



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۰۷۲۱

چاپ اول

ISIRI

10721

1st. edition

پلاستیک ها- اندازه گیری میزان ماده

محلول در زایلن پلی پروپیلن

**Plastics- Determination of xylene-soluble
matter in polypropylene**

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
تهران - خیابان ولیعصر، ضلع جنوبی میدان ونک، پلاک ۱۲۹۴، صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹
تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱
دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و ۸۸۸۸۷۱۰۳
کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵
تلفن: ۸-۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶۱)
دورنگار: ۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶۱)
پیام نگار: standard@isiri.org.ir
وبگاه: www.isiri.org
بخش فروش، تلفن: ۲۸۱۸۹۸۹ (۰۲۶۱)، دورنگار: ۲۸۱۸۷۸۷ (۰۲۶۱)
بها: ۱۰۰۰ ریال

Institute of Standards and Industrial Research of IRAN
Central Office: No.1294 Valiaser Ave. Vanak corner, Tehran, Iran
P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran
Tel: +98 (21) 88879461-5
Fax: +98 (21) 88887080, 88887103
Headquarters: Standard Square, Karaj, Iran
P.O. Box: 31585-163
Tel: +98 (261) 2806031-8
Fax: +98 (261) 2808114
Email: standard@isiri.org.ir
Website: www.isiri.org
Sales Dep.: Tel: +98(261) 2818989, Fax.: +98(261) 2818787
Price: 1000 Rls.

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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 پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بینالمللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه 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 سا زمانها 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، مؤسسه استاندارد 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 آنها 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 مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

- 1- International organization for Standardization
- 2 - International Electro technical Commission
- 3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)
- 4 - Contact point
- 5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«پلاستیک ها- اندازه گیری میزان ماده محلول در زایلن پلی پروپیلن»

رئیس:

تشخوریان، جواد
(دکترای شیمی تجزیه)

سمت و/ یا نمایندگی
عضوهیئت علمی دانشگاه خلیج فارس

دبیر:

برسان، حمیده
(لیسانس مهندسی شیمی- پلیمر)

کارشناس اداره کل استاندارد و
تحقیقات صنعتی استان بوشهر

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفباء)

امیرزاده، محمد حسن
(لیسانس شیمی)

کارشناس گروه صنعتی پلیمر و
نماینده جامعه مسئولین کنترل
کیفیت استان بوشهر

بهره مند، محمد رحیم
(فوق لیسانس مهندسی خاک شناسی)

معاون اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

جهان آبادی، ربابه
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

کارشناس شرکت صنایع جوشکاب یزد

خرمایی پور، علی
(لیسانس مهندسی شیمی- صنایع گاز)

کارشناس شرکت صنعتی دریایی ایران
(صدرا)

سعادت، مریم
(لیسانس شیمی)

کارشناس آزمایشگاه همکارمعیار گستر طوس

عزیزی، علی
(لیسانس مهندسی کشاورزی- صنایع غذایی)

رییس اداره امور آزمایشگاه های اداره
کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

مدیر شرکت صنایع پلاستیک مجموعه
برنا باطری

قاسمی، رضا
(لیسانس مهندسی شیمی - پلیمر)

مدیر کل استاندارد و تحقیقات صنعتی
استان بوشهر

محتشم، امیرحسین
(لیسانس مدیریت)

کارشناس دانشگاه صنعتی شریف

مساوات، اعظم السادات
(لیسانس مهندسی شیمی - پلیمر)

مسئول کنترل کیفیت واحد تولیدی افق
نیلگون جنوب

مصلح، ساره
(فوق لیسانس شیمی)

رئیس اداره اجرای استاندارد اداره کل
استاندارد و تحقیقات صنعتی استان بوشهر

مواجی، فریده
(لیسانس مهندسی کشاورزی)

کارشناس اداره کل استاندارد و تحقیقات
صنعتی استان بوشهر

موافق دهدشتی، ایمان
(لیسانس شیمی محض)

