جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شمارهٔ استاندارد ایران

۷۰۹۰-۳_

پلاستیکها ـ تعیین چگالی پلاستیکهای غیر اسفنجی

قسمت سوم: روش پیکنومتر گازی

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبنظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی واقتصادی آگاه ومرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی وبا توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان ،مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد.پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع واعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات وپیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح ودر صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ ومنتشرمی گردد.

بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی ونیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی وعمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردها را با تصویب شورای عالی استاندارد اجباری نماید. مؤسسه می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای

محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندکان سیستم های مدیریت کیفیت ومدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها ، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

كميسيون استاندارد " پلاستيك ها - روش تعيين چگالي پلاستيك هاي غيراسفنجي "
"قسمت سوم : روش پيكنومترگازي "

رئيس	سمت يا نمايندگي
تمامي ، بهمن(دكتراي شيمي)	دانشگاه شيراز
اعضاء	
پذيرائي ، محمد هادي(فوق ليسانس محيط زيست)	شركت رزين سازان فارس
تشكري ، هادي(ليسانس كشاورزي)	ملامين سروناز
حسيني ، امان اله(ليسانس مديريت صنعتي)	شركت صنايع شيميائي فارس
دهقانيان ، حميد(ليسانس مهندسي شيمي)	شركت رزين سازان فارس
شفيعي ، غلامحسين(ليسانس فيزيك)	اداره كل استاندارد وتحقيقات صنعتي فارس
فيروزي فر، سيد حسن(دكتراي پليمر)	دانشگاه آزاد داراب
مسعودي ، رامين(فوق ليسانس مكانيك)	اداره كل استاندارد وتحقيقات صنعتي

	فارس
مهرور ، ظهراب (ليسانس شيمي)	شركت صنايع شيميائي فارس
دبير	
منصوري ، نادر (ليسانس مهندسي مكانيك)	اداره كل استاندارد وتحقيقات صنعتي فارس

پيشگفتار

استاندارد " پلاستيك ها . روش تعيين چگالي پلاستيك هاي غير اسفنجي- قسمت سوم : روش پيكنومتري گازي" كه بوسيله كميسيون هاي فني مربوطه تهيه و تدوين شده و در دويست و هفتاد و هشتمين جلسه كميته ملي استاندارد شيميائي و پليمر مورخ ۸۲/ ۸ /۱۹ مورد تائيد قرار گرفته ، اينك به استناد بند يك ماده ۳ قانون اصلاح قوانين و مقررات موسسه استاندارد و تحقيقات صنعتي ايران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملي ايران منتشر مي گردد.

براي حفظ همگامي و هماهنگي با تحولات و پيشرفتهاي ملي و جهاني در زمينه صنايع ، علوم و خدمات ، استانداردهاي ملي ايران در مواقع لزوم تجديد نظر خواهد شد و هرگونه پيشنهادي كه براي اصلاح يا تكميل اين استانداردها ارائه شود ، در هنگام تجديد نظر در كميسون فني مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراين براي مراجعه به استاندارد هاي ايران بايد همواره از آخرين تجديد نظر آنها استفاده كرد.

در تهيه و تدوين اين استاندارد سعي شده است كه ضمن توجه به شرايط موجود و نيازهاي جامعه ، در حد امكان بين اين استاندارد و استاندارد ملي كشورهاي صنعتي و پيشرفته هماهنگي ايجاد شود.

لذا با بررسي امكانات و مهارتهاي موجود و اجراي آزمايشات منابع و ماخذي كه براي تهيه اين استاندارد به كار رفته به شرح زير است:

Iso 1183-3 : 1999 Plastics – Method for determination the density of non-cellular plastics – part 3 : gas pyknometer method

پلاستيكها - روش تعيين چگالي پلاستيكهاي غير اسفنجي
قسمت سوم - روش پيكنومتر گازي

۱ هدف و دامنه كاربرد:

هدف از تدوين اين قسمت استاندارد ، روش انجام آزمون جهت تعيين چگالي يا حجم مخصوص پلاستيكهاي جامد غير اسفنجي[1] به هر شكل (بنحوي كه شامل فضاهاي خالي مسدود شده نباشد) مي باشد .

