

delegat del Govern, i a la influència que el fet autonòmic té en l'exercici de les pròpies competències de l'Estat. Tampoc no es pot oblidar el paper que els tribunals superiors de justícia de les comunitats autònomes exerceixen en la culminació de l'organització judicial en l'àmbit territorial de la comunitat autònoma, i la seva incidència en el sistema de recurs i de fixació de doctrina jurisprudencial sobre el dret autonòmic, que cada vegada adquireix més presència en l'actuació de les entitats del sector públic en els àmbits territorials respectius.

Això comporta una necessària centralització d'àmbit autonòmic que permeti efectuar un assessorament comprensiu i integral al delegat del Govern, des de la perspectiva que dona el coneixement de la realitat de l'assistència jurídica a tota l'Administració perifèrica de l'Administració General de l'Estat a la comunitat autònoma; i també garantir una deguda coordinació dels assumptes contenciosos que culminen davant el tribunal superior de justícia, bé sigui per traslladar aquests criteris a la resta d'òrgans assessorats i altres unitats del Servei Jurídic, o bé per permetre una eficaç detecció de criteris jurisprudencials divergents que puguin ser pressupòsit del corresponent recurs d'unificació de doctrina.

En resum, és inqüestionable que l'acció jurídica de l'Estat s'ha de coordinar intensament en els seus diferents àmbits, el provincial, l'autonòmic i el central, i s'ha de configurar sense tardança aquest segon esglaó organitzatiu, actualment absent, cosa que dificulta el funcionament i, per tant, també el grau de compliment dels objectius del servei de l'assistència jurídica, que ha d'estar presidida per l'agilitat, la qualitat i la unitat de doctrina, en l'escenari de complexitat creixent en què ens movem.

Aquestes finalitats s'acompleixen mitjançant la instauració d'una instància funcional d'àmbit territorial autonòmic, l'advocat de l'Estat en cap a la comunitat autònoma, la funció fonamental del qual és coordinar l'assistència jurídica en l'àmbit de la comunitat autònoma i l'assessorament especial del delegat del Govern. Això s'ha dut a terme mitjançant la previsió d'aquesta figura en el Reglament del Servei Jurídic de l'Estat, aprovat pel Reial decret 997/2003, de 25 de juliol.

En virtut d'això, a proposta dels ministres de Justícia i d'Administracions Públiques, d'acord amb el Consell d'Estat i amb la deliberació prèvia del Consell de Ministres en la reunió del dia 12 de gener de 2007,

DISPOSO:

Article únic. *Modificació del Reglament del Servei Jurídic de l'Estat, aprovat pel Reial decret 997/2003, de 25 de juliol.*

S'afegeixen tres apartats a l'article 8, numerats com a 3, 4 i 5, que tenen la redacció següent:

«3. Per a la coordinació de l'assistència jurídica i el suport a les advocacies de l'Estat provincials, al territori de cada comunitat autònoma hi ha d'haver un advocat de l'Estat en cap, a la Delegació del Govern corresponent, amb dependència orgànica i funcional de l'Advocacia General de l'Estat-Direcció del Servei Jurídic de l'Estat, que exerceix, a més de les funcions que s'expressen a l'apartat següent, les pròpies de l'advocat de l'Estat en cap a la província on té la seva seu.

4. Sense perjudici de la superior direcció i competències de l'Advocacia General de l'Estat-Direcció del Servei Jurídic de l'Estat, correspon a l'advocat de l'Estat en cap a la comunitat autònoma la coordinació de l'assistència jurídica de l'Administració perifèrica de l'Administració General de l'Estat a la comunitat autònoma i el suport a les advocacies de l'Estat provincials, la direcció dels assumptes de

transcendència supraprovincial, l'assessorament especial a la Delegació del Govern a la respectiva comunitat autònoma, així com l'assistència a l'Advocacia General de l'Estat-Direcció del Servei Jurídic de l'Estat en la formació de criteris unitaris d'interpretació i actuació. A aquests efectes, s'han de concretar i desplegar per ordre ministerial les funcions que ha d'assumir respecte de les advocacies de l'Estat a l'Administració perifèrica de l'Administració General de l'Estat a la comunitat autònoma, incloses les que es descriuen en aquest Reglament com a pròpies de prefectura d'una unitat.

5. Si les especialitats de configuració dels tribunals superiors de justícia o dels òrgans objecte d'assessorament ho aconsellen o ho requereixen, l'Advocacia General de l'Estat-Direcció del Servei Jurídic de l'Estat ha d'establir l'atribució de part de les funcions i competències de l'Advocat de l'Estat en cap a la comunitat autònoma, sense perjudici de la subsistència i condició d'aquest, en un altre advocat de l'Estat, respecte de tot o part del territori de la comunitat autònoma.»

Disposició final primera. *Desplegament i execució.*

El ministre de Justícia ha d'adoptar les disposicions que siguin necessàries per al desplegament i l'execució del present Reial decret.

Disposició final segona. *Entrada en vigor.*

El present Reial decret entra en vigor l'endemà de la publicació en el «Butlletí Oficial de l'Estat».

Madrid, 12 de gener de 2007.

JUAN CARLOS R.

La vicepresidenta primera del Govern
i ministra de la Presidència,

MARÍA TERESA FERNÁNDEZ DE LA VEGA SANZ

744 *REIAL DECRET 4/2007, de 12 de gener, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries de fibres tèxtils. («BOE» 12, de 13-1-2007.)*

Com a conseqüència de l'adhesió d'Espanya a les Comunitats Europees i recollint els principis de la Directiva 71/307/CEE del Consell, de 26 de juliol de 1971, relativa a l'aproximació de les legislacions dels estats membres sobre les denominacions tèxtils, i les seves modificacions posteriors, es va aprovar el Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils.

Atès que per complir el Reial decret esmentat era necessari establir uns mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries i ternàries de fibres tèxtils, per adaptar així la nostra normativa a les exigències de la legislació comunitària, per mitjà del Reial decret 656/1989, de 2 de juny, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclures binàries i terciàries de fibres tèxtils, es van declarar oficials els mètodes establerts per la Comunitat Europea mitjançant les directives 72/276/CEE i 73/44/CEE del Consell, de 17 de juliol de 1972 i de 26 de febrer de 1973, respectivament, i les seves modificacions posteriors, a fi que la determinació de la composició en fibres dels productes tèxtils, tant pel que es refereix al tractament previ de la mostra com a la seva anàlisi quantitativa, s'efectués a través de mètodes uniformes.

D'altra banda, l'any 1996 es va aprovar la Directiva 96/74/CE del Parlament Europeu i del Consell, de 16 de desembre de 1996, relativa a les denominacions tèxtils, per la qual es prescriu un etiquetatge que indiqui la composició de la fibra dels productes tèxtils, així com la realització de proves mitjançant anàlisis de la conformitat d'aquests productes amb les indicacions que constin a l'etiqueta.

