

372L0276

31. 7. 72

Jornal Oficial das Comunidades Europeias

Nº L 173/1

**DIRECTIVA DO CONSELHO**

de 17 de Julho de 1972

**relativa à aproximação das legislações dos Estados-membros respeitantes a certos métodos de análise quantitativa de misturas binárias de fibras têxteis**

(72/276/CEE)

O CONSELHO DAS COMUNIDADES EUROPEIAS,

fibras têxteis, definido as directivas posteriores os métodos aplicáveis às misturas compostas por mais de duas fibras têxteis ou por fibras da mesma natureza química (nomeadamente, análises microscópicas);

Tendo em conta o Tratado que institui a Comunidade Económica Europeia e, nomeadamente, o seu artigo 100º,

Tendo em conta a proposta da Comissão,

Considerando que a Directiva do Conselho, de 26 de Julho de 1971, relativa à aproximação das legislações dos Estados-membros respeitantes às denominações têxteis <sup>(1)</sup> estabelece disposições em matéria de etiquetagem com base na composição em fibras dos produtos têxteis;

Considerando que o progresso da técnica exige uma adaptação frequente das prescrições técnicas definidas pelas directivas especiais relativas aos métodos de análise aplicáveis no domínio têxtil; que é conveniente, para facilitar a aplicação das medidas necessárias para este efeito, prever um procedimento que institua uma cooperação estreita entre os Estados-membros e a Comissão, no âmbito do Comité para a adaptação ao progresso técnico dos métodos de análise no sector dos têxteis;

Considerando que é conveniente, aquando dos controlos oficiais efectuados nos Estados-membros, utilizar métodos uniformes para determinar a composição em fibras dos produtos têxteis, tanto no que respeita ao pré-tratamento da amostra como à análise quantitativa;

Considerando que, no caso de misturas binárias para as quais não existe método de análise uniformizado a nível comunitário, o laboratório encarregado do controlo determina a composição destas misturas utilizando todos os métodos válidos disponíveis, indicando, no relatório de análise, o resultado obtido e a precisão do método, se for conhecida,

Considerando que a referida directiva prevê no seu artigo 13º que as directivas especiais definirão os métodos de colheita de amostras de análise aplicáveis em todos os Estados-membros para determinar a composição em fibras dos produtos;

ADOPTOU A PRESENTE DIRECTIVA:

Considerando que é conveniente, numa primeira fase, prever métodos aplicáveis a certas misturas binárias de

*Artigo 1º*

A presente directiva diz respeito aos métodos de análise quantitativa de certas misturas binárias de fibras têxteis,

(1) JO nº L 185 de 16. 8. 1971, p. 16.

incluindo a preparação das amostras reduzidas e dos provetes.

#### Artigo 2º

Entende-se por amostra reduzida uma amostra de dimensão adequada aos ensaios, proveniente de amostras globais para laboratório que foram recolhidas de um lote de artigos a analisar.

O provete é a porção de amostra reduzida necessária para dar um resultado analítico individual.

#### Artigo 3º

Os Estados-membros tomarão todas as medidas necessárias para que sejam aplicadas as disposições previstas nos Anexos I e II relativas aos métodos de análise quantitativa de certas misturas binárias de fibras têxteis, incluindo a preparação de amostras reduzidas e de provetes, aquando dos controlos oficiais, tendo em vista determinar a composição dos produtos têxteis colocados no mercado, em conformidade com as disposições da Directiva de 26 de Julho de 1971.

#### Artigo 4º

O laboratório encarregado do controlo de misturas binárias para as quais não existe método de análise uniformizado a nível comunitário determinará a composição destas misturas utilizando todos os métodos válidos disponíveis, e indicando, no relatório de análise, o resultado obtido e a precisão de método caso seja conhecida.

#### Artigo 5º

1. É instituído um Comité para adaptação ao progresso técnico dos métodos de análise no sector dos têxteis, a seguir denominado «Comité», composto por representantes dos Estados-membros e presidido por um representante da Comissão.

2. O Comité estabelecerá o seu regulamento interno.

3. A adaptação ao progresso técnico dos métodos de análise quantitativa previstos no Anexo II efectuar-se-á de acordo com o procedimento previsto no artigo 6º.

#### Artigo 6º

1. Quando for feita remissão para o procedimento definido no presente artigo, o assunto será submetido à apreciação do Comité pelo seu presidente, quer por iniciativa deste, quer a pedido do representante de um Estado-membro.

2. O representante da Comissão submeterá ao Comité um projecto de medidas a tomar. O Comité emitirá o seu parecer sobre este projecto num prazo que o presidente pode fixar em função da urgência da questão em causa. Pronunciar-se-á por maioria de doze votos, sendo atribuída aos votos dos Estados-membros a ponderação prevista no nº 2 do artigo 148º do Tratado.

O presidente não participará na votação.

3. a) A Comissão adoptará as medidas preconizadas, quando forem conformes ao parecer do Comité;

b) Quando as medidas preconizadas não forem conformes ao parecer do Comité, ou na ausência de parecer, a Comissão submeterá sem demora ao Conselho uma proposta relativa às medidas a tomar.

O Conselho deliberará por maioria qualificada.

c) Se, decorridos três meses a contar da apresentação da proposta ao Conselho, este não tiver deliberado, as medidas propostas são adoptadas pela Comissão.

#### Artigo 7º

1. Os Estados-membros porão em vigor as disposições necessárias para darem cumprimento à presente directiva, no prazo de dezoito meses a contar da sua notificação e desse facto informarão imediatamente a Comissão.

2. Os Estados-membros devem assegurar que seja comunicado à Comissão o texto das principais disposições de direito nacional que adoptarem no domínio regulado pela presente directiva.

#### Artigo 8º

Os Estados-membros são destinatários da presente directiva.

Feito em Bruxelas em 17 de Julho de 1972.

Pelo Conselho

O Presidente

P. LARDINOIS

## ANEXO I

## PREPARAÇÃO DAS AMOSTRAS REDUZIDAS E DOS PROVETES COM VISTA A DETERMINAR A COMPOSIÇÃO EM FIBRAS DOS PRODUTOS TÊXTEIS

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

O presente anexo fornece indicações gerais para preparar as amostras reduzidas de um tamanho adequado aos pré-tratamentos com vista às análises quantitativas (isto é, não superior a 100 g), a partir de amostras globais para laboratório, e para seleccionar os provetes a partir de amostras reduzidas, que tenham sido submetidas a um pré-tratamento para eliminar as matérias não fibrosas <sup>(1)</sup>.

## 2. DEFINIÇÕES

- 2.1. **Lote** — É a quantidade de material que é apreciada com base numa série de resultados de ensaios. Pode incluir, por exemplo, todo o material correspondente a uma mesma partida de tecido, todo o tecido a partir de uma determinada teia, um fornecimento de fios, um fardo ou um conjunto de fardos de fibras em rama.
- 2.2. **Amostra global para laboratório** — É a porção do lote que foi colhida com o fim de ser representativa do conjunto e que é enviada ao laboratório. O tamanho e a natureza da amostra global para o laboratório serão escolhidos de modo a reflectir convenientemente a variabilidade do lote e a assegurar a facilidade das manipulações no laboratório <sup>(2)</sup>.
- 2.3. **Amostra reduzida**. — É a porção da amostra global para laboratório que é submetida a um pré-tratamento para eliminar as matérias não fibrosas e da qual são colhidas em seguida provetes para análise. O tamanho e a natureza da amostra reduzida serão suficientes para reflectir convenientemente a variabilidade da amostra global para laboratório <sup>(3)</sup>.
- 2.4. **Provete ou toma para análise**. — É a porção de material necessário para dar um resultado analítico individual, colhido sobre a amostra reduzida.

## 3. PRINCÍPIO

A amostra reduzida é escolhida de modo a ser representativa da amostra global para laboratório.

Os provetes são colhidos da amostra reduzida de modo a que sejam representativos daquela.

## 4. AMOSTRAGEM DE FIBRAS LIVRES

- 4.1. **Fibras não orientadas**. — Constituir a amostra reduzida tomando tufos ao acaso na amostra global. Recolher a totalidade da amostra reduzida, misturá-la convenientemente por meio de uma carda de laboratório <sup>(4)</sup>. Submeter o véu ou a mistura ao pré-tratamento, bem como as fibras aderentes e as que saiam para fora do aparelho. Retirar em seguida, na proporção da massa, os provetes sobre o véu das fibras aderentes e das que saiam para fora do aparelho.

Se a forma de véu de carda não for afectada pelo pré-tratamento, retirar os provetes da maneira descrita no ponto 4.2. Se o véu for alterado pelo pré-tratamento, escolher os provetes colhendo da amostra pré-tratada pelo menos 16 pequenas mechas de tamanho conveniente, mais ou menos iguais, e reuni-las em seguida.

- 4.2. **Fibras orientadas (véus de carda, fitas, mechas)**. — Cortar nas partes escolhidas ao acaso da amostra global pelo menos 10 secções transversais pesando cada uma cerca de 1 g. Submeter a amostra

(1) Eventualmente, pré-tratar directamente os provetes.

