

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 9555:2013**

**ISO 13365:2011**

Xuất bản lần 1

**DA – PHÉP THỬ HÓA – XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CÁC  
CHẤT BẢO QUẢN (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) CÓ TRONG  
DA BẰNG SẮC KÝ LỎNG**

*Leather – Chemical tests – Determination of the preservative  
(TCMTB, PCMC, OPP, OIT) content in leather by liquid chromatography*

HÀ NỘI – 2013

**Lời nói đầu**

TCVN 9555:2013 hoàn toàn tương đương với ISO 13365:2011.

TCVN 9555:2013 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 120 Sản phẩm đa biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Da – Phép thử hóa –

### Xác định hàm lượng các chất bảo quản (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) có trong da bằng sắc ký lỏng

*Leather – Chemical tests – Determination of the preservative (TCMTB, PCMC, OPP, OIT) content in leather by liquid chromatography*

#### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định hàm lượng các chất bảo quản sau:

- 2-(thioxyanometylthio)-benzothiazol (TCMTB);
- 4-clo-3-metylphenol (PCMC);
- 2-phenylphenol (OPP);
- 2-octylisothiazol-3(2H)-one (OIT);

có trong da bằng sắc ký lỏng.

Chất bảo quản cần thiết để bảo vệ da tránh khỏi sự tấn công của các vi sinh vật.

**CHÚ THÍCH** Có thể xác định chất bảo quản 4-clo-3-metylphenol (PCMC) và 2-phenylphenol (OPP) theo ISO 17070 và định lượng bằng phương pháp sắc ký khí/khối phổ (GC/MS).

#### 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 7117 (ISO 2418), *Da – Phép thử vật lý, cơ lý, hóa học và độ bền màu – Vị trí lấy mẫu*

TCVN 7126 (ISO 4044), *Da - Phép thử hóa – Chuẩn bị mẫu thử hóa*

ISO 4684, *Leather – Chemical tests – Determination of volatile matter* (Da – Phép thử hóa – Xác định chất dễ bay hơi).

## **TCVN 9555:2013**

### **3 Nguyên tắc**

Mẫu đã được chiết bằng dung môi thích hợp sử dụng sóng siêu âm. Dịch chiết sau khi lọc được phân tích bằng sắc ký lỏng hiệu năng cao (HPLC) với bộ phát hiện tử ngoại (UV)

### **4 Thuốc thử**

- 4.1 TCMTB**, tối thiểu 99,7 %.
- 4.2 Dung dịch gốc TCMTB**, 500 mg/l trong axetonitril.
- 4.3 PCMC**, tối thiểu 99,5 %.
- 4.4 Dung dịch gốc PCMC**, 500 mg/l trong axetonitril.
- 4.5 OPP**, tối thiểu 99,5 %.
- 4.6 Dung dịch gốc OPP**, 500 mg/l trong axetonitril.
- 4.7 OIT**, tối thiểu 97,0 %.
- 4.8 Dung dịch gốc OIT**, 500 mg/l trong axetonitril.
- 4.9 Axetonitril**, Loại HPLC.
- 4.10 Nước**, Loại HPLC.

### **5 Thiết bị, dụng cụ và vật liệu**

Sử dụng các thiết bị, dụng cụ phòng thí nghiệm thông thường và các thiết bị, dụng cụ sau đây.

- 5.1 Cân phân tích**, cân chính xác đến 0,1 mg.
- 5.2 Hệ máy HPLC**, với bộ phát hiện UV hoặc detector thích hợp khác.
- 5.3 Cột tách**, pha đảo C8 hoặc C18 với cột điều chế tương ứng.
- 5.4 Bể siêu âm**, ví dụ 40 kHz.
- 5.5 Màng lọc**, polyamit, 0,45 µm.

## 6 Cách tiến hành

### 6.1 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu

Nếu có thể, lấy mẫu theo TCVN 7117 (ISO 2418) và nghiền da theo quy định của TCVN 7126 (ISO 4044). Nếu không thể lấy mẫu theo quy định của TCVN 7117 (ISO 2418) (ví dụ trong trường hợp da được lấy từ các sản phẩm đã hoàn thiện như giày, quần áo), thì chi tiết về việc lấy mẫu phải được nêu trong báo cáo thử nghiệm.

Da ướt bán thành phẩm như da thuộc crom và da thuộc trắng phải được làm khô theo TCVN 7126 (ISO 4044) trước khi nghiền.

