

TCVN 5455 : 1998

ISO 2271 : 1989

**CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT – CHẤT TẨY RỬA –
XÁC ĐỊNH CHẤT HOẠT ĐỘNG ANION BẰNG
PHƯƠNG PHÁP CHUẨN ĐỘ HAI PHA TRỰC TIẾP**

*Surface active agents Detergents – Determination of anionic-active matter
by manual or mechanical direct two-phase titration procedure*

HÀ NỘI - 1998

Lời nói đầu

TCVN 5455 : 1998 hoàn toàn tương đương với ISO 2271 : 1989.

TCVN 5455 : 1998 thay thế TCVN 5455 - 72.

TCVN 5455 : 1998 do Ban Kỹ thuật Tiêu chuẩn TCVN/TC47 "Hoá chất cơ bản" biên soạn, 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 – Chất tẩy rửa – Xác định chất hoạt động anion bằng phương pháp chuẩn độ hai pha trực tiếp

Surface-active agents – Detergents – Determination of anionic-active matter by manual or mechanical direct two-phase titration procedure

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp lắc bằng tay hoặc khuấy bằng máy để xác định chất hoạt động anion có trong chất tẩy rửa.

Phương pháp được áp dụng cho các chất hoạt động ở dạng rắn hoặc dung dịch nước.

Phương pháp này không áp dụng khi có mặt chất hoạt động bề mặt cation.

Phương pháp lắc bằng tay được áp dụng để xác định ankybenzen sunfonat; ankan sunfonat, sunfat và hidrosunfat; ankyphenol sunfat; các sunfat etoxi và metoxi của rượu béo; diankylsunfosuxinat và các chất hoạt động khác có chứa một nhóm háo nước trong mỗi phân tử.

Phương pháp khuấy bằng máy được áp dụng cho tất cả các sản phẩm kể trên nếu nó cho kết quả có thể so sánh với kết quả nhận được theo phương pháp lắc bằng tay.

Chú thích – Các sunfonat có khối lượng phân tử trung bình thấp ở dạng hidrotrope (toluen, xilen) không cản trở khi có mặt ở nồng độ nhỏ hơn 15 % (m/m) so với chất hoạt động. Ở mức cao hơn, ảnh hưởng của nó cần được đánh giá trong từng trường hợp cụ thể.

Xà phòng, urê và các muối của (etylendinitri)tetra axetic axit không gây cản trở.

Khi có mặt các chất hoạt động bề mặt không ion, ảnh hưởng của nó cần được đánh giá trong từng trường hợp cụ thể.

Các hợp chất vô cơ điển hình trong thành phần chất tẩy rửa, như natri clorua, sunfat, borat, tripoliphotphat, peborat, silicat,... không gây cản trở, nhưng các chất tẩy trắng khác ngoài peborat cần được phân huỷ trước khi phân tích và mẫu thử cần được hoà tan trong nước.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

- TCVN 1609-1988 Dụng cụ thủy tinh thí nghiệm. - Buret - Phần 1 - Yêu cầu chung.
TCVN 1606-1988 Dụng cụ thủy tinh thí nghiệm - Pipet một vạch mức.
TCVN 1605-1988 Dụng cụ thủy tinh thí nghiệm - Bình định mức một vạch.

3 Nguyên tắc

Xác định chất hoạt động anion trong môi trường chứa pha nước và clorofom bằng cách chuẩn độ với một thể tích dung dịch chuẩn chất hoạt động cation (benzetoni clorua), có mặt chất chỉ thị là hỗn hợp của thuốc nhuộm cation (dimidi bromua) và thuốc nhuộm anion (Đisunfin xanh 1) [·

Chú thích – Quá trình hoá học như sau : Chất hoạt động anion sẽ tạo muối với thuốc nhuộm cation tan được trong clorofom, lớp này có màu hồng ánh đỏ.

Trong quá trình chuẩn độ benzetoni clorua sẽ thay thế dimidi bromua trong muối và màu hồng sẽ biến khỏi lớp clorofom khi thuốc nhuộm chuyển sang pha nước. Lượng dư benzetoni clorua sẽ tạo muối với thuốc nhuộm anion tan được trong clorofom và có màu xanh.

4 Thuốc thử

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

4.1 Clorofom, $d_{20} = 1,48$ g/ml được cất ở khoảng từ $59,5^{\circ}\text{C}$ đến $61,5^{\circ}\text{C}$.

4.2 Axit sunfuric, dung dịch khoảng 245 g/l.

Cẩn thận thêm 134 ml axit sunfuric $d_{20} = 1,83$ g/ml vào 300 ml nước và pha loãng đến 1 lít.

4.3 Axit sunfuric, dung dịch chuẩn $c(1/2 \text{H}_2\text{SO}_4) = 1,0$ mol/l.

4.4 Natri hidroxit, dung dịch chuẩn $c(\text{NaOH}) = 1,0$ mol/l.

4.5 Natri lauryl sunfat (natri dodexyl sunfat)

[$\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{11}\text{OSO}_3\text{Na}$], dung dịch chuẩn.

$c(\text{C}_{12}\text{H}_{25}\text{NaO}_4\text{S}) = 0,004$ mol/l.

Kiểm tra độ tinh khiết của natri lauryl sunfat và đồng thời chuẩn bị dung dịch chuẩn.

4.5.1 Xác định độ tinh khiết của natri lauryl sunfat

Cân $5 \text{ g} \pm 0,2 \text{ g}$ sản phẩm thử chính xác đến 1 mg , cho vào bình cầu đáy tròn dung tích 250 ml . Thêm chính xác 25 ml dung dịch chuẩn axit sunfuric (4.3), lấy ống sinh hàn và đun hồi lưu. Từ 5 đến 10 phút đầu tiên, dung dịch sẽ đặc dần và có xu hướng tạo bọt mạnh; kiểm soát điều này bằng cách ngắt nguồn điện và lắc xoáy bình.

Để tránh tạo bọt quá nhiều, thay vì đun hồi lưu, dung dịch này có thể được đặt trong bếp cách thủy đang sôi trong vòng 60 phút.

Sau 10 phút tiếp theo, dung dịch sẽ trở nên trong và ngừng tạo bọt. Tiếp tục đun hồi lưu thêm 90 phút nữa.

Ngắt nguồn nhiệt, làm nguội bình và cẩn thận tráng rửa bình ngưng bằng 30 ml etanol, sau đó là nước.

Thêm vài giọt dung dịch phenolphthalein (4.7) và chuẩn độ dung dịch này bằng dung dịch natri hidroxit (4.4).

Tiến hành một phép thử trắng bằng cách chuẩn độ 25 ml dung dịch axit sunfuric (4.3) bằng dung dịch natri hidroxit (4.4).

Tính độ tinh khiết t theo phần trăm khối lượng của natri lauryl sunfat, theo công thức :

$$\frac{28,84 \times (V_1 - V_0) \times C_0}{m_1}$$

trong đó

V_0 là thể tích dung dịch natri hidroxit (4.4) đã sử dụng cho mẫu trắng, tính bằng mililit;

V_1 là thể tích dung dịch natri hidroxit đã sử dụng cho phần mẫu thử natri lauryl sunfat, tính bằng mililit;

C_0 là nồng độ chính xác của dung dịch natri hidroxit (4.4) tính bằng mol NaOH/lit;

m_1 là khối lượng của phần mẫu thử natri lauryl sunfat, tính bằng gam.

4.5.2 Chuẩn bị dung dịch chuẩn natri lauryl sunfat

Cân từ $1,14 \text{ g}$ đến $1,16 \text{ g}$ natri lauryl sunfat chính xác đến 1 mg và hoà tan trong 200 ml nước. Chuyển định lượng dung dịch này vào bình định mức 1000 ml (5.3) có nút và pha loãng bằng nước đến vạch mức.

TCVN 5455:1998

Tính nồng độ chính xác c_2 của dung dịch bằng mol $C_{12}H_{25}NaO_4S$ /lit, theo công thức :

$$\frac{m_2 \times t}{288,4 \times 100}$$

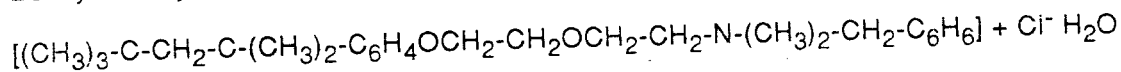
trong đó

m_2 là khối lượng của natri lauryl sunfat đã sử dụng để pha dung dịch, tính bằng gam;

t là độ tinh khiết như đã nêu trong 4.5.1.

