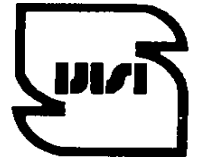




جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۵۲۷

چاپ اول

ISIRI

8527

1st . Edition

صابون ترکیبی - روش‌های آزمون

Soaps containing - Test methods

« بسمه تعالی »

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) می باشد.


تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت می گیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادات در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره « ۵ » تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل می گردد به تصویب رسیده باشد.


مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد می باشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.


مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.


همچنین به منظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.


نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳ 


دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹


تلفن مؤسسه در کرج : ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸ 

تلفن مؤسسه در تهران : ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵ 

دورنگار : کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰ - ۸۸۸۷۱۰۳ 

بخش فروش - تلفن : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 

پیام نگار : Standard @ isiri.or.ir 

بهاء : ۲۳۷۵ ریال 

 **Headquarters :** Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran
P.O.Box : 31585-163 Karaj – IRAN

 **Tel :** 0098 261 2806031-8

 **Fax :** 0098 261 2808114

Central Office : Southern corner of Vanak square, Tehran

P.O.Box : 14155-6139 Tehran-IRAN

 **Tel :** 0098 21 8879461-5

 **Fax :** 0098 21 8887080, 8887103

 **Email :** Standard @ isiri.or.ir

 **Price :** 2375 RLS

کمیسیون استاندارد "صابون ترکیبی - روش های آزمون"

رئیس

عراقی ، عذرا
(دکترای داروسازی)

سمت یا نمایندگی

مشاور مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

اعضاء

ذوالفقاری ، فاطمه
(لیسانس شیمی)

وزارت بهداشت و درمان آموزش پزشکی - اداره کل
آزمایشگاههای کنترل مواد غذایی، دارویی و بهداشتی

زینال زاده ، افسانه
(لیسانس شیمی)

شرکت تهران پرند

شعبانی ، کوروش
(دکترای داروسازی)

وزارت بهداشت و درمان آموزش پزشکی - اداره کل
آزمایشگاههای کنترل مواد غذایی، دارویی و بهداشتی

محمود امین ، زهرا
(لیسانس شیمی)

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مختاری ، یدالله
(لیسانس شیمی)

شرکت پاکشو

معاير حقیقی فرد ، سودابه
(لیسانس شیمی)

شرکت پاکسان

مؤمن پور ، فرزاد
(لیسانس شیمی)

شرکت شیمیایی بهداشت و بهداد

دبیر

گلدوستی ، فریبا
(فوق لیسانس مدیریت سیستم و بهره‌وری)

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	پیش گفتار
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۲	اصطلاحات و تعاریف
۲	نمونه برداری
۲	روش های اجرای آزمون
۲	اندازه گیری رطوبت و مواد فرار در ۱۰۵ درجه سلسیوس
۲	اندازه گیری قلیائی آزاد
۲	اندازه گیری اسید آزاد
۲	اندازه گیری صابون سدیم بدون آب و بدون نمک
۷	اندازه گیری مواد و محلول در الکل
۸	اندازه گیری مواد محلول در آب
۸	اندازه گیری قلیائیت کل مواد نامحلول در الکل
۹	اندازه گیری سدیم سیلیکات
۹	اندازه گیری فسفاتها
۱۴	اندازه گیری مواد چرب صابونی نشده و صابونی نشدنی
۱۶	اندازه گیری مواد چرب آزاد
۱۶	اندازه گیری کلریدها در مواد محلول در الکل
۱۸	اندازه گیری رزین
۱۸	اندازه گیری زداینده صنعتی
۱۸	اندازه گیری نمکهای معدنی

پیش گفتار

استاندارد "صابون ترکیبی - روش های آزمون" که توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در یکصد و هفتاد و دومین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیائی و پلیمر مورخ ۸۰/۴/۱۰ 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 بعنوان 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 تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوطه مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

لذا با بررسی امکانات و مهارت های موجود و اجرای آزمایش های لازم این استاندارد با استفاده از منبع زیر تهیه گردیده است :

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است :

1- ASTM D D 820 : 1995 – Standard Test Methods for Chemical Analysis of Soaps Containing Synthetic Detergents .

صابون ترکیبی - روش های آزمون

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش های آزمون صابون دارای زداینده صناعی می باشد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و / یا تجدیدنظر، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و / یا تجدیدنظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است :

- ۱-۲ استاندارد ملی ۱۷۲۸ - سال ۱۳۵۶ آب مقطر آزمایشگاهی ویژگیها و روش های آزمون .
- ۲-۲ استاندارد ملی ۳۱۹۸ - سال ۱۳۷۴ روش های آزمون و نمونه برداری صابون .
- ۳-۲ استاندارد ملی ۳۰۹۵ - سال ۱۳۷۲ روش های تقسیم بندی نمونه در مواد پاک کننده و مواد مؤثر سطحی .
- ۴-۲ استاندارد ملی ۳-۳۱۷۸ - سال ۱۳۷۲ روش های اندازه گیری گروه های آنیونی از طریق تیتراسیون دو لایه ای .
- ۵-۲ استاندارد ملی ۴-۳۱۷۸ - سال ۱۳۷۲ روش اندازه گیری ماده فعال کاتیونی .
- ۶-۲ استاندارد ملی ۹-۳۱۷۸ - سال ۱۳۷۲ روش اندازه گیری مقدار کل ماده غیر یونی .

