



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۴۴۴۸

چاپ اول

INSO

14448

1st. Edition

مواد فعال سطحی - سدیم آلکیل بنزن
سولفونات‌های زنجیری خطی صنعتی -
اندازه‌گیری میانگین وزن مولکولی نسبی با
استفاده از کروماتوگرافی گاز - مایع

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

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 سطحی - سدیم آلکیل بنزن سولفونات های زنجیری خطی صنعتی - اندازه گیری میانگین وزن مولکولی نسبی با استفاده از کروماتوگرافی گاز - مایع "

رئیس:

سمت و / یا نمایندگی

عضو هیأت علمی دانشکده علوم دانشگاه
شهید چمران اهواز

زرگر، بهروز
(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

کارشناس گروه شیمی دانشگاه شهید
چمران اهواز

لرکی، آرش
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس آموزش پرورش

آریان پور، موسی
(لیسانس شیمی)

کارشناس آموزش پرورش

اسکندری، معین
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

عضو هیأت علمی دانشگاه آزاد اسلامی
واحد ایذه

حاتمی، علی
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان خوزستان

خوشنام، فرزانه
(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

کارشناس شیمی

رضایی نژاد، اسحق
(فوق لیسانس شیمی آلی)

کارشناس شیمی

سقانژاد، سید جعفر
(فوق لیسانس شیمی آلی)

مسئول آزمایشگاه پژوهشگاه شیمی
خرمشهر

سیاحی، سعید
(فوق لیسانس شیمی معدنی)

عصاره، هادی
(فوق لیسانس شیمی آلی)

کاظمیان فرد، پگاه
(دکترای شیمی آلی)

ملائی، احمدرضا
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کارشناس شیمی

کارشناس آموزش و پرورش استان
خوزستان

کارشناس آزمایشگاه سیالات شرکت فولاد
خوزستان

پیش گفتار

استاندارد " مواد فعال سطحی - سدیم آلکیل بنزن سولفونات‌های زنجیری خطی صنعتی - اندازه‌گیری میانگین وزن مولکولی نسبی با استفاده از کروماتوگرافی گاز- مایع " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شد و در هشتصد و چهل و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۰/۱۱/۲۴ مورد تصویب قرار گرفت، 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.

استاندارد ملی ایران شماره‌ی ۲-۳۱۷۸: سال ۱۳۶۷، اندازه‌گیری وزن ملکولی نسبی الکیل بنزن سولفات سدیم باطل و این استاندارد جایگزین آن می‌شود.

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

ISO 6841:1988, Surface active agents – Technical straight-chain sodium alkylbenzenesulfonates- Determination of mean relative molecular mass by gas-liquid chromatography

مواد فعال سطحی - سدیم آلکیل بنزن سولفونات‌های زنجیری خطی صنعتی - اندازه‌گیری میانگین وزن مولکولی نسبی با استفاده از کروماتوگرافی گاز - مایع

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین یک روش کروماتوگرافی گاز-مایع (GLC)^۱ برای اندازه‌گیری میانگین وزن مولکولی نسبی سدیم آلکیل بنزن سولفونات‌های زنجیری خطی صنعتی می‌باشد.

۲ مراجع الزامی

مراجع 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 تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدرکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ سال ۱۳۶۹، پاک‌کننده‌ها و مواد فعال سطحی - روش‌های تقسیم‌بندی نمونه

۳ اصول آزمون

آزمونه در محیط فسفریک اسید غلیظ سولفون‌زدایی شده و آلکیل بنزن آزاد شده با نفت سبک^۲ استخراج می‌شود.

سپس میانگین وزن مولکولی نسبی آلکیل بنزن استخراج شده با GLC اندازه‌گیری می‌شود و میانگین وزن مولکولی نسبی سدیم آلکیل بنزن سولفونات محاسبه می‌گردد.

۴ مواد و / یا واکنشگرها

در حین آزمون فقط از مواد با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب مقطر یا آب با خلوص معادل آن استفاده کنید.