### 6.2 Chuẩn bị dung dịch phân tích

Cân ( $1 \pm 0,01$ ) g mẫu da đã được nghiền chính xác đến 0,001 g trong bình nón 100 ml. Dùng pipet lấy 20 ml axetonitril (4.9) cho vào mẫu da trên. Chiết mẫu da trong bể siêu âm (5.4) trong  $1 \text{ h} \pm 5 \text{ min}$  (80 % công suất siêu âm) ở nhiệt độ phòng. Trong quá trình chiết, nhiệt độ hỗn hợp tăng đến khoảng  $35 \text{ }^\circ\text{C}$ .

Sau đó, lọc một phần dịch chiết qua màng lọc (5.5) vào một lọ nhỏ thích hợp.

Phân tích dịch lọc bằng phương pháp HPLC (5.2) và định lượng chất bảo quản phát hiện được.

### 6.3 Điều kiện sắc ký

#### Đề nghị:

Cột tách:	cột pha đảo (RP) (C18 HD, 250 mm/4 mm, 100 Å, 5 µm) với cột điều chế
Tốc độ dòng:	0,8 ml/min
Pha động:	A: nước, B: axetonitril
Gradient:	đẳng hệ 60 % B trong 6 min, sau đó tuyến tính đến 90 % B trong 9 min
Nhiệt độ cột:	$30 \text{ }^\circ\text{C}$
Bộ phát hiện UV	275 nm
Thể tích bơm	20 µl

### 6.4 Hiệu chuẩn

Thực hiện hiệu chuẩn theo phương pháp chuẩn ngoại. Chuẩn bị các dung dịch gốc chất bảo quản (4.2, 4.4, 4.6 và 4.8) được pha loãng thích hợp (trong axetonitril). Sử dụng ít nhất sáu mức nồng độ trong quá trình hiệu chuẩn. Thực hiện hiệu chuẩn bằng cách vẽ đồ thị vùng pic (peak) chất bảo quản tương quan với nồng độ, tính bằng microgram trên mililit ( $\mu\text{g/ml}$ ).

Khi nồng độ chất bảo quản khác xa với dự kiến, thì không thể biểu thị toàn bộ phạm vi chỉ bằng một đường cong hiệu chuẩn.

## 7 Tính toán

Tính toán phần khối lượng,  $w_i$ , của tất cả các chất bảo quản có trong da phát hiện được, tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg), theo công thức sau:

$$w_i = \frac{\rho \cdot V \cdot F \times 1000}{m \times 1000}$$

trong đó

$w_i$  là phần khối lượng của chất bảo quản có trong da, tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg);

$\rho$  là nồng độ khối lượng của chất bảo quản thu được từ quá trình hiệu chuẩn, tính bằng microgam trên mililit ( $\mu\text{g/ml}$ );

$V$  là thể tích dịch chiết, tính bằng mililit (ml);

$F$  là hệ số pha loãng;

$m$  là khối lượng của mẫu được cân, tính bằng gam (g);

Phần khối lượng của mỗi chất bảo quản được làm tròn đến 0,1 mg, tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg).

Phần khối lượng của chất bảo quản dựa trên chất khô, theo ISO 4684, có thể được tính theo công thức sau:

$$w_{dm} = w \cdot D$$

trong đó

$w_{dm}$  là phần khối lượng chất bảo quản của mẫu dựa trên chất khô, tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg);

$w$  là phần khối lượng chất bảo quản của mẫu được thử, tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg);

$D$  là hệ số tính toán lại cho chất khô;

$$D = \frac{100}{100 - w_v}$$

$w_v$  là phần khối lượng của chất bay hơi, theo ISO 4684, tính bằng một phần trăm.

## 8 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) viện dẫn tiêu chuẩn này, ví dụ "TCVN 9555:2013 (ISO 13365:2011)";
- b) loại, nguồn gốc, ký hiệu của sản phẩm được phân tích và phương pháp lấy mẫu đã sử dụng ;
- c) loại bộ phát hiện sắc ký lỏng;
- d) kết quả phân tích của mỗi phần khối lượng chất bảo quản được làm tròn đến một số thập phân, tính bằng miligam trên kilôgam (mg/kg);
- e) bất kỳ sai khác nào so với quy trình phân tích.

**Thư mục tài liệu tham khảo**

- [1] ISO 17070, *Leather – Chemical tests – Determination of pentachlorophenol content.*
-