



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۵۳۳

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19533

1st.Edition

2015

تجزیه سولفونات‌های نفتی محلول در روغن
به روش کروماتوگرافی مایع - روش آزمون

**Analysis of oil-Soluble petroleum
sulfonates by liquid chromatography -
Test method**

ICS:75.080

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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران 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 فنی 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 و بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند 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 می‌دهد 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 به‌عنوان 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 پیش‌بینی‌شده 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 نماید. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. 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 کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران 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، کالیبراسیون (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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« تجزیه سولفونات‌های نفتی محلول در روغن به روش کروماتوگرافی مایع-روش
آزمون »

رئیس:

بدری، رشید
(دکترای شیمی)

سمت و / یا نمایندگی
استاد دانشگاه علوم و تحقیقات خوزستان

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابوالحسنی، سمانه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

احمدنژاد، سید عبدالوهاب
(لیسانس مهندسی نفت)

کارشناس آزمایشگاه شرکت نفت پاسارگاد

چرم‌زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع شیمیایی
شبنم خوزستان

حقیقی‌زاده، مریم
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پترو فناوری آسه

دهدشتی‌زاده، الهام
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد شرکت ملی حفاری

گیلاسی، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ه	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات، تعاریف، نمادها، اختصارات و یکاها
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۵	۶ مواد و/ یا واکنشگرها
۶	۷ تبدیل کلسیم، باریوم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات به سدیم سولفونات
۷	۸ آماده سازی ستون
۷	۹ جداسازی روغن معدنی و سدیم سولفونات
۹	۱۰ میانگین وزن هم‌ارز سدیم سولفونات
۱۰	۱۱ قدرت اسیدی یا قدرت بازی (فراورده‌های سدیم سولفونات)
۱۰	۱۲ نمک‌های معدنی (فراورده‌های سدیم سولفونات)
۱۰	۱۳ آب
۱۰	۱۴ چگالی نسبی
۱۱	۱۵ عدد قلیایی
۱۱	۱۶ محاسبات
۱۲	۱۷ دقت و انحراف
۱۳	۱۸ گزارش آزمون

پیش گفتار

استاندارد "تجزیه سولفونات‌های نفتی محلول در روغن به روش کروماتوگرافی مایع - روش آزمون" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در سی و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد فرآورده‌های نفتی مورخ ۱۳۹۳/۱۰/۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن‌ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های 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.

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

ASTM D 3712: 2011, Standard Test Method of Analysis of Oil-Soluble Petroleum Sulfonates by Liquid Chromatography

تجزیه سولفونات‌های نفتی محلول در روغن به روش کروماتوگرافی مایع- روش آزمون

هشدار - در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای تجزیه فراورده‌های سولفوناتی محلول در روغن تصفیه شده، خام طبیعی و سنتزی است. رزین‌ها در صورت وجود، همراه با فاز روغنی و کربوکسیلات‌ها، به صورت سولفونات‌ها بازیافت می‌شوند.

این استاندارد برای تعیین روغن معدنی، سدیم سولفونات، نمک‌های معدنی، آب، قدرت اسیدی یا قدرت بازی، وزن مولکولی میانگین و چگالی نسبی فراورده‌های سدیم سولفونات کاربرد دارد.

این استاندارد برای اندازه‌گیری روغن معدنی، سولفونات، آب، عدد قلیایی، وزن مولکولی میانگین و چگالی نسبی فراورده‌های کلسیم، باریوم، منیزیم و آمونیوم سولفونات کاربرد دارد.

این استاندارد برای تعیین مقدار سولفونات، طبقه‌بندی و تشخیص فراورده‌های سولفونات نفتی طبیعی و سنتزی از طریق مقدار سولفونات و وزن مولکولی میانگین کاربرد دارد. خلوص فراورده‌های سدیم سولفونات از طریق قدرت بازی و مقادیر نمک معدنی و قلیابیت ذخیره^۱ سولفونات‌های قلیایی خاکی از طریق عدد قلیایی کل اندازه‌گیری می‌شود.

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 تجدیدنظرهای 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D95, Test Method for Water in Petroleum Products and Bituminous Materials by Distillation²

2-2 ASTM D2896, Test Method for Base Number of Petroleum Products by Potentiometric Perchloric Acid Titration³

1- Reserve alkalinity

۲ - استاندارد ملی ایران شماره ۴۰۸۱، جهت بهره‌برداری موجود است.

۳ - استاندارد ملی ایران شماره ۲۷۷۲، جهت بهره‌برداری موجود است.

۳ اصطلاحات، تعاریف، نمادها، اختصارات و یکاها

در این استاندارد نمادها و اختصارات زیر به کار می‌رود:

