



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۴۸۱

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

18481

1st.Edition

2014

اندازه‌گیری آب به روش کارل فیشر

Determination of water by karl fischer
method

ICS: 71.040.40

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 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. پیش نویس 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.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان 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 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 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) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه 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 یک‌گانه، 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
«اندازه گیری آب به روش کارل فیشر»

رئیس :

ولی زاده، علی
(دکترای مهندسی شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

دبیر :

حبیب زاده، فائزه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت بازرسی مهندسی انطباق
آوران

اعضاء : (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آریز، افشین
(فوق لیسانس خاک شناسی)

مدیر مطالعات کاربردی شرکت کشت و
صنعت حکیم فارابی

امیدی، نوید
(فوق لیسانس مهندسی مکانیک)

کارشناس شرکت فولاد خوزستان

بهروان، حمید رضا
(فوق لیسانس خاک شناسی)

معاون کشاورزی شرکت کشت و صنعت
حکیم فارابی

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

سلیمانی ورپشتی، ایمان
(لیسانس کشاورزی)

کارشناس شرکت پویاسازان صنعت سبز آوان

طاهری، صادق
(فوق لیسانس مهندسی برق)

کارشناس شرکت فولاد خوزستان

گیلاسی، فهیمه
(لیسانس شیمی)

کارشناس

عبداللهی، نرگس
(فوق لیسانس شیمی)

کاشناس دانشگاه علوم پزشکی اهواز

رضایی، پریسا
(فوق لیسانس کشاورزی)

کارشناس

کارشناس شرکت لوح سبز جنوب

یونسی، احمد
(لیسانس صنایع چوب)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصول آزمون
۱	۴ واکنش‌ها
۲	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۶ وسایل
۶	۷ روش تیتراسیون برگشتی الکترومتری
۸	۸ تیتراسیون چشمی
۱۰	۹ تیتراسیون مسقیم الکترومتری
۱۲	۱۰ تیتراسیون برگشتی الکترومتری
۱۳	۱۱ گزارش آزمون
۱۴	پیوست الف (الزامی) استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر با استفاده از محلول استاندارد آب/متانول
۱۶	پیوست ب (اطلاعاتی) دستگاه نوعی برای تیتراسیون چشمی یا تیتراسیون الکترومتری مستقیم
۱۹	پیوست پ (اطلاعاتی) دستگاه نوعی برای تیتراسیون برگشتی الکترومتری

پیش گفتار

استاندارد " اندازه گیری آب به روش کارل فیشر " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط شرکت شرکت بازرسی مهندسی انطباق آوران تهیه و تدوین شده است و در یک هزار و دویست و بیست و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۲/۱۲/۶ 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:

ISO 760: 1978, Determination of water - Karl Fischer method (General method)

اندازه گیری آب به روش کارل فیشر

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای اندازه گیری آب آزاد و آب تبلور در بیشتر محصولات شیمیایی آلی و معدنی مایع و جامد، به نام روش کارل فیشر^۱ می باشد. در موارد خاص احتیاطهایی لازم است و به آن ها در استانداردهای مناسب اشاره شده است. در این استاندارد بسته به آن که نقطه پایانی به صورت چشمی یا الکترومتری تشخیص داده شود، دو روش تیتراسیون شرح شده است: روش چشمی، یک تیتراسیون مستقیم است که فقط برای محلول های بی رنگ و در صورت موجود نبودن وسیله الکترومتری کاربرد دارد. روش الکترومتری، شامل تیتراسیون مستقیم و برگشتی بوده و به دلیل درستی بیشتر، توصیه می شود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که مدرکی با ذکر تاریخ ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ به آن ها ارجاع داده شده است همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

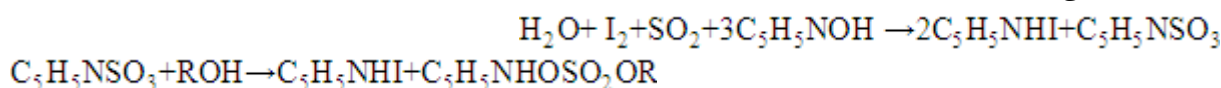
۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه- ویژگی ها و روش های آزمون

۳ اصول آزمون

آب موجود در آزمون با محلولی از ید و گوگرد دی اکسید در مخلوطی از پیریدین/متانول (واکنشگر کارل فیشر) که از قبل به وسیله تیتراسیون با جرم کاملاً مشخصی از آب استاندارد شده است، واکنش می کند (بندهای ۱-۷، ۱-۸ و ۱-۹ را ببینید).

یادآوری- می توان متانول را با ۲-متوکسی اتانول (اتیلن گلیکول مونومتیل اتر) جایگزین کرد. با این حلال، حجم تیتراسیون ثابت تری به دست می آید و می توان واکنشگر را با آلدهیدها و کتون ها، بدون استفاده از هیچ روش خاصی، به کار برد.

۴ واکنش‌ها



۵ مواد و/یا واکنشگرها

در حین آزمون، فقط از واکنشگرهایی با درجه تجزیه‌ای مشخص، فقط آب مقطر یا آب با خلوص معادل، مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ استفاده کنید.

۱-۵ متانول، حاوی حداکثر ۰٫۰۵٪ (جرمی/جرمی) آب. اگر واکنشگر حاوی مقدار آبی بیش از این مقدار بود، آن را به وسیله تقطیر با خرده‌های منیزیم فعال شده با ید خشک کنید. مایع حاصل از تقطیر را در ظرفی که به وسیله یک لوله محافظ پر شده با خشکاننده (بند ۵-۹) از رطوبت جو محافظت شده است، جمع‌آوری کنید.

۲-۵ ۲-متوکسی اتانول (اتیلن گلیکول مونومتیل اتر)، حاوی حداکثر ۰٫۰۵٪ (جرمی/جرمی) آب. اگر واکنشگر حاوی مقدار آبی بیش از این مقدار بود، آن را به وسیله تقطیر خشک کنید. اولین بخش تقطیر شده را که حاوی آب است را دور بریزید.

۳-۵ پیریدین، حاوی حداکثر ۰٫۰۵٪ (جرمی/جرمی) آب. اگر واکنشگر حاوی مقدار آبی بیش از این مقدار بود، آن را به وسیله تقطیر خشک کنید. اولین بخش تقطیر شده را که حاوی آب است را دور بریزید.

۴-۵ حلال نمونه، مخلوطی حاوی ۴ قسمت حجمی متانول (بند ۵-۱) و یک قسمت حجمی پیریدین (بند ۵-۳)، یا (ترجیحاً برای اندازه‌گیری با ترکیبات حاوی گروه‌های کربونیل) مخلوطی شامل ۴ قسمت حجمی ۲-متوکسی اتانول (بند ۵-۲) و یک قسمت حجمی پیریدین (بند ۵-۳). در موارد خاص، حلال‌های دیگری مانند استیک اسید، پیریدین یا مخلوطی شامل ۱ قسمت حجمی متانول (بند ۵-۱) و ۳ قسمت حجمی کلروفرم، توصیه می‌شوند.

۵-۵ واکنشگر کارل فیشر، ۶۷۰ ml متانول (بند ۵-۱) یا ۲-متوکسی اتانول (بند ۵-۲) را در یک بالن شیشه‌ای قهوه‌ای خشک، مجهز به یک درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای و دارای ظرفیتی اندکی بیش از ۱ l، قرار دهید.

۸۵ g ید اضافه کنید. درپوش بالن را بسته و بعضی مواقع تکان دهید تا ید کاملاً حل شود. سپس تقریباً ۲۷۰ ml پیریدین (بند ۵-۳) اضافه کنید. درپوش بالن را مجدداً بسته و کاملاً مخلوط کنید. ۶۵ g گوگرد دی اکسید را در این محلول با استفاده از روش توصیف شده زیر حل کنید، سپس خنک کنید تا اطمینان حاصل کنید که دمای مایع از ۲۰ °C بیشتر نباشد.