Consegüentment, aquell mateix any també es va aprovar la Directiva 96/73/CE del Parlament Europeu i del Consell, de 16 de desembre de 1996, sobre determinats mètodes d'anàlisis quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils, que va establir mètodes uniformes d'anàlisis quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils.

Posteriorment, la Directiva 97/37/CE de la Comissió, de 19 de juny de 1997, va portar a terme una adaptació al progrés tècnic dels annexos I i II de la Directiva 96/74/CE. La Directiva 96/73/CE es va incorporar a l'ordenament intern per mitjà del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils.

També, amb la mateixa finalitat d'adaptació al progrés tècnic, es va aprovar la Directiva 2004/34/CE de la Comissió, de 23 de març de 2004, per la qual es modifiquen, per tal d'adaptar-los al progrés tècnic, els annexos I i II de la Directiva 96/74/CE, que va ser incorporada a l'ordenament intern per mitjà del Reial decret 2322/2004, de 17 de desembre, pel qual s'afegeix la fibra polilactida als annexos I i II del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils.

Així mateix, es va aprovar la Directiva 2006/3/CE de la Comissió, de 9 de gener de 2006, per la qual es modifiquen, per adaptar-los al progrés tècnic, els annexos I i II de la Directiva 96/74/CE, a fi d'afegir l'elastomultièster a la llista de fibres que figura als seus annexos I i II, la incorporació de la qual a l'ordenament intern s'ha dut a terme per mitjà del Reial decret 1115/2006, de 29 de setembre, 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 ha considerat que era necessari definir mètodes uniformes d'assaig per a la polilactida i l'elastomultièster. A aquest efecte s'ha aprovat 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'anàlisis quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils.

En virtut d'aquesta circumstància i a l'efecte d'una racionalitat i una claredat més grans respecte als mètodes d'anàlisis quantitatives de mescles binàries de fibres tèxtils, per mitjà d'aquest Reial decret s'incorporen a l'ordenament jurídic intern les directives 96/73/CE del Parlament Europeu i del Consell, de 16 de desembre de 1996, i 2006/2/CE de la Comissió, de 6 de gener de 2006.

Aquest Reial decret es dicta a l'empara de l'article 149.1.13a de la Constitució, que atribueix a l'Estat competència exclusiva en matèria de bases i coordinació de la planificació general de l'activitat econòmica.

En la tramitació d'aquest Reial decret s'ha donat audiència a les associacions de consumidors i usuaris i als sectors afectats, i també s'ha efectuat un tràmit de consulta a les comunitats autònomes.

En virtut d'això, a proposta dels ministres de Sanitat i Consum i d'Indústria, Turisme i Comerç, d'acord amb el Consell d'Estat i amb la deliberació prèvia del Consell de Ministres en la reunió del dia 12 de gener de 2007,

DISPOSO:

Article 1. *Objecte.*

1. Aquest Reial decret estableix els mètodes oficials d'anàlisis quantitatives de mescles binàries de fibres tèx-

tils i el model de preparació de les mostres reduïdes i de les mostres d'anàlisi.

2. Als efectes del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils, es declaren de compliment obligatori els mètodes d'anàlisi esmentats.

Article 2. *Mostra reduïda i mostra d'anàlisi.*

1. Per mostra reduïda s'entén una mostra d'una mida apropiada per a l'anàlisi, procedent de mostres globals per a laboratori preses al seu torn d'una partida d'articles per analitzar.

2. Per mostra d'anàlisi s'entén la porció de la mostra reduïda necessària per obtenir un resultat analític individual.

Article 3. *Controls oficials.*

En els controls oficials que s'efectuïn per determinar la composició de productes tèxtils ja comercialitzats s'han d'aplicar les disposicions dels annexos I i II relatives a la manera de preparar mostres reduïdes i mostres d'anàlisi i als mètodes d'anàlisis quantitatives de determinades mescles binàries de fibres tèxtils.

Article 4. *Mescles binàries per a les quals no hi ha mètode d'anàlisi uniforme.*

El laboratori encarregat del control de les mescles binàries per a les quals no hi ha mètode d'anàlisi uniforme en l'àmbit comunitari ha de determinar la composició d'aquestes mescles utilitzant qualsevol mètode vàlid que tingui a la seva disposició, i en l'informe de l'anàlisi ha d'indicar el resultat obtingut i la precisió del mètode, si es coneix.

Article 5. *Potestat sancionadora.*

Sense perjudici de la potestat sancionadora del Ministeri d'Indústria, Turisme i Comerç, en l'exercici de les seves pròpies competències, les actuacions administratives en matèria de defensa del consumidor, quant a la presa de mostres i anàlisi dels productes tèxtils, es regeixen pel que disposa el Reial decret 1945/1983, de 22 de juny, pel qual es regulen les infraccions i sancions en matèria de defensa del consumidor i de la producció agroalimentària.

Article 6. *Mostres oficials.*

D'acord amb l'article anterior, la recollida de mostres oficials de caràcter global per a la realització d'anàlisis s'ha de formalitzar per triplicat segons el que preveu l'article 15 del Reial decret 1945/1983, de 22 de juny.

A aquests efectes, cada mostra ha de constar d'una quantitat de producte que tingui almenys un pes de 50 grams. En articles de pes superior als 150 grams, els serveis oficials d'inspecció poden constituir cada mostra per partició de l'article, procurant que cadascuna sigui com més homogènia millor en relació amb el producte total.

Per a articles amb menys pes que el descrit, s'han de fer les preses de tres unitats iguals.

Disposició derogatòria única. *Derogació normativa.*

Per mitjà d'aquest Reial decret es deroguen les disposicions del Reial decret 656/1989, de 2 de juny, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisis quantitatives de mescles

binàries i terciàries de fibres tèxtils, pel que fa a les mesclades binàries de fibres tèxtils, i manté la vigència quant a les mesclades ternàries de les fibres esmentades.

Disposició final primera. *Modificació normativa.*

Es modifica el títol del Reial decret 656/1989, de 2 de juny, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclades binàries i terciàries de fibres tèxtils, que passa a denominar-se Reial decret 656/1989, de 2 de juny, pel qual s'aproven els mètodes d'anàlisi quantitatives de mesclades ternàries de fibres tèxtils.

Disposició final segona. *Habilitació competencial.*

Aquest Reial decret es dicta a l'empareda de l'article 149.1.13a de la Constitució, que atribueix a l'Estat competència exclusiva en matèria de bases i coordinació de la planificació general de l'activitat econòmica.