۱-۳

نمادها

- ۱-۱-۳ تعاریف نمادهای به کار رفته در بند ۱۶ در زیر آمده است و شماره بندها در پرانتز آورده شده است.
- A* مقدار نمونه کلسیم، بارییم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات بر حسب گرم (بند ۱-۱-۷)
- B* حجم محلول کلروفرم بر حسب میلی‌لیتر (بند ۱-۹)
- C* مقدار نمونه سدیم سولفونات بر حسب گرم (بند ۱-۱-۹)
- D* مقدار روغن بازیافتی بر حسب گرم (بند ۹-۴)
- E* مقدار سدیم سولفونات بازیافتی بر حسب گرم (بند ۹-۵)
- F* مقدار باقی‌مانده از کلروفرم شاهد بر حسب گرم (بند ۹-۶)
- G* مقدار باقی‌مانده از الکل شاهد بر حسب گرم (بند ۹-۶)
- H* مقدار سدیم سولفونات بر حسب گرم (بند ۱-۱۰)
- I* مقدار خاکستر سدیم سولفات حاصل از سدیم سولفونات بر حسب گرم (بند ۱۰-۲)
- J* T/KS
- K* ظرفیت کاتیون
- S* وزن هم‌ارز میانگین سدیم سولفونات (بند ۱-۱۶-۲)
- T* وزن مولکولی میانگین کلسیم، بارییم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات (بند ۱-۱۶-۵)
- U* درصد سدیم سولفونات (بند ۱-۱۶-۲)
- V* درصد کلسیم، بارییم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات (بند ۱-۱۶-۳)
- W_c* مقدار آب موجود در پیکنومتر در دمای 25°C بر حسب گرم (بند ۵-۹)
- W_s* مقدار نمونه موجود در پیکنومتر در دمای 25°C بر حسب گرم (بند ۱-۱۴)
- X* مقدار نمونه سدیم سولفونات برای قدرت بازی بر حسب گرم (بند ۱-۱۱)
- Y* حجم محلول H_2SO_4 استاندارد یا محلول NaOH استاندارد استفاده شده برای تعیین قدرت بازی یا قدرت اسیدی (بند ۱-۱۱)
- Z* مقدار محلول H_2SO_4 استاندارد یا محلول NaOH استاندارد برای تعیین قدرت بازی یا قدرت اسیدی آزاد بر حسب نرمالیت (بند ۱-۱۱)
- AA* مقدار فراورده سدیم سولفونات خاکستر شده بر حسب گرم (بند ۱-۱۲)
- BB* مقدار سدیم سولفات حاصل از تعیین نمک معدنی بر حسب گرم (بند ۱-۱۲)
- CC_A* درصد قدرت اسیدی آزاد فراورده سدیم سولفونات به صورت H_2SO_4 (بند ۱-۱۶-۶)
- CC_B* درصد قدرت بازی آزاد فراورده سدیم سولفونات به صورت NaOH (بند ۱-۱۶-۶)
- DD* درصد نمک‌های معدنی به صورت سدیم سولفات (بند ۱-۱۶-۷)

۴ اصول آزمون

نمونه به استثنای فراورده سدیم سولفونات، در اتیل اتر حل شده و با استفاده از هیدروکلریک اسید رقیق به سولفونیک اسید تبدیل می‌شود. سولفونیک اسید بعد از استخراج، به سدیم سولفونات تبدیل می‌شود و سدیم سولفونات جدا شده همراه روغن معدنی در کلروفرم حل می‌شود. یک قسمت از محلول کلروفرم یا نمونه فراورده سدیم سولفونات حل شده در کلروفرم روی ستون سیلیکاژل قرار داده می‌شود. روغن با کلروفرم و سولفونات با اتیل الکل شویش می‌شود و هر دو به روش وزن‌سنجی اندازه‌گیری می‌شوند. وزن مولکولی میانگین از روی وزن هم‌ارز میانگین سدیم سولفونات که از طریق خاکستر کردن جزیی از سدیم سولفونات جداسازی شده تعیین می‌شود، محاسبه می‌گردد.

میزان آب مطابق استاندارد ASTM D95، عدد قلیایی مطابق استاندارد ASTM D2896 و چگالی نسبی به وسیله پیکنومتر تعیین می‌شود.

۵ وسایل

۱-۵ ستون کروماتوگرافی، از جنس شیشه و شامل یک مخزن و قسمت جداکننده و مجهز به یک شیر توقف TFE-فلوئوروکربن^۱ با قطر داخلی ۲ mm که در شکل ۱ نشان داده شده است. می‌توان از یک ستون با یک مخزن قابل تفکیک متصل شده از طریق یک رابط مخروطی استاندارد، استفاده کرد.

۲-۵ حمام بخار

۳-۵ دسیکاتور خلا، دارای درپوش

۴-۵ گرم‌خانه خلا، با قابلیت نگهداری دمای 100°C و متصل به خلا 74.53 kPa تا 84.66 kPa

