

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN VIỆT NAM**

**TCVN 7429: 2004**

Xuất bản lần 1

**DA - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG OXIT CROM  
BẰNG CHUẨN ĐỘ IOT**

*Leather - Determination of chromic oxide content by iodometric titration*

**HÀ NỘI - 2004**

**Lời nói đầu**

TCVN 7429: 2004 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC 120 Sản phẩm Da biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ ban hành.

## Da - Xác định hàm lượng oxit crom bằng chuẩn độ iot

*Leather - Determination of chromic oxide by iodometric titration*

### 1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định hàm lượng oxit crom có trong da bằng chuẩn độ iot.

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

### 2 Tài liệu viện dẫn.

TCVN 7116: 2002 (ISO 2588: 1985), Da - Lấy mẫu - Số các mẫu đơn cho một mẫu tổng.

TCVN 7117: 2002 (ISO 2418:1972), Da - Mẫu phòng thí nghiệm - Vị trí và nhận dạng.

TCVN 7126: 2002 (ISO 4044:1977), Da - Chuẩn bị mẫu thử hoá.

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

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

**Hàm lượng oxit crom (chromic oxide content)**

Lượng crom có trong da đã thuộc bằng chất thuộc muối sulphat kiềm crom được biểu thị dưới dạng oxit crom ( $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ) và tính theo phần trăm khối lượng của da khô.

### 4 Nguyên tắc

Crom có trong da bị oxy hoá bằng axit perchloric và chuyển sang trạng thái hoá trị (VI). Hàm lượng oxit crom được xác định bằng phương pháp chuẩn độ iot dung dịch crom hoá trị (VI) này.

### 5 Thuốc thử

Trong quá trình thử, chỉ sử dụng thuốc thử có cấp độ phân tích.

5.1 Axit nitric ( $\text{HNO}_3$ ), 70 %;

## TCVN 7429: 2004

- 5.2 **Axit sulfuric** ( $H_2SO_4$ ), 98 %;
- 5.3 **Axit percloric** ( $HClO_4$ ), 60 % - 70 %;
- 5.4 **Axit phosphoric** ( $H_3PO_4$ ), 90 %;
- 5.5 **Dung dịch thuốc thử kali iodua** (KI), 100 g/l, dung dịch mới;
- 5.6 **Dung dịch chuẩn độ natri thiosunphat** ( $Na_2S_2O_3$ ), 0,1 N;
- 5.7 **Dung dịch chỉ thị hồ tinh bột**, 10 g/l hoặc **bột hồ tinh bột**.

**CHÚ THÍCH 1** Dung dịch chỉ thị hồ tinh bột nên pha mới hoặc cho thêm vài miligam thủy ngân iodua (Hg<sub>2</sub>I<sub>2</sub>) để giữ dung dịch được vài tháng.

5.8 **Nước cất** hoặc **nước đã khử ion**, phù hợp với yêu cầu về nước loại 3 của TCVN 4851: 1989 (ISO 3696: 1987).

## 6 Thiết bị, dụng cụ

- 6.1 **Bình nón chịu nhiệt**, hoặc **binh Kjeldahl**, dung tích 250 ml, có nút nhám.
- 6.2 **Buret**, dung tích 50 ml, loại A.
- 6.3 **Chén nung** hoặc **cốc nung**, bằng sứ trắng men, thạch anh hoặc platin.
- 6.4 **Cân phân tích**, có độ chính xác đến  $\pm 0,001$  g.
- 6.5 **Bình hút ẩm**.
- 6.6 **Bếp**, có thể điều chỉnh được nhiệt độ.
- 6.7 **Tủ sấy**, có thể duy trì ở nhiệt độ  $(102 \pm 2) ^\circ C$ .

## 7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

- 7.1 Trong trường hợp không có bất kỳ sự thoả thuận nào về việc lấy mẫu giữa các bên liên quan, cần tuân theo qui trình lấy mẫu qui định trong TCVN 7116: 2002 (ISO 2588: 1985). Các mẫu được lấy từ miếng da như qui định trong TCVN 7117: 2002 (ISO 2418: 1972).
- 7.2 Chuẩn bị mẫu theo qui định trong TCVN 7126: 2002 (ISO 4044: 1977).

## 8 Cách tiến hành

Da được cắt thành miếng nhỏ có kích thước 3 mm x 4 mm.

Cân một lượng da chính xác đến 0,01 g. Tùy theo từng loại da mà khối lượng mẫu thử cần lấy khác nhau, như nêu ra trong bảng 1

Bảng 1 - Khối lượng da cần lấy tương ứng với các loại da khác nhau

Loại da	Khối lượng da cần lấy g
Da thuộc đủ crom	1
Da thuộc bán crom	2
Da thuộc có hàm lượng crom thấp	2 - 5

Cho lượng da vừa cân vào bình nón dung tích 250 ml (6.1) cùng vài hạt thủy tinh. Thêm 10 ml axit nitric (5.1) và để trong 10 phút. Thêm 5 ml axit sulfuric (5.2) và 10 ml axit perchloric (5.3) hoặc 15 ml hỗn hợp hai axit này với tỉ lệ 1:2. Tiến hành đun sôi dung dịch trong bình trên bếp (6.6) với ngọn lửa vừa phải. Trong quá trình đun để một phễu nhỏ trên miệng bình sao cho nước có thể bay hơi mà không bị bắn ra ngoài. Đun liên tục cho đến khi dung dịch có màu vàng thì giảm nhiệt độ của bếp. Sau khi dung dịch chuyển hoàn toàn sang màu vàng đun thêm 2 phút, để nguội rồi pha loãng dung dịch với 100ml nước cất (5.8).

