



استاندارد ملی ایران

۷۱۸۶-۵

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

7186-5

1st.Edition

2015

Iranian National Standardization Organization

جمهوری اسلامی ایران

Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

پلاستیک‌ها - گرماسنجی روبش تفاضلی (DSC) -
قسمت پنجم - تعیین زمان‌ها و دماهای منحنی
واکنش، آنتالپی واکنش و درجه تبدیل

Plastics-Differential scanning
calorimetry (DSC)- Part 5:Determination of
characteristic reaction-Curve temperatures
and times, enthalpy of reaction and degree of
conversion

ICS:83 .080. 01

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات مؤسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ تنها مرجع رسمی کشور است که وظیفه تعیین، تدوین و نشر استانداردهای ملی (رسمی) ایران را به عهده دارد.

نام موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران به موجب یکصد و پنجاه و دومین جلسه شورای عالی اداری مورخ ۹۰/۶/۲۹ به سازمان ملی استاندارد ایران تغییر و طی نامه شماره ۲۰۶/۳۵۸۳۸ مورخ ۹۰/۷/۲۴ جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان سازمان ، صاحب نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانه صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرفکنندگان، صادرکنندگان و وارد کنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان های دولتی و غیر دولتی حاصل می شود. پیش نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی نفع و اعضای کمیسیون های فنی مربوط ارسال می شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیته ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می شود.

پیش نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان های علاقه مند و ذی صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می کنند در کمیته ملی طرح و بررسی و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی ایران چاپ و منتشر می شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می شوند که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد (ISO)^۱، کمیسیون بین المللی الکترونیک (IEC)^۲ و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی (OIML)^۳ است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی (CAC)^۵ در کشور فعالیت می کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی های خاص کشور، از آخرین پیشرفت های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین المللی بهره گیری می شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می تواند با رعایت موازین پیش بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری نماید. سازمان می تواند به منظور حفظ بازارهای بین المللی محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه بندی آن را اجباری نماید. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده کنندگان از خدمات سازمان ها و مؤسسات فعال در زمینه مشاوره، آموزش، بازرگانی، ممیزی و صدور گواهی سیستم های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست محیطی، آزمایشگاه ها و مراکز کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد ایران این گونه سازمان ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامه تأیید صلاحیت به آن ها اعطا و بر عملکرد آن ها ناظرات می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاه، کالیبراسیون (واسنجی) وسایل سنجش، تعیین عیار فلزات گرانبها و انجام تحقیقات کاربردی برای ارتقای سطح استانداردهای ملی ایران از دیگر وظایف این سازمان است.

1- International Organization for Standardization

2 - International Electrotechnical Commission

3- International Organization of Legal Metrology (Organisation Internationale de Metrologie Legale)

4 - Contact point

5 - Codex Alimentarius Commission

کمیسیون استاندارد

«پلاستیک‌ها- گرماسنجدی روبش تفاضلی (DSC)- قسمت پنجم- تعیین زمان‌ها و دماهای منحنی واکنش، آنتالپی واکنش و درجه تبدیل»

سمت یا نمایندگی

دانشکده مهندسی پلیمر، دانشگاه صنعتی امیرکبیر

رئیس:

میرمحمد صادقی، گیتی
(دکترای مهندسی پلیمر)

دبیر:

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

میری قلعه سری، سیده عظمت
(لیسانس مهندسی صنایع پلیمر)

اعضاء

شرکت ساحل شیمی

ابراهیمیان، مجتبی
(کارشناس مهندسی پلیمر)

موسسه تحقیقاتی رنگ امیرکبیر

بزرگی، علی
(کارشناس ارشد مهندسی پلیمر)

موسسه تحقیقاتی رنگ امیرکبیر

صبرآموز، محمد
(کارشناس ارشد مهندسی پلیمر)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

طبری نیا، فرزانه
(کارشناس ارشد شیمی فیزیک)

شرکت مدی‌تکسیس

کاویان، فرانک
(کارشناس مهندسی پلیمر)

شرکت سبوس مازندران

نظامزاده قلعه سری، سیدحسین
(کارشناس مهندسی پتروشیمی)

