ISIRI
6228
1st-Edition
OCT. 2002

جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
Institute of Standards and Industrial Research of Iran

استاندارد ملی ایران
۶۲۲۸
چاپ اول
مهر ماه ۱۳۸۱

مایع خنک کننده موتور ـ روش اندازه گیری آب موجود در مایع خنک کننده اولیه موتور توسط محلول کارل فیشر

Water In Engine coolant Test - Method For Water In Engine Coolant Concentrate By The Karl Fisher Reagent

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران :کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵

دفتر مرکـــزی : تهران - بالاتراز میدان ولی‌عصر، کوچهٔ شهید شهامتی، پلاک ۱۴

صندوق پستی ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵

تلفن مؤسسه در کرج : ۸-۲۸۰۶۰۳۱ - ۰۲۶۱

تلفن مؤسسه در تهران : ۹-۸۹۰۹۳۰۸

دورنگار : کرج ۲۸۰۸۱۱۴ - ۰۲۶۱ تهران ۸۸۰۲۲۷۶ - ۰۲۱

بخش فروش - تلفن : ۲۸۰۷۰۴۵ - ۰۲۶۱ دورنگار : ۲۸۰۷۰۴۵ - ۰۲۶۱

پیام نگار Standard @ isiri.or.ir

بها: ۲۳۷۵ ریال

Headquarter: Institute of Standards and Industrial Research of IRAN

P.O.Box 31585-163 Karaj - IRAN

Central office: NO.14, Shahid Shahamati St., Valiasr Ave. Tehran

P.O.Box : 14155-6139

Tel.(Karaj): 0098 261 2806031-8

Tel.(Tehran): 0098 21 8909308-9

Fax(Karaj): 0098 261 2808114

Fax(Tehran): 0098 21 8802276

Email: Standard @ isiri.or.ir

Price: 2375 " Rls

بسمه تعالی

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده‌دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی(رسمی) می‌باشد.

تدوین استاندارد در رشته‌های مختلف توسط کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبنظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت می‌گیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت‌ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن‌آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمان‌های دولتی باشد.

پیش‌نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمان‌های علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می‌گردد. بدین‌ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره «۵» تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل می‌گردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد می‌باشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی استفاده می‌نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید.

همچنین به منظور اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی‌کنندگان سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و کالیبره‌کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمان‌ها و مؤسسات را براساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهی‌نامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می‌نماید. ترویج سیستم بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می‌باشد.

استاندارد مایع فنک کننده - روش اندازه گیری آب موجود توسط محلول کارل فیشر

رئیس	سمت یا نمایندگی
کامکار ، اردشیر (دکترای شیمی)	استاد دانشگاه
اعضاء	
باقری بهشتی ، ویدا (لیسانس شیمی)	شرکت کیافرین
بهلولی ، شکرا... (دیپلم تجربی)	شرکت گوهرین
جلیلیان ، سید مهرداد (فوق لیسانس شیمی)	شرکت ادب منش
درودی ، ناهید (فوق لیسانس شیمی)	شرکت نفت بهران

ذاکر ، نوشین (لیسانس شیمی)	شرکت رنگ آفرین
رستم خانی ، محمد رضا (لیسانس مهندسی شیمی)	اداره استاندارد و تحقیقات صنعتی استان زنجان
عبود ی، جواد (فوق لیسانس مهندسی شیمی)	صنایع شیمیایی پارچین
عبهری ، فرهدخت (لیسانس شیمی)	شرکت نفت پارس
فتوحی ، محمد (لیسانس شیمی)	شرکت تابکم
فرزام ، زینت (لیسانس مهندسی شیمی)	اداره استاندارد و تحقیقات صنعتی استان قزوین
فیروزی ، فاطمه (لیسانس شیمی)	شرکت فومن شیمی

کلهری ، محمد تقی (لیسانس مهندسی شیمی)	شرکت سامان شیمی
گیوی ، آزیتا (لیسانس شیمی)	شرکت ایران وانت
نیکبخت ، علی (لیسانس مهندسی شیمی)	شرکت ایران خودرو

دبیر

قاضی کیانی ، فرناز (لیسانس شیمی)	موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

پیشگفتار

استاندارد مایع خنک کننده روش اندازه گیری آب موجود در مایع خنک کننده اولیه موتور توسط محلول کارل فیشر که توسط کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در یکصد و هشتاد و سومین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد شیمیایی مورخ ۸۰/٤/۳۰ مورد تأیید 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 با تحولات و پیشرفتهای ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ها ارائه شود ، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابر این برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد .

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه ، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود .

منابع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است :

ASTM D1123 1993 Test Methods For Water in Engine Coolant Concentrate by the Karl Fischer Reagent Method

استاندارد مایع خنک کننده موتور - روش اندازه گیری آب موجود در مایع خنک کننده اولیه موتور توسط محلول کارل فیشر

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش اندازه گیری آب موجود در مایع خنک کننده رقیق نشده بر پایه گلیکولی ، تازه یا مصرف نشده ، با استفاده از یک وسیله حجم سنجی بر اساس روش کولومتری به طریق دستی (روش الف) و یا خودکار (روش ب) می باشد .

۱-۲ بسیاری از ترکیبات که دارای گروه کربونیل می باشند به آرامی با محلول کارل فیشر واکنش داده و باعث عدم تشخیص نقطه پایان اندازه گیری شده و بنابر این نتایج بالایی نشان می دهند . لذا با استفاده از یک محلول کارل فیشر اصلاح شده این واکنشهای مزاحم و ناخواسته را به حداقل می رسانند .

۱-۳ در این روش هنگام انجام آزمون امکان بروز خطراتی از جانب مواد و وسایل وجود دارد و این استاندارد همه موارد ایمنی را در هنگام استفاده از این روش ذکر نمی کند و این مسئولیت به عهده آزمایشگر است که خطرات را پیش بینی نموده و اصول ایمنی را رعایت کند و به کارگیری مقررات لازم را قبل از استفاده مشخص نماید . برای اخطار های ویژه این روش آزمون به بند ۱۵ مراجعه کنید .

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است . بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود . در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر ، اصلاحیه ها و یا تجدید نظر های بعدی این مدارک مورد نظر نیست . معهذا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد ، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظر های مدارک الزامی را مورد بررسی قرار دهند . در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر ، آخرین چاپ و یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است .

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است :

۱- استاندارد ملی ایران ۲۹۳۲ : سال ۱۳۶۸ اندازه گیری رنگ فرآورده های نفتی به روش سیبلت روش آزمون

۲- استاندارد ملی ایران ۱۳۳۰ : سال ۱۳۵۳ روش نمونه گیری و تهیه محلولهای آبکی ضد یخ یا ضد زنگ برای آزمایش - روش نمونه برداری

ASTMD 1193: 1983 Reagent Water – Specification For Reagent Water

ASTME 203 : 1986 Water – TestMethod For Water Using KarlFischer Reagent

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و / یا واژه ها با تعاریف زیر به کار می رود :

۳-۱ رنگ نقطه پایان سنجش حجمی

هنگامی که در طول سنجش رنگ محلول از زرد به قرمز مایل به نارنجی تغییر یابد به گونه ای که این تغییر رنگ سریع و به آسانی قابل تکرار باشد ، این نقطه ، نقطه پایان سنجش نام دارد . رنـگ قرمز مایل به نارنجی بایستی برای مدت حداقل ۳۰ ثانیه پایدار بماند .

۳-۱-۱ بررسی و تشفیص

بررسی رنگ با روشنایی روز یا نور مصنوعی یک لامپ طبق ویـژگیـهای داده شـده در اسـتاندارد ملی ایران به شماره ۲۹۳۲ انجام می گیرد .

۳-۱-۲ نقطه پایان سنجش در دستگاه کارل فیشر

نقطه پایان سنجش در این آزمون هنگامی است که دو الکترود کوچک پلاتین که پتانسیل ۲۰ تا ۵۰ میلی ولت به آنها اعمال می شود ، با افزودن ۰/۰۵ میلی لیتر محلول کارل فیشر (که هر میلی لیـتر آن معادل ٦ میلی گرم آب می باشد) و تغییر جریان ۱۰ تا ۲۰ میکروآمپر را حداقل ۳۰ ثانیه پایدار باشد ، ایجاد می کند ، قطبش زدایی می شود .

۳-۱-۲-۱ بحث

نقطه پایان حجم سنجی (که در بالا تعریف آن آمد)، گاهی اوقات به غلط توقف پـایدار [1] نـامیده می شود که برعکس توضیحی است که در بالا آمده است .

۴ خلاصه روش آزمون

۴-۱ این روش آزمون اصولا بر اساس کاهش ید بوسیله دی اکسید گوگرد در حضور آب می باشد ، این واکنش تنها هنگامی از نظر کمی قابل استفاده است کـه پـیریدین و یـک الکـل در محیط وجود داشته باشند تا به صورت زیر واکنش دهند .

