



جمهوری اسلامی ایران
Islamic Republic of Iran

سازمان ملی استاندارد ایران

Iranian National Standardization Organization



استاندارد ملی ایران

۱-۱۰۶۷۶

چاپ اول

۱۳۹۳

INSO

10676-1

1st. Edition

2015

پلاستیک‌ها - وزن‌سنجی گرمایی (TG)
پلیمرها - قسمت ۱: اصول کلی

Plastics – Thermogravimetry (TG) of
polymers – Part 1: General principles

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 جهت اجرا ابلاغ شده است.

تدوین استاندارد در حوزه های مختلف در کمیسیون های فنی مرکب از کارشناسان مؤسسه* 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 ذیصلاح 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 شود که بر اساس مفاد نوشته شده در استاندارد ملی ایران شماره ۵ تدوین و در کمیته ملی استاندارد مربوط که سازمان استاندارد تشکیل می دهد به تصویب رسیده باشد.

سازمان ملی استاندارد ایران از اعضای اصلی سازمان بین المللی استاندارد^۱ (ISO) کمیسیون بین المللی الکتروتکنیک^۲ (IEC) و سازمان بین المللی اندازه شناسی قانونی^۳ (OIML) است و به عنوان تنها رابط^۴ کمیسیون کدکس غذایی^۵ (CAC) 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) و وسایل سنجش، مؤسسه استاندارد 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) و 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 Electro technical Commission

3-International Organization for Legal Metrology (Organization International de Metrologie Legal)

4-Contact point

5-Codex Alimentarius Commission

کمیسیون فنی تدوین استاندارد
« پلاستیک‌ها - وزن‌سنجی گرمایی (TG) پلیمرها - قسمت ۱: اصول کلی »

رئیس:

ارسلانی، ناصر
(دکتری شیمی)

سمت و/یا نمایندگی

دانشگاه تبریز

دبیر:

اخپاری، شهاب
(کارشناس ارشد شیمی)

اداره کل استاندارد آذربایجان شرقی

اعضاء: (اسامی به ترتیب حروف الفبا)

آریانسب، فضه
(دکتری شیمی)

پژوهشگاه استاندارد

اردکانیان، نسیم
(کارشناس علوم تغذیه)

شرکت ارس مهر

اصلانی، سعید
(کارشناس شیمی)

پارک علم و فناوری استان آذربایجان شرقی

امیرشقایق، احمد
(دکتری مهندسی پلیمر)

دانشگاه آزاد اهر

پژوهان، علی
(دکتری مهندسی پلیمر)

پژوهشگاه پلیمر ایران

پور محمود، ساناز
(کارشناس شیمی)

شرکت سمن ارغوان

تجدید خواجه، رعنا
(کارشناس ارشد شیمی)

دانشگاه تبریز

انجمن ملی صنایع پلاستیک ایران

حسنی، شعیب
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت آریانام

خادمی، داوود
(کارشناس ارشد پلیمر)

عضو TC61

خسروشاهی، فرناز
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت کفش پای آرا

درخشان، پریسا
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس

رحیمی اهر، زهره
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

پتروشیمی تبریز

زینالی، مجید
(کارشناس ارشد شیمی)

دانشگاه صنعتی سهند

سلامی حسینی، مهدی
(دکتری مهندسی پلیمر)

کارشناس

سلیمانزاده، نسیم
(کارشناس شیمی)

پتروشیمی تبریز

عودی، احمد
(کارشناس ارشد مهندسی شیمی)

پتروشیمی تبریز

قاسمی، عبدالحسین
(کارشناس ارشد مهندسی پلیمر)

شرکت تدبیر نوین سازان

قاسمیان خجسته، محسن
(کارشناس ارشد شیمی)

شرکت آذر لوله

کرمی، آیدا
(کارشناس ارشد شیمی)

کارشناس

محمودی، زهرا
(کارشناس مهندسی پلیمر)

itechpolymer.com

پیش گفتار

استاندارد " پلاستیک‌ها - وزن‌سنجی گرمایی (TG) پلیمرها - قسمت ۱: اصول کلی " که پیش نویس آن در کمیسیون مربوط توسط سازمان ملی استاندارد ایران تهیه و تدوین شده و در یک‌هزار و سی صد و بیست و یکمین اجلاس کمیته ملی استاندارد شیمیایی و پلیمر مورخ ۱۳۹۳/۱۱/۱۸ مورد تصویب قرار گرفته است، اینک به استناد بند یک ماده ۳ قانون اصلاح قوانین و مقررات سازمان استاندارد و تحقیقات صنعتی ایران، مصوب بهمن ماه ۱۳۷۱، به عنوان استاندارد ملی ایران منتشر می‌شود.