اداره کل استاندارد و تحقیقات صنعتی مازندران

نوحی، سانا ز
(کارشناس ارشد شیمی آلی)

فهرست مندرجات

صفحة	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ت	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
ج	پیش گفتار
۱	هدف و دامنه کاربرد
۱	مراجع الزامی
۱	اصطلاحات و تعاریف
۲	اصول کلی
۲	وسایل
۲	آزمونهای
۲	شرایط آزمون و آماده سازی آزمونه
۳	کالیبراسیون
۳	روش انجام آزمون
۵	تعیین نتایج
۹	دقت
۱۰	گزارش آزمون
۱۳	کتابشناسی

پیش گفتار

استاندارد "پلاستیک‌ها- گرماسنجدی روش تفاضلی (DSC)- قسمت پنجم- تعیین زمان‌ها و دماهای منحنی واکنش، آنتالپی واکنش و درجه تبدیل" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یک‌هزار و دویست و هشتادو هفت‌مین اجلاس کمیته ملی استاندارد صنایع شیمیایی و پلیمر مورخ ۹۳/۱۰/۰۹ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات موسسه استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱ به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در موقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

منابع و مأخذی که برای تهیه این استاندارد مورد استفاده قرار گرفته به شرح زیر است:

- 1- ISO 11357-5:2013, Plastics - Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 5: Determination of characteristic reaction-Curve temperature and times, enthalpy of reaction and degree of conversion

پلاستیک‌ها- گرماسنجی روش تفاضلی (DSC)- قسمت پنجم- تعیین زمان‌ها و دماهای منحنی واکنش، آنتالپی واکنش و درجه تبدیل

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد ارائه روشی برای تعیین دماهای واکنش، آنتالپی واکنش و درجه تبدیل با استفاده از گرماسنجی روشی تفاضلی است.

این روش^۱ برای منومرهای پیش پلیمرها^۱ و پلیمرها در حالت جامد یا مایع کاربرد دارد. این مواد می‌توانند حاوی پرکننده‌ها و/ یا شروع کننده‌ها در حالت جامد یا مایع باشد.

هشدار - هنگام کار با موادی که می‌توانند واکنش‌های تخریبی^۲ یا رفتار خطرناک دیگر برای کاربر یا دستگاه نشان دهند، دقت کافی باید به عمل آید.

۲ مراجع الزامی

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 ایران نیست. در مورد مدرکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.^۳

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 11357-1: 1997, Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – part 1: General principles.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر به کار می‌روند:

1 - Prepolymer

2- runaway

۱-۳

پلیمریزاسیون

فرآیند تبدیل یک منومر یا ترکیبی از منومرها به پلیمر

۲-۳

اتصال عرضی^۱

فرآیند اتصال چندتایی بین مولکولی کووالانت یا یونی بین زنجیرهای پلیمر

۳-۳

درجه تبدیل

مقدار محصول واکنش داده حین یک واکنش در مقایسه با بیشترین مقدار ممکن محصول یادآوری - درجه تبدیل به دو فاکتور دما و زمان وابسته است.

۴ اصول کلی

اصول کلی در استاندارد بند ۱-۲ آورده شده است. این روش آزمون، مراحل مختلف واکنش را به وسیله منحنی گرماسنجی روبش تفاضلی (DSC) توصیف می‌کند.

۵ وسایل و مواد

به استاندارد بند ۱-۲ مراجعه شود.

۶ آزمونهای

به استاندارد بند ۱-۲ مراجعه شود.

اگر مقدار دیگری معین نشده باشد، ۰-۵ میلی‌گرم از نمونه را به عنوان آزمونه بردارید. اگر اثر گرمایی واکنش خیلی کم یا خیلی زیاد باشد، مقدار نمونه را تغییر دهید.

۷ شرایط آزمون و آماده سازی^۱ آزمونه

برای پلیمرها، به استاندارد بند ۱-۲ مراجعه شود.

برای نمونه‌هایی که اجزاء فرار دارند، ممکن است آماده سازی و آزمون، در ظرف دربسته‌ای که نسبت به خروج گاز درزگیری شده و در مقابل فشار و دمای بالا مقاوم است، ضروری باشد.

۸ کالیبراسیون

به استاندارد بند ۱-۲ مراجعه شود.

