

TCVN

TIÊU CHUẨN QUỐC GIA

TCVN 11058:2015

ISO 8214:1985

Xuất bản lần 1

**CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT - BỘT GIẶT - XÁC ĐỊNH CÁC
SULFAT VÔ CƠ BẰNG PHƯƠNG PHÁP KHỐI LƯỢNG**

*Surface active agents - Washing powders -
Determination of inorganic sulfates - Gravimetric method*

HÀ NỘI - 2015

Lời nói đầu

TCVN 11058:2015 hoàn toàn tương đương với ISO 8214:1985.

TCVN 11058:2015 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 - Bột giặt - Xác định các sulfat vô cơ bằng phương pháp khối lượng

Surface active agents - Washing powder - Determination of inorganic sulfates - Gravimetric method

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này quy định phương pháp khối lượng để xác định hàm lượng sulfat vô cơ của tất cả các loại bột giặt thương phẩm, không bị ảnh hưởng bởi các hợp chất khác.

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

Loại bỏ tất cả các chất tan trong etanol khỏi phần mẫu thử bằng cách chiết với etanol.

Trong trường hợp có silicat, lọc sau khi khử nước, sau đó kết tủa sulfat có trong phần lọc với bari clorua. Lọc phần kết tủa, rửa, nung tại nhiệt độ 900 °C và cân.

CHÚ THÍCH: Cặn thu được sau khi lọc silicat có thể được sử dụng để xác định hàm lượng silica tổng theo TCVN 11059 (ISO 8215).

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.

4.1 Etanol, khan hoặc biến tính.

4.2 Axit clohydric, khối lượng riêng (ρ) từ 1,16 g/mL đến 1,19 g/mL.

TCVN 11058:2015

4.3 Amoniac, dung dịch đậm đặc.

4.4 Bari clorua dihydrat ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$), dung dịch 100 g/L.

4.5 Bạc nitrat, dung dịch 5 g/L.

4.6 Metyl da cam, dung dịch 1 g/L.

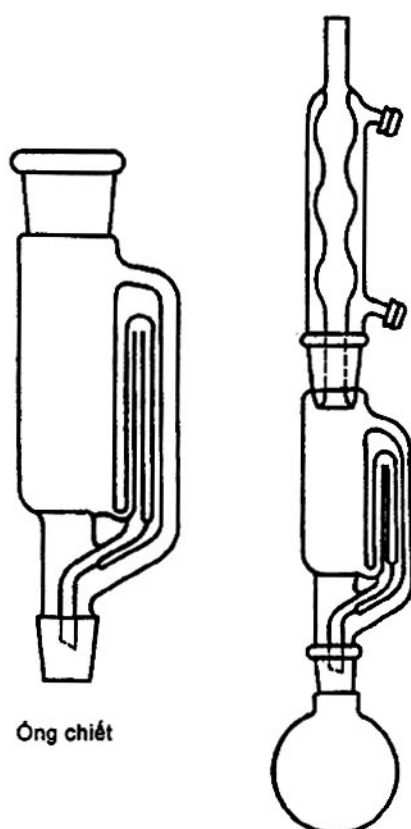
4.7 Đá bọt, cỡ hạt từ 2 đến 4 mm hoặc tương đương để hỗ trợ sôi.

5 Thiết bị, dụng cụ

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

5.1 Bình định mức một vạch, dung tích 1000 mL, phù hợp với các yêu cầu của ISO 1042.

5.2 Bộ chiết Soxhlet, với bình dung tích 500 mL và ống chiết dung tích 200 mL (xem Hình 1).



Hình 1 – Bộ chiết Soxhlet

5.3 Bộ chiết vòng thủy tinh, có cỡ lỗ P 1,6 (1,6 μ m), đường kính khoảng 36 mm, chiều dài khoảng 95 mm; khi phép xác định silicat không yêu cầu thực hiện, có thể sử dụng vòng chiết tương đương bằng giấy.

