



سیستم مدیریت ایزو
www.isomanagement.ir

تماس تلفنی جهت دریافت مشاوره:

۱. مشاور دفتر تهران (آقای محسن ممیز)

☎ ۰۹۱۲ ۹۶۳ ۹۳۳۶

۲. مشاور دفتر اصفهان (سرکار خانم لیلا ممیز)

☎ ۰۹۱۳ ۳۲۲ ۸۲۵۹

مجموعه سیستم مدیریت ایزو با هدف بهبود مستمر عملکرد خود و افزایش رضایت مشتریان سعی بر آن داشته، کلیه استانداردهای ملی و بین المللی را در فضای مجازی نشر داده و اطلاع رسانی کند، که تمام مردم ایران از حقوق اولیه شهروندی خود آگاهی لازم را کسب نمایند و از طرف دیگر کلیه مراکز و کارخانه جات بتوانند به راحتی به استانداردهای مورد نیاز دسترسی داشته باشند.

این موسسه اعلام می دارد در کلیه گرایشهای سیستم های بین المللی ISO پیشگام بوده و کلیه مشاوره های ایزو به صورت رایگان و صدور گواهینامه ها تحت اعتبارات بین المللی سازمان جهانی IAF و تامین صلاحیت ایران می باشد.

هم اکنون سیستم خود را با معیارهای جهانی سازگار کنید...





جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۰۶۵۷

تجدید نظر اول

۱۳۹۷

INSO

10657

1st Revision

2018

Identical with
ISO 22768:
2017

لاستیک خام - تعیین دمای انتقال شیشه‌ای
به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی - روش
آزمون

**Rubber, raw - Determination of the glass
transition temperature by differential
scanning calorimetry (DSC) - test method**

ICS: 83.040.10, 83.060

استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۵۷ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولی عصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standrd@isiria.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

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

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، 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 مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به‌عنوان 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، بررسی و در صورت تصویب، به‌عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شوند که براساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

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

سازمان ملی استاندارد 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 کند. سازمان می‌تواند به‌منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. 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 واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را براساس 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، 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

«لاستیک خام - تعیین دمای انتقال شیشه‌ای به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی - روش
آزمون»

رئیس:

حاجتی، شاکر
(دکتری فیزیک)

عضو هیئت علمی - پژوهشگاه مواد و انرژی

دبیر:

قایدی، مهرورنگ
(دکتری شیمی تجزیه)

عضو هیئت علمی - دانشگاه یاسوج

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اسفندیارپور بروجنی، سمیرا
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

کارشناس آزمایشگاه - شرکت آریانام

اکبرزاده، راضیه
(دکتری شیمی معدنی)

کارشناس آزمایشگاه - دانشگاه یاسوج

پراور، ابراهیم
(کارشناسی ارشد مهندسی صنایع)

کارشناس اداره نظارت بر اجرای استاندارد - اداره کل استاندارد
استان کهگیلویه و بویراحمد

پرویزی، رقیه
(دکتری فیزیک)

عضو هیئت علمی - دانشگاه یاسوج

توتون کوبان، محبوبه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

مسئول فنی - شرکت پیشرو مدرن تجهیز

حقدوست، سپهدار
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

رابط تدوین - اداره کل استاندارد استان کهگیلویه و
بویراحمد

خیرمند، مهدی
(دکتری شیمی فیزیک)

عضو هیئت علمی - دانشگاه یاسوج

دشتیان، خیبر
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس آزمایشگاه - دانشگاه یاسوج

فریدونی، محمد سجاد
(کارشناسی شیمی محض)

عضو مستقل

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

سمت و/یا محل اشتغال:

کارشناس آزمایشگاه مرکزی تحقیقات- دانشگاه علوم پزشکی شیراز	کریمی، فروغ (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
رئیس انجمن حمایت از حقوق مصرف کنندگان- اداره کل صنعت، معدن و تجارت استان کهگیلویه و بویراحمد	مبارکی، محسن (کارشناسی مهندسی کشاورزی)
رئیس اداره نظارت بر اجرای استاندارد- اداره کل استاندارد استان کهگیلویه و بویراحمد	محمدی، داوود (کارشناسی مهندسی صنایع)
عضو هیئت علمی- دانشگاه یاسوج	منتظرظهوری، مرتضی (دکتری شیمی معدنی)
معاون ارزیابی انطباق- اداره کل استاندارد استان کهگیلویه و بویراحمد	موسویان، سید ابوالفضل (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
مسئول کنترل کیفیت- شرکت دنا صنعت یاسوج	نجاتی، هادی (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)
کارشناس آزمایشگاه- دانشگاه یاسوج	نصیری، سیامک (دکتری شیمی فیزیک)
کارشناس اداره نظارت بر اجرای استاندارد- اداره کل استاندارد استان کهگیلویه و بویراحمد	یزدان پناه، زهرا (کارشناسی شیمی محض)

ویراستار:

معاون ارزیابی انطباق- اداره کل استاندارد استان کهگیلویه و بویراحمد	موسویان، سید ابوالفضل (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)
--	---

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۱-۳ انتقال شیشه‌ای
۲	۲-۳ دمای انتقال شیشه‌ای
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ دستگاه‌ها
۲	۱-۵ گرماسنجی روبشی تفاضلی
۲	۲-۵ ظروف آزمون (کروزه‌ها)
۲	۳-۵ منبع گاز
۳	۴-۵ ترازو
۳	۶ آزمون
۳	۷ تثبیت شرایط
۳	۸ کالیبراسیون
۳	۹ روش انجام آزمون
۳	۱-۹ نرخ جریان گاز
۳	۲-۹ بارگذاری آزمون
۴	۳-۹ روبش دما
۴	۱۰ بیان نتایج
۵	۱۱ گزارش آزمون
۶	۱۲ دقت
۷	پیوست الف (آگاهی دهنده) دقت
۱۲	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «لاستیک خام - تعیین دمای انتقال شیشه‌ای با روش گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - روش آزمون» که نخستین بار در سال ۱۳۸۶ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در دوازدهمین کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۳۹۷/۱۰/۰۲ 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.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۵۷: سال ۱۳۸۶ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 22768:2017, Rubber, raw-Determination of the glass transition temperature by differential scanning calorimetry (DSC) – test method

«لاستیک خام - تعیین دمای انتقال شیشه‌ای به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی - روش

آزمون»

هشدار - کاربران این استاندارد ملی باید با روش‌های معمول آزمایشگاهی آشنا باشند. این استاندارد مسائل ایمنی مربوط به عملیات، وسایل و مواد مصرفی را که ممکن است خطرناک باشد، بیان نمی‌کند، مسئولیت تمامی موارد ایمنی به عهده کاربر این استاندارد خواهد بود. بنابراین کاربر باید قبل از انجام آزمون‌ها با به‌کار گرفتن روش‌های بهداشتی و ایمنی مناسب و توجه به دستورالعمل‌های مربوطه، پیش‌بینی‌های لازم را به عمل آورد.

۱ هدف

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین دمای انتقال شیشه‌ای لاستیک خام به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی می‌باشد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 1407, Rubber- Determination of solvent extract

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۶: سال ۱۳۹۳، لاستیک - اندازه‌گیری مواد حاصل از استخراج با حلال، با استفاده از استاندارد ISO 1407: 2011 تدوین شده است.

2-2 ISO 11357-1:2016, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 1: General principles

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۸۶-۱: سال ۱۳۹۴، پلاستیک‌ها - گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۱: اصول کلی، با استفاده از استاندارد ISO 11357-1: 2009 تدوین شده است.

2-3 ISO 23529, Rubber - General procedures for preparing and conditioning test pieces for physical test methods

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۴۴۵۷: سال ۱۳۹۰، لاستیک - روش کار عمومی آماده‌سازی و تثبیت شرایط آزمون‌ها برای روش‌های آزمون فیزیکی - قسمت ۱: اصول کلی، با استفاده از استاندارد ISO 23529: 2010 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف بیان شده در استاندارد ISO 11357-1، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود:

۱-۳

انتقال شیشه‌ای

glass transition

تغییر برگشت پذیر در یک پلیمر بی‌شکل یا در نواحی بی‌شکل یک پلیمر نیمه کریستالی، از (یا به) حالت لاستیکی یا گرانبه (یا از) حالت سخت یا شیشه‌ای.

۲-۳

دمای انتقال شیشه‌ای

T_g

glass transition temperature

نقطه میانی تقریبی گستره دمایی که در آن انتقال شیشه‌ای (مطابق با زیربند ۳-۱) اتفاق می‌افتد. یادآوری-۱ در این استاندارد دمای انتقال شیشه‌ای به عنوان نقطه عطف منحنی گرماسنجی روبشی تفاضلی تعریف شده که با نرخ گرمایش ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه به دست آمده است (مطابق با زیربند الف-۳).

۴ اصول آزمون

تغییر در ظرفیت گرمایی ویژه لاستیک به عنوان تابعی از دما در یک محیط معین و بی اثر با استفاده از یک گرماسنج روبشی تفاضلی (DSC) اندازه‌گیری می‌شود. دمای انتقال شیشه‌ای از منحنی رسم شده به دست می‌آید.

۵ دستگاه‌ها

۱-۵ گرماسنج روبشی تفاضلی، مطابق با زیربند 5.1 استاندارد ISO 11357-1:2016.

گرماسنج باید در اتاقی با دمای استاندارد آزمایشگاهی نگهداری شده و در برابر جریان‌های هوایی، تابش مستقیم آفتاب و تغییرات ناگهانی دما محافظت شود.

۲-۵ ظروف آزمون (کروزه‌ها)، مطابق با زیربند 5.2 استاندارد ISO 11357-1:2016.

۳-۵ منبع گاز، با خلوص تجزیه‌ای، معمولاً نیتروژن یا هلیوم.

۴-۵ ترازو، قادر به اندازه‌گیری جرم آزمون با دقت ± 0.0001 گرم.

۶ آزمون

جرم آزمون باید بین 0.1 گرم و 0.2 گرم بوده و نماینده‌ای از نمونه مورد آزمون باشد. برای تعیین دمای انتقال شیشه‌ای پلیمر، لاستیک خام را مطابق با استاندارد ISO 1407 استخراج کنید.

۷ تثبیت شرایط

نمونه مورد آزمون و آزمون را مطابق با استاندارد ISO 23529 تثبیت شرایط کنید.

۸ کالیبراسیون

گرماسنج را مطابق با دستورالعمل سازنده کالیبره کنید. توصیه می‌شود از مواد با درجه خلوص تجزیه‌ای مناسب برای بررسی درستی مقیاس دمایی استفاده شود. به‌طور ایده‌آل، مواد با نقاط ذوب در گستره دمایی مناسب باید انتخاب شوند. اکتان نرمال، هپتان نرمال و سیکلو هگزان برای استفاده مفید هستند. در صورت نیاز به دمای بالاتر کالیبراسیون، بهتر است از ایندیوم^۱ استفاده شود.

۹ روش انجام آزمون

۹-۱ نرخ جریان گاز

باید از نرخ جریان گاز بی اثر یکسان با رواداری $\pm 10\%$ در طول روش استفاده شود. نرخ‌های جریان بین 10 میلی لیتر بر دقیقه و 100 میلی لیتر بر دقیقه مناسب است.

۹-۲ بارگذاری آزمون

جرم آزمون را با دقت ± 0.0001 گرم اندازه بگیرید. باید جرم اسمی یکسان برای همه اندازه‌گیری‌ها استفاده شود. در صورت امکان به منظور سطح تماس حرارتی زیاد با ته ظرف، نمونه باید دارای سطح صاف باشد.

یادآوری ۱- به منظور تکرار پذیری مناسب، تماس حرارتی زیاد بین آزمون و ته ظرف ضروری می‌باشد.

نمونه را به وسیله انبر در ظرف گذاشته و درپوش آن را ببندید. ظرف در بسته را به وسیله انبر در گرماسنج قرار دهید.

از تماس دست با آزمون یا ظرف خودداری کنید.

یادآوری ۲- قرار دادن یک ظرف خالی با درپوش به عنوان مرجع برای به دست آوردن منحنی‌های حرارتی^۱ پایدار گرماسنجی روبشی تفاضلی مفید است.

۳-۹ روبش دما

۳-۹-۱ آزمون را تا دمای تقریبی ۱۴۰- درجه سلسیوس با نرخ ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه و یا ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه سرد کرده و در این دما به مدت ۱ دقیقه تا ۱۰ دقیقه تا هنگامی که خط پایه پایدار شود، نگه دارید.

برای اندازه‌گیری دمای انتقال شیشه‌ای بسیار پایین در مورد لاستیک‌هایی مانند سیس پلی بوتادی‌ان، دمای شروع ۱۴۰- درجه سلسیوس مورد نیاز می‌باشد. برای لاستیک‌های با دمای انتقال شیشه‌ای بالاتر، این دما ضروری نیست.

دمای شروع باید به گونه‌ای انتخاب شود که خط پایه پایدار قبل از ناحیه انتقال شیشه‌ای به دست آید، به عنوان مثال حدود ۳۰ درجه سلسیوس تا ۴۰ درجه سلسیوس زیر دمای انتقال شیشه‌ای مورد نظر.

اگر دستگاه قادر به حفظ نرخ خنک‌سازی تعیین شده نباشد، باید برای دستیابی به این نرخ تا حد امکان نزدیک به آنچه تعیین شده، تنظیم گردد.

۳-۹-۲ روبش دما را با نرخ گرمایی ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه انجام دهید. گرمادهی را تا زمانی که دما حدود ۳۰ درجه سلسیوس بالاتر از گستره انتقال شیشه‌ای برسد، ادامه دهید.

یادآوری- اغلب دستگاه‌ها قابلیت برنامه‌ریزی برای اجرای خودکار چرخه دمایی مورد نیاز را دارند.

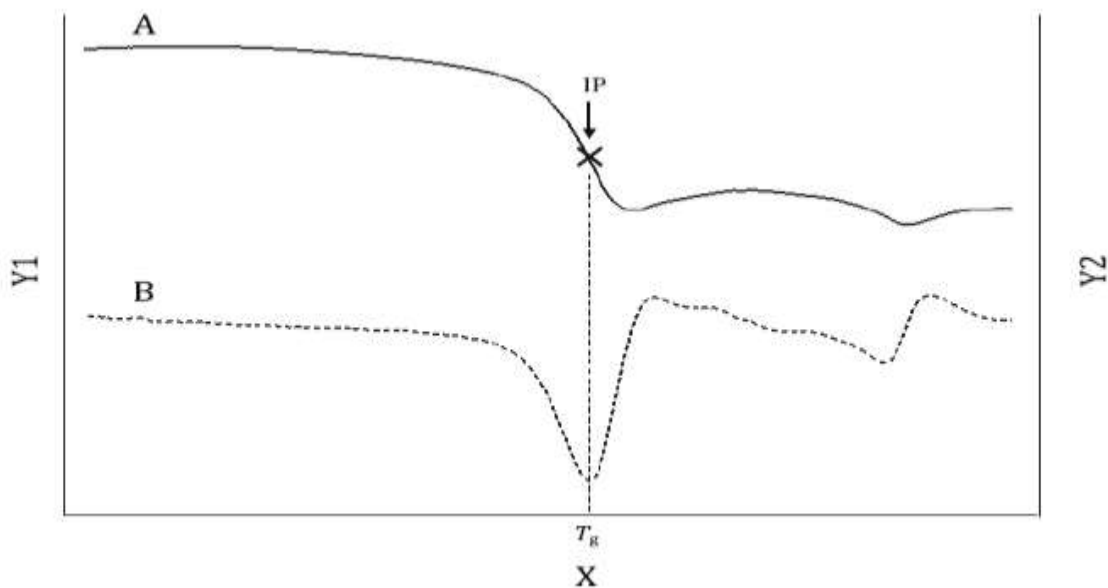
۱۰ بیان نتایج

دمای انتقال شیشه‌ای را طبق نقطه عطف منحنی انتقال با استفاده از نرم‌افزار تعیین کنید. منحنی حرارتی عمومی گرماسنج روبشی تفاضلی و نقطه عطف در شکل ۱ نشان داده شده است.

یادآوری- اگر دمای انتقال شیشه‌ای باید مستقیماً از منحنی تعیین شود، تعیین دقیق محل نقطه عطف با بررسی منحنی حرارتی مشتق اول گرماسنج روبشی تفاضلی (DDSC)^۲ به دست می‌آید. در شرایطی که منحنی گرمازا باشد، این نقطه کمینه می‌باشد.

1- Thermograms

2- The First Derivative Differential Scanning Calorimeter



راهنما:

- A منحنی حرارتی گرماسنجی روبشی تفاضلی
- B منحنی حرارتی مشتق اول گرماسنجی روبشی تفاضلی
- Y_1 محور گرماسنجی روبشی تفاضلی (جهت گرمزایی)
- Y_2 محور مشتق اول گرماسنجی روبشی تفاضلی
- X دما بر حسب درجه سلسیوس
- IP نقطه عطف

شکل ۱- منحنی حرارتی عمومی و نقطه عطف

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی‌های زیر باشد:

- الف- ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛
- ب- مشخصات نمونه؛
- پ- جرم نمونه بر حسب گرم؛
- ت- نوع دستگاه به کار رفته؛
- ث- نوع گاز بی‌اثر و نرخ جریان؛
- ج- ماده کالیبره‌کننده؛
- چ- چرخه دمایی به کار رفته؛
- ح- مقدار دمای انتقال شیشه‌ای بر حسب درجه سلسیوس، همراه با منحنی گرماسنجی روبشی تفاضلی؛
- خ- تاریخ آزمون.

۱۲ دقت

برای آگاهی از دقت آزمون به پیوست الف مراجعه شود.

پیوست الف (آگاهی‌دهنده)

دقت

الف-۱ کلیات

الف-۱-۱ برنامه آزمون بین آزمایشگاهی (ITP)^۱ برای ارزیابی دقت دمای انتقال شیشه‌ای در سال ۲۰۰۴ به وسیله روش‌های دقیق و راهنمایی‌های توصیف شده در استاندارد ISO/TR 9272 انجام شد. برای اصطلاحات و جزئیات دیگر در مورد ارزیابی دقت به استاندارد ISO/TR 9272 مراجعه کنید.

الف-۱-۲ برنامه آزمون بین آزمایشگاهی با استفاده از چهار لاستیک NdBR (BR) با درجه بالای سیس^۲ و کاتالیست شده با نئودیمیم^۳، SBR1502، SBR1721 و OESSBR انجام شد. این لاستیک‌ها گستره دمای انتقال شیشه‌ای از حدود ۱۰۰- درجه سلسیوس تا ۲۰- درجه سلسیوس را نشان دادند.

سی آزمایشگاه در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی همکاری نمودند و دقت نوع یک ارزیابی شد. نتیجه آزمون، تعیین یا اندازه‌گیری دمای انتقال شیشه‌ای با استفاده از روش گرماسنجی روبشی تفاضلی، طبق این استاندارد ملی بیان شد. دو اندازه‌گیری دمای انتقال شیشه‌ای در دو روز آزمون با فاصله یک هفته انجام شد. در هر آزمون، اندازه‌گیری‌ها با دو نرخ ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه و ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه انجام گرفت.

به‌منظور تجزیه و تحلیل دقت، تمام مقادیر دمای انتقال شیشه‌ای به درجه کلون تبدیل شد. این عمل موجب جلوگیری از مقادیر منفی در الگوریتم‌های محاسبه می‌گردد و مهم‌تر از آن، مقادیر میانگین دمای انتقال شیشه‌ای را که نزدیک صفر نیستند، فراهم می‌آورد و به این ترتیب منجر به معنادار شدن بیشتر دقت نسبی (بر حسب درصد) برای تمام مواد می‌شود. به عبارت دیگر این مسئله باعث اجتناب از مقادیر درصدهای بالا می‌شود.

الف-۱-۳ نتایج دقت تعیین شده طبق این برنامه آزمون بین آزمایشگاهی، ممکن است برای پذیرش یا رد آزمون همه گروه‌های مواد یا فراورده‌ها قابل استفاده نباشد، مگر آن‌که مستندات این ارزیابی برای مواد یا فراورده‌های مورد آزمون بیان شود.

1- Interlaboratory Test Programme
2- Cis
3- neodymium

الف-۲ نتایج دقت

الف-۲-۱ کلیات

نتایج دقت برای هر چهار نوع لاستیک به ازای نرخ ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه و نیز ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه در جدول الف-۱ بیان شده است. نتایج دقت با استفاده از روش‌های حذف داده‌های خارج از محدوده طبق استاندارد ISO/TR 9272 به دست آمده‌اند. جدول الف-۱ فهرست تعدادی از آزمایشگاه‌های باقی‌مانده در بانک اطلاعاتی برای ارزیابی دقت، پس از حذف آزمایشگاه‌های دارای داده‌های خارج از محدوده را بیان کرده است. شرح کلی استفاده از نتایج دقت در زیربند الف-۲-۲ بیان شده است که با عنوان دقت مطلق r یا R و همچنین دقت نسبی (r) و (R) داده شده است.

