



دلیل استخدام جهاز المسح الحراري التفاضلي (DSC)

مقدمة: (أسس الاختبار)

جهاز المسح الحراري التفاضلي (DSC) هو أحد المنتجات الأكثر مبيعًا لشركة أزموون بوليمر سباهان. يتميز الجهاز ببرنامج خاص للتحكم وإدارة الاختبارات، مما يتيح إجراء أنواع مختلفة من الاختبارات وفقًا للمعايير القياسية. في هذا الدليل، سيتم شرح البرنامج خطوة بخطوة لتسهيل عملية التعلم.

في اختبار زمن الحث للأكسدة (OIT)، يتم قياس الزمن ودرجة الحرارة التي يمكن للنظام المثبت المضاد للأكسدة في العينة مقاومة الأكسدة خلالها. يتم هذا القياس بينما تكون العينة في ظروف متساوية الحرارة عند درجة حرارة معينة أو بمعدل تسخين ثابت في بيئة غنية بالأكسجين أو الهواء. يعتبر زمن أو درجة حرارة الحث للأكسدة مقياسًا لمدى استقرار المادة قيد الاختبار.

تؤدي الاختبارات عند درجات حرارة أعلى إلى تقليل زمن الحث للأكسدة، بينما تؤدي معدلات التسخين الأسرع إلى رفع درجة حرارة الحث للأكسدة. بالإضافة إلى ذلك، تعتمد النتائج على مساحة سطح العينة المعرضة للأكسدة، وكذلك على عوامل أخرى مثل سمك العينة ووزنها. من المهم ملاحظة أن العينات التي تخضع للاختبار في بيئة من الأكسجين النقي تصل إلى زمن ودرجة أكسدة أقل مقارنة بالعينات التي يتم اختبارها في ظروف الغلاف الجوي العادي.

في اختبارات DSC OIT، يتم تسخين العينة داخل فرن حراري بمعدل محدد، ويتم رسم منحنيات توضح تغيرات درجة الحرارة ومستوى الطاقة للمادة المدروسة. من خلال تحليل هذه المنحنيات، يمكن دراسة التفاعلات التي تحدث أثناء التسخين.

أما في اختبار DSC الذي يتم فيه تسخين العينة من درجة حرارة الغرفة بمعدل محدد، يتم رسم سلوكها في صورة منحنى DSC باستخدام البرنامج. يمكن من خلال ذلك إجراء تحليل حراري للعينة ودراسة العمليات مثل الانصهار، والتحلل الحراري، وغيرها، من حيث درجة الحرارة ومستوى الطاقة.

القسم الأول

المسح الحراري التفاضلي (DSC)

اختبار OIT

يُعد اختبار OIT واحدًا من أهم الاختبارات للمواد البوليمرية. الهدف من هذا الاختبار هو تحديد زمن الحث للأكسدة. تم توضيح تعليمات إجراء اختبار OIT بشكل كامل وتقني في المعيار الوطني ISIRI 7186-6. يُعتبر OIT من العوامل المهمة والمؤثرة في جودة المادة وطول عمر المنتج النهائي.

تعليمات إجراء اختبار OIT

يتم أخذ كمية مقدارها 15 ± 2 ملغ من المادة، والتي يمكن أن تكون من أجزاء مختلفة من المنتج المُصنَّع أو من المواد الخام، وتوضع في موقع الاختبار في جهاز (DSC مجسّات الحرارة). ترتفع درجة حرارة الجهاز من درجة حرارة الغرفة إلى 200 درجة مئوية بمعدل تسخين ثابت. أثناء رفع درجة الحرارة، يتم إدخال غاز النيتروجين إلى النظام لتحديد البيئة. بعد تثبيت درجة الحرارة عند 200 درجة مئوية، يتم قطع تدفق النيتروجين واستبداله بالأكسجين. منذ دخول الأكسجين إلى النظام، يجب أن تكون العينة قادرة على مقاومة الأكسدة وفقًا للمعيار ذي الصلة (على سبيل المثال، لمدة 20 دقيقة على الأقل) دون أن تتأكسد.

المعيار الخاص باختبار OIT

المعيار ISIRI 7186-6 يختص بتحديد زمن الحث للأكسدة ودرجة حرارة الحث للأكسدة للمواد البوليمرية باستخدام طريقة المسح الحراري التفاضلي (DSC).

يُطبق هذا المعيار على راتنجات البولي أوليفين التي تحتوي على مكونات مثبتة، سواء كانت في حالتها الخام أو كمنتج نهائي.

قد يُستخدم هذا المعيار أيضًا لأنواع أخرى من البلاستيك.

