



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۱۰۵۴-۲

تجدید نظر اول

اسفند ۱۳۹۲

INSO  
11054-2  
1st.Revision  
Mar.2014

لاستیک - تجزیه و شناسایی به روش  
تجزیه گرمایی با دستگاه گاز-  
کروماتوگرافی - قسمت ۲:  
اندازه گیری نسبت استایرن / بوتادیان /  
ایزوپرن

**Rubber- Analysis by pyrolytic gas  
chromatographic methods-part 2:  
Determination of styrene/ butadiene /  
isoprene ratio**

ICS:83.060

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

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

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

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

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

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

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عبار 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 - تجزیه و شناسایی به روش تجزیه گرمایی با دستگاه گاز کروماتوگرافی - قسمت ۲:

اندازه گیری نسبت استایرن / بوتادیان / ایزوپرن»

( تجدید نظر اول )

### رئیس:

اشرفی ، فریدون  
(دکترای شیمی فیزیک)

### سمت و / یا نمایندگی

عضو هیئت علمی دانشگاه  
پیام نور

### دبیر:

گرگانی فیروزجائی ، فرح اله  
(فوق لیسانس شیمی آلی)

اداره کل استاندارد مازندران

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آقاگل زاده ، غلامرضا

(فوق لیسانس مدیریت صنعتی)

سازمان صنعت، معدن و تجارت  
استان مازندران

آراسته منش ، شهاب

(دکترای شیمی پلیمر)

آزمایشگاه همکار صدف ریز

بصیری ، فرشید

(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد مازندران

طبری نیا ، فرزانه

(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد مازندران

علی اکبرخانی ، کیومرث

(لیسانس شیمی)

شرکت لوله وحید

قلی پور، محمد

( فوق لیسانس سم شناسی )

معاونت غذا و دارو دانشگاه  
علوم پزشکی مازندران

مقسم ، عبدالرسول

(دکترای نساجی)

عضو هیئت علمی دانشگاه  
آزاد اسلامی واحد قائمشهر

اداره کل تعاون، کار و رفاه اجتماعی  
استان مازندران

ملا تبار ، سمیه  
(لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد مازندران

میری ، سیده عظمت  
(فوق لیسانس مهندسی پزشکی)

اداره کل استاندارد مازندران

نازپرور ، کتایون  
(لیسانس مهندسی نساجی)

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ مواد و / یا واکنشگرها
۲	۵ وسایل
۳	۶ روش انجام آزمون
۱۳	۷ تفسیر نتایج
۱۳	۸ دقت
۱۳	۹ گزارش آزمون
۱۴	۱۰ پیوست الف

## پیش‌گفتار

استاندارد "لاستیک- تجزیه و شناسایی به روش تجزیه‌گرمایی با دستگاه‌گاز کروماتوگرافی- قسمت ۲: اندازه‌گیری نسبت استایرن/ بوتادی‌ان/ ایزوپرن" نخستین بار در سال ۱۳۸۷ تدوین شد. این استاندارد بر اساس پیشنهادهای رسیده و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط برای اولین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در ۱۶۱ جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۲/۱۱/۱۵ تصویب شد و اینک این استاندارد با استناد به بند یک ماده ۳ قانون اصلاحی قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استاندارد ارائه شود در تجدیدنظر بعدی مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۱۰۵۴: سال ۱۳۸۷ است.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

ISO 7270-2 :2012(E) Rubber- Analysis by pyrolytic gas chromatographic methods- part 2:  
Determination of styrene/ butadiene/ isoprene ratio

## لاستیک - تجزیه و شناسایی به روش تجزیه گرمایی با دستگاه گاز کروماتوگرافی -

### قسمت ۲: اندازه گیری نسبت استایرن / بوتادیان / ایزوپرن

**هشدار** - 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 برعهده کاربر این استاندارد است.

#### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه گیری نسبت استایرن / بوتادیان / ایزوپرن در کوپلیمرها، یا مخلوطی از هموپلیمرها و / یا کوپلیمرها، در لاستیک‌های خام یا در ترکیبات ولکانیده یا غیر ولکانیده است.

این روش برای کوپلیمرها / پلیمرهای سه‌تایی شامل استایرن، بوتادیان، ایزوپرن و مخلوط این پلیمرها کاربرد دارد.

**یادآوری ۱** - کاربر این استاندارد باید آگاهی کافی از اصول و تکنیک‌های کروماتوگرافی گازی برای آزمون نمونه و تفسیر نتایج داشته باشد.

**یادآوری ۲** - مطابق این روش، در صورت حضور رزین و مقدار بالای سولفور، تعیین مقدار نسبت استایرن / بوتادیان / ایزوپرن تحت تاثیر قرار می‌گیرد.

#### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن استاندارد به آنها ارجاع شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود.

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

۲-۱ استاندارد ملی ایران ۸۱۳۶، لاستیک اندازه گیری مواد استخراجی با استفاده از حلال - روش آزمون .

### ۳ اصول آزمون

ابتدا نمودارهای کالیبراسیون از طریق تجزیه گرمایی نمونه با نسبت‌های مشخصی از ایزوپرن/ بوتادی‌ان/ استایرن و جداسازی فراورده‌های تجزیه گرمایی به وسیله گاز کروماتوگرافی برای تعیین درصد هر ترکیب (استایرن، بوتادی‌ان و ایزوپرن)، نسبت به مجموع سه جزء تهیه می‌شوند. سپس نمونه‌های مجهول تجزیه گرمایی شده و فراورده‌های به دست آمده از تجزیه گرمایی تحت شرایط مشابه، جداسازی و شناسایی می‌گردند. نسبت ایزوپرن/ بوتادی‌ان/ استایرن در این نمونه‌ها با استفاده از نمودارهای کالیبراسیون مشخص می‌شود.

### ۴ مواد و / یا واکنشگرها

کلیه مواد مورد نیاز باید با درجه خلوص آزمایشگاهی باشند.

#### ۱-۴ حلال‌های مورد نیاز برای استخراج

حلال‌های زیر برای استخراج مناسب هستند ( بند ۷-۱-۱ را ببینید).

۱-۱-۴ استن

۲-۱-۴ متانول

۳-۱-۴ متیل اتیل کتون

۲-۴ گاز حامل

۱-۲-۴ گاز نیتروژن یا گاز هلیم

۳-۴ گاز برای آشکارساز یونیزاسیون شعله‌ای: گاز هیدروژن و هوای فشرده خالص

### ۵ وسایل

#### ۱-۵ دستگاه‌های استخراج

استخراج مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۶ انجام شود.

#### ۲-۵ دستگاه کروماتوگرافی / تجزیه گرمایی

#### ۱-۲-۵ کلیات

دستگاه‌های مورد استفاده برای به دست آوردن پیروگرام‌ها چهار قسمتی هستند: دستگاه تجزیه گرمایی، دستگاه گاز کروماتوگرافی، ستون گاز کروماتوگرافی و دستگاه پردازش داده‌ها.



### ۵-۲-۲ دستگاه تجزیه گرمایی

انواع دستگاه‌های تجزیه گرمایی زیر مناسب هستند.

#### ۵-۲-۲-۱ دستگاه تجزیه گرمایی کوره میکرو<sup>۱</sup>؛

#### ۵-۲-۲-۲ دستگاه تجزیه گرمایی نقطه کوری<sup>۲</sup>؛

#### ۵-۲-۲-۳ دستگاه تجزیه گرمایی رشته پلاتین<sup>۳</sup>.

### ۵-۲-۳ دستگاه گاز کروماتوگرافی

انواع دستگاه گاز کروماتوگرافی مجهز به آشکارساز یونیزاسیون شعله ای ( FID )<sup>۴</sup> یا آشکارساز رسانایی گرمایی ( TCD )<sup>۵</sup> برای انجام آزمون مناسب هستند. برای ستون موئین آشکارساز FID مناسب تر است.

### ۵-۲-۴ ستون های کروماتوگرافی

ستون با انواع طول، قطر و فاز ساکن مایع با قدرت جداسازی بالا برای تجزیه گرمایی فراورده‌های فرار استایرن بوتادیان و ایزوپرن مناسب هستند.

**یادآوری ۱-** ستون‌های موئین با عملکرد جداسازی خوب بهتر از ستون‌های پرشده هستند.

**یادآوری ۲-** ستون‌های موئین شامل پلی دی متیل سیلوکسان‌های غیر قطبی و قطبیت اصلاح شده ( دی فنیل - سیانو پروپیل فنیل - یا ماده دیگر ) سیلیکون نیمه قطبی مناسب هستند.

**یادآوری ۳-** وقتی از یک ستون کروماتوگرافی معمولی ( ۳۰ متری ) استفاده می‌شود، جداسازی کامل ایزوبوتن از بوتادیان مشکل است. زیرا در روش تجزیه گرمایی گاز کروماتوگرافی، ایزوبوتن به یکی از اجزای تشکیل دهنده لاستیک یعنی ایزوپرن تجزیه می‌شود و زمان بازداری آن به بوتادیان نزدیک است. اما تشخیص بین ایزوپرن و بوتادیان حتی بدون جداسازی کامل، به کمک منحنی کالیبراسیون امکان پذیر است.

### ۵-۲-۵ دستگاه پردازش داده‌ها

یک ثبات، یک انتگرال گیر یا یک رایانه با سامانه پردازش داده‌ها را می‌توان به کار گرفت.

### ۶ روش انجام آزمون

۶-۱ تهیه آزمون از نمونه‌های کالیبراسیون ( استاندارد ) و نمونه مجهول

- 
- 1-Micro- furnace Pyrolyser
  - 2- Curie- Point Pyrolyser
  - 3- Platinum- filament Pyrolyser
  - 4- Flame- Ionization detector
  - 5-Thermal- conductivity detector

۶-۱-۱ برای تهیه نمودار کالیبراسیون باید کمینه‌ای از سه نمونه کالیبراسیون ( استاندارد ) استفاده شود، غلظت نمونه‌های استاندارد باید در حدود نمونه مجهول باشد.

۶-۱-۲ به طور ترجیحی ماهیت نمونه‌های استاندارد ( خام، ولکانیده، یا غیر ولکانیده) باید مشابه ماهیت نمونه مجهول مورد آزمون باشد.

۶-۱-۳ روغن فرایند یا روغن نرم کننده ( روان کننده ) و افزودنی‌ها در هر نمونه استاندارد و مجهول باید طبق روش بند ب استاندارد ملی ایران شماره ۸۱۳۶، با استفاده از حلال مناسب بسته به ترکیب مورد نظر ( ولکانیده یا غیر ولکانیده )، استخراج گردد. حلال مورد استفاده بر روی پلیمر نباید اثرگذار باشد و باید تا حد ممکن روغن فرایند ، روغن نرم کننده و افزودنی را از آن جدا کرد. تمام نمونه‌ها پس از استخراج، باید طبق روش بند ب استاندارد ملی ایران ۸۱۳۶ خشک گردند.

یادآوری- روغن‌های فرایند و نرم کننده، می توانند مزاحمت جدی داشته باشند

۶-۱-۴ از نمونه‌های استخراج شده، مقدار مناسبی از آزمون‌ها را برای تجزیه‌گرمایی بر دارید. این آزمون‌ها باید تا حد ممکن کوچک ، هم‌اندازه و برای تکرارپذیری مناسب باشند.

یادآوری- عموماً، جرم نمونه بین یک دهم میلی‌گرم و پنج میلی‌گرم بسته به نوع دستگاه تجزیه‌حرارتی توزین گردد.

## ۶-۲ شرایط آزمون

۶-۲-۱ شرایط آزمون، شامل دمای تجزیه‌گرمایی، برای تهیه نمودارهای استاندارد و تجزیه نمونه مجهول باید یکسان باشد.

۶-۲-۲ دمای مناسب تجزیه‌گرمایی برای دستگاه تجزیه‌گرمایی کوره‌میکرو و دستگاه تجزیه‌گرمایی نقطه - کوری بین ۵۰۰ درجه سلسیوس تا ۶۰۰ درجه سلسیوس و برای دستگاه تجزیه‌گرمایی رشته پلاتینی بین ۶۰۰ درجه سلسیوس تا ۷۵۰ درجه سلسیوس است.

۶-۲-۳ شرایط دستگاه گازکروماتوگرافی به نوع ستون مورد استفاده بستگی دارد. نمونه‌ای از شرایط کار در جدول‌های ۱ تا ۳ ارائه شده است و نمونه کروماتوگرام‌های به دست آمده با استفاده از تنظیم شرایط، در نمودارهای یک تا ۳ ارائه شده است.

جدول ۱- شرایط پیشنهادی کار با تجزیه گرمایی کوره- میکرو / گاز کروماتوگرافی با ستون موئین سی متری.

تجزیه گرمایی	
دستگاه	میکرو- کوره
دمای تجزیه گرمایی	۵۵۰ درجه سلسیوس
ستون کروماتوگرافی گازی	
فاز مایع	دی فنیل دی متیل پلی سیلوکسان ۵ درصد <sup>۱</sup>
ضخامت فیلم	یک میکرومتر
قطر ستون/ مواد	۰/۲۵ میلی متر/ فولاد ضدزنگ ( غیر فعال شده )
طول ستون	۳۰ متر
شرایط کروماتوگرافی	
گاز حامل و سرعت جریان	هلیوم، ۰/۸ میلی لیتر بر دقیقه
دمای تزریق	۲۵۰ درجه سلسیوس
نوع آشکارساز	FID
دمای آشکارساز	۳۰۰ درجه سلسیوس
برنامه دمایی	همدمایی به مدت دو دقیقه در دمای ۵۰ درجه سلسیوس سپس با سرعت ۲۰ درجه سلسیوس در دقیقه از دمای ۵۰ درجه سلسیوس تا دمای ۲۸۰ درجه سلسیوس سپس همدمایی به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۲۸۰ درجه سلسیوس