1 – Defolarization

2- Dead Stop

$$I_2 + SO_2 + H_2O \longrightarrow SO_3 + 2HI$$

۴-۲ برای اندازه گیری آب ، محلول کارل فیشر به محلولی از نمونه در متانل بدون آب با درجه خلوص بالا اضافه می شود تا زمانیکه تمام آب موجود خنثی شود که ایـن عمـل بـا تغییـر رنگ محلول به قرمز مایل به نارنجی در نقطه پایان حجم سنجی و یا بوسیله یک گالوانومتر یا یک وسیله مشابه نشان دهنده جریان که قطبش زدایی جفت الکترود فلزی بی اثـر را ثبـت مـی کنـد ، مشخص می گردد . استاندارد کردن محلول کارل فیشر با حجم سنجی آب انجام می گیرد .

یاد آوری۱ ***این روش آزمون تمام اطلاعات لازم برای اندازه گیـری مـیزان آب موجـود در ترکیـب ضدیخ را ارائه می دهد . در صورت نیاز به اطلاعات اضافی در مورد اندازه گیری آب به اسـتاندارد ملی ... [1] ایران مراجعه شود .***

۵ اهمیت و کاربرد

۵-۱ مقدار کل آب موجود در مایع خنک کننده موتور که به روش حجم سنجی با محلول کارل فیشر اندازه گیری می گردد عبارتست از :

۱) آب موجود در گلیکول پایه

۲) آب افزوده شده به ضد یخ (به عنوان مثال آبی که همراه با مواد بازدارنده می باشند)

۳) آب حاصل از آب دار شدن [2] باز دارنده ها (مانند $Na_2B407 . 5H_2O$)

٤) آب حاصل از واکنش شیمیایی بین بورات و اتیلـن گلیکـول کـه بـورات دی ال غلیـظ و آب تولید می کند

۱- تا تدوین استاندارد ملی از ASTME203 استفاده نمایید.

2- Hydration

۵) بعضی واکنشهای مزاحم که بین محلول کارل فیشر با مواد باز دارنده ضد یخ مانند ترابورات یا هیدروکسید سدیم انجام می گیرد نیز تولید آب می نماید .

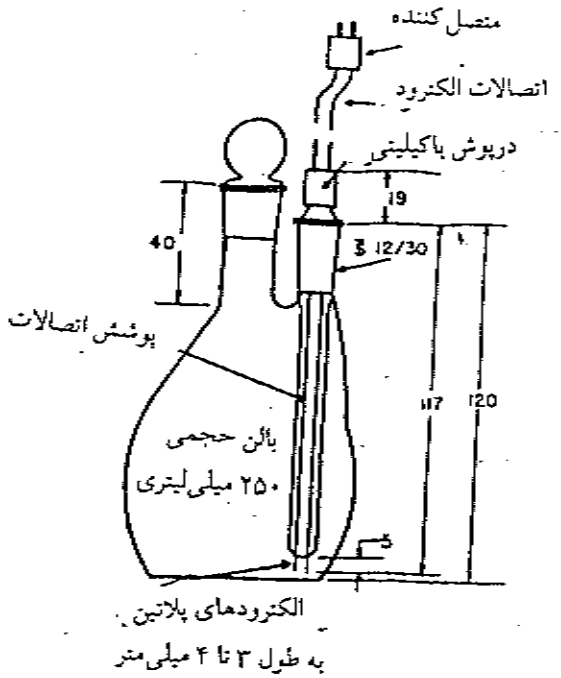
روش آزمون الف – حجم سنجی دستی

۶ وسایل لازم

۶-۱ ظرف حجم سنجی – برای حجم سنجی که نقطه پایان آن با تغییر رنگ مشخص می شود ، از یک بالن حجمی با حجم ۱۰۰ تا ۲۵۰ میلی لیتر که نیاز به کالیبره کردن نداشته باشد، استفاده کنید . در صورتی که از دستگاهی برای تعیین نقطه پایان حجم سنجی استفاده می نمایید، یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری با الکترودهای قابل تعویض (مطابق شکل ۱) مناسب می باشد . این ظرف بویژه برای حجم سنجی ضد یخ که با افزایش رنگینه یا مواد دیگری بشدت رنگی شده اند مناسب است . برای دستگاههای پایه دار که به صورت ثابت می باشند ، ظرف بایستی دارای حجمی معادل یک بشر بلند ۳۰۰ میلی لیتری بوده و دارای یک درپوش محکم برای حفاظت نمونه و محلول کارل فیشر از رطوبت هوا ، همزن و وسیله ای برای افزودن نمونه و معرفها و خارج کردن مخلوط زاید حاصل از واکنش باشد . در صورت تمایل می توان از وسیله ای برای سرد کردن ظرف سنجش تا دمای انجماد [1] استفاده نمود .

۶-۲ الکترودهای دستگاه – الکترودها بایستی از جنس پلاتین و دارای سطحی معادل دو سیم شماره ۲۶ ، و طول ۴/۷۶ میلی متر باشد . سیمها باید ۳ تا ۸ میلی متر از یکدیگر فاصله داشته باشند و به گونه ای در ظرف قرار گیرند که محلول آنها را بپوشاند .

