



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

Institute of Standards and Industrial Research of Iran



استاندارد ملی ایران

۶ ۷۱۸۶

تجدیدنظر اول

ISIRI
7186-6
1st .revision

پلاستیک‌ها گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC)
تعیین زمان القاء اکسایش
(OIT همدم) و دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)

**Plastics - Differential scanning calorimetry
(DSC): Determination of oxidation induction
time (isothermal OIT) and oxidation induction
temperature (dynamic OIT)**

ICS:83.080.01

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 پیشنهادهای 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) کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC) و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML) 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 سا زمانها 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) 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) 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

پلاستیک‌ها گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC)

تعیین زمان القاء اکسایش (OIT هم‌دما) و دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)»

رئیس:

میرمحمد صادقی، گیتی
(دکترای مهندسی پلیمر)

سمت یا نمایندگی

دانشکده مهندسی پلیمر، دانشگاه صنعتی امیرکبیر

دبیر:

میری قلعه سری، سیده عظمت
(لیسانس مهندسی صنایع پلیمر)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

اعضاء

رحمانی، رضا
(لیسانس مهندسی پلیمر)

شرکت صنایع بسته‌بندی کاچ (کاله پلاست)

طبری نیا، فرزانه
(فوق لیسانس شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

کارده، محمدرضا
(لیسانس شیمی)

سازمان صنایع و معادن مازندران

کاویان، فرانک
(لیسانس مهندسی پلیمر)

شرکت مدی تک‌سیس

محمدی، منصور
(لیسانس مهندسی شیمی)

شرکت پلاستیک پوشینه

نوحی، ساناز
(فوق لیسانس شیمی آلی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

ویسه، مهدی
(فوق لیسانس شیمی کاربردی)

شرکت پلاسکو کارسایپا

فهرست مندرجات

صفحه

عنوان

ج

آشنایی با مؤسسه استاندارد

د

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

و

پیش گفتار

۱

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱

۲ مراجع الزامی

۲

۳ اصطلاحات و تعاریف

۳

۴ اصول آزمون

۴

۵ وسایل

۵

۶ تهیه نمونه‌ها

۷

۷ آماده‌سازی نمونه‌ها

۷

۸ کالیبراسیون

۸

۹ روش انجام آزمون

۱۳

۱۰ بیان نتایج

۱۴

۱۱ دقت و تمایل

۱۷

۱۲ گزارش آزمون

۱۸

پیوست (الف)

۱۹

پیوست (ب)

پیش گفتار

استاندارد "پلاستیک‌ها گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - تعیین زمان القاء اکسایش (OIT همدم) و دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)" که پیش نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران تهیه و تدوین شد و در ششصد و بیست و پنجمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۸۸/۰۹/۲۲ مورد تصویب قرار گرفت، 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 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 استفاده کرد.

استاندارد ملی ۷۱۸۶ سال ۱۳۸۳ - پلیمرها - تعیین زمان القاء اکسایش پلی‌الفین‌ها به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی - روش آزمون باطل و این استاندارد جایگزین می‌شود.

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

ISO 11357-6:2008, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and temperature (dynamic OIT)

پلاستیک‌ها گرماسنجی روبشی تفاضلی^۱ (DSC)

تعیین زمان القاء اکسایش (OIT همدمما)^۲ و دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)^۳

هشدار - در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری شرایط ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن بر عهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین زمان القاء اکسایش و دمای القاء اکسایش مواد پلیمری با استفاده از روش گرماسنجی روبشی تفاضلی است. این استاندارد برای رزین‌های پلی‌اولفینی که حاوی جزء پایدار کننده هستند، هم در حالت ماده خام و هم به عنوان محصول نهایی، کاربرد دارد. ممکن است این استاندارد برای سایر پلاستیک‌ها به کار رود.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب می‌شود. در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها مورد نظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۴ ۱ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۸۵: سال ۱۳۸۳ پلیمرها- راهنمای آنالیز و شناسایی.

2-2 ISO 293, Plastics - Compression moulding of test specimens of thermoplastic materials.

2-3 ISO 294-3, Plastics - Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials - Part 3: Small plates.

1 - Differential Scanning Calorimetry (DSC)

2 - Oxidation Induction Time (isothermal OIT)

3 - Oxidation Induction Temperature (dynamic OIT)

2-4 ISO 472, Plastics - Vocabulary

2-5 ISO 1872-2, Plastics - Polyethylene (PE) moulding and extrusion materials - Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties.

2-6 ISO 1873-2, Plastics - Polypropylene (PP) moulding and extrusion materials - Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties.

2-7 ISO 8986-2, Plastics - Polybutene (PB) moulding and extrusion materials - Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties.

2-8 ISO 11357-1, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 1: General Principles.

2-9 ASTM D 3895: 1998 – Test Method for Oxidative -Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry .

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد، اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱۴

زمان القاء اکسایش

به میزان نسبی مقاومت مواد پایدار شده در برابر تخریب اکسایشی مربوط می‌شود. به وسیله اندازه‌گیری گرمایی در فاصله زمانی بین قرار گرفتن نمونه تحت اتمسفر هوا یا اکسیژن در یک دمای معین در فشار اتمسفر و مشاهده شروع اکسایش گرمازا، زمان القاء اکسایش تعیین و بر حسب دقیقه بیان می‌شود.

۲۴

دمای القاء اکسایش

به میزان نسبی مقاومت مواد پایدار شده در برابر تخریب اکسایشی مربوط می‌شود. به وسیله سنجش گرمایی در دمایی که ماده تحت اتمسفر اکسیژن یا اتمسفر هوا و در فشار اتمسفر شروع به اکسایش می‌کند، دما القاء اکسایش تعیین و بر حسب درجه سلسیوس بیان می‌شود.

