

CÁNH KIẾN ĐỒ VÀ SẢN PHẨM

Phương pháp thử

Штолак и его
продукция методы
испытаний

Sticklac and its
products test methods

TCVN
4342 - 86

Có hiệu lực
từ 1-1-1988

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định chất lượng của nhựa cánh kiến đồ, sítlắc và senlắc các loại.

1. LẤY MẪU

1.1. Định nghĩa

1.1.1. Lô hàng đồng nhất là lượng hàng hóa cùng tên gọi (nhựa cánh kiến đồ, sítlắc...), cùng hàng chất lượng đóng gói trong cùng loại bao bì (hoặc bảo quản rời trong cùng một kho), được giao nhận cùng một thời gian và không quá 200 kiện.

1.1.2. Mẫu ban đầu là lượng mẫu lấy được ở một vị trí của mỗi kiện hàng được chỉ định lấy mẫu.

1.1.3. Mẫu riêng là lượng mẫu bao gồm tất cả các mẫu ban đầu của một kiện hàng.

1.1.4. Mẫu chung là mẫu bao gồm tất cả các mẫu riêng của lô hàng.

1.1.5. Mẫu trung bình là mẫu được thành lập từ mẫu chung theo nguyên tắc phân mẫu và dùng để xác định các chỉ tiêu chất lượng hóa lý của lô hàng.

1.1.6. Mẫu thỏa thuận là mẫu được chấp nhận giữa người mua và người bán về các chỉ tiêu cảm quan của lô hàng (màu sắc, độ sạch, dạng bên ngoài...)

1.2. Tiến hành lấy mẫu

1.2.1. Lấy mẫu ngẫu nhiên các kiện hàng trong lô theo quy định sau:

- Dưới 5 kiện : lấy tất cả các kiện
- 5 - 100 kiện : lấy 5 kiện cộng với 5% số kiện trong lô

— 100 ÷ 200 kiện : Lấy 10 kiện cộng với 3% số kiện trong lô

1.2.2. Mỗi kiện lấy 3 mẫu ban đầu ở 3 vị trí khác nhau với khối lượng sao cho khối lượng mẫu chung không nhỏ hơn 5 kg.

Với các kiện bị kết cục, dùng đục hoặc dụng cụ phù hợp để lấy mẫu ban đầu tuân theo nguyên tắc trên.

1.2.3. Đấu trộn các mẫu ban đầu của từng kiện để lập mẫu riêng, trộn các mẫu riêng để lập mẫu chung của lô, mẫu chung của lô có khối lượng không nhỏ hơn 5 kg.

1.2.4. Phân mẫu theo nguyên tắc chia chéo để lập mẫu trung bình, khối lượng mẫu trung bình không nhỏ hơn 1 kg. Nghiền nhỏ mẫu trung bình, đổ nhanh vào lọ nút mài có ghi nhãn với nội dung:

- Người và cơ quan lấy mẫu;
- Thời gian và địa điểm lấy mẫu;
- Thời gian và địa điểm lấy mẫu;
- Tên sản phẩm, số ký hiệu và cỡ lô;
- Tên cơ sở sản xuất

1.2.5. Tùy theo điều kiện, mẫu thỏa thuận « được lấy riêng (trước hoặc sau khi giao nhận) cỡ mẫu cũng như thủ tục lấy mẫu theo sự thỏa thuận giữa các bên giao nhận.

1.3. Chuẩn bị mẫu

1.3.1. Nghiền nhanh mẫu trung bình cho lọt sàng có đường kính lỗ 2mm. Với mẫu lấy ở các lô bị kết cục, có thể nghiền cho qua sàng có đường kính lỗ 6,3mm, sau đó nghiền tiếp tục cho qua sàng có đường kính lỗ 2mm.

1.3.2. Tiếp tục nghiền mẫu cho tới khi qua rây có đường kính lỗ 0,42mm, trộn kỹ và cho nhanh vào lọ thủy tinh mẫu, nút mài đã ghi sẵn ký hiệu để tránh nhầm lẫn khối lượng mẫu mỗi lọ khoảng 250g. Mẫu đã chuẩn bị được bảo quản ở nơi thoáng mát và không để quá 4 giờ với chỉ tiêu chất bay hơi và 24 giờ với các chỉ tiêu chất lượng khác.

