

المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

نظرة عامة

يقوم جهاز المسح الحراري التفاضلي (DSC) بتحديد درجة الحرارة وتدفق الحرارة المرتبطين بالتحويلات المادية كدالة للزمن ودرجة الحرارة. كما يوفر بيانات كمية ونوعية حول العمليات الماصة للحرارة (الامتصاص الحراري) والطاردة للحرارة (انبعاث الحرارة) التي تحدث أثناء التحويلات الفيزيائية الناتجة عن تغيرات الطور أو الانصهار أو الأكسدة، أو غيرها من التغيرات الحرارية. تُساعد هذه المعلومات الباحث أو المهندس في تحديد خصائص المعالجة والأداء النهائي للمواد. يعمل جهاز DSC بالتكامل مع وحدة تحكم وبرمجيات مرافقة لتكوين نظام تحليل حراري متكامل. أما وحدة التحكم فهي حاسوب يقوم بالوظائف التالية:

- توفير واجهة تفاعلية بين المستخدم وأجهزة التحليل.
- تمكين المستخدم من إعداد التجارب وإدخال الثوابت.
- تخزين البيانات التجريبية.
- تشغيل برامج تحليل البيانات.

مكونات نظام DSC

يتكوّن نظام DSC الوظيفي من ثلاثة مكونات رئيسية: الجهاز نفسه الذي يحتوي على الإلكترونيات الأساسية للنظام، والخلية التي تراقب فرق تدفق الحرارة ودرجة الحرارة، ووحدة تبريد يختلف نوعها باختلاف نطاق درجات الحرارة المطلوب في التجارب.

خلية جهاز DSC

في جهاز DSC من نوع تدفق الحرارة (Heat Flux DSC)، توضع عينة المادة داخل وعاء محكم، إلى جانب وعاء مرجعي فارغ، فوق قرص حراري كهربائي محاط بفرن. وعند تغيير درجة حرارة الفرن (عادةً بالتسخين بمعدل خطي ثابت)، تنتقل الحرارة إلى كل من العينة والمرجع عبر القرص الحراري الكهربائي. يتم قياس فرق تدفق الحرارة بين العينة والمرجع بواسطة مجسات حرارية (Thermocouples) باستخدام المكافئ الحراري لقانون أوم.

$$q = \frac{\Delta T}{R}$$

where:

q = sample heat flow

ΔT = temperature difference between sample and reference

R = resistance of the thermoelectric disk

إلا أن هذه العلاقة البسيطة لا تأخذ في الاعتبار تدفقات الحرارة الطفيلية داخل المستشعر أو بين المستشعر ووعاء العينة.

وقد صُممت أجهزة DSC من سلسلة Q التابعة لشركة TA Instruments خصيصًا لتعويض هذه التدفقات الحرارية الجانبية.

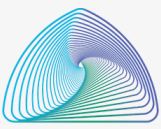
يتكوّن مستشعر الخلية من جسم مصنوع من سبيكة كونستانتان (Constantan) يحتوي على منطتين مرتفعتين منفصلتين لوضع العينة والمرجع.

ترتبط هذه المنصات بكتلة التسخين (القاعدة) عبر أنابيب رقيقة الجدران تعمل كمقاومات حرارية بين المنصات والقاعدة.

تقيس حساسات المساحة (الثرموكبلات) المثبتة أسفل كل منصة درجة حرارة العينة والمرجع، بينما يقوم ثرموكبل ثالث بقياس درجة الحرارة عند القاعدة.

توضح المعادلة أدناه نموذج الشبكة الحرارية التي تمثل هذا الترتيب في الخلية، ويُعبّر عنها بمعادلة تدفق الحرارة الناتجة، والتي تصف تصميم الخلية المعروف باسم خلية Tzero™.





المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

خلية جهاز DSC

$$q = - \frac{\Delta T}{R_r} + \Delta T_0 \left(\frac{R_r - R_s}{R_r R_s} \right) + (C_r - C_s) \frac{dT_s}{dt} - C_r \frac{d\Delta T}{dt}$$

where:

ΔT = measured sample temperature (T_s) minus measured reference temperature (T_r)

ΔT_0 = measured base temperature of sensor minus measured sample temperature ($T_0 - T_s$)

T_0 = temperature for control

R_r = reference sensor thermal resistance

R_s = sample sensor thermal resistance

C_r = reference sensor heat capacity

C_s = sample sensor heat capacity

يمثل الحد الأول في هذه المعادلة المكافئ للتعبير التقليدي لتدفق الحرارة في أجهزة DSC ذات الحد المفرد.