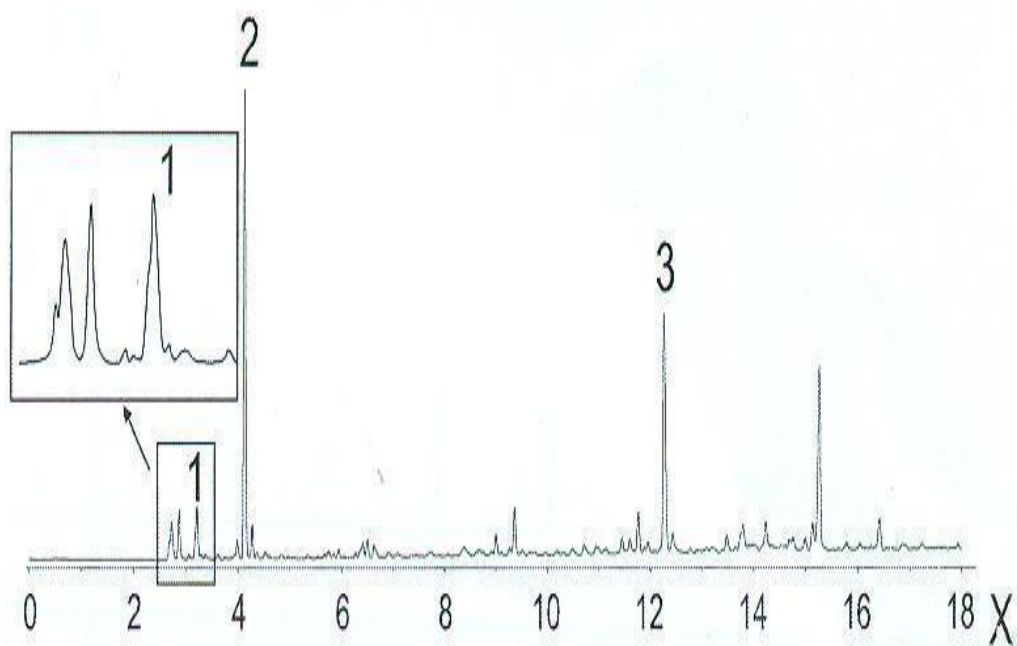
جدول ۲ شرایط پیشنهادی کار با تجزیه گرمایی کوره - میکرو / گاز کروماتوگرافی با ستون مویین ۶۰ متری

تجزیه گرمایی	
دستگاه	میکرو- کوره
دمای تجزیه گرمایی	۵۵۰ درجه سلسیوس
ستون کروماتوگرافی گازی	
فاز مایع	دی فنیل دی متیل پلی سیلوکسان ۵ درصد
ضخامت فیلم	یک میکرومتر
قطر ستون/ مواد	۰/۲۵ میلی متر/ فولاد ضدزنگ ( غیر فعال شده )
طول ستون	۶۰ متر
شرایط کروماتوگرافی	
گاز حامل و سرعت جریان	هلیوم، ۰/۸ میلی لیتر بر دقیقه
دمای تزریق	۲۵۰ درجه سلسیوس
نوع آشکارساز	FID
دمای آشکارساز	۳۰۰ درجه سلسیوس
برنامه دمایی	همدمایی به مدت دو دقیقه در دمای ۵۰ درجه سلسیوس سپس با سرعت ۲۰ درجه سلسیوس در دقیقه از دمای ۵۰ درجه سلسیوس تا دمای ۲۸۰ درجه سلسیوس سپس همدمایی به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۲۸۰ درجه سلسیوس

جدول ۳ شرایط پیشنهادی کار با تجزیه گرمایی نقطه - کوری / گاز کروماتوگرافی با ستون پر شده

تجزیه گرمایی	
دستگاه	تجزیه گرمایی نقطه - کوری
دمای تجزیه گرمایی	۵۹۰ درجه سلسیوس ( ۳ ثانیه )
ستون کروماتوگرافی گازی	
فاز مایع	سیلیکون ۲۰٪ / ۷۱۰ کروموزورب W ( با اندازه ذرات ۶۰ تا ۸۰ ) <sup>۱</sup>
قطر ستون / مواد	۳ میلی متر ( قطر داخلی ) / فولاد ضدزنگ
طول ستون	۳ متر
شرایط کروماتوگرافی	
گاز حامل و سرعت جریان	هلیوم
نوع آشکارساز	FID
برنامه دمایی	همدمایی به مدت دو دقیقه در دمای ۵۰ درجه سلسیوس سپس با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس در دقیقه از دمای ۵۰ درجه سلسیوس تا دمای ۲۲۰ درجه سلسیوس سپس همدمایی به مدت ۱۰ دقیقه در دمای ۲۲۰ درجه سلسیوس

1- 20% silicone 710/ Chromosorb W ( 60 to 80 mesh )



**راهنما:**

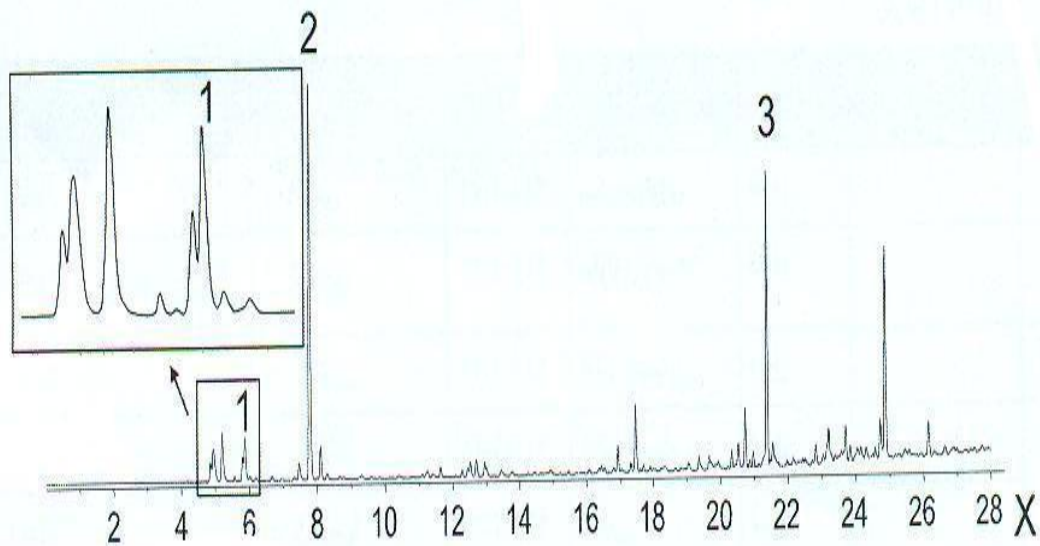
X زمان بازداری ( دقیقه )

۱ بوتادیان

۲ ایزوپرن

۳ استایرن

شکل ۱- مثالی از کروماتوگرام به دست آمده با ستون موئین ۳۰ متری



**راهنما:**

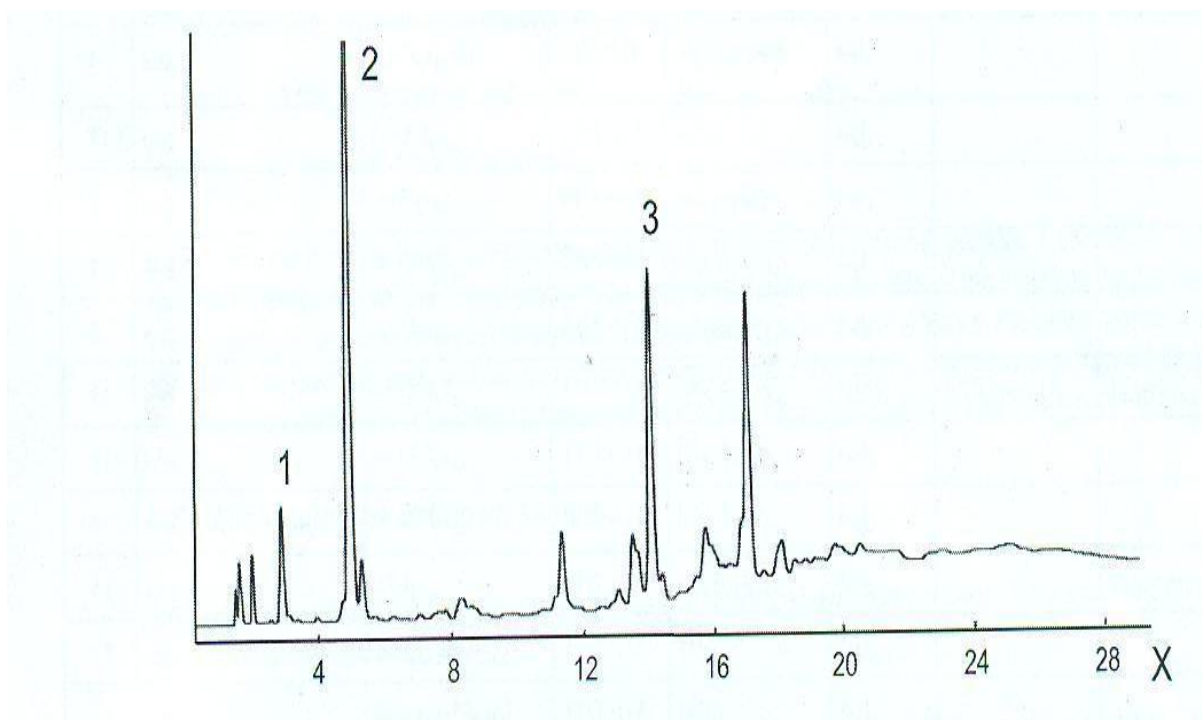
X زمان بازداری ( دقیقه )

۱ بوتادیان

۲ ایزوپرن

۳ استایرن

شکل ۲- مثالی از کروماتوگرام به دست آمده با ستون مویین ۶۰ متری



راهنما:

X زمان بازداری (دقیقه)

۱ بوتادیان

۲ ایزوپرن

۳ استایرن

شکل ۳- مثالی از کروماتوگرام به دست آمده با ستون پرشده



### ۳-۶ تهیه منحنی‌های کالیبراسیون

۳-۶-۱ یک نمونه استخراج شده از نمونه‌های استاندارد را در دستگاه تجزیه‌گرمایی قرار دهید، تا تجزیه آن انجام شود، فراورده حاصل را برای رسم نمودار کالیبراسیون با دستگاه گاز کروماتوگرافی، تجزیه کنید.

این مرحله را برای سایر نمونه‌های استاندارد برای رسم نمودار کالیبراسیون تکرار کنید.

۳-۶-۲ مساحت پیک‌های به دست آمده از دستگاه  $P_{ST}$ ،  $P_{BD}$  و  $P_{IP}$  را به ترتیب برای استاین، بوتادیان و ایزوپرن (طبق بند ۵-۲-۵) ثبت کنید. درصد مساحت پیک‌های  $A_{ST}$ ،  $A_{BD}$  و  $A_{IP}$  را نسبت به کل مساحت آنها به ترتیب برای استاین، بوتادیان و ایزوپرن، طبق رابطه‌های زیر محاسبه کنید:

$$A_{ST} = \frac{P_{ST}}{P_{ST} + P_{IP} + P_{BD}} \times 100$$

$$A_{BD} = \frac{P_{BD}}{P_{ST} + P_{IP} + P_{BD}} \times 100$$

$$A_{IP} = \frac{P_{IP}}{P_{ST} + P_{IP} + P_{BD}} \times 100$$

که در آن:

$A_{ST}$  درصد مساحت پیک استاین؛

$A_{BD}$  درصد مساحت پیک بوتادیان؛

$A_{IP}$  درصد مساحت پیک ایزوپرن؛

$P_{ST}$  مساحت پیک استاین؛

$P_{BD}$  مساحت پیک بوتادیان؛

$P_{IP}$  مساحت پیک ایزوپرن.

۳-۶-۳ برای هر یک از سه نمونه استاین، بوتادیان و ایزوپرن یک نمودار کالیبراسیون تهیه کنید. برای مثال، برای استاین، درصد مشخصی از استاین (نسبت به مجموع سه نمونه) در محور X، در مقابل درصد مساحت پیک به دست آمده برای استاین در فراورده‌های تجزیه‌گرمایی روی محور Y را رسم کنید. برای استاین با استفاده از روش کمترین فاصله مربعات، خط رگرسیون را تهیه کنید و شیب خط (a) و عرض از

مبدا ( b ) مشخص کنید. با روش مشابه ، نمودار کالیبراسیون برای بوتادیان و ایزوپرن را با استفاده از شیب خطوط ( c , e ) و عرض از مبدا ( d , f ) تهیه کنید.

#### ۴-۶ تجزیه نمونه مجهول

۱-۴-۶ نمونه تهیه شده از نمونه مجهول استخراج شده را بر اساس شرایط مشابه نمونه‌های استاندارد تجزیه‌گرمایی کنید.

۲-۴-۶ مساحت پیک‌های  $Q_{ST}$  ،  $Q_{BD}$  و  $Q_{IP}$  بر روی کروماتوگرام را به ترتیب برای بوتادیان ، استایرن و ایزوپرن به دست آمده از دستگاه ( طبق بند ۵-۲-۵ ) ثبت کنید.  
درصد مساحت هر یک پیک‌ها را نسبت به درصد کل نمونه طبق رابطه زیر محاسبه کنید.

$$C_{ST} = \frac{Q_{ST}}{Q_{ST} + Q_{IP} + Q_{BD}} \times 100$$

$$C_{BD} = \frac{Q_{BD}}{Q_{ST} + Q_{IP} + Q_{BD}} \times 100$$

$$C_{IP} = \frac{Q_{IP}}{Q_{ST} + Q_{IP} + Q_{BD}} \times 100$$

که در آن:

$C_{ST}$  درصد مساحت پیک استایرن؛

$C_{BD}$  درصد مساحت پیک بوتادیان؛

$C_{IP}$  درصد مساحت پیک ایزوپرن؛

$Q_{ST}$  مساحت پیک استایرن؛

$Q_{BD}$  مساحت پیک بوتادیان؛

$Q_{IP}$  مساحت پیک ایزوپرن.

## ۷ تفسیر نتایج

نسبت استایرن/ بوتادی ان / ایزوپرن در نمونه مجهول را با استفاده از فرمول‌های زیر محاسبه کنید:

$$B_{ST} = \frac{C_{ST} - b}{a}$$
$$B_{BD} = \frac{C_{BD} - d}{c}$$
$$B_{IP} = \frac{C_{IP} - f}{e}$$

که در آن:

$B_{ST}$  درصد استایرن در نمونه؛

$B_{BD}$  درصد بوتادی ان در نمونه؛

$B_{IP}$  درصد ایزوپرن در نمونه.

$a, b, c, d, e, f$  مقادیر مشخص شده طبق بند ۶-۳-۳ می باشد.

$C_{ST}$  ،  $C_{BD}$  و  $C_{IP}$  در بند ۶-۴-۲ تعریف شده اند.

## ۸ دقت

پیوست الف را ببینید.

## ۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۹ شرح کامل نمونه مجهول و مرجع آن؛

۲-۹ روش آزمون؛

۱-۲-۹ ارجاع به این استاندارد ملی ایران

۲-۲-۹ دستگاه‌ها و شرایط روش‌های مورد استفاده ( نوع دستگاه تجزیه گرمایی، دمای تجزیه گرمایی، دستگاه

گازکروماتوگرافی و شرایط دستگاه گازکروماتوگرافی)؛

۳-۹ جزییات هرگونه عملکردی که در متن این استاندارد مطرح نشده است؛

۴-۹ برای آزمون مجهول، بر اساس نسبت استایرن/ بوتادی ان / ایزوپرن نسبت به کل نمونه بیان گردد.

## پیوست الف

( اطلاعاتی )

دقت

### الف-۱ کلیات

یک برنامه بین آزمایشگاهی برای اندازه گیری دقت روش آزمون برای آمیزه ولکانیده در سال ۲۰۰۱ بر اساس استاندارد بین المللی ISO/TR 9272 سال ۱۹۸۶ با استفاده از شرایط تعریف شده در جدول ۲ طراحی گردید. دقت براساس دقت نوع یک تعریف شد در استاندارد بین المللی ISO/TR 9272 محاسبه گردید. در این برنامه ۶ آزمایشگاه همکاری داشتند.

سه نوع آمیزه ولکانیده A ، B و C با نسبت های مختلف از مخلوط لاستیک بوتادی ان، استایرن ( SBR ) و ایزوپرن ( IR ) به عنوان نمونه های مجهول استفاده شدند. چهار آمیزه ولکانیده با نسبت های مخلوط SBR/IR به عنوان نمونه های استاندارد برای رسم منحنی کالیبراسیون مطابق با اطلاعات نسبت اجزای سازنده مورد نظر در هر نمونه انتخاب شدند. SBR مورد استفاده در برنامه آزمون بین آزمایشگاهی با ۵۰ درصد واحد مونومر استایرن و ۵۰ درصد واحد مونومر بوتادی ان به کار گرفته شد. یک " نتیجه آزمون " مقدار متوسط دو نتیجه آزمون انجام شده در یک روز بر روی هر نمونه مجهول به دست آمد.

دقت نتایج آزمون به دست آمده با این برنامه آزمون بین آزمایشگاهی نباید برای پذیرش یا عدم پذیرش هر گروه کالا یا فراورده، بدون ارایه اسنادی که نشان دهنده نتایج بر اساس این روش ارزیابی بین آزمایشگاهی برای محصول یا مواد آزمون شده باشد، به کار رود.

### الف-۲ نتایج

دقت آزمون در جدول های الف-۱، الف-۲ و الف-۳ ارایه شده اند.

نسبت مخلوط واقعی SBR / IR در سه نمونه مجهول A ، B و C در جدول الف-۴ برای مقایسه با نتایج آزمون بین آزمایشگاهی ارایه شده است.