۳۴ سایر اصطلاحات در استاندارد ملی ۷۱۸۵ : سال ۱۳۸۳ تعریف شده است.

۴ اصول آزمون

۱۴ زمان و دمایی که تا آن حد، یک سیستم پایدار کننده ضداکسایش موجود در آزمون از اکسایش ممانعت می‌کند، اندازه‌گیری می‌شود، در حالی که آزمون در شرایط هم‌دما در دمای معین یا در نرخ جریان گرمایی ثابت در اتمسفر اکسیژن یا هوا قرار دارد. زمان یا دمای القاء اکسایش، ارزیابی میزان پایداری ماده مورد آزمون است. انجام آزمون در دمای بالاتر سبب کاهش زمان القاء اکسایش و نرخ‌های گرمایشی سریع‌تر سبب افزایش دمای القاء اکسایش می‌شود. همچنین زمان و دما القاء اکسایش به مساحت سطح آزمون که تحت اکسایش قرار می‌گیرد بستگی دارد. باید به خاطر داشت که آزمون‌های انجام شده در اکسیژن خالص، در زمان و دمای اکسایش پایین‌تری نسبت به آزمون‌های انجام شده در شرایط اتمسفر معمول به نتیجه می‌رسند.

یادآوری - زمان یا دمای القاء اکسایش می‌تواند بیانگر مقدار موثر ضد اکسندها در آزمون باشد. مهارت کافی باید در تفسیر داده‌ها به کار برد، زیرا سینتیک واکنش اکسایش تابعی از دما و خواص ذاتی افزودنی‌های موجود در نمونه است. به عنوان مثال اغلب نتایج حاصل از آزمون زمان و دمای القاء اکسایش برای انتخاب فرمولاسیون بهینه رزین به کار می‌روند، که در آن ضداکسنده های فرار یا تفاوت‌ها در انرژی فعال‌سازی واکنش‌های اکسایشی ممکن است نتایج زمان و دمای القاء اکسایش کمتری را نشان دهند در حالی که در دمای کاربری محصول نهایی، نتایج مطلوبی را ارائه می‌کنند.

۲۴ آزمون و ماده مرجع با نرخ ثابتی در محیط گاز بی‌اثر (نیتروژن) حرارت داده می‌شوند. هنگامی که دما به حد معین رسید، اتمسفر گاز بی‌اثر با اکسیژن یا هوا (با همان سرعت جریان)، جایگزین می‌شود. سپس، آزمون در دمای ثابت نگهداشته می‌شود تا واکنش اکسایش در منحنی اکسایش مشاهده شود.

فاصله زمانی بین ورود اکسیژن یا هوا به سیستم تا شروع اکسایش را دوره القاء می‌نامند. پایان دوره القاء با افزایش شدید گرمای آزاد شده از نمونه مشخص شده و می‌تواند با استفاده از گرماسنج روبشی تفاضلی تعیین شود. زمان القاء اکسایش هم‌دما طبق بند ۹ ۶ ۱ تعیین می‌شود.

۳۴ آزمون و ماده مرجع با نرخ ثابتی در محیط اکسیژن یا هوا حرارت داده می‌شوند تا واکنش اکسایش در منحنی اکسایش مشاهده شود. دمای القاء اکسایش دینامیک، دمای شروع واکنش اکسایش است. شروع اکسایش با افزایش شدید گرمای آزاد شده از نمونه مشخص شده و می‌تواند با استفاده از گرماسنج روبشی تفاضلی تعیین شود. دمای القاء اکسایش دینامیک طبق بند ۹ ۶ ۲ تعیین می‌شود.

۵ وسایل

۱۵ دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی

دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی، که قابلیت دستیابی به دماهای بالا را (حداقل تا ۵۰۰ درجه سلسیوس)، داشته باشد. برای اندازه‌گیری زمان القاء اکسایش، قابلیت نگهداری پایدار دما در شرایط همدمايي را در حدود ± 0.3 درجه سلسیوس در دمای آزمون طی دوره آزمون (معمولاً ۶۰ دقیقه) دارا باشد. برای تجهیزات با دقت بالا، پایداری همدما ± 0.1 توصیه می‌شود.

۲۵ بوته یا ظروف آزمون

آزمونه‌ها باید در بوته یا ظروف باز یا در بسته (با قابلیت تهویه) قرار داده شوند که از تماس نامطلوب با اتمسفر اطراف ممانعت شود. ترجیحاً از بوته‌های آلومینیومی استفاده شود. ممکن است بوته‌های ساخته شده از مواد مختلف براساس توافق بین طرفین ذینفع و ذیربط مورد استفاده قرار گیرند.

یادآوری اجزاء تشکیل دهنده ظروف می‌تواند به میزان قابل ملاحظه‌ای روی نتایج آزمون اثر بگذارد (که شامل هرگونه اثر کاتالیستی می‌شود). نوع سیستم آلوده کننده به کاربری موردنظر ماده مورد آزمون بستگی دارد. پلی‌الفین‌های مورد استفاده در صنعت سیم و کابل، به بوته یا ظروف مسی یا آلومینیومی نیاز دارند در حالی که برای پلی‌الفین مورد استفاده در غشاءها و فیلم‌های مورد استفاده برای ممانعت از عبور بخار، فقط آلومینیوم به کار می‌رود.

۳۵ جریان سنج

برای کالیبراسیون جریان گاز، ابزاری برای اندازه‌گیری نرخ جریان نظیر روتومتر یا جریان سنج soap-film باید همراه با شیر تنظیم کننده گاز به کار رود. ابزار کنترل کننده جریان جرمی باید به وسیله ابزار جابجایی مثبت^۱ کالیبره شود.