2. PHƯƠNG PHÁP THỬ

2.1. Phương pháp xác định các chỉ tiêu cảm quan

2.1.1. Các chỉ tiêu cảm quan (dạng bên ngoài, màu sắc, độ sạch) được xác định ngay trên lô hàng bằng mắt thường trước khi lấy mẫu (1.2) trường hợp không đạt được sự thống nhất chung lấy mẫu và bao gói mẫu để thử cảm quan bằng hai lớp túi pôliêtilen, chuyển mẫu về phòng thí nghiệm và tiến hành xác định như sau:

2.1.2. Dụng cụ và phương tiện thử

- Phòng xác định có đủ độ sáng (tự nhiên hoặc nhân tạo)
- Khay men trắng
- Dao mỏng, sắc
- Kính lúp có độ phóng đại 10 lần
- Cặp sắt (panh)

2.1.3. Tiến hành thử

Dàn mẫu thử trên khay men trắng, dùng mắt thường quan sát để xác định màu sắc và dạng bên ngoài. Dùng dao cắt ngang các mảnh mẫu, quan sát mặt cắt để xác định màu sắc và độ sạch. Dùng kính lúp đếm trứng và xác ấu trùng có trong mẫu.

Độ sạch mẫu (áp dụng cho nhựa cánh kiến đỏ-stielacc) được tính theo số lượng các mảnh thực vật, đất đá, trứng và xác ấu trùng tìm thấy trên 1 kg mẫu.

2.2. Phương pháp xác định các chỉ tiêu hóa lý

2.2.1. Xác định chất không tan trong cồn nóng

2.2.1.1. Chất không tan trong cồn nóng được xác định theo nguyên tắc chiết màu thử bằng cồn etanol 95%, cần để xác định phần cặn không tan.

2.2.1.2. Dụng cụ và hóa chất

- Cân phân tích chính xác tới 0,0001g
- Bộ Soxhlet 150ml
- Chén cân có nắp nhám
- Giấy lọc đường kính 12,5cm loại trung tính (có thể dùng giấy lọc Whatman số 1 hoặc loại tương đương)
- Cốc đun dung tích 100ml
- Cồn etanol 95% tính theo thể tích

2.2.1.3. Tiến hành thử

Sấy hai tờ giấy lọc đã được đánh dấu số 1 và số 2 ở $100 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 30 phút, đặt vào chén cân đã sấy và đặt trong bình hút ẩm 20 phút, cân xác định khối lượng các chén cân chứa giấy.

Cân khoảng 5g mẫu đã chuẩn bị (1.3.2) chính xác tới 0,01g cho mẫu vào giấy lọc số 1, gói cẩn thận sao cho các hạt mẫu nhỏ nhất cũng không lọt ra được. Bọc tiếp gói mẫu bằng giấy lọc số 2 và buộc kỹ bằng chỉ (cách gấp giấy lọc theo hướng dẫn ở hình vẽ). Đặt mẫu đã được gói kỹ trong cốc đun dung tích 100ml. Đổ ngập cồn, đậy bằng tấm kính tròn, ngâm mẫu ít nhất 12 giờ ở nhiệt độ phòng. Sau đó đặt gói mẫu vào ống Soxhlet sao cho gói mẫu ngập trong cồn. Chiết bằng cồn nóng trong 4 giờ, giữ tốc độ chiết ở mức nhanh nhất. Sau đó lấy gói mẫu ra và để ráo, tách hai giấy lọc đặt trên hai đĩa thủy tinh sạch, hong khô trong không khí (không có gió) khoảng 15 phút rồi đưa vào tủ sấy đã duy trì ở $100 \pm 2^\circ\text{C}$ trong 2 giờ. Đặt nhanh hai giấy lọc vào hai chén cân tương ứng, giữ trong bình hút ẩm 20 phút rồi cân. Sau đó sấy tiếp giấy lọc gói mẫu trong 1 giờ và cân cho đến khi sai lệch khối lượng giữa hai lần cân không vượt quá 0,002g và lấy khối lượng lượt cân cuối cùng để tính kết quả.