(2) Para os artigos acabados e confeccionados, ver ponto 7.

(3) Ver 1.

(4) Pode-se substituir a carda de laboratório por um misturador de fibras ou pelo método dito dos «tufos e rejeitados».

reduzida assim formada à operação de pré-tratamento. Reunir em seguida as secções colocando-as lado a lado, e formar o provete cortando-as transversalmente de modo a retirar uma porção de cada um dos 10 comprimentos.

## 5. AMOSTRAGEM DOS FIOS

- 5.1. **Fios em bobinas ou em meadas.** — Utilizar todas as bobinas da amostra global para laboratório. Retirar de cada bobina troços contínuos, iguais e adequados, seja bobinando as meadas de um mesmo número de voltas sobre uma meadeira <sup>(1)</sup>, ou por qualquer outro meio. Reunir os troços lado a lado, sob forma de uma meada única ou de um cabo e assegurar que os troços iguais de cada bobina constituam a meada ou o cabo.

Submeter ao pré-tratamento a amostra reduzida assim formada.

Recolher os provetes sobre a amostra reduzida pré-tratada, cortando um feixe de fios de comprimento igual a partir da meada ou do cabo, e procurando não omitir nenhum dos fios.

Se  $t$  é o «tex» do fio, e  $n$  o número de bobinas da amostra global, é necessário retirar de cada bobina um comprimento de fio de  $\frac{10^6}{nt}$  cm para obter uma amostra reduzida de 10 g.

Se  $nt$  for elevado, isto é se, ultrapassar 2 000, pode formar-se uma meada maior e cortá-la transversalmente em dois sítios, de modo a obter um cabo de massa apropriada. As extremidades de uma amostra que se apresente sob a forma de cabo serão convenientemente ligadas antes de efectuar o pré-tratamento, e os provetes serão recolhidos a uma distância suficiente do nó.

- 5.2. **Fios em teia.** — Colher uma amostra reduzida cortando na extremidade da teia um feixe de, pelo menos, 20 cm de comprimento e abrangendo todos os fios, com excepção dos fios da ourela, que são rejeitados. Atar o feixe de fios numa das extremidades. Se a amostra for demasiado grande para efectuar um pré-tratamento global, separá-la em 2 partes (ou mais de 2) que serão cada uma atadas, com vista ao pré-tratamento, e reunidas depois de terem sido pré-tratadas separadamente. Retirar um provete de comprimento conveniente sobre a amostra reduzida, cortando suficientemente longe do nó e não omitindo nenhum dos fios da teia. Para os órgãos que incluam  $N$  fios de  $t$  «tex», o comprimento de um provete pesando 1 g é de  $\frac{10^5}{Nt}$  cm.

## 6. AMOSTRAGEM DE TECIDO

- 6.1. **Amostra global para laboratório constituída por um corte único representativo do tecido.** — Cortar na amostra uma tira diagonal de um canto ao outro e retirar as ourelas. Esta tira constitui a amostra reduzida. Para obter uma amostra reduzida de  $x$  g, a superfície da tira será de  $x \frac{10^4}{G}$  cm<sup>2</sup>, sendo  $G$  a massa de tecido em g/m<sup>2</sup>.

Depois de ter a submetido ao pré-tratamento, cortar a tira transversalmente em quatro partes iguais e sobrepô-las. Retirar os provetes de uma parte qualquer do material assim preparado, cortando todas as camadas de modo a que todos os provetes compreendam um comprimento igual de cada uma delas.

Se o tecido apresentar um desenho tecido, a largura da amostra reduzida, medida paralelamente à direcção da teia, não deve ser inferior a um modelo do desenho na teia. Se, estando esta condição preenchida, a amostra reduzida for demasiado grande para ser pré-tratada inteira com facilidade, deve

<sup>(1)</sup> Se as bobinas puderem ser colocadas sobre um dispositivo conveniente, é possível desenrolar simultaneamente um certo número.

cortar-se em partes iguais, que serão pré-tratadas separadamente, e estas partes serão sobrepostas, antes de retirar os provetes, de modo que as partes correspondentes do desenho não coincidam.

- 6.2. Amostra global para laboratório constituída por vários cortes. — Analisar cada corte de acordo com 6.1 e indicar cada resultado separadamente.

## 7. AMOSTRAGEM DOS ARTIGOS ACABADOS E CONFECCIONADOS

A amostra global para laboratório é normalmente constituída por um artigo acabado e confeccionado ou por uma fracção representativa do artigo.

Determinar eventualmente a percentagem das diferentes partes que não tenham o mesmo teor de fibra a fim de se poder verificar as disposições do artigo 9º da Directiva relativa à aproximação das legislações dos Estados-membros respeitantes às denominações têxteis.

Colher uma amostra reduzida representativa da parte do artigo acabado e confeccionado cuja composição deve ser indicada pela etiqueta. Se o artigo confeccionado comportar várias etiquetas, colher amostras reduzidas representativas de cada parte correspondente a uma determinada etiqueta.

Se o artigo cuja composição se quer determinar não é homogéneo, pode ser necessário colher amostras reduzidas de cada uma das partes do artigo e determinar as proporções relativas das diversas partes relativamente ao conjunto do artigo.

O cálculo das percentagens far-se-á então tendo em conta as proporções relativas das partes amostradas.

Submeter as amostras reduzidas ao pré-tratamento.

Colher em seguida provetes representativos das amostras reduzidas pré-tratadas.

## ANEXO II

## MÉTODOS DE ANÁLISE QUANTITATIVA DE DETERMINADAS MISTURAS BINÁRIAS DE FIBRAS TÊXTEIS

## 1. GENERALIDADES

## Introdução

A análise quantitativa de mistura de fibras têxteis é baseada em dois processos principais: separação química e separação manual das fibras.

O processo de separação manual deve ser escolhido sempre que possível, pois conduz geralmente a resultados mais precisos do que o processo de separação química. Aplica-se a todos os produtos têxteis cujas fibras componentes não formem uma mistura íntima como, por exemplo, no caso de fios compostos de vários elementos constituídos cada um deles, por uma só espécie de fibras ou de tecidos em que a fibra que constitui a teia é diferente da da trama ou de malhas desmalháveis compostas de fios de naturezas diversas.

O processo de separação química baseia-se, de um modo geral, na solubilidade selectiva dos componentes individuais da mistura. Depois da eliminação de um componente, pesa-se o residuo insolúvel e calcula-se a proporção do componente solúvel a partir da perda da massa. No presente documento dão-se as informações comuns à análise por este processo, válidas para as misturas de fibras consideradas no presente anexo, qualquer seja a sua composição. Este documento deve portanto ser utilizado em ligação com os que contêm os procedimentos pormenorizados aplicáveis a misturas de fibras especiais. Pode suceder que certas análises químicas sejam fundamentadas num princípio diferente do da solubilidade selectiva. Neste caso, os pormenores completos são dados na parte adequada do método aplicável.

As misturas de fibras utilizadas durante o fabrico dos produtos têxteis e, em menor grau, as que se encontram nos produtos acabados, podem conter matérias não fibrosas, tais como gorduras, ceras, preparos ou matérias solúveis na água, quer de origem natural, quer adicionadas para facilitar o fabrico. As matérias não fibrosas devem ser eliminadas antes da análise. Por esse motivo se descreve igualmente um pre-tratamento que permite eliminar, na maior parte dos casos, os óleos, as gorduras, as ceras e as matérias solúveis na água.

Os produtos têxteis podem ainda conter resinas ou outras substâncias adicionadas para lhes conferir propriedades especiais. Estas substâncias, incluindo, em casos excepcionais, os corantes, podem interferir com a acção do reagente sobre o componente solúvel e, além disso, ser total ou parcialmente eliminadas pelos reagentes. Tais substâncias podem pois ser causa de erros e devem ser eliminadas antes da análise. Se não for possível eliminá-las, os métodos de análise química descritos neste anexo não podem ser aplicados.

O corante nas fibras tingidas é considerado como parte integrante das mesmas e não se elimina.

Estas análises são efectuadas com base na massa anidra, sendo fornecido um método para a determinar.

O resultado é expresso aplicando à massa de cada fibra no estado seco as taxas de recuperação indicadas no Anexo II da Directiva relativa à aproximação das legislações dos Estados-membros respeitantes às denominações têxteis.

As fibras presente na mistura devem ser identificadas antes de se proceder à análise. Em certos métodos químicos, o componente insolúvel de uma mistura pode ser parcialmente dissolvido pelo reagente utilizado para dissolver o componente solúvel. Sempre que seja possível, devem ser escolhidos reagentes com efeito fraco ou nulo sobre as fibras insolúveis. Se se sabe que ocorre uma perda de massa no decurso da análise, é conveniente corrigir o resultado; são dados factores de correcção para esse fim. Esses factores foram determinados em diferentes laboratórios tratando as fibras, limpas pelo pré-tratamento, com o reagente adequado especificado no método de análise. Estes factores só se aplicam a fibras normais e podem ser necessários outros factores de correcção se as fibras foram degradadas antes ou durante o tratamento. Os métodos químicos propostos aplicam-se a análises individuais. É conveniente efectuar pelo menos duas análises, sobre provetes separados, tanto no que diz respeito à separação manual como à separação química. Em caso de dúvida, salvo impossibilidade técnica, deve ser efectuada uma outra análise utilizando um método que permita a dissolução da fibra que constitui o residuo, quando se procede de acordo com o primeiro método.

