

## 매설강관용 폴리에틸렌 피복재의 내구성

류 근 창 · <sup>†</sup>이 성 민 · 고 영 태 · Colin Argent<sup>\*</sup>

한국가스공사 연구개발원, <sup>\*</sup>McCaw Eng.  
(2002년 7월 29일 접수, 2002년 11월 30일 채택)

## A Study on the Durability of the Polyethylene Coatings for Underground Pipeline

Keunchang Ryu · Seong-Min Lee · Youngtai Kho and Colin Argent<sup>\*</sup>

Pipeline Technology Center of R&D Division, KOGAS

Idong 638-1, Ansansi, Kyunggido, 425-790, Korea

<sup>\*</sup>McCaw Eng., United Kingdom

(Received 29 July 2002 ; Accepted 30 November 2002)

### 요 약

천연가스 수송배관은 매설환경에서의 방식 및 외부충격 등에 대비하여 배관을 보호할 목적으로 폴리에틸렌(polyethylene)으로 피복(coating)되어 있다. 국내 천연가스의 보급과 함께 배관피복 기술도 초기 사용하던 폴리에틸렌 테이프에서, 분말용착식의 1층(one-layer), 압출식의 2층피복으로 발전되어 현재는 에폭시 층이 도입된 3층피복 시스템을 적용한 배관들이 전국에 매설되고 있다. 그러나 강관에 적용된 폴리에틸렌 피복이 경우에 따라 장기간 사용에 따른 자연균열이 발생하여 피복의 안정성에 문제를 일으키기도 하므로, 상업적인 배관 피복재들의 내구 물성의 분포를 확인하여 천연가스 수송용 배관의 신뢰성 확보에 기여하고자 하였다. 이를 위하여 선진외국에서 폴리에틸렌 배관의 내구성과 장기사용안정성 평가를 위해 오래 전부터 활용되고 있는 저속균열저항성(slow crack growth resistance: SCGR)과 배관 피복층의 산화유도시간(oxidative induction time: OIT)을 측정하여 국내 배관 피복재들의 내구성을 평가하고 이를 근거로 하여 적합한 폴리에틸렌 물성치의 목표값을 제안하였다.

**Abstract** - This study has been carried out to evaluate the reliability by examining the properties related to durability of commercially available coating systems in domestic. For this purpose slow crack growth resistance and oxidative induction time tests were introduced, which have been accepted as durability parameters in polyethylene pipes with low pressure. Based upon the experimental results on these parameters, desirable minimum values are proposed for the durability enhancement of the polyethylene coatings.

**Key words** : slow crack growth resistance (SCGR), oxidation induction time (OIT), durability, polyethylene, coating

### 1. 서 론

폴리에틸렌(polyethylene)은 석유나 가스등의 수송을 위한 매설강관의 부식방지를 위하여 적

용되는 유기피복재로서 널리 사용되어 왔다. 또한 전기방식기술과 결합하여 적용됨으로써, 피복재로서 갖추어야 하는 물성을 나름대로 합

의하여 표준물성으로 지금까지 적용하여 왔다 [1-4]. 그러나 이들 피복재질을 사용한 이래 국내외적 경험에 의하면 [5, 6], 일부 상업화된 피복공정에 의하여 강관에 적용한 폴리에틸렌 피복이 시간에 따른 자연균열 등이 발생하여 피복의 안정성에 문제를 일으키기도 하였다 (Fig. 1). 이러한 문제를 발생시키는 이유에는 원소재의 물성, 피복공정 및 사용환경 등에 따라서 다양한 원인이 존재할 수 있다. 특히 한번 지하에 매설되면 육안관찰이 잘 되지 않는 반면에, 가스배관의 특수성을 고려할 때 내구성의 확보는 상당히 중요한 의미를 갖는다.

지하에 매설되는 강배관용 피복소재가 내구성을 갖기 위해서는 다양한 형태의 물성에 대한 요구조건을 충족시켜야 한다. 매설과정의 환경적 요인을 고려할 때, 기존의 산업규격 등에서는 환경응력균열저항성(ESCR: environmental stress cracking resistance)이 언급되고 있으나, 이외에도 배관운영자의 경험에서 최근에는 자외선 안정성 (stability to ultraviolet), 미생물 안정성(stability to microbial activity) 등을 나열할 수 있다. 중요한 것은 앞서 언급한 피복의 자연균열들이 기존의 ESCR 시험에 통과하고도 발생하였다는 측면에서 주목할 만한 일이다. ESCR은 계면 활성제인 igepal 용액에서의 안정성 정도를 평가하는 것이지만, 현재 ESCR의 요구수준이 너무 낮거나 소재의 내구성을 적절하게 반영하지 못하고 있다고 생각된다. 미생물 안정성에 대해서는 아직까지 일반적으로 받아들여지는 구체적 표준시험방법이 제시되고 있지는 않으며, 보다 안정적인 내구성을 갖기 위해서 향후 해결해야 될 과제라고 생각된다.

이러한 가운데 배관피복소재로서의 자연균열 결함의 발생원인을 고려할 때 기존의 ESCR 대신에 시간에 따른 내구성의 관점에서 평가될 물성시험 방법이 필요하다고 생각되며, 이를 위하여 최근 가스공급용 폴리에틸렌관 자체에 대한 소재 물성으로 받아들이고 있는 저속균열 성장저항성(slow crack growth resistance: SCGR)을 제안하고자 한다. 본 연구에서는 저압용으로 사용되고 있는 폴리에틸렌 배관에 대해 적용하고 있는 이 SCGR의 물성을 도입하여 배관 피복재로 사용될 때의 내구성을 평가해 보고자 하였다.

SCGR은 소재에 응력이 집중 될 수 있도록 notch를 내어 일정한 응력을 가하였을 때 소재가 완전히 끊어지는 시간(time to failure)까지

를 측정하는 시험으로서, 특히 시간에 따라 매설환경 등에서 내압 뿐 아니라 외부에서 작용하는 응력에 대해서 시간에 따라 균열의 성장을 억제할 수 있는 소재의 강인화도(toughness)라고 할 수 있다. 사용 증가 추세에 있는 폴리에틸렌관의 경우 보다 더 큰 내압 등에 사용하기 위해 필수적인 필요물성으로 제안되고 있으며, ISO 규격 등에서 이를 폴리에틸렌 배관의 주요 물성으로 받아들이고 있는 국제적 추세에 있다.

이러한 SCGR은 주로 Brown 등 [7]이 제안한 소위 PENT 시험방법 (ASTM [8] 시험법과 동등) 과 ISO 13479 [9]에 의한 방법 등으로 실시되고 있으나, Brown의 연구결과에 의하면 [10], PENT 시험법은 ISO 방법에 비하여 비교적 빠른 시간에 결과를 얻을 수 있다는 장점이 있다.

한편 수지의 내구물성 중에서 내열성 혹은 자외선안정성을 평가하는 관련시험으로는 산화유도시간(oxidative induction time: OIT)이 있다. 이 물성은 피복 원소재 및 가공된 피복관의 산화안정성을 나타내는 인자로서, 시험방법은 일종의 가속 열시효 (thermal-aging) 시험이다. 주로 폴리에틸렌이 산화하는데 소요되는 시간을 가늠하여 피복층의 열적인 안정성을 정량적으로 비교할 수 있는 지수로 활용되며 자외선 노출 및 마모에 대한 저항성을 동시에 나타낼 수 있는 지수이기도 하다. 지금까지 물리적인 산화유도시간 값이 내구수명과의 관계를 정량적으로 해석하려는 시도는 많지 않았지만, ISO/CEN에서는 가스배관소재로서 OIT는 최소 20 min 정도의 값을 갖아야 하는 것으로 규정되어 있다 [11].



Fig 1. Coating crack found in field.

고압가스 수송망 배관에서 발생한 바 있는 피복의 균열현상을 억제하기 위하여 이러한 폴리에틸렌배관에서 규정한 내구성인자인 SCGR 및 OIT 등과 같은 물성값을 도입할 필요가 있다고 생각된다. 이러한 관점에서 본 연구에서는 주로 배관피복재로서 내구성을 언급한 이들 물성을 중심으로 상업용 피복재에 대하여 종합 분석을 실시하였으며, 본 논문에서는 이들 물성 향상을 위한 일련의 결과를 제시하고자 한다.

## II. 실험

### 2.1 사용 피복재의 종류

연구에서 사용한 배관 피복재의 제조사와 각 제조사별로 사용하고 있는 원소재(resin)들의 종류별 현황을 Table 1에 정리하였다. 여기에서 피복제조사는 각 공정에 의해 제조하는 기업을 말하며, 수지업체는 사용되는 수지의 모델까지도 구분하였다. 본 연구에서는 이들 모든 공정과 수지모델의 조합으로 시험평가하지는 않았다. 이유는 완성피복층 시험의 경우 현장에서 운영중인 배관에서 채취한 피복재를 시험재료로 사용하였는데, 이때 공정은 구분이 가능하지만, 실제 피복제조사 및 사용수지는 정확하지 않기 때문이다. 따라서 Table 1에서의 내용은 현재 수송용 배관에 사용된 피복체계를 의미하며, 모든 조합이 본 연구에서 시험 평가되지는 않았다.

**Table 1. The status of domestic resin makers and coating applicators for polyethylene coated steel gas pipe.**

Coating System		One Layer		Two Layer				Three Layer	
				P2S		PIH			
Resin maker (model)	Coater (process)	A, M	K, D, H, J, I, S, O	N	T	U	G, C	U, N	G, O
			Y1, Y2	T, C					
Related Code		KSD 3607	KSD 3589	KSD 3589	KOGAS GSM-2111				

### 2.2 SCGR 측정 실험

각 피복 원소재 및 완성된 피복층의 SCGR 을 측정하였고 시험은 ASTM F 1473의 시험 방법을 준용하여 실시하되, 공정상의 온도는

시험편의 특성에 맞게 조절하여 진행하였다. 시험대상 소재들을 압축몰더에 넣고 170~190 °C로 가열하면서, 5 kg/cm<sup>2</sup> 정도의 압력을 가해주고 제거하는 과정을 3회 되풀이한다. 가공 열이력을 제거하기 위하여 압력이 없는 상태에서 170~190 °C 범위에서 15 min 정도 유지한 다음 다시 5 kg/cm<sup>2</sup>의 압력을 가해주고 제거해주는 과정을 3회 반복한다. 이 과정을 되풀이하는 이유는 가공시에 발생 가능한 시편내의 공극을 제거하고자 하는 것이다. 이후 열을 더 이상 가하지 않는 상태에서 압력을 완전히 제거하지 않은 채 냉각완료후 압력이 제거되도록 한다. 샘플두께에 따른 균질한 상형태를 유지하기 위하여 190°C에서 130°C로 냉각되는 시간이 최소 80 min에 걸쳐 서서히 냉각시킬 뿐 아니라 완전히 실온으로 로냉하기까지는 약 5 hr 이상에 걸쳐 냉각시킨다.

표준두께 10 mm의 판상시편을 제작한 다음 이를 50×25×10 mm(L×W×T)의 크기로 가공한다. notch 생성기에서 실제두께에 따라 가공속도는 0.25 mm/min 이하로 notch를 정밀하게 가공한다. 이때 실제두께에 따라 2.4 MPa의 응력을 가할 수 있는 notch의 깊이는 다음의 Table 2에 나타낸 바와 같이 가공한다. 가공된 시험편은 분위기가 대기의 80°C인 chamber를 갖는 정하중 인장시험기에 설치한다. 한시간 정도의 안정화시간을 가진 뒤 철제 추(weight)를 사용하여 notch에 수직 방향으로 2.4 MPa의 응력을 시편에 가한다. 파단이 일어날 때까지의 시간을 측정하는 방식으로 SCGR 실험을 진행하였으며 시편제조장치인 notch 생성기와 자세한 시편형상을 Figs. 2, 3에 각각 나타내었다. 이때 무게후의 시험하중 P는 다음의 식과 같이 계산된다.

$$P = \sigma \times w \times t \quad (1)$$

여기에서  $\sigma$ 는 응력,  $w$ 는 시편폭, 그리고  $t$ 는 시편두께를 나타낸다.