4.6 Benzetoni clorua, dung dịch chuẩn $c(C_{27}H_{42}ClNO_2) = 0,004$ mol/l.

Benzyl dimetyl - 2 - 2 - 4 (1.1.3.3 tetra metylbutyl) phenoxi-etoxietyl amoni clorua, mono hidrat :



4.6.1 Chuẩn bị dung dịch

Cân khoảng 1,75 g đến 1,85 g benzetoni clorua chính xác đến 1 mg và hoà tan trong nước.

Chuyển định lượng dung dịch vào bình định mức 1000 ml (5.3) có nút thuỷ tinh và thêm nước đến vạch mức.

Chú thích – Để chuẩn bị dung dịch 0,004 mol/l, sấy khô benzetoni clorua ở 105°C, làm nguội trong bình hút ẩm, cân 1,792 g chính xác đến 1 mg hoà tan trong nước pha loãng đến 1 000 ml.

Các phép thử đã chứng tỏ rằng các thuốc thử cation khác như là xetyl trimetyl amoni bromua và benzankoni clorua cho các kết quả tương đương như các kết quả thu được khi sử dụng benzetoni clorua. Tuy nhiên, những thử nghiệm này chưa được thực hiện với số lượng đủ để khẳng định chắc chắn rằng, các kết quả sẽ như nhau mà không phụ thuộc vào sản phẩm nào được phân tích. Vì vậy, nếu benzetoni clorua không có sẵn thì có thể dùng thuốc thử khác, miễn là điều này phải được ghi vào biên bản thử. Trong trường hợp có nghi ngờ và trường hợp có tranh cãi thì chỉ được sử dụng benzetoni clorua.

4.6.2 Chuẩn hoá dung dịch

Dùng pipet (5.4) hút 25 ml dung dịch natri lauryl sunfat chuẩn (4.5) cho vào lọ hoặc ống đong (5.1) hoặc bình chuẩn độ (5.5), rồi thêm 10 ml nước, 15 ml clorofom (4.1) và 10 ml dung dịch chỉ thị hỗn hợp (4.8).

Chuẩn độ với dung dịch benzetoni clorua (4.6.1). Nếu dùng lọ hoặc ống đong (5.1) thì phải đậy nút và sau mỗi lần thêm phải lắc kỹ; nếu dùng bình chuẩn độ (5.5) kèm máy khuấy thì chạy máy khuấy ít nhất 4 giây rồi tắt máy. Lớp bên dưới sẽ có màu hồng. Tiếp tục chuẩn độ và lắc mạnh (nếu dùng 5.1) hoặc khuấy (nếu dùng 5.2). Khi tiến tới điểm cuối, nhũ tương được tạo thành trong quá trình lắc sẽ dần bị phá vỡ dễ dàng. Tiếp tục chuẩn độ từng giọt, lắc sau mỗi lần thêm dung dịch chuẩn cho đến khi đạt được điểm cuối. Đó là thời điểm lớp clorofom hoàn toàn biến mất màu hồng và chuyển sang màu xanh ghi nhạt.

4.6.3 Tính nồng độ

Tính nồng độ chính xác c_1 của dung dịch benzetoni clorua, biểu thị bằng số mol $C_{27}H_{42}ClNO_2$ /lít, theo công thức :

$$\frac{c_2 \times 25}{V_2}$$

trong đó

V_2 là thể tích của dung dịch benzetoni clorua đã dùng để chuẩn độ trong 4.6.2, tính bằng mililit;

c_2 như trong 4.5.2.

4.7 Phenolphtalein, dung dịch 10 g/l trong etanol

Hoà tan 1 g phenolphtalein trong 100 ml etanol 95 % (V/V).

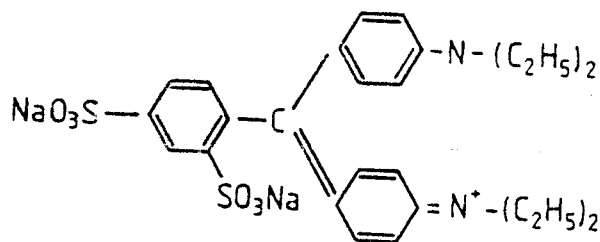
4.8 Dung dịch chỉ thị hỗn hợp*)

4.8.1 Dung dịch gốc

Dung dịch này được pha từ đisunfin xanh 1 và dimidi bromua.

4.8.1.1 Đisunfin xanh 1**) (chỉ số màu 42045)

(Dinatri-4',4'' dinitrilodietyl triphenyl metan-2,4 disunfonat).



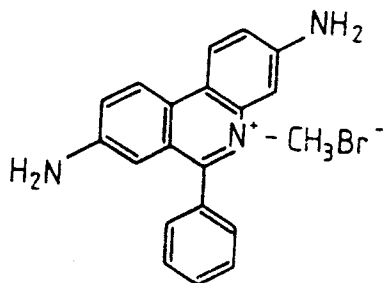
4.8.1.2 Dimidi bromua

*) Chỉ thị hỗn hợp bán sẵn ở dạng dung dịch kiềm, cần phải axit hoá và pha loãng trước khi dùng.

**) Đisunfin xanh 1, VS blue và disunifua blue VN 150 là các sản phẩm thích hợp bán sẵn. Thông tin này thuận lợi cho người sử dụng tiêu chuẩn.

TCVN 5455:1998

(3,8 - diamino - 5 metyl - 6 phenyl phenantridini bromua)



4.8.1.3 Chuẩn bị dung dịch gốc

Cân $0,5 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ dimidi bromua (4.8.1.2), chính xác đến 1 mg, cho vào cốc dung tích 50 ml, và $0,25 \text{ g} \pm 0,005 \text{ g}$ disunfin xanh 1 (4.8.1.1) cho vào cốc dung tích 50 ml thứ hai.

Thêm khoảng 20 đến 30 ml etanol 10 % (V/V) nóng vào mỗi cốc.

Khuấy đến khi tan hết và chuyển các dung dịch vào bình định mức dung tích 250 ml. Tráng cốc bằng dung dịch etanol gộp vào bình và định mức bằng etanol đến vạch.

4.8.2 Dung dịch axit

Thêm 200 ml nước vào 20 ml dung dịch gốc (4.8.1) trong một bình định mức dung tích 500 ml. Thêm 20 ml dung dịch axit sunfuric nồng độ xấp xỉ 245 g/l (4.2), lắc kỹ và pha loãng bằng nước đến vạch mức. Giữ ở chỗ tối.

5 Thiết bị

Các thiết bị thí nghiệm thông thường và

5.1 Lọ hoặc ống đong, dung tích 100 ml có nút nhám.

5.2 Buret, dung tích 25 ml và 50 ml phù hợp với TCVN 1609-1988.

5.3 Bình định mức một vạch, dung tích 1000 ml, có nút nhám, phù hợp với TCVN 1605-1988.

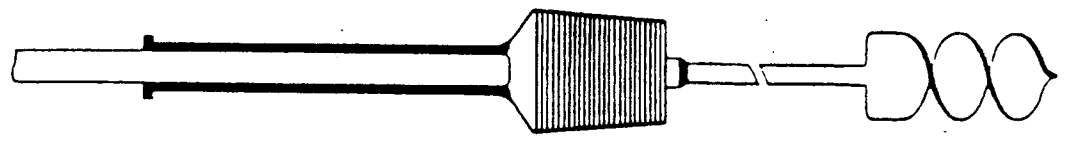
5.4 Pipet một vạch, dung tích 25 ml, phù hợp với TCVN 1606-1988.

