



جمهوری اسلامی ایران

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

2212



تعیین نقطه ذوب پلی آمید

چاپ اول

موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تنها سازمانی است در
ایران که بر طبق قانون میتواند استاندارد رسمی فرآورده‌ها را تعیین و
تدوین و اجرای آنها را با کسب موافقت شورای عالی استاندارد اجباری
اعلام نماید. وظایف و هدفهای موسسه عبارتست از:
(تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی - انجام تحقیقات بمنظور
تدوین استاندارد بالا بردن کیفیت کالاهای داخلی، کمک به بهبود

روشهاي توليد و افزايش كارائي صنايع در جهت خودكفائي كشور -
ترويج استانداردهاي ملي - نظارت بر اجراي استانداردهاي اجباري -
كنترل كيفي كالاهاي صادراتي مشمول استاندارد اجباري و جلوگیری
از صدور كالاهاي نامرغوب بمنظور فراهم نمودن امكانات رقابت با
كالاهاي مشابه خارجي و حفظ بازارهاي بين المللي كنترل كيفي
كالاهاي وارداتي مشمول استاندارد اجباري بمنظور حمايت از مصرف
كنندگان و توليدكنندگان داخلي و جلوگیری از ورود كالاهاي نامرغوب
خارجي راهنمائي علمي و فني توليدكنندگان، توزيع كنندگان و مصرف
كنندگان - مطالعه و تحقيق درباره روشهاي توليد، نگهداري، بسته
بندي و ترابري كالاهاي مختلف - ترويج سيستم متریک و كالپيراسيون
وسايل سنجش - آزمايش و تطبيق نمونه كالاها با استانداردهاي
مربوط، اعلام مشخصات و اظهارنظر مقايسه اي و صدور گواهينامه
هاي لازم).

موسسه استاندارد از اعضاء سازمان بين المللي استاندارد ميباشد و لذا
در اجراي وظائف خود هم از آخرين پيشرفتهاي علمي و فني و
صنعتي جهان استفاده مينمايد و هم شرايط كلي و نيازمنديهاي خاص
كشور را مورد توجه قرار ميدهد.
اجراي استانداردهاي ملي ايران برفع تمام مردم و اقتصاد كشور است و
باعث افزايش صادرات و فروش داخلي و تأمين ايمني و بهداشت
مصرف كنندگان و صرفه جويي در وقت و هزينه ها و در نتيجه
موجب افزايش درآمد ملي و رفاه عمومي و کاهش قيمتها ميشود.

تهيه كننده

كميسيون استاندارد فرآورده هاي
لاستيك و پلاستيك

رئيس

حقيقت كيش - محمدعلي دكتور علوم الياف و پليمر پلي تكنيك تهران

اعضاء

افشار - فرامرز	دكتور پليمر	پلي تكنيك تهران
قره پتيان - هراير	دكتور پليمر	پلي تكنيك تهران
اكبريان - ماسيس	فوق ليسانس پليمر	پلي تكنيك تهران

پلي تكنيك تهران
شرکت ملي گاز ايران

فوق لیسانس شیمی
مهندس مکانیک

عاصم پور - هما
کهن کبیر - هوشنگ

دبیر

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

دکتر داروساز

آریانت - عفت

فهرست مطالب

تعیین نقطه ذوب پلی آمیدها

هدف و دامنه کاربرد

اصول

مواد

دستگاه

آزمونه

دستور کار

بیان نتایج

گزارش آزمون

اصول

مواد

وسائل

آزمونه

دستور کار

بیان نتایج

گزارش آزمون

بسمه تعالی

پیشگفتار

استاندارد تعیین نقطه ذوب پلی آمید که به وسیله کمیسیون فنی
فرآورده‌های لاستیک و پلاستیک تهیه و تدوین شده در سیمین جلسه
کمیته ملی صنایع شیمیایی مورخ 59/12/12 تصویب گردید . پس از
تأیید شورای عالی استاندارد و به استناد ماده يك ((قانون مواد الحاقی

به قانون تأسیس مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب
آذرماه 1349)) به عنوان استاندارد رسمی ایران منتشر می‌گردد .
برای حفظ همگامی و هماهنگی با پیشرفت‌های ملی و جهانی صنایع و
علوم استانداردهای ایران در مواقع لزوم و یا در فواصل معین مورد
تجدیدنظر قرار خواهند گرفت و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا
تکمیل این استانداردها برسد در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی
مربوط مورد توجه واقع خواهد شد .
بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ایران باید همواره از آخرین
چاپ و تجدیدنظر آنها استفاده نمود .
در تهیه این استاندارد سعی بر آن بوده است که با توجه به
نیازمندی‌های خاص ایران حتی‌المقدور میان روش‌های معمول در این
کشور و استاندارد و روش‌های متداول در کشورهای دیگر هماهنگی
ایجاد شود .
لذا با بررسی امکانات و مهارت‌های موجود و اجرای آزمایش‌های
لازم استاندارد حاضر با استفاده از منبع زیر تهیه گردید .
استاندارد بین‌المللی

ISO: 1218 – 1975

تعیین نقطه ذوب پلی‌آمیدها

1 - هدف و دامنه کاربرد

این استاندارد شامل دو روش برای تعیین نقطه ذوب پلی‌آمیدها
می‌باشد .

" نقطه ذوب " که به طور اختیاری تعیین می‌شود ، در حقیقت در یک
محدوده دمایی قرار دارد که برای هموپلیمرها¹ این محدوده فقط چند
درجه حرارت را در بر می‌گیرد .

درحالی که تعیین نقطه ذوب برای شناسایی هموپلیمرهای پلی‌آمید
مفید می‌باشد .

در مورد کوپلیمرها که نقطه ذوب آنها ممکن است در محدوده
وسیع‌تری از دما قرار گیرد کاربرد کمتری دارد .

در دو روش آزمون شرح داده شده در این استاندارد نتایج حاصل از
هر یک از آزمون‌ها به هم نزدیک بوده و توافق کامل دارند .

استفاده از روش‌های مغایر با دو روش شرح داده شده در این
استاندارد ممکن است نتایج بسیار متفاوتی ارائه دهند .

روش الف - اندازه‌گیری به وسیله محفظه حرارتی با لوله موئین

2 - اصول

اصول این روش عبارتست از تعیین درجه حرارت، تغییر حالت آزمونه پلی آمید در لوله موئین در محفظه حرارتی که به طور عینی مشاهده می‌گردد.

3 - مواد

مواد استاندارد:

3-1 - بیسموت خالص با کیفیت تجزیه‌ای با نقطه ذوب 271/3 درجه سلسیوس.

3-2 - قلع خالص با کیفیت تجزیه‌ای با نقطه ذوب 231/9 درجه سلسیوس.

3-3 - مواد خالص مناسب با نقطه ذوب معلوم.

4 - دستگاه

4-1 - دستگاه تعیین نقطه ذوب که شامل قسمت‌های زیر می‌باشد (به شکل شماره یک مراجعه شود).

4-1-1 - استوانه فلزی یکپارچه که در قسمت فوقانی خالی بوده و تشکیل محفظه‌ای را می‌دهد.

