



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۸۲۳

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

17823

1st. Edition

2014

مواد فعال در سطح - تعیین مقدار آمین آزاد
در آلکیل دی متیل بتائین ها - روش آزمون

Surface active agents - Determination of
free amine content of alkyl dimethyl
betaines - Test method

ICS:71.100.40

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد 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.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود 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، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی 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. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«مواد فعال در سطح - تعیین مقدار آمین آزاد در آلکیل دی متیل بتائین ها - روش آزمون»

رئیس:

عمادالدین، فاطمه
(کارشناسی شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

شرکت پاکسان

دبیر:

احمدی، حاجی رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

پژوهشگاه استاندارد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

احسانی، باقر
(کارشناسی شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

اسداله زاده، ندا
(کارشناسی ارشد شیمی)

انجمن شوینده، آرایشی و بهداشتی ایران

اوسطی، سمیرا
(دکتری شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

بنایی، عباس
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت پدیده شیمی نیلی

پیری صدیق، آزاده
(دکتری شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

تاج موسوی، آدینه
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت محصولات بین المللی پارس

جباری، عادله
(کارشناسی ارشد شیمی)

آزمایشگاه مهر

سمیعی، اعظم
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت مهد تاز

رضوانی، ملیحه
(کارشناسی شیمی)

شرکت راک شیمی

شرکت پاکسان	رنجبر، مینا (کارشناسی شیمی)
شرکت آنا سیمین	زمانی، بیتا (کارشناسی ارشد شیمی)
شرکت پاکشو	صالحی، مهدی (کارشناسی شیمی)
شرکت پاکنام	عابدینی، محمد فاضل (کارشناسی ارشد شیمی)
شرکت کف (داروگر)	عاصمی پور، سمیه (کارشناسی ارشد شیمی)
شرکت پاکشو	عالی کلوگانی، سمیه (کارشناسی ارشد شیمی)
پژوهشگاه استاندارد	عدل نسب، لاله (دکتری شیمی)
شرکت پدیده شیمی نیلی	قربانی، فاطمه (کارشناسی ارشد شیمی)
آزمایشگاه مهر	غفاری، پری (کارشناسی شیمی)
شرکت پدیده شیمی نیلی	قله زاده، اکرم (کارشناسی ارشد شیمی)
شرکت تولی پرس	قوی بیان، امیر (کارشناسی شیمی)
شرکت پاکسان	کاویانی، حدیث (کارشناسی ارشد شیمی)
شرکت راک شیمی	مظفری، حسین (کارشناسی شیمی)

شرکت پدیده شیمی پایدار

محبت، کیوان
(کارشناسی شیمی)

شرکت اسالیب

میرخانی، سید امیر
(کارشناسی شیمی)

شرکت گل‌تاش

میرمقتدایی، سید مسیح
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت کیمیاگران

نجفی، سعید
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت کف (داروگر)

واقفی فرد، پانته‌آ
(کارشناسی مهندسی شیمی)

شرکت کیمیاگران

وفاکیش، بهاره
(دکتری شیمی)

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران	ب
کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
پیش‌گفتار	ز
۱ هدف و دامنه کاربرد	۱
۲ مراجع الزامی	۱
۳ اصطلاح و تعریف	۱
۴ اصول آزمون	۱
۵ مواد و/یا واکنشگرها	۲
۶ وسایل	۲
۷ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه	۲
۸ روش انجام آزمون	۲
۹ بیان نتایج	۳
۱۰ دقت	۴
۱۱ گزارش آزمون	۴
پیوست الف (اطلاعاتی) نتایج آزمون گردشی	۵
پیوست ب (اطلاعاتی) تنظیمات دستگاهی	۶
پیوست پ (اطلاعاتی) مثالی برای منحنی تیتراسیون و مشتقات آن	۷

پیش‌گفتار

استاندارد "مواد فعال در سطح- تعیین مقدار آمین آزاد در آلکیل‌دی‌متیل بتائین‌ها - روش آزمون " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یک هزار و دویست و دهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۲/۱۲/۱۸ 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 می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

EN 13435: 2001, Surface active agents Determination of free amine content of alkyl dimethyl betaines

مواد فعال در سطح - تعیین مقدار آمین آزاد در آلکیل دی‌متیل بتائین‌ها - روش آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری آمین آزاد در آلکیل دی‌متیل بتائین‌ها می‌باشد. این استاندارد برای تعیین آمین آزاد در آلکیل دی‌متیل بتائین از ۰/۰۲mmol تا ۱ mmol کاربرد دارد. منوکلو استیک اسید، گلیکولیک اسید، اسیدهای قوی با این روش آزمون تداخلی ایجاد نمی‌کنند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

- ۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵: پاک‌کننده‌ها و مواد فعال سطحی - روش‌های تقسیم‌بندی نمونه

۳ اصطلاح و تعریف

در این استاندارد اصطلاح و تعریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

آمین آزاد

مقدار آمین در آلکیل دی‌متیل بتائین‌ها که با این روش تعیین و بر حسب گرم در ۱۰۰ g محصول بیان می‌شود.

۴ اصول آزمون

نمونه آلکیل دی‌متیل بتائین در محلول آبی ۲- پروپانول (ایزو پروپانول) حل می‌شود. همه ترکیبات با اضافه کردن محلول سدیم هیدروکسید به شکل بازی تبدیل می‌شوند. کربن دی اکسید با عبور نیتروژن خارج می‌شود. آمین آزاد به وسیله تیتراسیون با هیدروکلریک اسید، با تشخیص نقطه پایانی به روش پتانسیومتری، تعیین می‌شود.

یادآوری- در محلول آبی ۲-پروپانول، تفاوت قدرت بازی برای آمین آزاد در حدی است که تعیین آن به طور مجزا از گونه‌های مونوکلرواستات، گلیکوکات و بتائین قابل انجام است.

۵ مواد و / یا واکنشگرها

در طی آزمون به غیر از موارد مشخص شده، فقط از واکنشگرهایی با درجه خلوص تجزیه‌ای استفاده کنید. قبل از استفاده، عدم تداخل این واکنشگرها را با نتایج آزمون بررسی کنید.

۱-۵ آب، درجه ۳، مطابق با استاندارد بند ۱-۲

۲-۵ محلول حجمی استاندارد هیدروکلریک اسید، $c(\text{HCl}) = 0.1 \text{ mol/l}$

۳-۵ محلول سدیم هیدروکسید، $c(\text{NaOH}) = 0.1 \text{ mol/l}$

۴-۵ محلول شناساگر، تیمول بلو، 1 g/l در اتانول

۵-۵ مخلوط ۲- پروپانول / آب، کسر حجمی تقریبی ۱:۱

۶-۵ تری-n- بوتیل آمین، $c(\text{C}_{12}\text{H}_{27}\text{N}) = 0.02 \text{ mol/l}$ در ۲- پروپانول

۷-۵ استیک اسید، ۱۰۰٪ (استیک اسید گلاسیال)

۸-۵ گاز نیتروژن، حداقل ۹۹/۹٪

۶ وسایل

وسایل آزمایشگاهی معمول به همراه وسایل زیر:

۱-۶ وسایل تیتراسیون پتانسیومتری، متشکل از یک تیتراکننده با الکتروود ترکیبی شیشه/ کالومل $c(\text{LiCl}) = 3 \text{ mol/l}$ در متانول)، یک بورت پیستونی با ظرفیت ۲۰ ml و همزن مغناطیسی (پارامترهای تیتراسیون در پیوست ب ارائه شده است).

۲-۶ ترازو، با دقت 0.1 mg

۷ نمونه‌برداری و آماده‌سازی نمونه

نمونه را مطابق با استاندارد بند ۲-۲ آماده و نگهداری کنید. نمونه‌های جامد و خمیری باید به آرامی در یک حمام آب در کمترین دمای ممکن (بیشینه 60°C) ذوب شوند.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ در حدود 10 g نمونه را با دقت 1 mg در یک بشر شیشه‌ای 250 ml لیتری وزن کنید. نمونه را در 150 ml مخلوط ۲- پروپانول / آب (بند ۵-۵) حل کنید. گاز نیتروژن (بند ۵-۸) را به مدت ۵ دقیقه به وسیله پیپت شیشه‌ای یک بار مصرف از محلول عبور دهید.

اجازه دهید نوک پیپت در حدود ۲ cm در داخل محلول نمونه غوطه‌ور شود و جریان گاز نیتروژن را به نحوی تنظیم کنید که دو یا سه حباب در ثانیه خارج شود.

به طور دقیق ۱۰ ml محلول تری-n بوتیل آمین (بند ۵-۶) و پس از آن ۵ قطره محلول شناساگر (بند ۵-۴) را اضافه کنید.

محلول سدیم هیدروکسید (بند ۵-۳) را قطره قطره تا تغییر رنگ شناساگر از زرد به آبی، اضافه کرده و پس از آن چند قطره دیگر محلول سدیم هیدروکسید (بند ۵-۳) اضافه کنید. الکتروود را در محلول غوطه‌ور کرده و در حال همزدن با محلول حجمی استاندارد هیدروکلریک اسید (بند ۵-۲) تا دومین نقطه شکست (شکل پ-۱ را ببینید) تیترا کنید.

۸-۲ تعیین شاهد

مقدار شاهد را مطابق با روش آزمون ارائه شده در بند ۸-۱ تعیین کنید. از یک قطره استیک اسید (بند ۵-۷) به جای نمونه استفاده کنید.

۹ بیان نتایج

مقدار آمین آزاد را بر حسب گرم بر ۱۰۰ g نمونه، با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید.

$$w = \frac{[(V_1 - V_2) - (V_3 - V_4)] \times C \times M \times 100}{m \times 1000} \quad (1)$$

که در آن:

V_1 حجم محلول استاندارد حجمی هیدروکلریک اسید (بند ۵-۲) مصرفی تا دومین نقطه شکست در تیتراسیون نمونه بر حسب میلی‌لیتر؛

V_2 حجم محلول استاندارد حجمی هیدروکلریک اسید (بند ۵-۲) مصرفی تا اولین نقطه شکست در تیتراسیون نمونه بر حسب میلی‌لیتر؛

V_3 حجم محلول استاندارد حجمی هیدروکلریک اسید (بند ۵-۲) مصرفی تا دومین نقطه شکست در تیتراسیون محلول آزمون شاهد بر حسب میلی‌لیتر؛

V_4 حجم محلول استاندارد حجمی هیدروکلریک اسید (بند ۵-۲) مصرفی تا اولین نقطه شکست در تیتراسیون محلول آزمون شاهد بر حسب میلی‌لیتر؛

C مقدار غلظت ماده محلول استاندارد حجمی هیدروکلریک اسید (بند ۵-۲) بر حسب مول بر لیتر؛

M جرم مولی آمین آزاد بر حسب گرم بر مول؛

m جرم نمونه بر حسب گرم.

نتایج را تا یک رقم اعشار گزارش کنید.

۱۰ دقت

۱-۱۰ حد تکرارپذیری

اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون مجزای مستقل، بدست آمده با روش یکسان، بر روی مواد آزمون یکسان، در آزمایشگاه یکسان به وسیله آزمایشگر یکسان با استفاده از تجهیزات یکسان، در دوره زمانی کوتاه، در بیش از ۵٪ موارد از حد تکرارپذیری، r ، بیشتر نمی باشد. نتایج آزمون گردشی به دست آمده در پیوست الف ارائه شده است.

۲-۱۰ حد تجدیدپذیری

اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون مجزای مستقل، بدست آمده با روش یکسان، بر روی مواد آزمون یکسان، در آزمایشگاه های مختلف به وسیله آزمایشگرهای مختلف، با استفاده از تجهیزات مختلف، در بیش از ۵٪ موارد از حد تجدیدپذیری، R ، بیشتر نمی باشد. نتایج آزمون گردشی به دست آمده در پیوست الف ارائه شده است.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۲-۱۱ همه اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

۳-۱۱ نتیجه آزمون؛

۴-۱۱ هرگونه مورد خاص مشاهده شده در طی آزمون؛

۵-۱۱ هرگونه انحراف از روش آزمون مشخص شده در این استاندارد و هرگونه عملیات اختیاری که ممکن است بر نتایج تاثیرگذار باشند.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
نتایج آزمون گردشی

داده‌های آماری ارائه شده در جدول الف-۱ با آزمون گردشی به وسیله:
"Gemeinschaft sauss chuss fur die Analytic von Ten siden (GAT)"
در سال ۱۹۹۵، با استفاده از نمونه‌های تجاری در دسترس آلکیل دی‌متیل بتائین به دست آمده است (جرم مولی مطابق با N,N- دی متیل کوکامین: ۲۲۶ g/mol).
ارزیابی مطابق با استاندارد ISO 5725-2 انجام شده است.

جدول الف - ۱- نتایج آزمون گردشی

عنوان	داده دقت
تعداد آزمایشگاه‌های شرکت کننده	۸
تعداد آزمایشگاه‌های حذف نشده	۸
تعداد مقادیر مجزا همه آزمایشگاه‌ها	۲۵
مقدار میانگین، w بر حسب $g/100\ g$	۰٫۲۴
انحراف استاندارد تکرارپذیری s_r ، 1 ($g/100\ g$)	۰٫۰۳
حد تکرارپذیری r ، 2 ، $r=2.8 \times s_r$ ($g/100\ g$)	۰٫۰۸
ضریب تکرارپذیری تغییر 3 (%)	۱۲٫۱
انحراف استاندارد تجدیدپذیری s_R ، 4 ($g/100\ g$)	۰٫۰۷
حد تجدیدپذیری R ، 5 ، $R=2.8 \times s_R$ ($g/100\ g$)	۰٫۱۹
ضریب تجدیدپذیری تغییر 6 (%)	۲۹٫۳

-
- 1- Repeatability standard deviation
 - 2- Repeatability limit
 - 3- Repeatability coefficient of variation
 - 4- Reproducibility standard deviation
 - 5- Reproducibility limit
 - 6- Reproducibility coefficient of variation

پیوست ب
(اطلاعاتی)
تنظیمات دستگاهی

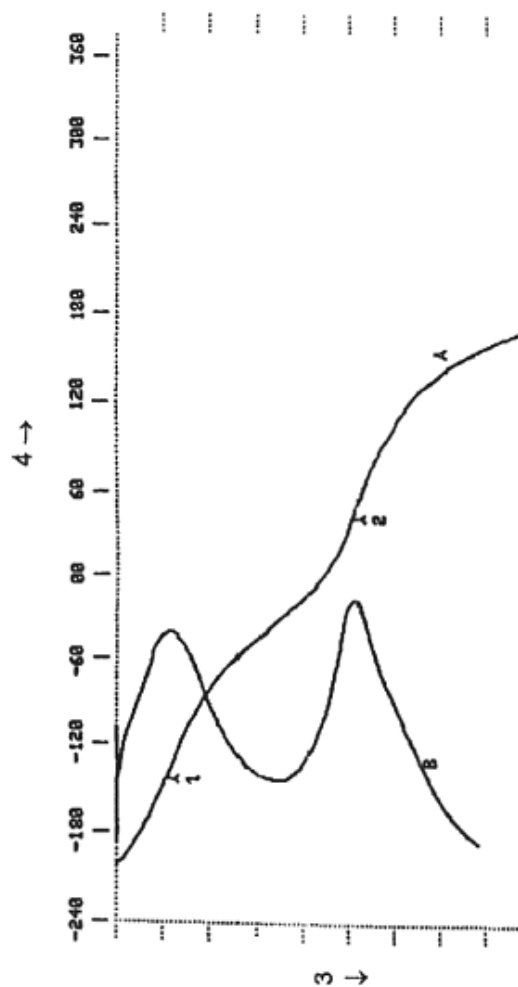
داده‌های ارائه شده در زیر برای تنظیمات دستگاهی، به تیتراسیون نقطه تعادل دینامیک اشاره می‌کنند. پارامترهای تیتراسیون زیر مربوط به Titroprocessor مدل ۶۷۰ Metrohm می‌باشند و می‌تواند به عنوان راهنما استفاده شود.

حجم بورت / تفکیک	۲۰ ml / ۲ µl
کمیت اندازه‌گیری شده	V (حجم)
چگالی نقطه اندازه‌گیری	۴
سرعت خوراک‌دهی برای برداشت‌ها	۲ ml / min
کمینه برداشت برای تیتراسیون	۴ µl
آستانه انحراف برای قرائت مقدار اندازه‌گیری شده	۱۰۰ mV/min
زمان تعادل برای قرائت مقدار اندازه‌گیری شده	۱۹ s

Burette volume / Resolution:	20 ml / 2µl
Measured quantity:	V
Measuring point density:	4
Dosing rate for increments:	2 ml/min
Minimum increment on titration:	4 µl
Drift threshold for measured value acquisition:	100 mV/min
Equilibration time for measured value acquisition:	19 s

پیوست پ (اطلاعاتی)

مثالی برای یک منحنی تیتراسیون نوعی و مشتق آن



راهنما:

- ۱ نقطه شکست ۱
- ۲ نقطه شکست ۲
- ۳ حجم محلول استاندارد هیدروکلریک اسید برحسب میلی لیتر
- ۴ ولتاژ برحسب میلی ولت

شکل پ-۱- مثالی از یک منحنی تیتراسیون معمول (A) و اولین مشتق آن (B) از یک آلکیل دی متیل بتائین