

## I. DISPOSICIONS GENERALS

### MINISTERI DE LA PRESIDÈNCIA

**3583** *Ordre PRE/347/2011, de 21 de febrer, per la qual es modifica l'annex II del Reial decret 4/2007, de 12 de gener, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils.*

El Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils i les seves posteriors modificacions, prescriuen un etiquetatge que indiqui la composició de la fibra dels productes tèxtils, així com la realització de proves mitjançant anàlisis de la conformitat dels esmentats productes amb les indicacions que figurin en la seva etiqueta, per adaptar així el nostre ordenament jurídic intern a les exigències de la legislació comunitària.

En virtut de les disposicions d'aquest Reial decret i amb l'objecte de garantir la veracitat de la informació als consumidors a través de l'etiquetatge, per mitjà del Reial decret 4/2007, de 12 de gener, es van aprovar els mètodes d'anàlisi quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils, i es va codificar aquesta matèria i incorporar a l'ordenament jurídic intern les directives 96/73/CE del Parlament Europeu i del Consell, de 16 de desembre de 1996, sobre determinats mètodes d'anàlisi quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils, i la Directiva 2006/2/CE de la Comissió de 6 de gener de 2006, per la qual es modifica, per adaptar-lo al progrés tècnic, l'annex II de la Directiva 96/73/CE del Parlament Europeu i del Consell sobre determinats mètodes d'anàlisi quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils.

Posteriorment, es va aprovar la Directiva 2007/3/CE de la Comissió, de 2 de febrer de 2007, per la qual es modifiquen, per adaptar-los al progrés tècnic, els annexos I i II de la Directiva 96/74/CE del Parlament Europeu i del Consell, relativa a les denominacions tèxtils, amb l'objecte d'afegir la fibra elastolefina a la llista de fibres establerta en els annexos I i II de la Directiva esmentada. L'esmentada Directiva es va incorporar a l'ordenament jurídic espanyol a través del Reial decret 1523/2007, de 16 de novembre, pel qual es modifica el Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils.

En funció d'això, la Comissió Europea va considerar que era necessari definir mètodes uniformes d'assaig per a l'elastolefina. A aquest efecte va aprovar la Directiva 2007/4/CE de la Comissió, de 2 de febrer de 2007, i va modificar, per adaptar-lo al progrés tècnic, l'annex II de la Directiva 96/73/CE del Parlament Europeu i del Consell sobre determinats mètodes d'anàlisi quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils.

El que disposa aquesta Directiva 2007/4/CE es va incorporar a l'ordenament jurídic intern mitjançant el Reial decret 1522/2007, de 16 de novembre, pel qual es modifica el Reial decret 4/2007, de 12 de gener, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils.

L'any 2009 la Comissió va aprovar la Directiva 2009/121/CE de la Comissió, de 14 de setembre de 2009, per la qual es modifiquen, per adaptar-los al progrés tècnic, els annexos I i V de la Directiva 2008/121/CE del Parlament Europeu i del Consell, relativa a les denominacions tèxtils i per la qual es va derogar la Directiva 96/74/CE del Parlament europeu i del Consell, de 16 de desembre de 1996 i les seves successives modificacions, amb l'objecte d'afegir la fibra melamina a la llista de fibres establerta en els esmentats annexos I i V. Aquesta Directiva ha estat transposada recentment al nostre ordenament jurídic mitjançant l'aprovació d'una ordre ministerial que incorpora l'esmentada fibra.

En la mateixa data la Comissió Europea va considerar que era necessari definir mètodes uniformes d'assaig per a la melamina. A aquest efecte va aprovar la Directiva 2009/122/CE de la Comissió, de 14 de setembre de 2009, per la qual es modifica per

adaptar-lo al progrés tècnic l'annex II de la Directiva 96/73/CE del Parlament i del Consell sobre determinats mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries de fibres tèxtils.

Aquesta circumstància fa necessari que s'adoptin les disposicions oportunes en relació amb els mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries de fibres tèxtils amb l'objecte d'incorporar aquesta última Directiva i garantir els interessos del consumidor, per la qual cosa mitjançant aquesta Ordre s'incorpora a l'ordenament jurídic intern de la Directiva 2009/122/CE de la Comissió, de 14 de setembre de 2009.

En la tramitació d'aquesta Ordre s'ha donat audiència a les associacions de consumidors i usuaris i als sectors afectats, i també s'ha fet un tràmit de consulta a les comunitats autònomes.

Aquesta disposició es dicta a l'empara de l'article 149.1.13a de la Constitució, que atribueix a l'Estat la competència exclusiva sobre les bases i la coordinació de la planificació general de l'activitat econòmica i en virtut de l'autorització que conté la disposició final tercera del Reial decret 4/2007, de 12 de gener, que faculta els ministres d'Indústria, Turisme i Comerç i de Sanitat, Política Social i Igualtat per dictar, en l'àmbit de les seves competències, les disposicions necessàries per modificar els annexos del Reial decret esmentat, de conformitat amb l'avanç dels coneixements científics i tècnics, i per adaptar-los a les modificacions introduïdes per la normativa comunitària.

En virtut d'això, a proposta de la ministra de Sanitat, Política Social i Igualtat i del ministre d'Indústria, Turisme i Comerç, d'acord amb el Consell d'Estat dispenso:

**Article únic.** *Modificació de l'annex II del Reial decret 4/2007, de 12 de gener, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries de fibres tèxtils.*

L'annex II del Reial decret 4/2007, de 12 de gener, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries de fibres tèxtils, es modifica en els termes que preveu l'annex d'aquesta Ordre.

**Disposició final primera.** *Incorporació del dret comunitari al dret espanyol.*

Mitjançant aquesta Ordre s'incorpora a l'ordenament jurídic intern la Directiva 2009/122/CE de la Comissió, de 14 de setembre de 2009, per la qual es modifica per adaptar-lo al progrés tècnic l'annex II de la Directiva 96/73/CE del Parlament i del Consell sobre determinats mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries de fibres tèxtils.

**Disposició final segona.** *Títol competencial.*

La present Ordre es dicta a l'empara de l'article 149.1.13a de la Constitució, que atribueix a l'Estat la competència exclusiva sobre les bases i la coordinació de la planificació general de l'activitat econòmica.

**Disposició final tercera.** *Entrada en vigor.*

La present Ordre entra en vigor l'endemà de la publicació en el «Butlletí Oficial de l'Estat».

Madrid, 21 de febrer de 2011.–El ministre de la Presidència, Ramón Jáuregui Atondo.

## ANNEX

### MÈTODES D'ANÀLISI QUANTITATIVA DE DETERMINADES MESCLES BINÀRIES DE FIBRES TÈXTILS

#### 1. *Generalitats*

##### *Introducció*

Els mètodes d'anàlisi quantitativa de les mescles de fibres tèxtils es basen en dos procediments principals, el de la separació manual i el de la separació química de les fibres.

El procediment de separació manual s'ha d'utilitzar sempre que sigui possible, ja que amb aquest generalment s'obtenen resultats més precisos que amb el procediment químic. És aplicable a tots els productes tèxtils en els quals les fibres components no formin una mescla íntima, com per exemple en el cas de filats compostos de diversos elements cadascun d'ells constituït per una sola classe de fibra, o de teixits en els quals la fibra que compon l'ordit sigui de naturalesa diferent a la que compon la trama, o de gèneres de punt que es puguin destèixer compostos de fils de diverses classes.

El procediment d'anàlisi química quantitativa de mescles de fibres tèxtils es funda generalment en la solubilitat selectiva dels components individuals de la mescla. Després de l'eliminació d'un dels components, el residu insoluble es pesa i la proporció del component soluble es calcula a partir de la pèrdua de massa. Aquesta primera part de l'annex conté la informació comuna a les anàlisis per aquest procediment de totes les mescles de fibres considerades en el present annex, sigui quina sigui la seva composició. Per tant, s'ha d'utilitzar conjuntament amb aquelles seccions de l'annex que continguin els procediments detallats aplicables a mescles de fibres concretes. Pot ocórrer que algunes anàlisis químiques es basin en un principi que no sigui el de la solubilitat selectiva. En aquests casos, es pot trobar informació completa i detallada sobre això en la secció corresponent del mètode aplicable.

Les mescles de fibres utilitzades durant la fabricació dels productes tèxtils i, en un grau més petit, les que es troben en els productes acabats, a vegades contenen matèries no fibroses com ara greixos, ceres o additius, o productes solubles a l'aigua, que poden tenir origen natural o haver estat afegits per facilitar-ne la fabricació. Les matèries no fibroses s'han d'eliminar abans de l'anàlisi. Aquesta és la raó per la qual es descriu igualment un mètode de tractament previ que permet eliminar els olis, els greixos, les ceres i els productes solubles a l'aigua en la majoria dels casos.

Els productes tèxtils a més poden contenir resines o altres matèries afegides per conferir-los propietats especials. Tals matèries, inclosos els colorants en determinats casos excepcionals, poden modificar l'acció del reactiu sobre el component soluble i fins i tot ser parcialment o totalment eliminades pels reactius. Aquestes matèries afegides, per tant, poden induir a error i s'han d'eliminar abans d'analitzar la mostra. En cas que aquesta eliminació sigui impossible, els mètodes d'anàlisi química quantitativa descrits en el present annex no són aplicables.

El colorant present en les fibres tenyides es considera com a part integrant de la fibra i no s'ha d'eliminar.

Aquestes anàlisis s'efectuen sobre la base de la massa en sec i se subministra un mètode per determinar-lo.

El resultat s'obté aplicant a la massa en sec de cada fibra els percentatges convencionals que indica l'annex II del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils.

