



HPDSC HPOIT

4. خلاصه روش آزمون

4.1 نمونه آزمون مورد آزمایش و ماده مرجع متناظر، از دمای اتاق با نرخ ثابت، در محیط اکسیژن با فشار بالا و بدون جریان پاک سازی، در فشار مشخص گرم می شوند. هنگامی که دمای تعیین شده به دست آمد، نمونه آزمون در همان دما نگه داشته می شود تا واکنش اکسیداسیون در منحنی حرارتی ظاهر شود. OIT فاصله زمانی از شروع آزمون برنامه دما تا آغاز واکنش اکسیداسیون است.

4.2 در این روش، برای تسریع واکنش و کاهش زمان تحلیل، از فشار بالای اکسیژن استفاده می شود.

4.3 مگر آنکه به گونه ای دیگر مشخص شده باشد، دمای مورد استفاده در این روش آزمون باید 150°C باشد و فشار محفظه باید با استفاده از شرایط آزمون حجم ثابت، در مقدار 3.4 MPa (500 psi) حفظ شود.

5. اهمیت و کاربرد

5.1 زمان القای اکسیداسیون، ویژگی محصول پلی الفینی کامپاند شده ای است که نه تنها به نوع و مقدار افزودنی های موجود، بلکه به نوع رزین نیز وابسته

است. در سامانه‌های پایدار، این روش آزمون را می‌توان به عنوان معیاری برای کنترل کیفیت و پایش پایداری سازی ژئوسنتتیک‌ها هنگام دریافت از تأمین‌کننده به کار برد.

5.2 هنگامی که از این روش آزمون برای مقایسه فرمولاسیون‌های مختلف ژئوممبران حاوی بسته‌های آنتی‌اکسیدانی متفاوت استفاده می‌شود، نتایج تنها در دمای آزمون معتبر تلقی خواهند شد.

5.3 این روش آزمون به عنوان یک آزمون ژئوسنتتیک در نظر گرفته شده است. استفاده از مقدار OIT برای برآورد طول عمر ژئوممبرانی که نمونه آزمون از آن برداشته شده است، در این روش بررسی نشده و نباید برای این منظور استفاده شود.

5.3.1 اندازه‌گیری OIT یک آزمون پیرسازی حرارتی شتاب‌یافته است و از این رو، تفسیر داده‌های حاصل، در صورت انجام توسط اپراتور کم‌تجربه، ممکن است گمراه‌کننده باشد. در تفسیر داده‌ها باید احتیاط شود، زیرا سینتیک واکنش اکسیداسیون تابعی از دما و خواص افزودنی‌های موجود در نمونه ژئوسنتتیک است. برای مثال، مقادیر OIT اغلب برای انتخاب فرمولاسیون بهینه رزین استفاده می‌شوند. با این حال، برخی آنتی‌اکسیدان‌ها ممکن است نتایج OIT ضعیفی ایجاد کنند، حتی اگر در دمای کاربرد مورد نظر خود مناسب باشند و بالعکس.

5.4 این روش آزمون را می‌توان برای اهداف دیگری مانند کنترل تولید و تحقیق و توسعه نیز به کار برد.

5.5 زمان القای اکسیداسیون به شدت به دمای آزمون و فشار جزئی اکسیژن وابسته است. هرچه دمای آزمون یا فشار جزئی اکسیژن، یا هر دو، بیشتر باشد، زمان القای اکسیداسیون کوتاه‌تر خواهد بود.

5.5.1 با این حال، استفاده از دمای بالای آزمون ممکن است آثار نامطلوبی داشته باشد. نخستین مورد، احتمال تبخیر بسته‌های افزودنی مورد استفاده برای پایداری سازی مواد آزمون است.

دومین مورد، احتمال تأثیر سازوکارهای شیمیایی‌ای است که در شرایط بهره‌برداری نهایی اهمیت ندارند.

5.5.2 این روش آزمون از فشار بالای اکسیژن برای تسریع دوره آزمون، همراه با استفاده از دماهای پایین‌تر آزمون برای محافظت از بسته‌های افزودنی، بهره می‌گیرد.

5.6 نتایج این روش آزمون ممکن است با نتایج حاصل از سایر اندازه‌گیری‌های OIT، مانند روش آزمون D 3895 یا روش‌های آزمون D 4565، همبستگی داشته یا نداشته باشند.

6. دستگاه

6.1 **تفاضلی بین نمونه آزمون و نمونه مرجع نیاز است.** دستگاه باید بتواند دمای نمونه را با دقت 61°C اندازه‌گیری کند و هم‌زمان دمای تنظیم‌شده را با دقت 60.5°C حفظ نماید.

یادداشت 1—دستگاه‌های مدرن رایانه‌محور مجهز به حالت‌های «isotrack»، کنترل مناسب دمای نمونه آزمون را فراهم می‌کنند.

6.2 **به صورت سیگنال‌های خروجی کالری‌مترهای پویشی تفاضلی در 6.1، نمایش دهد.** ثابت یا هر دستگاه خروجی ثبت‌کننده دیگری که بتواند جریان حرارتی را روی محور Y در برابر زمان روی محور X،

6.3 **فشار داخلی سلول را پایش کند و امکان تخلیه دستی فشار برای حفظ سطح موردنظر را فراهم سازد.** DSC **capable of maintaining** واحدی فشار. $\text{up to } 3.4 \text{ MPa (500 psig)}$ سامانه باید به فشارسنجی مجهز باشد که

یادداشت 2—فشارسنج باید در $3.4 \text{ MPa (500 psig)}$ از دقت 2 % برخوردار باشد. یادداشت 3—تمام فشارها در این روش آزمون نسبت به

فشار اتمسفر نشان داده می‌شوند؛ یعنی فشار «گیج» هستند.

6.4. سیلندرهای فولاد زنگ‌نزن با قطر 6.0 تا 7.0 mm، با حساسیت 0.1-mg، با استفاده از یک لوله فولاد زنگ‌نزن به سلول با فشار بالا متصل شود. رگولاتور فشاری capable of regulating a فشار up to 5.5 MPa (800 psi) خروجی سیلندر باید با استفاده از یک لوله فولاد زنگ‌نزن به سلول با فشار بالا متصل شود.

6.5. سیلندرهای فولاد زنگ‌نزن، با حساسیت 0.1-mg.

6.6. سیلندرهای آلومینیومی چربی‌زدایی‌شده، با قطر 6.0 تا 7.0 mm.

6.7. سیلندرهای فولاد زنگ‌نزن، متنه چوب‌پنبه یا پانچ کماتی که دیسک‌های 6.3-(0.25-in.) mm تولید کند.

7. معرف‌ها و مواد

7.1. تمام معرف‌های شیمیایی مورد استفاده در این روش آزمون باید، مگر آنکه به‌گونه‌ای دیگر مشخص شده باشد، گرید تحلیلی باشند.

7.2. سیلندرهای فولاد زنگ‌نزن، برای تمیزکردن پهن‌های نمونه آزمون و لوله‌های فولاد زنگ‌نزن؛ به 8.2 و 8.3 مراجعه شود.

7.3. سیلندرهای فولاد زنگ‌نزن (99.999 %)، برای اهداف کالیبراسیون؛ به 9.1 مراجعه شود.

7.4. سیلندرهای فولاد زنگ‌نزن، با خلوص >99.5 % برای اتمسفر آزمون.

8. احتیاط‌ها

8.1 اکسیژن یک اکسیدکننده قوی است که احتراق را به شدت تسریع می‌کند. روغن و گریس را از تجهیزاتی که از اکسیژن استفاده می‌کنند یا حاوی اکسیژن هستند دور نگه دارید.

8.2 لوله فولاد زنگ‌نزن متصل‌کننده سلول با فشار بالا به سیلندر اکسیژن باید پیش از اتصال به سلول، به‌طور کامل با هگزان (یا استون) تمیز و سپس خشک شود.

8.3 تمام نگهدارنده‌های نمونه آزمون باید پیش از استفاده در آزمون، با شست‌وشو با هگزان (یا استون) تمیز و سپس خشک شوند.

8.4 استفاده از اکسیژن تحت فشار مستلزم رعایت روش‌های مناسب و دقیق جابه‌جایی و کاربری است. کاربر این روش آزمون باید با احتیاط‌های شرح‌داده‌شده در راهنمای G88 آشنا باشد.

9. نمونه‌برداری

9.1 با استفاده از کاتر سوراخ‌کاری، مته چوب‌پنبه یا پانچ، چندین نمونه آزمون گرد با قطر 6.3 mm (0.25-in.) از نمونه ژئوسنتتیک آزمون ب‌یرید.

9.2 این قطعات موتاژشده را به روش قالب‌گیری فشاری به یک صفحه یکنواخت با ضخامت 0.25 mm (10 mil) تبدیل کنید (به Practice D 4703 مراجعه شود).

یادداشت 4—دمایی که قالب‌گیری در آن انجام می‌شود ممکن است برابر یا بیشتر از دمای آزمون این روش 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 کمترین دمای ممکن و در سریع‌ترین زمان انجام شود.

9.3 با استفاده از کاتر سوراخ‌کاری یا پانچ با قطر 6.3 mm، نمونه آزمون‌ها را از صفحه برش دهید.

(in.-0.25).

10. کالیراسیون

10.1 با استفاده از روش آزمون E 967، کالری متر پویشی تفاضلی را از طریق فلز ایندیم و با نرخ گرمایش $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ از 145°C تا 165°C کالبره کنید.

10.1.1 مرحله کالیراسیون را حداقل ماهی یکبار یا هر زمان که تغییراتی در آرایش آزمایشی ایجاد شده است، انجام دهید.

