

## طرائق

# تحليل الصابون والمنظفات ومواد التجميل

من فعاليات الموسم العلمي الثالث لقسم الكيمياء

إعداد

**الكيميائي يحيى الخالد**  
مدير مخبر تموين دمشق سابقاً

مدير الدورة  
**أ. الدكتور محمد جمال الخطيب**  
رئيس قسم الكيمياء

مدرجات كلية العلوم  
شباط ٢٠١٥



### موسم قسم الكيمياء العلمي

دعماً لبناء وترسيخ الفكر التطبيقي الصناعي لأبناءنا الطلبة في كلية العلوم، وتطبيقاً لشعار (ربط الجامعة بالمجتمع)، فقد دأب قسم الكيمياء منذ سنتين على عقد دورات علمية مهنية على أيدي مدربين من قلب عالم الصناعة، بما يضمن رفع السوية العلمية والفكر الصناعي للطلاب بعيد تخرجه ونيله شهادته التي نهل من علومها أربع سنوات على مقاعد الدراسة النظرية والمخبرية.

لذا فقد وجد القسم أنه من الأنسب التنسيق مع الجمعية الكيميائية السورية كشريك يتحمل عبء الشؤون الإدارية والتنظيمية للدورات المراد عقدها مجاناً، بينما يغطي القسم الإشراف على السوية العلمية لمناهج هذه الدورات، وهكذا بدأ موسم قسم الكيمياء العلمي الأول، وتبعته المواسم الثلاثة وفق البرنامج التالي:

الأسابيع العلمية لقسم الكيمياء					
عدد المشاركين	المنهاج	المدرّب	التاريخ	عنوان الدورة	الموسم
٨٩	كراسة خاصة	ك. بلال الرفاعي	٢٠١٣/٩/١٩-١٥	تقنيات العمليات الصباغية	الأول
١٢٣	كراسة خاصة	ك. يامن السلكا	٩/٨ حتى ٢٠١٣/١٠/٢٤	دورة عملية على جهاز الكروماتوغرافيا HPLC	
٥٧	كراسة خاصة	ك. بلال الرفاعي	٢٠١٤/٢/٢٨-٢٣	تقنيات العمليات الصباغية	الثاني
٩٤	كراسة خاصة	ك. يامن السلكا	١/٥ حتى ٢٠١٤/٢/٢٣	دورة عملية على جهاز الكروماتوغرافيا HPLC	
٢٢٣	كتاب: الطرق الأساسية في تحليل الأغذية والمياه	ك. يحيى الخالد	٢٠١٤/٣/٦-٢	تحليل الأغذية	
٤٣٠	كراسة خاصة	ك. بلال الرفاعي	٢٠١٤/٩/١١-٧	المواد الفعالة سطحياً وصناعة المنظفات	الثالث
١٠٥	كراسة خاصة	ك. يامن السلكا	٢٠١٤/٩/٢٥-١٤	دورة عملية على جهاز الكروماتوغرافيا HPLC	
١٤٦	كراسة خاصة	ك. بلال الرفاعي	٢٠١٥/٢/٢٦-٢٣	تقنيات العمليات الصباغية	الرابع
٥٠	كراسة خاصة	ك. يامن السلكا	٢٠١٥/٢/٢٢-١٦	دورة عملية على جهاز الكروماتوغرافيا HPLC	
٣٤٠	كراسة خاصة	ك. يحيى الخالد ك. عبد الرحمن الحفار	٢٠١٥/٢/٢٦-٢١	تحليل المنظفات صناعة الصابون	
٥٦	كراسة خاصة	د. جمال قنبرية المهندس إياد يوسف	٢٠١٥/٣/٢-١	إعادة تدوير الورق	

يتمنى قسم الكيمياء من كل الأخوة الصناعيين أن يتكرموا بشيء من خبراتهم عسى أن نشارك جميعاً في بناء الصرح العلمي القوي لبلدنا الحبيب وأجيالنا الصاعدة.

وهنا لا بد لنا من أن نقدم جزيل شكرنا وتقديرنا لعمادة كلية العلوم ممثلة بشخص السيد عميد الكلية الأستاذ الدكتور عزات قاسم على دعمه المتواصل للقسم من حيث تأمين الموافقات الرسمية من رئاسة الجامعة ممثلة برئيسها الأسبق الأستاذ الدكتور عامر مارديني، ورئيسها الحالي الأستاذ الدكتور حسان الكردي على تكرمهما بالموافقة على عقد هذه الدورات، واستغلال مدرجات الكلية وتجهيزاتها أيام العطل الرسمية.

كما يشكر القسم كل الزملاء أعضاء القسم المشاركين في التدقيق العلمي على محتوى مناهج هذه الدورات وصولاً للسوية العلمية المرموقة التي ينتظرها جميعنا.

كما يقدر عالياً الجهود المبذولة والاستثنائية للجمعية الكيميائية السورية ممثلة بشخص نائب رئيس الجمعية الأستاذة الدكتورة ملك الجبة، وأمين سر الجمعية الكيميائي يامن السلكا.  
ومن الجدير بالذكر هنا تنوع سويات المشاركين ما بين السنوات الأولى حتى حملة شهادات الدراسة العليا، ومن داخل وخارج كلية العلوم وجامعة دمشق.

الأستاذ الدكتور محمد جمال الخطيب  
رئيس قسم الكيمياء

المحتوى  
طرائق تحليل الصابون والمنظفات ومواد التجميل  
الكيميائي يحيى الخالد  
الفصل الأول: تحليل الصابون

٦	مقدمة
٦	تصنيف أنواع الصابون
٦	طريقة أخذ عينة الصابون
٦	بطاقة البيان
٦	تحديد الرطوبة
٧	تعيين نسبة الحموض الدسمة الكلية
٨	تحديد المحتوى من المواد غير المنحلة في الغول الايتيلي (الايثانول)
٩	تعيين نسبة المادة الصابونية والمواد غير الذوابة بالايثانول في الصابون وبرشه بطريقة المواد غير الذوابة في الأغوال
١٠	تعيين المادة غير المنحلة في الماء بالصابون
١٠	تعيين المواد غير الصبونة والمواد غير المتصبنة في الصابون وصابون الحلاقة
١٢	تعيين نسبة المواد اللاصبونة وغير القابلة للتصين
١٣	تعيين القلوية الكلية والقلوية الحرة في الصابون
١٥	تعيين النسبة المئوية للغليسرين
١٥	الكشف عن التوربينال في الصابون
١٦	تحديد نسبة زيت الغار في صابون الغار بجهاز الكروماتوغرافيا الغازية
١٦	تحديد نسبة الفلورايد في معجون الأسنان بواسطة جهاز Meter pH/is-E
	<b>الفصل الثاني: تحليل المنظفات</b>
١٩	تركيب المنظفات الصناعية
١٩	معايرة الماء (الرطوبة)
٢٠	تعيين المواد الحلولة بالايثانول
٢١	تعيين المواد الذوابة بالايثانول ٩٥% في المنظفات
٢٢	حساب نسبة المواد المنحلة بالغول بعد طرح كمية الملح المترشح معها
٢٢	قياس الأس الهيدروجيني pH
٢٣	تعيين المادة الفعالة (الأنيونية) بطريقة المعايرة المباشرة ثنائية الطور (اليدوية والآلية)
٢٥	طريقة معايرة المادة الفعالة الأنيونية
٢٥	تعيين المحتوى من المادة الفعالة الكاتيونية العالية الوزن الجزيئي
٢٧	حساب نسبة المواد الفعالة اللاأيونية في المنظفات
٢٧	تعيين النسبة المئوية لمحتوى السيليكات في المنظفات (الطريقة الوزنية)
٢٩	تعيين محتوى السيليكات في المنظفات
٣٠	تعيين المواد غير الحلولة بالماء للمنظفات
٣٠	تعيين النسبة المئوية للكربونات في المنظفات
٣١	تعيين الرغوة في المنظفات المنزلية (مساحيق)
٣٢	تعيين المحتوى من الفوسفات في المنظفات
٣٥	كشف ومعايرة البولة (البوريا) في المنظفات
٣٥	تعيين محتوى الكبريتات في المنظفات
٣٦	كشف وتحديد نسبة المسطح الضوئي
٣٧	تعيين كربوكسي ميثيل السليلوز CMC في المنظفات
٣٧	معايرة ملح كلوريد الصوديوم في المنظفات
٣٨	معايرة الأكسجين الفعال في مواد التبييض أو القصر
٤١	كشف وتحليل هيبوكلوريت الصوديوم "ماء جافيل"
٤٢	السائل الحمضي لتنظيف الأدوات الصحية الخزفية
٤٣	تعيين حمض الكبريت الحر في حمض السلفونيك
٤٤	الحموض الدسمة الحرة في الزيت المسلفن
٤٤	تحديد نسبة المواد غير المسلفنة أو نقاوة حمض السلفونيك
	<b>الفصل الثالث: تحليل مواد التجميل</b>
٤٥	قياس نقطة تلين أحمر الشفاه والمنتجات المشابهة
٤٥	البيروكسيد لأحمر الشفاه
٤٥	تحديد المحتوى الكلي من المواد الدسمة لكريمات الجلد والمواد المشابهة
٤٦	تحديد المادة غير المتطايرة لطلاء الأظافر

٤٦	تحديد زمن طلاء الأظافر
٤٦	تقدير العامل المؤكسد (الماء الأكسجيني) في صبغات الشعر المؤكسدة
٤٦	الكشف عن حمض البوريك أو أملاحه في بودرة الأطفال
٤٦	تعيين الدرجة الغولية في ماء التعطير (الكولونيا) وغيرها
٤٧	تعيين الغول بالكروماتوغرافيا الغازية

### المواد الدسمة وصناعة الصابون

الكيميائي عبد الرحمن الحفار  
الفصل الأول: المواد الدسمة

٤٨	تصنيف المواد الدسمة
٤٨	التركيب الكيماوي للمواد الدسمة
٤٨	الصفات الفيزيائية للمواد الدسمة
٤٩	الصفات الكيماوية للمواد الدسمة
٤٩	الثوابت الكيماوية الأساسية للمواد الدسمة
٤٩	الصناعات التي تبني على المواد الدسمة
٥٠	مراحل تصنيع الزيوت النباتية
٥٠	تحضير البذور
٥٠	استخراج الزيت
٥٠	تكرير الزيوت

### الفصل الثاني: صناعة الصابون

٥١	مقدمة
٥١	المواد الدسمة الغروية
٥١	المواد الدسمة الحبيبية
٥٢	القلويات المستخدمة في صناعة الصابون
٥٢	الأجهزة والأدوات اللازمة لصناعة الصابون
٥٣	مراحل صناعة الصابون
٥٤	اختبارات انتهاء عملية التصبين
٥٥	قائمة المشاركين بدورة تحليل الصابون والمنظفات وصناعة الصابون

## طرائق تحليل الصابون والمنظفات ومواد التجميل

الكيميائي يحيى الخالد

### الفصل الأول

#### تحليل الصابون

**مقدمة:** تتوفر في الأسواق أنواع عديدة من الصوابين تختلف عن بعضها البعض بنوعية وجودة الحموض أو المواد الدسمة المصنعة منها، وبدرجة نقاوتها وبنسبة الرطوبة وبمحتواها من القلوي الحر (غير المرتبط على شكل أملاح حموض دسمة، أي على شكل صابون)، والقلوي الكلي والغليسرين وملح الطعام والمواد المضافة لإضفاء بعض المميزات على الصابون، أو المضافة كمواد مالئة، ويجري عادةً تحليل هذه الصوابين لمعرفة جودتها ومطابقتها للمواصفات القياسية أو للمواصفات المصرح عنها من قبل الجهة المصنعة أو المصدرة، وكذلك من أجل مراقبة الإنتاج في معامل الصابون. ويتضمن تحليل الصابون الاختبارات التالية:

١- تحديد النسبة المئوية للرطوبة.

٢- تحديد النسبة المئوية للحموض الدسمة.

٣- تحديد القلوية الكلية والقلوية الحرة.

٤- تحديد النسبة المئوية للغليسرين.

٥- تحديد المحتوى من المواد غير الذوابة بالأغوال (المواد المالئة والمضافات).

١- **تصنيف أنواع الصابون:** صابون الزينة، صابون زيت الزيتون مع أو بدون زيت الغار، الصابون العادي، كما تتوفر في الأسواق أصناف من برش الصابون المستخدم للغسيل، ويتميز البرش عادة بما يحويه من إضافات أخرى تعزز عملية الغسيل.

٢- **طريقة أخذ عينة الصابون:**

تؤخذ عينة الصابون بحيث تمثل التركيب الوسطي للصابون المختبر، ويجب الانتباه إلى عدم ضياع أقسام الصابون الخارجية التي تحتوي على رطوبة أقل، وتتمثل الطريقة المتبعة لأخذ عينات الصابون بتقطيع قالب الصابون إلى رقائق رفيعة مأخوذة على طول القالب، ومن ثم تقطع الرقائق إلى مكعبات صغيرة وتخلط مع بعضها البعض ويؤخذ من هذا الخليط.

٣- **بطاقة البيان:** يجب أن يكتب وبشكل واضح على الأوعية الحاوية على المنتج المعلومات:

١-٢- اسم الصانع وبلد الصنع والعلامة الفارقة.

٢-٢- اسم المادة.

٣-٢- صنف المادة (زينة، برش غسيل، صابون نوع أول أو ثاني).

٤-٢- نوع الزيت الداخل في الصنع إن رغب في ذلك على ألا تقل نسبته أو الدسم المصرح به عن (٨٠%) من الزيوت أو الدسم الكلية الداخلة في التصنيع.

٥-٢- المواد المضافة.

٦-٢- عبارة "غير صالح للاستحمام" لصابون الاستعمالات المنزلية (النوع الثاني فقط والمبشور).

٧-٢- الوزن الصافي.

٨-٢- عبارة منتج بحسب المواصفة السورية رقم (١٣٩/١٩٨٩) وتعديلاتها في حال تعديلها، وخاصة للإنتاج المحلي.

٤- **تحديد الرطوبة:**

٤-١- **طريقة العمل:**

- يؤخذ قالب الصابون ويقسم لأربعة أقسام، يؤخذ أحد هذه الأرباع ويبشر (ينعم)،
- يوزن طبق زجاجي نظيف وجاف، ويوضع فيه مقدار (١٠-٥) غ من العينة موزون بدقة.
- ينقل طبق العينة إلى المحم بدرجة حرارة (١٠٣±٢) م لمدة لا تقل عن الساعتين.
- تقاس الرطوبة بوزن طبق العينة كل (١٥) دقيقة لإعادته للمحم حتى ثبات الوزن.

#### ٤-٢- الحساب:

رطوبة العينة = وزن الطبق مع العينة قبل التجفيف - وزن الطبق مع العينة بعد التجفيف، ومنه:

$$\% \text{ ؟} = 100 \times (\text{الرابطة المأخوذة من العينة} / \text{وزن العينة})$$

#### ٤-٣- الطريقة السريعة لتعيين الرطوبة:

- توزن جفنة بورسلان نظيفة وجافة مع قضيب زجاجي صغير.
- يوضع في الجفنة ٥ غ صابون، ثم توزن من جديد، وتوضع على حمام مائي وتسخن مع تحريك الصابون بالقضيب الزجاجي لمدة (٣٠) دقيقة، ثم توضع في محم بدرجة حرارة (١٠٥) م حتى تمام الجفاف وثبات الوزن.

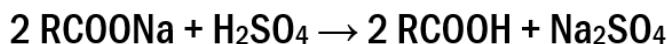
- تبرد الجفنة مع محتوياتها وتوزن من جديد مع القضيب الزجاجي وعينة الصابون الجافة.

- تحسب النسبة المئوية للرطوبة باستخدام العلاقة السابقة.

ملاحظة: لا يمكننا تطبيق هذه الطريقة إن حوت العينة على مادة سريعة التفكك كالمبيضات أو المواد السريعة الامتصاص للرطوبة مثل الغليسرين، لذا نطبق عندها طريقة دين - ستارك التي سيتم شرحها لاحقاً في قسم المنظفات، أو طريقة كارل - فيشر التي لن نشرح في هذا الكتاب.

#### ٥- تعيين نسبة الحموض الدسمة الكلية:

الحموض الدسمة الموجودة في الصابون: هي كتلة الحموض المرتبطة على شكل صابون (على شكل أملاح الصوديوم أو البوتاسيوم لهذه الحموض الدسمة) في (١٠٠) غ من عينة الصابون المختبرة، وتعتمد طريقة تحديدها على حلمة العينة بحمض الكبريت، ومن ثم جمع الحموض الدسمة الناتجة على شكل قرص صلب، أو استخلاصها، ومن ثم تجفف وتوزن:



#### ٥-١- الطريقة الأولى لتحديد الحموض الدسمة:

- يؤخذ مقدار (١٠) غ صابون، وتوضع في بيشر سعة (٢٥٠) مل، ثم يضاف إليها (١٣٠-١٨٠) مل من حمض الكبريت الممدد (يحضر بتمديد حمض الكبريت المركز بالماء بمقدار ١٢ مرة قدر حجمه).
- تسخن محتويات البيشر حتى الغليان ولمدة (٥) دقائق تقريباً، إلى أن يطفو الحمض الدسم على سطح السائل الصافي (نستدل على تمام الحلمة عندما يصبح المحلول رائقاً تماماً).
- يبرد البيشر قليلاً بالهواء ثم ينقل إلى حوض ماء بارد، ويترك بدون تحريك حتى يتصلب قرص الحمض الدسم، ثم يرفع قرص الحمض الدسم ويوضع في بيشر نظيف، ويكشط الحمض الدسم المتجمع على جدران البيشر السابق، ويضاف إلى قرص الحمض، يغسل بعدها القرص عدة مرات بالماء لإزالة آثار حمض الكبريت حتى اعتدال ماء الغسيل.

- يترك القرص حتى يتصلب، ثم يصفى من الماء ويجفف في فرن تجفيف عند درجة حرارة (١٠٥) م حتى ثبات الوزن، ثم يعين وزنه، ولتحسب بعدها النسبة المئوية للحموض الدسمة.

ملاحظة: عندما تكون الحموض الدسمة غنية بحمض الزيت، يمكننا عندئذٍ فقدان جزء من الحموض أثناء الغسيل، لذا يتم إضافة وزنة دقيقة من الشمع البرافيني الجاف مقدارها (١٠) غ، ثم تضاف إلى الحمض الدسم في نهاية الخطوة الثانية لتشكيل قرص واحد مع الحمض الدسم، وتستكمل التجربة كما في الخطوة الثالثة.

#### ٥-٢- الطريقة الثانية لتحديد الحموض الدسمة (الدسم الكلي) في الصابون:

- نزن في أرلينة وبدقة (١٠) غ من الصابون أو برش الصابون.  
- نضيف (١٠٠) مل ماء مقطر ساخن، ونسخن حتى تمام ذوبان المادة الصابونية بالتسخين دون أن تغلي.

- نضيف بعد ذوبان الصابون حمض الكبريت المركز بحذرٍ شديدٍ مع التحريك حتى ظهور البقعة البنية (دليل تحرر الحموض الدسمة)، وتنقل لقمع الفصل.

- تظهر في قمع الفصل طبقتان: طبقة الحموض الدسمة المتحررة التي تطفو على السطح، والطبقة المائية السفلى التي يتم التخلص منها، أما طبقة الحموض الدسمة المتحررة العليا فيضاف لها أي لقمع الفصل ماء ساخن لغسل المادة الدسمة، ثم يضاف مذيب الايتر.

- تفصل طبقة الايتر الحاوية على المادة الدسمة، وتوضع في بيشر نظيف وموزون مسبقاً.

- يجفف الايتر على حمام مائي، ثم يوضع في المحم حتى ثبات الوزن، ومن ثم يوزن البيشر مع الدسم.

وزن الدسم = وزن البيشر مع الدسم - وزن البيشر فارغ

النسبة المئوية للدسم الكلي: (وزن الدسم / وزن العينة المأخوذة)  $\times 100 = \%$

## ٦- تحديد المحتوى من المواد غير المنحلة في الغول الايتيلي (الايانول):

٦-١- المجال: تتضمن هذه الطريقة القياسية تعيين المواد غير المنحلة في الايتانول في أصناف الصابون التجارية، باستثناء المنتجات المركبة.

٦-٢- التعريف: المواد غير المنحلة في الايتانول باستخدام الطريقة المحددة في المواصفة القياسية.

ملاحظات:

أ- تمثل المواد غير المنحلة بالايانول الإضافات والمواد الغريبة المضافة للصابون، والتي لا تتحلل أو ضعيفة الانحلال في الايتانول ذي التركيز (٩٥% - حجم/ حجم)، وكذلك المواد الداخلة في تركيب الصابون مثل كربونات وكلوريدات المواد القلوية الضعيفة الانحلال في الايتانول (٩٥% / حجم/ حجم).

ب- تكون الإضافات والمواد الغريبة إما لاعضوية (كربونات، بورات، كلوريدات، كبريتات، سيليكات، فوسفات، أكاسيد الحديد...)، أو عضوية (نشويات، دكستريين/صمغ نشوية)، كازئينات، سكريات، مشتقات السيليلوز، الجينات...).

٦-٣- المبدأ: إذابة الصابون في الايتانول، وترشيح البواقي غير المنحلة، والتي تمثل المواد غير القابلة للانحلال بالايانول.

٦-٤- الكاشف: الغول الايتيلي (٩٥% حجم/ حجم).

٦-٥- الاعتيان: يجب تحضير وحفظ العينات المخبرية وفق الطرائق المحددة والصحيحة.

٦-٦- الأجهزة: تستخدم الأجهزة المخبرية العادية إضافة إلى:

- دوارق مخروطية سعة (٥٠٠) مل، ذات عنق زجاجي مصنفر، مكثف ارتداد، مبرد ماء، مجهز بوصلة زجاجية مخروطية مصنفرة من طرفه السفلي تناسب الدوارق المخروطية، حمام مائي، فرن يمكننا ضبطه عند درجة حرارة (١٠٣±٢)°م، ميزان حساس ضبطته حتى (٠,٠٠١) غ.

٦-٧- طريقة العمل: يوزن جزء الاختبار لأقرب (٠,٠١) غ حوالي (٥) غ من العينة المخبرية في الدورق المخروطي.

٧-٨- التعيين: يضاف (٢٠٠) مل ايتانول إلى الدورق المخروطي الحاوي على جزء الاختبار، ويُدخَل فيه مكثف الارتداد، ويسخن الدورق حتى غليان الايتانول برفق مع تحريكه بطريقة دوامية لتجنب التصاق المواد بقاع الدورق قدر الإمكان، تجفف ورقة الترشيح التي تستخدم في ترشيح المواد غير المنحلة في الايتانول في الفرن المضبوط عند درجة حرارة (١٠٣±٢)°م لمدة ساعة، ثم تترك لتبرد في مجفف حتى درجة حرارة الغرفة، وأخيراً توزن لأقرب (٠,٠٠١) غ، وتوضع في قمع فوق دورق مخروطي آخر.



عندما يظهر أن الصابون قد انحل بشكلٍ كاملٍ، يترك ليصفو ويرشح المحلول الرائق من خلال ورقة ترشيح، وتغسل المادة غير المنحلة بالدورق المخروطي بالايثانول الذي سبق تسخينه بجوار درجة الغليان ويترك ليصفو، وينقل المحلول الرائق لورقة الترشيح، ثم تنقل المادة غير المنحلة لورقة الترشيح بمساعدة دفعات صغيرة من الغول الدافئ، وتغسل ورقة الترشيح والمتبقي بالايثانول الدافئ حتى يخلو تماماً من الصابون.

يراعى أثناء عملية الترشيح وضع الدورق المخروطي الذي يحمل قمع الترشيح على الحمام المائي لكي تبقى الرشاحة تغلي برفق، ويمكننا استعمال القمع ذي السخان، يغطي القمع بزجاجة ساعة، ويبرد سائل الغسيل لتجنب تبخر الايثانول، ويؤدي تكثف ابخرة الايثانول على زجاجة الساعة وسقوطها على شكل قطرات على ورقة الترشيح لاستكمال غسلها.

ففي بعض أنواع الصابون، وخاصة الحاوية على نسب عالية من السيليكات لا يمكننا إزالة المواد غير القابلة للانحلال في الايثانول تماماً من قاع الدورق المخروطي، ويغسل في هذه الحالة المتبقي جيداً بالايثانول ويذاب في قليل من الماء، ومن ثم ينقل المحلول المائي إلى طبق تبخير سبق وزنه، ويبخر على حمام مائي يغلي، ويجفف في الفرن بدرجة حرارة (١٠٣±٢)°م، يبرد في مجفف ويوزن، وتكرر عمليات التجفيف (على فترات زمنية مدة كل منها ساعة) والتبريد والوزن حتى يصبح الفرق في الكتلة بين وزنتين أقل من (٠,٠٠١) غ، تضاف هذه الكتلة إلى كتلة المتبقي على ورقة الترشيح، تجفف ورقة الترشيح ثم توضع في الفرن المضبوط عند درجة حرارة (١٠٣±٢)°م، وترفع من الفرن بعد ساعة واحدة لترك في المجفف فترة كافية لتبرد حتى درجة حرارة الغرفة، وتوزن وتكرر عمليات التجفيف في الفرن والتبريد والوزن حتى يصبح الفرق في الكتلة بين وزنين متتاليين أقل من (٠,٠٠١) غ، ويسجل الوزن النهائي.

٧-٩- الحسابات: يعبر عن المادة غير المنحلة في الايثانول كنسبة مئوية وزنية بالعلاقة:

$$\text{النسبة المئوية للمادة غير المنحلة بالغول} \% = \frac{ك}{ك_0} \times 100$$

ك = وزن ورقة الترشيح مع المواد غير الذوابة بالغول (غ) - وزن ورقة الترشيح جافة وفارغة (غ). ك<sub>0</sub>: كتلة الجزء المختبر مقدرة بالغرام.

٧-١٠- قابلية الإعادة: يجب ألا يزيد الفرق بين النتائج المجرأة على العينة نفسها في مختبرين مختلفين عن (٠,٠٥%)، وذلك عندما تساوي نسبة المواد غير المنحلة في الايثانول (١%) أو نقل، وألا يزيد الفرق عن (٠,١%) عندما تزيد نسبة المواد غير المنحلة بالايثانول على (١%).

