



راهنمای استفاده از دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی (DSC)

مقدمه : (اصول آزمون)

دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی یکی از محصولات پر فروش شرکت آزمون پلیمر سپاهان می باشد. دستگاه دارای نرم افزار کنترل و مدیریت تست به منظور انجام انواع آزمون مطابق با استاندارد می باشد. در این دستورالعمل برای آموزش آسان ، نرم افزار گام به گام توضیح داده می شود.

در آزمون زمان القای اکسایش (OIT) زمان و دمایی که تا آن حد، سیستم پایدار کننده ضد اکسایش موجود در آزمون، از اکسایش ممانعت می کند، اندازه گیری می شود، در حالی که آزمون در شرایط همدمای معین یا در نرخ جریان دمایی ثابت در اتمسفر اکسیژن یا هوا قرار دارد . زمان یا دمای القاء اکسایش، ارزیابی میزان پایداری ماده مورد آزمون است . انجام آزمون در دمایی بالاتر سبب کاهش زمان القاء اکسایش و نرخ های گرمایشی سریع تر سبب افزایش دمای القاء اکسایش می شود . همچنین نتایج به مساحت سطح آزمون که تحت اکسایش قرار می گیرد و نیز مواردی مانند ضخامت و وزن نمونه وابستگی دارد. باید به خاطر داشت که آزمون های انجام شده در اکسیژن خالص، در زمان و دمایی اکسایش پایین تری نسبت به آزمون های انجام شده در شرایط اتمسفر معمول به نتیجه می رسد .

در آزمون های DSC, OIT نمونه درحالی که در کوره گرمایی قرار دارد با نرخ معین گرم می شود و همزمان منحنی های تغییرات دما و نیز تغییرات سطح انرژی ماده مورد نظر رسم می شود که با تحلیل این منحنی می توان واکنش های رخ داده را بررسی کرد. در آزمون DSC که در آن نمونه با نرخ مشخصی از دمایی محیط گرم می شود و رفتار آن در قالب منحنی DSC توسط نرم افزار رسم می شود می توان یک آنالیز حرارتی از نمونه و فرآیندهایی مانند ذوب، تخریب،... را از لحاظ دما و سطح انرژی بررسی و تحلیل کرد.

بخش اول

گرماسنج روبشی تفاضلی

تست OIT یکی از آزمونهای مهم مواد پلیمری است. هدف از انجام این آزمون تعیین زمان القاء اکسایش است. دستورالعمل تست OIT در استاندارد ملی ۶-۷۱۸۶ به صورت کامل و فنی آمده است. OIT پارامتر مهم و موثری در رابطه با کیفیت و طول عمر ماده و محصول نهایی است.

دستورالعمل تست OIT

مقدار 2 ± 15 میلی گرم ماده را که می‌تواند از قسمت‌های مختلف محصول تولید شده و یا مواد اولیه انتخاب شود در محل آزمون دستگاه DSC (سنسورهای گرمایی) قرار می‌گیرد. دمای دستگاه از دمای محیط به ۲۰۰ درجه با یک Rate ثابت بالا میرود و نیتروژن در حین بالا رفتن دما جهت خنثی کردن محیط وارد سیستم می‌شود. بعد از اینکه دما در ۲۰۰ درجه ثابت شد جریان نیتروژن قطع و اکسیژن وارد سیستم می‌شود. از زمانی که اکسیژن وارد سیستم می‌شود آزمون حداقل باید بتواند متناسب با استاندارد مربوطه (به طور مثال ۲۰ دقیقه) در این شرایط مقاومت کند و اکسید نشود.

استاندارد تست OIT

استاندارد ISIRI 7186-6 در مورد تعیین زمان القاء اکسایش و دمای القاء اکسایش مواد پلیمری با استفاده از روش گرماسنجی روبشی تفاضلی است. این استاندارد برای رزینهای پلی‌اولفینی که حاوی جزء پایدار کننده هستند، هم در حالت ماده خام و هم به عنوان محصول نهایی، کاربرد دارد. ممکن است این استاندارد برای سایر پلاستیکها به کار رود. عنوان عوامل این استاندارد: پلاستیکها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC), تعیین زمان القاء اکسایش (OIT) همدم (و دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی) است.

هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد تعیین زمان القاء اکسایش و دمای القاء اکسایش مواد پلیمری با استفاده از روش گرماسنجی روبشی تفاضلی است. این استاندارد برای رزینهای پلی‌اولفینی که حاوی جزء پایدار کننده هستند، هم در حالت ماده خام و هم به عنوان محصول نهایی، کاربرد دارد. ممکن است این استاندارد برای سایر پلاستیکها به کار رود. مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد ملی ایران به آنها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد ملی ایران محسوب میشود در صورتی که به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن موردنظر این استاندارد ملی نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آنها مورد نظر است.

