



جمهوری اسلامی ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران

شماره استاندارد ایران

۷۱۸۶



پلیمرها - تعیین زمان القا اکسایش پلی الفین ها
به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی - روش آزمون

چاپ اول

آشنایی با مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران
مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب قانون، تنها مرجع رسمی کشور است که عهده دار
وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) میباشد.
تدوین استاندارد در رشته های مختلف توسط کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه، 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 پیشنهادها 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 آنها اجباری نماید.

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

کمیسیون استاندارد « پلیمرها-تعیین زمان القاء اکسایش پلی الفین ها به روش

گرماسنجی روبشی تفاضلی»

رئیس	سمت یا نمایندگی
میرمحمد صادقی، گیتی (دکتری مهندسی پلیمر)	دانشگاه صنعتی امیرکبیر، دانشکده مهندسی پلیمر
اعضاء	
امیدواری، رکسانا (فوق لیسانس شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران
شکراللهی، فاطمه (فوق لیسانس مهندسی پلیمر)	پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران
شکیبا، سودابه (فوق لیسانس مهندسی پلیمر)	کارخانجات تولیدی تهران، واحد تحقیق و توسعه
طبری نیا، فرزانه (فوق لیسانس شیمی فیزیک)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران
نوحی لنگرودی، ساناز (لیسانس شیمی محض)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران
دبیر	
میری قلعه سری، سیده عظمت پلیمر (لیسانس مهندسی)	اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی استان مازندران

پیش گفتار

استاندارد « پلیمرها-تعیین زمان القاء اکسایش پلی الفین ها به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی» که بوسیله کمیسیون فنی صنایع شیمیایی و پلیمر تهیه و تدوین شده و در در دو بیست و نود و هفتمین جلسه کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۸۲/۱۲/۵ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر 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. منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد به کار رفته به شرح زیر است:

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

پلیمرها-تعیین زمان القاء اکسایش^۱ پلی الفین ها به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی^۲

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روشی بمنظور تعیین زمان القاء اکسایش به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی می باشد. این استاندارد در اندازه گیری پایداری پلی اولفینهای حاوی جزء پایدار کننده کاربرد فراوان دارد. با توجه به مقتضیات کشور ما این روش تا زمانی برای سایر پلیمرها کاربرد دارد که استاندارد مختص آنها نوشته شود. یادآوری_ زمان القاء اکسایش ارزیابی کیفی درجه پایداری ماده مورد آزمون است. این روش آزمون می تواند به عنوان یک اندازه گیری کنترل کیفی برای بررسی سطح پایداری در رزین فرموله شده به همان شکل که از تولید کننده دریافت می شود و قبل از آنکه روزن رانی شود به کار رود..

۲ مراجع الزامی

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

1-Oxidative – Induction Time (OIT)
2-Differential Scanning Calorimetry(DSC)

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

۳ تعاریف و اصطلاحات

در این استاندارد اصطلاحات و یا واژه ها با تعاریف زیر بکار می رود :

۳_۱ زمان القاء اکسایش : به میزان نسبی مقاومت مواد در برابر تخریب ناشی از اکسایش اطلاق می گردد. این مقدار توسط اندازه گیری تجزیه گرمایی، یعنی فاصله زمانی بین قرار گرفتن نمونه تحت اتمسفر اکسیژن و مشاهده شروع اکسایش به شکل پیک گرمای محاسبه می شود.

