

شماره استاندارد ایران

3178-6



روش اندازه گیری مقدار کل پنتواکسید فسفر

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تنها سازمانی است در ایران که بر طبق قانون میتواند استاندارد رسمی فرآوردهها را تعیین و تدوین و اجرای آنها را با کسب موافقت شور ابعالی استاندارد اجباری اعلام نماید. وظایف و هدفهای موسسه عبارتست از: (تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی - انجام تحقیقات بمنظور تدوین استانداردها بالا بردن کیفیت کالاهای داخلی، کمک به بهبود روشهای تولید و افزایش کارایی صنایع در جهت خودکفایی کشور - ترویج استانداردهای ملی - نظارت بر اجرای استانداردهای اجباری - کنترل کیفی کالاهای صادراتی مشمول استاندارد اجباری و جلوگیری از صدور کالاهای نامرغوب به منظور فراهم نمودن امکانات رقابت با کالاهای مشابه خارجی و حفظ بازارهای بین المللی کنترل کیفی کالاهای وارداتی مشمول استاندارد اجباری به منظور حمایت از مصرف کنندگان و تولیدکنندگان داخلی و جلوگیری از ورود کالاهای نامرغوب خارجی راهمناهی علمی و فنی تولیدکنندگان، توزیع کنندگان و مصرف کنندگان - مطالعه و تحقیق درباره روشهای تولید، نگهداری، بسته بندی و ترابری کالاهای مختلف - ترویج سیستم متریک و کالیبراسیون وسایل سنجش - آزمایش و تطبیق نمونه کالاها با استانداردهای مربوطه، اعلام مشخصات و اظهار نظر مقایسه‌ای و صدور گواهینامه‌های لازم) .

موسسه استاندارد از اعضاء سازمان بین المللی استاندارد می باشد و لذا در اجرای وظایف خود هم از آخرین پیشرفتهای علمی و فنی و صنعتی جهان استفاده می نماید و هم شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور را مورد توجه قرار می دهد.

اجرای استانداردهای ملی ایران به نفع تمام مردم و اقتصاد کشور است و باعث افزایش صادرات و فروش داخلی و تأمین ایمنی و بهداشت مصرف کنندگان و صرفه جویی در وقت و هزینه ها و در نتیجه موجب افزایش درآمد ملی و رفاه عمومی و کاهش قیمتها می شود.

کمیسیون استاندارد زایندهها

رئیس	دکترای داروسازی	شرکت باک وش
عقیق محمد		
اعضاء		
ایرانی ناخر	مهندس شیمی	شرکت بین المللی محصولات پارس
امیر خانیور -ملین	فوق لیسانس شیمی	شرکت پاکسان
تریت، عبدالله	مهندس شیمی	شرکت پاکام
رابگان زهرا	لیسانس شیمی	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
عراقی - طرا	دکتر داروساز	مرکز بررسی علمی شرکت داروخش
ملک زاده دهلستانی -محمد طلی	دکتر داروساز	اداره کل آزمایشگاهها و زارت بهداشت و درمان و آموزش پزشکی
نکویی - حسن	مهندسی شیمی	شرکت تولیدیس
دبیر		
محمودی امین - زهرا	لیسانس شیمی	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فهرست مطالب

- [روشهای آزمون زایندهها - روش اندازه گیری](#)
- [هدف و دامنه کاربرد](#)
- [اساس](#)
- [مواد شیمیایی مورد نیاز](#)
- [وسایل مورد نیاز](#)
- [نمونه برداری](#)
- [روش کار](#)
- [بیان نتایج](#)
- [گزارش آزمون](#)

بنیسه تعالی

پیشگفتار

استاندارد روش اندازه گیری مقدار کل پنتواکسید فسفر که بوسیله کمیسیون فنی شیمیایی تهیه و تدوین شده و در نود و چهارمین کمیته ملی شیمیایی مورخ 71/11/6 مورد تأیید قرار گرفته، اینک بااستناد ماده یک قانون مواد الحاقی به قانون تأسیس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب آذر ماه 1349 بعنوان استاندارد رسمی ایران منتشر میگردد.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع و علوم، استانداردهای ایران را در مواقع لزوم مورد تجدید نظر قرار خواهند گرفت و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها برسد، در تجدید نظر بعدی مورد توجه بنابرین برای مراجعه به استاندارد های ایران باید همواره از آخرین چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه حتی المقدور بین این استاندارد و استانداردهای کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

لذا با بررسی امکانات و مهارتهای موجود و اجرای آزمایشهای لازم این استاندارد با استفاده از منبع زیر تهیه گردیده است:

British Standard 3762 - Section 3.19 1988

روشهای آزمون زایندهها - روش اندازه گیری

مقدار کل پنتواکسید فسفر

1- هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد بیان روش تعیین وزنی اندازه گیری کل پنتواکسید فسفر در زایندهها می باشد.

2- اساس

پلی فسفاتها توسط نیتريك اسید هیدرولیز شده و بصورت کیتولین فسفو مولیدات در محلول استون رسوب میشوند. سپس رسوب خشک و وزن میگردد.