Les fibres presents en la mescla s'han d'identificar abans d'efectuar les anàlisis. En determinats mètodes químics, la part insoluble dels components d'una mescla es pot dissoldre parcialment en el reactiu utilitzat per dissoldre el component soluble. Sempre que sigui possible, s'han d'escollir reactius que tinguin un efecte feble o nul sobre les fibres insolubles. Si se sabés que durant l'anàlisi es produeix una pèrdua de massa, convindria corregir el resultat; s'aporten factors de correcció amb aquesta finalitat. Aquests factors han estat determinats en diferents laboratoris tractant les fibres depurades mitjançant tractament previ amb el reactiu apropiat especificat en el mètode d'anàlisi. Aquests factors només s'han d'aplicar a fibres normals i poden ser necessaris altres factors de correcció si les fibres s'han deteriorat abans o durant el tractament. Els mètodes químics proposats s'han d'aplicar a anàlisis individuals. Convé efectuar com a mínim dues anàlisis sobre mostres d'anàlisis separades, tant quan se segueixi el procediment de separació manual com quan s'utilitzi el de separació química. En cas de dubte, i llevat d'impossibilitat tècnica, s'ha d'efectuar una altra anàlisi seguint un mètode alternatiu que permeti la dissolució de les fibres no dissoltes en utilitzar el primer mètode.

I. Generalitats sobre els mètodes d'anàlisi química quantitativa de les mescles de fibres tèxtils

Informacions comunes als mètodes que s'han de seguir per a l'anàlisi química quantitativa de mescles de fibres tèxtils.

I.1. Àmbit d'aplicació

En l'àmbit d'aplicació de cada mètode s'indiquen les fibres a les quals és aplicable el mètode.

I.2. Principi

Després d'haver identificat els components d'una mescla, s'han d'eliminar en primer lloc les matèries no fibroses per mitjà d'un tractament previ apropiat i, després, un dels dos components, generalment per dissolució selectiva<sup>1</sup>. S'ha de pesar el residu insoluble i s'ha de calcular la proporció del component soluble a partir de la pèrdua de massa. Llevat que això plantegi dificultats tècniques, és preferible dissoldre la fibra present en una proporció més gran, a fi d'obtenir com a residu la fibra que es trobi en una proporció més petita.

I.3. Material necessari

I.3.1. Instrumental

I.3.1.1. Plaques filtrants i pesafiltres que permetin la incorporació de plaques, o qualsevol altre instrumental que doni els mateixos resultats.

I.3.1.2. Matràs de succió.

I.3.1.3. Dessecador que contingui gel de sílice acolorit mitjançant un indicador.

I.3.1.4. Forn d'assecatge amb ventilador per assecar les mostres a 105°C ± 3°C.

<sup>1</sup> El mètode núm. 12 constitueix una excepció. Es basa en la determinació del contingut en un element constitutiu d'un dels components.

- I.3.1.5. Balança analítica, sensibilitat 0,0002 g.
- I.3.1.6. Equip d'extracció Soxhlet o instrumental que permeti aconseguir els mateixos resultats.
- I.3.2. Reactius
  - I.3.2.1 Èter de petroli redestil·lat, amb punt d'ebullició entre 40°C i 60°C.
  - I.3.2.2. Els altres reactius s'esmenten en la secció corresponent de cada mètode. Tots els reactius utilitzats han de ser químicament purs.
  - I.3.2.3. Aigua destil·lada o desionitzada.
  - I.3.2.4. Acetona
  - I.3.2.5. Àcid ortofosfòric
  - I.3.2.6. Urea
  - I.3.2.7. Bicarbonat de sodi

I.4. Atmosfera de condicionament i d'anàlisi

Com que el que es determina és la massa en sec, no és necessari condicionar les mostres ni fer les anàlisis en una atmosfera condicionada.

I.5. Mostra reduïda

Escollir una mostra reduïda representativa de la mostra global per a laboratori suficient per subministrar totes les mostres d'anàlisi necessàries d'1 g cadascuna, com a mínim.

I.6. Tractament previ de la mostra reduïda<sup>2</sup>

Si hi hagués un element que no s'hagi de tenir en compte per al càlcul dels percentatges (vegeu l'apartat 3 de l'article 7 del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils), s'ha de començar per eliminar-lo mitjançant un mètode apropiat que no afecti cap dels components fibrosos.

Amb aquesta finalitat, les matèries no fibroses que es puguin extreure amb èter de petroli i aigua s'han d'eliminar tractant la mostra reduïda, assecada a l'aire, en l'extractor Soxhlet amb èter de petroli durant una hora, a una cadència mínima de sis cicles per hora. Evaporar l'èter de petroli de la mostra, que s'ha d'extreure després per tractament directe mitjançant immersió durant una hora en aigua a temperatura ambient, seguida d'immersió durant una hora en aigua a 65°C ± 5°C, agitant-ho de tant en tant. La relació mostra/aigua ha de ser d'1/100. Eliminar l'excés d'aigua de la mostra per espresada, succió o centrifugació. A continuació, deixar assecar la mostra a l'aire.

En el cas de l'elastolefina o de mesclades de fibres que continguin elastolefina i altres fibres (llana, pèl animal, seda, cotó, lli, canem, jute, abacà, espart, coco, ginesta, rami, sisal, cupro, modal, proteica, viscosa, acrílic, poliamida o niló, polièster i elastomultièster), el procediment abans descrit s'hauria de modificar lleugerament i substituir l'èter de petroli per acetona.

---

<sup>2</sup> Vegeu annex I.1

En el cas de mescles binàries que continguin elastolefina i acetat s'ha d'aplicar el següent procediment com a tractament previ. Tractar la mostra durant 10 minuts a 80°C amb una solució que contingui 25 g/l d'àcid ortofosfòric al 50% i 50 g/l d'urea. La relació mostra/aigua ha de ser d'1/100. Rentar la mostra en aigua, i després escórrer-la i rentar-la en una solució de bicarbonat de sodi al 0,1% i, finalment, rentar-la acuradament en aigua.

En cas que les matèries no fibroses no es puguin extreure amb èter de petroli i aigua, s'han d'eliminar substituint el procediment descrit més amunt per un procediment apropiat que no alteri substancialment cap dels components fibrosos. Tanmateix, per a determinades fibres vegetals naturals crues (jute, coco, per exemple) és necessari assenyalar que el tractament previ normal amb èter de petroli i aigua no elimina totes les substàncies no fibroses naturals; malgrat això, no s'han d'aplicar tractaments previs complementaris llevat que la mostra contingui aprestos no solubles en l'èter de petroli i a l'aigua.

En els informes de l'anàlisi s'han de descriure detalladament els mètodes de tractament previ utilitzats.

## I.7. Procediment d'anàlisi

### I.7.1. Instruccions generals

#### I.7.1.1. Assecatge

Totes les operacions d'assecatge s'han d'efectuar en un temps no inferior a 4 hores ni superior a 16 hores, a  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , en un forn ventilat amb una porta que estigui tancada durant tota la durada de l'assecatge. Si la durada de l'assecatge és inferior a 14 hores, s'ha de comprovar si s'ha obtingut una massa constant. Es considera que aquesta s'ha assolit quan la variació de massa, després d'un nou assecatge de 60 minuts, és inferior a 0,05%.

Durant les operacions d'assecatge, de refredament i de pesada, evitar manipular les plaques filtrants i els pesafiltres, les mostres d'anàlisi o els residus amb les mans nues.

Assecar les mostres en un pesafiltres sense tapar-lo, però amb la tapa ficada també en el forn. Després de l'assecatge, tapar el pesafiltres abans de treure'l del forn i posar-lo ràpidament en el dessecador.

Assecar en el forn la placa filtrant col·locada en un pesafiltres destapat. Introduir també en el forn la tapa del pesafiltres. Després de l'assecatge, tapar el pesafiltres i posar-lo ràpidament en el dessecador.

En cas que es faci servir un instrumental que no sigui la placa filtrant, les operacions d'assecatge en el forn s'han de portar a terme de manera que la massa en sec de les fibres es pugui determinar sense pèrdua.

#### I.7.1.2. Refredament

Efectuar totes les operacions de refredament en el dessecador, mantenint-lo al costat de la balança durant el temps suficient perquè els pesafiltres es refredin totalment i, en qualsevol cas, durant un mínim de 2 hores.

## I.7.1.3. Pesada

Després del refredament, pesar els pesafiltres en els dos minuts següents a l'acte de treure'ls del dessecador. Pesar amb 0,0002 g de precisió.

## I.7.2. Manera de treballar

Prendre de la mostra sotmesa a tractament previ una mostra d'anàlisi amb un pes mínim d'1 g. Tallar el filat o el teixit en parts de 10 mm de llarg aproximadament i disgregar-les tan bé com es pugui. Assecar la mostra en pesafiltres, refredar en un dessecador i pesar. Transferir la mostra al recipient de cristall indicat en la part corresponent del mètode comunitari; immediatament després, pesar de nou el pesafiltres i calcular per diferència la massa en sec de la mostra. Completar l'anàlisi de la manera indicada en la part corresponent del mètode aplicable. Examinar el residu al microscopi per assegurar-se que el tractament ha eliminat completament la fibra soluble.

## I.8. Càlcul i presentació dels resultats

Expressar la massa del component insoluble en forma de percentatge de la massa total de les fibres presents en la mescla. El percentatge del component soluble s'obté per diferència. Calcular els resultats sobre la base de la massa en sec de les diferents fibres pures, ajustat amb els percentatges convencionals i amb els factors de correcció necessaris per tenir en compte les pèrdues de matèria durant el tractament previ i l'anàlisi.

Aquests càlculs es fan aplicant la fórmula donada en el punt I.8.2.

## I.8.1. Càlcul del percentatge de la massa del component insoluble pur, sense tenir en compte la pèrdua de massa soferta per les fibres durant el tractament previ:

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

$P_1$  és el percentatge del component insoluble sec i pur,

$m$  és la massa en sec de la mostra després del tractament previ,

$r$  és la massa en sec del residu,

$d$  és el factor de correcció que té en compte la pèrdua de massa del component insoluble en el reactiu durant l'anàlisi. Els valors apropiats de «d» es donen en la part corresponent del text de cada mètode.

Aquests valors de «d» són, per descomptat, els valors normals aplicables a les fibres no degradades químicament.

