

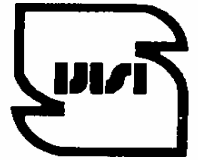


جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۸۵۰۳

چاپ اول

ISIRI

8503

1st.edition

پلیمرها - ساختار مولکولی -

روش طیف زیر قرمز

Polymers - Construction-  
Infrared spectroscopy method -

www.parsethylene-kish.com

## « بسمه تعالی »

### 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، صاحب 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 پیشنهادات 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.

نشانی مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران : کرج - شهر صنعتی، صندوق پستی ۱۶۳-۳۱۵۸۵

دفتر مرکزی : تهران - ضلع جنوبی میدان ونک - صندوق پستی : ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹

تلفن مؤسسه در کرج: ۰۲۶۱-۲۸۰۶۰۳۱-۸








تلفن مؤسسه در تهران: ۰۲۱-۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: کرج ۰۲۶۱-۲۸۰۸۱۱۴ - تهران ۰۲۱-۸۸۸۷۰۸۰-۸۸۸۷۱۰۳

بخش فروش - تلفن: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵ - دورنگار: ۰۲۶۱-۲۸۰۷۰۴۵

پیام نگار: Standard @ isiri.or.ir

بهاء ۲۰۰۰ ریال

-  **Headquarters:** Institute Of Standards And Industrial Research Of Iran
- P.O.Box :** 31585-163 Karaj - IRAN
-  **Tel (Karaj):** 0098 (261) 2806031-8
-  **Fax (Karaj):** 0098 (261) 2808114
- Central Office:** Southern corner of Vanak square, Tehran
- P.O.Box :** 14155-6139 Tehran-IRAN
-  **Tel (Tehran):** 0098 21 8879461-5
-  **Fax (Tehran):** 0098 21 8887080, 8887103
-  **Email:** Standard @ isiri.or.ir
-  **Price:** 2000 RLS

## پیش گفتار

استاندارد « پلیمرها- ساختار مولکولی - روش طیف زیر قرمز» که بوسیله کمیسیون فنی صنایع شیمیایی و پلیمر تهیه و تدوین شده و در چهارصد و چهل و یکمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۶/۰۴/۱۲ 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 می شود.

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 بین المللی و استاندارد ملی کشورهای صنعتی و پیشرفته هماهنگی ایجاد شود.

این استاندارد با توجه به نیاز آزمایشگاهها در ارجاع آزمون به منبع ملی (استاندارد ملی)، تدوین شده است که برای تهیه آن، علاوه بر استفاده از منابع مختلف استانداردهای ASTM، کتاب و مقاله ذکر شده در زیر، از تجربیات آزمایشگاهی موجود (آزمایشگاه مرکزی پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران و دانشکده مهندسی پلیمر دانشگاه صنعتی امیرکبیر) نیز استفاده شده است و برای کل پلیمرها کاربرد دارد.

۱- نوشته دونالد پاپویا، گری لمپن، جورج کریز، ترجمه برهمن موثق، نگرشی بر طیف سنجی، ویرایش دوم، انتشارات علمی و فنی، ۱۳۸۰، صص ۲۷-۳۳

۲- ر.م. سیلور اشتین-ف-ایکس-وبستر، ترجمه دکتر مجید میرمحمدصادقی و دکتر محمد رضا سعیدی، ویرایش ششم، چاپ دوم، انتشارات دانشگاه اصفهان، شناسایی ترکیبات آلی به روش طیف سنجی، ۱۳۸۰ صص ۸۹-۹۱

۳- مجله علوم و تکنولوژی پلیمر، سال سوم، شماره اول، نگرشی بر روشهای تجزیه طیف بینی مادون قرمز و کاربرد آنها برای شناسایی پلیمرها، صص ۶۵-۷۵

**4-ASTM D5576-94(2002) Standard Test Method Of Structural Entities in Polyolefins by Fourier Transform Infrared Spectroscopy(FT-IR)**

## کمیسیون استاندارد « پلیمرها - ساختار مولکولی - روش طیف زیر قرمز

### رئیس

میرمحمد صادقی، گیتی

(دکتری مهندسی پلیمر)

### سمت یا نمایندگی

دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی پلیمر

### اعضاء

آهنی کمانگر، شیدا

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

توکلی طرقي، پروانه

(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

دانشگاه آزاد تهران

شکراللهی، فاطمه

(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

طبری نیا، فرزانه

(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازنداران

عسکری، فهیمه

(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

فرهمنند، فرهید

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

(فوق لیسانس شیمی تجزیه)

کیمیایی، سیمین

وزارت صنایع و معادن

(لیسانس شیمی)

نوحی لنگرودی، ساناز

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران

(لیسانس شیمی محض)

ویسه، مهدی

رئیس آزمایشگاه شرکت پلاسکوکارسایپا

(فوق لیسانس شیمی)

دبیر

میری قلعه سری، سیده عظمت

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران

(لیسانس مهندسی پلیمر)



## پلیمرها- سافتار مولکولی-روش طیف زیر قرمز

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، ارائه روشی برای تعیین ساختار مولکولی پلیمرها (زنجیرهای پلیمری) است.

### 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 تجدید نظر، 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 شماره ۷۱۸۵ سال ۱۳۸۳، راهنمای آنالیز و شناسایی پلیمرها.

۲-۲ استاندارد ملی ایران ۸۳۹۱ : سال ۱۳۸۴ پلیمرها- آنالیز و شناسایی مقدماتی

**2-3 ASTM D3677-00 Standard Test Method for Rubber Identification by Infrared Spectrophotometry.**



### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و/یا واژه ها مطابق با تعاریف مندرج در استاندارد بند ۲-۱ به کار می روند.

