جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran
سازمان ملی استاندارد ایران

Iran National Standards Organization

استاندارد ملی ایران
۷۱۸۶-۸
چاپ اول
۱۴۰۰

INSO
7186-8
1st Edition
2022

Identical with
ISO 11357-8:
2021

پلاستیک‌ها – گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) – قسمت۸: تعیین رسانندگی گرمایی

Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 8: Determination of thermal conductivity

ICS:83.080.01

استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۸-۷۱۸۶ (چاپ اول): سال ۱۴۰۰

سازمان ملی استاندارد ایران

تهران،ضلع جنوب‌غربی میدان ونک،خیابان ولیعصر، پلاک ۲۵۹۲

صندوق‌پستی: ۶۱۳۹-۱۴۱۵۵ تهران- ایران

تلفن:۵-۸۸۸۷۹۴۶۱

دورنگار: ۸۸۸۸۷۰۸۰ و۸۸۸۸۷۱۰۳

کرج، شهر صنعتی، میدان استاندارد

صندوق پستی: ۱۶۳-۳۱۵۸۵ کرج - ایران

تلفن: ۸-۳۲۸۰۶۰۳۱(۰۲۶)

دورنگار: ۳۲۸۰۸۱۱۴(۰۲۶)

رایانامه:standard@inso.gov.ir

وبگاه: http://www.inso.gov.ir

Iran National Standards Organization (INSO)

No.2592Valiasr Ave., South western corner of Vanak Sq., Tehran, Iran

P. O. Box: 14155-6139, Tehran, Iran

Tel: + 98 (21) 88879461-5

Fax: + 98 (21) 88887080, 88887103

Standard Square, Karaj, Iran

P.O. Box: 31585-163, Karaj, Iran

Tel: + 98 (26) 32806031-8

Fax: + 98 (26) 32808114

Email: standard@inso.gov.ir

Website: http://www.inso.gov.ir

به نام خدا

آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران

سازمان ملی استاندارد ایران به موجب بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد ، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، وظیفهٔ تعیین، تدوین، به‌روزرسانی و نشر استانداردهای ملی را بر عهده دارد.

تدوین استاندارد در حوزه‌های مختلف در کمیسیون‌های فنی مرکب از کارشناسان سازمان، صاحب‌نظران مراکز و مؤسسات علمی، پژوهشی، تولیدی و اقتصادی آگاه و مرتبط انجام می‌شود و کوششی همگام با مصالح ملی و با توجه به شرایط تولیدی، فناوری و تجاری است که از مشارکت آگاهانه و منصفانهٔ صاحبان حق و نفع، شامل تولیدکنندگان، مصرف‌کنندگان، صادرکنندگان و واردکنندگان، مراکز علمی و تخصصی، نهادها، سازمان‌های دولتی و غیردولتی حاصل می‌شود. پیش‌نویس استانداردهای ملی ایران برای نظرخواهی به مراجع ذی‌نفع و اعضای کمیسیون‌های مربوط ارسال می‌شود و پس از دریافت نظرها و پیشنهادها در کمیتهٔ‌ملی مرتبط با آن رشته طرح و در صورت تصویب، به عنوان استاندارد ملی (رسمی) ایران چاپ و منتشر می‌شود.

پیش‌نویس استانداردهایی که مؤسسات و سازمان‌های علاقه‌مند و ذی‌صلاح نیز با رعایت ضوابط تعیین شده تهیه می‌کنند درکمیته ملی طرح، بررسی و درصورت تصویب، به عنوان استانداردملی ایران چاپ و منتشر می‌شود. بدین ترتیب، استانداردهایی ملی تلقی می‌شود که بر اساس مقررات استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تدوین و در کمیتهٔ‌ملی استاندارد مربوط که در سازمان ملی استاندارد ایران تشکیل می‌شود به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین‌المللی استاندارد(ISO)[1]،کمیسیون بین‌المللی الکتروتکنیک(IEC)[2] و سازمان بین‌المللی اندازه‌شناسی قانونی(OIML)[3] است و به عنوان تنها رابط[4] کمیسیون کدکس غذایی (CAC)[5] در کشور فعالیت می‌کند. در تدوین استانداردهای ملی ایران ضمن توجه به شرایط کلی و نیازمندی‌های خاص کشور، از آخرین پیشرفت‌های علمی، فنی و صنعتی جهان و استانداردهای بین‌المللی بهره‌گیری می‌شود.

سازمان ملی استاندارد ایران می‌تواند با رعایت موازین پیش‌بینی شده در قانون، برای حمایت از مصرف‌کنندگان، حفظ سلامت و ایمنی فردی و عمومی، حصول اطمینان از کیفیت محصولات و ملاحظات زیست‌محیطی و اقتصادی، اجرای بعضی از استانداردهای ملی ایران را برای محصولات تولیدی داخل کشور و/یا اقلام وارداتی، با تصویب شورای عالی استاندارد، اجباری کند. سازمان می‌تواند به منظور حفظ بازارهای بین‌المللی برای محصولات کشور، اجرای استاندارد کالاهای صادراتی و درجه‌بندی آن را اجباری کند. همچنین برای اطمینان بخشیدن به استفاده‌کنندگان از خدمات سازمان‌ها و مؤسسات فعال در زمینهٔ مشاوره، آموزش، بازرسی، ممیزی و صدورگواهی سیستم‌های مدیریت کیفیت و مدیریت زیست‌محیطی، آزمایشگاه‌ها و مراکز واسنجی (کالیبراسیون) وسایل سنجش، سازمان ملی استاندارد این‌گونه سازمان‌ها و مؤسسات را بر اساس ضوابط نظام تأیید صلاحیت ایران ارزیابی می‌کند و در صورت احراز شرایط لازم، گواهینامهٔ تأیید صلاحیت به آن‌ها اعطا و بر عملکرد آن‌ها نظارت میکند. ترویج دستگاه بین‌المللی یکاها، 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 of Standardization
2- International Electrotechnical Commission
3- International Organization of Legal Metrology (OrganisationInternationale de MetrologieLegals)
4- Contact point
5- Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد

«پلاستیک‌ها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) – قسمت ۸: تعیین رسانندگی گرمایی»