- I.8.2. Càlcul del percentatge de la massa del component insoluble, ajustat amb els percentatges convencionals i, si s'escau, amb els factors de correcció de la pèrdua de massa ocasionada pel tractament previ:

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

$P_{1A}$  és el percentatge del component insoluble tenint en compte el percentatge convencional i la pèrdua de massa experimentada durant el tractament previ,

$P_1$  és el percentatge del component insoluble sec i pur calculat amb la fórmula indicada en el punt I.8.1,

$a_1$  és el percentatge convencional del component insoluble (annex II del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils),

$a_2$  és el percentatge convencional del component soluble (annex II del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils),

$b_1$  és la pèrdua percentual del component insoluble per efecte del tractament previ,

$b_2$  és la pèrdua percentual del component soluble per efecte del tractament previ.

El percentatge del segon component ( $P_{2A} \%$ ) és igual a  $100 - P_{1A} \%$ .

En cas que s'utilitzi un tractament previ especial, els valors de  $b_1$  i de  $b_2$  s'han de determinar, si és possible, sotmetent cadascuna de les fibres components pures al tractament previ aplicat durant l'anàlisi. S'entén per fibres pures les fibres exemptes de tota matèria no fibrosa, amb l'excepció de les que continguin normalment (per la seva naturalesa o com a conseqüència del procés de fabricació) en l'estat (cru, blanquejat) en què estiguin l'article sotmès a l'anàlisi.

En cas que no es disposi de fibres components separades i pures que hagin servit per a la fabricació de l'article sotmès a anàlisi, s'han d'adoptar els valors mitjans de  $b_1$  i de  $b_2$ , resultants de proves efectuades en fibres pures semblants a les que contingui la mescla examinada.

Si s'aplica el tractament previ normal per extracció amb èter de petroli i aigua, es poden negligir els factors de correcció  $b_1$  i  $b_2$ , llevat dels casos del cotó cru, del lli cru i del cànem cru, en els quals s'admet convencionalment que la pèrdua deguda al tractament previ és igual al 4%, i tret del cas del polipropilè, en el qual s'admet convencionalment que l'esmentada pèrdua és igual a l'1%.

En el cas d'altres fibres, s'admet convencionalment que no es tinguin en compte en els càlculs les pèrdues per efecte del tractament previ.



## II. Mètode d'anàlisi quantitativa per separació manual

### II.1. Àmbit d'aplicació

El mètode s'ha d'aplicar a les fibres tèxtils, sigui quina sigui la seva naturalesa, amb la condició que no formin una mescla íntima i que sigui possible separar-les a mà.

### II.2. Principi

Després d'haver identificat els components del teixit, primer s'han d'eliminar les matèries no fibroses mitjançant un tractament previ apropiat i després s'han de separar les fibres a mà, s'han d'assecar i pesar per calcular la proporció de cada fibra en la mescla.

### II.3. Material necessari

II.3.1. Pesafiltres o qualsevol altre instrumental que doni els mateixos resultats.

II.3.2. Dessecador que contingui gel de sílice acolorit per mitjà d'un indicador.

II.3.3. Forn d'assecatge amb ventilador per assecar les mostres a  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$ .

II.3.4. Balança analítica, sensibilitat 0,0002 g.

II.3.5. Equip d'extracció Soxhlet o instrumental que permeti el mateix resultat.

II.3.6. Agulla.

II.3.7. Torsiòmetre o aparell equivalent.

### II.4. Reactius

II.4.1. Èter de petroli redestil·lat amb un punt d'ebullició entre  $40^{\circ}\text{C}$  i  $60^{\circ}\text{C}$ .

II.4.2. Aigua destil·lada o desionitzada.

### II.5. Atmosfera de condicionament i d'anàlisi

Vegeu el punt I.4.

### II.6. Mostra reduïda

Vegeu el punt I.5.

### II.7. Tractament previ de la mostra reduïda

Vegeu el punt I.6.

### II.8. Procediment d'anàlisi

#### II.8.1. Anàlisi d'un fil

Prendre de la mostra sotmesa a tractament previ una mostra d'un pes mínim d'1 g. En cas d'un fil molt fi, l'anàlisi es pot fer sobre un llarg de 30 m com a mínim, sigui quina sigui la seva massa.

Tallar el fil en trossos de longitud convenient i separar les diferents fibres amb l'ajuda d'una agulla i, si és necessari, del torsiòmetre. Els tipus de fibres separades així s'han de posar en pesafiltres tarats i assecats a  $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$  fins a obtenir una massa constant, tal com descriuen els punts I.7.1 i I.7.2.

#### II.8.2. Anàlisi d'un teixit

Prendre de la mostra sotmesa a tractament previ una mostra d'un pes mínim d'1 g, que no sigui de l'extrem, amb les vores tallades amb precisió, sense filagarses, i paral·leles als fils d'ordit o de trama o, en cas de teixits de punt, paral·leles a les fileres i als fils dels punts. Separar els fils de tipus diferents, recollir-los en els pesafiltres tarats i procedir com indica el punt II.8.1.

#### II.9. Càlcul i presentació dels resultats

Expressar la massa de cadascun dels components en forma de percentatge del pes total de les fibres presents en la mescla. Calcular els resultats sobre la base de la massa en sec de les diferents fibres pures, ajustat amb els percentatges convencionals i amb els factors de correcció necessaris per tenir en compte les pèrdues de massa per efecte del tractament previ.

##### II.9.1. Càlcul dels percentatges de la massa en sec de les diferents fibres depurades, sense tenir en compte la pèrdua de massa soferta per les fibres per efecte del tractament previ:

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

$P_1$  és el percentatge del primer component sec i depurat,

$m_1$  és la massa del primer component sec i depurat,

$m_2$  és la massa del segon component sec i depurat.

##### II.9.2. Càlcul dels percentatges de la massa en sec de cadascun dels components, ajustat amb els percentatges convencionals i, si s'escau, amb els factors de correcció de les pèrdues de massa ocasionades pel tractament previ (vegeu el punt I.8.2).

#### III.1. Precisió dels mètodes

La precisió indicada per a cada mètode es relaciona amb la reproductibilitat.

La reproductibilitat és la fidelitat, és a dir, el més gran o més petit grau de concordança entre els valors experimentals obtinguts per operadors que treballin en laboratoris diferents o en èpoques diferents, i obtinguin cadascun d'ells amb el mateix mètode resultats individuals sobre un producte homogeni idèntic.

La reproductibilitat s'expressa pels marges de fiabilitat dels resultats, per a un marge de fiabilitat del 95%.

S'entén amb això la diferència entre dos resultats que, en una sèrie d'anàlisis efectuades en diferents laboratoris, només se superaria en el cinc per cent dels casos, aplicant normalment i correctament el mètode a una mescla homogènia idèntica.

### III.2. Informe de l'anàlisi

III.2.1. Indicar que l'anàlisi s'ha efectuat conforme al present mètode.

III.2.2. Donar informació detallada referent als tractaments previs especials (vegeu el punt I.6).

III.2.3. Indicar els resultats individuals i la mitjana aritmètica amb un decimal.

## 2. Mètodes particulars. Quadre resum

Mètode	Àmbit d'aplicació		Reactiu
	Component soluble	Component insoluble	
Núm. 1	Acetat	Altres fibres determinades	Acetona
Núm. 2	Determinades fibres proteiques	Altres fibres determinades	Hipoclorit
Núm. 3	Viscosa, cupro o determinats tipus de modal	Cotó, elastolefina o melamina	Àcid fòrmic i clorur de zinc
Núm. 4	Poliamida o niló	Altres fibres determinades	Àcid fòrmic al 80% m/m
Núm. 5	Acetat	Triacetat, elastolefina o melamina	Alcohol benzílic
Núm. 6	Triacetat o polilactida	Altres fibres determinades	Diclorometà
Núm. 7	Determinades fibres cel·lulòsiques	Polièster o elastomultièster o elastolefina	Àcid sulfúric al 75% m/m
Núm. 8	Acrílics, determinats modacrílics o determinades clorofibres	Altres fibres determinades	Dimetilformamida
Núm. 9	Determinades clorofibres	Altres fibres determinades	Disulfur de carboni/acetona, 55, 5/44, 5 v/v
Núm. 10	Acetat	Determinades clorofibres, elastolefina o melamina	Àcid acètic glacial
Núm. 11	Seda	Llana, pèl, elastolefina o melamina	Àcid sulfúric al 75% m/m
Núm. 12	Jute	Determinades fibres d'origen animal	Determinació del contingut en nitrogen
Núm. 13	Polipropilè	Altres fibres determinades	Xilè
Núm. 14	Altres fibres determinades	Clorofibres (a base de homopolímer de clorur de vinil), elastolefina o melamina	Àcid sulfúric concentrat
Núm. 15	Clorofibres, determinats modacrílics i elastans, acetats, triacetats	Altres fibres determinades	Ciclohexanona
Núm. 16	Melamina	Cotó o aramida	Àcid fòrmic calent al 90% m/m

## Mètode núm. 1

Acetat i altres fibres determinades

(Mètode de l'acetona)

### 1. Àmbit d'aplicació

El present mètode s'ha d'aplicar, després d'haver eliminat les matèries no fibroses, a mescles binàries de:

1) acetat (19)

amb

2) llana (1), pèl d'animal (2 i 3), seda (4), cotó (5), lli (7), cànem (8), jute (9), abacà (10), espart (11), coco (12), ginesta (13), rami (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), fibra proteica (23), viscosa (25), acrílic (26), poliamida o niló (30), polièster (34) elastomultièster (45), elastolefina (46) i melamina (47).

En cap cas s'ha d'aplicar aquest mètode a l'acetat desacetilat en superfície.

### 2. Principi

Les fibres d'acetat s'han de dissoldre amb acetona a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. S'ha de recollir el residu, rentat, assecat i pesat; la seva massa, corregida si s'escau, s'ha d'expressar en forma de percentatge de la massa en sec de la mescla. El percentatge d'acetat en sec s'obté per diferència.

### 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a l'apartat generalitats)

#### 3.1. Instrumental

Flascons cònics d'una capacitat mínima de 200 ml, proveïts d'un tap esmerilat.

#### 3.2 Reactiu

Acetona.