کارشناس سازمان بازرگانی استان بوشهر

وزانی، ایوب
(لیسانس مهندسی شیمی - صنایع گاز)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با مؤسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ اصطلاحات و تعاریف
۱	۳ وسایل لازم
۲	۴ مواد لازم
۳	۵ روش آزمون
۳	۱-۵ آماده سازی زایلن
۳	۲-۵ اندازه گیری میزان ناخالصی ها در زایلن(حلال شاهد)
۴	۳-۵ اندازه گیری درصد ماده محلول در زایلن پلی پروپیلن
۷	۶ محاسبات
۸	۷ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد "پلاستیک‌ها- اندازه‌گیری میزان ماده محلول در زایلن پلی پروپیلن" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده و درپانصد و بیست و نهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۶/۱۲/۲۵ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه 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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ISO16152: 2005, Plastics- Determination of xylene-soluble matter in polypropylene.

مقدمه

این استاندارد، روشی را برای اندازه گیری کمی اجزای محلول پلی پروپیلن در زایلن، مشخص می کند. این روش جدید فاکتورهایی که بیشترین تاثیر را بر تکرارپذیری و تجدید پذیری روش اندازه گیری دارند، تحلیل و ارائه می نماید. پلی پروپیلن در زایلن داغ حل و سپس تحت شرایط کنترل شده تا دمای 25°C سرد می شود که این عمل موجب رسوب بخش غیر محلول می شود و بخش قابل حل درزایلن باقی می ماند. سپس زایلن تبخیر و باقی مانده توزین می شود. خواص پلی پروپیلن بیشتر مربوط به اجزای قابل حل این ماده است، به همین علت این اجزاء بسیار مهم می باشند.

پلاستیک ها- اندازه گیری میزان ماده محلول در زایلن پلی پروپیلن

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش برای اندازه گیری نسبت جرمی پلی پروپیلن هموپلیمر یا کوپلیمر محلول در زایلن 25°C ، می باشد.

مقدار مشخصی از نمونه خشک شده تحت شرایط رفلاکس در زایلن حل و سپس در شرایط کنترل شده، سرد می شود و سپس به منظور مطمئن شدن از کنترل کریستالیزاسیون بخش نامحلول، در دمای 25°C ، باقی می ماند.

بخش محلول در زایلن، پس از تبخیر زایلن، با توزین باقی مانده به دست می آید.

سایر موادی که میزان حلالیت آن ها در زایلن شبیه پلی پروپیلن می باشد، مانند: افزودنی ها، می توانند در این اندازه گیری، تأثیرگذار باشند.

۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاح و تعریف زیر به کار می رود:

۱-۲

بخش محلول در زایلن

S_s

درصد جرمی بخشی از پلیمر است که در هنگام سرد شدن محلول پلیمر در زایلن از دمای رفلاکس تا 25°C + و باقی ماندن در آن دما برای مدت معین، رسوب نمی کند.

۳ وسایل لازم

۱-۳ مبرد رفلاکسی، با طول ۴۰۰ mm .

۲-۳ فلاسک ته صاف، با حجم ۴۰۰ ml، با یک یا دو گردن یا فلاسک مخروطی یا بطری استوانه ای با حجم مشابه.

۳-۳ صفحه جدا کننده، از جنس الیاف شیشه .

۴-۳ هم زن مغناطیسی، با صفحه حرارتی (هات پلیت) با دمای قابل کنترل، حمام روغن دما پای یا سیستم حرارتی با توانایی نگه داشتن دما در 140°C تا 150°C .

۵-۳ مگنت .

