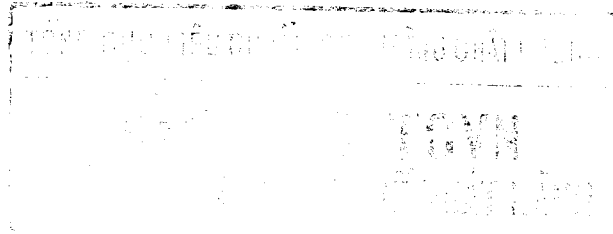


**TCVN 5454 : 1999**

**ISO 607 : 1980**

Soát xét lần 2



**CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT VÀ CHẤT TẨY RỬA –  
CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN CHIA MẪU**

*Surface active agent and detergents – Methods of sample division*

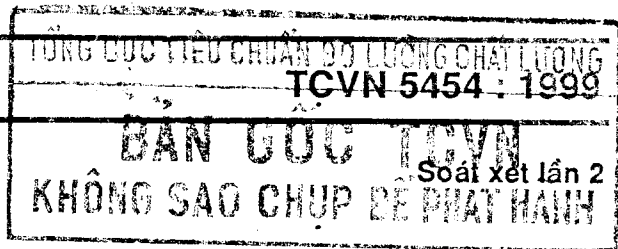
**HÀ NỘI - 1999**

## Lời nói đầu

TCVN 5454 : 1999 hoàn toàn tương đương với ISO 607 : 1980.

TCVN 5454 : 1999 thay thế cho TCVN 5454 : 91.

TCVN 5454 : 1999 do Ban kỹ thuật tiêu chuẩn TCVN/TC91 "Chất hoạt động bề mặt" biên soạn, trên cơ sở dự thảo đề nghị của Viện Hoá học công nghiệp, Bộ Công nghiệp, Tổng cục Tiêu chuẩn - Đo lường - Chất lượng đề nghị, Bộ Khoa học, Công nghệ và Môi trường ban hành.



## Chất hoạt động bề mặt và chất tẩy rửa – Các phương pháp phân chia mẫu

*Surface active agent and detergents – Methods of sample division*

### 1 Phạm vi và lĩnh vực áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định các phương pháp phân chia mẫu để thu được một mẫu rút gọn của chất hoạt động bề mặt hoặc chất tẩy rửa để sử dụng cho các đơn chất hoặc hỗn hợp dưới dạng bột, kem hoặc lỏng.

Quá trình rút gọn mẫu tiến hành với những lý do sau đây:

- a) chuẩn bị mẫu cuối hoặc mẫu phòng thí nghiệm có khối lượng lớn hơn 250 g từ một mẫu chung pha trộn có khối lượng lớn hơn 500 g;
- b) chuẩn bị một vài mẫu phòng thí nghiệm tương đương hoặc các mẫu đối chứng hoặc các mẫu lưu; mỗi mẫu có khối lượng lớn hơn 250 g từ một mẫu cuối;
- c) chuẩn bị mẫu thử nghiệm từ mẫu phòng thí nghiệm.

### 2. Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 6206 Các sản phẩm hoá chất dùng trong công nghiệp – Lấy mẫu – Thuật ngữ.

### 3 Các định nghĩa

- 3.1 **Mẫu chung** : Là tập hợp các mẫu nhưng không còn giữ những tính chất riêng của các mẫu đó.
- 3.2 **Mẫu chung pha trộn**: Là tập hợp các mẫu được trộn với nhau để thu được một mẫu chung đồng nhất.

**3.3 Mẫu rút gọn:** Mẫu thu được bằng cách rút số lượng của một mẫu khác mà không thay đổi thành phần của nó.

Chú thích – Cũng có thể cần thiết giảm kích thước của hạt trong quá trình rút số lượng.

**3.4 Mẫu cuối:** Mẫu thu được theo phương án lấy mẫu bằng cách phân chia nhỏ tới mức có thể thành những phần đồng nhất để thử nghiệm, đối chứng hoặc lưu.

**3.5 Mẫu phòng thí nghiệm:** Mẫu được chuẩn bị cho phòng thí nghiệm để kiểm tra hoặc thử nghiệm.

**3.6 Mẫu đối chứng:** Mẫu được chuẩn bị đồng thời và tương đương với mẫu phòng thí nghiệm được chấp nhận bởi các bên liên quan và được giữ lại làm mẫu phòng thí nghiệm nếu nảy sinh sự bất đồng.

**3.7 Mẫu lưu:** Mẫu được chuẩn bị đồng thời và tương đương với mẫu phòng thí nghiệm, có thể dùng sau này làm mẫu phòng thí nghiệm.

**3.8 Mẫu thử:** Mẫu được chuẩn bị từ mẫu phòng thí nghiệm từ đó lấy được những phần để thử nghiệm.

## **4 Nguyên tắc**

Rút gọn mẫu chung bằng một quá trình cơ học cho tới khi thu được mẫu rút gọn.

## **5 Trình tự**

### **5.1 Các sản phẩm dạng bột**

Trình tự này được áp dụng cho các loại bột bao gồm bột sấy phun và cả các loại chứa phụ gia được đưa vào sau khi sấy.

Chú thích

- 1) Trong trường hợp các dạng bột chứa các chất phụ gia được đưa vào sau khi sấy, hỗn hợp này thu được có xu hướng tách ra.
- 2) Với bột giặt, kiến nghị việc chuẩn bị mẫu nên tiến hành trong tủ hút; nếu cần đeo mặt nạ.

#### **5.1.1 Thiết bị**

Có thể sử dụng bất kỳ thiết bị nào thoả mãn được yêu cầu, nhưng nên sử dụng các loại sau đây:

##### **5.1.1.1 Thiết bị phân chia kiểu hình nón (xem hình 1 và 2)**

Thiết bị được chế tạo sao cho hai phần của mẫu thu được sau mỗi lần phân chia có số lượng tương đương và có chất lượng đại diện cho mẫu ban đầu.

Thiết bị phân chia kiểu hình nón (hình 1) cấu tạo chủ yếu bởi một phễu A, từ đó mẫu được phân chia chảy trên một mặt hình nón B mà đỉnh của nó nằm trực tiếp bên dưới tâm của khe mở dưới của phễu. Mẫu chảy xuống hình nón được dẫn vào hàng loạt các ngăn chứa xếp ở quanh chu vi của một phễu đảo ngược C tại đáy của hình nón B. Các ngăn chứa xen kẽ được nối với một trong hai cửa thoát ở đáy phễu đảo ngược C nhằm tạo ra hai mẫu rút gọn tương đương.

#### 5.1.1.2 Thiết bị phân chia kiểu quay (xem hình 3)

Thiết bị bao gồm một phễu, từ đó mẫu rơi theo một dòng mỏng xuống một bề quay mang 6 hoặc nhiều hơn ngăn chứa xếp đối xứng với trục quay thẳng đứng sao cho có thể thu được tất cả mẫu rơi xuống. Tần số quay lớn hơn 40 vòng/phút.

Chú thích – Cần chú ý rằng tần số quay không được quá cao nếu phân chia những mẫu hạt mịn.

### 5.1.2 Chuẩn bị mẫu rút gọn bằng cách sử dụng thiết bị phân chia kiểu hình nón (5.1.1.1)

#### 5.1.2.1 Chuẩn bị mẫu cuối

Đặt ngăn chứa dưới mỗi vòi ra của thiết bị phân chia hình nón. Đổ mẫu chung dạng bột vào đáy phễu và mở van hết cỡ sao cho khối lượng mẫu ở phễu chảy vào hình nón, từ đó phân chia mẫu lượng lớn thành hai phần, mỗi phần chứa trong một ngăn chứa.

Giữ lại một trong hai phần và bỏ phần kia. Đưa tiếp tục lượng mẫu chung mới vào thiết bị phân chia hình nón và lặp lại thao tác trên cho tới khi mẫu chung được phân chia hết.

Làm sạch thiết bị và đưa những phần giữ lại tương ứng với một nửa mẫu chung vào thiết bị như đã mô tả trên và lặp lại thao tác cho tới khi thu được mẫu rút gọn có khối lượng yêu cầu.

