



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۴۳۹۴

چاپ اول

ISIRI

14394

1st.Edition

پلاستیک‌ها - سخت‌کننده‌ها و

شتاب‌دهنده‌ها برای رزین‌های

اپوکسید - اندازه‌گیری اسید آزاد در

اسید انیدرید

**Plastics-Hardeners and accelerators
for epoxide resins-Determination of
free acid in acid anhydride**

ICS:83.080.10

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« پلاستیک‌ها - سخت‌کننده‌ها و شتاب‌دهنده‌ها برای رزین‌های اپوکسید - اندازه‌گیری اسید آزاد در اسید انیدرید »

رئیس:

سمیعی، سپیده
(دکترای شیمی معدنی)

سمت و / یا نمایندگی

هیأت علمی دانشگاه شهید چمران اهواز

دبیر:

لطیفیان، مرضیه
(لیسانس شیمی)

کارشناس

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

چراغی، حسین
(فوق لیسانس مهندسی متالوژی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان خوزستان

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

حبیب زاده، فائزه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

خسروی، لادن
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

خوشنام، فرزانه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

کارشناس

قمی، متینه
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر تکنولوژی و آزمایشگاه شرکت لاستیک
خوزستان

لیموچی، رضا
(مهندس پلیمر)

کارشناس استانداری استان خوزستان

محمد طاهری، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان خوزستان

مهر مولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

پیش گفتار

استاندارد " پلاستیک‌ها - سخت‌کننده‌ها وشتاب‌دهنده‌ها برای رزین‌های اپوکسید- اندازه‌گیری اسید آزاد در اسید انیدرید " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در هشتصد و چهل و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمرمورخ ۱۳۹۰/۱۰/۸ مورد تصویب قرار گرفته است ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ ، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می-شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع ، علوم و خدمات ، استاندارد های ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و در هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین ، باید همواره از آخرین تجدید نظر استاندارد های ملی استفاده کرد.

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

ISO 7327: 1994, Plastics - Hardeners and accelerators for epoxide resins - Determination of free acid in acid anhydride

پلاستیک‌ها - سخت کننده‌ها^۱ و شتاب‌دهنده‌ها^۲ برای رزین‌های اپوکسید - اندازه‌گیری اسید آزاد در اسید انیدرید

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی جهت اندازه‌گیری اسید آزاد برای رزین‌های اپوکسید در سخت‌کننده‌ها و شتاب‌دهنده‌های اسید انیدریدی است. این استاندارد برای اکثر انیدریدها کاربرد دارد. این استاندارد برای انیدریدهای پلی‌استر و الیگومری که ممکن است محدوده‌ی وسیعی از پراکندگی نتایج را نشان دهند، کاربرد ندارد.

۲ مرجع الزامی

مدرک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 760:1978, Determination of water- Karl Fischer method (General method)

۳ اصول آزمون

مقدار کمی از اسید آزاد موجود در یک آزمون‌هی سخت‌کننده یا شتاب‌دهنده‌های اسید انیدریدی با رودامین ۶G واکنش داده می‌شود تا محلول آزمون به رنگ صورتی درآید. جذب محلول رنگی توسط یک طیف‌سنج در طول موج حدود ۵۱۰nm اندازه‌گیری شده و مقدار اسید آزاد از روی یک منحنی کالیبراسیون تعیین می‌شود.

۴ مواد و/یا واکنشگرها

به جز در موارد تعیین شده، هنگام تجزیه فقط از مواد با خلوص تجزیه‌ای مشخص و فقط از آب مقطر یا آب با خلوص معادل استفاده کنید.

1-Hardeners
2-Accelerators
3-Rhodamine 6G

۱-۴ بوتان-۲-اون (متیل اتیل کتون)^۱، که به روش زیر خشک شده است:

مقدار ۱۰۰g الک مولکولی ۴A را در یک لیتر بوتان-۲-اون قرار دهید. اجازه دهید به مدت ۲۴ ساعت بماند. سپس مایع روی آن را سرریز کرده و مراقب باشید که حاوی ذرات الک مولکولی ۴A نباشد. در صورتی که مقدار آب بوتان-۲-اون خشک شده‌ای که به روش کارل فیشر^۳ (استاندارد ISO 760 را ببینید) اندازه‌گیری شده است بیش از ۲۰ mg/l باشد، از آن استفاده نکنید.

۲-۴ تولوئن، که به روش زیر خشک شده است:

مقدار ۱۰۰g الک مولکولی ۴A را در یک لیتر تولوئن قرار دهید. اجازه دهید به مدت ۲۴ ساعت بماند تا ته‌نشین شود. سپس مایع روی آن را سرریز کرده و مراقب باشید که حاوی ذرات الک مولکولی ۴A نباشد. در صورتی که مقدار آب تولوئن خشک شده‌ای که به روش کارل فیشر (استاندارد ISO 760 را ببینید) اندازه‌گیری شده است بیش از ۲۰ mg/l باشد، از آن استفاده نکنید.

