

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 10037:2013  
ISO 2916:1975**

Xuất bản lần 1

**LEN – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG KIỀM**

*Wool – Determination of alkali content*

**HÀ NỘI – 2013**

**Lời nói đầu**

TCVN 10037:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 2916:1975.

TCVN 10037:2013 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.

## Len – Xác định hàm lượng kiềm

*Wool – Determination of alkali content*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng kiềm có trong len.

Phương pháp này áp dụng cho len không nhuộm ở tất cả các dạng; ví dụ như: xơ rời, cú len chải thô, cú len chải kĩ, sợi hoặc vải. Phương pháp này có thể áp dụng với len đã nhuộm nếu lượng thuốc nhuộm được chiết trong quá trình thử không ảnh hưởng đến việc xác định điểm kết thúc của quá trình chuẩn độ.

### 2 Nguyên tắc

Chiết kiềm từ một lượng len đã được cân bằng cách ngâm vào dung dịch axit boric loãng. Xác định lượng kiềm chiết được, bằng chuẩn độ với một dung dịch axit clohydric chuẩn thể tích.

### 3 Thuốc thử

#### 3.1 Dung dịch axit boric

Hòa tan 10 g axit boric (thuốc thử loại phân tích) trong 1 l nước cất.

#### 3.2 Axit clohydric, dung dịch N/20

Chuẩn hóa dung dịch này bằng cách chuẩn độ với dung dịch natri hydroxid vừa mới chuẩn hóa.

#### 3.3 Chất chỉ thị đỏ metyl – xanh metylen:

- Dung dịch đỏ metyl A 1 g/l trong etanol tuyệt đối.
- 4 ml dung dịch nước của xanh metylen 10 g/l trộn với 96 ml etanol và làm ấm.

## **4 Thiết bị, dụng cụ**

**4.1 Các bình nón có nắp bằng thủy tinh, dung tích 250 ml.**

**4.2 Các bình Erlenmeyer, dung tích 250 ml.**

**4.3 Buret vi lượng, 2 ml.**

**4.4 Các pipet, 50 ml và 100 ml.**

**4.5 Cốc cân có nắp**

**4.6 Chén nung bằng thủy tinh xốp, có đường kính lỗ xốp trong khoảng từ 100  $\mu\text{m}$  đến 160  $\mu\text{m}$ .**

**4.7 Cân phân tích, chính xác đến 0,000 5 g.**

**4.8 Bình hút ẩm**

**4.9 Tủ sấy để làm khô mẫu ở  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .**

**4.10 Thiết bị lắc cơ học (tùy chọn).**

## **5 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử**

Lấy một mẫu đại diện có khối lượng không nhỏ hơn 10 g từ vật liệu để thử.

Nếu phân chiết điclorometan của mẫu lớn hơn 1 %, tẩy mỡ với điclorometan như sau:

Chiết mẫu với điclorometan trong thời gian 1 h bằng thiết bị Soxhlet, ở tốc độ nhỏ nhất sáu chu kỳ trên giờ. Làm bay hơi điclorometan từ mẫu đã làm sạch và loại bỏ tất cả các tạp chất thực vật và chất ngoại lai ra khỏi len. Nếu mẫu là sợi hoặc vải, tách và cắt sợi thành những đoạn ngắn có chiều dài (khoảng 1 cm) và để cho đến khi đạt được trạng thái cân bằng với môi trường phòng thí nghiệm. Các vật liệu dạng nỉ mà không thể tách thành sợi thì trước tiên phải cắt thành các mẫu nhỏ.

Trong trường hợp có thể, lấy từ mẫu đã làm sạch hoặc chưa được làm sạch, ít nhất hai mẫu thử đại diện, mỗi mẫu có khối lượng ( $2 \pm 0,001$ ) g và một mẫu thử đại diện có khối lượng ( $1 \pm 0,001$ ) g để xác định khối lượng khô.

## **6 Cách tiến hành**

### **6.1 Xác định khối lượng khô**

Cho mẫu thử có khối lượng ( $1 \pm 0,001$ ) g vào cốc cân (4.5) và sấy khô mẫu thử trong tủ sấy (4.9) tại nhiệt độ  $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Đậy nắp cốc lại, để nguội trong bình hút ẩm (4.8), lấy cốc ra và xác định khối lượng của cốc. Lặp lại qui trình sấy khô này và các thao tác xác định khối lượng cho đến khi đạt được khối lượng không đổi.<sup>1</sup>

Lấy mẫu thử ra, xác định khối lượng của cốc và từ đó xác định được khối lượng khô của mẫu thử. Tính toán theo tỷ lệ khối lượng khô của các mẫu thử còn lại.

## 6.2 Xác định hàm lượng kiềm

Đặt từng mẫu thử còn lại vào trong một bình nón (4.1) và dùng pipet (4.4) thêm 100 ml dung dịch axit boric (3.1). Đậy nắp bình và lắc trong 2 h bằng thiết bị lắc cơ học (4.10) hoặc sau khi lắc bằng tay, để yên qua đêm để làm ướt len.

Gạn chất lỏng từ len và lọc qua chén nung bằng thủy tinh xốp (4.6) để loại bỏ các mảnh xơ.

