

estableza a inmunidade fronte a ambos os dous serotipos segundo o protocolo de vacinación empregado, ou ben se realizase unha toma de mostra a partir dos 25 días da aplicación da dose de vacina que estableza a inmunidade fronte a ambos os dous serotipos segundo o protocolo de vacinación empregado, para a realización dunha proba de PCR con resultados negativos, sen que sexa necesario o illamento en ningún dos dous casos. Unha vez efectuada unha destas condicións, o prazo máximo para o movemento será de 6 meses desde a aplicación da segunda dose de vacina do serotipo 1 e de 1 ano desde a aplicación da segunda dose de vacina fronte ao serotipo 4.

Non obstante o anterior, no caso de que se trate de animais que xa fosen previamente vacinados, o movemento poderase producir inmediatamente despois da aplicación da dose vacinal de recordo, sempre e cando a dita dose se aplicase dentro do prazo de inmunidade garantido segundo o protocolo de vacinación utilizado. O prazo máximo para o movemento será de 1 ano para o serotipo 4 e de 6 meses para o serotipo 1.

## ANEXO II

### Zona restrinxida

#### A) Zona restrinxida S-1:

As comunidades autónomas do País Vasco, Navarra e La Rioja.

As seguintes provincias ou comarcas veterinarias:

a) Na Comunidade Autónoma de Aragón: na provincia de Huesca, as comarcas veterinarias de Ayerbe, Faca e Sabiñánigo; na provincia de Zaragoza, as comarcas veterinarias de Ejea de los Caballeros e Sos del Rey Católico.

b) Na Comunidade Autónoma de Cantabria: as comarcas veterinarias de Gama (Bárcena de Cicero), Ramales e Solares (Medio Cudeyo).

c) Na Comunidade Autónoma de Castilla y León: na provincia de Burgos as comarcas veterinarias de Miranda de Ebro, Medina de Pomar, Valle de Mena, Briviesca, Villarcayo de las Merindades de Castilla la Vieja, Espinosa de los Monteros e Belorado

#### B) Zona restrinxida S-1-4:

As cidades de Ceuta e Melilla.

A Comunidade Autónoma de Extremadura.

As seguintes provincias ou comarcas veterinarias:

a) Na Comunidade Autónoma de Andalucía: as provincias de Cádiz, Málaga, Sevilla, Huelva e Córdoba; na provincia de Jaén, as comarcas veterinarias de Alcalá La Real, Huelma, Úbeda, Linares, Andújar, Jaén e Santiesteban del Puerto; na provincia de Granada, as comarcas veterinarias de Motril e Órgiva; e na provincia de Almería, as comarcas veterinarias de Poniente, Río Andarax, Alto Almanzora e Bajo Andarax.

b) Na Comunidade Autónoma de Castilla y León: na provincia de Ávila, as comarcas veterinarias de Arenas de San Pedro, El Barco de Ávila, El Barraco, Candeleda, Cebreros, Las Navas del Marqués, Navalunga e Sotillo de la Adrada e, na provincia de Salamanca, as comarcas veterinarias de Béjar, Ciudad Rodrigo e Sequeros,

c) Na Comunidade Autónoma de Castilla-La Mancha, as provincias de Toledo e Ciudad Real, e a comarca de Alcaraz na provincia de Albacete.

d) Na Comunidade de Madrid: as comarcas veterinarias de Aranjuez, El Escorial, Griñón, Navalcarnero, San Martín de Valdeiglesias, Arganda del Rey, Villarejo de Salvanes, Alcalá de Henares, Torrelaguna, Colmenar Viejo e municipio de Madrid.

# MINISTERIO DA PRESIDENCIA

**20985** *REAL DECRETO 1522/2007, do 16 de novembro, polo que se modifica o Real decreto 4/2007, do 12 de xaneiro, polo que se aproban os métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles.* («BOE» 292, do 6-12-2007.)

O Real decreto 928/1987, do 5 de xuño, relativo á etiquetaxe de composición dos produtos téxtiles, e as súas posteriores modificacións, prescriben unha etiquetaxe que indique a composición da fibra dos produtos téxtiles, ben como a realización de probas mediante análise da conformidade deses produtos coas indicacións que figuran na súa etiqueta, adaptando así o ordenamento xurídico interno ás exigencias da lexislación comunitaria.

En virtude das disposicións deste real decreto e con obxecto de garantir a veracidade da información aos consumidores a través da etiquetaxe, por medio do Real decreto 4/2007, do 12 de xaneiro, aprobáronse os métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles, procedendo á codificación desta materia e incorporando ao ordenamento xurídico interno a Directiva 96/73/CE do Parlamento Europeo e do Consello, do 16 de decembro de 1996, sobre determinados métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles, e a Directiva 2006/2/CE da Comisión, do 6 de xaneiro de 2006, que modifica, para a súa adaptación ao progreso técnico, o anexo II da Directiva 96/73/CE do Parlamento Europeo e do Consello sobre determinados métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles.

Recentemente, aprobouse a Directiva 2007/3/CE da Comisión, do 2 de febreiro de 2007, pola que se modifican, para os adaptar ao progreso técnico, os anexos I e II da Directiva 96/74/CE do Parlamento Europeo e do Consello, relativa ás denominacións téxtiles, co obxecto de engadir a fibra elastolefina á lista de fibras establecida nos anexos I e II da directiva mencionada.

En función disto, a Comisión Europea considerou necesario definir métodos uniformes de ensaio para a elastolefina. Para tal efecto, aprobouse a Directiva 2007/4/CE da Comisión, do 2 de febreiro de 2007, que modifica, para a súa adaptación ao progreso técnico, o anexo II da Directiva 96/73/CE do Parlamento Europeo e do Consello sobre determinados métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles.

Esta circunstancia fai necesario que se adopten as disposicións oportunas en relación cos métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles, co obxecto de incorporar esta última directiva e garantir os intereses do consumidor, polo que mediante este real decreto se procede á incorporación ao ordenamento xurídico interno da Directiva 2007/4/CE, da Comisión, do 2 de febreiro de 2007.

Na tramitación deste real decreto deuse audiencia ás asociacións de consumidores e usuarios e aos sectores afectados, téndose consultado igualmente as comunidades autónomas.

Na súa virtude, por proposta dos ministros de Sanidade e Consumo e de Industria, Turismo e Comercio, de acordo co Consello de Estado e logo de deliberación do Consello de Ministros na súa reunión do día 16 de novembro de 2007,

## DISPÓÑO:

**Artigo único.** *Modificación do Real decreto 4/2007, do 12 de xaneiro, polo que se aproban os métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles.*

Modifícase o Real decreto 4/2007, do 12 de xaneiro, polo que se aproban os métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles, nos seguintes termos:

Un. Introdúcese unha nova disposición derradeira nos termos seguintes:

«Disposición derradeira terceira. *Facultade de desenvolvemento.*

Facúltase os ministros de Industria, Turismo e Comercio e de Sanidade e Consumo para ditaren, no ámbito das súas competencias, as disposicións necesarias para modificar os anexos deste real decreto, conforme o avance dos coñecementos científicos e técnicos, e para os adaptar ás modificacións introducidas pola normativa comunitaria.»

Dous. As disposicións derradeiras terceira e cuarta pasan a ser cuarta e quinta, respectivamente.

Tres. O anexo II substitúese polo anexo deste real decreto.

**Disposición derradeira primeira.** *Habilitación competencial.*

Este real decreto dítase ao abeiro do artigo 149.13.<sup>a</sup> da Constitución, que atribúe ao Estado competencia exclusiva en materia de bases e coordinación da planificación xeral da actividade económica.

**Disposición derradeira segunda.** *Incorporación do dereito comunitario ao dereito español.*

Mediante este real decreto incorpórase ao ordenamento xurídico interno a Directiva 2007/4/CE da Comisión, do 2 de febreiro de 2007, pola que se modifica, para a súa adaptación ao progreso técnico, o anexo II da Directiva 96/73/CE do Parlamento e do Consello sobre determinados métodos de análises cuantitativas de mesturas binarias de fibras téxtiles.

**Disposición derradeira terceira.** *Entrada en vigor.*

Este real decreto entrará en vigor o día seguinte ao da súa publicación no «Boletín Oficial del Estado».

Dado en Madrid o 16 de novembro de 2007.

JUAN CARLOS R.

A vicepresidenta primeira do Goberno  
e ministra da Presidencia,

MARÍA TERESA FERNÁNDEZ DE LA VEGA SANZ

## ANEXO

**MÉTODOS DE ANÁLISE CUANTITATIVA DE CERTAS MESTURAS BINARIAS DE FIBRAS TÉXTILES**

## 1. XENERALIDADES

**Introdución**

Os métodos de análise cuantitativa das mesturas de fibras téxtiles baséanse en dous procedementos principais, o da separación manual e o da separación química das fibras.

O procedemento de separación manual deberase utilizar sempre que for posible, xa que xeralmente se obtéñen con el resultados máis precisos que co procedemento químico. É aplicable a todos os produtos téxtiles en que as fibras compoñentes non formen unha mestura íntima, como por exemplo no caso de fiados compostos de varios elementos cada un deles constituído por unha soa clase de fibra, ou de tecidos en que a fibra que compón o urdume sexa de natureza diferente á que compón a trama, ou de xéneros de punto que se poidan destecer compostos de fíos de diversas clases.

