



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۱۸۹



پلیمرها- تعیین میزان آنتالپی ذوب و تبلور به روش
گرماسنجی روبشی تفاضلی-روش آزمون

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.

تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، صاحبان نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط با موضوع صورت میگیرد. سعی بر این است که استانداردهای ملی، در جهت مطلوبیت ها و مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فنی و فن آوری

حاصل از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع شامل: تولیدکنندگان، مصرف کنندگان، بازرگانان، مراکز علمی و تخصصی و نهادها و سازمانهای دولتی باشد. پیش نویس استانداردهای ملی جهت نظرخواهی برای مراجع ذینفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرات و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که توسط مؤسسات و سازمانهای علاقمند و ذیصلاح و با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می شود نیز پس از طرح و بررسی در کمیته ملی مربوط و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی چاپ و منتشر می گردد. بدین ترتیب استانداردهایی ملی تلقی می شود که بر اساس مفاد مندرج در استاندارد ملی شماره ((۵)) تدوین و در کمیته ملی مربوط که توسط مؤسسه تشکیل میگردد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد میباشد که در تدوین استانداردهای ملی ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندیهای خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی استفاده می نماید.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون به منظور 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 استانداردها را 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 آنرا اجباری نماید.

همچنین بمنظور اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمانها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و گواهی کنندگان سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاهها و کالیبره کنندگان وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد اینگونه سازمانها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران مورد ارزیابی قرار داده و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا نموده و بر عملکرد آنها نظارت می نماید. ترویج سیستم بین المللی یکاها، کالیبراسیون وسایل سنجش تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی از دیگر وظایف این مؤسسه می باشد.

کمیسیون استاندارد « پلیمرها - تعیین آنتالپی ذوب و تبلور به روش گرماسنجی روبشی

تفاضلی»

رئیس	سمت یا نمایندگی
میرمحمد صادقی، گیتی (دکتری مهندسی پلیمر)	دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی پلیمر

اعضاء	
امیدواری، رکسانا (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران
شکراللهی، فاطمه (فوق لیسانس مهندسی پلیمر)	پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
شکیبا، سودابه (فوق لیسانس مهندسی پلیمر)	کارخانجات تولیدی تهران. واحد تحقیق و توسعه
طبری نیا، فرزانه (فوق لیسانس شیمی فیزیک)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران
نوحی لنگرودی، ساناز (لیسانس شیمی محض)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران
دبیر	
میری قلعه سری، سیده عظمت (لیسانس مهندسی پلیمر)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران

پیش‌گفتار

استاندارد « پلیمرها-تعیین آنتالپی ذوب و تبلور به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی» که بوسیله کمیسیون فنی صنایع شیمیایی و پلیمر تهیه و تدوین شده و در دویست و نود و هفتمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۲/۱۲/۵ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه 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 تجدیدنظر خواهد شد و هرگونه پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استاندارد ارائه شود، در تجدیدنظر بعدی مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین برای مراجعه به استانداردهای ملی ایران باید همواره از آخرین تجدیدنظر آنها استفاده کرد.

در تهیه و تجدیدنظر این استاندارد سعی شده است که ضمن توجه به شرایط موجود و نیازهای جامعه، در حد امکان بین این استاندارد و استانداردهای بین‌المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

1 – ASTM D 3417: 1999 – Test Method Enthalpies of Fusion and

Crystallization of Polymers by Differential Scanning Calorimetry(DSC)

پلیمرها- تعیین میزان آنتالپی ذوب و تبلور^۱ پلیمرها به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روشی برای تعیین گرمای ذوب و گرمای تبلور پلیمرها به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی می‌باشد. این استاندارد برای مواد پلیمری بصورت پودر و گرانول با مش کمتر از ۶۰ و یا قطعات شکل دهی شده پلیمری کاربرد دارد. همچنین این روش در کنترل کیفیت، کنترل فرایند و تحقیق بکار می‌رود.

^۱ -Crystallization

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می شود. در مورد مراجع دارای تاریخ چاپ و/ یا تجدیدنظر، اصلاحیه ها و تجدید نظرهای بعدی این مدارک مورد نظر اینست. معهدا بهتر است کاربران ذینفع این استاندارد، امکان کاربرد آخرین اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای مدارک الزامی زیر را مورد بررسی قرار دهند. در مورد مراجع بدون تاریخ چاپ و / یا تجدیدنظر، آخرین چاپ و / یا تجدید نظر آن مدارک الزامی ارجاع داده شده مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است :

۱-۲ استاندارد ملی ایران ۷۱۸۵ : سال ۱۳۸۳ پلیمرها-راهنمای آنالیز و شناسایی .

