



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۰۹۰-۳



پلاستیکها - 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، صاحبان مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با 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 و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در 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 و منتشر می 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 و نیازمندیهای 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 و عمومی، 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 آنها اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت 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.

کمیسیون استاندارد "پلاستیک ها - روش تعیین چگالی پلاستیک های غیراسفنجی"

"قسمت سوم: روش پیکنومترگازی"

رئیس	سمت یا نمایندگی
تمامی، بهمن (دکترای شیمی)	دانشگاه شیراز
اعضاء	

پذیرائی ، محمد هادی (فوق لیسانس محیط زیست)	شرکت رزین سازان فارس
تشکری ، هادی (لیسانس کشاورزی)	ملا مین سروناز
حسینی ، امان اله (لیسانس مدیریت صنعتی)	شرکت صنایع شیمیائی فارس
دهقانیان ، حمید (لیسانس مهندسی شیمی)	شرکت رزین سازان فارس
شفیعی ، غلامحسین (لیسانس فیزیک)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی فارس
فیروزی فر، سید حسن (دکترای پلیمر)	دانشگاه آزاد داراب
مسعودی ، رامین (فوق لیسانس مکانیک)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی فارس
مهرور ، ظهرا ب (لیسانس شیمی)	شرکت صنایع شیمیائی فارس
دبیر	
منصوری ، نادر (لیسانس مهندسی مکانیک)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی فارس

پیشگفتار

استاندارد " پلاستیک ها - روش تعیین چگالی پلاستیک های غیر اسفنجی - قسمت سوم : روش پیکنومتری گازی " که بوسیله کمیسیون های فنی مربوطه تهیه و تدوین شده و در دویست و هفتاد و هشتمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیائی و پلیمر مورخ ۸۲ / ۸ / ۱۹ مورد تأیید قرار گرفته ، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ بعنوان استاندارد ملی ایران منتشر می گردد.

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 هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود ، در هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت . بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین تجدید نظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تدوین این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه ، در حد امکان بین این استاندارد و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

لذا با بررسی امکانات و مهارتهای موجود و اجرای آزمایشات منابع و ماخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

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

پلاستیکها - روش تعیین چگالی پلاستیکهای غیر اسفنجی قسمت سوم - روش پیکنومتر گازی

۱ هدف و دامنه کاربرد:

هدف از تدوین این قسمت استاندارد ، روش انجام آزمون جهت تعیین چگالی یا حجم مخصوص پلاستیکهای جامد غیر اسفنجی^۱ به هر شکل (بنحوی که شامل فضاهای خالی مسدود شده نباشد) می باشد .

۲ اصطلاحات و تعاریف

برای استفاده از این بخش استاندارد اصطلاحات ، تعاریف ، نمادها ، واحدها و و اژه های اختصاری زیر به کار می رود:

۱-۲ مواد آزمون :

موادی که قرار است تحت آزمون قرار گیرند .

۲-۲ آزمون :

آن قسمتی از مواد آزمون که عملاً مورد آزمون قرار می گیرد .

۳-۲ جرم m :

مقدار ماده تشکیل دهنده جسم

یادآوری - جرم ماده بر حسب کیلوگرم (kg) یا گرم (g) بیان می شود.

۴-۲ وزن W :

نیروی ایجاد شده بوسیله نیروی جاذبه وارده بر یک جرم

یادآوری یک - بدلیل تغییر مقدار جاذبه در مکان های مختلف وزن نیز تغییر می کند .

یادآوری دو- وزن بر حسب نیوتن (N) بیان می شود.

۵-۲ جرم ظاهری m_{app} :

جرم یک جسم که بوسیله اندازه گیری وزن آن با استفاده از یک ترازوی کالیبره شده بنحو صحیحی اندازه گیری شده باشد .

یادآوری - جرم ظاهری بر حسب کیلوگرم (kg) یا گرم (g) بیان می شود

۶-۲ حجم V :

اندازه یک جسم در فضای سه بعدی بدون منافذش

یادآوری یک - به علت انبساط حرارتی ، حجم با دما تغییر می کند .

یادآوری دو - حجم بر حسب مترمکعب (m^3) ، لیتر (l) ، سانتی متر مکعب (cm^3) و یا میلی لیتر (ml) بیان می شود.

