

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5492 – 1991

(TS SEV 2542 -80)

XÀ PHÒNG GỘI ĐẦU VÀ TẮM DẠNG LỎNG

(SAMPUN)

PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT

HÀ NỘI – 1991

LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5492 - 1991 phù hợp với ST SEV 2542 - 80.

TCVN 5492 - 1991 do Trung tâm Tiêu chuẩn - Chất lượng biên soạn, Tổng cục Tiêu chuẩn Đo lường Chất lượng đề nghị và được Ủy ban Khoa học Nhà nước ban hành theo quyết định số 487/QĐ ngày 8 tháng 8 năm 1991.

XÀ PHÒNG GỘI ĐẦU VÀ TẮM DẠNG LỎNG (SAMPUN).
PHƯƠNG PHÁP XÁC ĐỊNH HÀM LƯỢNG CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT
Shampoo for hair and bath.

Method for the determination of mass part of surface active agents.

Tiêu chuẩn này áp dụng cho các loại xà phòng gội đầu, tắm và dạng lỏng (Sampun) và quy định phương pháp xác định hàm lượng các hoạt chất hoạt động bề mặt tan trong rượu etanola, hàm lượng các chất hoạt động dạng anion, các hoạt chất hoạt động dạng cation và các chất không phân li.

Tiêu chuẩn này không áp dụng cho các loại xà phòng dạng lỏng có màu.

Tiêu chuẩn này phù hợp với ST SEV 2542-80.

1. Phương pháp xác định hàm lượng các chất hoạt động bề mặt tan trong rượu etanola.

1.1. Bản chất của phương pháp.

Phương pháp dựa trên việc chiết các hợp chất hữu cơ bằng rượu etanola; sau đó cất dung môi và cân cặn thu được.

1.2. Lấy mẫu

Để tiến hành thử phải lấy mẫu ít nhất 9 đơn vị bao gói sản phẩm. Gộp toàn bộ số mẫu lấy lại, trộn kỹ và rút gọn để lấy được mẫu trung bình có khối lượng là 1 kg.

Bảo quản mẫu trung bình trong lọ thủy tinh sạch, khô có nút nhám hoặc trong một bình kín khác. trên lọ (bình) chứa mẫu trung bình có dán nhãn ghi rõ:

- 1) Tên loại xà phòng;
- 2) Tên cơ sở sản xuất hoặc ký hiệu hàng hoá của cơ sở;
- 3) Ký hiệu tiêu chuẩn này;
- 4) Ngày sản xuất;
- 5) Số lô hàng;
- 6) Ngày và nơi lấy mẫu;

1.3. Thiết bị, vật liệu, thuốc thử và dung dịch.

Để tiến hành thử sử dụng:

- 1) Tủ sấy có điều chỉnh nhiệt độ $80 \pm 5^{\circ}\text{C}$;
- 2) Bếp cách thủy ;
- 3) Cân phân tích với độ chính xác đến 0,0002g ;
- 4) Cốc thủy tinh, dung tích 250cm^3 ;
- 5) Bình nón dung tích 200cm^3 ;
- 6) Giấy lọc mịn ;
- 7) Rượu etanola tuyệt đối, TKPT ;
- 8) Natri sunfat khan, TKPT ;
- 9) Nước cất theo TCVN 2117-77.

1.4. Tiến hành thử

Cho 5g mẫu xà phòng đã được cân với độ chính xác đến 0,0002g vào cốc dung tích 250cm^3 và tiến hành chiết, một lần với 50cm^3 và hai lần với 25cm^3 rượu etanola ở 60°C .

Lọc dung dịch chiết với natri sunfat khan vào bình nón dung tích 200cm^3 đã được sấy trước ở nhiệt độ 80°C . Cát tách dung môi, và sấy phần cặn còn lại ở 80°C . Cứ sau 2 giờ lấy bình nón ra, để nguội trong bình hút ẩm trong 30 phút và cân. Lặp lại thao tác này cho đến khi chênh lệch kết quả của hai phép cân liên tiếp không vượt quá 0,001g.

5. Tính kết quả

Hàm lượng các chất hoạt động bề mặt tan trong rượu (X_1) được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_1 = \frac{m \cdot 100}{m_1}$$

Trong đó:

m - Khối lượng cặn khô ; g ;

m_1 - Khối lượng mẫu ; g.

Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng kết quả của ít nhất ba phép xác định song song mà sai lệch tuyệt đối giữa chúng không vượt quá 1%.

2. Phương pháp xác định hàm lượng các chất hoạt động dạng anion.

2.1. Bản chất của phương pháp

Phương pháp dựa trên việc chuẩn độ hai pha mẫu thử chất hoạt động dạng anion dùng dung dịch hỗn hợp chỉ thị bromua - dimidi và xanh disunfinic.

2.2. Mẫu thử

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo điều 1.2.

2.3. Dụng cụ

Để tiến hành thử sử dụng ,

- 1) Ống đong có nút nhám, dung tích 100cm^3 ;
- 2) Buret dung tích 25cm^3 ;
- 3) Ống sinh hàn hồi lưu ;
- 4) Bình định mức dung tích 100, 500 và 1000cm^3 ;
- 5) Bình nón dung tích 100cm^3 ;
- 6) Pipet khắc độ dung tích 25cm^3 ;
- 7) Bình cầu đáy tròn dung tích 250cm^3 .

2.4. Thuốc thử và dung dịch

Để tiến hành thử sử dụng:

- 1) Rượu etanola, dung dịch 10% ;
- 2) Các chất màu: Xanh disunfinic và dimidi bromua ;
- 3) Clorofom , TKPT ;
- 4) Hiamin 1622 (monohidrat clorua benzyldimetyl (2 - P) 1, 1, 3,3-tetra-metylen butyl (phenoxy etoxy) - etyl amoni

M, m 466,0 dung dịch 0,004 mol/l, chuẩn bị như sau:

Hòa tan 1,864g hiamin 1622 trong nước cất vào bình định mức dung tích 1000cm^3 định mức và lắc kỹ (dung dịch bền)

Hoặc: Sterynol (amoni dimetyl lauryl benzyl bromua)

M 386,0 dung dịch 0,004 mol/l chuẩn bị như sau:

Cân 1,535g setrynol với độ chính xác đến 0,0002g hòa tan trong nước rồi chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 1000cm^3 , định mức và lắc kỹ.

Hoặc: Septonex (bromua N - 1 - anpha cacbotoxy - mentadexyl 1 - trimetyl amoni) M 422,5, dung dịch 0,004 mol/l chuẩn bị như sau: cân 1,69g septonex chính xác đến 0,0005g hòa tan trong nước

rồi chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 1000cm^3 , thêm nước đến vạch và lắc kỹ.

5. Phenolphthalein, dung dịch 1% chuẩn bị như sau: hòa tan 1g phenolphthalein vào 50cm^3 rượu etanola 96%, sau đó vừa khuấy vừa thêm 50cm^3 nước. Nếu dung dịch có cặn phải lọc.

6. Axit sunfuric, TKPT, dung dịch 0,5 và 2,5 mol/l.

7. Natri tetrapropylen benzolsunfonat, M 348,5, loại tinh khiết đặc biệt dung dịch 0,004 mol/l, chuẩn bị như sau:

Cân 1,394g natri tetrapropylen benzolsunfonat với độ chính xác đến 0,0002g hòa tan vào nước, chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 1000cm^3 , thêm nước đến vạch và lắc kỹ.

Hoặc

Natri lauryl sunfat (natri dodexyl sunfat) loại tinh khiết đặc biệt M 288,4, dung dịch 0,004 mol, chuẩn bị như sau:

Cân 1,14 - 1,16g lauryl sunfat với độ chính xác đến 0,0002 g và hòa tan trong nước rồi chuyển định lượng vào bình định mức dung tích 1000cm^3 thêm nước đến vạch và lắc kỹ.

8) Natri hidroxit, TKPT, dung dịch 1 và 5 mol/l.

9) Chất chỉ thị chính: dung dịch rượu - nước bromua dimidi (bromua 3,8 - diamin -5 - metyl - 6 - phenylphenan - tredin) và xanh disunfinic (muối dinatri 2,4 - disunfo - 4,4 - diamin - dietyltriphenylmetan)

Khi không có dung dịch chỉ thị chuẩn chính thì có thể chuẩn bị dung dịch như sau:

Hòa tan riêng biệt 0,2g bromua dimidi và 0,1g xanh disunfinic trong $10 - 20\text{cm}^3$ dung dịch âm rượu etanola 10%, sau đó trộn lẫn rồi chuyển vào bình định mức dung tích 100cm^3 thêm rượu etanola 10% đến vạch và lắc kỹ.

10. Chỉ thị hỗn hợp, dung dịch axit chuẩn bị như sau: cho 20cm^3 dung dịch chỉ thị chính vào bình định mức dung tích 500cm^3 lắc trộn với 200cm^3 nước cất, thêm vào 20cm^3 dung dịch 2,5 mol/l axit sunfuric, định mức bằng nước cất và lắc kỹ.

Xác định độ chuẩn các dung dịch hiemin 1622 hoặc sterynol và septonex

Cho 20cm³ dung dịch natri tetrapropylen benzolsunfonat hoặc 20cm³ natri laurylsunfat vào ống đong có nút nhám, thêm vào 10cm³ nước cất, 15cm³ clorofom và 10cm³ dung dịch chỉ thị hỗn hợp. Chuẩn độ bằng dung dịch hiamin 1622 hoặc Sterynol hay septonex, phải lắc ống đong sau mỗi lần thêm thuốc thử chuẩn.

Cuối phép chuẩn, thêm dung dịch chuẩn theo từng giọt một và tiếp tục chuẩn cho đến khi dung dịch chuyển từ màu hồng sang màu xám hoàn toàn. Nếu có dư dung dịch chuẩn lớp clorofom sẽ có màu xanh.

Hệ số hiệu chỉnh của dung dịch (f) được tính theo công thức:

$$f = \frac{X_2 \cdot m \cdot 125}{b \cdot M}$$

Trong đó:

X₂ - Hàm lượng chất hoạt động dạng anion trong dung dịch, %

m - Khối lượng cân của dung dịch chuẩn

b - Lượng dung dịch hiamin 1622 hoặc sterynol hoặc septonex tiêu tốn để chuẩn độ, g

M - Khối lượng phân tử của natri tetra propylen benzolsunfonat hoặc lauryl sunfat g/mol

125 - Hệ số hiệu chỉnh

Chú thích. Nên tính giá trị trung bình của ba phép xác định, không kể kết quả của phép chuẩn ban đầu.

2.6. Tiến hành thử

Cân chính xác đến 0,0001g một lượng mẫu tương ứng với 1g chất hoạt động dạng amion 100% vào cốc dung tích 50cm³. Hòa tan mẫu trong nước cất. Thêm 5 giọt phenolphtalein dung dịch 1%; trong trường hợp cần thiết, dùng natri hidroxit dung dịch 1 mol/l hoặc axit sunfuric, dung dịch 0,5 mol/l để trung hòa dung dịch mẫu đến khi có màu hồng nhạt. Chuyển định lượng dung dịch nhận được vào bình định mức dung tích 500cm³, thêm nước đến vạch và lắc kỹ, Dùng pipet lấy 20cm³ dung dịch này cho vào ống đong có nút nhám, thêm 10cm³ nước cất, 15cm³ clorofom và 10cm³ dung dịch chỉ thị hỗn hợp và chuẩn bằng dung dịch hiamin 1622 hoặc steryol hoặc septonex. Gần cuối phép chuẩn độ lắc cho chất huyền phù tạo thành trong quá trình chuẩn phân tán dễ dàng. Phép chuẩn kết thúc khi màu hồng của

lớp clorofom ở dưới chuyển sang màu xanh xám.

