



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۲۱۳۴۵

چاپ اول

۱۳۹۵

INSO
21345

1st.Edition

2017

نساجی - تعیین مقدار گروه انتهایی
کربوکسیل در نخ های پلی اتیلن ترفتالات

Textile- test method for carboxyl end group
content of polyethylene terephthalate (PET)
yarns

ICS: 59.080.30

استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۴۵ : سال ۱۳۹۵

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، ضلع جنوب غربی میدان ونک، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن: ۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج- ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱ (۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴ (۰۲۶)

رایانامه: standard@isiri.org.ir

وبگاه: <http://www.isiri.org>

Iranian National Standardization Organization (INSO)

No.1294 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.org.ir

Website: <http://www.isiri.org>

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود 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 می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاها صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 for Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legals)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«نساجی - تعیین مقدار گروه انتهایی کربوکسیل در نخ های پلی اتیلن ترفتالات»

سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

پژوهشگاه استاندارد

سمنانی رهبر، روح الله
(دکتری نساجی)

دبیر:

کارشناس استاندارد

کاوسی، کامیار
(کارشناسی ارشد مدیریت)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

پژوهشگاه استاندارد

آفاقی، جمیله
(کارشناسی ارشد مهندسی نساجی)

شرکت نیک تکس

اطلسی، شهلا
(کارشناسی فیزیک)

شرکت دانش محور البرز

به افتاده، فتانه
(کارشناسی ارشد شیمی)

شرکت نفیس نخ

جهانلو، لادن
(کارشناسی نساجی)

اداره کل استاندارد استان قزوین

رجبی، حسن
(کارشناسی ارشد مهندسی نساجی)

اداره کل استاندارد استان گیلان

شعاعی، فریبرز
(کارشناسی ارشد مدیریت)

اداره کل استاندارد استان قزوین

عقیلی، میترا
(کارشناسی مهندسی نساجی)

شرکت یاس نخ

فرهنگ فلاح، سعید
(کارشناسی نساجی)

شرکت سرمایه گذاری و توسعه صنایع لاستیک (نخ تایر صبا)

مخلصیان، جمال
(کارشناسی ارشد مدیریت)

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

مرتضوی، مهدی

(کارشناسی مهندسی نساجی)

ولی بیگی، میلاد

(کارشناسی مهندسی نساجی)

ویراستار:

عقیلی، میترا

(کارشناسی مهندسی نساجی)

سمت و/یا محل اشتغال:

شرکت نفیس نخ

پژوهشگاه استاندارد

اداره کل استاندارد استان قزوین

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ز	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ تعاریف و اصطلاحات
۳	۴ اصول آزمون
۳	۵ وسایل
۴	۶ واکنش‌گرها
۴	۷ تهیه آزمون
۵	۸ تهیه محلول متانول/هیدروکسید پتاسیم
۵	۹ روش انجام آزمون
۶	۱۰ نتایج آزمون
۶	۱۱ گزارش آزمون

پیش‌گفتار

استاندارد «نساجی - تعیین مقدار گروه انتهایی کربوکسیل در نخ های پلی اتیلن ترفتالات» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط تهیه و تدوین شده است، در چهارصد و شصت و ششمین اجلاس کمیته ملی استاندارد پوشاک، فرآورده‌های نساجی و الیاف مورخ ۱۳۹۵/۱۱/۳۰ تصویب شد. اینک این استاندارد 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.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران - ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

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

ASTM D 7409: 2015, Standard test method for carboxyl end group content of polyethylene terephthalate (PET) yarns

« نساجی - تعیین مقدار گروه انتهایی کربوکسیل در نخ های پلی اتیلن ترفتالات »

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی درج نشده است. در صورت مواجهه با چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط بهداشت و ایمنی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین مقدار گروه های کربوکسیل انتهایی نخ های پلی اتیلن ترفتالات می باشد.

۱-۲ این استاندارد برای موارد زیر کاربرد دارد:

الف- تعیین غلظت (برحسب میلی مول بر کیلوگرم) گروه های کربوکسیل انتهایی (CEG) یافت شده در نخ های پلی اتیلن ترفتالات به روش تیتراسیون.

ب- نخ های ژئوگرید^۱ ساخته شده از رزین نخ های پلی اتیلن ترفتالات.

یادآوری- این آزمون همچنین برای نخ های ژئوتکستایل با استحکام بالا که از پلی استر تهیه شده و در موارد مقاوم سازی استفاده می شود، نیز کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی برای این استاندارد الزام آور است.

استفاده از مرجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ASTM D 123, Terminology relating to textiles

۳ تعاریف و اصطلاحات

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می رود:

۱-۳

تیتراسیون

titration

تیتراسیون یک روش آزمایشگاهی استاندارد از تجزیه کمی شیمیایی است که می‌تواند برای تعیین غلظت یک واکنشگر شناخته شده، مورد استفاده قرار گیرد. به طور معمول یک واکنش خنثی‌سازی بین یک اسید و باز است.

۲-۳

تیتراسیون خودکار

automatic titration

یک روش تیتراسیونی است که در آن از دستگاهی استفاده شده که به صورت خودکار حجم‌های کوچکی از یک تیتراکننده را توزیع کرده و pH یا پتانسیل الکتروشیمیایی محلول را پایش می‌کند.

۳-۳

تیتراسیون کالریمتری

colorimetric titration

روش تیتراسیونی که تغییرات رنگی محلول را به عنوان نتایج تیتراسیون پایش می‌کند. یک معرف شیمیایی حساس به pH برای ایجاد تغییر رنگ افزوده می‌شود.

۴-۳

الیاف

fibers

هر یک از انواع مواد شکل گرفته از یک ساختار پایه از یک ژئوگرید (یا ژئوتکستایل) که با داشتن طولی حداقل ۱۰۰ برابر قطرشان مشخص می‌شود.

۵-۳

فیلامنت‌ها

filaments

الیاف یکسره با طول بسیار زیاد می‌باشد.

۶-۳

تیتراسیون پتانسیومتری

potentiometric titration

روش تیتراسیونی که تغییرات پتانسیل الکتروشیمیایی محلول را برحسب میلی ولت و به عنوان نتایج تیتراسیون پایش می‌کند.

۲-۳

گروه‌های انتهایی کربوکسیل (CEG)

carboxyl end groups (CEG)

گروه‌های اسیدی کربوکسیلیک غیر واکنشی در اسید ترفتالیک که در هر دو انتهای یک زنجیره پلیمری واقع شده است.

۸-۳ نخ‌ها

yarns

یک رشته یکسره از الیاف، فیلامنت یا مواد برای بافندگی تار پودی، حلقوی باف یا سایر بافت‌های به شکل منسوجات مرتبط با ژئوگرید (یا ژئوتکستایل) می‌باشد.

۴ اصول آزمون

۱-۴ در این روش آزمون گروه‌های کربوکسیل انتهایی پلی استر با استفاده از یک روش تیتراسیون تعیین می‌شود.

۲-۴ نخ‌های پلی استر در اورتوکروزول در دمای 80°C حل می‌شوند. محلول با دی کلرومتان، رقیق می‌شود و در حضور هیدروکسیدپتاسیم (KOH) حل شده در متانول، با روش پتانسیومتری یا کالریمتری تیترا می‌شود. میزان هیدروکسیدپتاسیم مورد نیاز برای تکمیل تیتراسیون با محلول پلی اتیلن ترفتالات، اندازه‌گیری شده و در محاسبات غلظت گروه‌های انتهایی کربوکسیل مورد استفاده قرار می‌گیرد.

۵ وسایل

۱-۵ تیتراکننده خودکار، در این روش آزمون ترجیح داده می‌شود. با این حال، می‌توان به صورت دستی با استفاده از یک میکرو بورت با ظرفیت ۱۰ ml و دقت ۰٫۰۲ ml به نتایج قابل قبولی دست یافت.

۲-۵ ملحقات تیتراسیون پتانسیومتری، شامل یک تیتراکننده خودکار مجهز به یک سیستم سه الکترودی با یک بورت، میله همزن مغناطیس، صفحه همزن مغناطیس و بشر شیشه‌ای می‌باشد.

۳-۵ یک حمام حرارتی، یا صفحه داغ که بتواند دمای 100°C را حفظ کند.

۶ واکنشگرها

هشدار - این مواد سمی و قابل اشتعال هستند و ممکن است از طریق پوست جذب شوند. لذا باید از استنشاق و تماس با پوست اجتناب شود. جهت حمل همواره تجهیزات ایمنی مناسب پوشیده شود. در صورت تماس با پوست، ناحیه آسیب دیده را با آب و صابون به مدت ۱۵ min تا ۲۰ min شسته و در صورت تماس با چشم ابتدا با آب به مدت ۲۰ min شستشو داده و سپس سریعاً به پزشک مراجعه کنید.

در تمام موارد باید از واکنشگرها با درجه خلوص شیمیایی استفاده شود.

۱-۶ اورتوکروزول (با خلوص ۹۹ درصد به بالا)، باید با استفاده از یک سیستم توزیع خودکار برای جلوگیری از ورود هوا یا آب به بطری، توزیع شود. به صورت دیگر، حلال می‌تواند قبل از استفاده تخلیص شود. ممکن است از حلال دیگری نیز استفاده شود به شرطی که در ابتدا کاربر، هم‌ارزی نتایج آزمون را با استفاده از اورتوکروزول اندازه‌گیری کرده باشد.

یادآوری - اورتوکروزول سمی و قابل اشتعال است.

۲-۶ دی کلرو متان (با خلوص ۹۹٫۵ درصد به بالا)، باید از بطری‌های یک لیتری که در عرض یک هفته باز شده، برداشته شود. به صورت دیگر حلال می‌تواند قبل از استفاده تخلیص شود. ممکن است از حلال دیگری نیز استفاده شود به شرطی که در ابتدا کاربر، هم‌ارزی نتایج آزمون را با استفاده از اورتوکروزول اندازه‌گیری کرده باشد.

یادآوری - دی کلرومتان سمی و قابل اشتعال است.

۳-۶ هیدروکسید پتاسیم، ۰٫۰۰۵ مولار هیدروکسید پتاسیم در متانول

یادآوری - هیدروکسید پتاسیم و متانول، سمی و قابل اشتعال است.

۷ تهیه نمونه

۷-۱ نخهایی به وزن ۳ g تا ۴ g از جهت طولی یک ژئوگرید یا ژئوتکستایل برای تعیین گروه‌های انتهایی کربوکسیل، به عنوان نمونه تهیه کنید.

یادآوری ۱- پوشش روی نخ‌های ژئوگرید باید به طور کامل از بین برود. حلال توصیه شده برای حذف پوشش های پلی وینیل کلراید، متیل اتیل کتون است.

یادآوری ۲- اگر آزمون بر روی ژئوتکستایل‌های با استحکام بالا انجام می‌گیرد، آزمون را از الیاف تاب دار، فیلامنت یا نخ‌های در جهت تار برای تعیین گروه‌های انتهایی کربوکسیل، انتخاب کنید.

۷-۲ الیاف، فیلامنت یا نخ‌ها به قطعات کوچک با طول ۲ mm تا ۵ mm بریده شود.

۷-۳ توصیه می‌شود، الیاف، فیلامنت‌ها یا نخ‌ها جهت حذف عوامل آهاری در اتیل اتر شسته شود و پس از آن در تاریکی و در دمای ۵۰ °C خشک شود.

۸ تهیه محلول متانول / هیدروکسید پتاسیم

۸-۱ حدود ۰٫۲ g هیدروکسید پتاسیم را در یک لیتر از متانول حل کنید. بعد از انحلال کامل، آن را با پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP) برای تعیین مولاریته محلول، تیترا کنید.

۸-۲ ۰٫۱ g تا ۰٫۲ g از بلورهای پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP) را در یک بشر ۱۵۰ ml بریزید. جرم پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP) را با دقت ± 0.001 g ثبت کنید. پتاسیم هیدروژن فتالات (KHP) را در حدود ۵۰ ml از آب دیونیزه شده حل کنید.

۸-۳ پتاسیم هیدروژن فتالات را با محلول متانول/هیدروکسید پتاسیم تیترا کنید، تا جایی که pH محلول برابر با ۷ شود.

۸-۴ مراحل ۸-۲ و ۸-۳ را تا سه بار تکرار کنید و نتایج به دست آمده را ثبت کنید.

۸-۵ با استفاده از فرمول (۱) مولاریته محلول متانول/پتاسیم هیدروکسید را محاسبه کنید.

$$[\text{OH}] = (W/204.23) \times (1/V) \quad (1)$$

که در آن :

W وزن پتاسیم هیدروژن فتالات بر حسب g؛

V حجم تیتراکننده تا رسیدن به pH برابر با ۷ بر حسب l.

۹ روش انجام آزمون

۹-۱ حدود ۰/۲۵ g از نخ پلی اتیلن ترفتالات را با درستی ± 0.0001 g وزن کرده و در ظرف ارلن مایر ۱۲۵ ml قرار دهید. سپس (1 ± 15) ml از حلال اورتوکروزول را به همراه یک میله همزن مغناطیسی به آن اضافه کنید.

۹-۲ ظرف را با یک شیشه ساعت پوشانده و در یک منبع داغ قرار دهید. دمای حلال باید $(5 \pm 80)^\circ\text{C}$ باشد. مخلوط حلال و نخ باید در این دما نگه داشته شده و تا زمان انحلال کامل نخ، هم زده شود.

یادآوری- اگر نخ در مدت ۳۰ min به طور کامل حل نشد، حرارت دادن را ادامه دهید، اما هر ۵ min آن را بررسی کنید. کل زمان حرارت دادن نباید بیشتر از ۴۵ min باشد.

۹-۳ به محض انحلال کامل نخ، ظرف را از منبع داغ خارج کنید و با افزودن دقیق ۶۰ ml از دی کلرومتان به محلول اورتوکروزول آن را خنک کنید. ۵ min دیگر آن را هم بزنید.

۹-۴ محلول پلی اتیلن ترفتالات را با محلول متانول/پتاسیم هیدروکسید و با استفاده از یک تیترا تور خودکار، تیترا کنید.

۹-۴-۱ در صورتی که از تیتراسیون کالریمتریک استفاده شده باشد، دو قطره از شناساگر بروموفنل آبی رنگ ۱٪ در متانول باید به محلول پلی اتیلن ترفتالات اضافه شده و تا یک نقطه پایانی بنفش رنگ تیترا شود.

۹-۵ این روش آزمون را بر روی سه نمونه و سه شاهد انجام دهید. برای محلول شاهد باید دقیقا مانند آزمونها عمل شود.

۱۰ محاسبه و بیان نتایج

گروه کربوکسیل انتهایی را برحسب mmol/Kg مطابق فرمول ۲ محاسبه کنید.

$$\text{CEG} = [(V_s - V_b) \times (1000) \times (M)] / W \quad (2)$$

که در آن:

V_s حجم محلول پتاسیم هیدروکسید برای تیتراسیون نمونه بر حسب ml؛

V_b حجم محلول پتاسیم هیدروکسید برای تیتراسیون محلول شاهد بر حسب ml؛

M مولاریته محلول متانول/پتاسیم هیدروکسید بر حسب mol/l؛

W وزن نمونه پلی اتیلن ترفتالات بر حسب g.

۱۱ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

۱-۱۱ روش آزمون طبق استاندارد ملی ایران شماره

۲-۱۱ معرفی نوع نمونه و آزمون

۳-۱۱ مقادیر گروه‌های انتهایی کربوکسیل، میانگین آنها و ضریب تغییرات.