Disposició final tercera. *Incorporació del dret de la Unió Europea.*

Mitjançant aquest Reial decret s'incorporen a l'ordenament jurídic intern les directives 96/73/CE del Parlament Europeu i del Consell, de 16 de desembre de 1996, i 2006/2/CE de la Comissió, de 6 de gener de 2006, per la qual es modifica l'annex II de la Directiva 96/73/CE per adaptar-lo al progrés tècnic.

Disposició final quarta. *Entrada en vigor.*

El present Reial decret entra en vigor l'endemà de la publicació en el «Butlletí Oficial de l'Estat».

Madrid, 12 de gener de 2007.

JUAN CARLOS R.

La vicepresidenta primera del Govern
i ministra de la Presidència,
MARIA TERESA FERNÁNDEZ DE LA VEGA SANZ

ANNEX I**PREPARACIÓ DE MOSTRES REDUÏDES I DE MOSTRES D'ANÀLISI PER DETERMINAR LA COMPOSICIÓ EN FIBRES DELS PRODUCTES TÈXTILS****1. ÀMBIT D'APLICACIÓ**

El present annex té per objecte fixar el procediment que s'ha de seguir per preparar mostres reduïdes d'una mida apropiada (és a dir, d'un pes no superior a 100 g) per als tractaments previs a les anàlisis quantitatives a partir de mostres globals per a laboratori, i per seleccionar mostres d'anàlisi a partir de mostres reduïdes que s'hagin sotmès a tractament previ per eliminar-ne les matèries no fibroses¹.

2. DEFINICIONS

- 2.1. Partida. És la quantitat de material que es valora sobre la base d'una sèrie de resultats de proves. Pot comprendre, per exemple, tot el material que correspongui a un mateix lliurament de teixit, tota la tela teixida a partir d'un plegador d'ordit determinat, una expedició de filats, una o diverses bales de fibres en brut.
- 2.2. Mostra global per a laboratori. És la porció del lot presa de manera que sigui representativa del conjunt, i que s'envia al laboratori. La mostra global per a laboratori ha de tenir la mida i la naturalesa suficients per reflectir convenientment la variabilitat del lot i perquè sigui fàcil manipular-la al laboratori².
- 2.3. Mostra reduïda. És la porció de la mostra global per a laboratori que se sotmet a un tractament previ per eliminar-ne les matèries no fibroses, i de la qual es prenen les mostres per a l'anàlisi. La mostra reduïda ha de tenir la mida i la naturalesa suficients per reflectir convenientment la variabilitat de la mostra global per a laboratori³.
- 2.4. Mostra d'anàlisi o presa de prova. És la porció de material presa de la mostra reduïda necessària per donar un resultat analític individual.

3. PRINCIPI

La mostra reduïda s'ha d'escollir de manera que sigui representativa de la mostra global per a laboratori.

Les mostres d'anàlisi s'han de prendre de la mostra reduïda de manera que siguin representatives d'aquesta última.

4. PREPARACIÓ DE MOSTRES DE FIBRES LLIURES

- 4.1. Fibres no orientades. Constituir la mostra reduïda prenent a l'atzar diverses metxes de la mostra global per a laboratori. Barrejar convenientment tota la mostra reduïda amb ajuda d'una carda de laboratori⁴. Sotmetre el vel o la mescla obtinguts així a tractament previ, incloent-hi les fibres soltes i les que s'adhereixin a l'aparell utilitzat per a la mescla. Prendre a continuació mostres d'anàlisi del vel, de les fibres adherents i de les que llisquin fora de l'aparell, en proporció al pes.

Si el vel de carda segueix intacte després del tractament previ, prendre les mostres d'anàlisi de la manera descrita al número 4.2. Si el vel ha estat afectat pel tractament previ, escollir-hi les mostres prenent a l'atzar un mínim de 15 metxes petites de mida apropiada i aproximadament iguals, i aplegar-les a continuació.

- 4.2. Fibres orientades (vels de carda, cintes, metxes). De parts de la mostra global per a laboratori escollides a l'atzar, tallar un mínim de 10 seccions transversals que pesin cada una al voltant d'1 g.

Sotmetre la mostra reduïda formada així a tractament previ. Aplegar a continuació les seccions col·locant-les una al costat de l'altra i formar la mostra d'anàlisi fent-hi un tall transversal de manera que es prengui una porció de cadascuna de les 10 longituds.

5. PREPARACIÓ DE MOSTRES DELS FILATS

- 5.1. Fils en bobines o en troques. Prendre mostres de totes les bobines de la mostra global per a laboratori.

Retirar de cada bobina longituds contínues, iguals i apropiades, sigui debanant cabdells d'un mateix nombre de voltes en un debanadora⁵ o per qualsevol altre mitjà. Aplegar els llargs l'un al costat de l'altre, en forma de cabdell únic o cable i tenint cura que al cabdell o cable hi hagi llargades iguals de cada bobina.

¹ En certs casos, les mostres d'anàlisi es poden sotmetre directament a tractament previ.

² Per als articles acabats i confeccionats vegeu el punt 7.

³ Vegeu el punt 1.

⁴ Es pot substituir la carda de laboratori per un mesclador de fibres o pel mètode anomenat «eixams de flocs».

⁵ Si les bobines es poguessin posar en un portabobines apropiat, se'n podria desenrotllar simultàniament un gran nombre.

Sotmetre la mostra reduïda formada així a tractament previ.

Prendre les mostres d'anàlisi de la mostra reduïda tallant del cabdell o del cable un feix de fils de la mateixa longitud, tenint cura que el feix contingui tots els fils de la mostra.

Si t és el «tex» del fil, i n el nombre de bobines de la mostra global per a laboratori, és necessari treure de cada bobina una longitud de fil de $\frac{10^6}{nt}$ cm per obtenir una mostra reduïda de 10 g.

Si nt és alt, és a dir, si és superior a 2.000, es pot teixir un cabdell de més pes i tallar-lo transversalment en dos punts, de manera que s'obtingui un cable d'un pes apropiat. Les extremitats d'una mostra que es presenti en forma de cable s'han de lligar convenientment abans de sotmetre-les al tractament previ, i les mostres d'anàlisi s'han de prendre a prou distància del nus.

- 5.2. Fil sobre plegador d'ordit. Prendre una mostra reduïda tallant en l'extremitat del plegador d'ordit un feix d'almenys 20 cm de llarg que contingui tots els fils, a excepció dels fils de la vora, que s'han de rebutjar. Lligar el feix de fils per una de les extremitats. Si la mostra és massa ampla per sotmetre-la sencera a tractament previ, dividir-la en dues parts o més, lligar cadascuna de les parts per separat, sotmetre-les a tractament previ també per separat i tornar-les a reunir una vegada conclòs el tractament previ. Prendre una mostra d'anàlisi de longitud convenient de la mostra reduïda, tallant-la a prou distància del nus i sense deixar-se cap dels fils del plegador d'ordit. Per a plegadors d'ordit que continguin N fils de t «tex», la longitud d'una mostra que

pesi 1 g ha de ser de $\frac{10^5}{nt}$ cm.

