№15 ЛЕКЦИЯ

Пиротехникалық құрамдарды зерттеудің дифференциалдық әдістері

DSC, TGA, DTG және DTA әдістерінің принциптері



Фото: Nick Birse / Wikimedia Commons

Дифференциалдық әдістердің мақсаты

Термиялық өзгерістерді өлшеу

- Фазалық ауысулар мен ыдыраудың басталуын анықтау
- Жылу бөлінуі мен сіңірілуін салыстыру

Тұрақтылықты бағалау

- Массаның өзгеру сатыларын тіркеу
- Құрамдардың термиялық белсенділігін салыстыру

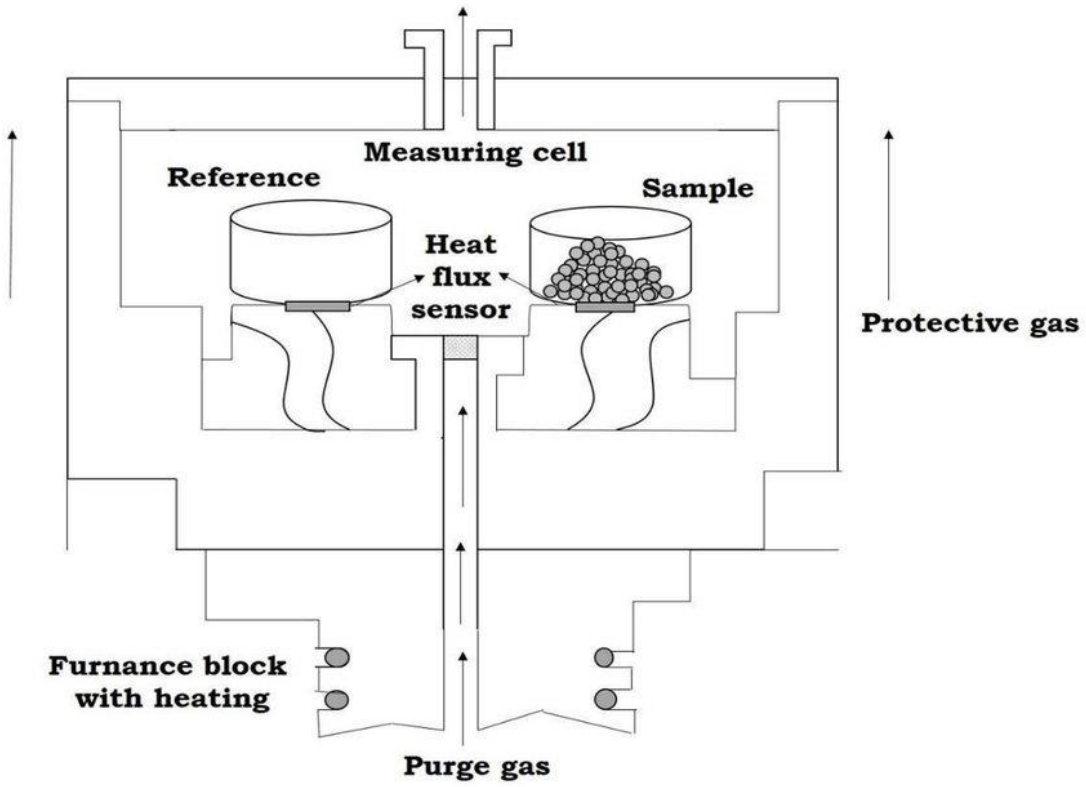
Нәтиже

Өлшеу деректері материалдың сақтау кезіндегі тұрақтылығын, ықтимал термиялық тәуекелін және сапа көрсеткіштерін ғылыми негізде бағалауға көмектеседі.

Нақты сынақ режимін тек рұқсат етілген зертханадағы мамандар белгілейді.

Дереккөз: №15 лекция материалы

DSC әдісінің принципі



Өлшенетін шама

- Үлгі мен эталон арасындағы жылу ағынының айырмасы

Анықталатын құбылыстар

- Балқу және кристалдану
- Фазалық ауысулар
- Экзотермиялық немесе эндотермиялық реакциялар

Пик ауданы жылу эффектісін бағалауға мүмкіндік береді.

