الفصل الرابع

الاختبارات الحرارية
Thermaltesting

(٤,١) مقدمة

يشمل التحليل الحراري عدة اختبارات يتم فيها قياس استجابة العينات للوقت والحرارة عندما تتعرض إلى تغير مبرمج للحرارة. و يوجد هناك عدة اختبارات يمكن إدراجها تحت مسمى التحليل الحراري. يعد معدل التسخين أو التبريد ودرجة حرارة انصهار البلورات ودرجة حرارة التحلل من المواضيع و النقاط الهامة التي تؤخذ بعين الاعتبار. وتعد درجة حرارة الانصهار (T_M) ودرجة حرارة التبلور (T_C) ودرجة حرارة التحول الزجاجي (T_g) ومعامل التمدد والانكماش من الخواص الحرارية الهامة. ويمكن قياس هذه الخواص بالاختبارات التالية :-

- المسح التفاضلي المسعري (DSC).
- التحليل الحراري الوزني (TGA).
- التحليل الحراري الميكانيكي (TMA).
- حرارة التشوه أو التشكل (HDT).

و يعد أيضاً معامل التمدد والانكماش والتوصيل الحراري خواص حرارية هامة بالنسبة إلى إنتاج اللدائن. وهناك اختبارات خاصة لتعيين هذه الخواص.

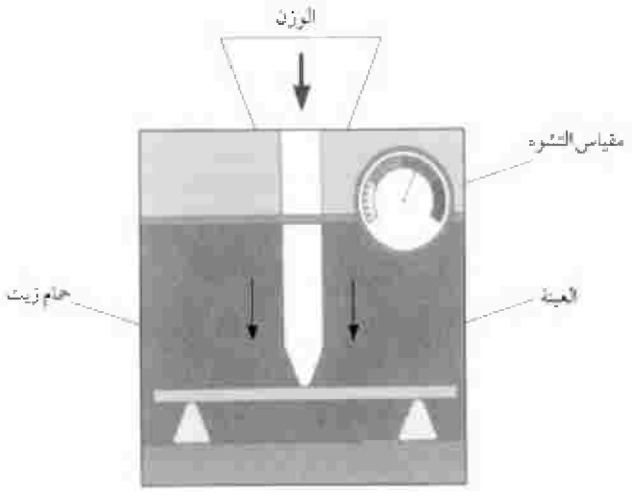
(٤,٢) اختبار التشوه الحراري (ASTM D648 ISO 75)

يعد اختبار تعيين حرارة التشكل أو التشوه (HDT) شبيهاً باختبار الثني ذي الثلاث نقاط. في هذا الاختبار يتم تعيين درجة الحرارة التي عندها تتشكل عينة ذات أبعاد معينة بدرجة تشكل محددة سابقاً وتحت تأثير وزن معروف، كما في الشكل رقم (٤,١). و أبعاد هذه العينة هي ٥٠,٨ مم X ٦,٣٥ مم. والتشكل الذي عنده تقاس درجة الحرارة هو ٠,٢٥ مم ويمكن تحميل العينة بنوعين من الأحمال إما ٠,٤٥٥ ميجا باسكال وإما ١,٨٢ ميجا باسكال.

وتستخدم درجة حرارة التشكل عادة لتعيين المقاومة الحرارية للدائن ولذا تعد درجة حرارة التشكل ذات أهمية بالنسبة إلى عمليات التشكيل الحراري ولتحديد حرارة قالب الصب.

لإجراء هذا الاختبار يتم تثبيت العينة على هيئة اختبار الثني ذي الثلاث نقاط على أن يكون البعد بين نقطتي التثبيت هو ١٠١,٤ مم. ويتم تحميل العينة على سُمكها وليس على عرضها بخلاف اختبار الثني.

وتوضع العينة المثبتة مع جهاز التثبيت في حمام من الزيت وعندها يتم تحميل العينة بالحمل المحدد سابقاً. ويتم تسخين حمام الزيت بمعدل ٢ °م/ دقيقة. ونتيجة للتسخين فإن العينة تلين وتبدأ في التشكل والانحناء. عندما يصل تشكل العينة عند منتصفها إلى ٠,٢٥ مم فإن درجة الحرارة هذه تسجل وتعتبر هي درجة حرارة التشكل.

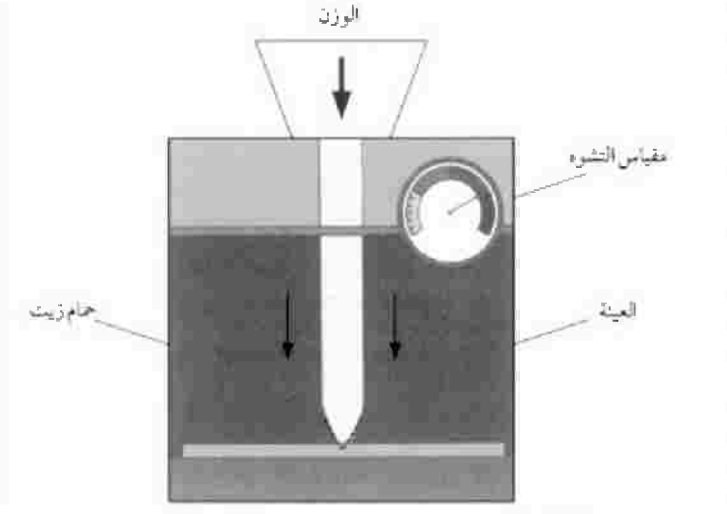


الشكل رقم (٤,١). اختبار حرارة التشكل.

(٤,٣) درجة حرارة ليونة فايكات (ASTM DI525 ISO 306)

درجة حرارة ليونة فايكات هي درجة الحرارة التي عندها تخترق إبرة ذات رأس مسطح العينة إلى مسافة ١ مم تحت تأثير حمل معين وعند معدل تسخين ٥٠ أو ١٢٠°م / دقيقة. هذا الاختبار مشابه لاختبار حرارة التشكل ولكن تطبيقاته محدودة. وهو يستخدم عامة كاختبار جودة أو في التصميم. الشكل رقم (٤,٢) يوضح رسما تمثيليا لهذا الاختبار.

لإجراء هذا الاختبار يتم وضع العينة مستوية في حمام من الزيت. ويكون سُمك العينة وعرضها مساوياً لـ ١٢,٧ مم و ٣,٠٥ مم على الأقل. وتستخدم أحمال مساوية لـ ١٠ نيوتن أو ٥٠ نيوتن على حسب طبيعة العينة حيث يتم تسخين العينة بمعدل ٥٠ أو ١٢٠ درجة مئوية لكل دقيقة. وتكون الإبرة ذات طرف مسطح غير حاد و مساحته ١ مم^{٢}. و عندما تخترق الإبرة العينة إلى مسافة ١ مم تسجل هذه الحرارة وتعد هي درجة حرارة ليونة فايكات.



الشكل رقم(٤,٢). اختبار درجة حرارة ليونة فايكات.

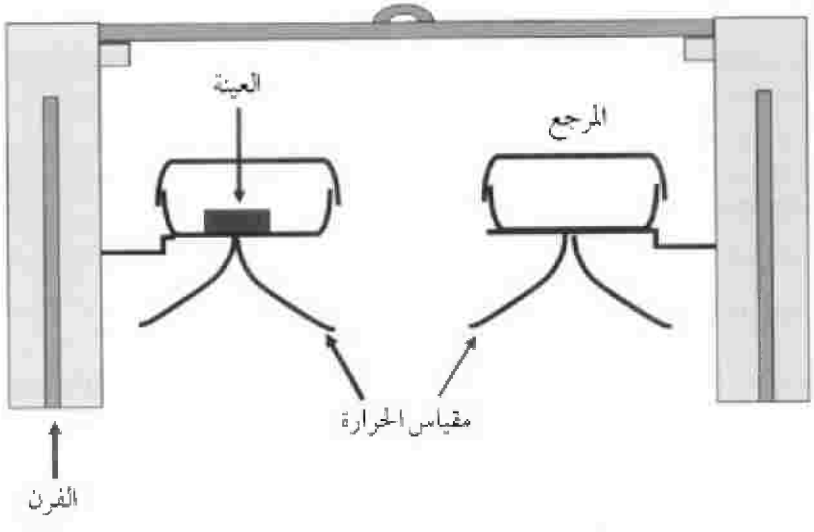
(٤,٤) المسح التفاضلي المسعري (ASTM D3417 , D 3428)