### ۴ وسایل لازم

۱-۴ طیف سنج زیر قرمز<sup>۱</sup> از نوع تفکیکی (پراکندگی)<sup>۲</sup> یا از نوع تبدیل فوریه<sup>۳</sup> (نمونه ای از طیف سنج زیر قرمز از نوع تفکیکی در شکل ۱ آمده است).

۲-۴ صفحه داغ (مورد استفاده در روش آماده سازی)

۳-۴ دستگاه پرس کوچک (مورد استفاده در روش آماده سازی)

۴-۴ هاون (مورد استفاده در روش آماده سازی)

۵-۴ اسلایدهای میکروسکوپ (مورد استفاده در روش آماده سازی)

۶-۴ ریزسنج با قابلیت اندازه گیری  $\pm 0.0025$  میلی متر

### ۵ اصول روش

پس از تهیه و آماده سازی، نمونه در سل دستگاه قرار می گیرد. طیف زیر قرمز هر نمونه، از دو روش تهیه می شود: ۱- تاباندن نور به درون نمونه، ۲- بازتابش نور از سطح نمونه. در هر دو روش، طیف سنج، انرژی تابش منتشر شده از منبع نور زیر قرمز را قبل و بعد از عبور آن از

---

1 - Infrared Spectrophotometer

2 - Dispersive

3 - Fourier Transform photometer

نمونه مقایسه می‌کند و طیفی را که مشخصه آن نمونه است نتیجه می‌دهد. روش اول، زمانی نتیجه مطلوب خواهد داد که بتوان فیلم نازکی از نمونه با ضخامتی در حدود ۵۰-۱۰ میکرومتر تهیه کرد. روش دوم که به آن طیف بینی کل بازتابش تضعیف شده<sup>۱</sup> می‌گویند بر اساس بازتابش داخلی کل نور بین سطوح داخلی دو محیط با ضریب شکست‌های متفاوت است، طیف بازتابش، شبیه طیف جذبی به دست می‌آید. جهت اطلاع بیشتر به پیوست الف مراجعه کنید.

## ۶ آماده سازی نمونه

نمونه را با توجه به ماهیت فیزیکی ماده طبق روش‌های زیر تهیه کنید. در صورت امکان، اثر تغییرات فیزیکی اولیه نمونه را به وسیله روش‌هایی مثل حل کردن یا قراردادن تحت شرایط حرارتی مناسب (به طور مثال، فشردن تحت حرارت) از بین ببرید.

### ۶-۱ تهیه فیلم از مملول نمونه و لاتکس

برای تهیه فیلم مناسب، از حلال‌های شناخته شده و مناسب برای پلیمرها استفاده کنید.

**یادآوری-** برای یافتن حلال مناسب به استاندارد ملی ایران بند ۲-۲ مراجعه کنید.

اگر اطلاعاتی در مورد پلیمر یا میزان انحلال‌پذیری آن در حلال‌های مختلف ندارید، به ترتیب از حلال‌های زیر استفاده کنید.

**الف- اتیلن دی‌کلراید (۲:۱ دی‌کلرواتان):** این حلال تعداد زیادی از پلیمرهای گرمانرم مثل اکثر وینیلی‌ها و آکریلی‌ها را در خود حل می‌کند.

**ب - تولوئن:** حلال خوبی برای کائوچوی استایرین-بوتادین رابر<sup>۲</sup> و پلی استایرین است.

1 - Attenuated Total Reflection(ATR)

2 -(S.B.R)

**پ - متیل اتیل کتون:** این حلال ، نسبت به دو حلال قبلی به سختی از محلول نمونه جدا می شود اما برای کوپلیمرهای آکریلاتی حلال مناسبی است.

**ت - آب:** تعدادی از پلیمرها که از نظر گروههای هیدورکسیل، اسیدی یا آمینی غنی هستند در آب انحلال پذیرند.

**ث - اسید فرمیک:** این حلال برای حل کردن پلی آمیدها بسیار خوبی است. از آن جاکه این حلال با برخی از پلیمرها (به عنوان مثال، پلی وینیل الکل) واکنش می دهد در صورت عدم انحلال نمونه در حلال های قبلی آن را به کار ببرید، فیلم هایی که با استفاده از محلول فرمیک اسید تهیه می شوند باید کاملاً با آب شسته شوند تا ناخالصی آنها (احتمالاً سدیم فرمات) جدا شود.

**ج - دی متیل فرمامید:** این حلال برای پلی آکریلونیتریل، پلی وینیل فلوئورید، پلی وینیلیدین کلرید، پلی یورتان و تعداد دیگری از پلیمرها، که تقریباً در حلال های قبلی انحلال پذیر نیستند، مناسب است. فیلم پس از خشک شدن باید کاملاً با آب شسته شود تا باقیمانده حلال خارج گردد.

**یادآوری -** بارنز (Barnes) روش ویژه ای را برای حل شدن لاستیکها، پیشنهاد می کند، که نمونه به وسیله مخلوط پارا - سایمن - زایلین (P-Cymene-Xylene) رفلکس می شود. این روش به خصوص برای ترکیباتی که در آنها دوده وجود دارد، مناسب است. اسمیت (Smith) و دینز مور (Dinsmore) مخلوط حلال های دیگری را توصیه می کنند و تأثیر تکان دادن با حلال سرد را بیشتر از رفلکس می دانند، این روش به خصوص برای لاستیکها بر پایه بوتادی ان بهتر است.

**یادآوری ۲-** اگر پلیمر در هیچ یک از حلال های فوق حل نشد یا پس از سرد شدن ، از حلال جدا گردید، این روش برای تهیه نمونه مناسب نیست، مگر برای نمونه ای که مقدار پرکننده آن زیاد باشد و به روش های دیگر نمی توان طیف مناسبی از آن به دست آورد .