۴۵ اکسیژن

اکسیژن با خلوص بسیار بالا (۹۹/۵٪) و کاملاً خشک.

هشدار: استفاده از گاز فشرده شده به ایمنی و جابجایی مناسب نیاز دارد. به علاوه اکسیژن یک اکسیدکننده بسیار قوی است که شدیداً احتراق را تسریع می‌کند. تجهیزات حاوی اکسیژن یا استفاده کننده اکسیژن را از روغن و گریس دور نگه دارید.

1- Positive displacement device

۵ ۵ هوا

هوای فشرده باید خشک و عاری از روغن و گریس باشد.

۶ ۵ نیتروژن

نیتروژن با خلوص بسیار بالا (۹۹/۵٪) و کاملاً خشک.

۷ ۵ شیر کنترل کننده گاز و رگلاتورها

تجهیزات گرماسنج روبشی تفاضلی برای اندازه‌گیری زمان القا اکسایش به قطع جریان نیتروژن و وصل جریان هوا یا اکسیژن نیاز دارد. فاصله بین محل قطع و وصل گاز و محفظه آزمون باید تا حد امکان کوتاه باشد به گونه‌ای که برای جریان حجمی تنظیم شده، زمان تلف شده کمتر از یک دقیقه باشد. بر این اساس برای نرخ 50 ml/min ، حجم اتلافی کمتر از 50 ml باشد.

یادآوری اگر زمان تلف شده مشخص باشد، دقت بیشتری می‌تواند حاصل شود. به طور مثال، یک راه برای به‌دست آوردن زمان تلف شده، انجام آزمون با استفاده از ماده پایدار نشده است که در حضور اکسیژن، سریع اکسیده می‌شود. زمان القاء اکسایش این آزمون، فرصت تصحیحی برای تعیین OIT متوالی را فراهم خواهد کرد.

۶ تهیه آزمون‌ها

۱ ۶ کلیات

آزمون‌ها باید ضخامت ثابت در حدود $(650 \pm 100) \mu\text{m}$ داشته و دارای سطوح موازی و صاف باشند و هیچ‌گونه ناصافی و بریدگی نداشته باشند.

یادآوری بسته به ماده و تاریخچه فرآیندی آن، ابعاد و شرایط سرویس، روش آماده‌سازی نمونه و آزمون ممکن است بر روی ثبت نتایج تاثیرگذار باشد. به علاوه، نسبت سطح به حجم آزمون، ناپیکنواختی، تنش باقیمانده یا فقدان تماس بین آزمون و ظرف آزمون می‌تواند روی دقت آزمون تاثیرگذار باشد.

اگر اندازه‌گیری OIT در امتداد مقطع عرضی ضخامت آزمون نیاز باشد، ممکن است آزمون‌هایی با ضخامت خیلی کمتر از $650 \mu\text{m}$ نیاز باشد و باید در گزارش آزمون بیان گردد.

۲ ۶ تهیه آزمون از صفحه (ورق)های قالب‌گیری شده فشاری^۱

1 - Compression-moulded plates

طبق استاندارد ISO 293 یا دیگر استانداردهای فرآورده پلی‌الفینی نظیر ISO 1872-2 برای پلی‌اتیلن و ISO 1873-2 برای پلی‌پروپیلن یا ISO 8986-2 برای PB-1، نمونه آزمونی باید به صورت ورق با ضخامت بیان شده در بند ۶ ۱ تهیه شود.

اگر زمان گرمایش معینی در استاندارد محصول بیان نشده باشد، گرمایش در دمای قالبگیری تا پنج دقیقه محدود می‌شود. ترجیحاً از دستگاه برشی استفاده شود که بتواند، نمونه را به صورت دیسک^۱ از سطح محصول جدا کند. قطر آزمونه (دیسک) باید اندکی کمتر از قطر داخلی ظرف آزمونه باشد. اندازه آزمونه باید مناسب باشد، به طوری که درون ظرف آزمونه صاف قرار گیرد (به صورت توده در نیاید).

یادآوری جرم آزمونه به قطر دیسک بستگی دارد. برای دیسک با قطر ۵/۵mm، آزمونه دیسکی شکل، جرمی حدود ۱۲ تا ۱۷ mg (بسته به دانسیته ماده) دارد.

۶ ۳ تهیه آزمونه از صفحه (ورق) های قالبگیری شده تزریقی^۲ یا روزن رانی شده^۳

آزمونه‌ها ممکن است از نمونه‌های تزریقی با ضخامت مندرج در بند ۶ ۱ طبق استاندارد ISO 294-3 یا دیگر استانداردهای فرآورده پلی‌الفینی نظیر ISO 1872-2 برای پلی‌اتیلن و ISO 1873-2 برای پلی‌پروپیلن یا ISO 8986-2 برای PB-1، تهیه شوند. ترجیحاً از دستگاه برشی استفاده شود که بتواند، نمونه را به صورت دیسک از سطح محصول جدا کند. قطر آزمونه (دیسک) باید اندکی کمتر از قطر داخلی ظرف آزمونه باشد. آزمونه‌ها می‌توانند از صفحه (ورق) های حاصل از روزن رانی مذاب، بریده شوند، در این حالت آزمونه باید در امتداد عمود بر طول صفحه (ورق) روزن رانی، بریده شوند. ارزیابی چشمی به منظور اطمینان از عاری بودن سطح از حفره یا سوراخ، باید انجام شود. ترجیحاً برای بریدن آزمونه‌ها با ضخامت ثابت $(100 \pm 65) \mu\text{m}$ از میکروتم استفاده شود.

