



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۸۰۳۷

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

18037

1st.Edition

2013

اندازه‌گیری مقدار وینیل استات در
کوپلیمرهای اتیلن - وینیل استات (EVA)
به روش اسپکتروسکوپی زیر قرمز تبدیل
فوریه

**Determination of the vinyl acetate content
of ethylene-Vinyl acetate (EVA)
copolymers by fourier transform infrared
spectroscopy**

ICS: 83.080.20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

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

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

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

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) 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

«اندازه‌گیری مقدار وینیل استات در کوپلیمرهای اتیلن- وینیل استات (EVA) به روش

اسپکتروسکوپی زیر قرمز تبدیل فوریه»

سمت و/ یا نمایندگی

هیأت علمی دانشگاه آزاد اسلامی واحد اهواز

رئیس:

حسن‌زاده، ندا
(دکتری شیمی)

دبیر:

نجفی، زینب
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

آتشی، مزگان
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

اعرابی، سید مهدی
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

چرم زاده، مهرناز
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

حاتمی، امیر
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

دایی، مینا
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

دوستی خواه، سمیرا
(لیسانس شیمی)

کارشناس ارشد شرکت ملی حفاری

دهدشتی زاده، الهام
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت نفت پاسارگاد

دستوری رزاز، مهدی
(لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فتاحی نیا، مهناز
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس

گیلاسی، فهیمه
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس اداره کل استاندارد خوزستان

مهرمولایی، فاطمه
(فوق لیسانس شیمی)

فهرست مندرجات

صفحه

عنوان

ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسایل
۳	۵ مواد و/یا واکنشگرها
۳	۶ آماده سازی آزمون
۵	۷ کالیبراسیون
۶	۸ روش انجام آزمون
۷	۹ محاسبات
۸	۱۰ دقت و انحراف
۹	۱۱ گزارش آزمون

پیوست الف (اطلاعاتی) دستور ماکرو برای محاسبه مقدار وینیل استات کوپلیمر اتیلن- وینیل استات از دستگاه FT-IR با استفاده از پلاک قالب گیری شده

۱۰

پیش گفتار

استاندارد "اندازه‌گیری مقدار وینیل استات در کوپلیمرهای اتیلن- وینیل استات (EVA) به روش اسپکتروسکوپی زیر قرمز تبدیل فوریه" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت پرشیا پژوهش شریف تهیه و تدوین شده است و در در یک‌هزار و صد و سی و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۲/۱۰/۱۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D 5594: 2012, Standard Test Method for Determination of the Vinyl Acetate Content of Ethylene-Vinyl Acetate (EVA) Copolymers by Fourier Transform Infrared Spectroscopy (FT-IR)

اندازه‌گیری مقدار وینیل استات در کopolymerهای اتیلن- وینیل استات (EVA) به روش اسپکتروسکوپی زیر قرمز تبدیل فوری

هشدار- در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری مقدار وینیل استات در کopolymerهای اتیلن- وینیل استات (EVA)^۱ با استفاده از فیلم‌های فشرده (روش الف) یا پلاک‌های قالب‌گیری شده (روش ب) و تصحیحات داخلی برای ضخامت نمونه است.

این استاندارد برای تجزیه کopolymerهای اتیلن- وینیل استات حاوی ۰٫۵٪ تا ۵۵٪ وینیل استات کاربرد دارد. این استاندارد برای رزین‌های حاوی کمتر از ۵٪ وینیل استات و تالک کاربرد ندارد. تالک با نوار وینیل استات در عدد موجی 1020 cm^{-1} مزاحمت ایجاد می‌کند. خواص کopolymerهای اتیلن وینیل استات تحت تاثیر مقدار وینیل استات ترکیب شده در کopolymer است. این استاندارد برای اندازه‌گیری میزان وینیل استات در نمونه‌های کopolymer کاربرد دارد. توصیه می‌شود پیش از انجام این روش آزمون به ویژگی‌های مواد مورد آزمون اشاره شود.

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 می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM E131, Terminology Relating to Molecular Spectroscopy

2-2 ASTM E168, Practices for General Techniques of Infrared Quantitative Analysis

2-3 ASTM E177, Practice for Use of the Terms Precision and Bias in ASTM Test Methods

2-4 ASTM IEEE/ASTM SI-10, Use of the International System of Units (SI): The Modern Metric System

2-5 ASTM E 691, Practice for Conducting an Interlaboratory Study to Determine the Precision of a Test Method

۳ اصول آزمون

مقدار وینیل استات با استفاده از نوار جذبی زیر قرمز در عدد موجی 1020 cm^{-1} (٪ ۰٫۵ تا ٪ ۵ وینیل استات) یا 609 cm^{-1} (٪ ۵ تا ٪ ۵۵ وینیل استات) اندازه‌گیری می‌شود.

ضخامت نمونه با استفاده از نوار جذبی زیر قرمز اتیلن در عدد موجی 720 cm^{-1} (٪ ۲۸ تا ٪ ۵۵ وینیل استات)، 2020 cm^{-1} (٪ ۰٫۵ تا ٪ ۲۸ وینیل استات) یا 4250 cm^{-1} (٪ ۵ تا ٪ ۲۸ وینیل استات) به صورت داخلی اندازه‌گیری می‌شود.

تجزیه رگرسیون روی نسبت‌های وینیل استات به اتیلن در مقابل مقادیر وینیل استات معلوم برای استانداردهای کوپلیمر اتیلن-وینیل استات انجام می‌شود. رابطه حاصل برای محاسبه مقدار وینیل استات در نمونه‌های کوپلیمر اتیلن-وینیل استات بعدی استفاده می‌شود.

۴ وسایل

۱-۴ اسپکتروفتومتر زیر قرمز تبدیل فوریه (FT-IR)^۱، مجهز به آشکارسازی که در گستره غلظتی مورد نظر، پاسخ خطی ایجاد می‌کند، با قدرت تفکیک (اسمی) 4 cm^2 و قادر به روبش از 4400 cm^{-1} تا 450 cm^{-1} یادآوری - آشکارساز تری گلیسین سولفات دوتره (DTGS)^۲ برای این کاربرد مناسب است.

۲-۴ صفحه داغ، (فقط در روش الف آماده سازی نمونه)

۳-۴ اسلایدهای میکروسکوپ، (فقط در روش الف آماده سازی نمونه)

هشدار - توصیه می‌شود هنگام کار با اسلایدهای میکروسکوپ روی صفحه داغ، مراقبت‌های لازم را جهت جلوگیری از سوختگی به عمل آورید (روش الف آماده‌سازی نمونه) و همچنین هنگام تهیه پلاک‌ها با استفاده از پرس گرم شده، دستکش بپوشید (روش ب آماده‌سازی نمونه). توصیه می‌شود هنگام برداشتن فیلم پلیمر فشرده شده، مراقبت‌های لازم را جهت جلوگیری از شکستن اسلایدهای میکروسکوپ به عمل آورید.

۴-۴ پرس آزمایشگاهی، با قابلیت حداقل 9000 kg در دمای 150 C (فقط روش ب آماده سازی نمونه)

۵-۴ صفحات تقویت کننده، از جنس فولاد یا آلومینیوم (فقط روش ب آماده سازی نمونه)

۶-۴ صفحه فلزی برنجی (رول)، از جنس برنج با ضخامت $50\text{ }\mu\text{m}$ تا $150\text{ }\mu\text{m}$ و عرض 150 mm (فقط روش ب آماده سازی نمونه)

۷-۴ ورقه پلی استر، پارچه پشم شیشه آغشته به پلی تترافلوئورواتیلن (فقط در روش ب آماده سازی نمونه)

1- Fourier Transform Infrared
2 - Deuterated triglycine sulfate

۴-۸ فیلم پلی تترافلوئورواتیلن (فقط در روش ب آماده سازی نمونه ، رزین‌های حاوی % ۴۰ وینیل استات و بیش‌تر)

۴-۹ قالب، با قطعات دارای ابعاد $150 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ از جنس کاغذ یا صفحه فلزی برنجی (بند ۴-۶) حاوی حفراتی با اندازه و شکل مناسب برای نگه‌دارنده‌های نمونه استفاده شده و در صورت عملی بودن، از ورق‌های بند ۴-۷ و ۴-۸ (فقط روش ب آماده سازی نمونه)

۴-۱۰ بلوک خنک‌سازی، از جنس آلومینیوم یا فولاد، با ابعاد حداقل $150 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$ و ضخامت تقریبی 25 mm ، با مجراهایی برای آب خنک کننده (فقط روش ب آماده سازی نمونه)

۵ مواد و / یا واکنشگرها

۵-۱ استانداردهای کوپلیمر اتیلن وینیل استات، حاوی وینیل استات با غلظت‌های اسمی % ۰٫۵ تا % ۵۵ وزنی

۵-۲ یخ خشک، (فقط روش الف آماده سازی نمونه)

هشدار- توصیه می‌شود هنگام کار با یخ خشک، مراقبت‌های لازم را جهت جلوگیری از سوختگی به عمل آورید.

۶ آماده‌سازی نمونه

۶-۱ روش الف

۶-۱-۱ دمای صفحه داغ را در $C^{\circ} (250 \pm 10)$ تنظیم کنید.

۶-۱-۲ یک اسلاید میکروسکوپ حاوی بخشی از نمونه را روی صفحه داغ قرار دهید.

۶-۱-۳ اسلاید دیگر را روی نمونه گذاشته و با دسته چوبی هاون فشرده کنید. از حرکات دایره‌ای برای فشرده کردن یکنواخت فیلم استفاده کنید.

۶-۱-۴ اسلاید میکروسکوپ را از صفحه داغ برداشته و فیلم پلیمری فشرده شده را با فروبردن دو اسلاید درون بشری از آب سرد، خنک کنید. فیلم را خارج کرده و با یک دستمال جاذب خشک کنید.

۶-۱-۵ حداکثر جذب برای فیلم تولید شده با این روش، نباید از $1/5$ واحد جذب برای هر نوار تجزیه‌ای استفاده شده بیش‌تر شود.

۶-۲ روش ب

یادآوری- بندهای ۶-۲-۱ تا ۶-۲-۱۱ را برای تجزیه فیلم هوا دمیده حذف کنید.

۶-۲-۱ یک قالب برنجی یا کاغذی با ضخامت مناسب با مقدار وینیل استات نمونه انتخاب کنید. حداکثر جذب نوارهای وینیل استات و اتیلن اندازه‌گیری شده روی پلاک از $1/5$ واحد جذب بیش‌تر نمی‌شود.

یادآوری - برای مطابقت با الزامات جذب مشخص شده در بند ۶-۲-۱، ضروری است که ضخامت قالب را متناسب با تغییرات مقدار وینیل استات تغییر دهید. ضخامت قالب موردنیاز معمولاً بین $50 \mu\text{m}$ و $150 \mu\text{m}$ می‌باشد.

۶-۲-۲ یک ورقه پلی استر (یا پارچه پشم شیشه آغشته به پلی تترافلورواتیلن) را روی صفحه تقویت کننده و سپس روی آن یک قالب برنجی یا کاغذی را قرار دهید. برای رزین‌های با مقدار وینیل استات 40% و بیشتر توصیه می‌شود یک فیلم پلی تترافلورواتیلن روی سطح بالایی قالب برنجی یا در صورت استفاده از یک قالب کاغذی، زیر کاغذ قرار دهید.

۶-۲-۳ مقداری نمونه مناسب با ضخامت قالب استفاده شده را در مرکز هریک از فضاهای خالی قالب قرار دهید. فضاهای خالی قالب را لبریز نکنید. در صورت پاشیدگی می‌توانید قالب برنجی و صفحات تقویت کننده را با یک پد ساینده نایلونی تمیز کنید.

۶-۲-۴ یک ورقه پلی استر دیگر (یا پارچه پشم شیشه آغشته به پلی تترافلورواتیلن) و یک صفحه تقویت کننده را روی سطح بالایی نمونه قرار دهید. برای رزین‌های با مقدار وینیل استات مساوی و بیشتر از 40% توصیه می‌شود قبل از قرار دادن ورق پلی استری (یا پارچه پشم شیشه آغشته به پلی تترافلورواتیلن)، یک فیلم پلی تترافلورواتیلن روی نمونه قرار دهید.

۶-۲-۵ ساندویچ حاصل را در پرس با صفحات پهن گرم شده در دمای 150°C تا 175°C قرار دهید.

۶-۲-۶ پرس را تا زمانی که صفحه پهن بالایی به راحتی در تماس با صفحه بالایی قرار گیرد، ببندید و برای مدت زمان کافی پرس را بسته نگه دارید تا نمونه نرم و بدون گاز شود.
یادآوری - پلاک‌های قابل قبول، بدون حباب گاز بوده و هنگامی به دست می‌آیند که نمونه به مدت ۳ دقیقه در پرس نرم شود.

۶-۲-۷ پرس را کاملاً بسته و نیروی حداقل 9000 kg را به مدت تقریباً یک دقیقه اعمال کنید.

۶-۲-۸ ساندویچ را تا دمای اتاق خنک کرده، سپس فشار را آزاد کرده و آن را از پرس خارج کنید.

یادآوری - رعایت این ترتیب تا خروج از پرس به دلیل تولید صفحه ای یکنواخت و بدون حباب اهمیت دارد.

۶-۲-۹ درموردی که پرس قابلیت خنک سازی ندارد یا مواردی که نیاز است نمونه افزایش یابد، به جای بند **۶-۲-۸** به صورت زیر عمل کنید. ساندویچ را از پرس داغ خارج کرده و روی بلوک خنک سازی فلزی که آب سرد از میان آن در گردش است، قرار دهید. یک وزنه حداقل 4 kg را روی سطح بالایی ساندویچ درحالی که تا دمای اتاق خنک می‌شود، قرار دهید.

۶-۲-۱۰ برای رزین‌های با مقدار وینیل استات کم‌تر از 40% ، صفحات تقویت کننده را جدا کرده و پلاک‌ها را از قالب خارج کنید.

۱۱-۲-۶ برای رزین‌های با مقدار وینیل استات % ۴۰ و بیشتر، ساندویچ را قبل از جداکردن صفحات تقویت کننده، ورقه پلی استر (یا پارچه پشم شیشه آغشته به پلی تترافلوئورواتیلن) و فیلم پلی تترافلوئورواتیلن از پلاک، به مدت حداقل ۱۵ ثانیه روی یخ خشک قرار دهید.

۱۲-۲-۶ پلاک‌هایی را که شفاف و دارای ضخامت یکنواخت هستند، برای تجزیه FT-IR انتخاب کنید.

۷ کالیبراسیون

۱-۷ طیف زمینه پرتو باز را از عدد موجی 4400 cm^{-1} تا 450 cm^{-1} در قدرت تفکیک اسمی 4 cm^{-1} ثبت کنید.

۲-۷ یک فیلم کوپلیمر اتیلن وینیل استات استاندارد (پلاک) را که مطابق بندهای ۱-۶ تا ۲-۶ آماده شده، در پرتو نمونه اسپکترومتر FT-IR قرار دهید.

۳-۷ طیف زیر قرمز را از عدد موجی 4400 cm^{-1} تا 450 cm^{-1} در تفکیک اسمی 4 cm^{-1} ثبت کنید. توصیه می‌شود نسبت علامت به نوفه (S/N) برای دقت موردنظر قابل قبول باشد. یک طیف نوعی کوپلیمر اتیلن وینیل استات (وینیل استات % ۹۰) در شکل ۱ نشان داده شده است.

۴-۷ نسبت طیف نمونه به طیف زمینه را محاسبه و نتایج را به جذب تبدیل کنید.

۵-۷ مساحت یک نوار وینیل استات و یک نوار اتیلن انتخابی از جدول ۱ را اندازه‌گیری کنید. حداکثر جذب برای نوارهای تجزیه‌ای انتخابی از ۱/۵ واحد جذب بیشتر نمی‌شود.

۶-۷ خط مماس خط مبنا روی حداقل جذب را در هر دو طرف پیک رسم کنید. مساحت زیر هر پیک را در بالای خط مبنا اندازه‌گیری کنید.

۷-۷ نسبت مساحت وینیل استات به مساحت اتیلن را برای هر روش مناسب کاهش داده مطابق بند ۱-۹ محاسبه کنید.

۱-۷-۷ تجزیه رگرسیون خطی را از رابطه ۱ محاسبه کنید.

$$r = A_{va}/A_{et} \quad (1)$$

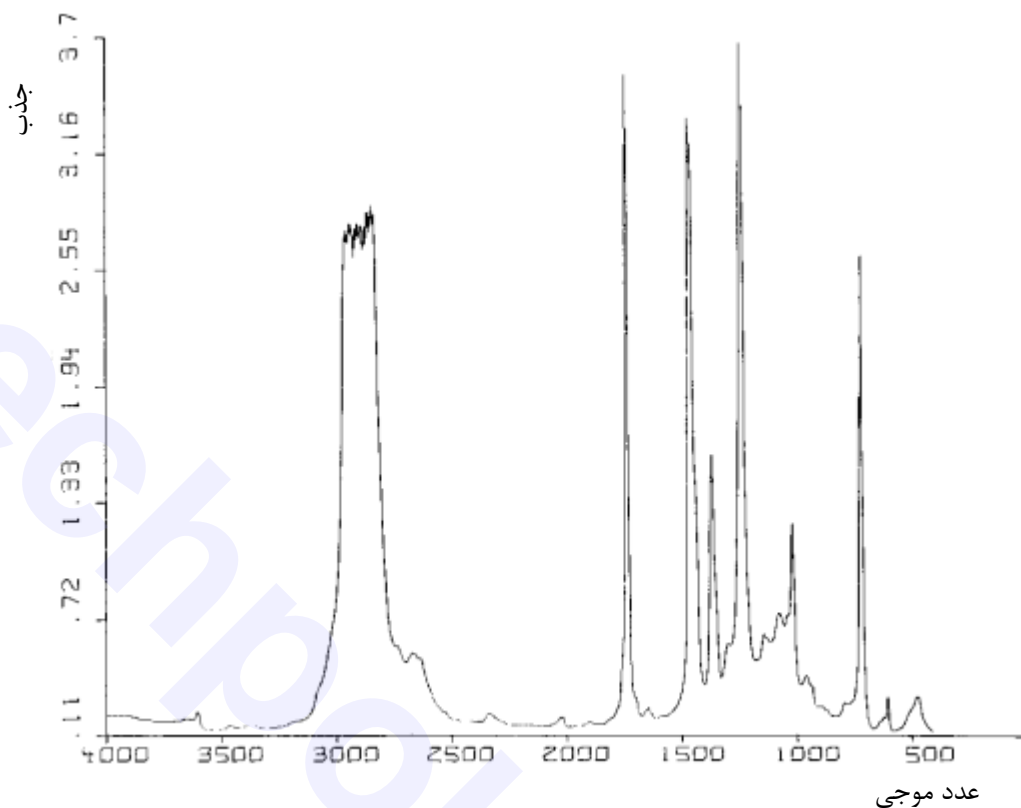
۲-۷-۷ تجزیه رگرسیون غیر خطی را از رابطه ۲ محاسبه کنید.

$$R = A_{va}/(A_{va} + A_{et}) \quad (2)$$

که در آن:

A_{va} مساحت نوار وینیل استات؛

A_{et} مساحت نوار اتیلن.



شکل ۱- طیف FTIR استاندارد کوپلیمر اتیلن وینیل استات (وینیل استات % ۴/۸) تجزیه شده به روش ب

- ۸-۷ بندهای ۲-۷ تا ۲-۷-۷ را برای هر فیلم کوپلیمر اتیلن وینیل استات استاندارد (پلاک) تکرار کنید.
- ۹-۷ حداقل پنج استاندارد باید برای رگرسیون خطی در گستره % ۰/۵ تا % ۵/۰ وینیل استات استفاده شود. تعداد استانداردهای استفاده شده برای رگرسیون غیر خطی در گستره‌های % ۵/۰ تا % ۲۸ یا % ۲۸ تا % ۵۵ وینیل استات نباید کمتر از شش استاندارد باشد.
- ۱۰-۷ استانداردها باید گستره کامل وینیل استات‌های مورد تجزیه را پوشش دهند. برون یابی امکان پذیر نیست.

۸ روش انجام آزمون

- ۱-۸ نمونه‌ها را مطابق بند ۱-۶ برای فیلم‌ها یا بند ۲-۶ برای پلاک‌ها تهیه کنید.
- ۲-۸ طیف زمینه پرتو باز را از عدد موجی 4400 cm^{-1} تا 450 cm^{-1} در تفکیک اسمی 4 cm^{-1} ثبت کنید.
- ۳-۸ یک فیلم نمونه (پلاک) را در پرتو نمونه اسپکترومتر FT-IR قرار دهید.
- ۴-۸ طیف زیر قرمز را از عدد موجی 4400 cm^{-1} تا 450 cm^{-1} در تفکیک اسمی 4 cm^{-1} ثبت کنید. توصیه می‌شود نسبت علامت به نوفه (S/N) برای دقت موردنظر قابل قبول باشد.

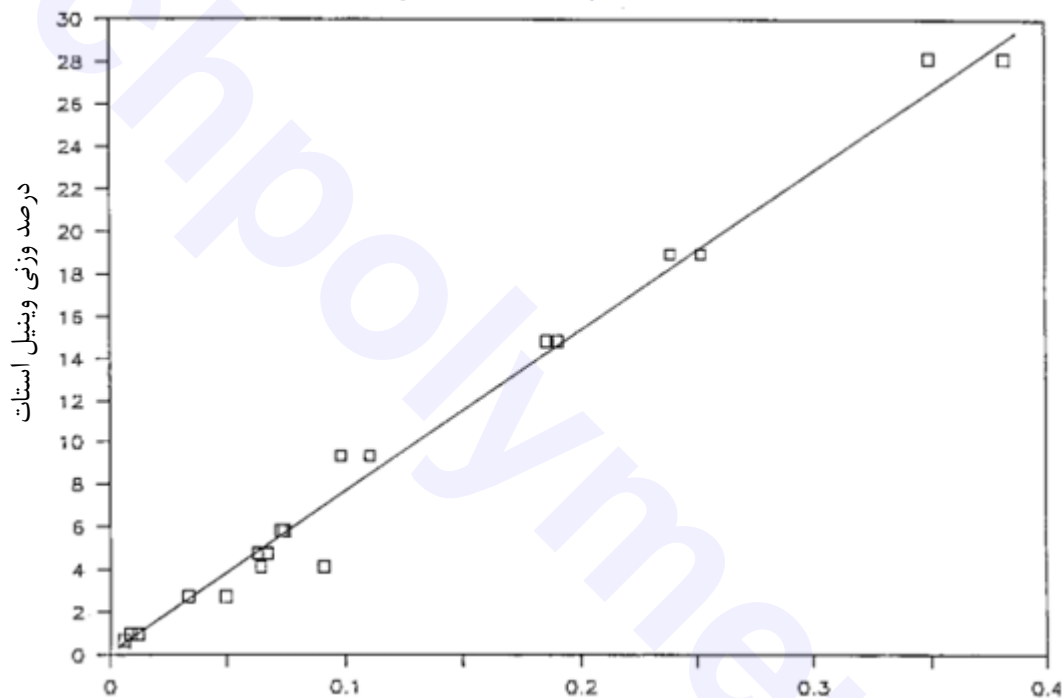
۵-۸ نسبت طیف نمونه به طیف زمینه را محاسبه و نتایج را به جذب تبدیل کنید.

۶-۸ مساحت یک نوار وینیل استات و یک نوار اتیلن انتخابی از جدول ۱ را اندازه‌گیری کنید. حداکثر جذب برای نوارهای تجزیه‌ای انتخابی از ۱/۵ واحد جذب بیشتر نمی‌شود.

۷-۸ خط مماس خط مبنا روی حداقل جذب را در هر دو طرف پیک رسم کنید. مساحت زیر هر پیک را در بالای خط مبنا اندازه‌گیری کنید.

۸-۸ نسبت مساحت وینیل استات به مساحت اتیلن را مطابق بند ۷-۷ محاسبه کنید.

$$\%VA + 77.14 \left(H_2 \text{ ارتفاع نسبت} \right) - 0.0417, R^2 = 0.9875$$



نسبت ارتفاع پیک $۱۴۶۵ \text{ cm}^{-1} / ۶۰۹ \text{ cm}^{-1}$

شکل ۲- منحنی همبستگی وینیل استات (نسبت ارتفاع $۱۴۶۵ \text{ cm}^{-1} / ۶۰۹ \text{ cm}^{-1}$) تهیه شده با روش ب

۹ محاسبات

۱-۹ تجزیه رگرسیون

۱-۱-۹ برای استانداردهای وینیل استات در گستره ۰٫۵٪ تا ۵٫۰٪ از تجزیه رگرسیون خطی برای تعیین رابطه کالیبراسیون داده‌های حاصل در بند ۷-۷ و ۸-۷ استفاده کنید

۲-۱-۹ برای استانداردهای وینیل استات در گستره ۵٫۰٪ تا ۲۸٪ یا ۲۸٪ تا ۵۵٪ از تجزیه رگرسیون غیرخطی برای تعیین رابطه‌ای به صورت رابطه ۳ برای داده‌های حاصل در بند ۷-۷ و ۸-۷ استفاده کنید.

$$VA = a + \frac{(b \times R)}{1 + (c \times R)} \quad (3)$$

که در آن:

VA مقدار وینیل استات بر حسب درصد وزنی؛

a, b و c ضرایب رگرسیون هستند.

۹-۲ نسبت مساحت نمونه از بند ۸-۸ را در رابطه رگرسیون مناسب حاصل از بند ۹-۱ قرار دهید تا درصد وزنی وینیل استات محاسبه شود.

۱۰ دقت و انحراف

۱۰-۱ دقت و انحراف این روش آزمون تحت تحقیقات با یک گروه کاری است.

۱۰-۲ تکرارپذیری، انحراف استاندارد تکرارپذیری برای سه نمونه رزین نشان داده شده در شکل‌های ۲ و ۳ تعیین شده است.

جدول ۱- مقدار وینیل استات (درصد وزنی) با استفاده از نوارهای 609 cm^{-1} و 2019 cm^{-1}

اندازه‌گیری‌های مساحت پیک					اندازه‌گیری‌های ارتفاع پیک					نمونه
R	r	S _R	S _r	میانگین	R	r	S _R	S _r	میانگین	
۱,۰۶	۰,۴۲	۰,۳۸	۰,۱۵	۲,۳۹	۱,۲۳	۰,۳۵	۰,۴۴	۰,۱۲	۲,۳۸	A
۱,۶۵	۱,۱۸	۰,۵۹	۰,۴۲	۵,۰۳	۰,۶۴	۰,۵۳	۰,۲۳	۰,۱۹	۴,۸۰	B
۲,۳۴	۲,۱۹	۰,۸۴	۰,۷۸	۵,۶۵	۱,۵۱	۱,۱۶	۰,۵۴	۰,۴۱	۵,۷۶	D
۵,۷۳	۵,۵۷	۲,۰۵	۱,۹۹	۸,۷۷	۳,۳۶	۲,۸۵	۱,۲۰	۱,۰۲	۸,۳۷	E
۲۱,۱۵	۲۱,۱۵	۷,۵۵	۷,۵۵	۱۶,۵۵	۳,۲۱	۲,۱۵	۱,۱۵	۰,۷۷	۱۵,۴۶	C
۵۹,۱۵	۵۹,۱۵	۲۱,۱۲	۲۱,۱۲	۲۱,۰۷	۱۸,۱۴	۲,۲۳	۶,۴۸	۰,۸۰	۲۰,۳۸	G
۱۲,۳۹	۷,۶۲	۴,۴۲	۲,۷۲	۲۹,۰۴	۸,۱۹	۶,۵۸	۲,۹۲	۲,۳۵	۳۰,۱۴	F

جدول ۲- مقدار وینیل استات (درصد وزنی) با استفاده از نوارهای 1029 cm^{-1} و 2019 cm^{-1}

اندازه‌گیری‌های مساحت پیک					اندازه‌گیری‌های ارتفاع پیک					نمونه
R	r	S _R	S _r	میانگین	R	r	S _R	S _r	میانگین	
۱,۲۲	۰,۷۰	۰,۴۴	۰,۲۵	۲,۲۴	۱,۰۲	۰,۱۲	۰,۳۶	۰,۰۴	۲,۱۰	A
۱,۱۵	۰,۷۸	۰,۴۱	۰,۲۸	۴,۷۶	۰,۵۰	۰,۳۱	۰,۱۸	۰,۱۱	۴,۷۴	B
۱,۹۶	۱,۸۶	۰,۷۰	۰,۶۶	۶,۰۵	۰,۷۶	۰,۳۵	۰,۲۷	۰,۱۲	۵,۷۸	D
۶,۵۳	۶,۶۳	۲,۳۳	۲,۳۳	۹,۴۷	۴,۰۳	۳,۲۵	۱,۴۴	۱,۱۶	۸,۷۷	E
۲۱,۸۵	۲۱,۸۵	۷,۸۰	۷,۸۰	۱۷,۸۰	۸,۵۲	۵,۳۰	۳,۰۴	۱,۸۹	۱۶,۶۰	C
...	۹,۲۱	۴,۲۴	۳,۲۹	۱,۵۱	۱۸,۴۹	G
۸,۱۷	۶,۵۶	۲,۹۲	۲,۳۴	۱۷,۵۶	۲۴,۰۸	۱۸,۲۰	۸,۶۰	۶,۵۰	۲۷,۵۰	F

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۱ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛
- ۲-۱۱ هر گونه جزئیات ضروری برای شناسایی کامل نمونه مورد آزمون؛
- ۳-۱۱ نوارهای تجزیه‌ای استفاده شده؛
- ۴-۱۱ درصد وینیل استات؛
- ۵-۱۱ هر گونه مورد غیر معمول مشاهده شده در حین اندازه‌گیری؛
- ۶-۱۱ هر گونه عملیاتی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود.
- ۷-۱۱ تاریخ انجام آزمون؛
- ۸-۱۱ نام و امضای آزمون‌گر.

جدول ۳- مقدار وینیل استات (درصد وزنی) با استفاده از نوارهای 609 cm^{-1} و 1465 cm^{-1}

اندازه‌گیری‌های ارتفاع پیک					نمونه
R	r	S_R	S_r	میانگین	
۲,۵۸	۱,۳۶	۰,۹۲	۰,۴۸	۲,۰۵	A
۲,۰۰	۱,۴۲	۰,۷۲	۰,۵۰	۴,۸۸	B
۲,۸۳	۲,۳۸	۱,۰۱	۰,۸۵	۵,۶۰	D
۳,۵۵	۳,۱۰	۱,۲۷	۱,۱۰	۸,۹۲	E
۷,۱۰	۳,۵۵	۲,۵۴	۱,۲۷	۱۵,۴۰	C
۵,۹۳	۳,۳۹	۲,۱۲	۰,۱۲۱	۱۸,۶۲	G
۱۰,۰۲	۷,۸۹	۳,۵۸	۲,۸۲	۲۷,۱۲	F

پیوست الف

(اطلاعاتی)

دستور ماکرو برای محاسبه مقدار وینیل استات کوپلیمر اتیلن - وینیل استات از دستگاه FT-IR با استفاده از پلاک قالبگیری شده

NOTE—

EVA COPOLYMERS CONTAINING 1.5–6 % VINYL ACETATE:

HVA

NSS=32

NSB=32

VEL=30

NDP=8000

NTP=8000

AFN=HG

TEM=100

NPR

SET

PAU...CLEAR BEAM TO TAKE BACKGROUND...PRESS>< RETURN>

SCB

for iii=1 TIL3

XSP=620

XEP=560

PAU...PRESS < RETURN>...THEN ENTER THICKNESS (MILS)... PREES < RETURN> AGAIN

VF0

VF1=YEP-YSP

VF1=VF1/VF0

VFW=VF1 * SLOPE VALUE

VF2=VF2 + Y-INTERCEPT VALUE

PRN VF2

VF3=VF2+VF2

DSS

NXT III

VF3=VF3/3

OMD

THE AVERAGE PERCENT VA IS...

PRN VF3 END

EVA Copolymers Containing 0.5–6 Vinyl Acetate

CRT LVA

CR “% VINYL ACETATE RANGE: 0–6 %”

cr “CLEAN BEAM TO TAKE BACKGROUND”

PAU

SCB

FOR III<1 TIL 100>

CR “INSERT SAMPLE”

PAU

SCS RAS ABS DSS

SXP=2100 XEP=1910

ASS VF0=YEP-YSP
XSP=1040 XEP=970
ASS VF1=YEP-YSP
VF2=VF1/VF0
VF3=VF2 * 0.3648
VF3=VF3+0.048
CR "PEAKHEIGHT 1020/PEAK HEIGHT 2019"
VF2=
CR "PERCENT (%) VINYL ACETATE="
VF3=
NXT III
END

جدول الف-۲ خلاصه تیتراسیون گرما کافت و داده‌های صابونی شدن برای مواد مرجع کوپلیمرهای اتیلن-وینیل استات

		I	II	III	IV	V	VI	VII	VIII	IX	X
Lab 1	\bar{x}	0.68	1.11	2.80	4.15	4.78	5.84	9.34	14.54	18.46	27.62
Pyrolysis	S	0.038	0.018	0.045	0.115	0.078	0.111	0.140	0.201	0.071	0.088
(DuPont)	CV	5.59	1.62	1.61	2.77	1.63	1.90	1.50	1.38	0.38	0.32
		-	+	+	+	+	0	-	-	-	-
Lab 2	\bar{x}	0.61	0.87	2.72	4.07	4.70	5	9.33	14.86	18.90	28.05
Pyrolysis	s	0.003	0.022	0.014	0.022	0.042	0	0.024	0.073	0.468	0.060
(Toyo Soda)	CV	0.49	2.53	0.51	0.54	0.89	1	0.26	0.49	0.25	0.21
		-	-	-	-	-	-	+	-	-	-
Lab 3	\bar{x}	0.71	0.97	2.77	4.10	4.73	5.81	9.33	14.91	18.78	28.18
Pyrolysis	s	0.030	0.133	0.053	0.080	0.127	0.040	0.074	0.233	0.100	0.269
(DuPont)	CV	4.22	13.71	1.91	1.95	2.68	0.69	0.79	1.56	0.53	0.95
		+	-	-	-	-	-	-	+	0	+
Lab 4	\bar{x}	0.80	1.02	2.82	4.19	4.81	5.92	9.46	14.98	19.00	28.27
Saponification	S	0.042	0.046	0.052	0.059	0.049	0.067	0.059	0.061	0.072	0.089
	CV	5.25	4.51	1.84	1.41	1.02	1.13	0.62	0.41	0.38	0.31
		+	+	+	+	+	+	+	+	+	+
	\bar{x}	0.70	0.99	2.78	4.13	4.76	5.84	9.36	14.82	18.78	28.03
	s \bar{x}	0.079	0.100	0.043	0.053	0.049	0.052	0.064	0.195	0.235	0.288
	CV \bar{x}	11.29	10.10	1.55	1.28	1.03	0.89	0.68	1.32	1.25	1.03