۱-۴ فسفریک اسید، محلول (m/m) ۸۵٪

۲-۴ نفت سبک، عاری از ترکیبات آروماتیک، تقطیر شده در دمای بین ۴۰ °C تا ۶۰ °C

۳-۴ سدیم سولفات، بدون آب

1- Gas- liquid chromatography

2- Light petroleum

۴-۴ سدیم هیدروکسید، محلول با غلظت ۱۶۰ g/l

۴-۵ آلکیل بنزن مرجع، مخلوطی از آلکیل بنزن‌های با طول زنجیره معین برای مثال از C_{۱۵} تا C_{۲۱} (شامل گروه فنیل)

یک محصول با ترکیب مشخص را می‌توان به عنوان نمونه مرجع به کار برد. این نمونه مرجع را نمی‌توان به منظور شناسایی استفاده کرد بلکه فقط برای کنترل کارایی صحیح کروماتوگراف قابل استفاده است.

۴-۶ گاز حامل، نیتروژن، هلیوم، آرگون یا هیدروژن

۴-۷ استون (در صورت نیاز)

۵ وسایل

از وسایل معمولی آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده کنید.

۵-۱ لوله احتراق، با قطر ۱۲ mm و طول ۱۲۰ mm که از یک طرف بسته شده است (لوله‌های آماده تجارتي در دسترس می‌باشند).

۵-۲ لوله‌های آزمون، با اندازه‌های مشابه لوله‌های احتراق (بند ۵-۱) و مجهز به درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای.

۵-۳ لوله ایمنی فلزی، با قابلیت جا دادن لوله احتراق دزبندی شده (بند ۵-۱)، شامل یک صفحه محافظ (به یادآوری مراجعه کنید) که مانع شکستن لوله احتراق شده و مجهز به یک درپوش پیچی باشد (شکل ۱ را ببینید).

یادآوری- برای به دست آوردن بهترین اثر حفاظتی، بهتر است صفحات ترجیحاً از لاستیک سیلیکونی و پلی تترافلورواتیلن ساخته شده باشند اگرچه صفحات لاستیکی سیلیکونی با ضخامت ۳ mm مناسب‌تر است. استفاده از صفحات پلی تترافلورواتیلن توصیه نمی‌شود.

۵-۴ وسیله حرارتی، که قابل کنترل در دمای حدود ۲۵۰ °C باشد به عنوان مثال حمام روغن سیلیکون.

۵-۵ کروماتوگراف، با اجزای زیر:

۵-۵-۱ ستون موئین، با طول ۲۰ m تا ۵۰ m به فرم مارپیچی و قطر داخلی ۰/۲۵ mm و قطر خارجی ۱/۱ mm که با یک فاز ساکن غیر قطبی برای دماهای بالا پوشیده شده است (به عنوان مثال، نوع دی متیل سیلوکسان مانند سیلیکون ۱۰۱ OV) و از قبل در دمای آزمون مناسب سازی شده، یا یک ستون پر شده با طول ۱ m تا ۶ m که پیک‌های کروماتوگرام را به اندازه کافی از هم جدا کند.

۵-۵-۲ آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای

۵-۵-۳ انتگرال گیر الکترونیکی

۵-۵-۴ ثبات

۵-۶ سرنگ، با ظرفیت ۵ ml تا ۱۰ ml

۵-۷ پی‌پت پاستور

۶ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی از مواد فعال سطحی باید مطابق با دستورالعمل اشاره شده در استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ تهیه و ذخیره شود.

۷ روش انجام آزمون

۷-۱ آزمون

۵۰ mg تا ۱۰۰ mg از نمونه آزمایشگاهی را با تقریب ۱ mg درون لوله احتراق (بند ۵-۱) وزن کنید.

۷-۲ سولفون زدایی

۲ ml از محلول فسفریک اسید (بند ۴-۱) را به لوله احتراقی که حاوی آزمون است افزوده و به دقت لوله را با استفاده از شعله گاز/اکسیژن یا اکسیژن/هوا درزبندی کنید.