내구성 평가를 위한 공장피복 시편은 직접 배관에서 피복을 벗겨 이를 실험에 사용하였으며, 벗겨낸 피복시편을 초음파세척기에 isopropyl alcohol, acetone, toluene 용액을 1:1:1의 비율로 혼합하여 10분 정도 처리한 후 용매를 증발시켜 완성피복층 내의 프라이머와 이형제 (release agent)를 제거한 후 원소재와 마찬가지로 압축몰딩하여 실험에 사용하였다.

Table 2. Notch depth according to specimen thickness to make 2.4 MPa.

Specimen Thickness (mm)	Notch Depth (mm)
4	1.90
6	2.50
7	2.80
8	3.09
9	3.30
10	3.50
11	3.70
12	3.90
15	4.18
18	4.95
20	5.20

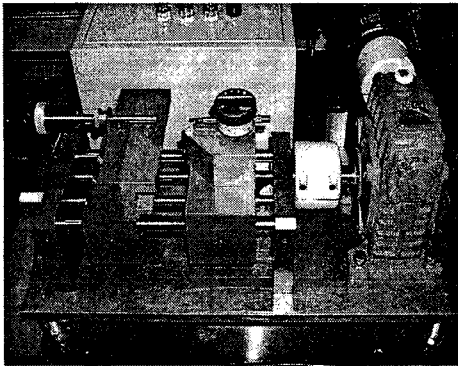


Fig 2. Notching rig with sharp blade under displacement and speed control.

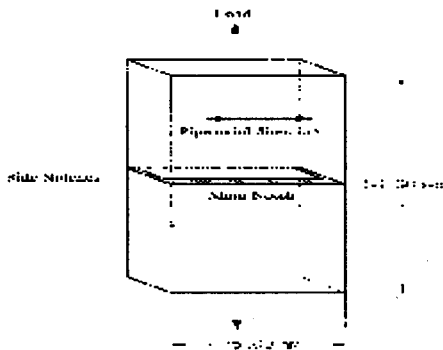


Fig 3. Test specimen with notch(shaded). Thickness may vary, and side notch dimension has 1 mm on face.

### 2.3 OIT 측정 실험

OIT(oxidation induction time)는 기본적으로 폴리머의 열안정성을 측정하는 것으로서, 피복 원소재 및 가공된 피복관의 산화안정성과 풍화에 대한 저항성을 나타내며 실제 가설된 피복층의 수명(내구성)을 결정하는 인자가 될 수 있다. 시험은 시차주사열량분석기(differential scanning calorimeter)에 대상시료(폴리에틸렌 수지)를 4~6 mg 정도 준비하고 DSC chamber에 넣는다. 내부의 잔류산소를 제거하기 위하여 질소로 퍼징한다. 이후 약 200 °C까지 20°C/min의 속도로 프로그램 승온시킨다. 이때 승온을 멈춘 후 등온모드(isothermal mode)에서 5 min 간 유지한다. 다음 질소분위기에서 산소분위기로 치환시켜주며, 충분한 시간을 두어 완벽한 산소분위기를 만든다. 이때 치환시작과 동시에 실험의 영점 (OIT 기록)을 잡는다. DSC 열량 곡선으로부터 이러한 OIT를 결정하는 기하학적 과정은 Fig. 4와 같다. 완성 피복재에 대하여도 동일한 시험을 실시한다.

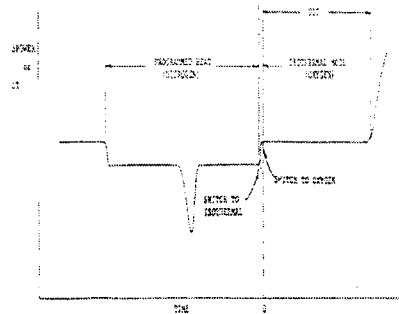


Fig 4. Evaluation of oxidative induction time from recorded time-based thermal curve.

### III. 실험결과 및 고찰

#### 3.1 SCGR 측정 결과

피복 원소재(resin)와 배관에 적용된 공장 피복의 특성비교를 위해 SCGR을 측정하였으며 그 결과를 Table 3에 정리하였다. 피복원소재인 경우 5개 회사의 6개 모델에 대하여 조사되었으며, 완성피복의 경우 3개 제조사의 4개 피복에 대하여 시험하였다. 파단시간의 다양한 분포로 보아, 사용되는 수지의 종류는 다양한 것으로 생각할 수 있다. Table 4에 이러한 고

분자 종류별로 1965~1993까지 미국에서 수행한 소재별 정하중 인장시험 결과를 보여준다 [12]. 특이한 것은 SCGR이 폴리에틸렌의 밀도 분포와 특별한 상관관계를 갖지는 못하나, butene 계열보다는 hexene 계열이 어느 정도 저항성을 갖는다는 것을 보여준다. 그러나 butene 이나 octene 계열이라 하더라도 어느 정도 저항성을 갖는 것을 볼 수 있는데, 이는 결국 SCGR 물성은 소재자체에 주로 의존하지만, 제조공정이나 내부에 첨가되는 불순물(impurity) 및 산화안정제(antioxidant) 등의 첨가체에 의해서도 영향을 받을 것이라고 생각된다.

**Table 3. The SCGR failure times of resin materials and complete coatings.**

Resin Materials						
Resin Time	Y1	Y2	U	M	A	N
hr:min	8:10 9:50 8:18	48:07 46:05	14:41 15:29 24:09	0:01 0:34 0:01 2:35	6:41 6:13	1:13 0:04 0:01
Mean	8:23	47:06	18:06	0:48	6:27	0:26
Complete Coatings						
Coating Time	D (one layer)	I (one layer)	G (two layer)	G (three layer)	-	-
hr:min	14:40 16:21	0:56	9:18 10:39 8:42	13:47	-	-
Mean	15:31	0:56	9:33	13:47	-	-

Norman은 폴리에틸렌 소재가 피복재로서가 아니라 배관용으로 사용될 때, SCGR 특성이 최소 30시간의 요구 시간이 필요하다고 많은 배관 파손의 사례조사를 통하여 제한한 바 있다 [7]. 시험결과를 살펴보면 원소재 중 한 가지의 경우를 제외하고 이를 상회하는 국내소재는 찾아보기가 어렵다는 사실로부터 SCGR의 수준이 현저히 낮다는 것을 알 수 있다. 다만 폴리에틸렌배관이 내압에 대한 기계적 안전성을 스스로 부담해야하는 특성이 있는데 반해서, 피복소재로서 적용되는 폴리에틸렌은 배관소재로서 보다는 비교적 덜 엄격한 SCGR 수준을 요구할 수 있다고 보여진다. 따라서 피복재로서의 SCGR 기준은 30시간 보다는 작더라도, 일정한 내구성을 갖추기 위해서 어느 적절

한 수준을 결정하고 이에 맞는 소재를 선택할 필요가 있다고 보여진다.

**Table 4. Sample SCGR test data which carried out in the USA between 1965~1993 [12].**

Co-Polymer	Density (g/cm <sup>2</sup> )	Failure time (hr)
Ethylene-butene	0.9490	1.4
Ethylene-octene	0.9465	9
Ethylene-hexene	0.9476	14
Ethylene-butene	0.9560	35
Ethylene-octene	0.9393	159
Ethylene-hexene	0.9481	308
Ethylene-octene	0.9400	639
Ethylene-butene	0.9574	1247
Ethylene-hexene	0.9435	1290
Ethylene-hexene	0.9454	7517
Ethylene-hexene	0.9440	45000

**3.2 OIT 측정결과**

피복소재가 가지고 있는 산화안정제들이 산소를 모두 취하여 산소가 과포화 상태가 되면 급격히 산화되는 현상을 관찰할 수 있는데, 이 시점에서의 산화시간을 측정하여 산화유도에 대한 안정성을 비교하는 것이다. 산화안정제는 첫째, 공장에서의 가공이나 압출시 고분자의 변형을 방지하고 둘째, 배관 가설 및 가설후의 UV(ultraviolet) 에 의한 노출이나 자연적인 풍화에 견딜 수 있도록 첨가하는 것이다 [13]. 즉, 산화안정제가 충분히 첨가되지 않은 폴리머의 경우는 가설후의 마모에 대한 저항성뿐만 아니라 공장에서 가공시에도 물성저하가 발생할 수 있기 때문에 충분한 양의 산화안정제가 주입되어야만 비로소 충분한 내구성을 갖는 피복재로서의 역할을 할 수 있다.

원소재 U와 공장피복재 I에 대해 OIT를 결정하기 위한 전형적인 DSC 그래프를 Figs. 5, 6에 각각 나타내었다. 이러한 전형적인 원시곡선으로부터 OIT 값이 결정된다. OIT 과정의 그래프 선형성이 좋을수록 아주 안정된 형태의 산화과정을 보여준다고 할 수 있다. 이러한 분석과정을 거쳐서 얻어진 원소재 및 공장피복재의 OIT 측정 결과를 Table 5에 정리하였다.

Table 5의 결과를 보면 원소재보다는 완성 피복층에서 대체적으로 높은 것을 볼 수 있는 것은 완성피복층의 산화안정제 효과에 의한 것

으로 판단되며, 원소재의 경우에는 OIT 값의 상당히 폭넓은 영역대의 값을 보여주고 있다. 이 경우에도 폴리에틸렌배관용으로는 ISO 규정에서 최소 20 min을 규정하고 있는데, 이러한 기준에서 보면 조사된 소재중 전체적으로 약 50% 정도가 SCGR 측정치와 마찬가지로 기준 값에 크게 못 미치는 결과를 나타냄을 알 수 있다.

현장에서 용접부에 열수축피복시공을 위해서는 피복재가 불꽃열을 견뎌야 하며, 어느 정도 내구성 물성의 관점에서 물성을 나타내기 위해서는 OIT의 경우에도 배관소재용 기준인 20min보다는 작더라도 일정한 기준을 설정하고 이에 맞는 소재를 선택하여 사용할 필요가 있다고 판단된다.

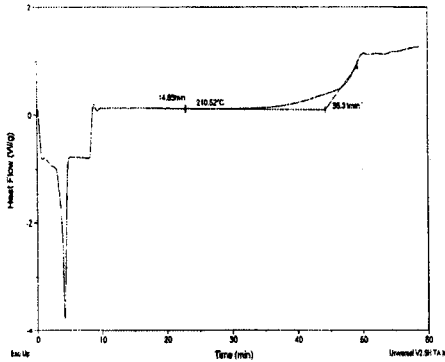


Fig 5. Typical DSC curve of resin material, U.

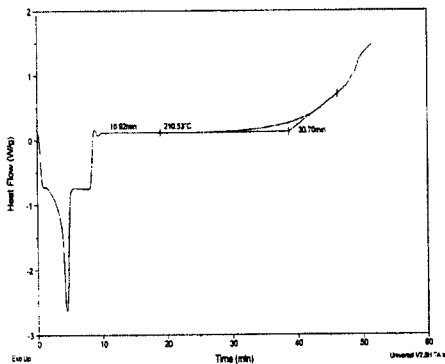


Fig 6. Typical DSC curve of complete coat, I

Table 5. The OIT values of resin materials and complete coatings.

Resin Materials						
Resin Time	Y1	Y2	U	M	A	N
min	13.5	19.7	36.3	61.5	17.7	9.43
Complete Coatings						
Coating Time	D (one layer)	I (one layer)	G (two layer)	G (three layer)	-	-
min	3.1	30.7	24.7	35.7	-	-

### V. 결론 및 제안

지금까지 가스수송용 배관코팅에 사용되는 폴리에틸렌 원소재 및 완성피복재에 대한 특성을 관찰한 결과 대부분의 소재들이 장기간 사용 측면에서의 최소한의 물성을 제대로 확보하고 있지 못한 것으로 판명되었다. 이러한 내구 물성을 갖는 인자로 폴리에틸렌배관용 소재에서 관심을 갖는 SCGR 및 OIT 인자들을 고려할 수 있으며, 폴리에틸렌 피복재 평가에 포함하여 실시할 필요가 있다고 생각된다. 이러한 물성의 기준값은 파단시간과 파괴양상(fracture mode)과의 관계 및 산화유도시간과 기계적 강도와의 관계 등 보다 더 구체적이고, 다양한 상황을 고려하여 향후 결정되어야 할 것으로 판단된다. 그러나 본 연구의 실험수행 결과와 Brown이 제시한 값을 기준으로 잠정적인 수치를 제시하자면, 피복소재로서의 SCGR 값은 약 20 h 정도, OIT의 경우 약 10 min을 제시할 수 있으며, 업계 및 한국산업표준규격 등에서 이들 인자를 고려할 필요가 있다고 사료된다.

특히 관련업계에서도 국내생산 PE 소재에 대한 내구성 정밀조사를 수행하고 적합한 수준의 소재를 피복소재로 채택할 수 있는 근거를 확보할 수 있도록 공동노력 하여야 할 것이다.

### 감사의 글

본 연구에 협력해주신 국내 피복제조기업, 원료수지기업에 감사드리며, 특히 OIT 시험자료 산출에 직접적으로 많은 도움을 주신 SK대덕연구원 조규철 박사의 지원에 감사를 드립니다.

다. 아울러 본 연구 및 논문출판에 대한 한국 가스공사의 지원에 감사드립니다.

### 참 고 문 헌

- [1] 한국산업규격 KS D 3589 "폴리에틸렌 피복 강관 - Polyethylene Coated Steel Pipes".
- [2] 한국산업규격 KS D 3607 "분말용착식 폴리에틸렌 피복강관 - Polyethylene Coated Steel Pipes by Powder Fusion".
- [3] EN ISO 13479 "Polyethylene(PE) Pipes for the Supply of Natural gas - Resistance to Crack Propagation - Method of Test for Slow Crack Growth on Notched Pipes".
- [4] DIN 30670 "Polyethylene Coatings for Steel Pipes and Fittings".
- [5] S.M. Lee, S. Shin, H.S. Song and Y.T. Kho, "Deformation and Fracture Behaviors of Polyethylene Coatings on the Natural Gas Transmission Line with Ultraviolet Exposure," Proc. of the Intern. Pipeline Conference 1998, Vol.II, ASME, NY, 1998.
- [6] D. Fielder, Private communication, 1998.
- [7] X. Lu and N. Brown, Polymer Testing, vol.11, p.309, 1992.
- [8] ASTM F 1473 "Standard Test Method for Notch Tensile Test to Measure the Resistance to Slow Crack Growth of Polyethylene Pipes and Resin".
- [9] ISO 13479 "Polyolefin Pipes for the Conveyance of Fluids - Determination of Resistance to Crack Propagation - Test Method for Slow Crack Growth on Notched Pipes (notch test)".
- [10] N. Brown and X. Lu, "Controlling the Quality of PE Gas Piping Systems by Controlling the Quality of the Resin", Proc. of 13<sup>th</sup> International AGA Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, p.327. 1-4<sup>th</sup> Nov 1993.
- [11] ISO/TR 10837 "Determination of the thermal stability of polyethylene(PE) for use in gas pipes and fittings".
- [12] N. Brown and X. Lu, "The Relative Merits of HDPE and MDPE Resins for Gas Pipes and Fittings", Proc. of 13<sup>th</sup> International AGA Plastic Fuel Gas Pipe Symposium, p.139. 1-4<sup>th</sup> Nov 1993.
- [13] ASTM D 3895 "Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry".