

Tampereen Ammattikorkeakoulu
Kemiantekniikan koulutusohjelma
Kemiantekniikka
Janette Tiala

Opinnäytetyö

Differentiaalinen pyyhkäisykalorimetri

Työn ohjaaja
Työn tilaaja
Tampere 4/2011

Torolf Öhman
Tampereen ammattikorkeakoulu

Tekijä	Janette Tiala
Työn nimi	Differentiaalinen pyyhkäisykalorimetri
Sivumäärä	27 + 23
Valmistumisaika	Toukokuu 2011
Työn ohjaaja	Torolf Öhman
Työn tilaaja	Tampereen Ammattikorkeakoulu

TIIVISTELMÄ

Tämä työ tehtiin Tampereen ammattikorkeakoulun käyttöön. Koulun laboratorioon ostettiin uusi differentiaalinen pyyhkäisykalorimetrialitteisto, ja tässä opinnäytetyössä ohjeistettiin laitteisto. Laitteistoa käytetään polymeerien sekä muiden aineiden termisten ominaisuuksien tutkimiseen. Tärkeimpänä pidettiin mahdollisimman selkeän ohjeen laadintaa, jonka avulla voitaisiin suorittaa yksinkertaisia analyysyjä laitteistolla.

Tässä työssä on esitetty erilaisia laitteiston käyttöön sekä ajoon liittyviä ohjeita. Ohjeita on kolme: manuaalisen ja automaattisen ajon ohje sekä pikaohje. Niissä on kuvitettuna käyty läpi kaikki tärkeimmät ajoon sekä laitteen käyttöön liittyvät asiat. Tietoa ohjeiden kirjoittamiseen saatiin laitevalmistajan järjestämästä koulutuksesta sekä itsenäisestä vierailusta alan yritykseen.

Laitteen toimintaperiaatteeseen tutustuttiin käymällä läpi yksinkertaisia ajoja laitteella ja tutkimalla yleisimpien polymeerien ominaisuuksia. Tehtyjä metodeja voidaan käyttää tulevaisuudessa, kun tutkitaan samoja näyttemateriaaleja.

Laadittuja käyttöohjeita tullaan käyttämään mahdollisesti oppilastöiden ohjeistukseen sekä auttamaan laitteiston käytössä.

Writer	Janette Tiala
Thesis	Differential Scanning Calorimeter
Pages	27+23
Graduation time	May 2011
Co-operative company	TAMK

ABSTRACT

This thesis was done for use of Tamk University of Applied Sciences. A new differential scanning calorimeter was bought for the new laboratory and this thesis is going to be a guide for using it. This apparatus is used for analyzing thermal properties of polymers and other substances. The goal was to make a guide as clear as possible to help the making of simple analyses.

This thesis includes instructions for using and analyzing with the differential scanning calorimeter: manual use, automatic use, and a quick instruction. Instructions are pictorial and they will include all the basics of using the apparatus. Information for writing the instructions was gathered from the course of Perkin Elmer and visiting a factory that uses the DSC.

The principles of differential scanning calorimeter were found out by doing simple analysis of polymers and studying of their chemical properties. The methods that were developed can be used in future when researching the same sample materials.

Compiled instructions will possibly be used in future to guide students' laboratory work, and helping the use of the apparatus.

Keywords

Differential scanning calorimeter, polymers,
DSC, thermal properties

ESIPUHE

Tämä opinnäytetyö on tehty Tampereen ammattikorkeakoulua varten, kiitokset koululle kun sain tällaisen mahdollisuuden tutustua uuteen laboratorioon ja uuteen laitteistoon.

Työn tekeminen on ollut haastavaa ja paikoitellen jopa hankalaa, mutta siitä selvittiin.

Haluaisin erityisesti kiittää Maarit Korhosta, joka antoi minulle tämän opinnäytetyön aiheen, sekä opinnäytetyöni ohjaajaa Torolf Öhmannia, joka jaksoi auttaa minua tässä työssä. Suuri kiitos kärsivällisyydestä tämän työn aikana kuuluu myös perheelleni.

Tampereella maaliskuussa 2011

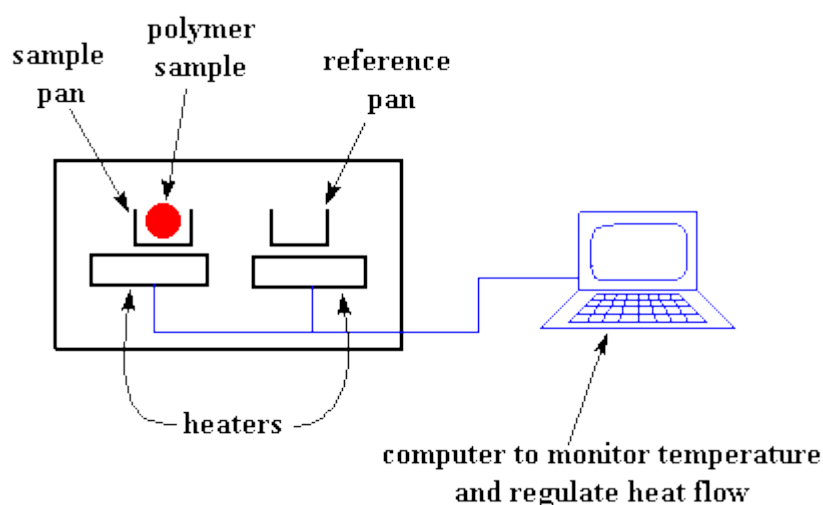
Janette Tiala

1 DIFFERENTIAALINEN PYYHKÄISYKALORIMETRI	6
1.1 Differentiaalisen pyyhkäisykalorimetrin peruseriaate	6
1.2 Saatavilla olevat laitteistot	7
1.3 Näytteet	8
2 POLYMEERIT	9
2.1 Jaottelutavat.....	9
2.2 Kiteisyys ja amorfisuus	10
2.3 Polymeerin termiset ominaisuudet.....	11
3 KÄYTÄNNÖN OSUUS	13
3.1 Tampereen ammattikorkeakoulun laitteisto.....	13
3.2 Näytteen valmistus	15
4 NÄYTTEIDEN AJAMINEN.....	17
4.1 Työohje	17
4.2 Näytteen ajo manuaalisesti.....	17
4.3 Näytteen ajo automaattisesti	19
5 SUORITETTUJA AJOJA.....	20
5.1 Kuvaajien tulkinta	20
5.2 Ajetut kuvaajat	22
6 Johtopäätökset.....	24
LÄHDELUETTELO.....	26
7 Liitteet	27

1 DIFFERENTIAALINEN PYYHKÄISYKALORIMETRI

1.1 Differentiaalisen pyyhkäisykalorimetrin peruseriaate

Differentiaalista pyyhkäisykalorimetriä eli DSC- laitteistoa käytetään, kun tutkitaan aineiden reagoimista lämmitykseen ja sen lämpökapasiteetin muutosta sekä aineen termisiä muutoksia. Tärkeimpiä tutkittavia ominaisuuksia ovat lasinsiirtymä- ja sulamislämpötilat, kiteisyys, koostumus ja hapettumisilmiöt. Laitteistolla voidaan tutkia lämpövirtausta, sulamispistettä, lasinsiirtymää ja muita aineen lämmityksessä tapahtuvia muutoksia. Eniten laitteistolla tutkitaan polymeerejä, mutta sitä voidaan käyttää hyvin useiden aineiden tutkimisessa, kuten lääkkeiden, huumeiden, elintarvikkeiden, maalien sekä liimojen mittauksissa. Kuviossa 1. on esitetty erittäin yksinkertaisesti DSC laitteiston periaate.



Kuvio 1. Heat flow DSC laitteisto.

(<http://www.pslc.ws/macrog/dsc.htm>)

Kun materiaalia lämmitetään tai jäädytetään, näkyvät välittömästi aineessa tapahtuvat lämpökapasiteetin muutokset lämpövirrassa. Kuvaajasta voidaan erotella sekä endotermisiä reaktioita kuten sulamista että eksotermisiä reaktioita kuten kiteytymistä.

DSC -laitteiston avulla voidaan paremmin ymmärtää käyttämiämme aineita kuten polymeerejä. Sulamislämpötilojen ja lasinsiirtymisen avulla voidaan käyttää parhaita mahdollisia olosuhteita materiaalin työstössä.

(A beginner`s guide, s.3, PerkinElmer)

1.2 Saatavilla olevat laitteistot

DSC- laitteisto on saatavilla yleisesti kahtena erilaisena versiona, heat flow ja heat flux laitteistona. Heat flow laitteisto on kaksoisuunillinen laitteisto, joka mittaa suoraan näytteeseen kulkevaa ja näytteestä poistuvaa lämpövirtaa. Tässä tekniikassa käytetään erityistä silmukkaa, jonka avulla saadaan näyte pysymään juuri halutussa ja asetetussa lämpötilassa, mitattaessa siihen vaaditun energian määrää. Tämän tekniikan avulla päästään hyvinkin tarkkoihin lämpötiloihin ja saadaan mitattua erittäin tarkasti entalpia ja lämpökapasiteetti.

Heat flux laitteistolla voidaan myös mitata samoja asioita kuin heat flow laitteistolla. Niillä mitataan oikeastaan lämpötilaeroa, mutta oikeilla asetuksilla ja kalibroinneilla voidaan niitä käyttää myös samaan tapaan kuin heat flow laitteistoja. Edellä mainitussa laitteistotyypissä on vain yksi uuni, minkä vuoksi ne eivät ole niin herkkiä pienille muutoksille ja ärsykkeille. Niiden antamat tulokset ovat hieman epätarkempia kuin käytettäessä kaksoisuunillista versiota, mittaamaan lämpökapasiteettia ja entalpiaa.

(A beginner`s guide, s.4, PerkinElmer9)

Yleisesti käytössä olevassa laitteistossa on yksi uuni, jonka sisällä on kaksi paikkaa pannuille. Toinen on näytteen paikka ja toinen on vertailunäytteen paikka. Näyteuuni on peitetty metallisella kuorella, jonka sisällä johdetaan lämpövirtaa näytteeseen.

Muutokset näytteeseen johtuvassa lämpövirrassa, tarkoittavat myös muutosta itse näytteessä. Muutokset kirjaavat tarkat detektorit jotka muuntavat signaalin lämpövirran ja lämpötilan funktioksi.

(http://www.polymer.lth.se/courses/pol_phys/Lab_instructions_DSC_2010.pdf)

1.3 Näytteet

Käytettävät näytemateriaalit ovat hyvinkin laajoja, DSC laitteistolla voidaan tutkia hyvin eri olomuotoisia näytteitä. Näyte voi olla ohut filmi, kuitu, jauhe, kiinteä tai neste. Tärkeintä on kuitenkin mahdollisimman suuri näyte ja alumiinipannun välinen kosketus pinta-ala jolloin lämmönsiirtovastus on pieni. Näin varmistetaan mahdollisimman hyvä lämpövirran johtuminen näytteeseen.

(http://www.polymer.lth.se/courses/pol_phys/Lab_instructions_DSC_2010.pdf)

Ominaisuuksiltaan sopivia näytteitä ajettavaksi DSC laitteistolla on hyvin paljon, siksi laitteisto onkin hyvin suosittu monella eri teollisuuden alalla. Lääketeollisuus käyttää laitetta selvittäessään lääkeaineiden puhtauksia ja eri kemikaalien ominaisuuksia.

Laitteistolla voidaan myös tunnistaa huumeita.

Polymeeriteollisuus käyttää laitteistoa erilaisten polymeeriseosten ominaisuuksien hienosäädössä, sekä polymeerien tunnistamisessa. Differentiaalista pyyhkäisykalorimetriä käytetään myös kun tutkitaan elintarvikkeita sekä metalleja. Se on yksi laajaskaalaisimmista laboratoriolaitteista.

2 POLYMEERIT

Polymeerit koostuvat useista pienistä yksiköistä, joita kutsutaan monomeereiksi.

Polymeeriketjussa monomeerit ovat liittyneinä toisiinsa, kaksois- tai kolmoisdostensa avulla.

Jotta monomeerit saataisiin liittymään polymeeriketjuiksi eli polymeroituisivat, tarvitaan yleensä lämpöä, sopivaa painetta, tai erillistä katalyyttiä joiden ansiosta reaktio saadaan käynnistymään.

(Seppälä Jukka, s.6, 2001, polymeeriteknologian perusteet)

2.1 Jaottelutavat

Polymeerejä voidaan jaotella hyvinkin monella tavalla niiden rakenteen, ominaisuuksien, monomeerien liittymistavan, kiteisyyden sekä alkuperän perusteella. Tarkasteltaessa polymeerejä niiden alkuperän mukaan voidaan todeta polymeerejä esiintyvän seuraavissa ryhmissä:

Luonnon polymeerit, joita voidaan erotella erilaisista kasveista. Niitä esiintyy luonnossa monessa muodossa, tällaisia ovat esimerkiksi selluloosa, erilaiset proteiinit, ligniini, tärkkelys sekä useat luonnonhartsit.

Puolisyntheettiset polymeerit, jotka ovat niin kutsuttuja muunnettuja luonnon polymeerejä. Kemiallisella käsittelyllä luonnon polymeereistä valmistettuja puolisynteettisiä polymeerejä ovat esimerkiksi, selluloosa-asetaatti, etyylliselluloosa, karboksimeetylliselluloosa, eboniitti, selluloosanitraatti ja kloorattu muovi.

Syntheettiset polymeerit, jotka ovat kokonaan peräisin kemianteollisuudesta. Ne valmistetaan kemianteollisuuden tuottamista monomeereistä, jotka liitetään yhteen makromolekyyleiksi. Eniten käytettyjä syntheettisiä polymeerejä ovat esimerkiksi, polyvinyylidikloridi, polyeteeni ja polypropeeni.

Polymeerejä voidaan jaotella myös usean eri tavan mukaisesti, kuten ketjujensa sisältämien alkuaineiden perusteella, haaroittuneisuutensa perusteella, monomeeriensa perusteella, sekä monin muin tavoin.

Yleisesti käytössä on kerta- ja kestopuovikäsitteet. Kertamuovilla tarkoitetaan muovia jonka rakenteessa on poikittaissidoksia, jolloin sitä ei voida lämmittää ja muovata uudelleen. Siksi puhutaan kertamuovista. Kestomuovit taas sisältävät vain suoria ja haarautuneita polymeeriketjuja jolloin niitä voidaan sulattaa ja muokata uudelleen. (Seppälä Jukka, s.6, 2001, polymeeriteknologian perusteet)

2.2 Kiteisyys ja amorfisuus

Silloittumattoman polymeerin tai kestopuovin ominaisuudet riippuvat vahvasti sen kiteisyydestä. Polymeerit jaetaan kiteisiin polymeereihin joiden kiteisyys voi parhaimmillaan nousta yli 95 %, sekä amorfisiin, joissa kiteytyneisyyttä ei juurikaan esiinny tai sitä on hyvin vähän. Lähes kaikki polymeerit sisältävät kiteitä jonkin verran. (Seppälä Jukka, s.38, 2001, polymeeriteknologian perusteet)

Amorfinen muovi on taas ominaisuuksiltaan lähes lasin kaltainen. Sillä ei ole tarkkaa sulamispistettä. Amorfisella muovilla on epäjärjestynyt rakenne ja sen molekyyliketjut ovat järjestäytyneet sikin sokin. Molekyyliketjujen järjestäytyminen vaikuttaa huomattavasti polymeerin fysikaalisiin ominaisuuksiin. Amorfiset muovit eivät ole rakenteensa sekä viskositeettinsa puolesta kykeneviä kiteytymään.

Kun amorfista polymeeriä jäädytetään, se muuttuu nestemäisestä olotilastaan suoraan kumimaiseen tilaan, minkä jälkeen se jähmettyy muuttuen kovaksi ja jäykäksi eli lasimaiseksi.

Lämpötilaa, jossa amorfinen polymeeri muuttuu kovaksi ja jäykäksi, kutsutaan lasisiirtymälämpötilaksi.

Amorfisten muovien ominaisuuksiin kuuluvat esimerkiksi, pieni kutistuma, pieni venymä, pieni pituuden lämpötilakerroin, huono dynaamisen kuormituksen kesto sekä huono kemiallinen kestävyys. Amorfisia muoveja ovat polystyreeni, polyvinyylikloridi ja polykarbonaatti.(www.muovimuotoilu.fi/content/view/30/55)

2.3 Polymeerin termiset ominaisuudet

Polymeerien lämmönkestävyys sekä käyttökohteet riippuvat vahvasti niiden rakenteista. Amorfisten muovien käyttölämpötila-alue on lasittumislämpötilan eli T_g -lämpötilan alapuolella. Amorfisella muovilla ei ole kiteisyyttä, joten se on kirkas ja optisesti läpinäkyvä. Amorfisia muoveja lämmitettäessä lämpötilan kohotessa yli lasittumislämpötilan ne alkavat pehmetä. Mikäli lämmitystä jatketaan, amorfinen muovi muuttuu plastiseksi lopulta sulaen.

Elastomeeritkään eivät ole kiteisiä polymeerejä. Elastomeereille olennaiset kumimaiset ominaisuudet esiintyvät lasinsiirtymälämpötilan yläpuolella. Lämpötilan laskiessa lasinsiirtymälämpötilan alapuolelle elastomeerit muuttuvat hauraiksi. Jotta elastomeerejä voitaisiin käyttää alhaisissakin lämpötiloissa, olisi lasiutumislämpötilan oltava mahdollisimman alhainen.

Osakiteiset polymeerit, ovat yleensä lujia ja sitkeitä. Niiden käyttölämpötila on yleensä kiteiden sulamispisteen alapuolella ja lasiutumispisteen yläpuolella. Osakiteisten polymeerien sulamisalue on yleensä hyvin kapea.

(Seppälä Jukka, s.44, 2001, polymeeriteknologian perusteet)

Erilaisten polymeerien käyttölämpötiloihin voidaan vaikuttaa muokkaamalla niiden rakenteita. Oivallisoin nykyaikainen laite rakenteiden sekä sulamislämpötilojen, kiteisyyden ja lasinsiirtymälämpötilojen tutkimiseen on differentiaalinen pyyhkäisykalorimetri

Vaikka pääasiallisesti havaittavissa oleva lasinsiirtymälämpötila on yleisesti amorfisilla muoveilla, on se havaittavissa myös joillain kiteisillä polymeereillä, tämä johtuu siitä, ettei kaikki kiteiset polymeerit ole täysin kiteisiä, vaan niillä on myös amorfisia alueita. Vaikka lasinsiirtymälämpötila määrää amorfisen polymeerin korkeimman käyttölämpötilan, voidaan osakiteisiä polymeerejä käyttää lasinsiirtymälämpötilan yläpuolella, mikäli kiteisyys on yli 50 % koko polymeeristä.

(www.ims.tut.fi/vmv/2005/vmv_4_4_2.php)

Differentiaalisella pyyhkäisykalorimetrillä saatavassa kuvaajassa näkyy lasisiirtymä käytännössä tasonmuutoksena, ja se pystytään ohjelman laskuominaisuuksilla toteamaan. Kuvaaja, jossa selkeästi näkyy lasinsiirtymä, on esitetty liitteessä numero 4.

3 KÄYTÄNNÖN OSUUS

Differentiaaliseen pyyhkäisykalorimetriin tutustuminen aloitettiin laitevalmistajan koulutuksella. Koulutuksessa käytiin läpi laitteistoa ja tehtiin yksi tutustumisajo. Ohjeen suunnittelun aloitin tutustumalla itse laitteistoon. Tärkeintä oli saada aikaiseksi normaali yksinkertainen ajo. Kun laitteeseen oli tutustuttu riittävästi ja ajot sujuivat mutkattomasti, oli aika ruveta tekemään yksinkertaista ohjetta laitteen käyttöön. Ohjeessa on tarkoituksena selostaa näytteiden ajo yksinkertaisesti kohta kohdalta, jotta opiskelijoiden on helppo tehdä analyysejä lyhyen tutustumisen jälkeen. Manuaalisen ajon, automaattisen ajon sekä pika-ajon ohjeet on esitetty tämän opinnäytetyön liitteissä 1, 2 ja 3.

Toinen laitteistoon liittyvä koulutus on kahden erillisen koulutuksen sarja, joka jatkuu vielä tämän opinnäytetyön tekemisen jälkeen. Toisen koulutuksen ensimmäisessä osiossa perehdyttiin laitteistossa käytettävään Pyris Manager ohjelmaan. Koulutuksen aikana käytiin läpi myös monia hyödyllisiä asioita liittyen ajoihin ja näytteen valmistukseen. Koulutukset jatkuvat vielä tämän opinnäytetyön valmistumisen jälkeen.

3.1 Tampereen ammattikorkeakoulun laitteisto

Tampereen ammattikorkeakoululle ostettu uusi laitteisto on Perkin Elmerin mallistosta DSC 4000 differentiaalinen pyyhkäisykalorimetri laitteisto. Kyseessä on kaksivaiheinen järjestelmä, jossa on erillinen jäähdytysjärjestelmä sekä automaattinen näytteen asetin eli autosampleri.

Jäähdytyslaitteiston avulla voidaan näytteiden ajaminen aloittaa -80 °C alkaen.

Huuhtelukaasuna laitteistossa käytetään typpikaasua, jonka tarkoituksena on huuhdella mittapäätä ja toimia niin sanottuna ylläpitokaasuna. Kaasun tehtävä on pitää laitteisto kuivana ja puhtaana, jolloin mittapäähän ei pääse kerääntymään epäpuhtauksia, eikä kosteus pääse kondensoitumaan. Kaasun virtauksena pidetään 20 ml minuutti, ja kaasu saa olla päällä koko ajan, myös silloin kun laitteistoa ei käytetä.

Käytettävä typpikaasu on instrumenttilaata, mutta myös kantokaasu voi liata mittapäätä, sillä se sisältää jonkin verran epäpuhtauksia. Mittapään likaantuessa voidaan sitä puhdistaa varovaisesti alkoholilla ja vanupuikolla.

Laitteen tarkistus on hyvä tehdä noin kuukauden välein, tarkistus tehdään erikseen ostetuilla sinkki ja indium näytteillä. Kalibrointinäytteet ovat tunnettuja näytteitä ja ne ovat valmiiksi näytepannuissa ja niiden paino on tiedossa. Ennen ajojen aloitusta on huomioitava, että intracooleri on oltava päällä vähintään tunnin ennen käyttöä, sillä se ei muuten saavuta alinta mahdollista lämpötilaa. Itse DSC -laitteen on oltava päällä ajojen jälkeen noin neljä tuntia, intracoolerin ja tietokoneen saa sammuttaa heti ajojen päätyttyä.

Ensimmäiseksi on huolehdittava, että huuhtelukaasu on päällä, sen voi laittaa päälle Pyris manager ohjelman apply painikkeesta, oikeassa yläreunassa.



Kuvio 2. Laboratorion DSC 4000 laitteisto.

Yllä olevassa kuviossa on esitetty laboratorion laitteisto, pöydän päällä autosamplerilla varustettu DSC ja pöydän alla intracooler jäähdityslaitteisto.

3.2 Näytteen valmistus

Näyte valmistetaan mahdollisimman ohuesta ja tasaisesta näytemateriaalista, jonka tulisi jakaantua tasaisesti näyteastian pohjalle. Näyte leikataan niin, että saadaan mahdollisimman tasainen sivu näytepannun pohjaa vasten. Tämä takaa mahdollisimman hyvän lämmön jakaantumisen näytteeseen.

Suosittelava näytemäärä on 10–20 milligrammaa riippuen näyte materiaalista. Polymeereillä käytetään noin 10mg:n näytemäärää, kun taas kuminäytteiden näytemäärät voivat olla 20-30mg. Mikäli etsitään lasinsiirtymää, joka on hyvin pieni, voidaan näytemäärää kasvattamalla saada siirtymä paremmin näkyviin.

Pienemmällä näytemäärällä saadaan tarkempia tuloksia, mutta näytemäärä voidaan valita tutkittavan materiaalin mukaan. Mikäli tehdään vertailevia ajoja, tulisi näytemäärän olla jotakuinkin sama, jotta ajot olisivat vertailukelpoisia.

Näyteastioita kutsutaan usein pannuiksi, ne ovat suuruudeltaan noin 10-50 μ l:n kokoisia alumiinista valmistettuja kuppeja joihin tutkittava näyte punnitaan. Kuviossa 3 ja 4 on esitetty laboratorion käyttämät näytepannut.



Kuvio 3. Pannu näytetelineessä



Kuvio 4. Näytepannu ja kansi.

Näytepannuna käytetään 50 μ l:n kokoisia pannuja ja kantena voidaan käyttää toista pannua johon on tehty pieni reikä yläreunaan. Kun käytetään pannua kantena niin varmistetaan siitä, että näyte on tiiviisti pannun pohjaa vasten ja lämpö siirtyy näytteeseen mahdollisimman tasaisesti.

Kantena käytettävään pannuun on hyvä tehdä reikä ajettaessa polymeerinäytteitä, sillä astiaan muodostuva paine saattaa pullistaa näyteastian pohjan mistä seuraa huono lämmönjohtuminen koko näytteeseen.

Nestemäisiä näytteitä tutkittaessa ei tietenkään käytetä reiällistä kantta, vaan tiivistä tavallista kantta.

Näytettä on käsiteltävä aina pinseteillä. Se ei saa olla kosketuksissa muihin muoveihin, eikä sitä saa koskettaa paljain käsin. Näytettä pienennettäessä voidaan käyttää erillistä mattopuukkoa tai vasaraa.

Näytteen valmistaminen aloitetaan laittamalla näytepannu näytetelineeseen, joka helpottaa pienen astian käsittelyä. Pannu telineeseen punnitaan vaa`alla ja nollataan. Sopiva näytemäärä asetetaan tasaisesti pannulle ja punnitustulos kirjataan ylös.

Pannuun otetaan tarvittava kansi, joka on juuri kyseisen pannun kokoinen. On tärkeää tarkastaa, että kansi istuu, eikä väliin jää ilmaa. Sisällä oleva näyte voi estää kannen kiinni menemisen.

Näytteen valmistukseen on olemassa erillinen prässäyslaite, jolla saadaan pannu ja kansi tiiviisti sulautettua yhteen. Kuviossa 5 on esitetty laboratorion oma prässäyslaite. Näyteteline, pannu ja kansi asetetaan prässäyslaitteeseen, kahva painetaan voimakkaasti alas, jolloin se painaa pannun ja kannen kiinni samalla leikaten siltä reunat pois. Näytetelineen pohjaan voidaan laittaa erillinen metallitappi näytteen valmistuksen ajaksi, jolloin varmistetaan tasainen pohja. Mikäli valmiin näytteen pohja ei ole tarpeeksi tasainen, voidaan painella näytettä pöytää vasten, jotta pohja suoristuu. Tämän jälkeen on näyte valmis asetettavaksi autosamplerin numeroituun paikkaan.



Kuvio 5. Laboratorion näyteprässäsi

4 NÄYTTEIDEN AJAMINEN

4.1 Työohje

Tässä opinnäytetyössä on esitetty kolme erillistä ohjetta, jonka mukaan voidaan tehdä ajoja laitteistolla. Ohjeista toisessa on käyty läpi yksinkertaisempi tapa ajaa näyte, jolloin käytetään autosamplerlaitteistoa manuaalisesti. Manuaalisessa käytössä voidaan ajaa vain yksi näyte kerrallaan. Manuaalisesti on helppo tehdä kokeellisia lyhyitä ajoja, jolloin etsitään oikeita lämpötiloja kullekin näytteelle, jotta saadaan halutut tapahtumat näkymään kuvaajassa.

Toisessa ohjeessa on esitetty näytteiden ajo tekemällä erityinen play list, jolloin voidaan tutkia useita näytteitä samalla kerralla joko samalla ohjelmalla tai tekemällä oma ohjelma jokaiselle näytteelle. Ajettaessa näytettä tällä tavoin voidaan autosampleri ohjelmoida valmiiksi ja jättää ajamaan esimerkiksi yön yli. Tällöin ei laitteistoa tarvitse valvoa koko ajan, vaan se toimii automaattisesti.

Laitteistoa käytettäessä on huomioitava, että jäähdytyslaitteiston on oltava päällä noin tunnin, että se saavuttaa sen maksimaalisen kylmyysasteensa. Varsinaista DSC -laitetta on pidettävä päällä neljä tuntia näytteiden ajon jälkeen, ennen sammuttamista.

4.2 Näytteiden ajo manuaalisesti

Yksinkertaisin tapa ajaa yksittäisiä näytteitä DSC- laitteistolla, on käyttää manuaalista ajoa. Manuaalisessa ajossa ohjataan autosampleria käsin vaihe vaiheelta. Pyris manager-ohjelmiston oikeassa reunassa on erilaisia toimintoja, joiden avulla voidaan ajaa näyte suoraan uuniin ja aloittaa ajo ohjelmoidun lämpötilaohjelman mukaisesti.

Kaikki ajoja edeltävät alkutoimet, joissa kytket virrat intracooleriin, DSC- laitteistoon, ja tietokoneeseen. Intracoolerin tulee olla päällä noin tunnin verran ennen ajoa, sillä sen tulee kylmentyä noin -80 °C:een. Oikeasta reunasta on myös kytkettävä kaasunvirtaus päälle painamalla Apply painiketta

Ohjelman teko aloitetaan avaamalla File-valikosta Method editor ja valitsemalla new, method jos tehdään kokonaan uusi ohjelma, tai open method, mikäli käytetään vanhaa metodia. Avautuvan method editorin tulee olla aktiivisena, kun aloitat.

Sample info- välilehdelle voit antaa näytteellesi tiedot sekä tallennusnimen. Myös näytteen paino kirjataan sample info- lehdelle. Kun olet täyttänyt tarvittavat tiedot voit siirtyä program- välilehdelle johon teet varsinaisen lämpötilaohjelman. Lämpötila- askeleet valitaan add a step painikkeella, ja jokaisen stepin kohdalle voit valita haluamiasi lämpötiloja kuten aloituslämpötilan, nostonopeuden ja viiveajan. Lopuksi voit valita olosuhteet, joihin laite palaa ajon jälkeen End Condition painikkeesta.

Kun ohjelmasi on valmis, voit tallentaa sen methods- kansioon.

Nyt kun ohjelma on valmiina, on valmistettava näyte, jos ei sitä vielä ole valmistettu. Näyte asetetaan autosamplerin numeroituun näytekiekkoon. Näyte ladataan uuniin valitsemalla oikeasta reunasta autosampler control painike. Aukeavassa ikkunassa saat valita näytteen sijainnin näytekiekkossa, lataa näyte painamalla load sample. Kun poistat näytteen uunista valitse unload sample.

Autosampler käy itse poistamassa uunista kannet ja hakee näytteesi näytekiekosta siitä paikasta, jonka olet sille määritellyt ja lataa sen uuniin. Kun näyte on asetettu paikoilleen ja kummatkin kannet ovat kiinni, voit valita oikealta ylhäältä Start, jolloin ohjelman ajo alkaa.

Sinisestä yläpalkista voidaan seurata kauanko näytteen ajo kestää, ja mitä askelta laite parhaillaan suorittaa. Ajosi edistymistä voit seurata kuvaajalta valitsemalla Instrument Viewer.

Mikäli ohjelmassasi oli useita kuumennuksia, täytyy kuvaajat erotella, jotta voit käsitellä niitä ja laskea tuloksia. Kuvaajien erotteleminen tapahtuu valitsemalla yläpalkista Curves ja Step select ja sen jälkeen heat flow. Nyt voit poistaa epäoleelliset kuvaajat ja suorittaa laskut haluamallesi kuvaajalle.

Piikin pinta-alan voi laskea valitsemalla ylävalikosta calc ja peak area. Aukeavaan laskuriin valitse onset ja näytä piikin reunat kuvaajalta ja ok. Ohjelma laskee sinulle piikin pinta-alan, sulamislämpötilan ja siihen kuluneen energian määrän.

4.3 Näytteiden ajo automaattisesti

Näytteiden ajo automaattisesti tapahtuu luomalla varsinainen play list, jonka mukaan autosampleri voidaan ohjelmoida ajamaan useita tai vain yhtä näytettä halutulla lämpötila- ohjelmalla.

Ajo aloitetaan käynnistämällä Pyris Manager ohjelma, avautuvasta harmaasta yläpalkista valitaan painike, jossa lukee offline. Tätä painiketta painamalla saadaan ohjelmisto aukeamaan ja online- tilaan.

Ohjelmisto toimii niin sanotusti kolmessa tilassa, Instrument viewer tilassa voidaan tarkastella kuvaajaa ja käynnissä olevaa ajoa. Method editor tilassa luodaan ajolle metodi, jota käytetään, ja Player editor tilassa tehdään tutkittaville näytteille ajolista.

Seuraavaksi tehdään metodi tai avataan jo aikaisemmin tehty metodi, tämä tapahtuu avaamalla file ja new method, jolloin aukeaa Method editor ikkuna. Method Editoriin täytetään kaikki tiedot näytteestä ja ajosta, sekä program välilehdelle tehdään lämpötilaohjelma tai voidaan käyttää jotain valmista ohjelmaa.

Program välilehdellä voidaan valita näytteelle muun muassa seuraavia tietoja: aloituslämpötila, päättymislämpötila, nostonopeus, viive sekä lopetusolosuhteet. Method editor tallennetaan Methods kansioon.

Varsinainen Play list luodaan valitsemalla yläpalkista cd kuvake, jolloin aukeaa Player editor. Player editorin Edit play list välilehdelle tehdään suoritettavat askeleet sample list kohtaan, jossa käsitellään näytteitä lisäämällä Add a step painikkeesta haluttuja toimintoja. Data analysis list kohdan alle voidaan lisätä sellaisia askeleita, jotka suorittavat laskuja ja muokkaavat kuvaajan ominaisuuksia.

Browse kohdasta avataan jo aikaisemmin tehty metodi tai jokin kirjastosta olevista metodeista.

Kun Play list on valmis se pitää tallentaa ja seuraavaksi voidaan käynnistää ajo.

Ajo käynnistetään valitsemalla yläpalkista Play painike ja autosampleri aloittaa ajon automaattisesti.

Ajon edistymistä voit seurata valitsemalla yläpalkista Instrument viewer valikon. Kun ajo on valmis, se avataan yläpalkista kohdasta Open data file ja Data analysis. Piikin pinta-ala voidaan laskea käyttämällä yläpalkin Calc valikkoa.

Yksinkertaistettu yksityiskohtainen ohje Play listin luomiseksi, löytyy tämän opinnäytetyön liitteestä numero 2. Ohjeessa on yksinkertaisesti käyty läpi jokainen kohta ja kaikki kohdat ovat kuvitettuja.

5 SUORITETTUJA AJOJA

Differentiaaliseen pyyhkäisykalorimetriin tutustumisen aloitin ajamalla yksinkertaisia polymeerinäytteitä. Työn edetessä huomasin, että pysyttelemisen yksinkertaisissa polymeerinäytteissä, auttaa eniten kuvaajien tulkinnassa. DSC on laitteistona hyvin laaja ja sen kokonaisvaltainen ymmärtäminen vaatii vuosien perehtymisen. Kuvaajien tulkintaan vaaditaan hyvin paljon perehtymistä, joten tässä opinnäytetyössä pysytellään hyvin yksinkertaisella tasolla niiden tulkinnassa.

Pääasiallisesti ajatut polymeerit ovat polyeteeni, polypropeeni ja polystyreeni. Edellä mainituista kahdella ensimmäisellä ei voida saada näkyviin lasisiirtymää, sillä ne sijaitsevat niin alhaisissa lämpötiloissa.

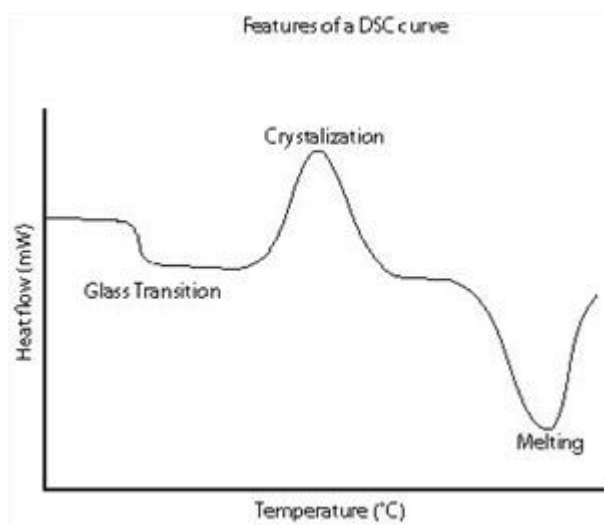
5.1 Kuvaajien tulkinta

Yksinkertaisimmissa ajoissa halutaan yleensä tutkia näytteiden sulamislämpötiloja ja sitä kautta vertailla mahdollisesti tuntematonta näytettä tunnettuun näytteeseen. Alkutilannehan on se, että sulaminen on endoterminen tapahtuma, jolloin sulamispiikki nähdään kuvaajalla alaspäin, riippuen tietysti kuvaajan asetuksista. Kiteytyminen on taas eksoterminen tapahtuma jolloin piikki on ylöspäin.

Jäähdytyksessä tapahtuvassa kiteytymisessä on hyvin näkyvissä mahdolliset lisäaineet, mikäli näyte ei ole kovin puhdas. Johtuen kiteiden muodostumisnopeudesta, ei näytteen

kiteytymislämpötila ole sama jäädytyksessä kuin se on näytteen sulaessa, kun sitä kuumennetaan.

Näytteet kuumennetaan yleensä kaksi kertaa juurikin siksi, että ensimmäisessä kuumennuksessa poistuvat mahdollisesti näytteessä olevat epäpuhtaudet ja näyte leviää pannun pohjalle tasaisesti. Seuraavalla kuumennuksella saadaan aikaiseksi mahdollisimman tasainen ja häiriötön kuvaaja. Toisella kuumennuskerralla pohjaviiva menee edellisen kuumennuksen yläpuolella juuri siksi, että näyte on paremmin jakautunut pannun pohjalle, jolloin lämmönsiirto on parempi. Pohjaviivaan ylimääräisiä kumpuja voi aiheuttaa epäpuhtauksien lisäksi myös pöydän tärisyttäminen. Siksi on pidettävä laite mahdollisimman tukevalla alustalla ja vakaana ajon aikana.



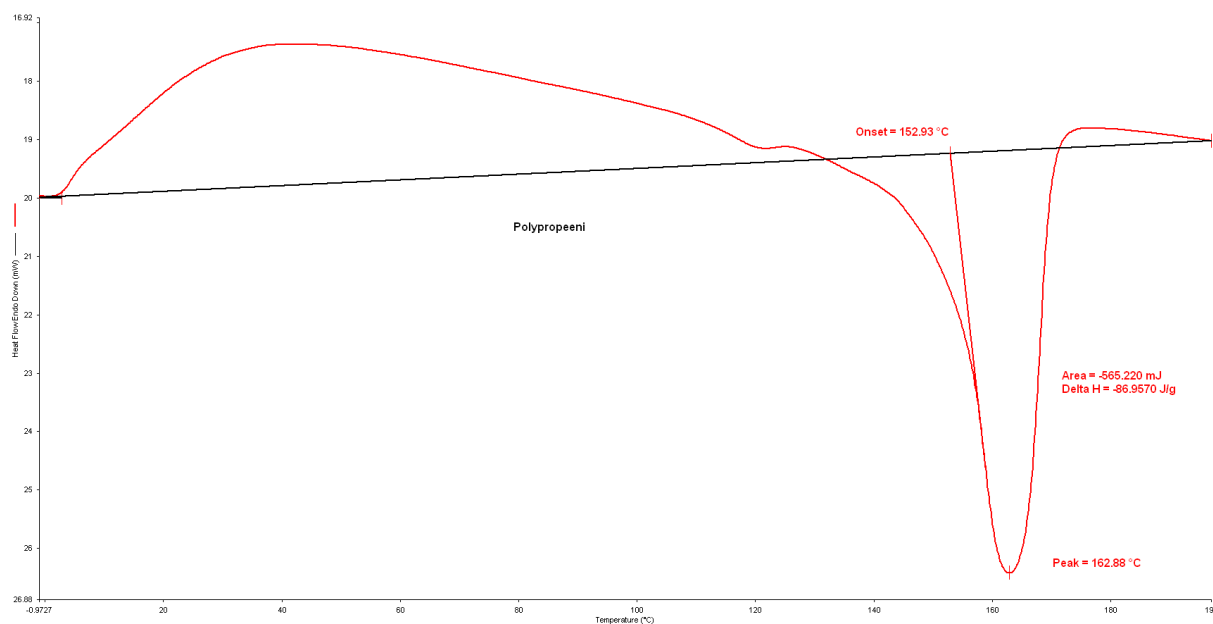
Kuvio 6. DSC kuvaaja.

(<http://www.flemingptc.co.uk/our-services/dsc-tga/>)

Kuviossa 6 on esitetty tyypillinen kuvaaja, jossa on mukana myös lasisiirtymä. Lasisiirtymä näkyy kuvaajalla selvänä tason muutoksena. Lasisiirtymää ei saada näkyviin läheskään kaikilla aineilla, sillä lämpötilat voivat olla hyvinkin matalia tai korkeita.

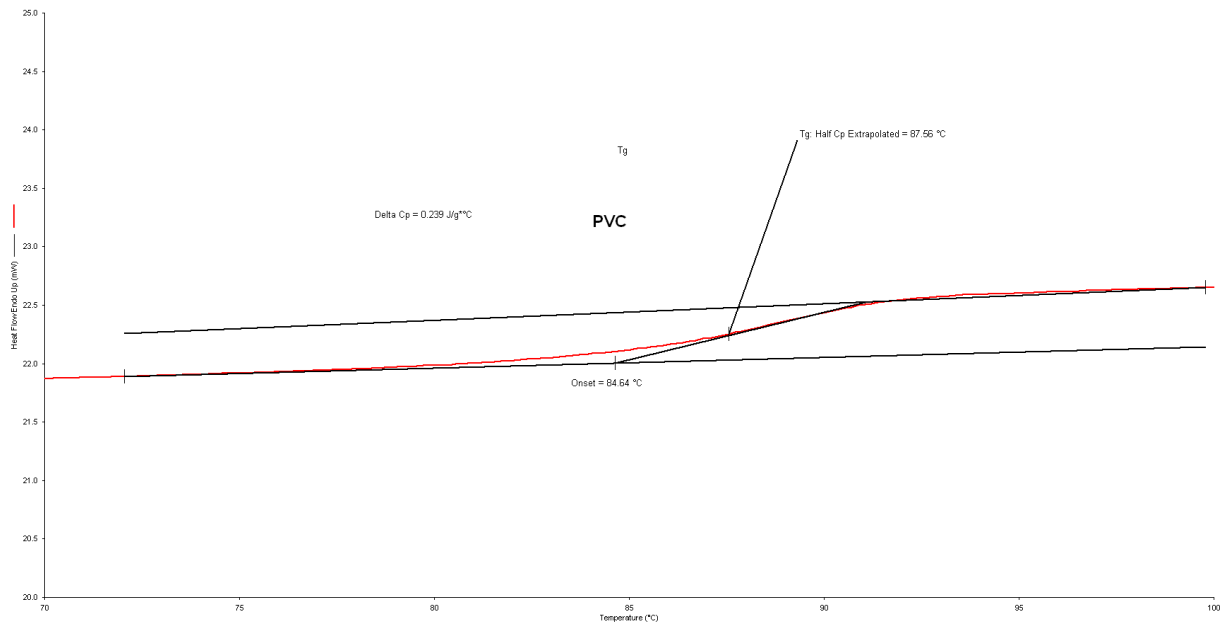
5.2 Ajetut kuvaajat

Tutustuessani DSC laitteistoon olen tehnyt lukuisia yksinkertaisia ajoja, pääasiassa eniten käytössä oleville polymeereille, kuten polyeteenille, polypropeenille ja polystyreenille. Kuvaajat, jotka esitän tässä, ovat itse ajamani kuvaajia ja niiden tuloksia. Kuvaajat eivät täytä hyvän DSC kuvaajan vaatimuksia, mutta ne ovat suuntaa antavia ja niissä saadaan näkyviin sulamisia. Otan esille nyt muutaman ajamani kuvaajan.



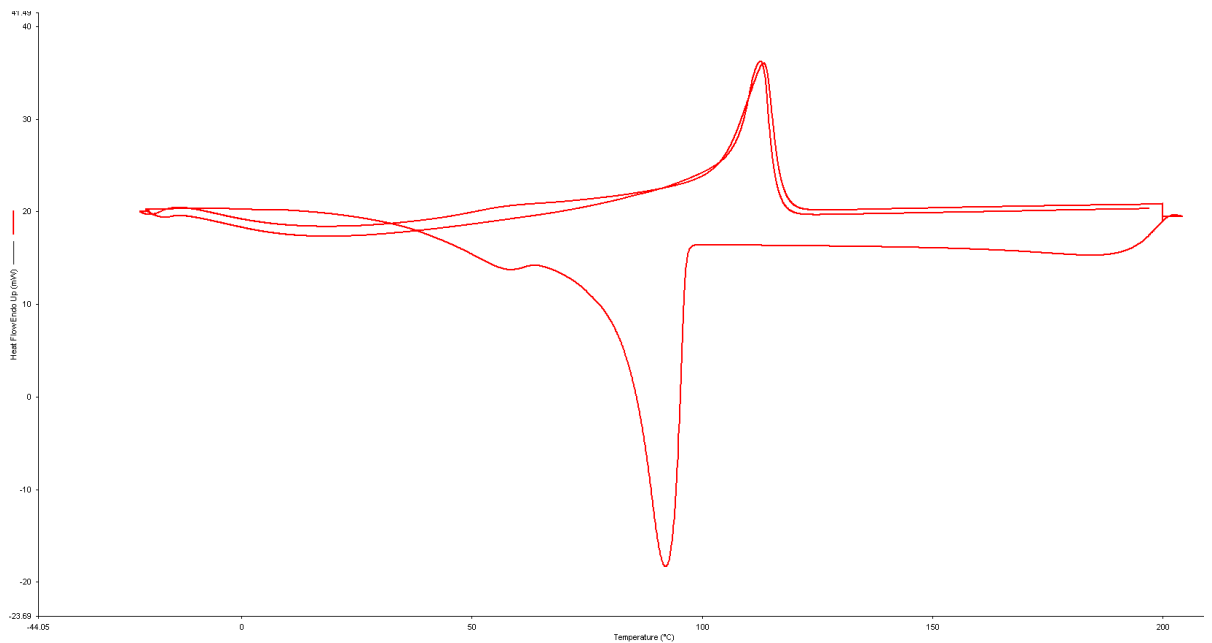
Kuvio 7. Polypropeenin kuvaaja.

