



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۶۹۳

چاپ اول

۱۳۹۴

INSO

19693

1st.Edition

2015

دندانپزشکی - جمع شدگی ناشی از

پلیمریزاسیون: روش تعیین

جمع شدگی ناشی از پلیمریزاسیون مواد

ترمیمی پلیمری

**Dentistry - Polymerization
shrinkage: Method for determination
of polymerization shrinkage of
polymer-based restorative materials**

ICS:11.060.10

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 پیشنهادهای 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

« دندانی پزشکی – جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون: روش تعیین جمع‌شدگی ناشی از

پلیمریزاسیون مواد ترمیمی پلیمری »

رئیس:

آریانسب، فضا
(دکترای شیمی آلی)

سمت و/یا نمایندگی

عضو هیات علمی پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

بنی‌مهدی، احسان
(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

مدیرعامل شرکت طراحان مشاور صنعت و
معدن دزپارت

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بنی‌مهدی دهکردی، نسرین
(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

مدرس دانشگاه آزاد اسلامی واحد شهرکرد

خالقیان، نگین

(دکترای عمومی، دندانی پزشکی)

دندانی‌پزشک

صحتی، محمدرضا

(دکتری مهندسی پزشکی)

عضو هیات علمی دانشگاه علوم پزشکی
اصفهان

محمدی، مهرداد

(کارشناسی ارشد مهندسی برق)

کارشناس اداره صنعت و معدن استان
چهارمحال و بختیاری

ملکی، محسن

(کارشناسی ارشد مهندسی پزشکی)

مدیرعامل شرکت تجهیزات پزشکی فرتاش
داد

میرمحمدصادقی، گیتی

(دکترای مهندسی پلیمر)

عضو هیات علمی دانشگاه صنعتی امیرکبیر

یادگاری، محمدتقی

(دکترای عمومی دندانی پزشکی)

دندانی‌پزشک

فهرست مندرجات

| | |
|----|---|
| ب | آشنایی با سازمان ملی استاندارد |
| ج | کمیسیون فنی تدوین استاندارد |
| ه | پیش گفتار |
| و | مقدمه |
| ۱ | ۱ هدف و دامنه کاربرد |
| ۱ | ۲ مراجع الزامی |
| ۱ | ۳ اصطلاحات و تعاریف |
| ۲ | ۴ روش آزمون |
| ۲ | ۱-۴ اصول |
| ۲ | ۲-۴ کلیات |
| ۴ | ۳-۴ مواد و معرفها |
| ۴ | ۴-۴ دستگاه |
| ۵ | ۵-۴ محیط شناورسازی |
| ۶ | ۶-۴ عملیات آماده سازی مواد آزمون |
| ۸ | ۷-۴ تعیین جمع شدگی ناشی از پلیمریزاسیون |
| ۱۳ | ۸-۴ گزارش آزمون |
| ۱۵ | پیوست الف- کتاب نامه |

پیش گفتار

استاندارد " دندانپزشکی - جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون: روش تعیین جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون مواد ترمیمی پلیمری " که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت طراحان مشاور صنعت و معدن دزپارت تهیه و تدوین شده است و در چهارصد و هفتاد و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد مهندسی پزشکی مورخ ۱۳۹۴/۲/۱۶ 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 پیشرفت های 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 ماخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است :

BS EN ISO 17304:2013, Dentistry — Polymerization shrinkage: Method for determination of polymerization shrinkage of polymerbased restorative materials

مقدمه

این استاندارد، روش آزمونی برای تعیین جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون مواد ترمیمی پلیمری که با انرژی خارجی فعال می‌شوند، از کلاس ۲، گروه ۱ (ISO 4049 ملاحظه شود) و مواد پرکردنی مشابه را ارائه می‌دهد. روش آزمون‌های بسیاری در طی سالیان متمادی برای تعیین این خاصیت به کار رفته‌اند اما تاکنون هیچ استاندارد بین‌المللی روش آزمونی در این زمینه تدوین نشده است. روش مشخص شده در این استاندارد یک روش ساده است که نتایج تجدیدپذیر را برای کاربران فراهم می‌کند و به استفاده‌کنندگان در مقایسه داده‌های آزمون کمک می‌کند. این روش آزمون با استفاده از یک برنامه جامع بین‌آزمایشگاهی که آن را با سایر روش‌ها مقایسه کرده است، تدوین و تصدیق شده است.

دندانپزشکی - جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون: روش تعیین جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون مواد ترمیمی پلیمری

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش آزمون برای اندازه‌گیری جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون مواد ترمیمی پلیمری که توسط انرژی خارجی فعال می‌شوند، مانند کامپوزیت‌ها و مواد پرکردنی^۱ می‌باشد. این روش برای مواد ترمیمی پلیمری کلاس ۱ (خود پخت شونده^۲، ISO 4049 ملاحظه شود) مناسب نیست.

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

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۵۸۶ سال ۱۳۹۳، اپتیک و تجهیزات اپتیکی - تابش پراکنده شده بوسیله اجزای اپتیکی - روش‌های آزمون

2-2 ISO 1942, Dentistry — Vocabulary

2-3 ISO 1183-1, Plastics — Methods for determining the density of non-cellular plastics — Part 1: Immersion method, liquid pycnometer method and titration method³

2-4 ISO 4049, Dentistry — Polymer-based restorative materials⁴

2-5 ISO 10650 (all parts), Dentistry — Powered polymerization activators

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ذکر شده در استانداردهای 1-ISO 1183، ISO 1942، ISO 4049، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌روند.

1 - Core materials

2 - Self-curing

۳ - استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۰۹۰، پلاستیک‌ها- روش‌های تعیین چگالی پلاستیک‌های غیر اسفنجی - قسمت اول-روش غوطه‌وری-روش بیکومتر مایع و روش تیتراسیون

۴ - استاندارد ملی ایران شماره ۳۲۱۹، دندانپزشکی - مواد بهبود دهنده بر پایه پلیمر

High-viscosity materials**مواد با گرانروی بالا**

مواد ترمیمی بر پایه پلیمری که سیالیت کمی دارند به طوری که شکل خود را در قالب‌گیری^۱ نگه می‌دارند.

Flowable materials**۲-۳ مواد سیال پذیر**

مواد ترمیمی بر پایه پلیمری که گرانروی پایینی دارند به طوری که شکل خود را در قالب‌گیری حفظ نمی‌کنند.

۴ روش آزمون**۱-۴ اصول**

جمع شدگی ناشی از پلیمریزاسیون مواد ترمیمی پلیمری که توسط انرژی خارجی فعال می‌شوند، با استفاده از تعیین چگالی مطابق با روش شناوری (اصل ارشمیدس) تعیین می‌شود. این روش آزمون مطابق با روش الف (روش شناوری) که در قسمت اصطلاحات کلی استاندارد ISO 1183-1 شرح داده شده، است.

اطمینان حاصل کنید که شرایط آزمون مانند درجه حرارت، مدت زمان در معرض قرارگیری و فاصله بین هدایتگر نور و نمونه کنترل شده‌اند و تجدیدپذیر هستند. همچنین شرایط نگهداری پلیمر قبل از آزمون برای اطمینان از حداکثر پلیمریزاسیون قابل دستیابی در شرایط آزمون مشخص شده است به طوری که امکان حداکثر جمع شدگی کامل مواد به دست آید. به این ترتیب، تفاوت‌ها در سرعت پلیمریزاسیون، تا حد زیادی، متعادل خواهد شد.

۲-۴ کلیات

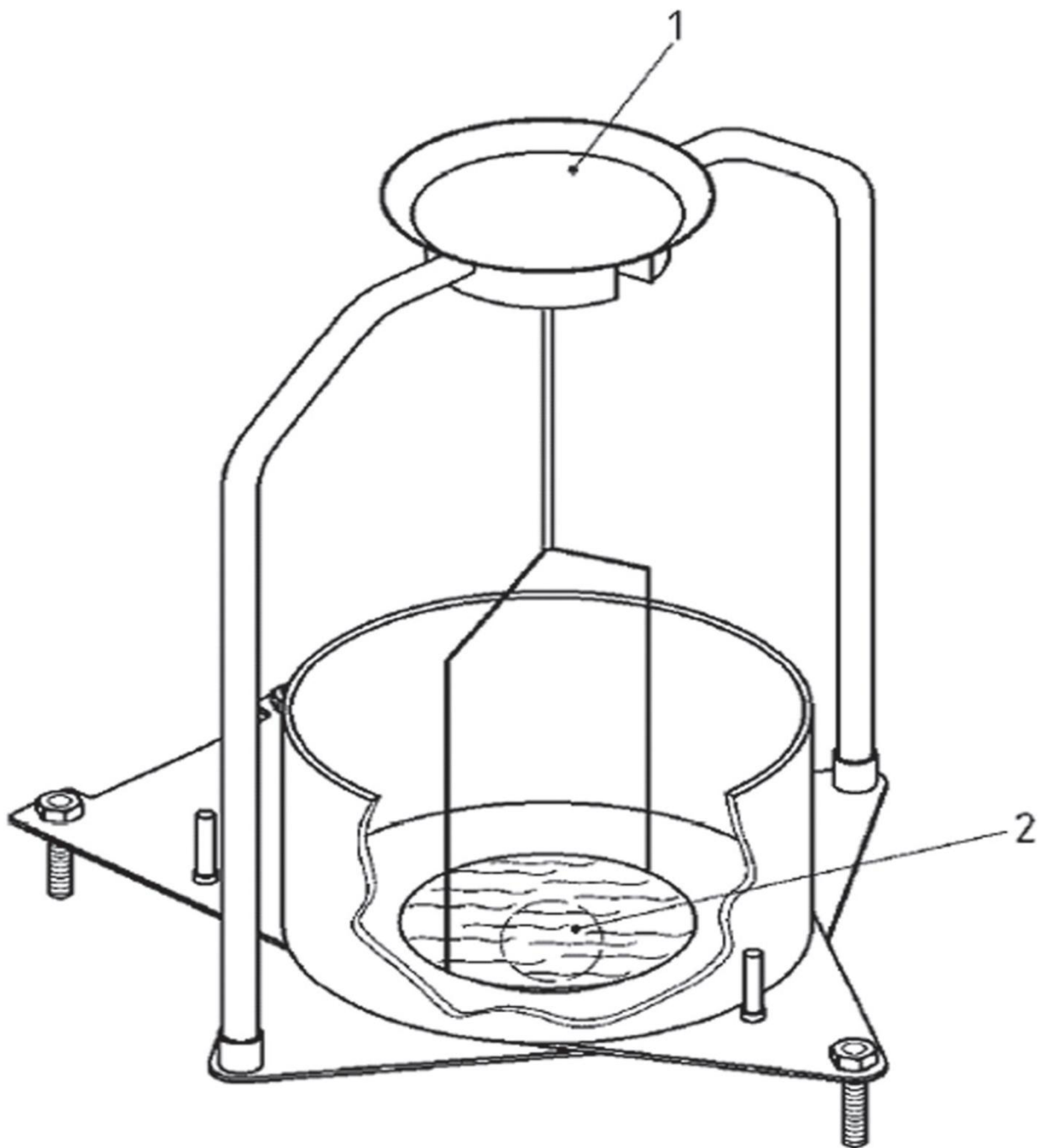
تمامی اندازه‌گیری‌ها را در دمای اتاق $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ انجام دهید.

