, con objeto de añadir la fibra elastolefina a la lista de fibras establecida en los anexos I y II de la Directiva mencionada. Dicha directiva fue incorporada al ordenamiento jurídico español a través del Real Decreto 1523/2007, de 16 de noviembre, por el que se modifica el Real Decreto 928/1987, de 5 de junio, relativo al etiquetado de composición de los productos textiles.

En función de ello la Comisión Europea consideró que era necesario definir métodos uniformes de ensayo para la elastolefina. A tal efecto aprobó la Directiva 2007/4/CE de la Comisión, de 2 de febrero de 2007, modificando, para su adaptación al progreso técnico, el anexo II de la Directiva 96/73/CE del Parlamento Europeo y del Consejo sobre determinados métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles.

Lo dispuesto en esta Directiva 2007/4/CE, se incorporó al ordenamiento jurídico interno mediante el Real Decreto 1522/2007, de 16 de noviembre, por el que se modifica el Real Decreto 4/2007, de 12 de enero, por el que se aprueban los métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles.

En el año 2009 la Comisión aprobó la Directiva 2009/121/CE de la Comisión, de 14 de septiembre de 2009, por la que se modifican, para adaptarlos al progreso técnico, los anexos I y V de la Directiva 2008/121/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, relativa a las denominaciones textiles y por la que se derogó la Directiva 96/74/CE del Parlamento Europeo y del Consejo, de 16 de diciembre de 1996 y sus sucesivas modificaciones, con objeto de añadir la fibra melamina a la lista de fibras establecida en los citados anexos I y V. Esta Directiva ha sido transpuesta a nuestro ordenamiento jurídico recientemente mediante la aprobación de una orden ministerial que incorpora dicha fibra.

En la misma fecha la Comisión Europea consideró, que era necesario definir métodos uniformes de ensayo para la melamina. A tal efecto aprobó la Directiva 2009/122/CE de la Comisión, de 14 de septiembre de 2009, por la que se modifica para su adaptación al progreso técnico, el anexo II de la Directiva 96/73/CE del Parlamento y del Consejo sobre determinados métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles.

Esta circunstancia hace necesario que se adopten las disposiciones oportunas en relación con los métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles al objeto de incorporar esta última directiva y garantizar los intereses del consumidor, por lo que mediante esta orden se procede a la incorporación al ordenamiento jurídico interno de la Directiva 2009/122/CE de la Comisión, de 14 de septiembre de 2009.

En la tramitación de esta orden se ha dado audiencia a las asociaciones de consumidores y usuarios y a los sectores afectados, habiéndose realizado igualmente un trámite de consulta a las Comunidades Autónomas.

Esta disposición se dicta al amparo del artículo 149.1.13.^a de la Constitución, que atribuye al Estado la competencia exclusiva sobre las bases y coordinación de la planificación general de la actividad económica y en virtud de la autorización contenida en la disposición final tercera del Real Decreto 4/2007, de 12 de enero, que faculta a los Ministros de Industria, Turismo y Comercio y de Sanidad, Política Social e Igualdad para dictar, en el ámbito de sus competencias, las disposiciones necesarias para modificar los anexos del citado Real Decreto, conforme al avance de los conocimientos científicos y técnicos, y para adaptarlos a las modificaciones introducidas por la normativa comunitaria.

En su virtud, a propuesta de la Ministra de Sanidad, Política Social e Igualdad y del Ministro de Industria, Turismo y Comercio, de acuerdo con el Consejo de Estado dispongo:

Artículo único. *Modificación del anexo II del Real Decreto 4/2007, de 12 de enero, por el que se aprueban los métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles.*

El anexo II del Real Decreto 4/2007, de 12 de enero, por el que se aprueban los métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles, se modifica en los términos previstos en el anexo de esta orden.

Disposición final primera. *Incorporación del derecho comunitario al derecho español.*

Mediante esta orden se incorpora al ordenamiento jurídico interno la Directiva 2009/122/CE de la Comisión, de 14 de septiembre de 2009, por la que se modifica para su adaptación al progreso técnico, el anexo II de la Directiva 96/73/CE del Parlamento y del Consejo sobre determinados métodos de análisis cuantitativos de mezclas binarias de fibras textiles.

Disposición final segunda. *Título competencial.*

La presente orden se dicta al amparo del artículo 149.1.13.^a de la Constitución, que atribuye al Estado la competencia exclusiva sobre las bases y coordinación de la planificación general de la actividad económica.

Disposición final tercera. *Entrada en vigor.*

La presente orden entrará en vigor el día siguiente al de su publicación en el «Boletín Oficial del Estado».

Madrid, 21 de febrero de 2011.—El Ministro de la Presidencia, Ramón Jáuregui Atondo.

ANEXO

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 destejarse 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 masa. 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 principio que no sea el de la solubilidad selectiva. En estos casos, podrá hallarse información completa y detallada sobre ello en la sección correspondiente 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. Ésta 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 de la masa en seco y se suministra un método para determinarlo.

El resultado se obtendrá aplicando a la masa en seco de cada fibra los porcentajes convencionales indicados en el Anexo II del Real Decreto 928/1987, de 5 de junio, relativo al etiquetado de composición de los productos textiles.

Las fibras presentes en la mezcla deberán identificarse antes de efectuar los análisis. En ciertos métodos químicos, la parte insoluble 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 masa, 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.

