التجربة 2 : التحليل الحراري الكتلي (TG)

هي تقنية تعتمد على قياس التغير في الكتلة بدلالة الزمن و درجة الحرارة تحت ظروف ترموديناميكية معلومة (ضغط و غاز) و هناك ثلاث طرق تجريبية معروفة هي:

1. التحليل الحراري بثبوت درجة الحرارة (ايزوتارمي isotherme). نقيس التغير في الكتلة للمادة بدلالة الزمن بثبوت درجة الحرارة
2. التحليل الحراري بتغير درجة الحرارة (لا ايزوتارمي non isotherme) نقيس التغير في الكتلة للعينة بدلالة الزمن بتغير درجة الحرارة بسرع تسخين ثابتة
3. التحليل الحراري الشبه ايزوتارمي (quasi-isotherme). نقيس التغير في الكتلة للعينة بدلالة الزمن بثبوت درجة الحرارة عندما يكون هناك تغير في الكتلة و عندما لا يكون هناك أي تغير في الكتلة نغير في درجة الحرارة

و من بين تطبيقات التحليل الحراري الكتلي نذكر ما يلي:

1. دراسة تآكل المواد باختلاف الظروف الترموديناميكية (الرطوبة-درجة الحرارة-الضغط-الغاز المحيط بالعينة-الزمن)
2. تحديد درجة حرارة التبخر أو التسامي للمواد
3. دراسة امتصاصية المواد
4. دراسة هدرتة و كلسنة المواد العضوية و غير العضوية
5. دراسة احتراق المواد بدلالة درجة الحرارة

II- الهدف من التجربة :

- معرفة التغير في الكتلة بدلالة درجة الحرارة
- معرفة كيفية تحديد درجة حرارة بداية ونهاية التغير في الكتلة
- معرفة كيفية تحديد درجة حرارة التغير في الكتلة

III-الجانب النظري:

التحليل الحراري هي طريقة نقوم من خلالها بمراقبة (قياس) التغيرات في إحدى القيم الفيزيائية (كتلة-درجة حرارة-طاقة-طول...) للعينة مقارنة بعينة معيارية بتغير الظروف الترموديناميكية و بمعرفة كيفية و

قيمة الزيادة او النقصان في هذه الثوابت يمكن لنا معرفة كثير من الثوابت الفيزيائية للمواد منها معامل التمدد الطولي و السعة الحرارية و التحولات الطورية...، و للتحليل الحراري أجهزة متعددة نذكر منها:

- جهاز التحليل الحراري الكتلي (TG)
- جهازالتحليل الحراري التفاضلي (DTA)
- جهازالمسح المسعري التفاضلي (DSC)
- جهاز التمدد الطولي الحراري التفاضلي (DL)
- جهاز الأشعة تحت الحمراء المزود بفرن (FTIR)
- جهاز حيود الاشعة السينية المزود بفرن (RX)....

III- 1 الجهاز المستعمل :

الجهاز المستعمل هو جهاز التحليل الحراري الكتلي وهو أحد اجهزة التحليل الحراري وهو يتكون من:

وحدة الفرن: والذي يعتبر المصدر الحراري حيث تصل درجة حرارته القصوى الى 1600°C

وحدة الميزان: ميزان الكتروميكانيكي عالي الدقة و الحساسية.

وحدة حجرة التفاعل: يتم فيها حدوث التفاعل في ظروف محددة و معلومة من ضغط و غاز و درجة حرارة.

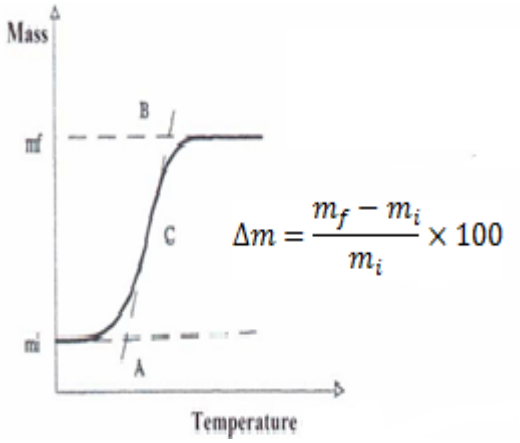
وحدة التبريد: و نستعمل الماء في الحفاظ على ما يحيط بالجهاز من دارات كهربائية .