۵-۵ کوره مافل، با قابلیت کار در دمای 800°C تا 1000°C

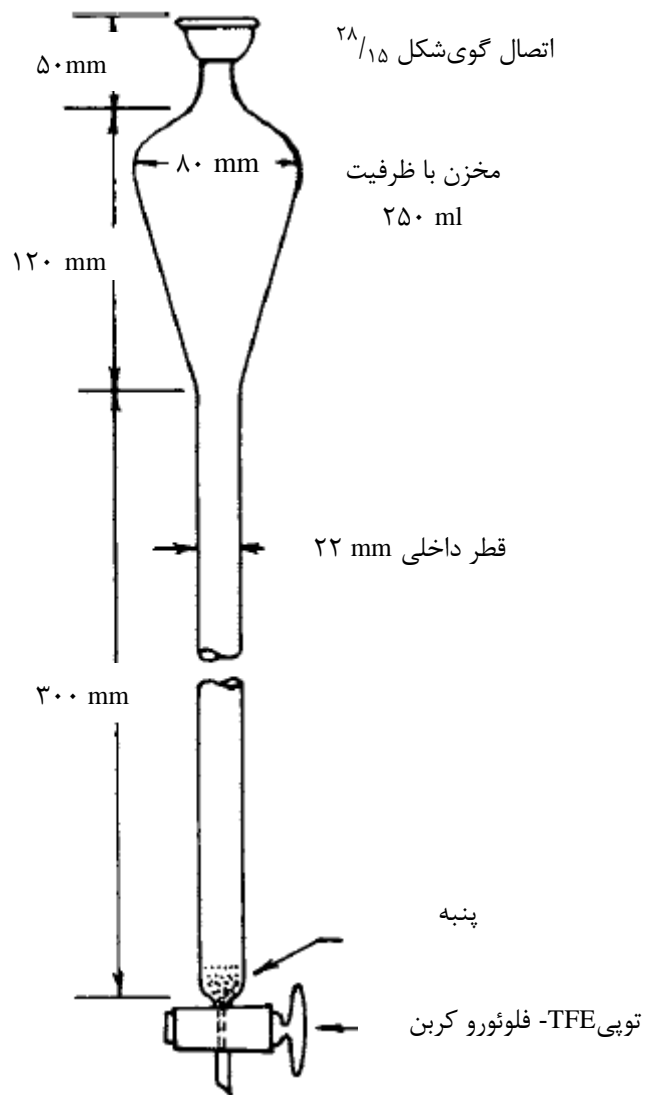
۶-۵ ظرف پلاتینی، با ظرفیت ۱۰۰ ml

۷-۵ دستگاه تقطیر، مطابق استاندارد ASTM D95

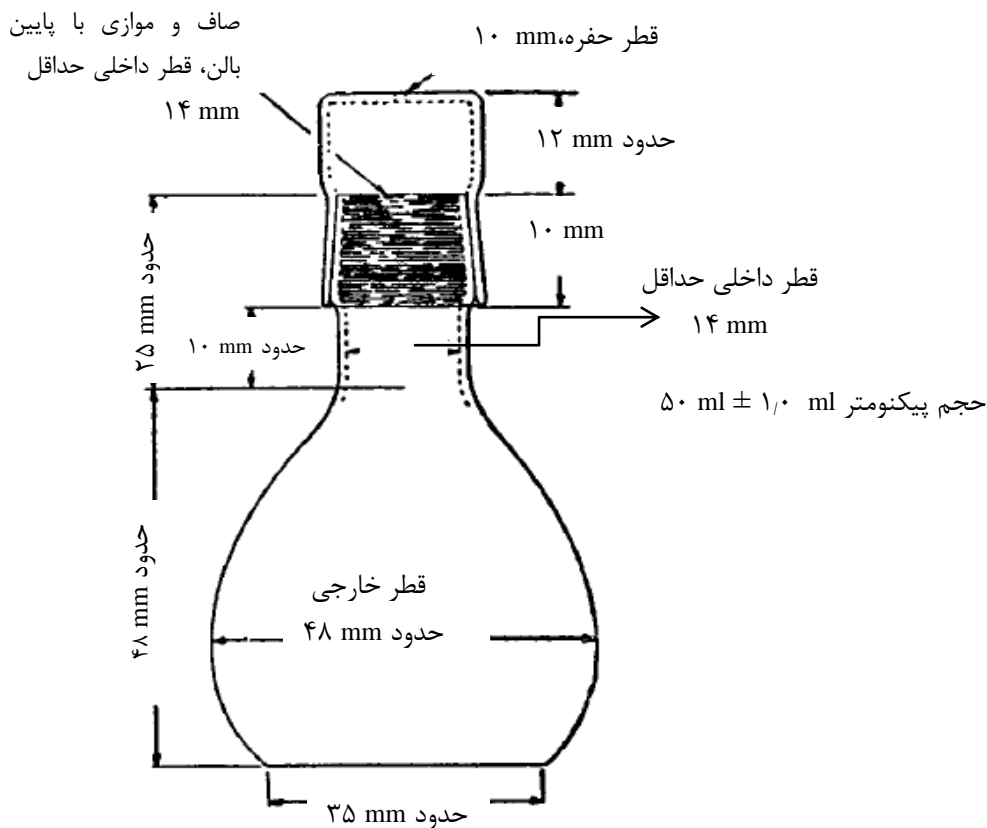
۸-۵ حمام آب، با قابلیت نگهداری دمای $(25 \pm 0.2)^{\circ}\text{C}$

۹-۵ پیکنومتر، همان‌طور که در شکل ۲ نشان داده شده، برای کالیبره کردن، پیکنومتر با درپوش روی آن را با تقریب ۱ mg در محل وزن کنید، سپس آن را با آب مقطر با دمای 15°C تا 20°C پر کنید و در حمام آب با دمای $(25 \pm 0.2)^{\circ}\text{C}$ قرار دهید. بعد از ۳۰ دقیقه، هلال آب را در بالای گردن پیکنومتر تنظیم کنید تا این سطح دقیق باشد. برای بدست آوردن یک هلال تخت مقداری عامل ترکنده به سطح آب اضافه کنید. پیکنومتر را از حمام آب خارج کرده و سطح بیرونی آن را خشک کنید. درپوش را قرار داده و با تقریب ۱ mg وزن کنید. جرم آب را با عنوان W_c ثبت کنید.

1 - Tetrafluoroethylene- fluorocarbon



شکل ۱- ستون کروماتوگرافی



شکل ۲- پیکنومتر برای تعیین چگالی نسبی سولفونات‌های نفتی

۶ مواد و / یا واکنشگرها

در طول آزمون به جز در موارد ذکر شده، فقط از واکنشگرهای با درجه خلوص واکنشگر استفاده کنید. درجات دیگر می‌توانند مشروط بر دارا بودن خلوص به اندازه کافی بالا و بدون کاهش درستی اندازه‌گیری استفاده شوند.

۱-۶ کلروفرم،

هشدار - کلروفرم اشتعال‌پذیر است و برای سلامتی خطرناک می‌باشد.

۲-۶ اتیل الکل (۹۵٪)، اتیل الکل خالص یا تقلیبی

هشدار - اتیل الکل اشتعال‌پذیر است. ساخت الکل تقلیبی غیرسمی ممکن نیست.

۳-۶ اتیل اتر،

هشدار - اتیل اتر شدیداً اشتعال‌پذیر و در صورت استنشاق مضر است. ممکن است سبب آسیب چشم شود. اثرات آن ممکن است با تاخیر ایجاد شود. می‌تواند پروکسیدهای قابل انفجار را تولید کند. بخارات آن ممکن است سبب آتش‌سوزی شود. سمیت متوسط دارد و تحریک‌کننده پوست است.