2.2.1.4. Tính kết quả: Hàm lượng chất không tan trong cồn nóng. Tính bằng % theo công thức:

$$X_1 = \frac{m_0 \cdot 100}{m_1}$$

trong đó:

X_1 chất không tan trong cồn nóng tính theo % khối lượng mẫu ở độ khô tuyệt đối;

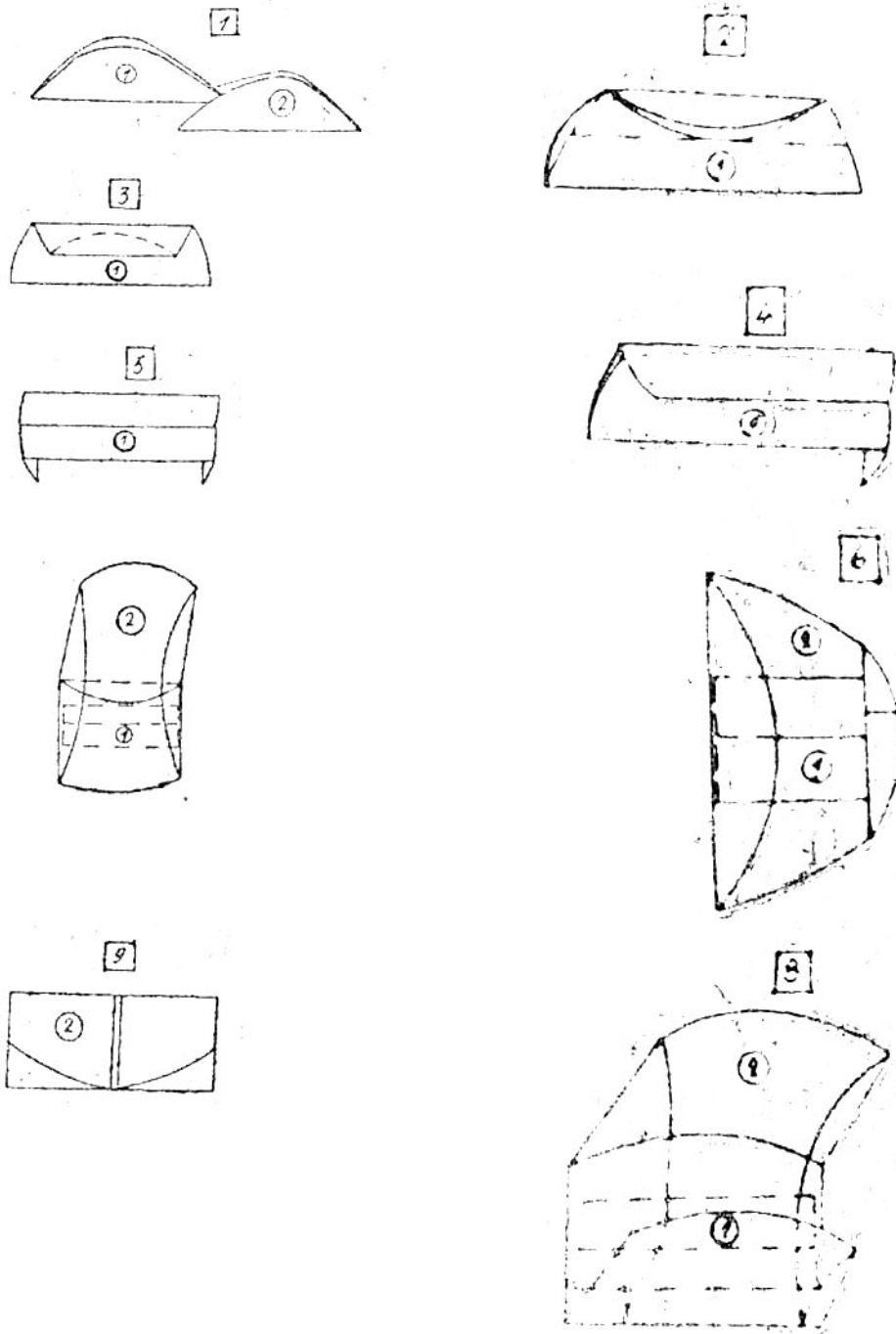
– m_0 khối lượng cân, g

– m_1 khối lượng mẫu thử ở độ khô tuyệt đối, g tính theo công thức

$$m_1 = \frac{m(100 - W)}{100}$$

trong đó m : khối lượng mẫu, g

W : hàm lượng các chất bay hơi, % khối lượng. Kết quả là trung bình của hai lần xác định đồng thời không sai lệch nhau hơn 0,01%.



Cách gấp giấy lọc đề gói mẫu

2.2.2. Xác định cơ-lô-phan

2.2.2.1. Dựa vào sự khác biệt lớn trong khả năng hấp thụ iôt giữa sen-lắc và cô-lô-phan tìm ra hàm lượng cô-lô-phan có trong mẫu thử.