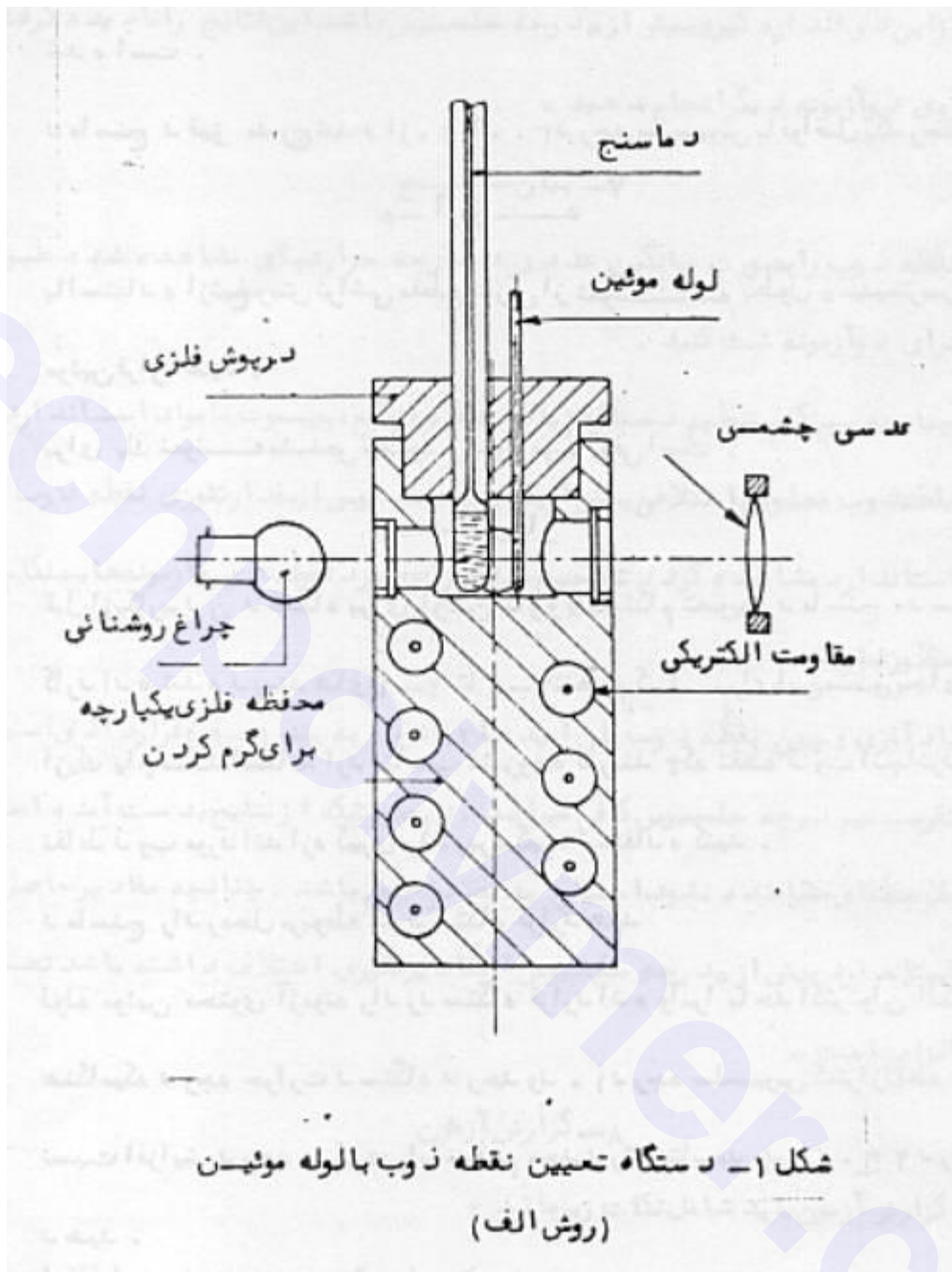
4-1-2 - در پوش فلزی با دو یا چند سوراخ که سوار کردن یک دماسنج و یک و یا چند لوله موئین را در محفظه (بند 4-1-1) ممکن می‌سازد.

4-1-3 - سیستم حرارتی استوانه فلزی (بند 4-1-1) به عنوان مثال یک مقاومت الکتریکی که در درون تعبیه شده.

4-2-4 - رنوستا برای تنظیم توان الکتریکی وارده چنانچه از سیستم حرارتی الکتریکی استفاده شود.

4-1-5 - چهار پنجره از جنس شیشه مقاوم به حرارت در دیوارهای جانبی محفظه که در امتداد اقطار عمود بر هم قرار دارد.

در جلو یکی از این پنجره‌ها یک عدسی چشمی برای مشاهده لوله موئین نصب شده است از سه پنجره دیگر برای ایجاد روشنایی در داخل محفظه به وسیله لامپ استفاده می‌شود.



- 4 - 2 - لوله موئین از شیشه مقاوم در برابر حرارت با حداکثر قطر خارجی دو میلیمتر که یک سر آن مسدود شده است .
- 4 - 3 - دماسنج دقیق مدرج شده از 20 تا 300 درجه سلسیوس با فواصل یک درجه ای .

5 - آزمون

- 5 - 1 - با استفاده از تیغ ریش تراشی مقطع نازکی از نمونه به طول 5 میلیمتر ببرید و آن را در لوله موئین قرار دهید .
5 - 2 - برای يك نمونه مشخص معمولا دو آزمون کافی است .