- ۶-۳ پی پت، از نوع A، با حجم ۲۰۰ ml یا مشابه آن .
- ۷-۳ پی پت، از نوع A، با حجم ۱۰۰ ml یا مشابه آن .
- ۸-۳ فلاسک با درپوش شیشه ای، با حجم ۲۵۰ ml.
- ۹-۳ حمام آب با دمای قابل کنترل، با توانایی سرد کنندگی کافی برای ثابت نگه داشتن دمای حمام در درجه حرارت $25 \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ ، هنگام سرد کردن محلول پلیمر/زایلن موجود در فلاسک(به بند های ۸-۳-۵ و ۹-۳-۵، مراجعه کنید).
- ۱۰-۳ کاغذ صافی، شیاردار، واتمن شماره ۴، شماره ۵۴۱ یا مشابه آن، با قطر حداقل ۱۲۵ mm.
- ۱۱-۳ قیف، 60° ، یا مشابه آن، با قطر حداقل ۱۲۵ mm.
- ۱۲-۳ آون خلأ .
- ۱۳-۳ ظرف آلومینیومی یک بار مصرف، با حجم ۳۰۰ ml و لبه های صاف .
- ۱۴-۳ صفحه حرارتی(هات پلیت)، بادمای قابل کنترل.
- ۱۵-۳ ترازوی تجزیه ای، با حساسیت توزین ۰/۱ mg (ترجیحاً با حساسیت توزین ۰/۰۱ mg).
- ۱۶-۳ دسیکاتور، حاوی خشک کننده مناسب.
- ۱۷-۳ زمان سنج، ترجیحاً زنگ دار، با دقت دقیقه .
- ۱۸-۳ آون، از نوع دمش هوای مرسوم یا از نوع همراه با جابجایی جرم .

۴ مواد لازم

- ۱-۴ واکنشگر اورتو-زایلن (ortho-xylene (o-xylene))، سنجش شده با کروماتوگرافی گازی (GC) حداقل ۹۸٪، میزان اتیل بنزن سنجش شده با GC کم تر از ۲٪، جرم باقی مانده پس از تبخیر در دمای 140°C کم تر از ۰/۰۰۲ g/۱۰۰ml، نقطه جوش 144°C .
- یا
- ۲-۴ واکنشگر پارا-زایلن (para-xylene (p-xylene))، سنجش شده با کروماتوگرافی گازی (GC) حداقل ۹۸٪، میزان اتیل بنزن سنجش شده با GC کم تر از ۲٪، جرم باقی مانده پس از تبخیر در دمای 140°C کم تر از ۰/۰۰۲ g/۱۰۰ml، نقطه جوش 138°C .
- در صورت عدم توافق بین آزمایشگاه هادرمورد نتایج آزمون، واکنشگر اورتو-زایلن باید به عنوان حلال مرجع استفاده شود، مگر آن که آزمایشگاه ها به توافق برسند.

۵ روش آزمون

۱-۵ آماده سازی زایلن

- ۱-۱-۵ اگر چه پایدار سازی زایلن لازم نیست، لیکن آنتی اکسیدان ها باید به آن اضافه شوند تا از تخریب آن هنگام آزمون کردن پودرها یا دانه های ناپایدار، جلوگیری شود.

بوتیل هیدروکسی تولوئن (BHT)، ۴و۴- تیوبیس (۶- ترت - بوتیل - متاکرزول) و تتراکیس [methylene (3,5 - di-tert-butyl-4-hydroxyhydrocinnamate)] متان با غلظت حدوداً ۰/۰۲g/l در زایلین پایدارکننده های موثری هستند. با استفاده از مگنت محلول را مخلوط و حداقل یک ساعت در دمای ۸۰ °C تا ۹۰ °C گرم کنید تا از مخلوط شدن آنتی اکسیدان ها و زایلین، مطمئن شوید. علت انتخاب این ماده BHT است، که نسبتاً فرار می باشد.

۵-۱-۲ زایلین را هر ۲۴ h با دمیدن گاز نیتروژن و به مدت زمان حداقل ۱ h، گاززدایی کنید.