6. PREPARACIÓ DE MOSTRES DE TEIXIT

- 6.1. Mostra global per a laboratori constituïda per un retall únic representatiu del teixit. Tallar a la mostra una banda diagonal que vagi d'una cantonada a l'altra i treure'n les vores. Aquesta banda constitueix la mostra reduïda. Per obtenir una mostra reduïda

de x g, la superfície de la banda ha de ser de $\frac{x \cdot 10^4}{G}$ cm², on G és el pes del teixit en g per m².

Després d'haver-la sotmès al tractament previ, tallar la banda transversalment en quatre parts iguals i posar-les unes damunt de les altres. Prendre les mostres d'anàlisi d'una part qualsevol del material preparat així, tallant transversalment totes les capes, de manera que cada mostra compregui una longitud igual de cada una.

Si la tela presenta un dibuix teixit, l'amplada de la mostra reduïda, mesurada paral·lelament a la direcció de l'ordit, no ha de ser inferior a la distància que hi hagi entre repeticions del dibuix en l'ordit. Si, complerta aquesta condició, la mostra reduïda és massa ampla per sotmetre-la sencera a tractament previ, s'ha de tallar en parts iguals, sotmetre-les a tractament previ separatament i col·locar-les unes damunt de les altres abans de prendre les proves d'anàlisi, mirant que les parts corresponents del dibuix no coincideixin.

- 6.2. Mostra global per a laboratori constituïda per diversos retalls: tractar cada retall segons el que disposa el número 6.1 i donar els resultats per separat.

7. PREPARACIÓ DE MOSTRES DELS ARTICLES ACABATS I CONFECCIONATS

La mostra global per a laboratori l'ha de constituir normalment un article acabat i confeccionat, o una fracció representativa d'un d'aquests articles.

Determinar si escau el percentatge de les diferents parts de l'article que no tinguin el mateix contingut en fibres, per tal de comprovar si es compleixen les disposicions de l'article 6 del Reial decret 928/1987, de 5 de juny, relatiu a l'etiquetatge de composició dels productes tèxtils.

Prendre una mostra reduïda representativa de la part de l'article acabat i confeccionat, la composició del qual s'ha d'indicar a l'etiqueta. Si l'article confeccionat porta diverses etiquetes, s'han de prendre mostres reduïdes representatives de la part o parts corresponents a cada etiqueta.

Si l'article la composició del qual es tracta de determinar no és homogeni, pot ser necessari prendre mostres reduïdes de cadascuna de les parts de l'article i determinar les proporcions relatives de les diverses parts amb relació al conjunt de l'article de què es tracti.

El càlcul dels percentatges s'ha de fer tenint en compte les proporcions relatives de les parts de les quals es prenguin mostres.

Sotmetre les mostres reduïdes a tractament previ.

Prendre a continuació mostres d'anàlisi representatives de les mostres reduïdes sotmeses a tractament previ.

ANNEX II**MÈTODES D'ANÀLISI QUANTITATIVA DE CERTES 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 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 d'una naturalesa diferent de la que compon la trama, o de gèneres de punt que es puguin desteixir compostos de fils de diverses classes.

El procediment d'anàlisi química quantitativa de mescles de fibres tèxtils es basa 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 pes. 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 les seccions de l'annex que continguin els procediments detallats aplicables a mescles de fibres concretes. Pot passar 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 a la secció corresponent del mètode aplicable.

Les mescles de fibres utilitzades durant la fabricació dels productes tèxtils i, en menys grau, les que es troben en els productes acabats, contenen a vegades matèries no fibroses com ara greixos, ceres o additius, o productes solubles a l'aigua, que poden tenir origen natural o que s'hi han afegit per facilitar 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 poden contenir a més resines o altres matèries afegides per conferir-los propietats especials. Aquestes matèries, inclosos els colorants en alguns casos excepcionals, poden modificar l'acció del reactiu sobre el component soluble i fins i tot ser parcialment o totalment eliminades pels reactius. Per tant, aquestes matèries afegides poden induir a error i s'han d'eliminar abans d'anàlitzar la mostra. En cas que sigui impossible eliminar-les, els mètodes d'anàlisi química quantitativa descrits en aquest annex no són aplicables.

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

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

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

Les fibres presents a la mescla s'han d'identificar abans d'efectuar les anàlisis. En certs 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 sap que durant l'anàlisi es produeix una pèrdua de pes, convé corregir el resultat; s'aporten factors de correcció amb aquesta finalitat. Aquests factors han estat determinats en diferents laboratoris tractant les fibres depurades mitjançant un 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'anàlisi 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 amb 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'eliminen en primer lloc les matèries no fibroses per mitjà d'un tractament previ apropiat i després un dels dos components, generalment per dissolució selectiva⁶. Es pesa el residu insoluble i es calcula la proporció del component soluble a partir de la pèrdua de pes. Llevat que això plantegi

⁶ El mètode núm. 12 constitueix una excepció. Es basa en la determinació del contingut en un element constituït d'un dels components.

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 menys proporció.

I.3. Material necessari

I.3.1. Instrumental

I.3.1.1. Plaques filtrants i pesafiltres que permetin incorporar 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 $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

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 a 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.4. Atmosfera de condicionament i d'anàlisi

Com que el que es determina és el pes 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 com a mínim cada una.

I.6. Tractament previ de la mostra reduïda⁷

Si està present un element que no s'ha de tenir en compte per calcular els 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 eliminant-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, a 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 després s'ha d'extraure per tractament directe mitjançant immersió durant una hora en aigua a temperatura ambient, seguida d'immersió durant una hora en aigua a $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, remenant-ho de tant en tant. La relació mostra/aigua ha de ser d'1/100. Eliminar l'excés d'aigua de la mostra per espremuda, succió o centrifugació. A continuació, deixar eixugar la mostra a l'aire.

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 certes fibres vegetals naturals crues (jute, coco, per exemple) cal 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 en l'aigua.

Als informes de l'anàlisi s'hi 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 de fer 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 la porta del qual s'ha de mantenir 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

⁷ Vegeu l'annex I.1

constant. Es considera que s'ha aconseguit 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 preses de proves o els residus amb les mans nues.

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

Assecar al forn la placa filtrant col·locada en un vidre de rellotge destapat. Introduir també al forn la tapa d'aquest. Després de l'assecatge, tancar el pesafiltres i posar-lo ràpidament al dessecador.