۲ اصطلاحات و تعاريف

براي استفاده از اين بخش استاندارد اصطلاحات ، تعاريف ، نمادها ، واحدها و واژه هاي اختصاري زير به كار مي رود:

1- Non Cellular

۲-۱ مواد آزمون :
موادي كه قرار است تحت آزمون قرار گيرند .

۲-۲ آزمونه :
آن قسمتي از مواد آزمون كه عملا مورد آزمون قرار مي گيرد .

۲-۳ جرم *m* :
مقدار ماده تشكيل دهنده جسم
يادآوري - جرم ماده بر حسب كيلوگرم *(kg)* يا گرم *(g)* بيان مي شود.

۲-٤ وزن *W* :
نيروي ايجاد شده بوسيله نيروي جاذبه وارده بريك جرم
يادآوري يك - بدليل تغيير مقدار جاذبه در مكان هاي مختلف وزن نيز تغيير مي كند . يادآوري دو- وزن بر حسب نيوتن *(N)* بيان مي شود.

۲-٥ جرم ظاهري m_{app} :
جرم يك جسم كه بوسيله اندازه گيري وزن آن با استفاده از يك ترازوي كاليبره شده بنحو صحيحي اندازه گيري شده باشد .
يادآوري - جرم ظاهري بر حسب كيلوگرم *(kg)* يا گرم *(g)* بيان مي شود

۲-٦ حجم *V* :
اندازه يك جسم در فضاي سه بعدي بدون منافذش
يادآوري يك - به علت انبساط حرارتي ، حجم با دما تغيير مي كند .
يادآوري دو - حجم بر حسب مترمكعب*(m3)* ، ليتر *(l)* ، سانتي متر مكعب *(cm3)* و يا ميلي ليتر*(ml)* بيان مي شود.

۲-۷ چگالي ρ :
مقدار جرم بر واحد حجم يك ماده در دماي معين T
يادآوري يك - چگالي از معادله زير به دست مي آيد :

$$\rho^T = \frac{m_{app}}{V}$$ در دماي ... (۱)

يادآوري دو - چگالي بر حسب كيلوگرم بر مترمكعب *(Kg/m3)* ، كيلوگرم بر دسي مترمكعب *(Kg/dm3)*، گرم بر سانتي مترمكعب

(g/cm3)، كيلو گرم برليتر (Kg/l) يا گرم بر ميلي ليتر (g/ml) بيان مي شود

۲-۸ حجم مخصوص υ :
مقدار حجم بر واحد وزن يك ماده در دماي معين T
يادآوري يك - حجم مخصوص از معادله زير به دست مي آيد :

$$v^T = \frac{V^T}{mapp} = \frac{1}{\rho^T}$$ در دماي (۲)

يادآوري دو - حجم مخصوص بر حسب مترمكعب بر كيلوگرم (m3/Kg) ، دسي مترمكعب بر كيلوگرم (dm3/Kg)، سانتي مترمكعب برگرم (cm3/ g)، ليتربركيلو گرم (l/Kg) يا ميلي ليتربرگرم (ml/g) محاسبه مي شود
يادآوري سه - چگالي بايد از چگالي نسبي[1] (نسبت وزن حجم معيني از يك جسم به وزن همان حجم از آب در يك دماي مشخص) متمايز گردد.