Kuviossa 7. on polypropeenin kuvaaja. Siinä nähdään polypropeenin sulamislämpötila, noin 162,88 °C. Kirjallisuudessa polypropeenin sulamislämpötila vaihtelee 150–170°C asteen välillä. Tämä ajo on suoritettu vain yhdellä kuumennuksella, joka mahdollisesti näkyy kuvaajan alkupään eriskummallisena muotona. Kahdella kuumennuksella olisi saatu mahdollisesti paremman näköinen kuvaaja, mutta sulamislämpötilasta yksikin kuumennus antaa kelvollisen tuloksen. Parempi kuvaaja on esitetty liitteessä numero 5.



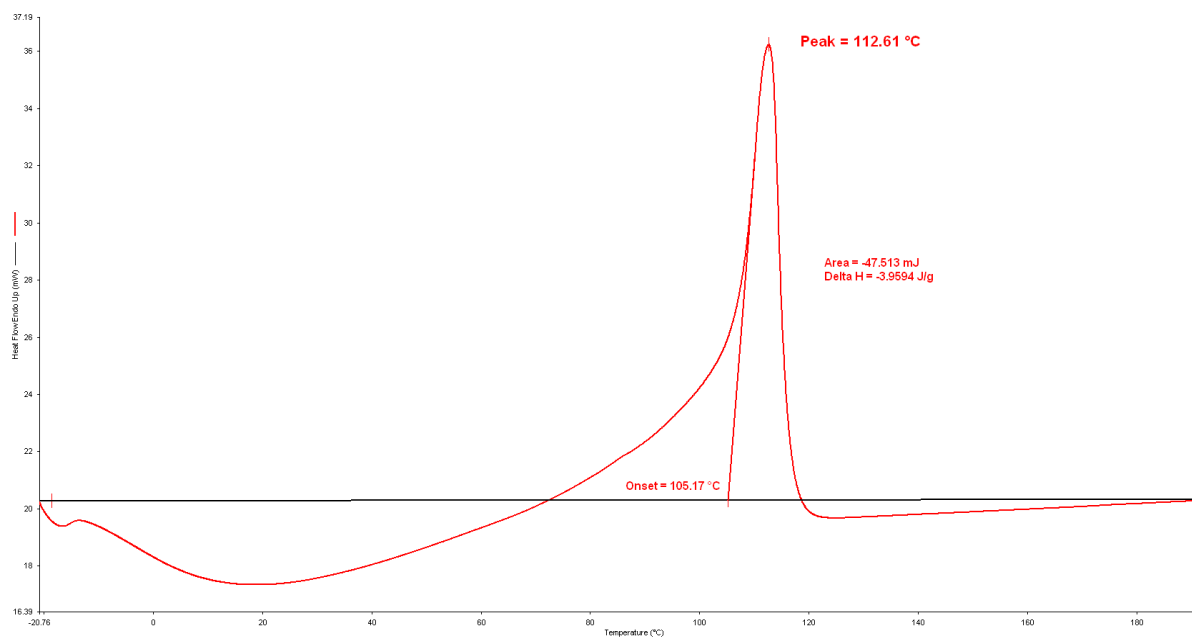
Kuvio 8. PVC lasisiirtymä

Edellä esitettyssä PVC:n kuvaajassa on hyvin nähtävissä lasisiirtymä, lasisiirtymää ei aina ole näin helppo löytää. Tason muutoksen havaitseminen vaatii tarkkaavaisuutta ja mahdollista tietoa kirjallisuusarvoista. Tässä lasisiirtymälämpötilaksi DSC antaa 87,56 °C, laite antaa aina lasisiirtymälämpötilaksi tasonmuutoksen puolivälin eli T_g half Cp. Lasisiirtymälämpötila riippuu hyvin vahvasti näytteen koostumuksesta ja mahdollisista lisäaineista polymeerissä, siksi sitä on vaikea verrata kirjallisuusarvoihin. Parempi kuvaaja on esitetty liitteessä 4.



Kuvio 9. Kahteen kertaan kuumennettu Polyeteeni.

Kuviossa 9. on esitetty tyypillisen näköinen Polyeteenin kuvaaja. Tässä kuvaajassa on sulamisiikit ylöspäin ja kiteytymisiikki alaspäin. Näyte on ajettu kahteen kertaan, siksi sulamisiikkejä on kaksi, ja niiden välissä oleva jäähtymisiikki on alaspäin. Tämä kuvaaja on hyvä esimerkki suhteellisen hyvin onnistuneesta ajosta, sillä pohjaviiva on vakaa ilman suurempia pomppuja.



Kuvio 10. Polyeteeni

Kuviossa 10. on esitetty sama polyeteenin kuvaaja kuin Kuviossa 9. Tässä Kuviossa on vain erotettu toisen kuumennuksen käyrä kaikista käyristä. Laitteisto antaa polyeteenille sulamisiikin arvoksi 112,61 °C. Parempi kuvaaja on esitetty liitteessä 6.

6 Johtopäätökset

Tässä opinnäytetyössäni tehtyjä ohjeita voidaan pitää hyvänä pohjana DSC laitteistolla ajettaessa. Laitteisto ei ole ollut Tampereen ammattikorkeakoululla kovin pitkää aikaa ja sen kokonaisvaltainen hallitseminen vaatii pitemmän ajan harjoittelun. Kuten olen aikaisemminkin maininnut tulevat laitevalmistajan koulutukset jatkumaan vielä tämän

opinnäytetyön valmistumisen jälkeen, koulutuksissa voi tulla esille uusia asioita, jotka tulisi päivittää ohjeisiin.

Käyttöohjeet tulevat varmasti auttamaan tulevaisuudessa laitteistolla työskenteleviä henkilöitä. Monimutkaisempiin kuvaajien tulkintoihin täytyy hakea apua kirjallisuudesta. Yksinkertaisempien asioiden kuten sulamis- ja kiteytymislämpötilojen ajaminen ja tulkinta tulee varmasti selväksi tämän opinnäytetyön liitteissä olevilla ohjeilla.

LÄHDELUETTELO

Polymer Science Learning Center [www-sivu][viitattu 11.1.2011] saatavissa:
<http://www.pslc.ws/macrog/dsc.htm>

A beginner`s guide, s.3, PerkinElmer. [www-sivu][viitattu 11.1.2011] saatavissa:

[www-sivu][Viitattu23.3.2011]
http://www.polymer.lth.se/courses/pol_phys/Lab_instructions_DSC_2010.pdf

Seppälä Jukka, s.6, 2001, polymeeriteknologian perusteet

Seppälä Jukka, s.38, 2001, polymeeriteknologian perusteet

Muovimuotoilu, tiedotussivusto. [www-sivu][viitattu 19.1.2011] saatavissa:
www.muovimuotoilu.fi/content/view/30/55

Seppälä Jukka, s.44, 2001, polymeeriteknologian perusteet)

Tampereen teknillinen yliopisto, Materiaaliopinlaitos [www-sivu][viitattu 21.1.2011]
saatavissa: www.ims.tut.fi/vmv/2005/vmv_4_4_2.php.

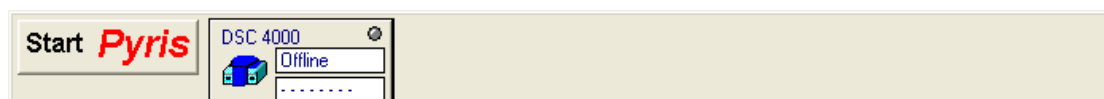
Fleming polymer testing and consulting [www-sivu] [Viitattu 23.3.2011] saatavissa:
<http://www.flemingptc.co.uk/our-services/dsc-tga/>

7 Liitteet

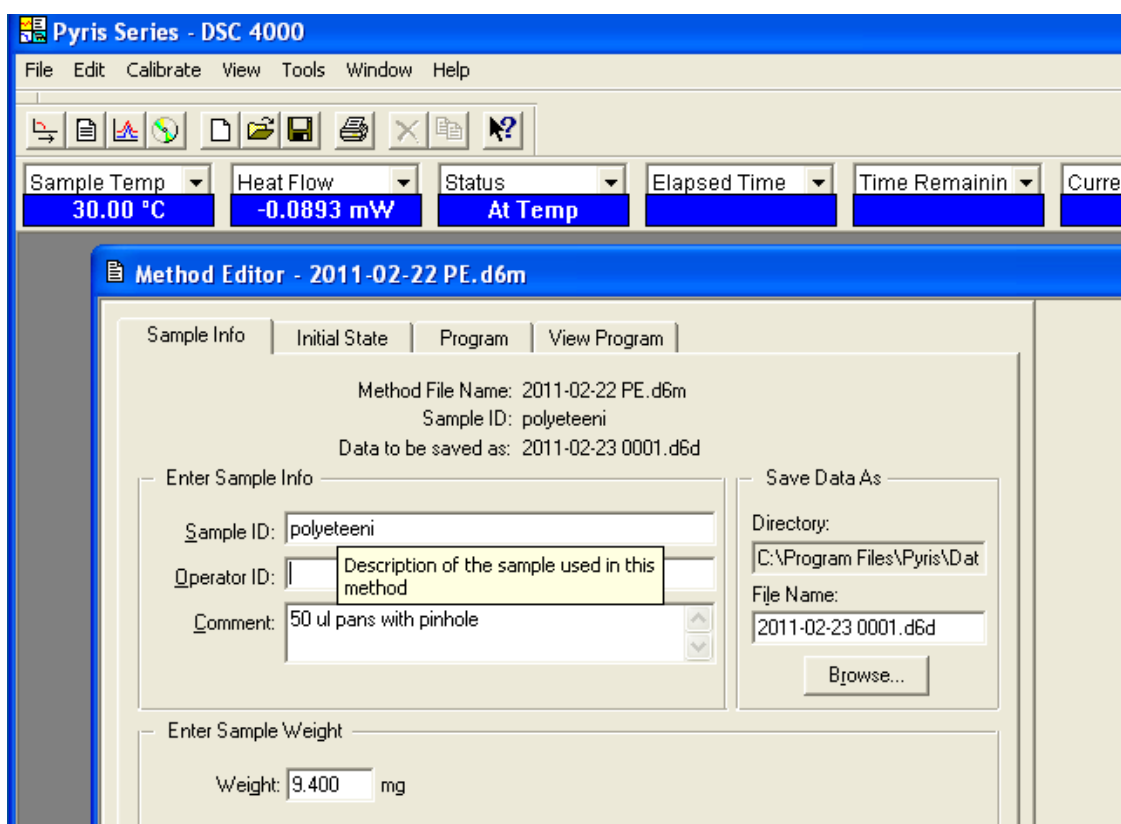
Liite 1	Manuaalisen ajon ohje
Liite 2	Automaattisen ajon ohje
Liite 3	DSC 4000 pikaohje
Liite 4	PVC:n lasisiirtymä
Liite 5	Polypropeeni
Liite 6	Peak arean tulkinta
Liite 7	Lasinsiirtymän tulkinta

**Differentiaalisen pyyhkäisykalorimetrin manuaalisen ajon
käyttöohje**

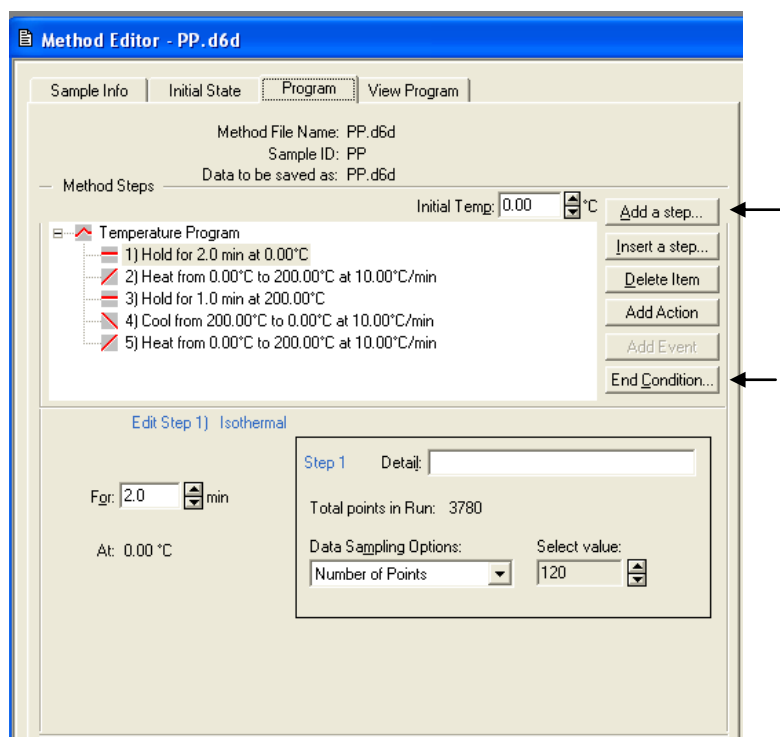
- 1 Laita virta intracooleriin, DSC- laitteeseen ja tietokoneeseen. Huomioi, että intracoolerin on oltava päällä noin tunnin ennen ajoa. Käsittele näytettä aina pinseteillä. Polymeeri näytteillä sopiva näytemäärä on noin 10mg.
- 2 Käynnistä *Pyris manager* ohjelma, ja klikkaa yläreunassa olevaa nappia jossa lukee *offline*, jolloin offline muuttuu onlineksi. Käynnistä kaasuoikeasta reunasta *Apply* painikkeesta.



- 3 Valitse *File* ja *Open method* jos käytät valmista metodia, tai *New method* mikäli teet uuden metodin. Huomioi, että Method editor on aktiivisena kun aloitat.



- 4 Sample info välilehdelle voit täyttää näytteesi tiedot, tallenusnimen, sekä painon.
- 5 Program välilehdelle voit tehdä näytteellesi lämpötilaohjelman ja valita aloitus sekä lopetuslämpötilat. Uuden lämpötila askeleen lisääät valitsemalla Add a step ja avautuvasta valikosta Temperature scan.



Kun olet tekemäsi askeleen kohdalla voit muokata seuraavia tietoja:
aloituslämpötila, päättyislämpötila ja nostonopeus.