۵-۲ اندازه گیری میزان ناخالصی ها در زایلین (حلال شاهد)

۵-۲-۱ هدف استفاده از حلال شاهد، تعیین ناخالصی های باقی مانده پس از تبخیر است؛ به عنوان مثال: تعیین میزان مواد خارجی در زایلین.

هنگام استفاده از زایلین جدید، باید یک آزمون شاهد نیز انجام شود. در صورتی که درجه خلوص زایلین خیلی زیاد باشد (حداقل ۹۹/۵٪) و نیز اگر بلافاصله پس از باز شدن، مورد استفاده قرار گیرد، آزمون شاهد لزومی ندارد. اگر تمامی زایلین بلافاصله استفاده نشود (در طی سه روز)، باید آزمون شاهد انجام شود. پیشنهاد می شود، زایلین در ظروف شیشه ای یا ظروفی با لایه شیشه ای و در حجمی که محتوای زایلین آن را بتوان پس از باز شدن درب ظرف در مدت سه روز استفاده کرد، خریداری نمود. اگر تمامی زایلین در طی مدت کوتاهی استفاده شود، می توان زایلین را در ظروفی با سایز بزرگ، خریداری نمود. در نظر گرفتن این محدوده زمانی، برای اطمینان از خالص ماندن زایلین و جذب حداقل رطوبت و سایر آلاینده ها، می باشد.

آزمون شاهد را سه بار انجام دهید. برای این منظور از سه بخش هر بطری یا ظرف زایلین نمونه بردارید.

۵-۲-۲ مقدار ۲۰۰ ml از زایلین پایدار شده یا پایدار نشده را با پی پت به درون یک فلاسک تمیز و خالی بریزید.

۵-۲-۳ یک کاغذ صافی یا مشابه آن را در دهانه یک قیف موجود در بالای یک فلاسک با حجم ۲۵۰ ml، قرار دهید.

۵-۲-۴ از ۲۰۰ ml زایلین را در قیف بریزید و بگذارید تا از صافی به درون فلاسک، قطره قطره وارد شود. صاف کردن را تا جایی که تمام ماده صاف شده جمع شود، ادامه دهید.

۵-۲-۵ ظرف آلومینیومی را به مدت زمان ۳۰ min در آون و در دمای ۲۰۰ °C خشک کنید. سپس آن را درون یک دسیکاتور بگذارید تا به اندازه دمای اتاق، سرد شود. ظرف تمیز و خشک را با دقت ۰/۱ mg، وزن کنید.

۵-۲-۶ با استفاده از پی پت، ۱۰۰ ml (معادل نصف) زایلین صاف شده را به ظرف آلومینیومی وزن شده، انتقال دهید.

۵-۲-۷ ظرف را روی یک صفحه حرارتی (هات پلیت) با دمای بین ۱۴۰°C تا ۱۵۰°C، قرار دهید. بگذارید زایلین بدون این که به بیرون بپاشد، به آرامی بجوشد. ظرف را تحت جریان آرامی از اتمسفر نیتروژن، قرار دهید. گرم کردن را تا زمانی که باقی مانده موجود در ظرف تقریباً خشک شود، ادامه دهید.

۵-۲-۸ ظرف را در یک آون خلأ در دمای $10^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ ، در فشار کم تر از $13/3\text{ kPa}$ قرار دهید تا زمانی که جرم باقی مانده به مقدار ثابت برسد و تغییری نکند.

۵-۲-۹ ظرف را در دسیکاتور بگذارید تا دمای آن به درجه حرارت اتاق برسد. سپس آن را با دقت $0/1\text{ mg}$ ، وزن کنید.

۵-۲-۱۰ میانگین نتایج به دست آمده از سه اندازه گیری را محاسبه کنید.

۵-۳ اندازه گیری درصد ماده محلول در زایلن پلی پروپیلن

یادآوری- این روش برای نوع خاصی از هم زن مغناطیسی با صفحه حرارتی (هات پلیت) و فلاسک ته صاف، می باشد.

