



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
۱۳۹۸۲

تجدید نظر اول

۱۳۹۷

INSO
13982

1st Revision

2019

Identical with
ISO 7781: 2017

لاستیک خام استایرن- بوتادین -
تعیین مقدار صابون و اسید آلی

Styrene-butadiene rubber, raw —
Determination of soap and organic-acid
content

ICS: 83.040.10

استاندارد ملی ایران شماره ۱۳۹۸۲ (تجدید نظر اول): سال ۱۳۹۷

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۱-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸ (۰۲۶)

رایانامه: 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

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)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان 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 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) 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 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 استاندارد

« لاستیک خام استایرن- بوتادین - تعیین مقدار صابون و اسید آلی »

<u>رئیس:</u>	<u>سمت و/یا محل اشتغال:</u>
آب‌بسته، هما (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)	شرکت سهند آسا
<u>دبیر:</u>	
پیرا، رویا (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی
<u>اعضا:</u> (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اختری، 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 مهندسی مکانیک)	شرکت آذراوند
مولانی، احسان (کارشناسی شیمی معدنی)	شرکت پتروشیمی بندر امام
<u>ویراستار:</u>	<u>سمت و/یا محل اشتغال:</u>
اختری، شهاب (دکتری شیمی پلیمر)	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۳	۵ واکنشگرها
۳	۶ وسایل
۷	۷ نمونه برداری و آماده سازی نمونه
۴	۸ روش انجام آزمون
۴	۸-۱ آماده سازی محلول آزمون
۵	۸-۲ روش A- روش تیتراسیون با استفاده از واکنشگر شناساگر
۵	۸-۳ روش B- روش تیتراسیون با استفاده از تیترا تور پتانسیومتری خودکار
۶	۸-۴ روش C- روش تیتراسیون برگشتی با استفاده از تیترا تور پتانسیومتری خودکار
۹	۹ بیان نتایج
۹	۹-۱ مقدار صابون
۱۰	۹-۲ مقدار اسید آلی
۱۱	۱۰ داده های دقت
۱۱	۱۱ گزارش آزمون
۱۲	پیوست الف (آگاهی دهنده)، آزمون رزین
۱۳	پیوست ب (آگاهی دهنده)، داده های دقت برای روش C
۱۵	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد «لاستیک خام استایرن- بوتادین - تعیین مقدار صابون و اسید آلی» که نخستین بار در سال ۱۳۸۹ 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 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.

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 ۱۳۹۸۲، سال: ۱۳۸۹ 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 7781:2017, Styrene-butadiene rubber, raw — Determination of soap and organic-acid content

لاستیک خام استایرن- بوتادین - تعیین مقدار صابون و اسید آلی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روش‌های اندازه‌گیری مقدار صابون و اسید آلی لاستیک خام استایرن- بوتادین (SBR)^۱ است.

- روش A: تیتراسیون^۲ با استفاده از شناساگر است؛

- روش B: تیتراسیون با استفاده از تیترا تور^۳ پتانسیومتری خودکار است؛

- روش C: تیتراسیون برگشتی با استفاده از تیترا تور پتانسیومتری خودکار است.

از آنجائی که صابون‌ها و اسیدهای آلی تنها ترکیبات شیمیایی موجود در لاستیک نیست، بنابراین طبق این روش مقدار تقریبی صابون و اسید آلی به دست می‌آید.

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 385, Laboratory glassware — Burettes

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۶: سال ۱۳۸۶، ظروف شیشه‌ای آزمایشگاهی - بورت‌ها - ویژگی‌ها، با استفاده از استاندارد ISO 385:2005 تدوین شده است.

2-2 ISO 648, Laboratory glassware — Single-volume pipettes

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۹۵۹: سال ۱۳۹۰، لوازم شیشه‌ای آزمایشگاهی - پی‌پت‌های تک حجم، با استفاده از استاندارد ISO 648: 2008 تدوین شده است.

2-3 ISO 1042, Laboratory glassware — One-mark volumetric flasks

1- Styrene-butadiene rubber, raw
2- Titration
3- Titrator

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۵۲۰: سال ۱۳۸۳، ظروف شیشه ای آزمایشگاهی - بالن های حجم سنجی با یک خط نشانه - ویژگی ها، با استفاده از استاندارد ISO 1042:1998 تدوین شده است.

2-4 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 - روش های اجرایی نمونه برداری و آماده سازی، با استفاده از استاندارد ISO 1795: 2017 تدوین شده است.

2-5 ISO 4799, Laboratory glassware — Condensers

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۸۲۵۵: سال ۱۳۸۴، لوازم شیشه ای آزمایشگاهی - میردها، با استفاده از استاندارد ISO 4799: 1978 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف به کار نمی رود^۱.