زمان القاء اکسایش

به میزان نسبی مقاومت مواد پایدار شده در برابر تخریب اکسایشی مربوط می‌شود. به وسیله اندازه‌گیری گرمایی در فاصله زمانی بین قرار گرفتن نمونه تحت اتمسفر هوا یا اکسیژن در یک دمای معین در فشار اتمسفر و مشاهده شروع اکسایش گرمازا، زمان القاء اکسایش تعیین و بر حسب دقیقه بیان میشود.

دمای القاء اکسایش

به میزان نسبی مقاومت مواد پایدار شده در برابر تخریب اکسایشی مربوط می‌شود. به وسیله سنجش گرمایی در دمایی که ماده تحت اتمسفر اکسیژن یا اتمسفر هوا و در فشار اتمسفر شروع به اکسایش میکند، دما القاء اکسایش تعیین و بر حسب درجه سلسیوس بیان میشود.

اصول آزمون

زمان و دمایی که تا آن حد، یک سیستم پایدار کننده ضد اکسایش موجود در آزمون از اکسایش ممانعت میکند، اندازه‌گیری میشود، در حالی که آزمون در شرایط هم‌دما در دمای معین یا در نرخ جریان گرمایی ثابت در اتمسفر اکسیژن یا هوا قرار دارد. زمان یا دمای القاء اکسایش، ارزیابی میزان پایداری ماده مورد آزمون است. انجام آزمون در دمای بالاتر سبب کاهش زمان القاء اکسایش و نرخ‌های گرمایشی سریعتر سبب افزایش دمای القاء اکسایش میشود. همچنین زمان و دما القاء اکسایش به مساحت سطح آزمون که تحت اکسایش قرار میگیرد بستگی دارد. باید به خاطر داشت که آزمون‌های انجام شده در اکسیژن خالص، در زمان و دمای اکسایش پایینتری نسبت به آزمون‌های انجام شده در شرایط اتمسفر معمول به نتیجه میرسند.

یادآوری: زمان یا دمای القاء اکسایش میتواند بیانگر مقدار موثر ضد اکسندرها در آزمون باشد. مهارت کافی باید در تفسیر داده‌ها به کار برد، زیرا سینتیک واکنش اکسایش تابعی از دما و خواص ذاتی افزودنی‌های موجود در نمونه است. به عنوان مثال اغلب نتایج حاصل از آزمون زمان و دمای القاء اکسایش برای انتخاب فرمولاسیون بهینه رزین به کار میروند، که در آن ضد اکسندرها فرار یا تفاوتها در انرژی فعالسازی واکنشهای اکسایشی ممکن است نتایج زمان و دمای القاء اکسایش کمتری را نشان دهند در حالیکه در دمای کاربری محصول نهایی، نتایج مطلوبی را ارائه می‌کنند.

آزمون و ماده مرجع با نرخ ثابتی در محیط گاز بی‌اثر (نیترژن) حرارت داده میشوند. هنگامی که دما به حد معین رسید، اتمسفر گاز بی‌اثر با اکسیژن یا هوا (با همان سرعت جریان)، جایگزین میشود. سپس، آزمون در دمای ثابت نگهداشته میشود تا واکنش اکسایش در منحنی اکسایش مشاهده شود. فاصله زمانی بین ورود اکسیژن یا هوا به سیستم تا شروع اکسایش را دوره القاء مینامند. پایان دوره القاء با افزایش شدید گرمای آزاد شده از نمونه مشخص شده و میتواند با استفاده از گرماسنج روبشی تفاضلی تعیین شود. زمان القاء اکسایش هم‌دما طبق بند ۹-۶-۱ تعیین می‌شود. آزمون و ماده مرجع با نرخ ثابتی در محیط اکسیژن یا هوا حرارت داده میشوند تا واکنش اکسایش در منحنی اکسایش مشاهده شود. دمای القاء اکسایش دینامیک، دمای شروع واکنش اکسایش است. شروع اکسایش با افزایش شدید گرمای آزاد شده از نمونه مشخص شده و میتواند با استفاده از گرماسنج روبشی تفاضلی تعیین شود. دمای القاء اکسایش دینامیک طبق بند ۹-۶-۲ تعیین می‌شود.

دستگاه گرماسنج روبشی تفاضلی، که قابلیت دستیابی به دماهای بالا را (حداقل تا ۵۰۰ درجه سلسیوس)، داشته باشد. برای اندازه‌گیری زمان القاء اکسایش، قابلیت نگهداری پایدار دما در شرایط هم‌دمایی را در حدود 3 ± 0.1 درجه سلسیوس در دمای آزمون طی دوره آزمون (معمولاً ۶۰ دقیقه) دارا باشد. برای تجهیزات با دقت بالا، پایداری هم‌دما 1 ± 0.1 توصیه می‌شود.

آزمونه‌ها باید در بوته یا ظروف باز یا در بسته (با قابلیت تهویه) قرار داده شوند که از تماس نامطلوب با اتمسفر اطراف ممانعت شود. ترجیحاً از بوته‌های آلومینیومی استفاده شود. ممکن است بوته‌های ساخته شده از مواد مختلف براساس توافق بین طرفین ذینفع و ذیربط مورد استفاده قرار گیرند.

یادآوری: اجزاء تشکیل دهنده ظروف میتوانند به میزان قابل ملاحظه‌ای روی نتایج آزمون اثر بگذارد (که شامل هرگونه اثر کاتالستی میشود). نوع سیستم آلوده کننده به کاربری موردنظر ماده مورد آزمون بستگی دارد. پلی الفینهای مورد استفاده در صنعت سیم و کابل، به بوته یا ظروف مسی یا آلومینیومی نیاز دارند در حالی که برای پلی الفین مورد استفاده در غشاهای و فیلمهای مورد استفاده برای ممانعت از عبور بخار، فقط آلومینیوم به کار میرود. برای کالیبراسیون جریان گاز، ابزاری برای اندازه‌گیری نرخ جریان نظیر روتومتر یا جریان سنج soap-film باید همراه با شیر تنظیم کننده گاز به کار رود. ابزار کنترل کننده جریان جرمی باید به وسیله ابزار جابجایی مثبت کالیبره شود. اکسیژن با خلوص بسیار بالا ۹۹,۵٪ و کاملاً خشک.

هشدار: استفاده از گاز فشرده شده به ایمنی و جابجایی مناسب نیاز دارد. به علاوه اکسیژن یک اکسیدکننده بسیار قوی است که شدیداً احتراق را تسریع می‌کند. تجهیزات حاوی اکسیژن یا استفاده کننده اکسیژن را از روغن و گریس دور نگهدارید. هوای فشرده باید خشک و عاری از روغن و گریس باشد.

نیتروژن با خلوص بسیار بالا ۹۹,۵٪ و کاملاً خشک

تجهیزات گرماسنج روبشی تفاضلی برای اندازه‌گیری زمان القا اکسایش به قطع جریان نیتروژن و وصل جریان هوا یا اکسیژن نیاز دارد. فاصله بین محل قطع و وصل گاز و محفظه آزمون باید تا حد امکان کوتاه باشد به گونه‌ای که برای جریان حجمی تنظیم شده، زمان تلف شده کمتر از یک دقیقه باشد. بر این اساس برای نرخ 50 ml/min حجم اتلافی کمتر از 50 ml باشد.

یادآوری: اگر زمان تلف شده مشخص باشد، دقت بیشتری میتواند حاصل شود. به طور مثال، یک راه برای به دست آوردن زمان تلف شده، انجام آزمون با استفاده از ماده پایدار نشده است که در حضور اکسیژن، سریع اکسیده میشود. زمان القاء اکسایش این آزمون، فرصت تصحیحی برای تعیین OIT متوالی را فراهم خواهد کرد.

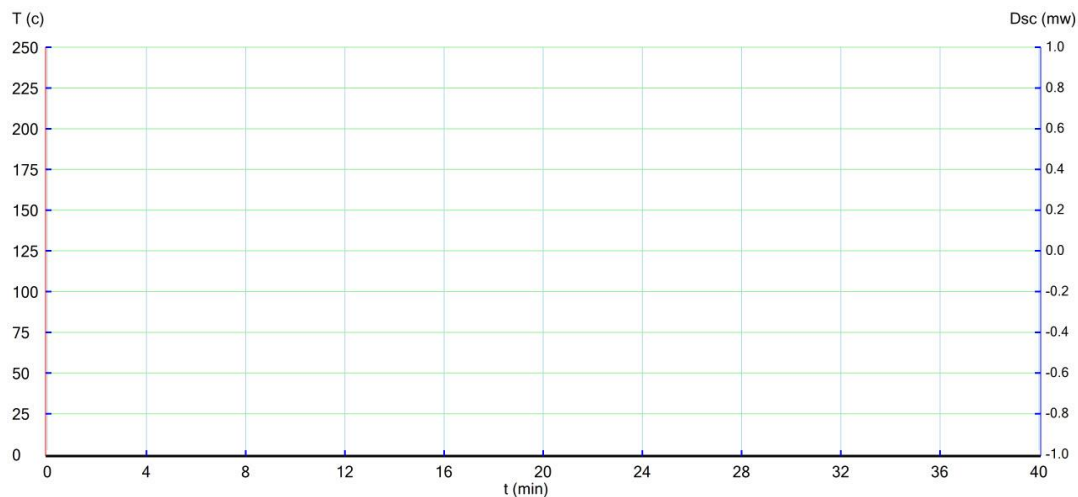
بخش دوم

صفحه اصلی برنامه

۱- صفحه اصلی برنامه

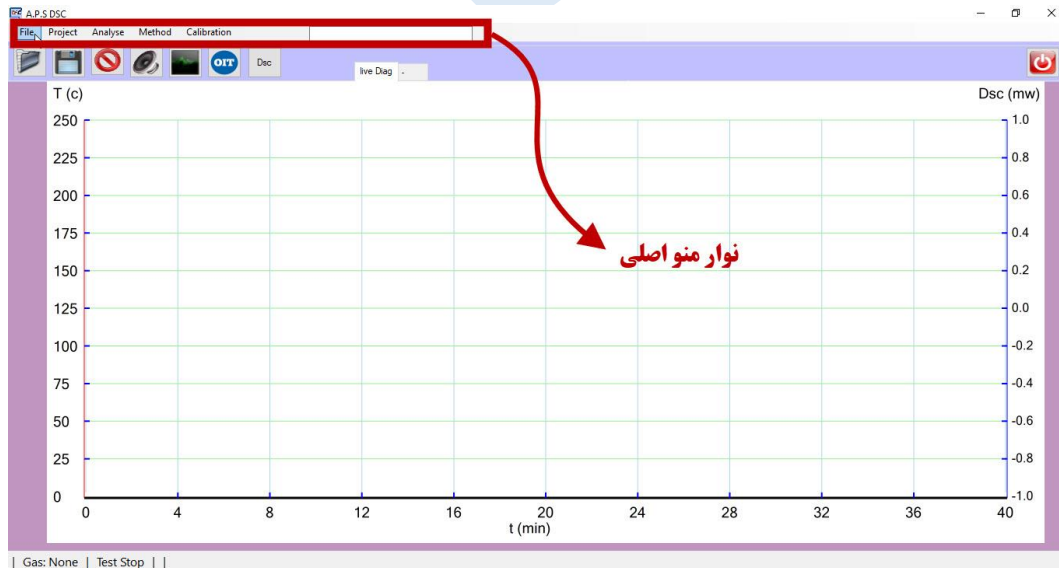
صفحه اصلی برنامه شامل سه قسمت کلی میباشد :

۱-۱- دیاگرام



۱-۲- منوی اصلی برنامه

منوی اصلی برنامه در قسمت بالای صفحه قرار دارد و دارای منو و زیر منو هایی برای مدیریت و کنترل تست ، تجزیه و تحلیل نمودار ها با نمایش و ثبت اطلاعات در خروجی و همچنین گزینه های تنظیمات برای انجام تست متناسب با استاندارد و نیاز کاربر می باشد.



۱-۳- نوار ابزار دسترسی سریع

نوار ابزار دسترسی سریع در قسمت بالا و زیر منوهای اصلی قرار دارد و ابزار هایی که زیاد مورد استفاده قرار میگیرد را در خود جای داده است. توضیحات مربوط به هر ابزار در بخش چهارم دستور العمل بیان شده است .

بخش سوم

منوی اصلی برنامه

۲- منوی اصلی برنامه

نوار منوی اصلی برنامه شامل پنج منوی اصلی و کادر اعلام وضعیت می باشد :

۲-۱- منوی فایل (File)

منوی فایل شامل موارد زیر می باشد :

New : پاک کردن صفحه برای تست جدید

Open : باز کردن نتایج تست های گذشته

Save as : ذخیره نتیجه تست

Import : وارد کردن فایل از قبل ذخیره شده به برنامه

Export : تبدیل نتیجه تست به فایل های قابل مشاهده در برنامه های دیگر

Print : چاپ نتیجه آزمون

Print preview : پیش نمایش چاپ

Print setting : تنظیمات چاپ

Device model : تعیین نوع نرم افزار متناسب با دستگاه

Exit : خروج



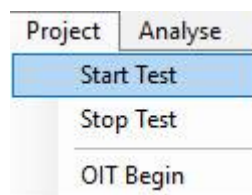
۲-۲- منوی پروژه (Project)

این منو شامل گزینه های زیر می باشد :

Start test : شروع تست

Stop test : متوقف کردن تست

Oit begin : شروع فرایند تست

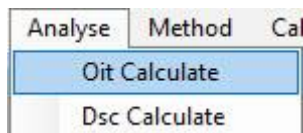


۳-۲- منوی آنالیز (Analyse)

این منو شامل گزینه های زیر می باشد :

: Oit calculate

: Dsc calculate



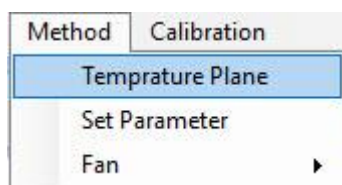
۴-۲- منوی متد (Method)

این منو شامل گزینه های زیر می باشد :

: Temperature plane

: Set parameter

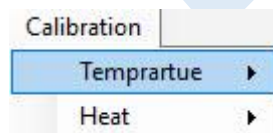
: Fan



۵-۲- منوی کالیبره (Calibrations)

Temperature : کالیبره کردن دما

Heat : کالیبره کردن گرمایی



کالیبره کردن دما

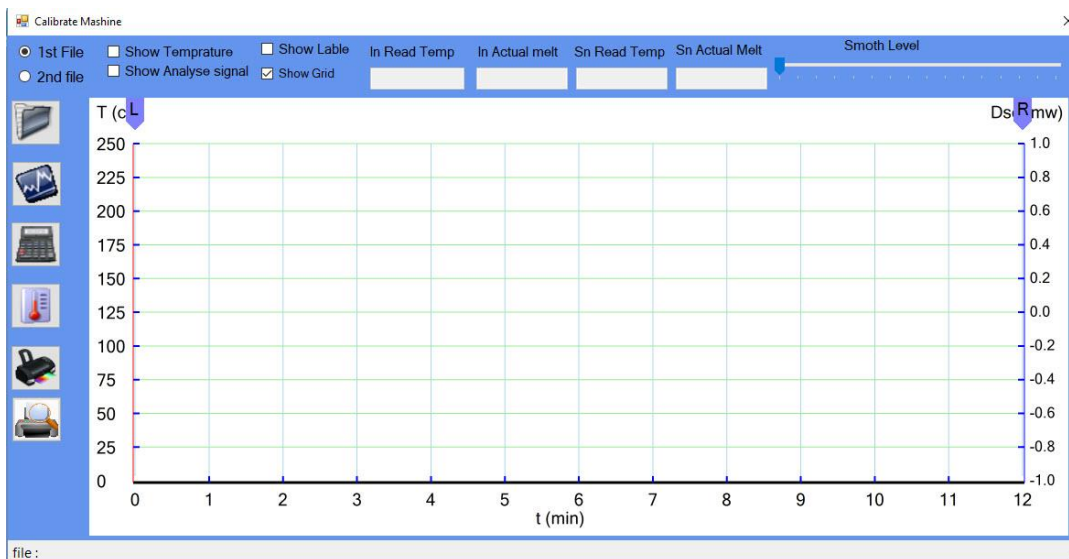
این دستگاه طبق استاندارد ، دما را توسط دو نقطه کالیبره می کند. برای این منظور از منوی کالیبره مسیر زیر را دنبال و پیک ذوب دو نقطه را بدست می آوریم. برنامه ذوب قلع و ایندیوم به صورت پیش فرض در نرم افزار قرار داده شده است و برنامه ذوب برای هر ماده دیگر را نیز می توانید از قسمت Other نوشته و اجرا کنید.



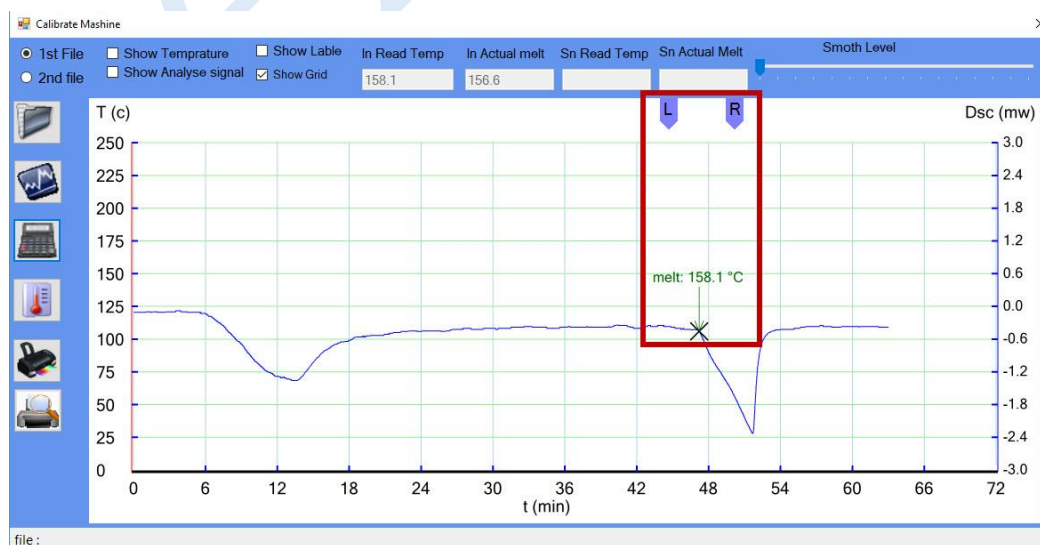
پس از آنکه پیک های ذوب گرفته شد مسیر زیر را دنبال کنید.