۴-۶ کاغذ صافی، بدون خاکستر با عبور آهسته، مناسب جهت وزن سنجی.

۵-۶ هیدروکلریک اسید، غلیظ

هشدار - هیدروکلریک اسید سمی و خورنده است. ممکن است در صورت بلعیدن کشنده باشد. در حالت مایع و بخار سبب سوختگی شدید می‌شود. در صورت استنشاق مضر است.

۱-۵-۶ هیدروکلریک اسید، رقیق (۱:۱) (هشدار بند ۶-۵ را ببینید) یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl) را به یک حجم آب اضافه کنید.

۲-۵-۶ هیدروکلریک اسید، رقیق (۳:۱) (هشدار بند ۶-۵ را ببینید) یک حجم هیدروکلریک اسید غلیظ (HCl) را به سه حجم آب بیفزایید.

۶-۶ ایزوپروپیل الکل، (۹۹٪ جرمی)، میزان آب باید حداکثر ۰٫۹٪ جرمی باشد.

هشدار- ایزوپروپیل الکل اشتعال پذیر است.

۱-۶-۶ ایزوپروپیل الکل، رقیق (۱:۱)، یک حجم ایزوپروپیل ۹۹٪ جرمی را با یک حجم آب رقیق کنید.

۷-۶ محلول شناساگر متیل اورانژ، g ۱٫۰ متیل اورانژ در آب حل کرده و به حجم ۱ l برسانید.

۸-۶ محلول شناساگر فنل فتالئین، g ۱ فنل فتالئین را در ml ۱۰۰ اتیل الکل ۵۰٪ جرمی حل کنید.

۹-۶ سیلیکاژل، $250 \mu\text{m}$ تا $74 \mu\text{m}$ (مش ۶۰ تا ۲۰۰).

۱۰-۶ محلول سدیم هیدروکسید، استاندارد (۰٫۱ mol/l).

هشدار- محلول سدیم هیدروکسید خورنده است. می‌تواند سبب سوختگی شدید یا نایبایی شود. انبساط حرارتی، در صورت مخلوط کردن سریع با آب واکنش شدید یا انفجار ایجاد می‌کند.

۱۱-۶ سدیم سولفات، بدون آب، به صورت بلور

۱۲-۶ محلول سدیم سولفات، g ۲۴۰ سدیم سولفات (Na_2SO_4) را در آب حل کرده و تا حجم ۱ l رقیق کنید.

۱۳-۶ سولفوریک اسید، (چگالی نسبی ۱٫۸۴)، سولفوریک اسید غلیظ (H_2SO_4)، با غلظت ۳۶ mol/l.

هشدار- سولفوریک اسید سمی، خورنده و اکسیدکننده قوی است. تماس آن با مواد آلی ممکن است منجر به آتش‌سوزی شود و در صورت بلع یا استنشاق مضر و کشنده می‌باشد. سولفوریک اسید در حالت مایع یا بخار موجب سوختگی شدید می‌شود. تماس آن با آب مقدار زیادی گرما آزاد می‌کند. ریزش آن ممکن است سبب آتش‌سوزی شود.

۱-۱۳-۶ محلول سولفوریک اسید، محلول استاندارد (۰٫۱ mol/l)، را به وسیله یک محلول آبی سولفوریک اسید با غلظت ۰٫۱ mol/l استاندارد و آماده‌سازی کنید.

۷ تبدیل کلسیم، باریم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات به سدیم سولفونات

۱-۷ تبدیل کلسیم، باریم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات به سولفونیک اسید

۷-۱-۱ حدود ۱۰ g نمونه وزن شده با تقریب ۰/۰۰۱ g را به یک ارلن مایر ۲۵۰ ml منتقل کنید، این وزن را با عنوان A مشخص کنید. ۵۰ ml اتیل اتر افزوده و تکان دهید تا نمونه حل شود. ۱۰۰ ml هیدروکلریک اسید رقیق (بند ۶-۵-۱) اضافه کرده و تا زمانی که واکنش کامل شود بالن را بچرخانید تا محتویات آن کاملاً مخلوط شود. در اندازه‌گیری محصولات باریم سولفونات اگر بلور باریم کلرید تولید شد، مقدار کافی آب بیفزایید تا مجدداً حل شود.

۷-۱-۲ مخلوط را به طور کمی به یک قیف جداکننده ۵۰۰ ml منتقل کنید. به خوبی تکان داده و بگذارید لایه‌ها جدا شوند و لایه آبی اسیدی را در یک قیف جداکننده ۲۵۰ ml بریزید. با سه قسمت ۵۰ ml اتیل اتر، لایه آبی اسیدی را در یک قیف جداکننده ۲۵۰ ml استخراج کنید، ارلن مایر را در ابتدا با استفاده از اتیل اتر شستشو دهید. تمام اتیل اترهای استخراج شده را در یک قیف جداکننده ۵۰۰ ml ترکیب کنید و با ۵۰ ml هیدروکلریک اسید رقیق (بند ۶-۵-۲) بشویید. تمام لایه‌های آبی اسیدی را ترکیب کرده و مجدداً آن‌ها را با ۵۰ ml اتیل اتر استخراج کنید.

۷-۲ تبدیل سولفونیک اسید به سدیم سولفونات

۷-۲-۱ تمام اترهای شسته‌شده را در قیف جداکننده ۵۰۰ ml جمع‌آوری کنید و با قسمت‌های ۵۰ ml محلول سدیم سولفات (Na_2SO_4) شامل دو تا سه قطره شناساگر متیل اورانژ به طور متوالی تکان دهید تا زمانی که رنگ صورتی محلول شستشو دیده نشود. مواد نمکی حاصل از شستشو را دور بریزید.