۴ اصول روش

نمونه و ماده مرجع تحت گرمادهی ثابت در محیط گاز بی اثر (نیتروژن) قرار داده می شود. هنگامی که دما به حد معین رسید، اتمسفر گاز بی اثر توسط اکسیژن با همان سرعت جریان، جایگزین می شود. سپس، نمونه در دمای ثابت نگهداشته می شود تا پیک اکسایش روی دمانگاشت^۱ مشاهده شود. فاصله زمانی بین ورود اکسیژن به سیستم تا شروع اکسایش را دوره القاء می نامند. پایان دوره القاء با افزایش شدید گرمای آزاد شده از نمونه مشخص شده و می تواند توسط گرماسنج روشی تفاضلی تعیین شود.. نوع سیستم نگهداری (ظرف آزمون) به کاربرد مورد نظر ماده مورد آزمون بستگی دارد. به عنوان مثال، برای پلی اولفین هایی که در صنعت سیم و کابل به کار می روند، ظروف^۲ آلومینیم یا مس مورد نیاز است در حالیکه برای پلی الفین های مورد استفاده در غشاء و فیلم های مسدود کننده (نفوذ ناپذیر)^۳ عبور بخار، فقط hc ظروف آلومینیومی استفاده می گردد. دمای به کار رفته در این آزمون به طور قراردادی ۲۰۰ درجه سلسیوس است، مگر آنکه دمای دیگری ذکر شده باشد. برای نمونه هایی که دارای سطح نسبتاً زیاد یا کمی از پایداری هستند، ممکن است دمای متفاوتی انتخاب شود (معمولاً^۱ بین ۱۸۰ تا ۲۰۰ درجه سلسیوس) تا منحنی گرمایی به دست آمده به سهولت قابل تفسیر و آنالیز باشد. یادآوری ۱- تعیین زمان القاء اکسایش آزمون زمانمندی^۱ تسریع شده گرمایی است که می تواند اشتباه برانگیز باشد. بنا براین باید به تفسیر داده ها توجه نمود زیرا سینتیک واکنش اکسایش تابعی از دما و خواص ذاتی افزودنیهای موجود در نمونه است. به عنوان مثال اغلب نتایج آزمون زمان القاء اکسایش برای انتخاب فرمولاسیون بهینه رزین به کار می روند، که در آن آنتی اکسیدانهای فرار ممکن است نتایج زمان القاء اکسایش ضعیفی را ارائه دهند در حالیکه در دمای کاربری نهایی محصول ، نتایج مطلوبی ارائه می کنند.

1 - Thermogram

2 -Pan

3 - Barrier

1 -Aging

یادآوری ۲- آزمون زمان القای اکسایش تابعی از سیستم پایدار کننده آمیزه خاصی است و نباید مبنای مقایسه بین فرمولاسیون های مختلف شامل رزین ، پایدار کننده یا بسته های افزودنی باشد.

۵ وسایل لازم

۱-۵ دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی ، که قابلیت اندازه گیری سرعت جریان گرمایی حداقل ۱۰ میلی وات را دارا باشد. رسام باید قادر به نمایش جریان حرارت یا تفاضل دمایی روی محور Y ها و نمایش زمان روی محور X ها باشد. زمان باید با دقت ۰/۱ دقیقه قابل خواندن باشد.

۲-۵ رگلاتور و شیر کنترل کننده گاز، برای نیتروژن و اکسیژن با خلوص بالا.

فاصله بین شیر گاز و سل دستگاه باید حداقل باشد تا حجم باقیمانده به کمترین مقدار برسد.

۳-۵ ترازوی دقیق با حساسیت ۰/۱ میلی گرم.

۴-۵ گردبر با قطر ۶/۴ میلی متر.

۵-۵ دستگاه پرس جهت کپسول کردن آزمون.

۶-۵ پنس^۲، چاقوی کوچک و صفحه مخصوص جهت برش.

۷-۵ روتومتر (کالیبره شده) یا جریان سنج ، برای کالیبراسیون جریان گاز.

۸-۵ ظروف آزمون، از جنس آلومینیم چربی زدایی شده یا اکسید شده، با قطر ۶-۷ میلی متر و ارتفاع ۱/۵ میلی متر. (ظروف آزمون می تواند مطابق بند ۴ مسی و یا آلومینیومی باشد)

یادآوری ۱- درپوش آلومینیمی برای کالیبراسیون دما نیاز است.

یادآوری ۲- هر دو نوع از محفظه های آلومینیمی یا مسی بصورت تجاری در دسترس می باشند. (مطابق پیوست ب).