رئیس:	**سمت و/یا محل اشتغال:**
غفاری، مهدی (دکتری مهندسی پلیمر)	انجمن علوم و مهندسی پلیمر ایران
دبیر:	
توکلیان اردکانی، زهرا (دکتری شیمی تجزیه)	اداره کل استاندارد استان یزد
اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	
اخیاری، شهاب (دکتری شیمی پلیمر)	اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی
اکرمی، مرضیه (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	آزمایشگاه آریانام
پرسه، یاسمن (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	اداره کل استاندارد استان زنجان
پورحکاک، پوران (دکتری شیمی تجزیه)	دانشگاه پیام نور خرم آباد
جعفری، ذاکر حسین (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	گروه صنعتی یزد لوله (سهامی خاص)
دهقانی فیروزآبادی، افسانه (دکتری شیمی تجزیه)	شرکت نانوجذب آزمای تابان
سنگ سفیدی، لاله (کارشناسی ارشد شیمی آلی)	پژوهشگاه استاندارد
شیری، جعفر (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	آزمایشگاه آریانام
صباغیان، فریبا (دکتری شیمی تجزیه)	شرکت نانوجذب آزمای تابان

اعضا: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)	**سمت و/یا محل اشتغال:**
قیصری، ناهید (کارشناسی ارشد شیمی معدنی)	اداره کل استاندارد استان یزد
کربلائی باقر، میلاد (دکتری مهندسی پلیمر)	آزمایشگاه آریانام
مهدی‌زاده، منصور (کارشناسی ارشد مهندسی پلیمر)	آزمایشگاه آرش گستر ایساتیس
نارگانی، شهره (کارشناسی شیمی کاربردی)	اداره کل استاندارد استان یزد
وطن‌چیان، رزیتا (دکتری شیمی معدنی)	گروه تولیدی یزد بسپار (سهامی خاص)
وکیلی، وحید (کارشناسی‌ارشد مدیریت صنعتی)	سازمان صنعت، معدن و تجارت استان یزد

ویراستار:

نوحی لنگرودی، ساناز (کارشناسی ارشد شیمی آلی)	اداره کل استاندارد استان مازندران

فهرست مندرجات

عنوان **صفحه**

	پیش‌گفتار	ز
	مقدمه	ح
۱	هدف و دامنه کاربرد	۱
۲	مراجع الزامی	۱
۳	اصطلاحات و تعاریف	۲
۴	اصول آزمون	۲
۵	دستگاه و مواد	۳
۶	آزمونه‌ها	۴
۷	تثبیت شرایط	۵
۸	کالیبراسیون	۵
۹	روش اجرایی اندازه‌گیری	۵
۱۰	محاسبه رسانندگی گرمایی	۹
۱۱	عمر مفید کروزه‌ها با استفاده از گالیم به عنوان ماده ذوب	۱۰
۱۲	دقت و اریبی	۱۰
۱۳	گزارش آزمون	۱۰
پیوست الف	(آگاهی‌دهنده) مقایسات بین‌آزمایشگاهی رسانندگی گرمایی اندازه‌گیری‌شده با استفاده از دستگاه DSC	۱۲
	کتاب‌نامه	۱۷

پیش‌گفتار

استاندارد «پلاستیک‌ها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) – قسمت ۸: تعیین رسانندگی گرمایی» که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط بر مبنای پذیرش استانداردهای بین‌المللی/منطقه‌ای به عنوان استاندارد ملی ایران به روش اشاره شده در مورد الف، بند ۷، استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ تهیه و تدوین شده، در یک‌صد و پانزدهمین اجلاسیه کمیتهٔ ملی استاندارد صنایع پلیمر مورخ۱۴۰۰/۱۲/۰۷ تصویب شد. اینک این استاندارد به استناد بند یک مادهٔ ۷ قانون تقویت و توسعه نظام استاندارد، ابلاغ‌شده در دی ماه ۱۳۹۶، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

استانداردهای ملی ایران بر اساس استاندارد ملی ایران شمارهٔ ۵ (استانداردهای ملی ایران- ساختار و شیوهٔ نگارش) تدوین می‌شوند. برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت‌های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم وخدمات، استانداردهای ملی ایران در صورت لزوم تجدیدنظر خواهند شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح یا تکمیل این استانداردها ارائه شود، در هنگام تجدیدنظر در کمیسیون فنی مربوط، مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی ایران استفاده کرد.

این استاندارد ملی بر مبنای پذیرش استاندارد بین‌المللی زیر به روش «معادل یکسان» تهیه و تدوین شده و شامل ترجمه تخصصی کامل متن آن به زبان فارسی می‌باشد و معادل یکسان استاندارد بین‌المللی مزبور است:

ISO 11357-8: 2021 Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 8: Determination of thermal conductivity

مقدمه:

مزیت استفاده از کاربرد DSC برای اندازه‌گیری رسانندگی گرمایی پلاستیک‌ها، قابلیت دست‌یابی به ظرفیت گرمایی ویژه با همان دستگاه اندازه‌گیری است. بدین‌ترتیب امکان تعیین نفوذ گرمایی را با تقسیم رسانندگی گرمایی بر چگالی و ظرفیت گرمایی ویژه، فراهم می‌کند.

علاوه‌براین، دستگاه‌های DSC به‌طور گسترده مورداستفاده قرار می‌گیرند و تقریباً در تمام مؤسسه‌ها و آزمایشگاه‌های آزمون دردسترس هستند. از این‌رو، اندازه‌گیری رسانندگی گرمایی را می‌توان بدون نیاز به تهیه دستگاه اضافی انجام داد.

این استاندارد یک قسمت از مجموعه استانداردهای ملی ایران شماره ۷۱۸۶ است. سایر قسمت‌های این مجموعه به‌شرح زیر است:

- قسمت ۱: اصول کلی
- قسمت ۲: تعیین دمای انتقال شیشه‌ای و ارتفاع پله
- قسمت ۳: تعیین دما و آنتالپی ذوب و تبلور
- قسمت ۴: تعیین ظرفیت گرمایی ویژه
- قسمت ۵: تعیین زمان‌ها و دماهای منحنی واکنش،آنتالپی واکنش و درجه تبدیل
- قسمت ۶: تعیین زمان القاء اکسایش (OIT هم‌دما) و دمای القاء اکسایش (OIT دینامیکی)
- قسمت ۷: تعیین سینتیک تبلور

پلاستیک‌ها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC) قسمت ۸: تعیین رسانندگی گرمایی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری رسانندگی گرمایی پلاستیک‌ها و کامپوزیت‌های جامد پرنشده و پرشده یا تقویت‌شده با الیاف با استفاده از روش گرماسنجی روبشی تفاضلی(DSC) است.