Dùng pipet 50 ml (4.4) để chuyển chất lỏng đã được lọc vào một bình Erlenmeyer (4.2) và chuẩn độ với dung dịch axit clohydric N/20 (3.2), dùng 3 giọt đỏ metyl và 3 giọt xanh metylen (3.3) làm chất chỉ thị.

Thực hiện một lần chuẩn độ trên từng phần chiết và thu được thể tích trung bình của dung dịch axit clohydric N/20 sử dụng trong hai lần chuẩn độ.

## 7 Biểu thị kết quả

Khối lượng của kiềm hiện có trong len, biểu thị bằng phần trăm khối lượng khô của len, được tính bằng công thức:

$$\text{Hàm lượng kiềm} = \frac{T \times V \times k}{m} \%$$

Trong đó:

*T* là nồng độ đương lượng của dung dịch axit clohydric sử dụng;

*V* là thể tích của dung dịch axit clohydric sử dụng (giá trị trung bình của hai lần chuẩn độ), tính bằng mililit;

*k* là hằng số;

*m* là khối lượng khô của mẫu thử đã được sấy khô, tính bằng gam.

Giá trị của *k* phụ thuộc vào cách thức được qui về hàm lượng kiềm; đó là:

5,3 nếu hàm lượng kiềm được qui về natri cacbonat;

4,0 nếu hàm lượng kiềm được qui về natri hydroxit;

3,1 nếu hàm lượng kiềm được qui về natri oxit.

<sup>1</sup> Khối lượng không đổi đạt được khi khối lượng của mẫu không thay đổi quá 1 mg sau khi lặp lại quá trình làm khô trong ít nhất 30 min.

**8 Báo cáo thử nghiệm**

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

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Các kết quả đạt được đối với từng mẫu thử bằng cách sử dụng công thức trong Điều 7 và phương pháp được qui về được sử dụng;
- c) Bất kỳ đặc điểm bất thường nào được ghi lại trong quá trình xác định;
- d) Bất kỳ thao tác nào không được đề cập trong tiêu chuẩn này, hoặc được coi là tùy chọn.

**Phụ lục A**

(tham khảo)

**Độ chính xác của phương pháp**

Một thử nghiệm liên phòng thí nghiệm đã được thực hiện bởi nhóm làm việc có sử dụng ba loại len có hàm lượng kiềm khác nhau. Chín phòng thí nghiệm tham gia. Đánh giá mang tính thống kê của các giá trị thu được  $3 \times 9 \times 2$  (mỗi phòng thí nghiệm thực hiện một phép thử song song trên từng len) đưa ra các giá trị được tóm tắt trong bảng sau

	<b>Len A</b>	<b>Len B</b>	<b>Len C</b>
Hàm lượng kiềm trung bình của len được thử, %	0,23	0,35	0,60
Các giá trị ước lượng đối với hợp phần liên phòng thí nghiệm của phương sai $s_e$ , % hàm lượng kiềm	0,019	0,018	0,023
Các giá trị ước lượng đối với hợp phần liên phòng thí nghiệm của phương sai $s_k$ , % hàm lượng kiềm	0,003 0	0,004 1	0,006 8

Các dữ liệu trên cho phép ước lượng các giới hạn tin cậy được dự kiến trong việc xác định hàm lượng kiềm theo phương pháp quy định.

**A.1 Các giới hạn tin cậy đối với các kết quả của một phòng thí nghiệm**

Nếu phương sai liên phòng thí nghiệm không xem xét đến (sự so sánh trong một phòng thí nghiệm), thì các giới hạn tin cậy,  $T_i$ , của giá trị trung bình đối với phòng thí nghiệm được tính toán với trị số có ý nghĩa thống kê 95 % (xác suất sai số 5 %) bằng cách sử dụng công thức:

$$T_i = \pm 2 \frac{s_R}{\sqrt{k}} \% \text{ hàm lượng kiềm}$$

Trong đó k là số phép thử từ đó tính toán được giá trị trung bình.

Giá trị bằng số ước lượng được đối với  $s_R$  có liên quan đến giá trị trung bình của hàm lượng kiềm, được lấy từ bảng trên bằng cách nội suy gần đúng nếu cần thiết, được đưa vào công thức trên.

**A.2 Các giới hạn tin cậy có tính đến phương sai giữa các phòng thí nghiệm**

Nếu phương sai giữa các phòng thí nghiệm được tính đến (sự so sánh giữa các phòng thí nghiệm khác nhau), thì các giới hạn tin cậy,  $T_L$ , của giá trị trung bình được tính toán với trị số có ý nghĩa thống kê 95 % (xác suất sai số 5 %) bằng cách sử dụng công thức:

**TCVN 10037:2013**

$$T_L = \pm 2 \sqrt{\frac{s_L^2}{i} + \frac{s_R^2}{i \times k}} \% \text{ hàm lượng kiềm}$$

Trong đó có  $i$  phòng thí nghiệm tham gia mỗi phòng thí nghiệm thực hiện  $k$  phép thử. Nếu  $i=1$ , thì tính được các giới hạn tin cậy đối với các phòng thí nghiệm thành phần có tính đến phương sai liên phòng thí nghiệm.

Các giá trị bằng số gần đúng đối với  $s_L$  và  $s_R$  có được từ bảng ở trên.

---