O procedemento de análise química cuantitativa de mesturas de fibras téxtiles fúndase xeralmente na solubilidade selectiva dos compoñentes individuais da mestura. Despois da eliminación dun dos compoñentes, o residuo insoluble pénsase e a proporción do compoñente soluble calcúlase a partir da perda de masa. Esta primeira parte do anexo contén a información común ás análises por este procedemento de todas as mesturas de fibras consideradas no presente anexo, calquera que for a súa composición. Deberase, por tanto, utilizar conxuntamente con aquelas seccións do anexo que conteñan os procedementos pormenorizados aplicables a mesturas de fibras concretas. Pode ocorrer que algunhas análises químicas se baseen nun principio que non sexa o da solubilidade selectiva. Nestes casos, poderase achar información completa e detallada sobre isto na sección correspondente do método aplicable.

As mesturas de fibras utilizadas durante a fabricación dos produtos téxtiles e, en menor grao, as que se encontran nos produtos acabados, conteñen ás veces materias non fibrosas como graxas, ceras ou aditivos, ou produtos solubles na auga, que poden ter orixe natural ou ter sido engadidos para facilitar a fabricación. As materias non fibrosas deberanse eliminar antes da análise. Esta é a razón pola cal se describe igualmente un método de tratamento previo que permite eliminar os aceites, as graxas, as ceras e os produtos solubles na auga na maioría dos casos.

Os produtos téxtiles poden conter, ademais, resinas ou outras materias engadidas para lles conferir propiedades especiais. Tales materias, incluídos os corantes en certos casos excepcionais, poden modificar a acción do reactivo sobre o compoñente soluble e mesmo ser parcial ou totalmente eliminadas polos reactivos. Estas materias engadidas poden, por tanto, inducir a erro e deberanse eliminar antes de analizar a mostra. En caso de que esta eliminación sexa imposible, os métodos de análise química cuantitativa descritos no presente anexo non serán aplicables.

O corante presente nas fibras tinxidas considérase como parte integrante da fibra e non se eliminará.

Estas análises efectúanse sobre a base da masa en seco e submínistrase un método para determinala.

O resultado obterase aplicando á masa en seco de cada fibra as porcentaxes convencionais indicadas no anexo II do Real decreto 928/1987, do 5 de xuño, relativo á etiquetaxe de composición dos produtos téxtiles.

As fibras presentes na mestura deberanse identificar antes de efectuar as análises. En certos métodos químicos, a parte insoluble dos compoñentes dunha mestura poderase disolver parcialmente no reactivo utilizado para disolver o compoñente soluble. Sempre que sexa posible, escolleranse reactivos que teñan un efecto débil ou nulo sobre as fibras insolubles. Se se souber que durante a análise se produce unha perda de masa, convirá corrixir o resultado; xúntanse factores de corrección para tal fin. Estes factores foron determinados en diferentes laboratorios tratando as fibras depuradas mediante tratamento previo co reactivo apropiado especificado no método de análise. Estes factores só se aplicarán a fibras normais e poderán ser necesarios outros factores de corrección se as fibras se deterioraren antes ou durante o tratamento. Os métodos químicos propostos aplicaranse a análises individuais. Convirá efectuar como mínimo dúas análises sobre mostras de análise separadas, tanto cando se siga o procedemento de separación manual como cando se utilice o de separación química. En caso de dúbida, e salvo imposibilidade técnica, deberase efectuar outra análise seguindo un método alternativo que permita a disolución das fibras non disoltas ao utilizar o primeiro método.

**I. XENERALIDADES SOBRE OS MÉTODOS DE ANÁLISE QUÍMICA CUANTITATIVA DAS MESTURAS DE FIBRAS TÉXTILES**

Informacións comúns aos métodos que se deberán seguir para a análise química cuantitativa de mesturas de fibras téxtiles.

**I.1 Ámbito de aplicación**

No ámbito de aplicación de cada método indícanse as fibras a que o método é aplicable.

**I.2 Principio**

Despois de identificar os compoñentes dunha mestura, eliminaranse en primeiro lugar as materias non fibrosas por medio dun tratamento previo apropiado e despois un dos dous compoñentes, xeralmente por disolución selectiva<sup>1</sup>. Pesárase o residuo insoluble e calcularase a proporción do compoñente soluble a partir da perda de masa. Salvo que isto provoque dificultades técnicas, será preferible disolver a fibra presente en maior proporción, co fin de obter como residuo a fibra que se encuentre en menor proporción.

**I.3 Material necesario****I.3.1 Instrumental**

I.3.1.1 Placas filtrantes e pesafiltros que permitan a incorporación de placas, ou calquera outro instrumental que dea idénticos resultados.

I.3.1.2 Matraz de succión.

<sup>1</sup> O método n.º 12 constitúe unha excepción. Baséase na determinación do contido nun elemento constitutivo dun dos compoñentes.

- I.3.1.3 Desecador que conteña xel de sílice corado mediante un indicador.
- I.3.1.4 Forno de secado con ventilador para secar as mostras a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- I.3.1.5 Balanza analítica, sensibilidade 0,0002 g.
- I.3.1.6 Equipamento de extracción Soxhlet ou instrumental que permita alcanzar idénticos resultados.

#### I.3.2 Reactivos

- I.3.2.1 Éter de petróleo redestilado, con punto de ebulición entre  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- I.3.2.2 Os outros reactivos menciónanse na sección correspondente de cada método. Todos os reactivos utilizados deberán ser quimicamente puros.
- I.3.2.3 Auga destilada ou 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 Atmosfera de acondicionamento e de análise

Como o que se determina é a masa en seco, non será necesario acondicionar as mostras nin facer as análises nunha atmosfera acondicionada.

#### I.5 Mostra reducida

Escoller unha mostra reducida representativa da mostra global para laboratorio suficiente para subministras todas as mostras de análise necesarias de 1 g como mínimo cada unha.

#### I.6 Tratamento previo da mostra reducida<sup>2</sup>

Se estiver presente un elemento que non se deba ter en conta para o cálculo das porcentaxes (ver o número 3 do artigo 7 do Real decreto 928/1987, do 5 de xuño, relativo á etiquetaxe de composición dos produtos téxtiles), comézase por eliminalo mediante un método apropiado que non afecte ningún dos compoñentes fibrosos.

Con esta finalidade, as materias non fibrosas que se poidan extraer con éter de petróleo e auga eliminaranse tratando a mostra reducida, secada ao aire, no extractor Soxhlet con éter de petróleo durante unha hora, a unha cadencia mínima de seis ciclos por hora. Evaporar o éter de petróleo da mostra, que se extraerá despois por tratamento directo mediante inmersión durante unha hora en auga a temperatura ambiente, seguida de inmersión durante unha hora en auga a  $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , axitando de cando en vez. A relación mostra/auga será de 1/100. Eliminar o exceso de auga da mostra por presión, succión ou centrifugación. A seguir, deixar secar a mostra ao aire.

No caso da elastolefina ou de mesturas de fibras que conteñan elastolefina e outras fibras (la, pelo animal, seda, algodón, liño, cânabo, xuta, abacá, esparto, coco, xesta, ramio, sisal, cupro, modal, proteínica, viscosa, acrílico, poliamida ou nailon, poliéster e elastomultiéster), o procedemento antes descrito deberíase modificar lixeiramente e substituír o éter de petróleo por acetona.

No caso de mesturas binarias que conteñan elastolefina e acetato, aplicarase o seguinte procedemento como tratamento previo. Tratar a mostra durante 10 minutos a  $80\text{ }^{\circ}\text{C}$  cunha solución que conteña 25 g/l de ácido ortofosfórico ao 50 % e 50 g/l de urea. A relación mostra/auga será de 1/100. Lavar a mostra en auga e despois escorrer e lavar nunha solución de bicarbonato de sodio ao 0,1 % e, finalmente, lavalas coidadosamente en auga.

En caso de que as materias non fibrosas non se poidan extraer con éter de petróleo e auga, deberanse eliminar substituíndo o procedemento descrito máis arriba por un procedemento apropiado que non altere substancialmente ningún dos compoñentes fibrosos. No entanto, para certas fibras vexetais naturais crúas (xuta, coco, por exemplo) hai que sinalar que o tratamento previo normal con éter de petróleo e auga non elimina todas as substancias non fibrosas naturais; a pesar disto, non se aplicarán tratamentos previos complementarios a menos que a mostra conteña aprestos non solubles no éter de petróleo e na auga.

Nos informes da análise deberanse describir detalladamente os métodos de tratamento previo utilizados.

#### I.7 Procedemento de análise

##### I.7.1 Instrucións xerais

###### I.7.1.1 Secado

Todas as operacións de secado se deberán efectuar nun tempo non inferior a 4 horas nin superior a 16 horas, a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ , nun forno ventilado cuxa porta permaneza cerrada durante toda a duración do secado. Se a duración do secado for inferior a 14 horas, deberáse comprobar se se obtivo unha masa constante. Considerarase alcanzada esta cando a variación de masa, despois dun novo secado de 60 minutos, sexa inferior a 0,05 %.

Durante as operacións de secado, de arrefriamento e de pesaxe, evitar manipular as placas filtrantes e os pesafiltros, as mostras de análise ou os residuos coas mans núas.

Secar as mostras nun pesafiltros sen tapar, pero coa tapa metida tamén no forno. Despois do secado, tapar o pesafiltros antes de sacalo do forno e pólo rapidamente no desecador.

Secar no forno a placa filtrante nun pesafiltros destapado. Introducir tamén no forno a tapa deste. Despois do secado, tapar o pesafiltros e pólo rapidamente no desecador.

En caso de que se empregase un instrumental que non sexa a placa filtrante, as operacións de secado no forno levaranse a cabo de maneira que a masa en seco das fibras se poida determinar sen perda.

