

TCVN 5465-15 : 2009

ISO 1833-15 : 2006

Xuất bản lần 1

**VẬT LIỆU DỆT - PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG HOÁ HỌC -  
PHẦN 15: HỖN HỢP XƠ ĐAY VÀ MỘT SỐ XƠ ĐỘNG VẬT  
(PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ)**

*Textiles - Quantitative chemical analysis -  
Part 15: Mixtures of jute and certain animal fibres  
(method by determining nitrogen content)*

HÀ NỘI – 2009

## Lời nói đầu

TCVN 5465-15 : 2009 thay thế điều 14 của TCVN 5465 : 1991.

TCVN 5465-15 : 2009 hoàn toàn tương đương với ISO 1833-15 : 2006.

TCVN 5465-15 : 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 – 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 zinat);
- 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 formic và kẽm clorua);
- TCVN 5465-7 : 2009 (ISO 1833-7: 2006), Phần 7: Hỗn hợp xơ polyamid và một số xơ khác (phương pháp sử dụng axit formic);
- 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 polylactit và một số xơ khác (phương pháp sử dụng diclometan);
- TCVN 5465-11 : 2009 (ISO 1833-11: 2006), Phần 11: Hỗn hợp xơ xenlulo và xơ polyeste (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 dimetylformamit);
- TCVN 5465-13 : 2009 (ISO 1833-13: 2006), Phần 13: Hỗn hợp xơ clo và một số xơ khác (phương pháp sử dụng cacbon disunfua/axeton);
- TCVN 5465-14 : 2009 (ISO 1833-14: 2006), Phần 14: Hỗn hợp xơ axetat và một số xơ clo (phương pháp sử dụng axit axetic);
- TCVN 5465-15 : 2009 (ISO 1833-15: 2006), Phần 15: Hỗn hợp xơ đay và một số xơ động vật (phương pháp xác định hàm lượng nitơ);
- TCVN 5465-16 : 2009 (ISO 1833-16: 2006), Phần 16: Hỗn hợp xơ polypropylen và một số xơ khác (phương pháp sử dụng xylen);
- TCVN 5465-17 : 2009 (ISO 1833-17: 2006), Phần 17: Hỗn hợp xơ clo (polyme đồng nhất của vinyl clorua) và một số xơ khác (phương pháp sử dụng axit sunphuric);
- TCVN 5465-18 : 2009 (ISO 1833-18: 2006), Phần 18: Hỗn hợp tơ tằm và len hoặc xơ lông động vật (phương pháp sử dụng axit sunphuric);
- TCVN 5465-19 : 2009 (ISO 1833-19: 2006), Phần 19: Hỗn hợp xơ xenlulo và amiăng (phương pháp gia nhiệt);
- TCVN 5465-21 : 2009 (ISO 1833-21: 2006), Phần 21: Hỗn hợp xơ clo, xơ modacrylic, xơ elastan, xơ axetat, xơ triaxetat và một số xơ khác (phương pháp sử dụng xyclohexanon)..

Bộ tiêu chuẩn ISO 1833 còn các phần sau:

- ISO 1833-20: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 20: Mixtures of elastane and certain other fibres (method using dimethylacetamide);
- ISO 1833-22: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 22: Mixtures of viscose or certain types of cupro or modal or lyocell and flax fibres (method using formic acid and zinc chlorate);
- ISO 1833-23: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 23: Mixtures of polyethylene and polypropylene (method using cyclohexanone);
- ISO 1833-24: 2006, Textiles – Quantitative chemical analysis – Part 24: Mixtures of polyester and some other fibres (method using phenol and tetrachloroethane).

**Vật liệu dệt - Phân tích định lượng hoá học -****Phần 15: Hỗn hợp xơ đay và một số xơ động vật (phương pháp xác định hàm lượng nitơ)**

*Textiles - Quantitative chemical analysis -*

*Part 15: Mixtures of jute and certain animal fibres (method by determining nitrogen content)*

**1 Phạm vi áp dụng**

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng nitơ, để tính toán tỷ lệ phần trăm của mỗi thành phần trong vật liệu dệt được làm từ hỗn hợp xơ hai thành phần, sau khi loại bỏ chất không phải là xơ, gồm

– xơ đay

và

– xơ động vật.

