

Artigo 3.º

Norma revogatória

São revogados os artigos 1.º da Portaria n.º 653/2010, de 11 de Agosto, e 3.º da Portaria n.º 510/2005, de 9 de Junho.

Artigo 4.º

Entrada em vigor

A presente portaria entra em vigor no dia seguinte ao da sua publicação.

Em 21 de Fevereiro de 2011.

O Ministro de Estado e das Finanças, *Fernando Teixeira dos Santos*. — Pelo Ministro da Economia, da Inovação e do Desenvolvimento, *José Carlos das Dores Zorrinho*, Secretário de Estado da Energia e da Inovação.

MINISTÉRIO DA ECONOMIA, DA INOVAÇÃO E DO DESENVOLVIMENTO

Decreto-Lei n.º 38/2011

de 11 de Março

O presente decreto-lei alarga o âmbito de aplicação das regras relativas à etiquetagem e marcação de produtos têxteis a uma nova fibra têxtil (melamina) e estabelece os métodos de análise quantitativa de certas misturas binárias de fibras têxteis, transpondo a Directiva n.º 96/73/CE, do Parlamento Europeu e do Conselho, de 16 de Dezembro, alterada pelas Directivas n.ºs 2006/2/CE, da Comissão, de 6 de Janeiro, 2007/4/CE, da Comissão, de 2 de Fevereiro, e 2009/122/CE, da Comissão, de 14 de Setembro, e a Directiva n.º 2009/121/CE, da Comissão, de 14 de Setembro, procedendo à quarta alteração ao Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho.

O progresso científico e técnico no domínio têxtil permite o desenvolvimento de novas fibras que, pelas suas características, podem ser utilizadas no fabrico de produtos têxteis. Estas fibras só podem ser colocadas no mercado se puderem ser devidamente identificadas, quantificadas e constantes de uma etiqueta apensa ao produto têxtil, pelo que é necessário definir métodos de ensaio que permitam concretizar esse procedimento.

Deste modo, o presente decreto-lei, inclui por um lado uma nova fibra na lista de denominações têxteis aprovadas, a melamina, que passa a poder ser colocada no mercado, podendo o consumidor ter acesso a novos produtos compostos por esta fibra; por outro, estabelece os métodos de ensaio que deverão ser utilizados na verificação da conformidade dos produtos têxteis com as indicações de composição constantes das etiquetas.

Assim:

Nos termos da alínea *a)* do n.º 1 do artigo 198.º da Constituição, o Governo decreta o seguinte:

Artigo 1.º

Objecto

1 — O presente decreto-lei altera o quadro das fibras têxteis e as taxas convencionais a utilizar no cálculo da massa das fibras contidas num produto têxtil, aprovado pelo Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho, transpondo a Directiva

n.º 2009/121/CE, da Comissão, de 14 de Setembro, que altera os anexos I e V da Directiva n.º 2008/121/CE, da comissão, de 14 de Setembro, relativa às denominações têxteis.

2 — O presente decreto-lei fixa ainda os métodos de análise quantitativa de misturas binárias de fibras têxteis, transpondo a Directiva n.º 96/73/CE, do Parlamento Europeu e do Conselho, de 16 de Dezembro, alterada pela Directiva n.º 2009/122/CE, da Comissão, de 14 de Setembro.

Artigo 2.º

Alteração ao Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho

Os artigos 3.º e 21.º do Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho, alterado pelos Decretos-Leis n.ºs 59/2005, de 9 de Março, 30/2007, de 13 de Fevereiro, e 293/2007, de 21 de Agosto, passam a ter a seguinte redacção:

«Artigo 3.º

[...]

1 —

2 —

a)

b) As fitas flexíveis ou os tubos com uma largura aparente não superior a 5 mm, incluindo as fitas cortadas de fitas mais largas ou de folhas fabricadas a partir das substâncias utilizadas na fabricação das fibras referidas no anexo I sob os n.ºs 19 a 48 e aptas para aplicações têxteis, sendo que se considera largura aparente a largura média da fita ou do tubo na forma dobrada, achatada, comprimida ou torcida ou, nos casos de largura não uniforme, a largura média.

Artigo 21.º

[...]

1 — As verificações da conformidade dos produtos têxteis, com as indicações de composição previstas no presente decreto-lei, são efectuadas de acordo com os métodos de análise estabelecidos no anexo II do Decreto-Lei n.º 38/2011, de 11 de Março.

2 —

3 — *(Revogado.)*»

Artigo 3.º

Alteração aos anexos I e II do Decreto-Lei
n.º 163/2004, de 3 de Julho

São alterados os anexos I e II do Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho, alterado pelos Decretos-Leis n.ºs 59/2005, de 9 de Março, 30/2007, de 13 de Fevereiro, e 293/2007, de 21 de Agosto, nos termos constantes do anexo I do presente decreto-lei, do qual faz parte integrante.

Artigo 4.º

Métodos de análise para verificação da conformidade
dos produtos têxteis

1 — A verificação da conformidade dos produtos têxteis colocados no mercado com as indicações de composição constantes das etiquetas ou marcações deve ser efectuada de acordo com os métodos de análise quantitativa de misturas binárias de fibras têxteis, incluindo a preparação das amostras reduzidas e dos provetes, constantes do anexo II do presente decreto-lei, do qual faz parte integrante.

2 — Para os efeitos do número anterior, 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.

3 — Para os efeitos do n.º 1, entende-se por provete a porção de amostra reduzida necessária para dar um resultado analítico individual.

4 — No caso das misturas de fibras para as quais não exista método de análise harmonizado a nível comunitário, pode ser utilizado qualquer método válido disponível, devendo ser indicada a precisão do método adoptado no relatório de análise.

Artigo 5.º

Revogação ao Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho

É revogado o n.º 3 do artigo 21.º do Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho, alterado pelos Decretos-Leis n.ºs 59/2005, de 9 de Março, 30/2007, de 13 de Fevereiro, e 293/2007, de 21 de Agosto.

Artigo 6.º

Entrada em vigor

O presente decreto-lei entra em vigor no dia seguinte ao da sua publicação.

Visto e aprovado em Conselho de Ministros de 27 de Janeiro de 2011. — *José Sócrates Carvalho Pinto de Sousa* — *João Tittington Gomes Cravinho* — *Fernando Teixeira dos Santos* — *José Manuel Santos de Magalhães* — *José António Fonseca Vieira da Silva*.

Promulgado em 16 de Fevereiro de 2011.

Publique-se.

O Presidente da República, ANÍBAL CAVACO SILVA.

Referendado em 17 de Fevereiro de 2011.

O Primeiro-Ministro, *José Sócrates Carvalho Pinto de Sousa*.

ANEXO I

(a que se refere o artigo 3.º)

«ANEXO I

Quadro das fibras têxteis

| Número | Denominação | Descrição das fibras |
|--------|---------------|---|
| 1 | | |
| 2 | | |
| 3 | | |
| 4 | | |
| 5 | | |
| 6 | | |
| 7 | | |
| 8 | | |
| 9 | | |
| 10 | | |
| 11 | | |
| 12 | | |
| 13 | | |
| 14 | | |
| 15 | | |
| 16 | | |
| 17 | | |
| 18 | | |
| 19 | | |
| 20 | | |
| 21 | | |
| 22 | | |
| 23 | | |
| 24 | | |
| 25 | | |
| 26 | | |
| 27 | | |
| 28 | | |
| 29 | | |
| 30 | | |
| 31 | | |
| 32 | | |
| 33 | | |
| 34 | Polilactida | Fibra formada por macromoléculas lineares cuja cadeia contenha, pelo menos, 85%, em massa, de unidades de éster do ácido láctido derivado de açúcares naturais e que possua uma temperatura de fusão de, pelo menos, 135°C. |
| 35 | Poliéster | Fibra formada por macromoléculas lineares cuja cadeia contenha, pelo menos, 85%, em massa, de um éster de um diol e do ácido tereftálico. |
| 36 | Polietileno | Fibra formada por macromoléculas lineares saturadas de hidrocarbonetos alifáticos não substituídos. |
| 37 | Polipropileno | Fibra formada por macromoléculas lineares saturadas de hidrocarbonetos alifáticos nas quais um de cada dois átomos de carbono está ligado a um grupo metilo, em disposição isotática e sem substituições posteriores. |

