№13 ЛЕКЦИЯ

Пиротехникалық құрамдарды зерттеу әдістері

Термиялық талдау, спектроскопия және микроскопиялық бақылау

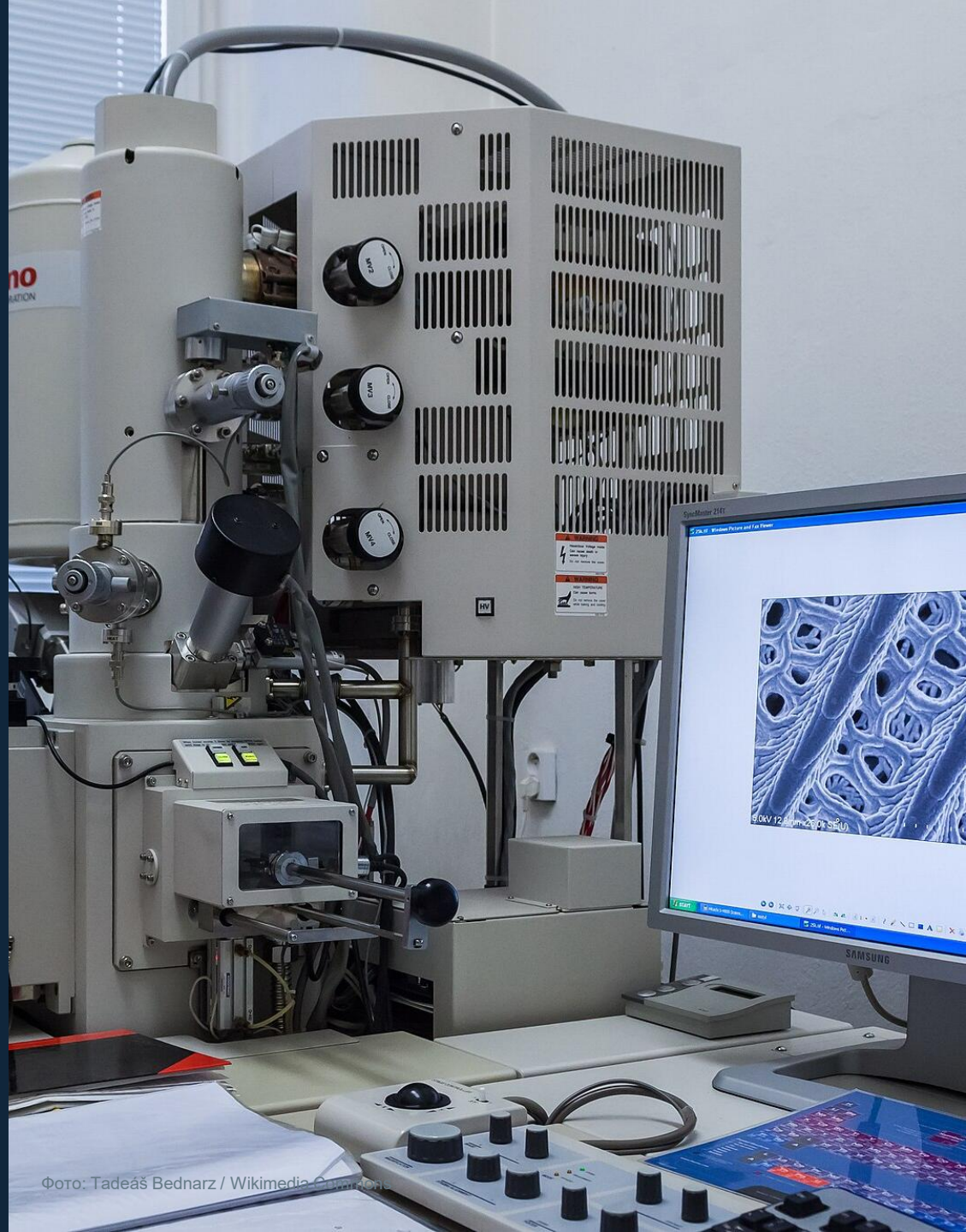


Фото: Tadeáš Bednarz / Wikimedia Commons

Зерттеудің негізгі сұрақтары

Қай температурада?	Фазалық ауысу немесе ыдырау басталатын аралық
Қандай жылу әсері?	Экзотермиялық және эндотермиялық оқиғалар
Масса қалай өзгереді?	Булану, дегазация, тотығу және қалдық мөлшері
Не бөлінеді?	Газ өнімдерінің химиялық құрамы мен ықтимал уыттылығы
Құрылым қандай?	Кристалдық фазалар, морфология және элементтік құрам

