

4 تجهیزات

4.1 دستگاه DSC و نرم افزار مربوطه، کالیبره شده.

کالیبراسیون باید با استفاده از حداقل دو فلز متفاوت انجام شود. خط مبنای دستگاه باید با قرارگیری پن نمونه خالی و پن مرجع و با تنظیمات دما و گاز پرج یکسان با تنظیماتی که برای آنالیز نمونه استفاده خواهد شد، به دست آید.

4.2 پن های نمونه آلومینیومی.

4.3 گاز پرج بی اثر (برای مثال Ar، N2 و غیره)، حداقل با کیفیت صنعتی.

4.4 ترازوی تحلیلی، با دقت تا .

4.5 اره کم سرعت (مرجع [3])، چاقو یا هر وسیله دیگری که هنگام برش نمونه، هیچ گونه گرما یا تنش به آن وارد نکند.

5 آماده سازی قطعات آزمون و آزمون

5.1 حداقل چهار نمونه را به ترتیب در موقعیت های 0، 90، 180 و 270 درجه، در اطراف محیط لوله، بردارید؛ به طوری که تمام نمونه ها از مرکز دیواره لوله برداشته شوند.

یادداشت: نمونه ها از مرکز دیواره لوله برداشته می شوند، زیرا دمای فرآیند در مرکز دیواره لوله اغلب کمتر از دمای نزدیک سطوح داخلی و خارجی است؛ در این سطوح، برش اضافی رخ می دهد.

احتیاط — برداشتن نمونه ها از محل یک خط عنکبوتی می تواند موجب افزایش پراکندگی نتایج شود.

5.2 قطعات آزمون را با جرمی برابر با $mg (10 \pm 20)$ ، به گونه ای آماده کنید که سطح تماس بین پن و قطعه آزمون به حداکثر برسد.

یادداشت: به حداکثر رساندن سطح تماس بین پن و قطعه آزمون، مقاومت در برابر جریان گرما از طریق حسگرهای دمای DSC را کاهش داده و موجب بیشترین وضوح و تفکیک پذیری قله می شود.

5.3 بهترین شکل قطعات آزمون برای عملکرد بهینه، دیسک های نازکی است که در کف پن قرار می گیرند. قطعات آزمون را می توان به راحتی با بریدن بخش هایی با استفاده از اره کم سرعت یا تیغ اصلاح یا چاقو (4.5) آماده کرد. اگر نمونه بسیار نازک باشد، می توان از پانچ سوراخ یا گردبر چوب پنبه استفاده کرد.

6 روش اجرا

- 6.1 اطمینان حاصل کنید که دستگاه اسکن کالیبره شده است.
- 6.2 قطعه آزمون را در یک پِن آلومینیومی درپوش دار کپسوله کنید.
- 6.3 مهم است که قطعه آزمون در طول اندازه گیری در پِن حرکت نکند. متداول ترین روش برای ثابت کردن قطعه آزمون، چین دادن درپوش پِن در محل خود با استفاده از دستگاه چین دهنده است. این کار پنی با آب بندی محکم، اما غیرهرمتیک، ایجاد می کند و از حرکت قطعه آزمون در پِن در طول اندازه گیری جلوگیری می کند. می توان از روش های دیگر بستن پِن که قطعه آزمون را ثابت نگه می دارند نیز استفاده کرد.
- 6.4 با استفاده از پارامترهای آزمون زیر، اسکن را انجام داده و ثبت کنید:

(الف) دمای شروع: $(15 \pm 35)^\circ \text{C}$

(ب) دمای پایان: 225°C

(ج) نرخ گرمایش: $(1 \pm 20)^\circ \text{C/min}$

(د) گاز پرج (4.3): $(5 \pm 20)^\circ \text{C/min}$

7 بیان نتایج

در صورت نیاز، بخش مربوطه از منحنی را با استفاده از قابلیت بزرگ نمایی دستگاه DSC بزرگ کنید. مقدار B-onset را با رسم مماس بر منحنی DSC در نقاطی با بیشترین شیب، درست قبل و بعد از این نقطه عطف در منحنی، همان طور که در شکل 1 نشان داده شده است، تعیین کنید.