۵-۳-۱ در صورت نیاز، آزمون را پیش از آزمون، خشک کنید. برای این منظور، از یک آون خلأ با دمای $5^{\circ}\text{C} \pm 70^{\circ}\text{C}$ در فشار کم تر از $13/3\text{ kPa}$ و مدت زمان حداقل 20 min ، استفاده کنید. سپس برای سرد کردن نمونه آن را در یک دسیکاتور بگذارید تا از جذب رطوبت، جلوگیری شود.

یادآوری- دانه های پلیمر قبل از آزمون خشک می شوند تا رطوبت که می تواند بر جرم اولیه آزمون تأثیر بگذارد، حذف شود.

در مورد گرانول های بزرگ که ممکن است در مدت زمان مناسب حل نشوند، می توان آن ها را به سایزهای کوچک تر تبدیل کرد تا سریع تر حل شوند. باید دقت شود تا زنجیره پلیمر به طور مکانیکی پاره نشود یا میزان ماده محلول در زایلن، افزایش نیابد. اکنون گرانول های کوچک شده را همان طور که در بالا شرح داده شد، خشک کنید.

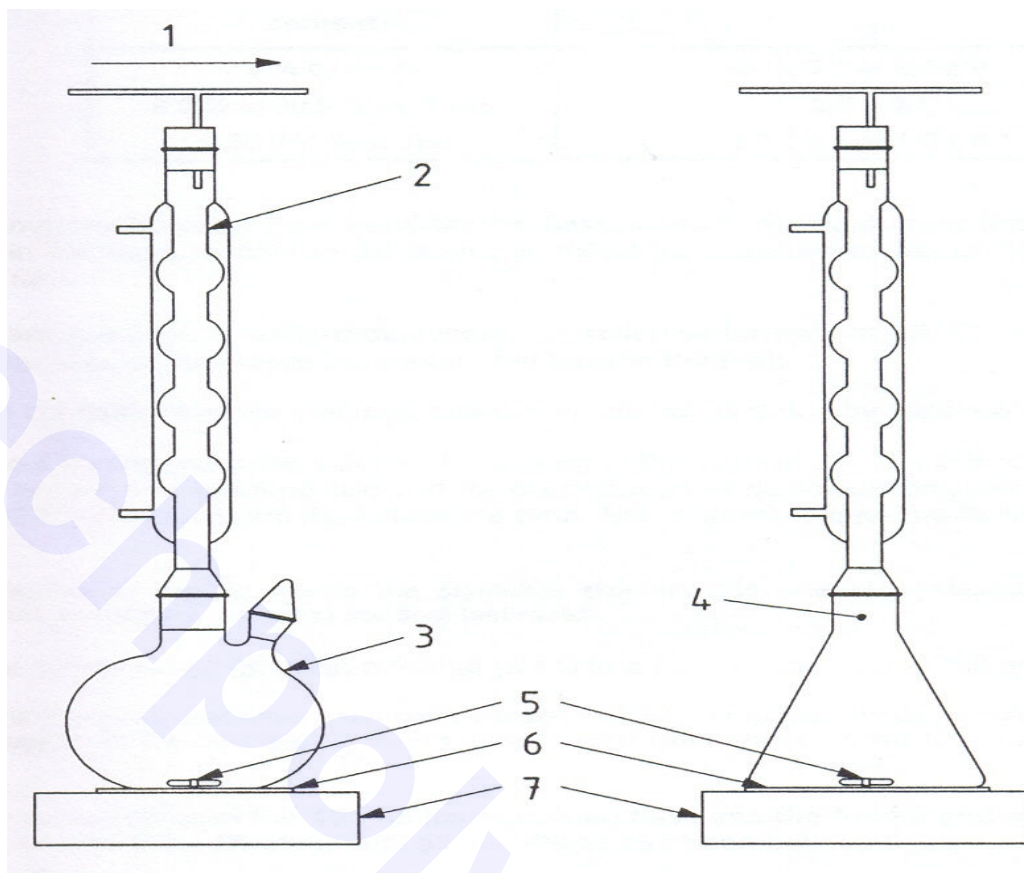
۵-۳-۲ مقداری از آزمون را مطابق جدول ۱ وزن کنید، مگر آن که ماده محلول مورد انتظار مشخص نباشد یا آزمون به منظور مقایسه بین آزمایشگاهی باشد. در چنین مواقعی از آزمون ای به جرم $0/1\text{ g} \pm 2/0\text{ g}$ ، استفاده کنید. آزمون را با دقت $0/1\text{ mg}$ ، وزن کرده و آن را در یک فلاسک ته صاف بریزید. یک مگنت رادرون فلاسک بگذارید.

