



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۶۲۸

چاپ اول

ISIRI

10628

1st.edition

آلفا اولفین سولفونات ها -

روش های آزمون

Alpha olefin sulfonates –

Test methods

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست-محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1 - International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3 - International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹
تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵
دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳
کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳
تلفن: ۸-۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)
دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)
پیام نگار: standard@isiri.org.ir
وبگاه: www.isiri.org
بخش فروش، تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱)، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)
بها: ۳۸۷۵ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN
Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran
P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran
Tel: +98 (21) 88879461-5
Fax: +98 (21) 88887080, 88887103
Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran
P.O. Box: 31585-163
Tel: +98 (261) 2806031-8
Fax: +98 (261) 2808114
Email: standard@isiri.org.ir
Website: www.isiri.org
Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787
Price 3875 Rls.

کمیسیون فنی استاندارد
«آلفا اولفین سولفوناتها _ روش های آزمون»

رئیس:

عراقی، عذرا

(دکترای داروسازی)

سمت و / یا نمایندگی

مشاور علمی موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

دبیر:

فاطمی ابهری، سیده پریناز

(فوق لیسانس شیمی آلی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان تهران

مقتدر، مهناز

(فوق لیسانس مدیریت محیط زیست)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان تهران

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

تیموری، عزیزه

(فوق لیسانس شیمی)

شرکت تولیدی و شیمیایی پاکشو

جم نژاد، زهرا

(لیسانس علوم تغذیه)

وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

اداره کل آزمایشگاههای کنترل غذا و دارو

حشمت، مژگان

(دکترای شیمی فیزیک)

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

اداره نظارت بر اجرای استاندارد موسسه استاندارد و

تحقیقات صنعتی ایران

رایگان، زهرا

(لیسانس شیمی)

شرکت پاکسان

کمپانی سعید، عارفه

(دکترای شیمی)

شرکت بین الملل پارس

محمدی، اکبر

(لیسانس شیمی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

محمودی امین، زهرا

(لیسانس شیمی)

شرکت بین الملل پارس

مردانی، مرتضی

(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

<u>صفحه</u>	<u>عنوان</u>
ج	آشنایی با موسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ روش های آزمون
۲	۴ تعیین رطوبت به روش تقطیر
۶	۵ تعیین سدیم سولفات
۱۰	۶ تعیین روغن آزاد
۱۳	۷ تعیین کلریدها
۱۸	۸ تعیین قلیائیت
۲۱	۹ تعیین pH
۲۳	۱۰ تعیین رنگ
۲۵	۱۱ تعیین ماده فعال با استفاده از تیتراسیون دو لایه ای با شناساگر متیلن بلو

پیش گفتار

استاندارد " آلفا اولفین سولفونات ها- روش های آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط (موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران) تهیه و تدوین شده و در چهارصد و نود و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۶/۱۲/۱۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع علوم و خدمات استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D3673: 2003, Standard test methods for chemical analysis of alpha olefin sulfonates

آلفا اولفین سولفونات ها _ روش های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش های آزمون آلفا اولفین سولفونات است.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است.

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: ۱۳۸۰، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه _ ویژگیها و روش ها.

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۸۴: ۱۳۸۲، اتیلن گلیکول جهت مصارف صنعتی _ ویژگیها و روش آزمون.

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۳۱۷۸: ۱۳۷۴، تعیین مقدار ماده فعال آنیونی در مواد پاک کننده (تیتراسیون به روش دو لایه ای).

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸-۳۱۷۸: ۱۳۷۲، روش های آزمون زداینده ها _ روش اندازه گیری pH محلول آبی _ روش پتانسیومتری.

۳ روش های آزمون

در تمام آزمونها باید از مواد شیمیایی با خلوص آزمایشگاهی استفاده شود، مگر در مواردیکه درجه های خلوص خاص مشخص شده باشد. خلوص شناساگر باید در حدی انتخاب شود که مانع از کاهش صحت اندازه گیری گردد. در انجام آزمون از آب مقطر آزمایشگاهی طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸:۱۳۸۰ استفاده شود.

۳-۱ تعیین رطوبت به روش تقطیر

۳-۱-۱ مواد و/یا واکنشگرها

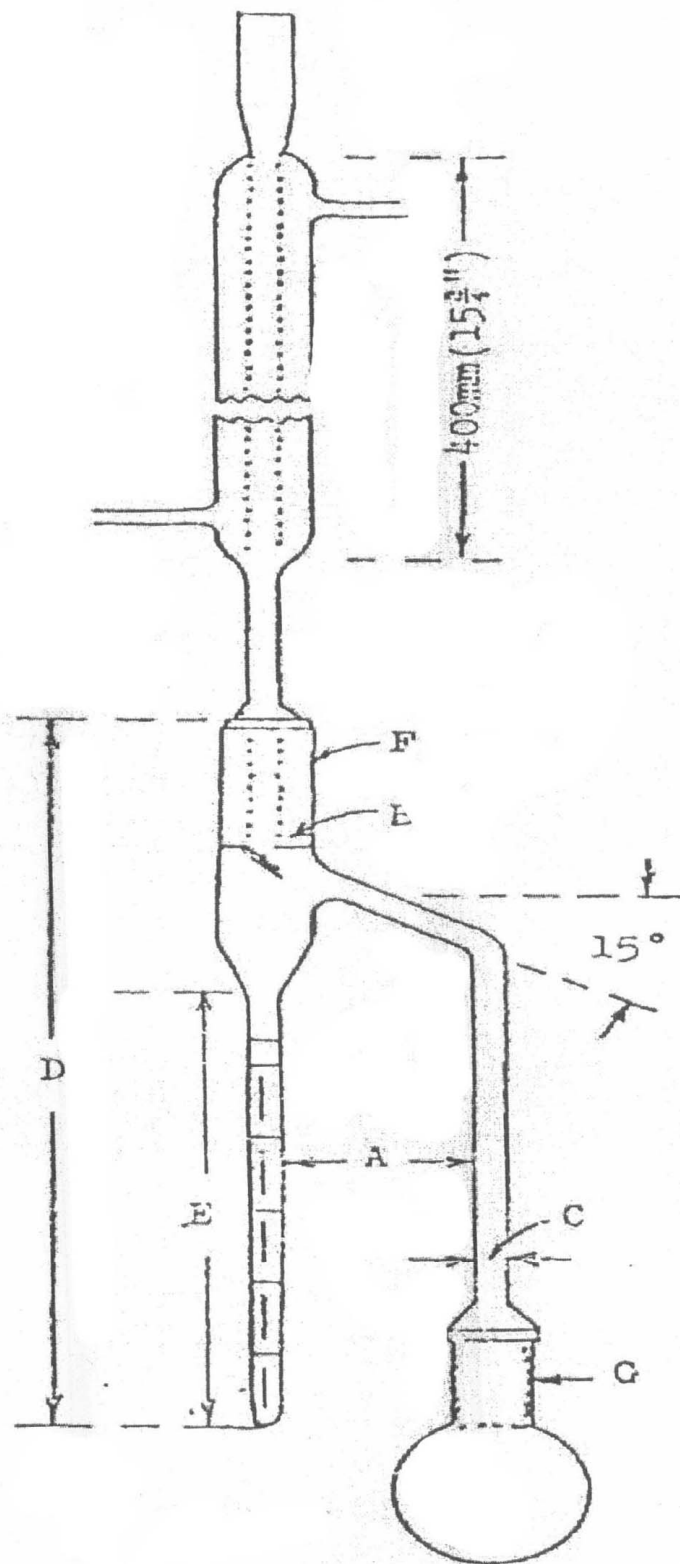
۳-۱-۱-۱ زایلن

زایلن را همراه با تکان دادن با مقدار کمی آب اشباع و سپس تقطیر کنید. ماده تقطیر شده را برای اندازه گیری رطوبت استفاده کنید.

