



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۷۲۲

چاپ اول

ISIRI
10722
1st.edition

لاستیک ها و پلاستیک ها - بسپارهای
پراکنش شده و لاتکس های لاستیکی -
تعیین pH

**Rubber and plastics – Polymer dispersions
and rubber lattices – Determination of pH**

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹
تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱
دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰
کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۳۱۵۸۵-۱۶۳
تلفن: ۸-۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)
دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)
پیام نگار: standard@isiri.org.ir
وبگاه: www.isiri.org
بخش فروش، تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱) ، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)
بها: ۱۷۵۰ 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: 1750 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 بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بینالمللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه 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 سا زمانها 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) وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد 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 آنها 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 مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

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

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

"لاستیک هاوپلاستیک ها-بسپارهای پراکنش شده ولاتکس های لاستیکی-تعیین pH"

رئیس:

محمدی زاده، محمدرضا
(دکترای شیمی آلی)

دبیر:

موافق دهدشتی ، ایمان
(لیسانس شیمی محض)

سمت و/ یا نمایندگی

مدیر امور پژوهشی دانشگاه خلیج فارس

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

امیرزاده ، محمد حسن
(لیسانس شیمی)

کارشناس گروه صنعتی پلیمر بوشهر

برسان ، حمیده
(لیسانس مهندس شیمی-پلیمر)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

بهره مند ، محمدرحیم
(فوق لیسانس مهندسی خاک شناسی)

کارشناس مسؤول ومعاون اداره کل استاندارد
و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

خلیفه حقیقی ، خدیجه
(لیسانس شیمی محض)

کارشناس آزمایشگاه همکار نیروگستر لیان

دشتی زاده ، عبدالرضا
(لیسانس شیمی)

معاون آزمایشگاه مرکزی پتروشیمی خارگ

دلشب، حسین
(فوق لیسانس محیط زیست)

معاون فنی سازمان محیط زیست استان
بوشهر

عزیزی ، علی
(لیسانس مهندسی کشاورزی-صنایع غذایی)

رئیس اداره امور آزمایشگاههای اداره کل
استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

محتشم ، امیرحسین
(لیسانس مدیریت صنعتی)

مدیرکل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان
بوشهر

مسؤول کنترل کیفیت واحد تولیدی افق
نیلگون جنوب

مصلح، ساره
(فوق لیسانس شیمی)

رئیس اداره اجرای استاندارد اداره کل
استانداردو تحقیقات صنعتی استان بوشهر

مواجی، فریده
(لیسانس مهندسی کشاورزی)

نماینده انجمن مهندسی شیمی ایران-شعبه
بوشهر

موافق دهدشتی، احسان
(لیسانس مهندسی شیمی-صنایع گاز)

کارشناس واحد برنامه ریزی سازمان صنایع
ومعادن استان بوشهر

نامدازادگان، مهدی
(فوق لیسانس مهندس صنایع)

کارشناس سازمان بازرگانی استان بوشهر

وزانی، ایوب
(لیسانس مهندسی شیمی-صنایع گاز)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د و ه	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۳	۳ اصطلاحات و تعاریف
۵	۴ روش های آزمون
۵	۱-۴ نمونه برداری
۵	۲-۴ مواد لازم و واکنشگرها
۶	۳-۴ الکترولیت مرجع
۶	۴-۴ وسایل لازم
۷	۵-۴ روش انجام آزمون
۱۳	۵ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد "لاستیک هاوپلاستیک ها-بسپارهای پراکنش شده و لاتکس های لاستیکی -تعیین pH" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط تهیه و تدوین شده و در پانصدوسی امین 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 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.

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

- ۱- استاندارد ملی ایران شماره ۴۸۶۷: سال ۱۳۷۷، الکترودهای مرجع و شیشه ای برای اندازه گیری pH.
- ۲- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۴۴۲: سال ۱۳۸۳ ، درستی (صحت و دقت) روشها و نتایج اندازه گیری - قسمت اول: تعاریف و اصول کلی.

