



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۴۶۶۹

چاپ اول

INSO

14669

1st. Edition

پلاستیک‌ها - اندازه‌گیری رفتار ذوب (دمای  
ذوب یا محدوده دمایی ذوب) پلیمرهای نیمه  
بلورین با استفاده از روش‌های لوله موئین  
ومیکروسکوپ قطبشی

**Plastics — Determination of melting  
behaviour (melting temperature or melting  
range) of semi-crystalline polymers by  
capillary tube and polarizing-microscope  
methods**

ICS:83.080.01

## 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)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> 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) 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

« پلاستیک‌ها-اندازه‌گیری رفتار ذوب(دمای ذوب یا محدوده دمایی ذوب) پلیمرهای نیمه بلورین با

استفاده از روش‌های لوله موئین و میکروسکوپ قطبشی »

### رئیس:

سنگ سفیدی، لاله

(فوق لیسانس شیمی آلی)

### دبیر:

خالقی مقدم، ماهرو

(فوق لیسانس شیمی آلی)

### اعضا

ابراهیم، الهام

( لیسانس شیمی کاربردی )

حبیب‌الهی، مجید

(فوق لیسانس پلیمر)

سعادت، پیام

(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

خانہ‌زر، حسن

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

طلوعی، شهره

(فوق لیسانس پلیمر )

مژده‌ی، صالح

(فوق لیسانس مهندسی صنایع)

میرزا ابوطالبی، هانیه

(لیسانس شیمی کاربردی)

یاقوت، ملیحه

(لیسانس شیمی)

یزدانفر، نجمه

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

### سمت و / یا نمایندگی

سازمان ملی استاندارد، پژوهشگاه استاندارد

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان البرز

سازمان ملی استاندارد، پژوهشگاه استاندارد

شرکت همگن پلاستیک

مرکز پژوهش متالورژی رازی

سازمان ملی استاندارد، پژوهشگاه استاندارد

سازمان ملی استاندارد

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان البرز

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان البرز

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان البرز

پژوهشکده توسعه صنایع شیمیایی ایران

## فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ت	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ث	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ج	پیش گفتار
خ	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۲	۳ تعاریف و اصطلاحات
۲	۴ روش الف-لوله مویین
۶	۵ روش ب- میکروسکوپ قطبشی
۱۰	پیوست(اطلاعاتی) کتابنامه

## پیش گفتار

استاندارد "پلاستیک‌ها-اندازه‌گیری رفتار ذوب(دمای ذوب یا محدوده دمایی ذوب) پلیمرهای نیمه بلورین با استفاده از روش‌های لوله موئین و میکروسکوپ قطبشی" که پیش‌نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط (سازمان ملی استاندارد ایران) تهیه و تدوین شده و در نهمین اجلاس کمیته ملی صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۱/۴/۱۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان ملی استاندارد ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

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 تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

**ISO3146:2000, Cor 1:2002,Plastics — Determination of melting behaviour (melting temperature or melting range) of semi-crystalline polymers by capillary tube and polarizing-microscope Methods**

رفتار ذوب پلیمرهای بلورین و نیمه بلورین خاصیتی حساس به ساختار است. در پلیمرها معمولاً، یک نقطه ذوب شاخص، مانند آنچه در مواد با جرم مولکولی پایین مشاهده می شود، اتفاق نمی افتد و به جای آن پدیده ذوب، با حرارت دادن، در یک محدوده دمایی مشاهده می شود. از شروع تغییر شکل ذرات جامد تا تبدیل به حالت مایع بسیار ویسکوز یا ویسکوالاستیک، (ناپدید شدن فاز بلورین) مشاهده می شود. محدوده ذوب به عوامل گوناگونی بستگی دارد، از قبیل جرم مولکولی، توزیع جرم مولکولی، درصد بلورینگی، همچنین به تاریخچه دمایی پیشین نمونه ها نیز وابسته می باشد. طبق قرارداد گاهی پایین ترین یا بالاترین حد محدوده دمایی ذوب و یا مقدار میانگین آنها معمولاً به عنوان، دمای ذوب گزارش می شود.