1- Ice temperature



شکل شماره ۱- بالن حجم سنجی

یادآوری ۱ *ابعاد به میلی متر است*

۳-۶ دستگاه نشاندهنده قطبش زدا [1] - این دستگاه دارای مقاومت داخلی کمتر از ۵۰۰۰ اهم وسیله ای برای اعمال و نشان دادن ولتاژ ۲۰ تا ۵۰ میلی ولت که از الکترودها عبور می کند ، می باشد ، این وسیله توانایی نشان دادن یک جریان برق ۱۰ تا ۲۰ میکرو آمپر توسط یک گالوانومتر یا مدار تنظیم رادیویی [2] را دارد .

۴-۶ بورت برای محلول کارل فیشر - یک بورت ۲۵ تا ۵۰ میلی لیتری که توسط اتصالات شیشه ای (لاستیکی استفاده نشود) به مخزن محلول کارل فیشر متصل شده باشد . می توان از انواع مختلف بورتهای اتوماتیک ویژه استفاده نمود . از آنجائیکه محلول کارل فیشر به هنگامیکه در برابر هوای مرطوب قرار گیرد ، توانایی خود را از دست می دهد ، تمام خروجیهای موجود در سیستم بایستی توسط لوله های رطوبت گیر مناسبی که دارای سولفات کلسیم بدون

1- Depolarization
2- radio tuning eye Circuit

آب می باشد ، در برابر رطوبت هوا محافظت شوند . تمامی در پوشها و اتصالات بایستی بوسیله یک روان کننده که با محلول کارل فیشر واکنش ندهد ، روغنکاری شوند .

۶-۵ ظرف توزین [1]

۷ مواد شیمیایی مورد نیاز

۷-۱ خلوص مواد شیمیایی - در این آزمون بایستی از مواد خالص شیمیایی استفاده نمود، همچنین درجه خلوص این مواد باید به مقدار مناسبی بالا باشد تا باعث کاهش دقت در اندازه گیری نگردد .

۷-۲ در صورتیکه به نوع خاصی از آب اشاره نشده باشد ، آب مورد استفاده در این آزمون ، آب نوع چهار (با هدایت الکتریکی ۵ میکرو زیمنس بر سانتی متر) بر اساس ویژگیهایی داده شده در استاندارد ملی ۱۷۲۸ می باشد .

۷-۳ محلول کارل فیشر - از نوعی که هر میلی متر آن معادل ۵ میلی گرم آب می باشد.

۷-۴ متانول (توجه : به یاد آوری ۲ مراجعه شود) بدون آب با درجه خلوص بالا .

یادآوری۲ ***متانول سمی ، قابل اشتعال و در صورت بعیده شدن مهلک می باشد و یا باعث کوری خواهد شد ، این ماده به صورت غیر سمی قابل تهیه نمی باشد و در صورت استنشاق مضر می باشد.***

۳- از نوع لانگ یا گرتن یا معادل آن استفاده کنید .

۸ نمونه بر داری

۸-۱ نمونه برداری از ظرف اصلی مطابق استاندارد ملی ۱۳۳۰ انجام مـی شـود ، چنانچـه نمونه دو فاز باشد ، فاز نا محلول در آب را نبایستی از نمونه جدا کرد . (بدین معنی کـه دو فـاز مخلوط و سپس نمونه برداری گردد .)

۹ استاندارد کردن محلول کارل فیشر

۹-۱ محلول کارل فیشر را هر روز به روش تغییر رنگ در نقطـه پایـان انـدازه گیـری یـا توسط دستگاه مخصوص مانند روشی که برای حجم سنجی نمونه استفاده مـی شـود ، اسـتاندارد نمایید .

۹-۱-۱ در یک بالن ۲۵۰ میلی لیتری ، ۲۵ میلی لیتر متانول خالص بدون آب بریزید ، سـپس به سرعت هم بزنید ، و با محلول کارل فیشر مطابق بند ۱۰-۲ سنجش کنید . بـه محلـول (۰/۱ ± میلی گرم) ۰/۱۸ تا ۰/۱۵ گرم آب توسط یک سرنگ با دقت مشخص اضافه کنید ، مجددا انـدازه گیری نمایید و حجم محلول مصرفی را گزارش کنید ، عمل استاندارد نمودن را دوبار دیگر تکـرار کنید .