پس از انتخاب گزینه مشخص شده در بالا، پنجره زیر باز می شود



در این صفحه باید دو ماده را که از قبل پیک ذوب آنها را گرفته اید بارگذاری کنید و حتما باید به این نکته توجه کنید که دمای ذوب 1st file (ماده ۱) از دمای 2nd File (ماده ۲) کمتر باشد. در هنگام انتخاب هر کدام از این فایل ها دمای ذوب واقعی یعنی آنچه در گواهی نامه ماده وجود دارد و در قسمت start wizard کاربر وارد کرده به عنوان دمای ذوب واقعی در نظر گرفته می شود. برای محاسبه نقطه شروع پیک ذوب ابزار های لغزنده چپ و راست را قبل و بعد از شروع این نقطه بر روی دیاگرام قرار داده و بروی Calculate melting point and view it on diagram (آیکون ماشین حساب) کلیک کنید تا محاسبات انجام شود.



بخش چهارم

نوار ابزار دسترسی سریع

۳- نوار ابزار دسترسی سریع

۳-۱- باز کردن دیاگرام



۳-۲- ذخیره دیاگرام



۳-۳- توقف تست جاری



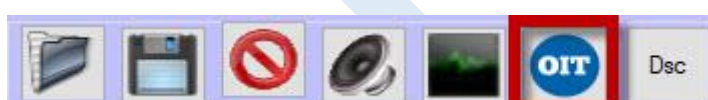
۳-۴- آلام بررسی اتصال



۳-۵- نمایش دیاگرام بدون قابلیت ذخیره سازی و شروع تست



۳-۶- تنظیمات تست OIT



۳-۷- تنظیمات تست DSC



۳-۸- خروج از برنامه

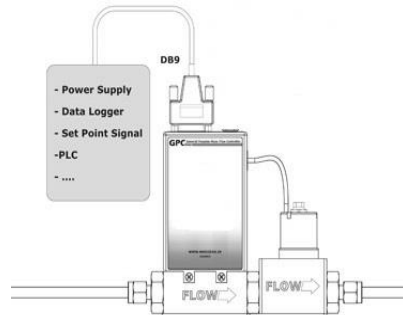


بخش پنجم

انجام تست

آزمون OIT:

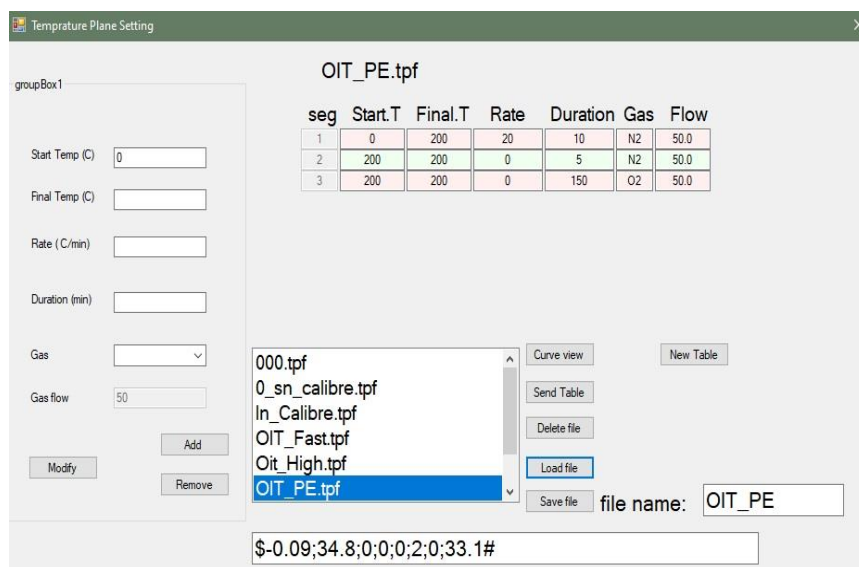
۱- پس از اطمینان از باز بودن شیر گاز مورد استفاده در آزمون و قرار دادن نمونه مورد نظر در دستگاه و نیز قراردادی درب های محفظه دستگاه، با استفاده از آیکون آزمون OIT در صفحه اصلی، وارد پنجره Test Parameter شوید.
فراموش نکنید که پیش از شروع آزمون، از متصل بودن کانکتور ((DB9 فلوکنترلر دیجیتال به دستگاه و روشن بودن صفحه نمایش آن مطمئن شوید
در این فلوکنترلر، عدد بالایی (درشت تر) دبی خروجی از آن و ورودی به دستگاه را نشان می دهد.



The screenshot shows the 'Test Parameter' software window. The interface is light blue and contains several input fields for configuring the test. The fields are arranged in two columns. At the bottom, there are 'Next' and 'Cancel' buttons.

Field	Value	Unit
file name	OIT_20210220_1242	
Sample	indium	
Weight	15	mgr
Constant temp		°C
Heat rate	10	°C/Min
Gas 1	n2	
Flow 1	50	ml/Min
Gas 2	o2	
Flow 2	49.8	ml/Min
Operator	sajadmirza	
Date	2021-2-20	
ComPort	COM9	

۲- در این صفحه مواردی مانند نام فایل، نوع نمونه، جرم نمونه، دمای آزمون، نرخ افزایش دما، گازها، دبی گازها، اپراتورها، تاریخ آزمون و... را وارد کنید و سپس با گزینه Next به صفحه Temperature Plane Setting بروید.



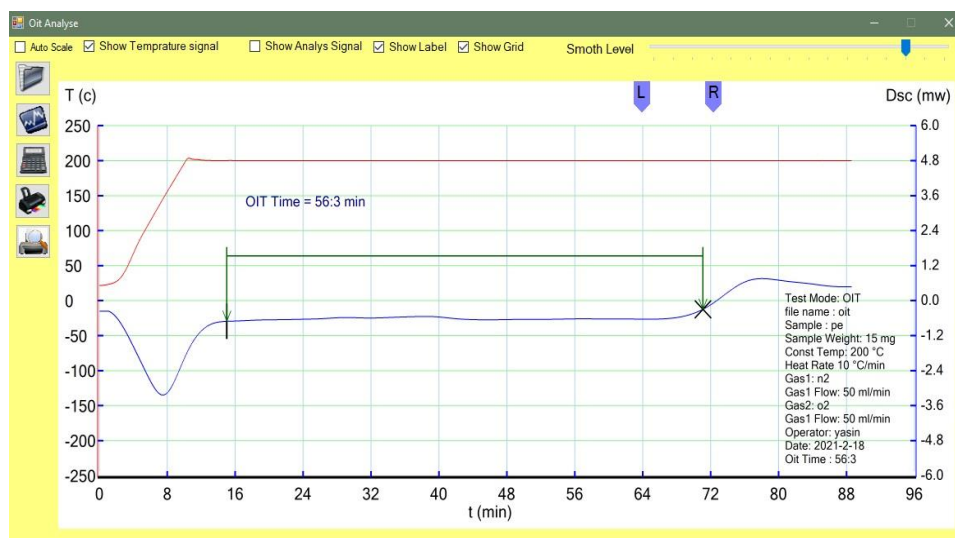
۳- در این صفحه ابتدا برنلمه تست مورد نظران را یا از بین برنامه های موجود انتخاب کنید و یا می توانید برنامه جدید را خودتان طراحی و ذخیره کنید. برای این کار پس از باز شدن این صفحه، نخست یک نام در قسمت File Name وارد کنید و سپس جزییات برنامه را در قسمت group box تعیین کنید و گزینه Add رو بزنید و در آخر با گزینه Save file آن را ذخیره کنید.

در صورتی که قصد دارید یک برنامه موجود را اصلاح کنید، ابتدا بر روی آن کلیک کنید و سپس گزینه Load file را بزنید تا مراحل آن را مشاهده کنید. سپس برای اصلاح هر مرحله روی شماره مرحله (seg) دوبار کلیک کنید تا رنگ آن نارنجی شود و جزییاتش سمت چپ نمایانگر گردد. تغییرات مورد نظر را اعمال و گزینه Modify را بزنید و سپس با زدن گزینه Save تغییرات را ذخیره کنید.

۴- پس از انتخاب و Load کردن برنامه ، با زدن گزینه Send Table به صفحه اصلی برنامه بازمی گردید و فرآیند آغاز می گردد. منحنی های دما و رفتار حرارتی نمونه همزمان رسم می گردند.

۵- با پایان فرآیند آزمون، دستگاه با یک آلارم شما را از اتمام برنامه مطلع می کند و می توانید آزمون با گزینه Save as واقع در File ذخیره نمایید.

۶- حال با استفاده از گزینه Analyse و سپس oit calculate وارد صفحه مربوطه شوید.

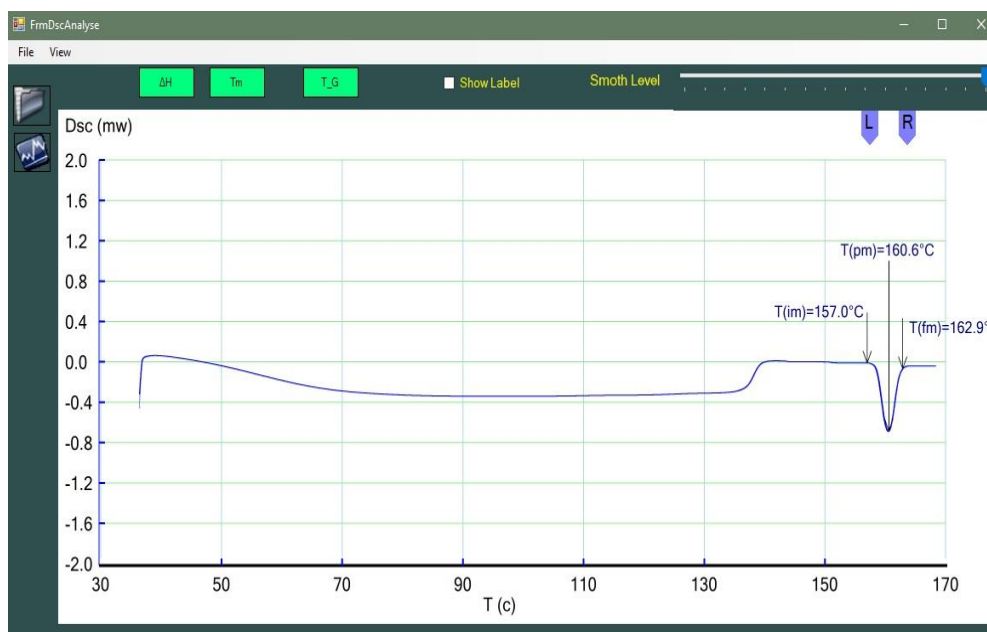


برای محاسبه زمان القای اکسایش نمونه، ابزار چپ (L) را قبل از پیک گرمازا و ابزار راست (R) را بعد از پیک قرارداده و بر روی آیکون محاسبه (ماشین حساب) کلیک کنید. با تیک دار کردن گزینه Show Lable اطلاعات آزمون و نمونه را که قبلا در صفحه Set Parameter وارد کردید نمایش داده می شود و می توانید با کلیک بر روی آن و کشیدن نمایشگر موس، آن را در جای دلخواه قرار دهید.

گزینه Show Grid برای گزیند بندی صفحه و گزینه های Show Temperature Signal و Show Analyse Signal نیز برای نمایش یا عدم نمایش منحنی های دما و رفتار حرارتی نمونه موجود هستند. برای ذخیره صفحه نیز می توانید با راست کلیک بر روی هر جای منحنی و انتخاب گزینه های Export to pdf و یا Save Image اطلاعات آزمون را ذخیره سازید. گزینه های چاپ نیز در همین صفحه موجود هستند.

آزمون DSC:

پس از اطمینان از باز بودن شیر گاز مورد استفاده در آزمون و قرار دادن نمونه مورد نظر در دستگاه و نیز قراردادی درب های محفظه دستگاه، با استفاده از آیکون آزمون DSC در صفحه اصلی، وارد پنجره Test Parameter شوید. مراحل ۲ تا ۵ را مانند توضیحات ارائه شده برای آزمون OIT انجام دهید و سپس با استفاده از گزینه DSC Calculate موجود در بخش Analyse، وارد صفحه مورد نظر شوید. با کلیک بر روی آیکون پوشه در بالای تصویر، فایل آزمون انجام شده را باز کنید.



برای محاسبه دماهای ذوب و آنتالپی واکنش ، ابزار چپ (L) را قبل از پیک و ابزار راست (R) را بعد از پیک قرارداده و بر روی گزینه T_m و یا ΔH کلیک کنید.

پس از اتمام تست ها... (DSC, OIT, ...) و ذخیره آن، در صورتی که بخواهید منحنی جریان گاز را در طول تست مشاهده کنید ، ابتدا در صفحه اصلی برنامه، فایل آزمون را باز کنید و از گزینه های بالای منحنی ، گزینه Gas Flow را بزنید. رفتار و تغییرات جریان گازها بر روی محورهای مربوطه بر حسب ml/min قابل مشاهده است.