Дереккөз: №13 лекция материалы

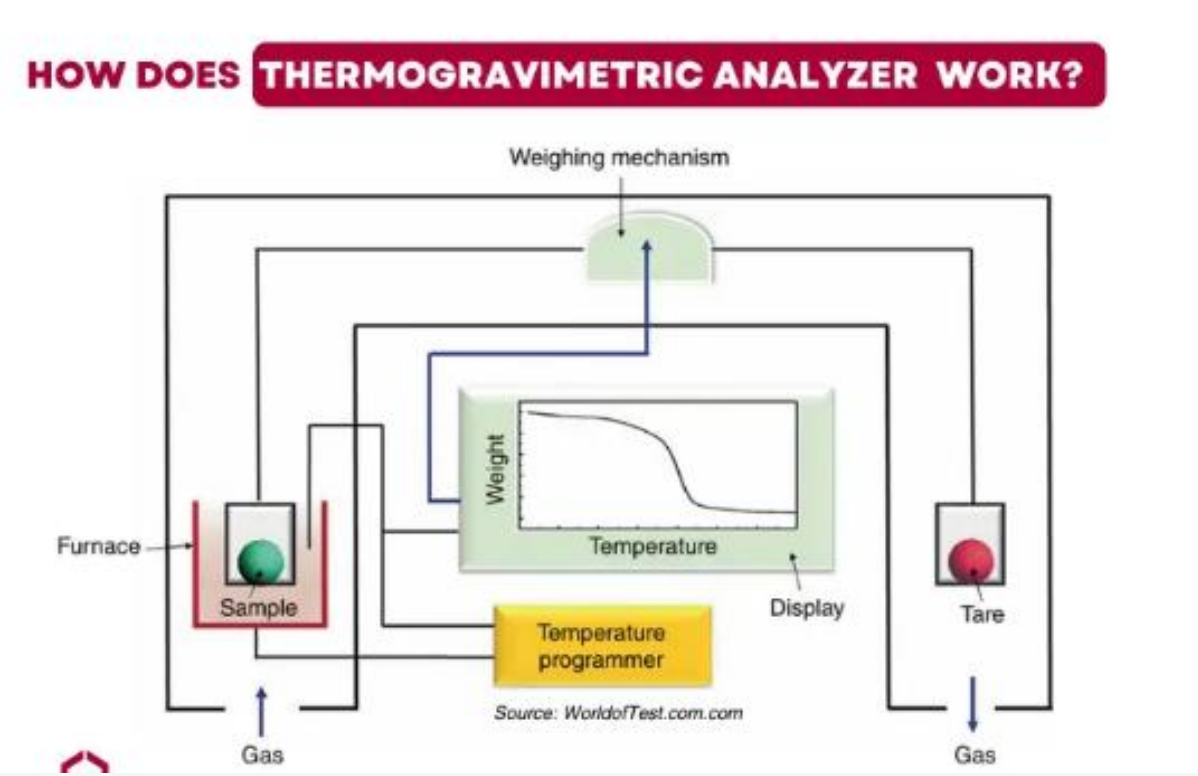
DSC, DTA және TGA айырмашылығы

DSC	Үлгі мен референс арасындағы жылу ағыны айырмасын өлшейді	**Фазалық ауысу, реакция энтальпиясы**
DTA	Үлгі мен референс температурасының айырмасын тіркейді	**Эндо және экзотермиялық оқиғалар**
TGA	Үлгі массасының температураға немесе уақытқа тәуелді өзгерісін өлшейді	**Ыдырау сатылары, қалдық және тұрақтылық**

Әдістерді бірге қолдану жылу әсерін массалық өзгеріспен байланыстырады.