- I.2. 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 selectiva¹. Se pesará el residuo insoluble y se calculará la proporción del componente soluble a partir de la pérdida de masa. 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 filtrantes y pesafiltros 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. Desecador que contenga gel de sílice coloreado mediante un indicador.

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

¹ El método nº 12 constituye una excepción. Se basa en la determinación del contenido en un elemento constitutivo de uno de los componentes.

- 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. Éter de petróleo redistilado, 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 químicamente puros.
 - I.3.2.3. Agua destilada o desionizada.
 - I.3.2.4. Acetona
 - I.3.2.5. Ácido ortofosfórico
 - I.3.2.6. Urea
 - I.3.2.7. Bicarbonato de sodio
- I.4. Atmósfera de acondicionamiento y de análisis

Como lo que se determina es la masa 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 reducida²

Si estuviese presente un elemento que no deba tenerse en cuenta para el cálculo de los porcentajes (ver el apartado 3 del artículo 7 del Real Decreto 928/1987, de 5 de junio, relativo al etiquetado de composición de los productos textiles), se comenzará por eliminarlo mediante un método apropiado que no afecte a ninguno de los componentes fibrosos.

Con esta finalidad, las materias no fibrosas que se puedan extraer con éter de petróleo y agua se eliminarán tratando la muestra reducida, secada al aire, en el extractor Soxhlet con éter de petróleo durante una hora, a una cadencia 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 °C ± 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 el caso de la elastotefina o de mezclas de fibras que contengan elastolefina y otras fibras (lana, pelo animal, seda, algodón, lino, cáñamo, yute, abacá, esparto, coco, retama, ramio, sisal, cupro, modal, proteínica, viscosa, acrílico, poliamida o nailon, poliéster y elastomultiéster), el procedimiento antes descrito debería modificarse ligeramente y sustituirse el éter de petróleo por acetona.

² Ver Anexo I.1

En el caso de mezclas binarias que contengan elastolefina y acetato se aplicará el siguiente procedimiento como tratamiento previo. Tratar la muestra durante 10 minutos a 80 °C con una solución que contenga 25 g/l de ácido ortofosforico al 50 % y 50 g/l de urea. La relación muestra/agua será de 1/100. Lavar la muestra en agua, y después escurrir y lavar en una solución de bicarbonato de sodio al 0,1 % y, finalmente, lavarla cuidadosamente en agua.

En caso de que las materias no fibrosas no pudieran extraerse con éter de petróleo y agua, deberán eliminarse sustituyendo el procedimiento descrito más arriba 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 °C ± 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 pesada, evitar manipular las placas filtrantes y los pesafiltros, las muestras de análisis o los residuos con las manos desnudas.

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

Secar en el horno la placa filtrante colocada en un pesafiltros destapado. Introducir también en el horno la tapa de éste. Después del secado, tapar el pesafiltros 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 la masa 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 pesafiltros se enfríen totalmente, y en cualquier caso, durante un mínimo de 2 horas.

I.7.1.3. Pesada

Después del enfriamiento, pesar los pesafiltros 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 pesafiltros, enfriar en un desecador y pesar. Transferir la muestra al recipiente de cristal indicado en la parte correspondiente del método comunitario; inmediatamente después, pesar de nuevo el pesafiltros y calcular por diferencia la masa 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 la masa del componente insoluble en forma de porcentaje de la masa total de las fibras presentes en la mezcla. El porcentaje del componente soluble se obtendrá por diferencia. Calcular los resultados sobre la base de la masa en seco de las distintas fibras puras, ajustado con los porcentajes convencionales 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 del porcentaje de la masa del componente insoluble puro, no teniendo en cuenta la pérdida de masa sufrida por las fibras durante el tratamiento previo:

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

- P_1 es el porcentaje del componente insoluble seco y puro,
 m es la masa en seco de la muestra después del tratamiento previo,
 r es la masa en seco del residuo,
 d es el factor de corrección que tiene en cuenta la pérdida de masa 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 de la masa del componente insoluble, ajustado con los porcentajes convencionales y en su caso, con los factores de corrección de la pérdida de masa ocasionada por el tratamiento previo:

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

- P_{1A} es el porcentaje del componente insoluble teniendo en cuenta el porcentaje convencional y la pérdida de masa 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 porcentaje convencional del componente insoluble (Anexo II del Real Decreto 928/1987, de 5 de junio, relativo al etiquetado de composición de los productos textiles.),
- a_2 es el porcentaje convencional del componente soluble (Anexo II del Real Decreto 928/1987, de 5 de junio, relativo al etiquetado de composición de los productos 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 segundo componente ($P_{2A} \%$) es igual a $100 - P_{1A} \%$.

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 desprejarse 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 del 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. pesafiltros o cualquier otro instrumental que dé idénticos resultados.
- II.3.2. Desecador que contenga gel de sílice coloreado por medio de un indicador.
- II.3.3. Horno de secado con ventilador para secar las muestras a $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- 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 redistilado con punto de ebullición entre $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ y $60\text{ }^{\circ}\text{C}$.
- II.4.2. Agua destilada o desionizada.

II.5. Atmósfera de acondicionamiento y de análisis

Ver el punto I.4.

II.6. Muestra reducida

Ver el punto I.5.

