

6 تجهیزات

- 6.1 کالری متر روبشی تفاضلی—به عنوان حداقل الزام، تجهیزات تحلیل حرارتی باید قادر به اندازه گیری شار حرارتی حداقل 10 mW در کل مقیاس باشند. ثبات دستگاه باید قادر به نمایش شار حرارتی یا اختلاف دما در محور Y و زمان در محور X باشد. مبنای زمانی باید دقتی برابر با 61 % داشته و با دقت 0.1 min قابل خواندن باشد.
- یادداشت 4—آزمون OIT تابعی از سامانه پایدارکننده یک ترکیب خاص است و نباید به عنوان مبنای مقایسه بین فرمولاسیون هایی استفاده شود که ممکن است حاوی رزین ها، پایدارکننده ها، بسته های افزودنی متفاوت یا همه این موارد باشند.
- 6.2 کلید انتخاب گاز و رگولاتورها، برای نیتروژن و اکسیژن با خلوص بالا. فاصله بین نقطه تعویض گاز و سلول دستگاه باید به گونه ای باشد که زمان لازم برای انتقال به محیط اکسیژن کمتر از 1 min باشد. در دبی 50 mL/min، این مقدار معادل حداکثر حجم تعویض کمتر از 50 mL است.
- 6.3 ترازوی تحلیلی، با حساسیت 0.1-mg.
- 6.4 مته برش سوراخ دار، با قطر 6.4-mm.
- 6.5 پرس کپسوله سازی نمونه آزمون.
- 6.6 پنس، اسکالپل و تخته برش.
- 6.7 کنترل کننده الکترونیکی دبی جرمی، روتامتر (کالیبره شده) یا دبی سنج فیلم صابونی، برای کالیبراسیون دبی گاز.
- 6.8 نگهدارنده های نمونه آزمون—ظروف آلومینیومی چربی زدایی شده (با قطر 6.0 تا 7.0-mm و ارتفاع 1.5-mm).
- یادداشت 5—ترکیب ماده نگهدارنده نمونه آزمون می تواند به طور قابل توجهی بر نتیجه آزمون OIT تأثیر بگذارد (برای مثال، شامل هرگونه اثر کاتالیستی مرتبط).
- 6.9 دستگاه قالب گیری فشاری با صفحات گرم شونده.
- 6.10 صفحات فاصله گذار، ورق های شیم، صفحات زیرپرس و موارد مشابه.
- 6.11 فیلم پلی اتیلن ترفتالات (PET) یا پارچه پوشش داده شده با پلی تترافلوئورواتیلن (PTFE)، برای آماده سازی پلاک نمونه.
- 6.12 ضخامت سنج.

6.13 آون هوای اجباری.

9 نمونه برداری

9.1 انتخاب نمونه—یک نمونه آزمون حداقل 0.1 gr انتخاب کنید (برای مثال، $10\text{ mm} \sim$ در $10\text{ mm} \sim$ برای ژئوممبران $1.0\text{ mm} \sim$ یا $7\text{ mm} \sim$ در $7\text{ mm} \sim$ برای ژئوممبران $2.0\text{ mm} \sim$) که نماینده ماده مورد تحلیل باشد. برای نمونه‌های تازه ساخت و پیرنشده، ناحیه‌ای از محصول را که عاری از آلودگی است انتخاب کنید؛ برای مثال، عاری از علامت‌گذاری یا چسب. در مورد نمونه‌های پیرشده، ناحیه انتخاب‌شده باید عاری از عیب نیز باشد و حداقل 12 mm از لبه یا ناپیوستگی، نواحی گیره‌گیری و موارد مشابه فاصله داشته باشد.

9.1.1 اگر نمونه حاوی یک یا چند لایه از پلیمرهایی غیر از پلی‌الفین‌ها باشد، پلی‌الفین را می‌توان جدا از کل مقطع عرضی آزمون کرد. روش پیشنهادی در پیوست X4 ارائه شده است.

