

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



استاندارد ملی ایران

۱۴۶۷۰

تجدید نظر اول

۱۳۹۷

INSO

14670

1st. Revision

2018

Identical with
ISO 14900: 2017

Iranian National Standardization Organization

پلاستیک‌ها -

پلی‌آل‌های مورد استفاده در تولید
پلی‌یورتان - اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل

Plastics -
Polyols for use in the production of
polyurethane - Determination of hydroxyl
number

ICS: 83.080.10

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: ۸-۳۱-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۸۱۱۴-۳۲۸۰۸۱ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.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 ایران به موجب بندیک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین ومقررات 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، نهادهای 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، استانداردهای 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 استاندارد 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 تدوین استاندارد

« پلاستیک‌ها- پلی‌آل‌های مورد استفاده در تولید پلی‌یورتان - اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل »

(تجدیدنظر اول)

رئیس:

شعبانیان، میثم
(دکتری شیمی آلی)

دبیر:

خالقی مقدم، ماهرو
(دکتری شیمی آلی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

ابراهیم، الهام
(کارشناسی شیمی کاربردی)

پیدایش، رامک
(کارشناسی ارشد مدیریت)

رستم‌زاده، رویا
(کارشناسی شیمی محض)

سعادت، پیام
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

سنگ‌سفیدی، لاله
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

سیدشالچی، افروز
(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

میرزا ابوطالبی، هانیه
(کارشناسی شیمی کاربردی)

یزدانفر، نجمه
(دکتری شیمی تجزیه)

ویراستار:

ابراهیم، الهام
(کارشناسی شیمی کاربردی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
و	پیش گفتار
ز	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصطلاحات و تعاریف
۳	۴ اصول کلی
۳	۵ مزاحمت‌ها
۴	۶ واکنشگرها
۶	۷ دستگاه‌ها
۷	۸ روش الف - استیل‌دار کردن
۷	۸-۱ روش اجرای آزمون
۱۰	۸-۲ بیان نتایج
۱۰	۸-۳ دقت و اریبی
۱۱	۸-۴ گزارش آزمون
۱۲	۹ روش ب - فتال‌دار کردن
۱۲	۹-۱ روش اجرای آزمون
۱۳	۹-۲ بیان نتایج
۱۴	۹-۳ دقت و اریبی
۱۴	۹-۴ گزارش آزمون
۱۶	کتاب‌نامه

پیش‌گفتار

استاندارد «پلاستیک‌ها-پلی‌ال‌های مورد استفاده در تولید پلی‌یورتان- اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل» که نخستین بار در سال ۱۳۹۱ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی / منطقه‌ای به‌عنوان 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 یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد پلیمر مورخ ۱۳۹۷/۲/۱۱ 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 خواهند 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 ۱۴۶۷۰: سال ۱۳۹۱ 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 14900:2017, Plastics - Polyols for use in the production of polyurethane - Determination of hydroxyl number

مقدمه

تا کنون استانداردهای ملی و بین‌المللی اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل رزین‌های پلی استر غیراشباع (ISO 2554)، عوامل فعال سطحی غیریونی (استاندارد ملی شماره ۴۴۷۶ و ISO 4326)، رزین‌های آلکیدی و جلاها (استاندارد ملی شماره ۵۲۲۸) و پلی‌گلیکول‌های صنعتی (ISO 6796) منتشر شده است. دو روش تشریح شده در این استاندارد ملی، بهبود یافته روش‌هایی می‌باشند که در آنها ایمیدازول به عنوان کاتالیزگر استفاده می‌شود و به طور خاص در تعیین عدد هیدروکسیل بسیاری از انواع پلی‌ال‌های مصرفی از جمله در تولید پلی‌یورتان‌ها به کار می‌روند. روش الف به طور ویژه برای اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل پلی‌اتر پلی‌ال‌هایی که ممکن است ممانعت فضایی داشته باشند، یا موارد دیگری که اندازه‌گیری آنها با روش فتال‌دارکردن مشکل باشد، قابل استفاده است. روش ب یک روش عمومی بر پایه فتال‌دارکردن و قابل استفاده برای گستره وسیعی از انواع پلی‌ال‌ها می‌باشد. هر دو روش مشابه روش‌های اجرای آزمون بیان شده در استاندارد ASTM D4274 است.

پلاستیک‌ها- پلی‌آل‌های مورد استفاده در تولید پلی‌یورتان- اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل

هشدار - افرادی که از این استاندارد ملی استفاده می‌کنند، باید با کار در آزمایشگاه‌های معمولی آشنا باشند. در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است، در صورت وجود چنین مواردی مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد خواهد بود.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین دو روش برای اندازه‌گیری عدد هیدروکسیل در پلی‌آل‌های مورد استفاده به عنوان مواد اولیه در تهیه پلی‌یورتان است. برای بهبود فرمول‌بندی سامانه‌های پلی‌یورتانی دانستن مقدار هیدروکسیل پلی‌آل‌ها ضروری می‌باشد.

روش الف ترجیحاً برای پلی‌آل‌هایی که به راحتی استری شده‌اند، کاربرد دارد و همچنین برای پلی‌آل‌هایی که ممانعت فضایی قابل توجهی دارند، مانند مواد بر پایه قندها، توصیه می‌شود.

روش ب برای پلی‌آل‌ها، پلی‌آل‌های پلیمری و پلی‌آل‌های آمینی نوع اول توصیه می‌شود، اما ممکن است برای پلی‌آل‌هایی که ممانعت فضایی دارند نتایج کمتر از حدانتظار به دست آید.

در مورد پلی‌آل‌های دیگر اگر اقدامات احتیاطی در بررسی قابلیت اجرایی این روش‌ها برای آنها در نظر گرفته شود، می‌توانند با این روش‌ها بررسی شوند. این روش‌ها می‌توانند برای اهداف تحقیقاتی، کنترل کیفیت و تعیین ویژگی‌ها استفاده شود.

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 تجدید نظر 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 760, Determination of water — Karl Fischer method (General method)

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۴۸۱: سال ۱۳۹۲، اندازه‌گیری آب به روش کارل فیشر، با استفاده از استاندارد ISO 760:1978 تدوین شده است.

2-4 ISO 835, Laboratory glassware — Graduated pipettes

2-5 ISO 3696, Water for analytical laboratory use - Specification and test methods

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸: سال ۱۳۸۱، آب - مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون، با استفاده از استاندارد ISO 3696:1987 تدوین شده است.

2-6 ISO 4788, Laboratory glassware - Graduated measuring cylinders

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۷۲۵۸: سال ۱۳۹۳، ظرف‌های شیشه‌ای آزمایشگاهی - استوانه‌های مدرج، با استفاده از استاندارد ISO 4788:2005 تدوین شده است.

2-7 ISO 6353-1, Reagents for chemical analysis - Part 1: General test methods

2-8 ISO 6353-2, Reagents for chemical analysis - Part 2: Specifications - First series

2-9 ISO 6353-3, Reagents for chemical analysis - Part 3: Specifications - Second series

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

پلی‌یورتان

polyurethane

پلیمری است که از واکنش دی یا پلی‌ایزوسیانات^۱ آلی با ترکیبات دارای دو یا چند گروه هیدروکسیل به‌دست می‌آید.

۲-۳

عدد هیدروکسیل

hydroxyl number

تعداد میلی‌گرم‌های پتاسیم هیدروکسید (KOH) معادل با مقدار هیدروکسیل یک گرم از آزمون است.

1-Polyisocyanate

۴ اصول کلی

۴-۱ روش الف (استیل‌دار کردن)^۱ - آزمون در محلولی از استیک انیدرید در پیریدین، به‌منظور استیل‌دار کردن گروه‌های هیدروکسیل موجود، رفلاکس می‌شود. واکنش با ایمیدازول کاتالیز می‌شود. واکنشگر اضافی با آب هیدرولیز شده و استیک اسید حاصل با محلول سدیم هیدروکسید استاندارد تیتراً می‌شود. مقدار هیدروکسیل از تفاوت تیتراًسیون آزمون و محلول شاهد محاسبه می‌شود.

هشدار - استیک انیدرید و پیریدین سمی و قابل اشتعال هستند، علاوه بر این استیک انیدرید خورنده نیز می‌باشد. اقدامات احتیاطی مناسب هنگام کار با این واکنشگرها لازم است.

۴-۲ روش ب (فتال‌دار کردن)^۲ - گروه‌های هیدروکسیل آزمون به‌روش رفلاکس با محلول فتالیک انیدرید در پیریدین، استری می‌شوند. واکنش با ایمیدازول تسریع می‌شود. مقدار زیادی انیدرید با آب هیدرولیز شده و فتالیک اسید حاصل با محلول سدیم هیدروکسید استاندارد، تیتراً و مقدار هیدروکسیل از تفاوت تیتراًسیون آزمون و محلول شاهد محاسبه می‌شود.

۵ مزاحمت‌ها

۵-۱ آب اضافی با تخریب بخش استری‌کننده واکنشگر، مزاحمت ایجاد می‌کند. بنابراین اگر نمونه دارای بیشتر از ۰/۲ درصد آب می‌باشد، آن را با واکنشگری که خاصیت اسیدی یا بازی نمونه را تغییر نمی‌دهد، خشک کنید.

۵-۲ آمین‌های نوع اول و دوم و اسیدهای چرب بلند زنجیر به منظور تشکیل ترکیبات پایدار، با واکنشگر واکنش می‌دهند، که این موضوع در نتیجه موثر خواهد بود.

۶ واکنشگرها

در تمام اندازه‌گیری‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر^۳ استفاده شود، به‌جز مواردی که مشخص شده باشد، همه واکنشگرها باید با ویژگی‌های ارائه شده در ISO 6353-1، ISO 6353-2 و ISO 6353-3 مطابقت داشته باشند؛ اگرچه ممکن است واکنشگرهایی با درجات دیگر نیز استفاده شوند به شرط آن‌که، ابتدا مشخص شود که این واکنشگرها دارای خلوص بالای کافی هستند، تا درستی اندازه‌گیری کم نشود.

به‌جز در موارد مشخص شده، آب مرجع باید مطابق استاندارد ISO 3696 با درجه واکنشگری دو باشد.

1-Acetylation
2-Phthalation
3-Reagent-grade

۱-۶ واکنشگر استیل‌دار کردن (برای روش الف)

مقدار ۱۲۷ ml استیک انیدرید را با ۱۰۰۰ ml پیریدین خشک (۶-۷) مخلوط کنید، ۱۶ g ایمیدازول (۶-۳) به آن اضافه کرده و خوب هم بزنید تا حل شود. واکنشگر را روزانه تهیه کرده و در شیشه تیره نگهداری کنید و اگر تیره‌تر از زرد کم‌رنگ است از آن استفاده نکنید.

یادآوری - به گزارش برخی از آزمایشگاه‌ها در اثر حرارت مخلوط پیریدین و واکنشگر استری کننده، جامد رزینی شکل تیره‌ای حاصل می‌شود. در مرحله تهیه واکنشگر استیل‌دار کننده با اضافه کردن ۰/۴ درصد آب در پیریدین (۶-۸) مشکل برطرف می‌شود. دقت کنید که به‌طور کمی، واکنشگر کافی برای تکمیل واکنش وجود داشته باشد (زیربند ۸-۱-۲).

هشدار - استیک انیدرید و پیریدین سبب ایجاد حساسیت‌های پوستی، چشمی و تنفسی می‌شود. از تماس بدنی با این واکنشگرها اجتناب کرده و فقط در محیطی که به‌خوبی تهویه می‌شود از آن‌ها استفاده کنید.

۲-۶ واکنشگر فتال‌دار کردن (برای روش ب)

مقدار ۱۱۶ g فتالیک انیدرید را در یک ظرف یک لیتری قهوه‌ای رنگ وزن کنید، ۷۰۰ ml پیریدین (۶-۷) به آن اضافه کرده و به شدت تکان دهید تا حل شود. ۱۶ g ایمیدازول را به آن اضافه کرده و ظرف نمونه را تا حل شدن کامل خوب به‌هم بزنید. واکنشگر باید یک شب قبل از استفاده تهیه شود. از قرارگرفتن طولانی مدت واکنشگر در معرض رطوبت هوا اجتناب کنید. واکنشگری که تغییر رنگ داده را دور بریزید. در تیتراسیون شاهد، همان‌طور که در روش ب شرح داده شد، دقیقاً ۲۵ ml از واکنشگر باید بین ۹۵ تا ۱۰۰ ml از سدیم هیدروکسید ۰/۵۰۰ mol/l را مصرف کند.

۳-۶ ایمیدازول، درجه واکنشگر یا معادل آن.

۴-۶ هیدروکلریک اسید، محلول استاندارد، ۰/۱ mol/l.

با استفاده از پتاسیم اسید فتالات (۶-۶) به عنوان استاندارد اولیه، محلولی بر اساس یک روش خوب آزمایشگاهی تهیه و تا چهار رقم معنی‌دار استاندارد کنید. دمایی که در آن استانداردسازی انجام شده را، اندازه‌گیری و ثبت کنید. غلظت محلول باید در دمای اندازه‌گیری، طبق روش ارائه شده در بند ۶-۹، تصحیح شود. این محلول فقط زمانی مورد نیاز است که یک تصحیح بر اثر وجود باز قوی در نمونه مورد اندازه‌گیری، اعمال شود.

۵-۶ محلول شناساگر فنل فتالین، ۱۰ g/l.

محلولی از یک گرم فنل فتالین در ۱۰۰ ml پیریدین (زیربند ۶-۷) را تهیه کنید.

۶-۶ پتاسیم اسید فتالات.

از استاندارد اولیه گواهی شده استفاده کنید.

۷-۶ پیریدین، درجه واکنشگر، دارای کمتر از ۰/۱ درصد آب.

اگر خالص سازی لازم است، به روش تقطیر، پیریدین را از فتالیک انیدرید جدا کرده و قسمتی را که نقطه جوشی پایین تر از 114°C تا 115°C دارد، دور بریزید.

۸-۶ پیریدین، دارای ۰٫۳۰ تا ۰٫۴۵ درصد آب (مورد استفاده در موارد خاص: یادآوری ۶-۱ را ببینید).

مقدار آب پیریدین را با استفاده از استاندارد ISO 760 اندازه گیری کنید. به مقدار لازم آب اضافه کنید. حجم مورد نیاز آب برای افزودن به هر لیتر پیریدین می تواند از معادله زیر محاسبه شود:

$$(1) \quad 9A - 410 = \text{حجم آب برای افزودن (ml)}$$

که در آن A درصد آب موجود در پیریدین می باشد.

۹-۶ سدیم هیدروکسید، محلول استاندارد، ۰٫۵ mol/l.

محلولی بر اساس یک روش خوب آزمایشگاهی تهیه و تا چهار رقم معنی دار استاندارد کنید. دمایی را که در آن استاندارد سازی انجام شده، اندازه گیری و ثبت کنید. ضریب انبساط گرمایی محلول ۰٫۰۰۰۱۴ است. برای محاسبه مقدار هیدروکسید، غلظت محلول باید در دمایی که اندازه گیری در آن انجام شده است، بر اساس معادله زیر تصحیح شود:

$$(2) \quad c_{\theta_2} = c_{\theta_1} + F(\theta_1 - \theta_2)$$

که در آن:

c_{θ_1} غلظت محلول استاندارد شده است، بر حسب mol/l

c_{θ_2} غلظت در طی آزمون نمونه ها است، بر حسب mol/l

θ_1 دمای محلول طی استاندارد سازی است، بر حسب درجه سلسیوس؛

θ_2 دمای محلول طی آزمون نمونه ها است، بر حسب درجه سلسیوس؛

F ضریب انبساط گرمایی محلول برای تصحیح است.