- I. *Generalidades sobre os métodos de análise química quantitativa das misturas de fibras têxteis*
- Informações comuns aos métodos a aplicar com vista à análise química quantitativa de misturas de fibras têxteis.
- I.1. *Âmbito de aplicação*
- No âmbito de aplicação de cada método, são assinaladas as fibras às quais o método é aplicável.
- I.2. *Princípio*
- Após identificação das fibras componentes da mistura binária, eliminar, por meio de um pré-tratamento adequado, as matérias não fibrosas e depois eliminar um dos componentes, geralmente por dissolução selectiva<sup>(1)</sup>; pesar o resíduo insolúvel e calcular a proporção do componente solúvel a partir da perda da massa. É preferível, salvo dificuldades técnicas, dissolver a fibra existente em maior proporção, para obter como resíduo a fibra existente em menor proporção.
- I.3. *Material necessário*
- I.3.1. *Aparelhos*
- I.3.1.1. Cadinhos filtrantes e frascos de pesagem que permitam a incorporação dos cadinhos ou outros aparelhos que produzam resultados idênticos.
- I.3.1.2. Frasco de vácuo.
- I.3.1.3. Exsiccador que contenha gel de sílica corado por meio de um indicador.
- I.3.1.4. Estufa ventilada para secar os provetes a  $105^{\circ} \pm 3^{\circ} \text{C}$ .
- I.3.1.5. Balança analítica, precisão de 0,0002 g.
- I.3.1.6. Extractor de Soxhlet ou aparelho que permita um resultado equivalente.
- I.3.2. *Reagentes*
- I.3.2.1. Éter de petróleo redestilado, que entre em ebulição entre  $40^{\circ} \text{C}$  e  $60^{\circ} \text{C}$ .
- I.3.2.2. Os outros reagentes são mencionados nas partes adequadas no método. Todos os reagentes utilizados devem ser quimicamente puros.
- I.3.2.3. Água destilada ou desionizada.
- I.4. *Atmosfera de condicionamento e ensaio*
- Como são determinadas massas anidras, não é necessário condicionar os provetes, nem efectuar os ensaios numa atmosfera condicionada.
- I.5. *Amostra reduzida*
- Escolher uma amostra reduzida representativa da amostra global para laboratório e suficiente para fornecer todos os provetes necessários de 1 g, no mínimo, cada um.
- I.6. *Pré-tratamento da amostra reduzida<sup>(2)</sup>*
- Se estiver presente um elemento que não interesse para o cálculo das percentagens (ver n.º 2, alínea d), do artigo 12.º da Directiva relativa às «denominações têxteis», começar por eliminá-lo através de um método adequado que não afecte nenhum dos componentes fibrosos.

(1) O método n.º 13 constitui uma excepção. Baseia-se na determinação de um elemento constitutivo de um dos dois componentes.

(2) Ver Anexo I.1

Para o efeito, eliminam-se as matérias não fibrosas, extractáveis com éter de petróleo ou água, tratando a amostra reduzida, seca ao ar com éter de petróleo leve durante uma hora a uma velocidade mínima de 6 ciclos por hora no extractor de Soxhlet. Deixar evaporar o éter de petróleo da amostra que será em seguida extraída por tratamento directo, incluindo imersão da amostra em água à temperatura ambiente durante 1 h, seguida por imersão em água a  $65^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$  durante mais 1h, agitando de vez em quando. Utilizar uma razão de banho de 1/100. Eliminar o excesso de água da amostra por expressão, sucção ou centrifugação e deixa-se secar ao ar.

No caso de não se poder extrair as matérias não fibrosas com éter de petróleo e água, o método da água acima descrito deve ser substituído por um método conveniente que não altere de forma sensível nenhuma das fibras componentes. Contudo, para certas fibras vegetais naturais cruas (juta, coco, por exemplo) deve notar-se que o pré-tratamento normal com éter de petróleo e água não elimina todas as substâncias não fibrosas naturais; apesar disso, não se aplicam pré-tratamentos complementares, desde que a amostra não contenha acabamentos não solúveis no éter de petróleo e na água.

Os métodos de pré-tratamento devem ser descritos de modo pormenorizado nos relatórios da análise.

## I.7. *Método de análise*

### I.7.1. *Instruções gerais*

#### I.7.1.1. *Secagem*

Efectuar todas as operações de secagem durante 4 h, no mínimo, a 16 h, no máximo, a uma temperatura de  $105^{\circ} + 3^{\circ}\text{C}$  numa estufa com ventilação conjunta porta se mantém fechada durante o período de secagem. Poder-se-à adoptar uma duração de secagem inferior a 14 h, desde que a variação de massa após uma nova secagem de 60 min seja inferior a 0,05%.

Evitar manipular os frascos de pesagem os cadinhos, os provetes ou os resíduos directamente com as mãos durante as operações de secagem, arrefecimento e pesagem.

Secar o provete num frasco de pesagem tarado, com a respectiva tampa ao lado, o qual, finda a secagem, se tapa e se transfere imediatamente para o exsiccador.

Secar o cadinho com o resíduo num frasco de pesagem tarado, com a respectiva tampa ao lado, o qual finda a secagem, se tapa e se transfere imediatamente para o exsiccador.

Quando se utilizar aparelhagem diferente do cadinho filtrante, secar na estufa de modo a determinar a massa das fibras no estado seco sem perdas.

#### I.7.1.2. *Arrefecimento*

Efectuar todas as operações de arrefecimento no exsiccador, colocando-o ao lado da balança, durante um período suficiente para arrefecer totalmente os frascos de pesagem tarados e, em qualquer caso, nunca inferior a 2 horas.

#### I.7.1.3. *Pesagem*

Após arrefecimento, pesar o frasco de pesagem durante os dois minutos seguintes à sua saída do exsiccador, com a precisão de 0,0002 g.

## I.7.2. *Técnica*

Retirar da amostra para ensaio previamente tratada provetes com massa de pelo menos 1 g. Cortar os fios ou o tecido em pedaços de cerca de 10 mm de comprimento, que se desagregam tanto quanto

possível. Secar cada provete num frasco de pesagem, arrefecer no exsiccador e pesar. Transferir o provete para o recipiente de vidro referido na secção adequada do método comunitário, e pesa-se de novo o frasco de pesagem. Calcula-se então por diferença a massa do provete seco. Completar o processo de análise da maneira mencionada na secção adequada do método aplicável. Examinar ao microscópio o resíduo para verificar se o tratamento eliminou completamente a fibra solúvel.

#### I.8. Cálculo e expressão dos resultados

Exprimir a massa do componente insolúvel sob a forma de percentagem de massa total das fibras presentes na mistura. A percentagem do componente solúvel obtem-se por diferença. Calcular os resultados na base das massas das fibras puras e secas às quais se aplicam, por um lado, as taxas de recuperação convencionais e, por outro, os factores de correcção necessários para ter em conta as perdas de matéria nas operações de pré-tratamento e de análise. Estes cálculos fazem-se aplicando a fórmula dada no ponto I.8.2.

##### I.8.1. Cálculo da percentagem em massa do componente insolúvel seco e puro, não tendo em conta a perda de massa das fibras devida ao pré-tratamento.

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

$P_1$  é a percentagem do componente insolúvel seco e puro;

$m$  é a massa do provete puro e seco após pré-tratamento;

$r$  é a massa do resíduo seco;

$d$  é o factor de correcção para a perda de massa sofrida pelo componente insolúvel, no reagente, durante a análise.

Os valores adequados de « $d$ » são dados nas secções adequadas de cada método.

Os valores de « $d$ » são os valores normais aplicáveis às fibras não degradadas quimicamente.

##### I.8.2. Cálculo da percentagem em massa do componente insolúvel após aplicação das taxas de recuperação convencionais e os eventuais factores de correcção que têm em conta a perda de massa ocasionada pelo pré-tratamento.

$$P_1A\% = \frac{100 P_1 \left( \frac{a_1 + b_1}{100} \right)}{P_1 \left( 1 + \frac{a_1 + b_1}{100} \right) + (100 - P_1) \left( 1 + \frac{a_2 + b_2}{100} \right)}$$

$P_1A$  é a percentagem do componente insolúvel tendo em conta a taxa de recuperação convencional e a perda de massa devida ao pré-tratamento

$P_1$  é a percentagem do componente insolúvel seco e puro calculada pela fórmula indicada no ponto I.8.1

$a_1$  é a taxa de recuperação convencional do componente insolúvel (Anexo II da Directiva «Denominações têxteis»)

$a_2$  é a taxa convencional do componente solúvel (Anexo II da Directiva «Denominações têxteis»)

$b_1$  é a perda de percentagem do componente insolúvel devida ao pré-tratamento

$b_2$  é a perda de percentagem do componente solúvel devida ao pré-tratamento

A percentagem do 2º componente ( $P_2A\%$ ) é igual a  $100 - P_1A\%$ .