یادآوری - از آنجا که واکنش گرمازا است، لازم است بالن را از ابتدا خنک کنید، برای مثال، با فرو بردن آن در حمام یخ یا کربن دی اکسید جامد خرد شده و آن را در دمای حدود ۰ °C نگه دارید.

درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای را با ضمیمه‌ای برای وارد کردن گوگرد دی‌اکسید، شامل یک چوب پنبه دارای یک دماسنج و یک لوله ورودی شیشه‌ای با ابعاد $6\text{ mm} \times 8\text{ mm}$ ، که تا 10 mm انتهای بالن می‌رسد و یک لوله موئینه کوچک برای اتصال به جو است، جایگزین کنید.

کل مجموعه را در یک حمام یخ روی یک ترازو بگذارید و با تقریب 1 g وزن کنید. لوله ورودی را به وسیله یک رابط انعطاف پذیر به یک مخزن گوگرد دی‌اکسید و یک لوله خشک‌کن پر شده با خشکاننده (بند ۵-۹) وصل کنید و به آرامی شیر روی مخزن را باز کنید.

نرخ جریان گوگرد دی‌اکسید را به گونه‌ای تنظیم کنید که همه گاز بدون آن که مایع نشانه‌ای از بالا آمدن از لوله ورودی داشته باشد جذب شود.

تعادل ترازو را با افزایش تدریجی آن، حفظ کنید و اطمینان حاصل کنید که دمای مایع از 20°C بالاتر نمی‌رود. به محض آن که افزایش جرم به 65 g رسید، شیر مخزن را ببندید.

بلافاصله رابط انعطاف پذیر را جدا کنید و بالن را با ضمیمه ورودی آن مجدداً وزن کنید. توصیه می‌شود جرم گوگرد دی‌اکسید حل شده بین 60 g و 70 g باشد. اندکی بیش از این مقدار نیز مشکلی ایجاد نمی‌کند. درپوش بالن را ببندید، محلول را هم بزنید و قبل از استفاده حداقل به مدت 24 ساعت بگذارید بماند. در حقیقت، در نتیجه واکنش‌هایی که کاملاً شناخته نشده‌اند و در واکنشگر تازه رخ می‌دهند، آب معادل واکنشگر در ابتدا به سرعت و سپس کندتر کاهش می‌یابد.

این آب معادل، بین 3.5 mg/ml و 4.5 mg/ml است. در صورت استفاده از متانول، باید آن را به طور روزانه اندازه‌گیری کرد. اما اگر از ۲-متوکسی اتانول استفاده می‌شود، کمتر نیاز به اندازه‌گیری آن است.

با رقیق کردن محلول تهیه شده به صورت بالا با حلال نمونه (بند ۵-۴) تهیه واکنشگر کارل فیشر با مقدار آب کمتر امکان‌پذیر است.

واکنشگر را در تاریکی و به دور از رطوبت جو نگهداری کنید. توصیه می‌شود ترجیحاً در بطری واکنشگر (بند ۶-۱-۱-۵) نگهداری کنید.

۶-۵ سدیم تارتارات دوآبه ($\text{Na}_2\text{C}_4\text{H}_4\text{O}_6 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$) یا آب

۷-۵ آب/متانول، محلول استاندارد متناظر با 10 g آب در هر لیتر.

با استفاده از یک میکروپورت، 1 ml آب را در یک بالن حجم‌سنجی 100 ml کاملاً خشک که حاوی حدود 50 ml متانول (بند ۵-۱) است، قرار دهید. با همان متانول، تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید (برای استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) با این محلول، پیوست الف، بند الف-۱ یا الف-۲ را، بسته به اینکه روش چشمی استفاده می‌شود یا روش الکترومتری مستقیم، ببینید).

1 ml از این محلول استاندارد حاوی 10 mg آب است.

۸-۵ آب/متانول، محلول استاندارد متناظر با 2 g آب در هر لیتر.

با استفاده از یک میکروپورت، 1 ml آب را در یک بالن حجم‌سنجی 500 ml کاملاً خشک که حاوی تقریباً 100 ml متانول (بند ۵-۱) است قرار دهید. با همان متانول، تا خط نشانه رقیق و مخلوط کنید (معادل حجمی این محلول را با واکنشگر کارل فیشر در بند ۹-۲-۲ ببینید).

۱ ml از این محلول استاندارد حاوی ۲ mg آب است.

۹-۵ آلومینیوم سدیم سیلیکات، بدون آب، به شکل گرانول با قطر ۱٫۷ mm برای استفاده به عنوان خشکاننده. گرانول‌ها ممکن است باید با شستشو به وسیله آب و خشک کردن در دمای °C ۳۵۰ به مدت حداقل ۴۸ ساعت احیا شوند.

به طور جایگزین می‌توان به جای خشکاننده از سیلیکاژل فعال شده استفاده کرد.

۱۰-۵ گریس پایه سیلیکونی، برای روغن کاری اتصالات شیشه‌ای سنباده‌ای.

۶ وسایل

همه ظروف شیشه‌ای مورد استفاده باید از قبل به مدت ۳۰ دقیقه در گرم‌خانه که دمای آن در حدود °C ۱۳۰ تنظیم شده است، خشک شوند. سپس بگذارید خنک شوند و در یک دسیکاتور حاوی خشکاننده (بند ۹-۵) قرار دهید.

۱-۶ برای تیتراسیون مستقیم (با روش چشمی یا الکترومتری)

۱-۱-۶ شکل مناسبی از دستگاه برای این روش در مواقعی که دستگاهی به طور تجاری در دسترس نباشد، در پیوست ب آمده است. این دستگاه استاندارد شامل اجزای زیر است:

۱-۱-۱-۶ بورت خودکار، با ظرفیت ۲۵ ml دارای یک سوراخ خروجی ریز، با درجه بندی ۰٫۰۵ ml که به وسیله یک لوله محافظ پر شده با خشکاننده (بند ۹-۵) از رطوبت جو محافظت شده است.

۲-۱-۱-۶ ظرف تیتراسیون، دارای ظرفیت موثر ۱۰۰ ml، که به وسیله یک اتصال شیشه سنباده‌ای به شیر بورت خودکار (بند ۱-۱-۱-۶) متصل شده و دارای دو لوله جانبی است که یکی برای امکان ورود الکتروود پلاتینی، در صورت استفاده کردن از روش الکترومتری است و دیگری برای جای دادن یک سپتوم^۱ است که اجازه ورود نمونه مایع را به وسیله یک سرنگ و بدون باز کردن ظرف می‌دهد.

۳-۱-۱-۶ الکتروودهای پلاتینی، (شکل‌های ب-۲ و پ-۳ ببینید)، جوش خورده به یک لوله شیشه‌ای که آن‌ها را قادر می‌سازد به انتهای ظرف تیتراسیون (بند ۲-۱-۱-۶) وارد شوند و متصل به دو سیم مسی که به نوبه خود به وسیله آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی (بند ۷-۱-۱-۶) وصل هستند. (این قسمت در مورد آشکارسازی چشمی حذف می‌شود).

۴-۱-۱-۶ همزن الکترومغناطیسی، که در فرکانس چرخشی 150 min^{-1} تا 300 min^{-1} کار کند، دارای یک میله فولادی صاف پوشش شده با شیشه یا پلی تترافلوئورو اتیلن (PTFE) و ثابت شده روی پایه با ارتفاع قابل تنظیم.

۵-۱-۱-۶ بطری واکنشگر برای واکنشگر کارل فیشر، با ظرفیت تقریبی ۳ l، از جنس شیشه قهوه‌ای که لوله پرکننده بورت خودکار (بند ۱-۱-۱-۶) از میان یک درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای وارد آن شده است.

1 - Vaccine cap
2 - Polytetrafluoroethylene

۶-۱-۱-۶ **حباب لاستیکی**، متصل به بطری درشل^۱ که با خشکاننده (بند ۵-۶) پر شده است و برای هدایت هوای خشک تحت فشار به دورن بطری واکنشگر (بند ۶-۱-۱-۵) به منظور پر کردن بورت خودکار (بند ۶-۱-۱-۱) استفاده می‌شود.

۶-۱-۱-۷ **وسیله آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی**، نشان داده شده در شکل ب-۳ (این قسمت در مورد روش چشمی حذف می‌شود).

۶-۱-۲ **سرنگ های پزشکی**، با ظرفیت مناسب، حجم هر کدام کالیبره شده باشد.

۶-۱-۳ **لوله شیشه‌ای کوچک**، با یک انتهای مسدود و در انتهای دیگر متصل به یک درپوش لاستیکی، که برای وزن کردن و ورود مواد، برای مثال جرم سدیم تارتارات (بند ۶-۶) (تقریباً ۰٫۲۵۰ g) استفاده شده برای استاندارد کردن واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) یا احتمالاً آزمون‌های محصولات جامد به درون ظرف تیتراسیون، استفاده می‌شود.

۶-۲ **روش تیتراسیون برگشتی الکترومتری**

۶-۲-۱ **شکل مناسبی از دستگاه برای این روش در مواقعی که دستگاهی به طور تجاری در دسترس نباشد**، در پیوست پ آمده است. این دستگاه استاندارد شامل اجزای زیر است:

۶-۲-۱-۱ **دو بورت خودکار**، با ظرفیت ۲۵ ml، دارای سوراخ خروجی ریز، مستقیماً متصل به ظروف پرکننده خود، یکی از شیشه قهوه‌ای برای واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) و دیگری برای محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸)

۶-۲-۱-۲ **ظرف تیتراسیون**، با ظرفیت موثر ۱۰۰ ml، متصل به بورت‌های خودکار (بند ۶-۲-۱-۱) به وسیله اتصالات شیشه‌ای سنباده‌ای. دارای دو لوله جانبی، یکی برای امکان ورود الکترودهای پلاتینی و دیگری جهت جای دادن یک سپتوم برای ورود آزمون مایع به وسیله یک سرنگ بدون نیاز به باز کردن ظرف.

۶-۲-۱-۳ **لوله خشک‌کننده**، متصل به ظروف پرکننده بورت‌ها (بند ۶-۲-۱-۱) و درپوش ظرف تیتراسیون (بند ۵-۲-۱-۲) به وسیله یک مدار بسته.

۶-۲-۱-۴ **الکترودهای پلاتینی**، (شکل‌های پ-۴ و پ-۵ را ببینید)، جوش خورده به یک لوله شیشه‌ای که آن‌ها را قادر می‌سازد به انتهای ظرف تیتراسیون (بند ۶-۲-۱-۱) وارد شوند و متصل به دو سیم مسی که به نوبه خود به وسیله آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی (بند ۶-۲-۱-۱) وصل هستند.

۶-۲-۱-۵ **همزن الکترومغناطیسی**، که در فرکانس چرخشی 150 min^{-1} تا 300 min^{-1} کار کند، دارای یک میله فولادی صاف پوشیده شده با شیشه یا پلی تترافلوئورو اتیلن (PTFE) و ثابت شده روی یک پایه در یک ارتفاع قابل تنظیم.

۶-۱-۲-۶ وسیله‌ای برای آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی، در شکل ب-۳ نشان داده شده است.

۶-۲-۲-۲ سرنگ‌های پزشکی، با ظرفیت مناسب، حجم هر کدام کالیبره شده باشد.

۶-۱-۳ لوله شیشه‌ای کوچک، با یک انتهای مسدود و انتهای دیگر دارای یک درپوش لاستیکی، که برای وزن کردن و ورود مواد مثلاً جرم سدیم تارتارات (بند ۶-۶) (تقریباً ۰/۲۵۰ g) استفاده شده برای استاندارد کردن واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) یا احتمالاً نمونه محصولات جامد به درون ظرف تیتراسیون، استفاده می‌شود.

۷ تیتراسیون چشمی

۷-۱ اصول آشکارسازی نقطه پایانی

ایجاد یا ظهور رنگ در نمونه به وسیله افزودن اولین قطره اضافی از واکنشگر کارل فیشر که با ید رنگی شده است و به تدریج با افزودن به نمونه حاوی آب مورد اندازه‌گیری، بی‌رنگ می‌شود.

۷-۲ روش انجام آزمون

۷-۲-۱ استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر

۷-۲-۱-۱ دستگاه را مطابق شکل ب-۱ سوار کنید. اتصالات را با گریس (بند ۵-۱۰) روغن کاری کنید. به وسیله یک سرنگ (بند ۶-۱-۲) ۲۵ ml متانول (بند ۵-۱) را از طریق سپتوم به ظرف تیتراسیون (بند ۶-۱-۱-۲) وارد کنید. همزن الکترومغناطیسی (بند ۶-۱-۱-۴) را روشن کنید. به منظور ایجاد واکنش مقادیر اندک آب موجود در متانول، واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) را از بورت خودکار (بند ۶-۱-۱-۱) اضافه کنید تا رنگ قهوه‌ای به دست آید.

۷-۲-۱-۲ حدود ۰/۲۵۰ g سدیم تارتارات (بند ۵-۶) را در لوله شیشه‌ای کوچک (بند ۶-۱-۳)، با تقریب ۰/۰۰۰۱ g وزن کنید. این مقدار را به سرعت و با برداشتن سپتوم برای چند ثانیه در ظرف تیتراسیون قرار دهید. سپس لوله شیشه‌ای کوچک را وزن کنید و جرم سدیم تارتارات استفاده شده (m_1) را با تفاضل تعیین کنید.

همچنین می‌توان استانداردسازی را تنها با وارد کردن جرمی از آب (m_2) تقریباً به اندازه ۰/۰۴۰ g، از یک بطری قطره چکان که قبل و بعد از وارد کردن آب به ظرف تیتراسیون وزن شده است، انجام داد. مقدار معلوم آب وارد شده با واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) مورد استانداردسازی را تیتراسیون کنید تا زمانی که رنگ قهوه‌ای مشابه بند ۷-۲-۱-۱ به دست آید. حجم واکنشگر استفاده شده (V_1) را ثبت کنید.

۷-۲-۲ اندازه‌گیری

ظرف تیتراسیون (بند ۶-۱-۱-۲) را به وسیله شیر تخلیه آن خالی کنید. با استفاده از یک سرنگ (بند ۶-۱-۲) که از سپتوم عبور کرده است، در آن ۲۵ ml (یا حجم مشخص شده در روش کار محصول مورد تجزیه) متانول (بند ۵-۱) یا حلالی دیگر (بند ۵-۳ یا بند ۵-۴) قرار دهید. به منظور ایجاد واکنش مقادیر

اندک آب موجود در متانول، واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) را از بورت خودکار (بند ۶-۱-۱) اضافه کنید تا رنگ قهوه‌ای به دست آید.

آزمونه مشخص شده را، اگر مایع است با استفاده از یک سرنگ، و اگر پودر جامد است به صورت وزن شده با تقریب 0.1001 g در یک لوله شیشه‌ای کوچک (بند ۶-۱-۳)، وارد کنید. با واکنشگر کارل فیشر تا زمان به دست آمدن رنگ قهوه‌ای مشابه تیترا کنید.

حجم واکنشگر کارل فیشر استفاده شده برای اندازه‌گیری (V_2) را ثبت کنید.