II.7. Tratamiento previo de la muestra reducida

Ver el 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 masa.

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 pesafiltros tarados y secados a $105\text{ °C} \pm 3\text{ °C}$ 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 bordes 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 pesafiltros tarados y proceder como se indica en el punto II.8.1.

II.9. Cálculo y presentación de los resultados

Expresar la masa 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 de la masa en seco de las distintas fibras puras, ajustado con los porcentajes convencionales 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 de la masa en seco de las distintas fibras depuradas, no teniendo en cuenta la pérdida de masa sufrida por las fibras por efecto del tratamiento previo:

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

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 de la masa en seco de cada uno de los componentes, ajustado con los porcentajes convencionales y en su caso, con los factores de corrección de las pérdidas de masa ocasionadas por el tratamiento previo (ver el punto I.8.2).

III.1. Precisión de los métodos

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

La reproducibilidad 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 reproducibilidad 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 el 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
	Componente soluble	Componente insoluble	
N.º 1	Acetato	Otras fibras determinadas	Acetona
N.º 2	Determinadas fibras proteínicas	Otras fibras determinadas	Hipoclorito
N.º 3	Viscosa, cupro o determinados tipos de modal	Algodón, elastolefina o melamina	Ácido fórmico y cloruro de cinc
N.º 4	Poliamida o nailon	Otras fibras determinadas	Ácido fórmico al 80% m/m
N.º 5	Acetato	Triacetato, elastolefina o melamina	Alcohol bencílico
N.º 6	Triacetato o polilactida	Otras fibras determinadas	Diclorometano
N.º 7	Determinadas fibras celulósicas	Poliéster o elastomultiéster o elastolefina	Ácido sulfúrico al 75% m/m
N.º 8	Acrílicos, determinados modacrílicos o determinadas clorofibras	Otras fibras determinadas	Dimetilformamida
N.º 9	Determinadas clorofibras	Otras fibras determinadas	Disulfuro de carbono/acetona, 55, 5/44, 5 v/v
N.º 10	Acetato	Determinadas clorofibras, elastolefina o melamina	Ácido acético glacial
N.º 11	Seda	Lana, pelo, elastolefina o melamina	Ácido sulfúrico al 75% m/m
N.º 12	Yute	Determinadas fibras de origen animal	Determinación del contenido en nitrógeno
N.º 13	Polipropileno	Otras fibras determinadas	Xileno
N.º 14	Otras fibras determinadas	Clorofibras (a base de homo-polímero de cloruro de vinilo), elastolefina o melamina	Ácido sulfúrico concentrado
N.º 15	Clorofibras, determinados modacrílicos y elastanos, acetatos, triacetatos	Otras fibras determinadas	Ciclohexanona
N.º 16	Melamina	Algodón o aramida	Acido fórmico caliente al 90% m/m

Método n.º 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 (19)

con

2) lana (1), pelo de animal (2 y 3), seda (4), algodón (5), lino (7), cáñamo (8), yute (9), abacá (10), esparto (11), coco (12), retama (13), ramio (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), fibra proteínica (23), viscosa (25), acrílico (26), poliamida o nailon (30), poliéster (34) elastomultiéster (45), elastolefina (46) y melamina (47).

En ningún caso se aplicará este método al acetato desacetilado en superficie.

2. Principio

Las fibras de acetato se disolverán con acetona a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco. Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; su masa, corregida en su caso, se expresará en forma de porcentaje de la masa 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 las generalidades. El valor de «d» es de 1,00, a excepción de la melamina, para la cual «d»= 1,01.

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 n.º 2*Determinadas fibras proteínicas y otras fibras
(Método del hipoclorito)

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), pelo de animales (2 y 3), seda (4), proteínas (23)

con

- 2) algodón (5), cupro (21), viscosa (25), acrílico (26), clorofibras (27), poliamida o nailon (30), poliéster (34), polipropileno (36), elastano (42) fibra de vidrio (43) y elastomultitéster (45), elastolefina (46) y melamina (47).

Si estuviesen presentes varias fibras proteínicas, el método permitirá determinar su cantidad total pero no su porcentaje individual.

2. Principio

Las fibras proteínicas se disolverán con una solución de hipoclorito a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco. Se recogerá el residuo, lavado, seco y pesado. Su masa, corregida si fuera necesario, se expresará en forma de porcentaje de la masa en seco de la mezcla. El porcentaje de las fibras proteínicas secas se obtendrá por diferencia.

Para preparar la solución de hipoclorito puede utilizarse hipoclorito de litio o hipoclorito de sodio.

El hipoclorito de litio resulta indicado cuando el número de análisis es reducido o cuando los análisis se efectúan con largos intervalos de tiempo. El hipoclorito de litio sólido, contrariamente al hipoclorito de sodio, presenta un contenido en hipoclorito prácticamente constante. Si dicho contenido es conocido ya no resultará necesario determinarlo por iodometría en cada análisis y se podrá trabajar con tomas de ensayo de hipoclorito de litio constantes.

