

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5456-1991
(ISO 2870-1986)

CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT
CHẤT TẨY RỬA

Xác định chất hoạt động anion thủy phân được
và không thủy ngân được trong điều kiện axit

HÀ NỘI

LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5456-1991 phù hợp với ISO 2870 - 1986 .

TCVN 5456-1991 do Trung tâm Tiêu chuẩn - Chất lượng biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo quyết định số 487/QĐ ngày 8 tháng 8 năm 1991.

CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT
CHẤT TẨY RỬA

Xác định chất hoạt động anion
thủy phân được và không thủy phân
được trong điều kiện axit

Surface active agents

Detergents

Determination of anionic active
matter hydrolyzable and non-hydrolyzable
under acid conditions

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các chất tẩy rửa, qui định phương pháp xác định chất hoạt động anion thủy phân được và không thủy phân được trong điều kiện axit.

Chất hoạt động này bao gồm các alkyl sunfat và hidroxisunfat alkylfenol và alcol ethoxisunfat béo.

Khối lượng phân tử trung bình tương đối của hai loại chất hoạt động cần được biết hoặc cần được xác định trước nếu như hàm lượng của chúng được biểu thị bằng phần trăm khối lượng, nếu trong chất tẩy rửa chứa peborat thì phải phân hủy trước khi thủy phân.

Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 2870-1986.

1. NGUYÊN TẮC

Chuẩn độ một phần lấy ra của dung dịch mẫu bằng dung dịch benzethoni clorua theo qui trình chuẩn độ trực tiếp hai pha theo TCVN 5455-1991 (ISO 2271-1972).

Thủy phân bằng phương pháp hồi lưu trong điều kiện axit, một phần thứ hai của dung dịch mẫu sau khi đã phá hủy (nếu cần) peborat trong mẫu bằng cách thêm natri sunfit.

Chuẩn độ chất hoạt động anion không bị thủy phân bằng benze-thoni clorua như trước.

Tính các hàm lượng của chất hoạt động anion thủy phân được và không thủy phân được từ các kết quả thu được.

2. THUỐC THỬ

Trong quá trình phân tích chỉ sử dụng các thuốc thử thuộc loại tinh khiết phân tích và nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

Ngoài các thuốc thử đã có trong TCVN 5455-1991 (Iso 2271-1972) còn có thêm các loại sau :

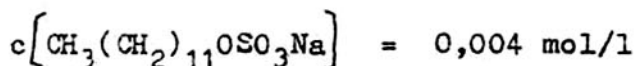
2.1. Clorofom, ρ_{20} 1,48 g/ml được cất và lấy ở khoảng nhiệt độ 59,5° - 61,5°C.

2.2. Axit sunfuric, dung dịch 245 g/l.

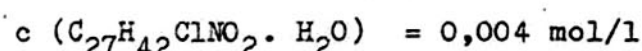
2.3. Axit sunfuric, dung dịch 49 g/l.

2.4. Natri hidroxit, dung dịch chuẩn c (NaOH) = 1,0 mol/l.

2.5. Natri lauryl sunfat, dung dịch chuẩn



2.6. Benzethoni clorua, dung dịch chuẩn



2.7. Phenophtalein, dung dịch 10 g/l trong etanol.

2.8. Dung dịch chất chỉ thị hỗn hợp.

2.9. Axit sunfuric, dung dịch 490 g/l.

2.10. Natri hidroxit, dung dịch 400 g/l.

2.11. Natri hidroxit, dung dịch 40 g/l.

2.12. Natri Sunfit, dung dịch 20 g/l.

3. THIẾT BỊ

Các thiết bị của phòng thí nghiệm thông thường là :

3.1. Bình nón, dung tích 250 ml, có ống nối thủy tinh hình côn mài nhám.

3.2. Ống sinh hàn hồi lưu làm lạnh bằng nước, phía dưới có ống mài nhám để lắp vào ống nối của bình nón (3.1).

4. LẤY MẪU

Mẫu trong phòng thí nghiệm của chất tẩy rửa được chuẩn bị và bảo quản theo TCVN 5454-1991 (ISO 607-1967).

5. CÁCH TIẾN HÀNH

5.1. Mẫu cân và dung dịch thử

Cân, với độ chính xác 0,001 g, một mẫu chứa 3 đến 5 mili đương lượng chất hoạt động anion, hoà tan trong 100 ml nước. Chuyển toàn bộ dung dịch vào một bình định mức 1000 ml và pha loãng đến vạch mức (dung dịch thử A).

5.2. Xác định tổng số chất hoạt động anion.

Theo TCVN 5455-1991 (ISO 2271-1972) với phần dung dịch phân tích là 25 ml dung dịch A (5.1).