۹ روش انجام آزمون

۱-۹ اصول کلی

در این آزمون یکی از دو روش زیر، بسته به اینکه چه اطلاعاتی نیاز است، مورد استفاده قرار می‌گیرد:

۱- روش روبش دما^۲ ۲- روش همدما^۳

۲-۹ روش روبش دما

به استاندارد بند ۱-۲ مراجعه شود.

روبش دمایی را با نرخ روبش درجه سلسیوس بر دقیقه تا ۲۰ درجه سلسیوس بر دقیقه، از دمای محیط تا دمای بالا، به گونه‌ای که کلیه پیک‌های واکنش ثبت گردد، اجرا کنید. برای همه آزمون‌هایی که قرار است با هم مقایسه شوند از یک نرخ روبش استفاده کنید.

دمای نهایی روبش باید کمتر از دمایی که پلیمر در آن تجزیه می‌گردد باشد. یک آزمون اولیه برای تعیین دمای تجزیه، می‌تواند مفید باشد.

۳-۹ روش همدما

۱-۳-۹ اصول کلی

روش همدما می‌تواند در دو حالت مختلف، در زمانی که آزمونه داخل سل گرماسنج قرار دارد، انجام شود:

۱- در دمای ثابت ۲- شروع از دمای محیط و گرمایش با سرعت ممکن تا رسیدن به دمای اندازه‌گیری ثابت.

1 - Conditioning

2 - Temperature-scanning method

3 - Isothermal

4 - Peak

یادآوری - انتخاب روش، به مدل دستگاه گرماسنج مورد استفاده برای آزمون بستگی دارد. دمای اندازه‌گیری براساس آزمون انجام شده در حالت رویش دمایی، انتخاب می‌شود. این دما باید نزدیک به دمایی باشد، که در آن پیک در روش رویشی شروع به افزایش می‌کند.

۲-۳-۹ روش دمای ثابت

- ۱-۲-۳-۹ ظرف مرجع را در گرماسنج قرار دهید.
- ۲-۲-۳-۹ ابزار را، در دمای اندازه‌گیری مطلوب تنظیم کنید.
- ۳-۲-۳-۹ اجازه دهید که گرما سنج در دمای انتخاب شده به مدت پنج دقیقه به پایداری برسد.
- ۴-۲-۳-۹ ظرف حاوی آزمونه را درون گرماسنج قرار دهید.
- ۵-۲-۳-۹ منحنی گرماسنجی رویش تفاضلی (DSC) را ثبت کنید.
- ۶-۲-۳-۹ ظرف حاوی آزمونه را خارج کنید و اجازه دهید تا دمای محیط خنک شود.
- ۷-۲-۳-۹ دوباره ظرف حاوی آزمونه را در گرماسنج قرار دهید.
- ۸-۲-۳-۹ مجدداً منحنی گرماسنجی رویش تفاضلی (DSC) را ثبت کنید (منحنی دوم باید از منحنی اول تفریق شود تا اغتشاش ناشی از ورود ظرف، حذف گردد).

یادآوری - زمانی که از این روش استفاده می‌کنید، اطمینان از تکرارپذیری عملیات اجرایی برای جابجایی ظرف حین بیرون آوردن از گرماسنج و قرار دادن در گرماسنج برای نمونه شاهد مشکل است. تفریق دو منحنی، می‌تواند سبب خطا شود.

۳-۳-۹ شروع آزمون از دمای محیط

- ۱-۳-۳-۹ هر دو ظرف (حاوی مرجع و حاوی آزمونه) را درون گرماسنج در دمای محیط قرار دهید.
- ۲-۳-۳-۹ دمای گرماسنج را با بالاترین نرخ گرمایش ممکن و تا دمای اندازه‌گیری انتخاب شده، افزایش دهید.
- ۳-۳-۳-۹ منحنی گرماسنجی رویش تفاضلی (DSC) را ثبت کنید.
- ۴-۳-۳-۹ اجازه دهید گرماسنج تا دمای محیط خنک شود.
- ۵-۳-۳-۹ فرآیند را بدون جابه‌جا کردن ظروف، تکرار کنید و مجدداً منحنی گرماسنجی رویش تفاضلی (DSC) را ثبت کنید (منحنی دوم باید از منحنی اول تفریق شود تا اغتشاش ناشی از گرمایش سریع حذف گردد).
- یادآوری - زمان استفاده از این روش، تغییرات فیزیکی (ذوب یا دمای انتقال شیشه‌ای) حالت آزمونه می‌تواند حین واکنش رخ دهد. تفریق دو منحنی می‌تواند سبب خطا شود.

