№14 ЛЕКЦИЯ

Термогравиметриялық талдау әдістері

Масса өзгерісі, TG, DTG және DTA қисықтарын түсіндіру



Фото: Luigi Chiesa / Wikimedia Commons, CC BY 3.0

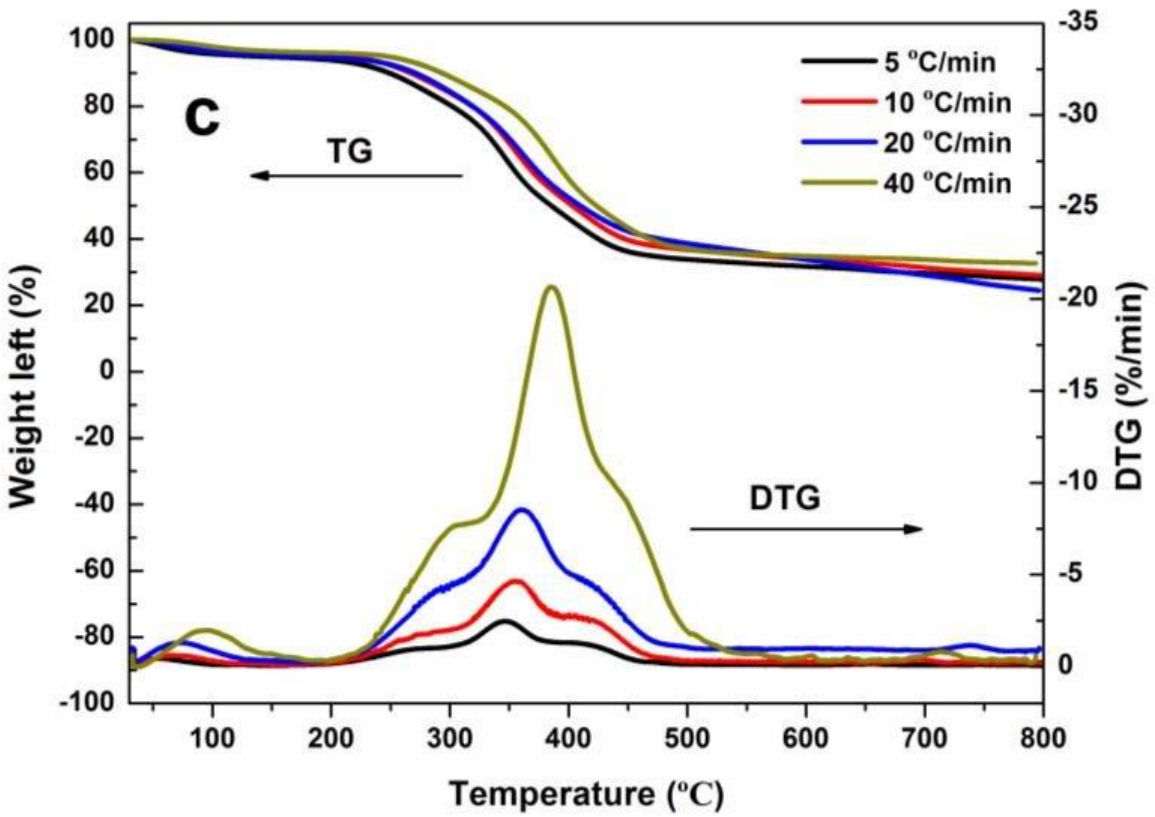
ТГТ әдісінің негізгі принципі

Термогравиметриялық талдау үлгі массасының температураға немесе уақытқа байланысты өзгерісін үздіксіз тіркейді.

