

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11055:2015

ISO 6843:1988

Xuất bản lần 1

**CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT - ANCOL VÀ ALKYLPHENOL
ETOXYLAT SULFAT HÓA - XÁC ĐỊNH GIÁ TRỊ TRUNG
BÌNH KHỐI LƯỢNG PHÂN TỬ TƯƠNG ĐỐI**

*Surface active agents - Sulfated ethoxylated alcohols and alkylphenols -
Estimation of the mean relative molecular mass*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11055:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 6843:1988.

TCVN 11055:2015 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn quốc gia TCVN/TC91 *Chất hoạt động bề mặt* biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học và Công nghệ công bố.

Chất hoạt động bề mặt - Ancol và alkylphenol etoxylat sulfat hóa - Xác định giá trị trung bình khối lượng phân tử tương đối

Surface active agents - Sulfated ethoxylated alcohols and alkylphenols - Estimation of the mean relative molecular mass

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp để xác định giá trị trung bình khối lượng phân tử tương đối của chất hoạt động anion có trong sản phẩm trung tính thương mại thông thường của quá trình sulfat hóa các ancol etoxylat hoặc các alkylphenol [alkyl oxyetylen sulfat (ancol etoxylat sulfat) hoặc alkylphenol oxyetylen sulfat (alkylphenol etoxylat sulfat)] có trung bình không quá 20 nhóm oxyetylen trong một phân tử.

Tiêu chuẩn này cũng đưa ra biểu đồ phân tích tổng thể, xem Phụ lục A.

2 Tài liệu viện dẫn

Các tài liệu viện dẫn sau đây rất cần thiết cho việc áp dụng tiêu chuẩn này. 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, bổ sung (nếu có).

TCVN 5454 (ISO 607), *Chất hoạt động bề mặt và chất tẩy rửa – Phương pháp chia mẫu.*

TCVN 5455 (ISO 2271), *Chất hoạt động bề mặt – Chất tẩy rửa – Xác định chất hoạt động anion (Quy trình chuẩn độ trực tiếp hai pha).*

TCVN 7153 (ISO 1042), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Bình định mức.*

TCVN 7158 (ISO 4800), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Phễu chiết và phễu chiết nhỏ giọt.*

TCVN 10820:2015 (ISO 8799:1988), *Chất hoạt động bề mặt – Ancol và alkylphenol etoxylat sulfat hóa – Xác định hàm lượng chất chưa sulfat hóa.*

TCVN 11054:2015 (ISO 6842:1983), *Chất hoạt động bề mặt – Ancol và alkylphenol polyetoxylat sulfat hóa – Xác định tổng chất hoạt động.*

3 Nguyên tắc

Từ dung dịch phân mẫu thử được bão hòa bằng natri clorua, chiết alkylete sulfat với hỗn hợp etylaxetat/butan-1-ol, sau đó làm bay hơi pha nước có chứa polyglycol, polyglycol sulfat và vết của ete sulfat; sau đó loại muối trong phần cặn bằng phương pháp xử lý với metanol và lọc.

Làm bay hơi của phần lọc và cân cặn, sau đó hòa tan lại trong nước và xác định hàm lượng chất hoạt động anion và natri clorua.

Xác định hàm lượng polyglycol bằng cách cho phần còn lại của phần lọc qua nhựa trao đổi ion.

Xác định hàm lượng polyglycol sulfat bằng sự chênh lệch giữa các phép xác định trên.

Từ hàm lượng chất hoạt động bề mặt anion (alkylete sulfat) và hàm lượng chất hoạt động bề mặt anion được xác định bằng chuẩn độ hai pha, xác định khối lượng phân tử tương đối trung bình.

CHÚ THÍCH: Hàm lượng chất hoạt động bề mặt (alkylete sulfat) nhận được bởi sự chênh lệch giữa tổng hàm lượng chất hoạt động và chất chưa sulfat hoá với hàm lượng sulfat polyglycol.

4 Thuốc thử

Trong quá trình phân tích, chỉ sử dụng thuốc thử có cấp độ phân tích đã được công nhận và chỉ sử dụng nước cất hoặc nước có độ tinh khiết tương đương.