برای حفظ همگامی و هماهنگی با تحولات و پیشرفت های ملی و جهانی در زمینه صنایع، علوم و خدمات، استانداردهای ملی ایران در مواقع لزوم تجدید نظر 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:

ISO 11358-1, 2014: Plastics - Thermogravimetry (TG) of polymers - Part 1: General principles

پلاستیک‌ها - وزن‌سنجی گرمایی^۱ (TG) پلیمرها -

قسمت ۱: اصول کلی

۱ هدف و دامنه کاربرد

هدف از تدوین این استاندارد، تعیین شرایط کلی برای آنالیز پلیمرها با استفاده از فنون وزن‌سنجی گرمایی است.

این استاندارد برای مایعات یا جامدات کاربرد دارد. مواد جامد ممکن است به شکل پرک، گرانول یا پودر باشد.

این استاندارد برای آنالیز اندازه مناسب آزمون‌ها از اشکال ساخته شده نیز کاربرد دارد. وزن‌سنجی گرمایی برای تعیین دما(ها) و نرخ(های) تجزیه پلیمرها و برای اندازه‌گیری هم‌زمان مقادیر مواد فرار، افزودنی‌ها و/یا پرکننده‌های موجود در آن‌ها کاربرد دارد.

اندازه‌گیری‌های وزن‌سنجی گرمایی ممکن است در حالت دینامیک (تغییر وزن در برابر دما یا زمان، تحت شرایط برنامه‌ریزی شده) یا حالت هم‌دما (تغییر وزن در برابر زمان در دمای ثابت) انجام گیرد. اندازه‌گیری‌های وزن‌سنجی گرمایی همچنین ممکن است با استفاده از اتمسفرهای مختلف آزمون انجام گیرد، به عنوان مثال، برای جدا کردن تجزیه در اتمسفر بی‌اثر از تخریب اکسایشی.

۲ مراجع الزامی

مدارک الزامی زیر حاوی مقرراتی است که در متن این استاندارد به آن‌ها ارجاع داده شده است. بدین ترتیب آن مقررات جزئی از این استاندارد محسوب می‌شود.

در صورتیکه به مدرکی با ذکر تاریخ انتشار ارجاع داده شده باشد، اصلاحیه‌ها و تجدیدنظرهای بعدی آن مورد نظر این استاندارد ملی نیست. در مورد مدارکی که بدون ذکر تاریخ انتشار به آنها ارجاع داده شده است، همواره آخرین تجدیدنظر و اصلاحیه‌های بعدی آن مورد نظر است. استفاده از مراجع زیر برای کاربرد این استاندارد الزامی می‌باشد.

۱-۲ استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۱۷، پلاستیک‌ها - شرایط محیطی استاندارد برای رسیدن به شرایط تثبیت و آزمون

2-2 ISO 472, Plastics — Vocabulary

2-3 ISO 11357-1, Plastics — Differential scanning calorimetry (DSC) — Part 1: General principle

۳ اصطلاحات و تعاریف

در این استاندارد اصطلاحات و تعاریف زیر کاربرد دارد:

۱-۳

تعیین تغییر وزن دینامیکی

عبارت است از فن ثبت تغییر وزن آزمونه نسبت به دما، T ، که با یک نرخ برنامه‌ریزی شده تغییر می‌کند.

۲-۳

تعیین تغییر وزن هم‌دما

عبارت است از فن ثبت تغییر وزن آزمونه نسبت به زمان، t ، در دمای ثابت، T ، است.

۳-۳

دمای کوری^۱

دمایی که در آن یک ماده فرومغناطیس از حالت فرومغناطیسی به حالت پارامغناطیسی و بر عکس عبور می‌کند.

۴ اصول آزمون

آزمونه با یک نرخ معین و برنامه‌ریزی کنترل شده دمایی گرم می‌شود و تغییر وزن به صورت تابعی از دما اندازه‌گیری می‌شود. آزمونه به طور متناوب در یک دمای ثابت مشخص نگهداشته می‌شود و تغییر وزن به صورت تابعی از دما در یک دوره زمانی مشخص اندازه‌گیری می‌شود.

