



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۴۵۳

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19453

1st.Edition

2015

محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی - روش
آزمون

Epoxy content of epoxy resins - Test
method

ICS:83. 080. 10

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)^۱، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ 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 استاندارد 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) 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) 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 of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی – روش آزمون

سمت و/یا نمایندگی

هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

رئیس:

بنازاده، علی رضا

(دکتری شیمی تجزیه)

دبیر:

سلیمی، سید حمید

(دکتری شیمی آلی)

هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آریانسب، فضا

(دکتری شیمی آلی)

هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

ابراهیم، الهام

(کارشناس شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

بیگلری، حسن

(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشگاه استاندارد

جمشیدی، صادق

(دکتری مهندسی پلیمر)

پژوهشگر شرکت رزیتان

خالقی مقدم، ماهرو

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

خراسانی، مهدی

(دکتری مهندسی پلیمر)

شرکت پژوهش و فناوری پتروشیمی

سبحانی، هادی

(دکتری مهندسی پلیمر)

هیات علمی دانشگاه صنعتی همدان

هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

عدل نسب، لاله
(دکتری شیمی تجزیه)

هیات علمی دانشگاه صنعتی قم

محمدی، محسن
(دکتری مهندسی پلیمر)

فهرست مندرجات

عنوان	صفحه
آشنایی با سازمان ملی استاندارد	ب
کمیسیون فنی تدوین استاندارد	ج
پیش گفتار	و
۱ هدف و دامنه کاربرد	۱
۲ مراجع الزامی	۱
۳ اصول آزمون	۱
۴ اهمیت و کاربرد	۲
۵ واکنشگرها	۲
۶ موارد ایمنی	۲
۷ الف - تیتراسیون دستی برای تعیین محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی	۳
۸ ب - روش تیتراسیون اتوماتیک	۷

پیش گفتار

استاندارد " محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی - روش آزمون " که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده است و در یک هزار و سیصد و سی و دومین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۳/۱۱/۲۶ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 پیشرفت‌های 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 تجدید نظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM D1652 - 11e1, Standard test method for epoxy content of epoxy resins

محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی - روش آزمون

هشدار- این استاندارد مسائل ایمنی مربوط به عملیات، وسایل و مواد مصرفی را که ممکن است خطرناک باشد، در برنمی‌گیرد. رعایت تمام جوانب ایمنی به عهده آزمون‌کننده خواهد بود. بنابراین آزمون‌کننده باید قبل از انجام آزمون‌ها با به کارگرفتن روش‌های ایمنی و بهداشتی مناسب و توجه به دستورالعمل‌های مربوطه پیش‌بینی‌های لازم را به عمل آورد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

- ۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد ارائه روش کاری برای تعیین کمی درصد محتوای اپوکسید در گستره ۰/۱٪ تا ۲۶٪ اپوکسید از طریق تیتراسیون دستی و اتوماتیک رزین‌های اپوکسی است.
- ۲-۱ مقادیر بیان شده برحسب یکاهای SI به عنوان استاندارد در نظر گرفته می‌شود. داده‌های داده شده در پرانتزها تنها برای اطلاعات است.
- ۳-۱ برای توصیه‌های ویژه در زمینه موارد ایمنی، بخش ۶ را ببینید.

۲ مراجع الزامی

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

در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدید نظرهای 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 تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آنها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D1193 - 06(2011), Standard specification for reagent water

2-2 OSHA Regulations, 29 CFR, paragraphs 1910.1000 and 1910.1200.

۳ اصول آزمون

۱-۳ رزین در حلال مناسبی حل شده و محلول حاصل با هیدروژن برمید به صورت مستقیم یا درجا تیترا می‌شود. هیدروژن برمید به طور استوکیومتری با گروه‌های اپوکسی وارد واکنش شده و برم‌هیدرین‌ها را تشکیل می‌دهد؛ بنابراین، مقدار اسید مصرف شده معیاری از محتوای اپوکسی است.

