



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization  
Organization



استاندارد ملی ایران

۳۵۱۳

تجدیدنظر اول

۱۳۹۶

INSO

3513

1st Revision

2018

آلکیل بنزن سولفونیک اسید نوع  
خطی - ویژگی ها و روش های آزمون

Linear alkylbenzenesulfonic acid-  
Specifications and test methods

ICS: 71.100.40

استاندارد ملی ایران شماره ۳۵۱۳ (تجدیدنظر اول): سال ۱۳۹۶

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.gov.ir](mailto:standard@isiri.gov.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: [standard@isiri.gov.ir](mailto:standard@isiri.gov.ir)

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بندیک 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.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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 غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های 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.

پیش‌نویس استانداردهائی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهای ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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 ملی 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 کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. 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 زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه 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، 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 Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« آلیکل بنزن سولفونیک اسید نوع خطی - ویژگی ها و روش های آزمون »

(تجدید نظر اول)

رئیس:

کمپانی سعید، عارفه  
(دکترای شیمی)

سمت و/یا محل اشتغال:

انجمن صنایع شوینده بهداشتی آرایشی

دبیر:

رایگان، زهرا  
(کارشناسی شیمی)

کارشناس استاندارد

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اعظمی، هادی  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

شرکت پتروشیمی بیستون

احسانی گرگری، باقر  
(کارشناسی ارشد شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

اسداله زاده، ندا  
(کارشناسی ارشد شیمی)

انجمن صنایع شوینده، بهداشتی و آرایشی

بردبار، حسین  
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت پاکسان

جمالی، مهدی  
(کارشناسی مهندسی شیمی)

شرکت پاکسان

خالقی وند، ناهید  
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت صحت

زینال زاده، افسانه  
(کارشناسی شیمی)

شرکت داروگر

زمانی، فرشید

شرکت محب روپاکیمیا

(کارشناسی مهندسی شیمی)

دلیرج، عباس  
(کارشناسی علوم تغذیه)  
آزمایشگاه های کنترل غذا و دارو-وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

سمیعی، اعظم  
(کارشناسی ارشد شیمی)  
آزمایشگاه مهد تاژ

شهرستانی، مرتضی  
(دکترای شیمی تجزیه)  
آزمایشگاه های کنترل غذا و دارو-وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

عابدینی، محمدفاضل  
(کارشناسی ارشد شیمی)  
شرکت پاکنام

علائی، طیبه  
(کارشناسی شیمی)  
شرکت فارکو هنکل

مسکوفیان، روبرت  
(کارشناسی مهندسی شیمی)  
شرکت صنایع شیمی و پتروشیمی ایران

موسوی نژاد، مریم السادات  
( کارشناسی ارشد مهندسی علوم و صنایع غذایی)  
سازمان غذا و دارو- اداره کل نظارت بر فرآورده های آرایشی و بهداشتی -وزارت بهداشت، درمان و آموزش پزشکی

موحدی، مجتبی  
(کارشناسی شیمی)  
شرکت پاکشو

مومن پور، فرزاد  
(کارشناسی شیمی)  
شرکت پاکشو

نادری نیک، عباس  
(کارشناسی ارشد شیمی)  
شرکت سرمایه گذاری صنایع شیمیائی ایران

### ویراستار:

مصطفوی، بیتا  
(کارشناسی ارشد شیمی)  
سازمان ملی استاندارد

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ ویژگی‌ها
۴	۵ نمونه برداری
۴	۶ روش‌های آزمون
۱۳	۸ نشانه گذاری
۱۴	پیوست الف ( الزامی ) ویژگی و روش آزمون جرم مولکولی آلکیل بنزن حاصل از دی سولفوناسیون

## پیش‌گفتار

استاندارد «آکیل بنزن سولفونیک اسید نوع خطی-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۷۳ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک هزار و شش صد و چهل و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی مورخ ۱۳۹۶/۱۲/۱۴ تصویب شد. اینک این استاندارد 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 می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند 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 ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۳۵۱۳ : سال ۱۳۷۳ می‌شود.

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

**SANS 1170:2010, Linear alkyl benzenesulphonic acid**

## آلکیل بنزن سولفونیک اسید نوع خطی - ویژگی ها و روش های آزمون

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین ویژگی ها، روش های آزمون، بسته بندی و نشانه گذاری آلکیل بنزن سولفونیک اسید نوع خطی می باشد.

### ۲ مراجع الزامی<sup>۱</sup>

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۰۵ : سال ۱۳۸۸، آلکیل بنزن خطی - ویژگی ها

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ : سال ۱۳۸۱، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی ها

۳-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ : سال ۱۳۷۴، روش های تقسیم بندی نمونه در پاک کننده ها و مواد موثر سطحی

۴-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۳-۳۱۷۸ : سال ۱۳۸۸، مواد فعال در سطح - اندازه گیری مواد آنیونی سنتزی با تیتراسیون با کاتیونی - روش آزمون

۵-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۳ : سال ۱۳۹۱، مواد فعال سطحی و پاک کننده ها - اندازه گیری مقداراب - روش های کارل فیشر



### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

#### ۱-۳ قابل قبول

#### Acceptable

مقدار قابل پذیرش برای ناظر بر اجرای این استاندارد یا طرفین است.

#### ۲-۳ معیوب

#### defective

سولفونیک اسیدی که در یک و یا بیش از یک ویژگی و یا نوع بسته بندی آن مردود باشد.

#### ۳-۳ بهر

#### lot

مقداری از سولفونیک اسید از یک نوع و رنگ که در یک روز در تانک ها یا تانکرها از یک تولید کننده تهیه شده است و در یک زمان برای بازرسی و آزمون ارسال شود.

#### ۴-۳ سولفونیک اسید

منظور از سولفونیک اسید در متن این استاندارد، الکیل بنزن سولفونیک اسید نوع خطی می باشد.

#### ۴ ویژگی ها

#### ۱-۴ ویژگی های عمومی

سولفونیک اسید باید به صورت مایع همگن عاری از ذرات معلق و به رنگ قهوه ای روشن باشد.

#### ۲-۴ نوع

سولفونیک اسید بنا به درخواست خریدار بر اساس جرم مولکولی به ۲ نوع طبقه بندی می گردد. ( طبق پیوست الف-۱ )

۴-۲-۱ نوع یک : سولفونیک اسید سبک ؛ از آلکیل بنزن خطی با جرم مولکولی کم تولید می شود.

۴-۲-۲ نوع دو : سولفونیک اسید سنگین ؛ از آلکیل بنزن خطی با جرم مولکولی زیاد تولید می شود.

یادآوری - نوع یک در صنعت شوینده کاربرد دارد.

### ۴-۳ ویژگی های شیمیائی

ویژگی های سولفونیک اسید باید طبق جدول ۱ باشد. جرم مولکولی آلکیل بنزن بدست آمده از دی سولفوناسیون سولفونیک اسید طبق جدول الف-۱ می باشد.

یادآوری - ویژگی های الکیل بنزن مورد استفاده در تولید سولفونیک اسید نوع یک طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۲۰۵ می باشد.

### ۴-۴ طول عمر<sup>۱</sup> انبارش

چنانچه سولفونیک اسید در شرایط مناسب به مدت ۳ ماه در ظروف بسته بندی اولیه نگهداری شده باشد، ویژگی های آن باید با جدول شماره ۱ مطابقت داشته باشد و پس از آن مدت رنگ نوع یک آن نباید بیش از ۹۰ و نوع دو بیش از ۱۲۰ کلت باشد.

جدول ۱- ویژگی های شیمیائی سولفونیک اسید

روش آزمون مطابق بند	حدود قابل قبول		ویژگی ها	ردیف
	نوع دو	نوع یک		
۱-۶	۹۰	۷۰	رنگ بر حسب کلت، حداکثر	۱
۲-۶	۱	۱	میزان آب- درصد جرمی، حداکثر	۲
۳-۶	۱٫۸	۱٫۸	میزان اسید آزاد (بر حسب $H_2SO_4$ ) - درصد جرمی، حداکثر	۳
۵-۶	۲	۲	میزان مواد آلی غیر پاک کننده- درصد جرمی، حداکثر	۴
۴-۶	۹۶	۹۶	میزان سولفونیک اسید- درصد جرمی، حداقل	۵

1- shelf life

## ۵ نمونه برداری

نمونه برداری، طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳۰۹۵ از بهر انجام می شود. پس از مطابقت نشانه گذاری، یک نمونه مرکب با مخلوط کردن مقادیر یکسان از نمونه های برداشتی از هر ظرف تهیه کنید.

## ۶ روش های آزمون

مواد شیمیایی مورد استفاده در آزمون ها باید دارای خلوص آزمایشگاهی بوده و آب مقطر مصرفی باید طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ باشد.

### ۱-۶ رنگ

#### ۱-۱-۶ وسایل

۱-۱-۱-۶ رنگ سنج کلت سامرسون

۱-۱-۱-۶ لوله رنگ سنج به قطر خارجی ۱۴٫۲ mm

۱-۱-۱-۶ فیلتر آبی متناسب با رنگ سنج (۴۰۰-۴۵۰)nm

۱-۱-۱-۶ pH متر

#### ۲-۱-۶ مواد

۱-۲-۱-۶ اتانول مطلق (با خلوص حداقل ۹۹٫۵ درصد جرمی)

#### ۲-۲-۱-۶ محلول رنگ سنج استاندارد

۲٫۴۹g از پتاسیم کلرو پلاتینات ( $K_2PtCl_6$ ) و ۲٫۰۰۰ g از کبالت کلرید شش آبه ( $CoCl_2 \cdot 6H_2O$ ) در ۲۰۰ml از آب مقطر در بالن حجمی ۲l حل کنید، به آن ۲۰۰ml کلریدریک اسید غلیظ اضافه و خوب بهم زنید. با آب مقطر تا خط نشان به حجم برسانید و خوب مخلوط کنید.

### ۳-۱-۶ کالیبراسیون رنگ سنج

۱-۳-۱-۶ فیلترس آبی را در دستگاه قرار دهید. گالوانومتر را روی دکمه روشن، قرار دهید و نشانگر گالوانومتر را تا جایی که با خط مرجع مطابق باشد، تنظیم کنید.

۲-۳-۱-۶ لوله رنگ سنج تمیز حاوی آب را در دستگاه قرار دهید.

یادآوری- مطمئن شوید کلمه "کلت" روی لوله رنگ سنج همیشه به طرف جلوی دستگاه باشد.

۳-۳-۱-۶ با چرخاندن دکمه مقیاس آن را روی صفر قرار دهید، دستگاه را روشن کنید و با چرخاندن دکمه تنظیم صفر، عقربه رنگ سنج را روی خط مرجع قرار دهید. اجازه دهید دستگاه حداقل ۳۰ دقیقه قبل از آزمون روشن باشد.

۴-۳-۱-۶ بررسی کنید عقربه هنوز روی خط مرجع قرار دارد، در غیر این صورت با دکمه تنظیم صفر، نشانگر را تنظیم کنید.

۵-۳-۱-۶ لوله رنگ سنج را به جای آب با محلول رنگ سنج استاندارد پر کنید.

۶-۳-۱-۶ با چرخاندن دکمه مقیاس عقربه دستگاه را روی خط مرجع تنظیم کنید، عدد  $100 \pm 1$  باید به دست آید، در غیر این صورت موقعیت لامپ را تا جایی که عدد  $100 \pm 1$  خوانده شود تنظیم کنید.

یادآوری- عدد خوانده شده روی محلول رقیق از محلول استاندارد رنگ سنج مستقیماً به درجه رقت بستگی دارد. بنابراین محلول با غلظت ۵۰ درصد از محلول استاندارد رنگ کلت خوانده شده ۵۰ می شود. چنانچه لامپ حرکت کرده باشد کالیبراسیون مجدد دستگاه ضروریست.

### ۴-۱-۶ روش کار

۱-۴-۱-۶  $10 \text{ g} \pm 0.05 \text{ g}$  نمونه را در بشر ۱۰۰ ml وزن کنید، آن را در ۱۰ ml اتانول سرد شده حل کنید و به آن ۱۵ ml آب مقطر بیافزایید.

۲-۴-۱-۶ بشر و محتویات آن را در حمام یخ قرار دهید.

۳-۴-۱-۶ الکتروود شیشه ای pH متر را در محلول قرار دهید و به آرامی درحالی که محلول را بهم می زنید از بورت، محلول سدیم هیدروکسید با غلظت مناسب (حدود ۱ mol/l) به آن بیافزایید و مطمئن شوید دمای محلول از  $30^{\circ}\text{C}$  بیشتر نشود.

۴-۴-۱-۶ افزایش محلول سدیم هیدروکسید را تا جایی که pH (حدود ۲/۵) افزایش یابد، ادامه دهید

۶-۱-۴-۵ از محلول رقیق شده سدیم هیدروکسید به نسبت ۱ به ۴ برای رساندن pH در محدوده ۹-۷ استفاده کنید.

۶-۱-۴-۶ محتویات بشر را به بالن حجمی ۱۰۰ ml منتقل کنید و با آب مقطر به حجم برسانید. محلول را خوب بهم زنید.

۶-۱-۴-۷ آزمون را طبق زیر بند ۶-۱-۳-۱ تا ۶-۱-۳-۴ ادامه دهید.

۶-۱-۴-۸ لوله رنگ سنج را به جای آب با محلول خنثی شده پر کنید.

۶-۱-۴-۹ با چرخاندن کلید تنظیم، عقربه را روی خط مرجع تنظیم کنید، عدد خوانده شده را یادداشت کنید.

۶-۱-۴-۱۰ مراحل زیر بند ۶-۱-۴-۷ تا ۶-۱-۴-۹ را با استفاده از نمونه تهیه شده از مرحله زیر بند ۶-۱-۳-۱ تا ۶-۱-۳-۴ تکرار کنید.

۶-۱-۴-۱۱ میانگین اعداد خوانده شده را به عنوان رنگ نمونه بر حسب کلت گزارش کنید.

یادآوری - چنانچه از دستگاه رنگ سنج دارای واحد سنجش کلت استفاده شود نیازی به انجام مراحل بند ۶-۱-۳ تا ۶-۱-۴-۱۰ نمی باشد. نمونه آماده شده طبق زیر بند ۶-۱-۴-۶ در سل ۱۰ mm سنجش نمائید.

#### ۶-۲ اندازه گیری میزان آب

میزان آب نمونه را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۳ اندازه گیری کنید.

یادآوری - دربند ۵-۲-۵-۳-۱ استاندارد ملی ایران شماره ۵۴۳۳ قبل از افزودن نمونه مقداری دی اتانول آمین جهت خنثی سازی به ظرف تیتراسیون افزوده و سپس مراحل آزمون را ادامه دهید.

#### ۶-۳ اندازه گیری اسید آزاد

دوروش برای اندازه گیری اسید آزاد بیان شده است در موارد اختلاف روش ۶-۳-۲ ( تیتراسیون ) ارجح است.

۱-۳-۶ روش پتانسیو متری

۱-۱-۳-۶ وسایل

۱-۱-۱-۳-۶ پتانسیومتر

۲-۱-۱-۳-۶ بورت ۲۵ml با تقسیم بندی ۰/۰۵ml

۳-۱-۱-۳-۶ پیپت توزین با ظرفیت مناسب

۲-۱-۳-۶ مواد

یاد آوری: به دلیل ضریب نسبتا بالای انبساط حرارتی ۱- پروپانل، توصیه می شود استاندارد کردن و آنالیز نمونه در دمایی که  $20^{\circ}\text{C}$  با دمای اتاق اختلاف دارد انجام شود.

۱-۱-۳-۱-۶ پرو پانل با حد اکثر آب ۱g/kg

۲-۲-۱-۳-۶ متانل با حد اکثر آب ۱g/kg

۳-۲-۱-۳-۶ سولفامیک اسید خشک شده در دمای  $105^{\circ}\text{C}$  به مدت ۳h

۴-۲-۱-۳-۶ سیکلو هگزیل آمین با خلوص حداقل ۹۹٪

۵-۲-۱-۳-۶ محلول های استاندارد سیکلو هگزیل آمین در پرو پانل

۱-۵-۲-۱-۳-۶ محلول A: سیکلو هگزیل آمین ۰/۱ mol/l

۹/۹۱۸ g از سیکلو هگزیل آمین را در ۱۰۰۰ml پروپانل نرمال بدون آب حل کنید. محلول را بهم زنید و از جذب رطوبت و اکسید کربن محافظت کنید.

این محلول را طبق زیر بند ۱-۳-۶-۲-۵-۱ (الف) استاندارد نمائید.

۱-۵-۲-۱-۳-۶ (الف) استاندارد کردن محلول سیکلو هگزیل آمین ۰/۱ mol/l

۰/۱۵ g سولفامیک اسید را با دقت ۰/۱mg در یک بشر ۱۵۰ml وزن کنید ۲۰/۰ml متانل بدون آب به آن افزوده و خوب مخلوط کنید. محلول را توسط سیکلو هگزیل آمین ۰/۱ mol/l با استفاده از پتانسیو متر در محدوده ۵۰۰mv و پتانسیل جبرانی ۴۰۰mv تیترا کنید. حجم مصرفی سیکلو هگزیل آمین را در نقطه انحنا یادداشت نمائید.

نرمالیده محلول سیکلو هگزیل آمین از معادله ۱ بدست می آید .

$$A = \frac{m \times 1000}{V \times 97.095} \quad (1)$$

که در آن :

m جرم سولفامیک اسید بر حسب g ؛

V حجم سیکلو هگزیل آمین در نقطه انحنا بر حسب ml .

۳-۶-۱-۲-۵-۲ محلول B: سیکلو هگزیل آمین ۰,۵mol/l

۴۹,۵۹ g از سیکلو هگزیل آمین را در ۱۰۰۰ ml پرپانل نرمال بدون آب حل کنید . محلول را به هم زنید و از جذب رطوبت و اکسید کربن محافظت کنید.

۳-۶-۱-۲-۵-۳ (الف) استاندارد کردن

با استفاده از ۰,۷۵ g از سولفامیک اسید حل شده در ۱۲۰ ml متانل ، محلول سیکلو هگزیل آمین ۰,۵ mol/l را دقیقاً طبق بند ۳-۶-۱-۲-۵-۱ (الف) استاندارد کنید.

۳-۶-۱-۳ روش کار

۳-۶-۱-۳-۱ تا ۲,۱ g از نمونه را توسط پیپت با دقت ۰,۱ mg ، در یک بشر ۱۵۰ میلی لیتری وزن کنید.

یادآوری ۱- به دلیل ضریب نسبتا بالای انبساط حرارتی پروپانل ، توصیه می شود استاندارد کردن و آنالیز نمونه در دمای که 2 °C با دمای اتاق اختلاف دارد انجام شود.

یادآوری ۲- جهت به حداقل رساندن جذب دی اکسید کربن، بلا فاصله بعد از توزین آزمون را انجام دهید.

۳-۶-۱-۳-۲ متانل ۸۰ ml بدون آب به آن اضافه و توسط همزن مغناطیسی تا حل شدن کامل سولفونیک اسید ، هم زنید .

۳-۶-۱-۳-۳ حجم مناسبی از محلول سیکلو هگزیل آمین B را که دقیقاً معادل ۱۲ ml از محلول سیکلو هگزیل آمین با غلظت ۰,۵ mol/l اضافه کنید و محلول را توسط محلول A سیکلو هگزیل آمین

۰/۱ mol/l با استفاده از پتانسیومتر در محدوده ۵۰۰mv و پتانسیل جبرانی ۴۰۰mv تیترا کنید . حجم مصرفی سیکلو هگزیل آمین را در نقطه انحنا یادداشت نمایید .

۴-۳-۱-۳-۶ حجم محلول A سیکلو هگزیل آمین مصرفی بین دو نقطه انحنا را یادداشت نمایید .

#### ۴-۱-۳-۶ بیان نتایج

درصد وزنی اسید آزاد بر حسب (H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>) از معادله ۲ بدست می آید .

$$A = \frac{(V) \times N \times 9.808}{m} \quad (۲)$$

که در آن :

V حجم سیکلو هگزیل آمین A مصرفی بین دو نقطه انحنا بر حسب ml؛

N مولاریته سیکلو هگزیل آمین B؛

m جرم نمونه برداشتی بر حسب g.

#### ۲-۳-۶ اندازه گیری اسید آزاد به روش تیتراسیون

۱-۲-۳-۶ مواد

۱-۱-۲-۳-۶ استن

۲-۱-۲-۳-۶ شناساگر دی تیزون

g ۰/۱ از دی تیزون را در ۱۰۰ml استن حل کنید.



۳-۱-۲-۳-۶-۱۰ محلول آمونیوم هیدروکسید ۱ به ۱۰

۴-۱-۲-۳-۶-۱۰ محلول آبی کلریدریک اسید ۱ به ۱۰

۵-۱-۲-۳-۶-۱۰ محلول استاندارد سولفوریک اسید ۰/۰۲۵ mol/l

۶-۱-۲-۳-۶-۱۰ محلول استاندارد سرب استات ۰/۰۲۵ mol/l

g  $\pm 0.05$  از ۹/۴۸ سرب استات  $[(CH_3COO)_2 Pb.3H_2O]$  را در ۸۰۰ ml آب در یک بشر ۱ l حل کنید. pH آن را با کلریدریک اسید روی ۳/۱-۳ تنظیم کنید. محلول را به یک بالن حجمی ۱ l منتقل کنید. سپس حجم آن را به ۱ l رسانده و کاملاً مخلوط کنید.

۷-۱-۲-۳-۶-۱۰ استاندارد کردن محلول سرب استات

به وسیله پی پت، ۲۰ ml از محلول استاندارد سولفوریک اسید را به یک ارلن مایر منتقل کنید. ۷۰ ml استن و به مقدار کافی آب مقطر اضافه کنید و به حجم ۱۰۰ ml برسانید.

به وسیله محلول کلریدریک اسید و یا محلول آمونیوم هیدروکسید pH را بین ۲/۸-۲/۷ تنظیم کنید. به آن ۰/۵ ml شناساگر دی تیزون افزوده و با محلول سرب استات (۶-۱-۲-۳-۶) تا نقطه پایانی آبی-خاکستری تیترا کنید.

غلظت محلول سرب استات (C [  $(CH_3COO)_2 Pb.3H_2O$  ]. mol/l) از معادله ۴ به دست می آید:

$$A = \frac{0.5}{V_1} \quad (4)$$

که در آن

$V_1$  حجم سرب استات مصرفی بر حسب ml.

۲-۲-۳-۶-۱۰ روش کار

g ۴ از سولفونیک اسید را با دقت ۰/۰۰۰۱ g وزن کنید و آن را به یک بالن حجمی ۲۵۰ ml منتقل کنید، روش را طبق بند ۶-۱-۲-۳-۶ بدون سولفوریک اسید ادامه دهید.

۳-۲-۳-۶ بیان نتایج

میزان اسید آزاد بر حسب  $H_2SO_4$  از معادله ۵ محاسبه می شود:

$$A = \frac{9.8 \times V_2 \times C}{m} \quad (5)$$

که در آن:

$V_2$  حجم محلول سرب استات مصرفی بر حسب ml؛

C غلظت محلول سرب استات بر حسب mol/l؛

m جرم نمونه در حجم برداشتی بر حسب g.

۴-۶ اندازه گیری سولفونیک اسید

میزان سولفونیک اسید را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۳-۳۱۷۸ اندازه گیری کنید.

یادآوری - جرم مولکولی متوسط سولفونیک اسید در محاسبه معادل ۳۲۲ در نظر گرفته می شود. در موارد اختلاف جرم مولکولی طبق الف - ۲ اندازه گیری می شود.

## ۵-۶ اندازه گیری مواد آلی غیر پاک کننده

### ۱-۵-۶ مواد

#### ۱-۱-۵-۶ استن

#### ۲-۱-۵-۶ اتانل ۹۵ درصد حجمی

#### ۳-۱-۵-۶ اترنفت ۴ با نقطه جوش $30^{\circ}\text{C}$ تا $60^{\circ}\text{C}$

#### ۴-۱-۵-۶ سدیم سولفات خشک

#### ۵-۱-۵-۶ محلول سدیم هیدروکسید $120\text{ g/l}$

### ۲-۵-۶ روش کار

۱۰ g از نمونه را در یک بشر ۱۰۰ ml با دقت یک میلی گرم وزن کرده و به آرامی در حالی که به طور ثابت به هم می‌زنید ۲۰ ml سدیم هیدروکسید را به محیط افزوده سپس ۲۰ ml اتانل به مخلوط فوق اضافه نمایید و بشر را در یک حمام آب خنک کنید. محتویات بشر را کاملاً به یک قیف جداکننده ۲۵۰ ml منتقل کنید. ( جهت انتقال و شستشوی کامل ظرف از مخلوط ۱۰ ml اتانل و ۱۰ ml آب استفاده شود ).

بشر را چند بار با اترنفت که بیش از ۱۰۰ ml نباشد شستشو داده و به قیف جدا کننده اضافه کنید ، محتویات قیف را به مدت یک دقیقه شدیداً به هم زنید و سپس بگذارید تا لایه‌ها از هم جدا شوند.

لایه آبی را به قیف جداکننده دیگری منتقل کنید و آن را دوبار هر بار توسط ۷۵ ml اترنفت شستشو داده و لایه‌های اتری جدا شده را به قیف جدا کننده اول اضافه نمایید .

لایه آبی را دور بریزید . قیف های جدا کننده را دوبار هر بار با ۱۰ ml اترنفت بشوئید و روی قیف اول اضافه کنید .

محلول اتری را سه بار هر بار با ۵۰ ml آب بشوئید . به طوری که در دو شستشوی اول محلول را به آرامی بهم بزیند و در شستشوی سوم محلول را شدیداً به هم بزیند. و امولسیون تشکیل شده را با افزایش ۳ ml تا ۴ ml اتانل بشکنید . لایه آبی را دور بریزید .

لایه اتری را پس از عبور از یک کاغذ صافی حاوی سدیم سولفات خشک به داخل یک بشری که قبلاً توزین شده است بریزید .

لایه اتری را روی حمام آبی تبخیر کرده و سپس روی باقیمانده ۵ ml استون افزوده و مجدداً تبخیر کنید .

بشر را از روی حمام برداشته و در دسیکاتور سرد کرده و توزین نمائید .

### ۳-۵-۶ بیان نتایج

درصد وزنی مواد آلی سولفونه نشده و نشدنی از معادله ۶ بدست می آید .

$$A = \frac{m_2 \times 100}{m_1} \quad (۶)$$

که در آن

$m_1$  وزن نمونه برداشتی بر حسب g ؛

$m_2$  وزن باقیمانده بر حسب g.