در طول مدت زمان اندازه‌گیری، آزمونه در یک شرایط محیطی بی‌اثر یا اکسیدکننده نگهداشته می‌شود. به طور کلی، واکنش‌هایی که باعث تغییر وزن آزمونه می‌شوند عبارتند از واکنش‌های تجزیه یا اکسیداسیون یا فراریت یک جزء. تغییر وزن به صورت یک منحنی وزن‌سنجی گرمایی (TG) ثبت می‌شود.

تغییر وزن یک ماده به صورت تابعی از دما و مقدار این تغییر، معرفی از پایداری حرارتی ماده است. بنابراین می‌توان از داده‌های TG برای ارزیابی پایداری حرارتی نسبی پلیمرهای هم‌خانواده^۲ یکسان و برهمکنش‌های پلیمر-پلیمر یا پلیمر-افزودنی با به‌کارگیری اندازه‌گیری‌های انجام شده تحت شرایط آزمون یکسان، استفاده کرد.

یادآوری- از داده‌های TG می‌توان برای کنترل فرایند، توسعه فرایند و ارزیابی ماده استفاده نمود. پایداری دمایی طولانی مدت، تابع پیچیده‌ای از شرایط کاری و زیست محیطی می‌باشد. داده‌های TG به تنهایی امکان توصیف پایداری دمایی طولانی مدت پلیمر را ندارد.

1 - Curie

2 - Generic family

۵ وسایل و دستگاه‌ها

تعدادی از وسایل تجاری مناسب برای اندازه‌گیری‌های وزن‌سنجی گرمایی در دسترس هستند. دستگاه‌های پایه شامل موارد زیر می‌باشند.

۱-۵ ترازوی گرم‌کننده^۱، که الزامات زیر را شامل می‌شود:

الف- با قابلیت ایجاد نرخ گرمایش و سرمایش ثابت مناسب برای اندازه‌گیری‌های مورد نظر؛

ب- با قابلیت ثابت نگهداشتن دمای آزمون (با محدوده ± 0.3 K یا کم‌تر در طول مدت اندازه‌گیری)؛

پ- با قابلیت ثابت نگهداشتن نرخ جریان گاز پاکسازی^۲، با امکان کنترل در بازه $\pm 10\%$ از محدوده نرخ جریان (مثلاً ۱۰ ml/min تا ۱۵۰ ml/min)

ت- محدوده دما و وزن در راستای الزامات تجربی؛

ث- وسیله ثبت با قابلیت ثبت خودکار منحنی‌های اندازه‌گیری شده وزن در برابر دما و زمان؛

ج- اندازه‌گیری سیگنال‌های دما با درستی ± 2 K یا بهتر؛

چ- اندازه‌گیری زمان با درستی ± 1 s یا بهتر؛

ح- اندازه‌گیری وزن با درستی ± 20 μ g یا بهتر.

۲-۵ گاز پاکسازی، هوای خشک یا اکسیژن (شرایط اکسید کردن) یا یک گاز بی‌اثر مناسب با محتوای اکسیژن 0.001% حجمی یا کم‌تر (شرایط غیراکسید کردن). در هر صورت، مقدار آب گاز پاکسازی کننده باید کم‌تر از 0.001% وزنی باشد.

۶ آماده‌سازی آزمون

۱-۶ کلیات

آزمونه‌ها می‌توانند مایع یا جامد باشند. مواد جامد ممکن است به شکل پودر، پرک، گرانول یا قطعات بریده باشند. برای محصولات نهایی، آزمون باید به شکلی که به طور معمول استفاده می‌شوند باشد.

۲-۶ آزمون محصولات نهایی

آزمون را با اندازه متناسب با نگهدارنده آزمون برش دهید. نازک‌بر^۳ یا تیغ ریش‌تراشی برای این منظور مناسب است.

یادآوری- اندازه و شکل آزمون معمولاً به نگهدارنده نمونه بستگی دارد. مساحت سطح آزمون کلیه نتایج را تحت تاثیر قرار می‌دهد. به عنوان مثال، در مقایسه آزمون دارای مساحت سطح بزرگ با آزمون دارای مساحت سطح کوچک‌تر با وزن یکسان، آزمون دارای مساحت سطح کوچک‌تر معمولاً با نرخ آرام‌تری تغییر می‌یابد.