Quando se utilizar um pré-tratamento especial, os valores de  $b_1$  e  $b_2$  devem ser determinados, se possível, submetendo cada uma das fibras componentes puras ao pré-tratamento aplicado na análise. Por fibras puras, deve entender-se as fibras isentas de todas as matérias não fibrosas, com excepção das que contêm normalmente (pela sua natureza ou devido ao processo de fabrico), no estado (cru, branqueado) em que se encontram no artigo a submeter a análise.

Quando não se dispõe de fibras componentes separadas e puras que tenham servido par ao fabrico do artigo submetido a análise, é necessário adoptar valores médios de  $b_1$  e de  $b_2$ , resultantes

de ensaios efectuados em fibras puras semelhantes às contidas na mistura examinada.

Se for aplicado pré-tratamento normal, por extracção com éter de petróleo e água, desprezam-se em geral os factores de correcção  $b_1$  e  $b_2$ , salvo no caso algodão cru, do linho cru e do cânhamo cru, nos quais, se admite convencionalmente uma perda de 4% no pré-tratamento, e no caso do polipropileno em que se admite, uma perda de 1%.

No caso das outras fibras admite-se, convencionalmente, não ter em conta nos cálculos a perda devida no pré-tratamento.

## II. *Método de análise quantitativa por separação manual*

### II.1. *Âmbito de aplicação*

Este método aplica-se às fibras têxteis de qualquer natureza, desde que não formem uma mistura íntima e seja possível separá-las manualmente.

### II.2. *Princípio*

Após identificação dos componentes de têxtil, eliminam-se primeiro as matérias não fibrosas através dum pré-tratamento adequado, seguido de separação manual das fibras, secagem e pesagem, para calcular a proporção de cada componente na mistura.

### II.3. *Material necessário*

II.3.1. Frascos de pesagem, ou outro aparelho que permita resultados idênticos.

II.3.2. Exsiccador, que contenha sílica-gel corado por um indicador.

II.3.3. Estufa com ventilação, para secar os provetes à temperatura de  $105 \pm 3$  °C.

II.3.4. Balança analítica com precisão de 0,0002 g.

II.3.5. Extractor de Soxhlet ou aparelho que permita um resultado idêntico.

II.3.6. Agulha.

II.3.7. Torsiómetro, ou aparelho equivalente.

### II.4. *Reagentes*

II.4.1. Éter de petróleo redistilado que ferva entre 40 ° e 60 °C.

II.4.2. Água destilada ou densionizada.

### II.5. *Atmosfera de condicionamento e ensaio*

Ver punto I.4.

### II.6. *Amostra reduzida*

Ver punto I.5.

### II.7. *Pré-tratamento da amostra reduzida*

Ver punto I.6.

### II.8. *Método de análise*

#### II.8.1. *Análise de um fio*

Retirar da amostra para ensaio previamente tratada um provete com uma massa de, pelo menos, 1 g. No caso de um fio muito fino, a análise pode ser efectuada sobre um comprimento de, pelo menos, 30 m, qualquer que seja a sua massa.

Cortar o provete de fio em bocados de comprimento conveniente e separar os elementos com uma agulha, e, se necessário, com o torsiómetro, Introduzir os componentes assim separados em frascos de pesagem previamente tarados e secados  $105^{\circ} \pm 3^{\circ}\text{C}$ , até se obter uma massa constante como indicado em I.7.1 e I.7.2.

### II.8.2. *Análise de um tecido*

Da amostra para ensaio previamente tratada retirar longe das orelhas, um provete com uma massa de, pelo menos, 1 g, cortando com precisão, sem desfiar e paralelamente aos fios da trama ou de teia ou, no caso de malhas, paralelamente às fileiras ou às colunas. Separar os fios de natureza diferente, recolher em frascos de pesagem previamente tarados e proceder como indicado no ponto II.8.1.

### II.9. *Cálculo e expressão de resultados*

Exprimir a massa de cada um dos componentes em percentagem da massa total das fibras constituintes da mistura. Estas percentagens calculam-se com base nas massas das fibras puras e secas às quais foram aplicadas as taxas de recuperação convencionais, por um lado, e os factores de correcção necessários para ter em conta as perdas de massa devidas ao pré-tratamento, por outro.

#### II.9.1. Cálculo das percentagens das massas das fibras puras e secas, não tendo em conta a perda da massa da fibra devida ao pré-tratamento.

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

$P_1$  é a percentagem do primeiro componente seco e puro;

$m_1$  é a massa seca e pura do primeiro componente;

$m_2$  é a massa seca e pura do segundo componente.

#### II.9.2. Cálculo das percentagens de cada um dos componentes após ter aplicado as taxas de recuperação convencionais e os eventuais factores de correcção que têm em conta perdas de massa devidas ao pré-tratamento (ver I.8.2).

### III.1. *Precisão dos métodos*

A precisão indicada para cada método refere-se a reprodutibilidade.

A reprodutibilidade é a fidelidade, isto é, a grande concordância entre os valores experimentais obtidos por operadores trabalhando em laboratórios diferentes, ou em épocas diferentes, obtendo cada um, com o mesmo método, resultados individuais sobre um produto homogéneo idêntico.

A reprodutibilidade exprime-se pelos limites de confiança dos resultados para um nível de confiança de 95%.

A reprodutibilidade corresponde ao desvio entre dois resultados, o qual, num conjunto de análises efectuadas em laboratórios diferentes, não deve ser ultrapassado mais do que cinco vezes em cem, aplicando normal e correctamente o método a uma mistura homogénea idêntica.

### III.2. *Relatório de análise*

#### III.2.1. Indicar que a análise foi efectuada em conformidade com o presente método.

#### III.2.2. Fornecer indicações detalhadas relativas aos pré-tratamentos especiais (ver ponto I.6).

#### III.2.3. Indicar os resultados individuais, bem como a média aritmética arredondada à primeira decimal.

## 2. MÉTODOS ESPECIAIS — QUADRO RESUMO

Método	Âmbito de aplicação		Reagentes	Páginas
n° 1	Acetato	Determinadas fibras	Acetona	13
n° 2	Determinadas fibras proteínicas	Determinadas fibras	Hipoclorito de sodio alcalino	14
n° 3	Viscose, cupro ou certos tipos de modal	Algodão	Cloreto de zinco ácido fórmico	15
n° 4	Poliamida 6 ou 6—6	Determinadas fibras	Ácido fórmico a 80%	16
n° 5	Acetato	Triacetato	Álcool benzílico	17
n° 6	Triacetato	Determinadas fibras	Diclorometano	18
n° 7	Determinadas fibras celulósicas	Poliéster	Ácido sulfúrico a 75%	19
n° 8	Acrílicas, determinadas modacrílicas ou determinadas clorofibras	Determinadas fibras	Dimetilformamida	20
n° 9	Determinados clorofibras	Determinadas fibras	Sulfureto de carbono acetona a 55,5/44,5	21
n° 10	Acetato	Determinadas clorofibras	Ácido acético glacial	22
n° 11	Seda	Lã ou pêlos	Ácido sulfúrico a 75%	23
n° 12	Determinadas fibras celulósicas	Lã ou pêlos	Ácido sulfúrico a 70%	24
n° 13	Juta	Determinadas fibras de origem animal	Método por dosagem de azoto	26

## MÉTODO N.º 1

## MISTURAS DE ACETATO COM DETERMINADAS OUTRAS FIBRAS

(Método de la acetona)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

## 1. acetato (17)

com

## 2. lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), linho (7), cânhamo (8), juta (9), abaca (10), alfa (11), coco (12), giesta (13), kenaf (14), ramie (15), sisal (16), cupro (19), modal (20), proteica (21), viscosa (21), acrílica (24), poliamida (28) e poliéster (29).

Este método não se aplica às misturas com fibras de acetato desacetilado à superfície.

## 2. PRINCÍPIO

Dissolvero acetato a partir de uma massa seca conhecida da mistura, com acetona. Recolher, lavar e secar o resíduo; exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura; cálculo da percentagem de acetato seco por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

Frascos cónicos com capacidade mínima de 200 ml e com rolha esmerilada.

## 3.2. Reagente

Acetona.

## 4. TÉCNICA

Seguir as indicações dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico de 200 ml e rolha esmerilada, juntar 100 ml de acetona or grama do provete, agitar, deixar repousar durante 30 min à temperatura ambiente e decantar o líquido para o cadinho filtrante previamente tarado.

Repetir duas vezes este tratamento (fazem-se três extracções no total), mas somente durante períodos de 15 min, de modo que a duração total do tratamento com a acetona seja de 1 h. Transferir o resíduo para o cadinho filtrante, lavar com acetona e esvaziar o cadinho por sucção. Voltar a encher o cadinho com acetona e deixar escorrer o líquido por gravidade.