۳-۱-۲ وسایل

۳-۱-۲-۱ بالن شیشه ای یک لیتری ته گرد یا بالن ته صاف (G): که با ابزار مناسبی گرم می شود مجهز به یک مبرد برگردان تخلیه شونده به طرف تله و متصل شده به بالن است. اتصالات بین تله، مبرد و بالن باید سمباده ای باشد. تله به منظور جمع کردن و اندازه گیری آب متراکم شده و برگشت حلال به بالن است. نحوه قرار گرفتن صحیح (مناسب) وسایل مورد استفاده در شکل ۱ نشان داده شده است.

۳-۱-۲-۲ منبع حرارتی: حمام روغن (برای مثال استئاریک اسید یا موم پارافین) یا یک گرمکن الکتریکی با قابلیت تنظیم دما.



شکل ۱

۳-۲-۱-۳ مبرد: یک مبرد برگردان شیشه ای که با آب خنک می شود و دارای پوششی به طول تقریبی ۴۰۰ mm با یک لوله داخلی به قطر خارجی ۹/۵ mm تا ۱۲/۷ mm و حداقل قطر داخلی ۶/۳۵ mm باشد. انتهای مبرد که در تله فرو می رود باید با یک زاویه ۳۰ درجه نسبت به محور عمودی برش داده شود. به هنگام تقطیر، انتهای مبرد حدود ۷ mm بالاتر از سطح مایع موجود در تله قرار می گیرد. شکل ۱ یک نوع مبرد آب بندی شده متداول را نشان می دهد اما هر مبرد دیگری که جزئیات شرح داده شده در این بند را داشته باشد، می تواند استفاده گردد.

۳-۲-۱-۴ تله (E): برای به دست آوردن بهترین صحت باید با توجه به درصد میزان رطوبت، چندین تله با اندازه های مختلف در دسترس باشد (جدول ۱).
تله ها از جنس شیشه تابکاری شده ساخته شده و در دمای ۲۰°C دارای حجم های مشخص شده هستند و باید در این دما استفاده شوند.

جدول ۱- حجم تله بر حسب رطوبت مورد انتظار

اندازه تله ml	رطوبت مورد انتظار %
۵	۰ تا ۵
۱۰	بیش از ۵ تا ۱۷
۲۵	بیش از ۱۷ تا ۸۵

۳-۲-۱-۴-۱-۲-۱-۳ تله، به حجم ۵ ml با تقسیمات ۰/۱ ml ، که هر یک میلی لیتر روی آن نشانه گذاری شده است (عدد ۵ در بالا). خطا در هر حجم تعیین شده نباید بیش از ۰/۰۵ ml باشد.

۳-۱-۲-۲-۱-۲ تله، به حجم ۱۰ ml ، از ۰ ml تا ۱ ml با درجه بندی ۰/۱ ml و از ۱ ml تا ۱۰ ml با درجه بندی ۰/۲ ml

۳-۱-۲-۲-۱-۳ تله، به حجم ۲۵ ml ، از ۰ ml تا ۱ ml با درجه بندی ۰/۱ ml و از ۱ ml تا ۲۵ ml ، با درجه بندی ۰/۲ ml .

۳-۱-۳ روش انجام آزمون

مقدار معینی از نمونه را با توجه به درصد رطوبت مورد انتظار، طبق جدول ۲ به یک بالن ۱۰۰۰ ml مجهز به تله با اندازه مشخص طبق بند (۳-۱-۲-۱-۴) منتقل کنید، فوراً ۲۵۰ ml از زایلین بند (۳-۱-۱-۱) به آن اضافه کنید. به منظور کنترل جوش یک ورقه نازک کوچک از پشم شیشه الیاف بلند، مقاوم در برابر مواد شیمیایی را روی سطح زایلین قرار دهید و یا سنگ جوش که قبلاً در گرمخانه کاملاً خشک و قبل از استفاده در دسیکاتور نگهداری می شود، قرار دهید.

جدول ۲ - جرم نمونه بر حسب درصد رطوبت مورد انتظار

جرم نمونه بر حسب gr	رطوبت مورد انتظار %
۵۰±۵	۰ تا ۵
۵۰±۵	بیش از ۵ تا ۱۷
۴۰±۴	بیش از ۱۷ تا ۳۰
۳۰±۳	بیش از ۳۰ تا ۷۰
۲۵±۲	بیش از ۷۰ تا ۸۵

بالن و قسمت جمع آوری (D) را به مبرد وصل کنید و مقدار کافی زایلین را به داخل لوله مبرد بریزید به طوری که تله را پر نموده و از لوله کناری سرریز نماید. بالن و لوله منتهی به تله را با

پشم شیشه بپوشانید تا عمل تقطیر برگشتی با کنترل بهتری انجام شود. حمام روغن را با یک منبع گرمایی مناسب گرم کنید یا اینکه بالن را به طور مستقیم با شوف بالن گرم کرده و به آرامی تقطیر کنید. سرعت تقطیر در شروع بایستی ۱۰۰ قطره در دقیقه باشد. وقتی بخش بیشتر آب تقطیر شد، سرعت تقطیر را تا ۲۰۰ قطره در دقیقه افزایش دهید تا حجم آب جمع آوری شده ثابت بماند. در طول مدت تقطیر با مقادیر ۵ ml از زایلن، هر گونه رطوبت جمع آوری شده روی دیواره های مبرد را شستشو دهید. آب با بالا و پایین بردن مارپیچ مسی در مبرد از زایلن جدا شده و در ته قسمت جمع آوری جمع می شود. تقطیر برگشتی را حداقل ۲h ادامه داده و حرارت را در پایان این مدت قطع کنید.

یادآوری: در مواقعی که مشکل کف کردن محلول (بالا آمدن در مبرد) پیش می آید، ۱۰ ml تا ۱۵ml اسید اولئیک قبل از شروع تقطیر اضافه کنید. مبرد را با ۱۰ ml زایلن بشوید. دمای تقطیر را در 20°C تنظیم کنید و حجم آب را بخوانید.

۳-۱-۵ بیان نتایج

درصد جرمی رطوبت را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$A = \frac{[(V \times 0.998)]}{w} \times 100$$

که در آن:

V حجم آب جمع آوری شده در 20°C بر حسب میلی متر؛

w جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم.

۳-۱-۶ دقت و انحراف

۳-۱-۶-۱ تکرارپذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیار نتایج به دست آمده (هر میانگین آزمون های تکراری) توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۹ درجه آزادی، ۰/۱۶٪ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو

میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۰/۵٪ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۱-۶-۲ تجدیدپذیری (بین آزمایشگاهی)

انحراف معیار نتایج به دست آمده (هر میانگین آزمون های تکراری) توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۸ درجه آزادی، ۰/۴۷٪ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۱/۵٪ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۱-۶-۳ بررسی محدودیت های آزمایشهای تکراری

مقدار رطوبت نمونه را با تقریب ۰/۰۱٪ گزارش دهید. آزمایش های تکراری که اختلاف نتایج با یکدیگر کمتر از ۱/۳٪ باشند، نیز برای میانگین گیری قابل قبول هستند (با سطح اطمینان ۹۵٪).

۳-۲ تعیین سدیم سولفات

۳-۲-۱ مواد

۳-۲-۱-۱ استون

۳-۲-۱-۲ هیدروکلریک اسید غلیظ با چگالی ۱/۱۹ g/ml

۳-۲-۱-۳ محلول باریم پرکلرات $c[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2] = 0.01 \text{ mol/l}$

۳/۴ g از باریم پرکلرات بدون آب را در آب حل کنید و سپس محلول را با آب مقطر به حجم یک لیتر برسانید.

