

GUIÓN PARA REALIZAR EL ANÁLISIS MECÁNICO DINÁMICO Y TÉRMICO (DMTA)

El equipo es un analizador Rheometric Scientific Mk III modelo Q800 DMA. Consta de un programador de temperatura, un controlador y una celda donde se coloca la muestra.

PREPARAR EL ENSAYO

1. Enchufar primero los aparatos y lo último el ordenador, de izquierda a derecha. Hay que esperar al menos un minuto en encender el ordenador.
2. Comprobar que las válvulas amarillas del Nitrógeno estén cerradas.
3. En el ordenador, para meterte en el programa se debe escribir en c:/ dmta
4. Una vez dentro del programa, Pulsar F2 (EXP EDIT) editar un experimento.
5. Seleccionar la opción COPY AN EXPERIMENT EXISTENT.

Selecciona el ÚLTIMO experimento realizado.

Pulsar ENTER.

Te sale una pantalla donde tienes que rellenar una serie de datos:

Nombre del experimento, autor, frecuencias (poner < ; > para separarlas)

Poner primero isoterma y después rampa (apuntar las condiciones del ensayo en un cuaderno)

Pulsar <TAB>

Si hubiera que insertar una nueva etapa: PULSAR < I > y sale un menú, donde sale rampa, isoterma....

6. [SAVE EXPERIMENT OPTIONS]
Marcar la opción SAVE THEN ACQUIRE THIS experiment.

7. QUITAR LA MUESTRA. Para ello se abre el aparato con el interruptor hacia arriba, una vez abierto el horno, se pone el interruptor en el medio. Para quitar la muestra se usa el destornillador azul.



Figura 1. Celda donde se tiene que colocar la muestra

8. Aparece un menú [DMTA CONDITIONS] con una serie de opciones. Hay que meterse en todas las opciones hasta Temperatura excepto en "control options".

EXPERIMENT TYPE: seleccionar DMTA

Strain levels => 0 siempre.

FRECUENCIAS:

Comprobar que están seleccionadas las que nosotros queremos (con un cuadro rojo) sino se quitan las que no quieres pinchando en la línea vertical y se marcan las deseadas con doble clic en la línea correspondiente.

Pulsar <TAB>

STRAIN LEVELS:

Comprobar que es 0 siempre. Sale marcado con un cuadro rojo.

Pulsar <TAB>

DETAILS SAMPLE:

Seleccionar CAMPLING GEOMETRIC.

[Geometry] => seleccionar TENSILE

Ahora te salen unas preguntas:

--¿Medir automáticamente la longitud de la muestra? YES

Te sale en la pantalla remove the sample, hay que comprobar que hemos quitado la muestra.

Una vez quitada la muestra, al pulsar la tecla enter, se cierran las mordazas.

--¿Abrir las mordazas (the stage) a 10mm? YES

Una vez que se abren te dice MONTAR LA MUESTRA. Para montar la muestra se utiliza el destornillador dinamométrico (con limitación de par) negro a una presión de 30. Primero se aprietan los tornillos un poco y después ya bien con el torque.

Te piden:

Sample cross section => RECTANGULAR

Dimensiones de la muestra: (la coma decimal con punto).

Presión del torque => 30

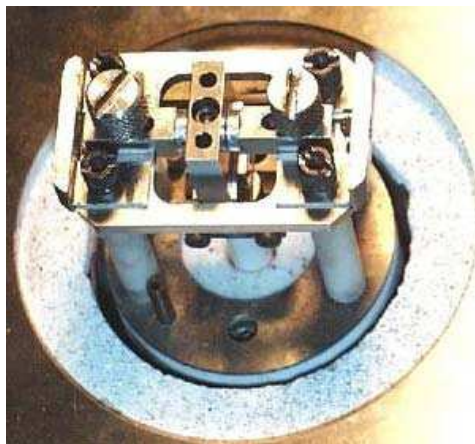
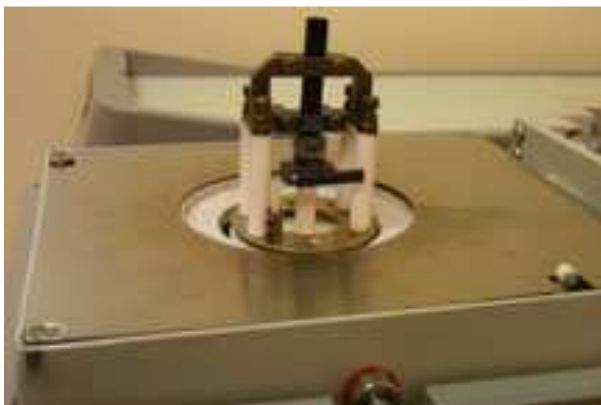


Figura 2. Mordazas donde hay que colocar la muestra

Se salta CONTROLS OPTIONS

TEMPERATURA:

Seleccionar NITRÓGENO LIQUIDO COOLING.

