

**TCVN**

**TIÊU CHUẨN QUỐC GIA**

**TCVN 7129:2010**

**ISO 4048:2008**

Xuất bản lần 2

**DA – PHÉP THỬ HOÁ HỌC – XÁC ĐỊNH CHẤT  
HÒA TAN TRONG DICLOMETAN VÀ  
HÀM LƯỢNG AXÍT BÉO TỰ DO**

*Leather – Chemical tests – Determination of matter soluble in  
dichloromethane and free fatty acid content*

HÀ NỘI - 2010

## Lời nói đầu

TCVN 7129:2010 thay thế TCVN 7129:2002.

TCVN 7129:2010 hoàn toàn tương đương với ISO 4048:2008.

TCVN 7129:2010 do Ban kỹ thuật Tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC 120 Sản phẩm da biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

## Da – Phép thử hoá học – Xác định chất hòa tan trong diclometan và hàm lượng axit béo tự do

*Leather – Chemical tests – Determination of matter soluble in dichloromethane and free fatty acid content*

### 1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp xác định các chất có trong da mà hòa tan được trong diclometan. Phương pháp này có thể áp dụng cho tất cả các loại da.

Không phải tất cả các chất béo và các chất tương tự có thể chiết được từ da bằng các dung môi hữu cơ; chúng có thể hòa tan một phần và liên kết một phần với da. Mặt khác, dung môi có thể hòa tan những chất không phải là chất béo, ví dụ lưu huỳnh và các chất tẩm, cả hai chất này đều gây khó khăn cho việc xác định chỉ số axit và chỉ số xà phòng hóa của chất béo.

Tiêu chuẩn này qui định hai phương pháp chiết chất béo: 1) chiết bằng thiết bị chiết Soxhlet; và 2) chiết bằng hệ thống chiết được điều áp.

Khi việc chiết được làm thường xuyên cùng với việc xác định hàm lượng axit béo tự do có trong da, phương pháp chiết này là một qui trình phù hợp để xác định axit béo tự do.

Thiết bị, dụng cụ và kỹ thuật sử dụng trong phương pháp này cũng phù hợp để chiết bằng dung môi không phải là diclometan (mặc dù điều kiện nhiệt độ có thể cần thay đổi đối với việc chiết ở áp suất cao).

### 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 hoá, cơ lý và độ bền màu - Vị trí lấy mẫu*

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

ISO 4098, *Leather – Chemical tests – Determination of water-soluble matter, water-soluble inorganic matter and water-soluble organic matter* (Da - Phép thử hoá học - Xác định chất có thể tan trong nước, chất vô cơ có thể tan trong nước và chất hữu cơ có thể tan trong nước)

ISO 4684, *Leather – Chemical tests – Determination of volatile matter* (Da - Phép thử hoá học - Xác định chất bay hơi)

### 3 Thuật ngữ và định nghĩa

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

#### 3.1

**Chất chiết được (extractable substances)**

Các chất béo và chất hòa tan khác có thể chiết từ da bằng diclometan.

#### 3.2

**Hàm lượng axit béo tự do (free fatty acid content)**

Hàm lượng axit béo có trong chất chiết được khi xác định bằng phương pháp chiết và biểu thị dưới dạng axit oleic.

### 4 Nguyên tắc

Da đã chuẩn bị được chiết bằng diclometan. Làm bay hơi dung môi khỏi chất chiết sau khi sấy khô chất chiết ở 102 °C. Sau đó có thể phân tích chất chiết thu được để xác định hàm lượng axit béo tự do có trong da.

### 5 Thuốc thử

Trong khi phân tích, chỉ sử dụng các thuốc thử có cấp độ phân tích đã biết.

#### 5.1 Xác định các chất hòa tan được trong diclometan

5.1.1 Diclometan, điểm sôi từ 38 °C đến 40 °C, vừa mới chưng cất và đựng trong một bình sẫm màu, đặt trên canxi ôxít. Diclometan để lâu phải được thử như sau để phát hiện sự tạo thành của axit clohydric.