۷-۲ چگالی ρ :

مقدار جرم بر واحد حجم یک ماده در دمای معین T

یادآوری یک - چگالی از معادله زیر به دست می آید :

$$\rho^T = \frac{m_{app}}{V} \quad \text{در دمای } T \quad (1)$$

یادآوری دو - چگالی بر حسب کیلوگرم بر مترمکعب (Kg/m^3) ، کیلوگرم بر دسی مترمکعب (Kg/dm^3) ، گرم بر سانتی مترمکعب (g/cm^3) ، کیلو گرم بر لیتر (Kg/l) یا گرم بر میلی لیتر (g/ml) بیان می شود

۲-۸ حجم مخصوص v :

مقدار حجم بر واحد وزن یک ماده در دمای معین T
یادآوری یک - حجم مخصوص از معادله زیر به دست می آید :

$$v^T = \frac{V^T}{m_{app}} = \frac{1}{\rho^T} \quad \text{در دمای } T \quad (2)$$

یادآوری دو - حجم مخصوص بر حسب مترمکعب بر کیلوگرم (m^3/Kg) ، دسی مترمکعب بر کیلوگرم (dm^3/Kg) ، سانتی مترمکعب بر گرم (cm^3/g) ، لیتر بر کیلوگرم (l/Kg) یا میلی لیتر بر گرم (ml/g) محاسبه می شود

یادآوری سه - چگالی باید از چگالی نسبی^۱ (نسبت وزن حجم معینی از یک جسم به وزن همان حجم از آب در یک دمای مشخص) متمایز گردد.

۳ اصول

۳-۱ حجم یک نمونه با جرم ظاهری معلوم بوسیله تغییر حجم گاز درون یک پیکنومتر بعد از وارد کردن نمونه در آن تعیین میشود.

تغییر حجم یا مستقیماً بوسیله استفاده از یک پیستون متحرک و یا بطور غیر مستقیم بوسیله اندازه گیری تغییر فشار درون پیکنومتر و محاسبه حجم بوسیله رابطه فشار - حجم برای گازهای ایده آل تعیین میگردد. حجم بدست آمده از این روش مربوط به حجم ماده جامد بدون منافذ آن میباشد. چگالی بوسیله رابطه (۱) محاسبه می شود.

۳-۲ هرچه اندازه مولکولهای گاز مورد استفاده کوچکتر باشد ، میتواند در سوراخهای کوچکتری نفوذ کند.

۳-۳ ترجیحاً از گازهای با خاصیت جذب پائین توسط مواد آزمون استفاده شود.

۳-۴ بطور ویژه برای پیکنومترهای اندازه گیر فشار، دقت روش بستگی به قابلیت اعمال قانون گازهای ایده آل دارد. (قانون بویل - ماریوت)

¹-Specific gravity

یاد آوری : برای اندازه گیری با دقت بالا می توان ترجیحاً از گاز هلیوم استفاده نمود زیرا بسیار شیبه به یک گاز ایده آل عمل میکند + این گاز میتواند به درون سوراخ هایی با قطر کمتر از یک میکرومتر نفوذ نموده و تمایل کمی به جذب به سطح مواد تحت آزمون دارد +

۴ دستگاهها و مواد لازم :

۱-۴ ترازوی دقیق با دقت ۰/۱ میلی گرم

۲-۴ پیکنومتر گازی با حجم محفظه مناسب با دقت ۰/۰۱٪ حجم محفظه

یادآوری : هرچه آزمونه فضای بیشتری از محفظه را پر کند دقت اندازه گیری بالاتر میرود + مثالی از یک پیکنومتر دو محفظه ای نوع فشاری در ضمیمه الف با یک روش کالیبره و طرز کار داده شده است +

۳-۴ گاز اندازه گیری

ترجیحاً هلیوم با درصد خلوص ۹۹/۹۹٪ یا بالاتر برای بیشترین دقت ، یا یک گاز دیگر با خاصیت غیر خوردگی و ضد جذب بطور مثال هوای خشک در فشار بالاتر از ۳۰۰ کیلو پاسکال

۴-۴ حمام با قابلیت تنظیم دما : با قابلیت نگهداری دمای مورد نظر (ترجیحاً ۲۳ درجه سلسیوس) با دقت کنترل ۱ درجه یا یک پیکنومتر گازی با یک کنترل حرارت داخلی مناسب

۵ آماده کردن آزمونه ها :

۱-۵ آزمونه را (در صورتی که بوسیله روش اجرایی منع نشده باشد) برای برقراری یک جرم ثابت قبل از هرگونه اندازه گیری حجم خشک کنید + برای جلوگیری از تغییر درچگالی مواد آزمون در انتخاب شرایط خشک کردن دقت کنید .