Tiếp tục đun sôi trong 10 phút để loại bỏ khí clo, để nguội và thêm 15 ml axit phosphoric (5.4) vào bình để loại bỏ ion sắt có trong dung dịch.

Cho thêm 20 ml dung dịch kali iodua (5.5) vào bình, đậy bình kín và để vào chỗ tối 10 phút.

Tiến hành chuẩn độ bằng dung dịch natri thiosunphat 0,1 N (5.6) cho đến khi dung dịch chuyển sang màu xanh nhạt. Trong quá trình chuẩn độ thêm 5 ml chất chỉ thị hồ tinh bột (5.7). Theo dõi và ghi lại thể tích dung dịch chuẩn độ đã tiêu hao.

**CHÚ THÍCH 2** Thêm axit nitric (5.1) vào bình trước khi cho hỗn hợp hai axit sulfuric (5.2) và perchloric (5.3) để tránh gây nổ do phản ứng của da và axit perchloric (5.3).

**CHÚ THÍCH 3** Có thể sử dụng khoảng 5 g - 7 g amoni perchlorat ( $NH_4ClO_4$ ) trong quá trình oxy hoá thay cho axit perchloric (5.3).

## 9 Biểu thị kết quả

### 9.1 Tính toán

Hàm lượng oxit crom,  $Cr_2O_3$ , có trong da được tính bằng phần trăm khối lượng chất khô, theo công thức sau:

$$(\%) Cr_2O_3 = \frac{V \times 0,002534 \times 100 \times F}{M_0}$$

trong đó:

## TCVN 7429: 2004

V là thể tích tiêu hao của dung dịch chuẩn độ, tính bằng mililit.

$M_0$  là khối lượng ban đầu của da, tính bằng gam;

1 ml  $\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$  0,1 N  $\approx$  0,002534 g  $\text{Cr}_2\text{O}_3$ ;

F là hệ số chuyển đổi theo chất khô.

$$F = \frac{100}{100 - W}$$

trong đó W là độ ẩm của da, tính bằng phần trăm khối lượng (xem phụ lục A).

### 9.2 Độ lặp lại

Kết quả của những lần xác định lặp lại giống nhau do cùng một người tiến hành không được khác nhau quá 0,2 % tính trên khối lượng ban đầu của mẫu thử.

### 9.3 Độ tái lập

Kết quả của hai lần xác định thực hiện bởi các nhân viên khác nhau, ở các phòng thí nghiệm khác nhau trên cùng loại mẫu thử không được khác nhau quá 0,5 %, tính trên khối lượng ban đầu của mẫu thử.

## 10 Báo cáo thử nghiệm

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

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- nhận dạng đầy đủ về mẫu thử;
- các kết quả thu được tính đến một chữ số thập phân;
- độ ẩm của da;
- các chi tiết đặc biệt có thể tác động đến kết quả.

**Phụ lục A**

(qui định)

**Phương pháp xác định độ ẩm của da****A.1 Nguyên tắc**

Da được sấy khô đến khối lượng không đổi, hàm lượng ẩm trong da được tính bằng phần trăm khối lượng của da.

**A.2 Thiết bị, dụng cụ**

**A.2.1 Bình cân, có nút nhám hoặc cốc cân.**

**A.2.2 Tủ sấy, có khả năng duy trì nhiệt độ ở  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .**

**A.2.3 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,001 g.**

**A.2.4 Bình hút ẩm.**

**A.3 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu**

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo qui định trong điều 7.

**A.4 Cách tiến hành**

Cân 3 g mẫu da với độ chính xác đến 0,01 g cho vào bình cân (A.2.1) đã biết trước khối lượng.

Sấy khô mẫu trong khoảng thời gian từ 12 giờ đến 16 giờ trong tủ sấy (A.2.2) ở nhiệt độ  $102\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Đưa mẫu sau khi sấy khô và để nguội trong bình hút ẩm 30 phút, ghi lại khối lượng.

Lặp lại quá trình sấy khô, làm nguội và cân cho đến khi kết quả hai lần cân liên tiếp không lệch nhau quá 0,003 g. Kết quả thu được là kết quả của lần cân cuối cùng.

**A.5 Tính toán kết quả**

Độ ẩm trong da,  $W$  được tính theo phần trăm khối lượng bằng công thức sau:

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

trong đó:

$m_0$  là khối lượng mẫu da ban đầu trước khi sấy, tính bằng gam;

$m_1$  là khối lượng mẫu da sau khi sấy, tính bằng gam.