این استاندارد برای مواد با رسانندگی گرمایی تا W/(m.K) ۱، کاربرد دارد.

۲ مراجع الزامی

در مراجع زیر ضوابطی وجود دارد که در متن این استاندارد به صورت الزامی به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین‌ترتیب، آن ضوابط جزئی از این استاندارد محسوب می‌شوند.

در صورتی که به مرجعی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن برای این استاندارد الزام‌آور نیست. در مورد مراجعی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی برای این استاندارد الزام‌آور است.

استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی است:

2-1 ISO 291, Plastics — Standard atmospheres for conditioning and testing

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۱۷، سال: ۱۳۸۷، پلاستیک‌ها- شرایط محیطی استاندارد برای رسیدن به شرایط تثبیت و آزمون با استفاده از استاندارد ISO 291: 2008 تدوین شده است.

2-2 ISO 472, Plastics — Vocabulary

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۲۴۴، سال: ۱۳۹۴، پلاستیک‌ها- واژه‌نامه با استفاده از استاندارد ISO 472: 2013 تدوین شده‌است.

2-3 ISO 6344-1, Coated abrasives — Grain size analysis — Part 1: Grain size distribution test

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۱۲۸۷۷، سال: ۱۳۹۰، سمباده‌ها- تعیین اندازه ذرات- قسمت ۱: آزمون توزیع ذرات با استفاده از استاندارد ISO 6344-1: 1998 تدوین شده است.

2-4 ISO 11357-1, Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 1: General principles

یادآوری- استاندارد ملی ایران شماره ۱-۷۱۸۶، سال: ۱۳۹۴، پلاستیک‌ها- گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC)- قسمت ۱: اصول کلی با استفاده از استاندارد ISO 11357-1: 2009 تدوین شده است.

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه‌بر اصطلاحات و تعاریف ارائه‌شده در استانداردهای ISO 472 و استاندارد ISO 11357-1 ، اصطلاحات و تعاریف زیر به‌کار می‌رود[۱].

۴ اصول آزمون

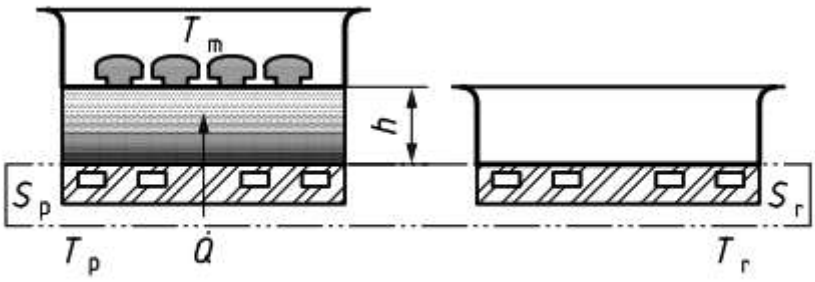
برای تعیین رسانندگی گرمایی، قرارگیری معمول آزمونه در جایگاه نگه‌دارنده نمونه براساس روش اجرایی پیشنهادی در مراجع [۱] و [۲] کتاب‌نامه، اصلاح می‌شود. جزئیات بیشتر مربوط به پیشینه علمی، نتیجه‌گیری و کارایی اندازه‌گیری‌ها را در مراجع [۳] و [۴] کتاب‌نامه می‌توان یافت.

کروزه خالی در جایگاه مرجع مجموعه نگه‌دارنده نمونه قرار داده می‌شود. آزمونه به‌طور مستقیم روی حسگر جایگاه نمونه قرار داده شده و کروزه‌ای حاوی ماده با دمای ذوب مشخص در بالای آزمونه قرار می‌گیرد (به شکل ۱ مراجعه شود). رسانندگی گرمایی در دمایی کمی بیشتر از نقطه ذوب این ماده، در محدوده دمایی کوچکی اندازه‌گیری می‌شود که در آن شیب پیک ذوب با آزمونه تعیین می‌شود (به شکل ۲ زیربند ۹-۴ مراجعه شود).

با گرم‌شدن، یک تغییر دما در آزمونه ایجاد می‌شود. دمای قسمت بالای آزمونه در دمای ذوب T_m ماده ذوب ثابت می‌ماند درحالی‌که دمای قسمت پایینی آزمونه با دمای حسگر سمت آزمونه مطابقت دارد. اختلاف جریان گرمایی بین حسگر مرجع و حسگر نمونه به‌وسیله تجهیزات DSC اندازه‌گیری می‌شود.

رسانندگی گرمایی آزمونه از اختلاف بین دمای زیاد و کم نمونه (T_m-T_p)، ارتفاع نمونه (h) و اختلاف نرخ جریان گرما (Q)، بین حسگر مرجع و حسگر نمونه تعیین می‌شود.

۱- اصطلاحات و تعاریف به‌کار رفته در استانداردهای ISO و IEC در وبگاه‌های www.iso.org/obp و www.electropedia.org/ قابل‌دسترس است.



راهنما:

h ارتفاع آزمونه

$\dot{Q}$ اختلاف نرخ جریان گرما بین جایگاه مرجع و نمونه

S_p حسگر جایگاه نمونه

S_r حسگر جایگاه مرجع

T_m دمای ذوب ماده مشخص در دمای قسمت بالای آزمونه

T_p دمای جایگاه نمونه در سمت پایین آزمونه

T_r دمای جایگاه مرجع

شکل ۱- طرح نمایی اندازه‌گیری

۵ دستگاه و مواد

۵-۱ تجهیزات DSC

یک دستگاه DSC مطابق ویژگی‌های ارائه‌شده در استاندارد ISO 11357-1 باید استفاده شود.

فقط داده‌های خام اولیه و پردازش‌نشده باید استفاده شوند.

یادآوری- براساس نتایج موجود، فقط نتایج حاصل از دستگاه‌های DSC شار گرمایی[1] تأیید شده است. با وجود این، انتظار می‌رود که دستگاه‌های DSC توان جبرانی[2] نیز مناسب باشند.

