



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۲۵۰-۲

چاپ اول


**ISIRI**

10250-2


1 st. Edition


قطعات الاستومر برای مصارف داروئی -  
قسمت دوم : ویژگی ها و روش های آزمون


**Elastomeric parts for pharmaceutical use –  
Part 2: Specifications and test methods**

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵ 

دفتر مرکزی: تهران - ضلع جنوبی میدان ونک، صندوق پستی ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵


تلفن مؤسسه در کرج : ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸ 

تلفن مؤسسه در تهران : ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵ 

دورنگار : کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰ - ۸۸۸۷۱۰۳ 

بخش فروش - تلفن : ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ 

پیام نگار: [Standard @ isiri.or.ir](mailto:Standard@isiri.or.ir) 

بهاء : ۳۵۰۰ ریال 

	<b>Headquarters:</b>	<b>Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran</b>
	<b>P.O.Box:</b>	<b>31585-163 Karaj-IRAN</b>
	<b>Tel:</b>	<b>0098 261 2806031-8</b>
	<b>Fax:</b>	<b>0098 261 2808114</b>
	<b>Central Office:</b>	<b>Southern corner of Vanak square, Tehran</b>
	<b>P.O.Box:</b>	<b>14155-6139 Tehran-IRAN</b>
	<b>Tel:</b>	<b>009821 8879461-5</b>
	<b>Fax:</b>	<b>0098 21 8887080, 8887103</b>
	<b>Email:</b>	<b>Standard @ isiri.or.ir</b>
	<b>Price:</b>	<b>3500 RLS</b>

## «بسمه تعالی»

### آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد 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 حوزه های مختلف در کمیسیون فنی مرکب از کارشناسان موسسه\*، صاحب نظران مراکز و موسسات 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 تولید کنندگان، مصرف کنندگان، صادر کنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان-های دولتی و غیردولتی 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 پیشنهادهای 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 موسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیر 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که موسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکترونیک (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 نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. موسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و موسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، موسسه استاندارد این گونه سازمان ها و موسسات را بر اساس ضوابط نظام تایید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تایید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این موسسه است.

\* موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

<sup>1</sup> - International Organization for Standardization

<sup>2</sup> - International Electrotechnical Commission

<sup>3</sup> - International Organization for Legal Metrology (Organization Internationale de Metrologie Legal)

<sup>4</sup> - Contact Point

<sup>5</sup> - Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

« قطعات الاستومر برای مصارف داروئی-قسمت دوم : ویژگی ها و روش های آزمون »

### سمت و / یا نمایندگی

مدیر عامل شرکت دارو و درمان

### رئیس:

رضوی- حسن  
(لیسانس مهندسی شیمی)

### دبیر :

رزق دوست - غلامحسین  
(لیسانس بیولوژی ،  
فوق لیسانس مدیریت اجرایی)

### اعضا:

کارشناس پژوهشگاه پلیمر و پترو شیمی ایران

اصل رحیمی- محسن  
(فوق لیسانس شیمی پلیمر )

مدیر بازاریابی شرکت طب نوین

پاک سرشت - آرش  
(دکتری عمومی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت دارو سازی  
شهید قاضی

غلامحسینی غلامرضا  
(دکتری دارو سازی )

کارشناس گروه پژوهشی مهندسی پزشکی  
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

فرجی - رحیم  
(لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفیت شرکت فرآورده های  
تزریقی و داروئی ایران

فیض بخش - ماندانا  
(لیسانس بیولوژی)

## فهرست

صفحه

ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۲	۲ مراجع الزامی
۳	۳ روشهای آزمون و ویژگیها
۶	۵ آماده سازی نمونه ها
۷	۶ معرف ها و مواد
۸	۷ پیوست الف (الزامی)
۱۱	۸ پیوست ب (الزامی)
۱۴	۹ پیوست پ (الزامی)
۱۶	۱۰ پیوست ت (الزامی)
۱۹	۱۱ پیوست ث (الزامی)
۲۱	۱۲ پیوست ج (الزامی)
۲۲	۱۳ پیوست چ (الزامی)
۲۶	۱۴ پیوست هـ (الزامی)

## پیش گفتار

استاندارد «قطعات الاستومر برای مصارف داروئی-قسمت دوم: ویژگی ها و روش های آزمون» که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شده و در یکصد و هفتاد و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۸۷/۱۲/۲۷ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک 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 می شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منابع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 8871-2: 2003  
Elastomeric parts for parenterals and for devices for pharmaceutical use –  
Part 2: Identification and characterization

## استاندارد

« قطعات الاستومر برای مصارف داروئی-قسمت دوم : ویژگی ها و روش های آزمون »

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد روش ارزیابی قطعات الاستومر مورد مصرف برای ظروف دارو و وسایل پزشکی به منظور تضمین پذیرش محصولات تامین شده ، از طریق ارزیابی های انجام شده بر روی نمونه ها (به روش مناسب ) می باشد . روشهای آزمون فیزیکی و شیمیائی شرح داده شده در این استاندارد کمک می کند تا خصوصیات نوعی محصولات لاستیکی تعیین شود . و می تواند اساس توافق بین تولید کنندگان و مصرف کنندگان برای ثبات تامین محصولات آتی باشد .

بر اساس نوع لاستیک و کاربرد آن یک دسته از آزمونهای مناسب انتخاب می شود .

این استاندارد سایر ویژگیهای مواد لاستیکی را توضیح نداده و این ویژگیها در استانداردهای مرتبط محصول مورد نظر آمده است .

## ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر نیست. معهذاً بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدید نظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدید نظر، آخرین چاپ و / یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مد نظر است.

1-ISO48:(2007)

Rubber, vulcanized or thermoplastic -- Determination of hardness  
(hardness between 10 IRHD and 100 IRHD)

2- ISO 2781: 1988

Rubber, vulcanized -- Determination of density

3-ISO 247 :1990

Rubber -- Determination of ash

4-ISO 8871-1 : 2003

Elastomeric parts for parenterals and for devices for pharmaceutical use -- Part  
1: Extractables in aqueous autoclavates

5-ISO 3696 : 1987

Water for analytical laboratory use -- Specification and test methods

6-ISO 815 : 1991

Rubber, vulcanized or thermoplastic -- Determination of compression set at  
ambient, elevated or low temperatures

7- ISO 8362-5 :1995

Injection containers for injectables and accessories -- Part 5: Freeze drying  
closures for injection vials

8- ISO 8536-6 :1995

Infusion equipment for medical use -- Part 6: Freeze drying closures for  
infusion bottles

9- ISO 9924-1:2000

Rubber and rubber products -- Determination of the composition of  
vulcanizates and uncured compounds by thermogravimetry -- Part 1: Butadiene,  
ethylene-propylene copolymer and terpolymer, isobutene-isoprene, isoprene and  
styrene-butadiene rubbers



## ۳ روش های آزمون و ویژگی ها

### ۱-۳ کلیات

لاستیک یک ترکیب پیچیده است و بطور کلی قابل تعریف نمی باشد. تنها خاصیتی که همه مواد ارتجاعی بطور مشترک واجد آن می باشند شکل خاص ارتجاعی یا الاستومری آنها است. وقتی یک نوار لاستیکی کشیده شود ممکن است تا چندین برابر طول اصلی خود بدون پارگی افزایش طول داشته باشد. در هنگام رها سازی از نیروی کشش، بطور ناگهانی بدون تغییر شکل به اندازه واقعی خود بر می گردد. همچنین به راحتی می توان آنرا فشرد، پیچاند یا به هر جهتی کج کرد، و آن دوباره بدون تغییر شکل به حالت شکل اصلی خود بر می گردد.