3. Instrumental y reactivos (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. Instrumental

- i) Frasco cónico de 250 ml con tapón de vidrio esmerilado.
- ii) Termostato regulable a $20\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

3.2. Reactivos

- i) Reactivo a base de hipoclorito
 - a) Solución de hipoclorito de litio

Este reactivo estará constituido por una solución recién preparada que contenga $35 (\pm 2)$ g/l de cloro activo (aproximadamente 1 M) a la que se habrá añadido hidróxido de sodio previamente disuelto a razón de $5 (\pm 0,5)$ g/l. Para preparar la solución disolver 100 g de hipoclorito de litio con un contenido en cloro activo del 35 % (o 115 g con un contenido en cloro activo del 30 %) en, aproximadamente, 700 ml de agua destilada. Añadir 5 g de hidróxido de sodio disuelto en, aproximadamente, 200 ml de agua destilada y completar hasta el litro con agua destilada. No es necesario controlar mediante iodometría esta solución recién preparada.

b) Solución de hipoclorito de sodio

Este reactivo estará constituido por una solución recién preparada de un contenido en cloro activo de 35 (\pm 2) g/l (aproximadamente 1 M) a la que se habrá añadido hidróxido de sodio previamente disuelto a razón de 5 (\pm 0,5) g/l. Verificar mediante iodometría antes de cada análisis, la concentración en cloro activo de la solución.

ii) Ácido acético diluido

Diluir 5 ml de ácido acético glacial en 1 l con agua.

4. Modo de operar

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

Introducir aproximadamente 1 g de la muestra en el matraz de 250 ml; añadir alrededor de 100 ml de solución de hipoclorito (hipoclorito de litio o de sodio). Agitar enérgicamente para empapar bien la muestra.

A continuación colocar el matraz en un termostato a 20 °C durante 40 minutos; durante dicho intervalo de tiempo agitar continuamente, o por los menos, frecuentemente y a intervalos regulares. Dado el carácter exotérmico de la disolución de la lana, el calor de reacción debe repartirse y evacuarse de esta manera a fin de evitar importantes errores provocados por el ataque de fibras no solubles.

Transcurridos los 40 minutos, filtrar el contenido del matraz mediante una placa filtrante tarada. Enjuagar el matraz con un poco de reactivo de hipoclorito a fin de eliminar las fibras que pudieran encontrarse aún en el mismo y verterlo todo en la placa filtrante. Vaciar la placa filtrante mediante vacío; lavar el residuo sucesivamente con agua, con el ácido acético diluido y nuevamente con agua. Durante dicha operación escurrir la placa filtrante mediante vacío después de cada adición de líquido esperando, sin embargo, que el líquido se haya filtrado por gravedad.

Finalmente escurrir la placa filtrante mediante vacío, secar la placa con el residuo, enfriar y pesar.

5. Cálculo y presentación de los resultados

Calcular los resultados tal y como se describe en las generalidades. El coeficiente de corrección «d» tiene valor 1,00. Tiene valor 1,01 para el algodón, la viscosa, el modal y la melamina y valor 1,03 para el algodón crudo.

6. Precisión del método

En el caso de las mezclas homogéneas de fibras textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos con este método no serán superiores a \pm 1, para un margen de fiabilidad del 95 %.

Método n.º 3

Viscosa, cupro o determinados tipos de modal y algodón
(Método del ácido fórmico y del cloruro de zinc)

1. Ámbito de aplicación

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

1) viscosa (25) o cupro (21) incluidos determinados tipos de modal (22)

con

2) algodón (5), elastolefina (46) y melamina (47).

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 cupro se hayan vuelto parcialmente insolubles por la presencia de colorantes o aprestos que no puedan eliminarse completamente.

2. Principio

Las fibras de viscosa, de cupro 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 zinc. Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; después de corrección, su masa se expresará en porcentaje de la masa en seco de la mezcla. El porcentaje de viscosa, de cupro 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 $40\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

3.2. Reactivos

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

Nota:

A este respecto, se recuerda el punto I.3.2.2, que establece que todos los reactivos utilizados deben ser químicamente puros; además, debe utilizarse únicamente cloruro de zinc anhidro fundido.

- ii) Solución de hidróxido de amonio:

Diluir 20 ml de una solución concentrada de amoniaco (0,880 g/l) en 980 ml de agua.

4. Modo de operar

Aplicar el procedimiento 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 de zinc 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 hasta la total desaparición del amoníaco. Aclarar el residuo fibroso con 100 ml aproximadamente de solución de amoníaco fría (3.2.ii), asegurándose que este residuo permanezca totalmente sumergido en la solución durante 10 minutos³; aclarar después a fondo con agua fría.

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» es de 1,02 para el algodón, 1,01 para la melamina y de 1,00 para la elastolefina.

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 o nailon 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 o nailon (30)

con

2) lana (1), pelo de animal (2 y 3), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílico (26), clorofibras (27), poliéster (34), polipropileno (36) fibra de vidrio (43) elastomulíéster (45), elastolefina (46) y melamina (47).

Como se acaba de indicar, este método se aplicará a las mezclas que contengan lana, pero cuando la proporción de esta última sea superior al 25 %, deberá aplicarse el método n° 2 (disolución de la lana en 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. Corregida su masa si fuese necesario, se expresará en porcentaje de la masa en seco de la mezcla. El porcentaje de poliamida o nailon en seco se obtendrá por diferencia.

³ Para asegurar que el residuo fibroso permanece sumergido, en la solución de amoníaco se puede, por ejemplo, adaptar a la placa filtrante un alargador con grifo que permita regular el paso del amoníaco.