| Número | Denominação | Descrição das fibras |
|--------|---|---|
| 38 | Policarbamida | Fibra formada por macromoléculas lineares contendo na cadeia a repetição do grupo funcional ureileno (<i>NH-CO-NH</i>). |
| 39 | Poliuretano | Fibra formada por macromoléculas lineares contendo na cadeia a repetição do grupo funcional uretana. |
| 40 | Vinilal | Fibra formada por macromoléculas lineares cuja cadeia é constituída por álcool polivinílico com grau de acetalização variável. |
| 41 | Trivinil | Fibra formada por terpolímero de acrilonitrilo de um monómero vinílico clorado e de um terceiro monómero vinílico, sem que nenhum atinja 50% da massa total. |
| 42 | Elastodieno | Fibra elastómera constituída quer por poliisopreno natural ou sintético quer por um ou vários dienos polimerizados com ou sem um ou vários monómeros vinílicos que, estirada até atingir o triplo do seu comprimento inicial, recupera rapidamente e substancialmente este comprimento quando a força de tracção deixa de ser aplicada. |
| 43 | Elastano | Fibra elastómera constituída, pelo menos, por 85%, em massa, de segmentos de poliuretano que, estirada até atingir o triplo do seu comprimento inicial, recupera rápida e substancialmente este comprimento quando a força de tracção deixa de ser aplicada. |
| 44 | Fibra de vidro | Fibra constituída por vidro. |
| 45 | Denominação correspondente à matéria de que são compostas as fibras, por exemplo, metal (metálica, metalizada), amianto, papel, precedida ou não da palavra « <i>fio</i> » ou « <i>fibra</i> ». | Fibras obtidas a partir de matérias diversas ou novas, diferentes das acima referidas. |
| 46 | Elastomultiéster | Fibra formada pela interacção, em duas ou mais fases distintas, de duas ou mais macromoléculas lineares quimicamente distintas (das quais nenhuma excede 85% em massa) que contêm grupos éster como unidade funcional dominante (em pelo menos 85%) e que após tratamento adequado quando esticada uma vez e meia o seu comprimento inicial e solta, recupera rápida e substancialmente este comprimento logo que a força de tracção deixa de ser aplicada. |
| 47 | Elastolefina | Fibra formada de pelo menos 95% (em massa) de macromoléculas parcialmente reticuladas, compostas de etileno e pelo menos uma outra olefina e que, quando esticada uma vez e meia o seu comprimento inicial, recupera rápida e substancialmente este comprimento logo que a força de tracção deixa de ser aplicada. |
| 48 | Melamina | Fibra formada de pelo menos 85% (em massa) de macromoléculas reticuladas, compostas de derivados de melamina. |

(¹) A denominação «lã» que consta do n.º 1 pode ser igualmente utilizada para indicar uma mistura de fibras provenientes do velo do ovino e de pêlos indicados no n.º 2, terceira coluna. Esta disposição aplica-se aos produtos têxteis referidos nos artigos 5.º e 6.º e aos referidos nos artigos 7.º e 8.º, se estes últimos forem parcialmente constituídos pelas fibras indicadas nos n.ºs 1 e 2.

(²) É subentendida a palavra «fibra».

(³) Por solvente orgânico entende-se essencialmente uma mistura de produtos químicos orgânicos e água.

ANEXO II

Taxas convencionais a utilizar para o cálculo da massa das fibras contidas num produto têxtil

| Número das fibras | Fibras | Percentagens |
|-------------------|--------|--------------|
| 1-2 | | ... |
| 3 | | ... |
| 4 | | ... |
| 5 | | ... |
| 6 | | ... |
| 7 | | ... |
| 8 | | ... |
| 9 | | ... |
| 10 | | ... |
| 11 | | ... |
| 12 | | ... |
| 13 | | ... |
| 14 | | ... |
| 15 | | ... |
| 16 | | ... |
| 17 | | ... |
| 18 | | ... |
| 19 | | ... |
| 20 | | ... |
| 21 | | ... |
| 22 | | ... |
| 23 | | ... |
| 24 | | ... |
| 25 | | ... |
| 26 | | ... |
| 27 | | ... |
| 28 | | ... |
| 29 | | ... |
| 30 | | ... |
| 31 | | ... |

| Número das fibras | Fibras | Percentagens |
|-------------------|--|--------------|
| 32 | | ... |
| 33 | | ... |
| 34 | Polilactida | 1,50 |
| 35 | Poliéster: | |
| | Fibra descontínua | 1,50 |
| | Filamento | 1,50 |
| 36 | Polietileno | 1,50 |
| 37 | Polipropileno | 2 |
| 38 | Policarbamida | 2 |
| 39 | Poliuretano: | |
| | Fibra descontínua | 3,50 |
| | Filamento | 3 |
| 40 | Vinilal | 5 |
| 41 | Trivinil | 3 |
| 42 | Elastodieno | 1 |
| 43 | Elastano | 1,50 |
| 44 | Fibra de vidro: | |
| | De diâmetro médio superior a 5 µm | 2 |
| | De diâmetro médio igual ou inferior a 5 µm | 3 |
| 45 | Fibra metálica | 2 |
| | Fibra metalizada | 2 |
| | Amianto | 2 |
| | Fibra de papel | 13,75 |
| 46 | Elastomultiéster | 1,50 |
| 47 | Elastolefina | 1,50 |
| 48 | Melamina | 7 |

(¹) A taxa convencional de 17% aplica-se nos casos em que não é possível determinar se o produto têxtil que contém lã e ou pêlos pertence ao ciclo penteado ou cardado.»

ANEXO II

(a que se refere o artigo 4.º)

CAPÍTULO I

Preparação das amostras reduzidas e dos provetes para determinar a composição em fibras dos produtos têxteis

1 — Âmbito de aplicação:

O presente capítulo 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 (¹).

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 devem ser escolhidos de modo a reflectir convenientemente a variabilidade do lote e a assegurar a facilidade das manipulações no laboratório (²).

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 devem ser suficientes para reflectir convenientemente a variabilidade da amostra global para laboratório (³).

2.4 — «Proвете 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 (⁴). Submeter o véu ou a mistura ao pré-tratamento, incluindo as fibras aderentes ao aparelho e as que estejam soltas. Retirar em seguida, na proporção da massa, os provetes sobre o véu das fibras aderentes e das fibras soltas.

Se a forma de véu de carda não for afectada pelo pré-tratamento, retirar os provetes da maneira descrita no n.º 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 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, quer bobinando meadas de um mesmo número de voltas sobre uma meadeira ⁽⁵⁾ quer por qualquer outro meio. Reunir os troços lado a lado, sob forma de uma meada única ou de um cabo e assegurar que a meada ou o cabo sejam constituídos por troços iguais de cada bobina.

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. Sendo t 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 2000, 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 devem ser 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 duas partes (ou mais de duas) 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 $\frac{x \times 10^4}{G}$ cm², sendo G a massa de tecido em g/m².

Depois de a ter 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 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 o n.º 6.1 e indicar cada resultado separadamente.

7 — Amostragem dos produtos acabados e confeccionados:

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

Determinar eventualmente a percentagem das diferentes partes do produto que não tenham o mesmo teor de fibras para verificar a conformidade com o disposto no artigo 15.º do Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho, na sua versão actual.

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

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

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.

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

⁽²⁾ Para os artigos acabados e confeccionados, v. n.º 7.

⁽³⁾ V. n.º 1.

⁽⁴⁾ A carda de laboratório pode ser substituída por um misturador de fibras ou pelo método dito dos «tufos e rejeitados».

