



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱۷۴۳۷

چاپ اول

۱۳۹۲

INSO

17437

1st. Edition

2013

تعیین ظرفیت گرمایی ویژه با گرماسنجی
روبشی تفاضلی دمای مدوله شده سینوسی -
روش آزمون

**Determining Specific Heat Capacity by
Sinusoidal Modulated Temperature
Differential Scanning Calorimetry- Test
Method**

ICS:17.200.10

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، مصرف کنندگان، 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 پیشنهادات 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 الکتروتکنیک (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 برای 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، بازرسی، 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 نظارت می کند. ترویج دستگاه بین المللی یکاها، 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 فنی تدوین استاندارد
«تعیین ظرفیت گرمایی ویژه با گرماسنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده سینوسی - روش
آزمون»

رئیس:

احمدی، حاجی رضا
(کارشناسی ارشد شیمی کاربردی)

دبیر:

افتخاری دافچاهی، سمیه
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آریا نسب، فضا
(دکتری شیمی آلی)

باژرنگ، ریحانه
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

بیگلری، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

حسینی، مجتبی
(کارشناسی ارشد شیمی آلی)

خانه زر، حسن
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

ردائی، احسان
(کارشناسی ارشد شیمی تجزیه)

صنعتگر، الهام
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

عندلیبی، مریم
(کارشناس شیمی)

سمت و / یا نمایندگی

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

شرکت رویان پژوهان سینا

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

پژوهشگاه پلیمر و پتروشیمی ایران

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

شرکت فراورده‌های نفتی شبیران

پژوهشکده شیمی و پتروشیمی پژوهشگاه استاندارد

اداره کل استاندارد استان همدان

دانشگاه آزاد اسلامی واحد لنگرود

آزمایشگاه مرجع شیمی تجزیه

شرکت فراپل جم

فرهادی، ذکریا
(کارشناسی ارشد شیمی فیزیک)

اداره کل استاندارد استان همدان

مهچوب، کتایون
(کارشناسی ارشد شیمی معدنی)

شرکت ارکان لوله

وثیقی پیرایش، مهدی
(کارشناسی شیمی)

دانشگاه بوعلی سینا همدان

هاشمی، مهدی
(دکتری شیمی تجزیه)

فهرست مندرجات

صفحه	عنوان
ب	آشنایی با سازمان ملی استاندارد ایران
ج	کمیسیون فنی تدوین استاندارد
و	پیش‌گفتار
۱	۱ هدف و دامنه کاربرد
۱	۲ مراجع الزامی
۱	۳ اصطلاحات و تعاریف
۲	۴ اصول آزمون
۲	۵ تداخلات
۳	۶ وسایل
۴	۷ مواد و/یا واکنشگرها
۴	۸ هشدارها
۴	۹ نمونه‌برداری، آزمون و دستگاه‌های آزمون
۵	۱۰ آماده‌سازی دستگاه‌ها
۵	۱۱ کالیبراسیون و استانداردسازی
۶	۱۲ روش انجام آزمون
۷	۱۳ محاسبات
۷	۱۴ گزارش آزمون
۸	۱۵ دقت و اریبی

پیش‌گفتار

استاندارد "تعیین ظرفیت گرمایی ویژه با گرماسنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده سینوسی - روش آزمون" که پیش‌نویس آن در کمیسیون‌های مربوط توسط شرکت رویان پژوهان سینا تهیه و تدوین شده و در دویست و چهاردهمین اجلاس کمیته ملی استاندارد اندازه‌شناسی، اوزان و مقیاس‌ها مورخ ۱۳۹۲/۰۹/۱۲ 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 مواقع لزوم تجدیدنظر خواهد شد و هر پیشنهادی که برای اصلاح و تکمیل این استانداردها ارائه شود، هنگام تجدید نظر در کمیسیون فنی مربوط مورد توجه قرار خواهد گرفت. بنابراین، باید همواره از آخرین تجدیدنظر استانداردهای ملی استفاده کرد.

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

ASTM E 2716:2009, Standard Test Method for Determining Specific Heat Capacity by Sinusoidal Modulated Temperature Differential Scanning Calorimetry

مقدمه

اندازه‌گیری‌های گرما سنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده یک روش سریع، ساده برای تعیین ظرفیت-های گرمایی ویژه مواد، حتی تحت شرایط شبه هم‌دمای می‌باشد. ظرفیت‌های گرمایی ویژه برای مقاصد طراحی، کنترل کیفیت و تحقیق و توسعه بسیار مهم می‌باشند. استفاده از برنامه شبه هم‌دمای مرحله‌ای برای دنبال کردن تغییرات ساختاری در مواد مجاز است به کار رود.