به علت شبکه سه بعدی آن، که از پیوندهای عرضی زنجیره های پلی مری به هنگام ولکانیزاسیون حاصل می شود، لاستیک در عمل قابل حل شدن در حلالهایی نظیر تتراهیدرو فوران نیست (هر چند که ممکن است آماس قابل توجه برگشت پذیری مشاهده شود) و این خصوصیت لاستیک را از مواد الاستیسیته کاذب نظیر پلی وینیل کلراید و الاستومرهای ترمو پلاستیک مجزا می نماید.

با توجه به پیچیدگی لاستیک، تعیین یک ماده الاستومر فقط با اعمال یک آزمون فیزیکی یا شیمیائی قابل تصدیق نبوده و نیاز به مجموعه ای از آزمونها برای تعیین و تشخیص مطمئن آن ماده ضروری می باشد.

تولید کننده باید ضمانت نماید که فرمولاسیون همه قطعات الاستومر محصول ارائه شده یکسان بوده و همه قطعات الاستومر خصوصیات مشابه با نمونه هائی که در ابتدا به مصرف کنندگان ارائه کرده اند را دارا بوده و مانند همان نمونه های اولیه مناسب هستند.

### ۲-۳ سختی

تعیین سختی باید بر اساس استاندارد ISO 48 انجام شود.

### ۳-۳ چگالی

تعیین چگالی باید بر اساس روش شرح داده شده در استاندارد ISO 2781: 1988 انجام شود

### ۴-۳ خاکستر

باقیمانده غیر آلی بعد از سوختن باید بر اساس روش شرح داده شده در استاندارد ISO 247: 1990 انجام شود.

### ۳-۵ طیف مادون قرمز

یک روش خیلی ساده برای تشخیص مواد لاستیک تعیین طیف مادون قرمز است<sup>۱</sup> (IR). دو روش مشترک بدست آوردن طیف IR از مواد لاستیک عبارتند از: تجزیه گرمائی (پیرولیز) و IR/ATR سطحی، (روش بازتاب کل رقیق شده).

روش تجزیه در حرارت در پیوست الف آمده است. روش IR/ATR در پیوست هـ آمده است. طیف بدست آمده باید با طیف حاصل از روش IR مشابه که از نمونه مرجع مواد بدست آمده مقایسه شود.

در عمل، روش IR تجزیه در حرارت، بدلیل فرآیند آماده سازی نمونه زمانبر بوده و نیاز به توجه و احتیاط به هنگام کار کردن با مواد فرار و روغنهای مضر را دارد. در حالیکه، روش IR/ATR سطحی امکان تشخیص قطعات الاستومری را با حداقل آماده سازی نمونه یا حتی بدون آماده سازی نمونه فراهم می کند.

### ۳-۶ دوره فشار

دوره فشار نشان دهنده میزان تغییر شکل پایدار و ثابت پس از اعمال فشار در یک دمای مشخص برای زمان مشخص است. دوره فشار باید بر اساس پیوست ب تعیین شود.

### ۳-۷ تورم

مواد الاستومر وقتی در معرض حلالهای آلی قرار گیرند درجات متفاوتی از تورم را دارا می باشند، درجه افزایش حجم و/یا وزن اولین حالت نفوذ بر اساس نوع الاستومر می باشد. وقتیکه ترکیبات لاستیک در تماس با حامل های روغنی یا امولوسیونها قرار می گیرند، توجه خاص به تورم ضروری است. روش کار مربوط در پیوست پ آمده است.

### ۳-۸ تشخیص بوسیله کروماتو گرافی گازی

مواد الاستومر تحت آزمون در یک حلال عصاره گیری می شوند ، که در آن حل نشده اما لاستیک دچار تورم خواهد شد .عصاره به دستگاه گاز کروماتو گرافی تزریق می شود . کروماتو گرام نشاندهنده یک نمودار نوعی بوده و می تواند برای تعیین و تشخیص مورد استفاده قرار گیرد . بعلاوه روشهای گاز کروماتو گرافی – کوپلینگ<sup>(۱)</sup> نظیر گاز کروماتو گرافی – ام اس<sup>(۲)</sup> ، ممکن است اطلاعات بیشتری در مورد ترکیب عصاره ارائه نماید .

روش کار مربوطه در پیوست ت آمده است

### ۳-۹ تعیین مواد فرار بوسیله کروماتو گرافی گازی

مواد الاستومر ممکن است مواد فرار از خود آزاد نماید . این مواد می توانند از یکی از مواد دسته بندی شده به شرح زیر حاصل شوند .

- اولیگومرها یا فرآیند کمک کننده در پلی مر پایه

- تثبیت کننده ها یا آنتی اکسیدان ها

- نرم کننده ها

روش کار مربوطه در پیوست ث آمده است .

### ۳-۱۰ تعیین رطوبت باقیمانده

در طی فرآیندهای داروسازی ، قطعات الاستومر می توانند حجم قابل توجه ای رطوبت را جذب نمایند . در طی دوران انبار کردن دارو ، رطوبت محبوس شده ممکن است آزاد و جذب دارو شده سبب کاهش کارایی دارو شوند ( مورد بحرانی آن داروهایی هستند که در حلاء خشک می شوند )<sup>(۳)</sup> . خصوصیت فرآیند جذب و دفع تحت تاثیر ترکیب لاستیک ، نوع فرآیند و برخورد (به عنوان مثال اتو کلاو با بخار) و کار آئی فرآیند بعدی خشک کردن می باشد .

روش کار مربوطه در پیوست ج آمده است.

---

1- GC-Coupling techniques  
2- GC-MS  
3- Lyophilized drugs

### ۳-۱۱ تشخیص بوسیله تجزیه ترمو گراویمتری (TGA)

قطعات الاستومر از ترکیباتی ساخته شده اند که می توانند بر اساس خواصی که تحت برخورد با دما از خود به نمایش می گذارند دسته بندی شوند. این دسته بندی به شرح زیر است:

- پلی مرهای پایه
  - پرکننده های غیر آلی
  - مواد فرار در دماهای بالا
  - کربن سیاه
- روش کار مربوطه در پیوست چ آمده است

### ۳-۱۲ تعیین مواد قابل استخراج در شرایط اتوکلاو با آب

مواد الاستومر می توانند موادی با ماهیت نامشخص در آب آزاد نمایند. برای ارزیابی عمومی تمیزی شیمیائی در پوشها، میتوان از تعیین پارامترهایی نظیر مواد قابل اکسیده شدن و هدایت الکتریکی استفاده نمود.

روش آزمون مربوطه در استاندارد ISO 8871-1 آمده است.

### ۴ آماده سازی نمونه ها قبل از انجام آزمون

از آنجائیکه روشهای آزمون مختلفی وجود دارد، ممکن است روشهای آماده سازی متفاوتی نیاز باشد، در هر پیوست روش آماده سازی مربوط آمده است.

بطور کلی فرض می شود که قطعات لاستیک از محیط تمیزی تامین شده اند. برای جلوگیری و پرهیز از آلودگی، نمونه ها باید در بسته بندی محافظت کننده ای باشند.

هر روش آماده سازی مشخص یا روش بسته بندی باید با توافق بین تولید کننده و مشتری انجام شود.

### ۴-۱ تعداد نمونه های مورد نیاز برای انجام آزمونها

چون تعداد زیادی آزمون در این استاندارد آمده است و به سبب پیچیدگی موضوع، معمولا در هر ارزیابی همه روشهای آزمون انجام نمی شود، به این خاطر، تعداد نمونه های مورد نیاز باید با توافق بین تولید کننده و آزمایشگاه تعیین شود. در هر پیوست به تعداد نمونه مورد نیاز برای انجام آزمون مربوط اشاره شده است.

## ۵ معرف ها و مواد

۱-۵ فقط از معرفهای با درجه خلوص آزمایشگاهی<sup>(۱)</sup> و آب خالص تهیه شده بوسیله تقطیر یا روش مناسب دیگر استفاده کنید. ضریب هدایت الکتریکی آب مورد استفاده نباید بیش از ۳ میکرو زیمنس در سانتیمتر باشد.

یادآوری: آب خالص معادل با درجه ۱ یا ۲ از استاندارد ISO 3696 مناسب است.

۲-۵ تمامی وسایل شیشه ای باید از جنس شیشه بروسلیکات باشند.

## پیوست الف

(الزامی)

### تشخیص مواد الاستومر بوسیله تجزیه گرمائی و طیف IR

#### الف- ۱ کلیات

وقتی قطعات لاستیک در معرض حرارت خشک بدون حضور اکسیژن قرار گیرند ، ماده الاستومر در اثر حرارت تجزیه شده و لاستیک به تکه های پلی مری تبدیل می شود که به شکل بخار یا روغن با چگالی متغیر ظاهر می شود .

این مواد روغنی برای ایجاد یک طیف IR استفاده می شوند که به منظور شناسایی مواد لاستیکی تحت آزمون استفاده می شوند .

#### الف- ۲ معرف ها و مواد شیمیائی

الف-۲-۱ استون خشک فیلتر شده ، برای تمیز کردن صفحه های پتاسیم بروماید<sup>(۱)</sup>

الف-۲-۲ کاغذ معرف

الف-۲-۳ سیم مسی

الف-۲-۴ استون

الف-۲-۵ تری کلرو متان

الف-۲-۶ سولفات سدیم ، بی آب

#### الف- ۳ وسایل کار

الف-۳-۱ طیف سنج IR ، با قابلیت تولید طیف در گستره  $4000 \text{ cm}^{-1}$  تا  $400 \text{ cm}^{-1}$  و از درصد شدت طیف عبوری<sup>(۳)</sup> صفر تا صد

الف-۳-۲ صفحه پتاسیم بروماید (KBr) ، با گیره و جداکننده ها

الف-۳-۳ دسیکاتور

الف-۳-۴ چراغ بونسن<sup>(۲)</sup>

الف-۳-۵ لوله های آزمایش ، برای فرآیند تجزیه در حرارت

الف-۳-۶ دستگاه سوکسوله (اختیاری)

---

1- KBr discs  
2-Bunsen burner

3- Transmission

#### الف-۴ آماده سازی نمونه

تقریباً ۳ گرم از قطعات لاستیک را به تکه هایی با ابعاد تقریباً ۳ میلی متر در ۳ میلی متر ببرید . بطور اختیاری می توانید، قرصهای لاستیکی را با استون در دستگاه سوکسوله تحت برگشت به مدت هشت ساعت عصاره گیری نمائید .

#### الف-۵ تجزیه در حرارت

۰/۲ گرم تا ۲ گرم از قرصهای لاستیک را در لوله آزمایش بریزید. بوسیله چراغ بونسن آنرا گرم کنید ، به دقت همه آبی که ممکن است در بالای لوله متمرکز شود را خارج کنید سپس ، با لوله آزمایش دیگری به موازات لوله اول قرصهای لاستیک را در معرض قسمت آبی شعله قرار دهید محصولات حاصل از تجزیه در حرارت بصورت روغن در منطقه سرد لوله آزمایش جمع می شوند . در طی تجزیه PH بخار آزاد شده قابل کنترل کردن با کاغذ معرف می باشد . یک واکنش اسیدی نشاندهنده حضور هالوژن در لاستیک است . ( به موازات کنترل اسیدیته ، یک آزمون BEILSTEIN نیز می تواند انجام شود (سیم مسی). تکرار روش کار فوق جهت تفاسیر کیفی مفید خواهد بود . تجزیه در حرارت نباید تحت نیتروژن در دمای ثابت انجام شود .

#### الف-۶ ضبط طیف

الف-۶-۱ محصولات تجزیه در حرارت حاصل شده از روش ذکر شده در بند الف-۵ تا زمانیکه در بالای لوله آزمایش  $\text{Na}_2\text{SO}_4$  در دسیکاتور باشد ، کاملاً خشک است . سپس آنرا بین دو دیسک پتاسیم بروماید کاملاً تمیز و براق شده قرار دهید . معمولاً ، یک لایه نازک (تا ۰/۰۳ میلی متر) برای طیف عبوری در گستره صفر درصد تا هشتاد درصد کافی است . در صورت نیاز ، لایه نازکتری از مواد تجزیه شده را با استفاده از جداکننده ها ایجاد کنید . محصولات حاصل از تجزیه باید بدون حباب هوا کاملاً پخش شوند . طیف عبوری در گستره  $400 \text{ cm}^{-1}$  تا  $4000 \text{ cm}^{-1}$  را ضبط کنید .

#### الف-۷ تفسیر نتایج

##### الف-۷-۱ کلیات

فرآیند تجزیه گرما یی خیلی پیچیده است ، یعنی هر محصول حاصل از تجزیه طیف خود را خواهد داشت ، حتی اگر روش تهیه نمونه یکسان باشد . خصوصیات منحصر به فرد طیف های مرجع ، با طیف لاستیک مورد نظر مطابقت می گردد و برای اهداف تشخیص مورد استفاده قرار می گیرد . چون تاثیر نفوذ اکسیژن در فرآیند پیرولیز غیر قابل جلوگیری است . مشخصاتی از طیف که از محصولات اکسیداسیون حاصل شده اند (الکلها ، اترها ، آلدئیدها و اسیدها ) را نادیده می گیرند .