Дереккөз: №15 лекция материалы

TGA және DTG әдістері



Фото: Luigi Chiesa / Wikimedia Commons, CC BY 3.0

TGA Үлгі массасының температураға немесе уақытқа байланысты өзгерісін тіркейді.

DTG Массаның өзгеру жылдамдығын көрсетіп, қабаттасқан ыдырау сатыларын ажыратады.

Негізгі нәтиже

- Ылғал мен ұшқыш компоненттердің бөлінуі
- Термиялық ыдырау сатылары
- Соңғы тұрақты қалдық мөлшері

Дереккөз: №15 лекция материалы

DTA әдісінің принципі

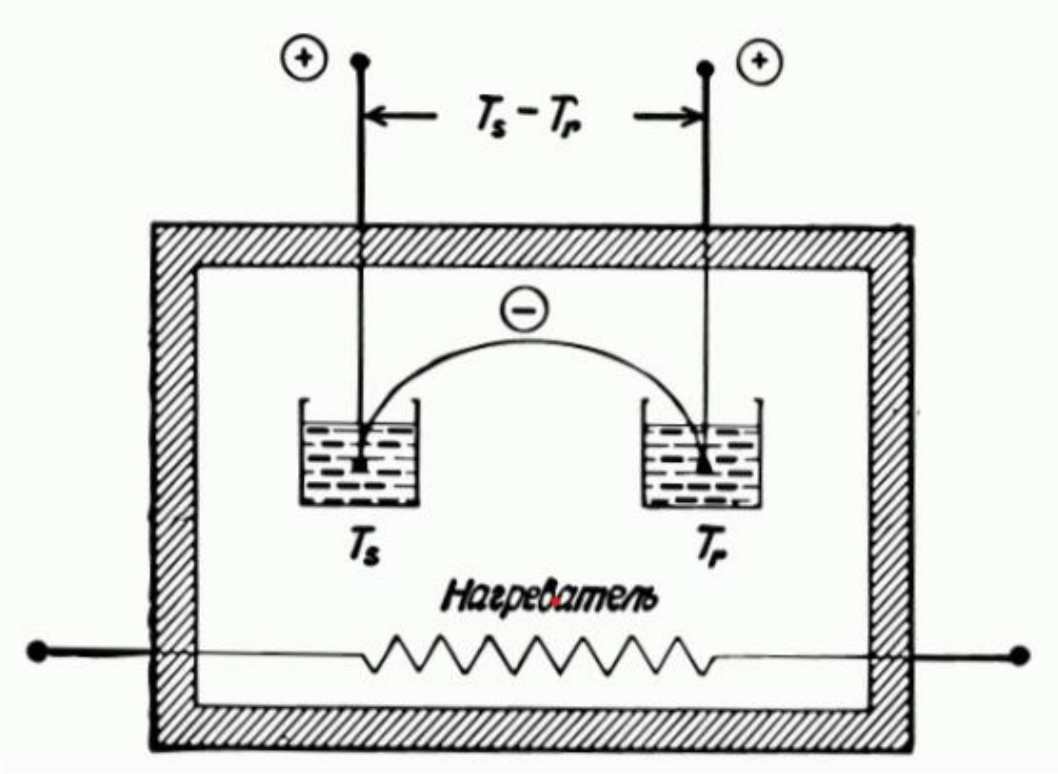


Рис. 1.55. Схема метода ДТА. Температура образца T_S и эталона T_r

Негізгі өлшем

ΔT = Түлгі − Тэталон

- Фазалық өзгеріс болмаса, температура айырмасы негізгі сызыққа жақын
- Эндотермиялық құбылыс кезінде үлгі жылуды сіңіреді
- Экзотермиялық құбылыс кезінде үлгі жылу бөледі

