



جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران



استاندارد ملی ایران

۱۵۷۲۷

چاپ اول

۱۳۹۷

INSO
15727
1st Edition
2019
Identical with
ISO 20368:
2017

Iranian National Standardization Organization

-پلاستیک‌ها-

-رزین‌های اپوکسی-

تعیین درجه شبکه‌ای شدن رزین‌های

اپوکسی شبکه‌ای شده با

طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون

(FTIR) قرمز

**Plastics -
Epoxy resins-
Determination of degree of
crosslinking of crosslinked epoxy
resins by Fourier Transform
Infrared (FTIR) Spectroscopy**

ICS: 83.080.10

سازمان ملی استاندارد ایران

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

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۰۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۰۳۰-۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: ۰۲۶(۳۲۸۰۶۰۳۱-۸)

دورنگار: ۰۲۶(۳۲۸۰۸۱۱۴)

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 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 منصفانهً صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادهای 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 پیشنهادها 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 علاوه‌مند 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 الکترونیک (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 استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسائل 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 یکاه، واسنجی وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای 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 Métrologie Legale)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«پلاستیک‌ها - رزین‌های اپوکسی - تعیین درجه شبکه‌ای شدن رزین‌های اپوکسی شبکه‌ای شده با طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR)»

سمت و / یا محل اشتغال:

رئیس:

عضو هیئت علمی - دانشگاه خرم آباد

پور حکاک، پوران

(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

کارشناس - اداره کل استاندارد استان یزد

narGANI، شهره

(کارشناسی شیمی کاربردی)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

مدیر طراحی و نوآوری - صنایع لاستیک یزد

پور رشیدی، عباس

(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

رئیس اداره تأیید صلاحیت - اداره کل استاندارد استان یزد

توكيليان اردکاني، زهرا

(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

مسئول کنترل کیفیت - واحد تولیدی یزد لوله

جعفری، ذاکر الحسین

(کارشناس ارشد مهندسی پلیمر)

مسئول کنترل کیفیت - واحد تولیدی یزد پلیمر

خانی، مهدی

(کارشناس شیمی کاربردی)

سازمان ملی استاندارد ایران، پژوهشگاه استاندارد

سنگ سفیدی، لاله

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

رئیس اداره امور آزمایشگاهها - اداره کل استاندارد استان یزد

قیصری، ناهید

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

مدیر عامل - شرکت شهابان کویر یزد

narGANI، شهاب

(کارشناسی مهندسی الکترونیک)

کارشناس - آزمایشگاه همکار یزد بسپار

وطن چیان، رزیتا

(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

ویراستار:

سازمان ملی استاندارد ایران، پژوهشگاه استاندارد

ابراهیم، الهام

(کارشناسی شیمی کاربردی)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش گفتار
ح	مقدمه
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۱	اصطلاحات و تعاریف
۲	اصول آزمون
۳	مواد
۴	دستگاه
۴	روش انجام آزمون
۴	آماده سازی اندازه گیری
۵	آزمون اولیه
۵	کلیات ۱-۲-۷
۵	روش آزمون اولیه ۲-۲-۷
۶	اندازه گیری FTIR نمونه شبکه ای شده مورد بررسی ۳-۷
۶	بیان نتایج ۸
۷	دقت ۹
۷	کلیات ۱-۹
۷	مواد و شرایط شبکه ای شدن ۲-۹
۷	دقت و روش ۳-۹
۸	گزارش آزمون ۱۰
۹	کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد «پلاستیک‌ها- رزین‌های اپوکسی- تعیین درجه شبکه‌ای شدن رزین‌های اپوکسی شبکه‌ای شده با طیف‌سنجی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR)» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ تهیه و تدوین شده، در شانزدهمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۳۹۷/۱۰/۲۶ 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 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 است و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است.

منبع و مأخذی که برای تهیه و تدوین این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 20368: 2017, Plastics - Epoxy resins -Determination of degree of crosslinking of crosslinked epoxy resins by Fourier Transform Infrared (FTIR) Spectroscopy

مقدمه

با مشاهده تغییرات در ویژگی‌های مکانیکی، الکتریکی یا حرارتی، می‌توان درجه شبکه‌ای شدن رزین اپوکسی را تعیین کرد.