## الف-۷-۲ بیان نتایج

با در نظر گرفتن محدودیتهای ذکر شده در بند الف-۷-۱، طیف بدست آمده را با طیف مرجع در طول موج مربوطه مقایسه کنید.

نتایج طیف بدست آمده را همراه با نتایج تحلیل طیف ضبط نمائید.



**پیوست ب**  
**(الزامی)**  
**تعیین دوره فشار**

**ب-۱ کلیات**

تعیین دوره فشار اطلاعاتی در مورد مواد الاستومر که تحت یک تغییر شکل ثابت در یک زمان طولانی در دمای اتاق یا دماهای بالاتر قرار گرفته اند، ارائه می کند. برای جزئیات بیشتر می توانید به استاندارد ISO 815 مراجعه کنید.

**ب-۲ وسایل کار**

**ب-۲-۱ دستگاه فشار**

شامل دو یا چند صفحه استیل کروم یا استنلس استیل موازی که سطوحی از آنها که نمونه ها بین آن سطوح قرار می گیرند مسطح و کاملاً براق باشد.

زبری سطح این صفحات نباید از  $0.4$  میکرومتر بیشتر باشد. صفحات باید به اندازه کافی سخت بوده تا استقامت تحمل فشار را داشته باشند و دچار خمیدگی نشوند و اندازه آنها تا حدی باشد که قطعات آزمون تحت فشار را در بر بگیرند. صفحات باید بوسیله پیچهایی با اندازه مناسب به هم متصل و نگهداشته شوند.

جداکننده هایی از جنس استیل و ترجیحاً به شکل حلقه ای با ضخامتی بین  $4/7$  تا  $4/8$  میلی متر باید برای اطمینان از حفظ فشار مناسب مورد استفاده قرار گیرند. پهنای جدا کننده ها باید در حدی باشد که در تماس با قطعات آزمون نباشند. چنانچه ضخامت جدا کننده ها بین  $4/7$  تا  $4/8$  میلیمتر باشد، ضخامت جداکننده هایی که در آزمونهای مرتبط با هم مورد استفاده قرار می گیرند نباید اختلافی بیش از  $0.1$  میلی متر داشته باشند.

**ب-۲-۲ اون**

هر اون مناسبی که بخوبی طراحی شده باشد، مثلاً اونهاى هوا گرم که توانائی نگهداری دستگاه فشار و قطعات آزمون در دمای مورد نیاز با تیرانس محدوده ارائه شده در بند ب-۴ را داشته باشد.

**ب-۳ نمونه ها**

چون آزمون بر روی خود درپوشها قابل انجام نیست، از نوع ب آزمون (صفحات مدور با قطر  $0.5 \pm 13$  میلی متر و ضخامت  $0.3 \pm 6$  میلی متر) تهیه شده طبق روش ارائه شده در استاندارد ISO 815 استفاده کنید.

#### ب-۴ شرایط آزمون

آزمون را در شرایطی به شرح زیر انجام دهید (بر اساس استاندارد ISO 815)

- فشار تقریبی ۲۵ درصد از ضخامت اولیه

- دوره آزمون بین ۲۲ تا ۲۴ ساعت

- دمای  $1 \pm 70$  درجه سلسیوس

#### ب-۵ روش کار

ب-۵-۱ دستگاه فشار باید در شرایط دمای آزمایشگاه قرار داشته و قبل از استفاده به دقت تمیز شود. چنانچه یک روان کننده مورد استفاده قرار می گیرد، باید یک لایه نازک از روان کننده ای که تاثیری بر لاستیک نداشته باشد، استفاده نمود. روان کننده مناسب مایع سیلیکون یا سیلیکون فلوراید می باشد. روان سازی سطوح دستگاه فشار اختیاری است.

به هنگام انجام آزمونهای مشابه جهت استنتاج نتایج مشابه، روان سازی ممکن است سبب ایجاد تغییر مقادیر دوره فشار شوند. اگر از روان کننده استفاده نشود قطعات آزمون باید از قالب روان کننده ها جدا بوده و یا به پودر آغشته نشود.

ب-۵-۲ ضخامت هر قطعه آزمون را بدست آورید.

ب-۵-۳ قطعات آزمون را بین هر جفت از صفحات به همراه جداکننده ها قرار دهید. پیچها را محکم کنید تا حدی که صفحات به هم نزدیک شده و در تماس با جدا کننده قرار گیرد و قطعات لاستیک فشرده شوند.

ب-۵-۴ بلافاصله دستگاه فشار به همراه قطعات آزمون را به قسمت مرکزی آن که در دمای  $1 \pm 70$  درجه سلسیوس تنظیم شده است انتقال دهید. بعد از ۲۴ ساعت دستگاه فشار را از آن خارج و پیچها را باز کرده و به سرعت قطعات لاستیکی را بر روی یک سطح چوبی قرار دهید. اجازه دهید قطعات به مدت  $3 \pm 30$  دقیقه در شرایط دمای آزمایشگاه باقیمانده و سپس قطر آنها را اندازه گیری کنید.

ب-۵-۵ قطعات آزمون را در جهت طولی دو قطر برش دهید. چنانچه هر گونه اشکالی نظیر حباب گاز مشاهده نمودید از آن نمونه صرف نظر کنید.

## ب-۶ بیان نتایج

دوره فشار ( $C$ ) که بصورت درصد فشار اولیه بیان می شود ، طبق معادله زیر محاسبه می شود

$$C = \frac{h_0 - h_1}{h_0 - h_s}$$

که در آن

$h_0$  ، ضخامت اولیه قطعات آزمون بر حسب میلی متر

$h_1$  ، ضخامت قطعات آزمون پس از انجام آزمون بر حسب میلیمتر

$h_s$  ، ارتفاع جدا کننده بر حسب میلی متر می باشد

میانگین و انحراف معیار قطعات را گزارش کنید

نتایج را برای سه قطعه آزمون گزارش نمائید ، نباید انحراف معیاری بیش از ۱۰ درصد میانگین فشار را داشته باشید .

**پیوست پ**  
**(الزامی)**  
**رفتار توری در روغنها**

**پ-۱ کلیات**

قطعات لاستیک تحت آزمون به مدت ۲۴ ساعت در مخلوطی از بنزیل الکل و روغن بادام زمینی در دمای ۲ ± ۷۰ درجه سلسیوس نگهداری و پس از آن تغییرات در حجم و وزن مورد بررسی قرار می گیرد .

**پ-۲ مواد و وسایل لازم**

پ-۲-۱ بالن ژوژه صد میلی لیتری با درب شیشه ای

پ-۲-۲ اون خشک کن

پ-۲-۳ اتانول ۹۶ درصد

پ-۲-۴ بنزیل الکل

پ-۲-۵ روغن بادام زمینی

**پ-۳ روش کار**

پنج عدد از درپوشها را در هوا و در مایع مناسبی ( اتانول ، یا آب با مقدار کمی دتر جنت ) وزن کنید . هر قطعه را در بالن ژوژه ۱۰۰ میلی لیتری انداخته و مخلوطی از ۵ میلی لیتر بنزیل الکل و ۴۵ میلی لیتر روغن بادام زمینی اضافه کرده و درب بالن ژوژه را ببندید . آنرا به مدت ۲۴ ساعت در اون با دمای ۲ ± ۷۰ درجه سلسیوس قرار دهید .

بعد از ۲۴ ساعت قطعات آزمون را از روغن خارج کرده با اتانول تمیز کنید و اجازه دهید تا در دمای اتاق خشک شود . مجدداً قطعات را در هوا و در همان مایع که در ابتدا قطعات را با آن توزین نموده بودید ، وزن کنید .

**پ-۴ تعیین افزایش جرم**

افزایش جرم (  $\Delta m / m_0$  ) هر قطعه آزمون را بر حسب درصد طبق معادله زیر محاسبه کنید .

$$\frac{\Delta m}{m_0} = \frac{m - m_0}{m_0} \times 100$$

که در آن

$m_0$  جرم قطعه آزمون قبل از آماس  
 $m$  جرم قطعه آزمون بعد از آماس می باشد

پ- ۵ تعیین افزایش حجم

افزایش در حجم (  $\Delta v / v_0$  ) هر قطعه آزمون را بر حسب درصد طبق معادله زیر محاسبه کنید .

$$\frac{\Delta v}{V_0} = \frac{(m - mf) - (m_0 - mf_0)}{m - m_0} \times 100$$

که در آن

$m_0$  جرم قطعه آزمون قبل از تورم در هوا بر حسب گرم  
 $mf_0$  جرم ظاهری قطعه آزمون در مایع (غوطه ور) قبل از تورم بر حسب گرم  
 $m$  جرم قطعه آزمون در هوا بعد از تورم بر حسب گرم  
 $mf$  جرم ظاهری قطعه آزمون در مایع (غوطه ور) بعد از تورم بر حسب گرم  
می باشند .

**پیوست ت**  
**(الزامی)**  
**شناسائی بوسیله کروماتو گرافی گازی**

**ت-۱ کلیات**

قطعات لاستیک در ان-هپتان عصاره گیری می شود . مواد تشکیل دهنده لاستیک به ان - هپتان وارد شده و بوسیله کروماتو گرافی گازی تحلیل می شود . الکترو گرام گازی بدست آمده به منظور شناسائی مورد ارزیابی قرار می گیرد . این ارزیابی شامل تشخیص نیمه کیفی هم میشود . کروماتوگرام بدست آمده اطلاعات منحصر به فرد ترکیبات لاستیک را ارائه نمی کند .

**ت-۲ مواد و وسایل**

**ت-۲-۱ ان-هپتان**

**ت-۲-۲** دستگاه گاز کروماتوگراف ، مناسب: مجهز به ستون موئینه ، <sup>(۱)</sup> تزریق کننده شکافدار یا بی شکاف <sup>(۲)</sup> و یک آشکار ساز یونیزاسیون بوسیله شعله (FID) <sup>(۳)</sup> .

**ت-۲-۳** ستون موئینه ، با طول ۵۰ متر ، قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر ، فاز ایستائی OV ۱۷۰۱ یا مشابه آن ، با ضخامت ۰/۲ میکرو متر .

**ت-۲-۴** گاز حامل <sup>(۴)</sup> : نیتروژن با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد

**ت-۲-۶** ارلن مایر ۵۰ میلی لیتری با درپوش شیشه ای

**ت-۳ آماده سازی محلول آزمون**

قطعات لاستیک با مجموع مساحت ۳۰ سانتی متر مربع را در ۲۰ میلی لیتر از ان-هپتان در داخل ارلن مایر غوطه ور نمائید . بوسیله هم زن یک ساعت با سرعت ۱۸۰ دور در دقیقه در دمای محیط هم بزنید . محلول را از یک صافی ۰/۲ میکرومتر یکبار مصرف عبور دهید . محلول آزمون دارای پایداری محدودی است بنابر این آماده سازی محلول و تحلیل گاز کروماتو کرافی را در یک روز انجام دهید .

---

1- Capillary column

2- Split injector

3-Flame – ionization detector

4- Carrier gas

## ت-۴ روش تجزیه با گاز کروماتوگرافی

روش کار با کروماتوگراف را بر اساس جداول الف و ب این پیوست انجام دهید. موارد زیر، شرایط معمول و متداول است.

- فشار ستون<sup>(۱)</sup>: ۵۵/۲ کیلو پاسکال یا ۸ psi
- سرعت عبور جریان<sup>(۲)</sup>: ۲/۵ میلی لیتر در دقیقه
- دمای تزریق کننده: ۲۵۰ تا ۲۷۰ درجه سلسیوس
- حجم تزریق یک میکرولیتر (توصیه می شود از یک تزریق کننده اتوماتیک با حجم تزریق ۵ میکرو لیتر استفاده گردد).
- دمای آشکار ساز: ۲۸۰ درجه سلسیوس

### جدول الف - برنامه تفکیک<sup>(۴)</sup>

زمان دقیقه	جدا سازی <sup>(۳)</sup> (میلی لیتر در دقیقه)
۰	۰
۰/۵	۲۰

- 
- 1- Column pressure
  - 2- Septum flush
  - 3-Split
  - 4-Separation program

جدول ب - دمای ستون

زمان (دقیقه)	سرعت افزایش دما (درجه سلسیوس در دقیقه)	دما (درجه سلسیوس)
۰	-	۱۲۰
۳	-	۱۲۰
-	۶	-
۲۳	-	۲۴۰
-	۱۵	-
۲۴/۳	-	۲۶۰
۴۴/۳	-	۲۶۰
زمان متعادل سازی مجدد بعد از خنک کردن تا ۱۲۰ درجه سلسیوس : ۵ دقیقه		

اگر لازم باشد تا محلول آزمون را رقیق کنید ، درجه رقیق کردن باید گزارش شود .  
 استفاده از یک اسپکترو متر جرمی به عنوان آشکار ساز می تواند اطلاعات تکمیلی در مورد ماهیت ترکیبات آزاد شده از لاستیک تحت شرایط شرح داده شده را تامین نماید .  
 در این حالت ، گاز حامل را می توان عوض نموده و پارامترهای دستگاه را بر حسب تناسب تنظیم نمود .

ت- ۵ بیان نتایج

نتایج حاصل از کروماتوگرام را به همراه نتایج تفسیر آن ثبت نمائید .



## پیوست ث

### (الزامی)

#### آزمون ترکیبات فرار بوسیله کروماتوگرافی هد اسپیس<sup>(۴)</sup>

##### ث-۱ کلیات

قطعات لاستیک در ظرف شیشه ای در بسته که درپوش آن با PTFE (تفلون) پوشیده شده است حرارت داده می شود و مقدار مشخصی از گاز جمع شده در فضای بالای ظرف بوسیله سرنگ برداشته و توسط کروماتوگرافی گازی تحلیل می شود .

