



چگونه می‌توانیم ارزیابی کنیم که آیا پلی‌اتیلن به‌طور کافی کراس‌لینک شده است؟

یکی از روش‌های پرکاربرد، تعیین **مقدار ژل** و در صورت نیاز، **نسبت تورم** آن است.

ASTM D2765 روش‌های آزمون تعیین بخش نامحلول ایجادشده در اثر کراس‌لینکینگ در پلاستیک‌های اتیلنی را تشریح می‌کند. این روش‌ها برای مواد پلی‌اتیلن کراس‌لینک‌شده با چگالی‌های مختلف، از جمله ترکیبات حاوی پرکننده، قابل استفاده هستند.

مقدار ژل چیست؟

در طول فرایند کراس‌لینکینگ، زنجیره‌های پلی‌اتیلن به یکدیگر متصل شده و یک شبکه پلیمری سه‌بعدی تشکیل می‌دهند. هنگامی که یک نمونه پلی‌اتیلن کراس‌لینک‌شده در معرض حلال داغ مناسب قرار می‌گیرد:

بخش محلول پلیمر → توسط حلال استخراج می شود

شبکه کراس لینک شده → به صورت ژل نامحلول باقی می ماند

استاندارد ASTM D2765، **مقدار ژل** را به صورت درصد جرمی پلیمری تعریف می کند که پس از استخراج، تحت شرایط مشخص، در حلال تعیین شده نامحلول باقی می ماند.

به همین دلیل، مقدار ژل برای **کنترل فرایند و ارزیابی کیفیت محصول نهایی** بسیار مفید است؛ زیرا بسیاری از خواص مهم پلاستیک های اتیلنی کراس لینک شده با مقدار ژل تغییر می کنند.

سه روش آزمون در ASTM D2765

این استاندارد سه رویکرد را تشریح می کند:

روش A – روش آزمون مرجع

روش مرجع، کامل ترین استخراج را در کوتاه ترین زمان تعیین شده فراهم می کند. پیش از استخراج، پلیمر آسیاب و الک می شود.

روش B – روش آزمون غیرمرجع

این روش عمدتاً برای عایق سیم و کابل در نظر گرفته شده است. فرایند استخراج مشابه روش A است، اما آماده سازی نمونه تفاوت دارد. از آنجا که ذرات تراشیده شده بزرگ تر هستند، روش B معمولاً مقادیر استخراجی حدود **1-2% کمتر از روش A** ایجاد می کند.

روش C – روش آزمون غیرمرجع

یک نمونه آزمون یک تکه در زایلن استخراج می شود. این روش امکان تعیین هم زمان **درصد استخراج و نسبت تورم** را فراهم می کند. مقادیر استخراجی ممکن است به دلیل تفاوت در هندسه نمونه آزمون و شرایط استخراج، حدود 3-9% کمتر از روش مرجع باشند.

روش A – روش مرجع

تجهیزات مورد نیاز

تجهیزات اصلی تعیین شده برای روش A عبارت اند از:

- بالن ته گرد — **500 mL** برای یک یا دو اندازه گیری، یا **2000 mL** برای چندین اندازه گیری، حداکثر تا شش اندازه گیری
- هیتر منتی با ظرفیت کافی برای به جوش آوردن حلال استخراج
- مبرد رفلاکس
- پایه حلقه ای و گیره ها
- تجهیزات آسیاب قادر به تولید کسر **60 mesh-30** بدون گرم شدن بیش از حد
- الک های U.S. No. 30 و No. 60
- **توری سیمی فولاد زنگ نزن با مش 120**
- آون خلأ قادر به ایجاد حداقل **710 mmHg** خلأ و اندازه گیری دما تا 150°C
- ترازوی تحلیلی با قابلیت خوانش **0.001 g**

دستگاه استخراج نشان داده شده در شکل 1 از یک بالن ته گرد، هیتر منتهی، مبرد رفلاکس، پایه نگهدارنده، حلال استخراج و یک قفس سیمی آویزان با مش 120 تشکیل شده است که نمونه آزمون را در خود نگه می‌دارد.