في هذا الاختبار يتم قياس كمية الحرارة المتدفقة ، أي التي تأخذها أو تخرجها العينة ، أثناء تغير حرارة العينة تبعاً لبرنامج معد سابقاً. و تتناسب كمية الحرارة المتدفقة مع الفرق في درجات الحرارة بين العينة وعينة مرجعية. فعندما تمر العينة بنقطة تحول مثل الانصهار أو التجمد فإن كمية الحرارة المتدفقة من العينة تتغير بدون أي تغير مصاحب في درجة حرارة العينة. ويظهر هذا التغير في التدفق الحراري كقمة في المنحنى الحراري.

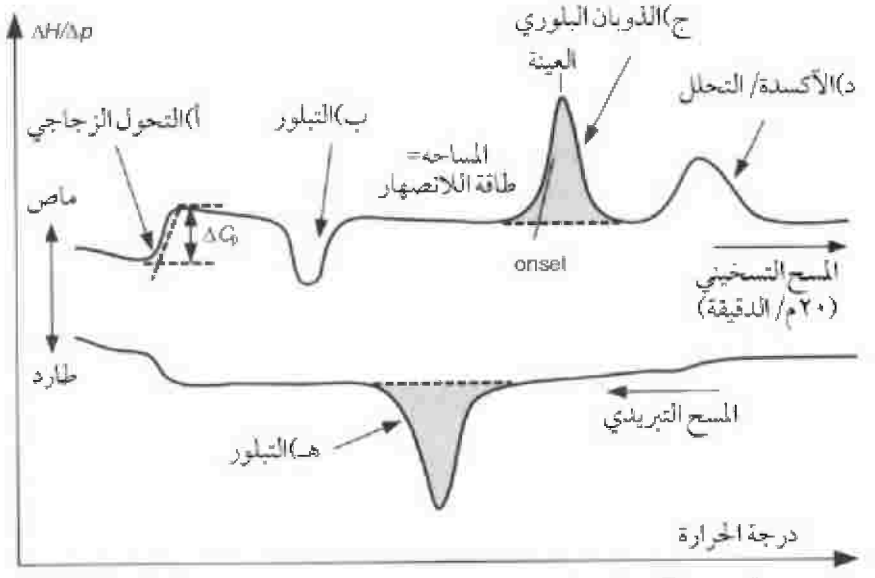
يتم وضع كمية صغيرة من العينة (عادة ٥ إلى ١٠ مجم) في بوتقة مغلقة وموصلة للحرارة. توضع العينة مع العينة المرجعية في فرن الجهاز كما هو موضح في الشكل رقم (٤,٣) .

و يتم إعداد الحرارة في الفرن للتسخين أو التبريد تبعاً لنظام معد سابقاً ويتم قياس الطاقة اللازمة لتسخين أو تبريد العينة. عند نقطة التحول تكون الطاقة اللازمة أكثر أو أقل تبعاً لطبيعة التحول إذا كان طارداً أو ماصاً للحرارة.

يوضح الشكل رقم(٤,٤) البيانات التي يمكن استنتاجها من هذا الاختبار. وكما هو موضح بالشكل فإن هناك معلومات مفيدة جداً يمكن استنتاجها من هذا الاختبار. الشكل رقم (٤,٤أ) يمثل تحولا ماصا للحرارة مثل نقطة التحول الزجاجي ويمثل هذا الشكل الهيئة التي يكون عليها التحول الزجاجي. أما القمة الموضحة في الشكل رقم (٤,٤ ب) فهي تمثل نقطة تحول طارد للحرارة مثل التحول من الحالة غير البلورية إلى الحالة البلورية كما في حالة البولي إثيلين تترا فثاليت (PET). أما نقطة انصهار البلورات ، الشكل رقم (٤,٤ ج)، فهي تمثل تحولاً ماصاً للحرارة. وعندما تتحلل المادة فإن التحول الناتج يكون طارداً للحرارة كما في الشكل رقم (٤,٤ د) . أما نقطة البلورة من الحالة المنصهرة إلى الحالة الصلبة فهي تمثل تحولاً طارداً للحرارة كما في الشكل رقم (٤,٤ هـ) . ويلاحظ أن معظم التفاعلات الكيميائية طاردة للحرارة.