با این حال، چنین رویکردهایی در مواردی که آزمایه تحت شرایط مختلف شبکه‌ای شدن بررسی می‌شود، ناکافی است. این استاندارد روشی را ارائه می‌دهد که به موجب آن درجه شبکه‌ای شدن بدون نیاز به روش‌های پیچیده برای آماده‌سازی، شرایطدهی یا تنظیم آزمایه، تعیین می‌شود. درجه شبکه‌ای شدن با اندازه‌گیری ناپدیدشدن گروه اپوکسی در طی شبکه‌ای شدن رزین، با استفاده از طیف‌سنجدی تبدیل فوریه مادون قرمز تعیین می‌شود.

از مزایای این روش، آماده‌سازی ساده نمونه، انجام اندازه‌گیری‌ها با مقادیر بسیار کم رزین و امکان اندازه‌گیری سرعت و اکنش گروه اپوکسی در برابر یک ترکیب اپوکسی حاوی یک گروه عملکردی فعال دیگر می‌باشد. به همین دلایل، این استاندارد برای بررسی و ایجاد شرایط واکنش‌های ایجاد شبکه‌ای شدن، مفید بوده و همچنین می‌تواند برای کنترل کیفیت و تولید مورد استفاده قرار گیرد.

از آنجایی که سامانه‌های رزین اپوکسی بسیار متنوع می‌باشند، کاربردی بودن این استاندارد برای هر سامانه رزین، قبل از تعیین، در نظر گرفته شده است. شیوه آزمون کاربردی بودن هر سامانه رزین اپوکسی در این استاندارد آمده است.

پلاستیک‌ها- رزین‌های اپوکسی- تعیین درجه شبکه‌ای‌شدن رزین‌های اپوکسی شبکه‌ای‌شده با طیف‌سنجدی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR)

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای تعیین درجه شبکه‌ای‌شدن رزین‌های اپوکسی به وسیله اندازه‌گیری ناپدیدشدن گروه اپوکسی طی شبکه‌ای‌شدن رزین، با استفاده از طیف‌سنجدی تبدیل فوریه مادون قرمز (FTIR) (با روش عبوری) است.

۲ مراجع الزامی

این استاندارد مراجع الزامی ندارد.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود.^۱

۱-۱ درجه شبکه‌ای‌شدن

degree of crosslinking

مقداری که درجه شبکه‌ای‌شدن یک سامانه رزین اپوکسی را نشان می‌دهد.

یادآوری ۱- به معادله (۴) در بند ۸ مراجعه شود.

یادآوری ۲- بر حسب درصد بیان می‌شود.

۲-۱ ارتفاع پیک جذب

height of absorption peak

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های <http://www.iso.org/obp> و <http://www.electropedia.org> قابل دسترس است.

بزرگ‌ترین فاصله در جهت عرضی بین خط پایه مجازی و منحنی جذب FTIR طی یک پیک است.

یادآوری ۱- خط پایه مجازی به سادگی با اتصال ابتدا و انتهای پیک با یک خط مستقیم، رسم می‌شود.

یادآوری ۲- هنگامی که پیک ویژه و سایر پیک‌ها کاملاً جدا نباشند، خط پایه مجازی را می‌توان با اتصال ابتدا و انتهای پیک که به صورت اختیاری در پیک‌های متوالی از جمله پیک ویژه انتخاب می‌شود، با یک خط مستقیم رسم کرد.

۳-۳ نسبت ارتفاع پیک

peak height ratio

مقداری که با تقسیم ارتفاع پیک جذب گروه اپوکسی (تعداد موج $900 \sim 915$ بر سانتی‌متر) بر ارتفاع پیک جذب گروه استاندارد داخلی محاسبه می‌شود که با واکنش شبکه‌ای‌شدن تغییر نمی‌کند.

یادآوری - نوار جذب گروه متیلن (حدود 2930 بر سانتی‌متر) برای استفاده به عنوان جذب گروه استاندارد داخلی توصیه می‌شود.