⁽⁵⁾ Se as bobinas puderem ser colocadas sobre um dispositivo conveniente, é possível desenrolar simultaneamente um certo número.

CAPÍTULO II

Métodos de análise quantitativa de determinadas misturas binárias de fibras têxteis

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 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 resíduo 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 que 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 secção 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 pré-tratamento que permite eliminar 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 obtém-se aplicando à massa de cada fibra no estado seco as taxas convencionais indicadas no anexo II do Decreto-Lei n.º 163/2004, de 3 de Julho, na sua versão actual.

As fibras presentes na mistura devem ser identificadas antes de se proceder à análise. Em certos métodos, 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 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 resíduo, quando se procede de acordo com o primeiro método.

1 — Informações comuns aos métodos a aplicar com vista à análise química quantitativa de misturas de fibras têxteis:

1.1 — Âmbito de aplicação:

No âmbito de aplicação de cada método são assinaladas as fibras às quais o método é aplicável.

1.2 — 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⁽⁶⁾; 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.

1.3 — Material necessário:

1.3.1 — Aparelhos:

1.3.1.1 — Cadinhos filtrantes e frascos de pesagem que permitam a incorporação dos cadinhos, ou outros aparelhos que produzam resultados idênticos.

1.3.1.2 — Frasco de vácuo.

1.3.1.3 — Exsiccador, que contenha sílica-gel corado por um indicador.

1.3.1.4 — Estufa, com ventilação, regulável para $105^{\circ}\text{C} \pm 3^{\circ}\text{C}$.

1.3.1.5 — Balança analítica com precisão de 0,0002 g.

1.3.1.6 — Extractor de *Soxhlet* ou aparelho que permita um resultado equivalente.

1.3.2 — Reagentes:

1.3.2.1 — Éter de petróleo redestilado que ferva entre 40°C e 60°C .

1.3.2.2 — Os outros reagentes são mencionados nas secções adequadas de cada método.

1.3.2.3 — Água destilada ou desionizada.

1.3.2.4 — Acetona.

1.3.2.5 — Ácido ortofosfórico.

1.3.2.6 — Ureia.

1.3.2.7 — Bicarbonato de sódio.

Todos os reagentes utilizados devem ser quimicamente puros.

1.4 — Atmosfera de condicionamento e ensaio:

Como são determinadas massas anidras, não é necessário condicionar os provetes, nem efectuar os ensaios numa atmosfera condicionada.

1.5 — 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.

1.6 — Pré-tratamento da amostra reduzida⁽⁷⁾:

Se estiver presente um elemento que não interesse para o cálculo das percentagens (v. artigo 17.º do Decreto-Lei n.º 163/2004, na sua versão actual), começar por eliminá-lo através de um método adequado que não afecte nenhum dos componentes fibrosos.

Para o efeito, eliminam-se as matérias não-fibrosas, extractáveis com éter de petróleo ou água, tratando a amostra reduzida, 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 reduzida em água à temperatura ambiente durante 1 hora, seguida por imersão em água a $65^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ durante mais 1 hora, agitando de vez em quando. Utilizar uma razão de banho/amostra reduzida de 1/100. Eliminar o excesso de água da amostra por espremedura, sucção ou centrifugação e deixar secar ao ar.

No caso da fibra elastolefina ou de misturas de fibras que contenham elastolefina e outras fibras (lã, pêlos animais, seda, algodão, linho, cânhamo, juta, abaca, alfa, coco, giesta, rami, sisal, cupro, modal, proteica, viscosa, acrílica, poliamida ou *nylon*, poliéster ou elastomultiéster) o procedimento atrás descrito deve ser ligeiramente modificado, substituindo o éter de petróleo por acetona.

No caso das misturas binárias de fibras que contenham elastolefina e acetato, aplica-se como pré-tratamento o procedimento a seguir indicado. Extrair a amostra reduzida durante 10 minutos a 80°C com uma solução com 25 g/l de ácido ortofosfórico a 50% e 50 g/l de ureia. Utilizar uma razão de banho/amostra reduzida de 1/100. Lavar a amostra reduzida com água, escorrer e lavar com uma solução de bicarbonato de sódio a 0,1%, por fim lavar com água cuidadosamente.

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-se notar 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.

1.7 — Método de análise:

1.7.1 — Instruções gerais:

1.7.1.1 — Secagem:

Efectuar todas as operações de secagem durante 4 horas, no mínimo, a 16 horas, no máximo, a uma temperatura de 105°C ± 3°C numa estufa com ventilação e cuja porta se mantém fechada durante o período de secagem. Se a duração de secagem for inferior a 14 horas, deve ser verificado se foi obtida uma massa constante. Poder-se-á adoptar uma duração de secagem inferior a 14 horas, desde que a variação de massa após uma nova secagem de 60 minutos 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, com a respectiva tampa ao lado. Terminada a secagem, tapar antes de o retirar da estufa e transferir imediatamente para o exsiccador.

Secar na estufa o cadinho filtrante posto num frasco de pesagem, com a respectiva tampa ao lado. Terminada a secagem, tapar e transferir imediatamente para o exsiccador.

Quando se utilizar aparelhagem diferente do cadinho filtrante, a secagem na estufa deve ser efectuada de modo a que se possa determinar a massa das fibras no estado seco sem perdas.

1.7.1.2 — 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.

1.7.1.3 — 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.

1.7.2 — Método de análise:

Retirar da amostra reduzida 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.

1.8 — Cálculo e expressão dos resultados:

Exprimir a massa do componente insolúvel sob a forma de percentagem da massa total das fibras presentes na mistura. A percentagem do componente solúvel obtém-se por diferença. Calcular os resultados com base nas 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 n.º 1.8.2.

1.8.1 — 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:

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

em que:

$P_1\%$ 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 relevantes de cada método.

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

1.8.2 — Cálculo da percentagem em massa do componente insolúvel após aplicação das taxas de recuperação convencionais e dos eventuais factores de correcção que têm em conta a perda de massa ocasionada pelo pré-tratamento:

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

em que:

$P_{1A}\%$ é a percentagem do componente insolúvel tendo em conta a taxa 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 n.º 1.8.1;

a_1 é a taxa convencional do componente insolúvel (v. anexo II do Decreto-Lei n.º 163/2004);

a_2 é a taxa convencional do componente solúvel (v. anexo II do Decreto-Lei n.º 163/2004);

b_1 é a perda percentual do componente insolúvel devida ao pré-tratamento;

b_2 é a perda de percentual do componente solúvel devida ao pré-tratamento;

A percentagem do segundo componente equaciona-se da seguinte maneira:

$$P_{2A} \% = 100 - P_{1A} \%$$

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 para o fabrico do artigo submetido a análise, é necessário adoptar valores médios de b_1 e 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 do 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 ao pré-tratamento.

2 — Método de análise quantitativa por separação manual:

2.1 — 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.

2.2 — Princípio:

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

2.3 — Aparelhos:

2.3.1 — Frascos de pesagem, ou outro aparelho que permita resultados idênticos.

2.3.2 — Exsiccador, que contenha sílica-gel corado por um indicador.

2.3.3 — Estufa, com ventilação, regulável para $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$.

2.3.4 — Balança analítica com precisão de 0,0002 g.

2.3.5 — Extractor de *Soxhlet* ou aparelho que permita um resultado idêntico.

2.3.6 — Agulha.

2.3.7 — Torsiómetro, ou aparelho equivalente.

2.4 — Reagentes:

2.4.1 — Éter de petróleo redistilado que ferva entre 40°C e 60°C .

2.4.2 — Água destilada ou desionizada.

2.4.3 — Acetona.

2.4.4 — Ácido ortofosfórico.

2.4.5 — Urea.

2.4.6 — Bicarbonato de sódio:

Todos os reagentes utilizados devem ser quimicamente puros.