۴-۵-۶ بسته بندی

آلکیل بنزن سولفونیک اسید را در ظروف پلی اتیلنی و یا ظروفی که در زمان حمل و نقل و یا نگهداری تاثیر منفی در کیفیت محصول نگذارد، بسته بندی نمایید.

۷ نشانه گذاری

اطلاعات و مشخصات ذیل باید به طور خوانا بر روی ظروف بسته بندی آلکیل بنزن سولفونیک اسید نوشته شود.

۱-۷ نام کارخانه

۲-۷ علامت تجاری یا هر علامت ثبت شده دیگر

۳-۷ نام و نوع ماده

۴-۷ تاریخ ساخت

۵-۷ شماره سری ساخت

۶-۷ وزن خالص

۷-۷ کشور سازنده

۸-۷ شرایط نگهداری

پیوست الف

(الزامی)

ویژگی و روش آزمون جرم مولکولی آلکیل بنزن حاصل از دی سولفوناسیون

الف- ۱ آلکیل بنزن که از دی سولفونه شدن سولفونیک اسید بدست آمده باید طبق جدول الف- ۱ باشد.

جدول الف- ۱- ویژگی های آلکیل بنزن

روش آزمون مطابق بند	حدود قابل قبول		ویژگی ها	ردیف
	نوع دو	نوع یک		
الف- ۲	۲۶۰-۲۶۵	۲۳۲-۲۴۴	جرم مولکولی نسبی	۱
الف- ۳	حداکثر ۰/۲۵		نسبت زنجیره	۲

## الف - ۲ اندازه گیری جرم مولکولی نسبی آلکیل بنزن

### الف - ۲-۱ وسایل

الف - ۲-۱-۱ دستگاه گاز کروماتوگراف با سیستم تشخیص شعله یونیزاسیون با ستون به طول ۶ m از I.D. ۳ mm پر شده با صمغ متیل سیلیکون ۳٪ روی خاک دیاتوم کلسینه شده با درشتی ذرات ۱۲۵  $\mu\text{m}$  تا ۱۵۰  $\mu\text{m}$

الف - ۲-۱-۲ ظرف واکنش و ملحقات طبق شکل ۲

الف - ۲-۱-۳ سرنگ ۱۰  $\mu\text{m}$

### الف - ۲-۲ مواد

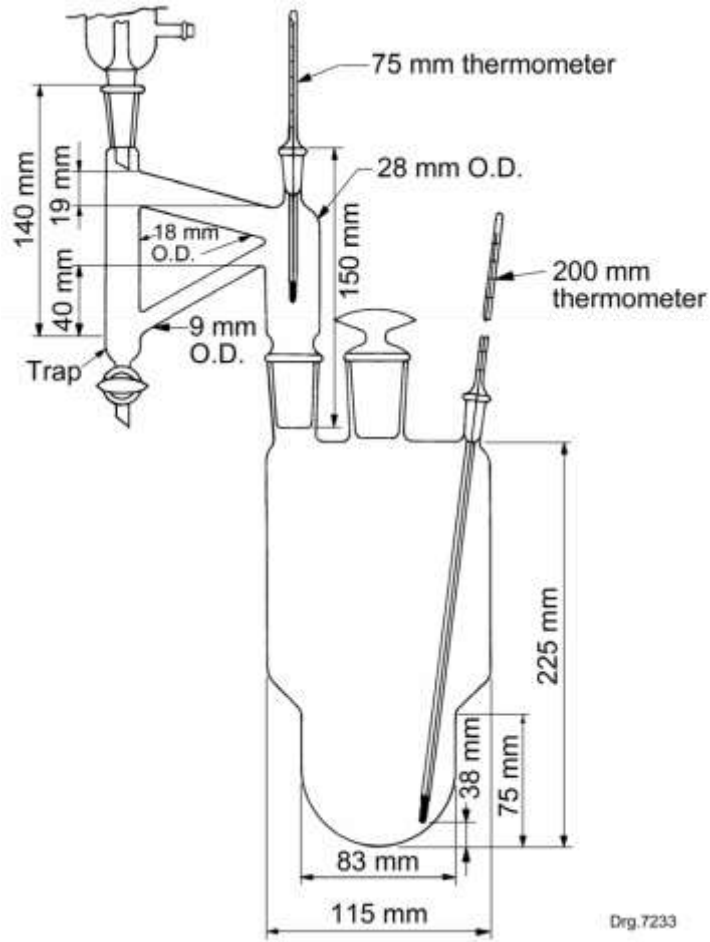
الف - ۲-۲-۱ استن

الف - ۲-۲-۲ گاز حامل هلیوم

الف - ۲-۲-۳ ایزو پنتان

الف - ۲-۲-۴ ارتوفسفریک اسید

الف - ۲-۲-۵ کاغذ pH



شکل الف- ۱ ظرف واکنش



## الف - ۲-۳ دی سولفوناسیون نمونه

الف - ۲-۳-۱ ۲۶۰ ml ارتو فسفریک اسید و چند سنگ جوش را به ظرف واکنش منتقل کنید و مطابق شکل تمامی ملحقات ظرف را سوار کنید. به آرامی اسید فسفریک را حرارت دهید تا تقطیر شده و آب آن جدا شود و دمای آن به  $215^{\circ}\text{C}$  برسد (تقریباً ۹۳٪ ارتو فسفریک اسید)

الف - ۲-۳-۲ بگذارید سرد شود و تقریباً ۵ g از نمونه به آن بیفزایید و تله را با آب پر کنید.