3-ISO 976:1996,Rubber and plastics – Polymer dispersions and rubber latices-Determination of pH

لاستیک هاوپلاستیک ها-بسپارهای پراکنش شده و لاتکس های لاستیکی -تعیین pH

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین و ارائه روشی برای تعیین pH بسپارهای پراکنش شده و لاتیک های لاستیکی (اعم از طبیعی و مصنوعی) توسط یک pH متر مجهز به الکتروشیشه ادغام شده با الکتروود مرجع نقره، می باشد.

این استاندارد، هم چنین برای لاتکس پیش ولکانیزه و مخلوط هایی شامل بسپارهای پراکنش شده یا لاستیک های خام برای مثال چسب ها، نیز کاربرد دارد.

یادآوری ۱- دقت این روش در مقادیر pH بالای ۱۱، کاهش می یابد.

یادآوری ۲- یکی از مزیت های عمده این روش، استفاده از یک الکتروود ادغام شده به نسبت تک الکتروود های مورد استفاده در روش های دیگر است. الکتروود ادغام شده بهتر از آن ها ست، زیرا تک الکتروود ها مستعد انسداد و گرفتگی محل اتصال الکتروود با رسوبات و ته نشین های لاتکس هستند، و بدین سان تکرارپذیری آن ها کاهش می یابد. با این وجود دو الکتروود های گونه قدیمی قادر به ارائه نتایج دقیق می باشد، ولیکن آن ها باید به طور فزاینده ای، به خاطر مشکل تمیز کردن و تکرارپذیری، جایگزین شوند.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران با آن 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 باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظراین استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸:سال ۱۳۴۹، ویژگی ها و روش های آزمون آب برای مصارف

آزمایشگاهی

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۵۹۸: سال ۱۳۷۸، لاتکس تغلیظ شده لاستیک طبیعی-روش نمونه برداری-

تجدیدنظر اول .

2-3 ISO 123:2001,Rubber latex-Sampling.

2-4ISO 15528:2000,paints, varnishes and raw materials for paints and varnishes-Sampling .

2-5 ISO3696:1987,Water for laboratory use-Spesifications and methods for test.

2-6 ISO/TR 9272,Rubber and rubber products-Determination of precision for test method standards.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۳

pH متر

دستگاهی با امپدانس ورودی بالا است، که به کمک آن می توان مقدار pH یک محلول یا اختلاف پتانسیل بین الکترود های غوطه وردر محلول را اندازه گیری کرد.

[استاندارد ملی ایران شماره ۴۸۶۷:سال ۱۳۷۷]

۲-۳

الکترود ادغام شده pH

الکترودی است، که در آن یک الکترود شیشه ای pH با یک سیستم الکترود مرجع خارجی همراه با اتصال مایع، به صورت یکپارچه درآمده است. در ساختار الکترودهای ادغام شده متداول الکترود مرجع با الکترود شیشه ای هم مرکز بوده و خارج از ساقه آن قرار دارد، بنابراین، نیازی به زره الکتریکی اضافی نیست.

[استاندارد ملی ایران شماره ۴۸۶۷:سال ۱۳۷۷]

۳-۳

نقطه صفر

مقدار pH محلولی است، که در آن الکترود pH با یک الکترود مرجع خارجی مشخص اختلاف پتانسیل صفر را می دهد.

[استاندارد ملی ایران شماره ۴۸۶۷:سال ۱۳۷۷]

محلول پرکننده داخلی (یک الکتروود شیشه ای pH)

محلول الکتروولیت آبی (که ممکن است به صورت ژل باشد) محتوی غلظت ثابتی از یون هیدروژن و غلظت ثابتی از یونی است، که الکتروود مرجع داخلی با آن در تبادل است، مانند: یون کلر در مورد الکتروود های نقره- کلرید نقره.