یادآوری ۳- اجزاء تشکیل دهنده ظروف می تواند به میزان قابل ملاحظه ای روی نتایج آزمون اثر بگذارد. (شامل هر گونه اثر کاتالیستی می شود).

۹-۵ وسیله جهت قالبگیری فشاری با صفحات گرم شده

۱۰-۵ پارچه پوشش داده شده با فیلم پلی استر^۱ یا تفلون^۲ بمنظور آماده سازی آزمون

۱۱-۵ ورقه های فاصله گذار

۱۲-۵ ضخامت سنج.

۱۳-۵ مشعل آزمایشگاهی برای اکسایش ظرف مسی.

۱۴-۵ بالن ته گرد با هیتر مغناطیسی (با قابلیت متراکم کردن و حرارت دادن).

۱۵-۵ آون با جریان هوای تحت فشار

۶ مواد لازم

۱-۶ کلیه مواد لازم باید با خلوص تجزیه ای^۳ باشد. (مگر آنکه مطابق توافق بین طرفین قرارداد مورد دیگری قید گردد).

2 -Forceps

1 -Mylar

2 - Teflon (Polytetra fluoroethylene)

2,1- پلی استر و تفلون با نشان تجاری معتبر و کیفیت مناسب می باشند.

3 -Analytical

۱-۱-۶ اکسیژن با خلوص بسیار بالا و کاملاً خشک.

۲-۱-۶ نیتروژن با خلوص بسیار بالا و کاملاً خشک.

۳-۱-۶ محلول چربی زدا. (مطابق پیوست ب)

۴-۱-۶ ایندیم با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد.

۵-۱-۶ قلع با خلوص ۹۹/۹۹۹ درصد.

یادآوری ۱- روغن و گریس را از محفظه اکسیژن دور کنید.

یادآوری ۲- فشار گاز مخازن باید ایمنی لازم را جهت استفاده و حمل و نقل داشته باشد.

۷ آماده سازی نمونه

۱-۷ نمونه باید به شکل صفحات مخصوص با ضخامت نمونه 250 ± 15 میکرومتر از طریق قالبگیری فشاری مطابق روش مشروحه زیر شکل دهی گردد. سپس نمونه ها باید با قطر $6/4$ میلی مترپانچ شوند (وزن هر نمونه باید ۵ تا ۱۰ میلی گرم (با توجه به دانسیته نمونه) باشد.

۱-۱-۷ وزن مورد نیاز از نمونه را بین دو صفحه از فیلم پلی استر یا تفلون (بگونه ای که جرم مورد نظر در مراکز دو صفحه قرار گیرد) قرار دهید.

۲-۱-۷ مجموعه نمونه و دو صفحه را تحت قالبگیری فشاری قرار دهید. (دمای پیش گرم کردن و دمای قالبگیری فشاری باید 160 درجه سلسیوس برای پلی اتیلن و 190 درجه سلسیوس برای پلی پروپیلن باشد).

۳-۱-۷ نمونه را با فشار مناسب و طی زمان معین حرارت دهید تا ضخامت یکنواختی فراهم گردد.

۴-۱-۷ مجموعه فوق را بین دو صفحه استیل ضخیم قرار داده و تا دمای محیط سرد کنید.

۵-۱-۷ متوسط ضخامت نمونه را تعیین کنید (بمنظور اطمینان از حد رواداری اعلام شده در بند ۱-۷)

۶-۱-۷ توسط پانچ (سوراخ کن)، صفحه دایره ای شکل از قرص بدست آمده، تهیه کرده و وزن آن را یادداشت کنید.

۷-۱-۷ صفحه گرد نمونه را در یک ظرف^۱ مناسب قرار دهید. (از یک ظرف خالی مشابه بعنوان مرجع استفاده کنید).