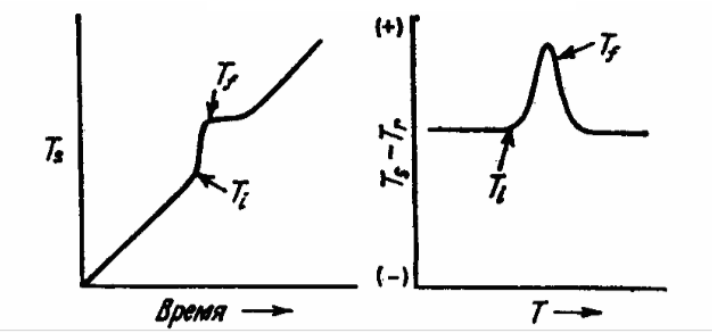
DSC, TGA, DTG және DTA салыстыруы

Әдіс	Өлшенетін шама	Негізгі ақпарат
DSC	Жылу ағыны	**Фазалық ауысу және энтальпия**
TGA	Масса	**Ыдырау сатылары мен қалдық**
DTG	Масса өзгерісінің жылдамдығы	**Белсенді температура аралықтары**
DTA	Температура айырмасы	**Эндо және экзотермиялық оқиғалар**

Әдістерді бірге қолдану жылулық оқиғаны массалық өзгеріспен байланыстырады.

Дереккөз: №15 лекция материалы

Термиялық қисықтарды интерпретациялау



Эндотермическое превращение

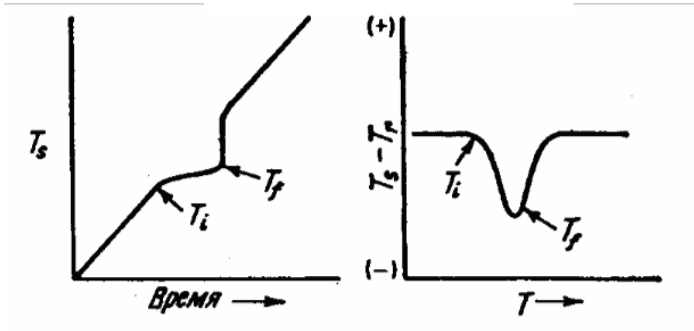
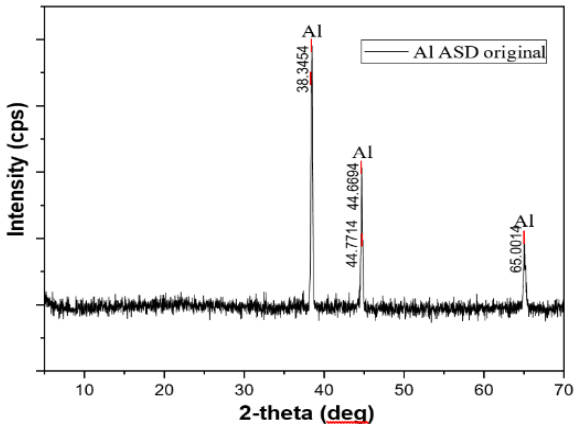


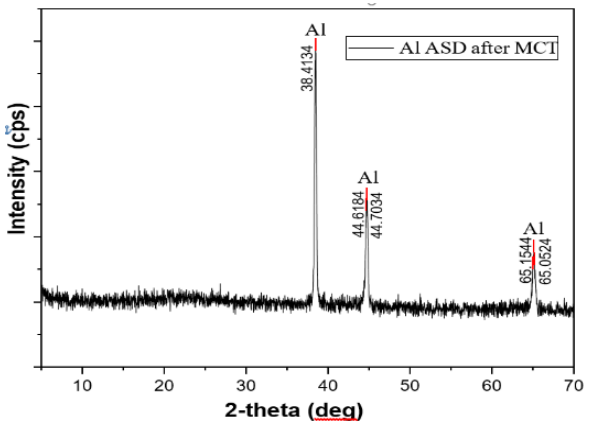
Рис. 1.56. Сравнение методов термического анализа и ДТА
(T_i и T_f – температуры начала и конца превращения)