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

I.7.1.2. Refredament

Efectuar totes les operacions de refredament al 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. Pesat amb 0,0002 g de precisió.

I.7.2. Manera d'operar

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 un vidre de rellotge, refredar en un dessecador i pesar. Transferir la mostra al recipient de vidre indicat en la part corresponent del mètode comunitari; immediatament després, tornar a pesar el pesafiltres i calcular per diferència el pes en sec de la mostra. Completar l'anàlisi de la manera que indica la part corresponent del mètode aplicable. Examinar el residu al microscopi per assegurar-se que el tractament hagi eliminat completament la fibra soluble.

I.8. Càlcul i presentació dels resultats

Expressar el pes del component insoluble en forma de percentatge del pes total de les fibres presents a la mescla. El percentatge del component soluble s'obté per diferència. Calcular els resultats sobre la base del pes 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 s'han de fer aplicant la fórmula que es dona al punt I.8.2.

I.8.1. Càlcul del percentatge del pes del component insoluble pur, no tenint en compte la pèrdua de pes 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 el pes en sec de la mostra després del tractament previ,

r és el pes en sec del residu,

d és el factor de correcció que té en compte la pèrdua de pes del component insoluble en el reactiu durant l'anàlisi. Els valors apropiats de « d » es donen a 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 del pes del component insoluble, ajustat amb els percentatges convencionals i, si escau, amb els factors de correcció de la pèrdua de pes ocasionada pel tractament previ:

$$P_{1A} \% = \frac{100P_{1\text{TM}}^{\text{R}} + \frac{a_1 + b_1}{100}}{P_{1\text{TM}}^{\text{R}} + \frac{a_1 + b_1}{100} + (100 - P_{1\text{TM}}^{\text{R}}) \left(\frac{a_2 + b_2}{100} \right)}$$

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

P_1 és el percentatge del component insoluble sec i pur calculat amb la fórmula indicada al 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, a 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 es trobin en l'article sotmès a l'anàlisi.

En cas que no es disposi de fibres components separades i pures que hagin servit per fabricar 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 menysprear els factors de correcció b_1 i b_2 , llevat dels casos del cotó cru, del lli cru i del cànem cru, en què s'admet convencionalment que la pèrdua deguda al tractament previ és igual al 4%, i llevat del cas del polipropilè, en què s'admet convencionalment que la 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'aplica a les fibres tèxtils, sigui quina sigui la seva naturalesa, a 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'eliminen les matèries no fibroses per un tractament previ apropiat i després se separen les fibres a mà, s'eixuguen i es pesen per calcular la proporció de cada fibra a 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 assecatge 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 punt d'ebullició entre 40°C i 60°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 quin sigui el seu pes.

Tallar el fil en trossos d'una longitud convenient i separar-ne les diferents fibres amb l'ajuda d'una agulla i, si cal, del torsiòmetre. Els tipus de fibres separades així s'han de posar en pesafiltres tarats i assecats a 105°C ± 3°C fins a obtenir una massa constant, tal com es descriu als 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 la vora, amb els costats tallats amb precisió, sense filagarses, i paral·lels als fils d'ordit o de trama o, en cas de teixits de punt, paral·lels a les fileres i als fils dels punts. Separar els fils de tipus diferents, recollir-los als pesafiltres tarats i procedir com s'indica al punt II.8.1.

II.9. Càlcul i presentació dels resultats

Expressar el pes de cadascun dels components en forma de percentatge del pes total de les fibres presents a la mescla. Calcular els resultats sobre la base del pes 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 del pes en sec de les diferents fibres depurades, no tenint en compte la pèrdua de pes 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 del pes en sec de cadascun dels components, ajustat amb els percentatges convencionals i, si s'escau, amb els factors de correcció de les pèrdues de pes 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 grau de concordança més gran o més petit 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
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	Àcid fòrmic i clorur de zinc
Núm. 4	Poliamida o niló	Altres fibres determinades	Àcid fòrmic al 80%
Núm. 5	Acetat	Triacetat	Alcohol benzílic
Núm. 6	Triacetat o polilactida	Altres fibres determinades	Diclorometà
Núm. 7	Determinades fibres cel·lulòsiques	Polièster o elastomultièster	Àcid sulfúric al 75%
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
Núm. 10	Acetat	Determinades clorofibres	Àcid acètic glacial
Núm. 11	Seda	Llana o pèl	Àcid sulfúric al 75%
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 d'homo-polímer de clorur de vinil)	Àcid sulfúric concentrat
Núm. 15	Clorofibres, determinats modacrílics i elastans, acetats, triacetats	Altres fibres determinades	Ciclohexanona>.

MÈTODE NÚM. 1

ACETAT I ALTRES FIBRES DETERMINADES

(Mètode de l'acetona)

1. ÀMBIT D'APLICACIÓ

El present mètode s'aplica, 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), proteica (23), viscosa (25), acrílic (26), poliamida o niló (30), polièster (34) i elastomultièster (45).

Òbviament, aquest mètode no s'aplica a l'acetat desacetilitzat en superfície.

2. PRINCIPI

Es dissolen les fibres d'acetat amb acetona a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. Es recull el residu, rentat, assecat i pesat; el seu pes, corregit si s'escau, s'expressa en forma de percentatge del pes en sec de la mescla. El percentatge d'acetat en sec s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que s'esmenten a l'apartat generalitats)

3.1. Instrumental

Ampolletes còniques d'una capacitat mínima de 200 ml, proveïdes d'un tap esmerilat.

3.2 Reactiu

Acetona.

4. MANERA D'OPERAR

Aplicar el procediment que es descriu a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir 100 ml d'acetona per gram de mostra continguda a l'ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 200 ml proveïda d'un tap esmerilat, agitar l'ampolleta, deixar-la durant 30 minuts a temperatura ambient agitant-la 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 a la placa filtrant per mitjà d'acetona, ajudant-se del buit. Tornar a omplir la placa filtrant d'acetona que després es deixarà 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 que es descriu a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00.

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb el mètode no són superiors a ± 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'aplica, 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), elastan (42) fibra de vidre (43) i elastomultièster (45).

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

2. PRINCIPI

Es dissolen les fibres proteiques amb una solució d'hipoclorit a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. Es recull el residu, rentat, sec i pesat. El seu pes, corregit si és necessari, s'expressa en forma de percentatge del pes 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 resulta 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 iodometria en cada anàlisi i es pot treballar amb preses d'assaig d'hipoclorit de liti constants.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Ampolleta cònica 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 afegit 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 en aproximadament 200 ml d'aigua destil·lada i completar fins al litre amb aigua destil·lada. No és necessari controlar mitjançant iodometria aquesta solució acabada de preparar.

b) Solució d'hipoclorit de sodi

Aquest reactiu ha d'estar constituït per una solució recent preparada 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 iodometria 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 D'OPERAR

Aplicar el procediment que es descriu a les generalitats i procedir de la manera següent:

Introduir aproximadament 1 g de la mostra al 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 amagar 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 si més no, sovint 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 importants errors 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 hi pugui haver 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 aquesta operació, escórrer la placa filtrant mitjançant el buit després de cada addició de líquid i esperar, tanmateix, que el líquid s'hagi filtrat per gravetat.