۶ ۴ تهیه آزمونه از محصول نهایی^۴

-
- 2 - Punch
 - 3 - Injection-moulded plates
 - 4 - Melt flow extrudates
 - 1-Finished Parts

مثالی از محصول نهایی، لوله‌ها و اتصالات هستند. تکه‌هایی به شکل دیسک از محصول نهایی، مطابق با استاندارد محصول، برای تهیه آزمون‌هایی با ضخامت حدود $(100 \pm 650) \mu\text{m}$ ببرید. در زیر یک روش برای تهیه آزمون از محصول نهایی توصیه می‌شود:

با استفاده از مته نمونه‌بردار^۱، در امتداد شعاع نمونه، برش عرضی از دیواره ایجاد کنید (قسمتی که قطر آن اندکی کمتر از قطر ظرف آزمون است را ببرید).

دقت کنید حین برش نمونه (تهیه آزمون)، گرمای زیادی ایجاد نشود. نمونه را ترجیحاً با استفاده از میکروتم ببرید. چنانچه اثرات سطحی مدنظر باشد، دیسک‌ها را از سطوح داخلی و خارجی ببرید و با قرار دادن سطح اصلی رو به بالا، آزمون کنید. اگر مشخصه ماده پایه مدنظر باشد، دیسک را از مقطع میانی (با جدا کردن سطح داخلی و خارجی) ببرید.

۷ آماده سازی آزمون‌ها

بند ۷ استاندارد ISO 11357-1 را ببینید.

۸ کالیبراسیون

۱۸ زمان القاء اکسایش (OIT همدم)

روش اجرایی کالیبراسیون دو نقطه‌ای بهینه شده باید مورد استفاده قرار گیرد. ایندیم و قلع می‌توانند به عنوان مواد مرجع استفاده شوند. زیرا نقاط ذوب این دو ماده در محدوده دمایی موردنظر برای آنالیز پلی‌الفین‌ها (۴۰۰ تا ۱۸۰ درجه سلسیوس) قرار دارد. ممکن است برای دیگر پلاستیک‌ها، مواد دیگری برای کالیبراسیون مورد استفاده قرار گیرند. ابزار باید طبق بند ۸ استاندارد ISO 11357-1، کالیبره شوند. کالیبراسیون باید در محیط نیتروژن و با ظرف سر بسته (معمولاً درپوش روی ظرف پرس می‌شود) انجام شود. اگر در روش اجرایی کالیبراسیون، نرخ گرمایش صحیح آورده نشده است، از پروفایل دمایی ذوب، مطابق زیر استفاده کنید.

جدول ۴- پروفایل دمایی ذوب

نام ماده	بازه و نرخ گرمایش
ایندیوم	از دمای محیط تا ۱۴۵°C با نرخ ۱۰°C/min، از ۱۴۵°C تا ۱۶۵°C با نرخ ۱°C/min
قلع	از دمای محیط تا ۲۲۰°C با نرخ ۱۰°C/min، از ۲۲۰°C تا ۲۴۰°C با نرخ ۱°C/min

۲۸ دمای القاء اکسیژن (دمای القاء اکسایش دینامیک)

ابزار باید مطابق روش اجرایی مندرج در بند ۸ استاندارد ISO 11357-1، با استفاده از نیتروژن یا هوا کالیبره شوند.

۹ روش کار

۱۹ تنظیم دستگاه

بند ۹-۱ استاندارد ISO 11357-1 را ببینید.

۲۹ قراردادن آزمون در ظرف آزمون (بوته دستگاه)

بند ۹-۲ استاندارد ISO 11357-1 را ببینید.

اگر آزمون از سطح داخلی یا خارجی لوله و اتصالات بریده شده باشد، باید در ظرف آزمون به گونه‌ای قرار گیرند که رویه (سطح) مورد نظر به سمت بالا باشد. آزمون باید با تقریب $\pm 0.5\text{mg}$ توزین شود.

۳۹ قراردادن ظروف

بند ۹-۳ استاندارد ISO 11357-1 را ببینید.

۴۹ جریان اکسیژن، هوا و نیتروژن

نرخ جریان‌های نیتروژن یا هوای مورد استفاده در اندازه‌گیری و کالیبراسیون باید یکسان باشد. هر تغییری در نرخ جریان به کالیبراسیون مجدد نیاز دارد. نرخ جریان معمول $(5 \pm 0.5)\text{ ml/min}$ است، نرخ جریان گاز اکسید کننده باید با نرخ جریان نیتروژن یکسان باشد.

۵۹ تنظیم میزان حساسیت

میزان حساسیت تجهیزات و ابزار باید تنظیم شود به طوری که اختلاف ارتفاع عمودی تغییرات مرحله‌ای (پلکانی) منحنی، ۵۰ درصد یا بیشتر از مقیاس کلی ابزار ثبت شود. دستگاه کنترل شونده کامپیوتری در این تنظیم، نیاز نیست.

۶۹ روش انجام آزمون

۱۶۹ تعیین زمان القاء اکسایش (OIT همدم)

آزمونه و ماده مرجع را درون ظروف آزمون و در دمای محیط قرار دهید. قبل از شروع چرخه گرمایش، به مدت ۵ دقیقه، نیتروژن را در دستگاه جریان دهید

گرمایش برنامه‌ریزی شده به آزمونه تحت جریان نیتروژن باید از دمای اتاق شروع و تا دمای آزمون با نرخ $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ادامه یابد. ترجیحاً دماهای آزمون همدم باید مضربی از ده انتخاب شوند. ممکن است مطابق با یک آزمون استاندارد یا طبق توافق طرفین ذینفع و ذیربط، دمای آزمون دیگری به کار رود. مخصوصاً اگر آزمونه‌ها زمان القاء اکسایش کمتر از ۱۰ دقیقه داشته باشد، آزمون باید در دمای پایین‌تر انجام شود و برای آزمونه‌ها با زمان القاء اکسایش بیشتر از ۶۰ دقیقه، آزمون باید در دمای بالاتر انجام شود.