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و / یا واژه‌ها با تعاریف زیر بکار می‌رود :

۳-۱ زداینده صناعی^۱

زداینده‌ای که توسط روش‌های شیمیایی تولید شده و دارای ترکیبی آلی متفاوت از صابون می‌باشد.

۴ نمونه برداری

نمونه برداری طبق استاندارد ملی ۳۰۹۵ سال ۱۳۶۹ انجام می‌گیرد.

۵ روش‌های اجرای آزمون

کلیه مواد شیمیایی باید از نوع خالص آزمایشگاهی بوده و آب مقطر طبق استاندارد ملی ۱۷۲۸ سال ۱۳۵۶ باشد.

۵-۱ اندازه‌گیری رطوبت و مواد فرار در ۱۰۵ درجه سلسیوس (روش گرمخانه)

این آزمون براساس استاندارد ملی ۳۱۹۸ : سال ۱۳۷۴ ، بند ۳-۱۸-۲ انجام می‌گیرد.

۵-۲ اندازه‌گیری قلیایی آزاد

این آزمون براساس استاندارد ملی ۳۱۹۸ : سال ۱۳۷۴ ، بند ۳-۴ انجام می‌گیرد.

۵-۳ اندازه‌گیری اسید آزاد

این آزمون براساس استاندارد ملی ۳۱۹۸ : سال ۱۳۷۴ ، بند ۳-۵ انجام می‌گیرد.

۵-۴ اندازه‌گیری صابون سدیم بدون آب و بدون نمک

۵-۴-۱ مواد لازم

۵-۴-۱-۱ اتانل تازه جوشیده ۹۵ درصد حجمی که در مجاورت فنل فتالین فنتی شده باشد.

1 - Synthetic Detergent

۲-۱-۴-۵ شناساگر متیل اورانژ

۰/۱ گرم متیل اورانژ را در مقداری آب حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۳-۱-۴-۵ اتر نفت^۱ با دامنهٔ جوش ۳۵ تا ۶۰ درجه سلسیوس

۴-۱-۴-۵ شناساگر فنل فتالین

۱ گرم فنل فتالین را در ۵۰ میلی لیتر اتانل ۹۵ درصد خشی حل کنید و با آب به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۵-۱-۴-۵ مملول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۰ نرمال

۶-۱-۴-۵ سدیم سولفات بی آب

۷-۱-۴-۵ مملول استاندارد سولفوریک اسید ۰/۵ نرمال

۸-۱-۴-۵ سولفوریک اسید غلیظ (۹۸ درصد وزنی)

۹-۱-۴-۵ سولفوریک اسید (۱+۱)

۱۰ گرم سولفوریک اسید غلیظ را بتدریج روی ۱۰ گرم یخ خرد شده که از آب مقطر تهیه شده، بیافزایند و به آرامی ظرف را تکان دهید یا اسید را بتدریج از کناره‌های ظرفی که دارای همان حجم آب بوده و در داخل یک حمام یخ قرار دارد، اضافه نموده و با آرامی تکان دهید.

۲-۴-۵ وسایل لازم

۱-۲-۴-۵ استوانه استخراج ۲۵۰ میلی لیتری، مدرج، درب سمباده‌ای، با قطر دهانه ۳۹ میلی لیتر و

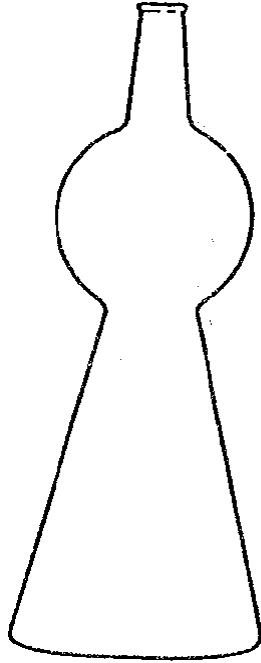
ارتفاع ۳۵/۵ سانتیمتر .

۲-۲-۴-۵ ارلن استوکز^۲ ۱۰۰ میلی لیتری

یک بالن ته گرد با انتهای باز که بر روی یک ارلن ۱۵۰ میلی لیتری کاملاً متصل شده باشند. (مطابق آنچه که در شکل ۱ نشان داده شده است).

1- Petroleum Ether

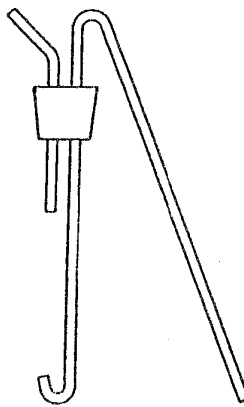
2- Stokes flask



شکل ۱- ارلن استوکز

۳-۲-۴-۵ سیفون^۱

یک درپوش لاستیکی دارای دو سوراخ بر روی آن دو لوله شیشه‌ای با قطر کوچک به آن متصل شده باشد (مطابق آنچه که در شکل ۲ نشان داده شده است).



