

Universidad Nacional de Ingeniería
Facultad de Ciencias



TRABAJO DE SUFICIENCIA PROFESIONAL

**“Identificación y cuantificación de materias textiles mediante
Espectroscopía Infrarroja y análisis gravimétrico en el Laboratorio
Regional de Aduanas del Perú”**

Para obtener el Título Profesional de Licenciado en Química

Elaborado por

Sharon Sheyla Laurente Ramon

0009-0000-1403-3311

Asesor

Dra. Maribel Gabriela Fernández Aguirre

0000-0002-7087-5684

LIMA – PERÚ

2025

Citar/ How to cite	Laurente Ramon [1]
Referencia/ Reference	[1] S. Laurente Ramon, " <i>Identificación y cuantificación de materias textiles mediante Espectroscopía Infrarroja y análisis gravimétrico en el Laboratorio Regional de Aduanas del Perú</i> " [Trabajo de Suficiencia Profesional]. Lima (Perú): Universidad Nacional de Ingeniería, 2025.
Estilo/ Style:	
IEEE (2020)	

Citar/ How to cite	(Laurente, 2025)
Referencia/ Reference	Laurente, S. (2025). " <i>Identificación y cuantificación de materias textiles mediante Espectroscopía Infrarroja y análisis gravimétrico en el Laboratorio Regional de Aduanas del Perú</i> " [Trabajo de Suficiencia Profesional, Universidad Nacional de Ingeniería]. Repositorio institucional Cybertesis UNI.
Estilo/ Style:	
APA (7ma ed.)	

Dedicatoria

A Dios, mis padres y amigos, por su incondicional apoyo.

Resumen

La defraudación de rentas de aduanas debilita nuestra economía y propicia el comercio desleal. Uno de los mecanismos utilizados para la defraudación es la alteración de la descripción de la mercancía y de la Subpartida Nacional (S.P.N) Arancelaria con el fin de obtener un beneficio económico (Congreso de la República, 2003).

En el caso de mercancías textiles, los acabados textiles, así como la composición química, son factores utilizados para la valoración y la asignación de la S.P.N Arancelaria, parámetros necesarios para determinar el impuesto que grava las operaciones de comercio exterior.

Por lo tanto, es necesario desarrollar nuevas metodologías a fin de obtener resultados confiables en la determinación de la composición química y la identificación de los acabados textiles.

En el presente trabajo se ha realizado la identificación de fibras textiles y de los acabados recubrimientos y revestimientos textiles utilizando la técnica de Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR)- reflectancia total atenuada (ATR); técnica que, a diferencia de los análisis organolépticos y de la microscopía, permite identificar con precisión las fibras sintéticas.

También se ha realizado la validación de métodos para la cuantificación de fibras textiles por gravimetría, basados en métodos de ensayo desarrollados por el área textil del Laboratorio Regional de Aduanas de Perú, así como métodos normalizados que han sido modificados por el Laboratorio, acorde a lo indicado en la Norma Técnica Peruana (NTP) ISO/IEC 17025-2017 (Dirección de Normalización INACAL, 2017).

Los colorantes que tiñen las fibras textiles no interfieren en la identificación de fibras mediante espectroscopía FTIR-ATR por lo que no es necesario realizar una preparación previa de muestra. Sin embargo, algunos textiles presentan acabados como

recubrimientos, laminados, entre otros, que interfieren con la identificación de fibras por FTIR-ATR, por lo que es necesario una preparación previa con el fin de eliminarlos.

Respecto a la validación de los métodos de ensayo, se evaluaron los parámetros estadísticos veracidad, precisión, robustez y adicionalmente se estimó la incertidumbre para las matrices: poliuretano(elastómero) 1.7%-poliéster 98.3%, acrílico 50%-algodón 50%, y nylon 53%-algodón 47%.

La evaluación de la veracidad se realizó por comparación del promedio de datos y un valor de referencia mediante la prueba T-Student; el valor referencial fue tomado de los resultados de los Informes de Ensayo del laboratorio Quality Lab acreditado en la NTP ISO 17025 para el método de cuantificación de fibras. Los resultados indicaron que no hay diferencia significativa entre el promedio de datos y el valor referencial indicados en los referidos informes para las matrices poliuretano(elastómero) 1.7%-poliéster 98.3% y acrílico 50%-algodón 50%. Sin embargo, en el caso de la matriz poliamida (nylon) 53%-algodón 47%, el promedio de datos difiere estadísticamente del valor referencial indicado por el laboratorio Quality Lab.

La evaluación de la precisión se realizó mediante la prueba de Barlett para comparar varianzas entre analistas, los resultados indicaron que no hay diferencia significativa entre las varianzas de los analistas. Adicionalmente se hizo una comparación entre los coeficientes de variación y la tolerancia del 3% para el contenido fibras indicado en la NTP 231.410-2013. Los coeficientes de variación calculados en condiciones de repetibilidad y precisión intermedia no superaron la tolerancia del 3% para los métodos para la determinación de fibras acrílicas y nylon en los alcances indicados en el párrafo precedente. Sin embargo, los coeficientes de variación calculados para el método de determinación de fibras de poliuretano (elastómero) sí superaron la tolerancia del 3%.

La robustez se evaluó mediante la prueba de Youden-Steiner para las matrices acrílico 50%-algodón 50% y nylon 53%-algodón 47%, los resultados indicaron que no

hay diferencia significativa en los cambios de cantidad de masa, tiempo, temperatura y reactivo de enjuague, realizados respecto al método normalizado referencial.

Palabras clave - Subpartida Nacional Arancelaria, Acabado Textil, Gravimetría, Veracidad, Precisión, Robustez.

Abstract

Customs fraud weakens our economy and promotes unfair foreign competition. One of the mechanisms that is used to commit custom fraud is misclassification, this occurs when an importer falsely describes a good and its Tariff Subheading (N.T.S.) to obtain economic benefits (Congress of the Republic, 2003, Law 28008, Article 5).

In textile goods, chemical composition and textile finishes are factors used for good's valuation and tariff classification, which are necessary parameters for determining the tax on foreign trade operations.

Therefore, it is essential to develop new methodologies to obtain reliable results in identifying textile fibers and textile finishes as well as determining chemical composition.

The identification of textile fibers and textile coatings have been done using Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FTIR) with Attenuated Total Reflectance (ATR). Unlike organoleptic analysis, this technique permits to fully identify synthetic fibers.

The methods' validation for the quantification of textile fibers has been done by gravimetry analysis. The gravimetry analysis for the quantification of acrylic and nylon fibers are based on modified standardized test methods, whereas the method for the quantification of polyurethane fibers has been developed by Regional Customs Laboratory of Perú.

The fabrics' dye doesn't interfere with the FTIR-ATR analysis for the identification of textile fibers, so no prior sample preparation is needed. For the other side, textile coating interfere with the identification of textile fiber so is necessary to remove those interferences.

Regarding the methods' validation, the performance parameters evaluated are accuracy, trueness, robustness, and besides, uncertainty was estimated. The scopes of

the methods' validations are polyurethane 1.7%-polyester 98.3%, acrylic 50%-cotton 50% and nylon 53%-cotton 47%.

The trueness evaluation was realized by T-student test, the results of Quality Laboratory were taken as reference value for this test. The performance of trueness parameter shows there isn't statistical difference between the reference value and the mean of the data of polyurethane and acrylic quantification methods, whereas there is a difference between those parameters for the polyamide(nylon) quantification method.

The accuracy evaluation was realized by Barlett test to compare analysts' variances. The results show there isn't statistical differences between analysts' variances. Also, variation' coefficient was comparing with textile fiber contents' tolerance indicating in NTP 231.410-2013. The variation' coefficients for the quantification of acrylic and nylon fibers are below of the tolerance whereas the variations' coefficient for the quantification of polyurethane fibers was up to the tolerance.

Robustness evaluation was performed for acrylic and nylon determination applying Youden-Steiner test. The outcome of the test shows there isn't statistical difference between the results obtained before and after experimental changes were made in the normalized method.

Keywords-Tariff Subheading, Textile Coatings, Gravimetry Analysis, Trueness, Accuracy, Robustness.

Tabla de contenido

Resumen	iv
Abstract	vii
Introducción.....	xix
Capítulo I: Parte introductoria del trabajo	1
1.1 Generalidades	1
1.2 Descripción del problema de investigación	3
1.3 Objetivos del estudio	4
1.3.1 Objetivo general.....	4
1.3.2 Objetivos específicos.....	4
1.4 Antecedentes investigativos	5
Capítulo II. Marco teórico y conceptual	8
2.1 Marco teórico.....	8
2.1.1 La fibra textil	8
2.1.2 Clasificación de las fibras textiles	9
2.1.3 Recubrimientos y revestimientos textiles.....	18
2.1.4 Técnicas para la identificación de la fibra textil	28
2.1.5 Cuantificación de fibras textiles	42
2.1.6 Validación de métodos de ensayo.....	49
2.2 Marco conceptual	72
2.2.1 Acabado textil	72
2.2.2 Perchado	72
2.2.3 Esmerilado.....	72
2.2.4 Substrato textil.....	73
2.2.5 Plástico no celular.....	73

2.2.6 Plástico celular.....	73
Capítulo III. Desarrollo del trabajo de investigación	75
3.1 Equipos y reactivos	75
3.1.1 Identificación de fibras textiles, recubrimientos y revestimientos textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR).	75
3.1.2 Cuantificación de fibras textiles mediante análisis gravimétricos.....	75
3.2 Procedimiento experimental	76
3.2.1 Identificación de fibras textiles, recubrimientos y revestimientos textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR).	76
3.2.2 Cuantificación de fibras textiles mediante análisis gravimétricos.....	77
Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados	80
4.1 Identificación de fibras textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)	80
4.1.1 Fibras naturales vegetales.....	80
4.1.2 Fibras naturales animales.....	82
4.1.3 Fibras artificiales.....	85
4.1.4 Fibras sintéticas.....	88
4.2 Identificación de recubrimientos y revestimientos textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)...	94
4.2.1 Poliuretano.....	94
4.2.2 Policloruro de vinilo (PVC).....	95
4.2.3 Etil vinil acetato (EVA)	96
4.2.4 Acrílico	96
4.2.5 Polietileno y polipropileno	97

4.3 Validación de métodos de ensayo de cuantificación de fibras textiles	97
4.3.1 Descripción	98
4.3.2 Alcance del método	98
4.3.3 Nivel de trabajo.....	98
4.3.4 Evaluación de la distribución de datos	99
4.3.5 Evaluación de datos atípicos	107
4.3.6 Veracidad.....	115
4.3.7 Precisión	116
4.3.8 Robustez.....	120
4.3.9 Incertidumbre.....	124
Conclusiones.....	137
Recomendaciones	141
Referencias Bibliográficas	142
Anexos	157

Lista de Tablas

Tabla 1 Propiedades organolépticas de las fibras naturales vegetales.....	30
Tabla 2 Propiedades organolépticas de las fibras naturales animales.....	30
Tabla 3 Propiedades organolépticas de las fibras artificiales.....	31
Tabla 4 Propiedades organolépticas de las fibras sintéticas.....	31
Tabla 5 Métodos de cuantificación de las fibras textiles.....	49
Tabla 6: Valores críticos para la prueba de Anderson Darling a diferentes niveles de significancia	62
Tabla 7: Fórmulas para el cálculo del p-value	63
Tabla 8: Observaciones por analista para la prueba ANOVA	66
Tabla 9: Sumatoria de las observaciones y de los cuadrados de las observaciones para la prueba ANOVA.....	66
Tabla 10: Resumen ANOVA.....	66
Tabla 11: Métodos de ensayo.....	78
Tabla 12: Matrices textiles en las cuales son aplicables los métodos de ensayo validados.....	99
Tabla 13: Niveles en los cuales son aplicables los métodos de ensayo validados	99
Tabla 14: Datos recopilados para el método para la determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles, en la matriz textil poliéster 98.3%- poliuretano 1.7%.....	100
Tabla 15: Datos recopilados para el método para la determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles, en la matriz textil algodón 50%-acrílico 50%.....	101
Tabla 16: Datos recopilados para el método para la determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles, en la matriz textil poliamida 53%-algodón 47%.....	102
Tabla 17: Valores p-value de cada grupo de analistas.....	105
Tabla 18: Valores p-value de la prueba de Anderson Darling para el conjunto de 30 datos en cada método de ensayo.	107

Tabla 19 Evaluación de datos atípicos en la matriz poliéster 98.3%- poliuretano 1.7%	108
Tabla 20 Evaluación de datos atípicos en la matriz acrílico 50%-algodón 50%.....	110
Tabla 21 Evaluación de datos atípicos en la matriz poliamida (Nylon) 53%-algodón 47%	111
Tabla 22 Tratamiento de datos en la matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7% para evaluar h.k Mandel	112
Tabla 23: Tratamiento de datos en la matriz acrílico 50%-algodón 50% para evaluar h.k Mandel.....	113
Tabla 24 Tratamiento de datos en la matriz poliamida (nylon)53%-algodón 47% para evaluar h.k Mandel	114
Tabla 25 Evaluación de la veracidad de datos	117
Tabla 26: Análisis ANOVA.....	118
Tabla 27: Coeficiente de variación en condiciones de repetibilidad (CV_r) y precisión intermedia(CV_R).....	118
Tabla 28: Análisis de datos para el cálculo del estadístico $X^2_{\text{calculado}}$	119
Tabla 29: Valores de $X^2_{\text{calculado}}$ y p-value para analizar la precisión entre los analistas.....	120
Tabla 30: Condiciones de ensayo modificadas en el método de ensayo normalizado	121
Tabla 31: Ensayos realizados para la evaluación de la robustez.....	122
Tabla 32: Resultados de los ensayos realizados para la evaluación de la robustez.	122
Tabla 33: Promedio de los ensayos realizados con las condiciones de análisis representados por las letras mayúsculas y minúsculas para el método de determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles - 1	123
Tabla 34: Promedio de los ensayos realizados con las condiciones de análisis representados por las letras mayúsculas y minúsculas para el método de determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles - 2	123

Tabla 35: Diferencias de los promedios asociados a las condiciones Y^+ e Y^-	124
Tabla 36: Estimación de la incertidumbre de precisión	125
Tabla 37 Estimación del valor del sesgo y del S_{sesgo} en el método para la determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	126
Tabla 38: Estimación del valor del sesgo y del S_{sesgo} en el método para la determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles.....	126
Tabla 39 Estimación del valor del sesgo y del S_{sesgo} en el método para la determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	127
Tabla 40: Componentes para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo del método.....	128
Tabla 41 Estimación de la incertidumbre expandida asociada a la calibración de la balanza.	130
Tabla 42 Corrección de lectura de balanza	130
Tabla 43: Estimación de la incertidumbre $U_{\text{calibración}}$ asociada a la calibración de la balanza.	131
Tabla 44 Incertidumbre asociada a la repetibilidad de la masa patrón.....	131
Tabla 45 Incertidumbre de la medida de masa.....	132
Tabla 46: Incertidumbre asociada a la deriva-tiempo	133
Tabla 47: Incertidumbre asociada a la deriva por temperatura	134
Tabla 48 Estimación de la incertidumbre por deriva tiempo-temperatura.....	134
Tabla 49 Estimación de incertidumbre debido a la medida de la masa	135
Tabla 50: Incertidumbres asociadas al modelo matemático.....	136
Tabla 51 Estimación de la incertidumbre combinada y expandida.....	136

Lista de Figuras

Figura 1 Clasificación de la fibra textil	9
Figura 2 Proceso de análisis de las telas recubiertas y revestidas.	20
Figura 3 Etil vinil acetato (EVA)	21
Figura 4 Polímero de acrilato y metacrilato	22
Figura 5: Policloruro de vinilo (PVC).....	22
Figura 6 Cuchilla en aire	24
Figura 7 Cuchilla sobre cinta	24
Figura 8 Cuchilla sobre cilindro.....	25
Figura 9 Recubrimiento con rodillo	25
Figura 10 Recubrimiento por extrusión.....	26
Figura 11 Recubrimiento cortina.....	26
Figura 12 Recubrimiento en sólido	27
Figura 13 Laminado en llama	28
Figura 14 Microscopía del algodón.....	33
Figura 15 Microscopía del lino	33
Figura 16 Microscopía del yute.....	34
Figura 17 Microscopía del ramio.....	34
Figura 18 Microscopía del cáñamo.....	35
Figura 19 Microscopía del sisal	35
Figura 20 Microscopía de la lana.....	36
Figura 21 Microscopía de la alpaca	36
Figura 22 Microscopía de la seda.....	36
Figura 23 Microscopía del poliéster	37
Figura 24 Microscopía del nylon.....	37
Figura 25 Microscopía del acrílico	38
Figura 26 Microscopía del poliuretano.....	38
Figura 27 Microscopía del polipropileno	39

Figura 28 Microscopía del polietileno	39
Figura 29 Microscopía del modacrílico	39
Figura 30: Espectroscopía Infrarroja.....	41
Figura 31: Técnica ATR.....	42
Figura 32 Marcha analítica para la cuantificación de fibras por análisis químico sucesivo.....	46
Figura 33 Validación de métodos de ensayo.....	52
Figura 34: Precisión en condiciones de repetibilidad	54
Figura 35: Precisión en condiciones de reproducibilidad	54
Figura 36 Distribución normal de datos	60
Figura 37 Prueba de una cola y de dos colas	61
Figura 38 Prueba de Youden Steiner	69
Figura 39 Fuentes de incertidumbre	71
Figura 40: Flujograma para la identificación de fibras mediante espectroscopía FTIR-ATR.....	76
Figura 41: Flujograma para la identificación de fibras textiles.....	77
Figura 42: Flujograma para los métodos de cuantificación de la fibras textiles poliuretano en mezclas con poliéster, acrílico en mezclas con algodón y poliamida(nylon) en mezclas con algodón.....	79
Figura 43 Espectroscopía Infrarroja de las fibras naturales	81
Figura 44 Espectro infrarrojo del algodón	81
Figura 45 Espectro infrarrojo del lino	82
Figura 46 Espectro infrarrojo del yute	82
Figura 47 Espectroscopía Infrarroja de las fibras naturales animales.....	83
Figura 48 Espectro infrarrojo de las fibras de alpaca	84
Figura 49 Espectro infrarrojo de la lana.....	84
Figura 50 Espectro infrarrojo de la seda.....	85
Figura 51 Espectroscopía Infrarroja de fibras artificiales.....	85

Figura 52 Espectro infrarrojo del rayón viscosa.....	86
Figura 53 Espectro infrarrojo del rayón cuproamoniaco.....	86
Figura 54 : Alfa y beta celulosa.....	87
Figura 55 Estructura y enlaces de la celulosa I y II	88
Figura 56 Espectro infrarrojo del rayón acetato.....	89
Figura 57 Espectro infrarrojo del poliéster	90
Figura 58 Espectro infrarrojo del nylon	90
Figura 59 Espectro infrarrojo del poliuretano	91
Figura 60 Espectro infrarrojo del acrílico	92
Figura 61 Espectro infrarrojo del polietileno	93
Figura 62 Espectro infrarrojo del polipropileno	93
Figura 63 Espectro infrarrojo del plástico celular poliuretano	94
Figura 64 Espectro infrarrojo del plástico PVC	95
Figura 65 Espectro infrarrojo del plástico polietilvinilacetato	96
Figura 66 Espectro infrarrojo del recubrimiento acrílico	97
Figura 67 Evaluación de la normalidad por analista en la matriz textil poliéster 98.3%- poliuretano 1.7%.....	104
Figura 68 Prueba de normalidad por analista en la matriz acrílico 50%-algodón 50%.....	104
Figura 69 Evaluación de la normalidad por analista en la matriz textil poliamida (nylon) 53% -algodón 47%.....	105
Figura 70 Prueba de Anderson Darling en la matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%	106
Figura 71 Prueba de Anderson Darling en la matriz textil acrílico 50%-algodón 50%.....	106
Figura 72 Prueba de Anderson Darling en la matriz textil poliamida (nylon) 53%-algodón 47%	107

Figura 73 Incertidumbre expandida de medición y lectura corregida según certificado BD23-C-0989.....	129
Figura 74: Incertidumbre expandida de medición y lectura corregida según certificado BD23-C-0305.....	134

Introducción

La Superintendencia Nacional de Administración Tributaria (SUNAT) es un organismo especializado que forma parte del Ministerio de Economía y Finanzas y tiene como función administrar los tributos internos y tributos aduaneros entre los cuales se encuentran los derechos arancelarios derivados de la importación de bienes.

La recaudación de tributos es la principal fuente de ingresos del Estado y por ende la mejor forma de solventar el presupuesto público. El 85% de los ingresos fiscales del Estado Peruano , el cual está destinado a cubrir los gastos públicos, provienen de la recaudación tributaria (William, 1990). Gracias a la recaudación tributaria es posible financiar la construcción de obras públicas tales como carreteras, hospitales, escuelas, aeropuertos, etc; sin embargo, la falta de educación en materia de cultura tributaria en la población ha ocasionado grandes perjuicios al Estado Peruano y por ende a nosotros mismos.

La evasión tributaria se define como la falta de cumplimiento de las obligaciones por parte de los contribuyentes, o en materia aduanera se configura cuando el importador oculta o distorsiona la información referente a sus operaciones de comercios exterior. Esta falta de cumplimiento impacta directamente en la recaudación fiscal. En el 2021 la elusión y evasión tributaria representó el 8% del Producto Bruto Interno (PBI) equivalente a unos 64,000 millones de soles (El Peruano, 2021).

La elusión y/o evasión tributaria en las operaciones de comercio exterior se encuentran tipificadas en los delitos aduaneros. Entre ellos se encuentra la defraudación de rentas, la cual puede interpretarse como una defraudación fiscal en la medida en que el contribuyente elude el pago legal de una obligación fiscal, empleando para ello engaño o inexactitud consciente de tal manera que así causa un daño a los intereses fiscales del Estado (Torres & García Cantizano, 2016).

Uno de los mecanismos utilizados para la defraudación de rentas es la alteración de la descripción de la mercancía y de la subpartida nacional arancelaria con el fin de

obtener un beneficio económico (Congreso de la República, 2003). En el caso de mercancías textiles, los acabados textiles, así como la composición química, son factores utilizados para la valoración y la asignación de la Subpartida Nacional Arancelaria, parámetros necesarios para determinar el impuesto que grava las operaciones de comercio exterior. Por lo tanto, es necesario desarrollar nuevas metodologías a fin de obtener resultados confiables en la determinación de la composición química y la identificación de los acabados textiles.

El presente trabajo tiene como objetivo la identificación de las fibras, recubrimientos y revestimientos textiles mediante la técnica de Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier (FTIR) con reflectancia total atenuada (ATR) y la validación de métodos de cuantificación de fibras mediante gravimetría, basados en métodos de ensayo normalizados que han sido modificados por el Laboratorio Regional de Aduanas, acorde a lo indicado en la Norma Técnica Peruana ISO/IEC 17025-2017 “Requisitos generales para la competencia de los laboratorios de ensayo y calibración” (Dirección de normalización INACAL, 2017).

La exactitud en el reporte de los resultados es de suma importancia puesto que la mayoría de las descripciones de las subpartidas nacionales arancelarias detallan la naturaleza química de las mercancías textiles. Es así que estas subpartidas pueden describir la composición en términos generales tales como “... *de fibras sintéticas*”, “...*de fibras artificiales*”, etc, o también en términos específicos tales como “...*con un contenido superior al 5% de fibras elastómeros*”.

Asimismo, la identificación de los recubrimientos y revestimientos textiles tiene incidencia en mercancías de las partidas 5603 y 5903 del Arancel de Aduanas. En estas partidas podemos encontrar descripciones tales como “*Telas revestidas, recubiertas o impregnadas con PVC*”, “*Telas revestidas, recubiertas o impregnadas con Poliuretano*”, etc.

La exactitud en el reporte de resultados de la composición química y los acabados textiles conlleva a una correcta determinación en los tributos a cobrar a favor

del Estado por operaciones de comercio exterior, para evitar fraudes como la asignación de incentivos a contribuyentes quienes exportan mercancías distintas a las detalladas en la normativa legal y para el cobro de impuestos gravados a ciertas mercancías las cuales cuentan con normativa para su protección en la industria nacional.

La determinación de la composición química se realiza en dos pasos: la identificación y la cuantificación de fibras textiles. Previamente a la cuantificación de fibras textiles es imprescindible realizar la identificación de estas fibras. Para ello, se cuenta con 3 metodologías complementarias entre sí: Pruebas organolépticas, visualización al microscopio y espectroscopía FTIR -ATR; siendo esta última la única técnica no destructiva y de fácil manipulación que puede identificar con precisión las fibras sintéticas. Asimismo, la identificación de los acabados textiles de recubrimiento, revestimiento, impregnación u otro, se realiza mediante dos técnicas: análisis organolépticos y espectroscopía FTIR-ATR.

La estructura del presente trabajo comprende cuatro capítulos y anexos. En el capítulo I. Parte Introductoria del trabajo se detallan los objetivos, los antecedentes investigativos y la problemática respecto a la defraudación de rentas mediante la alteración de la descripción de las mercancías textiles por parte de los operadores de comercio exterior, y la importancia del reporte de resultados confiables.

En el capítulo II. Marco teórico y conceptual se desarrolla definiciones respecto a la fibra textil y la clasificación por su naturaleza y presentación, definiciones respecto a los acabados textiles de recubrimiento y revestimiento, las resinas y/o plásticos comúnmente utilizados en dichos procesos y algunas técnicas empleadas para lograr estos acabados. Adicionalmente se detallan los métodos de ensayo de cuantificación gravimétrica de fibras textiles con las que cuenta el área textil del Laboratorio de Aduanas y los parámetros evaluados así como las pruebas estadísticas para la validación de los métodos de ensayo.

El capítulo III. Desarrollo del trabajo de investigación comprende los espectros infrarrojos de las fibras textiles y de los acabados textiles de recubrimiento y

revestimiento. Además, este capítulo comprende también los resultados de las pruebas estadísticas en la evaluación de parámetros de validación de los métodos de cuantificación gravimétrica de fibras.

En el capítulo IV. Análisis y discusión de resultados se interpretan los resultados obtenidos en el capítulo anterior. Finalmente, el capítulo V. y VI. comprenden las conclusiones y recomendaciones.

Capítulo I: Parte introductoria del trabajo

1.1 Generalidades

El comercio exterior influye en el crecimiento económico del Perú teniendo influencia en la reducción de la pobreza e incremento de la inversión extranjera. Las exportaciones e importaciones peruanas se encuentran asociados a aranceles en los cuales influye la naturaleza fisicoquímica de las mercancías. Con el incremento de las exportaciones e importaciones también incrementa el número de casos para defraudar las rentas o aranceles siendo el mecanismo más recurrente la falsa descripción de mercancías.

La descripción de las mercancías textiles se encuentra definido en el procedimiento DESPA-IT.01.11. La composición química y los acabados textiles son factores que determinan la subpartida nacional arancelaria y la valorización de la mercancía.

Con el fin de evitar la defraudación de rentas, las diferentes áreas operativas de la Aduana realiza extracción de muestras de los diferentes regímenes aduaneros, siendo el mayor número de muestras extraídas del régimen de importación. La extracción de muestras se realiza acorde a la categorización de los operadores de comercio exterior y teniendo en consideración el nivel de riesgo de los mismos.

El Laboratorio Regional de Aduanas del Perú recibe las muestras extraídas para su análisis fisicoquímico, los cuales se realizan acorde a lo solicitado por las áreas aduaneras responsables de las extracción de muestras y teniendo en cuenta la descripción de las subpartidas en el Arancel de Aduanas. Las mercancías textiles representan aproximadamente el 70% del total de muestras que ingresan al laboratorio, los análisis se realizan acorde al tipo de mercancía textil, siendo que en todos los casos se analiza la identificación y cuantificación de fibras, así como la identificación de los acabados textiles.

La identificación de fibras se realiza por tres (03) metodologías: análisis organolépticos (ensayos a la llama), visualización en el microscopio e identificación por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier con Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR). La norma AATCC TM20-2021 “Test Method for Fiber Analysis: Qualitative” indica los procedimientos para llevar a cabo la identificación de fibras mediante los métodos antes mencionados, sin embargo no detalla la composición química de las fibras textiles.

La determinación del contenido de fibras se realiza mediante gravimetría en términos de porcentaje en peso. Los métodos se basan en la solubilidad que presentan las fibras textiles en diferentes solventes, y a condiciones específicas que se encuentran detalladas en las normas AATCC TM20A “Fiber Analysis: Quantitative” e ISO 1833 (en sus diferentes partes).

El área textil del Laboratorio Regional de Aduanas viene investigando constantemente la optimización de los análisis textiles, siendo su prioridad la identificación de fibras, su composición química y los acabados textiles, ya que estos parámetros tienen incidencia directa en el arancel que se grava a la operación de comercio exterior. La investigación se ha realizado con el fin de obtener resultados confiables en cumplimiento de la norma NTP ISO 17025.

La técnica de Espectroscopía Infrarroja FTIR-ATR es una técnica no invasiva y no destructiva utilizada para la identificación de fibras así como para la identificación de recubrimientos o revestimientos textiles. En el caso de la identificación de fibras sintéticas, esta técnica puede identificarlas sin necesidad de emplear una técnica adicional. Los colorantes textiles no interfieren con las señales de los grupos funcionales de la composición química de la fibra textil.

La validación de los métodos de ensayo para la cuantificación de fibras se realiza evaluando parámetros como veracidad, precisión y robustez. Los métodos para la determinación de fibras acrílicas y fibras poliamida se basan en la norma ISO 1833 Parte 12 y Parte 7, respectivamente. El método para la determinación de fibras poliuretano en

mezclas con fibras poliéster, fue desarrollado por el área textil del Laboratorio Regional de Aduanas del Perú.

1.2 Descripción del problema de investigación

La defraudación de rentas en el Perú es uno de los principales mecanismos de fraude aduanero que influye en la recaudación fiscal perjudicando la inversión pública y por ende el bienestar común de los ciudadanos.

La defraudación de rentas se refiere a todo acto fraudulento dirigido a evitar parcial o totalmente el pago de los tributos establecidos a la importación y exportación de mercancías; o aprovechar ilícitamente beneficios tributarios.

Dentro de las modalidades de defraudación de rentas se puede citar la presentación de información falsa en relación con el valor, calidad, origen u otras características, así como la alteración de la subpartidas arancelaria de las mercancías para obtener en forma ilícita beneficios económicos.

La subpartida nacional arancelaria determina los derechos Ad Valorem, que son los impuestos establecidos en el Arancel de Aduanas a las mercancías que ingresan al territorio aduanero nacional; estos derechos corresponden un porcentaje (tasa impositiva) que se grava sobre la base imponible de la mercancía.

Uno de los factores para determinar la base imponible es el valor de la mercancía, el cual puede ser estimado por diversos métodos y depende del uso, composición química, así como de los acabados que presente.

Como parte de sus actividades, Aduanas está facultada para extraer o disponer la extracción de muestras representativas de mercancías que por su naturaleza requieran de un análisis físico químico.

El Laboratorio Regional de Aduanas del Perú tiene como función realizar el análisis merceológico y análisis físico químico a fin de que pueda estimarse el valor de las mercancías y se le asigne la correcta subpartida nacional arancelaria; parámetros que influyen directamente en la base imponible para determinar los impuestos gravados al operador de comercio exterior.

En el caso de mercancías textiles, los análisis que se realizan son la identificación y cuantificación porcentual de fibras textiles, la identificación de los acabados textiles, entre otros. Los resultados de los análisis son considerados por el especialista de Aduanas para determinar el valor, y la subpartida nacional arancelaria de la mercancía.

Con el fin de obtener resultados confiables se plantea la utilización de la técnica de Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier con Reflectancia Total Atenuada para identificar con precisión los acabados textiles de recubrimiento y revestimiento, y la validación de los métodos de cuantificación porcentual de fibras textiles acorde a lo indicado en la NTP ISO/IEC 17025.

1.3 Objetivos del estudio

1.3.1 Objetivo general

Identificar fibras y recubrimientos o revestimientos textiles mediante la Espectroscopía Infrarroja FTIR-ATR y evaluar la veracidad, precisión y robustez en los métodos para la cuantificación de fibras poliuretano, acrílico y poliamida (nylon).

1.3.2 Objetivos específicos

- Identificar las fibras textiles naturales vegetales y animales, fibras sintéticas y fibras artificiales mediante Espectroscopía Infrarroja con Transformadas de Fourier y ATR.
- Identificar recubrimientos y revestimientos textiles, mediante Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y ATR.
- Evaluar los parámetros de veracidad y precisión en el método de ensayo para la determinación de fibras poliuretano en mezclas con fibras poliéster a un nivel de 1.7% y estimar la incertidumbre asociada al método.
- Evaluar los parámetro de veracidad, precisión y robustez en los métodos de ensayo para la determinación de fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón a un

nivel de 50% y para la determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con fibras algodón a un nivel de 53%.

– Estimar la incertidumbre asociada a los métodos de ensayo para la determinación de fibras poliuretano (elastómero), acrílicas y poliamida (nylon) en niveles de 1.7%, 50% y 53%, respectivamente.

1.4 Antecedentes investigativos

Los Laboratorios Aduaneros son un instrumento importante para las autoridades y en general las administraciones nacionales. La labor principal del Laboratorio Aduanero es el análisis fisicoquímico con el fin de clasificar correctamente la mercancía en una subpartida arancelaria y por ende determinar los impuestos asociados. En los últimos años, su rol e importancia ha evolucionado con los cambios en los patrones de comercio y evolución tecnológica.

Dado al crecimiento en las exportaciones textiles peruanas (un 6.9% en la categoría de prendas de vestir) (Tamara, 2024) y el alza en los derechos antidumpings en mercancías como telas con parámetros establecidos entre los cuales se encuentra la composición química, es imprescindible la labor del Laboratorio Regional de Aduanas. Esta labor se cumple en aras de proteger los intereses nacionales, haciendo énfasis en la investigación continua que se viene realizando con el fin de obtener resultados confiables en la identificación de fibras, su cuantificación porcentual e identificación de recubrimientos o revestimientos textiles.

La identificación de fibras es un proceso de clasificación en un determinado grupo con características compartidas, observando las propiedades fisicoquímicas que ayuden a posicionarlas en un determinado grupo (Houck, 2009).

La norma AATCC TM20-2021 “Test Method for Fiber Analysis: Qualitative” describe los análisis fisicoquímicos y microscópicos para identificar las fibras textiles, haciendo la precisión que el análisis de fibras puede realizarse en su forma cruda, en hilados o en telas. Esta norma es utilizada para identificar fibras genéricas agrupadas

como vegetales, animales a base de queratina, animales a base de fibroína, minerales y fibras creadas por el hombre; asimismo, describe técnicas de microscopía, solubilidad de fibras, ensayos a la llama y espectroscopía infrarroja con Transformada de Fourier.

La norma AATCC TM20-2021 proporciona información referente a las características de los ensayos a la llama, imágenes de la sección longitudinal y transversal de las fibras textiles y los espectros infrarrojos los cuales no cuentan con una leyenda que permita correlacionar las diferentes señales en los espectros con los grupos funcionales asociados a la composición química de las fibras textiles. (American Association of Textile Chemist and Colorists, 2021)

Nabi Khan et al. publicaron un artículo respecto a la identificación de fibras detallando las características de los ensayos al fuego de las diferentes fibras textiles, una galería de imágenes que muestran la sección longitudinal y transversal de las fibras así como pruebas con reactivos para fibras animales, fibras vegetales, fibras sintéticas como poliéster y acrílicas. Este artículo indica que las fibras animales pueden distinguirse de las vegetales por la solubilidad que presentan las fibras animales en una solución de hidróxido de soda al 5%, también indica que las fibras vegetales en mezclas con fibras animales se identifican de estas últimas al reaccionar con una solución de ácido sulfúrico al 2% presionando el textil con un alambre caliente. Respecto a los textiles con mezclas de fibras de seda y lana, se indica que una solución de ácido clorhídrico concentrada disuelve la seda mientras que las fibras de lana permanecen hinchadas (Nabi Khan, Nasir Rakib, Saberin Bhuiyan, & Ramii, 2017)

La norma AATCC TM20A-2021 "Fiber Analysis: Quantitative" describe los procedimientos para la cuantificación del contenido de humedad y para la composición de las fibras textiles. Acorde a esta norma, la composición de las fibras puede llevarse a cabo mediante métodos químicos y físicos. Los métodos químicos se refieren a análisis gravimétricos en los cuales utilizan solventes específicos para disolver una determinada fibra textil, entre estas fibras la norma hace referencia a la solubilidad que presentan las fibras nylon y acrílico en ácido fórmico al 90% y dimetilformamida,

respectivamente. El método físico se refiere al conteo de fibras en la sección transversal utilizando un microscopio con un software adecuado para poder determinar el área promedio de la sección transversal de cada tipo de fibra; el contenido de fibras se halla multiplicando el número de fibras, el área promedio y la gravedad específica (American Association of Textile Chemists and Colorists, 2021)

Las normas ISO 1833-20:2018 (E) “Part 20: Mixtures of elastane with certain other fibres (method using dimethylacetamide) e ISO 1833-12:2020 “Part 12: Mixtures of acrylic, certain modacrylics, certain chlorofibres, certain elastane fibres with certain other fibres (method using dimethylformamide)” describe el análisis cuantitativo para las fibras elastómeras mediante gravimetría, utilizando como solventes dimetilacetamida y dimetilformamida. (International Organization for Standardization, 2018).

La norma ISO 1833-12:2020 “Part 12: Mixtures of acrylic, certain modacrylics, certain chlorofibres, certain elastane fibres with certain other fibres (method using dimethylformamide)” también puede aplicarse para el análisis cuantitativo de fibras acrílicas, por lo que no es aplicable en textiles con mezclas de fibras textiles acrílicas y poliuretano (elastómero).

La norma ISO 1833-7 “Part 7: Mixtures of polyamide with certain other fibres (method using formic acid)” describe el análisis cuantitativo y gravimétrico de fibras poliamida (nylon) en el cual utilizan como solvente ácido fórmico al 80% en peso y como reactivo de enjuague una solución amoniacal al 8% en peso. (International Organization for Standardization, 2017)

En el Laboratorio Regional de Aduanas los análisis realizados a las mercancías tienen un plazo de 24 horas, siendo que el área textil recibe aproximadamente el 70% del total de muestras, es necesario optimizar los análisis con el fin de obtener resultados confiables en el menor tiempo posible.

Capítulo II. Marco teórico y conceptual

2.1 Marco teórico

2.1.1 La fibra textil

La fibra textil es la unidad básica de toda materia textil, su longitud debe ser como mínimo 100 veces su diámetro y su forma debe permitir la construcción de hilados y tejido. El diámetro de las fibras textiles generalmente varía entre 11 y 51 micrómetros y su longitud entre 2.2 cm a varios de miles (Houck, 2009).

Las fibras textiles poseen una estructura química con una secuencia que se repite a lo largo de la molécula, y una morfología definida la cual afecta sus propiedades (Lockuan Lavado, 2013). Estos parámetros dependen de su origen y presentación; y difieren en las distintas clases de fibras textiles siendo los cambios más perceptibles los morfológicos, como por ejemplo forma de sección transversal, contorno de superficie, color, longitud y ancho.

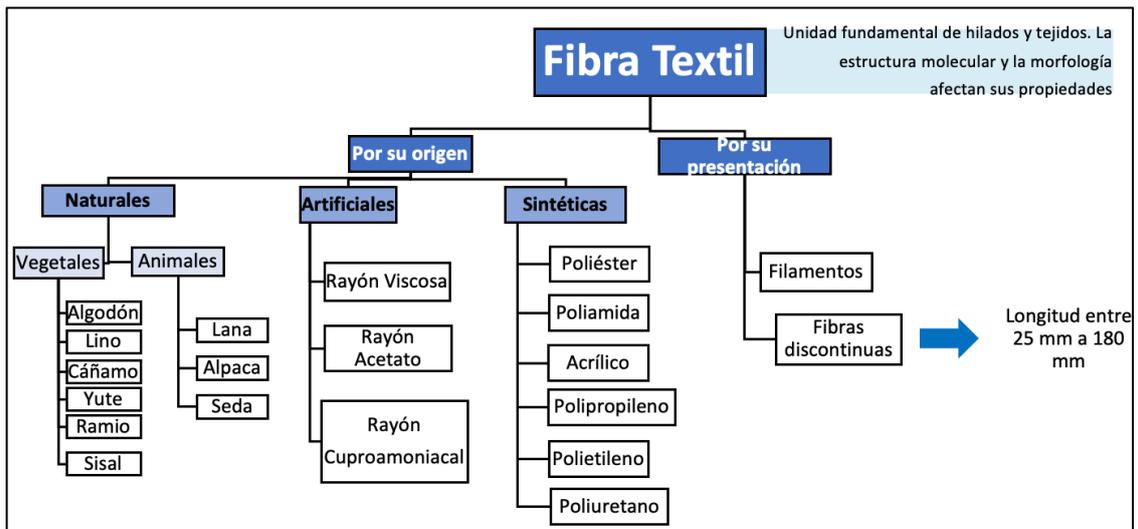
Una fibra es considerada textil si cumple 3 requisitos: flexibilidad, elasticidad y resistencia. La fibra textil debe ser flexible para soportar dobleces o flexiones sin disminuir su resistencia a la rotura; elástica para recuperarse de la deformación facilitando su tejeduría; y resistente para que pueda ser trabajada y procesada en las máquinas de hilatura y tejeduría. (Lockuan Lavado, 2013)

Por su origen la fibra textil se clasifica en fibras naturales, artificiales y sintéticas. Las fibras naturales son aquellas obtenidas directamente de la naturaleza ya sea de origen vegetal, o de origen animal; mientras que las sintéticas y las artificiales son manufacturas del hombre.

Por su presentación las fibras textiles se clasifican como filamentos o fibras discontinuas. Los filamentos son fibras que tienen gran longitud; en contraste, la fibra discontinua es aquella fibra corta cuya longitud se encuentra entre 25 mm y 180 mm. Los filamentos son de naturaleza sintética o artificial a excepción únicamente de la seda, la cual se presenta como filamento natural. (Aduanas, 2017)

Figura 1

Clasificación de la fibra textil



Nota: Por su origen la fibra textil se clasifica en fibras naturales, artificiales y sintéticas. Por su presentación la fibra textil se clasifica en filamentos y fibras discontinuas.

2.1.2 Clasificación de las fibras textiles

A. Por su origen

• Fibras sintéticas

Las fibras sintéticas son obtenidas por polimerización de monómeros orgánicos para obtener polímeros tales como poliamidas, poliésteres, poliolefinas o poliuretanos, o por modificación química de polímeros obtenidos por este procedimiento (por ejemplo, polialcohol vinílico) obtenido por hidrólisis del poliacetato de vinilo.

Su síntesis se produce por dos mecanismos: la poliadición y la policondensación. La diferencia entre ambas radica en que el primer mecanismo produce polímeros de alto peso molecular, no genera productos secundarios, las reacciones son más rápidas y al ser exotérmicas, requiere bajas temperaturas. En contraste, mediante la policondensación se obtienen polímeros de bajo peso molecular (Lockuan Lavado, 2013). Entre las fibras sintéticas tenemos las siguientes:

Fibra acrílica: Fibras de macromoléculas lineales que contienen en su composición macromolecular por lo menos 85% en peso del monómero acrilonitrilo.

Fibra modacrílica: Estas fibras se caracterizan por contener en su composición macromolecular por lo menos 35%, pero menos de 85% en peso del monómero acrilonitrilo. Casi todos los comonómeros utilizados son compuestos halogenados los cuales les imparten excelentes propiedades retardantes al polímero. Los polímeros comúnmente utilizados son el cloruro de vinilideno, bromuro de vinilo, y cloruro de vinilo. (Afshari & Bhupender, 2018).

Fibra poliéster: Fibras producidas por una reacción de condensación entre un éster de diol y un ácido tereftálico y contienen al grupo funcional éster COO^- . El más común de los poliésteres es el tereftalato de polietileno (PET). (Grishanov, 2011).

Caucho: Fibras textiles compuestas por caucho natural o sintético. La materia prima para formar estas fibras provienen principalmente de 3 fuentes:

- Hidrocarburos como el caucho natural, poliisopreno, polibutadieno, copolímeros de dienos o poleofinas amorfas.
- Copolímero de acrilonitrilo y un dieno (como el butadieno) compuesto por no más del 50% pero al menos el 10% en peso de unidades de acrilonitrilo.
- Policloropreno o un copolímero de cloropreno en la cual al menos 35% en peso corresponde a unidades cloropreno.

Spandex: Son fibras que presentan en su composición un polímero sintético de cadena larga que contiene al menos 85% de segmentos poliuretano. Cabe indicar que el poliuretano es el producto de la poliadición de isocianatos polifuncionales con polialcoholes o poliésteres conteniendo grupos hidroxilos. Las fibras de poliuretano muestran alta elasticidad y elongación en un rango aproximado entre 400-700%. (Mielicka, 2011)

Poliamida (nylon): Fibras compuestas de macromoléculas lineales sintéticas con un mínimo de 85% de uniones amida repetidas unidas a grupos derivados de alcanos lineales o cíclicos, o bien el 85% por lo menos, de grupos aromáticos en los que

los grupos amida puedan remplazarse hasta el 50% por grupos imida. Los términos «nailon u otras poliamidas» abarcan también a las aramidas.

Fibra polipropileno: Fibras de hidrocarburos acíclicos que presentan por lo menos el 85% en peso de un monómero que tenga un carbono de cada dos con un grupo metilo, en disposición isotáctica y sin sustituciones ulteriores.

Fibra polietileno: Son fibras compuestas con un mínimo de 85% en peso del monómero etileno.

- **Fibras artificiales**

Las fibras artificiales se obtienen por disolución o tratamiento químico de polímeros orgánicos naturales (por ejemplo, celulosa) para obtener polímeros tales como rayón cuproamónico (cupro) o rayón viscosa, o por modificación química de polímeros orgánicos naturales (por ejemplo: celulosa, caseína y otras proteínas, o ácido algínico) para obtener polímeros tales como acetato de celulosa o alginatos.

Los polímeros orgánicos naturales usualmente usados para fabricar las fibras artificiales se obtienen de la celulosa de madera o de fibras vegetales. Estas fibras tienen una apariencia similar a la seda, suave y lustrosa. Hay cuatro tipos de fibra a base de celulosa regenerada: Viscosa, Lyocell, Cupro y Acetato.

Fibra rayón viscosa: Esta fibra es obtenida mediante disolución de la celulosa (generalmente en forma de pasta de madera) en sosa cáustica y posterior reacción con disulfuro de carbono, para generar xantato de celulosa. Este producto, por disolución en sosa cáustica diluida, se transforma a su vez en viscosa, la cual es neutralizada en un baño ácido para luego pasar por la hilera y formar filamentos de celulosa regenerada las cuales en su mayoría son cortadas en fibras más pequeñas. (Chen, 2015).

Fibra Rayón Lyocell: La Fibra de Lyocell es otro tipo de celulosa regenerada de pulpa de madera. Esta fibra tiene una sección transversal circular y una sección longitudinal cilíndrica sin estrías, es de superficie suave y está compuesta por celulosa con alto grado de cristalinidad exhibiendo una estructura microfibrilar. La fibra de Lyocell

es similar al rayón viscosa, sin embargo presenta mejores propiedades tales como suavidad, estabilidad dimensional, solidez al color, entre otros. (Chen, 2015)

Fibra acetato de celulosa: La fibra de acetato de celulosa no se considera como celulosa regenerada. Esta fibra se obtiene a partir de la modificación del polímero de celulosa en la que, por lo menos, el 74% de los grupos hidroxilo está acetilado. Pueden ser de 2 tipos: el diacetato y el triacetato.