9.2 همگن‌سازی—همگن‌سازی نمونه آزمون برای نمونه‌های تازه ساخت و پیرنشده توصیه می‌شود و برای نمونه‌های پیرشده الزامی است. برای همگن‌سازی نمونه آزمون پس از پیرسازی می‌توان از یکی از روش‌های ارائه‌شده در پیوست X1، پیوست X2 یا پیوست X3 استفاده کرد. پس از همگن‌سازی، نمونه آزمون پیش از تحلیل و با استفاده از (Practice D4703، Annex A1 روش اجرایی C) یا روش ارائه‌شده در پیوست X5، به صورت فشاری در قالب ورقه‌ای با ضخامت $0.015\text{ mm} \pm 0.25$ قالب‌گیری می‌شود.

یادداشت 6—دمایی که قالب‌گیری در آن انجام می‌شود ممکن است برابر یا بیشتر از دمای آزمون این روش آزمون باشد. قرارگیری طولانی‌مدت در معرض هوا در این دماها ممکن است باعث ایجاد سوگیری منفی در اندازه‌گیری OIT شود. برای به حداقل رساندن این سوگیری، قالب‌گیری باید در پایین‌ترین دمای ممکن و با بیشترین سرعت انجام شود.

9.2.1 آزمون نمونه‌های آزمون 5 تا 10 mg که مستقیماً از محصول بریده شده‌اند (برای مثال، نمونه‌برداری از یک ژئوممبران با استفاده از پانچ) و بدون همگن‌سازی قبلی آزمون شده‌اند، ممکن است برای محصولات یکپارچه، تازه ساخت و پیرنشده قابل قبول باشد؛ مشروط بر اینکه نماینده کل ضخامت محصول باشند، یعنی در نمونه آزمون پانچ‌شده، پوسته‌ها یا هسته محصول بیش از حد نمایان نشده باشند. در صورت بروز اختلاف، نتایج به‌دست‌آمده از نمونه‌های آزمون همگن‌سازی‌شده و قالب‌گیری‌شده به صورت فشاری تا ضخامت 0.25 mm به عنوان نتایج مرجع در نظر گرفته می‌شوند.

9.2.2 اگر این آزمون برای پایش پیرشدگی یک ماده استفاده شود، نمونه باید همگن‌سازی شده و پیش و پس از پیرسازی از یک روش آماده‌سازی یکسان استفاده شود.

9.3 تعداد نمونه‌های آزمون—نمونه‌های آزمون را با استفاده از مته برش سوراخ‌دار یا پانچ با قطر 6.3 (0.25-in.) mm از پلاک برش دهید.

9.3.1 هنگام آزمون یک محصول برای انطباق با مشخصات، یعنی در مورد نمونه‌های تازه‌ساخت، باید حداقل دو نمونه آزمون آزمون شوند.

9.3.2 هنگام ارزیابی عملکرد یک ماده در برابر پیرشدگی، باید حداقل سه نمونه آزمون پیش و پس از پیرسازی آزمون شوند.

یادداشت 7—تفاوت بیش از حد بین نتایج منفرد ممکن است ناشی از آماده‌سازی نمونه آزمون باشد؛ برای مثال، ناشی از انتخاب نمونه آزمون، همگن‌سازی یا فرایند پلاک‌سازی. اگر اختلاف بین نمونه‌های آزمون منفرد بیشتر از تکرارپذیری درون‌آزمایشگاهی باشد، می‌توان بررسی بیشتری برای ارزیابی اهمیت هر نتیجه انجام داد که ممکن است در نهایت به حذف یک نتیجه منجر شود.