۸ روش اجرای آزمون

۱-۸ کالیبراسیون

در این روش دو مرحله کالیبراسیون توسط ایندیم و قلع بعنوان مواد مرجع انجام می گیرد. (بدلیل اینکه نقاط ذوب این دو در محدوده دمایی مورد نظر آنالیز مشخص، $180-200$ درجه سلسیوس می باشد). کالیبراسیون را مطابق با دستورالعمل سازنده و با استفاده از روش اجرایی بیان شده انجام دهید. عمل کالیبراسیون باید حداقل هر ماه یکبار انجام پذیرد. (فاصله زمانی کالیبراسیون به تعداد دفعات کاربری دستگاه بستگی دارد).

۱-۱-۸ مقدار 5 ± 0.5 میلی گرم از ماده مرجع را در ظرف آلومینیومی قرار دهید. درپوش آلومینیومی را روی ظرف قرار داده و آن را پرس کنید. همزمان یک ظرف آب بندی شده (درز بندی شده) خالی را نیز پرس کنید (بعنوان ظرف مرجع)، ظروف حاوی ماده مرجع و خالی) را در محل مخصوص، داخل دستگاه قرار دهید.

۲-۱-۸ گاز نیتروژن را با سرعت 50 میلی لیتر بر دقیقه در محیط دستگاه جریان دهید.

۳-۱-۸ برنامه دمایی ذیل را اجرا کنید :

ایندیم : گرمادهی از دمای اتاق تا ۱۴۵ درجه سلسیوس با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه و از ۱۴۵ تا ۱۶۵ درجه سلسیوس با سرعت یک درجه سلسیوس بر دقیقه .

قلع : گرمادهی از دمای اتاق تا ۲۲۰ درجه سلسیوس با سرعت ۱۰ درجه سلسیوس بر دقیقه و از ۲۲۰ تا ۲۴۰ درجه سلسیوس با سرعت یک درجه سلسیوس بر دقیقه .

یادآوری _ از سرعت های حرارت دهی مشخص برای کالیبراسیون استفاده کنید.

۸-۱-۴ برنامه نرم افزاری کالیبراسیون دما را برای تنظیم نقطه ذوب در ۱۵۶/۶۳ و ۹۷/۲۳۱ درجه سلسیوس به ترتیب برای ایندیم و قلع، تنظیم کنید. نقطه ذوب ماده مرجع، جائیکه امتداد پیک، خط پایه را قطع می کند، می باشد(مطابق شکل (۲و۱).

۸-۲ آزمون زمان القاء اکسایش

۸-۲-۱ ظرف حاوی

آزمونه و ظرف مرجع

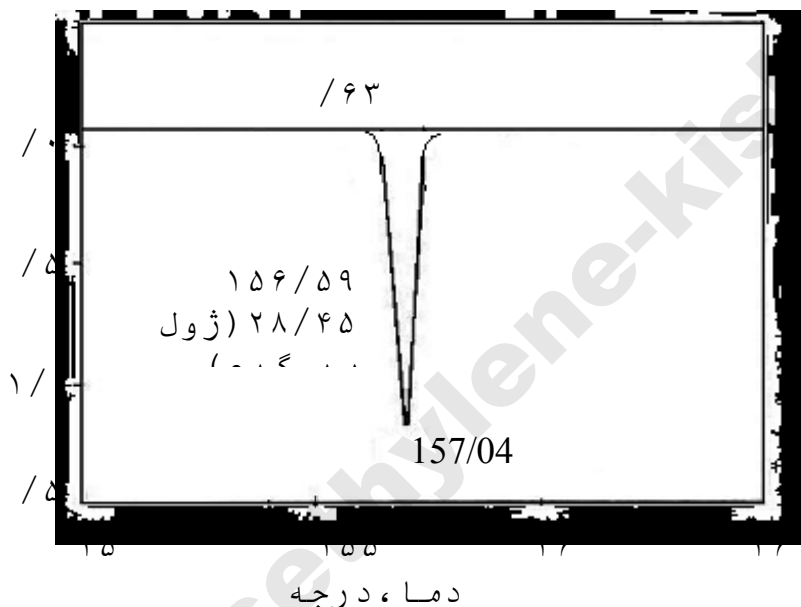
محل مخصوص،

داخل دستگاه قرار

دهید.

را در

جریان



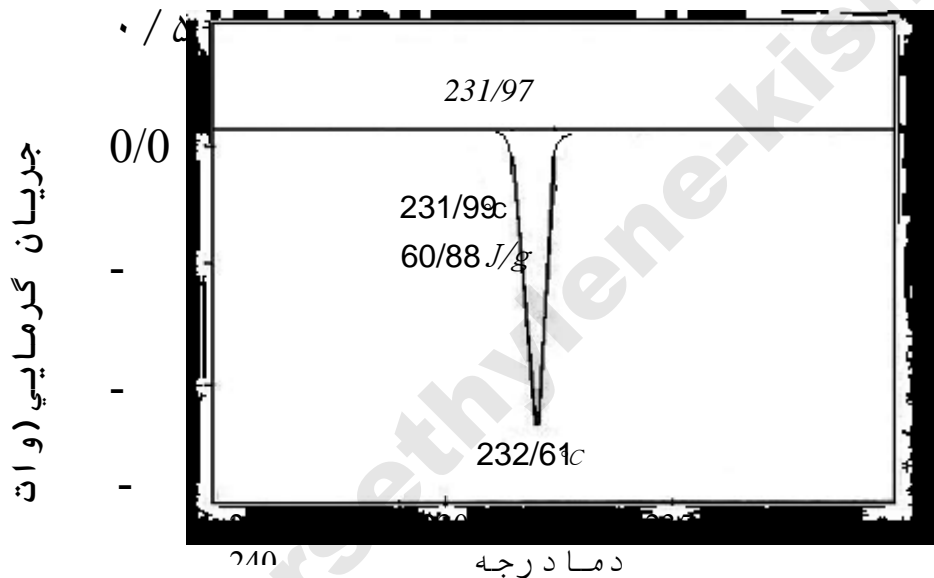
شکل ۱- دمانگاشت DSC

۸-۲-۲ بمدت ۵ دقیقه اجازه دهید نیتروژن قبل از شروع چرخه حرارتی جریان یابد تا گازهای باقیمانده از قبل، کاملاً حذف گردد. برنامه حرارت دهی معمول آزمونه (تحت جریان گاز نیتروژن با دبی 50 ± 5 میلی لیتر بر دقیقه) از دمای اتاق تا ۲۰۰ درجه سلسیوس با سرعت گرمادهی ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه می باشد.

۸-۲-۳ زمانیکه دما به حد تعیین شده رسید، گرمادهی را قطع کنید و نمونه را بمدت ۵ دقیقه تا رسیدن به تعادل در دمای تعیین شده، در همان وضعیت نگهدارید.

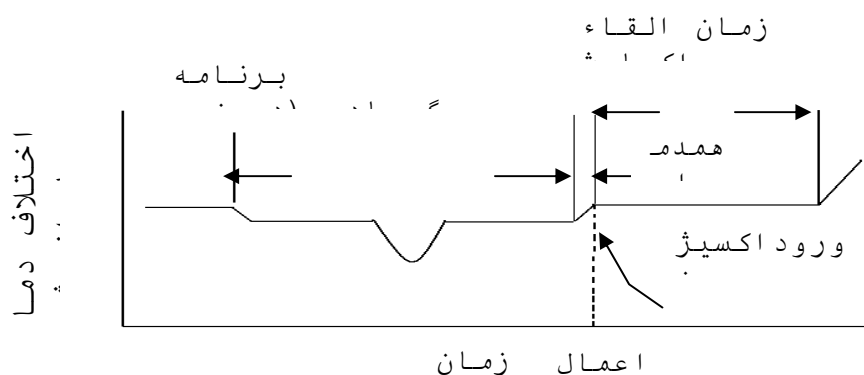
ثبات را روشن کنید اگر دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی مورد استفاده، دارای خاصیت برقراری سیستم همدم نیست، مطابق پیوست الف عمل کنید.