3- مواد شیمیایی مورد نیاز

در طول آزمون باید از مواد شیمیایی خالص و از آب مقطر مطابق استاندارد ملی ایران شماره 1728 استفاده شود.

1-3- نیتريك اسید با چگالی حدود 1/40 گرم در میلی لیتر، تقریباً 68 درصد (وزنی) یا تقریباً محلول 14 نرمال

2-3- محلول سیترومولیدیک

1-2-3- 70 گرم از سدیم مولیدات با 2 مولکول آب $Na_2O \cdot 2H_4Mo_2O_{10}$ (را در یک بشر 400 میلی لیتری در 150 میلی لیتر آب حل کنید.

2-2-3- 60 گرم از سیتريك اسید با یک مولکول آب $O_2 \cdot H_7O_8H_6$ (را در یک بشر 1000 میلی لیتر آب حل کرده و 85 میلی لیتر محلول نیتريك اسید به آن بیفزایید.

3-2-3- محلول بند (1-2-3) را به بند (2-2-3) در حالیکه هم میزنید اضافه کنید.

4-2-3- 100 میلی لیتر آب در یک بشر 400 میلی لیتری ریخته و به آن 35 میلی لیتر محلول نیتريك اسید بند (1-3) را اضافه کرده و سپس 5 میلی لیتر از کیتولین خالص بیفزایید.

5-2-3- محلول بند (4-2-3) را به محلول بند (3-2-3) در حالیکه هم می زنید وارد کرده و بگذارید یک شب بماند. بدون آنکه با آب آنرا بشویند¹ کل محلول را از صافی گچ بند (4-6) در یک بالن ژوژه 1000 میلی لیتری بند (2-5) صاف کنید.

6-2-3- به محلول بند (3-5-2) 280 میلی لیتر استون اضافه کرده و تا خط نشانه با آب به حجم رسانده و مخلوط کنید.

4- وسایل مورد نیاز

وسایل معمولی آزمایشگاهی و

- 1-4- بشر های پلی اتیلنی با ظرفیت 400 ، 600 ، 1000 ، 2000 میلی لیتری در صورتیکه اندازه گیری سیلیکات هم مورد نظر باشد به منظور ممانعت از تماس محلول اصلی با شیشه استفاده از بشر های پلی اتیلنی بهتر است.
- 2-4- بالن ژوژه با یک خط نشانه به ظرفیت 1000 میلی لیتر
- 3-4- بالن ژوژه با یک خط نشانه به ظرفیت 100 میلی لیتر
- 4-4- پی پنهایی با یک خط نشانه به ظرفیت های 5 و 10 و 20 و 25 و 50 میلی لیتری
- 5-4- ارلن صافی 500 میلی لیتری
- 6-4- صافی گوج دارای صفحه شیشه ای متخلخل (P16) (درجه تخلخل بین 10 تا 16 میلی میکرون). لازمست قبل از استفاده صافیها را بمدت یک ساعت در گر مخانه بند (7-4) که حرارت آن بین 20±260 درجه سلسیوس کنترل میشود خشک کرده و در دسکتور سرد نمائید.
- 7-4- گر مخانه - قابل کنترل در دمای 20±260 درجه سلسیوس
- 8-4- همزن مکانیکی

5- نمونه برداری

نمونه آزمایشگاهی از پودر شوینده باید طبق استاندارد ملی ایران شماره 3095 تهیه و ذخیره شده باشد.

