

<b>METODOS DE ENSAYO PARA LA DETERMINACION DE LOS PORCENTAJES DE HUMEDAD Y MATERIAS VOLATILES, MATERIAS GRASAS, APRESTO, LANA, ALGODÓN, FIBRAS SINTETICAS Y CENIZAS EN ESTOPA</b>	<b>DEPARTAMENTO NORMALIZACION Y METODOS</b>
	<b>FA. 0 118</b>  <b>Julio de 1978</b>

#### **A – ESPECIFICACIONES A CONSULTAR**

A-1. Esta especificación es completa en si.

#### **B – ALCANCE DE ESTA ESPECIFICACION**

B-1. Esta especificación se refiere a los métodos de ensayo para la determinación de los porcentajes de humedad y materias volátiles, materias grasas, apresto, lana, algodón, fibras sintéticas y cenizas en estopa.

#### **C – DEFINICIONES**

C-1. No trata.

#### **D - REQUISITOS GENERALES**

D-1. No trata.

#### **E – REQUISITOS ESPECIALES**

E-1. No trata.

#### **F – INSPECCION**

F-1. No trata.

#### **G – METODOS DE ENSAYO**

##### **PREPARACION DE LA MUESTRA**

G-1. La muestra para análisis no debe ser inferior a 2 kg y ser representativa de la partida. Se remitirá al laboratorio embalada en envase hermético e impermeable. Esta muestra se mezcla bien y se uniforma, orientando las fibras en forma aproximadamente paralelas. El conjunto así formado se retuerce hasta formar un chorizo compacto, el cual se secciona luego transversalmente por el medio. Se descarta una de las mitades. La porción remanente se vuelve a mezclar, uniformar y retorcer en un chorizo de fibras paralelas, finalizando con el corte transversal por el medio y el descarte de una de las mitades, que debe ser la ubicada en la posición opuesta a la primera. Estas operaciones que se deben llevar a cabo evitando un excesivo calentamiento y manipuleo del material, se continúan hasta reducir la muestra a unos 300 g. Esta muestra se envasará herméticamente en

recipiente impermeable.

### **INSTRUMENTAL NECESARIO**

G-2.

- a) Balanza técnica de laboratorio que permita pesar la masa con la precisión de 0,01 g.
- b) Estufa con circulación de aire y control termostático.
- c) Vasos de precipitación tipo Berzelius.
- d) Desecador.
- e) Matraz.
- f) Tamiz de malla metálica de acero inoxidable de 140 hilos/cm<sup>2</sup>.
- g) Tamiz de malla N° 100.
- h) Vasos de precipitación.
- i) Cápsula de porcelana.
- j) Horno mufla regulable hasta 1000° C.
- k) Plancha calefactora.

### **REACTIVOS**

G-3.

- a) Eter del petróleo, punto de ebullición 30 a 75° C.
- b) Solución de ácido clorhídrico 0,1 N.
- c) Solución de sulfocianuro de potasio al 70% (masa/volumen).
- d) Acetona.
- e) Solución de hipoclorito - Hidróxido de sodio [35,5 g/l de cloro activo (3,55%) + 5,9 g/l de hidróxido de sodio (0,5%)].
- f) Acido acético glacial.
- g) Xilol.
- h) Solución de ácido sulfúrico al 75% (volumen/volumen).

### **HUMEDAD Y MATERIAS VOLATILES**

#### **Técnica de operación**

G-4. Se toman 30 g de la muestra reducida en la forma indicada en G-1, se pesan con la precisión de  $\pm 0,01$  g y esto se toma como masa original de la muestra ( $M_o$ ), se colocan en un vaso de precipitados de tamaño adecuado, sin pico, tipo Berzelius y se cubre con una tapa de diámetro conveniente. El vaso y la tapa se habrán secado previamente en estufa con circulación de aire mantenida entre 105 y 110° C, hasta que dos (2) pesadas sucesivas no difieran en más de 0,01 g. La muestra se coloca floja dentro del vaso y el conjunto se ubica destapado, con la tapa al lado, dentro de la estufa a 105 - 110° C, hasta tantos dos (2) pesadas sucesivas luego de enfriado en desecador el conjunto tapado, no arroje una diferencia entre esta última pesada y la del recipiente vacío, con tapa, da la masa de la muestra seca ( $M_s$ ).

G-5. El porcentaje de humedad y materias volátiles se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Humedad y materias volátiles \%} = \frac{Mo - Ms}{Mo} \times 100$$