عنوان المعيار يتضمن:

البلاستيك - المسح الحراري التفاضلي ((DSC

تحديد زمن الحث للأكسدة (OIT متساوي الحرارة)

تحديد درجة حرارة الحث للأكسدة (OIT الديناميكي)

الهدف ونطاق التطبيق

الهدف من إعداد هذا المعيار هو تحديد زمن الحث للأكسدة ودرجة حرارة الحث للأكسدة للمواد البوليمرية باستخدام طريقة المسح الحراري التفاضلي ((DSC). ينطبق هذا المعيار على راتنجات البولي أوليفين التي تحتوي على مكونات مثبتة، سواء كانت في حالتها الخام أو كمنتج نهائي. قد يتم تطبيق هذا المعيار أيضًا على أنواع أخرى من البلاستيك.

المستندات الإلزامية

المستندات الإلزامية التالية تحتوي على أحكام مشار إليها في نص هذا المعيار الوطني الإيراني، وبالتالي تُعتبر جزءًا من هذا المعيار الوطني.

إذا تم الإشارة إلى مستند مع ذكر تاريخ الإصدار، فإن التعديلات والمراجعات اللاحقة لا تُعتبر ضمن نطاق هذا المعيار.

بالنسبة للمستندات المشار إليها بدون ذكر تاريخ الإصدار، فإن أحدث المراجعات والتعديلات تُعتبر سارية المفعول.

زمن الحث للأكسدة

يشير إلى مدى مقاومة المواد المثبتة للتلف الناتج عن الأكسدة. يتم تحديد زمن الحث للأكسدة من خلال القياس الحراري للفترة الزمنية بين تعريض العينة لجو من الهواء أو الأكسجين عند درجة حرارة معينة وفي ضغط جوي، وملاحظة بداية عملية الأكسدة الطاردة للحرارة. يتم التعبير عن زمن الحث للأكسدة بالدقائق.

درجة حرارة الحث للأكسدة

تشير إلى مدى مقاومة المواد المثبتة للتلف الناتج عن الأكسدة. يتم تحديد درجة حرارة الحث للأكسدة من خلال القياس الحراري عند درجة الحرارة التي تبدأ عندها المادة في الأكسدة تحت جو من الأكسجين أو الهواء وفي ضغط جوي. يتم التعبير عن درجة حرارة الحث للأكسدة بالدرجة المئوية (سيلسيوس).

أسس الاختبار

يتم قياس الزمن ودرجة الحرارة التي يمكن عندها لنظام مثبت مضاد للأكسدة في العينة منع حدوث الأكسدة، بينما تكون العينة في ظروف متساوية الحرارة عند درجة حرارة معينة أو بمعدل تسخين ثابت

في بيئة من الأكسجين أو الهواء. يمثل زمن أو درجة حرارة الحث للأكسدة مقياسًا لمدى استقرار المادة قيد الاختبار.

درجات الحرارة المرتفعة تقلل زمن الحث للأكسدة. معدلات التسخين الأسرع تؤدي إلى زيادة درجة حرارة الحث للأكسدة. يعتمد زمن ودرجة حرارة الحث للأكسدة أيضًا على مساحة سطح العينة المعرضة للأكسدة.

ملاحظات

يمكن أن يعكس زمن أو درجة حرارة الحث للأكسدة فعالية مضادات الأكسدة في العينة. تتطلب تفسير البيانات مهارة كافية، حيث إن حركية التفاعلات التأكسدية تعتمد على درجة الحرارة والخصائص الجوهرية للإضافات في العينة. غالبًا تُستخدم نتائج زمن ودرجة حرارة الحث للأكسدة لاختيار أفضل صيغة للراتنج. بعض الإضافات (مثل المثبتات المتطايرة أو الفروقات في طاقة التنشيط للتفاعلات التأكسدية) قد تؤدي إلى زمن ودرجة حرارة حث أقل، ولكنها تقدم أداءً ممتازًا عند درجات حرارة التشغيل الفعلية للمنتج النهائي.

إجراءات الاختبار

يتم تسخين العينة والمادة المرجعية بمعدل ثابت في بيئة غاز حامل (نيتروجين).

عندما تصل درجة الحرارة إلى المستوى المطلوب، يتم استبدال الغاز الحامل بالأكسجين أو الهواء (بنفس معدل التدفق).

تُحافظ العينة عند درجة الحرارة الثابتة حتى يتم ملاحظة تفاعل الأكسدة في منحنى الأكسدة.

زمن الحث: الزمن بين إدخال الأكسجين أو الهواء إلى النظام وبداية الأكسدة.