Thành phần xơ động vật có thể chỉ có xơ lông động vật hoặc len hoặc hỗn hợp xơ lông động vật và len.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các sản phẩm mà trong đó thuốc nhuộm hoặc chất hoàn tất có chứa nitơ.

**CHÚ THÍCH** Vì phương pháp này khác về nguyên tắc so với phương pháp chung là dựa trên sự hoà tan chọn lọc được nêu ra trong TCVN 5465-1 (ISO 1833-1), phương pháp này được đưa ra theo nguyên tắc hoàn toàn riêng.

**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 5465-1 : 2009 (ISO 1833-1 : 2006), *Vật liệu dệt - Phân tích định lượng hoá học - Phần 1: Nguyên tắc chung của phép thử.*

### 3 Nguyên tắc

Hàm lượng nitơ của hỗn hợp được xác định, từ giá trị đó và hàm lượng nitơ đã biết hoặc đã được giả định của hai thành phần, tính toán tỷ lệ phần trăm của mỗi thành phần.

### 4 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải là loại thuốc thử phân tích.

#### 4.1 Toluên.

#### 4.2 Metanol.

#### 4.3 Axit sunphuric, $\rho = 1,84$ g/ml. <sup>1)</sup>

#### 4.4 Kali sunfat. <sup>1)</sup>

#### 4.5 Selen dioxit. <sup>1)</sup>

#### 4.6 Dung dịch natri hydroxit, 400 g.

Hoà tan 400 g natri hydroxit trong 400 ml đến 500 ml nước, pha loãng với nước đến 1 l.

#### 4.7 Chất chỉ thị hỗn hợp.

Hoà tan 0,1 g metyl đỏ trong 95 ml etanol và 5 ml nước, sau đó hoà lẫn với 0,5 g bromocresol xanh đã được hoà tan trong 475 ml etanol và 25 ml nước.

#### 4.8 Dung dịch axit boric.

Hoà tan 20 g axit boric trong 1 l nước.

#### 4.9 Axit sunphuric, dung dịch thể tích chuẩn 0,01 mol/l.

### 5 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng thiết bị, dụng cụ được mô tả trong TCVN 5465-1 (ISO 1833-1) cùng với thiết bị, dụng cụ nêu trong 5.1, 5.2 và 5.3.

#### 5.1 Bình đốt Kjeldahl, có dung tích 200 ml đến 300 ml.

#### 5.2 Thiết bị chung cất Kjeldahl có phun hơi nước.

---

<sup>1)</sup> Những thuốc thử này đều phải không chứa nitơ.

5.3 Dụng cụ chuẩn độ, có độ chính xác đến 0,05 ml.

## 6 Lấy mẫu và xử lý sơ bộ mẫu

### 6.1 Lấy mẫu

Lấy một mẫu thí nghiệm đại diện cho mẫu lớn phòng thí nghiệm và đủ để cung cấp tất cả các mẫu thử theo yêu cầu, mỗi mẫu thử ít nhất là 1 g. Xử lý mẫu thử như mô tả trong 6.2.

### 6.2 Xử lý sơ bộ mẫu

Chiết mẫu khô trong thiết bị Soxhlet bằng một hỗn hợp gồm một thể tích toluen và ba thể tích metanol trong 4 h với tốc độ tối thiểu là 5 chu kỳ trong 1 h.

Cho dung môi bay hơi khỏi mẫu thử trong không khí, và loại bỏ dung môi còn lại trong tủ sấy ở nhiệt độ  $(105 \pm 3) ^\circ\text{C}$ . Chiết mẫu thử bằng nước (cứ 50 ml nước tương ứng 1 g mẫu thử) bằng cách đun sôi hồi lưu khoảng 30 min. Lọc, thu lại mẫu cho vào bình nón và lặp lại cách chiết bằng nước mới.

Lọc, loại bỏ nước dư ra khỏi mẫu thử bằng cách ép, hút hoặc vắt ly tâm và sau đó để mẫu khô tự nhiên.

**CẢNH BÁO AN TOÀN – Phải lưu ý những ảnh hưởng độc hại của toluen và metanol, đưa ra những cảnh báo đầy đủ khi sử dụng.**

## 7 Cách tiến hành

Thực hiện cách tiến hành chung như việc lựa chọn, làm khô và cân mẫu thử nêu trong TCVN 5465-1 (ISO 1833-1). Sau đó tiến hành như sau:

Từ mẫu đã được xử lý sơ bộ lấy một mẫu thử có trọng lượng khoảng 1 g. Sấy khô mẫu thử trong một bình cân, làm nguội mẫu trong bình hút ẩm và cân.

