

TCVN 5465-1: 2009

ISO 1833-1 : 2006

Xuất bản lần 1

**VẬT LIỆU DỆT –
PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG HOÁ HỌC –
PHẦN 1 : NGUYÊN TẮC CHUNG CỦA PHÉP THỬ**

*Textiles – Quantitative chemical analysis –
Part 1 : General principles of testing*

Lời nói đầu

TCVN 5465-1: 2009 thay thế cho TCVN 5464 : 1991 và một phần của TCVN 5465 : 1991.

TCVN 5465-1 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 1833-1 : 2006.

TCVN 5465-1 : 2009 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.

TCVN 5465 : 1991 sẽ được huỷ bỏ và thay thế bằng TCVN 5465-1, TCVN 5465-3, TCVN 5465-4, TCVN 5465-5, TCVN 5465-6, TCVN 5465-7, TCVN 5465-8, TCVN 5465-9, TCVN 5465-10, TCVN 5465-11, TCVN 5465-12, TCVN 5465-13, TCVN 5465-14, TCVN 5465-15, TCVN 5465-16, TCVN 5465-17, TCVN 5465-18 và TCVN 5465-19.

Bộ tiêu chuẩn TCVN 5465 (ISO 1833) *Vật liệu dệt – Phương pháp phân tích định lượng hoá học*, gồm các phần sau:

- TCVN 5465-1 : 2009 (ISO 1833-1: 2006), Phần 1: Nguyên tắc chung của phép thử;
- TCVN 5465-2 : 2009 (ISO 1833-2: 2006), Phần 2: Hỗn hợp xơ ba thành phần;
- TCVN 5465-3 : 2009 (ISO 1833-3: 2006), Phần 3: Hỗn hợp xơ axetat và một số xơ khác (phương pháp sử dụng axeton);
- TCVN 5465-4 : 2009 (ISO 1833-4: 2006), Phần 4: Hỗn hợp xơ protein và một số xơ khác (phương pháp sử dụng hypoclorit);
- TCVN 5465-5 : 2009 (ISO 1833-5: 2006), Phần 5: Hỗn hợp xơ visco, xơ cupro hoặc xơ modal và xơ bông (phương pháp sử dụng natri zincat);
- TCVN 5465-6 : 2009 (ISO 1833-6: 2007), Phần 6: Hỗn hợp xơ visco hoặc xơ cupro hoặc xơ modal hoặc xơ lyocell và xơ bông (phương pháp sử dụng axit fomic và kẽm clorua);
- TCVN 5465-7 : 2009 (ISO 1833-7: 2006), Phần 7: Hỗn hợp xơ polyamit và một số xơ khác (phương pháp sử dụng axit fomic);
- TCVN 5465-8 : 2009 (ISO 1833-8: 2006), Phần 8: Hỗn hợp xơ axetat và xơ triaxetat (phương pháp sử dụng axeton);
- TCVN 5465-9 : 2009 (ISO 1833-9: 2006), Phần 9: Hỗn hợp xơ axetat và xơ triaxetat (phương pháp sử dụng rượu benzylic);
- TCVN 5465-10 : 2009 (ISO 1833-10: 2006), Phần 10: Hỗn hợp xơ triaxetat hoặc xơ polyactit và một số xơ khác (phương pháp sử dụng diclometan);

- TCVN 5465-11 : 2009 (ISO 1833-11: 2006), Phần 11: Hỗn hợp xơ cellulose và xơ polyester (phương pháp sử dụng axit sunphuric);
- TCVN 5465-12 : 2009 (ISO 1833-12: 2006), Phần 12: Hỗn hợp xơ acrylic, xơ modacrylic, xơ clo, xơ elastan và một số xơ khác (phương pháp sử dụng dimethylformamit).

Bộ tiêu chuẩn ISO 1833 còn các phần sau:

- ISO 1833-13: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 13: Mixtures of certain chlorofibres and certain other fibres (method using carbon disulfide/acetone);
- ISO 1833-14: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 14: Mixtures of acetate and certain chlorofibres (method using acetic acid);
- ISO 1833-15: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 15: Mixtures of jute and certain animal fibres (method by determining nitrogen content);
- ISO 1833-16: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 16: Mixtures of polypropylene fibres and certain other fibres (method using xylene);
- ISO 1833-17: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 17: Mixtures of chlorofibres (homopolymers of vinyl chloride) and certain other fibres (method using sulfuric acid);
- ISO 1833-18: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 18: Mixtures of silk and wool or hair (method using sulfuric acid);
- ISO 1833-19: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 19: Mixtures of cellulose fibres and asbestos (method by heating);
- ISO 1833-21: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 21: Mixtures of chlorofibres, certain modacrylics, certain elastanes, acetates, triacetates and certain other fibres (method using cyclohexanone).

Lời giới thiệu

Nói chung, các phương pháp mô tả trong các phần của bộ TCVN 5465 (ISO 1833) dựa trên dung dịch chọn lọc của một thành phần. Sau khi một thành phần được loại bỏ, cân phần cặn không hoà tan và tính toán tỉ lệ phần trăm của các thành phần hoà tan từ khối lượng mất đi. Tiêu chuẩn này đưa ra thông tin về các phép phân tích theo phương pháp này tất cả các hỗn hợp xơ có thành phần bất kỳ. Thông tin này phải được sử dụng cùng với các phần khác của TCVN 5465 (ISO 1833); các tiêu chuẩn này có các qui trình chi tiết có thể áp dụng được đối với từng hỗn hợp xơ. Thông thường khi một phép phân tích dựa trên một nguyên tắc khác với việc sử dụng dung dịch chọn lọc thì các chi tiết đầy đủ được đưa ra trong phần thích hợp.

Hỗn hợp xơ đã trải qua quá trình gia công và ở phạm vi hẹp hơn như vật liệu dệt được hoàn tất có thể chứa chất béo, sáp hoặc chất hồ xuất hiện một cách tự nhiên hoặc được thêm vào trong quá trình gia công. Muối và các chất hoà tan trong nước khác cũng có thể có. Một số hoặc tất cả các chất này sẽ bị loại bỏ trong phép phân tích và được tính như là thành phần xơ hoà tan. Để tránh điều này, các chất không phải là xơ phải được loại bỏ trước khi phân tích. Phương pháp xử lý sơ bộ để loại bỏ các chất dầu, chất béo, sáp và chất hoà tan trong nước được nêu ra trong phụ lục A.