11. روش اجرا

یادداشت 5—روش های آماده سازی نمونه آزمون ممکن است برای محصولات ژئوسنتیک پلی الفینی مختلف، مانند ژئوممبران ها، ژئونت ها، ژئوگریدها یا ژئوتکستایل ها، متفاوت باشد.

11.1 نمونه آزمونی با جرم 5 تا 6 mg 1 آماده کنید.

11.2 نمونه آزمون وزن شده را در پَن تمیز نمونه آزمون قرار دهید.

11.3 پَن های نمونه آزمون و مرجع را درون سلول قرار دهید.

یادداشت 6—در این روش آزمون از پَن های باز استفاده می شود.

11.4 صفحه بالایی محفظه آزمون را محکم کنید و سامانه سلول را سفت نمایید.

11.5 پس از عبور قله گرمای اکسیداسیون از بیشینه خود، آزمون را خاتمه دهید.

11.6 پس از تکمیل آزمون، با بازکردن تدریجی شیر تخلیه فشار، فشار را □□□□□□ آزاد کنید.

یادداشت 7—تخلیه کامل فشار معمولاً 30 تا 60 s زمان می‌برد.

11.7 پس از هر سه تا چهار آزمون، سلول دستگاه را با واجذب حرارتی تمیز کنید تا مواد آلی تجمع‌یافته حذف شوند و عملکرد ایمن تضمین شود.

یادداشت 8—سلول DSC باید با نگه‌داشتن آن در دمای 400°C به مدت 3 min، در اتمسفر هوا یا اکسیژن، تمیز شود.

12. پاسخ تحلیل

12.1 داده‌ها را به‌گونه‌ای رسم کنید که سیگنال جریان حرارتی روی محور y در برابر زمان روی محور x قرار گیرد.

12.2 مقدار OIT را به روش زیر تعیین کنید:

12.2.1 داده‌ها را با حساسیت کافی محور y رسم کنید تا گرمازای کامل اکسیداسیون نمایش داده شود. حساسیت تمام‌مقیاس 5 W/g معمولاً کافی است.

12.2.2 خط پایه افقی ایجادشده پیش از شروع اکسیداسیون را امتداد دهید.

یادداشت 9—برای گرمازای اکسیداسیونی که در آغاز اکسیداسیون دارای یک قله شانه‌ای کوچک است، خط پایه سیگموئیدی ممکن است مناسب‌تر از خط پایه مستقیم باشد.

12.2.3 در نقطه عطف قله گرمازا یک خط مماس رسم کنید و آن را تا محل تقاطع با خط پایه امتداد دهید.

12.2.4 زمان در محل تقاطع، که از آغاز برنامه دما و از دمای محیط اندازه‌گیری می‌شود، آغاز تخریب اکسیداسیونی است و به‌عنوان مقدار OIT در نظر

گرفته می شود.

12.2.5 مقدار OIT را مطابق شکل 1 اندازه گیری کنید.

12.3 مقدار OIT را برای یک نمونه آزمون گزارش کنید.

یادداشت 10—اگر انجام آزمون های تکراری از سوی طرف های ذی ربط الزامی باشد، باید مقدار میانگین به عنوان نماینده ماده مورد ارزیابی محاسبه شود.

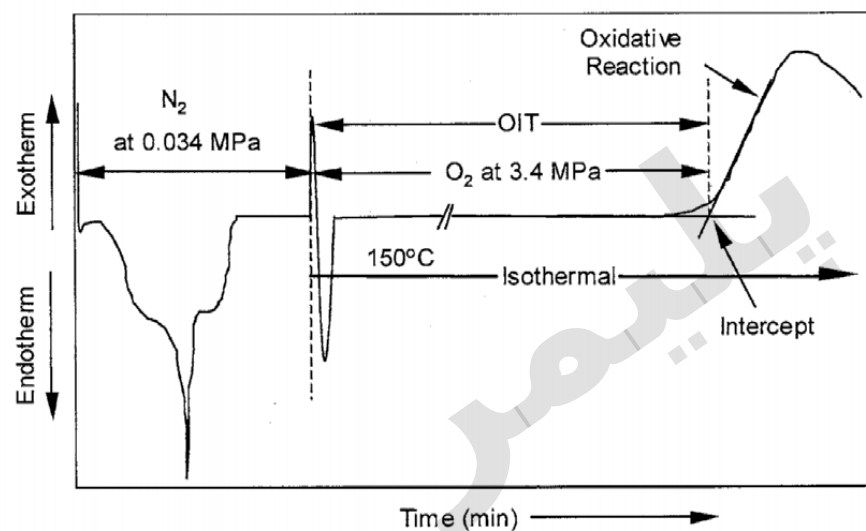


FIG. 1 Testing Temperature Curve

<https://ahp-makina.com/shop/high--oit-tester-for-pe/>

آوا هونام پلیمر