۹-۱-۲ عامل معادل سازی [1] محلول کارل فیشر را بر حسب آب موجود در میلی لیتر محلول مطابق رابطه زیر محاسبه کنید :

F عامل معادل سازی (میلی گرم آب بر میلی لیتر) = A/B

که در این رابطه :

A = حجم آب مصرف شده برای استاندارد کردن معرف کارل فیشر بر حسب میلی گرم

1-Equivalency Factor

B = حجم کارل فیشر لازم بر حسب میلی لیتر

۱۰ روش اجرای آزمون

۱-۱۰ در یک ارلن مایر ۲۵۰ میلی لیتری ، ۳۰ تا ۵۰ میلی لیتر متانول بدون آب با درجه خلوص بالا بریزید و چنانچه از یک دستگاه تشخیص نقطه پایان حجم سنجی ، استفاده کنید ، اطمینان یابید که الکترودها با این مقدار متانول کاملا پوشانده می شوند . اگر نقطه پایان حجم سنجی با مشاهده تغییر رنگ می باشد ، ارلن مایر دیگری به عنوان شاهد مانند قبل آماده کنید .

۲-۱۰ همزن را به گونه ای تنظیم کنید که عمل همزدن به طور مناسبی انجام شود بدون آنکه مایع به اطراف پاشیده شود . مخلوط را به وسیله دستگاه تعیین نقطه پایان حجم سنجی (مطابق بند ۳-۱-۲) و یا از طریق روش تغییر رنگ در نقطه پایان حجم سنجی (مطابق بند ۳-۱-۱) با معرف کارل فیشر سنجش کنید ، اگر از روش تغییر رنگ استفاده می کنید ، یکی از ارلن ها را تا جایی اندازه گیری کنید که رنگ آن کاملاً با اولی یکسان شود ، اولین ارلن را به عنوان محلول شاهد برای مقایسه در حجم سنجی نمونه تنظیم کنید .

۳-۱۰ برای سنجش مخلوط تهیه شده ، مقداری از نمونه را بر اساس جدول یک به آن اضافه کنید ، توجه داشته باشید ، که نمونه هنگام انتقال ، رطوبت هوا را به خصوص در شرایطی که رطوبت بالایی وجود دارد به خود جذب نکند ، نمونه را با همان روش قبلی توسط معرف کارل فیشر اندازه گیری نماید . مقدار معرف کارل فیشر مصرفی برای اندازه گیری آب موجود در نمونه را ثبت کنید .

1- Equivalency Factor

یادآوری۳ *هنگامی که از بالن حجمی برای اندازه گیری در شرایط آب .و هوایی مرطوب استفاده می نمایید ، یک قطعه موم پارافینی روی دهانه ظرف قرار دهید . یک حفره کوچک برای عبور نوک بورت در آن ایجاد کنید . در شرایط آب و هوایی که رطوبت کمتری وجود دارد ، کافی است که نوک بورت را کاملا در گلویی بلند ظرف سنجش قرار دهید .*

یادآوری۴ *هنگامیکه از ظرف اندازه گیری نوع بالن حجمی استفاده می شود . از خیس شدن درپوش و قسمت بالایی بالن با معرف یا نمونه جلوگیری نمایید . هنگامیکه اندازه گیری به پایان رسید ، قسمت گلویی بالن را با نوک بورت تماس دهید تا قطره ای که ریخته نشده داخل بالن بریزد ، در غیر اینصورت رطوبت هوا را جذب خواهد کرد ، سپس با کشیدن یک پارچه خشک و تمیز از بالا به پایین نوک بورت را پاک کنید .*

جدول شماره یک - مقدار نمونه پیشنهادی

درصد وزنی آب موجود در نمونه	مقدار نمونه بر حسب گرم	روش توزین نمونه
۲/۵ تا ۱۰ ۰/۵ تا ۲/۵ پایینتر از ۰/۵	۰/۳ ۳ ۲۰	نمونه را به وسیله ظروف توزین شده یا سرنگهای دقیق یکبار مصرف داخل ظرف اندازه گیری ریخته و از اختلاف ایندو وزن نمونه را بدست آورید .

۱۱ محاسبات

۱-۱۱ مقدار کل آب موجود در نمونه را (که به صورت آزاد و ظاهری در آن می باشد) مطابق رابطه زیر محاسبه نمایید :

$$\text{درصد وزنی آب} = \frac{V \times F}{10 \times M}$$

که در این رابطه :

V = حجم معرف کارل فیشر مصرفی برای اندازه گیری آب موجود در نمونه بر حسب میلی لیتر

F = عامل معادل سازی معرف کارل فیشر میلی گرم آب در میلی لیتر محلول

M = مقدار نمونه بر حسب گرم

۱۲ دقت و انحراف

۱-۱۲ دقت – دانسته های زیر برای ارزیابی و پذیرش نتایج (با ۹۵ درصد احتمال) بایستی استفاده شوند .

۱-۱-۱۲ تکرار پذیری – چنانچه دو نتیجه ای که توسط یک آزمایشگر بدست می آید بیش از ۰/۵ میلی لیتر معرف کارل فیشر اختلاف داشته باشند ، بایستی در مورد صحت آن نتایج تردید نمود .