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

5. CÀLCUL I PRESENTACIÓ DELS RESULTATS

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

6. PRECISIÓ DEL MÈTODE

En el cas de les mescles homogènies de fibres tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, 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).

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'aplica a les mescles en què el cotó hagi patit 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

Es dissolen les fibres de viscosa, de cupro o de modal, a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec, amb un reactiu compost per àcid fòrmic i clorur de zinc. Es recull el residu, rentat, assecat i pesat; després de corregir-lo, el seu pes s'expressa en percentatge del pes 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 que es descriuen a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Ampolletes còniques d'una capacitat mínima de 200 ml proveïdes de tap esmerilat.
- ii) Dispositiu que permeti mantenir les ampolletes a 40°C \pm 2°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:

En aquest sentit, es recorda el punt I.3.2.2, que estableix que tots els reactius utilitzats han de ser químicament purs; a més, únicament s'ha d'emprar clorur de zinc anhidre fos.

ii) Solució d'hidròxid d'amoni:

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

4. MANERA D'OPERAR

Aplicar el procediment que es descriu a les generalitats i procedir de la manera següent:

Introduir immediatament la mostra a l'ampolleta, prèviament escalfada a 40°C. Afegir-hi 100 ml de solució d'àcid fòrmic i de clorur de zinc prèviament escalfada a 40°C, per g de mostra. Tancar l'ampolleta i agitar-la. Mantenir l'ampolleta i el seu contingut a 40°C durant dues hores i mitja agitant-la dues vegades a intervals d'una hora. Filtrar-ne el contingut a través d'una placa filtrant tarada i amb l'ajuda del reactiu, transferir-hi les fibres que puguin haver quedat a l'ampolleta. Esbandir amb 20 ml de reactiu.

Rentar a fons la placa i el residu amb aigua a 40°C. Fins a la desaparició total de l'amoníac, aclarir el residu fibrós amb 100 ml aproximadament de solució d'amoníac freda (3.2.ii), assegurant-se que aquest residu estigui totalment submergit en la solució durant 10 minuts⁸; aclarir-ho després a fons amb aigua freda.

No aplicar-hi 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 que es descriu a les generalitats. El valor de «d» per al cotó és d'1,02.

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 2 , per a un marge de fiabilitat del 95%.

MÈTODE NÚM. 4

POLIAMIDA O NILÓ I ALTRES FIBRES DETERMINADES

(Mètode de l'àcid fòrmic al 80%)

1. ÀMBIT D'APLICACIÓ

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

1) poliamida 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) i elastomulíester (45).

Com s'acaba d'indicar, aquest mètode s'aplica 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

Es dissolen les fibres de poliamida amb àcid fòrmic a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. Es recull el residu, rentat, assecat i pesat. Corregit el seu pes si és necessari, s'expressa en percentatge del pes en sec de la mescla. El percentatge de poliamida o niló en sec s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que es descriuen a les generalitats)

3.1. Instrumental

Ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 200 ml, proveïda d'un tap esmerilat.

⁸ Per assegurar que el residu fibrós es manté 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.

3.2. 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'amoniac concentrat (densitat a 20°C: 0,880), a 1 l amb aigua.

4. MANERA D'OPERAR

Seguir el procés que es descriu a les generalitats i procedir de la manera següent:

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

5. CÀLCUL I PRESENTACIÓ DELS RESULTATS

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

6. PRECISIÓ DEL MÈTODE

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- acetat (19)

amb

- triacetat (24).

2. PRINCIPI

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

Es recull el residu, rentat, assecat i pesat; s'expressa el seu pes en percentatge del pes en sec de la mescla. El percentatge d'acetat en sec s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

i) Ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 200 ml proveïda d'un tap esmerilat.

ii) Agitador mecànic.

iii) Termòstat o qualsevol altre aparell que permeti mantenir l'ampolleta a la temperatura de $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$

3.2. Reactius

i) Alcohol benzílic.

ii) Alcohol etílic.

4. MANERA D'OPERAR

Seguir les instruccions que es donen a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda a l'ampolleta cònica 100 ml d'alcohol benzílic per gram de mostra.

Posar-hi el tap, fixar l'ampolleta a l'agitador de manera que se submergeixi en un bany d'aigua mantingut a $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ i agitar 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 a l'ampolleta una nova dosi d'alcohol benzílic i tornar 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 quedar a l'ampolleta, utilitzant per a això una quantitat suplementària d'alcohol benzílic a $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Escórrer bé la placa. Transferir les fibres a una ampolleta, 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 que es descriu a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00.

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, 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 d'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) i elastomultièster (45).

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

Es dissolen les fibres de triacetat o polilactida amb diclorometà a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. 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. El percentatge de triacetat o polilactida en sec s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

Ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 200 ml proveïda d'un tap esmerilat.

3.2. Reactiu

Diclorometà (clorur de metilè).

4. MANERA D'OPERAR

Seguir les instruccions que es descriuen a les generalitats i procedir de la manera següent:

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

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

5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats segons el que es descriu a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00, excepte per al polièster i l'elastomultièster, per als quals el valor de «d» és d'1,01.

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, 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) i elastomultièster (45).

2. PRINCIPI

Es dissolen les fibres cel·lulòsiques amb àcid sulfúric al 75% a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec. El residu es recull, rentat, assecat i pesat; el seu pes s'expressa en percentatge del pes de la mescla en estat sec. La proporció de fibres cel·lulòsiques seques s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 500 ml, proveïda d'un tap esmerilat.
- ii) Termòstat o qualsevol altre aparell que permeti mantenir l'ampolleta a una 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-lo 700 ml d'àcid sulfúric de densitat 1,84 a 20°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°C en 920 ml d'aigua.

4. MANERA D'OPERAR

Seguir les instruccions que es donen a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda a l'ampolleta cònica de 500 ml de capacitat mínima proveïda d'un tap esmerilat 200 ml d'àcid sulfúric al 75% per gram de mostra; posar-hi el tap i agitar amb cura l'ampolleta per amagar bé la presa de prova. Mantenir l'ampolleta a $50^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ durant una hora agitant a intervals regulars d'aproximadament 10 minuts. Filtrar per succió el contingut de l'ampolleta a través d'una placa filtrant tarada. Transferir-hi les fibres residuals esbandint l'ampolleta 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, omplint-la d'àcid sulfúric al 75%. No aplicar-hi 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-hi 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, assecar la placa i el residu, refredar i pesar.