تعیین ظرفیت گرمایی ویژه با گرما سنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده سینوسی - روش آزمون

هشدار- در این استاندارد تمام موارد ایمنی و بهداشتی نوشته نشده است. در صورت وجود چنین مواردی، مسئولیت برقراری اقدامات ایمنی و سلامتی مناسب و اجرای آن برعهده کاربر این استاندارد است.

۱ هدف و دامنه کاربرد

۱-۱ هدف از تدوین این استاندارد، تعیین روشی برای اندازه‌گیری ظرفیت گرمایی ویژه با گرما سنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده سینوسی می‌باشد. برای اندازه‌گیری ظرفیت گرمایی ویژه با یک برنامه دمایی یک مرحله‌ای یا چند مرحله‌ای همدم، کاربر باید به استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۸۴ مراجعه کند.

۲-۱ این استاندارد معمولاً برای مایعات و جامدات پایدار در برابر گرما، کاربرد دارد.

۳-۱ گستره عملیاتی نرمال این استاندارد، از 100°C تا 600°C می‌باشد. مجاز است گستره دمایی، بسته به دستگاه‌ها و نگهدارنده‌های نمونه استفاده شده، افزایش یابد.

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 مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آن‌ها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن‌ها موردنظر است.

استفاده از مراجع زیر برای این استاندارد الزامی است:

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۸۷: سال ۱۳۸۲، پلیمرها- تعیین ظرفیت گرمایی ویژه به روش گرماسنجی روبشی تفاضلی - روش آزمون

- 2-2 ASTM E 473, Terminology Relating to Thermal Analysis and Rheology
- 2-3 ASTM E 967, Test Method for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers
- 2-4 ASTM E 968, Practice for Heat Flow Calibration of Differential Scanning Calorimeters
- 2-5 ASTM E 1142, Terminology Relating to Thermal Analysis and Rheology

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد علاوه بر اصطلاحات و تعاریف تعیین شده در استانداردهای ASTM E 473 و ASTM E 1142، اصطلاحات و تعاریف زیر نیز به کار می‌رود.

گرماسنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده (MTDSC)^۱

مدلی از گرماسنجی روبشی تفاضلی، علاوه بر برنامه متداول^۲ شیب دمایی که مجهز به برنامه دمایی متغیر سینوسی برای آزمون‌ها نیز می‌باشد.

گرماسنجی روبشی تفاضلی دمایی مدوله شده شبه هم‌دما

نوعی از گرماسنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده که در آن برنامه دمایی متغیر سینوسی بر روی آزمون‌های کاربرد دارد که در اطراف دمای هم‌دمای اساسی قرار گرفته است.

۴ اصول آزمون

۴-۱ با استفاده از روش دمای مدوله شده که در آن یک برنامه دمایی تکراری دوره‌ای یا نوسانی بر روی آزمون‌های اعمال و منجر به شارش گرمایی نوسانی داخل یا خارج از آزمون می‌شود، مجاز است ظرفیت گرمایی ویژه آزمون تعیین شود.

۴-۱-۱ روش آزمون الف، با استفاده از شرایط مدوله‌سازی دما که مناسب برای اندازه‌گیری است، شامل گرمایش آزمون در یک جو کنترل شده در سراسر گستره دمایی مورد نظر می‌شود.

۴-۱-۲ روش آزمون ب، شامل تعادل و نگهداری آزمون در یک دمای هم‌دما و در یک جو کنترل شده و سپس به کارگیری شرایط مناسب مدوله‌سازی دما برای اندازه‌گیری می‌باشد. این روش می‌تواند برای نگهداری هر تعداد دمای هم‌دمای مورد نظر تکرار شود.

۴-۲ درستی ظرفیت گرمایی حاصل به شرایط تجربی وابسته می‌باشد. برای مثال هنگامی که یک آزمون نازک که در یک پن^۳ (کفه) نمونه با هدایت گرمایی بالا کپسوله شده با نوسان‌های دمایی با دوره تناوب طولانی (فرکانس کم) مورد عمل واقع می‌شود، آزمون به توزیع دمایی یکنواخت می‌رسد و اطلاعات ظرفیت گرمایی حاصل شده با دیگر روش‌های آزمون غیر نوسانی قابل مقایسه می‌باشد.