5.4 Tủ sấy, có khả năng được kiểm soát nhiệt độ tại 105 °C $\pm$ 2 °C.

5.5 Chén lọc, bằng sứ, cỡ lỗ P 4 (1,6 μ m đến 4 μ m).

5.6 Chén bạch kim.

5.7 Lò nung, có khả năng duy trì nhiệt độ 900 °C.

6 Lấy mẫu

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

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân, chính xác đến 0,001 g, khoảng 10 g mẫu phòng thí nghiệm trong cốc dung tích 600 mL hoặc trong bộ chiết vòng thủy tinh (5.3).

7.2 Loại bỏ chất hữu cơ

Có thể sử dụng một trong hai quy trình sau:

7.2.1 Chiết Soxhlet

Cho 300 mL etanol (4.1) vào bình đáy tròn dung tích 500 mL của bộ chiết Soxhlet (5.2) và một vài viên đá bọt (4.7).

Đặt vòng (5.3) có phần mẫu thử (7.1) vào trong ống chiết của bộ chiết Soxhlet và lắp thiết bị (bình, ống chiết, ống sinh hàn).

Bắt đầu chiết và tiếp tục với tốc độ chiết nhanh vừa trong 2 h 30 min sau khi dẫn qua ống xiphong đầu tiên.

Để nguội và đổ etanol còn lại trong bình chiết vào bình và loại bỏ phần tan trong etanol.

7.2.2 Chiết bằng xử lý trong cốc

Cho khoảng 250 mL etanol (4.1) vào phần mẫu thử (7.1).

Đậy bằng kính đồng hồ, gia nhiệt và khuấy bằng máy khuấy cơ học hoặc máy khuấy từ cho đến khi etanol sôi.

Tiếp tục đun sôi và khuấy trong 5 min.

TCVN 11058:2015

Đổ cốc nguội và chất không tan lắng xuống. Lọc pha etanollic qua giấy lọc cấp trung bình. Lặp lại quá trình chiết này hai lần nữa với phần etanol mới (4.1) sử dụng giấy lọc trên.

Cho khoảng 75 mL etanol nóng (50 °C đến 60 °C) vào cốc có chứa chất không tan và dùng đũa thủy tinh dầm vỡ tất cả các mảnh cứng nào còn lại. Để chất không tan lắng xuống và lọc qua giấy lọc trên.

Lặp lại thao tác này hai lần nữa.

Chọc thủng đáy giấy lọc và rửa bằng khoảng 50 mL nước nóng để chuyển toàn bộ cặn vào cốc có chứa chất không tan.

7.3 Loại bỏ silicat

Sau khi chiết (7.2.1), lấy vòng ra khỏi bộ chiết Soxhlet (5.2) và sử dụng nước nóng (50 mL đến 75 mL), chuyển định lượng hỗn hợp này vào cốc dung tích 400 mL; hoặc sử dụng cốc dung tích 600 mL và chất không tan trong etanol thu được như quy định trong 7.2.2.

Cho 10 mL axit clohydric (4.2) vào cốc. Khuấy bằng đũa thủy tinh.

Để bay hơi đến khô trên nồi cách thủy.

Cho 35 mL đến 40 mL nước. Gia nhiệt trong 10 min, thỉnh thoảng khuấy. Nếu không có silica và chất không tan, tiến hành theo quy định trong 7.4; nếu không, thực hiện như sau.

Cho 10 mL axit clohydric (4.2) vào, khuấy và để bay hơi đến khô như trước. Hòa tan cặn, cho 10 mL axit clohydric (4.2), khuấy và để bay hơi đến khô lần thứ ba. Đặt cốc và cặn vào tủ sấy (5.4), duy trì tại nhiệt độ $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$, trong 1 h. Cho 50 mL nước nóng và 10 mL axit clohydric (4.2). Gia nhiệt trong 10 min trên bồn cách thủy, thỉnh thoảng khuấy.

Lọc qua chén lọc bằng sứ đã trừ bì (5.5) dưới lực hút hoặc qua giấy lọc cứng lọc nhanh.

Rửa cặn bốn lần bằng nước nóng, mỗi lần 30 mL.

CHÚ THÍCH: Cặn không tan có thể được sử dụng để xác định hàm lượng silica tổng theo TCVN 11059 (ISO 8215); trong trường hợp này, thay đổi bình nhận phần dịch lọc tại điểm này và tiếp tục đổ và rửa cặn theo quy định trong TCVN 11059 (ISO 8215).

7.4 Phép xác định

Chuyển định lượng phần dịch lọc và bốn lần rửa đầu tiên (từ 7.3) vào bình chuẩn độ một vạch dung tích 1000 mL; hoặc chuyển dung dịch nếu không có silica và chất không tan.

Pha loãng đến vạch mức và lắc đều.

Sử dụng pipet, chuyển phần thể tích của dung dịch vào cốc, lấy 200 mL đối với hàm lượng sulfat nhỏ hơn 6 % (theo khối lượng) (được tính theo Na_2SO_4) và đối với hàm lượng cao hơn lấy thể tích tương ứng với khối lượng bari sulfat trong khoảng từ 0,15 g đến 0,30 g.

Pha loãng đến 200 mL nếu cần thiết. Cho bốn giọt dung dịch metyl da cam (4.6) và trung hòa bằng dung dịch amoniac (4.3).

Cho axit clohydric (4.2) đến khi vừa chuyển sang axit và sau đó cho dư 5,0 mL.

Gia nhiệt cho đến khi sôi và cho từ từ 5 mL dung dịch bari clorua (4.4) trong khi đang sôi. Đậy bằng kính đồng hồ và cho sôi nhẹ trong 5 min.

Đặt trên nồi cách thủy trong ít nhất 1 h tại 70 °C đến 80 °C.

Thử kết tủa hoàn toàn chưa, bằng cách cho thêm một vài giọt dung dịch bari clorua (4.4).

Lọc chân không qua chén lọc sứ đã trừ bì (5.5) hoặc qua giấy lọc không tro cấp trung bình hoặc giấy lọc mịn. Trước khi cân bì, gia nhiệt chén sứ trong lò nung (5.7), được điều khiển tại 900 °C, và để nguội trong bình hút ẩm.

Rửa phần kết tủa trên bộ lọc bằng nước nóng và tiếp tục rửa cho đến khi không còn clorua, thử bằng một vài giọt dung dịch bạc nitrat (4.5).

Trong trường hợp giấy lọc, đặt vào chén bạch kim (5.6), đã được cân bì trước đó sau khi gia nhiệt trong lò nung (5.7), được duy trì tại 900 °C, và để nguội trong bình hút ẩm.

Gia nhiệt từ từ chén và chất có bên trong đến 900 °C, sau đó để trong lò nung (5.7), được kiểm soát tại 900 °C, trong 30 min. Để nguội trong bình hút ẩm và cân chính xác đến 0,001 g.

8 Biểu thị kết quả

8.1 Phương pháp tính

Hàm lượng sulfat vô cơ, tính bằng phần trăm khối lượng của natri sulfat (Na_2SO_4), theo công thức

$$\frac{m_1 \times 1000 \times 0,6086}{m_0 \times V} \times 100 = \frac{60860 m_1}{m_0 V}$$

trong đó

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

m_1 là khối lượng của kết tủa bari sulfat, tính bằng gam;

V là thể tích của phần dung dịch được lấy, tính bằng mililit;

0,6086 là hệ số chuyển đổi đối với BaSO_4 sang Na_2SO_4 .

8.2 Độ chụm

Phân tích so sánh trên ba mẫu thử từ 6 % đến 15 % Na_2SO_4 , được thực hiện tại mười một phòng thí nghiệm, đã đưa ra kết quả thống kê được biểu thị trong Bảng 1.

Bảng 1 – Kết quả thống kê từ thử nghiệm liên phòng

Hàm lượng sulfat (Na_2SO_4), x	6 % đến 15 % (theo khối lượng)
Độ lặp lại	$0,05\sqrt{x}$
Độ tái lập	$0,20\sqrt{x}$

9 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 phương pháp được sử dụng (viện dẫn tiêu chuẩn này);
- Kết quả thử nghiệm và đơn vị tính được sử dụng;
- Điều kiện thử nghiệm;
- 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.