Дереккөз: №13 лекция материалы

Термиялық қисықтарды түсіндіру



Қисықтағы белгілер

- TG массаның жалпы өзгерісін көрсетеді
- DTG массаның өзгеру жылдамдығын бөлек көрсетеді
- DSC немесе DTA жылу әсерінің бағыты мен қарқындылығын көрсетеді
- Бір температура аралығындағы сигналдар ортақ процесс болуы мүмкін

Дереккөз: №13 лекция материалы

TG-FTIR және TG-MS кешенді талдауы



Фото: Wang және басқалар / Wikimedia Commons, CC BY 4.0

Неге біріктіреді?

- TGA газ бөлінген сәтті массаның өзгеруі арқылы тіркейді
- FTIR газдағы функционалдық топтарды анықтайды
- MS молекулаларды масса және заряд қатынасы бойынша ажыратады
- Біріктірілген дерек ыдырау механизмін сенімді түсіндіреді

Дереккөз: №13 лекция материалы

Микроскопиялық және фазалық әдістер

SEM және EDS

- Бөлшек пішіні, өлшемі және бет құрылымы
- Элементтердің үлгі ішінде таралуы

XRD және Raman

- Кристалдық фазалар мен фазалық өзгерістер
- Молекулалық байланыстар және құрылымдық ерекшеліктер