الف - ۲-۳-۳ ظرف را حرارت دهید تا محلول به جوش آید. دمای ظرف به گونه ای تنظیم کنید که در هر دقیقه ۶۰-۸۰ قطره تقطیر شده و دما به حدود  $250^{\circ}\text{C}$  برسد.

الف - ۲-۳-۴ عمل رفلکس را برای ۹۰ min ادامه دهید (یا تا جایی که مقدار روغن جمع شده در تله بیشتر نشود)

الف - ۲-۳-۵ روغن و آب جمع آوری شده به طور کمی در تله را به یک قیف جدا کننده ۱۲۵ ml منتقل کنید.

الف - ۲-۳-۶ تله را ابتدا با ۵ ml آب و بعد با ۱۰ ml استن بشویید. استن را به قیف جدا کننده منتقل کنید تا جایی که لایه آبی حاوی ۷۰٪ حجمی استن باشد.

الف - ۲-۳-۷ استن جمع آوری شده در قیف را با محلول پتاسیم هیدروکسید تا pH ۱۰ خنثی کنید.

الف - ۲-۳-۸ محلول را دوبار با ۱۰ ml و یک بار ۵ ml ایزوپنتان استخراج کنید و محلول های شست و شو را در قیف جدا کننده جمع آوری کنید و دوبار با ۱۰ ml آب بشویید.

الف - ۲-۳-۹ لایه ایزوپنتان را به بالن ۱۲۵ ml متصل به سردکن منتقل کنید و ایزوپنتان را روی صفحه داغ با  $140^{\circ}\text{C} - 130^{\circ}\text{C}$  تبخیر کنید.

الف - ۲-۳-۱۰ باقیمانده را برای اندازه گیری جرم مولکولی نسبی آلکیل بنزن نگهداری کنید.

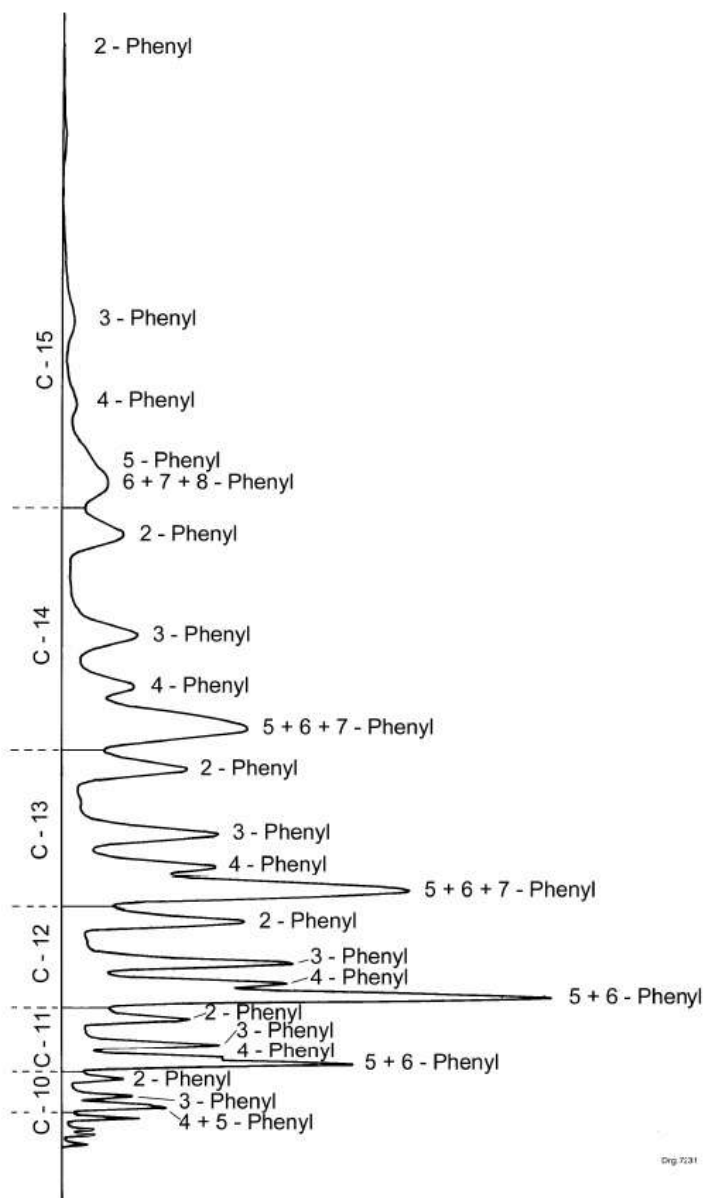
## الف - ۲-۴ روش کار

الف - ۲-۴-۱ دمای آن گاز کروماتوگراف را روی  $155^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$  تنظیم کنید و جریان گاز حامل هلیوم را ۴۰ ml/min و سرعت چارت در ۶۰۰ mm/h تنظیم کنید.

الف - ۲-۴-۲ از باقیمانده دی سولفونه شده (بند الف ۲-۳-۱) را به ستون تزریق کنید و اجازه دهید کروماتوگرام DEVELOPE شود.

الف - ۲-۴-۳ تانژانت خط پایه را نسبت به پایه پیک رسم کنید. و برای تفکیک بین گروههای متفاوت از ایزومرهای با طول زنجیر یکسان، خطی عمود بر این خط پایه رسم نمایید (شکل ۳ را ببینید).

الف - ۲-۴-۴ با استفاده از یک روش مناسب سطح زیر منحنی برای هر گروه را نسبت به خط پایه محاسبه کنید.



