



جمهوری اسلامی ایران  
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۶۵۲

چاپ اول

۱۳۹۱

INSO

17652

1st.Edition

2012

پلاستیک‌ها-گرم‌انرم‌های پلی پروپیلن و  
کوپلیمر پروپیلن-اندازه‌گیری شاخص  
ایزوتاکتیک

Plastics-Polypropylene(pp) and propylene-  
copolymer thermoplastics-Determination  
of isotactic index

ICS:83.080.20

## 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 پیشنهادات 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 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

« پلاستیک‌ها – گرمانرم‌های پلی‌پروپیلن و کوپلیمر پروپیلن – اندازه‌گیری شاخص ایزوتاکتیک »

### رئیس:

قائمی، آرزو  
(دکتری شیمی تجزیه)

### سمت و/یا نمایندگی

هیأت علمی دانشگاه علوم و تحقیقات  
خوزستان

### دبیر:

دهدشتی زاده، الهام  
(لیسانس شیمی)

کارشناس پتروشیمی بندر امام

### اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آقای، زهرا  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس تضمین کیفیت شهرک صنعتی

بهروزی، سحر  
(لیسانس شیمی)

مدیر کنترل کیفی شرکت صنایع پلاستیک

حاتمی، امیر  
(فوق لیسانس شیمی)

مدیر عامل شرکت پرشیا پژوهش شریف

حقیقی زاده، مریم  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس دانشگاه شهید چمران اهواز

دایی، مینا  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت پرشیا پژوهش شریف

عباسی نورآبادی، مهسا  
(فوق لیسانس مهندسی عمران)

مدیر کنترل کیفی شرکت پیشگام پلاست

فتاحی نیا، مهناز  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

فلاحیان، هاله  
(لیسانس مهندسی شیمی)

کارشناس

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

قمی، متینه  
(فوق لیسانس شیمی)

کارشناس شرکت زرگستر روبینا

منجم زاده، مرجان  
(فوق لیسانس شیمی)

itechpolymer.com

## پیش گفتار

استاندارد " پلاستیک‌ها - گرمانرم‌های پلی‌پروپیلن و کوپلیمر پروپیلن - اندازه‌گیری شاخص ایزوتاکتیک " که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و درنهد و نود و هفتمین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۱/۱۰/۶ 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 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 مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 9113:1986, Plastics-Polypropylene and propylene-Copolymer thermoplastics-Determination of isotactic index

# پلاستیک‌ها - گرمانرم‌های پلی‌پروپیلن و کوپلیمر پروپیلن - اندازه‌گیری شاخص ایزوتاکتیک

هشدار - در این استاندارد به تمام موارد ایمنی مرتبط با کاربرد آن اشاره نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری ایمنی، سلامتی و تعیین حدود قوانین کاربری قبل از استفاده به عهده کاربر می‌باشد.

## ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای اندازه‌گیری درصد ماده‌ای است که می‌تواند به وسیله n-هیپتان جوشان تحت شرایط استاندارد آزمون از پلاستیک‌های پروپیلنی بلوری استخراج شود.

این استاندارد، برای شناسایی و کدگذاری پلاستیک‌های پروپیلنی نوع‌های H، B و R با ارجاع به استاندارد ISO 1873-1 کاربرد دارد.

این استاندارد، برای آزمون پلاستیک‌های پروپیلنی نوع Q مطابق با استاندارد ISO 1873-1 کاربرد ندارد زیرا این روش تنها برای پلیمرهای مبنا در نظر گرفته شده و کاربرد دارد و برای مخلوط‌هایی نظیر آنچه که توسط نوع Q در بر گرفته می‌شوند، کاربرد ندارد.

در این روش پلاستیک‌های پروپیلنی جامد به شکل ذرات با نرمی مشخص، استفاده می‌شود.

## 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 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 تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مرجع زیر برای این استاندارد الزامی است :

ISO 1873/1, Plastics-Polypropylene(PP) and propylene-copolymer thermoplastics - Part 1: Designation.

### ۳ وسایل

۱-۳ استخراج‌کننده<sup>۱</sup>، از نوعی که در شکل ۱ نشان داده شده، یا هر نوع دیگری که نتایج یکسانی ارائه دهد. این استخراج‌کننده باید برای استفاده در نقطه جوش n-هیپتان مناسب باشد.

۲-۳ فایبر گلاس یا کارتریج‌های کاغذی (لوله‌های کوتاه)<sup>۲</sup>، با قطر  $3 \text{ mm} \pm 0.3 \text{ mm}$  و طول  $100 \text{ mm} \pm 10 \text{ mm}$

۳-۳ گرم‌خانه خشک‌کن، با قابلیت تأمین دماهای به ترتیب  $2^\circ\text{C} \pm 70^\circ\text{C}$  و  $2^\circ\text{C} \pm 140^\circ\text{C}$  که هر دو آن‌ها با مسیرهای خلاء کمتر از ۲۵ kPa تأمین شده است.

۴-۳ ترازو، با دقت  $0.0001 \text{ g}$

۵-۳ آسیاب<sup>۳</sup>، یا دستگاهی معادل آن

۶-۳ الک، با اندازه مش حداکثر ۱ mm. اندازه مش  $0.1 \text{ mm} \pm 0.5 \text{ mm}$  توصیه می‌شود.

### ۴ روش انجام آزمون

۱-۴ تهیه نمونه

۱-۱-۴ ماده جامد پلاستیک پروپیلنی را به ذرات ریزی که از الک (بند ۳-۶) عبور کند، خرد کنید. برای پودر، فلس‌ها، الیاف یا فیلم‌ها، در صورتی که حداقل اندازه یک بعد کمتر از  $0.6 \text{ mm}$  باشد آسیاب کردن و غربال‌گری لازم نیست. فیلم‌ها باید به تکه‌های کوچک بریده شده یا به وسیله ذوب به صورت نوارها یا پلاک‌های کوچک به شکلی قابل خرد شدن تبدیل شوند.

۲-۱-۴ نمونه را به صورت زیر آسیاب کنید.

حداقل  $10 \text{ g}$  از نمونه را با کربن دی اکسید جامد یا نیتروژن مایع اضافی مخلوط کنید، آن را در آسیاب (بند ۳-۵) قرار داده و تا تبدیل شدن به ذرات کوچک خرد کنید. پس از غربال‌گری، موادی را که از الک (بند ۳-۶) عبور کرده‌اند، جمع‌آوری کرده و تا زمان آزمون، اجازه دهید در دمای اتاق باقی بمانند.

۲-۴ اندازه‌گیری

۱-۲-۴ لیف شیشه‌ای یا کارتریج کاغذی (بند ۳-۲) را که در دمای  $140^\circ\text{C}$  تا رسیدن به جرم ثابت خشک شده و در دسیکاتور تا دمای اتاق خنک شده با تقریب  $0.0001 \text{ g}$  وزن کنید (جرم  $m_1$ ) (پادآوری ۱ را در بند ۴-۲-۴ ببینید).

1-Extractor  
2- Glass fibre or paper cartridges(thimbles)  
3- Grinding mill

سپس آن را با حدود ۵ g از نمونه پر کرده و در گرم‌خانه (بند ۳-۳) کنترل شده در دمای  $140 \pm 2 \text{ } ^\circ\text{C}$  تحت خلاء نیتروژن ۲۵ kPa یا کمتر قرار دهید. این به آن معنی است که فشار باقی‌مانده نیتروژن موجود در دستگاه باید ۲۵ kPa یا کمتر باشد (یادآوری ۲ را در بند ۴-۲-۴ ببینید).

معمولاً ۲ ساعت زمان برای خشک شدن کامل و بازپخت نمونه کافی است ولی کالیبراسیون کارایی گرم‌خانه به‌منظور تعیین حداقل زمان مورد نیاز برای دست یافتن به جرم ثابت نمونه‌ها توصیه می‌شود.

۲-۲-۴ کارت‌ریج حاوی آزمون را در یک دسیکاتور تا دمای اتاق خنک کنید و دوباره آن را با تقریب ۰٫۱۰۰۰۱ g وزن کنید (جرم  $m_2$ ). از روی اختلاف ( $m_2 - m_1$ ) جرم آزمون پلاستیک پروپیلن را ثبت کنید. سپس کارت‌ریج را در تله استخراج کننده<sup>۱</sup> (شکل ۱ را ببینید) قرار داده و عمل استخراج را با n-هپتان جوشان (با خلوص تجزیه‌ای، عاری از اجزای آروماتیک) به مدت ۲۴ ساعت انجام دهید. (یادآوری ۱ و ۳ را در بند ۴-۲-۴ ببینید).

۳-۲-۴ میزان جوشش حلال را به گونه‌ای تنظیم کنید تا در هر ساعت با ۳۰۰ ml n-هپتان در بالن، ۱۵ تا ۲۵ مرتبه ماده استخراجی بدهد.