يُحدد انتهاء زمن الحث بارتفاع كبير في الحرارة المنبعثة من العينة. يتم قياس ذلك باستخدام جهاز المسح الحراري التفاضلي (DSC) يتم تحديد زمن الحث للأكسدة المتساوي الحرارة وفقًا للبند ٩-٦-١. يتم تسخين العينة والمادة المرجعية بمعدل ثابت في بيئة من الأكسجين أو الهواء حتى يتم ملاحظة تفاعل الأكسدة.

درجة حرارة الحث الديناميكية: درجة الحرارة التي تبدأ عندها عملية الأكسدة. يتم تحديد ذلك بزيادة كبيرة في الحرارة المنبعثة من العينة باستخدام جهاز DSC يتم تحديد درجة حرارة الحث الديناميكية وفقًا للبند ٩-٦-٢.

متطلبات جهاز DSC

يجب أن يكون جهاز المسح الحراري التفاضلي قادرًا على الوصول إلى درجات حرارة مرتفعة (على الأقل حتى ٥٠٠ درجة مئوية).

لقياس زمن الحث للأكسدة، يجب أن يحافظ الجهاز على درجة حرارة ثابتة ضمن استقرار قدره ± 0.3 درجة مئوية عند درجة حرارة الاختبار خلال فترة الاختبار (عادةً ٦٠ دقيقة).
يوصى باستقرار ± 0.1 درجة مئوية للأجهزة ذات الدقة العالية.

يجب أن توضع العينة في أطباق أو حاويات مفتوحة أو مغلقة (قابلة للتهوية) بحيث تمنع التلامس غير المرغوب فيه مع الأجواء المحيطة. يفضل استخدام أطباق من الألومنيوم. قد يتم استخدام أطباق مصنوعة من مواد مختلفة بناءً على اتفاق بين الأطراف المعنية.

تذكير: قد تؤثر مكونات الحاويات بشكل كبير على نتائج الاختبار (بما في ذلك أي تأثير تحفيزي). نوع النظام الملوث يعتمد على الاستخدام المقصود للمادة المختبرة. على سبيل المثال، بوليفينيل الكابلات يستخدم أطباق أو حاويات نحاسية أو ألومنيومية، بينما بوليفينيل المستخدم في الأغشية والأفلام المانعة لنقل البخار يحتاج فقط إلى الألومنيوم.

للمعايرة وتحديد تدفق الغاز، يجب استخدام أداة لقياس معدل التدفق مثل جهاز القياس الجرياني أو مقياس تدفق الصابون مع صمام تنظيم الغاز. يجب معايرة أدوات التحكم في تدفق الكتلة باستخدام أدوات التحريك الإيجابي.

يجب أن يكون الأوكسجين نقياً بنسبة ٩٩/٥% وجافاً تماماً.

تحذير: استخدام الغاز المضغوط يتطلب الأمان المناسب والنقل السليم. بالإضافة إلى ذلك، الأوكسجين هو مؤكسد قوي للغاية ويعزز الاشتعال بشكل كبير. يجب الحفاظ على الأجهزة التي تحتوي على الأوكسجين أو التي تستخدمه بعيداً عن الزيت والشحم. يجب أن يكون الهواء المضغوط جافاً وخالياً من الزيت والشحم.

النيتروجين يجب أن يكون نقياً بنسبة ٩٩/٥% وجافاً تماماً.

تتطلب معدات جهاز التحليل الحراري التفاضلي (DSC) لقياس وقت التحفيز المؤكسد قطع تدفق النيتروجين وتوصيل تدفق الهواء أو الأوكسجين. يجب أن تكون المسافة بين مكان قطع الغاز وتوصيله والحجرة الاختبارية قصيرة قدر الإمكان بحيث يكون الوقت الضائع أقل من دقيقة واحدة عند تدفق الحجم المعدل. بناءً على ذلك، عند معدل ٥٠ مل/دقيقة، يجب أن يكون حجم الهدر أقل من ٥٠ مل.