٨- تعيين نسبة المادة الصابونية والمواد غير الذوابة بالايثانول في الصابون وبرشه بطريقة المواد غير الذوابة في الأغوال:

٨-١- طريقة العمل: يؤخذ (٥) غ بدقة من الصابون أو الصابون المبروش في دورق عادي مصنفر سعة (٥٠٠) مل، ويغلى مع (٢٠٠) مل من الايثانول (٩٥%) على سخان كهربائي أو حمام مائي بوجود مكثف ارتداد حتى انحلال الصابون.

أ- توزن ورقة ترشيح جافة ويسجل وزنها (نجفها في محم بدرجة حرارة ١٠٠-١٠٥)°م.

ب- يوزن دورق جاف ونظيف ويسجل وزنه، ثم يرشح محلول عينة الصابون المنحلة بالايثانول الساخن باستخدام ورقة الترشيح على الدورق مع المحافظة على التسخين حتى لا يتجمد محلول الصابون الغولي بحيث ينتقل كل صابون العينة المحلولة في الغول لورقة الترشيح، تغسل الورقة مع المواد الموجودة عليها بالايثانول الساخن للتخلص من آثار الصابون، ثم:

- تجفف ورقة الترشيح مع المواد غير الذوابة في المحم بدرجة حرارة (١٠٣)°م.

- تبخر محتويات الدورق على حمام مائي أو على جهاز سوكسليه، ثم يوضع في المحم بدرجة حرارة (١٠٣) م حتى ثبات الوزن.  
٨-٢- الحسابات:

$$\text{النسبة المئوية للمواد غير المنحلة بالايثانول} = \frac{\text{وزن المواد غير المنحلة بالايثانول}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

حيث: وزن المواد غير المنحلة بالايثانول = وزن الورقة مع المواد غير المنحلة بالايثانول - وزن الورقة فارغة

$$\text{النسبة المئوية للمادة الصابونية والمواد المنحلة بالايثانول} = \frac{\text{وزن المادة الصابونية والمواد المنحلة بالايثانول}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

حيث: وزن المادة الصابونية والمواد المنحلة بالايثانول = وزن الدورق مع المادة الصابونية المترشحة - وزن الدورق فارغ

**ملاحظة:** يجب أن نرشح مع التسخين تداركاً لتجمد السائل الصابوني عندما يبرد (أي أنه يجمد خلال عملية الترشيح)، لذا يستحسن أن نستعمل قمع مجوف يحوي سائل ساخن لكي يبقى القمع ساخناً، وبالتالي يبقى محلول الصابون ساخن ولا يجمد أثناء إجراء عملية الترشيح.

أو أن نرشح بوجود مصدر حراري مع إضافة الايثانول الساخن على ورقة الترشيح حتى تخلو من الصابون، ويبقى عليها فقط المواد غير الحلولة بالايثانول.

#### ٩- تعيين المادة غير المنحلة في الماء بالصابون:

١- يؤخذ (٥) غ من عينة الصابون، وتحل في ماء مقطر ساخن أو ما يعادله في النقاوة المناسبة للتحليل، وتتبع نفس الخطوات الواردة في طريقة المواد غير المنحلة بالأغوال، ولكن يستخدم هنا ماء مقطر ساخن أو ما يعادله نقاوة، مع الأخذ بعين الاعتبار أنه بعد تمام الترشيح وغسل البواقي بشكل كامل بالماء يغير الوعاء المستقبل، ويستخلص الباقي بماء درجة حرارته (٦٠) م، ويغسل المرشح (ورقة الترشيح) بشكل تام.

**ملاحظة:** عندما تكون جميع المواد غير المنحلة لعضوية، يمكن أن يتم الاستخلاص والفصل بماء بدرجة حرارة الغليان.

- تجفف البواقي مع ورقة الترشيح في فرن درجة حرارته (١٠٠-١٠٥) م لمدة ثلاث ساعات، ويبرد بعدها ويوزن وتعين المادة غير المنحلة بالماء وفق العلاقة:

$$\text{النسبة المئوية لمواد الصابون غير المنحلة بالماء} = \frac{ك}{ك_0} \times 100$$

حيث: ك: كتلة جزء الاختبار مقدرةً بالغرام. ك<sub>٠</sub>: كتلة البواقي مقدرةً بالغرام.

#### ١٠- تعيين المواد غير الصبونة والمواد غير المتصبنة في الصابون وصابون الحلاقة:

١٠-١- المجال: تضمن هذه الطريقة تعيين المواد غير الصبونة وغير المتصبنة في الصابون التجاري باستثناء المنتجات المركبة، وتطبق هذه الطريقة لتعيين محتويات المنتجات بخلاف الحموض الدسمة التي تنحل في الهكسان أو النفط الخفيف (المواد غير الصبونة وغير المتصبنة)، ولا تطبق مع الصابون الغني بالسستيرولات أو الصابون المعطر.

#### ١٠-٢- المبدأ:

- تستخلص المواد المنحلة في الهكسان، وتعاير الحموض الدسمة الحرة المطلقة بمحلول هيدروكسيد البوتاسيوم.

- تصبن المنتجات المنحلة مع الهكسان المتعادل بهذه الطريقة، وتستخلص المواد غير الصبونة بالهكسان.

### ١٠-٣- الكواشف:

- ايتانول خالي من CO<sub>2</sub> يعادل ساخناً مع محلول KOH باستخدام مشعر الفينول فتالئين.
- محلول ثاني كربونات الصوديوم: ١٠ غ/ل.
- محلول الهكسان: صنف تقني، وفي حال عدم توفره يستخدم النفط الخفيف (الايتر البترولي ذو مجال الغليان (٤٠-٦٠) م، ولا يقل رقمه البرومي عن (١).
- محلول حجمي قياسي من KOH في الايتانول (٠,١ عياري).
- محلول حجمي قياسي من KOH في الايتانول (٢ عياري).
- محلول فينول فتالئين (١٠ غ/ل) في الايتانول: (٩٥% حجم/حجم).
- ١٠-٤- الأجهزة: كأس (٢٥٠) مل - أقماع فصل (غسل) سعة (٥٠-٢٥٠) مل - دوارق مستديرة القاع (١٠٠-٢٥٠) مل تحقق المواصفات المطلوبة - سحاحة دقيقة (٢) مل - ممص (١٠) مل - فرن يمكننا ضبطه عند (١٠١-١٠٥) م.
- ١٠-٤- طريقة العمل:

١- يوزن لأقرب جزء (٠,٠٠١) غ حوالي (٥) غ من العينة المخبرية، وتوضع في كأس (٥٠) مل بعد بشر الصابون على نحو دقيق.

٢- يضاف (٥٠) مل من الايتانول المتعادل مع (٥٠) مل من محلول ثاني كربونات الصوديوم إلى عينة الاختبار، ويضاف الصابون بالتسخين عند درجة حرارة لا تزيد عن (٧٠) م، وبعد أن ينحل الصابون تماماً يترك ليبرد وينقل كميّاً لقمع الفصل سعة (٢٥٠) مل، ومن ثم يشطف الكأس عدة مرات بخليط من حجمين متساويين من الايتانول المتعادل ومحلول ثاني كربونات الصوديوم، ويستخلص ثلاث مرات باستخدام (٥٠) مل من الهكسان أو الايتر البترولي، وفي كل مرة مع التحريك وبحرص، ثم نجمع المستخلصات ونرشح إن لزم الأمر- ونغسل حتى التعديل بوجود مشعر الفينول فتالئين، ويستخدم في كل غسلة (٥٠) مل من خليط حجمين متساويين من الايتانول المتعادل والماء، ويكتفى عادة بثلاث غسلات.

٣- ينقل المحلول كميّاً لدورق سعة (٢٥٠) مل المسبق التجفيف في الفرن عند درجة حرارة (١٠١-١٠٥) م.

٤- يبخر معظم المحل على حمام مائي، ويتم التخلص من الآثار الأخيرة بتوجيه تيار خفيف من الهواء الجاف في الدورق المغمور حتى نهايته تقريباً في الحمام أثناء مسكه وإدارته بوضع مائل.

٥- يجفف الدورق والمتبقي لمدة (٥) دقائق في الفرن عند (١٠١-١٠٥) م، ثم يترك ليبرد في مجفف ويوزن لأقرب (٠,٢) ملغ، ثم تكرر عملية التجفيف والتبريد والوزن حتى لا يزيد الفرق بين وزنين متتاليين عن (٢) ملغ، ولتكن هذه الكتلة (ك١).

٦- يذاب المتبقي مع بضع ميليلترات من الايتانول المتعادل بالسحاحة الدقيقة، وتعاير الحموضة الحرة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم بوجود مشعر الفينول فتالئين حتى انقلاب لون المحلول إلى الأحمر الورد، ويسجل حجم المحلول (ح) المستخدم في المعايرة.

٧- يضاف بواسطة الممص (١٠) مل من محلول هيدروكسيد البوتاسيوم، ويسخن المحلول حتى نقطة الغليان، ويترك يغلي تحت مكثف ارتداد لمدة (٣٠) دقيقة، ثم يضاف له حجم مساوٍ من الماء، وينقل المحلول كميّاً إلى قمع فصل سعة (٥٠) مل، ويشطف الدورق بميليمترات من خليط مكون من حجمين متساويين من الايتانول والماء، ومن ثم يستخلص ثلاث مرات باستخدام (١٠) مل من الهكسان أو الايتر البترولي في كل مرة، وتجمع المستخلصات وتغسل حتى تتعادل بوجود مشعر الفينول فتالئين باستخدام (١٠) مل من خليط مكون من حجمين متساويين من الايتانول والماء في كل غسلة، ويكتفى عادة بثلاث غسلات، ينقل المحلول كميّاً إلى دورق سعة (١٠٠) مل المجفف مسبقاً في الفرن المضبوط عند درجة الحرارة (١٠١-١٠٥) م، يترك ليبرد في مجفف ويوزن لأقرب (٠,٢) ملغ.

- ٨- يبخر معظم المحل على حمام مائي يغلي، ويتم التخلص من الآثار الأخيرة بتوجيه تيار خفيف من الهواء الجاف في الدورق المغمور إلى قرب نهايته في الحمام أثناء مسكه وإدارته في وضع مائل.
- ٩- يجفف الدورق والمتبقي لمدة (٥) دقائق في الفرن عند درجة حرارة (١٠١-١٠٥) م، ويترك ليبرد في مجفف لأقرب (٢,٠) ملغ، وتكرر عمليات التجفيف والتبريد والوزن حتى لا يتجاوز الفرق بين وزنين متتاليين على (٢) ملغ، ولتكن هذه الكتلة (ك٢).
- ٥-١٠- الحسابات:

$$\text{ك} - \frac{\text{ح} \times \text{و}}{١٠٠٠٠} \times \frac{١٠٠}{\text{ك}}$$

أ: النسبة المئوية بالكتلة للمواد غير المتصينة والمواد الصبونة =

$$\text{ك} / (١٠٠ \times \text{ك}٢)$$

ب: النسبة المئوية بالكتلة للمواد غير الصبونة =

$$\text{ك} - \frac{\text{ح} \times \text{و}}{١٠٠٠٠} - \text{ك}٢ \times \frac{١٠٠}{\text{ك}}$$

ج: النسبة المئوية بالكتلة للمواد الصبونة غير المتصينة =

حيث: ك: كتلة العينة المختبرة، ك١: كتلة المستخلص الأول (غ)، ك٢: كتلة المستخلص الثاني (غ)، و: متوسط كتلة الجزء الغرامي النسبي للحموض الدسمة في الصابون، ح: حجم محلول هيدروكسيد البوتاسيوم في الايتانول (٠,١) عياري المستخدم في تعيين حموضة المستخلص الأول مقدراً بالميليلتر.

ملاحظة: يمكننا تعيين متوسط كتلة الجزء الغرامي النسبي (و) للحموض الدسمة في الصابون بمعايرة الحموض المعزولة المستخلصة بعد تصبن عينة الصابون الأصلية، واستبعاد المواد غير الصبونة وتحميض محلول الصابون.

١٠-٦- تقرير الاختبار: يجب أن يشير التقرير إلى الطريقة المستخدمة والنتائج الحاصلة، كما يتوجب أن يشار إلى ظروف الاختبار، وتفاصيل الإجراءات التي لم تحدد في هذه المواصفات القياسية أو اعتبرت اختيارية، وأي عوامل يمكن أن تؤثر على النتائج. كما يجب أن يتضمن تقرير الاختبار جميع المعلومات الضرورية للتعريف الكامل بالعينة.

١١- تعيين نسبة المواد اللاصبونة وغير القابلة للتصبن:

١١-١- طريقة العمل:

١- نأخذ (٥) غ زيت أو صابون، وتوضع في دورق يمكننا وصله بمكثف ارتداد، ونضيف للدورق (٥٠) مل من محلول البوتاس الغولي بتركيز ١٢% [يحضر بأخذ (١٢) غ من KOH وحله بالايثانول ٩٥%، ويتم الحجم حتى (١٠٠) مل بالايثانول].

٢- تضاف منظفات غليان من البورسلان، ونغلي بلطف لمدة ساعة بوجود مكثف ارتداد.

٣- يضاف (٥٠) مل ماء مقطر، ويحرك ويترك حتى البرودة.

٤- يُنقل محتوى الدورق إلى قمع فصل، وتغسل العينة ثلاث مرات بـ (٥٠) مل هكسان أو ايتير بترولي في كل مرة، ومن ثم تجمع الغسالات في صبابة إبانة (قمع فصل)، وتغسل ثلاث مرات مع (٥٠) مل ايتانول في كل مرة.

٥- يمرر المستخلص على كبريتات الصوديوم اللامائية للتخلص من الماء.

٦- ينقل محلول الهكسان أو الايتير البترولي إلى دورق جاف وموزون بدقة، ويبخر للتخلص من الهكسان بالتبخير على حمام مائي.

٧- يوضع الدورق في محم، ويجفف بدرجة حرارة (١٠٠-١٠٥) م، ثم يبرد ويوزن.

٨- تحسب النسبة المئوية للمواد اللاصبونة وغير المتصينة من العلاقة:

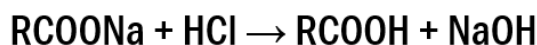
$$\text{النسبة المئوية للمواد اللاصبونة وغير المتصينة} = \frac{\text{ك}}{١٠٠} \times \frac{١٠٠}{\text{ك}}$$

حيث: ك: وزن البواقي بعد التبخير، ك١: وزن العينة.

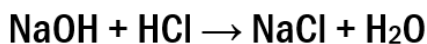
## ١٢- تعيين القلوية الكلية والقلوية الحرة في الصابون:

يقصد بالقلوية الحرة كتلة القلوي الحر غير المرتبط على شكل صابون، ويحسب على أساس أكسيد الصوديوم  $\text{Na}_2\text{O}$  لكل مئة غرام صابون، أما القلوية الكلية فتشمل كتلة القلوي المرتبط على شكل صابون (المتفاعل أصلاً مع الحموض الدسمة لتشكل الصابون) مع كتلة القلوي الحر، ويحسب على أساس أكسيد الصوديوم لكل مئة غرام صابون.

١٢-١- تعيين القلوية الكلية: يعتمد مبدأ تعيين القلوية الكلية على تفاعل (تفكيك) الصابون بكمية زائدة من حمض كلور الماء، ومن ثم معايرة فائض الحمض بمحلول (٥,٠) نظامي من هيدروكسيد الصوديوم، وتكافئ كمية الحمض المستهلك كمية القلوية الكلية في عينة الصابون المختبرة. - يصرف جزء من حمض كلور الماء المستهلك في حلمة الصابون:



ويصرف الجزء الآخر في تعديل القلوية الحرة:



### ١٢-١-١- طريقة العمل:

١- تؤخذ عينة متجانسة من الصابون كتلتها (٥) غ، وتوضع في بيشر وتذاب بحوالي (١٠٠-١٥٠) مل ماء مقطر ساخن، ثم يضاف إليها (٥٠) مل حمض كلور الماء (٥,٠) نظامي.

٢- يسخن المحلول على حمام مائي لمدة (٢٠-٢٥) دقيقة حتى يتجمع الحمض الدسم على شكل طبقة شفافة على السطح.

٣- يبرد البيشر بعدها في حوض ماء بارد حتى يتجمد الحمض الدسم في الأعلى على شكل قرص صلب، يكسر قرص الحمض الدسم ويرشح المحلول مع ترك الحمض الدسم في البيشر، يغسل الحمض الدسم وورقة الترشيح بالماء المقطر، ثم يجمع ماء الغسيل ويضاف للرشاحة.

٤- يضاف إلى الرشاحة عدة نقاط من مشعر الفينول فتالئين، ثم تعابير بمحلول  $\text{NaOH}: 0.5\text{N}$ ، وتجري تجربة الشاهد بدون استخدام صابون بنفس الوقت.

١٢-١-٢- الحسابات: تحسب القلوية الكلية باستخدام العلاقة:

$$\text{القلوية الكلية} = \frac{\text{ح}^1 - \text{ح}^2}{\text{ك}} \times 1,05 \text{ غ } \text{Na}_2\text{O} / 100 \text{ غ صابون}$$

أي أن:

$$\text{القلوية الكلية} = \frac{\text{ح}^1 - \text{ح}^2}{\text{ك}} \times \text{غ } \text{NaOH} / 100 \text{ غ صابون}$$

حيث: ح<sup>١</sup>: حجم محلول (٥,٠) نظامي المستهلك من هيدروكسيد الصوديوم في تجربة الشاهد (مل)، ح<sup>٢</sup>: حجم محلول (٥,٠) نظامي المستهلك من هيدروكسيد الصوديوم في تجربة العينة (مل)، ك: كتلة عينة الصابون (غ).

ملاحظة: يصعب تفكيك بعض أنواع الصابون، لذا يستحسن تكليسها (ترميدها)، ومعايرة القلوية الكلية في الرماد وفق مجموعة الخطوات:

١- يكلس (١٠) غ من الصابون عند درجة حرارة منخفضة نسبياً إلى أن تصبح الثفالة (الرماد) بيضاء.

٢- تجرف الثفالة بالماء المقطر إلى بيشر، ويضاف إليها (٣٠) مل من محلول  $\text{H}_2\text{SO}_4: 1\text{N}$ ، ثم يسخن المحلول حتى الغليان للتخلص من ثاني أكسيد الكربون الذي يعكر المعايرة.

٣- يبرد المحلول ويعاير بمحلول NaOH: 0.5N، وتجري بنفس الوقت تجربة الشاهد بدون استخدام صابون، ثم تحسب القلوية الكلية وفقاً للعلاقة السابقة.  
١٢-٢- تعيين القلوية الحرة للصابون: وتتم بطريقتين:  
١٢-٢-١- طريقة العمل الأولى:

١- يوزن بدقة (٥) غ من العينة في دورق يمكننا وصله بمكثف ارتداد، ويضاف للدورق (١٠٠) مل من محلول ايتانولي (٩٥% حجم/ حجم خال من CO<sub>2</sub>)، ويقطر هذا المحلول تقطيراً مرتداً لمدة (٥) دقائق، ومن ثم يترك ليبرد حتى درجة حرارة الغرفة، ومن ثم يعادل بمحلول البوتاس الايتانولي بوجود أربع نقاط من الفينول فتالئين لكل (٢٠٠) مل ايتانول، ليدخل الدورق في المكثف ويسخن بلطف حتى انحلال كامل الصابون.

٢- يضاف (٣) مل تماماً وبدقة من حمض الكبريت H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub>: 1N ويغلى بلطف، ويمكننا زيادة هذا الحجم لأنواع الصابون الحاوية على نسب عالية من القلوية الحرة الكلية لمدة (١٠) دقائق على الأقل، وبوجود مشعر الفينول فتالئين.

٣- يترك المحلول ليبرد لدرجة حرارة الغرفة.

٤- يعاير المحلول بهيدروكسيد البوتاسيوم الايتانولي (١، ٠ نظامي KOH/الغول) بوجود مشعر الفينول فتالئين. ومن ثم يكرر الاختبار ثانية على ذات العينة.  
٥- الحسابات:

$$\begin{aligned} \text{القلوية الحرة محسوبة كـ NaOH للصوابين الصوديومية} &= ٠,٠٤٠ \times \frac{\text{ح} \times ٠,٤ - \text{ح} \times ١٤}{\text{ك}} \times ١٠٠ \\ \text{القلوية الحرة محسوبة كـ KOH للصوابين البوتاسية} &= ٠,٠٦٠ \times \frac{\text{ح} \times ٠,٤ - \text{ح} \times ١٤}{\text{ك}} \times ١٠٠ \\ \text{القلوية الحرة الكلية بالميلي مكافئ/الغرام} &= \frac{\text{ح} \times ٠,٤ - \text{ح} \times ١٤}{\text{ك}} \end{aligned}$$

حيث: ح: حجم حمض الكبريت المستخدم في التعيين (مل)، ح: حجم محلول KOH/الغول المستخدم في التعيين المعيارية (مل)، ع: عيارية حمض الكبريت، ع: عيارية KOH، ك: كتلة العينة المختبرة.

١٢-٢-٢- طريقة العمل الثانية: يعتمد تحليل القلوية الحرة على إذابة عينة الصابون بصورة تامة في الماء، ومن ثم ترسيب الصابون بإضافة محلول كلوريد الصوديوم المشبع، ليرشح الصابون بعدها لمعايرة الرشاحة الحاوية على القلوي الحر على الترتيب:

١- تؤخذ عينة صابون بوزن (١٢,٥) غ وتوضع في بيشر وتذاب في (٢٠٠) مل من الماء المقطر الساخن، وبعد التبريد يمدد الحجم بإضافة (٥٠) مل من الماء المقطر، ويمدد الحجم إلى (٢٥٠) مل.  
٢- يؤخذ من المحلول مقدار (١٠٠) مل لمعايرة القلوي الحر على شكل ماءات و كربونات، ويطبق ذلك على الشكل التالي:

أ- يضاف إلى المحلول البارد (١٠) مل محلول ملح طعام المشبع (٣٠%) فيترسب الصابون، نرشح الصابون ثم نغسله بقليل من المحلول الملحي.

ب- تؤخذ الرشاحة وتعاير بمحلول HCl:0.1N وبوجود مشعر الفينول فتالئين.

ج- تحسب القلوية الحرة الموجودة على شكل ماءات و كربونات باستخدام العلاقة التالية:

$$\text{القلوية الحرة} = (\text{ح/و}) \times ٠,٣١ \times \text{غ Na}_2\text{O} / ١٠٠ \text{ غ صابون}$$

حيث : ح: حجم ٠,١ نظامي حمض كلور الماء المستهلك للمعايرة (مل)، و: كتلة الصابون (غ)، وتقابل في هذه التجربة الـ (١٠٠) مل محلول إلى (٥) غ صابون.

١- يؤخذ (١٠٠) مل أخرى من محلول الصابون لمعايرة القلوي الحر على شكل ماءات:  
أ- يضاف إلى المحلول الصابوني (٥٠) مل من محلول (١٠%) كلور الباريوم، ثم يرشح المحلول ويغسل الراسب بالماء المقطر المغلي والمبرد حديثاً.  
ب- تعابير الرشاحة بمحلول HCl:0.1N (يجب أن تتم المعايرة بسرعة تداركاً لتحول الماءات إلى كربونات).

ج- تحسب القلوية الحرة الموجودة على شكل هيدروكسيد باستخدام العلاقة السابقة.  
١٣- **تعيين النسبة المئوية للجليسرين:**

١٣-١- الطريقة الأولى:

١- يؤخذ مقدار (٥٠) غ من الصابون في بيشر سعته (٤٠٠) مل، ويضاف إليه (٢٥٠) مل ماء، ثم يضاف (٢٠) مل حمض كلور الماء المركز.  
٢- يغلى المزيج لغاية تحرر الحموض الدسمة (٢٠-٢٥) دقيقة، ويبرد البيشر ويفصل قرص الحمض الدسم، وترشح المحتويات على ورق ترشيح مبلل، ثم يغسل الحمض المجتمع على ورقة الترشيح والبيشر بالماء المقطر المحمض بحمض كلور الماء، ويضاف ماء الغسيل للرشاحة.  
٣- تعادل الرشاحة بكربونات الصوديوم  $Na_2CO_3$ ، ثم تبخر لغاية الحصول على (٣-٤) مل من السائل.  
٤- يمدد السائل المتبقي بالايتانول (٩٢%)، ثم يرشح ويغسل قمع الترشيح بالايتانول، ثم تنقل الرشاحة إلى جفنة موزونة بدقة ثم تبخر على حمام مائي حتى ثبات الوزن.  
٥- توزن الجفنة من جديد فيكون فرق الوزن مساوياً لكمية الجليسرين في (٥٠) غ من الصابون المختبر. وبالتالي تكون:

$$\text{النسبة المئوية للجليسرين} = \text{فرق الوزن (غ)} \times 2$$

١٣-٢- الطريقة الثانية: يذاب (١٠-٢٠) غ من الصابون في حوالي (٧٠) مل من الماء، ويسخن حتى الانحلال، ثم يبرد وينقل إلى مقياس مدرج سعة (١٠٠) مل، ويتم الحجم بالماء المقطر حتى علامة (١٠٠). وتقدر كمية الجليسرين على الشكل التالي:

١- أضف إلى (٥٠) مل من محلول الصابون السابق كمية كافية من حمض الكبريت الممدد وافصل الحموض الدهنية على الشكل:

٢- سخن على حمام مائي حتى يتم انفصال طبقة الحموض الدهنية ثم رشح، أضف إلى الرشاحة وماء الغسيل كربونات الباريوم بكميات قليلة حتى يعتدل المحلول وتتبقى كمية من كربونات الباريوم، رشح واغسل ثم بخر الرشاحة وماء الغسيل حتى نحصل على سائل شرابي القوام، استخلص هذا السائل بواسطة مزيج من الايتير والغول (جزء: جزء) أربع مرات، ثم رشح المحلول الايتيري، واستقبل الرشاحة في بيشر جاف معروف الوزن، بخر المذيب وجفف بدرجة حرارة (١٠٠-١٠٥) م حتى ثبات الوزن، ويكون الوزن الناتج هو وزن الجليسرين في المحلول المستعمل، ومن ثم حسابه بالنسبة لوزن العينة المأخوذ كنسبة مئوية.