۴-۲-۴ بعد از ۲۴ ساعت عمل استخراج، کارت‌ریج حاوی پلیمر باقی‌مانده را تا دمای اتاق خنک کنید، با دقت آن را با استون (با خلوص تجزیه‌ای) شسته و درون گرم‌خانه (بند ۳-۳) کنترل شده در دمای  $70 \pm 2 \text{ } ^\circ\text{C}$  تحت خلاء نیتروژن ۲۵ kPa یا کمتر، تا رسیدن به جرم ثابت خشک کنید.

معمولاً ۴ ساعت تا ۶ ساعت برای رسیدن به جرم ثابت کافی است ولی توصیه می‌شود که کارایی خشک‌کنندگی گرم‌خانه با استفاده از یک آزمون اولیه بررسی شود. کارت‌ریج خشک حاوی باقی‌مانده پلیمر را بعد از خنک شدن در یک دسیکاتور تا دمای اتاق با تقریب ۰٫۱۰۰۰۱ g وزن کنید (جرم  $m_3$ ) (یادآوری ۱ را ببینید).

یادآوری ۱- در صورت استفاده از کارت‌ریج‌های کاغذی، باید قبل از توزین، آن‌ها را به منظور جلوگیری از تأثیر رطوبت هوای جذب شده به‌وسیله جداره‌های کاغذ در یک بطری توزین شیشه‌ای قرار دهید.



یادآوری ۲- به منظور بهبود تجدیدپذیری آزمون‌های استخراج، توصیه می‌شود که ذرات پلاستیک پروپیلنی آسیاب شده به مدت ۲ ساعت در دمای  $140^{\circ}\text{C}$  تحت اتمسفر نیتروژن برای تعدیل درجه تبلور درون گرم‌خانه بازپخت<sup>۱</sup> شوند.

یادآوری ۳- اگر پودر یا ذرات خرد شده پلاستیک پروپیلنی نوع H از الک‌های با مش  $0.5\text{ mm}$  عبور می‌کنند، ۶ ساعت زمان برای استخراج (برای اهداف کاربردی) مجاز است، به شرط آن‌که نتایج مربوطه سازگار با استخراج ۲۴ ساعته باشند. زمان استخراج استاندارد ۲۴ ساعته برای موارد زیر الزامی است:

الف- برای پلاستیک‌های پروپیلنی نوع B؛

ب- در صورتی که در خصوص نتایج، اختلاف نظر وجود داشته باشد.

## ۵ محاسبه و بیان نتایج

۱-۵ ماده قابل استخراج با  $n$ -هیپتان،  $S_i$ ، برحسب درصد جرمی با استفاده از رابطه ۱ محاسبه می‌شود:

$$S_i = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100 \quad (1)$$

که در آن:

$m_1$  جرم کارتریج برحسب گرم؛

$m_2$  جرم کارتریج به اضافه آزمون قبل از استخراج برحسب گرم؛

$m_3$  جرم کارتریج به اضافه آزمون بعد از استخراج برحسب گرم.

۲-۵ در صورتی که رابطه زیر برقرار باشد، مقدار ماده قابل استخراج ( $S$ ) را به‌عنوان میانگین حسابی (تا دو رقم با معنی بیان شود) مقادیر مشاهده شده در یک آزمون دوتایی، به شرط آن‌که در حدود  $\pm 7.5\%$  میانگین باشد، ثبت کنید:

$$\frac{S_1 - S_2}{S} \leq 0.15 \quad (2)$$

که در آن:

$S_1$  و  $S_2$  مقادیر اختصاصی مشاهده شده  $S_i$ ؛

$S$  میانگین حسابی این دو مقدار است.

چنان‌چه این شرایط تأمین نشود، آزمون را تکرار کنید.

## ۶ محاسبه شاخص ایزوتاکتیک (II)

شاخص ایزوتاکتیک مطابق تعریف آن در استاندارد ISO 1873-1، عبارت است از:

$$S - 100 = \text{شاخص ایزوتاکتیک (II)}$$

مقدار  $S - 100$  را به نزدیک‌ترین عدد صحیح گرد کنید و آن را به‌عنوان شاخص ایزوتاکتیک گزارش کنید. اگر اولین رقم اعشاری ۵ باشد آن را به عدد صحیح کم‌تر مجاور گرد کنید.