5.5 Bình chuẩn độ, có thiết bị khuấy phù hợp (xem hình 1) chạy bằng mô-tơ.

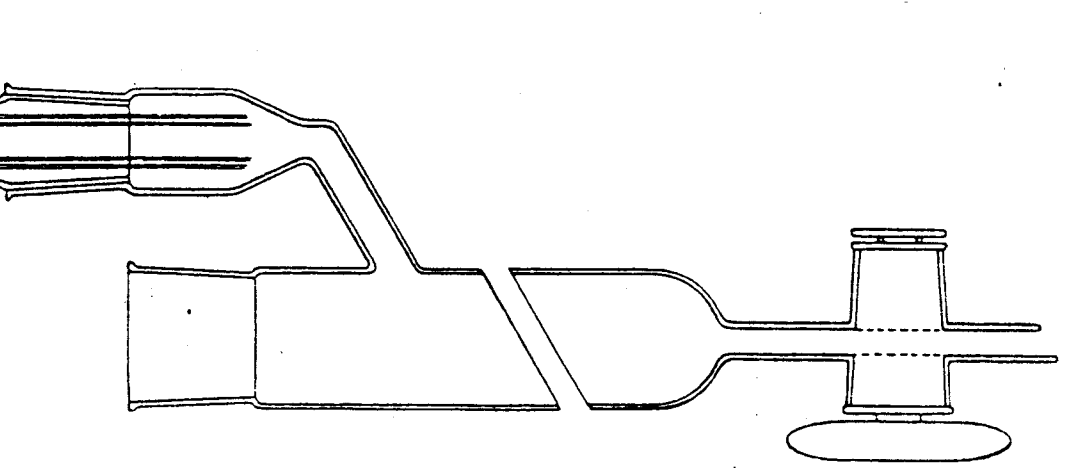
Kích thước tính bằng milimét

Nối với thiết bị phân bố có chất cloform (4.1)

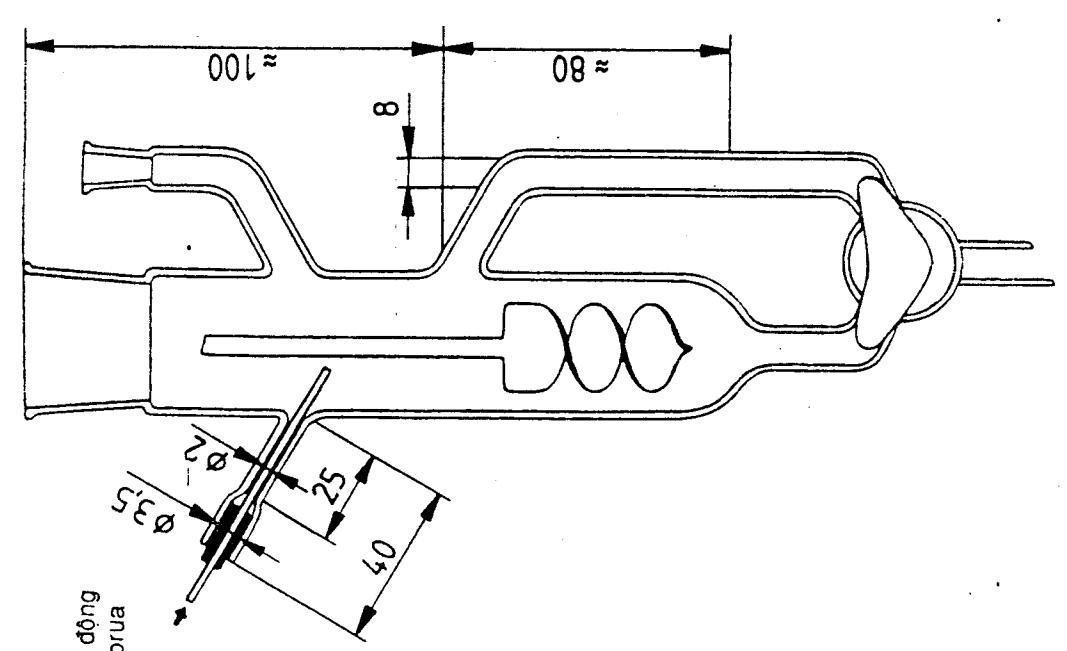
Nối với thiết bị phân bố có chất chỉ thị đã pha trộn (4.8)



Máy khuấy hình xoắn ốc



Mặt bên



Mặt trước

Nối với buret tự động có dung dịch clorua benzen (4.6)

Hình 1 - Bình chuẩn độ

5.6 **Buret tự động**, kiểu piston có mô tơ, dung tích 20 ml, có độ chính xác tương đương như đã qui định trong 5.2.