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) Amoníaco diluido:

Llevar 80 ml de amoníaco 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, amoníaco diluido y por último con agua fría. Escurrir la placa filtrante por succión después de cada adición. No aplicar el vacío hasta que cada solución de lavado no se haya filtrado por gravedad. Finalmente, escurrir la placa filtrante por succión, secarla 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, a excepción de la melamina, para la cual «d» =1,01.

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.º 5

Acetato y triacetato

(Método del alcohol bencílico)

1. Ámbito de aplicación

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

- acetato (19)

con

- triacetato (24), elastolefina (46) y melamina (47).

2. Principio

Las fibras de acetato se disolverán, a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco, con alcohol bencílico a $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Se recogerá el residuo, lavado, secado y pesado; se expresará su masa en porcentaje de la masa 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 $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$

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 $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ 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 $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$ 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 $52\text{ °C} \pm 2\text{ °C}$.

Ecurrir 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, a excepción de la melamina, para la cual «d»= 1,01 .

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.º 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 fibrosas, a las mezclas binarias de:

1) triacetato (24) o polilactida (33a)

con

2) lana (1), pelo animal (2 y 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílico (26), poliamida o nailon (30), poliéster (34), fibra de vidrio (43), elastomultiéster (45), elastolefina (46) y melamina (47).

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 o polilactida con diclorometano se disolverán a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco. El residuo se recogerá, se lavará, se secará y se pesará; su masa, corregida si fuese necesario, se expresará en porcentaje de la masa de la mezcla en estado seco. El porcentaje de triacetato o polilactida 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, aplicar el vacío para eliminar el exceso de líquido, tratar a continuación el residuo con agua hirviendo para eliminar todo el disolvente, aplicar el vacío, secar la placa y el residuo, enfriar y pesar.

5. Cálculo y presentación de los resultados

Calcular los resultados según lo descrito en las generalidades. El valor de "d" es de 1,00, salvo para el poliéster, el elastomultiéster, la elastolefina y melamina, para los 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 resultados obtenidos con este método no serán superiores a ± 1 , para un margen de fiabilidad del 95 %.

Método n.º 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 (14), cupro (21), modal (22), viscosa (25) con
- 2) poliéster (34) elastomultiéster (45) y elastolefina (46).

2. Principio

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 masa se expresará en porcentaje de la masa 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 $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$.

3.2. Reactivos

- i) Ácido sulfúrico al 75 % $\pm 2\%$ 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 amoníaco diluida:
Diluir 80 ml de solución de amoníaco 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 $50\text{ °C} \pm 5\text{ °C}$ 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 amoníaco diluida, 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 ± 1 , para un margen de fiabilidad del 95 %.

Método n.º 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) acrílicos (26), determinados modacrílicos (29) o determinadas clorofibras (27)⁴
con
- 2) lana (1), pelo animal (2 y 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), poliamida o nailon (30), poliéster (34) elastomultiéster (45), elastolefina (46) y melamina (47).

Se aplicará igualmente a los acrílicos y a determinados modacrílicos tratados con colorantes premetalizados, pero no a los tratados 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 masa, corregida si fuese necesario, se expresará en porcentaje de la masa de la mezcla en estado seco y el porcentaje de acrílicos, modacrílicos 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.

⁴ Antes de proceder al análisis se deberá comprobar la solubilidad de esas modacrílicas o clorofibras en el reactivo.

3.2. Reactivo

Dimetilformamida (punto de ebullición $153\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$) 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 las fibras residuales a la placa filtrante enjuagando el matraz con dimetilformamida. Aplicar el vacío para eliminar el exceso de líquido. Lavar el residuo con aproximadamente 1 l de agua caliente a $70\text{-}80\text{ }^{\circ}\text{C}$. La placa filtrante debe llenarse de agua cada vez. Después de cada adición de agua aplicar brevemente el vacío, pero sólo después de que el agua se haya filtrado por gravedad. Si el líquido de lavado filtra demasiado lentamente a través de la placa filtrante se podrá aplicar el vacío ligeramente.

Secar la placa filtrante con el residuo, enfriar y pesar.

5. Cálculo y presentación de los resultados

Calcular los resultados según lo descrito en las generalidades. El valor de "d" es de 1,00, salvo en los casos siguientes:

Lana	1,01
Algodón	1,01
Cupro	1,01
Modal	1,01
Poliéster	1,01
Elastomultiéster	1,01
Melamina	1,01

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.º 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 (27), a saber, determinados policloruros de vinilo, superclorados o no⁵

con

- 2) lana (1), pelo animal (2 y 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílico (26), poliamida o nailon (30), poliéster (34), fibra de vidrio (43), elastomultiéster (45) y melamina (47).

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

Si el contenido en poliamida o nailon sobrepasase el 25 % en la mezcla, se utilizará el método n.º 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 masa, corregida si fuese necesario, se expresará en porcentaje de la masa de la mezcla en estado seco. El porcentaje de fibras de policloruro de vinilo secas 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. 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.

⁵ Antes de proceder al análisis se deberá comprobar la solubilidad de esas modacrílicas o clorofibras en el reactivo.

Repetir el tratamiento con otros 100 ml de disolvente. Continuar este ciclo de operaciones hasta que una gota de 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 la placa filtrante y el residuo, 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 la placa filtrante 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 disolución 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 a excepción de la melamina para la cual es “d”= 1,01.