Hơn nữa, vật liệu dệt có thể chứa nhựa hoặc các chất khác được thêm vào nhằm tạo cho vật liệu dệt có các tính chất đặc biệt, như là chất chống thấm nước và chất chống nhăn.

Các chất như vậy bao gồm cả thuốc nhuộm trong một số trường hợp đặc biệt có thể làm cản trở tác động của thuốc thử lên các thành phần hoà tan và/hoặc các thành phần này có thể bị loại bỏ một phần hoặc hoàn toàn. Các loại chất được thêm vào này có thể gây ra các sai số và cần được loại bỏ trước khi phân tích mẫu. Nếu không thể loại bỏ các chất này thì các phương pháp phân tích không áp dụng được. Thuốc nhuộm có trong xơ đã được nhuộm màu được coi là một phần tích hợp của xơ và không loại bỏ được.

Hầu hết các xơ đều chứa nước, hàm lượng nước phụ thuộc vào loại xơ và độ ẩm tương đối của môi trường xung quanh. Các phép phân tích được thực hiện dựa trên khối lượng khô và trong tiêu chuẩn này đưa ra một qui trình xác định khối lượng khô của mẫu thử và phần cặn. Vì vậy kết quả thu được là của xơ khô, sạch.

Sự dữ liệu được đưa ra để tính toán lại kết quả trên cơ sở của

a) hàm lượng ẩm thêm vào được chấp nhận ¹⁾,

b) hàm lượng ẩm thêm vào được chấp nhận đối với

¹⁾ Các giá trị sử dụng là các tỉ lệ điều hoà qui ước cho các xơ tương ứng, nếu có tỉ lệ này.

- 1) chất xơ được loại bỏ trong xử lý sơ bộ và
- 2) chất không phải là xơ (ví dụ hồ xơ, dầu gia công hoặc mỡ) có thể coi như là một phần của xơ như là một sản phẩm thương mại.

Trong một số phương pháp, thành phần không hoà tan của một hỗn hợp có thể được hoà tan một phần trong dung môi sử dụng để hoà tan thành phần hoà tan được. Khi có thể, phải lựa chọn các thuốc thử có ít hoặc không có ảnh hưởng đến các xơ không hoà tan. Nếu có sự mất mát khối lượng trong quá trình phân tích thì kết quả cần được hiệu chỉnh; vì vậy cần phải đưa ra các hệ số hiệu chỉnh. Các hệ số hiệu chỉnh này được xác định trong một số phòng thí nghiệm bằng cách xử lý trong dung môi thích hợp như qui định trong phương pháp phân tích, các xơ được lấy đi bằng xử lý sơ bộ. Các hệ số hiệu chỉnh này chỉ áp dụng cho các xơ chưa bị thoái biến và có thể cần thiết có các hệ số hiệu chỉnh khác nhau nếu xơ bị thoái biến trong quá trình gia công.

Các qui trình đưa ra chỉ áp dụng cho một phương pháp xác định riêng; phải làm ít nhất hai phương pháp xác định cho một mẫu thử riêng biệt nhưng nếu cần phải làm nhiều hơn. Trước khi tiến hành một phép phân tích nào, phải nhận biết được tất cả các loại xơ có trong hỗn hợp. Để khẳng định lại, trừ khi về mặt kỹ thuật không làm được nên sử dụng các qui trình thay thế mà nhờ đó hợp phần có thể là phần cạnh đối với phương pháp tiêu chuẩn này bị loại bỏ ra trước.

Nếu có thể tách riêng các thành phần trong một hỗn hợp bằng phương pháp thủ công thì có thể sử dụng phương pháp nêu ra trong Phụ lục B hơn là sử dụng các phương pháp hóa học nêu ra trong từng phần của TCVN 5465 (ISO 1833).

Vật liệu dệt – Phân tích định lượng hoá học –

Phần 1: Nguyên tắc chung của phép thử

Textiles – Quantitative chemical analysis –

Part 1 : General principles of testing

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp thường dùng để phân tích định lượng hoá học các hỗn hợp xơ hai thành phần khác nhau. Nói chung, phương pháp này và các phương pháp mô tả trong các phần của bộ TCVN 5465 (ISO 1833) có thể áp dụng cho các loại xơ trong bất kỳ loại vật liệu dệt nào. Một số loại vật liệu dệt bị loại trừ được liệt kê trong phần phạm vi áp dụng của phần tiêu chuẩn tương ứng.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu ghi năm công bố thì áp dụng 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.

ISO 5089, Textiles – Preparation of laboratory test samples and test specimens for chemical testing (Vật liệu dệt – Chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm và mẫu thử cho phép thử hoá).

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này, áp dụng các thuật ngữ và định nghĩa sau:

3.1

Chất không phải là xơ

Các chất phụ trợ của quá trình gia công như chất bôi trơn và hồ (nhưng không kể dầu làm mềm đay), và chất không phải là xơ xuất hiện một cách tự nhiên.

4 Nguyên tắc

Sau khi đã nhận biết được các thành phần của một hỗn hợp, loại bỏ một thành phần, thường bằng dung dịch chọn lọc, cân phần cặn không hoà tan và tỉ lệ thành phần hoà tan được tính toán từ phần khối lượng mất đi. Khi thích hợp, xơ có tỉ lệ thành phần lớn hơn được loại bỏ trước.

5 Thuốc thử

Chỉ sử dụng các thuốc thử cấp phân tích.

5.1 Dầu nhẹ, được chưng cất lại, chưng cất ở giữa 40 °C và 60 °C.

5.2 Nước cất hoặc nước khử ion

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Cốc lọc bằng thủy tinh, có dung tích từ 30 ml đến 40 ml, có gắn một đĩa lọc bằng thủy tinh nung kết có đường kính lỗ từ 90 µm đến 150 µm.

Cốc lọc này phải có một nút nhám bằng thủy tinh hoặc nắp kính đồng hồ.

CHÚ THÍCH Có thể dùng một thiết bị khác thay thế cốc lọc này nếu cho kết quả tương đương.

6.2 Bình hút chân không.

6.3 Bình hút ẩm chứa silica gel tự chỉ thị.

6.4 Tủ sấy có thông gió để làm khô mẫu ở nhiệt độ $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

6.5 Cân phân tích có độ chính xác đến 0,0002 g hoặc tốt hơn.

6.6 Thiết bị chiết Soxhlet, có kích thước phù hợp, thể tích tính bằng mililit, tương đương 20 lần khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam, hoặc thiết bị khác cho kết quả tương đương.