1 - Thermobalance
2 - Purge gas
3 - Microtome

۳-۶ تثبیت شرایط آزمون

آزمونه‌ها قبل از اندازه‌گیری در یکی از شرایط محیطی استاندارد تعیین شده در استاندارد ملی ایران شماره ۲۱۱۷ یا به هر روش تعیین شده طبق توافق طرفین ذینفع، باید تثبیت شرایط شوند مگر این که در ویژگی ماده یا استاندارد محصول به گونه دیگری تعریف شده باشد.

۴-۶ وزن آزمون

وزن آزمون ترجیحا باید در محدوده ۱۰ mg تا ۱۰۰ mg باشد.

۷ کالیبراسیون

۱-۷ کالیبراسیون جرم

بدون هیچ جریان گازی در ترازوی گرم کننده (برای جلوگیری از هر گونه اغتشاش در شناوری^۱ و/یا اثرات جابه‌جایی^۲)، ترازوی گرم کننده را با استفاده از وزنه‌های کالیبره در محدوده ۱۰ mg تا ۱۰۰ mg، به صورت زیر کالیبره کنید:

دمایی را که کالیبراسیون جرم در آن انجام خواهد شد، ثبت کنید.

ترازوی گرم کننده را صفر کنید. وزنه کالیبره شده را بر روی ترازوی گرم کننده قرار دهید و تغییر وزن مربوطه را اندازه‌گیری کنید.

اگر کالیبراسیون جرم به وسیله روش‌های نرم افزاری کنترلی دستگاهی یا توسط تامین کنندگان خدمات بیرونی انجام می‌گیرد، برای نشان دادن کالیبراسیون مناسب جرم، وجود یک گواهی کالیبراسیون مجاز کافی می‌باشد.

۲-۷ کالیبراسیون دما

کالیبراسیون دما را با استفاده از شرایط محیطی، نرخ جریان گاز و نرخ گرم کردن، طبق روشی که در بند ۸ آمده است باید انجام داد.

در صورتی که ترازوی گرم کننده با روش تجزیه گرمایی^۳ دیگری جفت نشده باشد از روش زیر استفاده کنید: الف- دو یا چند ماده با دمای کوری نزدیک به محدوده دمایی مورد آزمون انتخاب کنید. در صورت امکان، مواد کالیبراسیون را به روشی انتخاب کنید که محدوده دمایی مورد آزمون بین دمای کوری دو تا از آنها قرار گیرد.

ب- گرمایش را با همان نرخ گرمایش که در بند ۸ تعیین شده است شروع کنید و کالیبراسیون را بر اساس دمای شروع T_A ، دمای نقطه میانی T_C و دمای پایان T_B برای انتقال دمای کوری انجام دهید.

یادآوری ۱- نقطه کوری دمایی است که در آن یک ماده فرومغناطیس بر اثر گرما پارامغناطیس می‌شود. این اثر برگشت‌پذیر می‌باشد. به کارگیری یک میدان مغناطیسی (برای مثال با قرار دادن یک مگنت قوی در زیر کوره) نیروی رو به پایین بر روی نمونه فرومغناطیس اعمال می‌کند که افزایش آشکاری از وزن که با گرمایش نمونه در بالای دمای کوری از دست می‌دهد، ایجاد می‌کند.

1 - Buoyancy
2 - Convection
3 - Thermoanalytical

یادآوری ۲- ترجیحا بهتر است آزمایشگاه‌های اندازه‌شناسی از مواد کالیبراسیون تایید شده استفاده کنند. مواد کالیبراسیون مناسب از طریق سازندگان دستگاه‌ها در دسترس است.

اگر ترازوی گرم کننده در ترکیب با یک آشکارساز کالری متری روبشی تفاضلی^۱ باشد توصیه می‌شود که ترازوی گرم کننده با استفاده از روش‌های تعیین شده در استانداردهای مربوطه، مثلا استاندارد ISO 11357-1، برای DSC کالیبره دمایی شود.

یادآوری ۳- نقطه ذوب ماده کالیبراسیون با تقاطع برون‌یابی خط پایه و امتداد شیب گرماگیر^۲ در نقطه انحنای منحنی (که دمای شروع نامیده می‌شود) تعیین می‌گردد.

