

TCVN 6335 : 1998

ISO 6841 : 1988

**CHẤT HOẠT ĐỘNG BỀ MẶT - NATRI ANKYL BENZEN
SUNFONAT MẠCH THẲNG KỸ THUẬT - XÁC ĐỊNH KHỐI
LƯỢNG PHÂN TỬ TRUNG BÌNH BẰNG SẮC KÝ KHÍ LỎNG**

*Surface active agents - Technical straight - chain sodium
alkylbenzenesulfonates - Determination of mean relative molecular
mass by gas-liquid chromatography*

HÀ NỘI - 1998

Lời nói đầu

TCVN 6335 :1998 tương đương với ISO 6841 : 1988 và có thêm phần phụ lục.

TCVN 6335 :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 – Natri ankybenzensunfonat mạch thẳng kỹ thuật – Xác định khối lượng phân tử trung bình bằng sắc ký khí lỏng

*Surface active agents – Technical straight - chain sodium alkylbenzenesulfonates –
Determination of mean relative molecular mass by gas-liquid chromatography*

1 Phạm vi áp dụng

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp sắc ký khí lỏng (GLC) để xác định khối lượng phân tử trung bình của natri ankybenzensunfonat mạch thẳng kỹ thuật.

2 Tiêu chuẩn trích dẫn

ISO 607 - 1980 Chất hoạt động bề mặt và chất tẩy rửa - Phương pháp chia mẫu.

TCVN 5491-1991 Xà phòng và chất tẩy rửa - Lấy mẫu trong sản xuất.

3 Nguyên tắc

Tách nhóm suntonic của phân mẫu thử trong môi trường axit photphoric đặc và chiết ankybenzen bằng dầu hoả nhẹ.

Xác định khối lượng phân tử trung bình của ankybenzen bằng GLC.

Tính khối lượng phân tử trung bình của ankybenzensunfonat.

4 Thuốc thử và nguyên liệu

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 **Axit photphoric**, dung dịch 85 % khối lượng.

4.2 **Ete dầu hoả**, không có các hợp chất thơm, được chưng cất từ 40°C đến 60°C.

4.3 **Natri sunfat, khan**.

4.4 **Natri hidroxit**, dung dịch 160 g/l.

4.5 **Ankylbenzen so sánh** : trộn các ankylbenzen có độ dài mạch đã biết, thí dụ từ C₁₅ đến C₂₁ (bao gồm nhóm phenyl).

Sản phẩm với các thành phần đã biết có thể chấp nhận như mẫu so sánh. Mẫu so sánh nay không thể dùng cho mục đích nhận biết, mà chỉ để kiểm tra sự hoạt động chính xác của máy sắc ký.

4.6 **Khí mang** : nitơ, heli, argon, hoặc hidro.

4.7 **Axeton** (nếu cần)

5 Dụng cụ

Các thiết bị thông thường, và

5.1 **Ống đốt**, một đầu hàn kín, đường kính 12 mm và dài 120 mm (có bán sẵn trên thị trường).

5.2 **Ống thử**, kích thước tương tự như ống đốt (5.1) có nút thuỷ tinh.

5.3 **Ống an toàn bằng kim loại**, có thể đỡ ống đốt đã bịt kín (5.1). Ống an toàn có các đĩa đệm (xem chú thích) để tránh vỡ các ống đốt và có nắp xoáy (xem hình 1).

Chú thích - Để đạt hiệu quả đệm tốt nhất, đĩa nên làm bằng cao su silicon và politetrafloroetylen. Tuy vậy, đĩa cao su silicon dày 3 mm là phù hợp. Không nên dùng đĩa politetrafloroetylen.

5.4 **Thiết bị đốt nóng** : có thể điều chỉnh ở nhiệt độ khoảng 250°C, hoặc lò nung.

