

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 2130 : 2009

Xuất bản lần 2

**VẬT LIỆU DỆT –
VẢI BÔNG VÀ SẢN PHẨM VẢI BÔNG –
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH ĐỊNH TÍNH
HOÁ CHẤT CÒN LẠI**

Textiles –

Cotton fabrics and cotton products –

Methods of qualitative determinations of chemical residues

HÀ NỘI - 2009

Lời nói đầu

TCVN 2130 : 2009 thay thế TCVN 2130 : 1977.

TCVN 2130 : 2009 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.

Vật liệu dệt –

Vải bông và sản phẩm vải bông –

Phương pháp xác định định tính hoá chất còn lại

Textiles –

Cotton fabrics and cotton products –

Methods of qualitative determinations of chemical residues

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các phương pháp xác định định tính axit và bazơ, clo tự do, sunfua, sunphat và hồ tinh bột còn lại trên vải bông và sản phẩm vải bông do sử dụng những chất này trong quá trình xử lý.

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 công bố thì áp dụng 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.

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

ISO 5089, Textiles – Preparation of laboratory test samples and test specimens for chemical testing (Vật liệu dệt – Chuẩn bị mẫu phòng thí nghiệm và mẫu thử cho phép thử hoá).

3 Lấy mẫu

Lấy mẫu phòng thí nghiệm như qui định trong ISO 5089.

4 Phương pháp thử

4.1 Phương pháp xác định axit và bazơ

4.1.1 Nguyên tắc

Cho dịch chiết ra từ mẫu thử tác dụng với các dung dịch chỉ thị methyl da cam hoặc phenolphthalein. Nếu dung dịch thử đổi sang màu đỏ hoặc đỏ hồng thì chứng tỏ mẫu thử có axit hoặc bazơ.

4.1.2 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

- 4.1.2.1 Bếp điện.
- 4.1.2.2 Bình nón, có dung tích 250 ml.
- 4.1.2.3 Cân phân tích, có độ chính xác đến 0,001 g.
- 4.1.2.4 Cốc đốt, có dung tích 100 ml.
- 4.1.2.5 Đũa thủy tinh.
- 4.1.2.6 Ống nghiệm, có dung tích 10 ml.
- 4.1.2.7 Metyl da cam, dung dịch 1 %.
- 4.1.2.8 Phenolphthalein, dung dịch 1 %.
- 4.1.2.9 Nước cất, phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696).

4.1.3 Cách tiến hành

Cho khoảng 5 g đến 10 g mẫu thử đã được chuẩn bị theo Điều 3, cắt nhỏ thành 3 cm đến 5 cm vào trong bình nón dung tích 250 ml (4.1.2.2), thêm vào bình khoảng 20 ml đến 40 ml nước cất (4.1.2.9), lắc đều cho mẫu thử được thấm ướt hoàn toàn. Sử dụng đũa thủy tinh dìm mẫu thử ngập sâu vào trong nước, đặt bình nón lên bếp (4.1.2.1) và đun sôi trong 20 min. Khuấy mẫu liên tục trong thời gian đun. Sau đó, lấy bình nón ra, để nguội và gạn khoảng 5 ml đến 10 ml dịch chiết từ bình nón (4.1.2.2) sang ống nghiệm (4.1.2.6), thêm vào ống từ 3 giọt đến 5 giọt phenolphthalein (4.1.2.8) và lắc đều. Nếu dung dịch trong ống nghiệm chuyển sang màu hồng thì chứng tỏ trong mẫu thử có bazơ. Nếu dung dịch trong ống không có màu thì cho thêm vào dung dịch từ 3 đến 5 giọt dung dịch methyl da cam (4.1.2.7) và lắc đều. Nếu dung dịch chuyển sang màu đỏ vàng, thì chứng tỏ trong mẫu thử có axit. Nếu khi thử bazơ, dung dịch thử có màu đỏ hồng thì để xác định axit phải lấy một phần dịch chiết khác cho vào ống nghiệm khác và tiếp tục tiến hành như trên. Lặp lại phép thử ba lần.

4.2 Phương pháp xác định clo tự do

4.2.1 Nguyên tắc

Cho clo đẩy iốt ra khỏi muối của nó trong môi trường axit. Sử dụng hồ tinh bột để nhận biết sự có mặt của iốt giải phóng ra, từ đó biết được trong mẫu thử có clo hay không.

