

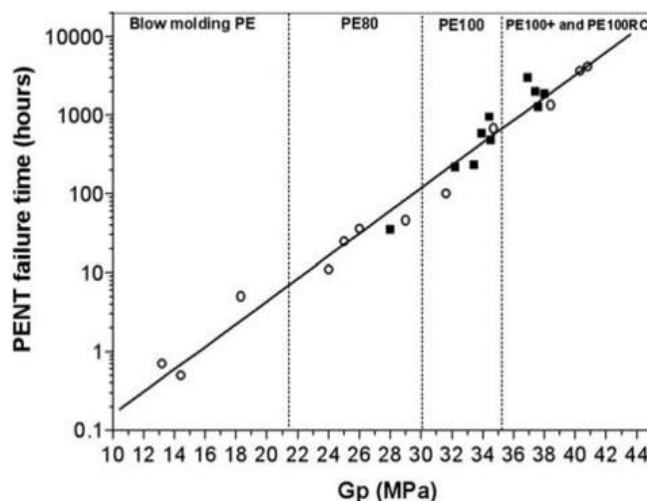
## ارزیابی آزمون تعیین مدول Strain Hardening جهت تشخیص مقاومت در برابر

### رشد آهسته ترک

#### مقدمه

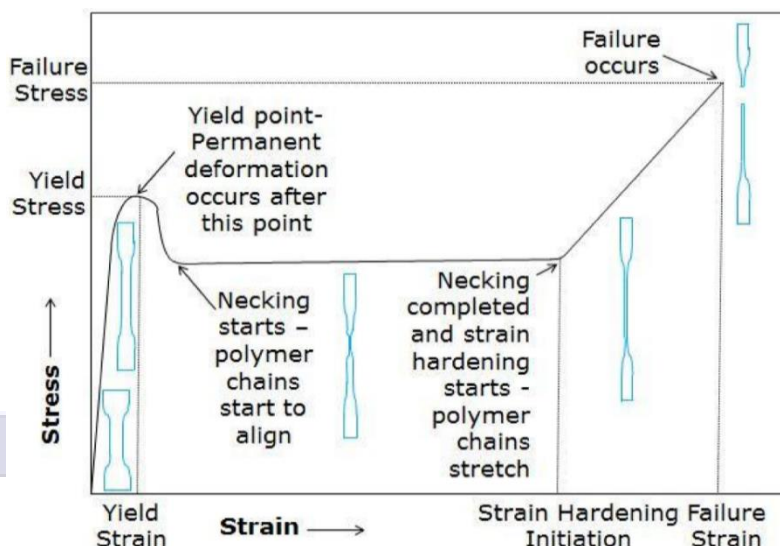
مقاومت در برابر رشد آهسته ترک به طور کلی با طول عمر مواد پلی اتیلن و در نتیجه، طول عمر محصولات پلی اتیلنی مثل لوله و اتصالات مرتبط می باشد. در واقع قابلیت باز شدن گره خوردگی تای مولکول ها در پلیمر، مقاومت در برابر رشد آهسته ترک را تعیین می کند.

معمولاً مقاومت در برابر رشد آهسته ترک با استفاده از روشهای تست زمان بر مانند PENT، FNCT، NPT و غیره ارزیابی می شود. این روش ها اغلب نیاز به استفاده از نمونه های شکاف دار، استفاده از مایعات خاص و درجه حرارت بالا می باشد. بعنوان مثال همانطور که در شکل ۱ مشاهده می شود در روش PENT برای نمونه ها با کیفیت بالا مانند PE100-RC زمان تست نزدیک به ۱۰۰۰۰ ساعت به طول می انجامد.



شکل ۱. نمودار مدت زمان آزمون PENT برای گریدهای مختلف PE بر حسب مدول Strain Hardening

یک روش هوشمندانه و نوین جهت ارزیابی رفتار مقاومت در برابر رشد آهسته ترک استفاده از مدول Strain Hardening در آزمون کشش می باشد که مطابق شکل ۲ در ناحیه بعد از کشش طبیعی رخ می دهد.



شکل ۲. منحنی تنش- کرنش پلی اتیلن

مدول Strain Hardening معیاری از قابلیت باز شدن گره خوردگی تای مولکول ها می باشد که از شیب منحنی تنش- کرنش در بالای ناحیه کشش طبیعی در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد بدست می آید. در واقع مقدار Strain Hardening در آزمون کشش میزان مقاومت در برابر تغییر فرم فیبریلار می باشد.

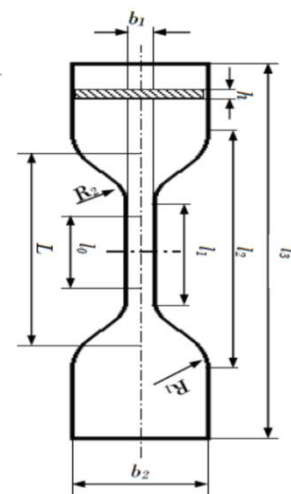
روش Strain hardening روشی مناسب است که نیازی به نمونه شکاف دار و یا مواد محرک ندارد. مزیت های این روش، آسانی برای انجام در آزمایشگاهها، میزان اندک مواد مورد استفاده (کمتر از ۵۰ گرم) و از همه مهمتر کاهش چشمگیر زمان اندازه گیری از هزاران ساعت به چند ساعت است. این روش بسیار مناسبی در توسعه گریدهای جدید توسط محققان است ، همچنین گذشته از این به عنوان تست BRT هم برای تأمین کنندگان مواد اولیه و هم برای تولید کنندگان لوله بسیار ارزشمند است.

## نحوه تهیه آزمون ها:

ابعاد آزمون مطابق شکل ۳ می باشد. برای تهیه آزمون گرانول های پلی اتیلن مطابق شرایط ذکر شده در جدول ۱ تحت قالب گیری فشاری قرار گرفته می شود تا فیلم های به ضخامت ۰.۳ تا ۱ میلیمتر تهیه گردد. پس از قالبگیری، جهت حذف تاریخچه حرارتی نمونه ها به مدت ۱ ساعت در دمای ۱۲۰ درجه سانتیگراد قرار گرفتند و با خاموش کردن محفظه دما به آرامی تا دمای اتاق سرد شدند (با نرخ کمتر از ۲ درجه سانتیگراد بر دقیقه). سرانجام، آزمون ها با استفاده از پانچ تهیه می شوند. آزمون ها قبل از تست بمدت ۳۰ دقیقه در محفظه دمایی در دمای ۸۰ درجه سانتیگراد قرار می گیرد تا تعادل حرارتی ایجاد گردد. سپس آزمون ها با سرعت ۲۰ میلیمتر بر دقیقه تحت کشش قرار می گیرد. از هر نمونه ۵ آزمون تحت تست قرار می گیرد و میانگین نتایج گزارش می شود.

| Dimension |                                                        | Size<br>mm                                 |
|-----------|--------------------------------------------------------|--------------------------------------------|
| $L$       | Start length between clamps                            | $30,0 \pm 0,5$                             |
| $l_0$     | Gauge length                                           | $12,5 \pm 0,1$                             |
| $l_1$     | Length of narrow parallel sided portion                | $16,0 \pm 1,0$                             |
| $l_2$     | Length between the parallel portions of the clamp area | $46 \pm 1,0$                               |
| $l_3$     | Minimum overall length <sup>a</sup>                    | 70                                         |
| $R_1$     | Radius                                                 | $10,0 \pm 0,5$                             |
| $R_2$     | Radius                                                 | $8,0 \pm 0,5$                              |
| $b_1$     | Width at narrow parallel sided portion                 | $4,0 \pm 0,1$                              |
| $b_2$     | Width at ends                                          | $20,0 \pm 1,0$                             |
| $h$       | Thickness                                              | $0,30 + 0,05/-0,03$<br>or<br>$1,0 \pm 0,1$ |

<sup>a</sup> A greater overall length may be necessary to ensure that only the wide end tabs come into contact with the machine grips, thus avoiding "shoulder breaks".



شکل ۳. آزمون و ابعاد آزمون مطابق استاندارد ISO 18488-2015

جدول ۱. شرایط قالبگیری فشاری

| Thickness<br>mm                                             | Moulding<br>temperature<br>°C | Average cooling<br>rate <sup>a</sup><br>°C/min | Preheating<br>time <sup>b</sup><br>min | Full pressure<br>MPa | Full-pressure<br>time<br>min |
|-------------------------------------------------------------|-------------------------------|------------------------------------------------|----------------------------------------|----------------------|------------------------------|
| 0,30 or 1,0                                                 | 180                           | 15 ± 2                                         | 5 to 15                                | 5                    | 5 ± 1                        |
| <sup>a</sup> Demoulding temperature <40 °C.                 |                               |                                                |                                        |                      |                              |
| <sup>b</sup> Preheating pressure to equal contact pressure. |                               |                                                |                                        |                      |                              |

### آنالیز داده های آزمون:

وقتی که نمونه در طول تست به طور کامل دچار پدیده necking شود سطح مقطع آزمون، به دلیل افزایش طول قابل توجه، کاهش پیدا می کند، لذا جهت بررسی رفتار نمونه در ناحیه Strain Hardening، باید تنش واقعی بررسی شود. برای این منظور نسبت کشش ( $\lambda$ ) بصورت زیر تعریف می شود (معادله ۱) و سپس تنش واقعی بر اساس آن مطابق معادله ۲ محاسبه می گردد.

$$\lambda = \frac{l}{l_0} = 1 + \frac{\Delta l}{l_0} \quad (1)$$

$l_0$  طول اولیه و  $l$  طول ثانویه و تغییر طول می باشد.

$$\sigma_{\text{true}} = \lambda \cdot \frac{F}{A} \quad (2)$$

$F$  نیروی اندازه گیری شده و  $A$  سطح مقطع اولیه آزمون می باشد.

جهت تعیین مدول Strain Hardening بر اساس مدل Neo-Hookean با در نظر گرفتن  $\lambda=8$  تا  $\lambda=12$  یا

شکستگی از معادله ۳ استفاده می شود:

$$\sigma_{\text{true}} = \frac{\langle G_p \rangle}{20} \cdot \left( \lambda^2 - \frac{1}{\lambda} \right) + C \quad (3)$$

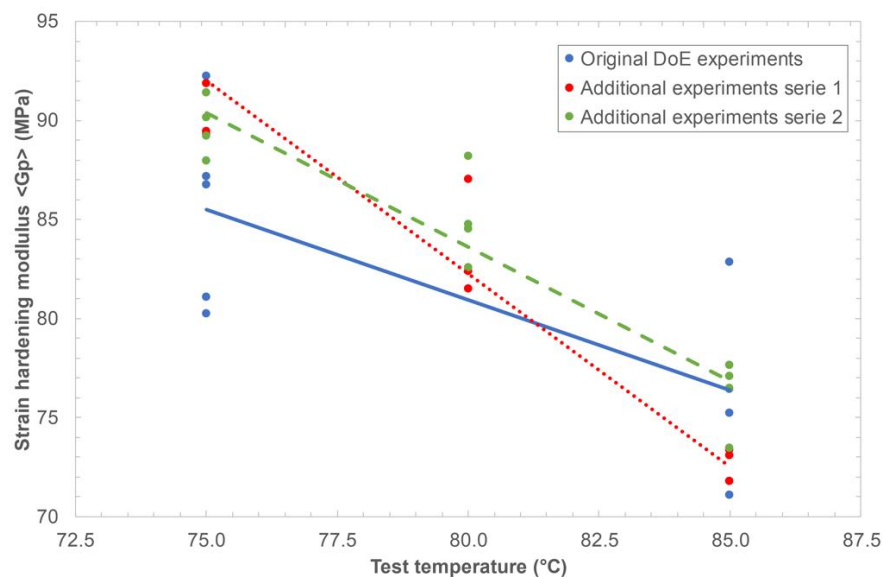
$C$  یک پارامتر ریاضی است که از برون یابی تنش تسلیم به  $\lambda=0$  بدست می آید.

باید توجه داشت اگر آزمون نسبتاً سریع شکسته شود به عنوان مثال در  $\lambda = 9$ ، فیت کردن روی داده های نسبتاً کوچک در یک رنج نسبت کشش باریک انجام می شود. در مقابل، آزمون ای که پس از  $\lambda = 12$  شکسته می شود، به کل رنج نسبت کشش اجازه می دهد تا برای فیت کردن شیب استفاده شود. رنج وسیع یک فیت بهتر می دهد و در نتیجه پراکندگی کمتری دارد. بطور کلی داده های زیر  $\lambda = 8/5$  باید حذف شوند.

### بررسی پارامترهای اثر گذار بر آزمون:

پارامترهای مختلفی از جمله دمای آزمون، نوع مواد، سرعت خنک کاری، سرعت کشش، ضخامت آزمون، نسبت کشش، آزمایشگاه های مختلف (تجهیزات مختلف)، نوع کومونومر و ... می تواند بر نتایج آزمون اثر گذار باشد.

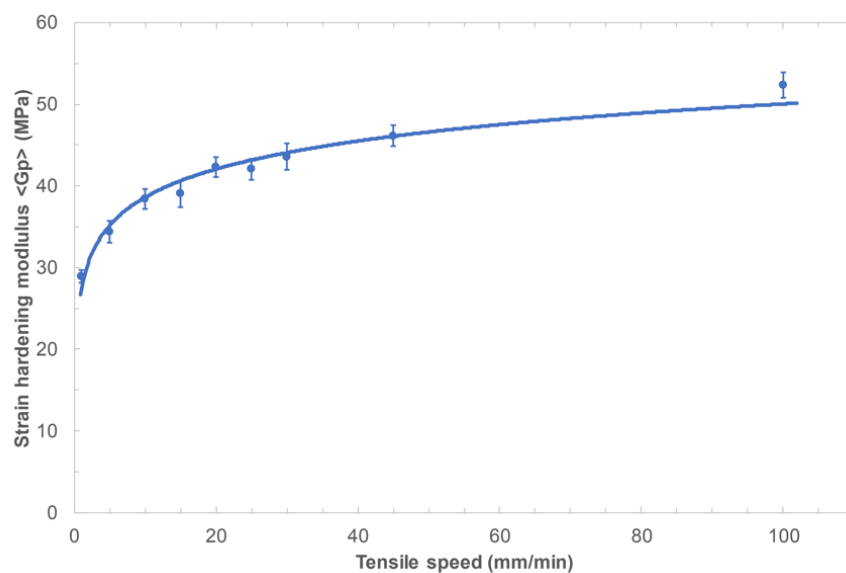
مطابق شکل ۴ دما تاثیر قابل توجهی بر نتایج دارد، بعنوان مثال تغییر ۱۰ درجه سانتیگرادی در دمای آزمون می تواند منجر به تغییر حدود ۷ مگاپاسکال در مدول SH شود. این بدان معنی است که تغییر دمای ۲ درجه سانتیگراد مجاز توسط استاندارد ISO 18488 می تواند یک انحراف آماری در حدود ۱.۴ مگاپاسکال را ایجاد کند. اما از آنجا که دما و نوع PE بر یکدیگر اثر گذار هستند، تغییر حدود ۷ مگاپاسکال در مدول SH فقط یک مقدار متوسط است. تغییر در مدول SH به دلیل اختلاف دمای ۱۰ درجه سانتیگراد برای PE100-RC ۲ مگاپاسکال بزرگتر از مقدار میانگین یعنی حدود ۹ مگاپاسکال می باشد و برای PE نسل اول ۲ مگاپاسکال کوچکتر یعنی حدود ۵ مگاپاسکال بود. آزمایشات اضافی که بر روی نمونه PE100-RC انجام گرفت یک رابطه خطی بین دما و مدول SH در این محدوده دما را نشان می دهد. این آزمایشات همچنین نشان میدهد که تغییر ۱۰ درجه سانتیگراد ممکن است تأثیر بیشتری در مدول SH، یعنی بین 13-19 MPa داشته باشد. این بدان معنی است که تغییر دما از ۲ درجه سانتیگراد ممکن است یک انحراف آماری تا ۳.۸ مگاپاسکال را ایجاد کند.



شکل ۴. تاثیر دما بر مدول Strain Hardening

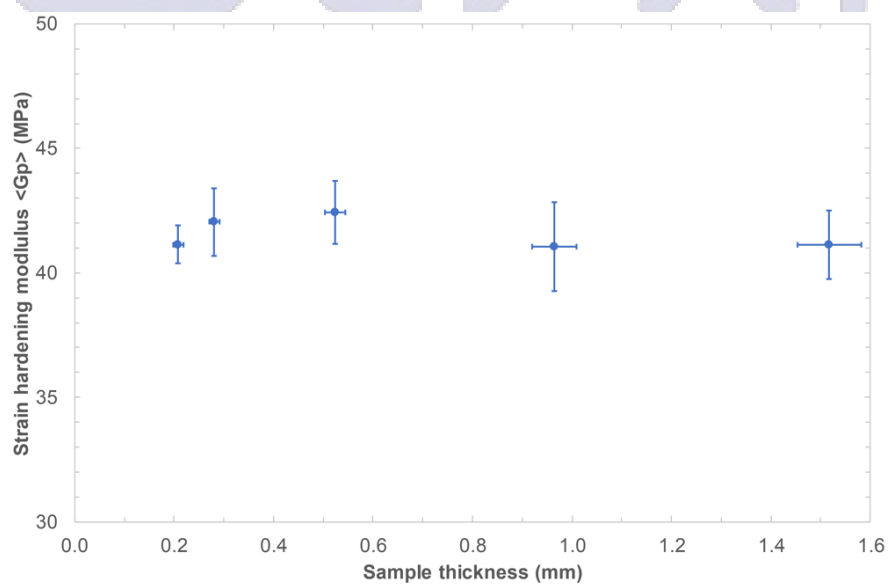
نرخ خنک کاری بعد از آنیلینگ نیز مهم می باشد. خنک کاری بسیار سریع تأثیر قابل توجهی بر روی مدول SH با حدود ۲.۷- مگاپاسکال در مقایسه با خنک کاری کند دارد. با این حال، باید توجه داشت که خنک کاری سریع یک نمونه مطابق استاندارد ISO 18488 مجاز نیست. این نشان می دهد که تغییرات در ساختار مولکولی ناشی از اختلاف در بلورینگی برای مدول SH از اهمیت بسیاری برخوردار است.

همانطور که در شکل ۵ مشاهده می شود، سرعت کشش نیز اگر خیلی پایین تر یا خیلی بالاتر از مقدار ذکر شده در استاندارد (۲۰ میلیمتر بر دقیقه) باشد می تواند بر مدول SH تأثیر چشمگیر داشته باشد.



شکل ۵. اثر سرعت کشش بر مدول Strain Hardening

کار تحقیقاتی انجام گرفته توسط Kiwa نشان دادند که مدول SH تحت تاثیر افزایش ضخامت تا ۱ میلیمتر و حتی بیشتر قرار ندارند (شکل ۶).



شکل ۶. اثر ضخامت آزمون بر مدول Strain Hardening

با این حال، Dominguez و همکاران مدول SH کمی پایین تر برای نمونه ها با ضخامت ۲ میلیمتر نسبت به نمونه ها با ضخامت ۰.۳ میلی متر پیدا کرد. دلیل اینکه نمونه های ضخیم تر ممکن است مقادیری انحراف نشان دهند به دلیل گرمایش ذاتی (آدیاباتیک) نمونه در هنگام تغییر شکل پلاستیک است.

منابع:

استاندارد ISO 18488:2015

گرد آورندگان:

دکتر سیف الله جمالپور ، مهندس محمد صیادان