تمامی نمونه‌ها را قبل از شروع اندازه‌گیری، به مدت حداقل ۳۰ min در دمای $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ نگهداری کنید. تمامی اندازه‌گیری‌های نمونه‌های پلیمریزه نشده را در زیر نور زرد انجام دهید. **یادآوری ۱-** نور زرد ممکن است از طریق فیلتر کردن نور محیط با فیلتر مناسب ایجاد شود.

در زمان جابجا کردن مواد آزمون، دستکش‌های لاستیکی مناسب، مانند لاتکس یا نیتریل، بپوشید. تغییرات دما در حین اندازه‌گیری نمونه‌های پلیمریزه نشده و نمونه‌های پلیمریزه شده باید کمتر از 1.0°C باشد.

یادآوری ۲- اندازه‌گیری‌ها را می‌توان در دمای بین 21°C و 25°C انجام داد. تغییرات دمای کمتر از 1.0°C در طول اندازه‌گیری، نتایج را به میزان قابل توجه تحت تأثیر قرار نمی‌دهد.

اندازه‌گیری‌های چگالی مربوط به نمونه‌های پلیمریزه شده و پلیمریزه نشده را در همان روز آزمون انجام دهید.



راهنما

- ۱ موقعیت ۱: برای آزمون در هوا (خشک)
- ۲ موقعیت ۲: برای آزمون در محیط شناوری

شکل ۱- مثالی از یک دستگاه اندازه گیری چگالی

۳-۴ مواد و معرفها

۱-۳-۴ معرفهای عمومی - آب، از آب آماده شده مطابق با استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۵۸۶ نوع ۳ استفاده کنید.

۲-۳-۴ سدیم لوریل سولفات، با خلوص حداقل ۹۹٫۰٪ (غلظت جرمی).
یادآوری - شماره ثبت شیمیایی^۱ سدیم لوریل سولفات، ۳-۲۱-۱۵۱ می باشد.

۳-۳-۴ مواد آزمون - مواد ترمیمی بر پایه پلیمری که توسط انرژی خارجی فعال می شوند، یا مواد پلیمری پرکردنی.

۴-۴ دستگاه

۱-۴-۴ ترازوی دقیق آزمایشگاهی، با تفکیک پذیری^۲ $0.0001g$.

۲-۴-۴ وسیله تعیین چگالی، شامل یک بشر، مجموعه آویختن ظرف و دماسنج (شکل ۱ را ملاحظه کنید).
یادآوری - این تجهیزات را می توان به عنوان لوازم جانبی ویژه (کیت تعیین چگالی) از تولید کنندگان ترازو تهیه کرد.

۳-۴-۴ دماسنج، با درستی در محدوده $20^{\circ}C$ تا $30^{\circ}C$ ، مدرج با زینه بندی $0.1^{\circ}C$.

۴-۴-۴ منبع انرژی خارجی، با تابش خروجی حداقل $500 mW/cm^2$ در گستره طول موج $400nm$ تا $515nm$ (مطابق با استاندارد ISO 10650 (تمام قسمت‌ها) تعیین شود) که توسط تولیدکننده ماده مورد آزمون توصیه می شود.

۵-۴-۴ پمپ خلا، مجهز به گیج فشار (مانومتر)، درستی تا $10 mbar$.

۶-۴-۴ دسیکاتور^۳، با یک شیر و دارای قابلیت اتصال به پمپ خلاء (بند ۴-۴-۵)

۷-۴-۴ آون با قابلیت نگهداری دما در $(37 \pm 2)^{\circ}C$

۸-۴-۴ قاشق^۴

۹-۴-۴ محیط انتقال، مناسب برای انتقال خمیر پلیمریزه نشده، به عنوان مثال لام میکروسکوپ.

۱۰-۴-۴ بالن ژوژه، با حجم $500 ml$ ، به همراه درپوش.

۱۱-۴-۴ یک سطح صاف، ثابت و غیر جاذب، به عنوان مثال ظرف محیط کشت^۵.

1 - CAS number
2 - Accurate
3 - Desicator
4 - Spatula
5 -Conditioner

۴-۴-۱۲ ظرف شیشه‌ای، برای استفاده در آزمون‌های مربوط به مواد سیال، متناسب با ظرف‌های^۱ دستگاه اندازه‌گیری (بند ۴-۴-۲)، به عنوان مثال ظرفی با قطر در حدود ۲۰mm و ارتفاع حدود ۱۰mm.

۴-۵ محیط شناوری

۴-۵-۱ تعیین عمق غوطه وری

برای اطمینان از غوطه وری کامل، عمق غوطه وری ظرف توزین پایینی دستگاه تعیین‌کننده چگالی (بند ۴-۴-۲)، باید حداقل ۲۰mm باشد. عمق غوطه وری از لبه بالایی ظرف توزین تا قسمت هلالی محیط شناورسازی، اندازه‌گیری می‌شود.

برای مواد سیال‌پذیر، آزمون و ظرف باید به طور کامل غوطه‌ور شوند.

یادآوری - دستگاه‌های تعیین چگالی عرضه شده توسط تولید کنندگان مختلف، از نظر ارتفاع و قطر کاسه‌های آب خود متفاوت هستند. لازم است برای اطمینان از غوطه وری کامل، یک عمق غوطه وری استاندارد برای ظرف توزین پایینی در محیط شناورسازی ایجاد شود.

۴-۵-۲ آماده سازی محیط شناورسازی

g(۵۰۰۰ ± ۰٫۰۰۱) سدیم لوریل سولفات (بند ۴-۳-۲) را وزن کنید، آن را در بالن ژوژه (بند ۴-۴-۱۰) بریزید، و سپس آب (بند ۴-۳-۱) را تا زمانی که وزن نهایی به g(۵۰۰ ± ۰٫۰۰۱) برسد اضافه کنید. در بالن را ببندید و آن را تکان دهید تا زمانی که یک محلول همگن که با بازرسی چشمی بدون هیچ بزرگنمایی مشخص می‌شود، به دست آید. محیط شناورسازی را حداقل ۲۴ ساعت قبل از آزمون آماده کنید.

یادآوری ۱ - این محلول را می‌توان به مدت چهار هفته در دمای اتاق نگهداری کرد.

در روز آزمون، به مقدار لازم از محیط شناوری را در کاسه آب دستگاه تعیین، مطابق با ویژگی‌های فاصله بند ۴-۵-۱ بریزید و آن را در دسیکاتور قرار دهید (بند ۴-۴-۶).

با ایجاد خلاء در دسیکاتور در دمای °C(۲ ± ۲۳) و با استفاده از پمپ خلا (بند ۴-۴-۵)، گازهای محیط شناورسازی را خارج کنید. بلافاصله پس از اینکه فشار خلاء (۱۰ ± ۵) mbar ایجاد شد، درگاه^۲ خلاء دسیکاتور را ببندید. پس از min(۵ ± ۲۰)، با دقت دسیکاتور را تهویه کنید (خلاء را بشکنید).

یادآوری ۲ - این کاهش فشار طوری انتخاب می‌شود که آب نجوشد.

پس از آن، محیط شناوری باید به مدت حداقل ۲ ساعت در دمای °C(۲ ± ۲۳) نگاه داشته شود. چگالی محیط شناوری را برای دمای اندازه‌گیری فعلی از جدول ۱ بخوانید.

1 - Pan
2 - Port

یادآوری ۳- به جای چگالی دقیق محیط شناوری از چگالی آب استفاده می‌شود. بنابراین وابستگی به دما در نظر گرفته می‌شود. در این صورت درستی جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون اندازه‌گیری شده مخدوش نمی‌گردد، چون که تفاوت‌ها در چگالی‌های نسبی یکدیگر را تعدیل می‌کنند.

۳-۵-۴ تعداد آزمونه‌ها

برای آزمون خمیرهای پلیمری نشده، ۶ آزمونه که وزن هر کدام از آن‌ها ۱٫۰ g است آماده کنید.
برای آزمون خمیرهای پلیمری شده، ۱۲ آزمونه که وزن هر کدام از آن‌ها ۰٫۵ g است آماده کنید.

۶-۴ عملیات آماده‌سازی مواد آزمون

۱-۶-۴ کلیات

اعمال، انتقال و ذخیره سازی مواد پلیمری نشده باید تحت نور زرد انجام شود. بند ۴-۲ ملاحظه شود. ۳mm ابتدای مواد ذکر شده نباید مورد استفاده قرار گیرد.

۲-۶-۴ خمیرهای مواد آزمون در سرنگ‌ها

خمیرهای مواد آزمون، بدون عملیات آماده‌سازی^۱ برای تعیین جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون، اگر مواد آزمون در سرنگ هستند، مورد آزمون قرار می‌گیرند.

۳-۶-۴ خمیرهای مواد آزمون در ظروف تک دوز^۲

خمیرهای مواد آزمون در ظروف تک دوز (برای مثال کارپول‌ها^۳ و کامپول‌ها^۴) را قبل از استفاده به شرح زیر، آماده سازی کنید.

مواد را به آرامی و بدون حباب بر روی سطح صاف، ثابت و غیر جاذب (بند ۴-۴-۱۱) فشار دهید. این بلوک و مواد را به مدت دو روز در دمای $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ در آون (بند ۴-۴-۷) در عدم حضور نور نگهدارید. مواد را قبل از اندازه‌گیری، در شرایط دمایی $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ به مدت ۱ ساعت قرار دهید.

یادآوری- این دوره از نگهداشتن برای حذف هر گونه حباب هوای محبوس شده که ممکن است در طی فشار دادن یا حرکت مواد ایجاد شده باشد، است.

1 - Preparatory treatment
2 - Single dose
3 - Carpules
4 - Compules

جدول ۱- چگالی آب در دماهای اندازه‌گیری مختلف (به کتاب‌نامه رجوع شود)

| چگالی ρ_0 g/ml | دما $^{\circ}\text{C}$ | چگالی ρ_0 g/ml | دما $^{\circ}\text{C}$ |
|---------------------------|---------------------------|---------------------------|---------------------------|
| ۰٫۹۹۷۵۴ | ۲۳٫۰ | ۰٫۹۹۸۰۰ | ۲۱٫۰ |
| ۰٫۹۹۷۵۲ | ۲۳٫۱ | ۰٫۹۹۷۹۷ | ۲۱٫۱ |
| ۰٫۹۹۷۴۹ | ۲۳٫۲ | ۰٫۹۹۷۹۵ | ۲۱٫۲ |
| ۰٫۹۹۷۴۷ | ۲۳٫۳ | ۰٫۹۹۷۹۳ | ۲۱٫۳ |
| ۰٫۹۹۷۴۵ | ۲۳٫۴ | ۰٫۹۹۷۹۱ | ۲۱٫۴ |
| ۰٫۹۹۷۴۲ | ۲۳٫۵ | ۰٫۹۹۷۸۹ | ۲۱٫۵ |
| ۰٫۹۹۷۴۰ | ۲۳٫۶ | ۰٫۹۹۷۸۶ | ۲۱٫۶ |
| ۰٫۹۹۷۳۷ | ۲۳٫۷ | ۰٫۹۹۷۸۴ | ۲۱٫۷ |
| ۰٫۹۹۷۳۵ | ۲۳٫۸ | ۰٫۹۹۷۸۲ | ۲۱٫۸ |
| ۰٫۹۹۷۳۲ | ۲۳٫۹ | ۰٫۹۹۷۸۰ | ۲۱٫۹ |
| ۰٫۹۹۷۳۰ | ۲۴٫۰ | ۰٫۹۹۷۷۷ | ۲۲٫۰ |
| ۰٫۹۹۷۲۸ | ۲۴٫۱ | ۰٫۹۹۷۷۵ | ۲۲٫۱ |
| ۰٫۹۹۷۲۵ | ۲۴٫۲ | ۰٫۹۹۷۷۳ | ۲۲٫۲ |
| ۰٫۹۹۷۲۳ | ۲۴٫۳ | ۰٫۹۹۷۷۱ | ۲۲٫۳ |
| ۰٫۹۹۷۲۰ | ۲۴٫۴ | ۰٫۹۹۷۶۸ | ۲۲٫۴ |
| ۰٫۹۹۷۱۸ | ۲۴٫۵ | ۰٫۹۹۷۶۶ | ۲۲٫۵ |
| ۰٫۹۹۷۱۵ | ۲۴٫۶ | ۰٫۹۹۷۶۴ | ۲۲٫۶ |
| ۰٫۹۹۷۱۲ | ۲۴٫۷ | ۰٫۹۹۷۶۲ | ۲۲٫۷ |
| ۰٫۹۹۷۱۰ | ۲۴٫۸ | ۰٫۹۹۷۵۹ | ۲۲٫۸ |
| ۰٫۹۹۷۱۰ | ۲۴٫۹ | ۰٫۹۹۷۵۷ | ۲۲٫۹ |
| ۰٫۹۹۷۰۵ | ۲۵٫۰ | | |

۷-۴ تعیین جمع شدگی ناشی از پلیمریزاسیون

۱-۷-۴ تعیین چگالی آزمونه‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مواد با گرانی بال

۱-۱-۷-۴ روش انجام آزمون

آزمون را شش بار انجام دهید. در هر بار تعیین، از یک آزمونه استفاده کنید. خمیر مواد آزمون از قبل عملیات شده^۱ مطابق بند ۴-۶، را با استفاده از دست و پوشیدن دستکش، به ۶ آزمونه توپی شکل که جرم هر کدام (0.10 ± 0.01) g است، قالب‌گیری کنید و از تشکیل حباب‌های هوای^۲ محبوس اجتناب کنید.

توصیه می‌شود از دستکش‌های محافظ مناسب استفاده شود.

دو موقعیت آزمون به شرح زیر مشخص می‌شوند:

الف) موقعیت ۱ دستگاه اندازه‌گیری: موقعیت آزمون در هوا.

ب) موقعیت ۲ دستگاه اندازه‌گیری: موقعیت آزمون در محیط شناورسازی است.

وسیله تعیین چگالی (بند ۴-۴-۲) را در جایگاهش در ترازو قرار داده و ترازو (بند ۴-۴-۱) را صفر کنید. یکی از توپ‌های آزمون را در موقعیت ۱ دستگاه اندازه‌گیری قرار دهید. جرم را اندازه‌گیری کنید و این مقدار را به عنوان $m_{u,1}$ ثبت کنید. آزمون را از ترازو خارج کنید.

دمای محیط شناور را با استفاده از دماسنج (بند ۴-۴-۳) اندازه‌گیری کنید و این اندازه‌گیری را ثبت کنید. ترازو را مجدداً صفر کنید. آزمون را در موقعیت ۲ دستگاه اندازه‌گیری قرار دهید. جرم آزمون را در محیط شناوری اندازه‌گیری کنید و این مقدار را به عنوان $m_{u,2}$ ثبت کنید. در حین انجام این کار، با دقت هر گونه حباب هوای چسبیده شده را خارج کنید.

آزمون را پس از آزمون‌ها دور اندازید.

۲-۱-۷-۴ چگالی‌های مجزای آزمونه‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مواد با گرانی بالا

چگالی، ρ_u ، هر آزمونه پلیمریزه نشده را با استفاده از فرمول (۱) محاسبه کنید:

(۱)

$$\rho_u = \frac{m_{u,1} \times \rho_0}{m_{u,1} - m_{u,2}}$$

که در آن:

ρ_u چگالی مجزای آزمونه پلیمریزه نشده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

$m_{u,1}$ جرم آزمونه پلیمریزه نشده در موقعیت ۱ در هوا، بر حسب گرم؛

1 - Pre-treated

2 - Air inclusion

$m_{u,2}$ جرم آزمون پلیمریزه نشده در موقعیت ۲ در محیط شناوری، بر حسب گرم؛
 ρ_0 چگالی محیط شناور، بر حسب گرم / میلی لیتر، در دمای مربوط به زمان اندازه گیری است.