2.7. Tính kết quả

Hàm lượng chất hoạt động bề mặt dạng anion (X_2) được tính bằng phần trăm theo công thức:

$$X_2 = \frac{V \cdot f \cdot M}{m \cdot 125}$$

Trong đó:

V - Thể tích dung dịch hiamin 1622, steryol hoặc septonex

f - Hệ số hiệu chỉnh của dung dịch hiamin 1622, steryol hoặc septonex

M - Khối lượng phân tử chất hoạt động dạng anion, g/mol

m - khối lượng mẫu xà phòng, g ;

125 - hệ số hiệu chỉnh.

Chênh lệch cho phép giữa các kết quả của hai phép xác định không được vượt quá 3% giá trị kết quả trung bình.

Kết quả cuối cùng được tính theo giá trị trung bình như ở điều 2.5.

3. Phương pháp xác định chất hoạt động dạng cation

3.1. Bản chất của phương pháp

Phương pháp dựa trên việc chuẩn độ mẫu thử chất hoạt động dạng cation dùng xanh disunfinic làm chỉ thị.

3.2. Mẫu

Lấy mẫu và chuẩn bị mẫu theo điều 1.2.

3.3. Dụng cụ

Theo điều 2.3.

3.4. Thuốc thử và dung dịch

Theo điều 2.4.

3.5. Tiến hành thử

Cân 1g mẫu thử với độ chính xác đến 0,0002g tương ứng 1g chất hoạt động bề mặt dạng cation 100% cho vào bình định mức dung tích 500cm³ thêm nước đến vạch và lắc kỹ. Dùng pipet lấy 20cm³ dung dịch này vào ống đong, thêm 10cm³ nước cất, 15cm³ clorofom và 10cm³ dung dịch chỉ thị axit. Chuẩn độ với dung dịch natri tetrapropylen

benzolsunfonat hay natri laurylsunfat bằng cách cho lần lượt từng lượng 1cm^3 và lắc thật kỹ sau mỗi lần thêm dung dịch. Cuối phép chuẩn độ phải thêm từng giọt một chuẩn độ đến khi màu xanh của dung dịch mất hoàn toàn. Khi dư dung dịch chuẩn, lớp clorofom sẽ có màu hồng.

3.6. Tính kết quả

Hàm lượng chất hoạt động dạng cation (X_3) được tính bằng phần trăm theo công thức sau:

$$X_3 = \frac{V \cdot f \cdot M}{m \cdot 125}$$

Trong đó:

- f - Hệ số hiệu chỉnh của natri tetrapropylen benzolsunfonat hay natri laurylsunfat
- V - Thể tích dung dịch natri tetrapropylen benzolsunfonat hoặc natri laurylsunfat, cm^3 ;
- m - Khối lượng mẫu thử, g;
- M - Khối lượng phân tử của chất hoạt động dạng cation mol/l ;
- 125- Hệ số hiệu chỉnh.

Kết quả cuối cùng của phép thử là trung bình cộng kết quả của ít nhất ba phép xác định song song mà chênh lệch tuyệt đối giữa chúng không được vượt quá 1%.

4. Phương pháp xác định hàm lượng các chất hoạt động bề mặt không phân ly.

Hàm lượng các chất hoạt động bề mặt không phân ly (X_4) tính bằng phần trăm được xác định theo hiệu số giữa các kết quả của các phép xác định qui định trong điều 1.5, 2.6, và 3.6 theo công thức sau:

$$X_4 = X_1 - X_2$$

hoặc
$$X_4 = X_1 - X_3$$

Trong đó:

- X_1 - Hàm lượng chất hoạt động bề mặt tan trong rượu etanola, %
- X_2 - Hàm lượng chất hoạt động dạng anion, %;
- X_3 - Hàm lượng chất hoạt động dạng cation, % .