٤- **الكشف عن التوربينال في الصابون:**  
طريقة العمل:

١- نرمد (٥) غ من الصابون في جفنة من السيليكا أو البلاطين حتى يصبح لون الرماد أبيض، وبالتالي خلوه من الفحم، وحتى اختفاء كامل المواد السوداء، ثم تترك الجفنة حتى تبرد، نحل بقليل من الماء المقطر ونرشح الناتج.

٢- نضيف (٥) مل من حمض الأزوت (٢٥%) لنواتج الترشيح، نحل كمية صغيرة أو بعض النقاط من المادة في أنبوب اختبار في قليل من الماء، ونضيف محلول موليبيدات الأمونيوم بكمية وافرة، ونسخن على حمام مائي إلى (٧٠)°م نحصل على راسب أصفر يشير إلى وجود الفوسفور أي التوربينال (+).  
١٥- **تحديد نسبة زيت الغار في صابون الغار بجهاز الكروماتوغرافيا الغازية:**

١٥-١- **الطريقة:** يستخلص الدسم من الصابون بالمعالجة بحمض الكبريت الكثيف (كما في طريقة تعيين المحتوى من الدسم الكلي للصابون التي ذكرت سابقاً).

١٥-٢- **طريقة العمل:** يوضع حوالي (٢) غ دسم العينة في دورق، ويضاف لها (٢٥) مل ميتانول و (٢٥) مل كلوروفورم و(١) مل حمض كبريت، ويوضع الدورق تحت مكثف ارتداد، وتسخن المحتويات حتى الغليان لمدة لا تقل عن (٢٠) دقيقة، يبرد بعدها الدورق ويضاف ماء مقطر، وتؤخذ طبقة الكلوروفورم السفلية في بيشر، ويخزل الكلوروفورم، ثم يوضع في محم حتى الجفاف، ويؤخذ قليل من المادة الناتجة (الدسم المؤستر) وتوضع في أنبوب اختبار، ويضاف لها ايتز البترول، وتحقن في جهاز الكروماتوغرافيا الغازية، ومن معرفة نسبة حمض الغار C<sub>12:0</sub> يمكننا معرفة نسبة زيت الغار في الصابون.

**ملاحظة:** تتراوح نسبة حمض الغار في زيت الغار بحدود ٢٢-٣٠%.

### ١٦- **تحديد نسبة الفلورايد في معجون الأسنان بواسطة جهاز Meter pH/is-E:**

١٦-١- **تمهيد:** يقيس الكترود is-F (أو أي الكترود مناسب) أيونات الفلورايد الحرة في المحاليل المائية بدقة عالية وبسرعة وسهولة وبشكل اقتصادي وذلك في المحاليل المائية حسب الطريقة المعتمدة لـ ASTM.

١٦-٢- **متطلبات القياس:**

- الجهاز المستخدم Meter pH/is-E: يمكن استخدامه بسهولة بحيث يعطي التركيز الذي يقرأ على الشاشة، مع قابلية القراءة pH/mv. والالكترود المرجعي (أي الكترود مناسب) يوصل بالجهاز ويمكن أن يقيس 0.1 mv.

- خلاط مغناطيسي: يفضل أن يكون خاصاً بالقياسات المخبرية.

- ورق بياني: يستخدم لرسم منحنى المعايرة pH/mv.

١٦-٣- **المحاليل المطلوبة:**

١- ماء مقطر منزوع الأيونات: يستخدم لتحضير المحاليل والمحاليل القياسية.

٢- محلول قياسي (ستاندر): يختار محلول قياسي مناسب (أو عدة محاليل قياسية في حال الحاجة لاستخدام أكثر من محلول قياسي)، ويمكن اختيارها من القائمة اللاحقة، وتختار هذه المحاليل القياسية بحيث تكون تراكيزها قريبة من مجال تركيز العينات المراد اختبارها.

٣- محاليل تعبئة الالكترود المرجعي: وهي نوعين: محلول يوضع في الداخل، ومحلول يوضع في الحجرة الخارجية بالنسبة لجسم الالكترود.

٤- محلول TISAB لضبط مجموع الأيونات الغريبة، وتجنب توضع هذه الأيونات الغريبة على الالكترود والتي قد تشكل مع الفلورايد معقدات تؤثر على صحة النتيجة. كما يستخدم محلول TISAB كمنظم (محلول موقى) لـ pH المحلول بإضافته بمعدل (م) مل لكل من الستاندرات والعينات.

**تحضير محلول TISAB:** يستخدم عند قياس نسبة أو تركيز الفلورايد في العينات التي تحوي أقل من (0.4 ppm) فلورايد، ولا تحوي عوامل يمكنها أن تشكل معقدات مع الفلور مثل الحديد والألمنيوم.

- خذ حوالي (٥٠٠) مل ماء مقطر في بيشر سعة (١) ليتر، وأضف (٥٧) مل حمض خل ثلجي و(٥٨) غ كلورايد الصوديوم.



- ضع البيشر في حمام مائي (للتبريد) وأغمس في البيشر الكترود جهاز pH، وأضف ببطء نقطة فنقطة من محلول NaOH: 5N حتى pH: 5-5.5 ثم برد إلى درجة حرارة الغرفة. وأخيراً صب الكمية السابقة في بالون عياري سعة (١) ليتر، ومدد حتى العلامة بالماء المقطر.  
ملاحظة: يتوجب وضع المحاليل المستخدمة نقيّة للمحافظة على مستوى الفلورايد في المحلول الموقى أقل ما يمكن. يضاف هذا المحلول المحضر والمسمى TISAB للمحاليل القياسية والعينات بكميات متساوية قبل عملية القياس.

١٦-٤- طريقة عمل الالكترود: يتم أولاً تحضير الالكترود على الشكل:

١- انزع الغطاء المطاطي الذي يغطي رأس الالكترود.  
٢- املاً الالكترود المرجعي بحسب تعليمات الشركة الصانعة للالكترود (تعليمات الدليل المرفق).  
اختبار عمل الالكترود (الميل Slope): هذه التعليمات عامة، ومن الممكن استخدامها لفحص عمل الالكترود بالنظر إلى تعليمات الدليل المرفق لمعرفة معظم المعلومات الخاصة بالجهاز:  
يتم اختبار عمل الالكترود بما يسمى الميل Slope للميلي فولت mv الذي يتغير بتغير التركيز، وبذلك نحصل على القيم التي تعطي أفضل اختيار لعمل الالكترود.  
ملاحظة هامة: يجب حفظ الالكترود رطباً دوماً، وتجنب تركه جافاً.  
- صل الالكترود بالجهاز.

- ضع (٥٠) مل ماء مقطر مع (٥) مل من محلول TISAB.  
- نظف الالكترود بهدوء بالماء المقطر، وضعه في الماء المحضر وقت الاختبار [(٥٠) مل ماء مع (٥) مل TISAB].

اختبار (0.1 M) فلورايد أو (100 ppm) كمحلول قياسي (ستاندار):

- خذ بالماصة (١) مل من المحلول القياسي (الستاندار) في بيشر، واخلط جيداً، وعندما تستقر القراءة سجل القيمة mv.  
- خذ بالماصة (١٠) مل من نفس الستاندار وفي نفس البيشر، اخلط جيداً وعندما تستقر القراءة سجل القيمة mv.

- الفرق بين قيمتي mv هو الميل Slope للالكترود، ويجب أن يكون الفرق بحدود 54-60 mv/10 بدرجة حرارة واحدة للمحلول (٢٥)°م، فإن كان الفرق خارج هذا المجال استدعي الوكيل أو القائم بأعمال صيانة الجهاز.  
واحدات القياس:

- تركيز الفلورايد: يمكننا قياسه بعدة واحداث مثل: مول/ ليتر، أو ppm، أو أي واحداث تركيز ملائمة...، أنظر الجدول:

مول/ليتر	١-١٠	٢-١٠	٣-١٠	٤-١٠
ppm(F)	١٩٠٠	١٩٠	١٩	١,٩

ملاحظة: يتوجب أن يتم قياس العينة والستاندار بنفس درجة الحرارة.

طريقة القياس:

١- خذ بالماصة (٥) مل من TISAB لكل (٥٠) محلول قياسي أو عينة.  
٢- اخلط جميع الستاندارات ومحاليل العينات بسرعة متماثلة أثناء القياس.  
ملاحظة: يمكن للخلاط المهربائي أن يولد حرارة أثناء دورانه بما يكفي لتغيير درجة حرارة المحلول، لذا ضع قطع من الفلين أو الورق الموقى بين سطح الخلاط والبيشر.  
٣- تحقق من المعايرة كل ساعتين بحيث يوضع الالكترود في المحلول القياسي الأول المستخدم للمعايرة، وإن تغيرت القيمة أعد المعايرة.

- ٤- استخدم دوماً محاليل قياسية جديدة للمعايرة.
- ٥- اغسل اللالكترود قبل كل قياس وآخر بالماء المقطر وجففه من البقع المائية.
- ٦- يجب أن تكون درجة الحرارة واحدة للمحاليل القياسية والعينات.
- ٧- تأكد بعد كل تغطيس للالكترود من عدم وجود فقاعات هواء على السطح الملامس للالكترود.
- ٨- من أجل العينات التي تحتوي كميات عالية من أيونات الفلورايد حضر ستاندرات بتراكيب مماثلة لتلك العينات.

٩- يتوجب ضبط المحاليل عالية الحموضة أو القلوية عند 5-6 pH: قبل إضافة الـ TISAB.

١٠-١- طريقة القياس بدلالة التركيز:

المعايرة بوجود محلولين أو أكثر:

- ١- انظر دليل الجهاز لتحضير الالكترود والمحاليل المطلوبة وأي متطلبات أخرى.
  - ٢- حضر المحاليل القياسية (الستاندرات): إذ يجب أن يكون تركيز المحاليل القياسية ضمن عيارات التركيز المتوقع للمحاليل، ومستعملاً الواحدات نفسها للمحاليل القياسية والعينات.
  - ٣- صل الالكترود إلى الجهاز، واضغط مفتاح Mode حتى يتم اختيار التركيز CONC.
  - ٤- ضع الالكترود في المحلول القياسي الأول الأقل تركيزاً.
  - ٥- اضغط 2<sup>nd</sup> cal فيعطي الجهاز القراءة للمحلول القياسي الأول.
  - ٦- عند استقرار القراءة: أضغط المفاتيح اللازمة لإدخال قيم المحاليل القياسية الأول والثاني و... وإدخال قيمة المحلول المحلول القياسي الأول اضغط مفتاح تحت أو فوق، القيمة الموجودة على الشاشة سوف تعطي وميض (فلاش)، نغير الرقم بهذه الوضعية حتى الحصول على القيمة المطلوبة، عندها نضغط مفتاح Yes، وهكذا حتى تدخل جميع القيم، ويكتمل إدخال جميع التراكيز للمحاليل القياسية.
  - ٧- نظف بهدوء الالكترود بين كل قياس وآخر، وضعه في المحاليل القياسية بالتسلسل، وعندما تستقر القراءة ادخل قيمة المحلول القياسي كما فعلت في المحلول القياسي الأول بعدها، وهكذا لجميع المحاليل القياسية.
  - ٨- بعد إدخال قيم المحاليل الخمسة إلى الجهاز فإن الجهاز وبشكل آلي سوف يعطي الانحدار (الميل Slope)، وبعدها نقوم بقياس تراكيز محاليل العينات.
  - ٩- نظف بلطف الالكترود وضعه داخل العينة، انتظر قليلاً حتى تستقر القراءة، عندها سجل التركيز مباشرةً (الرقم الظاهر على الشاشة مباشرة).
- ملاحظة: يضاف الفلورايد لمعجون الأسنان على شكل فلوريد الصوديوم NaF أو على شكل أحادي فلوروفوسفات الصوديوم  $Na_2F(PO_4)_3$ ، وفي حال كونه على شكل أحادي فلور فوسفات الصوديوم لا بد من تفكيك أحادي فلور فوسفات الصوديوم للحصول على الفلورايد الشاردي بوجود وسيط مناسب.

## الفصل الثاني

### تحليل المنظفات

المنظفات الصناعية منتجات أساسها المواد البترولية لذا فإنها تختلف عن الصابون، وقد ظهرت بعد الحرب العالمية الثانية، وتشمل مركبات أساسية كالمواد العضوية ذات النشاط السطحي، ومواد بناء، ومبيضات ومسطحات و عطور ومواد قلووية...، وتتوفر في الأسواق بأشكالٍ عديدة:

- منظفات مساحيق: للغسالات العادية والآلية، ومسحوق لكل الاستخدامات، والقاشط، ومنظفات الملابس الملونة.

- السوائل المنظفة: شامبو، سائل الجلي، سائل تنظيف اليدين والجلد، وكذلك السائل الحمضي، ماء جافيل.

- معاجين الجلي.

- الجل المنظف.

- معقمات: أملاح الأمونيوم الرباعية.

ويوجد لكل منتج مواصفة خاصة به، تحدد المجال والتعريف والشروط الكيميائية والفيزيائية وحتى الجرثومية، ومجال الاستخدام وبطاقة البيان.

**تركيب المنظفات الصناعية:**

١- أنواع المادة الفعالة:

أ- أنيونية (شرسبية) Anionic detegent: يكون الجزء الفعال فيها عبارة عن أيون سالب.

ب- كاتيونية (شرجبية) Cationic detegent: يكون الجزء الفعال فيها عبارة عن أيون موجب.

ج- لا شاردية (شرسبية) Anionic detegent: تكون الجزيئة كلها فعالة.

د- امفوتيرية (مذبذبة) Amphoteric: يحتوي على جذور فعالة سطحياً شرسبية وشرجبية، وتتعلق فعاليتها بحموضة الوسط (الرقم الهيدروجيني pH).

٢- المضافات: وتضاف بحسب نوع المنتج، مثل: السيليكات، الكربونات، الفوسفات، البولة، الكبرينات، الكربوكسي ميثيل سيليلوز، مبيضات....

وسنبين في هذا الفصل طرائق تحليل المنظفات الصناعية مع بعض المقدمات.

- يتم استقبال العينة وتسجل بسجلات خاصة.

- تتم قراءة المواصفة للمنتج بدقة.

- تحضر طرائق التحليل وتقرأ بدقة وعناية.

١- معايرة الماء (الرطوبة):

١-١- طريقة التجفيف: تعين كمية الماء في المنظفات بتجفيف وزن معين منها في المحم عند درجة حرارة (١٠٠-١٠٥) م حتى ثبات الوزن، فنقص الوزن الناتج يعادل مقدار الماء في الوزن الذي تبخر من المادة المنظفة، ويجري العمل على الشكل:

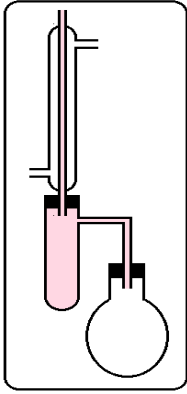
- يوزن مقدار معين من المادة المنظفة يتراوح بين (٥-٥٠) غ (بحسب غنى المادة بالماء) في جفنة من البلاستين أو في طبق زجاجي، وتوضع الجفنة بعدها في المحم بحرارة (١٠٠-١٠٥) م مدة كافية حتى بلوغها الوزن الثابت.

- يتم الوزن كل (١٥) دقيقة بعد الجفاف حتى ثبات الوزن، فإذا كان (و) وزن العينة قبل التجفيف، (و١) وزنها بعد التجفيف، فإن مقدار الماء في (١٠٠) غ من العينة المفحوصة يكون مساوياً:

$$\text{النسبة المئوية للرطوبة في العينة} = \frac{(و-و١) \times ١٠٠}{و} = \text{؟ \%}$$

ملاحظة: إذا كانت المادة سائلة توضع في المحم كما هي، أما إذا كانت صلبة فتسحق قبل تجفيفها، ولا تنطبق هذه الطريقة على المنظفات الحاوية مواد سريعة التفكك كالبربورات وفوق الكربونات، فعندها تطبق طريقة الكسيلين.

### ١-٢- خطة الكسيلين لمعايرة الماء (الرطوبة):



تستخدم هذه الطريقة عندما يراد الحصول على نتائج أسرع من الطريقة السابقة، أو عند وجود مواد ماصة للرطوبة

ويتم تطبيق هذه الطريقة بمعالجة العينة بمقدار زائد من الكسيلين أو التولوين، ومن ثم جرف الماء مع أبخرة الكسيلين أو التولوين بالتقطير باستخدام جهاز دين - ستارك المؤلف من دورق مخروطي يتصل بالشعبة الجانبية لأنبوب زجاجي مدرج وخاص بجمع الماء الناتج، ويتصل هذا الأنبوب من أعلاه بمبرد صاعد كما في الشكل المرفق.

### طريقة العمل:

يوضع في دورق الجهاز مقدار ثابت من المادة المراد اختبارها يتناسب مع نسبة الماء فيها بحيث يحوي ماء ما بين (٣-٥) مل، ثم يضاف (١٠٠) مل كسيلين نقي مشبع بالماء أو التولوين النقي المشبع بالماء، ويضع قطع خزفية لتنظيم الغليان، توصل قطع الجهاز ويشغل الماء عبر مكثف التبريد، ونسخن حتى الغليان فيتجمع الماء في القسم السفلي من الجهاز، في حين يتجمع الكسيلين فوق الماء، وعندما يبلغ سوية الكسيلين فتحة الشعبة الجانبية للأنبوب ينصب منها عائداً إلى الدورق، ثم يعود فيتقطر جازفاً معه الماء، وهكذا يثابر على التقطير حتى يثبت حجم الماء المتجمع، ويكون الحجم المقروء (ح) مل، ويكون مقدار الماء في (١٠٠) غ عينة مساوياً:

$$\text{مقدار الماء في (١٠٠) غ ماء} = (\text{ح} / \text{و}) \times ١٠٠$$

حيث (و) وزن العينة المختبرة.

ملاحظة: يضاف في حال الفوران (١-٢) غ بارافين.

### ٢- تعيين المواد الحلولة بالايثانول:

١-٢- المجال: تتضمن هذه الطريقة تعيين المواد الحلولة بالايثانول للمنظفات وللصابون التجاري.

٢-٢- التعريف: تحلل المواد الحلولة بالايثانول بتطبيق الطريقة المحددة هنا.

### ملاحظات:

١- تمثل المواد الحلولة بالايثانول الصابون والمواد الفعالة الكلية الحلولة بالايثانول (٩٥% حجم/ حجم)، وكذلك المواد الداخلة التي تدخل في تركيب الصابون مثل الغليسرين ومركبات الايثانول أمين وغيرها.

٢- المواد غير الحلولة بالايثانول ٩٥% هي إما مركبات لاعضوية مثل الكربونات والبورات وفوق البورات والكلوريدات والكبريتات والسيليكات والفوسفات وأكاسيد الحديد... أو عضوية مثل النشويات والدكسترين (صمغ نشوية) والكارثينات والسكريات والمشتقات السيليلوزية والألجينات...

٢-٣- المبدأ: إذابة المنظف بالايثانول، وترشيح المذاب الحاوي على المواد القابلة للانحلال.

٢-٤- الكاشف: ايثانول ٩٥% حجم / حجم.

٢-٥- الاعتيان: يجب تحضير وحفظ العينات المخبرية وفق الطرائق المحددة في المواصفة القياسية السورية الخاصة بذلك.

٢-٦- الأجهزة: تستخدم أجهزة المخبر العادية إضافة إلى:

- دوارق مخروطية سعة (٥٠٠) مل ذات عنق زجاجي مصفر، وبياشر سعة (٢٥٠) مل، مكثف ارتداد مبرد بالماء، ومجهز بوصلة زجاجة مخروطية مصفوفة من طرفه السفلي تناسب الدوارق المخروطية.

- حمام مائي.

- فرن يمكننا ضبطه عند درجة حرارة (١٠٣±٢) م، ميزان حرارة يمكننا ضبطه حتى (٠,٠٠١) غ.

٢-٧- طريقة العمل: يوزن جزء الاختبار لأقرب (٠,٠١) غ حوالي (٥) غ من العينة المخبرية في الدورق المخروطي.

يضاف (٢٠٠) مل من الايتانول إلى الدورق المخروطي الحاوي على العينة المراد اختبارها، ويدخل مكثف الارتداد ويسخن الدورق حتى غليان الايتانول برفق مع تحريكه بطريقة دوامية لتجنب التصاق المواد بقاع الدورق قدر الإمكان، ومن جهة أخرى يجفف دورق أو بيشر في الفرن المضبوط عند درجة الحرارة (١٠٣±٢) م مدة ساعة، ثم تترك لتبرد في مجفف لدرجة حرارة الغرفة، وأخيراً يوزن لأقرب (٠,٠٠١) غ.

عندما يظهر لنا انحلال المنظف كاملاً (بالنسبة للمساحيق نستمر بالغليان لمدة ساعتين)، ينزع بعدها الدورق من مكثف الارتداد، ويرشح المحلول على ورقة ترشيح إلى الدورق أو البيشر المجفف والموزون سابقاً، وتغسل المادة غير المنحلة في الدورق المخروطي بالاييتانول المسبق التسخين حتى قرب درجة الغليان، ويترك ليصفو وينقل المحلول الرائق إلى ورقة الترشيح، وتنقل المادة غير المنحلة إلى ورقة الترشيح بمساعدة دفعات صغيرة من الايتانول الدافئ، وتغسل ورقة الترشيح والمتبقي بالاييتانول الدافئ حتى يخلو تماماً من المواد المنحلة بالاييتانول، والتي تجمع كلها في الدورق أو البيشر الموزون، يتم بعدها التخلص من الايتانول بالتسخين في حمام مائي أو بجهاز سوكسليه، ثم يوضع الدورق أو البيشر في الفرن بدرجة حرارة (١٠٣±٢) م، ويجفف ثم يبرد في مجفف ويوزن، وتكرر عمليات التجفيف (على فترات زمنية مدة كل منها ساعة) والتبريد والوزن حتى يصبح الفرق في الكتلة بين وزنتين أقل من (٠,٠٠١) غ.

٢-٨- الحسابات: يعبر عن المادة المنحلة بالاييتانول كنسبة مئوية وزنية بالعلاقة:

$$\text{النسبة المئوية للمادة المنحلة بالاييتانول في المنظف} = \frac{\text{وزن المادة المنحلة بالاييتانول}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

حيث:

$$\text{نسبة المادة المنحلة بالغول} = \frac{(\text{وزن الدورق مع المادة المنحلة بالغول} - \text{وزن الدورق جاف وفارغ})}{\text{وزن العينة}} \times 100 = \text{؟\%}$$

### ٣- تعيين المواد الذوابة بالاييتانول ٩٥% في المنظفات:

يمكننا تعيين المواد الذوابة بالاييتانول ٩٥% في المنظفات بالطريقة التالية والتي تسمى طريقة المواد الذوابة بالغول وتطبق على المنظفات: شامبو، معجون تنظيف، منظف سائل، منظف بودرة (مسحوق)، مبيض، كاشط...

يؤخذ في دورق مصنفر سعة (٥٠٠) مل وزنة معينة وبدقة من المادة المنظفة (٥ أو ١٠) غ من عينة المنظف، وتجفف في محم للتخلص من الماء (إن وجد بنسبة عالية)، ثم تنقل إلى مجفف زجاجي حتى تبرد، يضاف بعدها للدورق حوالي (١٠٠) مل ايتانول ٩٥%، ثم يوصل الدورق إلى مكثف ارتداد، ويتم غلي العينة مع الايتانول بحمام مائي، ونستمر بالغليان حتى التأكد من انحلال كامل المادة المنحلة من العينة في الايتانول، وقد يستغرق الغليان مدة ساعتين، وخاصة في حالة المساحيق المنظفة، وبعد ذلك نبرد.

يوزن دورق نظيف وجاف قابل للوصل إلى جهاز سوكسليه، ونضع الرشاحة فيه على الشكل: نضع فوق الدورق الموزون قمع وورقة ترشيح، ونرشح المحلول الغولي للعينة المختبرة، وتغسل المواد غير المنحلة بايتانول ٩٥% ساخن وذلك بصبه على ورقة الترشيح، يغسل الدورق (الذي يحوي عينة المنظف والغول بعد الغلي) مع الراسب عدة مرات بالغول ويسكب فوق ورقة الترشيح، وبعد ذلك تقطر الرشاحة بواسطة جهاز سوكسليه (بحيث يتجمع الغول في حجرة جهاز سوكسليه، ثم ينقل ليجمع في

عبوة خاصة)، ينقل بعدها الدورق إلى المحم للتجفيف التام بحيث تكون درجة حرارة المحم ما بين (١٠٠-١٠٥) م، نبرد الدورق ونزنه.  
الحسابات: يعبر عن المادة المنحلة في الايتانول كنسبة مئوية وزنية بالعلاقة:

$$\text{النسبة المئوية للمادة المنحلة بالايثانول} = \frac{\text{وزن المادة المنحلة بالايثانول}}{\text{وزن العينة}} \times 100$$

أي أن:

$$\text{نسبة المادة المنحلة بالغول} = \frac{\text{وزن الدورق مع المادة المنحلة بالغول} - \text{وزن الدورق جاف وفارغ}}{\text{وزن العينة}} \times 100 = \text{؟} \%$$

**حساب نسبة المواد المنحلة بالغول بعد طرح كمية الملح المترشح معها:** في حالة المنظفات (الشامبو وسوائل التنظيف الأخرى...) الحاوية على ملح كلوريد الصوديوم مع المواد الفعالة يمكن أن ينفذ من ورقة الترشيح ملح كلوريد الصوديوم كمادة منحلة في الغول جزئياً، وبالتالي يدخل في حساب المواد المنحلة بالغول، لذا يتوجب حساب نسبته ومعايرته ثم طرحه من المواد المنحلة بالغول كما يلي:

الطريقة: تحسب بهذه الطريقة المواد المنحلة دون الملح.  
مبدأ الطريقة: معايرة كلوريد الصوديوم المترشح مع المواد المنحلة بالغول، ثم يطرح من كمية المواد المنحلة بالغول.