10 روش اجرایی

10.1 کالیبراسیون دستگاه—این روش از مرحله کالیبراسیون دو نقطه‌ای استفاده می‌کند. ایندیوم و قلع به‌عنوان مواد کالیبراسیون استفاده می‌شوند، زیرا نقاط ذوب آن‌ها به‌ترتیب محدوده دمای تحلیل مشخص‌شده (180 تا 220 °C) را دربر می‌گیرند. دستگاه را مطابق دستورالعمل‌های سازنده و با استفاده از روش زیر کالیبره کنید. دستگاه را حداقل ماهی یک‌بار یا در صورت فاصله بیش از یک ماه از آخرین استفاده، پیش از استفاده کالیبره کنید.

10.1.1 مقدار $0.5 \text{ mg} \pm 5$ ایندیوم/قلع را در یک ظرف آلومینیومی نمونه قرار دهید. یک درپوش آلومینیومی روی ظرف قرار داده و با استفاده از پرس کپسوله‌سازی آن را آب‌بندی کنید. یک ظرف خالی و آب‌بندی‌شده برای استفاده به‌عنوان مرجع آماده کنید. ظروف نمونه آزمون و مرجع را در محل‌های مربوطه در سلول دستگاه قرار دهید.

10.1.2 جریان گاز نیتروژن را با دبی (50 mL/min با فشار مطلق 140 kPa) برقرار کنید.

10.1.3 از پروفایل‌های ذوب زیر استفاده کنید:

ایندیوم - از دمای محیط تا 145 °C با نرخ 10 °C/min، و از 145 تا 165 °C با نرخ 1 °C/min

قلع - از دمای محیط تا 220 °C با نرخ 10 °C/min، و از 220 تا 240 °C با نرخ 1 °C/min

یادداشت 8—نرخ‌های گرمایش مشخص‌شده فقط برای کالیبراسیون استفاده می‌شوند.

10.1.4 نرم‌افزار کالیبراسیون دما (یا پتانسیومتر) را تنظیم کنید تا نقطه ذوب برای ایندیوم و قلع، به‌ترتیب، روی 156.63 و 231.97 °C مطابق

(Practice E967) تنظیم شود. نقطه ذوب ماده کالیبراسیون به‌صورت محل تقاطع خط مبنای امتدادیافته و مماس امتدادیافته بر نخستین شیب گرماگیر تعریف می‌شود (یعنی شروع رویداد). به شکل 1 مراجعه کنید.

