

کالری سنجی روبشی تفاضلی (DSC) -

بخش 6: تعیین زمان القای اکسایش (OIT هم‌دما) و دمای القای اکسایش (OIT دینامیکی) (ISO 11357-6:2008)

1 دامنه کاربرد

این بخش از ISO 11357 روش‌های تعیین زمان القای اکسایش (OIT هم‌دما) و دمای القای اکسایش (OIT دینامیکی) مواد پلیمری را به وسیله کالری سنجی روبشی تفاضلی (DSC) مشخص می‌کند. این استاندارد برای رزین‌های پلی‌الفینی که به صورت کاملاً پایدار شده یا کامپاند شده، چه به عنوان مواد اولیه و چه به عنوان محصولات نهایی، وجود دارند، کاربرد دارد. این روش ممکن است برای سایر پلاستیک‌ها نیز قابل استفاده باشد.

4 اصل روش

4.1 کلیات

مدتی که طی آن، یا دمایی که تا رسیدن به آن، سامانه پایدارکننده آنتی‌اکسیدانی موجود در نمونه آزمون از اکسایش جلوگیری می‌کند، اندازه‌گیری می‌شود؛ درحالی‌که نمونه آزمون در یک دمای مشخص به صورت هم‌دما نگه داشته می‌شود یا با نرخ ثابت، در اتمسفر اکسیژن یا هوا، حرارت می‌بیند. زمان یا دمای القای اکسایش، ارزیابی‌کننده سطح (یا درجه) پایداری ماده مورد آزمون است. دماهای آزمون بالاتر به زمان‌های القای اکسایش کوتاه‌تر منجر می‌شوند؛ نرخ‌های گرمایش سریع‌تر نیز دماهای القای اکسایش بالاتری ایجاد می‌کنند. زمان و دمای القای اکسایش به مساحت سطح نمونه آزمون در دسترس برای اکسایش نیز وابسته هستند. باید توجه داشت که آزمون‌های انجام‌شده در اکسیژن خالص، در مقایسه با آزمون‌های انجام‌شده در شرایط معمول هوای اتمسفری، زمان یا دمای القای اکسایش پایین‌تری ایجاد می‌کنند.

یادداشت: زمان یا دمای القای اکسایش می‌تواند نشان‌دهنده مقدار مؤثر آنتی‌اکسیدان موجود در نمونه آزمون باشد. با این حال، در تفسیر داده‌ها باید احتیاط کرد، زیرا سینتیک واکنش اکسایش تابعی از دما و خواص ذاتی افزودنی‌های موجود در نمونه است. برای مثال، نتایج زمان یا دمای القای اکسایش اغلب برای انتخاب فرمولاسیون بهینه رزین استفاده می‌شوند. آنتی‌اکسیدان‌های فزّار یا تفاوت در

انرژی‌های فعال‌سازی واکنش‌های اکسایش ممکن است نتایج ضعیفی برای زمان یا دمای القای اکسایش ایجاد کنند، حتی اگر آنتی‌اکسیدان‌ها در دمای موردنظر برای استفاده از محصول نهایی، عملکرد مناسبی داشته باشند.

4.2 زمان القای اکسایش (OIT هم‌دما)

نمونه آزمون و ماده مرجع با نرخ ثابت در محیط گازی بی‌اثر (جریان نیتروژن) گرم می‌شوند. پس از رسیدن به دمای مشخص، اتمسفر به اکسیژن یا هوا تغییر می‌کند و نرخ جریان در همان مقدار حفظ می‌شود. سپس نمونه آزمون در دمای ثابت نگه داشته می‌شود تا واکنش اکسایشی در منحنی حرارتی نمایان شود. OIT هم‌دما، فاصله زمانی بین آغاز جریان اکسیژن یا هوا و شروع واکنش اکسایشی است. شروع اکسایش با افزایش ناگهانی گرمای آزاد شده از نمونه آزمون مشخص می‌شود و ممکن است با کالری‌سنج رویشی تفاضلی (DSC) مشاهده شود. OIT هم‌دما مطابق با 9.6.1 تعیین می‌شود.

4.3 دمای القای اکسایش (OIT دینامیکی)

نمونه آزمون و ماده مرجع با نرخ ثابت، در اتمسفر اکسیژن یا هوا، گرم می‌شوند تا واکنش اکسایشی در منحنی حرارتی نمایان شود. OIT دینامیکی، دمای شروع واکنش اکسایشی است. شروع اکسایش با افزایش ناگهانی گرمای آزاد شده از نمونه آزمون مشخص می‌شود و ممکن است با کالری‌سنج رویشی تفاضلی (DSC) مشاهده شود. OIT دینامیکی مطابق با 9.6.2 تعیین می‌شود.