۵ تداخلات

۵-۱ از آنجایی که مقادیر میلی گرمی آزمون استفاده می‌شود، ضروری است که آزمون‌ها همگن و نماینده کل نمونه باشند.

1-Modulated Temperature Differential Scanning Calorimetry
2-Ramp
3- Pan

۵-۲ وقوع تغییرات شیمیایی، کاهش یا افزایش جرمی بر روی گرمایش، در حین اندازه‌گیری می‌تواند این آزمون را نا معتبر کند. بنابراین انتخاب گستره دمایی و نگه‌دارنده آزمون برای اجتناب از این فرایندها توصیه می‌شود.

۶ وسایل

۶-۱ گرماسنج روبشی تفاضلی مدوله شده، دستگاه‌های موردنیاز جهت فراهم آوردن کمینه قابلیت گرماسنجی روبشی تفاضلی مدوله شده برای این روش شامل:

۶-۱-۱ محفظه آزمون گرماسنجی روبشی تفاضلی دمای مدوله شده (MTDSC)

متشکل از:

- ۱- یک کوره برای فراهم نمودن گرمایش- سرمایش کنترل شده‌ی یکنواخت آزمون و مرجع تا یک دمای ثابت، یا در سرعت ثابت، در گستره قابل کاربرد 100°C تا 600°C
- ۲- یک حسگر دمایی (یا دیگر منبع سیگنال) برای نشان دادن دمای قابل خواندن آزمون تا 0.1°C
- ۳- یک حسگر تفاضلی جهت آشکار ساختن اختلاف شارش گرمایی بین آزمون و مرجع معادل تا 10 W و
- ۴- وسیله‌ای برای حفظ محیط با پاک‌کننده گاز بی‌اثر در سرعت $(50 \pm 10)\text{ ml/min}$ (برای اطلاعات بیشتر بر روی گازهای پاک‌کننده به بند ۶-۱-۶ مراجعه کنید).

۶-۱-۲ کنترل‌کننده دمایی

با قابلیت اجرای برنامه‌ی دمایی ویژه بوسیله

- ۱- با عمل کردن کوره بین محدوده‌های دمای گزینش شده در یک نرخ تغییرات دمایی 1°C/min تا 10°C/min

۲- نگه‌داری در دمای همدم تا 0.1°C و

- ۳- تغییر دادن سینوسی دما با دامنه نوسان تا $1/5^{\circ}\text{C}$ و دوره تناوب تا حدود 100 S (فرکانس پایین تا 10 mHz) منطبق با سرعت اصلی.

۶-۱-۳ وسیله محاسبه

با قابلیت تبدیل دمای مدوله اندازه‌گیری شده آزمون و سیگنال‌های شارش گرمایی آزمون مدوله شده به شکل خروجی پیوسته مورد نیاز از ظرفیت گرمایی ویژه (به طور ترجیحی بر حسب یکای $\text{J/(g}^{\circ}\text{C)}$) و میانگین دمای آزمون جهت دقت و درستی مورد نیاز.

۶-۱-۴ وسیله جمع‌آوری داده‌ها

مجهز به وسایل دریافت، ذخیره سازی و نمایش سیگنال‌های اندازه‌گیری شده یا محاسبه شده یا هر دو. کمینه سیگنال‌های خروجی مورد نیاز برای MTDSC، دامنه شارش گرمایی مدوله شده، دما، دامنه دمای مدوله شده و زمان می‌باشد.

۶-۱-۵ سامانه خنک‌کننده

مجهز به نرخ‌های سرمایش و گرمایش نوسانی حداقل $5^{\circ}\text{C}/\text{min}$

۶-۱-۶ گاز نیتروژن یا دیگر گازهای پاک‌کننده بی‌اثر

با هدایت پایین در نرخ $50 \text{ ml}/\text{min}$

یادآوری- گاز هلیوم به طور معمول به عنوان گاز پاک‌کننده استفاده می‌شود، اما به دلیل هدایت گرمایی خیلی بالا که در نتیجه آن، گستره دقت و درستی کاهش می‌یابد، استفاده از گاز هلیوم برای این آزمون قابل قبول نمی‌باشد.

۶-۲ ترازو

با گستره حداقل 200 mg و تفکیک‌پذیری 0.001 mg جهت توزین آزمونه‌ها یا ظروف، یا هر دو، (کفه‌ها یا بوتله‌ها و ...) با دقت $\pm 0.01 \text{ mg}$

۶-۳ ظروف (پن‌ها یا بوتله‌ها و ...)

که نسبت به آزمونه بی‌اثر بوده و دارای شکل و استحکام مناسب برای نگه‌داری آزمونه، مطابق با الزامات مشخص شده در این استاندارد می‌باشند.

یادآوری- جرم نگه‌دارنده‌های آزمونه نباید بیش از 0.05 mg اختلاف داشته باشند، در غیر این صورت، اختلاف جرم در ظروف باید در محاسبات Cp در نظر گرفته شود.

۷ مواد و / یا واکنشگرها

۷-۱ مواد مرجع ظرفیت گرمایی ویژه، دیسک یا قوت مصنوعی، 10 mg تا 100 mg .

یادآوری- مطالعات بین آزمایشگاهی نشان می‌دهند که شکل‌های فیزیکی یا قوت مصنوعی، به غیر از دیسک‌ها، دقت کمتر و ارببی بیشتری را در نتایج نشان می‌دهند.

۸ هشدارها

۸-۱ اقدامات ایمنی، اگر آزمونه تا حد تجزیه شدن، گرما داده می‌شود، ممکن است محصولات سمی و خورنده آزاد شوند.

۸-۲ احتیاط‌های فنی

۸-۲-۱ استفاده از شرایط مدوله سازی یکسان دامنه و دوره برای کالیبراسیون ظرفیت گرمایی ویژه و اجرای آزمون توصیه می‌شود.

۸-۲-۲ دقت نرخ گرمایش، قرارگیری نگه‌دارنده آزمونه، استفاده از نگه‌دارنده‌های آزمونه با یک پایه مسطح و ایجاد تعادل ضروری می‌باشد. تنظیمات دستگاه با انجام یک بار کالیبراسیون ظرفیت گرمایی ویژه توصیه نمی‌شود.

۹ نمونه‌برداری، آزمون و دستگاه‌های آزمون

۹-۱ آزمون‌های گرانی یا پودر شده باید قبل از نمونه‌برداری مخلوط شده و توصیه می‌شود نمونه‌برداری از بخش‌های مختلف ظرف نمونه انجام شود. این بخش‌ها به نوبه خود، جهت اطمینان از اینکه نماینده کل نمونه برای اندازه‌گیری است، باید ترکیب و مخلوط شوند.

۹-۲ آزمون‌های مایع به طور مستقیم پس از هم زدن نمونه‌برداری می‌شوند.

۹-۳ آزمون‌های جامد با برش یا تکه‌تکه کردن با چاقوی تمیز یا تیغ، نمونه‌برداری می‌شوند. احراز یکنواختی نمونه به شکل جداشدگی، در نمونه جامد امکان‌پذیر می‌باشد.

۹-۴ نمونه‌ها به طور معمول به همان شکل دریافت شده، آنالیز می‌شوند. اگر برخی آماده‌سازی یا عمل-آوری مکانیکی برای آزمون قبل از آنالیز به کار می‌رود، این عوامل باید در گزارش آزمون قید شوند.

۱۰ آماده‌سازی دستگاه‌ها

۱۰-۱ هر گونه راه‌اندازی یا فرایندهای کالیبراسیون پیشنهاد شده به وسیله تولید کننده دستگاه باید مطابق با دستورالعمل عملیاتی انجام شود.

۱۱ کالیبراسیون و استانداردسازی

۱۱-۱ سیگنال دمایی دستگاه را مطابق با استاندارد ASTM E 967 با استفاده از ماده مرجع ایندیوم و نرخ گرمایش $10^{\circ}\text{C}/\text{min}$ کالیبره کنید.

۱۱-۲ سیگنال شارش گرمایی دستگاه را مطابق با استاندارد ASTM E 968 با استفاده از ماده مرجع ایندیوم کالیبره کنید.

یادآوری- برای دو بند ۱۱-۱ و ۱۱-۲، دیگر مواد مرجع مناسب جهت پوشش گستره دمایی مختلف می-توانند استفاده شوند.

۱۱-۳ سیگنال(های) ظرفیت گرمایی دستگاه را برای اندازه‌گیری‌های ظرفیت گرمایی ویژه تحت شرایط دمایی مدوله شده مطابق با دستورالعمل تولید کننده کالیبراسیون کنید.