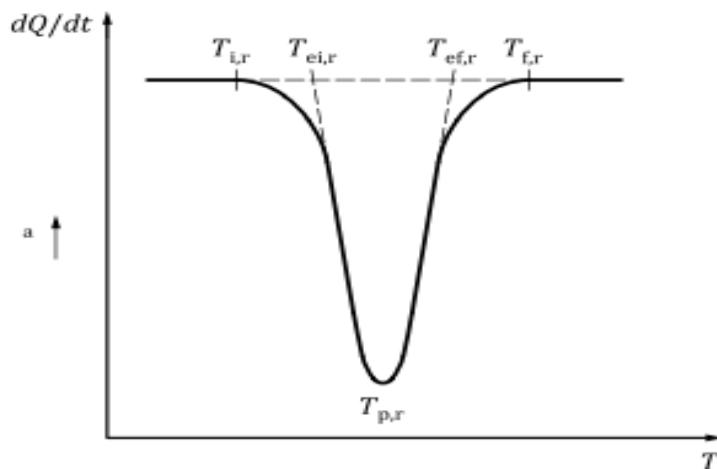
۴-۳-۹ آنتالپی باقیمانده

در پایان یک فرآیند همدماء، طبق بندهای ۲-۳-۹ و ۳-۳-۹، اجازه دهدید در حالی که آزمونه هنوز داخل دستگاه قرار دارد، دستگاه تا دمای محیط سرد شود. سپس به منظور تعیین اینکه آیا آنتالپی باقیمانده وجود دارد یا خیر، آزمونه را در همان نرخ که روبش دمایی انجام شده، گرم کنید. (به سبب این که ممکن است واکنش‌های اضافی رخ دهد).

مقدار این آنتالپی را به مقدار آنتالپی به دست آمده از همدماء اضافه کنید تا آنتالپی کل واکنش به دست آید.

۱۰ تعیین نتایج

- ۱-۱۰ تعیین دمایها و آنتالپی شاخص واکنش (روش روبش دمایی)
به شکل ۱ و استاندارد بند ۱-۲ مراجعه شود.
آنالپی واکنش، ΔH_r بر حسب زوی بر گرم، به وسیله انتگرال سطح بین پیک واکنش و خط پایه از T_i تا T_f بدست می‌آید.



شکل ۱- منحنی گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) پیک گرمایی (در حالت روبش دمایی)

dQ/dt : نرخ جریان گرمایی

a : جهت گرمایی

T : دما

$T_{i,r}$: شروع واکنش، متناظر با نقطه‌ای که در آن، منحنی DSC از خط پایه جدا می‌شود.

$T_{e,i,r}$: دمای شروع برونویابی شده، متناظر با نقطه‌ای است که در آن خط پایه برونویابی شده از قسمت دمای پایینی منحنی بوسیله تانژانت با منحنی در نقطه اینجا قطع می‌شود.

$T_{p,r}$: بیشینه نرخ واکنش، متناظر با اوج پیک

$T_{e,f,r}$: دمای انتهایی برونویابی شده، متناظر با نقطه‌ای است که در آن خط پایه برونویابی شده از قسمت دمای بالایی منحنی بوسیله تانژانت با منحنی

در نقطه اینجا قطع می‌شود.