Temperatura de apertura de la bleed => 10°C (es la válvula negra con punto blanco)

Pinchar en DONE

9. ABRIR LA VÁLVULA BLEED de nitrógeno (negra) 3 vueltas completas al inicio. Se abre en el sentido contrario a las agujas del reloj. Luego veremos si se necesita abrir ma la válvula según se enfríe o no la muestra.

Nos saltamos DATA CONDITIONS/ OTHER OPTIONS/ VIEW SETTINGS.

10. Seleccionar la opción START THE EXPERIMENT.

Salen dos preguntas:

--¿Quitar la muestra cuando baje la temperatura? NO

--¿Do you wish to automatically take up any slack in the sample? NO

Finalmente sale una pantalla donde pone WARNING about close furnace, hay que pulsar una tecla.

11. Una vez que comienza el ensayo te sale una opción "active module options".

Seleccionar DISPLAY REAL TIME VS TEMPERATURA OVEN DATA.

12. Mirar la PRESIÓN EN EL MANÓMETRO durante el ensayo.

Empieza a enfriarse el horno, hay que tener presente que la presión que indica el manómetro tiene que subir aunque menos de 0.5 bar. Por tanto si el manómetro marca sobre 0 hay que abrir la LLAVE METALICA PLATEADA que esta unida al serpentín. Se va abriendo y cerrando según cada caso pero la posición habitual es la llave cerrada.

13. ETAPA DE ENFRIAMIENTO

Para ello habrá que ABRIR LA VALVULA BLEED cuando veamos que no disminuye la Temperatura. Esto se hará poco a poco, abrir un cuarto de vuelta, en sentido contrario a las agujas del reloj.

Una vez que ha llegado a la temperatura que queremos hay que mantenerla durante 3 min a esa temperatura, para ello hay que ir moviendo la válvula bleed según veamos. Cuando en el ordenador aparezca la gráfica significa que ha terminado la Isoterma.

14. ETAPA CALENTAMIENTO

Lo que queremos es que se caliente $1^{\circ}\text{C}/\text{min}$ la muestra. Para ello debemos ir moviendo la válvula según veamos.

En caso de que se quiera calentar la muestra, hay que CERRAR LA VÁLVULA BLEED de cuarto en cuarto y en sentido de las agujas del reloj.

15. GRAFICA ORDENADOR

Progreso del ensayo: es mejor que en la gráfica se represente en el eje x la Temperatura, para cambiarlo:

Pulsar cualquier tecla excepto esc.

Marcar la opción PLOT VS TEMPERATURA (así se representa la T^a en el eje x)

Además se pueden cambiar los valores y divisiones de los ejes del gráfico, para cambiarlo:

Pulsar cualquier tecla excepto esc

Marcar la opción MANUAL SCALING

Ahora sale una tabla con los límites representados, se cambian según hasta los valores que quieras ver representados.

Finalmente se pulsa la tecla de TABULACION.



Figura 3. Programador de temperatura y controlador

GUARDAR LOS DATOS OBTENIDOS

Una vez que ha terminado el ensayo, sale en la pantalla un recuadro indicándolo. Ahora para guardar los datos hay que seguir estos pasos:

PARA GUARDAR EN EL ORDENADOR

1. Pulsar ESC
2. Marcar la opción SAVE AND CLEAR DONE EVEN, pulsar ENTER.
3. Colocarte en la opción UTILITY PROGRAM
4. Pulsar F4
5. Marcar la opción STANDARD PROGRAMS, pulsar ENTER.
6. [FILE LOAD] => Marcar la opción QUICK LOAD
7. Seleccionar el primer archivo, hay que comprobar que es el que hemos hecho. Pulsar ENTER. Marcar DONE y darle a ENTER.
8. Ahora te sale el gráfico.
9. Pulsar F8 [FILE EXPORT]

10. [PLOT MENU] => Seleccionar FILE EXPORT
11. Seleccionar TO EXCEL FILE: *.CSV
12. Marcar la opción EXPORT ALL DATA, pulsar ENTER
13. Cambiar el FILLNAME
14. <TAB> para salvar
15. Intervalo: TODOS LOS PUNTOS, pulsar ENTER
16. Te pregunta: ¿Quieres añadir encabezado? YES

PARA GUARDAR EN EL DISQUET

1. Pulsar ESC
2. Te pregunta: ¿Quieres salir seguro? YES
3. Pulsar ESC
4. EXIT TO DOS
5. Escribir: cd v5data1
6. Escribir: dir (así salen todos los archivos que hay)
7. Para copiarlo en el disket: Escribir: copy nombrearchivo a: (pulsar ENTER)
Ejemplo nombrearchivo (DSM-I-1.csv)
8. Para comprobar que lo hemos guardado bien en el disquete:
Escribir: Cd..
Escribir: a
Escribir: dir (aquí tiene que salir el archivo que hemos guardado).

Apagar todo, el orden es el mismo, de izquierda a derecha. Lo último el ordenador.

TRATAMIENTO DE LOS DATOS

Tenemos el archivo en excel que nos han pasado del disquete.

Abrir el programa excel, darle a DATOS, Importar desde texto, buscas el archivo que quieres abrir y por último seleccionas IMPORTAR.

Elegir la opción delimitado, darle a SIGUIENTE.

Poner delimitación: marcar tabulación y la opción de cómo estén separados los números (coma, punto...) para que el programa lo reconozca.

En el texto poner general y pinchar en FINALIZAR.

Ahora te salen los datos y no sabemos que es cada cosa:
La primera columna es siempre la Temperatura.

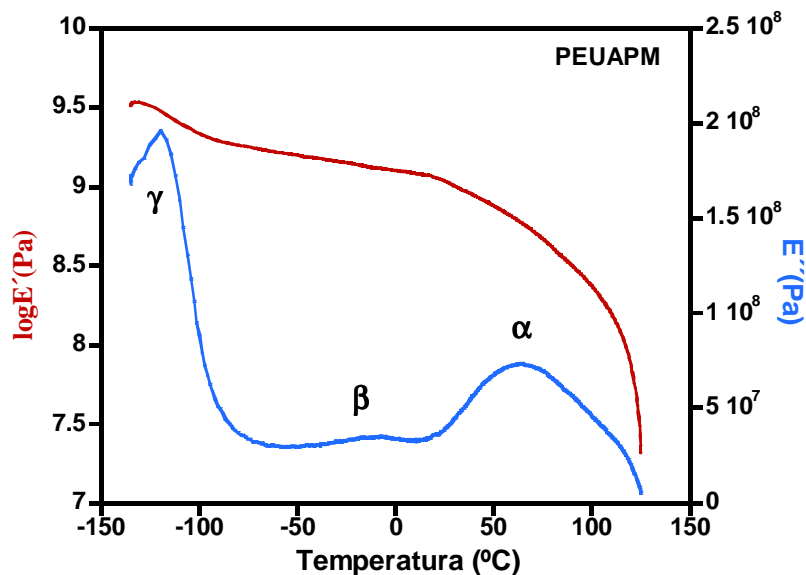
Lo primero que hacemos es separar las diferentes columnas que te salen: esto se hace colocandote donde termina una columna y dandole a INSERTAR.

Salen por tanto en una fila 3 divisiones: Log E', Tan d, Desplazamiento (μm)

Para ordenar las columnas:

T ^a	Log E' (Frec)	E' (Fre)	Tg d (fre)	E'' (fre)	Desplazam

Por último se realizan las graficas:



TAPAR LA BOTELLA DE NITRÓGENO

Primero hay que abrir la llave amarilla que tiene una tubería de goma para que salga el poco Nitrógeno que quede.

Después hay que soltar la mordaza y quitarla.

Lo último es sacar la caña, hay que hacerlo con cuidado y verticalmente para evitar que unos hierros que hay en los tubos metálicos se atasquen con el orificio de arriba de la botella de nitrógeno.

Poner el tape metálico que está en el último cajón, primero hay que poner la goma, después el tape y lo último la mordaza y apretarla bien.