#### 5.1.2.2 Chuẩn bị một số mẫu tương đương

Nếu yêu cầu nhiều hơn một mẫu thì chuẩn bị mẫu rút gọn đầy đủ để thu được  $2n$  mẫu tương đương, trong đó  $2n$  bằng hoặc lớn hơn số lượng mẫu yêu cầu.

Tiếp tục chia mẫu rút gọn thành  $2n$  phần bằng nhau bằng thiết bị phân chia hình nón. Đổ ngay toàn bộ phần mẫu đã chia vào lọ hoặc bình và đậy kín.

#### 5.1.2.3 Chuẩn bị các mẫu thử

Nếu các mẫu thử được yêu cầu lấy từ các mẫu phòng thí nghiệm thì xử lý những mẫu đó theo những qui định trong điều 5.1.2.1 và 5.1.2.2.

Khối lượng tối thiểu của các mẫu thử không được nhỏ hơn 10 g. Nếu không những mẫu thử này sẽ không đại diện cho mẫu chung và do đó sẽ không phù hợp với những mục đích thử nghiệm.

**5.1.3 Chuẩn bị mẫu rút gọn bằng cách sử dụng thiết bị phân chia mẫu kiểu quay (5.1.1.2)**

**5.1.3.1 Chuẩn bị mẫu cuối**

Đặt toàn bộ các bình chứa lên trên bộ quay, một hay nhiều hơn các bình chứa đó sạch, rỗng và đánh ký hiệu nào đó để dễ phân biệt. Rót đầy phễu. Cho bộ quay chuyển động và cho mẫu chung rơi xuống các bình chứa với tốc độ đều ít nhất là 2 phút. Giữ lại phần tập hợp được từ bình chứa có ký hiệu và bỏ đi phần còn lại.

Nếu khối lượng của mẫu lớn hơn nhiều khả năng của bình chứa, thì tiến hành phân chia tiếp. Sau mỗi lần phân chia thì tập hợp các mẫu lấy từ các bình chứa có cùng ký hiệu đựng trong một vật chứa lớn hơn và tiếp tục sử dụng các ngăn chứa mang cùng ký hiệu để tiếp tục phân chia cho tới khi toàn bộ mẫu được phân chia hết.

Chuyển mẫu thu được từ các bình chứa mang cùng ký hiệu vào phễu và lặp lại thao tác trên cho tới khi thu được một mẫu theo yêu cầu.

**5.1.3.2 Chuẩn bị một số mẫu tương đương**

Nếu yêu cầu nhiều hơn một mẫu thì chuẩn bị mẫu rút gọn đầy đủ để thu được n mẫu tương đương, trong đó n bằng hoặc lớn hơn số lượng mẫu yêu cầu.

Chọn một con số thích hợp n của các ngăn chứa mang ký hiệu và đưa toàn bộ mẫu rút gọn vào thiết bị phân chia kiểu quay. Đổ ngay toàn bộ từng phần mẫu đã chia vào trong lọ hoặc bình rồi đậy kín.

**5.1.3.3 Chuẩn bị các mẫu thử**

Nếu các mẫu thử được yêu cầu lấy từ những mẫu phòng thí nghiệm thì xử lý mẫu đó theo điều 5.1.3.1 và 5.1.3.2.

Khối lượng tối thiểu của các mẫu thử không được nhỏ hơn 10 g. Nếu không những mẫu thử này sẽ không đại diện cho mẫu chung và do đó sẽ không phù hợp với những mục đích thử nghiệm.

Nếu khối lượng yêu cầu không phải là một phần nhỏ thích đáng của mẫu chung, có thể cần thiết phải tổng hợp các phần từ những giai đoạn phân chia tiếp theo.

Ví dụ : Để rút gọn một mẫu 280 g tới còn 10 g, sử dụng 6 ngăn chứa, bước phân chia đầu tiên với hai ngăn chứa mang ký hiệu cung cấp 2 x 47 g. Một trong các phần có thể được chia ra và 2 trong số các phần sinh ra có thể cộng với 47 g. Giữ lại và cho ta :  $47 \text{ g} + (2/6 \times 47) \approx 63 \text{ g}$ . Đưa khối lượng đó qua thiết bị lần thứ ba sẽ cho ta những mẫu rút gọn xấp xỉ 10 g.