## پلاستیک‌ها-اندازه‌گیری رفتار ذوب(دمای ذوب یا محدوده دمایی ذوب) پلیمرهای نیمه بلورین با استفاده از روش‌های لوله مویین و میکروسکوپ قطبشی

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین دو روش برای ارزیابی رفتار ذوب پلیمرهای نیمه‌بلورین است. معمولاً دماهای ذوب با روش‌های مختلف که به دلایل ذکر شده در مقدمه در چند درجه کلوین با هم تفاوت دارند، اندازه‌گیری می‌شود.

#### روش الف- لوله مویین

اساس این روش تغییر در شکل پلیمر است که برای همه پلیمرهای نیمه‌بلورین و ترکیباتشان کاربرد دارد.

یادآوری ۱- روش الف برای ارزیابی نرمی جامدهای غیربلورین نیز کاربرد دارد.

#### روش ب- میکروسکوپ قطبشی<sup>۱</sup>

اساس این روش تغییر در خواص نوری پلیمر است که برای پلیمرهای حاوی فاز بلورینی با شکست مضاعف کاربرد دارد. این روش برای آمیزه‌های پلاستیکی دارای رنگدانه و/یا سایر افزودنی‌ها که با ناحیه شکست مضاعف بخش بلورین پلیمر تداخل دارند، ممکن است مناسب نباشد.

یادآوری ۲- روش دیگر که برای پلیمرهای نیمه‌بلورین قابل استفاده است در استاندارد ISO11357-3 شرح داده شده است.

### ۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی 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 مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۱۷ - پلاستیک‌ها - شرایط محیطی استاندارد برای رسیدن به شرایط تثبیت و آزمون

## ۳ تعاریف و اصطلاحات

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۳

### پلیمر نیمه‌بلورین

پلیمری است حاوی دو فاز بلورین و آمورف (بی‌شکل) که ممکن است نسبت‌های متفاوتی داشته باشند.

۲-۳

### محدوده دمایی ذوب

محدوده دمایی است که در آن پلیمرهای بلورین یا نیمه‌بلورین مشخصه‌های بلورین یا شکل ذره‌ای خود را با حرارت از دست می‌دهند.

یادآوری - دماهای ذوبی که با روش الف و ب تعیین می‌شوند در بندهای ۱-۴ و ۱-۵ تعریف شده‌اند.

## ۴ روش الف - لوله مویین

### ۱-۴ اصول آزمون

نمونه آزمون با سرعت کنترل شده‌ای حرارت داده می‌شود و دمای نمونه در اولین مرحله مشاهده تغییر شکل و سپس در مرحله ناپدید شدن آخرین باقیمانده فاز بلورین اندازه‌گیری می‌شود. دمای اول به عنوان نقطه ذوب نمونه در نظر گرفته می‌شود، در حالی که فاصله بین دو دما محدوده ذوب را توصیف می‌کند.

یادآوری - این روش در صورت نیاز برای مواد غیربلورین مورد درخواست در صورت داشتن ویژگی‌های مرتبط و یا توافق بین طرفین، قابل استفاده می‌باشد.

۲-۴

### تجهیزات (شکل ۱ را ببینید)

۱-۲-۴ دستگاه ذوب، شامل قسمت‌های زیر:

الف- بدنه (محفظه)<sup>۱</sup> فلزی استوانه‌ای، بخش بالایی دستگاه که توخالی و به شکل یک محفظه است.

ب- درپوش فلزی<sup>۲</sup> با دو یا چند سوراخ، که محل قرارگیری دماسنج و یک یا چند لوله مویین در بدنه (محفظه) فلزی می‌باشد.