6 - دستور کار

- 6 - 1 - قبل از به کار بردن دستگاه برای اولین بار و یا به هنگام تعویض دماسنج , دستگاه را برطبق دستور کار داده شده در بندهای 6 - 2 تا 6 - 7 تنظیم کنید . برای این منظور به جای نمونه پلی آمید از يك یا چند استاندارد مناسب مشروحه در بند 3 که نقطه ذوب آنها نزدیک و یا محدوده نقاط ذوب مورد اندازه گیری را در بر می گیرد استفاده کنید .
6 - 2 - دماسنج را در محل مربوطه در دستگاه قرار دهید .
6 - 2 - لوله موئین محتوی آزمون را در دستگاه قرار داده و آن را با حداکثر توان الکتریکی گرم کنید .
6 - 4 - هنگامی که درجه حرارت دستگاه در حدود 10 درجه سلسیوس کمتر از نقطه ذوب آزمون است نسبت افزایش درجه حرارت را با تنظیم مجدد رئوستا به حدود 2 ± 0.5 درجه در دقیقه کاهش دهید .
6 - 5 - کلید چراغ های روشنایی دستگاه را وصل کنید .
6 - 6 - آزمون را مشاهده کنید و درجه حرارتی که به هنگام ذوب آزمون ملاحظه می شود یادداشت کنید . این نقطه ذوب دمائی است که کناره های تیز آزمون ناپدید می گردد .
6 - 7 - اعمال مشروحه در بالا را با استفاده از نمونه دیگری تکرار کنید . چنانچه اختلاف نتایج حاصل از این دو اندازه گیری بیش از 5 درجه سلسیوس باشد این نتایج را نادیده گرفته و آزمون را بر روی دو آزمون دیگر انجام دهید .

7 - بیان نتایج

- 7 - 1 - نقطه ذوب را به صورت میانگین عددی در درجه حرارت های مشاهده شده طبق بند 6 - 6 برای دو آزمون ثبت کنید .
7 - 2 - چنانچه به هنگام تنظیم دستگاه (با استفاده از قلع , بیسموت یا مواد استاندارد دیگری با نقطه ذوب معلوم) اختلافی بیش از يك درجه سلسیوس از مقدار تئوری نقطه ذوب این مواد استاندارد مشاهده گردد تصحیح مشابه را در مورد نقطه ذوب آزمون ها به هنگام ثبت نتایج منظور دارید .

یادآوری : چون نقطه ذوب پلی آمیدها (با توجه به بند 6 - 6) قرار دادی است دانستن آن تا تقریب نیم درجه سلسیوس کافی می باشد .

در صورتی که از نتایج به دست آمده اختلاف قابل ملاحظه‌ای مشاهده نشود احتیاج به تصحیح نمی‌باشد. چنانچه مقادیر حاصل از مواد استاندارد بیش از 5 درجه سلسیوس از مقادیر تئوری اختلاف داشته باشد تصحیح دستگاه الزامی است.

8 - گزارش آزمون

- گزارش آزمون باید شامل نکات زیر باشد:
- 8 - 1 - هویت کامل نمونه یعنی نوع منبع، شماره کد تولید کننده، نام تجاری و اطلاعات دیگری که ضروری باشد.
 - 8 - 2 - روش آزمون به کار برده شده یعنی روش الف از این استاندارد.
 - 8 - 3 - نقطه ذوب مطابق با بند 7
 - 8 - 4 - شرح هرگونه وضعیت که ممکن است بر روی نتایج مؤثر باشد
 - 8 - 5 - تاریخ آزمون
- روش ب - اندازه‌گیری نقطه ذوب به وسیله قطعه حرارتی

9 - اصول

در این روش درجه حرارت تغییر مکان هلال² روغن، سیلیکون که مابین میدان حرارتی و یک شیشه‌ای که آزمون پلی امید را نگهداشته است چراغانی تعیین می‌گردد.

10 - مواد

- مواد استاندارد:
- 10 - 1 - بیسموت خالص با کیفیت تجزیه‌ای با نقطه ذوب 271/3 درجه سلسیوس.
 - 10 - 2 - قلع خالص با کیفیت تجزیه‌ای با نقطه ذوب 231/9 درجه سلسیوس.
 - 10 - 3 - مواد خالص با نقطه ذوب معلوم.
 - 10 - 4 - روغن سیلیکون (مانند روغن سیلیکون 510 کمپانی³ دایا مشابه آن)

11 - وسایل

- 11 - 1 - دستگاه تعیین نقطه ذوب شامل قسمت‌های زیر می‌باشد (به شکل 2 رجوع شود):
 - الف - قطعه آلومینومی با یک میدان حرارتی افقی و یک سوراخ استوانه‌ای افقی که دماسنج در آن دقیقاً جا بگیرد و مخزن جیوه‌ای

دماسنج در زیر و نزدیک میدان حرارتی افقی (صفحه افقی داغ) قرار گیرد .

ب - سیستم حرارتی الکتریکی که در قطعه آلومینیومی بند الف - 11 - 1 قرار گرفته است .

پ - رؤستا برای تنظیم توان الکتریکی .