2.5 — Atmosfera de condicionamento e ensaio:

V. n.º 1.4.

2.6 — Amostra reduzida:

V. n.º 1.5.

2.7 — Pré-tratamento da amostra reduzida:

V. n.º 1.6.

2.8 — Método de análise:

2.8.1 — Análise de um fio:

Retirar da amostra reduzida 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 secá-los a $105^\circ\text{C} \pm 3^\circ\text{C}$, até se obter uma massa constante como indicado nos n.ºs 1.7.1 e 1.7.2.

2.8.2 — Análise de um tecido:

Da amostra reduzida previamente tratada retirar, longe das orelas, 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 n.º 2.8.1.

2.9 — Cálculo e expressão dos 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.

2.9.1 — Cálculo das percentagens das massas das fibras puras e secas, não tendo em conta a perda de 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.

2.9.2 — Cálculo das percentagens de cada um dos componentes após ter aplicado as taxas convencionais e os eventuais factores de correcção que têm em conta perdas de massa devidas ao pré-tratamento (v. n.º 1.8.2).

3 — Precisão dos métodos e relatório de análise:

3.1 — Precisão dos métodos:

A precisão indicada para cada método refere-se à 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 em provetes de misturas homogéneas idênticas.

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

Por conseguinte, o desvio entre dois resultados num conjunto de análises efectuadas em laboratórios diferentes não deve ultrapassar o nível de confiança mais do que 5 ve-

zes em 100, aplicando normal e correctamente o método a uma mistura homogénea idêntica.

3.2 — Relatório de análise:

3.2.1 — Indicar que a análise foi efectuada em conformidade com o presente método.

3.2.2 — Fornecer indicações detalhadas relativas aos pré-tratamentos especiais (v. n.º 1.6).

3.2.3 — Indicar os resultados individuais, bem como a média aritmética arredondada à primeira decimal.

4 — Métodos especiais:

Quadro resumo

| Método | Âmbito de aplicação | | Reagente/descrição |
|--------|---|--|--|
| | Componente solúvel | Componente insolúvel | |
| 1 | Acetato | Determinadas outras fibras | Acetona. |
| 2 | Determinadas fibras proteicas | Determinadas outras fibras | Hipoclorito. |
| 3 | Viscose, cupro ou certos tipos de modal | Determinadas outras fibras | Cloreto de zinco e ácido fórmico. |
| 4 | Poliamida ou <i>nylon</i> | Determinadas outras fibras | Ácido fórmico a 80 % em massa. |
| 5 | Acetato | Determinadas outras fibras | Álcool benzílico. |
| 6 | Triacetato ou polilactida | Determinadas outras fibras | Diclorometano. |
| 7 | Determinadas fibras celulósicas | Determinadas outras fibras | Ácido sulfúrico a 75 % em massa. |
| 8 | Acrílicas, determinadas modacrílicas ou determinadas clorofibras | Determinadas outras fibras | Dimetilformamida. |
| 9 | Determinadas clorofibras | Determinadas outras fibras | Sulfureto de carbono/acetona a 55,5%/44,5 % em volume. |
| 10 | Acetato | Determinadas outras fibras | Ácido acético glacial. |
| 11 | Seda | Determinadas outras fibras | Ácido sulfúrico a 75 % em massa. |
| 12 | Juta | Determinadas outras fibras de origem animal | Método por dosagem de azoto. |
| 13 | Polipropileno | Determinadas outras fibras | Xileno. |
| 14 | Determinadas outras fibras | Clorofibras (homopolímeros de cloreto de vinilo), elastolefina ou melamina | Ácido sulfúrico concentrado. |
| 15 | Clorofibras, determinadas modacrílicas, determinados elastanos, acetatos, triacetatos | Determinadas outras fibras | Ciclohexanona. |
| 16 | Melamina | Algodão ou aramida | Ácido fórmico quente a 90 % em massa. |

(⁶) O método n.º 12 constitui uma excepção. Baseia-se na determinação de um elemento constitutivo de um dos dois componentes.

(⁷) V. capítulo 1.1.

Método n.º 1

Acetato e determinadas outras fibras

(método da acetona)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Acetato (19) 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), rami (14), sisal (15), cupro (21), modal (22), proteica (23), viscose (25), acrílica (26), poliamida ou *nylon* (30), poliéster (35), elastomultiéster (46), elastolefina (47) e melamina (48).

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

2 — Princípio:

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

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

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

3.2 — Reagentes:

Acetona.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico de 200 ml e rolha esmerilada, juntar 100 ml de acetona por grama do provete, agitar, deixar repousar durante 30 minutos 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 minutos, de modo que a duração total do tratamento com a acetona seja de 1 hora. 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, secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto para a melamina, em que $d = 1,01$.

6 — Precisão:

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 2

Determinadas fibras proteicas e determinadas outras fibras

(método do hipoclorito)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Determinadas fibras proteicas, nomeadamente: lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), proteica (23) com

2) Algodão (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrílica (26), clorofibra (27), poliamida ou nylon (30), poliéster (35), polipropileno (37), elastano (43), vidro têxtil (44), elastomultiéster (46), elastolefina (47) e melamina (48).

Se estiverem presentes diferentes categorias de fibras proteicas, o método permite calcular a sua proporção global na mistura, mas não a sua percentagem individual.

2 — Princípio:

Dissolver as fibras proteicas, a partir de uma massa seca conhecida da mistura, numa solução de hipoclorito. Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo; exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. A percentagem de fibras proteicas secas obtém-se por diferença.

Para preparar a solução de hipoclorito, utilizar hipoclorito de lítio ou hipoclorito de sódio.

O hipoclorito de lítio é indicado quando o número de análises é reduzido ou quando estas se efectuam a intervalos bastante longos. O hipoclorito de lítio sólido apresenta com efeito, contrariamente ao hipoclorito de sódio, um teor em hipoclorito praticamente constante. Se este teor for conhecido, deixa de ser necessário controlá-lo em cada análise por iodometria e é possível trabalhar com tomadas de ensaio de hipoclorito de lítio constantes.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

a) Frasco cónico *Erlenmeyer* de 250 ml com rolha de vidro esmerilado;

b) Termóstato regulável a 20°C (± 2).

3.2 — Reagentes:

a) Reagente à base de hipoclorito:

i) Solução de hipoclorito de lítio:

Este reagente é constituído por uma solução recentemente preparada, com um teor em cloro activo de 35 g (± 2)/l (cerca de 1 M) à qual foi adicionado hidróxido de sódio previamente dissolvido na proporção de 5 g ($\pm 0,5$)/l. Para preparar a solução, dissolver 100 g de hipoclorito de lítio com um teor de 35% em cloro activo (ou 115 g com um teor de 30% em cloro activo) em cerca de 700 ml de água destilada. Adicionar 5 g de hidróxido de sódio dissolvido em cerca de 200 ml de água destilada e perfazer até 1 l com água destilada. Não é necessário controlar iodometricamente tal solução recentemente preparada;

ii) Solução de hipoclorito de sódio:

Esta solução é constituída por uma solução recentemente preparada com um teor em cloro activo de 35 g (± 2)/l (cerca de 1 M) à qual se adicionou hidróxido de sódio previamente dissolvido na proporção de 5 g ($\pm 0,5$)/l.

Verificar por iodometria, antes de cada análise, o título da solução em cloro activo;

b) Ácido acético diluído:

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

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo: introduzir cerca de 1 g de provete no frasco de 250 ml; adicionar cerca de 100 ml de

solução de hipoclorito (hipoclorito de lítio ou de sódio). Agitar energicamente para humedecer bem o provete.

Colocar em seguida o frasco num termóstato a 20°C durante 40 minutos; durante este período, agitar permanentemente ou, pelo menos, a intervalos regulares. Dado o carácter exotérmico da dissolução da lã, o calor da reacção deve ser deste modo repartido e eliminado de modo a evitar eventuais erros importantes devido ao ataque das fibras insolúveis.