۷-۲-۲ لایه آبی را تا حد ممکن از محلول اتر شسته شده جدا کنید. قیف جداکننده را به حالت افقی نگه داشته و حدود ۱۰ g سدیم سولفات بدون آب به آن اضافه کنید. درپوش قیف را گذاشته و اطمینان حاصل کنید که در دهانه قیف بلورهای سدیم سولفات وجود ندارد و مخلوط را برای سه تا چهار دقیقه به شدت تکان دهید تا مقادیر ناچیز آب خارج شود، هوای درون قیف را به طور مکرر تخلیه کنید. یک ارلن مایر ۲۵۰ ml روی حمام بخار قرار داده و محلول اتر را با عبور از یک تویی پنبه‌ای قرار گرفته در حلقه قیف صافی درون ارلن مایر صاف کنید. تقریباً ۵۰ ml از محلول را حین تبخیر در ارلن مایر نگه دارید. قیف و صافی را با ۵۰ ml اتیل اتر بشویید، محلول شستشو را به محلول اتر اصلی اضافه کنید. اتیل اتر را تا زمانی که حجم تقریباً ۱۰ ml از محلول باقی بماند، تبخیر کنید. ۵۰ ml ایزوپروپیل الکل ۹۹٪ جرمی، چند قطره محلول شناساگر فنل فتالین اضافه کنید و با محلول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l تیترا کنید تا رنگ به قرمز تغییر کند. بالن را روی حمام بخار قرار داده و تا خشکی تبخیر کنید. سدیم سولفونات و باقی‌مانده روغن را در کلروفرم حل کرده و به طور کمی به یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml منتقل کنید، حجم را تنظیم کرده و به طور مستقیم طبق بند ۹ ادامه دهید. محلول ممکن است در اثر ماندن در آزمایشگاه، اسیدی شود، در این صورت به مقدار کافی محلول سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l به هر قسمت افزوده تا محلول صورتی شود.

۸ آماده‌سازی ستون

۸-۱ شیر توقف را بسته، ۸۰ ml تا ۱۰۰ ml کلروفورم درون ستون بریزید و یک توده پنبه‌ای را با یک میله به پایین فشار دهید (یادآوری را ببینید). پنبه را برای نگه‌داشتن سیلیکاژل به مقدار کافی متراکم کنید اما نه آن قدر که مانع از جریان حلال شود.

یادآوری - به جای توده پنبه‌ای می‌توان از صفحه‌هایی با تخلخل درشت^۱ از جنس شیشه بوروسیلیکات استفاده کرد.

۸-۲ ۱۵±۱ g سیلیکاژل را درون ستون حاوی کلروفورم بریزید. برای جلوگیری از پیدایش مجرا در ستون^۲، ستون باید عاری از حباب‌های هوا باشد. جریان کلروفورم را با باز کردن شیر توقف شروع کنید. هنگامی که سطح مایع در محدوده ۱۳ mm از سطح ژل باشد، شیر توقف را ببندید. هرگز اجازه ندهید سطح مایع از سطح سیلیکاژل پایین‌تر رود.

۹ جداسازی روغن معدنی و سدیم سولفونات

۹-۱ جذب سطحی نمونه، مقدار کافی از محلول کلروفورمی سدیم سولفونات و روغن معدنی را منتقل کنید تا حدود ۱/۲۵ g سدیم سولفات (بند ۲-۲-۷) روی ستون فراهم آورد، برای جلوگیری از پیدایش مجرا در ستون دقت کنید. حجم را با عنوان B مشخص کنید. از اطلاعات جدول ۱ به عنوان یک راهنما در انتخاب حجم مناسب نمونه استفاده کنید:

جدول ۱- مقادیر راهنما در انتخاب حجم مناسب نمونه

مقدار تقریبی سولفونات فراورده (%)	حجم برداشته شده بر حسب ml
۲۰	۷۵
۳۰	۵۰
بالای ۴۰	۲۵

۹-۱-۱ برای فراورده‌های سدیم سولفونات، حدود ۲ g نمونه که با تقریب ۰/۰۰۱ g وزن شده را به یک بشر ۱۰۰ ml منتقل کنید، این وزن را با عنوان C مشخص کنید. ۱۰ ml تا ۲۵ ml کلروفورم افزوده و تا حل شدن نمونه تکان دهید. محلول را روی ستون بریزید و برای جلوگیری از پیدایش مجرا در ستون دقت کنید. بشر را چندین مرتبه با قسمت‌های کوچک از کلروفورم شستشو دهید و شستشودهنده را به ستون بیفزایید.

۹-۲ شویش روغن معدنی، یک بشر ۲۵۰ ml با تقریب ۰/۰۰۰۱ g صفر کنید و زیر ستون قرار دهید. شیر توقف را باز کرده و سرعت جریان را بین ۱ قطره و ۵ قطره در هر ثانیه تنظیم کنید. سرعت جریان را در سرتاسر شویش روغن و سولفونات ثابت نگه دارید.

1 - coarse-fritted disk

2-Channeling

۹-۲-۱ هنگامی که سطح مایع در محدوده ۱۳ mm از سطح ژل باشد، دیواره‌های ستون را با ۱۰ ml کلروفرم بشوید. هنگامی که سطح مایع مجدداً در محدوده ۱۳ mm از سطح ژل شد، ۲۰۰ ml کلروفرم بیفزایید.

۹-۲-۲ چنانچه از یک ستون با مخزن جداشدنی استفاده می‌شود، مخزن را در این مرحله، وصل کنید.

۹-۲-۳ هنگامی که حدود نیمی از بشر جمع‌آوری پر شد، آن را برداشته و برای ادامه شویش یک بشر ۲۵۰ ml تمیز صفر نشده را در زیر ستون قرار دهید. بشر صفر شده را روی حمام بخار قرار دهید و کلروفرم را به آرامی با دمیدن هوای صاف شده بالای سطح مایع تبخیر کنید. هنگامی که سطح مایع در ستون در محدوده ۱۳ mm از سطح ژل باشد، دیواره‌های ستون را با ۱۰ ml اتیل الکل بشوید. هنگامی که سطح مایع دوباره در محدوده ۱۳ mm از سطح ژل شد، عمل شستشوی دیواره را تکرار کنید. سولفونات جذب شده همیشه به طور واضح قابل مشاهده بوده و به منظور جلوگیری از شستشوی سولفونات در این مرحله مقدار آن در ستون به اندازه کافی زیاد است. شیر توقف را بسته و با استفاده از کلروفرم محتویات بشر صفر نشده را به‌طور کمی به بشر صفر شده روی حمام بخار منتقل کنید.

۹-۳ شویش سولفونات، یک بشر ۲۵۰ ml دیگر را با تقریب 0.1001 g صفر کرده و آن را زیر ستون قرار دهید. ۲۳۰ ml اتیل الکل به مخزن اضافه کنید، شیر توقف را باز کرده و سرعت جریان را مطابق بند ۹-۲-۱ تنظیم کنید (یادآوری را ببینید). هنگامی که حدود نیمی از بشر جمع‌آوری پر شد، آن را برداشته و یک بشر ۲۵۰ ml صفر نشده تمیز جایگزین کنید. بشر صفر شده را روی حمام بخار قرار دهید و به آرامی با دمیدن هوای صاف شده بالای سطح مایع تبخیر کنید. هنگامی که سطح مایع در ستون در محدوده ۱۳ mm از سطح ژل باشد، شیرتوقف را بسته و با استفاده از اتیل الکل، محتویات بشر صفر نشده را به‌طور کمی به بشر صفر شده روی حمام بخار منتقل کنید.

یادآوری- در صورت ضرورت، می‌توان سرعت جریان را به وسیله کاربرد هوای متراکم ثابت نگه داشت.

۹-۴ اندازه‌گیری روغن، تمام محلول کلروفرم حاصل از بند ۹-۲-۲ را تا باقی‌ماندن چند میلی لیتر کلروفرم تبخیر کنید. بشر را از روی حمام بخار برداشته و تا دمای اتاق خنک کنید. بشر را در دسیکاتور با خلا 74.53 kPa تا 84.66 kPa در دمای اتاق قرار دهید. هنگامی که به نظر رسید کلروفرم تبخیر شده است بشر را خارج کرده و وزن کنید. بشر را به مدت ۳۰ دقیقه در دسیکاتور با خلا 74.53 kPa تا 84.66 kPa برگردانده و مجدداً وزن کنید. خشک کردن و وزن کردن را آنقدر تکرار کنید که تفاوت دو وزن متوالی حداکثر 0.1001 g به دست آید. وزن روغن باقی‌مانده را با عنوان D مشخص کنید.

۹-۴-۱ برخی از فراورده‌های سولفونات نفتی خاص ممکن است به جای روغن معدنی، حاوی یک فراورده تقطیر سبک رقیق‌کننده باشد. در چنین مواردی، به دست آوردن وزن ثابت ممکن نیست و باید از تعیین مقدار روغن چشم‌پوشی کرد.

۹-۵ اندازه‌گیری سولفونات، محلول الکل حاصل از بند ۹-۳ را تبخیر کنید تا خشک شود. بشر را به مدت ۳۰ دقیقه در گرمخانه خلا با دمای 100°C و با خلا 74.53 kPa تا 84.66 kPa حرارت دهید. بشر را خارج

کرده، خنک و وزن کنید. خشک کردن و وزن کردن را تکرار کنید تا زمانی که اختلاف دو وزن متوالی حداکثر 0.001 g به دست آید. جرم سولفونات باقی مانده را با عنوان E مشخص کنید.

۶-۹ اندازه‌گیری شاهد، با استفاده از ستون سیلیکاژل مشابه و مقادیر سیلیکاژل و شناساگرهای به کار رفته، اندازه‌گیری انجام شود. از همان روش کار و مقادیر شناساگر که در بند ۶ شرح داده شد استفاده کنید، اما نمونه را حذف کنید. وزن کلروفورم و الکل باقی مانده را مطابق آنچه که در بند ۹-۴ و ۹-۵ شرح داده شده تعیین کنید. این وزن‌ها را به ترتیب با عنوان F و G مشخص کنید. اندازه‌گیری شاهد را هر زمانی که بهره‌های جدید از سیلیکاژل یا شناساگر استفاده می‌شوند تکرار کنید.

۱۰ میانگین وزن هم‌ارز سدیم سولفونات

۱-۱۰ باقی مانده سولفونات (بند ۹-۵) را در 25 ml کلروفورم حل کنید و اگر کدر شد با عبور آن از صافی (مطابق بند ۶-۴) محلول را صاف کنید و محلول را به طور کمی به یک ظرف پلاتینی مشتعل شده با ظرفیت 100 ml که وزن آن از قبل صفر شده منتقل کنید. بشر را که حاوی باقی مانده سولفونات است با 25 ml کلروفورم شسته و حاصل شستشو را با عبور از کاغذ صافی در صورت کاربرد به ظرف پلاتینی منتقل کنید. روی حمام بخار تا خشک شدن تبخیر کنید. در گرمخانه خلا (بند ۵-۴) خشک کنید تا وزن ثابت H به دست آید.

۲-۱۰ ظرف را به دقت روی یک شعله کوتاه حرارت دهید تا زمانی که محتویات آن مشتعل شوند و بسوزند (یادآوری را ببینید). ظرف را روی یک صفحه داغ قرار داده و اجازه دهید محتویات آن به آرامی بسوزد. سپس خنک کرده، سه یا چهار قطره سولفوریک اسید غلیظ (چگالی نسبی 1.84) اضافه کرده و به آرامی روی یک شعله کوتاه حرارت دهید تا دود کردن متوقف شود، مراقب باشید با شدت کافی حرارت دهید تا سبب پراکندگی نشود. سپس روی شعله مشتعل کنید، هرگز اجازه ندهید ظرف داغ‌تر از قرمز تیره شود. تا زمانی که تمام کربن از بین برود، حرارت دهید. سپس آن را خنک کرده، سه یا چهار قطره سولفوریک اسید غلیظ بیفزایید و اسید را مانند قبل دود کنید و برای جلوگیری از پاشیدن مراقب باشید. هنگامی که دود کردن متوقف شد، در کوره مافل با دمای 800°C تا 1000°C حرارت دهید تا وزن ثابت شود. پیش از وزن کردن در دسیکاتور خنک کنید. وزن را با عنوان I مشخص کنید.

یادآوری - توصیه می‌شود احتراق نمونه و سپس دود کردن آن با سولفوریک اسید زیر هود مناسب انجام شود. در طول دود کردن سولفوریک اسید از عینک محافظ استفاده کنید.

۱۱ قدرت اسیدی یا قدرت بازی (فراورده‌های سدیم سولفونات)

۱-۱۱ قدرت بازی فراورده سدیم سولفونات را با توزین 10 g نمونه (یادآوری ۱ را ببینید) با تقریب 0.01 g در یک بشر 250 ml که از قبل صفر شده تعیین کنید، جرم نمونه را با عنوان X مشخص کنید. 100 ml ایزوپروپیل الکل (۵۰٪) افزوده و تکان دهید تا سدیم سولفونات حل شود و روغن پراکنده شود، در صورت نیاز گرم کنید تا انجام واکنش سریع شود. چند قطره محلول شناساگر فنل فتالین بیفزایید. اگر محلول صورتی باشد، با سولفوریک اسید 0.1 mol/l تیترا کنید تا رنگ صورتی ناپدید شود. چنانچه محلول بی‌رنگ

باشد با محلول سدیم هیدروکسید 0.1 mol/l تیترا کنید تا اولین رنگ صورتی کمرنگ پایدار ایجاد شود (یادآوری ۲ را ببینید). حجم واکنشگر استفاده شده را با عنوان *Y* و نرمالیت آن را با عنوان *Z* مشخص کنید.

یادآوری ۱- وزن نمونه برداشته شده برای آنالیز بهتر است حاوی حدوداً ۵ g سدیم سولفونات خالص باشد.

یادآوری ۲- قدرت بازی به روش گفته شده در بالا به علت سدیم هیدروکسید آزاد و تبدیل سدیم کربنات به سدیم بی‌کربنات تعیین شده است. اگر خصلت قلیایی تنها به علت NaOH و Na_2CO_3 باشد و اندازه‌گیری درست‌تری از سدیم هیدروکسید آزاد موردنیاز باشد، می‌توان از روش Treadwell^۱ و Hall استفاده کرد.

۱۲ نمک‌های معدنی (فراورده‌های سدیم سولفونات)

۳ g نمونه را با تقریب 0.5 mg در یک بوته پلاتینی مشتعل شده که وزن آن از قبل صفر شده، وزن کنید، وزن را با عنوان AA مشخص کنید. ظرف را با دقت روی یک شعله کوتاه حرارت دهید تا محتویات آن مشتعل شده و بسوزند. ظرف را روی یک صفحه داغ قرار دهید و اجازه دهید محتویات آن به آرامی بسوزند. آن را خنک کرده و ۳ یا ۴ قطره سولفوریک اسید غلیظ بیفزایید و به آرامی روی شعله حرارت دهید تا دود کردن متوقف شود، مراقب باشید با شدت کافی حرارت دهید تا سبب پراکندگی نشود (یادآوری بند ۱۰-۲ را ببینید). سپس روی شعله مشتعل کنید، هرگز اجازه ندهید ظرف داغ‌تر از قرمز تیره شود، تا تمام کربن ناپدید شود. خنک کنید، ۳ یا ۴ قطره سولفوریک اسید غلیظ بیفزایید و اسید را مانند قبل دود کنید و برای جلوگیری از پاشیدن مراقب باشید. هنگامی که دود کردن متوقف شد، در کوره مافل با دمای 800°C تا 1000°C حرارت دهید تا وزن ثابت شود. وزن را با عنوان BB مشخص کنید. پیش از هر وزن کردن در دسیکاتور خنک کنید.

۱۳ آب

میزان آب نمونه را مطابق استاندارد ASTM D95 مشخص کنید.

۱۴ چگالی نسبی

پیکنومتر را با نمونه پر کنید، تا دمای 70°C تا 80°C گرم کنید. پیکنومتر را در دمای 70°C تا 80°C نگه دارید تا تمام حباب‌های هوا به بالا روند. پیکنومتر را برای مدت ۲ ساعت در یک حمام با دمای $(25 \pm 0.2)^\circ\text{C}$ قرار دهید، در صورت نیاز به پیکنومتر نمونه بیشتر بیفزایید، بنابراین پیکنومتر پر باقی می‌ماند. فراورده اضافی را از بالای پیکنومتر به وسیله یک اسپاتول بردارید. پیکنومتر را از حمام خارج کرده، دو طرف گردن پیکنومتر را با یک پارچه آغشته به الکل پاک کنید، کاملاً خشک کرده و درپوش آن را قرار دهید و با تقریب ۱ mg وزن کنید. جرم را با عنوان W_s مشخص کنید.

