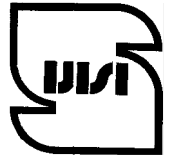




جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰۷۷۵

تجدید نظر اول

فروردین ۱۳۹۲

INSO
10775
1st.Revision
Apr.2013

پلاستیک ها - مواد پلی یورتان - اندازه گیری
مقدار ایزو سیانات - روش آزمون

Plastics - Polyurethane raw materials -
Determination of isocyanate content - Test
method

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 مؤسسه 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 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 میدهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد^۱ (ISO)، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک^۲ (IEC) و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی^۳ (OIML) است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی^۵ (CAC) 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 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 سازمانها 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، 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 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 سازمان است.

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

"پلاستیک ها - مواد پلی یورتان - اندازه گیری مقدار ایزو سیانات"

رئیس:

قایدی، مهراورنگ
(دکترای شیمی)

دانشکده علوم پایه دانشگاه یاسوج

سمت و/یا نمایندگی

دبیر:

موسویان، سید ابوالفضل
(لیسانس شیمی کاربردی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفباء)

امیری، اسلام
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت گاز استان کهگیلویه و بویراحمد

پایدار، اکرم
(لیسانس شیمی)

دانشگاه علوم پزشکی و خدمات بهداشتی درمانی یاسوج

حقدوست، سپهدار
(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

رمضانیان، ساعد
(لیسانس میکروبیولوژی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

زمانی، نوید
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

شکرالهی، اردشیر
(دکترای شیمی)

دانشکده علوم پایه دانشگاه یاسوج

علیزاده، سجاد
(لیسانس مهندسی عمران)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

اعضاء (ادامه)

سمت و/یا نمایندگی

قرائتی، شیروان
(دکترای فیزیک)

دانشکده علوم پایه دانشگاه یاسوج

کریمی، هجیر
(دکترای مهندسی شیمی)

دانشکده علوم پایه دانشگاه یاسوج

مدحتی، لیلا
(لیسانس مهندسی کشاورزی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

نعمتی موردراز، پیمان
(فوق لیسانس مرمت اشیاء تاریخی)

دانشگاه پیام نور یاسوج

هاشمی، حامد
(لیسانس میکروبیولوژی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

یزدان پناه، زهرا
(لیسانس شیمی محض)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان کهگیلویه و بویراحمد

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
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ کاربرد
۴	۶ مزاحمت ها
۴	۷ نمونه برداری
۴	۸ شرایط آزمون
۴	۹ مواد و/ یا واکنش گرها
۶	۱۰ وسایل
۶	۱۱ روش الف- تولوئن/ دی بوتیل آمین با محلول آبی هیدروکلریک اسید
۱۱	۱۲ روش ب - تولوئن / TCB / DBA با متانولیک هیدروکلریک اسید

پیش‌گفتار

استاندارد "پلاستیک‌ها - مواد پلی‌یورتان - اندازه‌گیری مقدار ایزو سیانات - روش آزمون" نخستین بار در سال ۱۳۸۷ تدوین گردید. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی و تایید کمیسیون‌های مربوط برای نخستین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در نهمین و پنجاه و هشتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۱/۸/۲۲ تصویب شد. اینک این استاندارد 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، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۷۷۵ : سال ۱۳۸۷ می‌شود.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

ISO 14896 : 2009 , Plastics — Polyurethane raw materials — Determination of isocyanate content

پلاستیک ها - مواد پلی یورتان - اندازه گیری مقدار ایزو سیانات-روش آزمون

هشدار - در این استاندارد تمام موارد بهداشتی و ایمنی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین دو روش برای اندازه گیری مقدار ایزوسیانات های آروماتیک است که به عنوان مواد اولیه (مواد خام) پلی یورتان مورد استفاده قرار می گیرند. روش الف روش اجرایی اصلی برای تولوئن دی ایزوسیانات (TDI)^۱ تصفیه شده، متیلن- بیس- (۴- فنیل ایزوسیانات) (MDI)^۲ و پیش پلیمرهای^۳ آنها می باشد. روش ب برای ایزوسیانات های خام یا اصلاح شده مشتق از تولوئن دی ایزو سیانات، متیلن- بیس- (۴- فنیل ایزو سیانات) و تولوئن دی ایزو سیانات، متیلن- بیس- (۴- متیل ایزوسیانات) و پلی متیلن پلی فنیل ایزو سیانات قابل اجرا می باشد. این روش را می توان برای مخلوط ایزومرهای تولوئن دی ایزو سیانات، متیلن- بیس- (۴- فنیل ایزوسیانات) و پلی متیلن پلی فنیل ایزوسیانات نیز به کار برد. ایزوسیانات های آروماتیک دیگر ممکن است به کمک این استاندارد در صورتی که پیش بینی ها برای بررسی مناسب بودن آن انجام گرفته باشد، تجزیه و شناسایی کرد. این استاندارد برای ایزوسیانات های بلوکی^۴ کاربرد ندارد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن ها ارجاع داده شده است. به این ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در صورتی که در این استاندارد به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این 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 ۱۳۸۱، آب- مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه-ویژگیها و روش آزمون.

-
- 1- Toluene diisocyanate
 - 2-Methylene-bis-(4-phenyl iso cyanate)
 - 3-Prepolymers
 - 4- Block

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶ سال ۱۳۸۶، ظروف شیشه ای آزمایشگاهی - بورت ها- ویژگی ها.

۲-۳ استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹ سال ۱۳۸۴، لوازم شیشه ای آزمایشگاهی - پی پت های تک نشانه.

۲-۴ استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۵۸ سال ۱۳۸۳، شیشه آلات آزمایشگاهی - استوانه مدرج.
۲-۵ استاندارد ملی ایران شماره ۷۶۵۴ سال ۱۳۸۹، لوازم آزمایشگاهی - شیشه آلات حجم سنجی - روش های استفاده و آزمون ظرفیت.

2-6 ISO 6353-1, Reagents for chemical analysis — Part 1: General test methods

2-7 ISO 6353-2, Reagents for chemical analysis — Part 2: Specifications — First series

2-8 ISO 6353-3, Reagents for chemical analysis — Part 3: Specifications — Second series

2-9 ISO 14898:1999, Plastics — Aromatic isocyanates for use in the production of polyurethane — Determination of acidity

۳ اصطلاحات و تعاریف

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

۱-۳

پلی یورتان

پلیمری است، که از واکنش یک ماده آلی دی، یا پلی ایزوسیانات با ترکیباتی که دارای حداقل دو گروه عاملی هیدروکسیل باشند، تهیه می شود.
یادآوری - پلی یورتان ها ممکن است گرما سخت، گرما نرم، سخت یا نرم و قابل انعطاف، مشبک یا غیر مشبک، باشند.

۲-۳

عیارگری

درصد جرمی ایزوسیانات مشخص موجود در یک نمونه است.

۳-۳

مقدار ایزوسیانات

مقدار NCO

درصد جرمی گروه های NCO موجود در یک نمونه است.

۴-۳

آمین هم ارز

جرم نمونه ای است، که با یک گرم دی بوتیل آمین هم ارز، ترکیب می شود.

۵-۳

آزمایه^۱

به بخشی از نمونه آزمایشگاهی که برای انجام آزمون آماده شده است، گفته می شود.

۶-۳

آزمونه^۲

بخشی از آزمایه است، که بر روی آن آزمون انجام می شود.

۴ اصول آزمون

۱-۴ روش الف

نمونه ایزوسیانات در حضور مقدار اضافی دی بوتیل آمین در حلال تولوئن واکنش داده می شود تا اوره استخلاف شده مربوط تشکیل شود. پس از سرد کردن تا دمای اتاق، استن به عنوان یک حلال کمکی افزوده می شود. سپس مخلوط واکنش با محلول آبی استاندارد هیدروکلریدریک اسید با استفاده از تعیین نقطه پایانی به روش رنگ سنجی یا پتانسیومتری، تیتراسیون معکوس می شود.

۲-۴ روش ب

نمونه ایزوسیانات در حضور مقدار اضافی از دی بوتیل آمین در حلال تولوئن/تری کلروبنزن واکنش داده می شود تا اوره استخلاف شده مربوط تشکیل شود. پس از سرد کردن تا دمای اتاق، مخلوط واکنش با متانول رقیق می شود و با متانولیک هیدروکلریدریک اسید به روش پتانسیومتری یا رنگ سنجی، تیتراسیون معکوس می شود. به بند ۱۲-۱-۸ مراجعه کنید.

۵ کاربرد

این روش های آزمون، می توانند به منظور تحقیق یا کنترل کیفیت و تعیین مشخصات ایزوسیانات مورد استفاده در فرآورده های پلی یورتان به کار گرفته شود.

1-Test sample
2-Test portion

۶ مزاحمت ها

فسژن، کاربامیل کلراید از ایزوسیانات، هیدروژن کلرید و هر ترکیب اسیدی یا بازی، ایجاد مزاحمت می کنند. در ایزوسیانات های تصفیه شده، این ناخالصی ها معمولاً به قدری کم می باشند که اندازه گیری را تحت تاثیر قرار نمی دهند و لیکن بعضی ایزوسیانات های خام یا اصلاح شده ممکن است دارای اسیدیته کمتر از تقریباً ۰٫۳ درصد باشند، بنابراین مقدار NCO در ایزوسیانات های تصفیه نشده، باید ترجیحاً به شکل "تصحیح شده" یا "تصحیح نشده" برای اسیدیته، گزارش شود.

۷ نمونه برداری

ایزوسیانات های آلی با رطوبت هوا واکنش می دهند بنابراین احتیاط های ویژه ای را در نمونه برداری انجام دهید (به هشدار مراجعه کنید). روش های نمونه برداری معمول (برای مثال: نمونه برداری از سیلندرهای باز با یک تیف^۱)، حتی زمانی که به سرعت انجام می شود، می تواند موجب آلودگی نمونه با اوره نامحلول شود. بنابراین در تمام مدت نمونه را با یک گاز بی اثر بپوشانید (برای مثال: نیتروژن، آرگون یا هوای خشک).

هشدار - ایزوسیانات های آلی زمانی که جذب پوست می شوند یا به صورت بخار تنفس می شوند، خطرناک هستند. سیستم تهویه مناسبی را تدارک ببینید و از دستکش و عینک ایمنی استفاده کنید.

۸ شرایط آزمون

ایزوسیانات ها با رطوبت واکنش می دهند بنابراین رطوبت آزمایشگاه را ترجیحاً کمتر از ۵۰ درصد رطوبت نسبی، نگه دارید.

۹ مواد و/یا واکنشگرها

به جز موارد مشخص شده، در همه آزمون ها از واکنشگرهایی با درجه خلوص شیمیایی، استفاده کنید. همه واکنشگرها باید با استانداردهای ISO6353-1,2,3 مطابقت داشته باشند. از درجات دیگر خلوص هم می توان استفاده کرد مشروط بر این که ابتدا مشخص گردد واکنشگر دارای خلوص کافی است و موجب کاهش صحت اندازه گیری نمی شود. آب مورد استفاده باید آب درجه سه مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸ باشد مگر به صورت دیگری مشخص شده باشد.

1- Sampling an open drum with a thief

۱-۹ استن (روش الف).

۲-۹ تولوئن، خشک شده بر روی الک مولکولی نوع 4A

۳-۹ محلول دی-n-بوتیل آمین، یک مول بر لیتر (روش الف)
۱۲۹ گرم دی-n-بوتیل آمین را با یک لیتر تولوئن، رقیق کنید.

۴-۹ محلول دی-n-بوتیل آمین، ۲ مول بر لیتر (روش ب).
۲۵۸ گرم دی-n-بوتیل آمین را با یک لیتر تولوئن، رقیق کنید.

۵-۹ محلول آبی هیدروکلریک اسید، یک مول بر لیتر (روش الف).
محلول آبی هیدروکلریک اسید یک مول بر لیتر را تهیه و آن را به طور مکرر برای تشخیص تغییرات
۰/۰۰۱ مول بر لیتر، استاندارد کنید.

۶-۹ متانولیک هیدروکلریک اسید، یک مول بر لیتر (روش ب).
محلول هیدروکلریک اسید یک مول بر لیتر در متانول را تهیه و آن را به طور مکرر برای تشخیص
تغییرات ۰/۰۰۱ مول بر لیتر، استاندارد کنید.

یادآوری- به منظور دستیابی به محلول های یکنواخت، توصیه می شود از متانولیک هیدروکلریک
اسید در این روش کار استفاده کنید. در صورت تمایل می توانید محلول آبی هیدروکلریک اسید را
به کار ببرید. هر چند ممکن است در بعضی از تیتراسیون ها با کدورت محلول مواجه شوید.
پیشنهاد می شود، برای به حداقل رساندن تشکیل دو لایه، ۲۰۰ تا ۲۵۰ میلی لیتر متانول به محیط
واکنش، اضافه کنید. تجربه نشان داده است که اگر مخلوط شدیداً به هم زده شود، ناهمگونی، نتایج
را آن چنان تحت تاثیر قرار نمی دهد.

۷-۹ محلول شناساگر برموفنل بلو، برای تیتراسیون رنگ سنجی
محلول آبی ۰/۰۴ درصد از نمک سدیم برموفنل بلو، با درجه معرف یا محلول ۰/۰۴ درصد برموفنل
در استن.

۸-۹ ۱و۲و۴-تری کلروبنزن (TCB)، خشک شده بر روی الک مولکولی نوع 4A (روش ب).

۹-۹ متانول (روش ب).

۱۰ وسایل

۱-۱۰ دستگاه پتانسیومتر یا pH متر

با دقت ۰/۱ میلی ولت یا بیشتر مجهز به یک جفت الکتروود یا یک الکتروود ترکیبی شیشه ای کالومل (پرشده با محلول لیتیم کلرید یک مول بر لیتر در متانول یا یک محلول هم ارز) و یک بورت پیستونی که دارای ظرفیت ۲۰ میلی لیتر باشد.

۲-۱۰ سرنگ های ۲ و ۵ میلی لیتری و سرنگ های دهانه بزرگ مناسب برای توزین پیش پلی مری های ویسکوز، با اختلاف تقریبی یک میلی گرم

۳-۱۰ هم زن مغناطیسی

۴-۱۰ ترازوی تجزیه ای با دقت ۰/۱ میلی گرم

۵-۱۰ بالن گردن سنباده ای با ظرفیت ۵۰۰ میلی لیتر، دهانه سنباده ای (روش الف)

۶-۱۰ ارلن با ظرفیت ۲۵۰ میلی لیتر، دهانه گشاد (روش ب)

۷-۱۰ پی پت های حجم سنجی با ظرفیت ۲۵ میلی لیتر (روش الف) و ۲۰ میلی لیتر (روش ب) مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۷۶۵۴ سال ۱۳۸۹

۸-۱۰ پی پت های مدرج با ظرفیت یک میلی لیتر مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹ سال ۱۳۸۴

۹-۱۰ استوانه های مدرج با ظرفیت ۲۵۰ میلی لیتر (روش الف) و ۱۰۰ میلی لیتر (روش ب) مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۵۸ سال ۱۳۸۳

۱۰-۱۰ بشر با ظرفیت ۵۰۰ میلی لیتر

۱۱-۱۰ بورت با ظرفیت ۵۰ میلی لیتر، برای تیتراسیون رنگ سنجی مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶ سال ۱۳۸۶

۱۱ روش الف - تولوئن / دی بوتیل آمین با محلول آبی هیدروکلریک اسید

۱-۱۱ روش انجام آزمون

۱-۱-۱۱ با استفاده از یک پی پت حجم سنجی (طبق بند ۱۰-۷) ۲۵ میلی لیتر محلول دی بوتیل آمین یک مول بر لیتر (طبق بند ۹-۳) را به یک بالن گردن سنباده ای^۱ (طبق بند ۱۰-۵) اضافه کنید. دیواره های بالن را با ۱۰ میلی لیتر تولوئن (طبق بند ۹-۲) شستشو دهید.

۲-۱-۱۱ با استفاده از یک سرنگ مناسب (طبق بند ۱۰-۲)، آزمون را با تقریب ۰/۱ میلی گرم وزن کنید. آزمون باید کاملاً مایع باشد، اگر دارای کریستال های ایزوسیانات است، آن را به دقت حرارت دهید تا محلول مایع یکنواختی به دست آید. m_0 گرم از نمونه را به محلول دی بوتیل آمین در یک بالن گردن سنباده ای، اضافه کنید.

جرم (m_0) بر حسب گرم آزمون، باید شامل (15 ± 5) میلی اکی والان هایی از ایزوسیانات یا جرم حدود ۱/۵ گرم برای TDI یا حدود ۲/۵ گرم برای MDI باشد. در صورت نامعلوم بودن هم ارز ایزوسیانات، آزمون اولیه را برای مشخص کردن مقدار صحیح نمونه مورد نیاز، انجام دهید.

۳-۱-۱۱ پس از انحلال کامل، اجازه دهید به مدت زمان ۱۵ دقیقه در دمای محیط، واکنش دهد. واکنش موجب گرم شدن محلول می شود. اجازه دهید محلول تا دمای اتاق خنک شود (به مدت زمان ۵ تا ۱۰ دقیقه بیشتر نگه دارید).

۴-۱-۱۱ با استفاده از استوانه مدرج (طبق بند ۱۰-۹) ۱۵۰ میلی لیتر استن (طبق بند ۹-۱) را اضافه کنید و با دقت دیواره های بالن و درپوش را شستشو دهید.

۵-۱-۱۱ مقدار اضافی دی بوتیل آمین را با استفاده از یکی از دو روش زیر تیترا کنید:

۱-۵-۱-۱۱ تیتراسیون پتانسیومتری (پیشنهادی)

محتویات بالن گردن سنباده ای را به داخل بشر تیتراسیون (طبق بند ۱۰-۱۰) بریزید و با ۲۵ میلی لیتر استن (طبق بند ۹-۱) شستشو دهید. بشر را روی هم زن مغناطیسی (طبق بند ۱۰-۳) قرار دهید و محتویات را به هم بزنید.

الکترودها را در مخلوط واکنش قرار دهید و با هیدروکلریک اسید یک مول بر لیتر (طبق بند ۹-۵) و با استفاده از پتانسیومتر (طبق بند ۱۰-۱)، برای تعیین نقطه اکی والان، تیترا کنید.

۱۱-۱-۵-۲ تیتراسیون رنگ سنجی

بالن گردن سنباده ای را بر روی هم زن مغناطیسی قرار دهید و مخلوط واکنش را به هم بزنید. با استفاده از یک پی پت مدرج یک میلی لیتری (طبق بند ۱۰-۸)، ۰٫۸ میلی لیتر محلول برموفنل بلو (طبق بند ۹-۷)، اضافه کنید.

محلول را با استفاده از بورت محتوی هیدروکلریک اسید یک مول بر لیتر تیترا کنید تا رنگ شناساگر از آبی به زرد تغییر کند و ۱۵ ثانیه پایدار بماند. در ابتدای تیتراسیون، رنگ آبی محلول به رنگ آبی مایل به سبز و سپس در نقطه پایانی به رنگ زرد تغییر می کند. تشخیص نقطه پایانی، تجربی است اما تغییرات بهتر رنگ، زمانی به دست می آید که اسید را به سرعت در داخل محلول بریزید تا اولین تابش رنگ زرد مشاهده شود. این تابش رنگ در محدوده یک دهم میلی لیتری نقطه پایانی، ظاهر می شود.

۱۱-۱-۶ یک آزمون شاهد را در غیاب آزمون و در شرایط یکسان انجام دهید.

۱۱-۲ بیان نتایج

۱۱-۲-۱ درصد NCO را طبق فرمول زیر محاسبه کنید :

$$\% \text{NCO} = \frac{4.202 \times (V_1 - V_2) \times c}{m_0} \quad (1)$$

که در آن

V_1 حجم هیدروکلریک اسید مورد نیاز برای تیتراسیون شاهد بر حسب میلی لیتر، با تقریب ۰٫۱ میلی لیتر،

V_2 حجم هیدروکلریک اسید مورد نیاز برای تیتراسیون آزمون بر حسب میلی لیتر، با دقت ۰٫۱ میلی لیتر،

c غلظت هیدروکلریک اسید بر حسب مول بر لیتر،

m_0 مقدار آزمون بر حسب گرم،

۴/۲۰۲ ثابت ترکیبی جرم هم ارز NCO (۴۲/۰۲ میلی گرم بر میلی اکی والان)، تبدیل گرم به میلی گرم و درصد است.

۱۱-۲-۲ آمین هم ارز می تواند طبق فرمول زیر محاسبه شود:

$$\text{آمین هم ارز} = \frac{1000 \times m_0}{(V_1 - V_2) \times c} \quad (2)$$

۳-۲-۱۱ برای ایزوسیانات ها بر پایه یک ایزومر یا مخلوط ایزومرها (برای مثال TDI یا MDI خالص)، عیارگیری طبق معادله زیر، بر حسب درصد، محاسبه می شود:

$$\text{عیارگیری} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times E}{1000 \times m_0} \times 100 \quad (3)$$

که در آن

V_1 حجم هیدروکلریک اسید مورد نیاز برای تیتراسیون شاهد بر حسب میلی لیتر، با دقت ۰٫۰۱ میلی لیتر،

V_2 حجم هیدروکلریک اسید مورد نیاز برای تیتراسیون آزمون بر حسب میلی لیتر، با دقت ۰٫۰۱ میلی لیتر،

c غلظت هیدروکلریک اسید بر حسب مول بر لیتر،
 m_0 مقدار آزمون بر حسب گرم،

E مقدار هم ارز ایزوسیانات، بر حسب میلی گرم بر میلی اکی والان، می باشد (برای TDI خالص، این مقدار ۸۷٫۰۸ میلی گرم بر میلی اکی والان و برای MDI خالص، این مقدار ۱۲۵٫۱۳ میلی گرم بر میلی اکی والان است)،
۱۰۰۰ ضریب تبدیل گرم به میلی گرم،
۱۰۰ ضریب تبدیل به درصد است.

۴-۲-۱۱ تعداد هم ارزها در یک کیلوگرم (اکی والان بر کیلوگرم) طبق معادله زیر محاسبه می شود:

$$\text{تعداد هم ارز در کیلوگرم} = \frac{(V_1 - V_2) \times c}{m_0} \quad (4)$$

که V_1 ، V_2 و m_0 همان مفاهیم بند ۳-۲-۱۱ را دارند.

۵-۲-۱۱ ناخالصی های اسیدی موجود در ایزوسیانات های تصفیه شده، به قدری کم هستند که اندازه گیری را تحت تاثیر قرار نمی دهند. بنابراین در شرایط عادی نیازی به تصحیح اسیدپته نیست.

۱۱-۳ دقت و انحراف آزمون

۱۱-۳-۱ دقت (برای TDI تصفیه شده)

معیارهای زیر را برای قضاوت در مورد پذیرش نتایج به کار ببرید:

۱۱-۳-۱-۱ تکرار پذیری (یک آزمایشگر)

در تشخیص نقطه پایانی، دو نتیجه به دست آمده از یک آزمایشگر با استفاده از تجهیزات مشابه در همان روز، فقط در صورتی باید مشکوک در نظر گرفته شود که در روش رنگ سنجی، اختلاف نسبی نتایج بیش از ۴ درصد (۹۵ درصد حد اطمینان) و با استفاده از پتانسیومتر خودکار، بیش از ۲ درصد (۹۵ درصد حد اطمینان) باشد.

۱۱-۳-۱-۲ تجدید پذیری (چند آزمایشگاهی)

نتایج میانگین دو آزمون به دست آمده از آزمایشگاه های جداگانه بر روی مواد یکسان فقط زمانی باید متفاوت در نظر گرفته شود که اختلاف نسبی آن ها بیش از ۰٫۸ درصد (۹۵ درصد حد اطمینان) باشد.

۱۱-۳-۱-۳ انحراف

انحراف، اختلاف بین نتایج آزمون مورد انتظار و یک مقدار قابل قبول مرجع می باشد. این انحراف برای این روش آزمون مشخص نشده است.

۱۱-۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

۱۱-۴-۱ شماره این استاندارد ملی ایران،

۱۱-۴-۲ تمام جزئیات مورد نیاز برای مشخص کردن فرآورده مورد آزمون (مانند: تولید کننده، نوع فرآورده، شماره بهر یا بارنامه، تاریخ تولید، به همان اندازه که نیاز است)،

۱۱-۴-۳ روش تیتراسیون مورد استفاده، در صورتی که پتانسیومترهای خودکار دیگر، مورد استفاده قرار گرفته باشد،

۱۱-۴-۴ نتایج به دست آمده، شامل واحدهایی که در نتایج گزارش بیان می شوند،

۱۱-۴-۵ هر رویداد یا جزئیاتی که در این استاندارد تصریح نشده باشد و ممکن است بر نتایج آزمون تاثیر گذارد،
۱۱-۴-۶ تاریخ انجام آزمون.

۱۲ روش ب - تولوئن DBA/TCB با متانولیک هیدروکلریک اسید

۱-۱۲ روش انجام آزمون

۱۲-۱-۱ ۲۵ میلی لیتر TCB (طبق بند ۹-۸) را به داخل یک ارلن ۲۵۰ میلی لیتری (طبق بند ۱۰-۶) که به خوبی با آب، الکل و استن بسیار خالص، شسته و در دمای ۱۰۰ درجه سلسیوس خشک و سپس خنک شده است، اضافه کنید. ۲۰ میلی لیتر محلول دی بوتیل آمین (طبق بند ۹-۴) را داخل ارلن بچرخانید تا محتویات آن مخلوط شوند.

۱۲-۱-۲ مقدار تقریبی نمونه مورد نیاز را با تقریب ۰/۰۰۱ گرم درون ارلن وزن کنید. مقدار تقریبی نمونه مورد نیاز، برحسب گرم، طبق معادله زیر محاسبه می شود:

$$\text{مقدار نمونه} = \frac{84}{\text{درصد NCO مورد انتظار}} \quad (۵)$$

برای TDI این مقدار حدود ۱/۸ گرم و برای MDI حدود ۲/۵ گرم می باشد.

۱۲-۱-۳ در ارلن را ببندید و محتویات آن را بچرخانید تا محلول همگن شود. مخلوط واکنش در دمای حدود ۴۰ درجه سلسیوس گرم می شود.

۱۲-۱-۴ اجازه دهید مخلوط واکنش به حال خود باقی مانده و تا دمای اتاق (۲۰ تا ۲۵ دقیقه) خنک شود، سپس ۱۰۰ میلی لیتر متانول (طبق بند ۹-۹) به آن اضافه کنید.

۱۲-۱-۵ محلول فوق را به روش پتانسیومتری، در حضور متانولیک هیدروکلریک اسید یک مول بر لیتر (طبق بند ۹-۶) تیتیر کنید. نقطه پایانی در pH حدود ۴ با تغییر جهت شدید منحنی، مشاهده می شود.

۱۲-۱-۶ آزمون شاهد را در غیاب آزمون، طبق روش ذکر شده در بالا انجام دهید.

۱۲-۱-۷ در صورت عدم دسترسی به دستگاه پتانسیومتری، تیتراسیون را می توانید با استفاده از بورت ۵۰ میلی لیتری (طبق بند ۱۰-۱۱) و شناساگر برموفنل آبی به شرح زیر انجام دهید: با استفاده از یک پی پت مدرج یک میلی لیتری (طبق بند ۱۰-۸)، ۰/۸ میلی لیتر محلول شناساگر برموفنل آبی (طبق بند ۹-۷) به محلول مورد آزمون اضافه کنید. محلول و نمونه شاهد را با استفاده از بورت محتوی اسید کلریدریک یک مول بر لیتر، در حضور شناساگر تا مشاهده تغییر رنگ آن از آبی به زرد که به مدت ۱۵ ثانیه پایدار باشد، تیترا کنید. رنگ محلول در ابتدا از آبی به آبی مایل به سبز و در نقطه پایانی زرد می شود. تشخیص نقطه پایانی، تجربی است اما تغییرات بهتر رنگ، زمانی به دست می آید که اسید را به سرعت در داخل محلول بریزید تا اولین تابش رنگ زرد مشاهده شود. این تابش رنگ در محدوده یک دهم میلی لیتری نقطه پایانی، ظاهر می شود.

۱۲-۱-۸ تغییرات زیر در روش ها قابل قبول است:

به طور کلی هر حلال بی پروتون خشک دیگری می تواند به جای TCB استفاده شود تا حلال آمین به منظور تشکیل اوره جایگزین متناظر با گروه ایزوسیانات واکنش دهد، به عنوان مثال حلال های تولوئن، زایلن، مونو کلرو بنزن، دی کلرو بنزن، دی متیل فرمامید و N-متیل پیرو لیدون با موفقیت استفاده شده اند. اگر نمونه حاوی مقادیر زیادی از یک یا چند حلال بالا باشد، می توان افزودن حلال را حذف نمود.

همچنین سیکلو هگزیل آمین می تواند با موفقیت به عنوان آمین به جای دی بوتیل آمین به کار رود.

به جای متانولیک هیدروکلریک اسید، می توان از هیدروکلریک اسید در حلال هایی نظیر بوتانل، ۲- پروپانل، آب و استن نیز با موفقیت استفاده کرد.

اگر مقدار مورد انتظار NCO نمونه کم و تنها مقدار محدودی از نمونه در دسترس است و افزایش مقدار نمونه امکان پذیر نیست، غلظت هیدروکلریک اسید و محلول دی بوتیل آمین می تواند تنظیم شود. این مقادیر کم NCO ممکن است در محلول های ایزوسیانات یا ایزوسیانات های تصفیه شده وجود داشته باشد. بنابراین اگر مقدار NCO کمتری اندازه گیری می شود می توان از ۰/۲ مول بر لیتر یا حتی ۰/۱ مول بر لیتر هیدرو کلریک اسید نیز استفاده کرد.

همچنین می توان نمونه را قبل از افزودن آمین در حلال حل نمود.

قبل از انجام هر یک از تغییرات بالا لازم است مطمئن شویم که این تغییرات تاثیر منفی بر روی دقت اندازه گیری نمی گذارد. هر گونه تغییر باید در گزارش آزمون ذکر شود.

۲-۱۲ بیان نتایج

۲-۱۲-۱ در صورت لزوم، درصد NCO، آمین هم ارز یا اکی والان بر کیلوگرم را طبق بند ۲-۱۱ محاسبه کنید.

۲-۲-۱۲ ناخالصی های اسیدی موجود در ایزوسیانات های تصفیه شده، به قدری کم هستند که اندازه گیری را تحت تأثیر قرار نمی دهند. در هر صورت چون بعضی از ایزوسیانات های خام یا تصفیه شده ممکن است دارای مقادیر قابل توجهی از ترکیبات اسیدی باشند، بنابراین تصحیح اسیدیته باید در مقدار گزارش شده برای NCO موجود، مشخص گردد. به منظور تصحیح اسیدیته، ابتدا اسیدیته نمونه ایزوسیانات را مطابق روش های الف و ب ذکر شده در استاندارد ISO 14898:1999، به ترتیب برای نمونه های حاوی بیش از ۱۰۰ میکروگرم بر گرم هیدروکلریک اسید و کم تر از ۱۰۰ میکروگرم بر گرم آن، تعیین کنید. این اسیدیته، بر حسب درصد هیدروکلریک اسید، بیان می شود. مقدار درصد NCO (با تصحیح اسیدیته) طبق معادله زیر محاسبه می شود:

$$(۶) \quad \text{درصد NCO} - (1/152 \times \% \text{HCL}) = \text{درصد NCO تصحیح نشده} \quad \text{با تصحیح اسیدیته}$$

که

۱/۱۵۲ جرم معادل یا هم ارز NCO، تقسیم بر جرم هم ارز هیدروکلریک اسید، می باشد. NCO٪ تصحیح نشده، همان NCO٪ مطابق بند ۲-۱۲-۱ است.

۲-۲-۱۲ آمین هم ارز با تصحیح اسیدیته، طبق معادله زیر محاسبه می شود:

$$(۷) \quad \frac{\% \text{HCL}}{3650} = \frac{1}{\text{آمین هم ارز تصحیح نشده}} - \frac{1}{\text{آمین هم ارز تصحیح شده}}$$

که

آمین هم ارز (تصحیح نشده)، آمین هم ارز مطابق بند ۲-۱۲-۱، درصد هیدروکلریک اسید، مقدار هیدروکلریک اسید مطابق بند ۲-۲-۱۲ و ۳۶۵۰ جرم هم ارز هیدروکلریک اسید ضرب در عدد ۱۰۰۰ می باشد.

۳-۱۲ دقت و انحراف

۱-۳-۱۲ معیارهای زیر را برای قضاوت، در مورد پذیرش نتایج، برای ایزوسیانات خام یا اصلاح شده به کار ببرید.

۱۲-۳-۱-۱ تکرارپذیری

دو نتیجه به دست آمده به وسیله یک آزمایشگر با استفاده از تجهیزات مشابه در همان روز، فقط در صورتی باید مشکوک در نظر گرفته شود که اختلاف نسبی آن ها بیش از ۰/۳۰ درصد (۹۵ درصد حد اطمینان)، باشد.

۱۲-۳-۱-۲ تجدید پذیری

نتایج میانگین دو آزمون به دست آمده از آزمایشگاه های جداگانه بر روی مواد آزمون یکسان فقط زمانی باید متفاوت در نظر گرفته شود، که اختلاف نسبی آن ها بیش از ۲/۰۷ (۹۵ درصد حد اطمینان)، باشد.

۱۲-۳-۲ معیارهای زیر را برای قضاوت در مورد پذیرش نتایج، برای ایزومرهای MDI، به کار ببرید.

۱۲-۳-۱-۲ تکرار پذیری

دو نتیجه به دست آمده از یک آزمایشگر با استفاده از تجهیزات مشابه در همان روز فقط در صورتی باید مشکوک در نظر گرفته شود که اختلاف نسبی آن ها بیش از ۰/۱۱ درصد (۹۵ درصد حد اطمینان) باشد.

۱۲-۳-۲-۲ تجدید پذیری

دقت بین آزمایشگاهی، تعیین نشده است.

۱۲-۳-۳ ایزومرهای TDI، ارزیابی شدند. هرچند درجات آزادی نامناسبی برای محاسبه وجود داشتند. به نظر می رسد که دقت به دست آمده برای ایزومرهای TDI مشابه دقت MDI می باشد.

۱۲-۳-۴ انحراف

اختلاف بین نتایج آزمون مورد انتظار و مقدار قابل قبول مرجع، می باشد. انحراف برای این روش آزمون، مشخص نشده است.

۱۲-۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

۱-۴-۱۲ شماره این استاندارد ملی

۲-۴-۱۲ تمام جزئیات مورد نیاز برای مشخص کردن فرآورده مورد آزمون (مانند: تولید کننده، نوع فرآورده، شماره بهر یا بارنامه، تاریخ تولید، به همان اندازه که نیاز است).

۳-۴-۱۲ روش تیتراسیون مورد استفاده، در صورتی که پتانسیومترهای خودکار دیگری مورد استفاده قرار گرفته باشد.

۴-۴-۱۲ نتایج به دست آمده، شامل واحدهایی که در نتایج گزارش بیان می شوند.

۵-۴-۱۲ بیان این که تصحیح اسیدیته انجام شده است یا خیر.

۶-۴-۱۲ هر رویداد یا جزئیاتی که در این استاندارد تصریح نشده باشد و ممکن است بر نتایج آزمون تاثیر بگذارد.

۷-۴-۱۲ تاریخ انجام آزمون.