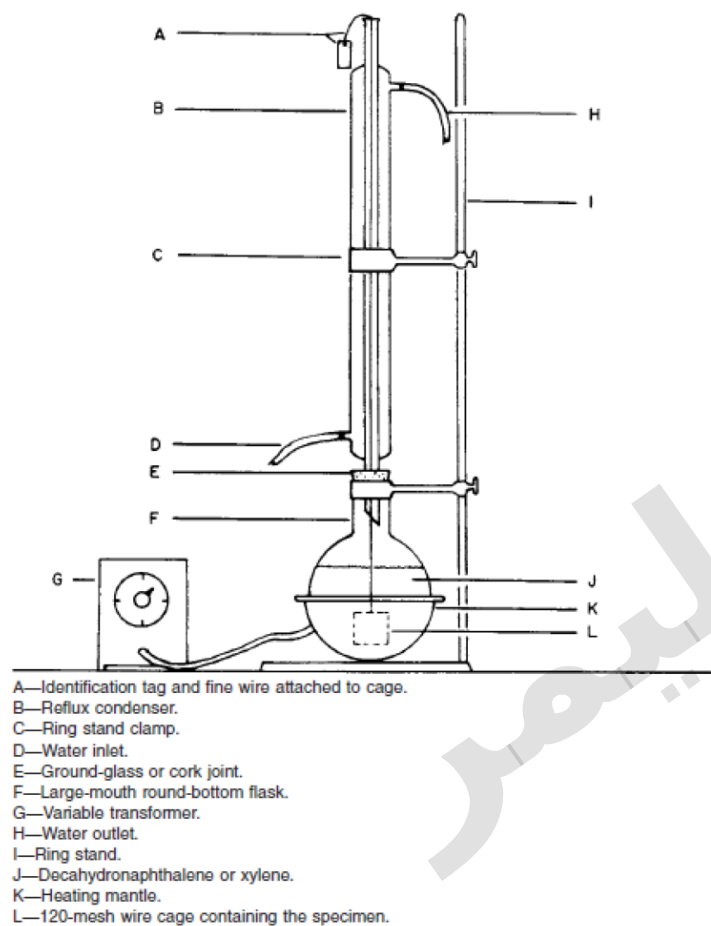


FIG. 1 Extraction Apparatus

معرف ها

ASTM D2765 موارد زیر را مشخص می کند:

- **دکاهیدرونفتالین (دکالین)** — بدون آب، نقطه جوش 189-191°C
- **زایلنها** — گرید معرف ACS، نقطه جوش 138-141°C
- آنتی اکسیدان/پایدارکننده مناسب برای حلال استخراج

آنتی اکسیدان برای جلوگیری از تخریب اکسیداتیو احتمالی در طول استخراج دما بالا استفاده می شود.

آماده سازی نمونه آزمون

حداقل **دو نمونه آزمون** مورد نیاز است.

هر نمونه آزمون باید شامل موارد زیر باشد: **0.300 ± 0.015 g پلیمر آسیاب شده**

و باید با دقت: **0.001 g** وزن شود.

نمونه به اندازه ای آسیاب می شود که از الک **mesh-30** عبور کند. سپس ماده روی الک **mesh-60** تکان داده می شود و کسر عبوری از الک **mesh-60** کنار گذاشته می شود.

بنابراین، کسر آزمون اساساً ماده باقی مانده بین 30 و 60 mesh است.

در مواردی که Conditioning لازم باشد، استاندارد Conditioning را در شرایط زیر مشخص می کند: $23 \pm 2^{\circ}\text{C}$ به مدت حداقل 40 ساعت

مطابق با ASTM D618 روش اجرا A.

روش A – روش اجرای آزمون

1. آماده سازی قفس نمونه آزمون

یک قطعه توری فولاد رنگ نزن با مش 120، تقریباً به ابعاد: $40\text{ mm} \times 80$

تاخورد می شود تا کیسه ای تقریباً مربعی با ضلع 40 mm تشکیل دهد. کیسه خالی وزن می شود:

$W1 = \text{وزن کیسه}$

سپس تقریباً 0.3 g از نمونه آماده شده داخل آن قرار می گیرد:

$W2 = \text{وزن کیسه} + \text{نمونه آزمون}$

لبه باز تا شده و با منگنه بسته می شود تا قفس بسته تشکیل شود:

W3 = وزن قفس بسته + نمونه آزمون

2. آماده سازی حلال استخراج

باید مقدار کافی حلال اضافه شود تا قفس و نمونه آزمون در تمام مدت استخراج کاملاً غوطه‌ور بمانند. استاندارد مقادیر زیر را کافی می‌داند:

بالن 500 mL → تقریباً 350 g حلال

بالن 2000 mL → تقریباً 1000 g حلال

همچنین، 1% آنتی‌اکسیدان در دکالین یا زایلن حل می‌شود.

3. انجام استخراج با حلال

حلال باید به اندازه‌ای شدید به جوش آورده شود که هم‌زدن مناسب ایجاد شود. هنگام استفاده از 1000 g حلال، نرخ رفلکس تقریباً برابر با: **20-40 قطر/ min** از مبرد، رضایت‌بخش در نظر گرفته می‌شود.

زمان‌های تعیین‌شده برای استخراج عبارت‌اند از:

دکالین → 6 ساعت

زایلنها → 12 ساعت

برای آزمون مرجع، باید زمان استخراج تعیین‌شده رعایت شود.

4. خشک کردن در خلأ

بلافاصله پس از استخراج، قفس و نمونه آزمون به آون خلأ از پيش گرم شده تا: 150°C منتقل می شوند.

نمونه تحت حداقل: **710 mmHg خلأ** تا رسیدن به وزن ثابت خشک می شود.

پس از خنک شدن، وزن نهایی به صورت زیر ثبت می شود:

$W4 = \text{وزن قفس} + \text{نمونه آزمون پس از استخراج و خشک کردن}$

اگر ترکیب رطوبت جذب کند، نمونه آزمون باید پیش از توزین در دسیکاتور خنک شود.

محاسبه مقدار ژل

درصد استخراج بر اساس جرم از دست رفته در طول استخراج با حلال محاسبه می شود و در صورت کاربرد، اصلاح مربوط به پرکننده نامحلول نیز اعمال می گردد. رابطه اصلی عبارت است از:

مقدار ژل (%) = $100 - \text{درصد استخراج}$

که در آن:

$W1$ = وزن کیسه
 $W2$ = وزن نمونه آزمون + کیسه
 $W3$ = وزن نمونه آزمون + قفس بسته پیش از استخراج
 $W4$ = وزن نمونه آزمون + قفس پس از استخراج و خشک کردن
 F = کسر پرکننده نامحلول در ترکیب پلی اتیلن

اگر مقدار پرکننده نامشخص باشد، ASTM D2765 برای تعیین آن به ASTM D1603 یا ASTM D297 ارجاع می دهد.

روش C – فراتر از مقدار ژل

مقدار ژل نشان می دهد چه مقدار از پلیمر نامحلول باقی می ماند، اما **نسبت تورم** اطلاعات بیشتری درباره خود شبکه کراس لینک شده فراهم می کند.
در روش C، نمونه های آزمون وزن می شوند، به مدت **24 ساعت** در زایلن داغ غوطه ور می گردند، در حالت متورم وزن می شوند، سپس در خلأ خشک شده و دوباره وزن می شوند.

سپس می توان درصد استخراج و نسبت تورم را محاسبه کرد.

تجهیزات مورد نیاز برای روش C

- حمام روغن هم زده در دمای 110°C
- شیشه های دهانه گشاد OZ-8 با درپوش پیچی

- ترازوی تحلیلی با دقت **0.001 g**
- پنس mm-250
- تجهیزات برش نمونه آزمون
- آون خلأ در دمای **100°C**، مجهز به پمپ خلأ و تله سرد
- بالن‌های mL-100
- دسیکاتور حاوی ماده خشک‌کننده
- بطری‌های توزین mL-30 و mL-60
- پیپت یا دیسپنسر روی بطری mL-100

الزامات نمونه آزمون

حداقل دو نمونه آزمون موردنیاز است که هرکدام شامل: **0.500 ± 0.020 g** پلیمر باشند.
نمونه‌های آزمون باید لبه‌هایی صاف و تمیز داشته باشند و نسبت سطح به حجم آن‌ها تا حد امکان پایین باشد.

روش B – روش غیرمرجع برای عایق سیم و کابل

روش B به‌ویژه برای **سیم و کابل با عایق XLPE** اهمیت دارد. برخلاف روش A، پلیمر به کسر **60 mesh-30** آسیاب نمی‌شود؛ بلکه نمونه آزمون از محل انتخاب‌شده‌ای درون عایق، به‌صورت فیزیکی جدا می‌شود.

استاندارد به‌طور مشخص اشاره می‌کند که تفاوت اصلی روش B با روش A در **آماده‌سازی نمونه آزمون** است.

چرا محل نمونه برداری اهمیت دارد؟

در عایق کابل، کراس لینکینگ ممکن است در سراسر ضخامت عایق یکنواخت نباشد.

بنابراین روش B امکان برداشت نمونه آزمون از ناحیه مورد نظر، به ویژه ناحیه‌ای که ممکن است مستعد **کراس لینکینگ ناکافی** باشد، را فراهم می‌کند.

مفهوم نمونه برداری در **شکل 2** نشان داده شده است؛ این شکل مقطع یک کابل فشارقوی و محل نمونه آزمون را در نزدیکی هادی یا سپر رشته‌ای نیمه رسانا نشان می‌دهد.

تجهیزات اضافی آماده سازی نمونه

علاوه بر تجهیزات استخراج مورد استفاده در روش A، روش B به وسیله مناسبی برای آماده سازی نمونه‌های عایق تراشیده شده نیاز دارد.

استاندارد به طور مشخص استفاده از یک: **رنده چوب**

برای تراشیدن عایق را تشریح می‌کند. سپس برای آماده سازی نمونه‌های نهایی مکعبی به ابزارهای برش نیاز است.

مرحله 1 – تراشیدن عایق

با استفاده از رنده چوب، نواری با ضخامت تقریبی: **0.4 mm**

به صورت موازی با محور هادی عایق شده بتراشید.

در ساختارهای فاقد نوار یا ترکیب پوشش دهنده رشته‌ها، نوار استخراج از مجاورت هادی برداشته می‌شود. در کابل‌های فشارقوی دارای نوار یا ترکیب

پوشش‌دهنده رشته‌ها، نوار باید تا حد امکان نزدیک و در امتداد سطح پوشش‌دار تراشیده شود و دقت گردد هیچ ترکیب نیمه‌رسانایی وارد نمونه آزمون نشود.

این جزئیات نمونه‌برداری بسیار مهم است؛ زیرا آلودگی با ماده پوشش نیمه‌رسانا، ترکیب نمونه آزمون مورد ارزیابی را تغییر می‌دهد.

مرحله 2 – آماده‌سازی قطعات استخراج

یک بخش طولی با عرض تقریبی: 6 mm

از بخش مرکزی نوار تراشیده‌شده بریده می‌شود. قسمت‌های بیرونی دور ریخته شده و ماده نزدیک‌تر به هادی یا سطح پوشش‌دار باقی می‌ماند.

سپس این ماده به قطعاتی با ابعاد تقریبی: 6 mm × 6

بریده یا مکعبی می‌شود. برای کابل‌های با اندازه **AWG 1/0 و بزرگ‌تر**، این ابعاد مستقیماً اعمال می‌شوند. برای **AWG 2 و کوچک‌تر**، ابعاد باید به صورت متناسب کاهش یابند.

مرحله 3 – قراردادن نمونه آزمون

تقریباً: 0.3 g

از نمونه آزمون مکعبی را داخل کیسه‌ای که از قبل وزن شده است قرار دهید.

ثبت کنید:

W1 = وزن کیسه

پس از افزودن نمونه آزمون:

W2 = وزن کیسه + نمونه آزمون

لبه باز را تا کرده و منگنه بزنید تا قفس تشکیل شود:

W3 = وزن قفس + نمونه آزمون

مرحله 4 – استخراج

استخراج مطابق بخش 12 روش A انجام می‌شود، اما روش B موارد زیر را مشخص می‌کند:

دکاهیدرونیفتالین (دکالین) به عنوان ماده استخراج کننده

پس از استخراج، نمونه آزمون با همان روش تشریح شده برای روش A خشک و دوباره وزن می‌شود.

بنابراین، روند اصلی به شکل زیر است:

تراشیدن → انتخاب محل → مکعبی کردن → توزین → استخراج با دکالین → خشک کردن در خلأ → توزین مجدد → محاسبه

محاسبه

درصد استخراج با حلال با استفاده از همان محاسبه تشریح شده برای روش A تعیین می‌شود:

مقدار ژل (%) = 100 - درصد استخراج

گزارش آزمون باید به صراحت مشخص کند که از روش B استفاده شده است.

چرا روش B می تواند نتیجه متفاوتی ایجاد کند؟

این نکته از نظر عملی مهم است. ذرات تراشیده و مکعبی شده مورد استفاده در روش B، بزرگتر از ذرات آسیاب شده مورد استفاده در روش A هستند. بنابراین:

ذرات بزرگتر → سطح کل کمتر در معرض حلال → استخراج ناقص تر

در نتیجه، ASTM D2765 بیان می کند که روش B معمولاً مقادیر استخراجی حدوداً:

1-2% کمتر از روش A

ایجاد می کند. به همین دلیل، نتایج روش B نباید بدون مشخص کردن روش آزمون، صرفاً به صورت عددی با نتایج روش A مقایسه شوند.

روش C – شرایط آزمون

هر نمونه آزمون وزن شده داخل یک شیشه 8-oz قرار داده شده و: $0.1 \text{ mL} \pm 100$ زایلن

به آن افزوده می‌شود. نمونه آزمون باید کاملاً غوطه‌ور بماند. سپس شیشه به مدت: **24 ساعت** در حمام روغن هم‌زده‌ای با دمای: $0.5^{\circ}\text{C} \pm 110$ قرار داده می‌شود.

پس از غوطه‌وری، نمونه آزمون متورم‌شده با دقت به یک بطری توزین از پیش وزن‌شده منتقل و وزن می‌شود.

سپس در آن خلأ با دمای: **100°C**

خشک می‌شود تا تمام زایلین خارج شده و وزن ثابت حاصل شود.

استاندارد اشاره می‌کند که فرمولاسیون‌های حاوی LDPE معمولاً تحت این شرایط به حدود **24 ساعت**، و فرمولاسیون‌های حاوی HDPE معمولاً به حدود **16 ساعت** زمان نیاز دارند تا به تعادل وزنی برسند.

نسبت تورم چگونه باید تفسیر شود؟

این رابطه بسیار کاربردی است:

نسبت تورم بیشتر → درجه کراس‌لینکینگ کمتر

نسبت تورم کمتر → شبکه کراس‌لینک‌شده متراکم‌تر

به‌طور مشابه:

درصد استخراج کمتر → درجه کراس لینکینگ بیشتر

ASTM D2765 توضیح می‌دهد که نسبت تورم کمتر با شبکه‌ای پیوسته‌تر و وزن مولکولی کمتر بین نقاط کراس لینک متناظر است.

⚠ ملاحظات ایمنی

هم زایلن و هم دکاهیدرونیفتالین حلال‌هایی سمی و قابل اشتعال هستند.

استاندارد ASTM D2765 الزام می‌کند که این مواد در **هود** با **تهویه مناسب** و پس از بررسی عملکرد هود پیش از آزمون، مورد استفاده قرار گیرند. باید از تماس با بخارات حلال اجتناب شود.

مقایسه‌ای سریع

روش A

نمونه آزمون آسیاب شده 60 mesh-30 → استخراج با دکالین یا زایلن → **روش مرجع**

روش B

عایق تراشیده و مکعبی شده کابل → استخراج با دکالین → **روش غیرمرجع ویژه کابل**

روش C

نمونه آزمون یک‌تکه → زایلن در دمای 110°C به مدت 24 h → درصد استخراج + نسبت تورم
بنابراین، انتخاب روش فقط به ماده بستگی ندارد، بلکه به اطلاعات موردنیاز و محل برداشت نمونه آزمون نیز وابسته است.

ملاحظات ایمنی ⚠

هم زایلن و هم دکاهیدرونتالین حلال‌هایی سمی و قابل اشتعال هستند.

ASTM D2765 الزام می‌کند که این حلال‌ها در هود با تهویه مناسب استفاده شوند و عملکرد هود پیش از آزمون بررسی شود. از استنشاق بخارات حلال باید جلوگیری شود.

چرا این آزمون اهمیت دارد؟

آزمون مقدار ژل چیزی فراتر از اندازه‌گیری ساده درصد ماده نامحلول است.

این آزمون روشی عملی برای ارزیابی اثربخشی و یکنواختی فرایند کراس‌لینکینگ، مقایسه مواد پلی‌اتیلن کراس‌لینک‌شده و پشتیبانی از کنترل کیفیت محصولات XLPE نهایی فراهم می‌کند.

نکته مهم این است که نتایج روش‌های A، B و C نباید مستقیماً قابل جایگزین یکدیگر در نظر گرفته شوند. تفاوت در آماده‌سازی نمونه آزمون، هندسه، حلال، دما و شرایط استخراج می‌تواند بر درصد استخراج اندازه‌گیری شده اثر سیستماتیک بگذارد.

به زبان ساده:

توزین → استخراج → خشک‌کردن → توزین مجدد → محاسبه

بخش محلول حذف می‌شود و پلیمر نامحلول باقی‌مانده، شاخصی کمی از شبکه کراس‌لینک شده ارائه می‌کند.

[Gel Content Tester for PEX Products](#)