۵-۲ کروزه‌ها

کروزه‌های آلومینیمی باید متناسب با دستگاه DSC استفاده شوند. هر دو نوع کروزه، کروزه‌های باز یا کروزه‌های بسته با تهویه[3]، مناسب هستند. هنگام استفاده از کروزه‌های درزگیری‌شده[4] باید احتیاط لازم برای جلوگیری از فشار داخلی اضافی به‌عمل آید.

باید از تغییرشکل کف صاف کروزه جلوگیری شود.

1- Heat-flux
2- Power- compensated
3- Ventilated closed crucibles
4- Sealed crucibles

یادآوری- کف ناصاف کروزه می‌تواند به نتایج مقادیر رسانندگی گرمایی بسیار کم منجر شود.

۵-۳ ماده ذوب

باید از مواد ذوب گواهی‌شده یا مواد ذوب با خلوص ٪ ۹۹٫۹۹۹۹ یا بهتر استفاده شود.

دمای ذوب، دمای اندازه‌گیری رسانندگی گرمایی را تعیین می‌کند.

دمای ذوب آزمونه‌های اندازه‌گیری‌شده باید بیشتر از دمای ذوب مواد ذوب مورد استفاده باشد. در صورت عدم اطمینان باید با انجام آزمایش‌های اولیه مناسب از این موضوع، اطمینان حاصل شود.

یادآوری- فلزاتی مانند گالیم یا ایندیم مناسب هستند.

۵-۴ لاک[1] محافظ

اگر فلزاتی که با مواد کروزه واکنش می‌دهند به‌عنوان مواد ذوب استفاده شوند، می‌توان از لاک‌های محافظ برای پوشش‌دهی داخلی کروزه و جلوگیری از تشکیل آلیاژ با کروزه‌های آلومینیمی استفاده کرد.

یادآوری۱- برای مثال، مشخص شده‌است که گالیم با آلومینیم تشکیل آلیاژ می‌دهد.

پوشش محافظ باید در محدوده دمای اندازه‌گیری، دارای پایداری دمایی باشد و به‌طور مداوم بر روی سطح داخلی کروزه با ضخامت ثابت حداکثر ۳۰ µm اعمال شود.

هر دو کروزه، کروزه نمونه حاوی ماده ذوب و کروزه مرجع باید دقیقاً به یک روش پوشش داده شوند.

یادآوری ۲- به عنوان مثال، نمونه های مناسب برای لاک‌های محافظ، لاک نیترو یا جوهر نشانگر دائمی[2] هستند.

۵-۵ وسیله اندازه‌گیری طول

وسیله مناسب برای اندازه‌گیری قطر با درستی ۲۰ µm ± یا بهتر و ارتفاع آزمونه با درستی ۱۰ µm ± یا بهتر.

۶ آزمونه‌ها

۶-۱ هندسه[3]

باید از آزمونه‌های استوانه‌ای استفاده شود.

قطر باید با درستی ۲۰ µm± یا بالاتر اندازه‌گیری شود و نباید بیش از ۰٫۱ mm با قطر کف کروزه انحراف داشته‌باشد. ارتفاع باید با درستی ۱۰ µm± یا بهتر اندازه‌گیری شود و باید در محدوده ۰٫۵ mm تا ۲٫۰ mm باشد.

1- Lacquer
2- Permanent marker ink
3- Geometry

برای اطمینان از بهترین تماس گرمایی ممکن با حسگر و کروزه، آزمونه‌ها باید عاری از شکاف[1] و برآمدگی[2] بوده و سطوح بالایی و پایینی باید موازی یکدیگر باشند. سطح بالایی و پایینی را با استفاده از کاغذ سنباده بسیار ریز با اندازه ذره P800 مطابق با مقیاس ISO/FEPA مشخص‌شده در استاندارد ISO 6344-1 یا بهتر، سنباده کنید.

یادآوری- زبری بالاتر سطح می‌تواند منجر به کاهش تماس گرمایی و مقادیر کمتر رسانندگی گرمایی شود.

۶-۲ تعداد و نمونه‌برداری

حداقل پنج آزمونه باید اندازه‌گیری شده و میانگین نتایج محاسبه شوند.

برای مواد پرشده (متراکم‌شده) و پرنشده (متراکم‌نشده) همگن، روش نمونه‌برداری خاصی موردنیاز نیست.

برای چندلایه‌ها[3] و کامپوزیت‌های[4] تقویت‌شده با الیاف، آزمونه‌ها باید با فاصله حداقل ۱۰ mm از لبه‌های ورق ورق تهیه شوند. آزمونه‌ها باید از چند محل توزیع‌شده همگن از ورق، به استثنای مناطق معیوب انتخاب شوند.

بسته به آماده‌سازی نمونه و برای نمونه‌هایی با تقویت‌کننده‌های ناهمسان‌گرد[5]، رسانندگی گرمایی می‌تواند به جهت‌گیری آزمونه بستگی داشته باشد. در چنین مواردی، جهت‌گیری آزمونه باید ذکر شود.

۷ تثبیت شرایط

قبل از اندازه‌گیری، آزمونه‌ها باید حداقل ۲ ساعت مطابق با استاندارد ISO 291 تثبیت شوند.

مواد حساس به رطوبت، باید ترجیحاً مطابق با استانداردهای مربوط به مواد خشک شوند.

از سوی دیگر، شرایط خشک‌کردن باید بین طرفین، توافق شود.

۸ کالیبراسیون

کالیبراسیون دستگاه DSC با توجه به دما و گرما باید مطابق با استاندارد ISO 11357-1 انجام شود.

۹ روش اجرایی اندازه‌گیری

1- Scars
2- Burrs
3- Laminates
4- Composites
5- Anisotropic

۹-۱ آماده‌سازی کروزه‌ها

دو کروزه یکسان، باید طوری انتخاب شوند که اختلاف جرم آن‌ها بیش از ۰٫۱ mg نباشد.

هنگامی‌که مواد استفاده‌شده به عنوان مواد ذوب‌شونده (به‌عنوان مثال گالیم) با کروزه‌ها واکنش داده و تشکیل آلیاژ می‌دهند، سطح داخلی کروزه باید مطابق با زیربند ۵-۴ با لاک محافظ پوشانده شود.