۴ اصول آزمون

درجه شبکه‌ای‌شدن رزین اپوکسی با نسبت ارتفاع پیک شبکه‌ای‌شده و شبکه‌ای‌نشده رزین اپوکسی که توسط FTIR اندازه‌گیری شده (با روش عبوری)، تعیین می‌شود.

در مرحله اول، ارتفاع پیک جذب گروه اپوکسی (Pa1) و ارتفاع پیک جذب گروه استاندارد داخلی (Pa2) توسط FTIR و با استفاده از نمونه‌ای از رزین اپوکسی شبکه‌ای‌نشده اندازه‌گیری می‌شود (به شکل ۱ مراجعه شود).

نسبت ارتفاع پیک شبکه‌ای‌نشده (X) با توجه به معادله (۱) بدست می‌آید:

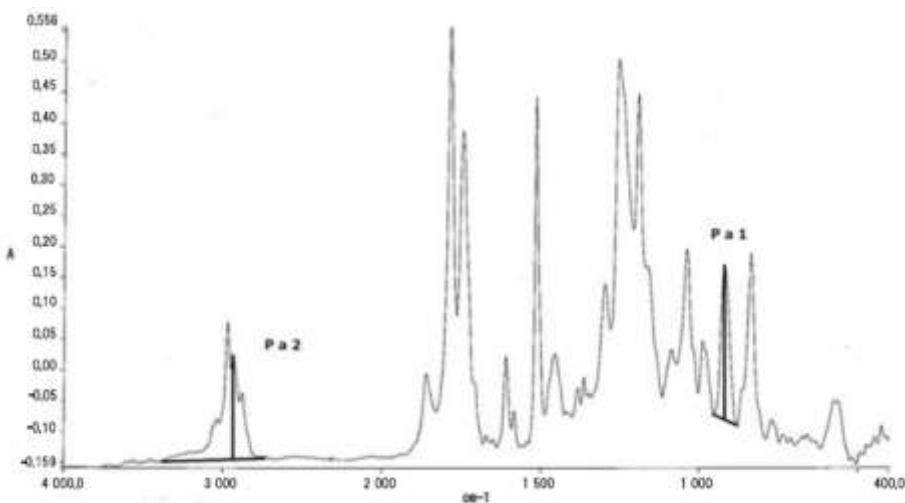
$$X = Pa1/Pa2 \quad (1)$$

در مرحله دوم، ارتفاع پیک جذب گروه اپوکسی (Pb1) و ارتفاع پیک جذب گروه استاندارد داخلی (Pb2) توسط FTIR و با استفاده از نمونه‌ای از ترکیب اپوکسی شبکه‌ای‌شده اندازه‌گیری می‌شود (به شکل ۲ مراجعه شود).

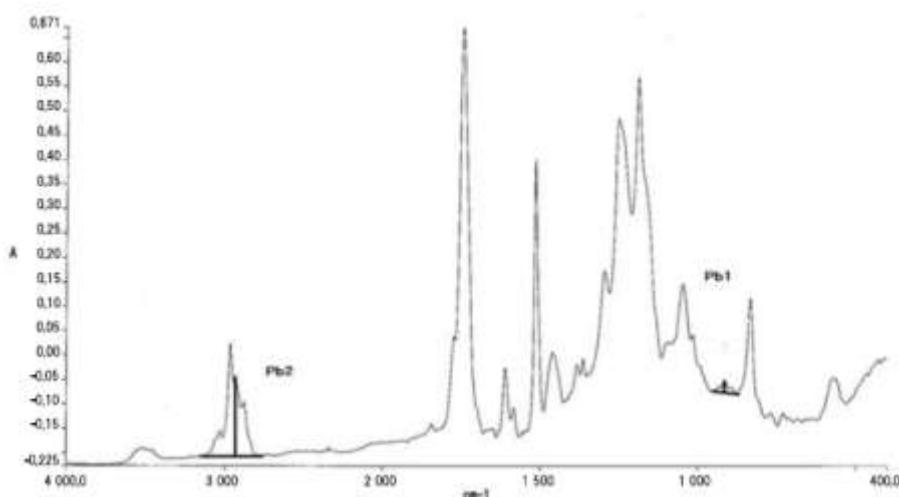
نسبت ارتفاع پیک شبکه‌ای‌شده (Y) با توجه به معادله (۲) بدست می‌آید:

$$Y = Pb1/Pb2 \quad (2)$$

درجه شبکه‌ای‌شدن با توجه به معادله (۴) در بند ۸ محاسبه می‌شود.