تحل المواد المنحلة بالغول (الرشاحة السابقة) في (١٠٠) مل ماء مقطر، ثم نضبط الأس الهيدروجيني عند pH: 6-8 بحمض الخل أو هيدروكسيد الصوديوم بحسب الوسط وبوجود عدة نقاط من مشعر الفينول فتالئين، أو بواسطة جهاز قياس الأس الهيدروجيني، ثم نضيف عدة نقاط من مشعر كرومات البوتاسيوم ٥%، ونعاير بنترات الفضة  $\text{NaNO}_3: 0.1\text{N}$  حتى تشكل وظهور اللون الأزرق.  
الحسابات:

$$\text{المواد المنحلة بالغول عدا الملح} = \frac{100}{\text{وزن العينة}} \times \left( \frac{5.85 \times \text{ح} \times \text{و}}{100} \right) = \text{؟} \%$$

حيث: و: وزن المواد المنحلة بالغول ومعها الملح المترشح (غ)، ح: حجم نترات الفضة المستهلك (مل)، ن: نظامية نترات الفضة (0.1 N).

#### ٤- قياس الأس الهيدروجيني pH:

يقاس pH المواد المنظفة وغيرها بجهاز قياس الـ pH إما مباشرة أو تُمدد العينة بالماء المقطر حسب المطلوب في المواصفات أو طرق التحليل المعتمدة.

يعاير جهاز الـ pH قبل الاستخدام مباشرة بواسطة محاليل موقية معروفة الـ pH، فمثلاً يعاير عند القيم: 4, 7, 10 pH، ثم يتم القياس للعينة كما يلي:

الأجهزة والمواد المستخدمة: جهاز تقدير الأس الهيدروجيني، خلاط كهربائي، كؤوس زجاجية بقطر (٥-٧) سم، محاليل موقية (منظمة) معروفة الأس الهيدروجيني، ماء مقطر حديث الغلي.

#### خطوات العمل:

- يجري ضبط ومعايرة جهاز تقدير الأس الهيدروجيني بمحاليل قياسية موقية، وتضبط درجة حرارة الجهاز عند درجة حرارة (٢٠) م، ثم تؤخذ كمية مناسبة من العينة وتوضع في خلاط كهربائي، ويضاف لها ماء مقطر حديث الغليان، ثم تقلب جيداً في الخلاط حتى تمام التجانس.

- يؤخذ جزء من العينة في كأس، ويغمر فيه قطبا الجهاز، ويترك لمدة دقيقة أو دقيقتين عند درجة حرارة (٢٠) م، ومن ثم تؤخذ قراءة الأس الهيدروجيني للعينة.

#### ٥- تعيين المادة الفعالة (الأنيونية) بطريقة المعايرة المباشرة ثنائية الطور (اليدوية والآلية):

##### ٥-١- تعيين المادة الفعالة الأنيونية في المنظفات (الآلية واليدوية):

شروط الاختبار: يجب أن يكون الوزن الجزيئي للمادة الفعالة معروفاً، كما أن هذه الطريقة لا تطبق في حال وجود عوامل فعالة سطحياً كاتيونية، ويتوجب أن تكون العينة قابلة للانحلال كلياً.

المبدأ: تعيين المادة الفعالة الأنيونية في وسط ذي طورين، أحدهما الماء، والآخر الكلوروفورم، وذلك بالمعايرة الحجمية بمحلول قياسي من مادة فعالة كاتيونية مثل (كلور البنزتونيوم) بوجود مشعر يتألف من صباغ كاتيوني (مثل بروم الديميديوم)، وصباغ أنيوني (مثل الأزرق الحمضي). وتجري التفاعلات الكيميائية على الشكل:

تشكل المادة الفعالة الأنيونية ملحاً مع الصباغ الكاتيوني ينحل بالكلوروفورم ليعطي لوناً أحمر وريداً، ويزيح خلال المعايرة كلور البنزتونيوم بروم الديميديوم من هذا الملح لذا ينتقل اللون الأحمر الوردي من طبقة الكلوروفورم مع انتقال الصباغ الكاتيوني إلى الطور المائي، وتؤدي إضافة كمية زائدة من كلور البنزتونيوم لتشكيل ملح مع الصباغ الأنوني ينحل في طبقة الكلوروفورم ويلونها باللون الأزرق.

##### الكواشف:

- كلوروفورم.

- حمض كبريت (محلول ٢٤٥ غ/ل) أي (١٣٤) مل من  $H_2SO_4$  (وزنه النوعي: ١,٨٣ غ/مل) يضاف إلى (٣٠٠) مل ماء مع الحذر.

- كبريتات لوريل الصوديوم (كبريتات دوديسيل الصوديوم  $(CH_3(CH_2)_{12}OSO_3Na)$ ): محلول حجمي قياسي تركيزه (٠,٠٠٤) مول/ليتر. ويتم تحضيره بوزن ما بين (١,١٤-١,١٦) غ من كبريتات لوريل الصوديوم في دورق حجمي سعة ليتر، نحل في (٢٠٠) مل من الماء المقطر، ويمدد بالماء حتى العلامة.

يحسب التركيز الدقيق معبراً عنه بعدد المولات من كبريتات لوريل الصوديوم بالليتر للمحلول الناتج بالعلاقة:

$$ت = \frac{ك \times ن}{١٠٠ \times ٢٨٨,٤}$$

حيث: ك: كتلة كبريتات لوريل الصوديوم المستعملة في تحضير المحلول (غ)، ن: نقاوة كبريتات لوريل الصوديوم المستعملة في تحضير المحلول (غ).

- كلور البنزتونيوم (الهيامين  $C_{27}H_{42}ClNO_2$ ): محلول حجمي قياسي تركيزه (٠,٠٠٤) مول/ليتر، ويتم تحضيره بوزن ما بين (١,٨٠-١,٨٥) غ من كلور البنزتونيوم في دورق حجمي سعة (١) ليتر يحل في الماء المقطر ويمدد به حتى العلامة.

- الفينول فتالئين (١٠ غ/ل): يحل (١) غ فينول فتالئين في (١٠٠) مل ايتانول في دورق حجمي.

- محلول المشعر المختلط:

المحلول الرئيس: يحضر من الأزرق الحمضي وبروم الديميديوم.

الأزرق الحمضي: ثنائي الصوديوم -٤-، -٤- ثنائي أمينو ايتيل ثلاثي فينيل ميثان ثنائي سلفونات. تحضير المحلول الرئيس:

١- يوزن (٠,٠٠٥±٠,٠٥) غ من بروم الديميديوم إلى أقرب (١) ملغ في بيشر سعة (٥٠) مل.

٢- يوزن (٠,٠٠٥±٠,٠٢٥) غ من الأزرق الحمضي في بيشر سعة (٥٠) مل.

٣- يضاف إلى كل بيشر من (٢٠-٣٠) مل ايتانول ساخن تركيزه ١٠% حجم: حجم.

٤- تحرك محتويات البيشرين حتى الانحلال، ثم تنقل محتويات البيشرين إلى دورق حجمي ذي علامة واحدة سعة (٢٥٠) مل، ويشطف البيشرين بالايتانول، وتضاف الغسالة إلى دورق ثم يمدد المحلول بالايتانول حتى العلامة.

المحلول الحمضي للمشعر المختلط: يوضع (٢٠) مل من المحلول الرئيس في دورق حجمي (٥٠٠) مل، ويضاف (٢٠٠) مل ماء مقطر، و(٢٠) مل من محلول حمض كبريت (٢٤٥) غ/ليتر المحضر مسبقاً، يمزج المحلول ويمدد بالماء حتى العلامة ويحفظ في الظلام.  
طريقة العمل:

١- يوزن (١٠) غ من العينة، ويضاف حوالي (١٠٠) مل ماء مقطر وتحل العينة (يتم ضبط الأس الهيدروجيني لوسط العينة بحيث يكون معتدل أو قريب من الاعتدال بوجود بضع قطرات من مشعر الفينول فتالئين ومحلول هيدروكسيد الصوديوم أو حمض الكبريت، ويضبط المحلول عند اللون الوردي الباهت للفينول فتالئين).

٢- ينقل المحلول إلى دورق حجمي سعة (١٠٠) مل، ويمدد بالماء المقطر حتى العلامة.  
٣- يؤخذ بعد الخلط الجيد (٢٥) مل من المحلول بممص إلى وعاء المعايرة، ويضاف (١٠) مل ماء مقطر و (١٥) مل كلورفورم و (١٠) مل من المحلول الحمضي للمشعر المختلط.  
٤- يعاير الناتج بمحلول كلور البنزتونيوم.  
الحسابات:

$$\frac{ك^٢ \times ن}{١٠٠ \times ٢٨٨,٤} = ت^٢$$

حيث: ن: نقاوة كبريتات لوريل الصوديوم (تكون مدونة عادة على العبوة الأصلية، ٧٠% مثلاً)، ت<sup>٢</sup>: تركيز كبريتات لوريل الصوديوم (مول/ليتر)، ك<sup>٢</sup>: كتلة كبريتات لوريل الصوديوم المستعملة (١٤، ١٦-١، ١٤، ١٦، ١٤، ٢٥): الحجم المأخوذ من كبريتات لوريل الصوديوم.

٢٨٨,٤: الوزن الجزيئي لكبريتات لوريل الصوديوم: ت<sup>١</sup> = (ت<sup>٢</sup> × ٢٥) / ح<sup>٢</sup>  
ح<sup>٢</sup>: الحجم اللازم من كلور البنزتونيوم لمعايرة الشاهد (مل)

$$\frac{٤ \times ح^٣ \times ت^١ \times م}{ك} = \text{المحتوى من المادة الفعالة الأنيونية}$$

ح<sup>٢</sup>: حجم محلول كلور البنزتونيوم اللازم لمعايرة (٢٥) مل من محلول المادة الفعالة الأنيونية (العينة) التطبيق العملي رقم (٣)، م: الكتلة الجزيئية النسبية للمادة الفعالة الأنيونية، ك: كتلة جزء العينة المختبر (١٠ غ).  
الشاهد:

١- يؤخذ (٢٥) مل من محلول كبريتات لوريل الصوديوم، و(١٠) مل ماء مقطر، و(١٥) مل كلورفورم، و(١٠) مل من محلول المشعر المختلط.

٢- يعاير بمحلول كلور البنزتونيوم مع التحريك المستمر فتتلون الطبقة السفلى باللون الأحمر الوردي، فتتابع المعايرة مع التحريك حتى الاقتراب من نقطة النهاية حيث يتلاشى اللون الأحمر الوردي مع طبقة الكلورفورم ليصبح أزرق باهت.

الحسابات:

$$\frac{ك^٢ \times ن}{١٠٠ \times ٢٨٨,٤} = ت^٢ = ٣-١٠ \times ٣,٦$$

حيث: ك<sup>٢</sup>: كتلة كبريتات لوريل الصوديوم (غ)، ن: نقاوة كبريتات لوريل الصوديوم.  
٢٨٨,٤: الوزن الجزيئي لكبريتات لوريل الصوديوم: ت<sup>١</sup> = (ت<sup>٢</sup> × ٢٥) / ح<sup>٢</sup>  
ح<sup>٢</sup>: الحجم اللازم من كلور البنزتونيوم لمعايرة الشاهد (مل)



$$\frac{4 \times \text{ح} \times 3 \times \text{ت} \times 1 \times \text{م}}{\text{ك}} = \text{المحتوى من المادة الفعالة الأنيونية}$$

ح<sup>٢</sup>: الحجم اللازم لمعايرة العينة، م: الكتلة الجزيئية النسبية للمادة الفعالة الأنيونية، ك: وزن العينة المأخوذ (١٠ غ).

### ٦- طريقة معايرة المادة الفعالة الأنيونية:

يؤخذ (١) غ من عينة المنظف وتمدد بالماء المقطر حتى العلامة في بالون سعة (١٠٠) مل، وتخلط حتى التجانس، ويتم ضبط الأس الهيدروجيني لوسط العينة بحيث يكون معتدل أو قريب من الاعتدال بوجود بضع نقاط من مشعر الفينول فتالئين، ومحلول هيدروكسيد الصوديوم أو حمض الكبريت الممدد، ويضبط المحلول عند اللون الأحمر الوردى الباهت لمشعر الفينول فتالئين.

يؤخذ بواسطة ماصة حجمية أو بالون حجمي سعة (٢٥) مل حجم ومقداره (٢٥) مل، ويوضع في أرلينة قابلة للإغلاق بشكل جيد، ويضاف (١٥) مل كلورفورم، و(١٠) مل من المحلول الحمضي للمشعر المختلط، و(١٠) مل ماء مقطر، وتتم المعايرة بمحلول كلور البنزوتونيوم بتركيز (٠,٠٠٤) مول/ليتر (أي (١,٨١) غ كلور بنزوتونيوم نقاوة لا تقل عن ٩٩% في ليتر ماء).

تتابع المعايرة بكلور البنزوتونيوم (٠,٠٠٤) نظامي حتى تتلون طبقة الكلورفورم السفلى باللون الأزرق، وزوال اللون الوردى مع الحرص على تقليب الأريلينة لضمان المزج الجيد أثناء المعايرة.

الحسابات:

$$\frac{\text{ن} \times \text{ح} \times \text{ك} \times \text{ج}}{1000} \times \frac{100}{\text{و}} = \text{النسبة المئوية للمادة الفعالة الأنيونية}$$

حيث: ن: نظامية كلور البنوتونيوم (الهيامين: ٠,٠٠٤)، ح: حجم كلور البنزوتونيوم المستهلك للمعايرة (مل)، ك: الوزن الجزيئي للمادة الفعالة الأنيونية، و: وزن العينة المأخوذ (هنا ٠,٢٥ غ).

### ٧- تعيين المحتوى من المادة الفعالة الكاتيونية العالية الوزن الجزيئي:

تحدد هذه الطريقة محتوى المواد الفعالة الكاتيونية (الشرجبية) عالية الوزن الجزيئي في المنظفات، وتطبق على المادة الفعالة الصلبة أو محاليلها المائية. مثل:

أ- مركبات الأمونيوم الرباعية والتي تحوي كل من مجموعتي الكيل فيها على (١٠) ذرات كربون أو أكثر... مثل (كلور ثنائي ستيريل - ثنائي ميتيل - أمونيوم).

ب- أملاح الإيميدازولين أو (٣- متيل الإيميدازولين) والتي تتبادل فيها السلسلة الطويلة لأسيل أمين إيتيل، ومجموعات الالكيل في الموضعين (١ و ٢) على التوالي.

ملاحظة:

أ- لا تطبق هذه الطريقة في حال احتواء المنظف على عوامل فعالة سطحياً أنيونية.

ب- لا تؤثر سلفونات التولوين والكسيلين ذوات الأوزان الجزيئية المنخفضة الموجودة كمساعدات على الانحلال إذا وجدت بتراكيز لا تتجاوز القيمة (١٥% كتلة/كتلة) من المادة الفعالة، ويتعين تقويم تأثيرها في كل حالة خاصة يتجاوز فيها محتواها النسبة المذكورة آنفاً.

ج- لا يؤثر وجود عوامل الفعالية السطحية اللاأيونية، الصابون، البولة وأملاح إيتيلين ثنائي نتريل رباعي حمض الخل على صلاحية هذه الطريقة.

كما أن المركبات اللاعضوية النموذجية التي تدخل في تركيب المنظفات مثل كلوريد الصوديوم وكبريتات الصوديوم وبورات الصوديوم ومتعدد ثلاثي فوسفات الصوديوم وفوق بورات الصوديوم وسيليكات الصوديوم.. إلخ لا تؤثر في طريقة التحليل، إلا أنه يجب تخريب العوامل المبيضة الأخرى غير فوق البورات قبل إجراء التحليل، ويجب أن تكون العينة منحلة تماماً بالماء.

٧-٢- التعريف: الكتلة الجزيئية النسبية: كمية لا بعدية كانت تدعى سابقاً الكتلة الجزيئية، وتعرف بأنها متوسط كتلة الجزيء (من التركيب النظائري الطبيعي) إلى ١/١٢ من كتلة نويدة الكربون (١٢).

٣-٧- المبدأ: معايرة جزء محدد من المحلول القياسي لكبريتات لوريل الصوديوم مع محلول عينة الاختبار وفق طريقة المعايرة ثنائية الطور.

٤-٧- الكواشف: يجب أن تكون الكواشف المستعملة من النوع التحليلي المميز، ويجب أن يكون الماء مقطراً ومطابقاً للمواصفات القياسية الخاصة بالماء المستعمل في مخبر التحليل.

بروبان -٢- أول. الكلوروفورم: كثافته (١,٤٨) غ/مل عند درجة حرارة (٢٠) م، ويتقطر في مجال درجة الحرارة (٥٩,٥-٦١,٥) م.

كبريتات لوريل الصوديوم: محلول قياسي جملي بتركيز (٠,٠٠٤) مول/ليتر.  
محلول المشعر المختلط:

المحلول الرئيس: يحضر هذا المحلول من الأزرق الحمضي (١)، وبروم الديميدوم الأزرق الحمضي (١) / رقم الدليل اللوني ٤٢,٤٥: ثنائي الصوديوم-٤,٤,٤ أمينو إيتيل ثلاثي فنيل ميثان ٢, ٤ ثنائي سلفونات.

بروم الديميدوم (٨,٣- ثنائي أمين - ٥- ميثيل - ٦- فنيل بروم فنانتريدينوم)

تحضير المحلول الرئيس: يوزن (٠,٠٠٥±٠,٥) غ من بروم الديميدوم إلى أقرب (١) ملغ في بيشر سعته (٥٠) مل، ويوزن (٠,٠٠٥±٠,٢٥) غ من الأزرق الحمضي (١) في بيشر آخر سعته (٥٠) مل، ويضاف إلى كل بيشر ما بين (٢٠-٣٠) مل من الايتانول الساخن بتركيز ١٠% (حجم/حجم)، تحرك محتويات البيشرين حتى الانحلال، ثم تنقل المحتويات إلى دورق جملي ذي علامة واحدة سعة (٢٥٠) مل، ويشطف البيشرين بالايثانول وتضاف الغسالة إلى دورق، ثم يمدد المحلول بالايثانول ١٠% (حجم/حجم) حتى العلامة.

المحلول الحمضي للمشعر المختلط: يحضر بإضافة (٢٠٠) مل من الماء إلى (٢٠) مل من المحلول الرئيس في دورق جملي ذي علامة واحدة سعة (٥٠٠) مل، ثم يضاف (٢٠) مل من حمض الكبريت (٥) نظامي، ويمزج المحلول ويمدد بالماء حتى العلامة، ويحفظ بعيداً عن ضوء الشمس المباشر.

٥-٧- التجهيزات: تستعمل التجهيزات المخبرية العادية إضافة إلى:

- أسطوانة مدرجة أو دورق سعة (١٠٠) مل مع سداة زجاجية مصنفة.

- سحاحة سعة (٢٥) مل حسب المواصفات القياسية السورية.

- دورق جملي ذو علامة واحدة سعة (١٠٠٠) مل، مع سداة زجاجية مصنفة حسب المواصفات القياسية السورية.

٦-٧- طريقة العمل:

تحضير العينة المخبرية: يتم تحضير العينة طبقاً لما ورد في المواصفة القياسية السورية الخاصة بـ (المنظفات و عملاء التنشيط السطحي - تقسيم العينات).

جزء العينة المختبر: يوزن إلى أقرب (١) ملغ كمية كافية من العينة المخبرية بحيث تحوي ما بين (٠,٠٠٢-٠,٠٠٤) مول من المادة الفعالة الكاتيونية.

ملاحظة: تحتاج هذه الكمية إلى حجم معايرة يتراوح بين (١٠-٢٠) مل.

- يحل جزء العينة المختبر في (٢٠) مل من محل البروبان -٢- أول، ويسخن إن دعت الضرورة.

- يضاف حوالي (٥٠) مل من الماء ويحرك الناتج وينقل إلى الدورق الجملي سعة (١٠٠٠) مل، ويمدد بالماء حتى العلامة. يمثل هذا الجزء محلول الاختبار (أ).

- يسحب (١٠) مل من المحلول القياسي الجملي لكبريتات لوريل الصوديوم بتركيز (٠,٠٠٤) مول/ليتر بممص مناسب، وينقل إلى الدورق أو الأسطوانة المدرجة، ثم يضاف (١٠) مل من الماء، و(١٥) مل من الكلوروفورم، و(١٠) مل من المحلول الحمضي للمشعر المختلط.

- تملأ السحاحة بمحلول الاختبار (أ)، يعاير محلول كبريتات لوريل الصوديوم بمحلول الاختبار (أ) مع سد الدورق أو الأسطوانة المدرجة وهزها جيداً بعد كل إضافة.

- تتلون الطبقة السفى من الكلوروفورم باللون الزهري، ويميل المستحلبان المتشكلان للانفصال بسهولة كلما اقتربت المعايير من نهايتها، كما يصبح لون طبقة الكلوروفورم أبيض، نستمر بالمعايرة عند هذه النقطة قطرة فقطرة مع الهز بعد كل إضافة حتى الوصول لنقطة النهاية، وهي اللحظة التي يزول فيها اللون الزهري تماماً من طبقة الكلوروفورم، وينقلب إلى أزرق رمادي باهت، وفي حال وجود زيادة من المحلول (أ) ينقلب لون طبقة الكلوروفورم إلى الأزرق.

- يسجل حجم المحلول (أ) المستعمل في المعايرة.

٧-٧- الحسابات: يعبر عن النسبة المئوية لمحتوى المادة الفعالة الكاتيونية بالعلاقة:

$$\frac{\text{النسبة المئوية لمحتوى المادة الفعالة الكاتيونية}}{100} = \frac{\text{ت} \times \text{ك} \times 10 \times 100}{\text{ح} \times \text{ك} \times 1000}$$

حيث: ت: التركيز الفعلي لمحلول كبريتات لوريل الصوديوم (مول/لتر)، ك: الكتلة الجزيئية النسبية للمادة الفعالة الكاتيونية، ح: حجم المحلول (أ) المستهلك في المعايرة (ملم)، ك: كتلة العينة (غ).

#### ٨- حساب نسبة المواد الفعالة اللاأيونية في المنظفات:

يوجد ثلاث طرق لتعيين المادة الفعالة اللاأيونية، وهي:

١- الطريقة السريعة: تعتمد على كون فوق أكسيد الايتيلين يعطي لوناً أزرق مع تيوسيانات الكوبالت، وينحل هذا المعقد المتشكل في كلوريد الميثيلين (ثنائي كلور الميثان)، ومن ثم يتم استخلاصه بسرعة من المحلول، يبنى مبدأ التعيين على العلاقة الخطية بين شدة اللون وتركيز المادة الفعالة اللاأيونية.

٢- تعيين المادة الفعالة اللاأيونية بعد تعيين نسبة المادة الفعالة الكلية (المواد الحلولة بالغول)، وتعيين المادة الفعالة الأيونية، وتكون هي حاصل طرحها من بعضهما البعض.

٣- طريقة الرززين Duolite MB611B (Indicator) Mixed Resin: نزن في دورق وبدقة (٥) غ عينة، ونضيف (١٠٠) مل ايتانول، ثم نغلي محتويات الدورق لمدة (١٠) دقائق ونرشح بعدها، ثم نأخذ الرشاحة ونمزجها مع (٢٠) غ رززين، ونجفف لمدة نصف ساعة عند درجة الحرارة معتدلة، ونتخلص من الماء بإضافة الأستون بمعدل (٤-٥) أضعاف لامتصاص الماء، ثم نجفف نصف ساعة أخرى حتى ثبات الوزن، ونوزن الرززين، زيادة وزن الرززين هو وزن المادة الفعالة اللاأيونية في (٥) غ من العينة، يتم بعدها التحويل لنسبة مئوية.

#### ٩- تعيين النسبة المئوية لمحتوى السيليكا في المنظفات (الطريقة الوزنية):

٩-١- المجال: تحدد هذه المواصفة الطريقة الوزنية لتعيين المحتوى الكلي من السيليكا في كافة تراكيب المنظفات، باستثناء تلك الحاوية مواد غير منحلة في الحمض إضافة إلى السيليكا.

٩-٢- المبدأ: إزالة المواد المنحلة في الايتانول من جزء العينة المختبر بالاستخلاص بالايتانول، ثم تعيين السيليكا وزنياً.

٩-٣- الكواشف: يجب أن تكون الكواشف المستعملة من الصنف التحليلي المميز، وأن يكون الماء مقطراً، ومطابقاً للمواصفات القياسية السورية الخاصة بـ (الماء المستعمل بمخابر التحليل: المواصفات وطرائق الاختبار).

- ايتانول لا مائي أو معطل مطابق للمواصفات القياسية السورية الخاصة بـ (الغول الايتيلي المعطل).

- حمض كلور الماء بكثافة (١,١٦-١,١٩) غ/لتر.

- منظفات غليان خزفية أو زجاجية.

٩-٤- التجهيزات: تستعمل التجهيزات المخبرية إضافة إلى:

١- جهاز استخلاص سوكلية مع دورق سعة (٥٠٠) مل، وأنبوب استخلاص سعة (٢٠٠) مل.

٢- كشتبان استخلاص مساميته (١,٦) مكرومتر، وقطره حوالي (٣٦) ملم، وطوله حوالي (٩٥) ملم.

٣- فرن تجفيف يمكننا ضبط درجة حرارته عند (٢±١٠٥) م.

٤- بوتقة ترشيح خزفية مساميتها (٦، ١-٤) ميكرومتر. وبوتقة بلاتين.

٥- فرن ترميد يمكننا ضبط درجة حرارته عند (٩٠٠-٩٦٠) م.

٩-٥- طريقة العمل:

تحضير العينة المخبرية: يتم تحضير العينة المخبرية طبقاً لما هو مبين في المواصفة القياسية السورية الخاصة بـ (المنظفات و عملاء التنشيط السطحي - تقسيم العينات).

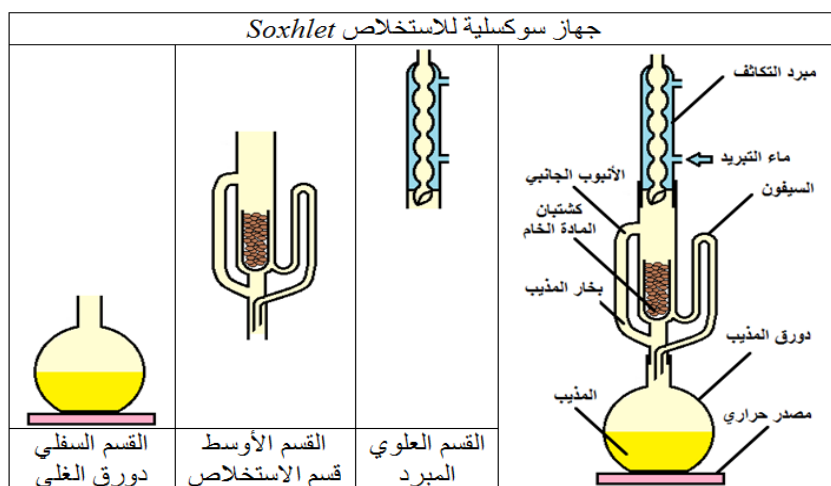
جزء العينة المختبرة: يوزن إلى أقرب (٠,٠١) غ حوالي (١٠) غ من العينة المخبرية، وتوضع في بيشر سعة (٦٠٠) مل، أو في كشتبان الاستخلاص.