Seuraavaksi valitse End condition, missä voit valita olosuhteet, joihin laite palaa ajon jälkeen.

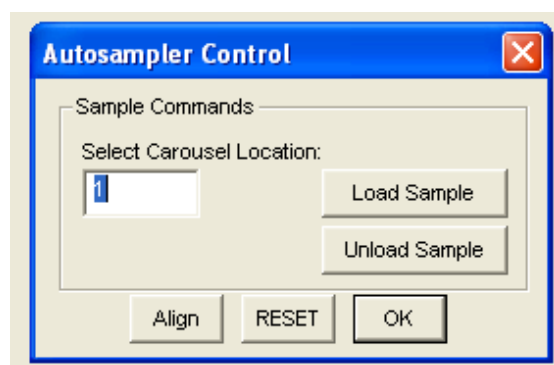
Tallenna Method editor, methods- kansioon valitsemalla file ja save method as.

- 6 Nyt ajettava metodi on valmis ja ajo voidaan aloittaa. Tässä vaiheessa sinulla tulee olla näyte valmiina ja asetettuna autosamplerin kiekolle johonkin numeroiduista paikoista.

Lataa näytteesi uuniin valitsemalla Autosampler control kuvaa oikeassa reunassa (mustat rattaat)

Aukeavassa ikkunassa valitse näytteesi sijainnin autosamplerissa ja Load sample lopuksi paina OK.

Kun poistat näytteen uunista, valitse Unload sample.



Autosampleri käy poistamassa kannet uunista ja vie näytteesi uuniin.

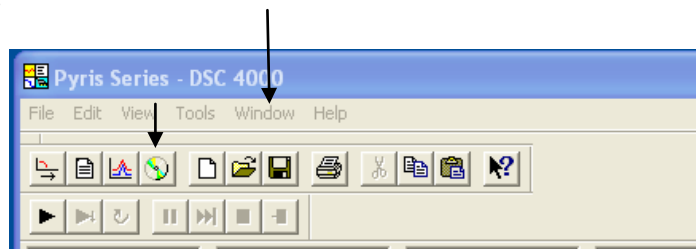
- 7 Aloittaaksesi ajon valitse oikealla ylin painike (DSC laitteiston kuva) Start (Stop). Ajo lähtee käyntiin.



Klikkaa Window ja Instrument viewer nähdäksesi ajosi edistymisen, yläpalkin sinisestä osasta voit seurata kauanko ajosi kestää ja mitä askelta DSC parhaillaan suorittaa.

Ajon loputtua tallennus File ja Save data as

Kun ajosi on valmis voi avata sen Data analysis painikkeesta.



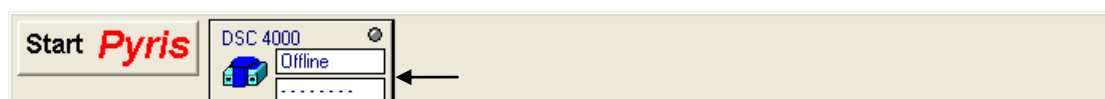
Piikin pinta-alan ja muita laskuja voi suorittaa valitsemalla yläpalkista Calc ja Peak area. Avautuvasta laskentaohjelmasta valitse Onset ja näytä piikin molemmat reunat ja paina ok.

Mikäli ajossasi on useita kuumennuksia, voit erotella kuvaajia toisistaan valitsemalla yläpalkista curves ja step select. Tämän jälkeen valitse samasta valikosta heat flow. Nyt voit poistaa kuvaajat, joita et tarvitse.

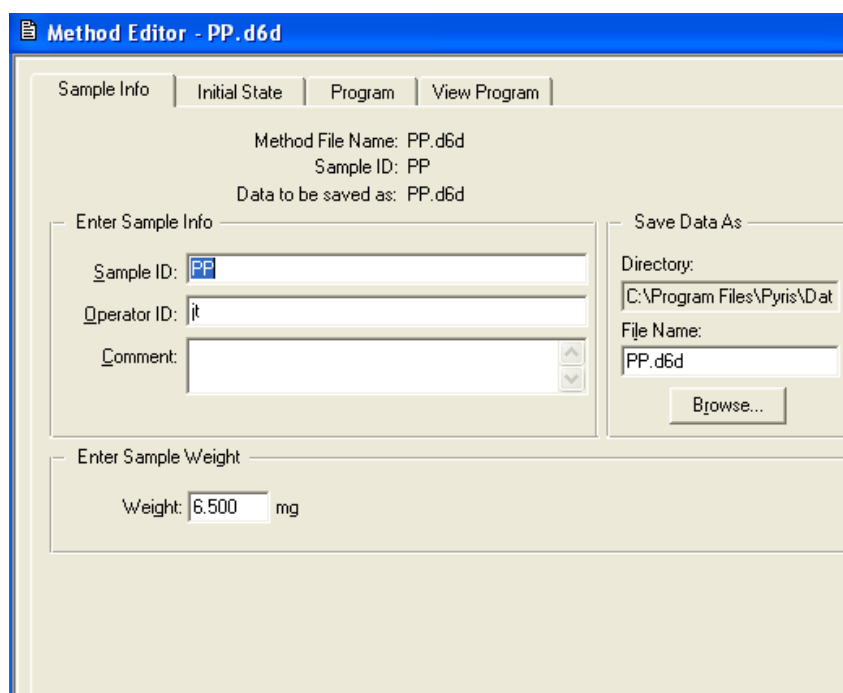
- 8 Poista näytteesi uunista valitsemalla Autosampler control (mustat rattaat) Oikeaosa reunassa. Avautuvasta ikkunasta valitse näytteen sijainti ja unload, kun ikkuna on taas aktiivinen paina ok.
Sammuta ohjelmat, tietokone ja intracooleri. DSC laitteen tulee olla päällä neljä tuntia ajosi jälkeen!
- 9 Tulostus file ja print (printer 1 color)

**Differentiaalisen pyyhkäisykalorimetrin
automaattisen ajon käyttöohje**

- 1 Käynnistä intracooler, DSC ja tietokone. Huomioi, että jäädytyksen on oltava päällä tunti ennen mittausten aloittamista.
- 2 Käynnistä *Pyris Manager* ohjelma, ja klikkaa yläreunassa olevaa nappia, jossa lukee offline, jolloin offline muuttuu onlineksi. Oikeasta reunasta avaa kaasu painamalla *Apply* painiketta.

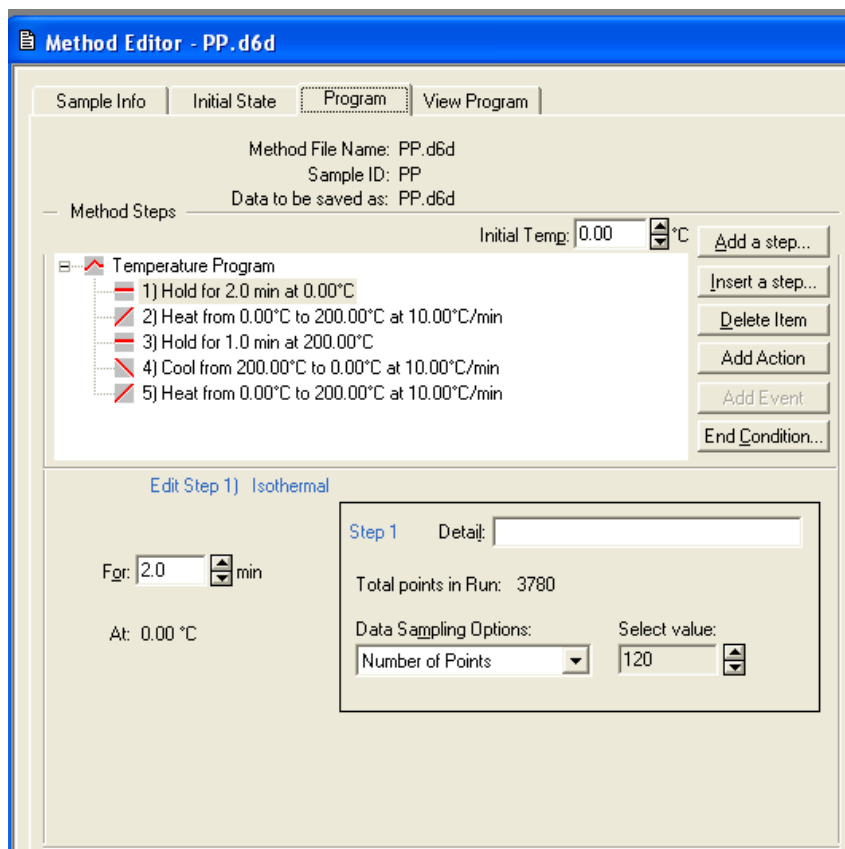


- 3 Klikkaa file ja valitse New method, jolloin aukeaa method editor ikkuna.



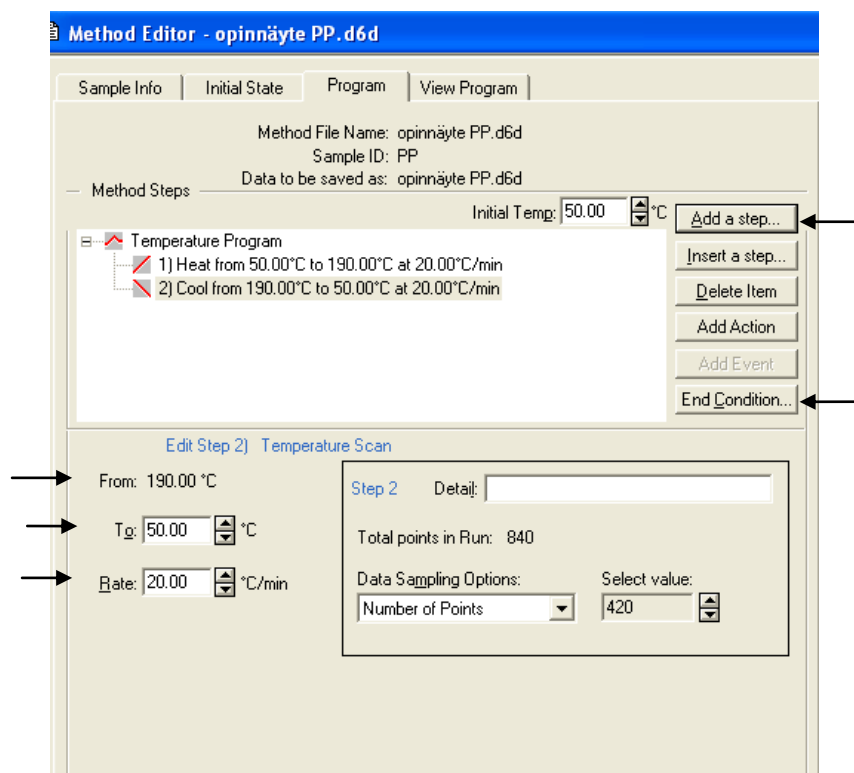
Sample info välilehdelle täytä näytteesi tiedot: nimi, tallennusnimi, ja paikka sekä näytteesi paino. Halutessasi voit lisätä myös kommentin.

4. Program välilehdellä valitset näytteellesi sopivat lämpötilaohjelmat ajon ajaksi.



Tällä sivulla voit valita mistä lämpötilasta ajo aloitetaan ja mikä on viive ennen ajon aloitusta.

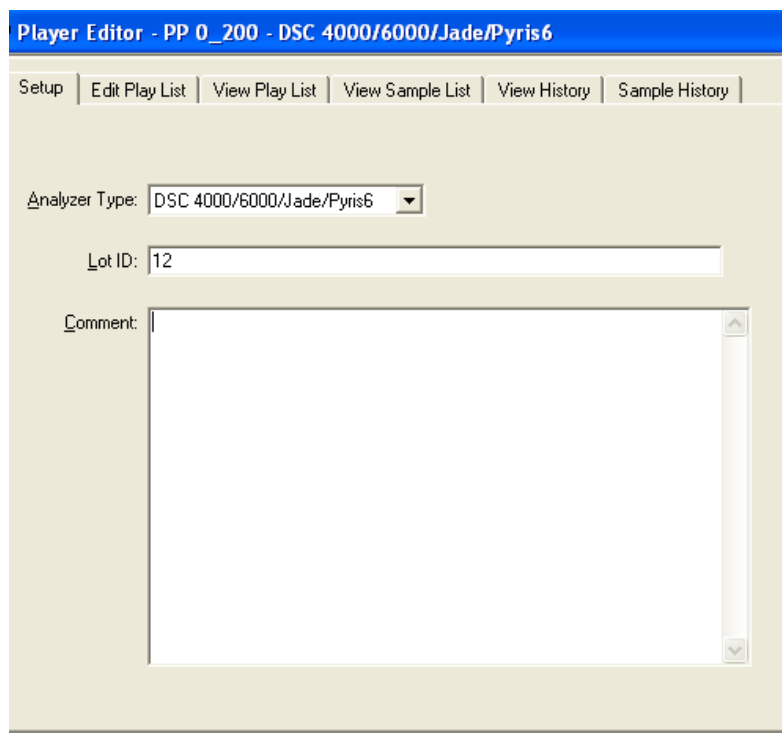
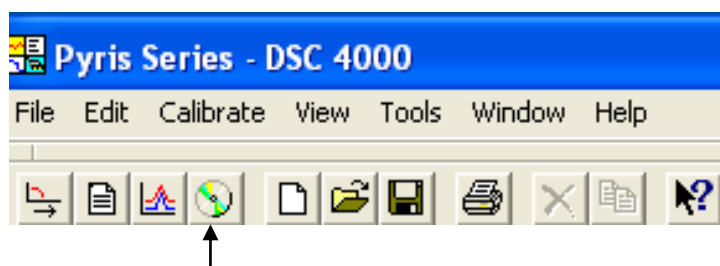
Seuraavaksi valitse Add a step ja avautuvasta valikosta Temperature scan



Nyt voit valita aloituslämpötilan, päätymislämpötilan ja nostonopeuden. Seuraavaksi valitse End condition, missä voit valita olosuhteet, joihin laite palaa ajon jälkeen.

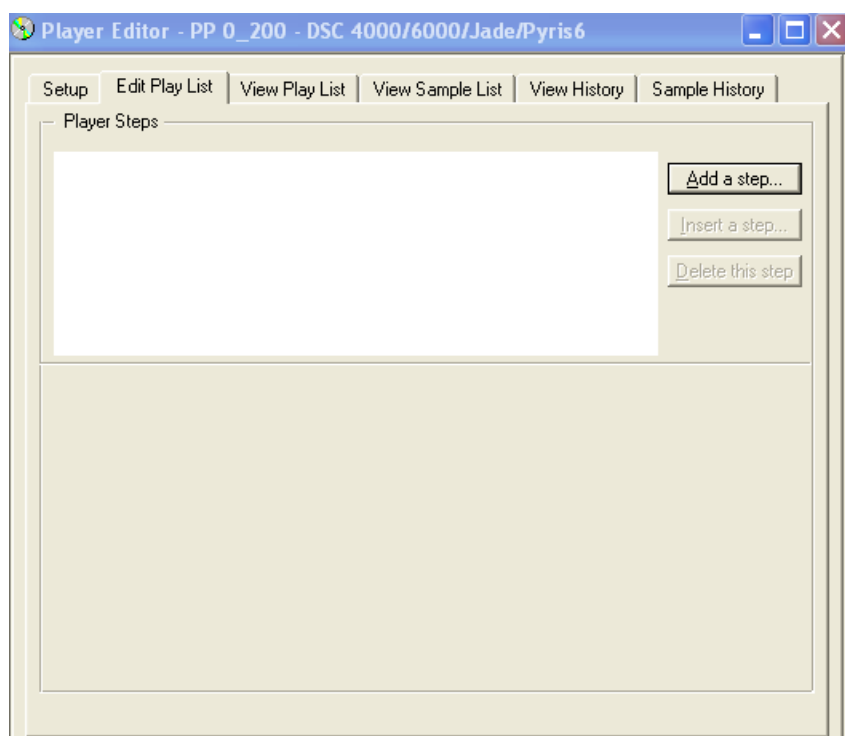
Tallenna Method editor, File ja save metohd as, methods- kansioon.

