



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۱۳۲۴۹-۵

چاپ اول

ISIRI

13249-5

1st. Edition

پلاستیک ها – تعیین گرانیروی پلیمرهای
محلول رقیق با استفاده از ویسکومترهای
مویینه – قسمت ۵ : هموپلیمرها و
کوپلیمرهای پلی استر گرمانرم

**Plastics – Determination of the viscosity
of polymers in dilute solution using
capillary viscometers – part 5 :
Thermoplastic polyester (TP)
homopolymers and copolymers**

ICS:83.080.10

به نام خدا

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که مؤسسه استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفتهای علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی 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. مؤسسه 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 سازمانها 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) و وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد 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 آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) و وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این مؤسسه است.

* مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

1- International organization for Standardization

2 - International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
"پلاستیک ها – تعیین گرانروی پلیمرهای محلول رقیق با استفاده از ویسکومترهای مویینه –
قسمت ۵ : هموپلیمرها و کوپلیمرهای پلی استر گرمانرم"

رئیس:

جوادپور، سیروس
(دکتری مواد)

سمت و/یا نمایندگی

استاد دانشکده مهندسی دانشگاه شیراز

دبیر:

منصوری، نادر
(لیسانس مهندسی مکانیک)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان فارس

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

اکبری شاد، ارغوان
(لیسانس شیمی)

شرکت صنایع شیمیایی فارس

باصری، غلامرضا
(فوق لیسانس مهندسی پلیمر)

هیات علمی دانشگاه آزاد اسلامی

پذیرایی، محمد هادی
(فوق لیسانس شیمی)

شرکت رزین سازان فارس

پیروزی، پدram
(لیسانس مدیریت)

شرکت پیراد

پناهی، بهرام
(لیسانس شیمی)

شرکت نفت پاسارگاد

تشکری، هادی
(لیسانس کشاورزی)

شرکت شیمیایی ساراوید

جلالی، پدram
(لیسانس مهندسی مکانیک)

شرکت ایرتمپ

دیداری، کورش
(لیسانس شیمی)

شرکت سپیدان چشمه

دهقانیان، حمید
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت رزین سازان فارس

شجاعتی، خاطره
(فوق لیسانس مهندسی شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان فارس

ظل انوار، محمد علی
(لیسانس مهندسی برق)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان فارس

مصلائی، مهرداد
(فوق لیسانس شیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان فارس

نجیمی، مهدی
(لیسانس شیمی)

شرکت شیراز جم گستر

یزدانی، محمد رضا
(لیسانس شیمی)

شرکت کاج شیمی

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ج	آشنایی با موسسه استاندارد
د	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ز	پیش گفتار
ح	مقدمه
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول کلی
۲	۵ حلال ها
۲	۶ وسایل
۳	۷ حلال و محلول
۶	۸ روش آزمون
۶	۹ بیان نتایج
۷	۱۰ گزارش آزمون
۸	پیوست الف (اطلاعاتی) آزمون های گردشی

پیش گفتار

استاندارد "پلاستیک ها - تعیین گرانروی پلیمرهای محلول رقیق با استفاده از ویسکومترهای مویینه - قسمت ۵ : هموپلیمرها و کوپلیمرهای پلی استر گرمانرم" که پیش نویس آن در کمیسیون های مربوط توسط جامعه کنترل کیفیت استان فارس تهیه و تدوین شده و در هفتصد و پنجاهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۹/۱۱/۲۱ 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 پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران درمواقع 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 تجدید نظر استاندارد های ملی استفاده کرد.

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

ISO 1628-5 : 1998 , Plastics – Determination of the viscosity of polymers in dilute solution using capillary viscometers – part 5 : Thermoplastic polyester (TP) homopolymers and copolymers

مقدمه

این استاندارد یکی از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۱۳۲۴۹ است.