شکل ۲- سیفون

1- Siphon

۳-۴-۵ روش اجرای آزمون

۲ گرم نمونه را با دقت ۰/۰۰۱ گرم در یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری وزن کنید. ۲۵ میلی لیتر آب و ۲۵ میلی لیتر اتانل خنثی (۹۵ درصد) به آن افزوده و روی حمام بخار حرارت دهید تا انحلال کامل گردد. سپس محلول را سرد کرده و به آن ۵ قطره شناساگر متیل اورانژ افزوده و با سولفوریک اسید تا ایجاد رنگ صورتی تیترا کنید. به این محلول، ۵ میلی لیتر سولفوریک اسید (۱+۱) (بند ۵-۴-۱-۹) بیفزائید. محتویات بشر را به استوانه استخراج یا ارلن استوکز منتقل کرده و بشر را چند بار با حجم‌های مساوی از آب داغ و اتانل داغ (۹۵ درصد) بشوئید و به استوانه استخراج یا ارلن استوکز اضافه نمائید. حجم کل را در استوانه استخراج تا ۱۶۰ میلی لیتر و در ارلن استوکز تا قسمت دهانه ارلن نگهدارید. سپس بشر را با مقدار کمی اتر نفت بشوئید تا تمام مواد چرب یا اسید چرب باقیمانده به استوانه استخراج یا ارلن استوکز منتقل گردد. استوانه یا ارلن استوکز را زیر شیر آب تا دمای کمتر از ۲۵ درجه سلسیوس خنک کنید. سپس به آن ۵۰ میلی لیتر اتر نفت افزوده و بمدت نیم ساعت آنرا ساکن نگهدارید. سپس تا حد امکان لایه اتر نفت را که شامل بخش عمدهٔ اسیدهای چرب می‌باشد بوسیله سیفون شیشه‌ای به یک قیف جدا کننده ۵۰۰ میلی لیتری منتقل نمائید. و پنج بار و هر بار با ۵۰ میلی لیتر فاز اتر نفت را استخراج کنید و هر بار استوانه را بشدت تکان دهید.

یادآوری - در صورت تشکیل امولسیون، آن را با ۱۰ گرم سدیم سولفات بی آب بشکنید.

محلولهای استخراج شده با اتر نفت را جمع آوری کنید سپس آنرا با آب شسته تا آبهای حاصل از شستشو در مجاورت متیل اورانژ خنثی باشد. محلولهای استخراج شده با اتر نفت را با عبور از کاغذ صافی حاوی سدیم سولفات بی آب آگیری کرده و پس از عبور از کاغذ صافی به یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری وزن شده منتقل کنید.

قیف جدا کننده را ۲ بار با مقادیر کمی اتر نفت شستشو دهید و پس از صاف کردن به بشر منتقل نمائید. محلول استخراج شده اتر نفت را روی حمام بخار تبخیر کنید تا حدود یک میلی لیتر از آن در بشر باقی بماند. سپس بشر را بآرامی بچرخانید، تا قطرات آخر حلال تبخیر شده و بوی اتر نفت از آن قابل استشمام نباشد. آنرا در آن 105 ± 2 درجه سلسیوس قرار دهید تا به وزن ثابت برسد. سپس در دسیکاتور سرد کرده و وزن کنید. کل مواد چرب که شامل چربی‌ها، اسیدهای رزین بعلاوه مواد چرب صابونی نشده و مواد چرب صابونی نشدنی می‌باشند، بدست می‌آید.

۵۰ میلی لیتر اتانل خنثی شده ۹۵ درصد حجمی را به کل مواد چرب اضافه و به آرامی گرم کنید تا کاملاً حل شود و توسط محلول سدیم هیدروکسید ۰/۱ نرمالو در مجاورت فنل فتالین تا ایجاد رنگ صورتی آنرا تیترا نمائید.

۴-۴-۵ بیان نتایج آزمون

درصد وزنی صابون سدیم بدون آب و بدون نمک از رابطه زیر بدست آورید :

$$A = G - F$$

$$G = \frac{(VN \times 0.02) + m_1}{m} \times 100$$

که در آن :

A : درصد وزنی صابون سدیم بدون آب و بدون نمک

G : درصد وزنی صابون سدیم بعلاوه مواد چرب صابونی نشده و صابونی نشدنی

F : درصد وزنی مواد چرب صابونی نشده و صابونی نشدنی (بند ۵-۱۰)

V : حجم سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون به میلی لیتر

N : نرمالیه محلول سدیم هیدروکسید مصرفی

m_1 : وزن ماده استخراج شده به گرم

m : وزن نمونه برداشتی به گرم

۰/۰۲۲ وزن اکی والان خالص بدست آمده از تبدیل اسید چرب به نمک سدیم با جانشینی یک پروتون با یون سدیم .

۵-۵ اندازه گیری مواد مملول در الکل

۱-۵-۵ مواد لازم

۱-۱-۵-۵ اتانل ، تازه جوشیده ۹۵ درصد مجمی که در مجاورت فنل فتالئین فنئی شده باشد.

۲-۱-۵-۵ اتانل مطلق ، تازه جوشیده که در مجاورت فنل فتالئین فنئی شده باشد.

