

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

**TCVN 9554:2013
ISO 4098:2006**

Xuất bản lần 1

**DA – PHÉP THỬ HÓA – XÁC ĐỊNH CHẤT TAN TRONG
NƯỚC, CHẤT VÔ CƠ TAN TRONG NƯỚC VÀ CHẤT HỮU
CƠ TAN TRONG NƯỚC**

*Leather – Chemical tests – Determination of water-soluble matter, water-soluble
inorganic matter and water-soluble organic matter*

HÀ NỘI – 2013

Lời nói đầu

TCVN 9554:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 4098:2006;

TCVN 9554:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 120 *Sản phẩm* đa biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Da – Phép thử hóa –

Xác định chất tan trong nước, chất vô cơ tan trong nước và chất hữu cơ tan trong nước

Leather – Chemical tests –

Determination of water-soluble matter, water-soluble inorganic matter and water-soluble organic matter

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định các chất tan trong nước, các chất vô cơ tan trong nước và các chất hữu cơ tan trong nước.

Phương pháp này áp dụng cho tất cả các loại da. Kết quả thu được phụ thuộc vào những yếu tố sau:

- độ mịn của da nghiền;
- nhiệt độ chiết;
- thời gian chiết;
- tỉ lệ da và nước.

Để thu được các kết quả có thể so sánh được, bắt buộc phải tái lập chính xác các điều kiện thử.

Trong tất cả các trường hợp, bất kỳ muối amoni nào có trong dung dịch lọc đều được tính là một phần của chất tan trong nước và sau đó sẽ bị phân hủy khi cháy. Vì vậy, loại muối này là một phần của kết quả thu được đối với các chất hữu cơ tan trong nước. Nếu có yêu cầu, có thể xác định riêng biệt nồng độ của các muối amoni trong dung dịch lọc.

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 4851 (ISO 3696), *Nước phân tích dùng trong phòng thí nghiệm – Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử*

TCVN 7117 (ISO 2418), *Da – Phép thử vật lý, cơ lý, hóa học và độ bền màu – Vị trí lấy mẫu*

TCVN 9554:2013

TCVN 7126 (ISO 4044), *Da – Chuẩn bị mẫu thử hóa*

TCVN 7129 (ISO 4048), *Da – Xác định chất tan trong đicrometan*

ISO 4684, *Leather – Chemical tests – Determination of volatile matter (Da – Phép thử hóa – Xác định chất dễ bay hơi)*.

3 Nguyên tắc

Từ dung dịch chiết nước của mẫu được chuẩn bị ở các điều kiện quy định, định lượng chất tan trong nước bằng cách làm bay hơi và làm khô ở nhiệt độ $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$. Sulfat hóa và tro hóa cặn tại $700 ^\circ\text{C}$ thu được chất vô cơ tan trong nước. Chất hữu cơ tan trong nước được tính bằng hiệu số của hai giá trị trên.

4 Thuật ngữ và định nghĩa

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

4.1

Chất tan trong nước (water soluble matter)

Chất có trong da tan được trong nước tại các điều kiện được mô tả trong phương pháp này.

4.2

Chất vô cơ tan trong nước (water soluble inorganic matter)

Tro đã sunphat hóa của chất tan trong nước được chuẩn bị theo phương pháp này.

4.3

Chất hữu cơ tan trong nước (water soluble organic matter)

Sự chênh lệch giữa tổng chất tan trong nước và chất vô cơ tan trong nước.

5 Thuốc thử

5.1 Dung dịch axit sulfuric, 1 mol/l

5.2 Nước cất hoặc nước đã khử ion, Loại 3, phù hợp với các yêu cầu của TCVN 4851 (ISO 3696).

6 Thiết bị, dụng cụ

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và các thiết bị, dụng cụ sau đây.

6.1 Bình, có cổ rộng và có nút đậy kín (dung tích phù hợp là 650 ml đến 750 ml).

6.2 Ống đong chia độ, dung tích 500 ml.