5. Càlcul i presentació dels resultats

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

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors al ± 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'aplica, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

1) acrílics (26), determinats modacrílics (29) o determinades clorofibres (27)⁹

amb

2) llana (1), pèl d'animal (2 i 3), seda (4), cotó (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), poliamida o niló (30), polièster (34) i elastomultièster (45).

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

2. PRINCIPI

S'han de dissoldre les fibres acríliques, determinades modacríliques o determinades clorofibres a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec per mitjà de dimetilformamida a temperatura de bany maria bullint. El residu es recull, rentat, assecat i pesat. El seu pes, corregit si és necessari, s'expressa en percentatge del pes 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 que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 200 ml, proveïda d'un tap esmerilat.
- ii) Bany maria en ebullició.

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 D'OPERAR

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

⁹ Abans de procedir a l'anàlisi s'ha de comprovar la solubilitat d'aquestes modacríliques o clorofibres en el reactiu.

Afegir a la presa de prova continguda a l'ampolleta cònica 80 ml de dimetilformamida per gram de mostra escalfada prèviament al bany maria bullint, tapar, agitar perquè la presa de prova s'amari bé i mantenir al bany maria bullint durant una hora.

Agitar manualment l'ampolleta 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 a l'ampolleta cònica. Afegir a l'ampolleta 60 ml de dimetilformamida i tornar a escalfar durant 30 minuts. Durant aquest temps, agitar manualment l'ampolleta i el seu contingut dues vegades, procedint amb cura.

Filtrar per mitjà del buit el contingut de l'ampolleta 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°C. La placa filtrant s'ha d'omplir d'aigua cada vegada. Després de cada addició d'aigua aplicar-hi 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 s'hi 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 es descriu a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00, llevat dels casos següents:

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

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, 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.¹⁰

amb

2) llana (1), pèl d'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) i elastomultièster (45).

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% a la mescla, s'ha d'utilitzar el mètode núm. 4.

¹⁰ Abans de procedir a l'anàlisi s'ha de comprovar la solubilitat d'aquestes modacríliques o clorofibres en el reactiu.

2. PRINCIPI

Es dissolen 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. Es recull el residu, rentat, assecat i pesat; el seu pes, corregit si és necessari, s'expressa en percentatge del pes 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 que es descriuen a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 200 ml proveïda 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 D'OPERAR

Seguir les instruccions que es donen a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda a l'ampolleta cònica de 200 ml de capacitat mínima proveïda d'un tap esmerilat 100 ml de mescla azeotròpica per gram de mostra. Tapar convenientment l'ampolleta i agitar 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.

Repetir el tractament amb 100 ml més 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-hi el buit per eliminar el líquid i esbandir el gresol 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-hi el buit per eliminar la resta del líquid. Assecat el gresol i el residu, refredar i pesar.

Nota:

Les mostres de certes mescles amb un alt contingut de policlorur de vinil s'encongeixen notablement durant l'operació d'assecatge, cosa que 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 que es descriu a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00.

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, després de l'eliminació de les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- 1) acetat (19)
amb
- 2) algunes clorofibres (27), a saber, el policlorur de vinil superclorat o no.

2. PRINCIPI

Es dissolen les fibres d'acetat a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec amb àcid acètic glacial. El residu es recull, rentat, assecat i pesat; el seu pes, corregit si és necessari, s'expressa en percentatge del pes de la mescla en estat sec. El percentatge d'acetat sec s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que es descriuen a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Ampolleta cònica d'una capacitat mínima de 200 ml, proveïda 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 D'OPERAR

Seguir les instruccions que es donen a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en una ampolleta cònica de 200 ml de capacitat mínima proveïda d'un tap esmerilat 100 ml d'àcid acètic glacial per gram de mostra. Tapar convenientment l'ampolleta i agitar 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-hi 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 que es descriu a les generalitats. El valor de «d» és d'1,00.

6. PRECISIÓ DEL MÈTODE

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 1 , per a un marge de fiabilitat del 95%.

MÈTODE NÚM. 11

SEDA I LANA O PÈLS

(Mètode de l'àcid sulfúric al 75%)

1. ÀMBIT D'APLICACIÓ

Aquest mètode s'aplica, 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).

2. PRINCIPI

Es dissolen les fibres de seda a partir d'una quantitat coneguda de la mescla en estat sec per mitjà d'àcid sulfúric al 75% m/m¹¹.

Es recull el residu, rentat, assecat i pesat; el seu pes, corregit si és necessari, s'expressa en percentatge del pes total de la mescla en estat sec. El percentatge de seda en sec s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que es descriuen a les generalitats)

¹¹ Les sedes silvestres, com el tussà, no són totalment solubles en àcid sulfúric al 75%.

3.1. Instrumental

Ampolletes còniques d'una capacitat mínima de 200 ml proveïdes d'un tap esmerilat.

3.2. Reactius

i) Àcid sulfúric al 75% \pm 2% m/m:

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

Després de refredar-ho 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 D'OPERAR

Seguir les instruccions que es donen a les generalitats i procedir de la manera següent:

Afegir a la presa de prova continguda en una ampolleta cònica de 200 ml com a mínim proveïda d'un tap esmerilat 100 ml d'àcid sulfúric al 75% per gram de mostra, i tapar. Agitar vigorosament i deixar 30 minuts a temperatura ambient. Tornar a agitar i deixar-ho 30 minuts més. Agitar una última vegada i filtrar el contingut de l'ampolleta a través de la placa filtrant tarada. Arrossegar les fibres que puguin quedar a la placa amb àcid sulfúric al 75%. Rentar el residu sobre el gresol, 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-hi el buit. Esbandir finalment amb aigua deixant les fibres en contacte amb l'aigua durant 30 minuts aproximadament. Aplicar-hi el buit per eliminar la resta del líquid. Assecar el gresol i el residu, refredar i pesar.

5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera que es descriu a les generalitats. El valor de «d» és de 0,985 per a la llana (7).

6. Precisió del mètode

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, 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'aplica a mescles tèxtils que portin matèries no fibroses (colorants, aprestos, etc.) a base de nitrogen.

2. PRINCIPI

Es determina el contingut en nitrogen de la mescla i es calcula, 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 que s'esmenten 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°C¹².
- iv) Sulfat de potassi (9).
- v) Biòxid de seleni (10).
- vi) Solució d'hidròxid de sodi (400 g/litre). Dissoldre 400 g d'hidròxid de sodi en 400-500 ml d'aigua i portar a 1 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 que es descriu a les generalitats se substitueix 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 a l'ampolleta 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 eixugar després la mostra a l'aire.