۳-۲-۱-۴ محلول ۲- بنزیل ۲- تیوسود و اوره هیدروکلرید (۷٪)

۷ g از ماده را در ۱۰۰ ml آب حل کنید. این محلول باید تازه تهیه شود.

۳-۲-۱-۵ محلول شناساگر فنل فتالئین (۱۰ گرم در لیتر)،

۱ گرم از فنل فتالین را در ۱۰۰ ml اتانل ۹۵٪ حل کنید.

۳-۲-۱-۶ محلول سدیم سولفات $c[\text{Na}_2\text{SO}_4] = 0.01 \text{ mol/l}$

نمک سدیم سولفات بدون آب را به مدت ۴ hr در دمای 105°C خشک کنید. حدود 0.355 g از نمک خشک شده را در یک بشر ۱۰۰ ml وزن کنید. وزن را با دقت $\pm 0.1 \text{ mg}$ یادداشت کنید.

نمک را در آب حل کنید و به طور کمی به بالن حجمی ۲۵۰ ml انتقال دهید و آن را تا خط نشانه با آب مقطر به حجم برسانید.

غلظت مولی محلول را با استفاده از رابطه زیر محاسبه کنید.

$$M = 0.2816 \times W$$

که در آن:

M غلظت مولی محلول سدیم سولفات

W جرم سدیم سولفات برداشتی بر حسب گرم.

۳-۲-۱-۷ محلول شناساگر سولفونازو (III) ۱

0.1 g از سولفونازو (III) را در ۱۰۰ ml آب مقطر حل کنید. اگر رنگ محلول در برابر تابش لامپ تنگستن آبی بود محلول را از ستون مبادله کننده کاتیونی عبور دهید.

۳-۲-۱-۸ هیدروکلریک اسید $c[\text{HCl}] = 1 \text{ mol/l}$

۸۳ ml از هیدروکلریک اسید غلیظ بند (۳-۲-۱-۲) را تا حجم یک لیتر با آب مقطر رقیق کنید.

۳-۲-۱-۹ هیدروکلریک اسید $c[\text{HCl}] = 0.1 \text{ mol/l}$

۸/۳ ml از هیدروکلریک اسید غلیظ بند (۳-۲-۱-۲) را تا حجم یک لیتر با آب مقطر رقیق کنید.

۳-۲-۱-۱۰ کاغذ صافی، با درجه تخلخل متوسط و بدون خاکستر.

¹ [3,6 _ bis _ (O _ Sulfo)phenylazo) _ 4 , 5 _ dihydroxy _ 2 , 7 _ naphthalenedisulfonic acid]

۳-۱-۱۱ استاندارد کردن محلول باریم پرکلرات

در دو بشر ۵۰ ml به طور جداگانه، ۵ ml از محلول سدیم سولفات (بند ۳-۲-۱-۶) را با پیپت بریزید. ۲۰ ml استون (۳-۲-۱-۱)، ۲ قطره هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۱-۸) و ۴ تا ۵ قطره شناساگر سولفونازو III (بند ۳-۲-۱-۷) به بشرها اضافه کنید. محلول را در حالیکه با استفاده از مگنت مغناطیسی هم می خورد با محلول باریم پرکلرات (بند ۳-۲-۱-۳) تیترا کنید و برای تشخیص رنگ محلول از یک لامپ کوچک تنگستن که در کناره بشر طوری قرار می گیرد که تابش نور بصورت افقی باشد استفاده کنید. تیتراسیون را تا تغییر رنگ از صورتی- بنفش به آبی ادامه دهید. حدود ۰/۳ ml محلول باریم پرکلرات (بند ۳-۲-۱-۳) مورد نیاز است تا رنگ بنفش اولیه ظاهر شود.

غلظت مولی محلول باریم پرکلرات را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$M_1 = \frac{5 \cdot M}{V} \quad \text{که در آن:}$$

M_1 غلظت مولی محلول باریم پرکلرات؛

M غلظت مولی محلول سدیم سولفات؛

V حجم محلول باریم پرکلرات مورد نیاز برای هر ۵ ml محلول سدیم سولفات بر حسب میلی لیتر.

۳-۲-۲ روش انجام آزمون

۲ g از نمونه را با دقت ۱ mg در یک بشر ۱۰۰ ml یا یک بالن ۵۰ ml وزن کنید. ۲۵ ml آب مقطر به آن بیافزایید و توسط همزن مغناطیسی محلول را هم بزنید تا حل شود، چند قطره شناساگر فنل فتالئین بند (۳-۲-۱-۵) به آن اضافه کنید و با افزایش هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۱-۸) محلول را اسیدی کنید. از افزودن اسید اضافی اجتناب کنید. ظرف محتوی مواد بالا را در حمام آب سرد (کمتر از ۲۰ °C) روی یک همزن مغناطیسی قرار دهید. در حالیکه محلول به شدت

هم می خورد، به سرعت ۱۰ ml ۲- بنزیل ۲- تیوسودوآوره هیدروکلراید (بند ۳-۲-۴) را توسط بورت اضافه کنید و اجازه ندهید که مایع کف کند. محلول را برای ۱۵ دقیقه دیگر در حمام سرد هم بزنید و پس از خارج کردن از حمام برای چند دقیقه در دمای اتاق نگه دارید. محلول را با عبور از کاغذ صافی در یک بالن حجمی ۵۰ ml صاف کنید. کاغذ آغشته به ماده را با آب بشویید و از آب های شستشو برای به حجم رساندن محلول استفاده کنید. ۵ ml از محلول فوق را در یک بشر ۵۰ ml بریزید. ۲۰ ml استن (بند ۳-۲-۱)، ۲ قطره هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۸) و ۴ تا ۵ قطره محلول شناساگر سولفونازو III (بند ۳-۲-۷) اضافه کنید. محلول را در حالیکه روی همزن مغناطیسی به هم می خورد به آرامی با محلول باریم پرکلرات (بند ۳-۲-۳) تیترا کنید و برای تشخیص رنگ محلول از یک لامپ کوچک تنگستن که در کناره بشر طوری قرار میگیرد که تابش نور به صورت افقی باشد، استفاده کنید. تیتراسیون را تا تغییر رنگ از صورتی - بنفش تا آبی که برای یک دقیقه ثابت بماند، ادامه دهید.

یادآوری: حجم محلول استاندارد پرکلرات باریم مصرفی برای نمونه باید بین ۱ ml و ۵ ml باشد. اگر حجم مصرفی بیش از ۵ ml باشد، حجم کمتری از نمونه استفاده کنید و به آن آب اضافه کنید تا حجم کلی آن به ۵ ml برسد. اما اگر حجم مصرفی محلول پرکلرات باریم کمتر از ۱ ml بود، ۱۰ ml از نمونه را در یک بشر ۱۰۰ ml ریخته و به آن ۴۰ ml استن، ۴ قطره هیدروکلریک اسید (بند ۳-۲-۸) و ۸ تا ۱۰ قطره محلول شناساگر سولفونازو III (بند ۳-۲-۷) بیافزایید.

۳-۲-۳ بیان نتایج

درصد جرمی سدیم سولفات با استفاده از رابطه زیر محاسبه می شود:

$$A = \frac{710 \times M_1 \times V}{V_1 \times m}$$

که در آن:

A درصد جرمی سدیم سولفات

M_1 غلظت مولی محلول پرکلرات باریم ؛

V حجم محلول پرکلرات باریم بر حسب میلی لیتر؛

V_1 حجم نمونه برداشتی بر حسب میلی لیتر؛

m جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم.