۵-۳-۳ با پی پت 200 ml از زایلن پایدار شده یا پایدار نشده را در فلاسک بریزید.

یادآوری- می توان از مقدار بیشتری از زایلن، در مواقعی که آزمون ها به سختی حل یا صاف می شوند و/یا هنگامی که به منظور آزمون های بیشتر مقدار بیشتری از ماده صاف شده مورد نیاز است، استفاده کرد.

۵-۳-۴ فلاسک را به مبرد وصل کنید.

۵-۳-۵ یک صفحه جدا کننده را بر قسمت بالائی هم زن مغناطیسی با صفحه حرارتی (هات پلیت)، قرار دهید تا گرما به همه نقاط فلاسک، به طور یکسان برسد. مطابق شکل ۱، فلاسک و مبرد را روی صفحه جدا کننده، قرار دهید. لوله حاوی نیتروژن را از بالای مبرد داخل کنید. جریان آب سرد را درمبرد، باز کنید.



راهنما:

- | | |
|---|----------------|
| ۱ | جریان نیتروژن |
| ۲ | مبرد رفلاکسی |
| ۳ | فلاسک ته صاف |
| ۴ | فلاسک مخروطی |
| ۵ | مگنت |
| ۶ | صفحه جدا کننده |

۷ هم زن مغناطیسی با صفحه حرارتی (هات پلیت) با دمای قابل کنترل

شکل ۱- نمونه ای از ترکیب تجهیزات

۳-۵-۶ محتویات فلاسک را تحت جریان آهسته ای از اتمسفر نیتروژن، قرار دهید. این عمل برای به حداقل رساندن اتلاف زایلین است و جهت وزش آن از بالای مبرد می باشد و مستقیماً به درون مبرد جریان ندارد. سرعت جریان نیتروژن ترجیحاً باید حدود ۲ l/h باشد.

۳-۵-۷ مخلوط پلیمر/زایلین را در حالیکه بهم می زنید تا دمای رفلاکس، گرم کنید. هم زدن باید به حدی قوی باشد که یک گرداب عمیق به وجود آید. این عمل موجب کنترل جوشیدن می شود و نیز مانع از پاشیدن مخلوط در حال جوش درون مبرد می شود. هنگامی که به دمای رفلاکس رسیدید، هم زدن را به

مدت زمان ۳۰ min، ادامه دهید. مایع باید کاملاً شفاف باشد. اطمینان حاصل کنید که رفلاکس به آرامی انجام شود تا احتراق محلی یا چسبندگی پلیمر به دیواره های فلاسک، اتفاق نیفتد.

یادآوری- اگر از صفحه حرارتی (هات پلیت) استفاده می کنید، ترجیحاً بهتر است از دمای تقریباً 30°C بالاتر از نقطه جوش زایلن، استفاده شود.

