

TCVN 5464 - 1991
(ISO/TR 5090 - 1977)

VẬT LIỆU DỆT

**CÁC PHƯƠNG PHÁP TÁCH CHẤT KHÔNG PHẢI XƠ
TRƯỚC KHI PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG HỖN HỢP XƠ**

HÀ NỘI

LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5464 - 1991 phù hợp với ISO/TR 5090 - 1977.

TCVN 5464 - 1991 do Trường Đại học Bách Khoa Hà Nội biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo Quyết định số 487/QĐ ngày 8 tháng 8 năm 1991.

VẬT LIỆU DỆT

CÁC PHƯƠNG PHÁP TÁCH CHẤT KHÔNG PHẢI XƠ TRƯỚC KHI PHÂN TÍCH ĐỊNH LƯỢNG HỖN HỢP XƠ

Textiles

*Methods for the removal of non - fibrous matter
prior to quantitative analysis of fibre mixtures*

Tiêu chuẩn này qui định các trình tự để tách khỏi xơ một số chất không phải xơ thường gặp. Danh mục những chất xơ áp dụng hoặc không áp dụng được theo trình tự này, được liệt kê trong bảng tương ứng với những chất không phải là xơ sẽ được tách ra. Việc nhận biết các chất không phải là xơ và những xơ hiện có không thuộc nội dung của tiêu chuẩn này.

Trong một vài trường hợp không thể thực hiện được việc loại trừ tất cả những phụ gia. Lượng còn lại không được ảnh hưởng đến việc phân tích định lượng, mặt khác nó cần thiết để hạn chế đến mức tối thiểu sự phá hủy hóa học của các xơ.

Tiêu chuẩn này hoàn toàn phù hợp với ISO/TR 5090-1977.

1. ĐỊNH NGHĨA

Chất không phải xơ (phi xơ) là những chất phụ trợ như chất bôi trơn, hồ (không kể dầu tằm đay) và những chất phát sinh một cách tự nhiên không phải xơ.

2. NGUYÊN TẮC

Khi có thể, tách các chất không phải là xơ bằng dung môi thích hợp.

Chú thích: Trong nhiều trường hợp, việc tách chất hồ kéo theo sự biến đổi hóa học chúng, ngoài ra không thể tránh khỏi sự phân hủy hóa học chất xơ.

3. DỤNG CỤ

Dụng cụ cần thiết là một phần thiết bị thông thường của phòng thí nghiệm hóa.

4. TRÌNH TỰ TIẾN HÀNH

Trình tự tách chất không phải xơ được qui định trong bảng và phụ lục.

Chất không phải là xơ cần tách	Những xơ khi có mặt chúng thì trình tự được áp dụng	Phương pháp		Những xơ mà khi có mặt chúng thì trình tự không được áp dụng
		Số hiệu	Thuốc thử	
1	2	3	4	5
Dầu, mỡ và sáp	Da số xơ	A1	Dầu nhẹ, Sôclét	Elastan
Dầu tắm ướt	Tơ tầm	A2	Toluen/metanol Sôclét	
Tinh bột	Bông ¹⁾ Lanh ²⁾ Viscô Tơ tầm Day ³⁾ và các xơ khác	A3	Amilaza, sau đó là nước sôi	
Keo Camét và tinh bột	Bông ¹⁾ Viscô Tơ tầm	A4	Nước sôi sau đó là A3	
Hồ hạt tamarin	Bông ¹⁾ Viscô	A5	Nước sôi hai lần	
Acrylic (hồ hoặc hồ hoàn tất)	Da số các xơ ⁴⁾	A6	2g/l xà phòng 2g/l natri hydroxyt 70-75°C, giặt trong nước	Protein, axetat khử axetyl, axetat, triauxetat, acrylic, modacrylic
Gelatin và rượu polyvinyl	Da số các xơ	A7	1g/l chất tẩy rửa không mang ion, 1 g/l chất tẩy rửa anion, 1 g/l Na ₂ CO ₃	Protein, axetat khử axetyl, axetat triauxetat
Tinh bột và rượu polyvinyl	Bông Polyeste	A8	A3, sau đó là A7	Protein, axetat khử axetyl, axetat triauxetat
Polyvinyl axetat	Da số xơ	A9	Axeton, Sôclét	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, xơ clorua