ت - عدسی با بزرگ نمایی 3 تا 5 .

ث - لامپ روشنایی با موازی کننده نور⁴

ج - در مورد بعضی از دستگاه‌ها از یک پوشش شیشه‌ای شفاف برای کاهش اتلاف حرارت ممکن است استفاده شود .

11 - 2 - دماسنج دقیقی که مابین 20 تا 300 درجه سلسیوس در فواصل یک درجه سلسیوس مدرج شده است .

11 - 3 - پشم نقره

11 - 4 - دایره‌ای با قطر داخلی تقریباً 18 میلیمتر .

11 - 5 - میکروتوم⁵ یا وسایل دیگر برای تهیه مقاطع نازک از نمونه مانند تیغ ریش تراشی .

11 - 6 - الک⁶ با چشمه⁷ 800 میکرومتر .

11 - 7 - الک با چشمه 630 میکرومتر .

11 - 8 - دستگاه برش پولک⁸ برای بریدن پولک هایی به

قطر 1/6 میلیمتر (به شکل 3 مراجعه شود) .

11 - 9 - سوزن تشریحی⁹ خم شده .

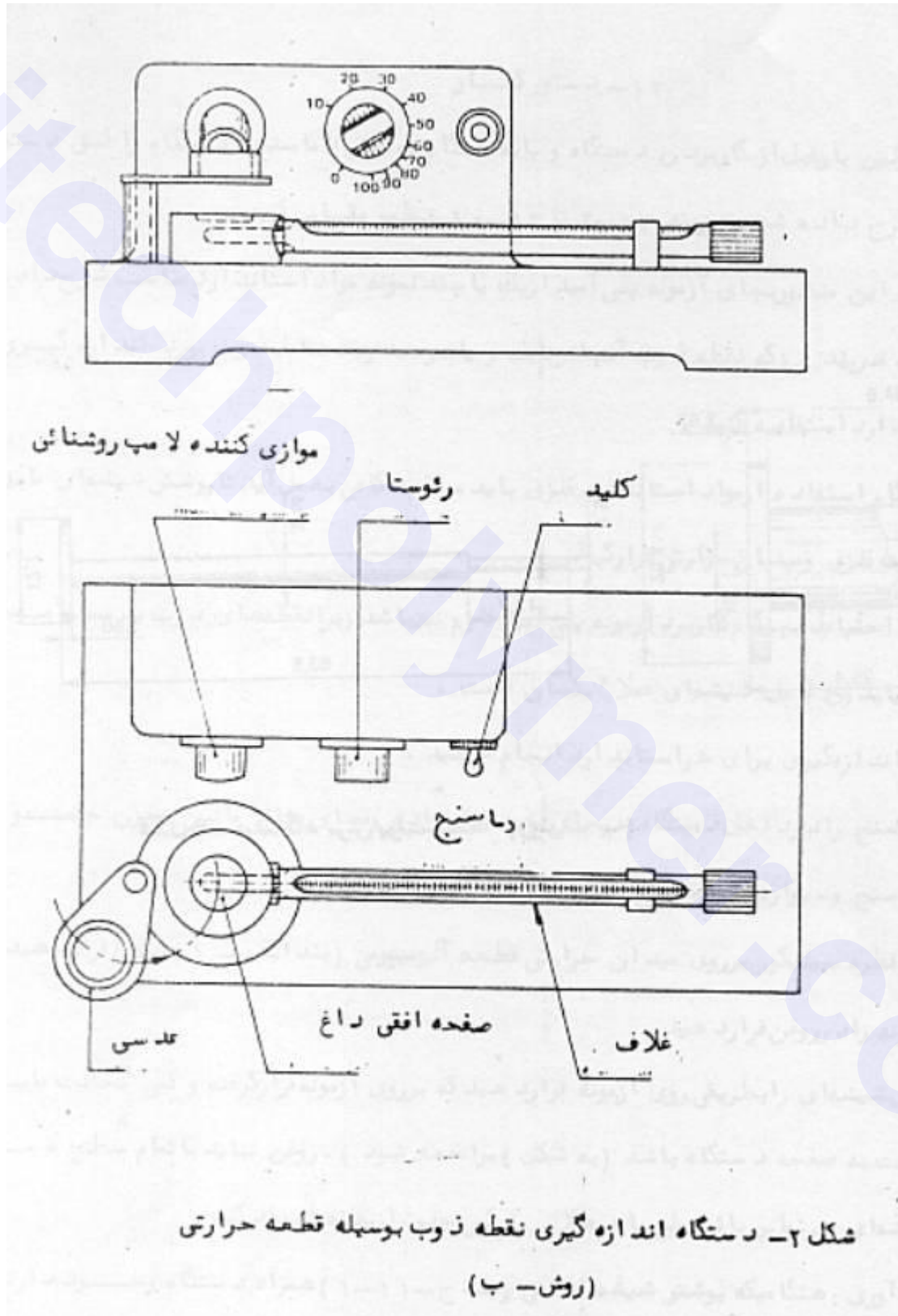
12 - نمونه

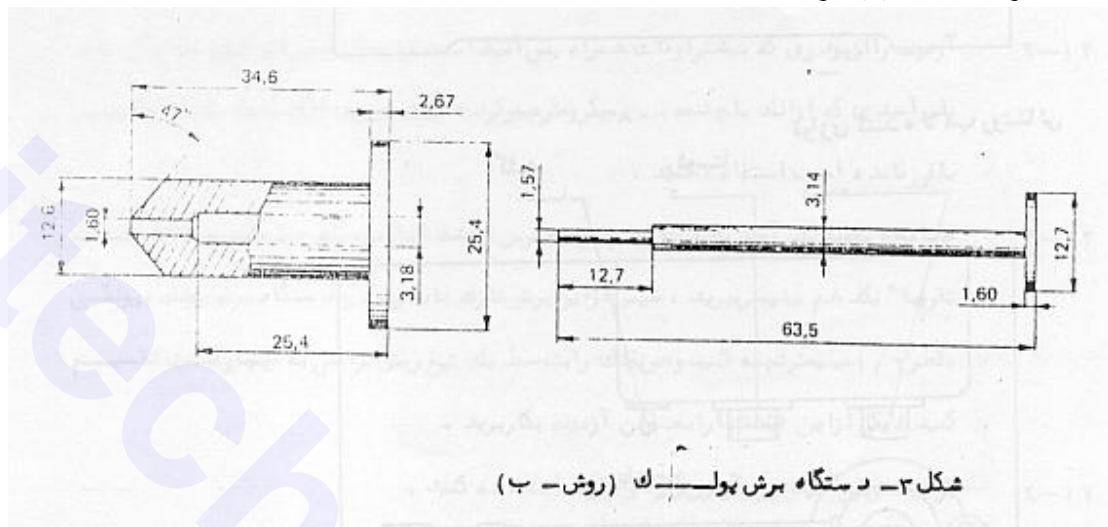
12 - 1 - از آنجایی که اندازه ذرات پلی آمید مورد آزمون در نتایج به دست آمده اثر قابل ملاحظه‌ای می‌گذارد ، بنابراین همیشه از نمونه‌هایی استفاده کنید که اندازه ذرات آن تقریباً یکسان باشد .