Chuyển mẫu thử vào bình đốt Kjeldahl khô, ngay lập tức cân lại bình cân và thu được khối lượng khô của mẫu thử bằng cách lấy hiệu số.

Cho vào bình đốt đã có mẫu thử, lần lượt các chất sau đây 2,5 g kali sunfat, 0,1 g đến 0,2 g selen dioxit và 10 ml axit sunphuric (4.3). Gia nhiệt bình, ban đầu gia nhiệt từ từ cho đến khi toàn bộ xơ bị phá hủy, sau đó nâng nhiệt lên cho đến khi dung dịch trở nên trong và gần như không màu. Gia nhiệt thêm 15 min.

Làm nguội bình, pha loãng lượng mẫu cẩn thận với 10 ml đến 20 ml nước, để nguội, chuyển mẫu vào bình định mức 200 ml và thêm nước đến vạch mức để tạo thành dung dịch đốt.

Cho 20 ml dung dịch axit boric vào bình nón 100 ml và đặt bình bên dưới bộ phận ngưng của thiết bị chưng cất Kjeldahl sao cho ống dẫn chỉ vừa nhúng dưới bề mặt của dung dịch axit boric.

Chuyển chính xác 10 ml dung dịch đốt vào bình chưng cất, bổ sung không ít hơn 5 ml dung dịch natri hydroxit, hơi nâng phễu lên để cho dung dịch natri hydroxit từ từ chảy vào trong bình. Nếu dung dịch đốt và dung dịch natri hydroxit phân thành hai lớp thì lắc nhẹ để trộn đều chúng. Gia nhiệt bình chưng cất từ từ và đưa hơi từ thiết bị phun hơi (thiết bị Kjeldahl) đi qua bình.

Thu khoảng 20 ml phần chưng cất, hạ thấp bình thu sao cho đầu ống dẫn nằm phía trên bề mặt chất lỏng khoảng 20 mm và chưng thêm 1 min nữa. Rửa đầu ống dẫn bằng nước, thu nước rửa vào bình thu. Lấy bình thu ra và thay vào một bình thu thứ hai có chứa khoảng 10 ml dung dịch axit boric và thu khoảng 10 ml phần chưng cất.

Chuẩn độ hai phần chưng cất riêng biệt bằng axit sunphuric (4.9), dùng chất chỉ thị hỗn hợp. Ghi lại tổng số lượng dung dịch chuẩn độ cho hai phần chưng cất. Nếu lượng dung dịch chuẩn cho phần chưng cất thứ hai lớn hơn 0,2 ml thì loại bỏ kết quả, lặp lại quá trình chưng cất, sử dụng một phần dung dịch đốt mới.

Tiến hành xác định mẫu trắng, có nghĩa là quá trình đốt và chưng cất chỉ sử dụng thuốc thử.

## 8 Tính toán và biểu thị kết quả

8.1 Tính toán tỷ lệ phần trăm của hàm lượng nitơ trong mẫu thử khô như sau:

$$A = \frac{14(v_1 - v_2) c}{m_0}$$

trong đó

A là tỷ lệ phần trăm của hàm lượng nitơ trong mẫu thử khô sạch;

$v_1$  là tổng thể tích của axit sunphuric (4.9) dùng để xác định, tính bằng ml;

$v_2$  là tổng thể tích của axit sunphuric (4.9) dùng để xác định mẫu trắng, tính bằng ml;

c là nồng độ của axit sunphuric (4.9), tính bằng mol/l;

$m_0$  là khối lượng khô của mẫu, tính bằng g.

8.2 Sử dụng các giá trị 0,22 % cho hàm lượng nitơ của xơ đay và 16,2 % cho hàm lượng nitơ của xơ động vật, cả hai giá trị trên được biểu thị trên khối lượng khô của xơ, tính toán thành phần của hỗn hợp như sau:

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

trong đó

$P_A$  là tỷ lệ phần trăm của xơ động vật có trong mẫu thử khô sạch.

**9 Độ chụm**

Với một hỗn hợp đồng nhất của vật liệu dẹt, kết quả thu được bằng phương pháp này có giới hạn tin cậy không lớn hơn  $\pm 1$  với mức tin cậy 95 %.

---