۳-۴ محلول رودامین ۶G

۱-۳-۴ آماده‌سازی

۲۰ mg رودامین ۶G را در ۱۰ ml محلول بافر (که از حل شدن ۰٫۱ g سدیم فسفات (Na₃PO₄) در ۱۰ ml آب تهیه شده‌است) بریزید و هم بزنید. محلول را در یک قیف جداکننده‌ی ۵۰۰ ml ریخته و ۲۰۰ ml تولوئن (بند ۲-۴) اضافه کنید.

قیف را به آرامی تکان دهید تا زمانی که لایه‌ی تولوئن، قهوه‌ای مایل به زرد شود. پس از این که یک ساعت ساکن ماند، فاز آلی را با یک کاغذ صافی به درون یک بطری قهوه‌ای رنگ صاف کنید. قطعه‌هایی از سدیم فلزی را به وسیله‌ی چاقو بریده شده است به محلول صاف شده اضافه کرده و اجازه دهید محلول به مدت ۱۲ ساعت ساکن بماند. پیش از استفاده از محلول، اطمینان حاصل کنید که مقدار آب موجود کمتر از ۲۰ mg/l بوده و جذب مقدار شاهد در محدوده‌ی ۰٫۳۰ تا ۰٫۵۰ قرار دارد.

۲-۳-۴ اندازه‌گیری جذب محلول شاهد

جذب محلول شاهد رودامین ۶G (بند ۱-۳-۴) به روش زیر اندازه‌گیری می‌شود:
۲ ml از محلول رودامین ۶G را با استفاده از یک پی‌پت (بند ۵-۵ را ببینید) در یک بالن حجم‌سنجی ۲۰ ml ریخته و با مخلوط حلالی از ۹۵ قسمت حجمی تولوئن خشک (بند ۲-۴) و پنج قسمت حجمی بوتان-۲-اون خشک (بند ۱-۴) تا خط نشانه به حجم برسانید. جذب این محلول را به صورت مشخص شده در بند ۲-۳-۶ اندازه‌گیری کنید.

1-Methyl ethyl ketone(MEK)
2-Molecular sieve 4A
3-Karl Fischer method

۴-۴ نمونه استاندارد اسید آزاد

مقدار ۱۰ g اسید انیدرید را با ۶۰ ml آب به مدت ۳ ساعت بجوشانید و اجازه دهید تا خنک شود. رسوبات را صاف کرده، با آب شسته و سپس خشک کنید.

۵ وسایل

وسایل معمول آزمایشگاهی به همراه وسایل زیر مورد استفاده قرار می‌گیرد:

۱-۵ ترازو، با درستی ۰/۱ mg

۲-۵ طیف‌سنج، مجهز به سل‌های جذب با طول مسیر نوری ۱۰ mm

۳-۵ ارلن مایر، با ظرفیت ۵۰ ml و مجهز به درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای

۴-۵ بالن‌های حجم‌سنجی تک‌نشانه، به ترتیب با ظرفیت‌های ۱۰ ml، ۵۰ ml و ۱۰۰ ml و مجهز به درپوش شیشه‌ای سنباده‌ای

۵-۵ پی‌پت‌ها، با ظرفیت‌های ۱ ml، ۱/۵ ml، ۲ ml، ۲/۵ ml و ۱۰ ml

۶ روش انجام آزمون

۱-۶ آماده‌سازی محلول آزمون

۰/۲ g نمونه را با درستی ۰/۱ mg وزن کرده و در یک ارلن مایر ۵۰ ml (بند ۳-۵) قرار دهید. ۳۰ ml مخلوط حلال به نسبت ۹۵ قسمت حجمی تولوئن خشک (بند ۲-۴) و پنج قسمت حجمی بوتان-۲-اون خشک (بند ۱-۴) را به آن اضافه کرده و در دمای اتاق حل کنید. محلول را به یک بالن حجم‌سنجی ۵۰ ml (بند ۴-۵) منتقل کرده و با مخلوط حلال خشک تا خط نشانه به حجم برسانید. (غلظت اسید آزاد محلول آزمون تهیه شده بین 10^{-4} mol/l و 10^{-5} mol/l است).

۲-۶ کالیبراسیون طیف‌سنج

۲۰ mg از نمونه استاندارد اسید آزاد (بند ۴-۴) را در یک بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml (بند ۴-۵) قرار داده و ۵۰ ml بوتان-۲-اون خشک (بند ۱-۴) به آن اضافه کنید. اسید آزاد را در دمای اتاق کاملاً حل کنید. سپس با تولوئن خشک (بند ۲-۴) تا خط نشانه به حجم برسانید.

۱۰ ml از این محلول را با استفاده از یک پی‌پت (بند ۵-۵ را ببینید)، به بالن حجم‌سنجی ۱۰۰ ml (بند ۴-۵) دیگری منتقل کرده و با تولوئن خشک (بند ۲-۴) تا خط نشانه به حجم برسانید (غلظت اسید آزاد محلول استاندارد به دست آمده، ۲۰ mg در هر لیتر است).

قسمت‌های ۱ ml، ۱/۵ ml، ۲ ml و ۲/۵ ml از محلول استاندارد اسید آزاد تهیه شده در بالا را با استفاده از پی‌پت‌ها (بند ۵-۵ را ببینید) برداشته و هر یک را با رودامین ۶G مشخص شده در بند ۱-۳-۶ واکنش داده و جذب هر محلول کالیبراسیون را مطابق بند ۲-۳-۶، اندازه‌گیری کنید.

مقدار جذب شاهد اندازه‌گیری شده مطابق بند ۴-۳-۲ را از مقدار جذب به دست آمده برای هر محلول کالیبراسیون کم کرده و نموداری را براساس جذب تصحیح شده (محور عمودی) در برابر جرم، بر حسب میکروگرم‌های اسید آزاد در ۱۰ ml محلول کالیبراسیون متناظر (محور افقی)، رسم کنید. سپس منحنی کالیبراسیون را به‌گونه‌ای رسم کنید که از مبدأ بگذرد.

۳-۶ اندازه‌گیری

۱-۳-۶ تشکیل ترکیب جاذب

۲ ml محلول رودامین ۶G (بند ۴-۳) را با استفاده از یک پی‌پت (بند ۵-۵ را ببینید)، در یک بالن حجم‌سنجی ۱۰ ml (بند ۵-۴) وارد کرده و بین ۱ ml تا ۵ ml از محلول آزمون (بند ۶-۱ را ببینید) به آن اضافه کنید. بلافاصله رودامین ۶G و اسید آزاد با هم واکنش می‌دهند تا یک رنگ صورتی به‌دست آید. محلول حاصل را با مخلوط حلال حاوی تولوئن خشک و بوتان-۲-اون خشک، به صورتی که در بند ۶-۱ استفاده شده، تا خط نشانه به حجم برسانید. حجم برداشته شده از محلول آزمون باید به گونه‌ای انتخاب شود که رنگ صورتی به‌دست آید. شدت رنگ نباید بیشتر از پررنگ‌ترین محلول کالیبراسیون باشد.

۲-۳-۶ اندازه‌گیری‌های طیف‌سنجی

جذب محلول تهیه شده در بند ۶-۳-۱ را با استفاده از طیف‌سنج (بند ۵-۲) و سل‌هایی با طول مسیر نوری ۱۰ mm که ابتدا با سل جذبی حاوی تولوئن خشک (بند ۴-۲)، صفر شده است در طول موج $(10 \pm 5) \text{ nm}$ اندازه‌گیری کنید. چون جذب محلول آزمون با زمان تغییر می‌کند، جذب را در مدت ۵ دقیقه پس از تشکیل ترکیب جاذب اندازه‌گیری کنید. جذب اندازه‌گیری شده محلول شاهد بند ۴-۳-۲ را از آن کم کنید. جرم اسید آزاد موجود در ۱۰ ml از محلول تهیه شده در بند ۶-۳-۱ را از روی منحنی کالیبراسیون رسم شده در بند ۶-۲ قرائت کنید.

۷ بیان نتایج

مقدار اسید آزاد از اسید انیدرید، A، بر حسب درصد جرمی با استفاده از فرمول زیر به‌دست می‌آید:

$$A = \frac{m_1 \times r_D \times 10^{-1}}{m_D} \quad (1)$$

که در آن:

m_D جرم آزمون بر حسب میلی‌گرم (بند ۶-۱ را ببینید)؛

m_1 جرم اسید آزاد در ۱۰ ml محلول آزمون قرائت شده از منحنی کالیبراسیون (بند ۶-۲ را ببینید) بر حسب میکروگرم؛

r_D ضریب رقیق‌سازی (یعنی ۵۰ تقسیم بر حجم محلول آزمون مورد استفاده در بند ۶-۳-۱ بر حسب میلی‌لیتر).

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۸-۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی ایران؛

۸-۲ تمامی اطلاعات لازم برای شناسایی نمونه مورد آزمون؛

۸-۳ مقدار آب حلال‌های مورد استفاده؛

۸-۴ نتایج آزمون و یکهایی که نتایج بر اساس آن‌ها بیان شده است.