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.º 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 (19)

con

2) algunas clorofibras (27), a saber, el policloruro de vinilo superclorado o no, la elastolefina (46) y melamina (47).

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 masa, corregida cuando sea necesario, se expresará en porcentaje de la masa 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 cáustico.

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 del 95 %.

Método n.º 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), la elastolefina (46) y melamina (47).

2. Principio

Las fibras de seda se disolverán a partir de una cantidad conocida de la mezcla en estado seco por medio de ácido sulfúrico al 75 % m/m⁶

El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado; su masa, corregida si fuese necesario, se expresará en porcentaje de la masa 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.

⁶ Estos reactivos carecerán de nitrógeno.

3.2. Reactivos

- i) Ácido sulfúrico al 75 % \pm 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 amoníaco 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 muestra de análisis 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 la placa filtrante, 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 la placa filtrante 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, de 1,00 para la elastolefina y de 1,01 para la melamina.

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.º 12

Vute 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 constituidas por pelos (2 y 3) o por lana (1) 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 °C⁷.
- iv) Sulfato de potasio⁷.
- v) Bióxido de selenio⁷.
- 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 en un horno a 105 °C ± 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.

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.

⁷ Estos reactivos carecerán de nitrógeno.

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 fuego más fuerte, hasta que la solución se vuelva clara y prácticamente incolora. Continuar calentando durante 15 minutos. Dejar enfriar el matraz, añadir con cuidado al 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. Recoger 20 ml aproximadamente del destilado, bajar el frasco cónico de manera que la extremidad 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 la muestra 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 = masa(g) de la muestra de análisis 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 la masa en seco de las fibras), calcular la composición de 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 a ± 1 , para un margen de fiabilidad del 95 %.

Método n.º 13

Polipropileno y otras fibras determinadas
(Método al xileno)

1. Ámbito de aplicación

Este método se aplicará, una vez eliminadas las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de fibras de:

- 1) polipropileno (36)

con

- 2) lana (1), pelo animal (2 y 3), seda (4), algodón (5), acetato (19), cupro (21), modal (22), triacetato (24), viscosa (25), acrílico (26), poliamida o nailon (30), poliéster (34), fibra de vidrio (43), elastomultiéster (45) y melamina (47).

2. Principio

La fibra de polipropileno se disolverá a partir de una masa conocida de la mezcla en estado seco por disolución en xileno en ebullición. El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado; su masa, corregida si fuese necesario, se expresará en porcentaje de la masa de la mezcla en estado seco. El porcentaje de polipropileno se obtendrá por diferencia.

3. Instrumental y reactivos (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. Instrumental

- i) Frascos cónicos, capacidad mínima 200 ml, provistos de un tapón esmerilado;
- ii) Refrigerante de reflujo (adaptado a líquidos de punto de ebullición elevado) con esmerilado adaptable a los frascos cónicos i).

3.2. Reactivo

Xileno que destile entre 137 °C y 142 °C.

Nota:

Dicho reactivo es muy inflamable y produce vapores tóxicos. Deberán tomarse precauciones cuando se utilice.

4. Modo de operar

Seguir el procedimiento descrito en las generalidades, y proceder después de la forma siguiente:

A la muestra de análisis colocada en el frasco cónico [3.1.i)] añadir 100 ml de xileno (3.2) por gramo de muestra. Colocar el refrigerante [3.1.ii)] y llevar a ebullición, que se mantendrá durante 3 minutos. Decantar inmediatamente el líquido caliente en la placa filtrante tarada (véase la nota 1). Repetir dicho tratamiento dos veces más utilizando cada vez 50 ml de disolvente.

Lavar el residuo que quede en el frasco con 30 ml de xileno hirviendo (dos veces), y luego, también dos veces, con 75 ml cada vez de éter de petróleo (I.3.2.1 de las generalidades).

Tras el segundo lavado con éter de petróleo, filtrar el contenido del frasco a través de la placa filtrante y transferir las fibras residuales a la placa con ayuda de una pequeña cantidad suplementaria de éter de petróleo. Hacer que se evapore completamente el disolvente. Secar la placa y el residuo, enfriarlos y pesarlos.

Notas:

- 1) La placa filtrante en la que se decante el xileno deberá calentarse previamente.
- 2) Después del tratamiento con xileno hirviendo, cerciorarse de que el frasco que contenga el residuo está lo suficientemente frío antes de introducir en él el éter de petróleo.
- 3) Para evitar a los analistas los peligros derivados de la inflamabilidad y toxicidad de los productos que se manejan podrán utilizarse aparatos de extracción al calor y modos de operar apropiados que den resultados idénticos⁸.

5. Cálculo y presentación de los resultados

Calcular los resultados de la forma descrita en las generalidades. El valor de «d» es 1,00, a excepción de la melamina, para la cual es 1,01.

6. Precisión del método

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

Método n.º 14

Clorofibras (a base de homopolímero de cloruro de vinilo) y otras fibras determinadas
(Método al ácido sulfúrico concentrado)

1. Ámbito de aplicación

Este método se aplicará, una vez eliminadas las materias no fibrosas, a las mezclas binarias de:

- 1) algodón (5), acetato (19), cupro (21), modal (22), triacetato (24), viscosa (25), determinados acrílicos (26), determinados modacrílicos (29), poliamida o nailon (30), poliéster (34) y elastomultiéster (45).

con

- 2) clorofibras (27) a base de homopolímero de cloruro de vinilo (sobrecolorado o no), elastolefina (46) y melamina (47).

