



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۹۳۱۶-۱

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

19316-1

1st. Edition

2015

لوله‌های PVC صلب - روش گرماسنجی
روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۱:
اندازه‌گیری دمای فرآورش

**Rigid PVC pipes - Differential scanning
calorimetry (DSC) method - Part 1:
Measurement of the processing temperature**

ICS:23. 040. 20

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال میشود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادهای در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل میدهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱ کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی برای محصولات کشور، اجرای استانداردهای کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آنها اعطا و بر عملکرد آنها نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International organization for Standardization

2- International Electro technical Commission

3- International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrology Legal)

4- Contact point

5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
«لوله‌های PVC صلب- روش گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) -
قسمت ۱: اندازه‌گیری دمای فرآورش»

رئیس:

آریا نسب، فزه
(دکتری شیمی آلی)

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

بیگلری، حسن
(کارشناس ارشد شیمی تجزیه)

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

حسینی، مجتبی
(کارشناس ارشد شیمی آلی)

شرکت بندر آبادان ده هزار

حکمتیان، علی اصغر
(کارشناس شیمی)

شرکت نگین طیف پارس

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

اداره کل استاندارد استان همدان

صنعتگر، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

شرکت رویان پژوهان سینا

عندلیبی، مریم
(کارشناس شیمی)

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه راک

فرهادی، ذکریا
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت فرایل جم

وثیقی پیرایش، مهدی
(کارشناس شیمی)

شرکت ارکان لوله

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
۵	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ اصطلاحات و تعاریف
۲	۳ اصول آزمون
۲	۴ وسایل
۲	۵ آماده‌سازی آزمون‌ها و آزمون
۳	۶ روش انجام آزمون
۳	۷ بیان نتایج
۵	۸ گزارش آزمون
۶	پیوست الف (اطلاعاتی) ارائه‌های ممکن منحنی‌های DSC
۸	پیوست ب (اطلاعاتی) مثالی از پیک‌های فرعی ناشی از حضور افزودنی‌ها
۹	پیوست پ (اطلاعاتی) منابع احتمالی خطا
۱۰	پیوست ت (اطلاعاتی) ارتباط بین آغازین B و زمان با تنش شکست
۱۱	پیوست ث (اطلاعاتی) کتابنامه

پیش‌گفتار

استاندارد «لوله‌های PVC صلب- روش گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۱: اندازه‌گیری دمای فرآورش» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در یک هزار و دویست و هفتاد و پنجمین اجلاسیه کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۳/۱۰/۱۰ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک این استاندارد به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منبع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

ISO 18373-1:2007, Rigid PVC pipes - Differential scanning calorimetry (DSC) method - Part 1: Measurement of the processing temperature

لوله‌های PVC صلب - روش گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) - قسمت ۱: اندازه‌گیری دمای فرآورش

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین روشی برای اندازه‌گیری دمای فرآورش آزمون‌های لوله از جنس PVC صلب می‌باشد. این استاندارد بر اساس اندازه‌گیری تاریخچه گرمایی با استفاده از روش گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) می‌باشد و برای همه انواع لوله‌های PVC صلب کاربرد دارد.

۲ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌رود:

۱-۲ انحراف خط مبنا^۱

تنظیم زاویه خط مبنا تا رسیدن آن به خط افقی.

۲-۲ بزرگ‌نمایی منحنی^۲

بزرگ‌نمایی منحنی گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) در اطراف آغازین A و آغازین B (بزرگ‌نمایی).

۳-۲ آغازین A

شروع ذوب بلورچه^۳.

۴-۲ آغازین B

بیشینه دمای فرآورش (T_P).

۵-۲ خط مبنای دستگامی

اندازه‌گیری با پن^۴ آزمون (نگه‌دارنده آزمون) خالی (یعنی کاهش زمینه).

۶-۲ موقعیت آزمون

موقعیت تهیه آزمون از فرآورده.

۷-۲ گاز پاک‌سازی^۵

گاز مورد استفاده به منظور اطمینان از یک محیط بی‌اثر.

۸-۲ آزمون‌های تکراری

آزمون‌های تهیه شده از یک موقعیت یکسان.

1- Baseline Tilting
2- Curve Magnification
3- Crystallite
3- Pan
4 Purge Gas

۳ اصول آزمون

گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC)، روشی مناسب برای آزمون دمای ذوب در فرآورده‌های PVC می‌باشد (به [۱] و [۲] مراجعه کنید). از جمله مزایای این روش، ارزیابی صحیح از دمای فرآورش و همچنین امکان پیدا کردن تغییرات در دمای فرآورش در نواحی موضعی فرآورده می‌باشد که این امر ناشی از این واقعیت است که اندازه کوچکی از نمونه برای آزمون مورد نیاز است. این مزایا کاربر را قادر می‌سازد نمونه‌ها را از موقعیت‌های مختلف در اطراف محیط لوله، برش دهد. بنابراین، تغییرات دما در دیواره لوله می‌تواند مورد آزمون قرار گیرد. به دلیل این که بلورچه‌ها با نقاط ذوب بالاتر از بیشینه دمای فرآورش (TP) آنیل^۱ می‌شوند، مشخصه آغازین B رخ می‌دهد. بنابراین، نقطه ذوب آن‌ها را اندکی افزایش می‌دهد. بلورچه‌هایی که در دمای TP ذوب می‌شوند، بر اثر سرمایش، مجدداً، بلوری شده و بنابراین نقاط ذوب آن‌ها زیر TP خواهد شد. در نتیجه، تعداد خیلی کمی از بلورچه‌ها با دماهای ذوب در مجاورت TP وجود دارند.

۴ وسایل

۱-۴ دستگاه DSC، و نرم‌افزار مربوطه، کالیبره شده.

توصیه می‌شود کالیبراسیون را حداقل با دو فلز مختلف انجام دهید. خط مبنای دستگاه باید با پن نمونه خالی و پن مرجع در مکان، همراه با تنظیمات دمایی و گاز پاک‌سازی دقیقاً مانند تنظیمات مورد استفاده برای آنالیز نمونه، به دست آید.

۲-۴ پن‌های آزمون آلومینیومی

۱-۴ گاز پاک‌سازی بی‌اثر، (به عنوان مثال، Ar، N₂ و غیره).

۲-۴ ترازوی تجزیه‌ای، با دقت ۰.۰۱ mg

۳-۴ اره با سرعت آهسته، (به [۳] مراجعه کنید)، چاقو یا هر وسیله دیگری که در هنگام برش، گرما یا تنش در نمونه ایجاد نکند.

۵ آماده‌سازی نمونه‌ها و آزمون

۱-۵ حداقل ۴ نمونه در موقعیت‌های به ترتیب ۰°، ۹۰°، ۱۸۰° و ۲۷۰° در اطراف محیط لوله، را بردارید به طوری که همه نمونه‌ها از مرکز دیواره لوله گرفته شوند.

یادآوری - دمای فرآورش سطوح داخلی و خارجی لوله به دلیل وجود تنش برشی معمولاً بیشتر از دمای فرآورش مرکز دیواره لوله است، بنابراین نمونه از مرکز دیواره لوله تهیه می‌شود.

هشدار - گرفتن نمونه‌ها از محل خط عنکبوتی^۲، به افزایش در پراکندگی نتایج، منجر می‌شود.

1- Annealed
2- Spider Line

۲-۵ آزمون‌هایی با جرم (10 ± 20) mg را به شیوه‌ای که سطح تماس بین پن و آزمون به بیشینه باشد، آماده کنید.

یادآوری- بیشینه کردن سطح تماس بین پن و آزمون، باعث کاهش مقاومت جریان گرمایی از طریق سنسورهای دمایی DSC شده که در نتیجه پیک‌های شارپ و حداکثر تفکیک پذیری حاصل می‌شود.