12 - 2 - نمونه را از پودری که بیشتر اوقات همراه پلی آمید است تهیه کنید و برای این منظور از ذرات پلی آمیدی که از الک با چشمه 800 میکرومتر عبور کرده لیکن بر روی الک با چشمه 630 میکرومتر باقی مانده است استفاده کنید .

12 - 3 - چنانچه نمونه پلی آمید به صورت پودر در دسترس نباشد آن را به وسیله میکروتوم به ضخامت تقریباً یک‌دهم میلیمتر برید ، سپس از این برش نازک با به کار بردن دستگاه برش پولک ، پولکی به قطر 1/6 میلیمتر تهیه کنید و هر پولک را به توسط یک تیغ ریش تراشی به چهار قسمت تقسیم کنیم ، یکی از این قسمت‌ها را به عنوان نمونه به کار برید .

12 - 4 - براي هر پلي آميد مورد آزمون از دو آزموه استفاده كنيد .
 ابعاد بر حسب ميليمتر





شکل ۳ - دستگاه برش پول-ك (روشن - ب)

13 - دستور کار

13 - 1 - در اولین بار قبل از به کار بردن دستگاه و یا به هنگام تعویض دماسنج ، دستگاه را طبق دستور کار شرح داده شده در بند 13 - 2 تا 13 - 10 تنظیم مقیاس کنید .

