

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

061

Vải

TCVN 7422: 2007

ISO 3071: 2005

Xuất bản lần 2

**VẬT LIỆU DỆT – PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH pH
CỦA DUNG DỊCH CHIẾT**

Textiles – Determination of pH of aqueous extract

HÀ NỘI - 2007

Lời nói đầu

TCVN 7422: 2007 thay thế TCVN 7422: 2004.

TCVN 7422: 2007 hoàn toàn tương đương ISO 3071: 2005.

TCVN 7422: 2007 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 38 *Hàng dệt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Lời giới thiệu

Giá trị pH của dung dịch chiết từ vật liệu dệt cung cấp một chỉ số hữu ích cho quá trình sản xuất sản phẩm. Hơn nữa, nó cũng thường hay được sử dụng để đưa ra yêu cầu đối với các dạng vật liệu dệt khác nhau phải phù hợp với các giới hạn cụ thể liên quan đến tính axit và tính kiềm, thường được tính bằng giá trị pH của dung dịch chiết.

Vật liệu dệt – Phương pháp xác định pH của dung dịch chiết

Textiles - Determination of pH of aqueous extract

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định pH của dung dịch chiết từ vật liệu dệt. Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại vật liệu dệt.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn. Đối với các tài liệu viện dẫn ghi năm ban hành thì áp dụng bản được nêu. Đối với các tài liệu viện dẫn không ghi năm ban hành thì áp dụng phiên bản mới nhất, bao gồm cả các sửa đổi.

TCVN 4851: 1989 (ISO 3696: 1987), Nước dùng để phân tích trong phòng thí nghiệm - Yêu cầu kỹ thuật và phương pháp thử.

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1

pH

co-logarit của nồng độ ion hydro trong một dung dịch chiết.

4 Nguyên tắc

Giá trị pH của dung dịch chiết từ vật liệu dệt được đo bằng điện thế của điện cực thủy tinh tại nhiệt độ phòng.

5 Thuốc thử

Tất cả các thuốc thử phải là loại phân tích.

5.1 Nước cất hoặc nước đã khử ion, của ít nhất là nước loại 3 theo qui định trong TCVN 4851: 1989 (ISO 3696: 1987) có pH ở giữa 5,0 và 7,5.

pH của nước phải được kiểm tra trước khi sử dụng. Nếu nó không nằm trong khoảng qui định thì nước phải được chưng cất lại bằng dụng cụ thủy tinh bền với hoá chất. Các axit hoặc chất hữu cơ có thể tách khỏi dung dịch bằng cách chưng cất nước từ dung dịch của kali permanganat 1g/l và natri hydroxit 4 g/l. Tính kiềm của nước (ví dụ do có amoni) có thể loại bỏ bằng cách chưng cất nước từ dung dịch axit sunfuric loãng. Nếu nước cất không phải là loại 3 thì đun sôi 100 ml nước cất trong một cốc thủy tinh với tốc độ vừa phải trong (10 ± 1) phút và để cốc có đáy nắp nguội đến nhiệt độ phòng.

5.2 Dung dịch kali clorua, 0,1 mol/l, được pha bằng nước cất hoặc nước khử ion (5.1).

5.3 Dung dịch đệm, có thể được chuẩn bị như qui định trong phụ lục A, có cùng pH với pH cần xác định, dùng để hiệu chuẩn máy đo pH trước khi tiến hành đo. Nên sử dụng các dung dịch đệm có pH gần bằng 4, 7 hoặc 9.

6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 Bình tam giác bằng thủy tinh hoặc bằng polypropylen có nút mài, bền với hoá chất, dùng để chuẩn bị dung dịch chiết.

CHÚ THÍCH Các dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh sử dụng trong phép thử chỉ dùng cho mục đích này và được đổ đầy nước cất giữa các phép thử.

6.2 Thiết bị lắc cơ học, có chế độ chuyển động quay hoặc chuyển động qua lại nhằm dễ dàng trao đổi chất lỏng bên trong vật liệu dẹt với dung dịch sử dụng để chiết. Tốc độ chuyển động qua lại thích hợp là 60 lần/ phút hoặc tần số quay là 30 vòng/phút.

6.3 Cốc thủy tinh, bền với hoá chất, có dung tích 150 ml (xem chú thích điều 6.1).

6.4 Que khuấy, bền với hoá chất (xem chú thích điều 6.1).

6.5 Máy đo pH, có điện cực thủy tinh, có thể đo ít nhất đến 0,1 đơn vị pH.

6.6 Cân, có độ chính xác đến 0,01 g.

6.7 Bình định mức 1l, chất lượng loại A.

7 Chuẩn bị mẫu thử

7.1 Lấy mẫu phòng thí nghiệm đại diện cho vật liệu dẹt và đủ để đáp ứng yêu cầu của phép thử. Cắt mẫu phòng thí nghiệm thành các miếng nhỏ có kích thước mỗi chiều khoảng 5 mm hoặc với kích thước khác sao cho mẫu có thể thấm ướt dễ dàng.

7.2 Để tránh làm bẩn mẫu, càng ít tiếp xúc với mẫu bằng tay càng tốt. Lấy từ mẫu phòng thí nghiệm ba mẫu thử, mỗi mẫu có khối lượng $(2,00 \pm 0,05)$ g.