Los modacrílicos de que se trata son los que dan una solución límpida por inmersión en ácido sulfúrico concentrado (densidad relativa = 1,84 g/ml a 20 °C).

Dicho método podrá utilizarse concretamente en sustitución de los métodos n.º 8 y n.º 9.

⁸ Véase, por ejemplo, el material descrito en Melliand Textilberichte 56 (1975) pp. 643-645.

2. Principio

Las fibras distintas a la clorofibra, la elastolefina o la melamina (es decir, las mencionadas en el apartado 1.1) se eliminarán a partir de una masa conocida de la mezcla en estado seco por disolución en ácido sulfúrico concentrado ($d_{20} = 1,84$ g/ml). El residuo, constituido por la clorofibra, la elastolefina o la melamina, se recogerá, lavará, secará y pesará; su masa, corregida si fuese necesario, se expresará en porcentaje de la masa de la mezcla en estado seco. La proporción del segundo constituyente se obtendrá por diferencia.

3. Instrumental y reactivos (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. Instrumental

- i) Frascos cónicos, capacidad mínima 200 ml, provistos de un tapón esmerilado.
- ii) Varilla de vidrio de extremo plano.

3.2. Reactivos

- i) Ácido sulfúrico concentrado ($d_{20} = 1,84$ g/ml).
- ii) Ácido sulfúrico, solución acuosa, alrededor de 50 % (m/m) de ácido sulfúrico.

Para preparar este reactivo, añadir, con precaución y enfriándolo 400 ml de ácido sulfúrico ($d_{20} = 1,84$ g/ml) a 500 ml de agua. Cuando se haya enfriado la solución a temperatura ambiente, llevar hasta un litro con agua.

- iii) Amoniaco, solución diluida.

Diluir con agua destilada 60 ml de una solución de amoniaco concentrado ($d_{20} = 0,880$ g/ml) para obtener un litro.

4. Modo de operar

Seguir el procedimiento descrito en las generalidades, y proceder después de la forma siguiente:

A la toma de muestra colocada en el frasco [3.1.i)] añadir 100 ml de ácido sulfúrico [3.2.i)] por gramo de toma de muestra.

Dejar diez minutos a temperatura ambiente; agitando de vez en cuando la toma de muestra con ayuda de la varilla de vidrio. Si se tratara de una tela o de un tejido de punto, aplastarlo contra la pared del frasco y ejercer una ligera presión con ayuda de la varilla de vidrio para que la materia disuelta se separe con el ácido sulfúrico.

Decantar el líquido en la placa filtrante tarada. Añadir al frasco otros 100 ml de ácido sulfúrico [3.2.i)] y repetir la misma operación. Verter el contenido del frasco en la placa y transferir a ella el residuo fibroso con ayuda de la varilla de vidrio. Si fuera necesario, añadir al frasco un poco de ácido sulfúrico concentrado [3.2.i)] para arrastrar las fibras que hubieran podido quedar adheridas a las paredes. Vaciar la placa por aspiración; vaciar el filtrado del frasco o cambiar de frasco, lavar luego el residuo en la placa primero con la solución de ácido sulfúrico a 50 % [3.2.ii)], después con agua destilada o desionizada (I.3.2.3 de las generalidades), a continuación con la solución de amoniaco [3.2.iii)], y por último lavar a fondo con agua destilada o desionizada, vaciando completamente la placa mediante aspiración después de cada adición (no aplicar la aspiración durante la operación de lavado, esperar a que el líquido haya escurrido por gravedad).

Secar la placa y el residuo, enfriarlos y pesarlos.

5. Cálculo y presentación de los resultados

Calcular los resultados de la forma indicada en las generalidades. El valor de «d» es 1,00, a excepción de la melamina para la cual «d» = 1,01.

6. Precisión del método

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

Método n.º 15

Clorofibra, determinados modacrílicos y elastanos, acetato, triacetato y otras fibras
(Método de la ciclohexanona)

1. Ámbito de aplicación

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

- 1) acetato (19), triacetato (24), clorofibras (27), determinados modacrílicos (29) y determinados elastanos (39)

con

- 2) lana (1), pelos de animales (2 y 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílico (26), poliamida o nailon (30), vidrio textil (40) y melamina (47).

Si se observa la presencia de una fibra modacrílica o elastana, se deberá proceder a efectuar un ensayo preliminar a fin de determinar si es completamente soluble en el reactivo.

Para analizar las mezclas que contienen clorofibras también se puede aplicar el método n.º 9 o el método n.º 14.

2. Principio

Las fibras de acetato, de triacetato, las clorofibras, determinados modacrílicos y elastanos, se disuelven a partir de una masa conocida de mezcla en su estado seco, por extracción a temperatura cercana a la de ebullición mediante ciclohexanona. El residuo se recogerá, lavado, secado y pesado; su masa, corregida si fuera necesario, se expresará en porcentaje de la masa de la mezcla en estado seco. El porcentaje en estado seco de clorofibra, modacrílico, elastano, acetato y triacetato se obtendrá por diferencia.