###### I.7.1.2 Arrefriamento

Efectuar todas as operacións de arrefriamento no desecador, manténdoo ao lado da balanza durante o tempo suficiente para os pesafiltros arrefeceren totalmente e, en calquera caso, durante un mínimo de 2 horas.

###### I.7.1.3 Pesaxe

Despois do arrefriamento, pesar os pesafiltros nos dous minutos seguintes ao acto de sacalos do desecador. Pesar con 0,0002 g de precisión.

<sup>2</sup> Ver anexo I.1.

### I.7.2 Modo de operar

Tomar da mostra sometida a tratamento previo unha mostra de análise cun peso mínimo de 1 g. Cortar a fiadura ou o tecido en partes de 10 mm de longo aproximadamente e disgregalas o mellor posible. Secar a mostra nun pesafiltros, arrefriar nun desecador e pesar. Transferir a mostra ao recipiente de vidro indicado na parte correspondente do método comunitario; inmediatamente despois, pesar de novo o pesafiltros e calcular por diferenza a masa en seco da mostra. Completar a análise do modo indicado na parte correspondente do método aplicable. Examinar o residuo ao microscopio para asegurarse de que o tratamento eliminou completamente a fibra soluble.

### I.8 Cálculo e presentación dos resultados

Expresar a masa insoluble en forma de porcentaxe da masa total das fibras presentes na mestura. A porcentaxe do compoñente soluble obterase por diferenza. Calcular os resultados sobre a base da masa en seco das distintas fibras puras, axustado coas porcentaxes convencionais e cos factores de corrección necesarios para ter en conta as perdas de materia durante o tratamento previo e a análise.

Estes cálculos fanse aplicando a fórmula dada no punto I.8.2.

- I.8.1 Cálculo da porcentaxe da masa do compoñente insoluble puro, non tendo en conta a perda de masa sufrida polas fibras durante o tratamento previo:

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

$P_1$  é a porcentaxe do compoñente insoluble seco e puro,

$m$  é a masa en seco da mostra despois do tratamento previo,

$r$  é a masa en seco do residuo,

$d$  é o factor de corrección que ten en conta a perda de masa do compoñente insoluble no reactivo durante a análise. Os valores apropiados de «d» danse na parte correspondente do texto de cada método.

Estes valores de «d» son, por suposto, os valores normais aplicables ás fibras non degradadas quimicamente.

- I.8.2 Cálculo da porcentaxe da masa do compoñente insoluble, axustada coas porcentaxes convencionais e, se for o caso, cos factores de corrección da perda de masa ocasionada polo tratamento previo:

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

$P_{1A}$  é a porcentaxe do compoñente insoluble tendo en conta a porcentaxe convencional e a perda de masa experimentada durante o tratamento previo,

$P_1$  é a porcentaxe do compoñente insoluble seco e puro calculado coa fórmula indicada no punto I.8.1,

$a_1$  é a porcentaxe convencional do compoñente insoluble (anexo II do Real decreto 928/1987, do 5 de xuño, relativo á etiquetaxe de composición dos produtos téxtiles.)

$a_2$  é a porcentaxe convencional do compoñente soluble (anexo II do Real decreto 928/1987, do 5 de xuño, relativo á etiquetaxe de composición dos produtos téxtiles.)

$b_1$  é a perda porcentual do compoñente insoluble por efecto do tratamento previo

$b_2$  é a perda porcentual do compoñente soluble por efecto do tratamento previo.

A porcentaxe do segundo compoñente ( $P_{2A} \%$ ) é igual a  $100 - P_{1A} \%$ .

En caso de que se utilice un tratamento previo especial, os valores de  $b_1$  e de  $b_2$  deberanse determinar, se for posible, sometendo cada unha das fibras compoñentes puras ao tratamento previo aplicado durante a análise. Enténdese por fibras puras as fibras exentas de toda materia non fibrosa, a excepción das que conteñan normalmente (pola súa natureza ou como consecuencia do proceso de fabricación) no estado (cru, branqueado) en que se encontren no artigo sometido á análise.

En caso de que non se dispoña de fibras compoñentes separadas e puras que servisen para a fabricación do artigo sometido a análise, adoptaranse os valores medios de  $b_1$  e de  $b_2$ , resultantes de probas efectuadas en fibras puras parecidas ás que conteña a mestura examinada.

Se se aplica o tratamento previo normal por extracción con éter de petróleo e auga, poderanse desprezar os factores de corrección  $b_1$  e  $b_2$ , salvo nos casos do algodón cru, do liño cru e do cânabo cru, nos cales se admite convencionalmente que a perda debida ao tratamento previo é igual ao 4 %, salvo no caso do polipropileno, no cal se admite convencionalmente que a perda é igual ao 1 %.

No caso doutras fibras, admítese convencionalmente que non se teñan en conta nos cálculos as perdas por efecto do tratamento previo.

## II. MÉTODO DE ANÁLISE CUANTITATIVA POR SEPARACIÓN MANUAL

### II.1 Ámbito de aplicación

O método aplicarase ás fibras téxtiles, calquera que for a súa natureza, a condición de que non formen unha mestura íntima e que sexa posible separalas á man.

### II.2 Principio

Despois de identificar os compoñentes do tecido, eliminaranse primeiro as materias non fibrosas por un tratamento previo apropiado e despois separaranse as fibras á man, secaranse e pesaranse para calcular a proporción de cada fibra na mestura.

### II.3 Material necesario

- II.3.1 Pesafiltros ou calquera outro instrumental que dea idénticos resultados.
- II.3.2 Desecador que conteña xel de sílice corado por medio dun indicador.
- II.3.3 Forno de secado con ventilador para secar as mostras a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- II.3.4 Balanza analítica, sensibilidade 0,0002 g.
- II.3.5 Equipo de extracción Soxhlet ou instrumental que permita idéntico resultado.
- II.3.6 Agulla.
- II.3.7 Torsiómetro ou aparello equivalente.

### II.4 Reactivos

- II.4.1 Éter de petróleo redestilado con punto de ebulición entre  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$  e  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ .
- II.4.2 Auga destilada ou desionizada.

### II.5 Atmosfera de acondicionamento e de análise

Ver o punto I.4.

### II.6 Mostra reducida

Ver o punto I.5.

### II.7 Tratamento previo da mostra reducida

Ver o punto I.6.

### II.8 Procedemento de análise

#### II.8.1 Análise dun fío

Tomar da mostra sometida a tratamento previo unha mostra dun peso mínimo de 1 g. En caso dun fío moi fino, a análise poderase efectuar sobre un longo de 30 m como mínimo, calquera que sexa a súa masa.

Cortar o fío en anacos de longo conveniente e separar as distintas fibras coa axuda dunha agulla e, se for necesario, do torsiómetro. Os tipos de fibras así separadas poranse en pesafiltros tarados e secados a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$  até obter unha masa constante, tal e como se describe nos puntos I.7.1 e I.7.2.

#### II.8.2 Análise dun tecido

Tomar da mostra sometida a tratamento previo unha mostra dun peso mínimo de 1 g, que non sexa da ourela, con bordos cortados con precisión, sen fiaños, e paralelos aos fíos do urdume ou da trama ou, en caso de tecidos de punto, paralelos ás fileiras e aos fíos dos puntos. Separar os fíos de tipos diferentes, recollelos nos pesafiltros tarados e proceder como se indica no punto II.8.1.

### II.9 Cálculo e presentación dos resultados

Expresar a masa de cada un dos compoñentes en forma de porcentaxe do peso total das fibras presentes na mestura. Calcular os resultados sobre a base da masa en seco das distintas fibras puras, axustado coas porcentaxes convencionais e cos factores de corrección necesarios para ter en conta as perdas de masa por efecto do tratamento previo.

- II.9.1 Cálculo das porcentaxes da masa en seco das distintas fibras depuradas, non tendo en conta a perda de masa sufrida polas fibras por efecto do tratamento previo:

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

$P_1$  é a porcentaxe do primeiro compoñente seco e depurado,  
 $m_1$  é a masa do primeiro compoñente seco e depurado,  
 $m_2$  é a masa do segundo compoñente seco e depurado.

- II.9.2 Cálculo das porcentaxes da masa en seco de cada un dos compoñentes, axustado coas porcentaxes convencionais e, se for o caso, cos factores de corrección das perdas de masa ocasionadas polo tratamento previo (ver o punto I.8.2).

### III.1 Precisión dos métodos

A precisión indicada para cada método relaciónase coa reproducibilidade.

A reproducibilidade é a fidelidade, é dicir, o maior ou menor grao de concordancia entre os valores experimentais obtidos por operadores que traballen en laboratorios diferentes ou en épocas diferentes, e obteñan cada un deles co mesmo método resultados individuais sobre un produto homoxéneo idéntico.

A reproducibilidade exprésase polas marxes de fiabilidade dos resultados, para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

Enténdese con isto a diferenza entre dous resultados que, nunha serie de análises efectuadas en diferentes laboratorios, só se superaría no cinco por cento dos casos, aplicando normal e correctamente o método a unha mestura homoxénea idéntica.

### III.2 Informe da análise

- III.2.1 Indicar que a análise se efectuou conforme o presente método.
- III.2.2 Dar información detallada referente aos tratamentos previos especiais (ver o punto I.6).

III.2.3 Indicar os resultados individuais e a media aritmética con un decimal.