۱-block

2-metal plug

3-eyepiece



ج- سیستم گرمایش برای محفظه فلزی، مانند یک مقاومت الکتریکی که در داخل محفظه جاسازی شده است.  
 د- رتوستا برای تنظیم توان الکتریکی ورودی، چنانچه از گرمایش الکتریکی استفاده می‌شود.  
 ه- چهار پنجره از شیشه مقاوم در برابر گرما در دیواره‌های جانبی قطعه که به صورت قطری در زوایای قائم نسبت به هم قرار گرفته‌اند. در مقابل یکی از این پنجره‌ها یک چشمی<sup>۳</sup> برای مشاهده لوله موئین نصب شده است. از سه پنجره دیگر برای روشن کردن داخل محفظه به وسیله لامپ‌ها استفاده می‌شود.

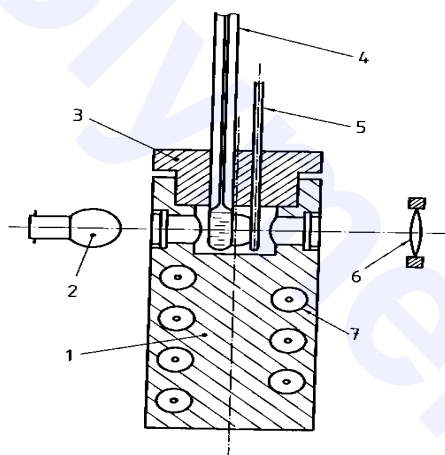
یادآوری- ممکن است دستگاه‌های ذوب مناسب دیگری نیز به کار روند که همان نتایج را در بردارند.

۴-۲-۲ لوله موئین از جنس شیشه مقاوم در برابر حرارت که در یک انتها بسته شده است.

یادآوری- حداکثر قطر خارجی، باید ترجیحاً  $1/5\text{mm}$  باشد.

۴-۲-۳ دماسنج کالیبره شده، که با قسمت‌های  $0/1^\circ\text{C}$  مدرج شده است. حباب دماسنج باید به نحوی قرار گرفته باشد که در پخش حرارت در دستگاه مانعی نباشد.

یادآوری- ممکن است ابزارهای مناسب دیگری برای اندازه‌گیری دما به کار روند.



شکل ۱- دستگاه روش لوله موئین

راه‌نما	
۱	بدنه (محفظة) فلزی با سیستم گرمایشی
۲	لامپ
۳	درپوش فلزی
۴	دماسنج
۵	لوله موئین
۶	چشمی
۷	مقاومت الکتریکی

۳-۴

نمونه‌های آزمون

۱-۳-۴ کلیات

نمونه‌های آزمون استفاده شده باید نماینده ماده آزمون شده باشند.

۲-۳-۴ مشخصات

ترجیحاً پودر ذرات به اندازه  $100\ \mu\text{m}$  و یا قطعات بریده شده از فیلم با ضخامت  $10\ \mu\text{m}$  تا  $20\ \mu\text{m}$  استفاده می‌شود. آزمون‌های مقایسه‌ای باید روی نمونه‌های آزمون با اندازه ذرات یکسان یا مشابه، یا با ضخامت مشابه در مورد لایه‌ها و فیلم‌ها انجام شود.

۳-۳-۴ تثبیت شرایط

اگر در جایی ذکر نشده یا توافقی نشده باشد، نمونه آزمون باید به مدت ۳ ساعت قبل از اندازه‌گیری و مطابق با استاندارد ملی شماره ۲۱۱۷، در دمای  $23\ \text{C} \pm 2\ \text{C}$  و رطوبت نسبی  $(50 \pm 5)\%$  تثبیت شود.

۴-۴ روش انجام آزمون

۱-۴-۴ کالیبراسیون

دماسنج رابه صورت دوره‌ای با واکنشگرها و/یا مواد شیمیایی گواهی شده، در محدوده دمایی آزمون کالیبره کنید. مواد شیمیایی پیشنهاد شده به منظور کالیبراسیون در جدول ۱ فهرست شده‌اند.