(Bảng tiếp theo)

1	2	3	4	5
Hồ dầu lanh	Sợi visco crêp	A10	A1, sau đó là A7	Protein, axetat khử axetyl, axetat, triaxetat
Nhựa amino- fomandehyt	Bông Cupro Viscô Modan Axetat khử axetyl Axetat Triaxetat Polyeste Polyamit (nylon)	A11	Axit octophosphoric/ urê 80°C 10 phút, giữ bằng nước, sau đó bằng NaHCO ₃	Amiăng
Nhựa bitum, creozot và hắc ín	Da số các xơ	A.12	Diclometan (clorua metylen), Sôclét	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, xơ modacrylic, xơ clorua
Ete xenlulô	Da số xơ	A.13.1	Ngâm ướt nước lạnh	
	Bông	A.13.2	Dung dịch 175 g/l NaOH ở 10°C trung hòa trong axit axetic 0,1N	Visco, axetat khử axetyl, triaxetat, xơ modacrylic, acrylic
Xelulo nitrat	Da số xơ	A.14	Ngâm trong axeton, 1h	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat
Clorua polyvinin	Da số xơ	A.15	Ngâm trong tetrahydrofuran (không thu hồi bằng chưng cất)	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, xơ clorua
Oleat	Da số xơ	A.16	HCL 0,2N, chiết xuất bằng diclometan, Sôclét	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, xơ modacrylic, xơ clorua, polyamit (nilon), amiăng

(Bảng tiếp theo)

1	2	3	4	5
Crôm, sắt và đồng oxit	Cupro Visco Modan Axetat khử axetyl Axetat Triaxetat	A.17	Axit oxalic đã hidrat hóa 10 g/l ở 80°C, trung hòa bằng NH ₄ OH	
Pentaclophenyl laurat	Da số xơ	A.18	Toluen Sôclét	Polyetylen, folypropylen
Polyetylen	Da số xơ	A.19	Toluen sôi hồi lưu	Polypropylen
Polyuretan	Polyamit (nylon) Cupro Visco Modan Axetat khử axetyl Axetat Triaxetat	A.20	Dimetyl sunfoxit hay diclometan nếu có thể NaOH 50g/l, rượu etylic ở 50°C	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, polyeste, acrylic, modacrylic
Cao su thiên nhiên và styrenbutadien neopren, nitrit	Cuprp Visco Modan Axetat khử axetyl Axetat Triaxetat Thủy tinh	A.21	Làm trương trong benzen, nạo bằng, đun nóng trong p-diclobenzen nóng chảy sau 45 phút, thêm vào một phần terbutyl hydroperoxyt cho 4 phần p-diclobenzen, làm nguội đến 60°C, thêm benzen	Tất cả các xơ tổng hợp
Silicon	Da số xơ	A.22	Axit flohydric 50 đến 60ml trong 1 lít, 65°C	Polyamit (nylon) thủy tinh
Thiếc tăng trọng	Tơ tầm	A.23	Axit flohydric 0,5N	-
Hồ hoàn tất chống thấm nước bằng sáp	Bông Protein Polyeste Polyamit (nylon)	A.24	Dicometan, Sôclét, nếu phức kim loại: axit focmic 1g/l và xà phòng 5g/l	Axetat khử axetyl, axetat, triaxetat, modacrylic, xơ clorua

- 1) Bông nguyên giảm khối lượng khi xử lý bằng các phương pháp này. Lượng giảm lên đến gần 3% khối lượng đã sấy khô cuối cùng trong lò.
- 2) Lanh giảm khối lượng khi xử lý bằng phương pháp này. Lượng giảm phụ thuộc vào loại sợi dệt nên sản phẩm. Lượng giảm khoảng chừng như sau : sợi tẩy trắng 2%, sợi nấu 3% và sợi mộc 4%.
- 3) Dày giảm khối lượng khoảng 0,5% khi xử lý bằng phương pháp này.
- 4) Polyamid 6,6 (nylon 6,6) có thể giảm khối lượng của chất xơ tới 1% khi xử lý bằng phương pháp này. Sự giảm khối lượng của polyamid 6 (nylon 6) có thể biến đổi giữa 1% và 3%.