شکل ۱- طیف رزین های اپوکسی شبکه ای نشده



شکل ۲- طیف رزین های اپوکسی شبکه ای شده

۵ مواد

۱-۵ رزین اپوکسی

همان‌طور که در فرمول‌بندی سامانه رزین آزمون مشخص شده است.

۲-۵ سخت‌کننده^۱

همان‌طور که در فرمول‌بندی سامانه رزین آزمون مشخص شده است.

۳-۵ کاتالیزور^۱

1- Hardener

همان‌طور که در فرمول‌بندی سامانه رزین آزمون مشخص شده است.

۶ دستگاه

۱-۶ طیف‌سنج نوری FTIR

که دارای مشخصات زیر است:

الف- گستره عملیاتی از طول موج (۴۰۰۰ تا ۶۵۰) بر سانتی‌متر؛

ب- عدد فراوانی موجی بیشتر از ۱۶؛

۲-۶ میکروپیپت

با ظرفیت (۱۰ تا ۱) میکرولیتر.

۳-۶ قرص سیلیکون^۲

که دارای مشخصات زیر است:

الف- قرص سیلیکونی یک‌طرفه تک‌کریستال جلاداده شده؛

ب- با ضخامت (۶۲۵ ± ۱۵) میکرومتر؛

پ- با اختلاف ضخامت کلی (TTV)^۳ ۱۰ میکرومتر؛

ت- با ابعاد کلی قرص (۱۵۰ میلی‌متر)؛

۴-۶ ترازوی تجزیه‌ای، با درستی ۱۰ میلی‌گرم.

۷ روش انجام آزمون

۱-۷ آماده‌سازی اندازه‌گیری

برای استفاده دقیق و مؤثر از طیف‌سنج نوری FTIR، دستورالعمل سازنده یا سایر موارد را به کار برد. قبل از اندازه‌گیری‌ها، دستگاه را با توجه به روش‌های مشخص شده بررسی کرده و اطمینان حاصل کنید که دستگاه به درستی کار می‌کند. منبع تغذیه را روشن کنید و اجازه دهید گرم و ثابت شود. در صورت لزوم، اندازه‌گیری را با استفاده از یک ماده استاندارد انجام داده و تأیید کنید که پیک‌های طیف اندازه‌گیری شده، تکرارپذیری آن‌ها و سایر مقادیرشان در گستره مشخص شده قرار دارند.

1- Catalyst

2- Silicon Wafer

3- Total Thickness Variation

۲-۷ آزمون اولیه

۱-۲-۷ کلیات

این استاندارد برای سامانه‌های شبکه‌ای شدن رزین اپوکسی با نسبت قابل قبول ارتفاع پیک دو آزمایه شبکه‌ای نشده، تهیه شده در زمان مشابه و اندازه‌گیری شده در شرایط یکسان با طیفسنجی FTIR کاربرد دارد.

۲-۲-۷ روش آزمون اولیه

۱-۲-۲-۷ اجزای سامانه رزین اپوکسی (رزین اپوکسی و دیگر عناصر) را به خوبی مخلوط کنید تا مخلوطی از سامانه رزین اپوکسی شبکه‌ای نشده برای آزمون تهیه شود.

۲-۲-۲-۷ با استفاده از میکروپیپت، فوراً یک آزمایه (۵ تا ۱۰) میکرولیتر از مخلوط را اندازه گرفته و آن را در سطح جladاده شده قرص سیلیکونی مربعی با ابعاد (15 ± 2) میلی‌متر قرار دهید. زمانی که نمی‌توان از میکروپیپت استفاده کرد، با استفاده از ترازوی تجزیه‌ای، فوراً آزمایه (۵ تا ۱۰) میلی‌گرم را از مخلوط وزن کرده و آن را روی سطح جladاده شده قرص سیلیکونی قرار دهید.