جدول ۱- استانداردهای کالیبراسیون

دمای ذوب <sup>a</sup> (°C)	مواد شیمیایی
۴۲/۵	I-متانول
۶۹/۰	آزوبنزن
۷۵/۵	۸-هیدروکسی کوئینون
۸۰/۲	نفتالن
۹۶/۰	بنزیل
۱۱۳/۵	استانیلید
۱۲۱/۷	بنزوئیک اسید
۱۳۶/۰	فناستین (p-استوفنتیدید)
۱۵۱/۵	آدیپیک اسید
۱۵۶/۴	ایندیوم
۱۶۵/۷	سولفانیلامید
۱۷۰/۳	هیدرو کوئینون

۱۸۹/۵	سوکسینیک اسید
۲۰۸/۰	۲- کلرو آنترا کوئینون
۲۱۷/۰	آنتراسن
۲۲۹/۴	ساخارین
۲۳۱/۹	قلع
۲۴۷/۰	کلرید قلع (I)
۲۶۱/۵	فنل فتالین

<sup>a</sup> دماهای اشاره شده برای مواد شیمیایی خالص اظهار شده می‌باشند. مقدار واقعی نقطه ذوب مواد استاندارد کاربردی باید توسط تأمین‌کنندگان گواهی شده باشد.

#### ۴-۴-۲ اندازه‌گیری

۴-۴-۲-۱ دماسنج (زیربند ۴-۲-۳) و لوله موئین (زیربند ۴-۲-۲) حاوی نمونه آزمون را وارد محفظه فلزی (زیربند ۴-۲-۱- الف) کرده و حرارت‌دهی را شروع کنید. کنترل‌کننده (زیربند ۴-۲-۱- د) را برای حرارت دادن تدریجی نمونه، با سرعتی کمتر از  $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ، تا دمایی حدوداً  $20^{\circ}\text{C}$  پایین‌تر از دمای ذوب مورد انتظار تنظیم کنید. وقتی دمای نمونه به این حد رسید، سرعت افزایش دما را روی  $\pm 0.5^{\circ}\text{C}/\text{min}$  قرار دهید و دمایی را که در آن نمونه شروع به تغییر شکل می‌کند را ثبت کنید. حرارت‌دهی را با همان سرعت ادامه دهید و دمایی را که در آن باقیمانده فاز بلورین ناپدید می‌شود را نیز ثبت کنید.

۴-۴-۲-۲ این عملیات را با نمونه آزمون دیگری (زیربند ۴-۲-۱) تکرار کنید. اگر دو نتیجه به دست آمده توسط کاربرهای یکسان روی نمونه‌های مشابه بیشتر از  $3^{\circ}\text{C}$  تفاوت داشت روش را با دو نمونه آزمون جدید تکرار کنید.

#### ۴-۵ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

- الف- بیان شماره این استاندارد ملی؛
- ب- روش استفاده شده (به طور مثال روش الف)؛
- پ- تمام جزئیات لازم برای شناسایی کامل ماده آزمون شده؛
- ت- شکل و اندازه (یا جرم) نمونه آزمون؛
- ث- تاریخچه دمایی پیشین نمونه‌های آزمون؛
- ج- روش تثبیت شرایط استفاده شده؛

چ- سرعت حرارت دهی دقیق به کار رفته؛

ح- دماها بر حسب درجه سلسیوس، در دو اندازه‌گیری متوالی و متوسط حسابی آن برای دمایی که در آن نمونه شروع به تغییر شکل می‌کند و دمایی که آخرین ذره فاز بلورین ناپدید می‌شود؛

ط- هرگونه جزئیات عملی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا اختیاری در نظر گرفته شده است و یا هرگونه رویدادی که روی نتایج آزمون تأثیر داشته باشد.

## ۵ روش ب - میکروسکوپ قطبشی

### ۱-۵ اصول آزمون

نمونه آزمون بین صفحه قطبنده و کلاهک تجزیه‌گر میکروسکوپ قرار گرفته و با سرعت کنترل شده‌ای، حرارت داده می‌شود. دمایی که در آن فاز بلورین پلیمر ناهمسانگردی نوری خود را از دست می‌دهد، به عنوان دمای ذوب گزارش می‌شود (این تغییر با مشاهده ناپدید شدن ناحیه شکست مضاعف همراه است).

