



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran



استاندارد ملی ایران

۳۱۷۸-۳

تجدید نظر اول

ISIRI

3178-3

1st .Revision

سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

مواد سطح فعال - اندازه گیری ماده آنیونی  
سنتزی با تیتراسیون کاتیونی - روش  
آزمون

**Surface active agent**

**Determination of synthetic anionic**

**Ingredient by cationic -Test method  
titration**

**ICS :71.100.40**

## به نام خدا

### آشنایی با موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان موسسه\* صاحب نظران مراکز و موسسات 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 واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیردولتی 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 پیشنهادهای 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 موسسات 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که موسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 قانون (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 نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. موسسه 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 سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و مراکز کالیبراسیون وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این گونه سازمانها 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 آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

\* موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

<sup>۱</sup>- International Organization for Standardization

<sup>۲</sup>- International Electrotechnical Commission

<sup>۳</sup>- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

<sup>۴</sup>- Contact point

<sup>۵</sup>- Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

“مواد سطح فعال - اندازه گیری ماده آنیونی سنتزی با تیتراسیون کاتیونی - روش آزمون”

(تجدید نظر اول)

### رئیس:

### سمت و / یا نمایندگی

کارشناس استاندارد

محمودی امین، زهرا

(لیسانس شیمی)

### دبیران:

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان تهران

فاطمی ابهری، سیده پری ناز

(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان تهران

مقتدر، مهناز

(فوق لیسانس مدیریت محیط زیست)

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

شرکت پاکشو

تیموری، عزیزه

(فوق لیسانس شیمی)

وزارت بهداشت و درمان و آموزش پزشکی -

حسنی نسب، شکوه السادات

اداره کل آزمایشگاهها

(لیسانس شیمی)

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

رایگان، زهرا

(لیسانس شیمی)

شرکت ایران آوند فر

شاه بنده، محمدرضا

(دکترای شیمی)

انجمن صنایع شوینده، بهداشتی و آرایشی ایران

محمدبیگی، نسرين

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با مؤسسه استاندارد
ج	کمیسیون تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ روش آزمون
۱	۱-۳ اصول آزمون
۲	۲-۳ مواد و/ یا واکنشگر ها
۷	۳-۳ روش انجام آزمون
۸	۴-۳ گزارش آزمون
۸	۵-۳ دقت و خطا
۱۰	پیوست اطلاعاتی

## پیش گفتار

استاندارد « مواد سطح فعال- اندازه گیری ماده آنیونی سنتزی با تیتراسیون کاتیونی - روش آزمون نخستین بار در سال ۱۳۷۳ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی توسط موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران و تأیید کمیسیون های مربوط برای نخستین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در ششصد و شصت و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی - پلیمر مورخ ۱۳۸۸/۱۲/۹ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر 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 ۳-۳۱۷۸ : سال ۱۳۷۳ است.  
منبع و مآخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ASTM D 3049:89 (Reapproved 2003) , Standard test method for  
Synthetic Anionic ingredient by cationic titration

## ماده سطح فعال - اندازه گیری ماده آنیونی سنتزی با تیتراسیون کاتیونی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار ترکیب آنیونی سنتزی در مواد سطح فعال از طریق تیتراسیون مستقیم با یک واکنشگر کاتیونی استاندارد است. این روش ساده و مناسب برای تخمین کمی ماده آنیونی است. این روش آزمون در مورد آلکیل آریل سولفوناتها، آلکیل سولفوناتها، آلکیل سولفاتها و هیدورکسی سولفاتها، آلکیل فنل و الکل های چرب اتوکسی سولفاتها و دی آلکیل سولفوسوکسینات ها و مواد فعال شامل یک گروه هیدروفیلی در مولکول و برای پاک کننده های آنیونی که معمولاً در مایعات ظرفشویی و دیگر مواد پاک کننده بکار می روند، کاربرد دارد. این روش در مورد سولفونات ها با جرم مولکولی پایین مانند گزین و تولوئن که عموماً در فرمولاسیون پاک کننده ها مصرف دارند، کاربرد ندارد.

**یادآوری:** تعیین دقیق ماده فعال آنیونی در ارزیابی قیمت و اثربخشی این مواد پاک کننده بسیار اهمیت دارد.

### 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، اصلاحیه ها 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 تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آنها مورد نظر است.

استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب مقطر مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها و روش آزمون

### ۳ روش آزمون

#### ۱-۳ اصول آزمون

نقطه پایانی با انتقال یک کمپلکس رنگی از فاز حلال آلی به فاز آبی شناسایی می شود. کمپلکس رنگی با افزایش یک محلول رنگی به محلول ماده سطح فعال آنیونی تشکیل می شود. این کمپلکس محلول در فاز آلی و نامحلول در فاز آبی می باشد. هنگامیکه این محلول با واکنشگر کاتیونی استاندارد تیترا می شود، رنگ (شناساگر رنگی) از کمپلکس رنگی جابجا شده و در آب حل می شود و به فاز آبی مهاجرت می کند. بنابراین، یک محلول تیتراسیون کاتیونی که در مقابل یک عامل آنیونی مشخص استاندارد شده، می تواند برای تجزیه آنیون های دیگری با جرم مولکولی مشخص، استفاده شود.

به یک محلول آبی از یک پاک کننده آنیونی، مقادیر کمی از شناساگر مخلوط (دیمییدیوم بروماید و دی سولفین بلو) اضافه می شود و با محلول آبی ماده کاتیونی و کلروفرم تکان داده می شود. کمپلکس صورتی، بوسیله واکنش بین پاک کننده آنیونی و رنگ کاتیونی دیمییدیوم بروماید تشکیل شده و به داخل کلروفرم استخراج می شود. بعد از هر افزایش محلول ماده کاتیونی، محلول مخلوط می شود. در ابتدا واکنش بین ماده کاتیونی و مقادیر اضافی پاک کننده آنیونی رخ می دهد. در این مدت، هیچ تغییر قابل توجهی در رنگ صورتی فاز کلروفرمی دیده نمی شود. در نزدیکی نقطه اکی والان کمپلکس ماده شوینده آنیونی با رنگ کاتیونی (دیمییدیوم برماید) که صورتی رنگ بوده، کم کم رها شده و به لایه آبی منتقل می شود. با افزایش ماده کاتیونی، مقادیر افزوده شده با رنگ آنیونی (دی سولفین بلو) واکنش داده و یک کمپلکس آبی رنگ محلول در کلروفرم تشکیل می شود.

در طی جابجایی در نقطه پایانی، لایه کلروفرم از رنگ صورتی به خاکستری و در نهایت آبی تغییر می یابد. رنگ خاکستری نشانه نقطه پایانی است.

**یادآوری** - ترکیبات معدنی معمول در فرمولاسیون پاک کننده ها مانند کلراید، سولفات، بورات، فسفات ها، پربرات ها و سیلیکات ها مزاحمتی ندارند.

همچنین صابون ها، اوره و نمک های اتیلن دی آمین تتراستیک اسید مزاحمتی ایجاد نمی کنند. عوامل سفید کننده ای به غیر از پربرات ها می بایست قبل از انجام این آزمون از بین بروند. سولفوناتها با وزن مولکولی پایین، مانند تولوئن وزایلن هنگامی که تا ۱۵٪ وزنی ماده فعال نمایان شوند، تداخلی ندارند

تیتراسیون تحت شرایط اسیدی و PH حدود ۲ انجام می شود، بنابراین باید به هنگام بکارگیری این روش بر روی محصولاتی که شامل مقادیر قابل توجهی از مواد قلیایی مانند کربنات ها و سیلیکاتها است، مراقبت بعمل آید که محلول نهایی در محدوده PH مناسبی تیترا شود.

### ۲-۳ مواد و / یا واکنشگرها

در طول آزمون فقط از مواد شیمیایی با خلوص تجزیه ای مشخص استفاده کنید.

#### ۱-۲-۳ آب

خلوص آب: به غیر از مواردی که ویژگی های دیگری ذکر شده باشد از آب مقطر مطابق با استاندارد ملی شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، استفاده کنید.