یکی از کروزه‌ها، خالی مانده و به‌عنوان مرجع استفاده می‌شود. کروزه دیگر با ماده ذوب، مطابق با زیربند ۵-۳ پر می‌شود.

ماده ذوب باید در مرکز کروزه قرار گیرد. ترجیحاً ماده ذوب باید کف کروزه را کاملاً بپوشاند.

یادآوری- در مورد گالیم، وزن نمونهٔ تقریباً ۶۰ mg تا ۶۵ mg مناسب است.

۹-۲ استفاده از مواد تماس گرمایی

ترجیحاً، مواد تماس گرمایی نمی‌توانند با آزمونه‌هایی استفاده شود که سطوح بالایی و پایینی صاف دارند، زیرا این کار انحراف استاندارد مقادیر رسانندگی گرمایی اندازه‌گیری‌شده را افزایش می‌دهد و باقی‌مانده‌ها روی حسگرها باقی می‌مانند که در صورت عدم حذف کامل، باعث ایجاد خطا در اندازه‌گیری‌های بعدی می‌شوند.

برای آزمونه‌هایی با سطوح بسیار ناهموار (سخت)، به عنوان مثال کامپوزیت‌های تقویت‌شده با الیاف یا چندلایه‌ها، مواد تماس گرمایی ممکن است به‌طور استثنا در سطوح بالا و پایین آزمونه استفاده شوند. در چنین مواردی، همان ماده تماس گرمایی باید روی کروزه مرجع نیز استفاده شود.

درصورت‌لزوم، لایه‌های نازکی از روغن صنعتی باید به عنوان کمک تماس گرمایی استفاده شود. تنها روغنی باید استفاده شود که با گرم‌کردن حسگرهای DSC در دمای ۵۰۰ °C، بدون این‌که باقی‌مانده‌ای برجا بگذارد، بتواند حذف شود.

مناسب بودن روغن باید توسط تامین‌کننده کنترل شود یا از طریق آزمون (به عنوان مثال، بر اساس آزمون وزن‌سنجی گرمایی) تعیین شود.

۹-۳ اندازه‌گیری ماده ذوب

۹-۳-۱ جای‌گذاری کروزه‌ها در نگه‌دارنده نمونه

کروزه خالی مطابق زیربند ۹-۱باید در جایگاه مرجع و کروزه پرشده با ماده ذوب مطابق زیربند ۹-۱ باید در جایگاه نمونه بدون آزمونه قرار گیرد. جای‌گذاری کروزه‌ها باید در دمای اتاق انجام شود. نگهدارنده نمونه باید بسته شده و مطابق با استاندارد ISO 11357-1 با گاز بی‌اثر تمیز شود تا از اکسایش ماده ذوب جلوگیری شود.

۹-۳-۲ توزیع ماده ذوب بر روی کف کروزه

برای توزیع بهتر ماده ذوب بر روی کف کروزه باید برنامه‌ریزی دمایی زیر انجام شود:

الف- نگه‌دارنده نمونه را با نرخ روبش K/min ۱۰ به دمای K ۱۰ زیر نقطه ذوب برسانید.

ب- با نرخ روبش K/min ۲۰، تا K ۲۰ بالاتر از نقطه ذوب، گرم کنید.

پ- برای اطمینان از ذوب کامل، این دما را به مدت min ۱۰ ثابت نگه‌دارید.

ت- برای اطمینان از تبلور کامل، با نرخ روبش K/min ۵ تا دمای K ۳۰ زیر نقطه ذوب، خنک کنید.

ث- برای خارج‌کردن کروزه‌ها، نگه‌دارنده نمونه را به دمای اتاق برسانید.

۹-۳-۳ اندازه‌گیری شیب منحنی ذوب بدون آزمونه

پس از مرحله فوق، برای ارزیابی شیب رو به بالای پیک ذوب ماده ذوب، باید برنامه دمایی زیر را اجرا کنید.

الف- نگه‌دارنده نمونه را با نرخ روبش K/min ۱۰ به دمای K ۳۰ زیر نقطه ذوب، برسانید.

ب- این دما را به مدت min ۵ ثابت نگه دارید.

پ- با نرخ روبش K/min ۱۰، تا دمای K ۱۰ زیر نقطه ذوب، گرم کنید.

ت- با نرخ روبش K/min ۵ تا دمای K ۴ زیر نقطه ذوب، گرم کنید.

ث- این دما را به مدت min ۲ ثابت نگه دارید.

ج- با نرخ روبش K/min ۰٫۵، تا دمای K ۱۰ بالاتر از نقطه ذوب، گرم کنید.

چ- با نرخ روبش K/min ۵، تا دمای K ۳۰ زیر نقطه ذوب، خنک کنید.

ح- نگه‌دارنده نمونه را برای قراردادن آزمونه به دمای اتاق برسانید.

اگر اندازه‌گیری شیب منحنی ذوب بدون آزمونه بلافاصله پس از توزیع ماده ذوب بر روی کف کروزه انجام می‌شود، مرحله ث زیربند ۹-۳-۲ و مراحل الف و ب زیربند ۹-۳-۳ می‌توانند نادیده گرفته شوند.

۹-۳-۴ قراردادن آزمونه

پس از برداشتن کروزه نمونه، آزمونه باید در مرکز جایگاه نمونه قرار داده شده و سپس کروزه پر شده از ماده ذوب نیز در قسمت مرکزی بالای آزمونه قرار گیرد.

کروزه مرجع خالی در جایگاه مرجع باقی می‌ماند.

۹-۳-۵ اندازه‌گیری شیب منحنی ذوب با آزمونه

پس از قراردادن (افزایش) آزمونه، برنامه دمایی زیر باید اعمال شود.

الف- نگهدارنده نمونه را با نرخ روبش ۱۰ K/min به دمای ۳۰ K زیر نقطه ذوب برسانید.

ب- این دما را به مدت ۵ min ثابت نگه دارید.

پ- با نرخ روبش ۱۰ K/min، تا دمای ۱۰ K زیر نقطه ذوب گرم کنید.

ت- با نرخ روبش ۵ K/min، تا دمای ۴ K زیر نقطه ذوب گرم کنید.

ث- این دما را به مدت ۲ min ثابت نگه دارید.

ج- با نرخ روبش ۰٫۵ K/min، تا دمای ۱۰ K بالاتر از نقطه ذوب گرم کنید.

چ- با نرخ روبش ۵ K/min، تا دمای ۳۰ K زیر نقطه ذوب خنک کنید.

ح- نگه‌دارنده نمونه را برای تعویض آزمونه به دمای اتاق برسانید.

۹-۴ ارزیابی شیب پیک‌های ماده ذوب

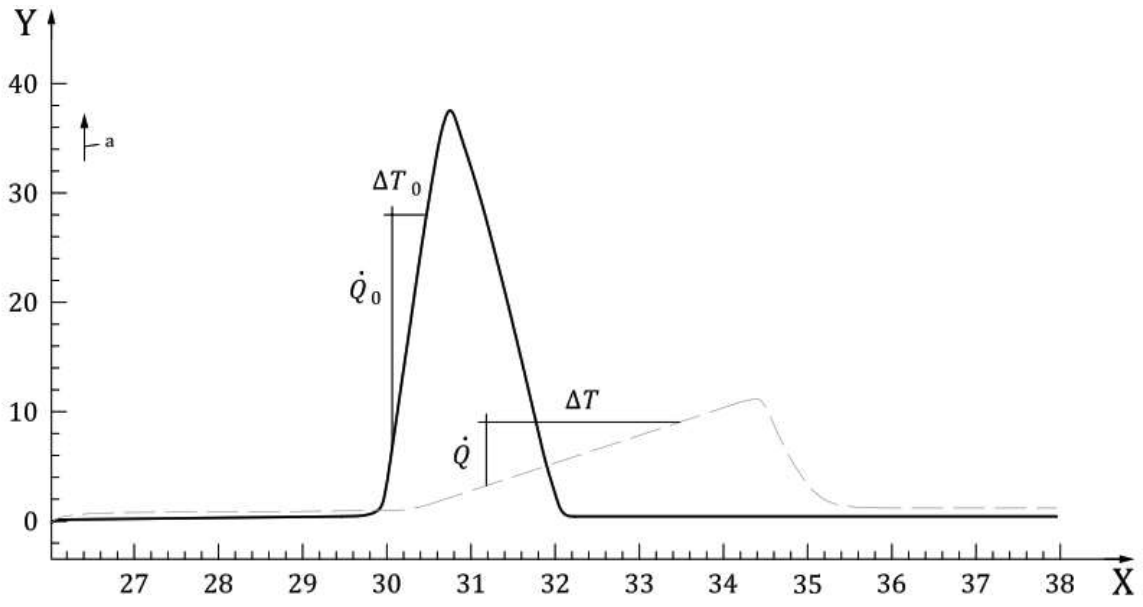
ارزیابی هر دو منحنی ذوب ثبت‌شده بدون آزمونه (به زیربند ۹-۳-۳ مراجعه شود) و با آزمونه (به زیربند ۹-۳-۵ مراجعه شود) باید با استفاده از منحنی‌های نرخ جریان گرمای ثبت‌شده در مقابل دمای نمونه همان‌طور که در شکل ۲ نشان داده شده‌است، انجام شود.

منحنی‌های ذوبی که آشفتگی مشخصات پیک نظیر شیب غیرخطی قابل توجه، رفتار ذوب دوپیکی و ... را نشان می‌دهند، باید کنار گذاشته‌شوند.

برای تعیین شیب باید دو نقطه در محدوده خطی شیب رو به بالای منحنی ذوب با فاصله حداقل ٪ ۵۰ از شیب کل انتخاب شود. نقطه پایین، باید حداقل ٪ ۱۰ بالاتر از شروع پیک برون‌یابی‌شده قرار گیرد که در استاندارد ISO 11357-1 توصیف شده‌است.

یادآوری- درستی تعیین شیب در محدوده خطی لبه صعودی پیک ذوب را می‌توان با محاسبه مشتق اول شیب بهبود بخشید.

شیب پیک ثبت‌شده $\dot{Q}_0/\Delta T_0$ بدون آزمونه برای تصحیح شیب ثبت‌شده با آزمونه $\dot{Q}/\Delta T$ به‌منظور به‌دست‌آوردن رسانندگی گرمایی استفاده می‌شود.



راهنما:

X دمای نمونه برحسب ℃

Y نرخ جریان گرما برحسب mW

$\dot{Q}$ افزایش نرخ جریان گرما برای ارزیابی شیب منحنی ذوب با آزمونه

$\dot{Q}_0$ افزایش نرخ جریان گرما برای ارزیابی شیب منحنی ذوب بدون آزمونه

ΔT افزایش دما برای ارزیابی شیب منحنی ذوب با آزمونه

ΔT_0 افزایش دما برای ارزیابی شیب منحنی ذوب بدون آزمونه

—— منحنی ذوب بدون آزمونه

- - - منحنی ذوب با آزمونه

a جهت گرماگیر

شکل ۲-ارزیابی شیب‌های منحنی ماده ذوب ثبت‌شده بدون آزمونه و با آزمونه

۱۰ محاسبه رسانندگی گرمایی

رسانندگی گرمایی از شیب منحنی‌های ذوب تعیین‌شده مطابق شکل ۲ و ارتفاع و قطر آزمونه همان‌طور که در فرمول (۱) نشان داده شده‌است، به دست می‌آید:

$$\lambda = \frac{h}{A\left(\frac{\Delta T}{\dot{Q}} - \frac{\Delta T_0}{\dot{Q}_0}\right)} \qquad (۱)$$

که در آن:

λ رسانندگی گرمایی برحسب $W.m^{-1}.K^{-1}$؛

h ارتفاع آزمونه برحسب m؛

A سطح مقطع آزمونه برحسب m^2؛

ΔT افزایش دما برای تخمین شیب منحنی ذوب با آزمونه برحسب K؛

$\dot{Q}$ افزایش نرخ جریان گرما برای تخمین شیب منحنی ذوب با آزمونه برحسب W؛

ΔT_0 افزایش دما برای تخمین شیب منحنی ذوب بدون آزمونه برحسب K؛

$\dot{Q}_0$ افزایش نرخ جریان گرما برای تخمین شیب منحنی ذوب بدون آزمونه برحسب W است.