### 4. Manera de treballar

Aplicar el procediment descrit a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir 100 ml d'acetona per gram de mostra continguda en el flascó cònic d'una capacitat mínima de 200 ml proveït d'un tap esmerilat, agitar el flascó, deixar-lo durant 30 minuts a temperatura ambient agitant-lo de tant en tant i decantar després el líquid a través de la placa filtrant tarada.

Repetir aquest tractament dues vegades més (en total tres extraccions), però només durant 15 minuts cada vegada, de manera que el temps total del tractament amb acetona sigui d'una hora. Transvasar el residu a la placa filtrant. Rentar el residu en la placa filtrant per mitjà d'acetona, amb l'ajuda del buit. Omplir de nou la placa filtrant d'acetona que després s'ha de deixar filtrar naturalment, sense succió.

Finalment, escórrer la placa per mitjà del buit, assecar la placa i el residu, refredar i pesar.

### 5. Càlcul i expressió dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00, a excepció de la melamina, per a la qual "d"= 1,01.

### 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb el mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

## Mètode núm. 2

### Determinades fibres proteiques i altres fibres

#### (Mètode de l'hipoclorit)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després d'haver eliminat les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

1) determinades fibres proteiques, a saber: llana (1), pèl d'animals (2 i 3), seda (4), proteïnes (23)

amb

2) cotó (5), cupro (21), viscosa (25), acrílic (26), clorofibres (27), poliamida o niló (30), polièster (34), polipropilè (36), elastà (42) fibra de vidre (43) i elastomultièster (45), elastolefina (46) i melamina (47).

Si hi són presents diverses fibres proteiques, el mètode permet determinar-ne la quantitat total però no el percentatge individual.

#### 2. Principi

Les fibres proteiques s'han de dissoldre amb una solució d'hipoclorit a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. S'ha de recollir el residu, rentat, sec i pesat. La seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en forma de percentatge de la massa en sec de la mescla. El percentatge de les fibres proteiques seques s'obté per diferència.

Per preparar la solució d'hipoclorit es pot fer servir hipoclorit de liti o hipoclorit de sodi.

L'hipoclorit de liti és indicat quan el nombre d'anàlisis és reduït o quan les anàlisis s'efectuen amb llargs intervals de temps. L'hipoclorit de liti sòlid, contràriament a l'hipoclorit de sodi, presenta un contingut en hipoclorit pràcticament constant. Si aquest contingut és conegut, ja no és necessari determinar-lo per iodimetria en cada anàlisi i es pot treballar amb preses d'assaig d'hipoclorit de liti constants.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

- i) Flascó cònic de 250 ml amb tap de vidre esmerilat.
- ii) Termòstat regulable a  $20^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

##### 3.2. Reactius

- i) Reactiu a base d'hipoclorit
  - a) Solució d'hipoclorit de liti

Aquest reactiu ha d'estar constituït per una solució acabada de preparar que contingui  $35 (\pm 2)$  g/l de clor actiu (aproximadament 1 M) a la qual s'ha d'afegir hidròxid de sodi prèviament dissolt a raó de  $5 (\pm 0,5)$  g/l. Per preparar la solució, dissoldre 100 g d'hipoclorit de liti amb un contingut en clor actiu del 35% (o 115 g amb un contingut en clor actiu del 30%) en, aproximadament, 700 ml d'aigua destil·lada. Afegir 5 g d'hidròxid de sodi dissolt, aproximadament, en 200 ml d'aigua destil·lada i completar fins al litre amb aigua destil·lada. No és necessari controlar mitjançant iodimetria aquesta solució acabada de preparar.

## b) Solució d'hipoclorit de sodi

Aquest reactiu està constituït per una solució acabada de preparar d'un contingut en clor actiu de 35 ( $\pm 2$ ) g/l (aproximadament 1 M) a la qual s'ha afegit hidròxid de sodi prèviament dissolt a raó de 5 ( $\pm 0,5$ ) g/l. Verificar mitjançant iodimetria abans de cada anàlisi la concentració en clor actiu de la solució.

## ii) Àcid acètic diluït

Diluir 5 ml d'àcid acètic glacial en 1 l amb aigua.

## 4. Manera de treballar

Aplicar el procediment descrit a les generalitats i procedir de la manera següent:

Introduir aproximadament 1 g de la mostra en el matràs de 250 ml; afegir-hi al voltant de 100 ml de solució d'hipoclorit (hipoclorit de liti o de sodi). Agitar-ho enèrgicament per amarrar bé la mostra.

A continuació col·locar el matràs en un termòstat a 20°C durant 40 minuts; durant aquest interval de temps agitar-ho contínuament, o almenys freqüentment, i a intervals regulars. Atès el caràcter exotèrmic de la dissolució de la llana, la calor de reacció s'ha de repartir i evacuar d'aquesta manera a fi d'evitar errors importants provocats per l'atac de fibres no solubles.

Transcorreguts els 40 minuts, filtrar el contingut del matràs mitjançant una placa filtrant tarada. Esbandir el matràs amb una mica de reactiu d'hipoclorit a fi d'eliminar les fibres que encara s'hi puguin trobar i abocar-ho tot a la placa filtrant. Buidar la placa filtrant mitjançant el buit; rentar el residu successivament amb aigua, amb l'àcid acètic diluït i novament amb aigua. Durant l'esmentada operació, escórrer la placa filtrant mitjançant buit després de cada addició de líquid esperant, tanmateix, que el líquid s'hagi filtrat per gravetat.

Finalment, escórrer la placa filtrant mitjançant buit, assecar la placa amb el residu, refredar i pesar.

## 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats tal com descriuen les generalitats. El coeficient de correcció «d» té valor 1,00. Té valor 1,01 per al cotó, la viscosa, el modal i la melamina, i valor 1,03 per al cotó cru.

## 6. Precisió del mètode

En el cas de les mesclures homogènies de fibres tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

### Mètode núm. 3

Viscosa, cupro o determinats tipus de modal i cotó

(Mètode de l'àcid fòrmic i del clorur de zinc)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després d'haver eliminat les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

1) viscosa (25) o cupro (21) inclosos determinats tipus de modal (22)

amb

2) cotó (5), elastolefina (46) i melamina (47).

Si es comprova la presència d'una fibra modal, s'ha d'efectuar una prova preliminar per comprovar si aquesta fibra és soluble en el reactiu.

Aquest mètode no s'ha d'aplicar a les mescles en les quals el cotó hagi sofert una degradació química excessiva, ni quan la viscosa o el cupro s'hagin tornat parcialment insolubles per la presència de colorants o aprestos que no es puguin eliminar completament.

#### 2. Principi

Les fibres de viscosa, de cupro o de modal s'han de dissoldre, a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec, amb un reactiu compost per àcid fòrmic i clorur de zinc. S'ha de recollir el residu, rentat, assecat i pesat; després de correcció, la seva massa s'ha d'expressar en percentatge de la massa en sec de la mescla. El percentatge de viscosa, de cupro o de modal en sec s'obté per diferència.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels descrits a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

- i) Flascons cònics d'una capacitat mínima de 200 ml proveïts de tap esmerilat.
- ii) Dispositiu que permeti mantenir els flascons a  $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

##### 3.2. Reactius

- i) Solució que contingui 20 g de clorur de zinc anhidre fos i 68 g d'àcid fòrmic anhidre, portada a 100 g amb aigua (és a dir, 20 parts en pes de clorur de zinc anhidre fos en 80 parts en pes d'àcid fòrmic al 85% en pes).

Nota:

Sobre això, es recorda el punt I.3.2.2, que estableix que tots els reactius utilitzats han de ser químicament purs; a més, només s'ha de fer servir clorur de zinc anhidre fos.

- ii) Solució d'hidròxid d'amoni:

Diluir 20 ml d'una solució concentrada d'amoniac (0,880 g/l) en 980 ml d'aigua.

#### 4. Manera de treballar

Aplicar el procediment descrit a les generalitats i procedir de la manera següent:

Introduir immediatament la mostra en el flascó, prèviament escalfat a  $40^{\circ}\text{C}$ . Afegir 100 ml de solució d'àcid fòrmic i de clorur de zinc prèviament escalfada a  $40^{\circ}\text{C}$ , per g de mostra. Tancar el flascó i agitar-lo. Mantenir el flascó i el seu contingut a  $40^{\circ}\text{C}$  durant dues hores i mitja agitant-lo dues vegades a intervals d'una hora. Filtrar el

contingut del flascó a través d'una placa filtrant tarada i amb l'ajuda del reactiu, transferir-hi les fibres que puguin haver quedat en el flascó. Esbandir amb 20 ml de reactiu.

Rentar a fons la placa i el residu amb aigua a 40°C fins a la total desaparició de l'amoníac. Esbandir el residu fibrós amb 100 ml aproximadament de solució d'amoníac freda (3.2.ii), i assegurar-se que aquest residu estigui totalment submergit en la solució durant 10 minuts<sup>3</sup>; esbandir-ho després a fons amb aigua freda.

No aplicar el buit fins que cada solució de rentat no s'hagi filtrat per gravetat. Eliminar finalment el líquid restant per mitjà del buit, assecar la placa i el seu residu, refredar i pesar.

#### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,02 per al cotó, 1,01 per a la melamina i d'1,00 per a l'elastolefina.

#### 6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 2$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

#### *Mètode núm. 4*

Poliàmida o niló i altres fibres determinades

(Mètode de l'àcid fòrmic al 80%)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

1) poliàmida o niló (30)

amb

2) llana (1), pèl d'animal (2 i 3), cotó (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílic (26), clorofibres (27), polièster (34), polipropilè (36) fibra de vidre (43) elastomultièster (45), elastolefina (46) i melamina (47).

Com s'acaba d'indicar, aquest mètode s'ha d'aplicar a les mescles que continguin llana, però quan la proporció d'aquesta última sigui superior al 25%, s'ha d'aplicar el mètode núm. 2 (dissolució de la llana en solució d'hipoclorit de sodi alcalí).

#### 2. Principi

Les fibres de poliàmida s'han de dissoldre amb àcid fòrmic a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. El residu s'ha de recollir, rentat, assecat i pesat. Corregida la seva massa si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa en sec de la mescla. El percentatge de poliàmida o niló en sec s'obté per diferència.