۴ اصول

آزمونه وزن شده ای از لاستیک، به شکل نوارهای نازک، با استفاده از آزئوتروپ اتانول - تولوئن (ETA)^۲، یا برای لاستیک لخته شده با آلوم، با استفاده از مخلوط اتانول - تولوئن - آب استخراج می شود. بعد از رساندن به حجم استاندارد، کسر مشخصی از حاصل استخراج برداشته و با تیتراسیون اسید - باز تیتراسیون می شود.

روش A: با اسید استاندارد برای تعیین صابون و با باز استاندارد برای تعیین اسید آلی با استفاده از شناساگر تیتراسیون می شود.

روش B: با اسید استاندارد برای تعیین صابون و با باز استاندارد برای تعیین اسید آلی با استفاده از تیتراسیون پتانسیومتری خودکار تیتراسیون می شود. نقطه هم ارزی تیتراسیون به وسیله نقطه عطف تعیین می شود.

روش C: بعد از افزودن مقدار کافی از اسید، برای تعیین صابون و اسید آلی با باز استاندارد تیتراسیون می شود. نقطه هم ارزی تیتراسیون به وسیله نقطه عطف تعیین می شود.

برای روش A و B داده های دقیق در دسترس نیست. بنابراین دقت آنها معلوم نیست. برای روش C، اگر مقدار صابون خیلی کم باشد، انحراف معیار اندازه گیری مقدار صابون بهتر است با دقت بررسی شود.

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه های www.iso.org/obp و www.electropedia.org/ قابل دسترس است.

2- Ethanol-toluene azeotrope

۵ واکنشگرها

در طول آزمون تنها از واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای شناخته شده و آب مقطر یا همان آب با خلوص معادل استفاده کنید.

۵-۱ آزنوتروپ اتانول - تولوئن (ETA)

هفت حجم اتانول خالص و سه حجم تولوئن را مخلوط کنید. به عنوان جایگزین، هفت حجم اتانول با درجه تجاری را با سه حجم تولوئن مخلوط کنید، مخلوط را تحت شرایط بازروانی^۱ با کلسیم اکسید بدون آب (آهک پخته) به مدت ۴ ساعت بازروانی^۲ کنید. اجازه دهید تا دمای اتاق خنک کنید و از طریق کاغذ صافی شماره ۴۲ آن را صاف کنید.

۵-۲ مخلوط اتانول - تولوئن - آب

مقدار 95 cm^3 از ETA (طبق زیربند ۵-۱) و 5 cm^3 آب را مخلوط کنید.

۵-۳ محلول سدیم هیدروکسید، با غلظت دقیقاً استاندارد شده برابر 0.1 mol/dm^3 .

۵-۴ شناساگر آبی تیمول

0.06 g آبی تیمول را در 6.45 cm^3 از محلول سدیم هیدروکسید 0.02 mol/dm^3 حل کرده و با آب تا 50 cm^3 رقیق کنید.

۵-۵ اسید هیدروکلریک، با غلظت دقیقاً استاندارد شده برابر با 0.05 mol/dm^3 .

۶ تجهیزات

از وسایل آزمایشگاهی متداول و موارد زیر استفاده کنید:

۶-۱ ترازو، با درستی 1 mg ؛

۶-۲ صفحه داغ^۳؛

۶-۳ ارلن مایر با دهانه گشاد، با ظرفیت 400 cm^3 تا 500 cm^3 ؛

۶-۴ بالن حجمی، با ظرفیت 250 cm^3 ، مطابق با الزامات استاندارد ISO 1042؛

1-Reflux
2-Hotplate

۵-۶ مبرد بازروانی، مطابق با الزامات استاندارد ISO 4799 ؛

۶-۶ ارلن مایر، با ظرفیت 250 cm^3 ،

یادآوری- به عنوان جایگزین، از استخراج کننده سوکسله^۱، مبرد بازروانی و بالن حجمی می توان استفاده کرد.

۷-۶ بورت، با ظرفیت 25 cm^3 ، مطابق با الزامات استاندارد ISO 385 ؛

۸-۶ بیپیت، با ظرفیت 100 cm^3 ، مطابق با الزامات استاندارد ISO 648 ؛

۹-۶ بیپیت، با ظرفیت 2 cm^3 ، مطابق با الزامات استاندارد ISO 648 ؛

۱۰-۶ همزن مغناطیسی، مگنت روکش شده با پلی تترافلورواتیلن،

۱۱-۶ تیترا تور پتانسیومتری خودکار، شامل الکتروود مناسب برای آزمون pH محلول آلی؛

۷ نمونه برداری و آماده سازی نمونه

ورق لاستیکی به وزن 2 g تا 6 g که طبق استاندارد ISO 1795 انتخاب و آماده شده است را بردارید. آن را به صورت تکه های کوچک به اندازه $2 \text{ mm} \times 2 \text{ mm}$ یا نوارهایی با طول کمتر از 10 mm و عرض کمتر از 5 mm ببرید. آزمونهای با وزن تقریبی 2 g را با دقت 0.001 g وزن کنید.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ آماده سازی محلول آزمون

کاغذ صافی دایره ای شکلی را در انتهای ارلن مایر با دهانه گشاد (طبق زیربند ۳-۶) قرار دهید و 100 cm^3 از حلال استخراج ETA (طبق زیربند ۵-۱) را برای همه لاستیک ها به جز لاستیک لخته شده با آلوم اضافه کنید. برای لاستیک لخته شده با آلوم^۲ از مخلوط اتانول- تولوئن- آب استفاده کنید (طبق زیربند ۵-۲).

نوارهای لاستیکی را به طور جداگانه به داخل ارلن وارد کنید و بعد از هر نوبت وارد کردن نوار، آن را در محلول به صورت چرخشی حرکت دهید تا کاملاً با حلال خیس شده و چسبندگی آنها به هم کاهش یابد. مبرد بازروانی (طبق زیربند ۵-۶) را به ارلن بسته و حلال را تحت شرایط بازروانی به مدت 1 h به آرامی بجوشانید.

1- Soxhlet
2-Alum

محلول استخراج را به بالن حجمی (طبق زیربند ۴-۶) منتقل کرده و لاستیک را با 100 cm^3 دوم از حلال استخراج به مدت ۱ h بازروانی کنید. این محلول استخراج را به بالن حجمی اضافه کنید. نوارها را به طور متوالی سه بار با بخش‌های 10 cm^3 از حلال استخراج بشوید و محلول شستشو را نیز به بالن حجمی اضافه کنید. بعد از خنک کردن آن در دمای اتاق، حجم نهایی را با حلال استخراج به 250 cm^3 برسانید.

در روش جایگزین، می‌توانید نوارهای توزین شده نمونه را در کاغذ صافی پیچیده شده و در استخراج کننده سوکسله (طبق زیربند ۶-۶) با ETA (طبق زیربند ۵-۵) یا اتانول- تولوئن- آب به مدت حداقل ۴ h تحت بازروانی قرار داده و استخراج کنید.

۲-۸ روش A- روش تیتراسیون با استفاده از واکنشگر شناساگر

۱-۲-۸ روش تعیین مقدار صابون

بعد از به هم زدن کامل، با پیپت 100 cm^3 از محلول رقیق شده را در یک ارلن مایر 250 cm^3 (طبق زیربند ۶-۶) بریزید و شش قطره از شناساگر آبی تیمول (طبق زیربند ۴-۵) را به آن اضافه کنید و محلول را با محلول اسید هیدروکلریک (طبق زیربند ۵-۵) تیتراسیون کنید تا اولین تغییر رنگ مشاهده شود (V_1).

تیتراسیون شاهد را با 100 cm^3 از همان حلال استخراج که برای آزمون مورد استفاده قرار گرفت انجام دهید و از همان شناساگر مورد استفاده برای تیتراسیون آزمون استفاده کنید. (V_2).

۲-۲-۸ روش تعیین مقدار اسید آلی

دقیقاً طبق زیربند ۱-۲-۸ عمل کنید اما قسمت دوم محلول را با محلول سدیم هیدروکسید (طبق زیربند ۳-۵) تیتراسیون کنید و دوباره از شناساگر آبی تیمول (طبق زیربند ۴-۵) استفاده کنید (V_3). با استفاده از همان روش تیتراسیون شاهد را با 100 cm^3 از حلال استخراج انجام دهید (V_4).

۳-۸ روش B- روش تیتراسیون با استفاده از تیترا تور پتانسیومتری خودکار

۱-۳-۸ روش تعیین مقدار صابون

تیترا تور پتانسیومتری خودکار (طبق زیربند ۱۱-۶) را روشن کنید، بگذارید تا مدار الکتریکی به حالت پایدار برسد.

100 cm^3 از محلول آزمون را با پیپت در داخل یک بشر 250 cm^3 محتوی یک مگنت بریزید، سپس بشر را روی همزن مغناطیسی (طبق زیربند ۶-۱۰) قرار دهید. الکتروود را درون محلول مورد آزمون قرار دهید. در حال به هم زدن، محلول آزمون را با محلول اسید هیدروکلریک (طبق زیربند ۵-۵) تیتراسیون کنید. حجم

محلول هیدروکلریک اسید مصرفی را در نقطه هم‌ارزی که به عنوان نقطه عطف منحنی تیتراسیون داده شده است، ثبت کنید (V_1).

یادآوری - معادل نقطه عطف منحنی تیتراسیون روی محور Xها به صورت معادل X نقطه بیشینه مشتق منحنی تیتراسیون روی محور Xها نشان داده می‌شود. این مقدار روی محور X، مقدار حجم محلول اسید هیدروکلریک مصرفی در نقطه هم‌ارزی است.

با همان روش تیتراسیون شاهد را با 100 cm^3 از حلال استخراج انجام دهید (V_5).

۲-۳-۸ روش تعیین مقدار اسید آلی

دقیقاً مانند زیربند ۱-۳-۸ عمل کنید، ولی قسمت دوم محلول را با محلول سدیم هیدروکسید (طبق زیربند ۳-۵) تیتر کنید. حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی را در نقطه هم‌ارزی که به عنوان نقطه عطف منحنی تیتراسیون داده شده است، ثبت کنید (V_3).

یادآوری - مقدار معادل نقطه عطف منحنی تیتراسیون، روی محور Xها، معادل X نقطه بیشینه مشتق منحنی تیتراسیون را نشان می‌دهد. این مقدار روی محور Xها، مقدار حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در نقطه هم‌ارزی است.

با همان روش تیتراسیون شاهد را با 100 cm^3 از حلال استخراج انجام دهید (V_4).

۴-۸ روش C- روش تیتراسیون برگشتی با استفاده از تیترا تور پتانسیومتری خودکار

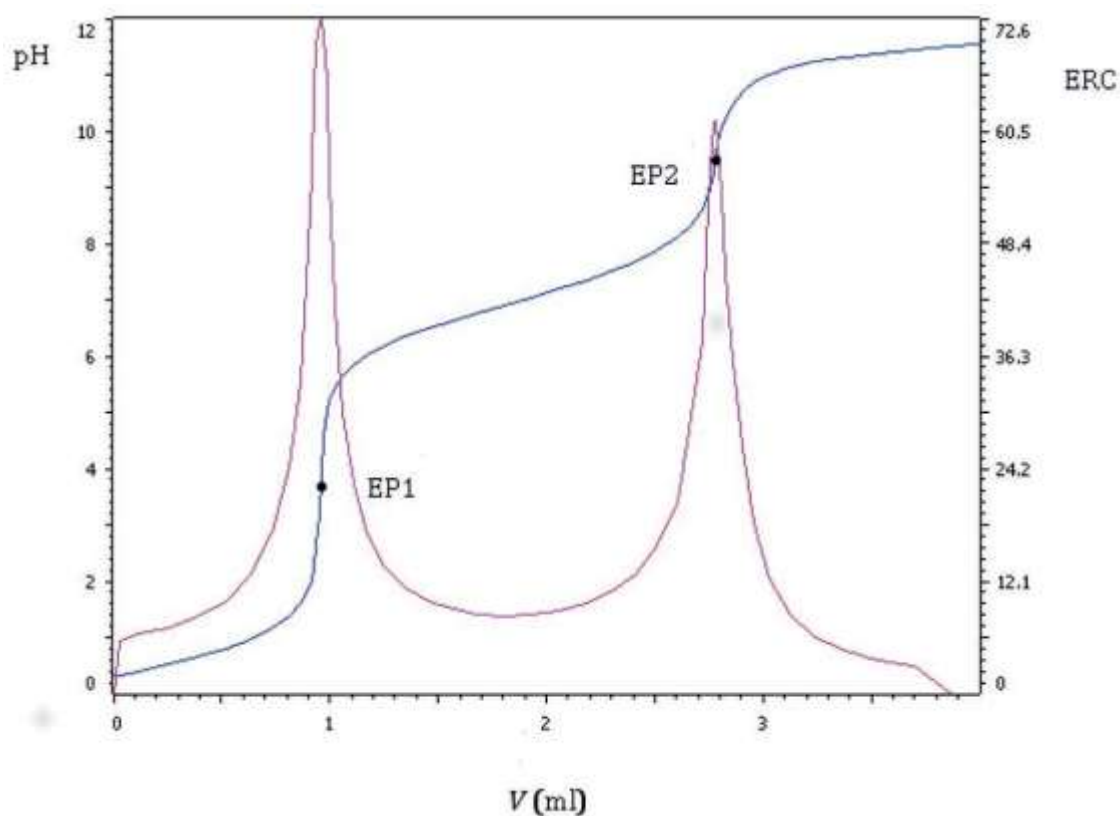
۱-۴-۸ آماده‌سازی

تیترا تور پتانسیومتری خودکار (طبق زیربند ۶-۱۱) را روشن کنید. هوا را از شیلنگ تغذیه^۱ و شیلنگ تیتراسیون تیترا تور خارج کنید. پارامترهای اصلی را طبق جدول ۱ که برخی مقادیر توصیه شده را می‌دهد، تنظیم کنید.

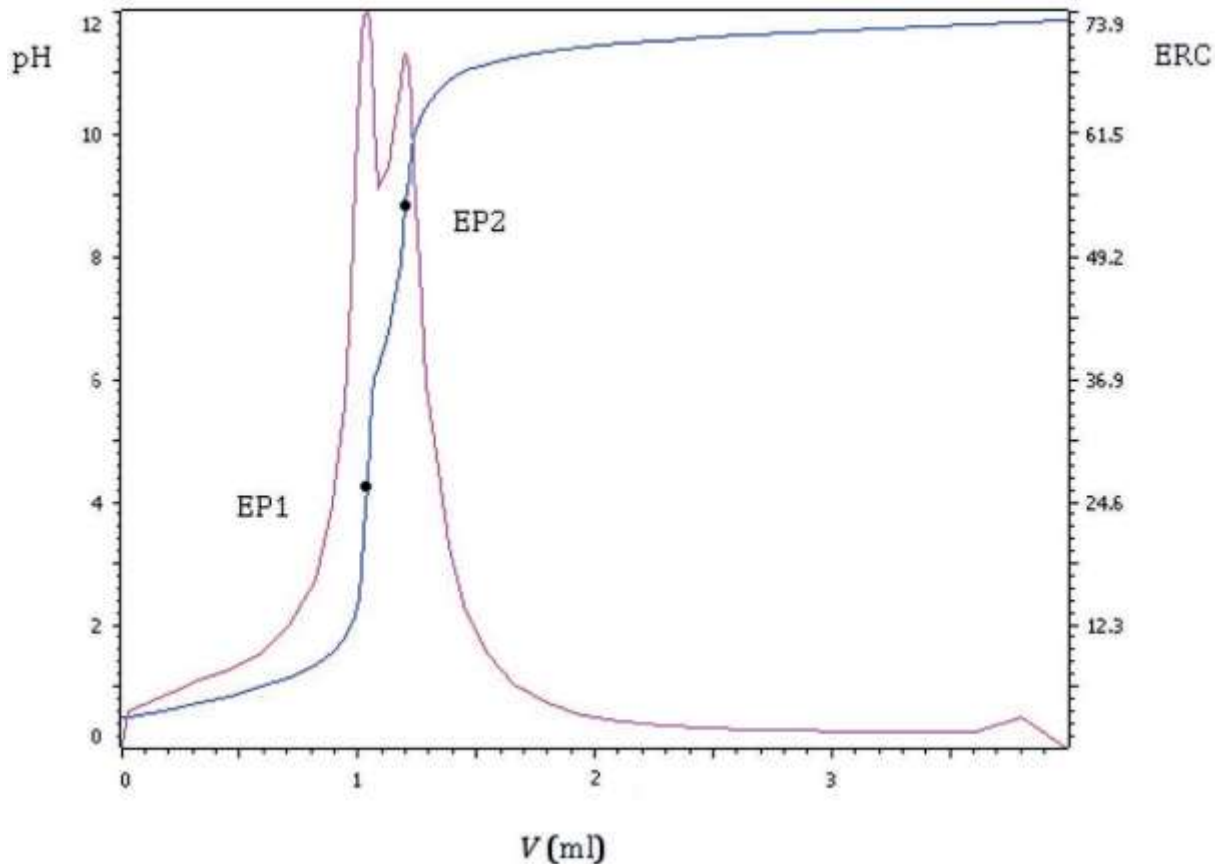
یادآوری - همچنین آزمونگر می‌تواند پارامترها را بر پایه تجربه شخصی خود تنظیم کند، اما فرض بر این است که او منحنی تیتراسیون نمونه را مشابه شکل ۱ و منحنی تیتراسیون نمونه شاهد را مشابه شکل ۲ به دست آورد.

جدول ۱- پارامترهای تیترا تور پتانسیومتری خودکار

پارامترها	مقدار تنظیم
روش آزمون	تیتراسیون پویا pH
حجم شیلنگ تغذیه	۵ cm ³
سرعت همزن مغناطیسی	بهتر است یک گرداب کوچک بدون صدا شکل بگیرد
تنظیم جریان سیگنال	۵۰ mV
حداقل زمان انتظار	۰ s
حداکثر زمان انتظار	۲۵ s
حداقل جزء نمونه تغذیه	۰٫۰۱ cm ³
حداکثر جزء نمونه تغذیه	تا توقف تغذیه
شرایط توقف	بعد از افزودن ۴ cm ³ از محلول تیترا تور



شکل ۱- نوعی منحنی تیتراسیون نمونه



شکل ۱- نوعی منحنی تیتراسیون شاهد

۲-۴-۸ روش تیتراسیون نمونه

مقدار 100 cm^3 از محلول نمونه را به وسیله پیپت در داخل بشر 150 cm^3 حاوی مگنت بریزید، 2 cm^3 محلول اسید هیدروکلریک (طبق زیربند ۵-۵) را با استفاده از پیپت (طبق زیربند ۶-۹) یا تیترا تور اضافه کنید، سپس بشر را روی پایه آزمون قرار دهید. الکتروود را داخل آن قرار داده و به مدت 2 min بهم بزنید، با محلول سدیم هیدروکسید (طبق زیربند ۳-۵) تیترا کنید.

یادآوری- برای روش C، غلظت محلول اسید هیدروکلریک در فرمول محاسبه وجود ندارد، بنابراین لازم نیست درستی غلظت آن استاندارد شود.

۳-۴-۸ روش تیتراسیون شاهد

مقدار 100 cm^3 از حلال آزمون را در داخل بشر 150 cm^3 حاوی مگنت بریزید، 2 cm^3 محلول هیدروکلریک اسید (طبق زیربند ۵-۵) را با استفاده از پیپت (طبق زیربند ۶-۹) یا تیترا تور اضافه کنید، سپس با همان روش استفاده شده برای آزمون، تیترا کنید.

۴-۴-۸ تعیین نقاط هم‌ارزی

شکل ۱ و ۲ نوعی منحنی تیتراسیون نمونه و شاهد را نشان می‌دهد. منحنی s-شکل منحنی تیتراسیون و منحنی دارای دونقطه اوج نشان‌دهنده مشتق منحنی تیتراسیون است.

همان‌طور که در شکل ۱ و ۲ نشان داده شده است بهتر است دو نقطه هم‌ارز (EP1 و EP2) بر روی منحنی تیتراسیون موجود باشد.

در منحنی تیتراسیون نمونه، EP1 نمایانگر پایان واکنش سدیم هیدروکسید و اسید هیدروکلریک زیادی است و آن به وسیله موقعیت اولین نقطه اوج بر روی منحنی مشتق تعیین می‌شود. EP2 نمایانگر پایان واکنش سدیم هیدروکسید و اسید آلی موجود در نمونه است یا اسیدی که از صابون به دست می‌آید و با موقعیت نقطه اوج دوم در منحنی مشتق تعیین می‌شود.

برای منحنی تیتراسیون شاهد، EP1 و EP2 مفهوم مشابهی مانند نمونه را دارند و می‌تواند به همان روش تعیین شوند.

حجم محلول سدیم هیدروکسید (طبق زیربند ۵-۳) را در هر نقطه هم‌ارزی ثبت کنید. حجم محلول سدیم هیدروکسید مربوط به EP1 و EP2 را بر روی منحنی تیتراسیون نمونه به عنوان V_5 و V_6 ثبت کنید. حجم‌های محلول سدیم هیدروکسید مربوط به EP1 و EP2 را بر روی منحنی تیتراسیون شاهد را به عنوان V_7 و V_8 ثبت کنید.

۹ بیان نتایج

۹-۱ مقدار صابون

برای روش A و B مقدار صابون W_s را طبق فرمول (۱) محاسبه کنید. برای روش C مقدار صابون W_s را طبق فرمول (۲) محاسبه کنید.

$$W_s = \frac{0,25 \times (V_1 - V_2) \times c_1 \times K_s}{m} \quad (1)$$

$$W_s = \frac{0,25 \times (V_7 - V_5) \times c_2 \times K_s}{m} \quad (2)$$

که در آن:

W_s مقدار صابون بر حسب درصد جرمی؛

V_1 حجم محلول اسید هیدروکلریک مصرفی در تیتراسیون استخراج لاستیک بر حسب سانتی‌متر مکعب؛

- V_2 حجم محلول اسید هیدروکلریک مصرفی در تیتراسیون شاهد بر حسب سانتی متر مکعب؛
- V_5 حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون محلول نمونه در EP1 بر حسب سانتی متر مکعب؛
- V_7 حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون شاهد در EP1 بر حسب سانتی متر مکعب؛
- c_1 غلظت دقیق محلول اسید هیدروکلریک بر حسب مول بر دسی متر مکعب؛
- c_2 غلظت دقیق محلول سدیم هیدروکسید بر حسب مول بر دسی متر مکعب؛
- m جرم نمونه بر حسب گرم؛
- K_s فاکتور مناسب انتخاب شده از موارد زیر:

۳۰۶ وقتی صابون به عنوان سدیم استئارات محاسبه شود؛

۳۶۸ وقتی صابون به عنوان سدیم رزینات محاسبه شود؛

۳۳۷ وقتی صابون به عنوان مخلوط ۵۰:۵۰ سدیم استئارات و سدیم رزینات محاسبه شود؛

۳۲۲ وقتی صابون به عنوان پتاسیم استئارات محاسبه شود؛

۳۸۴ وقتی صابون به عنوان پتاسیم رزینات محاسبه شود؛

۳۵۳ وقتی صابون به عنوان مخلوط ۵۰:۵۰ پتاسیم استئارات و پتاسیم رزینات محاسبه شود؛

۳۴۵ وقتی صابون به عنوان مخلوط ۵۰:۵۰ سدیم استئارات و پتاسیم رزینات باشد پتاسیم استئارات و سدیم رزینات محاسبه شود؛

برای نمونه‌های با مقدار کم صابون، نتایج ممکن است منفی باشد، بهتر است مقدار صابون صفر در نظر گرفته شود.

یادآوری - از آنجائی که صابون‌ها تنها ترکیبات شیمیایی موجود در لاستیک‌ها نیستند، مقدار تعیین شده برای K_s تنها مقدار تقریبی مقدار صابون است. یک آزمون برای رزین در پیوست الف بیان شده است.

۲-۹ مقدار اسید آلی

برای روش A و B مقدار اسید آلی W_o را طبق فرمول (۳) محاسبه کنید. برای روش C مقدار اسید آلی W_o را طبق فرمول (۴) محاسبه کنید.

$$W_o = \frac{0,25 \times (V_3 - V_4) \times c_2 \times K_o}{m} \quad (۳)$$

$$W_o = \frac{0.25 \times (V_6 - V_8) \times c_2 \times K_o}{m} \quad (۴)$$

که در آن:

W_o مقدار اسید آلی بر حسب درصد جرمی؛

V_3 حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون محلول آزمون بر حسب سانتی متر مکعب؛

V_4 حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون شاهد بر حسب سانتی متر مکعب؛

V_6 حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون محلول نمونه در EP2 بر حسب سانتی - متر مکعب؛

V_8 حجم محلول سدیم هیدروکسید مصرفی در تیتراسیون شاهد در EP2 بر حسب سانتی متر مکعب؛

c_2 غلظت دقیق محلول سدیم هیدروکسید بر حسب مول بر دسی متر مکعب؛

m جرم آزمون بر حسب گرم؛

K_o فاکتور مناسب انتخاب شده از موارد زیر:

۲۸۴ وقتی اسید به عنوان اسید استتاریک محاسبه شود؛

۳۴۶ وقتی صابون به عنوان اسید رزین محاسبه شود؛

۳۱۵ وقتی اسید به عنوان مخلوط ۵۰:۵۰ اسید استتاریک و اسید رزین محاسبه شود؛

یادآوری - از آنجائی که اسیدهای آلی تنها ترکیبات شیمیایی موجود در لاستیک‌ها نیستند، مقدار تعیین شده برای K_o تنها مقدار تقریبی مقدار اسید آلی است. یک آزمون برای رزین در پیوست الف بیان شده است.

۱۰ داده‌های دقت

به پیوست ب مراجعه شود.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ ارجاع به این استاندارد؛

۲-۱۱ مشخصات مورد نیاز برای شناسایی نمونه؛

۳-۱۱ روش استفاده شده (A، B و C)؛

۴-۱۱ جزئیات آزمون: جزئیات هر گونه انحراف از این استاندارد؛

۵-۱۱ نتایج آزمون و یک‌گانه‌ی که بر حسب آنها بیان شده‌اند: مقدار صابون محاسبه شده (طبق زیربند ۹-۱) و/یا مقدار اسید آلی (طبق زیربند ۹-۲)، و مقدار K_s و/یا K_o ؛

۶-۱۱ تاریخ انجام آزمون؛

۷-۱۱ نام آزمونگر.

پیوست الف

(آگاهی دهنده)

آزمون رزین

الف-۱ واکنشگرها

در طول آزمون تنها واکنشگرهای با درجه خلوص تجزیه‌ای شناخته شده و آب مقطر یا همان آب با خلوص معادل استفاده کنید.

الف-۱-۱ انیدرید استیک.

الف-۱-۲ محلول سولفوریک اسید، با دقت ۶۵ g اسید سولفوریک (ρ_{20} برابر با $1,84 \text{ g/cm}^3$) را به ۳۵ g آب اضافه کرده و خوب مخلوط کنید.

الف-۱-۳ محلول پتاسیم پرمنگنات، $c(\text{KMnO}_4) = 0,0002 \text{ mol/dm}^3$ باشد.

الف-۲ روش انجام آزمون

مقدار کمی از نمونه را با 3 cm^3 انیدرید استیک (طبق زیربند الف-۱-۱) مخلوط کرده و دو قطره اسید سولفوریک (طبق زیربند الف-۱-۲) به آن اضافه کنید. اگر رنگ بنفش به طور موقت ظاهر شود، واکنش برای رزین مثبت است که در لحظه حداکثر پرننگی، پرننگ‌تر از رنگ محلول پتاسیم پرمنگنات می‌باشد.