پس از پیدا کردن حلال مناسب ، ابتدا ۰/۵ یا ۰/۰۵ گرم از پلیمر را در حدود یک میلی لیتر از حلال، حل کنید (در صورتی که مقدار نمونه کم باشد مقدار حلال را باید به همان نسبت کاهش

دهید). محلول را ابتدا به آرامی گرم کنید و در صورت انحلال آهسته پلیمر، محلول را با رعایت ملاحظات ایمنی بجوشانید. با توجه به مقدار حلال، از لوله آزمایش با قطر مناسب استفاده کنید. برای کاهش احتمال سوختن پلیمر یا شعله ور شدن بخارات حلال، گرم کردن با اجاق برقی پیشنهاد می‌گردد.

مقداری از محلول را روی صفحه شیشه‌ای کوچک بریزید (به عنوان مثال، لام میکروسکوپ). این صفحه را به مدت ۱۰ دقیقه در برابر لامپ زیر قرمز قرار دهید. پس از سرد شدن، فیلم را به کمک تیغ از سطح صفحه بردارید (برای کندن فیلم از سطح صفحه، کمی آب بریزید). مقداری از این فیلم با ضخامت حدود ۰/۰۳ میلی‌متر در سلول مخصوص قرار دهید.

در صورتی که فیلم حاصل خیلی شکننده باشد و کندن آن از روی سطح شیشه‌ای امکان‌پذیر نباشد، مقداری از محلول را روی قرص پتاسیم بروماید یا سنگ نمک ریخته و آن را به همان طریق قبلی خشک کنید و همین قرص را در دستگاه قرار دهید. برای محلول‌های آبی از قرص نقره کلرید یا از برمیدید تالیوم (KRS-5) به جای قرص پتاسیم بروماید یا سنگ نمک استفاده کنید. در آزمایش مستقیم و تهیه نمونه از لاتکس‌هایی که می‌توانند تشکیل فیلم بدهند، یا در محیط مایع معلق شوند، روش فوق مناسب است و همانند روش محلول روی نمونه‌های لاتکس آزمایش می‌شود. از آن‌جاکه نمونه‌های لاتکس دارای عوامل فعال سطحی هستند با فرورودن فیلم همراه با صفحه شیشه‌ای (که فیلم، روی آن گرفته شده است)، در متانول و شستن آن با آب و سپس فرو بردن در اتر و خشک کردن در زیر لامپ زیر قرمز، این عوامل را از فیلم جدا کنید. این روش معمولاً برای تهیه طیف از یک پلیمر نرم شده مانند پلی وینیل کلراید مناسب است و در صورتی که تنها شناسایی کیفی مورد نظر باشد با این روش می‌توان از فرآیندهای طولانی استخراج اجتناب کرد.

## ۲-۶ روش تهیه فیلم از طریق فشردن تمت مرارت

فشردن تحت حرارت بهترین و سریعترین روش برای تهیه نمونه از پلیمرهای گرمانرم است و فیلم‌هایی با ضخامت بیشتر از  $0.03$  میلی‌متر تهیه می‌شود. این روش برای تهیه نمونه از پلی اتیلن و آلفا الفین پلیمرها مثل پلی پروپیلن ترجیح داده می‌شود. مقدار کمی از نمونه را بین دو صفحه نازک (با ضخامت  $0.05$  تا  $0.08$  mm) نقره کلرید تحت فشار قرار دهید. سپس مجموعه فوق را بدون جدا کردن نقره کلرید در طیف سنج بگذارید. البته می‌توان دوباره این صفحات نقره کلرید را از نمونه جدا کنید و مورد استفاده قرار دهید.

دمای دو صفحه را تقریباً "بالای دمای ذوب پلیمر مورد نظر کنترل کنید. دمای دو صفحه برای بعضی از پلیمرها در جدول ۱ آورده شده است. مقدار مناسبی از نمونه را روی اسلاید میکروسکوپ قرار دهید و با اسلاید دیگر آن را بپوشانید. سپس مجموعه اسلاید ها و نمونه را بین دو صفحه قرار دهید و تحت پرس، آن را ذوب کنید. پس از گذشت تقریبی  $30$  ثانیه، دو اسلاید را در حالی که نمونه بین آنها ذوب شده است، به وسیله انبر به درون بشر حاوی آب سرد، فرو ببرید و پس از سرد شدن، فیلم نازک پلیمر را از میان دو اسلاید خارج کنید.

**یادآوری-** اگر نمونه، فیلم دمشی یا فیلم رسوب داده شده با ضخامت کمتر یا مساوی  $0.1$  میلی متر باشد، به طور مستقیم آن را در دستگاه طیف سنج قرار دهید.

## ۳-۶ روش تهیه فیلم از طریق برش مقطعی

در صورتی که نمونه مورد آزمایش نمونه‌ای لاستیکی یا شکننده نباشد، فیلم‌های نازکی را با برش مقطعی به وسیله میکروتوم قوی، تهیه کنید. در مورد نمونه‌های با دمای انتقال شیشه‌ای پایین، با استفاده از کربن دی اکسید جامد یا نیتروژن مایع می‌توانید فیلم را تهیه کرد. در مورد پلیمرهای سخت می‌توان آنها را به کمک حلال متورم و سپس فیلم تهیه کنید.

### جدول ۱- دمای تقریبی پرس برای بعضی از پلیمرها

دما درجه سلیسیوس	پلیمر
۱۵۰	پلی اتیلن با دانسیته بالا
۱۱۰	پلی اتیلن با دانسیته پایین
۱۳۰	پلی اتیلن با دانسیته پایین خطی
۱۷۵	پلی پروپیلن
۱۴۰	پلی استایرین
۱۵۰	پلی متیل متا اکریلات
۲۱۰	پلی کربنات
۱۶۰	پلی وینیل کلراید
۱۰۰	پلی استال
۲۰۰	پلی آمید ۶
۲۴۰	پلی آمید ۶/۶
۲۰۰	پلی آمید ۶/۱۰
۱۶۰	پلی آمید ۱۱
۱۷۰	پلی آمید ۱۲

### ۴-۶ قرص سازی

**یادآوری ۱ -** تهیه قرص های نمکی هالوژن دار معمول ترین روش برای تهیه نمونه از مواد جامد ساده (غیر پلیمری) است. متأسفانه پلیمرها به سختی در نمک های هالوژن دار توزیع می شوند و طیف هایی که با این روش به دست می آیند در مقایسه با طیف های حاصل از روش تهیه فیلم، از نظر کمی و کیفی طیف های خوبی نیستند.

در پلیمرها، روش تهیه قرص تنها برای موارد خاص مانند پلیمرهای غیر محلول و لاستیک هایی به کار می رود که نمی توان از آنها فیلم تهیه کرد.

ابتدا پلیمر را آسیاب و پودر کنید (می‌توانید نمونه‌ها را با مالش به وسیله قاشقک که سر آن الماس است پودر کنید. پیشنهاد می‌گردد پلیمر یا لاستیک نامحلول را ابتدا با حلال متورم کنید زیرا، ژل متورم شده، راحت‌تر شکسته می‌شود و پس از آسیاب حلال را با حرارت دادن تبخیر کنید). سپس ۲-۱/۵ میکروگرم پودر پلیمر را در ۴۰۰ میلی گرم پودر پتاسیم برماید مخلوط کنید (عمل مخلوط کردن را با ساییدن در هاون و یا به طور مناسب‌تر در یک آسیاب ارتعاشی یا کلویید-کننده، انجام دهید) سپس مخلوط را در قالب، زیر فشار  $10^3 * 68/93 - 10^3 * 103/395$  کیلوپاسکال (psi ۱۰۰۰۰-۱۵۰۰۰۰) و دما (مطابق جدول ۱) به صورت قرص فشرده، در آورید.

**یادآوری ۲-** البته از برخی پلیمرهای پودر شده بدون اضافه کردن پودر نمک هالوژن‌دار نیز قرص تهیه می‌شود، نظیر پلی تترافلورواتیلن و برخی از پلی‌تن‌های خطی دیگر.

برای آسیاب لاستیک‌ها، لاستیک تا زیر نقطه شکنندگی (دمای انتقال شیشه‌ای) آن سرد کنید و آسیاب کنید (اغلب سرد کردن در محفظه خلاء که با نیتروژن مایع پر شده است انجام می‌شود و تا زمانی که عمل آسیاب کردن ادامه دارد هاون مورد استفاده نیز در این محفظه، قرار خواهد داشت و در هاون ماده و پودر پتاسیم برمید ریخته می‌شود). سپس از پودر حاصل قرص تهیه کنید. برای جلوگیری از اثر رطوبت پودر بر روی طیف جذبی، قرص را در گرمخانه با دمای ۱۴۰ درجه سلسیوس به مدت ۱۰ دقیقه قرار دهید قرص خشک را تحت فشار قرار دهید و دوباره فشرده کنید.

برای تهیه نمونه به صورت خمیر نیز به روش زیر عمل کنید:

دو تا پنج میلی گرم پودر پلیمر را با یک یا دو قطره روغن نوژول<sup>۱</sup> یا پارافین به صورت خمیر در آورید و خمیر حاصل را به شکل فیلم نازک و یکنواخت، بین دو صفحه نمکی (هالید قلیایی) قرار دهید.

## ۵-۶ تهیه نمونه از محصولات پیرولیز

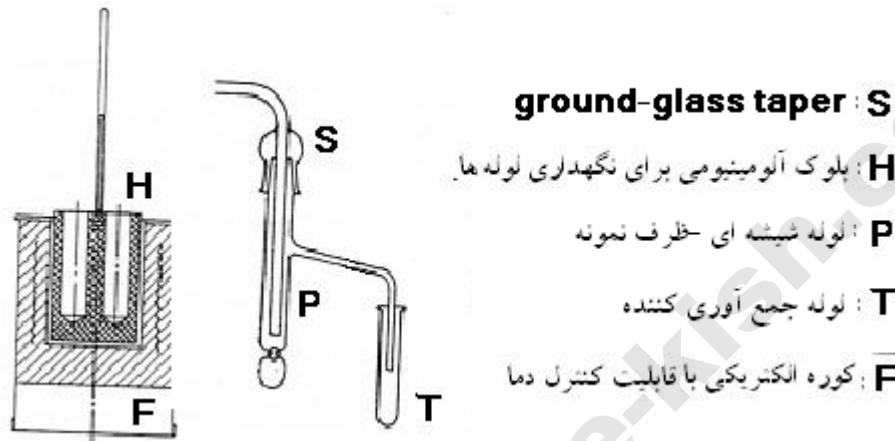
**یادآوری ۱** - مواد نامحلول ممکن است حاوی مواد پرکننده بسیاری باشند که به طور مستقیم از آنها طیف مناسبی به دست نمی آید. کوپلیمرها و آمیزه ها یا آلیاژهای پلیمری بسیاری وجود دارند که اطلاعات حاصل از طیف زیر قرمز آنها برای تعیین مشخصات اجزای پلیمری کافی نیست و غلظت پایین اجزاء و نامحلول بودن نمونه نیز امکان آزمایش و شناسایی توسط روش رزونانس مغناطیسی هسته ای را نمی دهد. برای چنین نمونه هایی روش پیرولیز روش مناسبی است.

مقدار کمی از نمونه (تقریباً ۰/۰۱g) را در یک لوله آزمایش U شکل با بازوهای به طول ۵۰-۸۰ میلی متر تحت خلا قرار دهید و در ظرف را به طور کامل ببندید. در حالی که یکی از بازوهای لوله گرم می کنید، بازوی دیگر را در حمام خنک کننده ها (برای مثال، یخ خشک - متانول) قرار دهید. با این عمل، محصولات تخریب به آهستگی در لوله سرد شده، جمع آوری می شوند. پس از کامل شدن پیرولیز، لوله را بشکنید و ماده جمع آوری شده را (که اغلب مایع یا ماده خمیری است) برای انجام عملیات بعدی بردارید. این ماده را به صورت یک فیلم نازک بین دو سطح شفاف نمکی قرار دهید.