۳-۲-۳-۱ دقت و انحراف

۳-۲-۳-۱-۱ تکرارپذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیار نتایج هر میانگین آزمون های تکراری به دست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۸ درجه آزادی $\% 0.1$ مقدار مطلق تخمین زده می شود، در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان $\% 95$) بیش از $\% 0.3$ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۲-۳-۱-۲ تجدیدپذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف معیار نتایج هر میانگین آزمون های تکراری به دست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشگاههای مختلف با ۷ درجه آزادی $\% 0.6$ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان $\% 95$) بیش از $\% 0.2$ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۲-۳-۱-۳ بررسی محدودیت های آزمایشهای تکراری

مقدار سدیم سولفات نمونه را با تقریب $\% 0.1$ گزارش دهید. آزمایش های تکراری که اختلاف نتایج آنها با یکدیگر کمتر از $\% 0.1$ درصد باشد، نیز برای میانگین گیری قابل قبول هستند (با سطح اطمینان $\% 95$)

۳-۳ تعیین روغن آزاد

۳-۳-۱ مواد و / یا واکنشگرها

۳-۳-۱-۱ اتانل با خلوص $\% 95$ یا بالاتر

خنثی شده در برابر فنل فتالئین

۳-۱-۳-۲ پترولیوم اتر

با محدوده تقطیر بین 30°C تا 60°C یا پنتان نرمال با محدوده تقطیر بین 33°C تا 41°C

۳-۱-۳-۳ محلول اتانل _ آب (۱+۱)

یک حجم اتانل را با یک حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۳-۱-۳-۴ محلول شناساگر فنل فتالئین

۳-۱-۳-۵ محلول سدیم هیدروکسید $c[\text{NaOH}]=0.1\text{mol/l}$

۴ gr سدیم هیدروکسید را در آب مقطر حل کنید و محلول را با آب مقطر به حجم یک لیتر برسانید.

۳-۱-۳-۶ سدیم سولفات بلورین بدون آب

۳-۲-۲ روش انجام آزمون

مقداری از نمونه را که شامل ۶ گرم تا ۸ گرم ماده فعال باشد با تقریب ۱ gr ۰/۰۱ وزن کنید و به یک ارلن مایر ۲۵۰ ml بریزید. معادل حجم آن از مخلوط اتانل _ آب بند (۳-۱-۳-۳) اضافه کنید.

اگر با افزایش ۲ قطره شناساگر فنل فتالئین بند (۳-۱-۳-۴) رنگ محلول نمونه بی رنگ ماند، نمونه را با محلول سود بند (۳-۱-۳-۵) تا ظاهر شدن رنگ صورتی خنثی کنید. محلول خنثی شده را به طور کمی به قیف جدا کننده ۲۵۰ ml منتقل کنید. ارلن مایر را ابتدا با ۱۰ ml آب و سپس با ۱۰ ml اتانل و بعد از آن با ۱۰۰ ml مخلوط اتانل _ آب بند (۳-۱-۳-۳) بشوید. حاصل هر شستشو را به قیف جدا کننده اضافه کنید. در انتها ارلن مایر را با ۳۰ ml پترولیوم اتر شسته و از آن برای استخراج محلول الکلی موجود در قیف جدا کننده استفاده کنید. برای رسیدن به استخراج

موثر، قیف جدا کننده را بمدت یک دقیقه به شدت تکان داده و در صورت لزوم گاز آن را خارج کنید.

بگذارید فازها جدا شود و محلول الکلی را به قیف جدا کننده ۲۵۰ ml دوم منتقل کنید. با استفاده از قیف دوم و سوم و جابجایی محلول الکلی بین آنها، طی ۵ بار با مقادیر ۳۰ ml از پترولیوم اتر، محلول الکلی را استخراج کنید. تمام پترولیوم اترها را در اولین قیف جمع کنید. هر یک از دو قیف دوم و سوم را با ۱۰ ml پترولیوم اتر بشویید و آن را به محلول جمع آوری شده در قیف اول اضافه کنید. پترولیوم اتر جمع آوری شده در ابتدا با ۵۰ ml اتانل _ آب بند (۳-۱-۳) و سپس با ۵۰ ml آب مقطر بشویید. با استفاده از چند گرم سدیم سولفات بدون آب امولسیون تشکیل شده را بشکنید. لایه های الکلی آب را خارج کرده و دور بریزید. پترولیوم اتر را با اضافه کردن ۵ gr سدیم سولفات بدون آب همراه با تکان دادن قیف جدا کننده آگیری نمایید. محلول های پترولیوم اتر آگیری شده را از میان یک صافی بدون خاکستر با درجه تخلخل متوسط حاوی ۵ gr اضافی سدیم سولفات بدون آب، به داخل یک بشر ۲۵۰ ml با وزن مشخص صاف کنید. پترولیوم اتر استخراج شده را روی حمام بخار همراه با جریان آرام نیتروژن با احتیاط لازم حرارت دهید تا به حدود ۵ ml تغلیظ شود. حلال باقیمانده را در ابتدا بدون حرارت دادن، تحت جریان نیتروژن و سپس با قرار دادن در دسیکاتور خلاء به مدت ۱۵ min در ۵۰ mm Hg (۶/۷ kPa) و دمای محیط تبخیر کنید. عمل تبخیر (یا حذف حلال) تحت خلاء را تا زمانی که دو وزن متوالی بیش از ۲mg تفاوت نداشته باشند تکرار کنید.

۳-۳-۳ بیان نتایج

درصد جرمی روغن آزاد را از رابطه زیر محاسبه کنید:

$$A = \frac{100 \times m_1}{m}$$

که در آن:

A درصدجرمی روغن آزاد؛

m_1 جرم باقیمانده بر حسب گرم؛

m جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم.

۳-۳-۴ دقت و انحراف

۳-۳-۴-۱ تکرارپذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیارنتایج (هر میانگین آزمون های تکراری) به دست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۱۱ درجه آزادی $\% 0.1$ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتی که دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان $\% 95$) بیش از $\% 0.3$ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۳-۴-۲ تجدیدپذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمون های تکراری) به دست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشگاههای مختلف با ۱۰ درجه آزادی $\% 0.4$ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان $\% 95$) بیش از $\% 0.1$ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۳-۴-۳ بررسی محدودیتهای آزمایشهای تکراری

روغن آزاد نمونه را با تقریب $\% 0.1$ گزارش دهید، آزمایشهای تکراری که اختلاف نتایج آنها با یکدیگر کمتر از $\% 0.6$ باشند، برای میانگین گیری قابل قبول هستند. (با سطح اطمینان $\% 95$).

۳-۴ تعیین کلریدها

۳-۴-۱ مواد

۳-۴-۱-۱ استون

۳-۴-۱-۲ اتانل تازه جوشیده

۳-۴-۱-۳ محلول شناساگر متیل اورانژ

g ۰/۰۴ متیل اورانژ را در آب مقطر حل کرده و به حجم ml ۱۰۰ برسانید.

۳-۴-۱-۴ نیتریک اسید غلیظ با چگالی g/ml ۱/۴۲ و % ۰/۳ نیتريت

۳-۴-۱-۵ محلول نیتریک اسید (۱+۱)

یک حجم از نیتریک اسید بند (۳-۴-۱-۴) را با یک حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۳-۴-۱-۶ نیتریک اسید (۴+۱)

یک حجم از نیتریک اسید بند (۳-۴-۱-۴) را با ۴ حجم آب مقطر مخلوط کنید.