### ۲-۵ تجهیزات

۱-۲-۵ میکروسکوپ، با صفحه قطبشی و کلاهک تجزیه‌گر<sup>۱</sup> و/یا یک میکروسکوپ قطبشی با تجزیه‌گر تعبیه شده با بزرگنمایی از ۵۰× تا ۱۰۰×.

۲-۲-۵ صفحه داغ مشاهده میکروسکوپی ذوب<sup>۲</sup>، شامل یک قطعه فلزی عایق شده است که می‌تواند کمی بالاتر از پایه میکروسکوپ نصب شود؛

این قطعه باید :

الف) دارای یک سوراخ برای عبور نور باشد؛

ب) به صورت الکتریکی گرم شود، با کنترل‌های کافی برای تنظیم سرعت‌های گرمایش و سرمایش؛

پ) به نحوی ساخته شود که دارای محفظه‌ای با افشانه گرما و پوشش شیشه‌ای برای انجام اندازه‌گیری‌ها در جو بی‌اثر باشد و

ت) دارای سوراخی برای وارد کردن ابزار اندازه‌گیری دمادر نزدیکی سوراخ نورباشد.

۳-۲-۵ دماسنج، یا ابزارهای معادل اندازه‌گیری دما، کالیبره شده در محدوده‌های دمای آزمون.

### ۳-۵ نمونه‌های آزمون

#### ۱-۳-۵ مواد پودری

۳ mg تا ۲ mg از نمونه پودری (اندازه ذرات کوچکتر از  $100\mu\text{m}$ ) را روی یک صفحه شیشه‌ای تمیز قرار داده و روی آن را با یک پوشش شیشه‌ای بیوشانید.

**یادآوری** - نتایج حاصل از ذوب بسته به سرعت حرارت دهی موثر، دما و زمانی که نمونه آزمون در حالت مذاب قرار داده شده، سرعت خنک‌کنندگی موثر ممکن است متفاوت باشد.

مجموعه نمونه آزمون (آزمونه، فیلم و پوشش) را روی یک صفحه داغ تا کمی بالاتر از دمای ذوب پلیمر حرارت دهید. با اعمال فشار کمی روی پوشش شیشه‌ای، فیلم نازکی با ضخامت  $0.1\text{mm}$  تا  $0.4\text{mm}$  ایجاد شده و با خاموش کردن صفحه داغ اجازه دهید تا به آرامی سرد شود.

#### ۲-۳-۵ مواد حبه‌ای یا قالب‌گیری شده

با استفاده از یک دستگاه ریز بر<sup>۱</sup> فیلمی به ضخامت  $0.2\text{mm}$  از نمونه را برش دهید، آن را روی یک صفحه تمیز قرار داده و با یک پوشش شیشه‌ای بیوشانید. آن را مطابق زیربند ۱-۳-۵ حرارت داده و ذوب کنید.

#### ۳-۳-۵ مواد به شکل فیلم یا ورق

۲ mg تا ۳ mg از نمونه فیلم یا ورق را برش دهید، آن را روی یک صفحه تمیز قرار داده و با یک پوشش شیشه‌ای بیوشانید و روش را مطابق زیربند ۱-۳-۵ دنبال کنید.

ذوب مقدماتی بین صفحه و پوشش این مزیت را دارد که هرگونه شکست مضاعف به علت جهت‌گیری و تنش داخلی را از بین می‌برد و همچنین خطر اکسیداسیون طی آزمون را کاهش می‌دهد. نیاز به بخار گاز بی‌اثر، که در زیربند ۲-۲-۵ الف شرح داده شد، به موارد خیلی خاص محدود می‌شود. تکرارپذیری اندازه‌گیری‌ها نیز افزایش می‌یابد. با این حال، در صورت توافق طرفین، اندازه‌گیری به‌طور مستقیم روی پودریا تکه‌ای از فیلم یا ورق بدون ذوب اولیه انجام می‌شود، این انحراف باید در گزارش آزمون ثبت شود.

#### ۴-۳-۵ تثبیت شرایط

زیربند ۳-۳-۴ را ببینید.