۳ اصول روش

این روش شامل گرمایش و سرمایش آزمونه با سرعت مشخص، تحت جریان گاز با دبی معین می باشد که در آن سطح زیر پیک گرمزا (در فرایند تبلور) و پیک گرماگیر (در فرایند ذوب) ماده مورد آزمون با سطح زیر پیک ماده تعریف شده استاندارد مقایسه می گردد.

یادآوری _ نمونه استاندارد باید تحت کلیه شرایط آماده سازی که برای آزمونه صورت گرفته است قرار گیرد.

۴ تهیه آزمونه

۱-۴ تهیه آزمونه از نمونه های پودری و یا به شکل گرانول

پودر کردن و یا خرد کردن جهت کاهش اندازه به دلیل اصطکاک، آرایش یافتگی و یا هر دو اغلب اثرات حرارتی خاصی به دنبال دارد و تاریخچه حرارتی آزمونه را تغییر می دهد لذا باید تاریخچه حرارتی آزمونه دقیقاً در گزارش آزمون قید گردد. برای نمونه های پودری، وزن مناسبی از پودر را داخل ظرف آزمونه قرار داده و سپس توسط اسپاتول با فشار، فضای خالی بین ذرات را حذف کنید.

۲-۴ تهیه آزمونه از قطعات قالب گیری شده

نمونه رابا تیغ به ابعاد دلخواه و مناسب ببرید بطوریکه وزن مناسبی از آزمونه جهت بررسی بدست آید.

۳-۴ تهیه آزمونه از فیلم و ورق

برای فیلم های ضخیمتر از ۰/۰۴ میلی متر، مطابق بند ۲-۴ عمل کنید و برای فیلم های نازکتر، توسط گردبر که متناسب با ظرف آزمونه باشد فیلم را ببرید.

۵ برسنجش

۱-۵ برسنجش دستگاه گرماسنج رویشی تفاضلی مطابق استاندارد ملی ایران شماره^۱ صورت می گیرد.

۱- تا تدوین استاندارد ملی ایران به ASTM E968 مراجعه کنید.

۶ وسایل لازم

۱-۶ دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی شامل :

۱-۱-۶ کوره (ها) جهت فراهم کردن گرما یا سرمای یکنواخت با سرعت معین تحت دمای ثابت در محدوده دمایی از ۱۵۰- تا ۶۰۰ درجه سلسیوس.

۲-۱-۶ دماسنج با قابلیت اندازه گیری دمای آزمون با دقت ۰/۰۱ درجه سلسیوس.

۳-۱-۶ حسگر دیفرانسیلی (تفاضلی) جهت اندازه گیری اختلاف درجه حرارت بین آزمون و نمونه مرجع با دقت یک میکرووات.

۴-۱-۶ محفظه بسته جهت حفظ محیط آزمون به گونه ای که گاز بی اثر با دبی ۱۰ تا ۵۰ میلی لیتر بر دقیقه و دقت ± 5 درصد در آن جریان داشته باشد.

یادآوری - معمولاً نیتروژن، آرگون یا هلیوم، با خلوص بیشتر از ۹۹ درصد، بکار می رود. چنانچه اثرات رطوبت تحت بررسی است، از گاز خشک در دمای محیط استفاده می گردد.

۵-۱-۶ کنترل کننده دما، که قابلیت برنامه ریزی برای کوره در محدوده دمایی انتخاب شده و سرعت تغییر دمایی ۰/۵ تا ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه، با دقت ۰/۱ \pm درجه سلسیوس بر دقیقه را دارا باشد.

۶-۱-۶ ثبت، جهت ثبت رفتار جریان گرمایی، وسیله یا ابزار فوق ممکن است دیجیتالی یا آنالوگ باشد و قادر به ثبت و نمایش هر نوع عکس العمل (سیگنال) جریان حرارتی باشد.

۷-۱-۶ نرم افزار مناسب، جهت جمع جبری مساحت زیر پیک و پردازش نمودار.

۸-۱-۶ ظروف آزمون، نظیر صفحات، کروزه و یا بوته چینی و یا شیشه ای که نسبت به آزمون و ماده مرجع خنثی باشد (واکنش انجام ندهد) و دارای ساختار و شکل مناسبی جهت نگهداری آزمون و نمونه مرجع باشد.

۹-۱-۶ سرد کننده ، با قابلیت خنک کردن بمنظور کاستن دما از دمای بالا به دمای دلخواه با سرعت ۰/۵ تا ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه.

۱۰-۱-۶ ترازوی دقیق با ظرفیت حداقل ۱۰۰ میلی گرم و دقت ± 10 میکروگرم.

۷ روش اجرای آزمون

۱-۷ ۵ تا ۱۰ میلی گرم آزمون را با دقت ۱۰ میکروگرم توزین کنید (چنانچه از مقادیر دیگری از آزمون استفاده گردد باید در گزارش آزمون قید گردد).

۲-۷ گاز بی اثر را با دبی ۱۰ تا ۵۰ میلی لیتر بر دقیقه جریان دهید.

۳-۷ عملیات گرمادهی آزمون را با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه تحت گاز بی اثر از ۵۰ درجه سلسیوس زیر نقطه ذوب تا ۳۰ درجه سلسیوس بالای نقطه ذوب آزمون و یا تا دمایی که اثر تاریخچه حرارتی را حذف می شود، اجرا کنید.

انتخاب دما و زمان وقتیکه اثر آنیلینگ مورد مطالعه قرار می گیرد بسیار بحرانی می باشد. زمان قرار گرفتن در معرض دماهای بالا را به حداقل برسانید.

یادآوری ۱- سرعت های دمایی دیگری نیز ممکن است استفاده گردد، اما باید در گزارش آزمون قید گردد. (گزارش آزمون بر مبنای سرعت های دمایی عملیاتی مفهوم پیدا می کند).

۴-۷ دما را به مدت ۱۰ دقیقه در همان حالت نگهدارید (۳-۲-۶).

۵-۷ سپس حداقل تا ۵۰ درجه سلسیوس زیر پیک دمای تبلور با همان سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه آن را سرد کنید و منحنی سرمایش را ثبت کنید. (این منحنی جهت محاسبه گرمای تبلور کاربرد دارد) (ΔH_C)

۶-۷ وقتیکه گرماسنج در حالت پایداری حرارتی قرار دارد بند ۳-۲-۶ را مجدداً تکرار کنید و منحنی گرمایش را ثبت کنید (این منحنی برای محاسبه گرمای ذوب کاربرد دارد). (ΔH_F)

یادآوری - عوامل مؤثر در ایجاد خطا

- ۱- افزایش قابل توجه در اندازه ذرات سبب تغییر در گرمای ذوب و تبلور می گردد.
- ۲- تغییر در سرعت گرمایش و سرمایش تأثیر قابل ملاحظه ای بر روی آنتالپی ذوب و تبلور دارد، بنابراین تغییر در شرایط مندرج در این استاندارد جایز نمی باشد.
- ۳- با توجه به مقدار بسیار کم آزمون (در حد میلی گرم)، ضروری است از همگن بودن نمونه و اینکه آزمون نماینده واقعی نمونه ها باشند، اطمینان حاصل کنید.
- ۴- از بکارگیری مقادیر زیاد آزمون به سبب ایجاد خطا خودداری کنید.
- ۵- اثرات سمی و یا خوردگی جهت کاربر و تجهیزات را مورد توجه قرار دهید.
- ۶- این روش برای بعضی از پلیمرها قابل استفاده نیست. بطور مثال، پلی آریل آمیدها که صرفاً از طریق حل شدن متبلور می گردند. و پلیمرهای دیگر نظیر پلی استایرین با قابلیت بلورینگی که در دمای بالای انتقال شیشه ای خود، آنیلینگ می گردد لذا نمونه و آزمون های آنیل شده (که قبلاً فرایند آنیلینگ را گذرانده اند) بدون اعمال شرایط، مورد آزمون قرار می گیرند.

۷ بیان نتایج و گزارش آزمون

۱-۷ نحوه محاسبه

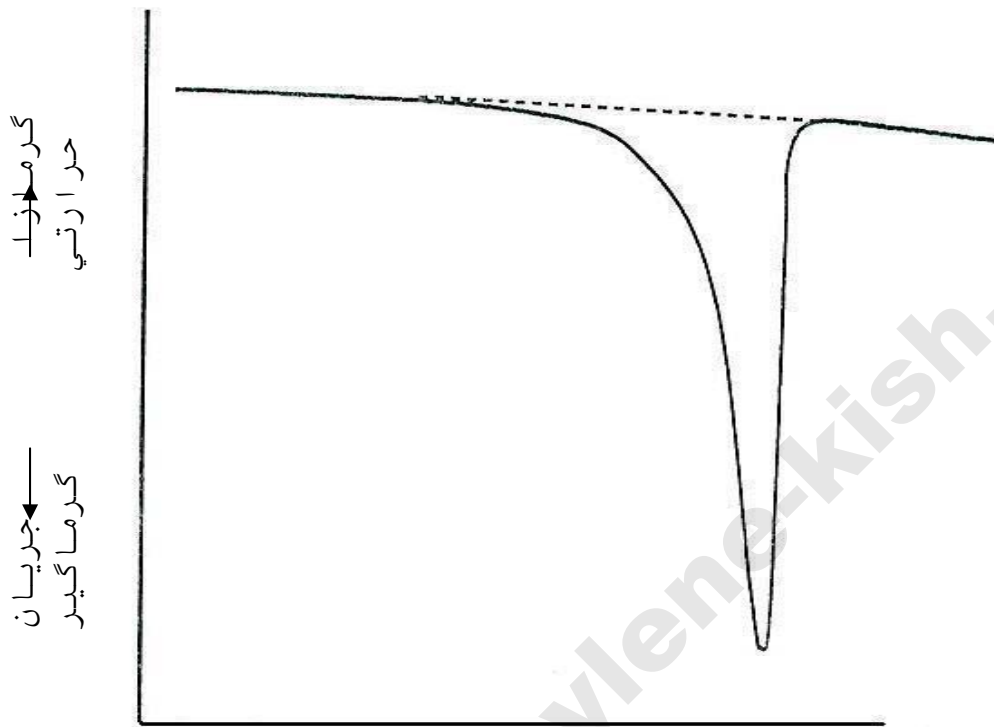
۱-۱-۷ خط پایه را بوسیله اتصال نقاط شروع و انتها در ذوب گرماگیر و یا تبلور گرمازا که از خط پایه مستقیم انحراف پیدا کرده است ترسیم کنید. رجوع کنید به شکل ۲و۱ (این اختلاف ناشی از تفاوت جریان گرمایی بین ماده مرجع و آزمون می باشد).

۲-۱-۷ ممکن است برای برخی مواد خاص روش توصیف شده در بند ۱-۱-۷ قابل اجرا نباشد لذا با استفاده از وسایل گرافیکی دیگر محاسبه سطوح زیر پیک انجام می شود. که البته با توافق تولید کننده و خریدار یا مشتری، صورت می گیرد.

۲-۷ سطح زیر پیک جریان گرماگیر ذوب و یا گرمازای تبلور را بر حسب زمان رسم کنید تا آنتالپی یا گرمای انتقال بر حسب میلی ژول بدست آید.

۴-۷ آنتالپی جرم واحد یا گرمای انتقال را با تقسیم آنتالپی بدست آمده در بند ۳-۷ بجرم آزمون محاسبه کنید. عدد حاصل آنتالپی انتقال است.

۸



دما، درجه سلسیوس
شکل ۱- نمونه ای از منحنی
گرمایش پلی اتیلن

گزارش آزمون

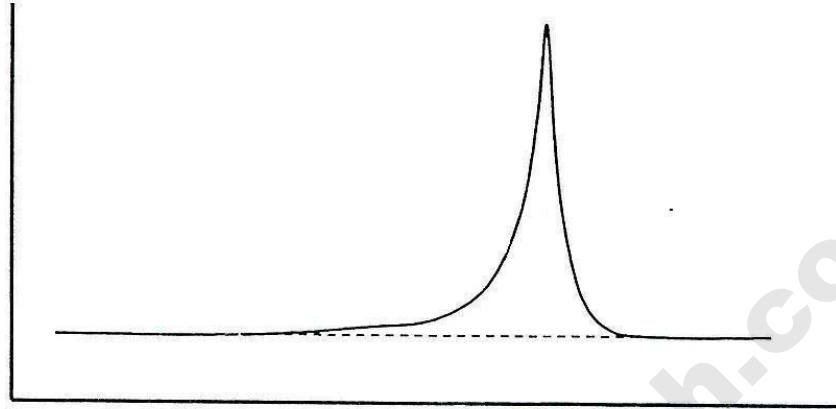
گزارش آزمون باید شامل موارد ذیل باشد :

۱-۸ مشخصات نمونه شامل منبع و نام تولیدکننده.

۲-۸ ابزار مورد استفاده (نوع دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی).

گرمایزا
حرارتی

گرمگیر
حرمان



دما، درجه سلسیوس
شکل ۲- نمونه ای از منحنی
سرمایش پلی اتیلن

- ۳-۸ ظرف آزمون و سرعت گرمایش و سرمایش.
- ۴-۸ توصیف روش کالیبراسیون.
- ۵-۸ مشخصات اتمسفر و شرایط محیطی آزمون از قبیل فشار گاز، دبی گاز، خلوص گاز و درصد ترکیب گاز.
- ۶-۸ آنتالپی ذوب و تبلور یا هر دو بر اساس ژول بر گرم.
- ۷-۸ شماره استاندارد ملی ایران که بر اساس آن آزمون انجام می شود.
- ۸-۸ تاریخ انجام آزمون.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

7189



**Test Method for Enthalpies of –Polymers
and Crystallization by Differential Fusion**

Scanning Calorimetry(DSC)

1st. Revision

www.parsethylene-kish.com