یادآوری ۴- کالیبراسیون، بحرانی‌ترین مرحله در تعیین داده‌های قابل اطمینان وزن‌سنجی گرمایی است. رابطه بین حسگر دما، شکل هندسی آزمون و نوع شرایط محیطی، از جمله نرخ جریان گاز، کالیبراسیون سیستم اندازه‌گیری را تحت تاثیر قرار خواهد داد.

یادآوری ۵- نرخ کاهش وزن به نرخ اکسیداسیون آزمون بستگی دارد و بنابراین تا اندازه‌ای به اتمسفر در معرض بودن قطعه و نرخ جریان گاز وابسته است. از این رو، در کالیبراسیون، استفاده از شرایط محیطی و نرخ جریان گاز یکسان با روش تعیین شده در بند ۸ اهمیت دارد.

۸ روش انجام آزمون

۱-۸ کلیات

بسته به الزامات اندازه‌گیری، مجموعه دستگاهی مناسبی باید انتخاب شود. از دو حالت می‌توان استفاده کرد: روبش دمایی (به بند ۸-۲ مراجعه کنید) و هم‌دما (به بند ۸-۳ مراجعه کنید).

یادآوری ۱- در ترازوی گرم کننده، هنگام برقراری جریان گاز، تغییری در شناوری و جابه‌جایی رخ می‌دهد. با وجود این که عملا تغییری در وزن وجود ندارد، تغییر ظاهری در وزن مشاهده می‌شود و صحت اندازه‌گیری وزن کاهش می‌یابد. به منظور مشاهده تغییر ظاهری در وزن، توصیه می‌شود که یک اجرای مقدماتی بدون آزمون در نرخ گرمایش و نرخ جریان گاز مشابه با آزمون واقعی انجام گیرد. دقت اندازه‌گیری وزن در این حالت نمی‌تواند بهتر از دقت اندازه‌گیری وزن در آزمون مقدماتی باشد.

یادآوری ۲- تغییر گاز در طول مدت اندازه‌گیری امکان‌پذیر است. در این حالت ضروری است از همان نرخ جریان استفاده شود. علاوه بر این، به منظور دستیابی به اثر شناوری مشابه، توصیه می‌شود از گازهای با جرم حجمی یکسان استفاده شود. در صورتی که امکان استفاده از گازهای با جرم حجمی مشابه وجود نداشته باشد، ضروری است تصحیح شناوری اعمال شود.

یادآوری ۳- هنگام استفاده از گازهای متعدد، ضروری است فاصله بین منبع گاز و دستگاه تا حد ممکن کوتاه باشد تا تاخیر زمانی ناشی از پاک‌سازی خط به کم‌ترین مقدار برسد.

نرخ جریان گاز را انتخاب کنید.

صفر ترازوی گرم کننده، شامل نگهدارنده نمونه را با استفاده از همان گاز پاک‌سازی و همان نرخ جریان مورد استفاده برای اندازه‌گیری نمونه، تنظیم کنید.

1 - Differential scanning calorimetry (DSC)

2 - Endotherm

نگهدارنده نمونه حاوی آزمون را بر روی ترازوی گرم کننده قرار دهید. جریان گاز را برقرار نمایید و وزن اولیه را یادداشت کنید مگر این که شرایط مطابق با پاراگراف بعدی باشد. برای تحقیقات تحت شرایط محیطی شدیداً بی‌اثر، ترازوی گرم کننده را با یک پمپ خلا، تخلیه و سپس پر نمایید یا حداقل به مدت 10 min در نرخ جریان مشابه با زمان اندازه‌گیری قبل از ثبت وزن، با گاز بی‌اثر پاکسازی نمایید.

۲-۸ حالت روبش دمایی

برنامه دمایی را که باید طبق استاندارد ارجاع داده شده تعیین شود، در صورت کاربرد، تنظیم کنید. برنامه باید شامل دماهای اولیه و نهایی، طول مدت زمان همدماها، و نرخ گرم کردن بین دماهای برنامه‌ریزی شده و گاز(های) پاکسازی مورد استفاده برای مراحل مختلف برنامه باشد. برنامه اندازه‌گیری را شروع و منحنی وزن‌سنجی گرمایی را ثبت کنید.