یادآوری- بهتر است که لوله احتراق با کمترین کاهش در ضخامت دیواره آن کاملاً درزبندی شود تا از شکستگی در حین فرآیند سولفون زدایی جلوگیری شود. این کار را می‌توان با چرخاندن آهسته لوله و حرارت دادن آن با استفاده از شعله گاز/اکسیژن یا اکسیژن/هوا به خوبی انجام داد. به محض این‌که لوله به اندازه کافی نرم شد، توصیه می‌شود که فشار ملایمی روی هر دو انتهای لوله اعمال گردد تا دیواره لوله ضخیم شود. سپس دو انتهای لوله را بکشید تا یک لوله موئین به‌دست آید و در آخر در نقطه A آن را درزبندی کنید (شکل ۲ را ببینید).

لوله درزبندی شده را درون لوله ایمنی (بند ۵-۳) روی صفحه محافظ قرار داده و لوله ایمنی را با درپوش پیچی ببندید.

لوله ایمنی را حدود ۱۵ دقیقه در وسیله حرارتی (بند ۵-۴) که در دمای تقریباً ۲۵۰ °C کنترل شده قرار دهید. سپس لوله ایمنی را برداشته و آن را زیر آب روان خنک کنید و لوله احتراق درزبندی شده را خارج کنید.

لوله احتراق را باز کرده و محتویات آن را به اولین لوله آزمون (بند ۵-۲) منتقل کنید. لوله احتراق را با ۲ ml از نفت سبک (بند ۴-۲) شسته و محلول حاصل از شستشو را به لوله آزمون منتقل کنید. درپوش لوله آزمون را بسته و آن را تکان دهید. بگذارید که ته نشین شود و به وسیله پی‌پت پاستور (بند ۵-۷) لایه نفت سبک را به دومین لوله آزمون (بند ۵-۲) منتقل کنید.

۲ ml دیگر از نفت سبک (بند ۴-۲) را به لوله آزمون اولی اضافه کرده درپوش آن را ببندید، کاملاً تکان دهید و بگذارید که ته نشین شود. سپس با پی‌پت پاستور لایه نفت سبک را به دومین لوله آزمون منتقل کنید. ۱ ml از محلول سدیم هیدروکسید (بند ۴-۴) را به مخلوط استخراج شده از نفت سبک بیافزایید. درپوش لوله آزمون را بسته و کاملاً تکان دهید و بگذارید که ته نشین شود. با استفاده از پی‌پت پاستور لایه نفت سبک را به سومین لوله آزمون (بند ۵-۲) منتقل کنید. نفت سبک استخراج شده را حداقل سه بار و هر بار با قسمت‌های ۱ ml از محلول سدیم هیدروکسید شسته و لایه آبی را بعد از شستشو دور بریزید.

تقریباً ۱ g از سدیم سولفات بدون آب (بند ۴-۳) را به نفت سبک استخراج شده اضافه کنید، درپوش لوله را بسته و آن را تکان دهید.

نفت سبک استخراج شده را به یک لوله آزمون (بند ۵-۲) دیگر منتقل کنید و با حرارت دادن ملایم آن درون حمام آب کنترل شده در دمای 60°C تا 70°C ، بیشتر نفت سبک را تبخیر کنید.

۳-۷ آنالیز کروماتوگرافی

شرایط زیر به عنوان مثال آورده شده و مناسب می‌باشند.

۱-۳-۷ تنظیمات کروماتوگراف

۱-۱-۳-۷ تزریق

دما بالاتر از 210°C باشد.

۲-۱-۳-۷ ستون

الف) شرایط هم دما

دما بین 170°C و 200°C مطابق با ماهیت نمونه باشد.

ب) شرایط برنامه‌دار

دمای اولیه بین 140°C و 170°C باشد و با نرخ $0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا $2^{\circ}\text{C}/\text{min}$ افزایش یافته، تا دمای نهایی بین 180°C و 210°C برسد.

۳-۱-۳-۷ گاز حامل

نرخ جریان بین $0.3\text{ ml}/\text{min}$ و $40\text{ ml}/\text{min}$ متناسب با نوع و قطر ستون باشد.

۴-۱-۳-۷ شرایط آشکارساز

دما بالاتر از 210°C باشد.

۲-۳-۷ بررسی کارایی دستگاه

مقدار کافی از آلکیل بنزن مرجع (بند ۴-۵) را به درون کروماتوگراف تزریق کنید که کروماتوگرامی با تمامی منحنی‌های مورد انتظار به دست آید. برای مقایسه بعدی با نمونه به زمان‌های بازداری و جداسازی‌های حاصل توجه کنید.

۳-۳-۷ آزمون

۳-۳-۷ آماده‌سازی نمونه آزمون

در صورتی که از ستون موئین (بند ۵-۵-۱) استفاده می‌کنید مخلوطی از یک حجم آلکیل بنزن استخراج شده (بند ۷-۲) و یک حجم استون (بند ۴-۷) تهیه کنید. اگر از ستون پر شده (بند ۵-۵-۱) استفاده می‌کنید در صورت امکان باید از آلکیل بنزن استخراج شده به طور مستقیم و در غیر این صورت از محلول رقیق شده به وسیله استون با نسبت ۱ به ۱ استفاده کنید.

۲-۳-۳-۷ تزریق آزمونه

به وسیله سرنگ (بند ۵-۶) مقدار مناسبی از محلول (بند ۷-۳-۱) را به کروماتوگراف تزریق کنید تا کروماتوگرام مناسب را به دست دهد. دو نمونه کروماتوگرام در شکل ۳ نشان داده شده است.

۸ بررسی کروماتوگرام‌ها

۸-۱ آنالیز کیفی

اجزای آزمون را با مقایسه کروماتوگرام آزمون و کروماتوگرام آلکیل بنزن مرجع (بند ۴-۵) شناسایی کنید.

۸-۲ آنالیز کمی

مساحت هر پیک را مطابق با طول زنجیره مخصوص (یا گروهی از ایزومرها) با استفاده از داده‌های انتگرال گیر (بند ۵-۵-۳) محاسبه کنید. مساحت کل پیک را بدست آورید.

۹ بیان نتایج

۹-۱ روش محاسبه

مساحت مربوط به طول یک زنجیره یا گروهی از ایزومرها (B_i) بر حسب درصدی از مساحت کل پیک با استفاده از فرمول ۱ به دست می‌آید:

$$B_i = \frac{a_i \times 100}{A} \quad (1)$$

میانگین وزن مولکولی نسبی آلکیل بنزن با استفاده از فرمول ۲ به دست می‌آید:

$$\sum_i \frac{B_i}{M_r} \quad (2)$$

که در آن:

a_i مساحت پیک مربوط به طول یک زنجیره یا گروهی از ایزومرها؛

A مساحت کل پیک؛

M_r وزن مولکولی نسبی ایزومرها است، تعداد اتم‌های کربن شامل گروه فنیل، به شرح زیر است:

M_r	
۲۰۴	C_{15}
۲۱۸	C_{16}
۲۳۲	C_{17}
۲۴۶	C_{18}
۲۶۰	C_{19}
۲۷۴	C_{20}
۲۸۸	C_{21}

میانگین وزن مولکولی نسبی آلکیل بنزن سولفونات را با افزایش عدد ۱۰۲ به وزن مولکولی نسبی آلکیل بنزن محاسبه شده بدست آورید.