7 Điều hoà và môi trường thử

Vì xác định khối lượng khô nên không cần thiết phải điều hoà mẫu thử. Phép phân tích được tiến hành ở điều kiện bình thường.

8 Lấy mẫu và xử lý sơ bộ mẫu

8.1 Lấy mẫu

Lấy một mẫu phòng thí nghiệm như mô tả trong ISO 5089, đại diện cho lô mẫu phòng thí nghiệm và đủ để cung cấp các mẫu thử theo yêu cầu, mỗi mẫu thử ít nhất là 1 g. Vải có thể bao gồm các sợi có thành phần khác nhau và phải lưu ý điều này trong khi lấy mẫu vải. Xử lý mẫu thử như mô tả trong 8.2.

8.2 Xử lý sơ bộ mẫu phòng thí nghiệm

Chiết mẫu khô trong thiết bị Soxhlet bằng dầu nhẹ trong 1 h với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ.

Cho dầu nhẹ bay hơi khỏi mẫu thử, ngâm mẫu trong nước lạnh 1 h, và tiếp tục ngâm thêm 1 h trong nước ở nhiệt độ $(65 \pm 5)^\circ\text{C}$. Trong cả hai lần xử lý, sử dụng tỉ lệ nước/mẫu thử là 100/1 và thỉnh thoảng khuấy nước. Loại bỏ nước dư ra khỏi mẫu bằng cách vắt, hút hoặc vắt ly tâm và sau đó để mẫu khô tự nhiên.

Nếu các chất không phải là xơ không thể tách ra được bằng dầu nhẹ và nước thì phải loại bỏ chúng bằng phương pháp phù hợp mà không làm thay đổi bản chất của bất kỳ thành phần xơ nào. Tuy nhiên, đối với một số loại xơ thực vật tự nhiên không tẩy trắng (ví dụ xơ đay, xơ dừa), phải lưu ý rằng xử lý sơ bộ bằng dầu nhẹ và nước không loại bỏ được tất cả các chất không phải là xơ tự nhiên; tuy nhiên, không áp dụng phương pháp xử lý sơ bộ bổ sung trừ khi mẫu thử có chứa các chất hoàn tất không hoà tan được cả trong dầu nhẹ và nước.

9 Cách tiến hành

9.1 Hướng dẫn chung

9.1.1 Sấy khô

Thực hiện tất cả các phương thức làm khô không ít hơn 4h và không nhiều hơn 16 h ở nhiệt độ $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ trong một tủ sấy có thông gió, cửa tủ sấy đóng liên tục.

CHÚ THÍCH Mẫu thử được sấy khô đến khối lượng không đổi.

9.1.2 Sấy khô mẫu thử

Sấy khô mẫu thử trong một cốc cân mở, có nắp để bên cạnh. Sau khi sấy khô, đậy nắp cốc cân lại trước khi lấy ra khỏi tủ sấy, và chuyển nhanh vào bình hút ẩm.

9.1.3 Sấy khô cốc lọc và cặn

Sấy khô cốc lọc với nút nhám hoặc nắp kính đồng hồ để bên cạnh trong tủ sấy. Sau khi sấy khô, đậy kín cốc lọc và chuyển nhanh vào bình hút ẩm.

9.1.4 Làm nguội

Thực hiện tất cả phương thức làm nguội, cho đến khi đối tượng được sấy nguội hoàn toàn và trong mọi trường hợp không được ít hơn 2 h với bình hút ẩm để cạnh cân.

9.1.5 Cân

Sau khi làm nguội, cân cốc cân hoặc cốc lọc trong vòng 2 min từ khi lấy ra khỏi bình hút ẩm.

Cân chính xác đến 0,0002 g.

CHÚ THÍCH Không được dùng tay không cầm cốc lọc, mẫu thử hoặc cặn trong quá trình sấy khô, làm nguội và cân.

9.2 Tiến hành thử

Lấy từ mẫu phòng thí nghiệm đã xử lý sơ bộ một mẫu thử có khối lượng khoảng 1 g. Chia sợi nước vôi đã cắt từng mảnh thành các đoạn dài khoảng 10 mm. Sấy khô mẫu thử trong cốc cân, làm nguội trong bình hút ẩm và cân mẫu thử.

Chuyển mẫu thử vào trong một bình thuỷ tinh như qui định trong các phần tương ứng của bộ TCVN 5465 (ISO 1833), ngay lập tức cân lại cốc cân và tính được khối lượng khô của mẫu thử bằng cách lấy hiệu số.

Hoàn thành qui trình được qui định trong các phần tương ứng của bộ TCVN 5465 (ISO 1833), kiểm tra phần cặn bằng kính hiển vi, hoặc bằng cách khác nếu thích hợp, để kiểm tra rằng quá trình xử lý đã loại bỏ hoàn toàn xơ hoà tan.

10 Tính toán và biểu thị kết quả

10.1 Qui định chung

Biểu thị khối lượng thành phần không hoà tan theo tỉ lệ phần trăm tổng khối lượng của xơ trong hỗn hợp

Tính toán kết quả dựa trên

- khối lượng khô sạch (như trong 10.2), hoặc
- khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm được chấp nhận (như trong 10.3), hoặc
- khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm được chấp nhận và tỉ lệ phần trăm của chất xơ mất đi khi xử lý sơ bộ (như trong 10.4), và
- khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm được chấp nhận và chất không phải là xơ (như trong 10.4).

Tính được tỉ lệ phần trăm thành phần hoà tan bằng cách lấy hiệu số. Nêu rõ cách tính toán đã sử dụng và trong trường hợp sử dụng cách b), c) và d) thì nêu rõ giá trị tỉ lệ phần trăm thêm vào.

10.2 Phương pháp dựa trên khối lượng khô sạch

$$p = \frac{100m_1d}{m_c}$$

trong đó

P là tỉ lệ phần trăm thành phần khô sạch không hoà tan;

m_0 là khối lượng khô của mẫu thử;

m_1 là khối lượng khô của phần cặn;

d là hệ số hiệu chỉnh sai khác về khối lượng của thành phần không hoà tan trong thuốc thử.

Các giá trị thích hợp của d được nêu trong các phần khác nhau của bộ TCVN 5465 (ISO 1833).