أما الحدان الثاني والثالث فيأخذان في الاعتبار الاختلافات بين مقاومات وسعات العينة والمرجع على التوالي، ويكون تأثيرهما الأكبر في المناطق من المنحنى الحراري التي تكون فيها السعة الحرارية للعينة هي المساهم الرئيسي في تدفق الحرارة.

بينما يمثل الحد الرابع الفرق في معدل التسخين بين العينة والمرجع، ويكون تأثيره الأوضح أثناء العمليات الإنتالبية مثل الانصهار.

ويمكن تعديل هذه المعادلة لاحقًا لتشمل تأثيرات تدفق الحرارة الناتج عن الأوعية (pans).

توفر أجهزة Q2000 و Q1000 قياسات تدفق الحرارة من النوعين T1 و T4، بالإضافة إلى تدفق حراري ثالث يُرمز إليه بـ "T4P"، والذي يأخذ في الحسبان تأثيرات الأوعية الحرارية.

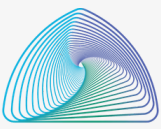
نظام التبريد المبرّد (RCS)

يتكوّن نظام RCS 90 (كما هو موضح في الشكل) من نظام تبريد انضغاطي بخاري مزدوج المراحل (Cascade System) مزوّد برأس تبريد متصل.

يمكن استخدام RCS 90 لإجراء التجارب التي تتطلب التبريد ضمن نطاق تشغيل يتراوح بين -90°م إلى 550°م.

ويعتمد أقصى معدل للتبريد على نطاق درجة الحرارة المستخدم في التجربة.





المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

تحتوي أجهزة DSC Q2000 على شاشة عرض ولوحة مفاتيح مدمجة تعمل باللمس للتحكم المحلي من قبل المشغل. تتغير وظائف الشاشة حسب القائمة التي يتم استخدامها، ويصف هذا القسم التخطيط الأساسي لهذه الوظائف بشكل مختصر. يُعرض في الشريط العلوي للشاشة حالة الجهاز الحالية، والتجربة المحددة، ودرجة الحرارة. أما في الجزء السفلي من الشاشة، فتوجد مجموعة من الأزرار الأساسية التي تُستخدم للتحكم في الوظائف الرئيسية للجهاز، كما هو موضح في الجدول أدناه. تختلف الوظائف في منتصف الشاشة وفقًا للقائمة أو الوضع المعروض حاليًا.



شاشة اللمس لجهاز DSC Q2000

مفاتيح الوظائف الأساسية

الوصف

اسم المفتاح

أبدأ التجربة. تؤدي هذه الوظيفة نفس دور زر Start في برنامج التحكم بالجهاز. يقوم الجهاز تلقائيًا بتحميل وعاء العينة وإغلاق الفرن (إن لزم الأمر) قبل بدء التجربة

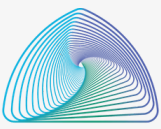
Start

عند تشغيل التجربة، يقوم هذا المفتاح بإنهاء الطريقة بشكل طبيعي كما لو أنها اكتملت: أي يتم تطبيق شروط نهاية الطريقة ويتم حفظ البيانات الناتجة. تؤدي هذه الوظيفة نفس دور زر Stop في برنامج التحكم بالجهاز. أما عند عدم تشغيل التجربة (عندما يكون الجهاز في وضع الاستعداد أو في نهاية الطريقة)، فإن مفتاح Stop سيقوم بإيقاف أي نشاط جارٍ مثل التبريد الهوائي أو أي حركة ميكانيكية أخرى. وفي حال كانت سلسلة التشغيل عبر الـ Autosampler قيد التنفيذ، فإن الضغط على Stop سيؤدي إلى إيقاف التشغيل بالكامل.