الشكل رقم (٤,٣). جهاز المسح التفاضلي المسعري.



الشكل رقم (٤,٤). رسم تمثيلي للتحول الطارد والماص للحرارة من اختبار المسح التفاضلي المسعري.

(٤,٥) التحليل الحراري الوزني (TGA)

في هذا الاختبار يتم قياس وزن العينة باستمرار أثناء تسخينها و زيادة درجة حرارتها. فعندما تتكسر العينة أو تتحلل فإن نتائج هذا التكسر غالباً ما تتصاعد مما يغير من وزن العينة. ولهذا فإن معظم أجهزة التحليل الحراري الوزني تتكون من بوتقة لوضع العينة و تكون هذه البوتقة مثبتة على ميزان حساس موضوع في فرن الجهاز. وتعد هذه التجربة فعالة في قياس محتوى الإضافات غير العضوية في العينة.

(٤,٦) التحليل الحراري الميكانيكي (TMA)

عندما يتم تسخين العينة فإن أبعادها تتغير نتيجة للتمدد الحراري. ويقيس هذا الاختبار هذه التغيرات بوضع قوة محددة وصغيرة على العينة. ويتكون جهاز التحليل الميكانيكي الحراري من :

- جهاز للتحكم في قياس القوة الموضوعة على العينة.
- جهاز للتحكم وقياس التغير الحادث في أبعاد العينة.
- جهاز للتحكم في قياس درجات الحرارة.

وتكون العينة ذات شكل محدد مسبقاً ويتم التغيير في أبعاد العينة بطريقة مقننة. وطرق تشكل العينة المتبعة هنا هي الشد، الضغط، الثني.

(٤,٧) التوصيل الحراري أو معامل "K" (ASTM C177)

يعرف التوصيل الحراري بأنه معدل انتقال الحرارة بالتوصيل خلال وحدة المساحات من مقطع العينة عندما يكون هناك فرق في درجات الحرارة. أما معامل التوصيل الحراري – أوما قد يسمى معامل "K" – فهو كمية الحرارة التي تمر خلال وحدة الحجم من المادة في وحدة الزمن عندما يكون الفرق بين درجات الحرارة ١°م فقط وهو ما يعبر عنه بالمعادلة التالية :

$$K = \frac{Qt}{A(T_1 - T_2)} \qquad (٤,١)$$

حيث : Q هي كمية الحرارة (وحدة حرارية / ساعة) و t هي سُمك العينة (بالبوصة) و A هي المساحة المقطعية للعينة و T_1 هي درجة حرارة الجانب الساخن و T_2 هي درجة حرارة الجانب البارد.

وطريقة تعيين معامل التوصيل الحراري معقدة ولن يتم مناقشتها هنا. ويسمى جهاز القياس "سطح التسخين المحمي" ولحسن الحظ فإن معاملات التوصيل الحراري لمعظم المواد قد تم تعيينها وهي متوفرة في المراجع المختلفة.

(٤,٨) التمدد الحراري (ASTM D696, ISO 3167)

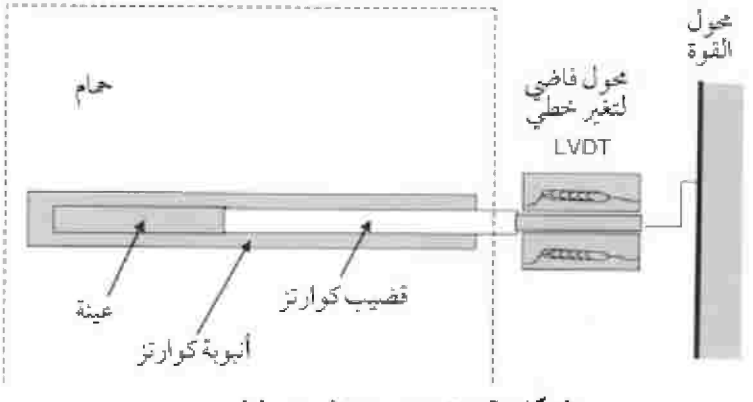
يُعرّف معامل التمدد الحراري بأنه مقدار الزيادة في الطول والحجم للمادة عندما ترتفع درجة حرارتها درجة واحدة كما هو موضح في الشكل رقم (٤,٥).