۱-۱-۳ در روش تیتراسیون دستی، تیتراسیون از طریق پرکلریک اسید استاندارد در مجاورت مقدار اضافی از تترااتیل‌آمونیم برمید صورت می‌گیرد. هیدروژن برمید تولید شده به صورت درجا از طریق افزایش پرکلریک اسید به آمونیوم هالید نوع چهارم، به سرعت حلقه اکسیران را باز می‌کند.

۳-۱-۲ در روش تیتراسیون اتوماتیک، پتانسیل برحسب میلی ولت (mV) در طول افزایش پراکلیک اسید کنترل می‌شود. پراکلیک اسید با برمید واکنش داده تا هیدروبرمیک اسید تشکیل شود، که با گروه‌های اپوکسید وارد واکنش می‌شود. با پیشرفت واکنش، پتانسیل به طور تدریجی افزایش یافته تا واکنش به کامل شدن نزدیک شود، که در این نقطه پتانسیل به طور بسیار سریعی افزایش خواهد یافت. دستگاه تیتراسنده سرعت واکنش را از طریق محاسبه تغییر در پتانسیل میان نمونه‌های^۱ افزایش پراکلیک اسید می‌سنجد. دستگاه تیتراسنده هنگامی را که تغییر در پتانسیل شروع به کم شدن می‌کند، به عنوان نقطه تکمیل تیتراسیون در نظر می‌گیرد. محتوای اپوکسید با استفاده از ضریب واکنشگر به دست آمده به وسیله کاربر در طول استانداردسازی، وزن نمونه و حجم پراکلیک اسید اضافه شده در طول تیتراسیون محاسبه می‌شود.

۴ اهمیت و کاربرد

۴-۱ محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی متغیر مهمی در تعیین واکنش‌پذیری آنها و خواص پوشش‌های تهیه شده از آنها است. این روش‌های آزمون را می‌توان برای تعیین محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی تولید شده و تایید محتوای اپوکسی اظهار شده برای رزین‌های اپوکسی خریداری شده به کار برد.

۵ واکنشگرها

۵-۱ خلوص واکنشگرها - در همه آزمون‌ها باید از مواد شیمیایی با درجه خلوص واکنشگر استفاده شود. به جز در مواردی که ذکر شده است، امکان استفاده از مواد شیمیایی با سایر درجه خلوص‌ها نیز وجود دارد، مشروط بر آنکه در ابتدا مشخص شود، که واکنشگر از خلوص بالای کافی برای کاربرد بدون کاهش درستی اندازه‌گیری برخوردار است.

۵-۱ خلوص آب - به جز در مواردی که بیان شده، منظور از آب، آب واکنشگر به صورت تعریف شده به عنوان نوع II در استاندارد ASTM D1193 است.

۶ موارد ایمنی

۶-۱ هیدروژن برمید و استیک اسید گلاسیال^۲ خورنده هستند. کلروبنزن و کلروفرم جزء مواد پرخطر در نظر گرفته می‌شوند. علاوه بر سایر احتیاط‌ها، مراقب باشید تا از استنشاق و تماس چشمی یا پوستی با این مواد اجتناب شود. از عینک ایمنی یا محافظ صورت یا هر دو استفاده کنید. برای محافظت از پوست از لباس‌های محافظ مناسب استفاده کنید. آماده‌سازی همه آزمون‌ها باید در جایی با تهویه خوب همانند زیر هود انجام گیرد.

1. Increment
2. Glacial acetic acid

۶-۲ مقررات جاری اداره ایمنی و بهداشت حرفه‌ای آمریکا (OSHA)^۱، برگه‌های مشخصات ایمنی ماده (ارائه شده توسط عرضه کننده کالا)^۲ و مقررات محلی را در مورد همه مواد استفاده شده در این روش آزمون ببینید.