۳ اصول

۳-۱ حجم يك نمونه با جرم ظاهري معلوم بوسيله تغيير حجم گاز درون يك پيكنومتر بعد از وارد كردن نمونه در آن تعيين ميشود.
تغيير حجم يا مستقيماً بوسيله استفاده از يك پيستون متحرك و يا بطور غير مستقيم بوسيله اندازه گيري تغيير فشار درون پيكنومتر و محاسبه حجم بوسيله رابطه فشار - حجم براي گازهاي ايده آل تعيين ميگردد. حجم بدست آمده از اين روش مربوط به حجم ماده جامد بدون منافذ آن ميباشد. چگالي بوسيله رابطه (۱) محاسبه مي شود.
۳-۲ هرچه اندازه مولكولهاي گاز مورد استفاده كوچكتر باشد ، ميتواند در سوراخهاي كوچكتري نفوذ كند.
۳-۳ ترجيحاً از گازهاي با خاصيت جذب پائين توسط مواد آزمون استفاده شود.
۳-٤ بطور ويژه براي پيكنومترهاي اندازه گير فشار، دقت روش بستگي به قابليت اعمال قانون گازهاي ايده آل دارد. (قانون بويل - ماريوت)

يادآوري : براي اندازه گيري با دقت بالا مي توان ترجيحاً از گاز هليوم استفاده نمود زيرا بسيار شبيه به يك گاز ايده آل عمل ميكند. اين گاز ميتواند به درون سوراخ هايي با قطر

[1]-Specific gravity

كمتر از يك ميكرومتر نفوذ نموده و تمايل كمي به جذب به سطح مواد تحت آزمون دارد.

٤ دستگاهها و مواد لازم :

٤-١ ترازوي دقيق با دقت ٠/١ ميلي گرم

٤-٢ پيكنومتر گازي با حجم محفظه مناسب با دقت ٠/٠١ % حجم محفظه

يادآوري : هرچه آزمونه فضاي بيشتري از محفظه را پر كند دقت اندازه گيري بالاتر ميرود. مثالي از يك پيكنومتر دو محفظه اي نوع فشاري در ضميمه الف با يك روش كاليبره و طرز كار داده شده است.

٤-٣ گاز اندازه گيري

ترجيحاً هليوم با درصد خلوص ٩٩/٩٩ % يا بالاتر براي بيشترين دقت ، يا يك گاز ديگر با خاصيت غير خورندگي و ضد جذب بطور مثال هواي خشك در فشار بالاتر از ٣٠٠ كيلو پاسكال

٤-٤ حمام با قابليت تنظيم دما : با قابليت نگهداري دماي مورد نظر(ترجيحا ٢٣ درجه سيلسيوس) با دقت كنترل ١ درجه يا يك پيكنومتر گازي با يك كنترل حرارت داخلي مناسب

٥ آماده كردن آزمونه ها :

٥-١ آزمونه را (در صورتي كه بوسيله روش اجرايي منع نشده باشد) براي برقراري يك جرم ثابت قبل از هرگونه اندازه گيري حجم خشك كنيد. براي جلوگيري از تغيير درچگالي مواد آزمون در انتخاب شرايط خشك كردن دقت كنيد .

٥-٢ مواد آزمون مانند پودر ، گرانول ،قرص يا پلاستيك هاي خشك به همان صورت دريافت شده مي توانند تحت آزمون واقع شوند. مواد ديگر مي توانند به هر شكل مناسب براي اندازه محفظه پيكنومتر استفاده شده بريده شوند.
نمونه هاي داراي فضاهاي خالي مسدود را به روش مناسبي مانند خرد كردن مي توان آماده سازي نمود.

٥-٣ نمونه هايي كه داراي تغيير چگالي بيشتر از دقت مورد نياز در تعيين چگالي در هنگام آماده سازي مي باشند بايد قبل از آزمون بر اساس استاندارد مواد مربوطه آماده سازي شوند. آماده سازي در يك رطوبت مخصوص يا در يك درجه ثابت از بلورين بودن مورد نياز است.

٤-٥ هنگامي كه تغيير چگالي بعنوان تابعي از زمان يا شرايط محيطي ، هدف اصلي از اندازه گيري باشد آماده سازي نمونه ها بر اساس توافق طرفين ذينفع باشد.

