



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۴۹۶

چاپ اول

ISIRI

13496

1st. Edition

مواد فعال سطحی-الکل های اتوکسیله
سولفات و الکیل فنل ها-اندازه گیری مقدار
ماده غیر سولفات

Surface active agents –Sulfated
ethoxylated alcohols and alkylphenols –
Determination of content of unsulfated
matter

ICS:71.100.40

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، نهادهای سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع 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.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه مند 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 بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین‌المللی 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 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 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. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان 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 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 مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1 - International organization for Standardization

2 - International Electro technical Commission

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

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« مواد فعال سطحی-الکل های اتوکسیل شده سولفات ه و الکیل فنل ها-
اندازه گیری مقدار ماده غیر سولفات ه»

رئیس:

اکرم زاده اردکانی، مجتبی
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

سمت و / یا نمایندگی

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

دبیران:

شجاعی فرد، ناهید
(لیسانس شیمی کاربردی)
میرحسینی، محمد علی
(فوق لیسانس شیمی آلی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابراهیمی، احمد
(لیسانس شیمی)

شرکت تحقیقاتی کوثر سپید یزد

بهجتی اردکانی، رضا
(لیسانس شیمی)

دانشگاه پیام نور اردکان

سالاری میبدی، محمد حسن امید
(لیسانس شیمی)

شرکت سهامی آب منطقه ای یزد

علیدوست، ابراهیم
(لیسانس شیمی)

شرکت آب و فاضلاب استان یزد

قیصری، ناهید
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان یزد

مذکوری اردکانی، علی
(لیسانس مهندسی صنایع)

سازمان جهاد کشاورزی استان یزد

وطنخواه، مصطفی
(فوق لیسانس زمین شناسی)

شرکت سهامی آب منطقه ای یزد

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و/ یا واکنشگرها
۲	۵ وسایل
۲	۶ نمونه برداری
۳	۷ روش اجرای آزمون
۴	۸ محاسبه و بیان نتایج
۵	۹ دقت
۵	۱۰ گزارش آزمون
۶	پیوست الف (اطلاعاتی) داده‌های آماری و سایر نتایج به دست آمده از آزمون‌های بین آزمایشگاهی

پیش گفتار

استاندارد «مواد فعال سطحی- الکل‌های اتوکسیله سولفات‌ه و الکیل فنل‌ها - اندازه‌گیری مقدار ماده غیرسولفات‌ه» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پارس معیار سنجش ایساتیس تهیه و تدوین شده و در هفتصد و هشتاد و سومین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۹/۱۲/۱۴ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه 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 تجدید نظر 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 مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 8799: 2009, Surface active agents –Sulfated ethoxylated alcohols and alkylphenols –
Determination of content of unsulfated matter.

مواد فعال سطحی - الکل‌های اتوکسیله سولفات‌ها و الکیل فنل‌ها - اندازه‌گیری مقدار ماده غیرسولفات‌ها

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار ماده غیر سولفات‌ها موجود در محصولات خنثی شده تجاری سولفات‌ها از الکل‌های اتوکسیله یا الکیل فنل‌ها {آلکیل اکسی اتیلن سولفات‌ها (الکل اتوکسیله سولفات‌ها) یا آلکیل فنل اکسی اتیلن سولفات‌ها (سولفات‌های آلکیل فنل اتوکسیله)} با میانگین گروه‌های اکسی اتیلن بر مولکول کمتر از ۲۰ است.

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 مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵: سال ۱۳۷۴، روش‌های تقسیم‌بندی نمونه در مواد پاک کننده و مواد موثر سطحی

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۳۱۷۸: سال ۱۳۷۴، تعیین مقدار ماده فعال آنیونیک در مواد پاک کننده (تیتراسیون به روش دو لایه‌ای)

2-4 EN 14480, Surface active agents- Determination of anionic surface active agents- potentiometric twpHase titration method.

۳ اصول آزمون

ماده غیر سولفات‌ها از محلول متانولی آزمون روی ستون تبادل یونی (با مخلوطی از رزین‌های تبادل کاتیونی و آنیونی پر شده است) جدا می‌شود. با تبخیر حاصل شویش، ماده غیر سولفات‌ها بدست آمده و باقیمانده توزین می‌شود.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

در کلیه اندازه‌گیری‌ها، غیر از موارد تصریح شده، از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای^۱ و آب مقطر با درجه یک مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

- ۱-۴ متانول، CH_3OH ، {اطلاعات شیمیایی (CAS): ۶۷-۵۶-۱} ۲-۴ محلول هیدروکلریک اسید، با غلظت تقریبی یک مول بر لیتر، (اطلاعات شیمیایی: ۷۶۴۷-۰۱-۰) ۳-۴ محلول سدیم هیدروکسید، با غلظت تقریبی دو مول بر لیتر، (اطلاعات شیمیایی: ۷۳-۷۳-۲) ۴-۴ رزین تبادل کاتیونی، نوع پلی استایرن سولفونیک اسید، با دو درصد تا سه درصد اتصالات جانبی، ۱۵۰ میکرومتر تا ۳۳۰ میکرومتر، فرم هیدروژنی. ۵-۴ رزین تبادل آنیونی، نوع پلی استایرن چهارتایی آلومینیم، با دو درصد تا سه درصد اتصالات جانبی، ۱۵۰ میکرومتر تا ۳۳۰ میکرومتر، فرم کلریدی.