الف – تیتراسیون دستی برای تعیین محتوای اپوکسی رزین‌های اپوکسی

۷ وسایل

۷-۱ بورت، از نوع مخزن بسته، از ته پر شونده، ۲۵ mL با درجه‌بندی ۰/۱ mL یا دستگاه تیترا کننده اتوماتیک پتانسیومتری.

۷-۲ ارلن مایر، ۱۰۰ mL، ۲۵۰ mL و ۵۰۰ mL.

۷-۳ همزن مغناطیسی، با قابلیت تنظیم سرعت.

۷-۴ مگنت، پوشش‌دهی شده با پلی‌تترافلوئورواتیلن (PTFE).

۷-۵ پیپت‌ها:

۷-۵-۱ پیپت مدرج، ۲۵ mL.

۷-۵-۲ پیپت حجم‌سنجی (حبابدار)، ۵۰ mL.

۷-۶ بالن ژوژه، ۱ L.

۷-۷ بطری، حدوداً ۶۰ میلی‌لیتری دهان گشاد، یا بشر یکبار مصرف ۱۰۰ میلی‌لیتری، یا معادل آن.

۸ واکنشگرها

۸-۱ استیک اسید گلاسیال (هشدار – بخش ۶ را ببینید).

۸-۲ تتراتیل‌آمونیم برمید، بلورهای بی‌آب.

۸-۳ پرکلریک اسید (HClO_4)، ۰/۱ N در استیک اسید گلاسیال (هشدار – بخش ۶ را ببینید).

۸-۴ استیک انیدرید (هشدار – بخش ۶ را ببینید).

۸-۵ متیلن کلرید (هشدار – بخش ۶ را ببینید).

۸-۶ معرف کریستال ویولت^۳، بلور.

۸-۷ پتاسیم هیدروژن فتالات – ($\text{KHC}_8\text{H}_4\text{O}_4$) با درجه خلوص استاندارد اولیه.

1. Occupational Safety and Health Administration (OSHA)
2. Supplier's Material Safety Data Sheet
3. Crystal violet indicator

۹ آماده‌سازی واکنشگر

- ۹-۱ محلول تترااتیل‌آمونیم برمید در استیک اسید گلاسیال (هشدار - بخش ۶ را ببینید):
- ۹-۱-۱ ۱۰۰ g از تترااتیل‌آمونیم برمید را با همزدن در دمای اتاق در ۴۰۰ mL از استیک اسید گلاسیال حل کنید.
- ۹-۲ محلول معرف کریستال ویولت - محلول ۰/۱٪ معرف کریستال ویولت را در استیک اسید گلاسیال تهیه کنید (هشدار - بخش ۶ را ببینید).

۱۰ استاندارد کردن واکنشگر پرکلریک اسید ۰/۱ N

- ۱۰-۱ استاندارد کردن پرکلریک اسید با پتاسیم هیدروژن فتالات - روش الف:
- ۱۰-۱-۱ ۰/۴ g از پتاسیم هیدروژن فتالات با دقت وزنی در حد میلی‌گرم را در ۵۰ mL از استیک اسید گلاسیال حل کرده و به آن ۶ تا ۸ قطره محلول معرف کریستال ویولت بیافزایید. مگنت تمیزی را به داخل نمونه انداخته و همزن مغناطیسی را تنظیم کنید. همزدن را در طول تیتراسیون ادامه دهید. عمل تیتراسیون با محلول واکنشگر پرکلریک اسید تا رسیدن به نقطه پایانی که در آن رنگ به شدت از آبی به سبز تغییر می‌کند و برای حداقل مدت زمان ۲ دقیقه پایدار است، صورت می‌گیرد.
- ۱۰-۱-۲ نرمالیت و واکنشگر پرکلریک اسید را به صورت زیر محاسبه و ثبت کنید:

$$N = (W \times 1000) / (204.2 \times V) \quad (۱)$$

که در آن،

N نرمالیت و واکنشگر پرکلریک اسید،

W پتاسیم هیدروژن فتالات استفاده شده، g، و

V حجم واکنشگر پرکلریک اسید لازم برای تیتراسیون استاندارد، mL، است.