٦ كاليبراسيون :

پيكنومتر را بر روي درجه حرارت مورد نظر (ترجيحاً ٢٣ درجه سيلسيوس)تنظيم كنيد. حجم محفظه پيكنومتر را به حجم مورد نظر رسانده يا حجم محفظه خالي را اندازه گيري كنيد. جرم نمونه كاليبراسيون با چگالي معلوم را با دقت ٠/١ ميلي گرم تعيين يا از يك نمونه كاليبره با حجم مشخص استفاده كنيد. نمونه كاليبره را وارد محفظه اندازه گيري نموده و گاز اندازه گيري را بمدت ٣ دقيقه براي جايگزين كردن هوا و هر رطوبتي كه احتمال دارد برروي سطح نمونه جذب شده باشد وارد كنيد.
در صورت نياز ، زمان بيشتري را جهت رسيدن به تعادل گرمايي اعمال كنيد .
هنگامي كه دما به مقدار تنظيم شده رسيد ، تغيير حجم يا فشار ايجاد شده در اثر وارد شدن نمونه را بر اساس نوع مشخص پيكنومتر مورد استفاده اندازه گيري كنيد . ضريب كاليبراسيون Kc را از رابطه ٣- الف يا ٣- ب بدست آوريد.

يادآوري : هنگام استفاده از يك پيكنومتر نوع فشاري (پيوست يك) ، حجم نمونه مي تواند با استفاده از مقدار تغيير فشار و رابطه حجم - فشار براي گازهاي ايده آل (قانون بويل ـ ماريوت) محاسبه شود . اين عمليات بصورت خودكار توسط بعضي از پيكنومترها انجام مي شود .

$$k_c = \frac{V_C}{V_C^o} \qquad (٣-$$

$$k_c = \frac{V_C \cdot \rho_c^o}{m_c} \qquad (٣-$$

در اين فرمول ها :
V_C : حجم اندازه گيري شده نمونه كاليبره
V_C^o : حجم مشخص نمونه كاليبره
ρ_c^o : چگالي مشخص نمونه كاليبراسيون
m_c : جرم نمونه كاليبراسيون

در صورتي كه حجم محفظه يا دما تغييركند و يا گاز اندازه گيري ديگري مورد استفاده قرار گيرد يا فشار گاز اندازه گيري بطورچشمگيري تغيير كند بايد پيكنومتر را دوباره كاليبره نمود .

۷ روش اجراي آزمون :

روش بيان شده در بند ٦ را اين بار با استفاده از آزمونه تكرار نماييد .

۸ بيان نتايج :

چگالي را از رابطه زير محاسبه كنيد .
كه در اين فرمول :

$$\rho_s^T = \frac{m_s}{V_s^T} \times k_C \qquad (٤)$$

ms جرم آزمونه و
V_s^T حجم آزمونه در دماي T مي باشد.

۹ دقت

دقت اين روش آزمون مشخص نيست زيرا اطلاعات آزمايشگاهي در دسترس نمي باشد . هنگامي كه اين اطلاعات بدست آمد ، يك دقت اندازه گيري در ويرايش هاي بعدي اضافه خواهد شد .

يادآوري : تجديد پذيري بايد بهتر از ۰/۲ % و تكرار پذيري بهتر از ۰/۱ % باشد .

۱۰ گزارش آزمون :

گزارش آزمون بايد شامل موارد زير باشد :

۱-۱۰ شماره استاندارد ملي ايران كه بر اساس آن اين آزمون انجام مي شود .

۲-۱۰ جزييات مورد نياز براي شناسايي كامل مواد تحت آزمون

۳-۱۰ ميانگين عددي چگالي براي تمام نمونه هاي آزمون شده و انحراف معيار ميانگين

٤-۱۰ تعداد آزمونه ها و جرم هر كدام

٥-۱۰ جزييات هر روش اجرايي آماده سازي مورد استفاده

٦-۱۰ گاز اندازه گيري مورد استفاده و درجه خلوص آن

۱۰-۱۰ دماي آزمون

۱۱-۱۰ جسم كاليبره مورد استفاده

۱۲-۱۰ نوع پيكنومتر مورد استفاده و سازنده آن

۱۳-۱۰ جزییات هر عمل انجام شده که بر روي نتایج تاثیر گذار بوده است .
۱٤-۱۰ تاریخ انجام آزمون

پیوست الف
(اطلاعاتي)
پیکنومتر نوع فشاري دو محفظه اي

الف - ۱ دستگاه

دستگاه تشکیل شده است از دو محفظه که بصورت داخلي به هم متصل شده اند (یك محفظه اندازه گیري (با حجم *Vmeas*) و یك محفظه انبساط (با حجم *Vexp*)) شیر براي ورود گاز *(V1)* و خروج گاز*(V3)* و یك شیر *(V2)* براي جدا کردن دو محفظه همانگونه که در شکل شماره یك نشان داده شده است.