Ao fim de 40 minutos, filtrar o conteúdo do frasco através de um cadinho filtrante de vidro previamente tarado. Lavar o frasco com um pouco de reagente de hipoclorito para retirar as fibras que eventualmente ainda estejam presentes e transferir o todo para o cadinho filtrante. Esvaziar o cadinho filtrante por sucção; lavar o resíduo, sucessivamente, com água, com a solução diluída de ácido acético e, finalmente, com água de novo. Não aplicar sucção durante as operações de lavagem antes de o líquido ter escorrido por gravidade.

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

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto para o algodão, viscose, modal e melamina, em que $d = 1,01$, e para o algodão cru, em que $d = 1,03$.

6 — Precisão:

No caso de misturas homogéneas de fibras têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos por este método não devem ultrapassar ± 1 , para um nível de confiança de 95%.

Método n.º 3

Viscose, cupro ou certos tipos de modal e determinadas outras fibras

(método do ácido fórmico e cloreto de zinco)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Viscose (25), ou cupro (21), incluindo determinados tipos de modal (22) com

2) Algodão (5), elastolefina (47) e melamina (48).

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 viscose 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 viscose, 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 viscose ou de cupro ou de modal seca por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

a) Frascos cónicos com rolha esmerilada, com capacidade mínima de 200 ml;

b) Dispositivo que permita manter a temperatura do frasco a $40^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

3.2 — Reagentes:

a) Solução contendo 20 g de cloreto de zinco anidro fundido e 68 g de ácido fórmico anidro levado a 100 g com água (isto é: 20 partes em massa de cloreto de zinco anidro fundido em 80 partes em massa de ácido fórmico a 85% em massa).

Nota. — A este respeito chama-se a atenção para o n.º 1.3.2.2, em que é exigido que todos os reagentes utilizados sejam quimicamente puros; além disso, deve utilizar-se unicamente cloreto de zinco anidro fundido.

b) Solução de hidróxido de amónio: diluir 20 ml de uma solução concentrada de amoníaco (densidade relativa: 0,880 a 20°C) em água até perfazer 1 l.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo: colocar o provete, rapidamente, no frasco cónico previamente aquecido a 40°C . Juntar 100 ml da solução de ácido fórmico e de cloreto de zinco pré-aquecido a 40°C , por grama de provete. Tapar o frasco e agitar. Manter o frasco e o seu conteúdo a 40°C , durante 2 horas 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 pré-aquecido a 40°C .

Lavar bem o cadinho e o resíduo com água a 40°C . Lavar o resíduo fibroso com cerca de 100 ml de solução fria de amoníaco [n.º 3.2, alínea b)], assegurando que este resíduo fica totalmente imerso na solução durante 10 minutos⁽⁸⁾, em seguida lavar muito bem com água fria.

Não aplicar sucção durante as operações de lavagem antes de o líquido ter escorrido por gravidade.

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

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,02 para o algodão, 1,01 para a melamina e 1,00 para a elastolefina.

6 — Precisão:

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam ± 2 , para um nível de confiança de 95%.

⁽⁸⁾ Para assegurar a imersão durante 10 minutos de resíduo fibroso na solução de amoníaco, pode-se, por exemplo, adaptar ao cadinho filtrante um acrescento com torneira que permita regular o escoamento do amoníaco.

Método n.º 4

Poliamida ou *nylon* e determinadas outras fibras

(método do ácido fórmico a 80% em massa)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Poliamida ou *nylon* (30) com

2) Lã (1), pêlos animais (2 e 3), algodão (5), cupro (21), modal (22), viscosa (25), acrílica (26), clorofibra (27), poliéster (35), polipropileno (37), vidro têxtil (44), elastomultiéster (46), elastolefina (47) e melamina (48).

Como indicado anteriormente, este método também se aplica às misturas que contenham lã mas, quando a proporção desta última for superior a 25%, deve ser aplicado o método n.º 2 (dissolução da lã em solução de hipoclorito de sódio alcalino ou hipoclorito de lítio).

2 — Princípio:

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

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

Frascos cónicos com rolha esmerilhada, com capacidade mínima de 200 ml;

3.2 — Reagentes:

a) Solução de ácido fórmico (a 80% em massa, densidade relativa: 1,186 a 20°C). Diluir com água 880 ml de uma solução de ácido fórmico a 99% em massa (densidade relativa 1,204 a 20°C) até perfazer 1 l. Em alternativa, diluir com água 780 ml de uma solução de ácido fórmico a 98 a 100% em massa (densidade relativa 1,220 a 20°C) até perfazer 1 l.

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

b) Solução diluída de hidróxido de amónio: diluir com água 80 ml de uma solução concentrada de hidróxido de amónio (densidade relativa 0,880 a 20°C) até perfazer 1 l.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo: colocar o provete no frasco cónico de 200 ml pelo menos, juntar 100 ml de ácido fórmico por grama do provete. Rolhar o frasco, agitar de modo a molhar o provete. Deixar repousar o conteúdo do frasco durante 15 minutos 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, esvaziando o cadinho por sucção após cada aditamento. Não aplicar sucção durante as operações de lavagem antes de o líquido ter escorrido por gravidade.

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

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto para a melamina, em que $d = 1,01$.

6 — Precisão:

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 5**Acetato e determinadas outras fibras**

(método do álcool benzílico)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Acetato (19) com
- 2) Triacetato (24), elastolefina (47) e melamina (48).

2 — Princípio:

Dissolver as fibras de acetato a partir de uma massa seca conhecida da mistura, com álcool benzílico a $52^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo; exprimir a massa em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de acetato por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

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

3.2 — Reagentes:

- a) Álcool benzílico;
- b) Álcool etílico.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns 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 $52 \pm 2^{\circ}\text{C}$ e agitar energeticamente por meio do dispositivo de agitação mecânica, durante 20 minutos, a esta temperatura.

(Em alternativa ao dispositivo de agitação mecânica, o frasco pode ser agitado manualmente com movimentos vigorosos).

Decantar o líquido sobre o cadinho de vidro tarado. Juntar no frasco uma nova porção de álcool benzílico e agitar como anteriormente à temperatura de $52 \pm 2^{\circ}\text{C}$ 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 $52 \pm 2^{\circ}\text{C}$. 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, deixar arrefecer e pesar.

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto para a melamina, em que $d = 1,01$.

6 — Precisão:

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 6**Triacetato ou polilactida e determinadas outras fibras**

(método do diclorometano)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Triacetato (24) ou polilactida (34) com
- 2) Lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrílica (26), poliamida ou nylon (30), poliéster (35), vidro têxtil (44) elastomultiéster (46), elastolefina (47) e melamina (48).

Nota. — 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 — Princípio:

Dissolver as fibras de triacetato ou polilactida 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 seca de triacetato ou polilactida por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

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

3.2 — Reagente:

Diclorometano.

4 — Técnica:

Seguir as instruções 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 para molhar o provete com o reagente, e deixar em contacto durante 30 minutos à temperatura ambiente, agitando de 10 em 10 minutos. Decantar o líquido sobre o cadinho filtrante 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 aplicar o vácuo para eliminar o excesso de líquido, depois tratar o resíduo com água a ferver para eliminar todo o solvente, aplicar o vácuo, secar o cadinho e o resíduo, arrefecer e pesar.

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00 excepto no caso de poliéster, elastomultiéster, elastolefina e melamina, para os quais d é 1,01.

6 — Precisão:

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 7**Determinadas fibras celulósicas e determinadas outras fibras**

(método do ácido sulfúrico a 75% em massa)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Algodão (5), linho (7), cânhamo (8), rami (14), cupro (21), modal (22), viscose (25) com

2) Poliéster (35), elastomultiéster (46) e elastolefina (47).

2 — 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 informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

a) Frascos cónicos com capacidade mínima de 500 ml, com rolha esmerilada;

b) Termóstato ou outro aparelho que permita manter a temperatura do frasco a $50 \pm 5^\circ\text{C}$.