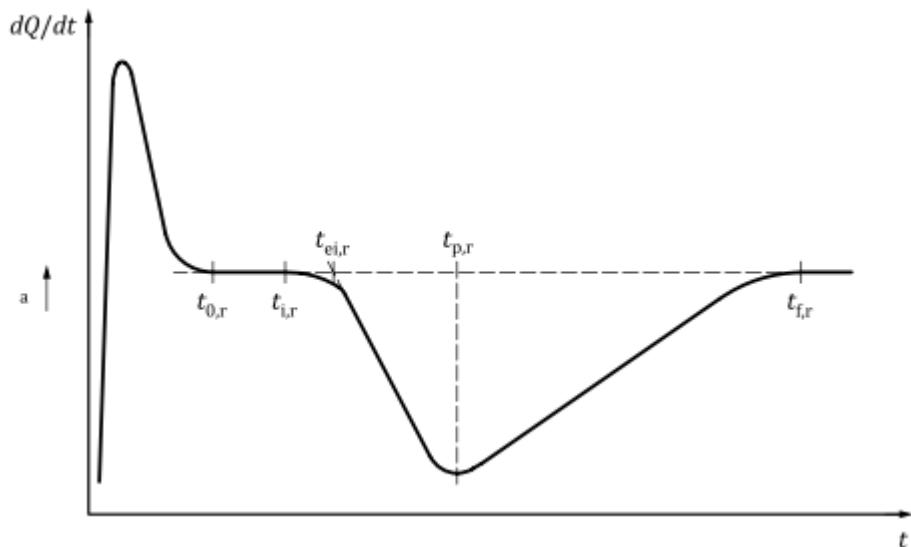
$T_{\beta,r}$: انتهای واکنش، متناظر با بازگشت منحنی DSC به خط پایه

۲-۱۰ تعیین زمان‌ها و آنتالپی شاخص واکنش (روش همدما)

ممکن است در هر یک از روش‌های اجرایی (۳-۹ و ۲-۳-۹) برای شروع واکنش، زمان‌های مختلفی مورد نیاز باشد.

زمانی را که، آزمونه به دمای تعادلی می‌رسد به عنوان $t_{0,r}$ یادداشت کنید. $t_{0,r}$ زمانی است که در آن منحنی DSC بوسیله اتصال قسمت‌های افقی منحنی DSC قبل و بعد از پیک واکنش همدما به خط پایه همدما بر می‌گردد(به شکل ۲ مراجعه شود). زمان‌های $t_{e,i,r}$ ، $t_{i,r}$ و $t_{f,r}$ را از این نقطه یادداشت کنید.

آنتالپی واکنش، حین مرحله همدما به وسیله انتگرال‌گیری سطح بین پیک واکنش و خط پایه از $t_{i,r}$ تا $t_{f,r}$ بدست می‌آید.



شکل ۲ - منحنی گرماسنجی روبشی تفاضلی(DSC) با پیک گرمایی (در حالت همدما)

dQ/dt : نرخ جریان گرما

a : جهت گرمایی

T : دما

$t_{i,r}$: شروع واکنش، متناظر با انحراف منحنی DSC از خط پایه

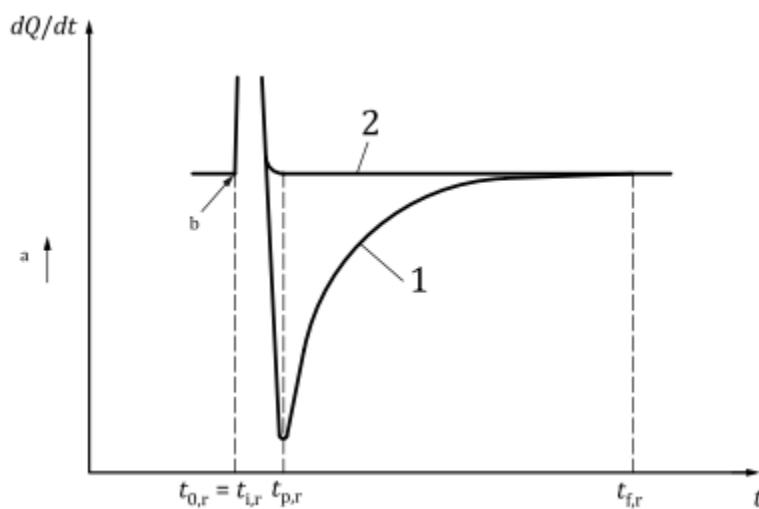
$t_{e,i,r}$: زمان شروع بروندایی شده، متناظر با نقطه‌ای است که در آن خط پایه بروندایی شده از قسمت دمای پایینی منحنی بوسیله تازه‌انت با منحنی در نقطه اینجا قطع می‌شود.