#### ۲-۲-۳ کلروفرم

#### ۳-۲-۳ اتانول

۴-۲-۳ پترولیوم اتر با محدوده نقطه جوش (۳۰ °C تا ۵۰ °C)

۵-۲-۳ محلول شناساگر فنل فتالئین (۱٪): یک گرم فنل فتالئین را در اتانول ۹۵٪

حل کرده و تا ۱۰۰ میلی لیتر رقیق نمایید.

۶-۲-۳ محلول استاندارد سدیم هیدروکسید،  $C[NaOH]=0.1mol/l$

۷-۲-۳ محلول استاندارد سدیم هیدروکسید،  $C[NaOH]=1mol/l$

### ۸-۲-۳ محلول سدیم هیدروکسید، ۵۰٪ (m/v)

۵۰ g سدیم هیدروکسید را وزن نموده و در آب مقطر حل کنید. این محلول را به یک بالن حجمی ۱۰۰ ml منتقل کرده و تا خط نشانه با آب مقطر به حجم برسانید.

### ۹-۲-۳ محلول استاندارد سدیم لوریل سولفات C[SLS]= 0.004 mol/l

مابین ۱/۱۴ g تا ۱/۱۶g از سدیم لوریل سولفات را با دقت ۰/۰۰۱ وزن نموده و آنرا در ۲۰۰ml آب مقطر حل کنید. این محلول را به یک بالن حجمی یک لیتری منتقل کنید و تا خط نشانه با آب مقطر به حجم برسانید. غلظت مولی این محلول را از معادله زیر محاسبه کنید.

$$\text{غلظت مولی} = \frac{(m \times p)}{288/4 \times 100}$$

که در آن:

m جرم سدیم لوریل سولفات بر حسب گرم

P درصد خلوص سدیم لوریل سولفات

### ۱۰-۲-۳ سدیم سولفات (Na<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) بدون آب

۱۱-۲-۳ محلول اسید سولفوریک C[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]=0.05mol/l

۱۲-۲-۳ محلول اسید سولفوریک C[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]=0.25mol/l

۱۳-۲-۳ محلول اسید سولفوریک C[H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>]=0.5mol/l

**هشدار-** در این روش آزمون، از کلروفورم به مقدار کم استفاده می شود. روش های ایمنی مناسب که در برگه های ایمنی مربوط به کلروفورم موجود است، باید به کار برده شود. مخصوصاً تهویه مناسب، مهم است.

### ۱۴-۲-۳ استاندارد اولیه

استاندارد اولیه ای که در این روش استفاده می شود، سدیم لوریل سولفات است. سه آزمون برای این استاندارد اولیه به شرح ذیل انجام می شود.

### ۱-۱۴-۲-۳ خلوص

یادآوری-۱- این آزمون باید دو بار انجام شود.

۰/۲g ± ۱۰g از استاندارد اولیه را با تقریب ۰/۱ mg وزن کنید و آنرا به یک بالن ته گرد ۲۵۰ ml منتقل کنید.



دقیقاً ۲۵ ml اسید سولفوریک ( بند ۳-۲-۱۲ ) اضافه کنید، استاندارد کردن این اسید لازم نیست. به مدت ۲ h آنرا با استفاده از مبرد آب رفلاکس کنید. در شروع آنرا به آرامی حرارت دهید تا محلول شفاف شود و کف کردن متوقف شود سپس دما را افزایش دهید تا یک رفلاکس شدید انجام گیرد. منبع حرارت را برداشته و بالن را خنک کنید و مبرد را با حدود ۳۰ ml اتانول و سپس ۵۰ ml آب بشویید. محلول های شستشو را به بالن واکنش بیافزایید مبرد را جدا کنید و گردن بالن را با آب بشویید و محلول های شستشو را به بالن واکنش بیافزایید. چند قطره محلول شناساگر فنل فتالئین ( بند ۳-۲-۵ ) به بالن افزوده و محتویات بالن را با سدیم هیدروکساید