5.5 **Máy sắc ký**, với các phụ kiện sau :

5.5.1 **Cột mao quản**, dài từ 20 m đến 50 m, dạng vòng, đường kính trong 0,25 mm và đường kính ngoài 1,1 mm, được phủ bằng một pha tĩnh không phân cực ở nhiệt độ cao (thí dụ : loại dimethylsiloxan như silicon OV 101) đã luyện trước ở nhiệt độ phân tích; hoặc **cột nhồi**, dài 1 m đến 6 m miễn là các pic sắc ký được tách ra một cách đầy đủ.

5.5.2 **Detector ion hoá ngọn lửa**.

5.5.3 **Bộ tích phân điện tử**.

5.5.4 **Máy ghi**.

5.6 **Bơm tiêm**, dung tích 5 μ l hoặc 10 μ l.

5.7 **Pipet pazo**.

6 Lấy mẫu

Theo TCVN 5491-1991.

Mẫu phòng thí nghiệm chất hoạt động bề mặt được chuẩn bị và bảo quản theo chỉ dẫn theo ISO 607.

7 Cách tiến hành

7.1 Phần mẫu thử

Cân từ 50 mg đến 100 mg mẫu phòng thí nghiệm, chính xác đến 1 mg, cho vào ống đốt (5.1).

7.2 Tách nhóm sunfonic

Thêm 2 ml dung dịch axit photphoric (4.1) vào ống đốt chứa mẫu thử và dùng ngọn lửa ôxi/gaz hoặc gaz/không khí để hàn ống cẩn thận.

Chú thích - Ống đốt phải được hàn kín với sự giảm độ dày thành ống ít nhất để tránh dò rỉ trong quá trình tách sunfonic. Tốt nhất là quay tròn ống từ từ và đốt nó bằng ngọn lửa ôxi/gaz hoặc gaz/không khí. Ngay khi thủy tinh mềm ra, ép nhẹ hai đầu ống để tăng độ dày của thành ống và kéo dài ra để tạo ống mao quản, và cuối cùng ống được hàn tại điểm A (xem hình 2).

Đặt ống đã hàn vào ống an toàn (5.3) trên đĩa đệm và đẩy ống an toàn bằng nắp xoáy.

Đặt ống an toàn ít nhất 3 giờ trong thiết bị đốt nóng (5.4), điều chỉnh nhiệt độ khoảng 250°C. Lấy ống an toàn ra, làm nguội đến nhiệt độ phòng.

Mở ống đốt và chuyển dung dịch vào một trong các ống thử (5.2). Tráng ống đốt bằng 2 ml dầu hoả nhẹ (4.2) và gộp dung dịch rửa vào ống thử.

Đậy ống thử và lắc. Để một lúc cho phân lớp rồi dùng pipet pator (5.7) chuyển lớp dầu hoả nhẹ sang ống thử thứ hai (5.2).

Thêm tiếp 2ml dầu hoả nhẹ (4.2) nữa vào ống thử thứ nhất đậy nắp, lắc và để phân lớp. Dùng pipet pator chuyển lớp dầu hoả nhẹ vào ống thử thứ hai.

Thêm 1 ml dung dịch natri hidroxit (4.4) vào phần chiết dầu hoả nhẹ, đậy ống thử, lắc và để cho phân lớp. Dùng pipet pator chuyển lớp dầu hoả nhẹ vào ống thử thứ ba (5.2). Rửa phần chiết dầu hoả nhẹ ba lần nữa mỗi lần 1 ml dung dịch natri hidroxit, bỏ lớp nước sau mỗi lần rửa.

Thêm khoảng 1 g natri sunfat khan (4.3) vào phần chiết dầu hoả nhẹ, đậy ống thử và lắc.

Chuyển phần chiết dầu hoả nhẹ sang ống thử khác (5.2) và cho bay hơi gần hết dầu hoả nhẹ bằng cách đun trong bếp cách thuỷ ở nhiệt độ từ 60°C đến 70°C.

Chú thích - Tách nhóm sunfonic cũng có thể được tiến hành theo phương pháp quy định ở phụ lục A.

7.3 Phân tích sắc ký

Những điều kiện nêu sau đây là các thí dụ và được coi là phù hợp.

