



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۳۰ - ۳۱۷۸

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

3178-30

1st.Edition

2013

تجزیه شوینده‌های فرموله شده - قسمت
۳-۲۵: اندازه‌گیری مقدار آب و مواد فرار

**Analysis of formulated detergents, Part
3.25: determination of water and volatile
matter content**

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 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 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) 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 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

« تجزیه شوینده‌های فرموله شده - قسمت ۳-۲۵: اندازه‌گیری مقدار آب و مواد فرار »

رئیس:

زرگر، بهروز
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

دانشیار دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امانی، زینب
(لیسانس شیمی)

مدیر کیفی شرکت پارس لیان اروند

بوستانی، صغری
(لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع بهداشتی
ایران

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

حقیقی زاده، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پترو فناوری آسه

دوست علی‌وند، مقداد
(لیسانس شیمی)

کارشناس جهاد دانشگاهی

دوستی خواه، سمیرا
(لیسانس شیمی)

کارشناس

طحان حسین، اعظم
(لیسانس شیمی)

مسئول فنی شرکت زرافشان شیمی

مسئول فنی شرکت تولیدات شیمیایی فخر
خرمشهر

عزیزی فر، هدی
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت خوزستان پژوهش گستر
روبینا

مکوندی، علی
(لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد استان
خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

نقدی، تینا
(فوق لیسانس شیمی)

پیش گفتار

استاندارد " تجزیه شوینده‌های فرموله شده- قسمت ۳-۲۵: اندازه‌گیری مقدار آب و مواد فرار " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیاپژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در یک‌هزار و نود و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۲/۹/۳ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک 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 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

BS 3762-3.25: 2011, Analysis of formulated detergents, quantitative test methods, Part 3.25: Methods for determination of water and volatile matter content

تجزیه شوینده‌های فرموله شده - قسمت ۳-۲۵: اندازه‌گیری مقدار آب و مواد فرار

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار آب و مواد فرار در شوینده‌های فرموله شده است.

یادآوری - آب اندازه‌گیری شده ممکن است شامل آب تبلور باشد.

این استاندارد برای اندازه‌گیری آب در نمونه‌هایی که حاوی ترکیبات فرار امتزاج پذیر با آب برای مثال الکل‌ها با جرم مولکولی پایین نباشند، با استفاده از روش الف کاربرد دارد. این استاندارد برای اندازه‌گیری کاهش جرم در اثر گرمایش در دمای °C ۱۵۰ که نشان دهنده مقدار مواد فرار است، با استفاده از روش ب کاربرد دارد. در صورتی که آب تنها ترکیب فرار موجود در نمونه باشد، نتیجه مقدار آب خواهد بود.

این استاندارد برای اندازه‌گیری آب در مایعات، خمیرها و جامداتی که درحین تیتراسیون محلول یا پراکنش در متانول، کل آب خود را آزاد می‌کنند، با استفاده از روش پ کاربرد دارد. این استاندارد برای نمونه‌های حاوی مقادیر قابل توجهی از عوامل اکسند، کتون‌ها، اسیدها یا بازهای قوی کاربرد ندارد.

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 تجدید نظرهای 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 تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲، درستی (صحت ودقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری (همه قسمت‌ها)

2-2 BS 756, Specification for Dean and Stark apparatus

2-3 BS 2511, Methods for the determination of water (Karl Fischer method)

۳ روش الف: جداسازی از طریق تبخیر و تقطیر^۱

۱-۳ اصول آزمون

آب موجود در آزمون از طریق تقطیر آزنوتروپی با زایلن جدا شده و حجم آب جمع‌آوری شده اندازه‌گیری می‌شود.

۲-۳ مواد و/یا واکنشگرها

درکل آزمون فقط از واکنشگرها با خلوص تجزیه‌ای مشخص و آب درجه ۳ مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۱-۲-۳ زایلن

۲-۲-۳ کلسیم استئارات، بدون آب

یادآوری- مجاز است سدیم استات بدون آب جایگزین کلسیم استئارات بدون آب شود.