6.3 Pipet, dung tích 50 ml.

6.4 Khay làm bay hơi, làm bằng thạch anh, platin hoặc sứ, có đáy phẳng, và có dung tích làm việc tối thiểu là 50 ml.

6.5 Máy lắc phù hợp, thực hiện (50 ± 10) vòng trên phút.

6.6 Nhiệt kế có khoảng đo từ 0°C đến 50°C .

6.7 Giấy lọc đã gấp nếp loại định tính nhanh.

6.8 Bể cách thủy sôi hoặc **bể hơi**.

6.9 Tủ sấy, có thể duy trì nhiệt độ $102^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

6.10 Lò nung, có thể duy trì nhiệt độ xấp xỉ nhưng không vượt quá 700°C (xem 9.4).

6.11 Bình hút ẩm

6.12 Cân phân tích, cân chính xác đến 0,001 g.

7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Nếu có thể, lấy mẫu theo TCVN 7117 (ISO 2418) và nghiền da theo quy định của TCVN 7126 (ISO 4044). Nếu không thể lấy mẫu theo quy định của TCVN 7117 (ISO 2418) (ví dụ trong trường hợp da được lấy từ các sản phẩm đã hoàn thiện như giày, quần áo), thì chi tiết về việc lấy mẫu phải được ghi trong báo cáo thử nghiệm.

Cân chính xác khoảng 10 g da đã được nghiền và ghi lại khối lượng (m_0). Chiết da theo TCVN 7129 (ISO 4048) trước khi xác định chất tan trong nước.

Nếu kết quả đưa ra được dựa trên chất khô, thì cần thử một mẫu da khác cùng loại theo ISO 4684, vì vậy, có thể tính toán hàm lượng ẩm.

8 Cách tiến hành

8.1 Qui định chung

Chuyển toàn bộ phần da đã được chiết bằng diclometan, được nghiền và được làm khô trong không khí thu được từ Điều 7 vào bình (6.1). Thêm $500 \text{ ml} \pm 10 \text{ ml}$ nước đã khử ion (5.2) ở nhiệt độ $22,5^{\circ}\text{C} \pm 2,5^{\circ}\text{C}$, đậy chặt nút và cho lắc bằng máy (6.5) với tốc độ (50 ± 10) vòng trên phút trong $2 \text{ h} \pm 10 \text{ min}$ ở nhiệt độ $22,5^{\circ}\text{C} \pm 2,5^{\circ}\text{C}$ (xem 9.1).

Lọc lượng chất trong bình qua giấy lọc đã gấp nếp (6.7) cho đến khi dung dịch lọc trong. Loại bỏ 50 ml đầu. Xác định chất vô cơ và chất hữu cơ tan trong nước trong các phần thể tích 50 ml dung dịch lọc tiếp theo (xem 9.2 và 9.3).

8.2 Chất tan trong nước

Dùng pipet (6.3) để lấy 50 ml dung dịch lọc vào khay (6.4) đã được gia nhiệt trước ở 700 °C (6.10), để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác khối lượng. Làm bay hơi dung dịch lọc trong bể cách thủy (6.8) và làm khô cạn ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ (6.9) trong khoảng 2 h. Để nguội trong bình hút ẩm. Chỉ sử dụng một khay cho một lần làm nguội đối với bình hút ẩm nhỏ, và không quá hai khay đối với bình hút ẩm lớn. Cân nhanh và lặp lại quy trình làm khô, để nguội và cân hoặc cho đến khi sự giảm khối lượng không quá 2 mg, hoặc tổng thời gian làm khô là 8 h. Ghi lại khối lượng cuối cùng và tính toán khối lượng cạn khô (m_1).

8.3 Chất vô cơ tan trong nước

Sử dụng một lượng vừa đủ axit sulfuric 1 mol/l để làm ướt hoàn toàn cạn thu được ở 8.2 (xem 9.2) trong khay (6.4), và gia nhiệt từ từ trên ngọn lửa nhỏ cho đến khi không thấy hơi lưu huỳnh trioxit thoát ra. Gia nhiệt mạnh hơn cho đến khi khay bắt đầu nóng đỏ. Cho khay vào lò múp (6.10) ở 700 °C trong 15 min (xem 9.4). Để nguội trong bình hút ẩm và cân nhanh. Lặp lại quy trình thêm axit, gia nhiệt, để nguội và cân cho đến khi khối lượng giảm không quá 2 mg, hoặc tổng thời gian làm khô là 8 h. Ghi lại khối lượng cuối cùng và tính toán khối lượng cạn sulfat (m_2).