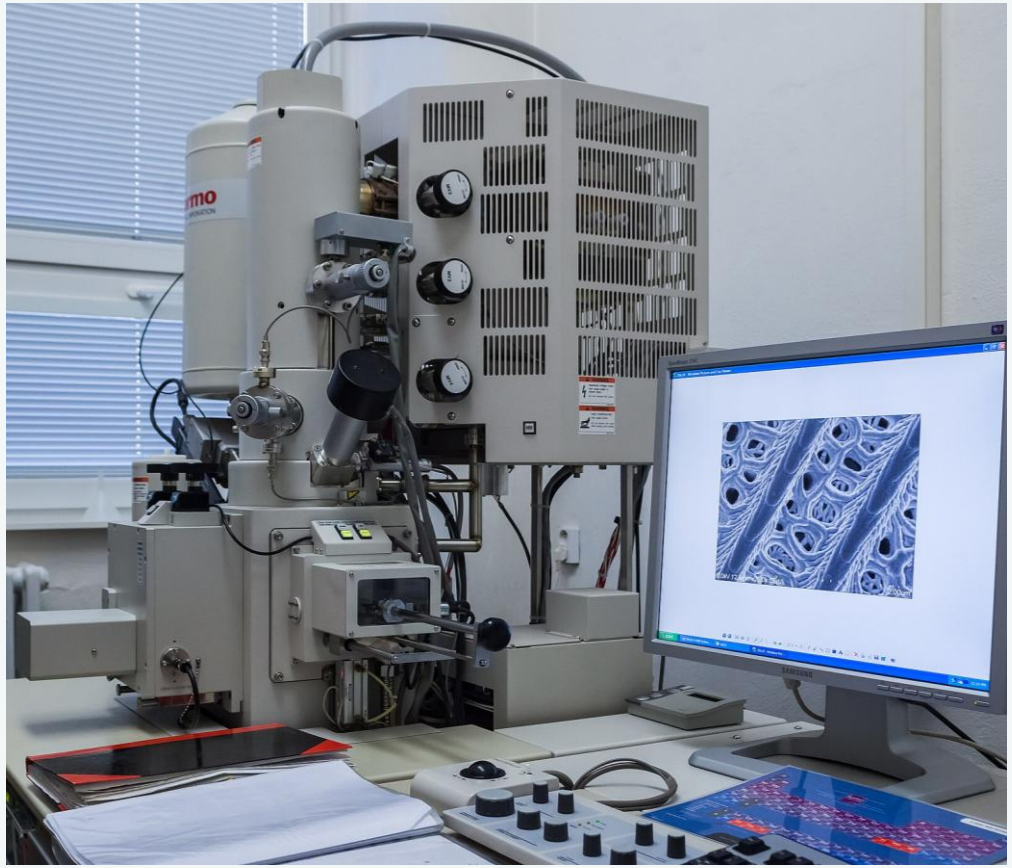
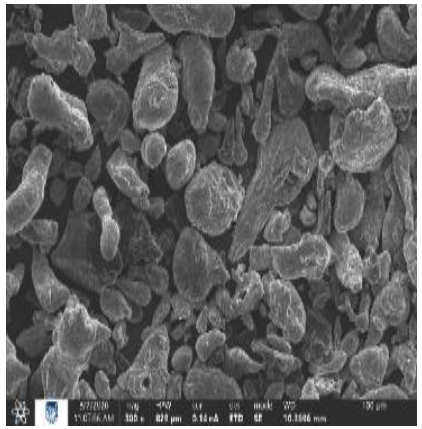
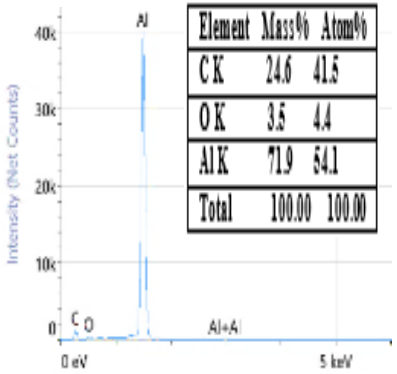