7.3.1 Đặt chế độ sắc ký

7.3.1.1 Bơm mẫu, nhiệt độ lớn hơn 210 °C.

7.3.1.2 Cột

a/ Các điều kiện đẳng nhiệt

Nhiệt độ từ 170°C đến 200°C tùy theo bản chất của mẫu.

b/ Các điều kiện chạy chương trình

Nhiệt độ ban đầu từ 140°C đến 170°C tăng với tốc độ từ 0,5°C đến 2°C/phút, cho đến nhiệt độ cuối cùng khoảng 180°C đến 210°C.

7.3.1.3 Khí mang

Lưu lượng từ 0,3 ml/phút đến 40 ml/phút phụ thuộc vào đường kính và loại cột sử dụng.

7.3.1.4 Các điều kiện detecto

Nhiệt độ lớn hơn 210°C.

7.3.2 Kiểm tra hoạt động của thiết bị

Bơm vào máy sắc ký một lượng đủ ankybenzen so sánh (4.5) để cho một sắc kí đồ có thể biểu thị được tất cả các pic dự kiến. Ghi thời gian lưu và độ phân giải đạt được (để so sánh với mẫu sau này).

7.3.3 Tiến hành thử

7.3.3.1 Chuẩn bị phần mẫu thử

Nếu sử dụng cột mao quản (5.5.1) chuẩn bị một hỗn hợp gồm một thể tích phần chiết ankybenzen (7.2) và một thể tích axeton (4.7). Nếu sử dụng cột nhồi (5.5.1) thì ankybenzen chiết ra sẽ có thể được sử dụng trực tiếp hoặc có thể pha loãng với axeton theo tỷ lệ 1 + 1.

7.3.3.2 Bơm mẫu thử

Dùng bơm tiêm (5.6) bơm vào máy sắc ký một lượng đủ dung dịch (7.3.3.1) để nhận được sắc kí đồ phù hợp.

Hai sắc kí đồ điển hình được trình bày ở hình 3.

8 Kiểm tra sắc kí đồ

8.1 Phân tích định tính

Các thành phần của mẫu thử được nhận biết bằng cách so sánh sắc kí đồ của mẫu với sắc kí đồ của anky benzen so sánh (4.5).

8.2 Phân tích định lượng

Xác định diện tích của từng pic tương ứng với độ dài mạch riêng biệt (hoặc nhóm các đồng phân) sử dụng các số liệu từ bộ tích phân (5.5.3). Tính tổng diện tích của pic.

9 Biểu thị kết quả

9.1 Phương pháp tính

Diện tích tương ứng với độ dài mạch hoặc nhóm đồng phân B_i của tổng diện tích pic được tính bằng phần trăm theo công thức :

$$B_i = \frac{a_i \cdot 100}{A}$$

Khối lượng phân tử trung bình của ankybenzen được tính theo công thức :

$$\frac{100}{\sum_i \frac{B_i}{M_r}}$$

trong đó

a_i là diện tích pic tương ứng với độ dài mạch hoặc nhóm đồng phân;

A là tổng diện tích pic;

M_r là khối lượng phân tử trung bình của các đồng phân có số nguyên tử cacbon bao gồm cả các nguyên tử cacbon trong nhóm phenyl, như sau :

	M_r
C ₁₅	204
C ₁₆	218
C ₁₇	232
C ₁₈	246
C ₁₉	260
C ₂₀	274
C ₂₁	288

Tính khối lượng phân tử trung bình của ankybenzensulfonat bằng cách thêm 102 vào khối lượng phân tử trung bình của ankybenzen đã tính.

