

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 10049:2013
ISO 5397:1984**

Xuất bản lần 1

**DA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG NITƠ VÀ “CHẤT DA” –
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

*Leather – Determination of nitrogen content and “hide substance” –
Titrimetric method*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 10049:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 5397:1984.

TCVN 10049:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 120 *Sản phẩm da* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Theo Schroder và Passler, việc xác định "chất da" từ hàm lượng nitơ được dựa trên thực tế là, các chất khô đã loại tro và chất béo ở da sống của các loại động vật khác nhau ở mức độ nào đó sẽ khác nhau, nhưng hàm lượng nitơ ở một số loại động vật hầu như không đổi.

Da – Xác định hàm lượng nitơ và “chất da” – Phương pháp chuẩn độ

*Leather – Determination of nitrogen content and “hide substance” –
Titrimetric method*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng nitơ và “chất da” của da.

Phương pháp này áp dụng được cho tất cả các loại da thuộc.

CHÚ THÍCH Các chất chứa nitơ khác (ví dụ một số thuốc nhuộm, tanin tổng hợp, chất béo cation và thuốc nhuộm) làm sai lệch giá trị của “chất da”. Nếu có mặt các vật liệu này, thì sẽ không thu được kết quả chính xác đối với “chất da”.

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 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret*.

ISO 2418:1972¹, *Leather – Laboratory samples – Location and identification* (Da – Mẫu phòng thí nghiệm – Vị trí và nhận dạng);

ISO 2588:1973², *Leather – Determination of shrinkage temperature* (Da – Xác định nhiệt độ co);

ISO 4044:1977³, *Leather – Preparation of chemical test samples* (Da – Chuẩn bị mẫu thử hóa);

3 Thuật ngữ và định nghĩa

Trong tiêu chuẩn này sử dụng thuật ngữ và định nghĩa sau:

¹ ISO 2418:1972 đã bị hủy và được thay thế bằng ISO 2418:2002 (được chấp nhận thành TCVN 7117:2002)

² ISO 2588:1973 đã bị hủy và được thay thế bằng ISO 2588:1985 (được chấp nhận thành TCVN 7116:2002)

³ ISO 4044:1977 đã bị hủy và được thay thế bằng ISO 4044:2008 (được chấp nhận thành TCVN 7126:2010)

3.1

Chất da (hide substance)

Hàm lượng các chất chứa nitơ, được tính từ hàm lượng nitơ bằng cách nhân với hệ số 5,62.

4 Nguyên tắc

Phân hủy mẫu thử bằng phương pháp Kjeldahl. Chưng cất amoniac giải phóng ra bằng một trong các phương pháp thông thường. Xác định hàm lượng nitơ bằng cách chuẩn độ amoniac với axit sulfuric hoặc axit clohydric, sử dụng chỉ thị phenolphthalein.

5 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử có độ tinh khiết phân tích đã được công nhận và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

5.1 Axit sulfuric bốc khói, [7 % (m/m) SO₃ tự do] hoặc axit sulfuric 98 % (m/m).

5.2 Hỗn hợp xúc tác

Có thể sử dụng bất kỳ hỗn hợp xúc tác nào rút ngắn được thời gian hóa mẫu. Ví dụ các hỗn hợp sau:

- a) 100 mg CuSO₄ khan
từ 6 g đến 8 g K₂SO₄ khan
- b) 10 g selen
25 g CuSO₄ khan
350 g K₂SO₄ khan

Chuẩn bị chất xúc tác gốc (tốt nhất là trộn trong máy nghiền) theo tỉ lệ khoảng 5 g chất xúc tác với 3 g mẫu thử.

5.3 Axit boric, dung dịch borat tự do bão hòa trong nước, nếu có thể, có chứa chất chỉ thị phù hợp, ví dụ trong 1 l dung dịch pha 2 ml hỗn hợp chất chỉ thị sau:

0,06 % (m/m) metyl đỏ và 0,04 % (m/m) metylen xanh trong etanol 96 % (V/V).

5.4 Dung dịch Natri hydroxit, 35 % (m/m)

5.5 Axit sulfuric, dung dịch thể tích chuẩn, $c(1/2 \text{ H}_2\text{SO}_4) = 0,5 \text{ mol/l}$, hoặc **axit clohydric**, dung dịch thể tích chuẩn, $c(\text{HCl}) = 0,5 \text{ mol/l}$.

5.6 Dung dịch chỉ thị phenolphthalein 10 g/l trong etanol 50 % (V/V).

6 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và

6.1 Bình Kjeldahl, có dung tích phù hợp từ 230 ml đến 300 ml nếu có nguồn hơi ngoài được sử dụng để chưng cất.

6.2 Thiết bị chưng cất phù hợp.

6.3 Buret, có thang chia phù hợp, theo yêu cầu của TCVN 7149 (ISO 385).

7 Lấy mẫu

7.1 Các mảnh da nguyên con

Nếu không có bất kỳ thỏa thuận nào khác về việc lấy mẫu giữa các bên liên quan, thì sử dụng qui trình được qui định trong ISO 2588 để lấy mẫu theo lô.

Lấy mẫu từ các mảnh theo qui định trong ISO 2418.