۳-۴-۱-۷ محلول استاندارد نقره نترات c[AgNO_۳]= 0.2 mol/l

۱۷ گرم نقره نترات را با تقریب ۰/۰۰۱ گرم وزن و سپس در مقداری آب مقطر حل کنید . محلول

را با آب مقطر به حجم ml ۵۰۰ برسانید.

۳-۴-۱-۷-۱ استاندارد کردن محلول نقره نترات

حدود g ۱۰ از سدیم کلرید را در C ۱۱۰^o تا رسیدن به وزن ثابت خشک کنید. حدود g ۲ از سدیم

کلرید خشک شده را با تقریب g ۰/۰۰۱ وزن کرده و در حلال حاوی ۶۰ درصد آب و ۴۰ درصد

الکل حل کنید. آن را به بالن حجمی ml ۱۰۰ منتقل کنید و با حلال تا خط نشانه رقیق کنید.

ml ۱۰ از سدیم کلرید را با پی پت به یک بشر منتقل کرده و با محلول نقره نترات بند (۳-۴-۱-۷)

(۷) تیتتر کنید. غلظت محلول نقره نترات را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$C = \frac{m \times 100}{B \times 58.45}$$

که در آن:

C غلظت محلول نقره نترات؛

m جرم سدیم کلرید استفاده شده بر حسب گرم؛

B حجم محلول نقره نترات مصرفی برای تیتراسیون سدیم کلرید بر حسب میلی لیتر.

۳-۴-۲ وسایل

۳-۴-۲-۱ دستگاه همزن مغناطیسی

۳-۴-۲-۲ پتانسیومتر

۳-۴-۲-۳ الکتروود مرجع کالومل، اشباع شده

۳-۴-۲-۴ الکتروود سیم نقره، با قطر ۱ mm و طول ۱۲۰ mm

۳-۴-۳ روش انجام آزمون

کلریدها را می توان در نمونه اصلی، قسمت نامحلول در الکل یا در ماده محلول در الکل اندازه گیری کرد و بهتر است بر اساس آنها گزارش شوند. کلرید تام محاسبه شده بر حسب سدیم کلرید برای آزمون نمونه اصلی گزارش می شود.

مقداری از نمونه را که به طور تقریبی معادل $\frac{30}{a}$ گرم (a درصد سدیم کلرید مورد انتظار است)، با تقریب ± 0.01 g وزن کنید. وزن نمونه نباید بیش از ۱۰ g باشد. نمونه را در ۲۵۰ ml آب مقطر داغ حل کنید، ۲ قطره محلول شناساگر متیل اورانژ اضافه کرده و محیط را با افزودن نیتریک اسید (بند ۳-۴-۱-۶) تا ظهور رنگ قرمز، اسیدی کنید. برای دستیابی به بیشترین حلالیت آنرا به همراه گرم کردن هم بزنید و سپس ۵۰ ml استون اضافه کنید. الکتروود نقره را در نیتریک اسید (بند ۳-۴-۱-۵) حاوی سدیم نیتريت تمیز کنید. سل تیتراسیون را با الکتروود نقره (متصل به پایانه بالایی) و سل کالومل اشباع (متصل به پایانه پایینی) تشکیل دهید. pH متر را بر حسب میلی ولت تنظیم کنید، همزن را روشن کنید و محلول را به روش پتانسیومتری تیترا کنید. ۰/۵ ml محلول نقره نیتترات استاندارد اضافه کنید و نیروی محرکه الکتریکی را اندازه بگیرید. اگر مقدار کلرید قابل ملاحظه باشد، بهتر است نیروی محرکه الکتریکی در محدوده ۱۰۰ میلی ولت باشد. محلول نقره نیتترات بند (۳-۴-۱-۷) را به آرامی در مقادیر ۲ ml تا ۳ ml و تا رسیدن نیروی محرکه الکتریکی به ۲۰۰ میلی ولت اضافه کنید و به خوبی هم بزنید. محلول نقره نیتترات بند (۳-۴-۱-۷) را

در مقادیر ۰/۱ ml اضافه کنید و بعد از هر افزایش برای رسیدن محلول به تعادل، زمانی کافی (۶۰ S تا ۸۰ S) را در نظر بگیرید. نیروی محرکه الکتریکی را در حالیکه همزن خاموش است، بعد از افزایش هر ۰/۱ ml اندازه گیری کنید. نقطه پایانی را به روش نرخ تغییر^۱ محاسبه نمایید. نقطه پایانی معمولاً در محدوده ۲۶۰ میلی ولت تا ۲۷۰ میلی ولت قرار دارد. یک شاهد نیز در نظر گرفته و مقدار به دست آمده را از مقدار محاسبه شده کسر کنید.

یادآوری : مثال روش اندازه گیری بیشترین نرخ تغییر^۱ به شرح زیر می باشد:

ΔE°	ml	نیروی محرکه الکتریکی ΔE	
۱۰	{	۲۱۰	۲۱/۲
		۲۲۰	۲۱/۳
		۲۴۰	۲۱/۴
* ۱۷	{	۲۷۷	۲۱/۵
۱۲	{	۳۰۲	۲۱/۶

$$\text{نقطه پایانی برحسب میلی لیتر} = 21.4 + ([17/(17+12)] \times 0.1) = 21.46$$

* حداکثر نرخ تغییر

۳-۴-۴ بیان نتایج

درصد جرمی کلریدهای موجود بر حسب سدیم کلرید را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$A = \frac{[(V_1 - V_2) \times C \times 5/85]}{m}$$

که در آن:

A درصد جرمی سدیم کلرید؛

V_1 حجم محلول نقره نیترات مصرفی برای تیتراسیون نمونه بر حسب میلی لیتر؛

C غلظت محلول نقره نیترات؛

m مقدار نمونه استفاده شده بر حسب گرم؛

V_2 حجم نقره نیترات مصرفی برای تیتراسیون شاهد بر حسب میلی لیتر.

۳-۴-۵ دقت و انحراف

۳-۴-۵-۱ تکرار پذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمون های تکراری) به دست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۸ درجه آزادی ۰/۰۱٪ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۰/۰۳٪ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد تردید و بررسی قرار گیرند.

۳-۴-۵-۲ تجدید پذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمون های تکراری) به دست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشگاههای مختلف با ۷ درجه آزادی، ۰/۰۶٪ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۰/۰۲٪ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند، می بایست مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۴-۵-۳ بررسی محدودیت های آزمایش های تکراری

آزمایش های تکراری که اختلاف نتایج آنها با یکدیگر کمتر از 0.06% باشد، نیز برای میانگین گیری قابل قبول هستند (با سطح اطمینان 95%) کلرید بر حسب سدیم کلرید را با تقریب 0.1% گزارش دهید.

۳-۵ تعیین قلیا ئیت

۳-۵-۱ مواد و / یا واکنشگرها

۳-۵-۱-۱ محلول استاندارد هیدروکلریک اسید $c[\text{HCl}] = 0.1 \text{ mol/l}$

۳-۵-۱-۲ محلول استاندارد سدیم هیدروکسید $c[\text{NaOH}] = 0.1 \text{ mol/l}$

۳-۵-۱-۳ محلول شناساگر فنل فتالئین

0.1 gr از فنل فتالئین را در 25 ml آب مقطر حل کرده و با اتانول به حجم 100 ml برسانید.

۳-۵-۱-۴ محلول شناساگر متیل اورانژ

1 gr از متیل اورانژ را در 25 ml اتانول حل کرده و با آب مقطر به حجم 100 ml برسانید.