۷ دستگاه ها

۷-۱ تیترا تورپتانسیومتری یا pH متر، با درستی 1 mv یا بهتر، که با یک جفت الکترود یا ترکیب الکترود شیشه-کالومل و یک بورت پیستونی با ظرفیت ۱۰۰ ml با قابلیت پر شدن خودکار مجدد تجهیز شده است.

۷-۲ سرنگ، ۲ ml، ۵ ml و ۱۰ ml، با منفذ مناسب برای برداشتن پلی آل های گرانرو.

1-Accurate

2-Orifice

۳-۷ هم‌زن مغناطیسی.

۴-۷ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی ۰٫۱ mg.

۵-۷ پیپت حجم‌سنجی، ۲۰ ml، مطابق با استاندارد ISO 648.

۶-۷ پیپت‌های اندازه‌گیری، ۱ ml، مطابق با استاندارد ISO 835.

۷-۷ استوانه مدرج، ۱۰۰ ml، مطابق با استاندارد ISO 4788.

۸-۷ بشر، ۲۵۰ ml، ۵۰۰ ml.

۹-۷ بورت (برای تیتراسیون رنگ‌سنجی)، ظرفیت نهایی ۱۰۰ ml، قسمت‌های مدرج در محدوده ۵۰ ml، با زینه‌بندی ۰٫۱ ml و مطابق با استاندارد ISO 385. اگر بورت ۱۰۰ ml در دسترس نیست، ۵۰ ml اول تیتراکننده را با پیپت اضافه کرده و تیتراسیون را با بورت ۵۰ ml کامل کنید.

۱۰-۷ ارلن^۱، ۳۰۰ ml، با محل اتصال مخروطی استاندارد ۲۴/۴۰.

۱۱-۷ مبرد، نوع وست^۲، ۴۰۰ mm، سرچکاننده^۳، با قابلیت اتصال انتهای لوله خنک‌کننده به مخروطی استاندارد ۲۴/۴۰.

۱۲-۷ حمام روغن، با قابلیت نگه‌داشتن دما در $115^{\circ}\text{C} \pm 2^{\circ}\text{C}$.

1-Conical flasks
2-West type
3-Drip-tip

۸ روش الف - استیل دار کردن

۸-۱ روش آزمون

۸-۱-۱ اگر نمونه حاوی مقادیر محسوسی آب نمی باشد، برای اندازه گیری مقدار آزمونه لازم از معادله های زیر استفاده کنید:

$$(g) = \frac{561 \times 0.98}{\text{عدد هیدروکسیل مورد انتظار}} \quad (3)$$

$$(g) = \frac{0.0098 \times M_r}{n} \quad (4)$$

که در آن؛

M_r جرم مولکولی ترکیبات هیدروکسیل دار؛
 n تعداد گروه های هیدروکسیل موجود در مولکول.

یادآوری - در هر حالت، محاسبه بر اساس این فرض است که حداکثر میزان هیدروکسیل موجود ۹/۸ meq می باشد.
 زمانی که جرم آزمونه محاسبه شده به بیشترین حد مجاز روش نزدیک شود، نزدیکترین را به مقدار محاسبه شده بپذیرید.

اگر نمونه دارای مقادیر محسوسی آب می باشد، مقدار آزمونه باید برای تطبیق با این مزاحمت اصلاح شود. در این حالت، برای اندازه گیری مقدار آزمونه مورد نیاز از یکی از معادله های زیر استفاده کنید:

$$(g) = \frac{0.1701 \times 0.98}{0.0094R + [0.01S \times (n \times 17.01) / M_r]} \quad (5)$$

یا

$$(g) = \frac{550}{(31.2 \times R) + \text{عدد هیدروکسیل مورد انتظار}} \quad (6)$$

که در آن؛

R میزان آب نمونه، بر حسب درصد جرمی؛

S میزان خلوص نمونه، بر حسب درصد جرمی؛

M_r جرم مولکولی ترکیبات هیدروکسیل دار؛

n تعداد گروه های هیدروکسیل موجود در مولکول.

دقت و درستی ممکن است به دلیل کاهش مقدار مورد نیاز آزمونه، در اثر وجود مقادیر قابل ملاحظه آب در نمونه کاهش یابد.

۸-۱-۲ برای داشتن مقدار مناسب محاسبه شده، آزمونه را در یک ارلن (۷-۱۰) خشک و تمیز وزن کنید.

۳-۱-۸ به وسیله پیت ۲۵/۰ ml واکنشگر استیل‌دار کننده (۱-۶) را در هر ارلن (۷-۱۰) که برای اندازه‌گیری‌های آزمون و شاهد به کار می رود، با استفاده از یک زمان ریزش یکسان برای همه قسمت‌ها، بریزید. اگر لازم است، ارلن حاوی آزمون را تا حل شدن آن به خوبی هم بزنید. سپس هر کدام از ارلن‌ها را به مبرد وصل کرده (۷-۱۱) (اگر جو محیط مرطوب است، مبرد را به یک تله خشک‌کن حاوی کلسیم کلرید نشاندار با مش ۲، متصل کنید)، اتصالات را با یک تا دو قطره پیریدین درزگیری کرده و روی یک صفحه داغ قرار دهید. در دمای رفلاکس به مدت ۳۰ دقیقه حرارت دهید، صفحه داغ را به گونه‌ای تنظیم کنید که بخارها به آهستگی نزدیکی به پایین مبرد متراکم شوند. یادآور می‌شود، برای بعضی از انواع پلی‌ال‌ها ممکن است دوره طولانی‌تری از رفلاکس لازم باشد. زمان به کار رفته را از این جهت که برای رسیدن به یک مقدار ثابت برای عدد هیدروکسیل کافی باشد، کنترل کنید.

۴-۱-۸ بعد از دوره رفلاکس، اجازه دهید تا ارلن خنک شود، سپس مبرد را با ۲۵ ml آب شستشو دهید. مبرد را برداشته و اتصالات و ارلن را شستشو داده، محلول‌های شستشو را در داخل ارلن جمع‌آوری کنید.

۵-۱-۸ محلول را با یکی از دو روش زیر تیترو کنید:

۱-۵-۱-۸ تیتراسیون پتانسیومتری^۱

محلول را به یک بشر ۲۵۰ ml منتقل کنید، ظرف را با مقدار اندکی آب شستشو دهید.

بشر را روی یک تیتروسنج خودکار (۷-۱) قرار دهید و با یک هم‌زن مغناطیسی (۷-۳) هم بزنید.

الکترودهای تیتروسنج را وارد محلول کرده، و با محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l (۶-۹) تیترو کنید تا به نقطه تعادل برسد. اگر حجم محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l لازم برای تیتراسیون آزمون کمتر از ۸۰ درصد مقدار لازم برای شاهد باشد، آزمون بیش از حد زیاد بوده و آزمون باید با آزمون کمتر تکرار شود. دمای محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l را ثبت کنید.

۲-۵-۱-۸ تیتراسیون رنگ‌سنجی

۰/۵ ml محلول شناساگر فنل فتالین (۶-۵) و یک هم‌زن میله‌ای مغناطیسی به محلول آزمون اضافه کنید.

در حال هم‌خوردن، با محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l تا رسیدن به نقطه پایانی که در آن اولین رنگ صورتی کم‌رنگ ظاهر شود و مدت ۱۵ ثانیه پایدار بماند، تیترو کنید.

حجم را با دقت ۰/۰۲ ml بخوانید. اگر حجم محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l لازم برای تیتراسیون آزمون کمتر از ۸۰ درصد مقدار لازم برای شاهد باشد، آزمون بیش از حد زیاد بوده و آزمون باید با آزمون کمتر تکرار شود.

1-Potentiometric titration

دمای محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l را ثبت کنید.

۸-۱-۶ اگر نمونه حاوی اسیدیته یا قلیائیت قابل توجهی است، نتایج را به روش‌های زیر تصحیح کنید:

۸-۱-۶-۱ در یک ارلن ۳۰۰ ml، همان مقدار از نمونه‌ای که برای اندازه‌گیری هیدروکسیل استفاده می‌شود را وزن کنید. ۷۵ ml پیریدین (۶-۷)، ۷۵ ml آب و ۰/۵ ml محلول شناساگر فنل فتالئین به آن اضافه کنید.

۸-۱-۶-۲ تصحیح اسیدیته: اگر محلول حاصل از زیربند ۸-۱-۶-۱ بی‌رنگ است، آن را با محلول سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l استاندارد، با استفاده از روش پتانسیومتری یا به وسیله رنگ‌سنجی تشخیص نقطه پایانی، تیتراً کنید. یک اندازه‌گیری شاهد روی مخلوط واکنشگر آن چنان که در بند ۸-۱-۶-۱ شرح داده شد، با حذف آزمونه، انجام دهید. تصحیح اسیدیته، برحسب تعداد میلی گرم‌های KOH بر گرم، مطابق معادله (۷) محاسبه می‌شود:

$$\text{تصحیح اسیدیته} = \frac{(V_1 - V_2) \times c \times 56.1}{m} \quad (7)$$

که در آن؛

V_1 حجم محلول سدیم هیدروکسید مورد نیاز برای تیتراسیون آزمونه، برحسب ml

V_2 حجم محلول سدیم هیدروکسید مورد نیاز برای تیتراسیون شاهد، برحسب ml

c غلظت محلول سدیم هیدروکسید، بر حسب mol/l

m جرم آزمونه، برحسب گرم.

۸-۱-۶-۳ تصحیح قلیائیت: اگر محلول حاصل از بند ۸-۱-۶-۱ صورتی است، آن را به روش پتانسیومتری تا رسیدن به نقطه تعادل (یا اگر از اندازه‌گیری رنگ سنجی تشخیص نقطه پایانی استفاده می‌شود، تا محو رنگ صورتی تیتراً کنید)، با استفاده از اسید کلریدریک ۰/۱ mol/l تیتراً کنید. سپس ۱/۰ ml اسید کلریدریک ۰/۱ mol/l اضافی به آن بیافزایید. آن را با استفاده از محلول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l تا رسیدن به نقطه تعادل (یا اگر از رنگ سنجی استفاده می‌شود، تا رسیدن به نقطه پایانی صورتی رنگ که برای حداقل ۱۵ ثانیه باقی بماند) تیتراسیون برگشتی کنید. با استفاده از محلول استاندارد سدیم هیدروکسید ۰/۱ mol/l، محلول شاهدی حاوی دقیقاً همان مقدار اسید کلریدریک ۰/۱ mol/l اضافی و مخلوط واکنشگرهای اضافه شده مطابق قبل، تیتراً کنید. تصحیح قلیائیت، برحسب تعداد میلی گرم‌های KOH بر گرم، مطابق معادله (۸) محاسبه می‌شود.

$$\text{تصحیح قلیائیت} = \frac{(V_2 - V_1) \times c \times 56.1}{m} \quad (8)$$

که در آن نمادها مطابق بند ۸-۱-۶-۲ هستند.