5 دستگاه و مواد

5.1 کلیات

همچنین به ISO 11357-1؛—، بند 5 مراجعه کنید.

زیربندهای 5.5 تا 5.8، حسب مورد، باید رعایت شوند (زیربندهای 5.7 و 5.8 فقط برای اندازه‌گیری‌های زمان القای اکسایش الزامی هستند).

5.2 دستگاه DSC

دستگاه DSC باید بتواند به حداکثر دمای حداقل 500°C برسد. برای اندازه‌گیری‌های زمان القای اکسایش، دستگاه باید بتواند پایداری همدمای $\pm 0,3^{\circ}\text{C}$ را در دمای آزمون و طی مدت آزمون، که معمولاً 60 min است، حفظ کند.

برای اندازه‌گیری‌های با دقت بالا، پایداری همدمای $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ توصیه می‌شود.

5.3 بوته‌ها

نمونه‌های آزمون باید در بوته‌های باز یا بسته دارای تهویه قرار داده شوند؛ به گونه‌ای که تماس بدون اختلال با اتمسفر اطراف امکان‌پذیر باشد. ترجیحاً بوته‌ها باید از آلومینیوم ساخته شوند. بوته‌های ساخته‌شده از مواد مختلف را می‌توان با توافق طرف‌های ذی‌نفع به کار برد.

یادداشت: ترکیب ماده بوته می‌تواند بر نتیجه آزمون زمان یا دمای القای اکسایش، از جمله هرگونه اثر کاتالیستی مرتبط، تأثیر قابل‌توجهی داشته باشد. نوع سامانه محفظه مورد استفاده به کاربرد موردنظر ماده آزمون‌شده بستگی دارد. پلی‌الفین‌های مورد استفاده در صنعت سیم و کابل معمولاً به بوته‌های مسی یا آلومینیومی نیاز دارند؛ درحالی‌که برای پلی‌الفین‌های مورد استفاده در کاربردهای ژئوممبران و فیلم‌های سد بخار، فقط از بوته‌های آلومینیومی استفاده می‌شود.

5.4 دبی‌سنج

برای کالیبراسیون جریان گاز، باید از وسیله‌ای برای اندازه‌گیری نرخ جریان، مانند روتامتر یا دبی‌سنج فیلم صابونی، به همراه شیر تنظیم جریان استفاده شود. تجهیزات کنترل‌کننده جریان جرمی باید در برابر یک وسیله جابه‌جایی مثبت کالیبره شوند.

5.5 اکسیژن

اکسیژن مورد استفاده باید دارای گرید فوق خلوص 99,5 % (کاملاً خشک) یا بهتر باشد.

هشدار – استفاده از گاز تحت فشار مستلزم جابه جایی ایمن و صحیح است. همچنین اکسیژن یک اکسیدکننده قوی است که احتراق را به شدت تسریع می کند. روغن و گریس را از تجهیزاتی که از اکسیژن استفاده می کنند یا حاوی اکسیژن هستند دور نگه دارید.

5.6 هوا

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

5.7 نیتروژن

نیتروژن مورد استفاده باید دارای گرید فوق خلوص 99,99 % (کاملاً خشک) یا بهتر باشد.

5.8 کلید انتخاب گاز و تنظیم کننده ها

دستگاه DSC مورد استفاده برای اندازه گیری های زمان القای اکسایش باید بین نیتروژن و اکسیژن یا هوا قابل تغییر باشد. فاصله بین نقطه تعویض گاز و سلول دستگاه ترجیحاً باید تا حد امکان کوتاه نگه داشته شود و زمان مرده کمتر از 1 min باشد تا حجم تعویض به حداقل برسد. بنابراین، در نرخ جریان 50 ml/min، حجم مرده باید کمتر از 50 ml باشد.

یادداشت: اگر زمان مرده مشخص باشد، می توان به دقت بیشتری دست یافت. یکی از روش های تعیین زمان مرده، انجام آزمون با استفاده از ماده ای غیرپایدار شده است که در حضور اکسیژن فوراً اکسید می شود. زمان القای حاصل از این آزمون، اصلاح لازم برای تعیین های بعدی OIT را فراهم می کند.

6 نمونه های آزمون

6.1 کلیات

به ISO 11357-1:—، بند 6 مراجعه کنید.

نمونه‌های آزمون باید دارای ضخامت ثابت $(100 \pm 650) \mu\text{m}$ و سطوح موازی باشند، صاف باشند و هیچ‌گونه پلیسه یا خراشی نداشته باشند.

یادداشت: بسته به ماده، سابقه فرایندی، ابعاد و شرایط سرویس آن، روش‌های آماده‌سازی نمونه و نمونه آزمون می‌توانند برای یکنواختی نتایج و اهمیت آن‌ها بسیار تعیین‌کننده باشند. علاوه بر این، نسبت سطح به حجم نمونه آزمون، یکنواخت نبودن نمونه آزمون، تنش‌های پسماند یا تماس ناکافی بین نمونه آزمون و بوت‌ه می‌تواند بر دقت آزمون اثر نامطلوب بگذارد.

اگر اندازه‌گیری پروفایل OIT در سراسر ضخامت نمونه آزمون موردنیاز باشد، ممکن است لازم باشد از نمونه‌های آزمونی با ضخامت بسیار کمتر از $650 \mu\text{m}$ استفاده شود. این موضوع باید در گزارش آزمون ذکر شود.

6.2 نمونه‌های آزمون حاصل از صفحات قالب‌گیری‌شده به روش فشاری

مطابق ISO 293 یا هر استاندارد مرتبط دیگر برای محصولات پلی‌الفینی، مانند ISO 1872-2 برای PE، ISO 1873-2 برای PP یا ISO 8986-2 برای PB-1، نمونه آزمون باید به صورت فشاری به شکل ورقه‌ای با ضخامت منطبق با 6.1 قالب‌گیری شود تا مورفولوژی و ضخامت یکنواخت نمونه آزمون حاصل شود. همچنین می‌توان نمونه آزمونی با ضخامت مناسب را از یک صفحه فشاری ضخیم‌تر برش داد. اگر در استاندارد محصول مربوطه زمان گرمایش مشخص نشده باشد، گرمایش در دمای قالب‌گیری باید به 5 min محدود شود. ترجیحاً باید از گردبر استفاده شود تا دیسکی با قطر کمی کمتر از قطر داخلی بوت‌ه نمونه، از صفحه پانچ شود. دیسک‌های نمونه آزمون باید آن‌قدر کوچک باشند که به صورت صاف در بوت‌ه قرار گیرند و برای افزایش جرم نباید روی هم چیده شوند.

یادداشت: جرم نمونه آزمون به قطر دیسک بستگی دارد. برای قطر معمول $5,5 \text{ mm}$ ، جرم دیسک‌های نمونه آزمون برش‌خورده از ورقه، بسته به چگالی ماده، تقریباً 12 mg تا 17 mg خواهد بود.

6.3 نمونه‌های آزمون حاصل از صفحات قالب‌گیری شده تزریقی یا اکستروژنه از مذاب

نمونه‌های آزمون را می‌توان از نمونه‌های قالب‌گیری شده تزریقی با ضخامت منطبق با 6.1 نیز تهیه کرد؛ برای مثال، نمونه‌هایی که مطابق ISO 294-3 یا هر استاندارد مرتبط دیگر برای محصولات پلی‌الفینی، مانند ISO 1872-2 برای PE، ISO 1873-2 برای PP یا ISO 8986-2 برای PB-1، آماده شده‌اند. ترجیحاً باید از گردبر استفاده شود تا دیسکی با قطر کمی کمتر از قطر داخلی بوته نمونه پانچ شود.

نمونه‌های آزمون را می‌توان از اکستروژنات دستگاه شاخص جریان مذاب نیز برش داد. در این حالت، نمونه آزمون باید عمود بر طول اکستروژنات برش داده شود. برای اطمینان از عاری بودن نمونه آزمون از حفره‌ها، باید بازرسی چشمی انجام شود. ترجیحاً باید از میکروتوم برای برش نمونه‌های آزمون با ضخامت ثابت

$(100 \pm 650) \mu\text{m}$ استفاده شود.

6.4 نمونه‌های آزمون حاصل از قطعات نهایی

لوله‌ها و اتصالات نمونه‌هایی از این قطعات هستند. قطعات دیسکی‌شکل باید مطابق استاندارد ارجاع‌شده از قطعه نهایی بریده شوند تا نمونه‌های آزمون با ضخامت $(100 \pm 650) \mu\text{m}$ به دست آیند.

