



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۳۱۷۸-۲۶

تجدید نظر اول

۱۳۹۲

INSO
3178-26
1st. Rivision
2014

مواد فعال در سطح – پودر های شوینده
اندازه گیری میزان سولفات معدنی -
روش وزنی

**Surface active agents - Determination
of mineral sulfate content –
Gravimetric method**

ICS:71.100.40

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان استاندارد ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و الزامات 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 سازمان استاندارد ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۱۳۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۱۳۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است. تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان 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، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیر دولتی حاصل می‌شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای 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 علاقه‌مند 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.

سازمان استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی 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.

سازمان استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی 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 بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان 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 بین‌المللی 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 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 در سطح-پودرهای شوینده - اندازه گیری میزان سولفات معدنی-روش وزنی"
(تجدید نظر اول)

رئیس:

رایگان، زهرا
(کارشناس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

کارشناس استاندارد

دبیر:

احسانی گرگری، باقر
(کارشناس شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسداله زاده، ندا
(کارشناس ارشد شیمی)

انجمن صنایع شوینده، آرایشی و بهداشتی ایران

اوسطی، سمیرا
(دکتری شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

پیری صدیق، آزاده
(دکتری شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

تاج موسوی، آدینه
(کارشناس شیمی)

شرکت محصولات بین‌المللی پارس

حسینی فیروزآبادی، فرحناز
(دکتری داروساز)

اداره کل نظارت بر مواد غذایی دارویی آرایشی و بهداشتی

دلیرج، عباس
(کارشناس شیمی)

اداره کل آزمایشگاههای غذا و دارو

(راهنما، الهام)
کارشناس شیمی

آزمایشگاه همکار مهر

سمیعی، اعظم
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت مهد تاژ

شرکت پاکشو	صالحی، مهدی (کارشناس شیمی)
شرکت پاکنام	عابدینی، محمد فاضل (کارشناس ارشد شیمی)
شرکت مهد تاژ	علایی، طیبه (کارشناس شیمی)
شرکت پاکسان	عمادالدین، فاطمه (کارشناس شیمی)
شرکت تولی پرس	قوی بیان، امیر (کارشناس شیمی)
شرکت پاکسان	کمپانی سعید، عارفه (دکتری شیمی)
اداره کل استاندارد قزوین	لعلی، مریم (کارشناس شیمی)
اداره کل نظارت بر اجرای استاندارد	متین فر، مهناز (کارشناس ارشد شیمی)
کارشناس استاندارد	محمودی امین، زهرا (کارشناس شیمی)
پژوهشگاه استاندارد	مسروری، حسن (دکتری شیمی)

پیش گفتار

استاندارد "مواد فعال در سطح- پودرهای شوینده - اندازه گیری سولفات معدنی - روش وزنی" نخستین بار در سال ۱۳۷۳ تدوین شد. این استاندارد براساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط سازمان ملی استاندارد ایران و تأیید کمیسیون های مربوط برای نخستین بار مورد تجدید نظر قرار گرفت و در یک هزار و یک صد و هفتاد و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۲/۱۱/۳۰ تصویب شد. 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 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 تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارایه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲۶-۳۱۷۸ : سال ۱۳۷۳ است.

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

ISO 8214: 1985- Surface active agents –Washing powder - Determination of mineral Sulfate Content – Gravimetric method

مواد فعال در سطح - پودر های شوینده - اندازه گیری میزان سولفات معدنی -

روش وزنی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد بیان روش اندازه گیری میزان سولفات معدنی در انواع پودرهای شوینده بدون مزاحمت سایر ترکیبات معمول موجود در پودر می باشد.

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 می شود. 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 ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش های آزمون
- ۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵: سال ۱۳۷۴، مواد پاک کننده و مواد موثر سطحی - روش تقسیم نمونه

۳ اصول آزمون

مواد قابل حل در الکل با استخراج الکلی از نمونه جدا می شوند. در صورت وجود سیلیکات‌ها، عمل صاف کردن بعد از آگیری، سپس رسوب دادن سولفات سدیم موجود در محلول صاف شده با استفاده از باریم کلرید و صاف کردن رسوب و سپس سوزاندن رسوب باقیمانده بر روی کاغذ صافی در 900°C و توزین خاکستر باقیمانده انجام می شود.

یادآوری - باقیمانده رسوب حاصل از جدا شدن سیلیکات‌ها می تواند بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۲۲-۳۱۷۸ برای اندازه گیری میزان سیلیس تام مورد استفاده قرار گیرد.

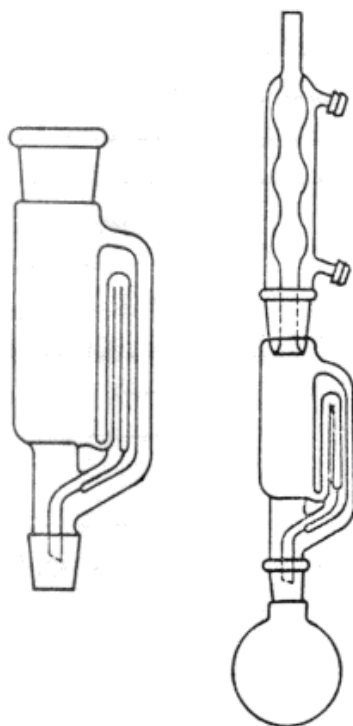
۴ مواد و/یا واکنشگرها

از مواد شیمیایی خالص و آب مقطر مطابق استاندارد ملی شماره ۱۷۲۸ ایران استفاده می شود.

۱-۴ اتانول، بدون آب یا تقلیبی

۲-۴ هیدروکلریک اسید، با چگالی 1.16 g/ml تا 1.19 g/ml ؛

- ۳-۴ آمونیاک - محلول غلیظ؛
- ۴-۴ باریم کلراید، با دو ملکول آب ($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) محلول ۱۰۰ g/lit
- ۵-۴ نقره نیترات، محلول ۵ g/lit
- ۶-۴ متیل اورانژ، محلول ۱ g/lit
- ۷-۴ سنگ جوش، با اندازه های ۲ mm تا ۴ mm و یا معادل آن
- ۵ وسایل
- وسایل معمولی آزمایشگاهی و
- ۱-۵ بالن های ژوزه، با ظرفیت ۱۰۰۰ ml
- ۲-۵ دستگاه سوکسله، مجهز به بالن ۵۰۰ ml و لوله گیرنده با ظرفیت ۲۰۰ ml (مطابق شکل شماره یک)



شکل ۱- استخراج سوکسله

- ۳-۵ صافی شیشه ای، درون استخراج کننده با درجه تخلخل $P \frac{1}{6}$ ($1/6 \mu$) و قطر حدود ۳۶ ml و ارتفاع ۹۵ ml اگر اندازه گیری سیلیکات مورد نظر نباشد، می توان از کاغذ صافی معادل صافی شیشه ای درون استخراج کننده استفاده کرد.

- ۴-۵ گرمخانه، قابل تنظیم در $10.5^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$
- ۵-۵ صافی چینی، با درجه تخلخل P4 ($1/6 \mu$ تا 4μ)؛
- ۶-۵ بوته پلاتینی
- ۷-۵ کوره الکتریکی، قابل تنظیم در 900°C درجه سلسیوس
- ۶ نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ : سال ۱۳۷۴، مواد پاک کننده و مواد موثر سطحی - روش تقسیم نمونه، آماده می شود

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ آزمون

حدود 10 g از نمونه آزمایشگاهی را با دقت 0.01 g در یک بشر 600 ml یا در صافی شیشه ای درون استخراج کننده بند (۳-۴) وزن کنید.

۲-۷ حذف مواد آلی

برای حذف مواد آلی از یکی از دو روش زیر استفاده کنید:

۱-۲-۷ استخراج به روش سوکسله

300 ml اتانول بند (۱-۳) را در بالن ته گرد 500 ml دستگاه سوکسله بریزید و چند عدد سنگ جوش به آن اضافه کنید. صافی شیشه ای درون استخراج کننده بند (۳-۵) همراه آزمون بند (۱-۷) را در لوله گیرنده دستگاه سوکسله قرار داده و دستگاه را سوار کنید (بالن لوله گیرنده مبرد). عمل استخراج را شروع کنید و با سرعتی مناسب به مدت ۲ ساعت و ۳۰ دقیقه بعد از شروع اولین تخلیه استخراج را ادامه دهید.

پس از اتمام مدت فوق منابع حرارتی را قطع کرده و بگذارید سرد شود. باقیمانده استخراج اتانولی را به بالن منتقل کرده و بخش قابل حل در اتانول را دور بریزد.

۲-۲-۷ روش استخراج با بشر

حدود 250 ml اتانول بند (۱-۳) را به آزمون بند (۱-۷) موجود در بشر 600 ml اضافه کنید آن را با یک شیشه ساعت بپوشانید حرارت داده و با یک وسیله مکانیکی یا همزن مغناطیسی تا جوش آمدن اتانول هم بزنید. عمل جوشاندن و همزدن را به مدت ۱۵ دقیقه ادامه دهید. بگذارید بشر سرد شود و مواد غیر قابل حل ته نشین شود فاز اتانولی را میان کاغذ صافی با درجه متوسط (واتمن شماره ۴۰) صاف کرده و استخراج را ۲ بار و هر بار با مقداری از اتانول بند (۱-۴) تکرار کنید. حدود 75 ml از اتانول داغ (دمای 50°C تا 60°C) را به بشر حاوی مواد غیر قابل حل اضافه کرده و هر گونه کلوخه سخت موجود را با یک میله شیشه ای خرد کنید بگذارید تا مواد غیر قابل حل ته نشین شده و آن را از کاغذ صافی عبور دهید. این عمل را ۲ بار دیگر تکرار کنید.

ته کاغذ صافی را سوراخ کرده و با حدود ml ۵۰ آب داغ هرگونه باقیمانده را به بشر محتوی مواد نامحلول انتقال دهید.

۳-۷ حذف سیلیکات ها

بعد از استخراج بند (۱-۲-۷) صافی شیشه ای درون استخراج کننده را از دستگاه سوکسله خارج کنید و با استفاده از آب داغ (۵۰ ml تا ۷۵ ml) محتوی را به بشر ml ۴۰۰ به طور کامل منتقل کنید. می توانید از بشر ml ۶۰۰ و ماده غیر قابل حل در الکل بند (۲-۲-۷) نیز استفاده کنید ml ۱۰ از هیدروکلریک اسید بند (۲-۳) را به بشر اضافه کرده و با یک میله شیشه‌ای هم بزنید و تا حد خشکی روی حمام بخار تبخیر کنید.

۳۵ ml تا ۴۰ ml آب اضافه کرده و در طول حرارت دادن به مدت ۱۰ min گاهی آن را هم بزنید. اگر سیلیس و ماده غیر قابل حل در نمونه موجود نبود مطابق روش (۴-۷) عمل کنید در غیر اینصورت به شرح زیر ادامه دهید.

مجدداً ml ۱۰ از هیدروکلریک اسید بند (۲-۴) را به بشر اضافه کرده و آن را هم بزنید و تا حد خشکی مانند قبل تبخیر کنید. باقیمانده را حل کرده و ml ۱۰ هیدروکلریک اسید بند (۲-۴) به آن اضافه کرده و هم بزنید و برای سومین بار آن را تا حد خشکی تبخیر کنید، بشر و باقیمانده را در گرمخانه بند (۴-۵) در حرارت $105^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$ به مدت یک ساعت قرار دهید ml ۵۰ آب داغ و ml ۱۰ از هیدروکلریک اسید بند (۲-۳) اضافه کرده، به مدت ۱۰ min روی حمام بخار حرارت دهید.

گاهگاهی آن را هم بزنید سپس تحت خلأ توسط صافی چینی متخلخل بند (۴-۵) یا به وسیله کاغذ صافی که سریعاً صاف می کند (کاغذ صافی معمولی) آن را سریعاً صاف کنید. باقیمانده را چهار بار و هر بار با ml ۳۰ آب داغ بشویید.

یادآوری - باقیمانده نامحلول می تواند برای اندازه گیری کل سیلیس طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳۱۷۸-۲۲ استفاده قرار گیرد. در این صورت، گیرنده صافی را در این قسمت عوض کرده و عمل انتقال و شستشوی باقیمانده را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳۱۷۸-۲۲ ادامه دهید.

۴-۷ روش اندازه گیری

به دقت محلول صاف شده و حاصل ۴ نوبت شستشوی اولیه از بند (۳-۷) را به طور کامل به بالن ژوژه ml ۱۰۰۰ منتقل کنید در صورتیکه سیلیس و مواد نامحلول موجود نبود فقط محلول را منتقل کنید. آن را رقیق کرده و بحجم رسانده و کاملاً مخلوط کنید.

به وسیله پی پت حجم معینی از محلول فوق را به بشر منتقل کرده و در صورتیکه میزان سولفات کمتر از ۶ درصد جرمی باشد (محاسبه بر حسب Na_2SO_4) ml ۲۰۰ از محلول را بردارید و اگر میزان آن بیش از این مقدار باشد، حجمی مطابق با وزن باریم سولفات بین g ۰٫۱۵ تا g ۰٫۳۰ را بردارید.

در صورت لزوم آن را تا ml ۲۰۰ رقیق کنید، ۴ قطره محلول متیل اورانژ بند (۴-۶) اضافه کرده و با محلول آمونیاک بند (۳-۴) آن را خنثی کنید. از هیدروکلریک اسید بند (۲-۴) تا رسیدن به حالت اسیدی اضافه کرده و سپس ml ۵ بیشتر اسید اضافه نمایند.

آن را حرارت دهید تا به جوش آید و ۵ ml محلول باریم کلراید بند (۴-۴) را در حین جوش به آرامی به آن اضافه کنید. در آن را با شیشه ساعت پوشانده و به مدت ۵ دقیقه بجوشانید. حداقل به مدت یک ساعت در حرارت 70°C تا 80°C روی حمام بخار قرار دهید. با افزایش چند قطره از محلول باریم کلراید بند (۴-۴) دقت کنید که عمل را سب شدن کامل شده باشد.

آن را تحت خلأ از صافی چینی بند (۵-۵) یا از کاغذ صافی با درجه متوسط یا ریز که خاکستر نداشته باشد صاف کنید. قبل از این عمل صافی چینی را در کوره بند (۷-۵) در 900°C بگذارید. سپس در دسیکاتور خنک کنید.

رسوب روی صافی را با آب داغ بشویید و شستشو را تا عاری شدن از کلرایدها با انجام آزمون افزایش چند قطره از محلول نقره نیترات بند (۴-۵) ادامه دهید. در صورت استفاده از کاغذ صافی، آن را در بوته پلاتینی بند (۵-۶) که قبلاً در حرارت کوره بند (۷-۵) در 900°C قرار داده و در دسیکاتور خنک کرده و وزن نموده اید قرار دهد. سپس به آرامی بوته و محتوی آن را حرارت دهید تا به 900°C برسد. بگذارید به مدت ۳۰ دقیقه در کوره بند (۷-۵) در دمای 900°C باقی بماند. سپس در دسیکاتور خنک کرده و با دقت 0.001 g وزن کنید.

۸ بیان نتایج

۸-۱ روش محاسبه

مقدار سولفات های معدنی بر حسب درصد جرمی سدیم سولفات (Na_2SO_4) از معادله زیر حساب می شود.

معادله (۱)

$$A = \frac{m_1 \times 1000 \times 0.6086}{m_0 \times V} \times 1000 = \frac{6086 \cdot m_1}{m_0 \times V}$$

که در آن:

m_0 جرم نمونه بند (۶-۱) بر حسب گرم

m_1 جرم رسوب باریم سولفات بر حسب گرم

V حجم محلول رقیق برداشتی بر حسب میلی لیتر

A درصد وزنی سدیم سولفات

۰.۶۰۸۶ فاکتور تبدیل سولفات BaSO_4 به Na_2SO_4

۸-۲ دقت

آزمایشات مقایسه‌ای انجام شده بر روی سه نمونه دارای ۶ تا ۱۵ درصد جرمی سدیم سولفات در ۱۱ آزمایشگاه نتایج آماری داده شده در جدول زیر را نشان می‌دهد.

میزان سولفات $X = Na_2SO_4$	۶ تا ۱۵ درصد جرمی
تکرار پذیری	$0.105 \sqrt{X}$
تجدید پذیری	$0.120 \sqrt{X}$

۹ گزارش آزمون

گزارش باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۹ کلیه اطلاعات لازم برای تشخیص کامل هویت نمونه؛
- ۲-۹ روشهای مرجع به کار رفته؛
- ۳-۹ نتایج و روش به کار رفته؛
- ۴-۹ شرایط آزمون؛
- ۵-۹ جزئیات آزمون که در این استاندارد قید نشده؛
- ۶-۹ تاریخ آزمون.