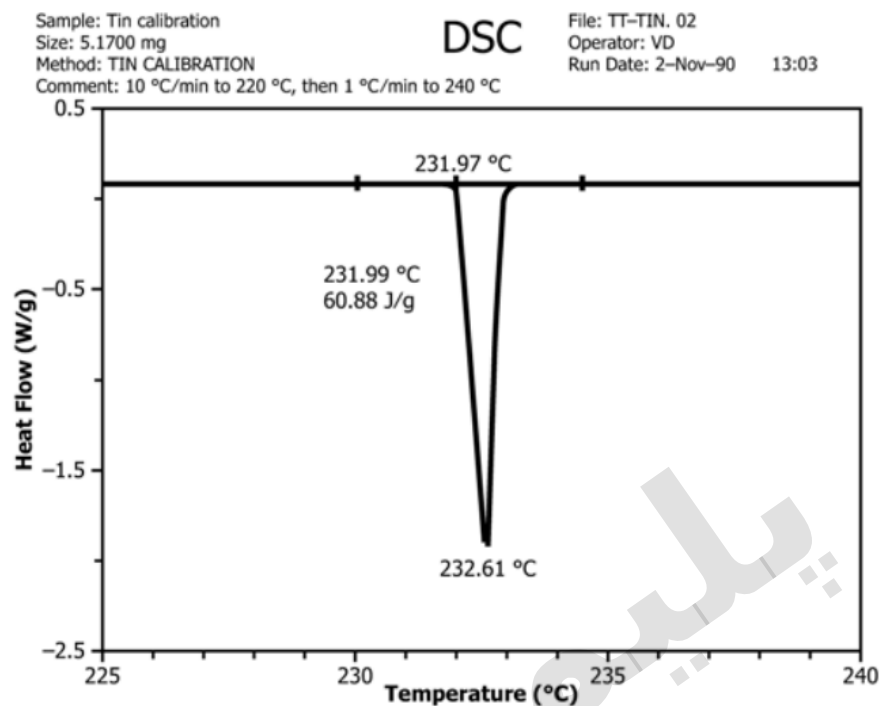


FIG. 1 Indium and Tin Melting Thermal Curves

یادداشت 9—گاهی به دلیل تماس سطحی نامناسب ماده کالیبراسیون با سطح ظرف، منحنی حرارتی ذوب نامطلوبی به دست می آید. در این صورت، مرحله کالیبراسیون را تکرار کنید. (پس از یک چرخه ذوب/بلوری شدن، ماده کالیبراسیون باید کف ظرف را به طور یکنواخت بپوشاند.)
10.2 عملکرد دستگاه:

10.2.1 ظروف نمونه آزمون و مرجع را درون سلول بارگذاری کنید.

10.2.2 پیش از آغاز چرخه گرمایش، 5 min برای پیش‌تصفیه نیتروژن زمان دهید تا هرگونه اکسیژن باقی‌مانده حذف شود. گرمایش برنامه‌ریزی‌شده نمونه آزمون را (در جریان نیتروژن با دبی $50 \pm 5 \text{ mL/min}$ از دمای محیط تا 200°C نقطه تنظیم) با نرخ 20°C/min آغاز کنید.

10.2.3 پس از رسیدن به دمای تنظیم‌شده، گرمایش برنامه‌ریزی‌شده را متوقف کرده و نمونه را به مدت 5 min در دمای تنظیم‌شده به تعادل برسانید. ثبات را روشن کنید. اگر دستگاه مورد استفاده دارای قابلیت حالت کنترل دمای هم‌دما نیست، با پایش و تنظیم مداوم دما در صورت نیاز، از کنترل دقیق دما اطمینان حاصل کنید.

10.2.4 پس از پایان زمان تعادل، گاز را با دبی 50 mL/min به اکسیژن تغییر دهید. (این رویداد را ثبت کنید). این نقطه تغییر به جریان اکسیژن، زمان صفر آزمایش در نظر گرفته می‌شود.

10.2.5 عملکرد هم‌دما را تا رسیدن به بیشینه گرمایی ادامه دهید تا بررسی کامل کل گرمایی امکان‌پذیر شود (به شکل‌های 2 و 3 مراجعه کنید). بنا به تشخیص آزمونگر، خاتمه آزمون در یک تغییر از پیش تعیین‌شده در شار حرارتی قابل قبول است، مشروط بر اینکه داده‌هایی برای پشتیبانی از این روش جایگزین وجود داشته باشد. همچنین، در صورت برآورده شدن الزامات زمانی تعیین‌شده در مشخصات محصول، خاتمه آزمون مجاز است.

10.2.6 پس از پایان آزمون، انتخاب‌گر گاز را به نیتروژن برگردانید و دستگاه را تا دمای محیط خنک کنید. اگر آزمون دیگری در حال انجام است، خنک کردن سلول دستگاه تا دمای کمتر از 60°C تا 70°C برای جلوگیری از اکسیداسیون حرارتی زودهنگام نمونه کافی است.

10.2.7 پیش از انجام اندازه‌گیری‌ها و بین آزمون فرمولاسیون‌های مختلف، سلول DSC را با گرم کردن تا 500°C به مدت 5 min در هوا (یا اکسیژن) از آلودگی پاک کنید.

10.3 تحلیل منحنی حرارتی—داده‌ها با سیگنال شار حرارتی نرمال‌شده نسبت به جرم نمونه (یعنی W/g) روی محور y و زمان روی محور x ترسیم می‌شوند. برای تسهیل تحلیل، محور x را تا حد امکان گسترش دهید.

10.3.1 خط مبنای ثبت‌شده را فراتر از گرمایی واکنشی اکسایشی امتداد دهید. شیب خطی تندترین بخش این گرمایی را تا محل تقاطع با خط مبنای امتدادیافته برون‌یابی کنید (به شکل 3 مراجعه کنید).

10.3.2 مقدار OIT از زمان صفر تا نقطه تقاطع، با دقت $\pm 0.1 \text{ min}$ اندازه‌گیری می‌شود.

10.3.3 روش مماسی برای اندازه‌گیری زمان اکسیداسیون، روش ترجیحی است؛ اما اگر قله گرمازا دارای لبه پیش‌رونده باشد، انتخاب مماس مناسب

برای خط شیب‌دار گرم‌زایی گاهی دشوار است. در صورتی که واکنش اکسیداسیون آهسته باشد، ممکن است قله‌های گرم‌زا با لبه پیش‌رونده ایجاد شوند. یادداشت 10—اکسیداسیون ممکن است به صورت یک گذار یکنواخت رخ ندهد و چندین مرحله یا شیب ایجاد شود. در این حالت، نمونه‌برداری مجدد و انجام دوباره آزمون توصیه می‌شود. برای به دست آوردن نمونه آزمون همگن و یک قله گرم‌زای منفرد، می‌توان از یکی از روش‌های همگن‌سازی ذکر شده در پیوست‌های این استاندارد استفاده کرد. یادداشت 11—اگر فرایند اکسیداسیون چندین شیب ایجاد کند، OIT باید به گونه‌ای تعریف شود که اکسیداسیون پلیمر را به دقت نشان دهد. تعیین اینکه کدام شیب بهترین بیانگر ویژگی ماده برای یک کاربرد است، بر عهده کاربر است. اگر خط مماس از نخستین شیب تند رسم نشده باشد، این موضوع باید در گزارش ذکر شود.