Finalmente, esvaziar o cadinho por sucção, secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como se indica nas generalidades. O valor de  $d$  é de 1,00.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam  $\pm 1$ , para um nível de confiança de 95%.

## MÉTODO Nº 2

## MISTURAS DE CERTAS FIBRAS PROTEICAS COM DIVERSAS FIBRAS

(Método do hipoclorito de sódio alcalino)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. Certas fibras proteicas: lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), fibras proteicas regeneradas à base de caseína (21)

com

2. algodão (5), curpo (19), modal (20), viscose (23), acrílica (24), clorofibras (25), poliamida (28), poliéster (29), polipropileno (31) e vidro têxtil (38).

Se estiverem presentes várias categorias de fibras proteicas, o método permite calcular a sua proporção global na mistura, mas não as percentagens individuais.

## 2. PRINCÍPIO

Dissolver as fibras proteicas, a partir de uma massa seca conhecida da mistura, numa solução alcalina de hipoclorito de sódio. Recolher, lavar e secar o resíduo; exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem das fibras proteicas por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

Frasco de vidro de capacidade mínima 500 ml.

## 3.2. Reagentes

- i) *Reagente à base de hipoclorito*

Este reagente é constituído por uma solução, cerca de 1M, de hipoclorito de sódio, contendo 33 a 37 g de cloro activo por litro, à qual se junta uma quantidade de hidróxido de sódio suficiente para levar a concentração em hidróxido de sódio a  $5 \pm 0,5$  g/l. A solução deve ser titulada iodometricamente antes de cada análise;

- ii) *Solução diluída de ácido acético.*

Diluir 5 ml de ácido acético glacial em água e perfazer o volume de 1 l, com água.

## 4. TÉCNICA

Seguir o procedimento descrito nas generalidades e proceder do seguinte modo: colocar o provete no frasco de vidro de pelo menos 500 ml e juntar 100 ml de solução de hipoclorito de sódio por grama do provete; agitar energicamente para molhar o provete; deixar em contacto durante 40 minutos à temperatura ambiente agitando energicamente de tempos a tempos. Filtrar o conteúdo do frasco através do cadinho filtrante previamente tarado e transferir o resíduo fibroso eventualmente presente para o cadinho, lavando o frasco com um reagente à base de hipoclorito. Esvaziar o cadinho por sucção e lavar o resíduo, sucessivamente, com água, com a solução de ácido acético e finalmente com água, esvaziando o cadinho por sucção, depois de cada adição de líquido. Não aplicar a sucção antes que o líquido tenha escorrido através do cadinho, por gravidade. Finalmente, secar o cadinho com o resíduo por sucção, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de  $d$  é 1,00, excepto para o algodão cru em que « $d$ » = 1,03.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis os limites de confiança dos resultados obtidos por este método, não devem ultrapassar  $\pm 1$  para um nível de confiança de 95%.

## MÉTODO Nº 3

## VISCOSE, CUPRO OU CERTOS TIPOS DE MODAL E ALGODÃO

(Método do ácido fórmico e cloreto de zinco)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. viscosa (23) ou cupro (19), incluindo determinados tipos de modal (20)  
com
2. algodão (5).

Se se verificar estar presente fibra de modal deve ser feito um ensaio preliminar, para ver se esta fibra é solúvel no reagente.

Este método não se aplica às misturas nas quais o algodão sofreu uma forte degradação química, nem quando a viscosa ou a fibra de cupro não for totalmente solúvel devido à presença de determinados corantes ou de produtos de acabamento que não possam ser eliminados completamente.

## 2. PRINCÍPIO

Dissolver as fibras de viscosa, cupro e modal a partir de uma massa desidratada conhecida da mistura seca, num reagente composto de ácido fórmico e de cloreto de zinco. Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo. Após correcção, exprimir a massa em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de viscosa ou de cupro ou de modal seca por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos descritos nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

- i) Frascos cónicos com rolha esmerilhada, com capacidade mínima de 200 ml;
- ii) Dispositivo que permita manter a temperatura do frasco a  $40\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

## 3.2. Reagentes

- i) Solução contendo 20 g de cloreto de zinco anidro e 68 g de ácido fórmico aido em água, até perfazer 100 g; (isto é, 20 partes em massa de cloreto de zinco anidro em 80 partes em massa de ácido fórmico a 85% em massa);
- ii) Solução de hidróxido de amónio: diluir 20 ml de uma solução concentrada de amoníaco (massa volumica: 0,880 g/ml), em água até perfazer um litro.

## 4. TÉCNICA

Seguir o procedimento descrito nas generalidades e proceder do seguinte modo: Colocar o provete, rapidamente, no frasco de cónico previamente aquecido a  $0\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Juntar 100 ml da solução de ácido fórmico e de cloreto de zinco pré-aquecido a  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , por grama de provete. Tapar o frasco e agitar. Manter o frasco e o seu conteúdo a  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ , durante 2 h e 30 minutos, agitando por duas vezes com intervalos de 60 minutos. Filtrar o conteúdo do frasco através do cadinho filtrante, previamente tarado e transferir o resíduo fibroso eventualmente presente para o cadinho, por lavagem do frasco com o reagente. Lavar com 20 ml de reagente.

Lavar bem o cadinho e o resíduo com água a  $40\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Lavar em seguida com 100 ml de solução amoniacal, depois com água, até eliminação do amoníaco. Não aplicar sucção antes do líquido de lavagem ter passado por gravidade através do cadinho. Finalmente esvaziar o cadinho por sucção, secar o cadinho e o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como se indica nas generalidades. O valor de «d» para o algodão é 0,96.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos por este método, não ultrapassam  $\pm 2$  para um nível de confiança de 95%

## MÉTODO Nº 4

## POLIAMIDA 6 OU 6-6 E DETERMINADAS OUTRAS FIBRAS

(Método do ácido fórmico a 80%)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. poliamida 6 ou poliamida 6-6 (28)

com

2. lã (1), pêlos animais (2 e 3), algodão (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23), acrílica (24), clorofibra (25), poliéster (29), polipropileno (31) e vidro têxtil (38).

Como se indica a seguir, este método aplica-se às misturas que contenham lã mas, quando a proporção desta última for superior a 25%, deve ser aplicado o método nº 2 (dissolução da lã em solução de hipoclorito de sódio alcalino).

## 2. PRINCÍPIO

Dissolver fibras de poliamida a partir de uma massa seca conhecida da mistura em ácido fórmico. Recoler, lavar, secar e pesar o resíduo; Exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de poliamida 6 ou 6.6 por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos descritos, nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

Frasco cónico com rolha esmerilada, e capacidade mínima de 200 ml.

## 3.2. Reagentes

- i) Solução de ácido fórmico a 80% em massa, densidade a 20 °C: 1,186. Diluir com água 880 ml de ácido fórmico a 90% em massa, densidade a 20 °C: 1,204, até um litro ou diluir 780 ml de ácido fórmico, 98% a 100% em massa, densidade a 20 °C: 1,220, água até um litro.

A concentração não é crítica entre 77% e 83% em massa de ácido fórmico;

- ii) Solução diluída de hidróxido de amónio — Diluir 80 ml de uma solução concentrada de hidróxido de amónio (densidade a 20 °C: 0,880) com água até um litro.

## 4. TÉCNICA

Seguir as indicações descritas nas generalidades e proceder do seguinte modo: colocar o provete no frasco cónico de 200 ml, no mínimo, e juntar 100 ml de solução de ácido fórmico por grama do provete; rolar o frasco, agitar de modo a molhar o provete. Deixar repousar o conteúdo do frasco durante 15 min, à temperatura ambiente, agitando de vez em quando. Filtrar o conteúdo do frasco através do cadinho filtrante previamente tarado, transferindo o resíduo fibroso para o cadinho por lavagem do frasco com um pouco de solução de ácido fórmico. Esvaziar o cadinho por sucção e lavar o resíduo sobre o cadinho, sucessivamente, com solução de ácido fórmico, água quente, com solução de hidróxido de amónio e, finalmente, com água fria. Só se aplica sucção após a passagem dos líquidos de cada lavagem através do cadinho, por gravidade. Finalmente, secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados de modo descrito nas generalidades. O valor de «d» é 1,00.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam  $\pm 1$  para um nível de confiança de 95%.

## MÉTODO Nº 5

## ACETATO E TRIACETATO

(Método do álcool benzílico)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das materiais não fibrosas, às misturas binárias

- acetato (17)
- com
- triacetato (22).

## 2. PRINCÍPIO

Dissolver as fibras de acetato a partir de uma massa seca conhecida da mistura, com álcool benzílico a  $52^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo; exprimir a massa em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de acetato seco por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

- i) Frasco cónico, com rolha esmerilada, com capacidade mínima de 200 ml;
- ii) Dispositivo de agitação mecânica;
- iii) Termóstato ou outro aparelho que permita manter a temperatura do frasco a  $52^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ .

## 3.2. Reagentes

- i) Álcool benzílico;
- ii) Álcool etílico.

