



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  
۱۱۵۷۰-۱  
چاپ اول  
۱۳۹۷

INSO  
11570-1  
1st Edition  
2019

Identical with  
ISO 21561-1:  
2015

لاستیک استایرن بوتادین (SBR) -  
تعیین ریزساختار لاستیک استایرن بوتادین  
پلیمر شده در محلول -  
قسمت ۱: روش طیف سنجی رزونانس  
مغناطیسی هسته پروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) و  
طیف سنجی زیر قرمز (IR)  
با روش فیلم قالب گیری

Styrene-butadiene rubber (SBR) —  
Determination of the microstructure of  
solution-polymerized SBR —  
Part 1:  $^1\text{H-NMR}$  and IR with cast-film  
method

ICS:83.060

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، 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: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

رایانامه: [standard@isiri.gov.ir](mailto:standard@isiri.gov.ir)

وبگاه: <http://www.isiri.gov>

**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](mailto:standard@isiri.gov.ir)

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

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران 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، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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 به منظور 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) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، واسنجی و 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 (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4-Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« لاستیک استایرن بوتادین (SBR) - تعیین ریزساختار لاستیک استایرن بوتادین پلیمر شده در محلول - قسمت ۱: روش طیف سنجی رزونانس مغناطیسی هسته پروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) و طیف سنجی زیر قرمز (IR) با روش فیلم قالب‌گیری»

رئیس:

امیرذهنی، ملیحه  
(دکتری شیمی تجزیه)

سمت و/یا محل اشتغال:

دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز

دبیر:

پیرا، رویا  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آب‌بسته، هما  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

شرکت سهند آسا

اخپاری، شهاب  
(دکتری شیمی پلیمر)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

پوررضا، کیوان  
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

شرکت پتروشیمی تخت جمشید

حضرتی، راحله  
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

کارشناس استاندارد

سنگ‌سفیدی، لاله  
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

پژوهشگاه استاندارد

صائب نیا، حمید  
(کارشناسی مهندسی صنایع)

شرکت تک تایر آذر

محمدی، باقر  
(کارشناسی ارشد مکانیک)

شرکت آذراوند

مولانی، احسان  
(کارشناسی شیمی معدنی)

شرکت پتروشیمی بندر امام

ویراستار:

اخپاری، شهاب  
(دکتری شیمی پلیمر)

سمت و/یا محل اشتغال:

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۲	۳ روش NMR (روش مطلق)
۲	۱-۳ اصول روش
۲	۲-۳ مواد و واکنشگرها
۳	۳-۳ وسایل
۳	۴-۳ نمونه‌برداری
۳	۵-۳ روش انجام آزمون
۴	۶-۳ تعیین ریزساختار
۴	۴ روش IR
۴	۱-۴ اصول روش
۴	۲-۴ مواد و واکنشگرها
۵	۳-۴ تجهیزات
۵	۴-۴ نمونه‌برداری
۵	۵-۴ روش انجام آزمون
۹	۶-۴ تعیین ریزساختار
۱۳	۵ دقت
۱۳	۶ گزارش آزمون
۱۴	پیوست الف (آگاهی‌دهنده) روش کار برای آماده‌سازی لایه نازک نمونه و اندازه-گیری ریزساختار توسط طیف‌سنجی نوری FTIR
۱۹	پیوست ب (آگاهی‌دهنده) دقت
۲۲	کتاب‌نامه

## پیش‌گفتار

استاندارد « لاستیک استایرن بوتادین (SBR) - تعیین ریزساختار لاستیک استایرن بوتادین پلیمر شده در محلول - قسمت ۱: روش طیف سنجی رزونانس مغناطیسی هسته پروتون ( $^1\text{H-NMR}$ ) و طیف سنجی زیر قرمز (IR) با روش فیلم قالب‌گیری» که پیش‌نویس آن در 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 تهیه و تدوین شده، در بیست و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۳۹۷/۱۱/۱۶ 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.

این استاندارد یکی از استانداردهای تفکیک شده از استاندارد ملی ایران شماره ۱۱۵۷۰: سال ۱۳۸۷، (لاستیک استایرن بوتادین (SBR) - تعیین ریزساختار محلول پلیمر شده لاستیک استایرن بوتادین) است که با انتشار تمامی مجموعه استانداردهای تفکیک شده از استاندارد مزبور، آن استاندارد باطل خواهد شد و استانداردهای تفکیک شده جایگزین آن می‌شوند.

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 خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی تدوین مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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 21561-1: 2015 Styrene-butadiene rubber (SBR) — Determination of the microstructure of solution-polymerized SBR — Part 1:  $^1\text{H-NMR}$  and IR with cast-film method



## مقدمه

این استاندارد یک قسمت از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۱۵۷۰ است و قسمت دیگر این مجموعه عبارت است از:

- قسمت ۲: روش طیفسنجی مادون قرمز تبدیل فوریه (FTIR) با بازتاب کلی تضعیف شده (ATR)

## لاستیک استایرن بوتادین (SBR)<sup>۱</sup> - تعیین ریزساختار لاستیک استایرن بوتادین پلیمر شده در محلول - قسمت ۱: روش طیف سنجی رزونانس مغناطیسی هسته پروتون (<sup>1</sup>H-NMR)<sup>۲</sup> و طیف سنجی زیر قرمز (IR)<sup>۳</sup> با روش فیلم قالب گیری

هشدار - توصیه می شود افرادی که از این استاندارد ملی استفاده می کنند با آیین کار معمول آزمایشگاه آشنایی داشته باشند. این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نمی کند. در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین قوانین حدود کاربردی، قبل از استفاده، بر عهده کاربر می باشد. احتیاط - برخی اقدامات مشخص شده در این استاندارد ممکن است شامل کاربرد یا تولید مواد، تولید پسماند باشد که می تواند خطر زیست محیطی محلی داشته باشد. بهتر است مرجع مدارک مناسب درباره نحوه کنترل امن و دفع بعد از استفاده آنها تهیه شود.

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار کمی ریزساختار بوتادین و مقدار استایرن لاستیک استایرن بوتادین پلیمر شده به روش محلول (S-SBR)<sup>۴</sup> به وسیله روش طیف سنجی رزونانس مغناطیسی هسته پروتون پروتون به عنوان یک روش مطلق و طیف سنجی زیر قرمز به عنوان یک روش نسبی است. مقدار استایرن به صورت درصد جرمی نسبت به کل پلیمر بیان می شود و مقادیر ترانس، سیس و وینیل برحسب درصد مولی نسبت به بوتادین بیان می شود. این روش فقط برای لاستیک های خام کاربرد دارد.