۳-۵-۱-۵ اتانل تازه جوشیده خنثی شده در برابر فنل فتالئین با خلوص 95% درصد یا بالاتر

۳-۵-۲ وسایل

۳-۵-۲-۱ بورت

۳-۵-۲-۲ ارلن با حجم 500 ml

۳-۵-۳ روش انجام آزمون

۵ گرم از نمونه را با تقریب 0.1 mg در ارلن 500 ml وزن کنید. نمونه را در 100 ml تا 150 ml آب گرم (حدود 35°C) حل کنید و 50 ml اتانول بند (۳-۵-۱-۵) برای جلوگیری از کف کردن اضافه کنید. سپس ۲ قطره محلول شناساگر فنل فتالئین بند (۳-۵-۱-۳) و ۲ قطره محلول شناساگر متیل اورانژ بند (۳-۵-۱-۴) اضافه کنید. اگر محلول در برابر فنل فتالئین قلیایی بود تا رسیدن به نقطه پایانی با محلول هیدروکلریک اسید بند (۳-۵-۱-۱) تیترا کنید (۷۱) مقدار اضافی مشخصی از

محلول اسید بند (۳-۵-۱)، (تقریباً ۵ برابر حجم مصرفی اولیه) را اضافه کنید (۷۲). محلول را بجوشانید یا با وارد کردن نیتروژن به مدت ۱۵ دقیقه، دی اکسید کربن موجود را خارج کنید. اسید باقیمانده را تا رسیدن به نقطه پایانی در حضور فنل فتالئین با محلول سدیم هیدروکسید بند (۳-۵-۱) تیتراسیون برگشتی کنید (۷۳). اگر محلول نسبت به فنل فتالئین اسیدی و نسبت به متیل اورانژ قلیایی باشد، تا رسیدن به نقطه پایانی در حضور متیل اورانژ با هیدروکلریک اسید بند (۳-۵-۱) تیتراسیون را ادامه دهید (۷۴). مقدار اضافی مشخصی از محلول هیدروکلریک اسید بند (۳-۵-۱)، (تقریباً دو برابر حجم مصرفی) را اضافه کنید (۷۵). محلول را بجوشانید یا با وارد کردن نیتروژن به مدت ۱۵ دقیقه، دی اکسید کربن موجود را خارج کنید. اسید باقیمانده را تا رسیدن به نقطه پایانی در برابر فنل فتالئین با محلول سدیم هیدروکسید بند (۳-۵-۱) تیتراسیون برگشتی کنید (۷۶).

۳-۵-۴ بیان نتایج

قلیائیت را با استفاده از معادله زیر محاسبه کنید:

۳-۵-۴-۱ اگر نمونه نسبت به فنل فتالئین اسیدی و نسبت به متیل اورانژ قلیائی بود، قلیائیت بر

حسب سدیم بی کربنات NaHCO_3 را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$A = \left[\frac{(V_f + V_d) N_1 - V_f N_2}{m} \right] \times 8/40$$

که در آن:

A درصد جرمی سدیم بی کربنات

V_f حجم هیدروکلریک اسید مورد نیاز برای تیتراسیون تا رسیدن به نقطه پایانی متیل اورانژ بر

حسب میلی لیتر؛

V_d حجم هیدروکلریک اسید اضافی افزوده شده بر حسب میلی لیتر؛

N_1 غلظت محلول هیدروکلریک اسید؛

V_1 حجم محلول سدیم هیدروکسید مورد نیاز برای تیتراسیون تا رسیدن به نقطه پایانی فنل

فتالئین بر حسب میلی لیتر؛

N_2 نرمالیت محلول سدیم هیدروکسید؛

m جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم؛

۳-۴-۲ اگر نمونه نسبت به فنل فتالئین قلیایی بود، قلیائیت بر حسب سدیم هیدروکسید،

سدیم کربنات یا سدیم بی کربنات از معادله زیر محاسبه کنید:

اگر $(V_1 - V_2) N_1 + V_3 \times N_2$ بزرگتر از صفر باشد

$$B = \left[\frac{(V_1 - V_2) N_1 + V_3 N_2}{m} \right] \times 40$$

$$C = \left[\frac{(V_2 N_1 - V_3 N_2)}{m} \right] \times 106$$

اگر $(V_1 - V_2) N_1 + V_3 \times N_2$ کمتری مساوی صفر باشد

$$C = \frac{V_1 N_1 \times 106}{m}$$

$$D = \frac{(V_2 - V_1) N_1 - V_3 N_2}{m} \times 40$$

که در آن:

B درصد جرمی سدیم هیدروکسید؛

C درصد جرمی سدیم کربنات؛

D درصد جرمی سدیم بی کربنات؛

V_1 حجم هیدروکلریک اسید مورد نیاز برای تیتراسیون تا رسیدن به نقطه پایانی فنل فتالئین بر

حسب میلی لیتر؛

N_1 غلظت هیدروکلریک اسید؛

V_2 حجم هیدروکلریک اسید اضافی افزوده شده بر حسب میلی لیتر؛

V_3 سدیم هیدروکسید مورد نیاز برای تیتراسیون تا رسیدن به نقطه پایانی فنل فتالئین بر حسب میلی لیتر؛

N_2 غلظت محلول سدیم هیدروکسید؛

m جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم.

۳-۵-۵ دقت و انحراف

۳-۵-۵-۱ تکرارپذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) به دست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۱۱ درجه آزادی $\% 0.3$ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان $\% 95$) بیش از $\% 0.1$ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۵-۵-۲ تجدید پذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) به دست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشگاههای مختلف با ۱۰ درجه آزادی $\% 0.1$ مقدار مطلق تخمین زده می شود در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان $\% 95$) بیش از $\% 0.3$ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۵-۵-۳ بررسی محدودیتهای آزمایشگاههای تکراری

قلیائی آزاد نمونه را با تقریب $\% 0.1$ گزارش دهید. آزمایشهای تکراری که اختلاف نتایج آنها با یکدیگر کمتر از $\% 0.3$ باشند نیز برای میانگین گیری قابل قبول هستند (با سطح اطمینان $\% 95$).

۳-۶ تعیین pH

۳-۶-۱ روش انجام آزمون

pH را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۸-۳۱۷۸:۱۳۷۳ اندازه گیری نمایید. اندازه گیری را ۱۰ دقیقه بعد از تهیه آزمون انجام دهید. ۱۰g آزمون را با دقت ± 0.01 g وزن نموده و به بالن حجمی یک لیتری منتقل کنید و با آب مقطر آن را به حجم برسانید.

۳-۶-۲ دقت و انحراف

۳-۶-۲-۱ تکرار پذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) به دست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۱۰ درجه آزادی $\pm 0.4\%$ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان 95%) بیش از 0.1% مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۶-۲-۲ تجدید پذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) به دست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشگاههای مختلف با ۹ درجه آزادی، 0.28% مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان 95%) بیش از 0.9% مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۶-۲-۳ بررسی محدودیت های آزمایشهای تکراری

pH نمونه را با تقریب ± 0.1 گزارش دهید. آزمایشهای تکراری که اختلاف نتایج آنها با یکدیگر کمتر از 0.1% باشد، نیز برای میانگین قابل قبول هستند. (با سطح اطمینان 95%).

۳-۷ تعیین رنگ

این روش اندازه گیری رنگ آلفا اولفین سولفونات با استفاده از مقیاس پلاتینیوم _ کبالت رنگ سنج کلت _ سامرسون^۱ را شامل می شود. دستگاه کالریتر باید روزانه با رقت های استاندارد رنگ

1. Keltt – Summerson Photoelectric Colorimeter

پلاتینیوم _ کبالت 500APHA کالیبره شود. مقدار پلاتینیوم _ کبالت نمونه از منحنی

کالیبراسیون دستگاه کلت، تعیین می شود.