۳-۸ حالت هم‌دما

به منظور رسیدن هر چه سریع‌تر به دمای تعیین شده، دستگاه را روشن و در بیش‌ترین نرخ گرم کردن اجرا کنید.

۹ بیان نتایج

۱-۹ نمایش ترسیمی

داده‌های وزن‌سنجی گرمایی به‌دست آمده را به شکل منحنی تغییر وزن یا تغییر درصد وزن در مقابل زمان یا دما نشان دهید. دماها و وزن‌های خاص حاصل از منحنی TG را با استفاده از روش‌های بیان شده در بندهای ۲-۹ و ۳-۹ تعیین کنید.

۲-۹ تعیین افزایش وزن

بیش‌ترین وزن، m_{max} را از منحنی تعیین کنید. یک نمونه منحنی افزایش وزن در شکل ۱ آمده است. افزایش وزن، m_g را با استفاده از معادله (۱)، بر حسب درصد محاسبه کنید:

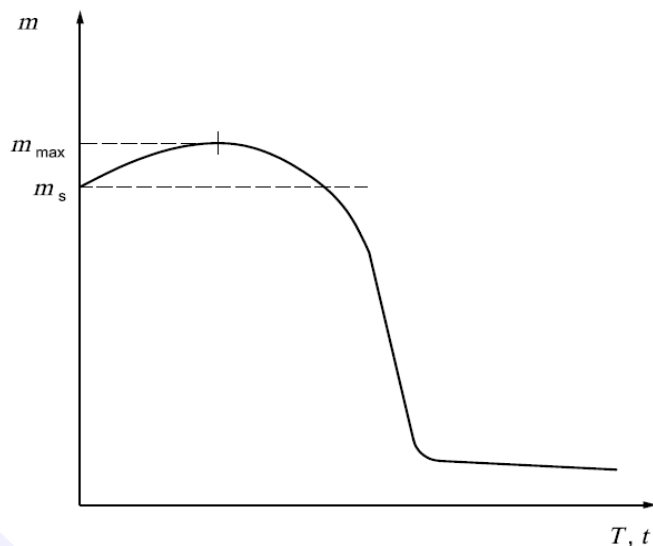
$$m_g = \frac{m_{max} - m_s}{m_s} \times 100 \quad \text{معادله (۱)}$$

که در آن:

m_{max} بیش‌ترین وزن بر حسب mg؛ و

m_s وزن در دمای شروع بر حسب mg است.

یادآوری- در موارد استثنایی، افزایش وزن طبق بند ۲-۹، فقط در جاهایی که جذب اجزاء گاز پاکسازی رخ می‌دهد مشاهده می‌شود.



راهنما

وزن m

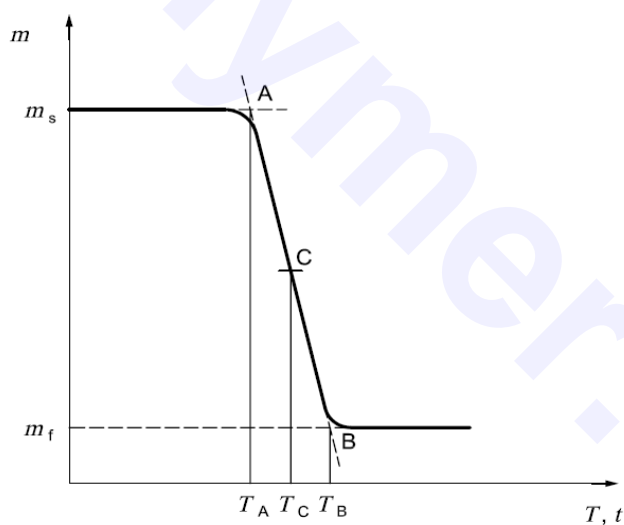
دما T

زمان t

شکل ۱- مثالی از منحنی TG نشان گر افزایش وزن

۳-۹ تعیین کاهش وزن

۱-۳-۹ کاهش وزن تک مرحله ای (به شکل ۲ مراجعه کنید)



راهنما

وزن m

دما T

زمان t

نقطه شروع A

نقطه پایان B

نقطه میانی C

شکل ۲- مثالی از منحنی TG نشان گر کاهش وزن تک مرحله ای

از منحنی TG نقاط A، B و C را تعیین کنید. این نقاط عبارتند از:
 الف - نقطه شروع است. نقطه تقاطع خط پایه وزن شروع و خط مماس بر منحنی TG، در نقطه ماکزیمم شیب؛

ب - نقطه پایان است. نقطه تقاطع خط پایه وزن نهایی و خط مماس بر منحنی TG، در نقطه مینیمم شیب؛

پ - نقطه میانی است. نقطه‌ای بر روی منحنی TG که دمای آن نقطه دقیقاً وسط دمای نقاط شروع و پایان، از نظر فاصله، باشد.

