



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۰۹۲۳

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

20923

1st.Edition

2016

چسبها - تعیین pH

Adhesives- Determination of pH

ICS: 83.180

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 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

« چسب‌ها – تعیین pH »

(تجدید نظر اول)

<u>رئیس:</u> امیرذهنی، ملیحه (دکترای شیمی تجزیه)	<u>سمت و/یا نمایندگی</u> دانشگاه آزاد اسلامی واحد تبریز
<u>دبیر:</u> سیفی، نوبخت (کارشناس شیمی)	اداره کل استاندارد استان آذربایجان شرقی
<u>اعضاء:</u> (اسامی به ترتیب حروف الفبا) پیرا، رویا (کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی
ستوده‌روش، نغمه (کارشناسی شیمی)	شرکت چسب سینا
حریرچی، محمد حسین (کارشناسی شیمی)	شرکت پترو ماد کیمیا
حائری، طاهره (کارشناسی ارشد شیمی دریا)	شرکت مترا
حسینی، سید علی (کارشناسی شیمی)	سازمان ملی استاندارد ایران
صبرآموز، محمد (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	شرکت مترا
طالعی مهربانی، علیرضا (کارشناسی شیمی)	سازمان صنعت، معدن و تجارت آذربایجان شرقی
طهماسب‌پور، مسعود (کارشناس ارشد شیمی)	شرکت پژوهش گستر خلاق
قاری قران، سید مسعود (کارشناسی ارشد شیمی)	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

دانشگاه علمی کاربردی

گوگانیان، امیر محمد
(دکترای شیمی آلی)

شرکت کلرپارس

ممقانیان، ملیحه
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

شرکت آزمون مرجع تبریز

نهاد پروری، حسین
(دکترای شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ وسایل لازم
۲	۶ واکنش‌گرها
۳	۷ نمونه‌برداری
۳	۸ روش آزمون
۵	۹ بیان نتایج
۵	۱۰ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «چسب‌ها - تعیین pH» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین گردیده و در یک هزار و چهار صد و نوزدهمین اجلاس هیئت کمیته ملی شیمی و پلیمر مورخ ۹۴/۱۰/۲۷ مورد تصویب قرار گرفت، 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 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 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:

DIN EN 1245:2011, Adhesives – Determination of pH

چسب‌ها - تعیین pH

هشدار - کاربران این استاندارد باید به کارهای معمولی آزمایشگاهی آشنا باشند. این استاندارد تمام موارد ایمنی مربوط به کاربرد این روش را بیان نمی‌کند. بنابراین، وظیفه کاربر این استاندارد است که موارد ایمنی و اصول بهداشتی را رعایت و پیش از استفاده محدودیت‌های اجرایی آن را مشخص کند. تاثیر منفی زیست محیطی برخی از مواد به کار رفته در این استاندارد شناخته شده است. از این رو، در صورت پیشرفت‌های فناورانه و ساخت مواد بهتر جایگزین این مواد شده و آنها تا حد ممکن حذف خواهد شد.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای تعیین pH چسب، ترکیبات اولیه آن و محصولات مرتبط به وسیله روش الکترومتری با استفاده از pH متر مجهز به الکتروود ترکیبی شیشه و الکتروود مرجع نقره است. این استاندارد، برای محصولات عرضه شده در محیط آبی با غلظت معلوم و محصولاتی که می‌تواند در آب محلول، پخش یا سوسپانسیون در آن باشد، کاربرد دارد. این استاندارد، برای چسب‌هایی که با آب واکنش می‌دهد، کاربرد ندارد. یادآوری - صحت روش در مقادیر pH بالای ۱۱ کاهش می‌یابد.

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 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 تجدید نظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است. استفاده از مراجع الزامی زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۶۶۴۴، چسب‌ها - نمونه بردای

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸، آب مورد مصرف در آزمایشگاه تجزیه - ویژگی‌ها و روش‌های آزمون

2-3 EN 923:2005+A1:2008, Adhesives — Terms and definitions

2-4 EN 1067, Adhesives — Examination and preparation of samples for testing

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استاندارد EN 923:2005+A1:2008 و موارد زیر به-کار می‌رود.

۱-۳

pH

$\log 1/[H^+]$ که در آن $[H^+]$ غلظت یون هیدروژن آزمونه بر حسب مول بر دسی متر مکعب (mol/dm^3) است.

