

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11056:2015

ISO 6844:1983

Xuất bản lần 1

**CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT - XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG
SULFAT KHOÁNG - PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ**

Surface active agents - Determination of mineral sulfate content - Titrimetric method

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11056:2015 hoàn toàn tương đương ISO 6844:1983.

TCVN 11056:2015 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 - Xác định hàm lượng sulfat khoáng - Phương pháp chuẩn độ

Surface active agents - Determination of mineral sulfate content - Titrimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp chuẩn độ để xác định hàm lượng sulfat khoáng của chất hoạt động bề mặt.

2 Lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này áp dụng đối với các chất hoạt động bề mặt anion, có chứa natri, amoni và các alkanolamin sulfat.

Tiêu chuẩn này không áp dụng đối với các sản phẩm có chứa các hợp chất khác như phosphat hoặc lượng lớn clorua, do tạo ra các muối chỉ ít tan trong điều kiện thử nghiệm, tiêu chuẩn này cũng không áp dụng trong trường hợp sản phẩm có lượng lớn muối của axit yếu (ví dụ, xà phòng hoặc monoeste của axit sulfosuccinic) do làm ngăn cản việc điều chỉnh chính xác pH.

CHÚ THÍCH: Cần thiết thực hiện phép xác định tại pH biểu kiến được xác định trong chú thích 1 ở 8.2. Tại giá trị pH biểu kiến dưới 4, phản ứng không theo đúng tỷ lệ.

Tiêu chuẩn này được áp dụng khi được đề cập trong tiêu chuẩn thích hợp cho từng sản phẩm.

3 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 7149 (ISO 385), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Buret.*

TCVN 7151 (ISO 648), *Dụng cụ thí nghiệm bằng thủy tinh – Pipet một mức.*

TCVN 11056:2015

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

ISO 835-2, *Laboratory glassware – Graduated pipettes, – Part 2: Pipettes for which no waiting time specified (Dụng cụ thủy tinh phòng thí nghiệm – Pipet chia độ - Phần 2: Pipet không có thời gian chờ quy định).*

4 Nguyên tắc

Chuẩn độ dung dịch đệm axetoníc của phần mẫu thử bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn chì (II) nitrat với chất chỉ thị dithizon.

5 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.

5.1 Axeton.

5.2 Axit nitric, dung dịch $c(\text{HNO}_3) \approx 1 \text{ mol/L}$.

5.3 Natri hydroxyt, dung dịch 40 g/L.

5.4 Chì (II) nitrat, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, $c[\text{Pb}(\text{NO}_3)_2] = 0,01 \text{ mol/L}$.

Hòa tan $3,312 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ chì (II) nitrat trong 200 mL nước. Chuyển sang bình định mức một vạch dung tích 1000 mL có nút thủy tinh nhám, pha loãng đến vạch mức bằng nước và lắc kỹ.

5.5 Amoni dicloroaxetat, dung dịch đệm, pH 1,5 đến 1,6, trong môi trường axeton, 70 % đến 85 % (theo thể tích), giá trị pH biểu kiến $4,1 \pm 0,2$.

Thêm 67 mL axit dicloroaxetic vào khoảng 250 mL nước và trung hòa cẩn thận bằng dung dịch amoniac 18 % (theo khối lượng) (khoảng 80 mL) đến pH 7 như được chỉ báo bằng thiết bị đo pH hoặc giấy chỉ thị chính xác. Để nguội, cho thêm 33 mL axit dicloroaxetic và pha loãng đến 600 mL.

5.6 1,5-diphyneyl thiocarboxon (Dithizone) ($\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-NHCSN=NC}_6\text{H}_5$), dung dịch 0,5 g/L trong axeton.

Bảo quản trong chai màu sẫm và bỏ đi sau một tuần.

6 Thiết bị, dụng cụ

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

6.1 Cốc, dung tích 150 mL.

6.2 Bình định mức một vạch, dung tích 100 mL, phù hợp với các yêu cầu của TCVN 7153 (ISO 1042).

6.3 Bình tam giác, dung tích 250 mL.

6.4 Pipet, dung tích 5 mL, 10 mL, 15 mL và 20 mL, phù hợp với yêu cầu của TCVN 7151 (ISO 648).

6.5 Pipet chia độ, dung tích 1 mL hoặc 2 mL, phù hợp với yêu cầu của ISO 835-2.

6.6 Buret, dung tích 25 mL, phù hợp với yêu cầu loại A của TCVN 7149 (ISO 385).

6.7 Ống đong, dung tích 100 mL.

7 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm phải được chuẩn bị và lưu giữ theo TCVN 5454 (ISO 607).