**5.2 Các sản phẩm dạng kem**

**5.2.1 Thiết bị và dụng cụ**

**5.2.1.1 Môi hoặc thìa để lấy mẫu.**

### 5.2.1.2 Thiết bị trộn

Thiết bị trộn, cần phải đủ mạnh sao cho khi ta dùng với một thanh trộn thích hợp, toàn bộ mẫu chung được trộn đều trong vòng 5 phút.

### 5.2.2 Chuẩn bị mẫu rút gọn

Làm nóng sản phẩm (mẫu chung hoặc mẫu phòng thí nghiệm) trong vật chứa ban đầu của nó từ 35°C đến 40°C và trộn ngay bằng thiết bị trộn (5.2.1.2) từ 2 đến 3 phút cho tới khi thu được một khối lượng đồng nhất.

Mẫu dạng kem không được lấy ra từ vật chứa ban đầu trước khi trộn vì có thể tạo ra một mẫu không đại diện.

Thời gian làm nóng và trộn càng nhanh càng tốt sao cho giảm tới mức tối thiểu bất kỳ một biến đổi nào của sản phẩm. Sử dụng môi hoặc thìa (5.2.1.1) chuyển ngay lượng mẫu yêu cầu và đưa nó vào một vật chứa phù hợp được cân bì trước và đậy nắp kín.

Để mẫu nguội đến nhiệt độ môi trường xung quanh và cân lại để nhận được khối lượng mẫu rút gọn.

Chú thích – Tiếp xúc của mẫu dạng kem với vật chứa thủy tinh dễ gây nên sự phân ly của dung dịch kiềm, do đó một khi mẫu được đưa vào trong vật chứa rồi thì không được lấy ra để hiệu chỉnh khối lượng.

Có tổn thất nhỏ hơi ẩm trong quá trình pha trộn và cân đo nhưng trên thực tế điều đó chấp nhận được.

## 5.3 Những sản phẩm dạng lỏng

### 5.3.1 Thiết bị và dụng cụ

- bình thủy tinh hoặc pipet khối lượng để lấy mẫu;
- que khuấy bằng tay (que thủy tinh);
- máy khuấy và que khuấy.

### 5.3.2 Chuẩn bị mẫu rút gọn

5.3.2.1 Nếu sản phẩm (mẫu chung hoặc mẫu phòng thí nghiệm) trong và đồng nhất thì khuấy nó bằng một que khuấy tay, rồi sử dụng bình thủy tinh hoặc pipet lấy ngay lượng mẫu rút gọn. Trong quá trình khuấy càng ít bọt sinh ra càng tốt và phải giữ cho lượng thất thoát của mẫu do bay hơi ở mức tối thiểu.

5.3.2.2 Nếu sản phẩm (mẫu chung hoặc mẫu phòng thí nghiệm) có dạng đục hoặc chứa một ít cặn, dùng máy khuấy, sau đó lấy ngay lượng mẫu theo yêu cầu.

5.3.2.3 Nếu sản phẩm (mẫu chung hoặc mẫu phòng thí nghiệm) chứa chất lắng rắn cứng, thì làm nóng mẫu một cách thận trọng trong bình chứa ban đầu tới khoảng 30°C cho tới khi cặn đục bị khuấy tan hoàn toàn hoặc cho tới khi bất kỳ tinh thể nào đều được hoà tan và lấy ngay lượng mẫu theo yêu cầu.