۵ وسایل

علاوه بر وسایل معمول آزمایشگاهی موارد زیر نیز مورد نیاز است:

- ۱-۵ تبخیر کننده چرخان^۳، با بالن‌های ته‌گرد با ظرفیت ۲۵۰ میلی لیتر. ۲-۵ ستون تبادل یونی: ستون شیشه‌ای باز با قطر داخلی ۲۵ میلی‌متر و طول ۲۰۰ میلی‌متر، همراه با لایه‌ای از پشم شیشه یا صافی شیشه‌ای زینتر شده با ضخامت ۱۰ میلی‌متر تا ۲۰ میلی‌متر و یک شیر خروجی. ۳-۵ حمام آب، دما با توانایی مستقیم بین ۲۵ درجه سیلسیوس تا ۴۰ درجه سیلسیوس

۶ نمونه برداری

نمونه برداری و تهیه آزمایش بر اساس استاندارد ملی ایران به شماره ۳۰۹۵ انجام شود.

1-Analytical grade
2-Chemical abstract service
3-Rotary evaporator

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ آزمون

در صورت نیاز، نمونه آزمایشگاهی را با افزودن مقدار معین و مناسبی از آب، یکنواخت کنید. مقداری از نمونه آزمایشگاهی یکنواخت شده، متناظر با پنج میلی‌مول ماده فعال آنیونی را با دقت یک میلی‌گرم در بشر ۱۰۰ میلی‌لیتری توزین نمایید.

۲-۷ آماده‌سازی رزین‌های تبادل یونی

۱-۲-۷ پاک‌سازی رزین تبادل آنیونی

۱۰۰ گرم رزین تبادل آنیونی (۵-۴) را به مدت ۲۴ ساعت در آب قرار داده تا متورم شود. رزین را به ستون مناسب منتقل کنید و ۵۰۰ میلی‌لیتر محلول سدیم هیدروکسید (۳-۴) از آن عبور دهید. سپس حدود ۱۰۰۰ میلی‌لیتر آب را عبور دهید. سپس ۴۰۰ میلی‌لیتر محلول هیدروکلریک اسید (۲-۴) را از ستون عبور داده و دوباره با مقدار کافی آب بشویید، تا pH حاصل شویش بین پنج تا هفت قرار گیرد. می‌توان رزین آماده شده را در آب نگهداری نمود.

۲-۲-۷ پاک‌سازی رزین تبادل کاتیونی

۱۰۰ گرم رزین تبادل آنیونی (۴-۴) را به مدت ۲۴ ساعت در آب قرار داده تا متورم شود. رزین را به ستون مناسب منتقل کنید و ۵۰۰ میلی‌لیتر محلول سدیم هیدروکسید (۳-۴) از آن عبور دهید. و با آب بشویید تا pH حاصل شویش بین پنج تا هفت قرار گیرد. می‌توان رزین آماده شده را در آب نگهداری نمود.

۳-۷ آماده‌سازی نهایی رزین‌ها

مقدار مورد نیاز (برای مثال، ۲۵ میلی‌لیتر برای هر اندازه‌گیری) از رزین تبادل آنیونی را که مطابق روش ۱-۲-۷ آماده شده بردارید و به ستون مناسب انتقال دهید. پنج برابر حجم رزین، محلول سدیم هیدروکسید (۳-۴) را از ستون عبور دهید. سپس با آب شستشو داده تا خنثی شود. سپس با یک تا دو حجم متانول (۱-۴) بشویید.

مقدار مورد نیاز (۲۵ میلی‌لیتر) از رزین تبادل کاتیونی را که مطابق روش ۲-۲-۷ تهیه شده را برداشته و آن را به ستون مناسب منتقل کنید و با دو برابر حجم آن با متانول (۱-۴) بشویید.

۴-۷ آماده‌سازی بستر ستون

۲۵ میلی‌لیتر رزین تبادل کاتیونی و ۲۵ میلی‌لیتر رزین تبادل آنیونی تهیه شده طبق بند ۳-۷ را با استفاده از میله شیشه‌ای در یک بشر مخلوط کنید. ستون (۲-۵) را با مخلوط رزین در حجم‌های کم و متوالی پر کنید. اجازه دهید مخلوط رزین ته‌نشین شده، حجم آن به ۵۰ میلی‌لیتر تا ۶۰ میلی‌لیتر برسد. سپس با ۵۰۰ میلی‌لیتر متانول (۱-۴) بشویید.

۵-۷ جداسازی ماده غیر سولفات

آزمونه (۱-۷) را در ۵۰ میلی لیتر متانول (۴-۱) حل کنید. ماده نامحلول را با استفاده از کاغذ صافی با سرعت عبور زیاد، بالای ستون آماده شده (به بند ۷-۴ رجوع شود) صاف کنید. محلول صاف شده را با سرعت جریان دو میلی لیتر در دقیقه از ستون عبور دهید و حاصل شویش را در بشر ۵۰۰ میلی لیتری جمع آوری کنید. سرعت جریان را حدود سه میلی لیتر بر دقیقه تنظیم کرده و با حدود ۴۵۰ میلی لیتر متانول شستشو دهید. حاصل شویش و محلول مورد استفاده برای شستشو را به یک بالن ته گرد ۲۵۰ میلی لیتری منتقل کنید (به بند ۵-۱ رجوع شود) و با استفاده از تبخیر کننده چرخان (۵-۱) تحت خلاء روی حمام آب (۵-۳) در دمای کمتر از ۴۰ درجه سلسیوس تبخیر کنید.

بشر و تبخیر کننده را با حدود ۴۰ میلی لیتر تا ۵۰ میلی لیتر متانول آبکشی کنید و اجازه دهید تا متانول تبخیر شود.

هنگامی که مشخص شد بالن عاری از متانول است، اجازه دهید به مدت ۱۵ دقیقه روی تبخیر کننده بماند. بالن به همراه باقیمانده را وزن کنید. دوباره به مدت ۱۵ دقیقه در دسیکاتور خلاء خشک کنید. مجدداً وزن کنید. فرایند خشک کردن و توزین را تا رسیدن به جرم ثابت با دقت ± 3 میلی گرم تکرار کنید.

۶-۷ بررسی رزین تبادل یونی

در مورد الکل های اتوکسیله شده ممکن است، تبادل آنیونی کامل نباشد. باقیمانده حاصل از بند ۷-۵ را در ۲۰ میلی لیتر آب حل کنید و مقدار ماده فعال کل را بوسیله تیتراسیون دو فاز مستقیم بر اساس استاندارد ملی ایران ۳۱۷۸-۳ یا استاندارد EN 14480 اندازه گیری کنید.

اگر مقدار ماده فعال آنیونی بیشتر از ۰/۰۰۵ میلی مول بوده، نتایج را رد کرده و اندازه گیری را با یک نمونه تازه، با استفاده از سرعت جریان کمتر از دو میلی لیتر بر دقیقه تکرار کنید و با ۲۵۰ میلی لیتر متانول به جای ۴۵۰ میلی لیتر شستشو دهید یا از ستون های مجزای تبادل یونی استفاده کنید.

۸ محاسبه و بیان نتایج

مقدار ماده غیر سولفات، w ، بر حسب درصد جرمی با استفاده از معادله (۱) بیان می شود:

$$w = \frac{m_1 \times 100}{m_0} \quad (1)$$

که در آن:

m_0 جرم آزمونه بر حسب گرم (به بند ۷-۱ رجوع شود)؛

m_1 جرم باقیمانده حاصل در بند ۷-۵ بر حسب گرم.

۱-۹ حد تکرارپذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون مستقل که بوسیله یک آزمایشگر بر روی آزمون یکسان با روش و مواد و تجهیزات یکسان در یک تناوب زمانی کوتاه انجام شود، حد تکرارپذیری (T)، نباید از پنج درصد موارد بیشتر باشد.

۲-۹ حد تجدیدپذیری

اختلاف مطلق بین نتایج دو آزمون مستقل که بوسیله دو آزمایشگر بر روی آزمون یکسان با همان روش و مواد و تجهیزات متفاوت در یک تناوب زمانی کوتاه انجام شود، حد تجدیدپذیری (R)، نباید از پنج درصد موارد بیشتر باشد.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی حداقل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۰ کلیه اطلاعات مورد نیاز برای شناسایی نمونه، آزمایشگاه؛
- ۲-۱۰ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛
- ۳-۱۰ نتایج آزمون؛
- ۴-۱۰ نام و امضای آزمایشگر؛
- ۵-۱۰ تاریخ انجام آزمون؛
- ۶-۱۰ تاریخ دریافت نمونه؛
- ۷-۱۰ شرح عملیاتی که در این استاندارد ملی مشخص نشده و یا به صورت اختیاری بکار رفته، به همراه عواملی که بر نتایج آزمون موثر است.

پیوست الف
(اطلاعاتی)

داده‌های آماری و سایر نتایج بدست آمده از آزمون‌های بین آزمایشگاهی

آزمون مقایسه‌ای دو نمونه با کسرهای جرمی غیر سولفات ۰/۶ درصد و ۲/۳ درصد، در ۱۵ آزمایشگاه انجام شده‌اند که نتایج آزمون بشرح زیر می‌باشد:

-انحراف استاندارد تکرارپذیری، $\sigma_r = 0.18$

-انحراف استاندارد تجدیدپذیری، $\sigma_R = 0.39$