یادآوری- توصیه می‌شود آزمونه‌ای استفاده شود که مقدار آب آن متناظر با حجمی از واکنشگر کارل فیشر باشد که بتوان آن را با درستی مناسب وزن کرد. در صورت لزوم، نسبت مقادیر حلال و آزمایه استفاده شده را افزایش دهید و سپس از یک ظرف تیتراسیون با حجم مناسب استفاده کنید.

۳-۷ بیان نتایج

۱-۳-۷ آب معادل واکنشگر کارل فیشر

آب معادل واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، T ، بر حسب میلی‌گرم آب بر میلی‌لیتر واکنشگر با استفاده از رابطه ۱ به دست می‌آید:

$$T = \frac{m_1 \times 0.1566}{V_1} \quad \text{یا} \quad T = \frac{m_2}{V_1} \quad (1)$$

که در آن:

m_1 جرم سدیم تارتارات (۵-۶) در صورتی که برای استانداردسازی (بند ۷-۲-۱-۲) استفاده شده باشد، بر حسب میلی‌گرم؛

m_2 جرم آب وارد شده، اگر آب خالص برای استانداردسازی (بند ۷-۲-۱-۲) استفاده شده باشد، بر حسب میلی‌گرم؛

V_1 حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) استفاده شده برای استانداردسازی بر حسب میلی‌لیتر؛
 0.1566 ضریب محاسبه آب سدیم تارتارات دوآبه می‌باشد.

۲-۳-۷ مقدار آب نمونه

مقدار آب نمونه را بر حسب درصد جرمی با استفاده از رابطه ۲ محاسبه کنید:

$$\frac{V_2 \times T}{m_0 \times 10} \quad \text{یا} \quad \frac{V_2 \times T}{V_0 \times \rho \times 10} \quad (2)$$

که در آن:

m_0 جرم آزمونه (در مورد محصولات جامد)، بر حسب گرم؛

V_0 حجم آزمونه (در مورد محصولات مایع)، بر حسب میلی‌لیتر؛

ρ چگالی نمونه در دمای 20°C (در مورد محصولات مایع)، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر؛

V_2 حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) استفاده شده برای اندازه‌گیری (بند ۷-۲-۲) بر حسب میلی‌لیتر؛

T آب معادل واکنشگر کارل فیشر، محاسبه شده طبق بند ۷-۳-۱ بر حسب میلی‌گرم بر میلی‌لیتر می‌باشد.

۸ تیتراسیون مستقیم الکترومتری

دو الکتروود پلاتینی که یک اختلاف پتانسیل به آن‌ها اعمال شده است به درون محلول وارد می‌شود. تا زمانی که در محلول آب هست، پلاریزاسیون کاتد مانع از عبور جریان می‌شود. تشخیص نقطه پایانی تیتراسیون به وسیله دیپلاریزاسیون کاتد و به دنبال آن افزایش ناگهانی جریان (که به وسیله یک دستگاه الکترونیکی مناسب نمایش داده می‌شود) خواهد بود.

۱-۸ روش انجام آزمون

۱-۱-۸ استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر

دستگاه را مطابق شکل ب-۱ سوار کنید. اتصالات را با گریس (بند ۵-۱۰) روغن کاری کنید. ۲۵ ml متانول (بند ۵-۱) را به وسیله یک سرنگ (بند ۶-۱-۲)، از طریق سپتوم به ظرف تیتراسیون (بند ۶-۱-۱-۲) وارد کنید. همزن الکترومغناطیسی (بند ۶-۱-۱-۴) را روشن کنید و مدار دستگاه آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی (بند ۶-۱-۱-۷) را ببندید.

دستگاه را به گونه‌ای تنظیم کنید که اختلاف پتانسیل ۱ V تا ۲ V به الکترودها اعمال شود و گالوانومتر جریان اندکی، معمولاً در حد چند میکروآمپر را نشان دهد. به منظور ایجاد واکنش مقادیر اندک آب موجود در متانول، واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) را بیفزایید تا زمانی که گالوانومتر افزایش ناگهانی در جریان، حدود $10 \mu A$ تا $20 \mu A$ را که به مدت حداقل یک دقیقه پایدار باشد، نشان دهد.

۲-۱-۱-۸ در لوله شیشه‌ای کوچک (بند ۶-۱-۳)، حدود 0.250 g سدیم تاراتارات (بند ۵-۶) را با تقریب 0.0001 g وزن کنید. آن را به سرعت، و با برداشتن سپتوم برای چند ثانیه با سرعت درون ظرف تیتراسیون قرار دهید. سپس لوله شیشه‌ای کوچک را وزن کنید و جرم سدیم تاراتارات استفاده شده (m_3) را با تفاضل تعیین کنید.

همچنین می‌توان استانداردسازی را با وارد کردن جرمی از آب (m_4) تقریباً به اندازه 0.040 g از یک بطری قطره چکان که قبل و بعد از وارد کردن آب به ظرف تیتراسیون وزن شده است، انجام داد. مقدار معلوم آب وارد شده را با واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) مورد استانداردسازی تیترا کنید تا زمانی که انحراف مشابهی از نشانگر گالوانومتر به دست آید و حداقل به مدت ۱ دقیقه پایدار بماند. حجم واکنشگر استفاده شده (V_3) را ثبت کنید.

۲-۱-۸ اندازه‌گیری

ظرف تیتراسیون (بند ۶-۱-۲) را به وسیله شیر تخلیه آن، خالی کنید. با استفاده از یک سرنگ (بند ۶-۱-۲) که از سپتوم عبور کرده است، در آن 25 ml (یا حجم مشخص شده در روش کار محصول مورد تجزیه) متانول (بند ۵-۱) یا حلالی دیگر (بند ۵-۳ یا بند ۵-۴) قرار دهید. همزن الکترومغناطیسی (بند ۶-۱-۱-۴) را روشن کنید. به منظور ایجاد واکنش مقادیر اندک آب در حلال مورد استفاده، واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) را اضافه کنید. مانند بند ۸-۱-۱ ادامه دهید تا زمانی که انحراف ناگهانی و ثابتی که برای مدت حداقل ۱ دقیقه باقی بماند به وجود آید.

آزمونه مشخص شده را، اگر مایع است با استفاده از یک سرنگ یا اگر پودر جامد است به صورت وزن شده با تقریب 0.10001 g در یک لوله شیشه‌ای کوچک (بند ۶-۱-۳)، وارد کنید. با واکنشگر کارل فیشر و با استفاده از همان روش الکترومتری برای تشخیص نقطه پایانی واکنش تیترا کنید. حجم واکنشگر کارل فیشر استفاده شده برای اندازه‌گیری را ثبت کنید (V₄).

یادآوری - توصیه می‌شود آزمون‌های استفاده شود که مقدار آب آن متناظر با حجمی از واکنشگر کارل فیشر باشد که بتوان آن را با درستی مناسب وزن کرد. در صورت لزوم، نسبت مقادیر حلال و آزمایه استفاده شده را افزایش دهید و سپس از یک ظرف تیتراسیون با حجم مناسب استفاده کنید.

۲-۸ بیان نتایج

۱-۲-۸ آب معادل واکنشگر کارل فیشر

آب معادل واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، T ، بر حسب میلی‌گرم آب بر میلی‌لیتر واکنشگر با استفاده از رابطه ۳ محاسبه کنید:

$$T = \frac{m_3 \times 0.1566}{V_3} \text{ یا } T = \frac{m_4}{V_3} \quad (3)$$

که در آن:

m_3 جرم سدیم تارتارات (۵-۶) در صورتی که این واکنشگر برای استانداردسازی (بند ۸-۲-۱) استفاده شده باشد، بر حسب میلی‌گرم؛

m_4 جرم آب وارد شده، اگر آب خالص برای استانداردسازی (بند ۷-۲-۱-۲) استفاده شده است بر حسب میلی‌گرم؛

V_3 حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) استفاده شده برای استانداردسازی، بر حسب میلی‌لیتر؛
۰.۱۵۶۶ ضریب محاسبه آب سدیم تارتارات دوآبه می‌باشد.