۱۰-۲ استاندارد کردن پرکلریک اسید با پتاسیم هیدروژن فتالات - روش ب:

- ۱۰-۲-۱ ۰/۲۵ g تا ۰/۴۰ g از پتاسیم هیدروژن فتالات با دقت وزنی در حد میلی‌گرم را در یک بطری حدوداً ۶۰ میلی‌لیتری دهان گشاد، یا بشر یکبار مصرف ۱۰۰ میلی‌لیتری، ریخته و به آن ۴۰ mL تا ۵۰ mL از استیک اسید گلاسیال افزوده و حل کنید. مگنت تمیزی را به داخل نمونه انداخته و همزن مغناطیسی را تنظیم کنید. همزدن را در طول تیتراسیون ادامه دهید.

- ۱۰-۲-۲ به محلول بند ۱۰-۲-۱ از واکنشگر تترااتیل‌آمونیم برمید و ۶ تا ۸ قطره از محلول معرف کریستال ویولت بیافزایید. عمل تیتراسیون با محلول واکنشگر پرکلریک اسید تا رسیدن به نقطه پایانی که در آن

رنگ به شدت از آبی به سبز تغییر می‌کند، صورت می‌گیرد. نقطه پایانی بهتر است برای مدت حداقل ۳۰ ثانیه پایدار باشد.

۱۰-۲-۳ ضریب واکنشگر پرکلریک اسید، F ، را به صورت زیر محاسبه و ثبت کنید:

$$F = (W_d \times E) / V \quad (2)$$

که در آن،

W_d پتاسیم هیدروژن فتالات استاندارد استفاده شده، g،

E معادل محتوای اپوکسید پتاسیم هیدروژن فتالات استاندارد استفاده شده (علی القاعده ۲۱/۰۵ است)، درصد وزنی %.

۱۱ روش آزمون

۱-۱۱ مقدار لازم از آزمون را در داخل یک بشر پلاستیکی یا بطری شیشه‌ای یکبار مصرف (بند ۷-۷) وزن کنید. وزن نمونه مورد استفاده به وزن هم‌ارز مورد انتظار برای اپوکسید (EEW)^۱ به صورت زیر وابسته است:

مقدار تقریبی آزمون (g)	EEW
۰/۴	۱۷۰-۳۷۵
۰/۶	۳۷۵-۶۰۰
۰/۸	۶۰۰-۱۰۰۰
۱/۳	۱۰۰۰-۱۵۰۰
۱/۸	۱۵۰۰-۲۰۰۰
۲/۳	۲۰۰۰-۲۵۰۰
۲/۸	۲۵۰۰-۵۰۰۰

۱۱-۲ مقدار ۱۰ mL تا ۱۵ mL از متیلن کلرید را به آزمون بیافزایید. مگنت تمیزی را به داخل نمونه انداخته و همزن مغناطیسی را تنظیم کنید. همزدن را در طول تیتراسیون ادامه دهید.

۱۱-۳ مقدار ۱۰ mL از واکنشگر تترااتیل‌آمونیم برمید و ۶ تا ۸ قطره از محلول معرف کریستال ویولت به محلول بند ۱۱-۲ بیافزایید. عمل تیتراسیون با محلول واکنشگر پرکلریک اسید ۰/۱ N تا رسیدن به نقطه پایانی

1. Epoxide equivalent weight (EEW)

که در آن تغییر رنگ شدیدی از آبی به سبز روی می‌دهد، صورت می‌گیرد. نقطه پایانی باید برای مدت حداقل ۳۰ ثانیه پایدار باشد. حجم واکنشگر پرکلریک اسید مصرفی برای تیتراسیون آزمون را یادداشت کنید.