۲-۵ مواد آزمون مانند پودر ، گرانول ، قرص یا پلاستیک های خشک به همان صورت دریافت شده می توانند تحت آزمون واقع شوند + مواد دیگر می توانند به هر شکل مناسب برای اندازه محفظه پیکنومتر استفاده شده بریده شوند +

نمونه های دارای فضاهای خالی مسدود را به روش مناسبی مانند خرد کردن می توان آماده سازی نمود +

۳-۵ نمونه هایی که دارای تغییر چگالی بیشتر از دقت مورد نیاز در تعیین چگالی در هنگام آماده سازی می باشند باید قبل از آزمون بر اساس استاندارد مواد مربوطه آماده سازی شوند + آماده سازی در یک رطوبت مخصوص یا در یک درجه ثابت از بلورین بودن مورد نیاز است +

۴-۵ هنگامی که تغییر چگالی بعنوان تابعی از زمان یا شرایط محیطی ، هدف اصلی از اندازه گیری باشد آماده سازی نمونه ها بر اساس توافق طرفین ذینفع باشد +

۶ کالیبراسیون :

پیکنومتر را بر روی درجه حرارت مورد نظر (ترجیحاً ۲۳ درجه سیلسیوس) تنظیم کنید. حجم محفظه پیکنومتر را به حجم مورد نظر رسانده یا حجم محفظه خالی را اندازه گیری کنید. جرم نمونه کالیبراسیون با چگالی معلوم را با دقت ۰/۱ میلی گرم تعیین یا از یک نمونه کالیبره با حجم مشخص استفاده کنید. نمونه کالیبره را وارد محفظه اندازه گیری نموده و گاز اندازه گیری را بمدت ۳ دقیقه برای جایگزین کردن هوا و هر رطوبتی که احتمال دارد بر روی سطح نمونه جذب شده باشد وارد کنید.

در صورت نیاز، زمان بیشتری را جهت رسیدن به تعادل گرمایی اعمال کنید. هنگامی که دما به مقدار تنظیم شده رسید، تغییر حجم یا فشار ایجاد شده در اثر وارد شدن نمونه را بر اساس نوع مشخص پیکنومتر مورد استفاده اندازه گیری کنید. ضریب کالیبراسیون K_C را از رابطه $3 - \alpha$ یا $3 - \beta$ بدست آورید.

یادآوری: هنگام استفاده از یک پیکنومتر نوع فشاری (پیوست یک)، حجم نمونه می تواند با استفاده از مقدار تغییر فشار و رابطه حجم - فشار برای گازهای ایده آل (قانون بویل - ماریوت) محاسبه شود. این عملیات بصورت خودکار توسط بعضی از پیکنومترها انجام می شود.

$$k_c = \frac{V_c}{V_c^o} \quad (3 - \alpha)$$

$$k_c = \frac{V_c \cdot \rho_c^o}{m_c} \quad (3 - \beta)$$

در این فرمول ها :

V_c : حجم اندازه گیری شده نمونه کالیبره

V_c^o : حجم مشخص نمونه کالیبره

ρ_c^o : چگالی مشخص نمونه کالیبراسیون

m_c : جرم نمونه کالیبراسیون

در صورتی که حجم محفظه یا دما تغییر کند و یا گاز اندازه گیری دیگری مورد استفاده قرار گیرد یا فشار گاز اندازه گیری بطور چشمگیری تغییر کند باید پیکنومتر را دوباره کالیبره نمود.

۷ روش اجرای آزمون :

روش بیان شده در بند ۶ را این بار با استفاده از آزمون تکرار نمایید.

۸ بیان نتایج :

چگالی را از رابطه زیر محاسبه کنید .
که در این فرمول :

$$\rho_s^T = \frac{m_s}{V_s^T} \times k_c \quad \text{ع)$$

m_s جرم آزمون و
 V_s^T حجم آزمون در دمای T می باشد.