در محدوده رواداری مشخص‌شده برای قطر آزمونه، برای محاسبه آزمونه‌های بزرگ‌تر، قطر کف کروزه و برای آزمونه‌های کوچک‌تر، قطر آزمونه باید در نظرگرفته شود.

۱۱ عمر مفید کروزه‌ها با استفاده از گالیم به‌عنوان ماده ذوب

از آنجاکه گالیم می‌تواند با آلومینیم واکنش داده و آلیاژ تشکیل دهد، عمر مفید کروزه‌ها باید حداکثر به شش هفته محدود شود. پس از انقضای این مهلت، مجموعه جدیدی از کروزه‌ها باید مطابق زیربند ۹-۱تهیه شوند و منحنی‌های اصلاحی جدید باید مطابق زیربندهای ۹-۳-۱ تا ۹-۳-۳ ثبت شوند.

علاوه‌براین، پس از پنج اندازه‌گیری یا یک تأخیر زمانی سه روزه یا بیشتر از آخرین اندازه‌گیری، شیب منحنی ذوب بدون آزمونه باید تصدیق شود و باید از مقادیر شیب ثبت‌شده جدید برای اندازه‌گیری‌های بعدی استفاده شود.

۱۲ دقت و اریبی

با استفاده از این روش، انحراف استاندارد بر اساس نتایج یک آزمون بین‌آزمایشگاهی شرح داده‌شده در پیوست الف در محدوده ٪ ۵ ± تا ٪ ۱۰ ± است.

انتظار می‌رود تکرارپذیری ٪ ۱ ± یا بالاتر باشد.

مقادیر بالای دقت برای آزمونه‌هایی که سطوح به اندازه کافی صاف دارند، تأیید شده است. آزمونه‌هایی که سطوح ناهموار بیشتری دارند می‌توانند تجدیدپذیری و تکرارپذیری کمتری داشته باشند.

۱۳ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل شامل اطلاعات زیر باشد:

الف- ارجاع به این استاندارد ملی؛

ب- مشخصات آزمایشگاه آزمون و تاریخ آزمون؛

پ- مشخصات (سازنده و نوع) دستگاه DSC مورداستفاده؛

ت- اطلاعات در مورد استفاده از لاک محافظ، در صورت وجود؛

ث- اطلاعات در مورد استفاده از ماده تماس گرمایی، در صورت وجود؛

ج- تمام اطلاعات مورد نیاز برای شناسایی واضح مواد آزمون‌شده؛

چ- در صورت لزوم، جهت اندازه‌گیری؛

ح- اطلاعات مربوط به نمونه‌برداری، آماده‌سازی آزمونه‌ها، تثبیت شرایط و عملیات اصلاحی اضافی (مانند خشک‌کردن، و ...)؛

خ- هندسه و تعداد آزمونه‌ها؛

د- نوع، خلوص و نرخ جریان گاز پاک‌سازی؛

ذ- جزئیات برنامه دمایی؛

ر- جزئیات تخمین شیب‌های پیک ذوب؛

ز- رسانندگی گرمایی (مقادیر جداگانه و میانگین) برحسب ($W.m^{-1}K^{-1}$) پیک‌های ذوب ثبت‌شده.

پیوست الف

(آگاهی‌دهنده)

مقایسات بین‌آزمایشگاهی رسانندگی گرمایی اندازه‌گیری‌شده با استفاده از دستگاه DSC

دقت اندازه‌گیری رسانندگی گرمایی مطابق با این استاندارد، با آزمون بین‌آزمایشگاهی چهار ماده مختلف، توسط ۱۰ آزمایشگاه مختلف، با استفاده از دستگاه‌های DSC سه سازنده متفاوت تصدیق شده است. اگرچه در این آزمون فقط دستگاه‌های شار گرمایی گنجانده شدند، فرض بر این است که دستگاه‌های DSC توان جبرانی، نتایج مشابهی خواهند داشت.

نتایج دستگاه‌های DSC یک سازنده حذف شد زیرا پردازش نرم‌افزاری داده‌ها نتایج جعلی داد.

برای مقایسه، رسانندگی گرمایی هر ۴ ماده با استفاده از یک جریان سنج گرمایی محافظ مطابق با استاندارد ASTM E1530 اندازه‌گیری شده است.

تمام رسانندگی‌های گرمایی ذکرشده در جدول الف-۱ تا جدول الف-۴ میانگین پنج اندازه‌گیری جداگانه هستند.

جدول الف-۱- رسانندگی گرمایی پلی‌استیرن (PS)

	مرجع	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵	آزمایشگاه ۶	آزمایشگاه ۷	آزمایشگاه ۸[a]	آزمایشگاه ۹[a]	آزمایشگاه ۱۰
رسانندگی گرمایی برحسب $W.m^{-1}.K^{-1}$	۰/۱۵۵	۰/۱۶۱	۰/۱۵۹	۰/۱۵۸	۰/۱۴۲	۰/۱۶۷	۰/۱۴۹	۰/۱۵۰	۰/۱۱۱	۰/۱۱۳	۰/۱۴۵
انحراف استاندارد	۰	۸×۱۰^{-۳}	۳×۱۰^{-۳}	۵×۱۰^{-۳}	۴×۱۰^{-۳}	۵×۱۰^{-۳}	۶×۱۰^{-۳}	۳×۱۰^{-۳}	۱۸×۱۰^{-۳}	۲×۱۰^{-۳}	۷×۱۰^{-۳}
واریانس	۲×۱۰^{-۷}	$۶/۹ \times ۱۰^{-۵}$	$۱/۲ \times ۱۰^{-۵}$	$۲/۳ \times ۱۰^{-۵}$	$۱/۶ \times ۱۰^{-۵}$	$۲/۲ \times ۱۰^{-۵}$	$۳/۳ \times ۱۰^{-۵}$	$۱/۱ \times ۱۰^{-۵}$	$۳۲/۸ \times ۱۰^{-۵}$	$۰/۴ \times ۱۰^{-۵}$	$۵/۱ \times ۱۰^{-۵}$

[a] نتایج آزمایشگاه‌های ۸ و ۹ به‌دلیل خارج بودن قطر آزمونه‌ها از رواداری، حذف شده است.