۲-۲-۸ مقدار آب نمونه

مقدار آب نمونه را بر حسب درصد جرمی با استفاده از رابطه ۴ محاسبه کنید:

$$\frac{V_4 \times T}{m_0 \times 10} \text{ یا } \frac{V_4 \times T}{V_0 \times \rho \times 10} \quad (4)$$

که در آن:

m_0 جرم آزمون (در مورد محصولات جامد)، بر حسب گرم؛

V_0 حجم آزمون (در مورد محصولات مایع)، بر حسب میلی‌لیتر؛

ρ چگالی نمونه در 20°C (در مورد محصولات مایع)، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر؛

V_4 حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) استفاده شده برای اندازه‌گیری بر حسب میلی‌لیتر؛

T آب معادل واکنشگر کارل فیشر، محاسبه شده طبق بند ۷-۳-۱، بر حسب میلی‌گرم بر میلی‌لیتر می‌باشد.

۹ تیتراسیون برگشتی الکترومتری

مقدار اضافی واکنشگر کارل فیشر اضافه می‌شود، سپس با یک محلول استاندارد آب/متانول تیترا می‌شود. الکترودها در یک اختلاف پتانسیل خیلی کوچک اما کافی برای ایجاد یک انحراف بزرگ از نشانگر گالوانومتر در آغاز تیتراسیون برگشتی قرار داده می‌شوند. تشخیص نقطه پایانی تیتراسیون به وسیله پلاریزاسیون کاتد و به دنبال آن افت ناگهانی جریان (که توسط یک دستگاه الکتریکی مناسب نشان داده می‌شود) انجام می‌شود.

۱-۹ روش انجام آزمون

۱-۱-۹ استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر

۱-۱-۱-۹ دستگاه را مطابق شکل پ-۱ سوار کنید. اتصالات را با گریس (بند ۵-۱۰) روغن کاری کنید. مقدار کافی واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) را از طریق یکی از بورت‌های خودکار (بند ۶-۲-۱-۱) وارد ظرف تیتراسیون (بند ۶-۲-۱-۲) کنید تا الکترودها را بپوشاند. همزن الکترومغناطیسی (بند ۶-۱-۱-۴) را روشن کنید و مدار دستگاه آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی (بند ۶-۱-۱-۷) را ببندید. اجازه دهید محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) از طریق بورت خودکار دوم (بند ۶-۲-۱-۱) جاری شود تا زمانی که نشانگر گالوانومتر ناگهان به سمت صفر حرکت کند.

۲-۱-۱-۹ حدود 0.250 g سدیم تاراتارات (بند ۵-۶) را با تقریب 0.0001 g در لوله شیشه‌ای کوچک (بند ۶-۱-۳)، وزن کنید. آن را با برداشتن سیتوم به مدت چند ثانیه با سرعت در ظرف تیتراسیون قرار دهید. سپس لوله شیشه‌ای کوچک را وزن کنید و جرم سدیم تاراتارات استفاده شده (m_5) را با تفاضل تعیین کنید.

همچنین می‌توان استانداردسازی را با وارد کردن جرمی از آب (m_6) تقریباً به اندازه 0.040 g از یک بطری قطره چکان که قبل و بعد از وارد کردن آب به ظرف تیتراسیون وزن شده است، انجام داد. سپس مقدار اضافی معلومی از واکنشگر کارل فیشر (V_5) اضافه کنید تا زمانی که محلول به رنگ قهوه‌ای در آمد. به مدت ۳۰ ثانیه صبر کنید و این مقدار اضافی را با استفاده از محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) تیتراسیون برگشتی کنید تا زمانی که نشانگر گالوانومتر ناگهان به سمت صفر حرکت کند. حجم این محلول (بند ۵-۸) استفاده شده (V_6) را ثبت کنید.

۲-۱-۹ ارتباط بین واکنشگر کارل فیشر و محلول استاندارد آب/متانول

بخشی از ظرف تیتراسیون (بند ۶-۲-۱-۲) را خالی کنید به صورتی که الکترودها در مایعی که مطابق بند ۱-۱-۹ خنثی شده است، غوطه ور بمانند.

20 ml واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) را که در اولین بورت خودکار (بند ۶-۲-۱-۱) اندازه‌گیری شده است، اضافه کنید و با محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) موجود در بورت خودکار دوم تیترا کنید تا زمانی که نشانگر گالوانومتر ناگهان به سمت صفر حرکت کند. حجم این محلول (بند ۵-۸) استفاده شده (V_7) را ثبت کنید.

۳-۱-۹ اندازه‌گیری

ظرف تیتراسیون (بند ۶-۱-۱-۲) را به وسیله شیر تخلیه آن، خالی کنید. با استفاده از یک سرنگ (بند ۶-۱-۲) که از سپتوم عبور کرده است، در آن ۲۵ ml (یا حجم مشخص شده در روش کار محصول مورد تجزیه) متانول (بند ۵-۱) قرار دهید. همزن الکترومغناطیسی (بند ۶-۱-۱-۴) را روشن کنید.

به منظور ایجاد واکنش مقادیر اندک آب در متانول، مقدار اضافی اندکی (حدود ۲ ml) از واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) را اضافه کنید و سپس محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) را بیفزایید تا زمانی که نشانگر گالوانومتر ناگهان به سمت صفر حرکت کند.

آزمونه مشخص شده را، اگر مایع است با استفاده از یک سرنگ یا اگر پودر جامد است به صورت وزن شده با تقریب ۰٫۰۰۰۱ g در یک لوله شیشه‌ای کوچک (بند ۶-۱-۳)، وارد کنید. با واکنشگر کارل فیشر و با استفاده از همان روش الکترومتری برای تشخیص نقطه پایانی واکنش، تیتراسیون کنید.

سپس مقدار اضافی معلومی از واکنشگر کارل فیشر (V₈) اضافه کنید تا زمانی که محلول به رنگ قهوه‌ای در آمد. به مدت ۳۰ ثانیه صبر کنید و این مقدار اضافی را با استفاده از محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) تیتراسیون برگشتی کنید تا زمانی که نشانگر گالوانومتر ناگهان به سمت صفر حرکت کند. حجم این محلول (بند ۵-۸) استفاده شده (V₉) را ثبت کنید.

یادآوری - توصیه می‌شود آزمونه‌ای استفاده شود که مقدار آب آن متناظر با حجمی از واکنشگر کارل فیشر باشد که بتوان آن را با درستی مناسب وزن کرد. در صورت لزوم، نسبت مقادیر حلال و آزمونه استفاده شده را افزایش دهید و سپس از یک ظرف تیتراسیون با حجم مناسب استفاده کنید.

۲-۹ بیان نتایج

۱-۲-۹ آب معادل واکنشگر کارل فیشر

آب معادل واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، T ، بر حسب میلی‌گرم آب بر حسب میلی‌لیتر واکنشگر با استفاده از رابطه ۵ به دست می‌آید:

$$T = \frac{m_5 \times 0.1566}{V_5 - (V_6 \times \frac{20}{V_7})} \quad \text{یا} \quad T = \frac{m_6}{V_5 - (V_6 \times \frac{20}{V_7})} \quad (5)$$

که در آن:

m_5 جرم سدیم تارتارات (بند ۵-۶) در صورت استفاده برای استانداردسازی (بند ۹-۲-۱-۲)، بر حسب میلی‌گرم؛

m_6 جرم آب وارد شده، اگر آب خالص برای استانداردسازی (بند ۹-۲-۱-۲) استفاده شده است بر حسب میلی‌گرم؛

V_5 حجم مقدار مازاد معلوم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) اضافه شده در بند ۹-۲-۱-۲، بر حسب میلی‌لیتر؛

V_6 حجم محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) استفاده شده در بند ۹-۲-۱-۲ برای تیتراسیون شاهد بر حسب میلی‌لیتر؛

V_7 حجم محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) استفاده شده در بند ۹-۲-۲ (معادل سازی با واکنشگر کارل فیشر) بر حسب میلی لیتر؛
 ۰٫۱۵۶۶ ضریب محاسبه آب سدیم تارتارات دوآبه می باشد.

۹-۲-۲ مقدار آب نمونه

مقدار آب نمونه را بر حسب درصد جرمی با استفاده از رابطه ۶ یا ۷ محاسبه می شود:

$$\left[V_8 - \left(V_9 \times \frac{20}{V_7} \right) \right] \times \frac{T}{m_0 \times 10} \quad (۶)$$

$$\text{یا} \left[V_8 - \left(V_9 \times \frac{20}{V_7} \right) \right] \times \frac{T}{V_0 \times \rho \times 10} \quad (۷)$$

که در آن:

m_0 جرم نمونه (در مورد محصولات جامد)، بر حسب گرم؛

V_0 حجم نمونه (در مورد محصولات مایع)، بر حسب میلی لیتر؛

ρ چگالی نمونه در 20°C (در مورد محصولات مایع) بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

V_7 طبق بند ۹-۲-۱ تعریف شده است؛

V_8 حجم مقدار معلوم مازاد واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) اضافه شده در بند ۹-۲-۳، بر حسب میلی لیتر؛

V_9 حجم محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۸) استفاده شده در بند ۹-۲-۳ برای تیتراسیون برگشتی، بر حسب میلی لیتر؛

T آب معادل واکنشگر کارل فیشر، محاسبه شده طبق بند ۹-۳-۱؛ بر حسب میلی گرم بر میلی لیتر می باشد.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۰ روش آزمون استفاده شده با ارجاع به این استاندارد ملی؛

۲-۱۰ همه اطلاعات ضروری برای شناسایی کامل نمونه؛

۳-۱۰ نتایج و روش بیان استفاده شده؛

۴-۱۰ هر موضوع غیر معمول رخ داده در حین اندازه گیری؛

۵-۱۰ نام و امضای آزمون گر.

۶-۱۰ هر گونه جزئیات عملیاتی که در این استاندارد به آن اشاره نشده، یا به صورت اختیاری در نظر گرفته شده است، به همراه هر گونه اتفاقی که در حین آزمون رخ داده باشد و ممکن است روی نتایج آزمون تاثیر بگذارد.

پیوست الف

(الزامی)

استاندارد سازی واکنشگر کارل فیشر با استفاده از محلول استاندارد آب/متانول

الف-۱ روش چشمی

الف-۱-۱ اگر برای استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، به جای سدیم تارتارات (بند ۵-۶) از محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۷) استفاده شده باشد، بند ۷-۲-۱-۲ مربوط به تیتراسیون چشمی به شرح زیر تغییر می‌کند:

با استفاده از یک سرنگ (بند ۶-۱-۲)، مقدار ۱۰/۱۰ ml متانول (بند ۵-۱) را به ظرف تیتراسیون اضافه کنید و با واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، تا زمانی که رنگ قهوه‌ای مانند بند ۷-۲-۱-۱ به دست آید، تیتراسیون را انجام دهید و حجم واکنشگر استفاده شده را ثبت کنید (V_{10}).

به طریق مشابه، ۱۰/۱۰ ml محلول استاندارد آب/متانول (بند ۷-۵) را به ظرف تیتراسیون اضافه کنید. مقدار معلوم آبی که به وسیله واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) مورد استانداردسازی، وارد شده است را تیتراسیون تا زمانی که رنگ قهوه‌ای مشابهی به وجود آید و حجم واکنشگر استفاده شده (V_{11}) را یادداشت کنید.

الف-۱-۲ علاوه بر این، بند ۷-۳-۱ به شرح زیر تغییر می‌کند:

مقدار آب معادل واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، T ، را بر حسب میلی‌گرم آب در میلی‌لیتر واکنشگر با استفاده از رابطه الف-۱ محاسبه کنید:

$$T = \frac{100}{V_{11} - V_{10}} \quad (\text{الف-۱})$$

که در آن:

۱۰۰ جرم آب موجود در ۱۰ ml محلول استاندارد آب/متانول (بند ۷-۵)، بر حسب میلی‌گرم؛

V_{10} حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، استفاده شده برای تیتراسیون ۱۰ ml متانول (بند ۵-۱) بر حسب میلی‌لیتر؛

V_{11} حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) استفاده شده برای تیتراسیون ۱۰ ml محلول استاندارد آب/متانول (بند ۷-۵)، بر حسب میلی‌لیتر می‌باشد.

الف-۲ روش الکترومتری - تیتراسیون مستقیم

الف-۲-۱ اگر برای استانداردسازی واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، به جای سدیم تارتارات (بند ۵-۶) از محلول استاندارد آب/متانول (بند ۷-۵) استفاده شده باشد، بند ۸-۱-۱-۲ مربوط به تیتراسیون مستقیم الکترومتری به شرح زیر تغییر می‌کند:

با استفاده از یک سرنگ (بند ۶-۱-۲)، مقدار ۱۰/۰ ml متانول (بند ۵-۱) را به ظرف تیتراسیون اضافه کنید. تا زمانی که نشانگر گالوانومتر به انحرافی مشابه برسد و به مدت حداقل ۱ دقیقه پایدار بماند، با واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) تیتراسیون کنید و حجم واکنشگر استفاده شده (V_{12}) را ثبت کنید. به طریق مشابه، ۱۰/۰ ml محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۷) را به ظرف تیتراسیون اضافه کنید. مقدار معلوم آبی را که به وسیله واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) مورد استانداردسازی، وارد شده است تیتراسیون کنید تا زمانی که نشانگر گالوانومتر به انحرافی مشابه برسد و به مدت حداقل ۱ دقیقه پایدار بماند و حجم واکنشگر استفاده شده (V_{13}) را یادداشت کنید.

الف-۱-۲ علاوه بر این، بند ۸-۳-۱ به شرح زیر تغییر می‌کند:

مقدار آب معادل واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، T ، بر حسب میلی‌گرم آب در میلی‌لیتر واکنشگر با استفاده از رابطه الف-۲ محاسبه کنید:

$$T = \frac{100}{V_{13} - V_{12}} \quad (\text{الف-۲})$$

که در آن:

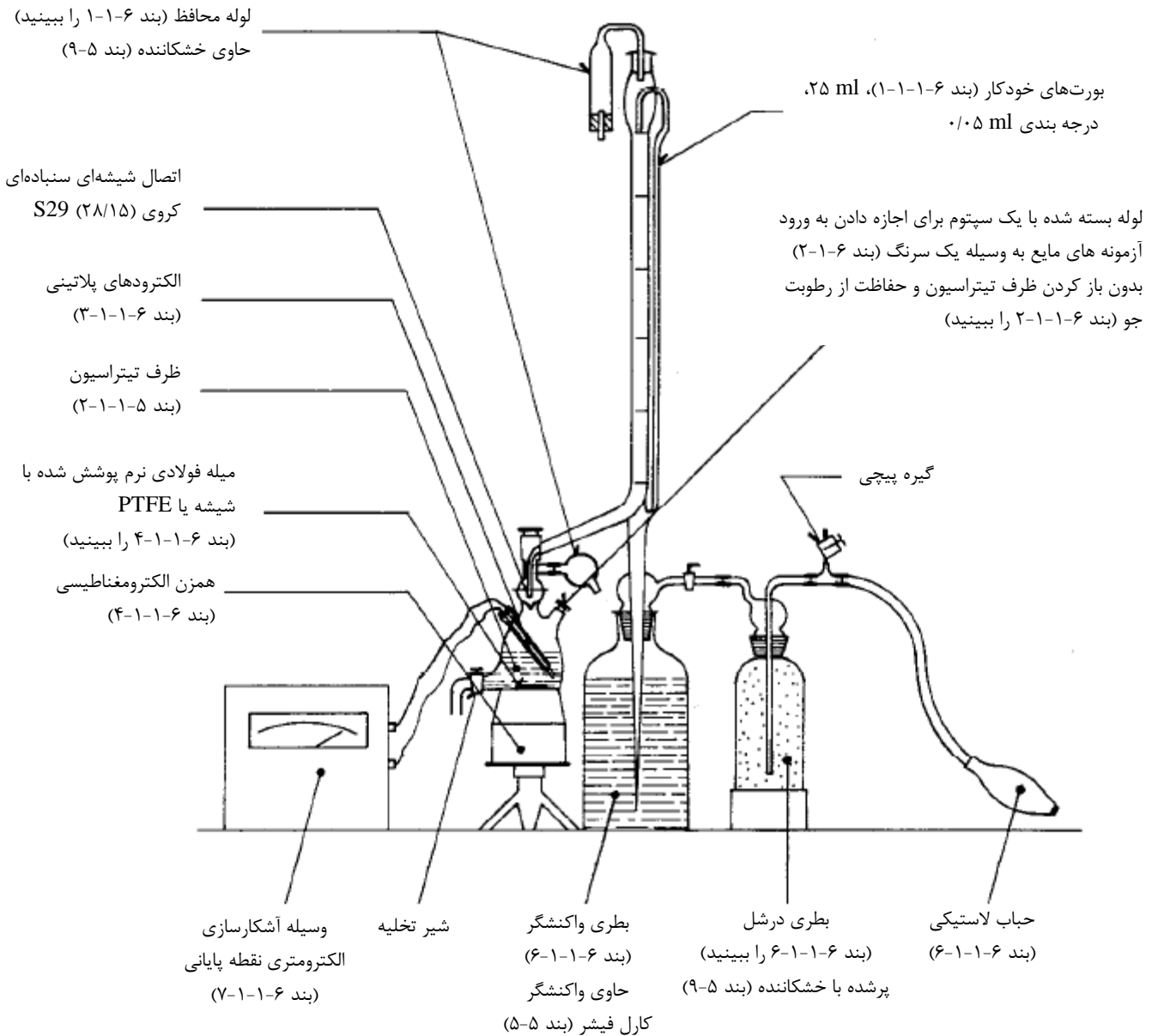
۱۰۰ جرم آب موجود در ۱۰ ml محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۷)، بر حسب میلی‌گرم؛
 V_{12} حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵)، استفاده شده برای تیتراسیون ۱۰ ml متانول (بند ۵-۱) بر حسب میلی‌لیتر؛
 V_{13} حجم واکنشگر کارل فیشر (بند ۵-۵) استفاده شده برای تیتراسیون ۱۰ ml محلول استاندارد آب/متانول (بند ۵-۷)، بر حسب میلی‌لیتر می‌باشد.

پیوست ب

(اطلاعاتی)

دستگاه نوعی برای تیتراسیون چشمی یا تیتراسیون الکترومتری مستقیم

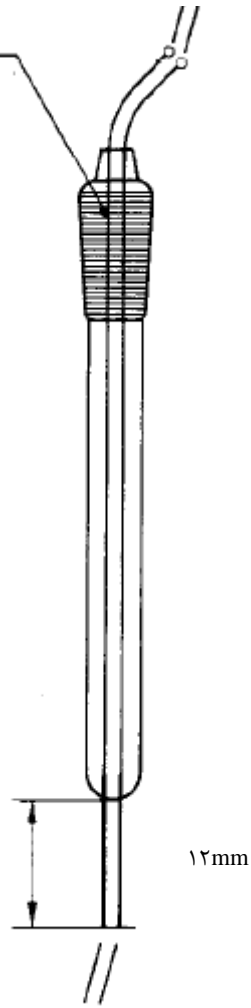
دستگاه نوعی برای تیتراسیون چشمی یا تیتراسیون الکترومتری مستقیم در شکل ب-۱ نشان داده شده است. برای تیتراسیون چشمی، الکترودها و تجهیزات الکتریکی مربوطه را حذف کنید.



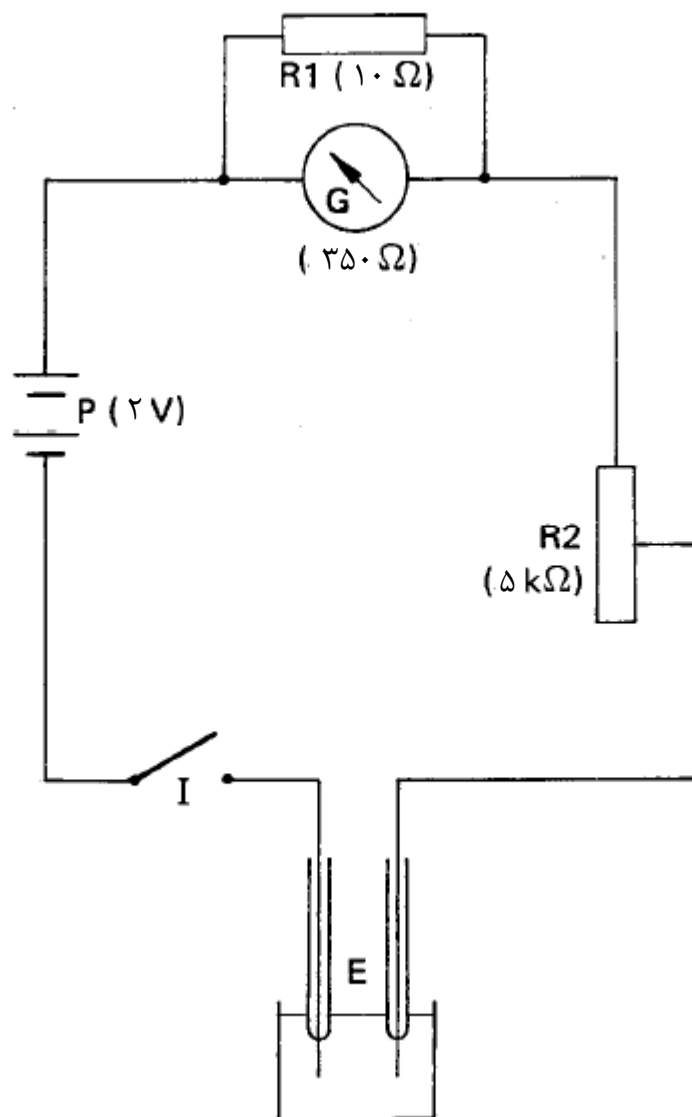
شکل ب-۱- آرایش کلی

سیم‌های مسی، یکی از آن‌ها با روکش پلاستیکی عایق شده است

اتصال شیشه‌ای سنباده‌ای مخروطی ۱۲/۲۱



شکل ب- ۲ - الکترودهای پلاتینی



راهنما:

P باتری

I کلید

E الکترودهای پلاتینی

R1 و R2 مقاومتها

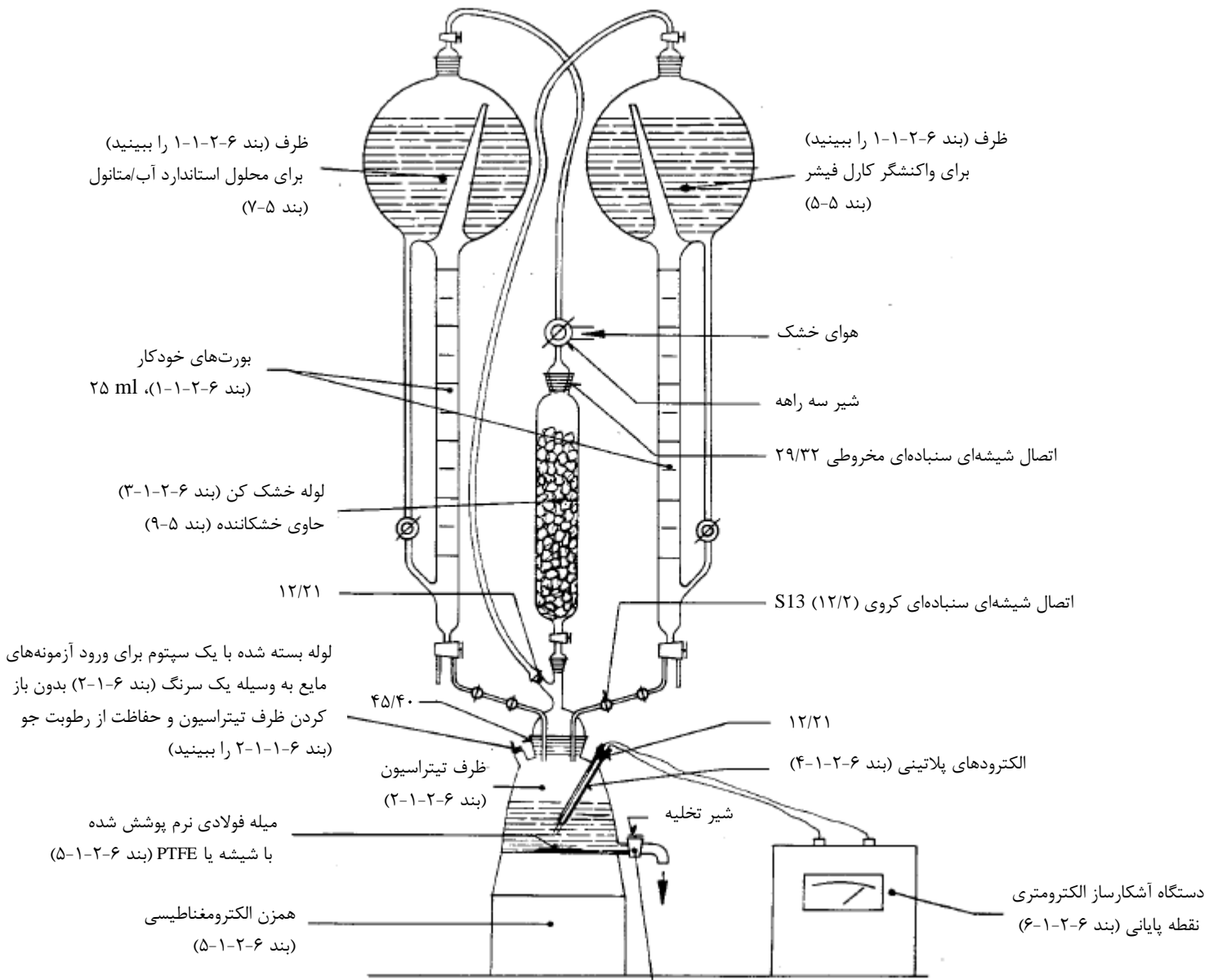
G گالوانومتر

شکل ب-۳- مدار دستگاه آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی
(تیتراسیون مستقیم: افزایش جریان)

پیوست پ

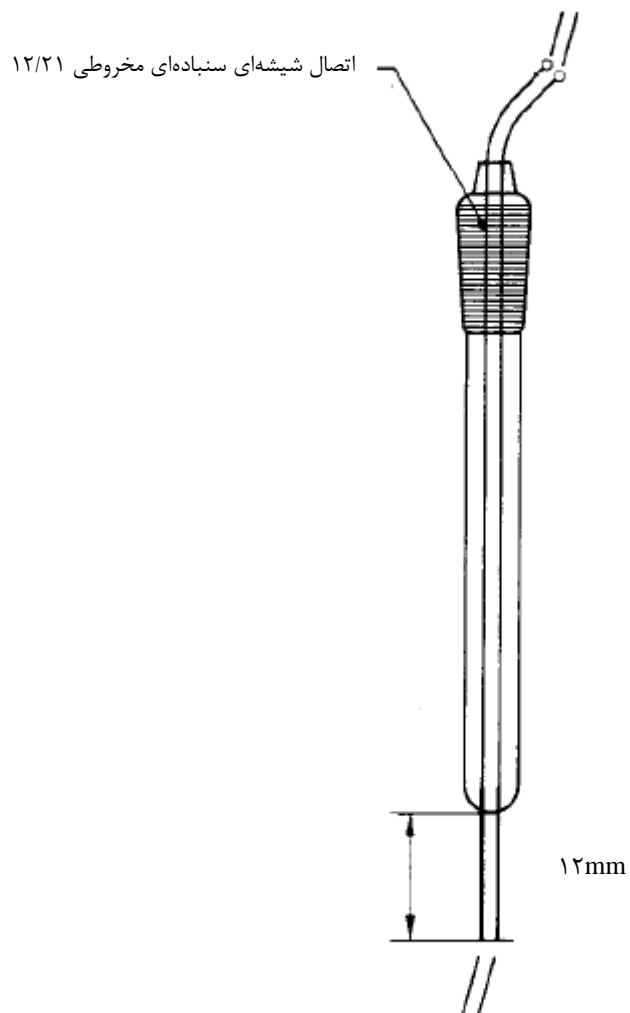
(اطلاعاتی)

دستگاه نوعی برای تیتراسیون برگشتی الکترومتری

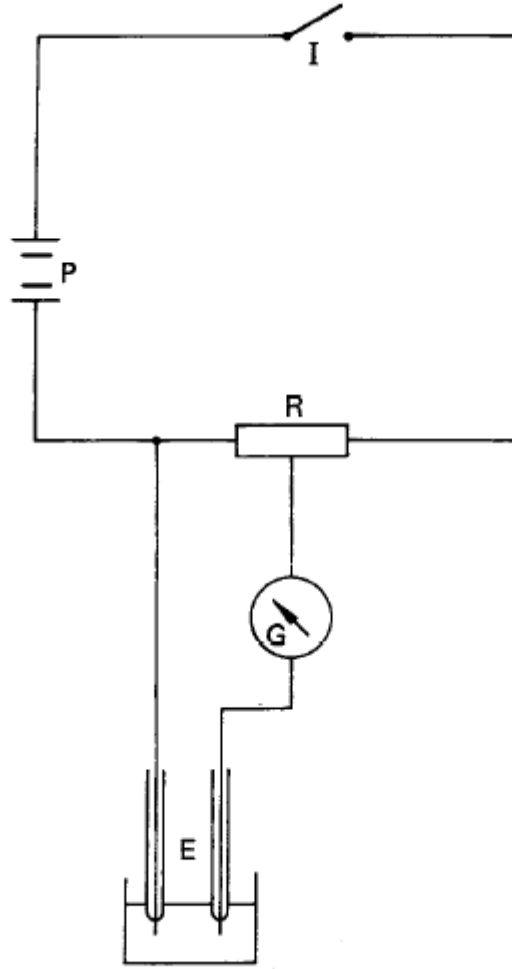


شکل پ-۱- آرایش کلی

سیم‌های مسی، یکی از آن‌ها با روکش پلاستیکی عایق شده است



شکل پ-۲- الکترودهای پلاتینی



راهنما:
 P باتری
 I کلید
 E الکترودهای پلاتینی
 R مقاومت متغیر
 G گالوانومتر

شکل پ-۳- مدار دستگاه آشکارسازی الکترومتری نقطه پایانی (تیتراسیون برگشتی: توقف جریان)