TRÌNH TỰ TÁCH CHẤT KHÔNG PHẢI XỐ (PHI XỐ)

A.1. Dầu, mỡ và sáp

Chiết xuất mẫu thử trong máy Sôclét bằng dầu nhẹ, (chưng cất giữa 40 và 60°C) tối thiểu trong một giờ với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong một giờ. Việc này cũng giống như phần đầu của việc xử lý sơ bộ yêu cầu ở 1.6.2. của TCVN 5465-1991.

A.2. Dầu tắm ướt

Chiết xuất mẫu thử trong máy Sôclét bằng một hỗn hợp 1 thể tích toluen với 3 thể tích rượu metylic xem như dung môi, tối thiểu trong 2h, với tốc độ tối thiểu là 6 chu kỳ trong 1h.

Chú thích: Có một phương pháp được chấp nhận để tách dầu tắm ướt khỏi tơ tằm dùng benzen nhưng vì tính độc của benzen nên người ta đề nghị phương pháp trên.

A.3. Tinh bột

Ngâm mẫu thí nghiệm vào dung dịch mới chuẩn bị chứa 0,1% khối lượng của tác nhân làm ướt không mang ion cùng với một chế phẩm amilaza thích hợp, dùng một tỷ lệ dung dịch/mẫu thử là 100/1. Nồng độ của chế phẩm amilaza và trị số pH, nhiệt độ và thời gian xử lý phải do người sản xuất qui định. Chuyển mẫu thử vào nước sôi và đun sôi nó trong 15 phút. Dùng dung dịch nước iot loãng trong kaliiodua để thử sự tách hoàn toàn tinh bột. Khi toàn bộ tinh bột được tách, rửa kỹ mẫu thử trong nước, vắt hay ép và sấy khô mẫu.

A.4. Keo camet và tinh bột

Đun sôi mẫu thử trong nước 5 phút, dùng tỷ lệ chất lỏng/mẫu thử là 100/1. Lặp lại trình tự này với một phần nước mới. Sau đó tiến hành thử theo trình tự đã mô tả ở A.3.

A.5. Hồ hattamarin

Đun sôi mẫu thử trong 5 phút, dùng tỷ lệ chất lỏng/mẫu thí nghiệm là 100/1. Lặp lại trình tự này với một phần nước mới.

Chú thích: Hồ chuẩn bị từ bột hạt tamarin chưa bóc vỏ, nghiền thô không thể bị tách hoàn toàn bằng phương pháp này.

A.6. Hồ acrylic

Ngâm và khuấy mẫu thử trong 30 phút trong một dung dịch bằng ít nhất là 100 lần khối lượng của mẫu, chứa 2g/l xà phòng hay chất tẩy rửa thích hợp khác là 2g/l natri hydroxit ở 70 đến 75°C. Giữ 3 lần 5 phút trong nước cất ở 85°C, vắt, ép, hay vắt ly tâm và sấy khô mẫu.

A.7. Gelatin và rượu polyvinyl

Xử lý mẫu thử trong một dung dịch (dùng một tỷ lệ tối thiểu của dung dịch/mẫu thử là 100/1) chứa 1g/l chất hoạt động bề mặt không mang ion; 1g/l chất hoạt động bề mặt mang anion, và 1g/l natri cacbonat khan, trong 90 phút ở 50°C, sau đó trong 90 phút cũng ở máng ấy ở 70 đến 75°C. Rửa và sấy mẫu thử.