( بند ۳-۲-۷ ) تیترا کنید. مقدار شاهد را به وسیله تیتراسیون ۲۵ml اسیدسولفوریک ( بند ۳-۲-۱۲ ) با محلول سدیم هیدروکسید ( بند ۳-۲-۷ ) تعیین کنید. این آزمون می بایست دوبار انجام شود و مقدار میانگین استفاده شود. درصد خلوص استاندارد اولیه را از معادله زیر محاسبه کنید:

$$\text{درصد خلوص} = \frac{[28/84 \times (A-B) \times N]}{m}$$

که در آن

A حجم محلول سدیم هیدروکسید استفاده شده برای تیتراسیون نمونه بر حسب میلی لیتر  
 B حجم محلول سدیم هیدروکسید استفاده شده برای تیتراسیون شاهد بر حسب میلی لیتر  
 N غلظت مولی محلول سدیم هیدروکسید  
 m جرم استاندارد اولیه استفاده شده بر حسب گرم  
 ۳-۲-۱۴-۱-۱ برای بهترین دقت و صحت باید تصحیحات دما و بورت به هنگام تیتراسیون سدیم لوریل سولفات هیدرولیز شده، با سدیم هیدروکسید ( بند ۳-۲-۷ ) انجام شود.

### ۳-۲-۱۴-۲ الکل ها

در استاندارد اولیه سدیم لوریل سولفات موجود به صورت تجاری، مجموع دسیل و تترادسیل الکل سولفات ها بیشتر از ۱٪ وزنی (یادآوری ۲) نمی باشد.

یادآوری ۱- این آزمون باید دوبار انجام شود.

یادآوری ۲ - عبارت وزن به طور موقت، در این استاندارد به دلیل استفاده تجاری، بکار می رود این کلمه هر دو مفهوم نیرو و جرم را در بر می گیرد. واحد SI برای نیرو، نیوتن و برای جرم، کیلوگرم است. حدود ۵ g از سدیم لوریل سولفات را با ۲۵ ml از اسیدسولفوریک ( بند ۳-۲-۱۳ ) در یک بالن ته گرد ۲۵۰ ml مخلوط کنید. آن را با استفاده از مبرد آبی برای حداقل ۲ h رفلاکس کنید. در

ابتدا آن را کم کم گرم کنید تا محلول شفاف شده و کف کردن متوقف شود. محتویات بالن را خنک کنید و آن را با آب به یک کیف جداکننده منتقل کنید. این محلول را با ۱۵۰ ml پترولیوم اتر (بند ۳-۲-۴) استخراج کنید. چهار بار و هر بار با ۲۵ ml از پترولیوم اتر (بند ۳-۲-۴) استخراج کنید. پترولیوم اترها را با هم مخلوط کنید و در یک بشر ۲۵۰ ml بریزید. اجازه دهید تا فاز آبی ته نشین شود، سپس فاز پترولیوم اتر را از میان سدیم سولفات بدون آب، عبور دهید تا آب را خارج کنید. محلول عبوری را در یک بشر ۲۵۰ ml جمع کنید. پترولیوم اتر را بر روی یک حمام بخار تبخیر کنید. توزیع عدد کربنی الکل های موجود را بوسیله کروماتوگرافی گاز - مایع تعیین کنید.

### ۳-۲-۱۴-۳ اسید آزاد یا قلیایی آزاد

**یادآوری ۱** - هنگامی که آزمون بر روی مقادیر زیادی از استاندارد اولیه جدید انجام شود، یک تقریبی از اسیدیته و قلیائیت آن را به ما نشان می دهد. در نتیجه، این آزمون می تواند برای بررسی آبکافت سدیم لوریل سولفات در طول مدت انبارش استفاده شود.

۱ g از سدیم لوریل سولفات را با تقریب ۰/۰۱ g وزن کنید. نمونه را در ۱۵۰ ml از اتانول (خنثی شده در حضور فنل فتالین) حل کنید. به محلول چند قطره شناساگر فنل فتالین (بند ۳-۲-۵) افزوده و آن را با اسید سولفوریک (بند ۳-۲-۱۱) و یا سدیم هیدروکسید (بند ۳-۲-۶) تیترا کنید میلی لیترهای محلول واکنشگر لازم برای برگرداندن محلول به حالت خنثی و هم چنین مول در لیتر تیترا کننده را یادداشت کنید.