## 4. TÉCNICA

Seguir as instruções dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico, juntar 100 ml de álcool benzílico por grama de provete.

Tapar o frasco, mergulhá-lo no banho de água a  $52^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$  e agitar energeticamente por meio do dispositivo de agitação mecânica, durante 20 minutos, a esta temperatura.

(A agitação mecânica pode eventualmente ser substituída por agitação manual e enérgica.)

Decantar o líquido através do cadinho filtrante previamente tarado. Juntar no frasco uma nova porção de álcool benzílico e agitar como anteriormente à temperatura de  $52^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$  durante 20 minutos.

Decantar através do mesmo cadinho filtrante. Repetir o ciclo de operações uma terceira vez.

Transferir finalmente o líquido e o resíduo para o cadinho; transferir o resíduo fibroso adicionando um volume suplementar de álcool benzílico à temperatura de  $52^{\circ} \pm 2^{\circ}\text{C}$ . Esvaziar completamente o cadinho.

Colocar as fibras num frasco, lavar com álcool etílico; após agitação manual, decantar pelo mesmo cadinho filtrante.

Repetir duas ou três vezes esta lavagem. Transferir o resíduo para o cadinho filtrante e esvaziar completamente. Secar o resíduo no cadinho, dexiar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d» é 1,00.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam  $\pm 1$  para um nível de confiança de 95%.

## MÉTODO Nº 6

## TRIACETATO E DETERMINADAS OUTRAS FIBRAS

(Método do diclorometano)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se após eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

## 1. triacetato (22)

com

## 2. lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23) acrílica (24), poliamida (28), poliéster (29), e vidro têxtil (38).

*Observação:*

As fibras de triacetato parcialmente saponificadas por um tratamento especial deixam de ser completamente solúveis no reagente. Neste caso, o método não é aplicável.

## 2. PRÍNCÍPIO

Dissolver as fibras de triacetato a partir de uma massa seca conhecida da mistura, por meio de diclorometano. Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo; exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de triacetato seco por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

Frasco cónico, com rolha esmerilada, com capacidade mínima de 200 ml.

## 3.2. Reagente

Diclorometano (cloruro de metileno).

## 4. TÉCNICA

Seguir as indicações dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico de 200 ml, com rolha esmerilada, juntar 100 ml de diclorometano por grama de provete, tapar, agitar o frasco de 10 em 10 minutos para molhar o provete com o reagente, e deixar em contacto durante 30 minutos à temperatura ambiente, agitando de vez em quando. Decantar o líquido pelo cadinho filtrante previamente tarado. Juntar 60 ml de diclorometano ao resíduo deixado no frasco, agitar manualmente e filtrar o conteúdo do frasco do mesmo cadinho. Transferir o resíduo fibroso para o cadinho por lavagem do frasco com um pouco de diclorometano. Esvaziar o cadinho por sucção, para eliminar o excesso de líquido, tornar a encher o cadinho com diclorometano e deixar escorrer o líquido por gravidade. Finalmente eliminar o excesso de líquido por sucção, tratar o resíduo com água à ebulição e esvaziar o cadinho por sucção, secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer a pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d» é 1,00 excepto para o poliéster, para o qual «d» = 1,01.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma amostra homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam  $\pm$  para um nível de confiança de 95%.

## METODO N° 7

## DETERMINADAS FIBRAS CELULÓSICAS E POLIÉSTER

(Método do ácido sulfúrico a 75%)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. algodão (5), linho (7), cânhamo (8), ramie (15), cupro (19), modal (20), viscosa (23)
2. poliéster (29).

## 3. PRINCÍPIO

Dissolver as fibras de celulose a partir de uma massa seca conhecida da mistura em ácido sulfúrico a 75%. Recolher, lavar, secar, e pesar o resíduo; exprimir a massa em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de fibras de celulose por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

- i) Frasco cónico com rolha esmerilada, com capacidade mínima 500 ml;
- ii) Termóstato ou outro aparelho que permita manter a temperatura do frasco a  $50^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$ .

## 3.2. Reagentes

- i) *Ácido sulfúrico a 75%  $\pm$  2% em massa:*

Preparar, juntando com precaução e arrefecendo, 700 ml de ácido sulfúrico, de densidade 1,84 a  $20^{\circ}\text{C}$ , a 350 ml de água destilada. Arrefecer até a temperatura ambiente e diluir com água, até um litro;

- ii) *Solução diluída de hidróxido de amónio:*

Diluir com água 80 ml de uma solução concentrada de hidróxido de amónio (densidade 0,88 a  $20^{\circ}\text{C}$ ) até um litro.

## 4. TÉCNICA

Seguir as indicações dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico com rolha esmerilada de 500 ml, no mínimo, juntar 200 ml de solução de ácido sulfúrico, a 75% por grama de provete, fechar e agitar o frasco com precaução, para molhar o provete com o reagente. Manter o frasco a  $50^{\circ} \pm 5^{\circ}\text{C}$  durante 1 hora, agitando suavemente o frasco e o seu conteúdo, de 10 minutos em 10 minutos. Filtrar por sucção o conteúdo do frasco através do cadinho filtrante, previamente tarado. Transferir o resíduo fibroso para o cadinho, por lavagem do frasco com um pouco de solução de ácido sulfúrico a 75%. Retirar o líquido do cadinho por sucção e lavar uma vez o resíduo com um pouco de solução de ácido sulfúrico. Não aplicar sucção enquanto o ácido não tiver escorrido por gravidade.

Lavar o resíduo várias vezes com água fria, depois duas vezes com a solução de hidróxido de amónio e depois completamente, com água fria, esvaziando o cadinho por sucção depois de cada adição. Não aplicar sucção durante as operações de lavagem mas somente depois de o líquido ter escorrido por gravidade. Eliminar por sucção o líquido restante secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d» é de 1,00.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo como este método não ultrapassam  $\pm 1$  para um nível de confiança de 95%.

**MÉTODO Nº 8**  
**AGRÍLICAS, DETERMINADAS MODACRÍLICAS OU DETERMINADAS CLOROFIBRAS E**  
**DETERMINADAS OUTRAS FIBRAS**

(Método da dimetilformamida)

**1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO**

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. acrílicas (24), certas modacrílicas (27) ou certas clorofibras (25) <sup>(1)</sup>

com

2. lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), cupro (19), modal (20), viscosa (23), poliamida (28) e poliéster (29).

O método aplica-se igualmente às fibras acrílicas e a determinadas modacrílicas tratadas com corantes pré-metalizados, mas não às tratadas com corantes com crómio.

**2. PRINCÍPIO**

Dissolver as fibras acrílicas, determinadas modacrílicas ou determinadas clorofibras de uma massa seca conhecida da mistura, por meio de dimetilformamida a uma temperatura de banho-maria à ebulição. Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo. Exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de acrílicas, modacrílicas ou clorofibras secas por diferença.

**3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)**

**3.1. Aparelhos**

- i) Frasco cónico com rolha esmerilada, com capacidade mínima de 200 ml;
- ii) Banho-maria à ebulição.

**3.2. Reagente**

Dimetilformamida (com ponto de ebulição de  $153^{\circ} \pm 1^{\circ}\text{C}$ ) não contendo mais do que 0,1% de água.

Sendo este reagente tóxico, é recomendado trabalhar numa chaminé.

**4. TÉCNICA**

Seguir as indicações nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico com rolha esmerilada de 200 ml, pelo menos, juntar 80 ml de dimetilformamida por grama do provete previamente aquecido em banho-maria à ebulição, tapar o frasco, agitar de forma a molhar o provete com o reagente e colocar no banho-maria à ebulição onde se mantém durante 1 hora. Agitar o frasco e o seu conteúdo manualmente e com precaução cinco vezes durante este período.

Decantar o líquido através do cadinho filtrante previamente tarado, retendo as fibras no frasco cónico. Juntar de novo 60 ml de dimetilformamida e aquecer durante mais de 30 minutos, agitando manualmente e com precaução duas vezes durante este período.

Filtrar o conteúdo do frasco através do cadinho filtrante, por sucção.

Transferir para o cadinho as fibras residuais no frasco, por lavagem deste com dimetilformamida. Esvaziar por sucção para eliminar o excesso de líquido. Lavar o resíduo duas vezes com água fria enchendo o cadinho e deixando-o esvaziar por gravidade; em seguida, eliminar o líquido excedente por sucção.

Se o resíduo for constituído por fibras de poliamida ou poliéster, secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

---

<sup>(1)</sup> Deve verificar-se a solubilidade destas modacrílicas ou destas clorofibras no reagente antes de proceder à análise.