در موارد خاص \_ هنگام شناسایی لاستیک های حاوی مواد پرکننده و یا شبکه ای شده، علاوه بر آزمایش مایع حاصل از پیرولیز، طیف جزء گازی آن را نیز تهیه کنید. نمونه ای از تجهیزات پیرولیز در شکل ۳ آورده شده است.



یادآوری ۲- معمولاً جزء گازی حاصل از پیرولیز نسبتاً خالص تر بوده و می توان آن را به راحتی شناسایی کرد.



شکل ۳- تجهیزات پیرولیز

## ۷ اصول کلی کالیبراسیون دستگاه طیف زیرقرمز

کالیبراسیون دستگاه طیف زیر قرمز معمولاً با استفاده از " بر طبق فیلم های پلی استایرین با ضخامت ۵۰ میکرون که دارای جذب مشخص است، انجام می شود.

## ۸ روش اجرای آزمون

۱-۸ فیلم یا قرص آماده شده را در سل نمونه طیف سنج قرار دهید.

۲-۸ طیف زیر قرمز را از با تفکیک اسمی  $4/0 \text{ cm}^{-1}$  ثبت کنید.

۳-۸ جذب را با در نظر داشتن خط پایه مناسب برای فیلم، به دست آورید.

۴-۸ مقادیر به دست آمده را با جدول ۲ مقایسه کنید و نوع پلیمر را از نظر ساختاری، شناسایی

کنید (جدول ۲ از کتاب مندرج در بند ۲-۳ استخراج گردیده است).

## ۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید دارای اطلاعات زیر باشد :

۱-۹ شماره استاندارد ملی ایران که آزمون بر اساس آن انجام شده است.

۲-۹ مشخصات کامل ماده مورد آزمون شامل نوع، کد تولید کننده (نام تولید کننده)، شماره،

شکل، ابعاد و تاریخچه قبلی.

۳-۹ روش آماده کردن آزمون ، شرایط آزمون و قالبگیری و.....

۴-۹ روش کالیبراسیون

۵-۹ نوع طیف سنجی (IR ، ATR ، FTIR)

۶-۹ تصویر طیف نمونه و نوع پلیمر احتمالی

مدول ۲- فطوط طیف زیر قرمز بعضی از پلیمرها

مذب، میکرون	پلیمر
C=N: ۴/۴۷ و C-H آلیفاتیک: ۳/۴۱ و ۳/۴۹: و C-O کششی: ۵/۷۸ و سایر: ۶/۰۱ و ۶/۹۰ و ۳/۳۴ و ۳/۴۱	پلی اکریلونیتریل
C-H کششی: ۴/۹۰ و ۶/۸۰ و ۷/۰ و ۷/۲۳ و ۸/۰۸ و ۹/۱۵ سایر (قوی): ۳/۳۴ و ۳/۴۱ و ۱۱/۱۵	پلی فرمالدئید
C-H آلیفاتیک: ۳/۳۵-۳/۵۰ و ۶/۹۰-۶/۷۰ و سایر: ۷/۲۰ و ۷/۳۲ و ۸/۱۵ و دو قله ای در: ۱۰/۵۳ و ۱۰/۸۷	پلی ایزوبوتیلن
C-H آلیفاتیک: ۳/۳۰ و ۳/۴۰ و C=O کششی (قوی): ۵/۸۰ و C=O کششی استر: ۷/۶۵-۸/۰۳ و سایر: ۶/۰۹ و ۶/۱۵ و ۶/۵۰ و ۶/۶۱ و ۶/۷۰ و ۷/۶۵ و ۱۲/۹۰ و ۱۴/۳۵ (مشخصه)	پلیمر پلی استر
CH(Vinylite VMCH) آلیفاتیک: ۳/۴۰ و C=O کششی: ۳/۶۵ و ۵/۷۶ و HOH binding Adsorbed water: ۶/۱۶ و C-O کششی: ۷/۰۰ و ۷/۳۲ و ۷/۵۶ و ۸/۱ و سایر: ۹/۱۷ و ۹/۲۸	پلیمر های وینیلی (کوپلیمره شده وینیل کلراید-وینیل استات)
CH آلیفاتیک: ۳/۴۵ و ۳/۵۶ و C=O کششی: ۵/۷۹ و Adsorbed water: ۶/۱۶ و C-O کششی: ۷/۰۲ و ۷/۵۵ و ۸/۰۵ و سایر: ۹/۱۶ و ۱۰/۴۲. تفاوت آن با پلیمر های وینیلی VMCH در جذب مشخص در ۷/۰-۷/۵ و ۹/۵-۱۰ است.	رزین وینیلی VAGH
تفاوت آن با VAGH وینیلی و پلیمر های ۳/۴۱ و ۳/۴۹: وینیلی (کوپلیمره شده وینیل کلراید-وینیل استات)، در جذب قوی ۸/۷۳ است.	رزین وینیلی XYHL
متیل در Si-CH3: ۷/۹۵ و ۹-۱۰ و ۱۲/۶ و Si-O-Si: ۱۲/۶ و C-H آلیفاتیک: ۳/۴۳-۳/۳۶ (ارتعاشی)	روغن سیلیکون
OH کششی: ۲/۹۰ و CH آلیفاتیک کششی: ۳/۴۲ و ۳/۵۱ و Adsorbed water: ۶/۱۵ (مشابه جذب سلولز)	متیل سلولز
Splitting of aliphatic CH starching vibration: ۳/۳۷-۳/۵۰ سایر: ۶/۹۴ و ۷/۲۷ (قوی) و ۱۰/۹۰ و ۱۱/۳۷ (ضعیف)	اتیل سلولز
مشابه طیف سلولز	نمک سدیم کربوکسی متیل سلولز
C=O کششی: (قوی) ۵/۵۷ و کربوکسی: ۳-۴	کربوکسی متیل سلولز (آزاد)
R-O-NO2: ۶/۰۵ و ۷/۸۰ (مشخصه)	نیتر و سلولز
گروه های C-H: ۳/۳ (ضعیف) و دو قله ای و جذب C-H: ۶/۲۵ (بیک دو قله ای) و Si O (from Asbest): ۹/۵-۱۰/۰	فنل فرمالدئید (پرشده با آزبست)
OH: ۲/۹۰ و ۶/۱۲ (جذب آب) و CH آروماتیک متصل به باند دوگانه: ۳/۲۸ و C-H آلیفاتیک: ۳/۳۷ و ۳/۴۸ و C=O کششی: ۵/۸۸ (قوی) و CH: ۶/۹ و ۷/۳۷-۷/۱۰ و ۷/۱۰ و کربونیل استر: ۸/۰ و توزیع ۱/۴: ۱۲/۱ و ۱۳/۸	پلی کربنات
OH: ۲/۹۰ (ضعیف)، CH آلیفاتیک: ۳/۴۵ (قوی) و ۶/۷۵-۷/۵۰ و -CH2-O-CH2- ۹:	پلی اتیلن گلیکول
OH adsorption: ۲/۹۰ و Triple c-h: ۳/۵۰-۳/۳۵ و CH: ۶/۹ و CH3: ۷/۳ (قوی) و C-O-C: ۹ (قوی) و سایر: ۱۰/۸ و ۱۱/۶ و ۱۲/۰	پلی پروپیلن گلیکول
C-H آلیفاتیک: ۳/۴-۳/۵ و C=O adsorption: ۵/۷۵ (ناخالصی) و CH: ۷/۱۰ و C-Cl: ۱۳/۳۵ (اغلب ۱۴/۳-۱۳/۳) و ۷/۳۱	پلی وینیلیدین کلراید
C-H آلیفاتیک: ۳/۴۰ و ۶/۹۶ و ۷/۲۵ و متیل C-Cl: ۱۳/۱۵ و ۱۳/۶۵ و ۱۲/۷۵ (محتمل) و جذب آب: ۲/۹۳ و ۶/۱۶	پلی پروپیلن کلرینه شده
OH: ۲/۹۱ C-H آلیفاتیک: ۳/۴ و C=O استری: ۵/۷۶ و گروه های متیل: ۷/۲۸ و CH2-O-CR: ۸/۸	پلی وینیل استال
C=O: ۶/۰۰ و C=N: (محتمل): ۴/۵ و OH (رطوبت): ۲/۹۵	پلی آکریل آمید
رطوبت: ۲/۹ و ۶/۱۳ و Triple CH adsorption: ۳/۴ و کربونیل استر: ۵/۷ و ۸/۶ و سایر: ۸/۵-۷/۲۵ و ۱۱/۴ و ۱۲/۴۵ و ۱۳/۴۵	سلولز پروپیونات

ادامه جدول ۲ - خطوط طیف زیر قرمز بعضی از پلیمرها	
Characteristic adsorption: ۱۰/۵ و ۱۱/۱ و ۱۲/۰ و ۱۲/۶ و ۱۳/۴ و ۱۴/۵	سلولز استات بوتیرات
CH آلیفاتیک: ۳/۴ (قوی) و ۶/۸ و دو متیل متصل به کربن: ۷/۱۹ و ۷/۳۱ و CH آلیفاتیک متصل به باند دوگانه: ۱۰/۵۵ و ۱۰/۸۵	لاستیک بیوتیل
و CH متصل به باند دوگانه: ۱۰/۳ (قوی) و ۳/۲۵ و ۶/۰۰ و ۶/۱۰ و ۶/۲۵ (قوی)	لاستیک نیتریل
باندهای استایرین: ۳/۲۵ و ۳/۳۰ و ۳/۳۵ و CH متصل به باند دوگانه حلقه بنزنی تک استخلافی: ۵/۶ و ۱۳/۲ و ۱۴/۳۳ و C-H adsorption: ۱۰/۳۵	لاستیک استایرین بوتادین
رطوبت: ۲/۹۲ و ۶/۱۲ و CH آروماتیک: ۳/۳۱ و ۶/۲۸ و CH متصل به باند دوگانه: C-H آلیفاتیک: ۳/۴۱ و ۳/۵۰ و ۶/۸۸ و C=N: ۴/۴۷ و حلقه بنزنی تک استخلافی (ضعیف): ۱۳/۲ و ۱۴/۳۵	آکریلونیتریل بوتادین استایرین
تقریباً مشابه با طیف پلی اتیلن به اضافه باند دوگانه در ۱۰/۳ و C-H آلیفاتیک: ۳/۴ و CH متصل به باند دوگانه: ۳/۳ و گروه های متیل: ۷/۲۵	کوپلیمر اتیلن پروپیلن
مشابه طیف کوپلیمر اتیلن پروپیلن و با طیف های اضافی، باندهای دو گانه آلیفاتیک: ۳/۳ (ضعیف) و ۱۰/۶۵	ترپلیمر اتیلن - پروپیلن داین
هیدروکسی: ۲/۹ و ۹/۰۴ و C-H: ۳/۲۷ و ۳/۳۴ و ۶/۲۰ و ۶/۳۰ و گروه متیل: ۷/۲۰ و ۷/۳۲ و حلقه بنزنی که در ۴ استخلاف شده است: ۵/۶ (ضعیف) و ۱۲/۳ و C-H آلیفاتیک: ۳/۳۹ و ۳/۴۳ و ۳/۴۵ و ۶/۸۴	رزین اپوکسی
جذب آب: ۲/۹۲ و C-H آروماتیک: ۳/۳۱ و ۶/۴۹ و حلقه بنزنی استخلاف شده: ۱۳/۴ و C-H آلیفاتیک: ۳/۴۲ و ۳/۵۰ و ۶/۹۰	رزین کومارون-ایندن
C=O: ۷/۵ و استر: ۸/۰ و ۹/۸	پلی وینیل استات
Characteristic absorption: ۷/۲۵ و ۸/۰۵ و ۸/۰۹ و ۱۰/۰	پلی وینیل بوتیرال
CF2: ۸/۴ و سایر: ۵-۴	پلی تترافلورو اتیلن
OH کششی: ۲/۸۲ و C=O: ۲/۹۰ و ۵/۸۰ و H کششی: ۳/۲۵ و CH2 کششی: ۳/۳۵ و CH2 deformation: ۷/۲۰ و ۷/۰۸ و CH deformation: ۷/۹۰ و C-O-C کششی: ۸/۵۱ و ۹/۵۹ و C-C: ۶/۸۰ و سایر: ۵/۸۰ و ۶/۱۹ و ۱۱/۴۵ و ۱۳/۷۷ و ۶/۶۵ و ۷/۳۰ و ۷/۴۵ و ۸/۸۶ و ۹/۱۰ و ۱۰/۳ و ۱۱/۱۵ و ۱۱/۴۵ و ۱۱/۸۰ و ۱۲/۶۲ و ۱۳/۷۵	پلی اتیلن ترفتالات (تریلن)
استرکربونیل: ۵/۷۵ و C-O-C کششی: ۶/۷۰-۶/۹۵ و ۸/۸۰-۸/۳۰ و سایر: ۱۰/۰۰ و ۱۰/۴۰	پلی متیلن متآکریلات
جذب آب: ۲/۸-۳/۴ و OH کششی: ۳/۴ و CH کششی: ۳/۴ و C=O کششی: ۵/۸ و COO-ion کششی: ۶/۲۸ و CH2 deformation: ۷/۰ و CH deformation: ۷/۳ و OH deformation: ۷/۵ و ۸/۹ و ۱۵/۴ و C-O کششی: ۸/۶ و OH خمشی: ۹/۴ و C-OH کششی: ۹/۸ و C-C, C-O کششی: ۱۰/۰ و سایر: ۹/۰ و ۶/۱	سلولز (سلوفان)
جذب آب: ۲/۹ و استر کربونیل: ۵/۷۵ و سایر: ۳/۵-۵/۳۵ و ۸/۰ و ۱۰/۰-۷/۵	سلولز استات
مشخصه جذب: ۳/۰ و ۶/۵-۶/۰ و ۹/۷ و ۱۲/۳	ملامین
مشخصه جذب: ۶/۰-۶/۲ و ۶/۹ و ۸/۰ و ۱۰/۰	اوره فرمالدئید
C=C: ۶/۰۸ و CH2, CH3 deformation: ۷/۰ و ۷/۲۵ و ۱۲/۰۰ و سایر: ۱۱-۷/۵	لاستیک طبیعی