یادداشت 1: یک منحنی معمولی شامل دو گرماگیر در محدوده تقریباً 100°C تا تقریباً 200°C است که در آن، B-onset تقریباً به طور کامل با بیشترین دمای فرآیند، T_p ، مطابقت دارد. تغییر در سطوح انرژی معمولاً بسیار کم است. برای مشاهده یک نمونه، شکل 2 را ببینید.

اگر نتایج منفرد حاصل از سه آزمون متوالی روی نمونه‌هایی که از یک محل یکسان (یعنی موقعیت زاویه‌ای یکسان) درون یک لوله برداشته شده‌اند، بیش از 3C با یکدیگر اختلاف داشته باشند، باید آزمون‌های بیشتری انجام شود و/یا دستگاه مجدداً کالیبره شود.

یادداشت 2: اگر مقادیر دمای انتقال شیشه‌ای، (T_g معمولاً در محدوده 70C تا 80C)، به این میزان تغییر نکنند، اختلاف‌ها نشان‌دهنده تفاوت‌های واقعی در نمونه هستند.

داده‌های اسکن ناصاف یا نامنظم باید کنار گذاشته شوند.
منابع احتمالی خطا در پیوست C ارائه شده‌اند.
همبستگی بین دمای B-onset و زمان تا شکست تحت تنش در پیوست D ارائه شده است.

یادداشت 3: ظاهر منحنی‌های DSC می‌تواند بسته به این‌که منحنی به صورت «exo up» (شکل‌های 1 و 2 را ببینید) یا «exo down» نمایش داده شود، متفاوت باشد. نوع دوم در مقایسه با شکل‌های 1 و 2 منحنی‌های «معکوس» ایجاد می‌کند. نمونه‌هایی از انواع مختلف نمایش در پیوست A نشان داده شده‌اند.

یادداشت 4: وجود برخی افزودنی‌ها را نیز می‌توان با DSC تشخیص داد و در نتیجه ممکن است قله‌های اضافی در منحنی‌های DSC ظاهر شوند. نمونه‌هایی از این موارد در پیوست B نشان داده شده‌اند.