وزن‌های m_s و m_f و دماهای T_A ، T_B و T_C مربوط به نقاط A، B و C را تعیین کنید.

کاهش وزن m_l را با استفاده از معادله (۲)، بر حسب درصد محاسبه کنید:

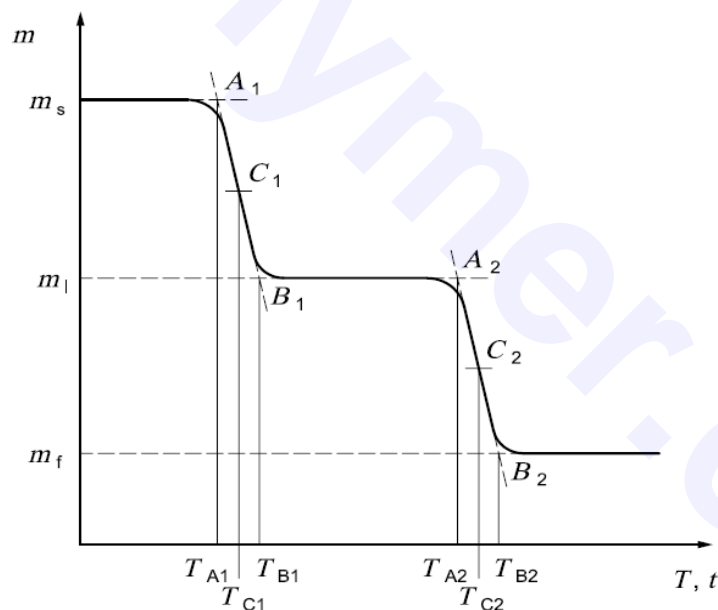
$$m_l = \frac{m_s - m_f}{m_s} \times 100 \quad \text{معادله (۲)}$$

که در آن:

m_f وزن در نقطه پایانی B بر حسب mg و

m_s وزن در نقطه شروع A بر حسب mg است.

۹-۳-۲ کاهش وزن چند مرحله‌ای (به شکل ۳ مراجعه کنید)

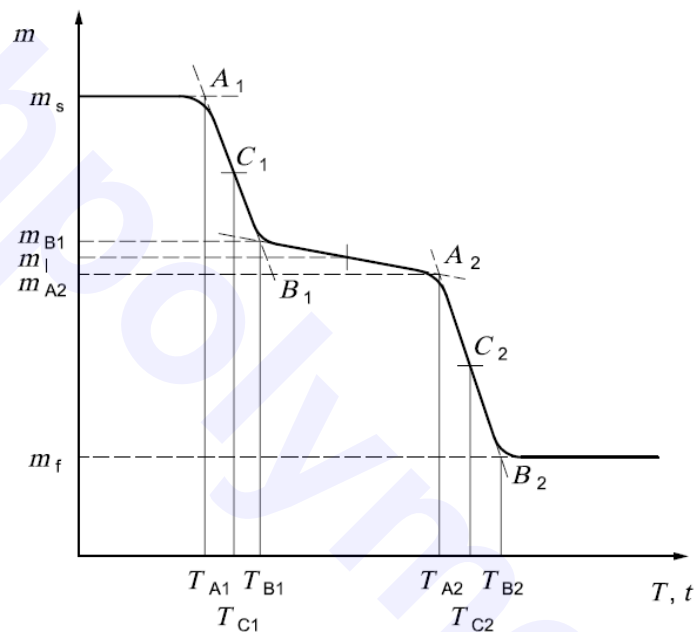


راهنما
 m وزن
 T دما
 t زمان

شکل ۳- مثالی از منحنی TG نشان‌گر کاهش وزن چند مرحله‌ای

نقاط $A_1, B_1, C_1, A_2, B_2, C_2$ و ... (در صورتی که بیش از دو مرحله وجود داشته باشد) را طبق بند ۹-۳-۱ تعیین کنید.