10.3 Phương pháp dựa trên khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm

$$P_M = \frac{100P(1+0,01a_2)}{P(1+0,01a_2) + (100-P)(1+0,01a_1)}$$

trong đó

P_M là tỉ lệ phần trăm của thành phần không hoà tan sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm;

P là tỉ lệ phần trăm của thành phần không hoà tan khô, sạch;

a_1 là tỉ lệ phần trăm độ ẩm thêm vào thành phần hoà tan;

a_2 là tỉ lệ phần trăm độ ẩm thêm vào thành phần không hoà tan.

10.4 Phương pháp dựa trên khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm và chất không phải là xơ, và/hoặc tỉ lệ phần trăm mất đi của chất xơ do xử lý sơ bộ

$$P_A = \frac{100P[1+0,01(a_2+b_2)]}{P[1+0,01(a_2+b_2)] + (100-P)[1+0,01(a_1+b_1)]}$$

trong đó

P_A là tỉ lệ phần trăm của thành phần không hoà tan sạch, có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm và chất không phải là xơ;

P là tỉ lệ phần trăm của thành phần không hoà tan khô, sạch;

a_1 là tỉ lệ phần trăm độ ẩm thêm vào thành phần hoà tan;

a_2 là tỉ lệ phần trăm độ ẩm thêm vào thành phần không hoà tan.

b_1 là tỉ lệ phần trăm mất đi của chất xơ hoà tan do xử lý sơ bộ, và/hoặc tỉ lệ phần trăm của chất không phải là xơ thêm vào thành phần hoà tan;

b_2 là tỉ lệ phần trăm mất đi của chất xơ không hoà tan do xử lý sơ bộ, và/hoặc tỉ lệ phần trăm của chất không phải là xơ thêm vào thành phần không hoà tan.

Tỉ lệ phần trăm của thành phần thứ hai (P_{2A}) bằng $(100 - P_A)$.

Khi sử dụng phương pháp xử lý sơ bộ đặc biệt, nếu có thể, giá trị của b_1 và b_2 phải được xác định cho từng loại thành phần xơ tinh khiết với phương pháp xử lý sơ bộ đã áp dụng khi phân tích. Xơ tinh khiết là xơ không chứa tất cả các chất không phải là xơ ngoại trừ các chất mà xơ thường có (do tự nhiên hoặc do quá trình sản xuất), trong trường hợp (không tẩy trắng, tẩy trắng) chúng được tìm thấy trong chất được phân tích.

11 Độ chụm của phương pháp

Độ chụm được nêu ra trong các phần riêng của bộ TCVN 5465 (ISO 1833) liên quan đến độ tái lập: Độ chụm liên quan đến độ tin cậy, nghĩa là sự gần giống nhau giữa các giá trị thực nghiệm thu được từ các kỹ thuật viên của các phòng thí nghiệm khác nhau hoặc tại các thời điểm khác nhau, sử dụng cùng một phương pháp trên các mẫu thử của một hỗn hợp không đối giống nhau.

Độ tái lập được biểu thị bằng các giới hạn tin cậy của các kết quả của một mức độ tin cậy 95 %, nghĩa là sự sai lệch giữa hai kết quả trong một dãy phân tích được thực hiện bởi các phòng thí nghiệm khác nhau, sẽ chỉ vượt quá 5 trong 100 trường hợp, khi sử dụng phương pháp chuẩn với một hỗn hợp không đối giống nhau.

12 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm bao gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) kết quả liên quan đến toàn bộ thành phần của vật liệu hoặc đến một thành phần riêng biệt của tổ hợp;
- c) bất kỳ quá trình xử lý đặc biệt nào để loại bỏ hồ hoặc chất hoàn tất thêm vào quá trình xử lý sơ bộ đã qui định;
- d) kết quả riêng biệt và giá trị trung bình số học, chính xác đến 0,1;
- e) kết quả dựa trên
 - 1) khối lượng khô sạch,
 - 2) khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm, nêu giá trị tỉ lệ phần trăm thêm vào,
 - 3) khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm và tỉ lệ phần trăm mất đi của chất xơ do quá trình xử lý sơ bộ, nêu giá trị tỉ lệ phần trăm thêm vào,
 - 4) khối lượng khô sạch có thêm tỉ lệ phần trăm độ ẩm và tỉ lệ phần trăm chất không phải là xơ, nêu giá trị tỉ lệ phần trăm thêm vào.

Phụ lục A

(tham khảo)

Phương pháp loại bỏ chất không phải là xơ

A.1 Qui định chung

Việc loại bỏ một số chất không phải xơ, đặc biệt khi có mặt nhiều hơn một loại, đòi hỏi sử dụng một lượng hoá chất lớn, mỗi một vật liệu được xử lý để loại bỏ các phần không phải là xơ phải được coi như một vấn đề riêng biệt. Các qui trình nêu trong phụ lục này không được coi là trọn vẹn và có thể ảnh hưởng đến các tính chất lý hoá của vật liệu dệt được xử lý. Hơn nữa, các qui trình này chỉ có thể áp dụng khi biết rõ sự có mặt của các chất không phải là xơ hoặc có thể nhận biết chúng một cách chắc chắn.

Với mục đích của phụ lục này, thuốc nhuộm không được coi là chất không phải là xơ nhưng chúng là một phần của vật liệu dệt, vì vậy chúng không được đề cập đến. Một số mẫu hình in được in bằng các pigment liên kết nhựa không được coi là một phần của xơ. Chúng được đưa vào xơ với một khối lượng lớn hơn rất nhiều so với thuốc nhuộm vì vậy cần phải được loại bỏ, nhưng điều đó rất hiếm khi thực hiện được. Tương tự như vậy một số chất hoàn tất không thể loại bỏ được. Vì vậy với kiến thức hiện nay, phép phân tích định lượng không thể đạt được độ chính xác như đã cho trong các phương pháp thử mô tả trong các phần của bộ ISO 1833.

Chiết Soxhlet dưới các điều kiện mô tả trong phụ lục này sẽ chỉ đảm bảo loại bỏ được các chất dầu, chất béo và sáp. Đối với các chất không phải là xơ khác, nếu cần thiết phải kiểm tra là đã loại bỏ được hoàn toàn hay chưa.

Nếu chiết bằng dầu nhẹ như mô tả trong A.5.1, không cần thiết phải lặp lại qui trình này như yêu cầu trong 8.2.

CẢNH BÁO – Vì một số tính chất nguy hiểm khi tiếp xúc và dùng các thuốc thử và dung môi sử dụng trong các phương pháp dưới đây, các phương pháp này phải được thực hiện bởi những người có hiểu biết về các chất này và có các biện pháp đảm bảo an toàn.