۱۲ محاسبات

۱-۱۲ در صورتی که از روش کار ۱۰-۱ (استاندارد کردن پرکلریک اسید با پتاسیم هیدروژن فتالات - روش الف) برای استاندارد کردن استفاده می‌شود، درصد وزنی اپوکسید، E ، را به صورت زیر محاسبه کنید:

$$E = 4.3 \times V \times N / W \quad (۳)$$

که در آن،

N نرمالیه واکنشگر پرکلریک اسید،

W وزن آزمون رزین اپوکسی استفاده شده، g، و

V حجم واکنشگر پرکلریک اسید لازم برای تیتر کردن، mL، است.

۲-۱۲ در صورتی که از روش کار ۱۰-۲ (استاندارد کردن پرکلریک اسید با پتاسیم هیدروژن فتالات - روش ب) برای استاندارد کردن استفاده می‌شود، درصد وزنی اپوکسید، E ، را به صورت زیر محاسبه کنید:

$$E = F \times V / W_e \quad (۴)$$

که در آن،

W_e وزن آزمون رزین اپوکسی استفاده شده، g، است.

۳-۱۲ وزن هم‌ارز اپوکسی، W_{EEW} ، به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$W_{EEW} = 43 \times 100 / E \quad (۵)$$

که در آن، ۴۳، وزن مولی حلقه اپوکسی است.

۴-۱۲ درصد وزنی اکسیژن اکسیران، O ، به صورت زیر محاسبه می‌شود:

$$O = 16 / 43 \times E = 1.6 \times V \times N / W \quad (۶)$$

۱۳ دقت

۱-۱۳ یک نمونه رزین اپوکسی مایع با تقریباً ۲۴/۱٪ اپوکسید در ۷ آزمایشگاه توسط ۱۰ تجزیه‌گر مورد آزمون قرار گرفت و نتایج زیر حاصل شد:

۱۳-۱-۱ تکرارپذیری- توصیه می‌شود اختلاف میان دو نتیجه به دست آمده بوسیله یک تجزیه‌گر از ۱/۲۲٪ نسبی تجاوز نکند.

۱۳-۱-۲ تجدیدپذیری- توصیه می‌شود اختلاف میان دو نتیجه، هر یک میانگین دو اندازه‌گیری، به دست آمده بوسیله چند تجزیه‌گر در آزمایشگاه‌های مختلف، از ۲/۹۷٪ نسبی تجاوز نکند.

ب - روش تیتراسیون اتوماتیک

۱۴ وسایل

۱۴-۱ دستگاه تیترا کننده اتوماتیک، مجهز به یک بورت ۱۰ mL و یک الکتروود pH.

۱۴-۲ ترازوی تجزیه‌ای تا چهار رقم به اعشار.

۱۵ واکنشگرها و مواد

۱۵-۱ پرکلریک اسید، ۰/۱ N در استیک اسید گلاسیال.

۱۵-۲ تترااتیل‌آمونیم برمید (TEAB)، محلول در استیک اسید گلاسیال.

۱۵-۳ متیلن کلرید (MECL).

۱۵-۴ پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP).

۱۶ آماده‌سازی واکنشگر

۱۶-۱ پرکلریک اسید (محلول ۰/۱ N در استیک اسید گلاسیال) (هشدار- بند ۶ را ببینید). - محلول را به صورت و توالی زیر تهیه کنید تا از افزایش بیش از اندازه دما اجتناب شود.

۱۶-۱-۱ حدود ۲۵۰ mL استیک اسید گلاسیال را به درون یک بالن ژوژه ۱ لیتری بریزید. سپس، ۱۳ mL پرکلریک اسید ۶۰٪ به آن اضافه کرده و مخلوط کنید. اکنون، ۵۰ mL استیک انیدرید به آن افزوده و بالن را تا خط نشانه با استیک اسید گلاسیال پر کرده و کاملاً مخلوط کنید.

۱۶-۱-۲ به منظور کامل شدن واکنش میان استیک انیدرید و آب، محلول را دست کم ۸ ساعت به حال خود رها کنید. در صورتی که تکمیل واکنش به صورت تجزیه‌ای تایید شود، دوره زمانی کوتاهی را نیز می‌توان به کار برد.