جدول ۱ - میزان آزمون

میزان ماده محلول مورد انتظار	جرم آزمون g
کمتر از ۸٪ جرمی	2.0 ± 0.1 یا 4.0 ± 0.1
۸٪ تا ۳۰٪ جرمی	2.0 ± 0.1
بیشتر از ۳۰٪ جرمی	1.0 ± 0.1 یا 2.0 ± 0.1

۳-۵-۸ صفحه حرارتی (هات پلیت) را از زیر فلاسک بردارید. فلاسک را از مبرد جدا کنید و در آن را بپوشانید. اجازه دهید تا محلول درون فلاسک در مجاورت هوا سرد شود و دمای آن از دمای رفلاکس به زیر 100°C برسد (به طور معمول این عمل ۱۲ min تا ۱۴ min، طول می کشد).

۳-۵-۹ فلاسک را به یک حمام آب بادمای قابل کنترل $25^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ انتقال دهید و آن را تکان ندهید تا عمل رسوبگذاری پیش از گذاشتن فلاسک داخل حمام، انجام نشود. فلاسک را هنگامی که محلول پلیمر هنوز داغ است، تکان ندهید، زیرا این عمل ممکن است از لحاظ ایمنی خطرناک باشد.

۳-۵-۱۰ محلول را بدون هم زدن به مدت زمان ۳۰ min در حمام ودر دمای $25^{\circ}\text{C} \pm 0.5^{\circ}\text{C}$ سرد کنید. از یک زمان سنج ترجیحاً زنگ دار استفاده کنید تا بدینوسیله بتوان مطمئن شد که زمان داده شده برای رسوب بخش نامحلول پلیمر از محلول، بین ۳۰ min تا ۳۲ min، می باشد. فلاسک را از حمام خارج کنید. به هم بزینید یا به آرامی تکان دهید تا هر گونه ژل ناشی از رسوب گذاری پلیمر، از بین برود.

یادآوری- سرعت سرد کردن بر اندازه کریستال ها و سرعت کریستالیزاسیون، تأثیر می گذارد. بنابراین، کنترل زمان و دما در طی سرد کردن، نقش بسیار حیاتی در نتایج نهایی آزمون خواهد داشت.

۳-۵-۱۱ کاغذ صافی را در دهانه قیف موجود در بالای یک فلاسک با حجم ۲۵۰ ml، قرار دهید.

یادآوری- صاف کردن مواد ترکیب شده با پرکننده یا لاستیک به دلیل مسدود شدن کاغذ صافی، ممکن است بسیار مشکل باشد. در چنین مواردی، می توان از یک پارچه صافی برای جدا کردن تکه های بزرگ پرکننده یا رسوب، استفاده کرد.

۱۲-۳-۵ محتوای فلاسک ته صاف با حجم ۴۰۰ ml را درون قیف بریزید و بگذارید تا ماده صاف شده به درون فلاسک با حجم ۲۵۰ ml، وارد شود. صاف کردن را تا هنگامی که تمام محلول صاف شده جمع شود، ادامه دهید.

۱۱۳-۳-۵ اگر محلول صاف شده کاملاً شفاف نیست، صاف کردن را دوباره انجام دهید.

۱۴-۳-۵ یک ظرف آلومینیومی را به مدت زمان ۳۰ min در آون و در دمای $200^{\circ}C$ ، خشک کنید. آن را در یک دسیکاتور بگذارید تا به اندازه دمای اتاق سرد شود. ظرف خشک و تمیز را با دقت 0.1 mg ، وزن کنید. ۱۵-۳-۵ با استفاده از یک پی پت تمیز، 100.0 ml از محلول صاف شده را به درون ظرف وزن شده، انتقال دهید.

۱۶-۳-۵ ظرف را روی صفحه حرارتی (هات پلیت) با دمای $140^{\circ}C$ تا $150^{\circ}C$ ، قرار دهید. بگذارید تا زایلین به آرامی و به نحوی که به اطراف پاشیده نشود، بجوشد. ظرف را تحت جریان ملایمی از اتمسفر نیتروژن، قرار دهید. گرم کردن را ادامه دهید تا هنگامی که باقی مانده موجود در ظرف تقریباً خشک شود. باقی مانده را به طور کامل خشک نکنید، زیرا این عمل موجب تخریب آن می شود.