۲-۸ بیان نتایج

۱-۲-۸ عدد هیدروکسیل، بر حسب تعداد میلی گرم های KOH بر گرم نمونه، مطابق معادله (۹) محاسبه می شود:

$$\text{عدد هیدروکسیل} = \frac{(V_4 - V_3) \times c \times 56.1}{m} \quad (9)$$

که در آن؛

V_3 حجم محلول سدیم هیدروکسید مورد نیاز در زیربند ۱-۵-۱-۸ یا ۲-۵-۱-۸ برای تیتراسیون آزمونه، بر حسب ml

V_4 حجم محلول سدیم هیدروکسید مورد نیاز در زیربند ۱-۵-۱-۸ یا ۲-۵-۱-۸ برای تیتراسیون شاهد، بر حسب ml ؛

c غلظت محلول سدیم هیدروکسید، بر حسب mol/l

m جرم آزمونه، بر حسب گرم.

۲-۲-۸ اگر نمونه فاقد اسیدیته یا قلیائیتی که در زیربند ۸-۱-۶ شرح داده شد، بود. تصحیح نتایج مطابق معادله های زیر انجام می گیرد:

$$\text{اسیدیته} + \text{عدد هیدروکسیل} = (\text{تصحیح شده}) \text{ عدد هیدروکسیل} \quad (10)$$

$$\text{قلیائیت} - \text{عدد هیدروکسیل} = (\text{تصحیح شده}) \text{ عدد هیدروکسیل} \quad (11)$$

۳-۸ دقت و ارببی

۱-۳-۸ داده های دقت بر اساس درخواست مقایسه بین آزمایشگاهی واصله از آزمایشگاه های مرتبط با کمیته های آزمون مواد اولیه پلی یورتان (PURMAC) در ایالت متحده آمریکا تعیین شده اند. برای محاسبه مقادیر دقت از استاندارد ASTM E180 استفاده شده است. داده های سلسله عملیات ممکن است از کمیته استاندارد ASTM D-20 یا از کمیته PURMAC شورای پلاستیک آمریکا به دست آمده باشد.

از معیارهای داده شده در زیربندهای ۲-۳-۸ و ۳-۳-۸ برای قضاوت پذیرش نتایج استفاده کنید.

۲-۳-۸ تکرارپذیری (آزمونگر واحد): اگر دو نتیجه به دست آمده توسط آزمونگر یکسان با استفاده از تجهیزات یکسان در یک روز، از مقادیر r نشان داده شده در جدول ۱ برای مواد مشابه یا یکسان بیشتر باشد، بهتر است مورد تردید واقع شود.

۳-۳-۸ تجدیدپذیری (چندین آزمایشگاه): اگر میانگین حاصل از هر سری نتایج که از آزمایشگاه های جداگانه بر روی یک نمونه به دست آمده، از مقادیر R نشان داده شده در جدول ۱ برای مواد مشابه یا یکسان بیشتر باشد، بهتر است مورد تردید واقع شود.

جدول ۱- داده‌های دقت برای عدد هیدروکسیل با روش استیل‌دار کردن

مواد آزمون	مقدار میانگین عدد هیدروکسیل	S_r	S_R	r	R
PTME گلیکول	۱۱۱	۰٫۷	۲٫۸	۲٫۰	۷٫۸
گلیسرین - بر پایه پلی‌آل، p.o./e.o. محافظت شده	۳۳٫۴	۰٫۳	۰٫۷	۰٫۸	۲٫۰
گلیسرین - بر پایه پلی‌آل، p.o./e.o. محافظت شده	۵۴٫۵	۰٫۶	۲٫۸	۱٫۷	۷٫۸
سوکروز/گلیسرین - بر پایه پلی‌آل پروپوکسیل‌دار شده	۴۹۲٫۶	۱٫۵	۳٫۹	۴٫۲	۱۰٫۹
S_r انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی چندین تکرار؛ S_R انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی میانگین دو بار تکرار؛ r حد تکرارپذیری درون آزمایشگاهی $(2/8 \times S_r)$ ؛ R حد تجدیدپذیری بین آزمایشگاهی $(2/8 \times S_R)$ ؛					

۸-۳-۴ ارببی: ارببی این روش آزمون تعیین نشده است.

۸-۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۸-۴-۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی؛

۸-۴-۲ عدد هیدروکسیل تصحیح شده، با تقریب ۰٫۱؛

۸-۴-۳ همه جزئیاتی که برای شناسایی محصول آزمون شده (مانند واحد تولیدی، نوع محصول، شماره‌های بهر یا دفتر اندیکاتور، تاریخ تولید، بر اساس نیاز)؛

۸-۴-۴ روش تیتراسیون مورد استفاده (تیتروکننده خودکار پتانسیومتری یا رنگ سنجی)؛

۸-۴-۵ هر رویداد یا جزئیاتی که در این استاندارد ملی به آن اشاره نشده و می‌تواند روی نتایج تاثیرگذار باشد؛

۸-۴-۶ تاریخ انجام آزمون.