A.2 Phạm vi áp dụng của phụ lục

Phụ lục này mô tả qui trình loại bỏ ra khỏi xơ một số chất không phải là xơ thường gặp. Trong Bảng A.1 liệt kê các loại xơ có thể áp dụng hoặc không áp dụng qui trình này cùng với các chất không phải là xơ cần loại bỏ. Tên gọi của các xơ này được định nghĩa trong TCVN 5462 (ISO 2076) hoặc TCVN 5463 (ISO 6938). Việc nhận biết các chất không phải là xơ và các xơ hiện có không nằm trong phụ lục này.

Trong một vài trường hợp, việc loại bỏ tất cả các chất phụ gia là không thể thực hiện được. Lượng còn lại phải không ảnh hưởng đến phân tích định lượng; nói cách khác, cần thiết phải giảm thiểu việc thoái biến hoá học của xơ.

A.3 Nguyên tắc

Khi có thể, loại bỏ chất không phải là xơ bằng một dung môi thích hợp.

CHÚ THÍCH Trong nhiều trường hợp, việc loại bỏ các chất hoàn tất kéo theo sự biến đổi hoá học của xơ. Hơn nữa, thoái biến hoá học của thành phần xơ luôn luôn không thể tránh khỏi.

A.4 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ yêu cầu là một phần thiết bị thông thường trong phòng thí nghiệm hoá học.

Bảng A.1 – Sử dụng qui trình để loại bỏ chất không phải là xơ

Chất không phải là xơ cần loại bỏ	Những xơ khi có mặt chúng thì có thể áp dụng qui trình	Phương pháp		Những xơ khi có mặt chúng thì không thể áp dụng qui trình
		Điều	Thuốc thử	
Dầu, chất béo và sáp	Hầu hết các xơ	A.5.1	Dầu nhẹ, Soxhlet	Elastan
Dầu tẩm ướt	Tơ tằm	A.5.2	Toluen/metanol, Soxhlet	—
Tinh bột	Bông ^{a)} , lanh ^{b)} , visco, tơ tằm cắt ngắn, đay ^{c)} và hầu hết các xơ khác	A.5.3	Amilaza, sau đó là nước sôi	—
Keo từ hạt carob và tinh bột	Bông ^{a)} , visco, tơ tằm cắt ngắn	A.5.4	Nước sôi sau đó là theo A.5.3	—
Hồ hạt tamarind	Bông ^{a)} , visco	A.5.5	Hai lần nước sôi	—
Acrylic (hồ hoặc hồ hoàn tất)	Hầu hết các xơ ^{a)}	A.5.6	Xà phòng 2g/l, NaOH 2g/l, 70 °C đến 75 °C, giặt bằng nước	Protein, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, acrylic, modacrylic
Gelatin và hồ polyvinyl alcohol (hồ PVA)	Hầu hết các xơ	A.5.7	1g/l chất hoạt động bề mặt không ion, 1g/l chất hoạt động bề mặt anion, 1 g/l Na ₂ CO ₃	Protein, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat
Tinh bột và hồ polyvinyl alcohol (hồ PVA)	Bông, polyeste	A.5.8	A.5.3 sau đó theo A.5.7	Protein, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat
Polyvinyl axetat	Hầu hết các xơ	A.5.9	Axeton, Soxhlet	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, xơ clo
Hồ dầu lanh	Sợi visco crep	A.5.10	A.5.1 sau đó A.5.7	Protein, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat
Nhựa amino-formaldehyt	Bông, cupro, visco, modal, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, polyeste, polyamit (nylon)	A.5.11	Axit octophotphoric/ure, 80°C, 10 min, giặt bằng nước, sau đó bằng NaHCO ₃	Amiăng

Bitum, creozot, nhựa đường	Hầu hết các xơ	A.5.12	Diclotetan (clorua metylen), Soxhlet	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, modacrylic, xơ clo
Ete xenlulo	Hầu hết các xơ	A.5.13.1	Ngâm trong nước lạnh	—
	Bông	A.5.13.2	175 g/l dung dịch NaOH ở 10°C trung hoà trong axit axetic 0,1N	Visco, axetat khử axetyl, triaxetat, xơ modacrylic, acrylic
Xenlulo nitrat	Hầu hết các xơ	A.5.14	Ngâm trong axeton, 1h	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat
Polyvinyl clorua	Hầu hết các xơ	A.5.15	Ngâm trong tetrahydrofuran (không thu hồi bằng chưng cất)	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, xơ clo
Oleat	Hầu hết các xơ	A.5.16	HCl 0,2 N, chiết bằng diclotetan, Soxhlet	Axetat khử acetyl, axetat, triaxetat, modacrylic, xơ clo, polyamit (nylon), amiăng
Oxit crom, sắt và đồng	Cupro, visco, modal, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat	A.5.17	14 g/l axit oxalic đã hydrat hoá ở 80 °C, trung hoà bằng NH ₄ OH	—
Pentaclorophenyl laurat	Hầu hết các xơ	A.5.18	Toluen, Soxhlet	Polyetylen, Polypropylen
Polyetylen	Hầu hết các xơ	A.5.19	Toluen sôi hồi lưu	Polypropylen
Polyuretan	Polyamit (nylon), cupro, visco, modal, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat	A.5.20	Dimetyl sunfoxit hoặc diclotetan, nếu có thể NaOH 50 g/l, rượu etylic ở 50°C	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, polyeste,rylic, modacrylic
Cao su tự nhiên và styren-butadien neopren, nitril	Cupro, visco, modal, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, thủy tinh	A.5.21	Làm trương trong benzen, nạo, đun nóng trong p-diclobenzen nóng chảy, thêm 1 phần tert-butyl hydropeoxit cho 4 phần p-diclobenzen, làm nguội đến 60°C, thêm benzen	Tất cả các xơ tổng hợp
Silicon	Hầu hết các xơ	A.5.22	Axit flohydric 50 ml đến 60 ml trong 1 lít, 65°C	Polyamit (nylon), thủy tinh
Thiếc tăng trọng	Tơ tằm	A.5.23	Axit flohydric 0,5 N	—
Chất hoàn tất chống thấm nước có nguồn gốc từ sáp	Bông, protein, polyeste, polyamit (nylon)	A.5.24	Diclotetan, Soxhlet, nếu phức kim loại: 1g/l axit focmic và 5 g/l chất hoạt động bề mặt bền axit	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat modacrylic, xơ clo
<p>^a Bông mọc mát mát khối lượng khi xử lý bằng phương pháp này. Khối lượng mất đi này xấp xỉ 3 % khối lượng sấy khô cuối cùng.</p> <p>^b Lanh mát mát khối lượng khi xử lý bằng phương pháp này. Khối lượng mất đi phụ thuộc vào loại sợi sản xuất vải. Lượng mất mát xấp xỉ : sợi tẩy trắng 2 %, sợi đã nấu 3 % và sợi mọc 4 %.</p> <p>^c Đay mất mát khối lượng xấp xỉ 0,5 % khi xử lý bằng phương pháp này.</p> <p>^d Polyamit 6.6 (nylon 6.6) có thể mất mát đến 1 % khối lượng chất xơ khi xử lý bằng phương pháp này. Khối lượng mất mát của polyamit 6 (nylon 6) có thể thay đổi giữa 1 % và 3 %.</p>				

