

**TCVN**

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10039:2013  
ISO 3072:1975**

Xuất bản lần 1

**LEN – XÁC ĐỊNH MỨC ĐỘ TAN TRONG KIỀM**

*Wool – Determination of solubility in alkali*

HÀ NỘI – 2013

**Lời nói đầu**

TCVN 10039:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 3072:1975.

TCVN 10039:2013 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 38 *Vật liệu dệt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

### **Lời giới thiệu**

Mức độ tan của len trong kiềm đưa ra một chỉ dẫn hữu ích về phạm vi thay đổi các tính chất hóa học của len do các tác nhân cụ thể. Quá trình xử lý cùng với các axit, các chất oxy hóa hoặc các chất khử và tiếp xúc với nhiệt hoặc ánh sáng tạo ra một sự gia tăng về mức độ tan, trong khi đó quá trình xử lý với kiềm hoặc các chất có liên kết ngang tạo ra mức độ tan giảm. Bởi vậy, sự thay đổi về mức độ tan là một phép đo mức độ phức tạp của quá trình xử lý.

## Len – Xác định mức độ tan trong kiềm

*Wool – Determination of solubility in alkali*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định mức độ tan của len trong kiềm.

Phương pháp này áp dụng cho vật liệu dệt bằng len ở tất cả các dạng: xơ rời, cúí len, sợi thô, sợi hoặc vải. Phương pháp này áp dụng tốt nhất khi mẫu đối chứng chưa xử lý và khi bản chất của quá trình xử lý mẫu thử đã biết, cụ thể là phương pháp đối chứng. Khi mẫu đã được xử lý bởi hai cơ quan có các mục đích đối lập nhau về mức độ tan, rất khó để giải thích các kết quả, ngay cả khi có một mẫu đối chứng chưa xử lý, và có thể gây hiểu lầm.

### 2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm công bố thì áp dụng phiên bản mới nhất bao gồm cả các sửa đổi, bổ sung (nếu có).

TCVN 7422 (ISO 3071), *Vật liệu dệt – Phương pháp xác định giá trị pH của dung dịch chiết*

TCVN 10040 (ISO 3073), *Len – Xác định hàm lượng axit*

ISO 1130, *Textile fibres – Some methods of sampling for testing (Xơ dệt – Một số phương pháp lấy mẫu để thử)*

### 3 Nguyên tắc

Ngâm len trong dung dịch natri hydroxit dưới các điều kiện quy định về thời gian, nhiệt độ và thể tích. Xác định sự mất mát về khối lượng là chênh lệch về khối lượng của mẫu khô trước và sau khi xử lý.

### 4 Thuộc thử

4.1 **Natri hydroxit**, dung dịch 0,1 N.

## **TCVN 10039:2013**

**4.2 Axit axetic**, dung dịch chứa 10 ml axit axetic bằng trên lít.

### **4.3 Diclometan**

**CẢNH BÁO** Diclometan là chất độc hại, phòng để thực hiện quá trình chiết phải được thông gió đầy đủ.

## **5 Thiết bị, dụng cụ**

### **5.1 Thiết bị chiết Soxhlet**

**5.2 Bể cách thủy**, kiểm soát ổn nhiệt ở  $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Để bảo đảm nhiệt độ đồng nhất, nước phải được khuấy.

**5.3 Các bình có nút đậy**, có dung tích làm việc 100 ml, có hình dáng và độ dày thành tương tự nhau

**5.4 Chén nung bằng thủy tinh xốp dùng để lọc**, dung tích 30 ml, độ xốp 1. Nếu có thể, các chén nung có nắp bằng thủy tinh được mài nhám. Nếu không có các nắp bằng thủy tinh được mài nhám, các chén nung phải được đặt trong các cốc dùng để cân để xác định khối lượng của các chén nung.

**5.5 Bình lọc, bơm lọc hút, và bộ phận gá lắp**, để lắp các chén nung vào bình lọc.

**5.6 Tủ sấy được thông gió** để làm khô mẫu ở nhiệt độ  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

**5.7 Cốc dùng để cân có nắp**, để xác định khối lượng các mẫu thử.

**5.8 Cân phân tích**, chính xác đến 0,000 2 g.

### **5.9 Bình hút ẩm**

## **6 Lấy mẫu**

Lấy một mẫu đại diện cho cuộn và đủ để lấy được len (không có chất béo và chất thực vật) dùng làm các mẫu thử như sau:

- Một mẫu thử có khối lượng khoảng 1 g để xác định khối lượng khô (xem 7.3);
- Hai mẫu thử, mỗi mẫu có khối lượng khoảng 1 g, để xác định mức độ tan trong kiềm (xem 7.4);
- Hai mẫu thử, mỗi mẫu có khối lượng khoảng 2 g, để xác định hàm lượng axit (chỉ yêu cầu khi mẫu có chứa axit – xem 7.5).

Thông tin cần thiết về việc lấy mẫu được nêu trong ISO 1130.

## 7 Cách tiến hành

### 7.1 Chuẩn bị mẫu

Chiết mẫu bằng thiết bị chiết Soxhlet (5.1) với điclometan (4.3) trong 1 h ở tốc độ nhỏ nhất sáu chu kỳ trên giờ. Để điclometan bay hơi và sau đó loại bỏ tất cả các tạp chất thực vật và các chất ngoại lai khác ra. Làm vụn mẫu thử thành các đoạn ngắn khoảng 1 cm và để mẫu ở trạng thái cân bằng trong không khí phòng thí nghiệm.

### 7.2 Xác định khối lượng của các mẫu thử

Xác định khối lượng của các mẫu thử như mô tả trong Điều 6, chính xác đến 0,000 2 g.

### 7.3 Xác định khối lượng khô

Đặt mẫu thử vào trong cốc dùng để cân (5.7) và sấy khô trong tủ sấy được thông gió (5.6) tại nhiệt độ  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Đậy nắp cốc lại, để nguội trong bình hút ẩm (5.9) và xác định khối lượng của cốc. Lặp lại các thao tác sấy khô và cân cho đến khi đạt được khối lượng không đổi<sup>1</sup>. Lấy mẫu thử ra, xác định khối lượng của cốc dùng để cân và từ đó tính toán được khối lượng khô của mẫu thử. Tính toán theo tỷ lệ khối lượng khô của các mẫu thử còn lại.

CHÚ THÍCH Bảo đảm từng mẫu thử được xử lý sao cho tất cả các mẫu thử có cùng hàm lượng ẩm.

### 7.4 Xác định mức độ tan trong kiềm

Cho 100 ml dung dịch natri hydroxit (4.1) vào trong bình (5.3), đẩy lỏng nút, và cố định bình trong bể cách thủy (5.2) bằng các biện pháp thích hợp sao cho mức nước bên ngoài bình cao hơn mức dung dịch bên trong bình ít nhất 5 cm. Quy trình này là cần thiết để kiểm soát chính xác nhiệt độ.

Khi nhiệt độ của dung dịch natri hydroxit đạt được  $65\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 0,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ , cẩn thận cho một mẫu thử có khối lượng đã biết vào trong bình, đẩy nút lại và lắc nhẹ bình để đảm bảo mẫu thử ướt hoàn toàn. Lại lắc nhẹ bình sau 15 min, 30 min và 45 min, mỗi lần lắc không quá 5 s.

Sau 1 h, chuyển cẩn thận lượng chất chứa trong bình vào một chén nung bằng thủy tinh xốp dùng để lọc (5.4) có khối lượng đã biết và hút cạn chén nung bằng phương pháp hút. Dùng nước cất hoặc nước khử ion để rửa sạch các vật liệu xơ còn lại trong bình cho vào chén nung. Rửa phần cặn trong chén nung sáu lần bằng nước, làm ráo nước hoàn toàn sau mỗi lần rửa, và không hút nữa.

Đổ đầy chén nung hai lần liên tiếp bằng dung dịch axit axetic (4.2). Để yên trong 1 min và hút cạn chén nung bằng phương pháp hút. Cuối cùng, rửa phần cặn sáu lần bằng nước, làm ráo nước hoàn toàn sau mỗi lần rửa. Sấy khô chén nung và các chất ở nhiệt độ  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 3\text{ }^{\circ}\text{C}$ . Để nguội trong bình hút ẩm và xác định khối lượng.

Lặp lại cách tiến hành này cho đến khi đạt được khối lượng không đổi.

<sup>1</sup> Khối lượng không đổi đạt được khi sự thay đổi khối lượng của mẫu đã được làm khô lại trong ít nhất 30 min không vượt quá 0,000 5 g.

## TCVN 10039:2013

### 7.5 Xác định hàm lượng axit

Xác định pH của dịch chiết bằng phương pháp nêu trong TCVN 7422 (ISO 3071). Nếu dịch chiết của vật liệu có giá trị pH nhỏ hơn 4,0, xác định hàm lượng axit bằng phương pháp được cho trong TCVN 10040 (ISO 3073).

## 8 Biểu thị kết quả

### 8.1 Các mẫu không có chứa axit

Mức độ tan trong kiềm, S, là sự mất mát về khối lượng của mẫu thử, biểu thị bằng tỷ lệ phần trăm khối lượng khô của mẫu thử, được tính theo công thức:

$$S = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100$$

Trong đó:

$m_1$  là khối lượng khô của mẫu thử (được xác định như trong 7.3);

$m_2$  là khối lượng khô của phần cặn (được xác định như trong 7.4);

### 8.2 Các mẫu có chứa axit

Mức độ tan trong kiềm đã được hiệu chỉnh, S', là sự mất mát về khối lượng của mẫu thử, biểu thị bằng tỷ lệ phần trăm khối lượng khô không axit của mẫu thử, được tính theo công thức:

$$S' = (S - s) \frac{100}{100 - s}$$

Trong đó:

S là mức độ tan trong kiềm chưa được hiệu chỉnh (được tính toán như trong 8.1)

s là phần trăm của axit (được xác định như trong 7.5).

## 9 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các thông tin sau:

- Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- Các kết quả riêng biệt và giá trị trung bình của chúng, mỗi kết quả lấy đến ba chữ số có nghĩa;
- Bất kỳ sai lệch nào so với phương pháp thử được mô tả ở trên, ví dụ, do không có đủ vật liệu.