

INSO  
7186-6  
2nd Revision  
2019

Identical with  
ISO 11357-6:  
2018



استاندارد ملی ایران  
۷۱۸۶-۶  
تجدیدنظر دوم  
۱۳۹۷

پلاستیک‌ها – گرماسنجی روبشی تفاضلی  
قسمت ۶: (DSC)

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

Plastics — Differential scanning  
calorimetry (DSC) — Part 6:  
Determination of oxidation induction time  
(isothermal OIT) and oxidation induction  
temperature (dynamic OIT)

ICS: 83.080.01

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران، خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق پستی: ۱۴۱۵۵-۶۱۳۹ تهران - ایران

تلفن: ۸۸۸۷۹۴۶۱-۵

دورنگار: ۸۸۸۸۷۱۰۳ و ۸۸۸۸۷۰۸۰

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۳۱۵۸۵-۱۶۳ کرج - ایران

تلفن: (۰۲۶) ۳۲۸۰۶۰۳۱-۸

دورنگار: (۰۲۶) ۳۲۸۰۸۱۱۴

ایمیل: standard@isiri.gov.ir

وبگاه: <http://www.isiri.gov.ir>

**Iranian National Standardization Organization (INSO)**

No. 2592 Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@isiri.gov.ir

Website: <http://www.isiri.gov.ir>

## به نام خدا

### آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد 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 حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود 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، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند در کمیته ملی طرح، بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد (ISO)<sup>۱</sup>، کمیسیون بین‌المللی الکترونیک (IEC)<sup>۲</sup> و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی (OIML)<sup>۳</sup> است و به عنوان استاندارد تنها رابط<sup>۴</sup> کمیسیون کدکس غذایی (CAC)<sup>۵</sup> در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرفکنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیستمحیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیستمحیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسائل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت می‌کند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاه، واسنجی وسائل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبهای و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2- International Electrotechnical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organisation Internationale de Métrologie Legale)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

## کمیسیون فنی تدوین استاندارد

### «پلاستیک‌ها – گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) – قسمت ۶: تعیین زمان القاء اکسایش (OIT) همدم‌ما) و دمای القاء اکسایش (OIT (دینامیکی)»

#### سمت و/یا محل اشتغال:

رئیس:

شرکت پتروشیمی تبریز

قاسمی، عبدالحسین

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

#### دبیر:

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اخیاری، شهاب

(دکتری شیمی پلیمر)

#### اعضا: (اسمی به ترتیب حروف الفبا)

سازمان ملی استاندارد ایران - پژوهشگاه استاندارد

ابراهیم، الهام

(کارشناسی شیمی)

موسسه تحقیقاتی پلیمر و رنگ امیرکبیر-مترا

بزرگی، علی

(کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)

شرکت پلی اتیلن کشاورز

بیگی، ندا

(کارشناسی مهندسی صنایع پلیمر)

شرکت مهندسین مشاور آزمونه فولاد

رحمتی، محمد

(کارشناسی ارشد مهندسی شیمی)

آزمایشگاه همکار آرمان کاوشگران آزمون گستر

رنجبریان، لیلی

(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

شرکت پتروشیمی تبریز

سالم میلانی، سهیلا

(کارشناسی مهندسی شیمی)

دانشگاه صنعتی سهند

سلامی حسینی، مهدی

(دکتری مهندسی پلیمر)

سمت و/یا محل اشتغال:

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

شرکت ایمن پایش سهند

سلحشور، آرش

(کارشناس ارشد مهندسی بهداشت حرفه‌ای)

شرکت داروسازی بایر افلاک

صابونیان، مریم

(دکتری شیمی کاربردی)

انجمن صنفی تولیدکنندگان پلیمر و پلاستیک آذربایجانشرقی

صدرالدینی، سید کمال الدین

(کارشناسی مهندسی مکانیک)

شرکت تدبیر نوین سازان

قاسمیان خجسته، محسن

(دکتری شیمی آلی)

شرکت آذرآوند

محمدی بیرامی، باقر

(کارشناسی ارشد مهندسی مکانیک)

شرکت برتران قوطی خاورمیانه

هلانی، لیلی

(کارشناسی شیمی)

شرکت تک ظرف آذربایجان

یوسفی، وحید

(کارشناسی ارشد علوم و فناوری نانو شیمی)

ویراستار:

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

قدیمی، فریده

(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

## فهرست مندرجات

| عنوان   |    | صفحه |
|---|----|------|
| پیش‌گفتار   |    |      |
| مقدمه   |    |      |
| ۱ هدف و دامنه کاربرد  | ۱  | ۱    |
| ۲ مراجع الزامی  | ۲  | ۱    |
| ۳ اصطلاحات و تعاریف   | ۳  | ۲    |
| ۴ اصول آزمون  | ۴  | ۳    |
| ۱-۴ کلیات   | ۳  | ۳    |
| ۲-۴ زمان القاء اکسایش (OIT همدما)   | ۴  | ۴    |
| ۳-۴ دمای القاء اکسایش (OIT دینامیک)   | ۴  | ۴    |
| ۵ دستگاهها و مواد   | ۴  | ۴    |
| ۶ آزمونهای  | ۶  | ۶    |
| ۱-۶ کلیات   | ۶  | ۶    |
| ۲-۶ آزمونهای حاصل از صفحه‌های قالب‌گیری شده فشاری                                 | ۶  | ۶    |
| ۳-۶ آزمونهای حاصل از صفحه‌های قالب‌گیری شده تزریقی یا مواد اکسترود شده جریان مذاب | ۷  | ۷    |
| ۴-۶ آزمونهای حاصل از محصول نهایی  | ۷  | ۷    |
| ۷ شرایط آزمون و ثبت شرایط آزمونهای  | ۷  | ۷    |
| ۸ کالیبراسیون   | ۸  | ۸    |
| ۱-۸ زمان القاء اکسایش (OIT همدما)   | ۷  | ۷    |
| ۲-۸ دمای القاء اکسایش (OIT دینامیک)   | ۸  | ۸    |
| ۹ روش انجام آزمون   | ۸  | ۹    |
| ۱-۹ تنظیم ابزار اندازه‌گیری   | ۸  | ۹    |
| ۲-۹ بارگذاری آزمونه در بوته آزمون   | ۸  | ۹    |
| ۳-۹ قرار دادن بوتهای  | ۸  | ۹    |
| ۴-۹ جریان نیتروژن، هوا و اکسیژن   | ۹  | ۹    |
| ۵-۹ تنظیم میزان حساسیت  | ۹  | ۹    |
| ۶-۹ روش انجام اندازه‌گیری   | ۹  | ۹    |
| ۱-۶-۹ زمان القاء اکسایش (OIT همدما)   | ۹  | ۹    |
| ۲-۶-۹ دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)  | ۱۰ | ۹    |

| عنوان          | صفحه |
|----------------|------|
| ۷-۹ تمیزکاری   | ۱۱   |
| ۱۰ بیان نتایج  | ۱۲   |
| ۱۱ دقต و اریبی | ۱۲   |
| ۱۲ گزارش آزمون | ۱۵   |
| کتابنامه       | ۱۶   |

## پیش‌گفتار

استاندارد «پلاستیک‌ها - گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۶: تعیین زمان القاء اکسایش (OIT) همدمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)» که نخستین بار در سال ۱۳۸۸ تدوین و منتشر شد، بر اساس پیشنهادهای دریافتی و بررسی و تأیید کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شماره ۵ برای دومین بار مورد تجدیدنظر قرار گرفت و در بیست و ششمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ ۱۳۹۷/۱۱/۲۸ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شماره ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوه نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند 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 ایران استفاده کرد.

این استاندارد جایگزین استاندارد ملی ایران شماره ۶-۷۱۸۶: سال ۱۳۸۸ می‌شود.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهییه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مذبور است:

ISO 11357-6: 2018, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) - Part 6: Determination of oxidation induction time (isothermal OIT) and temperature (dynamic OIT)

## مقدمه

اندازه‌گیری زمان یا دمای القاء اکسایش که در این استاندارد آمده است ابزاری برای ارزیابی انطباق مورد آزمون با فرمول‌بندی آمیزه پلاستیک‌ها است، اما هدف آن ارائه غلظت ضد اکسنده نیست. ضد اکسنده‌های مختلف زمان القاء یا دمای اکسیداسیون متفاوتی می‌توانند داشته باشند. با توجه به برهمنش ضد اکسنده با سایر مواد موجود در فرمولاسیون، دماها یا زمان‌های القاء اکسایش متفاوتی، حتی در مورد محصولاتی با نوع و غلظت ضد اکسنده یکسان، می‌تواند به دست آید.

این استاندارد یک قسمت از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۷۱۸۶ است. سایر قسمت‌های این استاندارد به شرح زیر است:

- قسمت ۱: اصول کلی
- Part 2: Determination of glass transition temperature and glass transition step height
- قسمت ۳: تعیین دما و آنتالپی ذوب و تبلور
- قسمت ۴: تعیین ظرفیت گرمایی ویژه - روش آزمون
- قسمت ۵: تعیین زمان‌ها و دماهای منحنی واکنش، آنتالپی واکنش و درجه تبدیل
- قسمت ۷: تعیین سینتیک تبلور

## پلاستیک‌ها - گرماسنجی روبشی تفاضلی<sup>۱</sup> (DSC) - قسمت ۶: تعیین زمان القاء اکسایش (OIT همدما)<sup>۲</sup> و دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)<sup>۳</sup>

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

### ۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین زمان 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. می‌توان این استاندارد را برای سایر پلاستیک‌ها نیز به کار برد.

### ۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

**2-1 ISO 293, Plastics — Compression moulding of test specimens of thermoplastic materials**

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۰۸: سال ۱۳۹۳، پلاستیک‌ها - قالب‌گیری فشاری ازمونهای مواد گرماترم، با استفاده از استاندارد ISO 293: 2004 تدوین شده است.

**2-2 ISO 294-3, Plastics — Injection moulding of test specimens of thermoplastic materials**

— Part 3: Small plates

یادآوری - استاندارد ملی ایران شماره ۲۲۰۹-۳: سال ۱۳۹۰، لاستیک‌ها - قالب‌گیری تزریقی نمونه‌های ازمون مواد گرماترم قسمت ۳: صفحات کوچک، با استفاده از استاندارد ISO 294-3: 2006 تدوین شده است.

**2-3 ISO 472, Plastics — Vocabulary**

1 - Differential Scanning Calorimetry

2 - Oxidation Induction Time (isothermal OIT)

3 - Oxidation Induction Temperature (dynamic OIT)

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۴۴: سال ۱۳۹۴، پلاستیک‌ها- واژه‌نامه، با استفاده از استاندارد ISO 472: 2013 تدوین شده است.

**2-4 ISO 8986-2, Plastics — Polybutene-1 (PB-1) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties**

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۰۸۰-۲: سال ۱۳۹۴، پلاستیک‌ها - ۱-پلی‌بوتن (PB-1) - مورد مصرف در قالب‌گیری و روزن‌رانی - قسمت ۲- آماده‌سازی آزمون‌ها و تعیین خصوصیات، با استفاده از استاندارد ISO 8986-2: 2009 تدوین شده است.

**2-5 ISO 11357-1, Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 1: General principles**

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۱۸۶: سال ۱۳۹۴، پلاستیک‌ها - گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۱: اصول کلی، با استفاده از استاندارد ISO 11357-1: 2009 تدوین شده است.

**2-6 ISO 17855-2, Plastics — Polyethylene (PE) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties**

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱۸۳۵۲-۲: سال ۱۳۹۳، پلاستیک‌ها - پلی‌اتیلن قالب‌گیری و روزن‌رانی (اکستروژن) - قسمت ۲: تهیه آزمون‌ها و تعیین خواص، با استفاده از استاندارد ISO 17855-2: 2007 تدوین شده است.

**2-7 ISO 19069-2, Plastics — Polypropylene (PP) moulding and extrusion materials — Part 2: Preparation of test specimens and determination of properties**

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۳۴۸-۲: سال ۱۳۹۵، لاستیک‌ها - پلی‌پروپیلن قالب‌گیری و رانش‌گری - قسمت ۲: آماده‌سازی آزمونه و تعیین خواص، با استفاده از استاندارد ISO 19069-2: 2016 تدوین شده است.

### ۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف ارائه شده در استانداردهای ISO 472 و ISO 11357-1: اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود<sup>۱</sup>:

۱-۳

زمان القاء اکسایش  
همدم OIT

**oxidation induction time**  
**isothermal OIT**

میزان نسبی مقاومت مواد پایدار شده در برابر تخریب اکسایشی است که به وسیله اندازه‌گیری گرماسنجی

۱- اصطلاحات و تعاریف به کار رفته در فرهنگ‌نامه الکترونیکی IEC و نیز سامانه مرورگر برخط ISO به ترتیب در وبگاه‌های <http://www.iso.org/obp> و <http://www.electropedia.org/> قابل دسترس است.

فاصله زمانی تا شروع اکسایش گرمایزی ماده در حضور هوا یا اکسیژن، در یک دمای معین و در فشار اتمسفر، تعیین می‌شود.

یادآوری - زمان القاء اکسایش بر حسب دقیقه بیان می‌شود.

۲-۳

## دمای القاء اکسایش OIT دینامیکی

### oxidation induction temperature dynamic OIT

میزان نسبی مقاومت مواد پایدار شده در برابر تخریب اکسایشی است که به وسیله اندازه‌گیری گرماستنجی دمای شروع اکسایش گرمایزی ماده، تحت نرخ گرمایش معین در حضور اکسیژن یا هوا و در فشار اتمسفر تعیین می‌شود.

یادآوری ۱ - دمای القاء اکسایش بر حسب درجه سانتی‌گراد بیان می‌شود.

یادآوری ۲ - دمای القاء اکسایش، دمای شروع اکسایش (OOT)<sup>۱</sup> نیز نامیده می‌شود.

## ۴ اصول آزمون

### ۱-۴ کلیات

مدت زمان یا دمایی که تا آن دما، یک سیستم پایدار کننده ضد اکسنده موجود در آزمونه که از اکسایش ممانعت می‌کند اندازه‌گیری می‌شود، در حالی که آزمونه در حضور اکسیژن یا هوا در شرایط همدمای در یک دمای معین یا با نرخ گرمایش ثابت گرم می‌شود. زمان یا دمای القاء اکسایش، ارزیابی میزان (یا درجه) 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 دمای القاء اکسایش به مساحت سطح آزمونه که تحت اکسایش قرار می‌گیرد بستگی دارد. باید یادآور شد که در آزمون‌های انجام شده در اکسیژن خالص، نسبت به آزمون‌های انجام شده در شرایط معمول اتمسفر-هوا زمان و دمای اکسایش پایین‌تری به دست می‌آید.

یادآوری - زمان یا دمای القاء اکسایش می‌تواند بیانگر مقدار موثر ضد اکسندها در آزمونه باشد. در تفسیر داده‌ها باید احتیاط کافی به کار برد، زیرا سینتیک واکنش اکسایش تابعی از دما و خواص ذاتی مواد افروزنده موجود در نمونه است. به عنوان مثال نتایج زمان و دمای القاء اکسایش برای انتخاب فرمولاسیون بهینه رزین به کار می‌روند. ضد اکسندهای فرار یا تفاوت‌های موجود در انرژی فعال‌سازی واکنش‌های اکسایشی، می‌تواند نتایج زمان و دمای القاء اکسایش کمتری را نشان دهد در حالی که همان ضد اکسنده در دمای کاربردی محصول نهایی، می‌تواند به طور مناسب عمل کند.

1 - Oxidation onset temperature

#### ۲-۴ زمان القاء اکسایش (OIT همدم)

آزمونه و ماده مرجع با نرخ ثابتی در محیط گاز بی اثر (جريانی از نیتروژن) حرارت داده می شود. هنگامی که دما به حد معین رسید گاز بی اثر با اکسیژن یا هوا (با همان سرعت جريان)، جایگزین می شود. سپس آزمونه در دمای ثابت نگه داشته می شود تا واکنش اکسایش در منحنی گرمایی مشاهده شود. فاصله زمانی بین ورود اکسیژن یا هوا به سیستم تا شروع اکسایش را زمان القاء اکسایش (OIT همدم) می نامند. شروع اکسایش با افزایش ناگهانی گرمای آزاد شده از آزمونه مشخص می شود و با استفاده از گرماسنج روبشی تفاضلی (DSC) قابل مشاهده است. OIT همدم طبق زیربند ۱-۶-۹ تعیین می شود.

#### ۳-۴ دمای القاء اکسایش (OIT دینامیک)

آزمونه و ماده مرجع با نرخ ثابتی در حضور اکسیژن یا هوا گرم می شوند تا واکنش اکسایش بر روی منحنی گرمایی مشاهده شود. OIT دینامیک، دمای شروع واکنش اکسایش با افزایش شدید گرمای آزاد شده از آزمونه مشخص شده و با استفاده از گرماسنج روبشی تفاضلی (DSC) قابل مشاهده است. OIT دینامیک طبق زیربند ۲-۶-۹ تعیین می شود.

### ۵ دستگاه‌ها و مواد

#### ۱-۵ کلیات

به استاندارد ۱-۱۱۳۵۷ ISO نیز مراجعه شود.  
زیربندهای ۵-۵ تا ۸-۵ در صورت کاربرد باید اجرا شود (زیربندهای ۷-۵ و ۸-۵ فقط برای اندازه‌گیری‌های زمان القاء اکسایش مورد نیاز است).

#### ۲-۵ ابزار اندازه‌گیری DSC

ابزار اندازه‌گیری DSC باید قابلیت دستیابی به دماهای بالا (حداقل تا  $500^{\circ}\text{C}$ ) را داشته باشد. برای اندازه‌گیری‌های زمان القاء اکسایش، ابزار اندازه‌گیری باید قابلیت نگهداری پایداری همدمایی  $K_{0.3} \pm 0.1$  در دمای آزمون و در مدت زمان آزمون، عموما  $60\text{ min}$  را دارا باشد.  
برای اندازه‌گیری‌های با دقت بالا پایداری همدمایی  $K_{0.1} \pm 0.05$  توصیه می شود.

#### ۳-۵ بوته آزمون<sup>۱</sup>

آزمونهای باید در بوتهای آزمون دریاز یا دربسته، با قابلیت تهویه، قرار داده شوند تا از تماس نامطلوب با اتمسفر اطراف ممانعت شود. ترجیحا بوتهای آزمون باید از آلومینیوم ساخته شوند. می توان از بوتهای

آزمون ساخته شده از مواد مختلف، با توافق بین طرفین ذی‌ربط، استفاده کرد.

یادآوری - ترکیب<sup>۱</sup> مواد بوته آزمون، به طور قابل توجهی، نتایج زمان یا دمای القاء اکسایش را می‌تواند تحت تاثیر قرار دهد (که شامل هر نوع اثر کاتالیستی مرتبط است). نوع سیستم مهار استفاده شده به کاربری مورد نظر ماده مورد آزمون بستگی دارد. رزین‌های پلی‌اولفینی مورد استفاده در صنعت سیم و کابل، به بوته آزمون مسی یا آلومینیومی نیاز دارند در حالی که برای رزین‌های پلی‌اولفینی مورد استفاده در ژئومبران<sup>۲</sup> و فیلم‌های مورد استفاده برای ممانعت از عبور بخار، فقط بوته‌های آلومینیومی کاربرد دارد.

#### ۴-۵ جریان‌سنچ

برای کالیبراسیون جریان گاز باید از وسیله اندازه‌گیری نرخ جریان مانند روتامتر<sup>۳</sup> یا جریان‌سنچ فیلم صابون<sup>۴</sup> یا یک روش وزن‌سنجی، همراه با شیر تنظیم جریان<sup>۵</sup>، استفاده نمود. وسایل کنترل جریان جرمی باید با یک وسیله جابه جایی مثبت<sup>۶</sup> کالیبره شود.

یادآوری - کالیبراسیون با نرخ جریان گاز مناسب تهیه شده در کارخانه نیز قابل قبول است.

#### ۵-۵ اکسیژن

اکسیژن مورد استفاده باید درجه خلوص٪ ۹۹/۵ یا بیشتر داشته باشد.

هشدار - استفاده از گاز فشرده شده، به اینمنی و جا به جایی مناسب نیاز دارد. علاوه بر این، اکسیژن یک اکسید کننده قوی است که احتراق را به شدت تسریع می‌کند. تجهیزات حاوی اکسیژن یا استفاده کننده از آن را از روغن و گریس دور نگه دارید.

#### ۶-۵ هوا

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

#### ۷-۵ نیتروژن

نیتروژن مورد استفاده باید درجه خلوص٪ ۹۹/۹۹ یا بیشتر داشته باشد.

#### ۸-۵ کلید کنترل گاز<sup>۷</sup> و رگلاتورها<sup>۸</sup>

دستگاه DSC مورد استفاده برای اندازه‌گیری زمان القاء اکسایش باید قابلیت جایگزینی بین نیتروژن و

1 - Composition

2 - Geomembrane

3 - Rotameter

4 - Soap-film flowmeter

5 - Flow-adjusting valve

6 - Positive-displacement device

7 - Gas-selector switch

8 - Regulators

اکسیژن یا هوا را داشته باشد. فاصله بین محل تنظیم گاز و محفظه ابزار اندازه‌گیری باید تا حد امکان کوتاه باشد به گونه‌ای که زمان تلف شده کمتر از ۱ min باشد تا حجم جایگزینی حداقل شود. بر این اساس، حجم اضافی برای نرخ جریان  $50 \text{ ml/min}$ ، برابر یا کمتر از  $50 \text{ ml}$  خواهد بود.

یادآوری - اگر زمان تلف شده مشخص باشد، دقت بیشتری می‌تواند به دست آید. یک راه برای به دست آوردن زمان تلف شده، انجام آزمون با استفاده از مواد پایدار نشده است که در حضور اکسیژن به سرعت اکسید می‌شوند. زمان القاء اکسایش این آزمون، اصلاحیه‌ای برای تعیین OIT بعدی را فراهم خواهد کرد.

## ۶ آزمونهای

### ۱-۶ کلیات

به استاندارد ۱-ISO 11357-1 مراجعه کنید.

آزمونهای این آزمون باید ضخامت ثابت در حدود  $(100 \pm 65) \mu\text{m}$  داشته و سطوح موازی باید تخت باشند و هیچ گونه ناصافی و بریدگی نداشته باشند.

دیسک‌های آزمون باید به اندازه کافی کوچک باشند تا بتوانند در بوته قرار گیرند و برای جلوگیری از زیاد شدن وزن نباید انباسته شوند.

یادآوری - بسته به ماده و ساقه فرآیندی آن، ابعاد و شرایط سرویس، روش‌های آماده‌سازی نمونه و آزمونه ممکن است بر روی ثبات نتایج و معنادار بودن آنها تاثیرگذار باشد. علاوه بر این، نسبت سطح به حجم آزمونه، یکنواختی کم آزمونه، تنش‌های باقی مانده یا عدم تماس بین آزمونه و بوته آزمون، درستی آزمون را می‌تواند به طور ناخوشایندی تحت تاثیر قرار دهد.

اگر اندازه گیری مشخصات OIT در امتداد مقطع عرضی ضخامت آزمونه مورد نیاز باشد، ممکن است آزمونهایی با ضخامت خیلی کمتر از  $65 \mu\text{m}$  نیاز باشد و باید در گزارش آزمون بیان شود.

### ۲-۶ آزمونهای حاصل از صفحه‌های قالب‌گیری شده فشاری

طبق استاندارد ISO 293 یا دیگر استانداردهای فرآوردهای پلی‌اولفینی نظریه 2-ISO 17855 برای پلی‌اتیلن و 2-ISO 19069 برای پلی‌پروپیلن یا 2-ISO 8986 برای PB-1، نمونه باید به صورت ورق با ضخامت ارائه شده در زیربند ۶-۱ تهیه شود تا آزمونه با مورفولوژی و ضخامت یکنواخت به دست آید. همچنین می‌توان آزمونه با ضخامت مناسب را از ورق قالب‌گیری فشاری ضخیم‌تر برید. اگر زمان گرمایش معینی در استاندارد محصول بیان نشده باشد، گرمایش در دمای قالب‌گیری تا ۵ min محدود می‌شود. ترجیحاً از دستگاه برشی باید استفاده شود که بتواند صفحه را به صورت دیسک از سطح محصول جدا کند، به طوری که، قطر دیسک اندکی کمتر از قطر داخلی بوته آزمون باشد.

یادآوری - جرم آزمونه بسته به قطر دیسک، متغیر خواهد بود. به عنوان نمونه، آزمونهای دیسکی شکل بریده شده از ورق به قطر  $5/5 \text{ mm}$ ، بسته به جرم حجمی ماده، جرمی حدود  $12 \text{ mg}$  تا  $17 \text{ mg}$  خواهد داشت.

### ۳-۶ آزمونهای حاصل از صفحه‌های قالب‌گیری شده تزریقی یا مواد اکسترود شده جریان مذاب

آزمونهای ممکن است از نمونه‌های تزریقی با ضخامت مندرج در زیربند ۱-۶ طبق استاندارد ISO 294-3 یا دیگر استانداردهای فرآورده‌های پلی‌ولفینی نظیر استاندارد ISO 17855-2 برای پلی‌اتیلن و استاندارد ISO 19069-2 برای پلی‌پروپیلن یا استاندارد ISO 8986-2 برای PB-1 تهیه شوند. ترجیحاً از دستگاه برشی باید استفاده شود که بتواند صفحه را به صورت دیسک از سطح محصول جدا کند، به طوری که قطر دیسک اندکی کمتر از قطر داخلی بوته آزمون باشد.

همچنین، آزمونهای می‌توانند از مواد اکسترود شده از دستگاه شاخص جریان مذاب<sup>۱</sup> (MFI) تهیه شوند. در این حالت، آزمونه باید در امتداد عمود بر طول ماده اکسترود شده بریده شود. ارزیابی چشمی به منظور اطمینان از عاری بودن سطح از حفره باید انجام شود. برای بریدن آزمونهای با ضخامت ثابت  $100 \pm 100 \mu\text{m}$  از نازک بُر<sup>۲</sup> استفاده شود.

### ۴-۶ آزمونهای حاصل از محصول نهايی

لوله‌ها و اتصالات، نمونه‌هایی از محصول نهايی هستند. برای تهیه آزمونهایی با ضخامت حدود  $100 \pm 100 \mu\text{m}$  قطعاتی به شکل دیسک، مطابق با استاندارد ارجاع داده شده، برش دهيد.

در زیر روشی برای تهیه آزمونهایی از محصول نهايی با دیواره ضخیم توصیه می‌شود:

با استفاده از یک متنه، سوراخی در امتداد شعاع نمونه ایجاد نموده و یک برش عرضی از دیواره تهیه کنید، به طوری که قطر آن اندکی کمتر از قطر داخلی بوته آزمون باشد. دقت کنید حین برش نمونه گرمای زيادي ایجاد نشود. ترجیحاً با استفاده از میکروتوم، دیسک‌هایی با ضخامت مشخص برش دهيد. چنانچه اثرات سطحی مدنظر باشد، دیسک‌ها را از سطوح داخلی و خارجی ببريد و با قرار دادن سطح اصلی رو به بالا، آزمون کنید. اگر مشخصات ماده پایه مدنظر باشد، دیسک را با جدا کردن سطوح داخلی و خارجی از مقطع میانی برش دهيد.

## ۷ شرایط آزمون و شرایط‌دهی آزمونهای

به استاندارد ISO 11357 مراجعه کنید.

## ۸ کالیبراسيون

### ۱-۸ زمان القاء اکسایش (OIT همدما)

از روش اجرایی کالیبراسيون اصلاح شده دو نقطه‌ای باید استفاده شود. از اينديم و قلع می‌توان به عنوان مواد

1 - Melt flow indexer

2 - Microtome

کالیبراسیون برای رزین‌های پلی‌اولفینی استفاده کرد، زیرا نقاط ذوب آن‌ها شامل گستره دمایی آنالیز مشخص ( $^{\circ}\text{C}$  ۱۸۰ تا  $^{\circ}\text{C}$  ۲۳۰) است. اگر پلاستیک‌های دیگری مورد بررسی قرار می‌گیرند، ممکن است نیاز به مواد دیگر جهت کالیبراسیون باشد. ابزار اندازه‌گیری باید طبق استاندارد ISO11357-1 کالیبره شود. کالیبراسیون باید در حضور نیتروژن در بوته‌های دربسته انجام شود.

اگر در روش اجرایی کالیبراسیون، تصحیح نرخ گرمایش آورده نشود، باید از مشخصات دمایی ذوب زیر استفاده شود:

ایندیم: از دمای محیط تا  $^{\circ}\text{C}$  ۱۴۵ با نرخ  $1\text{ K/min}$ ، از  $^{\circ}\text{C}$  ۱۴۵ تا  $^{\circ}\text{C}$  ۱۶۵ با نرخ  $1\text{ K/min}$

قلع: از دمای محیط تا  $^{\circ}\text{C}$  ۲۲۰ با نرخ  $1\text{ K/min}$ ، از  $^{\circ}\text{C}$  ۲۲۰ تا  $^{\circ}\text{C}$  ۲۴۰ با نرخ  $1\text{ K/min}$

## ۲-۸ دمای القاء اکسایش (OIT دینامیک)

ابزار اندازه‌گیری باید مطابق با روش مندرج در استاندارد ISO 11357-1 باشد. با استفاده از نیتروژن یا هوا به عنوان گاز پاکسازی<sup>۱</sup>، کالیبره شود.

## ۹ روش انجام آزمون

### ۱-۹ تنظیم ابزار اندازه‌گیری

به استاندارد ISO 11357-1 مراجعه کنید.

### ۲-۹ بارگذاری آزمونه در بوته آزمون

به استاندارد ISO 11357-1 مراجعه کنید.

اگر آزمونه از سطح داخلی یا خارجی لوله یا اتصالات بریده شده باشد، باید در بوته آزمون به گونه‌ای قرار گیرد که سطح مورد نظر به سمت بالا باشد. زمانی که نرخ گرما پارامتر اصلی مورد نظر نیست، آزمونه باید با تقریب  $0.5 \pm \text{mg}$  توزین شود. دیسک آزمونه در داخل بوته مناسب قرار داده می‌شود. در صورت نیاز به پوشش، درپوش باید سوراخ باشد تا اجازه عبور جریان اکسیژن یا هوا به آزمونه را بدهد. بوته‌ها باید به طور کامل درزگیری شوند مگر این که تهويه شوند.

### ۳-۹ قرار دادن بوته‌ها

به استاندارد ISO 11357-1 مراجعه کنید.

#### ۴-۹ جریان نیتروژن، هوا و اکسیژن

نرخ جریان گازهای پاکسازی نیتروژن یا هوا مورد استفاده در اندازه‌گیری و کالیبراسیون باید یکسان باشد. هر تغییری در نرخ جریان به کالیبراسیون مجدد نیاز دارد. نرخ جریان گاز پاکسازی به طور معمول  $\pm 5\%$  است.  $ml/min$

نرخ جریان گاز اکسید کننده باید با نرخ جریان نیتروژن یکسان باشد.

#### ۵-۹ تنظیم میزان حساسیت

میزان حساسیت ابزار اندازه‌گیری باید به گونه‌ای تنظیم شود که اختلاف ارتفاع عمودی تغییرات مرحله‌ای منحنی  $\% ۵۰$  یا بیشتر از مقیاس کلی ابزار ثبت شود. ابزارهای اندازه‌گیری کنترل شونده با کامپیوتر به این تنظیم نیاز ندارد.

#### ۶-۹ روش انجام اندازه‌گیری

##### ۱-۶-۹ زمان القاء اکسایش (OIT همدما)

آزمونه و بوتهای مرجع را در دمای محیط بارگذاری کنید. ابزار اندازه‌گیری را قبل از شروع چرخه گرمايش به مدت  $5\text{ min}$  با نیتروژن، پیش‌پاکسازی<sup>۱</sup> کنید.

گرمايش برنامه‌ریزی شده آزمونه تحت جریان نیتروژن باید از دمای محیط شروع و تا دمای آزمون با نرخ  $20\text{ K/min}$  ادامه یابد. ترجیحاً دماهای آزمون همدما باید مضربی از  $10^{\circ}\text{C}$  باشند. ممکن است مطابق با یک استاندارد مرجع یا بر اساس توافق طرفین ذی‌ربط دماهای آزمون دیگری به کار رود. مخصوصاً اگر آزمونه‌ها زمان القاء اکسایش کمتر از  $10\text{ min}$  داشته باشند، باید در دمای پایین‌تر دوباره آزمایش شوند. آزمونهایی که زمان القاء اکسایش بیشتر از  $60\text{ min}$  داشته باشند باید در دمای بالاتر دوباره آزمون شوند.

زمانی که دما به مقدار تنظیم شده رسید، گرمايش برنامه‌ریزی شده باید قطع شود و آزمونه باید در این دما به مدت  $3\text{ min}$  به تعادل برسد.

در صورت استفاده از ابزارهای اندازه‌گیری دستی، ثبت کننده باید روشن شود.

به محض اتمام زمان تعادل، گاز باید با نرخ جریان برابری که برای نیتروژن استفاده می‌شود، به اکسیژن یا هوا تغییر یابد. زمان تغییر به اکسیژن یا هوا ( $t_1$ ) (به شکل ۱ مراجعه کنید) باید به عنوان زمان صفر آزمون تلقی شود.

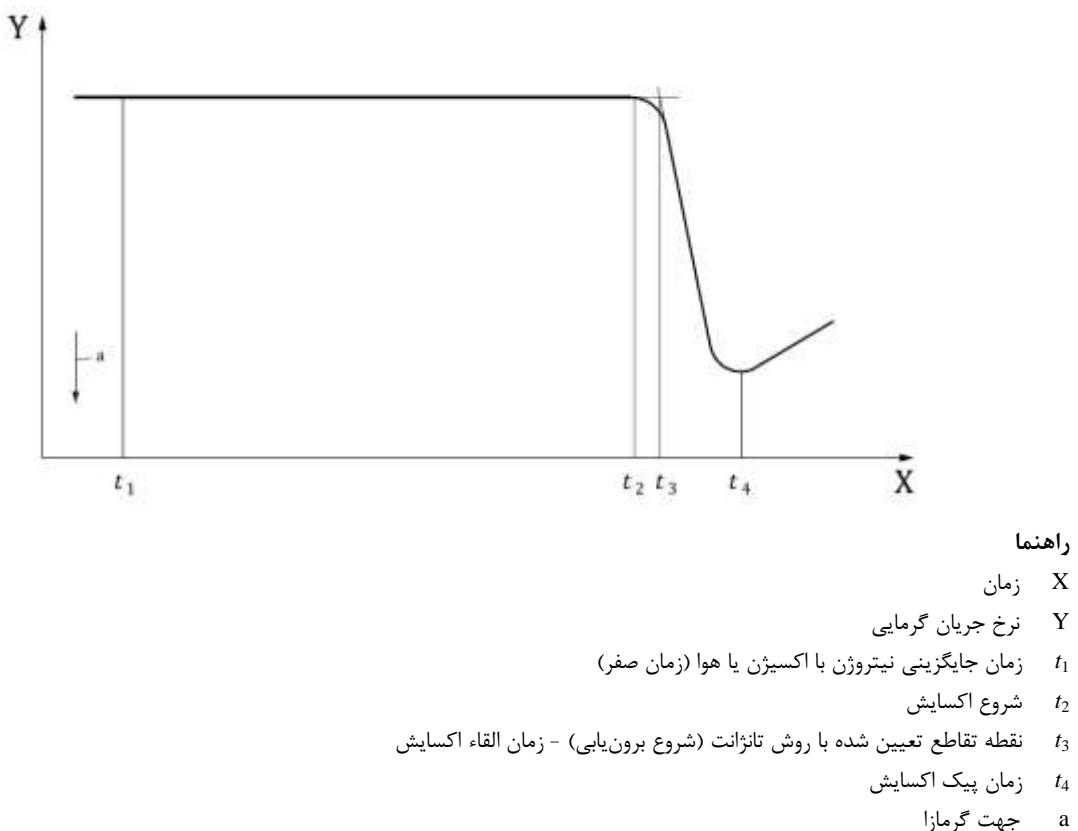
عملیات همدما باید تا حداقل  $2\text{ min}$  بعد از مشاهده پیک منحنی گرمایش ادامه داده شود (به شکل ۱ مراجعه کنید). یا این‌که اگر الزامات زمان مطابق با ویژگی‌های محصول یا بر اساس توافق طرفین ذی‌ربط برآورده

شود، می‌توان آزمون را خاتمه داد.

به محض تکمیل آزمون، جریان نیتروژن باید مجدداً برقرار شود و ابزار اندازه‌گیری تا رسیدن به دمای محیط سرد شود. در صورت انجام آزمون‌های بعدی، سل ابزار اندازه‌گیری باید تا کمتر از  ${}^{\circ}\text{C}$  ۶۰ خنک شود.

تعداد دفعات آزمون انجام شده بر روی هر نمونه باید با تواافق طرفین ذی‌ربط باشد. ترجیحاً آزمون‌ها باید دو بار آزمون شده و میانگین حسابی و حداقل و حداکثر مقادیر گزارش شود.

**یادآوری** - زمان القاء اکسایش تابع پیچیده‌ای از دما و افزودنی‌های موجود در پلیمر است. بنابراین برونویابی یا مقایسه داده‌های به دست آمده در دماهای مختلف معتبر نیست، مگر این که با نتایج تجربی قابل توجیه باشد.



شکل ۱- نمودار منحنی زمان القاء اکسایش - آنالیز به روش تانزانت

## ۲-۶-۹ دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)

آزمونه و بوته‌های مرجع را در دمای محیط بارگذاری کنید. ابزار اندازه‌گیری را قبل از فرآیند گرمایش، به مدت ۵ min با گاز مورد استفاده برای اندازه‌گیری، یعنی اکسیژن یا هوا پیش‌پاکسازی کنید.

گرمایش برنامه‌ریزی شده آزمونه تحت جریان اکسیژن یا هوا باید از دمای محیط شروع و تا دمای حداقل  ${}^{\circ}\text{K}$  ۳۰ بالای پیک منحنی گرمایش ادامه داده شود (به شکل ۲ مراجعه کنید). نرخ ترجیحی گرمایش

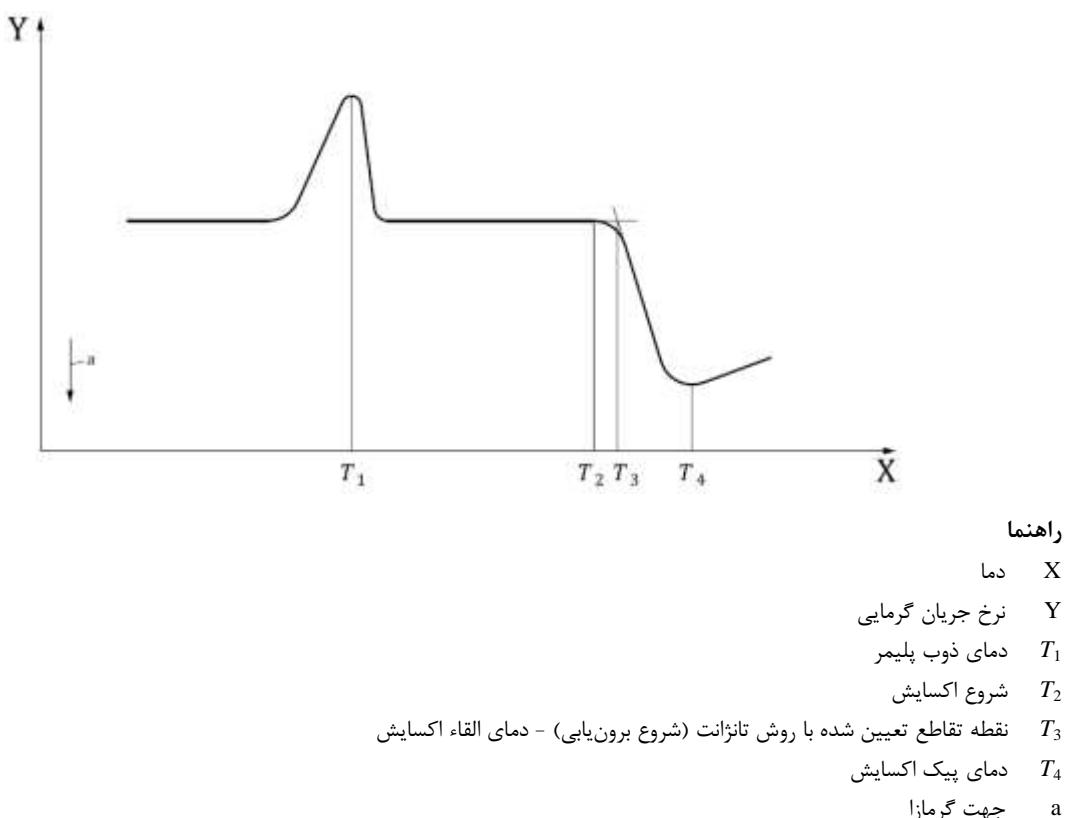
۲۰ K/min و ۱۰ K/min است. در صورتی که الزامات دمای بیان شده در ویژگی‌های محصول یا بر اساس توافق طرفین ذی‌ربط برآورده شود، آزمون می‌تواند خاتمه یابد.

به محض پایان آزمون، ابزار اندازه‌گیری باید تا رسیدن به دمای محیط سرد شود. اگر آزمون‌های بیشتری بخواهد انجام شود، سل ابزار اندازه‌گیری باید تا کمتر از  $60^{\circ}\text{C}$  خنک شود.

تعداد دفعات آزمون انجام شده بر روی هر نمونه باید با توافق طرفین ذی‌ربط باشد. ترجیحاً آزمون‌ها باید دو بار آزمون شده و میانگین حسابی، و حداقل و حداکثر مقادیر گزارش شود.

#### ۷-۹ تمیزکاری

تمیزکاری سل اندازه‌گیری ابزار اندازه‌گیری DSC از آلدگی باید در دفعات مشخص شده در روش اجرایی کنترل کیفیت مربوطه یا در مواردی که نتایج آزمون دارای انحراف باشند، با گرمایش حداقل  $500^{\circ}\text{C}$  به مدت ۵ min، تحت گاز اکسیژن یا هوا انجام شود. برای اطمینان، دفعات تمیزکاری باید عملیات آزمایشگاهی خوب را برآورده کند.



شکل ۲ - نمودار منحنی دمای القاء اکسایش - آنالیز به روش تائزانت

## ۱۰ بیان نتایج

داده‌ها، بسته به کاربرد، باید به صورت 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 ثبت شده باید به خوبی فراتر از شروع واکنش گرمaza بسط داده شود. بیشترین شبیه خطی این منحنی گرمaza باید تا نقطه تقاطع خط مبنای بسط داده بروند. یابی شود (به شکل‌های ۱ یا ۲ مراجعه کنید). نقطه تقاطع که بیانگر زمان یا دمای القاء اکسایش است باید با دقت سه رقم معنی دار اندازه‌گیری شود.

روش تائزانت که به آن اشاره شد روش ترجیح داده شده برای اندازه‌گیری نقطه تقاطع است اما انتخاب تائزانت مناسب با شبیه خط گرمaza، در صورتی که پیک گرمaza دارای برآمدگی باشد، مشکل است. پیک‌های گرمaza با برآمدگی‌های تیز ممکن است در حالتی که اکسیداسیون کند باشد رخداد. اگر انتخاب شبیه مناسب در روش تائزانت میسر نباشد، می‌توان از روش آفست<sup>۱</sup> استفاده کرد. خط پایه دوم باید موازی با خط پایه اولی در فاصله آستانه W/g ۰,۰۵ (به شکل‌های ۳ یا ۴ مراجعه کنید) از خط پایه اول ترسیم شود. محل تقاطع این خط دوم با سیگنال گرمaza به عنوان آغاز اکسایش محسوب می‌گردد.

همچنین گرمانگاشت<sup>۲</sup> با لبه‌های تیز ممکن است ناشی از آماده‌سازی ضعیف آزمونه باشد، به طور مثال ضخامت متغیر آزمونه‌ها، صاف نبودن، وجود شیار و خراش روی آزمونه گرمانگاشت را تحت تاثیر قرار می‌دهد. بنابراین قبل از کاربرد روش آستانه آفست برای ارزیابی نتایج، توصیه می‌شود که عمل روش<sup>۳</sup> تکرار شود تا از برآورده شدن تمامی الزامات آزمونه مندرج در بند<sup>۴</sup>، اطمینان حاصل شود تا شکل برآمده تیز گرمانگاشت تایید شود.

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

## ۱۱ دقت و اریبی

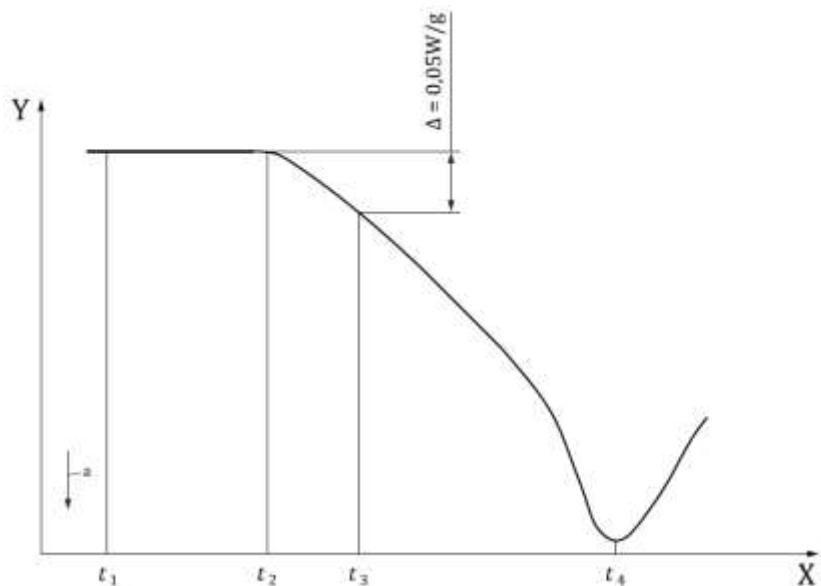
آزمون‌های بین آزمایشگاهی توسط موسسه آزمون مواد سوئیس<sup>۵</sup> EMPA در سال‌های ۱۹۹۸ و ۲۰۰۰ بر روی چهار نمونه پلی‌اتیلن مختلف انجام شد که به ترتیب شامل ۱۶ و ۱۴ نفر شرکت کننده بود. نتایج داده شده در جداول ۱ و ۲ برای OIT هم‌دما و دینامیک به دست آمده است [1][2].

1 - Offset

2 - Thermograms

3 - Scan

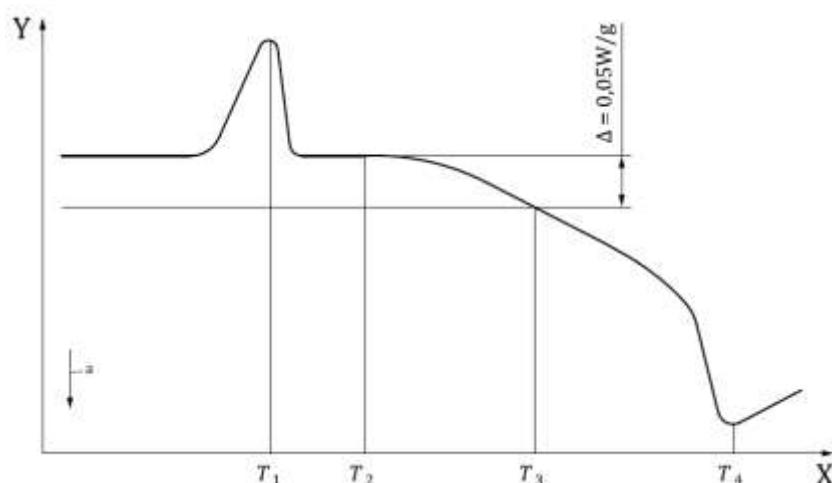
4 - Swiss material testing institute



راهنمای:

|  |       |   |       |
|--|-------|---|-------|
| نقطه تقاطع تعیین شده با روش آفست (زمان القاء اکسایش) | $t_3$ | زمان  | X     |
| زمان پیک اکسایش                                      | $t_4$ | نرخ جریان گرمایی                                  | Y     |
| جهت گرمایش   | a     | زمان جایگزینی نیتروژن با اکسیژن یا هوا (زمان صفر) | $t_1$ |
| شروع اکسایش  | $t_2$ | شروع اکسایش                                       | $t_2$ |

شکل ۳- منحنی زمان القاء اکسایش با لبه‌های تیز - روش آنالیز آفست



راهنمای:

|  |       |                  |       |
|--|-------|------------------|-------|
| نقطه تقاطع تعیین شده با روش آفست (دماه القاء اکسایش) | $T_3$ | دما              | X     |
| دماه پیک اکسایش                                      | $T_4$ | نرخ جریان گرمایی | Y     |
| جهت گرمایش   | a     | دماه ذوب پلیمر   | $T_1$ |
| شروع اکسایش  | $T_2$ | شروع اکسایش      | $T_2$ |

شکل ۴- منحنی دماه القاء اکسایش با لبه‌های تیز - روش آنالیز آفست

**جدول ۱- تکرارپذیری و تجدیدپذیری برای OIT همدم**

| PE-HD 3   | PE-HD 2 | PE-LD 1 | PE-HD 1 | واحد | مقدار        |
|---|---------|---------|---------|------|--------------|
| ۶۲,۴  | ۳۶,۹    | ۱۸,۹    | ۳,۴     | min  | OIT همدم     |
| ۱,۷   | ۲,۱     | ۱,۲     | ۰,۶     | min  | (مطلق) $s_r$ |
| ۲,۷   | ۵,۸     | ۶,۱     | ۱۷,۸    | %    | (نسبی) $s_r$ |
| ۹,۵   | ۶,۵     | ۲,۰     | ۲,۱     | min  | (مطلق) $S_R$ |
| ۱۵,۳  | ۱۷,۶    | ۱۰,۸    | ۶۲,۱    | %    | (نسبی) $S_R$ |
| ۴,۸   | ۵,۹     | ۳,۲     | ۱,۷     | min  | $r$          |
| ۲۶,۶  | ۱۸,۲    | ۵,۷     | ۶,۰     | min  | $R$          |
| $s_r$ انحراف استاندارد تکرار پذیری<br>$S_R$ انحراف استاندارد تجدیدپذیری   |         |         |         |      |              |
| $r$ حد تکرارپذیری - مقدار اختلاف مطلق بین دو نتیجه آزمون در شرایط تکرارپذیری (مقایسه دو نتیجه آزمون برای یک ماده که به وسیله یک آزمون کننده با استفاده از یک دستگاه در همان روز انجام می‌شود) که ممکن است با احتمال حداقل ۹۵٪ مورد انتظار باشد.<br>$R$ حد تجدیدپذیری - مقدار اختلاف بین دو نتیجه آزمون در شرایط تجدیدپذیری (مقایسه دو نتیجه آزمون برای یک ماده که به وسیله دو آزمون کننده مختلف با استفاده از دستگاه‌های متفاوت در آزمایشگاه‌های متفاوت انجام می‌شود) که ممکن است با احتمال حداقل ۹۵٪ مورد انتظار باشد. |         |         |         |      |              |

**جدول ۲- تکرارپذیری و تجدیدپذیری برای OIT دینامیک**

| PE-HD 3                                     | PE-HD 2 | PE-LD 1 | PE-HD 1 | واحد | مقدار        |
|---|---------|---------|---------|------|--------------|
| ۲۵۴   | ۲۴۸     | ۲۴۲     | ۲۱۷     | °C   | OIT دینامیک  |
| ۱,۵   | ۰,۹     | ۰,۷     | ۲,۴     | °C   | (مطلق) $s_r$ |
| ۰,۶   | ۰,۴     | ۰,۳     | ۱,۱     | %    | (نسبی) $s_r$ |
| ۴,۱   | ۲,۸     | ۲,۲     | ۴,۰     | °C   | (مطلق) $S_R$ |
| ۱,۶   | ۱,۲     | ۰,۹     | ۱,۸     | %    | (نسبی) $S_R$ |
| ۴,۲   | ۲,۵     | ۱,۹     | ۶,۷     | °C   | $r$          |
| ۱۱,۵  | ۷,۸     | ۶,۱     | ۱۱,۱    | °C   | $R$          |
| برای مفاهیم نشانه‌ها به جدول ۱ مراجعه کنید. |         |         |         |      |              |

## ۱۲ گزارش آزمون

علاوه بر الزامات خواسته شده در استاندارد ISO 11357-1، گزارش آزمون باید حاوی آگاهی‌های زیر نیز باشد:

- الف- جزئیات نمونه و روش به کار رفته برای آماده‌سازی آزمونه؛
- ب- نوع گاز پاک‌سازی مصرفی و نرخ جریان آن؛
- پ- دمای آزمون؛
- ت- روش اندازه‌گیری مورد استفاده (یعنی روش تانژانت، روش آفست یا روش دیگر مورد توافق)؛
- ث- زمان القاء اکسایش، بر حسب دقیقه یا دمای القاء اکسایش، بر حسب درجه سلسیوس (با سه رقم معنی‌دار در هر مورد)؛
- ج- گرمانگاشت (شامل جزئیات نرخ گرمایش برای دمای القاء اکسایش)؛
- چ- جزئیات هر گونه انحراف از شرایط یا مواد تعریف شده در این استاندارد.

### کتابنامه

- [1] SCHMIDT. M., AFFOLTER, S., Interlaboratory tests on polymers by differential scanning calorimetry (DSC) — Determination and comparison of oxidation induction time (OIT) and oxidation induction temperature (OIT\*), *Polymer testing*, **22** (2003), p. 361 - 483Lobo H., & Cohen C. Measurement of thermal conductivity of polymer melts by the line-source method. *Polym. Eng. Sci.* 1990, 30 p. 65
- [2] SCHMIDT. M., RITTER, A., AFFOLTER, S., Interlaboratory tests on polymers — Determination of oxidation induction time and oxidation induction temperature by differential scanning calorimetry, *Polimery*, **49** (2004), p. 333