



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran  
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۸۵۹

تجدید نظر اول

۱۳۹۱

INSO

2859

1st.Revision

2013

مواد فعال سطحی - اندازه‌گیری مقدار  
سولفات معدنی - روش تیترسنجی

Surface active agents - Determination of  
mineral sulfate content - Titrimetric  
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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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 استانداردهای 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) و 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) و وسایل سنجش، تعیین عبار 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 - اندازه گیری مقدار سولفات معدنی - روش تیتراژ سنجی » (تجدید نظر اول)

#### رئیس:

حسن زاده، ندا  
(دکترای شیمی)

#### سمت و / یا نمایندگی

هیأت علمی دانشگاه آزاد

#### دبیر:

قمی، متینه  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

#### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آتشی، مزگان  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

بوستانی، صغری  
(لیسانس شیمی)

مسئول فنی شرکت صنایع بهداشتی ایران

پرهیزگار، مریم  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه پتروشیمی رازی

خزاعی فر، علی  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه پتروشیمی رازی

دایی، مینا  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

طحان حسین، اعظم  
(لیسانس شیمی)

مسئول فنی شرکت زرافشان شیمی

عباس اصل حیزانی، آسیه  
(لیسانس شیمی)

مدیر فنی شرکت پارس لیان اروند

کریمی، چشمه علی  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر فنی شرکت پارس لیان اروند

مکوندی، علی  
(لیسانس شیمی)

کارشناس

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

منجم زاده، مرجان  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا  
(فوق لیسانس شیمی)

هیأت علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

نوبخت، ولی‌اله  
(دکتری شیمی)

## پیش گفتار

استاندارد " مواد فعال سطحی- اندازه گیری مقدار سولفات معدنی- روش تیترسنجی " نخستین بار در سال ۱۳۷۷ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط شرکت زرگستر روبینا و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در هزار و شصت و نهمین اجلاس کمیته ملی صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۱/۱۲/۱۶ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی 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.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۸۵۹: سال ۱۳۷۳، است.

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

ISO 6844:1983, Surface active agents - Determination of mineral sulfate content - Titrimetric method

## مواد فعال سطحی - اندازه‌گیری مقدار سولفات معدنی - روش تیترسنجی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار سولفات معدنی عوامل فعال سطحی با استفاده از روش تیترسنجی است.

این استاندارد برای عوامل فعال سطحی آنیونی حاوی سدیم، آمونیوم و آلکانول آمین سولفات‌ها کاربرد دارد. این استاندارد برای فرآورده‌های حاوی ترکیبات دیگر مانند فسفات‌ها یا مقادیر زیاد کلرید که تحت شرایط آزمون نیز یک نمک سرب کم محلول دارند و در حضور مقادیر زیادی از نمک‌های اسیدهای ضعیف (برای مثال صابون‌ها یا مونو استرهای سولفوسوکسینیک اسید) که مانع از تنظیم صحیح pH می‌شوند، کاربرد ندارد.

**یادآوری-** از آنجایی که در مقادیر pH ظاهری کم‌تر از چهار، واکنش از نسبت‌های استوکیومتری پیروی نمی‌کند، ضروری است که اندازه‌گیری در pH ظاهری مشخص شده در یادآوری ۱ بند ۷-۲ انجام شود.

### 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 ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰، شیشه آلات آزمایشگاهی - بالن‌های حجم‌سنجی با یک خط نشانه - ویژگی‌ها

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵، پاک‌کننده‌ها و مواد فعال سطحی - روش‌های تقسیم بندی نمونه

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پی‌پت‌های تک نشانه

2-4 ISO 385-2, Laboratory glassware - Burettes - Part 2: Burettes for which no waiting time is specified.

2-5 ISO 83512, Laboratory glassware - Graduated pipettes - Part 2 : Pipettes for which no waiting time is specified.

### ۳ اصول آزمون

یک محلول استونی بافری شده از یک آزمون را با یک محلول سرب (II) نیترات حجم‌سنجی استاندارد در حضور دی‌تیزون به‌عنوان شناساگر تیتر کنید.