زمانی که دما به مقدار تنظیم شده رسید، گرمایش برنامه‌ریزی شده باید قطع شود و آزمونه باید در این دما به مدت ۳ دقیقه به تعادل برسد.

ثبات باید روشن شود.

بلافاصله بعد از این زمان (زمان به تعادل رسیدن)، گاز اکسیژن یا هوا را با نرخ جریان معینی (برابر مقدار نرخ جریان نیتروژن) جریان دهید. این مرحله (مرحله قطع نیتروژن و ورود اکسیژن یا هوا) بعنوان زمان صفر آزمون تلقی می‌شود.

عملیات همدم را تا حداقل ۲ دقیقه بعد از مشاهده پیک منحنی گرمازا ادامه دهید (به شکل ۱ مراجعه شود). متناوباً، اگر زمان به دست آمده مطابق مشخصات ارائه شده نمونه یا توافق بین طرفین ذینفع و ذیربط باشد، ممکن است آزمون خاتمه یابد.

در صورت پایان آزمون، مجدداً جریان نیتروژن برقرار می‌شود و تجهیزات تا رسیدن به دمای اتاق سرد می‌شوند. اگر آزمون‌های بیشتری بخواهد انجام شود، سرمایه‌ش تجهیزات تا زیر 60°C درجه سلسیوس کافی است.

تعداد دفعات آزمون هر نمونه به توافق طرفین ذینفع و ذیربط بستگی دارد. ترجیحاً به منظور گزارش میانگین حسابی، حداقل و حداکثر مقادیر، برای هر نمونه، حداقل دوبار آزمون تکرار می‌شود.

یادآوری زمان القا اکسایش تابعی از دما و افزودنی‌های موجود در پلیمر است. بنابراین، برون‌یابی یا مقایسه داده‌های به‌دست آمده در دماهای مختلف معتبر نیست مگر اینکه به‌وسیله نتایج آزمایشگاهی تصدیق شود.

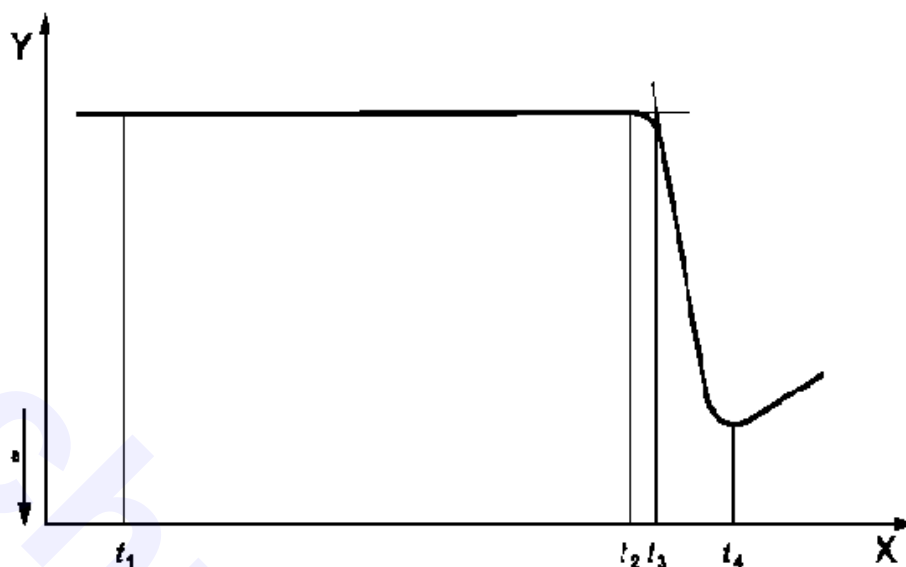
۹ ۶ ۲ دمای القا اکسایش (OIT دینامیک)

تجهیزات باید به مدت ۵ دقیقه همراه با ظروف حاوی آزمون و مرجع در دمای اتاق و قبل از شروع چرخه گرمایش، با گاز اکسیژن یا هوا، پاکسازی^۱ اولیه شوند تا برای آزمون آماده شوند. گرمایش برنامه‌ریزی شده آزمون تحت جریان گاز یا هوا باید در دمای اتاق شروع و حداقل تا ۳۰ درجه سلسیوس بالای نقطه پیک گرمازا ادامه یابد (به شکل ۲ مراجعه شود).

نرخ ترجیحی گرمایش $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ و $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ است. متناوباً، اگر دمای به‌دست آمده مطابق مشخصات ارائه شده نمونه با توافق بین طرفین ذینفع و ذیربط باشد، ممکن است آزمون خاتمه یابد.

به محض اتمام آزمون، تجهیزات تا رسیدن به دمای اتاق سرد می‌شوند. اگر قرار است آزمون‌های بیشتری انجام شود، سرمایش تجهیزات تا دمای زیر ۶۰ درجه سلسیوس کافی است.

تعداد دفعات آزمون هر نمونه به توافق طرفین ذینفع و ذیربط بستگی دارد. ترجیحاً آزمون برای هر نمونه دوبار تکرار شود و میانگین حسابی، کمینه و بیشینه مقادیر گزارش شود.