۸-۲-۴ پس از ایجاد تعادل، گاز اکسیژن را با دبی 50 ± 5 میلی لیتر بر دقیقه جریان دهید مقدار دقیق سرعت جریان را ثبت کنید. این مرحله (مرحله قطع نیتروژن و ورود اکسیژن) بعنوان زمان صفر آزمون تلقی می گردد.



شکل ۲ - دمانگاشت DSC قطع

۸-۲-۵ عملیات همدم را تا حداقل ۲ دقیقه بعد از مشاهده پیک منحنی گرمازا ادامه دهید. (رجوع شود به شکل ۳) اگر زمان به دست آمده مطابق مشخصات ارائه شده نمونه باشد، آزمون را خاتمه دهید.





۸-۲-۶ در صورت پایان آزمون، مجدداً نیتروژن را برقرار کرده و تجهیزات را تا رسیدن به دمای اتاق سرد کنید.
۸-۲-۷ تعداد دفعات آزمون توسط کاربر تعیین می گردد. اما بمنظور گزارش میانگین مقادیر، حداقل هر آزمون دو دوبرار تکرار می گردد.

۸-۲-۸ سل دستگاه گرماسنج روپشی تفاضلی را از هر گونه مواد زائد پاک و تمیز کنید. (برای این منظور تحت دمای ۵۰۰ درجه سلسیوس به مدت ۵ دقیقه، هوا یا اکسیژن را جریان دهید.

۹ بیان نتایج و گزارش آزمون

۹-۲ نحوه محاسبه (تجزیه و تحلیل دمانگاشت)

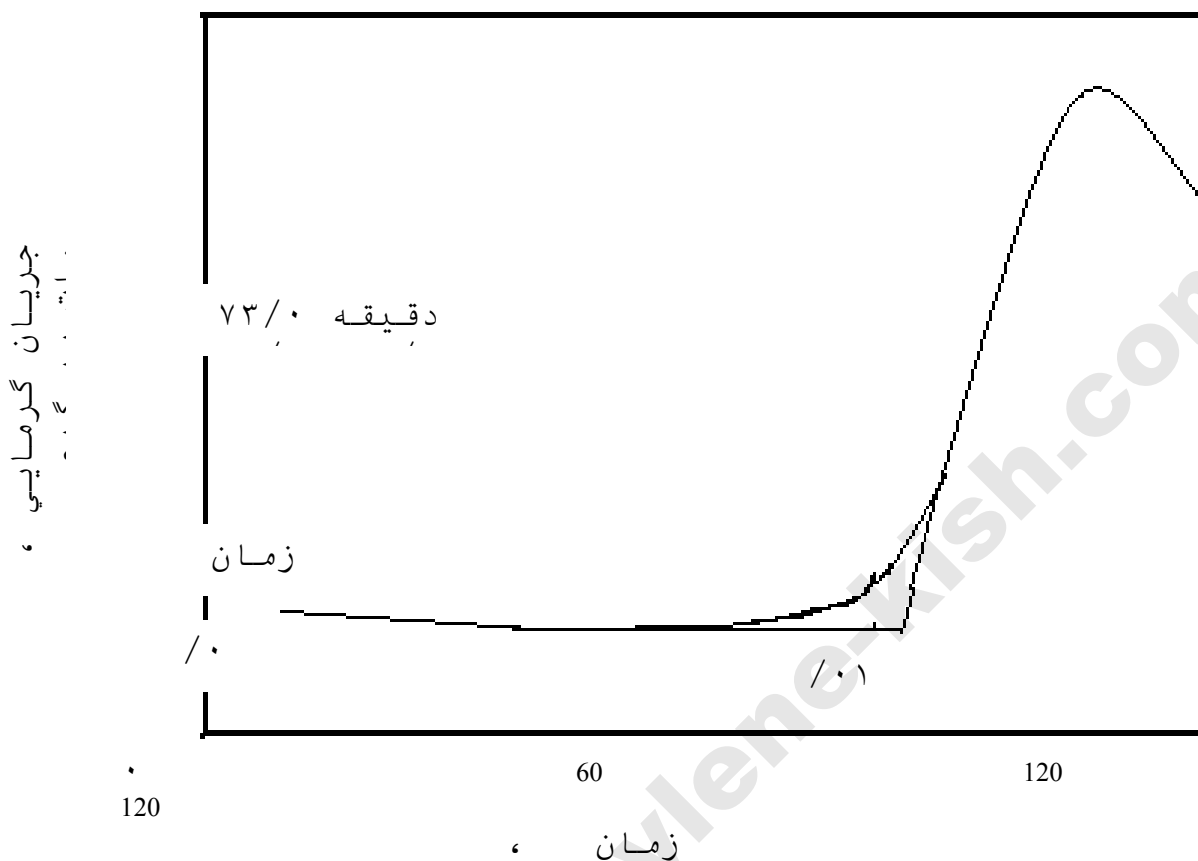
۹-۱-۱ داده های بدست آمده از طریق سیگنال جریان حرارتی، بصورت نمودار جریان گرمایی در مقابل تغییرات زمان ترسیم می گردد.

