

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11964:2017

ISO 18068:2014

Xuất bản lần 1

**VẬT LIỆU DỆT - XƠ BÔNG - PHƯƠNG PHÁP
ĐO HÀM LƯỢNG ĐƯỜNG BẰNG QUANG PHỔ**

Cotton fibres - Test method for sugar content - Spectrophotometry

HÀ NỘI - 2017

Lời nói đầu

TCVN 11964:2017 hoàn toàn tương đương với ISO 18068:2014.

TCVN 11964:2017 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

Lời giới thiệu

Xơ bông có hàm lượng đường bình thường có thể không ảnh hưởng đến quá trình kéo sợi. Nếu hàm lượng đường quá cao, nó có thể gây ra nấm mốc và thay đổi chất lượng xơ. Trong quá trình kéo sợi, hàm lượng đường quá cao cũng có thể gây xoắn hoặc đứt sợi, giảm sản lượng sợi và hiệu quả sản xuất. Đo quang phổ được sử dụng như một phương pháp định lượng để phát hiện tổng hàm lượng đường, và dung dịch axit 3,5-dihydroxytoluen-sulfuric được sử dụng như chất phát triển màu. Tiêu chuẩn này cung cấp thông tin cơ bản về hàm lượng đường của xơ bông.

Vật liệu dệt – Xơ bông – Phương pháp đo hàm lượng đường bằng quang phổ

Cotton fibres - Test method for sugar content – Spectrophotometry

CẢNH BÁO – Tiêu chuẩn này có thể đề cập đến các vật liệu, thao tác và thiết bị nguy hiểm. Tiêu chuẩn này không đề cập đến các rủi ro về an toàn. Người sử dụng tiêu chuẩn này phải thiết lập cách thực hành an toàn, vệ sinh và xác định khả năng áp dụng các giới hạn pháp lý trước khi sử dụng.

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định tổng hàm lượng đường trong xơ bông. Đo quang phổ được sử dụng như một phương pháp định lượng, và dung dịch axit 3,5-dihydroxytoluen-sulfuric được sử dụng như một chất phát triển màu. Tiêu chuẩn này áp dụng cho xơ bông.

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 1748:2007 (ISO 139:2005), *Vật liệu dệt – Môi trường chuẩn để điều hòa và thử*

TCVN 11962:2017 (ISO 1130:1975), *Xơ dệt – Phương pháp lấy mẫu để thử*

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

ISO 4793:1980, *Laboratory sintered (fritted) filters – Porosity grading, classification and designation* [Bộ lọc nung kết dùng trong phòng thử nghiệm - Độ xốp, phân loại và ký hiệu]

3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

3.1 Tỷ lệ phần trăm đường (percentage of sugars)

Tỷ lệ phần trăm tổng hàm lượng đường có chứa trong xơ bông (bao gồm đường chuyển hóa và đường không chuyển hóa) trên tổng khối lượng xơ bông trong môi trường chuẩn.

4 Nguyên tắc

Dưới tác dụng của chất hoạt động bề mặt không ion (axit béo alkanolamit), đường trong xơ bông bị hòa tan trong dung dịch nước, sau đó phân giải thành chất dẫn xuất furfural trong môi trường axit đậm đặc (H_2SO_4). Tiếp theo, chúng được kết hợp với 3,5-dihydroxitoluen để tạo được một phức chất có màu cam-vàng. Định lượng hàm lượng đường trong xơ bông bằng phương pháp đo quang phổ so với đường chuẩn ở bước sóng 425 nm.

5 Thiết bị, dụng cụ

5.1 Máy đo quang phổ, có dải bước sóng từ 200 nm đến 800 nm.

5.2 Cân điện tử, được lựa chọn như sau;

5.2.1 Dải đo ≥ 10 g, chính xác đến 0,001 g.

5.2.2 Dải đo ≥ 50 g, chính xác đến 0,1 g.

5.3 Bể cách thủy, có khả năng duy trì ở nhiệt độ không đổi (70 ± 2) °C.

5.4 Bình nón, dung tích 250 ml, có nắp nhám hoặc bình iot

5.5 Pipet, dung tích 1 ml, 2 ml và 5 ml.

Có thể sử dụng hệ thống pipet tự động có độ chính xác giống như pipet thủ công.

5.6 Bình định mức, dung tích 50 ml và 100 ml.

5.7 Ống đong chia độ, dung tích 100 ml và 1 000 ml.

5.8 Cốc có mỏ, dung tích 100 ml và 1 000 ml.

5.9 Ống so màu, dung tích 25 ml.

5.10 Bơm hút chân không

5.11 Bộ lọc, làm bằng thủy tinh chịu nhiệt có kích thước lỗ từ 40 μ m đến 100 μ m (lỗ loại P100 theo ISO 4793:1980)

5.12 Thiết bị lắc cơ học, tạo ra sự quay hoặc chuyển động đủ để đạt được sự trao đổi dễ dàng chất lỏng giữa xơ bông và dung dịch được sử dụng trong khi chuẩn bị chiết.

Phải cài đặt biên độ chuyển động tịnh tiến ở 30 mm ~ 70 mm và biên độ quay ở 20 mm ~ 60 mm của máy lắc cơ học. Chuyển động tịnh tiến ở tốc độ 60 min^{-1} hoặc tần số quay 30 min^{-1} được cho là thỏa mãn.

5.13 Cuvet, 1 cm

6 Thuốc thử

6.1 Nước cất hoặc nước loại 3, tuân theo TCVN 4851:1989 (ISO 3696:1987).

6.1 Axit sulfuric, cấp phân tích, 1,84 g/ml

6.3 3,5-Dihydroxytoluen, cấp phân tích.

6.4 Axit béo alkanolamit, cấp kỹ thuật.

6.5 D-fructose, cấp phân tích.

6.6 Chuẩn bị thuốc thử

6.6.1 Dung dịch 3,5-Dihydroxytoluen/axit sulfuric (0,2 %).

Cân và hòa tan 0,2 g 3,5-Dihydroxytoluen với 100 g H₂SO₄ (khoảng 54 ml) trong cốc có mỏ 100 ml và khuấy liên tục. Dung dịch này phải được chuẩn bị mới.

6.6.2 Dung dịch axit béo alkanolamit để xác định (0,4 g/l)

Hòa tan 0,4 g axit béo alkanolamit trong 1 000 ml nước và lưu giữ trong cốc có mỏ. Trộn đều.

6.6.3 Dung dịch axit béo alkanolamit để chiết (0,05 g/l)

Pha loãng 100 ml dung dịch (đã chuẩn bị theo 6.6.2) với nước thành 700 ml trong cốc có mỏ. Trộn đều.

7 Lấy mẫu

7.1 Lấy mẫu theo TCVN 11962:2017 (ISO 1130:1975). Lưu giữ các mẫu để tránh ảnh hưởng của nhiệt độ và độ ẩm.

7.2 Lựa chọn ngẫu nhiên một mẫu thử, không ít hơn 50 g, từ các mẫu phòng thử nghiệm. Loại bỏ các tạp chất thô và trộn đều.

7.3 Theo qui định trong TCVN 1748:2007 (ISO 139:2005), thử mẫu thử sau khi điều hòa trong môi trường chuẩn không ít hơn 48 h (hoặc cho đến khi sự chênh lệch giữa các lần cân liên tiếp được thực hiện ở các khoảng cách nhau 2 h không vượt quá 0,25 %).

7.4 Cân chính xác ba phần của mẫu thử đã chuẩn bị (từng phần phải cân 2,000 g ± 0,001 g), ghi lại khối lượng là *m*, và lưu giữ mẫu thử còn lại để sử dụng tiếp theo.

8 Cách tiến hành

8.1 Phép thử trắng

8.1.1 Dùng pipet hút 1,0 ml dung dịch axit béo alkanolamit 0,4 g/l (6.6.2) cho vào trong ống so màu 25 ml (5.9).

8.1.2 Thêm ngay 2,0 ml dung dịch 3,5-dihydroxytoluen/axit sulfuric (6.6.1) vào ống so màu đã gia nhiệt trước đến 70 °C trong bể cách thủy (5.3), và trộn chúng bằng cách lắc để tạo được dung dịch hỗn hợp, giữ dung dịch hỗn hợp ở nhiệt độ không đổi 70 °C trong 40 min. Lấy ống ra khỏi bể cách thủy. Sau đó, cho thêm 20 ml dung dịch axit béo alkanolamit (6.6.2) vào dung dịch hỗn hợp, trộn chúng bằng cách lắc ống, ngay lập tức làm nguội dung dịch hợp thành tới nhiệt độ phòng, đổ thêm dung dịch axit

béo alkanolamit 0,4 g/l (6.6.2) đến vạch mức và để yên trong 5 min để tạo thành dung dịch cuối cùng. Chuyển một lượng phù hợp của dung dịch cuối cùng vào cuvet 1 cm để tạo thành thuốc thử trắng. Đo và ghi lại độ hấp thụ của thuốc thử trắng ở bước sóng 425 nm bằng cách sử dụng máy đo quang phổ (5.1).

8.2 Xây dựng đường chuẩn

8.2.1 Chuẩn bị dung dịch chuẩn

8.2.1.1 Dung dịch chuẩn gốc

Chuẩn bị dung dịch gốc 2,0 mg/ml của D-fructose bằng cách hòa tan 0,200 g D-fructose với 100 ml nước.

8.2.1.2 Dung dịch chuẩn

Pha loãng 0,5 ml, 1,0 ml, 1,5 ml, 2,0 ml, 2,5 ml, 3,0 ml, 4,0 ml, và 5,0 ml dung dịch chuẩn gốc (xem 8.2.1.1), với nước trong các bình định mức 50 ml. Dung dịch này có chứa 0,02 mg/ml, 0,04 mg/ml, 0,06 mg/ml, 0,08 mg/ml, 0,10 mg/ml, 0,12 mg/ml, 0,16 mg/ml, và 0,20 mg/ml D-fructose tương ứng.

8.2.2 Thử dung dịch chuẩn

Dùng pipet hút 1,0 ml từng dung dịch chuẩn vào một ống so màu 25 ml khác, và xử lý từng phần trong ống khác nhau theo cách tương tự như mô tả trong 8.1.2.

8.2.3 Đường chuẩn

Xây dựng đường chuẩn với nồng độ của dung dịch đường chuẩn là trực hoành và trục tung là độ hấp thụ tương ứng (hiệu số giữa độ hấp thụ của dung dịch đường chuẩn trừ đi độ hấp thụ của thuốc thử trắng).

Do độ nhạy của dung dịch axit béo alkanolamit có thể thay đổi nhẹ trong một khoảng thời gian dài, cách thực hành tốt là xây dựng một đường chuẩn hàng tuần để điều chỉnh những thay đổi nhẹ trong đường chuẩn.

8.3 Xác định hàm lượng đường cho các mẫu thử

8.3.1 Cho ba mẫu thử (xem 7.4) vào ba bình nón 250 ml riêng biệt. Thêm 200 ml dung dịch axit béo alkanolamit 0,05 g/l (6.6.3) vào từng bình. Lắc 10 min trong máy lắc cơ học (5.12). Đảo xơ bông bằng đĩa thủy tinh. Lắc các bình thêm 10 min nữa và sau đó lọc riêng rẽ ba dung dịch mẫu thử qua ba bộ lọc (5.11) bằng cách sử dụng bơm hút chân không (5.10).

8.3.2 Dùng pipet hút 1,0 ml từng dung dịch trong số ba dung dịch mẫu thử (xem 8.3.1) vào trong từng ống so màu 25 ml riêng biệt. Xử lý theo cách tương tự như 8.1.2.

9 Tính và biểu thị kết quả

9.1 Đối với từng mẫu thử, điều chỉnh độ hấp thụ của mẫu thử bằng cách lấy hiệu số giữa độ hấp thụ của mẫu thử trừ đi độ hấp thụ của thuốc thử trắng. Xác định nồng độ dung dịch mẫu từ đường chuẩn. Tính tỷ lệ phần trăm đường theo công thức sau:

$$x = \frac{200 \times c}{1000 \times m} \times 100$$

Trong đó

- x tỷ lệ phần trăm đường, tính bằng %;
- c nồng độ dung dịch đường (mg/ml) là giá trị đọc từ đường chuẩn;
- m khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam.

9.2 Tính giá trị trung bình của các giá trị đo được, làm tròn đến hai chữ số sau dấu phẩy.

10 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Viện dẫn tiêu chuẩn này;
- b) Ngày nhận và ngày phân tích;
- c) Mô tả mẫu đã thử;
- d) Khối lượng của các mẫu thử;
- e) Dải đường chuẩn;
- f) Tỷ lệ phần trăm đường từ mẫu;
- g) Bất cứ sai lệch nào, do thỏa thuận hoặc lý do khác, so với qui trình được qui định.