۱۱-۴ برای روش الف دمایی را انتخاب کنید که در نقطه میانی گستره دمایی اندازه‌گیری می‌شود و برای روش ب، دمایی که در آن اندازه‌گیری انجام می‌شود و اگر چندین دمایی هم‌دمای استفاده می‌شود، دمایی میانی تمام دماهای هم‌دمای مورد استفاده در اندازه‌گیری را انتخاب کنید.

۱۱-۵ درپوش نگه‌دارنده آزمون خالی و تمیز را محکم ببندید و آن را با دقت $0.1 \text{ mg} \pm$ وزن و جرم آن را ثبت کنید و در قسمت مرجع DSC قرار دهید.

۱۱-۶ نگه‌دارنده نمونه تمیز و خالی را به همراه درپوش آن، با دقت $0.1 \text{ mg} \pm$ وزن کنید. ماده یا قوتی را مطابق بند ۸-۱ در این نگه‌دارنده آزمون کپسوله کنید. جرم یا قوت استاندارد و نگه‌دارنده آزمون را با دقت

mg ± 0.1 ثبت کنید و در قسمت نمونه دستگاه قرار دهید. شرایط مدوله سازی دما را به شرح زیر اعمال کنید:

دامنه $10^\circ\text{C} \pm$ دوره تناوب 100 S (فرکانس 10 mHz) (اگر شرایط مدوله سازی مختلف استفاده می‌شود، این شرایط باید گزارش شود). نمونه را برای حداقل 10 دقیقه در دمای مورد نظر هم‌دما نگه دارید و سپس مقدار ظرفیت گرمایی را در انتهای هم‌دما اندازه‌گیری کنید.

۷-۱۱ ثابت ظرفیت گرمایی ویژه (K_{C_p}) را با نسبت گرفتن از مقدار نظری یا قوت به مقدار اندازه‌گیری شده در دمای آزمون، محاسبه کنید.

یادآوری- مقادیر ظرفیت گرمایی ویژه برای یا قوت مصنوعی در جدول ۱ استاندارد ملی ایران شماره ۷۱۸۷ ارائه شده است.

۱۲ روش انجام آزمون

۱-۱۲ دستگاه DSC را با نیتروژن خشک، در نرخ شارش ml/min (50 ± 10) در سراسر آزمون پاکسازی کنید.

۲-۱۲ نگه‌دارنده آزمون خالی و تمیز را با درپوش بسته و در قسمت مرجع دستگاه MTDSC قرار دهید. جرم نگه‌دارنده آزمون، همراه با درپوش را با دقت mg ± 0.1 در صورت نیاز برای کارکرد صحیح دستگاه DSC ثبت کنید.

۳-۱۲ نگه‌دارنده آزمون خالی، تمیز را همراه با درپوش با دقت mg ± 0.1 وزن کنید. این وزن را به عنوان وزن خالص ثبت کنید.

۴-۱۲ نمونه مورد آزمون را در یک نگه‌دارنده مخصوص همراه با درپوش، کپسوله کرده و جرم نمونه همراه با نگه‌دارنده آزمون و درپوش را با دقت mg ± 0.1 ثبت کنید. جرم نمونه را تا mg ± 0.1 محاسبه کنید.

۵-۱۲ روش الف

۱-۵-۱۲ شروع با دمای 30°C کمتر از کمترین دمای موردنظر تا 10°C بالاتر از دمای بیشینه، آزمون DSC مدوله شده را بر روی گستره دمایی مورد نظر، از طریق پارامترهای مدوله شده، دامنه $10^\circ\text{C} \pm$ دوره تناوب 100 S (فرکانس 10 mHz) و سرعت گرمایش $3^\circ\text{C}/\text{min}$ ، انجام دهید (اگر شرایط مدوله سازی متفاوتی استفاده می‌شود، باید گزارش شود).

۲-۵-۱۲ دامنه شارش گرمایی مدوله شده و دامنه دمای مدوله شده را به صورت پیوسته یا در دمای مورد نظر ثبت کنید.

۳-۵-۱۲ با استفاده از دامنه شارش گرمایی مدوله شده و دامنه دمای مدوله شده مطابق بند ۱۲-۵-۲، ظرفیت گرمایی ویژه را در دمای مورد نظر، مطابق با بند ۱۳ محاسبه و گزارش کنید.

۱۲-۵-۴ نگه‌دارنده آزمونه بعلاوه آزمونه را مجدد وزن کنید. در صورتی که افت جرمی ۰٫۳٪ یا بیشتر نسبت به جرم ابتدایی ایجاد شده است، اندازه‌گیری نامعتبر می‌باشد. هر تغییر در جرم باید گزارش شود.

