



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۲۳۸

چاپ اول

ISIRI

10238

1st. edition

پلاستیک‌ها - پلی‌ال‌های مورد مصرف در تولید
پلی‌یورتان - تعیین محتوای آب

Plastics – Polyols for use in the production of
polyurethane – Determination of water content

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوب غربی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹

تلفن: ۵-۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۰۸۸۸۷۰۸۰ و ۳۰۸۸۸۷۱۰۳

کرج - شهر صنعتی، میدان استاندارد، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵

تلفن: ۸-۳۱۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)

دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)

پیامنگار: standard@isiri.org.ir

وبگاه: www.isiri.org

بخش فروش: تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱) ، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)

بها: ۱۲۵۰ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN

Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: +98 (21) 88879461-5

Fax: +98 (21) 88887080, 88887103

Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163

Tel: +98 (261) 2806031-8

Fax: +98 (261) 2808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: www.isiri.org

Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787

Price: 1250 Rls.

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 بهمن‌ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با یادآوری به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون‌های فنی مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذیصلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می‌دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن یادآوری به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. مؤسسه می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1 - International Organization for Standardization
- 2 - International Electrotechnical Commission
- 3 - International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

"پلاستیک‌ها - پلی‌ال‌های مورد مصرف در تولید پلی‌یورتان - تعیین محتوای آب"

رئیس:

احمدی، زاهد
(دکتری پلیمر)

سمت و/یا نمایندگی

استادیار دانشگاه علم و صنعت ایران

دبیر:

بطی، فرید
(لیسانس شیمی محض)

کارشناس مسئول اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی کردستان

اعضا:

ابراهیم، الهام
(لیسانس شیمی)

کارشناس موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

احمدی نوره، توفیق
(دیپلم)

مدیرکنترل کیفیت شرکت جهادزمزم سندج

بذرافکن، سروه
(لیسانس مهندسی پلیمر - علوم و تکنولوژی رنگ)

کارشناس سازمان صنایع و معادن کردستان

بطی، اسعد
(فوق لیسانس علوم بهداشت و تغذیه)

مشاور کلینیک دیابت سندج

حسن زاده، شهناز
(لیسانس زیست شناسی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی کردستان

دبیرشاه اویسی، فرانک
(لیسانس شیمی)

مسوول آزمایشگاه کنترل کیفیت شرکت جهادزمزم سندج

دقیق، روناک
(فوق لیسانس مهندسی مکانیک)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی کردستان

ذوالفقاری، فرید
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس اداره کل تعاون کردستان

کریمی، شیوا
(لیسانس، مهندس عمران)

کارشناس سازمان نظام مهندسی ساختمان کردستان

یزدانی، ژیلا
(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی کردستان

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اساس روش
۳	۵ کاربرد
۳	۶ مزاحمت‌ها
۳	۷ واکنشگرها
۴	۸ وسایل لازم
۵	۹ نمونه برداری
۶	۱۰ استانداردسازی واکنشگرها
۷	۱۱ روش انجام آزمون
۸	۱۲ بیان نتایج
۸	۱۳ دقت و انحراف
۹	۱۴ گزارش آزمون
۱۰	پیوست الف (اطلاعاتی) مطالعات دقت بین آزمایشگاهی

پیش‌گفتار

استاندارد "پلاستیک‌ها- پلی‌ال‌های مورد مصرف در تولید پلی‌یورتان- تعیین محتوای آب" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط (مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران) تهیه و تدوین شده و در پانصد و سی و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۶/۱۲/۲۵ 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 می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های 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 یادآوری قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO14897: 2002, Plastics – Polyols for use in the production of polyurethane – Determination of water content

پلاستیک‌ها - پلی‌ال‌های مورد مصرف در تولید پلی‌یورتان - تعیین محتوای آب

یادآوری: افرادی که از این قسمت از این استاندارد استفاده می‌کنند باید با اصول اولیه آزمایشگاهی آشنایی داشته باشند. این استاندارد قصد ندارد به کلیه مسائل ایمنی مرتبط با کاربرد آن بپردازد. این امر بر عهده کاربر می‌باشد تا اقدامات ایمنی و بهداشتی مناسب را مد نظر قرار داده و از مطابقت آنها با شرایط قانونی کشوری اطمینان یابد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روش‌های مورد استفاده برای اندازه‌گیری مقدار آب موجود در پلی‌ال‌ها به عنوان مواد خام پلی‌یورتان است. روش A روش آمپرسنجی دستی است، تا بهتر بتوان اصول اندازه‌گیری کارل فیشر را تعریف کرد. روش‌های آمپرسنجی، برای دامنه وسیعی از پلی‌ال‌ها کاربرد دارند از جمله آنهایی که دارای رنگ کافی برای تیره کردن نقطه پایانی هستند. روش B روشی آمپرسنجی خودکار و یک روند کولومتری اتوماتیک است. روند کولومتری یک روش مطلق می‌باشد که نیازی به کالیبراسیون نداشته و از حساسیت بهتری نسبت به روشهای آمپرسنجی برخوردار است.

۲ مراجع الزامی

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

- 1- استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب-مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگی‌ها و روش‌های آزمون 2-ISO6353-1:1982, Reagents for chemical analysis-Part 1: General test method
- 3- ISO6353-2:1983, Reagents for chemical analysis-Part 2: Specifications- First series
- 4- ISO6353-3:1987, Reagents for chemical analysis-Part 3: Specifications- Second series

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

پلی‌ال^۱

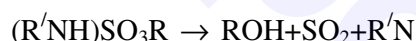
یک ترکیب آلی حاوی دو یا چند گروه هیدروکسیل^۱ مناسب برای واکنش با ایزوسیانات‌ها^۱.

پلی یورتان^۳

پلیمر^۴ تهیه شده از واکنش یک دی یا پلی ایزوسیانات آلی با ترکیبات حاوی دو یا چند گروه هیدروکسیل یادآوری: پلی اورتان‌ها می‌توانند ترموست^۵، ترموپلاست^۶، سخت یا نرم و انعطاف پذیر، سلولی^۷ یا غیر سلولی باشند.

۴ اساس روش

۱-۴ روشهای A و B مبتنی بر تیتراسیون آمپرومتری یا کولومتری با واکنشگر کارل فیشر هستند. دی اکسید گوگرد موجود در واکنشگر ابتدا با الکل واکنش می‌کند تا یک استر تشکیل شود که بوسیله باز موجود در این واکنشگر خنثی می‌شود. آنیون اسیدسولفورو آلکیل جزء واکنش کننده می‌باشد. تیتراسیون آب موجود، موجب اکسیداسیون سولفیت آلکیل به سولفات آلکیل توسط ید می‌شود که آب موجود را مصرف می‌کند. واکنش مربوطه را می‌توان طبق روابط زیر نوشت:



۲-۴ برای تعیین آب، واکنشگر کارل فیشر (محلول ید، دی اکسید گوگرد، اتیلن گلیکول مونومتیل اتر (HOCH₂CH₂OCH₃) و پیریدین یا یک پیریدین استخلافی) به محلولی با نمونه آزمون در متانول یا نوع دیگری الکل اضافه می‌شود تا همه آب موجود مصرف شود. در یک تیتراسیون آمپرومتری، این امر با یک ابزار اندازه گیری جریان دپلاریزاسیون^۸ (قطبش زدایی) یک جفت الکتروود پلاتین نشان داده می‌شود. در تیتراسیون کولومتری، واکنشگر ید از طریق الکتریکی تولید می‌شود که در نتیجه موجب عدم نیاز به استاندارد کردن واکنشگر می‌شود.

-
- 1 -Hydroxyl groups
 - 2 -Isocyanates
 - 3- Polyuretane
 - 4 -Polymer
 - 5 -Thrmoset
 - 6 -Thrmoplast
 - 7- Cellular
 - 8 -Depolarization

۵ کاربرد

این روش‌های آزمون برای کنترل کیفیت، به عنوان آزمون ویژگی برای محصولات، و برای تحقیق مناسب هستند. مقدار آب موجود در یک پلی‌ال حائز اهمیت است زیرا آب با ایزوسیانات واکنش داده و دی‌اکسیدکربن و یک آمین تشکیل می‌شود که ایزوسیانات اضافی را مصرف می‌کند. یادآوری: توصیف سیستم دستی که در زیر آمده اساساً برای اهداف مرجع بوده و در اینجا به این دلیل ذکر شده تا اصول اندازه‌گیری کارل فیشر بهتر تعریف شود. تیتراکننده‌های خودکار تجاری کارل فیشر از نوع توصیف شده در روش B استفاده وسیعی دارند. جزئیات و نمودارهای بیشتر را می‌توان در استاندارد ایزو ISO 760:1987 (تعیین مقدار آب-روش کارل فیشر) مشاهده کرد.

۶ مزاحمت‌ها

۱-۶ اکسیدها، هیدروکسیدها و ترکیبات بازی قوی با واکنشگر کارل فیشر واکنش داده و منجر به ایجاد مقدار معادل آب می‌شوند و موجب نتایج بالای نادرستی می‌شوند. بنابراین نباید از این روش برای پلی‌ال‌های خام حاوی KOH یا سایر محصولات بازی قوی استفاده شود، مگر اینکه برای آب اضافی تولید شده اصلاحاتی انجام گیرد.

۲-۶ پلی‌ال‌های بر پایه آمین ممکن است pH سیستم کارل فیشر را در دامنه‌ای تغییر داده و نتایج نادرستی را سبب شوند. با افزودن سالیسیلیک‌اسید یا بنزوئیک‌اسید در مقادیر استوکیومتری بیشتر، قبل از انجام تیتراسیون می‌توان بر این مشکل غلبه کرد. لازم است آزمایشاتی انجام شود تا مناسب بودن این روند برای نوع خاصی از پلی‌ال مشخص شود.

۷ واکنشگرها

۱-۷ خلوص واکنشگرها

در تمام آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص آزمایشگاهی استفاده شود. در صورتیکه شرط دیگری قید نشده باشد، قصد بر این است که کلیه واکنشگرها باید با مشخصات استانداردهای ISO 6353-1:1982 ، ISO 6353-2:1982 و ISO 6353-3: 1982 مطابقت داشته باشد. از سایر درجات خلوص می‌توان استفاده کرد به شرطی که ابتدا مشخص شود که واکنشگر بسیار خالص بوده و استفاده از آن باعث کاستن از صحت تعیین و محاسبه نمی‌شود.

۲-۷ خلوص آب

فقط از آب با درجه خلوص ۳ مطابق با استاندارد ملی ایران به شماره ۱۷۲۸ و سال ۱۳۸۱ استفاده کنید.

۳-۷ واکنشگرها برای روش A (تیتراسیون دستی)

۱-۳-۷ واکنشگر کارل فیشر، معادل ۲/۵ mg تا ۳/۵ mg آب بر میلی‌لیتر. واکنشگر، تثبیت شده کارل فیشر را که در بازار موجود می‌باشد (۶ mg آب بر میلی‌لیتر) با یک حجم برابر اتیلن گلیکول مونومتیل اتر بدون آب (حاوی کمتر از ۰/۱٪ آب) رقیق کنید.

یادآوری: واکنشگرهای فاقد پیریدین کارل فیشر موجود بوده و گزینه خوبی به جای واکنشگرهای قبلی هستند.

۷-۳-۲ حلال تیتراسیون (متانول بدون آب)

مقدار زیادی واکنشگر رقیق کارل فیشر برای واکنش با آب باقیمانده آن مورد نیاز است مگر اینکه متانول بسیار خشک باشد. به همین دلیل، حلال را با افزودن واکنشگر رقیق نشده کارل فیشر (۶mg آب بر میلی لیتر) به یک بطری متانول خشک تا حصول یک رنگ قهوه‌ای مایل به قرمز، خشک نمایید. سپس متانول را اضافه کنید تا محلول به رنگ زرد کم‌رنگ در آید، ۱۰۰ml حلال تهیه شده باید به ۱ml تا ۱۰ml واکنشگر رقیق کارل فیشر نیاز داشته باشد.

۷-۴-۴ واکنشگر برای روش B

۷-۴-۱ واکنشگر کارل فیشر

واکنشگرهای تجاری و سیستم‌های واکنشگر با انواع متنوعی برای استفاده با تیتراکننده‌های خودکار برای تعیین مقدار آب موجود هستند. این واکنشگرهای فاقد پیریدن موجب ثبات بیشتر و بویی ملایم‌تر از واکنشگر رایج کارل فیشر شده‌اند. واکنشگرها را می‌توان به شکل مجزا یا ترکیبی با غلظت‌های متفاوت متناسب با مقادیر مختلف آب خریداری کرد. یک واکنشگر ترکیبی شامل کلیه اجزاء مورد نیاز برای تیتراسیون کارل فیشر در یک محلول واحد می‌باشد. یک واکنشگر مجزا به معنی محلول‌های جداگانه حلال و تیتراشونده است.

۸ وسایل لازم

۸-۱ ابزار برای روش A (تیتراسیون دستی)

۸-۱-۱ مخزن تیتراسیون

مخزنی با ظرفیت تقریبی ۳۰۰ml، مانند یک بشر بلند و بی‌لبه آزمایشگاهی با یک درب محکم برای حفاظت از مخلوط واکنش در برابر رطوبت محیط. این مخزن همچنین باید دارای یک لوله ورودی نیتروژن، یک بورت با ظرفیت ۱۰ml، یک همزن (ترجیحاً مغناطیسی) و یک ورودی برای افزودن لحظه‌ای نمونه و حلال یا برداشتن الکترودها باشد. بهتر است یک لوله خلاء به داخل بطری یک لیتری برای خارج کردن محلول تیترا شده فراهم شود. نیتروژن را قبل از ورود آن به مخزن تیتراسیون از طریق یک لوله خشک‌کن حاوی سولفات کلسیم بدون آب عبور دهید.

۸-۱-۲ الکترودهای دستگاه

پلاتین با سطحی معادل بوسيله دو سیم شماره ۲۶ و طول ۴/۷۶mm. سیم‌ها باید ۳mm تا ۸mm فاصله داشته و در مخزن قرار داده شوند، بطوریکه ۷۵ ml از محلول آنها را بپوشاند.

۸-۱-۳ دستگاه شاخص دپلاریزاسیون^۱

با مقاومت داخلی کمتر از 5000Ω ، و متشکل از وسیله‌ای برای استفاده و نشان دادن ولتاژ ۲۰mv تا ۵۰mv در الکترودها که قابلیت نشان دادن جریانی برابر با $10 \mu A$ تا $20 \mu A$ بوسیله یک گالوانومتر یا یک مدار تنظیم نسبت را دارا باشد.

۸-۱-۴ مجموعه بورت

برای واکنشگر کارل فیشر شامل یک لوله مدرج با طول ۱۰ mm با درجه بندی ۰/۰۵ ml و متصل به یک مخزن واکنشگر از طریق رابط‌های شیشه‌ای یا پلی‌اتیلنی (غیر لاستیکی). انواع مختلف بورت‌های خودکار را میتوان مورد استفاده قرار داد. از آنجا که واکنشگر در تماس با هوای مرطوب مقاومت خود را از دست می‌دهد، کلیه خروجی‌ها باید در برابر رطوبت هوا از طریق لوله‌های خشک‌کن حاوی سولفات کلسیم بدون آب حفاظت شوند. تمام قسمت‌های توقف و اتصال باید با یک روغن خنثی روغن کاری شوند.

۸-۱-۵ پیت اندازه‌گیری، تقریباً ۱ ml

۸-۱-۶ سرنگ، ۱ ml و ۱۰ ml مناسب برای برداشتن و انتقال نمونه‌های مایع ویسکوز.

۸-۱-۷ ترازوی دقیق، با دقت توزین ۰/۱ mg

۸-۲ تجهیزات برای روش B (تیتراسیون خودکار)

۸-۲-۱ تیتراکننده خودکار

تیتراکننده‌های خودکار مختلفی برای تیتراسیون‌های آمپرسنجی و کولومتری موجود بوده و نتایجی برابر یا بهتر از نتایج روند دستی توصیف شده در روش A را فراهم می‌سازند. این ابزارها متشکل از یک مجموعه لوله مدرج خودکار، یک همزن یکپارچه تیتراسیون با الکترودهای مناسب و مدار مربوطه، و یک ابزار برای برداشتن محلول بعد از آنالیز می‌باشد. این سیستم‌های خودکار دارای چند مزیت هستند، آلودگی ناشی از رطوبت هوا را می‌توان بهتر کنترل کرد، کالیبراسیون ساده انجام می‌گیرد و مرحله پیش‌خنثی‌سازی خودکار است. تیتراسیون‌ها سریع انجام گرفته و مصرف واکنشگر کم می‌باشد. تیتراکننده‌های جدید بطور خودکار غلظت آب را محاسبه و نمایش داده یا چاپ می‌کنند.

۸-۲-۲ سرنگ

۱ ml و ۱۰ ml مناسب برای توزین و انتقال نمونه‌های مایع ویسکوز.

۸-۲-۲ ترازوی دقیق

با دقت توزین تا ۰/۱ mg.

۹ نمونه برداری

۹-۱ ضروری است از تغییرات در مقدار آب طی عملیات نمونه‌برداری اجتناب شود. بسیاری از پلی‌ال‌ها کاملاً جاذب رطوبت^۱ بوده و خطاهای ناشی از این منبع از اهمیت خاصی در تعیین مقادیر کم آب که معمولاً وجود دارد برخوردار است. حتی وقتی که آنالیزهایی در آزمایشگاه مجهز به تهویه هوا و بدون احتیاط لازم برای برطرف کردن رطوبت جوی انجام میشود نشان داده شده که افزایش در مقدار آب مایعات جاذب رطوبت رخ می‌دهد. بنابراین، همواره از ظروف تقریباً پر بادر ب محکم استفاده کرده و تا حد امکان از تماس نمونه با هوا هنگام انتقال نمونه به مخزن تیتراسیون جلوگیری کنید. پیشرفت‌های قابل یادآوری در صحت را می‌توان با قرار دادن کل تجهیزات تیتراسیون در یک فضای بسته (اتمِسفر) نیتروژن (یا هوای خشک) بدست آورد. در

صورت امکان از استفاده از ظروف نمونه واسط اجتناب کنید. اگر قرار است چندین آنالیز مختلف بر روی یک نمونه انجام شود، ابتدا مقدار آب را مشخص کرده و نمونه را قبل از آنالیز باز نکنید. در صورت امکان، رطوبت آزمایشگاه را در حد پایین و ترجیحاً کمتر از ۵۰٪ رطوبت نسبی حفظ کنید.

۲-۹ نمونه‌گیری معمولاً با استفاده از یک سرنگ خالی وزن شده (۸-۲-۲) انجام می‌شود. ماده به داخل یک سرنگ کشیده، توزین و از طریق دهانه مخزن تیتراسیون منتقل می‌شود. سپس سرنگ مجدداً وزن می‌شود تا جرم نمونه آزمون بدست آید.

محتوی آب برحسب درصد	اندازه قطعه آزمون
کمتر از ۰/۵	جرم حاوی تقریباً ۲۵ mg آب ^۱
بیشتر از ۰/۵	
۱- این جرم نباید بیش از ۳۰ g باشد	

جدول ۱- اندازه پیشنهادی برای آزمون در تیتراسیون دستی (روش A)

آب مورد انتظار برحسب درصد	اندازه توصیه شده قطعه آزمون (برحسب g)
کمتر از ۰/۵	۱۰ - ۵
۰/۵ تا ۱	۱
بیشتر از ۱	۰/۵
۱- برای غلظت تیتراشونده برابر با ۵ mg آب در ml	

جدول ۲- اندازه پیشنهادی برای آزمون در تیتراسیون آمپرومتری (روش B)

آب مورد انتظار برحسب درصد	اندازه توصیه شده قطعه آزمون (برحسب g)
کمتر از ۰/۱	۵
۰/۵ تا ۰/۱	۱
۰/۵ تا ۱	۰/۱

جدول ۳- اندازه پیشنهادی برای آزمون در تیتراسیون کولومتری (روش B)

یادآوری: مقادیر نشان داده شده در جداول ۲ و ۳ فقط یک رهنمود کلی هستند، طرح یک ابزار خاص ممکن است نیازمند یک اندازه متفاوت برای آزمون باشد. در خصوص اندازه‌های پیشنهادی آزمون به راهنمای تولید کننده رجوع کنید.

۱۰ استاندارد کردن واکنشگر

۱-۱۰ استاندارد کردن واکنشگر روش A (تیتراسیون دستی)

واکنشگر کارل فیشر (۷-۳-۱) را روزانه و با استفاده از روند مشابه تیتراسیون آزمون مطابق روش زیر استاندارد کنید:

مقدار ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون (۲-۳-۷) را به مخزن تیتراسیون اضافه کرده و رطوبت باقی مانده را طبق بند ۱۱ تیترا کنید. بلافاصله ۱ قطره آب از یک پیپت توزین به این حلال تیترا شده اضافه کنید. پیپت را تا $\pm 1\text{ mg}$ وزن کنید. تیتراسیون را با واکنشگر کارل فیشر طبق توصیف بند ۱۱ کامل کنید.

۲-۱۰ استاندارد کردن واکنشگر برای روش B (تیتراسیون خودکار آمپرومتری یا کولومتری)

از آنجا که تیتراکننده‌های خودکار مختلف ممکن است در روندهای استاندارد کردن متفاوت باشند، می‌توانید به راهنمای عملیات مربوطه رجوع کنید. آب یک استاندارد اولیه و بسیار عالی است. بعلاوه استانداردهای ثابت و بسته‌بندی شده برای ایجاد فاکتور تعادل F (بند ۱۰-۳ رابینید) موجود هستند.

۳-۱۰ محاسبه

ضریب تعادل F را بر حسب میلی‌گرم آب بر میلی‌لیتر واکنشگر طبق معادله زیر محاسبه کنید:

$$F=A/B$$

که در آن:

A جرم آب اضافه شده بر حسب میلی‌گرم

B حجم واکنشگر مورد نیاز کارل فیشر بر حسب میلی‌لیتر می‌باشد.

۱۱ روش انجام آزمون

۱-۱۱ روش انجام آزمون برای روش A (تیتراسیون دستی)

۱-۱-۱۱ شیر نیتروژن را طوری تنظیم کنید که نیتروژن خشک با سرعت کم (۲۰ ml تا ۵۰ ml در دقیقه) به داخل مخزن تیتراسیون وارد شود. تقریباً ۱۰۰ ml حلال تیتراسیون به داخل مخزن اضافه کرده و مطمئن شوید که الکترودها با حلال پوشیده شده‌اند. همزن را طوری تنظیم کنید تا بدون پاشیدن، مواد را به خوبی مخلوط کند. مخلوط را با واکنشگر کارل فیشر تا نقطه پایانی تیترا کنید.

۱-۱-۱۱ به این مخلوط تیتراسیون یک نمونه آزمون طبق جدول ۱ اضافه کنید. هنگام انتقال آزمون به مراقب باشید که آب از هوا و بویژه در رطوبت زیاد جذب نشود. اجازه دهید که محلول به مدت ۱ تا ۲ دقیقه مخلوط شود تا انحلال کامل گردد.

۱-۱-۱۱ محلول بدست آمده را با واکنشگر کارل فیشر تا نقطه پایانی قبلی تیترا کنید. مقدار واکنشگر مصرفی برای تیتراسیون آب در نمونه آزمون را ثبت کنید.

یادآوری: نقطه پایانی نقطه‌ای در تیتراسیون است که دو الکتروود کوچک پلاتین که بر روی آنها از پتانسیل ۲۰ mv تا ۵۰ mv استفاده شده با افزودن ۰/۰۵ میلی‌لیتر واکنشگر کارل فیشر دپلاریزه شده و منجر به تغییری در جریان $10\ \mu\text{A}$ تا $30\ \mu\text{A}$ می‌شود که برای حداقل ۳۰ ثانیه ادامه می‌یابد.

۱-۱۱ روش انجام آزمون برای روش B (تیتراسیون آمپرومتری یا کولومتری)

برای دستگاه خودکار تیتراسیون مورد استفاده به راهنمای آن رجوع کنید. در کل، بعد از خنثی کردن اولیه واکنشگر در مخزن تیتراسیون، آزمون اضافه می‌شود، ابزار در حالت تیتراسیون قرار گرفته و تیتراسیون آمپرومتری یا کولومتری بطور خودکار تا نقطه پایانی ادامه می‌یابد.

در انتخاب اندازه مناسب آزمون برای استفاده در یک دستگاه تیتراسیون خاص باید از توصیه‌های تولیدکننده تبعیت کنید. اگر هیچ راهنمایی وجود ندارد، از رهنمودهای موجود در جداول ۳ و ۲ استفاده کنید.

۱۲ بیان نتایج

محتوی آب، $W_{(H_2O)}$ موجود در نمونه را به عنوان درصدی از جرم طبق معادله زیر محاسبه کنید:

$$W_{(H_2O)} = \frac{V \times F}{10 \times m}$$

که در آن:

V حجم مورد نیاز واکنشگر کارل فیشر بر حسب ml؛

F ضریب تعادل برای واکنشگر کارل فیشر بر حسب ml واکنشگر بر mg آب؛

m جرم آزمون بر حسب g؛

۱۰ یک ضریب ثابت از g به mg و تبدیل به درصد می باشد.

۱۳ دقت و انحراف

۱-۱۳ کلیات

تلاش برای تشریح یک دقت و انحراف برای روش آمپرسنجی دستی رضایتبخش نبوده است. بنابراین داده‌های مربوط به دقت و انحراف روش A ارائه نشده است.

۲-۱۳ دقت و انحراف برای روش B

۱-۲-۱۳ دقت

از معیارهای زیر برای قضاوت در مورد قابل قبول بودن نتایج (۹۵٪ حد اعتماد) استفاده کنید. تکرارپذیری (یک آزمایش کننده): نتایج مشابه بدست آمده از یک آزمایش کننده با استفاده از تجهیزات مشابه، در روز مشابه را فقط وقتی که بسیار بیشتر از درصد نسبی مندرج در جداول ۴ برای مقدار آبی که با نمونه مورد آنالیز مغایرت دارد می توان مشکوک دانست.

مقدار آب (درصد جرمی)	روش آمپرومتری (درصد نسبی)	روش کولومتری (درصد نسبی)
۰/۰۳	۸/۲	۲/۸
۰/۴۲	۱/۶	۳/۱
۱/۶	۱/۱	۳/۱

جدول ۴- تکرارپذیری داده ها برای روش B

مقدار آب (درصد جرمی)	روش آمپرومتری (درصد نسبی)	روش کولومتری (درصد نسبی)
۰/۰۳	۱۶	۱۵/۹
۰/۴۲	۴/۴	۳/۲
۱/۶	۵	۵/۲

جدول ۵- تجدیدپذیری داده‌ها برای روش B

تجدیدپذیری (چند آزمایشگاه): نتایج، که هر یک میانگین تکرارهای انجام شده بر روی یک نمونه آزمون مشابه در آزمایشگاه‌های جداگانه هستند را وقتی می‌توان متفاوت خواند که از درصد نسبی مندرج در جدول ۵ برای مقدار آبی که تطابق بسیار زیادی با نمونه مورد آنالیز دارد بیشتر شود.

۱۳-۲-۲ انحراف

عبارت است از اختلاف بین نتایج آزمایش مورد انتظار و یک مقدار مرجع قابل قبول. انحراف این روش هنوز معین نشده است.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۴ اشاره به استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۲۳۸: سال ۱۳۸۶، پلاستیک‌ها-پلی‌ال‌های مورد مصرف در تولید پلی‌پورتان- تعیین محتوای آب؛
- ۲-۱۴ جزئیات لازم برای شناسایی کامل محصول مورد آزمون؛
- ۳-۱۴ روش تیتراسیون مورد استفاده (کولومتری اتوماتیک، آمپرومتری اتوماتیک یا آمپرومتری دستی)؛
- ۴-۱۴ نتایج آزمون؛
- ۵-۱۴ هرگونه واقعه یا جزئیاتی که در این استاندارد ذکر نشده و ممکن است بر نتایج تاثیرگذار باشد؛
- ۶-۱۴ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

مطالعات دقت درون آزمایشگاهی

عبارات دقت که در بند ۱۳ قید شده مبتنی بر یک تحقیق درون آزمایشگاهی است که در سال ۲۰۰۰ در مورد سه نمونه پلی‌ال با مقدار آب تقریباً ۰/۰۳٪، ۰/۰۴۲٪ و ۰/۰۱۶٪ انجام شده است. یک آزمایش‌کننده در هر ۹ تا ۱۲ آزمایشگاه تعیین مقادیر را انجام و آنها را در روز دوم تکرار کرده است. نمونه‌ها توسط روش‌های آمپرومتری و کولومتری آنالیز شدند. استاندارد عملی ASTM E1۸۰، برای تعیین دقت روش‌های ASTM برای آنالیز و آزمایش مواد شیمیایی صنعتی برای تعیین تخمین‌های مندرج در جدول الف-۱ مورد استفاده قرار گرفت. مقادیر در واحد درصد جرم آب قید شده‌اند.

n	R	r	S _R	S _r	میانگین نتایج	
آمپرومتری						
۱۰	۰/۰۰۴۵	۰/۰۰۲۳	۰/۰۰۱۶	۰/۰۰۰۸	۰/۰۲۸۱	مقدار آب کم
۹	۰/۰۱۸۸	۰/۰۰۶۹	۰/۰۰۶۷	۰/۰۰۲۵	۰/۴۲۵۷	مقدار آب متوسط
۱۰	۰/۰۸۲۷	۰/۰۱۷۷	۰/۰۲۹۵	۰/۰۰۶۳	۱/۶۴۵۱	مقدار آب زیاد
کولومتری						
۶	۰/۰۰۴۰	۰/۰۰۰۷	۰/۰۰۱۴	۰/۰۰۰۳	۰/۰۲۵۲	مقدار آب کم
۷	۰/۰۱۳۵	۰/۰۱۳۰	۰/۰۰۴۸	۰/۰۰۴۶	۰/۴۱۷۸	مقدار آب متوسط
۸	۰/۰۸۴۸	۰/۰۴۹۹	۰/۰۳۰۳	۰/۰۱۷۸	۱/۶۲۲۸	مقدار آب زیاد
<p>S_r انحراف معیار درون آزمایشگاهی تکرارها است؛ S_R انحراف معیار بین آزمایشگاهی میانگین‌ها است؛ r حد تکرارپذیری درون آزمایشگاهی می‌باشد (S_r ۲/۸ = X)؛ R حد تولیدپذیری بین آزمایشگاهی است (S_R ۲/۸ = X)؛ n تعداد آزمایشگاه‌هایی که داده‌ها برای این نمونه ارائه داده‌اند؛</p>						

itechpolymer.com

ICS: 83.080

صفحه : ۱۰