۱۵ عدد قلیایی

عدد قلیایی کل را مطابق استاندارد ASTM D2896 تعیین کنید.

1 -Treadwell, F. P., and Hall, W. T., *Analytical Chemistry*, Eighth Edition, Volume II, John Wiley and Sons, Inc., New York, NY, p. 512.

۱۶ محاسبات

۱-۱۶ نتایج را با استفاده از علایم تعریف شده در بند ۲-۱ به صورت زیر محاسبه کنید.

۱-۱-۱۶ روغن معدنی، درصد جرمی روغن معدنی را با استفاده از رابطه ۱ برای کلسیم، باریم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات محاسبه کنید:

$$(1) \quad \text{درصد جرمی روغن معدنی} = (D - F)100 / (B/100)A$$

یا $(D - F)100 / C$ برای سدیم سولفونات.

۱۶-۲-۱ سدیم سولفونات

درصد جرمی سدیم سولفونات U را با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید:

$$(2) \quad \text{درصد جرمی سدیم سولفونات} = (E - G)100 / C$$

۱۶-۳-۱ کلسیم، باریم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات، درصد جرمی کلسیم، باریم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات، V ، را با استفاده از رابطه ۳ محاسبه کنید:

$$(3) \quad V = (E - G)100 / (B/100)A$$

۱۶-۴-۱ وزن هم‌ارز سدیم سولفونات، میانگین وزن هم‌ارز، S ، سدیم سولفونات را با استفاده از رابطه ۴ محاسبه کنید:

$$(4) \quad S = 71H / I$$

۱۶-۵-۱ میانگین وزن مولکولی کلسیم، باریم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات‌ها، میانگین وزن مولکولی، T ، کلسیم، باریم، منیزیم یا آمونیوم سولفونات را به ترتیب با استفاده از روابط ۵، ۶، ۷ و ۸ محاسبه کنید:

$$(5) \quad T = 2S - 6$$

$$(6) \quad T = 2S + 91$$

$$(7) \quad T = 2S - 22$$

$$(8) \quad T = S - 5$$

۱۶-۶-۱ قدرت بازی یا قدرت اسیدی (فراورده‌های سدیم سولفونات)، قدرت بازی سدیم هیدروکسید (CC_B) بر حسب درصد یا قدرت اسیدی سولفوریک اسید (CC_A) بر حسب درصد را با استفاده از روابط ۹ و ۱۰ محاسبه کنید:

$$(9) \quad CC_B = 40YZ / 10X$$

$$(10) \quad CC_A = 49YZ / 10X$$

۱۶-۱-۷ نمک‌های معدنی (فراورده‌های سدیم سولفونات)، درصد نمک‌های معدنی، DD ، به عنوان مثال سدیم سولفونات را با استفاده از رابطه ۱۱ محاسبه کنید:

$$DD = 100(AA/BB) - (71U/S) - (71CC_B/40) \quad (11)$$

۱۶-۱-۸ چگالی نسبی، وزن مخصوص را با استفاده از رابطه ۱۲ محاسبه کنید:

$$\frac{25}{25C^\circ} = \frac{W_s}{W_c} \quad (12)$$

۱۷ دقت و انحراف

۱۷-۱ دقت این روش آزمون با بررسی آماری نتایج آزمون بین آزمایشگاهی به شرح زیر تعیین می‌شود:

۱۷-۱-۱ تکرارپذیری، اختلاف بین دو نتیجه آزمون که توسط یک آزمون‌گر با استفاده از وسایل یکسان تحت شرایط عملیاتی ثابت روی مواد آزمون یکسان در مدت زمان طولانی در عملیات معمول و صحیح روش آزمون انجام شد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیری که در جدول ۲ ارائه شده است، بیشتر شد.

جدول ۲- مقادیر اختلاف تکرارپذیری

جز تشکیل دهنده	اختلاف
سولفونات، بر حسب درصد جرمی	۰٫۶۳
روغن معدنی، بر حسب درصد جرمی	۰٫۹۲
آب، بر حسب درصد جرمی	۰٫۱
میانگین وزن مولکولی	$۰٫۰۰۰۰۳۲T^2$ یا $۰٫۰۰۰۰۳۲S^2$
چگالی نسبی	۰٫۰۰۱

۱۷-۱-۲ تجدیدپذیری، اختلاف بین دو نتیجه منفرد و مستقل که در آزمایشگاه‌های متفاوت با روش آزمون یکسان توسط آزمون‌گرهای متفاوت در مدت زمان طولانی در عملیات معمول و صحیح روش آزمون به دست آمد، تنها در یک مورد از بیست مورد از مقادیری که در جدول ۳ ارائه شده است، بیشتر شد.

جدول ۳- مقادیر اختلاف تجدیدپذیری

جز تشکیل دهنده	اختلاف
سولفونات، بر حسب درصد جرمی	۰٫۹۲
روغن معدنی، بر حسب درصد جرمی	۱٫۷۴
آب، بر حسب درصد جرمی	۰٫۳۴
میانگین وزن مولکولی	$۰٫۰۰۰۰۶۷T^2$ یا $۰٫۰۰۰۰۶۷S^2$
چگالی نسبی	۰٫۰۰۷۵

۱۷-۲ انحراف، از آنجایی که هیچ ماده مرجع استاندارد پذیرفته شده مناسبی برای تعیین انحراف در این روش آزمون وجود ندارند، انحراف را نمی‌توان تعیین کرد.

۱۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۸ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۸ هر گونه مورد غیرمعمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۳-۱۸ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛
- ۴-۱۸ نام و نام خانوادگی آزمون‌گر؛
- ۵-۱۴ تاریخ انجام آزمون.