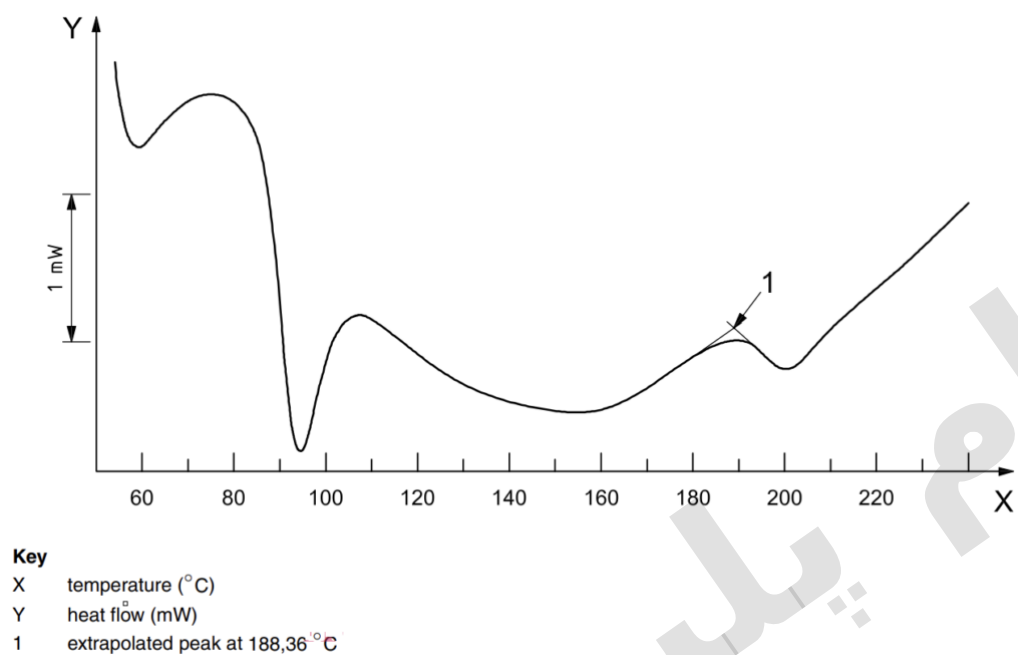


Figure 1 — DSC result curve after zooming

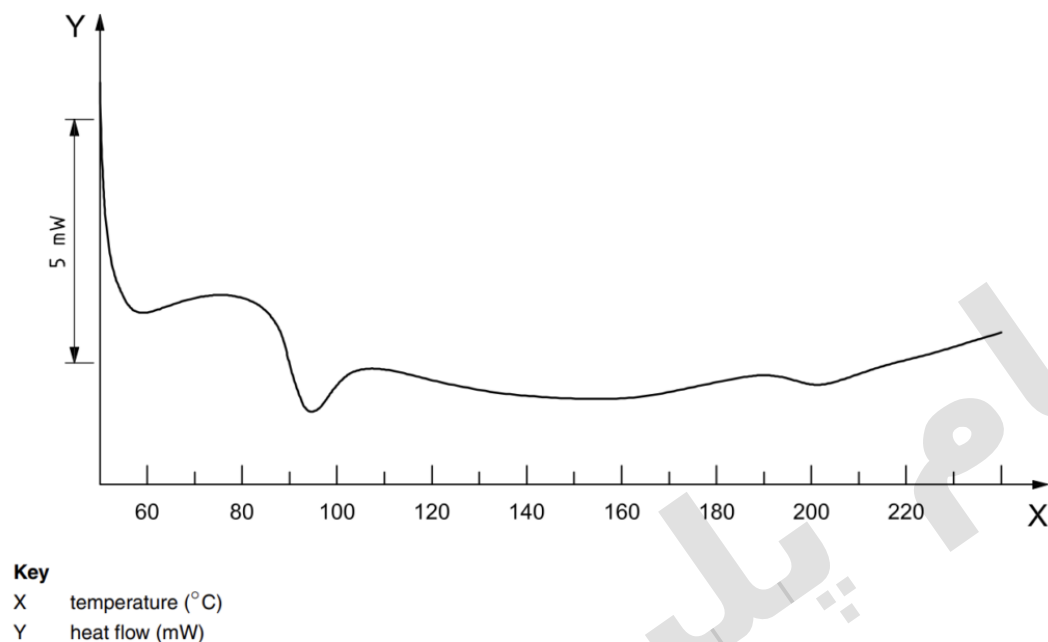


Figure 2 — Typical DSC curve from a PVC pipe

8 گزارش آزمون

گزارش آزمون باید شامل اطلاعات زیر باشد:

الف) ارجاع به این بخش از ISO 18373؛

ب) شماره مرجع نمونه (برای مثال، شماره کد تولید لوله)؛

ج) محل برداشت نمونه‌ها (برای مثال، 0، 90، 180 و 270 درجه در اطراف محیط لوله)؛

- (د) میانگین و انحراف معیار دمای B-onset؛
(ه) تعداد نمونه‌های تکراری آزمون‌شده؛
(و) حداقل مقدار B-onset اندازه‌گیری‌شده در هر اسکن منفرد؛
(ز) هر عاملی که می‌توانسته بر نتایج تأثیر بگذارد، مانند هرگونه حادثه، وقفه در آزمون یا جزئیات عملیاتی که در این استاندارد مشخص نشده‌اند؛
(ح) تاریخ آزمون.

[Differential Scanning Calorimeter \(DSC, OIT\)](#)

برای مشاهده ویدئوهای محصولات، کانال YouTube ما را بررسی کنید و سؤالات خود را در WhatsApp بپرسید:

-  [یوتیوب](#)
-  [واتس‌آپ](#)