محفظه اندازه گیري به یك حسگرفشار متصل مي باشد. پیکنومتر به صورت دستي یا خودکار میتواند عمل کند.

الف - ۲ کالیبراسیون

قبل از شروع عملیات کالیبراسیون ، دستگاه بوسیله باز کردن تمام شیرها و سطح پیمائي گاز پاکسازي میگردد. دو محفظه پراز گاز را در فشار اتمسفر قرار داده ، مقدار خوانده شده توسط حسگر فشار را برروي صفر تنظیم کنید. این عملیات مقدماتي قبل از هر مرحله کالیبراسیون باید انجام شود. در اولین مرحله کالیبراسیون (به شکل الف رجوع کنید) شیرهاي *V2* و *V3* بسته میباشند. بوسیله باز کردن شیر *V1* گاز اجازه جریان بدرون محفظه اندازه گیري را تا رسیدن به فشار p_1^o مي یابد. سپس شیر *V1* بسته شده شیر *V2* باز میشود. و مقدار فشار موازنه شده p_2^o اندازه گیري میشود. در مرحله دوم کالیبراسیون (به شکل ب رجوع کنید) با استفاده از نمونه کالیبراسیون با حجم معلوم V_Cقرار داده شده درون محفظه اندازه گیري همین عملیات تکرار مي شود. محفظه اندازه گیري دوباره با گاز تا رسیدن به فشارمورد نظر p_1^* پرشده و بعد از انبساط فشارحاصل شده p_2^* اندازه گیري مي شود.

حجم محفظه اندازه گیري و محفظه انبساط بوسیله رابطه هاي الف -۱ والف - ۲ محاسبه مي شود.

$$V_{meas} = V_C \times \frac{(p_1^* - p_2^*)}{(p_1^* - p_2^*) - \frac{p_2^*}{p_2^o}(p_1^o - p_2^o)} \qquad (\text{الف} - ۱)$$

(الف -

در این فرمول ها :
p_1^o و p_2^o : فشار در پیکنومتر خالي بترتیب قبل و بعد از انبساط درون محفظه انبساط
p_1^* و p_2^* : فشاردرپیکنومتر محتوي نمونه کالیبره شده بترتیب قبل و بعد از انبساط درون محفظه انبساط
V_C : حجم نمونه کالیبره شده
Vmeas : حجم محفظه اندازه گیري
Vexp : حجم محفظه انبساط

الف -۳ روش اجرا

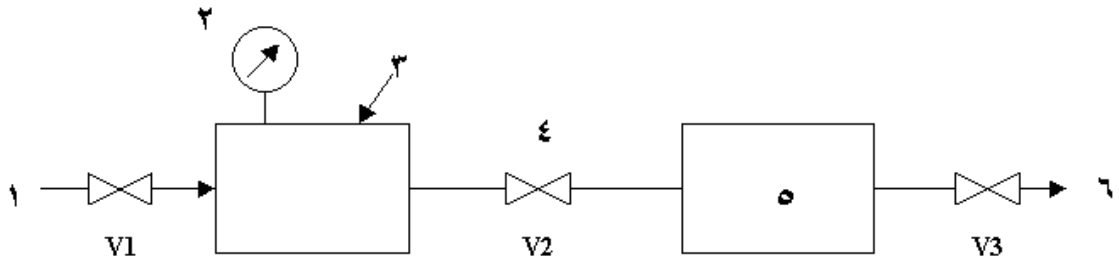
بعد از وارد نمودن آزمونه به محفظه اندازه گیري ، حجم آزمونه به روش مشخص شده در شکل ۱- پ اندازه گیري مي شود . بدنبال رساندن محفظه اندازه گیري به فشار p_o فشار موازنه p_1 بوسیله اجازه انبساط یافتن گاز به درون محفظه انبساط حاصل مي شود . حجم آزمونه در دماي T بوسیله رابطه الف - ۳ محاسبه مي شود