۱۲-۶ روش ب

۱۲-۶-۱ دمای آزمون همدمای مورد نظر را ایجاد کنید. با مدوله سازی دما، دامنه $\pm 1.0^{\circ}\text{C}$ ، دوره S ۱۰۰ (فرکانس ۱۰ mHz) آغاز کنید (اگر شرایط مدوله سازی مختلف استفاده می‌شود، باید در گزارش آزمون قید شود). پس از ۱۰ دقیقه از مدوله سازی دما، ظرفیت گرمایی را ثبت و گزارش کنید.

۱۲-۶-۲ دامنه شارش گرمایی مدوله شده و دامنه دمای مدوله شده را به صورت پیوسته یا در دمای مورد نظر، ثبت کنید.

۱۲-۶-۳ با استفاده از دامنه شارش گرمایی مدوله شده و دامنه دمای مدوله شده مطابق با بند ۱۲-۵-۲ ظرفیت گرمایی ویژه را در دمای مورد نظر مطابق بند ۱۳ محاسبه و گزارش کنید.

۱۲-۶-۴ نگه‌دارنده آزمونه همراه با آزمونه را مجدد وزن کنید. اگر افت جرمی ۰٫۳٪ یا بزرگتر نسبت به جرم ابتدایی ایجاد شده است، اندازه‌گیری نامعتبر می‌باشد. هر تغییر در جرم باید گزارش شود.

۱۳ محاسبات

۱۳-۱ در دماهای مورد نظر، دامنه شارش گرمایی مدوله شده را اندازه‌گیری و تا نزدیک به $\pm 0.1\text{ mW}$ ثبت کنید.

۱۳-۲ در دماهای مشابه مطابق بند ۱۳-۱، دامنه سرعت گرمایش مدوله شده را تا نزدیک $\pm 0.1^{\circ}\text{C/min}$ اندازه‌گیری کنید.

۱۳-۳ ظرفیت گرمایی ویژه را از معادله ۱ محاسبه کنید.

$$C_{P_s} = (60 \cdot s \cdot A_{\text{mhf}} \cdot / \text{min} \cdot K_{C_p}) / (A_{\text{mhr}} \cdot W_s) \quad (1)$$

که در آن:

C_{P_s} ظرفیت گرمایی ویژه آزمونه، بر حسب $\text{J/g}^{\circ}\text{C}$ ؛

A_{mhf} دامنه شارش گرمایی مدوله شده و محاسبه شده مطابق با بند ۱۳-۱، بر حسب mW؛

A_{mhr} دامنه نرخ گرمایش مدوله شده، محاسبه شده مطابق بند ۱۳-۲ بر حسب $^{\circ}\text{C/min}$ ؛

W_s جرم آزمونه بر حسب mg؛

K_{C_p} ثابت کالبراسیون محاسبه شده مطابق بند ۱۱-۷.

۱۴ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حداقل حاوی اطلاعات زیر باشد.

۱۴-۱ ارجاع به این استاندارد ملی ایران؛

۱۴-۲ اطلاعات و توصیف کاملی از مواد مورد آزمون، شامل منبع، کد تولید و هر گونه پیش عمل آوری مکانیکی یا گرمایی؛

۱۴-۳ توصیف دستگاه‌های استفاده شده برای آزمون، از قبیل تولید کننده و شماره سریال؛

۱۴-۴ توصیف فرایند کالیبراسیون شامل مقادیر ثابت‌های کالیبراسیون؛

۱۴-۵ ظرفیت گرمایی ویژه در دماهای اندازه‌گیری مورد نظر.

۱۵ دقت و اریبی

۱-۱۵ دقت

۱-۱۵-۱ یک مطالعه تکرارپذیری محدود در سال ۲۰۰۸ از طریق ۵ بار اندازه‌گیری بر روی نمونه‌های منفرد یاقوت و در آزمایشگاه‌های مجزا انجام شده است، انحراف استاندارد نسبی تکرار پذیری در این آزمون بین آزمایشگاهی ۱/۱٪ می‌باشد.

۱-۱۵-۲ تغییرپذیری درون آزمایشگاهی می‌تواند از طریق مقدار تکرارپذیری (I) به دست آمده با ضرب انحراف استاندارد نسبی در ۲/۸ شرح داده شود. مقدار تکرارپذیری میانگین ۳/۲٪ به دست آمده است. مقدار تکرار پذیری در حد اطمینان ۹۵٪ تخمین زده شده است.