## 2. MÉTODOS PARTICULARES-CADRO RESUMO

Método	Ámbito de aplicación		Reactivo
	Compoñente soluble	Compoñente insoluble	
N.º 1	Acetato	Outras fibras determinadas	Acetona
N.º 2	Determinadas fibras proteínicas	Outras fibras determinadas	Hipoclorito
N.º 3	Viscosa, cupro ou determinados tipos de modal	Algodón ou elastolefina	Ácido fórmico e cloruro de cinc
N.º 4	Poliamida ou nylon	Outras fibras determinadas	Ácido fórmico ao 80%
N.º 5	Acetato	Triacetato ou elastolefina	Alcohol bencílico
N.º 6	Triacetato ou polilactida	Outras fibras determinadas	Diclorometano
N.º 7	Determinadas fibras celulósicas	Poliéster ou elastomultiéster ou elastolefina	Ácido sulfúrico ao 75%
N.º 8	Acrílicos, determinados modacrílicos ou determinadas clorofibras	Outras fibras determinadas	Dimetilformamida
N.º 9	Determinadas clorofibras	Outras fibras determinadas	Disulfuro de carbono/acetona, 55,5/44,5
N.º 10	Acetato	Determinadas clorofibras ou elastolefina	Ácido acético glacial
N.º 11	Seda	La, pelo ou elastolefina	Ácido sulfúrico ao 75%
N.º 12	Xuta	Determinadas fibras de orixe animal	Determinación do contido en nitróxeno
N.º 13	Polipropileno	Outras fibras determinadas	Xileno
N.º 14	Outras fibras determinadas	Clorofibras (a base de homopolímero de cloruro de vinilo) ou elastolefina	Ácido sulfúrico concentrado
N.º 15	Clorofibras, determinados modacrílicos e elastanos, acetatos, triacetatos	Outras fibras determinadas	Ciclohexanona>.

## MÉTODO N.º 1

## ACETATO E OUTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método da acetona)

## 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

O presente método aplicarase, despois de eliminar as materias non fibrosas, a mesturas binarias de:

- 1) acetato (19)  
con
- 2) la (1), pelo de animal (2 e 3), seda (4), algodón (5), liño (7), cânabo (8), xuta (9), abacá (10), esparto (11), coco (12), xesta (13), ramio (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), fibra proteínica (23), viscosa (25), acrílico (26), poliamida ou nailon (30), poliéster (34) elastomultiéster (45) e elastolefina (46).

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

## 2. PRINCIPIO

As fibras de acetato disolveranse con acetona a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco. Recollerase o residuo, lavado, secado e pesado; a súa masa, corrixida, se for o caso, expresarase en forma de porcentaxe da masa en seco da mestura. A porcentaxe de acetato en seco obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados na epígrafe "Xeneralidades.")

## 3.1 Instrumental

Frascos cónicos dunha capacidade mínima de 200 ml, provistos dun tapón esmerilado.

## 3.2 Reactivo

Acetona.

## 4. MODO DE OPERAR

Aplicar o procedemento descrito nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir 100 ml de acetona por gramo de mostra contida no frasco cónico dunha capacidade mínima de 200 ml provisto dun tapón esmerilado, axitar o frasco, deixar durante 30 minutos a temperatura ambiente axitando de cando en vez e decantar despois o líquido a través da placa filtrante tarada.

Repetir este tratamento dúas veces máis (en total tres extraccións), pero só durante 15 minutos cada vez, de maneira que o tempo total do tratamento con acetona sexa de unha hora. Transvasar o residuo á placa filtrante. Lavar o residuo na placa filtrante por medio de acetona, axudándose do baleiro. Encher de novo a placa filtrante de acetona, que se deixará despois filtrar naturalmente, sen succión.

Finalmente, escorrer a placa por medio do baleiro, secar a placa e o residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,00.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos co método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

## MÉTODO N.º 2

## DETERMINADAS FIBRAS PROTEÍNICAS E OUTRAS FIBRAS

(Método do hipoclorito)

## 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois de eliminar as materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) determinadas fibras proteínicas, a saber: la (1), pelo de animais (2 e 3), seda (4), proteínas (23)  
con
- 2) algodón (5), cupro (21), viscosa (25), acrílico (26), clorofibras (27), poliamida ou nailon (30), poliéster (34), polipropileno (36), elastano (42) fibra de vidro (43) e elastomultiéster (45) e elastolefina (46).

Se estiveren presentes varias fibras proteínicas, o método permitirá determinar a súa cantidade total pero non a súa porcentaxe individual.

## 2. PRINCIPIO

As fibras proteínicas disolveranse cunha solución de hipoclorito a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco. Recollerase o residuo, lavarase, secarase e pesarase. A súa masa, corrixida se for necesario, expresarase en forma de porcentaxe da masa en seco da mestura. A porcentaxe das fibras proteínicas secas obterase por diferenza.

Para preparar a solución de hipoclorito pódese utilizar hipoclorito de litio ou hipoclorito de sodio.

O hipoclorito de litio resulta indicado cando o número de análises é reducido ou cando as análises se efectúan con longos intervalos de tempo. O hipoclorito de litio sólido, contrariamente ao hipoclorito de sodio, presenta un contido en hipoclorito practicamente constante. Se ese contido é coñecido xa non resultará necesario determinalo por iodometría en cada análise e poderase traballar con tomas de ensaio de hipoclorito de litio constantes.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

## 3.1 Instrumental

- i) Frasco cónico de 250 ml con tapón de vidro esmerilado.
- ii) Termóstato regulable a  $20\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

## 3.2. Reactivos

- i) Reactivo a base de hipoclorito



## a) Solución de hipoclorito de litio

Este reactivo estará constituído por unha solución acabada de preparar que conteña 35 ( $\pm$  2) g/l de cloro activo (aproximadamente 1 M) á cal se engade hidróxido de sodio previamente disolto a razón de 5 ( $\pm$  0,5) g/l. Para preparar a solución disolver 100 g de hipoclorito de litio cun contido en cloro activo do 35 % (ou 115 g cun contido en cloro activo do 30 %) en, aproximadamente, 700 ml de auga destilada. Engadir 5 g de hidróxido de sodio disolto en, aproximadamente, 200 ml de auga destilada e completar até o litro con auga destilada. Non é necesario controlar mediante iodometría esta solución acabada de preparar.

## b) Solución de hipoclorito de sodio

Este reactivo estará constituído por unha solución acabada de preparar dun contido en cloro activo de 35 ( $\pm$  2) g/l (aproximadamente 1 M) á cal se engade hidróxido de sodio previamente disolto a razón de 5 ( $\pm$  0,5) g/l. Verificar mediante iodometría antes de cada análise a concentración en cloro activo da solución.

## ii) Ácido acético diluído

Diluír 5 ml de ácido acético glacial en 1 l con auga.

## 4. MODO DE OPERAR

Aplicar o procedemento descrito nas xeneralidades e proceder como segue:

Introducir aproximadamente 1 g da mostra no matraz de 250 ml; engadir arredor de 100 ml de solución de hipoclorito (hipoclorito de litio ou de sodio). Axitar enerxicamente para empapar ben a mostra.

A seguir, colocar o matraz nun termóstato a 20 °C durante 40 minutos; durante este intervalo de tempo axitar continuamente, ou polo menos, frecuentemente e a intervalos regulares. Dado o carácter exotérmico da disolución da la, a calor de reacción débese repartir e evacuar desta maneira a fin de evitar importantes erros provocados polo ataque de fibras non solubles.

Transcorridos os 40 minutos, filtrar o contido do matraz mediante unha placa filtrante tarada. Enxaugar o matraz cun pouco de reactivo de hipoclorito a fin de eliminar as fibras que se poidan encontrar aínda nel e vertelo todo na placa filtrante. Librar a placa filtrante mediante baleiro; lavar o residuo sucesivamente con auga, co ácido acético diluído e novamente con auga. Durante esta operación escorrer a placa filtrante mediante baleiro despois de cada adición de líquido esperando, porén, que o líquido se filtre por gravidade.

Finalmente escorrer a placa filtrante mediante baleiro, secar a placa co residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados tal e como se describe nas xeneralidades. O coeficiente de corrección «d» ten valor 1,00. Ten valor 1,01 para o algodón, a viscosa e o modal, e valor 1,03 para o algodón cru.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

No caso das mesturas homoxéneas de fibras téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm$  1, para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

## MÉTODOS N.º 3

## VISCOSA, CUPRO OU DETERMINADOS TIPOS DE MODAL E ALGODÓN

(Método do ácido fórmico e do cloruro de cinc)

## 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois de eliminar as materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) viscosa (25) ou cupro (21) incluídos determinados tipos de modal (22) con
- 2) algodón (5) e elastolefina (46).

Se se comprobar a presenza dunha fibra modal, débese efectuar unha proba preliminar para comprobar se esta fibra é soluble no reactivo.

Este método non se aplicará ás mesturas en que o algodón sufriu unha degradación química excesiva, nin cando a viscosa ou o cupro se tornaron parcialmente insolubles pola presenza de corantes ou aprestos que non se poidan eliminar completamente.

## 2. PRINCIPIO

As fibras de viscosa, de cupro ou de modal disólvense, a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco, cun reactivo composto por ácido fórmico e cloruro de cinc. Recollerase o residuo, lavarase, secarase e pesarse; despois de corrección, a súa masa expresarase en porcentaxe da masa en seco da mestura. A porcentaxe de viscosa, de cupro ou de modal en seco obtérase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos descritos nas xeneralidades)

## 3.1 Instrumental

- i) Frascos cónicos dunha capacidade mínima de 200 ml provistos de tapón esmerilado.
- ii) Dispositivo que permita manter os frascos a 40 °C  $\pm$  2 °C.

## 3.2 Reactivos

- i) Solución que conteña 20 g de cloruro de cinc anhidro fundido e 68 g de ácido fórmico anhidro, levada a 100 g con auga (é dicir, 20 partes en peso de cloruro de cinc anhidro fundido en 80 partes en peso de ácido fórmico ao 85 % en peso).

*Nota:*

A este respecto, lémbrese o punto I.3.2.2, que establece que todos os reactivos utilizados deben ser quimicamente puros; ademais, débese utilizar unicamente cloruro de cinc anhidro fundido.

- ii) Solución de hidróxido de amonio: Diluír 20 ml dunha solución concentrada de amoníaco (0,880 g/l) en 980 ml de auga.

## 4. MODO DE OPERAR

Aplicar o procedemento descrito nas xeneralidades e proceder como segue:

Introducir inmediatamente a mostra no frasco, previamente quentado a 40 °C. Engadir 100 ml de solución de ácido fórmico e de cloruro de cinc previamente quentada a 40 °C, por g de mostra. Cerrar o frasco e axitar. Manter o frasco e o seu contido a 40 °C durante dúas horas e media axitando dúas veces a intervalos dunha hora. Filtrar o contido do frasco a través dunha placa filtrante tarada e, coa axuda do reactivo, transferir a esta as fibras que poidan quedar no frasco. Enxaugar con 20 ml de reactivo.

Lavar a fondo a placa e o residuo con auga a 40 °C. Aclarar o residuo fibroso con 100 ml aproximadamente de solución de amoníaco fría (3.2.ii), asegurándose de que este residuo permaneza totalmente somerxido na solución durante 10 minutos<sup>3</sup>; aclarar despois a fondo con auga fría.

Non aplicar o baleiro até cada solución de lavado se filtrar por gravidade. Eliminar finalmente o líquido restante por medio do baleiro, secar a placa e o seu residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,02 para o algodón e de 1,00 para a elastolefina.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 2$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

### MÉTODO N.º 4

#### POLIAMIDA OU NAILON E OUTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método do ácido fórmico ao 80 %)

### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) poliamida ou nailon (30)  
con
- 2) la (1), pelo de animal (2 e 3), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílico (26), clorofibras (27), poliéster (34), polipropileno (36) fibra de vidro (43) elastomuliéster (45) e elastolefina (46).

Como se acaba de indicar, este método aplicarase ás mesturas que conteñan la, pero cando a proporción desta última sexa superior ao 25 % deberase aplicar o método n.º 2 (disolución da la en solución de hipoclorito de sodio alcalino).

<sup>3</sup> Para asegurar que o residuo fibroso permanece somerxido na solución de amoníaco pódese, por exemplo, adaptar á placa filtrante un prolongador con billa que permita regular o paso do amoníaco.

## 2. PRINCIPIO

As fibras de poliamida ou nailon disolveranse con ácido fórmico a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase. Corrixida a súa masa, se for necesario, expresarase en porcentaxe da masa en seco da mestura. A porcentaxe de poliamida ou nailon en seco obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos descritos nas xeneralidades)

### 3.1 Instrumental

Frasco cónico dunha capacidade mínima de 200 ml, provisto dun tapón esmerilado.

### 3.2 Reactivos

- i) Ácido fórmico ao 80 % m/m (densidade a 20 °C: 1,186):  
Levar 880 ml de ácido fórmico ao 90 % m/m (densidade a 20 °C: 1,204), a 1 l con auga, ou ben levar 780 ml de ácido fórmico ao 98-100 % m/m (densidade a 20 °C: 1,220), a 1 l con auga.  
A concentración non é crítica entre 77 e 83 % m/m de ácido fórmico.
- ii) Amoníaco diluído:  
Levar 80 ml de amoníaco concentrado (densidade a 20 °C: 0,880), a 1 l con auga.

## 4. MODO DE OPERAR

Seguir o proceso descrito nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á mostra, contida no frasco cónico de 200 ml de capacidade mínima, 100 ml de ácido fórmico por gramo de mostra. Tapar e axitar para empapar a mostra. Deixar repousar durante 15 minutos a temperatura ambiente, axitando de cando en vez. Filtrar o contido do frasco nunha placa filtrante tarada e pasar a esta as posibles fibras residuais lavando o frasco cun pouco de ácido fórmico. Escorrer a placa por succión e lavar o residuo sobre a placa, sucesivamente con ácido fórmico, auga quente, amoníaco diluído e por último con auga fría. Escorrer a placa filtrante por succión despois de cada adición. Non aplicar o baleiro até cada solución de lavado se filtrar por gravidade. Finalmente, escorrer a placa filtrante por succión, secala co residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,00.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

## MÉTODO N.º 5

## ACETATO E TRIACETATO

(Método do alcohol bencílico)

## 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

O método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- acetato (19)  
con
- triacetato (24) e elastolefina (46).

## 2. PRINCIPIO

As fibras de acetato disolveranse, a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco, con alcohol bencílico a  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Recollerase o residuo, lavarase, secarase e pesarase; expresarase a súa masa en porcentaxe da masa en seco da mestura. A porcentaxe de acetato en seco obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

## 3.1 Instrumental

- i) Frasco cónico dunha capacidade mínima de 200 ml provisto dun tapón esmerilado.
- ii) Axitador mecánico.
- iii) Termóstato ou calquera outro aparello que permita manter o frasco á temperatura de  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$

## 3.2 Reactivos

- i) Alcohol bencílico.
- ii) Alcohol etílico.

## 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións dadas nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á toma de proba contida no frasco cónico 100 ml de alcohol bencílico por gramo de mostra.

Pór o tapón, fixar o frasco ao axitador de tal maneira que se somerxa nun baño de auga mantido a  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  e axitar durante 20 minutos a esta temperatura (poderase ocasionalmente substituír a axitación mecánica por unha enérxica axitación manual).

Decantar o líquido a través da placa filtrante tarada. Engadir ao frasco unha nova dose de alcohol bencílico e axitar de novo a  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante vinte minutos.

Decantar a través da placa. Repetir este ciclo de operacións unha terceira vez.

Finalmente, verter o líquido e o residuo na placa e transferir a esta as fibras que poidan quedar no frasco, utilizando para isto unha cantidade suplementaria de alcohol bencílico a  $52\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Escorrer ben a placa. Transferir as fibras a un frasco, enxaugar con alcohol etílico e, despois de axitar manualmente, decantar a través da placa filtrante.

Repetir esta operación de enxaugadura dúas ou tres veces. Transferir o residuo á placa e escorrela a fondo. Secar a placa e o residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,00.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

## MÉTODO N.º 6

## TRIACETATO E OUTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método do diclorometano)

## 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) triacetato (24) ou polilactida (33a)  
con
- 2) la (1), pelo animal (2 e 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílico (26), poliamida ou nailon (30), poliéster (34), fibra de vidro (43) e elastomultiéster (45) e elastolefina (46).

*Nota:*

As fibras de triacetato parcialmente saponificadas por un apresto especial deixan de ser completamente solubles no reactivo. Neste caso, o método non será aplicable.

## 2. PRINCIPIO

As fibras de triacetato ou polilactida con diclorometano disolveranse a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase; a súa masa, corrixida se for necesario, expresarase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco. A porcentaxe de triacetato ou polilactida en seco obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

## 3.1 Instrumental

Frasco cónico dunha capacidade mínima de 200 ml provisto dun tapón esmerilado.

## 3.2 Reactivo

Diclorometano (cloruro de metileno).

## 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións dadas nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á toma de proba contida nun frasco cónico de 200 ml provisto dun tapón esmerilado, 100 ml de diclorometano por gramo de mostra; pór o tapón, axitar o frasco cada dez minutos para empapar ben a mostra e deixar repousar o frasco durante 30 minutos a temperatura ambiente, axitando a intervalos regulares. Decantar o líquido a través da placa filtrante tarada. Engadir 60 ml

de diclorometano ao frasco que conteña o residuo, axitar manualmente e filtrar o contido do frasco a través da placa filtrante. Transferir a esta as fibras residuais con axuda dunha pequena cantidade suplementaria de diclorometano. Aplicar o baleiro á placa para eliminar o exceso de líquido, enchela de novo de diclorometano e deixar que este se filtre por gravidade.

Finalmente, aplicar o baleiro para eliminar o exceso de líquido, tratar a seguir o residuo con auga fervendo para eliminar todo o disolvente, aplicar o baleiro, secar a placa e o residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados segundo o descrito nas xeneralidades. O valor de "d" é de 1,00, salvo para o poliéster, o elastomultiéster e a elastolefina, para os cales o valor de "d" é de 1,01.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

### MÉTODO N.º 7

#### DETERMINADAS FIBRAS CELULÓSICAS E POLIÉSTER

(Método do ácido sulfúrico ao 75 %)

#### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

O método aplicarase, despois da eliminación de materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) algodón (5), liño (7), cánabo (8), ramio (14), cupro (21), modal (22), viscosa (25)  
con
- 2) poliéster (34) elastomultiéster (45) e elastolefina (46).

#### 2. PRINCIPIO

As fibras celulósicas disolveranse con ácido sulfúrico ao 75 % a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase; a súa masa expresarase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco. A proporción de fibras celulósicas secas obterase por diferenza.

#### 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

##### 3.1 Instrumental

- i) Frasco cónico dunha capacidade mínima de 500 ml, provisto dun tapón esmerilado.
- ii) Termóstato ou calquera outro aparello que permita manter o frasco a temperatura de  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

##### 3.2 Reactivos

- i) Ácido sulfúrico ao 75 %  $\pm 2\%$  m/m:  
Engadir con coidado e arrefriándoo, 700 ml de ácido sulfúrico de densidade 1,84 a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$ , a 350 ml de auga destilada. Unha vez arrefriada a solución a temperatura ambiente, levar o volume a 1 l con auga.

- ii) Solución de amoníaco diluída:  
Diluír 80 ml de solución de amoníaco de densidade 0,88 a  $20\text{ }^{\circ}\text{C}$  en 920 ml de auga.

## 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións dadas nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á toma de proba contida no frasco cónico de 500 ml de capacidade mínima provisto dun tapón esmerilado, 200 ml de ácido sulfúrico ao 75 % por gramo de mostra; pór o tapón e axitar con coidado o frasco para empapar ben a toma de proba. Manter o frasco a  $50\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  durante unha hora axitando a intervalos regulares de aproximadamente 10 minutos. Filtrar por succión o contido do frasco a través dunha placa filtrante tarada. Transferir a esta as fibras residuais enxaugando o frasco cun pouco de ácido sulfúrico ao 75 %. Escorrer a placa mediante succión e lavar unha vez o residuo que se encontre na placa, enchendo esta de ácido sulfúrico ao 75 %. Non aplicar o baleiro até o ácido se filtrar por gravidade.

Lavar o residuo varias veces con auga fría, dúas veces coa solución de amoníaco diluída, e despois a fondo con auga fría, escorrendo a placa por succión despois de cada adición. Non aplicar o baleiro até que cada unha das solucións de lavado se filtre por gravidade. Eliminar finalmente o líquido restante por medio do baleiro, secar a placa e o residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,00.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

### MÉTODO N.º 8

#### ACRÍLICAS, DETERMINADAS MODACRÍLICAS OU DETERMINADAS CLOROFIBRAS E OUTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método do dimetilformamida)

#### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) acrílicos (26), determinados modacrílicos (29) ou determinadas clorofibras (27)<sup>4</sup>  
con
- 2) la (1), pelo animal (2 e 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), poliamida ou nailon (30), poliéster (34) elastomultiéster (45) e elastolefina (46).

<sup>4</sup> Antes de proceder á análise deberase comprobar a solubilidade desas modacrílicas ou clorofibras no reactivo.

Aplicarase igualmente aos acrílicos e a determinados modacrílicos tratados con corantes premetalizados, pero non aos tratados con corantes cromotrópicos.

## 2. PRINCIPIO

As fibras acrílicas, determinadas modacrílicas ou determinadas clorofibras disolveranse a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco por medio de dimetilformamida a temperatura de baño maría fervendo. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase. A súa masa, corrixida se for necesario, expresarase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco e a porcentaxe de acrílicos, modacrílicos ou de clorofibras secas obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

### 3.1 Instrumental

- i) Frasco cónico dunha capacidade mínima de 200 ml, provisto dun tapón esmerilado.
- ii) Baño maría en ebulición.

### 3.2 Reactivo

Dimetilformamida (punto de ebulición  $153\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ) que non conteña máis dun 0,1 % de auga.

Recoméndase traballar cunha protección adecuada, xa que este reactivo é tóxico.

## 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións dadas nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á toma de proba contida no frasco cónico 80 ml de dimetilformamida por gramo de mostra quentada previamente ao baño maría fervendo, tapar, axitar para que a toma de proba se empape ben e manter no baño maría fervendo durante unha hora.

Axitar manualmente o frasco e o seu contido cinco veces durante este tempo, procedendo con coidado.

Decantar o líquido a través dunha placa filtrante tarada, mantendo as fibras no frasco cónico. Engadir ao frasco 60 ml de dimetilformamida e quentar de novo durante 30 minutos. Durante este tempo, axitar manualmente o frasco e o seu contido dúas veces, procedendo con coidado.

Filtrar por medio do baleiro o contido do frasco a través da placa filtrante.

Transferir as fibras residuais á placa filtrante enxaugando o matraz con dimetilformamida. Aplicar o baleiro para eliminar o exceso de líquido. Lavar o residuo con aproximadamente 1 l de auga quente a  $70\text{-}80\text{ }^{\circ}\text{C}$ . A placa filtrante débese encher de auga cada vez. Despois de cada adición de auga aplicar brevemente o baleiro, pero só despois de que a auga se filtre por gravidade. Se o líquido de lavado filtra demasiado lentamente a través da placa filtrante, poderase aplicar o baleiro lixeiramente.

Secar a placa filtrante co residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados segundo o descrito nas xeneralidades. O valor de "d" é de 1,00, salvo nos casos seguintes:

La	1,01
Algodón	1,01
Cupro	1,01

Modal	1,01
Poliéster	1,01
Elastomultiéster	1,01.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

### MÉTODO N.º 9

#### DETERMINADAS CLOROFIBRAS E OUTRAS FIBRAS DETERMINADAS

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

### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) determinadas clorofibras (27), a saber, determinados policloruros de vinilo, superclorados ou non<sup>5</sup> con
- 2) la (1), pelo animal (2 e 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílico (26), poliamida ou nailon (30), poliéster (34), fibra de vidro (43) e elastomultiéster (45).

Se o contido en la ou en seda da mestura exceder o 25 %, convirá utilizar o método n.º 2.

Se o contido en poliamida ou nailon exceder o 25 % na mestura, utilizarase o método n.º 4.

### 2. PRINCIPIO

Disolveranse as fibras de clorofibras a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco con axuda da mestura azeotrópica de sulfuro de carbono e de acetona. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase; a súa masa, corrixida se for necesario, expresarase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco. A porcentaxe de fibras de policloruro de vinilo secas obterase por diferenza.

### 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos descritos nas xeneralidades)

#### 3.1 Instrumental

- i) Frasco cónico dunha capacidade mínima de 200 ml provisto dun tapón esmerilado.
- ii) Axitador mecánico.

#### 3.2 Reactivos

- i) Mestura azeotrópica de sulfuro de carbono e de acetona (55,5 % de sulfuro de carbono e 44,5 % de acetona en volume). Recoméndase traballar cunha protección adecuada xa que este reactivo é tóxico.
- ii) Alcohol etílico ao 92 % en volume, ou alcohol metílico.

<sup>5</sup> Antes de proceder á análise deberase comprobar a solubilidade desas modacrílicas ou clorofibras no reactivo.

#### 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións dadas nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á toma de proba contida no frasco cónico de 200 ml de capacidade mínima provisto dun tapón esmerilado, 100 ml de mestura azeotrópica por gramo de mostra. Tapar convenientemente o frasco e axitar a temperatura ambiente durante 20 minutos por medio do axitador mecánico, ou manualmente de maneira vigorosa. Decantar o líquido flutuante a través da placa filtrante tarada.

Repetir o tratamento con outros 100 ml de disolvente. Continuar este ciclo de operacións até que unha gota de líquido de extracción colocada sobre un vidro de reloxo non deixe depósito de polímero despois de se evaporar. Transferir o residuo a unha placa filtrante con axuda dunha cantidade suplementaria de disolvente, aplicar o baleiro para eliminar o líquido e enxaugar a placa filtrante e o residuo, primeiro con 20 ml de alcohol e despois tres veces con auga. Deixar que a solución de lavado se filtre por gravidade antes de aplicar o baleiro para eliminar o resto do líquido. Secar a placa filtrante e o residuo, arrefriar e pesar.

*Nota:*

As mostras de certas mesturas con alto contido de policloruro de vinilo encollen notablemente durante a operación de secado, o que provoca un atraso na disolución do policloruro de vinilo polo disolvente. No entanto, esta contracción non impide a disolución total do policloruro de vinilo.

#### 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,00.

#### 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

---

#### MÉTODO N.º 10

##### ACETATO E DETERMINADAS CLOROFIBRAS

(Método do ácido acético glacial)

#### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) acetato (19)

con

- 2) algunhas clorofibras (27), a saber, o policloruro de vinilo superclorado ou non e a elastolefina (46).

#### 2. PRINCIPIO

As fibras de acetato disolveranse a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco con ácido acético glacial. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarse; a súa masa, corrixida cando for necesario, expresarase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco. A porcentaxe de acetato seco obterase por diferenza.

#### 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos descritos nas xeneralidades)

##### 3.1 Instrumental

- i) Frasco cónico dunha capacidade mínima de 200 ml, provisto dun tapón esmerilado.
- ii) Axitador mecánico.

##### 3.2 Reactivo

Ácido acético glacial (máis do 99 %). Este reactivo deberase manipular con precaución, xa que é extremadamente cáustico.

#### 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións dadas nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á toma de proba contida nun frasco cónico de 200 ml de capacidade mínima provisto dun tapón esmerilado, 100 ml de ácido acético glacial por gramo de mostra. Tapar convenientemente o frasco e axitar durante 20 minutos a temperatura ambiente por medio do axitador mecánico, ou manualmente de maneira vigorosa. Decantar o líquido da superficie a través da placa filtrante tarada. Repetir este tratamento dúas veces máis utilizando cada vez 100 ml de disolvente, de modo que se efectúen tres extraccións en total. Transferir o residuo á placa filtrante, aplicar o baleiro para eliminar o líquido e enxaugar a placa e o residuo, primeiro con 50 ml de ácido acético glacial, e despois, tres veces con auga. Despois de cada enxaugadura deixar que a solución se filtre por gravidade antes de aplicar o baleiro. Secar a placa e o residuo, arrefriar e pesar.

#### 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular o resultado da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,00.

#### 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

---

#### MÉTODO N.º 11

##### SEDA E LA OU PELOS

(Método do ácido sulfúrico ao 75 %)

#### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) seda (4)

con

- 2) la (1) ou pelos de animais (2 e 3) e a elastolefina (46).

## 2. PRINCIPIO

As fibras de seda disolveranse a partir dunha cantidade coñecida da mestura en estado seco por medio de ácido sulfúrico ao 75 % m/m<sup>6</sup>.

O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase; a súa masa, corrixida se for necesario, expresarase en porcentaxe da masa total da mestura en estado seco. A porcentaxe de seda en seco obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos descritos nas xeneralidades)

### 3.1 Instrumental

Frascos cónicos dunha capacidade mínima de 200 ml provistos dun tapón esmerilado.

### 3.2 Reactivos

- i) Ácido sulfúrico ao 75 %  $\pm$  2 % m/m: Engadir con coidado e arrefriándoo, 700 ml de ácido sulfúrico de densidade 1,84 a 20 °C, a 350 ml de auga destilada. Despois de arrefriar até alcanzar a temperatura ambiente, levar o volume a un litro con auga.
- ii) Ácido sulfúrico diluído: engadir lentamente 100 ml de ácido sulfúrico, de densidade 1,84 a 20 °C, a 1 900 ml de auga destilada.
- iii) Amoníaco diluído: levar 200 ml de amoníaco concentrado, de densidade 0,880 a 20 °C, a 1 000 ml con auga.

## 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións dadas nas xeneralidades e proceder como segue:

Engadir á mostra de análise contida nun frasco cónico de 200 ml como mínimo provisto dun tapón esmerilado, 100 ml de ácido sulfúrico ao 75 % por gramo de mostra, e tapar. Axitar vigorosamente e deixar 30 minutos a temperatura ambiente. Axitar de novo e deixar outros 30 minutos. Axitar unha última vez e filtrar o contido do frasco a través da placa filtrante tarada. Arrastrar as fibras que poidan quedar na placa con ácido sulfúrico ao 75 %. Lavar o residuo sobre a placa filtrante, sucesivamente con 50 ml de ácido sulfúrico diluído, 50 ml de auga, e 50 ml de amoníaco diluído. Deixar cada vez as fibras en contacto co líquido durante aproximadamente 10 minutos antes de aplicar o baleiro. Aclarar finalmente con auga deixando as fibras en contacto coa auga durante 30 minutos aproximadamente. Aplicar o baleiro para eliminar o resto do líquido. Secar a placa filtrante e o residuo, arrefriar e pesar.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 0,985 para a la e de 1,00 para a elastolefina.

<sup>6</sup> As sedas silvestres, como o tusor, non son totalmente solubles en ácido sulfúrico ao 75 %.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm$  1 para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

### MÉTODO N.º 12

#### XUTA E ALGUNHAS FIBRAS DE ORIXE ANIMAL (Método por determinación do contido en nitróxeno)

### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) xuta (9)  
con
- 2) algunhas fibras de orixe animal.

Estas últimas poderán estar constituídas por pelos (2 e 3) ou por la (1) ou por unha mestura de pelos e de la. Este método non se aplicará a mesturas téxtiles que leven materias non fibrosas (corantes, aprestos, etc.) a base de nitróxeno.

### 2. PRINCIPIO

Determinarase o contido en nitróxeno da mestura, e calcularase, a partir deste dato e do contido en nitróxeno coñecido dos dous compoñentes, a proporción de cada un dos compoñentes da mestura.

### 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

#### 3.1 Instrumental

- i) Matraz de dixestión Kjeldahl de 200 a 300 ml.
- ii) Aparellos de destilación Kjeldahl por arrastre de vapor.
- iii) Instrumental de valoración por retroceso que permita unha precisión de 0,05 ml.

#### 3.2 Reactivos

- i) Tolueno.
- ii) Metanol.
- iii) Ácido sulfúrico de densidade 1,84 a 20 °C<sup>7</sup>.
- iv) Sulfato de potasio<sup>7</sup>.
- v) Bióxido de selenio<sup>7</sup>.
- vi) Solución de hidróxido de sodio (400 g/litro). Disolver 400 g de hidróxido de sodio en 400- 500 ml de auga e levar a un litro con auga.
- vii) Mestura de indicadores: Disolver 0,1 g de vermello de metilo en 95 ml de etanol e 5 ml de auga, e mesturar esta solución con 0,5 g de verde de bromocresol disolto en 475 ml de etanol e 25 ml de auga.
- viii) Solución de ácido bórico: Disolver 20 g de ácido bórico nun litro de auga.
- ix) Ácido sulfúrico 0,02 N (solución volumétrica patrón).

<sup>7</sup> Estes reactivos carecerán de nitróxeno.

#### 4. TRATAMENTO PREVIO DA MOSTRA REDUCIDA

O tratamento previo descrito nas xeneralidades substituirase polo tratamento previo seguinte:

Nun aparello Soxhlet tratar a mostra secada ao aire cunha mestura dun volume de tolueno e de tres volumes de metanol durante catro horas, a unha cadencia mínima de cinco ciclos por hora. Expor a mestura ao aire para permitir a evaporación do disolvente e eliminar os últimos restos deste por quentamento nun forno a  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Tratar despois a mostra en auga (50 ml/g de mostra), facéndoa ferver por refluxo durante 30 minutos. Filtrar, reintroducir a mostra no frasco e repetir a extracción cun volume idéntico de auga. Filtrar, eliminar o exceso de auga da mostra, por presión, succión ou centrifugación e secar despois a mostra ao aire.

*Nota:*

O tolueno e o metanol son tóxicos. Convén utilizar estes produtos con gran prudencia.

#### 5. MODO DE OPERAR

##### 5.1 Instrucións xerais

No que se refire á toma, o secado e a pesaxe da mostra, seguir o procedemento descrito nas xeneralidades.

##### 5.2 Procedementos detallados

Transferir ao matraz de dixestión Kjeldahl, unha mostra que pese como mínimo 1 g. Engadir á mostra contida no matraz de dixestión e respectando a orde seguinte, 2,5 g de sulfato de potasio, 0,1-0,2 g de bióxido de selenio e 10 ml de ácido sulfúrico ( $d = 1,84$ ). Quentar o matraz, primeiro lentamente, até a destrución total das fibras, despois a lume máis forte, até a solución se tornar clara e practicamente incolora. Continuar quentando durante 15 minutos. Deixar arrefecer o matraz, engadir con coidado ao contido 10-20 ml de auga, arrefecer, transferir o contido cuantitativamente a un matraz graduado de 200 ml e encher con auga para obter a solución de análise.

Introducir arredor de 20 ml de solución de ácido bórico nun frasco cónico de 100 ml e situar este último baixo o refrixerador do aparello de destilación Kjeldahl de maneira que o tubo de saída quede somerxido xusto por baixo da superficie da solución de ácido bórico. Transferir exactamente 10 ml da solución de análise ao matraz de destilación, introducir un mínimo de 5 ml de solución de hidróxido de sodio no funil, levantar lixeiramente o tapón e deixar que a solución de hidróxido de sodio caia lentamente no matraz. Se a solución de análise e a solución de hidróxido de sodio tenderen a formar dúas camadas diferentes, mesturalas axitando con coidado. Quentar lixeiramente o matraz de destilación e introducir no líquido o vapor procedente do xerador. Recoller 20 ml aproximadamente do destilado, baixar o frasco cónico de maneira que a extremidade do tubo do refrixerador quede situada a uns 20 mm por baixo da superficie do líquido e destilar durante un minuto máis. Aclarar a extremidade do tubo con auga, recollendo o líquido de lavado no frasco cónico. Retirar este último e colocar un segundo frasco cónico que conteña arredor de 10 ml de solución de ácido bórico e a seguir recoller aproximadamente 10 ml do destilado.

Valorar separadamente ambos os destilados con ácido sulfúrico 0,02 N utilizando a mestura de indicadores. Anotar os resultados das respectivas valoracións. Se a valoración do segundo destilado der un resultado superior a 0,2 ml, repetir a proba e comezar de novo a destilación utilizando outra parte alícuota da solución de análise.

Efectuar unha proba en branco, sometendo á dixestión e á destilación unicamente os reactivos.

#### 6. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

##### 6.1 Calcular a porcentaxe de nitróxeno contido na mostra en estado seco do modo seguinte:

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

A % = porcentaxe de nitróxeno na mostra seca e pura,

V = volume total en ml de ácido sulfúrico patrón utilizado para a determinación,

b = volume total en ml de ácido sulfúrico patrón utilizado para a proba en branco,

N = valoración real do ácido sulfúrico patrón,

W = masa (g) da mostra de análise en estado seco.

##### 6.2 Aplicando valores do 0,22 % para o contido en nitróxeno da xuta, e do 16,2 % para o das fibras de orixe animal (ambas as porcentaxes expresadas sobre a masa en seco das fibras), calcular a composición da mestura con axuda da seguinte fórmula:

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

PA % = porcentaxe de fibras de orixe animal na mostra.

#### 7. PRECISIÓN DO MÉTODO

Sobre mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

#### MÉTODO N.º 13

#### POLIPROPILENO E OUTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método ao xileno)

##### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, unha vez eliminadas as materias non fibrosas, ás mesturas binarias de fibras de:

- 1) polipropileno (36)  
con
- 2) la (1), pelo animal (2 e 3), seda (4), algodón (5), acetato (19), cupro (21), modal (22), triacetato (24), viscosa (25), acrílico (26), poliamida ou nailon (30), poliéster (34), fibra de vidro (43) e elastomultiéster (45).



## 2. PRINCIPIO

A fibra de polipropileno disolverase a partir dunha masa coñecida da mestura en estado seco por disolución en xileno en ebulición. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase; a súa masa, corrixida se for necesario, expresarase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco. A porcentaxe de polipropileno obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

### 3.1 Instrumental

- i) Frascos cónicos, capacidade mínima 200 ml, provistos dun tapón esmerilado;
- ii) Refrixerante de reflujo (adaptado a líquidos de punto de ebulición elevado) con esmerilado adaptable aos frascos cónicos i).