۳-۱-۷-۴ میانگین چگالی آزمون‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مواد با گرانی بالایی

میانگین چگالی مجزای ۶ آزمون پلیمریزه نشده را محاسبه کنید. میانگین چگالی آزمون‌های پلیمریزه نشده را با عنوان ρ_u^- بیان کنید و تا چهار رقم اعشار گرد کنید. یک عدد خارج از گستره را در نظر نگیرید. در صورتی که بیش از یک عدد خارج از گستره وجود داشت، این سری اندازه‌گیری‌ها را تکرار کنید.
 یادآوری - ضریب واریانس بیش از ۰/۵٪ نشان دهنده وجود یک یا چند عدد خارج از گستره است. یک آزمون عدد خارج از گستره، از قبیل آزمون Grubbs، نیز ممکن است استفاده شود.

۴-۱-۷-۴ انحراف استاندارد برای میانگین آزمون‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مواد با گرانی بالایی

انحراف استاندارد برای میانگین آزمون‌های پلیمریزه نشده، σ_u ، را با استفاده از فرمول (۲) محاسبه کنید:
 (۲)

$$\sigma_u = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \rho_u^-)^2}{n - 1}}$$

که در آن:

σ_u انحراف استاندارد چگالی آزمون پلیمریزه نشده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

ρ_i چگالی مجزای آزمون پلیمریزه نشده مربوطه، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

ρ_u^- میانگین چگالی آزمون پلیمریزه نشده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

n تعداد آزمون‌های اندازه گیری شده است.

انحراف استاندارد از میانگین آزمون پلیمریزه نشده را تا چهار رقم اعشار بیان کنید.

۲-۷-۴ تعیین چگالی آزمون‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مواد سیال پذیر

۱-۲-۷-۴ چگالی ظرف شیشه‌ای (بند ۴-۴-۱۲)

چگالی ظرف شیشه‌ای را مطابق با روش شرح داده شده در بند ۱-۱-۷-۴ با استفاده از ظرف شیشه‌ای به جای

آزمون پلیمریزه نشده تعیین کنید. اندازه‌گیری را سه بار انجام دهید.

چگالی ظرف شیشه‌ای، ρ_d ، را با استفاده از فرمول (۳) محاسبه کنید.

(۳)

$$\rho_d = \frac{m_{d,1} \times \rho_0}{m_{d,1} - m_{d,2}}$$

که در آن:

ρd چگالی مجزای ظرف شیشه‌ای، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر؛

$m_{d,1}$ جرم ظرف شیشه‌ای در موقعیت ۱ در هوا، بر حسب گرم؛

$m_{d,2}$ جرم ظرف شیشه‌ای در موقعیت ۲ در محیط شناور، بر حسب گرم؛

ρ_0 چگالی محیط شناوری، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر، در دمای مربوط به زمان اندازه‌گیری است.

میانگین سه مقدار مستقل چگالی ظرف شیشه‌ای را محاسبه کنید و این مقدار به عنوان $\rho_{d,m}$ ثبت کنید.

۴-۷-۲-۲ روش انجام آزمون

g (۱/۰۰ ± ۰/۱۰) از مواد آزمون سیال‌پذیر، پیش عملیات شده مطابق با بند ۴-۶، درون ظرف پخش کنید. از شکل‌گیری حباب هوا در حین انجام این کار اجتناب کنید.

دو موقعیت آزمون به شرح زیر تعیین می‌شوند:

(الف) موقعیت ۱ دستگاه تعیین چگالی: موقعیت آزمون و ظرف در هوا.

(ب) موقعیت ۲ دستگاه تعیین چگالی: موقعیت آزمون و ظرف در محیط شناوری.

وسیله تعیین چگالی (بند ۴-۴-۲) را در جایگاهش قرار داده و ترازو (بند ۴-۴-۱) را صفر کنید. آزمون و ظرف را در موقعیت ۱ دستگاه اندازه‌گیری قرار دهید. جرم آزمون و ظرف را اندازه‌گیری کنید و این مقدار با عنوان $m_{ud,1}$ ثبت کنید. آزمون و ظرف را از ترازو خارج کنید.

دمای محیط شناوری را با استفاده از دماسنج (بند ۴-۴-۳) اندازه‌گیری کنید و این مقدار را ثبت کنید. ترازو را مجدداً صفر کنید. آزمون و ظرف را در موقعیت ۲ دستگاه تعیین چگالی قرار دهید. جرم آزمون و ظرف را در محیط شناوری تعیین کنید و این مقدار را با عنوان $m_{ud,2}$ ثبت کنید. در طی این روش انجام، با دقت هر گونه حباب هوای چسبیده شده را خارج کنید.

پس از آزمون، ظرف را با دقت تمیز کنید، و آزمون آزمون را دور اندازید. آزمون را در پنج آزمون دیگر تکرار کنید. آزمون‌های آزمون را پس از آزمون‌ها دور اندازید.