۳-۵ بهترین شکل‌های آزمون برای عملکرد بهینه، دیسک‌های نازک قرار گرفته بر روی کف پن می‌باشد. استفاده از آزمون‌هایی که به راحتی با برش مقاطع به وسیله اهر سرعت آهسته یا تیغ یا چاقو (بند ۴-۵) آماده می‌شوند، مجاز است. اگر آزمون بسیار نازک باشد، استفاده از سوراخ کن^۱ یا مته چوب‌پنبه‌ای^۲ مجاز می‌باشد.

۶ روش انجام آزمون

۱-۶ از کالیبره بودن دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی اطمینان حاصل کنید.

۲-۶ آزمون را در یک پن آلومینیومی همراه با درپوش قرار دهید.

۳-۶ عدم جابه‌جایی آزمون در پن، طی اندازه‌گیری بسیار مهم است. متداول‌ترین روش به‌منظور ثابت نگه‌داشتن آزمون، موج‌دار کردن پوشش پن با یک وسیله موج‌دارکننده^۳ می‌باشد. با این کار، پن به‌طور محکم، اما نه به‌طور کامل بسته می‌شود و در حین اندازه‌گیری، آزمون در پن جابجا نمی‌شود. استفاده از سایر روش‌های بستن پن که سبب ثابت نگه‌داشتن آزمون می‌شود، مجاز است.

۴-۶ با استفاده از پارامترهای آزمون زیر، روش را انجام داده و ثبت کنید.

الف- دمای آغاز روبش $(15 \pm 35)^\circ\text{C}$ ؛

ب- دمای پایان روبش 225°C ؛

پ- نرخ گرمایش $(1 \pm 20)^\circ\text{C}/\text{min}$ ؛

ت- گاز پاک‌سازی (بند ۴-۳)، $(5 \pm 20)^\circ\text{C}/\text{min}$.

۷ بیان نتایج

در صورت لزوم، قسمت مربوط به منحنی را با استفاده از وسیله بزرگ‌نمایی دستگاه DSC، بزرگ کنید. همان‌گونه که در شکل ۱ نشان داده شده است، با رسم خطوط مماس به منحنی DSC در نقاط شیب بیشینه، درست قبل و بعد از این نقطه انحنا در منحنی، آغازین B را تعیین کنید.

یادآوری-۱ در شکل ۲، مثالی از منحنی شامل دو پیک گرماگیر بین دمای تقریبی 100°C و 200°C ، که در آن آغازین B، بسیار نزدیک به بیشینه دمای فرآورش می‌باشد، ارائه شده است. به‌طور معمول تغییر در سطوح انرژی خیلی کم می‌باشد.

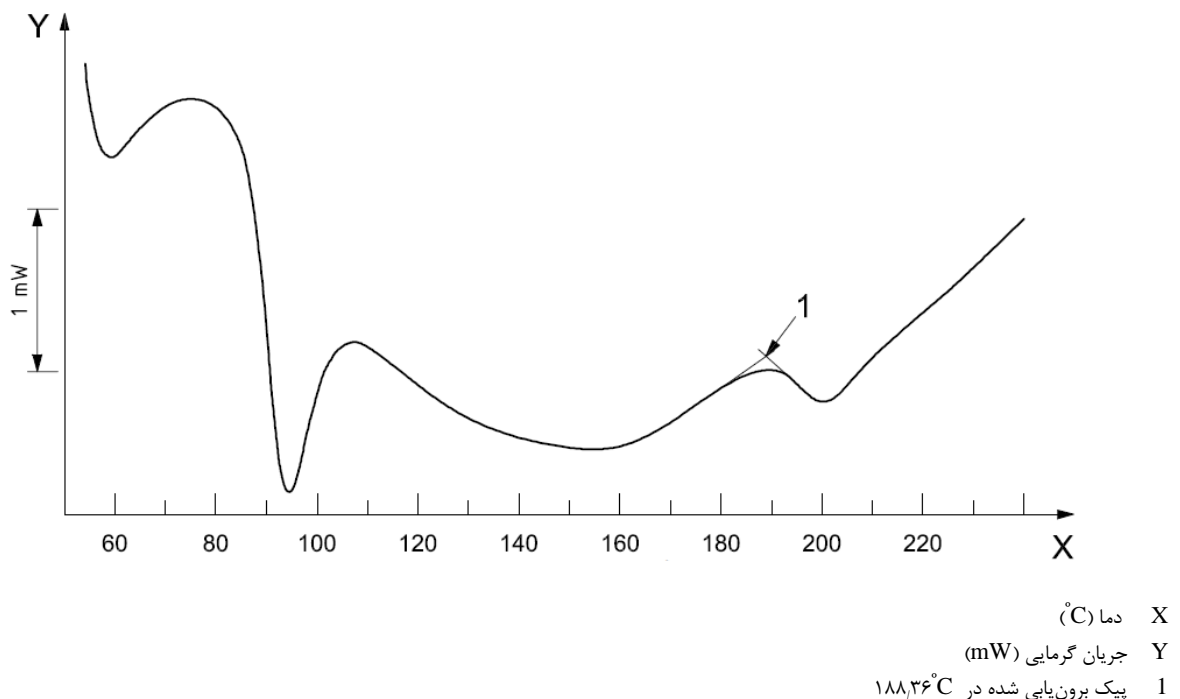
1- Punch
2- Cork Borer
3- Crimper

اگر نتایج مجزا از ۳ آزمون متوالی بر روی آزمون‌های گرفته شده از موقعیت یکسان (یعنی موقعیت زاویه‌ای یکسان)، درون لوله بیش از 3°C اختلاف داشته باشد، باید آزمون‌های بیشتری را انجام داده و/یا دستگاه را مجدد کالیبره کنید.

یادآوری ۲- اگر مقادیر دمای انتقال شیشه‌ای، T_g (معمولا در 70°C یا 80°C)، بیش از 3°C تغییر نکند، در نتیجه این اختلاف‌ها، بازتاب اختلاف‌های واقعی در آزمون می‌باشد. داده‌های روبشی غیرعادی یا غیریکسان را حذف کنید. منابع خطا در پیوست پ ارائه شده است. ارتباط بین آغازین B و زمان با تنش شکست در پیوست ت ارائه شده است.

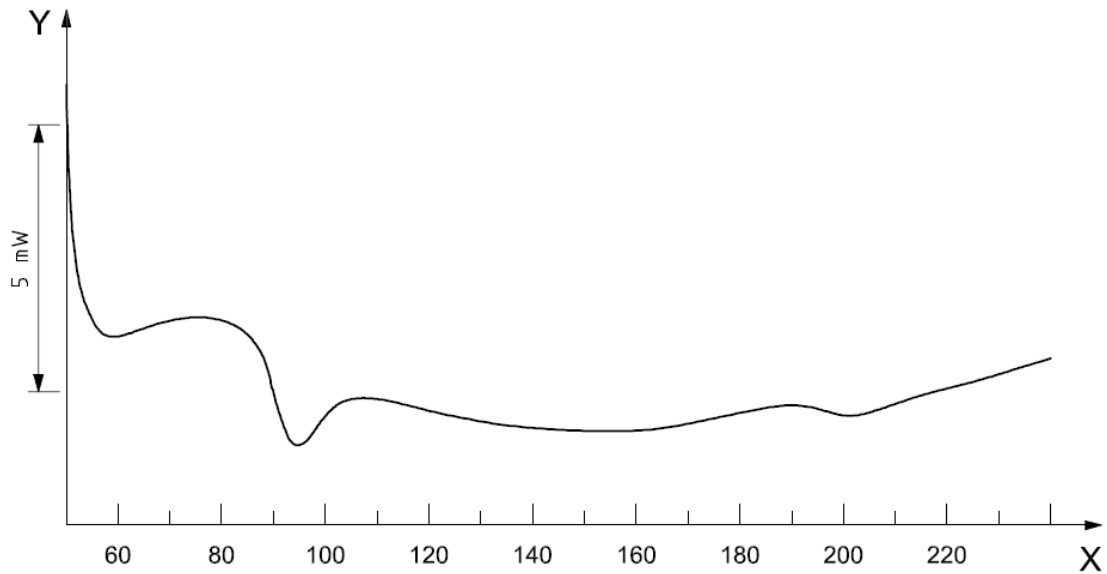
یادآوری ۳- بسته به این‌که منحنی به شکل "پیک گرماده بالا" یا "پیک گرماده پایین" (شکل‌های ۱ و ۲ را ببینید) نمایش داده شود، ظاهر منحنی DSC، متفاوت است. حالت "پیک گرماده پایین" در مقایسه با شکل‌های ۱ و ۲، منحنی‌های وارونه^۳ می‌دهد. مثال‌هایی از انواع مختلف نمایش منحنی‌ها در پیوست الف نشان داده شده است.

یادآوری ۴- حضور برخی افزودنی‌ها با روش گرماسنجی روبشی تفاضلی آشکار می‌شود و به این ترتیب، در نتیجه پیک‌های اضافی در منحنی‌های DSC ظاهر می‌شوند. مثال‌هایی از این نوع در پیوست ب ارائه شده است.



شکل ۱- منحنی نتایج DSC پس از بزرگ‌نمایی (پیک گرماده بالا)

- 1- Exo up
- 2- Exo down
- 3- Inverted



X دما (°C)
Y جریان گرمایی (mW)

شکل ۲- منحنی نوعی DSC از لوله PVC (پیک گرماده بالا)

۸ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد:

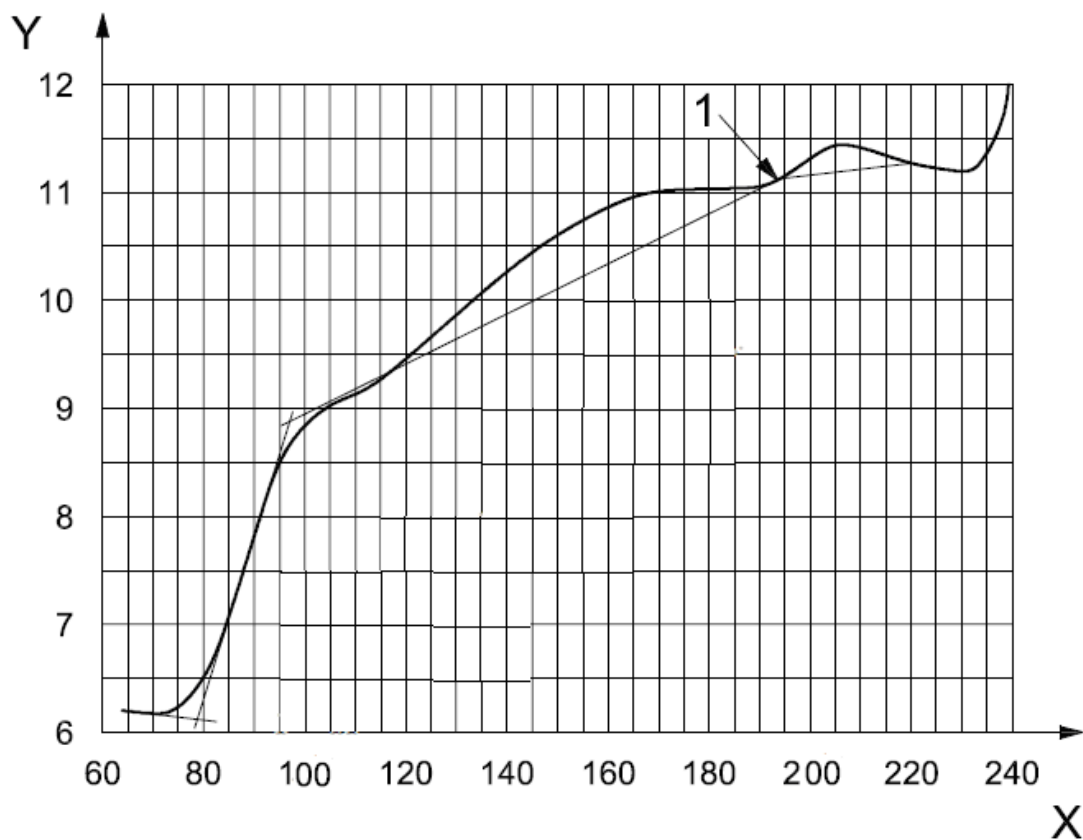
- ۱-۸ روش آزمون طبق این استاندارد ملی ایران؛
- ۲-۸ شماره ارجاع آزمون (به عنوان مثال شماره کد تولید لوله)؛
- ۳-۸ موقعیتی که از آن آزمون گرفته شده است (به عنوان مثال 0° ، 90° ، 180° و 270° در پیرامون محیط لوله)؛
- ۴-۸ میانگین و انحراف استاندارد آغازین B؛
- ۵-۸ تعداد آزمون‌های مورد آزمون تکراری؛
- ۶-۸ مقدار کمینه آغازین B اندازه‌گیری شده در هر روبش مجزا؛
- ۷-۸ هرگونه انحراف از روش آزمون که ممکن است بر نتایج آزمون تاثیرگذار باشد؛
- ۸-۸ تاریخ(های) انجام آزمون.

پیوست الف

(اطلاعاتی)

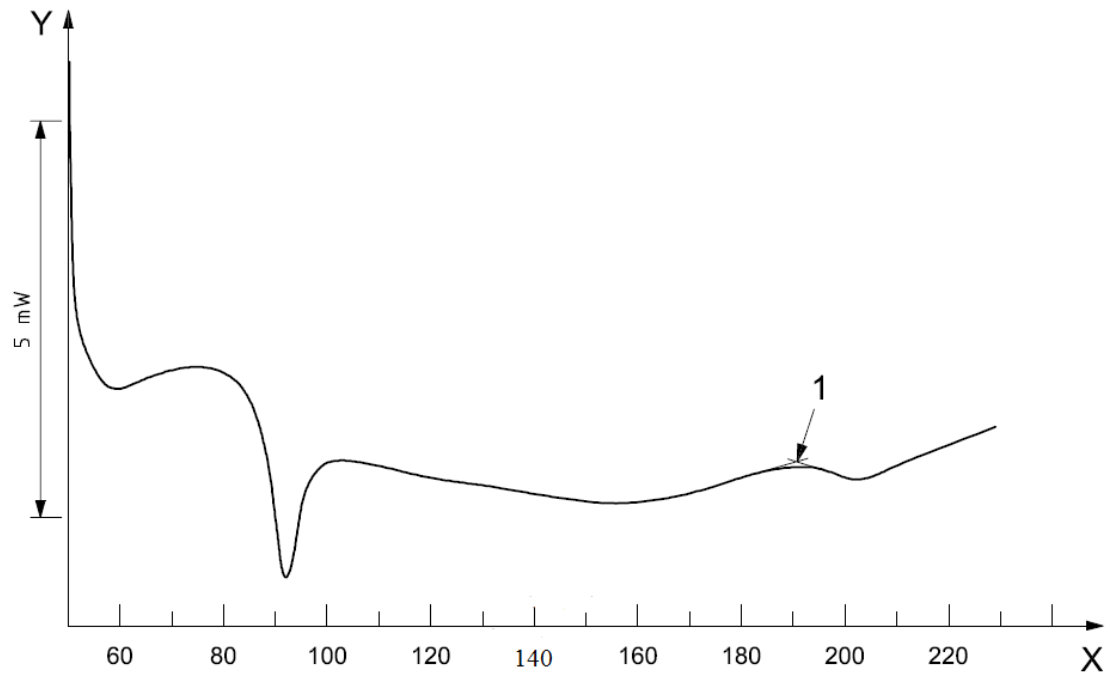
ارائه‌های ممکن منحنی‌های DSC

در شکل الف ۱، یک منحنی از نوع دستگاه "پیک گرماده پایین" و در شکل الف ۲، منحنی از نوع دستگاه "پیک گرماده بالا" دستگاه ارائه شده است.



X دما (°C)
Y جریان گرمایی (mW)
1 پیک برون‌یابی شده در 189.4°C

شکل الف ۱- منحنی از نوع دستگاه "پیک گرماده پایین"



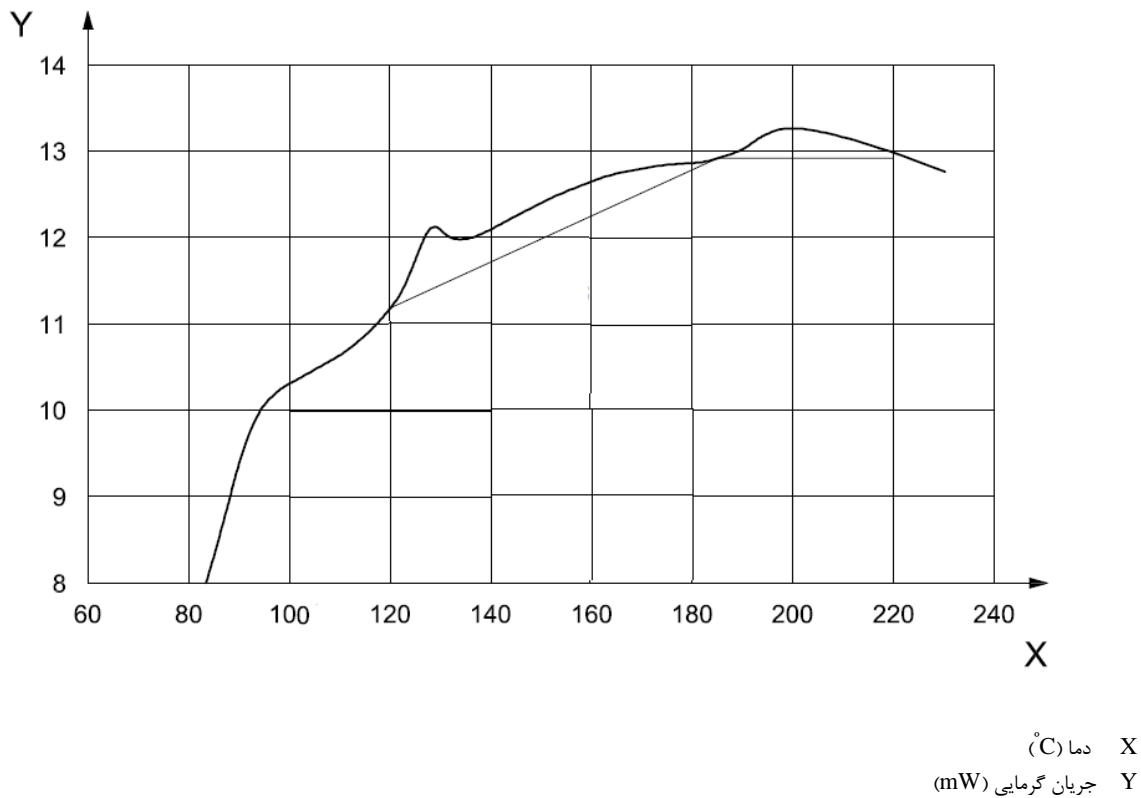
X دما (°C)
 Y جریان گرمایی (mW)
 1 پیک برون‌یابی شده در ۱۹۰٫۹۱°C

شکل الف ۲- منحنی از نوع دستگاه "پیک گرماده بالا"

پیوست ب
(اطلاعاتی)

مثالی از پیک‌های فرعی ناشی از حضور افزودنی‌ها

در شکل ب ۱، منحنی DSC، همراه با پیک‌های فرعی در حدود دمای 130°C ، ناشی از حضور واکس‌های پلی‌اتیلنی اکسید شده، که به عنوان روان‌کننده در فرمولاسیون لوله استفاده شده، نشان داده شده است.



شکل ب ۱- مثال‌هایی از پیک‌های فرعی

پیوست پ
(اطلاعاتی)
منابع احتمالی خطا

منابع بالقوه خطا شامل موارد زیر می باشد:

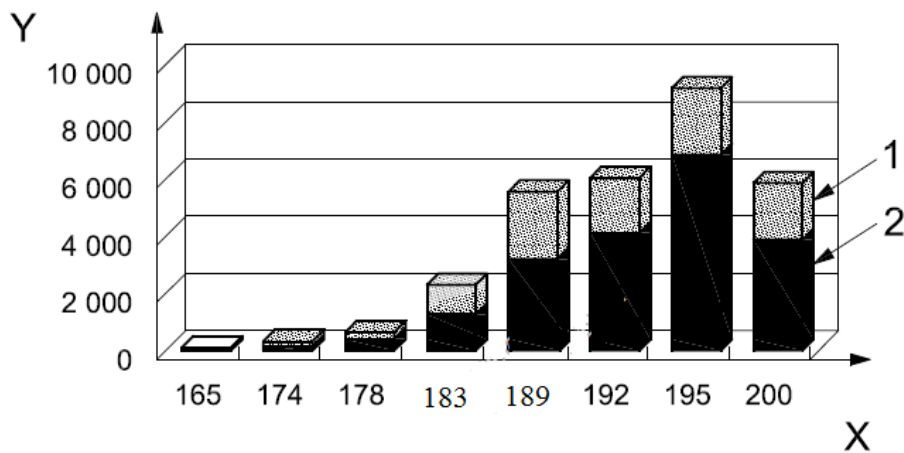
- پ-۱ غیریکنواختی آزمونه ناشی از ماهیت جزیی بلوری لوله های PVC صلب؛
- پ-۲ جابه جایی آزمونه در پن؛
- پ-۳ تنش های درونی در ماده که در اثر حرارت دهی به آزمونه آزاد شده و می تواند با منحنی حاصله تداخل کرده یا آن را بپوشاند؛
- پ-۴ ظاهر شدن پیک های فرعی در دماهای نزدیک به آغازین B ناشی از حضور افزودنی ها در لوله (مانند عوامل دمش و ...) که در دمای نزدیک به آغازین B متحمل رویدادهای حرارتی مانند تبخیر، تجزیه و/یا ذوب می شوند.
- پ-۵ گرمای اصطکاک حاصل از آماده سازی آزمونه (به عنوان مثال استفاده از اره با سرعت بالا).

پیوست ت

(اطلاعاتی)

ارتباط بین آغازین B و زمان با تنش شکست

در شکل ت ۱، نتایج آزمون لوله‌های PVC صلب در معرض فشار ۱۴ MPa در دمای ۶۰ °C، مطابق با استاندارد [۴] نشان داده شده است.



X آغازین B (°C)
Y زمان با تنش شکست در دمای ۶۰ °C (h)
1 انحراف استاندارد
2 میانگین زمان با تنش شکست

شکل ت ۱- آغازین B و زمان با تنش شکست

پیوست ث
(اطلاعاتی)
کتابنامه

[1] GILBERT, M., HEMSLEY, D.A. and MIADONYE, A. Assessment of fusion in PVC compounds. *Plastics and Rubber Processing and Applications*, **3** (1983) pp. 343-351.

[2] FILLOT, L.A., GAUTHIER, C. and HAJJI, P. DSC Technique: a powerful tool to characterise PVC gelation. *Proc. of 9th International PVC Conference Brighton 2005*, Brighton, April 2005, pp. 425-437.

[3] VANSPEYBROECK, P. and DEWILDE, A. Determination of the degree of gelation of PVC-U using a DSC. Annex 1, *Proc. Plastics Pipes XII*, Baveno, April 2004.

[۴] استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۲۱۸۱، پلاستیک‌ها، لوله‌ها، اتصالات و سیستم‌های مونتاژ شده برای انتقال سیالات - تعیین مقاومت در مقابل فشار داخلی - قسمت ۱: روش کلی