الف-۲-۲ تکرارپذیری و تجدیدپذیری

الف-۲-۲-۱ تکرارپذیری

تکرارپذیری، یا دقت حوزه ناحیه‌ای، به‌وسیله مقادیر بیان شده در جدول الف-۱ برای تمام مواد (لاستیک‌ها) فهرست شده در این جدول بیان شده است. دو نتیجه آزمون واحد به‌دست آمده با استفاده از این استاندارد ملی، که بیش از مقادیر بیان شده برای r بر حسب واحدهای اندازه‌گیری و (r) بر حسب درصد اختلاف دارند، باید به عنوان مقادیر مشکوک در نظر گرفته شوند، به عبارت دیگر از جوامع مختلف به‌دست آمده‌اند. چنین تصمیمی نشان می‌دهد که بررسی مناسبی باید انجام شود.

ب-۲-۲-۲ تجدیدپذیری

تجدیدپذیری یا دقت حوزه جمعی، به‌وسیله مقادیر بیان شده در جدول الف-۱ برای تمام مواد فهرست شده در این جدول بیان شده است. دو نتیجه آزمون واحد به‌دست آمده در آزمایشگاه‌های مختلف با استفاده از این استاندارد ملی که با مقادیر بیان شده برای R بر حسب واحدهای اندازه‌گیری و (R) بر حسب درصد، متفاوت هستند، باید به عنوان مقادیر مشکوک در نظر گرفته شوند، به عبارت دیگر از جوامع مختلف به‌دست آمده‌اند. چنین تصمیمی نشان می‌دهد که بررسی مناسبی باید انجام شود.

الف-۲-۳ نظرات تحلیلی تکمیلی

آخرین ستون جدول الف-۱ (تعداد آزمایشگاه‌هایی که مشمول پایگاه داده مورد استفاده برای محاسبات نهایی دقت می‌باشند) بیانگر این است که تعداد قابل توجهی از داده‌های آزمایشگاهی به‌عنوان داده‌های خارج از محدوده حذف شده‌اند. چون چندین آزمایشگاه داده‌ها را ارسال نکردند، تعداد نهایی آزمایشگاه‌ها برای NdBR کم است. در راستای افزایش دقت، تعدادی از داده‌های خارج از محدوده حذف گردید، اما در حالت کلی پس از حذف همه داده‌های خارج از محدوده تکرارپذیری، (یعنی برای هر چهار لاستیک)، حد تکرارپذیری، با یک ضریب کاهش (r) / (R) (تجدیدپذیری نهایی بر تجدیدپذیری اولیه) ۰/۵۶ برای ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه و ۰/۴۶ برای ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه کاهش یافت. مشابه حالت کلی، حد

تجدیدپذیری، پس از حذف همه داده‌های خارج از محدوده تجدیدپذیری با یک ضریب کاهش 0.71 برای هر دو روش 10 درجه سلسیوس بر دقیقه و 20 درجه سلسیوس بر دقیقه، کاهش یافت. آزمایشگاه‌های منفرد ممکن است توافق ضعیفی از نظر تکرارپذیری یا تجدیدپذیری یا هر دو را نشان دهند.

به نظر می‌رسد تفاوت کلی قابل توجه در دقت نرخ 10 درجه سلسیوس بر دقیقه نسبت به نرخ 20 درجه سلسیوس بر دقیقه وجود ندارد. تکرارپذیری برای 10 درجه سلسیوس بر دقیقه 9 درصد بزرگتر از 20 درجه سلسیوس بر دقیقه می‌باشد، در حالی که تجدیدپذیری برای 10 درجه سلسیوس بر دقیقه 3 درصد کمتر از 20 درجه سلسیوس بر دقیقه می‌باشد.

طبق جدول الف-۱، دقت نهایی آزمایشگاه‌های اصلی در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی را بیان می‌کند. این آزمایشگاه‌ها ممکن است به‌عنوان گروه اصلی از آزمایشگاه‌های با کیفیت آزمون بالا در نظر گرفته شوند که برای اندازه‌گیری این خواص ویژه تأییدیه دارند.

الف-۲-۴ اریبی

خطا، اختلاف بین میانگین اندازه‌گیری شده نتیجه آزمون و یک مرجع یا مقدار واقعی اندازه‌گیری شده می‌باشد. از آنجایی که مقادیر مرجع برای این روش آزمون وجود ندارد، لذا خطا ارزیابی نمی‌شود.