Фото: J. Heyrovsky Institute / Wikimedia Commons

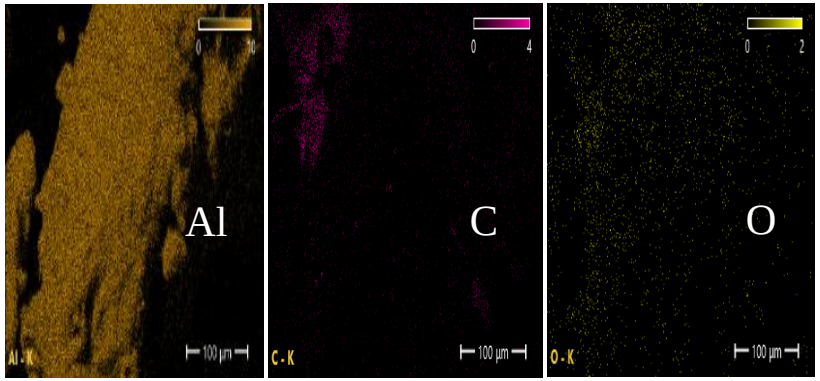
Дереккөз: №13 лекция материалы

а Al+20% C

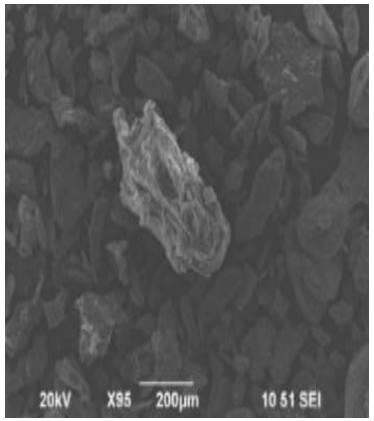


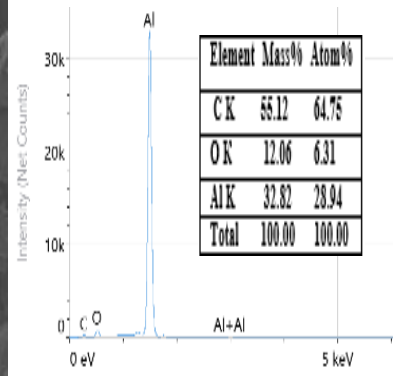


Element	Mass%	Atom%
C K	24.6	41.5
O K	3.5	4.4
Al K	71.9	54.1
Total	100.00	100.00

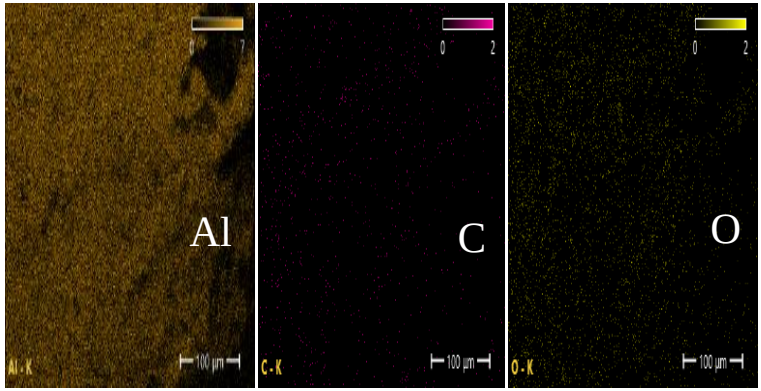


б Al+10% ПВС

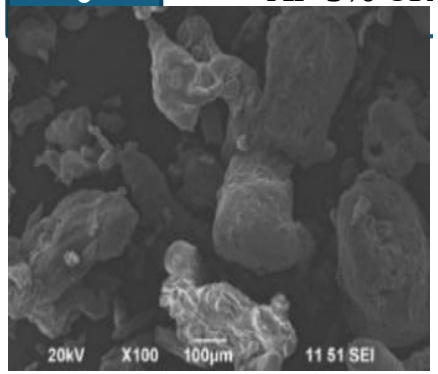


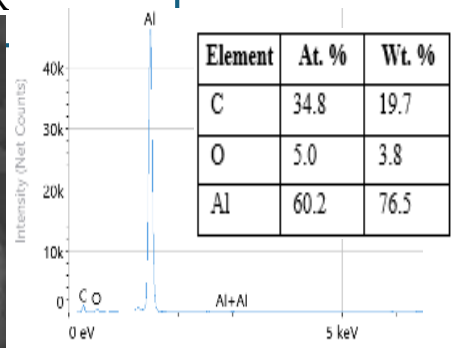


Element	Mass%	Atom%
C K	55.12	64.75
O K	12.06	6.31
Al K	32.82	28.94
Total	100.00	100.00

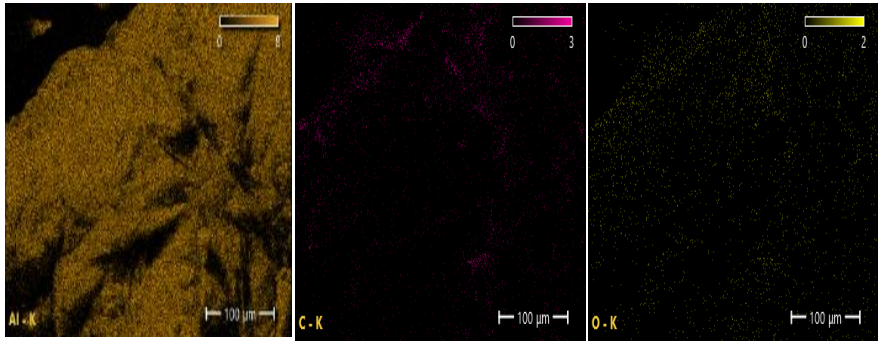


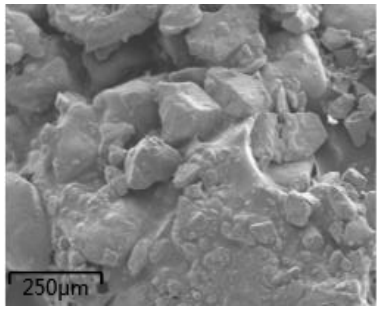
c Al+3% CK

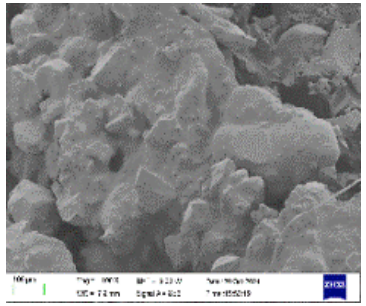


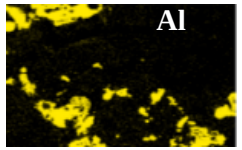


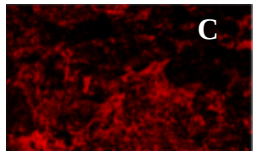
Element	At. %	Wt. %
C	34.8	19.7
O	5.0	3.8
Al	60.2	76.5

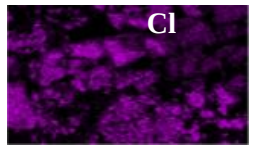


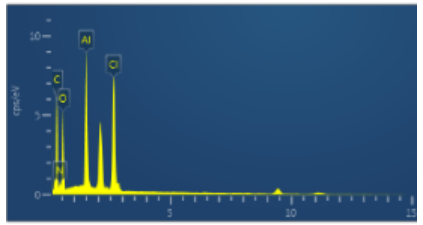




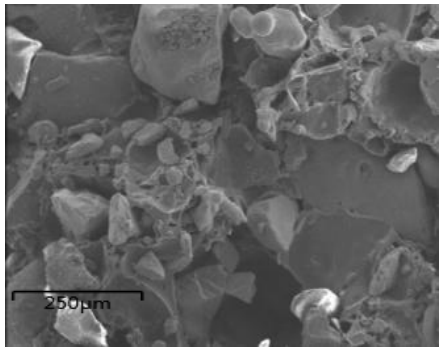


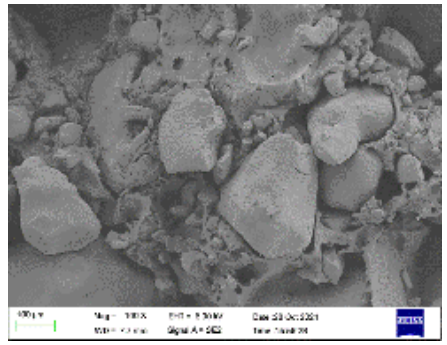


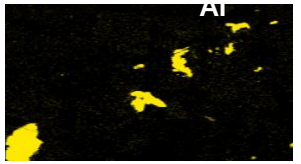


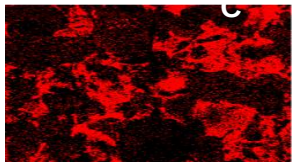


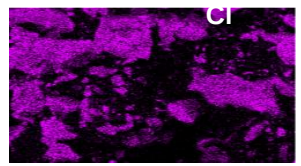
Elements	Wt%	At%
C	46.73	59.55
N	6.17	6.74
O	22.86	21.88
Al	10.03	5.69
Cl	14.21	6.14
Total	100.00	100.00