3. Instrumental y reactivos (además de los mencionados en las generalidades)

3.1. Instrumental

- i) Aparato para la extracción en caliente que permita seguir el modo de operar previsto en el punto 4 [ver el croquis variante del instrumental descrito en Melliand Textilberichte 56 (1975) pp. 643-645].
- ii) Placa filtrante en la que se colocará la muestra.
- iii) Placa porosa, porosidad 1.
- iv) Refrigerante de reflujo adaptable al matraz de destilación.
- v) Aparato térmico.

3.2. Reactivos

- i) Ciclohexanona, punto de ebullición a 156 °C.
- ii) Alcohol etílico diluido a un 50 % del volumen.

Nota:

La ciclohexanona es inflamable y tóxica; al utilizarla deben tomarse medidas de protección adecuadas.

4. Modo de operar

Seguir las instrucciones facilitadas en las generalidades y proceder de la manera siguiente:

Verter en el matraz de destilación 100 ml de ciclohexanona por gramo de materia, insertar el recipiente de extracción en el que se habrán colocado previamente la placa filtrante con la muestra y la placa porosa que se mantendrá ligeramente inclinada. Introducir el refrigerante de reflujo. Llevar a ebullición y continuar la extracción durante 60 minutos a una velocidad mínima de 12 ciclos por hora. Después de la extracción y del enfriamiento, retirar el recipiente de extracción, sacar la placa filtrante y retirar la placa porosa. Lavar 3 ó 4 veces el contenido de la placa filtrante con alcohol etílico al 50 % precalentado a unos 60 °C y después con 1 l de agua a 60 °C.

Durante y entre cada uno de los lavados, no debe aplicarse el vacío, sino que deberá dejarse que el disolvente se vacíe por gravedad y aplicar a continuación el vacío.

Secar la placa 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, excepto para:

Seda y melamina	1,01
Acrílico	0,98

6. Precisión del método

En mezclas homogéneas de materias textiles, los márgenes de fiabilidad de los resultados obtenidos mediante este método no son superiores a ± 1 , para un margen de fiabilidad del 95 %.

Método n.º 16

Melamina y otras fibras determinadas

(Método que utiliza ácido fórmico caliente)

1. Ámbito de aplicación

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

- 1) melamina (47)
con
- 2) algodón (5) y aramida (31).

2. Principio

La melamina se elimina a partir de una masa conocida de la mezcla en estado seco por disolución en ácido fórmico caliente (90 % de masa).

El residuo se recoge, se lava, se seca y se pesa; su masa, corregida si fuese necesario, se expresa en porcentaje de la masa de la mezcla en estado seco. La proporción del segundo constituyente se obtiene por diferencia.

Nota: Hay que mantener estrictamente la gama de temperatura recomendada porque la solubilidad de la melamina depende muchísimo de la temperatura.

3. Instrumental y reactivos (con excepción de los especificados en las generalidades)

3.1. Instrumental

- i) frasco cónico con tapón esmerilado de al menos 200 ml de capacidad,
- ii) baño de agua con agitación u otro instrumento para agitar y mantener el frasco a (90 ± 2) °C.

3.2. Reactivos

- i) ácido fórmico (al 90 % m/m, densidad relativa a 20 °C: 1,204 g/ml). Diluir 890 ml del 98 al 100 % de ácido fórmico m/m (densidad relativa a 20 °C: 1,220 g/ml) hasta 1 litro con agua.

El ácido fórmico caliente es muy corrosivo y debe manejarse con cuidado,

- ii) amoníaco, solución diluida: diluir 80 ml de solución de amoníaco concentrado (densidad relativa a 20 °C: 0,880 g/ml) a 1 litro con agua.

4. Modo de operar

Seguir el procedimiento descrito en las generalidades, y después proceder de la manera siguiente:

A la muestra de análisis contenida en el frasco cónico con tapón esmerilado de al menos 200 ml de capacidad, añadir 100 ml de ácido fórmico por gramo de muestra de análisis. Insertar el tapón y agitar el frasco para mojar el espécimen. Mantener el frasco en un baño de agua con agitación a 90 ± 2 °C durante una hora, agitándolo energicamente. Enfriar el frasco hasta la temperatura ambiente. Decantar el líquido a través de la placa filtrante tarada. Añadir 50 ml de ácido fórmico al frasco que contiene el residuo, agitar manualmente y filtrar el contenido del frasco a través de la placa filtrante. Transferir cualquier fibra residual al crisol lavando el frasco con un poco más de reactivo de ácido fórmico. Escurrir el crisol por succión y lavar el residuo con el reactivo de ácido fórmico, agua caliente, la solución diluida de amoníaco y, por último, agua fría, escurriendo el crisol con la succión después de cada adición. No aplicar la succión hasta que cada solución de lavado se haya escurrido por la fuerza de la gravedad. Por último, escurrir el crisol por succión, secar el crisol y el residuo, enfriarlos y pesarlos.

Nota: La temperatura tiene una influencia muy grande sobre las propiedades de solubilidad de la melamina, por lo que debería controlarse mucho.

5. Cálculo y presentación de los resultados

Calcular los resultados de la manera descrita en las generalidades. El valor de "d" para el algodón y la aramida es 1,02.

6. Precisión del método

En mezclas homogéneas 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 %.

Croquis contemplado en el punto 3.1.i) del método n.º 15