۴ اصول آزمون

اساس این روش اندازه‌گیری اختلاف پتانسیل موجود بین الکتروود شیشه‌ای و الکتروود مرجع غوطه‌ور در دیسپرسیون آبی است که در یک دمای مشخص شده جهت آزمون نگهداری می‌شود. اختلاف این مقدار بر حسب واحد pH و به طور مستقیم از pH متر خوانده می‌شود.

۵ وسایل لازم

۱-۵ pH متر، با امپدانس ورودی $10^{12} \Omega$ ، تفکیک‌پذیری 0.01 واحد pH و مجهز به جبران کننده دمایی^۱

۲-۵ الکتروود مرکب، الکتروود شیشه‌ای که به صورت هم مرکز با الکتروود مرجع نقره احاطه شده است.

الکتروولیت مرجع (طبق بند ۶-۳) با نمونه به وسیله دیافراگم متخلخل در تماس الکتریکی نگه داشته می‌شود. مناسب بودن الکتروود شیشه‌ای مورد استفاده در محدوده گستره pH باید توسط سازنده تضمین شده باشد. الکتروودها طبق دستورالعمل سازنده آن نگهداری شوند.

یادآوری ۱- از الکتروودهای مجزا نیز می‌توان استفاده کرد. اما استفاده از الکتروودهای ترکیبی توصیه می‌شود. به دلایل زیست محیطی الکتروودهای نقره/کلرید نقره به الکتروودهای جیوه/کالومل ترجیح داده می‌شود.

یادآوری ۲- عملکرد الکتروودها از pH صفر تا رویت خطای قلیایی، بصورت خطی می‌باشد که بسته به غلظت یون سدیم به طور معمول تا زمانی که pH از ۱۱ فراتر نرود، خطای قلیایی مشاهده نمی‌شود.

۳-۵ حمام آب ترموستاتیکی، با قابلیت کنترل دما در محدوده $1 \pm ^\circ\text{C}$ از دمای مشخص شده آزمون که باید کنترل شود.

یادآوری - در صورتی که دمای مشخصی جهت آزمون معین نشده باشد، دمای $23 \text{ }^\circ\text{C}$ ارجحیت دارد.

۴-۵ دماسنج، بر حسب $0.1 \text{ }^\circ\text{C}$ درجه‌بندی شده باشد.

۶ واکنش‌گرها

۱-۶ آب مقطر یا آب بدون یون، درجه ۳ طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸

۲-۶ محلول‌های بافر تجاری در دسترس با درجه تجزیه‌ای با pH معلوم

1- Temperature compensation

در صورت عدم وجود محلول‌های بافر تجاری، محلول‌های زیر فقط با استفاده از واکنش‌گرهایی با درجه خلوص معلوم و آب مقطر بدون کربن دی‌اکسید یا آب با درجه خلوص مشابه آماده می‌شود (درجه ۳ طبق استاندارد ملی ایران شماره ۱۷۲۸).

۱-۲-۶ محلول بافر با $\text{pH} = 7$

مقدار $3/40$ g پتاسیم دی‌هیدروژن فسفات (KH_2PO_4) و $3/55$ g دی‌سدیم هیدروژن فسفات (Na_2HPO_4) را در آب حل کرده و در بالن حجمی 1 dm^3 رقیق کنید. در دمای 23°C ، pH این محلول $6/87$ است.

۲-۲-۶ محلول بافر با $\text{pH} = 4$

مقدار $10/21$ g پتاسیم هیدروژن فتالات ($\text{KOOOC-C}_6\text{H}_4\text{-COOH}$) را در آب حل کرده و در بالن حجمی 1 dm^3 رقیق کنید. در دمای 23°C ، pH این محلول ۴ است.

محلول را باید در ظرف شیشه‌ای یا پلی‌اتیلنی مقاوم به مواد شیمیایی نگهداری کنید. آن را باید بعد از یک ماه تعویض کنید.

۳-۲-۶ محلول بافر با $\text{pH} = 9$

مقدار $3/814$ g سدیم تترابورات ده آبه ($\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7 \cdot 10\text{H}_2\text{O}$) را در آب حل کرده و در بالن حجمی 1 dm^3 رقیق کنید. در دمای 23°C ، pH این محلول $9/20$ است.