Se fabrica acetilando la celulosa (presentada en forma de línteres o de pasta química de madera), generalmente por medio de una mezcla de anhídrido acético, ácido acético y ácido sulfúrico; el acetato de celulosa, después de haber sido solubilizado, se trata con un disolvente volátil, por ejemplo, acetona, se pasa después por la hilera, en seco generalmente y se recoge en forma de filamentos a la vez que se evapora el disolvente. La forma de la sección transversal de las fibras de acetato es similar al rayón viscosa; asimismo, también se pueden observar estrías a lo largo de la sección longitudinal. (Chen, 2015)

Fibra rayón cuproamoniacal: Esta fibra se obtiene por disolución de celulosa (en forma de línteres o de pasta química de madera, generalmente) en un licor cuproamoniác; la solución viscosa así obtenida se pasa por la hilera de un baño que elimina el disolvente; los filamentos obtenidos están constituidos, esencialmente, por celulosa precipitada. Debido al alto costo de la materia prima para producir esta fibra en comparación de rayón viscosa, la producción de rayón cuproamoniacal es casi nula, solo unos pocos producen esta fibra para suplir un mercado pequeño de comercio de seda artificial. (Chen, 2015).

- **Fibras Naturales**

Una fibra natural es toda aquella que se obtiene directamente de la naturaleza como el algodón, lana o seda. Las fibras naturales difieren unas de otras en su sección transversal, color, superficie, contorno, longitud y ancho (Houck, 2009). Las fibras naturales pueden clasificarse en tres grandes grupos como vegetales, animales y

minerales. La estructura química de las fibras pertenecientes a un mismo grupo es similar, sin embargo, difieren entre fibras de distintos grupos.

Fibras vegetales: Las fibras vegetales son llamadas también fibras celulósicas, debido a que es su principal componente. El tamaño, grosor, superficie, entre otras características también determina el uso de la fibra textil, por ejemplo por su apariencia áspera el yute es utilizado para confeccionar cordeles y sacos; mientras que fibras de tamaño y grosor pequeño, así como de superficie suave como el algodón, son utilizadas para confeccionar hilados y telas.

Las fibras vegetales son colectadas de diferentes partes de las plantas como las semillas, líber y hojas. (Nayak, Houshyar, Khandual, Padhye, & Ferguson, 2020). Entre las fibras obtenidas de las semillas tenemos al algodón y al capoc, entre las fibras del tallo tenemos al yute y al ramio, entre las fibras de hojas tenemos al sisal y entre las fibras de fruto tenemos a las fibras de coco. (Lockuan Lavado, 2013).

– **Fibra vegetal de algodón:** Son fibras huecas, suaves, absorbentes, las cuales permiten la transpiración a través de las telas o confecciones, en otras palabras son confortables. Crece alrededor de la semilla y representa aproximadamente la mitad de las fibras procesadas anualmente (Hosseini Ravandi & Valizadeh, 2011). Las fibras de algodón están compuestas con un contenido de entre 88.0-96.5 % de α -celulosa, su composición dependerá de varios factores incluyendo el medio ambiente (tipo de suelo, agua, temperatura, etc) y el nivel de madurez. Los componentes no celulósicos incluyen proteínas (1.0-1.9%), componentes lípidos (0.4-1.2%), pectinas (0.4-1.2%), inorgánicos (0.7-1.6%), y otras sustancias (0.5-8.0%). Los lípidos están compuestos por ceras, grasas y resinas. La celulosa de las fibras de algodón posee el más alto peso molecular y alta cristalinidad en comparación con otras fibras vegetales (Hsieh, 2007).

– **Fibra vegetal de lino:** Las fibras de lino están constituidas por celulosa (70-85%), hemicelulosa (11-20%), pectina (2-12%), lignina (2%), y otros componentes minoritarios como grasas, ceras, proteínas, taninos, sales inorgánicas, entre otros. El

contenido de celulosa determina las propiedades de las fibras. Los componentes no celulósicos son polímeros amorfos los cuales reducen la fuerza y elasticidad de las fibras celulósicas (Huo, Ulven, Wang, & Wang, 2013).

– **Fibra vegetal de yute:** El yute es una fibra lignocelulosa que es parcialmente una fibra textil y parcialmente madera. El yute está compuesto por celulosa (64.4%), hemicelulosa (12%), pectina (0.2%), lignina (11.8%), agua (1.1%), cera (0.5%) y agua (10%). El yute está formado por microfibrillas cristalinas de celulosa y se conectan entre capas por lignina y hemicelulosa amorfa. (Chand & Fahim, 2021). El color de la fibra al principio es blanco o ligeramente amarillento, con el tiempo se va oscureciendo hasta llegar a un gris pardo. Es una fibra poco flexible Pierde resistencia en las exposiciones prolongadas a la luz solar.

– **Fibra vegetal de ramio:** Fibra extraída de la planta (perteneciente a la familia Nettle) de su mismo nombre. Está compuesto por 68.6-76.2% de celulosa, 13.1-16.7 % de hemicelulosa, 0.6-0.7% de lignina y 0.3% de cera. El color de la fibra oscila entre amarillo y castaño, luego del blanqueo adquiere un blanco níveo. Las fibras elementales tienen longitudes entre 60 a 260 mm, con un diámetro entre 20 a 30 micras. (Ramamoorthy, Skrifvars, & Persson, 2015).

– **Fibra vegetal de cáñamo:** Las fibras de cáñamo se extraen del liber del tallo de la planta de cáñamo, su diámetro mide entre 16 y 50 micras. La composición química del cáñamo varía según la especie de la planta. Está constituido principalmente por celulosa, lignina y hemicelulosa. A diferencia de la celulosa, la estructura de la hemicelulosa no forma un polímero. Está constituido por aproximadamente 74% celulosa, 18% de hemicelulosa, 4% lignina, 0.9 %pectinas y 0.8% de ceras. (Dhakal & Zhang, 2015).

– **Fibra vegetal de sisal:** Fibras extraídas de las hojas de la planta Agave Sisalana. La fibra es de color blanco amarillento, es fuerte y resistente al agua, se compone de hebras de 60 – 160 cm de largo por 120 a 500 μm de diámetro, angulares

o casi cilíndricas y más gruesas en la base. Cada hebra consiste en un haz fibrovascular o comúnmente de dos haces los que a su vez están compuestos de infinidad de células largas de tabiques gruesos. La fibra de Sisal está compuesta por aproximadamente 67-78% de celulosa, 10-14.2 % de hemicelulosa, 8-11% de lignina y 2% de cera. (Ramamoorthy, Skrifvars, & Persson, 2015).

Fibras Naturales Animales: Las fibras animales son aquellas obtenidas del pelo que crece en el folículo piloso de los animales mamíferos a excepción de la seda en la cual la fibra es extruida por la larva de un gusano. Al igual que en el caso de las plantas, las fibras animales varían en su composición y propiedades dependiendo del animal del que proviene. (Tridico, 2009). Las fibras de animal están constituidas por proteínas las cuales son moléculas de cadena formadas por la unión de aproximadamente dieciocho aminoácidos a través de enlaces peptídicos. La composición química de la fibra derivada del pelo de animal es la misma, todas están compuestas por la proteína keratina; en el caso de la seda, su composición está constituida la proteína fibroína. (Tridico, 2009).

La α -queratina está constituida por cadenas polimerizadas de aminoácidos estructurados en forma de hélices. Esta proteína contiene mayor cantidad de cisteína a comparación de otras por lo que se establecen puentes disulfuro entre las hélices de aminoácidos que conforman su estructura, aumentando su rigidez. En el caso de la fibroína su estructura es longitudinal y el contenido de cisteína es muy bajo por lo que no se observa enlaces disulfuro. La lana contiene aproximadamente entre 10-15% de cisteína, las fibras de pelo de animales exóticos como alpaca, cashmere, mohair , angora y otros, tienen un contenido mayor de cisteína que puede superar el 24%. (Tridico, 2009).

– **Fibra de seda:** La seda consiste en proteínas altamente estructuradas, con alta elongación y gran tenacidad, y buena resistencia a los químicos. La seda se obtiene de diversos insectos y por ende sus propiedades varían. Varios insectos y la mayoría de las larvas de las especies mariposas (aproximadamente 140000

Lepidoptera) produce seda durante su metamorfosis. También se obtiene seda de las arañas (aproximadamente 40000 especies) las cuales producen siete diferentes tipos de seda con diferentes propiedades. Las fibras de seda más comerciales son las segregadas por el *Bombyx mori* (gusano de seda de la morera), así como también las segregadas de insectos similares, llamados sedas silvestres (por ejemplo, el *Bombyx textor*).

Los dos componentes principales de la seda Mulberry son la fibroína y la sericina. La sericina representa aproximadamente el 33.3% de la composición de la seda Mulberry, sin embargo, es eliminada durante los procesos de lavado para sustraer únicamente la fibroína. La fibroína tiene una estructura semicristalina, proporcionándole fuerza y rigidez.

La composición de los aminoácidos es de aproximadamente 43% de glicina, 30% de alanina y 12% de serina, en la cual la cristalinidad cambia con el contenido de alanina. La fibra seda de Mulberry es semicristalina y el grado de cristalinidad se encuentra entre 38 y 66%, con un diámetro aproximado de 120 nm. (Ramamoorthy, Skrifvars, & Persson, 2015).

– **Fibra de lana:** La lana es un término generalmente aceptado por la industria textil para referirse a las fibras de animal originarias de la oveja. La lana está constituida por aproximadamente 82% de proteína keratina y 17% de proteínas distintas a la keratina.

– **Fibra de alpaca:** Esta Fibra proveniente de la alpaca que es un camélido originario de los Andes, su nombre científico es vicuña pacos.

B. Por su presentación

- **Filamento**

Son fibras de longitud continua, teóricamente ilimitada. La única fibra natural que es un filamento es la seda; mientras que todas las fibras manufacturadas nacen como filamentos (Lockuan Lavado, 2013). Los hilos elaborados con filamentos pueden ser:

- **Monofilamentos:** Contienen un solo filamento sólido y de gran resistencia, el cual es hilado a través de hileras con agujeros grandes.

- **Multifilamentos:** Contienen un sin número de pequeños filamentos. Las telas hechas con este tipo de tejido son suaves, lustrosas y de tacto agradable. En este caso los filamentos que conforman el hilo pueden encontrarse en paralelo o sometidos a una torsión.

Debido a requisitos de procesamiento y aplicación, los filamentos paralelos son en su mayoría unidos entre sí por medio de puntos de enredo o por torsión; por otro lado, hay filamentos formando cintas planas, caracterizados por su rigidez, que luego son convertidos en hilos rizados u ondulados (hilos texturizados).

- **Fibra Discontinua**

Todas las fibras naturales, excepto la seda, pertenecen a esta clase (aunque la seda puede ser cortada, como ocurre cuando el gusano rompe el capullo). Asimismo, cualquier fibra continua puede convertirse en discontinua mediante una acción de corte, para llevarla a una determinada longitud con el fin de satisfacer los requisitos del hilado. En general, las fibras sintéticas o artificiales discontinuas tienen una longitud comprendida entre 25 y 180 mm.

Por otro lado, los hilos producidos a partir de fibras cortas son muy irregulares, de menor resistencia y más gruesos. La naturaleza de las fibras cortas promueve que las puntas de éstas salgan más fácilmente del cuerpo o eje del hilo, dando una apariencia de velloso o pilosidad.

Un hilo puede estar conformado por fibras discontinuas de un mismo o de diferente origen, estas fibras cortas son retorcidas entre sí para formar el hilo el cual luego será utilizado para fabricar las telas, ya sean telas sin tejer, tejidos planos o de punto, etc.

2.1.3 Recubrimientos y revestimientos textiles

El recubrimiento y el revestimiento son técnicas utilizadas en los textiles para proporcionar propiedades tales como impermeabilidad, rigidez, o para hacerlos semejantes a un cuero natural. Estos acabados deben realizarse para mejorar las propiedades físico químicas de los textiles sin modificar sus propiedades intrínsecas satisfaciendo requerimientos adicionales que incluyen durabilidad, reproducibilidad, fácil aplicación y bajo costo. (Joshi & Butola, 2013).

Los recubrimientos textiles ocupan un lugar importante y específico debido a su variadas e interesantes aplicaciones. Los textiles recubiertos son usados en diversas áreas tales como la agricultura, construcción, geotextiles, confección de ropa funcional y componentes técnicos. (Joshi & Butola, 2013).

Por ejemplo, en el caso de las telas sin tejer, es común encontrar recubrimientos de resinas plásticas termofusibles, que sirven para adherir la tela a otra tela, como en el caso de las llamadas entretelas las cuales son utilizadas para darles firmeza a los cuellos de las camisas.

Otro ejemplo son las telas recubiertas con plástico de naturaleza no celular las cuales otorgan propiedades impermeables y firmeza al mismo tiempo, estas telas son utilizadas mayormente para confección de mochilas y maletines. Durante la pandemia del covid-2019 era común recibir mercancías de telas recubiertas con plástico no celular poliuretano las cuales eran impermeables a los fluidos.

También es común encontrar mercancías de las telas recubiertas con plástico no celular con estampados decorativos que sirven como manteles de mesa; y a los tejidos revestidos con plásticos celulares que son utilizados como imitación de cuero para la confección de calzado y carteras.

A. El acabado textil en la clasificación arancelaria

El acabado textil es uno de los parámetros a considerar para la descripción de las mercancías textiles acorde a lo indicado en el documento "Descripciones mínimas de materias textiles y sus manufacturas" de la SUNAT.

La importancia de este parámetro radica en la valoración de las mercancías para la determinación del impuesto, es así que, mercancías textiles con un acabado textil añadido incrementan el valor de este tipo de mercancías y por ende el impuesto a gravar.

Asimismo, algunos acabados textiles tales como el recubrimiento y el revestimiento tienen incidencia en la subpartida nacional arancelaria la cual se encuentra asociada una tasa o arancel a pagar.

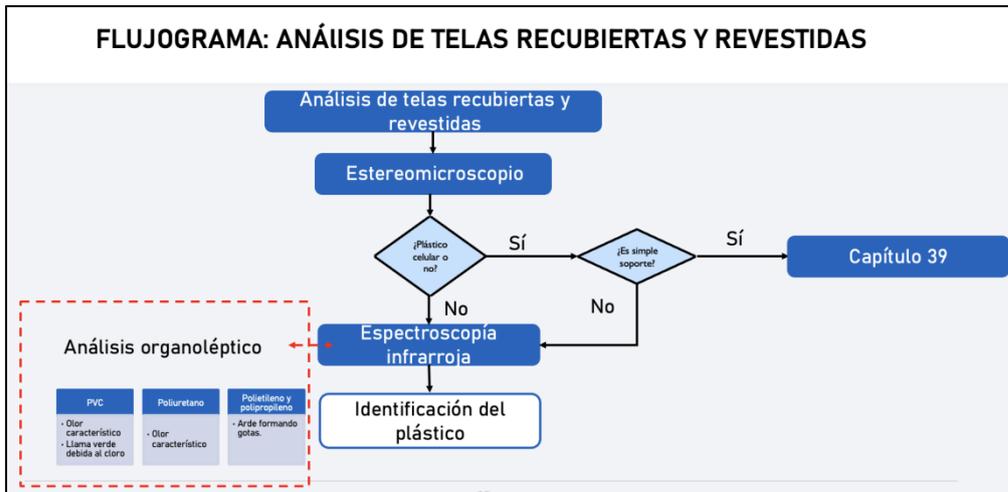
Los textiles recubiertos o revestidos son susceptibles a clasificarse en los capítulos 39, 56, 59 del Arancel de Aduanas. A diferencia de los capítulos 56 y 59 pertenecientes a la Sección XI "Materias textiles y sus manufacturas", el capítulo 39 pertenece a la Sección VII "Plástico y sus manufacturas; Caucho Y sus manufacturas".

Con el fin de precisar el capítulo en el cual se deben clasificar estas mercancías, se realiza análisis preliminares al recubrimiento o revestimiento y al substrato textil siguiendo el flujograma de la Figura 2. Si el plástico que recubre o reviste la materia textil es un plástico no celular entonces la mercancía se clasifica en el capítulo 56 o 59. En caso contrario se debe analizar al substrato textil a fin de determinar si adicionalmente presenta un acabado que haga que no sea considerado como un simple soporte para el plástico que lo recubre o reviste. Por ejemplo, los acabados textiles tales como el perchado y esmerilado le agregan valor a la telas y por lo tanto no pueden ser consideradas como un simple soporte.

En el Laboratorio de Aduanas la identificación de los recubrimientos, revestimientos, u otros acabados con polímeros plásticos se realizan mediante los análisis organolépticos y la espectroscopía infrarroja.

Figura 2

Proceso de análisis de las telas recubiertas y revestidas.



Nota: El análisis de las telas recubiertas y revestidas inicia observando la naturaleza del plástico que las recubre o reveste y del sustrato textil para determinar el capítulo en el cual se clasificarán. Seguidamente mediante análisis organolépticos y FTIR se determina la composición química del recubrimiento o revestimiento.

B. Resinas poliméricas

Los polímeros o precursores de polímero para el polimerizado son utilizados durante el proceso de recubrimiento o laminado. Generalmente el polímero se coloca en la superficie de sustrato, adheriéndose y formando un film cuando el medio se evapora o se solidifica.

Los polímeros mayormente utilizados son el polivinil acetato (PVA) y su copolímero, acrílico, policloruro de vinilo (PVC), poliuretano y caucho natural y sintético. En muchas formulaciones, se favorece el entrecruzamiento de las cadenas poliméricas para una mayor durabilidad y mejor resistencia a la abrasión (Shim, Bonding requirements in coating and laminating of textiles, 2013).

• Poliuretano

Los polímeros de poliuretano son productos de reacciones de condensación entre un prepolímero de isocianato y un polioliol en presencia de un agente generador de poros y una amina como catalizador, tienen excelente flexibilidad, buenas propiedades de elongación y abrasión. El polioliol cuenta con una estructura grupos éster o éter con grupos hidroxilo terminales.

En la síntesis del plástico celular o también llamado espuma de poliuretano se adiciona un agente generador de poros (agua en la mayoría de los casos) y un agente surfactante para controlar la porosidad. El agua reacciona con un exceso de isocianato para formar una amina y dióxido de carbono, resultando la espuma plástica.

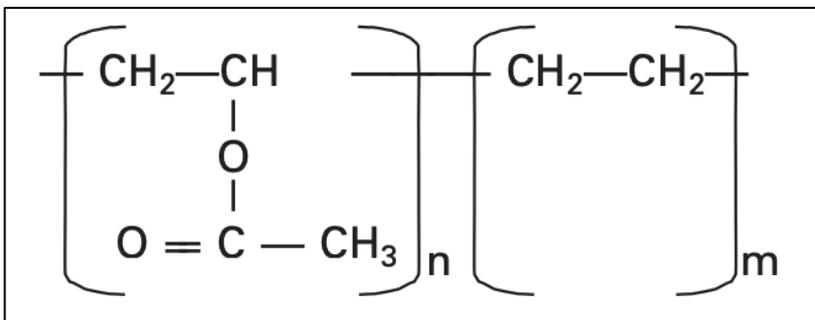
La amina reacciona con el isocianato en exceso obteniendo la poliurea. Asimismo, el grupo NCO en el isocianato reacciona con el agua, no solo se generan los grupos uretano sino también se generan los grupos urea (-NH-CO-NH-) (Frisch C & Klempler, 1989). Durante del proceso de formación de la espuma plástica poliuretano, se distinguen principalmente dos reacciones, una de ellas entre el isocianato y el polioli (gelación) para formar la estructura del polímero y la reacción entre el isocianato y el agua para formar la espuma plástica (Sabasivam , White, & Cutting, 2016).

- **Etil Vinil Acetato:**

El etilvinilacetato (EVA) es un copolímero que consiste en un bloque polar y amorfo de polivinilacetato (PVA) y un bloque parcialmente cristalino de polietileno, en la Figura 3 se muestra la estructura del copolímero de EVA. Las propiedades de EVA las determina el contenido de vinil acetato. Pueden ser fácilmente moldeables mediante aplicación de calor, son relativamente baratos y proveen buenas propiedades de adhesión y fuerza (Shim, E; North Carolina State University, USA, 2013).

Figura 3

Etil vinil acetato (EVA)



Nota: Adaptado de *Joining textiles Principles and Applications* (p. 318), por E. Shim, 2013, Woodhead Publishing Series in Textiles.

- **Recubrimientos a base de acrílicos**

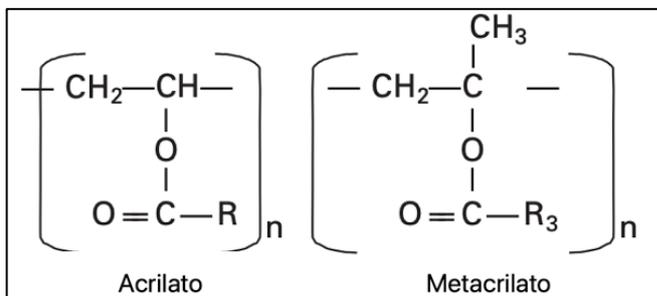
Los recubrimientos a base de acrílicos incluyen formulaciones de monómeros acrílicos e iniciadores, que conllevan a una polimerización radical. En este grupo de polímeros, se encuentran los polímeros de acrilatos y metacrilatos, los grupos R y R₃ difieren y con ello sus propiedades. En general los acrilatos son suaves y pegajosos, mientras que los polímeros de metacrilatos son duros y quebradizos. La Figura 4 muestra la estructura de los recubrimientos a base de acrílicos (Shim, E; North Carolina State University, USA, 2013).

- **Policloruro de vinilo**

Se produce por una polimerización de radicales libres del cloruro de vinilo. Es considerado un polímero amorfo. A la mayoría de los plásticos de PVC se les añade plastificantes para impartirles suavidad, flexibilidad y extensibilidad. La estructura del Policloruro de vinilo se observa en la Figura 5.

Figura 4

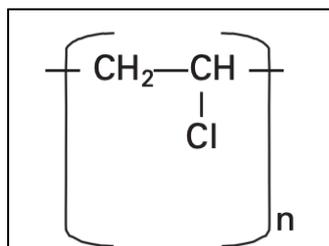
Polímero de acrilato y metacrilato



Nota: Adaptado de *Joining textiles Principles and Applications* (p. 318), por E. Shim, 2013, Woodhead Publishing Series in Textiles.

Figura 5:

Policloruro de vinilo (PVC)



Nota: Adaptado de *Joining textiles Principles and Applications* (p. 318), por E. Shim, 2013, Woodhead Publishing Series in Textiles.

C. Recubrimiento, impregnación y revestimiento textil (laminado)

- **Recubrimiento textil**

El recubrimiento textil se refiere a la aplicación mecánica de partículas sólidas visibles o de baño de materia plástica en estado líquido, látex de caucho, tundizno (fibras cortas) sobre telas de trama y urdimbre, de punto, no tejidos, perceptibles a simple vista. (Superintendencia Nacional de Administración Tributaria, 2006)

El recubrimiento es un método de deposición de una o más capas de polímeros sobre la superficie de un sustrato textil. La estructura del recubrimiento consiste en al menos dos componentes: El sustrato textil y el recubrimiento. El sustrato textil es generalmente un tejido de punto, tejido plano o una tela sin tejer. (Joshi & Butola, 2013)

El principal propósito del sustrato textil es proporcionar fuerza y estabilidad dimensional a la estructura textil recubierta. El recubrimiento textil puede conferir propiedades funcionales como resistencia al polvo, o a la penetración de fluidos.

El proceso para el recubrimiento textil consiste en tres pasos: Dosificar, transferir y fijar. El dosaje sirve para controlar la cantidad de polímero aplicado sobre la tela. La transferencia consiste en depositar el polímero sobre el sustrato textil y finalmente la fijación sirve para inmovilizar el polímero en la tela recubrimiento su superficie.

Los recubrimientos textiles pueden ser sintéticos o naturales, dependiendo de los requerimientos del producto final. Algunos de las tecnologías empleadas para el recubrimiento se detallan a continuación:

Recubrimiento Directo: Es el procedimiento más simple y antiguo, permite la formación de películas con un grosor definido. La técnica consiste en colocar una navaja o cuchillo a una distancia definida de la superficie del sustrato a recubrir (típicamente entre 10 a 500 nm).

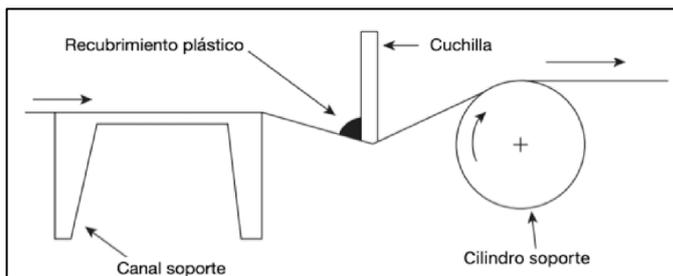
El cuchillo difumina el recubrimiento uniformemente a través de a tela, y a su vez controla la cantidad del recubrimiento aplicado. Esta tecnología está equipada con varios tipos de cuchillos que se ajustan a cilindros sobre los cuales pasa la tela.

El polímero de recubrimiento líquido se coloca frente a la cuchilla, esta se mueve linealmente a través del substrato, dejando una película delgada después de la cuchilla con un espesor que depende de la distancia de la cuchilla sobre el substrato, el tipo y forma de la cuchilla, ángulo de la cuchilla, posición de la cuchilla y viscosidad del polímero.

Esta tecnología se subdivide en tres tipos: Cuchilla en aire, Cuchilla sobre cinta and Cuchilla sobre cilindro. La tecnología a utilizar dependerá principalmente del tipo de adherencia y espesor del recubrimiento que se desea otorgar al substrato textil. (Shim, Coating and laminating processes and techniques for textiles, 2019). Las figuras 6, 7 y 8 muestra las tecnología para el recubrimiento directo.

Figura 6

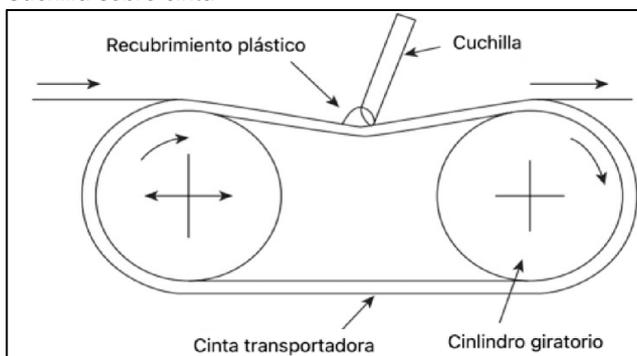
Cuchilla en aire



Nota: Adaptado de *Advances in dyeing and finishing of technical textiles* (p. 359), por M. Joshi, 2013, Woodhead Publishing Series in Textiles.

Figura 7

Cuchilla sobre cinta

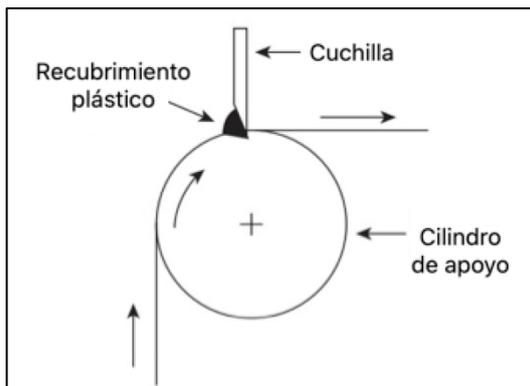


Nota: La tela se posiciona sobre una banda móvil de caucho que gira alrededor de dos cilindros, la cantidad de recubrimiento depende de la tensión de la banda de caucho, ajustada por los cilindros. Adaptado de *Advances in dyeing and finishing of technical textiles* (p. 360), por M. Joshi, 2013, Woodhead Publishing Series in Textiles.

Recubrimiento con rodillo: En este proceso de recubrimiento, el recubrimiento en estado líquido se encuentra en un baño que contiene un cilindro parcialmente inmerso el cual a su vez deposita este recubrimiento sobre el sustrato textil directamente o mediante un juego de cilindros. La Figura 9 muestra el recubrimiento con rodillo.

Figura 8

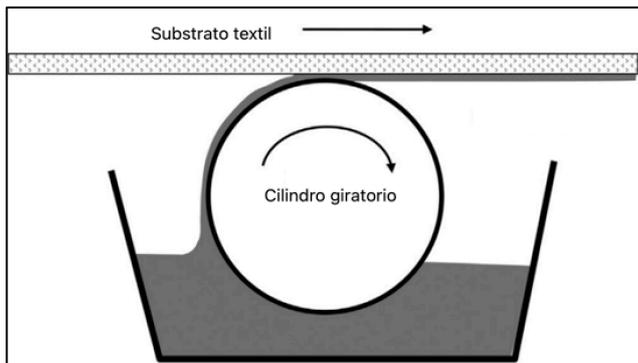
Cuchilla sobre cilindro



Nota: La cuchilla se posiciona en la parte alta del cilindro. Adaptado de *Advances in dyeing and finishing of technical textiles* (p. 360), por M. Joshi, 2013, Woodhead Publishing Series in Textiles.

Figura 9

Recubrimiento con rodillo



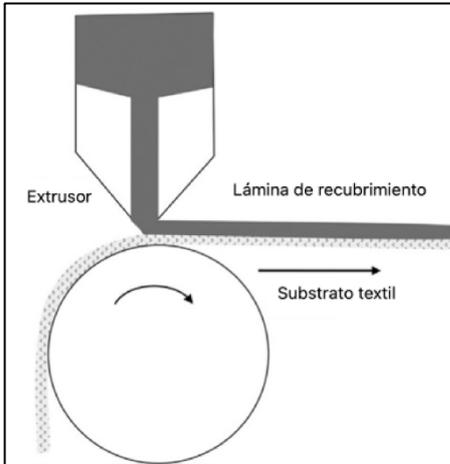
Nota: El recubrimiento se adhiere al sustrato textil en movimiento. Adaptado de *Smart Textile Coating and Laminates Advances in dyeing and finishing of technical textiles* (p. 24), por E. Shim, 2019, Woodhead Publishing.

Recubrimiento por Extrusión: El recubrimiento se extruye sobre el sustrato a través de una máquina extrusora, un cilindro ubicado en la parte inferior ejerce presión entre el recubrimiento y el sustrato. Una de las principales aplicaciones es el uso de recubrimientos a base de resinas termoplásticas o adhesivos reactivos que son

alimentados y extruídos en la superficie de los substratos. La Figura 10 muestra el recubrimiento por extrusión.

Figura 10

Recubrimiento por extrusión

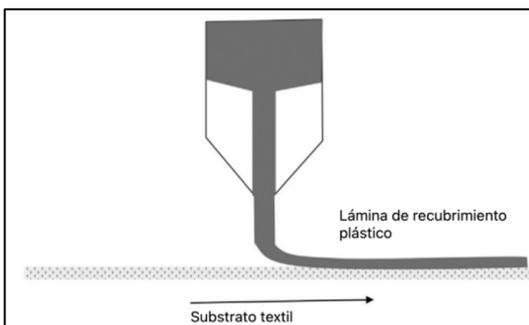


Nota: El recubrimiento se extruye directamente sobre el sustrato en movimiento. El recubrimiento se adhiere al sustrato textil en movimiento. Adaptado de *Smart Textile Coating and Laminates dvances in dyeing and finishing of technical textiles* (p. 29), por E. Shim, 2019, Woodhead Publishing.

Recubrimiento Cortina: En este procedimiento, el recubrimiento cae libremente en forma de una hoja y se deposita sobre un sustrato en movimiento. En este método no hay fricción, así que el fluido de recubrimiento no es forzado a penetrar en la estructura del sustrato. La Figura 11 muestra el recubrimiento por cortina.

Figura 11

Recubrimiento cortina

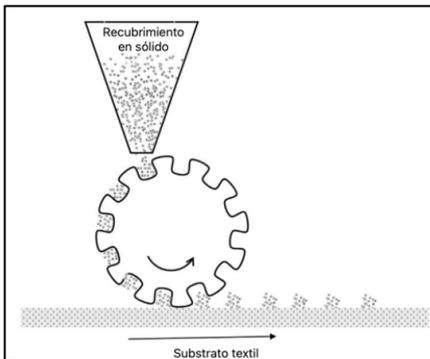


Nota: El recubrimiento se extruye directamente sobre el sustrato en movimiento. El recubrimiento se adhiere al sustrato textil en movimiento. Adaptado de *Smart Textile Coating and Laminates dvances in dyeing and finishing of technical textiles* (p. 30), por E. Shim, 2019, Woodhead Publishing.

Recubrimiento de sólidos: En este procedimiento el recubrimiento no se encuentra en estado líquido sino en sólido y se deposita directamente sobre el sustrato, no utiliza solventes por lo que es considerado eco amigable. La Figura 12 muestra el recubrimiento en sólido.

Figura 12

Recubrimiento en sólido



Nota: Los recubrimientos sólidos en su mayoría son termofusibles y son utilizados para adherir una tela sobre otra con el fin de conferirle dureza y estabilidad. El recubrimiento se adhiere al sustrato textil en movimiento. Adaptado de *Smart Textile Coating and Laminates advances in dyeing and finishing of technical textiles* (p. 31), por E. Shim, 2019, Woodhead Publishing.

- **Revestimiento**

El revestimiento consiste en la aplicación de una lámina de materia plástica, celular o compacta sobre el sustrato textil. Los materiales más usuales para el revestimiento son el policloruro de vinilo, poliuretano y caucho.

Los textiles laminados son materiales compuestos por 2 o más capas donde al menos una de ellas es un textil, adheridos mediante un adhesivo o por las propiedades adhesivas de una de las capas. Es fácil producir un pegado fuerte, el reto es preservar las propiedades originales de la tela y producir un laminado flexible que sea manejable y duradero.

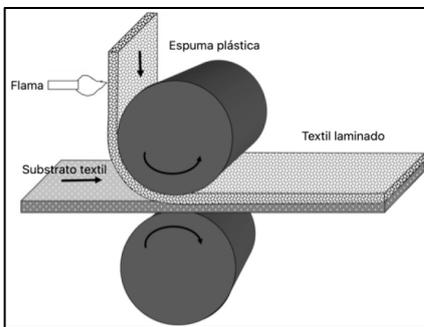
El laminado es el proceso que combina múltiples sustratos juntos y produce estructuras estables multilaminares mediante unión mecánica o el uso de adhesivos, calor y presión. La buena adhesión entre las capas es uno de los requerimientos esenciales del proceso de laminado.

En el laminado, un substrato textil se recubre con un adhesivo para luego colocar encima una lámina plástica. En el laminado se debe considerar criterios como el número de capas y el método a utilizar, siendo el método más fácil y simple el proceso de “Flame lamination”. (Shim, Bonding requirements in coating and laminating of textiles, 2013).

Laminado en llama: La superficie de la lámina compuesta por un polímero celular se calienta con una llama hasta crear una capa delgada fundida y seguidamente se coloca encima el substrato textil. La Figura 13 muestra el laminado en llama

Figura 13

Laminado en llama



Nota: El plástico celular o también llamado tipo espuma se calienta y se adhiere sobre el substrato en movimiento. La presión de los cilindros ejerce tensión para una mejor adherencia. Adaptado de *Joining textiles Principles and Applications* (p. 333), por E. Shim, 2013, Woodhead Publishing Series in Textiles.

2.1.4 Técnicas para la identificación de la fibra textil

La identificación de fibras es esencial en el proceso de análisis de mercancías y es el paso previo a la cuantificación de fibras. Para ello, se realiza el análisis organoléptico y se utiliza equipos como el microscopio para visualizar la sección longitudinal y transversal, y el equipo de Espectroscopia Infrarroja FTIR-ATR para identificar los grupos funcionales de la estructura química de la fibra textil.

Los análisis organolépticos consisten en la quema de la fibra con el fin de apreciar e identificar características tales como color de llama, olores, residuos, ec. Esta técnica tiene como ventaja diferenciar los grupos de fibras sintéticas, de las fibras celulósicas y proteicas; sin embargo, no se puede identificar con exactitud la fibra. Por ejemplo, las características de la quema de rayón viscosa y algodón son muy similares por lo que esta prueba no es concluyente para diferenciarlas.

En segundo lugar, tenemos a la microscopía de sección longitudinal cuya ventaja es que en la mayoría de casos permite identificar la fibra natural. La desventaja de esta técnica es que no se puede diferenciar entre algunas fibras sintéticas debido a que son muy parecidas entre sí.

En tercer lugar, tenemos a la identificación por espectroscopía FTIR, técnica que consiste en la interpretación de los espectros infrarrojo de cada fibra. Los picos característicos de los espectros corresponden a los grupos funcionales de las moléculas que componen la fibra. Debido a que las fibras sintéticas tienen una composición química distinta entre sí, esta técnica es ventajosa para identificarlas plenamente.

En contraste, la técnica FTIR-ATR no es recomendable para la identificación de mezclas de fibras naturales vegetales puesto que todas tienen composición química similar, lo mismo ocurre en el caso de las fibras animales, las cuales están compuestas por aminoácidos esenciales.

Finalmente tenemos a la microscopía de la sección transversal, la cual tiene como ventaja diferenciar entre algunas fibras proteicas, celulósicas y los tipos de filamentos poliéster texturado y sin texturar.

A. Análisis Organolépticos

Los ensayos al fuego de las fibras textiles nos brindan valiosa información respecto a su naturaleza y composición química. La observación directa de la forma de combustión, color de la llama, color de los humos generados, color y forma de los residuos, olores emanados, entre otros, permiten la identificación preliminar de estas fibras.

- **Fibras naturales vegetales**

Las fibras naturales vegetales al ser quemadas se consumen rápidamente dejando cenizas color gris, y emitiendo un olor a papel quemado (Fan, 2008). La Tabla 1 resume las características de la quema de las fibras naturales vegetales.

- **Fibras naturales animales**

Las fibras naturales animales arden a la llama emitiendo un olor similar al cabello quemado (Nayak, Houshyar, Khandual, Padhye, & Ferguson, 2020), dejando como residuo un perla color negro frágil al tacto (Fan, 2008). La Tabla 2 presenta las características de la quema de las fibras naturales animales.

Tabla 1

Propiedades organolépticas de las fibras naturales vegetales

Fibras naturales vegetales			
Nombres	Forma de combustión	Residuo	Olor
Algodón/ Lino/ Yute/ Ramio/ Cáñamo/Sisal	Arde fácilmente. No funden	Cenizas grises	Papel quemado

Tabla 2

Propiedades organolépticas de las fibras naturales animales

Fibras naturales animales			
Nombres	Forma de combustión	Residuo	Olor
Lana/ Alpaca/ Seda	Se funden y enroscan al alejar de la llama. Arde lentamente a la llama	Perlas suaves negras fácilmente pulverizables	Cabello quemado

- **Fibras Artificiales**

Las fibras artificiales al ser semejantes a las fibras naturales vegetales en composición combustionan de manera similar. A diferencia del rayón viscosa y rayón cuproamoniaco, los cuales se consumen rápidamente, el rayón acetato funde al ser quemada (American Association of Textile Chemist and Colorists, 2021) y emana un olor semejante al vinagre. La Tabla 3 describe las características que la quemadas de las fibras artificiales.

Tabla 3*Propiedades organolépticas de las fibras artificiales*

Fibras artificiales			
Nombres	Forma de combustión	Residuo	Olor
Rayón viscosa/ Cuproamoniaca	Rayón No se funden, arden rápidamente	Pocas cenizas	A papel quemado
Rayón acetato	Se funde	Perla dura color negro	Semejante al vinagre

- **Fibras Sintéticas**

Las fibras sintéticas pueden diferenciarse entre sí mediante los ensayos al fuego. Al ser de naturaleza plástica, la mayoría de las fibras sintéticas funden al arder generando residuos duros. En la Tabla 4 se resume las características organolépticas de las fibras sintéticas.

Tabla 4*Propiedades organolépticas de las fibras sintéticas*

Fibras sintéticas			
Nombres	Forma de combustión	Residuo	Olor
Poliéster	Primero se funde, después arde con llama amarilla, generando humos negros.	Perla dura color negro	Dulce, aromático, ligeramente asfixiante.
Nylon	Primero se funde, después arde lentamente generando humos grises.	Perla dura color gris o café	Ligeramente asfixiante
Acrílico/ Modacrílico	Se funde, arde fácilmente con una llama humeante luminosa	Perla dura color negro	Punzante, desagradable
Polipropileno	Funde formando gotas con llama luminosa (con centro azul). Gotea mientras continúa ardiendo.	Residuos duros color marr parduzco	Semejante a la parafina

Fibras sintéticas			
Nombres	Forma de combustión	Residuo	Olor
Poliétileno	Funde formando gotas con llama luminosa (con centro azul), generando humo blanco. Gotea mientras continúa ardiendo.	Residuos duros color marrón parduzco.	Semejante a la parafina
Poliuretano	Funden y se descomponen. Arde después de la ignición con llama luminosa.	Cenizas negras suaves	-

Nota: Adaptado de *Introducción a los textiles* (p. 24), por N. Hollen, 2016, Editorial Limusa S.A.

B. Visualización de la fibra textil en el microscopio

La visualización de la sección longitudinal y transversal en el microscopio permite diferenciar con bastante precisión las fibras naturales y fibras artificiales (J.Palenik, 2017); sin embargo, en el caso de las fibras sintéticas, es necesario complementar el análisis con otra técnica instrumental.

Las fibras naturales, ya sean de origen vegetal o animal, presentan características estructurales propias que permiten diferenciarlas de las fibras sintéticas. A lo largo de su longitud, estas fibras presentan forma y/o superficie irregular; asimismo, la sección transversal presenta particularidades propias de su origen, las cuales en la mayoría de los casos permiten diferenciarlas entre sí.

Las fibras sintéticas tienen forma longitudinal regular y simétrica, la forma de su sección transversal dependerá de la forma de la tobera que las extruye durante el proceso de hilatura (Toydemir & Vatansever, 2021). Dado que estas fibras son muy parecidas, no es posible distinguir las entre sí en el microscopio cuando se tiene mezclas de diferentes fibras sintéticas.

Un caso particular es el de los filamentos poliéster texturados y sin texturar, los cuales pueden ser identificados mediante la visualización de la sección transversal. El texturado es un acabado que se realiza a las fibras textiles con el fin de otorgarle

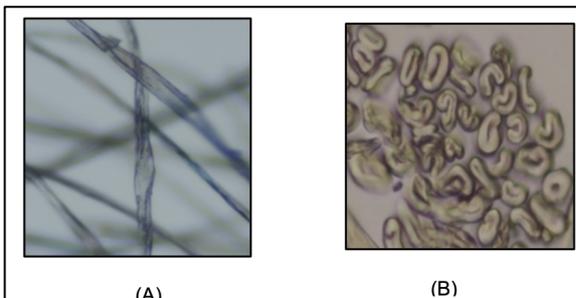
características similares a las fibras naturales, tales como suavidad al tacto y mayor volumen. El proceso de texturado deforma la sección transversal de los filamentos sintéticos (Naik & López-Amo Marín, 1989), lo cual es aprovechado para su diferenciación de los filamentos sin texturar.

- **Fibras naturales vegetales**

Algodón: El algodón es similar a una cinta con retorcimiento en toda su longitud y con bordes marcados (J.Palenik, 2017). La sección transversal del algodón es similar a unos frijoles. (Stifiligoj, Hribernik, Kleinschek, & Kreze, 2013). La Figura 14 muestra la sección longitudinal y transversal de la fibra de algodón.

Figura 14

Microscopía del algodón

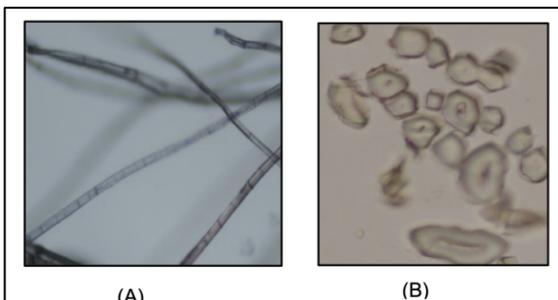


Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras algodón. (B) Sección transversal de las fibras algodón.

Lino: La fibra Lino presenta nudos y dislocaciones transversales, similar a la caña de azúcar. La sección transversal presenta forma poligonal con el lumen (parte central) de forma redonda, ovalada o angosta (Nayak, Houshyar, Khandual, Padhye, & Ferguson, 2020).

Figura 15

Microscopía del lino

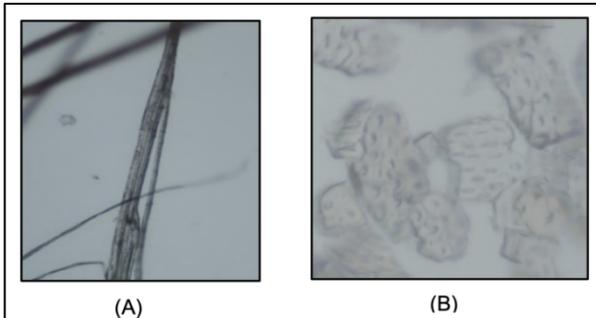


Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras lino. (B) Sección transversal de las fibras lino.

Yute: La fibra de Yute presenta nódulos o cruces pronunciadas a lo largo. La sección transversal es poligonal, con esquinas redondeadas, el lumen es redondo u ovalado (Nayak, Houshyar, Khandual, Padhye, & Ferguson, 2020), similar a las células.

Figura 16

Microscopía del yute

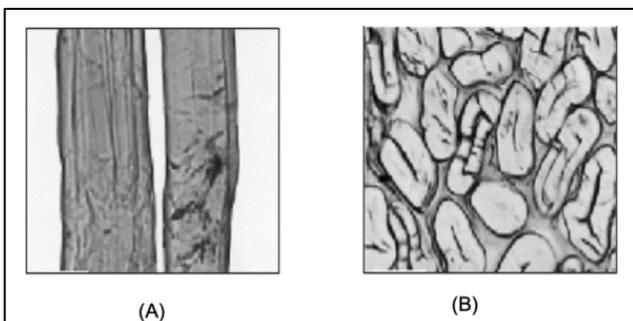


Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras yute (B) Sección transversal de las fibras yute.

Ramio: La fibra de Ramio presenta cruces y estrías longitudinales. La sección transversal es similar a un polígono elongado. (Nayak, Houshyar, Khandual, Padhye, & Ferguson, 2020).

Figura 17

Microscopía del ramio



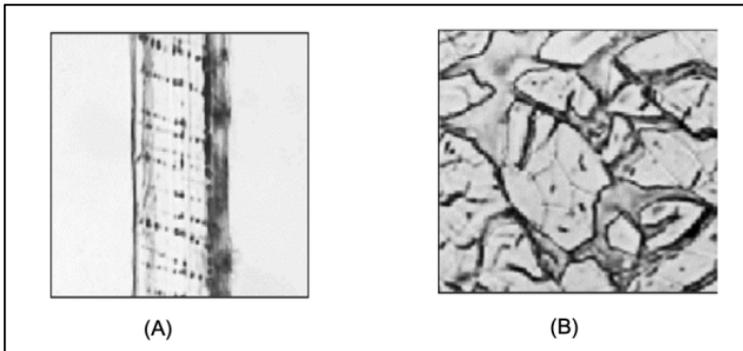
Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras ramio (B) Sección transversal de las fibras ramio. Tomado de *AATCC Manual of International Test Methods and Procedures 2022* (p.71), por American Association of Textile Chemist and Colorists, 2021.

Cáñamo: La fibra de Cáñamo presenta nodos y estrías longitudinales en intervalos frecuentes a lo largo de cada fibra. El lumen se visualiza como una raya. (Nayak, Houshyar, Khandual, Padhye, & Ferguson, 2020).

Sisal: Las fibras sisal es semejante al lino e igual a las demás fibras del género *Ágave*.

Figura 18

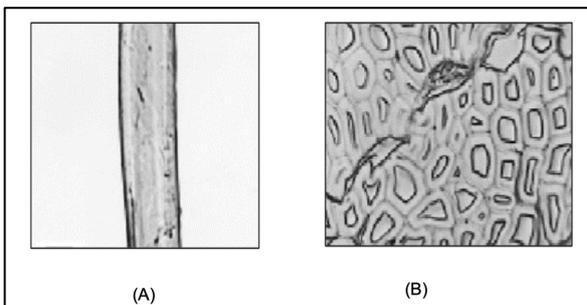
Microscopía del cáñamo



Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras cáñamo (B) Sección transversal de las fibras cáñamo. Tomado de *AATCC Manual of International Test Methods and Procedures 2022* (p.71), por American Association of Textile Chemist and Colorists, 2021.