### ۳-۲-۱۵-۳ تهیه محلول شناساگر مخلوط

۳-۲-۱۵-۱ دی سولفین بلو

۳-۲-۱۵-۲ دیمیدیوم بروماید

۳-۲-۱۵-۳ اسید سولفوریک ۲/۵ mol/l  $C[H_2SO_4]=$

۳-۲-۱۵-۴ محلول ذخیره شناگر مخلوط

۰/۵ g  $\pm$  ۰/۰۰۵ از دیمیدیوم بروماید را در یک بشر ۵۰ ml وزن کنید  
 ۰/۰۰۵ g  $\pm$  ۰/۲۵ دی سولفین بلو را در یک بشر ۵۰ ml دیگر وزن کنید. ۲۵ ml تا ۳۰ ml از محلول داغ اتانول - آب (V/V) ۱+۱۰ به هر یک از بشرها اضافه کنید. محلول ها را هم بزنید تا رنگ ها حل شوند. سپس هر دو محلول را به یک بالن حجمی ۲۵۰ ml بریزید. هر دو بشر را با محلول ۱+۱۰ اتانول - آب بشوید و محلول های شستشو را به بالن حجمی منتقل کنید. محلول ذخیره را با آب مقطر تا خط نشانه رقیق کنید. این محلول به مدت ۶ ماه قابل نگهداری است.

### ۳-۲-۱۵-۵ محلول شناساگر اسیدی

۲۰۰ ml آب و ۲۰ ml از محلول شناساگر ذخیره مخلوط را به یک بالن حجمی ۵۰۰ ml در سمباده ای بریزید. ۲۰ ml از اسید سولفوریک (بند ۳-۲-۱۵-۳) به آن افزوده و خوب مخلوط کنید. آنرا با آب مقطر تا خط نشانه رقیق کنید. این محلول را در محل تاریک نگهداری کنید.

۳-۲-۱۶ بنزالکونیوم کلراید ۰/۰۰۴ mol/l

۳-۲-۱۶-۱ سدیم هیدروکسید (m/v) ۵۰٪

۱/۸۵ g - ۱/۷۵ g از بنزالکونیوم کلراید را وزن کرده و آنرا در آب مقطر حل کنید. آنرا به یک بالن حجمی یک لیتری درب شیشه ای منتقل کنید. ۰/۴ ml از محلول سدیم هیدروکسید (بند ۳-۲-۱۶-۱) به آن افزوده و آن را با آب مقطر تا خط نشانه رقیق کنید.

**یادآوری ۱** - وزن مولکولی بنزالکونیوم کلراید بعد از ترک یک مولکول آب بوسیله خشک شدن، ۴۴۸ می باشد که ۱/۷۹۲ g از آن برای تهیه یک لیتر از محلول ۰/۰۰۴ mol/l مورد نیاز است. بهتر است به منظور فراهم کردن یک بررسی تقریبی برای استاندارد کردن سدیم لوریل سولفات، مقداری از بنزالکونیوم کلراید در آن ۱۰۵°C خشک شود و محصول خشک شده برای آماده سازی محلول ۰/۰۰۴ mol/l، به دقت وزن شود. برای تهیه محلول های با مقادیر بیشتر از یک لیتر، مقادیر بنزالکونیوم کلراید و سدیم هیدروکسید به تعداد لیترهای مورد نیاز ضرب کنید.

۳-۲-۱۶-۲ استاندارد کردن محلول بنزالکونیوم کلراید

۲۰ ml از محلول سدیم لوریل سولفات (بند ۳-۲-۹) را با پی پت به یک استوانه مدرج ۱۰۰ ml در سمباده ای منتقل کنید. ۱۰ ml آب، ۱۵ ml کلروفرم و ۱۰ ml محلول شناساگر اسیدی (بند ۳-۲-۱۵-۵) به آن بیافزایید. به آرامی مقداری کمتر از مقدار اکی والان از محلول بنزالکونیوم کلراید (بند ۳-۲-۱۶) (حدود ۲۰ ml) اضافه کنید. در آنرا بسته و بمدت ۳۰ ثانیه به شدت تکان دهید. تا شکستن امولسیون و ظاهر شدن دو فاز، ظرف را در حال سکون نگه دارید. در ابتدا لایه پایینی به رنگ صورتی خواهد بود. تیتراسیون را ادامه دهید بعد از هر افزایش تیتراسیون کننده، برای حداقل ۱۵ ثانیه، ظرف را به شدت تکان دهید. در نزدیکی نقطه پایانی، امولسیون تشکیل شده در طی تکان دادن به آسانی شکسته می شود. تیتراسیون را با افزایش قطره قطره تیتراسیون کننده و تکان دادن مابین هر افزایش، تا رسیدن به نقطه پایانی ادامه دهید. نقطه پایانی را به عنوان نقطه ای بپذیرید که رنگ صورتی کاملاً از لایه پایینی (کلروفرم) محو می شود و به یک رنگ آبی خاکستری کم رنگ تبدیل شود. با افزایش های آمین، لایه کلروفرمی آبی رنگ می شود. حجم تیتراسیون کننده افزوده شده را یادداشت کنید.

غلظت محلول بنزالکونیوم کلراید بر حسب مول در لیتر از معادله زیر محاسبه می شود.

$$\text{مولاریته محلول بنزالکونیوم کلراید} = \frac{C \times 20}{V}$$

که در این عبارت

C غلظت مولی محلول سدیم لوریل سولفات بر حسب مول در لیتر

V حجم بنزالکونیوم کلراید مصرفی بر حسب میلی لیتر

### ۳-۳ روش انجام آزمون

۳-۳-۱ مقداری از نمونه را که شامل تقریباً ۴ میلی اکی والان ماده فعال آنیونی است به دقت وزن کنید. جدول یک بعنوان یک راهنما برای وزن نمونه، رقت و حجم نمونه رقیق شده میتواند استفاده شود.

“جدول ۱” - راهنمای وزن نمونه، رقت و حجم نمونه رقیق شده

درصد ماده فعال در نمونه	وزن نمونه (g)	رقت	حجم نمونه (ml)
۰/۱	۲۹	.....	....
۱	۲/۹	....	....
۵	۰/۵۸	....	....
۱۰	۱۴/۴	۱۰۰۰	۲۰
۱۵	۹/۶	۱۰۰۰	۲۰
۲۰	۷/۲	۱۰۰۰	۲۰
۳۰	۴/۸	۱۰۰۰	۲۰
۴۰	۳/۶	۱۰۰۰	۲۰
۵۰	۲/۹	۱۰۰۰	۲۰
۶۰	۲/۴	۱۰۰۰	۲۰
۷۰	۲/۱	۱۰۰۰	۲۰
۸۰	۱/۸	۱۰۰۰	۲۰
۹۰	۱/۶	۱۰۰۰	۲۰
۱۰۰	۱/۴	۱۰۰۰	۲۰

حجم ها بر اساس وزن مولکولی ۳۵۰ برای ماده آنیونی در نظر گرفته شده است.

نمونه را در آب مقطر حل کنید. چند قطره محلول فنل فتالین اضافه کرده و با محلول سدیم هیدروکسید (بند ۳-۲-۷) و یا در صورت نیاز با اسیدسولفوریک (بند ۳-۲-۱۳) تا رسیدن به رنگ صورتی کم رنگ، خنثی کنید. در نمونه های پاک کننده مایع، بهتر است قبل از افزودن آب، برای اجتناب از ژل شدن، ۵ ml الکل اضافه شود. مقادیر را به یک بالن حجمی منتقل کرده و با آب مقطر تا خط نشانه رقیق کنید. با افزودن یک تا دو میلی لیتر از اتانول (بند ۳-۲-۳) قبل از رسیدن به خط نشانه می توان کف تشکیل شده در سطح را از بین برد. ۲۰ ml از محلول را در یک استوانه مدرج در سمباده ای ریخته، ۱۰ ml آب، ۱۵ ml کلروفرم و

۱۰ ml محلول شناساگر اسیدی به آن اضافه کنید. مقدار کمتر از یک اکی والان از بنزالکونیوم کلراید (بند ۳-۲-۱۶) اضافه کنید و برای ۳۰ ثانیه به شدت ظرف را تکان دهید. تا شکستن امولسیون و ظاهر شدن دو فاز استوانه را در حال سکون نگهدارید. لایه پایینی در ابتدا صورتی خواهد بود. تیتراسیون را ادامه دهید و بعد از هر افزایش تیتراژ کننده برای حداقل ۱۵ ثانیه ظرف را به شدت تکان دهید. به هنگام رسیدن به نقطه پایانی، امولسیون تشکیل شده به آسانی شکسته می شود. تیتراسیون را با افزودن قطرات تیتراژ کننده و تکان دادن ما بین هر افزایش ادامه دهید تا به نقطه پایانی برسید. هنگامی که رنگ صورتی کاملاً از لایه کلروفورم محو شده و رنگ آبی خاکستری کم رنگ ایجاد می شود، به عنوان نقطه پایانی در نظر بگیرید. حجم تیتراژ کننده اضافه شده را یادداشت کنید. درصد جزء فعال آنیونی را از معادله زیر محاسبه کنید.

$$\% \text{ وزن جزء آنیونی} = \frac{V \times N \times EW \times D \times 100}{m \times A \times 1000}$$

که در آن

V حجم محلول بنزالکونیوم کلراید (بند ۳-۲-۱۶) بر حسب میلی لیتر؛

N غلظت محلول بنزالکونیوم کلراید بر حسب مول در لیتر ؛

EW اکی والان گرم ماده فعال آنیونی؛

D حجم محلول برداشتی بر حسب میلی لیتر؛

A حجم بالن رقیق سازی بر حسب میلی لیتر؛

m جرم نمونه برداشتی بر حسب گرم.

**یادآوری-** به این نکته می بایست توجه کرد که شرایط استفاده شده برای مشاهده نقطه پایانی باید دقیقاً مشابه شرایط استفاده شده برای استاندارد کردن بنزالکونیوم کلراید (بند ۳-۲-۱۶) باشد.

### ۳-۴ گزارش آزمون

درصد ماده فعال آنیونی را با تقریب ۰/۰۱٪ گزارش کنید.

### ۳-۵ دقت و اریبی

#### ۳-۵-۱ تکرارپذیری (یک آزمایشگر)

انحراف استاندارد نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) بدست آمده توسط یک آزمایشگر در روزهای مختلف با ۴۰ درجه آزادی ۰/۱۴ درصد مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین بدست آمده (با سطح اطمینان ۰/۹۵) بیش از ۰/۴۰ درصد مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد بررسی قرار گیرند.

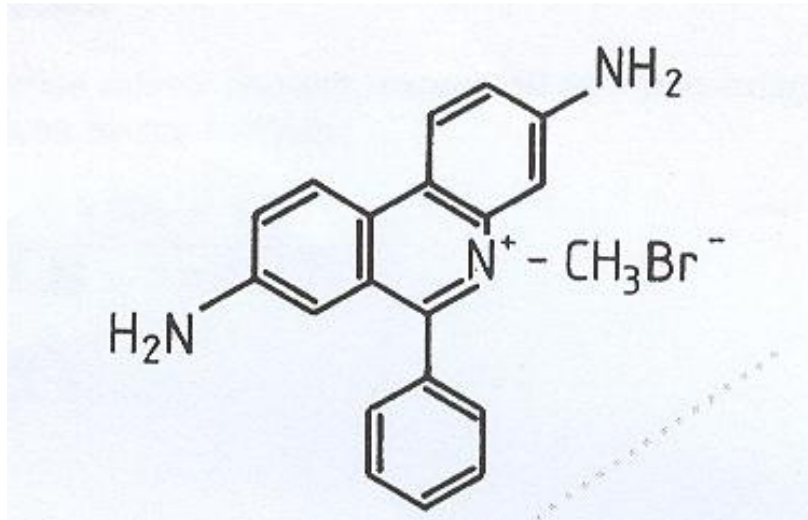
### ۳-۵-۲ تجدیدپذیری (چند آزمایشگاه)

انحراف استاندارد نتایج (هر میانگین آزمونهای تکراری) بدست آمده توسط چند آزمایشگر در آزمایشگاههای متخلف با ۷ درجه آزادی ۰/۲۶ درصد مقدار مطلق تخمین زده می شود. در صورتیکه دو میانگین بدست آمده (با سطح اطمینان ۰/۹۵) بیش از ۰/۸۷ درصد مقدار مطلق با یکدیگر تفاوت داشته باشند باید مورد بررسی بیشتر قرار گیرند.

پیوست اطلاعاتی

فرمول شیمیایی مواد متشکله محلول ذخیره

الف) دیمیدیوم بروماید



ب) دی سولفین بلو