یادآوری - طیف بینی IR همچنین می تواند مقادیر مطلق ریزساختار را توسط کالیبراسیون با S-SBR مطلق با مقدار معلوم ریزساختار به وسیله <sup>1</sup>H-NMR تعیین شده است، ارائه دهد.

یادآوری ۲- در این استاندارد فقط «سیس»، «ترانس» و «وینیل» به کار می رود، در حالی که وینیل، ترانس و سیس به شرح زیر بیان می شود:

- وینیل: واحد وینیل، پیوند وینیل، ۱و۲- واحد، ۱و۲- پیوند، واحد ۱و۲- وینیل یا پیوند ۱و۲- وینیل؛
- ترانس: واحد ۱و۴- ترانس، پیوند ۱و۴- ترانس، واحد ۱و۴ ترانس، پیوند ۱و۴ ترانس؛
- سیس: واحد ۱و۴- سیس، پیوند ۱و۴- سیس، واحد ۱و۴ سیس، پیوند ۱و۴ سیس؛

---

1-Styrene-butadiene rubber

2-Nuclear magnetic resonance spectroscopy.

3- Infrared Spectrometry

4-Solution-polymerized SBR

## 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 1795, Rubber, raw natural and raw synthetic — Sampling and further preparative procedures

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۶۵۱: سال ۱۳۹۶، لاستیک طبیعی خام و مصنوعی خام - روش‌های اجرایی نمونه - برداری و آماده سازی، با استفاده از استاندارد ISO 1795: 2017 تدوین شده است.

## ۳ روش NMR (روش مطلق)

### ۱-۳ اصول روش

۱-۱-۳ مقدار کمی از لاستیک استایرن - بوتادین استخراج شده در کلروفرم دوتریم‌دار شده، حل می‌شود.

۲-۱-۳ از محلول نمونه یک طیف  $^1\text{H-NMR}$  با پهنای طیفی  $15 \text{ ppm}$  گرفته می‌شود. از مساحت زیرپیک‌های به دست آمده مقدار ریزساختار بخش بوتادین و مقدار استایرن با استفاده از فرمول‌های تئوری محاسبه می‌شود.

### ۲-۳ مواد و واکنشگرها

۱-۲-۳ کلروفرم دوتریم‌دار شده،  $CDCl_3$ ، حاوی ۰٫۳٪ تترامتیل سیلان (TMS)<sup>۱</sup> به عنوان استاندارد داخلی. خلوص  $CDCl_3$  باید بیش از ۹۹٫۸٪ باشد.

۲-۲-۳ آزئوتروپ اتانول- تولوئن (ETA)<sup>۲</sup>.

۳-۲-۳ استن.

۳-۳ تجهیزات

۱-۳-۳ طیف‌سنج  $^1H-NMR$ ، طیف‌سنج تبدیل فوریه<sup>۳</sup> رزونانس مغناطیسی هسته (FT-NMR) با فرکانس رزونانس ۱۵۰ MHz یا بیش‌تر.

۲-۳-۳ وسایل جهت استخراج، طبق استاندارد ISO 1407.

۳-۳-۳ گرمخانه خلا<sup>۴</sup>، با تنظیم دمایی  $50^\circ C$  تا  $60^\circ C$ .

۴-۳-۳ ترازوی تجزیه‌ای، با دقت ۰٫۱ mg.

۴-۳ نمونه‌برداری

نمونه را طبق استاندارد ISO 1795 آماده کنید.

۵-۳ روش انجام آزمون

۱-۵-۳ مواد افزودنی لاستیک مانند روغن نرم کننده و آنتی اکسیدان را طبق استاندارد ISO 1407 توسط ETA یا استن به عنوان حلال استخراج جدا کنید. لاستیک استایرن- بوتادین استخراج شده را در گرمخانه خلا با دمای  $50^\circ C$  تا  $60^\circ C$  خشک کنید.

۲-۵-۳ ۱۵ mg تا ۵۰ mg از S-SBR استخراج شده را بردارید و در ۰٫۵ ml کلروفرم دوتریم‌دار شده، (زیربند ۱-۲-۳) کاملاً حل کنید. غلظت این محلول نمونه باید طبق قدرت تفکیک‌پذیری طیف‌سنج مورد استفاده، انتخاب شود.

۳-۵-۳ طیف  $^1H-NMR$  محلول S-SBR و محلول شاهد [کلروفرم دوتریم‌دار شده (طبق زیربند ۱-۲-۳)] را تحت شرایط زیر اندازه‌گیری کنید:

---

1- Tetramethyl silane  
2- Ethanol-toluene azeotrope  
3- Fourier transform  
4- Vacuum oven