3.2 — Reagentes:

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

Preparar, juntando com precaução e arrefecendo, 700 ml de ácido sulfúrico (densidade relativa 1,84 a 20°C) a 350 ml de água destilada.

Arrefecer até à temperatura ambiente e diluir com água, até 1 l;

b) Solução diluída de hidróxido de amónio:

Diluir com água 80 ml de uma solução concentrada de hidróxido de amónio (densidade relativa 0,88 a 20°C) até 1 l.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns 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 $50 \pm 5^\circ\text{C}$ durante 1 hora, agitando suavemente o frasco e o seu conteúdo, de 10 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 antes 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 apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00.

6 — Precisão:

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 8**Acrílicas, determinadas modacrílicas ou determinadas clorofibras e determinadas outras fibras**

(método da dimetilformamida)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Acrílicas (26), certas modacrílicas (29) ou certas clorofibras (27) (⁹) com

2) Lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrílica (26), poliamida ou *nylon* (30), poliéster (35), vidro têxtil (44) elastomultiéster (46), elastolefina (47) e melamina (48).

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, modacrílicas ou 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 informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

a) Frascos cónicos com capacidade mínima de 200 ml, com rolha esmerilada;

b) Banho-maria à ebulição.

3.2 — Reagente:

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

Sendo este reagente tóxico, é recomendado trabalhar numa chaminé.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico com rolha esmerilada de, pelo menos, 200 ml 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 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 com cerca de 1 l de água quente a 70°C-80°C, enchendo sempre o cadinho de água.

Após cada adição de água, aplicar momentaneamente a sucção, mas apenas após o escoamento espontâneo da água. Se o líquido de lavagem escoar através do cadinho demasiado devagar pode ser aplicada uma ligeira sucção.

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

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto no caso da lã, algodão, cupro, modal, poliéster, elastomultiéster e melamina, para os quais o valor de d é 1,01.

6 — Precisão:

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 %.

⁽⁹⁾ Deve verificar-se a solubilidade destas modacrílicas ou destas clorofibras no reagente antes de proceder à análise.

Método n.º 9

Determinadas clorofibras e determinadas outras fibras

(método do sulfureto de carbono/acetona
55,5%/44,5% em volume)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Determinadas clorofibras (27), nomeadamente, determinados policloreto de vinilo, sobreclorados ou não ⁽¹⁰⁾ com 2) Lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), acrílica (26), poliamida ou *nylon* (30), poliéster (35), vidro têxtil (44) elastomultiéster (46) e melamina (48).

Quando a lã ou a seda contidas na mistura excederem 25 %, deve-se utilizar o método n.º 2.

Quando a poliamida ou *nylon* contida exceder 25 %, deve-se 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 massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de fibras de policloreto de vinilo secas por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

- a) Frascos cónicos com capacidade mínima de 200 ml, com rolha esmerilada;
- b) Dispositivo de agitação mecânica.

3.2 — Reagentes:

- a) Mistura azeotrópica de sulfureto de carbono e acetona (55,5% de sulfureto de carbono com 44,5% de acetona em volume). Sendo este reagente tóxico, é recomendado trabalhar numa chaminé;
- b) Álcool etílico a 92% em volume ou álcool metílico.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico com rolha esmerilada de, pelo menos, 200 ml juntar 100 ml de mistura azeotrópica por grama de provete. Tapar bem 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 extracção 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 vezes 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.

Nota. — As amostras de certas misturas de alto teor de clorofibras contraem-se fortemente durante a operação de secagem, o que retarda a eliminação das clorofibras pelo solvente.

Esta contracção não impede contudo a dissolução total das clorofibras.

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto para a melamina, em que $d = 1,01$.

6 — Precisão:

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 %.

⁽¹⁰⁾ Deve verificar-se a solubilidade das fibras de policloreto de vinilo no reagente antes de proceder à análise.

Método n.º 10

Acetato e determinadas outras fibras

(método do ácido acético glacial)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Acetato (19) com
- 2) Certas clorofibras (27), como o policloreto de vinilo, sobreclorado ou não, a elastolefina (47) e a melamina (48).

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, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. Calcular a percentagem de acetato por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

- a) Frascos cónicos com capacidade mínima de 200 ml, com rolha esmerilada;
- b) 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 informações comuns e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico com rolha esmerilhada de, pelo menos, 200 ml 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 de 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 apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00.

6 — Precisão:

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 11**Seda e determinadas outras fibras**

(método do ácido sulfúrico a 75 % em massa)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Seda (4) com
- 2) Lã (1), pêlos animais (2 e 3), elastolefina (47) e melamina (48).

2 — Princípio:

Dissolver as fibras de seda a partir de uma massa seca conhecida da mistura em ácido sulfúrico a 75 % em massa ⁽¹⁾.

Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo. Expressar 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 mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

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

3.2 — Reagentes:

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

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

Deixar arrefecer à temperatura ambiente, diluir com água até perfazer 1 l;

b) Solução diluída de ácido sulfúrico: juntar, lentamente, 100 ml de ácido sulfúrico (densidade relativa 1,84 a 20°C) a 1900 ml de água destilada;

c) Solução diluída de hidróxido de amónio: diluir com água 200 ml de uma solução concentrada de hidróxido de amónio (densidade relativa 0,880 a 20°C) até perfazer 1 l.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete num frasco cónico com rolha esmerilhada de, pelo menos, 200 ml juntar 100 ml de ácido sulfúrico a 75 % em massa por grama do provete, tapar, agitar vigorosamente e deixar repousar durante 30 minutos à temperatura ambiente. Agitar 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 e 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 apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 0,985 para a lã, 1,00 para a elastolefina e 1,01 para a melamina.

6 — Precisão:

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 %.

⁽¹⁾ As sedas selvagens tais como o «tussah» não são completamente dissolvidas pelo ácido sulfúrico a 75 % em massa.

Método n.º 12**Juta e determinadas fibras de origem animal**

(método por dosagem do azoto)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Juta (9) com
- 2) Determinadas fibras de origem animal.

A componente «fibras de origem animal» pode consistir apenas em pêlos (2 e 3) ou em lã (1) ou em qualquer mistura destes dois elementos. 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 da percentagem 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 informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

a) Balão de Kjeldahl com a capacidade de 200 ml a 300 ml;

b) Aparelho de destilação Kjeldahl, com injeção de vapor;

c) Bureta, permitindo uma precisão de 0,05 ml.

3.2 — Reagentes:

- a) Tolueno;
 b) Álcool metílico;
 c) Solução de ácido sulfúrico (densidade relativa: 1,84 a 20°C) ⁽¹²⁾;
 d) Sulfato de potássio ⁽¹³⁾;
 e) Dióxido de selénio ⁽¹⁴⁾;
 f) Solução de hidróxido de sódio (400 g/l). Dissolver 400 g de hidróxido de sódio em 400 ml-500 ml de água e diluir com água até perfazer 1 l;
 g) 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;
 h) Solução de ácido bórico. Dissolver 20 g de ácido bórico em 1 l de água;
 i) Ácido sulfúrico 0,02 N (solução padrão volumétrica).

4 — Pré-tratamento da amostra reduzida:

O pré-tratamento descrito nas informações comuns é substituído pelo pré-tratamento seguinte:

Submeter a amostra reduzida, seca ao ar, a uma extracção num aparelho *Soxhlet* com uma mistura de um volume de tolueno e três volumes de álcool metílico, durante 4 horas, à velocidade mínima de cinco 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°C (± 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 extracção 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.

Nota. — 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 informações comuns 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 g a 0,2 g de dióxido de selénio e 10 ml de ácido sulfúrico (densidade relativa = 1,84 a 20°C). 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 ml a 20 ml de água, arrefecer, transferir para um balão graduado de precisão de 200 ml e juntar água até perfazer o volume da solução para análise. Introduzir cerca de 20 ml de uma solução de ácido bórico num frasco cónico de 100 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 um 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 contendo 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 0,02 N 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 a digestão e destilação apenas os reagentes.