۲-۵-۵ روش اجرای آزمون

۲ گرم از نمونه را با دقت ۰/۰۰۱ گرم در یک بشر ۲۵۰ میلی لیتری وزن کنید. ۱۰۰ میلی لیتر اتانل خنثی شده ۹۵ درصد حجمی به آن افزوده روی بشر را پوشانده و روی حمام بخار حرارت دهید. و گهگاهی آنرا بهم بزنید تا کاملاً نمونه مرطوب شود. بگذارید رسوبات ته نشین شود سپس مایع فوقانی را توسط بوتله گوج^۱ حاوی یک تکه پشم شیشه وزن شده بداخل یک ارلن ۳۰۰ میلی لیتری که قبلاً تثبیت وزن شده، صاف نمائید بطوریکه باقیمانده نامحلول تا حد ممکن داخل بشر باقی بماند. این عمل استخراج را ۳ بار و هر بار با ۲۵ میلی لیتر اتانل داغ ۹۵ درصد خنثی تکرار کرده و هر بار سعی کنید مواد نامحلول تا آنجا که ممکن است در داخل بشر باقی بماند. سپس الکل باقیمانده را تبخیر کنید و رسوبات را در مقدار کمی آب داغ (حدود ۵ میلی لیتر) حل کرده و مجدداً مواد نامحلول در الکل را با افزایش تدریجی (ضمن بهم زدن) مقدار ۵۰ میلی لیتر اتانل مطلق خنثی رسوب دهید (یادآوری).

یادآوری - محلول حاصل و مواد نامحلول محتوی آن که در الکل رسوب داده شده برای جداسازی کامل مواد نامحلول مورد نیاز می باشد. محلول را تا رسانیدن به نقطه جوش روی حمام بخار حرارت داده و آنرا صاف کرده و رسوبات را به کروزه گوج منتقل نمائید و چند بار آنرا با اتانل ۹۵ درصد خنثی بشوئید. کل محلول صاف شده و محلول حاصل از شستشو را روی حمام بخار تبخیر کنید و سپس آنرا تا رسیدن به وزن ثابت در گرمخانه 105 ± 2

1- Gooch crucible

درجه سلسیوس قرار دهید و سپس آنرا در دسیکاتور سرد کرده و وزن نموده و کل مواد نامحلول در الکل را محاسبه کنید.

ارلن و محتویات آنرا برای اندازه‌گیری مواد چرب آزاد (بند ۵-۱۱) و کروزه گوچ و محتویات آنرا بدون خشک کردن، برای اندازه‌گیری مواد نامحلول در آب (بند ۵-۶) و نیز قلیائیت کل مواد نامحلول در الکل (نمکهای قلیائی) (بند ۵-۷) نگهدارید.

۴-۵ اندازه‌گیری مواد نامحلول در آب

۱-۴-۵ روش اجرای آزمون

مواد نامحلول در الکل باقیمانده در کروزه گوچ (بند ۵-۵) را کاملاً با آب داغ شستشو دهید تا آب حاصل از شستشو در مجاورت فنل فتالین قلیایی نباشد. محلول صاب شده را برای اندازه‌گیری قدرت بازی کل مواد نامحلول در الکل (بند ۵-۷) نگهدارید. کروزه را تا رسیدن به وزن ثابت در گرمخانه 105 ± 2 درجه سلسیوس قرار داده سپس آنرا خارج کرده و وزن کنید و درصد مواد نامحلول در آب را محاسبه نمایید.

۷-۵ اندازه‌گیری قلیائیت کل مواد نامحلول در الکل (نمکهای قلیایی)

۱-۷-۵ مواد لازم

۱-۱-۷-۵ محلول استاندارد کلریدریک اسید یک نرمال

۲-۱-۷-۵ شناساگر متیل اورانژ

۰/۱ گرم متیل اورانژ را در مقداری آب حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۲-۷-۵ روش اجرای آزمون

محلول حاصل از اندازه‌گیری مواد نامحلول در آب (بند ۵-۶) را با محلول استاندارد کلریدریک اسید یک نرمال در مجاورت شناساگر متیل اورانژ تیترو کنید.

۳-۷-۵ بیان نتایج آزمون

قلیائیت کل را برحسب سدیم کربنات رابطه زیر محاسبه کنید :

$$\frac{106 \times N \times V}{20 \times m}$$

که در آن :

V : حجم محلول کلریدریک اسید مصرفی برحسب میلی لیتر

N : نرمالیه محلول استاندارد کلریدریک اسید

m : وزن نمونه برحسب گرم (بند ۵-۵-۲)

۸-۵ اندازه‌گیری سدیم سیلیکات

این آزمون براساس استاندارد ملی ۳۱۹۸ : سال ۱۳۷۴ ، بند ۳-۱۱ انجام می‌گیرد.

۹-۵ اندازه‌گیری فسفات‌ها

۱-۹-۵ دامنه کاربرد

روش آزمون زیر برای انواع فسفات‌های فلزات قلیائی عاری از یونهای مزاحم کاربرد دارد. این روش آزمون را می‌توان برای تجزیه صابون و سازنده‌های زاینده صناعی، در صورت آماده سازی نمونه (طبق بند ۵-۹-۵) بکار برد. این روش آزمون در صورتیکه میزان درصد فسفات مساوی یا کمتر از ۲ درصد P_2O_5 باشد قابلیت کاربرد ندارد.

۲-۹-۵ خلاصه روش

کل فسفات‌های موجود توسط اسید هیدرولیز شده و شکل ارتو در آمده سپس توسط محلول سدیم هیدروکسید در محدوده pH ۴/۳ تا ۸/۸ تیتر گردد.