1. Luo *Player list* klikkaamalla CD kuvaketta, ohjelman ylälaidassa.

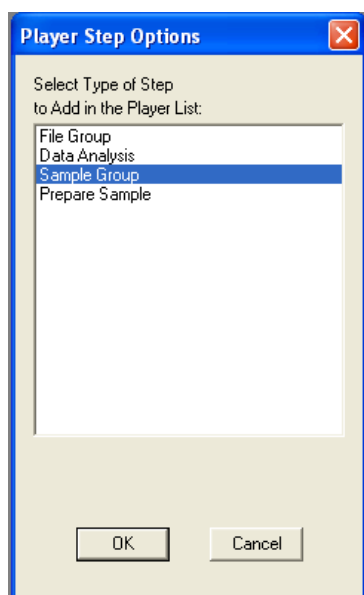


Setup välilehdelle voit halutessasi lisätä kommentteja liittyen ajoosi.

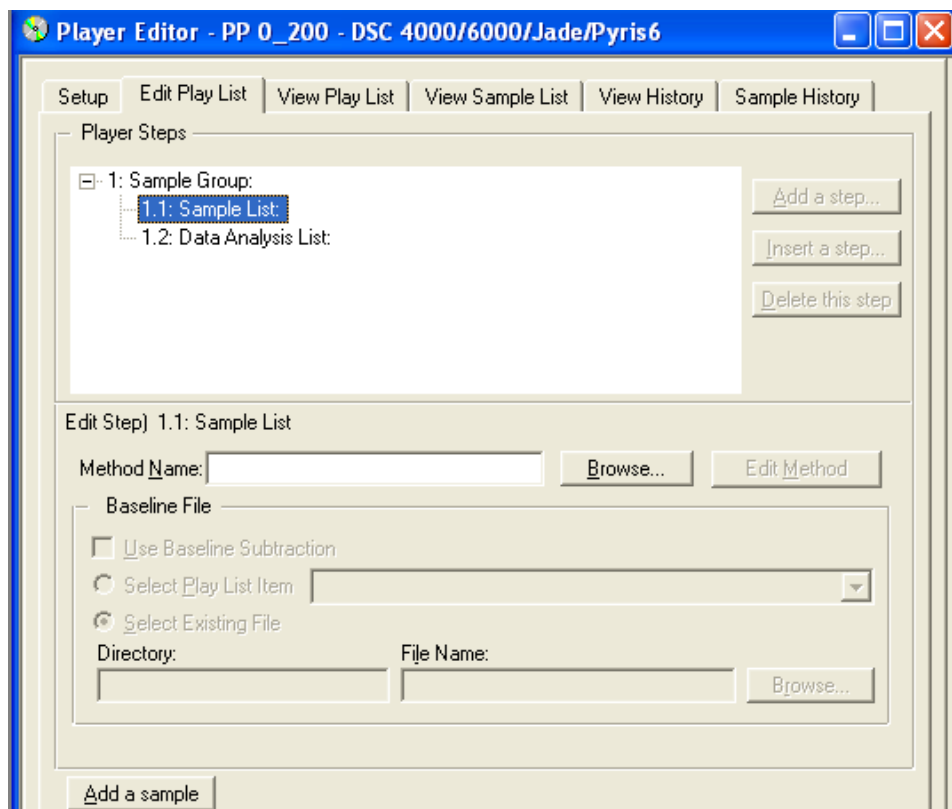
6 . Valitse Edit play list välilehti.



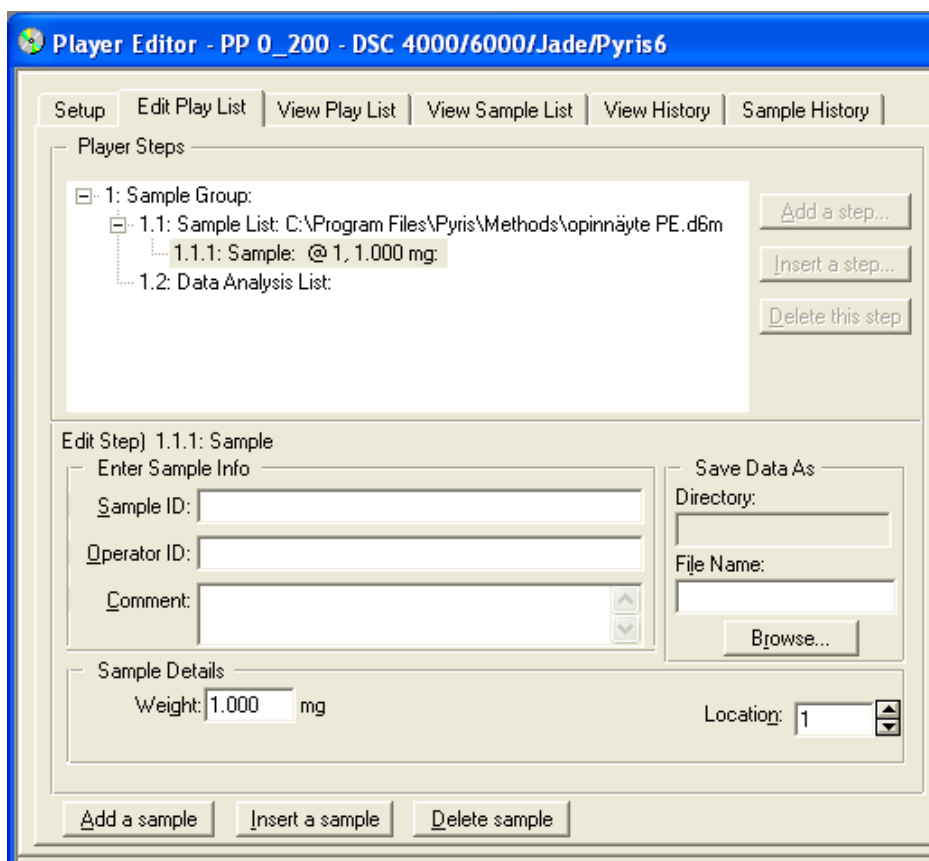
Valitse Add a step ja Sample group avautuvasta listasta.



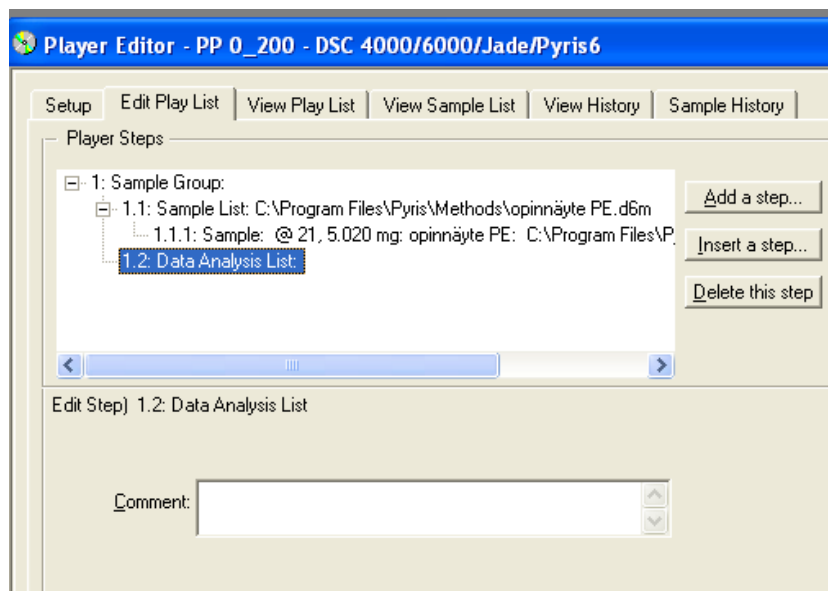
7. Klikkaamalla Sample list kohdan aktiiviseksi saat valittua aikaisemmin tekemäsi *Methodin* tai voit valita vanhan metodin kirjastosta. Valitse ruudun alareunasta Add a sample.



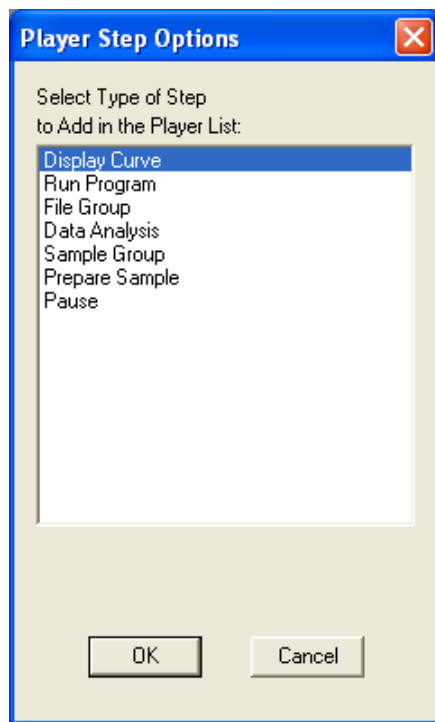
Nyt voit täyttää näytteesi tiedot: nimen, operaattorin, tallennuskohteen, painon sekä sijainnin karusellissa. Samalla tavoin voit lisätä useampia näytteitä sekä niiden tietoja.



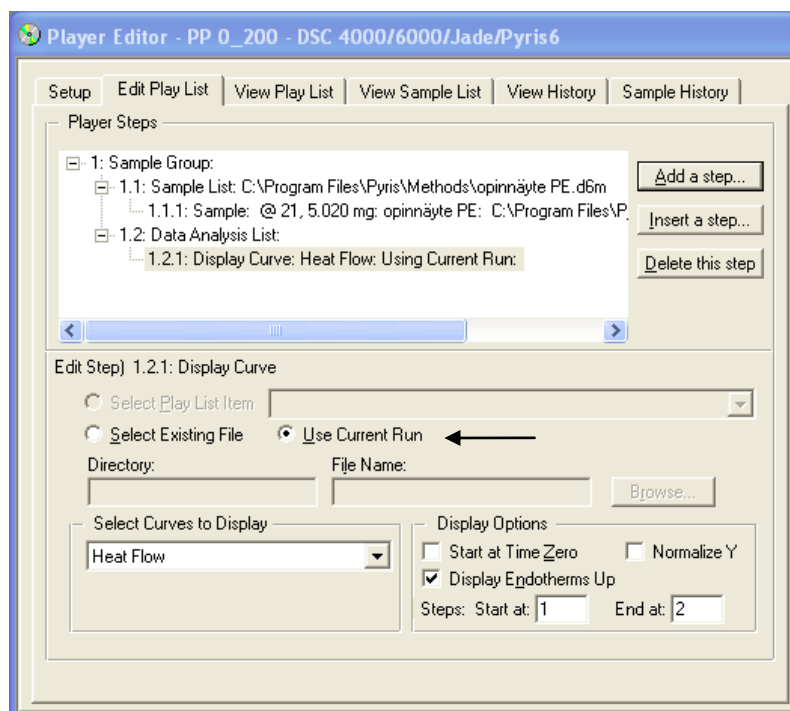
8. Seuraavaksi klikkaa *Data analysis list* aktiiviseksi.



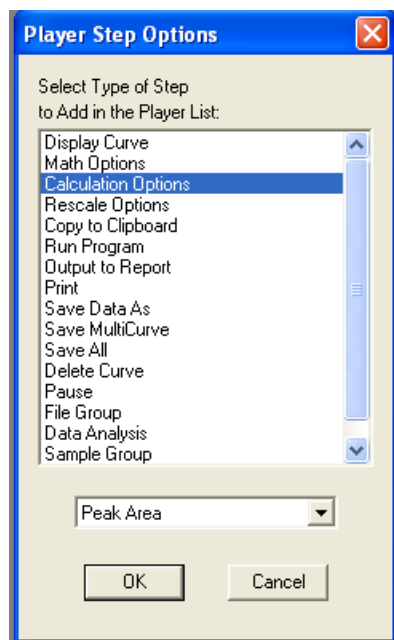
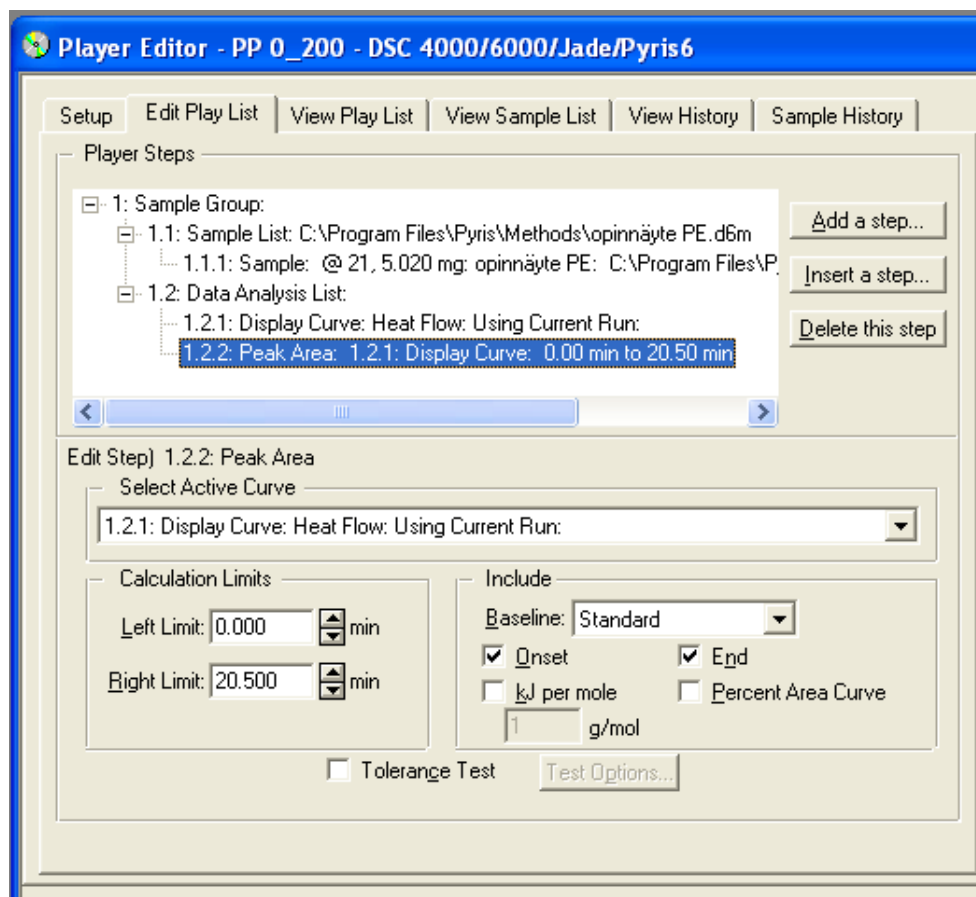
Valitse Add a step ja valitse avautuvasta listasta Display curve.



