

D.1 کلیات

برای مشخصه‌یابی اپوکسی عمل‌نشده (پودری، مایع تک‌جزئی یا مایع دوجزئی) و فیلم پوشش عمل‌آوری‌شده، باید از آنالیز حرارتی استفاده شود. باید از گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) استفاده شود. برای شرح روش کلی و تعاریف، می‌توان به ISO 11357-2 مراجعه کرد. جابه‌جایی و کالیبراسیون کلی باید مطابق ISO 11357-2 انجام شود، مگر آنکه در این بخش از ISO 21809 خلاف آن ذکر شده باشد.

D.2 تجهیزات

D.2.1 گرماسنج روبشی تفاضلی (DSC)، مجهز به متعلقات خنک‌کننده.

D.2.2 ترازویی با دقت 0,1 mg.

D.2.3 پرس کپسوله‌کردن نمونه.

D.2.4 ظروف آلومینیومی، به همراه درپوش.

D.2.5 منبع گاز نیتروژن خشک با گرید آنالیزی

D.3 روش اجرا و اندازه‌گیری اپوکسی

D.3.1 روش اجرا

برای اپوکسی مایع دوجزئی، با در نظر گرفتن توصیه‌های تأمین‌کننده، هر جزء را پیش از استفاده به‌طور جداگانه و دقیق همگن کنید و سپس آن‌ها را با نسبت اختلاط دقیق با یکدیگر مخلوط نمایید؛ سپس همگن‌سازی کامل مخلوط پایه و سخت‌کننده را به مدت حدود 5 min ادامه دهید. برای جلوگیری از خطاهای اختلاط، حداقل مقدار مورد اختلاط 100 g است.

برای اپوکسی مایع تک‌جزئی، با در نظر گرفتن توصیه‌های تأمین‌کننده، 100 g از نمونه را پیش از استفاده به‌طور کامل همگن کنید.

D.3.2 اندازه‌گیری

چرخه‌های گرمایش زیر را انجام دهید و برای اپوکسی پودری، آزمون (a) را به عنوان آزمون آماده‌سازی آغازین در نظر بگیرید.

□ آزمون (a): نمونه را با نرخ 20 °C/min از 25 °C ± 5 °C تا 70 °C ± 5 °C گرم کنید، سپس بلافاصله نمونه را تا 25 °C ± 5 °C سرد کنید.

□ آزمون (b): نمونه را با نرخ 20 °C/min از 25 °C ± 5 °C تا 275 °C ± 5 °C گرم کنید، سپس بلافاصله نمونه را تا 25 °C ± 5 °C سرد کنید. آن را به مدت 3 min در دمای 25 °C ± 5 °C نگه دارید.

□ آزمون (c): نمونه را با نرخ 20 °C/min از 25 °C ± 5 °C تا (Tg + 40 °C معمولاً 150 °C) گرم کنید، سپس بلافاصله نمونه را تا 25 °C ± 5 °C سرد کنید.

سرد کنید.

برای برخی اپوکسی‌ها، ممکن است طبق دستورالعمل سازنده اپوکسی به چرخه‌های گرمایش متفاوتی نیاز باشد.

D.4 ارزیابی نتایج

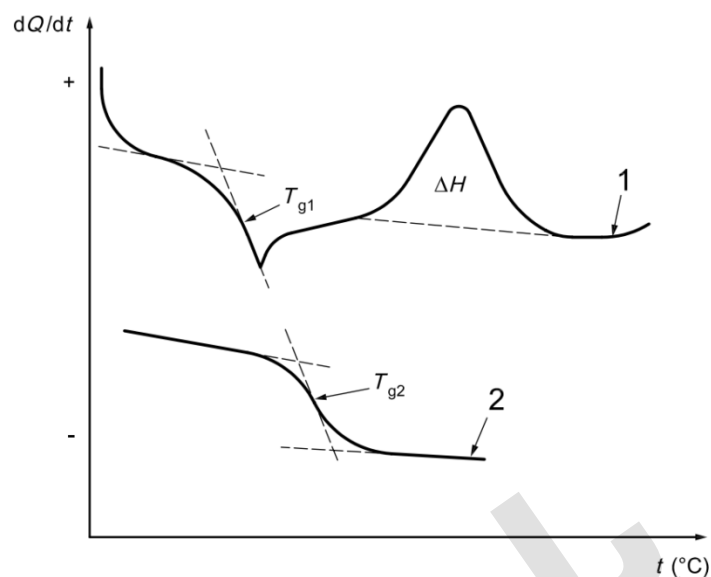
D.4.1 دمای انتقال شیشه‌ای

دمای انتقال شیشه‌ای، T_g ، در نقطه تقاطع عطف محاسبه می‌شود (شکل D.1 را ببینید).

با ارزیابی آزمون T_g ، b) پودر عمل‌نشده به‌دست‌آمده برابر T_{g1} است. با ارزیابی آزمون T_g ، c) ماده عمل‌آوری‌شده (پودر و مایع) به‌دست‌آمده برابر T_{g2} است.

D.4.2 گرمای واکنش اپوکسی

گرمای واکنش گرمای، H_A ، با انتگرال‌گیری از قله گرمای نمودار DSC به‌دست می‌آید.



Key

- 1 run (b)
- 2 run (c)

Figure D.1 — Examples of thermal scans on epoxy powder

D.5 روش اجرا و اندازه گیری برای نمونه پوشش

D.5.1 آماده سازی نمونه

D.5.1.1 اپوکسی مایع دوجزئی

هر جزء را پیش از استفاده، مطابق دستورالعمل سازنده، به طور جداگانه و دقیق همگن کنید. آن ها را با نسبت دقیق با یکدیگر مخلوط کنید و مخلوط پایه و سخت کننده را به مدت حدود 5 min کاملاً همگن نمایید.

محصول را با ضخامت 500 μm روی یک پنل آلومینیومی که کاملاً چربی زدایی شده است اعمال کنید. ضخامت پنل حدود 1 mm است.

اجازه دهید فیلم حداقل به مدت 2 h در دمای محیط عمل آوری شود. پنل را به مدت 15 min در دمای 170 °C داخل آون تهویه دار قرار دهید، سپس آن را خارج کرده و اجازه دهید در دمای محیط خنک شود. پس از حدود 2 h، پنل آلومینیومی را خم کنید و یک یا چند پوسته از فیلم جدا نمایید تا جرم لازم از ماده برای قرار دادن در کپسول آزمون به دست آید. به عنوان روش جایگزین، می توان نمونه ای نماینده از فیلم عمل آوری شده را مستقیماً از لوله برداشت. D.5.1.2 اپوکسی مایع تک جزئی نمونه را پیش از استفاده، مطابق دستورالعمل سازنده، همگن کنید.

محصول را با ضخامت 500 μm روی یک پنل آلومینیومی که کاملاً چربی زدایی شده است اعمال کنید. ضخامت پنل حدود 1 mm است. اجازه دهید فیلم حداقل به مدت 2 h در دمای محیط عمل آوری شود. پنل را به مدت 15 min در آون تهویه دار و در دمای 170 °C قرار دهید، سپس آن را خارج کرده و اجازه دهید در دمای محیط خنک شود. پس از حدود 2 h، پنل آلومینیومی را خم کنید و یک یا چند پوسته از فیلم جدا نمایید تا جرم لازم از ماده برای قرار دادن در کپسول آزمون به دست آید. به عنوان روش جایگزین، می توان نمونه ای نماینده از فیلم عمل آوری شده را مستقیماً از لوله برداشت.

D.5.1.3 اپوکسی پودری نمونه ای نماینده از فیلم عمل آوری شده باید مستقیماً از لوله برداشت شود. 3 mg $\pm$ 10 mg را با دقت 0,1 mg وزن کنید. ظرف با درپوش آب بندی می شود. جرم نهایی را پس از آب بندی تعیین کنید. نمونه و نمونه مرجع را در سلول DSC قرار دهید و با گاز نیتروژن خشک، purge کنید. نمونه های برداشت شده از لوله هایی که ذخیره یا دفن شده اند، باید پیش از آزمون خشک شوند.

D.5.2 اندازه گیری چرخه های گرمایش زیر باید انجام شوند و برای نمونه های پودری، آزمون (a) به عنوان آزمون آماده سازی آغازین در نظر گرفته شود. نمونه های اپوکسی مایع باید با آزمون (b) آغاز شوند.

- آزمون (a): نمونه را با نرخ $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ تا $110^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ گرم کنید و به مدت 1,5 min نگه دارید، سپس نمونه را تا $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ سرد کنید.
- آزمون (b): نمونه را با نرخ $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ تا $275^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ گرم کنید، سپس نمونه را تا $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ سرد کنید. آن را به مدت 3 min در دمای $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ نگه دارید.
- آزمون (c): نمونه را با نرخ $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ تا $(T_g + 40^{\circ}\text{C})$ معمولاً 150°C گرم کنید، سپس نمونه را تا $25^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ سرد کنید. برای برخی اپوکسی‌ها، ممکن است طبق دستورالعمل سازنده اپوکسی به چرخه‌های گرمایش متفاوتی نیاز باشد. نمونه‌های برداشت‌شده از لوله‌هایی که ذخیره یا دفن شده‌اند، باید پیش از آزمون خشک شوند.

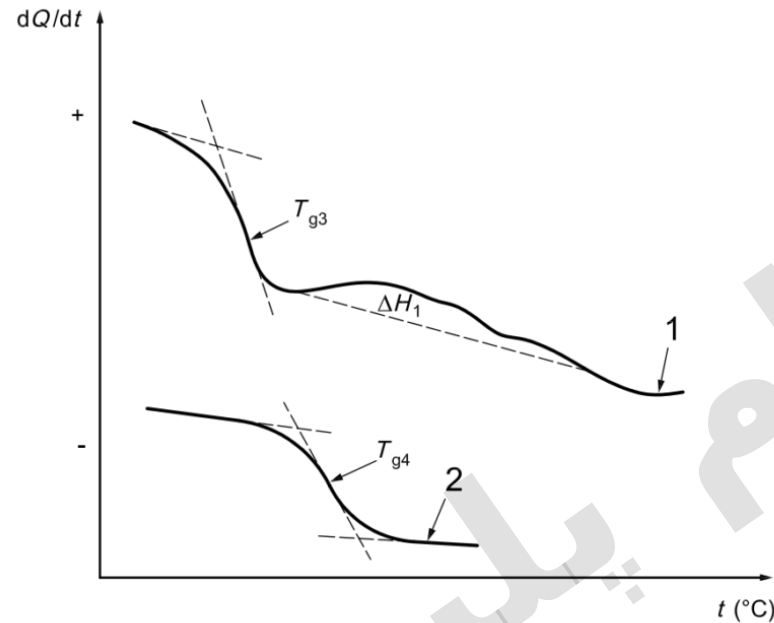
D.5.3 ارزیابی نتایج

D.5.3.1 دمای انتقال شیشه‌ای

دمای انتقال شیشه‌ای، T_g ، برای اپوکسی در آزمون‌های (b) و (c) به همان روش شکل D.2 محاسبه می‌شود؛ در این شکل، T_{g3} برابر T_g آزمون (b) در D.5.2 و T_{g4} برابر T_g آزمون (c) در D.5.2 است و همه برحسب درجه سلسیوس بیان می‌شوند.

برای پوشش‌ها، ΔT_g ، یعنی تغییر مقدار T_g ، را با استفاده از معادله (D.1) و مقادیر T_g تعریف‌شده در بند 1 تعیین کنید.

$$\Delta T_g = T_{g4} - T_{g3} \quad (D.1)$$



Key

- 1 run (b)
- 2 run (c)

Figure D.2 — Examples of thermal scans on coating

D.5.3.2 گرمای واکنش باقیمانده پوشش عمل‌آوری شده
گرمای واکنش گرمای، $H_{1\Delta}$ ، باید با انتگرال‌گیری از قله گرمای نمودار DSC آزمون (b) در شکل D.2 به دست آید.
در یک فیلم پوشش کاملاً عمل‌آوری شده، نباید هیچ گرمای واکنش باقیمانده‌ای مشاهده شود.

درصد تبدیل، C، که به صورت درصد بیان می‌شود، می‌تواند مطابق معادله (D.2) محاسبه شود:

$$C = \frac{\Delta H - \Delta H_1}{\Delta H} \times 100 \quad (D.2)$$

where

ΔH is the exothermic heat of reaction of the powder; run (b) in D.3.2;

ΔH_1 is the exothermic heat of reaction of the powder; run (b) in D 5.2.

D.6 نتایج و گزارش آزمون
اطلاعات زیر را برای ماده عمل‌نشده و عمل‌آوری‌شده ثبت کنید:
□ ارجاع به این بخش از ISO 21809;
□ نوع ماده و شماره بچ;
□ تاریخ آزمون;
□ نوع تجهیزات DSC;
□ برای اپوکسی پودری: $Tg1$, $Tg2$, ΔH ;
□ برای اپوکسی‌های مایع: $Tg2$, ΔH ;
□ برای فیلم پوشش عمل‌آوری‌شده: $Tg3$, $Tg4$, ΔTg , $\Delta H1$ و C.
□ آزمون پوشش تولیدی باید شامل شماره یا شناسه لوله نیز باشد.



دستگاه آزمون DSC مطابق ISO 21809-1

- مطابق با ASTM D3895 ISO11357 EN728 ASTM D3418 تا 300C
- شامل استانداردهای Tin و Ind به صورت پلت برای بررسی کالیراسیون
- 400 عدد ظرف آلومینیومی
- فلش دیسک نرم افزار (نرم افزار مبتنی بر Windows، شامل امکان تهیه گزارش در MS WORD)
- کنترل کننده جریان جرمی روتامتر برای N2 و O2
- شلنگ ها و کانکتورها
- نرم افزار همچنین امکان انتقال داده ها به نرم افزار Advantage UA Analysis برای تحلیل را دارد
- حسگرهای دما برای کنترل و اندازه گیری دمای نمونه
- اتصال جریان گاز purge به نمونه برای 2 نوع گاز
- دقت دما 0.1 C
- حساسیت: 3.6 to 4.0 $\mu\text{V/mW}$

- ثابت زمانی حسگر: 2.5 s
- دقت کالری متر $\pm 2\%$
- دقت کالری متری $\pm 0.5\%$ یا بهتر
- دو اتصال برای ورودی گاز purge به نمونه و 1 اتصال برای هوای خنک کننده
- پشتیبانی آنلاین از راه دور 7/24
- کنترل کننده جریان از نوع روتامتر است (نوع دیجیتال به عنوان گزینه ارائه می شود)