$$V_S^T = V_{meas} - \frac{V_{\exp}}{\frac{p_1}{p_2} - 1} \qquad \text{(الف - ۳،۳)}$$

که در این فرمول :
p_1 و p_2 بترتیب فشار قبل و بعد از انبساط در پیکنومتر شامل آزمونه
V_s^T : حجم آزمونه در دماي T
چگالي بوسیله تقسیم جرم بر حجم آزمونه بدست مي آید :

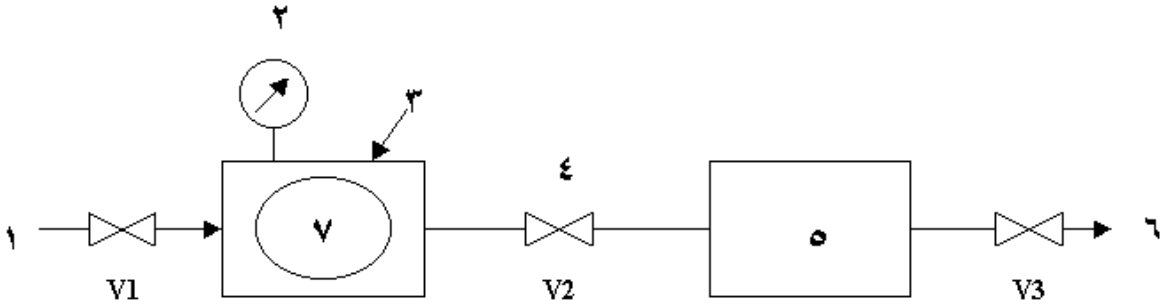
$$\rho_S^T = \frac{m_s}{V_s^T} \qquad \text{(الف - ۳،۴)}$$

که در این فرمول :
m_s : جرم آزمونه
ρ_s^T : چگالي آزمونه در دماي T



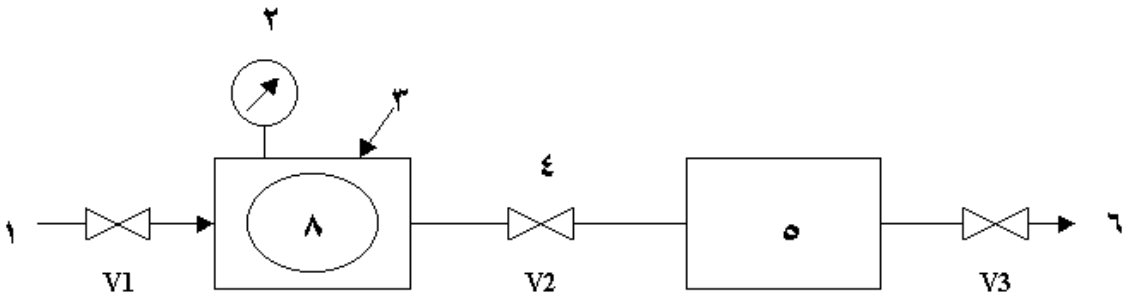
الف) شکل پیکنومتر

۱-ورودي گاز ۲-حسگرفشار



ب) کالیبراسیون

۳-محفظه اندازه گیري ٤-شیر اتصال



پ) اندازه گیری

۵-محفظه انبساط ٦-خروجي گاز
۷-نمونه کالیبراسیون ۸-آزمونه

شکل شماره یک-

پیکنومترگازي دو محفظه اي

ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

_7090-3

_ Plastics - Determination Of

Density Of Non-Cellular Plastics

Part3: Gas Pyknometer Method

1st. Revision