روش زیر برای آماده‌سازی نمونه‌های آزمون از قطعات نهایی با دیواره ضخیم توصیه می‌شود: با استفاده از مته مغزه‌گیر که به‌صورت شعاعی از میان دیواره هدایت می‌شود، مقطعی از دیواره تهیه کنید؛ قطر مغزه باید کمی کمتر از قطر داخلی بوته نمونه باشد. مراقب باشید نمونه آزمون هنگام برش بیش از حد گرم نشود. دیسک‌هایی با ضخامت مشخص را از مغزه، ترجیحاً با استفاده از میکروتوم، برش دهید. اگر اثرات سطحی اهمیت اصلی دارند، دیسک‌ها را از سطوح داخلی و خارجی برش داده و آن‌ها را به‌گونه‌ای آزمون کنید که سطح اصلی به سمت بالا قرار گیرد. اگر ویژگی‌های ماده پایه موردنظر است، با برداشتن سطوح خارجی و داخلی، یک دیسک از بخش میانی برش دهید.

8 کالیبراسیون

8.1 زمان القای اکسایش (OIT هم‌دما)

باید از روش کالیبراسیون اصلاح‌شده دونقطه‌ای استفاده شود. برای پلی‌الفین‌ها می‌توان از ایندیم و قلع به عنوان مواد کالیبراسیون استفاده کرد، زیرا نقاط ذوب آن‌ها محدوده دمای تحلیل مشخص‌شده (180°C تا 230°C) را دربر می‌گیرد. در صورت بررسی سایر پلاستیک‌ها، ممکن است به مواد کالیبراسیون دیگری نیاز باشد. دستگاه باید مطابق ISO 11357-1:—، بند 8، کالیبره شود. کالیبراسیون باید در شرایط نیتروژن و با استفاده از بوتله‌های بسته انجام شود.

اگر روش کالیبراسیون اصلاح نرخ گرمایش را فراهم نمی‌کند، باید از پروفایل‌های ذوب زیر استفاده شود:
ایندیم: دمای محیط تا 145°C با نرخ 10°C/min ، از 145°C تا 165°C با نرخ 1°C/min
قلع: دمای محیط تا 220°C با نرخ 10°C/min ، از 220°C تا 240°C با نرخ 1°C/min

9 روش اجرا

9.1 راه‌اندازی دستگاه

به ISO 11357-1:—، زیربند 9.1 مراجعه کنید.

9.2 قرار دادن نمونه آزمون در بوتله

به ISO 11357-1:—، زیربند 9.2 مراجعه کنید.

اگر نمونه آزمون از سطح داخلی یا خارجی یک لوله یا اتصال بریده شده باشد، باید در بوتله به گونه‌ای قرار گیرد که سطح موردنظر رو به بالا باشد. نمونه آزمون باید با دقت $\pm 0,5\text{ mg}$ توزین شود، زیرا جریان گرما در این حالت موضوع اصلی موردنظر نیست. دیسک نمونه آزمون در بوتله مناسب قرار داده می‌شود. اگر استفاده از دریوش ضروری باشد، باید دریوش سوراخ شود تا جریان اکسیژن یا هوا به نمونه آزمون امکان‌پذیر شود. بوتله‌ها نباید آب‌بندی

شوند، مگر اینکه تهویه داشته باشند.

9.3 قرار دادن بوته‌ها

به ISO 11357-1:—، زیربند 9.3 مراجعه کنید.

9.4 جریان نیتروژن، هوا و اکسیژن

نرخ جریان گاز پاک‌سازی نیتروژن یا هوا که برای اندازه‌گیری‌ها و کالیبراسیون استفاده می‌شود باید یکسان باشد. هرگونه تغییر در نرخ جریان، مستلزم کالیبراسیون مجدد است. نرخ معمول جریان گاز پاک‌سازی (5 ± 50) ml/min است.

نرخ جریان گاز اکسیدکننده باید با نرخ مورد استفاده برای نیتروژن یکسان باشد.

9.5 تنظیم حساسیت

حساسیت دستگاه باید به‌گونه‌ای تنظیم شود که اختلاف ارتفاع عمودی در منحنی تغییر پله‌ای، 50 % یا بیشتر از کل مقیاس دستگاه ثبت‌کننده باشد. دستگاه‌های تحت کنترل رایانه به این تنظیم نیاز ندارند.