جدول الف-۱- داده‌های دقت برای دمای انتقال شیشه‌ای

تعداد آزمایشگاه‌ها ^a	بین آزمایشگاه‌ها			درون آزمایشگاهی			سطح میانگین		مواد
	(R)	R	S _R	(r)	r	S _r	K	°C	
اندازه‌گیری شده در ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه									
۲۰	۲,۵۷	۴,۲۹	۱,۵۳۱	۰,۶۴	۱,۰۶	۰,۳۷۹	۱۶۶,۷	-۱۰۶,۳	NdB
۲۵	۱,۴۹	۳,۲۵	۱,۱۶۰	۰,۴۹	۱,۰۷	۰,۳۸۲	۲۱۸,۵	-۵۴,۵	SBR 1502
۲۴	۱,۶۶	۳,۹۷	۱,۴۱۷	۰,۴۸	۱,۱۴	۰,۴۰۸	۲۳۸,۷	-۳۴,۳	SBR 1721
۲۳	۱,۶۳	۴,۰۶	۱,۴۴۹	۰,۲۸	۰,۶۹	۰,۲۴۵	۲۴۸,۷	-۲۴,۳	OESSBR
	۱,۸۴	۳,۸۹	۱,۳۹	۰,۴۷۳	۰,۹۹۰	۰,۳۵۴			مقدار ادغام شده یا میانگین ^b
اندازه‌گیری شده در ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه									
۱۹	۲,۳۶	۳,۹۷	۱,۴۱۸	۰,۴۵	۰,۷۶	۰,۲۷۳	۱۶۸,۲	-۱۰۴,۸	NdB
۲۷	۱,۸۲	۴,۰۱	۱,۴۳۱	۰,۵۹	۱,۲۹	۰,۴۶۲	۲۲۰,۳	-۵۲,۸	SBR 1502
۲۲	۱,۳۵	۳,۲۶	۱,۱۶۴	۰,۴۳	۱,۰۴	۰,۳۷۲	۲۴۰,۸	-۳۲,۲	SBR 1721
۲۴	۱,۹۲	۴,۸۳	۱,۷۲۴	۰,۲۱	۰,۵۳	۰,۱۹۰	۲۵۱,۱	-۲۱,۹	OESSBR
	۱,۸۶	۴,۰۲	۱,۴۳	۰,۴۲۰	۰,۹۰۸	۰,۳۲۴			مقدار ادغام شده یا میانگین ^b
<p>یادآوری ۱- نشانه‌های به کار رفته:</p> <p>S_r- انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی (بر حسب واحدهای اندازه‌گیری)</p> <p>r- تکرار پذیری (بر حسب واحدهای اندازه‌گیری)</p> <p>(r)- تکرارپذیری (درصد سطح دمای میانگین بیان شده بر حسب درجه کلون)</p> <p>S_R- انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی (برای کل تغییرات بین آزمایشگاهی بر حسب واحدهای اندازه‌گیری)</p> <p>R- تجدیدپذیری (بر حسب واحدهای اندازه‌گیری)</p> <p>(R)- تجدیدپذیری (درصد سطح دمای میانگین بیان شده بر حسب درجه کلون)</p> <p>یادآوری ۲- دقت نسبی پارامترها، تکرارپذیری و تجدیدپذیری، محاسبه شده با استفاده از مقادیر دمای انتقال شیشه‌ای بر حسب درجه کلون</p> <p>a تعداد آزمایشگاه‌ها پس از حذف مقادیر خارج از محدوده، آنالیز ۳ مرحله‌ای، با مشارکت مجموع ۳۰ آزمایشگاه.</p> <p>b میانگین ساده محاسبه شده.</p>									

الف-۳ نتیجه‌گیری

دمای انتقال شیشه‌ای تعیین شده با نرخ گرمادهی ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه، در حدود ۲ درجه سلسیوس بیشتر از دمای انتقال شیشه‌ای تعیین شده با نرخ گرمادهی ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه

می‌باشد. نرخ گرمادهی ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه یا ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه تفاوت مهمی در دقت ایجاد نمی‌کنند. بنابراین می‌توان به منظور راحتی، نرخ سریع‌تر را انتخاب کرد.

کتابنامه

- [1] ISO/TR 9272:2005, Rubber and rubber products - Determination of precision for test methodstandards