A.8. Tinh bột và rượu Polyvinyl

Tiến hành theo trình tự đã mô tả ở A.3, sau đó theo trình tự ở A.7, có sấy khô trung gian.

A.9. Polyvinyl axetat

Chiết xuất mẫu thử trong một máy Sôclét bằng axeton ít nhất 3 giờ, với tốc độ tối thiểu là sáu chu kỳ trong 1h.

A.10. Hồ dầu lạnh

Thực hành theo trình tự đã mô tả ở A.1, sau đó theo trình tự ở A.7.

A.11. Nhựa amino - fomandehyt

Chiết xuất mẫu thử bằng một dung dịch 25g/l axit octophotphoric 50% và 50g/l urê ở 80°C trong 10 phút, với một tỉ lệ chất lỏng/mẫu thí nghiệm là 100/1. Giặt mẫu thử bằng nước, tháo nước và giặt trong dung dịch natri cacbonat 0,1%, và cuối cùng giặt kỹ bằng nước.

Chú thích: Phương pháp này phá hủy ít nhiều xơ Cupro, visco, modan, axetat khử axetyl, axetat và triaxetat.

A.12. Nhựa bitum, creozot và hắc ín

Chiết xuất mẫu thử bằng diclometan (clorua metylen) trong máy Sôclét. Thời gian xử lý tùy thuộc vào lượng chất không phải là xơ cứng, và có thể cần phải thay đổi dung môi.

Chú thích: Việc chiết xuất bằng diclometan cũng có thể tách được dầu tằm, dầu này có thể có tới 5% hoặc lớn hơn.

A.13. Etxenlulo

A.13.1. Metyl xenlulo hòa tan trong nước lạnh.

Ngâm mẫu thử vào nước lạnh trong 2h. Giữ mẫu nhiều lần trong nước lạnh, cố vắt mạnh.

A.13.2. Ete xenlulo không tan trong nước nhưng tan trong kiềm.

Ngâm mẫu thử trong 30 phút trong một dung dịch chứa khoảng 175g/l natri hydroxit đã làm lạnh đến nhiệt độ 5 - 10°C. Sau đó xử lý kỹ mẫu thử bằng một phần môi dung dịch trên, giữ kỹ bằng nước, trung hòa bằng dung dịch axit axetic khoảng 0,1N, giữ lại trong nước và làm khô.

A.14. Natrat xenlulo

Ngâm mẫu thử vào axeton ở nhiệt độ phòng trong 1h, dùng một tỉ lệ chất lỏng/mẫu thử là 100/1. Để ráo, giặt mẫu thử với 3 phần axeton mới và làm bốc hơi dung môi mang theo.

A.15. Clorua Polyvinyl

Ngâm mẫu thử vào tetrahydrofuran ở nhiệt độ phòng trong 1h, dùng một tỉ lệ dung môi/mẫu thử là 100/1. Nếu cần thiết thì nạo clorua polyvinyl đã bị mềm. Để ráo, giặt mẫu thử trong 3 phần tetrahydrofuran mới, để ráo, làm bốc hơi dung môi mang theo.

Chú ý: Vì có nguy cơ nổ nên không được thu hồi tetrahydrofuran bằng chưng cất.

A.16. Các olest

Ngâm mẫu thử vào dung dịch axit clohydric khoảng 0,2N ở nhiệt độ của môi trường xung quanh cho đến khi thấm ướt hoàn toàn. Giặt kỹ mẫu thử và làm khô. Chiết xuất mẫu thử trong máy Sôclét bằng diclometan (clorua metylen) trong 1 giờ với tốc độ tối thiểu là 6 chu kỳ trong 1 giờ.

A.17. Crôm, sắt và đồng oxyt

Chú thích: Phương pháp này không áp dụng được nếu thuốc nhuộm chứa crôm đã được đưa vào vật liệu thử.