۱۶-۲ محلول تترااتیل‌آمونیم برمید در استیک اسید گلاسیال (هشدار- بند ۶ را ببینید).

۱۶-۲-۱ ۱۰۰ g از تترااتیل‌آمونیم برمید را با همزدن در دمای اتاق در ۴۰۰ mL استیک اسید گلاسیال حل کنید.

۱۷ استاندارد کردن واکنشگر پرکلریک اسید ۰/۱ N

۱-۱۷ استاندارد کردن پرکلریک اسید با پتاسیم هیدروژن فتالات:

۱-۱-۱۷ ۰/۲۵ g از پتاسیم هیدروژن فتالات با دقت وزنی در حد میلی گرم را در ۵۰ mL از استیک اسید گلاسیال و ۱۵ mL محلول ۲۰٪ TEAB حل کنید. محلول حاصل را با محلول پرکلریک اسید تیترا کنید.

۲-۱-۱۷ نرمالیت و واکنشگر پرکلریک اسید را به صورت زیر محاسبه و گزارش کنید:

$$N = (W \times 1000) / (204.2 \times V) \quad (۷)$$

که در آن،

N نرمالیت و واکنشگر پرکلریک اسید،

W پتاسیم هیدروژن فتالات استفاده شده، g، و

V حجم واکنشگر پرکلریک اسید لازم برای تیترا کردن استاندارد، mL، است.

۱۸ روش آزمون

۱-۱۸ بورت را با محلول ۰/۱ N پرکلریک اسید در استیک اسید گلاسیال پر کنید.

۲-۱۸ برای اطمینان از عدم وجود حباب های هوا، جریان محلول را با فشار از همه مسیرهای دستگاه تیترا کننده عبور دهید.

۳-۱۸ مقدار مناسبی از نمونه را به داخل ظرف نمونه بریزید.

۴-۱۸ ۳۰ mL از MECL و ۱۵ mL از TEAB به نمونه بیافزایید.

۵-۱۸ روش صحیح را در دستگاه تیترا کننده انتخاب کرده و آزمون را آغاز کنید. هنگامی که وزن نمونه وارد شد، روش باید بی درنگ اجرا شود.

۶-۱۸ دستگاه تیترا کننده به صورت اتوماتیک نتایج را با استفاده از فرمول بند ۱۹ پرینت می کند.

۱۹ محاسبات

۱-۱۹ محاسبه کنید:

$$R2 = R \times C \times 0.1000 / M \quad (۸)$$

که در آن،

$R2$ محتوای اپوکسید،

R مقدار واقعی پرکلریک اسید استفاده شده بر حسب mL برای رسیدن به نقطه هم‌ارزی،

C ثابت ۴/۳ (یادآوری ۲ را ببینید)، و

M وزن نمونه مورد استفاده، است.

یادآوری ۱ - ۰/۱۰۰۰ نرمالیت پرکلریک اسید است.

یادآوری ۲ - وزن مولکولی تئوری حلقه اپوکسید، ۴۳، است. پس از ساده سازی فرمول محاسبه درصد اپوکسید، ثابت ۴/۳ نمایان خواهد شد.

۲۰ دقت

۱-۲۰ یک نمونه رزین اپوکسی با ۵/۷۴٪ اپوکسید، بوسیله ۶ آزمایشگاه در ۵ کشور مختلف برای تعیین درصد محتوای اپوکسید مورد آزمون قرار گرفت و نتایج زیر به دست آمد:

۱-۱-۲۰ تکرارپذیری - توصیه می‌شود اختلاف میان دو نتیجه به دست آمده بوسیله یک تجزیه‌گر از ۱/۱٪ نسبی تجاوز نکند.

۲-۱-۲۰ تجدیدپذیری - توصیه می‌شود اختلاف میان آزمایشگاه‌ها، از ۰/۸٪ نسبی تجاوز نکند.