9.2 Độ chính xác

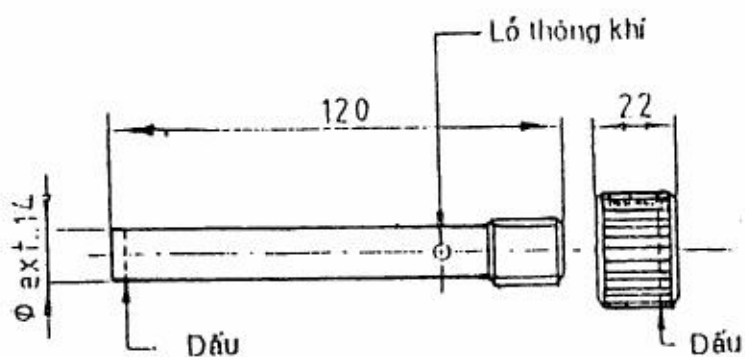
Phân tích so sánh trên cùng một mẫu natri ankybenzenesulfonat tiến hành ở 10 phòng thí nghiệm đã đưa ra các kết quả thống kê sau :

- khối lượng phân tử trung bình	340
- độ lệch chuẩn của độ lặp lại, δ_r	4
- độ lệch chuẩn của độ tái lặp, δ_R	4,8

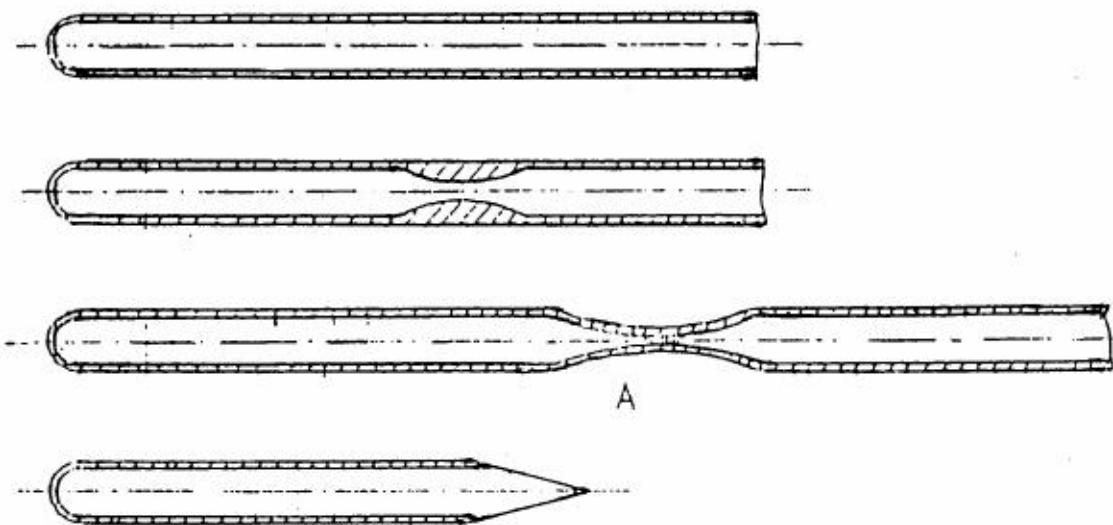
10 Báo cáo kết quả

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

- tất cả các thông tin cần thiết để nhận biết đầy đủ về mẫu thử;
- phương pháp sử dụng (so với tiêu chuẩn này);
- kết quả thu được và cách biểu thị kết quả;
- 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.

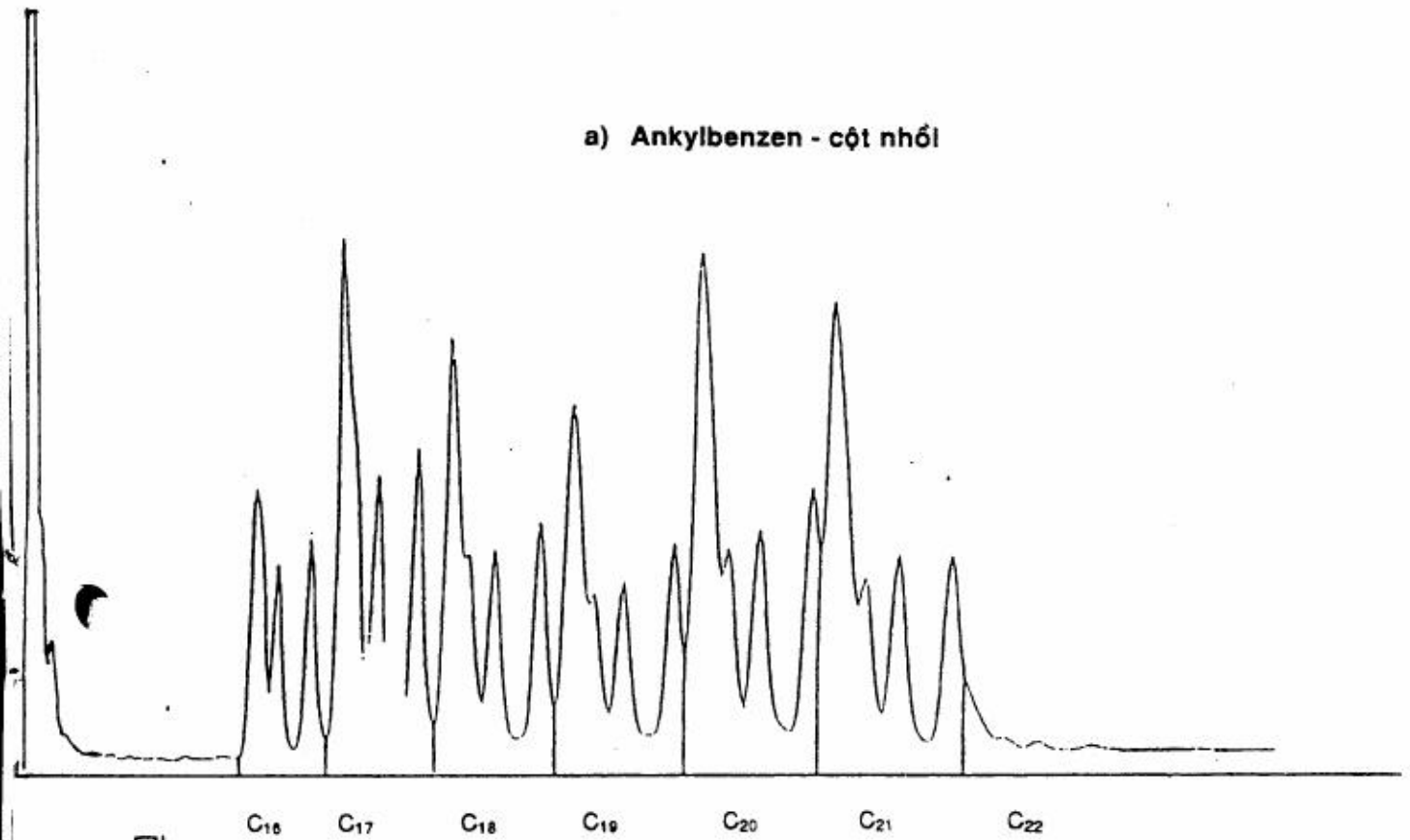


Hình 1 - Ống an toàn có nút xoắn

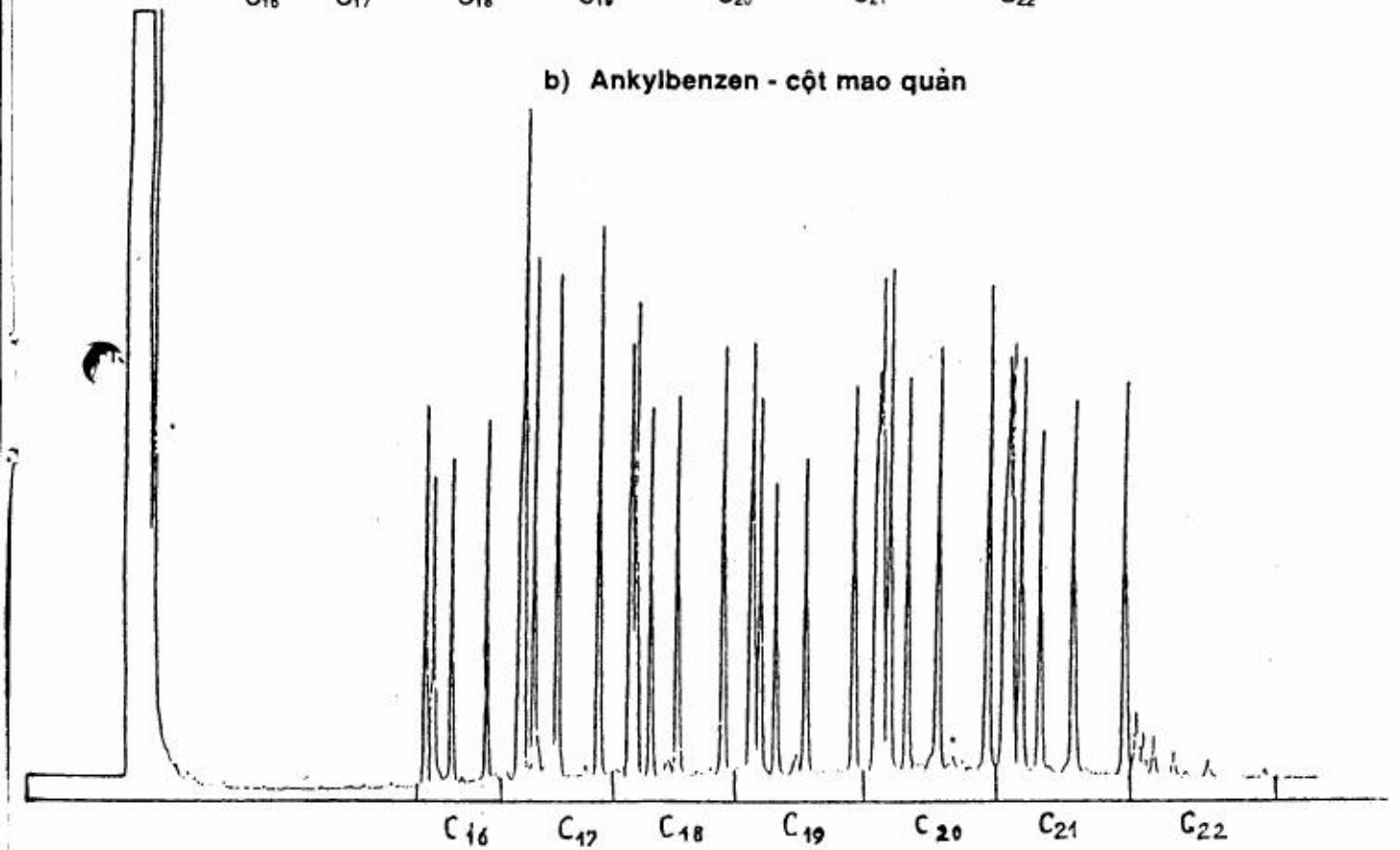


Hình 2 - Hàn ống đốt

a) Ankybenzen - cột nhồi



b) Ankybenzen - cột mao quản



Hình 3 - Các sắc đồ điển hình

Phụ lục A

Tách nhóm sunfuric dùng ống tách nước stark cải tiến

A.1 Thiết bị

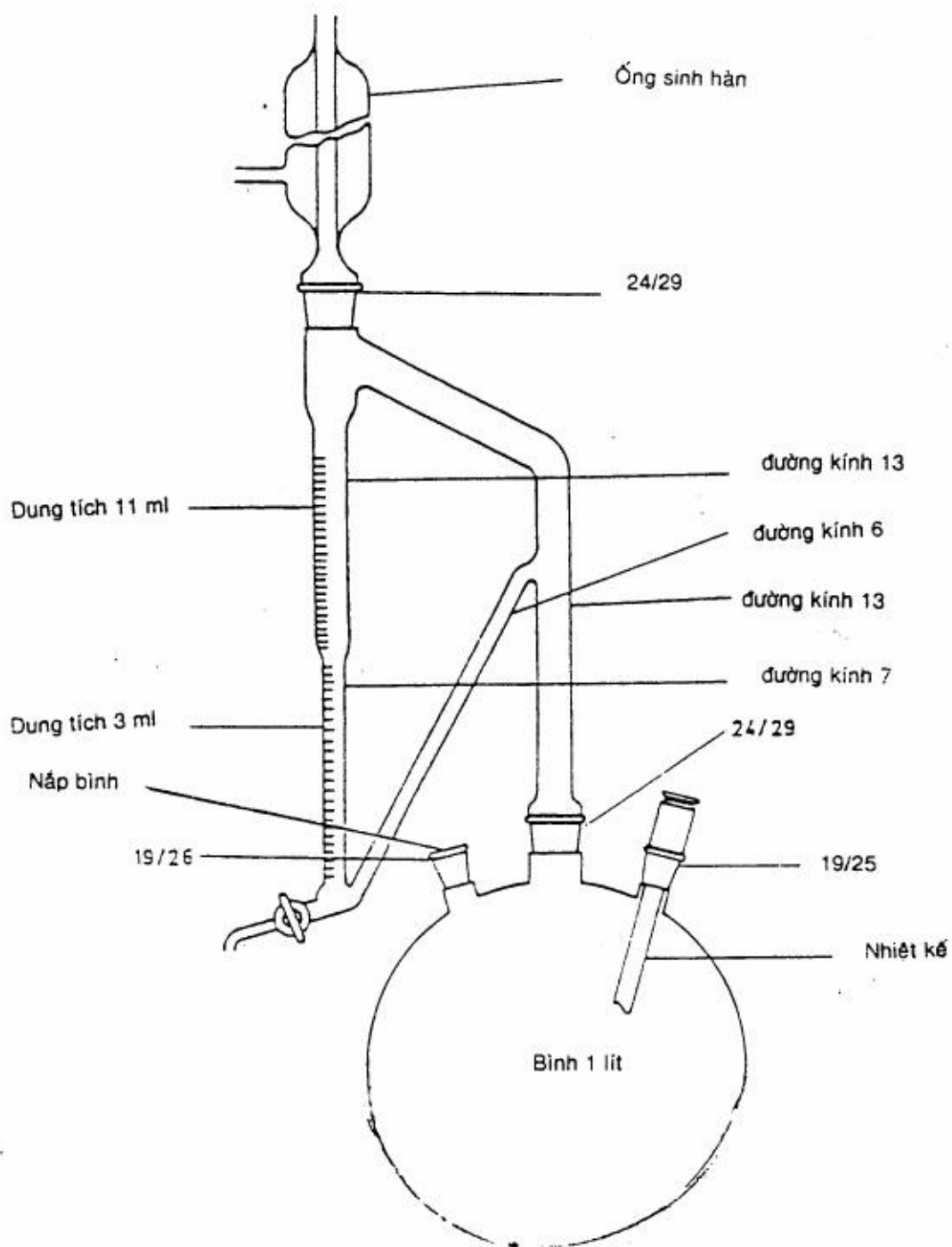
Ống tách nước stark cải tiến (xem hình 4).

A.2 Cách tiến hành

Cho vào bình cầu đáy tròn từ 150 ml đến 200 ml axit photphoric đặc (85%), lắp bộ tách nước hồi lưu như hình 2, đun đến nhiệt độ từ 200°C đến 220°C để tách nước của axit photphoric (cất ra khoảng từ 20 ml đến 25 ml nước). Tách nước ra khỏi bộ tách hồi lưu.

Để nguội hệ thống đến nhiệt độ phòng.

Cho vào bình cầu từ 2 g đến 3 g chất hoạt động bề mặt anion. Đun hồi lưu ở nhiệt độ từ 220°C đến 230°C trong khoảng từ 1 giờ đến 2 giờ. Trong quá trình đun hồi lưu anky benzen sẽ tích tụ dần và nổi lên trong ống tách. Để nguội hệ thống. Tách nước và thu phần anky benzen. Tiếp tục lác chiết với dầu hoá nhẹ, trung hoà và làm khô như trong mục 7.2.



Hình 4 - ống tách nước Stark cải tiến