6 — Cálculo e apresentação dos resultados:

6.1 — Calcular como segue a percentagem de azoto na amostra seca:

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

em que:

$A\%$ = 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:

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

em que:

$PA\%$ = percentagem de fibras de origem animal na amostra seca e pura.

7 — Precisão:

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%.

⁽¹²⁾ Estes reagentes devem estar isentos de azoto.

⁽¹³⁾ Estes reagentes devem estar isentos de azoto.

⁽¹⁴⁾ Estes reagentes devem estar isentos de azoto.

Método n.º 13**Polipropileno e determinadas outras fibras**

(método do xileno)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Fibras de polipropileno (37) com
- 2) Lã (1), pêlos animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), acetato (19), cupro (21), modal (22), triacetato (24), viscosa (25), acrílica (26), poliamida ou nylon (30), poliéster (35), vidro têxtil (44), elastomultiéster (46) e melamina (48).

2 — Princípio:

Dissolver as fibras de polipropileno a partir de uma massa seca conhecida da mistura, por meio de xileno 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 polipropileno por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

- a) Frascos cónicos com capacidade mínima de 200 ml, com rolha esmerilada;
- b) Refrigerante de refluxo (adaptado a líquidos de ponto de ebulição elevado), adaptável aos frascos a);
- c) Manta de aquecimento de xileno à ebulição.

3.2 — Reagente:

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

Nota. — O xileno é muito inflamável e produz vapores tóxicos. É conveniente tomar medidas de protecção adequadas na sua utilização.

4 — Técnica:

Seguir as instruções dadas nas informações comuns e proceder do seguinte modo:

Colocar o provete num frasco cónico [n.º 3.1, alínea a)] e juntar 100 ml de xileno (n.º 3.2) por grama do provete. Montar o refrigerante de refluxo [n.º 3.1, alínea b)] e levar à ebulição que se mantém durante três minutos.

Decantar imediatamente o líquido quente para o cadinho filtrante, previamente tarado (v. nota 1). Repetir este tratamento mais duas vezes, utilizando em cada uma novas porções de 50 ml de solvente.

Lavar o resíduo que fica no frasco, sucessivamente, com 30 ml de xileno a ferver (duas vezes), depois mais duas vezes com 75 ml de éter de petróleo (n.º 1.3.2.1 das informações comuns) de cada vez. Depois da segunda lavagem com éter de petróleo, filtrar o conteúdo do frasco pelo cadinho filtrante e transferir as fibras retidas para o cadinho com a ajuda de uma pequena quantidade suplementar de éter de petróleo. Fazer evaporar completamente o solvente. Secar o cadinho e o resíduo, arrefecer e pesar.

Notas

1 Deve aquecer-se previamente o cadinho filtrante para o qual se decanta o xileno.

2 Depois das lavagens com xileno a ferver, o frasco que contém o resíduo deve ser suficientemente arrefecido antes de nele ser introduzido o éter de petróleo.

3 De forma a reduzir os riscos de incêndio e de toxicidade que ameaçam o operador, aconselha-se a utilização de um aparelho para extracção a quente com recurso aos procedimentos adequados, o que produzirá resultados idênticos ⁽¹⁵⁾.

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto para a melamina, em que $d = 1,01$.

6 — Precisão:

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%.

⁽¹⁵⁾ Ver, por exemplo, os aparelhos descritos em *Melliand Textilberichte* 56 (1975), pp. 643-645.

Método n.º 14**Determinadas fibras e clorofibras (à base de homopolímeros de cloreto de vinilo) elastolefina ou melamina**

(método do ácido sulfúrico concentrado)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Algodão (5), acetato (19), cupro (21), modal (22), triacetato (24), viscosa (25), determinadas acrílicas (26), determinadas modacrílicas (29), poliamida ou nylon (30), poliéster (35) e elastomultiéster (46) com
- 2) Clorofibras (27) à base de homopolímeros de cloreto de vinilo (sobrecolorado ou não), elastolefina (47) e melamina (48).

As modacrílicas consideradas são as que produzem uma solução límpida por imersão em ácido sulfúrico concentrado (densidade relativa 1,84 a 20°C).

Este método pode ser utilizado, nomeadamente, em substituição dos métodos n.ºs 8 e 9.

2 — Princípio:

As fibras mencionadas no n.º 1) do n.º 1 são eliminadas a partir de uma massa conhecida da mistura no estado seco por dissolução no ácido sulfúrico concentrado (densidade relativa 1,84 a 20°C).

O resíduo constituído pela clorofibra, pela elastolefina ou pela melamina é recolhido, lavado, seco e pesado; exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. A percentagem do segundo constituinte é obtida por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

- a) Frascos cónicos com capacidade mínima de 200 ml, com rolha esmerilada;
- b) Vareta de vidro, com ponta espalmada.

3.2 — Reagentes:

- a) Ácido sulfúrico concentrado (densidade relativa 1,84 a 20°C);
 - b) Ácido sulfúrico, solução aquosa, aproximadamente 50% em massa de ácido sulfúrico;
- Preparar, juntando com precaução e arrefecendo, 400 ml de ácido sulfúrico (densidade relativa 1,84 a 20°C)

a 500 ml de água destilada ou desionizada. Logo que a solução se encontre à temperatura ambiente, acrescentar água até 1 l;

c) Amoníaco, solução diluída;

Diluir com água destilada 60 ml de uma solução de amoníaco concentrada (densidade relativa 0,880 a 1°C) até perfazer 1 l.

4 — Técnica:

Aplicar o procedimento descrito nas informações comuns e, em seguida, proceder do seguinte modo:

Ao provete colocado no frasco cónico [n.º 3.1, alínea a)] juntar 100 ml de ácido sulfúrico [n.º 3.2, alínea a)] por grama do provete.

Deixar 10 minutos à temperatura ambiente, agitando de vez em quando com ajuda da vareta de vidro. Se se tratar de um tecido ou de uma malha, encostá-lo entre a parede do frasco e a vareta de vidro e exercer, com a ajuda da vareta, uma leve pressão de modo a separar a matéria dissolvida pelo ácido sulfúrico.

Decantar o líquido sobre o cadinho de vidro tarado. Juntar de novo, no frasco, 100 ml de ácido sulfúrico [n.º 3.2, alínea a)] e repetir a mesma operação. Verter o conteúdo do frasco sobre o cadinho filtrante e arrastar o resíduo fibroso com ajuda da vareta de vidro. Se necessário, juntar um pouco de ácido sulfúrico concentrado [n.º 3.2, alínea a)] no frasco para arrastar os restos de fibras que aderiram às paredes. Vazar o cadinho por sucção; eliminar o filtrado do frasco vazio ou mudar de frasco, seguidamente lavar o resíduo no cadinho sucessivamente com a solução de ácido sulfúrico a 50% [n.º 3.2, alínea b)], de água destilada ou desionizada (n.º 1.3.2.3 das generalidades), a solução de amoníaco [n.º 3.2, alínea c)] e, finalmente, lavar bem com água destilada ou desionizada, esvaziando completamente o cadinho por sucção após cada adição (não utilizar a sucção durante a operação de lavagem, mas apenas quando o líquido se tiver escoado por gravidade). Secar o cadinho e o resíduo, arrefecer e pesar.

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto para a melamina, em que $d = 1,01$.

6 — Precisão:

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 15

Clorofibras, determinadas modacrílicas, determinados elastanos, acetatos, triacetatos e determinadas outras fibras

(método da ciclohexanona)

1 — Âmbito de aplicação:

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

1) Acetato (19), triacetato (24), clorofibras (27), determinadas modacrílicas (29) e determinados elastanos (43) com

2) Lã (1), pêlos de animais (2 e 3), seda (4), algodão (5), cupro (21), modal (22), viscose (25), poliamida ou nylon (30), acrílica (26), vidro têxtil (44) e melamina (48).

Se se verificar estarem presentes modacrílicas ou elastanos deve ser feito um ensaio preliminar, para ver se estas fibras são completamente solúveis no reagente.

Também é possível analisar misturas que contenham clorofibras utilizando-se os métodos n.ºs 9 ou 14.

2 — Princípio:

Dissolver as fibras de acetato, de triacetato, as clorofibras, determinadas modacrílicas, determinados elastanos, de uma massa seca conhecida da mistura por extracção com ciclohexanona a uma temperatura próxima da 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 clorofibra, modacrílica, elastano, acetato e triacetato por diferença.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

a) Aparelho para extracção a quente que permita a técnica prevista no n.º 4 [v. esquema: variante do aparelho descrito em *Melliand Textilberichte* 56 (1975) pp. 643-645];

b) Cadinho filtrante que conterà a amostra;

c) Placa porosa, de porosidade 1;

d) Refrigerador de refluxo que se adapta ao balão de destilação;

e) Aparelho de aquecimento.

3.2 — Reagentes:

a) Ciclohexanona, ponto de ebulição a 156°C.

b) Álcool etílico, diluído a 50% em volume.

Nota. — A ciclohexanona é inflamável e tóxica. É conveniente tomar medidas de protecção adequadas na sua utilização.

4 — Técnica:

Seguir as instruções fornecidas nas informações comuns e proceder tal como se segue:

Deitar para o balão de destilação 100 ml de ciclohexanona por grama de matéria, inserir o recipiente de extracção no qual se colocou previamente o cadinho filtrante contendo a amostra e a placa porosa mantida ligeiramente inclinada. Introduzir o refrigerador de refluxo. Deixar ferver e continuar a extracção durante 60 minutos a uma velocidade mínima de 12 ciclos por hora.

Após extracção e arrefecimento, tirar o recipiente de extracção, retirar-lhe o cadinho filtrante e tirar igualmente a placa porosa. Lavar o conteúdo do cadinho filtrante três ou quatro vezes com álcool etílico a 50% previamente aquecido até cerca de 60°C e, em seguida, com 1 l de água a 60°C.

No decurso das lavagens e entre elas, aplicar apenas a sucção após o solvente se ter escoado por gravidade.

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

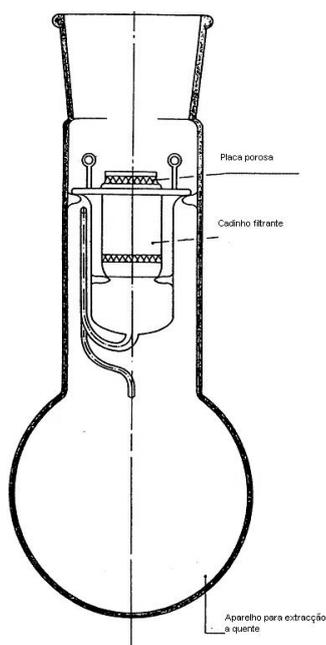
5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,00, excepto no caso da seda e da melamina, em que $d = 1,01$, e do acrílico, em que $d = 0,98$.

6 — Precisão:

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%.

Esquema referido no n.º 3.1, alínea j), do método n.º 15



Método n.º 16

Melamina e determinadas outras fibras

(método do ácido fórmico quente)

1 — Âmbito de aplicação:

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

- 1) Melamina (48) com
- 2) Algodão (5) e aramida (31).

2 — Princípio:

Dissolver a melamina a partir de uma massa seca conhecida da mistura em ácido fórmico quente (90 % em massa).

Recolher, lavar, secar e pesar o resíduo; exprimir a massa, corrigida se necessário, em percentagem da massa seca da mistura. A percentagem do segundo constituinte é obtida por diferença.

Nota. — Respeitar estritamente as temperaturas recomendadas, porque a solubilidade da melamina depende muito da temperatura.

3 — Aparelhos e reagentes (além dos mencionados nas informações comuns):

3.1 — Aparelhos:

a) Frascos cónicos com capacidade mínima de 200 ml, com rolha esmerilada;

b) Dispositivo agitador banho-maria ou outro dispositivo agitador, que mantenha o frasco a $90 \pm 2^\circ\text{C}$.

3.2 — Reagentes:

a) Solução de ácido fórmico (a 90 % em massa, densidade relativa: 1,204 a 20°C). Diluir com água 890 ml de uma solução de ácido fórmico a 98 % a 100 % em massa (densidade relativa 1,220 a 20°C) até perfazer 1 l.

Note-se que o ácido fórmico quente é muito corrosivo e deve ser manuseado com cuidado;

b) Solução diluída de hidróxido de amónio: diluir com água 80 ml de uma solução concentrada de hidróxido de amónio (densidade relativa 0,880 a 20°C) até perfazer 1 l.

4 — Técnica:

Aplicar o procedimento descrito nas informações comuns e, em seguida, proceder do seguinte modo:

Colocar o provete no frasco cónico com rolha esmerilada de 200 ml pelo menos, juntar 100 ml de ácido fórmico por grama do provete. Rolhar o frasco, agitar de modo a molhar o provete. Manter o frasco num agitador banho-maria a $90 \pm 2^\circ\text{C}$ durante uma hora, com agitação vigorosa. Deixar arrefecer até à temperatura ambiente. Decantar o líquido sobre o cadinho de vidro tarado. Juntar 50 ml de ácido fórmico ao resíduo deixado no frasco, agitar manualmente e filtrar o conteúdo do frasco no mesmo cadinho. Transferir 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 com solução de ácido fórmico, água quente, com solução de hidróxido de amónio e, finalmente, com água fria, esvaziando sempre o cadinho por sucção após cada novo aditamento. Não aplicar sucção durante as operações de lavagem antes de o líquido ter escorrido por gravidade. Finalmente, secar o cadinho com o resíduo, deixar arrefecer e pesar.

5 — Cálculo e apresentação dos resultados:

Calcular os resultados como descrito nas informações comuns. O valor de d é 1,02.

6 — Precisão:

Para uma mistura homogénea de matérias têxteis, os limites de confiança dos resultados obtidos de acordo com este método não ultrapassam ± 2 , para um nível de confiança de 95 %.

MINISTÉRIO DO AMBIENTE E DO ORDENAMENTO DO TERRITÓRIO

Portaria n.º 100/2011

de 11 de Março

O Decreto-Lei n.º 382/99 de 22 de Setembro, estabelece as normas e os critérios para a delimitação de perímetros de protecção de captações de águas subterrâneas destinadas ao abastecimento público, com a finalidade de proteger a qualidade das águas dessas captações.

Os perímetros de protecção visam prevenir, reduzir e controlar a poluição das águas subterrâneas (por infiltração de águas pluviais lixiviantes e de águas excedentes de rega e de lavagens), potenciar os processos naturais de diluição e de autodepuração, prevenir, reduzir e controlar as descargas accidentais de poluentes e, por último, proporcionar a criação de sistemas de aviso e alerta para a protecção dos sistemas de abastecimento de água.

Todas as captações de água subterrânea destinadas ao abastecimento público de água para consumo humano, e a delimitação dos respectivos perímetros de protecção, estão sujeitas às regras estabelecidas no mencionado Decreto-Lei n.º 382/99 de 22 de Setembro, bem como ao disposto no artigo 37.º da Lei da Água (Lei n.º 58/2005, de 29 de Dezembro) e na Portaria n.º 702/2009, de 6 de Julho.

Na sequência de uma proposta da Câmara Municipal da Batalha, a Administração da Região Hidrográfica (ARH) do Centro, I. P., ao abrigo do n.º 2 do artigo 4.º do Decreto-Lei n.º 382/99, de 22 de Setembro, elaborou uma proposta de delimitação e respectivos condicionamentos do perímetro de protecção para a captação designada por furo LRS1, no concelho da Batalha.