تکرارپذیری: تکرارپذیری  $t$ ، این روش آزمون برای هر یک از مواد در جدول الف-۱، الف-۲ و الف-۳ ارایه گردیده اند. دو نتیجه آزمون مجزاکه بیش از مقدارهای ارایه شده در جدول زیر تفاوت دارند، باید مشکوک در نظر گرفته شوند و پیشنهاد می شود که بررسی مناسب صورت گیرد.

تجدیدپذیری: تجدیدپذیری  $R$ ، این روش آزمون برای هر یک از مواد در جدول های الف-۱، الف-۲ و الف-۳ ارایه گردیده اند. دو نتیجه آزمون مجزا که بیش از مقدارهای ارایه شده در جدول زیر تفاوت دارند، باید مشکوک در نظر گرفته شوند و پیشنهاد می شود که بررسی مناسب صورت گیرد.

جدول الف- ۱ دقت نتایج آزمون درصد استایرن در استایرن / بوتادی ان / ایزوپرن

تعداد آزمایشگاه ها	بین آزمایشگاه هی			درون آزمایشگاهی			درصد مقدار متوسط	نمونه
	(R)	R	S <sub>R</sub>	(r)	r	S <sub>r</sub>		
۵	۱۱/۴۸	۲/۲۱	۰/۷۸	۰/۷۸	۱/۸۶	۰/۶۶	۱۹/۲	A
۶	۹/۷۹	۲/۷۹	۰/۹۹	۰/۹۹	۲/۲۷	۰/۸۰	۲۸/۵	B
۶	۶/۷۹	۲/۵۶	۰/۹۱	۰/۹۱	۲/۱۸	۰/۷۷	۳۷/۸	C
	۹/۳۵	۲/۵۲	۰/۸۹	۰/۸۹	۲/۱۰	۰/۷۴	۲۸/۵	مقدار میانگین

یادآوری نکات مورد استفاده:  
 S<sub>r</sub> تکرار پذیری انحراف استاندارد؛  
 r تکرار پذیری، بر حسب واحد اندازه گیری؛  
 (r) تکرار پذیری، بر حسب درصد (نسبی)؛  
 S<sub>R</sub> تجدید پذیری انحراف استاندارد؛  
 R تجدید پذیری، بر حسب واحد اندازه گیری؛  
 (R) تجدید پذیری، بر حسب درصد (نسبی).

جدول الف- ۲ دقت نتایج آزمون درصد بوتادی ان در استایرن / بوتادی ان / ایزوپرن

تعداد آزمایشگاه ها	بین آزمایشگاه ها			درون آزمایشگاهی			درصد مقدار متوسط	نمونه
	(R)	R	S <sub>R</sub>	(r)	r	S <sub>r</sub>		
۵	۸/۱۸	۱/۴۴	۰/۵۱	۴/۵۴	۰/۸۰	۰/۲۸	۱۷/۷	A
۶	۱۶/۸۷	۴/۵۶	۱/۶۱	۵/۰۳	۱/۳۶	۰/۴۸	۲۷/۱	B
۶	۳/۹۳	۱/۴۳	۰/۵۱	۲/۷۲	۰/۹۹	۰/۳۵	۳۶/۵	C
	۹/۶۶	۲/۴۸	۰/۸۸	۴/۱۰	۱/۰۵	۰/۳۷	۲۷/۱	مقدار میانگین

یادآوری برای مفاهیم علائم به کار رفته جدول الف - ۱ را ببینید

جدول الف- ۳ دقت نتایج آزمون درصد ایزوپرن در استایرن / بوتادی ان / ایزوپرن

تعداد آزمایشگاه ها	بین آزمایشگاه ها			درون آزمایشگاهی			درصد مقدار متوسط	نمونه
	(R)	R	S <sub>R</sub>	(r)	r	S <sub>r</sub>		
۵	۴/۹۸	۳/۱۴	۱/۱۱	۲/۶۴	۰/۵۹	۶۳/۱		A
۶	۱۴/۸۳	۶/۵۹	۲/۳۳	۳/۶۴	۰/۵۷	۴۴/۴		B
۶	۷/۳۷	۱/۸۹	۰/۶۷	۵/۳۰	۰/۴۸	۲۵/۷		C
	۹/۰۶	۳/۸۸	۱/۳۷	۳/۸۶	۰/۵۵	۴۴/۴		مقدار میانگین

یادآوری برای مفاهیم علائم به کار رفته جدول الف- ۱ را ببینید

جدول الف- ۴ نسبت مخلوط SBR و IR در نمونه های A، B و C

<b>IR</b>	<b>SBR</b>	<b>نمونه</b>
۶۵	۳۵	A
۴۵	۵۵	B
۲۵	۷۵	C