یادآوری - محور افقی (X ها) بگونه ای تقسیم بندی می گردد که تحلیل بتواند به آسانی صورت پذیرد.

۹-۱-۲ خط پایه را به سمت شروع واکنش گرمازا امتداد دهید و همزمان از شیب پیک گرمازا خطی ترسیم کنید تا یکدیگر را قطع کنند.

۹-۱-۳ زمان القاء اکسایش را با دقت ± 0.1 دقیقه از زمان صفر تا نقطه تقاطع، اندازه گیری کنید. (رجوع شود به شکل ۴).

۹-۱-۴ روش تانژانت، روش ترجیح داده شده برای اندازه گیری زمان اکسیداسیون است اما انتخاب تانژانت مناسب با شیب خط گرمازا در صورتیکه پیک گرمازا دارای برآمدگی باشد. ممکن است مشکل باشد. (پیک های گرمازا با برآمدگی های تیز ممکن است در حالتیکه اکسیداسیون کند باشد رخ دهد).



شکل ۴- تعیین زمان القاء اکسایش

یادآوری ۲_ چنانچه انتخاب خط پایه مناسب مسیر نباشد روش افست^۱ را بکار برید. برای این منظور، خط پایه موازی با خط پایه اولی در حدود ± 0.5 وات بر گرم بالای خط پایه ترسیم کنید. (نزدیکترین خط به خط پایه) محل تقاطع این خط با سیگنال گرمازا بعنوان آغاز اکسایش محسوب می گردد و فاصله بین این نقطه تا نقطه زمان صفر، زمان القاء اکسایش محسوب می گردد.

۳-۹ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل موارد زیر باشد :

۱-۲-۹ مشخصات نمونه

۲-۲-۹ نوع ظرف آزمون (جنس ظرف)

۳-۲-۹ محدوده دمایی آزمون (روش متداول یا روش افست)

متوسط زمان القاء اکسایش بر حسب دقیقه (با سه رقم اعشار)	۴-۲-۹
شماره استاندارد ملی ایران که بر اساس آن آزمون انجام می شود.	۵-۲-۹
تاریخ انجام آزمون.	۶-۲-۹

پیوست الف

روش اجرای آزمون در حالت غیر همدم

(الزامی)