## ۷ گزارش آزمون

گزارش باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۷ روش آزمون استفاده شده مطابق این استاندارد ملی؛

۲-۷ مشخصات کامل فرآورده آزمون شده؛

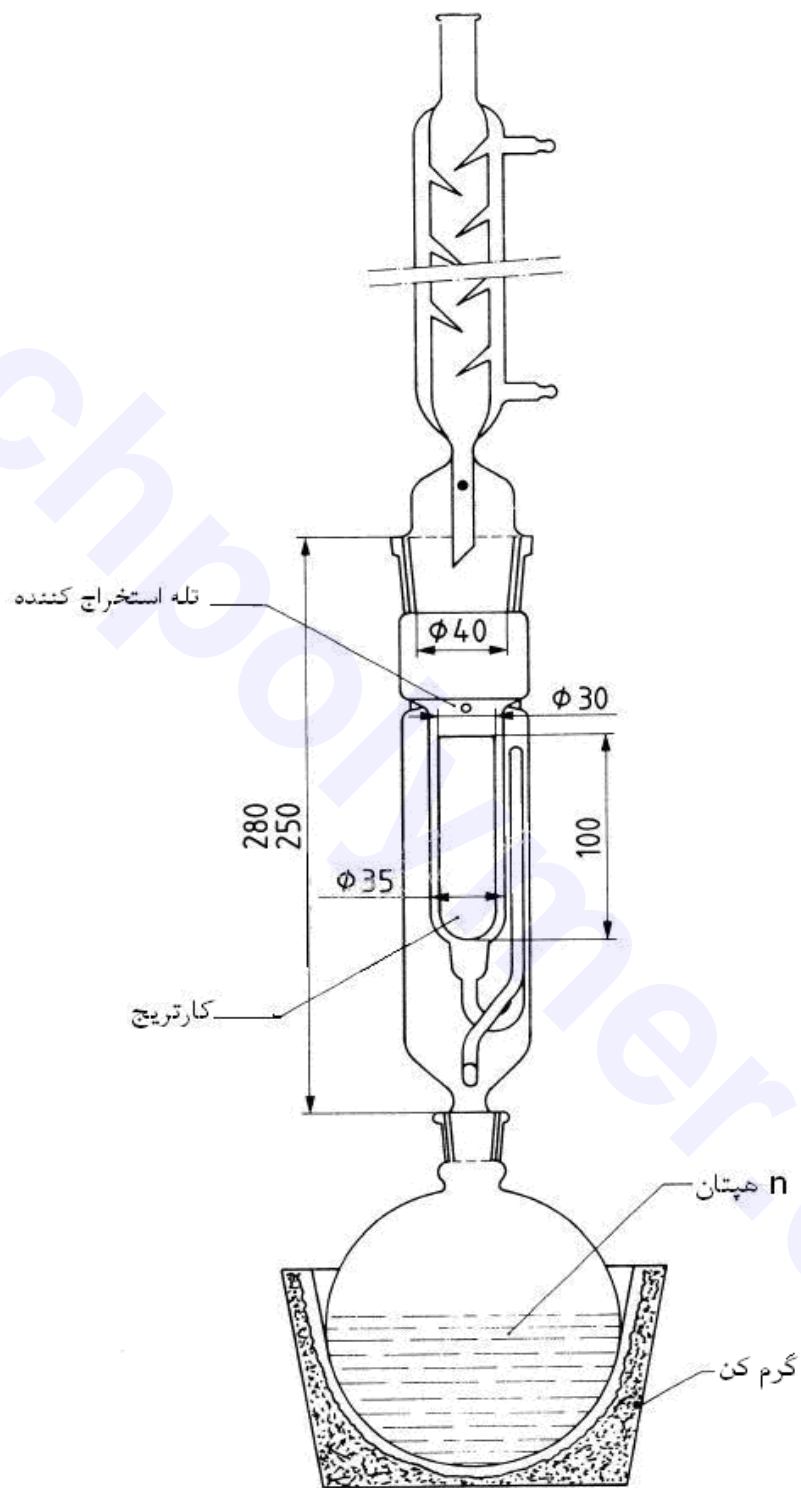
۳-۷ نتایج اختصاصی و میانگین حسابی برای ماده قابل استخراج با  $\Pi$ -هیپتان و شاخص ایزوتاکتیک؛

۴-۷ هر گونه خصوصیات غیر عادی ملاحظه شده حین اندازه‌گیری؛

۵-۷ هر عملیاتی که در این استاندارد ملی مشخص نشده یا به‌طور اختیاری در نظر گرفته می‌شود؛

۶-۷ نام و نام‌خانوادگی و امضاء آزمایش‌کننده؛

۷-۷ تاریخ انجام آزمون.



شکل ۱- وسایل استخراج قادر به دریافت کارتریج های شرح داده در بند ۲-۳