5.3. Xác định chất hoạt động anion bị thủy phân

Dùng pipet lấy 25 ml dung dịch A (5.1) cho vào bình nón (3.1). Thêm 5ml dung dịch axit sunfuric (2.9) và vài viên đá bọt. (Nếu trong mẫu có peborat thì thêm 10 ml dung dịch natri sunfit (2.12) Lắp ống sinh hàn đã được rửa sạch bằng nước hồi lưu (3.2) và đun hồi lưu trong 3 giờ. Đun nóng cẩn thận để ngay từ đầu không sủi bọt mạnh.

Để nguội sau 3 giờ đun hồi lưu, rửa sạch ống sinh hàn hồi lưu với ít nhất 5 ml nước, tháo bình nón ra, rửa ống nối bằng một ít nước, hứng nước rửa bỏ vào bình nón.

Thêm vài giọt dung dịch phenolphthalein (2.7) và trung hoà bằng dung dịch natri hidroxit (2.10), cùng một lúc cho ngay phần lớn lượng dung dịch natri hidroxit và kết thúc sự trung hoà bằng cách thêm từng giọt dung dịch natri hidroxit (2.11).

Thêm 15 ml clorofom (2.1) và 10 ml dung dịch chỉ thị (2.8) vào bình nón, đập nút và lắc kỹ.

Chuẩn độ bằng dung dịch benzethoni clorua (2.6) theo TCVN 5455-1991 (ISO 2271-1972).

Chú thích. Có thể kiểm tra sự không có chất hoạt động anion không thủy phân được sau khi thủy phân bằng cách thêm vào 1ml dung dịch benzethoni clorua (2.6). Màu hồng của lớp clorofom không được xuất hiện.

6. TÍNH KẾT QUẢ

6.1. Cách tính

6.1.1. Chất hoạt động anion thủy phân được trong điều kiện

axit. Hàm lượng phần trăm khối lượng tính bằng công thức :

$$\frac{(V_0 - V_1) \times C \times 1000 \times M_{R1} \times 100}{1000 \times 25 \times m}$$
$$= \frac{(V_0 - V_1) \times C \times M_{R1} \times 4}{m}$$

Nồng độ mol biểu thị bằng số mili đương lượng trong một gam, tính bằng công thức :

$$\frac{(V_0 - V_1) \times C \times 1000}{25 \times m} = \frac{(V_0 - V_1) \times C \times 40}{m}$$

Các ký hiệu, xem điều 6.1.2.

6.1.2. Chất hoạt động anion không thủy phân được trong điều kiện axit.

Hàm lượng phần trăm khối lượng tính bằng công thức :

$$\frac{V_1 \times C \times 1000 \times M_{R2} \times 100}{1000 \times 25 \times m} = \frac{V_1 \times C \times M_{R2} \times 4}{m}$$

Độ mol biểu thị bằng số mili đương lượng trên 1 gam được tính bằng công thức :

$$\frac{V_1 \times C \times 1000}{25 \times m} = \frac{V_1 \times C \times 40}{m}$$

Trong đó :

- M_{R1} - Phân tử lượng trung bình tương đối của chất hoạt động anion thủy phân được trong điều kiện axit;
- M_{R2} - Phân tử lượng trung bình tương đối của chất không hoạt động không thủy phân được trong điều kiện axit.
- m - Lượng mẫu cân, g;
- C - Nồng độ khi phân tích biểu thị bằng số mol trong 1 lít của dung dịch benzethoni clorua (2.0).

- V_0 - Thể tích dung dịch benzethoni clorua (2.6) dùng để chuẩn độ tổng số chất hoạt động anion, ml;
- V_1 - Thể tích, dung dịch benzethoni clorua (2.6) dùng để chuẩn độ chất hoạt động anion sau khi thủy phân bằng axit ml.

6.2. Độ chính xác

6.2.1. Độ tái lập

Sự khác nhau lớn nhất giữa hai kết quả của hai lần xác định được tiến hành với cùng một mẫu, cùng một thời gian hoặc liên tiếp, do một người thực hiện, dùng cùng một bộ thiết bị không được vượt quá 2% giá trị trung bình.

6.2. Độ lặp lại

Sự khác nhau giữa các kết quả thu được với cùng một mẫu trong hai phòng thí nghiệm khác nhau không được vượt quá 4% giá trị trung bình.

7. BIÊN BẢN THỬ NGHIỆM

Biên bản thử bao gồm :

- a. Phương pháp đã dùng;
 - b. Các kết quả và cách tính;
 - c. Các hiện tượng bất thường trong quá trình thử;
 - d. Các chi tiết thử nghiệm không nêu ra trong tiêu chuẩn này hoặc tùy ý áp dụng.
-