- ۱- چنانچه تجهیزات DSC قابلیت کنترل دما در شرایط همدم را نداشته باشد، روش اجرایی زیر برای تعیین زمان القاء اکسایش بکار می رود.
 - ۱-۱ برنامه حرارتی را تحت جریان گاز نیتروژن یا بی اثر با سرعت 5 ± 5 میلی لیتر بر دقیقه از دمای اتاق تا رسیدن به دمای 200 ± 2 درجه سلسیوس اجرا و منحنی دمایی را ثبت کنید.
 - ۲-۱ برنامه حرارتی را تا رسیدن آزمونه به حالت تعادلی در دمای مورد نظر، به مدت ۵ دقیقه بعد از اجرای مرحله اول در دمای ثابت نگهداشته و درجه حرارت را با دقت $0.1 \pm$ درجه سلسیوس ثبت کنید.
 - ۳-۱ بلافاصله پس از ثابت شدن دما، جریان اکسیژن را با همان سرعت جایگزین کنید. این لحظه جایگزینی، به عنوان زمان صفر تلقی می گردد.
 - ۴-۱ عملیات همدم را تا ۲ دقیقه بعد از مشاهده پیک گرمازا ادامه دهید. منحنی به دست آمده را ثبت و سپس آزمون را متوقف کنید. (شکل ۳).
 - ۵-۱ آزمون را تکرار کنید. درجه حرارت همدمای این دو آزمون نباید بیشتر از $2 \pm$ درجه سلسیوس از دمای تنظیم شده تفاوت داشته باشد (برای مثال 200 ± 2 درجه سلسیوس).
 - ۶-۱ سپس خط پایه را به سمت پیک واکنش گرمازا امتداد دهید و همچنین شیب پیک گرمازا را ادامه داده تا امتداد خط پایه را قطع کند (شکل ۴). زمان القاء اکسایش با تقریب $0.1 \pm$ دقیقه از نقطه صفر آغازین را اندازه گیری کنید. زمان القاء اکسایش را در مقابل دما ترسیم کنید. (مطابق شکل ۴).

پیوست ب

آماده سازی محفظه های مسی و ظروف

(الزامی)

۱- صفحه دایره ای با قطر ۱۰ میلی متر را از یک نوار مسی نرم با ضخامت ۰/۱ میلی متر ببرید با استفاده از یک پانچ، صفحه مسی را به شکل یک محفظه خالی (ظرف آزمونه) در آورید.

۱/۵ تا ۱/۸ میلی متر از دیواره ظرف تهیه شده، باید صاف و مستقیم باشد. قطر ظرف شکل داده شده باید از ۶/۶ تا ۶/۹ میلی متر باشد. لبه های ناصاف را سوهان کنید.

۲- اکسایش ظروف مسی

۱-۲ با قرار دادن هر ظرف درون شعله گاز بمدت ۵ تا ۱۰ ثانیه، پوشش اکسیده مس تازه روی محفظه مسی فراهم کنید. (ظرف را به آرامی روی شعله حرکت دهید تا از یکنواخت بودن پوشش اکسیدمس مطمئن شوید). سپس محفظه را از شعله دور نموده و تا رسیدن به دمای اتاق تقریباً به مدت ۳۰ ثانیه سرد کنید.

۳- چربی زدایی از محفظه آلومینیمی

۱-۳ محفظه ها و درپوش ها را در یک حلال با نقطه جوش پایین نظیر سیکلوهاگزان بمدت ۳۰ دقیقه قرار دهید. سپس آنها در آون با جریان هوا در دمای ۴۰ تا ۵۰ درجه سلسیوس آنها را خشک کنید.

پیوست ج

یکنواخت سازی آزمونه

(الزامی)

۱- بمنظور حداقل رساندن اختلاف در پراکندگی افزودنی ها و پایدار کننده ها، در آزمون تعیین زمان القاء اکسایش، ممکن است یکنواخت سازی نیاز باشد. رئومتر با قابلیت مخلوط کردن برای این منظور مناسب می باشد.

۲- هر نمونه باید بمدت 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 افزودنی ها و پلیمر باید جریان نیتروژن برقرار باشد.

۳- پس از ۱۰ دقیقه همگن سازی، آنرا با آب سرد یا نیتروژن مایع سرد کنید سپس توسط قالبگیری فشاری نمونه را بصورت ورق شکل دهی کنید.



ISLAMIC REPUBLIC OF IRAN

Institute of Standards and Industrial Research of Iran

ISIRI NUMBER

7186



**Polymers-Test Method for Oxidative -
Induction**

Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry

1st. Revision

www.parseethylene-kish.com