۲-۱-۱۲ تجدید پذیری – پس از محاسبه میانگین نتایج دو آزمایشگاه تفاوت آنها نباید از تجدید پذیری درصد میانگین بیشتر باشد :

درصد آب موجود در نمونه	تجدید پذیری درصد میانگین نتایج
۱/۰ تا ۰/۱	۱۵
۱۰ تا ۱/۰	۵

۲-۱۲ انحراف – از آنجائیکه ماده مرجع قابل قبول مناسبی برای تعیین انحراف در این روش آزمون وجود ندارد ، انحراف این روش آزمون تعیین نمی شود .

روش آزمون ب – اندازه گیری کولومتری

۱۳ وسایل لازم

۱-۱۳ دستگاه سنجش – یک واحد کامل کنترل با محفظه و گیره برای سنجش حجمی ، الکترودهای حساس پلاتین ، مولد ، همزن مغناطیسی و وسایل دیگری که در بندهای (۱۳-۲) و (۱-۱۷) آمده است .

۲-۱۳ دستگاهی که برای اندازه گیری آب در مایعات استفاده می شود به گونه ای طراحی و تنظیم می شود که مقدار مشخصی جریان بر حسب میلی آمپر ایجاد کند تا میزان کافی برای خنثی نمودن مقدار معمولی از آب بر حسب میکرو گرم در دقیقه را تولید نماید .

۳-۱۳ برای اندازه گیری آب موجود در خنک کن موتور ، مطابق این روش یک محلول سنجش دو یا یک قسمتی مورد نیاز است تا مقدار آب را با ید تولید شده توسط مولد [1] هنگامی که دستگاه روشن می شود به صفر برساند ، سپس نمونه به محلول اضافه شده و آب موجود در آن مستقیما بر حسب میکروگرم خوانده می شود .

۴-۱۳ سرنگ شیشه ای ۵۰ میلی لیتری ، برای خارج نمودن محلول اضافی از محفظه سنجش مورد نیاز است .

۵-۱۳ سرنگ ۲۵ میکرو لیتری – که دارای یک سوزن ۱۱/۵ سانتی متری هیپودرمیک برای وارد نمودن نمونه به داخل محفظه سنجش می باشد .

۶-۱۳ سرنگ یک میکرولیتری – که دارای سوزن ۱۱/۵ سانتی متری هیپودرمیک برای تنظیم کردن دستگاه می باشد .

1- Generator

۱۳-۷ گریس فلوروکربن برای درز بندی - برای درز بندی محفظه سنجش در برابر رطوبت هوا

۱۳-۸ واشر لاستیکی [1]- برای محکم کردن دهانه ورودی ظرف به گونه ای که ورود نمونه ها بوسیله یک سوزن با حداقل آلودگی به رطوبت مجاز باشد . واشرها بایستی در موقع لزوم تعویض شوند تا از نشت هوا جلوگیری شود ، که خطاهای اندازه گیری زمان این تعویض را نشان می دهد .

۱۴ مواد لازم

۱۴-۱ محلول مولد - (توجه : به بند ۱۵ - ۱ مراجعه شود) برای ایجاد ید در مخلوط واکنش بکار میرود .

۱۴-۲ محلولهای سنجش حجمی [2] - معمولا در دو قسمت تهیه می شوند . قسمت الف و قسمت ب ، که این دو قسمت قبل از اضافه شدن به محفظه سنجش مخلوط می شوند .

۱۴-۳ محلول خنثی سازی ـ متانول (توجه به بند ۱۵-۲ مراجعه شود)- متانول بدون آب با درجه خلوص بالا که دارای تقریباً ۲۰ میلی گرم آب در میلی لیتر باشد.

۱۵ اخطارها

۱۵-۱ محلول مولد ـ در مورد خطرات و احتیاطهای لازم به اطلاعات ایمنی که در مورد این ماده توسط تولید کننده آن ارائه می شود، مراجعه کنید.

1- Septum

۲- امروزه محلولهای سنجش حجمی معمولاً به صورت مخلوط شده و آماده در دسترس می باشند .

۱۵-۲ متانول ـ ماده ای سمی ، قابل اشتعال و در صورت بلعیده شدن مهلک می باشد و یا باعث کوری خواهد شد، این ماده به صورت غیر سمی قابل تهیه نمی باشد و در صورت استنشاق مضر می باشد.

۱۶ آماده سازی دستگاه

۱-۱۶ محفظه سنجش حجمی را تمیز و کاملا خشک کنید ، سپس آن را با استفاده از گریس مخصوص برای درز بندی سوار کنید . محفظه سنجش را به دستگاه سنجش متصل کنید .