۳-۷-۱ مواد و / یا واکنشگرها

۳-۷-۱-۱ استاندارد رنگ پلاتینیوم _ کبالت شماره 500APHA

۳-۷-۲ وسایل

۳-۷-۲-۱ دستگاه رنگ سنج فوتوالکتریک کلت _ سامرسون، مدل صنعتی کلت ۳_۹۰۰

۳-۷-۲-۲ صافی کلت، شماره ۴۲ آبی

۳-۷-۲-۳ یک جفت سل با مشخصات کاملاً یکسان به ارتفاع ۴۰ mm

۳-۷-۳ روش انجام آزمون

استاندارد های پلاتینیوم _ کبالت به شماره های ۱۰۰ ، ۱۵۰ و ۲۰۰ را با استفاده از حجم های

۲۰ ml و ۳۰ ml و ۴۰ ml از استاندارد پلاتینیوم _ کبالت شماره ۵۰۰ را که در بالن های

حجمی ۱۰۰ ml تا خط نشانه با آب مقطر رقیق شده اند، تهیه کنید.

توجه: محلول استاندارد پلاتینیوم-کبالت اسیدی است.

محلول ۵درصد ماده فعال از نمونه آلفا اولفین سولفونات را تهیه کنید.

مقدار نمونه لازم را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\text{درصد ماده فعال آلفا اولفین سولفونات} = \frac{۵ * ۱۰۰}{\text{مقدار نمونه بر حسب گرم}}$$

مقدار نمونه محاسبه شده را در بالن ۱۰۰ ml با آب مقطر رقیق کنید. چند قطره اتانل می تواند

برای از بین بردن کف استفاده شود. بعد از رقیق سازی محلول را به خوبی هم بزنید. در صورت نیاز،

برای به دست آوردن یک محلول شفاف برای خواندن رنگ ها، محلول را صاف کنید. قبل از روشن

کردن لامپ رنگ سنج، صافی شماره ۴۲ کلت را در محل بین لامپ و دستگاه قرار دهید. نشانگر را

طوری تنظیم کنید که دقیقاً با خط مقیاس نشانگر شاهد منطبق شود (وقتی که لامپ خاموش است).

این تنظیم با کمک یک پیچ کوچک که دقیقاً بالای نشانگر قرار دارد و فقط در حالیکه لامپ رنگ سنج خاموش است، انجام می شود. سل شیشه ای را با آب پر کرده و در دستگاه قرار دهید. محفظه سل را با پوشش فلزی بپوشانید و مقیاس را تا خواندن عدد صفر بچرخانید. لامپ رنگ سنج را روشن کرده و برای رسیدن دستگاه به حالت تعادل چند دقیقه صبر کنید. نشانگر را با استفاده از پیچ تنظیم صفر موجود در سمت چپ محفظه سل تنظیم کنید تا یکبار دیگر با خط روی مقیاس نشانگر منطبق شود. سل را بردارید و به جای محلول شاهد، استاندارد پلاتینیوم _ کبالت شماره ۱۰۰ تهیه شده را قرار دهید. پیچ مقیاس را تا برگشتن دقیق نشانگر به محل تنظیم صفر بچرخانید و عدد کلت را مستقیماً از روی مقیاس بخوانید. نیازی به تنظیم صفر قرائتهای متوالی رنگ با استفاده از همان صافی نمی باشد، همین عمل را برای پلاتینیوم _ کبالت شماره ۱۵۰ و شماره ۲۰۰ نیز تکرار کنید. اعداد خوانده شده کلت را (محور عمودی) بر حسب شماره استاندارد پلاتینیوم _ کبالت (محور افقی) رسم کنید. بهترین خط راست ممکن را از میان نقاط بکشید. به هنگام تعیین رنگ، عمل کالیبره کردن را انجام دهید. سپس رنگ کلت محلول ۵٪ آلفا اولفین سولفونات را همانند نمونه های استاندارد اندازه گیری نمایید.

۳-۷-۴ بیان نتایج

با استفاده از منحنی کالیبراسیون و کلت قرائت شده برای محلول ۵٪ ماده فعال آلفا اولفین سولفونات، شماره پلاتینیوم کبالت برای آلفا اولفین سولفانات را به دست آورده و گزارش دهید.

۳-۷-۵ دقت و انحراف

۳-۷-۱ تکرار پذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمونه‌های تکراری) به دست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف ۱/۶۲ واحد مطلق پلاتینیوم _ کبالت تخمین زده می شود.

در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۵/۴۱ واحد مطلق پلاتینیوم _ کبالت با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۷-۵-۲ تجدید پذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف معیار نتایج «هر میانگین آزمونه‌های تکراری» به دست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشگاههای مختلف با ۷ درجه آزادی، ۵/۷۹ واحد مطلق پلاتینیوم _ کبالت تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۱۹/۳ واحد مطلق پلاتینیوم _ کبالت با یکدیگر تفاوت داشته باشند، باید مورد تردید و بررسی قرار گیرند.

۳-۷-۵-۳ بررسی محدودیت های آزمایش های تکراری

رنگ پلاتینیوم _ کبالت نمونه را به طور کامل گزارش دهید. آزمایش های تکراری که مطابق با واحد پلاتینیوم _ کبالت ۶/۶۵ باشند، نیز برای میانگین گیری قابل قبول هستند (با سطح اطمینان ۹۵٪).

۳-۸-۱ تعیین ماده فعال با استفاده از تیتراسیون دو لایه ای با شناساگر متیلن بلو

۳-۸-۱-۱ مواد و /یا واکنشگرها

۳-۸-۱-۱-۱ کلروفرم

نکات ایمنی: در این روش از کلروفرم استفاده می شود. لذا بکارگیری روش های ایمنی و تهویه مناسب برای کلروفرم الزامی است.

۳-۸-۱-۲ اتانول با خلوص ۹۵٪

۳-۸-۱-۳ پترولیوم اتر با محدوده جوش ۳۰°C تا ۵۰°C

۳-۸-۱-۴ محلول شناساگر فنل فتالئین ۱٪ جرمی / حجمی آبی

۳-۸-۱-۵ محلول استاندارد سدیم هیدروکسید $c[\text{NaOH}] = 0.1 \text{ mol/l}$

۳-۸-۱-۶ محلول استاندارد سدیم هیدروکسید $c[\text{NaOH}] = 1 \text{ mol/l}$

۳-۸-۱-۷ محلول استاندارد سدیم هیدروکسید، ۵۰٪

۳-۸-۱-۸ محلول استاندارد سولفوریک اسید $c[\text{H}_2\text{SO}_4] = 0.1 \text{ mol/l}$

۳-۸-۱-۹ محلول استاندارد سولفوریک اسید، $c[\text{H}_2\text{SO}_4] = 1 \text{ mol/l}$

۳-۸-۱-۱۰ محلول استاندارد سولفوریک اسید $c[\text{H}_2\text{SO}_4] = 0.5 \text{ mol/l}$

۳-۸-۱-۱۱ سدیم سولفات (Na_2SO_4) بدون آب

۳-۸-۱-۱۲ محلول استاندارد سدیم لوریل سولفات 0.008 mol/l

مابین ۲/۲۸ و ۲/۳۲ گرم از سدیم لوریل سولفات را به دقت وزن کرده و آنرا در ۲۰۰ ml آب مقطر حل کنید. سپس آنرا به بالن حجمی یک لیتری منتقل کنید و تا خط نشانه با آب مقطر به حجم برسانید.

غلظت مولی محلول را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\text{غلظت مولی} = \frac{(W_2 \times P)}{100 \times 288/4}$$

که در آن:

W_2 جرم سدیم لوریل سولفات بر حسب گرم؛

P درصد خلوص سدیم لوریل سولفات.

۳-۸-۱-۱۳ محلول شناساگر متیلن بلو

۰/۰۶ گرم از متیلن بلوکلرید را در ۵۰۰ ml آب مقطر حل کنید و آنرا به یک بالن حجمی دو لیتری منتقل نمایید. ۲۴ گرم (۱۳ ml) سولفوریک اسید و ۱۰۰ گرم سدیم سولفات به آن افزوده و تا خط نشانه با آب مقطر رقیق کنید.

۳-۸-۱-۱۴ هایامین 0.004 mol/l

محلول هایامین را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۳-۳۱۷۸: ۱۳۷۴ تهیه کنید.

۳-۸-۱-۱۴ استاندارد کردن هایامین

۱۰ ml از محلول سدیم لوریل سولفات بند(۳-۸-۱-۱۲) را با پی پت به یک استوانه مدرج با در سمباده ای منتقل کنید. ۵ ml اتانل، ۲۵ ml شناساگر متیلن بلو بند(۳-۸-۱-۱۳) و ۱۵ ml کلروفرم بند(۳-۸-۱-۱) اضافه کنید. حدود ۲۰ ml هایامین بند(۳-۸-۱-۱۴) را به استوانه اضافه کنید و پس از بستن در، ظرف را برای ۳۰ ثانیه به شدت تکان دهید. تا شکستن امولسیون و ظاهر شدن دو فاز، ظرف را در حال سکون نگه دارید. لایه پایینی در ابتدا تیره و لایه بالایی آبی روشن است. از این نقطه به بعد محلول هایامین در مقادیر ۰/۱ میلی لیتری اضافه شده و استوانه بعد از هر افزایش، ۳۰ ثانیه تکان داده می شود، تا رنگ آبی لایه بالایی تقریباً به همان رنگ لایه پایینی شود. تیتراسیون را با افزایش قطره قطره تیتراکننده و تکان دادن استوانه تا رسیدن به نقطه پایانی (یک رنگ شدن فازها) ادامه دهید. حجم مصرفی را یادداشت کنید. مولاریته محلول هایامین را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\text{مولاریته محلول هایامین} = \frac{(N \times 10)}{V}$$

که در آن:

N غلظت مولی محلول سدیم لوریل سولفات؛

V حجم هایامین مصرفی بر حسب میلی لیتر.

۳-۸-۱-۱۴-۱ استاندارد اولیه

استاندارد اولیه مورد استفاده در این روش سدیم لوریل سولفات می باشد. آزمایشات برای خلوص الکل ها و قلیایی آزاد یا اسیدی آزاد این استاندارد اولیه طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳-۳۱۷۸ سال ۱۳۷۴ انجام می شود.

۳-۸-۲ وسایل

۳-۸-۲-۱ جعبه مشاهده روشن شده : درون این جعبه سفید رنگ بوده و شامل یک لامپ روشن الکتریکی، آبی روشن ۷۵ وات یا یک لامپ فلورسنتی آفتابی لوله ای و یک صفحه چینی سفید می باشد. صفحه چینی به عنوان زمینه ای برای تشخیص صحیح تر رنگ از محلولی که در حال تیتراژ شدن است، می باشد. جعبه طوری قرار داده می شود که آزمایش کننده و منبع نور در یک راستا واقع نشوند.

۳-۸-۲-۲ استوانه در سمباده ای ۱۰۰ ml با قطر خارجی ۳۰ mm

۳-۸-۲-۳ بورت ۲۵ ml

۳-۸-۲-۴ پی پت های ۱۰ ml و ۱۵ ml و ۲۵ ml

۳-۸-۲-۵ بالن های حجمی ۲۵۰ ml، ۱۰۰۰ ml و ۲۰۰۰ ml

۳-۸-۳ روش انجام آزمون

مقداری از نمونه را که شامل تقریباً ۸ میلی اکسی والان ماده فعال آنیونی است به دقت وزن کنید. یادآوری : مقدار نمونه مورد نیاز برای تیتراژ تقریباً ۲۰ ml هایامین، از معادله زیر محاسبه کنید:

$$m_3 = \frac{N \times EW \times D \times 20 \times 100}{1000 \times A \times \%}$$

که در آن:

m_3 جرم نمونه بر حسب گرم؛

۲۰ میلی لیتر محلول هایامین؛

N غلظت مولی محلول هایامین؛

EW اکسی والان گرم فعال آنیونی؛

D = حجم بالن رقیق سازی بر حسب میلی لیتر؛

% = درصد ماده فعال مورد انتظار؛

A = حجم نمونه برداشتی برای تیتراسیون دولایه ای بر حسب میلی لیتر.

نمونه را در آب مقطر حل کنید. چند قطره فنل فتالئین اضافه کرده و با محلول سدیم هیدروکسید بند (۳-۸-۱-۶) و یا محلول سولفوریک اسید بند (۳-۸-۱-۹) تا رسیدن به صورتی کمرنگ خنثی کنید. محلول را به طور کمی به بالن حجمی منتقل کنید و با آب مقطر تا خط نشانه رقیق نمایید. با افزایش یک یا دو قطره الکل قبل از رسیدن به خط نشانه می توان کف را از بین برد. ۱۰ ml از محلول را در استوانه در سمباده ای ۱۰۰ ml ریخته و ۱۵ ml کلروفرم بند (۳-۸-۱-۱)، ۲۵ ml شناگر متیلن بلو بند (۳-۸-۱-۱۳) و ۵ ml الکل بند (۳-۸-۱-۲) اضافه کنید. مقدار کمتر از یک اکی والان از محلول هایامین بند (۳-۸-۱-۱۴) را اضافه کنید استوانه را برای مدت ۳۰ ثانیه به شدت تکان دهید. تا شکستن امولسیون و ظاهر شدن دو فاز، ظرف را در حالت سکون نگهدارید. لایه پایینی در ابتدا آبی تیره و لایه بالایی آبی روشن است. از این نقطه به بعد محلول هایامین بند (۳-۸-۱-۱۴) در مقادیر ۰/۱ ml اضافه شده و استوانه بعد از هر افزایش ۳۰ ثانیه تکان داده می شود تا رنگ آبی لایه بالایی تقریباً به همان رنگ لایه پایینی شود. تیتراسیون را با افزایش قطره قطره تیتراکننده و تکان دادن استوانه تا رسیدن به نقطه پایانی (یک رنگ شدن فازها) ادامه دهید. حجم مصرفی را یادداشت کنید.

۳-۸-۴ بیان نتایج

ماده فعال نمونه را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$B = \frac{V \times N \times EW \times D \times 100}{1000 \times A \times m}$$

که در آن:

B درصد ماده فعال؛

V حجم محلول هایامین بر حسب میلی لیتر؛

N غلظت مولی محلول هایامین؛

EW اکی والان گرم فعال آنیونی؛

D حجم بالن رقیق سازی بر حسب میلی لیتر؛

A حجم نمونه رقیق شده مورد استفاده بر حسب میلی لیتر؛

m_3 جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم.

یادآوری: باید توجه داشت که نقطه پایانی در نظر گرفته شده برای نمونه دقیقاً مشابه نقطه پایانی

برای استاندارد کردن محلول هایامین است.

۳-۸-۵ دقت وانحراف

۳-۸-۵-۱ تکرار پذیری (یک آزمایشگر)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) به دست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۱۲ درجه آزادی، ۰/۱۵٪ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتی که دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۰/۴٪ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

۳-۸-۴-۲ تجدید پذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف معیار نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) به دست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشهای مختلف با ۱۱ درجه آزادی، ۰/۳٪ مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین به دست آمده (با سطح اطمینان ۹۵٪) بیش از ۰/۹٪ مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد تردید و بررسی بیشتر قرار گیرند.

ICS: 71.080

صفحه : ۳۱