7.2 Các ứng dụng khác

Thực hiện lấy mẫu theo yêu cầu của các qui định hoặc hợp đồng liên quan.

8 Cách tiến hành

8.1 Mẫu thử

Cân 3 g mẫu da đã được nghiền, chính xác đến 0,001 g (2 g trong trường hợp da thuộc crom), chuẩn bị theo ISO 4044, trong chai cân nhỏ và chuyển định lượng sang bình Kjeldahl (6.1) bằng cách vỗ nhẹ đáy chai (xem 10.2).

8.2 Phép thử trắng

Thực hiện phép thử trắng tại cùng thời điểm xác định, theo cùng qui trình và sử dụng cùng loại thuốc thử được sử dụng trong phép xác định.

8.3 Xác định

Với mẫu thử (8.1) trong bình Kjeldahl, thêm 30 ml axit sulfuric (5.1) và khoảng 5 g hỗn hợp xúc tác (5.2). Sau đó đun sôi, trước tiên với ngọn lửa nhỏ, sau đó với ngọn lửa mạnh hơn, trong 1 h sau khi cacbon đã bị oxi hóa hết.

Nếu sử dụng nguồn hơi ngoài, để nguội hỗn hợp trên và pha loãng với khoảng 50 ml nước. Để nguội và chuyển hỗn hợp sang bình chưng cất (xem 6.2). Tráng bình Kjeldahl 2 lần với nước, thêm vài giọt dung dịch phenolphthalein (5.6), kiểm hóa bằng dung dịch natri hydroxit dư (khoảng 70 ml) và chưng cất bằng hơi. Theo cách khác, nếu việc hóa mẫu được thực hiện trong bình Kjeldahl 700 ml, để nguội, pha loãng với 250 ml nước, thêm vài mảnh vật liệu chống sục và vài giọt dung dịch phenolphthalein, và kiểm

hóa bằng dung dịch natri hydroxit dư (khoảng 70 ml). Nối bình với bình ngưng đứng bằng ống nổi uốn cong hai đầu, tốt nhất là có bẫy tia.

Chưng cất amoniac bằng hơi nước thu vào một bình hứng có chứa 100 ml axit boric bão hòa đã pha dung dịch chỉ thị (5.3). Nhúng ống làm mát vào dung dịch axit boric. Amoniac được chưng cất làm chất chỉ thị chuyển màu xanh lá cây.

Chưng cất cho đến khi thu được 150 ml đến 200 ml phần cất. Trước khi kết thúc quá trình chưng cất, hạ thấp bình hứng sao cho ống làm mát không bị nhúng sâu hơn. Chưng cất thêm khoảng 3 min nữa, và tráng bình ngưng với nước.

Chuẩn độ amoniac bằng dung dịch axit sulfuric hoặc dung dịch axit clohydric (5.5) đến pH 4,6. Khi sử dụng chất chỉ thị được viện dẫn trong 5.3, thì chuẩn độ đến khi bắt đầu xuất hiện màu hồng nhạt.

Thực hiện phép xác định song song.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Tính toán

9.1.1 Hàm lượng nitơ N , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$N = \frac{V}{m} \times 0,7$$

trong đó

V là thể tích của dung dịch axit sulfuric hoặc dung dịch axit clohydric thể tích tiêu chuẩn (5.5) được sử dụng để chuẩn độ, đã được hiệu chỉnh theo phép thử trắng (8.2), tính bằng mililit;

m là khối lượng của mẫu thử (8.1), tính bằng gam.

Lấy kết quả trung bình của hai lần xác định, miễn là thỏa mãn yêu cầu về độ lặp lại (xem 9.2), và biểu thị kết quả đến một chữ số sau dấu phẩy.

9.1.2 “Chất da” H , được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, theo công thức sau:

$$H = N \times 5,62$$

trong đó N được xác định theo 9.1.1.

9.2 Độ lặp lại

Kết quả của phép xác định song song được thực hiện bởi cùng một người thực hiện trong cùng phòng thí nghiệm không được sai lệch quá 0,1 %, được tính toán dựa trên khối lượng ban đầu của mẫu da.

10 Lưu ý trong cách tiến hành

10.1 Với khối lượng xác định trước của mẫu thử và sử dụng axit được qui định trong 5.5 để chuẩn độ, thì điểm cuối sẽ rất rõ ràng và sắc nét.

10.2 Có thể thực hiện việc xác định với 0,5 g mẫu đã được cân chính xác đến 0,0002 g và từ 15 ml đến 20 ml axit sulfuric đậm đặc hoặc axit sulfuric bốc khói (5.1) và 2,5 g chất xúc tác (5.2). Sau đó thực hiện chuẩn độ amoniac với axit có nồng độ bằng một phần năm lần nồng độ được qui định trong 5.5.

11 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
 - b) Nhận dạng đầy đủ mẫu thử;
 - c) kết quả thu được và cách biểu thị;
 - d) Các đặc điểm bất thường trong quá trình xác định;
 - e) các thao tác bất kỳ không có trong tiêu chuẩn này hoặc tiêu chuẩn viện dẫn, hoặc các thao tác không bắt buộc.
-