



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۶۹۷۷-۴

چاپ اول

فروردین ۱۳۹۳

INSO

16977-4

1st. Edition

Apr.2014

پلاستیک ها - تعیین جرم مولکولی متوسط و
توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از
کروماتوگرافی اندازه-طرودی -
قسمت ۴: روش دما-بالا

**Plastics-Determination of average molecular
mass and molecular mass distribution of
polymers using size-exclusion
chromatography-
part 4: High-temperature method**

ICS:83.080.01

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 پیشنهادات 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 استانداردهای 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 سامانه های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) 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) 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 - تعیین جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از

کروماتوگرافی اندازه-طردي - قسمت ۴: روش دما-بالا»

رئیس:

سلامی حسینی، مهدی
(دکترای مهندسی پلیمر)

سمت و / یا نمایندگی

دانشگاه صنعتی سهند تبریز

دبیر:

قاسمیان خجسته، محسن
(فوق لیسانس شیمی آلی)

شرکت تدبیر نوین سازان (سهامی خاص)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفباء)

اخپاری، شهاب
(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

بقایی آریا، امیرحسین
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

شرکت آذر آوند

جواهری، محسن
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

شرکت پلی پروپیلن جم

رضوی آقجه، میرکریم
(دکتری مهندسی پلیمر)

دانشگاه صنعتی سهند تبریز

سلامی کلجاهی، مهدی
(دکتری مهندسی پلیمر)

دانشگاه صنعتی سهند تبریز

عفتی، الهام
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

شرکت آذر آوند

علی نسب، مهدی
(لیسانس شیمی محض)

پالایشگاه تبریز - شرکت پالایش نفت تبریز

غیوری، عذرا
(لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت آب و فاضلاب استان آذربایجان شرقی

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

فرهنگ زاده، سلوی
(لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی

قدیمی، فریده
(فوق لیسانس شیمی آلی)

شرکت تدبیر نوین سازان (سهامی خاص)

کاشانی، امین
(فوق لیسانس مهندسی مکانیک)

اداره کل استاندارد استان مازندران

میری قلعه سری، سیده عظمت
(لیسانس مهندسی پلیمر)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۱	۴ اصول آزمون
۲	۵ مواد و/ یا واکنشگرها
۲	۶ دستگاه ها
۵	۷ روش آزمون
۸	۸ جمع آوری و پردازش داده ها
۸	۹ بیان نتایج
۸	۱۰ دقت
۱۰	۱۱ گزارش آزمون
۱۱	پیوست الف (اطلاعاتی) اطلاعات بیشتر در مورد کاربرد روش
۱۲	پیوست ب (اطلاعاتی) اطلاعات بیشتر در مورد مواد و/ یا واکنشگرها
۱۳	پیوست پ (اطلاعاتی) اطلاعات بیشتر در مورد آزمون های نوبتی
۱۸	پیوست ت کتابنامه

پیش گفتار

استاندارد "پلاستیک ها- تعیین جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از کروماتوگرافی اندازه- طردی- قسمت ۴: روش دما- بالا" که پیش نویس آن در کمیسیون های سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شد و در یک هزار و یکصد و بیست و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۲/۱۰/۰۸ مورد تصویب قرار گرفت، 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، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO 16014-4: 2012, Plastics- Determination of average molecular mass and molecular mass distribution of polymers using size-exclusion chromatography-Part 4: High-temperature method.

پلاستیک ها - تعیین جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از کروماتوگرافی اندازه-طردی - قسمت ۴: روش دما-بالا

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش کلی یا عمومی برای اندازه‌گیری جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از کروماتوگرافی اندازه-طردی^۱ (SEC) با استفاده از یک حلال آلی در دماهای بین ۶۰°C و ۱۸۰°C می باشد. جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها از منحنی کالیبراسیون تهیه شده از استانداردهای پلیمری محاسبه می گردد. بنابراین، این روش آزمون به عنوان یک روش نسبی طبقه بندی می شود (به پیوست الف قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید).

۲ مراجع الزامی

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

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۶۹۷۷ : سال ۱۳۹۳، پلاستیک ها- تعیین جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از کروماتوگرافی اندازه-طردی- قسمت ۱: اصول کلی
۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۶۹۷۷ : سال ۱۳۹۳، پلاستیک ها- تعیین جرم مولکولی متوسط و توزیع جرم مولکولی پلیمرها با استفاده از کروماتوگرافی اندازه-طردی- قسمت ۲: روش کالیبراسیون عمومی
2-3 ISO 472, Plastics-Vocabulary

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۶۹۷۷ و استاندارد ISO 472 کاربرد دارد.

۴ اصول آزمون

به بند ۴ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید.

1- Size Exclusion Chromatography (SEC)

۵ مواد و/یا واکنشگرها

۱-۵ حلال

برای بحث کلی در مورد حلال ها، به بند ۵-۱ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. برای مثال هایی از حلال های بکار گرفته شده برای اندازه گیری های SEC در دماهای بالاتر از ۶۰°C، به پیوست ب مراجعه کنید.

۲-۵ مواد ارزیابی ستون

به بند ۲-۵ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. چندین ترکیب با جرم مولکولی پایین وجود دارد که می تواند مورد استفاده قرار بگیرد، برای مثال دی فنیل متان در مواقعی که ۱، ۲-دی کلروبنزن^۱ به عنوان حلال باشد، یا اتیل بنزن زمانی که ۱، ۲، ۴-تری کلروبنزن^۲ به عنوان حلال مورد استفاده قرار می گیرد.

۳-۵ استانداردهای جرم مولکولی

به بند ۳-۵ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. مثال هایی از استانداردهای جرم مولکولی تجاری در دسترس در پیوست ب آمده است.

۴-۵ مواد علامت گذاری میزان جریان (استاندارد داخلی)

به بند ۴-۵ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. مثالی از ترکیب مناسب برای استفاده به عنوان نرخ جریان، ۲، ۶-دی-ترسیو بوتیل، ۴-متیل فنول^۴ می باشد هنگامی که ۱، ۲-دی کلروبنزن یا ۱، ۲، ۴-تری کلروبنزن به عنوان حلال استفاده می شود.

۵-۵ افزودنی ها

آنتی اکسیدان های نوع فنولی از قبیل ۲، ۶-دی-ترسیو بوتیل، ۴-متیل فنول باید ترجیحاً اضافه شود تا از تجزیه یا تخریب نمونه پلیمری جلوگیری کند. برای مثال های بیشتر در مورد آنتی اکسیدان ها، به پیوست ب مراجعه کنید.

۶ تجهیزات

۱-۶ کلیات

طرح کلی از یک سامانه SEC در شکل ۱ قسمت ۱ این سری استانداردها نشان داده شده است.

- 1- 1,2-Di-chlorobenzene
- 2- 1,2,4-Tri-chlorobenzene
- 3- 2,6-Di-tert-iobutyl
- 4- 4-Methylphenol

سامانه های SEC تجاری در دسترس یا مونتاژ شده ممکن است مورد استفاده قرار بگیرد، مشروط بر اینکه شرایط معین شده لازم را دارا بوده و توانایی نگهداشتن دمای ثابت ستون بین 60°C و 180°C را داشته باشند. با این وجود، ضروری نیست که اجزاء متصل به قسمت بالای تزریق کننده، از قبیل مخزن حلال، سامانه پمپ کننده و لوله کشی هم دما با دمای ستون نگهداشته شود.

۲-۶ مخزن حلال

به بند ۲-۶ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. چنانچه در بند ۱-۶ ذکر گردید، نگهداشتن دمای مخزن در دمای آزمون به اندازه نگهداشتن دمای ستون ها در دمای آزمون ضروری نمی باشد.

۳-۶ سامانه پمپ کننده

به بند ۳-۶ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. به منظور نگهداشتن نرخ جریان با دقت $\pm 0.3\%$ باید سامانه پمپ کننده در دمای کنترل شده نگهداشته شود. چنانچه در بند ۱-۶ ذکر گردید، ضروری نیست که دمای سامانه پمپ کننده را با دمای ستون ها هم اندازه نگه داشت.

۴-۶ تزریق کننده

به بند ۴-۶ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. به منظور حصول اطمینان از شفاف ماندن محلول پلیمری، بدون هیچگونه رسوبی، تجهیزات کنترل کننده دمای تزریق کننده، باید قابلیت نگهداشتن تزریق کننده در بازه $1^{\circ}\text{C} \pm$ دمای ستون را دارا باشد. چون در چنین دماهایی تزریق دستی غیرممکن می باشد، باید از یک سامانه تزریق خودکار استفاده شود.

۵-۶ ستون ها

به بند ۵-۶ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. می توان از مواد آلی یا معدنی پرکننده در ستون ها استفاده کرد و هیچ محدودیتی در اندازه یا شکل ذرات وجود ندارد، جز در مورد آنالیز پلیمرهای با جرم مولکولی بیشتر و/ یا پلیمرهای حساس به برش^۱ که اندازه ذرات باید به حدی کافی بزرگ باشد تا در طول شستن پلیمرها هیچگونه گسیختگی در زنجیر پلیمری صورت نگیرد.

سری ستون هایی که استفاده می شوند باید دارای تعداد بشقابک تئوری بیشتر از 12000 m^{-1} بر هر متر باشد، و ضریب تفکیک R باید بزرگتر از ۱/۵ بوده و نزدیک به پیک پلیمر باشد. ضریب عدم تقارن باید در بازه 0.15 ± 1.0 باشد. سری ستون هایی که استفاده می شود باید ترجیحاً همه ی بازه ی جرم های مولکولی

که تعیین می گردند را پوشش دهد و منحنی کالیبراسیون باید تا حد امکان خطی باشد (ضریب تصحیح باید خیلی نزدیک به ۱ باشد). تعیین تعداد بشقابک تئوری، ضریب تفکیک و ضریب عدم تقارن ستون ها باید چنانچه در بند ۶-۵ قسمت ۱ این سری استانداردها توصیف شده است، انجام پذیرد. تجهیزات کنترل کننده دمای ستون باید قادر به نگهداشتن دمای ستون در بازه $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ دمای کار باشد، که باید بین 60°C و 180°C باشد.

۶-۶ آشکارساز

به بند ۶-۶ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. تجهیزات کنترل کننده دمای آشکارساز باید قادر به نگهداشتن دمای آشکارساز در بازه $\pm 0.5^{\circ}\text{C}$ دمای تنظیم شده باشد، تا با شرایط لازم برای نرخ جریان و پایداری (حساسیت) خط پایه مطابقت داشته باشد. توصیه می شود که ستون ها و آشکارساز در دمای مشابه نگهداشته شوند.

۶-۷ لوله گذاری

به بند ۶-۷ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید. دمای لوله های بکار گزارده شده باید ثابت و به حد کافی بالا نگهداشته شود تا این اطمینان حاصل گردد که شرایط عملکرد ستون رعایت می گردد، ولی نگهداشتن دمای لوله های بکار گزارده شده در همان مقدار دمای ستون ضروری نمی باشد.

۶-۸ واحد کنترل دما

یکی از فاکتورهای مهم در SEC این است که همه اجزاء تشکیل دهنده سامانه باید در یک دمای ثابت نگهداشته شوند و در روشی که در این استاندارد ملی توصیف شده است، لازم است که برخی از اجزاء در دمای بالا نگهداشته شود. بنابراین، یک سامانه کنترل کننده دقیق دما جهت فراهم آوردن شرایط لازم برای عملکرد SEC ضروری و حیاتی می باشد.

۶-۹ ثبات و رسام / چاپگر

به بند ۶-۹ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید.

۶-۱۰ سامانه پردازش کننده داده ها

به بند ۶-۱۰ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید.

۶-۱۱ سایر اجزاء

علاوه بر اجزاء توصیف شده در بالا، در صورت نیاز، یک صافی محافظ ستون، یک کنترل کننده فشار، یک میراکننده ضربان یا سایر اجزاء مرتبط ممکن است مورد استفاده قرار بگیرد.

۷ روش آزمون

۱-۷ تهیه محلول های استانداردهای جرم مولکولی

استانداردهای جرم مولکولی مورد استفاده برای تهیه منحنی کالیبراسیون باید ترجیحاً طوری انتخاب گردد که بازه جرم های مولکولی پلیمری که آنالیز می شود را پوشش دهد، طوری که حداقل دو استاندارد در هر ده تا جرم مولکولی وجود داشته باشد. ممکن است محلول هایی تهیه گردند که شامل بیش از یک استاندارد توزیع جرم مولکولی باریک باشند و آن تنها زمانی است که استانداردها به طور کامل بر روی کروماتوگرام از هم جدا می شوند. محلول های استانداردهای با جرم مولکولی بیشتر از 10^6 g.mol^{-1} باید بطور مجزا تهیه گردند.

اگر استانداردهای جرم مولکولی دارای ساختاری مشابه با ساختار پلیمری که آنالیز می شوند در دسترس نباشد، ممکن است منحنی کالیبراسیون با استفاده از استانداردهایی که متشکل از انواع متفاوت پلیمر می باشد تهیه گردد و یک منحنی کالیبراسیون عمومی برای این نوع پلیمر تهیه گردد (به قسمت ۲ این سری استانداردها مراجعه کنید).

اگر برای تسریع حل شدن تکان دادن و/یا همزدن یا گرم کردن ملایم نیاز باشد، زمان باید به حدی کوتاه باشد تا مانع از هم گسیختگی زنجیرهای پلیمری گردد.

برای محافظت از مسدود شدن ستون، توصیه می گردد که محلول ها صاف گردند. در چنین مواردی، باید از صافی های غشایی یا صافی های فلزی متخلخل^۱ که اندازه آنها بین $0.2 \mu\text{m}$ و $1 \mu\text{m}$ می باشد استفاده گردد. اگر روی صافی مواد جامدی مشاهده شود که نشانگر حل شدن ناقص می باشد، مرحله حل شدن را تکرار کنید. اگر از صافی غشایی استفاده گردد، غشاء و پشت بند^۲ آن باید نسبت به حلالی که استفاده می شود بی اثر باشد.

بطور کلی، از محلول هایی استفاده کنید که در عرض ۴۸ ساعت تهیه شده باشند. با این وجود، اگر محلول در یک محل خنک و تاریک نگهداشته شود تا از تجزیه پلیمر و تبخیر حلال ممانعت بعمل آید می توان محلول را برای مدت زمان بیشتری نگهداشت.

غلظت های توصیه شده برای محلول های استانداردهای جرم مولکولی به قرار زیر می باشند:

$M_p < 5 \times 10^4$	0.4 mg.cm^{-3}
$5 \times 10^4 \leq M_p < 10^6$	0.2 mg.cm^{-3}
$10^6 \leq M_p$	0.1 mg.cm^{-3}

1- Sintered-metal filters

2- Backing

اگر از آشکارساز سنجش گرانروی استفاده شود، غلظت‌های بیشتر استاندارد جرم مولکولی در ناحیه جرم مولکولی پایین‌تر مورد نیاز است. با این وجود، باید زمان‌های شویش نمونه در غلظت‌های پایین‌تر اندازه‌گیری گردد.

۲-۷ تهیه محلول‌های نمونه

محلول‌های نمونه را با توزین دقیق 10 mg تا 250 mg از نمونه و ریختن آن در یک بالن 10 cm^3 تا 50 cm^3 تهیه کنید. حلال را اضافه کرده و در صورت لزوم، به همان روشی که برای محلول‌های استاندارد جرم مولکولی اشاره گردید (به بند ۱-۷ مراجعه کنید)، در مدت زمان 30 min ، استاندارد داخلی به آن اضافه و حل کنید. بطور کلی، نمونه‌های با جرم‌های مولکولی بیشتر از 10^5 g.mol^{-1} سرعت حل شدن پایینی دارند، با این وجود ممکن است لازم باشد حل کردن را بیشتر از 30 min ادامه دهید تا از حل شدن کامل آن اطمینان حاصل کنید. جهت ممانعت از انسداد ستون، صاف کردن محلول‌ها توصیه می‌گردد. اگر ماده جامد بر روی صافی ملاحظه کردید که نشانگر حل شدن ناقص است، مرحله حل شدن را تکرار کنید. پس از تهیه، محلول‌های نمونه را به داخل شیشه‌های کوچک نمونه انتقال داده و در دمای اتاق نگهداری کنید.

برای حل شدن کامل، نمونه باید به حد کافی حرارت داده شود. از حرارت دادن زیاد یا طولانی مدت اجتناب کنید، که ممکن است به تخریب حرارتی یا اکسایشی آن منجر شود. دما و زمان انحلال مناسب باید ترجیحاً بطور تجربی تعیین گردد. برای مثال، به جز برای نمونه‌های با جرم مولکولی بالا یا نمونه‌های با چگالی بالا، می‌توان پلی اتیلن را با حرارت دادن در دمای 140°C به مدت 1.5 ساعت در 1 ، 2 - دی کلرو بنزن حل کرد. پلی اتیلن با جرم مولکولی بیشتر از 10^6 g.mol^{-1} به سختی حل می‌شود که به دماهای بالاتر و زمان بیشتر نیاز دارد.

قبل از تزریق، محلول‌های نمونه را می‌توان بین دمای اتاق و دمای انحلال نگهداری کرد. دمای تزریق کننده باید به حد کافی بالا باشد، و زمان توقف محلول در تزریق کننده باید به حد کافی طولانی باشد تا این اطمینان حاصل گردد که نمونه به صورت محلول باقی می‌ماند و هیچ رسوبی تشکیل نمی‌شود، ولی دما نباید خیلی بالا باشد، یا زمان توقف خیلی طولانی باشد، چون تخریب نمونه صورت می‌گیرد. غلظت‌های محلول نمونه نباید از حدود زیر تجاوز کند:

$M_w < 1 \times 10^5$	510 mg.cm^{-3}
$1 \times 10^5 \leq M_w < 10^6$	210 mg.cm^{-3}
$10^6 \leq M_w$	0.15 mg.cm^{-3}

۳-۷ تهیه محلول هایی برای ارزیابی عملکرد ستون

برای تعیین تعداد بشقابک تئوری، ضریب عدم تقارن و ضریب تفکیک سری ستون ها، یک محلول 10 mg.cm^{-3} از یک ترکیب مناسب با جرم مولکولی پایین تهیه کنید.

۴-۷ تنظیم و راه اندازی دستگاه ها

مقداری از حلال مورد نیاز برای اندازه گیری SEC را در مخزن حلال ریخته و گاززدایی کنید. همه اجزاء SEC را به جز ستون ها، با حلال تازه، خوب بشویید. سری ستون ها را به سامانه متصل کنید. همه اتصالات را به منظور نشتی تحت شرایط آزمون مورد بازرسی قرار دهید. سامانه را در شرایط آزمون نگهدارید (برای مثال، نرخ جریان، حساسیت آشکارسازی و دما) تا اینکه خط پایه صاف، بدون هیچ انحراف و نوفه^۱ نمایان شود.

۵-۷ پارامترهای اجرایی

۱-۵-۷ نرخ جریان

برای دو یا سه ستون با عملکرد بالا که تقریباً به طول 30 cm و قطر 8 mm می باشند، نرخ جریان تقریبی $1 \text{ cm}^3.\text{min}^{-1}$ توصیه می شود. برای پلیمرهای با جرم مولکولی بالا و/یا پلیمرهای حساس به برش، نرخ جریان ترجیحاً باید به حدی کاهش داده شود که در زمان شویش، هیچ گسیختگی در زنجیر پلیمری اتفاق نیفتد.

۲-۵-۷ جرم های تزریق و حجم های تزریق

جرم نمونه پلیمری و حجم نمونه تزریق شده به ابعاد ستون و حساسیت آشکارساز بستگی دارد. حد مطلوب جرم نمونه تزریقی به طور تجربی مشخص شده است که تقریباً 0.1 mg.cm^{-3} ستون خالی (بدون ماده پرکننده ستون) می باشد. حداکثر جرم تزریق شده باید کمتر از 0.1 mg.cm^{-3} ستون خالی باشد. حداکثر حجم تزریق باید کمتر از $0.1 \text{ cm}^3.\text{cm}^{-3}$ ستون خالی باشد.

حجم های تزریق محلول های استاندارد های جرم مولکولی باید مشابه حجم های محلول نمونه باشد. حجم تزریق توصیه شده محلولی با ترکیب جرم مولکولی پایین با حجم محلول نمونه یکسان می باشد.

۳-۵-۷ دما، و زمان توقف در تزریق کننده

دمای دریچه یا روزنه تزریق باید مشابه با دمای ستون باشد و باید مشخص شود که زمان توقف محلول های نمونه در تزریق کننده (در صورت استفاده، نمونه بردار خودکار را هم شامل می شود) باعث تخریب و تجزیه نمونه نمی شود.

۴-۵-۷ دمای ستون

دمای ستون باید بطور عمده بر اساس انحلال پذیری نمونه، گرانی و نقطه جوش حلال و دمای محیط انتخاب گردد.

۵-۵-۷ حساسیت آشکارساز

شدت سیگنال به مقدار نمونه تزریق شده و افزایش ضریب شکست ویژه نور (d_n/d_c) برای یک آشکارساز شاخص شکست^۱ (RI) و جذب بازاء غظت واحد جرم برای یک آشکارساز UV، بستگی دارد. حساسیت آشکارساز باید ترجیحاً تنظیم گردد تا سیگنال پیک قوی برای نمونه حاصل گردد و این اطمینان حاصل شود که داده گردانی^۲ دقیق می باشد. رابطه خطی بین غلظت حل شونده و ارتفاع پیک باید با نگهداشتن حساسیت در حالت تنظیم شده حفظ گردد.

۶-۷ تعداد تعیین ها

حداقل دو سری نمونه را اجرا کنید تا تکرارپذیری موقعیت ها و شکل های پیک ها را در کروماتوگرام نشان دهید.

۸ جمع آوری و پردازش داده ها

به بند ۸ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید.

۹ بیان نتایج

به بند ۹ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید.

۱۰ دقت

۱-۱۰ کلیات

دقت این روش آزمون در سال ۱۹۹۹ در آزمون نوبتی مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱-۷۴۴۲ و استاندارد ملی ایران به شماره ۲-۷۴۴۲ تعیین شده است.

۲-۱۰ شرایط تجربی

نمونه های آزمون که شامل سه نوع پلی استایرن، یک نوع پلی پروپیلن و مواد استاندارد کالیبراسیون با توزیع جرم مولکولی باریک می باشند توسط مؤسس بین آزمایشگاه های شرکت کننده توزیع شدند. نتایج آزمون نوبتی به قرار زیر می باشند:

1- Refractive Index (RI)

2- Data handling

نمونه های پلیمر

نمونه A	پلی اتیلن (جرم مولکولی بالا، نمونه با توزیع جرم مولکولی پهن)
نمونه E	پلی اتیلن (نمونه با توزیع جرم مولکولی باریک، NIST SRM-1475)
نمونه F	پلی اتیلن (جرم مولکولی پایین، نمونه با توزیع جرم مولکولی پهن)
نمونه G	پلی اتیلن (نمونه با توزیع جرم مولکولی پهن)
کالیبراسیون	۱۴ ماده استاندارد پلی استایرن
ماده پرکننده ستون	ژل پلی استایرن
حلال	۱، ۲-دی کلروبنزن و ۱، ۲، ۴-تری کلروبنزن
دمای ستون	۱۳۵ °C یا ۱۴۰ °C
تعداد آزمایشگاه ها	۱۱

یادآوری- برای نمونه های PE حاوی اجزاء با جرم مولکولی بیشتر از 1×10^6 ، دمای ستون بالاتر از 140°C استفاده قرار گرفت.

۳-۱۰ نتایج آزمون های نوبتی

نتایج که برحسب تکرارپذیری^۱ و تجدیدپذیری^۲ بیان می شود در جدول ۱ بطور خلاصه آورده شده است. داده های خام در پیوست پ نشان داده شده است.

1- Repeatability
2- Reproducibility

جدول ۱- نتایج آزمون های نوبتی برای SEC با دمای بالای

تجدید پذیری، s_R الف		تکرار پذیری، s_r الف		متوسط مقادیر M_n و M_w الف		پلیمر
%		%				
کشور	آزمایشگاه های پلیمر	کشور	آزمایشگاه های پلیمر	کشور	آزمایشگاه های پلیمر	کشور ژاپن
۷,۲۱	۱۴,۲۲	۱,۷۲	۲,۱۹	$M_n = 145000 (6/10)$	$M_w = 574000 (9/10)$	$M_n = 130000 (5/11)^b$ $M_w = 526000 (9/11)$
۱۱,۳۵	۱۲,۹۵	۲,۱۸	۳,۰۸	$M_n = 39100 (10/10)$	$M_w = 128000 (10/10)$	$M_n = 39200 (11/11)$ $M_w = 120000 (10/11)$
۱۴,۵۵	۱۴,۵۶	۳,۲۶	۷,۱۵	$M_n = 55100 (10/10)$	$M_w = 239000 (10/10)$	$M_n = 57400 (10/11)$ $M_w = 218000 (11/11)$
۲۱,۳۳	۱۷,۴۹	۵,۸۶	۵,۷۳	$M_n = 69100 (10/10)$	$M_w = 363000 (10/10)$	$M_n = 68100 (10/11)$ $M_w = 323000 (9/11)$
۴,۵۹	۱۱,۲۴	۱,۲۹	۲,۳۴	یادآوری - نمونه A بدلیل وجود شش داده دورافتاده، انحراف استاندارد خیلی پایینی را برای M_n نشان می دهد. اگر نتایج همه ۱۱ آزمایشگاه بکار گرفته شود، مقدار s_R برابر با ۳۵/۶۱٪ را برای M_n می دهد. نمونه A بدلیل داشتن اجزایی با جرم مولکولی خیلی بالا که فراتر از بازه منحنی کالیبراسیون می باشد، نامناسب نیست.		
الف اعداد دورافتاده با روش های گروپس و کُخران ^۱ حذف شدند.						
ب مواد استاندارد کالیبراسیون پلی استایرن از کشور ژاپن تهیه گردید.						
ج مواد استاندارد کالیبراسیون پلی استایرن از آزمایشگاه های پلیمر تهیه گردید (بریتانیا).						
د اعداد داخل کروشه بیانگر (حاصلجمع اعداد دورافتاده منفی) تقسیم بر (حاصلجمع تعداد آزمایشگاه ها) می باشد.						

۱۱ گزارش آزمون

به بند ۱۱ قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید.

علاوه بر اطلاعات مورد نیاز حاصل از بند ۱۱-۲ قسمت ۱ این سری استانداردها، اطلاعات موجود بر روی تجهیزات و پارامترهای اندازه گیری، گزارش آزمون باید حاوی آگاهی های زیر باشد:

الف) دمای دریچه تزریق و زمان توقف محلول نمونه در آن؛

ب) دمایی که در آن نمونه حل شده و مدت زمان مورد نیاز برای آن.

1- Grubbs' and Cochran's method

2- United Kingdom

پیوست الف

(اطلاعاتی)

اطلاعات بیشتر در مورد کاربرد روش

روش توصیف شده در این قسمت از استاندارد ملی برای اندازه‌گیری بین دماهای 60°C و 180°C مناسب می‌باشد و فرض را بر این می‌گیرد که نمونه یک هموپلیمر خطی می‌باشد. ولی، چون یک روش نسبی می‌باشد، برای هموپلیمرهای غیرخطی از قبیل پلیمرهای شاخه دار، ستاره ای شکل، شانه ای، پلیمرهای با ساختار فضایی منظم و با ساختار فضایی نامنظم و برای سایر انواع پلیمرها از قبیل کوپلیمرهای تصادفی، دسته ای، پیوندی و هتروفاز کاربرد دارد. این روش از منومر گرفته تا جرم های مولکولی $3 \times 10^6 \text{ g.mol}^{-1}$ کاربرد دارد، ولی برای نمونه هایی که حاوی بیش از ۳۰٪ اجزاء با جرم مولکولی کمتر از 1000 g.mol^{-1} می‌باشند بکار نمی‌رود.

این روش نمی‌تواند برای مواردی که در آن حلال آب است، یعنی برای پلیمرهای محلول در آب، یا در دماهای بالاتر از 180°C ستون (یعنی برای پلی فنیلن سولفید) یا با پلیمرهایی که اثرات ثانویه قابل ملاحظه ای از قبیل جذب سطحی مولکول های پلیمر روی مواد پرکننده ستون یا دافعه بین مولکول های پلیمر و ماده پرکننده ستون نشان می‌دهند مورد استفاده قرار بگیرد.

پیوست ب
(اطلاعاتی)

اطلاعات بیشتر در مورد مواد و/ یا واکنشگرها

ب-۱ مثال هایی از حلال های مناسب

موارد زیر مثال هایی از حلال ها برای اندازه گیری های SEC در دماهای بالاتر از 60°C می باشند:

الف) ۱، ۲- دی کلروبنزن؛

ب) ۱، ۲، ۴- تری کلروبنزن؛

ج) ۱- کلرونتالن؛

د) تولوئن؛

ذ) N، N- دی متیل فرمامید

ب-۲ استانداردهای توزیع جرم مولکولی باریک

به پیوست ب قسمت ۱ این سری استانداردها مراجعه کنید.

ب-۳ افزودنی ها

موارد زیر مثال هایی از افزودنی هایی می باشند که ممکن است به عنوان آنتی اکسیدان برای اندازه گیری های SEC در دماهای بالاتر از 60°C اضافه گردند:

۲، ۶- دی - ترسیوبوتیل - ۴- متیل فنول^۱

۴- هیدروکسی متیل - ۲، ۶- دی ترسیوبوتیل فنول^۲

۱، ۱، ۳- تری (ترسیوبوتیل هیدروکسی متیل فنیل) بوتان^۳

۴، ۴، تیو- بیس (۶-ترسیوبوتیل - متا-کرزول)^۴

نمک های معدنی مثل لیتیم برمید نیز به عنوان افزودنی در SEC دمای بالا مورد استفاده قرار می گیرند که در آن N، N- دی متیل فرمامید به عنوان حلال بکار می رود.

-
- 1- 2,6-Di-tert-butyl-4-methylphenol
 - 2- 4-Hydroxymethyl-2,6-di-tert-butylphenol
 - 3- 1,1,3-Tri(tert-butylhydroxymethylphenyl) butane
 - 4- 4,4',Thio-bis-(6-tert-butyl-m-cresol)

پیوست پ
(اطلاعاتی)

اطلاعات بیشتر در مورد آزمون های نوبتی

پ-۱ داده های خام حاصل از آزمون نوبتی

جداول پ ۱ تا پ ۴ داده های خام (متوسط ها و انحراف های جرم مولکولی) حاصل از آزمون نوبتی را نشان می دهند. برای هر تعیین، نمونه سه نوبت (یعنی $n = 3$) مورد آزمایش قرار گرفت (به بند ۶-۷ مراجعه کنید).

جدول پ ۱- متوسط ها و انحراف های جرم مولکولی بدست آمده برای پلی استایرن-۱

$M_w (\times 10^{-5})$		$M_n (\times 10^{-5})$		آزمایشگاه
انحراف	متوسط	انحراف	متوسط	
نمونه A (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (کشور ژاپن)				
۰٫۲۶	۵۷٫۴	(۰٫۱۵۷)	۲٫۲۹	A
۰٫۲۱	۴۸٫۴	(۰٫۰۷۲)	۲٫۰۶	B
۰٫۲۱	۴۹٫۹	۰٫۰۰۰۱	۱٫۲۹	E
(۹٫۶۲)	۴۵٫۵	(۰٫۰۶۱۰)	۱٫۳۸	F
۲٫۷۳	۵۴٫۶	۰٫۰۰۰۷	۱٫۱۹	G
۱٫۹۵	۵۸٫۴	۰٫۰۰۰۸	۱٫۴۲	H
۲٫۲۱	۴۶٫۸	۰٫۰۰۰۸	۱٫۴۰	I
۰٫۰۸	۴۳٫۷	۰٫۰۰۰۴	(۱٫۷۵)	J
۰٫۶۴	(۱۱۴٫۹)	۰٫۰۰۸۷	(۳٫۱۷)	K
۳٫۱۸	۶۱٫۹	۰٫۰۰۰۱	۱٫۳۵	L
۰٫۹۷	۵۱٫۹	(۰٫۰۳۰۴)	۱٫۳۰	M
نمونه A (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (آزمایشگاه های پلیمر)				
۳٫۸۷	۵۲٫۲	۰٫۰۰۱۹	۱٫۵۷	A
۲٫۵۰	۵۸٫۹	۰٫۰۰۱۷	(۲٫۲۱)	B
۱۰٫۸۹	۴۷٫۵	(۰٫۰۳۸۱)	۱٫۴۰	F
۳٫۵۰	۶۲٫۰	۰٫۰۰۰۷	۱٫۲۱	G
۱٫۷۸	۷۱٫۹	۰٫۰۰۰۲	۱٫۵۵	H
۳٫۰۶	۵۴٫۰	۰٫۰۰۰۷	۱٫۴۳	I
۰٫۱۲	۵۰٫۳	۰٫۰۰۰۴	۱٫۷۴	J
۰٫۸۸	(۱۳۵٫۱)	(۰٫۰۰۹۹)	(۳٫۳۲)	K
۲٫۲۲	۶۱٫۸	۰٫۰۰۲۱	۱٫۲۴	L
۰٫۲۰	۵۸٫۱	(۰٫۰۰۸۱)	۱٫۳۰	M
یادآوری- اعداد داخل کروشه اعداد دورافتاده می باشند.				

جدول پ ۲- متوسط ها و انحراف های جرم مولکولی بدست آمده برای پلی استایرن-۲

$M_w (\times 10^{-7})$		$M_n (\times 10^{-7})$		آزمایشگاه
انحراف	متوسط	انحراف	متوسط	
نمونه E (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (کشور ژاپن)				
۰٫۰۸	۱۳٫۰	۰٫۰۰۸	۴٫۶۴	A
۰٫۰۱	۱۳٫۴	۰٫۰۱۶	۴٫۱۳	B
۰٫۰۱	۱۲٫۶	۰٫۰۰۴	۳٫۸۰	E
۰٫۰۰	۱۰٫۸	۰٫۰۳۵	۳٫۲۸	F
۰٫۰۶	۱۲٫۳	۰٫۰۲۸	۴٫۰۷	G
۰٫۰۷	۱۰٫۶	۰٫۰۸۱	۳٫۲۸	H
۰٫۰۰	۱۱٫۸	۰٫۰۰۱	۳٫۹۰	I
۰٫۰۱	۱۰٫۰	۰٫۰۰۳	۳٫۶۳	J
(۰٫۴۶)	۱۳٫۶	۰٫۰۰۲	۴٫۵۸	K
۰٫۰۱	۱۲٫۶	۰٫۰۱۰	۳٫۸۲	L
۰٫۰۲	۱۲٫۶	۰٫۰۲۰	۳٫۹۸	M
نمونه E (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (آزمایشگاه های پلیمر)				
۰٫۰۱	۱۰٫۲	۰٫۰۰۳	۳٫۱۹	A
۰٫۰۳	۱۵٫۱	۰٫۰۳۳	۴٫۳۸	B
۰٫۰۰	۱۱٫۹	۰٫۰۳۸	۳٫۴۰	F
۰٫۰۸	۱۳٫۳	۰٫۰۲۹	۴٫۱۴	G
۰٫۰۹	۱۱٫۵	۰٫۰۷۴	۳٫۴۲	H
۰٫۰۱	۱۲٫۸	۰٫۰۰۲	۳٫۹۸	I
۰٫۰۲	۱۰٫۷	۰٫۰۰۳	۳٫۶۷	J
۰٫۰۴	۱۴٫۹	۰٫۰۸۲	۴٫۶۳	K
۰٫۰۹	۱۴٫۲	۰٫۰۲۰	۴٫۱۷	L
۰٫۰۰	۱۳٫۰	۰٫۰۵۲	۴٫۰۸	M
یادآوری- مقادیر داخل پرانتزها اعداد دورافتاده می باشند.				

جدول پ ۳- متوسط ها و انحراف های جرم مولکولی بدست آمده برای پلی اتیلن (نمونه F)

$M_w (\times 10^{-3})$		$M_n (\times 10^{-3})$		آزمایشگاه
انحراف	متوسط	انحراف	متوسط	
نمونه F (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (کشور ژاپن)				
۰,۲۴۴	۲۳,۸۰	۰,۰۰۹	۷,۳۲	A
۰,۰۰۳	۲۱,۹۰	۰,۱۰۹	۵,۳۱	B
۰,۰۰۴	۲۱,۱۰	۰,۰۰۳	۵,۱۹	E
۰,۲۲۳	۱۹,۳۰	۰,۰۲۲	۵,۶۸	F
۰,۵۱۳	۲۲,۳۰	۰,۰۰۵	۵,۹۰	G
۰,۱۱۱	۲۰,۳۰	(۰,۴۴۵)	۳,۸۷	H
۰,۰۰۳	۲۰,۱۰	۰,۰۹۵	۵,۳۳	I
۰,۰۰۱	۲۱,۶۰	۰,۰۱۳	۶,۱۴	J
۰,۰۶۱	۲۵,۴۰	۰,۰۶۱	۶,۸۲	K
۰,۱۶۶	۲۲,۱۰	۰,۰۰۰	۴,۵۷	L
۰,۱۳۵	۲۱,۷۰	۰,۰۳۳	۵,۱۱	M
نمونه F (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (آزمایشگاه های پلیمر)				
۰,۱۹	۱۹,۰	۰,۰۳۳	۵,۱۷	A
۰,۲۷	۲۵,۰	۰,۳۱۲	۵,۷۷	B
۰,۲۸	۲۱,۶	۰,۰۲۴	۵,۹۰	F
۰,۶۷	۲۴,۷	۰,۰۰۵	۶,۰۵	G
۰,۱۶	۲۳,۰	۰,۳۴۷	۴,۱۷	H
۰,۰۰	۲۲,۴	۰,۱۰۵	۵,۴۵	I
۰,۰۰	۲۳,۹	۰,۰۱۵	۶,۲۵	J
۰,۳۹	۲۹,۲	۰,۵۴۶	۶,۶۲	K
۰,۱۰	۲۵,۲	۰,۱۶۳	۴,۲۴	L
۰,۵۳	۲۴,۷	۰,۰۰۶	۵,۵۲	M
یادآوری- مقادیر داخل پرانتزها اعداد دورافتاده می باشند.				

جدول پ ۴- متوسط ها و انحراف های جرم مولکولی بدست آمده برای پلی اتیلن (نمونه G)

$M_w (\times 10^{-3})$		$M_n (\times 10^{-3})$		آزمایشگاه
انحراف	متوسط	انحراف	متوسط	
نمونه G (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (کشور ژاپن)				
۰/۱۰	۳۴/۷۰	۰/۰۶۲	۹/۶۹	A
۰/۰۶۲	۳۱/۸۰	۰/۰۸۶	۶/۸۹	B
۰/۰۲	۳۲/۲۰	۰/۰۰۱	۷/۲۷	E
(۱/۴۰)	۳۲/۶۰	۰/۱۹۴	۶/۳۵	F
۰/۰۴۹	۳۲/۹۰	۰/۰۳۲	۶/۶۰	G
۰/۰۶	۳۱/۵۰	۰/۱۳۹	۴/۰۰	H
۰/۱۲	۳۰/۶۰	۰/۴۳۹	۵/۹۹	I
۰/۰۸	۳۰/۲۰	۰/۱۷۲	۸/۰۸	J
۰/۱۵	۴۱/۶۰	(۱/۲۹۹)	۱۰/۴۹	K
۰/۰۳	۳۴/۱۰	۰/۰۹۶	۶/۵۷	L
۰/۰۵	۳۲/۴۰	۰/۳۷۰	۶/۶۸	M
نمونه G (پلی اتیلن)				
کالیبراسیون: استانداردهای پلی استایرن (آزمایشگاه های پلیمر)				
۰/۰۱	۲۸/۵	۰/۱۳۹	۷/۱۸	A
۱/۴۲	۳۷/۳	۰/۰۱۲	۷/۳۶	B
۱/۶۹	۳۶/۱	۰/۲۰۳	۶/۶۴	F
۰/۶۵	۳۶/۸	۰/۰۳۶	۶/۷۷	G
۰/۱۹	۳۶/۴	۰/۱۵۶	۴/۴۶	H
۰/۱۶	۳۴/۵	۰/۴۶۷	۶/۱۵	I
۰/۱۰	۳۳/۸	۰/۱۹۴	۸/۲۶	J
۲/۰۶	۴۵/۰	۰/۱۹۱	۸/۹۶	K
۰/۷۹	۳۸/۰	۰/۰۰۷	۶/۵۵	L
۰/۱۵	۳۶/۳	۰/۱۶۱	۶/۷۴	M
یادآوری- مقادیر داخل پرانتزها اعداد دورافتاده می باشند.				

پیوست پ

کتابنامه

- [۱] استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۱: سال ۱۳۸۳، درستی (صحت و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری- قسمت اول: تعاریف و اصول کلی
- [۲] استاندارد ملی ایران شماره ۷۴۴۲-۲: سال ۱۳۸۴، درستی (صحت و دقت) روش ها و نتایج اندازه گیری- قسمت اول: روش پایه برای تعیین تکرار پذیری و تجدیدپذیری
- [3] Grubbs, F.E., and Beck, G.: Technometrics, 14, p. 847 (1972).