۲-۹ دقت

آنالیزهای مقایسه‌ای بر روی یک نمونه سدیم آلکیل بنزن سولفونات که در ۱۰ آزمایشگاه انجام شده، نتایج آماری زیر را بدست داد:

- میانگین (میانگین وزن مولکولی نسبی) ۳۴۰

- انحراف معیار تکرارپذیری (σ_r) ۴

- انحراف معیار تجدید پذیری (σ_R) ۴/۸

۱۰ گزارش آزمون

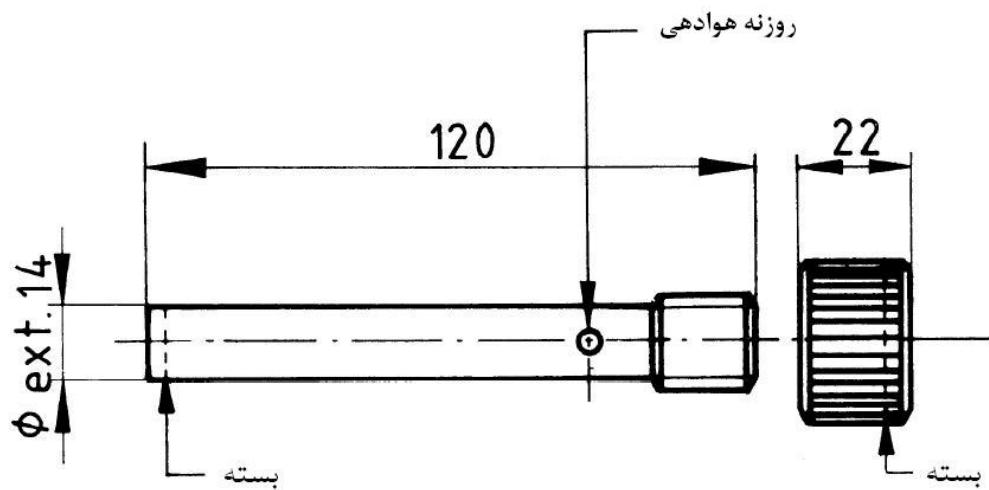
گزارش آزمون باید دارای اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۰ کلیه اطلاعات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛

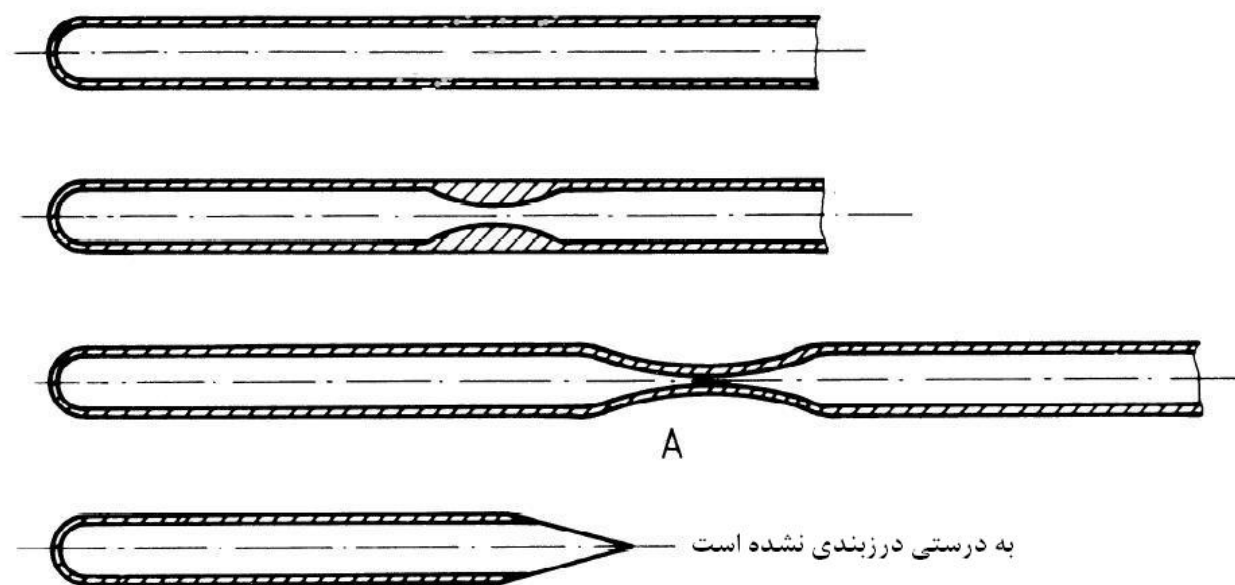
۲-۱۰ روش آزمون با ارجاع به استاندارد ملی ایران شماره ۳۱۷۸-۲؛

