DSC

DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER

۱– شرح دستگاه

DSC(DIFFERENTIAL SCANNING CALORIMETER)

یک تکنیک تحلیل دمایی است که در آن تفاوت در میزان حرارت مورد نیاز برای افزایش دمای نمونه و مرجع، به عنوان یک تابع دما اندازه گیری می‌شود. این تکنیک در سال ۱۹۶۰ توسط E.S. Watson و M.J. O'Neill توسعه یافت ودر سال ۱۹۶۳ در کنفرانس پتسبورگ در مورد آنالیز شیمیایی اسپکتروسکوپی کاربردی به صورت تجاری معرفی شد.

دستگاه DSC ساخت کمپانی SHIMADZU ژاپن بوده و مدل آن DSC-۶۰ می باشد و دارای یک ترانس ۱۱۰ ولت و یک ترمینال جهت ارتباط با کامپیوتر می باشد. نمونه مورد آنالیز فقط به صورت جامد قابل استفاده می باشد. و فاقد سیستم خنک کننده میباشد و به همین علت شروع آنالیز از دمای محیط می باشد.

محدوده دمای دستگاه از دمای محیط تا ۴۰۰ درجه هست و سرعت روبش دما به دلخواه قابل تنظیم و مقدار نمونه مورد نیاز از ۲ تا ۵ میلی گرم می باشد.

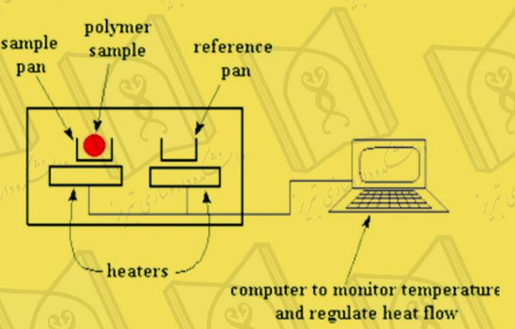
۲–اساس کار دستگاه

اساس اولیه و بنیادین این تکنیک آن است که: وقتی که نمونه به سمت یک تبدیل حالت فیزیکی می رود مانند تغییر فاز گرمای بیشتر یا کمتری نیاز است. برای نگه داشتن هر دو(نمونه و مرجع) در دمای مشابه حین حرارت دادن مشاهده می کنیم که گرمای کمتر یا بیشتری برای نمونه نیاز است که این بستگی به این دارد که این پروسه گرماگیر یا گرما زا باشد. برای مثال:زمانی که یک جامد ذوب می شود به نمونه باید حرارت بیشتری نسبت به مرجع برای افزایش دما داده شود. این حالت از جذب حرارت توسط نمونه هنگامی که تغییر فاز آن گرماگیر باشد ناشی می شود. همچنین در حالتی که نمونه در این روند گرمازا باشد (مانند فرایند کریستالیزیشن) حرارت کمتری برای افزایش دمای نمونه نیاز است. با مشاهده ی تفاوت حرارت داده شده بین نمونه و مرجع DSC همچنین قادر به اندازه گیری میزان گرمای جذب شده ی یا آزاد شده در طول تغییر فاز است.

designed By: Amin Mohammadzadeh
email: amindesigner1@gmail.com

۲-۱) قسمتهای مختلف دستگاه DSC

شکل شماتیک دستگاه با قسمتهای مختلف آن به صورت زیر است:



ترمینال اتصال به کامپیوتر: برای اتصال دستگاه به کامپیوتر به کار می رود پرچ دستگاه: که برای تهیه پن های آنالیز مورد استفاده قرار میگیرد . بعد از توزین ۲ تا ۵ میلی گرم از نمونه درون پن (آلومینیومی) در پوش پن را گذاشته و چن را پرچ میکنیم که با این کار نمونه بصورت یک فیلم در امده و تبادل گرمایی بهتری انجام میدهد و همچنین مانع این می شود که نمونه در اثر ذوب یا سوختی از پن سرازیر شود و به دکتور دستگاه آسیب برساند.

گاز کنترلر: با استفاده از این دستگاه و یک کپسول ازت می توان گاز نیتروژن را با دبی ثابتی از محفضه حاوی نمونه در حین آنالیز عبور داد که این کار باعث عدم در دسترس بودن اکسیژن شده و از اکسید شدن نمونه در حین آنالیز می شود.

۳- دامنه کاربرد

از جمله کاربردهای این دستگاه می توان به مطالعه تغییرات آنتالپی و سطوح مختلف انرژی، دمای انتقال شیشه ای ، محدوده کریستالیتی، نقطه شروع تخریب، نقطه ذوب، انجام تست OIT و بررسی خصوصیات فازی و درصد آن ها (فازهای پلیمری) اشاره کرد

DSC می تواند برای اندازه گیری شماری از خواص مشخصه یک نمونه مورد استفاده قرار گیرد این تکنیک برای محاسبه ی گرما یا دمای انجماد، تغییرات آنتالپی و سطوح مختلف انرژی ,کریستالیزیشن و دمای شیشه ای استفاده شود. انتقال شیشه ای زمانی که دمای یک جامد بی نظم افزایش یابد به عنوان یک پله در ابتدای منحنی آشکار می شود.

این پیک ناشی از آن است که با افزایش دما جسم دچار یک تغییر ظرفیت گرمایی می شود(تغییر فاز نمی‌دهد) در برخی نقاط دمایی مولکول ها ممکن است به آزادی کافی برای حرکت به سمت آرایش خودبه خودی به سمت یک ساختار کریستالی دست یابند که به عنوان دمای کریستالیزیشن شناخته می شود.

این انتقال از جامد بی نظم به جامد کریستالی یک روند گرمازا است و به صورت یک پیک آشکار می شود و زمانی که دما افزایش می یابد سرانجام نمونه به دمای ذوب می رسد. روند ذوب نتیجه اش یک پیک گرماگیر در منحنی DSC است.

توانایی تعیین دمای انتقال و آنتالپی DSC را به یک ابزار ارزشمند در تولید نمودار فاز برای مواد مختلف شیمیایی ساخته است.

دانشگاه علوم پزشکی تبریز

دانشکده داروسازی تبریز

designed By: Amin Mohammadzadeh
email: amindesigner1@gmail.com