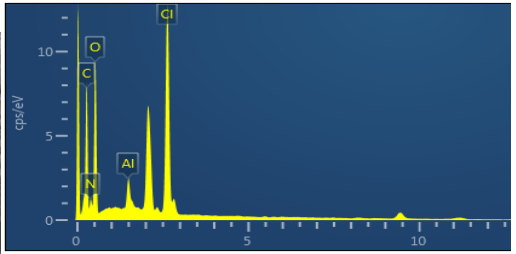




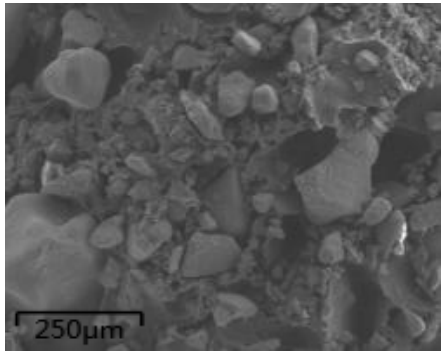


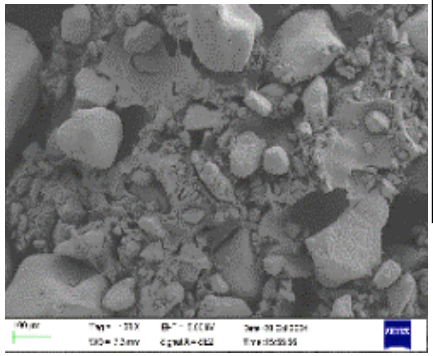


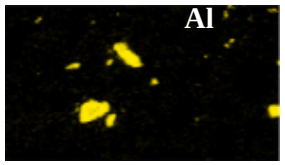


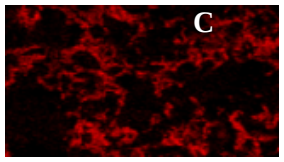


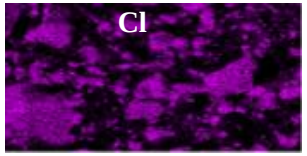
Elements	Wt%	At%
C	43.03	54.32
N	8.82	9.55
O	29.51	27.97
Al	1.37	0.77
Cl	17.27	7.39
Total :	100.00	100.00

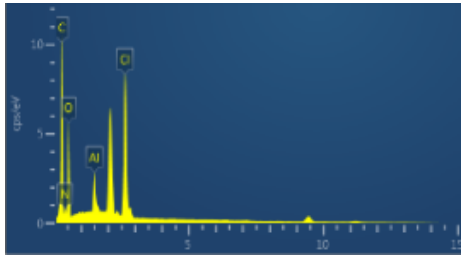












Elements	Wt%	At%
C	54.93	65.90
N	7.17	7.38
O	22.32	20.10
Al	2.19	1.18
Cl	13.39	5.44
Total :	100.00	100.00

Нәтижелерді интерпретациялау

1. Температура аралықтарын белгілеу
2. TG, DTG және DSC сигналдарын сәйкестендіру
3. Газ және қатты қалдық құрамын тексеру
4. Қайталама өлшеулермен нәтижені растау
5. Кинетикалық модельдің шектеулерін көрсету

Қауіпті материалдарды зерттеу тек рұқсат етілген зертханада бекітілген әдістеме бойынша жүргізіледі.

Дереккөз: №13 лекция материалы

Қорытынды

Кешенді зерттеу тәсілі

- DSC және DTA жылулық оқиғаларды сипаттайды.
- TGA массалық өзгеріс пен термиялық тұрақтылықты көрсетеді.
- FTIR, MS, SEM және XRD реакция өнімдері мен құрылымды анықтайды.

Ғылыми қорытынды

Бір әдіс барлық сұраққа жауап бермейді. Сенімді нәтиже жылу, масса, газ құрамы және құрылым деректерін бірге қарастырғанда алынады.

Қауіпсіздік пен қайталанғыштық зерттеу сапасының негізі.

Дереккөз: №13 лекция материалы