قارورة غاز خامل: نستعمل الغاز الخامل في التجربة لتوحيد الظروف الترموديناميكية و بالتالي تسهل عملية المقارنة بين مختلف الباحثين

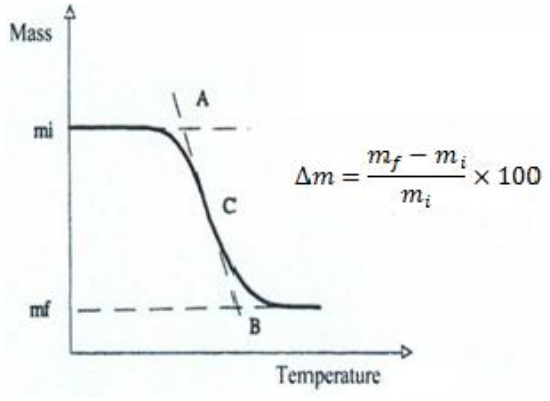
وحدة التحكم: جهاز كمبيوتر مزود ببرنامج مختص في التحولات الطورية

III -2 ألية التحليل :

عند التسخين يحدث تغير في الكتلة (زيادة أو نقصان) حيث كل تغير في الكتلة يوافق وجود تحول طوري لذا تعتمد تقنية التحليل الحراري الكتلي على قياس كتلة النموذج باستمرار كلما ارتفعت درجة الحرارة حيث يستعمل لذلك ميزان موجود في حجرة حامل العينة بعدها يسجل التغير في الكتلة كدالة لدرجة الحرارة $\Delta m = f(T)$.