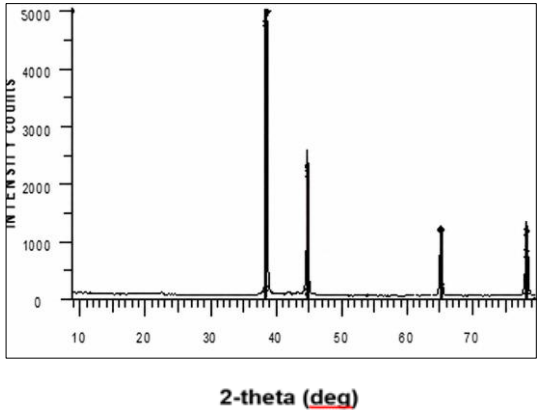
Талдау реті

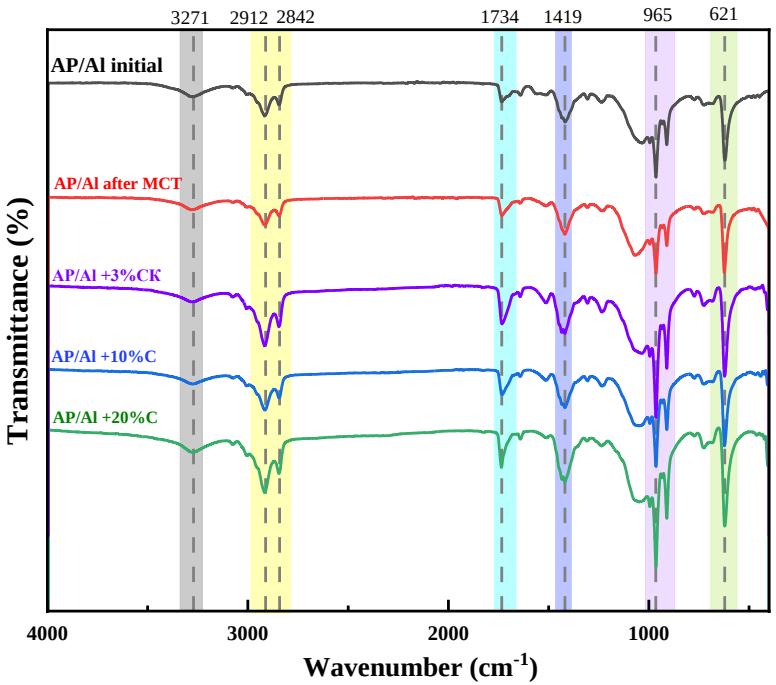
- Негізгі сызықтан ауытқудың басталуын белгілеу
- Пик максимумын және процестің аяқталуын анықтау
- Пик бағытын эндотермиялық немесе экзотермиялық құбылыспен байланыстыру
- Нәтижені TGA, спектроскопия немесе қайталама өлшеумен тексеру

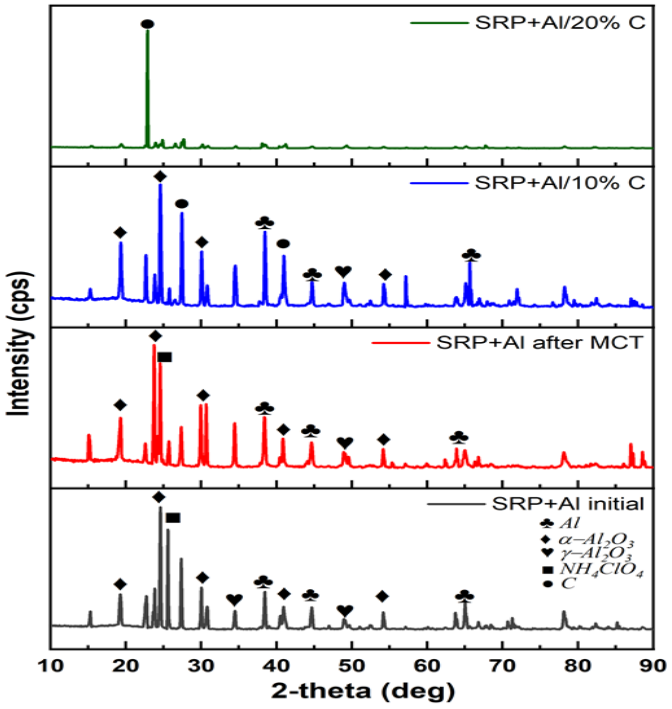
Күрделі құрамдарда бірнеше процесс қабаттасуы мүмкін.