Figura 19

Microscopía del sisal



Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras sisal (B) Sección transversal de las fibras sisal. Tomado de *AATCC Manual of International Test Methods and Procedures 2022* (p.72), por American Association of Textile Chemist and Colorists, 2021.

• Fibras naturales animales

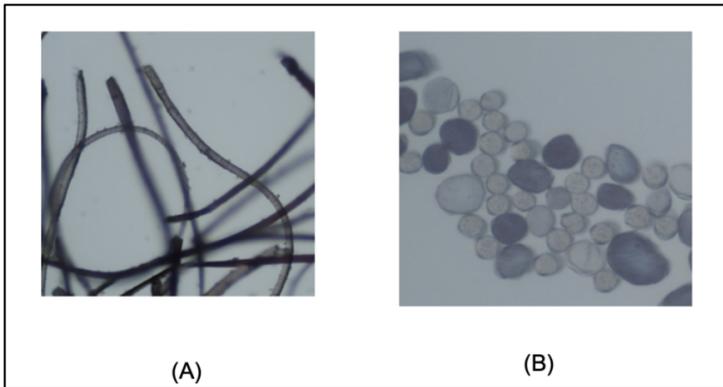
Lana: Las fibras de lana tienen forma cilíndrica, perfil suave y una superficie presenta escamas. La sección transversal presenta forma circular o ligeramente elíptica, de distintos diámetros.

Alpaca: Las fibras de alpaca presentan una superficie lisa, con manchas a lo largo de la fibra. La sección transversal es de forma circular un poco irregular, con manchas circulares en el medio.

Seda: Las fibras de seda se caracterizan por ser aplanadas, retorcidas y con estrías longitudinales. La sección transversal presenta forma trilobal.

Figura 20

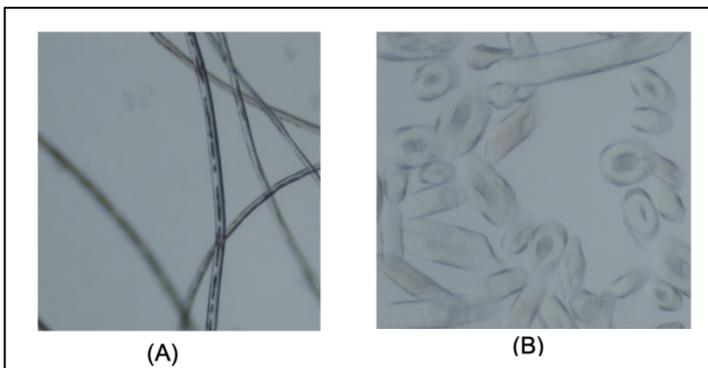
Microscopía de la lana



Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras de lana (B) Sección transversal de las fibras lana.

Figura 21

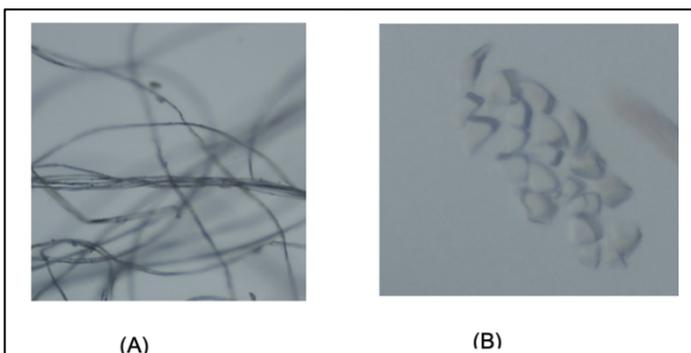
Microscopía de la alpaca



Nota: Sección longitudinal de las fibras de alpaca (B) Sección transversal de las fibras alpaca.

Figura 22

Microscopía de la seda



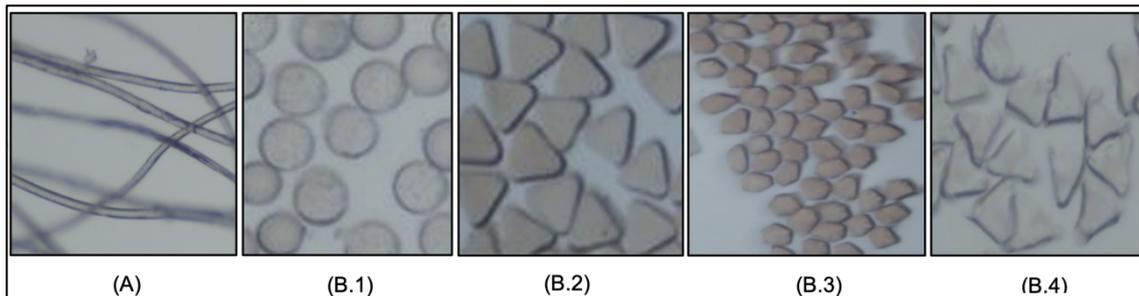
Nota: (A) Sección longitudinal de las fibras de seda (B) Sección transversal de las fibras seda.

- **Fibras Sintéticas**

Poliéster: La fibra poliéster presenta forma tubular de superficie lisa, sin estrías y con bordes marcados. La sección transversal de las fibras sintéticas incluido el poliéster dependen de la tobera que las extruye, generalmente son circulares y triangulares; sin embargo, luego que las fibras son sometidas al acabado textil texturizado, la forma de la sección transversal se deforma.

Figura 23

Microscopía del poliéster

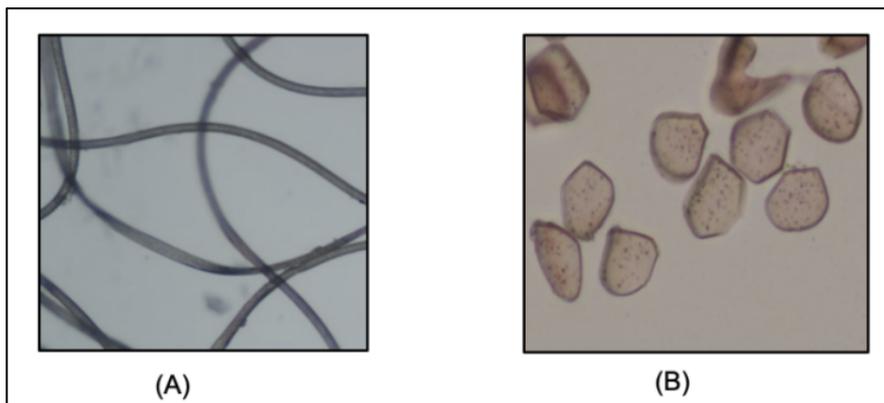


Nota: (A) Sección longitudinal de la fibra poliéster; (B.1) y (B.2) Sección transversal de la fibra poliéster sin texturar; (B.3) y (B.4) Sección transversal de la fibra poliéster texturado.

Poliamida (nylon): Las fibras poliamida son de forma tubular, con superficie lisa, sin estrías y con bordes marcados.

Figura 24

Microscopía del nylon

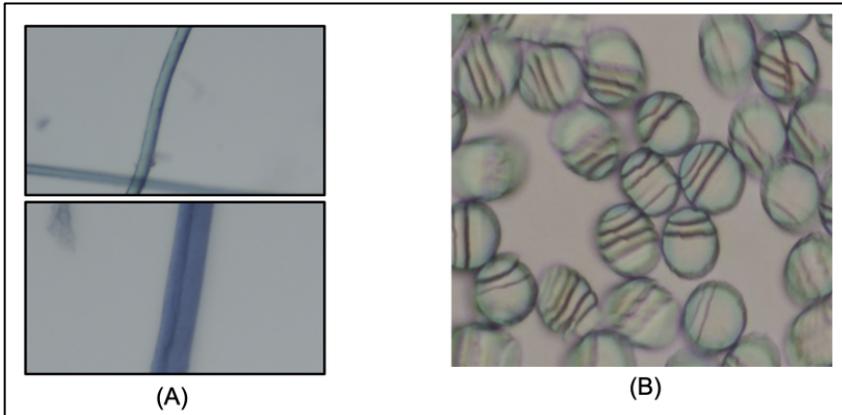


Nota: (A) Sección longitudinal de la fibra poliamida (nylon); (B) Sección transversal de la fibra poliamida (nylon) texturado.

Acrílico: Las fibras acrílicas tienen forma tubular, bordes rectos, en su mayoría presentan una línea vertical a la mitad de la fibra.

Figura 25

Microscopía del acrílico

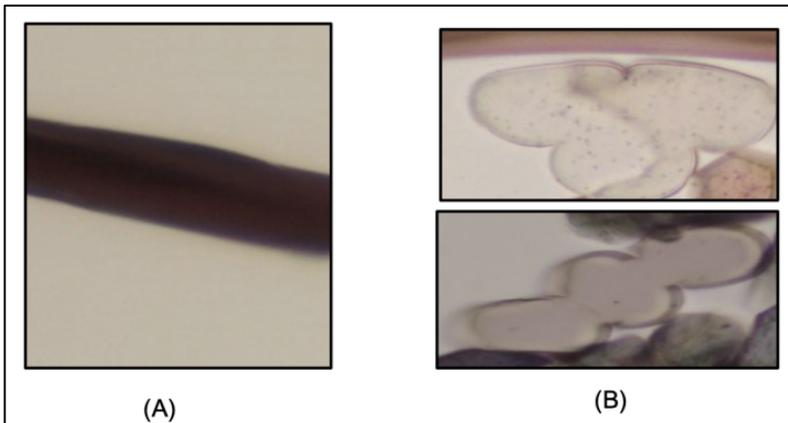


Nota: Sección longitudinal de la fibra acrílico; (B) Sección transversal de la fibra acrílico.

Poliuretano: Las fibras poliuretano presentan forma tubular con bordes marcados. La sección transversal de la fibra tiene frecuentemente forma de cacahuete, sin embargo, no tiene una forma definida.

Figura 26

Microscopía del poliuretano



Nota: (A) Sección longitudinal de la fibra poliuretano (elastómero); (B) Sección transversal de la fibra poliuretano.

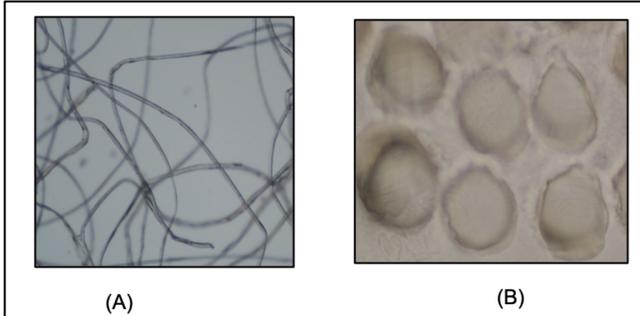
Polipropileno: Las fibras polipropileno son de forma tubular, con bordes rectos. La sección transversal es generalmente circular.

Polietileno: Las fibras polietileno se presentan mayormente como filamentos gruesos con bordes marcados y superficie lisa.

Modacrílico: Las fibras modacrílico presentan bordes marcados, frecuentemente se puede observar en la superficie líneas verticales similares a un canal.

Figura 27

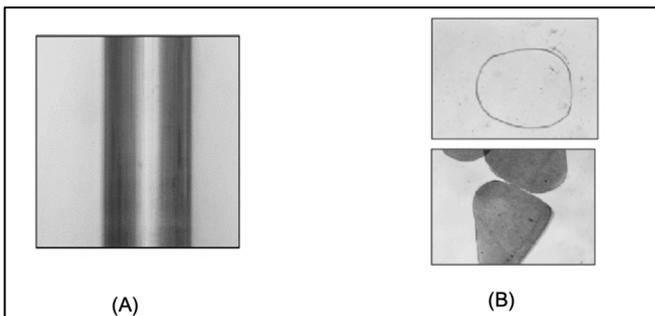
Microscopía del polipropileno



Nota: (A) Sección longitudinal de la fibra polipropileno (B) Sección transversal de la fibra polipropileno.

Figura 28

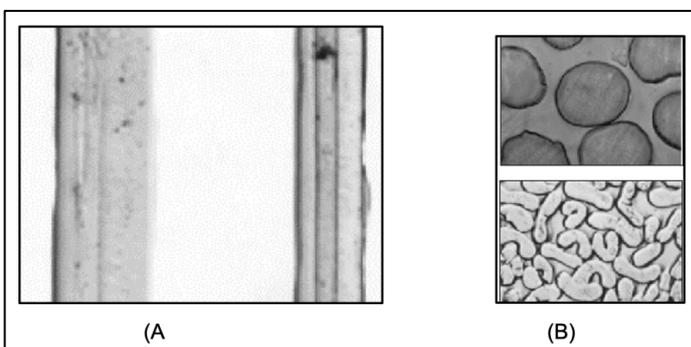
Microscopía del polietileno



Nota: (A) Sección longitudinal de la fibra polietileno. (B) Sección transversal de la fibra polietileno. Tomado de *AATCC Manual of International Test Methods and Procedures 2022* (p.77), por American Association of Textile Chemist and Colorists, 2021.

Figura 29

Microscopía del modacrílico



Nota: (A) Sección longitudinal de la fibra modacrílico. (B) Sección transversal de la fibra modacrílico. Tomado de *AATCC Manual of International Test Methods and Procedures 2022* (p.76), por American Association of Textile Chemist and Colorists, 2021.

C. Espectroscopía Infrarroja por Transformada de Fourier (FTIR) con Reflectancia Total Atenuada (ATR)

La espectroscopia infrarroja por transformada de Fourier (FTIR) es una metodología que se emplea en la industria y en los laboratorios académicos para comprender la estructura de las moléculas individuales y la composición de las mezclas moleculares. (Zhou , Ding, & Wang, 2019).

En la espectroscopía infrarroja un haz de luz infrarroja incide sobre la muestra provocando vibraciones en los átomos que conforman la molécula. Estas vibraciones son específicas a determinadas frecuencias de los enlaces químicos, y dependen de la forma de la superficie de energía potencial de la molécula, la geometría molecular, las masas atómicas y el acoplamiento vibracional.

En la espectroscopia FTIR la luz infrarroja es absorbida a frecuencias específicas directamente relacionadas con las energías de enlace vibratorio interatómico de la molécula. La cantidad de luz absorbida se registra continuamente en un rango de longitud de onda entre $4000-400\text{ cm}^{-1}$.

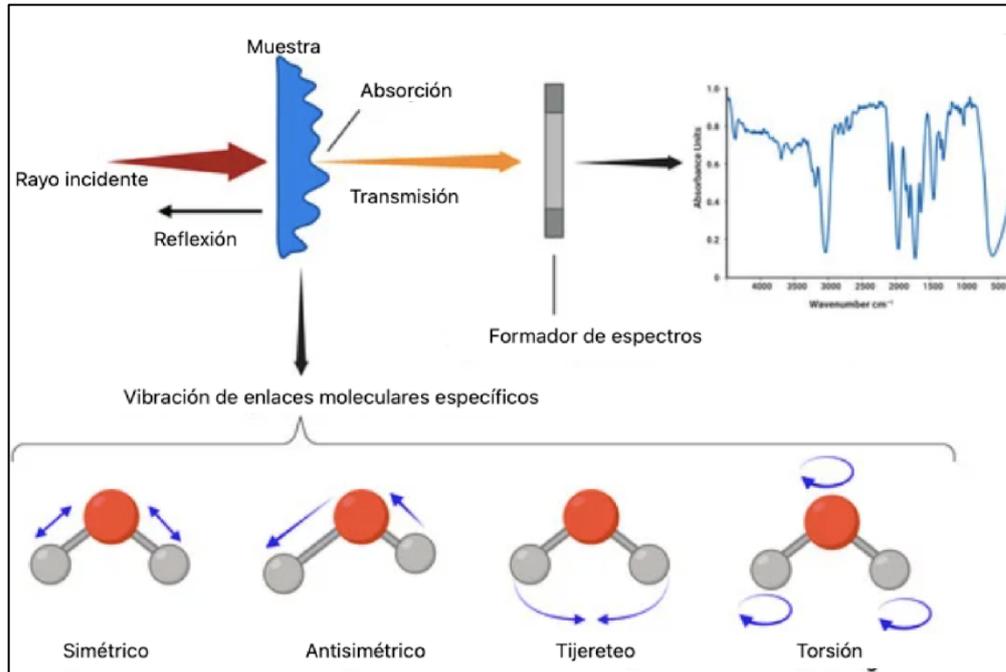
Los diversos enlaces de una molécula vibran con energías diferentes y, por lo tanto, absorben longitudes de onda distintas de la radiación por infrarrojos (IR). La posición (frecuencia) e intensidad de cada una de estas bandas de absorción contribuye al espectro total, lo que crea una identificación característica de la molécula.

El número total de las bandas de absorción observadas no son equivalentes con el número de vibraciones de los enlaces, esto sucede debido a que algunos modos de vibración no son activos en el infrarrojo y a que una sola frecuencia puede ocasionar más de un modo de vibración. (Sherman Hsu, 2000).

Existen principalmente dos categorías básicas de vibraciones: de tensión y flexión. Las vibraciones de tensión se caracterizan por presentar cambios en la distancia interatómica a lo largo del eje de enlace entre dos átomos. Por otro lado, las vibraciones de flexión de originan por el movimiento de dos enlaces contiguos modificando el ángulo formado entre ambos.

Figura 30:

Espectroscopía Infrarroja



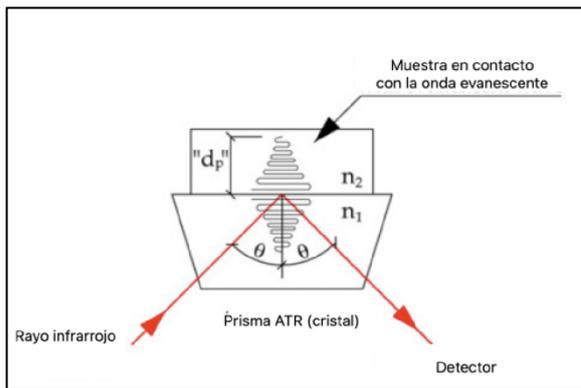
Nota: La espectroscopía infrarroja mide la interacción de la radiación infrarroja con la materia. Bajo interacción la luz infrarroja, los enlaces moleculares de una muestra vibran (simétricamente, antisimétricamente, de tijereteo, con torsión, entre otros), absorbiendo de la luz longitudes de onda específicas. La luz transmitida proporciona información respecto a los enlaces químicos, esta información se expresa como picos en el espectro infrarrojo. Tomado de *A Comprehensive Methodology for Microbial Strain Typing Using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy* (p.3), por F. Muchaamba, 2024, *Methods and Protocols* 7 (3).

El ATR (Attenuated Total Reflection) es una técnica de muestreo de la espectroscopía IR no destructiva, de análisis rápido y se necesita un mínimo de preparación de muestra.

En esta técnica una radiación infrarroja entra en un cristal ATR transmisor de alto índice de refracción. El cristal cuenta con un diseño que permite una reflexión interna total para crear una onda evanescente sobre la superficie del cristal (Figura N° 31). Esta onda se extiende a la muestra en contacto con el cristal, registrándose el espectro de infrarrojo del analito.

Figura 31:

Técnica ATR



Nota: Tomado de *Advanced Aspects of Spectroscopy* (P. 87), por M.Akhyar, 2012, Intech.

2.1.5 Cuantificación de fibras textiles

A. La composición química de las mercancías textiles y su incidencia en la recaudación de impuestos

La composición química de las mercancías textiles juega un papel importante para el cálculo del impuesto que deben pagar los contribuyentes que realizan operaciones de comercio exterior, ya que la valoración de estas mercancías depende de la composición química entre otros factores.

Por ejemplo, en su mayoría, prendas de fibras sintéticas como poliéster tienen un menor costo en el mercado que aquellas de algodón, por lo que su valoración sería menor tomando en cuenta la variable composición química.

Ahora bien, los impuestos gravados dependen también de la subpartida nacional en la que se clasifican (el cual está asociado a un arancel fijo), y de lo detallado en algunas normas legales que emite el gobierno para impulsar las exportaciones (Ejm. drawbacks) y para proteger la industria nacional (Ejm. derechos antidumping).

Estas normas legales tienen una descripción específica respecto a la composición química de ciertas mercancías textiles por lo que es crucial la precisión en los resultados de cuantificación de fibras a fin de evitar perjuicios al Estado o al contribuyente.

Por ejemplo, un caso de derechos antidumping es el detallado en la Resolución N° 220-2022/ CDB-INDECO en la cual se impone \$3.93 por kilogramo sobre las importaciones de tejidos poliéster 100% (con otras características detalladas en dicha resolución) que provienen de China.

Dado que los resultados de los análisis de la composición química tienen incidencia directa en la recaudación de impuestos, el Laboratorio Regional de Aduanas del Perú constantemente revisa y reevalúa los métodos de cuantificación con el fin de obtener resultados precisos, acortando los rangos de incertidumbre asociados.

B. La cuantificación gravimétrica de fibras textiles

La cuantificación de fibras textiles se realiza por gravimetría ya sea por métodos químicos o por separación física manual. Tanto en los métodos químicos como en la separación manual, la composición química se obtiene en términos porcentuales de peso.

En los métodos químicos las fibras textiles de interés se disgregan o disuelven haciendo uso de diferentes solventes a condiciones específicas de temperatura. La composición porcentual se obtiene por la diferencia de masas antes y después del ataque químico. En el método físico, las fibras textiles se separan manualmente y se pesan directamente en la balanza.

Antes de ejecutar los ensayos de cuantificación, es necesario realizar análisis preliminares para identificar y/o de corresponder, eliminar interferencias. Factores como la presentación de las fibras (filamentos o fibras discontinuas), origen de las fibras, acabados textiles, entre otros, pueden interferir con la calidad de los resultados de análisis cuantitativo de las fibras textiles.

Asimismo, acabados como el recubierto y el revestido interfieren en los análisis de cuantificación por gravimetría por lo que es indispensable eliminarlos mediante remoción mecánica o su disolución en solventes específicos.

Tomando en consideración los factores antes mencionados en la matriz textil, los análisis gravimétricos de cuantificación se han agrupado en cuatro tipos: análisis

químicos sucesivos, análisis químico por separado, separación física seguida de análisis químicos, y separación física.

El análisis químico sucesivo se realiza generalmente siguiendo una marcha analítica, esta marcha indica el orden en el que deben cuantificarse las fibras de una matriz textil, acorde a su solubilidad con respecto a todos los solventes utilizados.

Por ejemplo, una matriz común en el laboratorio en la cual se realiza este tipo de ensayo es aquella conformada por poliéster, rayón viscosa, nylon y poliuretano(elastómero). En esta matriz primero se disuelve el poliuretano, luego el nylon y finalmente el rayón viscosa. No se puede disolver primero el rayón viscosa puesto el solvente asociado para su disolución disuelve también al poliuretano y parcialmente al nylon.

El análisis químico por separado se realiza para acortar el tiempo de análisis de las mercancías textiles. Este tipo de análisis se puede ejecutar en las matrices que contengan fibras que no son solubles ni parcialmente solubles en más de un solvente específico.

Un ejemplo de este análisis son las matrices compuestas por poliéster, lana y acrílico. Los solventes utilizados para cada fibra son selectivos, por lo que se puede trabajar con 2 muestras en paralelo, una de las cuales se digesterá con el solvente específico para la lana y la otra con el solvente específico del acrílico.

El análisis de separación física seguida de un ataque químico se utiliza cuando dos de las fibras que componen la matriz textil pueden separarse físicamente y son solubles en un mismo solvente. Un ejemplo de esta matriz son los tejidos de mezclilla comúnmente denominados "Denim" compuestas por hilos de algodón e hilos de fibras discontinuas de poliéster y rayón viscosa.

El algodón y rayón viscosa, ambas compuestas por celulosa, son solubles en un mismo solvente. En los tejidos "Denim" se pueden separar físicamente los hilos de algodón y atacar químicamente el remanente compuesto por los hilos de fibras discontinuas de poliéster y rayón viscosa. No es posible realizar el análisis químico

directamente sin separar las fibras, puesto que el solvente disolvería tanto al algodón como al rayón viscosa.

Por último, tenemos al análisis de separación física. Este análisis es el más sencillo puesto que consiste en separar manualmente las fibras a cuantificar y pesarlas por separado en la balanza.

Este análisis está dirigido a matrices en las cuales las fibras tienen la misma composición química, pero con distintos acabados, matrices con fibras de distinta presentación (fibras discontinuas o filamentos) o para fibras de igual composición química, pero con particularidades físicas que inciden en la clasificación arancelaria.

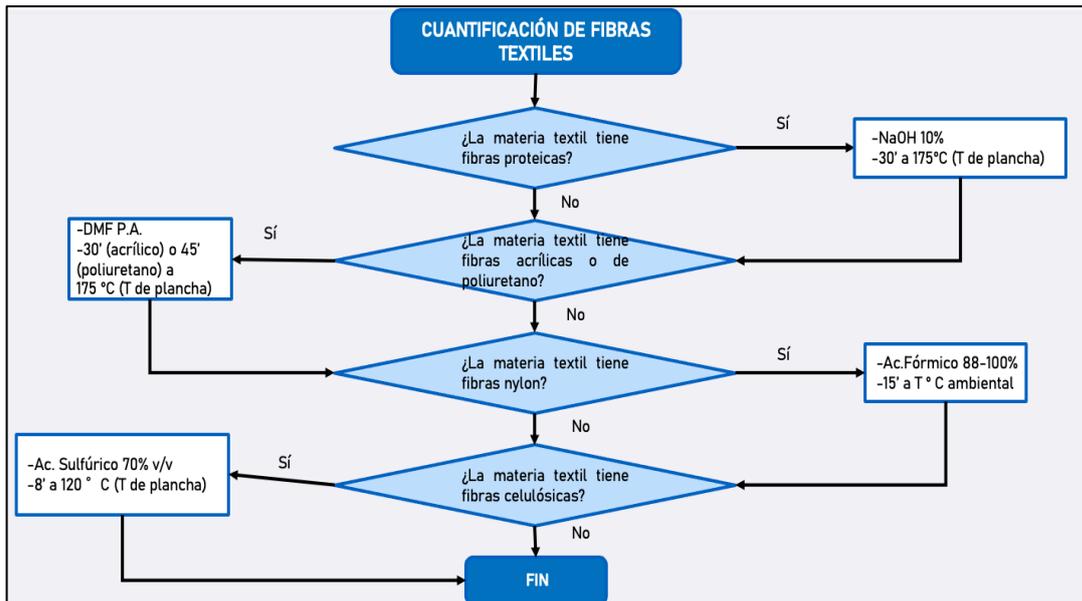
Un claro ejemplo de este tipo de análisis lo tenemos en las telas compuestas por filamentos de poliéster texturado y sin texturar. El texturado es un acabado que se realiza a los filamentos sintéticos para proporcionarles propiedades como volumen, elasticidad, tacto suave, mediante operaciones mecánicas o físicas que modifican la sección transversal original.

El Arancel de Aduanas hace una diferencia de los tejidos de filamentos poliéster texturados y sin texturar, siendo que los tejidos con un contenido mayor a 85% en peso de filamentos poliéster texturados se clasifican entre las subpartidas nacionales 5407.51.00.00 al 5407.54.00.00, aquellos con un contenido mayor a 85% en peso de filamentos poliéster sin texturar en la subpartida nacional 5407.61.00.00 y aquellos con mezclas de filamentos poliéster texturados y sin texturar en la subpartida nacional 5407.69.00.00.

Asimismo, el método de los análisis de separación física se utiliza para cuantificar mezclas de fibras discontinuas y filamentos en tejidos de trama y urdimbre. Acorde a los resultados, si el porcentaje de fibras discontinuas es superior a los filamentos, la mercancía se clasifica en el capítulo 55, caso contrario se clasificaría en el capítulo 54.

Figura 32

Marcha analítica para la cuantificación de fibras por análisis químico sucesivo



Ahora bien, puede ocurrir que la naturaleza de fibras y/o tejido no permitan eliminar las interferencias encontradas, por lo que en ese caso es preferible optar el método de cuantificación no gravimétrico como el conteo de fibras por corte transversal.

Este método básicamente consiste en cortar transversalmente los hilos de la materia textil, contar directamente las fibras que componen los hilos, determinar el área promedio y utilizando constantes teóricas de densidad para cada fibra, determinar su porcentaje en peso. Este método es comunmente utilizado para la mezcla de fibras celulósicas, y mezcla de fibras proteicas de distinto origen.

- **Métodos de cuantificación de fibras textiles**

El Laboratorio Regional de Aduanas del Perú de Aduanas cuenta con métodos de ensayo para la cuantificación gravimétrica de las fibras textiles algodón, rayón viscosa, poliuretano (elastómero), poliéster, nylon, acrílico, lana y pelo fino; en mezclas con otras fibras textiles.

La metodología para todos los ensayos de composición química por gravimetría es la misma, una muestra representativa es digestada con solventes específicos que disuelven la fibra que se requiere cuantificar. La composición química se determina por

la diferencia de peso antes y después de la digestión y se expresa en términos porcentuales. El ensayo se realiza por duplicado reportándose como resultado el promedio de ambos ensayos.

En todos los métodos de ensayo de cuantificación gravimétrica de fibras textiles se realiza el siguiente procedimiento: Se pesan dos muestras representativas de la materia textil en una balanza de 0.1 mg de precisión, luego se adiciona 10 ml del solvente específico por cada 0.1 g de las muestras; seguidamente, las muestras se digestan a condiciones específicas y el residuo se lava acorde a lo indicado por cada método de ensayo. Posteriormente, las muestras son secadas en una estufa por un espacio de 30 minutos luego de los cuales se colocan en un ambiente controlado por 20 minutos para finalmente ser pesadas en la misma balanza de 0.1 mg de precisión. La Tabla 5 resume los métodos de cuantificación gravimétricos de fibras textiles en diferentes alcances.

Método de cuantificación de fibras celulósicas: El método de ensayo para la determinación de fibras celulósicas en mezclas con otras fibras textiles es utilizado para cuantificar fibras de origen vegetal como el algodón o lino así como fibras de celulosa regenerada como el rayón viscosa. El solvente utilizado es ácido sulfúrico al 70% en volumen, la digestión se realiza utilizando una plancha de calentamiento a 120°C por 8 minutos y el reactivo de enjuague es agua y jabón. Este método se basa en la norma AATCC TM20-2021 "Test Method for Fiber Analysis: Qualitative"

Método de cuantificación de fibras proteicas: El método de ensayo para la determinación de fibras de origen animal en mezclas con otras fibras textiles utiliza como solvente una solución de hidróxido de sodio al 10%. Asimismo, la digestión se realiza utilizando una plancha de calentamiento a 175°C por un espacio de 30 minutos y el reactivo de enjuague es agua. Este método fue desarrollado por el área textil del Laboratorio Regional de Aduanas del Perú.

Método de cuantificación de fibras de poliuretano (elastómeros): El método de ensayo para la determinación de fibras poliuretano o también llamadas elastómeros utiliza como solvente dimetilformamida, a 175°C en plancha de calentamiento por un espacio de 45 minutos siendo el reactivo de enjuague agua. Este método se basa en la norma ISO 1833-12:2020 - Part 12.

Para el caso específico de mezclas de fibras poliuretano(elastómero) en mezclas con fibras poliéster, se utiliza como solvente ácido sulfúrico al 70% en volumen, la digestión se realiza utilizando una plancha de calentamiento a 120°C por 8 minutos y el reactivo de enjuague es agua y jabón.

Método de cuantificación de fibras acrílicas: El método de ensayo para la determinación de fibras acrílicas es similar al método para la determinación de poliuretano, variando solo el tiempo de reacción a 30 minutos y el reactivo de enjuague es agua. Asimismo, este método también se basa en la norma ISO 1833-12:2020 – Part 12.

Método de cuantificación de fibras nylon: El método de ensayo para la determinación de fibras nylon utiliza como solvente ácido fórmico 88%-90% a temperatura de ambiente por 15 minutos y el reactivo de enjuague es agua caliente seguido por agua fría y jabón. Este método se basa en la norma ISO 1833-7:2017 part 7.

Método de cuantificación de fibras poliuretano (elastómero) en mezclas con fibras poliéster: El método de ensayo para la determinación de fibras poliuretano (elastómero) celulósicas en mezclas con otras fibras textiles es utilizado para cuantificar fibras de origen vegetal como el algodón o lino así como fibras de celulosa regenerada como el rayón viscosa. El solvente utilizado es ácido sulfúrico al 70% en volumen, la digestión se realiza utilizando una plancha de calentamiento a 120°C por 8 minutos y el reactivo de enjuague es agua y jabón. Este método se basa en la norma AATCC TM20A-2021 “Fiber Analysis: Quantitative”.

2.1.6 Validación de métodos de ensayo

Validar un método se refiere al proceso de definir un requisito analítico, y la confirmación de que cuenta con capacidades consistentes con las aplicaciones requeridas. La validación del método no solo debe centrarse en la evaluación de las características de desempeño sino también en la idoneidad del método. (Eurolab España. PP.Morillas y colaboradores, 2016)

Tabla 5

Métodos de cuantificación de las fibras textiles

Método	Fibra a cuantificar	Solvente	Temperatura	Tiempo de Digestión	Referencia
Determinación de Fibras Celulósicas en mezclas con fibras Poliéster.	Fibras celulósicas	Ácido Sulfúrico 70%	120 °C	8 minutos	AATCC 20A-2021
Determinación de fibras proteicas en mezclas con otras fibras textiles	Fibras proteicas: Lana, Alpaca, Pelo de Conejo, Seda, etc.	Hidróxido de Sodio 10%	175 °C	30 minutos	Método propio del Laboratorio Regional de Aduanas del Perú
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano (elastómero)	N,N Dimetilformamida P.A (DMF)	175 °C	45 minutos	ISO 1833-12:2020 – Part 12
Determinación de fibras poliuretano (poliuretano) en mezclas con fibras poliéster.	Poliuretano (elastómero)	Ácido Sulfúrico 70%	120 °C	8 minutos	Método desarrollado por el propio laboratorio.

Método	Fibra a cuantificar	Solvente	Temperatura	Tiempo de Digestión	Referencia
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico	N,N Dimetilformamida P.A (DMF)	175 °C	30 minutos	ISO 1833-12:2020 - Part 12
Determinación de fibras nylon en mezclas con otras fibras textiles.	Nylon	Ácido Fórmico 88%	A Temperatura de ambiente	15 minutos	ISO 1833-7:2017. Part 7

Nota: La cuantificación de fibras se realiza a condiciones de tiempo y temperaturas determinadas.

Acorde a la NTP ISO/IEC 17025 la validación de un método de ensayo se refiere a la confirmación, a través del examen y aportación de evidencia objetivas, de que se cumplen los requisitos particulares para un uso específico previsto. (Dirección de Normalización INACAL, 2017).

Los estudios realizados para determinar las características del desempeño de un método de ensayo durante el proceso de validación deben llevarse a cabo utilizando equipos que funcionan correctamente, debidamente calibrados y dentro de especificación. (Eurolab España. PP.Morillas y colaboradores, 2016).

El laboratorio debe registrar los resultados obtenidos, el procedimiento utilizado para la validación y una declaración sobre la aptitud del método para el uso previsto.

En general, el laboratorio debe validar un método cuando se trata de:

- Métodos no normalizados: Estos métodos corresponden a aquellos desarrollados por el propio laboratorio, métodos nuevos a implementar (Por ejemplo aquellos publicados en revistas científicas) o métodos que vienen siendo utilizados por el laboratorio pero que no están normalizados.
- Métodos normalizados con una modificación significativa.

- Métodos normalizados usados fuera de su alcance propuesto.

Los métodos normalizados se refieren a aquellos que son emitidos por organismos de normalización internacionales, regionales, o nacionales, así como las reconocidas como EPA, AOAC, Standard Methods for Water and Wastewater, USP, EP, etc.

En el caso de tratarse de un método utilizado tradicionalmente por el laboratorio que no se encuentre normalizado se puede realizar la Validación Retrospectiva, la cual realizará un proceso de ordenamiento y selección de los datos históricos recopilados que pueden ser: Curvas de calibración resultados de ensayos, cartas de control, ensayos de aptitud, etc.

En el caso de tratarse de un método nuevo (o antiguo en el cual no se disponga de datos suficientes) se debe realizar una Validación Prospectiva, generado a través de análisis de datos experimentales.

Asimismo, se debe realizar una validación menor o verificación cuando se trate de método previamente validados que han sido alterados significativamente, como por ejemplo cuando se cambie de equipo, cambio de componentes de equipo como columnas, detectores, cambio analista, cambio de la matriz que contiene la muestra o nivel de concentración del analito de interés, entre otros. (Duffau , Boris; Rojas, Fabiola; Roa, Luis; Rodriguez, Luis; Soto, Marcelo; Aguilera, Marisol; Sandoval, Soraya;, 2010).

La verificación tiene como objetivo evaluar solo aquellas pruebas que determinen que las modificaciones realizadas al método de ensayo no afectan a mismo. En la Figura 33 se muestra el flujograma a seguir para validar un método de ensayo.

A. Plan de Validación

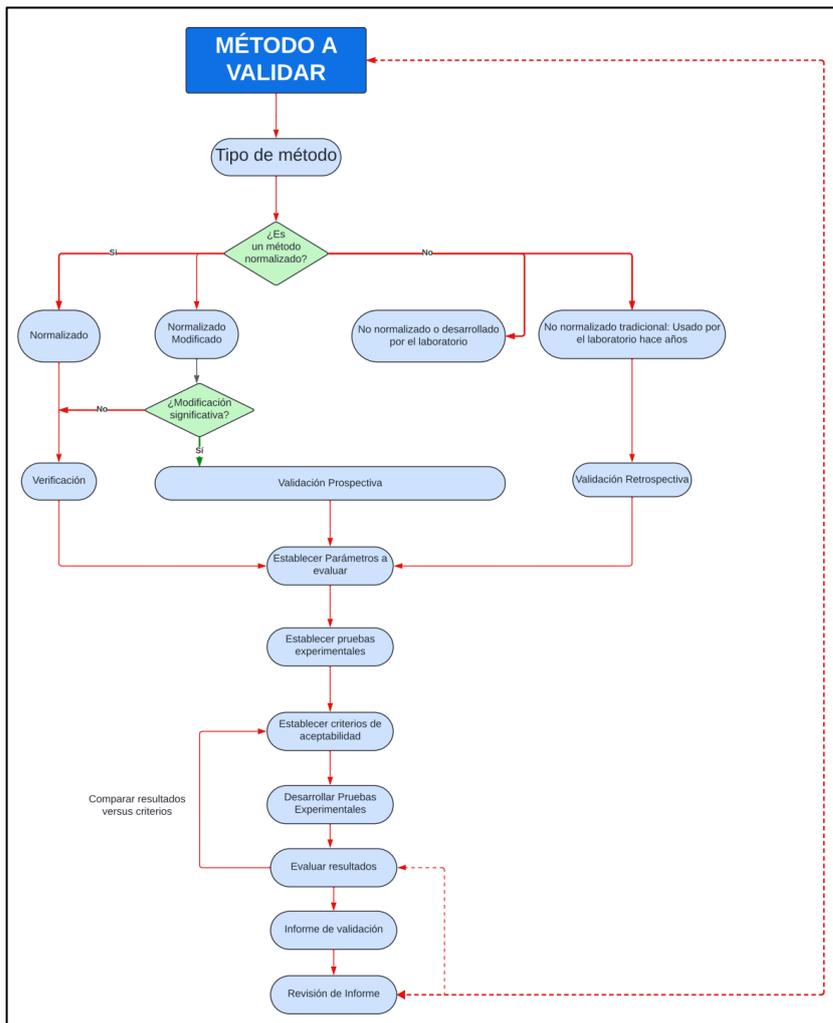
El plan de validación es un documento en el cual se establecen previamente las pruebas estadísticas para evaluar los parámetros requeridos. Este documento debe contener el alcance de la validación, el diseño experimental, los materiales, insumos y equipos así como el responsable de la validación. Para el desarrollo de la validación, el

o los responsables deben conocer el procedimiento de método de ensayo y el número de ensayos o mediciones a realizar de acuerdo a lo establecido en el plan de validación.

La Figura 33 muestra el flujograma a seguir para validar un método de ensayo, primero debe evaluarse la normalidad de los datos. En caso de que la distribución de los datos sea normal se elegirá pruebas estadísticas paramétricas, caso contrario se elegirá pruebas estadísticas no paramétricas.

Figura 33

Validación de métodos de ensayo



Nota: Diagrama para la validación de métodos normalizados o no normalizados. Adaptado de *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: “Aspectos generales sobre la validación de métodos”* (p. 23), por B.Duffau, F.Rojas, L.Roa, L.Rodríguez, M.Soto, M.Aguilera, S.Sandoval, 2010, Instituto de Salud Pública de Chile.

Si los resultados de la evaluación de cada parámetro de validación son satisfactorios, es decir, cumplen con los criterios de aceptabilidad establecidos en el plan, se considera que el método es aceptable. Los métodos de cuantificación de fibras textiles se basan en métodos normalizados los cuales se fundamentan en la gravimetría. El resultado se expresa en términos de porcentaje en peso y se obtiene mediante el cociente de la diferencia de masas antes y después del ataque químico y la masa inicial.

Las masas se obtienen directamente de la lectura en la balanza de precisión pero el resultado es calculado en una hoja de cálculo. Dado que el método no es instrumental, es decir el resultado o señal correlacionada al resultado no se obtiene directamente de un instrumento como ejemplo el equipo de Absorción atómica, cromatógrafo de gases, etc, no aplica evaluar la sensibilidad, la linealidad, el límite de detección y el límite de cuantificación.

Asimismo, los solventes utilizados en los métodos de cuantificación de fibras textiles son específicos por los principios teóricos, por lo que tampoco aplica evaluar la selectividad.

B. Parámetros de validación

- **Veracidad**

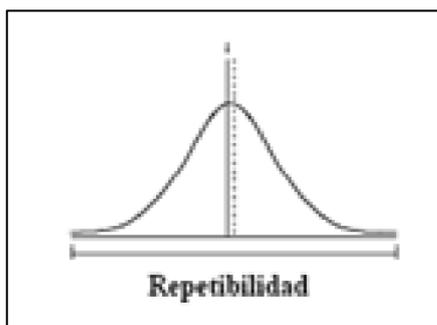
La veracidad determina el grado de concordancia entre el promedio obtenido de una serie de resultados y un valor de referencia aceptado.

- **Precisión**

Grado de coincidencia existente entre los resultados independientes de un ensayo, obtenidos en condiciones estipuladas. La precisión mide cuan cercanos se encuentran los resultados de los análisis realizados, se expresa en términos de desviación estándar o desviación estándar relativa calculada bajo condiciones de repetibilidad. La precisión se evalúa en condiciones de repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad.

Repetibilidad: La precisión en condiciones de repetibilidad se evalúa cuando los análisis son realizados bajo las mismas condiciones de medición por un mismo operador, utilizando un mismo procedimiento, mismo equipo y mismo período corto de tiempo en el mismo laboratorio (Portuondo Paisan & Portuondo Moret, 2010). La Figura 34 representa la precisión en condiciones de repetibilidad.

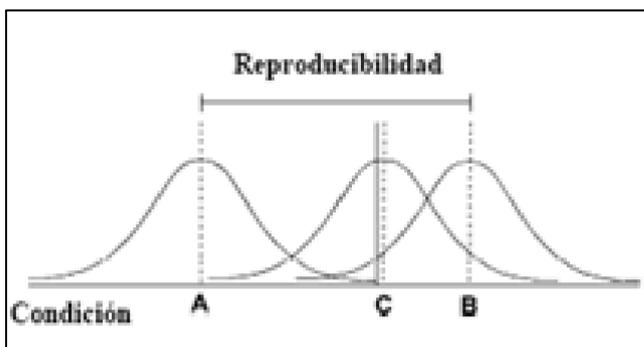
Figura 34:
Precisión en condiciones de repetibilidad



Nota: Representación gráfica del concepto de repetibilidad. Tomado de Tecnología Química (p.118), por P.Portuondo, J. Moret, 2010, Universidad de Oriente.

Reproducibilidad: La precisión en condiciones de reproducibilidad se define como la proximidad de concordancia entre los resultados de los análisis realizados bajo parámetros distintos como por ejemplo diferente operador, instrumento de medición, laboratorio, en distintos días. La Figura 35 representa la precisión en condiciones de reproducibilidad.

Figura 35:
Precisión en condiciones de reproducibilidad



Nota: Representación gráfica del concepto de reproducibilidad. Tomado de Tecnología Química (p.118), por P.Portuondo, J. Moret, 2010, Universidad de Oriente.

Precisión intermedia: La precisión intermedia mide la dispersión de los resultados analizados en un mismo laboratorio pero variando parámetros como por ejemplo distintos operadores o analistas, distintos equipos, períodos de tiempo prolongado, etc. La precisión intermedia representa la reproducibilidad dentro del laboratorio. El objetivo es estimar la precisión que refleje todas las fuentes de variación que se producen dentro un mismo laboratorio (P.P Morillas y et.al, 2016).

- **Exactitud**

Grado de concordancia existente entre el resultado del ensayo y un valor aceptado de referencia.

- **Rango de trabajo**

Es el intervalo entre la más alta y más baja concentración del analito de la muestra, para la cual se ha demostrado que el método analítico tiene un nivel apropiado de precisión, veracidad y linealidad.

- **Robustez**

Es la medida de la resistencia de un método al cambio de respuesta cuando se introducen pequeñas variaciones en el procedimiento.

- **Incertidumbre**

La incertidumbre se define como un parámetro asociado con el resultado de una medición, que caracteriza la dispersión de los valores que podrían ser atribuidos razonablemente al mensurado (Eurachem; Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry, 2012).

Este parámetro puede ser la desviación estándar o la mitad de la amplitud de un intervalo de valores con un nivel de confianza asociado.

La incertidumbre debe distinguirse del error, mientras que la incertidumbre representa un rango de valores, el error es solo un valor y se define como la diferencia entre el valor verdadero y un resultado individual. El error puede aplicarse para corregir un resultado.

La incertidumbre comprende varios componentes que pueden ser evaluados a partir de la desviación estándar asociada a una distribución estadísticas de los resultados de mediciones.

Fuentes de incertidumbre: La incertidumbre puede surgir de diferentes fuentes como la incertidumbre de equipos másicos o volumétricos, valores de referencia, aproximaciones, entre otros. Entre las fuentes de incertidumbre se tiene a los efectos de operador y a los efectos aleatorios (Eurachem; Co-Operation on Internation al Traceability in Analytical Chemistry, 2012).

Incertidumbre estándar: Las fuentes de incertidumbre se tratan de forma separada para obtener la contribución de esa fuente. Cada contribución de las fuentes de incertidumbre es un componente de la incertidumbre. Si estas contribuciones se expresan en términos de desviación estándar, cada componente x recibe el nombre de incertidumbre estándar $u(x)$.

Incertidumbre por precisión: La incertidumbre por precisión se encuentra asociada principalmente a la desviación estándar de repetibilidad S_r , la desviación estándar de reproducibilidad S_R y la precisión intermedia referenciada como S_{zi} . La repetibilidad S_r representa la variabilidad observada en un corto tiempo, dentro de un laboratorio, utilizando un único operador, equipor, etc.

Por otra parte, la desviación estándar de reproducibilidad S_R solo se estima mediante un estudio comparativo interlaboratorio; muestra la variabilidad de los resultados de una misma muestra en diferentes laboratorios. La precisión intermedia por su parte, está relacionada con la variabilidad de lo sresultados cuando uno o más factores (tiempo, equipo, operador, etc) varían en un laboratorio.

$$u_{\text{precisión intermedia}} = \frac{S_{zi}}{\sqrt{n}} \quad (1)$$

Incertidumbre por sesgo: El sesgo de un método se determina mediante su estudio con un valor de referencia. La determinación del sesgo global en relación con

valores de referencia determinados es importante para establecer la trazabilidad a patrones reconocidos, la siguiente ecuación muestra su estimación (NORDTEST, 2017).

$$u(\text{sesgo}) = \sqrt{(\text{sesgo})^2 + \left(\frac{S_{\text{sesgo}}}{\sqrt{n}}\right)^2 + (u_{\text{cref}})^2} \quad (2)$$

Donde:

Sesgo: Diferencia entre el promedio de datos y el valor de referencia

S_{sesgo} : Desviación estándar del sesgo.