شکل ۴- مثالی از منحنی زمان القا اکسایش - آنالیز به روش تانژانت

راهنما:

X: زمان

Y: نرخ جریان گرمایی

t₁: زمان جایگزینی نیتروژن با اکسیژن یا هوا (زمان صفر)

t₂: زمان شروع اکسایش

t₃: نقطه تقاطع که به وسیله روش تانژانت تعیین می‌شود (زمان القاء اکسایش).

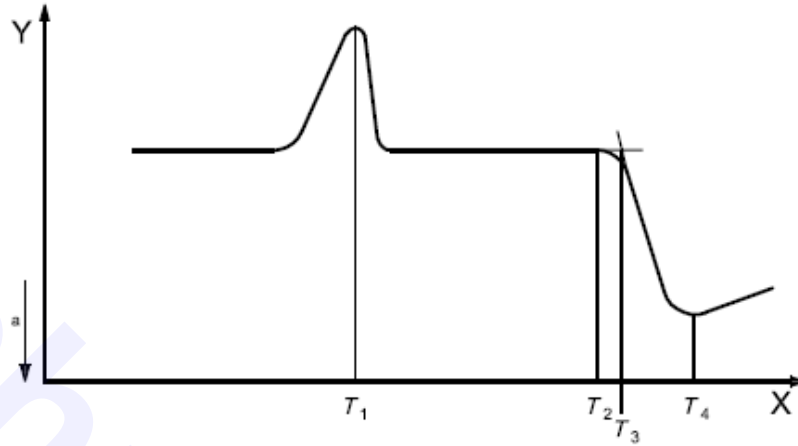
t₄: زمان در پیک اکسایش

a: گرمازا

۹-۷ تمیز کردن

تمیز کردن و زدودن سل اندازه‌گیری تجهیزات DSC از آلودگی، با گرمایش حداقل ۵۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۵ دقیقه، تحت اکسیژن یا هوا انجام می‌شود. تمیز کردن و زدایش آلودگی در فواصل زمانی تعریف شده و یا زمانی که نتایج آزمون دارای انحراف باشند انجام می‌شود. به منظور احتیاط، دفعات تمیز کردن باید عملیات آزمایشگاهی خوب^۱ را برآورده کند.

۱ - Good Laboratory Practice (GLP)



شکل ۴. مثالی از منحنی دمای القاء اکسایش

راهنما

X: زمان

Y: نرخ جریان گرمایی

T₁: دمای ذوب پلیمر

T₂: زمان شروع اکسایش

T₃: نقطه تقاطع که به وسیله روش تانژانت تعیین می‌شود (دمای القاء اکسایش).

T₄: دما در پیک اکسایش

a: گرمازا

۸۹ بیان نتایج

داده‌ها باید، بصورت نرخ جریان گرمایی در محور Yها و دما یا زمان در محور Xها ترسیم شوند. در حالتی که ارزیابی به صورت دستی انجام می‌شود محور افقی (Xها) باید تا حد امکان بسط یابد و به گونه‌ای تقسیم‌بندی شود که تحلیل به آسانی صورت پذیرد.

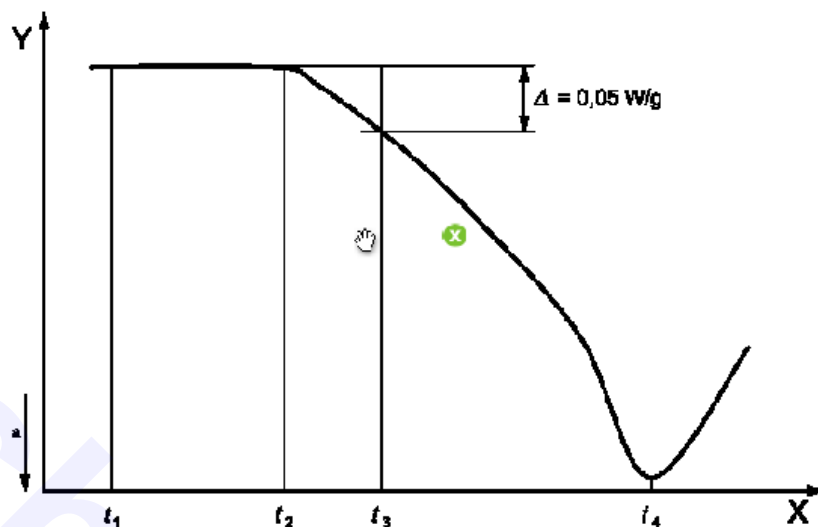
خط پایه به سمت شروع واکنش گرمازا امتداد داده می‌شود و از شیب پیک گرمازا خطی ترسیم می‌شود تا یکدیگر را قطع کنند (به شکل‌های ۱ و ۲ مراجعه شود). نقطه تقاطع بیانگر زمان یا دمای القاء اکسایش است. سه روش تانژانت، افست و آستانه برای تعیین نقاط مورد نظر رایج است.

روش تانژانت که به آن اشاره شده است، روش ترجیح داده شده برای اندازه‌گیری نقطه تقاطع است اما انتخاب تانژانت مناسب با شیب خط گرمازا، در صورتیکه پیک گرمازا دارای برآمدگی باشد، مشکل است (پیک‌های گرمازا با برآمدگی‌های تیز ممکن است در حالتی که اکسیداسیون کند باشد رخ دهد). اگر انتخاب شیب مناسب (در روش تانژانت) میسر نباشد ممکن است روش افست^۱ به کار رود. برای این منظور، خط پایه دومی، موازی با خط پایه اولی در حدود ۰/۰۵ وات بر گرم (رجوع شود به شکل ۳ و ۴) بالای خط پایه ترسیم می‌شود. (نزدیکترین خط به خط پایه) محل تقاطع این خط با سیگنال گرمازا به عنوان آغاز اکسایش محسوب می‌گردد و فاصله بین این نقطه تا نقطه زمان صفر، زمان القاء اکسایش محسوب می‌گردد.