۳-۱۰ نتایج و روش بیان استفاده شده؛

۴-۱۰ جزئیات هر نوع عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده یا به صورت اختیاری آمده باشد، همچنین هر نوع اتفاق قابل توجه در حین اندازه‌گیری که می‌تواند روی نتایج تاثیر بگذارد.

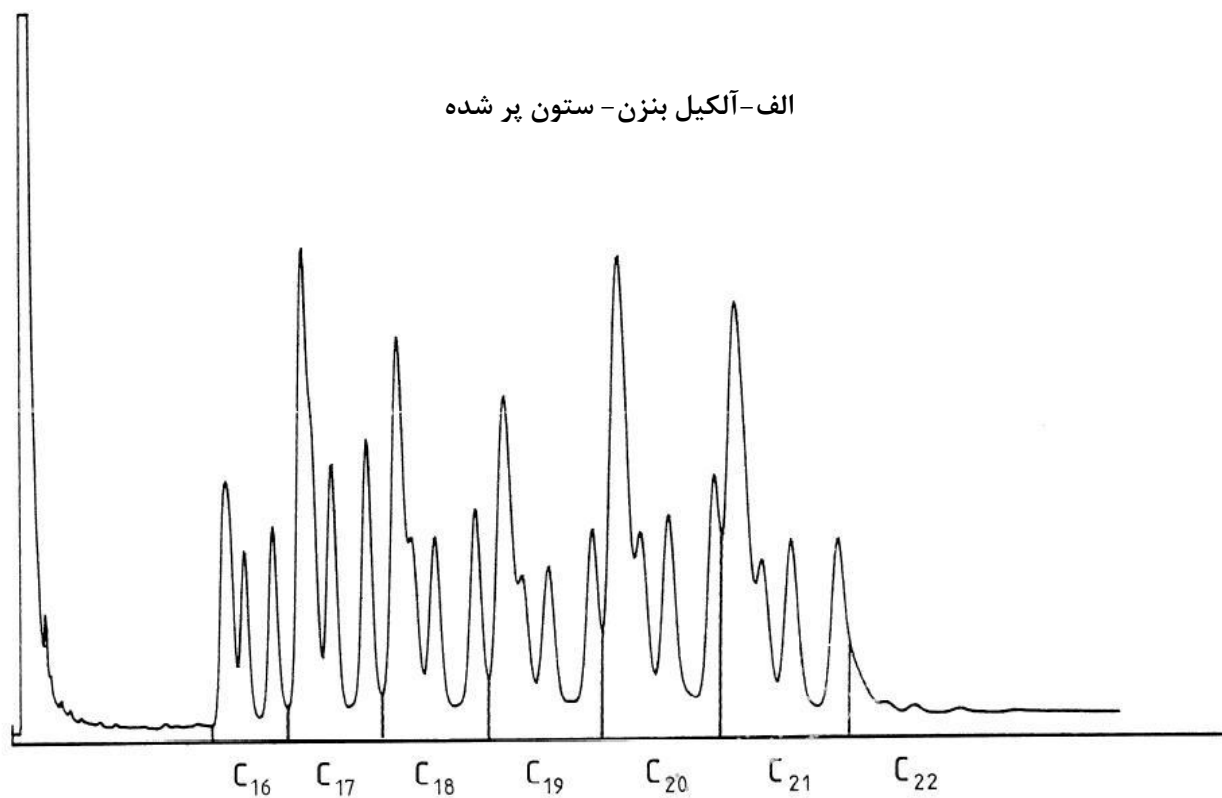


شکل ۱- لوله ایمنی با درپوش پیچی

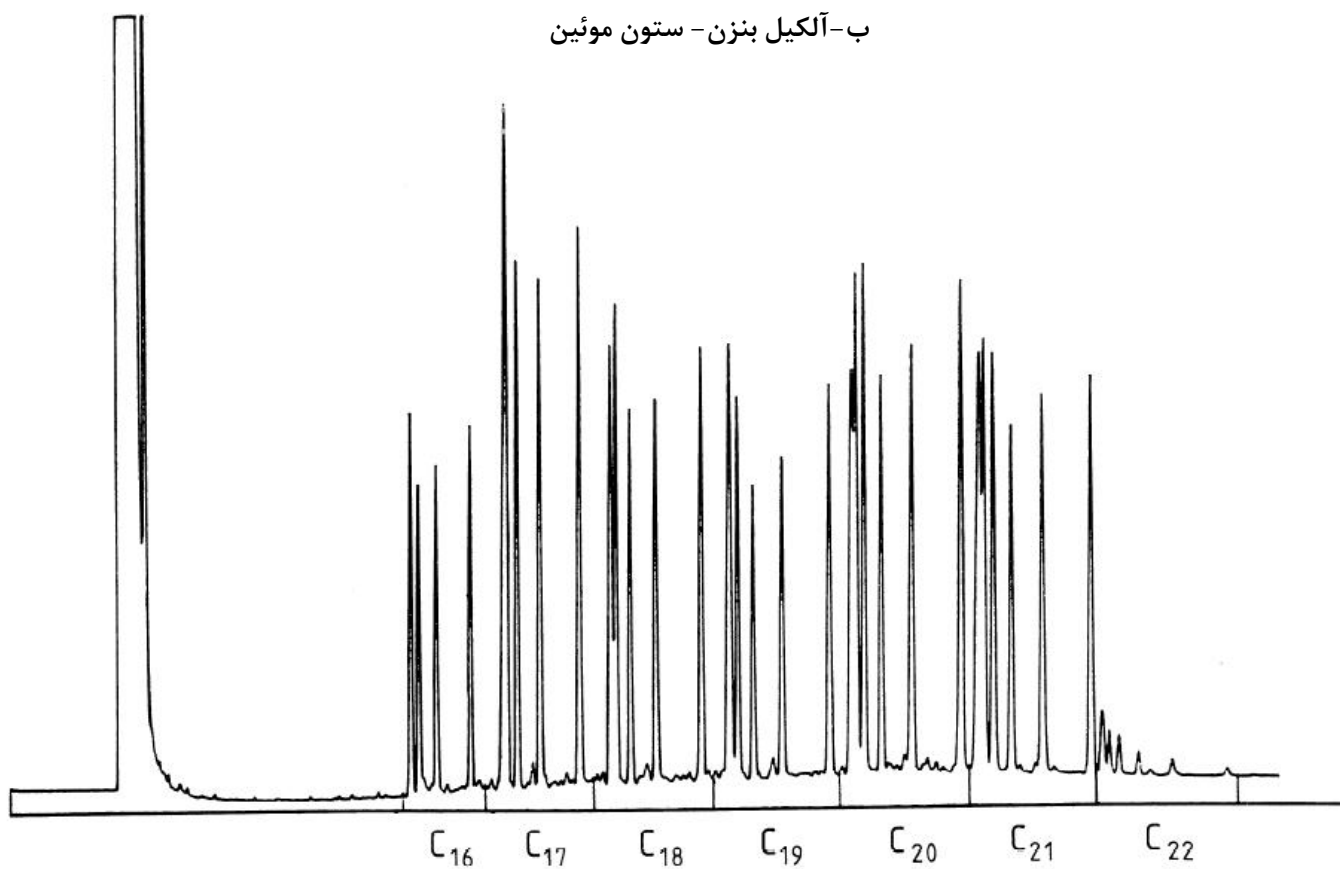


شکل ۲- شیوه بستن لوله احتراق

الف- آلکیل بنزن- ستون پر شده



ب- آلکیل بنزن- ستون موئین



شکل ۳- کروماتوگرام های نمونه