۳-۲-۳ محلول دی‌آمونیم سریم (IV) نیترات، g ۲۰ دی‌آمونیم سریم (IV) نیترات را در حدود ml ۶۰ آب حل کنید. ml ۲۵ محلول نیتریک اسید (HNO_3) ۷۰٪ (جرمی/جرمی) را افزوده و تا حجم ml ۱۰۰ رقیق کنید.

یادآوری- در موارد ترجیح داده شده مجاز است این محلول را در مقادیر به تناسب کوچک‌تر تهیه کنید.

۳-۳ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده کنید.

۱-۳-۳ دستگاه دین استارک، مطابق استاندارد BS 756، نوع ۱، دارای بالن تقطیر با ظرفیت ml ۵۰۰ و یک ظرف دریافت کننده ml ۲ (برای جامدات) یا ml ۷/۵ (برای مایعات و خمیرها)

۲-۳-۳ کمک جوش، برای مثال تکه‌های سنگ جوش

۴-۳ روش انجام آزمون

بالن و ظرف دریافت کننده را با استفاده از یک گرم‌خانه یا جریانی از هوای گرم کاملاً خشک کنید. بین g ۷ و g ۲۰ از نمونه را با تقریب g ۰/۰۱ درون بالن وزن کرده و اطمینان حاصل کنید که مقدار آب مورد انتظار از ظرفیت ظرف دریافت کننده بیش‌تر نمی‌شود. ml ۱۰۰ تا ml ۱۵۰ زایلن (بند ۱-۲-۳) به بالن افزوده و g ۱ تا g ۲ کلسیم استئارات بدون آب یا سدیم استات (بند ۲-۲-۳) اضافه کنید. سطح داخلی متراکم کننده را با فشردن یک توپی پنبه جاذب در آن خشک کرده، سپس آن را به ظرف دریافت کننده و بالن متصل کنید. بالن و محتویات آن را با استفاده از یک منتل^۱ گرم‌کن الکتریکی یا حمام روغن حرارت دهید به‌گونه‌ای که محتویات آن بجوشد و بخار متراکم شده با نرخ ۲ قطره تا ۵ قطره در هر ثانیه از متراکم کننده پایین بیاید.

بعد از حداقل ۳۰ دقیقه و هنگامی که زایلین تقطیر شده شفاف بوده و حجم آب در ظرف دریافت کننده دیگر افزایش نیابد، گرمایش را متوقف کرده و بگذارید دستگاه به مدت کافی ساکن بماند تا آب کاملاً جدا شود. در صورتی که قطرات آب به لوله یا متراکم کننده چسبیده، از یک سیم ضخیم بلند یا پاشش زایلین برای خارج کردن قطرات آب و ترکیب آنها با آب درون ظرف دریافت کننده استفاده کنید. حجم آب جمع‌آوری شده را بخوانید.

یادآوری- برای آزمون حضور الکل‌های فرار، لایه آب یا قسمتی از آن را به لوله آزمون کوچکی منتقل کرده و مقدار مشابهی از آب مقطر یا آب با خلوص معادل را درون لوله دیگری برای مقایسه قرار دهید. حجم یکسانی از محلول دی‌آمونیم سربیم (IV) نیترات (بند ۳-۲-۳) را به هر کدام افزوده و مخلوط کنید. رنگ نارنجی در لوله نمونه هنگام مقایسه با رنگ زرد شاهد نشان می‌دهد که الکل حضور داشته و روش الف غیر قابل کاربرد است.

۳-۵ بیان نتایج

مقدار آب را بر حسب درصد جرمی از رابطه ۱ محاسبه کنید:

$$\frac{V \times 100}{m} \quad (1)$$

که در آن:

V حجم آب جمع‌آوری شده در ظرف دریافت کننده بر حسب میلی‌لیتر؛
 m جرم آزمون بر حسب گرم.

یادآوری- فرض کنید که چگالی آب در دمایی که حجم قرائت می‌شود دقیقاً برابر با ۱ g/ml است.

۳-۶ دقت

داده‌های دقت موجود نیستند.

۴ روش ب: خشک کردن در گرم‌خانه

۴-۱ اصول آزمون

کاهش جرم در اثر گرمایش به مدت دو ساعت در دمای 150°C اندازه‌گیری می‌شود.

۴-۲ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده کنید.

۴-۲-۱ دیش^۱ یا بشر، شیشه‌ای یا چینی با ظرفیت حداکثر ۱۰۰ ml

۴-۲-۲ گرم‌خانه، دارای تهویه با قابلیت کنترل در دمای $(150 \pm 5)^{\circ}\text{C}$

۳-۴ روش انجام آزمون

اطمینان حاصل کنید که دیش یا بشر (بند ۴-۲-۱) خشک باشد، سپس آن را با تقریب 0.001 g وزن کنید.

یادآوری ۱- ممکن است کمی شن خشک و درشت یا مواد پایدار دیگری برای تسریع عملیات خشک کردن بعدی در دیش یا بشر وجود داشته باشد.

2 g تا 3 g نمونه را افزوده و دوباره با تقریب 0.001 g وزن کنید. دیش یا بشر را به مدت دو ساعت در گرم‌خانه (بند ۴-۲-۲) در دمای $(150 \pm 5)^\circ\text{C}$ قرار دهید.

یادآوری ۲- در صورت تمایل می‌توان تا زمان تبخیر اکثر آب، دیش یا بشر را ابتدا روی یک حمام بخار تحت جریانی از هوا گرم کرد.

بگذارید دیش یا بشر و محتویات آن در یک دسیکاتور خنک شده و سپس با تقریب 0.001 g دوباره وزن کنید.

۴-۴ بیان نتایج

کاهش جرم در اثر گرمایش در دمای 150°C را برحسب درصد جرمی از رابطه ۲ محاسبه کنید:

$$\frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (2)$$

که در آن:

m_1 جرم دیش یا بشر خالی برحسب گرم؛

m_2 جرم دیش یا بشر و نمونه برحسب گرم؛

m_3 جرم دیش یا بشر و محتویات خشک شده برحسب گرم.

یادآوری - در صورتی که آب تنها ترکیب فرار موجود باشد، نتیجه به‌عنوان "مقدار آب" بیان می‌شود.

۴-۵ دقت

براساس مطالعات درون آزمایشگاهی مقادیر ارایه شده در جدول ۱ برای شوینده‌های مایع حاصل شده است (استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲ را ببینید).

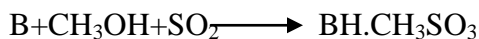
جدول ۱- نتایج تکرارپذیری درون آزمایشگاهی

تکرارپذیری	مقدار آب
0.3% مطلق	کم‌تر از 30%
1% نسبی	حداقل 30%

۵ روش پ: کارل فیشر

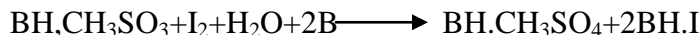
۵-۱ اصول آزمون

پراکنش یا محلولی از شوینده برای تعیین نقطه پایانی با واکنشگر کارل فیشر به روش الکترومتری تیتراژ می‌شود. واکنشگر کارل فیشر محلولی حاوی متوسولفیت، که از قبل با اختلاط ترکیبات زیر حاصل شده و ید است.



(B یک باز و معمولاً پیریدین است)

یون متوسولفیت در حضور آب به متوسولفات اکسید شده، واکنش در حضور عامل بافری مناسب برای مثال پیریدین و ۱-اتیل پی پیریدین، کمی خواهد بود.



در نقطه پایانی، مقدار اضافی ناچیزی از ید جفت الکتروود قرار گرفته در محلول را دیپلاریزه کرده و امکان جریان یافتن شدت جریان و حرکت سوزن گالوانومتر یا آشکارساز دیگری را فراهم می‌کند.

۲-۵ مواد و/یا واکنشگرها

در کل آزمون برای تعیین آب با واکنشگر کارل فیشر باید از واکنشگرها با خلوص مشخص استفاده کنید.

۱-۲-۵ واکنشگر کارل فیشر، با غلظتی که ۱ ml آن هم ارز با حدود ۵ mg آب باشد.

یادآوری- واکنشگرهای کارل فیشر مختلفی، بعضی که عاری از پیریدین هستند، به‌طور تجاری در دسترس بوده و استفاده از آنها مجاز است. به‌طور جایگزین می‌توان از واکنشگر کارل فیشر تهیه شده مطابق استاندارد BS 2511 استفاده کرد.

۲-۲-۵ متانول، مقدار آب حداکثر ۰/۰۲٪ (جرمی/جرمی)

یادآوری- متانول به‌ویژه متانول خشک شده برای استفاده با واکنشگر کارل فیشر به‌طور تجاری در دسترس است.

۳-۲-۵ حلال نمونه برای واکنشگر کارل فیشر عاری از پیریدین، به‌صورت پیشنهاد شده توسط تامین کننده واکنشگر کارل فیشر عاری از پیریدین

۴-۲-۵ آب، آب درجه ۳ مطابق الزامات استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸

۳-۵ وسایل

از وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر استفاده کنید.

۱-۳-۵ دستگاه کارل فیشر دستی یا نیمه خودکار، شامل یک بورت با ظرفیت ۱۰ ml تا ۵۰ ml، یک مخزن واکنشگر کارل فیشر، یک ظرف تیتراسیون، یک هم‌زن و یک مدار الکتریکی برای تشخیص نقطه پایانی. ظرف تیتراسیون باید دارای یک ورودی جانبی درپوش‌دار برای ورود نمونه‌ها و یک شیر برای تخلیه باشد. دستگاه باید برای جلوگیری از ورود رطوبت جو، مجهز به درزبندی‌ها و لوله‌های محافظ از جنس خشکاننده باشد.

۲-۳-۵ سرنگ، یا پی‌پت با ظرفیت حداقل ۰/۲۵ ml

۳-۳-۵ لوله، یا ظرف دیگری برای توزین یک نمونه جامد و امکان انتقال آسان به ظرف تیتراسیون

۴-۵ استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر

۱-۴-۵ واکنشگر کارل فیشر را روزانه قبل از استفاده استاندارد کنید. برای سیستم تیرانت/ حلال حاوی پیریدین و سیستم تیرانت/ حلال عاری از پیریدین از روش استاندارد سازی یکسانی استفاده کنید.

۲-۴-۵ مقدار کافی از حلال مناسب (بند ۲-۲-۵ یا ۳-۲-۵) که روی الکترودها را بپوشاند را به ظرف تیتراسیون تمیز و خشک اضافه کنید.

یادآوری- حجم حلال به اندازه ظرف تیتراسیون بستگی دارد.

کل منافذ ظرف را درزبندی کرده، هم‌زن مغناطیسی را روشن کرده و برای هم‌زدن آرام تنظیم کنید. مدار تشخیص را روشن کرده و تا زمان رسیدن به نقطه پایانی، واکنشگر کارل فیشر (بند ۱-۲-۵) را از بورت اضافه کنید. برای حذف هرگونه آب از دیواره‌های داخلی ظرف، محتویات ظرف تیتراسیون را بچرخانید. در صورت لزوم، مایع اضافی را تخلیه کنید. در صورت نیاز تا زمان رسیدن به یک نقطه پایانی ثابت و تثبیت به مدت حداقل ۳۰ ثانیه، اکثر واکنشگر کارل فیشر را با دقت اضافه کنید.

۳-۴-۵ مقداری آب (بند ۴-۲-۵) هم ارز با حدود نیمی از محتویات بورت واکنشگر کارل فیشر را درون سرنگ یا پی‌پت (بند ۲-۳-۵) قرار داده و وزن کنید. محتویات سرنگ یا پی‌پت را به حلال نمونه در ظرف تیتراسیون که در نقطه پایانی تنظیم شده، اضافه کنید. ظرف را بلافاصله درزبندی کرده، سپس سرنگ یا پی‌پت را دوباره وزن کنید. تا زمان رسیدن به یک نقطه پایانی ثابت و تثبیت به مدت حداقل ۳۰ ثانیه، با واکنشگر کارل فیشر تیترا کنید. حجم تیرانت مورد نیاز برای رسیدن به نقطه پایانی را با تقریب ۰٫۰۱ ml ثبت کنید.

۴-۴-۵ آب هم ارز با واکنشگر کارل فیشر را با استفاده از رابطه ۳ محاسبه کنید:

$$F = \frac{M}{T} \quad (3)$$

که در آن:

F آب هم ارز با واکنشگر کارل فیشر برحسب میلی‌گرم بر میلی‌لیتر؛

M جرم آب اضافه شده برحسب میلی‌گرم؛

T حجم واکنشگر مورد نیاز برای تیتراسیون آب اضافه شده برحسب میلی‌لیتر.

۵-۴-۵ مقدار کافی از محتویات ظرف تیتراسیون که کاملاً روی الکترودها را بپوشاند را تخلیه کرده، سپس عملیات بندهای ۳-۴-۵ و ۴-۴-۵ را تکرار کنید.

۶-۴-۵ در صورتی که دو مقدار F بیش از ۲٪ مقدار میانگین خود اختلاف داشته باشند، محتویات ظرف تیتراسیون را دور ریخته و مراحل ۲-۴-۵ تا ۵-۴-۵ را تکرار کنید.

یادآوری- در صورت وجود مشکل در حصول نتایج در محدوده ۲٪، این احتمال وجود دارد که واکنشگر کارل فیشر یا حلال تخریب شده باشند و توصیه می‌شود از منابع تازه استفاده کنید.

هنگامی که دو مقدار F حاصل در محدوده ۲٪ مطابقت داشته باشند، میانگین را به‌عنوان F_2 ثبت کنید.

۵-۵ اندازه‌گیری

۵-۵-۱ حلال را به ظرف تیتراسیون اضافه کرده و مطابق بند ۵-۴-۲ تا نقطه پایانی تنظیم کنید.

یادآوری - در صورتی که تیتراسیون قبلی برای استانداردسازی یا تجزیه یک شوینده مایع باشد و از حد نقطه پایانی خارج نشود، این امر مناسب است که تازمانی که الکترودها کمی با مایع پوشانده شده باشند، مایع اضافی را خارج کنید.

۵-۵-۲ با استفاده از نمونه مورد تجزیه مطابق بند ۵-۴-۳ عمل کنید و مقدار کافی برای حصول تیتراسیونی بین ۳۰٪ و ۱۵۰٪ حجم استفاده شده در استانداردسازی بردارید. در مورد یک نمونه جامد از لوله (بند ۵-۳-۳) به جای سرنگ یا پی‌پت (بند ۵-۳-۲) استفاده کنید.

۶-۵ بیان نتایج

مقدار آب را برحسب درصد جرمی از رابطه ۴ محاسبه کنید:

$$\frac{T \times F_2}{m \times 10} \quad (4)$$

که در آن:

T حجم تیتراسیون حاصل از بند ۵-۵ برحسب میلی‌لیتر.

F_2 میانگین آب هم‌ارز با واکنشگر کارل فیشر برحسب میلی‌گرم بر میلی‌لیتر؛

m جرم نمونه برحسب گرم.

۷-۵ دقت

داده‌های دقت موجود نیستند.

۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۶-۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی ایران؛

۶-۲ روش استفاده شده یعنی روش الف، ب یا پ؛

۶-۳ نتایج بیان شده مطابق بندهای ۳-۵، ۴-۴ یا ۵-۶؛

۶-۴ جزئیات کامل برای شناسایی کامل نمونه؛

۶-۵ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛

۶-۶ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۶-۷ تاریخ انجام آزمون؛

نام و امضای آزمون‌گر. ۸-۶