۴-۷-۲-۳ چگالی‌های مجزا آزمون‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مواد سیال‌پذیر

برای هر آزمون پلیمریزه نشده، چگالی مجزای هر آزمون پلیمریزه نشده، ρ_u را با استفاده از فرمول (۴) محاسبه کنید:

(۴)

$$\rho_u = \frac{m_{ud,1} - m_{d,1} \times \rho_0}{m_{ud,1} - \left[\frac{m_{d,1} \times \rho_0}{\rho_{d,m}} \right] - m_{ud,2}}$$

که در آن:

ρ_u چگالی مجزای هر آزمون پلیمریزه نشده، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر؛

$m_{d,1}$ جرم ظرف شیشه‌ای در موقعیت ۱ در هوا، بر حسب گرم؛

$m_{ud,1}$ جرم آزمون پلیمریزه نشده و ظرف شیشه‌ای که با هم در موقعیت ۱ در هوا و بر حسب گرم اندازه‌گیری شده؛

$m_{ud,2}$ جرم آزمون پلیمریزه نشده و ظرف شیشه‌ای که با هم در موقعیت ۲ در محیط شناوری و بر حسب گرم اندازه‌گیری شده؛

$\rho_{d,m}$ میانگین چگالی ظرف شیشه‌ای، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر، که مطابق با بند ۴-۷-۲-۱ تعیین شده؛
 ρ_0 چگالی محیط شناوری، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر، در دمای مربوط به زمان اندازه‌گیری است.

۴-۲-۷-۴ میانگین چگالی آزمون‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مایع سیال‌پذیر

میانگین چگالی را از چگالی هر آزمون پلیمریزه نشده محاسبه کنید. این میانگین چگالی آزمون پلیمریزه نشده را با عنوان ρ_u بیان کنید و تا چهار رقم اعشار گرد کنید. یک عدد خارج از گستره را در نظر نگیرید. اگر بیش از یک عدد خارج از گستره وجود داشت، سری اندازه‌گیری‌ها را تکرار کنید.
یادآوری ۴-۷-۱-۳ را ملاحظه کنید.

۴-۲-۷-۵ انحراف استاندارد برای میانگین آزمون‌های پلیمریزه نشده تهیه شده از مواد سیال‌پذیر

انحراف استاندارد برای میانگین آزمون‌های پلیمریزه نشده را مطابق با بند ۴-۷-۱-۴ محاسبه کنید.

۴-۷-۳ تعیین چگالی مواد پلیمریزه شده

۴-۷-۳-۱ آماده‌سازی آزمون‌ها

۱۲ آزمون از خمیر مواد آزمون با گرانروی بالای، پیش عملیات شده مطابق با بند ۴-۶، به داخل توپ‌های با جرم $(0.05 \pm 0.005)g$ را با استفاده از دست و پوشیدن دستکش قالب‌گیری کنید (یادآوری بند ۴-۷-۱-۱ را ملاحظه کنید). از تشکیل حباب هوا در حین انجام کار جلوگیری کنید.

یادآوری ۱- آزمون‌ها کوچک هستند و اجازه می‌دهند تا پلیمریزاسیون هر یک به طور کامل انجام شود. دو آزمون پلیمریزه شده در هر آزمون استفاده شود (بند ۴-۷-۳-۲).

مواد سیال‌پذیر را در ظرف شیشه‌ای (۴-۴-۱۲) آماده کنید.

یادآوری ۲- ظرف Dappen می‌تواند برای حمل و نقل آسان و پخت مواد استفاده شود.

هر آزمون را بر روی پایه پایدار (۴-۴-۱۱) قرار دهید و با استفاده از منبع انرژی خارجی (بند ۴-۴-۴) حداقل به مدت ۴۰s پرتو دهی کنید. فاصله بین (فیبر نوری) هدایتگر نور منبع انرژی و آزمون باید کمتر از ۳ mm باشد. در طی این فرآیند به آزمون دست نزنید.

پس از اولین در معرض نور قرارگیری، آزمون را با زاویه 180° به طرفی که با منبع انرژی خارجی مواجه شود، بچرخانید و برای بار دوم به مدت حداقل ۴۰ ثانیه پرتو دهی کنید. پس از آن، آزمون را در دمای

در $(37 \pm 2)^\circ\text{C}$ در آون (بند ۴-۴-۵) به مدت (2 ± 24) h به صورت خشک نگهدارید. سپس آزمون را از آون خارج کنید و در دمای $(23 \pm 2)^\circ\text{C}$ به مدت ۱ ساعت نگهدارید.

۲-۳-۷-۴ روش اجرا

وسیله تعیین چگالی (بند ۴-۴-۱) را در جایگاهش در ترازو قرار داده و ترازو (بند ۴-۴-۲) را صفر کنید. دو آزمون را در موقعیت ۱ دستگاه اندازه‌گیری قرار دهید و جرم کلی آزمون‌ها را اندازه‌گیری کنید و این اندازه‌گیری را با عنوان $m_{c,1}$ ثبت کنید. آزمون‌ها را از ترازو خارج کنید. دمای محیط شناوری را اندازه‌گیری کنید و این مقدار را ثبت کنید.

جرم خالص ترازو را دوباره تعیین کنید. ۲ آزمون یکسان را در محل ۲ دستگاه اندازه‌گیری قرار دهید و جرم کلی آزمون‌ها را در محیط شناوری اندازه‌گیری کنید و این مقدار را به عنوان $m_{c,2}$ ثبت کنید. در طی انجام این روش، با دقت هر گونه حباب‌های هوا چسبیده را خارج کنید. آزمون را پنج مرتبه با جفت آزمون‌های دیگر برای هر آزمون تکرار کنید. آزمون‌ها را پس از آزمون‌ها دور اندازید.