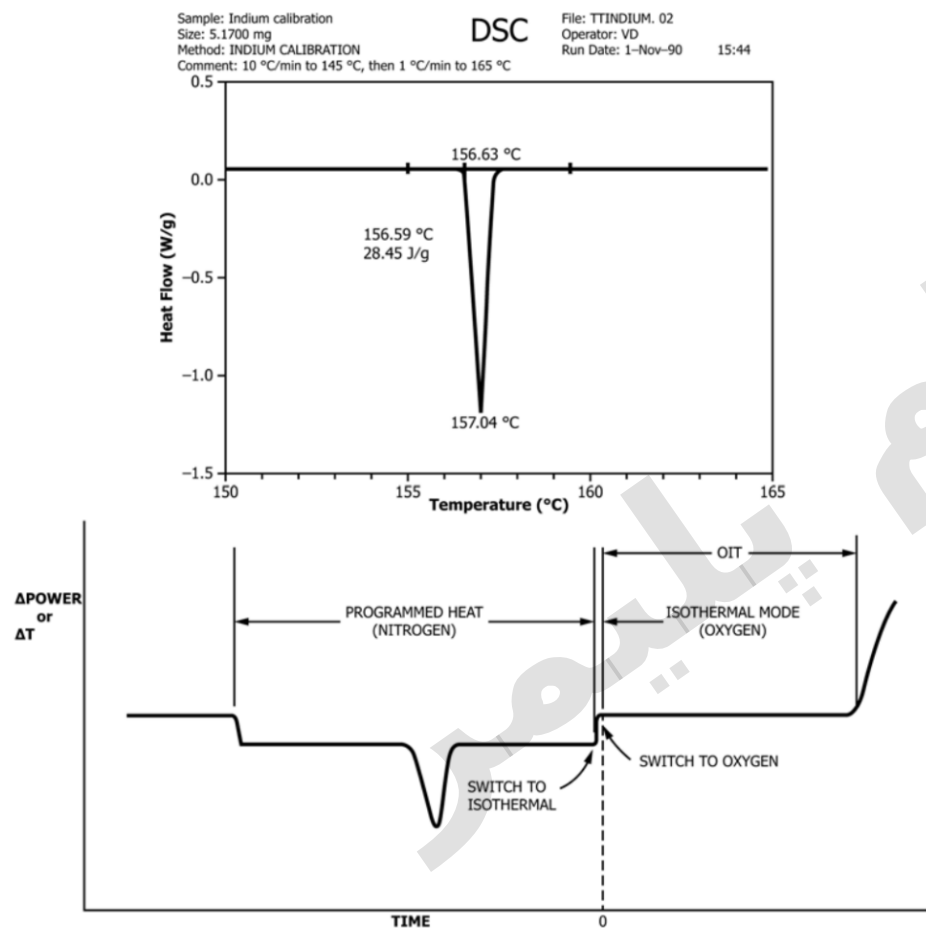


FIG. 2 Evaluation of OIT from Recorded Time-Based Thermal Curve

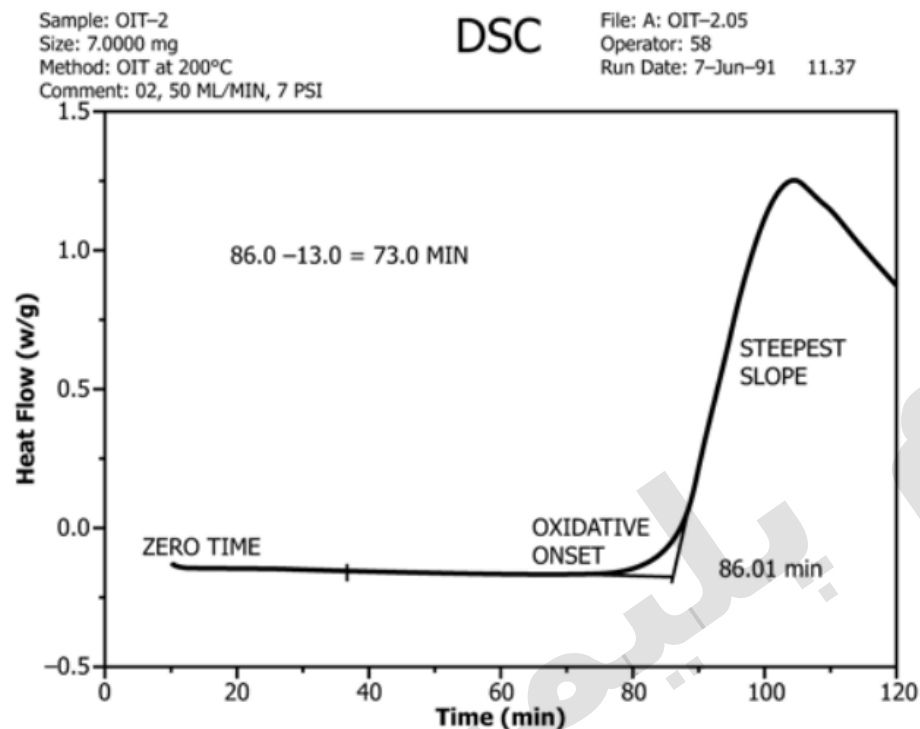


FIG. 3 Determination of OIT

یادداشت 12- اگر انتخاب خط مبنای مناسب با استفاده از روش مماسی واضح نباشد، روش آفست را امتحان کنید. خط مبنای دومی را موازی با خط مبنای اول و در فاصله 0.05 W/g بالاتر از خط مبنای اول رسم کنید. محل تقاطع این خط دوم با سیگنال گرمایی، به عنوان شروع اکسیداسیون تعریف می شود. زمان بین این تقاطع و زمان صفر، مقدار OIT است.

یادداشت 13—در صورت اثبات هم‌ارزی، می‌توان از دبی‌های گاز یا جرم‌های نمونه آزمون دیگر، یا هر دو، استفاده کرد.

[Differential Scanning Calorimeter \(DSC, OIT\)](#)