وزن‌های m_s, m_i, m_f و دماهای $T_{A1}, T_{B1}, T_{C1}, T_{A2}, T_{B2}, T_{C2}$ و ... مربوط به آن نقاط را تعیین کنید. اگر منحنی TG وزن ثابتی را در قسمت بین مراحل اول و دوم منحنی نشان نمی‌دهد (به شکل ۴ مراجعه کنید)، نقطه تقاطع خط مماس بر این قسمت از منحنی در نقطه مینیمم شیب و خط مماس بر قسمت مرحله اول منحنی در نقطه ماکزیمم شیب باید به صورت نقطه پایان مرحله اول B_1 و نقطه تقاطع این خط مماس در مینیمم شیب و خط مماس در نقطه ماکزیمم شیب برای قسمت مرحله دوم منحنی باید به صورت نقطه شروع مرحله دوم A_2 در نظر گرفته شود. وزن m_i باید به صورت نقطه میانی بین m_{B1} و m_{A2} در نظر گرفته شود.



راه‌نما

m وزن

T دما

t زمان

شکل ۳- مثالی از منحنی TG نمایش‌گر کاهش وزن چند مرحله‌ای که در آن، در بین واکنش‌ها، به وزن ثابت نرسیده است

کاهش وزن اول، m_{i1} را با استفاده از معادله (۳)، بر حسب درصد محاسبه کنید:

$$m_{i1} = \frac{m_s - m_i}{m_s} \times 100 \quad \text{معادله (۳)}$$

که در آن:

m_i وزن در اولین دمای پایانی بر حسب mg است.

کاهش وزن دوم، m_{i2} را با استفاده از معادله (۴)، بر حسب درصد محاسبه کنید:

$$m_{12} = \frac{m_i - m_f}{m_s} \times 100 \quad \text{معادله (۴)}$$

هر گونه کاهش وزن بیش تر رابه همان روش محاسبه کنید.

۳-۳-۹ تعیین باقی مانده

وزن باقی مانده، m_r را با استفاده از معادله (۵) محاسبه کنید:

$$m_r = \frac{m_f}{m_s} \times 100 \quad \text{معادله (۵)}$$

۱۰ گزارش آزمون

گزارش آزمون باید حاوی اطلاعات زیر باشد:

- ۱-۱۱ ارجاع به شماره این استاندارد؛
- ۲-۱۱ کلیه جزئیات لازم برای شناسایی مواد آنالیزشده؛
- ۳-۱۱ شکل و ابعاد (در صورت کاربری) آزمون؛
- ۴-۱۱ وزن آزمون؛
- ۵-۱۱ جزئیات شرایط آزمون قبل از آزمون؛
- ۶-۱۱ نوع ترازوی حرارتی به کار رفته؛
- ۷-۱۱ اندازه نگهدارنده و مواد ساختاری آزمون؛
- ۸-۱۱ نوع حس گر دمایی و موقعیت آن (داخل یا خارج نگهدارنده آزمون)؛
- ۹-۱۱ شرایط محیطی و نرخ جریان گاز به کار رفته؛
- ۱۰-۱۱ نرخ افزایش دما (گرم کردن برنامه ریزی شده) یا دمای همدمای به کار رفته؛
- ۱۱-۱۱ دمایی که کالیبراسیون جرم در آن انجام گرفته است؛
- ۱۲-۱۱ ماده(های) به کار رفته برای کالیبراسیون دما؛
- ۱۳-۱۱ منحنی وزن سنجی گرمایی؛
- ۱۴-۱۱ افزایش وزن و/یا کاهش(های) وزن محاسبه شده در بندهای ۲-۹، ۱-۳-۹ و ۲-۳-۹، در صورت کاربری؛
- ۱۵-۱۱ باقی مانده محاسبه شده در بند ۳-۳-۹؛
- ۱۶-۱۱ دماهای تغییر وزن T_{AI} ، T_{BI} و T_{CI} تعیین شده در بندهای ۱-۳-۹ و ۲-۳-۹؛
- ۱۷-۱۱ هرگونه مشاهدات مربوط به تجهیزات، شرایط آزمون و رفتار آزمون؛
- ۱۸-۱۱ تاریخ اندازه گیری؛
- ۱۹-۱۱ نام و نام خانوادگی آزمون کننده.