##### ث-۲ مواد و وسایل

ث-۲-۱ دستگاه کروماتوگرافی گازی طراحی شده برای عمل با ستون موئی و یک آشکار ساز یونیزاسیون بوسیله شعله (FID)

ث-۲-۲ ستون موئی با طول ۲۵ متر ، قطر داخلی ۰/۳۲ میلی متر ، فاز ایستائی SE 54 (فنیل / متیل پلی سیکلو کسان ) یا مشابه آن ، با ضخامت یک میکرومتر

ث-۲-۳ گاز حامل : نیتروژن

ث-۲-۴ گرم کننده حائل<sup>(۱)</sup> ، قابل تنظیم با ترموستات

ث-۲-۵ سرنگ عایق در برابر گاز<sup>(۲)</sup> ، با حجم یک میلی لیتر ، یا یک نوع تجاری تزریق کننده اتوماتیک هد اسپیس<sup>(۳)</sup>

##### ث-۳ روش کار

ث-۳-۱ تقریباً ۵ گرم از قطعات لاستیک را به قطعات ۰/۵ سانتی متر در ۰/۵ سانتی متر بریده و آنها را در ظرف ۲۰ میلی لیتری شیشه ای قرار داده و آنرا با یک درپوش تفلون ببندید .

ث-۳-۲ ظرف شیشه ای را در گرم کننده حائل به مدت یک ساعت در دمای ۱۱۵ درجه سلسیوس گرم کنید . بلافاصله یک میلی لیتر از گاز جمع شده در فضای بالای ظرف را بوسیله سرنگ عایق به گاز که قبلاً تا دمای تقریباً ۱۲۰ درجه سلسیوس گرم شده است جمع آوری و بلافاصله به دستگاه گاز کروماتوگراف تزریق کنید .

---

1- Block heater

2- Gastight syringe

3- Automatic headspace sample injector

4- Head space gas chromatogra

ث-۳-۳ آزمون را بر اساس جدول الف این پیوست انجام دهید . شرایط زیر شرایط معمول و متداول می باشد .

- فشار ستون : ۰/۶ بار
- حجم تزریق : یک میلی لیتر
- دمای تزریق کننده : ۲۵۰ درجه سلسیوس
- دمای آشکار ساز : ۲۸۰ درجه سلسیوس
- سرعت عبور جریان : ۲ میلی لیتر در دقیقه
- شکافتن ( صفر دقیقه) : ۱۵ میلی لیتر در دقیقه تا ۲۰ میلی لیتر در دقیقه

جدول الف - دمای ستون

زمان دقیقه	نرخ گرم شدن درجه سلسیوس در دقیقه	دما درجه سلسیوس
۰	-	۵۰
۴	-	۵۰
-	۵	-
۱۴	-	۱۰۰
-	۲۰	-
۲۱	-	۲۴۰
۳۱	-	۲۴۰

استفاده از یک اسپکترو متر جرمی به عنوان آشکار ساز اطلاعات تکمیلی در مورد ماهیت ترکیبات آزاد شده از لاستیک تحت شرایط شرح داده شده را ارائه می نماید . در این حالت ، گاز حامل را می توان عوض نمود و پارامترهای دستگاه را بر حسب تناسب تنظیم کرد

### ث-۵ بیان نتایج

نتایج کروماتوگرام را به همراه نتایج تحلیل آن ثبت نمائید .

**پیوست ج**  
**(الزامی)**  
**تعیین رطوبت باقیمانده**

**ج-۱ کلیات**

درپوشهای لاستیکی را معمولاً با اتوکلاو با بخار استریل کرده و بعد از آن با روشهای مختلفی خشک می کنند. حجم آب نزدیک سطح درپوش را پس از اتوکلاو یا خشک کردن به روش کولو متری (کارل فیشر) قابل اندازه گیری است. این موضوع اساساً در مورد درپوشهایی که برای محصولات منجمد و خشک شده در خلاء و یا سایر محصولات خشک شده بکار می روند قابل توجه است. تعیین رطوبت با اندازه گیری میزان رطوبت در مراحل مختلف استریلیزاسیون و خشک کردن اطلاعات جامع در مورد رفتار مواد لاستیک در ارتباط با رطوبت را تامین می نماید.

**ج-۲ آماده سازی اولیه نمونه ها**

**ج-۲-۱ بدون آماده سازی**

درپوشها از بسته های خود (مثلاً کارتن) خارج و بدون آماده سازی اولیه تحت آزمون قرار می گیرند.

**ج-۲-۲ آماده سازی اولیه نمونه ها با دستگاه اتوکلاو تحت بخار**

حداقل ۱۰ درپوش را در داخل یک پتری دیش قرار دهید. درپوشها را در اتوکلاو تحت بخار به مدت ۳۰ دقیقه در دمای  $120 \pm 2$  درجه سلسیوس قرار دهید. قبل از تعیین رطوبت باقیمانده، آب چسبیده به درپوشها را با پارچه نرم بردارید.

**ج-۲-۳ آماده سازی اولیه با قرار دادن در اتوکلاو بخار و خشک کردن**

مقدار زیاد و کافی از درپوشها را طبق آنچه در بند ج-۲-۲ شرح داده شده است اتوکلاو کنید. درپوشهای اتوکلاو شده را در پتری دیش به گونه ای قرار دهید که لبه بیرون آمده آن رو به پائین باشد و آنها را بصورت مرحله به مرحله در آن با دمای ۱۱۰ درجه سلسیوس خشک کنید. حداقل ۱۰ درپوش را در فواصل زمانی سه، پنج، هفت و ۱۵ ساعت برداشته و اجازه دهید تا قبل از آزمون خنک شوند.

**ج-۳ تعیین رطوبت باقیمانده**

پس از آماده سازی نمونه ها میزان رطوبت باقیمانده را بر اساس ISO 8362-5 : 1995 Annex D یا استاندارد ISO 8536-6 : 1995 Annex E تعیین نمائید

## پیوست چ

### (الزامی)

## تعیین و شناسائی با روش وزن سنجی دمائی<sup>(۱)</sup> (TG)

### چ-۱ کلیات

قطعات الاستومر تحت شرایط و اتمسفر تعریف شده گرم میشوند. (همانند گاز بی اثر یا هوا). تغییر در جرم در اثر دما و اتمسفر آون ثبت میشود. احتمال افزایش در جرم در یک اتمسفر اکسید کننده، بسته به حضور پر کننده وجود دارد. منحنی وزن سنجی دمائی حاصله تشخیص کمی و کیفی از ترکیبات مواد را میسر می نماید (مراحل تحلیل TG). این روش برای ترکیباتی که شامل پرکننده های معدنی نظیر کربناتها یا اکسیدهای آلومینیو هیدراته که در دماهای نزدیک به ۶۵۰ درجه سلسیوس یا ۸۵۰ درجه سلسیوس تجزیه می شوند، مناسب نمی باشد. در چنین شرایطی باید تصحیحات لازم بر اساس اطلاعات اولیه در مورد رفتار پر کننده ها در دماهای بالا اعمال گردد.

### چ-۲ وسایل

ترازوی TG با دقت حد اقل ۰/۱ میکرو گرم طبق CLOUSE 5 استاندارد ISO 9924-1: 2000

### چ-۳ معرف ها

معرف ها طبق Clause 4 استاندارد ISO 9924-1 : 2000

### چ-۴ آماده سازی نمونه ها

یک نمونه به وزن تقریبا ۱۰ میلی گرم را به سه تا پنج قطعه کوچک ببرید. (به منظور افزایش سطح) و آنها را بصورت مسطح در یک بوته قرار دهید. یادآوری: بزرگ بودن سطح نمونه به حد کافی به منظور محدود نکردن نرخ تغییر جرم در گرم شدن مهم است و باید در نظر گرفته شود.

## چ-۵ روش کار

نمونه را در ترازوی TG قرار دهید ، کنترل کنید که نمونه هنوز بصورت مسطح در ته بوته قرار گرفته باشد .  
دمای آن و برنامه ریز اتمسفر را بگونه ای تنظیم کنید که به وضوح باعث ایجاد افتراق بین اجزاء گوناگون الاستومر گردد .

برنامه نوعی زیر برای خیلی از مواد الاستومر مناسب است .  
بعد از اندازه گیری وزن خالص بوته مراحل زیر را انجام دهید .

مرحله اول : نگهداری به مدت ۰/۱ دقیقه در دمای ۳۰ درجه سلسیوس بدون پالایش گاز ( برای اندازه گیری اتوماتیک وزن نمونه )

مرحله دوم : گرم کردن از دمای ۳۰ درجه سلسیوس در دقیقه تا ۶۵۰ درجه سلسیوس با سرعت ۳۰ درجه سلسیوس در دقیقه و با پالایش گاز نیتروژن با جریان (دبی) ۱۰۰ میلی لیتر در دقیقه

مرحله سوم : گرم کردن از دمای ۶۵۰ درجه سلسیوس تا ۱۰۰۰ درجه سلسیوس با افزایش ۳۰ درجه سلسیوس در دقیقه و با پالایش بوسیله هوا با جریان (دبی) ۱۰۰ میلی لیتر در دقیقه

یاد آوری – این برنامه موازنه ای است بین دقت اندازه گیری و زمان انجام آزمون .

## چ-۶ ارزیابی کمی

یک منحنی TG تغییرات در جرم نمونه بر اثر دما یا زمان را ارائه می کند . ضریب نیروی ارشمیدس را در منحنی اعمال کنید .

یک منحنی افتراقی تهیه کنید .

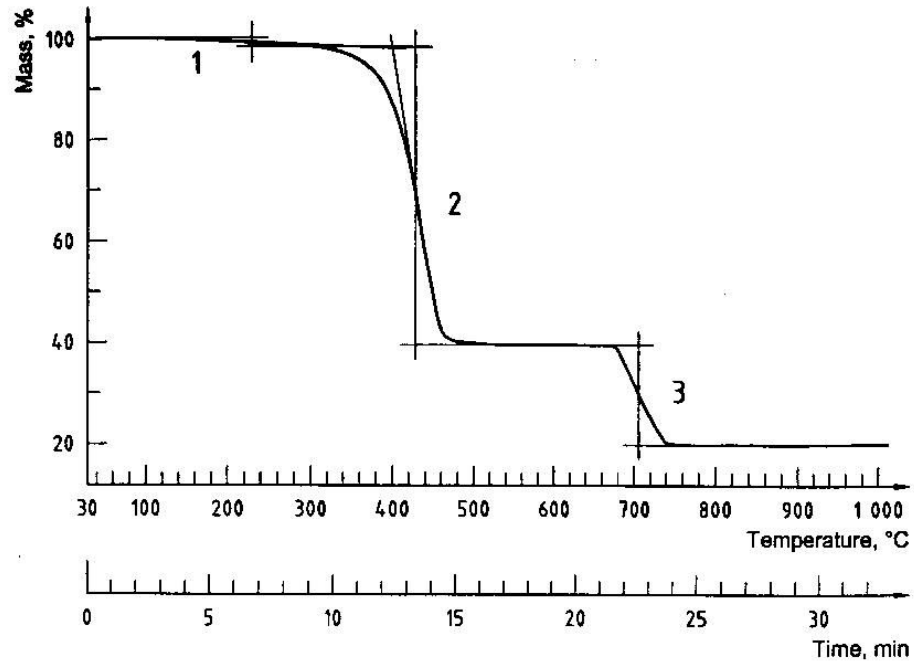
دو منحنی را به روش معمول تحلیل کنید . ارتفاع مراحل ، اطلاعات ترکیبات نمونه را ارائه می کند ، در صورتیکه دمای مراحل ، اطلاعات در مورد نوع الاستومر را ارائه می دهد .

## چ-۷ بیان نتایج

نتایج حاصل از منحنی TG بدست آمده را به همراه نتایج تحلیل منحنی ثبت نمایید .  
محاسبات مورد نیاز عموماً بوسیله برنامه های نرم افزاری قابل انجام است .

## چ-۸ گزارش آزمون

نحوه گزارش آزمون در Clause 9 استاندارد ISO 9924-1 : 2000 آمده است .



شکل ۱- منحنی TG نوعی الاستومر برومو بوتیل پر شده با کربن سیاه

### راه‌نما

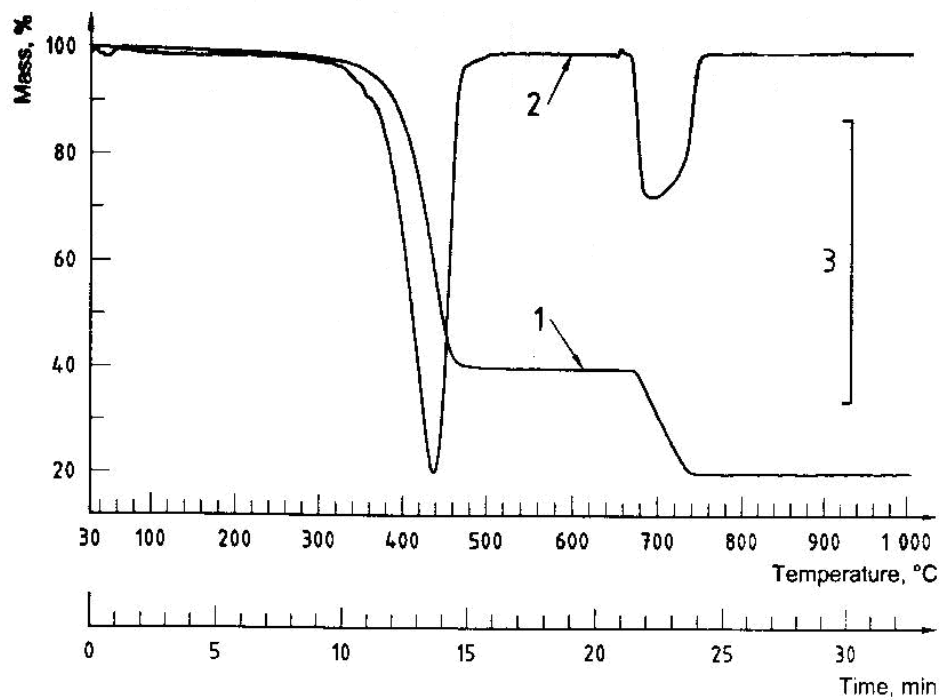
- ۱- حذف مواد فرار ۱/۷۶۵۱٪ (۰/۲۰۲۴ mg)
- ۲- تجزیه حرارتی الاستومر ۵۸/۸۸۱۸٪ (۶/۷۵۲ mg)  
نقطه تغییر ۴۳۵/۱۹ درجه سلسیوس  
انحراف دمای پیش بینی شده ۳۹۶/۹۲ درجه سلسیوس  
شیب ۰/۵۰ -٪ در ثانیه
- ۳- سوختن کربن سیاه ۱۹/۳۴۲۲ -٪ (۲/۲۱۸۲ mg)  
باقیمانده ۲۰/۰۱۲۶٪ (۲/۲۹۵۰ mg) (خاک سفید)  
نقطه تغییر ۷۰۴/۴۰ درجه سلسیوس