$t_{p,r}$: بیشینه نرخ واکنش، متناظر با اوج پیک

$t_{f,r}$: انتهای واکنش، متناظر با بازگشت منحنی DSC به خط پایه

یادآوری - انتخاب دمای آزمون به منظور دستیابی به ثبت پیک (همانطور که در شکل ۲ توصیف شده است) ضروری است. در صورت نیاز، دمای آزمون ممکن است کاهش داده شود. اگر واکنش به طور خودبهخود شروع شد، شکل ۳ را به کار برد.

زمانی که واکنش فوراً آغاز شود، منحنی مشابه شکل ۳ به نظر می‌رسد. در این حالتها $t_{i,r}$ و $t_{e,i,r}$ نمی‌توانند اندازه‌گیری شوند و زمان $t_{i,r}$ معادل با $t_{0,r}$ است.



شکل ۳- منحنی گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) با پیک گرمایش (واکنش با شروع خودبهخودی)

dQ/dt : نرخ جریان گرما

a : جهت گرمایش

b : شروع گرمایش آزمونه

زمان

۱: منحنی واکنش

۲: آزمونه واکنش داده شده

۳-۱۰ تعیین درجه تبدیل

۱-۳-۱۰ اصول کلی

درجه تبدیل α ، که (در روش روبشی) به دما و یا (در روش همدما) به زمان بستگی دارد، می‌تواند از منحنی گرماسنجی روبش تفاضلی (DSC) تعیین شود.

۲-۳-۱۰ محاسبه α از روبش دما

درجه تبدیل α ، بر حسب درصد از معادله زیر محاسبه می‌شود (به شکل ۴ مراجعه شود).

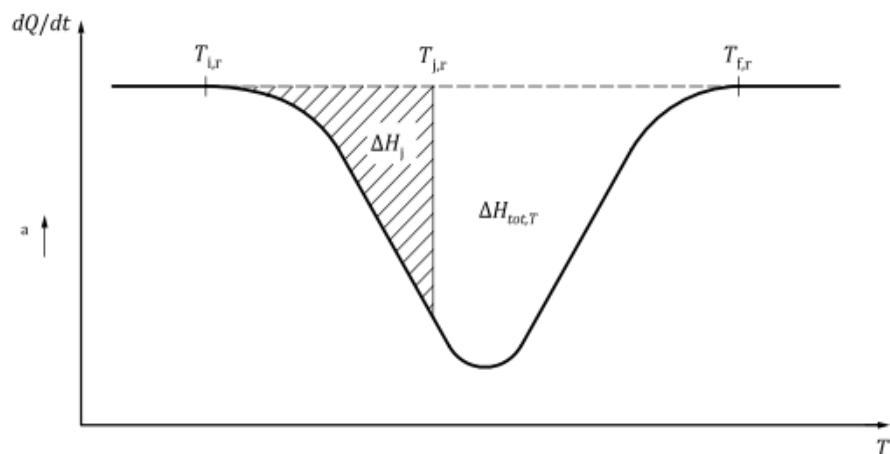
$$\alpha_j = \frac{\Delta H_j}{\Delta H_{tot,T}} \times 100$$

که در آن ΔH_j ، قسمتی از منحنی آنتالپی تا دمای $T_{j,r}$ است (مساحت پیک بین $T_{i,r}$ و $T_{j,r}$)؛

$\Delta H_{tot,T}$ ، آنتالپی کل واکنش (مساحت پیک بین $T_{i,r}$ و $T_{f,r}$) است.

همچنین برای تعیین آنتالپی و دماهای شاخص به استاندارد بند ۱-۲ مراجعه شود.

درجه تبدیل α ، با افزایش $T_{j,r}$ عمومی می‌یابد. یک مثال در شکل ۵ نشان داده شده است.

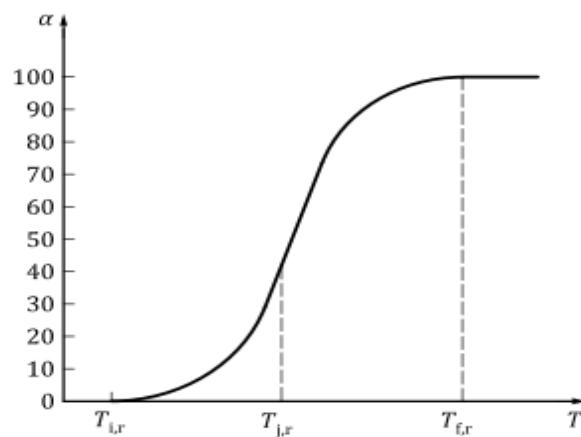


شکل ۴-محاسبه درجه تبدیل از دمای روش

dQ/dt : نرخ جریان گرمای

a : جهت گرمای

T : دما



λ

شکل ۵- مثالی از افزایش α با دما

α : درجه تبدیل
 T : دما

۳-۳-۱۰ محاسبه درجه تبدیل α از منحنی همدما

درجه تبدیل α ، بر حسب درصد از معادله زیر محاسبه می‌شود (به شکل ۶ مراجعه شود).

$$\alpha_k = \frac{\Delta H_k}{\Delta H_{tot,T}} \times 100 \quad (2)$$

که در آن

ΔH_k ، قسمتی از منحنی آنتالپی تا زمان t_k است (مساحت پیک بین $t_{i,r}$ و $t_{i,f}$). $\Delta H_{tot,T}$ ، آنتالپی کل واکنش (مساحت پیک بین $t_{i,r}$ و $t_{i,f}$) است.

برای تعیین زمان‌ها و آنتالپی‌های شاخص، به بند ۲-۱۰ مراجعه شود.

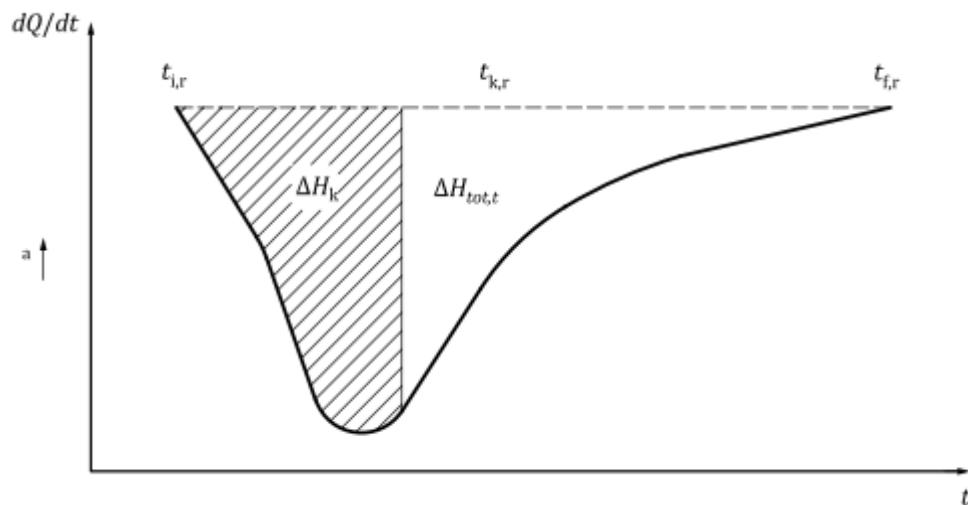
تغییر آنتالپی $\Delta H_{tot,t}$ ، اندازه گیری شده از منحنی همدما، باید با مقدار حاصل از روش دمایی مقایسه شود (به بند ۳-۱۰ مراجعه شود). اگر تغییر آنتالپی $\Delta H_{tot,t}$ اندازه گیری شده از روش همدما، کمتر از تغییر آنتالپی $\Delta H_{tot,T}$ ، حاصل از روش دمایی است، به منظور دستیابی به مقدار واقعی درجه تبدیل، $\Delta H_{tot,T}$ را جایگزین $\Delta H_{tot,t}$ در معادله (۲) کنید.

یادآوری - این مقایسه به منظور احتساب تبدیل باقیمانده است که می‌تواند در دماهای بالاتر رخ دهد.

درجه تبدیل α با زمان، مطابق شکل ۷ افزایش می‌یابد.

دقت ۱۱

دقت این روش آزمون به سبب آن که نتایج درون آزمایشگاهی قابل دسترس نبوده است، تعریف شده نیست. وقتی که نتایج درون آزمایشگاهی به دست آید، دقت در تجدیدنظر این استاندارد گنجانده خواهد شد.

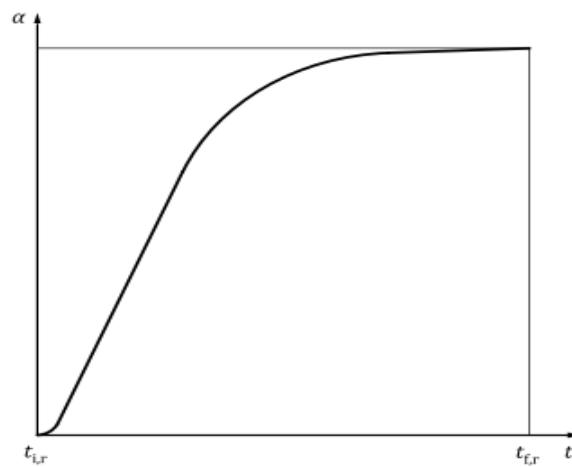


شکل ۶- محاسبه درجه تبدیل از منحنی همدما

dQ/dt : نرخ جریان گرمای

a : جهت گرمایزا

t : زمان



شکل ۷- افزایش α با زمان

α : درجه تبدیل

t : زمان

$t_{i,f}$ و $t_{i,r}$: زمان شروع و خاتمه واکنش

۱۲ گزارش آزمون

گزارش آزمون در استاندارد بند ۱-۲ آورده شده است.

- گزارش آزمون باید حداقل دارای اطلاعات زیر باشد:
- ۱-۱۲ جزئیات روش آزمون مورد استفاده (روبش دمایی یا روش همدما)
 - ۲-۱۲ نرخ روبش
 - ۳-۱۲ دمای همدما(در روش همدما)
 - ۴-۱۲ جزئیات بارگذاری آزمونه و روش آزمون و شرایط نظیر دمای بارگذاری آزمونه، نرخ گرمایش تا دمای آزمون(در روش همدما)
 - ۵-۱۲ مشخصه دمایا یا زمان‌های اندازه‌گیری شده
 - ۶-۱۲ زمانی که روش همدما انجام می‌گردد، آنتالپی باقی‌مانده واکنش (اگر وجود داشت، بند ۴-۳-۹)
 - ۷-۱۲ آنتالپی کل واکنش
 - ۸-۱۲ درجه تبدیل و دما یا زمانی که در آن درجه تبدیل اندازه‌گیری شد.
 - ۹-۱۲ ارجاع به این استاندارد ملی
 - ۱۰-۱۲ مشخصات آزمونه (نمونه)

کتابشناسی

- [1] ZORAN PETROVIC AND ZLOTRANZ ZAZVAGRO. Reliability of methods for determination of kinetic parameters from thermogravimetry and DSC measurements. *J. Appl. Polym. Sci.* 1986, **32** pp. 4353-4367
- [2] ARMAND L.Y., & VERGNAUD J.M. Effect of the value of heating rate in DSC on the kinetic parameters, when there is high enthalpy of reaction. *Thermochim. Acta.* 1988, **131** pp. 15-27
- [3] NG H., & MANAS ZLOCZOWER I. A nonisothermal differential scanning calorimetry study of the curing kinetics of an unsaturated polyester system. *Polym. Eng. Sci.* 1989, **29** (16) pp. 1097-1102
- [4] FREEMAN E.S., & CARROLL B. The Application of Thermoanalytical Techniques to Reaction Kinetics: The Thermogravimetric Evaluation of the Kinetics of the Decomposition of Calcium Oxalate Monohydrate. *J. Phys. Chem.* 1958, **62** pp. 394-397
- [5] OZAWA T. Kinetic analysis of derivative curves in thermal analysis. *J. Therm. Anal.* 1970, **2** (3) pp. 301-324
- [6] KISSINGER H.E. Reaction Kinetics in Differential Thermal Analysis. *Anal. Chem.* 1957, **29** (11) pp. 1702-1706
- [7] COATS A.W., & REDFERN J.P. Kinetic parameters from thermogravimetric data. *J. Polym. Sci. Polym. Lett.* 1965, **3** (11) pp. 917-920