### 3.2 Reactivo

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

#### Nota:

Este reactivo é moi inflamable e produce vapores tóxicos. Deberanse tomar precaucións cando se utilice.

## 4. MODO DE OPERAR

Seguir o procedemento descrito nas xeneralidades, e proceder despois da forma seguinte:

Á mostra de análise colocada no frasco cónico [3.1.i)] engadir 100 ml de xileno (3.2) por gramo de mostra. Colocar o refrixerante [3.1.ii)] e levar a ebulición, que se manterá durante 3 minutos. Decantar inmediatamente o líquido quente na placa filtrante tarada (véxase a nota 1). Repetir o tratamento dúas veces máis utilizando cada vez 50 ml de disolvente.

Lavar o residuo que quede no frasco con 30 ml de xileno fervendo (dúas veces), e despois, tamén dúas veces, con 75 ml cada vez de éter de petróleo (I.3.2.1 das xeneralidades).

Despois do segundo lavado con éter de petróleo, filtrar o contido do frasco a través da placa filtrante e transferir as fibras residuais á placa con axuda dunha pequena cantidade suplementaria de éter de petróleo. Facer que se evapore completamente o disolvente. Secar a placa e o residuo, arrefrialos e pesalos.

#### Notas:

1) A placa filtrante en que se decante o xileno debebase qentar previamente.

2) Despois do tratamento con xileno fervendo, hai que se asegurar de que o frasco que conteña o residuo estea o suficientemente frío antes de introducir nel o éter de petróleo.

3) Para evitar aos analistas os perigos derivados da inflamabilidade e toxicidade dos produtos que se manexan, poderanse utilizar aparellos de extracción á calor e modos de operar apropiados que dean resultados idénticos<sup>8</sup>.

<sup>8</sup> Véxase, por exemplo, o material descrito en Melliland Textilberichte 56 (1975) pp. 643-645.

## 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da forma descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é 1,00.

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Cunha mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con este método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

### MÉTODO N.º 14

#### CLOROFIBRAS (A BASE DE HOMOPOLÍMERO DE CLORURO DE VINILO) E OUTRAS FIBRAS DETERMINADAS

(Método ao ácido sulfúrico concentrado)

### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, unha vez eliminadas as materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) clorofibras (27) a base de homopolímero de cloruro de vinilo (sobrecolorado ou non), elastolefina (46) con
- 2) algodón (5), acetato (19), cupro (21), modal (22), triacetato (24), viscosa (25), determinados acrílicos (26), determinados modacrílicos (29), poliamida ou nailon (30), poliéster (34) e elastomultiéster (45).

Os modacrílicos de que se trata son os que dan unha solución límpida por inmersión en ácido sulfúrico concentrado ( $d_{20} = 1,84$  g/ml).

Este método poderase utilizar concretamente en substitución dos métodos n.º 8 e n.º 9.

### 2. PRINCIPIO

As fibras mencionadas na alínea 2 do número 1 eliminaranse a partir dunha masa coñecida da mestura en estado seco por disolución en ácido sulfúrico concentrado ( $d_{20} = 1,84$  g/ml). O residuo, constituído pola clorofibra ou a elastolefina, recollerase, lavarase, secarase e pesarase; a súa masa, corrixida se for necesario, expresarase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco. A proporción do segundo constituínte obterase por diferenza.

## 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

### 3.1 Instrumental

- i) Frascos cónicos, capacidade mínima 200 ml, provistos dun tapón esmerilado.
- ii) Vareta de vidro de extremo plano.

### 3.2 Reactivos

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

Para preparar este reactivo, engadir, con precaución e arrefriándoo 400 ml de ácido sulfúrico ( $d_{20} = 1,84$  g/ml) a 500 ml de auga. Cando a solución arrefecese á temperatura ambiente, levar até un litro con auga.

- iii) Amoníaco, solución diluída.

Diluír con auga destilada 60 ml dunha solución de amoníaco concentrado ( $d_{20} = 0,880$  g/ml) para obter un litro.

#### 4. MODO DE OPERAR

Seguir o procedemento descrito nas xeneralidades, e proceder despois da forma seguinte:

Á toma de mostra colocada no frasco [3.1.i)] engadir 100 ml de ácido sulfúrico [3.2.i)] por gramo de toma de mostra.

Deixar dez minutos a temperatura ambiente; axitando de cando en vez a toma de mostra con axuda da vareta de vidro. Se se tratar dunha tea ou dun tecido de punto, premelo contra a parede do frasco e exercer unha lixeira presión con axuda da vareta de vidro para que a materia disolta se separe co ácido sulfúrico.

Decantar o líquido na placa filtrante tarada. Engadir ao frasco outros 100 ml de ácido sulfúrico [3.2.i)] e repetir a mesma operación. Verter o contido do frasco na placa e transferir a ela o residuo fibroso con axuda da vareta de vidro. Se for necesario, engadir ao frasco un pouco de ácido sulfúrico concentrado [3.2.i)] para arrastrar as fibras que poidan quedar adheridas ás paredes. Librar a placa por aspiración; librar o filtrado do frasco ou cambiar de frasco, lavar despois o residuo na placa primeiro coa solución de ácido sulfúrico a 50 % [3.2.ii)], despois con auga destilada ou desionizada (1.3.2.3 das xeneralidades), a seguir coa solución de amoníaco [3.2.iii)], e por último lavar a fondo con auga destilada ou desionizada, librando completamente a placa mediante aspiración despois de cada adición (non aplicar a aspiración durante a operación de lavado, esperar a que o líquido esorra por gravidade).

Secar a placa e o residuo, arrefrialos e pesalos.

#### 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da forma indicada nas xeneralidades. O valor de «d» é 1,00.

#### 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

Cunha mestura homoxénea de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos con ese método non serán superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

### MÉTODO N.º 15

#### CLOROFIBRA, DETERMINADOS MODACRÍLICOS E ELASTANOS, ACETATO, TRIACETATO E OUTRAS FIBRAS

(Método da ciclohexanona)

#### 1. ÁMBITO DE APLICACIÓN

Este método aplicarase, despois da eliminación das materias non fibrosas, ás mesturas binarias de:

- 1) acetato (19), triacetato (24), clorofibras (27), determinados modacrílicos (29) e determinados elastanos (39)  
con
- 2) la (1), pelos de animais (2 e 3), seda (4), algodón (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), poliamida ou nailon (30), acrílico (26) e vidro téxtil (40).

Se se observar a presenza dunha fibra modacrílica ou elastano, deberase proceder a efectuar un ensaio preliminar co fin de determinar se é completamente soluble no reactivo.

Para analizar as mesturas que conteñen clorofibras tamén se pode aplicar o método n.º 9 ou o método n.º 14.

#### 2. PRINCIPIO

As fibras de acetato, de triacetato, as clorofibras, determinados modacrílicos e elastanos disólvense a partir dun peso coñecido de mestura no seu estado seco, por extracción a temperatura próxima á de ebulición mediante ciclohexanona. O residuo recollerase, lavarase, secarase e pesarase; a súa masa, corrixida se for necesario, exprésase en porcentaxe da masa da mestura en estado seco. A porcentaxe en estado seco de clorofibra, modacrílico, elastano, acetato e triacetato obterase por diferenza.

#### 3. INSTRUMENTAL E REACTIVOS (ademais dos mencionados nas xeneralidades)

##### 3.1 Instrumental

- i) Aparello para a extracción en quente que permita seguir o modo de operar previsto no punto 4 [ver o esquema variante do instrumental descrito en Mellian Textilberichte 56 (1975) pp. 643-645].
- ii) Placa filtrante en que se colocará a mostra.
- iii) Placa porosa, porosidade 1.
- iv) Refrixerante de refluxo adaptable ao matraz de destilación.
- v) Aparello térmico.

##### 3.2 Reactivos

- i) Ciclohexanona, punto de ebulición a 156 °C.
- ii) Alcohol etílico diluído a un 50 % do volume.

*Nota:*

A ciclohexanona é inflamable e tóxica; ao utilizala débense tomar medidas de protección adecuadas.

#### 4. MODO DE OPERAR

Seguir as instrucións facilitadas nas xeneralidades e proceder da maneira seguinte:

Verter no matraz de destilación 100 ml de ciclohexanona por gramo de materia, inserir o recipiente de extracción no cal se terán colocado previamente a placa filtrante coa mostra e a placa porosa que se manterá lixeiramente inclinada. Introducir o refrixerante de refluxo. Levar a ebulición e continuar a extracción durante 60 minutos a unha velocidade mínima de 12 ciclos por hora. Despois da extracción e do arrefriamento, retirar o recipiente de extracción, sacar a placa filtrante e retirar a placa porosa. Lavar 3 ou 4 veces o contido da placa filtrante con alcohol etílico ao 50 % prequentado a uns 60 °C e despois con 1 l de auga a 60 °C.

Durante e entre cada un dos lavados non se debe aplicar o baleiro, senón que se deberá deixar que o disolvente se libre por gravidade e aplicar a seguir o baleiro.

Secar a placa co residuo, arrefriar e pesar.

#### 5. CÁLCULO E PRESENTACIÓN DOS RESULTADOS

Calcular os resultados da maneira descrita nas xeneralidades. O valor de «d» é de 1,00, excepto para:

A seda 1,01  
O acrílico 0,98

## 6. PRECISIÓN DO MÉTODO

En mesturas homoxéneas de materias téxtiles, as marxes de fiabilidade dos resultados obtidos mediante este

método non son superiores a  $\pm 1$ , para unha marxe de fiabilidade do 95 %.

Esquema citado no punto 3.1.i) do método n.º 15