همچنین ممکن است برآمدگی‌های تیز دمانگاشت^۲ به سبب نحوه آماده‌سازی آزمون باشد. به طور مثال ضخامت متغیر آزمون، صاف نبودن و وجود شیار و خراش روی آزمون روی دمانگاشت تاثیرگذار است. بنابراین قبل از کاربرد، روش آستانه برای ارزیابی نتایج، توصیه می‌شود که عمل اسکن تکرار شود تا از برآورده شدن الزامات مندرج در بند ۶ در خصوص آزمون اطمینان حاصل شود.

دیگر روش‌ها یا دیگر مقادیر برای فاصله آستانه از خط پایه ممکن است با توافق طرفین ذیربط مورد استفاده قرار گیرد.

1-Offset
2-Thermogramme



شکل ۳ - مثالی از منحنی زمان القاء اکسایش با لبه‌های تیز (روش آنالیز افسست)

راهنما:

X: زمان

Y: نرخ جریان گرمایی

t₁: زمان جایگزینی نیتروژن با اکسیژن یا هوا (زمان صفر)

t₂: زمان شروع اکسایش

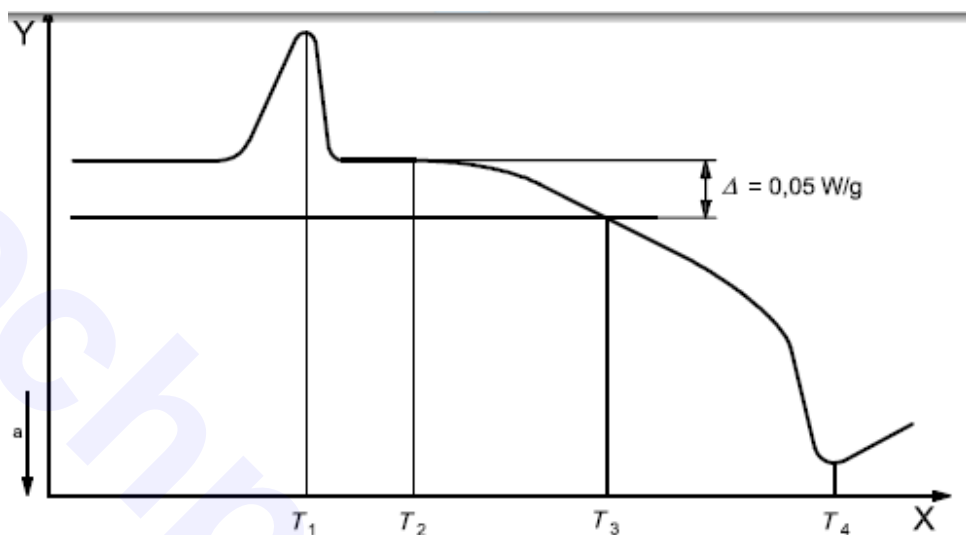
t₃: نقطه تقاطع که به وسیله روش تانژانت تعیین می‌شود (زمان القاء اکسایش).

t₄: زمان در پیک اکسایش

a: گرمای

۱۰ دقت و تمایل^۱

آزمون round-robin توسط موسسه آزمون مواد سوییس در سال ۱۹۹۸ و ۲۰۰۰ بر روی چهار نمونه مختلف پلی‌اتیلن انجام شد که در آن، ۱۴ (در سال ۱۹۹۸) و ۱۶ (در سال ۲۰۰۰) گروه شرکت کردند و نتایج در جداول ۲ و ۳ برای زمان القاء اکسایش در حالت هم‌دما و دینامیک به‌دست آمد.



شکل ۴ مثالی از منحنی دمای القاء اکسایش با لبه‌های تیز (روش آنالیز افسست)

راهنما:

X: زمان

Y: نرخ جریان گرمایی

T₁: دمای ذوب پلیمر

T₂: زمان شروع اکسایش

T₃: نقطه تقاطع که به وسیله روش تانژانت تعیین می‌شود (دمای القاء اکسایش).

T₄: دما در پیک اکسایش

a: گرمازا

جدول ۴ تکرارپذیری و تجدیدپذیری برای زمان القاء اکسایش هم‌دما					
مقدار	واحد	پلی اتیلن با دانسیته بالا شماره ۱	پلی اتیلن با دانسیته پایین شماره ۱	پلی اتیلن با دانسیته بالا شماره ۲	پلی اتیلن با دانسیته بالا شماره ۳
زمان القاء اکسایش هم‌دما	دقیقه	۳/۴	۱۸/۹	۳۶/۹	۶۲/۴
انحراف استاندارد تکرارپذیری، مطلق (S_T)	دقیقه	۰/۶	۱/۲	۲/۱	۱/۷
انحراف استاندارد تکرارپذیری، نسبی (S_T)	درصد	۱۷/۸	۶/۱	۵/۸	۲/۷
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، مطلق (S_R)	دقیقه	۲/۱	۲/۰	۶/۵	۹/۵
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، نسبی (S_R)	درصد	۶۲/۱	۱۰/۸	۱۷/۶	۱۵/۳
حد تکرارپذیری ^a (t)	دقیقه	۱/۷	۳/۲	۵/۹	۴/۸
حد تجدیدپذیری ^b (R)	دقیقه	۶/۰	۵/۷	۱۸/۲	۲۶/۶

a: مقایسه دو نتیجه آزمون برای یک ماده که به وسیله یک آزمایش کننده با استفاده از یک تجهیزات در همان روز انجام می‌شود که ممکن است با احتمال حداقل ۹۵ درصد مورد انتظار باشد.

b: مقایسه دو نتیجه آزمون برای یک ماده که به وسیله دو آزمایش کننده (مختلف) با استفاده از تجهیزات متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت انجام می‌شود که ممکن است با احتمال حداقل ۹۵ درصد مورد انتظار باشد.