محلول را باید در ظرف شیشه‌ای یا پلی‌اتیلنی مقاوم به مواد شیمیایی و مجهز به تله آهک سوددار برای جذب دی‌اکسید کربن نگهداری کنید. این محلول باید بعد از یک ماه تعویض شود.

یادآوری- محلول‌های بافر قلیایی ناپایدار بوده و کربن دی‌اکسید را از هوا جذب می‌کنند. وقتی از یک بافر قلیایی برای کالیبراسیون استفاده می‌شود صحت می‌تواند با محلول بافر $\text{pH} = 4$ تایید شود.

۳-۶ الکترولیت مرجع، 3 mol/dm^3 پتاسیم کلراید اشباع شده با کلراید نقره.

۷ نمونه برداری

طبق استاندارد ملی ایران شماره ۶۶۴۴، مقدار کافی نمونه چسب برای آزمون برداشته و طبق استاندارد EN 1067 آماده کنید.

۸ روش آزمون

۱-۸ کلیات

کاهش اثرات پسماند^۱ دمایی و الکتریکی با حصول اطمینان از کمترین تفاوت دمایی آزمون‌ها، الکترودها، آب مقطر یا آب بدون مواد معدنی برای شستشو و محلول‌های بافر از هم امکان‌پذیر است. اختلاف دمایی محلول‌های بافر و نمونه‌ها نباید بیشتر از 1°C باشد.

1- Hysteresis

۲-۸ کالیبراسیون

pH متر را طبق دستورالعمل کارخانه سازنده کالیبره کنید اگر چنین دستورالعملی در دسترس نیست مطابق مندرجات ذیر عمل کنید:

۱-۲-۸ pH متر را روشن کرده و بگذارید جریان الکترونیکی تثبیت شود.

۲-۲-۸ دو محلول بافر تجاری (طبق بند ۲-۶) انتخاب کنید. یکی با $\text{pH} = 7$ مربوط به نقطه صفر الکتروود و دیگری با اختلاف pH حدود ۳ واحد بیشتر یا ۳ واحد کمتر از نمونه‌ای که آزمون می‌شود. اگر محلول‌های بافر تجاری در دسترس نباشد از محلول‌های بافر مناسب و آماده شده (طبق بند ۱-۲-۶ و ۲-۲-۶، ۳-۲-۶) استفاده کنید.

۳-۲-۸ اجازه دهید دمای محلول‌های بافر، آزمون و الکتروود در حمام آب (بند ۳-۵) در دمای مشخص شده برای آزمون، به تعادل برسد. با استفاده از دماسنج (بند ۴-۵) دما را ثبت کنید و اصلاحات دما را به همان نسبت بر روی pH متر تنظیم کنید.

۴-۲-۸ الکتروود را با آب (بند ۱-۶) و سپس با محلول بافر اسمی $\text{pH} = 7$ بشویید طوری که مایع در طول الکتروود به طرف پایین جریان یابد.

۵-۲-۸ حجم کافی از همان محلول بافر را در یک ظرف شیشه‌ای تمیز خشک یا ظرف پلاستیکی مناسب ریخته و در حمام آب (بند ۳-۵) قرار دهید. الکتروود را در محلول بافر غوطه‌ور کنید و اطمینان حاصل نمایید که سطح الکتروودیت مرجع در داخل الکتروود حدود ۵ cm بالاتر از سطح محلول بافر (برای جلوگیری از هر گونه آلودگی الکتروود) باقی می‌ماند. محلول را به آرامی هم زده و پس از ثابت شدن خوانش نتیجه ثبت شود. pH متر را با استفاده از کنترل تنظیم نقطه صفر طوری تنظیم کنید که pH مربوط به بافر خوانده شود. الکتروود را برداشته و محلول بافر استفاده شده را دور بریزید.

۶-۲-۸ الکتروود را با آب (بند ۱-۶) و سپس با محلول بافر انتخابی مندرج در بند ۴-۲-۸ بشویید.

یادآوری- محلول بافر $\text{pH} = 10$ می‌تواند در دسترس باشد.

۷-۲-۸ الکتروود را در مقداری محلول بافر انتخابی مطابق بند ۵-۲-۸ غوطه‌ور کنید. پیش از تنظیم pH محلول بافر تجاری با استفاده از کنترل تنظیم شیب و بدون لمس کنترل نقطه صفر، اجازه دهید که مقادیر قرائت شده ثابت شود. الکتروود را برداشته و با آب (بند ۱-۶) بشویید. بافر استفاده شده را دور بریزید.

یادآوری- اطمینان حاصل کنید که شیب الکتروود در گستره $55/6 \text{ mV/pH}$ تا $61/5 \text{ mV/pH}$ ، یعنی بین ۹۵٪ تا ۱۰۳٪ مقدار تئوری ($58/57 \text{ mV/pH}$ در دمای 23°C) است. اگر الکتروود بیرون از این گستره باشد، آن را دوباره مطابق با دستورالعمل سازنده با الکتروودیت مرجع تازه پر کرده و کالیبراسیون را تکرار کنید.

۳-۸ اندازه‌گیری pH نمونه

۱-۳-۸ نمونه را به طور کامل به هم بزنید تا از همگن و یکنواخت شدن آن اطمینان حاصل کنید.

یادآوری- چسب‌های جامد، بدون آب یا چسب‌هایی که دارای ویسکوزیته بالا است را مطابق با دستورالعمل سازنده حل شود یا به حالت دیسپرسیون یا سوسپانسیون در آب در آورید. اگر هیچ اطلاعاتی داده نشده باشد، محلول‌ها به نسبت ۱:۱ جرمی/جرمی تهیه شوند.

۸-۳-۲ الکترود و ظرف اندازه‌گیری را با آب (بند ۶-۱) شسته و با پارچه نرم تمیز خشک کنید. یک حجم کافی از نمونه آماده شده را به داخل ظرف (یک ظرف خشک تمیز اضافی باید استفاده شود) منتقل کرده و آن را در حمام با دمای کنترل شده (بند ۵-۳) قرار دهید. نمونه را به آرامی هم بزنید.

۸-۳-۳ الکترود را در نمونه به صورت شرح داده شده در بند ۵-۲-۸ در حالی که دمای مورد نیاز تأمین می‌شود غوطه‌ور کنید و پس از ثابت شدن خوانش نتیجه را ثبت کنید.

۸-۳-۴ قبل از خشک شدن چسب بر روی سطح الکترود، بلافاصله نسبت به شستشوی آن با آب اقدام نمایید.

۸-۳-۵ عملیات (بند ۸-۳-۲ تا ۸-۳-۴) را با یک بخش تازه از نمونه تکرار کنید:

الف- اگر اختلاف pH جدید خوانده شده ۰٫۱ واحد بیشتر از اولین pH قرائت شده نباشد، اندازه‌گیری کامل است.

ب- اگر اختلاف مقادیر pH قرائت شده بیش از ۰٫۱ باشد، باید ابتدا تمام بررسی‌های لازم برای جستجوی هر گونه منابع خطا را انجام دهید. اگر لازم باشد قسمت ب را تکرار کنید تا دو خوانش پی‌درپی با اختلاف کمتر از ۰٫۱ واحد pH به دست آید.

۸-۴ در صورتی که یک سری از اندازه‌گیری‌های متوالی انجام می‌شوند، کالیبراسیون pH متر را مطابق بند (۸-۲) در فواصل زمانی ۳۰ دقیقه یا بیشتر بسته به تغییرات یافت شده در هر آزمون متوالی، تکرار کنید.

۹ بیان نتایج

۹-۱ میانگین دو خوانش پی‌درپی با اختلاف کمتر از ۰٫۱ واحد pH را محاسبه کرده و با تقریب ۰٫۱ واحد pH گرد کنید.

۹-۲ نتایج را بر حسب واحد pH در دمای 23°C (اگر تعیین را در این دما انجام داده‌اید) بیان کنید، در غیر این صورت دمای تعیین را مشخص کنید.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۰ ارجاع به این استاندارد؛

۲-۱۰ اطلاعات کافی برای شناسایی نمونه، از جمله جزئیات آماده‌سازی نمونه؛

۳-۱۰ pH چسب، محاسبه شده طبق بند ۹ و دمای تعیین؛

۴-۱۰ هر گونه تغییر در روش داده شده در این استاندارد و هر شرایطی که بر روی نتیجه آزمون تاثیر بگذارند؛

۵-۱۰ تاریخ آزمون.