A.5 Cách tiến hành

A.5.1 Dầu, chất béo và sáp sử dụng dầu nhẹ

Chiết mẫu thử trong thiết bị chiết Soxhlet hoặc thiết bị tương tự bằng dầu nhẹ (chung cất ở giữa 40 °C và 60 °C) ít nhất trong 1h với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ. Cách làm này giống với phần đầu của quá trình xử lý sơ bộ theo 8.2.

A.5.2 Dầu tẩm ướt sử dụng hỗn hợp toluen và metanol

Chiết mẫu thử trong thiết bị chiết Soxhlet hoặc thiết bị tương tự với một hỗn hợp dung môi gồm 1 phần thể tích toluen với 3 phần thể tích metanol, ít nhất trong 2 h với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ.

CHÚ THÍCH Đã có một phương pháp được chấp nhận để loại bỏ dầu tẩm ướt ra khỏi tơ tằm dùng benzen nhưng vì benzen độc nên phương pháp này đã được sử dụng.

A.5.3 Tinh bột

Ngâm mẫu thử vào một dung dịch mới pha chứa 0,1 % (phần khối lượng) chất ngấm ướt không ion cùng với một lượng chế phẩm amilaza thích hợp, sử dụng tỉ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Nồng độ của chế phẩm amilaza và pH, nhiệt độ và thời gian xử lý phải theo chỉ dẫn của nhà sản xuất. Chuyển mẫu thử vào nước sôi và đun trong 15 min. Thử xem đã loại bỏ hoàn toàn tinh bột bằng cách sử dụng dịch iốt loãng trong kali iốtdua. Sau khi loại bỏ toàn bộ tinh bột thì giữ mẫu thử trong nước, vắt hoặc ép và làm khô.

A.5.4 Keo từ hạt carob và tinh bột

Đun sôi mẫu thử trong nước 5 min, sử dụng tỉ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Lặp lại qui trình với một phần nước mới. Sau đó thực hiện qui trình mô tả trong A.5.3.

A.5.5 Hồ hạt tamarind

Đun sôi mẫu thử trong nước 5 min, sử dụng tỉ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Lặp lại qui trình với một phần nước mới.

CHÚ THÍCH Hồ chuẩn bị từ bột của hạt tamarind chưa bóc vỏ, nghiền thô có thể không loại bỏ được hoàn toàn theo qui trình này.

A.5.6 Hồ Acrylic

Ngâm và khuấy mẫu thử 30 min trong dung dịch ít nhất gấp 100 lần khối lượng của mẫu, có chứa 2 g/l xà phòng hoặc chất tẩy rửa thích hợp khác và 2 g/l natri hydroxit ở 70 °C đến 75 °C. Giữ mẫu ba lần, mỗi lần 5 min trong nước cất ở 85 °C, vắt, ép hoặc vắt ly tâm và làm khô mẫu thử.

A.5.7 Gelatin và hồ polyvinyl alcohol (hồ PVA)

Xử lý mẫu thử 90 min ở 50 °C trong một dung dịch (sử dụng tỉ lệ dung dịch/mẫu thử tối thiểu là 100/1) có chứa 1 g/l chất hoạt động bề mặt không ion, 1g/l chất hoạt động bề mặt anion và 1 g/l natri cacbonat khan, sau đó xử lý tiếp 90 min trong dung dịch đó ở 70 °C đến 75 °C. Giặt sạch mẫu thử và làm khô.

A.5.8 Tinh bột và hồ polyvinyl alcohol (hồ PVA)

Tiến hành theo qui trình mô tả trong A.5.3, làm khô mẫu, sau đó theo qui trình mô tả trong A.5.7.

A.5.9 Polyvinyl axetat

Chiết mẫu thử trong thiết bị chiết Soxhlet bằng axeton ít nhất 3 h với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ.

A.5.10 Hồ dầu lanh

Thực hiện qui trình mô tả trong A.5.1, sau đó theo qui trình mô tả trong A.5.7.

A.5.11 Nhựa amino formaldehyt

Chiết mẫu thử bằng dung dịch 25 g/l axit octophosphoric 50 % và 50 g/l ure ở 80 °C trong 10 min, với tỉ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Giặt mẫu thử trong nước, gạn nước và giặt bằng dung dịch natri bicacbonat 0,1 %, và cuối cùng giặt bằng nước.

CHÚ THÍCH Phương pháp này gây ra một số phá huỷ đối với xơ cupro, xơ visco, xơ modal, xơ axetat khử axetyl, xơ axetat và xơ triaxetat.

A.5.12 Bitum, creozot và nhựa đường (hắc ín)

Chiết mẫu thử với diclometan (metylen clorua) trong thiết bị chiết Soxhlet. Thời gian xử lý này phụ thuộc vào lượng chất không phải là xơ và có thể cần phải thay mới dung môi.

CHÚ THÍCH Chiết sợi đay với diclometan cũng sẽ loại bỏ dầu tẩm ướt, có khoảng 5 % hoặc nhiều hơn.

A.5.13 Ete xenlulo

A.5.13.1 Metyl xenlulo hoà tan trong nước lạnh

Ngâm mẫu thử vào nước lạnh trong 2 h. Giữ mẫu thử lặp đi lặp lại trong nước lạnh, vắt kỹ.

A.5.13.2 Ete xenlulo không hoà tan trong nước nhưng hoà tan trong kiềm

Ngâm mẫu thử 30 min trong dung dịch chứa khoảng 175 g/l natri hydroxit được làm lạnh đến nhiệt độ từ 5 °C đến 10 °C. Sau đó cho mẫu thử vào một phần thuốc thử mới, giữ sạch trong nước, trung hoà bằng axit acetic có nồng độ xấp xỉ 0,1 N, giữ lại với nước và làm khô.

