Differential Scanning Calorimetry(DSC)

۱- مشخصات

دستگاه DSC مدل Jade پرکین المر برای بررسی رفتار حرارتی مواد چون پلیمرها و الیاف مورد استفاده قرار می گیرد. در آن تفاوت در میزان حرارت مورد نیاز برای افزایش دمای نمونه و مرجع، به عنوان یک تابع دما اندازه گیری می‌شود. نمونه و مرجع هر دو در محدوده دمایی نزدیکی در سراسر آزمایش حفظ می‌شوند، عموماً برنامه دمایی آنالیز DSC به گونه‌ای طراحی می‌شود که نگه دارنده **نمونه** تغییر دمایش تابع خطی از زمان باشد. نمونه مرجع باید یک ظرفیت گرمایی به خوبی مشخص شده داشته باشد که بیش از دامنه دمایی که اسکن می‌شود باشد.

۲- اساس کار

در این روش، نمونه مجهول و شاهد در دمای یکسان نگهداری شده و تفاوت انرژی لازم برای ثابت نگهداشتن دما، بر حسب تغییر دما رسم می شود. به عبارت دیگر، نمونه مجهول و شاهد مقدار گوناگونی انرژی می گیرند تا دمای آن ها همیشه یکسان بماند.

۳- الزامات(Requirements):

۱.۳. نمونه باید کاملا خشک باشد.

۲.۳. نمونه مورد اندازه گیری در داخل پن آلومینیومی به صورت کاملا فشرده قرار گیرد.

۳.۳. با کمک نرم افزار سرعت روبش و دمای شروع و پایان روبش باید تنظیم شود.

۴- نمونه سازی (Preparation of samples)

نمونه مورد آنالیز بعد از توزین دقیق باید به فرم کاملا صاف با کمک دستگاه پرس در داخل پن آلومینیومی قرار داده شود تا تماس حرارتی به صورت یکنواخت و حداکثری صورت گیرد.

۵-کالیبراسیون(Calibration):

قلب دستگاه کالریمتری روبشی تفاضلی نرم افزار کالیبره آن است .خط مبنا، اندازه پیکها و تمامی مشخصات مربوط به آنالیز حرارتی نمونه آزمون باید توسط دستگاه کالیبره گردد. معمولا جهت کالیبراسیون دستگاه از مواد مرجع استفاده می می شود. از آن جمله فلزات واسطه مانند تیتانیم و ایندیم را میتوان نام برد که دمای ذوب آنها مشخص بوده و بسیار بالا میباشد. به منظور کالیبراسیون دستگاه نمونه مرجع را تحت یک پروفیل دمایی قرار داده و درجه حرارت به دست آمده را در نرم افزار وارد می کنیم.

۶- تجهیزات(Equipment)

. پن آلومینیومی به همراه درپوش

-دستگاه پرس جهت تهیه نمونه با وزن دقیق مطابق با استاندارد

-کپسول گاز ازت

-کامپیوتر

-ترازوی آزمایشگاهی

-مواد مرجع و نرم افزار کالیبراسیون

۷- کاربرد

DSC می تواند برای اندازه گیری شماری از خواص مشخصه یک نمونه مورد استفاده قرار گیرد این تکنیک برای محاسبه گرما یا دمای انجماد، کریستالیزیشن و دمای شیشه ای استفاده می شود. انتقال شیشه ای زمانی که دمای یک جامد بی نظم افزایش یابد به عنوان یک پله در ابتدای منحنی DSC 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 مربوطه است. توانایی تعیین دمای انتقال و آنتالپی، DSCرا به یک ابزار ارزشمند در تولید نمودار فاز برای مواد مختلف شیمیایی ساخته است.