Nhúng mẫu thử vào một dung dịch chứa 14g/l axit axalic hydro hóa ở 80°C trong 15 phút, dùng một tỉ lệ dung dịch/mẫu thí nghiệm bằng 100/1. Giặt kỹ mẫu (đồng sẽ còn lại dưới dạng oxalat không màu; tách nó bằng axit axetic 1% ở 40°C trong 15 phút và giặt mẫu). Trung hòa mẫu bằng amoniac và giặt kỹ trong nước. Vít, ép hay vắt ly tâm và làm khô.

A.18. Pentaclophenyl laurat (PCPL)

Chiết xuất mẫu thử trong máy Séc-lét bằng toluen trong 4h, với tốc độ tối thiểu là 6 chu kỳ trong 1h.

A.19. Các polyetylen

Chiết xuất mẫu thử nghiệm bằng toluen sôi có hồi lưu.

Chú thích: Vật liệu phải ngâm hoàn toàn vào dung môi sôi.

A.20. Các Polyuretán

Không có một phương pháp thảo mãn hoàn toàn, nhưng phương pháp dưới đây có thể thích hợp :

Một vài loại Polyuretán có thể được tách ra bằng cách hòa tan trong dimetyl sunfoxit hay diclometan (clorua metylen), và sau đó giặt lại mẫu thử nhiều lần bằng những lượng dung môi mới. Khi thành phần xơ của mẫu cho phép, một vài polyuretán có thể được tách ra bằng cách thủy phân trong dung dịch nước sôi chứa 50g/l natri hydroxi. Có thể thay bằng dung dịch nước chứa 50g/l natri hydroxit và 100g/l rượu etylic, ở nhiệt độ trên 50°C.

Chú thích: Dimetyl sunfoxit là chất độc.

A.21. Cao su thiên nhiên và styren-butadien, neopren, nitril và hầu hết các cao su tổng hợp khác.

Không có một phương pháp hoàn toàn thảo mãn, nhưng phương pháp dưới đây có thể dùng được:

Ngâm mẫu thử trong một dung môi nóng dễ bay hơi, làm trương mạnh cao su (ví dụ như benzen) và khi cao su bị trương hoàn toàn thì tách cao su càng nhiều càng tốt bằng cách nạo. Trong một vài trường hợp cũng có thể, khi sợi dệt nằm lộ ra ngoài, chỉ thấm ướt mặt vật liệu dệt và lột hầu như cùng một lúc cao su và các lớp sợi dệt riêng rẽ. Tiếp tục đun nóng không ngừng khuấy đảo mẫu còn lại, trong p-diclobenzen nóng chảy với khối lượng gấp 50 lần hay lớn hơn so với khối lượng mẫu, dùng bình đáy bằng gắn với bộ ngưng có cổ rộng (để đủ không khí vào) và tốt hơn cả là với một máy khuấy từ và một bếp điện.

Sau 45 phút, thêm 1 phần *terbutyl* hydroperoxit loại 70% ứng với 4 phần p-diclobenzen hiện có. Đun sôi cho đến khi cao su phân hủy hoàn toàn (2h là thời gian trung bình). Làm nguội bình đến khoảng 60°C và thêm benzen vào với cùng thể tích. Lọc và rửa thành phần sợi dệt nhiều lần trong benzen nóng.

Cao su nitril (ví dụ như cao su acrylonitril -butadien) có thể yêu cầu phải bổ sung cùng một thể tích nitrobenzen như *butyl* hidroperoxit bậc ba để tăng nhanh quá trình hòa tan.

Chú thích :

1- Cao su thiên nhiên phải hòa tan sau khi đun sôi chỉ trong p-diclobenzen trong một vài giờ trong không khí. Cũng có thể hòa tan bằng cách đun nóng trong *dic* diphenyl ở 150 - 160°C sau 2h, và sau đó giặt mẫu thử trong benzen.

2- Những xử lý như trên có đặc điểm oxy hóa mạnh và các tính chất của vật liệu dệt có thể bị ảnh hưởng rõ rệt.