إزالة المواد العضوية: يمكن إتباع إحدى الطريقتين التاليتين: جهاز سوكسليه، وفي البيشر:

أ- الاستخلاص في جهاز سوكسليه: يدخل (٣٠٠) مل من الايتانول إلى الدورق الكروي من جهاز استخلاص سوكسليه وبضع قطع خزفية، ثم يوضع الكشتبان مع جزء العينة المختبرة في أنبوب الاستخلاص من جهاز سوكسليه، وتجمع أجزاء الجهاز (الدورق وأنبوب الاستخلاص والمكثف).

نبدأ بالاستخلاص ونستمر بمعدل سرعة استخلاص معتدلة لمدة ساعتين وثلاثين دقيقة بعد التفريغ الأولي.

يترك الجهاز ليبرد وينقل الايتانول المتبقي من جهاز الاستخلاص إلى الدورق، وتطرح الأجزاء المنحلة بالاييتانول.



ب- الاستخلاص في البيشر: يضاف حوالي (٢٥٠) مل من الايتانول ٩٥% إلى جزء العينة المختبر (١٠) غ، ويغلى البيشر بزجاجة ساعة ثم يسخن ويحرك بمحرك كهربائي آلي أو مغناطيسي حتى غليان الايتانول، ونتابع الغليان مع التحريك لمدة (٥) دقائق، يترك بعدها البيشر ليبرد والمواد غير المنحلة لترقد، ويرشح الطور الغولي من خلال ورقة ترشيح من الصنف المتوسط.

تعاد عملية الاستخلاص مرتين أخريين بكميات جديدة من الايتانول وباستعمال ورقة الترشيح ذاتها. يضاف (٧٥) تقريباً من الايتانول الساخن (٥٠-٦٠) م إلى البيشر الذي يحتوي على المواد المنحلة، وتكسر أي كتل صلبة بواسطة قضيب زجاجي.

تترك المواد غير المنحلة لترقد وترشح من خلال ورقة الترشيح نفسها، وتعاد هذه العملية مرتين أخريين.

يثقب قعر ورقة الترشيح وتغسل بحوالي (٥٠) مل من الماء الساخن لنقل أي بقايا إلى البيشر الذي يحتوي المواد غير المنحلة.

٩-٦- التعيين:

- يرفع الكشتبان بعد الاستخلاص من جهاز استخلاص سوكسليه، وباستعمال (٥٠-٧٠) مل من الماء الساخن، وتنقل المحتويات كميّاً إلى بيشر سعة (٤٠٠) مل، أو يستعمل البيشر سعة (٦٠٠) مل مع

المواد غير المنحلة في الايتانول الناتجة، ومن ثم يضاف (١٠) مل من حمض كلور الماء إلى البيشر، ويحرك بقضيب زجاجي، ثم يبخر حتى الجفاف على حمام بخاري.  
 - يضاف (٣٥-٤٠) مل من الماء، ويسخن مع التحريك بين الحين والآخر لمدة (١٠) دقائق، ويضاف ثانية (١٠) مل من حمض كلور الماء، ثم يبخر الناتج مع التحريك حتى الجفاف كما ورد سابقاً.  
 - تحل البقايا ويضاف (١٠) مل من حمض كلور الماء، ثم يحرك ويبخر الناتج حتى الجفاف للمرة الثالثة.

- يوضع البيشر والباقايا في الفرن عند درجة حرارة (١٠٥±٢)°م لمدة ساعة واحدة.  
 - يضاف (٥٠) مل من الماء الساخن، و(١٠) مل من حمض كلور الماء، ويسخن المزيج لمدة (١٠) دقائق على حمام بخاري مع التحريك بين الحين والآخر.  
 - يرشح الناتج خلال بوتقة الترشيح الخزفية الموزونة سابقاً تحت التخلية، أو من خلال ورق الترشيح سريع عديم الرماد ومصلد.

ملاحظة: قبل التعيين المسبق لوزن البوتقة الخزفية، يجب تسخينها في الفرن الذي ضبطت حرارته عند درجة حرارة (٩٠٠)°م، ثم تركها لتبرد في المجفف الزجاجي.  
 - تغسل البقايا على المرشح بالماء الساخن، ونتابع الغسيل حتى تصبح الرشاحة خالية من الكلوريدات كما يبين ذلك اختبارها ببضع قطرات من محلول نترات الفضة.  
 - في حال ورقة الترشيح توضع في بوتقة البلاتين الموزونة سابقاً بعد تسخينها في الفرن عند درجة حرارة (٩٠٠)°م، ثم تبريدها في المجفف الزجاجي.  
 - تسخن البوتقة البلاتينية مع محتوياتها تدريجياً حتى الدرجة (٩٠٠)°م، وتترك في الفرن عند درجة حرارة (٩٠٠-٩٦٠)°م لمدة (٣٠) دقيقة، تترك بعدها لتبرد في المجفف الزجاجي وتوزن إلى أقرب (٠,٠٠١) غ.

٩-٧- الحسابات: يعبر عن المحتوى الكلي للسيليكا كنسبة مئوية كتلية بالعلاقة:

$$\text{النسبة المئوية لمحتوى السيليكا} = \frac{\text{ك}}{\text{ك}} \times ١٠٠$$

حيث: ك: كتلة البقايا (غ)، ك: كتلة جزء العينة المختبرة (غ).

#### ١٠- تعيين محتوى السيليكا في المنظفات:

١- يوزن بدقة في بيشر جزء العينة المراد اختباره (١٠) غ، ويضاف حوالي (٢٥٠) مل ايتانول ٩٥% (لإزالة المواد الحلولة في الغول مثل الصابون)، ويغلى البيشر بزجاجة ساعة، ثم يسخن مع التحريك بمحرك آلي أو مغناطيسي حتى غليان الايتانول الحاوي على جزء العينة المختبر، ونتابع الغلي مع التحريك لمدة (٥) دقائق، ويترك بعدها ليبرد، ولتترقد المواد غير المنحلة، ويرشح الطور الغولي من خلال ورقة ترشيح من الصنف المتوسط.

٢- تعاد عملية الاستخلاص مرتين أخرتين مع كميات جديدة من الايتانول وورقة الترشيح ذاتها.

٣- يضاف (٧٥) مل تقريباً من الايتانول الساخن بدرجة حرارة (٥٠-٦٠)°م إلى البيشر الحاوي على المواد غير المنحلة، وتكسر أي كتل صلبة بواسطة القضيب الزجاجي.

٤- تترك المواد غير المنحلة لترقد، وترشح من خلال ورقة الترشيح ذاتها، وتعاد هذه العملية مرتين.

٥- يثقب قعر ورقة الترشيح وتغسل بحوالي (٥٠) مل من الماء الساخن لنقل أي بقايا للبيشر الحاوي على المواد غير المنحلة.

٦- يحل الراسب بحوالي (٤٠) مل ماء مقطر، وندعه يغلي، ومن ثم نضيف حمض كلور الماء المركز

على دفعات (١٠) مل في كل مرة، ونكرر العملية (٤) مرات بإضافة (٤٠) مل من حمض كلور الماء المركز ببطء كي لا يحدث فوران.

- ٧- ترشح العينة بورقة ترشيح عديمة الرماد أو بورقة ترشيح موزونة ومعروفة الرماد.  
٨- نرمد العينة بالمرمدة نصف ساعة بدرجة حرارة (٩٠٠) م بجفنة ثم ترميدها ووزنها مسبقاً، ثم توزن الجفنة بعد الترميد.  
٩- الفرق بين وزن الجفنة مع السيليكا ووزن الجفنة فارغة هو كمية السيليكا في العينة المأخوذة. ومنه:

$$\text{النسبة المئوية لمحتوى السيليكا} = \frac{\text{كمية السيليكا في الجفنة}}{\text{وزن الجفنة}} \times 100 = \text{؟} \%$$

ملاحظة: الماء الزجاجي هو الاسم التجاري لميتا سيليكات الصوديوم.

#### ١١- تعيين المواد غير الحلولة بالماء للمنظفات:

- ١- يوزن بدقة (٢) غ من العينة، تحل في (٥٠٠) مل ماء مقطر ساخن بدرجة حرارة (٦٠) م في بيشر أو ورق مخروطي، ويقال ويخلط المحلول بقضيب زجاجي لمدة دقيقتين عند درجة الحرارة نفسها، ثم يرشح المحلول من خلال ورقة ترشيح موزونة على الميزان الحساس، وتغسل المواد غير الذوابة بإضافة (١٠) مل من الماء المقطر الساخن عند درجة حرارة (٦٠) م ثلاث مرات تقريباً.  
٢- تجفف ورقة الترشيح في الفرن لمدة (٣٠) دقيقة تقريباً في درجة حرارة (١٠٠-١٠٥) م، ومن ثم ترفع ورقة الترشيح من المحم وتوضع في المجفف الزجاجي حتى تبرد ثم توزن.  
٣- تعاد عملية التجفيف والوزن حتى الحصول على وزنين ثابتين، ثم يحسب الفرق بين الوزنتين لورقة الترشيح قبل وبعد الترشيح.  
الحسابات: يعبر عن محتوى المواد غير المنحلة في الماء كنسبة مئوية كتلية من العلاقة:

$$\text{النسبة المئوية للمواد غير الحلولة بالماء} = \frac{19 - 9}{9} \times 100 = \text{؟} \%$$

حيث: و.: كتلة العينة المختبرة (غ)، و١: كتلة ورقة الترشيح (غ)، و.: كتلة ورقة الترشيح والمواد غير المنحلة بعد التجفيف (غ).

#### ١٢- تعيين النسبة المئوية للكربونات في المنظفات:

##### ١-١٢- المواد اللازمة:

- حمض كلور الماء (٠,١) نظامي ومعايير بدقة. مشعر برتقالي الميثيل (٠,٥ % محلول بالغول). مشعر الفينول فتالئين (٠,٥ % محلول بالغول).  
١٢-٢- التجهيزات: تستعمل التجهيزات المخبرية العادية إضافة إلى: ورق معايرة سعة (٢٥٠) مل. ساحة مدرجة سعة (٢٥) مل أو (٥٠) مل عدد (٢).  
١٢-٣- الطريقة: تحضر العينة المخبرية طبقاً لما هو مبين في المواصفة القياسية السورية الخاصة بـ: (المنظفات وعملاء التنشيط السطحي - تقسيم العينات).  
جزء العينة المختبر: يوزن (١) غ من العينة إلى أقرب (٠,٠٠١) غ، وتحل في (١٠٠) مل ماء مقطر في ورق معايرة.  
طريقة العمل:

- ١- نعاير محلول عينة المنظف بحمض كلور الماء (٠,١) ن بوجود مشعر الفينول فتالئين، ويكون الحجم المأخوذ (ح) لتحديد القلوية الفعالة.  
٢- تتابع المعايرة بوجود مشعر برتقالي الميثيل بحمض كلور الماء 0.1N، ويكون الحجم المأخوذ (ح)، وهو حجم حمض كلور الماء اللازم لإجراء المعايرتين، والذي يحدد القلوية الكلية.  
ملاحظة: يجب الانتباه إلى عدم تجاوز نقطة النهاية لمشعر برتقالي الميثيل، وإلا يجب عندئذ التعديل بمحلول معروف النظامية من هيدروكسيد الصوديوم، ويؤخذ ذلك بعين الاعتبار في الحسابات.

- ٣- يسخن المحلول حتى الغليان لطرد CO<sub>2</sub>.  
 ملاحظة: في حال وجود فوق البورات أو البوراكس، نوقف التسخين لحظة الغليان لقابلية حمض البور للتطاير.  
 ٤- بعد الوصول لدرجة حرارة الغليان، يرفع عن المصدر الحراري ويبرد.  
 ٥- نعاير من جديد بعد التبريد بحمض كلور الماء 0.1N باستخدام برتقالي الميتيل.  
 ٦- نضيف نقاط من مشعر الفينول فتالئين ونعاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1N NaOH: حتى انقلاب لون المشعر إلى الوردي ويكون الحجم المستهلك (ح٣).  
 ملاحظة: يمكننا إذا كانت الحجم المستهلكة كبيرة أخذ (٢٥) مل من المحلول، وتطبيق المعايرة السابقة عليه آخذين بعين الاعتبار وزن العينة المأخوذ للمعايرة.  
 ١٢-٤- الحسابات: يعبر عن محتوى الكربونات في المنظف كنسبة مئوية كتلية بالعلاقة:

$$\frac{1,06 \times [(ح٣ + ح١) - ح٢]}{و} = \% \text{ النسبة المئوية لمحتوى كربونات الصوديوم}$$

- ح١: حجم حمض كلور الماء اللازم لتحديد القلوية الفعالة (ملم: فينول فتالئين).  
 ح٢: حجم حمض كلور الماء اللازم لتحديد القلوية الكلية المعيارتين معاً (ملم: برتقالي الميتيل).  
 ح٣: حجم هيدروكسيد الصوديوم مقدراً بالملم.  
 و: كتلة العينة المأخوذة (غ)  
 ١٢-٥- التكرارية: يجب ألا يتجاوز الحد الأقصى بين نتيجتي تعيين، ثم إجراؤهما بتعاقب سريع على المنتج نفسه، بواسطة المحلل نفسه وباستعمال الأجهزة نفسها (١%).  
 ١٢-٦- الإعادة: يجب ألا يزيد الفرق بين النتائج التي يتم الحصول عليها من العينة نفسها في مخبرين مختلفين على (٥%).  
 ١٢-٧- تحديد نسبة الكربونات:

- ١- يؤخذ (١) غ من العينة، وتحل في (٥٠) مل ماء مقطر في أرلينة سعة (٢٥٠) مل.  
 ٢- يضاف بضع نقاط من مشعر الفينول فتالئين.  
 ٣- نعاير بحمض كلور الماء 0.1N حتى زوال اللون الزهري (ح١).  
 ٤- تضاف عدة نقاط من مشعر برتقالي الميتيل.  
 ٥- نتابع المعايرة بحمض كلور الماء 0.1N حتى ظهور اللون البرتقالي المحمر (ح٢).  
 ٦- نرفع درجة حرارة الأرلينة على سخانة حتى الغليان. ومن ثم نبرد بالماء الجاري.  
 ٧- يضبط لون المحلول بحمض كلور الماء 0.1N حتى اللون البرتقالي المحمر.  
 ٨- نعاير بهيدروكسيد الصوديوم (٠,١) نظامي حتى اللون الزهري (ح٣).  
 وباعتبار أن وزن العينة مقدراً بالغرام هو (و) يكون:

$$\frac{1,06 \times (ح٣ + ح١) - ح٢}{و} = (\% \text{Na}_2\text{CO}_3) \text{ نسبة كربونات الصوديوم المئوية}$$

حيث و: وزن العينة (غ).

### ١٣- تعيين الرغوة في المنظفات المنزلية (مساحيق):

- المبدأ: يقاس ارتفاع الرغوة في أسطوانة محددة بعد خضخضة المنظف بالماء بالطريقة التالية:  
 الأجهزة: الأدوات المخبرية العادية مع أسطوانة مدرجة سعة (١٠٠) مل بقطر (٣) سم ذات سدادة زجاجية.  
 الكواشف: الماء العسر المحضر بإذابة (٠,٢٩٤) غ من خلات الكالسيوم Ca(CH<sub>3</sub>COO)<sub>2</sub> · H<sub>2</sub>O، ويذاب (٠,٢٩٤) غ من كبريتات المغنيزيوم MgSO<sub>4</sub> · 7 H<sub>2</sub>O في (١٠٠٠) مل ماء.

طريقة العمل: يحضر محلول بنسبة (٢,٠%) من العينة المراد اختبارها في الماء العسر المحضر أعلاه، ثم يؤخذ (٥٠) مل من هذا المحلول، وتوضع في الأسطوانة المدرجة سعة (١٠٠) مل، ثم تخض الأسطوانة (٥٠) مرة خلال (٣٠) ثانية، ويسجل الارتفاع الذي تصل إليه الرغوة خلال (٥) دقائق.

#### ٤-١- تعيين المحتوى من الفوسفات في المنظفات:

يعين المحتوى من الفوسفات في المنظفات بعدة طرائق، وسنبين هنا طريقتين:

٤-١-١- طريقة الفوسفوموليبيدات الوزنية: ويتم فيها التعيين على شكل  $P_2O_5$ :

المجال: تحدد هذه الطريقة تعيين المحتوى الكلي من  $P_2O_5$  في تركيب المنظفات.

المبدأ: حلمة متعدد الفوسفات بحمض الآزوت، ومن ثم ترسيب الفوسفات على شكل فوسفوموليبيدات الكينولين في محلول الأستون، ثم تجفيف الراسب ووزنه.

#### الكواشف:

- حمض الآزوت: كثافة (١,٤) غ/ل تقريباً عند درجة حرارة (٢٠)°م وتركيز (٦٨%: كتلة/كتلة) أو 14N.

- كاشف موليبيديك ليموني، ويحضر على الشكل:

١- يحل (٧٠) غ من موليبيدات الصوديوم ثنائية الماء  $Na_2MoO_4 \cdot 2H_2O$  في (١٥٠) مل من الماء في بيشر سعة (٤٠٠) مل.

٢- يحل (٦٠) غ من حمض الليمون أحادي الماء  $C_6H_8O_7 \cdot H_2O$  في (١٥٠) مل ماء في بيشر سعة (١٠٠٠) مل، ويضاف إلى الناتج (٨٥) مل من محلول حمض الآزوت (٦٨% أو 14N).

٣- يصب (فوق ٢) أي محلول الموليبيدات فوق حمض الليمون مع التحريك.

٤- يوضع (١٠٠) مل من الماء في بيشر سعة (٤٠٠) مل، ويضاف إليه (٣٥) مل من حمض الآزوت (٦٨% أو 14N)، ثم (٥) مل كينولين نقي.

٥- يصب المحلول (٤) المؤلف من (ماء + حمض آزوت + كينولين) فوق المحلول (٣) المؤلف من المحلولين ١/٢ فوق أي كاشف الموليبيديك الليموني المخلوط مع حمض الليمون في الماء مع التحريك، ويترك ليرقد طوال الليل، ثم يرشح الناتج خلال بوتقة الترشيح في الدورق الحجمي سعة (١٠٠٠) مل بدون أي شطف بالماء، ثم يضاف (٢٨٠) مل من الأستون إلى المحلول، ويتم بالماء إلى العلامة (١٠٠٠) مل ويمزج جيداً.

ملاحظة: تمرر الأجزاء الأولى من الرشاحة في بوتقة الترشيح ثانية إذا كان ضرورياً حتى الحصول على رشاحة صافية.

#### التجهيزات:

- بيشر سعة (٤٠٠-٦٠٠-١٠٠٠-٢٠٠٠) مل، دورق حجمي سعة (١٠٠) مل، دورق سعة (١٠٠٠) مل، ممصات (٥٠-٥) مل، دورق ترشيح سعة (٥٠٠) مل.

- بوتقة ترشيح ذات قرص زجاجي ملبد R6 تتراوح حساسيته بين (١٠-١٦) ميكروليتر، وتجفف قبل الاستعمال لمدة ساعة في الفرن (٢٦٠±٢٠)°م، ثم تبرد في مجفف زجاجي.

- فرن قابل لأن تضبط درجة حرارته في المجال (٢٦٠±٢٠)°م.

#### طريقة العمل:

١- يوزن (١٠) غ من العينة في بيشر، ويضاف إليها (١٠٠) مل ماء مقطر درجة حرارته (٣٥-٤٠)°م بواسطة دورق عياري سعة (١٠٠٠)، ونحرك بقضيب زجاجي حتى تمام الانحلال.

أما إذا أخذنا (١) غ عينة في (١٠٠) مل ماء فيجب الانتباه إلى القانون النهائي للحساب في آخر الطريقة كونه مدروس على أساس (١٠) غ/ليتر، ويعتبر محلول (ل١).

٢- نأخذ من هذا المحلول (ل١) بدقة (٢٥) مل (بالماصة)، ونضعها في دورق حجمي سعة (١٠٠) مل، وتمدد حتى العلامة، أي (١٠٠) مل بالماء المقطر، ويكون المحلول (ل٢).



- ٣- نأخذ بدقة من محلول (٢ل) حجم (٢٠) مل (يمكن أن نأخذ أكثر من ذلك في حال كون نسبة الفوسفات قليلة في العينة).
- ٤- نضع الـ (٢٠) مل المأخوذة في بيشر، ويضاف لها (١٥) مل من حمض الأزوت (٦٨%)، ويمدد الناتج حتى حوالي (١٠) مل، ويغلى البيشر بزجاجة ساعة، ويغلى لمدة (٣٠) دقيقة.
- ٥- يرشح إذا دعت الحاجة لإزالة السيليكا، ونضيف بعدها ماء مقطر بدل الماء المتبخر خلال الحلمة.
- ٦- يضاف للبيشر (٥٠) مل من كاشف الموليبيديك الليموني بدون تحريك، يغطى ويسخن على سخان كهربائي دون استخدام لهب حتى درجة حرارة (٧٥)°م، أي بدء الغليان من (١٠-١٥) دقيقة، ويحافظ على هذه الحالة لمدة (٣٠) ثانية.
- ٧- يبرد البيشر ويحرك أثناء التبريد (٣-٤) مرات، ويترك الراسب المتشكل حتى يستقر.
- ٨- نجفف ونزن قمع الترشيح الخاص بالترشيح تحت الفراغ (قمع غوش R6).
- ٩- ينقل المحلول الصافي لقمع الترشيح، ثم تغسل الرسابة (٦) مرات بتصفيتها باستعمال حوالي (٣٠) مل ماء مقطر كل مرة، ثم ينقل الراسب كلياً من البيشر إلى قمع الترشيح، ويغسل البيشر فوق قمع الترشيح أربع مرات بالماء المقطر.
- ١٠- توضع الرسابة الموجودة في قمع الترشيح (الرسابة والقمع) في فرن تجفيف (محم) بدرجة حرارة (٢٦٠±٢٠)°م، ويجفف الراسب بدرجة حرارة (٢٦٠±٢٠)°م لمدة ساعة، ثم ينقل قمع الترشيح من الفرن إلى المجفف الزجاجي حتى يبرد، ثم يوزن القمع مع الراسب، ويسجل الوزن.
- الحسابات: يعبر عن محتوى P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> كنسبة مئوية كتلية بالعلاقة:

$$P_2O_5 \% = \frac{12828 \times ك_1}{ح \times ك} = \frac{100 \times 1000 \times 0,03207 \times ك_1}{ح \times 25 \times ك} = P_2O_5 \text{ محتوى}$$

حيث: ك.: وزن العينة المختبرة (محسوبة على أساس ١٠ غ في ١٠٠٠ مل) أي (١٠) غ.  
 ح: حجم المحلول المأخوذ من (٢ل) وفي هذه الطريقة (٢٠) مل، أي أن ح × ك. = ٢٠٠  
 ك<sub>١</sub>: كتلة فوسفو موليبيدات الكينولين المترسبة بالغم (وزن القمع والراسب - وزن القمع الفارغ).  
 ك<sub>٢</sub>: كتلة P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> المكافئة لـ (١) غ من فوسفو موليبيدات الكينولين [(C<sub>9</sub>H<sub>7</sub>N<sub>3</sub>)(H<sub>3</sub>PO<sub>4</sub>)<sub>12</sub> MoO<sub>3</sub>]: (غ)  
 ملاحظة: كل (١٣,٧٥) غ من P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> تعادل (٢٥) غ متعدد ثلاثي فوسفات الصوديوم (تري بولي فوسفات الصوديوم).

#### ٤-٢- طريقة تعيين الفوسفات بالطريقة اللونية Spectro Photometer: المحاليل:

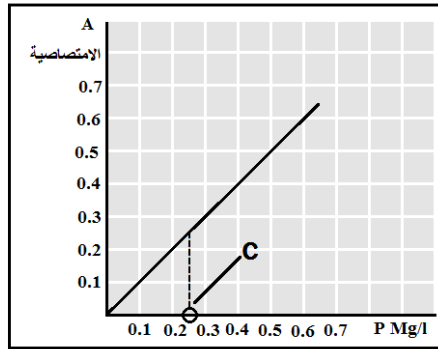
- A- حمض الكبريت الكثيف بتركيز ١٤%: حجم/ حجم.
- B- محلول موليبيدات الأمونيوم تركيز ٤% وزن/ حجم.
- C- محلول حمض الأسكوربيك (فيتامين C) بحل (١,٣٢) غ في (٧٥) مل ماء مقطر (يجب أن يكون محلولاً طازجاً).
- D- محلول طرطرات البوتاسيوم والأنتموان بتركيز (٠,٢٤٧) غ في (١٠٠) مل.
- محلل التلوين: تضاف المحاليل التالية تباعاً بالترتيب المذكور حصراً: نضع في دورق عياري سعة (٢٥٠) مل (١٢٥) مل من المحلول A، ثم (٣٧,٥) مل من المحلول B، وبعدها (٧٥) مل من المحلول C، وأخيراً (١٢,٥) مل من المحلول D، ونمزجها جيداً، ويعتبر هذا المحلول ثابتاً لمدة (٢٤) ساعة بحفظه بالبراد، ولونه أصفر أو أخضر شاحب مصفر، ويرفض إن كان لونه أزرق.
- تحضير محاليل الفوسفات العيارية: من المعلوم أن الكتلة الذرية للفوسفور (٣١)، وموجودة في (١٣٦) غ وهي الكتلة الجزيئية لـ KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub>، لذا نزن بدقة (٠,٤٣٩٣) غ من KH<sub>2</sub>PO<sub>4</sub> (أي تعادل ٠,١ غ فوسفور) ونحلها في (١٠٠) مل ماء مقطر.