4.1 Metanol.

4.2 Natri clorua.

4.3 Etyl axetat/butan-1-ol, hỗn hợp (9 + 1) theo thể tích.

4.4 Natri clorua, dung dịch 59 g/L.

4.5 Axit clohydric, dung dịch 73 g/L.

4.6 Natri hydroxit, dung dịch 80 g/L.

4.7 Bạc nitrat, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,100 \text{ mol/L}$.

4.8 Nhựa trao đổi cation, loại axit polystyren sulfonic, mức độ liên kết ngang 2 %, 150 μm đến 330 μm , dạng hydro.

4.9 Nhựa trao đổi anion, loại polystyren amoni bậc bốn, mức độ 2 % liên kết ngang, 150 μm đến 330 μm , dạng clorua.

5 Thiết bị, dụng cụ

Thiết bị, dụng cụ thông thường trong phòng thí nghiệm và thiết bị, dụng cụ sau

5.1 Phễu chiết, dung tích 250 mL, phù hợp với quy định tại TCVN 7158 (ISO 4800).

5.2 Phễu chiết, có vỏ bao ngoài, dung tích 250 mL.

5.3 Bình định mức một vạch, dung tích 100 mL, phù hợp với quy định tại TCVN 7153 (ISO 1042).

5.4 Nồi cách thủy, có khả năng được điều khiển tại nhiệt độ 50 °C.

5.5 Ống sinh hàn hồi lưu.

5.6 Thiết bị cô quay, có bình đáy tròn dung tích 250 mL.

5.7 Cột trao đổi ion: ống thủy tinh có đường kính trong 25 mm và chiều dài 200 mm, đáy hẹp và có nút bằng thủy tinh.

Nhựa trao đổi ion được lót tại đáy bởi một lớp bông thủy tinh dày 10 mm đến 20 mm hoặc bởi bộ lọc thủy tinh thiêu kết.

6 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm của chất hoạt động bề mặt phải được chuẩn bị và lưu giữ theo TCVN 5454 (ISO 607).

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Từ mẫu phòng thí nghiệm, nếu cần đồng nhất bằng cách cho một lượng nước xác định và thích hợp trong cốc dung tích 100 mL, cân một lượng tương ứng khoảng 25 mmol của chất hoạt động anion, chính xác đến 0,1 g.

7.2 Chuẩn bị nhựa trao đổi ion

Nhựa có thể được chuẩn bị theo số lượng nhỏ hơn 1 kg với các thể tích thuốc thử nhỏ hơn theo tỷ lệ.

7.2.1 Nhựa trao đổi anion

Lấy 1 kg nhựa trao đổi anion (4.9) và để nở phồng trong nước trong 48 h. Cho nhựa vào cột phù hợp và cho 5 L dung dịch natri hydroxit (4.6) qua cột, tiếp theo cho 2 L đến 3 L nước. Sau đó cho 4 L dung dịch axit clohydric (4.5) qua cột và rửa lại bằng 2 L đến 3 L nước. Nhựa đã được xử lý có thể được bảo quản trong nước.

TCVN 11055:2015

7.2.2 Nhựa trao đổi cation

Lấy 1 kg nhựa trao đổi cation (4.8) và để nở phồng trong nước trong 48 h. Cho nhựa vào cột phù hợp và cho 5 L dung dịch axit clohydric (4.5) qua cột, sau đó rửa bằng nước cho đến khi nước rửa trung tính. Nhựa đã được xử lý có thể được bảo quản trong nước.

7.3 Chuẩn bị nhựa cuối cùng

Lấy lượng nhựa trao đổi anion theo yêu cầu, đã được chuẩn bị như quy định trong 7.2.1, 25 mL một phép xác định, và cho vào cột thích hợp. Ổn định cột với năm lần thể tích dung dịch natri hydroxit (4.6), rửa bằng nước cho đến khi trung tính, sau đó rửa với 1 đến 2 thể tích metanol (4.1).

Lấy lượng nhựa trao đổi cation theo yêu cầu (25 mL) đã được chuẩn bị như quy định trong 7.2.2, cho vào cột phù hợp và rửa với gấp đôi thể tích metanol (4.1).

7.4 Chuẩn bị cột trao đổi nền hỗn hợp

Trộn 25 mL nhựa trao đổi cation và 25 mL nhựa trao đổi anion, đã được chuẩn bị theo quy định trong 7.3, trong cốc. Đổ từng phần nhỏ nhựa hỗn hợp vào cột (5.7) và dùng que thủy tinh nén nhựa hỗn hợp đến thể tích khoảng từ 50 mL đến 60 mL, và rửa bằng 500 mL metanol (4.1).

7.5 Tách polyglycol sulfat

7.5.1 Hòa tan phần mẫu thử (7.1) trong 50 mL dung dịch natri clorua (4.4) và 50 mL hỗn hợp etyl axetat/butan-1-ol (4.3).

Cho dung dịch vào phễu chiết (5.1) và rửa cốc bằng một vài milimet dung dịch natri clorua (4.4) và hỗn hợp etyl axetat/butan-1-ol, sau đó cho dung dịch rửa vào phễu chiết.

Lắc mạnh phễu chiết và để các pha tách ra.

Xả pha nước vào trong phễu chiết có vỏ bao ngoài (5.2), được điều chỉnh nhiệt độ tại 60 °C, thêm 5 g natri clorua (4.2) và lắc để hòa tan hoàn toàn. Thêm 50 mL hỗn hợp etyl axetat/butan-1-ol và lắc.

Sau khi các pha được tách ra, xả pha nước vào trong bình đáy tròn dung tích 250 mL (5.6) và làm bay hơi đến khô bằng thiết bị cơ quay (5.6) trên nồi cách thủy (5.4), được kiểm soát nhiệt độ tại 50 °C, dưới chân không, sử dụng bơm chân không phun nước.

Thêm 30 mL metanol (4.1) vào cặn và đun sôi hồi lưu trong 3 min và lọc qua giấy lọc tốc độ trung bình, thu gom phần lọc vào trong bình dung tích 250 mL (5.6). Lặp lại những thao tác này ba lần. Làm bay hơi đến khô sử dụng thiết bị cơ quay.

Xử lý phần cặn mới bằng 30 mL metanol (4.1), đun sôi hồi lưu trong 3 min và lọc qua giấy lọc tốc độ trung bình, thu gom phần lọc vào trong bình định mức một vạch dung tích 100 mL (5.3). Lặp lại những thao tác này ba lần và pha loãng đến vạch mức bằng metanol.

Sử dụng pipet, cho 50 mL dung dịch vào cốc dung tích 150 mL đã trừ bì, làm bay hơi trong dòng nitơ, làm khô tại nhiệt độ 105 °C đến khối lượng không đổi, và cân cặn (m_1).

7.5.2 Cho 50 mL phần còn lại trong bình định mức qua cột đã được chuẩn bị theo quy định trong 7.4. Điều chỉnh tốc độ dòng chảy đến 5 mL/min và rửa cột bằng 100 mL metanol. Cho nước giải hấp vào bình đáy tròn dung tích 250 mL (5.6) và làm bay hơi bằng thiết bị cô quay trong nồi cách thủy, được điều khiển tại nhiệt độ 50 °C, dưới chân không, sử dụng bơm chân không phun nước. Làm khô tại nhiệt độ 105 °C đến khối lượng không đổi, và cân cặn (m_2).

7.5.3 Hòa tan cặn khô (m_1) trong 50 mL nước. Trên 10 mL dung dịch này, xác định hàm lượng chất hoạt động anion (A_2) bằng chuẩn độ hai pha trực tiếp theo TCVN 5455 (ISO 2271).

7.5.4 Trên 10 mL khác của dung dịch này, xác định hàm lượng clorua bằng phương pháp chuẩn độ với dung dịch bạc nitrat (4.7).

7.6 Xác định khối lượng phân tử tương đối trung bình

Khối lượng phân tử tương đối trung bình nhận được bằng phương pháp tính (xem 8.1.2)

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính

8.1.1 Hàm lượng polyglycol sulfat

Hàm lượng polyglycol sulfat PS, tính bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức

$$PS = R - P - A$$

trong đó ý nghĩa của các chữ cái biểu tượng như sau:

8.1.1.1 R là phần trăm khối lượng của cặn trong pha nước sau khi chiết bằng hỗn hợp etyl axetat/butan-1-ol được tính theo công thức:

$$R = \frac{(2m_1 - 0,0585V) \times 100}{m_0}$$

trong đó

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam;

m_1 là khối lượng của cặn từ pha nước thu được trong 7.5.1, tính bằng gam;

V là thể tích của dung dịch nitrat bạc (4.7) được sử dụng 7.5.4, tính bằng mililit.

