

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11054:2015

ISO 6842:1989

Xuất bản lần 1

**CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT -
ANCOL VÀ ALKYLPHENOL ETOXYLAT SULFAT HÓA -
XÁC ĐỊNH TỔNG HÀM LƯỢNG CHẤT HOẠT ĐỘNG**

*Surface active agents - Sulfated ethoxylated alcohols and alkylphenols -
Determination of total active matter content*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11054:2015 hoàn toàn tương đương ISO 6842:1989.

TCVN 11054:2015 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 tổng hàm lượng chất hoạt động

Surface active agents - Sulfated ethoxylated alcohols and alkylphenols - Determination of total active matter content

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp xác định tổng hàm lượng chất hoạt động có trong sản phẩm trung tính thương mại thông thường của quá trình sulfat hóa các ancol etoxylat hoặc các alkylphenol etoxylat [alkyl oxyetylen sulfat (ancol etoxylat sulfat) hoặc alkylphenol oxyetylen sulfat (alkylphenol etoxylat sulfat)].

Tổng chất hoạt động bao gồm chất hữu cơ tan trong etanol (alkyl ete sulfat, alkyl phenyl ete sulfat, polyglycol sulfat và thành phần không ion).

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.*

3 Nguyên tắc

Đun sôi hồi lưu phần mẫu thử với etanol khi có natri sulfat. Lọc, làm bay hơi phần lọc và cân phần cặn lắng. Xác định toàn bộ natri clorua, bằng cách hòa tan cặn trong dung dịch axeton và chuẩn độ bằng dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn bạc nitrat. Hiệu chỉnh khối lượng của cặn lắng với hàm lượng natri clorua.

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.

TCVN 11054:2015

- 4.1 Etanol, 99 % (theo thể tích).
- 4.2 Điclorometan.
- 4.3 Natri sulfat, khan.
- 4.4 Axeton, dung dịch dạng nước 50 % (theo thể tích).
- 4.5 Bạc nitrat, dung dịch chuẩn độ tiêu chuẩn, $c(\text{AgNO}_3) = 0,1 \text{ mol/L}$.
- 4.6 Kali cromat, dung dịch chỉ thị 100 g/L.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

- 5.1 Bình tam giác, dung tích 250 mL, có cổ bằng thủy tinh nhám.
- 5.2 Thiết bị cô quay, có bình đáy tròn dung tích 250 mL.
- 5.3 Sinh hàn hồi lưu, lắp vừa với bình tam giác (5.1).

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, làm cho đồng đều (nếu cần thiết) bằng cách cho một lượng nước thích hợp, cân, chính xác đến 1 mg, một lượng vật liệu đồng nhất có chứa khoảng 0,5 g đến 1,5 g tổng chất hoạt động vào trong bình tam giác (5.1).

7.2 Phép xác định

Cho vào trong bình tam giác có chứa phần mẫu thử (7.1) 100 mL etanol (4.1) và 100 mg natri sulfat (4.3), lắp sinh hàn hồi lưu (5.3), và đun sôi hồi lưu trong 30 min. Tháo sinh hàn hồi lưu. Rửa thành trong của sinh hàn hồi lưu và cổ bình tam giác bằng etanol, gom phần nước rửa vào trong bình tam giác. Để lắng.

Lọc nóng các thành phần trong bình tam giác bằng giấy lọc nhanh cho vào một trong những bình đáy tròn (5.2), đã được làm khô trước và cân trừ bì chính xác đến 1 mg. Rửa bình tam giác bằng 50 mL etanol nóng, lọc phần nước rửa vào bình đáy tròn.

Làm bay hơi dung dịch etanolic bằng thiết bị cô quay (5.2) được duy trì tại nhiệt độ khoảng 40 °C. Thêm 10 mL diclorometan (4.2) và để bay hơi. Lặp lại bước này sử dụng thêm 10 mL diclorometan. Loại bỏ các vết nước cuối cùng bằng cách cho bay hơi và để bình tam giác trên thiết bị cô quay thêm 15 min nữa.

Lấy bình tam giác ra khỏi thiết bị cô quay, để đứng trong bình hút ẩm trong 15 min và cân bình tam giác cùng thành phần ở trong bình.

Để bình tam giác trên thiết bị cô quay thêm 15 min nữa, sau đó để đứng trong bình hút ẩm trong 15 min và lại cân bình cùng thành phần ở trong bình. Lặp lại quá trình làm khô và cân cho đến khi sự chênh lệch giữa hai lần cân liên tiếp không vượt quá 3 mg.

Hòa tan cặn lắng trong 60 mL đến 80 mL dung dịch axeton (4.4). Cho 1 mL dung dịch chỉ thị kali cromate (4.6) và chuẩn độ bằng dung dịch nitrat bạc (4.5) cho đến khi đạt được màu nâu bền.

7.3 Phép thử trắng

Tiến hành phép thử trắng tại cùng thời điểm như phép xác định, sử dụng cùng loại thuốc thử và theo cùng quy trình thực hiện, nhưng không có phần mẫu thử.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính

Tổng hàm lượng chất hoạt động, tính bằng phần trăm theo khối lượng, theo công thức:

$$\frac{m_1 - 0,0585c(V_1 - V_0)}{m_0} \times 100$$

trong đó

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

m_1 là khối lượng của cặn lắng thu được, tính bằng gam;

c là nồng độ thực tế của dung dịch nitrat bạc (4.5), tính bằng mol AgNO₃ trên lít;

V_0 là thể tích của dung dịch bạc nitrat (4.5) được sử dụng cho phép thử trắng (7.3), tính bằng mililit;

V_1 là thể tích của dung dịch bạc nitrat (4.5) được sử dụng cho phép xác định (7.2) natri clorua, tính bằng mililit;

0,0585 là khối lượng của natri clorua tương ứng với 1,00 mL của dung dịch bạc nitrat $c(\text{AgNO}_3) = 1,000 \text{ mol/L}$, tính bằng gam.

TCVN 11054:2015

8.2 Độ chụm

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

- Giá trị trung bình [tổng chất hoạt động, % (theo khối lượng)]: 58,67
- Độ lệch chuẩn độ lặp lại, σ_r : 0,33
- Độ lệch chuẩn độ tái lập, σ_R : 0,94

9 Báo cáo thử nghiệm

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

- a) Tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ mẫu;
 - b) Phương pháp sử dụng (Viện dẫn tiêu chuẩn này);
 - c) Kết quả thử nghiệm và đơn vị tính được sử dụng;
 - d) 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.
-