جدول ۳ تکرارپذیری و تجدید پذیری برای دمای القاء اکسایش هم‌دما					
مقدار	واحد	پلی اتیلن با دانسیته بالا شماره ۱	پلی اتیلن با دانسیته پایین شماره ۱	پلی اتیلن با دانسیته بالا شماره ۲	پلی اتیلن با دانسیته بالا شماره ۳
دمای القاء اکسایش دینامیک	درجه سلسیوس	۲۱۷	۲۴۲	۲۴۸	۲۵۴
انحراف استاندارد تکرارپذیری، مطلق (S_T)	درجه سلسیوس	۲/۴	۰/۷	۰/۹	۱/۵
انحراف استاندارد تکرارپذیری، نسبی (S_T)	درصد	۱/۱	۰/۳	۰/۴	۰/۶
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، مطلق (S_R)	درجه سلسیوس	۴/۰	۲/۲	۲/۸	۴/۱
انحراف استاندارد تجدیدپذیری، نسبی (S_R)	درصد	۱/۸	۰/۹	۱/۲	۱/۶
حد تکرارپذیری ^a (t)	درجه سلسیوس	۶/۷	۱/۹	۲/۵	۴/۲
حد تجدیدپذیری ^b (R)	درجه سلسیوس	۱۱/۱	۶/۱	۷/۸	۱۱/۵

a و b مانند جدول ۲

۱۱ گزارش آزمون

علاوه بر الزامات خواسته شده در بند ۱۰ استاندارد ISO 11357-1، گزارش آزمون باید در بر دارنده اطلاعات زیر باشد:

الف) شماره این استاندارد ملی

ب) مشخصات جزئی نمونه و روش آماده‌سازی آزمون

پ) نوع گاز پاک‌کننده^۱ و نرخ جریان گاز

ت) دمای آزمون

ث) روش اندازه‌گیری (روش تانژانت، روش افست و دیگر روش‌ها)

ج) زمان القاء اکسایش بر حسب دقیقه، دمای القاء اکسایش بر حسب درجه سلسیوس

چ) دمانگاشت (شامل جزئیات نرخ جریان گرمایی برای دمای القاء اکسایش)

ح) جزئیات هر انحراف از شرایط یا مواد تعریف شده در این استاندارد (بطور مثال توافق بین طرفین ذینفع و

ذیربط)

پیوست الف

آماده‌سازی محفظه‌های مسی و ظروف^۱

(اطلاعاتی)

الف.۱ صفحه دایره‌ای با قطر ۱۰ میلی‌متر را از یک نوار مسی نرم با ضخامت ۰/۱ میلی‌متر ببرید با استفاده از یک پانچ، صفحه مسی را به شکل یک محفظه خالی (ظرف آزمونه) در آورید. ۱/۵ تا ۱/۸ میلی‌متر از دیواره ظرف تهیه شده، باید صاف و مستقیم باشد. قطر ظرف شکل داده شده باید از ۶/۶ تا ۶/۹ میلی‌متر باشد. لبه‌های ناصاف را سوهان کنید.

الف.۲ اکسایش ظروف مسی

الف.۲.۱ با قرار دادن هر ظرف درون شعله گاز به مدت ۵ تا ۱۰ ثانیه، پوشش اکسید مس تازه روی محفظه مسی فراهم کنید. (ظرف را به آرامی روی شعله حرکت دهید تا از یکنواخت بودن پوشش اکسید مس مطمئن شوید). سپس محفظه را از شعله دور نموده و تا رسیدن به دمای اتاق تقریباً به مدت ۳۰ ثانیه سرد کنید.

الف.۳ چربی زدایی از محفظه آلومینیمی

الف.۳.۱ محفظه‌ها و درپوش‌ها را در یک حلال با نقطه جوش پایین نظیر سیکلوهگزان بمدت ۳۰ دقیقه قرار دهید. سپس آنها را در آون با جریان هوا در دمای ۴۰ تا ۵۰ درجه سلسیوس خشک کنید.

پیوست ب

۴ مطالب پیوست الف و ب به منظور کمک به کاربر این استاندارد، از استاندارد ASTM D 3895 استخراج شده است.

همگن سازی نمونه

(اطلاعاتی)

- ب.۱ در آزمون تعیین زمان القاء اکسایش، به منظور حداقل رساندن اختلاف در پراکندگی افزودنی‌ها و پایدار کننده‌ها، ممکن است همگن سازی نیاز باشد. رئومتر با قابلیت مخلوط کردن برای این منظور مناسب می‌باشد.
- ب.۲ هر نمونه باید به مدت ۱۰ دقیقه در رئومتر با سرعت ۶۰ رادیان بر دقیقه در یک محفظه با دمای ۱۵۰ تا ۱۶۰ درجه سلسیوس برای پلی اتیلن و ۱۸۰ تا ۱۹۰ درجه سلسیوس برای پلی پروپیلن همگن شود. در طی عملیات همگن سازی جهت جلوگیری از اکسایش یا تخریب افزودنی‌ها و پلیمر باید جریان نیتروژن برقرار باشد.
- ب.۳ پس از ۱۰ دقیقه همگن سازی، آن را با آب سرد یا نیتروژن مایع سرد کنید سپس توسط قالبگیری فشاری نمونه را به صورت ورق شکل دهی کنید.