4.2.2 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

- 4.2.2.1 Cốc đốt, có dung tích 100 ml.
- 4.2.2.2 Ống nghiệm, có dung tích 10 ml.
- 4.2.2.3 Axít acetíc, dung dịch 6N.

- 4.2.2.4 Hỗn tinh bột, dung dịch 1 %.
- 4.2.2.5 Kali iodua, dung dịch 10 %.
- 4.2.2.6 Nước cất, phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696).

4.2.3 Cách tiến hành

Cho khoảng 1 g đến 2 g mẫu thử được chuẩn bị theo Điều 3 vào cốc đốt (4.2.2.1), rót thêm vào 10 ml đến 15 ml nước cất (4.2.2.6) và dùng đũa thuỷ tinh khuấy đều trong 15 min. Sau đó, cho thêm vào dung dịch 3 đến 5 giọt dung dịch axit acetic (4.2.2.3), 1 ml dung dịch kali iodua (4.2.2.5), 1 đến 2 giọt hỗn tinh bột (4.2.2.4) và lắc đều. Sau vài phút quan sát dung dịch, nếu dung dịch chuyển màu xanh thì chứng tỏ trong mẫu thử có tồn tại clo tự do. Trong trường hợp ngược lại, dung dịch trong cốc không chuyển màu thì chứng tỏ trong mẫu thử không có clo tự do. Lặp lại phép thử ba lần.

4.3 Phương pháp xác định gốc sunfua

4.3.1 Nguyên tắc

Cho dịch chiết của mẫu thử tác dụng với dung dịch chì acetat trong ống nghiệm hoặc trên giấy lọc. Nếu có gốc sunfua, dung dịch thử sẽ xuất hiện kết tủa đen hoặc trên giấy lọc sẽ xuất hiện những chấm đen của chì sunfua.

4.3.2 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

- 4.3.2.1 Bình nón, có dung tích 500 ml.
- 4.3.2.2 Đũa thuỷ tinh.
- 4.3.2.3 Giấy lọc.
- 4.3.2.4 Ống nghiệm, có dung tích 10 ml.
- 4.3.2.5 Ống nhỏ giọt.
- 4.3.2.6 Chì acetat, dung dịch 10 %.
- 4.3.2.7 Nước cất, phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696).

4.3.3 Cách tiến hành

Cho khoảng 5 g đến 10 g mẫu thử được chuẩn bị theo Điều 3 vào bình nón (4.3.2.1), cho thêm 100 ml nước cất (4.3.2.7) đã đun sôi hồi lưu 45 min đến 60 min (nếu không có tháp Vigorov để đun hồi lưu thì trong quá trình đun sôi phải thêm nước cất nóng để giữ nguyên thể tích dung dịch). Khi đun, phải dùng đũa thuỷ tinh (4.3.2.2) dìm ngập mẫu trong dung dịch. Sau khi đun xong lấy bình nón ra để nguội và gạn 3 ml đến 5 ml dung dịch trong bình nón sang ống nghiệm (4.3.2.4), thêm vào ống nghiệm 1 ml dung dịch chì acetat 10 % (4.3.2.6), lắc đều. Nếu trong dung dịch xuất hiện kết tủa đen thì chứng tỏ trong mẫu thử có sunfua. Khi kết tủa khó quan sát, lắc và nghiêng ống nghiệm sao cho kết tủa bám vào

thành ống nghiệm để quan sát dễ hơn. Sau khi chiết sunfua, cho phép đổ khoảng 5 ml dung dịch chiết trên giấy lọc sạch (4.3.2.3), sau đó dùng ống nhỏ giọt (4.3.2.5) nhỏ dung dịch chì acetat 10 % vào giữa. Nếu trên giấy lọc xuất hiện kết tủa đen thì chứng tỏ mẫu thử có sunfua. Lặp lại phép thử ba lần.

CHÚ THÍCH Nếu dung dịch chiết có màu đậm, cho phép pha loãng bằng nước cất để dễ phát hiện kết tủa.

4.4 Phương pháp xác định gốc sunphat

4.4.1 Nguyên tắc

Cho dung dịch chiết từ mẫu thử tác dụng với dung dịch bari clorua trong môi trường axit loãng, nếu có kết tủa trắng xuất hiện thì chứng tỏ mẫu có ion sunphat. Nếu hàm lượng ion sunphat nhỏ, phải thêm rượu etylic 90° vào dung dịch thử để dễ phát hiện ion sunphat.

4.4.2 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

- 4.4.2.1 Bình nón, dung tích 250 ml.
- 4.4.2.2 Cốc đốt, dung tích 100 ml.
- 4.4.2.3 Đũa thủy tinh.
- 4.4.2.4 Ống nghiệm, dung tích 10 ml.
- 4.4.2.5 Axit clohydric, dung dịch 10 %.
- 4.4.2.6 Bari clorua, dung dịch 10 %
- 4.4.2.7 Nước cất hai lần
- 4.4.2.8 Rượu etylic 90°.

4.4.3 Cách tiến hành

Cho mẫu thử được chuẩn bị theo Điều 3 vào bình nón (4.4.2.1), thêm vào 100 ml nước cất, đun sôi hồi lưu 30 phút. Khi đun phải dùng đũa thủy tinh (4.4.2.3) dìm ngập mẫu thử trong dung dịch. Nếu không có dụng cụ để đun hồi lưu thì đun bình thường, nhưng phải bổ sung thêm nước cất nóng trong khi đun. Đun xong lấy bình ra để nguội và lọc qua phễu thuỷ tinh có giấy lọc. Giữ phần dung dịch lọc lại để thử.

Lấy 5 ml dung dịch chiết đã chuẩn bị ở trên cho vào ống nghiệm, thêm 1 ml dung dịch axit clohydric (4.4.2.5), 1 ml dung dịch bari clorua 10 % (4.4.2.6), lắc đều. Nếu có xuất hiện kết tủa trắng chứng tỏ trong mẫu thử có sunphat. Trong trường hợp sau khi nhỏ bari clorua vào vẫn không có kết tủa trắng thì phải thêm vào ống nghiệm 3 ml đến 4 ml rượu etylic (4.4.2.8), lắc đều. Sau khi lắc nếu có kết tủa xuất hiện, chứng tỏ trong mẫu thử có ion sunphat. Lặp lại phép thử ba lần.

4.5 Phương pháp xác định hồ tinh bột

4.5.1 Nguyên tắc

Cho dịch chiết từ mẫu thử tác dụng với dung dịch iốt. Nếu dung dịch thử bị nhuộm màu xanh chứng tỏ mẫu thử có hồ tinh bột.

4.5.2 Thiết bị, dụng cụ và thuốc thử

4.5.2.1 Bình nón, có dung tích 250 ml.

4.5.2.2 Ống nghiệm, có dung tích 10 ml.

4.5.2.3 Đũa thủy tinh.

4.5.2.4 Iốt, dung dịch 1 % trong kali iodua.

4.5.2.5 Nước cất, phù hợp với TCVN 4851 (ISO 3696).

4.5.3 Cách tiến hành

Cho mẫu thử vào bình nón (4.5.2.1), thêm 50 ml đến 100 ml nước cất (4.5.2.5), dùng đũa thủy tinh (4.5.2.3) đập ngập mẫu thử trong nước, đun sôi trong 5 min (vừa đun vừa khuấy đảo mẫu). Sau đó, lấy bình ra gạn 5 ml dịch chiết từ mẫu sang ống nghiệm (4.5.2.2), thêm vào ống nghiệm 2 ml dung dịch iốt (4.5.2.4), lắc đều. Nếu màu của dung dịch trong ống nghiệm chuyển thành màu xanh tím thì chứng tỏ trong mẫu thử có hồ tinh bột. Lặp lại phép thử ba lần.

Đối với trường hợp vải có màu thì phải căn cứ vào sự thay đổi màu của dung dịch thử sau khi cho thêm iốt vào để kết luận cho chính xác.

4.6 Báo cáo thử nghiệm

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

- viện dẫn tiêu chuẩn này;
- qui trình lấy mẫu;
- các kết quả thu được;
- bất kỳ sai khác nào so với các qui trình đã qui định;
- ngày thử nghiệm.