Stop

يعرض هذا المفتاح قائمة بوظائف أوامر التحكم، والتي تُستخدم للتحكم في عمليات الجهاز مثل تحريك الفرن، تحميل أو تفريغ العينة، عملية المعايرة (Tare) وغيرها. يمكن اختيار الأوامر من خلال الرموز الظاهرة على الشاشة أو من القائمة المنسدلة. بعد اختيار الأمر المطلوب، اضغط Apply (تطبيق) لتنفيذ العملية. راجع الصفحة التالية لمزيد من التفاصيل حول هذه الشاشة.

Control



المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

الوصف	اسم المفتاح
يصل إلى شاشة العرض التي تُظهر الإشارات الصادرة من الجهاز مثل عرض الإشارات، المخطط الزمني الفوري (Real-Time Plot)، ومعلومات الجهاز وغيرها.	Display
يعرض وظائف المعايرة المتاحة لهذا الجهاز مثل معايرة أداة أخذ العينات التلقائية (Autosampler) ومعايرة شاشة للمس، والتي يمكن الوصول إليها باستخدام هذا المفتاح.	Calibrate

مفاتيح الوظائف الأساسية

يتم الوصول إلى قائمة التحكم (Control Menu) (انظر الشكل) عن طريق لمس مفتاح Control الموجود في أسفل شاشة للمس. يُقدّم في الجدول أدناه وصف موجز لكل أمر تحكم متاح ضمن هذه القائمة.

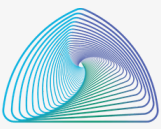


اختر الوظيفة المطلوبة إما من القائمة المنسدلة لأوامر التحكم أو من خلال الضغط على الأيقونة المقابلة لها، ثم اضغط Apply (تطبيق) لبدء تنفيذ العملية.

قائمة التحكم

الوصف	أمر التحكم
يبدّل بين فتح وإغلاق الغطاء الآلي (AutoLid) للخلية.	LID OPEN/CLOSED
يمسح جميع الأوامر، ويطلب من الوحدة تحديد جميع مواقع البداية (Home Positions)، ويُعيد أداة أخذ العينات التلقائية (Autosampler) إلى وضع الركن (Park Position). كما يوجّه Autosampler إلى إلغاء تدخّر مواقع الغطاء ووعاء العينة الحالية.	RESET AUTOSAMPLER





جامعة طيبة
TAIBAH UNIVERSITY
كلية العلوم
قسم الفيزياء



إعداد وتصميم
أيمن الرحيلي

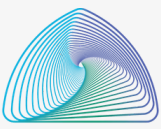
جهاز

المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

قائمة التحكم

الوصف	أمر التحكم
يفرغ وعاء العينة من الخلية إلى صينية أداة أخذ العينات التلقائية (Autosampler Tray) أو إلى سلة النفايات.	UNLOAD
يحمل وعاء العينة المحدد من صينية أداة أخذ العينات التلقائية (Autosampler Tray) إلى الخلية.	LOAD
يفرغ وعاء المرجع من الخلية إلى صينية أداة أخذ العينات التلقائية (Autosampler Tray) أو إلى سلة النفايات.	UNLOAD REFERENCE
يبدل بين غاز التطهير رقم 1 (Gas #1) وغاز التطهير رقم 2 (Gas #2).	SWITCH GAS
يبدل بين تشغيل وإيقاف وظيفة التبريد الهوائي (Air Cool)، وهي نفس وظيفة Air Cool الموجودة في برنامج التحكم بالجهاز.	AIR COOL
يرسل صينية أداة أخذ العينات التلقائية إلى وضع الركن (Park Position)، وهو واقع إلى اليمين وأسفل موضع البداية (Home Position).	PARK AUTOSAMPLER
عند استخدام نظام RCS أو LNCS، يقوم هذا الخيار بالتبريد إلى درجة حرارة الاستعداد (Standby Temperature) المحددة في برنامج التحكم بالجهاز.	GO TO STANDBY TEMPERATURE





المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

قائمة التحكم

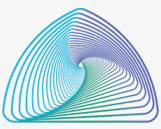
الوصف	أمر التحكم
يقوم تلقائيًا بعمل نظام LNCS بالنيروجين السائل من خزان التخزين عندما لا تكون هناك تجربة قيد التشغيل.	LNCS
يبدّل نظام التبريد المبرّد (RCS) بين التشغيل والإيقاف وفقًا لحالته عند الضغط على المفتاح.	RCS
يعيد ضبط معلومات الجهاز المحفوظة ويقوم بإعادة تشغيل الجهاز.	RESET SAVED PARAMETERS
يقوم بإيقاف تشغيل الجهاز وإعادة تشغيله (إعادة ضبطه).	SHUTDOWN

خيارات شاشة Display

يتم الوصول إلى خيارات شاشة العرض (Display Options) عن طريق لمس مفتاح Display الموجود في أسفل شاشة اللمس. تظهر المفاتيح الموضحة في الشكل إلى اليمين.