9.6 انجام اندازه‌گیری

9.6.1 زمان القای اکسایش (OIT هم‌دما)

بوته‌های نمونه آزمون و مرجع را در دمای محیط بارگذاری کنید. پیش از آغاز چرخه گرمایش، دستگاه را به مدت 5 min با نیتروژن پاک‌سازی اولیه کنید.

گرمایش برنامه‌ریزی شده نمونه آزمون تحت جریان نیتروژن باید از دمای محیط آغاز شده و با نرخ $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ تا دمای آزمون ادامه یابد. ترجیحاً دماهای آزمون هم‌دما باید به مقادیر کامل 10°C انتخاب شوند و فقط با گام‌های کامل 10°C تغییر کنند. سایر دماهای آزمون را می‌توان طبق استاندارد مرجع یا با توافق طرف‌های ذی‌نفع به کار برد. به‌ویژه، نمونه‌های آزمونی که زمان القای اکسایش آن‌ها کمتر از 10 min است باید در دمای پایین‌تر دوباره آزمون شوند. نمونه‌های آزمونی که زمان القای اکسایش آن‌ها بیشتر از 60 min است باید در دمای بالاتر مجدداً آزمون شوند.

پس از رسیدن به دمای تنظیم شده، گرمایش برنامه‌ریزی شده متوقف شود و نمونه آزمون به مدت 3 min در دمای تنظیم شده به تعادل برسد. ثبت‌کننده را روشن کنید.

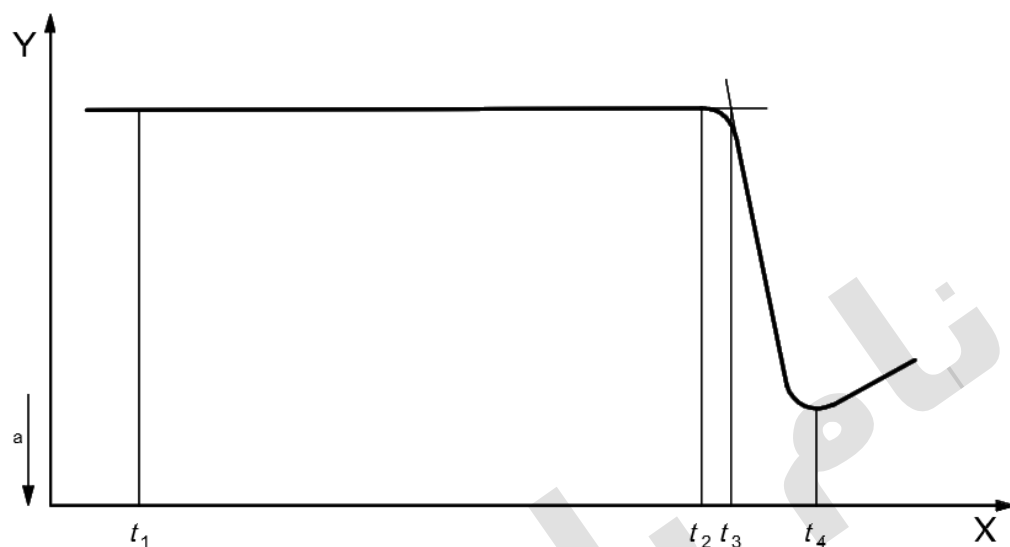
پس از سپری شدن زمان تعادل، گاز را با اکسیژن یا هوا، با نرخ جریان یکسان با نرخ مورد استفاده برای نیتروژن، تعویض کنید. این نقطه تغییر به جریان اکسیژن یا هوا باید به عنوان زمان صفر آزمون علامت‌گذاری شود.

عملیات هم‌دما باید تا حداقل 2 min پس از نمایش تندترین نقطه گرمایی ادامه یابد (شکل 1 را ببینید). همچنین می‌توان آزمون را هنگامی پایان داد که الزامات زمانی مندرج در مشخصات محصول یا مورد توافق طرف‌های ذی‌نفع برآورده شده باشد.

پس از پایان آزمون، انتخاب‌گر گاز باید دوباره روی نیتروژن قرار گیرد و دستگاه تا دمای محیط سرد شود. اگر آزمون دیگری در حال انجام باشد، سرد کردن سلول دستگاه تا دمای کمتر از 60°C کافی است.

تعداد آزمون‌های انجام شده روی هر نمونه باید با توافق طرف‌های ذی‌نفع تعیین شود. ترجیحاً نمونه‌های آزمون باید به صورت تکراری آزمون شوند و میانگین حسابی، همچنین مقادیر کمینه و بیشینه، گزارش شوند.

یادداشت: زمان القای اکسایش تابع پیچیده‌ای از دما و افزودنی‌های موجود در پلیمر است. بنابراین، برون‌یابی یا مقایسه داده‌های به دست آمده در دماهای مختلف معتبر نیست، مگر اینکه با نتایج تجربی توجیه شود.



Key

X time
Y heat flow rate

t_1 changeover to oxygen or air (time zero)
 t_2 onset of oxidation
 t_3 intercept point determined by tangent method (oxidation induction time)
 t_4 time to oxidation peak

a Exothermic.

Figure 1 — Schematic oxidation induction time curve — Tangent method of analysis

9.6.2 دمای القای اکسایش (OIT دینامیکی)

پیش از آغاز چرخه گرمایش، دستگاه باید به مدت 5 min با گاز پاکسازی مورد استفاده برای اندازه‌گیری، یعنی اکسیژن یا هوا، پیش‌پاک‌سازی شود؛ درحالی‌که بوته‌های نمونه آزمون و مرجع در دمای محیط بارگذاری شده‌اند.

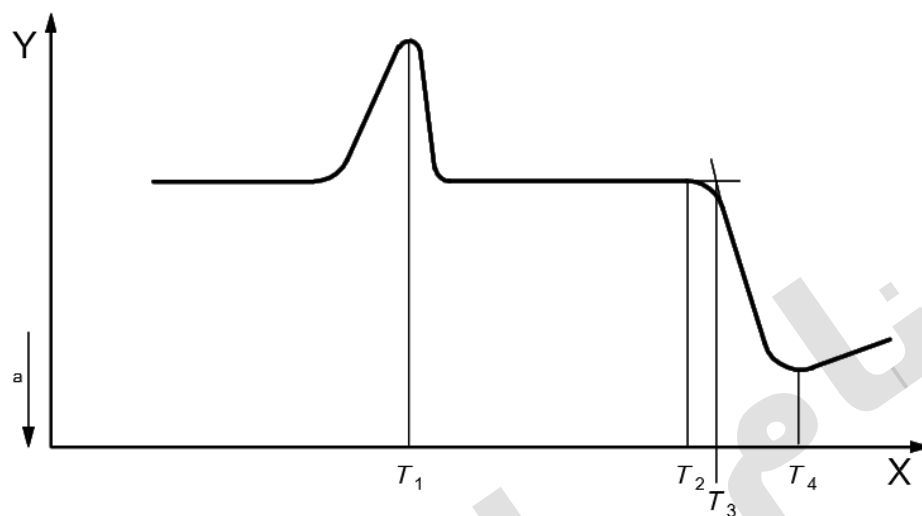
گرمایش برنامه‌ریزی‌شده نمونه آزمون تحت جریان اکسیژن یا هوا باید از دمای محیط آغاز شده و تا دمایی حداقل 30°C بالاتر از تندترین نقطه گرم‌سازی ادامه یابد (شکل 2 را ببینید). نرخ‌های گرمایش ترجیحی 10°C/min و 20°C/min هستند. همچنین می‌توان آزمون را هنگامی پایان داد که الزامات دمایی مندرج در مشخصات محصول یا مورد توافق طرف‌های ذی‌نفع برآورده شده باشد.

پس از پایان آزمون، دستگاه باید تا دمای محیط سرد شود. اگر آزمون دیگری در حال انجام باشد، سرد کردن سلول دستگاه تا دمای کمتر از 60°C کافی است.

تعداد آزمون‌های انجام‌شده روی هر نمونه باید با توافق طرف‌های ذی‌نفع تعیین شود. ترجیحاً نمونه‌های آزمون باید به صورت تکراری آزمون شوند و میانگین حسابی، همچنین مقادیر کمینه و بیشینه، گزارش شوند.

9.7 تمیزکاری

تمیز کردن سلول اندازه‌گیری دستگاه DSC از آلودگی‌ها، با گرم کردن آن تا حداقل 500°C به مدت 5 min در هوا یا اکسیژن، باید در فواصل تعیین‌شده در روش تأیید صلاحیت مربوطه یا در صورت مشاهده نتایج مغایر انجام شود. به عنوان یک اقدام احتیاطی، فواصل تمیزکاری باید با اصول صحیح کار در آزمایشگاه مطابقت داشته باشند.