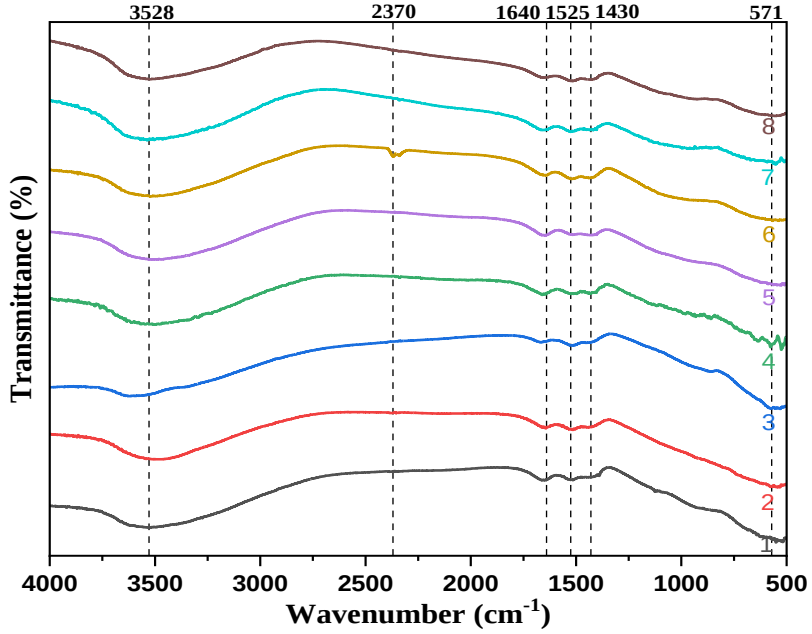

Al ASD original
Al
38.3454
Al
44.6694
44.7714
Al
65.0014
Intensity (cps)
2-theta (deg)

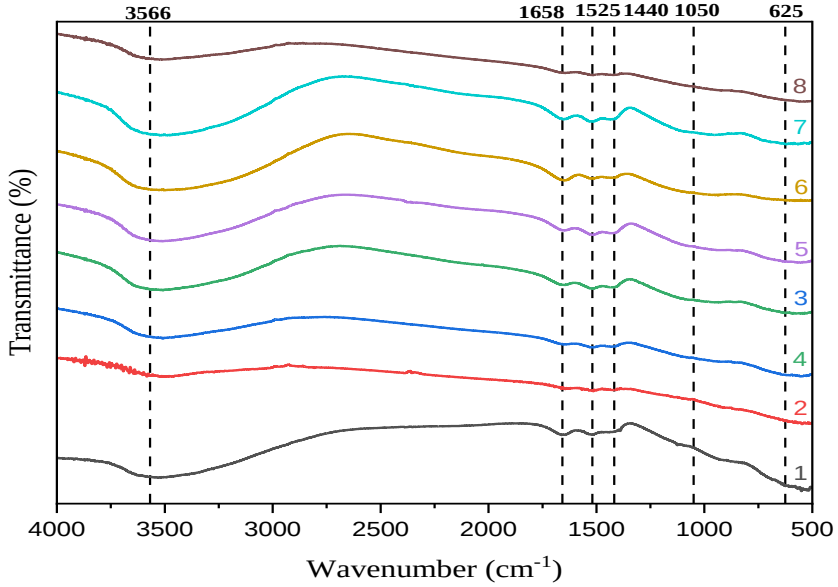

Al ASD after MCT
Al
38.4134
Al
44.6184
44.7034
Al
65.1544
65.0524
Intensity (cps)
2-theta (deg)


2-theta (deg)