6- روش کار

- 1-6- آزمون - با دقت 0.01 گرم حدود 10 گرم از نمونه آزمایشگاهی را وزن کنید.
- 2-6- اندازه گیری - آزمون بند (1-6) را در بشر 2000 میلی لیتری بند (1-4) منتقل کنید و بالن ژوژه بند (2-4) را تا خط نشانه با آب مقطر 35 تا 40 درجه سلسیوس پر کرده و بطور کامل به آزمون اضافه کرده دقت کنید تا محتویات بالن ژوژه تا آخرین قطر هیا وارد بشر شود با همزن بند (8-4) بمدت 3 دقیقه محلول را بتندت هم بزینید تا آزمون صر فظفر از مقادیر جزئی و ناچیز سیلیکات نامحلول و غیره کاملاً حل شود (محلول I₁)
- 25 میلی لیتر از محلول آزمون (I₁) را توسط پی پت 25 میلی لیتری بند (4-4) به بالن ژوژه 100 میلی لیتری بند (3-4) منتقل کرده و تا خط نشانه با آب به حجم برسانید (محلول 2L)
- توسط پی پنهایی بند (4-4) حجمی از محلول I₂ که حدود 5 تا 20 میلی گرم از بنتواکسید دارد (بعنوان مثال 20 میلی لیتر برای پودر های شوینده که دارای 20 درصد وزنی بنتواکسید فسفر هستند) بردارید.
- این محلول را به یک بشر بند 600 میلی لیتری منتقل کرده و به آن 15 میلی لیتر از محلول نیتریک اسید بند (1-3) اضافه کنید و تا 100 میلی لیتر رقیق کنید. بشر را با یک شیشه ساعت بیوشانید و به آرامی بجوشانید. جوشاندن را بمدت 30 دقیقه ادامه دهید.
- در صورت لزوم، محلول را بمنظور حذف هر نوع سیلیس که ممکنست را سبب شوند صاف کنید و صافی را با حجمی از آب مطابق با حجم تبخیر شده در طول نیدرولیز بشویند.
- بشر شامل محلول گرم را در داخل هود قرار دهید. 50 میلی لیتر محلول سیترومولیبدیک بند (2-3) را بدون همزدن اضافه کنید. آنرا با یک شیشه ساعت بیوشانید و بسرعت حرارت را با یک وسیله مناسب (غیر از شعله) تا رسیدن به دمای 75 درجه سلسیوس که باید در زمان بین 10 تا 15 دقیقه به این دما برسد حرارت دهید. در حرارت 75 درجه سلسیوس نباید بیش از 30 ثانیه بماند.
- بشر را از روی منبع حرارتی بردارید و بگذارید تا دمایی محیط خنک شود. در طول خنک شدن 3 تا 4 بار هم بزیند و بگذارید تا رسوبهای تشکیل شده ته نشین شود.
- صافی گوج بند (6-4) را که قبلاً وزن شده به بالن صافی بند (5-4) توسط رابط خلاء متصل کنید.
- محلول جدا شده را به صافی منتقل کنید. تا حد امکان رسوب در داخل بشر باقی بماند. رسوب را بشوید و هر بار با استفاده از 30 میلی لیتر آب بشویند و مانند روش قبل عمل کنید، سپس رسوب را با دقت به کروزه با کمک آب فشان منتقل نمائید. بمنظور انجام این عمل، بشر را 4 بار با آب بشویند و هر بخش از شستشو را به صافی وارد کرده و تا حد خشک برسانید. صافی گوج بند (6-4) که داری رسوب میباشد در گر مخانه بند (7-4) که حرارت آن بین 20±260 درجه سلسیوس است بگذارید و بمدت یک ساعت حرارت دهید سپس آنرا از گر مخانه بردارید و در دسکتور سرد کرده وزن کنید.
- عمل حرارت دادن و سرد کردن را آنگذر تکرار کنید تا اختلاف دو وزن متوالی بدست آمده بیش از 0.001 گرم نباشد.
- یادآوری - بهتر است که مدت زمان گذاشتن رسوب در دسکتور قبل از هر توزین بکناخت باشد.
- 3-6- آزمون شاهد
- همزمان با اندازه گیری نمونه آزمون شاهد با همان روش بکار رفته با همان مقادیر از مواد شیمیایی با حذف آزمون انجام دهید. وزن رسوب نباید بیش از 1/5 میلی گرم باشد. در صورت اضافه بودن، مواد شیمیایی بکار رفته را تجدید کنید.

7- بیان نتایج

- 1-7- روش محاسبه کل بنتواکسید فسفر در پودر های شوینده بر حسب درصد وزنی از رابطه زیر حساب میشود.

$$\frac{(m_1 - m_2) \times 0.03207 \times 1000 \times 100 \times 100}{V \times 25 \times m_0} = \frac{(m_1 - m_2) \times 12828}{V \times m_0}$$

در این رابطه

m₀ = وزن آزمون بر حسب گرم

m₁ = وزن رسوب کینولین مولیبدات بدست آمده در بند (2-6) بر حسب گرم

m₂ = وزن رسوب بدست آمده برای آزمون شاهد در بند (2-7) بر حسب گرم

V = حجم محول I₂ بکار رفته در اندازه گیری بر حسب میلی لیتر

0/03207 = وزن بنتواکسید فسفر مطابق با یک گرم از کینولین فسفو مولیبدات [(C₉H₇N)₃H₃(PO₄ · 12MO₃)]

- 2-7- تکرار پذیری: حداکثر اختلاف بدست آمده در 2 روش اندازه گیری که سرعاً بر روی نمونه مشابه توسط یک آزمایشگر و با وسایل یکسان آزمایشگاهی انجام گرفته است، برای محتوی 18 تا 30 درصد بنتواکسید فسفر نباید بیش از 0/5 درصد وزنی باشد.
- 3-7- تجدید پذیری - اختلاف بین نتایج بدست آمده در نمونه یکسان در 2 آزمایشگاه مختلف نباید در محتوی 18 تا 30 درصد وزنی بنتواکسید فسفر بیش از 1/1 درصد باشد.

8- گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد :

- 1-8- هویت کامل نمونه
- 2-8- مآخذ بکار رفته
- 3-8- نتایج و روش بکار گرفته شده
- 4-8- شرایط آزمون
- 5-8- تاریخ آزمون

1-در صورت لزوم قسمت صاف شده اولیه باید از کروزه صافی مجدداً عبور داده شود تا یک محلول صاف شده شفاف بدست آید.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

3178-6



Analysis of Formulated detergents Method for determination of total Phosphorus(V) Oxide Content