A.5.14 Nitrat xenlulo

Ngâm mẫu thử trong axeton ở nhiệt độ phòng trong 1 h, sử dụng tỉ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Gạn dung dịch, giặt mẫu thử với ba phần axeton mới, sau đó để cho dung môi bay hơi.

A.5.15 Polyvinyl clorua

Ngâm mẫu thử trong tetrahydrofuran ở nhiệt độ phòng trong 1 h, sử dụng tỉ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Nếu cần thiết, cạo bỏ các polyvinyl clorua đã bị làm mềm. Gạn dung dịch, giặt mẫu thử với ba phần tetrahydrofuran mới, gạn dung dịch và để cho dung môi bay hơi.

CẢNH BÁO VI nguy cơ cháy nổ, tetrahydrofuran không được thu hồi bằng cách chưng cất.

A.5.16 Oleat

Ngâm mẫu thử trong axit clohydric xấp xỉ 0,2 N ở nhiệt độ phòng đến khi mẫu bị ngấm ướt hoàn toàn. Giặt kỹ mẫu thử và làm khô. Chiết mẫu thử trong thiết bị chiết Soxhlet bằng diclometan (metylen clorua) trong 1 h với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ.

A.5.17 Oxit crom, sắt và đồng

CHÚ THÍCH Phương pháp này không áp dụng được cho thuốc nhuộm có chứa crom đã được sử dụng cho vật liệu cần thử.

Ngâm mẫu thử 15 min trong dung dịch 14 g/l axit oxalic hydrat hoá ở 80 °C, sử dụng tỉ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Giặt kỹ mẫu thử (đồng sẽ tồn tại dưới dạng oxalat không màu; tách bỏ bằng 1 % axit acetic ở 40 °C trong 15 min và giặt mẫu thử). Trung hoà mẫu thử bằng amoniac và giặt kỹ bằng nước. Vắt, ép hoặc vắt ly tâm và làm khô mẫu.

A.5.18 Pentaclophenyl laurat (PCPL)

Chiết mẫu thử trong thiết bị Soxhlet bằng toluen trong 4 h với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ.

A.5.19 Polyetylen

Chiết mẫu thử bằng toluen sôi dưới dòng hồi lưu.

Vật liệu phải được ngâm hoàn toàn trong dung môi sôi.

A.5.20 Polyuretan

Không có phương pháp phù hợp hoàn toàn nhưng có thể áp dụng phương pháp sau.

Một số loại polyuretan có thể loại bỏ được bằng cách hoà tan trong dimetyl sulfoxit hoặc diclometan (metylen clorua) và sau đó giặt mẫu thử nhiều lần với lượng dung môi mới. Khi thành phần xơ của mẫu thử cho phép, một số loại polyuretan có thể được loại bỏ bằng cách thuỷ phân trong dung dịch

50 g/l natri hydroxit sôi. Có thể thay thế bằng dung dịch 50 g/l natri hydroxit và 100 g/l etanol ở nhiệt độ trên 50 °C.

CẢNH BÁO Dimetyl sunfoxit là chất độc

A.5.21 Cao su thiên nhiên, styren-butadien, neopren, nitril và hầu hết các cao su tổng hợp khác

Không có phương pháp phù hợp hoàn toàn nhưng có thể áp dụng phương pháp sau.

Ngâm mẫu thử trong một dung môi nóng dễ bay hơi, dung môi này làm trương nở mẫu đáng kể (ví dụ benzen) và khi mẫu trương nở hoàn toàn, loại bỏ càng nhiều cao su càng tốt bằng cách nạo. Trong một số trường hợp khi xơ dẹt lộ ra ngoài, chỉ thấm ướt mặt vật liệu dẹt và lột gần như cùng một lúc cao su và các lớp sợi dẹt. Tiếp tục đun nóng mẫu thử với tốc độ khuấy không đổi trong *p*-diclobenzen nóng chảy với lượng gấp 50 lần khối lượng của mẫu thử hoặc nhiều hơn; sử dụng bình đáy bằng gắn với một sinh hàn cổ rộng (để đủ không khí vào), tốt nhất nên sử dụng khuấy từ có gia nhiệt.

Sau 45 min, thêm một phần tert-butyl hydroperoxit 70 % ứng với 4 phần *p*-diclobenzen hiện có. Đun sôi cho đến khi phân hủy hoàn toàn cao su (trung bình là 2 h). Lãm nguội bình xuống khoảng 60 °C và bổ sung một thể tích benzen tương đương. Lọc và giặt phần vật liệu dẹt nhiều lần bằng benzen ấm.

Đối với cao su nitril (ví dụ, cao su acrylonitril-butadien) có thể yêu cầu thêm lượng nitrobenzen tương đương như tert-butyl hydroperoxit để đẩy nhanh quá trình phân hủy.

CHÚ THÍCH 1 Cao su thiên nhiên phải hoà tan sau khi được đun sôi trong *p*-diclobenzen một vài giờ với sự có mặt của không khí. Cũng có thể hoà tan bằng cách đun nóng trong ete diphenyl ở 150 °C đến 160 °C trong 2 h và sau đó giặt mẫu thử trong benzen.

CHÚ THÍCH 2 Các xử lý nêu trên có tính oxy hoá mạnh và tính chất của vật liệu dẹt có thể bị ảnh hưởng đáng kể.

A.5.22 Silicon

Nấu mẫu thử 45 min trong dung dịch 50 ml/l đến 60 ml/l axit flohydric 40 % trong bình polyetylen ở 65 °C. Giặt sạch mẫu thử, trung hoà, và rửa mẫu thử 1 h trong dung dịch 2 g/l xà phòng ở 60 °C.

CẢNH BÁO Axit flohydric là chất nguy hiểm.

A.5.23 Thiếc tăng trọng

Ngâm mẫu thử trong axit flohydric 0,5 N trong bình polyetylen ở 55 °C trong 20 min, thỉnh thoảng khuấy. Giữ trong nước ấm. Ngâm mẫu vào dung dịch natri cacbonat 2 % ở 55 °C trong 20 min. Giặt mẫu thử bằng nước ấm, vắt, ép hoặc vắt ly tâm và làm khô.

CẢNH BÁO Axit flohydric là chất nguy hiểm.