المحلول الأم: نأخذ من المحلول السابق (١) مل (أي ٣٩٣.٤٠٠ غ وتعاادل ٠.٠٠١ غ فوسفور)، ويمدد في بالون عياري إلى (١٠٠) مل، فيكون التركيز (١٠) ملغ/ليتر فوسفور (10 ppm)، يؤخذ إلى دوارق عيارية سعة (٥٠) مل من المحلول الأم: شاهد بدون عينة أي (٠ - ١ - ٢ - ٣ - ٤ - ٥) مل، ويضاف (٣٥) مل ماء مقطر، ثم (٨) مل من محلول التلوين، وتكمل الحجوم في كل بالون إلى (٥٠) مل بالماء المقطر وتمزج جيداً، فتكون التراكيز على الشكل:

الإضافة	كمية الفوسفور المعادلة قبل التمديد	كمية الفوسفور المعادلة بعد التمديد إلى (٥٠) مل
٠	(٠) ملغ فوسفور/ليتر	(٠) ملغ فوسفور/ليتر
١	(٠,٠١) ملغ فوسفور/ليتر	(٠,٢) ملغ فوسفور/ليتر
٢	(٠,٠٢) ملغ فوسفور/ليتر	(٠,٤) ملغ فوسفور/ليتر
٣	(٠,٠٣) ملغ فوسفور/ليتر	(٠,٦) ملغ فوسفور/ليتر
٤	(٠,٠٤) ملغ فوسفور/ليتر	(٠,٨) ملغ فوسفور/ليتر
٥	(٠,٠٥) ملغ فوسفور/ليتر	(١) ملغ فوسفور/ليتر

تترك (١٠) دقائق، ويقاس الامتصاص عند الطول الموجي (٨٨٢) نانومتر، ويرسم الخط البياني بين الامتصاص والتركيز.

يتم وضع تراكيز المحاليل العيارية للفوسفور (ملغ/ليتر) على محور الفواصل بحسب الشكل المرفق:



تحضير العينة ومعالجتها: يؤخذ (٥) مل من العينة إذا كانت سائلة في بيشر، ويضاف إليها (٥) مل من محلول A، و(٢٥) مل ماء مقطر، ثم تغلى غليان خفيف لمدة (٣٠) دقيقة على سخان كهربائي مع تغطية البيشر بزجاجة ساعة، ثم تنقل المحتويات إلى بالون عياري سعة (٢٥٠) مل، وتغسل زجاجة الساعة فوق البالون العياري وتكمل بالماء المقطر حتى العلامة، وتمزج جيداً، نأخذ (٥) مل من هذا المحلول إلى بالون عياري سعة (٥٠) مل، ويضاف (٣٥) مل ماء مقطر، و(٨) مل من محلول التلوين، ثم يتم الحجم إلى العلامة بالماء المقطر، ويترك (١٠) دقائق، ويقاس الامتصاص عند الطول الموجي (٨٨٢) نانومتر.

الحسابات: يبين الخط البياني الموضح أعلاه للمحاليل القياسية، ويحدد تركيز محتوى الفوسفور بـ: ملغ/ليتر (p مقدر بـ ppm)

$$\text{ppm P} = c.(250/5).(50/5)$$

تركيز الفوسفور، وتؤخذ من الخط البياني بعد قياس الامتصاصية للعينة c "انظر الخط البياني لامتصاصية المحاليل القياسية". ومنه:

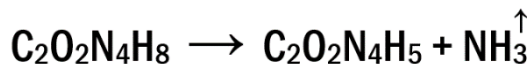
$$\text{STP (g/l)} = (\text{ppm P} \times 2.3 \times 1.073) / 1000$$

$$\text{Powder dosed (g/l)} = (\text{STP (g)} / \text{STP\%}) . 100$$

(STP): تري فوسفات الصوديوم.

## كشف ومعايرة البولة (اليوريا) في المنظفات:

المبدأ: تفقد جزيئتان من البولة بفعل الحرارة جزيئة نشادر معطية البيورت:



وتعطي البيوريت (البيرة) مع كبريتات النحاس ألواناً تتغير من الوردي إلى البنفسجي مروراً بالأزرق ليرسب أخيراً هيدروكسيد النحاس  $\text{Cu}(\text{OH})_2$ .

### طريقة العمل:

- ضع في أنبوب اختبار كمية قليلة من البولة، وسخن حتى انطلاق غاز النشادر (يستدل على ذلك من الرائحة).

- توقف عن التسخين، واترك الأنبوب ليبرد.

- أضف غلى الناتج البارد قليلاً من هيدروكسيد الصوديوم الممدد، ثم أضف قطرة من محلول كبريتات النحاس ١%: تلون المحلول باللون الوردي فالأزرق فالبنفسجي، وترسب هيدروكسيد النحاس دليل وجود البولة.

ملاحظة: تتحل البولة بشكل كامل في الايتانول، في حين لا ينحل البيوريت، وبالتالي يمكننا تحديد كميته في حال وجوده مع البولة.

### تحديد نسبة البولة في المنظفات بواسطة جهاز المطيافية الضوئية:

الكواشف: بارا- دي ميتيل أمينو بنز ألدهيد، الايتانول (٩٥%)، حمض كلور الماء المركز، ميتانول. الأجهزة والأدوات: سبيكتروفوتومتر يقيس في مجال ٤٠٠ نانومتر، ميزان حساس. ممصات مختلفة الحجم: ١، ٥، ١٠، ١٠٠، ١٠٠٠ مل، دوارق حجمية (١٠٠) مل، بياشر مختلفة الحجم.

### طريقة العمل:

١- تحضير كاشف إيرلش: زن (٢) غ من بارا- دي ميتيل أمينو بنز ألدهيد في بيشر، وأضف تقريباً (٧٥-٧٠) مل من الايتانول (٩٥%)، و (١٠) مل من حمض كلور الماء المركز (رشح إن لزم الأمر) في دورق حجمي سعة (١٠٠) مل، ونتم الحجم بالايتانول حتى العلامة.

٢- حضر في عدة دوارق حجمية المحاليل القياسية التالية من البولة: ١%، ٢%، ٤%، ٨%.

٣- زن بدقة من كل محلول قياسي للبولة المحضر في الفقرة (٢)، وزن مقدار (٠,٢٥) غ، وأضف إليها (١٠) مل ميتانول، و (١) مل حمض كلور الماء المركز، و (١٠) مل كاشف إيرلش وحرك جيداً، يحضر محلول شاهد بدون عينة من (١٠) مل ميتانول، و (١) مل حمض كلور الماء المركز، و (١٠) مل كاشف إيرلش.

٤- تترك هذه المحاليل مدة (٣٠) دقيقة، ثم يقاس الامتصاص لكل تركيز محضر عند طول موجة (٤٢٠) نانومتر بعد ضبط الجهاز بمحلول الشاهد عند الصفر.

٥- يتم تسجيل قيمة الامتصاص لكل محلول من المحاليل القياسية للبولة المحضرة في الفقرة (٣).

٦- يتم رسم خط بياني (يبين تراكيز البولة والامتصاص لكل تركيز).

قياس البولة في العينة: زن بدقة (٠,٢٥) غ من العينة، ويضاف لها (١٠) مل ميتانول و (١) مل حمض كلور الماء المركز، و (١٠) مل كاشف إيرلش، وتترك مدة (٣٠) دقيقة (نرشح إن لزم الأمر وخاصة في حالة المسحوق)، وبعدها يقاس الامتصاص عند طول موجة (٤٢٠) نانومتر بعد ضبط الجهاز على الصفر بوجود الشاهد.

- يتم حساب النسبة المئوية للبولة في العينة من الخط البياني الذي تم رسمه.

ملاحظة: يفضل رسم خط بياني جديد عند كل قياس لنسبة البولة في العينة لأن الناتج قد يتغير من يوم لآخر.

## تعيين محتوى الكبريتات في المنظفات:

الأجهزة والأدوات اللازمة: مرمدة، ميزان حساس، سخان. بياشر، جفنة ترميد نظيفة، زجاجة ساعة، ورق ترشيح عديم الرماد.

الكواشف اللازمة: محلول كلور الباريوم ١٠%، حمض كلور الماء المركز، ماء مقطر، ايتانول.

طريقة العمل:

- ١- نزن بدقة (١) غ من العينة، وتستخلص المواد المنحلة بالغول كما في طريقة تحليل السيليكا، ثم نضيف (١٠٠) مل ماء مقطر مع التسخين.
  - ٢- نضيف كمية قليلة من حمض كلور الماء المركز حتى يصبح الوسط حمضياً.
  - ٣- نرشح (وهذا مفضل) وخاصة بوجود السيليكا حتى الحصول على رشاحة صافية (كون السيليكا تغلق مسام ورقة الترشيح).
  - ٤- نغلي المحلول الناتج، ونضيف أثناء الغليان (٤٠) مل من محلول كلور الباريوم ١٠% على دفعات على شكل نقاط، مع الانتباه لعدم حدوث تلوث أو ادمصاص حتى تترسب كبريتات الباريوم بشكل تام.
  - ٥- ترسب كبريتات الباريوم المتشكلة بالتسخين حتى الغليان مع تغطية البيشر بزجاجة ساعة لمدة ساعة أو يترك ليلة كاملة في حمام مائي ساخن.
  - ٦- نرشح العينة على ورقة ترشيح عديمة الرماد وموزونة بدقة (أو معروف رمادها).
  - ٧- نغسل الراسب على ورقة الترشيح بالماء المقطر الساخن حتى التخلص من آثار حمض كلور الماء، ويتم التأكد من ذلك بعدم تعكير محلول نترات الفضة للرشاحة.
  - ٨- نضع ورقة الترشيح في جفنة مرمدة مسبقاً وموزونة، ونرمد بدرجة حرارة (٨٥٠) م لمدة (٣٠-٦٠) دقيقة.
- الحسابات: الراسب هو كبريتات الباريوم، لذا يتم تحويله إلى كبريتات ( $SO_4^{2-}$ ) بالضرب بـ (٠,٤١١٥٣). أي أن:

$$\text{النسبة المئوية للكبريتات} = \frac{\text{ك} \times ٠,٤١١٥٣}{\text{وزن العينة (غ)}} \times ١٠٠$$

حيث: ك: كتلة رماد كبريتات الباريوم (غ)

**كشف وتحديد نسبة المسطح الضوئي:**

أولاً: الكشف عن المسطح الضوئي:

- يوزن من (٢,٨-٣,٢) غ من المنظف وتحل في ليتر ماء مقطر عند درجة حرارة (٤٠-٤٥) م، ويحرك المزيج حتى تمام انحلال المنظف.
  - تغمس قطعة قماش بعرض نحو (٧,٥) سم في المحلول المحضر لمدة (١٢-١٥) دقيقة، تخرج بعدها وتشطف بماء صنبور دافئ لمدة (٣٠) ثانية، ثم تترك لتجف.
  - تكوى قطعة القماش بمكواة متوسطة الحرارة.
- النتيجة: يقارن سطوع قطعة القماش المعالجة مع سطوع قطعة من القماش نفسه غير معالجة تحت الأشعة فوق البنفسجية بمعزل عن ضوء النهار أو الضوء الأبيض.
- ثانياً: معايرة وتحديد نسبة المسطح الضوئي:

- نزن وبدقة كاملة (٥٠٠) غ ماء مقطر في بيشر، ثم نزن (٢٠) غ منظف بدقة، وتضاف إلى الماء البارد أعلاه، ثم تحرك بخلاط مغناطيسي بحمام مائي بارد (يوضع البيشر في وعاء يحوي ماء بارد) ويحرك.
- يستمر التحريك بشكلٍ منتظم (٣٠) دقيقة بالضبط، ولا يجوز تغيير سرعة التحريك أثناء الاختبار، ثم نأخذ بيشر ونضع فيه قطع ثلج، ونضيف (٢٠) مل حمض خل ثلجي مع (١) غ يود البوتاسيوم.

- نأخذ من المحلول المنظف (٣٠) مل ونضيفها إلى البيشر الحاوي على حمض الخل الثلجي ويود البوتاسيوم، فيظهر اللون البني حسب كمية المسطح الضوئي، نعاير بنيتوسلفات الصوديوم 0.5M (أي ٣,١ غ في ٢٥٠ مل ماء).  
الحسابات:

$$\text{نسبة المسطح المئوية} = \frac{١,٦٦ \times ٥,٧ \times \text{رقم المعايرة}}{٤٠}$$

### تعيين كربوكسي ميتيل سيليلوز CMC في المنظفات:

المبدأ: حلمة CMC ونزع الماء منه لتحويله لمشتقات الفورفورال التي تعطي لون أخضر مع محلول الانترون في حمض الكبريت بتركيز ٦٠%.

المواد اللازمة:

أ- حمض الكبريت ٦٠% حجم/حجم (٦٠ مل H<sub>2</sub>SO<sub>4</sub> مركز، كثافته ١,٨٤ غ/مل مع ٤٠ مل ماء مقطر مبرد، ويتم الحجم حتى ١٠٠ مل).

ب- محلول الانترون: يحضر بإذابة (٠,٢) غ أنترون في (٥٠) مل (حمض كبريت كثافته ١,٨ غ/مل الذي أضيف له مسبقاً (٥) مل ماء). يبرد الناتج ويمدد إلى (٢٠٠) مل بحمض كبريت مركز، يترك المحلول ليرقد (٤) ساعات قبل الاستعمال، ولا يستعمل المحلول الذي مضى على تحضيره أكثر من (٢٤) ساعة.

طريقة العمل:

- يوزن (١) غ من العينة وتحل بحمض الكبريت ٦٠%، ويمدد المنتج باستعمل الحمض نفسه (٦٠%) حتى (١٠٠) مل (في حال تواجد مركبات فوق الأملاح يسخن جزء العينة المختبرة ساعتين في فرن بدرجة حرارة (١٥٠) م، ثم يترك ليبرد قبل أن يحل بالحمض.

- يرشح المحلول في حال وجود رواسب باستعمال قليل من التراب الدياتومي كمساعد ترشيح. ثم ينقل (٥) مل من الرشاحة لدورق حجمي سعة (٥٠) مل، ويضاف (٨٠) مل من محلول الانترون بتدفق مستمر وبطيء إلى (٥٠) مل من الماء المقطر مع التحريك المستمر.

- يضاف (٣٠) مل من المحلول الدافئ الناتج إلى الدورق الحجمي سعة (٥٠) مل الحاوي على محلول العينة، مع (٣٠) مل إلى دورق آخر يستعمل كشاهد.

- يسخن الدورقان في حمام مائي يغلي لمدة (١٥) دقيقة، ثم يبردان وتمدد محتويات كل منهما بحمض الكبريت ٦٠% حتى العلامة، ويقاس الامتصاص عند طول الموجة (٦٢٥) نانومتر.

- يرسم المنحني البياني القياسي الناتجة بين التراكيز والامتصاص للعينة المحضرة، وتقارن مع الخط البياني الناتج بين تراكيز كربوكسي ميتيل سيليلوز، والامتصاص لكل تركيز ونحسب نسبة CMC.

### معايرة ملح كلوريد الصوديوم في المنظفات:

يعاير الملح في المنظفات كيميائياً بطريقتين بحسب pH وسط العينة، فإن كان الوسط حمضياً تتم المعايرة بطريقة فولهارد، أما إن كان الوسط معتدلاً أو ضعيف القلوية، فتتم المعايرة بطريقة مور. وهناك طريقة ثالثة، وهي المعايرة الكمومية، وتتم باستخدام جهاز الكمون الخاص. ولكننا سنشرح هنا طريقتي مور وفولهارد.

١- طريقة مور لمعايرة كلوريد الصوديوم في المنظفات: وتعتمد على المعايرة بنترات الفضة في وسط معتدل تقريباً أو قلوي خفيف pH: 7-10.

طريقة العمل:

- يؤخذ (١٠) غ من العينة المتجانسة، وتحل بالماء المقطر حوالي (٥٠) مل، ثم توضع في دورق حجمي سعة (١٠٠) مل ويتم حتى العلامة بالماء المقطر. تحرك جيداً للتجانس.

- نرشح ونأخذ من الرشاحة (١٠) مل، ونضيف عدة نقاط من مشعر محلول كرومات البوتاسيوم ٥%، ونعاير بنترات الفضة 0.1N حتى ظهور اللون القرميدي.  
الحسابات:

$$\text{نسبة الملح المئوية} = \text{حجم محلول نترات الفضة } 0.1 \text{ N المستهلك} \times 0.005844$$

٢- طريقة فولهارد: تتم معايرة الملح بهذه الطريقة عندما يكون وسط العينة حمضي.  
- يوزن بدقة (٥) غ من العينة المحضرة في دورق مخروطي سعة (٢٥٠) مل ماء مقطر، و(٢٥) مل من محلول نترات الفضة 0.1N (أو كمية زائدة ملائمة لترسيب كامل الكلور في العينة الموزونة). ثم يضاف (١٠) من حمض الأزوت المركز ومنظمات غليان خزفية، ونستمر بالغلي (١٠) دقائق حتى يصبح لون المحلول أصفر باهت.  
- نضيف (٥٠) مل ماء مقطر، و(٥) مل محلول كبريتات الحديد والأمونيوم بتركيز ٤٠%، وبضع نقاط من نetro البنزن.  
- نعاير الزيادة من نترات الفضة 0.1N بتيوسيانات البوتاسيوم 0.1N (أو الأمونيوم) حتى استقرار اللون الأحمر لمدة (١٥) ثانية.  
- يمكننا إضافة (١,٠) غ يوريا للمحلول الساخن للتخلص من أبخرة النتروز الصفراء.  
- يتم تطبيق تجربة شاهد. ويعادل الفرق بين تجربتي الشاهد والعينة تركيز كلوريد الصوديوم.  
الحسابات:

$$1 \text{ ml } 0.1 \text{ N AgNO}_3 = 0.005844 \text{ g NaCl}$$

ملاحظة: يضاف نetro البنزن للحصول على نهاية حادة ودائمة.

تحضير محاليل المعايرة:

- يمكننا استخدام تيوسيانات البوتاسيوم أو الأمونيوم لا فرق. فالوزن الجزيئي لتيوسيانات البوتاسيوم KSCN هو (٩٧) غ، ولتيوسيانات الأمونيوم NH<sub>4</sub>SCN هو (٧٦) غ.  
نأخذ (١١) غ تيوسيانات البوتاسيوم أو ٨,٥ غ تيوسيانات الأمونيوم، ونمدد بالماء حتى (١) ليتر، ثم نأخذ محلول نترات الفضة 0.1N ونضيف إليها كبريتات الحديد والأمونيوم محلول (٥) مل، ثم نضيف (١٠) مل حمض الأزوت الممدد ونعاير المحلول المحضر أعلاه حتى اللون الأحمر البني، ويضبط عيار التيوسيانات حسب القانون الحجمي:

$$N.V = N' V'$$

حيث N نظامية محلول نترات الفضة (0.1)، V: حجمها المأخوذ (٢٠) مل، V': حجم المحلول المعيار من التيوسيانات (٢٠) مل، وتضبط N' نظامية التيوسيانات بإضافة الماء المقطر حتى يتحقق القانون.

معايرة الأكسجين الفعال في مواد التبييض أو القصر:

أو تعيين محتوى الأكسجين الفعال بطريقة المعايرة، وتتم بطريقتين: طريقة البرمنغنات، والمعايرة اليودية.

أ- طريقة المعايرة بالبرمنغنات بحسب المواصفات السورية:

المجال: تحدد هذه الطريقة تعيين محتوى المساحيق المنظفة من الأكسجين الفعال، وتستعمل لتعيين H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> فوق أكاسيد الهيدرات، مثل المبيضات وفوق بورات الصوديوم، ويمكن استعمالها بوجود اتيلين ثنائي نتريل رباعي حمض الخل EDTA، أو أي مواد استحلاب من ذات النوع شريطة ألا يزيد تركيزها في المنتج على (١%: كتلة/كتلة).

لا تطبق هذه الطريقة على مساحيق التنظيف الحاوية بالإضافة لفوق أكاسيد الهيدرات على منتجات تتفاعل مع حمض فوق المنغنات بالشروط التحليلية.

المبدأ: الإرجاع المشترك لفوق أكاسيد الهيدرات وفوق منغنات البوتاسيوم في محلول حمضي مع إطلاق الأكسجين.

ملاحظة ١: يمكننا تجنب فترة بدء التفاعل الطويل نسبياً لبعض مساحيق الغسيل بإضافة كبريتات المنغنيز.

ملاحظة ٢: تزيل معقدات نترات البزموت مع الـ EDTA أو أي عامل استحلاب آخر أساسه خلات الأمين أي احتمال للتدخل.

ملاحظة ٣: يمكننا الحصول على تفاعل مفضل مع الفوسفات المكثف بإضافة كبريتات الألمنيوم، كما يمكننا تجنب تشكل معقد مع أيونات المنغنيز الأمر الذي يمكن حصوله في حالات خاصة، والذي يمكن أن يقود لعدم التحديد لدقيق لنقطة نهاية المعايرة.

الكواشف: يجب أن تكون الكواشف المستعملة من الصنف التحليلي المميز، وأن يكون الماء مقطراً ومطابقاً للمواصفات القياسية السورية الخاصة بـ (الماء المستعمل في مخابر التحليل – المواصفات وطرائق الاختبار).

كبريتات الألمنيوم: ذو ثمانية عشرة جزيء ماء  $[Al_2(SO_4)_3 \cdot 18H_2O]$ .

حمض كبريت: محلول يحوي البزموت والمنغنيز: ويحضر بحل (٢) غ من نترات البزموت خماسية الماء، و (٤) غ من كبريتات المنغنيز أحادية الماء أو كمية مكافئة من المادة رباعية أو خماسية الماء في (١٠) مل من محلول حمض الكبريت 5N.

حمض كبريت: محلول يحوي على الألمنيوم والبيزموت والمنغنيز (في حال الضرورة): ويحضر بحل (٥٠) غ من كبريتات الألمنيوم، و (٥) غ من نترات البزموت خماسية الماء، و (٥) غ من كبريتات المنغنيز أحادية الماء في (١٠٠٠) مل من محلول حمض الكبريت 5N.

فوق منغنات البوتاسيوم: محلول حجمي قياسي 0.1N تقريباً معيار حديثاً.

التجهيزات: تستعمل التجهيزات المخبرية العادية بالإضافة إلى: دورق حجمي ذو علامة واحدة سعة (١٠٠٠) مل، دورق مخروطي سعة (٥٠٠) مل، محراك آلي.

الطريقة: تحضر العينة المخبرية طبقاً لما هو مبين في المواصفات السورية الخاصة بـ (المنظفات وعملاء التنشيط السطحي – تقسيم العينات).

جزء العينة المختبر: يوزن إلى أقرب (٠,٠١) غ حوالي (١٠) غ من العينة المختبرة.

التعيين:

ملاحظات:

- يجب أن يطبق الاختبار بالسرعة الممكنة بعد حل جزء العينة المختبر.

- لم يؤخذ في الاختبار القواعد المعتادة لاستعمال الأواني الزجاجية الحجمية عند اتباع الطريقة المحددة لإذابة جزء العينة المختبر، وقد اتخذت طريقة مناسبة لإذابة جزء العينة المختبر تعتمد على طبيعة طريقة التعيين المتبعة.

١- ينقل جزء العينة المختبر إلى بيشر سعة (٢٠٠٠) مل، ويملأ الدورق الحجمي ذو العلامة الواحدة حتى العلامة بماء درجة حرارته (٣٥-٤٠) م، ثم يضاف إلى جزء العينة المختبر مع الانتظار بضع ثوانٍ لسكب كامل عينة الماء، يحرك بعدها الناتج بشدة بالمحرك لمدة (٣) دقائق حتى ينحل جزء العينة المختبر بصرف النظر عن وجود كميات صغيرة من السيليكات غير المنحلة... إلخ (محلول ل ١).

٢- يوضع أثناء عملية الانحلال (٥٠) مل من محلول حمض الكبريت في الدورق المخروطي، ويضاف محلول فوق منغنات البوتاسيوم قطرة فقطرة، مع التحريك الدوامي الثابت حتى ظهور لون أحمر وردي باهت ودائم.

٣- يؤخذ بالممص (١٠٠) مل من المحلول (ل ١)، وينقل إلى الدورق المخروطي، ويعاير بمحلول فوق منغنات البوتاسيوم حتى ظهور لون أحمر وردي باهت يدوم (١٥) ثانية على الأقل.

إن لم تكن نقطة نهاية المعايرة واضحة تماماً، يكرر التعيين بوجود حوالي (١) غ من كبريتات الألمنيوم أو باستعمال (٢٠) مل من محلول حمض الكبريت على سبيل المثال.  
الحسابات: يعبر عن المحتوى من الأكسجين الفعال في مسحوق الغسيل كنسبة مئوية كتلية بالعلاقة:

$$\frac{ح \times ع \times (٨,٠)}{ك} = \text{النسبة المئوية لمحتوى مسحوق الغسيل من الأكسجين الفعال}$$

حيث: ح: حجم محلول فوق منغنيات البوتاسيوم الحجمي القياسي المستعمل في التعيين (مل)، ع: النظامية الدقيقة لمحلول فوق منغنيات البوتاسيوم الحجمي القياسي المستعمل، ك: كتلة جزء العينة المختبر (غ).

التكرارية: يجب ألا يتجاوز الحد الأقصى للفرق بين نتيجتي تعيين، تم إجراؤهما بتعاقب سريع على المنتج نفسه، بواسطة المحلل نفسه وباستعمال الأجهزة نفسها، (٣،١%) من متوسط القيمة الحاصلة لمحتوى مقداره نحو (٢): كتلة/كتلة من الأكسجين الفعال.  
طريقة العمل للمعايرة بالبرمنغنات:

١- نزن في بالون عياري سعة (١٠٠) مل (١) غ من عينة المبيض أو المنظف، وتذاب في حوالي (٥٠) مل ماء مقطر، ثم نضيف (١٠) مل حمض الكبريت المركز، بعدها نتم حتى العلامة بالماء المقطر أي (١٠٠) مل ونخلط جيداً.

٢- نأخذ في أرلينة (١٠) مل من هذا المحلول، ونعاير بمحلول برمنغنات البوتاسيوم 0.1N مع الانتباه أنه خلال المعايرة يجب أن تكون درجة حرارة المحلول (٥٥)م تقريباً، ويمكن أن تتم المعايرة في حمام مائي ساخن، وتنتهي المعايرة عند بدء ظهور وثبات لون البرمنغنات البنفسجي المحمر.  
ملاحظة: إذا تمت المعايرة بدرجة حرارة منخفضة فستكون بطيئة.  
الحسابات:

$$\text{نسبة الأكسجين الفعال } \% = ح \times ٠,٨$$

ح: حجم برمنغنات البوتاسيوم 0.1 N المستهلك (مل)  
أما في حالة البربورات:

$$\text{نسبة البربورات في العينة } \% = ح \times (٠,٠٠٧٧ / ١٠٠ \times ٠,١) = ح \times ٧,٧$$

حيث: ٠,١ غرام وزن الكمية التي تمت معايرتها.

شرح الحساب:

كل (١) مل برمنغنات بوتاسيوم 0.1N يعادل (٠,٠٠٧٧) غرام بربورات وهنا أخذنا ١٠ مل من المبيض [وهي عبارة عن (١) غ مبيض في (١٠٠) مل ماء]، أي في (١٠) مل يوجد (٠,١) غ مبيض، فلو افترضنا أنه لزم من البرمنغنات للمعايرة (٩) مل، يكون:  
 $٠,٠٠٧٧ \times ٩ = ٠,٠٦٩٣$  غ بربورات في (٠,١) غ عينة:

كل (٠,١) غ مبيض يحوي (٠,٠٦٩٣) غ بربورات

كل (١٠٠) غ مبيض يحوي (س) بربورات

ومنه تكون نسبة البربورات المئوية:

$$س = (٠,٠٦٩٣ \times ١٠٠) / ٠,١ = ٦٩,٣ \%$$

ب- طريقة المعايرة اليودية:



يعاير الأوكسجين الفعال في الماء الأوكسجيني والبربورات وفوق الكربونات بالطريقة اليودية، وهي أكثر دقة من طريقة البرمنغنات.

#### طريقة العمل:

- 1- يؤخذ بدقة (١) غ عينة، ويضاف لها (٥٠) مل ماء مقطر، ثم يضاف (١٠) مل حمض كبريت كثيف، ويمدد في بالون عياري حتى (١٠٠) مل بالماء المقطر.
- 2- نأخذ (١٠) مل من هذا المحلول، ونضيف له (٥٠) مل ماء مقطر، وكمية قليلة من يود البوتاسيوم KI، وكمية قليلة من موليبيدات الأمونيوم (ثلاث نقاط من محلول ٣% لتسريع التفاعل).
- 3- نضيف عدة نقاط من مطبوخ النشاء (١%) ونعاير بثيو سلفات الصوديوم 0.1N.

#### الحسابات:

كل (١) مل ثيو سلفات تعادل (٠,٠١٧٠١) غ ماء أوكسجيني  $H_2O_2$

ومنه يكون الأوكسجين الفعال [O]:

كل (١) مل ثيو سلفات تعادل (٠,٠٠٨٠٠٤٧) غ أوكسجين فعال

**كشف وتحليل هيبوكلوريت الصوديوم "ماء جافيل":**

#### **١- الكشف عن ماء جافيل في محلول:**

عند معالجة ماء جافيل بمحلول الأنيلين  $C_6H_5NH_2$  يتلون باللون الأحمر القرمزي نتيجة تأكسد الأنيلين بماء جافيل.

#### **٢- معايرة الكلور المتاح (الكلور الفعال) في محلول هيبوكلوريت الصوديوم:**

#### طريقة العمل:

#### أ- تركيز الكلور المتاح في العينة منخفض:

يُحل (٢-٣) غ من بلورات يود البوتاسيوم في (٥٠) مل من الماء المقطر، يؤخذ بممص كمية محدودة من العينة (مثال ١٠ مل)، وتضاف إلى المحلول مع بقاء طرف الممص المسنود دون سطح المحلول في الدورق حتى تفريغ كامل العينة، ثم يضاف حمض الخل، ويعاير المزيج فوراً بمحلول ثيو سلفات الصوديوم 0.1N حتى زوال لون اليود تقريباً، يضاف عند ذلك (١) مل من محلول النشاء كمشعر، وتكمل المعايرة حتى اللون اختفاء اللون الأزرق، ويسجل الحجم المستهلك في المعايرة كقيمة (أ).

الكلور المتاح محسوباً بـ (Cl% كتلة/كتلة) =  $(أ \times ن \times ٠,٣٥٤٦ \times ١٠٠) / و$

تحت كلوريت الصوديوم محسوباً بـ (NaOCl% كتلة/كتلة) =  $(أ \times ن \times ٠,٣٧٢٢ \times ١٠٠) / و$

حيث: و: الوزن (و = ح × ك)، (أ): حجم محلول ثيو سلفات الصوديوم 0.1N اللازم للمعايرة (مل)، ن: نظامية ثيو سلفات الصوديوم، ح: الحجم المحدد المستعمل من العينة، ك: الكثافة النسبية للعينة.

#### ب- تركيز الكلور المتاح في العينة مرتفع:

- 1- يمدد (١٠) مل من العينة في دورق حجمي (١٠٠) مل بالماء المقطر حتى العلامة أي (١٠٠) مل، وتخلط جيداً، ويؤخذ من هذا المحلول (١٠) مل (تعادل ١ مل من العينة الأساسية).
- 2- توضع في أرلينة سعة (٢٥٠) مل، ثم يضاف (٥٠) مل ماء مقطر، و (٥) مل حمض خل، و (٠,٥) غ يود البوتاسيوم.
- 3- تتم المعايرة بثيو سلفات الصوديوم 0.1N، يضاف عدة نقاط من مشعر مطبوخ النشاء قبل إنتهاء المعايرة بقليل ثم تتابع المعايرة حتى اختفاء اللون الأزرق.

#### الحسابات:

النسبة المئوية للكلور المتاح (حجم/ حجم) =  
(المستهلك من ثيوسلفات الصوديوم  $0.1N \times 0.3546$ ) / الكثافة النسبية للعينة

غالباً ما يتوفر هيبوكلوريت الصوديوم " ماء جافيل " بعدة تراكيز، والصنفين الرئيسيين لهما المواصفات التالية:

مواصفات ماء جافيل المتوفرة		
الصنف (٢)	الصنف (١)	المواصفة
١,٢ حد أدنى	١,١٨-١,٠٧	الكثافة النسبية عند درجة حرارة (٢٥) م°
١٥-١٢,٥	٦-٤	الكلور المتاح (حجم/ حجم)
١٥٠-١٢٥	٦٠-٤٠	الكلور الكلي (حجم/ حجم)
(٥) كحد أدنى	(١) كحد أدنى	-القلوية الحرة (محسوبة على أساس هيدروكسيد الصوديوم: غ/ل)
(٠,٥) كحد أدنى	(٠,٥) كحد أدنى	هيدروكسيد الصوديوم: غ/ل
(١) كحد أقصى	(٠,٤) كحد أقصى	الحديد محسوب على أساس (Fe): ملغ/كغ

### السائل الحمضي لتنظيف الأدوات الصحية الخزفية:

تعيين محتوى حمض كلور الماء HCl: غالباً ما يحتوي سائل تنظيف الأدوات الصحية (فلاش) ما بين (٦-١٠%) بالكتلة من حمض كلور الماء وحمض الفوسفور بنسبة لا تزيد عن (٢%) بالكتلة، ويسمح بإضافة مواد فعالة لا أيونية (٠,٥%).

طريقة العمل: يوزن دورق مخروطي ذو سداة زجاجية يحتوي على (٣٠) مل من الماء المقطر، ثم يضاف بسرعة (٣-٤) مل من العينة الممزوجة جيداً.

يسد الدورق ويعاد الوزن، ثم يمدد حتى (٥٠) مل بالماء المقطر، ويعاير بمحلول هيدروكسيد الصوديوم 0.1N باستخدام مشعر برتقالي الميتيل، وليكن (ح ١) حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك، تتابع المعايرة بهيدروكسيد الصوديوم 0.1N باستخدام مشعر فينول فتالئين وليكن (ح ٢) حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك.

الحسابات:

$$\frac{ح ١ \times ن \times ٣,٦٤٧}{ك} = \% \text{ HCl المئوية الكتلية}$$

$$\frac{ح ٢ - ح ١ \times ن \times ٣,٦٤٧}{ك} = \% \text{ H}_3\text{PO}_4 \text{ المئوية الكتلية}$$

حيث: ح ١: حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك في المعايرة الأولى (مع مشعر برتقالي الميتيل): مل، ح ٢: حجم هيدروكسيد الصوديوم المستهلك في المعايرة الثانية (مع مشعر الفينول فتالئين): مل، ن: نظامية هيدروكسيد الصوديوم المستخدمة، ك: كتلة العينة (غ).

ملاحظة: إذا استهلكت المعايرة كمية كبيرة من NaOH: 0.1N يفضل عندئذ استخدام NaOH: 1N.

دراسة المركبات المرافقة لالكيل البنزن بجهاز الكروماتوغرافيا الغازية:

تتم بجهاز الكروماتوغرافيا الغازية GS وفق الشروط التالية:

شروط عمل جهاز الكروماتوغرافيا الغازية	
درجة حرارة حجرة العمود	١٧٥ م°
نوع العمود	SE-30
درجة حرارة الحاقن	٣٠٠ م°
درجة حرارة الكاشف	٢٥٠ م°
تدفق الغاز الحامل*	حوالي ٤٠ مل/ دقيقة
الكمية المحقونة من العينة مباشرة دون تمديد	٠,٢ ميكروليتر
البرنامج المستخدم	الحراري
*: يفضل غاز الهليوم، وإن لم يتوفر فالأزوت النقي	

يستخدم الحاسوب لرسم الكروماتوغرام أو المكامل، ومن ثم المقارنة مع الكيل البنزن العالي النقاوة. وتتم المقارنة مع عينات قياسية.

### تعيين حمض الكبريت الحر في حمض السلفونيك:

وهي طريقة سريعة وغير مباشرة لتعيين حمض الكبريت الحر في حمض السلفونيك باستخدام معايرة بارا التولويدين p-toluidine. المبدأ: يستخلص معقد (حمض السلفونيك – بارا التولويدين) كميًا بواسطة رباعي كلور الكربون CCl<sub>4</sub>، ويحدد رقم الحموضة Acid value كما في العينة الأصلية. ويقاس الفرق بين المعيارتين كمية حمض الكبريت.

### طريقة العمل:

- ١- زن (٠,٥) غ عينة في دورق مخروطي سعة (٢٥٠) مل.
- ٢- أضف (٤٠) مل ماء مقطر وحل جيداً، واضف بضعة نقاط من مشعر أحمر الكريزول.
- ٣- عدل بإضافة NaOH: 0.1N، وهي (١) قيمة المعايرة الأولى.
- ٤- انقل المحلول المعدل كميًا لقمع فصل سعة (٢٥٠) مل مستخدماً (٢٥) مل ماء للغسيل.
- ٥- أضف (٢٥) ايتانول، وكاشف بارا التولويدين، و(٥٠) مل رباعي كلور الكربون.
- ٦- خض قمع الفصل لمدة (١٠) دقائق، واترك الطبقتين حتى تنفصلا جيداً.
- ٧- ضع طبقة رباعي كلور الكربون في بيشر مخروطي سعة (٣٥٠) مل، وخذ حذرک بأن لا تسمح بمرور أي نقطة من المحلول المائي، من المفضل أن تترك نقطة أو نقطتين من رباعي كلور الكربون في قمع الفصل.
- ٨- أغسل المحتويات في قمع الفصل بـ (٢٥) مل من رابع كلور الكربون على دفعات.
- ٩- أضف طبقة رباعي كلور الكربون للمستخلص إلى البيشر المخروطي، واترك مرة أخرى نقطة أو نقطتين من المحل بقمع الفصل.
- ١٠- أضف (١٠٠) مل ايتانول معدل مسبقاً بوجود أحمر الكريزول إلى رباعي كلور الكربون المستخلص، وعاير بواسطة NaOH: 0.1N واعتبرها القيمة (ن٢).

$$\frac{(ن١ - ن٢) \times ٠,٤٩}{\text{وزن العينة}} = \text{النسبة المئوية لحمض الكبريت الحر}$$

### رقم حموضة حمض السلفونيك:

يعتبر رقم حموضة حمض السلفونيك خاصة مهمة، ويتوجب تعيينها كاختبار روتيني كونها تقيس الوزن الجزيئي لحمض السلفونيك، ومجموع حمض الكبريت الحر الموجود أيضاً، ومجموع القلوية اللازمة للتعديل.

### طريقة العمل:

- 1- زن بدقة ما بين (٤ أو ٥) غ عينة.
  - 2- حل بالماء، وسخن إن لزم الأمر.
  - 3- أضف (٣-٢) نقاط من مشعر برتقالي الميثيل. ثم عاير بواسطة NaOH: 1N.
- الحسابات: رقم الحموضة هو عدد ميلي غرامات هيدروكسيد البوتاسيوم KOH اللازمة لتعديل (١) غ من المادة، بالرغم من استخدام NaOH للمعايرة:

$$\text{رقم الحموضة} = \frac{\text{ح} \times ٥٦,١}{\text{ك}}$$

حيث: ح: حجم هيدروكسيد الصوديوم NaOH: 1N اللازم للمعايرة (مل)، ك: وزن العينة.

### الحموض الدسمة الحرة في الزيت المسلفن:

- 1- زن (٣-٤) غ من العينة في بيشر مخروطي سعة (٢٥٠) مل.
  - 2- أضف (١٠٠) مل ايزوبروبانول وحل بلطف (سخن بلطف إن لزم الأمر).
  - 3- أضف (٣-٤) نقاط من مشعر الفينول فتالئين.
  - 4- عدل بحرص إلى اللون الوردي الخفيف بواسطة NaOH: 0.1N.
  - 5- أضف (٣-٤) نقاط من مشعر أزرق بروم الكريزول.
  - 6- عاير بحمض كلور الماء HCl: 0.1N حتى انقلاب اللون إلى الأصفر المخضر.
- الحسابات:

$$\frac{٢٨,٢ \times \text{ح}}{\text{و}} = \text{الحموض الدسمة الحرة مقدره كحمض زيت}$$

حيث: ح: حجم HCl: 0.1N اللازم للمعايرة، و: وزن العينة.

### تحديد نسبة المواد غير المسلفنة أو نقاوة حمض السلفونيك:

المحالييل: أسيتون، ايتانول، ايتربترولولي فعال (درجة حرارة غليانه: ٤٠-٦٠ م°).

### طريقة العمل:

- 1- يوزن وبدقة عينة تحوي على (٣-٥) غ من المادة الفعالة أو حمض السلفونيك، وتنتقل إلى قمع استخلاص سعة (٢٥٠) مل.
  - 2- يضاف (٥٠) مل ايتانول معدل، و(٥٠) مل ماء مقطر، و(٥٠) مل ايتربترولولي، ويرج قمع الفصل لمدة دقيقة، ويترك حتى يروق ويتم الفصل بين الطبقتين المائية والايترية.
  - 3- تسحب الطبقة الايترية إلى بيشر مخروطي سعة (٢٥٠) مل سبق وزنه.
- ملاحظة: يراعى عدم سحب أي جزء من الطبقة الايتانولية المائية مع الطبقة الايترية.
- 4- يبخر الايتربترولولي على حمام مائي عند درجة حرارة (٦٠-٧٠) م°، وتكرر عملية الاستخلاص بالايتر أربع مرات أخرى، ويبخر الايتربترولولي تماماً بإمرار تيار هوائي جاف لمدة (٥) دقائق.
  - 5- يضاف (٢) مل أسيتون ويبخر جيداً، وينظف البيشر أو الأرائنة من الخارج، ويوضع في مجفف ثم يبرد ويوزن:

$$\text{النسبة المئوية لمحتوى حمض السلفونيك من المواد غير المسلفنة} = \frac{\text{وزن البيشر مع المواد غير المسلفنة} - \text{وزن البيشر فارغ}}{\text{وزن العينة}} \times ١٠٠$$

## الفصل الثالث

### تحليل مواد التجميل

يتضمن هذا الفصل طرائق تحليل بعض مواد التجميل كأحمر الشفاه وكريمات الجلد وطلاء الأظافر وماء التعطير (الكولونيا).

#### قياس نقطة تلين أحمر الشفاه والمنتجات المشابهة:

**الأجهزة:** أنبوب ذو قعر مسطح بطول (١٢) سم وقطر (٢٠) سم، مقياس حرارة بدقة (٠,١)°م.  
**طريقة العمل:** يوضع أحمر الشفاه على مستودع مقياس الحرارة بحيث يغلفه بشكل كامل، ويوضع مقياس الحرارة في الأنبوب ذو القعر الواحد المسطح، ويثبت مقياس الحرارة من خلال فلينة. تدخل هذه المجموعة إلى بيشر سعة (١) ليتر مملوء بالماء حتى مستوى فوق القمة العلوية لأحمر الشفاه، يسخن الماء ببطء مع التحريك بحيث ترتفع درجة حرارته بما لا يزيد عن الدرجتين المئويتين في الدقيقة، وعندما تصل درجة الحرارة لحوالي (٤٥)°م ترفع درجة الحرارة بمعدل (١)°م في الدقيقة، ويلاحظ ثبات مرهم الشفاه. وتسجل درجة حرارة بداية انحناء المرهم وفقدان شكله.

#### البيروكسيد لأحمر الشفاه:

**طريقة العمل:** يؤخذ في أرلينة (٢) غ من أحمر الشفاه، ويصهر على سخانة كهربائية حتى يصبح شكل سائل، ثم يضاف (١٥) مل حمض خل ثلجي، و(١٠) مل كلوروفورم نقي، و(١) مل من محلول يود البوتاسيوم المشبع والمحض حديثاً. توضع الأرلينة في مكان مظلم مدة (٥) دقائق بالضبط، تخرج بعدها، ويضاف (٥٠) مل ماء مقطر وعدة نقاط من مشعر مطبوخ النشاء ١%، ونعاير بتيوسلفات الصوديوم 0.01N حتى زوال اللون الأزرق المتشكل.  
**الحسابات:**

$$\text{محتوى الأكسجين البيروكسيدي في أحمر الشفاه (ميلي مكافئ/كغ)} = \frac{\text{كمية التيوسلفات المستهلكة } 10 \times}{\text{وزن العينة}}$$

أي يطبق اختبار رقم البيروكسيد على أحمر الشفاه تماماً كما في معايرة البيروكسيد في المواد الدسمة بعد إذابة أحمر الشفاه، مع ملاحظة إمكانية فشل الاختبار هنا مع الألوان الفاقعة لأحمر الشفاه لتداخل لونه مع لون محلول العينة الحاصل قبل المعايرة.

#### تحديد المحتوى الكلي من المواد الدسمة لكريمات الجلد والمواد المشابهة:

**المبدأ:** تكسير المعلق بحمض معدني ممدد، وتستخلص المادة الدسمة بايتير البترول، ويوزن الدسم المستخلص بعد إزالة المذيب.

**الكواشف:** حمض كلور الماء الممدد (١/١: حجم/حجم)، ايتير الايتيل، ايتير البترول، مشعر برتقالي الميثيل (محلول ٠,١ مل ماء مقطر)، كبريتات الصوديوم كمجفف.

#### طريقة العمل:

١- يوزن بدقة (٢) غ من المادة في ورق مخروطي، ويضاف (٢٥) مل من حمض كلور الماء الممدد، ويوصل الدورق لمكثف ارتداد مناسب، تغلى المحتويات حتى يصبح المحلول رائقاً تماماً.

٢- تسكب محتويات الدورق في قمع فصل سعة (٣٠٠) مل، وتترك لتبرد حتى درجة حرارة (٢٠)°م، ومن ثم يشطف الدورق المخروطي بـ (٥٠) مل ايتير بترولي باستخدام (١٠) مل في كل مرة.

٣- يسكب الايتر المستخدم في الشطف داخل قمع الفصل، ويخض قمع الفصل بشكل جيد، ثم يترك حتى تنفصل الطبقات عن بعضها، يفصل الطور المائي، ويخض بـ (٥٠) مل من الايتر على مرتين، وتجمع كافة مستخلصات الايتر، وتغسل بالماء حتى تصبح خالية من الحمض (يختبر ذلك بمشعر برتقالي الميتيل). ترشح مستخلصات الايتر عبر ورق ترشيح يحتوي كبريتات الصوديوم إلى الدورق المخروطي المجفف سابقاً بدرجة حرارة (٦٠±٢) م.  
 ٤- تغسل كبريتات الصوديوم فوق المرشح بالايتر، وتجمع الغسالات مع الرشاحة، يرشح الايتر وتجفف المادة المتبقية في الدورق بدرجة حرارة (٦٠±٢) م حتى ثبات الكتلة.  
الحسابات:

$$\text{نسبة المواد الدسمة الكلية \%} = \frac{\text{كتلة البقية (غ)}}{\text{كتلة العينة المأخوذة للاختبار (غ)}} \times 100$$

### تحديد المادة غير المتطايرة لطلاء الأظافر:

الأجهزة: علة بتري زجاجية بقطر (٨) سم.

طريقة العمل:

١- يوزن بدقة (١) غ من المادة في طبق بتري، وتوضع في المحم بدرجة حرارة (١٠٥±٢) م لمدة ساعة.

٢- يبرد حتى درجة حرارة الغرفة ويوزن الطبق، يعاد بعد ذلك حتى الوصول إلى الكتلة الثابتة.

الحسابات:

$$\text{النسبة المئوية الوزنية للمادة غير المتطايرة} = \frac{(ك_٢ - ك_١)}{ك} \times 100$$

حيث: ك: كتلة العينة (غ)، ك<sub>١</sub>: كتلة طبق بتري الجاف والفارغ (غ)، ك<sub>٢</sub>: كتلة طبق بتري مع المادة الجافة (غ).

### تحديد زمن طلاء الأظافر:

الأجهزة: ساعة توقيت (ميقاتية).

طريقة العمل: توضع المادة على ظفر الإبهام بواسطة فرشاة التلميع بالطريقة المعتادة، ثم تشغل الميقاتية بعيداً عن التيارات الهوائية، وتجس الطبقة الرقيقة بالإصبع عدة مرات بشكل متواتر، وعند الشعور بجفاف الطبقة، توقف الميقاتية ويسجل الزمن كزمن جفاف.

### تقدير العامل المؤكسد (الماء الأكسجيني) في صبغات الشعر المؤكسدة:

يتم تطبيق طرائق تحليل الأكسجين الفعال المذكورة سابقاً في فصل المنظفات.

### الكشف عن حمض البوريك أو أملاحه في بودرة الأطفال:

تضاف لكمية معينة من العينة موضوعة في جفنة قليلاً من حمض الكبريت، ثم يضاف قليلاً من الايتانول، وتحرق العينة بتقريب عود ثقاب مشتعل منها حتى تحترق. نلاحظ لون اللهب، فإذا بدا أخضر (لهب أخضر) فدلّل احتواء العينة على حمض البوريك أو أحد أملاحه.

### تعيين الدرجة الغولية في ماء التعطير (الكولونيا) وغيرها:

١- تعيين الأغوال بطريقة التقطير:

**المبدأ:** يعين الايتانول بتقطير حجم معين من العينة، ثم تمدد القطارة الغولية (الجزء المتقطر) إلى نفس حجم العينة عند درجة الحرارة (١٥)°م، وتقاس الدرجة الغولية (نسبة الغول) بمقياس الغول Alcoholmeter.

**ملاحظة:** لا يعد هذا الاختبار نوعياً للايتانول، إذ يؤدي وجود مركبات طيارة وذوابة بالماء كالميتانول انحرافاً للنتائج الحقيقية.

**الأجهزة:** وحدة تقطير (يمكننا استخدام جهاز سوكسليه)، دوارق حجمية ومقياس مدرج سعة (٢٥٠) مل، مكثاف (مقياس الغول).

**طريقة العمل:** يوضع في دورق سوكسليه (٢٠٠) مل من العينة، ونقطر حتى تتجمع حجم من القطارة في حجرة سوكسليه أكبر من كمية الغول المتوقعة، فتؤخذ القطارة المتجمعة وتوضع في مقياس مدرج، ويتم الحجم بالماء المقطر حتى (٢٠٠) مل.

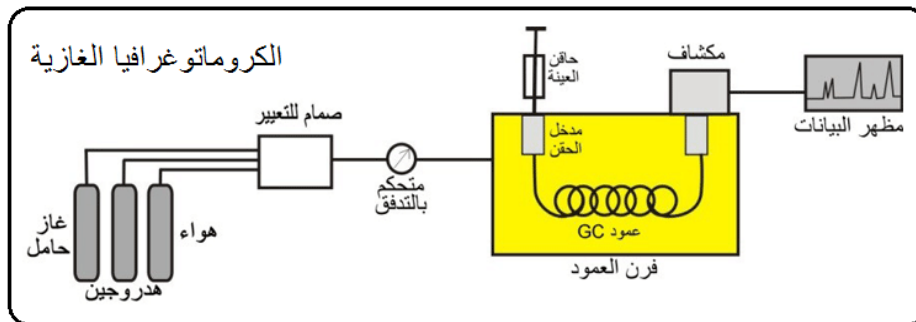
تحدد الدرجة الغولية، ونسبة الغول في المكثاف Alcoholmeter حيث يغمس في المقياس المدرج مقياس الكثافة الغولي عند درجة الحرارة (١٥)°م.

**ملاحظة:** يمكننا في حالة السوائل الغولية التي تحوي جوامد بكمية صغيرة جداً القياس مباشرة دون الحاجة إلى تقطير.

### تعيين الغول بالكروماتوغرافيا الغازية:

**المبدأ:** يقدر الايتانول باستعمال تقنية الكروماتوغرافيا الغازية باستعمال البروبانول كمييار داخلي، إذ تضاف كمية معلومة من البروبانول إلى العينة، وبعد الفصل بالكروماتوغرافيا الغازية، وتؤخذ نسبة مساحة قمة الايتانول إلى البروبانول لحساب مقدار الايتانول، ويمكننا استعمال محاليل ايتانول بتركيز معلومة لإنشاء المنحني المعياري.