- قسمت ۱ : اصول کلی
- قسمت ۲ : رزین های پلی وینیل کلراید
- قسمت ۳ : پلی اتیلن ها و پلی پروپیلن ها
- قسمت ۴ : مواد قالب گیری و روزن رانی پلی کربنات
- قسمت ۵ : هموپلیمرها و کوپلیمرهای پلی استر گرمانرم
- قسمت ۶ : پلیمرهای متیل متاکریلات

پلاستیک ها - تعیین گرانروی پلیمرهای محلول رقیق با استفاده از ویسکومترهای مویینه - قسمت ۵: هموپلیمرها و کوپلیمرهای پلی استر گرمانرم

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روش اندازه گیری عدد گرانروی (که به عنوان عدد گرانروی کاهش یافته هم شناخته می شود) محلول های رقیق پلی استرهای گرمانرم (TPs) در حلال های خاص مشخص شده است. این استاندارد برای پلی (اتیلن ترفتالات) (PET)، پلی (بوتیلن ترفتالات) (PBT)، پلی (سیکلوهگزینیل ادی متیلن) (PCT) و پلی (اتیلن نفتالات) (PEN) و همچنین برای کوپلی استرها و پلی استرهای دیگر تعریف شده در استاندارد ISO 7792-1 که در یکی از حلال های مشخص شده تحت شرایط تعریف شده قابل حل می باشد، کاربرد دارد.

عدد گرانروی به وسیله روش اجرایی کلی مشخص شده در استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۲۴۹ سال ۱۳۹۰ با رعایت شرایط ویژه مشخص شده در این استاندارد ملی تعیین می شود. تعیین عدد گرانروی پلی استر گرمانرم، یک اندازه از جرم مولکولی نسبی پلیمر را می دهد.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی ایران نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه های بعدی آن ها مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲-۱۰۲۳۷ : سال ۱۳۸۶، پلاستیک ها - تعیین خاکستر- قسمت ۲ : پلی الکیلن ترفتالات

۲-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۲۴۹ سال ۱۳۹۰، پلاستیک ها - تعیین گرانروی پلیمرهای محلول رقیق با استفاده از ویسکومترهای مویینه - قسمت ۱ : اصول کلی

2-3 ISO 3105:1994, Glass capillary kinematic viscometers - Specifications and operating instructions

2-4 ISO 7792-1:1997, Plastics - Thermoplastic polyester (TP) moulding and extrusion materials - Part 1: Designation system and basis for specifications.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۳۲۴۹ : سال ۱۳۹۰ به کار می رود.

۴ اصول کلی

زمان های عبور حلال و یک محلول رزین با غلظت 0.105 g/ml در دمای 25°C به روش های قراردادی اندازه گیری می شود. عدد گرانروی با استفاده از این اندازه گیری ها و غلظت معلوم محاسبه می شود. مقدار اختلاف چگالی نسبی و تصحیحات انرژی جنبشی در این روش اندک بوده و اعمال نمی شوند.

۵ حلال ها

هشدار- حلال های مورد استفاده خطرناک هستند. از تماس با پوست و استنشاق بخارات آن پرهیز کنید.

۱-۵ فنول/۲و۱-دی کلرو بنزن

یک واحد جرمی فنول (خلوص آزمایشگاهی) را وزن و در یک واحد جرمی ۲و۱-دی کلرو بنزن (خلوص آزمایشگاهی) حل کنید. توزین را با دقت 1% یا بهتر انجام دهید.

۲-۵ فنول/۱و۱و۲و۲-تتراکلرواتان

۶ واحد جرمی فنول (خلوص آزمایشگاهی) را وزن و در ۴ واحد جرمی ۱و۱و۲و۲-تتراکلرواتان حل کنید. توزین را با دقت 1% یا بهتر انجام دهید.

۳-۵ o-کلرو فنول (خلوص آزمایشگاهی)

۴-۵ m-کرزول با مشخصات زیر :

وضعیت ظاهری: صاف و بدون رنگ.

مقدار m - کرزول: حداقل 99% جرمی.

مقدار o-کرزول: حداکثر 0.3% جرمی.

درصد رطوبت: حداکثر 0.1% جرمی.

یادآوری- یک حلال با خلوص مورد نیاز می تواند با تقطیر شیمیایی m-کرزول خالص، ترجیحا در خلاء، به دست آید. تصحیح فشار تحت تاثیر نیتروژن به منظور دوری از اکسایش قرار گرفته است. خلوص حلال را می توان به روش کروماتوگرافی گازی مورد بررسی قرار داد.

۵-۵ اسید دی کلرو استیک با خلوص آزمایشگاهی.

۶-۵ فنول/۲و۴و۶-تری کلرو فنول

۶ واحد جرمی فنول (خلوص آزمایشگاهی) را وزن و در ۴ واحد جرمی ۲و۴و۶-تری کلرو فنول (خلوص آزمایشگاهی) حل کنید.

یادآوری- ۲و۴و۶-تری کلرو فنول با خلوص مورد نیاز را می توان با تقطیر شیمیایی ۲و۴و۶-تری کلرو فنول به دست آورد.

۷-۵ انبارش و نگهداری

حلال ها را از معرض نور، برای مثال با نگهداری در ظروف شیشه ای قهوه ای دردار، دور نگه دارید.

۶ وسایل

۱-۶ آسیاب، برای کاهش اندازه نمونه به 0.5 mm .

- ۲-۶ بالن ژوژه، با ظرفیت ۱۰۰ ml با در پوش شیشه سنباده ای.
- ۳-۶ بالن مخروطی، با ظرفیت ۱۵۰ ml با در پوش شیشه سنباده ای.
- ۴-۶ بورت، با زینه بندی ۰/۱ ml.
- ۵-۶ حمام بخار، یا وسیله دیگری برای حرارت دهی به یک بالن در دمای 90°C تا 100°C .
- ۶-۶ حمام روغن، با قابلیت کنترل در دمای 135°C تا 140°C ، یا وسیله دیگری برای حرارت دهی به محتویات بالن در این گستره دمایی.
- ۷-۶ هم زن مغناطیسی، یا وسیله مناسب دیگر برای هم زدن محتویات بالن.
- ۸-۶ حمام ترموستاتیکی، با قابلیت تثبیت در دمای $(25 \pm 0.5)^{\circ}\text{C}$.
- ۹-۶ ویسکومتر، نوع ابل هود معلق، اندازه شماره 1B، 1C یا 2 مطابق با استاندارد ISO 3105.
- از ویسکومترهای ذکر شده در استاندارد ISO 3105 نیز می توان استفاده کرد، به شرط آن که نتایج حاصله، معادل نتایج به دست آمده از ویسکومترهای یاد شده باشد، گرچه در مواقع اختلاف نظر باید از ویسکومترهای ابل هود استفاده کرد.
- ۱۰-۶ الک، از جنس فولاد ضدزنگ، با اندازه سوراخ $63\ \mu\text{m}$ الی $90\ \mu\text{m}$ یا قیف صافی شیشه ای متخلخل با قطر سوراخ $40\ \mu\text{m}$ الی $100\ \mu\text{m}$.
- ۱۱-۶ ترازوی تجزیه، با دقت ۰/۱ mg.
- ۱۲-۶ کروномتر، با دقت ۰/۱ s.
- ۱۳-۶ خشک کن تحت خلاء، با قابلیت تثبیت دما در دمای 130°C تحت خلاء.

۷ حلال و محلول

۱-۷ انتخاب حلال

- ۱-۱-۷ مقدار عدد گرانروی یک پلی استر اشباع بستگی به حلال استفاده شده دارد. در این استاندارد، ۶ حلال مختلف شامل: فنول/۱ و ۲-دی کلرو بنزن، فنول/۱ و ۲ و ۲-تتراکلرواتان، *O*-کلروفنول، *m*-کرزول، اسید دی کلرواستیک و فنول/۲ و ۴-تری کلروفنول شرح داده شده است.
- زمان های عبور حلال ها باید در زمان استفاده تعیین شود. اگر زمان عبور یک حلال بیش از ۱٪ مقدار آن در زمان تهیه باشد، حلال باید کنار گذاشته شده و حلال تازه تهیه شود.
- حلال یا حلال های مورد استفاده برای پلی استر اشباع شده خاص به شرح زیر است :
- ۲-۱-۷ برای PET از فنول/۱ و ۲-دی کلرو بنزن ($50/50$)، فنول/۱ و ۲ و ۲-تتراکلرواتان ($50/50$ یا $60/40$)، *O*-کلروفنول یا اسید دی کلرواستیک به عنوان حلال استفاده کنید.

یادآوری- برای تبدیل عدد گرانروی تعیین شده برای این چهار حلال در بند الف-۳-۱ پیوست الف معادلاتی داده شده است.

- ۳-۱-۷ برای PBT و کوپلی استرهای متناظر از فنول/۱ و ۲ و ۲-تتراکلرواتان ($50/50$ یا $60/40$)، *O*-کلروفنول، *m*-کرزول، فنول/۱ و ۲-دی کلرو بنزن ($50/50$) یا اسید دی کلرواستیک به عنوان حلال استفاده کنید.

یادآوری - برای تبدیل عدد گرانی تعیین شده برای این چهار حلال در بند الف-۳-۱ پیوست الف معادلاتی داده شده است.

۴-۱-۷ برای PCT از فنول/۱ و ۲ و ۲-تتراکلرواتان (۶۰/۴۰) به عنوان حلال استفاده کنید.

۵-۱-۷ برای PCT غیربلورین، از فنول/۱ و ۲ و ۲-تتراکلرواتان (۶۰/۴۰) و برای PCT بلورین از فنول/۲ و ۴-تری کلروفنول (۶۰/۴۰) استفاده کنید.

۶-۱-۷ برای پلیمرها و کوپلیمرهای PT، استفاده از m -کرزول به عنوان حلال توصیه می شود.

۲-۷ تعیین مواد غیرآلی یا دیگر افزودنی های موجود در نمونه

مقدار مواد غیرآلی، یا دیگر افزودنی های بیش از ۰.۵٪ جرمی باید در تهیه محلول آزمون به حساب آورده شوند.

۱-۲-۷ تعیین مقدار مواد غیرآلی

اگر نمونه شامل مواد غیرآلی مانند پرکننده ها یا الیاف شیشه باشد، مقدار آن را مطابق استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۲۳۷-۲ : سال ۱۳۸۶ تعیین کنید.

۲-۲-۷ تعیین مقدار افزودنی های دیگر

اگر نمونه شامل افزودنی های دیگر مانند پلی الکن ها یا مواد بازدارنده اشتعال باشد، مقدار آن را به روش مناسب تعیین کنید. روش مورد استفاده را در گزارش آزمون ذکر کنید.

یادآوری - وقتی یک پلی استر، یک آمیزه شامل اجزای زیادی باشد (مواد بازدارنده اشتعال، پرکننده ها، ضداکسنده ها، اصلاح گر ضربه)، آنالیز مقدار پلی استر خاص تر است. این عمل می تواند با هیدرولیز پلی استر و آنالیزهای بعدی مونومرها انجام شود.

۳-۷ نمونه

نمونه باید معرف ماده تحت آزمون باشد. نمونه را در دمای 120°C برای جلوگیری از کاهش عدد گرانی به وسیله هیدرولیز با آب، برای مدت زمان ۳h، تحت خلاء خشک کنید.

۴-۷ تهیه محلول

از یکی از روش های زیر استفاده کنید:

۱-۴-۷ روش الف

با دقت 0.2 mg یک جرم m را در گستره زیر وزن کنید :

$$\frac{0.5}{1 - [(i + o)/100]} \pm 0.01$$

که در آن:

i مقدار مواد غیرآلی در نمونه بر حسب درصد وزنی تعیین شده بر اساس بند ۱-۲-۷ و

o مقدار افزودنی های دیگر در نمونه بر حسب درصد وزنی تعیین شده بر اساس بند ۲-۲-۷ است

اگر مقدار i و o بیش از ۰.۵٪ باشد، نیاز به تصحیح آن ها می باشد.

آزمونه را به بالن حجمی منتقل کنید. ۶ ml حلال به آن اضافه کرده، درپوش را گذاشته و در حمام بخار گرم کنید. گاهی محتویات بالن را هم بزنید تا پلیمرها به طور کامل حل شوند. در حمام بخار، هیچ تخریب پلیمری رخ نمی دهد. انحلال ممکن است با هم زدن بالن به صورت دائمی، برای مثال با استفاده از هم زن مغناطیسی تسریع شود.