---

<sup>3</sup> Per assegurar que el residu fibrós roman submergit, en la solució d'amoníac, per exemple, es pot adaptar a la placa filtrant un allargador amb aixeta que permeti regular el pas de l'amoníac.



### 3. Instrumental i reactius (a més dels descrits a les generalitats)

#### 3.1. Instrumental

Flascó cònic d'una capacitat mínima de 200 ml, proveït d'un tap esmerilat.

#### 3.2. Reactius

##### i) Àcid fòrmic al 80% m/m (densitat a 20°C: 1,186):

Portar 880 ml d'àcid fòrmic al 90% m/m (densitat a 20°C: 1,204), a 1 l amb aigua, o bé portar 780 ml d'àcid fòrmic al 98-100% m/m (densitat a 20°C: 1,220), a 1 l amb aigua.

La concentració no és crítica entre 77 i 83% m/m d'àcid fòrmic.

##### ii) Amoníac diluït:

Portar 80 ml d'amoníac concentrat (densitat a 20°C: 0,880), a 1 l amb aigua.

### 4. Manera de treballar

Seguir el procés descrit a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la mostra, continguda en el flascó cònic de 200 ml de capacitat mínima, 100 ml d'àcid fòrmic per gram de mostra. Tapar-lo i agitar-lo per amagar la mostra. Deixar-lo reposar durant 15 minuts a temperatura ambient, agitant-lo de tant en tant. Filtrar el contingut del flascó en una placa filtrant tarada i passar-hi les possibles fibres residuals rentant el flascó amb una mica d'àcid fòrmic. Escórrer la placa per succió i rentar el residu sobre la placa, successivament amb àcid fòrmic, aigua calenta, amoníac diluït i, finalment, amb aigua freda. Escórrer la placa filtrant per succió després de cada addició. No aplicar el buit fins que cada solució de rentat no s'hagi filtrat per gravetat. Finalment, escórrer la placa filtrant per succió, assecar-la amb el residu, refredar i pesar.

### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00, a excepció de la melamina, per a la qual "d" =1,01.

### 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

#### *Mètode núm. 5*

#### Acetat i triacetat

(Mètode de l'alcohol benzílic)

#### 1. Àmbit d'aplicació

El mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- acetat (19)

amb

- triacetat (24), elastolefina (46) i melamina (47).

## 2. Principi

Les fibres d'acetat s'han de dissoldre, a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec, amb alcohol benzílic a  $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

S'ha de recollir el residu, rentat, assecat i pesat; s'ha d'expressar la seva massa en percentatge de la massa en sec de la mescla. El percentatge d'acetat en sec s'obté per diferència.

## 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

### 3.1. Instrumental

- i) Flascó cònic d'una capacitat mínima de 200 ml proveït d'un tap esmerilat.
- ii) Agitador mecànic.
- iii) Termòstat o qualsevol altre aparell que permeti mantenir el flascó a la temperatura de  $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

### 3.2. Reactius

- i) Alcohol benzílic.
- ii) Alcohol etílic.

## 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions donades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en el flascó cònic 100 ml d'alcohol benzílic per gram de mostra.

Posar el tap, fixar el flascó a l'agitador de tal manera que se submergeixi en un bany d'aigua mantingut a  $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  i agitar-lo durant 20 minuts a aquesta temperatura (ocasionalment es pot substituir l'agitació mecànica per una enèrgica agitació manual).

Decantar el líquid a través de la placa filtrant tarada. Afegir al flascó una nova dosi d'alcohol benzílic i tornar-lo a agitar a  $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  durant vint minuts.

Decantar a través de la placa. Repetir aquest cicle d'operacions una tercera vegada.

Finalment, abocar el líquid i el residu a la placa i transferir-hi les fibres que puguin haver quedat en el flascó, utilitzant per fer-ho una quantitat suplementària d'alcohol benzílic a  $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

Escórrer bé la placa. Transferir les fibres a un flascó, esbandir amb alcohol etílic i després d'agitar manualment, decantar a través de la placa filtrant.

Repetir aquesta operació d'esbandida dues o tres vegades. Transferir el residu a la placa i escórrer-la a fons. Assecar la placa i el residu, refredar i pesar.

## 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00, a excepció de la melamina, per a la qual "d"= 1,01 .

## 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

## Mètode núm. 6

### Triacetat i altres fibres determinades

#### (Mètode del diclorometà)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

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

amb

2) llana (1), pèl animal (2 i 3), seda (4), cotó (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílic (26), poliamida o niló (30), polièster (34), fibra de vidre (43), elastomultièster (45), elastolefina (46) i melamina (47).

Nota:

Les fibres de triacetat parcialment saponificades per un aprest especial deixen de ser completament solubles en el reactiu. En aquest cas, el mètode no és aplicable.

#### 2. Principi

Les fibres de triacetat o polilactida amb diclorometà s'han de dissoldre a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. El residu s'ha de recollir, rentar, assecat i pesar; la seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. El percentatge de triacetat o polilactida en sec s'obté per diferència.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

Flascó cònic d'una capacitat mínima de 200 ml proveït d'un tap esmerilat.

##### 3.2. Reactiu

Diclorometà (clorur de metilè).

#### 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions donades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en un flascó cònic de 200 ml proveït d'un tap esmerilat 100 ml de diclorometà per gram de mostra; posar el tap, agitar el flascó cada deu minuts per amagar bé la mostra i deixar reposar el flascó durant 30 minuts a temperatura ambient, agitant-lo a intervals regulars. Decantar el líquid a través de la placa filtrant tarada. Afegir 60 ml de diclorometà al flascó que contingui el residu, agitar-lo manualment i filtrar el contingut del flascó a través de la placa filtrant. Transferir-hi les fibres residuals amb ajuda d'una petita quantitat suplementària de diclorometà. Aplicar el buit a la placa per eliminar l'excés de líquid, omplir-la de nou de diclorometà i deixar que aquest es filtri per gravetat.

Finalment, aplicar el buit per eliminar l'excés de líquid, tractar a continuació el residu amb aigua bullint per eliminar tot el dissolvent, aplicar el buit, assecat la placa i el residu, refredar i pesar.

#### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats segons el que descriuen les generalitats. El valor de "d" és d'1,00, llevat per al polièster, l'elastomultièster, l'elastolefina i melamina, per als quals el valor de "d" és d'1,01.

## 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

### *Mètode núm. 7*

Determinades fibres cel·lulòsiques i polièster  
(Mètode de l'àcid sulfúric al 75%)

## 1. Àmbit d'aplicació

El mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

1) cotó (5), lli (7), cànem (8), rami (14), cupro (21), modal (22), viscosa (25)

amb

2) polièster (34) elastomultièster (45) i elastolefina (46).

## 2. Principi

Les fibres cel·lulòsiques s'han de dissoldre amb àcid sulfúric al 75% a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. El residu s'ha de recollir rentat, assecat i pesat; la seva massa s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. La proporció de fibres cel·lulòsiques seques s'obté per diferència.

## 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

### 3.1. Instrumental

i) Flascó cònic d'una capacitat mínima de 500 ml, proveït d'un tap esmerilat.

ii) Termòstat o qualsevol altre aparell que permeti mantenir el flascó a temperatura de  $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ .

### 3.2. Reactius

i) Àcid sulfúric al 75%  $\pm 2\%$  m/m:

Afegir amb cura i refredant-los 700 ml d'àcid sulfúric de densitat 1,84 a  $20^{\circ}\text{C}$ , a 350 ml d'aigua destil·lada. Una vegada refredada la solució a temperatura ambient, portar el volum a 1 l amb aigua.

ii) Solució d'amoníac diluïda:

Diluir 80 ml de solució d'amoníac de densitat 0,88 a  $20^{\circ}\text{C}$  en 920 ml d'aigua.

## 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions donades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en el flascó cònic de 500 ml de capacitat mínima proveït d'un tap esmerilat 200 ml d'àcid sulfúric al 75% per gram de mostra; posar-hi el tap i agitar amb cura el flascó per amarrar bé la presa de prova. Mantenir el flascó a  $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$  durant una hora agitant-lo a intervals regulars d'aproximadament 10 minuts. Filtrar per succió el contingut del flascó a través d'una placa filtrant tarada. Transferir-hi les fibres residuals esbandint el flascó amb una mica d'àcid sulfúric al 75%. Escórrer la placa mitjançant succió i rentar una vegada el residu que hi hagi a la placa, i omplir-la d'àcid sulfúric al 75%. No aplicar el buit fins que l'àcid no s'hagi filtrat per gravetat.

Rentar el residu diverses vegades amb aigua freda, dues vegades amb la solució d'amoníac diluïda, i després a fons amb aigua freda, i escórrer la placa per succió després de cada addició. No aplicar el buit fins que cadascuna de les solucions de rentat no s'hagi filtrat per gravetat. Eliminar finalment el líquid restant per mitjà del buit, assecat la placa i el residu, refredar i pesar.

#### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00.

#### 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors al  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

### *Mètode núm. 8*

Acríliques, determinades modacríliques o determinades clorofibres i altres fibres determinades

(Mètode del dimetilformamida)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- 1) acrílics (26), determinats modacrílics (29) o determinades clorofibres (27)<sup>4</sup> amb
- 2) llana (1), pèl animal (2 i 3), seda (4), cotó (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), poliamida o niló (30), polièster (34) elastomultièster (45), elastolefina (46) i melamina (47).

També s'ha d'aplicar als acrílics i a determinats modacrílics tractats amb colorants premetal·litzats, però no als tractats amb colorants cromotròpics.

#### 2. Principi

Les fibres acríliques, determinades modacríliques o determinades clorofibres s'han de dissoldre a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec per mitjà de dimetilformamida a temperatura de bany maria bullint. El residu s'ha de recollir, rentat, assecat i pesat. La seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec i el percentatge d'acrílics, modacrílics o de clorofibres seques s'obté per diferència.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

- i) Flascó cònic d'una capacitat mínima de 200 ml, proveït d'un tap esmerilat.
- ii) Bany maria en ebullició.