Se o resíduo for constituído por celulose regenerada ou natural, seda ou lã, transferi-lo com pinças, para o frasco cónico com rolha esmerilada de pelo menos 200 ml, juntar 160 ml de água e deixar em contacto durante 5 minutos à temperatura ambiente, agitando o frasco e o seu conteúdo energicamente de vez em quando. Decantar a água através do cadinho e repetir esta lavagem três vezes. Depois da última lavagem, filtrar o conteúdo do frasco através do cadinho, por sucção. Transferir para o cadinho todas as fibras residuais no frasco por lavagem deste com água. Esvaziar o cadinho por sucção, secar o cadinho com o seu resíduo, arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d» é o seguinte:

seda	1,00
poliamida 6, 6—6 ou 11	1,01
lã	1,01
algodão:	1,01
cupro	1,01
modal	
viscose	
poliéster	1,02

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo este método não ultrapassam  $\pm 1$  para um nível de confiança de 95%.

### MÉTODO N.º 9

#### DETERMINADAS CLOROFIBRAS E DETERMINADAS OUTRAS FIBRAS

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

#### 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. determinadas clorofibras (25), nomeadamente, determinados policloreto de vinilo, sobreclorados ou não <sup>(1)</sup>

com

2. lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), cupro (19), modal (20), viscose (23), acrília (24), poliamida (28), poliéster (29), vidro têxtil (38).

Quando a lã ou a seda contidas na mistura excederem 25%, convém utilizar o método n.º 2. Quando a poliamida 6 ou 6—6 contida exceder 25%, utilizar o método n.º 4.

#### 2. PRINCÍPIO

Dissolver as fibras de clorofibras a partir de uma massa seca conhecida da mistura por meio da mistura azeotrópica de sulfureto de carbono e acetona. Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo; exprimir a sua massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de fibras de policloreto de vinilo secas por diferença.

<sup>(1)</sup> Deve verificar-se a solubilidade das clorofibras no reagente antes de proceder à análise.

### 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos descritos nas generalidades)

#### 3.1. Aparelhos

- i) Frasco cónico com rolha esmerilada, com capacidade mínima de 200 ml;
- ii) Dispositivo de agitação mecânica.

#### 3.2. Reagentes

- i) Mistura azeotrópica de sulfureto de carbono e acetono (55,5% de sulfureto de carbono com 44,5% de acetona em volume).

Sendo este reagente tóxico, é recomendado trabalhar numa chaminé;

- ii) Álcool etílico a 92% em volume ou álcool metílico.

### 4. TÉCNICA

Seguir as instruções dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico com rolha esmerilada de 200 ml, pelo menos juntar 100 ml de mistura azeotrópica por grama de provete. Tapar o frasco e agitar à temperatura ambiente no dispositivo de agitação mecânica ou com agitação manual vigorosa durante 20 minutos. Decantar o líquido sobrenadante para o cadinho filtrante previamente tarado.

Repetir este tratamento com mais 100 ml de mistura azeotrópica. Continuar este ciclo de operações até que uma gota do líquido da extração não deixe depósito do polímero após evaporação num vidro de relógio. Transferir o resíduo do frasco para o cadinho filtrante com um pouco mais de reagente, esvaziar por sucção e lavar o cadinho e o resíduo com 20 ml de álcool e depois três com água. Não aplicar sucção antes do líquido de lavagem ter escorrido através do cadinho, por gravidade. Finalmente, eliminar o líquido excedente por sucção, secar o cadinho com o seu conteúdo, deixar arrefecer e pesar.

#### Observação:

As amostras de certas misturas de alto teor de policloreto de vinilo contraem-se fortemente durante a operação de secagem, o que retarda a eliminação do policloreto de vinilo pelo solvente. Esta contracção não impede contudo a dissolução total do policloreto de vinilo.

### 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d» é 1,00.

### 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método, não ultrapassam  $\pm 1$  para um nível de confiança de 95%.

## MÉTODO Nº 10

### ACETATO E DETERMINADAS CLOROFIBRAS

(Método do ácido acético glacial)

#### 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, depois da eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. acetato (17)

com

2. certas clorofibras (25), como o policloreto de vinilo, sobreclorado ou não.

## 2. PRINCÍPIO

Dissolver as fibras de acetato a partir de uma massa seca conhecida da mistura em ácido acético glacial. Recolher, lavar, secar, e pesar o resíduo; exprimir a massa eventualmente corrigida em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de acetato por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

### 3.1. Aparelhos

- i) Frasco cónicos com rolha esmerilada, com capacidade mínima 200 ml;
- ii) Dispositivo de agitação mecânica.

### 3.2. Reagente

Ácido acético glacial (a mais de 99%). Este reagente é muito cáustico, pelo que deve ser manipulado com precaução.

## 4. TÉCNICA

Seguir as instruções dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete num frasco cónico com rolha esmerilada de 200 ml pelo menos, juntar 100 ml de ácido acético glacial por grama do provete. Fechar bem o frasco e agitar durante 20 minutos à temperatura ambiente, no dispositivo de agitação mecânica ou com agitação manual vigorosa. Decantar o líquido sobrenadante para o cadinho filtrante previamente tarado. Repetir este tratamento duas vezes, utilizando, de cada vez, 100 ml de reagente, o que completa três extracções. Transferir o resíduo para o cadinho filtrante, esvaziar por sucção, lavar o cadinho e o resíduo com 50 ml de ácido acético glacial e, em seguida, três vezes, com água. Depois cada lavagem, deixar o líquido escorrer por gravidade através do cadinho, antes de se aplicar a sucção. Secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d» é 1,00.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam  $\pm 1$  para um nível de confiança de 95%.

### MÉTODO Nº 11

#### SEDA E LÃ OU PÊLOS

(Método do ácido sulfúrico a 75%)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, após eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

1. Seda (4)

com

2. lã (1) ou pêlos animais (2 e 3).

## 2. PRINCÍPIO

Dissolver a seda a partir de uma massa conhecida da mistura por meio de ácido sulfúrico a 75% em massa <sup>(1)</sup> Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo. Exprimir a sua massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de seda seca por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos descritos nas generalidades)

### 3.1. Aparelhos

Frascos cónicos com rolha esmerilada, com capacidade mínima de 200 ml.

### 3.2. Reagentes

#### i) *Ácido sulfúrico a 75% ± 2% em massa:*

Juntar com precaução a arrefecendo, 700 ml de ácido sulfúrico concentrado de densidade 1,84 a 20 °C a 350 ml de água destilada.

Deixar arrefecer à temperatura ambiente, diluir com água até perfazer um litro;

#### ii) *Solução diluída de ácido sulfúrico:* juntar lentamente, 100 ml de ácido sulfúrico, de densidade 1,84 a 20 °C a 1 900 de água destilada;

#### iii) *Solução diluída de hidróxido de amónio:* Diluir com água 200 ml de solução de hidróxido de amónio concentrado de densidade 0,880 a 20 °C até perfazer 1 000 ml.

## 4. TÉCNICA

Seguir as instruções dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete num frasco cónico, com rolha esmerilada de 200 ml pelo menos. Juntar 100 ml de ácido sulfúrico a 75% por grama do provete, tapar, agitar vigorosamente e deixar repousar durante 30 minutos à temperatura ambiente. Agita-se de novo e deixar repousar mais 30 minutos. Agitar uma última vez e verter o conteúdo do frasco para um cadinho filtrante previamente tarado. Transferir para o cadinho as fibras que eventualmente fiquem no frasco, com um pouco de ácido sulfúrico a 75%. Lavar o resíduo, no cadinho, sucessivamente, com 50 ml de ácido sulfúrico diluído 50 ml de água de 50 ml de solução diluída de hidróxido de amónio. Deixar de cada vez as fibras em contacto com o líquido durante cerca de 10 minutos, antes de aplicar sucção. Lavar com água deixando as fibras em contacto com água durante 30 minutos. Retirar o líquido excedente por sucção. Secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d», é 0,985 para a lã (1).

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método, não ultrapassam ± 1 para um nível de confiança de 95%.

### MÉTODO N.º 12

### DETERMINADAS FIBRAS CELULÓSICAS E LÃ OU PÊLOS

(Método do ácido sulfúrico a 70%)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplica-se, após eliminação das matérias não fibrosas às misturas binárias de:

<sup>(1)</sup> As sedas selvagens tais como o «tussah» não são completamente dissolvidas pelo ácido sulfúrico a 75%.

- algodão (5), linho (7), cânhamo (8), ramie (15), cupro (19), modal (20), viscosa (23)

com

- lã (1) ou pêlos animais (2 e 3).

Quando a percentagem de lã for superior a 25%, é preferível utilizar o método nº 2 do hipoclorito de sódio alcalino.

## 2. PRINCÍPIO

Dissolver as fibras celulósicas a partir de uma massa seca conhecida da mistura em ácido sulfúrico a 70%. Recolher o resíduo, lavar, secar e pesar. Expressar a massa em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem das fibras celulósicas por diferença.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

### 3.1. Aparelhos

- Copo com a capacidade mínima de 300 ml e frasco cónico de rolha esmerilhada de 300 ml, no mínimo;
- Termóstato ou outro aparelho que permita manter o frasco à temperatura de  $38 \pm 1$  °C.