۹ دقت

دقت این روش آزمون مشخص نیست زیرا اطلاعات آزمایشگاهی در دسترس نمی باشد . هنگامی که این اطلاعات بدست آمد ، یک دقت اندازه گیری در ویرایش های بعدی اضافه خواهد شد .
یادآوری : تجدید پذیری باید بهتر از ۲٪ و تکرار پذیری بهتر از ۱٪ باشد .

۱۰ گزارش آزمون :

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد :

۱-۱۰ شماره استاندارد ملی ایران که بر اساس آن این آزمون انجام می شود .

۲-۱۰ جزئیات مورد نیاز برای شناسایی کامل مواد تحت آزمون

۳-۱۰ میانگین عددی چگالی برای تمام نمونه های آزمون شده و انحراف معیار میانگین

۴-۱۰ تعداد آزمون ها و جرم هر کدام

۵-۱۰ جزئیات هر روش اجرایی آماده سازی مورد استفاده

۶-۱۰ گاز اندازه گیری مورد استفاده و درجه خلوص آن

۱۰-۱۰ دمای آزمون

۱۱-۱۰ جسم کالیبره مورد استفاده

۱۲-۱۰ نوع پیکنومتر مورد استفاده و سازنده آن

۱۳-۱۰ جزئیات هر عمل انجام شده که بر روی نتایج تاثیر گذار بوده است .

۱۴-۱۰ تاریخ انجام آزمون

پیوست الف (اطلاعاتی)

پیکنومتر نوع فشاری دو محفظه ای

الف - ۱ دستگاه

دستگاه تشکیل شده است از دو محفظه که بصورت داخلی به هم متصل شده اند (یک محفظه اندازه گیری (با حجم V_{meas}) و یک محفظه انبساط (با حجم V_{exp}) شیر برای ورود گاز (V_1) و خروج گاز (V_3) و یک شیر (V_2) برای جدا کردن دو محفظه همانگونه که در شکل شماره یک نشان داده شده است.

محفظه اندازه گیری به یک حسگر فشار متصل می باشد. پیکنومتر به صورت دستی یا خودکار میتواند عمل کند.

الف - ۲ کالیبراسیون

قبل از شروع عملیات کالیبراسیون ، دستگاه بوسیله باز کردن تمام شیرها و سطح پیمائی گاز پاکسازی میگردد. دو محفظه پراز گاز را در فشار اتمسفر قرار داده ، مقدار خوانده شده توسط حسگر فشار را برروی صفر تنظیم کنید. این عملیات مقدماتی قبل از هر مرحله کالیبراسیون باید انجام شود. در اولین مرحله کالیبراسیون (به شکل الف رجوع کنید) شیرهای V_2 و V_3 بسته میباشند. بوسیله باز کردن شیر V_1 گاز اجازه جریان بدرون محفظه اندازه گیری را تا رسیدن به فشار p_1^o می یابد. سپس شیر V_1 بسته شده شیر V_2 باز میشود. و مقدار فشار موازنه شده p_2^o اندازه گیری میشود. در مرحله دوم کالیبراسیون (به شکل ب رجوع کنید) با استفاده از نمونه کالیبراسیون با حجم معلوم V_C قرار داده شده درون محفظه اندازه گیری همین عملیات تکرار می شود. محفظه اندازه گیری دوباره با گاز تا رسیدن به فشارمورد نظر p_1^* پر شده و بعد از انبساط فشارحاصل شده p_2^* اندازه گیری می شود.

حجم محفظه اندازه گیری و محفظه انبساط بوسیله رابطه های الف - ۱ و الف - ۲ محاسبه می شود.

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

$$V_{exp} = V_{meas} \frac{(p_1^o - p_2^o)}{p_2^o} \quad \text{الف - ۲}$$

در این فرمول ها :

p_1^o و p_2^o : فشار در پیکنومتر خالی بترتیب قبل و بعد از انبساط درون محفظه انبساط

p_1^* و p_2^* : فشار در پیکنومتر محتوی نمونه کالیبره شده بترتیب قبل و بعد از انبساط درون محفظه انبساط

