

TCVN

TIÊU CHUẨN VIỆT NAM

TCVN 5489-1991
(ISO 4313-1976)

BỘT GIẶT

Xác định tổng hàm lượng phốt pho (V) oxit

Phương pháp khối lượng quinolin
phốt pho molipdat

HÀ NỘI-1991

LỜI NÓI ĐẦU

TCVN 5489-1991 phù hợp với ISO 4313-1976.

TCVN 5489-1991 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.

BỘ T GIẶT

Xác định tổng hàm lượng photpho (V) oxit
Phương pháp khối lượng

WASHING POWDERS

Determination of total
phosphorus (V) oxide
Content - Quinoline phosphomolybdate
gravimetric method

Tiêu chuẩn này qui định phương pháp khối lượng xác định tổng hàm lượng photpho (V) oxit đối với các loại bột giặt thương phẩm.

Tiêu chuẩn này phù hợp với ISO 4313-1976.

1. NGUYÊN TẮC

Thủy phân các poliphotphat bằng axit nitric kết tủa phốt phát dưới dạng quinolin photpho molipdat trong dung dịch axeton. Sấy và cân kết tủa.

2. THUỐC THỬ

Dùng thuốc thử loại tinh khiết phân tích và nước cất hay nước có độ tinh khiết tương đương để phân tích.

2.1. Axit nitric $d_{4,0}$ 1,40 g/ml, dung dịch 68% (m/m) hoặc 14N.

2.2. Thuốc thử xitromolipdic.

2.2.1. Hoà tan 20 g natri molipdat ngậm nước ($\text{Na}_2\text{MoO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) trong 150 ml nước trong cốc dung tích 400 ml.

2.2.2. Hoà tan 60 g axit xitric ngậm một phân tử nước ($\text{C}_6\text{H}_8\text{O}_7 \cdot \text{H}_2\text{O}$) trong 150 ml nước trong cốc 1000 ml và thêm vào cốc 85 ml dung dịch axit nitric (2.1).

2.2.3. Đổ dung dịch (2.2.1) vào dung dịch (2.2.2) đồng thời khuấy.

2.2.4. Lấy 100 ml nước vào một cốc dung tích 400 ml, thêm vào đó 35 ml dung dịch axit nitric (2.1), sau đó thêm vào 5 ml quinolin tinh khiết.

2.2.5. Đổ dung dịch (2.2.4) vào dung dịch (2.2.3) đồng thời

khuấy rồi để yên qua đêm. Không thêm nước, đem lọc tất cả chất lỏng qua chén lọc (3.5) vào một bình định mức dung tích 1000 ml.

Chú thích. Nếu cần những phần đã lọc được lúc đầu cho lọc lại qua chén lọc đến khi thu được dung tích trong suốt.

2.2.6. Thêm 280 ml axeton vào dung dịch (2.2.5), pha loãng bằng nước tới vạch mức và lắc đều.

3. THIẾT BỊ

Các dụng cụ thông thường dùng trong phòng thí nghiệm và :

3.1. Các cốc polietylen có dung tích 400, 600, 1000, và 2000ml. Cốc polietylen thích hợp hơn cốc thủy tinh vì dung dịch có hoạt tính sẽ không thể tiếp xúc với thủy tinh khi cần xác định hàm lượng silic.

3.2. Bình định mức dung tích 100 và 1000 ml.

3.3. Các pipet một vạch ngắn, dung tích 5, 10, 20, 25 và 50 ml.

3.4. Bình lọc dung tích 500 ml.

3.5. Chén lọc với lớp thủy tinh xốp loại P 16 (kích thước lỗ rỗng từ 10 đến 16 μ m). Trước khi đem sấy khô chén 1 giờ trong tủ sấy (3.6) ở nhiệt độ $260 \pm 20^{\circ}\text{C}$ và để nguội trong bình hút ẩm.

3.7. Máy khuấy từ.

4. LẤY MẪU

Mẫu thử được lấy, chuẩn bị và bảo quản theo TCVN 5454-1991 (ISO/R 607-1967).

5. TIẾN HÀNH THỬ

5.1. Cân 10g mẫu chính xác đến 0,01g.

5.2. Chuyển mẫu (5.1) vào cốc 2000 ml. Cho nước ở nhiệt độ $35 - 40^{\circ}\text{C}$ vào bình định mức 1000 ml đến vạch mức đối đổ vào mẫu thử. Chờ vài giây cho nước thấm vào mẫu. Khuấy mạnh bằng máy khuấy (3.7) khoảng 3 phút để hoà tan mẫu. Dung dịch thu được là L_1 , một lượng nhỏ có thể không tan là silicat v.v... Dùng pipet lấy 250 ml dung dịch L_1 cho vào bình định mức 100 ml và pha loãng bằng nước đến vạch mức (dung dịch L_2).