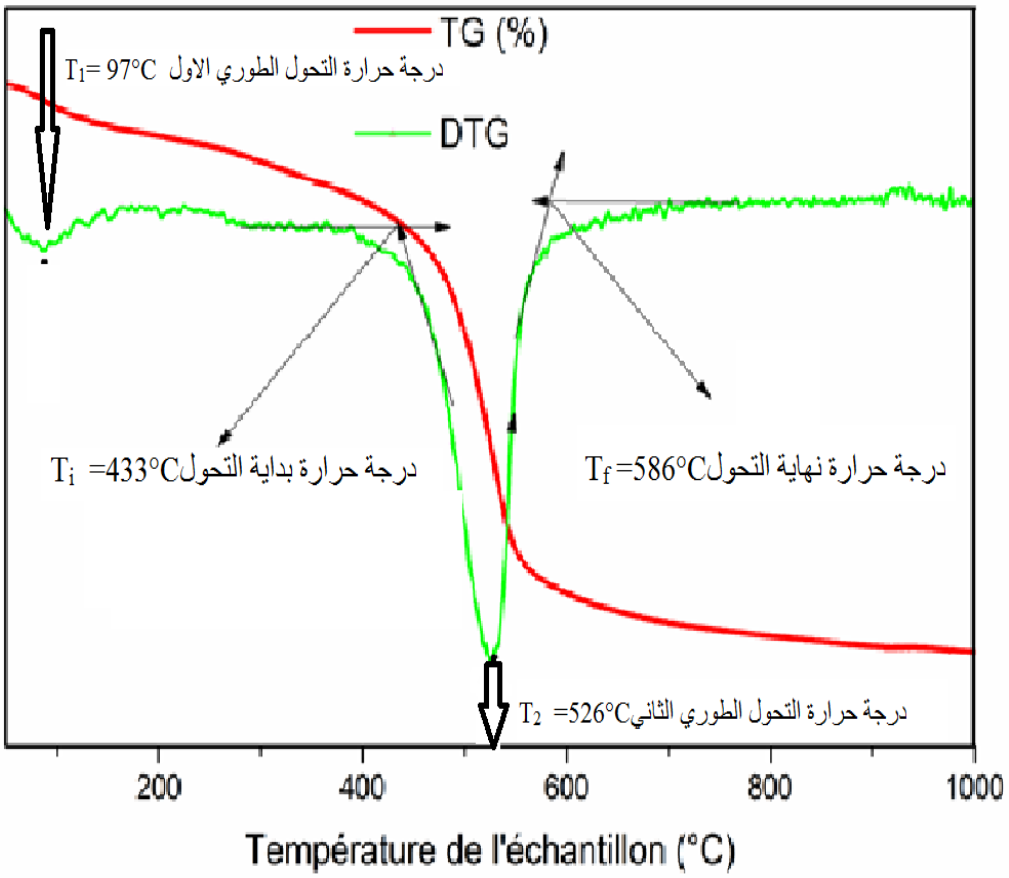


الزيادة في الكتلة



النقصان في الكتلة

من أجل معرفة درجة حرارة التحولات الطورية بتقنية (TG) نشتق منحني التغير في الكتلة بالنسبة لدرجة الحرارة حيث كل تغير في الكتلة توافقه قيمة حدية في منحني المشتقة (DTG) ودرجة حرارة التحول الطوري هي درجة حرارة القيمة الحدية في منحني المشتقة أما درجة حرارة بداية ونهاية التحول الطوري فهي تحدد بطريقة المماسات كما هو مبين في الشكل التالي



III-3 ما يمكن معرفته من أجهزة التحليل الحراري :

الخاصية المحسوبة	DTA	DSC	TG	DIL
التغير في الكتلة			X	
درجة حرارة بداية ونهاية التحول الطوري	X	X	X	X
التبلور	X	X		
السعة الحرارية		X		
معامل التمدد الطولي				X
طاقة التنشيط	X	X	X	X
تحديد التحولات الطورية	X	X	X	X

الجانب العملي:

قبل البدء في التجربة يجب القيام بالخطوات التالية :

1. تشغيل جهاز التبريد
2. التأكد من توصيل جهاز التحليل الحراري الكتلي بجهاز التبريد
3. فتح قارورة غاز الأرغون
4. وزن العينة المراد معالجتها حراريا بواسطة ميزان كهرو ميكانيكي ثم وضعها في البوتقة الخاصة بيها
5. وضع البوتقة التي تحتوي على العينة في وحدة حامل العينة
6. إغلاق وحدة الفرن المتحرك
7. فتح برنامج التحكم على الحاسوب من اجل ادخال معلومات التجربة (إسم التجربة ، سرعة التسخين ، كتلة العينة ، كمية غاز الأرغون ودرجة الحرارة المراد الوصول اليها ....)

ثم الضغط على زر أبدا وبهذا تبدأ القياسات ونحصل على منحني تسجل فيه التغيرات في الكتلة كدالة لدرجة الحرارة.

الأسئلة:

1 - أذكر بعض اجهزة التحليل الحراري .

2 - أذكر بعض الثوابت الفزيائية التي يمكن استنتاجها من تجارب التحليل الحراري

3 - في تقنية (TG) لماذا يجب علينا رسم $\frac{\Delta m}{m_0} \times 100$ بدلالة T وليس Δm بدلالة T ؟

4 - أذكر بعض حالات النقصان في الكتلة للمواد؟

5 - أذكر بعض حالات الزيادة في الكتلة للمواد؟

6 - هل يمكننا استنتاج كل التحولات الطورية انطلاقا من تقنية التحليل الحراري الكتلي ؟

7- صف جهاز التحليل الحراري الكتلي ؟

8- صف كل مراحل إجراء تجربة التحليل الحراري الكتلي؟

9- للنتائج المتحصل عليها اجب على ما يلي :

1. مثل تغير النقصان في الكتلة بدلالة درجة الحرارة
2. مثل مشتق تغير النقصان في الكتلة بدلالة درجة الحرارة
3. مثل منحنى النسبة المئوية لتغير الكتلة بدلالة درجة الحرارة
4. مثل منحنى مشتق النسبة المئوية لتغير الكتلة بدلالة درجة الحرارة
5. بين كل التحولات الطورية الممكن استنتاجها ؟
6. ماهي النسبة المئوية لماء الرطوبة والماء الداخل في التكوين ؟
7. ماهي درجة حرارة التحولات الكتلية التي تم استنتاجها ؟
8. حدد درجة حرارة بداية ونهاية كل تغير كتلي ؟
9. ما هي قيمة النقصان في الكتلة؟
10. قارن ما وجدته مع القيمة النظرية و ماذا تستنتج؟