8 Cách tiến hành

8.1 Phần mẫu thử

Tùy thuộc vào hàm lượng natri sulfat dự kiến, cân lượng mẫu phòng thí nghiệm trong cốc (6.1) theo chỉ dẫn trong Bảng 1, chính xác đến 0,001 g.

Bảng 1 – Khối lượng phần mẫu thử

Hàm lượng natri sulfat dự kiến trong mẫu	Khối lượng phần mẫu thử
% (theo khối lượng)	g
< 0,5	10 đến 14
0,5 đến 6	5
> 6*	< 5

* Đối với sản phẩm có chứa hơn 6 % (theo khối lượng) natri sulfat, cân phần mẫu thử có chứa 0,1 g đến 0,3 g natri sulfat.

8.2 Phép xác định

Hòa tan phần mẫu thử (8.1) trong khoảng 50 mL nước bằng cách đun ấm, nếu cần thiết, đến không quá 50 °C. Chuyển định lượng sang bình định mức một vạch (6.2), pha loãng đến vạch mức bằng nước và lắc kỹ.

TCVN 11056:2015

Sử dụng một trong những pipet (6.4), lấy một phần dung dịch thích hợp, tùy thuộc vào hàm lượng natri sulfat dự kiến như được đưa ra trong Bảng 2.

Bảng 2 – Thể tích của phần dung dịch lấy ra

Hàm lượng sulfat natri dự kiến trong mẫu	Thể tích phần dung dịch lấy ra
% (theo khối lượng)	mL
> 3	5,0
1 đến 3	10,0
0,5 đến 1,5	15,0
< 0,5	20,0

Chuyển phần dung dịch vào bình tam giác (6.3) và pha đến 20 mL bằng nước. Thêm 1 mL dung dịch dithizon (5.6).

Nếu dung dịch là màu xanh lá cây, thêm dung dịch natri hydroxyt (5.3) vào cho đến khi xuất hiện màu đỏ.

Thêm dung dịch axit nitric (5.2), nhỏ từng giọt một, cho đến khi xuất hiện màu xanh lá cây và sau đó thêm 2,0 mL dung dịch amoni dicloroaxetat (5.5) và 80 mL axeton (5.1). Ngay sau khi thêm axeton, chuẩn độ dung dịch đệm axeton bằng dung dịch chỉ (II) nitrat (5.4) cho đến khi đạt được màu đỏ gạch bền trong 15 s.

CHÚ THÍCH 1: Giá trị pH biểu kiến ban đầu là $4,1 \pm 0,2$ và giảm đáng kể trong quá trình thực hiện phép xác định.

CHÚ THÍCH 2: Tại điểm cuối hàm lượng axeton phải nằm trong khoảng 70 % và 85 % (theo thể tích).

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính

Hàm lượng sulfat khoáng, tính bằng phần trăm khối lượng natri sulfat, theo công thức

$$\frac{0,142 \times V_1 \times c \times 100}{\frac{m_0 V_0}{100}} = \frac{1420 \times V_1 \times c}{m_0 V_0}$$

trong đó

- m_0 là khối lượng của phần mẫu thử (xem 8.1), tính bằng gam;
- V_0 là thể tích của phần dung dịch được lấy cho phép xác định (8.2), tính bằng mililit;
- V_1 là thể tích của dung dịch chì (II) nitrat (5.4) được sử dụng cho phép xác định (8.2) tính bằng mililit;
- c là nồng độ thực tế của dung dịch chì (II) nitrat (5.4), tính bằng mol của $Pb(NO_3)_2$ trên lít;
- 0,142 là khối lượng của natri sulfat tương ứng với 1,00 mL của dung dịch chì (II) nitrat $c[Pb(NO_3)_2] = 1,000 \text{ mol/L}$, tính bằng gam.

9.2 Độ chụm

Phân tích so sánh, trên mẫu của hai amoni lauryl ete sulfat có chứa khoảng 0,15 % và 1,15 % (theo khối lượng) sulfat khoáng được thực hiện trong bảy phòng thí nghiệm, đưa ra kết quả thống kê được đưa ra trong Bảng 3.

Bảng 3 – Độ chụm

Hàm lượng sulfat khoáng Giá trị trung bình	0,16 % (theo khối lượng)	1,10 % (theo khối lượng)
Độ lệch chuẩn của độ lặp lại, σ_r	0,02	0,04
Độ lệch chuẩn của độ tái lập, σ_R	0,04	0,16

10 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;
- 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 TCVN 5454 (ISO 607), và bất kỳ thao tác nào được coi là tùy chọn cũng như bất kỳ sự cố nào ảnh hưởng đến các kết quả.