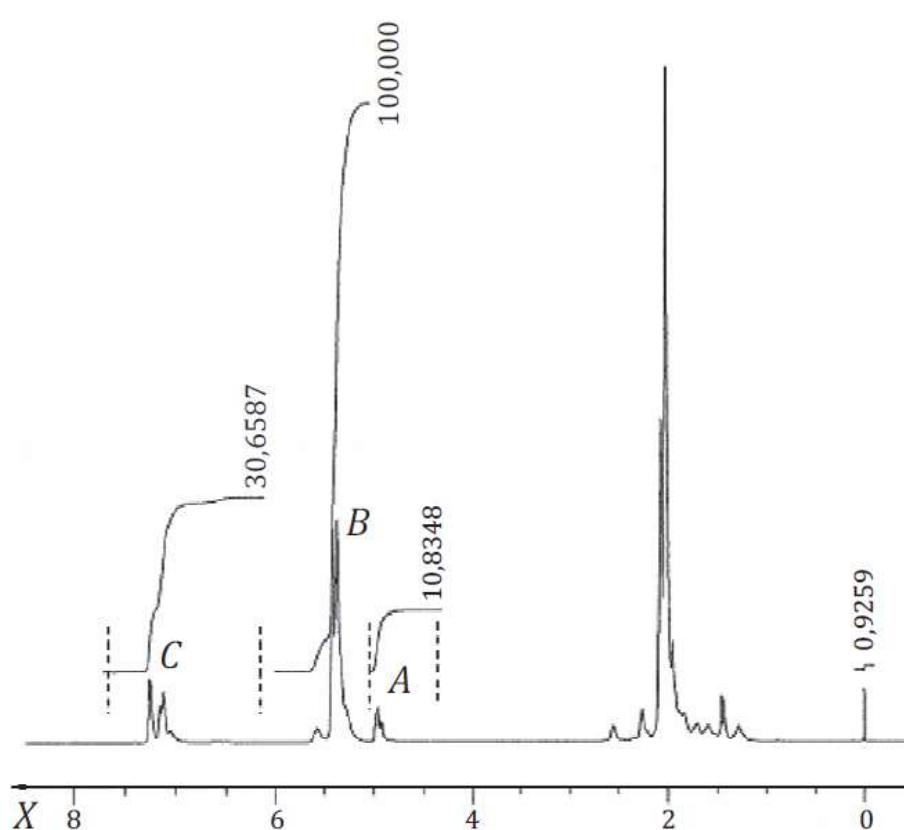
وضعیت	وضعیت ضربان تکی
دمای آزمون	دمای اتاق تا ۵۰ °C
تعداد نقاط داده‌ها	۳۲ k
انحراف	۵ ppm
پهنای طیف	۱۵ ppm یا بیشتر
زاویه چرخش	ضربان ۳۰°
تکرار ضربان	۴ s تا ۳۰ s
انباشتگی	۳۲ دفعه تا ۲۵۶ دفعه

### ۳-۶ تعیین ریزساختار

۳-۶-۱ انتگرال شدت ضربان‌های طیف <sup>1</sup>H-NMR در نواحی A، B و C که در جدول ۱ و شکل ۱ مشخص شده‌اند را به دست آورید. نمونه‌ای از طیف <sup>1</sup>H-NMR در نواحی A، B و C در شکل ۱ نشان داده شده است.

جدول ۱- تعریف نواحی انتگرال ضربان

ناحیه	محدوده انتگرال ضربان
A	از ۴٫۳ ppm تا نقطه با کمترین شدت، در حوالی ۵٫۰ ppm
B	از نقطه با کمترین شدت در حوالی ۵٫۰ ppm تا نقطه با کمترین شدت، در حوالی ۶٫۱ ppm
C	از نقطه با کمترین شدت در حوالی ۶٫۱ ppm تا ۷٫۷ ppm
<i>TMS</i> <sub>blank</sub>	شدت ضربان انتگرال گرفته شده TMS در CDCl <sub>3</sub> حاوی TMS
<i>CD</i> <sub>blank</sub>	از ۶٫۱ ppm تا ۷٫۷ ppm در CDCl <sub>3</sub> حاوی TMS
<i>TMS</i>	شدت ضربان گرفته شده TMS در محلول نمونه S-SBR



راهنما:

X جایجایی (ppm)

A B C نواحی انتگرال گیری ضربان

شکل ۱- نمونه‌ای از طیف  $^1\text{H-NMR}$  برای یک S-SBR

۳-۶-۲ مقدار شاهد حلال اندازه‌گیری شده در زیربند ۳-۵-۳ به وسیله معادله (۱) تصحیح می‌شود و از شدت ضربان انتگرال گیری شده در ناحیه C کم می‌شود.

$$c_{\text{calib}} = c - CD_{\text{blank}} \times \left( \frac{TMS}{TMS_{\text{blank}}} \right) \quad (1)$$

که در آن:

$c_{\text{calib}}$  شدت ضربان انتگرال گرفته‌شده ناحیه C که برای آن اثر  $\text{CH}_3\text{Cl}$  در  $\text{CDCl}_3$  تصحیح شده است؛ مقدار هر یک از اجزای ریزساختار (ترانس، سیس و وینیل) بخش بوتادین و مقدار استایرن را به وسیله معادلات (۲) تا (۴) محاسبه کنید:

$$S_m = \frac{\left( \frac{c_{\text{calib}}}{5} \right) \times 104}{\left( \frac{c_{\text{calib}}}{5} \right) \times 104 + \left( \frac{B}{2} + \frac{A}{4} \right) \times 54} \times 100 \quad (2)$$

$$V = \frac{\frac{A}{2}}{\frac{B}{2} + \frac{A}{4}} \times 100 \quad (3)$$

$$TC = \frac{\frac{B}{2} - \frac{A}{4}}{\frac{B}{2} + \frac{A}{4}} \times 100 \quad (4)$$

که در آن:

$S_m$  مقدار استایرن S-SBR، بر حسب درصد جرمی؛

$V$  مقدار وینیل بخش بوتادین S-SBR، بر حسب درصد مولی؛

$TC$  مقدار ترانس و سیس بخش بوتادین S-SBR بر حسب درصد مولی.

#### ۴ روش IR

##### ۴-۱ اصول روش

۴-۱-۱ مقدار کمی از S-SBR استخراج شده در سیکلوهگزان حل شده و روی صفحه KBr پوشش داده می‌شود.

۴-۱-۲ طیف IR نمونه S-SBR بر روی صفحه KBr در گستره  $1200 \text{ cm}^{-1}$  تا  $600 \text{ cm}^{-1}$  اندازه‌گیری می‌شود. از اندازه‌گیری جذب‌ها در چهار طول موج معین، مقادیر ترانس، سیس، وینیل و استایرن با استفاده از روش هامپتون<sup>۱</sup> محاسبه می‌شوند. (به مرجع [۱] کتابنامه مراجعه شود).

۴-۱-۳ طیف‌سنجی IR همچنین می‌تواند مقادیر مطلق ریزساختار را توسط کالیبراسیون با S-SBR هایی با ریزساختار مطلق معلوم به دست آمده به وسیله طیف‌سنجی  $^1\text{H-NMR}$  را ارائه دهد.

##### ۴-۲ مواد و واکنشگرها

۴-۲-۱ آزئوتروپ اتانول - تولوئن (ETA).

۴-۲-۲ استن.

۴-۲-۳ سیکلوهگزان.

#### ۳-۴ تجهیزات

۱-۳-۴ طیف‌سنج نوری IR، طیف‌سنج نوری تبدیل فوریه زیر قرمز (FTIR) طیف‌سنج نوری دوپرتویی IR.

۲-۳-۴ وسایل استخراج، طبق استاندارد ISO 1407.

۳-۳-۴ گرمخانه خلا، با تنظیم دمایی °C ۵۰ تا °C ۶۰.

۴-۳-۴ ترازوی تجزیه‌ای، با دقت ۰٫۱ mg.

۵-۳-۴ ویال نمونه ۲۰ ml، با درپوش.

۶-۳-۴ پی‌پت پاستور و پی‌پت ۱۰ ml.

۷-۳-۴ صفحه KBr، برای طیف‌سنج نوری IR.

۸-۳-۴ نگه‌دارنده، برای صفحه KBr.

۹-۳-۴ فاصله‌گذار<sup>۱</sup> فلزی، با ضخامت ۰٫۱ mm.

#### ۴-۴ نمونه‌برداری

لاستیک خام باید طبق استاندارد ISO 1795 نمونه‌برداری شود.

#### ۵-۴ روش انجام آزمون

##### ۱-۵-۴ آماده‌سازی محلول نمونه

۱-۱-۵-۴ روغن بسط‌دهنده و آنتی‌اکسیدان را طبق استاندارد ISO 1407 توسط ETA یا استن استخراج کنید. لاستیک استایرن-بوتادین استخراج شده را در گرمخانه خلا<sup>۱</sup> با دمای °C ۵۰ تا °C ۶۰ خشک کنید.

۲-۱-۵-۴ ۰٫۲ g از نمونه S-SBR استخراج شده را در ویال نمونه ۲۰ ml قرار دهید.

۳-۱-۵-۴ با استفاده از پی‌پت ۱۰ ml، ۱۰ ml سیکلوهگزان به ویال نمونه اضافه کنید. درپوش را روی شیشه نمونه قرار دهید تا S-SBR کاملاً حل شود.



#### ۲-۵-۴ آماده‌سازی پوشش فیلم<sup>۱</sup>

۱-۲-۵-۴ فاصله‌گذار فلزی با ضخامت ۰/۱ mm را روی صفحه KBr قرار دهید و توسط پی‌پت پاستور محلول نمونه را به طور یکنواخت در حفره فاصله‌گذار پخش کنید.

۲-۲-۵-۴ هر محلول نمونه اضافی را از فاصله‌گذار پاک کنید و یک لایه نازک با ضخامت یکنواخت ایجاد کنید. از آنجا که ضخامت لایه روی جذب اثر می‌گذارد حجم محلول نمونه را به مقدار مناسب تنظیم کنید.

۳-۲-۵-۴ محلول نمونه روی صفحه KBr را خشک کنید.

۴-۲-۵-۴ فاصله‌گذار را از صفحه KBr جدا کنید و صفحه KBr را در نگهدارنده طیف‌سنج IR قرار دهید. یادآوری - جزئیات روش کار و تجهیزات مورد نیاز برای آماده‌سازی پوشش فیلم در پیوست الف آمده است.

#### ۳-۵-۴ اندازه‌گیری طیف IR

#### ۱-۳-۵-۴ اندازه‌گیری به وسیله طیف‌سنج نوری FTIR

۱-۱-۳-۵-۴ طیف زمینه‌ای صفحه KBr شاهد را از  $1200\text{ cm}^{-1}$  تا  $600\text{ cm}^{-1}$  اندازه‌گیری می‌شود.

۲-۱-۳-۵-۴ طیف صفحه KBr نمونه را از  $1200\text{ cm}^{-1}$  تا  $600\text{ cm}^{-1}$  اندازه‌گیری می‌شود.

۳-۱-۳-۵-۴ به منظور اطمینان از تکرارپذیری مناسب، حداکثر جذب برای طیف نمونه باید در گستره ۰/۱ تا ۰/۱۵ باشد.

۴-۱-۳-۵-۴ نمونه‌ای از طیف FTIR در شکل ۲ نشان داده شده است.

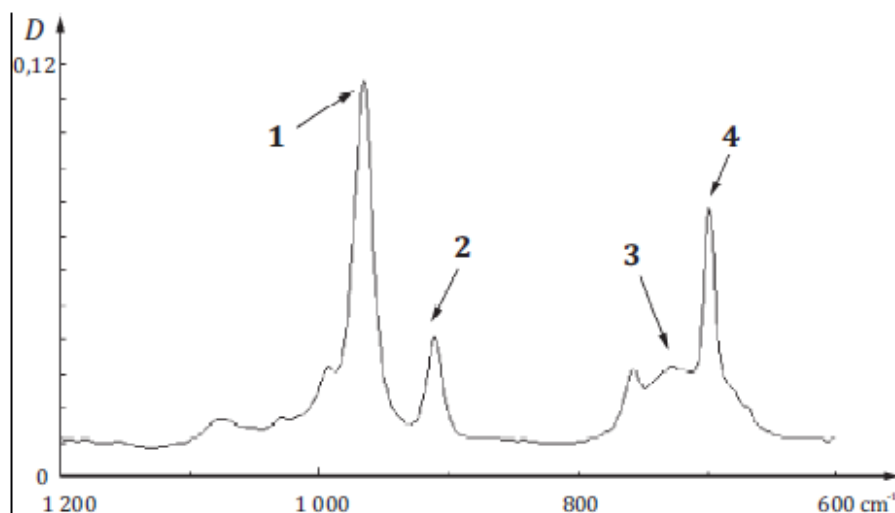
#### ۲-۳-۵-۴ اندازه‌گیری به وسیله طیف‌سنج نوری IR دوپرتویی

۱-۲-۳-۵-۴ صفحه KBr شاهد را در هر دو مسیر مربوط به نمونه و مرجع قرار دهید و طیف زمینه‌ای را در حالت جذب از  $1200\text{ cm}^{-1}$  تا  $600\text{ cm}^{-1}$  اندازه‌گیری کنید.

۲-۲-۳-۵-۴ طیف صفحه KBr نمونه را در مسیر نمونه و صفحه KBr شاهد را در مسیر مرجع قرار دهید. طیف را در حالت جذب از  $1200\text{ cm}^{-1}$  تا  $600\text{ cm}^{-1}$  اندازه‌گیری کنید.

۳-۲-۳-۵-۴ به منظور اطمینان از تکرارپذیری مناسب، حداکثر جذب برای طیف نمونه باید در گستره ۰/۱ تا ۰/۱۵ باشد.

۴-۵-۳-۲-۴ با کم کردن طیف زمینه از طیف نمونه یک طیف تفصیلی جهت محاسبه ریزساختار ایجاد کنید.



راهنما:

- |   |         |
|---|---------|
| 1 | ترانس   |
| 2 | وینیل   |
| 3 | سیس     |
| 4 | استایرن |

شکل ۲- نمونه‌ای از طیف FTIR برای یک S-SBR

#### ۴-۶ تعیین ریزساختار

##### ۴-۶-۱ اندازه‌گیری جذب مربوط به هریک از اجزا ریزساختار

مقادیر جذب را در اعداد موجی مربوط به اجزاء ریزساختار همانطور که در جدول ۲ مشخص شده است، اندازه‌گیری کنید. پیک جذبی مربوط به سیس ضعیف است و عدد موج پیک تحت تاثیر مقدار استایرن موجود در پلیمر قرار دارد.

جدول ۲- اندازه‌گیری جذب مربوط به هر جزء ریزساختار S-SBR

ملاحظات	اجزای ریزساختار	نماد جذب
جذب در حداکثر پیک از عدد موج $960 \text{ cm}^{-1}$ تا $980 \text{ cm}^{-1}$ اندازه‌گیری شود.	ترانس	$D_t$
جذب در حداکثر پیک از عدد موج $900 \text{ cm}^{-1}$ تا $920 \text{ cm}^{-1}$ اندازه‌گیری شود.	وینیل	$D_v$
عدد موجی در این حداکثر پیک تحت تاثیر ماهیت پلیمر از جمله مقدار استایرن است. وقتی حداکثر پیک قابل رویت باشد، جذب را در حداکثر پیک از عدد موج $720 \text{ cm}^{-1}$ تا $740 \text{ cm}^{-1}$ بخوانید. اگر مقدار استایرن بیش از ۳۰٪ باشد، پیک مربوط به سیس بین دو جذب قوی استایرن در عدد موج $755 \text{ cm}^{-1}$ تا $699 \text{ cm}^{-1}$ پوشیده می‌شود. در این حالت مقدار جذب را در $724 \text{ cm}^{-1}$ اندازه‌گیری کنید.	سیس	$D_c$
جذب در حداکثر پیک از عدد موج $960 \text{ cm}^{-1}$ تا $710 \text{ cm}^{-1}$ اندازه‌گیری شود.	استایرن	$D_s$

۲-۶-۴ محاسبه

۱-۲-۶-۴ کلیات

مقدار هر جزء ریزساختار در S-SBR با استفاده از جذب‌های نمونه ( $D_t$ ،  $D_c$ ،  $D_v$ ،  $D_s$ ) در اعداد موجی مربوطه توسط معادله هامپتون محاسبه می‌شود.

۲-۲-۶-۴ محاسبه غلظت جزء ریزساختار

غلظت هر جزء ریزساختار ( $C_t$ ،  $C_c$ ،  $C_v$ ،  $C_s$ ) به وسیله معادلات زیر به دست می‌آیند:

$$C_s = -0.138 \times D_v - 0.2604 \times D_c + 0.3739 \times D_s \quad (5)$$

$$C_v = -0.067 \times D_t + 0.3140 \times D_v - 0.154 \times D_c - 0.0071 \times D_s \quad (6)$$

$$C_t = 0.3937 \times D_t - 0.112 \times D_v - 0.361 \times D_c - 0.065 \times D_s \quad (7)$$

$$C_c = 0.044 \times D_t - 0.274 \times D_v + 1.8347 \times D_c - 0.251 \times D_s \quad (8)$$

۳-۲-۶-۴ محاسبه ریزساختار

مقدار (درصد مولی در بخش بوتادین یا درصد جرمی استایرن) هر جز ریزساختار به وسیله معادله‌های زیر به دست می‌آیند:

$$S_m = \frac{C_s}{C_s + C_v + C_t + C_c} \times 100 \quad (۹)$$

$$V = \frac{C_v}{C_v + C_t + C_c} \times 100 \quad (۱۰)$$

$$T = \frac{C_t}{C_v + C_t + C_c} \times 100 \quad (۱۱)$$

$$C = \frac{C_c}{C_v + C_t + C_c} \times 100 \quad (۱۲)$$

که در آن:

$S_m$  مقدار استایرن S-SBR، برحسب درصد جرمی؛

$V$  مقدار وینیل بخش بوتادین S-SBR، برحسب درصد مولی؛

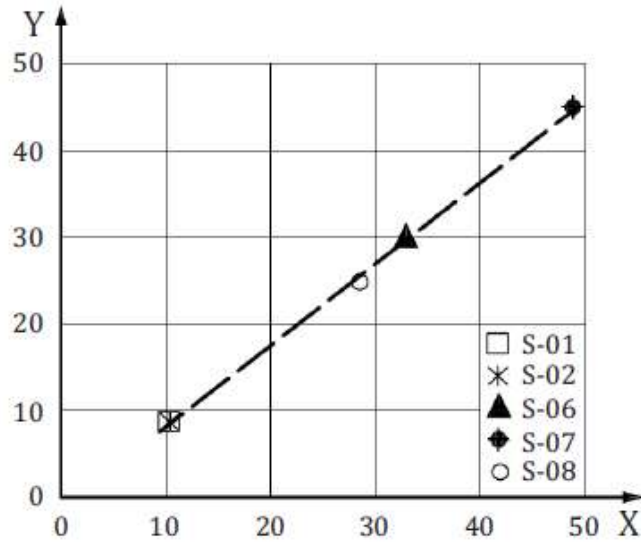
$T$  مقدار ترانس بخش بوتادین S-SBR، برحسب درصد مولی؛

$C$  مقدار سیس بخش بوتادین S-SBR، برحسب درصد مولی؛

#### ۷-۴ تبدیل نتایج روش IR به نتایج مطلق

۱-۷-۴ مقادیر مطلق مقدار استایرن و وینیل را از طریق اندازه‌گیری‌های طیف IR به وسیله کالیبراسیون روش IR با استفاده از SBR با مقادیر معلوم استایرن و وینیل (به روش  $^1\text{H-NMR}$ ) می‌توان به دست آورد. شکل ۳ و ۴ مثال‌هایی از این کالیبراسیون را نمایش می‌دهد.

۲-۷-۴ شرایط اندازه‌گیری (تفکیک‌پذیری، بهینه‌سازی و زمان روبش و غیره) جهت ایجاد طیف IR نمونه مجهول باید همانند شرایط اندازه‌گیری نمونه‌های استاندارد باشد که برای رسم منحنی کالیبراسیون استفاده شده است.

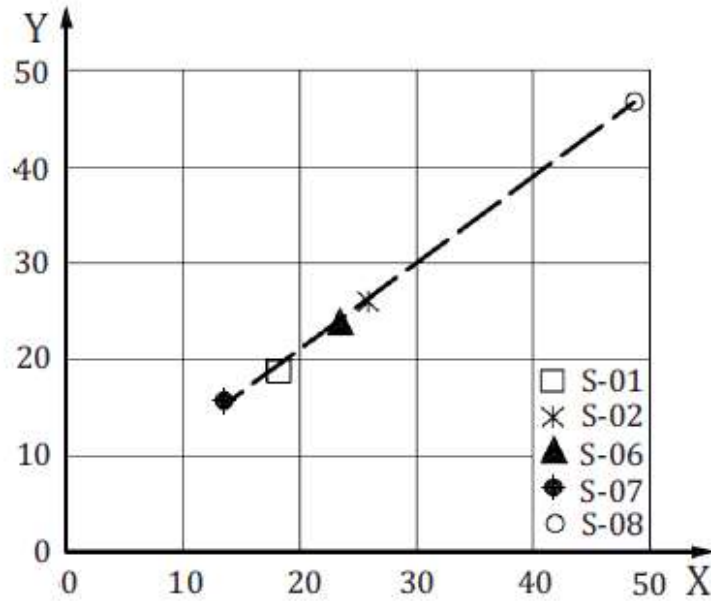


راهنما:

X مقدار وینیل به روش NMR (برحسب درصد مولی در بخش بوتادین)

Y مقدار وینیل به روش IR (برحسب درصد مولی در بخش بوتادین)

شکل ۳- منحنی کالیبراسیون برای مقدار وینیل بین روش NMR و روش IR



راهنما

X مقدار استایرن به روش NMR (برحسب درصد مولی در S-SBR)

Y مقدار استایرن به روش IR (برحسب درصد مولی در S-SBR)

شکل ۴- منحنی کالیبراسیون برای مقدار استایرن بین روش NMR و روش IR

## ۵ دقت

به پیوست ب مراجعه شود.

## ۶ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- جزئیات نمونه:

۱- شرح کامل نمونه و منشا آن؛

۲- در صورت لزوم، روش آماده‌سازی آزمون از نمونه؛

ب- ارجاع به این استاندارد؛

پ- جزئیات آزمون از جمله هر جزئیاتی که در این استاندارد مشخص نشده است؛

ت- نتایج آزمون:

۱- تعداد آزمون استفاده شده؛

۲- نتایج جزئیات، برحسب درصد و گرد کردن آن تا یک رقم اعشار؛

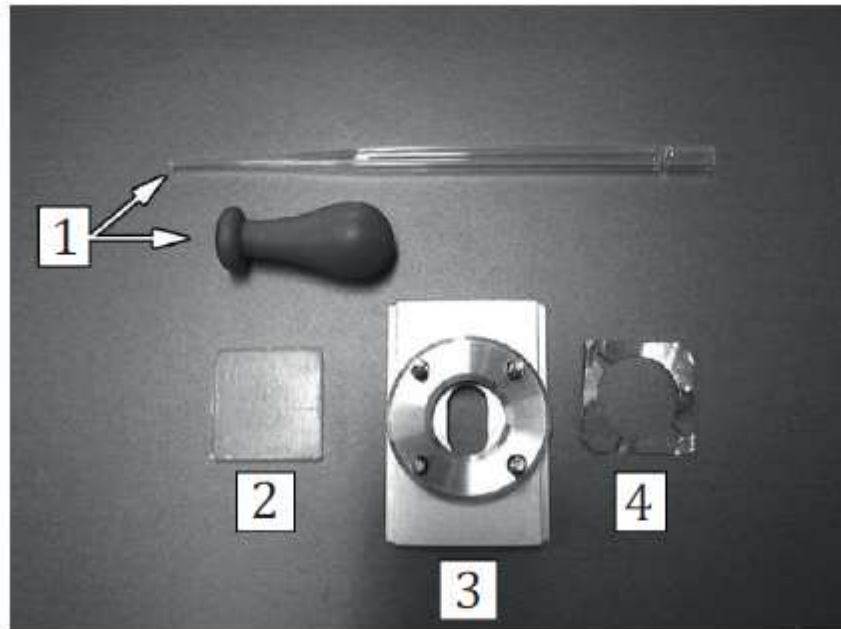
ث- تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف  
(آگاهی دهنده)

روش کار برای آماده‌سازی لایه نازک نمونه و اندازه‌گیری ریزساختار توسط طیف‌سنجی نوری  
FTIR

الف-۱ تجهیزات

وسایل مورد نیاز برای آماده‌سازی لایه نازک نمونه و اندازه‌گیری ریزساختار S-SBR به وسیله طیف‌سنجی نوری FTIR در شکل الف-۱ نشان داده شده است.



راهنما:

- 1 پی‌پت پاستور
- 2 صفحه KBr در ابعاد  $5\text{ mm} \times 35\text{ mm} \times 35\text{ mm}$  برای طیف‌بینی IR
- 3 نگهدارنده برای صفحه KBr
- 4 فاصله‌گذار فلزی (سرب) با ضخامت  $0.1\text{ mm}$

شکل الف-۱- وسایل برای آماده‌سازی صفحه KBr پوشش داده شده

الف-۲ روش آماده‌سازی

الف-۲-۱ فاصله‌گذار را روی صفحه KBr قرار دهید (به شکل الف-۲ مراجعه شود).

الف-۲-۲ با استفاده از پی پت پاستور چند قطره از محلول نمونه را در مرکز حفره فاصله‌گذار قرار دهید (به شکل الف-۳ مراجعه شود).

الف-۲-۳ جهت پاک کردن محلول نمونه اضافی، یک صفحه KBr دیگر روی فاصله‌گذار قرار داده و سپس صفحه KBr را بلند و به وسیله یک دستمال نرم محلول اضافی را پاک کنید. این روش کار را دو یا سه بار تکرار کنید (به شکل الف-۴ مراجعه شود).