Key

X temperature
Y heat flow rate

T_1 melting temperature of polymer
 T_2 onset of oxidation
 T_3 intercept point determined by tangent method (oxidation induction temperature)
 T_4 temperature of oxidation peak

a Exothermic.

Figure 2 — Schematic oxidation induction temperature curve — Tangent method of analysis

10 بیان نتایج

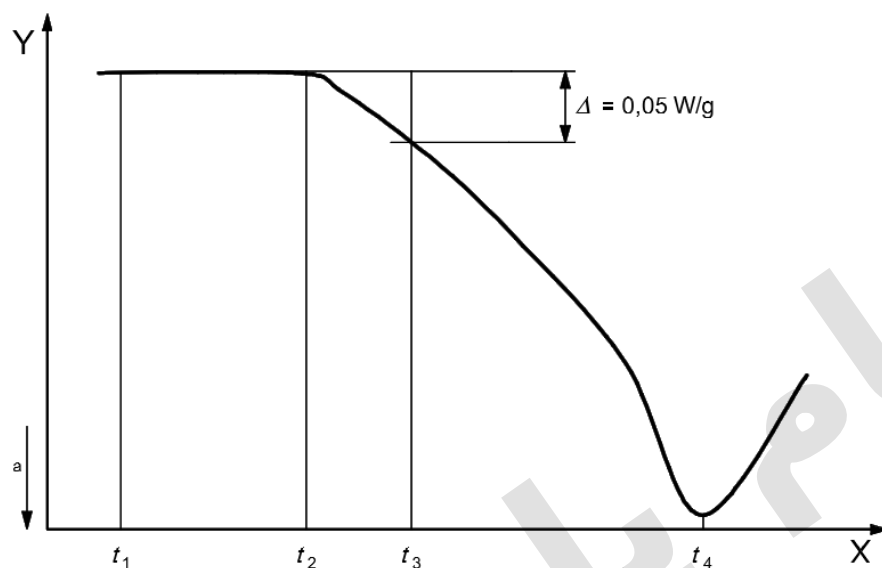
داده‌ها باید به گونه‌ای رسم شوند که نرخ جریان گرما روی محور Y و زمان یا دما، حسب مورد، روی محور X قرار گیرد. در ارزیابی دستی، برای تسهیل تحلیل باید محور X تا حد امکان بزرگ‌نمایی شود.

خط پایه ثبت شده باید بسیار فراتر از شروع گرمزایی واکنش اکسایشی امتداد داده شود. تندترین شیب خطی این گرمزایی باید برون‌یابی شود تا خط پایه امتدادیافته را قطع کند (شکل 1 یا 2 را ببینید). نقطه تقاطع که بیانگر زمان یا دمای القای اکسایش است، باید با تفکیک‌پذیری سه رقم معنادار اندازه‌گیری شود.

روش مماسی شرح داده شده در بالا، روش ترجیحی برای تعیین نقطه تقاطع است؛ اما اگر قله گرمازا دارای لبه پیشرو باشد، انتخاب مماس مناسب برای گرمزایی ممکن است دشوار شود. قله‌های گرمازا با لبه پیشرو ممکن است در صورت آهسته بودن واکنش اکسایش ایجاد شوند. اگر انتخاب شیب مناسب برای استفاده در روش مماسی واضح نباشد، می‌توان از روش آفست استفاده کرد. خط پایه دومی باید موازی با خط پایه اول و در فاصله آستانه 0,05 W/g (شکل 3 یا 4 را ببینید) از خط پایه اول رسم شود (پاراگراف بعد را ببینید). محل تقاطع این خط دوم با سیگنال گرمزایی به عنوان شروع اکسایش تعریف می‌شود.

ترموگرام‌های دارای لبه پیشرو می‌توانند ناشی از آماده‌سازی نامناسب نمونه آزمون نیز باشند؛ یعنی نمونه‌های آزمون دارای ضخامت‌های متفاوت باشند، صاف نباشند یا دارای پلیسه و خراش باشند. بنابراین، پیش از به کارگیری روش آستانه شرح داده شده برای ارزیابی نتایج، توصیه می‌شود اسکن تکرار شود و اطمینان حاصل گردد که تمام الزامات نمونه آزمون شرح داده شده در بند 6 به درستی رعایت شده‌اند تا شکل لبه پیشرو ترموگرام تأیید شود.

روش‌های دیگر یا مقادیر دیگری برای فاصله آستانه از خط پایه را می‌توان با توافق طرف‌های ذی‌نفع به کار برد.



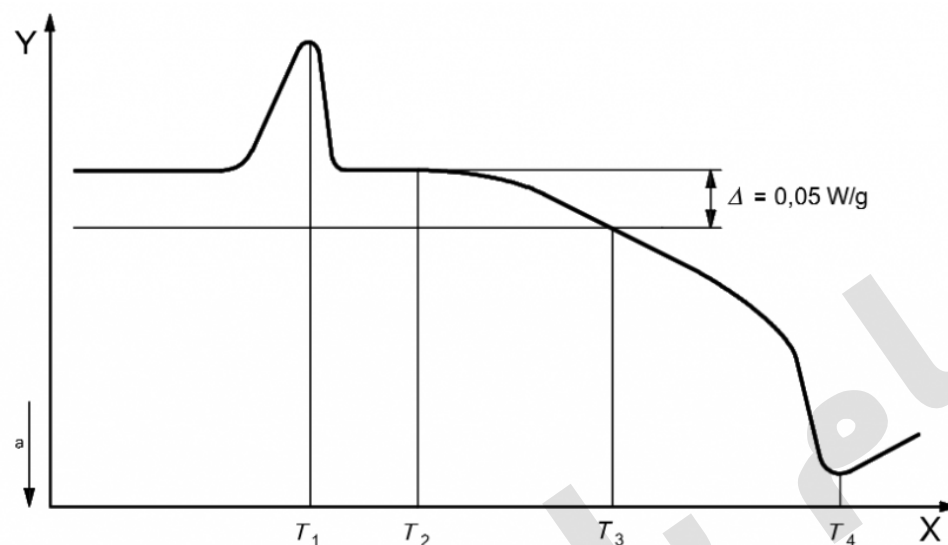
Key

X time
Y heat flow rate

t_1 changeover to oxygen or air (time zero)
 t_2 onset of oxidation
 t_3 intercept point determined by offset method (oxidation induction time)
 t_4 time to oxidation peak

a Exothermic.

Figure 3 — Oxidation induction time curve with leading edge — Offset analysis method



Key

X temperature
Y heat flow rate

T_1 melting temperature of polymer

T_2 onset of oxidation

T_3 intercept point determined by offset method (oxidation induction temperature)

T_4 temperature of oxidation peak

a Exothermic.

Figure 4 — Oxidation induction temperature curve with leading edge — Offset analysis method



(... نقطه ذوب، Tg، OIT، DSC کالری سنج روبشی تفاضلی)

دستگاه DSC برای تعیین زمان القای اکسایش سامانه‌های لوله پلیمری و لوله‌های محافظ، همچنین عناصر قالب‌گیری شده ساخته شده از پلی‌الفین. مناسب برای تعیین OIT، نقطه ذوب، Tg و ...

- مطابق با ASTM D3895 ISO11357 EN728 ASTM D3418
- تا 300C محدوده‌های دمایی دیگر بنا بر درخواست مشتری: 500C، 600C، ...)
- شامل پلت‌های استاندارد قلع و ایندیم برای بررسی کالیبراسیون
- 400 عدد تستک آلومینیومی
- لوح فشرده نرم‌افزار (نرم‌افزار مبتنی بر Windows، شامل امکان تهیه گزارش در WORD)
- کنترل‌کننده جرمی جریان روتامتر N2 و O2
- شلنگ‌ها و رابط‌ها
- نرم‌افزار همچنین امکان خروجی‌گیری داده‌ها به نرم‌افزار advantage برای تحلیل را دارد
- سلول اندازه‌گیری DSC مطابق اصل شار حرارتی
- حسگرهای دما برای کنترل و نمونه‌برداری دما

- اتصال جریان گاز پاک سازی به نمونه برای 2 نوع گاز
- دقت دما 0.1 C
- حساسیت: 3.6 تا 4.0 $\mu\text{V}/\text{mW}$
- ثابت زمانی حسگر: 2.5 s
- دقت کالری سنج $\pm 2\%$
- دقت کالری متری $\pm 0.5\%$ یا بهتر
- دو اتصال برای ورودی گاز پاک سازی به نمونه و 1 اتصال برای هوای خنک کننده
- نرم افزار ارائه شده است