9 Lưu ý trong cách tiến hành

9.1 Nếu không thể duy trì nhiệt độ chiết theo quy định là $22,5\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2,5\text{ }^{\circ}\text{C}$ trong phòng thử, thì có thể sử dụng bình chân không dung tích 650 ml đến 750 ml. Khoảng giá trị của tổng chất tan trong nước, $w_{T,ws}$ có thể khác 0,5 % trong giới hạn nhiệt độ cho phép.

9.2 Có thể xác định riêng biệt chất tan trong nước và chất vô cơ tan trong nước. Chất tan trong nước có thể được xác định bằng cách làm bay hơi 50 ml dung dịch lọc đựng trong đĩa được làm bằng platin, thạch anh, bạc, sứ hoặc thủy tinh đã được làm khô trước ở nhiệt độ $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, theo 8.2. Chất vô cơ tan trong nước có thể được xác định bằng cách làm bay hơi 50 ml dung dịch lọc khác đựng trong đĩa được làm bằng thạch anh, platin, hoặc sứ tráng men đã được gia nhiệt trước theo 8.3.

9.3 Nếu dự kiến khối lượng của chất vô cơ tan trong nước ít hơn 2,0 % so với khối lượng da, thì nên sử dụng lượng thể tích là 100 ml hoặc 200 ml. Trong trường hợp kết quả dự kiến ít hơn 1,0 %, thì luôn sử dụng lượng thể tích là 100 ml hoặc 200 ml.

9.4 Ở nhiệt độ trên 700 °C, sẽ có sự thất thoát khối lượng cạn chiết do có sự bay hơi của một số muối vô cơ. Do đó, cần phải kiểm soát chặt chẽ để tránh nhiệt độ tối đa trong lò vượt quá 700 °C.

10 Tính toán và biểu thị kết quả

Tính toán các phần trăm dưới đây khi thể tích bay hơi của nước bằng 1/10 thể tích tổng. Nếu sử dụng thể tích khác thì hệ số 10 phải được thay đổi thích hợp.

- a) Tổng chất tan trong nước, $w_{T,ws}$ (phần khối lượng tính bằng phần trăm):

$$w_{T,ws} = \frac{m_1 \times 10 \times 100}{m_0}$$

trong đó

m_1 là khối lượng của cặn khô;

m_0 là khối lượng của mẫu đa ban đầu.

- b) Chất vô cơ tan trong nước, $w_{i,ws}$, (phần khối lượng tính bằng phần trăm):

$$w_{i,ws} = \frac{m_2 \times 10 \times 100}{m_0}$$

trong đó

m_2 là khối lượng của cặn sulfat;

m_0 là khối lượng của mẫu đa ban đầu.

- c) Chất hữu cơ tan trong nước, $w_{O,ws}$ (phần khối lượng tính bằng phần trăm). Để tính được phần trăm chất hữu cơ tan trong nước, tính hiệu số giữa phần trăm tổng chất tan trong nước và phần trăm chất vô cơ tan trong nước:

$$w_{O,ws} = (w_{T,ws}) - (w_{i,ws})$$

Nếu kết quả được tính trên cơ sở chất khô thì kết quả trên phải được nhân với hệ số $100 / (100 - w)$ trong đó w là phần khối lượng của chất dễ bay hơi tính bằng phần trăm theo ISO 4684. Nếu kết quả được biểu thị trên cơ sở chất khô, điều này phải được ghi rõ trong báo cáo thử nghiệm.

11 Báo cáo thử nghiệm

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

- viện dẫn tiêu chuẩn này, ví dụ "TCVN 9554:2013 (ISO 4098:2005)";
- kết quả thu được đến 1 số thập phân;
- nếu kết quả được xác định dựa trên chất khô, phải ghi trong báo cáo;
- mô tả mẫu thử;
- chi tiết của bất kỳ sai khác nào so với quy trình đã nêu, hoặc tình huống đặc biệt có thể ảnh hưởng đến kết quả.

12 Độ lặp lại

Thực hiện việc xác định hai lần song song phải cho kết quả không khác quá 0,2 %, được tính dựa trên khối lượng đã ban đầu. Nếu kết quả xác định khác quá 0,2 %, phải thực hiện lại việc xác định hai lần song song.