دومین قرص سیلیکونی مربعی با ابعاد (15 ± 2) میلی‌متر مرربع را روی سطح جladاده شده قرص اول، رو به یکدیگر قرار داده و فشار دهید. نمونه‌های اضافی را پاک کنید.

این نمونه به عنوان آزمایه استفاده شود.

۳-۲-۲-۷ طیف زمینه FTIR دو قرص سیلیکونی مربعی با ابعاد (15 ± 2) میلی‌متر و با سطوح متقابل جladاده شده، را تعیین کنید.

یادآوری- این دو قرص سیلیکونی می‌توانند متفاوت از آن چه که برای تولید آزمایه در زیربند ۷-۲-۲-۲ استفاده شده، باشند.

۴-۲-۲-۷ طیف FTIR آزمایه را اندازه‌گیری کنید. از طیف، نسبت ارتفاع پیک را مطابق بند ۴ تعیین کنید. این نسبت را X1 در نظر بگیرید.

۵-۲-۲-۷ از مخلوط آماده‌سازی شده در زیربند ۱-۲-۲-۷، یک آزمایه ثانویه را طبق روش شرح داده شده در زیربند ۷-۲-۲-۷ آماده کرده و اندازه‌گیری ثانویه FTIR را با شرایط مشابه مورد استفاده برای اولین آزمایه، انجام دهید. نسبت ارتفاع پیک را مطابق بند ۴ تعیین کنید. این نسبت را X2 در نظر بگیرید.

لازم است اندازه‌گیری ثانویه FTIR، در طی پنج دقیقه اول انجام شود.

۶-۲-۲-۷ اگر این استاندارد در مورد ارزیابی سامانه رزین اپوکسی کاربرد دارد که X1 و X2 مطابق معادله (۳) باشند. در این مورد، برای اندازه‌گیری طیف FTIR رزین شبکه‌ای شده (جزئی)، مطابق زیربند ۳-۷ عمل کنید.

$$\frac{2|X_1 - X_2|}{(X_1 + X_2)} \leq 0,1 \quad (3)$$

۷-۲-۲-۷ اگر سامانه رزین اپوکسی مطابق با الزامات زیربند ۷-۲-۲-۶ باشد، میانگین نسبت ارتفاع پیک دو اندازه‌گیری را تعیین کنید. این میانگین به عنوان نسبت ارتفاع پیک نمونه شبکه‌ای نشده (X) در محاسبات بند ۸ مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۳-۷ اندازه‌گیری FTIR نمونه شبکه‌ای شده مورد بررسی

۱-۳-۷ نمونه‌های شبکه‌ای شده را با شرایط گرمادهی که قبلًا مشخص شده، آماده‌سازی کنید. برای مثال‌هایی از شرایط گرمادهی مناسب، به زیربند ۲-۹ مراجعه کنید.

۷-۳-۷ طیف FTIR از نمونه شبکه‌ای شده را (به زیربند ۷-۳-۱ مراجعه شود) به همان روشی که در زیربندهای ۷-۲-۳ و ۷-۲-۴ شرح داده شده، اندازه‌گیری کرده و نسبت ارتفاع پیک را مطابق بند ۴ تعیین کنید. این نسبت را Y1 در نظر بگیرید.

۷-۳-۷ اندازه‌گیری را با یک آزمایه ثانویه از نمونه شبکه‌ای شده (جزئی) تکرار کنید و نسبت ارتفاع پیک را مطابق بند ۴ تعیین کنید. این نسبت را Y2 در نظر بگیرید. میانگین نسبت ارتفاع پیک دو اندازه‌گیری را تعیین کنید. این میانگین به عنوان نسبت ارتفاع پیک نمونه شبکه‌ای شده (Y) در محاسبات بند ۸ مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۸ بیان نتایج

درجه شبکه‌ای شدن را با توجه به معادله (۴) محاسبه کنید:

$$Cr = (1 - Y/X) \times 100 \quad (4)$$

که در آن:

درجه شبکه‌ای شدن، بر حسب درصد؛ Cr

نسبت ارتفاع پیک بدست آمده از آزمون‌های اولیه (میانگین دو مقدار اندازه‌گیری شده)؛ X

نسبت ارتفاع پیک (جزئی) رزین شبکه‌ای شده (میانگین دو مقدار اندازه‌گیری شده). Y

برای مشاهده معادله (۱) و (۲) به بند ۴ مراجعه شود.