نتيجة للتمدد والانكماش الحراري فإنه يتكون في المادة إجهادات داخلية وتركيز للإجهادات قد تُسبب كسراً أو انهياراً مبكراً للعينة. و لابد أن تأخذ أيضاً عمليات مثل تصميم قوالب الصب في اعتبارها معاملات التمدد والانكماش الحراري للمادة. ويتم حساب معامل التمدد الحراري كما في المعادلة الآتية :.

$$X = \frac{\Delta L}{L_O \, \Delta T} \qquad (٤,٢)$$

حيث X هومعامل التمدد الحراري (بوصة\بوصة\درجة فهرنهايت) و ΔL هي التغير في طول العينة بسبب التسخين أو التبريد (بوصة) و Lo طول العينة الأصلي (بوصة) و ΔT هي فرق درجات الحرارة بين درجة حرارة مرجعية ودرجة الحرارة عند أخذ القياسات.

يستخدم جهاز تحديد التمدد الحراري أنبوبة من الكوارتز لتحديد التغير في طول العينة وحمام من سائل للتحكم في درجات الحرارة. يبدأ الاختبار بتثبيت عينة طولها يتراوح بين ٥٠ مم إلى ١٢٧ مم في جهاز قياس الطول. ويتم وضع الاثنين في حمام السائل. ثم تزداد درجة حرارة الحمام تبعاً للمعدل المعد سابقاً ويقاس التغير في طول العينة أثناء هذا التسخين.



الشكل رقم (٤,٥). جهاز التمدد الخطي.

(٤,٩) الترتيب الاتجاهي والانكماش(ASTM D2732 ISO 11501, D2838)

المواصفة الأمريكية (ASTM D2732) تحدد درجة الانكماش الخطي الحر للعينة عند درجة حرارة معينة بحيث لا يقل سمك العينة عن ٠,٧٦٣ مم. توضع العينة بعد تعيين أبعادها في حامل لا يؤثر على انكماشها وتثبت العينة بدون أن تطفو في حمام الزيت الموضوعة فيه بحيث يلامس الزيت جميع جوانب العينة. تغمس العينة لمدة ١٠ ثوان في حمام من الزيت عند درجة حرارة معينة. ثم تغمس العينة سريعاً في حمام آخر عند درجة حرارة الغرفة لمدة ٥ ثوان. تقاس أبعاد العينة بعد الغمس وتقارن بأبعادها قبل الغمس ويُعبّر عن التغير الحادث للأبعاد بالنسبة المئوية للتغير.

أما اختبار المواصفة الأمريكية (ASTM D2838) فهو يحدد إجهاد الانكماش لعينة مثبتة بحيث لا يقل سمك العينة عن ٠,٧٥٢ مم. هذه الطريقة للقياس مشابهة للطريقة السابقة (ASTM D2732) إلا أنه في الطريقة الحالية لا يسمح للعينة بالحركة ولكنها مثبتة. ويوضع على أحد أطراف العينة جهاز لقياس الإجهادات الناشئة من انكماش العينة ويعبر عن النتائج بوحدات القوة لكل وحدة مساحة، مثل باسكال Pa.

(٤,١٠) اختبار الترتيب الاتجاهي الحر (ASTM D 1204)

يُستخدم هذا الاختبار بكثرة لتوصيف جودة الألواح المنتجة بطريقة التشكيل الحراري. عادةً يوضع لوح أبعاده ٢٥٤ X ٢٥٤ مم في فرن تم تسخينه إلى درجة حرارة معينة. وتكون العينة في وضع يسمح لها بحرية الانكماش أو التمدد. ويتم وضع مسحوق "التلك" أو مادة شبيهة للتقليل من الاحتكاك. و بعد وقت كاف لحدوث التغير المطلوب يتم إخراج العينة من الفرن وتقاس أبعادها. تقارن الأبعاد الجديدة بالأبعاد الأصلية ويعبر عنها بالنسبة المئوية كما يجب تدوين أي تغيرات شكلية أخرى للعينة.