[استاندارد ملی ایران شماره ۴۸۶۷: سال ۱۳۷۷]

الکتروود مرجع

یک سیستم الکتروود خارجی است، که شامل محلول پرکننده و اجزایی مانند توپی سرامیکی یا متخلخل برای تشکیل اتصال مایع، می باشد. این سیستم الکتروود مرجع معمولا دارای عنصر داخلی جیوه / کالومل یا نقره/کلرید نقره در تماس با محلول غلیظ کلرید پتاسیم (KCl) به عنوان محلول پر کننده، می باشد.

[استاندارد ملی ایران شماره ۴۸۶۷: سال ۱۳۷۷]

۴ روش های آزمون**۴-۱ نمونه برداری**

نمونه برداری لاتکس لاستیک خام یا بسپارهای پراکنش شده را طبق استاندارد ملی ایران شماره ۵۹۸ انجام دهید.

۴-۲ مواد لازم

از محلول های بافر تجاری موجود با درجه تجزیه ای و pH معلوم، استفاده کنید یا در غیاب محلول های بافر تجاری، محلول های مورد نیاز طبق بندهای (۴-۲-۱، ۴-۲-۲، ۴-۲-۳) را تنها با استفاده از واکنشگرهایی با

درجه تجزیه ای معلوم و آب مقطر عاری از دی اکسید کربن یا آب با خلوص مشابه (شرح داده شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸)، تهیه کنید.

۴-۲-۱- محلول بافر با pH اسمی ۷

۳/۴۰ گرم از پتاسیم دی هیدروژن فسفات (KH_2PO_4) و ۳/۵۵ گرم از دی سدیم هیدروژن فسفات (Na_2HPO_4) را در آب، حل کنید و در یک فلاسک حجمی آن را به 1000 cm^3 ، برسانید. pH این محلول در دمای 23°C معادل ۶/۸۷ است. محلول را در یک ظرف شیشه ای یا پلی اتیلنی مقاوم در برابر مواد شیمیایی، نگه دارید.

۴-۲-۲- محلول بافر با pH اسمی ۴

۱۰/۲۱ گرم از پتاسیم هیدروژن فتالات ($\text{KOOC.C}_6\text{H}_4.\text{COOH}$) را در آب، حل کنید و آن را در یک فلاسک به حجم به 1000 cm^3 ، برسانید. pH این محلول در دمای 23°C معادل ۴/۰۰ است. محلول را در یک ظرف شیشه ای یا پلی اتیلنی مقاوم در برابر مواد شیمیایی، نگه دارید.

۴-۲-۳- محلول با فر با pH اسمی ۹

۳/۸۱۴ گرم از سدیم تترابورات ۱۰آبه ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7.10\text{H}_2\text{O}$) در آب، حل کرده و آن را در یک فلاسک حجمی به 1000 cm^3 ، برسانید. این محلول تازه تهیه شده، در دمای 23°C برابر با ۹/۲۰ است. محلول را در یک ظرف شیشه ای یا پلی اتیلنی مقاوم در برابر مواد شیمیایی، نگه دارید و با یک تله^۱ آهکی جاذب کربن دی اکسید آن را محافظت کنید. محلول را پس از مدت یک ماه، تعویض کنید.

یادآوری - محلول های با فر قلیایی به خاطر توانایی جذب کربن دی اکسید، ناپایدارند. هنگامی که یک بافر قلیایی برای کالیبراسیون، مورد استفاده قرار می گیرد، دقت آن می تواند با استفاده از یک محلول با فر با pH معادل ۴، صحت گذاری شود.

۴-۳- الکتروولیت مرجع

محلول پتاسیم کلرید 3 mol/l اشباع شده با کلرید نقره.

۴-۴ وسایل لازم

علاوه بر تجهیزات آزمایشگاهی متداول ، وسایل زیر مورد نیاز است:

۴-۴-۱ pH متر، با یک مقاومت ظاهری (امپدانس) ورودی حداقل $10^{12} \Omega$ ، قدرت تفکیک 0.01 یکاهای pH و مجهز شده به تصحیح کننده تغییرات دما .

۴-۴-۲ الکتروادغام شده، که در آن الکتروادغام شیشه به طور هم مرکز توسط یک الکتروادغام مرجع نقره، احاطه شده است. الکتروادغام مرجع طبق بند (۳-۴) در تماس الکتریکی با نمونه آزمون توسط یک دیافراگم از لحاظ شیمیایی خنثی ، نگه داری می شود. این دیافراگم می تواند یک آستر قابل ارتجاع ساخته شده از پلی تترافلوئوواتیلن یا شیشه باشد که البته این همراه الکتروادغام، توسط سازنده تأمین می شود. نمونه یک الکتروادغام شده در شکل ۱ ، نشان داده شده است. مطابق توصیه سازنده ، الکتروادغام شیشه ای مورد استفاده باید در گستره تغییرات pH مورد نظر، مناسب باشد. (۰ تا ۱۴ در قالب لاتکس های پلی کلروپرن)

یادآوری: تماس الکتریکی بین الکتروادغام و آزمون از طریق لایه نازک الکتروادغام، بین الکتروادغام و آستر ، برقرار می شود.

یادآوری : الکتروادغام باید در گستره pH معادل صفر تا بروز خطای قلیایی ، خطی عمل کند. که این بروز خطا به غلظت یون سدیم، بستگی دارد که تا pH معادل ۱۱، ظاهر نمی شود.

۴-۴-۲ هم زن مغناطیسی و مگنت

۴-۴-۳ نگه دارنده الکتروادغام

۴-۴-۵ روش انجام آزمون

برای کاهش اثرات شوک گرمایی و الکتریکی، اطمینان حاصل کنید، که دمای نمونه های آزمون، الکتروود، آب یون زداشده یا آب مقطر و محلول های با فر تا حد ممکن به همدیگر نزدیک باشد. دمای نمونه های آزمون و محلول های بافر، نباید بیشتر از ۱ درجه سلسیوس، باهم تفاوت داشته باشند. دمای اندازه گیری باید $23 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$ باشد (در مناطق گرمسیری $27 \pm 3 \text{ } ^\circ\text{C}$).

یادآوری - تغییرات pH در گستره دمایی $20 \text{ } ^\circ\text{C}$ تا $30 \text{ } ^\circ\text{C}$ ، قابل چشم پوشی است. به علاوه تصحیح کننده دما باید در دمای محیط، تنظیم گردد.

۴-۵-۱ نگهداری الکتروود

الکتروود ادغام شده طبق بند (۴-۴-۲)، باید طبق راهنمایی های سازنده نگه داری شود، هم چنین نکات زیر باید مورد توجه قرار گیرد:

۴-۵-۱-۱ الکتروود را مجدداً با الکتروولیت مرجع طبق بند (۴-۳)، پر کنید .
آستر روی دیافراگم را به آرامی کنار بزنید و رسوبات لاتکس را تمیز کنید. و صبر کنید یک قطره از الکتروولیت روی دیافراگم ظاهر شود و سپس آستر را در جای خود قرار دهید .
پیش از کالیبراسیون و اندازه گیری، سرپوش را از حفره پرسازی بردارید تا الکتروولیت مرجع به فشار اتمسفر برسد.

۴-۵-۱-۲ هنگامی که الکتروود مورد استفاده قرار نمی گیرد، آن را از محل اتصال در مایع الکتروولیت نگه دارید.

۴-۵-۲ کالیبراسیون pH متر

۴-۵-۲-۱ pH متر را روشن کنید طبق بند (۴-۳-۱) و صبر کنید جریان الکتریکی، پایدار گردد. pH متر را براساس دستورالعمل سازنده، کالیبره نمایید. چنانچه دستورالعمل وجود نداشت، براساس مفاد زیر عمل نمایید.

۴-۲-۵-۲ دو محلول با فر تجاری (به بند ۴-۲ مراجعه کنید)، اولی با pH اسمی ۷ (برای مثال: نزدیک به نقطه صفر الکتروود) و دیگری حدود ۳ یکای pH بالاتر یا پائین تراز اولی (با در نظر گرفتن pH آزمونه)، انتخاب کنید. در مواقعی که محلول های با فر تجاری در دسترس نیستند از محلول های با فر آماده شده مناسب، استفاده نمایند طبق بند های (۴-۲-۱، ۴-۲-۲ و ۴-۲-۳).

۴-۲-۵-۳ صبر کنید تا دمای محلول های بافر، نمونه آزمون و الکتروود، در دمای معینی به تعادل برسند. (ابتدای این بند را ملاحظه کنید). دما را ثبت کرده و با توجه به آن، تصحیح کننده دما را تنظیم کنید.

۴-۲-۵-۴ ابتدا الکتروود را با آب مقطر یا آب یون زدا شده (طبق بند ۳) و سپس با محلول بافر با pH اسمی ۷، بشویید به نحوی که تا مایع در طول الکتروود، جاری شود.

۴-۲-۵-۵ ابتدا حجم کافی از محلول با فر معادل ۷ را درون ظرف شیشه ای یا پلاستیکی تمیز و خشک بریزید و الکتروود را در آن قرار دهید، به نحوی که، سطح الکتروولیت مرجع درون الکتروود تقریباً ۵ cm بالاتر از سطح محلول بافر باشد (برای جلوگیری از آلودگی الکتروود) با ملایمت تکان دهید و صبر کنید تا pH متر عدد ثابتی را نشان دهد. pH متر را با استفاده از کنترل تنظیم کننده نقطه صفر، تنظیم کنید. در این حالت، pH ثبت شده با pH محلول بافر متناظر است. الکتروود را بیرون آورده و محلول بافر را دور بریزید.

۴-۲-۴-۶ مراحل شرح داده شده در بندهای (۴-۲-۵-۴ و ۴-۲-۵-۵) با محلول های بافر با pH معادل ۹ یا ۴، تکرار کنید.

یادآوری - محلول های بافر تجاری با گستره pH ۹ تا ۱۱ نیز ممکن است استفاده شود، در صورت در دسترس بودن، می تواند به جای محلول آماده با pH معادل ۹ به کار رود طبق بند (۴-۱-۳).

۴-۲-۴-۷ الکتروود را در یک مقدار از محلول با فر انتخاب شده همان طور که، در بند ۴-۲-۵ شرح داده شده، قرار دهید. صبر کنید تا pH متر عدد ثابتی را نشان دهد و سپس با استفاده از کنترل تنظیم کننده گرادیان و بدون لمس کنترل نقطه صفر، pH را تنظیم کنید.

اطمینان حاصل کنید که، گرادیان الکتروود در گستره $mV/pH\text{-unit}$ ۵۵/۶- تا ۶۱/۵، باشد. برای مثال: بین ۹۵٪ و ۱۰۳٪ از مقدار تئوری (در دمای $23^{\circ}C$ $mV/pH\text{-unit}$ ۵۸/۵-)

اگر الکتروود از این گستره خارج باشد، روش نگه داری تعیین شده در بند ۴-۵-۱ را، انجام دهید. محلول بافر استفاده شده را دور بریزید.

۴-۴-۳ اندازه گیری pH آزمون

۴-۴-۳-۱ آزمون را هم زده و مخلوط کنید تا اطمینان حاصل شود، که همگن است.

۴-۴-۳-۲ ابتدا الکتروود و ظرف اندازه گیری را به وسیله آب مقطر یا آب یون زداشده بشوئید، سپس مقدار کافی از نمونه مورد آزمون را به یک ظرف تمیز و خشک اضافی، منتقل کنید و الکتروود را در آن همان طور که در بند ۴-۵-۲-۴ شرح داده شد، قرارداده و به آرامی تکان دهید. صبر کنید تا pH متر عدد ثابتی را نشان دهد و سپس pH را ثبت کنید.

الکتروود را توسط آب مقطر با آب یون زدا شده بشوئید تا لاتکس پیش از خشک کردن، جدا شود.

۴-۴-۳-۳ عملیات مشخص شده در بند ۴-۵-۳-۲ را با یک قسمت تازه از نمونه آزمون، تکرار کنید.

- اگر قرائت جدید نسبت به اولی بیشتر از ۰/۱ یکای pH تفاوت نداشت، اندازه گیری کامل است.

- اگر دو قرائت بیشتر از ۰/۱ یکای pH اختلاف داشتند، اندازه گیری رادو بار دیگر تکرار کنید، به هر حال ابتدا همه بررسی های لازم را برای تشخیص منبع خطا، انجام دهید.

اگر یک سری از اندازه گیری های متوالی انجام می دهید، pH متر را مطابق با بند ۴-۵-۲ در فواصل تکرارهای ۳۰ دقیقه ای یا طولانی تر، مجدداً کالیبره کنید، که این البته وابسته به اختلاف پیدا شده در هر بررسی متوالی است.

۴-۵-۴ دقت روش آزمون

۴-۵-۴-۱ دقت این روش طبق ISO/TR 9272 تعیین شده است. برای اصطلاحات علمی و توضیح مفاهیم آماری به این مدرک، مراجعه کنید.

یادآوری- برای درک جزئیات روش پایه تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری به استاندارد ملی ایران شماره ۲-۷۴۴۲، مراجعه کنید.

۴-۵-۴-۲ جزئیات این بیان دقت، تخمینی از دقت این روش آزمون با مواد مورد استفاده در برنامه درون آزمایشگاهی (به شرح زیر)، را ارائه می دهد. توصیه نمی گردد از پارامترهای دقت، برای انطباق یا عدم انطباق آزمون مواد، استفاده شود، به جز در صورتی که مستنداتی مبنی بر کاربرد آن ها برای مواد والزامات خاص آزمون موجود باشد.

۴-۵-۴-۳ نتایج دقت در جدول ۱ مذکور است. دقت برای مقادیر ارائه شده با تکرارپذیری r و قابلیت تجدید R ، با سطح اطمینان ۹۵٪، بیان شده است.

۴-۵-۴-۴ نتایج موجود در جدول شماره ۱ مقادیر میانگین حسابی هستند. این نتایج، با استفاده از یک برنامه آزمون درون آزمایشگاهی (ITP) که در سال ۲۰۰۱ انجام شده است، تخمینی از دقت این روش آزمون را، ارایه می دهند. در این برنامه سیزده آزمایشگاه، مجموعه آزمون سه گانه تجزیه ای را روی دو نمونه الف و ب متشکل از لاتکس با ترکیب بالای آمونیاک، انجام دادند. توده (نمونه کلی) لاتکس ابتدا پهن گردید و سپس توسط مخلوط سازی کامل، همگن گردید، و به عنوان یک نمونه فرعی در بطری های یک لیتری بر چسب گذاری شده الف وب، نگه داری شد. به این گونه، الزامات نمونه های الف وب، یکسان و به همان نحوی بودند که در محاسبات آماری رفتار می کردند. هر آزمایشگاه شرکت کننده، الزامات می بایست آزمون کاربردی این دو نمونه را در زمان های مشابه با دیگر آزمایشگاه های شرکت کننده در برنامه آزمون درون آزمایشگاهی (ITP)، انجام دهد.

یادآوری - برای یک روش اندازه گیری استاندارد، تکرارپذیری برای تمام آزمایشگاه هایی که روش اجرایی استاندارد به کار می برند، تقریباً یکسان است. بنابراین، استفاده از میانگین انحراف معیار تکرارپذیری مشترک برای هر یک از آزمایشگاه ها مجاز خواهد بود با این وجود، هر آزمایشگاه می تواند با انجام یک سری اندازه گیری تحت شرایط تکرارپذیری به برآورد انحراف معیار تکرارپذیری خود برای همان روش اندازه گیری رسیده و آن را با مقدار میانگین بین آزمایشگاه ها، مقایسه کند. جزئیات این روش اجرایی در قسمت ششم این استاندارد شرح شده است.

۴-۵-۴-۵ نمونه دقت تعیین شده در جدول شماره ۱، براساس روش نمونه برداری نمونه های لاتکس در برنامه آزمون درون آزمایشگاهی (ITP)، بنا شده است.

۴-۵-۴-۶ دقت

نزدیکی توافق بین نتایج حاصل از آزمون های مستقل تحت شرایط قراردادی.

۴-۵-۴-۶ تکرارپذیری

تکرارپذیری r (در یکاهای اندازه گیری) در این روش آزمون به عنوان مقدار متناسب جدول بندی در جدول ۱، آمده است. دو نتیجه آزمون، هر دو در یک آزمایشگاه (درون آزمایشگاهی) تحت شرایط معمولی آزمون به

دست آمده است، در صورتی که مقدار آن ها از مقدار t جدول بندی شده در جدول ۱، بیشتر باشد در نظر گرفته شده است که از جامعه نمونه های مختلف (غیر یکسان) آمده اند.

۴-۵-۴-۷ شرایط تکرار پذیری

شرایطی است که، در آن نتایج آزمون با یک روش روی نمونه های آزمون یکسان در یک آزمایشگاه توسط یک کاربر و با استفاده از تجهیزات یکسان در فواصل زمانی کوتاه، به دست می آید.

۴-۵-۴-۸ حد تکرار پذیری

مقداری است که، انتظار می رود اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون به دست آمده تحت شرایط تکرار پذیری با احتمال ۹۵ درصد کم تر یا برابر آن، باشد.

۴-۵-۴-۸ تجدید پذیری

تجدید پذیری R (در یکاهای اندازه گیری) در این روش آزمون به عنوان مقدار متناسب جدول بندی در جدول ۱، آمده است. دو نتیجه آزمون هر کدام در یک آزمایشگاه (بین آزمایشگاهی) تحت شرایط معمولی آزمون به دست آمده است. در صورتی که مقدار آن ها از مقدار R جدول بندی شده در جدول ۱، بیشتر باشد در نظر گرفته شده است که از جامعه نمونه های مختلف (غیر یکسان) آمده اند.

۴-۵-۴-۹ شرایط تجدید پذیری

شرایطی است که، در آن نتایج آزمون با یک روش روی نمونه های آزمون یکسان در آزمایشگاه های مختلف توسط کاربران مختلف و با استفاده از تجهیزات مختلف، به دست می آید.

۴-۵-۴-۱۰ حد تجدید پذیری

مقداری است که، انتظار می رود اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون به دست آمده تحت شرایط تجدید پذیری با احتمال ۹۵ درصد کم تر یا برابر آن، باشد.

یادآوری ۱- معمولاً اندازه دقت بر حسب عدم دقت، بیان می گردد و بر حسب انحراف معیار نتایج آزمون محاسبه می شود. دقت پایین تر ناشی از انحراف معیار بالاتر است.

یادآوری ۲- "نتایج آزمون مستقل" نتایجی است که، تحت تاثیر هیچ یک از نتایج آزمون قبلی که روی همان نمونه آزمون یا مشابه آن انجام شده است، قرار نمی گیرد. اندازه‌های کمی دقت وابستگی شدیدی به شرایط تصریح شده دارند. شرایط تکرارپذیری و تجدیدپذیری، دو حد نهایی دقت هستند.

یادآوری ۳- حد تکرارپذیری و حد تجدیدپذیری همان گونه که در بالا تعریف شده است. حداقل مقداری است که اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون با احتمال ۹۵ درصد کم تر یا برابر آن، است.

۴-۵-۴-۸ اربیی^۱

در اصطلاحات فنی و علمی روش آزمون، اربیی را تفاوت بین مقدارمعدل یک آزمون و مقدار خواص مرجع آن آزمون، تعریف می کنند. مقادیر مرجع برای این روش آزمون تازمانی که ، منحصرأ توسط روش آزمون تعریف نشده باشد، وجود ندارد. بنابراین، برای این بخش از روش آزمون نمی توان اربیی را تعیین کرد.

جدول ۱- تخمین دقت تعیین pH

میانگین	درون آزمایشگاهی		بین آزمایشگاهی	
	S_r	r	S_R	R
۱۰/۵۶	۰/۰۲۱	۰/۰۶	۰/۱۷۴	۰/۴۹
$r = 2/83 \times S_r$ که r تکرارپذیری (در یکاهای اندازه گیری) و S_r انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی است. $R = 2/83 \times S_R$ که R تجدیدپذیری (در یکاهای اندازه گیری) و S_R انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی است.				

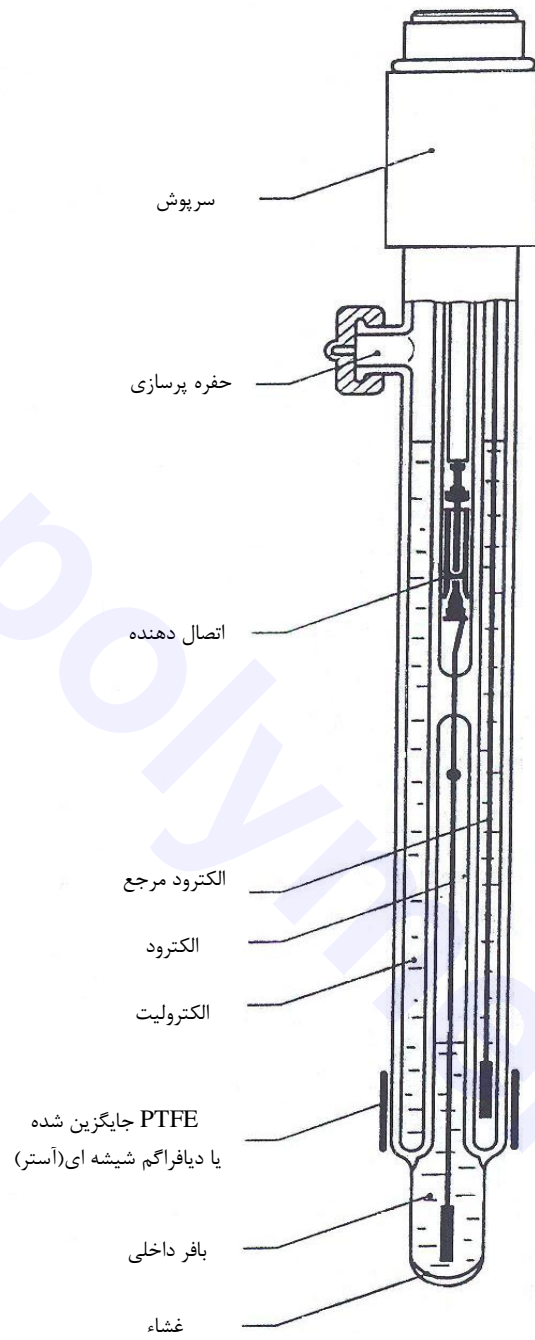
۴-۵-۵ بیان نتایج

متوسط دو قرائت مطابق را محاسبه کرده و آن را تا دورقم اعشاراز یکای pH ، گرد کنید. نتایج را در یکاهای pH تحت دمای °C ۲۳، بیان کنید. البته اگر اندازه گیری در این دما انجام شده باشد. در غیراین صورت دمای زمان محاسبات را مشخص کنید.

۵ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

- ۱-۵ روش آزمون طبق شماره این استاندارد ملی ایران .
- ۲-۵ اطلاعات کافی برای شناسایی نمونه.
- ۳-۵ pH لاتکس لاستیکی یا بسپارهای پراکنش شده با دقت ۰/۰۱ یکای pH و دمای زمان اندازه گیری .
- ۴-۵ هر خصوصیت اصلی قابل ملاحظه در طول آزمون.
- ۵-۵ هر انحرافی از روش های معین شده در این استاندارد ملی ایران یا استانداردهای ملی ایران و بین المللی که به آن رجوع می شود.
- ۶-۵ تاریخ ومکان انجام آزمون.



شکل ۱- الکتروود ادغام شده

itechpolymer.com

ICS: 83.100

14: 4226