2.2.2.2. Dụng cụ và hóa chất

- Cân phân tích chính xác tới 0,0001 g
- Bình đo chỉ số iot
- Các thiết bị và dụng cụ thông thường của phòng thí nghiệm
- Axit axêtic băng (99 %) không có tạp chất khử và điểm nóng chảy $14,8 \pm 0,1^{\circ}\text{C}$.
- Khí clo (99,8 %)
- Dung dịch kali iodua
- Clorofoc, tinh khiết phân tích không có axêton
- Dung dịch thiosunfat chuẩn 0,1 N
- Dung dịch tinh bột
- Dung dịch Wifs

2.2.2.3. Chuẩn bị thử

Tiến hành pha chế, kiểm tra các hóa chất theo trình tự sau:

a) Axit axêtic băng 99 % cần kiểm tra sự có mặt của tạp chất khử và điểm nóng chảy trước khi thử:

— Kiểm tra tạp chất khử: Pha loãng 2 ml axit axêtic trong 10 ml nước cất thêm vào dung dịch axit 0,1 ml dung dịch Kali pe-manganat (KMnO_4). Giữ dung dịch ở nhiệt độ $24 \pm 3^{\circ}\text{C}$. Nếu màu hồng của dung dịch không bị biến đổi sau 2 giờ thì axit axêtic đó không chứa tạp chất khử.

— Xác định điểm nóng chảy: cho axit axêtic vào 2/3 ống nghiệm (loại ống nghiệm dài 150 mm) nhúng vào trong ống nghiệm chứa axit một nhiệt kế có vạch chia độ $1/10^{\circ}\text{C}$ có thang độ từ 10 đến 68°C bằng cách cố định nhiệt kế qua một nút bấc đáy ống nghiệm sao cho bầu nhiệt kế đặt cách đáy ống nghiệm 1,2 đến 1,3 mm được phủ kín axit, lồng ống nghiệm chứa axit vào trong một ống nghiệm lớn hơn bằng cách cố định qua một nút bấc. Làm lạnh axit bằng cách ngâm vào nước đá tới khi nhiệt độ đọc được là 10°C , lấy bộ ống nghiệm ra khỏi nước đá khuấy axit bằng nhiệt kế để kích thích kết tinh một phần tạo một hỗn hợp axit lỏng, rắn. Cứ 15 giây đọc nhiệt kế một lần để xác định điểm nóng chảy của axit. Nếu điểm nóng chảy nhỏ hơn $14,8^{\circ}\text{C}$ thì axit đó

— Nếu điểm nóng chảy của axit axêtic nhỏ hơn $14,8^{\circ}\text{C}$, thêm một lượng nhỏ nước để hạ

thấp điểm nóng chảy của axit, nên thêm nước làm nhiều lần sao cho axit đảm bảo có điểm nóng chảy $14,8^{\circ}\text{C}$.

b) Điều chế Clo (99,8 %) và làm khô trước khi thử: khí Clo có sẵn chứa trong bình treo hoặc điều chế bằng cách nhỏ axit clohydric (HCl) lên Kali pe man ga nat (KMnO_4) hoặc một hỗn hợp kali pe man nat (KMnO_4) và mangan oxit (MnO_2). Khí Clo (có sẵn hoặc điều chế) đều phải làm khô trước khi thử bằng cách cho luồng khí clo đi qua axit sunfu ric (H_2SO_4) đậm đặc ($d = 1,84$).

c) Chuẩn bị dung dịch Kaliiodua: hòa tan 10 g kali iodua không có iodat trong 90 ml nước cất.

d) Chuẩn bị dung dịch tinh bột: Hòa tan 0,2 g tinh bột (tinh bột khoai tây) trong 100 ml nước, đun sôi nhẹ trong 15 phút, để nguội và đóng chai.

e) Chuẩn bị dung dịch wfs: hòa tan 13 g iot trong 1 l axit axêtic băng, đun nóng nhẹ để sự hòa tan được triệt để, để dung dịch nguội tới nhiệt độ phòng, dùng ống hút lấy ra 50 đến 100 ml chứa trong bình tam giác khô sạch. Tiếp tục lấy thêm 20 ml để chuẩn độ nồng độ iốt vàng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N. Sục khí Clo vào phần còn lại của dung dịch cho tới khi màu của dung dịch chuyển từ màu đặc trưng của iốt tự do sang màu đỏ anh đào (ứng với hàm lượng halogen gấp đôi) xác định hàm lượng halogen bằng cách chuẩn độ với dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N.