**Mo** : Masa original de la muestra

**Ms** : Masa de la muestra seca

## **MATERIAS GRASAS**

### **Técnica de operación**

G-6. La muestra seca, obtenida en la operación anterior (G-4), se coloca dentro de un vaso de precipitación de tamaño adecuado y se mantiene en digestión durante 10 minutos con 300 cm<sup>3</sup> de éter de petróleo (G-3 a), agitando periódicamente durante la digestión. Se deja decantar y se cuela por un tamiz malla N° 100 para retener las fibras sueltas. Luego mediante un disco metálico perforado, de diámetro algo inferior al del vaso, se comprime la estopa suavemente para facilitar la separación de la mayor cantidad de solvente. Se repite la operación tres veces más, utilizando 300 cm<sup>3</sup> de éter de petróleo cada vez. Después de la cuarta extracción se retira la muestra del vaso y se la coloca en el vaso de pesadas, se le añaden las fibras recolectadas en el tamiz y se deja evaporar el éter bajo campana, eventualmente ayudado con calor sobre plancha calefactora. Luego de eliminado el éter se colocan el recipiente y la muestra, juntamente con la tapa, en estufa con circulación de aire, a 105 - 110° C, el tiempo suficiente como para que dos pesadas sucesivas, tal como se indica en el caso de humedad, no den una diferencia superior a 0,05 g. La diferencia entre esta última pesada y la del recipiente vacío con tapa da la masa de la muestra seca y desengrasada (Mg).

G-7. El porcentaje de materias grasas se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Materias grasas \%} = \frac{Ms - Mg}{Mo} \times 100$$

**Ms** : Masa de la muestra seca

**Mo** : Masa de la muestra original

**Mg** : Masa de la muestra seca y desengrasada

G-8. Se considera que las materias grasas han sido eliminadas por completo cuando una nueva extracción no de una diferencia de masa de muestra seca y desengrasada superior a 0,1 g.

## **APRESTO**

### **Técnica de operación**

G-9. A la muestra seca y desengrasada, obtenida del ensayo anterior (G-6), contenida en un vaso de precipitados se agregan 300 cm<sup>3</sup> de solución de ácido clorhídrico (G-3 b). Se calienta hasta ebullición incipiente y luego, sobre plancha calefactora, se mantiene durante 30 minutos a temperatura próxima a ebullición agitando periódicamente con varilla. Se vierte el contenido del vaso sobre tamiz de malla 100, se lava con agua hasta lavados libres de cloruros, se transfiere al vaso de pesadas la totalidad de la muestra retenida sobre el tamiz, se seca en estufa con circulación de aire a 105 - 110° C hasta que dos pesadas sucesivas, luego de enfriado en desecador el conjunto tapado, no arrojen una diferencia superior a 0,05 g la diferencia entre esta última pesada y la del recipiente vacío, con tapa, representa la masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada (Ma).

G-10. El porcentaje de apresto se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Apresto \%} = \frac{Mg - Ma}{Mo} \times 100$$

**Mg** : Masa de la muestra seca y desengrasada

**Ma** : Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

**Mo** : Masa de la muestra original

### **SEDA ACETATO - TRIACETATO - P.V.C.**

#### **Técnica de operación**

G-11. La muestra seca, desengrasada y desaprestada, obtenida en G-4, G-6 y G-9, se trata con 500 cm<sup>3</sup> de acetona (G-3 d), en frío durante 10 minutos, se filtra a través de tamiz de malla metálica de acero inoxidable de 140 hilos/cm<sup>2</sup>, se lava con agua destilada, se seca en estufa con circulación de aire a 100 - 105° C, enfriar y pesar las fibras insolubles. La diferencia entre esta última pesada y la de la masa de la muestra seca nos dará: seda acetato, triacetato y P.V.C.

G-12. El porcentaje de seda acetato - triacetato y P.V.C. se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Seda acetato - Triacetato - P.V.C. \% : } \frac{Ma - M.ins.1}{Ma} \times 100$$

**Ma** : Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

**M.ins.1** : Masa de fibras de lana, seda, poliamida, poliacrilonitrilo, polipropileno, poliéster y algodón.

### **FIBRAS ACRILICAS**

#### **Técnica de operación**

G-13. Las fibras insolubles, procedentes de G-11, secas, se tratan con solución de sulfocianuro de potasio (G-3 c), en baño de maría caliente, en relación 30:1 (solución/muestra), durante 10 minutos. De este modo se solubilizan las fibras acrílicas. Se filtra a través de tamiz de malla metálica de acero inoxidable de 140 hilos/cm<sup>2</sup>, se lava con agua destilada caliente, secándose finalmente en estufa con circulación de aire a 100 - 105° C, se enfría y se pesan las fibras insolubles 2. La diferencia de pesada con la masa de insolubles 1, nos dará las fibras acrílicas.

G-14. El porcentaje de fibras acrílicas se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Fibras acrílicas \% : } \frac{M.ins.1 - M.ins.2}{Ma} \times 100$$

**M.ins.1** : Masa de fibras de lana, seda, poliamida, poliacrilonitrilo, polipropileno, poliéster y algodón.

**M.ins.2** : Masa de fibras de lana, seda, poliamida, polipropileno, poliéster y algodón.

**Ma** : Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

### **LANA Y FIBRAS PROTEICAS**

#### **Técnica de operación**

G-15. Las fibras insolubles procedentes de G-13. secas, se tratan con solución de hipoclorito - hidróxido de sodio (G-3 e), en la relación 80:1 (solución/muestra), durante 30 minutos, a temperatura de reacción, agitando regular y vigorosamente. De esta manera se solubilizan las fibras proteicas (lana, seda natural, seda tussoh, mohair, cachemira, lana clorada). Se filtra a través de tamiz de malla metálica de acero inoxidable de 140 hilos/cm<sup>2</sup>, se lava con agua destilada caliente, secándose finalmente en estufa con circulación de aire a 100 - 105° C, se enfría y se pesan finalmente las fibras insolubles 3, la diferencia de pesada con la masa de insolubles 2 nos dará las fibras de lana y sustancias proteicas.