در این روش عناصر سنگین مانند آهن، آلومینیوم، کلسیم و منیزیم و غیره که یا بصورت فسفات‌های نامحلول قبل از رسیدن به نقطه پایانی رسوب می‌کنند مزاحم عمل می‌باشد. همچنین اگر بوراتها، سولفیتها و کربناتها و یا سایر مواد بافر حضور داشته باشند ایجاد مزاحمت می‌نماید. سولفیتها و کربناتها

و بعضی بوراتها ضمن هیدرولیز اسیدی و در حال جوشیدن از محیط خارج می‌شوند. بوراتها با تبدیل به متیل بوراتها و مواد فرار جایگزین از میان می‌روند. آمونیاک یا بازهای ضعیف هم مزاحم عمل هستند. در این روش مهمترین مزاحم عمل سیلیسیک اسید می‌باشد.

آزمایشات و تجربیات در تجزیه زدایندهای تولید شده از طریق خشک کن افشانه‌ای^۱ نشان داده است که چنانچه نسبت درصد SiO_2 به درصد P_2O_5 کمتر یا مساوی $0/2$ باشد مزاحمتهای ایجاد شده توسط سیلیکاتها بسیار کم یا قابل چشم پوشی می‌باشد.

۳-۹-۵ مواد لازم

۱-۳-۹-۵ کلریدریک اسید غلیظ با چگالی ۱/۱۹

۲-۳-۹-۵ شناساگر مخلوط (اختیاری) ، بصورت زیر تهیه نمائید :

۱-۲-۳-۹-۵ مملول متیل اورانژ

۰/۰۵ گرم متیل اورانژ را در آب حل کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۲-۲-۳-۹-۵ مملول الکل فنل فتالئین

۰/۵ گرم فنل فتالئین را در الکل ۵۰ درصد حل کرده و با الکل به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۳-۲-۳-۹-۵ مملول تیمول بلو

۰/۰۴ گرم تیمول بلو را در آب حل کرده و با آب به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۲-۳-۹-۵ مملول متیلن بلو

۰/۱ گرم متیلن بلو را در آب حل کرده و با آب به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۵-۲-۳-۹-۵ الکل ۹۰ درصد

محلولاها را به تناسب زیر با هم مخلوط کنید :

محلول متیل اورانژ ۳۲ میلی لیتر

محلول فنل فتالئین ۳۲ میلی لیتر

محلول تیمول بلو	۸ میلی لیتر
محلول متیلن بلو	۴ میلی لیتر
اتانول	۲۴ میلی لیتر

هر کدام از محلولهای فوق به تنهایی پایدار هستند و لیکن شناساگر مخلوط بایستی بصورت تازه و حداقل هفته‌ای یکبار تهیه گردد. در عمل تیتراسیون، ۳ میلی لیتر از این شناساگر مخلوط در حجم ۲۵۰ میلی لیتر از محلول نهائی بکار می‌رود در نقطه اولیه تیتراسیون تغییر رنگ از خاکستری به سبز روشن بوده و در پایان تیتراسیون تغییر رنگ از صورتی به ارغوانی روشن خواهد بود.

۳-۳-۹-۵ مملول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۵ یا ۱ نرمال

۴-۳-۹-۵ مملول سدیم هیدروکسید (۱+۱)

مقداری سدیم هیدروکسید جامد را در مقداری از آب هم وزن آن حل کنید. هنگام مصرف، این محلول را سرریز نمائید تا کربنات داخل ظرف ته نشین شود. می‌توان از محلول رقیق‌تر نیز استفاده نمود. محلولهای سود باید توسط یک درپوش از آلودگیهای کربن دی‌کسید (CO_2) محافظت گردد.

۴-۹-۵ وسایل لازم

۱-۴-۹-۵ دستگاه تیتراسیون الکترومتری مجهز به الکترودهای کالومل و شیشه‌ای، هر نوع pH متر استاندارد با قابلیت اندازه‌گیری pH با دقت ± 0.1 و قابلیت تنظیم در pH بین ۴ تا ۸ مناسب است.

۲-۴-۹-۵ شعله گاز که برای حرارت دادن تا دمای حدود ۵۵۰ درجه سلسیوس مناسب باشد.

۳-۴-۹-۵ کوره قابل تنظیم برای ایجاد حرارت بیش از ۵۵۰ درجه سلسیوس

۴-۴-۹-۵ همزن مکانیکی یا الکتریکی

۵-۹-۵ آماده کردن نمونه

۱-۵-۹-۵ سدیم فسفات‌ها یا پتاسیم فسفات‌های تجارتي بجز آنها که محلول در آب هستند نیاز به آماده سازی خاصی ندارد. مقداری از نمونه که بخوبی مخلوط شده را با تقریب ۰/۰۰۱ گرم وزن کرده و آن را

به یک بشر ۴۰۰ میلی لیتری منتقل نمائید و در حدود ۱۰۰ میلی لیتر آب حل کنید سپس آنرا با کلریدریک اسید غلیظ (با چگالی ۱/۱۹) و با استفاده از کاغذ لیتموس خنثی کنید و ۱۰ میلی لیتر دیگر از اسید را اضافه کنید مقدار مناسب نمونه برداشتی از رابطه زیر بدست می آید :

$$\text{وزن نمونه برداشتی} = \frac{N \times 28C}{P}$$

که در آن :

N : نرمالیه محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون

P : درصد P_2O_5 قابل پیش بینی در نمونه

۲-۵-۹-۵ محصولات صابونی را می توان با استفاده از محلول صاف شده از تعیین سلیسیم دی اکسید (SiO_2) آزمون کرد. همچنین می توان نمونه را بصورت زیر (بند ۳-۵-۹-۵) تهیه نمود.