پیوست ب

(آگاهی دهنده)

داده‌های دقت برای روش C

ب-۱ کلیات

یک برنامه آزمون بین‌آزمایشگاهی (ITP)^۱ دقت روش C این استاندارد در جولای سال 2016 در کشور چین و ژاپن با استفاده از تیتراور پتانسیومتری خودکار انجام شد. دقت محاسبه شده از دقت نوع ۱ مطابق با استاندارد ISO/TR9272 است.

ب-۲ جزئیات دقت

شش آزمایشگاه در ITP شرکت کرده و از دو ماده مختلف (لاستیک SBR) برای آزمون‌ها استفاده شد. یک نتیجه آزمون به عنوان یک مقدار به دست آمده از تعیین مقدار صابون و اسید آلی است. نتایج آزمون از هر آزمایشگاه در سه روز مختلف در دو هفته به دست آمده است.

ب-۲ نتایج دقت

نتایج دقت در جدول ب-۱ برای تعیین مقدار صابون و در جدول ب-۲ برای تعیین مقدار اسید آلی آمده است. این نتایج با استفاده از روش‌های جایگزینی نقاط پرت (AOT)^۲ به دست آمده که در استاندارد ISO/TR9272 شرح داده شده است.

الف - تکرارپذیری: تکرارپذیری (r) روش آزمون به صورت مقدار مناسب در جدول ب-۱ یا جدول ب-۲ برای هر ماده مشخص شده است. نتایج دو آزمون تکی که تفاوت زیادی با این مقدار دارند بهتر است که مشکوک در نظر گرفته شود و پیشنهاد می‌شود اقدامات تحقیقاتی مناسب انجام شود.

ب - تجدیدپذیری: تجدیدپذیری (R) روش آزمون به صورت مقدار مناسب در جدول ب-۱ یا جدول ب-۲ برای هر ماده مشخص شده است. نتایج دو آزمون تکی که تفاوت زیادی با این مقدار دارند بهتر است که مشکوک در نظر گرفته شود و پیشنهاد می‌شود اقدامات تحقیقاتی مناسب انجام شود.

1- interlaboratory test programme

2- Ascending order trend

جدول ب-۱- داده دقت برای تعیین مقدار صابون

تعداد آزمایشگاه ^a	بین آزمایشگاهی			درون آزمایشگاهی			مقدار میانگین	ماده
	(R)	R	s_R	(r)	r	s_r		
۶	۲۱۷٫۹۶	۰٫۰۹۹	۰٫۰۳۵	۱۲۰٫۲۸	۰٫۰۵۵	۰٫۰۱۹	۰٫۰۵	SBR1723
۶	۳۳٫۴۸	۰٫۰۸۵	۰٫۰۳۰	۲۱٫۵۵	۰٫۰۵۵	۰٫۰۱۹	۰٫۲۵	SBR1502
-	۱۵۵٫۹۳	۰٫۰۹۲	۰٫۰۳۳	۸۶٫۴۱	۰٫۰۵۵	۰٫۰۱۹	۰٫۱۸	جمع مقادیر

s_r انحراف استاندارد تکرارپذیری؛
 r تکرارپذیری بر حسب یکاهای اندازه‌گیری؛
 (r) تکرارپذیری بر حسب درصد (نسبی)؛
 s_R انحراف استاندارد تجدیدپذیری؛
 R تجدیدپذیری بر حسب یکاهای اندازه‌گیری؛
 (R) تجدیدپذیری بر حسب درصد (نسبی)؛
^a تعداد نهایی آزمایشگاه‌ها در ITP بعد از (گزینه ۲) AOT در جایگزینی نقاط پرت است.

جدول ب-۲- داده دقت برای تعیین مقدار اسید آلی

تعداد آزمایشگاه ^a	بین آزمایشگاهی			درون آزمایشگاهی			مقدار میانگین	ماده
	(R)	R	s_R	(r)	R	s_r		
۶	۶٫۶۶	۰٫۳۱۱	۰٫۱۱۰	۵٫۱۸	۰٫۲۴۲	۰٫۰۸۵	۴٫۶۷	SBR1723
۶	۵٫۰۲	۰٫۲۸۸	۰٫۱۰۲	۳٫۷۱	۰٫۲۱۳	۰٫۰۷۵	۵٫۷۳	SBR1502
-	۵٫۹۳	۰	۰٫۱۰۶	۴٫۵۱	۰٫۲۲۸	۰٫۰۸۰	۵٫۲۳	جمع مقادیر

برای مفهوم نمادها در این جدول، به جدول ب-۱ مراجعه شود.
^a تعداد نهایی آزمایشگاه‌ها در ITP بعد از (گزینه ۲) AOT در جایگزینی نقاط پرت است.

کتابنامه

[1] ISO/TR 9272, Rubber and rubber products — Determination of precision for test method standards