جدول الف-۲- رسانندگی گرمایی پلی‌متیل‌متاآکریلات (PMMA)

	مرجع	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵	آزمایشگاه ۶	آزمایشگاه ۷	آزمایشگاه ۸[a]	آزمایشگاه ۹[a]	آزمایشگاه ۱۰
رسانندگی گرمایی برحسب $W.m^{-1}.K^{-1}$	۰/۱۸۴	۰/۱۷۹	۰/۱۹۰	۰/۱۸۶	۰/۱۷۶	۰/۲۰۳	۰/۱۸۴	۰/۲۰۴	۰/۱۵۱	۰/۱۳۸	۰/۱۸۷
انحراف استاندارد	۱×۱۰^{-۳}	۱۸×۱۰^{-۳}	۳×۱۰^{-۳}	۱۲×۱۰^{-۳}	۱۰×۱۰^{-۳}	۴×۱۰^{-۳}	۱۵×۱۰^{-۳}	۳×۱۰^{-۳}	۳×۱۰^{-۳}	۱×۱۰^{-۳}	۱۰×۱۰^{-۳}
واریانس	۰	۳۱×۱۰^{-۵}	۱×۱۰^{-۵}	۱۴×۱۰^{-۵}	۱۰×۱۰^{-۵}	۲×۱۰^{-۵}	۲۲×۱۰^{-۵}	$۱/۱ \times ۱۰^{-۵}$	۱×۱۰^{-۵}	۰	۱۰×۱۰^{-۵}

[a] نتایج آزمایشگاه‌های ۸ و ۹ به‌دلیل خارج بودن قطر آزمونه‌ها از رواداری، حذف شده است.

جدول الف-۳- رسانندگی گرمایی پلی‌کربنات (PC)

	مرجع	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵	آزمایشگاه ۶	آزمایشگاه ۷	آزمایشگاه ۸[a]	آزمایشگاه ۹[a]	آزمایشگاه ۱۰
رسانندگی گرمایی برحسب $W.m^{-1}.K^{-1}$	۰٫۲۲۸	۰٫۲۰۳	۰٫۲۱۳		۰٫۱۹۴	۰٫۲۳۱	۰٫۲۲۰	۰٫۲۱۵	۰٫۱۷۹	۰٫۱۶۵	۰٫۱۹۸
انحراف استاندارد	۴×۱۰^{-۳}	۱۱×۱۰^{-۳}	۱۲×۱۰^{-۳}		۱۰×۱۰^{-۳}	۵×۱۰^{-۳}	۶×۱۰^{-۳}	۹×۱۰^{-۳}	۶×۱۰^{-۳}	۲×۱۰^{-۳}	۷×۱۰^{-۳}
واریانس	$۱٫۶ \times ۱۰^{-۵}$	$۱۲٫۲ \times ۱۰^{-۵}$	$۱۴٫۷ \times ۱۰^{-۵}$		$۱۰٫۴ \times ۱۰^{-۵}$	۳×۱۰^{-۵}	$۳٫۸ \times ۱۰^{-۵}$	$۷٫۳ \times ۱۰^{-۵}$	$۳٫۱ \times ۱۰^{-۵}$	$۰٫۴ \times ۱۰^{-۵}$	۵×۱۰^{-۵}

[a] نتایج آزمایشگاه‌های ۸ و ۹ به‌دلیل خارج بودن قطر آزمونه‌ها از رواداری، حذف شده است..

جدول الف-۴- رسانندگی گرمایی چندلایه تقویت‌شده با الیاف شیشه

	مرجع	آزمایشگاه ۱	آزمایشگاه ۲	آزمایشگاه ۳	آزمایشگاه ۴	آزمایشگاه ۵	آزمایشگاه ۶	آزمایشگاه ۷	آزمایشگاه [a]۸	آزمایشگاه [a]۹	آزمایشگاه ۱۰
رسانندگی گرمایی برحسب $W.m^{-1}.K^{-1}$	۰٫۵۴۶	۰٫۶۰۵	۰٫۶۲۲		۰٫۵۶۲	۰٫۶۲۹	۰٫۶۴۶	۰٫۵۴۲	۰٫۵۱۴	۰٫۳۲۸	۰٫۶۴۰
انحراف استاندارد	۲۰×۱۰^{-۳}	۱۵×۱۰^{-۳}	۳۴×۱۰^{-۳}		۵۰×۱۰^{-۳}	۸۸×۱۰^{-۳}	۵۶×۱۰^{-۳}	۴۲×۱۰^{-۳}	۱۷×۱۰^{-۳}	۴×۱۰^{-۳}	۲۲×۱۰^{-۳}
واریانس	$۴٫۱ \times ۱۰^{-۴}$	$۲٫۲ \times ۱۰^{-۴}$	$۱۱٫۴ \times ۱۰^{-۴}$		$۲۵٫۴ \times ۱۰^{-۴}$	$۷۶٫۷ \times ۱۰^{-۴}$	$۳۱٫۴ \times ۱۰^{-۴}$	$۱۷٫۴ \times ۱۰^{-۴}$	$۲٫۸ \times ۱۰^{-۴}$	$۰٫۲ \times ۱۰^{-۴}$	$۴٫۸ \times ۱۰^{-۴}$

[a] نتایج آزمایشگاه‌های ۸ و ۹ به‌دلیل خارج بودن قطر آزمونه‌ها از رواداری، حذف شده است..

مقادیر رسانندگی گرمایی نمونه‌هایی با زبری سطح متغیر مانند چندلایه تقویت‌شده با الیاف شیشه، به مقدار قابل‌توجهی تکرارپذیری و تجدیدپذیری کمتری نشان داده‌اند.

کتاب‌نامه

[1] Hakvoort G., van Reijen L.L., Aartsen A.J., Measurement of the thermal conductivity of solid substances by DSC. Thermochim. Acta. 1985, 93 pp. 317–320

[2] Camirand C.P., Measurement of thermal conductivity by differential scanning calorimetry. Thermochim. Acta. 2004, 417 (1) pp. 1–4

[3] Riesen R., Mettler-Toledo, UserCom. 2005, 2 p. 19

[4] Monkiewitsch, M. v., Untersuchungen zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit mittels dynamischer Differenzkalorimetrie, Arbeitskreis Thermophysik in der GEFTA, Köln, 2018-04-23/24

[5] ASTM E1530-19, Standard Test Method for Evaluating the Resistance to Thermal Transmission by the Guarded Heat flow Meter Technique