Булану	Ұшқыш компоненттердің бөлінуі
Дегидратация	Байланысқан немесе адсорбцияланған судың шығуы
Ыдырау	Органикалық және бейорганикалық компоненттердің өзгеруі
Тотығу	Оттекпен әрекеттесу кезіндегі масса өзгерісі

Дереккөз: №14 лекция материалы

TG, DTG және DTA сигналдары



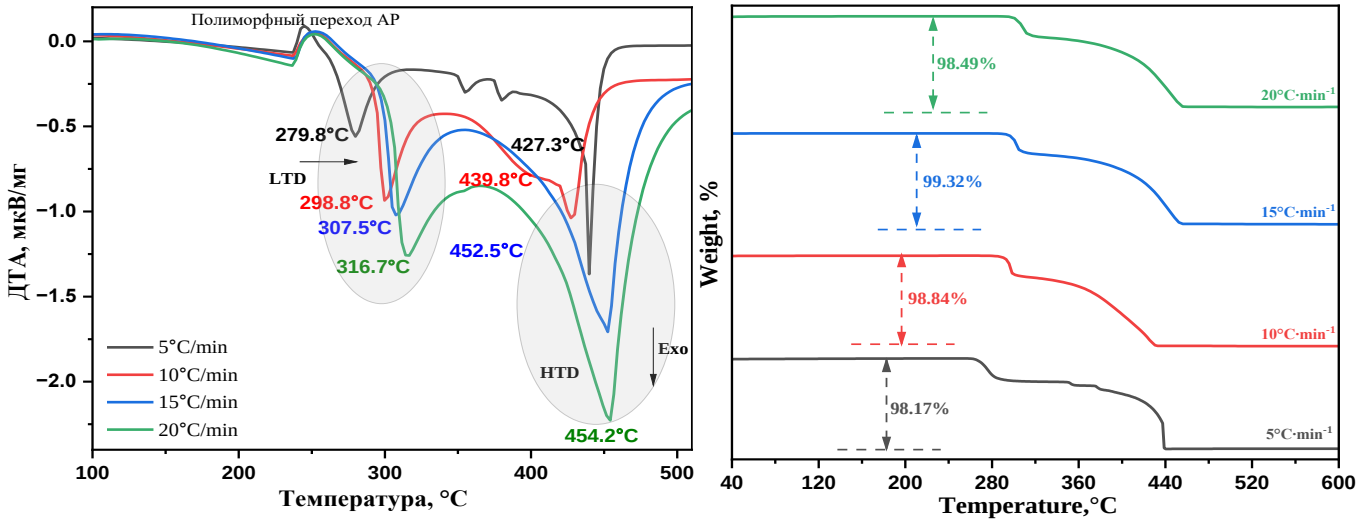
TG Массаның жалпы өзгерісі мен қалдық мөлшерін көрсетеді

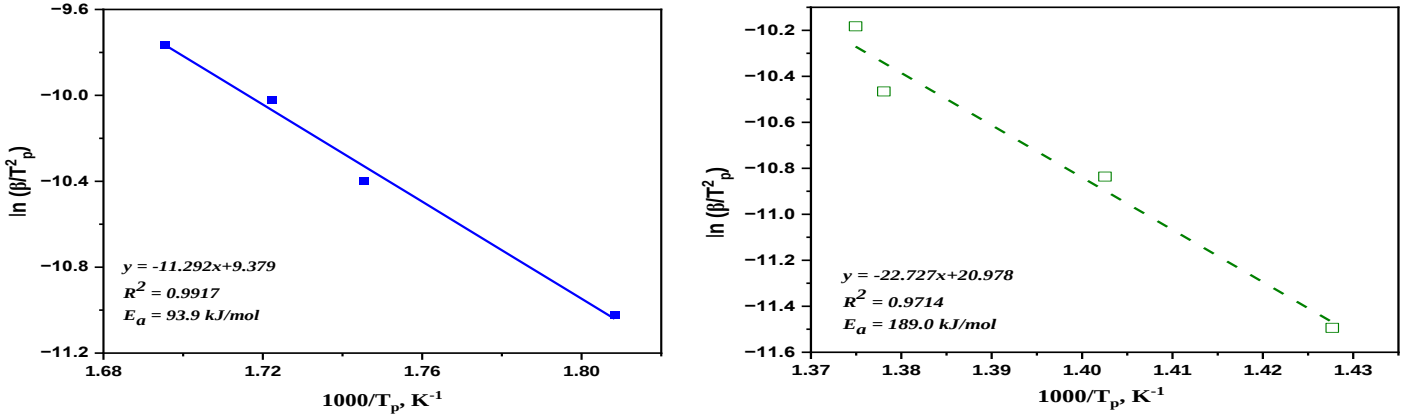
DTG Масса өзгерісінің жылдамдығын және белсенді сатыларды көрсетеді

DTA Жылу сіңіру немесе бөлу оқиғаларын тіркейді

Қисықтарды бірге оқу бір процестің массалық және жылулық белгілерін байланыстырады.

Дереккөз: №14 лекция материалы





Киссинджер теңдеуі

$$\ln\left(\frac{\beta}{T_p^2}\right) = \ln\left(\frac{AR}{E_a}\right) - \frac{E_a}{RT_p}$$

где:

β-скорость нагрева, °C/мин

Tp- температура максимума пика, К

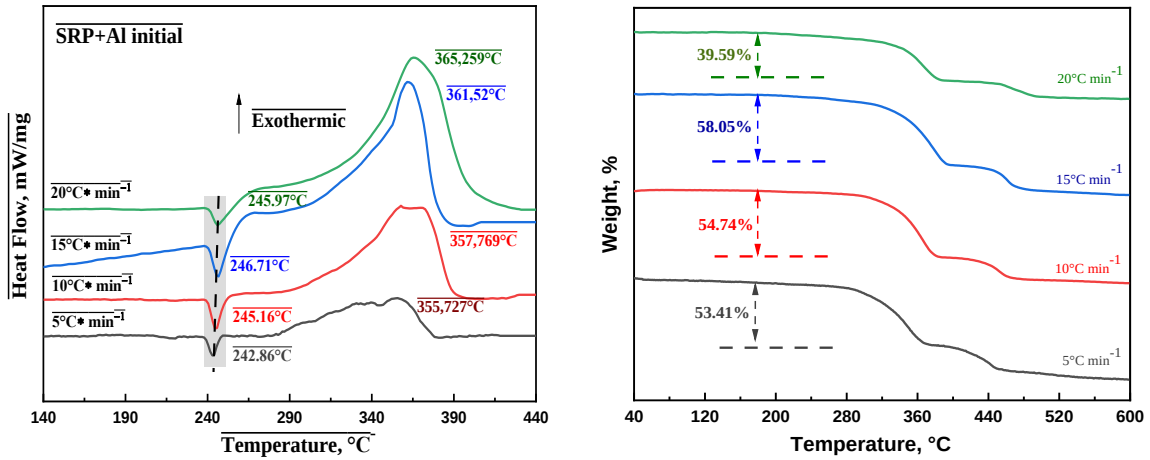
E_a-энергия активации, кДж/моль

R- универсальная газовая постоянная

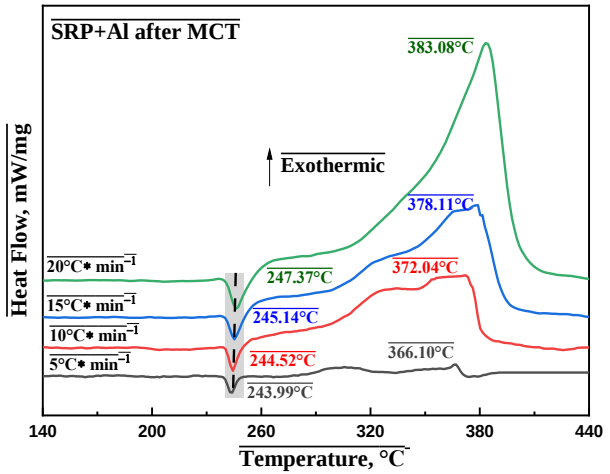
A- предэкспоненциальный множитель

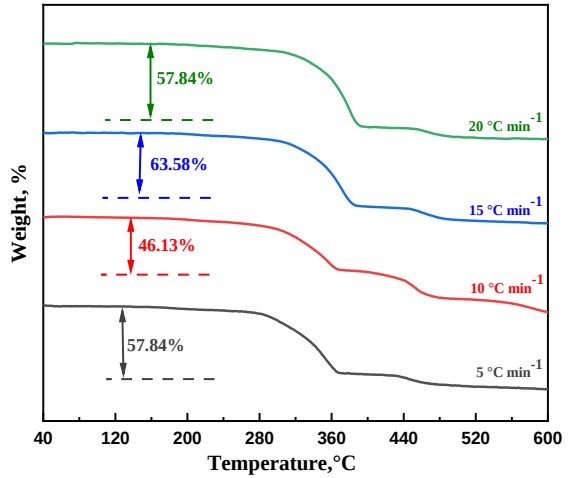
β, °C/мин	T_p, К	1000/ T_p, $К^{-1}$	$\ln(\beta/T^2_p)$
5	552,99	1,8083	-11,0213
10	572,94	1,7454	-10,3990
15	580,65	1,7222	-10,0202
20	589,80	1,6955	-9,7638

TPT+Al бастапқы



TPT+Al МХӨ кейін





Термоанализатордың негізгі бөліктері



Фото: Wikimedia Commons

Микротаразы — Үлгі массасының өте аз өзгерісін тіркейді

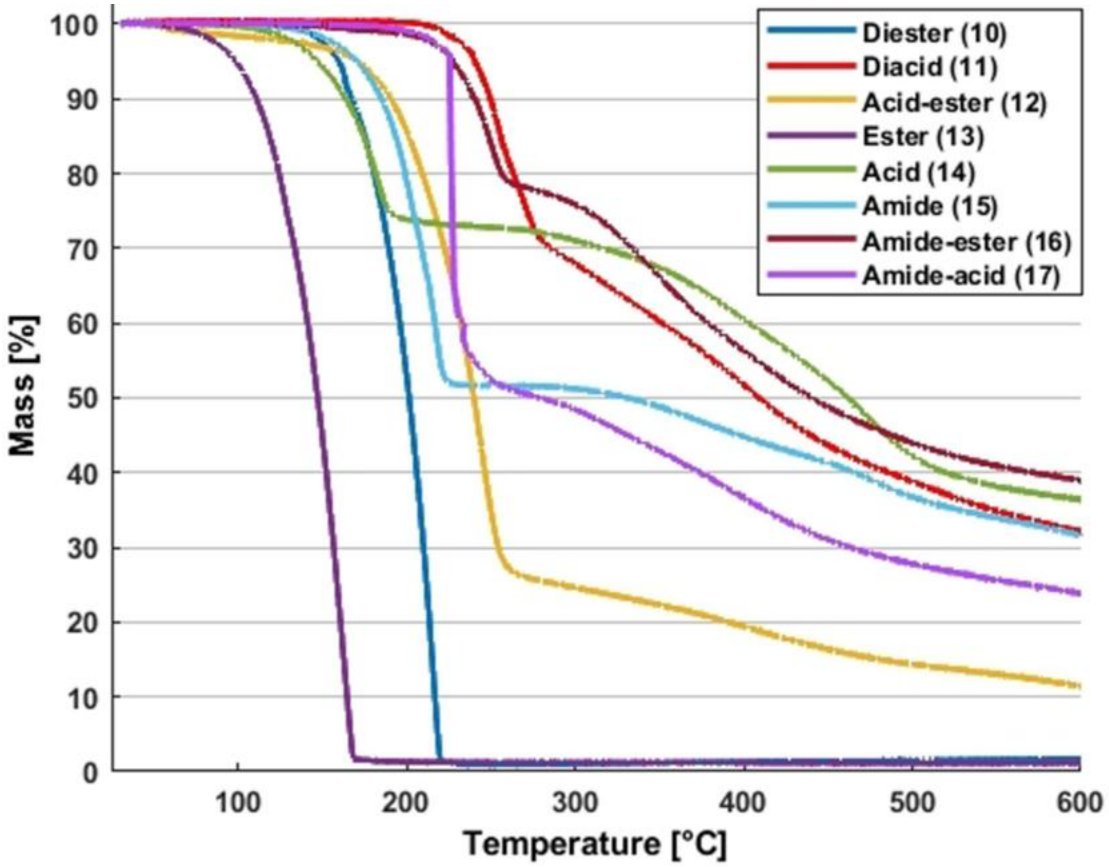
Пеш — Бағдарламаланған температура режимін қамтамасыз етеді

Атмосфера жүйесі — Инертті немесе реакциялық газ ортасын ұстайды

Деректер жүйесі — Температура, уақыт және масса сигналдарын синхрондайды

Дереккөз: №14 лекция материалы

Массалық өзгеріс сатылары



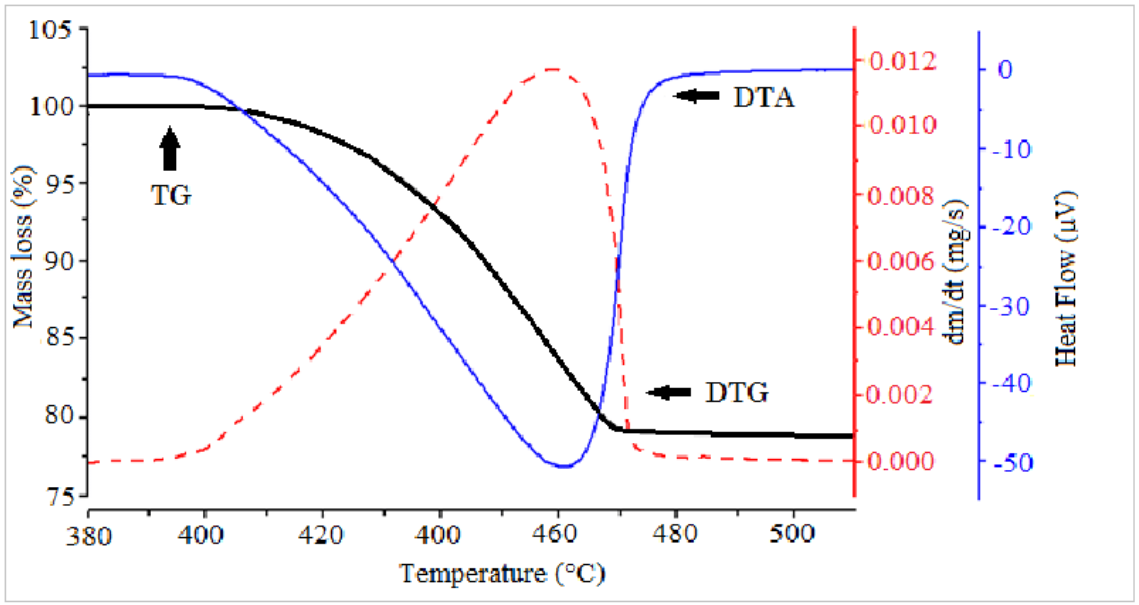
Қисық сатылары

- Алғашқы төмендеу ылғал немесе ұшқыш заттармен байланысты болуы мүмкін
- Келесі сатылар компоненттердің ыдырауын немесе реакциясын көрсетеді
- Соңғы плато термиялық тұрақты қалдық мөлшерін көрсетеді

Әр сатыны нақты химиялық процесс деп белгілеу үшін қосымша талдау қажет.

Дереккөз: №14 лекция материалы

Қисықтарды салыстыру және түсіндіру



Талдау реті

- TG қисығынан масса жоғалатын аралықтарды белгілеу
- DTG шыңдарымен ең жоғары өзгеріс жылдамдығын табу
- DTA белгісімен жылу әсерінің бағытын анықтау
- Қалдық пен қосымша спектрлік деректер арқылы түсіндірмені тексеру

Дереккөз: №14 лекция материалы

Нәтижеге әсер ететін факторлар

Үлгі күйі	Біркелкілік, сақтау тарихы және ылғалдылық
Қыздыру бағдарламасы	Сигналдардың бөлінуі мен шың пішініне әсер етеді
Газ ортасы	Тотығу немесе инертті ыдырау бағытын өзгертеді
Аспап калибрлеуі	Температура мен массаның дәлдігін анықтайды
Қайталанғыштық	Бірнеше өлшеу қорытындының сенімділігін арттырады

Қауіпті үлгілер үшін нақты режимді тек білікті маман тәуекел бағасынан кейін белгілейді.

Дереккөз: №14 лекция материалы

Қорытынды

ТГТ әдісінің нәтижесі

- TG массалық өзгеріс пен қалдық мөлшерін анықтайды.
- DTG өзгерістің ең белсенді температура аралығын көрсетеді.
- DTA жылулық оқиғаларды массалық сатылармен байланыстырады.

Практикалық маңызы

ТГТ деректері термиялық тұрақтылықты салыстыруға, ыдырау сатыларын анықтауға және сақтау қауіпсіздігін бағалауға көмектеседі.

Сенімді түсіндірме үшін TG, DTG және DTA сигналдары бірге қарастырылады.