8.1.1.2 P là phần trăm khối lượng của polyglycol trong pha nước sau khi chiết bằng hỗn hợp ethyl axetat/butan-1-ol, được tính theo công thức:

$$P = \frac{2m_2 \times 100}{m_0}$$

trong đó

TCVN 11055:2015

m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (7.1), tính bằng gam;

m_2 là khối lượng của cặn thu được sau khi cho 50 mL dung dịch metanol chuẩn bị trong 7.5.1 qua cột trao đổi ion như được mô tả trong 7.5.2, tính bằng gam.

8.1.1.3 A là phần trăm khối lượng của chất hoạt động anion trong pha nước sau khi chiết bằng hỗn hợp etyl axetat/butan-1-ol, được tính theo công thức:

$$A = \frac{A_2(AT + P - NS - R)}{A_1 - A_2}$$

trong đó

A_1 là hàm lượng chất hoạt động anion được xác định trên mẫu bằng chuẩn độ hai pha trực tiếp theo TCVN 5455 (ISO 2271), tính bằng milimol trên gam;

A_2 là hàm lượng chất hoạt động anion được xác định trên pha nước sau khi chiết bằng hỗn hợp etyl axetat/butan-1-ol (7.5.1) bằng chuẩn độ hai pha trực tiếp (7.5.3), tính bằng milimol trên gam;

A_T là tổng hàm lượng chất hoạt động được xác định trên mẫu theo TCVN 11054 (ISO 6842), tính bằng phần trăm khối lượng;

P là hàm lượng polyglycol được tính theo 8.1.1.2, tính bằng phần trăm khối lượng;

NS là hàm lượng chất chưa sulfat hoá được xác định trên mẫu theo TCVN 10820 (ISO 8799), tính bằng phần trăm khối lượng;

R là phần trăm khối lượng của cặn trong pha nước sau khi chiết bằng hỗn hợp etyl axetat/butan-1-ol, được tính theo 8.1.1.1.

8.1.2 Khối lượng phân tử tương đối trung bình

Khối lượng phân tử tương đối trung bình được tính theo công thức:

$$10 \times \frac{(AT - NS - PS)}{A_1}$$

trong đó

AT là tổng hàm lượng chất hoạt tính được xác định trên mẫu theo TCVN 11054 (ISO 6842), tính bằng phần trăm khối lượng;

NS là hàm lượng chất chưa sulfat hoá được xác định trên mẫu theo TCVN 10820 (ISO 8799), tính bằng phần trăm khối lượng;

PS là hàm lượng polyglycol sulfat được tính theo 8.1.1, tính bằng phần trăm khối lượng;

A_1 là hàm lượng chất hoạt động anion được xác định trên mẫu bằng chuẩn độ hai pha trực tiếp theo TCVN 5455 (ISO 2271), tính bằng milimol trên gam.

8.2 Độ chụm

8.2.1 Hàm lượng polyglycol sulfat

Phân tích so sánh được thực hiện tại 15 phòng thí nghiệm đã đưa ra kết quả thống kê sau:

- Giá trị trung bình [% (theo khối lượng) của polyglycol sulfat]:	1,08
- Độ lệch chuẩn của độ lặp lại, σ_r :	0,18
- Độ lệch chuẩn của độ tái lập, σ_R :	0,77

8.2.2 Khối lượng phân tử tương đối trung bình

Do sự khác nhau giữa các phương pháp khác nhau được sử dụng để xác định và tính toán khối lượng phân tử tương đối trung bình, nên không thể đưa lại kết quả thống kê và tính hiệu lực của phép xác định.

9 Báo cáo thử nghiệm

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

- Tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu;
- Phương pháp sử dụng (Viện dẫn tiêu chuẩn này);
- Kết quả thử nghiệm và đơn vị tính được sử dụng;
- Chi tiết thao tác bất kỳ không được quy định trong tiêu chuẩn này hoặc trong tiêu chuẩn viện dẫn, và bất kỳ thao tác nào được coi là tùy chọn cũng như bất kỳ sự cố nào ảnh hưởng đến các kết quả.

Phụ lục A
(Quy định)
Sơ đồ phân tích tổng thể