۲-۱۶ (در صورت دو جزئی بودن) جزء ب محلول سنجش ، را به جزء الف اضافه کنید ، درب آن را بسته و کاملاً با تکان دادن بهم بزنید و بگذارید تا رسیدن به دمای اتاق خنک شود .

۳-۱۶ واشر لاستیکی مخصوص تزریق نمونه را برداشته و محلول مخلوط شده الف و ب را توسط یک قیف کاملاً خشک داخل مخفظه سنجش بریزید و فورا در پوش واشر لاستیکی را بگذارید .

۴-۱۶ حدود ٦ میلی لیتر محلول مولد را به فشنگ [1] مولد اضافه کنید ، سطح محلول مولد بایستی پایینتر از سطح محلول سنجش باشد تا مانع از آلودگی در اثر جریان برگشتی محلول سنجش شود .

۵-۱۶ سوزن هیپودرمیک ۱۱/۵ سانتی متری را به یک سرنگ ۲۰ میلی لیتری متصل کنید . حدود ۱۵ میلی لیتر از محلول خنثی سازی (متانول) را داخل سرنگ بکشید ، سوزن را در محفظه ورود نمونه فرو برید تا جائیکه نوک سوزن پایینتر از سطح محلول سنجش قرار گیرد .

1- Cartridge

۶-۱۶ محلول خنثی سازی را به آرامی داخل محلول سنجش تزریق کنید تا جائیکه رنگ آن از قهوه ای به قرمز تغییر یابد . این تغییر رنگ نشاندهنده نزدیک بودن به نقطه پایان سنجش حجمی می باشد . افزودن محلول را خیلی آرام ادامه دهید . کل حجم مورد نیاز این محلول در محدوده بین ۵ تا ۱۵ میلی لیتر بسته به رطوبت باقی مانده در سیستم می باشد .

۷-۱۶ چنانچه نمونه های مورد آزمون به صورت مایع باشند بایستی برای انجام آزمون در دمای اتاق قرار گیرند .

۱۷ تائید سیستم با سنجش حجمی مستقیم آب

۱-۱۷ برای بررسی عملکرد صحیح دستگاه ، یک سرنگ یک میکرولیتری را با آب مقطر تا خط نشانه (یک میکرولیتر) پر کنید . این سرنگ را وزن نموده ، سوزن را وارد واشر لاستیکی که در دهانه محفظه ورود نمونه قرار دارد ، نمایید به گونه ای که نوک سوزن پایینتر از سطح محلول سنجش قرار گیرد . دگمه شروع را بزنید و به سرعت آب را داخل محلول تزریق کنید . سرنگ را بیرون آورده و مجدداً وزن نمایید . سنجش هنگامی کامل می شود که نتیجه با علامت (m cg) نشان داده شود . وزن آب تزریق شده بر حسب میکروگرم تقریبا همان است که دستگاه نشان می دهد .

۱۸ مقدار نمونه

۱-۱۸ مقدار نمونه با توجه به مقدار آبی که پیش بینی می شود در آن موجود باشد ، تعیین می گردد .

جدول شماره ۲- مقدار نمونه پیشنهادی بر حسب آب موجود

مقدار رطوبت پیش بینی شده موجود در نمونه	دامنه مقدار نمونه مورد نیاز برای آزمون
۱۰۰۰PPm (۰/۱ درصد)	۰/۱ تا ۳ گرم
۱ درصد	۱۰ تا ۳۰۰ میلی گرم
۱۰ درصد	۱ تا ۳۰ میلی گرم
۱۰۰ درصد	۰/۱ تا ۳ میلی گرم

۱۹ روش اجرای آزمون

۱-۱۹ با استفاده از یک سرنگ سوزن مناسب خشک (به بند ۱۸-۱ مراجعه شود) نمونه مایع مورد نظر را داخل سرنگ بکشید و سپس آن را در ظرف محتوی مواد زاید خالی کنید . نمونه را تا خط نشانه داخل سرنگ بکشید ، سوزن را از ظرف محتوی نمونه بیرون آورده و مایع اضافی را دقیقا تا خط نشانه خالی کنید . سپس نوک سوزن را با یک دستمال کاغذی یا حوله تمیز پاک کنید .

یادآوری۵ ***برای بیشتر اندازه گیریها ، افزودن حجمی نمونه کافی است .***

اگر چه دقت بیشتر در صورتی حاصل می شود که سرنگ قبل و بعد از افزودن نمونه وزن شود .

۲-۱۹ هنگامی که از دستگاه استفاده نمی کنید ، آن را در « حالت آماده به کار [1] » قرار دهید . اگردستگاه خاموش شده باشد در هنگام استفاده بایستی بگذارید تا محلول سنجش به حالت پایدار برسد و یا آن را تعویض کنید .