برای این منظور به جای نمونه پلی آمید از یک یا چند نمونه مواد استاندارد مناسب شرح داده شده در بند 10 که نقطه ذوب آنها نزدیک و یا در محدوده نقاط ذوب مورد اندازه گیری قرار دارد استفاده کنید . به هنگام استفاده از مواد استاندارد فلزی باید مراقبت کافی به عمل آید تا پوشش شیشه ای مابین ذرات فلزی و میدان حرارتی قرار گیرد . این احتیاط به هنگام کاربرد آزمایش پلی آمید لازم نمی باشد زیرا نقطه های ذوب به دست آمده با و یا بدون لامل شیشه ای عملاً یکسان است .

یک اندازه گیری برای هر استاندارد انجام دهید .

13 - 2 - دماسنج را در داخل دستگاه در جای خود قرار داده و فضای خالی مابین مخزن جیوه دماسنج و دیواره های سوراخ را با پشم نقره ای پر کنید .

13 - 3 - سه قطره سیلیکون بر روی میدان حرارتی قطعه آلومینیومی (بند الف - 11 - 1) قرار دهید .

13 - 4 - نمونه را در روغن قرار دهید .

13 - 5 - لامل شیشه ای را به طریقی روی نمونه قرار دهید که بر روی نمونه قرار گرفته و کمی به حالت مایل نسبت به صفحه دستگاه باشد (به شکل 4 مراجعه شود) . روغن نباید با تمام سطح لامل

شیشه‌ای در تماس باشد ولی باید هلالی را کمی جلوتر از نمونه ایجاد کند .

یادآوری : هنگامی که پوشش شیشه‌ای اضافی (بند ج - 11 - 1) همراه دستگاه وجود دارد مجموعه را با آن بپوشانید .

13 - 6 - از رئوستای متغیر (بند پ - 11 - 1) برای بالا بردن سریع دما و گرم شدن قطعه آلومینیومی (بند الف - 11 - 1) استفاده نمایید .
13 - 7 - هنگامی که درجه دما تقریباً 20 درجه سلسیوس پایین‌تر از نقطه ذوب مورد نظر است رئوستا را دوباره به طریقی تنظیم کنید که سرعت افزایش درجه حرارت به 1 ± 2 درجه سلسیوس در هر دقیقه تقلیل یابد .

13 - 8 - کلید چراغ روشنایی دستگاه را (بند ث - 11 - 1) وصل کنید .

13 - 9 - چون در دمای ذوب لامل شیشه‌ای بر روی نمونه اتکائی نخواهد داشت هلال روغنی سیلیکون در امتداد لامل شیشه‌ای شروع به حرکت می‌کند .

یادآوری - ممکن است از روش اختیاری استفاده نمود و هنگامی که نقطه ذوب پیش‌بینی شده نزدیک است به وسیله سوزن در فواصل يك درجه سلسیوس فشار ملایمی بر روی لامل ضمن مشاهده مداوم نمونه به وسیله عدسی وارد آورید .

13 - 10 - دما را به هنگام حرکت هلال روغن با دقتی تا $0/5 \pm$ درجه سلسیوس قرائت کنید .

13 - 11 - عملیات شرح داده شده در بالا را با استفاده از دومین نمونه تکرار کنید .

چنانچه اختلاف دو اندازه‌گیری بیش از 5 درجه سلسیوس بود نتایج را مردود شناخته و دو نمونه دیگر را مورد آزمون قرار دهید .

14 - بیان نتایج

14 - 1 - نقطه ذوب را به صورت میانگین عددی دماهای مشاهده شده طبق بند 13 - 10 برای دو نمونه ثبت کنید .

14 - 2 - چنانچه به هنگام تنظیم دستگاه طبق بند 13 - 1 اختلافی بیش از يك درجه سلسیوس از آنچه مربوط به نقطه ذوب تئوری مواد استاندارد به دست آید تصحیح مشابه‌ای با آنچه برای نمونه‌های مورد ثبت شده است به عمل آورید .

یادآوری - چون نقطه ذوب پلی آمید یک درجه قراردادی است بنابراین دانستن آن تا تقریب 0/5 درجه سلسیوس کافی است و نیاز به تصحیح ندارد .

به استثنای مواردی که نتایج قرائت شده اختلاف فاحشی داشته باشند . چنانچه مقادیر نقطه ذوب مربوط به استاندارد از مقادیر تئوری بیش از 5 درجه سلسیوس اختلاف داشته باشند تصحیح دستگاه الزامی است .