۱۷-۳-۵ ظرف را در یک آون خلأ در دمای $10^{\circ}C \pm 100^{\circ}C$ و در فشار کم تر از $13/3\text{ kPa}$ تا زمانی قرار دهید که باقی مانده خشک و جرم آن، بدون تغییر بماند.

۱۸-۳-۵ ظرف را در یک دسیکاتور تا دمای اتاق سرد و سپس با دقت 0.1 mg ، وزن کنید.

۱۹-۳-۵ جرم ماده محلول در زایلین را از طریق کم کردن جرم ظرف از مجموع جرم ظرف و باقی مانده، به دست آورید. این رابطه را به علت وجود ناخالصی در زایلین می توان اصلاح کرد (به بند ۶-۱، مراجعه کنید).

۶ محاسبات

۱-۶ با استفاده از معادله زیر درصد جرمی ماده محلول در زایلین S_s را به دست آورید:

$$S_s = \frac{\frac{V_{b0} \times (m_2 - m_1)}{V_{b1}} - \frac{V_{b0} \times B}{V_{b2}}}{m_0} \times 100$$

که در آن:

V_{b0} حجم اولیه حلال به ml، مطابق با بند ۳-۳-۵.

V_{b1} حجم برداشته شده برای اندازه گیری، مطابق با بند ۳-۳-۵ و به ml (۱۰۰ ml).

V_{b2} حجم برداشته شده برای اندازه گیری شاهد، مطابق با بند ۲-۲-۵ و به ml (۱۰۰ ml).

m_0 جرم آزمون به گرم، مطابق با بند ۲-۳-۵.

m_1 جرم ظرف به گرم، مطابق با بند ۵-۳-۱۴.

m_2 جرم ظرف و باقی مانده به گرم، مطابق با بند ۵-۳-۱۸.

B میانگین مقدار شاهد به گرم، محاسبه شده، مطابق با بند ۵-۲-۱۰.

۴-۶ موادی با حلالیت مشابه با بخش محلول در زایلین، مانند: افزودنی ها می توانند در اندازه گیری تأثیر بگذارند. تنها در صورتی که مقدار این مواد به اندازه ای باشد که موجب بروز خطای زیاد در نتایج شود، می توان اصلاحات را در نتایج انجام داد. این مواد باید ۱۰۰٪ قابل حل در زایلین باشند و درصد جرمی آن ها در پلیمر مشخص باشد تا بتوان به طریق زیر اصلاح را انجام داد:

$$S_c = S_s - S_m$$

که در آن:

S_s مقدار ماده محلول در زایلین می باشد که برای یک نمونه معین، اندازه گیری شده است.

S_m مقدار کل مواد افزودنی محلول در زایلین می باشد. (یعنی حاصل جمع درصد هر یک از مواد افزودنی موجود در ترکیب ماده که ۱۰۰٪ قابل حل می باشند)، به درصد جرمی.

S_c مقدار اصلاح شده ماده محلول در زایلین، به درصد جرمی می باشد.

۳-۶ نتایج را در قالب سه عدد گزارش کنید.

۷ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای آگاهی های زیر باشد:

۱-۷ روش آزمون طبق شماره این استاندارد ملی ایران.

۲-۷ تمام جزئیات لازم برای توصیف آزمون و هر گونه اطلاعات دیگر.

۳-۷ نوع و درجه زایلین استفاده شده.

۴-۷ جرم آزمون.

۵-۷ نتایج آزمون (مقدار واقعی و مقدار اصلاح شده میزان ماده محلول در زایلین، مقدار کل افزودنی های محلول در زایلین را، در صورت تصحیح شدن نتیجه برای افزودنی های محلول، گزارش کنید).

۶-۷ تاریخ انجام آزمون.

itechpolymer.com

ICS: 83.080

صفحة : ٨