يقدم في الجدول أدناه وصف موجز لوظيفة كل مفتاح من هذه المفاتيح.





جامعة طيبة
TAIBAH UNIVERSITY
كلية العلوم
قسم الفيزياء



إعداد وتصميم
أيمن الرحيلي

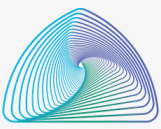
جهاز

المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

خيارات شاشة
Display

الوصف	اسم المفتاح
يصل إلى الطريقة التجريبية (Experimental Method) التي يتم استخدامها حاليًا في هذه التجربة.	SEGMENTS
يعرض معلومات الجهاز مثل إصدار البرنامج، والخيارات المثبتة، وعنوان الـIP.	INFORMATION
يعرض الإشارات الثلاث الرئيسية التي تُظهر الحالة الحالية للتجربة.	STATUS
يعرض بيانات الإشارات الفورية (Real-Time Signals) التي تصل مباشرة من الجهاز. ويمكن تخصيص الإشارات المعروضة من خلال برنامج التحكم بالجهاز عبر المسار: Tools → Instrument Preferences.	SIGNALS
يعرض مخططًا زمنيًا للبيانات (Time-Based Plot) أثناء استقبالها من الجهاز خلال التجارب.	PLOT
يتيح لك اختيار شاشة توقف (Screen Saver) لشاشة اللمس.	SCREEN SAVER
يُعيدك إلى النافذة الرئيسية (الافتتاحية).	HOME





جامعة طيبة
TAIBAH UNIVERSITY
كلية العلوم
قسم الفيزياء

إعداد وتصميم
أيمن الرحيلي

جهاز



المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

تتوفر عدة أجهزة إضافية من شركة TA Instruments لاستخدامها مع جهاز DSC, ويُقدّم فيما يلي وصف موجز لكل منها. للمزيد من المعلومات, يُرجى الرجوع إلى الوثائق الإلكترونية المتاحة عبر الإنترنت.

الخيارات والملحقات

يُستخدم مكبس تغليف العينات Tzero من سلسلة Q التابعة لشركة TA Instruments لتحضير العينات المغلّفة من أجل تجارب DSC. ويأتي المكبس مزوّدًا بمجموعة قوالب (Die Sets) لكل من الإغلاق المحكم (Hermetic) وغير المحكم (Non-Hermetic). تحتوي الوثائق الإلكترونية على تفاصيل إضافية حول كيفية استخدام هذا الملحق.

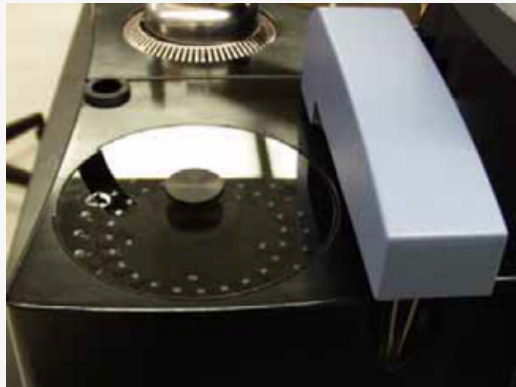


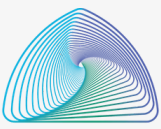
(1) مكبس تغليف العينات Tzero Sample Encapsulating Press

تُعد أداة أخذ العينات التلقائية (DSC Autosampler), والمعروفة أيضًا باسم Auto DSC, مكوّنًا أساسيًا في أجهزة DSC Q2000 و Q1000 من شركة TA Instruments, كما تتوفر كملحق اختياري لأجهزة DSC Q200 و Q100 و Q20.

تُعد هذه الأداة جهازًا آليًا رباعي المحاور يقوم بتحميل وتفريغ أوعية العينة والمرجع تلقائيًا من وإلى خلية القياس في جهاز DSC. وبعد أن يقوم الـ Autosampler بتحميل الأوعية وتغطية الخلية, يتولى نظام التحكم تشغيل التجارب الحرارية المبرمجة مسبقًا. وعند اكتمال التجربة, يقوم الجهاز بكشف الغطاء عن الخلية, ثم يقوم الـ Autosampler بتفريغ الأوعية تلقائيًا. يمكن برمجة هذه العملية لتنفيذ ما يصل إلى 50 تجربة متتالية دون إشراف مباشر.

(2) أداة أخذ العينات التلقائية DSC Autosampler





المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

يستخدم ملحق التحليل الحراري الضوئي (Photocalorimeter Accessory - PCA) مع أجهزة DSC Q2000 و Q1000 و Q200 و Q100 من شركة TA Instruments. يتيح هذا الملحق تعريض العينات داخل خلية جهاز DSC إلى ضوء الأشعة فوق البنفسجية أو الضوء المرئي. عند تفاعل العينات (وغالبًا ما تكون بوليمرات ضوئية) مع الضوء، يتم إطلاق حرارة نتيجة حدوث تفاعل طارد للحرارة (Exothermic Reaction). يُقاس هذا الانبعاث الحراري ويُستخدم في دراسة النشاط النسبي و/أو الحركية (Kinetics) الخاصة بالتفاعل. تتميز هذه التفاعلات بأنها سريعة جدًا، حيث يمكن الحصول على النتائج عادةً خلال أقل من 15 دقيقة.



(3) ملحق التحليل الحراري الضوئي (Photocalorimeter Accessory - PCA)

تُعد خلية الضغط لجهاز DSC (Pressure DSC - PDSC) خلية DSC مغلّفة داخل أسطوانة فولاذية يمكن ضغطها حتى 7 ميغاباسكال (7000 psi). وبالإضافة إلى قيامها بنفس القياسات التي تُجريها خلايا DSC العادية، يمكنها العمل تحت ضغط مرتفع أو في حالة تفريغ (فراغ). تُتيح هذه القدرة على تغيير الضغط إلى جانب درجة الحرارة ما يلي:

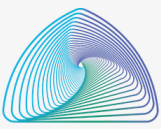
- فصل القمم المتداخلة في المنحنيات الحرارية.
- تحديد حرارة التبخر وضغط البخار.
- قياس معدلات التفاعل في أجواء مضبوطة.
- دراسة التفاعلات الحساسة للضغط.

تحتوي خلية الضغط على صمامي تحكم في تدفق الغاز وصمام ثلاثي الاتجاهات، ومقياس ضغط، وصمام تحرير الضغط، بالإضافة إلى منافذ توصيل الغاز على الجانب. كما تحتوي الخلية على محوّل ضغط (Pressure Transducer) يقوم بقياس ضغط العينة الفعلي بشكل مستمر وتخزينه في ملف البيانات. تُعد هذه الخلية اختيارية لأجهزة Q2000 و Q1000، بينما تأتي كخيار قياسي في جهازي Q20P و Q10P.



(4) خلية الضغط لجهاز DSC Pressure Cell





المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

إجراءات التشغيل

الخطوة 1 – الإعداد والتحضير البيئي

تأكد من أن درجة حرارة المختبر مستقرة بين 20 و25 درجة مئوية.
قم بتوصيل أسطوانة الغاز الخامل واضبط معدل التدفق على 50 مل/دقيقة.
شغل الجهاز ووحدة التحكم وانتظر حتى تظهر الحالة Ready (جاهز).
استخدم وظيفة Purge من قائمة Control لإزالة أي رطوبة متبقية داخل النظام.

الخطوة 2 – تحضير العينة

زن 5-10 ملغ من عينة نظيفة وجافة ومتجانسة.
ضع العينة في وعاء من الألمنيوم وأغلقه باستخدام غطاء محكم (Hermetic Lid) للعينات المتطايرة أو الحساسة للرطوبة.
استخدم وعاءًا فارغًا مماثلًا كمرجع في التجربة.

الخطوة 3 – تحميل الأوعية

ادخل إلى قائمة Load → Control لوضع وعاء العينة والوعاء المرجعي داخل الفرن.
تأكد من أن غطاء الفرن مغلق تمامًا قبل بدء التشغيل.