Nota:

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

5. MANERA D'OPERAR

5.1. Instruccions generals

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

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 durant 15 minuts. Deixar refredar el matràs, afegir amb compte 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 al voltant de 20 ml de solució d'àcid bòric en una ampolleta cònica de 100 ml i situar-la 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 a 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 tendeixen a formar dues capes diferents, mesclar-les remenant-ho amb compte. Escalfar lleugerament el matràs de destil·lació i introduir en el líquid el vapor procedent del generador. Recollir 20 ml aproximadament del destil·lat, abaixar l'ampolleta cònica 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 durant un minut més. Aclarir l'extremitat del tub amb aigua, recollint el líquid de rentat a l'ampolleta cònica. Retirar-la i col·locar una segona ampolleta cònica que contingui al voltant de 10 ml de solució d'àcid bòric i a continuació recollir aproximadament 10 ml del destil·lat.

¹² Aquests reactius no tindran nitrogen.

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 dona un resultat superior a 0,2 ml, repetir la prova i tornar a començar la destil·lació utilitzant una altra part alíquota de la solució d'anàlisi.

Efectuar una prova en blanc, sotmetent a la digestió i a la destil·lació únicament 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 en 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 = pes (g) de la presa de prova 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 el pes en sec de les fibres), calcular la composició de la mescla amb ajuda de la fórmula següent:

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

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

7. PRECISIÓ DEL MÈTODE

Sobre mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, una vegada eliminades les matèries no fibroses, a les mescles binàries de fibres de:

1) polipropilè (36)

amb

2) llana (1), pèl d'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) i elastomultièster (45).

2. PRINCIPI

Es dissol la fibra de polipropilè a partir d'una massa coneguda de la mescla en estat sec per dissolució en xilè en ebullició. Es recull el residu, rentat, assecat i pesat; el seu pes, corregit si és necessari, s'expressa 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 que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

i) Ampolletes còniques, capacitat mínima 200 ml, proveïdes d'un tap esmerilat;

ii) Refrigerant de reflux (adaptat a líquids de punt d'ebullició elevat) amb esmerilat adaptable a les ampolletes còniques 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 D'OPERAR

Seguir el procediment que es descriu a les generalitats, i procedir després de la manera següent:

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

Rentar el residu que quedi a l'ampolleta amb 30 ml de xilè bullint (dues vegades), i després, també dues vegades, amb 75 ml cada vegada d'èter de petroli (I.3.2.1 de les generalitats).

Després del segon rentat amb èter de petroli, filtrar el contingut de l'ampolleta 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 l'ampolleta que contingui el residu està prou freda 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 manipulen es poden fer servir aparells d'extracció amb calor i maneres d'operar apropiades que donin resultats idèntics¹³.

5. Càlcul i presentació dels resultats

Calcular els resultats de la manera que es descriu a les generalitats. El valor de «d» és 1,00.

6. Precisió del mètode

Amb una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, una vegada eliminades les matèries no fibroses, a les mescles binàries de:

- 1) clorofibres (27) a base d'homopolímer de clorur de vinil (sobredorat o no)

amb

- 2) 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).

Els modacrílics de què es tracta són els que donen una solució límpida per immersió en àcid sulfúric concentrat ($d_{20} = 1,84$ g/ml).

Aquest mètode es pot utilitzar concretament en substitució dels mètodes núm. 8 i núm. 9.

2. PRINCIPI

S'eliminen les fibres esmentades al número 2 de l'apartat 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, es recull, rentat, assecat i pesat; el seu pes, corregit si és necessari, s'expressa en percentatge del pes de la mescla en estat sec. La proporció del segon constituent s'obté per diferència.

¹³ Vegeu, per exemple, el material descrit a Mellind Textilberichte 56 (1975) p. 643-645.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Ampolletes còniques, capacitat mínima 200 ml, proveïdes 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-lo, 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 1 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 1 litre.

4. MANERA D'OPERAR

Seguir el procediment que es descriu a les generalitats, i procedir després de la manera següent:

A la presa de mostra col·locada a l'ampolleta [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; remenant 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 de l'ampolleta i exercir-hi una lleugera pressió amb ajuda de la vareta de vidre perquè la matèria dissolta se separi amb l'àcid sulfúric.

Decantar el líquid a la placa filtrant tarada. Afegir a l'ampolleta 100 ml més d'àcid sulfúric [3.2.i)] i repetir la mateixa operació. Abocar el contingut de l'ampolleta a la placa i transferir-hi el residu fibrós amb ajuda de la vareta de vidre. Si és necessari, afegir a l'ampolleta 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 de l'ampolleta o canviar d'ampolleta, rentar després el residu a la placa primer amb la solució d'àcid sulfúric al 50% [3.2.ii)], després amb aigua destil·lada o desionitzada (I.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, buidant completament la placa mitjançant aspiració després de cada addició (no aplicar l'aspiració durant l'operació de rentat, esperar que el líquid s'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 que s'indica a les generalitats. El valor de «d» és 1,00.

6. Precisió del mètode

Amb una mescla homogènia de matèries tèxtils, els marges de fiabilitat dels resultats obtinguts amb aquest mètode no són superiors a ± 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'aplica, 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), poliamida o niló (30), acrílic (26) i vidre tèxtil (40).

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

Es dissolen les fibres d'acetat, de triacetat, les clorofibres, determinats modacrílics i elastans a partir d'un pes conegut de mescla en el seu estat sec, per extracció a temperatura pròxima a la d'ebullició mitjançant ciclohexanona. Es recull el residu, rentat, assecat i pesat; el seu pes, corregit si és necessari, s'expressa en percentatge del pes de la mescla en estat sec. El percentatge en estat sec de clorofibra, modacrílic, elastan, acetat i triacetat s'obté per diferència.

3. INSTRUMENTAL I REACTIUS (a més dels que s'esmenten a les generalitats)

3.1. Instrumental

- i) Aparell per a l'extracció en calent que permeti seguir la manera d'operar que estableix el punt 4 [vegeu el croquis variant de l'instrumental descrit a Melliand Textilberichte 56 (1975) p. 643-645].
- ii) Placa filtrant en la qual es col·loca 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 D'OPERAR

Seguir les instruccions que es descriuen a les generalitats i procedir de la manera següent:

Abocar al 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-hi 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 a continuació aplicar el buit.

Assecar la placa amb el residu, refredar i pesar.

5. Càlcul i presentació dels resultats

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

La seda 1,01

L'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 ± 1 , per a un marge de fiabilitat del 95%.

Croquis previst al punt 3.1.i) del mètode núm. 15