U_{cref} : Incertidumbre del valor de referencia

n: número de ensayos.

Incertidumbre combinada: La incertidumbre total asociada al resultado de medida se expresa como la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$ igual a la raíz cuadrada positiva de la varianza total obtenida por combinación de todos los componentes de la incertidumbre (Eurachem; Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry, 2012).

$$u_c(y(x_1, x_2, x_3, \text{ect})) = \sqrt{u_{\text{repetibilidad}}^2 + u_{\text{sesgo}}^2 + \sum_{i=1,r} C_i^2 u(x_i)^2} \quad (3)$$

Donde la expresión $\sum_{i=1,r} C_i^2 u(x_i)^2$ corresponde a la aplicación de la ley de propagación de incertidumbres para el cálculo de otros aportes a la incertidumbre. Asimismo, la función $y(x_1, x_2, x_3, \text{ect})$ depende de varios parámetros $x_1, x_2, x_3, \dots, C_i$ es el coeficiente de sensibilidad evaluado como $C_i = \frac{\partial y}{\partial x_i}$, la diferencia parcial de y con respecto de x_i y $u(y, x_i)$ representa la incertidumbre en y derivada de la incertidumbre en x_i .

Incertidumbre expandida: La incertidumbre expandida U se obtiene al multiplicar la incertidumbre estándar combinada $u_c(y)$ por un factor de cobertura k , tal como se observa en la ecuación (4). La elección del factor k se basa en el nivel de confianza, siendo que para un nivel aproximado del 95%, k es igual a 2. La incertidumbre expandida proporciona un intervalo en el que se cree que está el valor del mensurando

a un nivel de confianza determinado (Eurachem; Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry, 2012).

$$U = k * u_c(y) \quad (4)$$

Incertidumbre asociada al proceso de pesada: La incertidumbre asociada al proceso de pesada se estima mediante la ecuación (5) (Maroto, Boqué, Riu, & Rius).

$$u(m) = \sqrt{u_{calibración}^2 + u_{medida}^2 + u_{deriva}^2} \quad (5)$$

Incertidumbre de la calibración: La incertidumbre asociada a la calibración de la balanza se estima con información del certificado de calibración. En el certificado debe figurar la corrección c_i y su incertidumbre asociada $U(c_i)$. Para obtener la incertidumbre estándar $u(c_i)$, se divide la incertidumbre $U(c_i)$ entre el factor de cobertura indicado en el certificado de calibración y normalmente igual a 2. La ecuación (6) muestra la estimación de la $u_{calibración}$.

$$u_{(calibración)} = \sqrt{\left(\frac{U(c_i)}{2}\right)^2 + c_i^2} \quad (6)$$

Donde:

$U(c_i)$: Incertidumbre expandida que se detalla en el certificado de calibración

C_i : Diferencia entre la masa observada y la lectura corregida de la balanza detallado en el último certificado de calibración.

Estimación de la incertidumbre de medida U_{medida} : La incertidumbre de la medida de la masa depende de la precisión y resolución de la balanza acorde a lo indicado en la ecuación (7).

$$u_{(medida)} = \sqrt{(s(\bar{m}_i))^2 + \frac{res^2}{12}} \quad (7)$$

Donde:

$s(\bar{m}_1)$: Desviación estándar de los últimos 30 registros de verificación de la balanza para la pesa patrón 0.100 g.

Res.: Resolución de la balanza e igual a 0.0001 g.

Estimación de la incertidumbre de la deriva U_{deriva} : La incertidumbre de la deriva tiene 2 componentes, el primero es la $u(d_{cal})$ debida a la descalibración de la balanza en el tiempo y estimada en la ecuación 9, y la segunda es la incertidumbre $u(d_t)$ asociada al error debido a la diferencia entre la temperatura a la que se calibra la balanza y la temperatura a la que se pesa la muestra, estimada en la ecuación 10.

$$u_{(deriva)} = \sqrt{(u(d_{cal}))^2 + u(d_t)^2} \quad (8)$$

Donde:

$u(d_{cal})$: Incertidumbre por deriva-tiempo

$u(d_t)$: Incertidumbre por deriva-temperatura

$$u(d_{cal}) = \sqrt{\frac{(c_1 - c_2)^2}{3}} \quad (9)$$

Donde:

C1: Diferencia entre la masa observada y la lectura corregida de la balanza detallado en el último certificado de calibración.

C1: Diferencia entre la masa observada y la lectura corregida de la balanza detallado en el penúltimo certificado de calibración.

$$u(d_T) = \frac{\text{sen} \cdot \Delta T m_{pat,i}}{\sqrt{3}} \quad (10)$$

Donde:

sen: Sensibilidad debida a los cambios de temperatura y dada en las especificaciones de la balanza.

ΔT : Diferencia entre las temperaturas de pesado y calibración.

$m_{pat,i}$: Valor de referencia de masa patrón

C. Pruebas estadísticas

• Prueba de normalidad Anderson Darling

Previamente a la evaluación de los parámetros establecidos en el plan de validación, es indispensable realizar la evaluación la distribución de los datos recopilados para el método de ensayo.

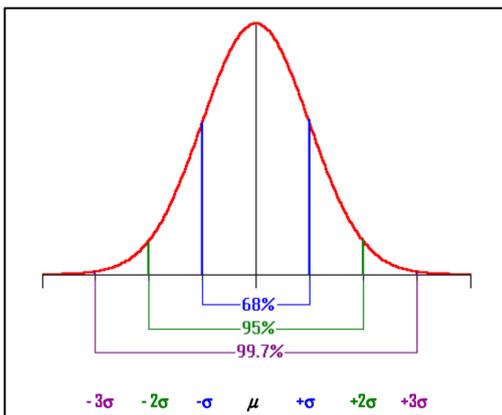
Una distribución normal se refiere a una distribución continua conocida también conocida como distribución Gaussiana, la distribución de una variable normal se encuentra determinada por dos variables: su media μ y su desviación estándar σ .

La distribución normal se caracteriza por tener una única moda, que coincide con su media y su mediana. La gráfica corresponde a una curva normal con forma similar a una campana, conocida como la campana de Gauss, la cual es simétrica respecto a su media y asintótica al eje de abscisas, esto hace que cualquier valor entre $-\infty$ y $+\infty$ sea teóricamente posible.

Acorde a lo observado en la Figura N° 36 la probabilidad de que X_0 caiga en $\mu \pm s$ es de aproximadamente 68.27%, en $\mu \pm 2s$ es de 95.45% y de $\mu \pm 3s$ es de 99.73%.

Figura 36

Distribución normal de datos



Nota: Curva de distribución normal de datos. Adaptado de *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: "Aspectos generales sobre la validación de métodos"* (p. 10), por B.Duffau, F.Rojas, L.Roa, L.Rodriguez, M.Soto, M.Aguilera, S.Sandoval, 2010, Instituto de Salud Pública de Chile.

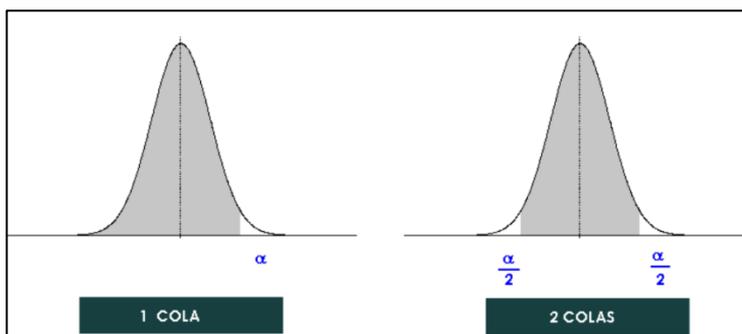
Nivel de significancia (Alfa α): Es utilizado para calcular el nivel de confianza. Es igual a 100% ($1-\alpha$), es decir, un alfa (α) de 0.05 indica un nivel de confianza de 95%.

El nivel de significancia es usualmente utilizado durante el proceso de validación de los métodos analíticos. En este caso, al hacer una prueba de significancia se comprueba la veracidad de una hipótesis experimental H_1 , llamada “hipótesis alternativa” con respecto a la hipótesis nula H_0 .

La hipótesis alterna determina el número de colas. La prueba será de una cola en caso la hipótesis alterna contenga frases como “mayor que” o “menor que”; caso contrario, la prueba será de dos colas si la hipótesis alterna empieza con la frase “No es igual que”. La Figura 37 representa el nivel de significancia de las pruebas estadísticas.

Figura 37

Prueba de una cola y de dos colas



Nota: Una cola equivalente a “<” o “>”, dos colas equivalente a “ \neq ”. Adaptado de *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: “Aspectos generales sobre la validación de métodos”* (p. 11), por B.Duffau, F.Rojas, L.Roa, L.Rodriguez, M.Soto, M.Aguilera, S.Sandoval, 2010, Instituto de Salud Pública de Chile.

La prueba de Anderson Darling es utilizada para evaluar si los datos presentan distribución normal, esta se basa en las desviaciones de las distribuciones acumuladas experimentales respecto a las teóricas o supuestas. Si los datos no se distribuyen de acuerdo con el supuesto teórico, las distancias de las distribuciones acumuladas teóricas y experimental crecen y se hacen distintas.

La hipótesis nula H_0 sostiene que los datos siguen una distribución normal, mientras que la hipótesis alterna H_1 sostiene que los datos no siguen una distribución

normal. El estadístico de prueba es denotado como A^2 y se obtiene mediante la ecuación (11) (Jantschi & Bolboaca, 2018).

$$A^2 = AD - n \tag{11}$$

Donde:

$$AD = \left(\frac{1}{n}\right) \sum_{i=1}^n (1 - 2i) [\ln F(Z_i) + \ln(1 - F(Z_{n+1-i}))]$$

n: Representa el número de observaciones

Z: Variable creada por medio de una transformación llamada estandarización, siendo que σ representa la desviación estándar del conjunto de datos y X_i los datos obtenidos ordenados de menor a mayor.

$$Z_i = \frac{X_i - m}{s} \tag{12}$$

F(Z): Distribución de probabilidades acumulada normal con media igual a 0 y varianza igual a 1 a partir de la muestra.

La hipótesis nula se acepta con un nivel de significancia α si:

$$A^2 < A_{crítico}^2 \left(1 + \frac{0.75}{n} + \frac{2.25}{n^2}\right) \tag{13}$$

En la Tabla 6 se presentan los valores críticos para la prueba de Anderson Darling.

Tabla 6:
Valores críticos para la prueba de Anderson Darling a diferentes niveles de significancia

α	0.1	0.05	0.025	0.01
$A_{crítico}^2$	0.631	0.752	0.873	1.035

Nota: Adaptado de “Computation of Probability Associated with Anderson-Darling Statistic” (p.3), por L. Jantschi y S. Bolboaca, 2018, *Mathematics*.

Cabe indicar que en el estadístico de la prueba también se puede expresar en términos del P_{value} , el cual se calcula tal y como se detalla en la Tabla 7 (Jantschi & Bolboaca, 2018). Si el p value es mayor a 0.05 se acepta la hipótesis nula y los datos presentan una distribución normal.

Tabla 7:
Fórmulas para el cálculo del p-value

Estadístico Anderson-Darling	Fórmula para el cálculo del p-value
$AD \geq 0.6$	$\exp(1.2937 - 5.709 \cdot (AD^*) + 0.0186 \cdot (AD^*)^2)$
$0.34 < AD^* < 0.6$	$\exp(0.9177 - 4.279 \cdot (AD^*) - 1.38 \cdot (AD^*)^2)$
$0.2 < AD^* < 0.34$	$1 - \exp(-8.318 + 42.796 \cdot (AD^*) - 59.938 \cdot (AD^*)^2)$
$AD^* \leq 0.2$	$1 - \exp(-13.436 + 101.14 \cdot (AD^*) - 223.73 \cdot (AD^*)^2)$

Nota: Adaptado de "Computation of Probability Associated with Anderson-Darling Statistic" (p.3), por L. Jantschi y S. Bolboaca, 2018, *Mathematics*.

- **Prueba de Grubbs para datos atípicos**

Para la evaluación de los valores atípicos se utilizará la prueba de Grubbs con el fin de detectar valores atípicos en un conjunto de datos suponiendo que éstos presentan una distribución normal.

La hipótesis nula H_0 para esta prueba es "No hay datos atípicos en la muestra", mientras que la hipótesis alterna H_1 es "Hay al menos un dato atípico".

El estadístico de prueba es $G_{experimental}$, expresado en la ecuación (14), el cual si es menor a un valor crítico establecido para cada nivel de significancia entonces se acepta la hipótesis nula y se concluye que no hay dato atípico.

$$G_{experimental} = \frac{\max|X_i - \bar{X}|}{S_r} \quad (14)$$

Donde \bar{X} se refiere al promedio del conjunto de datos, X_i se refiere al dato a ser evaluado y S_r a la desviación estándar.

- **Prueba de h,k Mandel**

La prueba h,k Mandel se utiliza para detectar si un factor (en este caso analistas) reporta promedio o varianzas estadísticamente diferentes a los demás.

En la prueba de h Mandel se plantean la hipótesis nula H_0 en la cual se indica que los analistas reportan promedios iguales y la hipótesis alterna H_1 en la cual se indica que al menos un analista reporta un promedio distinto.

En la ecuación (15) (International Organization for Standardization, 1994) se observa el cálculo para hallar el estadístico de prueba es $h_{experimental}$, el cual si es

menor o igual al valor crítico para un nivel de significancia $\alpha = 0,05$, se acepta la hipótesis nula concluyéndose que los analistas reportan promedios iguales.

$$h_{experimental} = \frac{abs|P_i - \bar{P}|}{S_R} \quad (15)$$

$$\bar{P} = \frac{\sum_{i=1}^n X_i}{n} \quad (16)$$

Donde P_i se refiere al promedio de valores obtenidos por cada analista, \bar{P} se refiere al gran promedio o promedio de los 'n' totales valores obtenidos por todos los analistas y S_R a la desviación estándar de los promedios de todos los analistas.

En la ecuación (17) (International Organization for Standardization, 1994) se observa el cálculo para hallar el estadístico de prueba es $k_{experimental}$, el cual si es menor o igual al valor crítico para un nivel de significancia $\alpha = 0,05$, se acepta la hipótesis nula concluyéndose que los analistas reportan varianzas iguales.

$$K = \frac{S_i}{\bar{S}} \quad (17)$$

$$\bar{S} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p S_i^2}{p}} \quad (18)$$

Donde S_i representa la varianza de cada analista y 'p' el número total de analistas. En la prueba de K Mandel se plantean la hipótesis nula H_0 en la cual se indica que los analistas reportan varianzas iguales y la hipótesis alterna H_1 en la cual se indica que al menos un analista reporta una varianza distinta.

- **Pruebas para evaluar la precisión**

La precisión se evalúa en condiciones de repetibilidad, precisión intermedia y reproducibilidad. La repetibilidad se calcula efectuando un aproximado de 10 análisis y se puede expresar en términos de desviación estándar S_r , desviación estándar relativa RSD_r o como coeficiente de varianza $CV\%$ (Delgado, 2009). La ecuación (19) representa el cálculo para la repetibilidad.

$$S_r = \sqrt{DCM_w} \quad (19)$$

Donde S_r corresponde a la desviación estándar en condiciones de repetibilidad y DCM_w a la varianza dentro del grupo calculada utilizando el análisis de datos ANOVA

en el software Excel. La desviación estándar de reproducibilidad se calcula mediante la ecuación (20).

$$S_L^2 = \frac{DCM_B - DCM_W}{n} \quad (20)$$

$$S_R = \sqrt{S_r^2 + S_L^2} \quad (21)$$

Donde S_R es la desviación estándar de reproducibilidad, S_r la desviación estándar de repetibilidad, S_L la contribución a la variación total del factor de agrupamiento, n el número de observaciones por analista y DCM_B la varianza calculada entre grupos. Al igual que la DCM_W , la DCM_B será calculada utilizando el análisis de datos ANOVA en el software Excel.

Análisis de varianza ANOVA

El análisis de varianza (ANOVA) permite estudiar el efecto de uno o más factores sobre la media de una variable (Lisintuña Correa, 2018), pero también puede generalizarse para evaluar los efectos de los factores sobre la varianza de una variable. El ANOVA estructura y valida datos teniendo en cuenta las fuentes de variabilidad y atribuyendo la heterogeneidad a factores relevantes.

Los resultados pueden ser agrupados considerando variables como analista, laboratorio, método, etc., la variación total del conjunto de datos se calcula mediante la combinación de las varianzas dentro-grupos y entre-grupos. El ANOVA de un factor es el más sencillo puesto que considera una sola variable o factor.

A continuación, se muestra la metodología de cálculo para la ANOVA considerando un único factor analista.

1° Calcular la sumatoria de las observaciones y de los cuadrados de las observaciones de cada analista, así como la sumatoria total, acorde a la Tabla 9.

2° Calcular la suma total de los cuadrados, acorde a la ecuación (22)

$$SDC_T = \sum_{j=1}^{j=n'} \sum_{i=1}^{i=n} x_{ni}^2 - \frac{(\sum_{j=1}^{j=n'} \sum_{i=1}^{i=n} x_{ji})^2}{N} \quad (22)$$

Donde $N = n \times n'$.

Tabla 8:
Observaciones por analista para la prueba ANOVA

n= Observaciones	Analista 1	Analista 2	...Analista n'
1	X ₁₁	X ₂₁	X _{n'1}
2	X ₁₂	X ₂₂	X _{n'2}
.	.	.	.
.	.	.	.
n	X _{1n}	X _{2n}	X _{n'n}

Nota: n observaciones de n' analistas. Adaptado de *Propuesta de un procedimiento de validación y cálculo de incertidumbre para ensayos de compresión en cilindros de hormigón-caso de aplicación LEMSUR-EPN* (p.79), por S. Lisintuña, 2018, Facultad de Ingeniería Civil y Ambiental de la Escuela Politécnica Nacional.

Tabla 9:
Sumatoria de las observaciones y de los cuadrados de las observaciones para la prueba ANOVA

Analista 1	Analista 2	...Analista n'	Cálculo
$\sum_{i=1}^{i=n} x_{1i}$	$\sum_{i=1}^{i=n} x_{2i}$	$\sum_{i=1}^{i=n} x_{n'i}$	$\sum_{j=1}^{j=n'} \sum_{i=1}^{i=n} x_{ji}$
$\sum_{i=1}^{i=n} (x_{1i}^2)$	$\sum_{i=1}^{i=n} (x_{2i}^2)$	$\sum_{i=1}^{i=n} (x_{n'i}^2)$	$\sum_{j=1}^{j=n'} \sum_{i=1}^{i=n} x_{n'ji}^2$

Nota: n observaciones de n' analistas.

3º Calcular la suma de cuadrados entre grupos, acorde a la ecuación (23):

$$SDC_B = \frac{(\sum_{i=1}^{i=n} x_{1i})^2}{n} + \frac{(\sum_{i=1}^{i=n} x_{2i})^2}{n} + \dots + \frac{(\sum_{i=1}^{i=n} x_{n'i})^2}{n} - \frac{(\sum_{j=1}^{j=n'} \sum_{i=1}^{i=n} x_{ji})^2}{N} \quad (23)$$

4º Calcular la suma de cuadrados residuales o dentro de los grupos acorde a la ecuación (24):

$$SDC_w = SDC_T - SDC_B \quad (24)$$

5º Calcular la diferencia de cuadrados medios acorde a la Tabla 10

Tabla 10:
Resumen ANOVA

Origen de la varianza	Grados de libertad	Suma de cuadrados (SDC)	Diferencia de cuadrados medios (DCM)
Entre grupos	n'-1	SDC _B	$DCM_B = \frac{SDC_B}{n' - 1}$

Origen de la varianza	Grados de libertad	Suma de cuadrados (SDC)	Diferencia de cuadrados medios (DCM)
Dentro del grupo	N-n'-2	SDC_w	$DCM_w = \frac{SDC_w}{N - n' - 2}$
Total (T)	N-1	SDC_T	$DCM_T = \frac{SDC_T}{N - 1}$

Nota: Adaptado de *Propuesta de un procedimiento de validación y cálculo de incertidumbre para ensayos de compresión en cilindros de hormigón-caso de aplicación LEMSUR-EPN* (p.79), por S. Lisintuña, 2018, Facultad de Ingeniería Civil y Ambiental de la Escuela Politécnica Nacional.

Prueba Bartlett para evaluar la precisión entre analistas

La prueba de Bartlett es un procedimiento utilizado para evaluar la igualdad de la varianza en diferentes poblaciones. Esta prueba evalúa si las varianzas de las poblaciones de las que se extraen diferentes muestras son iguales. El test de Bartlett para evaluar la homogeneidad de varianzas se basa en el estadístico chi-cuadrado con (k-1) grados de libertad, donde k representa el número de categorías o grupos de la variable independiente (Hossein & Lovric, 2011). En esta prueba la hipótesis nula plantea igualdad de varianzas:

$$H_0: s_1^2 = s_2^2 = \dots = s_k^2$$

Mientras que la hipótesis alterna plantea que las poblaciones tienen varianzas estadísticamente distintas. El estadístico χ^2 , expresado en la ecuación (25), es utilizado para modelar la varianza de muestras estadísticamente que provienen de poblaciones con distribución normal. El valor referencial en este caso es una medida de dispersión de la población estadística de la que se presume que puede venir el conjunto de datos que se estudia.

$$X^2 = \frac{1}{c} [\sum_{i=1}^k (n_i - 1) \ln S_p^2 - \sum_{i=1}^k (n_i - 1) \ln S_i^2] \quad (25)$$

$$C = 1 + \frac{1}{3(k-1)} \left[\sum \frac{1}{n_i - 1} - \frac{1}{\sum (n_i - 1)} \right]$$

Donde S_i^2 corresponde a la varianza del analista “i”, S_p^2 es la varianza ponderada de los analistas y n_i el número de datos obtenido por cada analista:

$$S_p^2 = \frac{\sum(n_i-1)S_i^2}{\sum(n_i-1)} \quad (26)$$

$P_{value} = \text{DISTR.CHI}(x^2_{calculado}; K-1)$; donde K= número de analistas

Si $P_{value} < \alpha = 0,05$, entonces por lo menos uno de los analistas presenta distinta varianza.

- **Prueba T-Student para evaluar veracidad**

La prueba de T student se utiliza para contrastar hipótesis sobre medias en muestras con distribución normal. Para ello se calcula el estadístico experimental “ t_{exp} ” expresado en la ecuación 23 (Miller & Miller, 2010) y se compara con el estadístico teórico “ t_{tabla} ” de dos colas y al 95% de confianza. Si el valor absoluto de t_{exp} es mayor al t_{tabla} o el p-value expresado en la ecuación 24 (Microsoft, n.d.) es mayor a 0.05, entonces el promedio de datos no coincide con el valor de referencia.

La hipótesis nula H_0 plantea que el promedio de datos no difiere significativamente del valor de referencia, y la hipótesis alterna H_i plantea que el promedio de datos sí difiere significativamente del valor de referencia.

$$t_{exp} = \frac{|\bar{x} - \mu|}{\sqrt{u(C_{ref})^2 + \frac{S_r^2}{n}}} \quad (27)$$

$$P_{value} = \text{Distr.T}(t_{exp}; n - 1; 2) \quad (28)$$

Donde \bar{x} es el promedio del conjunto de datos, μ es el valor de referencia, n el número de ensayos, S_r la desviación estándar, $u(C_{ref})$ la incertidumbre combinada asociada al valor de referencia y estimada como la incertidumbre expandida $U(C_{ref})$ entre el factor de cobertura. El valor de la incertidumbre expandida se muestra en el Informe de Ensayo y el factor de cobertura $k=2$ al 95% de confianza. Los grados de libertad se calculan como $n-1$. Si el valor del t_{exp} es menor al valor teórico de dos colas a un $\alpha=0.05$ o en su defecto si el $P_{value} \geq 0.05$ se acepta la hipótesis nula (Boqué, Maroto, Riu, & Xavier Rius, 2002).

- **Prueba de Youden-Steiner para evaluar la robustez**

Para la evaluación de la robustez se recurrió al esquema de Youden y Steiner, en este esquema K^+ representa las variables del método normalizado y K^- a las variables de las modificaciones realizadas.

La Figura 38 muestra el esquema Youden y Steiner. Se efectúan 8 análisis en total, cada resultado con una combinación diferente de las variables se representado por Y , siendo Y_{K^+} el promedio de los resultados con combinaciones que incluyen la variable K^+ y Y_{K^-} el promedio de los resultados con combinaciones que incluyen la variable K^- . El cálculo de Y_{K^+} y Y_{K^-} se indican en las ecuaciones (29) y (30).

Figura 38

Prueba de Youden Steiner

Observaciones	Factores							Resultados
	A	B	C	D	E	F	G	
1	+	+	+	+	+	+	+	Y_1
2	+	+	-	+	-	-	-	Y_2
3	+	-	+	-	+	-	-	Y_3
4	+	-	-	-	-	+	+	Y_4
5	-	+	+	-	-	+	-	Y_5
6	-	+	-	-	+	-	+	Y_6
7	-	-	+	+	-	-	+	Y_7
8	-	-	-	+	+	+	-	Y_8

Nota: Ocho pruebas para hasta siete variables.

Se calculan las diferencias entre Y_{K^+} y Y_{K^-} y se comparan con la expresión $\sqrt{2}S_r$, siendo el valor de S_r la desviación estándar del estudio en condiciones de repetibilidad. Las diferencias superiores en valor absoluto a $\sqrt{2}S_r$ se consideraron significativas y determinan si un factor tiene influencia importante (Bedregal , Patricia; Torres, Blanca; Ubillús, Marco; Mendoza, Pablo; Departamento de Química. Instituto Peruano de Energía Nuclear, 2007).

Si las diferencias entre Y_{K^+} y Y_{K^-} es menor a $\sqrt{2}S_r$, entonces el factor evaluado no tiene influencia importante y el método es robusto.

$$Y_{K^+} = \frac{\sum_{i=1}^{n=4} X_{K_i^+}}{4} \quad (29)$$

$$Y_{K^-} = \frac{\sum_{i=1}^{n=4} X_{K_i^-}}{4} \quad (30)$$

K= A, B, C, D, E, F, G

Donde K se refiere a los factores de variabilidad o modificaciones realizadas al método como cantidad de reactivo, tiempo de análisis y reactivo de enjuague.

- **Estimación de la incertidumbre**

La estimación de la incertidumbre combinada y expandida se realiza acorde a las ecuaciones (3) y (4) respectivamente. La expresión $\sum_{i=1,r} C_i^2 u(x_i)^2$ de la ecuación (3) corresponde a la incertidumbre debido al modelo matemático. Para la estimación de la incertidumbre del modelo matemático se debe identificar las fuentes de incertidumbre asociadas. Para el caso específico de cuantificación de fibras por gravimetría, la fibra a cuantificar se calcula en términos porcentuales mediante la diferencia de masas antes y después de la digestión de la muestra.

Modelo matemático: El modelo matemático para el cálculo del porcentaje en peso de la fibra textil es el siguiente:

$$\%Fibra\ textil = \frac{(m_i - m_f)}{m_i} \times 100 \quad (31)$$

Donde m_i y m_f corresponden a la masa inicial y final de la muestra textil.

Identificación de las fuentes de incertidumbre: Las fuentes de incertidumbre están asociadas al pesado de las masas iniciales y finales (modeo matemático), al sesgo y a la precisión de los analistas. La Figura 39 representa las fuentes de incertidumbre.

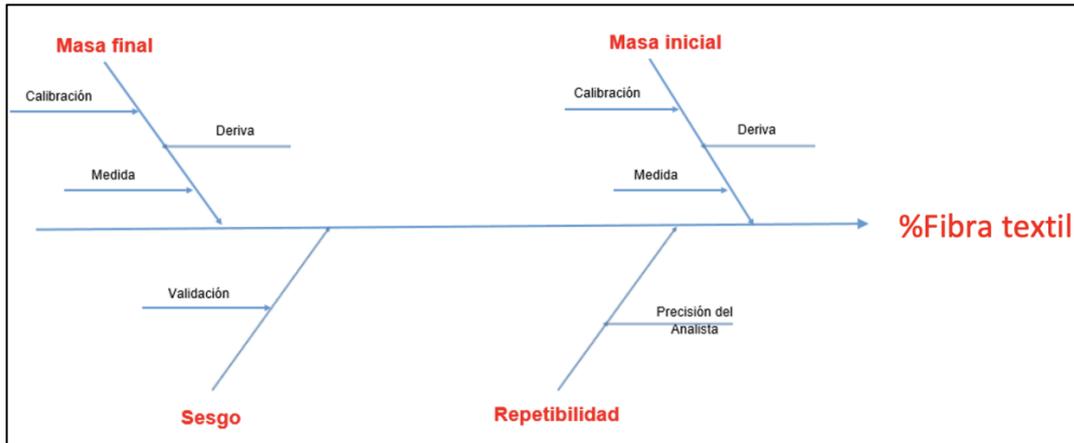
Estimación de la incertidumbre expandida

$$U = k * u_{\%fibra\ textil} \quad (32)$$

El valor de k corresponde al factor de cobertura. La $u_{\%fibra\ textil}$ representa a la incertidumbre combinada.

Figura 39

Fuentes de incertidumbre



Nota: Diagrama de fuentes de incertidumbre para el cálculo de la incertidumbre.

Estimación de la incertidumbre combinada ($u_{\%fibra\ textil}$)

$$u_{\%fibra\ textil} = \sqrt{u_{repetibilidad}^2 + u_{sesgo}^2 + u_y^2} \quad (33)$$

La incertidumbre debido al modelo matemático se representa mediante u_y .

Estimación de la incertidumbre debido al modelo matemático: La expresión $\sum_{i=1,r} C_i^2 u(x_i)^2$ de la ecuación. (3) corresponde al aporte de la incertidumbre debido al modelo matemático y los coeficientes de sensibilidad C_i se calculan como la derivada parcial de la función $y(x_1, x_2, x_3, ect)$ en x_i . Al aplicar las derivadas parciales a la ecuación (31) respecto a las variables m_i y m_f , se obtienen los coeficientes c_{mi} y c_{mf} .

$$c_{mi} = \frac{\partial y}{\partial m_i} = 100 * \frac{m_f}{m_i^2} \quad (34)$$

$$c_{mf} = \frac{\partial y}{\partial m_f} = -\frac{100}{m_i} \quad (35)$$

$$u_y = \sqrt{(c_{mi})^2 * u_{mi}^2 + (c_{mf})^2 * u_{mf}^2} \quad (36)$$

Al aplicar (34) y (35) en (36) se obtiene la ecuación para la estimación de la incertidumbre debido al modelo matemático.

$$u_y = \frac{100 * m_f}{m_i} \sqrt{\left(\frac{u_{mi}}{m_i}\right)^2 + \left(\frac{u_{mf}}{m_f}\right)^2} \quad (37)$$

Acorde a la Figura 39 los componentes de la incertidumbre asociada a la pesada de la masas iniciales y finales son la incertidumbre debido a la calibración de la balanza, incertidumbre debido a la medida, y la incertidumbre debido a la deriva.

$$u_{(m)} = \sqrt{u_{\text{calibración}}^2 + u_{\text{medida}}^2 + u_{\text{deriva}}^2} \quad (38)$$

2.2 Marco conceptual

2.2.1 Acabado textil

El acabado textil se refiere a una serie de operaciones físicas o químicas realizadas en un textil para mejorar, conservar u otorgar propiedades específicas que añaden valor o funcionalidad.

Los acabados físicos se realizan con medios mecánicos con el fin de generar fricción, temperatura, presión, tensión y así lograr acabados como el perchado (capa de pelo que cubre la superficie del tejido) en telas polares, el calandrado (brillosidad en la superficie) en telas sintéticas, entre otros.

Los acabados químicos implican la aplicación de sustancias provenientes de la síntesis de productos químicos o naturales, que se unen a las fibras de manera más o menos permanente. Entre los acabados químicos tenemos al revestimiento y el recubrimiento, los cuales serán materia de estudio en la presente sección.

2.2.2 Perchado

Operación mecánica mediante la cual las fibras son llevadas a la superficie del textil, formándose una densa capa, incrementado la suavidad y generando un efecto aislante y más abrigador. (Lockuán Lavado, 2012)

2.2.3 Esmerilado

El esmerilado es un acabado textil mediante el cual el textil se hace pasar por una máquina con unos rodillos tipo lija, con el fin de obtener un textil con tacto más suave similar a la piel de durazno. (Lockuán Lavado, 2012).

2.2.4 Substrato textil

Los substratos textiles como las telas son utilizados como soporte para el proceso de recubrimiento y laminado, siendo que propiedades tales como tamaño y composición de las fibras, forma de la sección transversal y construcción del tejido determinan la buena adherencia del substrato. Hay muchas combinaciones, pero las más comunes son telas/polímero de recubrimiento, tela/láminas no celulares y tela/laminas celulares.

El tamaño de la fibra y la forma de su sección transversal afecta la penetración del recubrimiento, las fibras pequeñas tienen gran área superficial lo cual conduce a un mayor contacto con el recubrimiento mejorando la fuerza de adhesión.

Las fibras celulósicas como algodón y rayón viscosa tienen alta afinidad por adhesivos polares, sin embargo, las telas de fibras polipropileno y polietileno son de naturaleza no polar por lo que es necesario utilizar auxiliares humectantes para mejorar la adherencia con recubrimientos o adhesivos polares. (Shim, Bonding requirements in coating and laminating of textiles, 2013)

Los tejidos de trama y urdimbre son los más utilizados para el proceso de recubrimiento o revestimiento ya que cuentan con una estructura rígida con poco estiramiento a diferencia de los tejidos de punto los cuales tienen a estirarse.

2.2.5 Plástico no celular

Los plásticos no celulares se presentan en forma de una lámina delgada sin porosidad, altamente rígida. Los films utilizados frecuentemente son de polímeros orgánicos tales como PVC, poliuretano, polipropileno y polietileno.

2.2.6 Plástico celular

El plástico celular es un plástico que presenta numerosas células (abiertas, cerradas o ambas) repartidas en toda su masa. Comprende el plástico esponjoso, el plástico expandido y el plástico microporoso o microcelular. Puede ser flexible o rígido.

Los plásticos celulares también puede ser de polímeros de poliuretano, polietileno, etil vinil acetato (EVA), etc. (Ministerio de Economía y Finanzas, 2022).

Capítulo III. Desarrollo del trabajo de investigación

3.1 Equipos y reactivos

3.1.1 Identificación de fibras textiles, recubrimientos y revestimientos textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR).

- Pinzas
- Espectrofotómetro FTIR Perkin Elmer Spectrum 100

3.1.2 Cuantificación de fibras textiles mediante análisis gravimétricos.

Equipos:

- Microscopio Trinocular Nikon
- Espectrofotómetro FTIR Perkin Elmer Spectrum 100
- Encendedor
- Pinzas
- Plancha de calentamiento
- Balanza analítica 0.1 mg

Reactivos:

- Ácido Sulfúrico al 70% (V/V)
- N,N Dimetilformamida P.A
- Ácido Fórmico 88-100%

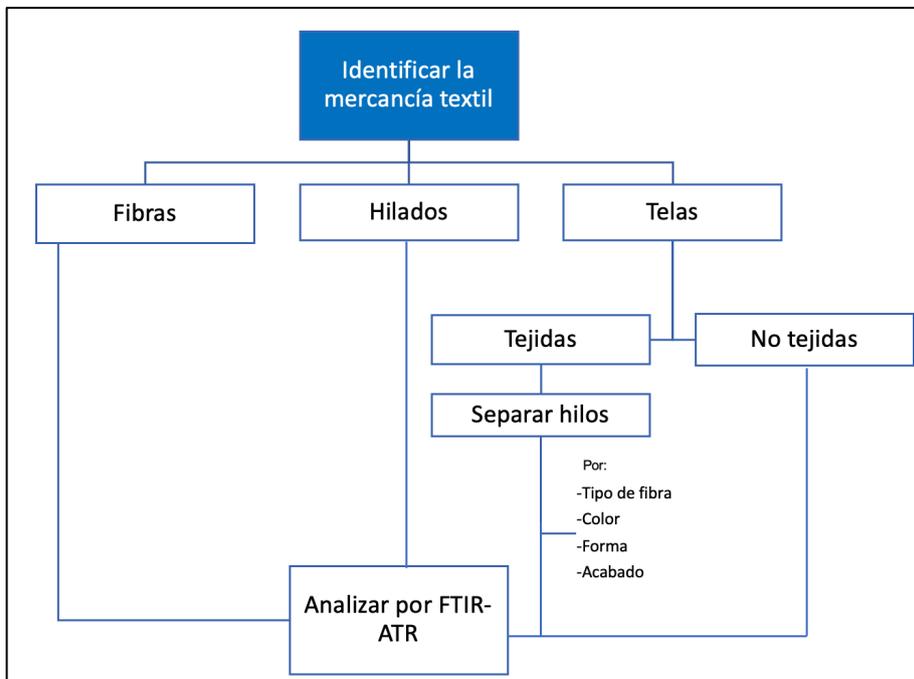
3.2 Procedimiento experimental

3.2.1 Identificación de fibras textiles, recubrimientos y revestimientos textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR).

A. Identificación de fibras textiles

Las mercancías textiles generalmente se presentan como fibras, hilados y telas. Si la materia textil se trata de telas tejidas, se procede a destejer y separar los hilos acorde a sus características físicas tales como tipo de fibra (discontinua o filamento), color, forma, acabado, etc, y se procede a analizarlas independientemente; caso contrario se analiza una porción de la muestra textil tal y como se presenta. Seguidamente, haciendo uso de las pinzas se coloca la porción textil o los hilos en la plataforma circular en la cual se encuentra el cristal ATR del equipo infrarrojo, y se procede a prensar la porción textil o el hilo hasta que se muestre el espectro infrarrojo en el monitor del computador, tal y como se indica en el flujograma de la Figura N° 40.

Figura 40:
Flujograma para la identificación de fibras mediante espectroscopía FTIR-ATR.



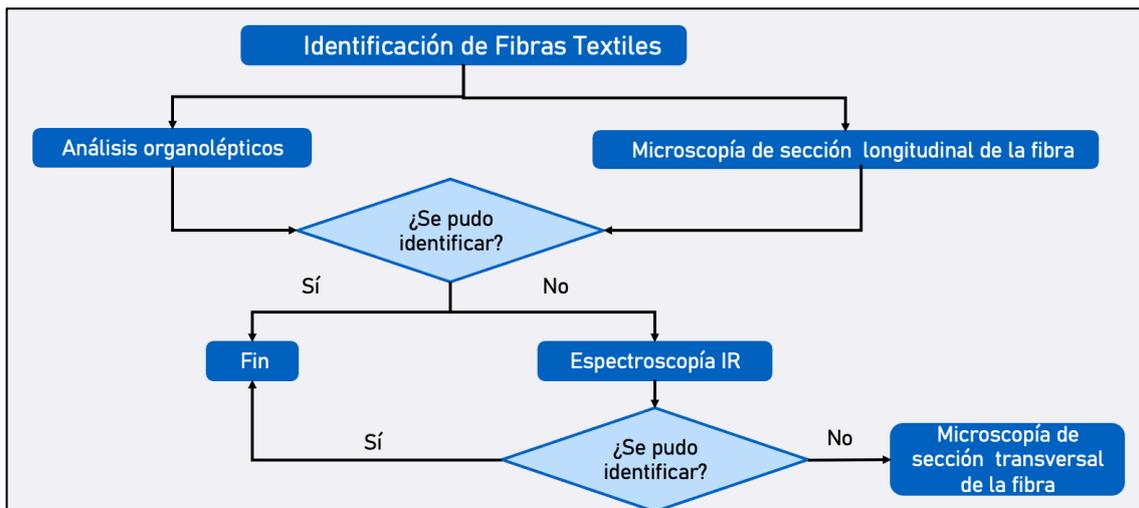
B. Identificación de los recubrimientos y revestimientos textiles

Los revestimientos y recubrimientos textiles se encuentran en la superficie de la materia textil, por lo que para su identificación se coloca la superficie del textil directamente al cristal ATR del equipo infrarrojo y se procede a prensar hasta que se muestre el espectro infrarrojo en el monitor del computador. Cabe indicar que ambas caras del textil deben ser analizadas a fin de determinar si el recubrimiento o revestimiento se encuentra en una o en ambas caras del textil.

3.2.2 Cuantificación de fibras textiles mediante análisis gravimétricos.

Previamente a la cuantificación se realiza la identificación de fibras textiles mediante análisis organolépticos, microscopía de la sección longitudinal y transversal y análisis de FTIR-ATR, siguiendo el flujograma de la Figura N° 41.

Figura 41:
Flujograma para la identificación de fibras textiles



Una vez identificadas las fibras textiles, se procede a cortar dos réplicas de la materia textil en porciones de pesos iguales o mayores a 0.25 g, si se trata de tejidos, se desteje y los hilos se transfieren a vasos de 100 ml.

Seguidamente se pesan las réplicas en una balanza de 1 mg de precisión y se agrega el reactivo selectivo a la fibra a cuantificar en una proporción de 10 ml por cada 0.10 g de la muestra textil.

Posteriormente los vasos se mantienen dentro de la campana de extracción ya sea a temperatura ambiente o en la plancha de calentamiento a condiciones de tiempo y temperatura indicadas en la Tabla N° 11, agitando con una bagueta cada 5 minutos. La Figura N° 42 muestra el flujograma para el método de cuantificación del contenido de fibras textiles.

Tabla 11:

Métodos de ensayo

Método de ensayo	Alcance	Fibra textil cuantificable	Solvente	Temperatura/Tiempo	Reactivo de enjuague
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano (elastómero)- Poliéster	Poliuretano (elastómero)	Ácido Sulfúrico	120° C/ 8 ‘	Agua y jabón
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico- Algodón	Acrílico	Dimetilformamida P.A.	175 °C/ 30 ‘	Agua
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida (nylon)- Algodón	Poliamida (nylon)	Ácido Fórmico 88-100%	Temperatura ambiente/ 15 ‘	Agua caliente/agua fría con jabón/agua fría

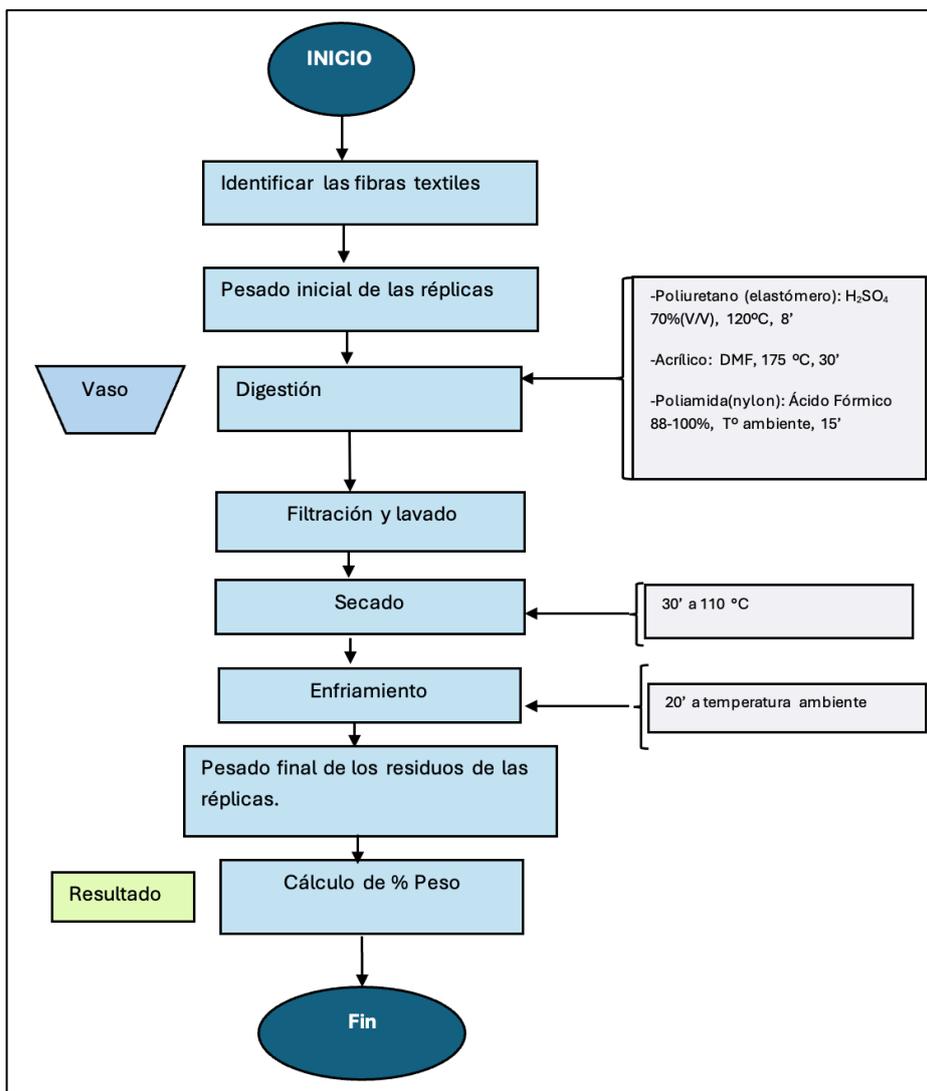
Una vez culminada la digestión se retira los vasos y se filtra el solvente con ayuda de un crisol filtrante. Los residuos de las réplicas son lavados con los solventes

indicados en la Tabla N° 11 y secados en la estufa a una temperatura de 100 °C por un espacio de 30 minutos.

Culminado el tiempo de secado, los residuos de las réplicas se dejan reposar a temperatura ambiente hasta enfriar, por un espacio de 20 minutos aproximadamente. Finalmente se pesan los residuos, se realiza el cálculo del contenido de fibras textiles en términos de porcentaje en peso y se promedian los resultados obtenidos.

Figura 42:

Flujograma para los métodos de cuantificación de la fibras textiles poliuretano en mezclas con poliéster, acrílico en mezclas con algodón y poliamida(nylon) en mezclas con algodón.



Capítulo IV. Análisis y discusión de resultados

4.1 Identificación de fibras textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)

4.1.1 Fibras naturales vegetales

Las fibras naturales vegetales están compuestas por celulosa, hemicelulosa, lignina, entre otros. La Figura 43 muestra los espectros infrarrojos de las fibras vegetales, al estar compuestas mayoritariamente por celulosa, el espectro muestra los picos asociados a los grupos funcionales de la estructura de la celulosa.

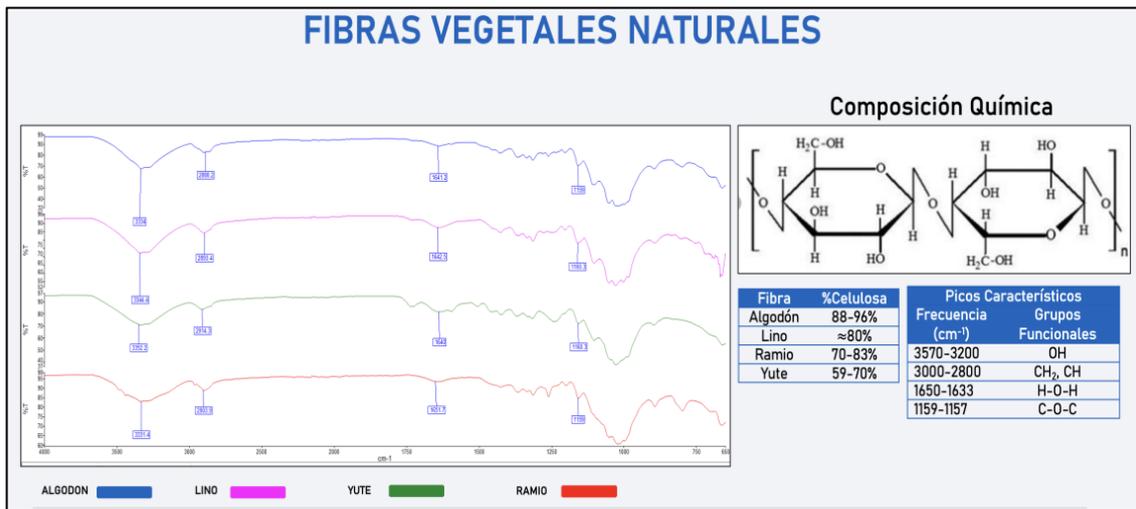
Los principales picos en los espectros identifican a los grupos funcionales presentes en la cadena polimérica de la celulosa, como los hidroxilos, metileno, y los grupos éter del anillo del monómero β -glucopiranososa. La estructura de la celulosa está compuesta por unidades repetitivas de β -glucopiranososa unidas por enlaces β -1,4 glucosídicos. En las figuras 44, 45 y 46 se muestran los espectros infrarrojos de las fibras algodón, lino y yute, respectivamente.

Los picos correspondientes al grupo hidroxilo OH se muestran a frecuencias aproximadas de 3300 cm^{-1} , 1247 cm^{-1} y 1204 cm^{-1} ; el primero corresponde a las vibraciones de tensión y los últimos a las vibraciones por balanceo en el plano. Los picos en el rango de $3000\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$ corresponde a las vibraciones de tensión del enlace C-H, ya sean simétricas o asimétricas; asimismo, los picos a 1429 cm^{-1} y 1368 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de tensión de tipo tijereteo y de balanceo de C-H.

El pico a 1640 cm^{-1} corresponde a las moléculas de agua absorbidas. Los picos a 1160 cm^{-1} y 1108 cm^{-1} corresponden a las vibraciones asimétricas del enlace C-O-C. Los picos debido al anillo se muestran a 1057 cm^{-1} y a 900 cm^{-1} , siendo éstos debido a las vibraciones asimétricas de tensión CH en el plano y fuera del plano respectivamente. (Chung, Lee, & Eun, 2004).

Figura 43

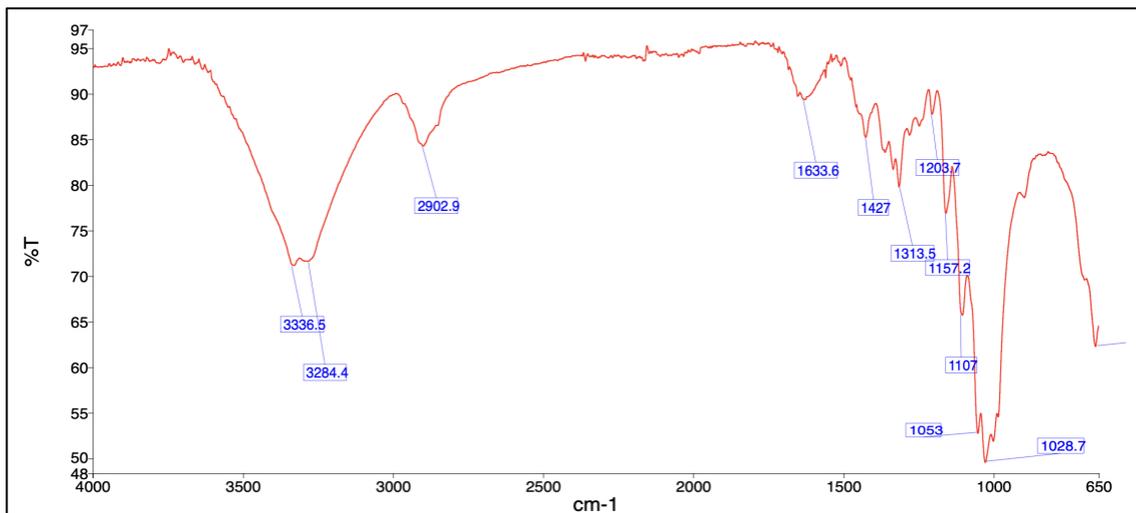
Espectroscopía Infraroja de las fibras naturales



Nota: El espectro infrarojo de las fibras naturales muestra principalmente señales debido a la celulosa.

Figura 44

Espectro infrarojo del algodón

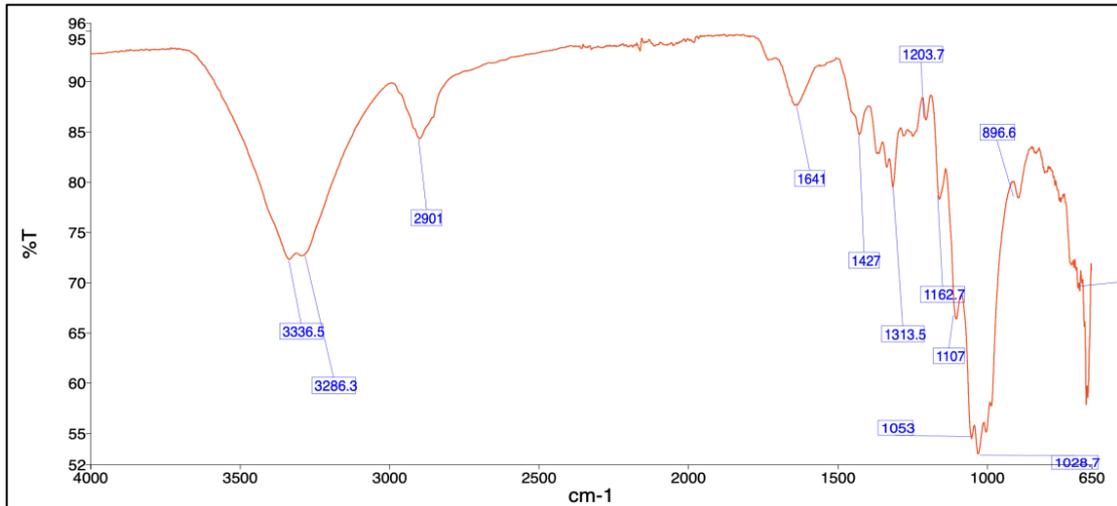


Nota: El algodón contiene entre 88-96.5 % de celulosa..

Casi todas las fibras vegetales muestran un espectro infrarrojo idéntico, a excepción de algunas fibras que contienen hemicelulosa u otros componentes en cantidades detectables por el infrarrojo, como en el caso del Yute. El yute, en comparación del algodón y del lino, presenta el mayor porcentaje de hemicelulosa y lignina en su composición. Es así que el espectro infrarrojo del yute presenta picos a 1732 cm⁻¹ y a 1237 cm⁻¹ los cuales corresponden al grupo C=O de la hemicelulosa y C-O del grupo acetilo de la lignina, tal y como se observa en la Figura 46.

Figura 45

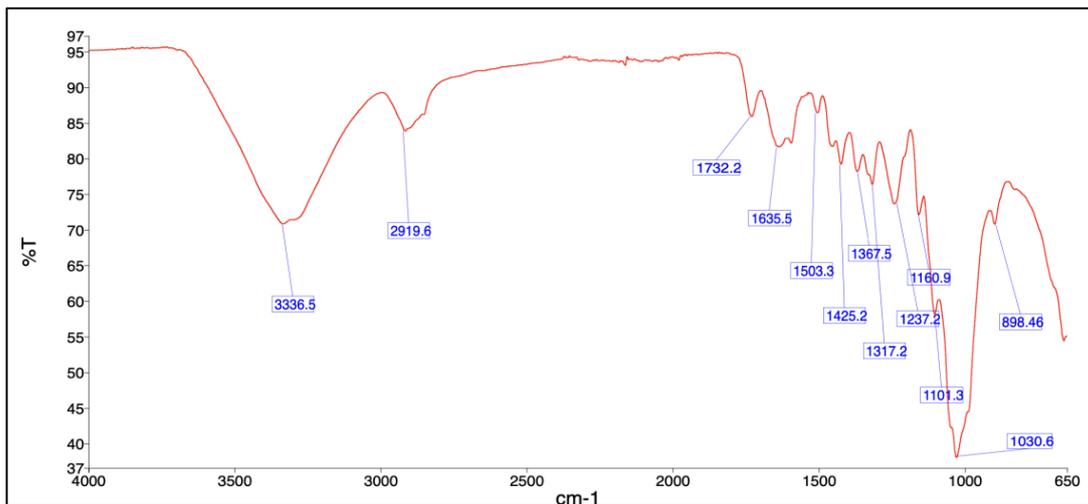
Espectro infrarrojo del lino



Nota: El lino presenta entre 70-80 % de celulosa.

Figura 46

Espectro infrarrojo del yute



Nota: El yute contiene entre 59-70% de celulosa.

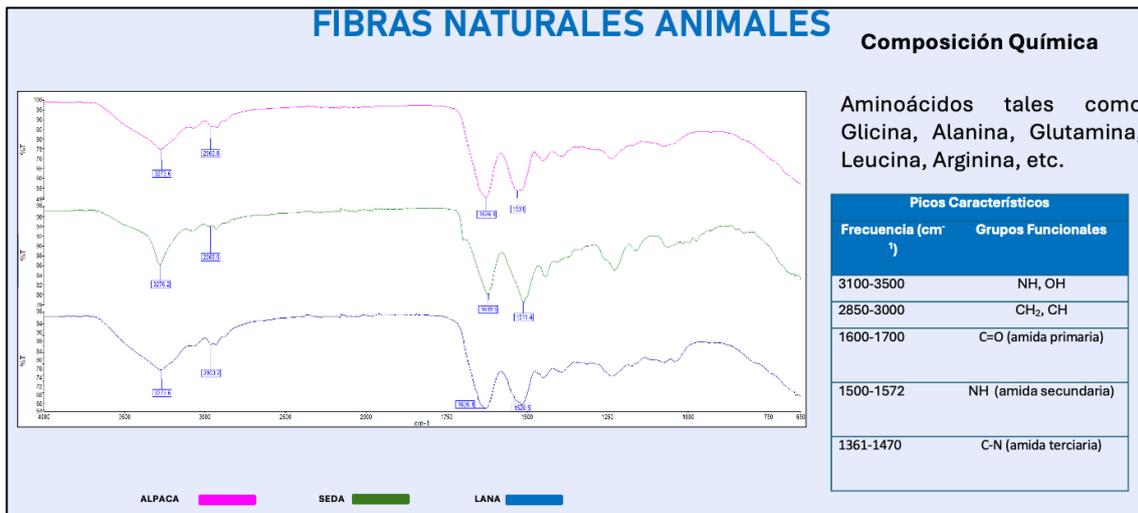
4.1.2 Fibras naturales animales

Las fibras naturales animales están constituidas por aminoácidos en su mayoría esenciales, los cuales forman proteínas. Las fibras de alpaca y lana están constituidas por la proteína queratina, mientras que la seda por la proteína fibroína.

La Figura 47 muestra los picos principales de los grupos funcionales que forman los aminoácidos. Los picos intensos son característicos de los enlaces puente hidrógeno, de los grupos metileno, y de los grupos amida presentes en los aminoácidos.

Figura 47

Espectroscopía Infrarroja de las fibras naturales animales



Las figuras 48, 49 y 50 muestran los espectros infrarrojos de las fibras alpaca, lana y seda, respectivamente; todas estas fibras están constituidas por aminoácidos estructurados en proteínas.

Los principales picos de las fibras de origen animal se observan a 3100-3500 cm⁻¹ debido a las vibraciones puente hidrógeno de los grupos amino e hidroxilo, a 2850-3000 cm⁻¹ debido a los enlaces metileno, a 1600-1700 cm⁻¹ debido al grupo carbonilo y a 1500-1572 cm⁻¹ debido al grupo ciano de las amidas terciarias.

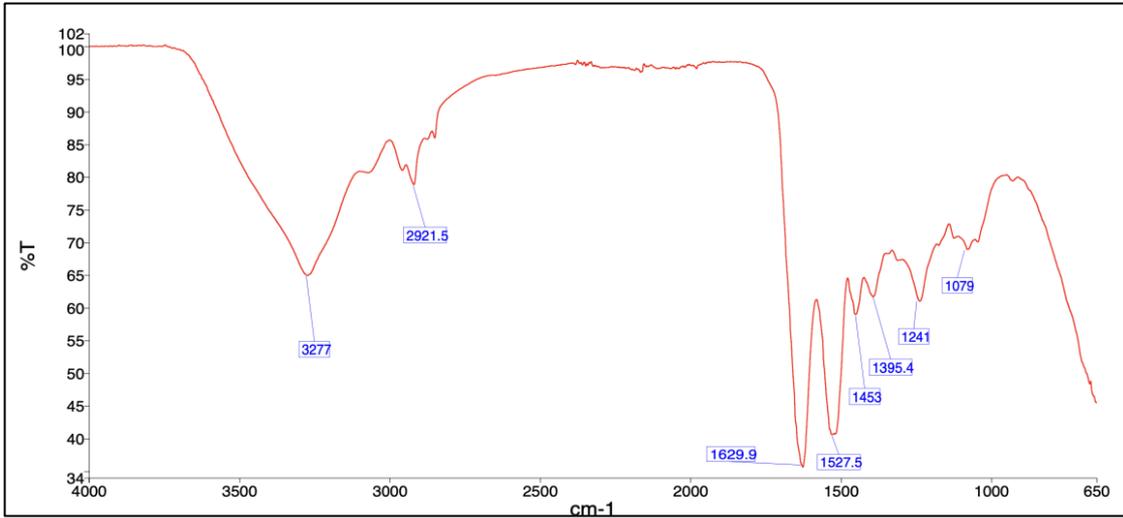
La señal entre 1210-1290 cm⁻¹ se debe a las vibraciones del enlace C-O, la señal entre 1361-1470 cm⁻¹ debido a la vibración del enlace C-N en las amidas terciarias, la señal entre 1500-1572 cm⁻¹ debido al enlace N-H de la amida secundaria, la señal entre 1600-1700 debido al enlace C=O de la amida primaria, la señal entre 2850-3000 cm⁻¹ debido a los enlaces de CH, y por último en la región entre 3100-3500 debido a los enlaces N-H y OH. (Mcgregor, Liu, & Wang, 2017).

Al igual que en el caso de las fibras vegetales, y debido a que la composición química es similar variando solo en el porcentaje de cada aminoácido, los espectros infrarrojos de las fibras animales son similares, sin embargo, hay una diferencia entre los espectros infrarrojos de la seda y el resto de fibras de origen animal. En el caso de

la seda, la forma del pico a frecuencias de 3100-3500 cm^{-1} es más estrecha y definida que en el caso de otras fibras de origen animal.

Figura 48

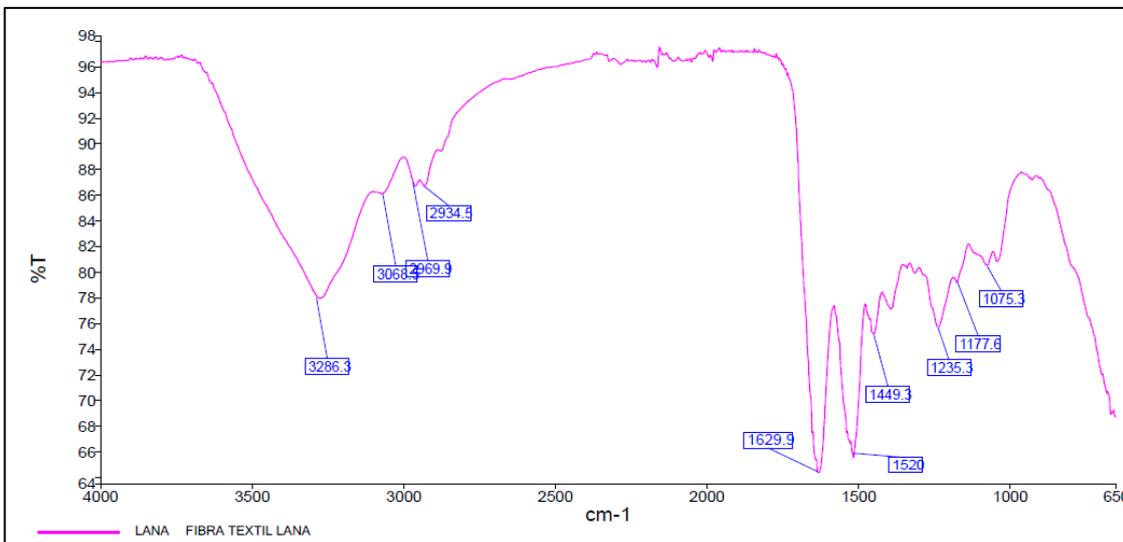
Espectro infrarrojo de las fibras de alpaca



Nota: Fibra de alpaca constituida por aminoácidos.

Figura 49

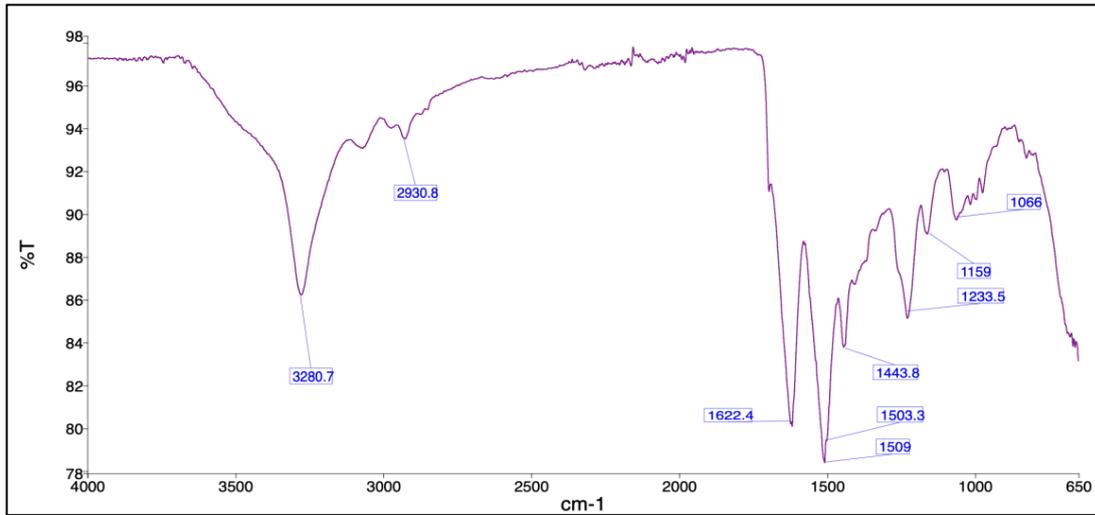
Espectro infrarrojo de la lana



Nota: La lana está constituida por keratina, la cual a su vez está constituida por aminoácidos.

Figura 50

Espectro infrarrojo de la seda



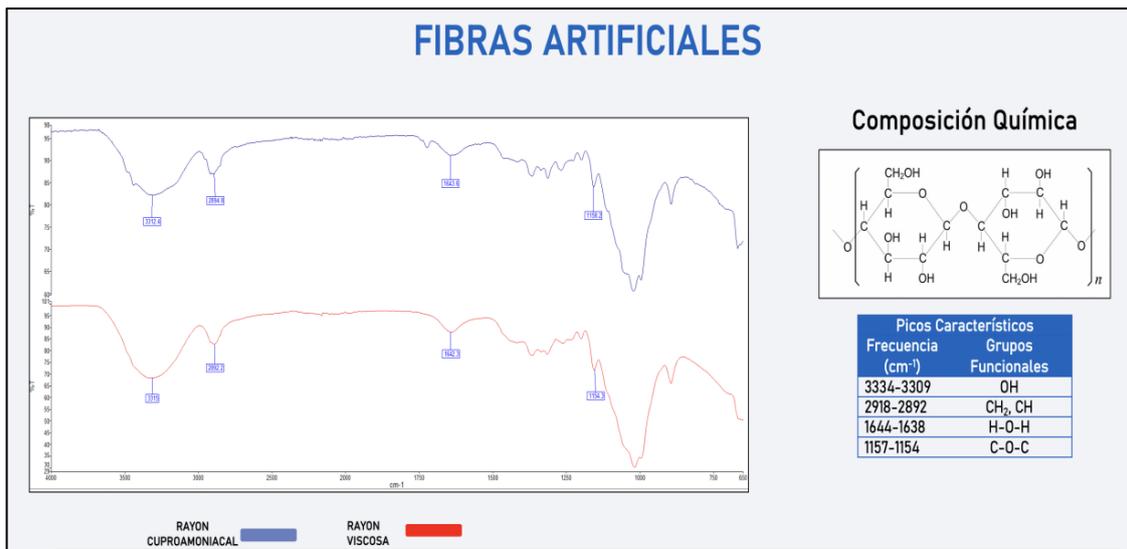
Nota: La fibra de seda está constituido por la proteína Fibroína, la cual a su vez contiene aminoácidos.

4.1.3 Fibras artificiales

Las fibras artificiales están constituidas por celulosa regenerada a excepción del rayón acetato, el cual es un derivado de la celulosa. Dependiendo del solvente utilizado para la regeneración estas pueden presentarse como rayón viscosa, rayón cuproamoniaco u otros.

Figura 51

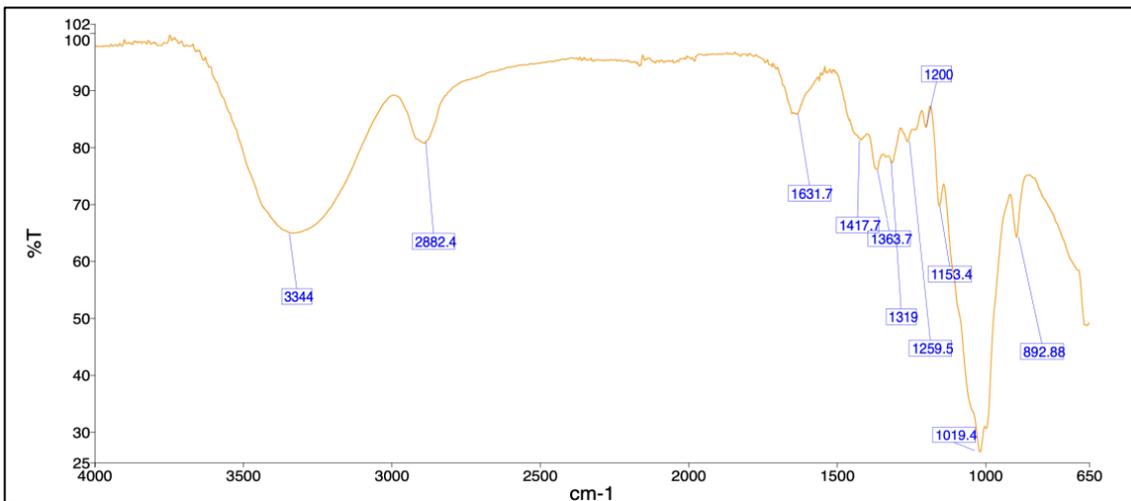
Espectroscopía Infrarroja de fibras artificiales



Al igual que en el caso de la fibras vegetales, las fibras artificiales presentan un similar espectro infrarrojo al de las fibras naturales vegetales tal y como se observa en las figuras 51, 52 y 53, presentando una diferencia importante en la forma del pico que caracteriza al grupo hidroxilo. Los picos a frecuencias de 3344 cm^{-1} , 2882 cm^{-1} y 1154 cm^{-1} representan las vibraciones en los grupos hidroxilo, metileno y éter de la celulosa, respectivamente.

Figura 52

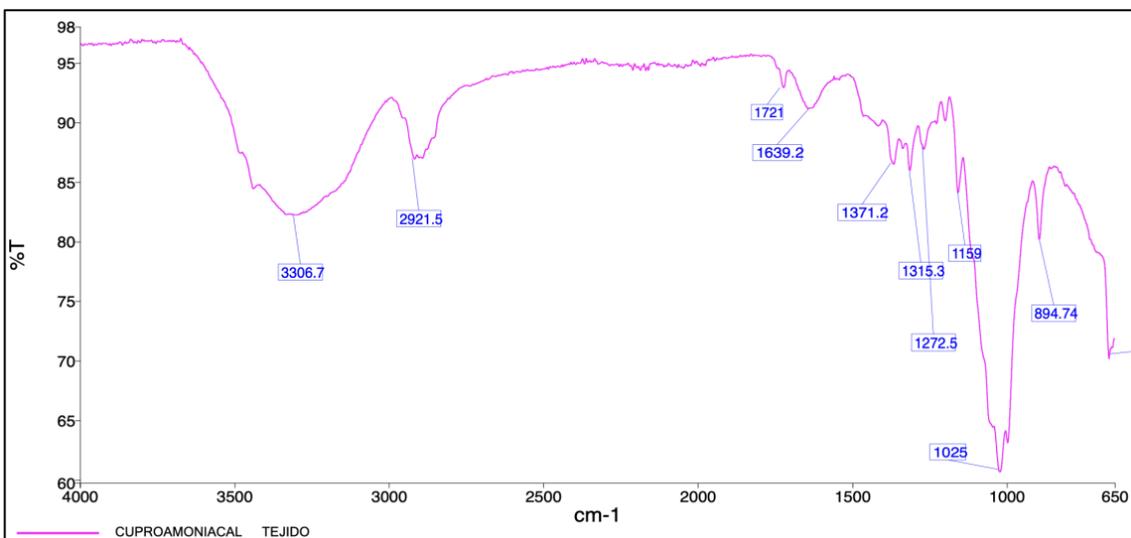
Espectro infrarrojo del rayón viscosa



Nota: La fibra rayón viscosa está constituida por celulosa regenerada.

Figura 53

Espectro infrarrojo del rayón cuproamoniaco



Nota: Fibras rayón cuproamoniaco constituida por celulosa regenerada.

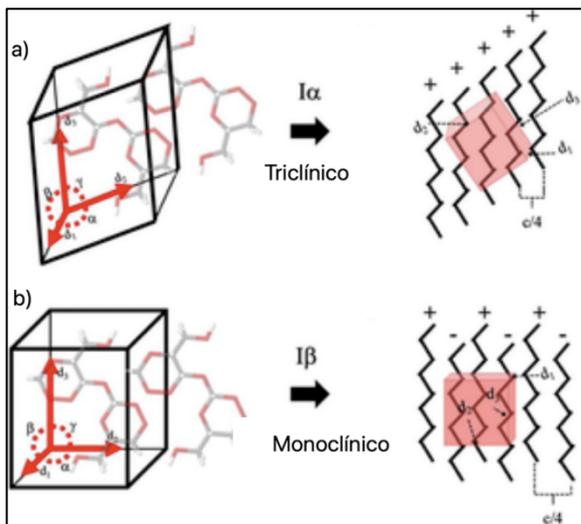
Las fibras celulósicas contienen partes cristalinas y amorfos. El algodón presenta una región cristalina entre el 70-75% de la fibra, mientras que en el rayón viscosa y otras fibras de celulosa regenerada la región cristalina representa entre el 25-30%. Adicionalmente el incremento en la porción amorfa proporciona a la viscosa una mayor facilidad para ganar humedad.

Desde un punto de vista químico la principal diferencia entre el algodón y el rayón viscosa es la degradación parcial de la celulosa I a celulosa II durante el tratamiento alcalino en la producción de la viscosa. La forma natural de la celulosa se denomina celulosa I y está conformada por celulosa I α con estructura triclínica y celulosa I β con estructura monoclinica tal como se observa en la Figura 54. La celulosa II se obtiene por la regeneración de la celulosa I.

En el caso de las fibras artificiales el pico asociado al grupo hidroxilo presenta una forma convexa y en el caso de las fibras vegetales este pico presenta una forma más acampanada. Este cambio está relacionado con el cambio en la cristalinidad de la estructura.

Figura 54 :

Alfa y beta celulosa

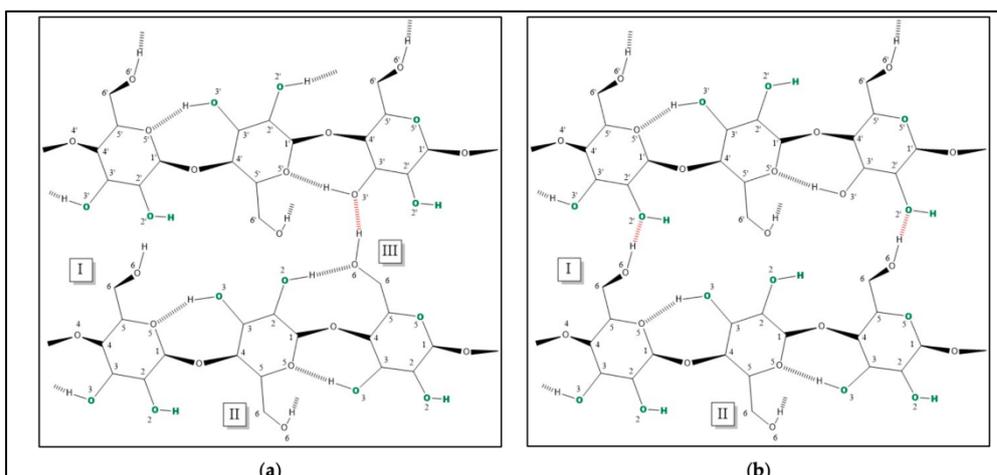


Nota: a) Estructura triclínica de celulosa alfa y b) Estructura monoclinica de celulosa beta. Adaptado de "Effect of ball milling on cellulose nanoparticles structure obtained from garlic and agave waste" (p.10), por J Hernández et al, 2021, *Carbohydrate Polymers*, 255.

La red formada por los enlaces puente hidrógeno influyen significativamente en las vibraciones de tensión del grupo OH. Dicha red es destruida cuando la celulosa cristalina I se transforma en celulosa tipo II. (Geminiani, et al., 2022). Los patrones de enlace puente hidrógeno cambian tal y como muestra la Figura 55.

Figura 55

Estructura y enlaces de la celulosa I y II



Nota: Enlaces puente hidrógeno en la celulosa I (a) y II (b). Los átomos coloreados en verde son quienes interaccionan con las moléculas de agua. Los enlaces intermoleculares están resaltados en rojo. Adaptado de “Differentiating between Natural and Modified Cellulosic Fibres Using ATR-FTR Spectroscopy” (p. 4118), por L.Geminiani et al., 2022, *Heritage*, 5.

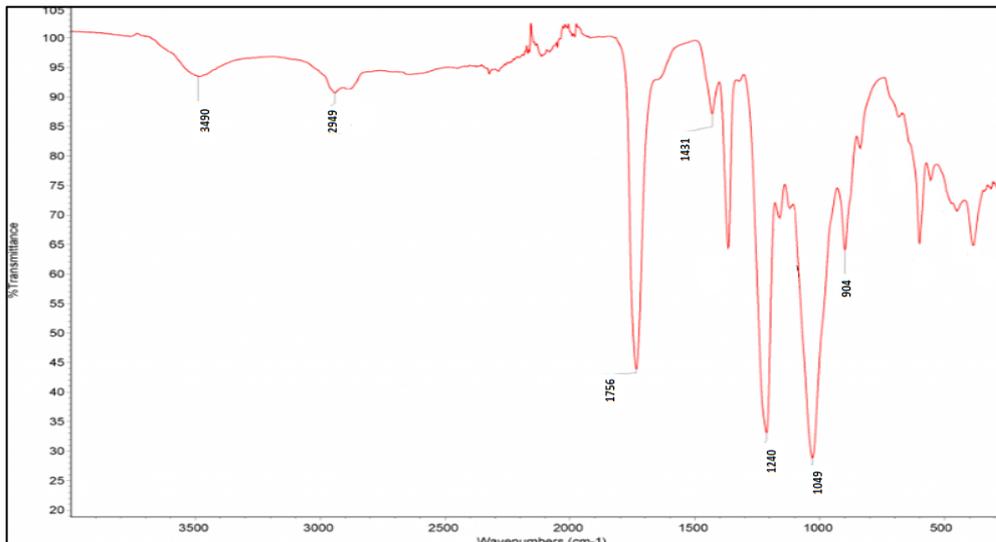
En el caso de las fibras de rayón acetato, estas son derivadas de la celulosa, por lo que su composición química es distinta al rayón viscosa y al rayón cuproamoniaco. La Figura 56 muestra el espectro infrarrojo del rayón acetato, además de los picos característicos a frecuencias de 3490 y 2949 cm^{-1} correspondientes a los grupos funcionales hidroxilo y alquilo de la celulosa, se puede notar señales débiles a frecuencias entre 1690-1760 cm^{-1} para el grupo carbonilo de grupo acetilo y entre 1210-1320 cm^{-1} para el grupo éster O=C-O. (Djayanti, Arum Kusumastuti, Fatkhurrahman, Purwanto, & Budiarto, 2021).

4.1.4 Fibras sintéticas

Las fibras sintéticas son producidas por el hombre mediante un proceso de polimerización utilizando un monómero funcional. Cada fibra tipo de fibra sintética tiene una composición química definida y por ende un único espectro infrarrojo.

Figura 56

Espectro infrarrojo del rayón acetato



Nota: El rayón acetato presenta una señal a 1756 cm^{-1} debido al grupo C=O. Tomado de Cellulose acetate, por Institute of Chemistry University of Tartu, 2025, Database of ATR-FTIR spectra of various materials (<https://spectra.chem.ut.ee/textile-fibres/cellulose-acetate/>).

- **Poliéster**

El tereftalato de polietileno conocido también como poliéster es un polímero con cadenas hidrocarbonadas de uniones con grupos ésteres, presenta picos característicos en el espectro infrarrojo a 1715 cm^{-1} debido al grupo carbonilo (C=O), 1410 y 871 cm^{-1} debido a las vibraciones del anillo aromático, 1016 cm^{-1} debido al grupo éster, 1340 y 1177 cm^{-1} debido a las vibraciones de balanceo de los grupos $-\text{CH}_2$, 1244 debido a las vibraciones de tensión del enlace C-O, y a 967 cm^{-1} debido a las vibraciones de C=C, tal como se muestra en la Figura 57. Los picos de absorción entre $3100\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$ se pueden atribuir a las vibraciones de tensión del enlace C-H en el anillo aromático y en los enlaces alifáticos. (Ziyu & M, 2012).

- **Poliamida (nylon)**

Las fibras nylon presentan en su estructura grupos amino y grupos de cadenas hidrocarbonadas. El espectro IR permite identificar a los grupos funcionales amino, grupos alquilo, y al grupo carbonilo que forman parte de su estructura química.

La Figura 58 muestra el espectro infrarrojo de la poliamida, el pico a 3299 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de tensión del enlace N-H, el pico a 3074 cm^{-1} debido a la vibración de balanceo de C-H, el pico a 1633 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión del enlace C=O, el pico a 1535 cm^{-1} debido a las vibraciones de balanceo en el plano del enlace N-H, el pico a 1274 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión del enlace C-N y el pico a 691 cm^{-1} debido a las vibraciones de balanceo fuera del plano del enlace N-H. (Smith, 2023).

Figura 57

Espectro infrarrojo del poliéster

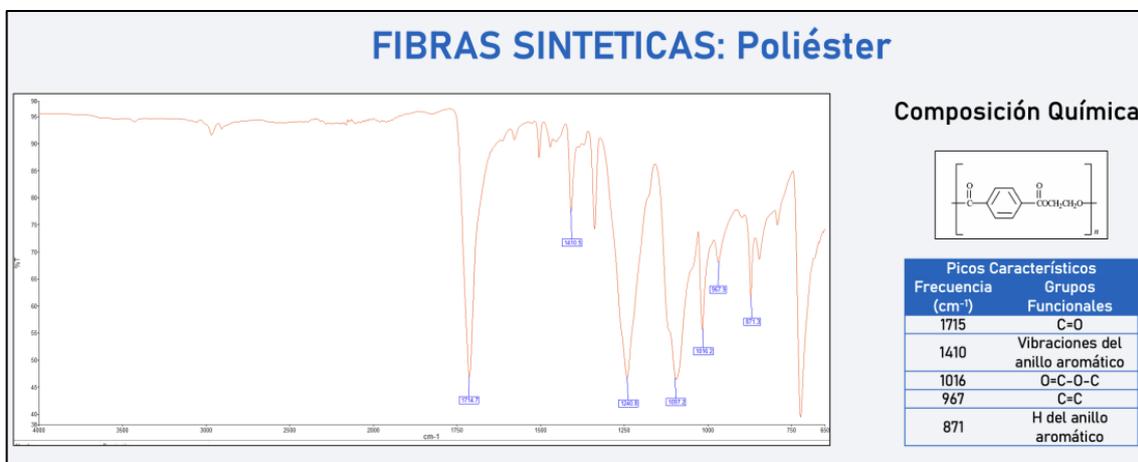
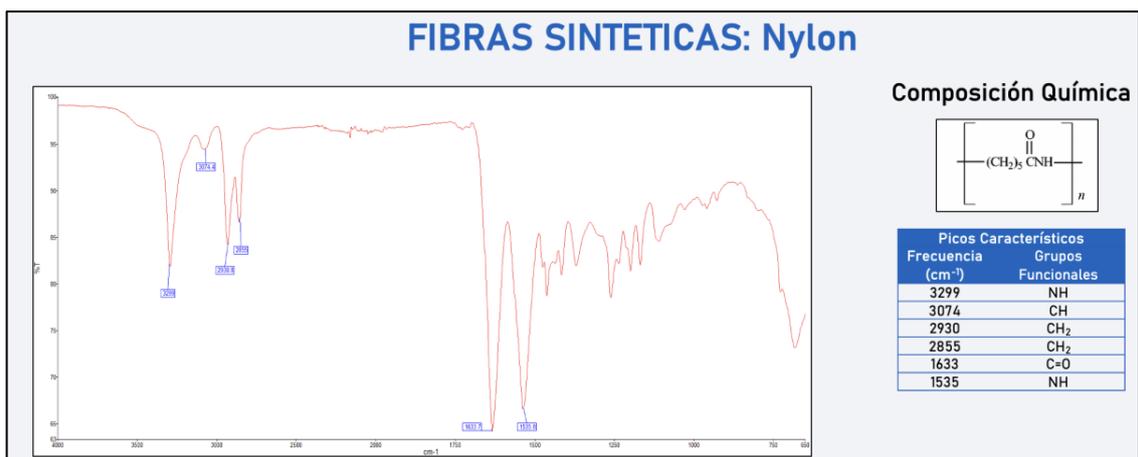


Figura 58

Espectro infrarrojo del nylon



- **Poliuretano (elastómero)**

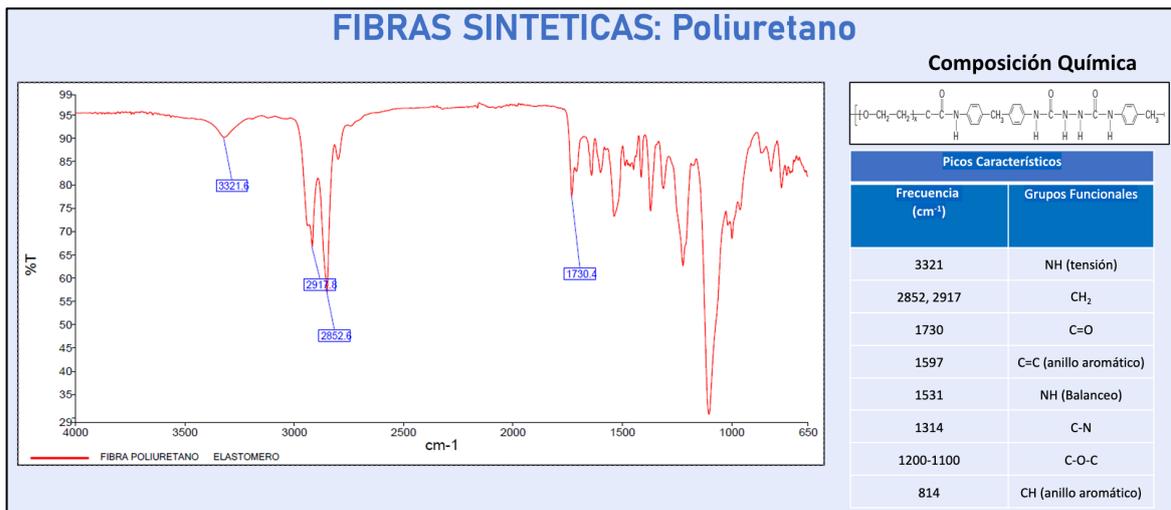
El poliuretano que se presenta como fibra textil elastómero, posee los grupos funcionales amida, cadenas hidrocarbonadas, grupo éster y anillos aromáticos. El

espectro infrarrojo de la fibra poliuretano o fibra elastómera (licra) se muestra en la Figura 59. El pico a 3330 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de tensión del NH en el grupo uretano, y los picos en el rango de $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ a las cadenas hidrocarbonadas.

Asimismo, el espectro infrarrojo exhibe bandas características a 1730 , 1531 , y 1314 cm^{-1} debido las vibraciones de tensión del grupo $\text{C}=\text{O}$, vibraciones de balanceo del grupo N-H y vibraciones de tensión del grupo C-N , respectivamente. Las vibraciones del grupo $\text{C}=\text{C}$ en el anillo aromático se presentan a 1597 cm^{-1} . A 814 cm^{-1} se presenta un pico característico de las vibraciones del grupo C-H de balanceo fuera del plano en el anillo aromático. La banda a 1200 cm^{-1} y 1100 cm^{-1} son absorciones características de las vibraciones de tensión C-O-C en los grupos ésteres y éteres, respectivamente. (Tang & Gao, 2017).

Figura 59

Espectro infrarrojo del poliuretano



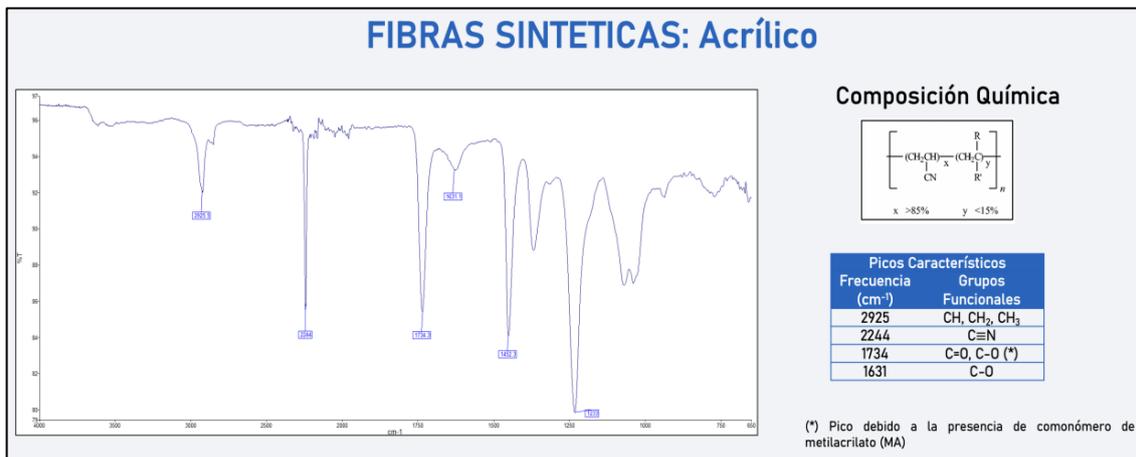
- **Acrílico**

Las fibras acrílicas están compuestas de macromoléculas lineales que contienen por lo menos 85% en peso del monómero acrilonitrilo. El espectro infrarrojo de las fibras acrílicas exhiben principalmente picos a frecuencias asociadas a los grupos funcionales del monómero acrilonitrilo, el cual está conformado por un grupo ciano y cadenas hidrocarbonadas.

La Figura 60 muestra el espectro infrarrojo de la fibra acrílica con un comonomero de metilacrilato. Los picos en el rango entre 2926-2935 cm^{-1} están relacionados con los enlaces CH, en CH_2 y CH_3 . El pico observado en el rango de 2243-2246 cm^{-1} está relacionado con la presencia del enlace nitrilo. Los picos en el rango de 1730-1737 cm^{-1} y 1170 cm^{-1} están relacionados con los grupos C=O o C-O debido a la presencia de los comonomeros como metilacrilato. Los picos en el rango de 1593-1631 cm^{-1} está relacionado a la resonancia del enlace C-O. (Eslami Farsani, Raissi, Shokuhfar, & Sedghi, 2009).

Figura 60

Espectro infrarrojo del acrílico



- **Polietileno**

La Figura 61 muestra los picos representativos del espectro infrarrojo de las fibras polietileno. Los picos a 2919 y 2851 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de tensión CH_2 asimétricas y simétricas, respectivamente. Los picos a 1463 cm^{-1} y en el rango de 731-718 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de balanceo del grupo CH_2 . (Gulmine & Janissek, 2002).

- **Polipropileno**

El espectro infrarrojo de la fibra polipropileno se muestra en la Figura 62. Las señales a 2920 y 2950 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de tensión asimétrica de los grupos metileno CH_2 y metilo CH_3 respectivamente. Las señales a 2870 cm^{-1} y a 2850 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de tensión simétrica de los grupos metilo y metileno,

respectivamente. Las señales a 1376 cm^{-1} y 1456 cm^{-1} corresponden a las vibraciones de balanceo simétrica del grupo metilo CH_3 , la señal a 1166 cm^{-1} a las vibraciones de aleteo y tipo rocking de C-H, las señales s 996 cm^{-1} y 973 cm^{-1} debido a las vibraciones rocking del metilo y a 973 cm^{-1} y 808 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión del enlace C-C. (Fang, Zhang, Sutton, Wang, & Lin, 2012).

Figura 61

Espectro infrarrojo del polietileno

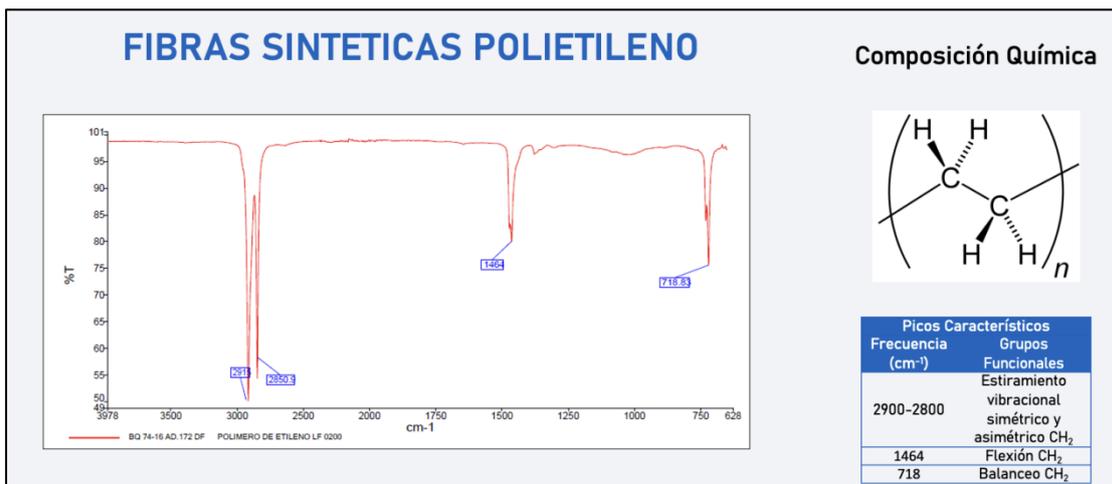
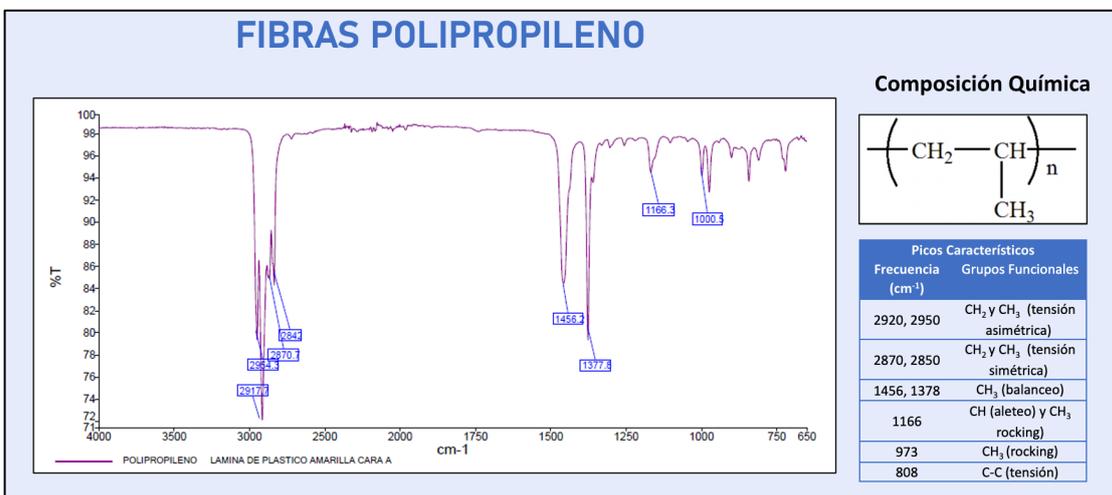


Figura 62

Espectro infrarrojo del polipropileno



4.2 Identificación de recubrimientos y revestimientos textiles por Espectroscopía Infrarroja con Transformada de Fourier y Reflectancia Total Atenuada (FTIR-ATR)

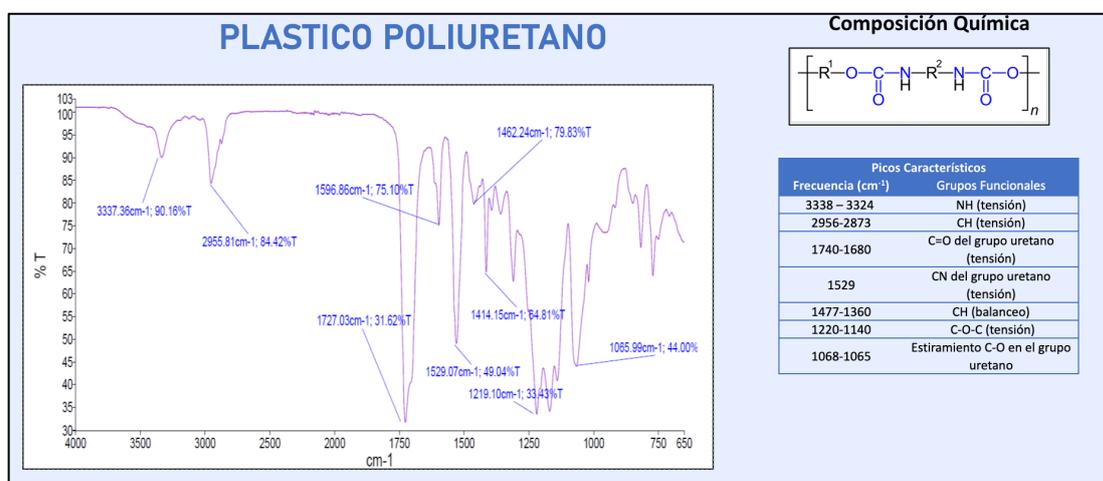
4.2.1 Poliuretano

El poliuretano puede extruirse como fibra textil para obtenerse elástomeros pero también se presenta como revestimiento plástico de textiles. La Figura 63 presenta el espectro infrarrojo del plástico celular poliuretano, comercialmente llamado “Cuero sintético”. El pico a 3337 cm^{-1} corresponde a las vibraciones de tensión del N-H enlazado en el grupo uretano y también de los que se encuentran libres producto de la ruptura de los enlaces amida durante la síntesis del poliuretano; los picos a 2955 y 2873 cm^{-1} debido a las vibraciones de los grupos alifáticos.

La señal que presenta un doble pico en el rango de $1680\text{-}1740\text{ cm}^{-1}$ corresponde a las vibraciones de tensión del enlace carbonilo C=O.

Figura 63

Espectro infrarrojo del plástico celular poliuretano



El enlace asignado a las vibraciones de tensión del grupo C-N en el uretano se observa a 1529 cm^{-1} . Las vibraciones de tensión características del enlace C-O-C ocurre en la región entre $1140\text{-}1220\text{ cm}^{-1}$. Los picos a longitudes de onda desde 1360 cm^{-1} a 1477 cm^{-1} corresponde a vibraciones características de balanceo del grupo metil metileno derivado de la cadena del polioli. Las vibraciones simétricas y asimétricas de tensión de los grupos C-H ($-\text{CH}_2-$ y $-\text{CH}_3$) se observan a 2955 y 2873 respectivamente. (Datta, Blazek, Wloch, & Bukowski, 2018).

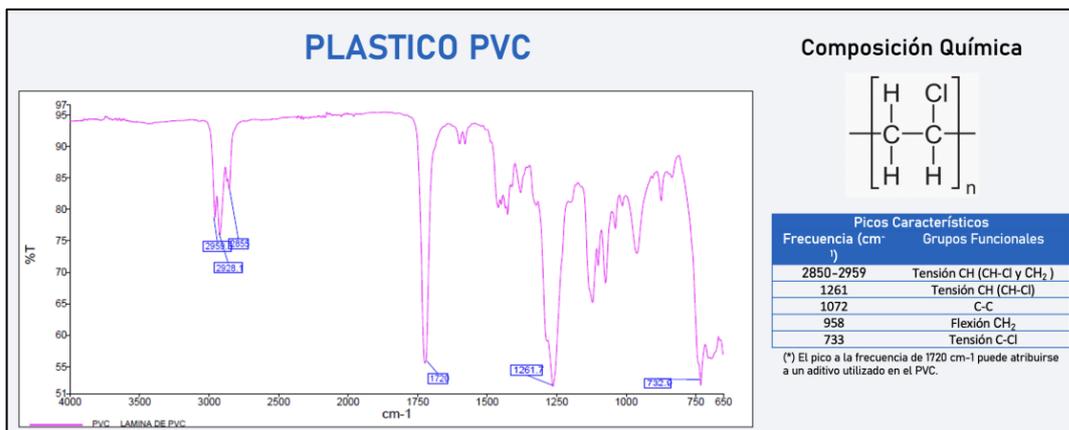
4.2.2 Policloruro de vinilo (PVC)

El policloruro de vinilo (PVC) es un polímero conformado por unidades repetitivas del monómero cloruro de vinilo estructurado por el enlace entre el grupo vinilo y el halógeno cloro. Las bandas características del PVC se pueden clasificar en 3 regiones, la primera región del espectro infrarrojo mostrado en la Figura 64 corresponde a las vibraciones de tensión del enlace C-Cl en la región 600-732 cm^{-1} , la segunda región se atribuye a las vibraciones de tensión C-C en el rango de 900-1200 cm^{-1} y la tercera región desde 1250-2970 cm^{-1} se asigna a los numerosos modos de vibración del enlace C-H.

El espectro del PVC exhibe picos a frecuencias en el rango 2850 -2959 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión del enlace C-H del CH-Cl, a 2929 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión de C-H del grupo CH_2 , 1461 y 1430 cm^{-1} debido a las vibraciones de aleteo del grupo CH_2 , 1332 cm^{-1} debido a las vibraciones de deformación de CH_2 , en el rango 900-1200 cm^{-1} atribuidas a las vibraciones del enlace C-C y a 733, 639 y 616 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión del enlace C-Cl.

Figura 64

Espectro infrarrojo del plástico PVC



Asimismo, se observa un pico a 1723 cm^{-1} el cual no corresponde a los grupos funcionales que conforman el policloruro de vinilo, este pico puede asociarse a los aditivos en el proceso de producción del plástico PVC (Bodirlau, Teaca, & Spiridon, 2009). La conversión del PVC en materiales con propiedades especiales requiere la

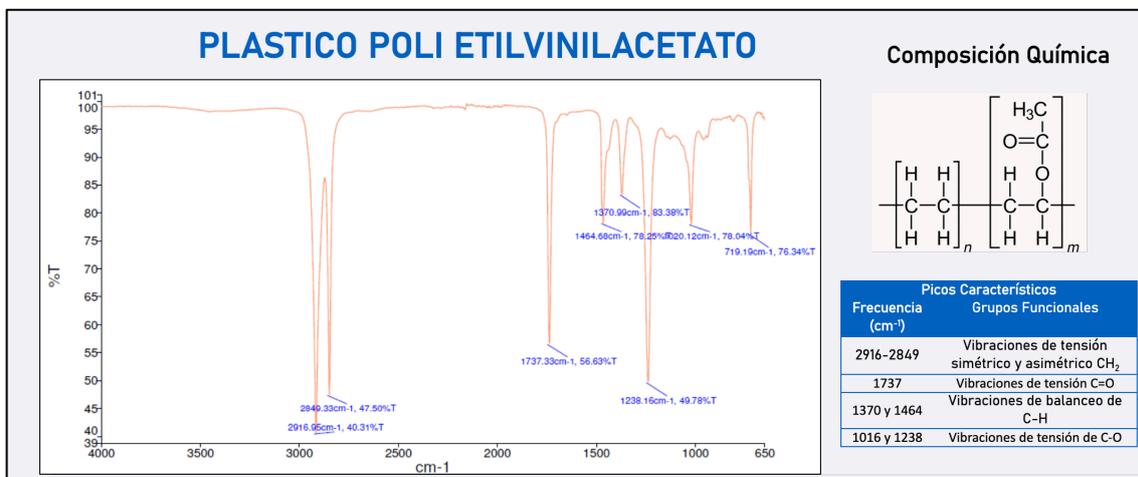
incorporación de numerosos aditivos como los plastificantes de ésteres ftalatos, estabilizadores, fillers entre otros que les confieren propiedades como mayor flexibilidad, estabilidad al calor y rayos UV, etc (Akovali , 2012).

4.2.3 Etil vinil acetato (EVA)

El plástico Etil Vinil Acetato (EVA) es un polímero compuesto por los monómeros etilo CH_2 , y vinil acetato $\text{C}_2\text{H}_3\text{COOCH}_3$. El espectro infrarrojo del etil vinil acetato mostrado en la Figura 65 presenta picos a 1016 cm^{-1} y a 1238 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de tensión del enlace C-O, a 1370 y 1464 cm^{-1} correspondiente a las vibraciones de balanceo del enlace C-H, a 1737 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión del enlace C=O, a 2849 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión simétricas del enlace C-H y a 2916 cm^{-1} debido a las vibraciones de tensión antisimétricas del enlace C-H. (Rodríguez Perez, M A; Simoes, R D; Constantino, J L; De Saja, J A;, 2011).

Figura 65

Espectro infrarrojo del plástico polietilvinilacetato



4.2.4 Acrílico

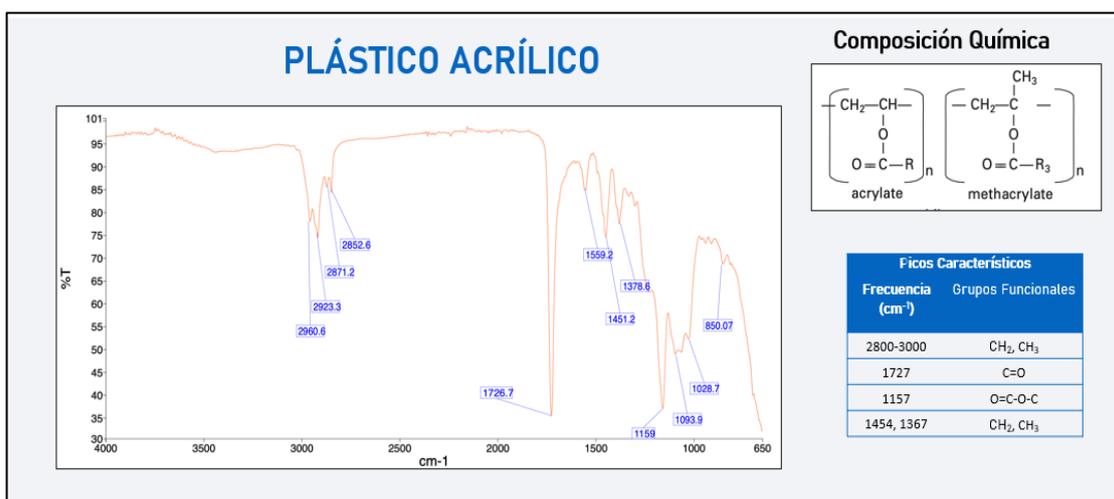
El recubrimiento acrílico se presenta en la mayoría como plástico no celular y como resina termofusible. Los recubrimientos acrílicos son polímeros a base de monómeros acrilatos o metacrilatos, y ambos tienen en su estructura cadenas hidrocarbonadas.

En la Figura 66 se observa el espectro infrarrojo del recubrimiento acrílico. Las señales entre $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ se atribuyen a las vibraciones de tensión de los grupos -

CH₂- y CH₃ del polímero acrilato. Por otro lado, la señal a 1727 cm⁻¹ corresponde a las vibraciones de tensión del grupo carbonilo . La señal a 1157 cm⁻¹ se atribuye a las vibraciones de tensión de O=C-O-C del acrilato. Asimismo, los picos a 1454 cm⁻¹ y 1367 cm⁻¹ corresponden a las vibraciones de deformación de los grupos -CH₂- y CH₃, respectivamente. (Yong & Liang, 2019).

Figura 66

Espectro infrarrojo del recubrimiento acrílico



4.2.5 Polietileno y polipropileno

El polietileno puede presentarse como resina plástica termofusible en el recubrimiento o como plástico tipo espuma. El polipropileno se presenta como láminas plásticas no celulares. El polietileno y polipropileno ya sea que se presenten como recubrimientos plásticos o fibras textiles, tienen el mismo espectro infrarrojo FTIR-ATR de las figuras 56 y 57 respectivamente.

4.3 Validación de métodos de ensayo de cuantificación de fibras textiles

La validación de métodos de ensayo para la cuantificación de fibras textiles se ha realizado en las matrices siguientes: Poliuretano (elastómero) 1.7%-Poliéster 98.3%, Acrílico 50%-Algodón 50% y Poliamida (nylon) 53%-Algodón 47%. Los parámetros evaluados fueron veracidad, precisión y robustez; también se estimó la incertidumbre.

No se evaluó la selectividad debido a que los métodos de ensayo, el solvente utilizado para disolver la fibra de interés es selectivo por principio teórico. Asimismo, no

se evaluó la linealidad, la sensibilidad, y límite de detección debido a que los resultados no son obtenidos por métodos instrumentales en los cuales la respuesta del equipo es proporcional a la cantidad de analito.

La evaluación de la distribución de los datos se realizó utilizando la prueba de Anderson Darling para determinar si los datos presentan distribución normal y así plantear las pruebas estadísticas para evaluar los parámetros veracidad, precisión y robustez.

4.3.1 Descripción

Los métodos de ensayo se basan en la solubilidad de las fibras textiles en un solvente específico (ver Tabla 11) a condiciones de temperatura y tiempo específicos. La cuantificación de las fibras textiles se realiza dividiendo la diferencia de peso de una muestra antes y después de ser digerida (con el solvente), tal y como se detalla en la ecuación 27. El resultado se expresa en porcentaje en peso y en base húmeda a condiciones de humedad relativa y temperatura controladas acorde a lo indicado en la NTP ISO 139-2014 "TEXTILES Atmósferas estándar para acondicionamiento y ensayos". La validación se ha realizado para los métodos de ensayo indicados en la Tabla 11.

4.3.2 Alcance del método

El alcance de método indica la matriz textil en la cual los resultados de análisis son confiables. Los métodos de ensayo validados son aplicables en las matrices textiles indicadas en la Tabla 12.

4.3.3 Nivel de trabajo

La validación de los métodos de ensayo se realizó para un nivel determinado. El nivel representa el porcentaje en peso de la fibra textil, este nivel delimita la aplicación del método en el cual los resultados son confiables. Cuando la validación se realiza para 2 niveles, la distancia entre el nivel inferior y superior se denomina rango de medición.

En el presente trabajo se ha realizado la validación en los niveles indicados en la Tabla 13.

Tabla 12:

Matrices textiles en las cuales son aplicables los métodos de ensayo validados

Método de ensayo	Matriz textil
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Fibras poliuretano (elastómero) en mezclas con fibras poliéster
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón.
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	Fibras poliamida (nylon) en mezclas con fibras algodón.

Tabla 13:

Niveles en los cuales son aplicables los métodos de ensayo validados

Método de ensayo	Nivel
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	1.7 %
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	50%
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	53%

4.3.4 Evaluación de la distribución de datos

La evaluación de la distribución de datos se realizó utilizando la prueba de normalidad Anderson Darling descrita en el apartado 6.3.1. Los resultados de los análisis se expresan en porcentaje en peso, fueron realizados por 3 analistas distintos, siendo que cada uno de ellos realizó 10 análisis.

Los estadísticos AD y p-value detallados en la ecuación (11) y Tabla 7, fueron calculados por el software Minitab 19. El p-value para el conjunto de los 30 datos recopilados en las matrices textiles poliuretano (elastómero) 1.7%-poliéster 98.3%, acrílico 50%-algodón 50% y poliamida (nylon) 53%-algodón 47% supera el valor crítico de 0.05 por lo que los datos presentan una distribución normal.

A. Recopilación de datos

Las tablas 14, 15 y 16 muestran los datos recopilados por los analistas 1, 2 y 3 para los métodos de ensayo indicados en cada tabla, incluyendo las masas iniciales y finales de cada réplica así como el porcentaje en peso calculado acorde a la ecuación 27. Cada analista recopiló diez datos, éstos se obtuvieron al digerir las réplicas textiles con los solventes DMF y Ácido Fórmico en las condiciones indicadas en la Tabla 5, para cuantificar las fibras poliuretano, acrílico y poliamida (nylon).

Tabla 14:

Datos recopilados para el método para la determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles, en la matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%.

Matriz Textil: Fibras poliuretano en mezclas con fibras poliéster; Nivel 1.7%					
Analista	Nro. Réplica	Masa Inicial	Solvente	Masa Final	%Porcentaje
1	RÉPLICA 1	0.5055	Ac.Sulfúrico	0.4971	1.66%
	RÉPLICA 2	0.4903	Ac.Sulfúrico	0.482	1.69%
	RÉPLICA 3	0.5055	Ac.Sulfúrico	0.4971	1.66%
	RÉPLICA 4	0.4903	Ac.Sulfúrico	0.4820	1.69%
	RÉPLICA 5	0.4741	Ac.Sulfúrico	0.4666	1.58%
	RÉPLICA 6	0.5213	Ac.Sulfúrico	0.5120	1.78%
	RÉPLICA 7	0.5042	Ac.Sulfúrico	0.4960	1.63%
	RÉPLICA 8	0.5553	Ac.Sulfúrico	0.5456	1.75%
	RÉPLICA 9	0.6163	Ac.Sulfúrico	0.6055	1.75%
	RÉPLICA 10	0.754	Ac.Sulfúrico	0.7408	1.75%
2	RÉPLICA 1	0.6244	Ac.Sulfúrico	0.61330	1.78%
	RÉPLICA 2	0.5911	Ac.Sulfúrico	0.5800	1.88%
	RÉPLICA 3	0.4093	Ac.Sulfúrico	0.4023	1.71%
	RÉPLICA 4	0.4088	Ac.Sulfúrico	0.4021	1.64%
	RÉPLICA 5	0.4268	Ac.Sulfúrico	0.4195	1.71%
	RÉPLICA 6	0.4129	Ac.Sulfúrico	0.4060	1.67%
	RÉPLICA 7	0.5824	Ac.Sulfúrico	0.5720	1.79%
	RÉPLICA 8	0.4179	Ac.Sulfúrico	0.4107	1.72%
	RÉPLICA 9	0.4096	Ac.Sulfúrico	0.4023	1.78%
	RÉPLICA 10	0.5054	Ac.Sulfúrico	0.4964	1.78%

Matriz Textil: Fibras poliuretano en mezclas con fibras poliéster; Nivel 1.7%					
Analista	Nro. Réplica	Masa Inicial	Solvente	Masa Final	%Porcentaje
3	RÉPLICA 1	0.5789	Ac.Sulfúrico	0.5693	1.66%
	RÉPLICA 2	0.4165	Ac.Sulfúrico	0.4094	1.70%
	RÉPLICA 3	0.3149	Ac.Sulfúrico	0.3094	1.75%
	RÉPLICA 4	0.3111	Ac.Sulfúrico	0.3060	1.64%
	RÉPLICA 5	0.2938	Ac.Sulfúrico	0.2888	1.70%
	RÉPLICA 6	0.3055	Ac.Sulfúrico	0.3003	1.70%
	RÉPLICA 7	0.299	Ac.Sulfúrico	0.2942	1.61%
	RÉPLICA 8	0.2941	Ac.Sulfúrico	0.2891	1.70%
	RÉPLICA 9	0.2984	Ac.Sulfúrico	0.2936	1.61%
	RÉPLICA 10	0.2935	Ac.Sulfúrico	0.2888	1.60%

Tabla 15:

Datos recopilados para el método para la determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles, en la matriz textil algodón 50%-acrílico 50%.

Matriz Textil: Fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón; nivel 50%					
Analista	Nro. Réplica	Masa Inicial	Solvente	Masa Final	%Porcentaje
1	RÉPLICA 1	0.5500	DMF	0.2787	49.33%
	RÉPLICA 2	0.5308	DMF	0.2645	50.17%
	RÉPLICA 3	0.5329	DMF	0.2664	50.01%
	RÉPLICA 4	0.5721	DMF	0.2863	49.96%
	RÉPLICA 5	0.5051	DMF	0.2528	49.95%
	RÉPLICA 6	0.5788	DMF	0.2927	49.43%
	RÉPLICA 7	0.6114	DMF	0.3104	49.23%
	RÉPLICA 8	0.5500	DMF	0.2777	49.51%
	RÉPLICA 9	0.5571	DMF	0.2808	49.60%
	RÉPLICA 10	0.6089	DMF	0.3064	49.68%
2	RÉPLICA 1	0.3812	DMF	0.1918	49.69%
	RÉPLICA 2	0.3441	DMF	0.1734	49.61%
	RÉPLICA 3	0.3676	DMF	0.1853	49.59%
	RÉPLICA 4	0.3859	DMF	0.1960	49.21%
	RÉPLICA 5	0.3651	DMF	0.1857	49.14%
	RÉPLICA 6	0.3822	DMF	0.1963	48.64%
	RÉPLICA 7	0.3673	DMF	0.1838	49.96%
	RÉPLICA 8	0.3347	DMF	0.1684	49.69%
	RÉPLICA 9	0.3500	DMF	0.1765	49.57%
	RÉPLICA 10	0.3943	DMF	0.1997	49.35%

Matriz Textil: Fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón; nivel 50%					
Analista	Nro. Réplica	Masa Inicial	Solvente	Masa Final	%Porcentaje
3	RÉPLICA 1	0.3987	DMF	0.2019	49.36%
	RÉPLICA 2	0.3766	DMF	0.1902	49.50%
	RÉPLICA 3	0.2778	DMF	0.1386	50.11%
	RÉPLICA 4	0.3689	DMF	0.1850	49.85%
	RÉPLICA 5	0.3265	DMF	0.1607	50.78%
	RÉPLICA 6	0.3443	DMF	0.1750	49.17%
	RÉPLICA 7	0.3806	DMF	0.1900	50.08%
	RÉPLICA 8	0.3395	DMF	0.1686	50.34%
	RÉPLICA 9	0.3697	DMF	0.1844	50.12%
	RÉPLICA 10	0.3527	DMF	0.1757	50.18%

Tabla 16:

Datos recopilados para el método para la determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles, en la matriz textil poliamida 53%-algodón 47%.

Matriz textil: Fibras poliamida (nylon) 53% en mezclas con fibras algodón 47%					
Analista	Nro. Réplica	Masa Inicial	Solvente	Masa Final	%Porcentaje
1	RÉPLICA 1	0.3185	Ac. Fórmico	0.1494	53.09%
	RÉPLICA 2	0.4032	Ac. Fórmico	0.1895	53.00%
	RÉPLICA 3	0.3402	Ac.Fórmico	0.1615	52.53%
	RÉPLICA 4	0.3323	Ac.Fórmico	0.1564	52.93%
	RÉPLICA 5	0.336	Ac.Fórmico	0.1584	52.86%
	RÉPLICA 6	0.4961	Ac.Fórmico	0.2366	52.31%
	RÉPLICA 7	0.4029	Ac.Fórmico	0.1930	52.10%
	RÉPLICA 8	0.2856	Ac.Fórmico	0.1340	53.08%
	RÉPLICA 9	0.2727	Ac.Fórmico	0.1317	51.71%
	RÉPLICA 10	0.6089	Ac. Fórmico	0.3064	49.68%
2	RÉPLICA 11	0.3178	Ac.Fórmico	0.1521	52.14%
	RÉPLICA 12	0.5306	Ac.Fórmico	0.2542	52.09%
	RÉPLICA 13	0.365	Ac.Fórmico	0.1760	51.78%
	RÉPLICA 14	0.3622	Ac.Fórmico	0.1727	52.32%
	RÉPLICA 15	0.31	Ac.Fórmico	0.1502	51.55%
	RÉPLICA 16	0.303	Ac.Fórmico	0.1441	52.44%
	RÉPLICA 17	0.503	Ac.Fórmico	0.2367	52.94%
	RÉPLICA 18	0.5089	Ac.Fórmico	0.2370	53.43%
	RÉPLICA 19	0.5026	Ac.Fórmico	0.2369	52.87%
	RÉPLICA 20	0.4868	Ac.Fórmico	0.2286	53.04%

Matriz textil: Fibras poliamida (nylon) 53% en mezclas con fibras algodón 47%					
Analista	Nro. Réplica	Masa Inicial	Solvente	Masa Final	%Porcentaje
3	RÉPLICA 21	0.5157	Ac.Fórmico	0.2407	53.33%
	RÉPLICA 22	0.5006	Ac.Fórmico	0.2346	53.14%
	RÉPLICA 23	0.4979	Ac.Fórmico	0.2304	53.73%
	RÉPLICA 24	0.502	Ac.Fórmico	0.2341	53.37%
	RÉPLICA 25	0.4832	Ac.Fórmico	0.2275	52.92%
	RÉPLICA 26	0.4974	Ac.Fórmico	0.2334	53.08%
	RÉPLICA 27	0.4973	Ac.Fórmico	0.2332	53.11%
	RÉPLICA 28	0.4909	Ac.Fórmico	0.2310	52.94%
	RÉPLICA 29	0.4287	Ac.Fórmico	0.2029	52.67%
	RÉPLICA 30	0.3876	Ac.Fórmico	0.1860	52.01%

B. Prueba de Anderson-Darling

La prueba de Anderson Darling evalúa si los datos presentan distribución normal, el estadístico de prueba es el p-value calculado acorde a lo indicado en la Tabla 7. La hipótesis nula plantea una distribución normal, si el p-value es mayor a 0.05 entonces la distribución de datos es normal, caso contrario se acepta la hipótesis alterna y los datos presentan una distribución no normal. Las pruebas de Anderson-Darling se realizaron para cada grupo de datos por analista y también al conjunto de datos de los tres analistas mediante el software Minitab 19.

La Figura 67, 68 y 69 muestran las pruebas de normalidad del grupo de datos de cada analista en los métodos de ensayo para la determinación de fibras poliuretano, acrílico y poliamida (nylon), respectivamente; cada grupo presenta un p-value mayor a 0.05 por lo que las distribuciones de datos de cada analista presenta una tendencia normal. La Tabla 17 muestra los valores del p-value de cada grupo de analistas.

Figura 67

Evaluación de la normalidad por analista en la matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%.

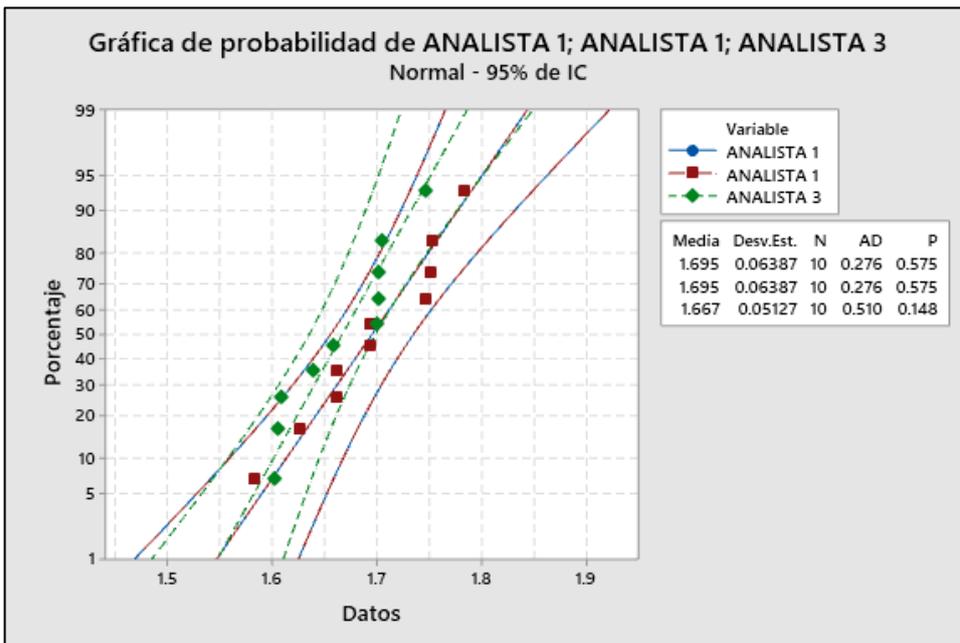


Figura 68

Prueba de normalidad por analista en la matriz acrílico 50%-algodón 50%

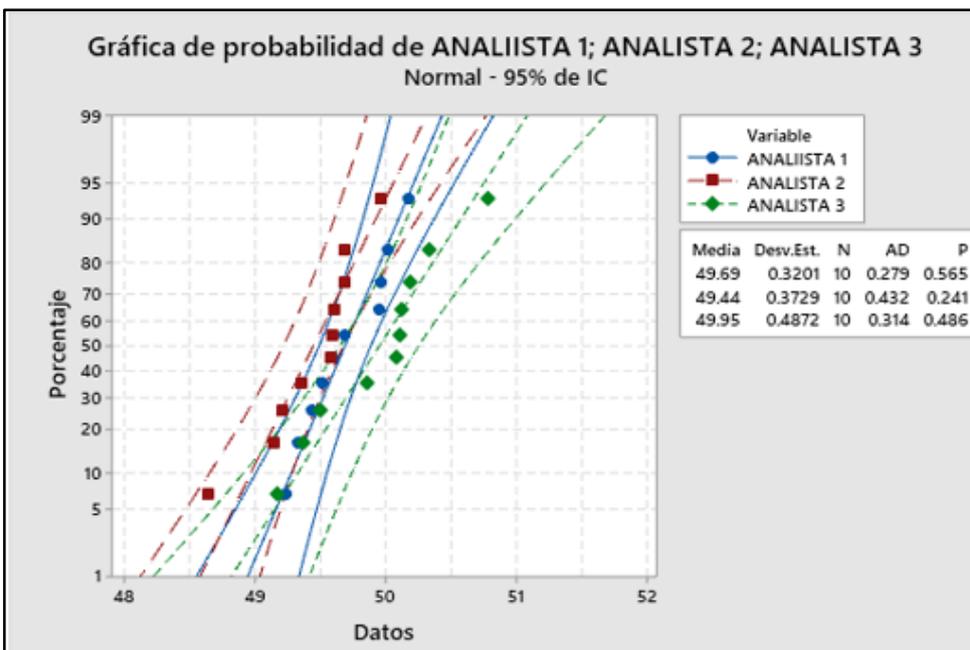


Figura 69

Evaluación de la normalidad por analista en la matriz textil poliamida (nylon) 53% - algodón 47%

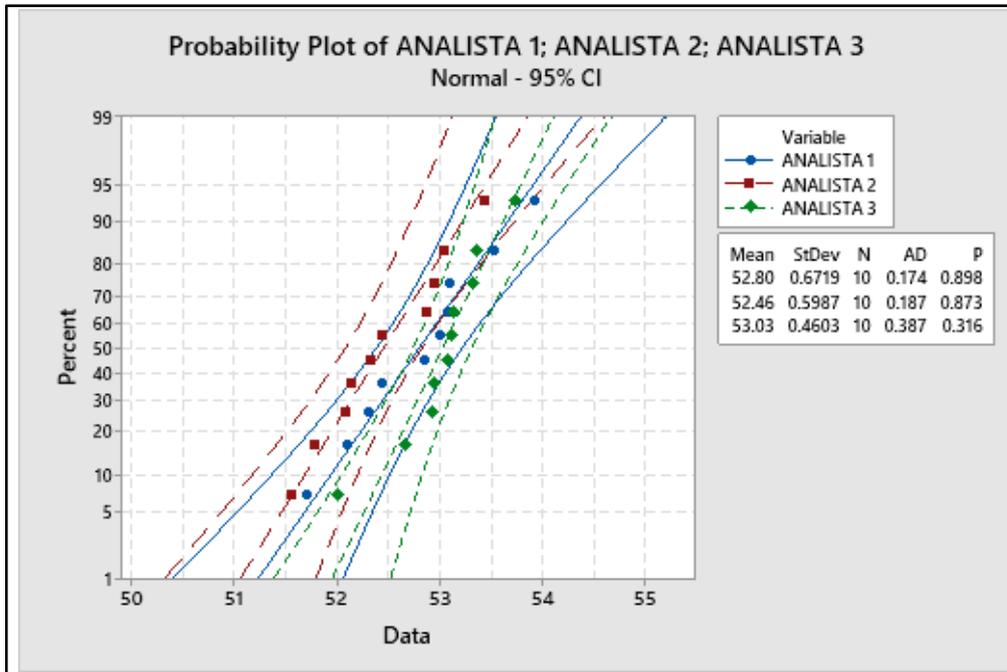


Tabla 17:

Valores p-value de cada grupo de analistas

Método Textil	Matriz	Nivel	P-value		
			Analista 1	Analista 2	Analista 3
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Fibras poliuretano (elastómero) en mezclas con fibras poliéster	1.7%	0.575	0.575	0.148
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón.	50%	0.565	0.241	0.486
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	Fibras poliamida (nylon) en mezclas con fibras algodón.	53%	0.898	0.873	0.316

Las figuras 70, 71 y 72 muestran las pruebas de normalidad para el conjunto de los 30 datos de cada método de ensayo. Los valores de los p-value son mayores a 0.05 por lo que se acepta la hipótesis nula y la distribución de los datos en normal. La Tabla 18 muestra los valores del p-value del conjunto de datos para todos los métodos de ensayo indicados.

Figura 70

Prueba de Anderson Darling en la matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%

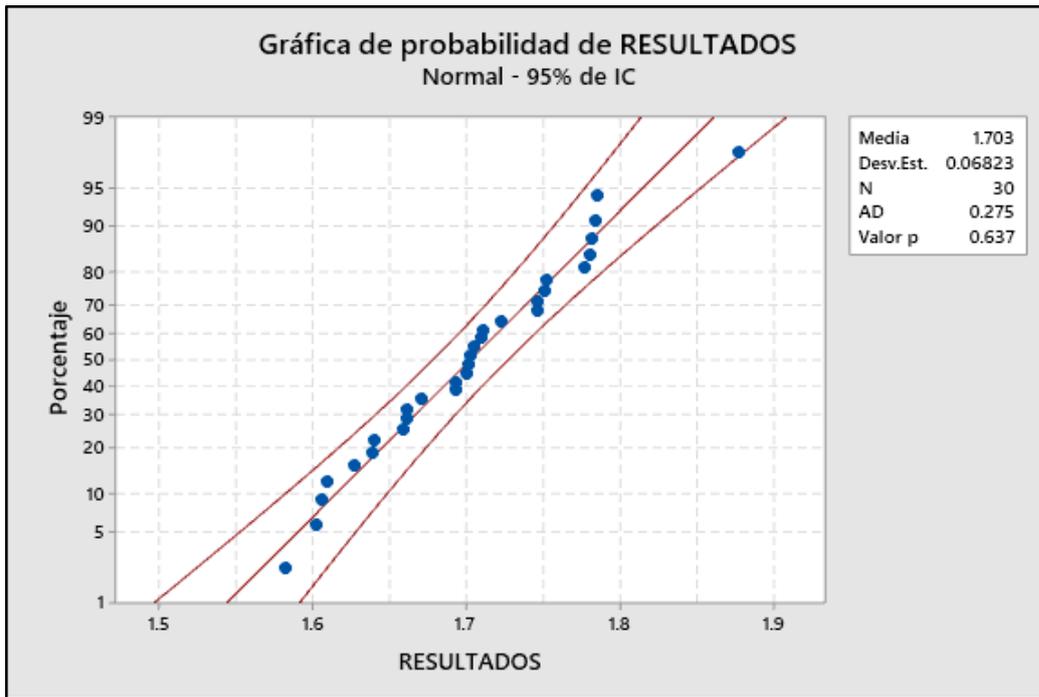


Figura 71

Prueba de Anderson Darling en la matriz textil acrílico 50%-algodón 50%

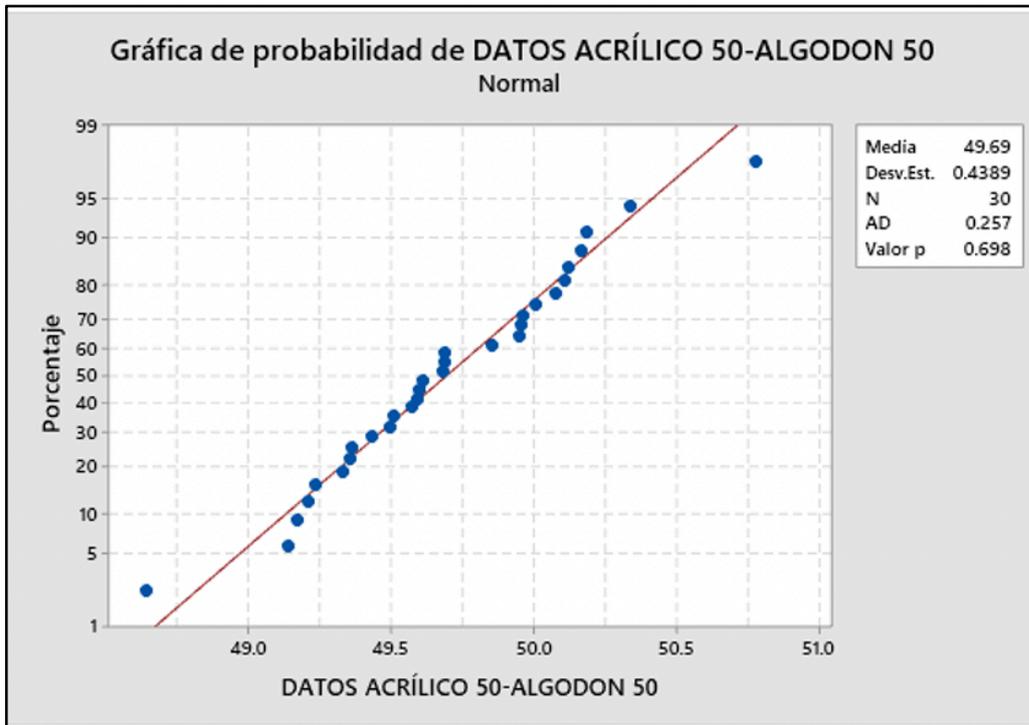


Figura 72

Prueba de Anderson Darling en la matriz textil poliamida (nylon) 53%-algodón 47%

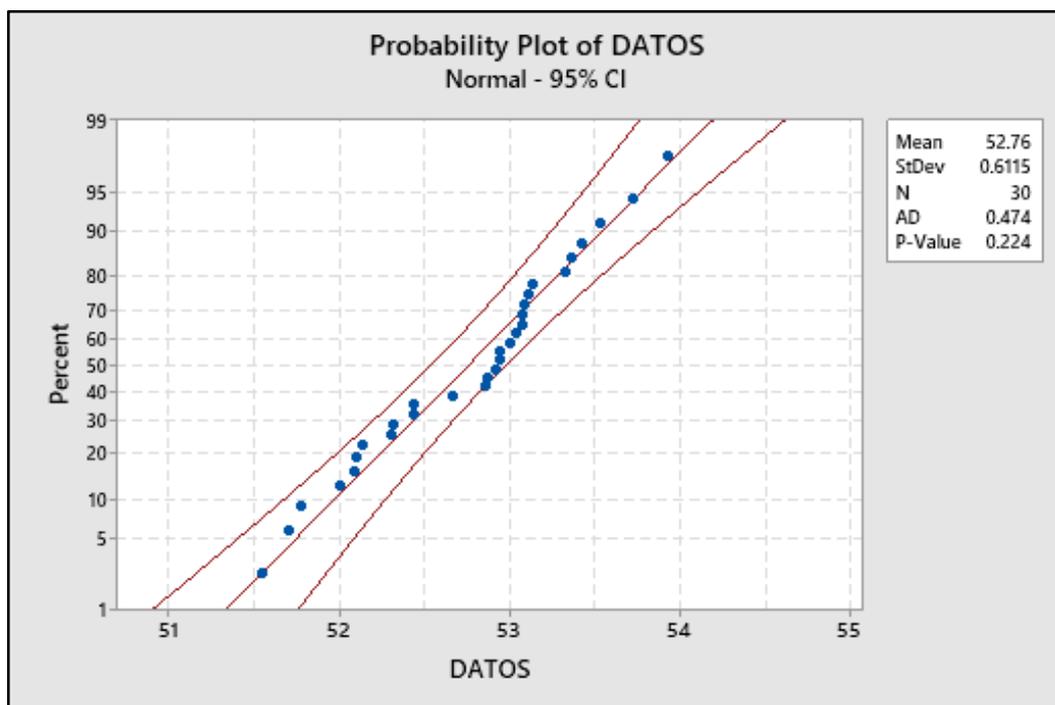


Tabla 18:

Valores p-value de la prueba de Anderson Darling para el conjunto de 30 datos en cada método de ensayo.

Método Textil	Matriz	Nivel	P-value
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Fibras poliuretano (elastómero) en mezclas con fibras poliéster	1.7%	0.637
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón.	50%	0.698
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	Fibras poliamida (nylon) en mezclas con fibras algodón.	53%	0.224

4.3.5 Evaluación de datos atípicos

Los datos recopilados por los analistas fueron analizados mediante la prueba de Grubbs y h,k Mandel. La prueba de Grubbs indicará si existe algún dato anómalo, la prueba de h Mandel permitirá conocer si uno de los analistas reporta un promedio estadísticamente distinto a los demás y la prueba k Mandel indicará si alguno de los 3 analistas presenta una variabilidad distinta a los demás.

A. Prueba de Grubbs

La prueba de Grubbs se realiza para evaluar si existen datos atípicos, esta prueba se realizó para cada conjunto de datos de cada analista. El estadístico de Grubbs experimental se calcula acorde a la ecuación (14), si estos valores son menores al valor crítico, entonces no existen datos atípicos. El valor crítico de Grubbs para 10 observaciones es igual a 2.29 a un nivel del 95% ($\alpha = 0,05$) de confianza.

Las tablas 19, 20 y 21 muestran los estadísticos de Grubbs experimentales para cada grupo de analistas, para el conjunto de datos de las matrices textiles poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%, acrílico 50%-algodón 50% y poliamida (nylon) 53%-algodón 47, respectivamente. Los valores de los estadísticos Grubbs experimentales no superan el valor crítico igual a 2.29, por lo que se concluye que los analistas no reportan datos atípicos.

Tabla 19

Evaluación de datos atípicos en la matriz poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%

Matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%						
Analista	Datos X_i	Promedio \bar{X}	Diferencias $Abs(\bar{X} - X_i)$	Max $Abs(\bar{X} - X_i)$	Desviación estándar S_r	G experimental $\frac{\max X_i - \bar{X} }{S_r}$
Analista 1	1.66	1.69	0.0340	0.1140	0.064	1.80
	1.69		0.0040			
	1.66		0.0340			
	1.69		0.0040			
	1.58		0.1140			
	1.78		0.0860			
	1.63		0.0640			
	1.75		0.0560			
	1.75		0.0560			
	1.75		0.0560			

Matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%						
Analista	Datos Xi	Promedio \bar{X}	Diferencias Abs($\bar{X} - X_i$)	Max Abs($\bar{X} - X_i$)	Desviación estándar S_r	G experimental $\frac{\max X_i - \bar{X} }{S_r}$
Analista 2	1.78	1.75	0.0340	0.1340	0.070	1.92
	1.88		0.1340			
	1.71		0.0360			
	1.64		0.1060			
	1.71		0.0360			
	1.67		0.0760			
	1.79		0.0440			
	1.72		0.0260			
	1.78		0.0340			
	1.78		0.0340			
Analista 3	1.66	1.67	0.0070	0.083	0.051	1.64
	1.70		0.0330			
	1.75		0.0830			
	1.64		0.0270			
	1.70		0.0330			
	1.70		0.0330			
	1.61		0.0570			
	1.70		0.0330			
	1.61		0.0570			
	1.60		0.0670			

Tabla 20

Evaluación de datos atípicos en la matriz acrílico 50%-algodón 50%

Matriz textil acrílico 50%-algodón 50%						
Analista	Datos X_i	Promedio \bar{X}	Diferencias $Abs(\bar{X} - X_i)$	Max $Abs(\bar{X} - X_i)$	Desviación estándar S_r	G experimental $\frac{max X_i - \bar{X} }{S_r}$
Analista 1	49.33	49.69	0.3586	0.48	0.32	1.51
	50.17		0.4836			
	50.01		0.3235			
	49.96		0.2704			
	49.95		0.2646			
	49.43		0.2561			
	49.23		0.4546			
	49.51		0.1768			
	49.60		0.0898			
	49.68		0.0062			
Analista 2	49.69	49.44	0.2411	0.80	0.37	2.16
	49.61		0.1635			
	49.59		0.1478			
	49.21		0.2345			
	49.14		0.3069			
	48.64		0.8047			
	49.96		0.5150			
	49.69		0.2422			
	49.57		0.1273			
	49.35		0.0908			
Analista 3	49.36	49.95	0.5887	0.83	0.49	1.71
	49.50		0.4537			
	50.11		0.1588			
	49.85		0.0983			
	50.78		0.8318			
	49.17		0.7769			
	50.08		0.1297			
	50.34		0.3896			
	50.12		0.1726			
	50.18		0.2351			

Tabla 21

Evaluación de datos atípicos en la matriz poliamida (Nylon) 53%-algodón 47%

Matriz poliamida 53%- algodón 47%						
Analista	Datos Xi	Promedio \bar{X}	Diferencias Abs($\bar{X} - X_i$)	Max Abs ($\bar{X} - X_i$)	Desviación estándar S _r	G experimental $\frac{\max X_i - \bar{X} }{S_r}$
Analista 1	53.09	52.60	0.49	0.90	0.47	1.92
	53.00		0.40			
	52.53		0.08			
	52.93		0.33			
	52.86		0.25			
	52.31		0.30			
	52.10		0.51			
	53.08		0.48			
	51.71		0.90			
	52.44		0.16			
Analista 2	52.14	52.46	0.32	0.97	0.60	1.62
	52.09		0.37			
	51.78		0.68			
	52.32		0.14			
	51.55		0.91			
	52.44		0.02			
	52.94		0.48			
	53.43		0.97			
	52.87		0.41			
	53.04		0.58			
Analista 3	53.33	53.03	0.30	1.02	0.46	2.22
	53.14		0.11			
	53.73		0.70			
	53.37		0.34			
	52.92		0.11			
	53.08		0.05			
	53.11		0.08			
	52.94		0.08			
	52.67		0.36			
	52.01		1.02			

Asimismo, se evaluó los estadísticos de Grubbs considerando el conjunto de datos de 30 ensayos, los resultados se detallan en el Anexo 1, los estadísticos para las matrices textiles poliamida (nylon) 53%-algodón 47%, poliéster 98.3%-poliuretano 1.7% y acrílico 50%-algodón 50% y corresponden a 2.08, 2.60 y 2.48, respectivamente. Estos valores no superan el valor crítico de Grubbs de 2.91 para 30 de observaciones a un nivel del 95% ($\alpha = 0,05$) de confianza.

B. Prueba de h,k Mandel

La prueba de h,k Mandel se realizó con el fin de evaluar si los analistas reportan promedio y varianzas estadísticamente iguales. En el apartado 6.3.3 del Capítulo I se describe la prueba de h,k Mandel. Para hallar el estadístico h utilizamos la ecuación (15). Asimismo, para hallar el estadístico k utilizamos la ecuación (17).

Donde P_i representa el promedio individual de cada analista, \bar{P} el promedio de los 30 datos recopilados, S_R la desviación estándar de los 3 promedios reportados por los analistas, S_i la desviación estándar de cada analista y \bar{S} se calcula acorde a la ecuación (18). Considerando diez resultados ($n=10$) por cada analista y para $\alpha = 0,05$, el valor de h,k crítico es igual a 1.15 y 1.29 respectivamente.