G-16. El porcentaje de fibras de lana y sustancias proteicas se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Fibras de lana y sustancias proteicas \% : } \frac{M.ins.2 - M.ins.3}{Ma} \times 100$$

**M.ins.2 :** Masa de fibras de lana, seda, poliamida, polipropileno, poliéster y algodón.

**M.ins.3 :** Masa de fibras de poliamida, polipropileno, poliéster y algodón.

**Ma :** Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

## **POLIAMIDA**

### **Técnica de operación**

G-17. Las fibras insolubles procedentes de G-15, secas, se tratan con ácido acético glacial (G-3 f), en la relación 30:1 (volumen/masa de muestra), durante 10 - 15 minutos a la temperatura de ebullición, solubilizándose las fibras poliamídicas, se filtra a través de tamiz de malla metálica de acero inoxidable de 140 hilos/cm<sup>2</sup>, se lava con agua destilada caliente, se seca en estufa con circulación de aire a 100 - 105° C, se enfría y se pesan las fibras insolubles 4, la diferencia de pesada con la masa insoluble 3, dará las fibras de poliamida.

G-18. El porcentaje de fibras de poliamida se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Fibras de poliamida \% : } \frac{M.ins.3 - M.ins.4}{Ma} \times 100$$

**M.ins.3 :** Masa de fibras de poliamida, polipropileno, poliéster y algodón.

**M.ins.4 :** Masa de fibras de polipropileno, poliéster y algodón.

**Ma :** Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

## **POLIPROPILENO**

### **Técnica de operación**

G-19. Las fibras insolubles procedentes de G-17, secas, se tratan con Xilol (G-3 g) en la relación 30:1 (volumen/masa de muestra), durante 10 minutos a ebullición solubilizándose el polipropileno. Se filtra a través de tamiz de malla de acero inoxidable de 140 hilos/cm<sup>2</sup>, se lava con alcohol, se seca con estufa con circulación de aire a 100 - 105° C, se enfría y se pesan las fibras insolubles 5. La diferencia de pesada con la masa de insoluble 4, dará las fibras de polipropileno.

G-20. El porcentaje de fibras de polipropileno se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Fibras de polipropileno \% : } \frac{M.ins.4 - M.ins.5}{Ma} \times 100$$

**M.ins.4 :** Masa de fibras de polipropileno, poliéster y algodón.

**M.ins.5 :** Masa de fibras de poliéster y algodón.

**Ma :** Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

## **ALGODÓN**

### **Técnica de operación**

G-21. Las fibras insolubles procedentes de G-19, secas, se tratan con solución de ácido sulfúrico (G-3 h), durante 1,5 horas a temperatura ambiente en la relación 30:1 solubilizándose las fibras celulósicas (algodón), se filtra a través de crisol de vidrio de placa filtrante; se lava con agua destilada caliente, se seca en estufa con circulación de aire a 100 - 105° C, se enfría y se pesan las fibras insolubles 6. La diferencia de pesada con la masa de insolubles 5, dará las fibras celulósicas (algodón).

G-22. El porcentaje de fibras de algodón se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Fibras de algodón \% : } \frac{M.\text{ins.5} - M.\text{ins.6}}{Ma} \times 100$$

**M.ins.5 :** Masa de fibras de poliéster y algodón.

**M.ins.6 :** Masa de fibras de poliéster.

**Ma :** Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

### **POLIESTER**

#### **Técnica de operación**

G-23. El porcentaje de fibras de poliéster se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Fibras de poliéster \% : } \frac{M.\text{ins.6}}{Ma} \times 100$$

**M.ins.6 :** Masa de fibras de poliéster.

**Ma :** Masa de la muestra seca, desengrasada y desaprestada

### **CENIZAS**

#### **Técnica de operación**

G-24. Unos 30 g de la muestra reducida según el procedimiento indicado en G-1, se pesan con precisión de más o menos 0,01 g y éste se toma como masa original de la muestra (Mo). Una cápsula de porcelana, de tamaño adecuado, se calcina en horno eléctrico hasta masa constante y se pesa con una aproximación de 0,001 g. En esta cápsula, sobre mechero, se quema la muestra en porciones sucesivas hasta reducir la totalidad, evitando pérdidas de material por corrientes de aire. Se lleva la cápsula a horno eléctrico y se completa la incineración a 800° C, hasta constancia de masa de ± 0,001 g.

G-25. El porcentaje de cenizas se calcula con la siguiente fórmula:

$$\text{Cenizas \% : } \frac{Mc - Mv}{Mo} \times 100$$

**Mc :** Masa de la cápsula con las cenizas

**Mv :** Masa de la cápsula vacía

**Mo :** Masa de la muestra original