1- stand – by

۲۰ محاسبه

۲۰-۱ محاسبه مقدار آب موجود در نمونه مطابق رابطه زیر انجام می شود :

$$\text{مقدار آب بر حسب P.P.m} = \frac{\text{مقدار آب نشان داده شده توسط دستگاه بر حسب میکروگرم}}{\text{مقدار نمونه بر حسب گرم}}$$

(گاهی اوقات دستگاه می تواند این محاسبه را به طور خودکار انجام دهـد . در ایـن صـورت از دستورالعمل خود دستگاه پیروی کنید .)

۲۱ دقت و انحراف

۲۱-۱ دقت :

۲۱-۱-۱ تکرارپذیری – دو نتیجه ای که توسط یک آزمایشگر بدست می آید ، در ۹۵ درصـد مواقع نباید بیش از سه قسمت در میلیون تفاوت داشته باشند .

۲۱-۱-۲ تجدید پذیری – نتایجی که بوسیله یک آزمایشگر ارائه می شود ، با نتایج حـاصل از آزمایشگاه دیگر در ۹۵ درصد مواقع نباید بیش از ۱۰ قسمت در میلیون تفاوت داشته باشند .

۲۱-۲ انحراف – از آنجائیکه مواد مناسبی که به عنوان مرجع برای این روش آزمـون مـورد نیاز باشند ، وجود ندارد ، لذا انحراف برای این روش اندازه گیری نمی گردد .

پیوست الف

نکاتی درباره مشکلات احتمالی

(الزامی)

الف ۱. بعضی از مواد بازدارند، مستقیماً با معرف کارل فیشر در اثر واکنشهای اکسایشی یا تراکمی واکنش داده و باعث می شوند تا مقدار آب موجود بیشتر از مقدار حقیقی آن نشان داده شود . آگاهی از عوامل مزاحم خاص برای محاسبه مقدار واقعی آب موجود در نمونه مفید است . بدون داشتن اطلاعات کامل در مورد ترکیبات نمونه مورد آزمون برای آزمایشگر اندازه گیری مقدار واقعی آب موجود امکانپذیر نمی باشد . اگر چه در بعضی موارد مقدار کل آب موجود (یعنی آب آزاد موجود در نمونه همراه با آبی که در اثر واکنشهای احتمالی تولید می شود) اندازه گیری می گردد و این اندازه گیری برای تعیین کیفیت یا کنترل کیفیت محصول مناسب می باشد .

الف ۲. برخی از ضدیخها با پایه اتیلن گلیکول دارای سدیم تترابورات در ترکیب خود می باشند ، هنگام عمل سنجش قسمتی از معرف کارل فیشر با بورات مستقیماً یا با آب تشکیل شده در اثر واکنش تراکمی بورات اتیلن گلیکول ، واکنش می دهد. مولکول بورات اتیلن گلیکول واکنش نمی دهد، ولی هنگامیکه تشکیل می شود ، یک مولکول آب نیز بوجود می آید که این مولکول آب قطعا واکنش خواهد داد .

بورات که به صورت شیمیایی با اتیلن گلیگول ترکیب نمی شود با معرف کارل فیشر مستقیماً به نسبت استوکیومتری ذکر شده در بالا واکنش می دهد . بنابر این یک مول ترابورات سدیم در

سنجش معادل ۷ مول آب مطابق همان مکانیسم می باشد . در صورتیکه یک گرم تترابورات سدیم با ده مولکول آب داشته باشیم ، ۰/۳۳ گرم آب در سنجش نشان داده می شـود و بـرای یـک گرم تترابورات سدیم با پنج مولکول آب ۰/٤۳ گرم آب مشخص می شود ، برای یـک گرم تـترابورات سدیم بدون آب ، سنجش توسط معرف کارل فیشر ، ۰/٦۳ گرم آب نشان می دهد .

الف .۳ هیدروکسید های فلزی یک ظرفیتی مانند هیدروکسید سدیم با معـرف کـارل فیشـر واکنش داده و یک مول آب به ازاء هر مول هیدروکسید تولید می کنند .

الف .۴ سایر بازدارنده ها مانند نیتریتها به نسبت استوکیومتری با اجزاء تشکیل دهنده معـرف کارل فیشر واکنش می دهند . به عنوان مثال یک مول نیتریت سدیم ، ۰/۵ مول آب می دهـد . اگر چه در این حالت سرعت واکنش کند بوده و مزاحمت بوجود آمده ، در صورتی که عمل سـنجش سریع انجام شود قابل چشم پوشی می باشد .

یادآوری۶ – با توجه به تعدد دستگاهها و پیشرفتهای علمی و فنـی ، هـر آزمایشـگر مـی توانـد مطابق دستورالعمل دستگاه خود آزمون را اجرا نماید .