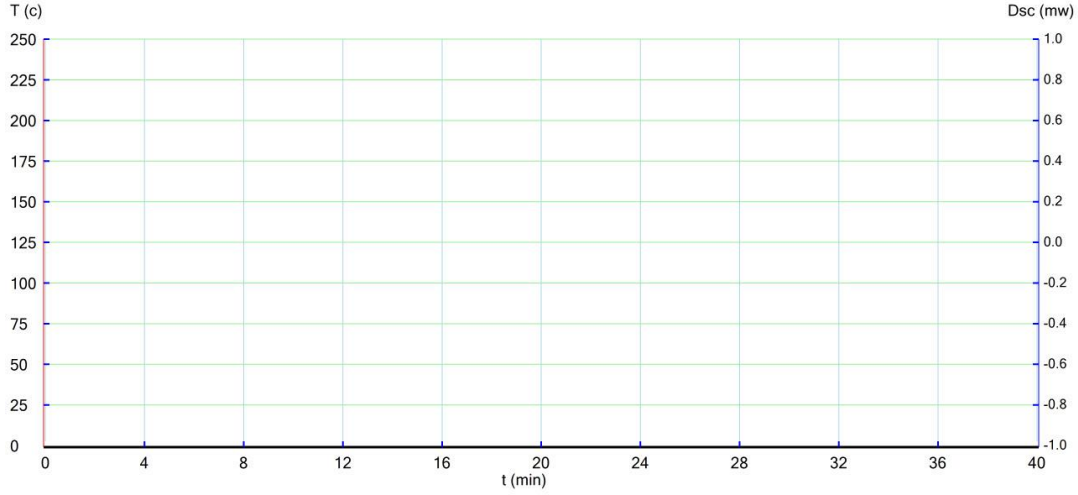
تذكير: إذا كان الوقت الضائع معروفاً، يمكن تحقيق دقة أكبر. على سبيل المثال، أحد الطرق للحصول على الوقت الضائع هو إجراء الاختبار باستخدام مادة غير مستقرة تتحلل بسرعة في وجود الأوكسجين. سيوفر وقت التحفيز المؤكسد في هذا الاختبار فرصة تصحيحية لتحديد OIT المتتالي.

الجزء الثاني
الصفحة الرئيسية للبرنامج

١- الصفحة الرئيسية للبرنامج

الصفحة الرئيسية للبرنامج تتكون من ثلاثة أجزاء رئيسية:

١-١- المخطط



١-٢- القائمة الرئيسية للبرنامج

توجد القائمة الرئيسية للبرنامج في الجزء العلوي من الصفحة، وتحتوي على قوائم فرعية وأوامر لإدارة وتحكم الاختبارات، وتحليل الرسوم البيانية من خلال عرض وتسجيل المعلومات في النتائج، بالإضافة إلى خيارات الإعدادات لإجراء الاختبارات وفقاً للمعايير واحتياجات المستخدم.



١-٣- شريط أدوات الوصول السريع

شريط أدوات الوصول السريع يقع في الجزء العلوي تحت القوائم الرئيسية ويحتوي على الأدوات التي يتم استخدامها بشكل متكرر. يتم شرح تفاصيل كل أداة في القسم الرابع من الدليل.

القسم الثالث القائمة الرئيسية للبرنامج

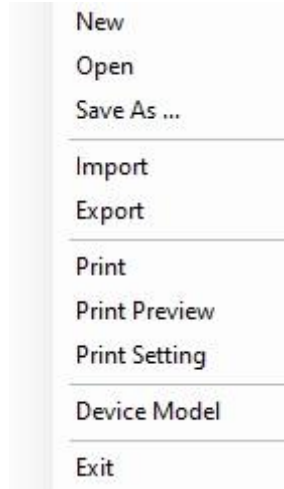
٢- القائمة الرئيسية للبرنامج

قائمة شريط القوائم الرئيسية للبرنامج تحتوي على خمسة قوائم رئيسية بالإضافة إلى مربع حالة النظام:

٢-١- قائمة الملف (File)

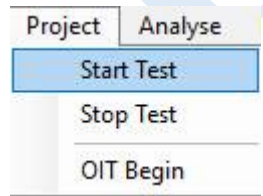
تحتوي قائمة الملف على العناصر التالية:

- New: مسح الصفحة لاختبار جديد
- Open: فتح نتائج الاختبارات السابقة
- Save as: حفظ نتيجة الاختبار
- Import: استيراد ملف تم حفظه مسبقًا إلى البرنامج
- Export: تحويل نتيجة الاختبار إلى ملفات قابلة للعرض في برامج أخرى
- Print: طباعة نتيجة الاختبار
- Print preview: معاينة الطباعة
- Print setting: إعدادات الطباعة
- Device model: تحديد نوع البرنامج المناسب مع الجهاز
- Exit: خروج



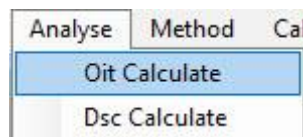
٢-٢ - قائمة المشروع (Project)
تحتوي هذه القائمة على الخيارات التالية:

Start test: بدء الاختبار
Stop test: إيقاف الاختبار
Oit begin: بدء عملية الاختبار



٢-٣ - قائمة التحليل (Analyse)
تحتوي هذه القائمة على الخيارات التالية:

Oit calculate: حساب وقت تحفيز الأكسدة
Dsc calculate: (DSC) حساب تحليل المسح الحراري التفاضلي

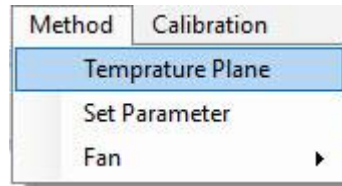


٢-٤ - قائمة الطريقة (Method)
تتضمن هذه القائمة الخيارات التالية:

Temperature plane: إعدادات خطة الحرارة

Set parameter: تعيين المعلمات

Fan: التحكم في المروحة

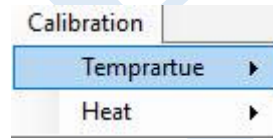


٥-٢- قائمة المعايرة (Calibrations)

تتضمن هذه القائمة الخيارات التالية:

Temperature: معايرة درجة الحرارة

Heat: معايرة الحرارة

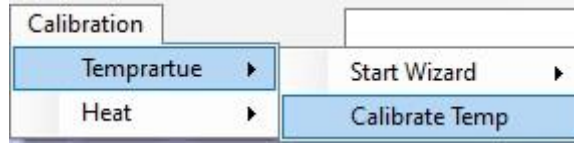


معايرة درجة الحرارة

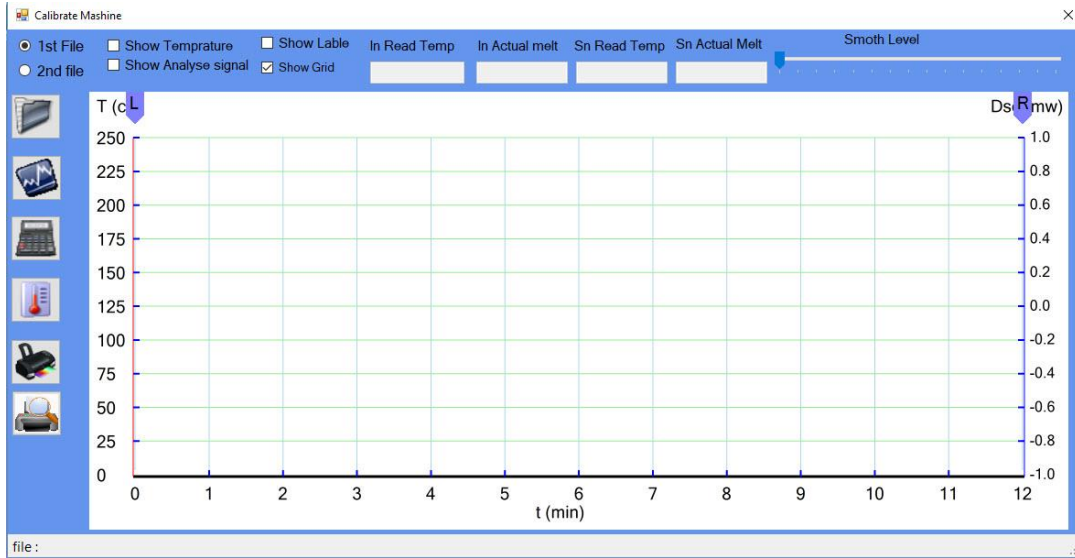
يتم معايرة درجة الحرارة في هذا الجهاز وفقاً للمعايير عبر نقطتين. للقيام بذلك، اتبع المسار التالي من قائمة المعايرة للحصول على القيمة المذبذبة لنقطتين. تم تضمين برنامج ذوبان القصدير والإنديوم في البرنامج بشكل افتراضي، كما يمكنك كتابة وتشغيل برنامج ذوبان لأي مادة أخرى من خلال قسم "Other"



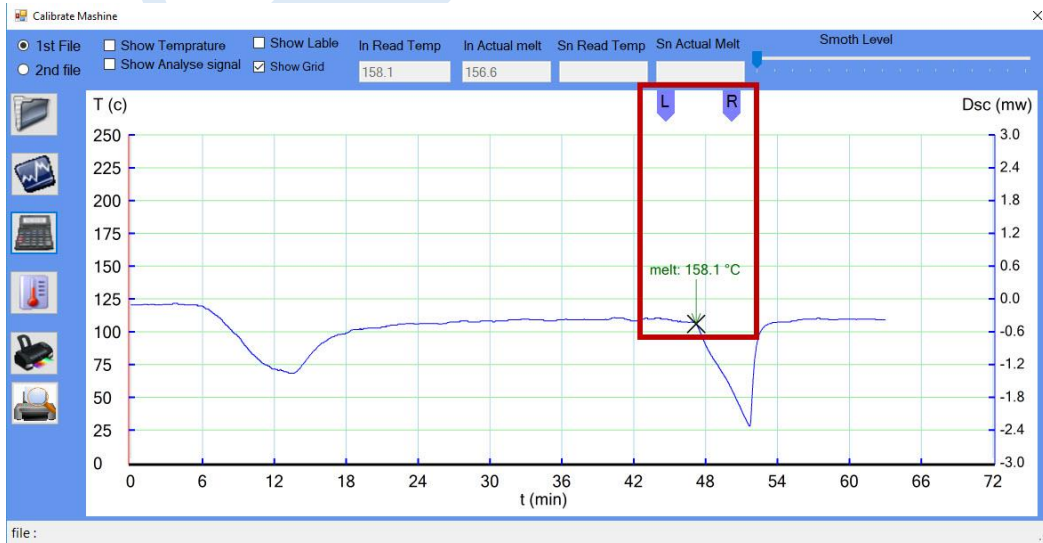
بعد من الحصول على القيم المذبذبة، اتبع المسار التالي