## پیوست الف

### اطلاعاتی

#### (اساس دستگاه طیف سنه زیر قرمز)

**بازتابش کلی تضعیف شده:** در این روش، پرتو تابانده شده از یک منشور کوچک، که از ماده‌ای با ضریب شکست بالا است (به عنوان مثال سلنید روی یا تالیوم برمیدید)، به گونه‌ای عبور می‌کند که پرتو در یک سطح از منشور به‌طور کامل بازتابش داخلی می‌کند. نمونه‌ای که طیف آن باید گرفته شود مجاور سطحی از منشور، که در آن بازتابش داخلی رخ می‌دهد، قرار می‌گیرد و برای ایجاد بیشترین تماس با سطح منشور، به نمونه فشار وارد می‌شود. نمونه، بازتابش نور از یک سطح را به گونه‌ای کاهش می‌دهد که یک طیف به دست می‌آید. این طیف شباهت زیادی به طیف عبوری خواهد داشت مشروط بر اینکه تماس خوبی بین سطح منشور و نمونه برقرار شود.

منشور با ضریب شکست بالا نظیر تالیوم برمیدید (KRS-5) مناسب‌ترین نوع منشور است که به علت استحکام زیاد می‌تواند فشار لازم برای ایجاد تماس مناسب بین نمونه و منشور را تحمل کندیکی از کاربردهای بسیار مهم این روش، شناسایی چند لایه‌ها و روکش‌های سطح<sup>۱</sup> است.

**دستگاه‌های طیف سنه زیر قرمز از نوع تفکیکی:** این دستگاه از سیم داغ، اشعه زیر قرمز تولید می‌کند که توسط آینه به دو اشعه موازی با شدت تابش یکسان تقسیم می‌شود. نمونه در سر راه یکی از تابش‌ها قرار می‌گیرد و تابش دیگر به عنوان شاهد به کار می‌رود. این تابش‌ها به تک فام ساز<sup>۲</sup> می‌رسد که هر تابش را به طیف پیوسته‌ای از فرکانس‌های نور زیر قرمز پراکنده می‌کند. تک فام ساز شامل یک جسم دوران کننده است که دو تابش را به طور متناسب به یک شبکه پراش<sup>۳</sup> (در دستگاه‌های قدیمی از منشور استفاده می‌شد) می‌فرستد، شبکه پراش به آهستگی می‌چرخد و فرکانس یا طول موج تابش را که به آشکارکننده ترموکوپل می‌رسد، تغییر

---

1 - Surface coating

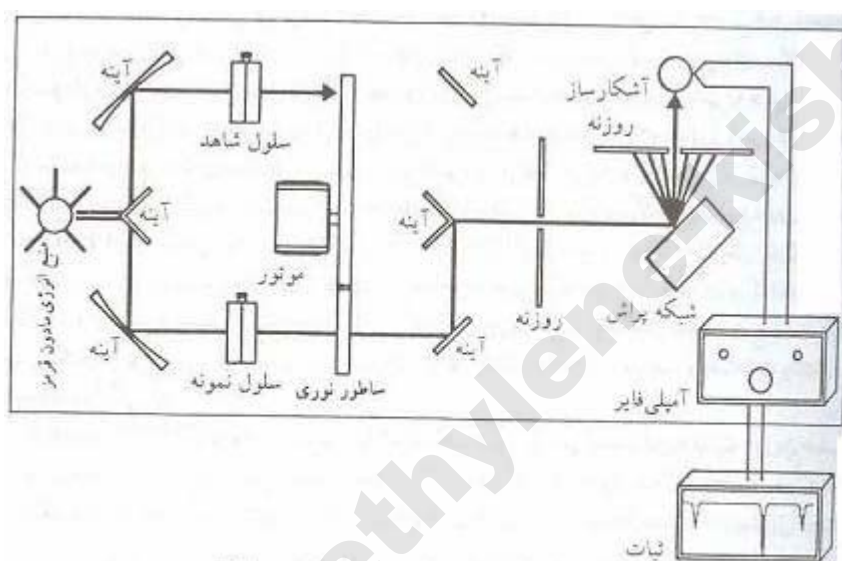
2 - Monochromator

3 - Diffraction grating

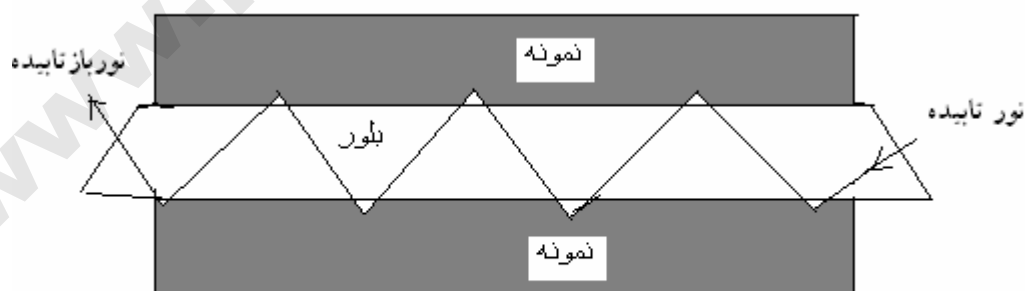
می دهد. آشکارساز نسبت شدت بین تابش شاهد و تابش نمونه را تشخیص می دهد. بدین طریق ، آشکارساز تعیین می کند که چه فرکانس هایی توسط نمونه جذب شده و چه فرکانس هایی به وسیله نور عبوری از میان نمونه ، بدون تاثیر گذر کرده اند. پس از این که سیگنال حاصل از آشکارکننده ، تقویت گردید ، ثبات ، طیف حاصل از نمونه را بر روی کاغذ ترسیم می کند. باید توجه داشت که طیف به گونه ای که فرکانس تابش زیر قرمز با چرخش شبکه پراش تغییر می یابد، ثبت می گردد. طیف یک ماده اغلب با حل کردن آن در حلال به دست می آید که بعد آن را در مقابل تابش نمونه در دستگاه قرار می دهند. در حالی که حلال خالص در یک سل معادل در مقابل تابش شاهد قرار می گیرد. دستگاه به طور خودکار ، طیف آن حلال را از طیف نمونه مورد آزمایش ، کم می کند

**طیف سنج های تبدیل فوریه:** جدیدترین دستگاه های طیف سنج مادون قرمز با اصول متفاوتی کار می کنند. مسیر حرکت نور به گونه ای طراحی شده است که تولید طرحی تداخل سنج نما<sup>1</sup> می کند که یک سیگنال پیچیده است ولی طرح موجی شکل آن ، شامل تمامی فرکانس هایی است که طیف زیر قرمز را می سازد. تداخل نما اساسا نموداری از شدت نسبت به زمان است که در عمل ریاضی (تبدیل فوریه) به شدت نسبت به فرکانس تبدیل می شود. این تبدیل قادر است فرکانس های جذبی منفرد را از تداخل نما جدا نماید. مزیت این روش این است که تداخل نما را در کمتر از یک ثانیه حاصل می کند. پس می توان تعداد زیادی از تداخل نماها ی یک نمونه را جمع آوری کرد و در حافظه کامپیوتر ذخیره نمود. در طیف حاصل از این روش ، نسبت سیگنال به نویز ، بهتر مشاهده می شود. بنابراین سرعت و حساسیت بیشتری نسبت به دستگاه تفکیکی دارد. دستگاه های FT-IR امروزی با شیوه تک پرتو کار می کنند. برای به دست آوردن طیف یک ترکیب ، ابتدا یک تداخل نما ی زمینه که شامل گازهای جوی فعال نظیر انیدرید کربنیک و

بخار آب هستند ، گرفته می شود و سپس تداخل نما تحت تبدیل فوریه قرار می گیرد که تولید طیف زمینه می کند. سپس ترکیب یا نمونه در مقابل تابش اشعه قرار داده می شود و طیف حاصل از تبدیل فوریه تداخل نما به دست می آید. این طیف شامل نوارهایی برای ترکیب نمونه و زمینه است. نرم افزار کامپیوتر به طور خودکار طیف زمینه را از طیف نمونه کم کرده و طیف نمونه مورد نظر ، تولید می شود که معمولا با طیف حاصل از دستگاه از نوع تفکیکی دو پرتوی، یکی است.



شکل ۱- دیاگرام یک طیفسنج مادون قرمز تفکیکی



شکل ۲- اساس بازتابش نور از سطح نمونه

www.parsethylene-kish.com

---

ICS: 83.100

صفحه: ۱۶

---