En las tablas 22, 23 y 24 se observan los valores de los estadísticos h y k Mandel. Los analistas 1,2 y 3 presentan valores de h Mandel menores al valor crítico por lo que dichos analistas presentan promedio estadísticamente iguales. Asimismo, los valores k Mandel para los analistas 1,2 y 3 son menores al valor crítico por lo que los analistas reportan varianzas estadísticamente iguales.

Tabla 22

Tratamiento de datos en la matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7% para evaluar h.k Mandel

Matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%			
Réplica	Analista 1	Analista 2	Analista 3
RÉPLICA 1	1.66	1.78	1.66
RÉPLICA 2	1.69	1.88	1.70
RÉPLICA 3	1.66	1.71	1.75
RÉPLICA 4	1.69	1.64	1.64
RÉPLICA 5	1.58	1.71	1.70
RÉPLICA 6	1.78	1.67	1.70
RÉPLICA 7	1.63	1.79	1.61
RÉPLICA 8	1.75	1.72	1.70
RÉPLICA 9	1.75	1.78	1.61

Matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%			
Réplica	Analista 1	Analista 2	Analista 3
RÉPLICA 10	1.75	1.78	1.60
S_i^2	0.004	0.005	0.003
S_i	0.063	0.070	0.051
$\bar{S} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p S_i^2}{p}}$	0.062		
P_i	1.69	1.75	1.67
\bar{P}	1.70		
S_R	0.04		
Prueba de h Mandel			
h Mandel $\frac{abs P_i - \bar{P} }{S_R}$	-0.21	1.09	-0.88
H_{teórico} (95% confianza)	1.15		
Calificación	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
Prueba de k Mandel			
K Mandel $\frac{S_i}{\bar{S}}$	1.028	1.128	0.819
k_{teórico} (95% confianza)	1.29		
Calificación	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio

Tabla 23:

Tratamiento de datos en la matriz acrílico 50%-algodón 50% para evaluar h.k Mandel

Matriz textil algodón 50%-acrílico 50 (%)			
Réplica	Analista 1	Analista 2	Analista 3
RÉPLICA 1	49.33	49.69	49.36
RÉPLICA 2	50.17	49.61	49.50
RÉPLICA 3	50.01	49.59	50.11
RÉPLICA 4	49.96	49.21	49.85
RÉPLICA 5	49.95	49.14	50.78
RÉPLICA 6	49.43	48.64	49.17
RÉPLICA 7	49.23	49.96	50.08
RÉPLICA 8	49.51	49.69	50.34

Matriz textil algodón 50%-acrílico 50 (%)			
Réplica	Analista 1	Analista 2	Analista 3
RÉPLICA 9	49.60	49.57	50.12
RÉPLICA 10	49.68	49.35	50.18
S_i^2	0.10	0.14	0.24
S_i	0.32	0.37	0.49
$\bar{S} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p S_i^2}{p}}$	0.40		
P_i	49.69	49.44	49.95
\bar{P}	49.69		
S_R	0.25		
Prueba de h Mandel			
$\frac{abs P_i - \bar{P} }{S_R}$	0.03	0.99	1.01
$H_{teórico} (95\% \text{ confianza})$	1.15		
Calificación	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
Prueba de k Mandel			
$K \text{ Mandel } \frac{S_i}{\bar{S}}$	0.80	0.93	1.22
$k_{teórico} (95\% \text{ confianza})$	1.29		
Calificación	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio

Tabla 24

Tratamiento de datos en la matriz poliamida (nylon)53%-algodón 47% para evaluar h.k Mandel

Matriz Poliamida(Nylon) 53%-Algodón 47%			
Réplica	Analista 1	Analista 2	Analista 3
RÉPLICA 1	53.09	52.14	53.33
RÉPLICA 2	53.00	52.09	53.14
RÉPLICA 3	52.53	51.78	53.73
RÉPLICA 4	52.93	52.32	53.37

Matriz Poliamida(Nylon) 53%-Algodón 47%			
Réplica	Analista 1	Analista 2	Analista 3
RÉPLICA 5	52.86	51.55	52.92
RÉPLICA 6	52.31	52.44	53.08
RÉPLICA 7	52.10	52.94	53.11
RÉPLICA 8	53.08	53.43	52.94
RÉPLICA 9	51.71	52.87	52.67
RÉPLICA 10	52.44	53.04	52.01
S_i²	0.220	0.358	0.210
S_i	0.469	0.598	0.458
$\bar{S} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^p S_i^2}{p}}$	0.513		
P_i	52.60	52.46	53.03
\bar{P}	52.70		
S_R	0.30		
Prueba de h Mandel			
h Mandel $\frac{abs P_i - \bar{P} }{S_R}$	0.32	0.80	1.12
H_{teórico} (95% confianza)	1.15		
Calificación	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio
Prueba de k Mandel			
K Mandel $\frac{S_i}{\bar{S}}$	0.916	1.168	0.894
k_{teórico} (95% confianza)	1.29		
Calificación	Satisfactorio	Satisfactorio	Satisfactorio

4.3.6 Veracidad

La evaluación de la veracidad se realizó mediante la prueba de T student tomando como referencia el estadístico p-value calculado aplicando las ecuaciones (28)

y (29). Si el p-value es mayor a 0.05 entonces el promedio de datos no difiere significativamente del valor de referencia.

Dado la diversidad de mezclas de fibras textiles en las telas, no fue posible encontrar materiales de referencia en las matrices evaluadas en el presente estudio, es por ello que, se tomó como referencia los resultados de los Informes de Ensayo emitidos por el Laboratorio Quality Lab, cuyo método para la determinación del contenido de fibras se basa en la norma AATCC TM 20A – 2021 y se encuentra acreditado ante INACAL.

Los informes de ensayo N° 65149, 53615 A y 60932 reportan resultados de 1.7+/-0.02 % de fibras poliuretano, 48.8 +/- 1.4% de fibras acrílicas y 53.3+/- 0.5% de fibras poliamida (nylon) respectivamente.

En la Tabla 25 se muestran los estadísticos p-value. El p-value para los métodos de determinación de fibras poliuretano (elastómero) y acrílicas supera el valor crítico de 0.05, por lo que no difieren significativamente de los valores de referencia μ indicados en los informes de ensayo N° 65149 y 53615 A. Sin embargo, el p-value calculado para el método de determinación de fibras poliamida (nylon) es menor a 0.05 por lo que sí hay una diferencia significativa entre el promedio de datos y el valor de referencia μ indicado en el Informe de Ensayo N° 60932.

4.3.7 Precisión

La precisión entre los analistas fue evaluada mediante el test de Barlett, el cual utiliza el estadístico P-value calculado a partir del estadístico $X^2_{calculado}$. La precisión del método fue evaluada comparando los coeficientes de variación con la tolerancia del 3 % para el contenido de fibras indicada en la NTP 231.410-2013.

Los análisis ANOVA nos proporcionan las desviaciones estándar en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad intermedia para los cálculos de los coeficientes de variación.

Tabla 25*Evaluación de la veracidad de datos*

Método de Ensayo	Alcance o nivel	Promedio (%)	Desviación estándar	Valor referencial μ	U_{ref} (U_{ref}/k)	Informe de Ensayo	T_{exp}	P_{value}
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	1.7%	1.70	0.0682	1.70	0.01	65149	0.162	0.873
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	50%	49.69	0.4389	48.8	0.7	53615 A	1.267	0.215
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	53%	52.70	0.796	53.3	0.25	60932	2.085	0.046

A. Análisis de varianza ANOVA

El análisis de varianza ANOVA se aplicará para obtener la desviación estándar de la repetibilidad y reproducibilidad intermedia, este análisis se realizará utilizando el software Excel. Luego se calculará los coeficientes de variación (desviación estándar relativa) y se compararán con las tolerancias indicadas para el contenido de fibras acorde a la NTP 231.410-2013.

En la Tabla 26 se resume el análisis ANOVA para los métodos indicados, el promedio de cuadrados corresponde al cociente entre la suma de cuadrados (SDC) y los grados de libertad. Los grados de libertad se calcula en base a lo indicado en la Tabla 10, dado que el factor es el analista, los grados de libertad para el origen de variación “Entre grupos” es igual 2.

En la Tabla 27, se muestra la desviación estándar de repetibilidad S_r , la contribución debido a la variabilidad del analista S_L y la desviación estándar de reproducibilidad intermedia S_R , calculadas aplicando las ecuaciones (19), (20) y (21), respectivamente. El coeficiente de variación se calcula mediante la ecuación (39):

$$\%CV = \frac{S \cdot 100}{\bar{x}} \quad (39)$$

Donde S se refiere a la desviación estándar, y \bar{x} el promedio del conjunto de datos.

Tabla 26:

Análisis ANOVA

Método Textil	Matriz	Nivel	Origen de las variaciones	Suma de cuadrados (SDC)	Grados de libertad (g)	Promedio de los cuadrados $\frac{SDC}{g}$
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Fibras poliuretano (elastómero) en mezclas con fibras poliéster	1.70%	Entre grupos	0.03200438	2	0.016002192
			Dentro de los grupos	0.10301508	27	0.003815373
			Total	0.13501946	29	-
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón.	50%	Entre grupos	1.27074667	2	0.635373333
			Dentro de los grupos	4.31135	27	0.15967963
			Total	5.58209667	29	-
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	Fibras poliamida (nylon) en mezclas con fibras algodón.	53%	Entre grupos	1.75516667	2	0.877583333
			Dentro de los grupos	7.09585	27	0.262809259
			Total	8.85101667	29	-

Tabla 27:Coeficiente de variación en condiciones de repetibilidad (CV_r) y precisión intermedia (CV_R)

Método Textil	Matriz	Nivel	S_r	S_L	S_R	Promedio	$CV_r(\%)$	$CV_R(\%)$
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Fibras poliuretano (elastómero) en mezclas con fibras poliéster	1.70%	0.062	0.035	0.071	1.703	3.628	4.167
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón.	50%	0.400	0.218	0.455	49.694	0.804	0.916
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	Fibras poliamida (nylon) en mezclas con fibras algodón.	53%	0.513	0.248	0.569	52.698	0.973	1.081

En el caso de las matrices acrílico 50%-algodón 50% y poliamida (nylon) 53%-algodón 47% se observa que los coeficientes de variación tanto en condiciones de repetibilidad y precisión intermedia están por debajo del valor de la tolerancia indicada

en la norma NTP 231.410-2013 para el contenido de fibras; sin embargo para la matriz poliéster 98.3%-poliuretano 1.7% los coeficientes de variación superan la tolerancia de 3%.

B. Precisión entre analistas

La precisión de los datos entre los analistas fue evaluada utilizando la prueba Bartlett, esta prueba proporciona el estadístico de prueba χ^2 y el p-value. Si el p-value, expresado en la ecuación (40) y calculado con Microsoft Excel, es menor a 0.05 entonces los analistas presentan varianzas estadísticamente iguales y son precisos entre sí.

$$Pvalue = \text{DISTR. CHI}(X_{calculado}^2; K - 1) \quad (40)$$

La Tabla 28 muestra los resultados del tratamiento de los datos de las tablas 14, 15 y 16 correspondiente a los métodos de ensayo para la determinación de fibras poliuretano, acrílicas y poliamida (nylon) respectivamente.

Tabla 28:

Análisis de datos para el cálculo del estadístico $X_{calculado}^2$

Método de ensayo	Nivel	N° analistas (k)	Analista	n_i	n_i-1	$1/(n_i-1)$	S_i^2	$(n-1) S_i^2$	$\ln(S_i^2)$	$(n-1)\ln(S_i^2)$
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles. Matriz: Poliuretano (elastómero)-poliéster	1.7%	3	Analista 1	10	9	0.111	0.00403	0.0362	-5.515	-49.633
			Analista 2	10	9	0.111	0.00485	0.0436	-5.329	-47.961
			Analista 3	10	9	0.111	0.00256	0.0230	-5.969	-53.721
			SUMA	-	27	0.333	-	0.1029	-	-151.316
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles Matriz: Acrílico-Algodón	50%	3	Analista 1	10	9	0.111	0.10	0.923	-2.278	-20.500
			Analista 2	10	9	0.111	0.14	1.254	-1.971	-17.735
			Analista 3	10	9	0.111	0.24	2.134	-1.439	-12.952
			SUMA	-	27	0.333	-	4.311	-	-51.187
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles. Matriz: Poliamida (nylon)-Algodón	53%	3	Analista 1	10	9	0.111	0.22	1.963	-1.523	-13.703
			Analista 2	10	9	0.111	0.36	3.226	-1.026	-9.235
			Analista 3	10	9	0.111	0.21	1.907	-1.552	-13.966
			SUMA	-	27	0.333	-	7.096	-	-36.904

El tratamiento de datos se realizó para el cálculo del estadístico $X_{calculado}^2$ y p-value. Cabe indicar que el valor de n_i es igual a 10 y se refiere al número de análisis

realizados por cada analista, el valor S_i^2 se refiere a la varianza de cada analista y k al número de analistas.

La Tabla 29 muestra los valores del estadístico p-value los cuales son mayores a 0.05, por lo que se concluye que los analistas reportan varianzas estadísticamente iguales y son precisos entre sí, para los métodos y alcances indicados en la Tabla 29.

Tabla 29:

Valores de $X^2_{calculado}$ y p-value para analizar la precisión entre los analistas.

Método de ensayo	Nivel	Nº analistas(k)	S_p^2	$C = 1 + \frac{1}{3(k-1)} \left[\sum_{i=1}^k \frac{1}{n_i-1} - \frac{1}{\sum(n_i-1)} \right]$	$X^2_{calculado} = \frac{1}{c} \left[\sum_{i=1}^k (n_i-1) \ln S_p^2 - \sum_{i=1}^k (n_i-1) \ln S_i^2 \right]$	P-value
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles. Matriz: Poliuretano (elastómero)-poliéster	1.7%	3	0.00381	1.049	0.884	0.643
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles Matriz: Acrílico-Algodón	50%	3	0.160	1.049	1.575	0.455
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles. Matriz: Poliamida (nylon)-Algodón	53%	3	0.263	1.049	0.784	0.676

4.3.8 Robustez

La robustez del método se evaluó con el fin de determinar si las modificaciones realizadas a la ISO 1833-12:2020 (E) para la cuantificación de fibras acrílicas, e ISO 1833-7:2017(E) para la cuantificación de fibras poliamida (nylon) influyen significativamente en los resultados. Este parámetro fue evaluado mediante la prueba de Youden-Steiner, para ello se realizaron ocho análisis con combinaciones de condiciones de ensayo indicados en las normas y sus respectivas modificaciones.

En la Tabla 30 se muestra las condiciones de análisis modificadas de los métodos normalizados, las letras mayúsculas representan las condiciones de análisis

del método normalizado y las letras minúsculas representan las condiciones de análisis del método a validar.

La norma ISO 1833-1:2020(E) para la cuantificación de fibras acrílicas indica 1 gramo como cantidad de muestra, una temperatura de 90-95°C y un tiempo de análisis igual a 1 hora. Estas condiciones fueron modificadas en el método de ensayo, estableciendo una cantidad de muestra igual a 0.25 gramos, una temperatura de 175 °C en plancha de calentamiento y un tiempo de análisis igual a 30 minutos. Asimismo, el método normalizado para la determinación de fibras poliamida (nylon) fueron modificados acorde a la Tabla 30. No se realizó pruebas de robustez para el método para la determinación de fibras poliuretano debido a que es un método desarrollado en el propio laboratorio.

Tabla 30:

Condiciones de ensayo modificadas en el método de ensayo normalizado

Método de ensayo	Nivel	Método normalizado	Condiciones de análisis	Método normalizado	Método de ensayo a validar
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	50%	ISO 1833-12:2020(E)	Cantidad de muestra	D=1 gramo	d=0.25 g
			Tiempo de análisis	E= 1 hora	e=30 minutos
			Temperatura	F=90-95°C	f=175 °C (plancha de calentamiento)
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	53%	ISO 1833-7:2017(E)	Cantidad de muestra	G=1 gramo	g=0.25 g
			Reactivo de enjuague	H=Amoniaco 8%	h=Agua caliente/agua fría con jabón/agua fría

Se efectuaron 8 análisis en total para cada método de ensayo validado, cada ensayo se realizó con combinaciones de condiciones de análisis distintas entre sí. La Tabla 31 muestra las condiciones de análisis de cada ensayo. Cabe resaltar que las letras mayúsculas y minúsculas representan las condiciones de análisis en cada ensayo.

La Tabla 32 muestra los resultados de los ensayos realizados para la evaluación de la Robustez así como la desviación estandar de los 8 ensayos realizados, donde E_i ($i=1,2,3...8$) representa un determinado ensayo.

Tabla 31:*Ensayos realizados para la evaluación de la robustez.*

Método de ensayo	Condiciones de análisis							
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	D	D	D	D	d	d	d	d
	E	e	E	e	E	e	E	e
	F	F	f	f	F	F	f	f
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	G	G	G	G	g	g	g	g
	H	h	H	h	H	h	H	h

Tabla 32:*Resultados de los ensayos realizados para la evaluación de la robustez*

Método de ensayo	Resultados								S _R
	E1	E2	E3	E4	E5	E6	E7	E8	
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	49.88	49.78	49.73	49.22	51.94	52.86	51.02	49.94	1.27
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	52.60	52.37	52.71	51.37	52.92	52.08	53.53	52.56	0.63

Para evaluar la robustez del método se calculan los promedios de los ensayos realizados con la condición de análisis representada por una letra mayúscula y de los ensayos realizados con la condición de análisis representada por una letra minúscula.

Las Tabla 33 y 34 muestran los resultados de los ensayos realizados con las condiciones Y⁺ y Y⁻ así como los promedios asociados para cada método de ensayo evaluado. La variable Y⁺ representa una letra mayúscula, Y⁻ su correspondiente letra minúscula, \bar{X}_{Y^+} y \bar{X}_{Y^-} representan los promedios asociados a los ensayos realizados en las condiciones Y⁺ y Y⁻.

Tabla 33:

Promedio de los ensayos realizados con las condiciones de análisis representados por las letras mayúsculas y minúsculas para el método de determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles - 1.

Método de ensayo	Letra	Condiciones de análisis				Promedio
		E1	E2	E3	E4	
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	D					\bar{X}_D
		49.88	49.78	49.73	49.22	49.65
	d					\bar{X}_d
		51.94	52.86	51.02	49.94	51.44
	E					\bar{X}_E
		49.88	49.73	51.94	51.02	50.64
	e					\bar{X}_e
		49.73	49.22	51.02	49.94	50.45
	F					\bar{X}_F
		49.88	49.78	51.94	52.86	51.11
	f					\bar{X}_f
		49.73	49.22	51.02	49.94	49.98

Tabla 34:

Promedio de los ensayos realizados con las condiciones de análisis representados por las letras mayúsculas y minúsculas para el método de determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles - 2.

Método de ensayo	Letra	Condiciones de análisis				Promedio
		E1	E2	E3	E4	
Determinación de fibras poliamida(nylon) en mezclas con otras fibras textiles	G					\bar{X}_G
		52.60	52.37	52.71	51.37	52.26
	g					\bar{X}_g
		52.92	52.08	53.53	52.56	52.77
	H					\bar{X}_H
		52.60	52.71	52.92	53.53	52.94
	h					\bar{X}_h
		52.71	51.37	53.53	52.56	52.10

Si la diferencia entre los promedios $\bar{X}_{Y^+} - \bar{X}_{Y^-}$ es menor a $\sqrt{2}S_r$, entonces la condición de análisis modificada no influye en los resultados. La Tabla 32 muestra las diferencias entre los promedios de Y^+ e Y^- , en todos los métodos de ensayo indicados las diferencias no superan el valor de $\sqrt{2}S_r$, por lo que las modificaciones a los métodos de ensayo normalizados indicados en la Tabla 26 no influyen significativamente en los resultados.

Tabla 35:

Diferencias de los promedios asociados a las condiciones Y⁺ e Y⁻

Método de ensayo	Y ⁺	\bar{X}_{Y^+}	Y ⁻	\bar{X}_{Y^-}	Diferencias $ABS(\bar{X}_{Y^+} - \bar{X}_{Y^-})$	$\sqrt{2}S_r$
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	D	49.65	d	51.44	1.79	1.80
	E	50.64	E	50.45	0.19	
	F	51.11	f	49.98	1.14	
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	G	52.26	g	52.77	0.51	0.89
	H	52.94	h	52.10	0.84	

4.3.9 Incertidumbre

En este apartado se estimará la incertidumbre combinada y expandida asociada a los métodos de ensayo para la cuantificación de fibras poliuretano(elastómero), acrílicas y poliamida (nylon) en los alcances y niveles previstos. La estimación de la incertidumbre combinada se realiza aplicando la ecuación (3) siendo sus componentes la incertidumbre debido a la precisión del analista, la incertidumbre debido al sesgo del método de ensayo y la incertidumbre debido al modelo matemático. La incertidumbre expandida se estima multiplicando la incertidumbre combinada por el factor de cobertura $k=2$, acorde a la ecuación (4).

Las incertidumbres asociadas a la precisión del analista y al sesgo del método se estiman a partir del conjunto de datos recopilados y se mantienen constantes para los alcances evaluados: poliuretano (Elastómero) 1.7%-poliéster 98.3%, acrílico 50%-algodón 50%, y poliamida (nylon) 53%-algodón 47%. Por otro lado, la incertidumbre debido al modelo matemático depende de la incertidumbre asociada a la pesada de una masa por lo que su estimación depende directamente de las masas iniciales y finales del textil antes y después de la digestión con el solvente elegido.

A. Estimación de la incertidumbre asociada a la precisión de los analistas

La ecuación (1) representa los cálculos para la estimación de la incertidumbre asociada a la precisión de los analistas, donde S_{z_i} representa la desviación estándar del conjunto de datos y n el número de ensayos realizados.

La Tabla 36 indica la S_{zi} de los resultados de los 30 ensayos realizados en cada método de ensayo a validar, estos resultados se muestran en las tablas 14,15 y 16.

Tabla 36:

Estimación de la incertidumbre de precisión

Método de ensayo	n	S_{zi}	$U_{\text{precisión}} = \frac{S_{zi}}{\sqrt{n}}$
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	30	0.068	0.012
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	30	0.31	0.057
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	30	0.55	0.101

B. Estimación de la incertidumbre asociada al sesgo del método

La ecuación (2) muestra los cálculos para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo del método de ensayo. Esta incertidumbre está compuesta por tres componentes: diferencia entre el promedio y el valor de referencia, desviación estándar de los sesgos de cada resultado respecto al valor de referencia y la incertidumbre del valor de referencia.

Las tablas 37, 38 y 39 muestra el tratamiento de datos para la estimación de los componentes para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo de los métodos de ensayo. Los valores de referencia y la incertumbre asociada se indican en los informes de ensayo N° 65149, 53615 A y 60932 emitidos por el laboratorio externo Quality Lab para las muestras textiles utilizadas en la validación de los métodos de ensayo para la determinación de fibras poliuretano, acrílico y poliamida (nylon), respectivamente.

Las incertidumbres reportadas en los informes de ensayo de Quality Lab corresponden a la incertidumbre expandida, considerando un factor de cobertura K igual a 2, la incertidumbre combinada se estima como la mitad de la incertidumbre expandida.

Tabla 37

Estimación del valor del sesgo y del S_{sesgo} en el método para la determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles

Matriz textil poliéster 98.3%-poliuretano 1.7%								
N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo
1	1.662	-0.04	11	1.778	0.08	21	1.658	-0.04
2	1.693	-0.01	12	1.878	0.18	22	1.705	0.00
3	1.662	-0.04	13	1.710	0.01	23	1.747	0.05
4	1.693	-0.01	14	1.639	-0.06	24	1.639	-0.06
5	1.582	-0.12	15	1.710	0.01	25	1.702	0.00
6	1.784	0.08	16	1.671	-0.03	26	1.702	0.00
7	1.626	-0.07	17	1.786	0.09	27	1.605	-0.09
8	1.747	0.05	18	1.723	0.02	28	1.700	0.00
9	1.752	0.05	19	1.782	0.08	29	1.609	-0.09
10	1.751	0.05	20	1.781	0.08	30	1.601	-0.10
Total de datos	30							
S_{sesgo}	0.0162							
Promedio Total	1.70							
Sesgo	0.003							
Informe de Ensayo N° 65149								
Valor de referencia %Poliuretano	1.70							
Incertidumbre	0.02							
Factor de cobertura "k"	2							
C_{ref} ($U_{estandar}$)	0.01							

Tabla 38:

Estimación del valor del sesgo y del S_{sesgo} en el método para la determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles.

Matriz textil acrílico 50%-algodón 50%								
N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo
1	49.33	0.53	11	49.69	0.89	21	49.36	0.56
2	50.17	1.37	12	49.61	0.81	22	49.50	0.70
3	50.01	1.21	13	49.59	0.79	23	50.11	1.31
4	49.96	1.16	14	49.21	0.41	24	49.85	1.05
5	49.95	1.15	15	49.14	0.34	25	50.78	1.98
6	49.43	0.63	16	48.64	-0.16	26	49.17	0.37
7	49.23	0.43	17	49.96	1.16	27	50.08	1.28

Matriz textil acrílico 50%-algodón 50%								
N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo
8	49.51	0.71	18	49.69	0.89	28	50.34	1.54
9	49.60	0.80	19	49.57	0.77	29	50.12	1.32
10	49.68	0.88	20	49.35	0.55	30	50.18	1.38
Total de datos			30					
S _{sesgo}			0.439					
Promedio Total			49.69					
Sesgo			0.89					
Informe de ensayo N° 53615								
Valor de referencia %Acrílico			48.8					
Incertidumbre			1.4					
Factor de cobertura "k"			2					
C _{ref} (U _{estándar})			0.7					

Tabla 39

Estimación del valor del sesgo y del S_{sesgo} en el método para la determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.

Matriz textil poliamida (nylon) 53%-algodón 47%								
N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo	N°	Resultado	Sesgo
1	53.09	-0.21	11	52.14	-1.16	21	53.33	0.03
2	53.00	-0.30	12	52.09	-1.21	22	53.14	-0.16
3	52.53	-0.77	13	51.78	-1.52	23	53.73	0.43
4	52.93	-0.37	14	52.32	-0.98	24	53.37	0.07
5	52.86	-0.44	15	51.55	-1.75	25	52.92	-0.38
6	52.31	-0.99	16	52.44	-0.86	26	53.08	-0.22
7	52.10	-1.20	17	52.94	-0.36	27	53.11	-0.19
8	53.08	-0.22	18	53.43	0.13	28	52.94	-0.36
9	51.71	-1.59	19	52.87	-0.43	29	52.67	-0.63
10	52.44	-0.86	20	53.04	-0.26	30	52.01	-1.29
Total de datos			30					
S _{sesgo}			0.552					
Promedio Total			52.70					
Sesgo			-0.602					
Informe de ensayo N° 60932								
Valor de referencia % Poliamida (nylon)			53.3					
Incertidumbre			0.5					
Factor de cobertura "k"			2					
C _{ref} (U _{estándar})			0.25					

La Tabla 40 muestra los valores de los componentes para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo del método acorde a la ecuación (2).

Tabla 40:

Componentes para la estimación de la incertidumbre asociada al sesgo del método.

Método de ensayo	Alcance	Nivel	Sesgo	$\frac{s_{sesgo}}{\sqrt{n}}$	$u(C_{ref})$	U_{sesgo}
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano-poliéster	1.7%	0.003	0.0125	0.01	0.0162
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico-algodón	50%	0.89	0.0801	0.7	1.1351
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles.	Poliamida(nylon)-algodón	53%	-0.602	0.1009	0.25	0.6593

C. Estimación de la incertidumbre asociada al modelo matemático

Los métodos de ensayo corresponden a métodos gravimétricos en los cuales el porcentaje de peso de la fibra se calcula por diferencia de las masa de la muestra textil antes y después de digerir con un solvente específico que solubiliza la fibra a cuantificar. El modelo matemático representa el cálculo realizado para obtener el porcentaje en peso de la fibra textil y viene representado en la ecuación (31) y la incertidumbre asociada al modelo matemático en la ecuación (36). Cabe indicar que la incertidumbre debido al modelo matemático depende de las masas iniciales y finales luego del análisis químico, en este apartado y posteriores referidas a la estimación de los componentes de la incertidumbre asociada al modelo matemático se utilizará las masas iniciales y finales de uno de los ensayos realizados para los métodos de ensayo.

- **Estimación de la incertidumbre asociada a una pesada $U(m)$**

La incertidumbre asociada a una pesada U_m , se estima como la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de los componente. Estos componentes son la $U_{calibración}$ debido a la calibración de la balanza, la U_{medida} debido a la medida de la masa en la

balanza, y la U_{deriva} debido a la variación de la medida en la balanza en el tiempo y al error por la temperatura. La ecuación (5) representa la estimación de la incertidumbre asociada a una pesada.

Estimación de la incertidumbre asociada a la calibración de la balanza: Los componentes de la incertidumbre asociada a la calibración de la balanza son la incertidumbre expandida U_{ci} y la corrección a la lectura de la balanza C_i , ambos indicados en el certificado de calibración. La ecuación (6) representa la estimación de la incertidumbre de calibración $U_{\text{calibración}}$.

La Figura 73 muestra la ecuación para la estimación de la incertidumbre expandida y la lectura corregida en el Certificado de Calibración N° BD23-C-0989.

Figura 73

Incertidumbre expandida de medición y lectura corregida según certificado BD23-C-0989

INCERTIDUMBRE EXPANDIDA Y LECTURA CORREGIDA		N° BD23-C-0989
<i>Expanded uncertainty and corrected reading</i>		
Incertidumbre expandida de medición <i>Expanded measurement uncertainty</i>	$U_R = 2 * \sqrt{0,0000000025 \text{ g}^2 + 0,000000000029 R^2}$	
Lectura Corregida <i>Corrected reading</i>	$R_{\text{corregida}} = R + 0,0000029 R$	
R : Indicación de lectura de la balanza <i>R : Reading indication of the balance</i>	(g)	

– **Incertidumbre expandida $U(C_i)$ debido al certificado de calibración:**

La incertidumbre expandida de medición que aparece en el certificado de calibración BD23-C-0989 se representa en la ecuación (41).

$$U_{ci} = 2 * \sqrt{0.0000000025g^2 + 0.00000000000029R^2} \tag{41}$$

Donde R representa al valor de la masa registrada en la balanza.

Aplicando la ecuación (41) se estima la incertidumbre U_{ci} . La Tabla 41 muestra las incertidumbres expandidas de medición de las masas iniciales y finales.

– **Incertidumbre debida a la corrección de la lectura de la balanza C_i :**

La ecuación (42) muestra la corrección de la lectura de la balanza, donde R representa al valor de la masa medida. La corrección C_i es igual a $0.0000029R$, representa la diferencia entre el valor de la lectura de la balanza R y el valor de la lectura corregida $R_{\text{corregida}}$.

$$R_{\text{corregida}} = R + 0.0000029R \quad (42)$$

Tabla 41

Estimación de la incertidumbre expandida asociada a la calibración de la balanza.

Método	Matriz	Alcance	Masa	R (g)	Incertidumbre Expandida Certificado Calibración (U_{ci})	
					NRO.Certificado	Incertidumbre expandida U_{ci}
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano-poliéster	1.7%	mi	0.4165	BD23-C-0989	0.000100010
			mf	0.4064	BD23-C-0989	0.000100010
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico-algodón	50%	mi	0.5500	BD21-C-0989	0.000100018
			mf	0.2787	BD21-C-0989	0.000100005
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida(nylon) - algodón	53%	mi	0.3323	BD23-C-0989	0.000100006
			mf	0.1564	BD23-C-0989	0.000100001

Nota: Las incertidumbres expandidas asociadas a las masas inicial y final son componentes para el cálculo de la $U_{\text{calibración}}$

Tabla 42

Corrección de lectura de balanza

Método	Matriz y alcance	Masa	R	Consante de corrección del Certificado de calibración	Lectura corregida de la Balanza (calibración actual)	Correccion Ci (g)
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano 1.7%-poliéster 98.3 %	mi	0.4165	0.0000029	0.41650121	0.000001208
		mf	0.4094	0.0000029	0.40940119	0.000001187
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico 50%-algodón 50%	mi	0.5500	0.0000029	0.5500016	0.000001595
		mf	0.2787	0.0000029	0.27870081	0.000000808
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida(nylon) 53% - algodón 47%	mi	0.3323	0.0000029	0.33230096	0.000000964
		mf	0.1564	0.0000029	0.15640045	0.000000454

– **Estimación de la incertidumbre de calibración:** La incertidumbre asociada a la calibración de la balanza se estima acorde a la ecuación (6) en la cual los aportes son la incertidumbre expandida de medida de la balanza U_{ci} y la corrección C_i . Los valores de dichos aportes se encuentran en las tablas 41 y 42, aplicando la ecuación 6 se construye la Tabla 43 en la cual se detalla los valores de las incertidumbres

asociadas a la calibración de la balanza. El aporte $\frac{U(Ci)}{2}$ representa a la incertidumbre estándar, donde $k=2$ acorde al Certificado de Calibración N° BD23-C-0989.

Tabla 43:

Estimación de la incertidumbre $U_{calibración}$ asociada a la calibración de la balanza.

Método	Matriz	Alcance	Masa	R (g)	Incertidumbre Estandar (U_{ci}/k)	Corrección C_i (g)	$u(calibración)$
					K=2		$\sqrt{\left(\frac{U(Ci)}{2}\right)^2 + ci^2}$
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano-poliéster	1.7%	mi	0.4165	0.0000500050	0.000001208	0.0000500196
			mf	0.4094	0.0000500049	0.000001187	0.0000500190
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico-algodón	50%	mi	0.5500	0.0000500088	0.0000015950	0.0000500342
			mf	0.2787	0.0000500023	0.0000008080	0.0000500088
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida(nylon) - algodón	53%	mi	0.3323	0.0000500032	0.0000009640	0.0000500125
			mf	0.1564	0.0000500007	0.0000004540	0.0000500028

Estimación de la incertidumbre asociada a la medida de la masa: La estimación de la incertidumbre asociada a la medida de la masa se representa en la ecuación (7), la precisión y la resolución de la balanza aportan a la incertidumbre de la medida.

La $s(\bar{m}_1)$ representa la desviación estándar de las últimas 30 verificaciones a la balanza realizada con las pesas patrón. En la Tabla 44 se muestra el registro de verificaciones, así como la $s(\bar{m}_1)$, para la estimación de la incertidumbre asociada a la medida se utilizará la desviación estándar del registro de verificaciones con la masa patrón 0.2000 g. La Tabla 45 muestra la incertidumbre asociada a la medida, cabe indicar que la resolución de la balanza es igual a 0.0001.

Tabla 44

Incertidumbre asociada a la repetibilidad de la masa patrón

N°	Pesa 1: 0.1	Pesa 2: 0.2	Pesa 3: 1.0 g
1	0.0999	0.2002	1.0000
2	0.1000	0.2001	0.9999
3	0.1001	0.2000	1.0000
4	0.1001	0.2000	0.9999

N°	Pesa 1: 0.1	Pesa 2: 0.2	Pesa 3: 1.0 g
5	0.1000	0.2000	1.0002
6	0.1001	0.2000	0.9999
7	0.1001	0.2000	0.9999
8	0.1000	0.2001	0.9999
9	0.1000	0.2001	1.0001
10	0.1000	0.2001	1.0001
11	0.1000	0.2000	1.0001
12	0.1000	0.2001	1.0000
13	0.1000	0.2000	1.0000
14	0.1000	0.2000	1.0000
15	0.1000	0.2000	1.0000
16	0.1000	0.2000	1.0000
17	0.1000	0.2000	1.0000
18	0.1000	0.2000	1.0000
19	0.1000	0.2000	1.0000
20	0.1000	0.2000	1.0000
21	0.1000	0.2000	1.0000
22	0.1000	0.2000	1.0000
23	0.1000	0.2000	1.0000
24	0.1000	0.2000	1.0000
25	0.1000	0.2000	1.0000
26	0.1000	0.2000	1.0000
27	0.1000	0.2000	1.0000
28	0.1000	0.2001	1.0000
29	0.1000	0.2002	1.0000
30	0.1000	0.2001	1.0000
Promedio	0.1000	0.2000	1.0000
$s(\bar{m}_1)$	0.00004026	0.00006150	0.00006433

Nota: Para el cálculo de U_{medida} se utilizará la desviación estándar de la masa patrón 0.2 g.

Tabla 45
Incertidumbre de la medida de masa

Incertidumbre estándar de la masa $U(\text{medida})$		
Repetibilidad masas patrón $s(\bar{m}_1)$	Resolución balanza (g) res	$u(\text{medida})$ $\sqrt{(s(\bar{m}_1))^2 + \frac{res^2}{12}}$
0.0000615	0.0001	0.000068
0.0000615	0.0001	0.000068

Nota: La U_{medida} depende de la precisión y de la resolución de la balanza.

Estimación de la incertidumbre asociada a la deriva $u_{(deriva)}$: La incertidumbre de la deriva está representada por la ecuación (8), en la cual se distinguen 2 componentes, el componente $u(d_{cal})$ corresponde a la incertidumbre asociada al error en la lectura de la balanza por el factor tiempo y el componente $u(d_t)$ al error que se presenta al medir la masa a una temperatura distinta a la temperatura de calibración.

– **Estimación de la incertidumbre asociada a la deriva por tiempo:** La Tabla 46 muestra los valores de la incertidumbre asociada a la deriva por tiempo. La estimación de la incertidumbre $u(d_{cal})$ se realizó acorde a la ecuación (9). Las constantes C_1 y C_2 representan la diferencia entre la masa observada y la lectura corregida de la balanza detallada en el último y penúltimo certificado de calibración, respectivamente.

Tabla 46:
Incertidumbre asociada a la deriva-tiempo

Método	Matriz y Alcance	Masa	Peso R (g)	Corrección C_1 (g)	Corrección C_2 (g)	Deriva (g) $C_1 - C_2$	$U(d_{cal})$ $\sqrt{\frac{(C_1 - C_2)^2}{3}}$
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano 1.7% - poliéster 98.3%	mi	0.4165	-0.00000005	0.000001208	0.000001254	0.00000072
		mf	0.4094	-0.00000005	0.000001187	0.000001232	0.00000071
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico 50%- algodón 50%	mi	0.5500	-0.00000006	0.00000159500	0.000001655	0.00000096
		mf	0.2787	-0.00000003	0.00000080800	0.000000839	0.00000048
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida (Nylon) 53% - algodón 47%	mi	0.3323	-0.00000004	0.00000096400	0.000001000	0.00000058
		mf	0.1564	-0.00000002	0.00000045400	0.000000471	0.00000027

El último certificado de calibración de la balanza al término del presente estudio es el BD23-C-0989, la corrección C_2 se calcula como 0.0000029R donde R representa la masa medida, asimismo el penúltimo certificado de calibración es el BD23-C-0305 en el cual la C_1 es igual a -0.00000011R tal y como se aprecia en la Figura 74.

Figura 74:

Incertidumbre expandida de medición y lectura corregida según certificado BD23-C-0305

INCERTIDUMBRE EXPANDIDA Y LECTURA CORREGIDA		N° BD23-C-0305
<i>Expanded uncertainty and corrected reading</i>		
Incertidumbre expandida de medición <i>Expanded measurement uncertainty</i>	$U_R = 2 * \sqrt{0,0000000035 \text{ g}^2 + 0,00000000000042 \text{ R}^2}$	
Lectura Corregida <i>Corrected reading</i>	$R_{\text{corregida}} = R - 0,00000011 \text{ R}$	
R : Indicación de lectura de la balanza R : <i>Reading indication of the balance</i>	(g)	

Nota: La ecuación mostrada en la figura 74 fue tomada del Certificado de Calibración N° BD23-C-0305

– **Estimación de la incertidumbre asociada a la deriva por temperatura:**

La ecuación (10) muestra el cálculo para la estimación de la incertidumbre asociada a la deriva por temperatura. La variable “sen” es igual a 0.0000010 acorde a lo indicado en las especificaciones de la balanza, ΔT se refiere a la diferencia entre la temperatura de medida de la masa y la temperatura de calibración, y m_{pat} a la masa del patrón utilizado en la calibración de la balanza e igual a 0.2000 g. La Tabla 47 muestra los valores de la incertidumbre debido a la deriva por temperatura.

Tabla 47:

Incertidumbre asociada a la deriva por temperatura

T ₁ Temperatura medida de la masa °C	T ₂ Temperatura Calibración de la balanza °C	T ₁ -T ₂ (ΔT)	Deriva de la Sensibilidad (sen)	Masa de referencia del Patron (m_{pat})	$u(dT) \frac{sen \cdot \Delta T m_{pat}}{\sqrt{3}}$
23.5	22.1	1.4	0.00001	0.2	0.00000162

– **Estimación de la incertidumbre asociada a la deriva U(deriva):** La

Tabla 48 muestra la incertidumbre asociada a la deriva $u_{(deriva)}$, los valores de los componentes U(dcal) y U(dT) se obtuvieron de las tablas 46 y 47, respectivamente.

Tabla 48

Estimación de la incertidumbre por deriva tiempo-temperatura

Método	Matriz	Alcance	Masa	Peso (g)	u(dcal)	u (dT)	u(deriva)
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano-poliéster	1.7%	mi	0.4165	0.00000072	0.00000162	0.00000177
			mf	0.4094	0.00000071		0.00000177
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico-algodón	50%	mi	0.5500	0.00000096		0.00000188
			mf	0.2787	0.00000048		0.00000169

Método	Matriz	Alcance	Masa	Peso (g)	u(dcal)	u (dT)	u(deriva)
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico- algodón	50%	mi	0.5500	0.00000096		0.00000188
			mf	0.2787	0.00000048		0.00000169
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida (nylon) - algodón	53%	mi	0.3323	0.00000058		0.00000172
			mf	0.1564	0.00000027		0.00000164

Estimación de la incertidumbre asociada a la pesada de una masa $u(m)$ y al modelo matemático: La Tabla 49 muestra la incertidumbre asociada a la pesada de una masa, los valores de los componentes $U_{\text{calibración}}$, U_{medida} y U_{deriva} se obtuvieron de las tablas 43, 45 y 48.

Tabla 49
Estimación de incertidumbre debido a la medida de la masa

Método	Matriz y Alcance	Masa	Peso (g)	Integrantes de $U(m)$			$U(m)$
				u (calibración)	u (medida)	u(deriva)	
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano 1.7% - poliéster 98.3%	mi	0.4165	0.000050020	0.000068	0.00000177	0.00008438
		mf	0.4094	0.000050019	0.000068	0.00000177	0.00008438
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico- algodón 50%	mi	0.5500	0.000050034	0.000068	0.00000188	0.00008440
		mf	0.2787	0.000050009	0.000068	0.00000169	0.00008438
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida (nylon) 53% - algodón 47%	mi	0.3323	0.000050012	0.000068	0.00000172	0.00008438
		mf	0.1564	0.000050003	0.000068	0.00000164	0.00008437

La Tabla 50 muestra las incertidumbres asociadas al modelo matemático $U(y)$. Los componentes u_{mi} y u_{mf} representan las incertidumbres asociadas a la pesada de las masas iniciales y finales, aplicando la ecuación (37) se estimaron las incertidumbres $U(y)$.

Tabla 50:
Incertidumbres asociadas al modelo matemático

Método	Matriz y Alcance	Masa	Peso (g)	U(m)	U(y)
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano 1.7% -poliéster 98.3%	mi	0.4165	0.00008438	0.028409135
		mf	0.4094	0.00008438	
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico 50%-algodón 50%	mi	0.5500	0.00008440	0.017199058
		mf	0.2787	0.00008438	
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida (nylon) 53% - algodón 47%	mi	0.3323	0.00008438	0.028062247
		mf	0.1564	0.00008437	

D. Estimación de la incertidumbre combinada y expandida.

La incertidumbre combinada se estima como la raíz cuadrada de la suma de los cuadrados de sus componentes $u_{\text{repetibilidad}}$, u_{sesgo} y u_y del modelo matemático. La incertidumbre expandida U se estima multiplicando la incertidumbre combinada $u_{c(y)}$ por su factor de cobertura $k=2$. La Tabla 51 muestra los valores de los componentes de la incertidumbre combinada y la incertidumbre expandida.

Tabla 51
Estimación de la incertidumbre combinada y expandida

Método	Matriz	Alcance	m	Peso (g)	u precisión	u sesgo	u_y	Resultado (% peso)	K	$u_{c(y)}$ (%)	U (%)
Determinación de fibras poliuretano en mezclas con otras fibras textiles	Poliuretano-poliéster	1.70%	mi	0.4165	0.012	0.0162	0.0284	1.70	2	0.035	0.070
			mf	0.4094							
Determinación de fibras acrílicas en mezclas con otras fibras textiles	Acrílico-algodón	50%	mi	0.5500	0.057	1.1351	0.0172	49.33	2	1.270	2.54
			mf	0.2787							
Determinación de fibras poliamida (nylon) en mezclas con otras fibras textiles	Poliamida (nylon) - algodón	53%	mi	0.3323	0.101	0.6593	0.0281	52.93	2	0.668	1.337
			mf	0.1564							

Conclusiones

– Se realizó la identificación de las fibras naturales vegetales mediante la técnica Espectroscopía FTIR-ATR. Al ser fibras de naturaleza celulósica, presentan señales principalmente a frecuencias de 3300 cm^{-1} , $3000\text{-}2800\text{ cm}^{-1}$, y 1160 cm^{-1} asociadas a los grupos funcionales hidroxilo, metileno y éter (de anillo del monómero glucosa) de la cadena polimérica de la celulosa, respectivamente.

– Se realizó la identificación de las fibras naturales animales mediante la técnica Espectroscopía FTIR-ATR. Las fibras naturales animales están compuestas por aminoácidos y presentan señales principalmente a frecuencias de $3100\text{-}3500\text{ cm}^{-1}$, $2850\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$, $1600\text{-}1700\text{ cm}^{-1}$, $1720\text{-}1750\text{ cm}^{-1}$, asociados a los enlaces puente hidrógeno, a los grupos metileno, al grupo carbonilo y a los grupos éster, respectivamente.

– Se realizó la identificación de las fibras artificiales mediante la técnica Espectroscopía FTIR-ATR. Las fibras artificiales de celulosa regenerada como el rayón viscosa y rayón cuproamoniaco tienen un espectro infrarrojo similar a las fibras naturales vegetales, a excepción del pico que caracteriza al grupo hidroxilo el cual tiene una forma convexa mientras que en el caso de las fibras naturales vegetales presenta una forma acampanada. El rayón acetato es una fibra derivada de celulosa y tiene en su estructura el grupo acetato, por lo que presenta adicionalmente un pico a 1756 cm^{-1} .

– Los polímeros de cloruro de polivinilo (PVC), polietileno, etil vinil acetato, polipropileno y poliuretano utilizados en el recubrimiento o revestimiento tienen una composición química definida y son plenamente identificados mediante la espectroscopía FTIR-ATR. En el caso de los polímeros acrílicos y metacrilatos, estos varían en su composición dependiendo de las características que requiere la mercancía textil, sin embargo, en todos los casos presentan señales a $2800\text{-}3000\text{ cm}^{-1}$ características de los grupos metilenos de la cadena polimérica, a 1727 cm^{-1} correspondiente al grupo carbonilo del acrilato y 1157 cm^{-1} debido al grupo acrilato.

– No se encontraron datos atípicos, los estadísticos de Grubbs experimentales calculados para cada analista, no superaron el estadístico de Grubbs teórico. Asimismo, no se encontró atipicidad en los promedios o variabilidad de los resultados, ya que los estadísticos h,k Mandel calculados no superan los estadísticos h,k teóricos considerando un 95% de confianza.

– La veracidad fue evaluada mediante la prueba T-student, los estadísticos p-value superaron el valor crítico 0.05 para los métodos de cuantificación de fibras en las matrices poliuretano 1.7%-poliéster 98.3% y acrílico 50%-algodón 50%, por lo que se concluye que no hay diferencia significativa entre el promedio de datos y los resultados de los Informes de Ensayo N° 65149 y 53615 A emitidos por el Laboratorio Quality Lab. En el caso de la matriz poliamida(nylon) 53%-algodón 47%, el p-value no supera el valor crítico de 0.05 por lo que estadísticamente el promedio de datos difiere del resultado indicado en el Informe de Ensayo N° 60932 emitido por el referido laboratorio.

– La precisión entre analistas fue evaluada con la prueba de Barlett. Los estadísticos p-value de la prueba de Barlett superaron el valor crítico de 0.05 , por lo que se concluye que los analistas reportan varianzas estadísticamente iguales y son precisos entre sí. La precisión del método fue evaluada comparando los coeficientes de variación CV% en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad intermedia con la tolerancia del 3% para el contenido de fibras indicada en la NTP 231.410-2013. Las matrices textiles acrílico 50%-algodón 50% y poliamida(nylon) 53%-algodón 47% no superan la tolerancia del 3% para el contenido de fibras, los coeficientes de variación para la matriz textil poliuretano (Elastómero) 1.7%- poliéster 98.3% superan la tolerancia del 3%.

– Los resultados de la prueba de Youden-Steiner indican que los métodos de ensayo son robustos a las modificaciones de cantidad de muestra, temperatura, tiempo y reactivo de enjuague realizadas respecto a los métodos normalizados de

referencia, puesto que las diferencias en los promedios de los ensayos por cada modificación no supera al estadístico $\sqrt{2}Sr$.

– La incertidumbre de los métodos de ensayo dependen de la masa de la muestra textil antes y después de la digestión con los solventes. El sesgo y la incertidumbre asociada a la precisión del analista son las fuentes que más aportan a la incertidumbre combinada.

– Siendo que las pruebas de veracidad, precisión y robustez mostraron resultados satisfactorios, el método de ensayo para la cuantificación de fibras acrílicas en mezclas con fibras algodón en la matriz acrílico 50%-algodón 50% fue validado.

– A pesar que la prueba de Barlett evidenció que los analistas son precisos entre sí, los coeficientes de variación en condiciones de repetibilidad y reproducibilidad del método de ensayo para la cuantificación de fibras poliuretano en la matriz poliuretano 1.7%-poliéster 98.3% superan la tolerancia del 3% indicada en la NTP 231.410-2013, por lo que el referido método no pudo ser validado.

Cabe indicar que acorde al ítem 7.1.3 NTP I ISO/IEC 17025, la declaración de conformidad (tolerancia) con una especificación o norma para el ensayo se realiza cuando el cliente lo solicite, y a menos que sea inherente a la norma solicitada, la regla de decisión seleccionada se debe comunicar y acordar con el cliente. En ese sentido y en concordancia con la NTP I ISO/IEC 17025, el área textil del Laboratorio Regional de Aduanas del Perú puede evaluar y de corresponder modificar la tolerancia del método de ensayo para el nivel de 1.7% en peso del fibras poliuretano(elastómero).

– El método para la determinación de fibras poliamida (nylon) en la matriz poliamida(nylon) 53%-algodón 47% no pudo ser validado debido a que la veracidad evaluada mediante la prueba T-Student indicó que estadísticamente hay una diferencia significativa entre el promedio de datos y el resultado indicado en el Informe de Ensayo N° 60932.

Al respecto, es preciso indicar que no habiendo un material de referencia de textiles, se tomó el resultado del referido informe como valor de referencia considerando que el Laboratorio Quality Lab, quien emitió el informe, se encuentra acreditado en la norma AATCC TM20A-2021.

Recomendaciones

- Se recomienda evaluar la tolerancia para el contenido de fibras indicada en la norma NTP 231.410-2013, considerando el nivel o concentración (expresada en porcentaje en peso) de la fibra textil a cuantificar.
- Se recomienda enviar la muestra de tejido utilizado para la validación del método de determinación de fibras poliamida(nylon) en la matriz poliamida (nylon) 53%-algodón 47%, a otro laboratorio acreditado por la norma NTP ISO 17025 para el análisis del contenido de fibras textiles.
- Se recomienda ampliar el alcance del método para la determinación de las fibras nylon, acrílicas y poliuretano, en mezclas con otras fibras textiles en los siguientes rangos: poliuretano 1%-5%, acrílico 5%-50% y poliamida(nylon) 11%- 53% en peso, lo cual cubre el rango para el contenido de fibras comúnmente encontrado en las mercancías textiles.
- Se recomienda pasantías entre los Laboratorios Aduaneros regionales con el fin de difundir e implementar los métodos para la identificación de fibras textiles, identificación de recubrimientos y revestimientos textiles, y determinación del contenido de fibras textiles.

Referencias Bibliográficas

- Abayie, S. O. (2019). Cellulose-Based Absorbents For Oil Spill Response: Testing In Simulated Arctic Marine Conditions. Oulu, Finlandia: University of Oulu.
- Aduanas, O. M. (2017). *Notas Explicativas del Sistema Armonizado de Designación Y Codificación de Mercancías* (Vol. Sexta Enmienda). Bruselas.
- Afshari, M., & Bhupender, S. G. (2018). 15-Polyacrylonitrile fibers. En A. R. Bunsell, *Handbook of Properties of Textiles and Technical Fibres* (págs. 545-546). Woodhead Publishing.
- Aguilar Flores, C. (2020). *Ajuste de la estructura y propiedades ópticas de puntos cuánticos de Grafeno sintetizados por ablación con láser pulsado en medio líquido*. [Tesis de Maestría, Universidad Autónoma de Nuevo León]. Repositorio institucional-Universidad Autónoma de Nuevo León.
- Akovali , G. (2012). 2-Plastic materials: polyvinyl chloride (PVC). En F. Pacheco-Torgal , S. Jalali, & A. Fucic, *Toxicity of Building Materials* (págs. 24-35).
- American Association of Textile Chemist and Colorists. (2021). AATCC TM20-2021. *Test Method for Fiber analysis: Qualitative*. American Association of Textile Chemist and Colorists.
- American Association of Textile Chemists and Colorists. (2021). AATCC TM20A-2021. *Test Method for Fiber Analysis: Quantitative*. American Association of Textile Chemists and Colorists.
- Ashley, J., & Manikova, P. (2023). 7-Fluorescent sensors. En A. Barhoum, & Z. Altintas, *Fundamentals of Sensor Technology*. Woodhead Publishing.
- Astete, J., Cáceres , W., Gastañaga, M., Lucero, M., Sebastizagal, I., Oblitas, T., . . . Rodriguez, F. (2009). Intoxicación por plomo y otros problemas de salud en niños de poblaciones aledañas a relaves mineros. *Revista Peruana de Medicina Experimental y Salud Pública*.

- Avalos Ramírez, Y. (2023). Contaminación por plomo en suelo, agua, alimentos y sus efectos en los seres humanos. *Revista de Investigaciones de la universidad Le Cordon Bleu*, 59.
- Bedregal, Patricia; Torres, Blanca; Ubillús, Marco; Mendoza, Pablo; Departamento de Química. Instituto Peruano de Energía Nuclear. (2007). *Aplicación de la prueba de Youden y Steiner para la evaluación de la robustez en el análisis por activación neutrónica instrumental: Reporte final*. Lima.
- Biranje, A., Azmi, N., Tiwari, A., & Chaskar, A. (2021). Quantum Dots Based Fluorescent Probe for the Selective Detection of Heavy Metal Ions. *Journal of Fluorescence*.
- Bodirlau, R., Teaca, C., & Spiridon, I. (2009). Preparation and characterization of composites comprising modified hardwood and wood polymers/poly (vinil chloride). *Bioresources*, 1285-1304.
- Boqué, R., Maroto, A., Riu, J., & Xavier Rius, F. (2002). Validation of Analytical Methods. *Grasas y Aceites*, 53, 128-143.
- Branger, C., Meouche, W., & Margaillan, A. (2013). Recent advances on ion-imprinted polymers. *Reactive & Functional Polymers*.
- Campoy, P. (2022 de Marzo de 2022). *MurciaEconomía*. Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de <https://murciaeconomia.com/art/85315/conoces-a-los-principales-productores-de-petroleo-del-mundo>
- Chand, N., & Fahim, M. (2021). 1-Natural fibers and their composites. En N. Chand, & M. Fahim, *Tribology of Natural Fiber Polymer Composites* (pág. 5). Woodhead Publishing.
- Chen, J. (2015). Synthetic Textile Fibers: Regenerated Cellulose Fibers. En R. Sinclair, *Textiles and Fashion Materials, Design and Technology* (págs. 79-95). Woodhead Publishing.
- Cheng, S., Hou, D., Li, C., Liu, S., Zhang, C., Kong, Q., . . . Xian, Y. (s.f.). Dual-Ligand Functionalized Ag₂S Quantum Dots for Turn-On Detection of Lead (II) Ions in

- Mineral Samples Based on Aggregation-Induced Enhanced Emission. *ChemistrySelect*, 6.
- Chung, C., Lee, M., & Eun, K. C. (2004). Characterization of cotton fabric scouring by FT-IR ATR spectroscopy. *Carbohydrate Polymers*, 417-420.
- Cisneros Rojas, S. (4 de Marzo de 2020). *horizonteminero.com*. (Revista Internacional de Minería y Energía) Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de [https://www.horizonteminero.com/las-siete-refinerias-que-abastecen-de-combustible-en-el-peru/#:~:text=La%20Refiner%C3%ADa%20El%20Milagro%20\(Amazonas,Gas%20Corporation%20del%20Per%C3%BA%20SRL](https://www.horizonteminero.com/las-siete-refinerias-que-abastecen-de-combustible-en-el-peru/#:~:text=La%20Refiner%C3%ADa%20El%20Milagro%20(Amazonas,Gas%20Corporation%20del%20Per%C3%BA%20SRL)
- Congreso de la República. (19 de Junio de 2003). *Superintendencia Nacional de Aduanas y de Administración Tributaria*. Obtenido de Ley de los Delitos Aduaneros: <https://www.sunat.gob.pe/legislacion/procedim/normasdua/gja-05normasoc.htm>
- Corporación BIOPARQUE. (13 de junio de 2021). *Catorce6*. Recuperado el Mayo de 2022, de *Catorce6.com*: <https://www.catorce6.com/actualidad-ambiental/internacional/19223-los-paises-con-las-mayores-reservas-de-petroleo-en-el-mundo>
- Da Costa, P., Merizio, L., Terraschke, H., & De Camargo, A. (2024). Real-Time monitoring of CdTe quantum dots growth in aqueous solution. *Scientific Reports*, 14.
- Dan, C. (11 de enero de 2024). *MONGABAY Periodismo ambiental independiente en latinoamérica*. Obtenido de Perú: comunidades envenenadas por la minería en Cerro de Pasco exigen que se les atienda: <https://es.mongabay.com/2024/01/peru-comunidades-envenenadas-por-mineria-cerro-de-pasco/>
- Daniela, V. B. (03 de Marzo de 2024). *INFOBAE*. Obtenido de Dos mil personas consumen agua contaminada en Lambayeque: detectan que tres niños tienen

plomo en la sangre: <https://www.infobae.com/peru/2024/03/03/dos-mil-pobladores-consumen-agua-contaminada-en-lambayeque-detectan-que-tres-ninos-tienen-plomo-en-la-sangre/>

Database of ATR-FT-IR spectra of various materials. (2024). Obtenido de Textile fibres:

Cellulose acetate: <https://spectra.chem.ut.ee/textile-fibres/cellulose-acetate/>

Datta, J., Blazek, K., Wloch, M., & Bukowski, R. (2018). A New Approach to Chemical Recycling of Polyamide 6.6 and Synthesis of Polyurethanes with Recovered Intermediates. *Journal of Polymers and the Environment*, 24, 4415-4429.

De Gerónimo , E., & Falomir Lockhart, L. (2013). Fluorescencia. En B. Córscico, L. Falomir Lokchart, G. R. Franchini, & N. Scaglia, *Análisis estructural y funcional de Macromoléculas* (pág. 41). Editorial de la Universidad de La Plata.

Deepa, S., Sithara, S., & R, K. (2021). A nanohybrid system based on covalently functionalized graphene quantum dots with dithienopyrrole derivative for the sensitive and selective fluorometric detection of Pb²⁺ ions. *Luminescence The Journal of biological and Chemical Luminescence*, 36, 1743-1750.

Delgado, G. (2009). Validación y verificación de métodos de ensayos. Un dilema en los laboratorios de ensayos y en las auditorías de la acreditación. *Universitas*, 3, 16.

Dhaka, A., & Pradipta , C. (2021). A review on physical remediation techniques for treatment of marine oil spills. *Journal of Enviromental Management*, 288(112428).

Dhakar, H. N., & Zhang, Z. (2015). The use of hemp fibres as reinforcements in composites. En O. Faruk, & S. Mohini, *Biofiber reinforcements in composite materials* (págs. 87-88). Woodhead Publishing.

Dirección de Normalización INACAL. (3 de Enero de 2017). Resolución Directoral N°057-2017-INACAL/DN. Por medio del cual se expide la NTP-ISO/IEC 17025 "Requisitos generales para la competencia de los laboratorios en ensayo y calibración". *El Peruano*, págs. 1-5.

- Djayanti, S., Arum Kusumastuti, S., Fatkhurrahman, J., Purwanto, A., & Budiarto, A. (2021). Synthesis and Characterization of Cellulose Acetate Membrane from Cotton Spinning Waste. *Makara Journal of Science*, 9-30.
- Duffau , Boris; Rojas, Fabiola; Roa, Luis; Rodriguez, Luis; Soto, Marcelo; Aguilera, Marisol; Sandoval, Soraya;. (2010). *Validación de métodos y determinación de la incertidumbre de la medición: "Aspectos generales sobre la validación de métodos"*. Santiago: Instituto de Salud Pública de Chile.]
- El Peruano. (13 de Diciembre de 2021). *El Peruano*. Obtenido de Economía:: <https://elperuano.pe/noticia/135321-mef-elusion-y-evasion-tributaria-representa-un-8-del-pbi#:~:text=Unos%2064%2C000%20millones%20de%20soles,unos%2064%2C000%20millones%20de%20soles>.
- Elkony, Y., Ali, M., Ebrahim, S., & Adel, R. (2022). High Photoluminescence Polyindole/CuInS Quantum Dots for Pb Ions Sensor. *Journal of Inorganic and Organometallic Polymers and Materials*, 32, 3106-3116.
- Eslami Farsani, R., Raissi, S., Shokuhfar, A., & Sedghi, A. (2009). FT-IR Study of Stabilized PAN Fibers for Fabrication of Carbon Fibers. *World Academy of Science, Engineering and Technology International Journal o Mechanical and Mechatronics Engineering*.
- Eurachem. (Mayo de 2012). *Eurachem A focus for Analytical Chemistry in Europe*. Obtenido de Eurachem Workshop-Validation, Traceability and MU: https://www.eurachem.org/images/stories/workshops/2012_05_MUMVTRC/pdf/2_4_magnusson_bias.pdf
- Eurachem; Co-Operation on International Traceability in Analytical Chemistry. (2012). *Cuantificación de la Incertidumbre en Medidas Analíticas* (Vol. Primera Edición Español). (S. Ellison, & A. Williams, Edits.)

- EuroLab España. PP. Morillas y colaboradores. (2016). *Guía Eurachem: La adecuación al uso de los métodos analíticos-Una Guía de laboratorio para la validación de métodos temas relacionados*.
- Fan, Q. (2008). Fabric chemical testing. En J. Hu, *Fabric Testing*. Boston: Woodhead Publishing Limited.
- Fang, J., Zhang, L., Sutton, D., Wang, X., & Lin, T. (2012). Needleless Melt-Electrospinning of Polypropylene Nanofibres. *Hundawi Publishing Corporation Journal of Nanomaterials*, 2012.
- Frisch C, K., & Klemperer, D. (1989). 24-Polyurethanes. En G. Allen, & J. Bevington, *Comprehensive Polymer Science and Supplements* (págs. 413-426). Pergamon.
- Geminiani, L., Paolo Campione, F., Corti, C., Luraschi, M., Motella, S., Recchia, S., & Rampazzi, L. (2022). Differentiating between Natural and Modified Cellulosic Fibres Using ATR-FTIR Spectroscopy. *Heritage*, 4114-4139.
- Grishanov, S. (2011). Structure and properties of textile materials. En M. Clark, *Handbook of Textile and Industrial Dyeing* (págs. 28-63). Woodhead Publishing.
- Gulmine, J. V., & Janissek, P. R. (2002). Polyethylene characterization by FTIR. *Polymer Testing*, 557-563.
- Hammouda, S. b., Chen, Z., Chujiang An, & Lee, K. (2021). Recent advances in developing cellulosic sorbent materials for oil spill cleanup: A state-of-the-art review. *Journal of Cleaner Production, ELSEVIER*, 311(127630).
- Hollen, N. (2016). Fibras Textiles y sus propiedades. En N. Hollen, *Introducción a los Textiles*. Editorial Limusa S.A.
- Holthoff, E., & Bright V., F. (2007). Molecularly templated materials in chemical sensing. *Analytica Chimica Acta*, 594.
- Hosseini, A., & Lovric, M. (2011). Bartlett's Test. *International encyclopedia of statistical science*, 2, 20-23.
- Hosseini Ravandi, S. A., & Valizadeh, M. (2011). *2-Properties of fibers and fabric that contribute to human comfort*. Woodhead Publishing Series in Textiles.

- Houck, M. M. (2009). *Identification of textile fibers*. Woodhead Publishing Limited.
- Hsieh, Y. L. (2007). *1-Chemical structure and properties of cotton*. Woodhead Publishing Series in Textiles.
- Huo, S., Ulven, C. A., Wang, H., & Wang, X. (2013). *Chemical and Mechanical Properties Studies of Chinese Linen Flax and its Composites*. North Dakota: Polymers and Polymer Composites.
- International Organization for Standardization. (15 de 12 de 1994). ISO 5425-2: Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results-Part 2. International Organization for Standardization.
- International Organization for Standardization. (2017). ISO 1833-7. *Part 7: Mixtures of polyamide with certain other fibres (method using formic acid)*.
- International Organization for Standardization. (2018). ISO 1833-20. *Part 20: Mixtures of elastane with certain other fibres (method using dimethylacetamide)"*.
- J.Palenik, S. (2017). Microscopical Examination of Fibres. En J. Robertson, & M. Grieve, *Forensic Examination* (Vol. Tercera edición). Taylor & Francis.
- Jantschi , L., & Bolboaca, S. (2018). Computation of Probability Associated with Anderson-Darling Statistic. *Mathematics*.
- Joshi, M., & Butola, B. (2013). 14-Application technologies for coating, lamination and finishing of technical textiles. En M. Gulrajani, *Adances in the Dyeing and Finishing of Technical Textiles* (págs. 355-411). Woodhead Publishing.
- Junta de Castilla y León. (s.f.). *energía.jcyl.es*. Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de <https://energia.jcyl.es/web/es/biblioteca/transporte-refinado.html>
- Kaur, A., Kaur, P., & Ahuja, S. (2020). Forster resonance energy transfer (FRET) and applications thereof. *The Royal Society of Chemistry*.
- Lakiwicz, J. R. (2006). *Principles of Fluorescence Spectroscopy* (Vol. Tercera edición). Springer.
- Lisintuña Correa, S. (2018). Propuesta de un procedimiento de validación y cálculo de incertidumbre para ensayos de comprensión en cilindros de hormigón-caso de

- aplicación LEMSUR-EPN. Ecuador: Facultad de Ingeniería Civil y Ambiental de la Escuela Politécnica Nacional .
- Lockuán Lavado, F. (2012). IV. Ennoblecimiento textil. En F. E. Lockuán Lavado, *La Industria Textil y su Control de Calidad* (págs. 7-10).
- Lockuan Lavado, F. E. (2013). *La Industria Textil y su control de calidad*. México D.F.: Creative Commons.
- M.Joshi, & S., B. (2013). Application technologies for coating, lamination and finishing of technical textiles. En M. Gulrajani, *Advances in the dyeing and finishing of technical textiles* (pág. 359). Wooshead Publishing Series in Textiles.
- Mabrouk, S., Rinnert, H., Balan, L., Jasniewski, J., Medjahdi, G., Ben Chaabane, R., & Schneider, R. (2022). Aqueous synthesis of core/shell/shell ZnSeS/Cu:ZnS/ZnS quantum dots and their use as a probe for the selective photoluminescent detection of Pb²⁺ in water. *Journal of photochemistry and Photobiology A: Chemistry*, 431.
- Markleen . (s.f.). *Markleen.com*. (Part of Egersund Group) Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de <https://markleen.com/es/respuestas-derrames/grandes-desastres-de-derrames-en-el-mar/>
- Maroto , A., Boqué, R., Riu, J., & Rius, X. (s.f.). Cálculo de Incertidumbre en medidas físicas: Medida de una masa. En A. Maroto, R. Boqué, J. Riu, & X. F. Rius, *Técnicas de Laboratorio* (págs. 730-735). Barcelona.
- Massart, D., Vandeginste, B., Buydens, L., De Jong, S., Lewi, P., & Smeyers-Verbeke, J. (1997). *Handbook of Chemometrics and Qualimetrics: Part A*. Países Bajos: Elsevier Science.
- Maxwell, T., Smith, S., Nogueira Campos, M. G., Doomra, M., Thwin, Z., & Santra, S. (s.f.).
- Mcgregor, B. A., Liu, X., & Wang, X. G. (2017). Comparisons of the Fourier Transform Infrared Spectra of cashmere, guard hair, wool and other animals fibres. *The Journal of The Textile Institute*.

- Mesa Lopez, F. d. (2021). *“Detección y cuantificación selectiva de Pb²⁺ en muestras de agua, empleando sensores ópticos basados en polímeros iónicos impresos (IIP’s) soportados en fibras ópticas”*. Lima: Universidad Nacional de Ingeniería.
- Microsoft. (s.f.). Obtenido de Función DISTR.T: <https://support.microsoft.com/es-es/office/funci%C3%B3n-distr-t-630a7695-4021-4853-9468-4a1f9dcdd192>
- Mielicka, E. (2011). Types and suitability of yarns for knitting. En K. F. Au, *Advances in Knitting Technology* (pág. 31). Woodhead Publishing.
- Miller , J., & Miller, J. (2010). *Statistics and Chemometrics for Analytical Chemistry* (Vol. Sexta Edición). Gosport, Reino Unido.
- Ministerio de Desarrollo Agrario y de Riego. (s.f.). *Midagri.gob.pe*. Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de <https://www.midagri.gob.pe/portal/61-sectoragrario/el-petroleo/344-produccion-depetroleo>
- Ministerio de Economía y Finanzas. (2022). *Decreto Supremo N° 404-2021-EF. Por lo cual se expide el Arancel de Aduanas*.
- Ministerio para la Transición Ecológica y el Reto Demográfico. (s.f.). *miteco.gob.es*. (Gobierno de España) Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de https://www.miteco.gob.es/es/costas/temas/proteccion-medio-marino/plan-ribera/contaminacion-marina-accidental/trafico_maritimo.aspx
- Morales, J., Fuentes-Rivera, J., Bax, V., & Matta, H. H. (2018). Niveles de plomo sanguíneo y factores asociados en niños residentes de un distrito del Callao. *Sociedad Venezolana de Farmacología Clínica y Terapéutica*, 135-144.
- Muchaamba Francis, & Stephan, R. (2024). A Comprehensive Methodology for Microbial Strain Typing Using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy. *Methods and Protocols*, 7(3), 3.
- Muchaamba, F., & Stephan, R. (2024). A comprehensive Methodology for Microbial Strain Typing Using Fourier-Transform Infrared Spectroscopy. *Methods and Protocols* .

- Nabi Khan, E., Nasir Rakib, A., Saberin Bhuiyan, E., & Ramii, H. M. (Marzo-Abril de 2017). A review Paper on Textile Fiber Identification. *Journal of Polymer and Textile Engineering (IOSR-JPTE)*, 4(2), 14-20.
- Naik, A., & López-Amo Marín, F. (1989). Hilados obtenidos a partir de fibras texturadas. Parte I. *Boletín Intexter del Instituto de investigación Textil y de Cooperación Industrial*, 84.
- Nayak, R., Houshyar, S., Khandual, A., Padhye, R., & Ferguson, S. (2020). *Identification of natural textile fibres*. Orissa, India: Woodhead Publishing Series in Textiles.
- Niu, X., Zhong, Y., Chen, R., Wang, F., Liu, Y., & Luo, D. (2018). A “turn-on” fluorescence sensor for Pb²⁺ detection based on graphene quantum dots and gold nanoparticles. *Sensors and Actuators B*, 255, 1577-1581.
- NORDTEST. (2017). *NORDTEST NT TR 537 Handbook for Calculation of Measurement Uncertainty in Environmental Laboratories* (Vol. Edición 4).
- P.P Morillas y et.al. (2016). *Guía Eurachem. La Adecuación al Uso de los Métodos Analíticos. Una guía de Laboratorio para Validación de Métodos y Temas Relacionados* (Vol. Primera Edición Española). España: Eurolab España.
- Peng, B., Zhaoling , Y., Wang, X., Crombeen, M., Gsweene, D., & Chiu, K. (2020). Cellulose-based Materials in Wastewater Treatment of Petroleum Industry. *Green Energy and Environment*, 5, 37-49.
- Plitt, L. (28 de Abril de 2010). *bbc.com*. (BBC NEWS) Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de https://www.bbc.com/mundo/internacional/2010/04/100428_derrame_petroleo_claves_lp
- Portuondo Paisan , Y., & Portuondo Moret, J. (2010). La Repetibilidad y Reproducibilidad en el Aseguramiento de la Calidad de los Procesos de Medición. *Tecnología Química*, 117-121. Cuba: Universidad de Oriente.

- Qingming, X., Jie, L., Tongfei, W., Bo, H., Yunhui, L., Fanming, Z., & Jianwei, Z. (2023). Silica-based mesoporous ion-imprinted fluorescent sensors for the detection of Pb²⁺ in aqueous environments. *Nanotechnology*, 34.
- Rakshit, A., Jayesh, P. B., & Suresh, C. A. (2022). *Quantum Dots: Fundamentals, Synthesis and Applications*. Elsevier.
- Ramamoorthy, S. K., Skrifvars, M., & Persson, A. (2015). A Review of Natural Fibers Used in Biocomposites. *Polymer Reviews*, 111.
- Riveros Huamán, R., & Huamán Paytan, J. Y. (2022). Concentración de metales pesados (Hg, As, Cd, Pb, Cu, Zn) en aguas del río Escalera en el distrito de Huachocolpa, Huancavelica, 2021. Universidad Nacional de Huancavelica.
- Rodriguez Perez, M A; Simoes, R D; Constantino, J L; De Saja, J A;. (2011). Structure and Physical Properties of EVA/Starch Precursor Materials for Foaming Applications. *Journal of Applied Polymer Science*, 121, 2324-2330.
- Rojas, A. K., & Flores, R. V. (2018). Determinación por absorción atómica de plomo y arsénico en agua potable de viviendas del distrito Hualgayoc, Cajamarca. Universidad Norbert Wiener.
- Rosas, C. (8 de Julio de 2021). *peruenergía.com.pe*. (PRENSA GRUPO) Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de [https://peruenergia.com.pe/sph-estamos-a-tiempo-de-impulsar-exploracion-de-hidrocarburos-para-enfrentar-subida-del-petroleo/#:~:text=d%C3%ADa%20\(bpd\),De%20cada%20100%20barriles%20de%20petróleo%20que%20consume%20el%20Perú,vez%20menos%20de%20la%20importac](https://peruenergia.com.pe/sph-estamos-a-tiempo-de-impulsar-exploracion-de-hidrocarburos-para-enfrentar-subida-del-petroleo/#:~:text=d%C3%ADa%20(bpd),De%20cada%20100%20barriles%20de%20petróleo%20que%20consume%20el%20Perú,vez%20menos%20de%20la%20importac)
- Sabasivam, M., White, R., & Cutting, K. (2016). Exploring the role of polyurethane and polyvinyl alcohol foams in wound care. *Wound Healing Biomaterials*, 2, 251-260.
- Sharma, P., & Singh, M. (2020). Rapid sensing of lead metal ions in an aqueous medium by MoS₂ quantum dots fluorescence turn-off. *Material Research Bulletin*.
- Sharma, P., & Singh, M. (2020). Rapid sensing of lead metal ions in an aqueous medium by MoS₂ quantum dots fluorescence turn-off. *Material Research Bulletin*.

- Sharma, V., & Singh, M. M. (2020). Synthesis of Photoactivated Highly Fluorescent Mn²⁺ doped ZnSe Quantum Dots as Effective Lead Sensor in Drinking Water. *Materials Research Bulletin*, 134.
- Sharma, V., Anam, R., & Omprakash, S. (2021). Oil Spill recovery techniques in petroleum industry: a review on treatment process. *Journal of Oil Gas and Petrochemical Sciences*, 1-5.
- Sherman Hsu, C. P. (2000). Infrared Spectroscopy . En C. P. Sherman Hsu, *Handbook of instrumental techniques for analytical chemistry* (págs. 247-283). Prentice Hall PTR: Upper Saddle River, NJ.
- Shim, E. (2013). Bonding requirements in coating and laminating of textiles. En I. Jones, & G. K. Stylios, *Joining Textiles* (págs. 309-351). Woodhead Publishing.
- Shim, E. (2019). Coating and laminating processes and techniques for textiles. En W. C. Smith, *Smart Textile Coating and Laminates* (págs. 11-45). Woodhead Publishing.
- Shim, E; North Carolina State University, USA. (2013). Bonding requirements in coating and laminating of textiles. En I. Jones, & G. Stylios, *Joining Textiles Principles and Applications* (pág. 319). Woodhead Publishing Series in Textiles.
- Shiwen, X., Zheng, K., Shi, L., Kang, K., Peng, Z., Zhang, X., . . . Yue, G. (2024). Fluorescence Detection of Pb²⁺ in Environmental Water Using Biomass Carbon Quantum Dots Modified with Acetamide-Glycolic Acid Deep Eutectic Solvent. *Molecules*, 29.
- Silva, F., Mendoca, R., Macedo, W. A., Balzuweit, K., Reiss, P., & Schiavon, M. A. (2012). Effect of surface ligands on the optical properties of aqueous soluble CdTe quantum dots. *Nanoscale Research Letters*, 7.
- Singh, H., Bamrah, A., Bhardwaj, S. K., Deep, A., Bhardwaj, N., & Ki-Hyun, K. (2020). Nanomaterial-based fluorescent sensor for the detection of lead ions. *Journal of Hazardous Materials*.

- Smith, B. (2023). Infrared Spectroscopy of Polymers, XI: Introduction to Organic Nitrogen Polymers . *Spectroscopy*, 14-18.
- Souza, d., de Souza, H., O.Faria, L., M.Scaldini, F., Diniz, R., G.M Edwards, H., & C.de Oliveira, L. (2021). Rhodizonate complexes with transition metal ions: A new vision from an old building block. *Journal of Molecular Structure*.
- Stifiligoj, M., Hribernik, S., Kleinschek, S., & Kreze, T. (2013). Plant Fibres for Textile and technical Applications. En S. Grundas, & A. Stepniewski, *Advances in Agrophysical Research*. IntechOpen.
- Superintendencia Nacional de Administración Tributaria. (2006). Resolución de Superintendencia Nacional Adjunta de Aduanas del 24 de febrero del 2006. *Por lo cual se aprueba el instructivo de trabajo "Descripciones mínimas de materias textiles y sus manufacturas"*.
- Suresh, C. A., Rakshit, A., & Jayesh, P. B. (2022). *Quantum Dots Fundamentals, Synthesis and Applications*. Amsterdam: Elsevier.
- Tamara, G. L. (22 de abril de 2024). *Fashion Network*. Obtenido de Industria: <https://pe.fashionnetwork.com/news/Las-exportaciones-peruanas-de-textil-y-moda-creceran-en-2024,1626250.html#:~:text=La%20industria%20textil%2C%20confección%20y,a%20los%20resultados%20de%202023>
- Tang, Q., & Gao, K. (2017). Structure analysis of polyether-based termoplastic polyurethane elastomers by FTIR, HNMR and CNMR. *International Journal of Polymer Analysis and Characterization*.
- The Huy, B., Thangadurai, D., Sharipov, M., Ngoc, N., Van Cuong, N., & Lee, Y. (2013). Recent advances in turn off-on fluorescence sensing strategies for selectice biochemical analysisi-A mechanistic approach. *Microchemical Journal*.
- Tierra Viva Agencia de Noticias. (28 de Enero de 2022). *agenciaterraviva.com.ar*. Recuperado el 25 de Mayo de 2022, de

<https://agenciatierraviva.com.ar/derrame-de-petroleo-en-peru-que-pasa-en-la-amazonia/>

- Tong, X., Shi, Y., Guo, J., Guo, M., & Yan, Y. (2021). Preparation of AgInS₂ quantum dots and their application for Pb²⁺ detection based on fluorescence quenching effect. *Vacuum*, 193.
- Torres, B. A., & García Cantizano, M. (2016). Defraudación de rentas de aduanas: Consideraciones generales y bien jurídico protegido. En B. A. Torres, & M. García Cantizano, *Manual de derecho penal*. Lima: San Marcos.
- Toydemir, Y., & Vatansever, B. D. (2021). Properties investigation of polyester yarns with different cross-sections. *BEU Journal of Science*, 170-176.
- Tridico, S. R. (2009). Natural animal textile fibres: structure, characteristics and identification. En M. M. Houck, *Identification of Textile Fibers* (págs. 27-67). Woodhead Publishing.
- Urbaniak-Domagala, W. (2012). The Use of the Spectrometric Technique FTIR-ATR to Examine the Polymers Surface. En M. Akhyar Farrukh, *Advanced Aspects of Spectroscopy* (pág. 87). Croacia: InTech.
- Vasudevan, D., Ranganathan, R., Trinchi, A., & Cole, I. (2015). Core-Shell Quantum Dots: Properties and Applications. *Journal of Alloys and Compounds*.
- Velásquez Bejarano, M. (s.f.). Contaminación por Plomo y Cobre en el río Huaycoloro y su influencia en la Calidad del Agua en el río Rímac. Universidad César Vallejo.
- Vipul Vilas, K., Galambos, M., Viglasova, E., Daño, M., & Smelkova, J. (2021). Ion-Imprinted Polymers: Synthesis, Characterization, and Adsorption of Radionuclides. *Materials*, 14.
- Wang, Z., Yao, B., Xiao, Y., Tian, X., & Wang, Y. (2023). Fluorescent Quantum Dots and Its Composites for Highly Sensitive Detection of Heavy Metal Ions and Pesticide Residues: A Review. *Chemosensors*, 11.
- William, M. Q. (Mazo de 1990). *Centro Interamericano de Administraciones Tributarias*.
Obtenido de Biblioteca Jorge Eduardo Corradine:

https://www.ciat.org/Biblioteca/Revista/Revista_7/recaudacion_de_tributos_mallqui_peru.pdf

- Yajin, G., Liu, Z., Han, G.-C., Li, W., Hu, Y., & Chen, Z. (2016). A New Fluorescent Switch for Determination of Pb²⁺ Based on Modified CdTe Quantum Dots. *Journal of Nanoscience and Nanotechnology*, 16, 12172-12178.
- Yin, H., Truskewycz, A., & Cole, I. S. (2020). Quantum dot (QD)-based probes for multiplexed determination of heavy metal ions. *Microchimica Acta*, 187.
- Yong, Q., & Liang, C. (2019). Synthesis of an Aqueous Self-Matting Acrylic Resin with Low Gloss and High Transparency via Controlling Surface Morphology. *Polymers*, 11.
- Zanini, M., Lavoratti, A., Kunz Lazzari, L., Galiotto, D., Pagnocelli, M., Baldasso, C., & Zattera, A. J. (2017). Producing aerogels from silanized cellulose nanofiber suspension. *Cellulose*, 24, 769-779.
- Zhao, B., & Back, M. (1991). The photochemistry of the rhodizonate dianion in aqueous solution. *Canadian Journal of Chemistry*, 528-532.
- Zhou, J. Y., Ding, Q., & Wang, R. (2019). Textile Fiber Identification Using Near-Infrared Spectroscopy and Pattern Recognition. *Autex Research Journal*.
- Ziyu, C. J., & M, J. J. (2012). FTIR spectroscopic analysis of poly(ethylene terephthalate) on crystallization. *European Polymer Journal*, 1586-1610.

Anexos

Anexo 1: Resultados de la prueba de Grubbs para el conjunto de 30 ensayos.....	1
Anexo 2: Informes de ensayo de las matrices textiles.....	4

Anexo 1: Resultados de la prueba de Grubbs para el conjunto de 30 ensayos.

Evaluación de datos atípicos en la matriz poliamida 53%-algodón 47% considerando n=30						
Analista	Datos Xi	Promedio \bar{X}	Diferencias Abs($\bar{X} - X_i$)	Max Abs ($\bar{X} - X_i$)	Desviación estándar S _r	G experimental $\frac{\max X_i - \bar{X} }{S_r}$
Analista 1	53.09	52.70	0.49	1.15	0.55	2.08
	53.00		0.40			
	52.53		0.08			
	52.93		0.33			
	52.86		0.25			
	52.31		0.30			
	52.10		0.51			
	53.08		0.48			
	51.71		0.90			
	52.44		0.16			
Analista 2	52.14		0.32			
	52.09		0.37			
	51.78		0.68			
	52.32		0.14			
	51.55		0.91			
	52.44		0.02			
	52.94		0.48			
	53.43		0.97			
Analista 3	52.87		0.41			
	53.04		0.58			
	53.33		0.30			
	53.14		0.11			
	53.73		0.70			
	53.37		0.34			
	52.92		0.11			
	53.08		0.05			
	53.11		0.08			
	52.94		0.08			
52.67	0.36					
52.01	1.02					

Evaluación de datos atípicos en la matriz poliéster 98.3%-poliuretano 1.7% considerando n=30						
Analista	Datos X_i	Promedio \bar{X}	Diferencias $Abs(\bar{X} - X_i)$	Max $Abs(\bar{X} - X_i)$	S_r	G experimental $\frac{\max X_i - \bar{X} }{S_r}$
Analista 1	1.66	1.70	0.04	0.18	0.07	2.60
	1.69		0.01			
	1.66		0.04			
	1.69		0.01			
	1.58		0.12			
	1.78		0.08			
	1.63		0.07			
	1.75		0.05			
	1.75		0.05			
	1.75		0.05			
Analista 2	1.78		0.08			
	1.88		0.18			
	1.71		0.01			
	1.64		0.06			
	1.71		0.01			
	1.67		0.03			
	1.79		0.09			
	1.72		0.02			
	1.78		0.08			
	1.78		0.08			
Analista 3	1.66		0.04			
	1.70		0.00			
	1.75		0.05			
	1.64		0.06			
	1.70		0.00			
	1.70		0.00			
	1.61		0.09			
	1.70		0.00			
	1.61		0.09			
	1.60		0.10			

Evaluación de datos atípicos en la matriz acrílico 50%-algodón 50% considerando n=30						
Analista	Datos X_i	Promedio \bar{X}	Diferencias $Abs(\bar{X} - X_i)$	Max $Abs(\bar{X} - X_i)$	S_r	G experimental $\frac{\max X_i - \bar{X} }{S_r}$
Analista 1	49.33	49.69	0.36	1.09	0.44	2.48
	50.17		0.48			
	50.01		0.32			
	49.96		0.27			
	49.95		0.26			
	49.43		0.26			
	49.23		0.46			
	49.51		0.18			
	49.60		0.09			
	49.68		0.01			
Analista 2	49.69		0.00			
	49.61		0.08			
	49.59		0.10			
	49.21		0.48			
	49.14		0.55			
	48.64		1.05			
	49.96		0.27			
	49.69		0.00			
	49.57		0.12			
	49.35		0.34			
Analista 3	49.69		0.33			
	49.61		0.19			
	49.59		0.42			
	49.21		0.16			
	49.14		1.09			
	48.64		0.52			
	49.96		0.39			
	49.69		0.65			
	49.57		0.43			
	49.35		0.49			

Anexo 2: Informes de ensayo de las matrices textiles

 QualityLab <small>TEXTILE AND LEATHER TESTING LABORATORY</small>	 INACAL <small>DA - Perú Laboratorio de Ensayo Acreditado</small> <small>Registro N°LE -053</small>															
LABORATORIO DE ENSAYO ACREDITADO POR EL ORGANISMO DE ACREDITACIÓN INACAL - DA CON REGISTRO N° LE-053																
INFORME DE ENSAYO N° 65149																
FECHA DE INFORME : 13 DE JUNIO DEL 2024																
SOLICITANTE : SUPERINTENDENCIA NACIONAL DE ADUANAS Y ADMINISTRACION TRIBUTARIA - SUNAT N° RUC : 20131312955 Dirección : Av. Garcilaso de la Vega N° 1472 - Cercado de Lima - Lima - Perú Atención : Fernando Ventura Izaguirre - Amelia Zamudio Enzian Contacto : fventuraiz@sunat.gob.pe - azamudio@sunat.gob.pe																
Artículo : TELA POLIÉSTER / POLIURETANO Color : NEGRO																
RECEPCION : QUALITY LAB SAC : Av. Canadá N° 1346 - Urb. Santa Catalina - La Victoria - Lima - Perú Muestra : TEXTIL Tipo : TELA Tejido : TEJIDO DE PUNTO Cantidad : 0.44 m x 0.45 m aprox. Fecha : 11 junio, 2024 Ensayo : 12 junio, 2024 Reporte Anterior : -																
ENSAYO SOLICITADO : Análisis de Fibras - Cuantitativo - AATCC TM 20 A																
ENSAYO	RESULTADO															
1. ANALISIS DE FIBRAS : CUANTITATIVO Método : AATCC TM 20A - 2021 e Pre-tratamiento : Eliminación de material no fibroso Resultado : En base de fibras secas Con humedad comercial - ASTM D 1909	<table border="1"> <thead> <tr> <th>OPCION</th> <th colspan="2">FIBRAS</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>SECAS</td> <td>98.3 +/- 0.9 %</td> <td>POLIÉSTER</td> </tr> <tr> <td></td> <td>1.7 +/- 0.02 %</td> <td>ELASTANO</td> </tr> <tr> <td>CON HUMEDAD COMERCIAL</td> <td>98.3 +/- 0.9 %</td> <td>POLIÉSTER</td> </tr> <tr> <td></td> <td>1.7 +/- 0.02 %</td> <td>ELASTANO</td> </tr> </tbody> </table>	OPCION	FIBRAS		SECAS	98.3 +/- 0.9 %	POLIÉSTER		1.7 +/- 0.02 %	ELASTANO	CON HUMEDAD COMERCIAL	98.3 +/- 0.9 %	POLIÉSTER		1.7 +/- 0.02 %	ELASTANO
OPCION	FIBRAS															
SECAS	98.3 +/- 0.9 %	POLIÉSTER														
	1.7 +/- 0.02 %	ELASTANO														
CON HUMEDAD COMERCIAL	98.3 +/- 0.9 %	POLIÉSTER														
	1.7 +/- 0.02 %	ELASTANO														
Av. Canadá N° 1346 - La Victoria - Lima - Perú Tel. 224 7107 - www.qualitylabperu.com																
Página 1 de 3																

**LABORATORIO DE ENSAYO ACREDITADO POR EL ORGANISMO PERUANO
DE ACREDITACIÓN INACAL - DA CON REGISTRO N° LE-053**

INFORME DE ENSAYO N° 53615 A

FECHA DE INFORME : 07 DE AGOSTO DEL 2021

SOLICITANTE : SUPERINTENDENCIA NACIONAL DE ADUANAS Y
ADMINISTRACION TRIBUTARIA
SUNAT

RUC : 20131312955
Dirección : Av. Garcilaso de la Vega N° 1472 - Cercado de Lima - Lima - Perú
Atención : Nancy Salazar Zirena
admsiga@correo.sunat.gob.pe

Artículo : HILADO
Proveedor : ALWA COMPOSICIÓN

RECEPCION : QUALITY LAB SAC : Av. Canadá N° 1346 - Urb. Santa Catalina - La Victoria - Lima - Perú
Muestra : HILO
Cantidad : 68.6 g aprox.
Fecha : 02/08/2021
Ensayo : 03/08/2021
Reporte Anterior : QL IE N° 53615 (06 - Ago - 2021)

ENSAYO SOLICITADO : Análisis Cuantitativo de Fibras - AATCC TM 20 A

ENSAYO	RESULTADO																								
1. ANALISIS DE FIBRAS : CUANTITATIVO																									
Método : AATCC TM 20A - 2018 e																									
Pre-tratamiento : Eliminación de material no fibroso																									
Resultado : En base de fibras secas																									
Con humedad comercial - ASTM D 1909																									
	<table border="1"> <tbody> <tr> <td>FIBRAS SECAS</td> <td>50.3</td> <td>+/-</td> <td>1.4</td> <td>%</td> <td>ALGODÓN</td> </tr> <tr> <td></td> <td>49.7</td> <td>+/-</td> <td>1.4</td> <td>%</td> <td>ACRILICO</td> </tr> <tr> <td>HUMEDAD COMERCIAL</td> <td>51.2</td> <td>+/-</td> <td>1.4</td> <td>%</td> <td>ALGODÓN</td> </tr> <tr> <td></td> <td>48.8</td> <td>+/-</td> <td>1.4</td> <td>%</td> <td>ACRILICO</td> </tr> </tbody> </table>	FIBRAS SECAS	50.3	+/-	1.4	%	ALGODÓN		49.7	+/-	1.4	%	ACRILICO	HUMEDAD COMERCIAL	51.2	+/-	1.4	%	ALGODÓN		48.8	+/-	1.4	%	ACRILICO
FIBRAS SECAS	50.3	+/-	1.4	%	ALGODÓN																				
	49.7	+/-	1.4	%	ACRILICO																				
HUMEDAD COMERCIAL	51.2	+/-	1.4	%	ALGODÓN																				
	48.8	+/-	1.4	%	ACRILICO																				

Disposiciones y Normativas :

- El Informe de Ensayo N° 53615 es reemplazado por el N° 53615 A, debido a la adición de la incertidumbre y resultados con humedad comercial, a pedido del solicitante.
- Todos nuestros equipos e instrumentos están calibrados por Laboratorios Acreditados.

**LABORATORIO DE ENSAYO ACREDITADO POR EL ORGANISMO PERUANO
DE ACREDITACIÓN INACAL - DA CON REGISTRO N° LE-053**

INFORME DE ENSAYO N° 60932

FECHA DE INFORME : 24 DE MAYO DEL 2023

SOLICITANTE : SUPERINTENDENCIA NACIONAL DE ADUANAS Y
ADMINISTRACION TRIBUTARIA - SUNAT
RUC : 20131312955
Dirección : Av. Garcilaso de la Vega N° 1472 - Cercado de Lima - Lima - Perú
Atención : Omar Oswaldo Contreras Donayre - Tania Yenny Sanchez Ramirez
ocontreras@sunat.gob.pe - tsanchezr@sunat.gob.pe

Artículo : TELA
ALGODÓN Y NYLON
Color : AZUL

RECEPCION : QUALITY LAB SAC : Av. Canadá N° 1346 - Urb. Santa Catalina - La Victoria - Lima - Perú
Muestra : TEXTIL
Tipo : TELA
Tejido : TEJIDO PLANO
Cantidad : 0.50 m x 0.50 m aprox.
Fecha : 19 de Mayo de 2023
Ensayo : 22 de Mayo de 2023
Reporte Anterior : -

ENSAYO SOLICITADO : Análisis de Fibras - Cuantitativo - AATCC TM 20 A

ENSAYO		RESULTADO			
1. ANALISIS DE FIBRAS : CUANTITATIVO					
Método	: AATCC TM 20A - 2021	FIBRAS	54.1	+/- 0.5	% NYLON
Pre-tratamiento	: Eliminación de material no fibroso	SECAS	45.9	+/- 0.1	% ALGODÓN
Resultado	: En base de fibras secas	HUMEDAD	53.3	+/- 0.5	% NYLON
	Con humedad comercial - ASTM D 1909	COMERCIAL	46.7	+/- 0.1	% ALGODÓN

Disposiciones y Normativas :

- Todos nuestros equipos e instrumentos están calibrados por Laboratorios Acreditados.
- Los resultados de este informe solo están relacionados exclusivamente con la muestra tal como se recibió.