- Lắc 10 ml diclometan cùng với 1 ml dung dịch bạc nitrat 0,1 mol/l.
- Nếu dung dịch bạc nitrat vẫn đục, phải chưng cất lại diclometan và giữ trong một bình sẫm màu, đặt trên canxi ôxít.

**CẢNH BÁO – Diclometan có tính độc và phải có lưu ý khi sử dụng. Phải tuân theo hướng dẫn của nhà cung cấp.**

#### 5.2 Xác định hàm lượng axit béo tự do có trong da

5.2.1 Dung môi đã pha, một hỗn hợp tương đương thể tích của ete dietyl và etanol 95 % (phần thể tích), được trung hòa cùng với natri hydroxit 0,1 mol/l (sử dụng phenolphtalein làm chất chỉ thị).

Nếu sử dụng các dung môi khác vì bất kỳ mục đích gì thì dung môi hoặc các dung môi được sử dụng phải ghi trong báo cáo thử nghiệm.

5.2.2 Natri hydroxit, dung dịch chuẩn 0,1 mol/l.

5.2.3 Dung dịch chỉ thị phenolphtalein; 10 g/l được điều chế trong etanol 95 % (phần thể tích).

Trong việc xác định các dung dịch sẫm màu, để tạo thuận lợi cho việc quan sát điểm cuối của sự chuẩn độ có thể thay phenolphthalein bằng thymolphthalein hoặc xanh kiềm 6B. Ngoài ra, có thể thêm 1 ml dung dịch xanh metylen 0,1 % vào mỗi 100 ml dung dịch phenolphthalein trước khi chuẩn độ. Nếu có thể, tốt hơn nên sử dụng phenolphthalein.

CHÚ THÍCH: Diclomatan đã sử dụng cho phân tích này có thể thu hồi và sử dụng lại sau khi chưng cất.

## 6 Thiết bị, dụng cụ

6.1 **Thiết bị chiết Soxhlet**, bao gồm một bình chiết có dung tích phù hợp và một bình ngưng, hoặc hệ thống chiết được điều áp, bao gồm bình chiết có dung tích phù hợp.

6.2 **Ống giấy lọc**, có kích thước phù hợp, hoặc **phễu lọc bằng thủy tinh** phù hợp.

6.3 **Tủ sấy**, có khả năng duy trì ở  $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

6.4 **Cân phân tích**, có khả năng cân chính xác đến 0,1 mg.

6.5 **Bình hút ẩm**, phù hợp để làm mát bình chiết.

6.6 **Bông thủy tinh hoặc miếng chèn bằng bông**.

Nếu sử dụng miếng chèn bằng bông, thì miếng chèn này phải được chiết sơ bộ trong diclomatan (5.1.1).

## 7 Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu thử

Nếu có thể, lấy mẫu theo TCVN 7117 (ISO 2418). Nếu không thể lấy mẫu theo TCVN 7117 (ISO 2418) thì chi tiết của việc lấy mẫu phải ghi trong báo cáo thử nghiệm. Nghiền da theo TCVN 7126 (ISO 4044).

Các mẫu phải được phân tích hai lần.

## 8 Cách tiến hành

### 8.1 Qui định chung

Sử dụng cân phân tích (6.4) cân chính xác  $(10 \pm 0,1)$  g mẫu đã chuẩn bị và ấn đều vào ống giấy lọc hoặc phễu lọc bằng thủy tinh (6.2). Phủ lên da một lớp mỏng bông thủy tinh hoặc miếng chèn bằng bông (6.6).

Sấy khô bình chiết (xem 6.1) với bốn hạt thủy tinh trong đó bằng cách gia nhiệt trong 30 min ở  $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$ .

Cân sau khi làm mát trong bình hút ẩm (6.5).

CHÚ THÍCH: Nếu không tiến hành xác định axit béo tự do, có thể dùng các viên đá bọt thay cho các hạt thủy tinh.