الف-۲-۴ محلول نمونه روی صفحه KBr را تبخیر کنید (به شکل الف-۵ مراجعه شود).

الف-۲-۵ فاصله‌گذار فلزی را از روی صفحه KBr جدا کنید و صفحه پوشش داده شده را در نگه‌دارنده آن قرار دهید (به شکل الف-۶ مراجعه شود).

الف-۲-۶ نگه‌دارنده صفحه را در مسیر نوری طیف‌سنج سوار کنید (به شکل الف-۶ مراجعه شود).

الف-۲-۷ اگر ماکزیمم جذب برای نمونه در محدوده ۰٫۱ تا ۰٫۱۵ نبود، وضعیت تابش IR عبوری از نمونه را تنظیم کنید.

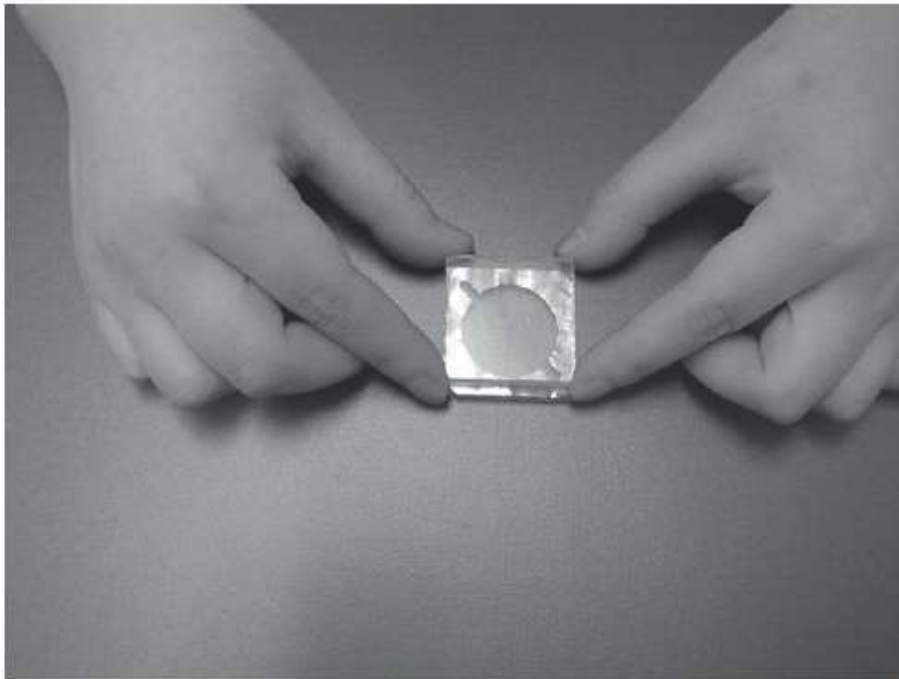


شکل الف-۲-۲- فاصله‌گذار قرار گرفته روی صفحه KBr





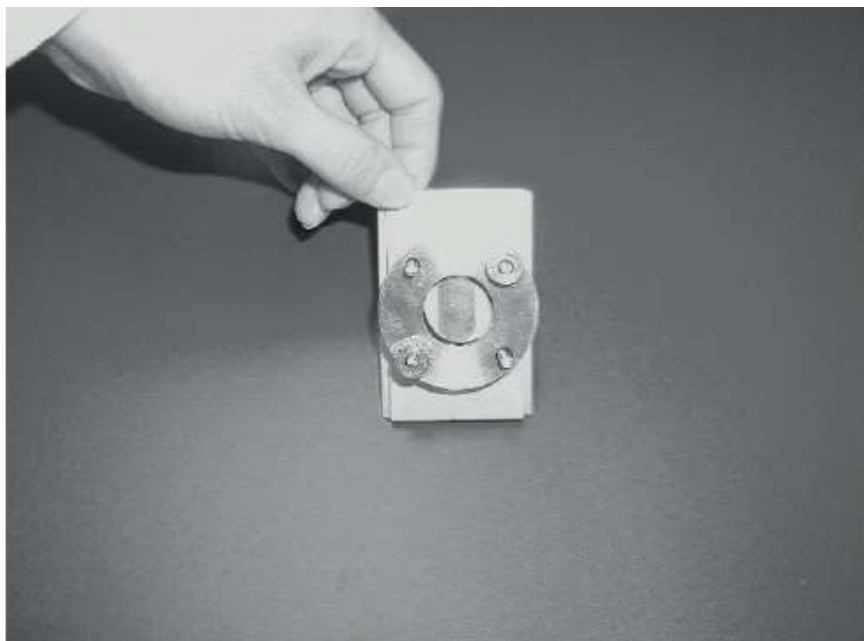
شکل الف-۳- قرار دادن قطرات محلول نمونه در حفره فاصله‌گذار با استفاده از پی‌پت پاستور



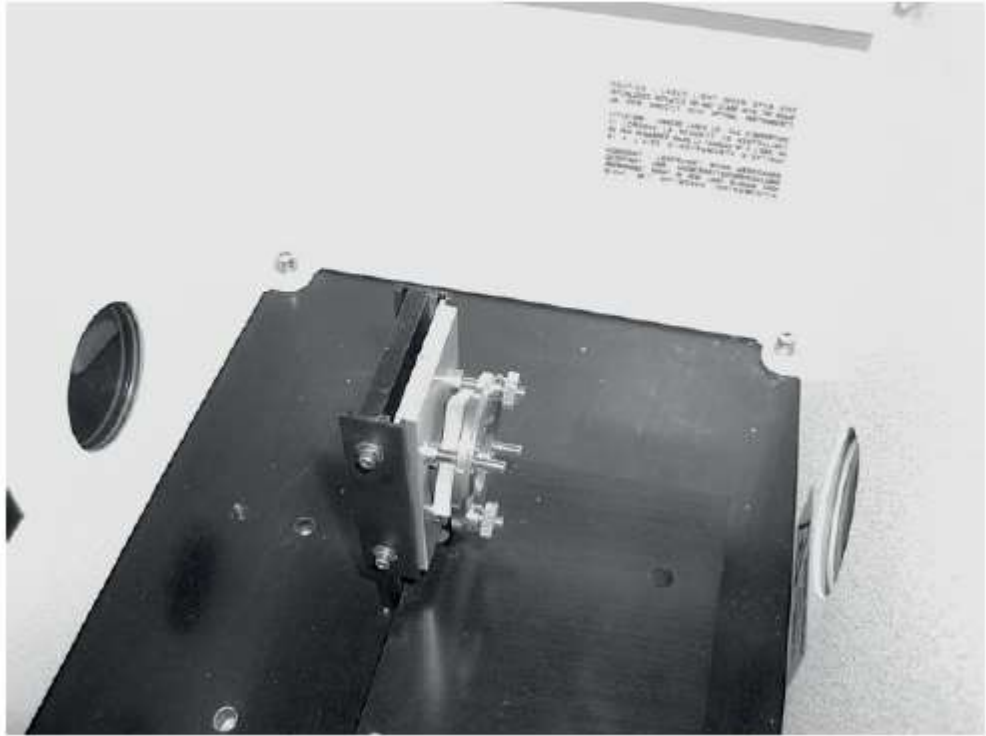
شکل الف-۴- پاک کردن محلول نمونه اضافی



شکل الف-۵- تبخیر محلول نمونه



شکل الف-۶- صفحه KBR پوشش داده شده و قرار گرفته در صفحه نگه‌دارنده



شکل الف-۷- نگاه‌دارنده صفحه سوار شده در طیف‌سنج IR

## پیوست ب

### (آگاهی‌دهنده)

#### دقت

ب-۱ دقت این روش مطابق با استاندارد ISO/TR 9272 تعیین شده است. نتایج به دست آمده از روش NMR در جداول ب-۱ و ب-۲ و نتایج به دست آمده از روش IR در جداول ب-۳ و ب-۴ ارائه شده است. توصیه نمی‌شود پارامترهای دقت جهت تایید یا رد هیچ دسته‌ای از مواد مورد استفاده قرار گیرند مگر این که به طور مستند کاربرد پارامترها برای آن گروه از مواد و آیین‌نامه‌های آزمون خاص روش آزمون تایید شوند.

ب-۲ نتایج ذکر شده در جداول ب-۱ تا ب-۴ مقادیر میانگین است و دقت روش‌های آزمون در دو سنجش برنامه‌ریزی شده بین آزمایشگاهی که در آن ۷ آزمایشگاه جهت آزمون NMR و ۸ آزمایشگاه جهت آزمون IR شرکت داشته‌اند را نشان می‌دهد. آزمایشگاه‌ها تجزیه‌های دوتایی را بر روی دو نوع مختلف S-SBR انجام داده‌اند.

نمادهای مورد استفاده در جداول به صورت زیر تعریف می‌شود:

$S_r$  انحراف استاندارد تکرارپذیری؛

$r$  تکرارپذیری بر حسب واحد اندازه‌گیری؛

$(r)$  تکرارپذیری متوسط بر حسب درصد (نسبی)؛

$S_R$  انحراف استاندارد تجدیدپذیری

$R$  تجدیدپذیری بر حسب واحد اندازه‌گیری؛

$(R)$  تجدیدپذیری متوسط بر حسب درصد. (نسبی).

ب-۳ **تکرارپذیری:** تکرارپذیری  $r$  روش آزمون به عنوان مقدار مناسب در جداول ب-۱ و ب-۲ آمده است. دو نتیجه آزمون مستقل که اختلافی بیش از این مقدار با هم داشته باشد، باید مورد تردید قرار گرفته و مجدداً بررسی شود.

ب-۵ **تجدیدپذیری:** تجدیدپذیری  $R$  روش آزمون به عنوان مقدار مناسب در جداول ب-۳ و ب-۴ آمده است. دو نتیجه آزمون مستقل که اختلافی بیش از این مقدار با هم داشته باشد، باید مورد تردید قرار گرفته و مجدداً بررسی شود.

جدول ب-۱- مقدار استایرن S-SBR با روش NMR

بین آزمایشگاهی			درون آزمایشگاهی			مقدار میانگین	نمونه
(R)	R	S <sub>R</sub>	(r)	r	S <sub>r</sub>	%	
۱,۴۶	۰,۳۷	۰,۱۳	۰,۴۷	۰,۱۲	۰,۰۴	۲۵,۲	SBR -1
۱,۴۴	۰,۳۶	۰,۱۳	۰,۷۵	۰,۱۹	۰,۰۷	۲۴,۷	SBR -2

جدول ب-۲- مقدار وینیل در بخش بوتادین S-SBR با روش NMR

بین آزمایشگاهی			درون آزمایشگاهی			مقدار میانگین	نمونه
(R)	R	S <sub>R</sub>	(r)	r	S <sub>r</sub>	%	
۶,۸۸	۰,۷۲	۰,۲۵	۲,۱۵	۰,۲۲	۰,۰۸	۱۰,۴	SBR -1
۲,۵۰	۰,۸۱	۰,۲۹	۲,۱۸	۰,۷۱	۰,۲۵	۳۲,۶	SBR -2

جدول ب-۳- مقدار استایرن S-SBR با روش IR

بین آزمایشگاهی			درون آزمایشگاهی			مقدار میانگین	نمونه
(R)	R	S <sub>R</sub>	(r)	r	S <sub>r</sub>	%	
۶,۸۷	۱,۷۱	۰,۶۰	۵,۰۹	۱,۲۷	۰,۴۵	۲۴,۹	SBR -1
۷,۴۵	۱,۸۹	۰,۶۷	۴,۵۳	۱,۱۵	۰,۴۱	۲۵,۴	SBR -2

جدول ب-۴- مقدار وینیل در بخش بوتادین S-SBR با روش IR

بین آزمایشگاهی			درون آزمایشگاهی			مقدار میانگین	نمونه
(R)	R	S <sub>R</sub>	(r)	r	S <sub>r</sub>	%	
۶۶۱	۰٫۶۹	۰٫۲۴	۴٫۶۰	۰٫۴۸	۰٫۱۷	۱۰٫۴	SBR -1
۳٫۱۰	۱٫۰۱	۰٫۳۶	۱٫۲۴	۰٫۴۰	۰٫۱۴	۳۲٫۶	SBR -2

کتابنامه

- [1] Hampton R.R. Anal. Chem. 1949, **21** p. 923
  - [2] ISO/TR 9272, Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
-