الخطوة 4 – إعداد الطريقة (Method Setup)

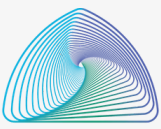
في برنامج التحكم بالجهاز، أنشئ طريقة جديدة (New Method) تتضمن ما يلي:

- نطاق درجة الحرارة (مثلًا من 25 إلى 300 درجة مئوية).
- معدل التسخين (مثلًا 10 درجات مئوية/دقيقة).
- مقاطع التثبيت الحراري (Isothermal Segments) إذا لزم الأمر.
- احفظ ملف الطريقة ليكون جاهزًا للتنفيذ لاحقًا.

الخطوة 5 – إجراءات المعايرة

المعايرة الأساسية (Baseline Calibration):
شغل الجهاز باستخدام وعاءين فارغين لتصحيح إشارة الخلفية الحرارية.
معايرة الإنديوم (Indium Calibration):
شغل عينة قياسية من الإنديوم (5-10 ملغ) ضمن مدى حراري من 30 إلى 200 درجة مئوية بمعدل تسخين 10 درجات مئوية/دقيقة تحت غاز النيتروجين.
نتائج القبول:
• درجة الانصهار $(T_m) = 156.6 \pm 0.5$ م°
• الإنثالبي $(\Delta H) = 28.45 \pm 2\%$ جول/غرام





المسح الحراري التفاضلي DSC Q2000

الخطوة 6 – تشغيل التجربة

اضغط على زر Start من شاشة اللمس أو من واجهة البرنامج لبدء التجربة. راقب إشارات تدفق الحرارة (Heat Flow) ودرجة الحرارة (Temperature) وتدفق الغاز (Gas Flow) من خلال المسار:
Display → Signals.
بعد اكتمال الطريقة، يقوم الجهاز بحفظ مجموعة البيانات تلقائيًا ويعود إلى حالة الاستعداد (Standby).

الخطوة 7 – تحليل البيانات

استخدم برنامج TA TRIOS أو Universal Analysis لتحليل النتائج وتحديد ما يلي:

- درجة الانتقال الزجاجي (Tg): تُستخلص من نقطة الانعطاف في خط الأساس.
- درجة الانصهار (Tm): تُحدد من قمة الامتصاص الحراري (Endothermic Peak).
- درجة التبلور (Tc): تُحدد من قمة الانبعاث الحراري (Exothermic Peak).
- الإنثالبي (ΔH): يُحسب من المساحة المتكاملة أسفل كل قمة (بوحدة جول/غرام).

الخطوة 8 – إيقاف التشغيل والتنظيف

استخدم زر Stop لإنهاء الطريقة وحفظ البيانات بأمان. انتظر حتى تنخفض درجة حرارة الفرن إلى أقل من 40 °م، ثم أزل الأوعية باستخدام ملقط خاص لتجنب التلف. قم بتنظيف الخلية باستخدام مناديل خالية من الألياف (Lint-Free Wipes)، ثم خفّض تدفق الغاز إلى وضع الاستعداد (Standby Mode) للحفاظ على الجهاز.

إرشادات السلامة أثناء استخدام جهاز DSC

1. تأكد من وجود تهوية جيدة في المختبر قبل التشغيل.
2. استخدم غازات خاملة وجافة فقط (مثل النيتروجين أو الأرجون).
3. تجنب لمس الأجزاء الساخنة في الخلية أو الغطاء بعد التشغيل.
4. استخدم قفازات وملقطًا حراريًا عند التعامل مع الأوعية الساخنة.
5. لا تفتح الغطاء حتى تبرد الخلية إلى أقل من 40 °م.
6. لا تستخدم عينات قابلة للاشتعال أو الانفجار أو ذات تطاير عالٍ.
7. تأكد من عدم وجود تسريبات غازية قبل تشغيل الجهاز.
8. حافظ على نظافة الأوعية والخلية لتجنب تراكم البقايا أو تلوث العينات.
9. افصل الجهاز عند الصيانة أو في حال حدوث أي خلل كهربائي.
10. اتبع دائمًا تعليمات الشركة المصنعة (TA Instruments) الخاصة بالنموذج المستخدم.