Hai phương pháp chiết chất béo được mô tả: 1) chiết bằng thiết bị Soxhlet (xem 8.2); và 2) chiết bằng hệ thống chiết được điều áp (xem 8.3). Trong trường hợp có tranh chấp, phải sử dụng thiết bị Soxhlet.

### 8.2 Chiết bằng thiết bị Soxhlet

8.2.1 Đặt mẫu thử đã chuẩn bị theo 8.1 vào thiết bị chiết và bắt đầu chiết liên tục với diclomatan (xem 8.2.2); sau ít nhất 30 lần thay đổi dung môi, chưng cất diclomatan từ bình có chứa chất chiết (xem 8.2.3).

## TCVN 7129:2010

Sấy khô chất chiết 4 h trong tủ sấy (6.3), duy trì ở  $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$  (nếu nhìn thấy có các giọt nước trước khi sấy khô, thêm 1 ml đến 2 ml etanol). Cân sau khi làm mát 30 min trong bình hút ẩm.

Lặp lại các thao tác sấy khô, làm mát và cân, nhưng với thời gian sấy khô 1 h, cho đến khi hoặc khối lượng mất đi tiếp theo không vượt quá 0,01 g, hoặc tổng thời gian sấy khô là 8 h (xem 8.2.3).

8.2.2 Diclometan (5.1.1) cũng có thể hòa tan các chất không béo có trong da, ví dụ như lưu huỳnh. (Có thể nhận biết sự có mặt của lưu huỳnh bởi chất kết tủa màu vàng có trong bình). Do lưu huỳnh gây cản trở, có thể tách lưu huỳnh ra theo cách sau.

- Hòa tan chất chiết trong một lượng dietyl ete nhỏ nhất có thể và lọc qua một miếng chèn bằng bông nhỏ (6.6) cho vào một bình đã cân trước.
- Sau khi rửa cẩn thận bộ lọc có miếng chèn bằng bông chứa ete, tách ete từ chất chiết trong bình bằng cách chưng cất trên thiết bị cách thủy nóng, lúc này không được đun nóng bằng thiết bị có ngọn lửa hoặc phát lửa.
- Nếu lưu huỳnh lại kết tủa, thì lặp lại qui trình trên.
- Sau khi đã chưng cất hết dietyl ete, sấy khô bình và cặn, và cân.

8.2.3 Có thể sử dụng chất chiết để phân tích, ví dụ để xác định chỉ số axit và chỉ số xà phòng hóa của chất béo, hoặc để xác định lượng axit béo tự do có trong da.

CHÚ THÍCH Sau khi đã loại bỏ dung môi, có thể sử dụng da đã chiết để xác định các chất hòa tan được trong nước theo ISO 4096.

### 8.3 Chiết bằng hệ thống chiết được điều áp

Đặt mẫu thử đã chuẩn bị theo 8.1 ở trên vào thiết bị chiết, và cho vào một lượng diclometan thích hợp. Mẫu phải được đun sôi ở  $180 ^\circ\text{C}$  trong 40 min. Sau đó, chưng cất một lượng vừa đủ diclometan từ bình có chứa chất chiết để đảm bảo ống chiết không còn dung môi. Tiếp tục chiết trong 40 min nữa bằng diclometan đã chưng cất bằng cách cho thấm qua mẫu thử da và thu lại trong bình chiết ở phía dưới. Cuối cùng, chưng cất lượng diclometan còn lại từ bình có chứa chất chiết (xem 8.2.2 và 8.2.3).

Sấy khô chất chiết 4 h trong tủ sấy (6.3), duy trì ở  $(102 \pm 2) ^\circ\text{C}$  (nếu nhìn thấy có các giọt nước trước khi sấy khô, thêm 1 ml đến 2 ml etanol). Cân sau khi làm mát 30 min trong bình hút ẩm.

Lặp lại các thao tác sấy khô, làm mát và cân, nhưng với thời gian sấy khô 1 h, cho đến khi hoặc khối lượng mất đi tiếp theo không vượt quá 0,01 g, hoặc tổng thời gian sấy khô là 8 h (xem 8.2.3).

### 8.4 Xác định hàm lượng axit béo tự do

Thêm 40 ml dung môi đã pha (5.2.1) vào bình có chứa chất chiết đã cân thu được từ 8.2 hoặc 8.3. Thêm 0,5 ml dung dịch chỉ thị phenolphthalein (5.2.3) vào bình.

Hòa tan hoàn toàn chất chiết bằng cách quay bình, làm ấm nếu cần. Làm mát và chuẩn độ nhanh dung dịch cùng với dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l (5.2.2), lắc mạnh trong khi chuẩn độ, cho đến khi có sự thay đổi màu nhẹ nhưng rõ ràng, bền màu trong 15 s, xác định được điểm cuối.

## 9 Biểu thị kết quả

### 9.1 Tính toán

Chất chiết được trong diclometan, biểu thị theo phần trăm khối lượng chất khô, tính bằng công thức:

$$\frac{m_1}{m_0} \times 100 \times F$$

trong đó

$m_0$  là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam;

$m_1$  là khối lượng của chất chiết, tính bằng gam;

và

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

trong đó,  $w$  là phần khối lượng của chất bay hơi (theo ISO 4684), tính bằng phần trăm.

Hàm lượng axit béo tự do, biểu thị dưới dạng axit oleic,  $C_{18}H_{34}O_2$ , được biểu thị theo phần trăm khối lượng, tính bằng công thức:

$$\frac{V}{m_0} \times 2,82 \times F$$

trong đó

$V$  là thể tích của dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l được dùng để chuẩn độ, tính bằng mililit;

$m_0$  là khối lượng của mẫu thử, tính bằng gam;

và 1 ml dung dịch natri hydroxit 0,1 mol/l (5.2.2) sẽ chuẩn độ cho 0,028 2 g axit oleic.

### 9.2 Độ lặp lại

Kết quả của hai lần xác định lặp lại được thực hiện bởi cùng một người trong cùng một phòng thí nghiệm phải không được chênh lệch quá 0,2 %, tính trên khối lượng ban đầu của da.

### 9.3 Độ tái lập

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

## 10 Báo cáo thử nghiệm

Báo cáo thử nghiệm phải bao gồm các nội dung sau:

a) viện dẫn tiêu chuẩn này;

**TCVN 7129:2010**

- b) nhận biết toàn bộ mẫu;
- c) đặc tính của (các) dung môi đã sử dụng;
- d) giá trị trung bình của kết quả đạt được, lấy đến một số sau dấu phẩy;
- e) chi tiết của bất kỳ sai lệch nào so với qui trình hoặc điều kiện thử nghiệm mà có thể ảnh hưởng đến kết quả;
- f) chi tiết qui trình chiết đã sử dụng.



**Phụ lục A**  
(tham khảo)

**So sánh trên năm mẫu thử da**

Thực hiện so sánh trên năm mẫu thử da để xác định sự khác nhau giữa hệ thống chiết được điều áp và chiết bằng thiết bị Soxhlet chuẩn.

Các kết quả đưa ra trong Bảng A.1 là giá trị trung bình của ba lần phân tích.

**Bảng A.1 – Số liệu so sánh trên năm mẫu thử da khác nhau**

Mẫu thử	Chiết bằng thiết bị Soxhlet		Chiết bằng dung môi trong hệ thống điều áp	
	Đã loại bỏ mỡ %	Sai lệch chuẩn	Đã loại bỏ mỡ %	Sai lệch chuẩn
Màu vỏ nâu	5,4	0,2	5,3	0,2
Màu be	3,3	0,1	3,2	0,3
Màu xanh nhạt	10,0	0,2	9,4	0,1
Màu xanh đậm	12,3	0,2	12,0	0,2
Màu đen	9,6	0,1	9,1	0,2