## **6 Bảo quản mẫu rút gọn**

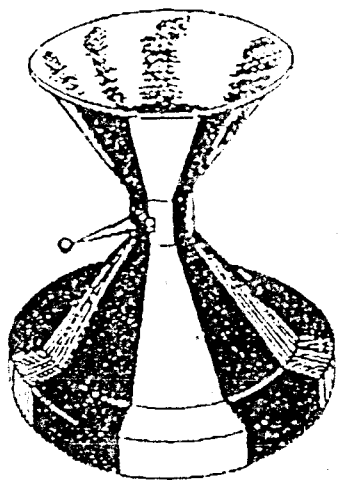
Việc phân tích hoặc thử nghiệm được tiến hành càng sớm càng tốt ngay sau khi lấy mẫu. Nếu điều đó không thể thực hiện được và tùy theo mục đích dự kiến đối với mẫu rút gọn, ta để ngay nó vào trong lọ hoặc bình thủy tinh hoặc chất dẻo rồi xác định và ghi lại khối lượng của nó (không được dùng bình chứa bằng kim loại). Cần chú ý rằng mẫu rút gọn phải được bảo quản kỹ trong điều kiện ban đầu của nó cho tới khi phân tích hoặc thử nghiệm.

## **7 Báo cáo**

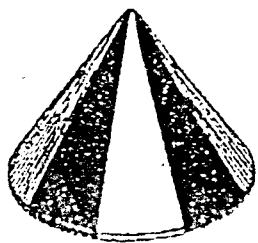
Báo cáo bao gồm nội dung sau:

- a) phương pháp sử dụng;
- b) số lượng, chủng loại mẫu được chuẩn bị và khối lượng mẫu ở thời gian lấy mẫu;
- c) loại thiết bị sử dụng;
- d) bất cứ điều khác thường nổi bật nào cần chú ý trong trình tự chia mẫu;
- e) bất kỳ thao tác nào không qui định trong tiêu chuẩn này coi như không phù hợp.

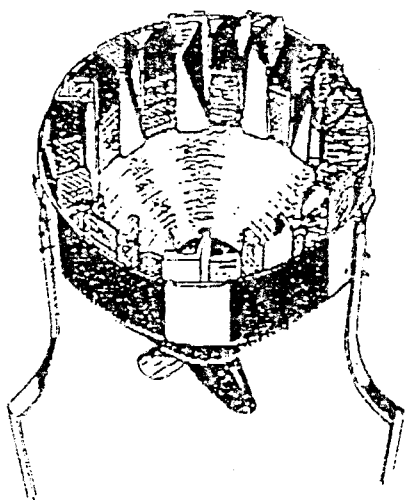




A - Phễu



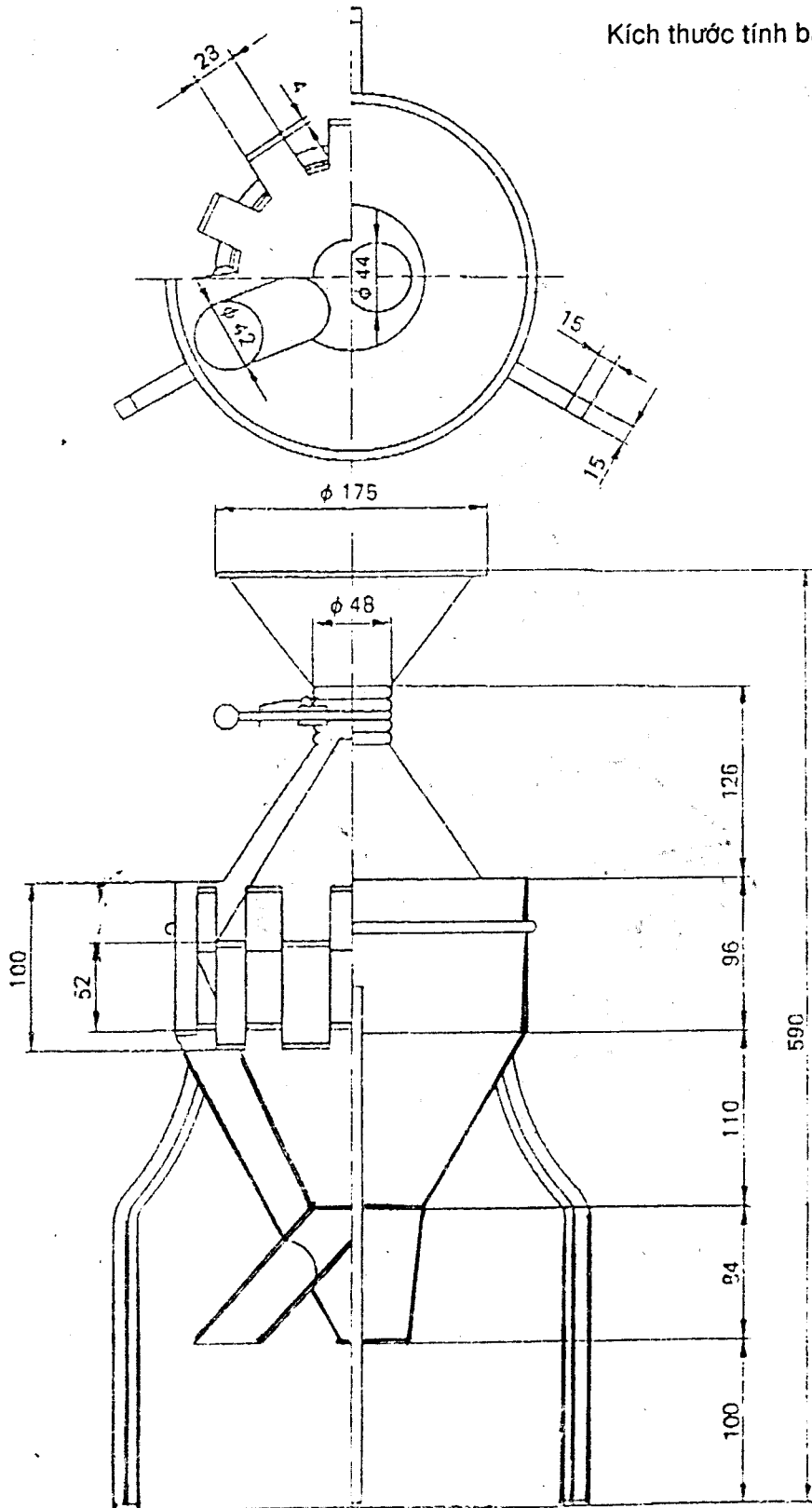
B - Hình nón



C - Phễu đảo ngược

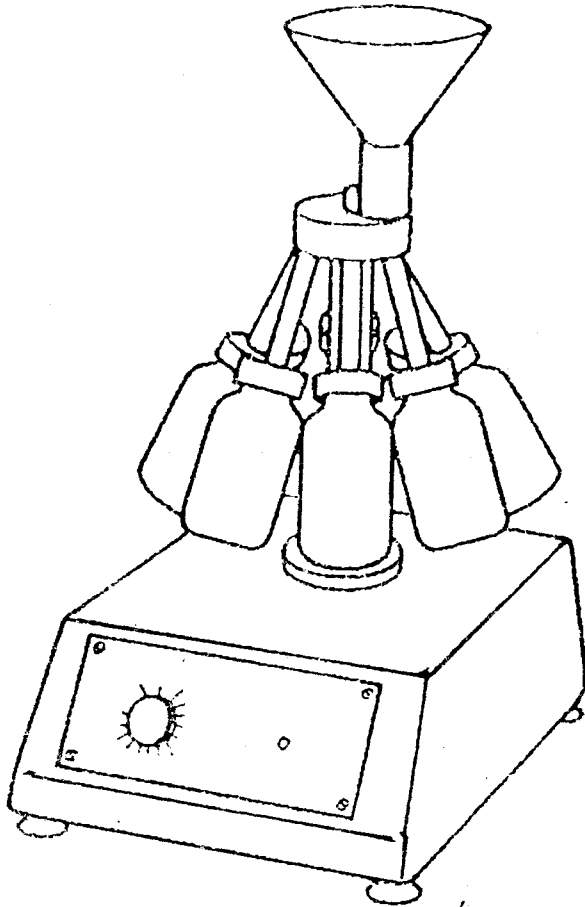
Hình 1 - Các chi tiết của thiết bị phân chia kiểu hình nón đã tháo rời

Kích thước tính bằng mm



Chú ý - Các kích thước trên có tính chất hướng dẫn

Hình 2 - Sơ đồ thiết bị phân chia kiểu hình nón



Hình 3 – Thiết bị phân chia kiểu quay