۳-۳-۷-۴ چگالی مستقل هر آزمون پلیمریزه شده

چگالی، ρ_c ، هر جفت آزمون‌های پلیمریزه شده را با استفاده از فرمول (۵) محاسبه کنید:

$$\rho_c = \frac{m_{c,1} \times \rho_0}{m_{c,1} - m_{c,2}}$$

که در آن:

ρ_c چگالی مجزای آزمون پلیمریزه شده مربوطه، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر؛
 $m_{c,1}$ جرم آزمون پلیمریزه شده مربوطه در موقعیت ۱ در هوا، بر حسب گرم؛
 $m_{c,2}$ جرم آزمون پلیمریزه شده مربوطه در موقعیت ۲ در محیط شناور بر حسب گرم؛
 ρ_0 چگالی محیط شناور، بر حسب گرم بر میلی‌لیتر، در دمای اندازه‌گیری مربوطه است.

۴-۳-۷-۴ میانگین چگالی جفت آزمون‌های پلیمریزه شده

میانگین چگالی‌های مستقل جفت آزمون‌های پلیمریزه شده را محاسبه کنید. این میانگین چگالی آزمون پلیمریزه شده را با عنوان $\bar{\rho}_c$ بیان کنید و تا چهار رقم اعشار گرد کنید. یک عدد خارج از گستره را در نظر نگیرید. در صورتی که بیش از یک عدد خارج از گستره آشکار وجود داشت، این سری اندازه‌گیری‌ها را تکرار کنید.

یادآوری بند ۴-۳-۷-۱ را ملاحظه کنید.

۵-۳-۷-۴ انحراف استاندارد چگالی جفت آزمون‌های پلیمریزه شده

انحراف استاندارد میانگین آزمون پلیمریزه شده، σ_c ، را با استفاده از فرمول (۶) محاسبه کنید:

$$\sigma_c = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (\rho_i - \rho_c^-)^2}{n-1}}$$

که در آن:

σ_c انحراف استاندارد چگالی آزمون پلیمریزه شده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

ρ_i چگالی مستقل آزمون پلیمریزه شده مربوطه، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

ρ_c^- میانگین چگالی آزمون پلیمریزه شده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

n تعداد آزمون‌های اندازه‌گیری شده است.

انحراف استاندارد چگالی جفت آزمون‌های پلیمریزه شده را تا چهار رقم اعشار بیان کنید.

۴-۷-۴ جمع‌شدگی پلیمریزاسیون

جمع‌شدگی ناشی از پلیمریزاسیون، S ، بر حسب درصد با استفاده از چگالی‌های میانگین محاسبه شده آزمون پلیمریزه شده و پلیمریزه نشده با استفاده از فرمول (۷) محاسبه کنید:

$$S = \left[\frac{\rho_u^- - \rho_c^-}{\rho_c^-} \right] \times 100 \quad (7)$$

که در آن:

S جمع‌شدگی پلیمریزاسیون، بر حسب درصد؛

ρ_u^- میانگین چگالی آزمون پلیمریزه نشده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

ρ_c^- میانگین چگالی آزمون پلیمریزه شده، بر حسب گرم بر میلی لیتر است.

جمع‌شدگی‌های پلیمریزاسیون را به صورت درصد بیان کنید و تا یک رقم اعشاری گرد کنید.

۴-۷-۵ انحراف استاندارد برای جمع‌شدگی پلیمریزاسیون

انحراف استاندارد برای جمع‌شدگی پلیمریزاسیون، σ_s ، بر حسب درصد از چگالی‌های آزمون‌های پلیمریزه شده و پلیمریزه نشده و انحراف استاندارد آن‌ها را با استفاده از فرمول (۸) محاسبه کنید:

(۸)

$$\sigma_s = \frac{100}{\rho_c^{-2}} \times \sqrt{\rho_u^{-2} \times \sigma_c^2 + \rho_c^{-2} \times \sigma_u^2}$$

که در آن:

σ_s انحراف استاندارد جمع‌شدگی پلیمریزاسیون، بر حسب درصد؛

ρ_u^- میانگین چگالی آزمون پلیمریزه نشده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

ρ_c^- میانگین چگالی آزمون پلیمریزه شده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

σ_u انحراف استاندارد چگالی آزمون پلیمریزه نشده، بر حسب گرم بر میلی لیتر؛

σ_c انحراف استاندارد چگالی آزمون پلیمریزه شده، بر حسب گرم بر میلی لیتر است؛

انحراف استاندارد برای جمع شدگی ناشی از پلیمریزاسیون را به صورت درصد گزارش کنید و تا یک رقم اعشار گرد کنید.

۸-۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون برای اندازه گیری جمع شدگی پلیمریزاسیون باید حداقل شامل جزئیات زیر باشد:

الف- نام تجاری و نوع مواد مورد آزمون (به عنوان مثال گرانیوی بالا، سیال پذیر)؛

ب- شماره بهر (شرح دسته) مواد مورد آزمون؛

پ- شکل بسته بندی مستقیم مواد (به عنوان مثال سرنگ، تک دوز)؛

ت- سایه رنگ^۱ مواد مورد آزمون (در صورت لزوم)؛

ث- منبع انرژی خارجی مورد استفاده و تابش خروجی به کار رفته [تعیین شده مطابق با استاندارد ISO 10650 (تمام قسمت‌ها)]

ج- میانگین جمع شدگی ناشی از پلیمریزاسیون اندازه گیری شده به همراه انحراف استاندارد آن؛

چ- ارجاع به این استاندارد؛

ح- تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
کتابنامه

[1] Handbook of Chemistry and Physics, 91st edition, (2010-2011), Section 6, CRC Press