**یادآوری** - اثرات تثبیت ممکن است با ذوب اولیه نمونه آزمون روی صفحه داغ تغییر کرده یا از بین رود.

<sup>1</sup> - microtome

## ۴-۵ روش اجرای آزمون

### ۱-۴-۵ کالیبراسیون

زیربند ۴-۴-۱ را ببینید.

### ۲-۴-۵ اندازه‌گیری

مجموعه نمونه آزمون (زیربندهای ۱-۳-۵، ۲-۳-۵ و ۳-۳-۵ را ببینید) را روی صفحه داغ مشاهده میکروسکوپی ذوب (۲-۲-۵) قرار دهید، منبع نور را روی حداکثر شدت نور تنظیم کرده، میکروسکوپ را تنظیم کنید (۱-۲-۵)

تجزیه‌گر را بچرخانید تا زمینه‌تاریک حاصل شود. مواد بلورین روی زمینه‌تاریک درخشان به نظر می‌رسند. کنترل‌کننده دما را به نحوی تنظیم کنید که صفحه به تدریج (با سرعتی کمتر یا مساوی  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ) تا دمایی کمتر از دمای ذوب  $T_m$ ، که به طور تقریبی به وسیله آزمون مقدماتی اندازه‌گیری شده است، طبق یکی از مقادیر زیر گرم شود.

$$T_m < 150^{\circ}\text{C} \quad \text{برای } 10^{\circ}\text{C}$$

$$150^{\circ}\text{C} < T_m < 200^{\circ}\text{C} \quad \text{برای } 15^{\circ}\text{C}$$

$$T_m > 200^{\circ}\text{C} \quad \text{برای } 20^{\circ}\text{C}$$

کنترل‌کننده دما را طوری تنظیم کنید که سرعت افزایش دما  $1\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  تا  $2\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{min}$  باشد. دمایی را که در آن شکست مضاعف باخروج کامل زمینه‌تاریک، ناپدید می‌شود را یادداشت کرده و به عنوان دمای ذوب نمونه آزمون گزارش کنید.

صفحه داغ مشاهده میکروسکوپی ذوب را خاموش کرده، پوشش شیشه‌ای، گرم‌کن و صفحه‌حای آزمون را بردارید.

روش را بانمونه آزمون دیگری تکرار کنید، اگر دو نتیجه حاصل شده توسط یک کاربر روی نمونه‌های مشابه بیشتر از یک درجه سانتی‌گراد اختلاف داشت، روش را با دو نمونه جدید تکرار کنید.

## ۵-۵ دقت

بر اساس نتایج به دست آمده براساس درخواست مقایسه بین آزمایشگاهی واصله<sup>۱</sup>، تکرارپذیری  $2^{\circ}\text{C}$  است. اطلاعات جهت اندازه‌گیری تجدیدپذیری در دسترس نیست.

## ۶-۵ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:

- الف- بیان شماره این استاندارد ملی؛
- ب- روش استفاده شده (به طور مثال روش الف)؛
- پ- تمام جزئیات لازم برای شناسایی کامل مادهٔ آزمون شده؛
- ت- شکل و اندازه (یا جرم) نمونه آزمون؛
- ث- تاریخچهٔ دمایی پیشین نمونه‌های آزمون؛
- ج- روش تثبیت شرایط استفاده شده؛
- چ- تشریح حرارت دادن مقدماتی روی صفحه، در صورت کاربرد؛
- ح- اگر از یک گاز بی‌اثر استفاده می‌شود، نوع گاز کاربردی؛
- خ- سرعت دقیق حرارت‌دهی استفاده شده؛
- د- دماها، بر حسب درجهٔ سلسیوس در دو اندازه‌گیری متوالی و متوسط حسابی آن و
- ذ- هرگونه جزئیات عملی که در این استاندارد ملی بیان نشده یا اختیاری در نظر گرفته شده است و یا هرگونه رویدادی که روی نتایج آزمون تأثیر داشته باشد.

پیوست  
(اطلاعاتی)  
کتابنامه

[1] ISO ۱۱۳۵۷-۳, Plastics -- Differential scanning calorimetry (DSC) –  
Part 3: Determination of temperature and enthalpy of melting and  
crystallization.