۳-۵-۹-۵ محصولات زداینده صناعی باید سوزانیده شود. نمونه را به مقدار مناسب (کمتر از ۱۰ گرم) با دقت ۰/۰۰۱ گرم وزن کنید. چنانچه درصد قابل پیش بینی P_2O_5 در نمونه مشخص باشد رابطه بین ۱-۵-۹-۵ را می توان برای محاسبه وزن مناسب نمونه برداشتی بکار برد. نمونه را در یک بشر ۴۰۰ میلی لیتری شیشه ای (با درصد سیلیس بالا) یا در یک ظرف چینی لعابدار نو و یا ظرف سیلیسی یا کروزه بزرگ وزن کنید و آنرا روی یک شعله گاز به آرامی بسوزانید تا اکثر مواد آتش گیر فرار آن بسوزد. سپس آنرا بمدت ۱۰ تا ۱۵ دقیقه در کوره ۵۵۰ درجه سلسیوس قرار دهید. تا کلیه مواد آلی از محیط عمل خارج شوند. معمولاً رنگ رسوب باقیمانده خاکستری می باشد. پس از سرد شدن با دقت ۱۰ میلی لیتر کلریدریک اسید به آن اضافه کنید و تا نزدیک خشک شدن روی حمام بخار تبخیر نمائید.

چنانچه نسبت درصد SiO_2 به درصد P_2O_5 مساوی یا بیش از ۰/۲ بوده و میزان آن نامشخص باشد سیلیکاتها را با سرد کردن نمونه و با افزایش مجدد کلریدریک اسید و تبخیر مجدد آن، کاملاً آگیری نمائید. بعد از سومین تبخیر ، باقیمانده را برای ۱۵ تا ۲۰ دقیقه اضافی پس از خشک شدن حرارت دهید تا مطمئن شوید آگیری SiO_2 بطور کامل انجام گرفته است. ذرات باقیمانده آب یا اسید را می توان در

گرمخانه ۱۱۰ تا ۱۲۰ درجه سلسیوس تبخیر نمود. سپس آنرا سرد کرده و با مقطر آن را بداخل یک بشر ۴۰۰ میلی لیتری منتقل کرده و برطبق بند ۱-۳-۵-۹-۵ یا ۲-۳-۵-۹-۵ عمل کنید.

۱-۳-۵-۹-۵ چنانچه نمونه دارای پرورات یا بورات باشد بشر را روی حمام بخار تا زمان خشک شدن، تبخیر نمائید. سپس به آن حدود ۲۰۰ میلی لیتر متانول، ۱۰ میلی لیتر کلریدریک اسید و دو یا سه دانه شیشه‌ای توخالی اضافه کنید. بشر را با یک شیشه ساعت پوشانده و برای حداقل ۳۰ دقیقه آنرا به آرامی بجوشانید تا حجم آن به ۲۰ میلی لیتر برسد. آنگاه محلول را روی حمام بخار تحت جریانی از نیتروژن یا هوای تمیز و خشک تا حجم کمتر از ۱۰ میلی لیتر تبخیر کنید و آزمون را طبق بند ۶-۹-۵ ادامه دهید.

۲-۳-۵-۹-۵ چنانچه نمونه بدون پرورات یا بورات باشد به بشر فوق تا حجم ۹۰ میلی لیتر آب مقطر اضافه کنید و سپس ۱۰ میلی لیتر کلریدریک اسید افزوده و طبق بند ۶-۹-۵ عمل نمائید.

۶-۹-۵ روش اجرای آزمون

حجم محلول داخل بشر ۴۰۰ میلی لیتری باید حدوداً ۱۰۰ میلی لیتر و حداقل دارای ۱۰ میلی لیتر کلریدریک اسید باشد. بشر را با یک شیشه ساعت پوشانده و برای مدت حداقل ۳۰ دقیقه آنرا به آرامی بجوشانید. در این مرحله تمام فسفاتهای موجود بصورت ارتو در می‌آید. سپس محلول را در دمای محیط (۲۰ تا ۳۰ درجه سلسیوس) سرد کنید.

حجم محلول را تا ۲۰۰ میلی لیتر رقیق کنید و از طریق تیتراسیون الکترومتری pH آنرا به $4/3$ برسانید.

یادآوری - برای این تیتراسیون، می‌توان از شناساگر مخلوط استفاده نمود و لیکن با دقت کمی همراه است. چنانچه نمونه از روش سوزانیدن تهیه شده باشد. نمونه را باید پس از هیدرولیز اسیدی صاف کرده و کاغذ صافی را کاملاً شستشو دهید زیرا ذرات کربن باعث مزاحمت در تشخیص نقطه پایانی می‌گردد. تغییرات رنگ را می‌توان با اعداد pH متر مقایسه نمود. برای دقت بیشتر، تیتراسیون توسط pH متر پیشنهاد می‌شود.

تنظیم pH تا نزدیک $4/3$ را می‌توان با محلول سود (۱+۱) انجام داد اما تنظیم نهائی بایستی با محلول سدیم هیدروکسید $0/1$ یا $0/5$ نرمال انجام گیرد. چنانچه لازم باشد محلول را مجدداً تا دمای زیر 30 درجه سلسیوس سرد کنید. سپس تیتراسیون را تا رسیدن به نقطه نهائی ($pH=8/8$) با محلول سدیم هیدروکسید $0/1$ تا $0/5$ نرمال ادامه دهید و حجم سدیم هیدروکسید مصرفی بین $pH 4/3$ تا $8/8$ را یادداشت نمائید (V).

۷-۹-۵ بیان نتایج آزمون

درصد وزنی کل P_2O_5 از رابطه زیر بدست می‌آید:

$$\frac{V \times N \times 7/098}{m}$$

که در آن:

V : حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی برای تیتراسیون برحسب میلی لیتر

N : نرمالیت محلول سدیم هیدروکسید مصرفی

m : وزن نمونه برحسب گرم

۱۰-۵ اندازه‌گیری مواد چرب صابونی نشده و صابونی نشدنی

۱-۱۰-۵ اساس کار

در این روش مجموع مواد چرب صابونی نشده و صابونی نشدنی و رزین آزاد و اسیدهای چرب آزاد در مواد محلول در الکل توسط اتر نفت از محلول 50 درصد اتانل استخراج می‌گردند. سپس اسیدها بوسیله محلول سدیم هیدروکسید شسته می‌شوند. چنانچه بخواهید این اسیدها را در محاسبه تعیین مواد چرب بیاورید طبق بند (۵-۱۱) عمل کنید.

۲-۱۰-۵ مواد لازم

۱-۲-۱۰-۵ اتانل تازه جوشیده 95 درصد حجمی 5 در مجاورت فنل فتالئین فنئی شده باشد.

۲-۲-۱۰-۵ اتر نفت با دامنه جوش 35 تا 60 درجه سلسیوس

۳-۲-۱۰-۵ شناساگر فنل فتالئین (طبق بند ۴-۱-۴-۵)

۴-۲-۱۰-۵ محلول سدیم هیدروکسید ۰/۲ نرمال

۳-۱۰-۵ وسایل لازم

۱-۳-۱۰-۵ استوانه استخراج یا ارلن استوکز به همراه سیفون (طبق بند ۴-۱-۴-۵)

۴-۱۰-۵ روش اجرای آزمون

مواد بدست آمده از آزمون مواد محلول در الکل (بند ۵-۵) را در مخلوطی از ۲۵ میلی لیتر آب و ۲۵ میلی لیتر اتانل ۹۵ درصد خنثی حل نموده، در صورت نیاز آنرا گرم کنید. محلول را به استوانه استخراج ۲۵۰ میلی لیتری یا ارلن استوکز مجهز به سیفون منتقل کرده و ارلن را چند بار با مخلوطی از حجم‌های مساوی از آب داغ و محلول اتانل خنثی شده داغ بشوئید و به استوانه استخراج یا ارلن استوکز بیافزائید. حجم کل را در استوانه استخراج تا ۱۶۰ میلی لیتر و در ارلن استوکز تا قسمت دهانه ارلن نگهدارید. ارلن را با مقدار کمی اتر نفت شستشو دهید تا تمام مواد چرب باقیمانده به استوانه استخراج یا ارلن استوکز منتقل گردد.

سپس استوانه یا ارلن استوک را زیر شیر آب تا دمای کمتر از ۲۵ درجه سلسیوس خنک کنید. به آن ۵۰ میلی لیتر اتر نفت افزوده و تکان دهید. سپس تا حد امکان لایه اتر نفت را توسط سیفون شیشه‌ای بداخل یک قیف جدا کننده ۵۰۰ میلی لیتری منتقل نمائید. آنرا شش بار و هر بار با ۵۰ میلی لیتر اتر نفت استخراج کنید و هر بار استوانه را بشدت تکان دهید.

یادآوری - در صورت تشکیل امولسیون ، آنرا با ۱۰ گرم سدیم سولفات بدون آب بشکنید.

محلولهای استخراج شده توسط اتر نفت را جمع آوری کنید سپس آنرا ۴ بار و هر بار با ۱۰ میلی لیتر محلول سدیم هیدروکسید ۰/۲ نرمال بشوئید و محلول حاصل از شستشو توسط سود را به محلول الکلی مربوط به اندازه‌گیری کلریدها اضافه کنید (بند ۵-۱۲) در خاتمه عمل، محلول استخراج شده توسط اتر

نفت را با مقادیر کمی آب بشوئید تا آب حاصل از شستشو در مجاورت فنل فتالین خنثی باشد. محلول را به یک ارلن ۳۰۰ میلی لیتری تثبیت وزن شده منتقل کرده و قیف جدا کننده را دو بار با مقدار کمی اتر نفت شستشو دهید.

محلول را روی حمام بخار تبخیر کنید تا حدود یک میلی لیتر از آن باقی بماند. سپس آنرا به آرامی بچرخانید تا تمام حلال آن تبخیر شده و بوی اتر نفت از آن به مشام نرسد. آنرا در گرمخانه 105 ± 2 درجه سلسیوس قرار دهید تا به وزن ثابت برسد سپس در دسیکاتور سرد کرده وزن کنید.

۵-۱۰-۵ بیان نتایج آزمون

درصد وزنی مواد چرب صابونی نشده و صابونی نشدنی از رابطه زیر بدست می آید :

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

که در آن :

m_1 : وزن مواد استخراج شده توسط اتر نفت برحسب گرم .

m : وزن نمونه برحسب گرم .

۵-۱۱ اندازه گیری مواد چرب آزاد

مواد چرب آزاد از حاصل جمع مواد چرب صابونی نشده و صابونی نشدنی (بند ۵-۱۰) بعلاوه درصد وزنی رزین آزاد و اسیدهای چرب آزاد (بند ۵-۳) بدست می آید.