Varmista, että Use current run on valittuna.



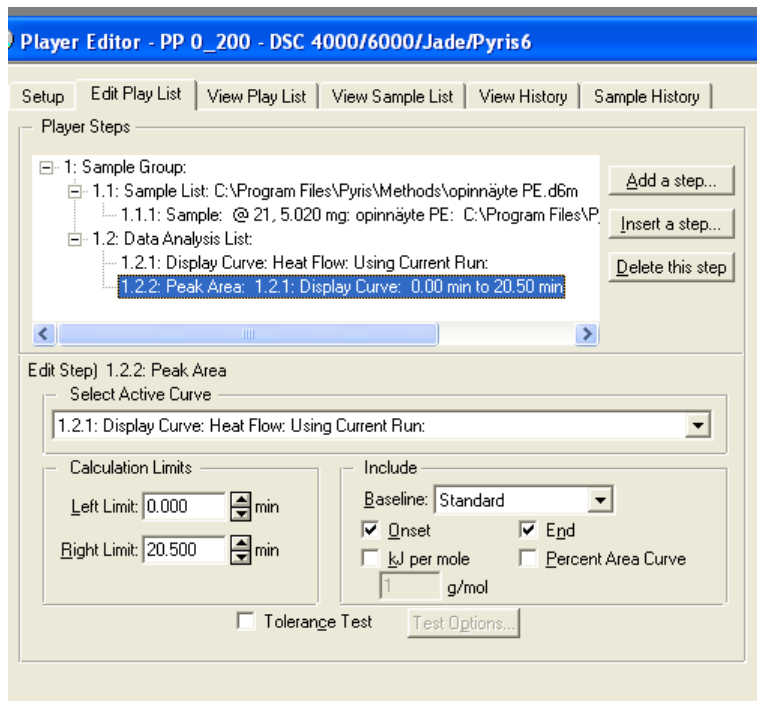
9. Valitse vielä Add a step ja avautuvasta valikosta Calculation options ja peak area.



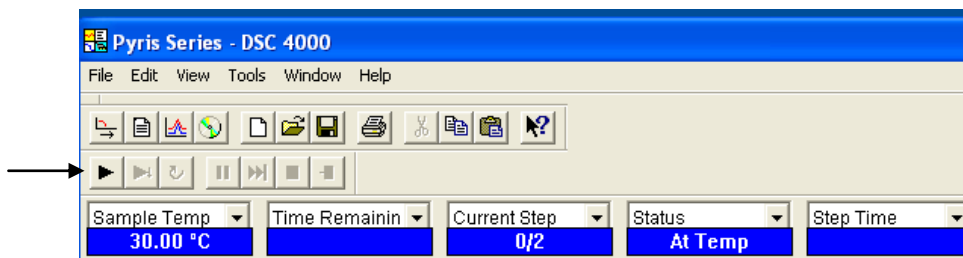
Valmis *Player editor* näyttää tältä. Tallenna nyt ohjelmasi *file* ja *save player as*.

Voit tarkistaa ajosi ja näytteesi view play list ja view sample list välilehdiltä.

Nyt voi laittaa Playerin alapalkkiin.

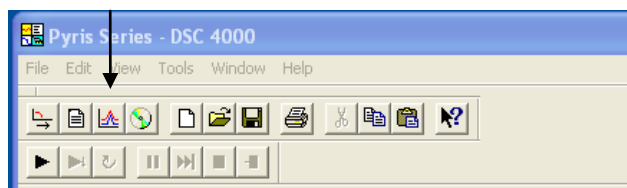


10. Käynnistä ajo valitsemalla Play painike yläpalkista.

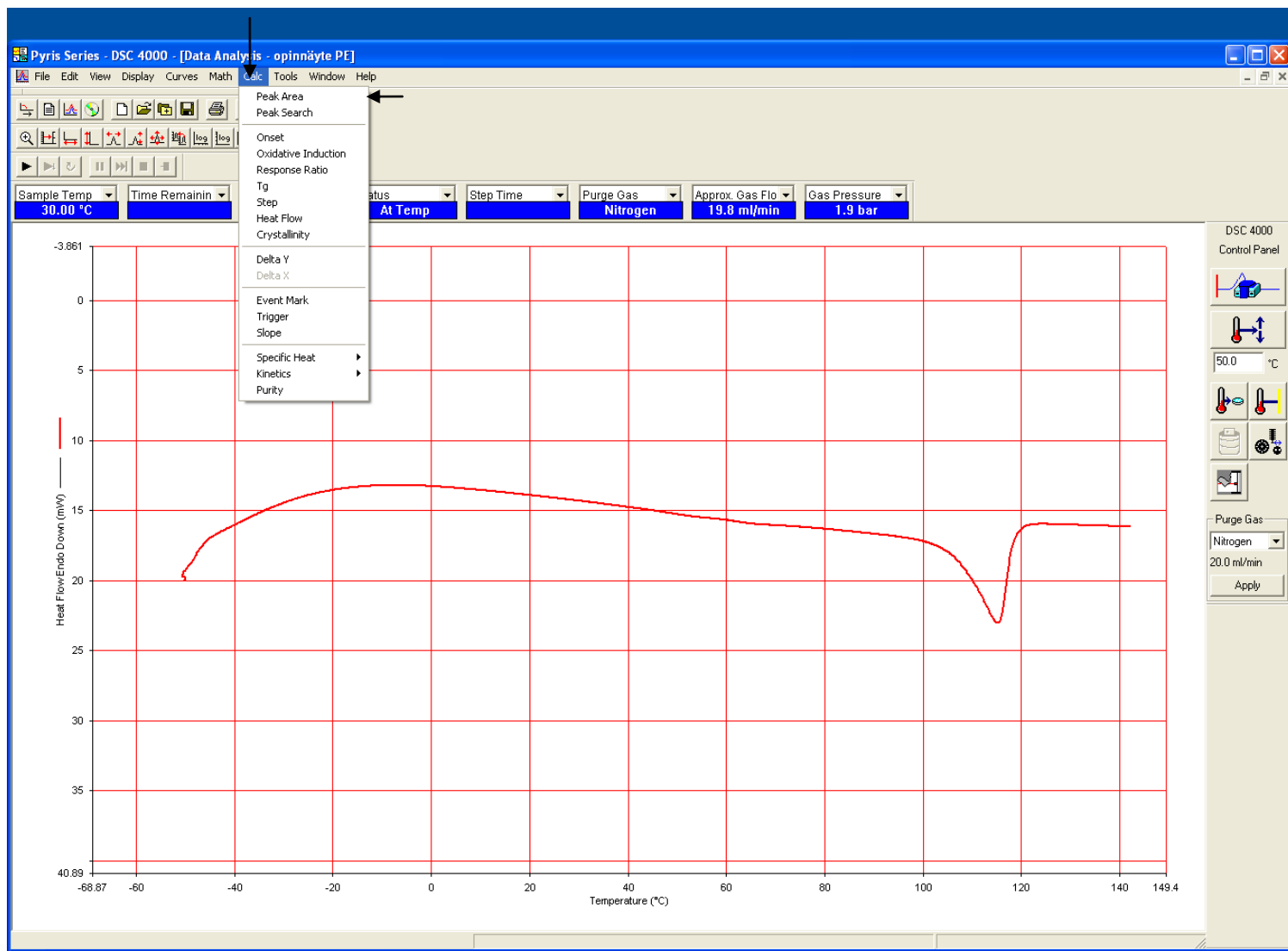


11. Klikkaa Window ja kohta Instrument wiewer yläpalkista nähdäksesi ajosi edistymisen.

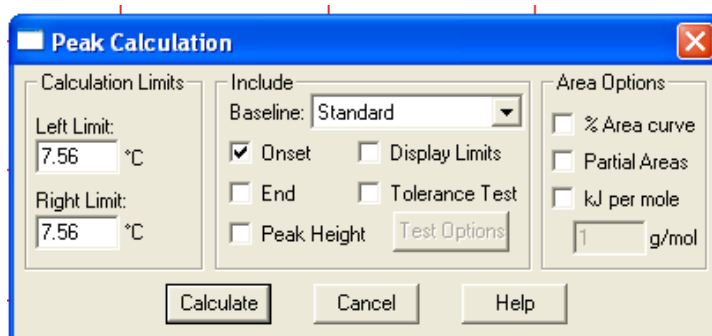
12. Kun ajosi on valmis, voit avata kuvaajan yläpalkista kohdasta Data analysis.



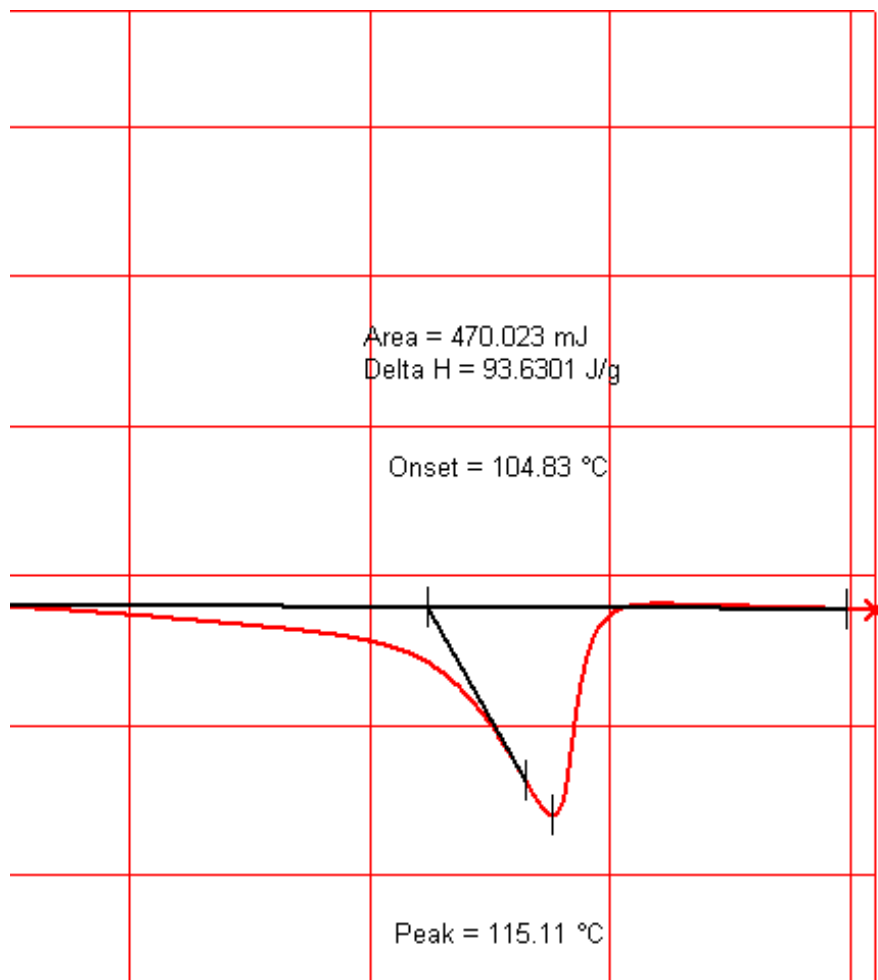
Voit laskea kuvaajalta piikin pinta-alan valitsemalla *Calc* ja peak area



Valitse *Onset* ja valitse käyrältä piikin molemmat reunat joiden välistä piikin pinta-ala lasketaan.



Saamasi tulokset näyttävät tältä



13. Sulje ohjelmat ja sammuta tietokone, sekä intracooleri. DSC laitteen tulee olla päällä neljä tuntia ajosi jälkeen!

DSC 4000 pikaohje

1. Tarkista seinällä oleva kaasuhana, typpivirtauksen tulee olla päällä. Näytettä punnitaan n. 10-20mg, kannen tulee olla rei'itetty.
2. Kytke virta DSC laitteeseen, intracooleriin sekä tietokoneeseen. Tietokoneen käyttäjäksi valitse kemia.
3. Käynnistä työpöydältä *Pyris Manager* ohjelma. Ylhäälle avautuu harmaa palkki, jossa on laitteiston kuva, jossa lukee offline. Klikkaa kuvaketta, jolloin offline muuttuu onlineksi ja ohjelma käynnistyy.
4. Käynnistä kaasunvirtaus oikeasta reunasta *Apply* painikkeesta.
5. Aseta valmistamasi näyte johonkin autosamplerin paikkaan.
6. Avaa valmis metodi *File → Open method (2011-02-22PE)*, mikäli käytät jo olemassa olevaa valmista metodia. Jos haluat tehdä uuden ohjelman valitse *File → New method*.
7. *Sample info* välilehdelle täytä näytteesi tiedot ja program välilehdelle tee lämpötilaohjelma. Jos käytät jo olemassa olevaa metodia voit tarkistaa sen lämpötilaohjelman. Mikäli haluat tallentaa tekemäsi uuden metodin *File → Save method as*.
8. Autosampleria ohjataan oikeassa reunassa olevilla pikakäyttötoiminnoilla. Valitse *Autosampler control* (mustat rattaat).

9. Avautuvaan ikkunaan täytä näytteesi paikka autosamplerin näytekiekolla ja paina Load. Autosampler poistaa kannet ja vie näytteesi uuniin. Odota kunnes ikkuna muuttuu jälleen aktiiviseksi ja paina OK.