### برنامه دمائی :

۳۰ درجه سلسیوس برای ۰/۱ دقیقه

۳۰ درجه سلسیوس تا ۶۵۰ درجه سلسیوس با سرعت ۳۰ درجه سلسیوس در دقیقه (پالایش با N2 با دبی ۱۰۰ ml/min)

۶۵۰ درجه سلسیوس تا ۱۰۰۰ درجه سلسیوس با سرعت ۳۰ درجه سلسیوس در دقیقه (پالایش با هوا با دبی ۱۰۰ ml/min)



شکل ۲- منحنی TG نوعی همراه با منحنی افتراقی برای الاستومر برومو بوتیل پر شده با کربن سیاه

راهنما

۱- منحنی TG

۲- منحنی TG افتراقی

۳- مقیاس عرضی برای منحنی افتراقی TG (۲)  $\% / \text{min}$

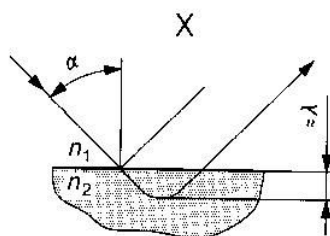
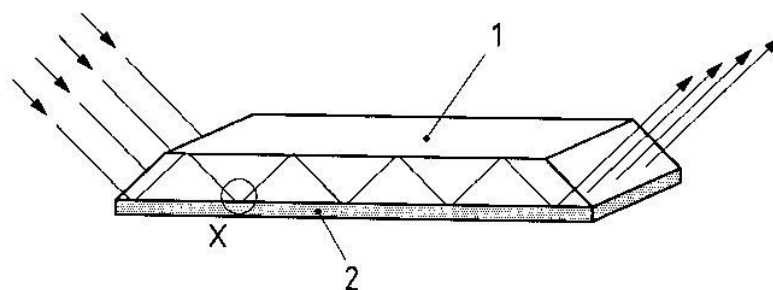
## پیوست هـ

(الزامی)

تشخیص لاستیک به روش اسپکتروسکوپی مادون قرمز سطحی ATR  
(بازتاب کل رقیق شده)

### هـ- ۱ کلیات

اصول ATR در شکل ۱ این پیوست آمده است.



### راهنما

$\alpha$  زاویه نور تابش

$\lambda$  طول موج نور تابش

$n$  ضریب شکست کریستال ( $n_1$ ) و آزمون ( $n_2$ )

1 کریستال ATR

2 آزمون مواد لاستیکی

شکل ۱ - آزمون بر روی کریستال ATR و مسیر پرتو IR



## هـ - ۲ وسایل

هـ - ۲ - ۱ اسپکترومتر مادون قرمز تبدیل فوریه (اسپکترومتر FTIR)

هـ - ۲ - ۲ دستگاه ATR

## هـ - ۳ آماده سازی نمونه

هـ - ۳ - ۱ برای آماده سازی نمونه سطوح تماس مسطحی تهیه نمایید .

هـ - ۳ - ۲ قطعه الاستومری را در طول یک محور مناسب برش داده و سطح بریده شده را برای سطح اندازه گیری استفاده کنید.

یادآوری : به این ترتیب یک طیف از الاستومر بدون نفوذ پوششها تهیه می شود . همچنین روغن سیلیکون که اغلب برای درپوشهای الاستومری استفاده می شود باعث ایجاد اختلال در طیف مواد الاستومر نمی شود .

## هـ - ۴ کلیات

روش قرار دادی ATR فقط برای قطعات الاستومری که سطوح صاف دارند و می توانند با کریستال ATR در تماس باشند ، مناسب است .

اگر فقط سطوح کوچک در تماس با کریستال ATR در دسترس باشند ، انجام ATR ضروری می باشد ، سطوح کم تماس نتایج بهتری برای نمونه های با شدت جذب بالا ( نظیر پر کننده های با حجم بالا ، کربن سیاه به عنوان پر کننده ) دارند .

ضمناً وسیله ATR برای یک میکروسکوپ IR دسترسی به سطح خیلی کوچک از سطح تماس را تامین می کند .

ضریب شکست مواد کریستال از میان سایرین ( مثلاً ، زاویه تشعشع نور ، طول موج ) عمق نفوذ به لایه زیری نور IR را تعیین میکند .

مواد کریستال بر اساس خصوصیات جذب مواد تحت تجزیه انتخاب می شود . در مواردیکه مواد الاستومری با جذب بالا باشند (مثل ، فرمولاسیون های پر شده با کربن سیاه ) عمق نفوذ پایین تر و / یا فضای تماس کوچک طیف دقیق تری را حاصل می نماید.

#### هـ - ۴-۲ آزمون نمونه بوسیله ATR

سطح (سطوح) صاف قطعه (قطعات) الاستومری را روی کریستال ATR قرار دهید . یک فشار ثابت (تکرار پذیر) برای دستیابی به تماس کامل اعمال نمائید . طیف را از  $700\text{ cm}^{-1}$  تا  $3800\text{ cm}^{-1}$  اندازه بگیرید .

#### هـ - ۵ بیان نتایج

هـ - ۵-۱ نتیجه یک طیف است که در فاز انتقال (درصد انتقال ) از سطح مادون قرمز از تعداد موج  $700\text{ cm}^{-1}$  تا  $3800\text{ cm}^{-1}$  حاصل می شود . گستره طیف ممکن است بر اساس نوع مواد کریستال تغییر یابد . آنرا می توان با یک طیف مرجع نسبت به خصوصیات تعداد موج مقایسه نمود .

هـ - ۵-۲ شرایط تجربی مانند جدائی پیک ها ، دفعات تکرار بدست آوردن پیک ها و شرایط پاکسازی را گزارش کنید .

---

**ICS: 11.040.20**

صفحة: ٢٨

---