<sup>4</sup> Abans de procedir a l'anàlisi s'ha de comprovar la solubilitat d'aquestes modacríliques o clorofibres en el reactiu.

### 3.2. Reactiu

Dimetilformamida (punt d'ebullició  $153^{\circ}\text{C} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) que no contingui més d'un 0,1% d'aigua.

Es recomana treballar amb una protecció adequada, ja que aquest reactiu és tòxic.

### 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions donades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en el flascó cònic 80 ml de dimetilformamida per gram de mostra escalfada prèviament al bany maria bullint, tancar-lo, agitar-lo perquè la presa de prova s'amari bé i mantenir-lo en el bany maria bullint durant una hora.

Agitar manualment el flascó i el seu contingut cinc vegades durant aquest temps, procedint amb cura.

Decantar el líquid a través d'una placa filtrant tarada, mantenint les fibres en el flascó cònic. Afegir al flascó 60 ml de dimetilformamida i tornar-lo a escalfar durant 30 minuts. Durant aquest temps, agitar manualment el flascó i el seu contingut dues vegades, procedint amb cura.

Filtrar per mitjà del buit el contingut del flascó a través de la placa filtrant.

Transferir les fibres residuals a la placa filtrant esbandint el matràs amb dimetilformamida. Aplicar el buit per eliminar l'excés de líquid. Rentar el residu amb aproximadament 1 l d'aigua calenta a  $70-80^{\circ}\text{C}$ . La placa filtrant s'ha d'omplir d'aigua cada vegada. Després de cada addició d'aigua aplicar breument el buit, però només després que l'aigua s'hagi filtrat per gravetat. Si el líquid de rentat filtra massa lentament a través de la placa filtrant es pot aplicar el buit lleugerament.

Assecar la placa filtrant amb el residu, refredar i pesar.

### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats segons el que descriuen les generalitats. El valor de "d" és d'1,00, excepte en els casos següents:

Llana .....	1,01
Cotó .....	1,01
Cupro .....	1,01
Modal .....	1,01
Polièster .....	1,01
Elastomultièster .....	1,01
Melamina .....	1,01

### 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

*Mètode núm. 9*

Determinades clorofibres i altres fibres determinades

(Mètode del sulfur de carboni/acetona 55,5/44,5)

## 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- 1) determinades clorofibres (27), a saber, determinats policlorurs de vinil, superclorats o no<sup>5</sup>

amb

- 2) llana (1), pèl animal (2 i 3), seda (4), cotó (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílic (26), poliamida o niló (30), polièster (34), fibra de vidre (43), elastomultièster (45) i melamina (47).

Si el contingut en llana o en seda de la mescla sobrepassa el 25%, convé utilitzar el mètode núm. 2.

Si el contingut en poliamida o niló sobrepassa el 25% en la mescla, cal fer servir el mètode núm. 4.

## 2. Principi

S'han de dissoldre les fibres de clorofibres a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec amb ajuda de la mescla azeotròpica de sulfur de carboni i d'acetona. El residu s'ha de recollir rentat, assecat i pesat; la seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. El percentatge de fibres de policlorur de vinil seques s'obté per diferència.

## 3. Instrumental i reactius (a més dels descrits a les generalitats)

## 3.1. Instrumental

- i) Flascó cònic d'una capacitat mínima de 200 ml proveït d'un tap esmerilat.
- ii) Agitador mecànic.

## 3.2. Reactius

- i) Mescla azeotròpica de sulfur de carboni i d'acetona (55,5% de sulfur de carboni i 44,5% d'acetona en volum). Es recomana treballar amb una protecció adequada ja que aquest reactiu és tòxic.
- ii) Alcohol etílic al 92% en volum, o alcohol metílic.

## 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions donades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en el flascó cònic de 200 ml de capacitat mínima proveït d'un tap esmerilat 100 ml de mescla azeotròpica per gram de mostra. Tapar convenientment el flascó i agitar-lo a temperatura ambient durant 20 minuts per mitjà de l'agitador mecànic, o manualment de manera vigorosa. Decantar el líquid flotant a través de la placa filtrant tarada.

---

<sup>5</sup> Abans de procedir a l'anàlisi s'ha de comprovar la solubilitat d'aquestes modacríliques o clorofibres en el reactiu.

Repetir el tractament amb uns altres 100 ml de dissolvent. Continuar aquest cicle d'operacions fins que una gota de líquid d'extracció col·locada sobre un vidre de rellotge no deixi dipòsit de polímer després d'evaporar-se. Transferir el residu a una placa filtrant amb ajuda d'una quantitat suplementària de dissolvent, aplicar el buit per eliminar el líquid i esbandir la placa filtrant i el residu, primer amb 20 ml d'alcohol i després, tres vegades amb aigua. Deixar que la solució de rentat es filtri per gravetat abans d'aplicar el buit per eliminar la resta del líquid. Assecar la placa filtrant i el residu, refredar i pesar.

Nota:

Les mostres de determinades mescules amb alt contingut de policlorur de vinil encongeixen notablement durant l'operació d'assecatge, i això comporta un retard en la dissolució del policlorur de vinil pel dissolvent. Tanmateix, aquesta contracció no impedeix la dissolució total del policlorur de vinil.

#### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00 a excepció de la melamina, per a la qual és "d"= 1,01.

#### 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

### *Mètode núm. 10*

Acetat i determinades clorofibres

(Mètode de l'àcid acètic glacial)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescules binàries de:

1) acetat (19)

amb

2) algunes clorofibres (27), a saber, el policlorur de vinil superclorat o no, l'elastolefina (46) i la melamina (47).

#### 2. Principi

Les fibres d'acetat s'han de dissoldre a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec amb àcid acètic glacial. El residu s'ha de recollir rentat, assecat i pesat; la seva massa, corregida quan sigui necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. El percentatge d'acetat sec s'obté per diferència.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels descrits a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

- i) Flascó cònic d'una capacitat mínima de 200 ml, proveït d'un tap esmerilat.
- ii) Agitador mecànic.

##### 3.2. Reactiu

Àcid acètic glacial (més del 99%). Aquest reactiu s'ha de manipular amb precaució, ja que és extremadament càustic.



#### 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions donades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en un flascó cònic de 200 ml de capacitat mínima proveït d'un tap esmerilat 100 ml d'àcid acètic glacial per gram de mostra. Tapar convenientment el flascó i agitar-lo durant 20 minuts a temperatura ambient per mitjà de l'agitador mecànic, o manualment de manera vigorosa. Decantar el líquid de la superfície a través de la placa filtrant tarada. Repetir aquest tractament dues vegades més utilitzant cada vegada 100 ml de dissolvent, de manera que s'efectuïn tres extraccions en total. Transferir el residu a la placa filtrant, aplicar el buit per eliminar el líquid i esbandir la placa i el residu, primer amb 50 ml d'àcid acètic glacial, i després, tres vegades amb aigua. Després de cada esbandida deixar que la solució es filtri per gravetat abans d'aplicar-hi el buit. Assecar la placa i el residu, refredar i pesar.

#### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular el resultat de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00.

#### 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

#### *Mètode núm. 11*

Seda i llana o pèls

(Mètode de l'àcid sulfúric al 75%)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

1) seda (4)

amb

2) llana (1) o pèls d'animals (2 i 3), l'elastolefina (46) i la melamina (47).

#### 2. Principi

Les fibres de seda s'han de dissoldre a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec per mitjà d'àcid sulfúric al 75% m/m<sup>6</sup>.

El residu s'ha de recollir rentat, assecat i pesat; la seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa total de la mescla en estat sec. El percentatge de seda en sec s'obté per diferència.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels descrits a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

Flascons cònics d'una capacitat mínima de 200 ml proveïts d'un tap esmerilat.

---

<sup>6</sup> Aquests reactius no han de tenir nitrogen.

### 3.2. Reactius

- i) Àcid sulfúric al 75%  $\pm$  2% m/m:

Afegir amb cura, i refredant-los, 700 ml d'àcid sulfúric de densitat 1,84 a 20°C, a 350 ml d'aigua destil·lada.

Després de refredar fins a assolir la temperatura ambient, portar el volum a un litre amb aigua.

- ii) Àcid sulfúric diluït: afegir lentament 100 ml d'àcid sulfúric, de densitat 1,84 a 20°C, a 1 900 ml d'aigua destil·lada.

- iii) Amoníac diluït: portar 200 ml d'amoníac concentrat, de densitat 0,880 a 20°C, a 1 000 ml amb aigua.

### 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions donades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la mostra d'anàlisi continguda en un flascó cònic de 200 ml com a mínim, proveït d'un tap esmerilat, 100 ml d'àcid sulfúric al 75% per gram de mostra, i taparlo. Agitar-lo vigorosament i deixar-lo 30 minuts a temperatura ambient. Tornar-lo a agitar i deixar uns altres 30 minuts. Agitar-lo una última vegada i filtrar el contingut del flascó a través de la placa filtrant tarada. Arrossegant les fibres que puguin haver quedat en la placa amb àcid sulfúric al 75%. Rentar el residu sobre la placa filtrant, successivament amb 50 ml d'àcid sulfúric diluït, 50 ml d'aigua, i 50 ml d'amoníac diluït. Deixar cada vegada les fibres en contacte amb el líquid durant aproximadament 10 minuts abans d'aplicar el buit. Esbandir finalment amb aigua i deixar les fibres en contacte amb l'aigua durant 30 minuts aproximadament. Aplicar el buit per eliminar la resta del líquid. Assecar la placa filtrant i el residu, refredar i pesar.

### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és de 0,985 per a la llana, d'1,00 per a l'elastolefina i d'1,01 per a la melamina.

### 6. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$  per a un marge de fiabilitat del 95%.

### *Mètode núm. 12*

Jute i algunes fibres d'origen animal

(Mètode per determinació del contingut en nitrogen)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- 1) jute (9)

amb

- 2) algunes fibres d'origen animal.

Aquestes últimes poden estar constituïdes per pèls (2 i 3) o per llana (1) o per una mescla de pèls i de llana. Aquest mètode no s'ha d'aplicar a mescles tèxtils que portin matèries no fibroses (colorants, aprestos, etc.) a base de nitrogen.

## 2. Principi

S'ha de determinar el contingut en nitrogen de la mescla, i s'ha de calcular, a partir d'aquesta dada i del contingut en nitrogen conegut dels dos components, la proporció de cadascun dels components de la mescla.

## 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

### 3.1. Instrumental

- i) Matràs de digestió Kjeldahl de 200 a 300 ml.
- ii) Aparells de destil·lació Kjeldahl per arrossegament de vapor.
- iii) Instrumental de valoració per retrocés que permeti una precisió de 0,05 ml.

### 3.2. Reactius

- i) Toluè.
- ii) Metanol.
- iii) Àcid sulfúric de densitat 1,84 a 20°C<sup>7</sup>.
- iv) Sulfat de potassi<sup>7</sup>.
- v) Biòxid de seleni<sup>7</sup>.
- vi) Solució d'hidròxid de sodi (400 g/litre). Dissoldre 400 g d'hidròxid de sodi en 400-500 ml d'aigua i portar-ho a un litre amb aigua.
- vii) Mescla d'indicadors:  
Dissoldre 0,1 g de vermell de metil en 95 ml d'etanol i 5 ml d'aigua, i mesclar aquesta solució amb 0,5 g de verd de bromocresol dissolt en 475 ml d'etanol i 25 ml d'aigua.
- viii) Solució d'àcid bòric:  
Dissoldre 20 g d'àcid bòric en un litre d'aigua.
- ix) Àcid sulfúric 0,02 N (solució volumètrica patró).

## 4. Tractament previ de la mostra reduïda

El tractament previ descrit a les generalitats s'ha de substituir pel tractament previ següent:

En un aparell Soxhlet tractar la mostra assecada a l'aire amb una mescla d'un volum de toluè i de tres volums de metanol durant quatre hores, a una cadència mínima de cinc cicles per hora. Exposar la mescla a l'aire per permetre l'evaporació del dissolvent i eliminar-ne les últimes restes per escalfament en un forn a 105°C ± 3°C. Tractar després la mostra en aigua (50 ml/g de mostra), fent-la bullir per reflux durant 30 minuts. Filtrar, reintroduir la mostra en el flascó i repetir l'extracció amb un volum idèntic d'aigua. Filtrar, eliminar l'excés d'aigua de la mostra, per espremuda, succió o centrifugació i assecar després la mostra a l'aire.

Nota:

El toluè i el metanol són tòxics. Convé utilitzar aquests productes amb gran prudència.

## 5. Manera de treballar

### 5.1. Instruccions generals

Pel que fa a la presa, l'assecatge i la pesada de la mostra, seguir el procediment descrit a les generalitats.

---

<sup>7</sup> Aquests reactius no tenen nitrogen.

## 5.2. Procediments detallats

Transferir al matràs de digestió Kjeldahl una mostra que pesi com a mínim 1 g. Afegir a la mostra continguda en el matràs de digestió i respectant l'ordre següent 2,5 g de sulfat de potassi, 0,1-0,2 g de biòxid de seleni i 10 ml d'àcid sulfúric ( $d = 1,84$ ). Escalfar el matràs, primer lentament, fins a la destrucció total de les fibres, després a foc més fort, fins que la solució es torni clara i pràcticament incolora. Continuar escalfant-lo durant 15 minuts. Deixar refredar el matràs, afegir amb cura al contingut 10-20 ml d'aigua, refredar, transferir el contingut quantitativament a un matràs aforat de 200 ml i enrasar amb aigua per obtenir la solució d'anàlisi.

Introduir prop de 20 ml de solució d'àcid bòric en un flascó cònic de 100 ml i situar aquest últim sota el refrigerador de l'aparell de destil·lació Kjeldahl de manera que el tub de sortida quedi submergit just per sota de la superfície de la solució d'àcid bòric. Transferir exactament 10 ml de la solució d'anàlisi al matràs de destil·lació, introduir un mínim de 5 ml de solució d'hidròxid de sodi en l'embut, aixecar lleugerament el tap i deixar que la solució d'hidròxid de sodi caigui lentament en el matràs. Si la solució d'anàlisi i la solució d'hidròxid de sodi tendessin a formar dues capes diferents, mesclar-les i agitar-les amb cura. Escalfar lleugerament el matràs de destil·lació i introduir en el líquid el vapor procedent del generador. Recollir 20 ml aproximadament del destil·lat, baixar el flascó cònic de manera que l'extremitat del tub del refrigerador quedi situada a uns 20 mm per sota de la superfície del líquid i destil·lar-lo durant un minut més. Esbandir l'extremitat del tub amb aigua, i recollir el líquid de rentat en el flascó cònic. Retirar aquest últim i col·locar un segon flascó cònic que contingui prop de 10 ml de solució d'àcid bòric i a continuació recollir aproximadament 10 ml del destil·lat.

Valorar separatament els dos destil·lats amb àcid sulfúric 0,02 N utilitzant la mescla d'indicadors. Anotar els resultats de les respectives valoracions. Si la valoració del segon destil·lat donés un resultat superior a 0,2 ml, repetir la prova i començar de nou la destil·lació utilitzant una altra part alíquota de la solució d'anàlisi.

Efectuar una prova en blanc, en què només se sotmetin a la digestió i a la destil·lació els reactius.

## 6. Càlcul i presentació dels resultats

- 6.1. Calcular el percentatge de nitrogen contingut a la mostra en estat sec de la manera següent:

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

A% = percentatge de nitrogen a la mostra seca i pura,

V = volum total en ml d'àcid sulfúric patró utilitzat per a la determinació,

b = volum total en ml d'àcid sulfúric patró utilitzat per a la prova en blanc,

N = valoració real de l'àcid sulfúric patró,

W = massa(g) de la mostra d'anàlisi en estat sec.

- 6.2. Aplicant valors del 0,22% per al contingut en nitrogen del jute, i del 16,2% per al de les fibres d'origen animal (els dos percentatges expressats sobre la massa en sec de les fibres), calcular la composició de la mescla amb ajuda de la següent fórmula:

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

PA% = percentatge de fibres d'origen animal a la mostra.

## 7. Precisió del mètode

Sobre una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

### *Mètode núm. 13*

Polipropilè i altres fibres determinades

(Mètode al xilè)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, una vegada eliminades les matèries no fibroses, a les mescles binàries de fibres de:

- 1) polipropilè (36)

amb

- 2) llana (1), pèl animal (2 i 3), seda (4), cotó (5), acetat (19), cupro (21), modal (22), triacetat (24), viscosa (25), acrílic (26), poliamida o niló (30), polièster (34), fibra de vidre (43), elastomultièster (45) i melamina (47).

#### 2. Principi

La fibra de polipropilè s'ha de dissoldre a partir d'una massa coneguda de la mescla en estat sec per dissolució en xilè en ebullició. El residu s'ha de recollir, rentat, assecat i pesat; la seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. El percentatge de polipropilè s'obté per diferència.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

- i) Flascons cònics, capacitat mínima 200 ml, proveïts d'un tap esmerilat;
- ii) Refrigerant de reflux (adaptat a líquids de punt d'ebullició elevat) amb esmerilat adaptable als flascons cònics i).

##### 3.2. Reactiu

Xilè que destil·li entre 137°C i 142°C.

Nota:

Aquest reactiu és molt inflamable i produeix vapors tòxics. S'han de prendre precaucions quan s'utilitzi.

#### 4. Manera de treballar

Seguir el procediment descrit a les generalitats, i procedir després de la manera següent:

A la mostra d'anàlisi col·locada en el flascó cònic [3.1.i)] afegir-hi 100 ml de xilè (3.2) per gram de mostra. Col·locar el refrigerant [3.1.ii)] i portar-ho a ebullició, que s'ha de mantenir durant 3 minuts. Decantar immediatament el líquid calent en la placa filtrant tarada (vegeu la nota 1). Repetir l'esmentat tractament dues vegades més utilitzant cada vegada 50 ml de dissolvent.

Rentar el residu que quedi en el flascó amb 30 ml de xilè bullint (dues vegades), i després, també dues vegades, amb 75 ml cada vegada d'èter de petroli (1.3.2.1 de les generalitats).

Després del segon rentat amb èter de petroli, filtrar el contingut del flascó a través de la placa filtrant i transferir les fibres residuals a la placa amb ajuda d'una petita quantitat suplementària d'èter de petroli. Fer que s'evapori completament el dissolvent. Assecar la placa i el residu, refredar-los i pesar-los.

Notes:

- 1) La placa filtrant en la qual es decanti el xilè s'ha d'escalfar prèviament.
- 2) Després del tractament amb xilè bullint, assegurar-se que el flascó que contingui el residu està prou fred abans d'introduir-hi l'èter de petroli.
- 3) Per evitar als analistes els perills derivats de la inflamabilitat i toxicitat dels productes que es manegen es poden fer servir aparells d'extracció a la calor i maneres de treballar apropiades que donin els mateixos resultats<sup>8</sup>.

#### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és 1,00, a excepció de la melamina, per a la qual és 1,01.

#### 6. Precisió del mètode

Amb una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb l'esmentat mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

##### *Mètode núm. 14*

Clorofibres (a base d'homopolímer de clorur de vinil) i altres fibres determinades  
(Mètode a l'àcid sulfúric concentrat)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, una vegada eliminades les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- 1) cotó (5), acetat (19), cupro (21), modal (22), triacetat (24), viscosa (25), determinats acrílics (26), determinats modacrílics (29), poliamida o niló (30), polièster (34) i elastomultièster (45).

amb

- 2) clorofibres (27) a base d'homopolímer de clorur de vinil (sobrecolorat o no), elastolefina (46) i melamina (47).

Els modacrílics de què es tracta són els que donen una solució límpida per immersió en àcid sulfúric concentrat (densitat relativa = 1,84 g/ml a 20 °C).

L'esmentat mètode es pot utilitzar concretament en substitució dels mètodes núm. 8 i núm. 9.

<sup>8</sup> Vegeu, per exemple, el material descrit a Melliand Textilberichte 56 (1975) pàg. 643-645.

## 2. Principi

Les fibres diferents de la clorofibra, l'elastolefina o la melamina (és a dir, les esmentades en l'apartat 1.1) s'han d'eliminar a partir d'una massa coneguda de la mescla en estat sec per dissolució en àcid sulfúric concentrat ( $d_{20} = 1,84$  g/ml). El residu, constituït per la clorofibra, l'elastolefina o la melamina, s'ha de recollir, rentar, assecar i pesar; la seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. La proporció del segon constituent s'obté per diferència.

## 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

### 3.1. Instrumental

- i) Flascons cònics, capacitat mínima 200 ml, proveïts d'un tap esmerilat.
- ii) Vareta de vidre d'extrem pla.

### 3.2. Reactius

- i) Àcid sulfúric concentrat ( $d_{20} = 1,84$  g/ml).
- ii) Àcid sulfúric, solució aquosa, al voltant de 50% (m/m) d'àcid sulfúric.  
Per preparar aquest reactiu, afegir, amb precaució i refredant-los 400 ml d'àcid sulfúric ( $d_{20} = 1,84$  g/ml) a 500 ml d'aigua. Quan s'hagi refredat la solució a temperatura ambient, portar fins a un litre amb aigua.

- iii) Amoníac, solució diluïda.

Diluir amb aigua destil·lada 60 ml d'una solució d'amoníac concentrat ( $d_{20} = 0,880$  g/ml) per obtenir-ne un litre.

## 4. Manera de treballar

Seguir el procediment descrit a les generalitats, i procedir després de la manera següent:

A la presa de mostra col·locada en el flascó [3.1.i)] afegir-hi 100 ml d'àcid sulfúric [3.2.i)] per gram de presa de mostra.

Deixar deu minuts a temperatura ambient; agitar de tant en tant la presa de mostra amb ajuda de la vareta de vidre. Si es tracta d'una tela o d'un teixit de punt, aixafar-lo contra la paret del flascó i exercir una lleugera pressió amb ajuda de la vareta de vidre perquè la matèria dissolta se separi amb l'àcid sulfúric.

Decantar el líquid en la placa filtrant tarada. Afegir al flascó altres 100 ml d'àcid sulfúric [3.2.i)] i repetir la mateixa operació. Abocar el contingut del flascó a la placa i transferir-hi el residu fibrós amb ajuda de la vareta de vidre. Si és necessari, afegir al flascó una mica d'àcid sulfúric concentrat [3.2.i)] per arrossegar les fibres que hagin pogut quedar adherides a les parets. Buidar la placa per aspiració; buidar el filtrat del flascó o canviar de flascó, rentar després el residu en la placa primer amb la solució d'àcid sulfúric a 50% [3.2.ii)], després amb aigua destil·lada o desionitzada (1.3.2.3 de les generalitats), a continuació amb la solució d'amoníac [3.2.iii)], i finalment rentar a fons amb aigua destil·lada o desionitzada, i buidar completament la placa mitjançant aspiració després de cada addició (no aplicar l'aspiració durant l'operació de rentat, esperar que el líquid hagi escorregut per gravetat).

Assecar la placa i el residu, refredar-los i pesar-los.

## 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera indicada a les generalitats. El valor de «d» és 1,00, a excepció de la melamina, per a la qual "d" = 1,01.

## 6. Precisió del mètode

Amb una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb l'esmentat mètode no han de ser superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

### *Mètode núm. 15*

Clorofibra, determinats modacrílics i elastans, acetat, triacetat i altres fibres

(Mètode de la ciclohexanona)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

1) acetat (19), triacetat (24), clorofibres (27), determinats modacrílics (29) i determinats elastans (39)

amb

2) llana (1), pèls d'animals (2 i 3), seda (4), cotó (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílic (26), poliamida o niló (30), vidre tèxtil (40) i melamina (47).

Si s'observa la presència d'una fibra modacrílica o elastana, s'ha de procedir a efectuar un assaig preliminar a fi de determinar si és completament soluble en el reactiu.

Per analitzar les mescles que contenen clorofibres també es pot aplicar el mètode núm. 9 o el mètode núm. 14.

#### 2. Principi

Les fibres d'acetat, de triacetat, les clorofibres, determinats modacrílics i elastans, es dissolen a partir d'una massa coneguda de mescla en el seu estat sec, per extracció a temperatura pròxima a la d'ebullició mitjançant ciclohexanona. El residu s'ha de recollir, rentat, assecat i pesat; la seva massa, corregida si és necessari, s'ha d'expressar en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. El percentatge en estat sec de clorofibra, modacrílic, elastà, acetat i triacetat s'obté per diferència.

#### 3. Instrumental i reactius (a més dels esmentats a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

- i) Aparell per a l'extracció en calent que permeti seguir la manera de treballar que preveu el punt 4 [vegeu el croquis variant de l'instrumental descrit a Melliand Textilberichte 56 (1975) pàg. 643-645].
- ii) Placa filtrant en què s'ha de col·locar la mostra.
- iii) Placa porosa, porositat 1.
- iv) Refrigerant de reflux adaptable al matràs de destil·lació.
- v) Aparell tèrmic.

##### 3.2. Reactius

- i) Ciclohexanona, punt d'ebullició a 156°C.
- ii) Alcohol etílic diluït a un 50% del volum.

Nota:

La ciclohexanona és inflamable i tòxica; quan es faci servir, s'han de prendre mesures de protecció adequades.



#### 4. Manera de treballar

Seguir les instruccions facilitades a les generalitats i procedir de la manera següent:

Abocar en el matràs de destil·lació 100 ml de ciclohexanona per gram de matèria, inserir el recipient d'extracció en el qual s'han col·locat prèviament la placa filtrant amb la mostra i la placa porosa que s'ha de mantenir lleugerament inclinada. Introduir el refrigerant de reflux. Portar a ebullició i continuar l'extracció durant 60 minuts a una velocitat mínima de 12 cicles per hora. Després de l'extracció i del refredament, retirar el recipient d'extracció, treure la placa filtrant i retirar la placa porosa. Rentar 3 o 4 vegades el contingut de la placa filtrant amb alcohol etílic al 50% preescalfat a uns 60°C i després amb 1 l d'aigua a 60°C.

Durant i entre cadascun dels rentats, no s'ha d'aplicar el buit, sinó que s'ha de deixar que el dissolvent es buidi per gravetat i aplicar a continuació el buit.

Assecar la placa amb el residu, refredar i pesar.

#### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00, excepte per a:

Seda i melamina .....	1,01
Acrílic .....	0,98

#### 6. Precisió del mètode

En mescles homogènies de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts mitjançant aquest mètode no són superiors a  $\pm 1$ , per a un marge de fiabilitat del 95%.

#### *Mètode núm. 16*

Melamina i altres fibres determinades

(Mètode que utilitza àcid fòrmic calent)

#### 1. Àmbit d'aplicació

Aquest mètode s'ha d'aplicar, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- 1) melamina (47)  
amb
- 2) cotó (5) i aramida (31).

#### 2. Principi

La melamina s'elimina a partir d'una massa coneguda de la mescla en estat sec per dissolució en àcid fòrmic calent (90% de massa).

El residu es recull, es renta, s'asseca i es pesa; la seva massa, corregida si és necessari, s'expressa en percentatge de la massa de la mescla en estat sec. La proporció del segon constituent s'obté per diferència.

Nota: És necessari mantenir estrictament la gamma de temperatura recomanada perquè la solubilitat de la melamina depèn moltíssim de la temperatura.

#### 3. Instrumental i reactius (amb excepció dels especificats a les generalitats)

##### 3.1. Instrumental

- i) flascó cònic amb tap esmerilat d'almenys 200 ml de capacitat,
- ii) bany d'aigua amb agitació o un altre instrument per agitar i mantenir el flascó a  $(90 \pm 2)^\circ\text{C}$ .

### 3.2. Reactius

- i) àcid fòrmic (al 90% m/m, densitat relativa a 20°C: 1,204 g/ml). Diluir 890 ml del 98 al 100% d'àcid fòrmic m/m (densitat relativa a 20°C: 1,220 g/ml) fins a 1 litre amb aigua.

L'àcid fòrmic calent és molt corrosiu i s'ha de manejar amb cura,

- ii) amoníac, solució diluïda: diluir 80 ml de solució d'amoníac concentrat (densitat relativa a 20°C: 0,880 g/ml) a 1 litre amb aigua.

### 4. Manera de treballar

Seguir el procediment descrit a les generalitats, i després procedir de la manera següent:

A la mostra d'anàlisi continguda en el flascó cònic amb tap esmerilat d'almenys 200 ml de capacitat, afegir-hi 100 ml d'àcid fòrmic per gram de mostra d'anàlisi. Inserir el tap i agitar el flascó per mullar l'espècimen. Mantenir el flascó en un bany d'aigua amb agitació a  $90 \pm 2^\circ\text{C}$  durant una hora, agitant-lo enèrgicament. Refredar el flascó fins a la temperatura ambient. Decantar el líquid a través de la placa filtrant tarada. Afegir 50 ml d'àcid fòrmic al flascó que conté el residu, agitar-lo manualment i filtrar el contingut del flascó a través de la placa filtrant. Transferir qualsevol fibra residual al gresol rentant el flascó amb una mica més de reactiu d'àcid fòrmic. Escórrer el gresol per succió i rentar el residu amb el reactiu d'àcid fòrmic, aigua calenta, la solució diluïda d'amoníac i, finalment, aigua freda, i escórrer el gresol amb la succió després de cada addició. No aplicar-hi la succió fins que cada solució de rentat s'hagi escorregut per la força de la gravetat. Finalment, escórrer el gresol per succió, assecar el gresol i el residu, refredar-los i pesar-los.

Nota: La temperatura té una influència molt gran sobre les propietats de solubilitat de la melamina, per la qual cosa s'ha de controlar molt.

### 5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera descrita a les generalitats. El valor de "d" per al cotó i l'aramida és 1,02.

### 6. Precisió del mètode

En mesclures homogènies de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no han de ser superiors a  $\pm 2$  per a un marge de fiabilitat del 95%."

*Croquis previst en el punt 3.1.i) del mètode núm. 15*