10. Aloita ajo valitsemalla ylin painike Start (Laitteiston kuva).

11. Laita method editor alapalkkiin ja valitse Instrument viewer alapalkista, jolloin voi seurata ajosi edistystä.

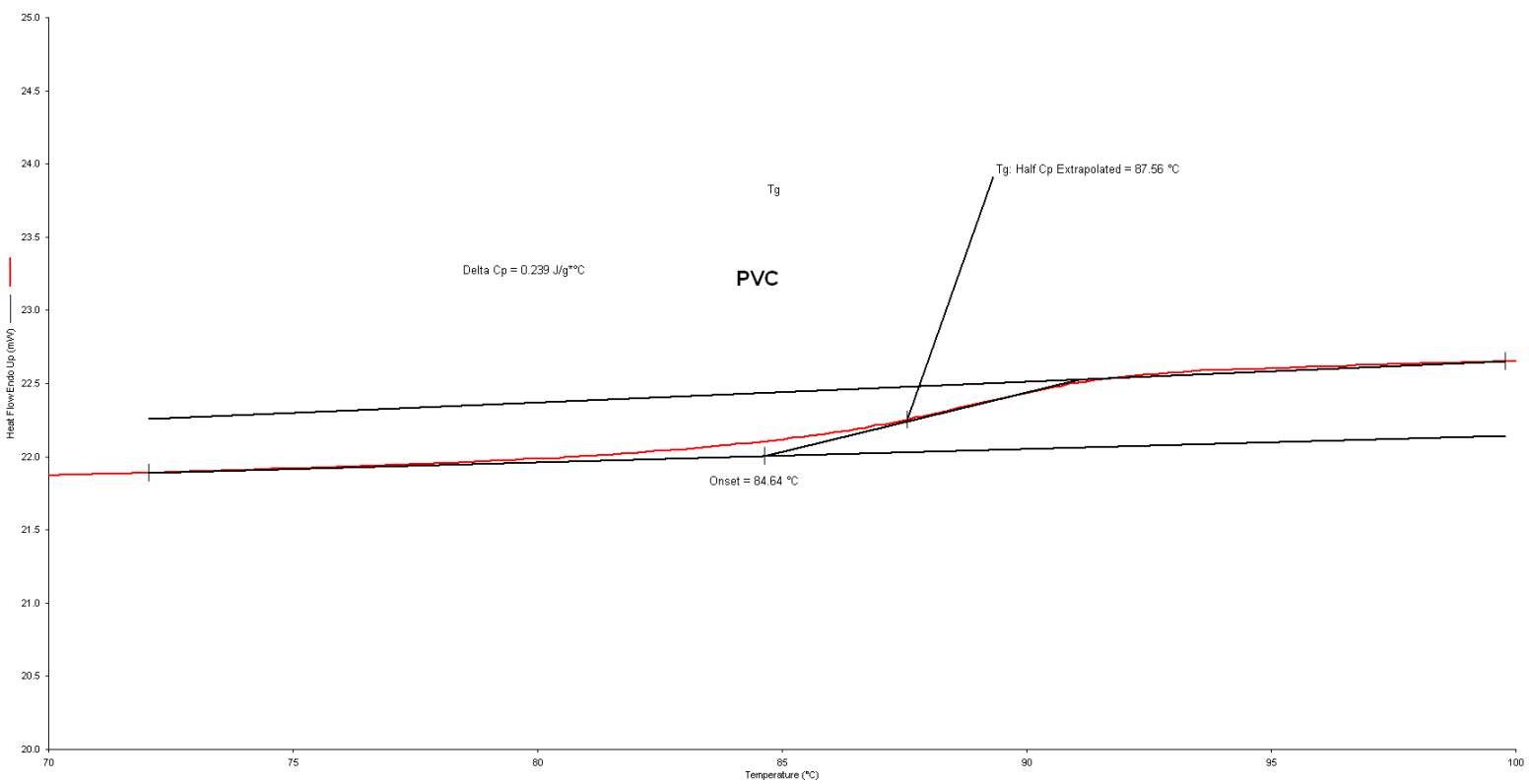
12. Kun ajosi on valmis voit suorittaa laskuja kuvaajallesi valitsemalla Calc ylävalikosta ja haluamasi laskutoimitus.

13. Poista näytteesi uunista valitsemalla Autosampler control ja Unload sample.

14. Sulje ohjelmat ja sammuta tietokone, sekä intracooleri. DSC laitteen tulee olla päällä neljä tuntia ajosi jälkeen!

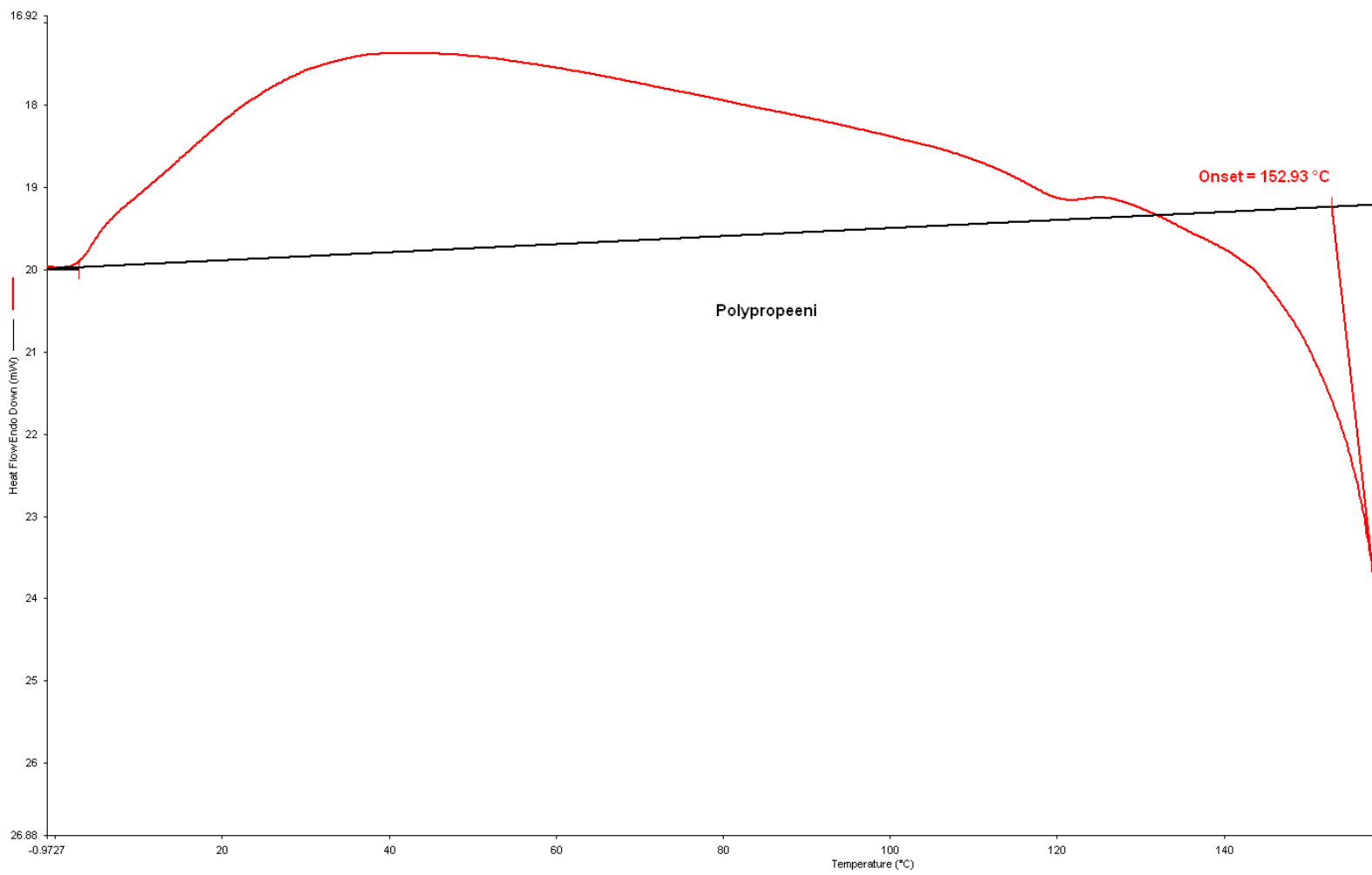
PVC:n lasisiirtymä

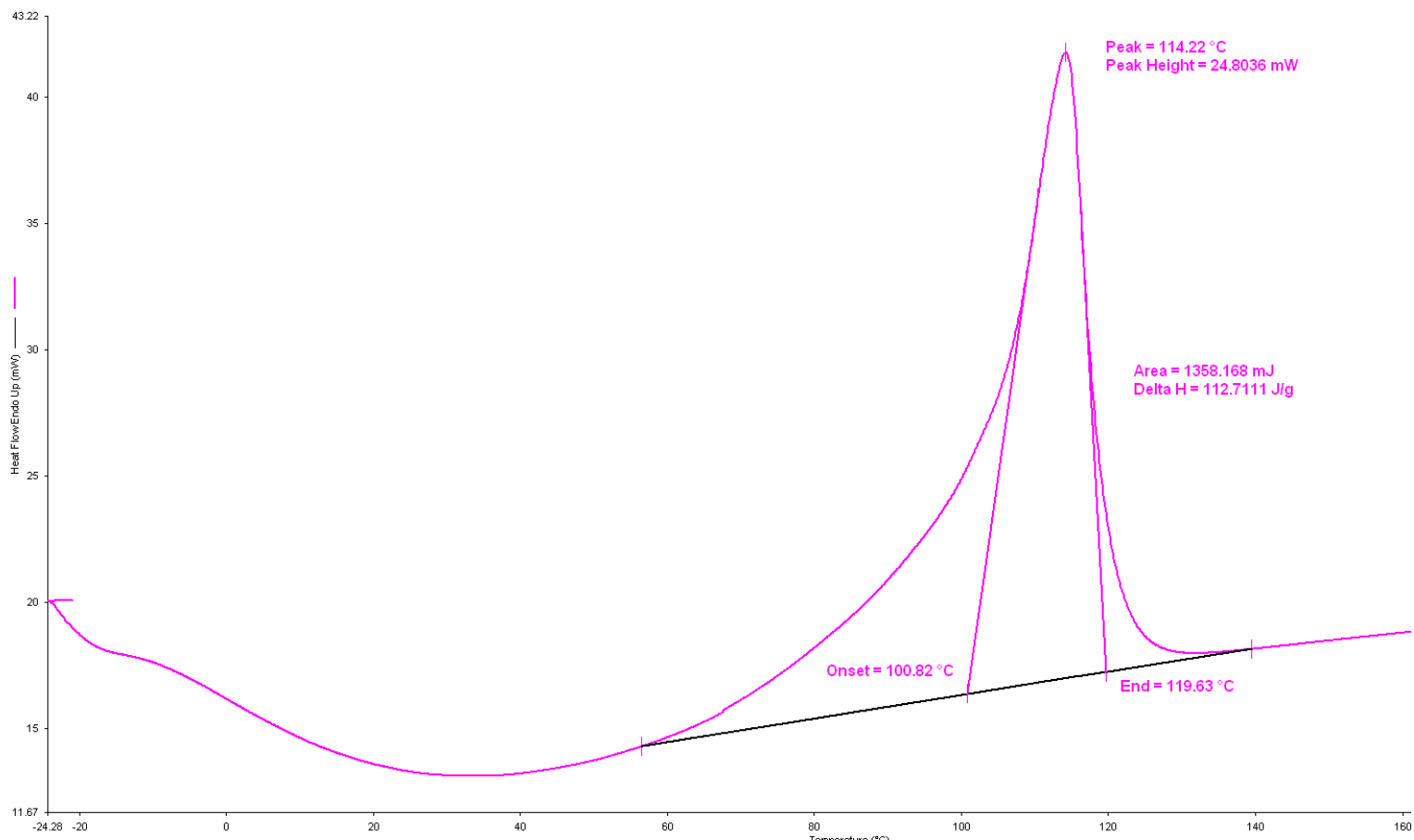
LIITE 4



Polypropeenin kuvaaja

LIITE 5

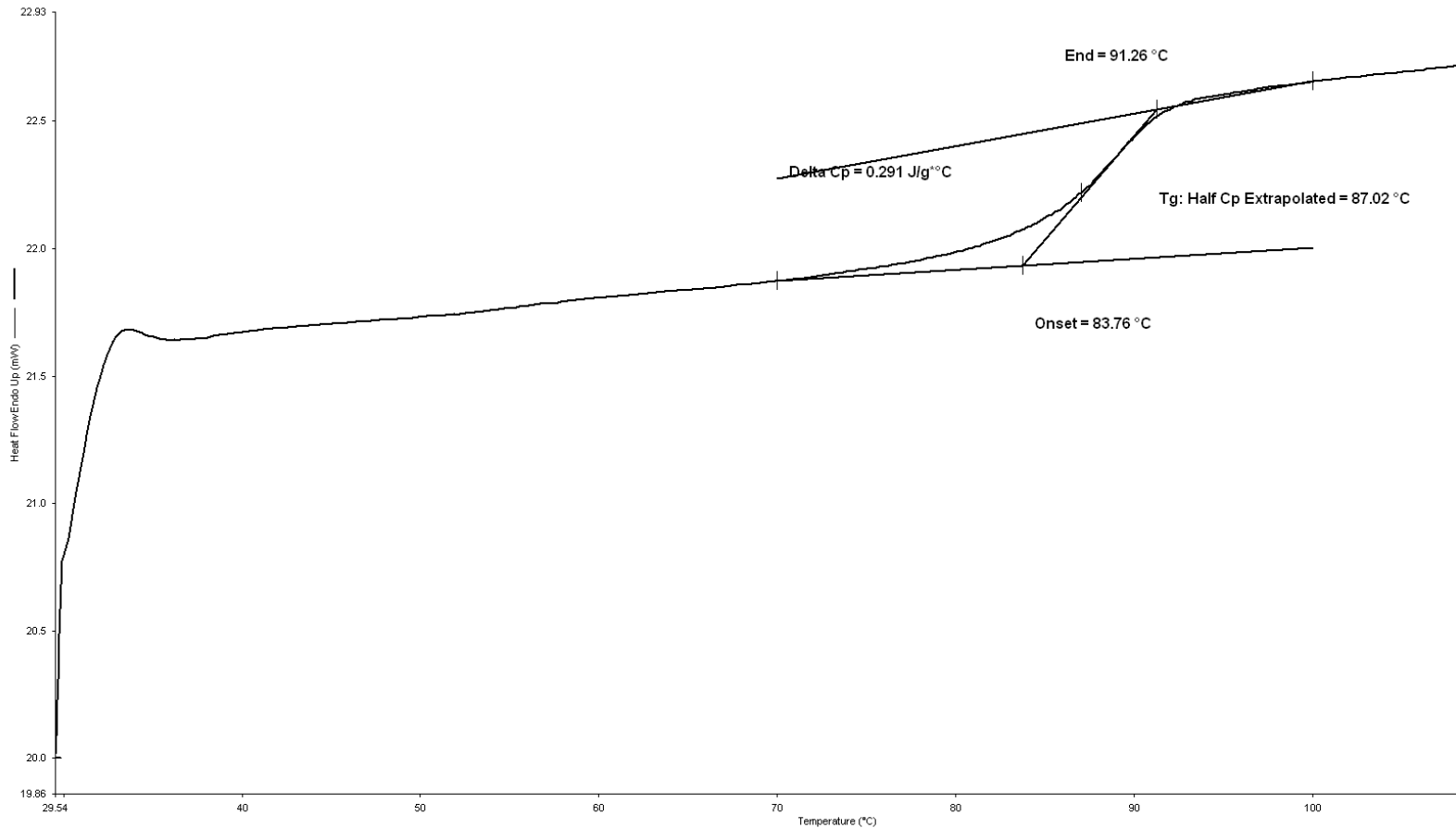




Kuvaajassa piikin pinta-ala on suoraan verrannollinen reaktiossa vapautuneeseen lämpö määrään, tähän vaikuttaa myös näytteen koko. Piikin korkeuteen vaikuttaa reaktion nopeus.

ΔH on ohjelman laskema lämpö määrä suhteessa näytteen massaan. Se on myös verrannollinen aineen sulamislämpötilaan, kun kyseessä on sulaminen.

(http://iocg.ignou.ac.in/wiki/images/6/6b/UNIT_11_DIFFERENTIAL_THERMAL_ANALYSIS,_SCANNING_CALORIMETRY_AND_THERMOMETRIC_TITRATIONS.pdf)



Laite laskee lasisiirtymälämpötilan tason muutoksen puolivälinä. Tg:n jälkeen aineen ominaislämpö on kasvanut ja heat flow on suurempi. Lasinsiirtymän näkymiseen kuvaajassa vaikuttaa näytteen koko.

Delta Cp lasketaan Onset ja End pisteiden erona. Laite laskee paljonko aineen Cp on kasvanut muutoksessa, ja ottaa myös huomioon paljonko ainetta on.

(http://iocg.ignou.ac.in/wiki/images/6/6b/UNIT_11_DIFFERENTIAL_THERMAL_ANALYSIS,_SCANNING_CALORIMETRY_AND_THERMOMETRIC_TITRATIONS.pdf)