



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران
۳۵۹۰
تجدیدنظر اول
۱۳۹۵

INSO
3590
1st.Revision
2017

Identical with
ISO 8988
2006

پلاستیک‌ها - رزین‌های فنولی - تعیین
مقدار هگزا متیلن تترا آمین - روش کجلدال،
روش پر کلریک اسید و روش هیدروکلریک
اسید

Plastics - Phenolic resins - Determination of
hexamethylenetetramine content - Kjeldahl
method, perchloric acid method and
hydrochloric acid method

ICS: 83.080.10

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: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 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.org.ir

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

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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.

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 استانداردهایی 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، استانداردهایی 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)^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 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

«پلاستیک‌ها- رزین‌های فنولی - تعیین مقدار هگزا متیلن تترا آمین - روش کجدال، روش پرکلریک اسید و روش هیدروکلریک اسید»

(تجدیدنظر اول)

رئیس:

آریانسب، فاضه

(دکتری شیمی آلی)

سمت و/یا محل اشتغال:

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسمعیلی طارمسری، معصومه

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

حکمتیان، علی اصغر

(کارشناسی شیمی)

شرکت نگین طیف پارس

رحمانی نسب، ندا

(کارشناسی ارشد مهندسی مواد/ سرامیک)

پارک علم و فناوری استان همدان

ردائی، احسان

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

صنعتگر دلشاد، الهام

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

طالع مقیم، مسعود

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

شرکت افشان هگمتانه

فرهادی، ذکریا

(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت فراپل جم

آزمایشگاه فنی مکانیک خاک

نجفی، امیر
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

ویراستار:

اداره کل استاندارد استان همدان

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ح	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ روش کج‌دال
۲	۱-۳ کلیات
۲	۲-۳ اصول آزمون
۲	۳-۳ مواد و/یا واکنشگرها
۲	۴-۳ وسایل
۲	۵-۳ روش آزمون
۲	۱-۵-۳ هضم
۲	۲-۵-۳ تیتراسیون
۲	۶-۳ بیان نتایج
۴	۷-۳ تکرارپذیری
۴	۸-۳ تعداد تعیین‌ها
۴	۴ روش پرکلریک اسید
۴	۱-۴ کلیات
۴	۲-۴ اصول آزمون
۴	۳-۴ مواد و/یا واکنشگرها
۵	۴-۴ وسایل
۵	۵-۴ روش آزمون
۵	۱-۵-۴ تهیه و تیتراسیون محلول پرکلریک اسید در استن
۵	۲-۵-۴ تیتراسیون
۶	۶-۴ بیان نتایج
۶	۷-۴ تکرارپذیری
۶	۸-۴ تعداد تعیین‌ها
۶	۵ روش هیدروکلریک اسید
۶	۱-۵ کلیات
۷	۲-۵ اصول آزمون
۷	۳-۵ مواد و/یا واکنشگرها

صفحه

عنوان

۷

۴-۵ وسایل

۷

۵-۵ روش آزمون

۷

۱-۵-۵ روش الف

۸

۲-۵-۵ روش ب

۸

۶-۵ بیان نتایج

۸

۷-۵ تعداد تعیین‌ها

۸

۶ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «پلاستیک‌ها - رزین‌های فنولی - تعیین مقدار هگزا متیلن تترا آمین - روش کج‌لدال، روش پرکلریک اسید و روش هیدروکلریک اسید» که نخستین بار در سال ۱۳۷۴ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در یک‌هزار و پانصد و سی و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۱۳ 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 ۳۵۹۰ : سال ۱۳۷۴ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 8988: 2006, Plastics - Phenolic resins - Determination of hexamethylenetetramine content - Kjeldahl method, perchloric acid method and hydrochloric acid method

پلاستیک‌ها- رزین‌های فنولی - تعیین مقدار هگزا متیلن تترا آمین - روش کجدال، روش پرکلریک اسید و روش هیدروکلریک اسید

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، اندازه‌گیری مقدار هگزا متیلن تترا آمین^۱ در رزین‌های فنولی به سه روش است. این سه روش معادل هم می‌باشند. در صورتی که ترکیبات حاوی نیتروژن دیگری در رزین فنولی موجود باشد، روش کجدال بیان شده در بند ۳ قابل استفاده نیست. در صورتی که مواد افزودنی قلیایی یا اسیدی دیگری در رزین موجود نباشند، روش پرکلریک اسید و روش هیدروکلریک اسید شرح داده شده در بند ۴ و ۵، به ترتیب، قابل اجرا می‌باشند. در صورتی که رزین حاوی مواد افزودنی باشد که می‌تواند توسط پرکلریک اسید اکسید شود، در این صورت فقط روش هیدروکلریک اسید (بند ۵) قابل اجرا می‌باشد.

۲ مراجع الزامی

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 می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 385, Laboratory glassware — Burettes

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶: سال ۱۳۸۶، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بورت‌ها - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ISO 385:2005 تدوین شده است.

۳ روش کجدال

هشدار- برای ایمنی بیشتر، اندازه‌گیری کجدال باید در زیر یک هود آزمایشگاهی انجام شود.

1- Hexamethylenetetramine

۱-۳ کلیات

در این بند، روشی برای تعیین نیتروژن کل رزین‌های فنولی بر حسب هگزا متیلن تترا آمین ارائه شده است. این روش برای مقدار $\geq 5\%$ (جرمی) هگزا متیلن تترا آمین کاربرد دارد.

۲-۳ اصول آزمون

هگزا متیلن تترا آمین موجود در آزمون با تجزیه در سولفوریک اسید غلیظ گرم و در حضور کاتالیزور به آمونیم بی‌سولفات تبدیل می‌شود. آمونیم بی‌سولفات در واکنش با محلول سدیم هیدروکسید به سدیم سولفات و آمونیاک تبدیل می‌شود. آمونیاک تقطیر شده و در هیدروکلریک اسید جمع‌آوری می‌شود. هیدروکلریک اسید اضافی با محلول استاندارد سدیم هیدروکسید در مجاورت معرف رنگی مناسب تیتراژ می‌شود.

۳-۳ مواد و/یا واکنشگرها

در طول تجزیه، به غیر از موارد مشخص شده، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای، عاری از نیتروژن و آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۱-۳-۳ سولفوریک اسید، غلیظ

۲-۳-۳ مخلوط کاتالیزوری کج‌جدال، شامل ۹۷ g سدیم سولفات ده آب ($\text{Na}_2\text{SO}_4 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$)، ۱٫۵ g سولفات مس پنج آب ($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$) و ۱٫۵ g سلنیم (Se).

۳-۳-۳ سدیم هیدروکسید، محلول 30% جرمی.

۴-۳-۳ هیدروکلریک اسید، $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$

۵-۳-۳ سدیم هیدروکسید، محلول استاندارد حجمی، $c(\text{NaOH}) = 0,10 \text{ mol/l}$

۶-۳-۳ مخلوط شناساگر، محلول.

مقدار ۶۰ mg متیل رد و ۴۰ mg متیلن بلو را در ۱۰۰ ml اتانل حل کنید.

۴-۳ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر:

۱-۴-۳ بالن کج‌جدال، با ظرفیت ۲۵۰ ml یا ۳۰۰ ml، برای هضم.

۲-۴-۳ دستگاه تقطیر (مدل‌های مختلفی به صورت تجاری در دسترس می‌باشد).

۳-۴-۳ بورت، با ظرفیت ۵۰ ml، زینه‌بندی شده با تقسیمات ۰٫۱ ml، مطابق با استاندارد ملی ایران

شماره ۱۹۵۶.

۴-۴-۳ ترازی تجزیه‌ای، با دقت ۱ mg.

۵-۴-۳ سنگ ریزه‌های سیلیسیم کاربید، برای استفاده به عنوان سنگ جوش.

۵-۳ روش آزمون

۱-۵-۳ هضم

در یک بالن کجدال (زیربند ۱-۴-۳) ۱ g تا ۲ g رزین فنولی را با دقت ۱ mg وزن کنید. ۵ g مخلوط کاتالیزوری (زیربند ۲-۳-۳) و ۲۵ ml سولفوریک اسید غلیظ (زیربند ۱-۳-۳) را به آن اضافه کنید. با احتیاط گرما داده تا رنگ مخلوط از سیاه یا کهربایی به شفاف تغییر کند. هنگامی که مخلوط شفاف شد، به تدریج میزان گرمادهی را افزایش داده و تا پنج دقیقه بیشتر از زمان تغییر رنگ گرمادهی را ادامه دهید، مخلوط ممکن است بجوشد. مایع مذکور را در دمای اتاق قبل از گرفتن رسوب سرد کنید. با احتیاط مقدار ۱۰۰ ml آب اضافه کرده و محلول را با شستشو با آب به طور کمی به درون بالن دستگاه تقطیر منتقل کنید. جهت جلوگیری از انفجار، تعدادی از سنگ ریزه‌های سیلیسیم کاربید (زیربند ۵-۴-۳) و ۲ قطره محلول شناساگر مخلوط شده (زیربند ۶-۳-۳) را اضافه کنید. محلول ۳۰٪ جرمی NaOH (زیربند ۳-۳-۳) را به محلول افزوده تا محلول قلیایی شود. سپس تقطیر را آغاز کرده که در نتیجه آن آمونیاک همراه با بخار آب حاصل می‌شود. آمونیاک همراه با بخار آب را به دریافت کننده‌ای که شامل ۵۰ ml هیدروکلریک اسید (زیربند ۴-۳-۳) است، وارد نمایید. تا زمانی که حدود ۳۰۰ ml آب جمع‌آوری شود، تقطیر را همچنان ادامه دهید.

۲-۵-۳ تیتراسیون

پس از کامل شدن تقطیر، چند قطره مخلوط شناساگر (زیربند ۶-۳-۳) را به محلول به دست آمده افزوده و اضافی هیدروکلریک اسید موجود را با محلول سدیم هیدروکسید (زیربند ۵-۳-۳) و با استفاده از بورت (زیربند ۳-۴-۳) تیترا کنید.

۶-۳ بیان نتایج

مقدار هگزا متیلن تترا آمین، بر حسب درصد جرمی را با استفاده از معادله ۱ محاسبه کنید:

$$\text{درصد وزنی هگزا متیلن تترا آمین} = \frac{0.35 (V_0 - V_1)}{m_0} \quad (1)$$

که در آن:

V_0 حجم هیدروکلریک اسید (زیربند ۴-۳-۳) در دریافت کننده دستگاه تقطیر، بر حسب میلی‌لیتر؛

V_1 حجم محلول سدیم هیدروکسید (زیربند ۳-۳-۵) مورد استفاده در تیتراسیون برگشتی، بر حسب میلی‌لیتر؛

m_0 جرم آزمون، بر حسب گرم.

۷-۳ تجدیدپذیری

نتایج تا مقدار $\pm 0.3\%$ (جرمی) هگزا متیلن تترا آمین تجدیدپذیر می‌باشد.

۸-۳ تعداد تعیین‌ها

تعیین را دو بار انجام دهید. در صورتی که نتایج بیش از 5% تفاوت داشته باشد، تعیین را مجدد دو بار تکرار کنید، در غیر این صورت، میانگین حسابی دو نتیجه مجزا را محاسبه کنید.

۴ روش پرکلریک اسید

۱-۴ کلیات

در این بند، روشی برای تعیین مقدار هگزا متیلن تترا آمین در رزین‌های فنولی با تیتراسیون مستقیم ارائه شده است. نتایج تعیین ممکن است تحت‌تاثیر افزودنی‌های بازی یا اسیدی قرار گیرد. در چنین مواردی، استفاده از روش کجدال توصیه می‌شود. در صورتی که مواد افزودنی با پرکلریک اسید موجود اکسید می‌شوند، از روش هیدروکلریک اسید استفاده می‌شود. این روش برای مقادیر $\geq 0.3\%$ (جرمی) هگزا متیلن تترا آمین کاربرد دارد.

۲-۴ اصول آزمون

یکی از گروه‌های آمین نوع سوم هگزا متیلن تترا آمین در آزمون توسط تیتراسیون با پرکلریک اسید تعیین می‌شود.

۳-۴ مواد و/یا واکنشگرها

در طول تجزیه، به غیر از موارد مشخص شده، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای، عاری از نیتروژن و آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۱-۳-۴ هگزا متیلن تترا آمین، خشک

۲-۳-۴ استن، با خلوص تجزیه‌ای

۳-۳-۴ پرکلریک اسید، محلول 70% حجمی

هشدار- اضافه بودن پرکلریک اسید در حضور مواد آلی باعث انفجار شده و خطرناک می‌باشد.

۴-۴ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر:

۱-۴-۴ همزن مغناطیسی

۲-۴-۴ بورت خودکار، با حجم اسمی حداقل ۱۵ ml، زینه‌بندی شده با تقسیمات ml ۰/۱، با شیر از جنس پلی (تترا فلورواتیلن).

۳-۴-۴ بشر، با ظرفیت ۱۰۰ ml.

۵-۴-۴ استوانه مدرج، با ظرفیت ۱۰۰۰ ml.

۶-۴-۴ ترازوی تجزیه‌ای، با دقت mg ۰/۱.

۷-۴-۴ pH متر

۵-۴ روش آزمون

۱-۵-۴ تهیه و تیتراسیون محلول پرکلریک اسید در استن

در یک استوانه مدرج ۱۰۰۰ ml (زیربند ۴-۴-۴) ۱۰۰۰ ml استن (زیربند ۴-۳-۴) و سپس ۸ ml محلول پرکلریک اسید (زیربند ۴-۳-۴) را ریخته و به خوبی مخلوط کنید. محلول حاصل را به طریق زیر با هگزا متیلن تترا آمین (زیربند ۴-۳-۱) استاندارد کنید:

۱۵۰ mg تا ۱۷۰ mg هگزا متیلن تترا آمین (زیربند ۴-۳-۱) را با دقت mg ۰/۱، درون یک بشر (زیربند ۴-۳-۴) ۱۰۰ ml وزن کنید. ۳۰ ml تا ۴۰ ml محلول استن (زیربند ۴-۳-۲) را به آن اضافه کنید و مطابق با زیربند ۴-۵-۲ تیترا کنید.

یادآوری- تیره شدن محلول بر روی نتایج تیتراسیون بی‌تاثیر است.

T بر حسب میلی گرم هگزا متیلن تترا آمین در میلی لیتر محلول را با استفاده از معادله ۲ محاسبه کنید:

$$T = \frac{m_1}{V_2} \quad (2)$$

که در آن:

m_1 جرم هگزا متیلن تترا آمین، بر حسب میلی گرم؛

V_2 حجم محلول پرکلریک اسید موردنیاز جهت کاهش pH به زیر صفر، بر حسب میلی لیتر.

۲-۵-۴ تیتراسیون

در یک بشر ۱۰۰ ml با دقت ۱ mg، مقداری از رزین فنولی معادل با ۱۰۰ برابر مقدار اندازه‌گیری شده در زیربند ۱-۵-۴ را وزن کرده و به آن ۳۰ ml تا ۴۰ ml استن (زیربند ۲-۳-۴) افزوده و با همزن مغناطیسی هم بزنید. در حالیکه روی همزن مغناطیسی (زیربند ۱-۴-۴) قرار دارد، الکتروود شیشه‌ای pH متر (زیربند ۶-۴-۴) را درون آن قرار دهید. همزن و pH متر را روشن کنید. پس از حل شدن رزین، محلول پرکلریک اسید آماده شده در زیربند ۱-۵-۴ را به آرامی به صورت قطره قطره افزوده تا زمانیکه میزان pH یک دفعه به زیر صفر نزول کند. از آنجائیکه حل شدن رزین در استن سریع‌تر از حل شدن رزین در هگزا متیلن تترا آمین می‌باشد، میزان pH ممکن است تا بالاتر از صفر افزایش یابد، زیرا هگزا متیلن تترا آمین باقیمانده همچنان در حین حل شدن است باید تیتراسیون را تا حد ثابتی از pH ادامه داد (کمی زیر صفر).

۶-۴ بیان نتایج

مقدار هگزا متیلن تترا آمین، بر حسب درصد جرمی را با استفاده از معادله ۳ محاسبه کنید:

$$\text{درصد وزنی هگزا متیلن تترا آمین} = \frac{V_2 \times T \times 100}{m_0} \quad (3)$$

که در آن:

V_2 حجم محلول پرکلریک اسید مصرفی در تیتراسیون، بر حسب میلی‌لیتر؛

T مقدار هگزا متیلن تترا آمین، بر حسب میلی‌گرم در میلی‌لیتر محلول پرکلریک اسید، تعیین شده مطابق با زیربند ۱-۵-۴؛

m_0 جرم آزمونه، بر حسب میلی‌گرم.

۷-۴ تعداد تعیین‌ها

تعیین را دو بار انجام دهید. در صورتی که نتایج بیش از ۵٪ تفاوت داشته باشد، تعیین را مجدد دو بار تکرار کنید، در غیر این صورت، میانگین حسابی دو نتیجه مجزا را محاسبه کنید.

۵ روش هیدروکلریک اسید

۱-۵ کلیات

در این بند، روشی برای تعیین هگزا متیلن تترا آمین در رزین‌های فنولی توسط تیتراسیون مستقیم با هیدروکلریک اسید ارائه شده است. نتایج حاصل از تعیین ممکن است با حضور افزودنی‌های اسیدی یا بازی تحت‌تأثیر قرار گیرد. در چنین مواردی، استفاده از روش کج‌لدال توصیه می‌شود. این روش برای مقدار $\geq 0.3\%$ (جرمی) هگزا متیلن تترا آمین کاربرد دارد.

۲-۵ اصول آزمون

بسته به حلالیت سامانه رزین، دو روش وجود دارد:

- روش الف: رزین در مخلوطی از بوتانول و اتیلن گلیکول حل می‌شود و مقدار هگزا متیلن تترا آمین توسط تیتراسیون پتانسیومتری با هیدروکلریک اسید، $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$ تعیین می‌شود. در صورتی که رزین دارای اصلاح‌کننده‌هایی است که در مخلوط حلال محلول نیستند، مجاز است یک کمک حلال مانند استون اضافه شود.

- روش ب: رزین در مخلوطی از استن و آب حل می‌شود و مقدار هگزا متیلن تترا آمین با هیدروکلریک اسید، $c(\text{HCl}) = 0,2 \text{ mol/l}$ تعیین می‌شود.

۳-۵ مواد و/یا واکنشگرها

در طول تجزیه، به غیر از موارد مشخص شده، فقط از واکنشگرهایی با خلوص تجزیه‌ای و آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۱-۳-۵ مخلوط حلال بوتانول- اتیلن گلیکول، نسبت حجمی ۳+۷ (روش الف)، یا استون- آب، نسبت حجمی ۱+۹ (روش ب).

۲-۳-۵ هیدروکلریک اسید، $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$ ، با استفاده از مخلوط حلال بوتانول- اتیلن گلیکول (زیربند ۱-۳-۵) (روش الف) آماده کنید، یا هیدروکلریک اسید، $c(\text{HCl}) = 0,20 \text{ mol/l}$ ، با استفاده از مخلوط حلال آب - استون (زیربند ۱-۳-۵) (روش ب) آماده کنید.

۳-۳-۵ استن، با خلوص تجزیه‌ای.

۴-۵ وسایل

۱-۴-۵ تیترا تور خودکار

۲-۴-۵ بشر، با ظرفیت ۱۰۰ ml.

۳-۴-۵ ترازوی تجزیه‌ای، با تفکیک‌پذیری ۱ mg.

۵-۵ روش آزمون

۱-۵-۵ روش الف

۱ g رزین (با دقت ۰,۱ g) را درون یک بشر ۱۰۰ ml وزن کنید، ۵۰ ml مخلوط حلال بوتانول- اتیلن گلیکول (زیربند ۱-۳-۵) را اضافه کرده و در دمای اتاق حل کنید. در صورت نیاز، در یک حمام آب گرم (بیش از ۴۰ °C نباشد) حل کنید. تعیین را توسط تیتراسیون پتانسیومتری با هیدروکلریک اسید،

$c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$ (به زیربند ۵-۳-۲ مراجعه شود) با استفاده از تیترا تور خودکار (زیربند ۵-۴-۱) انجام دهید.

۲-۵-۵ روش ب

مقدار g ۱,۹ تا g ۲,۱ رزین (با دقت g ۰,۱) را درون یک بشر ml ۱۰۰ وزن کنید. ml ۴۰ مخلوط حلال استن- آب (زیربند ۵-۳-۱) را اضافه کرده و در دمای اتاق حل کنید. تعیین را توسط تیتراسیون پتانسیومتری با هیدروکلریک اسید، $c(\text{HCl}) = 0,20 \text{ mol/l}$ با استفاده از تیترا تور خودکار (زیربند ۵-۴-۱) انجام دهید (pH در نقطه پایانی نزدیک به ۳,۲ است).

۶-۵ بیان نتایج

مقدار هگزا متیلن تترا آمین، بر حسب درصد جرمی را با استفاده از معادله‌های ۴ و ۶ محاسبه کنید:

$$\text{درصد وزنی هگزا متیلن تترا آمین، (روش الف)} = \frac{V \times 1.4}{m_0} \quad (۴)$$

$$\text{درصد وزنی هگزا متیلن تترا آمین، (روش ب)} = \frac{V \times 2.8}{m_0} \quad (۵)$$

که در آن:

V حجم هیدروکلریک اسید $c(\text{HCl}) = 0,10 \text{ mol/l}$ (روش الف) یا هیدروکلریک اسید مصرفی در تیتراسیون $c(\text{HCl}) = 0,20 \text{ mol/l}$ (روش ب)، بر حسب میلی لیتر؛
 m_0 جرم آزمون، بر حسب گرم.

۷-۵ تعداد تعیین‌ها

تعیین را دو بار انجام دهید. در صورتی که نتایج بیش از ۵٪ تفاوت داشته باشد، تعیین را مجدد دو بار تکرار کنید، در غیر این صورت، میانگین حسابی دو نتیجه مجزا را محاسبه کنید.

۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

۱-۶ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران و روش مورد استفاده (روش کجدال، روش پرکلریک اسید و روش هیدروکلریک اسید)؛

۲-۶ همه جزئیات لازم برای شناسایی کامل رزین مورد آزمون؛

۳-۶ مقدار هگزا متیلن تترا آمین، بر حسب درصد جرمی، همراه با:

۱-۳-۶ نتایج مجزاء؛

۲-۳-۶ میانگین حسابی؛

۴-۶ تاریخ انجام آزمون.