۵-۱۲ اندازه گیری کلریدها در مواد مملول در الکل

۵-۱۲-۱ مواد لازم

۵-۱۲-۱-۱ کلسیم کربنات فالص

۵-۱۲-۱-۲ مملول منیزیم نیترات

۲۰۰ گرم منیزیم نیترات بدون کلرید ($Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$) را در یک لیتر آب حل کنید.

۳-۱۲-۵ مملول شناساگر پتاسیم کرومات

۵ گرم پتاسیم کرومات K_2CrO_4 را در کمی آب حل کنید، به آن آنقدر محلول نیترات نقره ۰/۱ نرمال بیافزائید تا رسوب قرمز کمرنگی حاصل شود. آنرا صاف کرده و به حجم ۱۰۰ میلی لیتر برسانید.

۴-۱۲-۵ مملول استاندارد نیترات نقره ۰/۱ نرمال

۲-۱۲-۵ روش اجرای آزمون

به محلول الکلی باقیمانده از اندازه‌گیری مواد چرب (بند ۵-۱۰-۴)، ۱۵ میلی لیتر محلول منیزیم نیترات (بند ۵-۱۲-۲) اضافه کنید. آنرا روی حمام بخار حرارت داده تا رسوب ایجاد گردد. سپس آنرا صاف کرده و توسط آب بداخل یک بشر ۵۰۰ میلی لیتری منتقل نمایید. یک میلی لیتر از شناساگر پتاسیم کرومات به ازای هر ۱۰۰ میلی لیتر محلول افزوده و آن را با محلول نیترات نقره ۰/۱ نرمال تا ظهور رنگ قرمز تیترا کنید. رنگ قرمز ایجاد شده با افزایش هر قطره و با هم زدن محلول از بین می‌رود که نشان می‌دهد بیشتر کلرید رسوب کرده است.

یک محلول شاهد با همان حجم آب مقطر و نیز همان میزان محلول منیزیم نیترات و شناساگر پتاسیم کرومات موجود در بشر حاوی نمونه، تهیه کنید. بمقدار کافی کلسیم کربنات به محلول شاهد اضافه کنید بطوریکه کدورت هر دو محلول یکسان شود. تیتراسیون محلول نمونه را با مقایسه با محلول شاهد تا تغییر کوچکی در رنگ محلول ادامه دهید. رنگ محلول در نقطه پایانی، نباید تیره بوده و فقط از رنگ محلول شاهد که عاری از کرومات نقره است متفاوت باشد. به محلول شاهد، آنقدر محلول نیترات نقره ۰/۱ نرمال بیافزائید تا رنگهای دو محلول کاملاً یکسان گردد.

۳-۱۲-۵ بیان نتایج آزمون

درصد کلریدها (برحسب $NaCl$) در مواد محلول در الکل از رابطه زیر بدست می‌آید :

$$\frac{(V_1 - V_2) \times N \times 0.0585}{m} \times 100$$

که در آن :

V_1 : حجم محلول نیترات نقره مصرفی برای تیتراسیون نمونه برحسب میلی لیتر

V_2 : حجم محلول نیترات نقره مصرفی برای تیتراسیون شاهد برحسب میلی لیتر

N : نرمالیه محلول نیترات نقره

m : وزن نمونه برحسب گرم

۱۳-۵ اندازه‌گیری رزین

این آزمون براساس استاندارد ملی ۳۱۹۸ : سال ۱۳۷۴ بند ۳-۱۵ انجام می‌گیرد.

۱۴-۵ اندازه‌گیری زداینده صناعی

درصد زداینده صناعی بدون آب و بدون نمک از رابطه زیر بدست می‌آید :

$$D = K - (A+F+G)$$

که در آن :

D : درصد وزنی زداینده صناعی بدون آب و بدون نمک

K : درصد وزنی مواد محلول در الکل (بند ۵-۵)

A : درصد وزنی صابون سدیم بدون آب و نمک (بند ۵-۴)

F : درصد وزنی مواد چرب آزاد (بند ۵-۱۱)

G : درصد وزنی کلریدها (برحسب $NaCl$) در مواد محلول در الکل (بند ۵-۱۲)

یادآوری - در بسیاری از موارد، تشخیص واقعی و تعیین دقیق‌تر درصد زداینده صناعی از روش‌های جداسازی مواد

فعال در سطح آنیونی، کاتیونی و غیر یونی طبق استاندارد ملی ۳۱۷۸-۳ و ۳۱۷۸-۴ و ۳۱۷۸-۹ انجام می‌گیرد.

۱۵-۵ اندازه‌گیری نمکهای معدنی فنثی

درصد وزنی نمکهای معدنی خنثی از رابطه زیر بدست می‌آید :

$$S = (100 + C) - (M+K+I+Sa)$$

که در آن :

S : درصد وزنی نمکهای معدنی خشتی

C : درصد وزنی کلریدها (برحسب *NaCl*) در مواد محلول در الکل (بند ۵-۱۲)

M : درصد وزنی رطوبت و مواد فرار در ۱۰۵ درجه سلسیوس (بند ۵-۱)

K : درصد وزنی مواد محلول در الکل (بند ۵-۵)

I : درصد وزنی مواد نامحلول در آب (بند ۵-۶)

Sa : قلیائیت کل مواد نامحلول در اکل (نمکهای قلیائی) (بند ۵-۷)