**الأجهزة:** دوارق حجمية وماصات، جهاز كروماتوغرافيا غازي بعمود Porapak-Q أو ما شابه، مجفف بدرجة حرارة (١٦٦)°م.



**طريقة العمل:** حضر في سلسلة من الدوارق الغازية سعة (١٠٠) مل محاليلاً من الايتانول بتركيز ١، ٢، ٣، ٤، ٦، ٨، ١٠ % حجماً، ثم أضف لكل دورق (٢) مل بروبانول لإعطاء حجم كلي (١٠٢) مل، واملأ دورق معياري (١٠٠) مل إلى العلامة بالعينة، ثم أضف (٢) مل بروبانول، وامزج جيداً جميع الدوارق بقلبها عدة مرات.

احقن عدة عينات من كل دورق من الدوارق السابقة في جهاز الكروماتوغرافيا الغازية، وقس مساحات القمم الناتجة (مستعملاً الحاسوب أو المكامل الحاسوبي إن توفر)، وارسم العلاقة بين نسبة مساحة قمتي الايتانول: البروبانول مع كمية الايتانول، واستعمل المنحني ونسبة الايتانول: البروبانول للعينة لتعيين محتوى الايتانول في العينة.

## المواد الدسمة وصناعة الصابون

الكيميائي عبد الرحمن الحفار

### الفصل الأول

### المواد الدسمة

**تصنيف المواد الدسمة:** تصنف المواد الدهنية حسب المنشأ إلى قسمين:

- أ- مواد من أصل حيواني (بقر، غنم، ماعز، سمك، خنزير....)
  - ب- مواد من أصل نباتي (صويا، قطن، زيتون، نخيل، سمسم....)
- ويمكن أن تصنف حسب الاستعمال إلى قسمين:

أ- مواد للاستعمال الغذائي

ب- مواد للاستعمال الصناعي

أو حسب قابليتها للجفاف:

أ- زيوت جفوفة : مثل زيت بذور الكتان وزيت الخشب الصيني

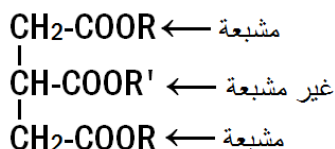
ب- زيوت نصف جفوفة: مثل زيت الصويا وزيت القطن وزيت السمسم وزيت الذرة

ج- زيوت غير جفوفة: مثل زيت الزيتون وزيت النخيل وزيت الخروع

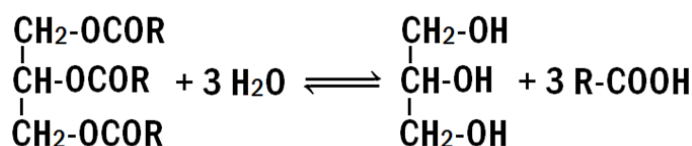
ويتعلق هذا التصنيف بدرجة الإشباع وعدد الروابط المضاعفة في سلسلة الحمض الدسم المكون للمادة الدهنية

### ٢- التركيب الكيماوي للمواد الدسمة:

إن المواد الدسمة عبارة عن غليسيريدات (استرات غليسرينية) ناتجة عن ارتباط جزيء غليسرين مع ثلاثة سلاسل متماثلة أو مختلفة للحموض الدسمة



تتحلل المواد الدسمة صناعياً وفق شروط معينة من ضغط وحرارة حسب المعادلة:



لتعطي الغليسرين والحمض الدسم المكون للجزيء وذلك تبعاً لنوع الزيت وقد تبين أن هذا التحلل لكي يكون ممكن يجب أن لا تقل الحرارة عن (٢٠٠)°م والضغط عن ١٥ كغ/سم<sup>٢</sup> وإلا فإن التفاعل يصبح عكوساً باتجاه تشكيل الغليسرید وأشهر الحموض الدسمة وأهمها ثلاثة حموض هي : حمض البالميتيك (النخيل)، حمض الأولييك (الزيت)، حمض الاستياريك (الشمع)

### ٣- الصفات الفيزيائية للمواد الدسمة:

تكون المواد الدسمة في الحرارة العادية صلبة أو سائلة حسب مكوناتها من الحموض الدسمة ودرجة عدم الإشباع وطول سلسلة الحموض الدهنية المشكلة، وتميل أكثر للصلابة كلما زادت طول السلسلة



وكانت أكثر إشباعاً، لذا نلجأ لهدرجة بعض أنواع الزيوت النباتية للحصول على مواد دسمة أكثر صلابة عند الحاجة.

- تتناقص انحلالية المواد الدسمة بالماء بازدياد أطوال السلاسل
- تزداد قرينة الانكسار بازدياد عدد ذرات الكربون
- تتناقص درجة الأنصهار بازدياد عدد الروابط غير المشبعة
- تزداد درجة الانحلال بالمذيبات العضوية بازدياد عدد الروابط المشبعة
- تزداد قرينة الانكسار بازدياد عدد الروابط غير المشبعة
- تزداد قرينة الانكسار أكثر بوجود روابط مضاعفة متجاورة أو بوجود زمر هيدروكسيل
- نقصة أنصهار النظير cis أخفض من النظير trans
- تتراوح كثافة الدهون النباتية ما بين (٠,٩١٥-٠,٩٦٤)، أما الدهون الحيوانية فتتراوح كثافتها ما بين (٠,٨٦٦-٠,٩٣٣) غ/سم<sup>٣</sup>.

#### ٤- الصفات الكيميائية للمواد الدسمة:

تتعلق الخواص الكيميائية بنوعية الحموض الدهنية التي تتكون منها، وبعض الصفات تكون موجودة في كافة الحموض وهي أنها ذات وظيفة حمضية واحدة وأن سلاسلها مستقيمة غير متفرعة وتحمل عدد زوجي من ذرات الكربون وهي على نوعين مشبعة وغير مشبعة فالمشبعة مثل حمض الستياريك والبالمتيك تكون خاملة نوعاً ما ولا تقبل إلا تفاعلات الاستبدال على زمرة الكربوكسيل.

أما الحموض غير المشبعة فنشطة كيميائياً وتقبل تفاعلات الأكسدة والهدرجة على الروابط المضاعفة.

#### ٥- الثوابت الكيميائية الأساسية للمواد الدسمة:

- رقم الحموضة: عدد ميلي غرامات البوتاس الكاوي اللازمة لتعديل الحموضة في ١ غ من المادة الدهنية
  - رقم التصبن: عدد ميلي غرامات البوتاس الكاوي اللازمة لتحويل الحموض الحرة والمتحدة إلى صابون في (١) غ من المادة الدهنية
  - قرينة اليود: عدد ميلي غرامات من اليود المتحد مع ١٠٠ غ من المادة الدهنية وهي تمثل درجة عدم التشبع /الروابط المضاعفة/
  - رقم البيروكسيد: وهي كمية الأوكسجين الفعال القادر على تحرير اليود من يود البوتاسيوم
- #### ٦- الصناعات التي تبني على المواد الدسمة:

- تصنف صناعة المواد الدهنية حسب أصل المادة الدهنية واستعمالاتها ومنها
- صناعة الزيوت: باستخراج الزيوت من البذور وتكريرها لتقديمها بالشكل المناسب حسب حاجة السوق
- صناعة المواد الدهنية الحيوانية: وذلك بجمع الشحوم والدهون وسليها وتكريرها وتقديمها بصورة مناسبة للسوق
- صناعة المارجرين: وذلك بتحضير مستحلبات من المواد الدهنية بميزات ولدونة حسب حاجة السوق

- صناعة الصابون: وغالبا يتم ذلك من بقايا الزيوت غير القابلة للصناعات الغذائية، أو من بقايا ومخلفات عمليات التكرير أثناء سحب الحموضة.

- صناعة الحموض الدسمة: وذلك بغية الحصول على حموض نقية لتدخل في صناعات متعددة إذ تعتبر مواد أولية من الدرجة الأولى تبني عليها الكثير من الصناعات.

## ٧- مراحل تصنيع الزيوت النباتية:

٧-١- تحضير البذور: تنظيف البذور ← قشر البذور ← طحن اللب وترقيقه

## ٧-٢- استخراج الزيت:

أ- طبخ اللب: وذلك بتعريض البذور لجو من البخار الرطب لتفجير الخلايا الزيتية وخفض لزوجة الزيت لسهولة خروجه وتخثير البروتين الذي يسهل خروج النقل، وكذلك التخلص من السمية الموجودة ببعض أنواع البذور كمادة الجوسبيول الموجودة في بذور القطن، ومادة الأورباز الموجودة في بذور الصويا

ويستخدم لذلك طبابخات حلزونية أفقية أو عمودية أسطوانية تسخن من الخارج بقميص من البخار ومن الداخل يتم فتح البخار المباشر

ب- العصر: ويتم إما بطريقة مستمرة أو الوجبات وذلك حسب إمكانيات المعمل وأنواع البذور المستخدمة

ج- الاستخلاص بالمذيبات: وذلك لسحب ما تبقى من الزيت من الكسبة الناتجة أو يتم استخراج الزيت عن طريق الأستخلاص بدون العصر وذلك حسب نوع البذور والزيت الناتج والكسبة المطلوبة بالسوق ونسبة الزيت المطلوب بالكسبة.

ومن أهم المذيبات المستخدمة نذكر: المشتقات النفطية كالهكسان والنفثا (أيتز البترول) والمذيبات الكلورية وثنائي كبريت الكربون والأغوال والأسيتون.

## ٨- تكرير الزيوت: ويتم عبر المراحل التالية:

٨-١- إزالة الصمغ: وهي الفوسفاتيدات الموجودة بالزيوت، ويطلق عليها الليستين وتتم إزالتها لتحسين الزيت والحصول على قيمتها الاقتصادية

٨-٢- إزالة الحموضة (التعديل): ويتم ذلك بالتعديل بمحلول هيدروكسيد الصوديوم للحموض الحرة الموجودة بالزيت بتركيز (٢٠-٤٠) بومييه، ودرجة حرارة (٥٥-٦٥) م مع التحريك، ثم يتم الفصل إما بالترقيد أو بالطرد المركزي، ويكون الناتج زيت خالي الحموضة وسوبستوك (صابون ناتج عن سحب حموضة الزيت)، نغسل الزيت بعدها بالماء للتخلص من بقايا الصابون.

٨-٣- التبييض (إزالة اللون): ويتم ذلك بغية الحصول على زيوت بألوان مقبولة للسوق وذلك بمزج ترابة التبييض مع الزيت في طباخ يعمل تحت الفراغ وحرارة بين (٨٠-١٢٠) م، ثم يتم الترشيح من خلال مرشحات ضاغطة.

٨-٤- إزالة الرائحة (التزكية): توجد في الزيوت الخام رائحة تعود للبذرة الأم، بالإضافة للروائح التي صادفتها أثناء عملية التعديل يسبب ترابة التبييض ومواد التكرير.

أما الروائح في الزيت الخام فتعود لبعض المواد الطيارة (ألدهيدات وكيونات) أو منتجات تفكك وتزنخ الزيت يسبب التقادم وسوء التخزين.

وتتم العملية بالتقطير تحت فراغ شديد وحرارة مرتفعة نسبياً مع حقن البخار المحمص للمساعدة في جرف هذه المواد الطيارة، وبطرق متقطعة أو مستمرة.

## الفصل الثاني صناعة الصابون

**مقدمة:** تقسم المواد الدسمة بحسب نوع الصابون الناتج إلى نوعين:

١- مواد دسمة غروية

٢- مواد دسمة حبيبية

١- **المواد الدسمة الغروية:** تتصبن في محاليل هيدروكسيد الصوديوم المركزة (٣٨-٤٠) بوميه عند درجة الحرارة العادية (على البارد)، ويحصل هذا التصبن نتيجة تكون حرارة ذاتية قد تصل إلى (٩٥)°م بدون تسخين خارجي، ويتراوح رقم تصبنها بين (٢٥٠-٢٦٠).

ويتميز صابون هذه الدسم بصعوبة تملিحه كونه يذوب في الماء المالح لذلك يفضل إضافة نسبة من مادة دسمة حبيبية ليتم تمليحه، كما يذوب في الماء العسر واليسر والملحي معطياً رغوة جيدة كما أنه يقبل الإضافات والمواد المائلة بكميات وافرة ليشكل كتلة جيلاتينية.

من أشهر المواد الدسمة الغروية دهن جوز الهند ودهن النخيل ويحمل زيت الخروع بعض خواصها وصفاتها.

**دهن النخيل (البالم):** لونه أبيض ورائحته وطعمه مقبولان، وتصلح الأنواع النقية منه كدهن غذائي، وهو متوسط الصلابة في الحرارة العادية، ويتركب من الغليسرين مع حمض اللوريك مع كميات من حموض الميرستنيك والستياريك والبالمتيك والأولييك، ويتصبن بسهولة في محلول هيدروكسيد الصوديوم بتركيز (٢٦-٣٠) بوميه، وتمليحه أسهل من صابون جوز الهند وصابونه لا يقبل المواد المائلة بكثرة كصابون جوز الهند، ويذوب بالماء يشكل جيد وله رغوة جيدة وثابتة، وغالباً ما يستعمل مخلوطاً مع الزيوت النباتية الأخرى بمقدار الثلث إلى النصف على الطريقتين الباردة الساخنة.

**دهن (زيت) جوز الهند:** متوسط الصلابة، يسيل عند درجة حرارة (٣٥-٤٠)°م، لونه أبيض مصفر، لذيق الطعم وحلو المذاق، له رائحة مميزة عن غيره، وتحتوي نواته الجافة على ٦٠-٧٠% زيت، ويتكون بشكل أساسي من حموض اللوريك والميرستنيك والكابروييك، وكذلك الستياريك والبالمتيك والأولييك، ويتقبل الصابون المصنوع منه على البارد الإضافات (المواد المائلة) بكميات كبيرة من الماء والماء المالح والمواد المائلة دون أن يؤثر ذلك على قوامه أو صلابته أو شكله، وصابونه الناتج حتى لو كان متعادلاً يؤثر بشكل سلبي على الجلد، فقد يتسبب بالتهابات جلدية لسهولة امتصاصه وتشربه للجلد، لذا يستعمل في صناعة الصابون بنسبة لا تزيد عن (١٠-١٥%)، وذلك يفيد بالاستفادة من خواصه الجيدة وتجاوز مساوئه بغية الحصول على رغوة جيدة، وغالباً يستعمل مع أنواع الصابون التي تستخدم الطريقة نصف الساخنة لسهولة تصبينه عند درجة حرارة (٧٠)°م.

٢- **المواد الدسمة الحبيبية:** هي جميع أنواع المواد الدهنية الحيوانية والنباتية عدا دهن النخيل وجوز الهند، ومن أهم صفاتها:

- يتراوح رقم تصبنها بين (١٩٠-١٩٥).

- تتصبن ببطء بمحلول هيدروكسيد الصوديوم الممدد مع التسخين كون المحلول الممدد لا ينشر حرارة تفاعل كالمركز للحصول على حرارة التصبن اللازمة.

- تتصبن بصعوبة بمحلول هيدروكسيد الصوديوم المركز عند الغليان بصعوبة أو لا تتصبن.

- يقبل صابونها التمليح كونه لا يذوب في الماء المالح الممدد.

- تنتج هذه المواد أحسن أنواع الصابون المتعادل، وعلى شكل حبيبات متجمعة

ومن المواد الحبيبية الحيوانية المصدر نجد: شحم البقر والجاموس والغنم والماعز ودهن العظام والأسماك وبقايا دهون المطاعم والدباغات وغيرها، وتنبأين في درجات انصهارها ما بين (٣٠-٥٠)°م بحسب اختلاف نسب الحموض الدسمة المكونة لها، ويغلب عليها الستياريك والأولييك أما البالمتيك فموجود بنسبة قليلة.

أما من الحبيبية النباتية المصدر فنجد أهمها: زيت الزيتون وأهم منتجاته التي تدخل في صناعة الصابون هو زيت الجفت (المطراف) الناتج عن تفل الزيتون المستخرج عن طريق المذيبات، ويحوي تركيبه على حوالي ٢٨% حموض صلبة و ٧٢% حموض سائلة، ويختلف لون الصابون المنتج منه حسب لون الزيت المستخدم من الأبيض المائل للاصفرار إلى الأخضر، ويذوب جيداً في الماء ويعطي رغوة جيدة وثابتة.

ومنها زيت بذرة القطن ويتكون من حوالي ٤٠-٥٠% أولييك و ٢٠-٣٠% لينولييك و ٢٠% حموض دهنية صلبة و ١,٦٤% مواد غير قابلة للتصبن، ويتصبن في محلول ضعيف من هيدروكسيد الصوديوم وخاصة في بداية عملية التصبين، وصابونه صعب التمليح، لا يمكن عزل الماء عنه لذلك يستخدم معه زيوت وشحوم سهلة التصبين كزيت النخيل وزيت جوز الهند، وصابونه الناتج غير جيد وضعيف الذوبان بالماء ورغوته ضعيفة غير ثابتة، ويتزنخ هذا الصابون أثناء التخزين مطلقاً رائحة كريهة، ويتغير لونه بمرور الوقت لذلك غالباً لا يستخدم لوحده ولكن يمزج مع غيره بنسب متفاوتة.

### ٣- القلويات المستخدمة في صناعة الصابون:

كربونات البوتاسيوم: وكان يستحصل عليها قديماً عن طريق حرق بعض النباتات البرية كالشنان والرماد الناتج يحوي على نسبة عالية من كربونات البوتاسيوم، وأيضاً رماد حرق الأخشاب يحوي على نسب عالية منها لذلك كان يعتمد عليها سابقاً بالتنظيف لقلويتها وإذابتها للدهون.

كربونات الصوديوم: وتوجد بكثرة في الطبيعة كوادي النطرون بمصر، وفي رماد النباتات القريبة من شواطئ البحار، كما تتوفر صناعياً على مستوى شاسع بطريقتي سولفي ولوبلان.

البوتاس الكاوي: ويحضر قديماً في المصابن بالتفاعل بين كربونات البوتاسيوم مع هيدروكسيد الكالسيوم كما تتوفر صناعياً بنقاوات عالية.

هيدروكسيد الصوديوم: كان يستحصل عليه سابقاً في المصابن القديمة من تفاعل كربونات الصوديوم مع هيدروكسيد الكالسيوم، أما حالياً فيتوفر بكثرة ويتم الحصول عليه صناعياً بكميات وفيرة ونقاوات عالية بدأ من ملح كلور الصوديوم.

### ٤- الأجهزة والأدوات اللازمة لصناعة الصابون:

يتوجب علينا بدايةً تأمين المكان المناسب حسب الطاقة اللازمة للإنتاج المطلوب، على أن يكون مكان مهوى ليتم تجفيف الصابون، وأن يكون بعيد عن السكن بشكل كافٍ وخاصة بالنسبة للمصانع الحاوية آلات كبيرة تدار بمولدات الكهرباء.

أما بالنسبة للمصانع البسيطة فيمكن أن تكون غرفة في منزل أو محل في شارع بشرط أن تكون المواد الأولية بمعزل عن متناول الأطفال وغير العالمين بتأثير مخاطر مواد التصنيع.

كما يتوجب توفير مصدر مناسب للطاقة للغلي والتسخين، أما أهم التجهيزات فهي:

أ- خزانات للزيوت المستخدمة: وذلك حسب نوعية الزيوت المستخدمة، ومزودة بوشائع للبخار أو طريقة لتسخين الزيت وإسالته عند انخفاض الحرارة، ومعزولة عن الهواء والرطوبة كي لا تتغير المواصفات بتأثير العوامل الجوية من أكسدة وتزنخ.

ب- خزان لإذابة هيدروكسيد الصوديوم: يتسع للكمية المتوقع استهلاكها، وغالباً ما يصنع من الحديد على شكل أسطواني أو مخروطي أو مكعب، ويستخدم عادة بعد إذابة هيدروكسيد الصوديوم بقياس يومي لمعرفة تركيز الصود لرفع التركيز أو خفضه وصولاً للتركيز المطلوب.

ج- حلة الصابون: وهي عبارة عن خزان أسطواني الشكل له قاعدة مخروطية الشكل، غالباً ما يتم صنعها من الحديد أو الفولاذ عديم الصدأ، ويتم تجهيزها للتسخين إما عن طريق نار مباشرة أو وشيعة بخار، ويتراوح حجمها حسب طاقة المعمل من (١٠٠) كغ- (١٠٠) طن، ويوجد في قعرها صمامان أحدهما لتفريغ المحلول والآخر لتفريغ المحتويات من الصابون.

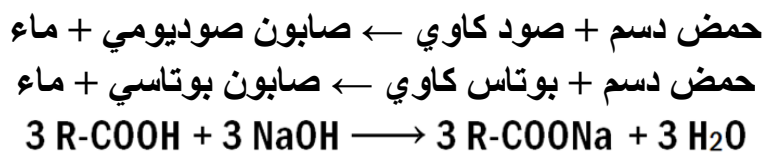
ويجب أن تزيد سماكة المعدن في القعر عن الجسم وخاصة عند استخدام التسخين بالنار المباشرة، كما تتوجب دراسة بيت النار بدقة، وتراعى حركة اللهب وغازات الاحتراق الخارجة عند التسخين بالنار المباشرة، وأن يعزل الجسم بشكل جيد لتأمين توفير الطاقة والمحافظة على الحرارة المطلوبة طوال فترة الطبخ.

ويجب أن يؤمن التحريك بشكل جيد، وأن تكون سرعة دوران الخلاط مدروسة بصورة مناسبة بحيث لا تؤدي لانسكاب المواد للخارج.

د- قوالب الصب: تكون عادة من الحديد أو الخشب، وتصمم بالشكل المطلوب بحسب المكان أو يتم الصب على الأرض كما في مصانع صابون الغار، ثم يتم التقطيع بعد أن يبرد الصابون حسب المقاسات والأشكال المطلوبة.

#### ٥- مراحل صناعة الصابون:

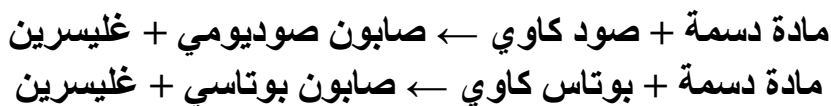
٥-١- التفاعل بين الحموض الدسمة وهيدروكسيد الصوديوم حسب المعادلة :



حيث يتم تسخين الحمض الدسم لغاية درجة أنصهاره، ثم تتم إضافة محلول هيدروكسيد الصوديوم إليه تدريجياً مع التحريك، فتزداد اللزوجة تدريجياً وترتفع حرارة المزيج تلقائياً بسبب التفاعل الحاصل حيث يتشكل الصابون، وعند الانتهاء من إضافة محلول الصود يضاف للمزيج المواد المائلة والإضافات حسب الحاجة ويضاف العطر المناسب ثم يصب في قوالب التبريد.

وتمتاز هذه الطريقة بسرعتها العالية كونها تفاعل بين حمض وقلوي، كما يقبل الصابون المصنوع وفق هذه الطريقة الإضافات والمواد المائلة، وعدم ضياع في العطر المضاف كون الحرارة عند الصب لا تتعدى (٧٠-٧٥) م.

٥-٢- التفاعل بين المادة الدسمة الحيوانية أو النباتية مع القلوي حسب المعادلة:



ويطبق هذا التفاعل بطريقتين:

أ- الطريقة الباردة: ويبقى في هذه الطريقة الصابون مختلط مع الغليسرين، وهي عملية سهلة كونه لن يتم فصل الغليسرين ولا تتطلب تمليح وغسيل، ثم أن بقاء الغليسرين مع الصابون يعطي الجلد والشعر طراوة ونعومة.

ولكن السيء فيها الخشبية من بقاء مواد دسمة غير متصينة أو قلوي حر غير متفاعل حيث يؤثر سلباً على الشعر والجلد.

وهذه الطريقة وإن كانت تصلح لمعظم المواد الدسمة إلا أنها لا تستعمل إلا مع الدسم السهلة التصبن مع محلول هيدروكسيد الصوديوم المركز مثل زيت الزيتون والنخيل وجوز الهند والدسم الحاوية على نسبة عالية من الحموض الحرة.

وتوضع في هذه الطريقة المادة الدسمة في حلة الصابون وتسخن لحرارة (٦٠-٧٠)°م، ويضاف المحلول القلوي المركز، ويفضل التركيز من ٢٠-٢٥% مع التحريك المستمر حيث نلاحظ أن ارتفاع لزوجة المزيج تدريجياً، وبعد الانتهاء من إضافة الصود نضيف المواد المائلة اللازمة بالإضافة للعطر واللون، ومن ثم تصب العجينة في قوالب مناسبة لتبرد ثم تقطع لتقدم وفق الشكل المطلوب وتختم.

ب- الطريقة الساخنة: تتبع هذه الطريقة في المصانع الكبيرة لاستخلاص الغليسرين الغالي الثمن والحصول على صابون جيد كامل التصبن وخالي من المواد غير المتصينة والقلوي الحر.

ولا يقبل الصابون الناتج بهذه الطريقة المواد المائلة والإضافات ما يمكننا من الحصول على منتج جيد ونقي، وتتم طريقة التصبين هذه بإرسال الزيوت ومحلول الصود إلى الحلة وفق المراحل التالية:

- ١- مرحلة الغليان: وتتم إما بالنار المباشرة أو البخار المباشر وغير المباشر
- ٢- التمليح: حيث ينفصل المزيج إلى طبقتين

- علوية: تحوي الصابون.

- سفلية: تحوي بقايا الصابون والملح والغليسرين وفائض القلوي.

٣- الغسيل: ويتم بعد فصل الطبقة السفلية بغسل طبقة الصابون العلوية

٤- غليان التنقية: حيث يغلى الصابون الخام وقد يضاف له محلول الصود في حال عدم انتهاء التصبن

٥- الترقيد: حيث ينفصل المزيج إلى ثلاث طبقات

- طبقة علوية: الصابون الخام

- طبقة وسطى: خليط مواد داكنة مخاطية القوام.

- طبقة سفلى: محلول بقايا الصابون والشوائب.

**اختبارات انتهاء عملية التصبين:**

بواسطة كاشف الفينول فتالئين: تذاب كمية من العجينة في محلول الايتانول، ثم يضاف إليها نقطة من الفينول فتالئين: يدل اللون الفاتح على التعادل، والغامق على زيادة القلوي، أما عديم اللون فيدل على عدم تمام التصبن.

اختبار التدوق باللسان: توضع كمية بسيطة من العجينة على اللسان، فالذعة القوية تدل على زيادة القلوية، والذعة الخفيفة تدل على التعادل، ويدل عدم وجود لذعة على وجود دسم غير متصبن.