15 - گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل نکات زیر باشد:

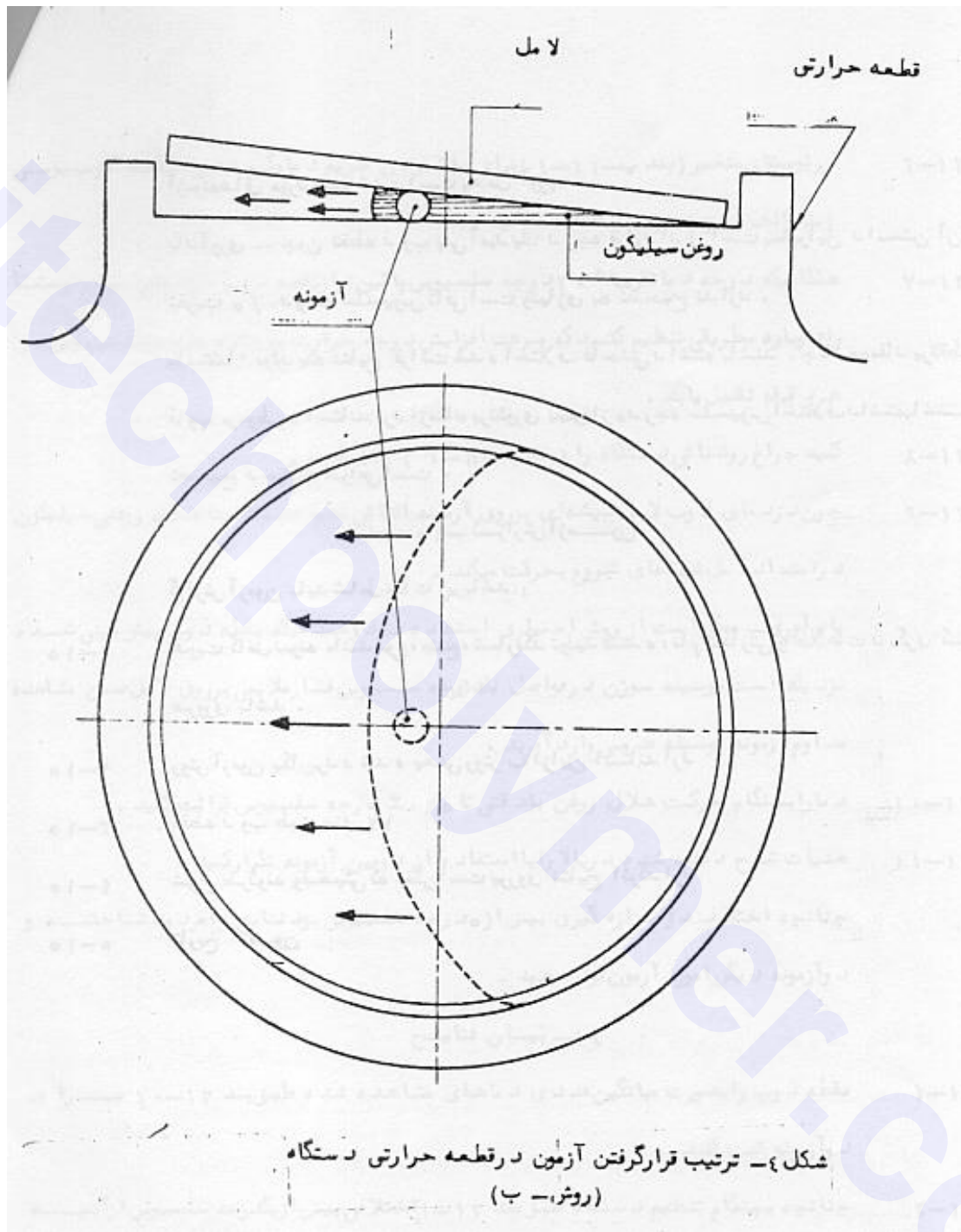
15 - 1 - هویت کامل نمونه مانند نوع , منبع , شماره کد تولید کننده , نام تجاری و اطلاعات دیگری که ضروری باشد .

15 - 2 - روش آزمون به کار برده شده یعنی روش ب از این استاندارد

15 - 3 - نقطه ذوب طبق بند 14

15 - 4 - شرح هرگونه وضعیتی که ممکن است بر روی نتایج اثر گذارد

15 - 5 - تاریخ آزمون



2- هلال (انحنائي كه سيال با جداره ظرف مي سازد .) Meniscus

Dow-3

Collimator-4

Microtome-5

Sieve-6

Mesh-7

Punch-8

Dissection needle-9

itechpolymer.com



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

2212



Plastics - polyamides - determination of melting point

1st Edition