نمونه های پلی (اتیلن ترفتالات) با بلورینگی بالا، مانند چیپس های قالب گیری چگالیده، که بلورینگی در حدود ۶۵٪ دارند، در حمام بخار حتی با هم زدن پیوسته حل نمی شوند. برای حل کردن چنین نمونه هایی به وسیله آسیاب، مواد را خرد کرده و آن را در دمای 135°C الی 140°C با هم زدن پیوسته حل کنید. در دمای 135°C الی 140°C ، اندکی تخریب رخ می دهد. بنابراین از گرمادهی بیش از ۳۰ min پرهیز کنید. بعد از حل شدن، بالن و محتویات آن را در دمای $(25 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ خنک کرده و با حلال نگه داشته شده در همین دما به حجم ۱۰۰ ml برسانید و خوب مخلوط کنید. اگر در حل شدن از هم زن مغناطیسی استفاده شده باشد، ابتدا آن را بیرون آورده و با حلال آماده شده آب کشی کنید. تمام شستشو در بالن انجام شود. غلظت پلیمر در محلول، بر حسب گرم بر میلی لیتر، مورد استفاده در محاسبه عدد گرانیروی (به بند ۹ مراجعه شود) از عبارت زیر به دست می آید:

$$0.01 \left(1 - \frac{i+o}{100} \right) m_1$$

یادآوری - به طور معمول، مقدار غلظت به میزان اندکی با 0.005 g/ml اختلاف خواهد داشت. از تاثیر بر روی عدد گرانیروی می توان چشم پوشی کرد، گرچه در گستره مورد نظر، گرانیروی نسبی افزایشی ممکن است به عنوان تابعی خطی از غلظت در نظر گرفته شود.

۷-۴-۲ روش ب

با دقت 0.2 mg آزمونه ای را در گستره 0.4 g تا 0.6 g وزن کنید. آزمونه را به بالن مخروطی منتقل کنید. به وسیله بورت، با دقت 0.1 ml مقداری از حلال را که از عبارت زیر به دست می آید بر حسب میلی متر اضافه کنید :

$$200 \left(1 - \frac{i+o}{100} \right) m_2$$

که i و o مطابق تعاریف بند ۷-۴-۱ می باشند. تصحیح برای i و o تنها هنگامی اعمال می شود که هر کدام از این مقادیر از ۵٪ جرمی تجاوز کنند. دمای حلال اضافه شده باید $(25 \pm 2)^{\circ}\text{C}$ باشد. درپوش بالن را بگذارید. با گرم کردن بالن در حمام بخار، یا در صورت لزوم در حمام روغن، پلیمر را حل کنید. از اقدامات احتیاطی ذکر شده در بند ۷-۴-۱ پیروی کنید. بعد از حل کردن، بالن را در دمای اطلاق خنک کنید.

۸ روش آزمون

۸-۱ اقدامات آماده سازی

با فنول/۱ و ۲-دی کلرو بنزن، فنول/۱ و ۲ و ۲-تتراکلرواتان، O -کلروفنول و فنول/۲ و ۴ و ۶-تری کلروفنول به عنوان حلال، از یک ویسکومتر 1C استفاده کنید. با حلال m -کرزول، از ویسکومتر 2 و با حلال اسید دی کلرواستیک از ویسکومتر 1B استفاده کنید.

محلول آزمون را با استفاده از صافی یا صافی شیشه متخلخل، صاف و به درون ویسکومتر بریزید. حجم محلول باید بین نشانه های پر کردن باشد. عمل پر کردن را به دور از حمام ترموستاتیکی انجام دهید تا از آلوده شدن حمام به دلیل ترشح های اتفاقی اجتناب شود. ویسکومتر را درون حمام ترموستاتیکی قرار داده و مطمئن شوید که در حالت عمودی است. نشانه بالایی حداقل ۳۰ mm زیر سطح مایع قرار گرفته باشد. حداقل ۱۵ min برای رسیدن ویسکومتر پر شده به دمای حمام $(25 \pm 2)^{\circ}C$ فرصت دهید.

۸-۲ اندازه گیری زمان عبور

چند مرتبه زمان عبور را بدون خالی و دوباره پر کردن آن اندازه گیری کنید تا وقتی که اختلاف زمان عبور دو اندازه گیری متوالی کمتر از ۰/۲۵٪ شود. میانگین این دو مقدار عبور را به عنوان زمان عبور محلول در نظر بگیرید. زمان عبور حلال را با همین ویسکومتر و به همین روش اندازه گیری کنید. برای هر سری اندازه گیری، یک بار تعیین با این روش کافی است. اگر در دو اندازه گیری متوالی، میانگین زمان عبور بیش از ۰/۴ s اختلاف داشته باشد، ویسکومتر را تمیز کنید.

۹ بیان نتایج

عدد گرانروی را بر حسب میلی لیتر بر گرم از معادله زیر محاسبه کنید:

$$VN = \frac{t - t_0}{t_0 c}$$

که در آن:

t زمان عبور محلول آزمون بر حسب ثانیه،

t_0 زمان عبور حلال بر حسب ثانیه و

c غلظت پلیمر در محلول بر حسب میلی لیتر بر گرم است.

هنگام استفاده از روش الف برای آماده سازی محلول آزمون، مقدار غلظت c را مطابق بند ۷-۴-۱ محاسبه کنید. هنگام استفاده از روش ب، غلظت c برابر ۰/۵۰۰ g/ml می باشد.

با هر نمونه پلیمر، حداقل دو اندازه گیری عدد گرانروی انجام دهید تا اختلاف دو مقدار متوالی کمتر از ۳٪ شود. هر بار از محلول تازه استفاده کنید. میانگین این دو مقدار را به نزدیک ترین عدد صحیح گرد کرده و به عنوان عدد گرانروی نمونه گزارش کنید.

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل حداقل اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۰ اشاره به شماره این استاندارد ملی،
- ۲-۱۰ تمام جزئیات مورد نیاز برای شناسایی کامل مواد تحت آزمون،
- ۳-۱۰ اگر نمونه شامل بیش از ۰/۵٪ جرمی از افزودنی های دیگر باشد (به بند ۶-۲-۲ مراجعه شود) یک شرح از روش های مورد استفاده برای اندازه گیری های آن ها،
- ۴-۱۰ جزییات ویسکومتر مورد استفاده اگر با ویسکومترهای ابل 1B، 1C یا 2 شرح داده شده در استاندارد ISO 3105 تفاوت داشته باشد،
- ۵-۱۰ عدد گرانروی به دست آمده،
- ۶-۱۰ تاریخ انجام آزمون.

پیوست الف
(اطلاعاتی)
آزمون های گردشی

الف-۱ اصول کلی

آزمون های گردشی توسط ۹ آزمایشگاه (شش مورد در ژاپن، یک مورد در آلمان، یک مورد در فرانسه و یک مورد در ایالات متحده آمریکا) در سال های ۱۹۹۱ تا ۱۹۹۲ به منظور بررسی قابلیت تبدیل درونی عدد گرانی PET و PBT بین حلال های مختلف انجام پذیرفته است.

الف-۲ تکرارپذیری و تجدیدپذیری

تکرار پذیری و تجدیدپذیری اندازه گیری عدد گرانی بستگی به حلال مورد استفاده دارد. مقادیر در جدول الف-۱ داده شده اند.

جدول الف-۱: تکرارپذیری و تجدیدپذیری اندازه گیری عدد گرانی

تجدید پذیری		تکرارپذیری		حلال
PBT	PET	PBT	PET	
۱/۵	۳/۲	۰/۹	۱/۲	فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن
---	---	۰/۸	۱/۱	فنول/۱و۲و۳-تتراکلرواتان (۶۰/۴۰)
---	---	۱/۳	۰/۶	فنول/۱و۲و۳-تتراکلرواتان (۵۰/۵۰)
۳/۴	۲/۰	۱/۵	۲/۰	O - کلرو فنول
۳/۴	---	۱/۲	---	m - کرزول
۵/۴	۷/۳	۱/۸	۱/۰	اسید دی کلرواستیک

الف-۳ تبدیل عدد گرانی تعیین شده در حلال های مختلف

رابطه بین اعداد گرانی تعیین شده در حلال های مختلف به شرح زیر تعیین شده است :

الف-۳-۱ عدد گرانی PET

نمودارهای رابطه بین عدد گرانی PBT در فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن (۵۰/۵۰) و در فنول/۱و۲و۳-تتراکلرواتان (۵۰/۵۰ و ۶۰/۴۰)، O - کلرو فنول و اسید دی کلرواستیک در شکل الف-۱ ارائه شده است. از شکل الف-۱ روابط خطی به شرح معادلات زیر به دست آمده اند:

الف) فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن (۵۰/۵۰) و فنول/۱و۲و۳-تتراکلرواتان (۵۰/۵۰)

$$y = 1.07x - 2.00$$

ب) فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن (۵۰/۵۰) و فنول/۱و۲و۳-تتراکلرواتان (۶۰/۴۰)

$$y = 0.83x + 11.07$$

پ) فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن (۵۰/۵۰) و O - کلرو فنول

$$y = 0.82x + 8.40$$

ت) فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن (۵۰/۵۰) و اسید دی کلرواستیک

$$y = 0.83x + 15.00$$

که y عدد گرانی در حلال جایگزین و x عدد گرانی در فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن (۵۰/۵۰) است.

الف-۳-۲ عدد گرانی PBT

نمودارهای رابطه بین عدد گرانی PBT در m -کرزول، فنول/۱و۲و۲-تتراکلرواتان (۵۰/۵۰ و ۶۰/۴۰)، O -کلروفنول و اسید دی کلرواستیک در شکل الف-۲ ارائه شده است.

از شکل الف-۲ (برای حلال های الف، پ و ت بیان شده در زیر) و از داده های نشان داده نشده در شکل الف-۲ (برای حلال های ب و ث بیان شده در زیر) روابط زیر به دست آمده است :

الف) m -کرزول و فنول/۱و۲و۲-تتراکلرواتان (۵۰/۵۰)

$$y = 1.43x - 8.00$$

ب) m -کرزول و فنول/۱و۲و۲-تتراکلرواتان (۶۰/۴۰)