۹ روش ب - فتال دار کردن

۹-۱ روش آزمون

۹-۱-۱ در یک ظرف مخروطی (۷-۱۰)، مقداری نمونه را که طبق معادله زیر محاسبه شده، با استفاده از سرنگ (۷-۲) یا ابزار مناسب دیگر توزین کنید.

$$(g) \text{ مقدار آزمون} = \frac{561}{\text{عدد هیدروکسیل مورد انتظار}} \quad (۱۲)$$

نباید اجازه داده شود تا هیچ موادی با گردن ظرف تماس پیدا کند.

مقدار آزمون را با تقریب میلی گرم ثبت کنید.

زمانی که جرم آزمون محاسبه شده به بیشترین حد مجاز روش نزدیک شود، نزدیکترین را به مقدار محاسبه شده بپذیرید.

۹-۱-۲ به وسیله پیمپت ۲۵/۰ ml از واکنشگر فتال دارکننده (۶-۲) در هر ظرف (۷-۱۰) که برای اندازه گیری های آزمون و شاهد استفاده می شود، بریزید. ظرف را تا حل شدن کامل آزمون به هم بزنید. هر ظرف را به مبرد (۷-۱۱) وصل کرده و ظرف ها را برای مدت ۳۰ دقیقه در حمام روغن که در دمای $15 \pm 2^\circ C$ تنظیم شده، قرار دهید (۷-۱۲).

یادآوری - برخی آزمایشگاه ها ترجیح می دهند به علت تخریب کمی در واکنش مواد خاص تحت آزمون در دمای ذکر شده، دمای حمام روغن را در $100 \pm 2^\circ C$ نگاهدارند.

۹-۱-۳ بعد از دوره حرارت دهی، مجموعه را از حمام برداشته و تا رسیدن به دمای اتاق خنک کنید، سپس مبرد را با ۳۰ ml پیریدین شستشو دهید. مبرد را برداشته و کل محلول را به داخل یک بشر ۲۵۰ ml منتقل کرده و از ۲۰ ml پیریدین برای شستشوی ظرف استفاده کنید.

۹-۱-۴ محلول را با یکی از دو روش زیر تیترا کنید:

۹-۱-۴-۱ تیتراسیون پتانسیومتری

ظرف محلول راروی یک تیتراسنج خودکار (۷-۱) قرار داده و به وسیله یک هم زن مغناطیسی (۷-۳) هم بزنید. الکترودهای تیتراسنج را وارد محلول کرده و با محلول سدیم هیدروکسید 0.5 mol/l (۶-۹) تیترا کنید تا به نقطه تعادل برسد. اگر حجم سدیم هیدروکسید 0.5 mol/l لازم برای تیتراسیون آزمون کمتر از ۸۰ درصد مقدار لازم برای شاهد باشد، آزمون بیش از حد زیاد بوده و آزمایش باید با آزمون کمتر تکرار شود. دمای محلول سدیم هیدروکسید 0.5 mol/l را ثبت کنید.

۹-۴-۲ تیتراسیون رنگ سنجی

۰/۵ ml محلول شناساگر فنل فتالین (۵-۶) و یک هم‌زن مغناطیسی به محلول آزمون اضافه کنید.

محلول آزمون را حین هم‌خوردن به وسیله محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l تا رسیدن به نقطه پایانی که در آن اولین رنگ صورتی کم‌رنگ ظاهر شود و مدت ۱۵ ثانیه پایدار بماند، تیترا کنید. حجم را با دقت ۰/۲ ml بخوانید اگر حجم سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l لازم برای تیتراسیون آزمون کمتر از ۸۰ درصد مقدار لازم برای شاهد باشد، آزمون بیش از حد زیاد بوده و آزمون باید با آزمون کمتر تکرار شود.

دمای محلول سدیم هیدروکسید ۰/۵ mol/l را ثبت کنید.

۹-۱-۵ اگر نمونه حاوی اسیدیته یا قلیائیت قابل توجهی است، نتایج را با روش‌هایی که در زیر بند ۸-۱-۶ ارائه شد، تصحیح کنید.

۹-۲ بیان نتایج

۹-۲-۱ عدد هیدروکسیل، بر حسب تعداد میلی‌گرم‌های KOH بر گرم نمونه، مطابق معادله (۱۳) محاسبه می‌شود.

$$\text{عدد هیدروکسیل} = \frac{(V_4 - V_3) \times c \times 56.1}{m} \quad (13)$$

که در آن؛

V_3 حجم محلول سدیم هیدروکسید مورد نیاز در زیربند ۹-۱-۴ یا ۹-۴-۲ برای تیتراسیون آزمون، بر حسب ml؛

V_4 حجم محلول سدیم هیدروکسید مورد نیاز در زیربند ۹-۱-۴ یا ۹-۴-۲ برای تیتراسیون شاهد، بر حسب ml؛

c غلظت محلول سدیم هیدروکسید، بر حسب mol/l؛
 m جرم آزمون، بر حسب گرم.

۹-۲-۲ اگر نمونه فاقد اسیدیته یا قلیائیتی که در زیربند ۸-۱-۶ شرح داده شد، بود. تصحیح نتایج مطابق معادله‌های زیر انجام می‌گیرد:

$$\text{اسیدیته} + \text{عدد هیدروکسیل} = \left(\text{تصحیح شده} \right) \text{ عدد هیدروکسیل} \quad (14)$$

یا

$$\text{قلیائیت} - \text{عدد هیدروکسیل} = \left(\text{تصحیح شده} \right) \text{ عدد هیدروکسیل} \quad (15)$$

۳-۹ دقت و اریبی

۳-۹-۱ داده‌های دقت براساس درخواست مقایسه بین آزمایشگاهی واصله از آزمایشگاه‌های مرتبط با کمیته‌های آزمون مواد اولیه پلی‌یورتان (PURMAC) در ایالت متحده آمریکا تعیین شده‌اند. برای محاسبه مقادیر دقت از استاندارد ASTM E180 استفاده شده است. داده‌های سلسله عملیات ممکن است از کمیته استاندارد ASTM D-20 یا از کمیته PURMAC شورای پلاستیک آمریکا به دست آمده باشد.

از معیارهای داده شده در زیربندهای ۳-۹-۲ و ۳-۹-۳ برای قضاوت در پذیرش نتایج استفاده کنید.

۳-۹-۲ **تکرارپذیری** (آزمونگر واحد): اگر دو نتیجه به دست آمده توسط آزمونگر یکسان با استفاده از تجهیزات یکسان در یک روز، از مقادیر r نشان داده شده در جدول ۲ برای مواد مشابه یا یکسان بیشتر باشد، بهتر است مورد تردید واقع شود.

۳-۹-۳ **تجدیدپذیری** (چندین آزمایشگاه): هر میانگین حاصل از دو سری نتایج که از آزمایشگاه‌های جداگانه بر روی یک نمونه به دست آمده، از مقادیر R نشان داده شده در جدول ۲ برای مواد مشابه یا یکسان بیشتر باشد، بهتر است مورد تردید واقع شود.

جدول ۲- داده‌های دقت برای عدد هیدروکسیل با روش فتال دار کردن

مواد آزمون	مقدار میانگین عدد هیدروکسیل	S_r	S_R	r	R
PTME گلیکول	۱۱۲	۰/۴	۱/۷	۱/۱	۴/۸
گلیسرین - بر پایه پلی‌آل، p.o./e.o. محافظت شده	۳۴/۰	۰/۱	۰/۵	۰/۳	۱/۴
گلیسرین - بر پایه پلی‌آل، p.o./e.o. محافظت شده	۵۶/۱	۰/۳	۱/۷	۰/۸	۴/۸
سوکروز/گلیسرین - بر پایه پلی‌آل پروپوکسیل دار شده	۴۹۲	۱/۴	۳/۹	۳/۹	۱۰/۹
S_r انحراف استاندارد درون آزمایشگاهی چندین تکرار؛ S_R انحراف استاندارد بین آزمایشگاهی میانگین دو بار تکرار؛ r حد تکرارپذیری درون آزمایشگاهی $(2/8 \times S_r)$ ؛ R حد تجدیدپذیری بین آزمایشگاهی $(2/8 \times S_R)$ ؛					

۳-۹-۴ **اریبی**: اریبی این روش آزمون تعیین نشده است.

۴-۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۴-۹-۱ روش آزمون طبق این استاندارد ملی؛

۴-۹-۲ عدد هیدروکسیل تصحیح شده، با تقریب ۰/۱؛

۴-۹-۳ همه جزئیات لازم که برای شناسایی محصول مورد آزمون (مانند واحد تولیدی، نوع محصول، شماره‌های بهر یا دفتر اندیکاتور، تاریخ تولید، براساس نیاز)؛

- ۴-۴-۹ روش تیتراسیون کاربردی (تیتراکننده خودکار پتانسیومتری یا رنگ سنجی)؛
- ۵-۴-۹ هر رویداد یا جزئیاتی که در این استاندارد ملی به آن اشاره نشده و می تواند روی نتایج تاثیر گذار باشد؛
- ۶-۴-۹ تاریخ انجام آزمون.

کتابنامه

- [۱] استاندارد ملی ایران شماره ۵۲۲۸، رزین‌های آلکیدی و جلاها - تعیین عدد هیدروکسیل - روش تیتراسیون
- [2] ISO 2554, Plastics -Unsaturated polyester resins - Determination of hydroxyl value.
- [3] ISO 4326, Non-ionic surface active agents - Polyethoxylated derivatives - Determination of hydroxyl value - Acetic anhydride method.
- [۴] استاندارد ملی ایران شماره ۴۴۷۶، مواد فعال در سطح غیر یونی مشتقات پلی الکوکسیلات اندازه‌گیری مقدار هیدروکسیل - روش انیدرید فتالیک
- [5] ISO 6796, Polyglycols for industrial use - Determination of hydroxyl number - Phthalic anhydride esterification method.
- [6] ASTM D4274, Standard Test Methods for Testing Polyurethane Raw Materials- Determination of Hydroxyl Numbers of Polyols.
- [7] ASTM E180, Standard Practice for Determining the Precision of ASTM Methods for Analysis and Testing of Industrial Chemicals.
- [8] <http://www.electropedia.org>
- [9] <http://www.iso.org/obp>