6 Lấy mẫu

Mẫu phòng thí nghiệm được chuẩn bị và bảo quản phù hợp với hướng dẫn trong các qui định hiện hành.

7 Cách tiến hành

Cảnh báo – Cần tuân thủ các qui tắc an toàn khi làm việc với các dung môi độc.

7.1 Phần mẫu thử

Cân một lượng mẫu phòng thí nghiệm (xem điều 6) chính xác đến 1 mg, vào cốc 150 ml có chứa khoảng 0,003 mol đến 0,005 mol chất hoạt động anion.

Chú thích – Bảng dưới đây được tính trên cơ sở khối lượng phân tử trung bình là 360, có thể được dùng như chỉ dẫn sơ bộ.

Bảng 1 - Khối lượng phần mẫu thử

Lượng chất hoạt động trong mẫu, % (m/m)	Khối lượng phần mẫu thử, g	Lượng chất hoạt động trong mẫu, % (m/m)	Khối lượng phần mẫu thử, g
15	10,0	60	2,4
30	5,0	80	1,8
45	3,2	100	1,4

7.2 Xác định

Hoà tan phần mẫu thử trong nước. Thêm vài giọt dung dịch phenolphthalein (4.7) và trung hoà đến màu hồng nhạt bằng dung dịch natri hidroxit (4.4) hoặc dung dịch axit sunfuric (4.3) nếu cần.

Chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 1000 ml (5.3) có nút nhám và pha loãng đến vạch bằng nước. Lắc kỹ, dùng pipet (5.4) hút 25 ml dung dịch này cho vào lọ hoặc ống đong (5.1) hoặc bình chuẩn độ (5.5), rồi thêm 10 ml nước, 15 ml clorofom (4.1) và 10 ml dung dịch chỉ thị axit hỗn hợp (4.8).

Chuẩn độ bằng dung dịch benzetoni clorua (4.6) như đã mô tả trong 4.6.2, bắt đầu từ đoạn thứ hai.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Tính kết quả

Hàm lượng chất hoạt động anion, biểu thị bằng phần trăm khối lượng, được tính theo công thức :

$$\frac{V_3 \times c_1 \times M_t \times 1000 \times 100}{m_0 \times 25 \times 1000} = \frac{4 \times V_3 \times c_1 \times M_t}{m_0}$$

trong đó

V_3 là thể tích dung dịch benzetoni clorua (4.6) đã sử dụng để chuẩn độ 25 ml dung dịch chất hoạt động anion trong nước, tính bằng mililit;

M_t là khối lượng phân tử trung bình của chất hoạt động anion;

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

c_1 đã được xác định trong 4.6.3.

8.2 Độ chính xác của phương pháp

8.2.1 Độ lặp lại

Chênh lệch giữa các kết quả từ hai lần xác định song song được tiến hành trên cùng một mẫu thử hoặc được thực hiện liên tiếp nhau, do cùng một người phân tích, sử dụng cùng loại thiết bị, không được vượt quá 1,5 % của giá trị trung bình.

8.2.2 Độ tái lập

Chênh lệch giữa hai kết quả thu được trên cùng một mẫu thử ở hai phòng thí nghiệm khác nhau, không được vượt quá 3 % của giá trị trung bình.

9 Báo cáo kết quả

Báo cáo kết quả thử bao gồm những mục sau đây :

- a/ tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
 - b/ phương pháp sử dụng (theo tiêu chuẩn này và chỉ rõ phương pháp lắc bằng tay hay khuấy bằng máy);
 - c/ kết quả thu được và cách biểu thị kết quả;
 - d/ các chi tiết của mọi thao tác không qui định trong tiêu chuẩn này hoặc các tiêu chuẩn tham khảo khác, hoặc bất kỳ thao tác tùy ý nào cũng như các sự cố xảy ra có thể ảnh hưởng đến kết quả.
-