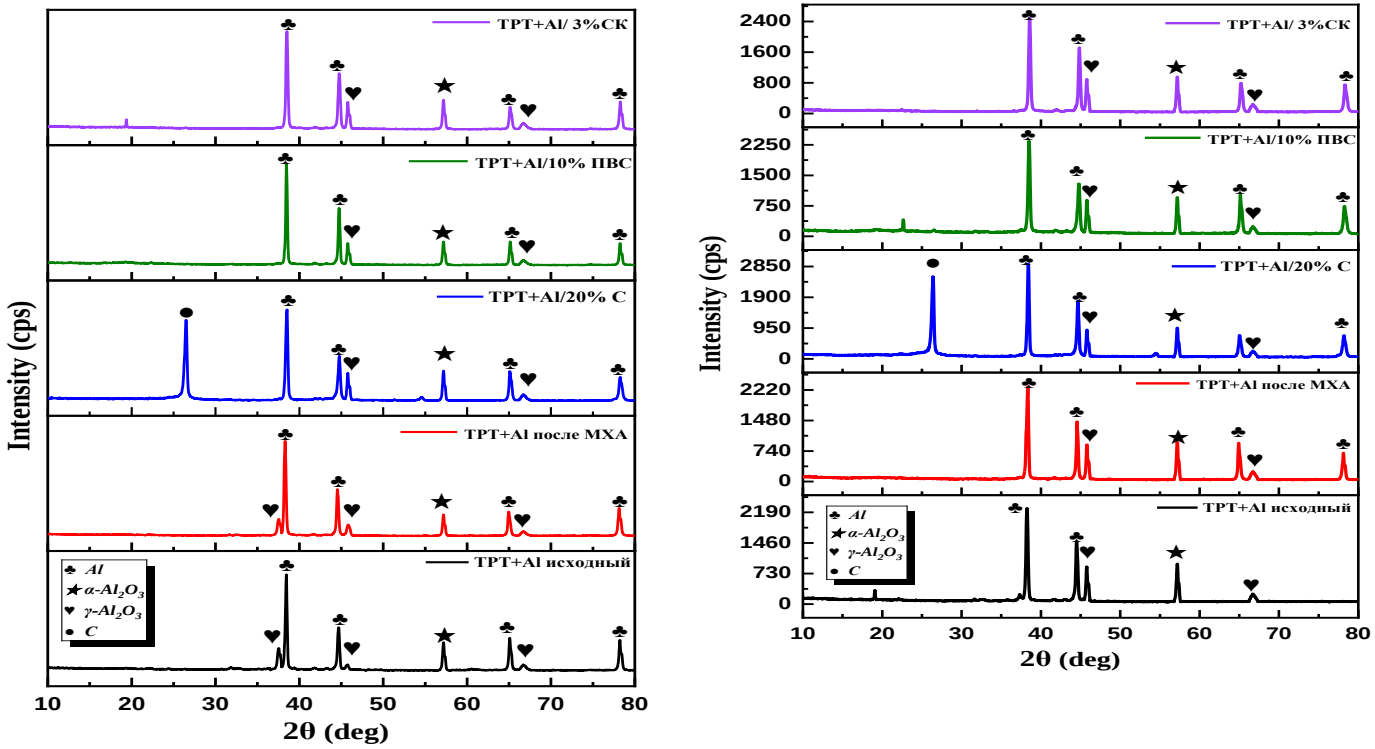

3271
2912
2842
1734
1419
965
621
AP/Al initial
AP/Al after MCT
AP/Al +3%CK
AP/Al +10%C
AP/Al +20%C
Transmittance (%)
Wavenumber (cm-1)


SRP+Al/20% C
SRP+Al/10% C
SRP+Al after MCT
SRP+Al initial
Al
α–Al2O3
γ–Al2O3
NH4ClO4
C
Intensity (cps)
2-theta (deg)





ИК қатты жану өнімдерінің ТРТ-да атмосфералық ортада (а) және инертті ортада (б) 20 атм қысымда



РФТ қатты жану өнімдерінің ТРТ-да атмосфералық сәрсенбі (а) және инертті ортада (б) 40 атм қысымда

Қорытынды

Дифференциалдық талдау

- DSC жылу ағынын және реакцияның энергетикалық әсерін өлшейді.
- TGA мен DTG массалық өзгеріс сатыларын көрсетеді.
- DTA үлгі мен эталон температураларының айырмасын тіркейді.

Практикалық маңызы

Әдістер термиялық тұрақтылықты салыстыруға, қауіпті өзгерістерді ерте анықтауға және өнім сапасын бақылауға мүмкіндік береді.

Сенімді қорытынды бірнеше әдістің нәтижесін бірге қарастыруға негізделеді.

Дереккөз: №15 лекция материалы