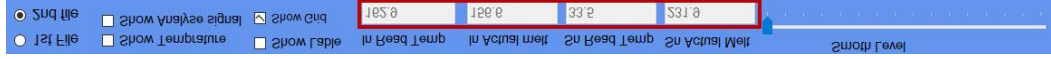
بعد اختيار الخيار المحدد أعلاه، ستظهر النافذة التالية.



في هذه الصفحة، يجب تحميل مادتين قمت بأخذ قمة انصهارهما مسبقاً. يجب الانتباه إلى أن درجة انصهار (1) "1st file" (المادة 1) يجب أن تكون أقل من درجة انصهار (2) "2nd file" (المادة 2). عند اختيار أي من هذه الملفات، سيتم اعتبار درجة الانصهار الفعلية، أي ما هو موجود في شهادة المادة والذي قام المستخدم بإدخاله في قسم "start wizard"، كدرجة انصهار حقيقية. لحساب نقطة بداية قمة الانصهار، استخدم أدوات السحب لليساار واليمين، وضعها قبل وبعد بداية هذه النقطة على الرسم البياني، ثم انقر على "Calculate melting point and view it on diagram" (رمز الآلة الحاسبة) لإجراء الحسابات.



بعد أن تحصل على درجة انصهار كل من المادتين ويتم ملء جميع الخانات الأربعة في الجدول، انقر على "Calibrate machine" (رمز مقياس الحرارة) لتتم عملية معايرة درجة الحرارة.



الباب الرابع

شريط الأدوات للوصول السريع

٣- شريط الأدوات للوصول السريع
١-٣- فتح الرسم البياني



٢-٣- حفظ الرسم البياني



٣-٣- إيقاف الاختبار الجاري



٣-٤- تنبيه فحص الاتصال



٣-٥- عرض الرسم البياني بدون إمكانية الحفظ وبدء الاختبار



٣-٦- إعدادات اختبار OIT



٣-٧- إعدادات اختبار DSC



٣-٨- الخروج من البرنامج



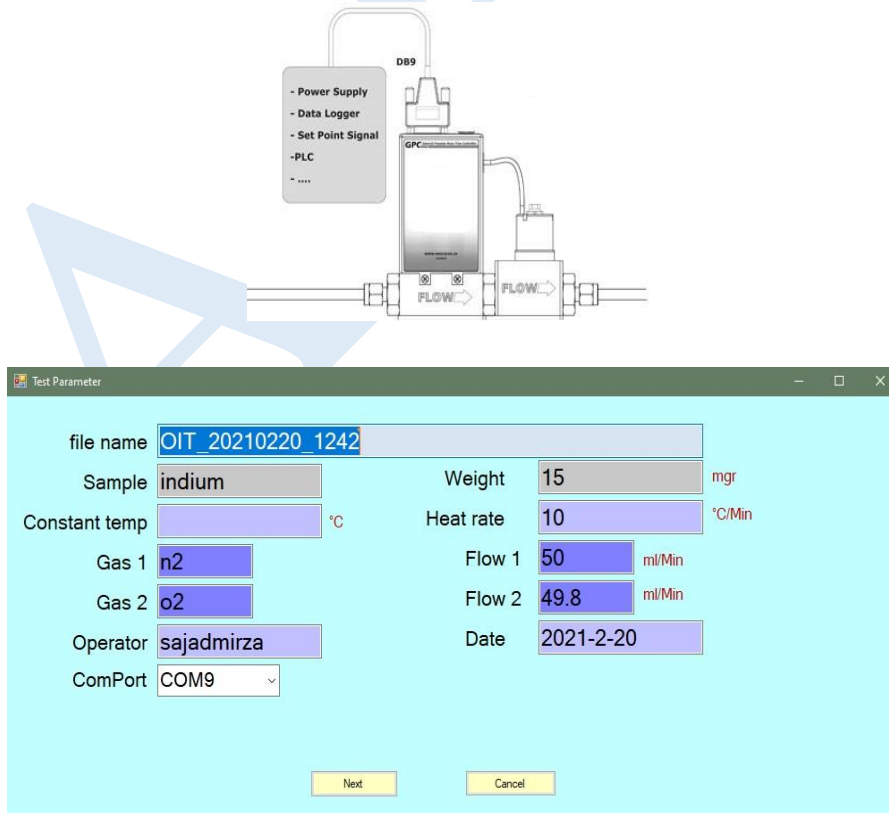
القسم الخامس

إجراء الاختبار

اختبار OIT:

بعد من التأكد من فتح صمام الغاز المستخدم في الاختبار، ووضع العينة المطلوبة في الجهاز، بالإضافة إلى تأكيد غلق الأبواب الخاصة بغرفة الجهاز، استخدم أيقونة اختبار OIT في الصفحة الرئيسية للدخول إلى نافذة "Test Parameter".
لا تنسى أنه قبل بدء الاختبار، تأكد من اتصال الموصل (DB9) لجهاز التحكم في التدفق الرقمي بالجهاز وتشغيل شاشة العرض الخاصة به.

في هذا الجهاز للتحكم في التدفق، الرقم العلوي (الأكبر) يعرض معدل التدفق الخارج منه والمدخل إلى الجهاز.



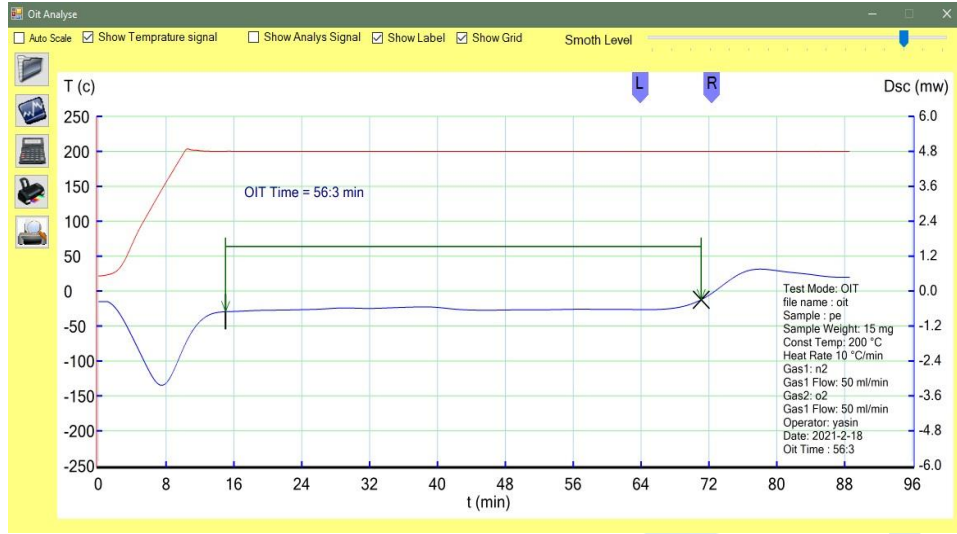
في هذه الصفحة، أدخل المعلومات مثل اسم الملف، نوع العينة، وزن العينة، درجة الحرارة المطلوبة للاختبار، معدل زيادة درجة الحرارة، الغازات، معدل تدفق الغازات، المشغلين، تاريخ الاختبار، وغيرها من التفاصيل. ثم اضغط على خيار "Next" للانتقال إلى صفحة "Temperature Plane Setting"

3- في هذه الصفحة، اختر أولاً برنامج الاختبار الذي ترغب في استخدامه من بين البرامج المتاحة أو يمكنك تصميم برنامج جديد وحفظه. للقيام بذلك، بعد فتح الصفحة، أدخل اسمًا في قسم "File Name" ثم حدد تفاصيل البرنامج في قسم "group box" واضغط على خيار "Add"، وأخيرًا احفظه باستخدام خيار "Save file" إذا كنت ترغب في تعديل برنامج موجود، انقر عليه أولاً ثم اضغط على "Load file" للمرجعة مراحل. بعد ذلك، لتعديل أي مرحلة، انقر مرتين على رقم المرحلة (seg) ليصبح لونه برتقاليًا، وستظهر التفاصيل على اليسار. قم بتطبيق التعديلات المطلوبة ثم اضغط على خيار "Modify"، وأخيرًا احفظ التغييرات باستخدام خيار "Save".

4- بعد اختيار وتحميل البرنامج، اضغط على خيار "Send Table" للعودة إلى الصفحة الرئيسية للبرنامج وبدء العملية. سيتم رسم منحنيات درجة الحرارة والسلوك الحراري للعينة في نفس الوقت.

5- عند انتهاء عملية الاختبار، سيقوم الجهاز بإصدار تنبيه لإعلامك بإتمام البرنامج، ويمكنك حفظ الاختبار باستخدام خيار "Save as" الموجود في "File"

٦- الآن، باستخدام خيار "Analyze" ثم "oit calculate"، ادخل إلى الصفحة الخاصة بذلك.

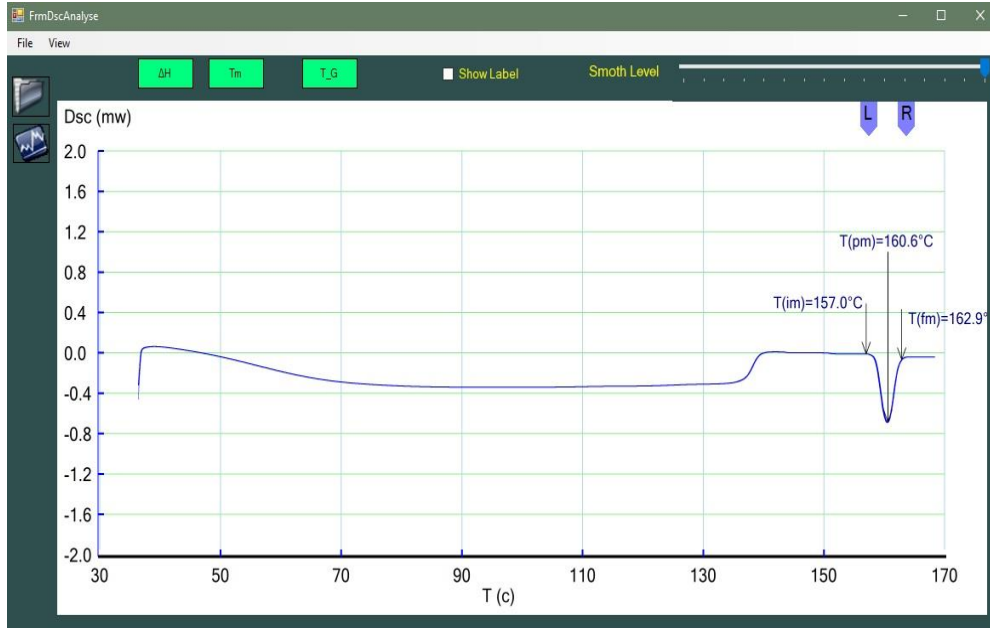


لحساب وقت بدء التأكسد للعينة، ضع الأداة اليسرى (L) قبل قمة جهاز التسخين والأداة اليمنى (R) بعد القمة، ثم اضغط على أيقونة الحساب (آلة الآلة الحاسبة). عند تفعيل خيار "Show Label"، ستعرض المعلومات المتعلقة بالاختبار والعينة التي أدخلتها مسبقًا في صفحة "Set Parameter"، ويمكنك سحب الماوس لتحديد موقع عرض هذه المعلومات في المكان المطلوب.

خيارات "Show Grid" توفر تقسيمات الشبكة للصفحة، و "Show Temperature Signal" و "Show Analyse Signal" للتحكم في عرض أو إخفاء منحنيات درجة الحرارة وسلوك الحرارة للعينة.

لحفظ الصفحة، يمكنك النقر بزر الماوس الأيمن على أي جزء من المنحنى واختيار "Export to pdf" أو "Save Image" لحفظ معلومات الاختبار. توجد أيضًا خيارات الطباعة في هذه الصفحة.

اختبار DSC: بعد التأكد من فتح صمام الغاز المستخدم في الاختبار ووضع العينة في الجهاز وإغلاق الأبواب الخاصة بالحجرة، استخدم أيقونة اختبار DSC في الصفحة الرئيسية للدخول إلى نافذة "Test Parameter" اتبع المراحل من ٢ إلى ٥ كما هو موضح في الاختبار OIT، ثم باستخدام خيار "DSC Calculate" الموجود في قسم "Analyze" ادخل إلى الصفحة المطلوبة. اضغط على أيقونة المجلد في أعلى الصورة لفتح ملف الاختبار المنجز.



لحساب درجات الانصه و إنتالبي التفاعل، ضع الأداة اليسرى (L) قبل القمة والأداة اليمنى (R) بعد القمة، ثم اضغط على خيار Tm أو ΔH .

بعد إتمام الاختبارات (DSC، OIT) وحفظها، إذا أردت مشاهدة منحنى تدفق الغاز أثناء الاختبار، افتح ملف الاختبار في الصفحة الرئيسية للبرنامج، ثم اختر "Gas Flow" من الخيارات الموجودة في أعلى المنحنى. ستتمكن من مشاهدة سلوك وتغيرات تدفق الغازات على المحاور المناسبة بوحدة ml/min