Dùng một trong các pipet 3.3. lấy một lượng dung dịch L_2 chứa từ 5 - 20 mg photpho (V) oxit (20 ml với mỗi loại bột giặt chứa 20% (m/m) photpho (V) oxit). Chuyển dung dịch này vào cốc 600ml. Thêm 15 ml axit nitric pha loãng tới 100 ml. Đậy cốc bằng kính đồng hồ, đun nhẹ đến sôi và giữ sôi khoảng 30 phút. Nếu cần có thể lọc dung dịch để tách silic đã được kết tủa và rửa kết tủa bằng một lượng nước đã bay hơi khi đun sôi nhẹ trong quá trình thủy phân.

Đặt cốc chứa dung dịch nóng vào tủ hút, thêm vào 50 ml thuốc thử xitromolipdic (2.2), không được khuấy. Đậy cốc bằng kính đồng hồ và đun ngay trên bếp thích hợp (không có ngọn lửa) 10-15 phút đến khi nhiệt độ đạt 75°C (gần bắt đầu sôi). Lấy cốc ra và để nguội, đến nhiệt độ phòng. Khuấy 2 hay 3 lần trong thời gian để nguội. Để kết tủa lắng xuống hết.

Lắp chén lọc xốp (3.5) đã được cân trước vào bình (3.4) và hút chân không.

Gạn dung dịch vào chén lọc sao cho kết tủa vẫn còn trong cốc càng nhiều càng tốt. Rửa kết tủa 6 lần bằng cách gạn như vậy, mỗi lần dùng 30 ml nước. Chuyển toàn bộ lượng kết tủa vào chén lọc bằng cách dùng tia. Rửa cốc 4 lần bằng nước, chỉ thêm nước rửa vào chén sau khi nước trong chén đã chảy hết và khô. Cuối cùng, sấy toàn bộ lượng kết tủa đã chuyển vào chén lọc ở tủ sấy với nhiệt độ $260 \pm 20^{\circ}\text{C}$ trong 1 giờ. Lấy chén ra, để nguội trong bình hút ẩm và cân. Lặp lại quá trình sấy, để nguội và cân cho đến khi chênh lệch giữa 2 lần cân không quá 0,001g.

Chú thích. Thời gian để nguội chén trong bình hút ẩm trước mỗi lần cân nên giữ như nhau.

5.3. Thí nghiệm trắng

Song song với phép thử trên cần tiến hành một thí nghiệm trắng, theo đúng qui trình trên và dùng cùng những lượng thuốc thử như nhau nhưng không có mẫu. Khối lượng của kết tủa không lớn hơn 1,5 mg. Nếu khối lượng lớn hơn cần pha lại thuốc thử.

6. TÍNH KẾT QUẢ

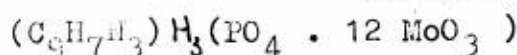
6.1. Phương pháp tính

Tổng hàm lượng photpho (V) axit trong bột giặt, tính bằng phần trăm khối lượng, theo công thức :

$$\frac{(m_1 - m_2) \times 0,03207 \times 1000 \times 100 \times 100}{V \times 25 \times m_0}$$

$$\frac{(m_1 - m_2) \times 12828}{V \times m_0}$$

- Trong đó : m_0 - Khối lượng mẫu thử, tính bằng g;
 m_1 - Khối lượng kết tủa quinolin photpho molipdat thu được (4.2), tính bằng g;
 m_2 - Khối lượng của kết tủa trong thí nghiệm trắng, tính bằng g;
 V - Thể tích dung dịch I_2 , tính bằng ml;
 0,03207 - Khối lượng photpho (V) oxit ứng với 1 g quinolin photpho milipdat



6.2. Độ lặp lại

Chênh lệch lớn nhất giữa hai kết quả của hai lần xác định được tiến hành liên tiếp với cùng một mẫu do cùng một người phân tích, dùng cùng một bộ thiết bị, không vượt quá 0,5% đối với các hàm lượng photpho (V) oxit nằm trong khoảng 18 - 30% (m/m).

6.3. Độ tái lập

Chênh lệch giữa hai kết quả thu được với cùng một mẫu ở hai phòng thí nghiệm khác nhau, không vượt quá 1,1% đối với các hàm lượng photpho (V) oxit trong khoảng 18 - 30% (m/m).

7. BÁO CÁO KẾT QUẢ

Bản báo cáo kết quả gồm :

- Tất cả các thông tin cần thiết về đặc tính mẫu;
- Tài liệu tham khảo về phương pháp sử dụng;
- Các kết quả và các cách tính;
- Các điều kiện thí nghiệm.

Mọi thao tác không được qui định trong tiêu chuẩn này hoặc các sự việc có thể có ảnh hưởng đến kết quả thử.