$$y = 1.75x - 51.13$$

پ) m -کرزول و O -کلروفنول

$$y = 1.18x - 3.70$$

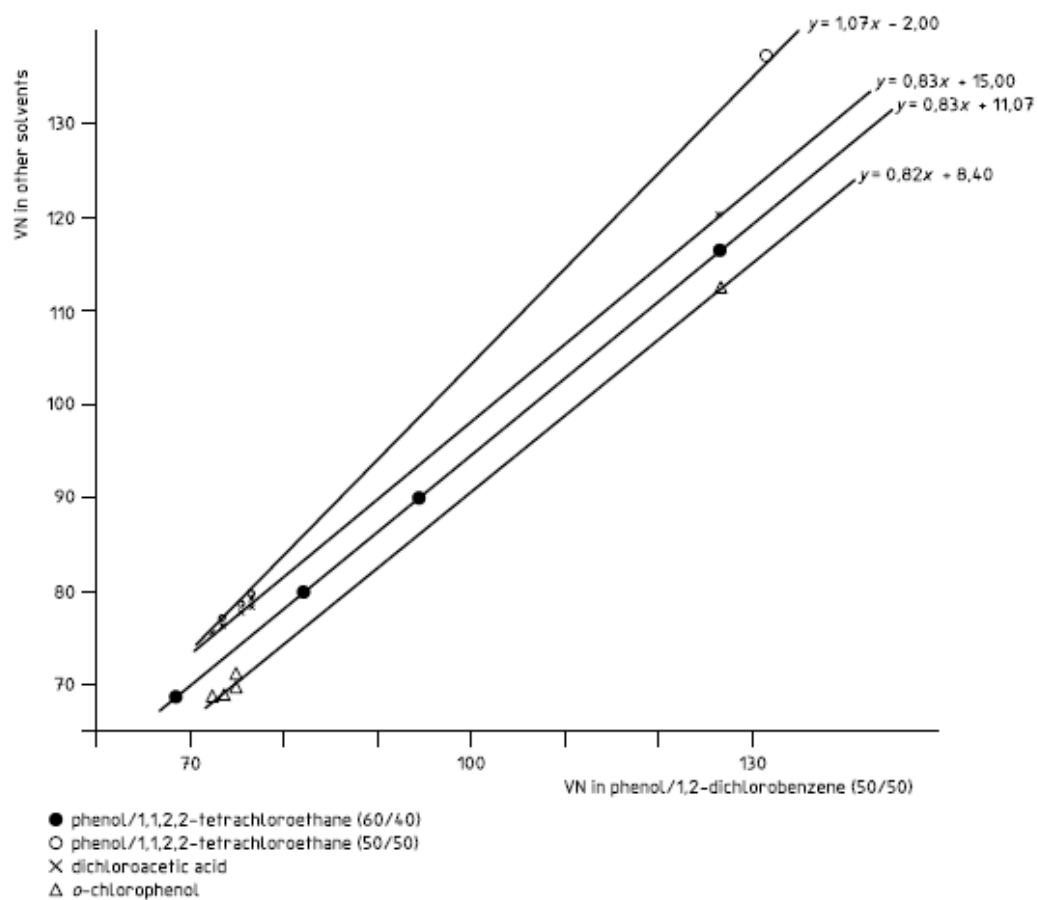
ت) m -کرزول و اسید دی کلرواستیک

$$y = 1.43x - 10.50$$

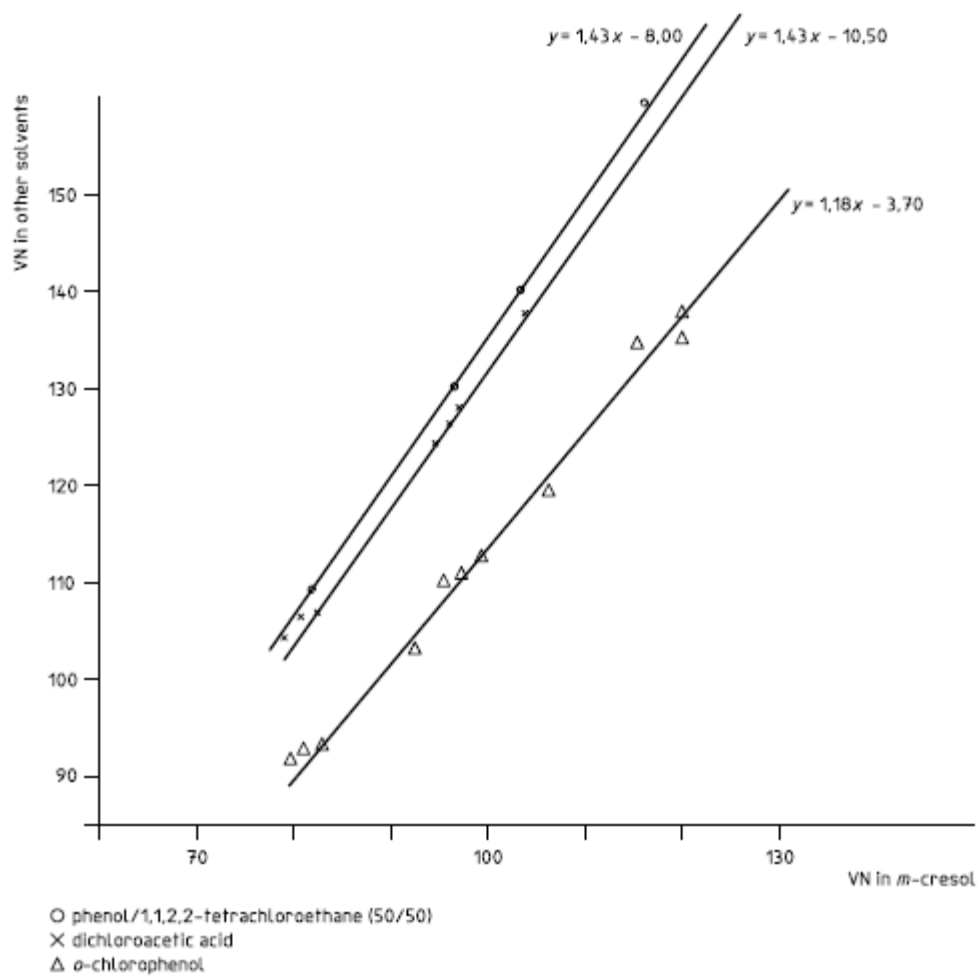
ث) m -کرزول و فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن (۵۰/۵۰)

$$y = 1.34x - 1.28$$

که y عدد گرانی در حلال جایگزین و x عدد گرانی در m -کرزول است.



شکل الف-۱-ارتباط عدد گرانی PET در فنول/۱و۲-دی کلرو بنزن با مقدار آن در حلال های دیگر



شکل الف-۲ - ارتباط عدد گرانی PBT در m - کرزول با مقدار آن در حلال های دیگر