V_C : حجم نمونه کالیبره شده

V_{meas} : حجم محفظه اندازه گیری

V_{exp} : حجم محفظه انبساط

الف - ۳ روش اجرا

بعد از وارد نمودن آزمون به محفظه اندازه گیری ، حجم آزمون به روش مشخص شده در شکل ۱- پ اندازه گیری می شود . بدنبال رساندن محفظه اندازه گیری به فشار p_0 فشار موازنه p_1 بوسیله اجازه انبساط یافتن گاز به درون محفظه انبساط حاصل می شود . حجم آزمون در دمای T بوسیله رابطه الف - ۳ محاسبه می شود

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

که در این فرمول :

p_1 و p_2 بترتیب فشار قبل و بعد از انبساط در پیکنومتر شامل آزمون

V_s^T : حجم آزمون در دمای T

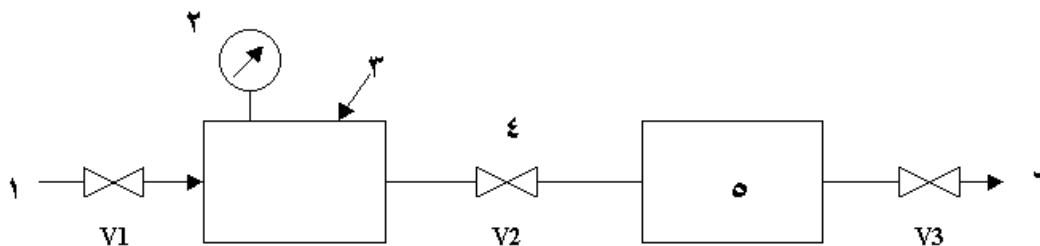
چگالی بوسیله تقسیم جرم بر حجم آزمون بدست می آید :

$$\rho_s^T = \frac{m_s}{V_s^T} \quad \text{(الف) - ۴}$$

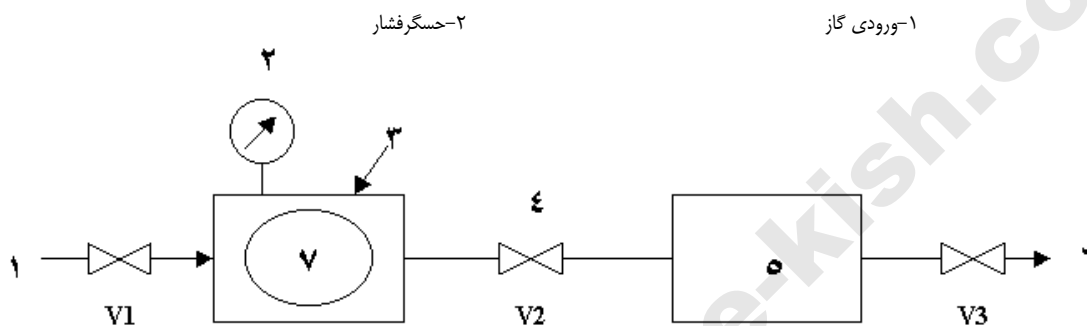
که در این فرمول :

m_s : جرم آزمون

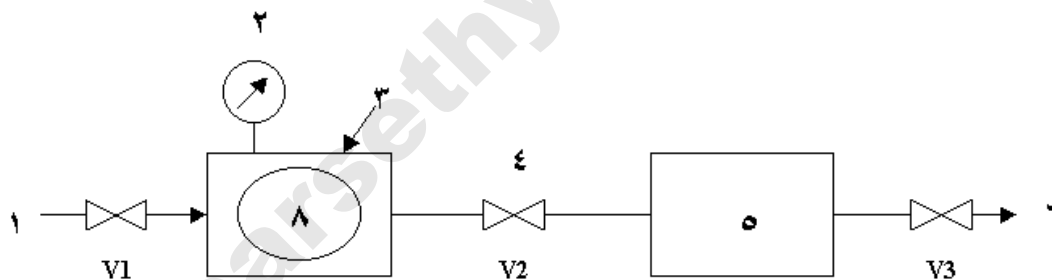
ρ_s^T : چگالی آزمون در دمای T



الف) شکل پیکنومتر



ب) کالیبراسیون



پ) اندازه گیری

۶-خروجی گاز

۸-آزمونه

۵-محفظه انبساط

۷-نمونه کالیبراسیون

شکل شماره یک- پیکنومتر گازی دو محفظه ای



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

www.parsehyena-kish.com