Trường hợp hàm lượng halogen trong dung dịch lớn hơn gấp đôi thì hạ thấp hàm lượng halogen bằng cách thêm dung dịch iốt đã được lấy ra (ở phần trên) và ngược lại thì sục thêm khí Clo. Chú ý hết sức tránh để dư lượng clo trong dung dịch.

Ví dụ: Nếu chuẩn độ 20 ml dung dịch axit axêtic iốt lúc đầu cần 22 ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N thì 20 ml dung dịch wfs đã chế xong phải cần $43,7 \pm 0,1$ ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N.

2.2.2.4.1. Tiến hành thử

Cân 0,2 g mẫu chính xác tới 0,001 g vào bình xác định chỉ số iốt khô, sạch dung tích 250 ml, thêm 20 ml axit axêtic băng, đun nóng ở 65 đến 70°C (có thể đặt vào chậu nước nóng hoặc nóc bếp cách thủy), thỉnh thoảng lắc tròn nhẹ cho tới khi tan hoàn toàn (trừ sáp). Thêm 10 ml clorofoc và giữ bình ở nhiệt độ 21 đến 22°C trong 30 phút (có thể đặt trong một chậu nước được giữ

ở nhiệt độ trên). Tiếp theo dùng 1 ống hút thêm 20 ml dung dịch Wifs vào bình đầy nút lại và lại giữ bình ở nhiệt độ 21 đến 22°C trong đúng 1 giờ thỉnh thoảng lắc tròn bình.

Chuẩn độ ngay bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ như sau: Cho dung dịch chảy nhanh vào bình và lắc tròn mạnh liên tục tới khi dung dịch trong bình chuyển sang màu vàng rơm, cho vào dung dịch 5 ml chỉ thị màu tinh bột và tiếp tục chuẩn từng giọt cho tới khi màu xanh hoàn toàn biến mất, quá trình được kết thúc khi sự trở lại màu xanh phải mất sau 30 giây.

Tiến hành đồng thời một mẫu trắng với các trình tự tương tự để so sánh.

Cũng có thể đối chiếu với chuẩn tham khảo tiến hành trên một mẫu sen lặc tinh khiết đã biết rõ chỉ số iốt.

2.2.2.5. Tính kết quả

a) Trị số iốt của mẫu X_2 tính theo công thức

$$X_2 = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 12,69}{m_1}$$

trong đó V_1 — số ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dùng chuẩn độ mẫu trắng;

V_2 — Số ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dùng chuẩn độ mẫu thử;

N — Nồng độ chuẩn của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N;

m_1 — khối lượng mẫu ở độ khô tuyệt đối, tính bằng g (theo mục 2.2.1.3)

b) — Hàm lượng cêlôphan (X_3) tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$X_3 = \frac{(X_2 - 18)}{228 - 18} \times 100$$

trong đó X_2 — trị số iốt của mẫu

18 — trị số iốt của sen lặc

228 — trị số iốt của cêlôphan

Kết quả là trung bình cộng của hai lần thử đồng thời có sai lệch không vượt quá 0,01 %.

2.2.3. Phát hiện erpimen

2.2.3.1. Sự có mặt của orpimen (từ 0,5 % khối lượng trở lên) làm cho các mảnh sen lắc có dạng bên ngoài mẫu vàng đục. Có thể phát hiện dấu hiệu của sự có mặt của orpimen trong sen lắc bằng cách quan sát dung dịch sen lắc trong cồn hoặc trong nước bôrax.

2.2.3.2. Dụng cụ và hóa chất

- Cồn 95% thể tích etanol
- dung dịch borax, 50g natri tetraborat ngậm 10 phân tử nước trong 1 l nước cất.
- Bình tam giác dung tích 250 ml

2.2.3.3. Tiến hành thử

Cân chính xác 20g mẫu thử cho vào bình tam giác dung tích 250 ml chứa sẵn 100 ml cồn 95% etanol (tính theo thể tích) hoặc dung dịch borax đã được làm lạnh ở 0°C lắc đều, sau đó để yên dung dịch để các phân tử có thể lắng đọng thành một lớp ở đáy bình. Tiến hành quan sát từ phía dưới, để thuận tiện cho việc quan sát nên lắp bình trên một giá đỡ.

Nếu mẫu thử có mặt orpimen, các phân tử mẫu vàng của orpimen sẽ lắng thành một lớp liên tục.

Phương pháp này có thể phát hiện sự có mặt của orpimen trong mẫu thử ứng với hàm lượng không nhỏ hơn 0,3% tính theo khối lượng.

2.2.4. Xác định chỉ số màu sắc

2.2.4.1. Phương pháp tiến hành dựa trên cơ sở so sánh màu của dung dịch iot chuẩn với màu của dung dịch mẫu trong cồn etanol 95% bằng cách pha loãng dần dung dịch mẫu tới khi có màu tương đương.

2.2.4.2. Dụng cụ và hóa chất

- Cân phân tích chính xác 0,0001g;
- Các dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm;
- Ống đo màu thủy tinh thành mỏng 13 × 200 mm;
- Iot dung dịch chuẩn 0,005 N;
- Iot thăng hoa, tinh khiết hóa học;
- Iotkaliđua (KI) tinh khiết hóa học

2.2.4.3. Chuẩn bị thử

- a) Pha dung dịch iot 0,1 N

Hòa tan 12,7g iot trong 300 ml dung dịch nước chứa 40g kali iodua, thêm nước cất tới vạch mức 1000 ml. Để yên dung dịch 2 đến 3 ngày, tiến hành xác định lại nồng độ nguyên chuẩn.

Dùng ống hút lấy 25ml dung dịch iot đã pha cho vào bình chuẩn độ, thêm 20 – 30 ml nước cất, tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ 0,1 N đến xuất hiện màu vàng rom. Cho vào dung dịch 2 – 3 ml dung dịch tinh bột và tiếp tục chuẩn độ tới khi mất màu xanh hoàn toàn.

Tính nồng độ nguyên chuẩn của iot

$$\text{Niôt} = N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3} \times \frac{V_1}{V_2}$$

trong đó – Niôt – nồng độ nguyên chuẩn của dung dịch iot
 – $N_{\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3}$ – nồng độ nguyên chuẩn của dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$
 – V_1 – số ml dung dịch $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$ dùng để chuẩn độ
 – V_2 – số ml dung dịch iot đã dùng

b) Pha dung dịch mẫu chuẩn

Dùng ống hút lấy chính xác 5 ml dung dịch iot 0,1 N cho vào bình định mức 100 ml, thêm nước cất tới vạch mức. Dung dịch này ứng với chỉ số màu là 5. Cần bảo quản dung dịch iot ở nơi thoáng mát trong lọ thủy tinh màu và kiểm tra lại nồng độ trước khi dùng.

c) Pha dung dịch mẫu thử:

Hòa tan chính xác 10 g mẫu đã được chuẩn bị (1.3.2) trong 100 ml cồn êtanôl 95% theo thể tích, lắc trong 30 phút ở nhiệt độ $27 \pm 2^\circ\text{C}$ lọc dung dịch bằng phễu lót giấy lọc, bỏ đi 15 ml dung dịch lọc được đầu tiên rồi lấy dung dịch mẫu đã lọc được để so mẫu.

2.2.4.4. Tiến hành thử

Dùng ống hút lấy chính xác 5 ml dung dịch mẫu thử (phần C) cho vào ống so màu, cho một lượng tương đương dung dịch chuẩn (phần b) vào ống so màu thứ 2. Dùng buret nhỏ từng giọt cồn êtanôl 95% vào ống chứa dung dịch mẫu thử vừa lắc đều ống nghiệm đó cho đến khi màu của dung dịch mẫu tương đương

màu của dung dịch chuẩn chứa trong ống so màu thứ 2. Ghi số ml cồn êtanol đã sử dụng.

2.2.4.5. Tính kết quả

Chỉ số màu sắc của mẫu thử được tính bằng số mililit cồn êtanol cộng với 5.

Kết quả thử là trung bình cộng của hai lần thử đồng thời có giá trị không sai lệch lớn hơn 1.

2.2.5. Xác định hàm lượng chất bay hơi

2.2.5.1. Hàm lượng chất bay hơi được xác định trên cơ sở sấy mẫu ở $41 \pm 1^\circ\text{C}$ trong 4 giờ và giữ mẫu trong bình hút ẩm (tác nhân hút ẩm là axit sunfuric đậm đặc) trong chân không.

2.2.5.2. Dụng cụ và hóa chất

— Hộp lồng thủy tinh nắp nhôm có đường kính khoảng 75 mm.

— Bình hút ẩm với tác nhân hút ẩm là axit sunfuric đậm đặc (H_2SO_4 , $d = 1,84$).