شکل الف - ۲ صفحه کروماتوگرام

## الف-۲-۵ بیان نتایج

نسبت مولی هر گروه و جرم مولکولی نسبی آلکیل بنزن طبق معادلات ۷ و ۸ محاسبه می شود.

$$(۷) \quad \text{نسبت مولی هر گروه} = \frac{\text{سطح ایزومر ها با طول زنجیر یکسان}}{\text{جرم مولکولی ایزومر های طول زنجیر}}$$

$$(۸) \quad \text{جرم مولکولی نسبی آلکیل بنزن} = \frac{\text{مجموع سطوح زیر منحنی}}{\text{مجموع نسبت مولی تمام گروهها}}$$

## الف-۳-۳ نسبت زنجیر جانبی

### الف-۳-۱ وسایل

اسپکتروفتومتر IR با دامنه  $650 \text{ cm}^{-1}$  تا  $4000 \text{ cm}^{-1}$  و با سل با طول مسیر نوری حدود  $12.0 \text{ mm}$ .

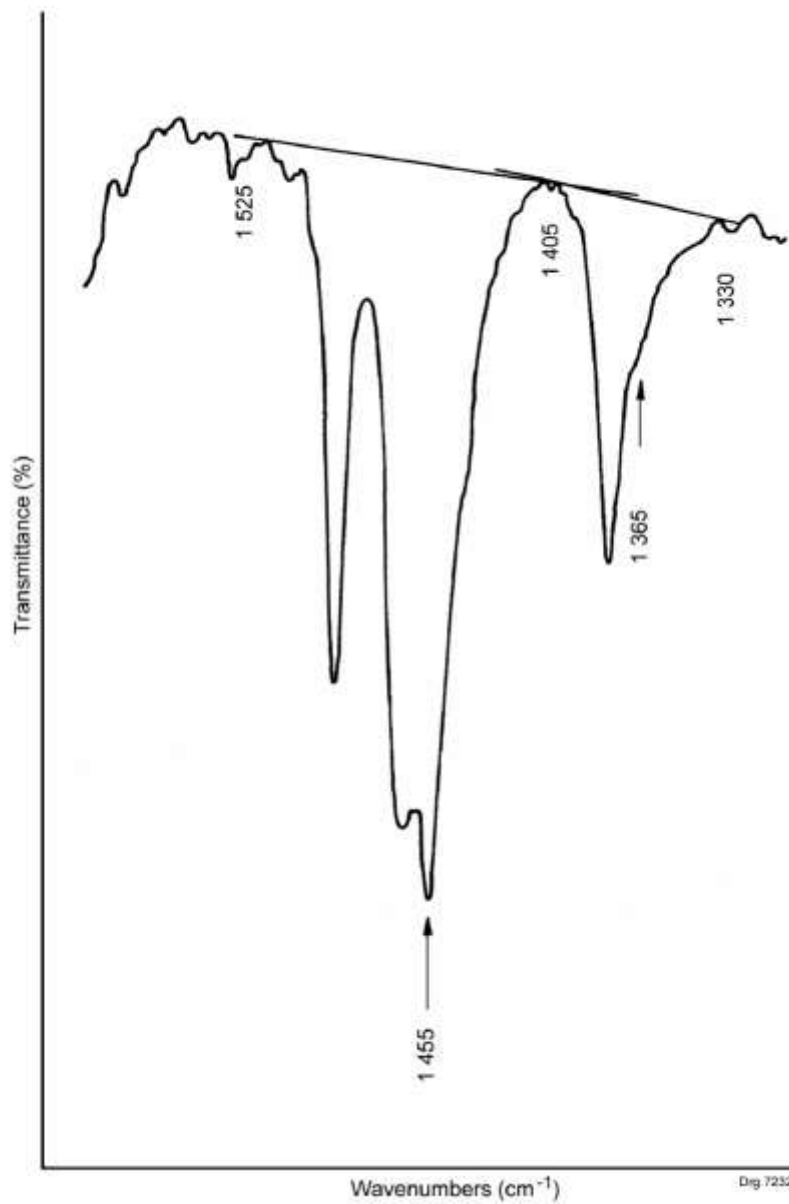
### الف-۳-۲ روش کار

الف-۳-۲-۱ باقیمانده دی سولفونه شده (بند الف ۲-۳-۱۰) را به داخل سل منتقل کنید.

الف-۳-۲-۲ سل را در دستگاه قرار دهید و پیک IR نمونه را از  $1300 \text{ cm}^{-1}$  تا  $1600 \text{ cm}^{-1}$  گزارش کنید.

الف-۳-۲-۳ خط پایه را از  $1365 \text{ cm}^{-1}$  و  $1455 \text{ cm}^{-1}$  بر روی خط پایه و پیک گزارش کنید. به طور

مثال در طول موج مشخص شده در شکل شماره ۳.



شکل الف-۳ بیک مادون قرمز برای تعیین نسبت زنجیر جانبی

### الف-۳-۳ بیان نتایج

از معادلات ۹ و ۱۰ (A و D) نسبت زنجیر جانبی در آلکیل بنزن محاسبه می شود.

$$A = \frac{D1365}{D1455} \quad (9)$$

که در آن :

**D1365** جذب در  $1365 \text{ cm}^{-1}$ ؛

**D1455** جذب در  $1455 \text{ cm}^{-1}$ .

$$D = \log \frac{I_0}{I} \quad (10)$$

که در آن

**I<sub>0</sub>** درصد عبور در طول موج خوانده شده روی خط پایه؛

**I** درصد عبور در همان طول موج روی پیک.