8 Cách tiến hành

8.1 Chuẩn bị dung dịch chiết

Chuẩn bị ba mẫu dung dịch chiết tại nhiệt độ phòng như sau:

Cho mỗi mẫu thử và 100 ml dung dịch để chiết [hoặc là nước (5.1) hoặc dung dịch kali clorua (5.2)] vào bình tam giác có nút mài (6.1). Dùng tay lắc mạnh bình một lúc để đảm bảo cho mẫu thấm ướt đều, sau đó tiến hành lắc cơ học trong $2 \text{ giờ} \pm 5 \text{ phút}$.

Ghi lại nhiệt độ của dung dịch chiết sử dụng.

8.2 Đo độ pH của dung dịch chiết

Hiệu chuẩn máy đo pH ở nhiệt độ dung dịch chiết cần đo. Kiểm tra việc hiệu chuẩn máy đo pH bằng cách sử dụng hai dung dịch đệm.

Nhúng điện cực vài lần vào cùng một dung dịch (nước hoặc dung dịch KCl) được dùng để chuẩn bị chiết cho đến khi giá trị pH hiển thị ổn định.

Gạn dung dịch chiết thứ nhất vào cốc thủy tinh, ngay lập tức nhúng điện cực vào trong dung dịch ở độ sâu ít nhất là 10 mm và khuấy nhẹ nhàng bằng que khuấy cho đến khi giá trị pH ổn định (không ghi lại giá trị pH của dung dịch này).

Gạn dung dịch chiết thứ hai vào một cốc thủy tinh khác, không cần tráng rửa, ngay lập tức nhúng điện cực vào cốc thủy tinh ở độ sâu ít nhất là 10 mm và để yên không khuấy cho đến khi giá trị pH ổn định. Ghi lại giá trị này.

Gạn dung dịch chiết thứ ba vào một cốc thủy tinh khác, không cần tráng rửa, ngay lập tức nhúng điện cực vào cốc thủy tinh ở độ sâu ít nhất là 10 mm và để yên không khuấy cho đến khi giá trị pH ổn định. Ghi lại giá trị này.

Ghi lại các giá trị pH của dung dịch chiết thứ hai và thứ ba và coi như là giá trị đo lần thứ nhất và thứ hai.

9 Tính toán

Nếu có sự chênh lệch giữa hai giá trị pH, đã được làm tròn đến 0,1 đơn vị pH, mà vẫn lớn hơn 0,2 thì phải lặp lại qui trình đo với mẫu thử khác. Khi được hai giá trị hợp lệ thì tính giá trị trung bình.

10 Độ chính xác

Tiến hành phép thử liên phòng thí nghiệm giữa chín phòng thí nghiệm đo bảy mẫu. Tiến hành phân tích thống kê và thu được các kết quả sau:

Sử dụng nước (5.1) là dung dịch chiết: Giới hạn độ tái lập $R = 1,7$ đơn vị pH;

Sử dụng dung dịch KCl (5.2) là dung dịch chiết: Giới hạn độ tái lập $R = 1,1$ đơn vị pH.

CHÚ THÍCH Phân tích thống kê tiến hành theo ISO 5725-2, *Độ chính xác (độ đúng và độ chụm) của phương pháp và kết quả đo – Phần 2: Phương pháp cơ bản để xác định độ lặp lại và độ tái lập của một phương pháp đo chuẩn*.

11 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải gồm các thông tin sau:

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) giá trị pH trung bình, chính xác đến 0,1 đơn vị pH;
- c) loại dung dịch chiết sử dụng (nước hoặc dung dịch KCl);
- d) pH của dung dịch chiết;
- e) nhiệt độ của dung dịch chiết;
- f) bất kỳ các yếu tố nào gây ảnh hưởng tới kết quả đo, kể cả khả năng chống thấm ướt của mẫu thử;
- g) ngày tiến hành thử nghiệm.

Phụ lục A

(tham khảo)

Chuẩn bị dung dịch đệm tiêu chuẩn**A.1 Qui định chung**

Chỉ sử dụng thuốc thử loại phân tích. Chuẩn bị dung dịch đệm bằng cách sử dụng nước ít nhất là loại 3 theo qui định của TCVN 4851 : 1989 (ISO 3696 : 1987) và tiến hành chuẩn bị mới ít nhất một lần một tháng.

A.2 Dung dịch kali hydro phtalat pH 4,0 (0,05 mol/l)

Hoà tan 10,21 g kali hydro phtalat ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) vào nước cất hoặc nước khử ion trong bình định mức 1l và pha loãng đến vạch mức. pH của dung dịch này là 4,00 ở 20 °C và 4,01 ở 25 °C.

A.3 Dung dịch kali đihydro octophosphat và dung dịch đinatri hydro octophosphat pH 6,9 (0,08 mol/l)

Hoà tan 3,9 g kali đihydro octophosphat (KH_2PO_4) và 3,54 g dinatri hydro octophosphat (Na_2HPO_4) vào nước cất hoặc nước khử ion trong bình định mức 1l và pha loãng đến vạch mức.

pH của dung dịch này là 6,87 ở 20 °C và 6,86 ở 25 °C.

A.4 Dung dịch đinatri tetraborat pH 9,2 (0,01mol/l)

Hoà tan 3,80 g dinatri tetraborat decahydrat ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) vào nước cất hoặc nước khử ion trong bình định mức 1l và pha loãng đến vạch mức. pH của dung dịch này là 9,23 ở 20 °C và 9,18 ở 25 °C.