۹ دقت

۱-۹ کلیات

داده‌های دقت، از آزمون درون‌آزمایشگاهی ژاپن در سال ۲۰۱۵ میلادی با مشارکت هشت آزمایشگاه بدست آمده است.

۲-۹ مواد و شرایط شبکه‌ای شدن

الف- مواد مورد استفاده به شرح زیر می‌باشند:

۱- رزین اپوکسی: بیس فنل A؛

۲- سخت‌کننده: متیل تترابنزوکاتالیک آنیدرید؛

۳- کاتالیزور: ۲، ۴، ۶- تریس (دی‌متیل آمونیوم اتیل) فنل.

ب- سه نمونه مختلف که با شرایط مختلف شبکه‌ای شدن بدست آمده بودند، مورد آزمون قرار گرفتند:

۱- در ۱۰۰ درجه سلسیوس برای ۶۰ دقیقه؛

۲- در ۱۰۰ درجه سلسیوس برای ۹۰ دقیقه؛

۳- در ۱۵۰ درجه سلسیوس برای ۱۲۰ دقیقه.

پ- گرمادهی در آون با مشخصات زیر انجام شد:

۱- در گستره دمایی (۸۰ تا ۲۰۰) درجه سلسیوس؛

۲- در یکنواختی دمایی (100 ± 1.5) درجه سلسیوس و (200 ± 2.0) درجه سلسیوس.

۳-۹ دقت روش

داده‌های بدست آمده که مطابق با استاندارد ISO 5725-2 مورد تجزیه و تحلیل قرار گرفته‌اند، در جدول ۱ آمده است.

جدول ۱-داده‌های دقت

درجه شبکه‌ای شدن (درصد)			شرایط شبکه‌ای شدن	
تجددیدپذیری	تکرارپذیری	میانگین	زمان (دقیقه)	دما (درجه سلسیوس)
۶,۸۵	۲,۷۲	۵۱,۰	۶۰	۱۰۰
۷,۶۰	۰,۹۹	۶۷,۹	۹۰	۱۰۰
۰,۹۴	۰,۴۰	۹۵,۲	۱۲۰	۱۵۰

۱۰ گزارش آزمون

نتایج آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۰ ارجاع به این استاندارد؛
- ۲-۱۰ تمام جزئیات مورد نیاز برای شناسایی سامانه شبکه‌ای شدن اپوکسی، به عنوان مثال رزین اپوکسی، سخت‌کننده، کاتالیزور و غیره؛
- ۳-۱۰ تمام جزئیات لازم برای شناسایی روش‌های شبکه‌ای شدن، به عنوان مثال دما، زمان شبکه‌ای شدن، دستگاه (مدل، کارایی و غیره)؛
- ۴-۱۰ شرح طیف‌سننجی FTIR مورد استفاده؛
- ۵-۱۰ نتایج آزمون مقدماتی (به زیربند ۲-۷ مراجعه شود)؛
- ۶-۱۰ روش استفاده شده برای اندازه‌گیری ارتفاع پیک جذبی؛
- ۷-۱۰ درجه شبکه‌ای شدن سامانه رزین اپوکسی بررسی شده، همان‌طور که در بند ۸ محاسبه شده است؛
- ۸-۱۰ یک نسخه از طیف‌های بدست آمده؛
- ۹-۱۰ تاریخ انجام آزمون.

کتاب‌نامه

- [1] ISO 5725-2, Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results - Part 2: Basic method for the determination of repeatability and reproducibility of a standard measurement method

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۱۵۷۲۷ (چاپ اول): سال ۱۳۹۷ ، درستی (صحت و دقت) روش‌ها و نتایج اندازه‌گیری - قسمت دوم: روش پایه برای تعیین تکرارپذیری و تجدیدپذیری روش اندازه‌گیری، با استفاده از استاندارد ISO 5725-2 تدوین شده است.