— Tủ sấy có quạt gió

2.2.5.3. Tiến hành thử

Cân chính xác khoảng 2g mẫu đã chuẩn bị (1.3.2.) vào hộp lồng khô sạch và đã xác định khối lượng. Đặt hộp lồng chứa mẫu vào tủ sấy đã ổn định ở $41 \pm 1^\circ\text{C}$ mở nắp hộp lồng và sấy mẫu trong 4 giờ. Sau đó đậy nắp hộp lồng, chuyển nhanh hộp vào bình hút ẩm, chân không có tác nhân hút ẩm là axit sunfuric đậm đặc, mở nắp hộp lồng, hút chân không, bình hút ẩm và giữ mẫu trong bình 18 giờ. Sau đó đậy nắp hộp lồng và cân ngay. Ghi khối lượng hộp lồng chứa mẫu sau khi sấy.

2.2.5.4. Tính kết quả. Hàm lượng chất bay hơi tính bằng % theo công thức:

$$V = \frac{(m_0 - m_1) \times 100}{m_0}$$

trong đó V% - Hàm lượng chất bay hơi, % khối lượng;

m_0 - khối lượng mẫu và hộp trước khi sấy, g;

m_1 - khối lượng mẫu và hộp sau khi sấy, g.

Kết quả là trung bình cộng của hai lần thử đồng thời có sai lệch giá trị không lớn hơn 0,2%.

2.2.6. Xác định hàm lượng sáp

2.2.6.1. Hàm lượng sáp của mẫu được xác định trên cơ sở hòa tan mẫu trong dung dịch natri cacbonat nóng, tách sáp bằng cách lọc và chiết bằng clorofoc

2.2.6.2. Dụng cụ và hóa chất

- Bộ chiết Soxhlet dung tích 150 ml;
- Cốc đun loại cao dung tích 200 ml;
- Giấy lọc đường kính 12,5 mm (loại Whatman số 40 hoặc loại tương đương);
- Natri cacbonat không ngâm nước, tinh khiết phân tích;
- Clorofoc, cất lại trước khi sử dụng để loại bỏ tạp chất không bay hơi;
- Chất trợ lọc thích hợp (nếu có) được loại chất béo bằng cách triết trước với clorofoc và sấy khô trước khi dùng;
- Cân phân tích chính xác 0,0001 g;
- Các dụng cụ thông thường khác của phòng thí nghiệm

2.2.6.3. Tiến hành thử

Cân 10 g mẫu đã chuẩn bị (1.3.2) chính xác tới 0,01 g, hòa tan mẫu trong 150 ml nước cất đã chứa 2,5 g natri cacbonat trong một cốc đun loại cao dung tích 200 ml, đặt cốc vào bếp cách thủy, đun bằng mặt kính tròn (có đường kính tương đương với miệng cốc) và giữ trong bếp cách thủy khoảng 2 đến 3 giờ, không cần khuấy trong quá trình đun. Sau đó lấy cốc ra khỏi bếp và đặt vào nước lạnh, sáp sẽ nổi thành lớp hoặc hạt rắn tùy theo hàm lượng sáp có trong mẫu thử. Dung dịch được lọc trọng lực qua giấy lọc whatman số 40. Lọc xong, rửa sạch nhựa còn bám vào giấy lọc, lấy giấy lọc chứa sáp (đã rửa sạch nhựa) ra khỏi phễu, đặt trong một giấy lọc khác đã khử chất béo, gói lại và buộc chặt bằng một sợi dây kim loại nhỏ. Làm khô gói giấy chứa sáp trên nóc tủ sấy ở 105°C khoảng 2 giờ. Sau đó đặt gói giấy chứa mẫu vào soxhlet tiến hành chiết bằng clorofoc ít nhất 2 giờ.

Trường hợp lọc bằng phễu Buchner trộn 1 g chất trợ lọc (đã loại chất béo và sấy khô) với nước rót vào giấy lọc và hút chân không, hoặc cho 0,5 g chất trợ lọc vào dung dịch mẫu trước khi tiến hành lọc. Lọc xong rửa các hạt chất bị lọc bám vào thành phễu, dùng giấy lọc đã thấm cồn lau sạch, gói tất cả giấy lọc chứa sáp và giấy lọc dùng để lau vào một giấy lọc khác, buộc chặt

bằng một sợi dây kim loại nhỏ sau đó làm khô và triết theo trình tự đã mô tả ở phần trên.