### 3.2. Reagentes

- Ácido sulfúrico a 70%  $\pm$  2% em massa.  
Juntar com precaução, arrefecendo, 500 ml de ácido sulfúrico de densidade 1,84 a 20 °C, a 380 ml de água destilada. Deixar arrefecer até 20 °C de 1,62;  
Após arrefecimento a 20 °C a mistura deve ter a densidade a 20 °C de 1,62;
- Solução de ácido sulfúrico a 1%.  
Juntar com precaução 6 ml de ácido sulfúrico de densidade 1,84 a 20 °C a um litro de água;
- Solução contendo 20 g de bicarbonato de sódio por litro;
- Alcool etílico a 96% em volume.

## 4. TÉCNICA

Seguir as instruções dadas nas generalidades e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete num copo de capacidade mínima de 300 ml e juntar 100 ml de ácido sulfúrico a 1%, em ebulição.

Manter à ebulição durante 10 minutos, agitando com uma vareta de vidro.

Verter o conteúdo do copo para um cadinho filtrante previamente tarado e aplicar sucção. Transferir para o cadinho as fibras residuais, lavando o copo com água e aplicar sucção.

Transferir as fibras para um frasco cónico de 300 ml, pelo menos, e juntar 200 ml de ácido sulfúrico a 70%, a  $38 \pm 1$  °C, por grama do provete.

Tapar e agitar. Colocar o frasco cónico no aparelho de aquecimento a  $38 \pm 1$  °C, durante 15 minutos, agitando de 5 em 5 minutos aproximadamente.

Filtrar o conteúdo do frasco, através do mesmo cadinho filtrante e aplicar sucção. Transferir as fibras residuais com a ajuda de um pouco de ácido sulfúrico a 70%. Esvaziar o cadinho por sucção e lavar uma primeira vez o resíduo que se encontra sobre o filtro enchendo o cadinho com ácido sulfúrico a 70%. Não aplicar sucção enquanto o ácido não tiver escorrido completamente por gravidade. Lavar o resíduo várias vezes com água fria, em seguida com 100 ml de solução de bicarbonato que se deixa escorrer por gravidade e de novo com água fria; deitar finalmente um pouco de álcool etílico sobre o resíduo e aplicar sucção.

Secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

## 5. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

Calcular os resultados como descrito nas generalidades. O valor de «d» é 1,00 para a lã ou pêlos não alterados quimicamente. Pode ser superior a 1,00 para lã ou pêlos alterados quimicamente.

## 6. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam  $\pm 1$ , para um nível de confiança de 95%.

## MÉTODO N.º 13

## JUTA E DETERMINADAS FIBRAS DE ORIGEM ANIMAL

(Método por dosagem do azoto)

## 1. ÂMBITO DE APLICAÇÃO

Este método aplicar-se, após eliminação das matérias não fibrosas, às misturas binárias de:

## 1. juta (9)

com

## 2. determinadas fibras de origem animal.

Estas últimas podem ser constituídas de pêlos (2 e 3) ou lã (1) ou de uma mistura de pêlos e lã. Considera-se que este método não se aplica às misturas têxteis que contenham matérias não fibrosas (corantes, acabamentos, etc.) à base de azoto.

## 2. PRINCÍPIO

Determinação do teor de azoto contido na mistura e cálculo de proporção dos dois constituintes da mistura a partir do teor de azoto determinado e do teor de azoto conhecido de cada um dos constituintes.

## 3. APARELHOS E REAGENTES (além dos mencionados nas generalidades)

## 3.1. Aparelhos

- i) Balão de Kjeldahl com a capacidade de 200 a 300 ml;
- ii) Aparelho de destilação Kjeldahl, com injeção de vapor;
- iii) Bureta, permitindo uma precisão de 0,05 ml.

## 3.2. Reagentes

- i) Tolueno;
- ii) Álcool metílico;
- iii) Ácido sulfúrico de densidade 1,84 a 20 °C (1);
- iv) Sulfato de potássio (1);
- v) Dióxido de selénio (1);
- vi) Solução de hidróxido de sódio (400 g/l). Dissolver 400 g de hidróxido de sódio em 400—500 ml de água e diluir com água até perfazer um litro;
- vii) Mistura de indicadores. Dissolver 0,1 g de vermelho de metilo em 95 ml de álcool etílico e 5 ml de água, e misturar esta solução com 0,5 g de verde de bromocresol dissolvido em 475 ml de álcool etílico e 25 ml de água.
- viii) Solução de ácido bórico. Dissolver 20 g de ácido bórico em 1 litro de água.
- ix) Ácido sulfúrico 0,02 N (solução padrão volumétrica).

## 4. PRÉ-TRATAMENTO DA AMOSTRA REDUZIDA

O pré-tratamento descrito nas generalidades é substituído pelo pré-tratamento seguinte:

Submeter a amostra, seca ao ar, a uma extração num aparelho Soxhlet com uma mistura de 1 volume de tolueno e 3 volumes de álcool metílico, durante 4 horas, à velocidade mínima de 5 ciclos por hora. Deixar a amostra ao ar para permitir a evaporação do solvente e eliminar os vestígios por aquecimento numa estufa, à temperatura de  $105 \pm 3$  °C. Extrair em seguida a amostra com água (50 ml por grama de amostra) à ebulição, sob refluxo, durante 30 minutos. Filtrar, reintroduzir a amostra no frasco e repetir a extração com nova porção de água de idêntico volume. Filtrar, retirar o excesso de água da amostra por expressão, sucção ou centrifugação e depois deixar a amostra secar ao ar.

(1) Estes reagentes devem estar isentos de azoto.

*Observação:*

Devido aos efeitos tóxicos do tolueno e do álcool metílico, é necessário utilizar estes produtos com as devidas precauções.

## 5. TÉCNICA

## 5.1. Instruções gerais

Seguir as instruções dadas nas generalidades no que diz respeito à colheita, secagem e pesagem do provete.

## 5.2. Instruções pormenorizadas

Transfere-se o provete para um balão de Kjeldahl. Ao provete de pelo menos 1 g colocado no balão de Kjeldahl juntar, pela ordem seguinte, 2,5 g de sulfato de potássio, 0,1 a 0,2 g de dióxido de selénio e 10 ml de ácido sulfúrico ( $d = 1,84$ ). Aquecer o balão, ao princípio lentamente, até destruição total das fibras, e depois mais fortemente, até que a solução se torne clara e por fim praticamente incolor. Continuar o aquecimento durante 15 minutos. Deixar arrefecer, diluir cuidadosamente o conteúdo do balão com 10 a 20 ml de água, arrefecer, transferir para um balão graduado de precisão de 20 ml e juntar água até perfazer 200 ml para obter a solução para análise.

Introduzir cerca de 20 ml de uma solução de ácido bórico num frasco cónico de 10 ml e colocá-lo sob o condensador do aparelho de destilação Kjeldahl de tal modo que a extremidade do tubo abdutor daquele se encontre exactamente abaixo do nível da superfície da solução de ácido bórico. Transferir exactamente 10 ml da solução para análise para o balão de destilação, introduzir, pelo menos, 5 ml de solução de hidróxido de sódio no funil, levantar ligeiramente a tampa e deixar a solução de hidróxido de sódio correr lentamente para o balão. Se a solução a analisar e a solução de hidróxido de sódio tenderem a formar camadas separadas, misturar com leve agitação. Aquecer ligeiramente o balão de destilação e introduzir no líquido uma corrente de vapor proveniente do gerador. Recolher cerca de 20 ml do destilado, baixar o frasco cónico de modo que a extremidade do tubo abdutor se encontre cerca de 20 mm acima do nível da superfície do líquido e destilar ainda durante 1 minuto. Lavar a extremidade do tubo abdutor com água e recolher o líquido de lavagem no frasco cónico. Retirar este frasco, colocar um segundo frasco cónico conendo cerca de 10 ml de solução de ácido bórico e recolher cerca de 10 ml de destilado.

Titular separadamente os dois destilados com ácido sulfúrico 0,02N utilizando a mistura de indicadores. Anotar os resultados da titulação para os dois destilados. Se o resultado da titulação do segundo destilado for superior a 0,2 ml, rejeitar o resultado e recommençar a destilação, utilizando uma nova porção da solução para a análise.

Efectuar um ensaio em branco, submetendo os reagentes unicamente à digestão e destilação.

## 6. CÁLCULO E EXPRESSÃO DOS RESULTADOS

6.1. Calcular-se como segue a percentagem de azoto na amostra seca:

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

A% = percentagem de azoto na amostra seca e pura;

V = volume total em ml de ácido sulfúrico padrão utilizado no ensaio;

b = volume total em ml de ácido sulfúrico padrão utilizado no ensaio em branco;

N = concentração real do ácido sulfúrico padrão;

W = massa (g) do provete seco.

6.2. Utilizando os valores de 0,22% para o teor de azoto da juta e de 16,2% para o das fibras de origem animal, sendo estas duas percentagens expressas na base da massa das fibras secas, calcula-se a composição da mistura pela seguinte fórmula:

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

PA% = percentagem de fibras de origem animal na amostra.

## 7. PRECISÃO DO MÉTODO

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam  $\pm 1$ , para um nível de confiança de 95%.