A.5.24 Hồ hoàn tất chống thấm nước có nguồn gốc từ sáp

Chiết mẫu thử trong thiết bị chiết Soxhlet bằng diclometan (metylen clorua) trong ít nhất 3 h với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ. Sau đó, để loại bỏ các phức kim loại, rửa mẫu thử 15 min trong 10 g/l axit fomic dung dịch và 5 g/l chất hoạt động bề mặt bền axit ở 80 °C. Giặt sạch mẫu thử bằng nước cho đến khi hết axit.

Phụ lục B

(tham khảo)

Phương pháp phân tích định lượng bằng cách tách thủ công

B.1 Qui định chung

Phương pháp này áp dụng cho tất cả các loại xơ dệt miễn là chúng không tạo thành hỗn hợp gắn kết và có thể tách riêng xơ bằng tay.

B.2 Nguyên tắc

Sau khi nhận biết được các thành phần của vật liệu dệt, chất không phải là xơ được loại bỏ bằng cách xử lý sơ bộ thích hợp, sau đó các xơ được phân tách riêng bằng tay, sấy khô và cân để tính toán tỉ lệ của từng xơ trong hỗn hợp.

B.3 Thiết bị, dụng cụ

B.3.1 Cốc cân, hoặc dụng cụ khác cho kết quả tương đương.

B.3.2 Bình hút ẩm, có chứa silica gel tự chỉ thị.

B.3.3 Tủ sấy có thông gió, để sấy khô mẫu ở $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$.

B.3.4 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,000 2g hoặc tốt hơn.

B.3.5 Thiết bị chiết Soxhlet, hoặc thiết bị khác cho kết quả tương đương.

B.3.6 Kim.

B.3.7 Máy kiểm tra độ săn, hoặc thiết bị tương tự.

B.4 Thuốc thử

B.4.1 Dầu nhẹ, được chưng cất lại, khoảng nhiệt độ sôi từ $40 ^\circ\text{C}$ đến $60 ^\circ\text{C}$.

B.4.2 Nước cất hoặc nước khử ion

B.5 Điều hoà và môi trường thử

Xem Điều 7.

B.6 Mẫu thử phòng thí nghiệm

Xem 8.1.

B.7 Xử lý sơ bộ mẫu phòng thí nghiệm

Xem 8.2.

B.8 Cách tiến hành

B.8.1 Phân tích sợi

Lựa chọn từ mẫu phòng thí nghiệm đã được xử lý sơ bộ một mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 1 g. Đối với sợi rất mảnh, việc phân tích có thể thực hiện với chiều dài sợi tối thiểu là 30 m, không quan tâm đến khối lượng của sợi.

Cắt sợi thành từng đoạn có chiều dài thích hợp và tách riêng từng loại xơ bằng một cái kim và nếu cần thiết bằng máy kiểm tra độ săn. Cho các xơ thu được vào các cốc cân đã được cân trước và sấy khô ở $(105 \pm 3)^\circ\text{C}$ đến khối lượng không đổi như mô tả trong Điều 9.

B.8.2 Phân tích vải

Lựa chọn từ mẫu phòng thí nghiệm đã được xử lý sơ bộ, loại bỏ toàn bộ phần biên, một mẫu thử có khối lượng không nhỏ hơn 1 g, với các cạnh được cắt cẩn thận để tránh bị tước và không song song với sợi ngang hoặc sợi dọc của vải, hoặc trong trường hợp vải dệt kim là hàng vòng và cột vòng. Tách riêng các loại xơ và cho vào các cốc cân đã được cân trước và tiếp tục như mô tả trong B.8.1.

B.9 Tính toán và biểu thị kết quả

B.9.1 Qui định chung

Biểu thị khối lượng của mỗi thành phần xơ bằng tỉ lệ phần trăm khối lượng tổng cộng của các xơ trong hỗn hợp. Tính toán kết quả trên cơ sở khối lượng khô và sạch được điều chỉnh bởi

- a) các thoả thuận được chấp nhận
- b) các hệ số điều chỉnh cần thiết có tính đến sự mất mát vật chất trong xử lý sơ bộ.

B.9.2 Tính toán tỉ lệ phần trăm khối lượng xơ khô, sạch

Tỉ lệ phần trăm khối lượng xơ khô, sạch bỏ qua phần khối lượng xơ mất mát trong quá trình xử lý sơ bộ được tính theo công thức :

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

trong đó

P_1 là tỉ lệ phần trăm của thành phần khô sạch thứ nhất;

m_1 là khối lượng khô, sạch của thành phần thứ nhất;

m_2 là khối lượng xơ khô sạch của thành phần thứ hai.

B.9.3 Tính toán tỉ lệ phần trăm của mỗi thành phần

Đối với việc tính toán tỉ lệ phần trăm của mỗi thành phần có điều chỉnh bởi các thoả thuận được chấp nhận và khi có thể, bằng các hệ số điều chỉnh cho sự mất mát vật chất trong xử lý sơ bộ, xem 10.4.

B.10 Độ chụm của phương pháp

Độ chụm được chỉ ra trong các phương pháp riêng biệt liên quan đến độ tái lập.

Độ tái lập liên quan đến độ tin cậy, nghĩa là sự gần giống nhau giữa các giá trị thực nghiệm thu được từ các kỹ thuật viên của các phòng thí nghiệm khác nhau hoặc tại các thời điểm khác nhau, sử dụng cùng một phương pháp và thu được các kết quả riêng rẽ trên các mẫu thử của một hỗn hợp không đồng giống nhau.

Độ tái lập được biểu thị bằng các giới hạn tin cậy của các kết quả ở độ tin cậy 95 %.

Điều này nghĩa là sự sai lệch giữa hai kết quả trong một dãy phân tích được thực hiện bởi các phòng thí nghiệm khác nhau, không được quá 5 trong 100 trường hợp, khi sử dụng phương pháp chuẩn với một hỗn hợp không đồng giống nhau.

B.11 Báo cáo thử nghiệm

- nêu rõ rằng phép phân tích này được thực hiện phù hợp với phương pháp này;
- đưa ra chi tiết bất kỳ xử lý sơ bộ đặc biệt nào (xem 8.2);
- đưa ra các kết quả riêng biệt và giá trị trung bình số học, chính xác đến 0,1.

Thư mục tài liệu tham khảo

- [1] TCVN 5462 : 2008 (ISO 2076), Vật liệu dệt – Xơ nhân tạo – Tên theo nhóm bản chất.
 - [2] TCVN 5463: 1991 (ISO 6938), Vật liệu dệt – Xơ thiên nhiên – Tên gọi chung và định nghĩa.
-