Chiết xong, chưng bay hơi hết dung môi, sấy khô sập ở 105°C tới khi sự sai khác về khối lượng giữa hai lần cân nhỏ hơn 0,002g.

2.2.6.4. Tính kết quả

Hàm lượng sập tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$X_4 = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó

m_1 — khối lượng sập trong mẫu thử, g;

m_0 — khối lượng mẫu thử, g

Kết quả là trung bình cộng của hai lần xác định (đồng thời có sai lệch giá trị không lớn hơn 0,2%.

2.2.7. Xác định hàm lượng tro

2.2.7.1. Dụng cụ và hóa chất

- Cân phân tích chính xác tới 0,0001 g;
- Chén nung bằng sứ hoặc bạch kim;
- Giấy lọc không tro;
- Lò nung

2.2.7.2. Tiến hành thử

Cân khoảng 5 g mẫu đã chuẩn bị (1.3.2) chính xác tới 0,01 g cho mẫu vào chén sứ hoặc bạch kim đã xác định khối lượng để tro hóa. Nung mẫu ở nhiệt độ 650—700°C sao cho chén nung hơi đỏ cho tới khi mẫu được tro hóa hoàn toàn. Trong trường hợp mẫu không tro hóa triệt để, có thể chiết mẫu đã than hóa trong nước nóng, thu cặn không tan trên giấy lọc không tro, rửa và nung cháy giấy lọc gói cặn mịn cho tới khi tro hóa hoàn toàn, chuyển phân dung dịch lọc và nước rửa vào chén nung cho bốc hơi tới khô và tiếp tục nung tới chén hơi đỏ. Làm nguội chén chứa mẫu trong bình hút ẩm và cân. Lặp lại quá trình trên cho tới khi sai lệch khối lượng giữa hai lần cân không lớn hơn 0,001 g, dùng khối lượng lần cân cuối cùng để tính toán.

2.2.7.3. Hàm lượng tro tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$X \% = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

trong đó

m_1 — khối lượng tro, g;

m_0 — khối lượng mẫu, g; tính theo độ khô tuyệt đối (2.2.1.3)

Kết quả là trung bình cộng của hai lần thử đồng thời có sai lệch giá trị không lớn hơn 0,05%.

2.2.8. Xác định hàm lượng chất tan trong nước (lạnh)

Dùng nước cất chiết các chất có thể hòa tan trong mẫu cho bốc hơi dung dịch lọc được, sấy tới khối lượng không đổi phản không bay hơi.

2.2.8.1. Dụng cụ và hóa chất

- Cân phân tích chính xác 0,0001 g;
- Cốc đun dung tích 250 ml;
- Phễu lọc hút chân không (phễu Buchner);
- Giấy lọc cấp trung bình;
- Bếp cách thủy;
- Đĩa bay hơi;
- Tủ sấy;

2.2.8.2. Tiến hành thử

Mẫu đã chuẩn bị (1.3.2) được tiếp tục nghiền nhỏ qua rây có đường kính lỗ rây khoảng 0,25 mm, cân khoảng 10 đến 15 g, chính xác tới 0,1 g cho vào cốc đun, cho thêm 200 ml nước cất. Khuấy liên tục khoảng 5 phút sau đó để yên dung dịch khoảng 4 giờ ở nhiệt độ phòng. Cân kết hợp khuấy định kỳ trong thời gian để yên dung dịch mẫu. Sau đó gạn dung dịch qua phễu lọc Buchner đáy lót giấy lọc, hút chân không. Rửa sạch phần mẫu trên giấy lọc ít nhất 100 ml nước cất. Cho bay hơi nước lọc được và nước rửa trong một đĩa bay hơi đã được xác định khối lượng trên một bếp cách thủy rồi đưa vào tủ sấy ở nhiệt độ $100 \pm 2^\circ\text{C}$ tới khi chênh lệch khối lượng giữa hai lần cân không lớn hơn 0,002g.

2.2.8.3. Tính kết quả. Hàm lượng chất tan trong nước tính bằng % khối lượng theo công thức:

$$X = \frac{m_1}{m_0} \times 100$$

Trong đó:

m_1 — khối lượng cân thu được sau khi làm bay hơi hoàn toàn dung dịch lọc của mẫu, g

m_0 — khối lượng mẫu, g, tính theo độ khô tuyệt đối (2.2.3)

Kết quả là trung bình cộng của hai lần thử đồng thời có sai lệch giá trị không lớn hơn 0,05%.