#### ۴ مواد و/یا واکنشگرها

در طول آزمون، فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

#### ۱-۴ استون

۲-۴ نیتریک اسید،  $\text{HNO}_3$ ، محلول با غلظت تقریباً برابر با  $1 \text{ mol/l}$

۳-۴ سدیم هیدروکسید، محلول با غلظت  $40 \text{ g/l}$

۴-۴ سرب (II) نیترات،  $\text{Pb}(\text{NO}_3)_2$ ، محلول حجم سنجی استاندارد با غلظت برابر با  $0.01 \text{ mol/l}$ ،  $0.05 \pm 0.001 \text{ g}$  از سرب (II) نیترات را در  $200 \text{ ml}$  آب حل کرده و به یک بالن حجم سنجی تک نشانه  $1000 \text{ ml}$  با درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای منتقل کنید. با آب تا خط نشانه رقیق کرده و کاملاً مخلوط کنید.

۴-۵ آمونیوم دی کلرو استات، محلول بافری با pH برابر  $1.5$  تا  $1.6$ ، در محیط استونی با درصد حجمی/حجمی  $(70 \text{ تا } 85)\%$ ، مقدار pH ظاهری برابر با  $0.2 \pm 4.1$  را نشان می‌دهد.

$67 \text{ ml}$  دی کلرو استیک اسید به تقریباً  $250 \text{ ml}$  آب اضافه کرده و با دقت با محلول آمونیاک  $(\text{m/m})$   $18\%$  (تقریباً  $80 \text{ ml}$ ) تا pH برابر با  $7$  به وسیله یک pH متر یا کاغذ شناساگر دقیق خنثی کنید. اجازه دهید محلول سرد شود.  $33 \text{ ml}$  دیگر دی کلرو استیک اسید اضافه کرده و تا حجم  $600 \text{ ml}$  رقیق کنید.

۴-۶ او ۵ دی فنیل تیوکاربازون (دی تیزون)،  $(\text{C}_6\text{H}_5\text{-NH-NHCSN=NC}_6\text{H}_5)$  محلول با غلظت  $0.5 \text{ g/l}$  در استون

محلول را در بطری تیره نگهداری کرده و پس از یک هفته دور بریزید.

#### ۵ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده می‌شوند.

۱-۵ بشر، با ظرفیت  $150 \text{ ml}$

۲-۵ بالن حجم‌سنجی تک نشانه، با ظرفیت  $100 \text{ ml}$  مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰

۳-۵ بالن مخروطی، با ظرفیت  $250 \text{ ml}$

۴-۵ پی‌پت، با ظرفیت  $5 \text{ ml}$ ،  $10 \text{ ml}$ ،  $15 \text{ ml}$  و  $20 \text{ ml}$  مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹

۵-۵ پی‌پت مدرج، با ظرفیت  $1 \text{ ml}$  یا  $2 \text{ ml}$  مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۵۶۵۷-۲

۶-۵ بورت، با ظرفیت  $25 \text{ ml}$  مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۵۶۵۷

۷-۵ استوانه اندازه‌گیری مدرج، با ظرفیت  $100 \text{ ml}$

#### ۶ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی عامل فعال سطحی باید تهیه شده و مطابق با دستورکارهای ارائه شده در استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ نگهداری شود.

## ۷ روش انجام آزمون

### ۱-۷ آزمون

بسته به مقدار سدیم سولفات مورد انتظار مقدار نمونه آزمایشگاهی ارایه شده در جدول ۱ را با تقریب  $g \ 0.001$  درون بشر (بند ۵-۱) وزن کنید.

#### جدول ۱- جرم آزمون

جرم آزمون G	مقدار سدیم سولفات مورد انتظار در نمونه %. (m/m)
۱۰ تا ۱۴	$< 0.5$
۵	۰.۵ تا ۶
$< 5$	$> 6^a$

<sup>a</sup> برای یک فرآورده حاوی بیش از ۶٪ جرمی/جرمی سدیم سولفات، یک آزمون حاوی  $g \ (0.1 \text{ تا } 0.3)$  از سدیم سولفات را وزن کنید.

### ۲-۷ اندازه‌گیری

آزمون (بند ۷-۱) را در صورت لزوم با گرم کردن تا دمای حداکثر  $50^\circ C$ ، در تقریباً  $50 \text{ ml}$  آب حل کنید. محلول را به‌طور کمی به بالن حجم‌سنجی (بند ۵-۲) انتقال داده و با آب تا خط نشانه رقیق کرده و کاملاً مخلوط نمایید.

بسته به مقدار سدیم سولفات مورد انتظار ارایه شده در جدول ۲، یک کسر حجمی مناسب به‌وسیله پی‌پت (بند ۵-۴) بردارید.

#### جدول ۲- کسرهای حجمی

حجم کسرهای حجمی ml	مقدار سدیم سولفات مورد انتظار %. (m/m)
۵.۰	$> 3$
۱۰.۰	۱ تا ۳
۱۵.۰	۰.۵ تا ۱.۵
۲۰.۰	$< 0.5$

کسر حجمی را به بالن مخروطی (بند ۵-۳) انتقال داده و تا حجم  $20 \text{ ml}$  با آب رقیق کنید.  $1 \text{ ml}$  محلول دی‌تیزون (بند ۴-۶) اضافه کنید.

در صورتی که محلول سبزرنگ است، محلول سدیم هیدروکسید (بند ۴-۳) را تا ظاهر شدن رنگ قرمز اضافه کنید. محلول نیتریک اسید را قطره قطره (بند ۴-۲) اضافه کنید تا محلول سبزرنگ شود و سپس  $2.0 \text{ ml}$  محلول آمونیوم دی‌کلرو استات (بند ۴-۵) و  $80 \text{ ml}$  استون (بند ۴-۱) اضافه کنید. بلافاصله پس از افزودن استون، محلول استون بافری را با محلول سرب (II) نیترات (بند ۴-۴) تا ایجاد رنگ قرمز آجری تیترا کنید. این رنگ به‌مدت ۱۵ ثانیه پایدار است.

یادآوری ۱- مقدار pH ظاهری اولیه  $0.2 \pm 4.1$  است و به‌طور قابل ملاحظه‌ای در طی اندازه‌گیری کاهش می‌یابد.



یادآوری ۲- مقدار استون در نقطه پایانی باید بین ۷۰٪ حجمی/حجمی و ۸۵٪ حجمی/حجمی باشد.

## ۸ بیان نتایج

### ۱-۸ روش محاسبه

مقدار سولفات معدنی بر حسب درصد جرمی سدیم سولفات از رابطه زیر به دست می آید.

$$\frac{0.142 \times V_1 \times c \times 100}{\frac{m_0 V_0}{100}} = \frac{1420 \times V_1 \times c}{m_0 V_0} \quad (1)$$

که در آن

$m_0$  جرم نمونه (بند ۷-۱) بر حسب گرم؛

$V_0$  کسر حجمی برداشته شده برای اندازه گیری (بند ۷-۲) بر حسب میلی لیتر؛

$V_1$  حجم محلول سرب (II) نیترات (بند ۴-۴) استفاده شده در اندازه گیری (بند ۷-۲) بر حسب میلی لیتر؛

$C$  غلظت واقعی محلول سرب (II) نیترات (بند ۴-۴) بر حسب مول بر لیتر؛

۰٫۱۴۲ جرم سدیم سولفات معادل با ۱٫۰۰ ml محلول سرب (II) نیترات با غلظت ۱٫۰۰۰ mol/l.

### ۲-۸ دقت

تجزیه های مقایسه ای انجام شده در هفت آزمایشگاه بر روی دو نمونه آمونیوم لوریل اتروسولفات به ترتیب حاوی تقریباً ۰٫۱۵٪ جرمی/جرمی و ۱٫۱۵٪ جرمی/جرمی سولفات معدنی، نتایج آماری ارائه شده در جدول ۳ را نشان می دهد.

جدول ۳- دقت

۱٫۱۰ (m/m) %	۰٫۱۶ (m/m) %	مقدار میانگین سولفات معدنی
۰٫۰۴	۰٫۰۲	انحراف استاندارد تکرارپذیری، $\sigma_r$
۰٫۱۶	۰٫۰۴	انحراف استاندارد تجدیدپذیری، $\sigma_R$

## ۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۹ تمام اطلاعات لازم برای شناسایی کامل نمونه؛

۲-۹ روش آزمون مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۲۸۵۹؛

۳-۹ نتایج به دست آمده و روش بیان آن ها؛

۴-۹ شرایط آزمون؛

۵-۹ هر گونه مورد مشاهده شده در طی اندازه گیری و هر نوع عملیاتی که در این استاندارد یا استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ مشخص نشده و می تواند روی نتایج تأثیر بگذارد.

۶-۹ تاریخ آزمون؛

۷-۹ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر.