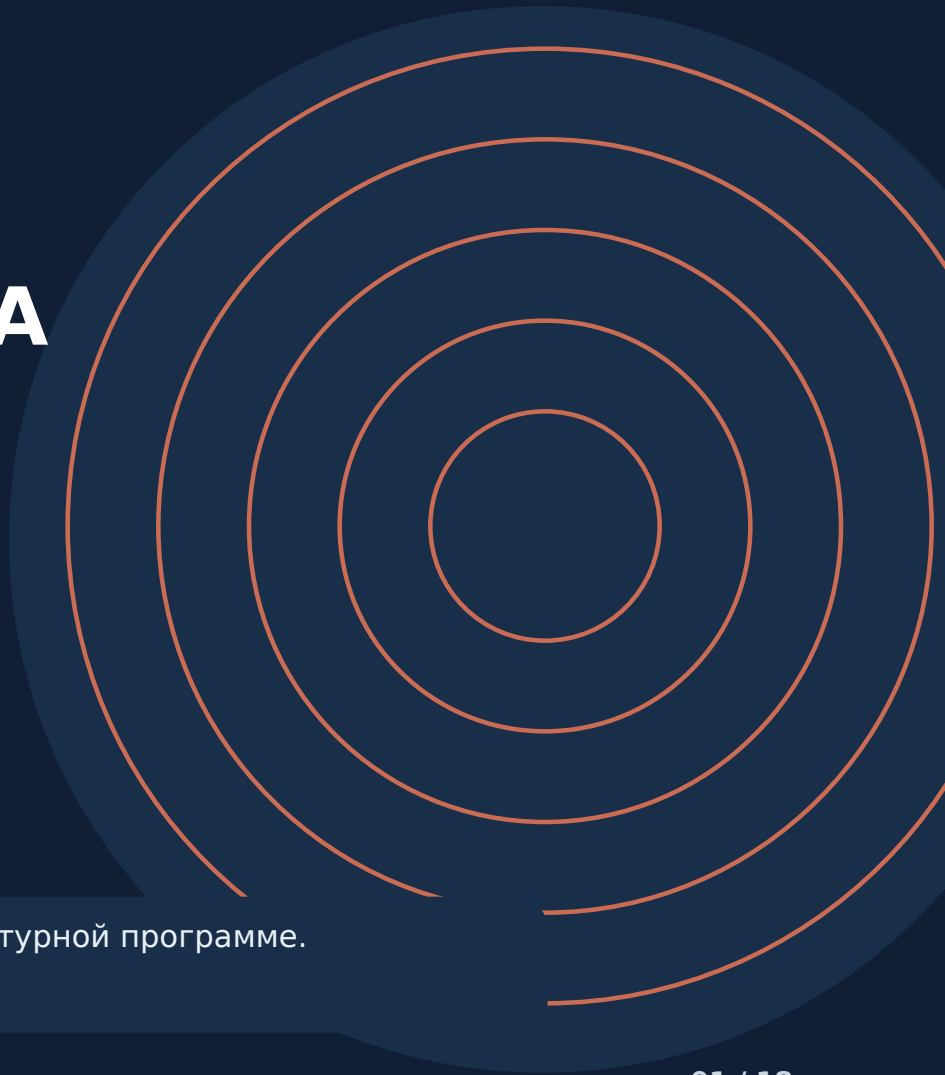
МЕТОДЫ ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНОГО ИССЛЕДОВАНИЯ НАНОМАТЕРИАЛОВ И НАНОСТРУКТУР

ЛЕКЦИЯ 07

Термический анализ: DSC и TGA

Массовые потери, тепловые переходы и обработка кривых



Кратко: Термический анализ регистрирует изменение свойств при заданной температурной программе.

Цель лекции и ожидаемые результаты

Понимать

Объяснить: Что изучает термический анализ. Термический анализ регистрирует изменение свойств при заданной…

Сопоставлять

Объяснить: Устройство термоанализатора. Прибор содержит температурный блок, датчики, тигли и систему управления…

Применять

Объяснить: Частые ошибки интерпретации. По одной TGA-кривой нельзя однозначно назвать летучий продукт без…

В этой лекции научные определения связываются с измеряемыми величинами, схемами и примерами обработки данных.

Что изучает термический анализ?

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 01 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Термический анализ регистрирует изменение свойств при заданной температурной программе.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Атмосфера, масса образца и скорость нагрева влияют на результаты.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Термогравиметрия TGA

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 02 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

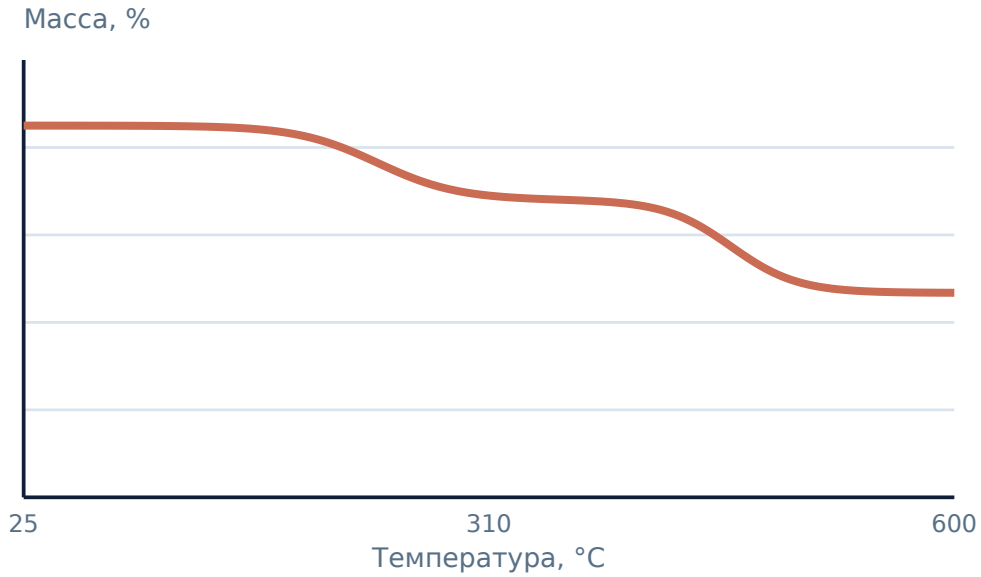
TGA измеряет изменение массы образца при нагревании или охлаждении.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Потеря массы может быть связана с испарением, разложением или десорбцией.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Условия опыта · повторяемость



TGA: ступени потери массы

МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Производная термогравиметрии DTG

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 03 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

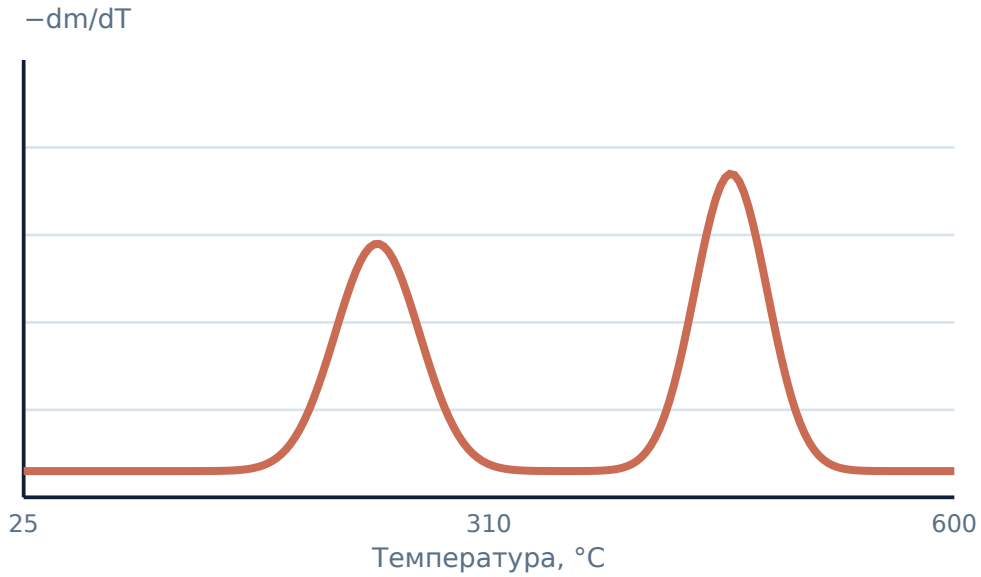
DTG показывает скорость изменения массы в зависимости от температуры или времени.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Максимумы по модулю производной помогают разделять перекрывающиеся стадии разложения.

СООТНОШЕНИЕ

DTG = dm/dT (или −dm/dT)



DTG: скорость потери массы МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Дифференциальная сканирующая калориметрия

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 04 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

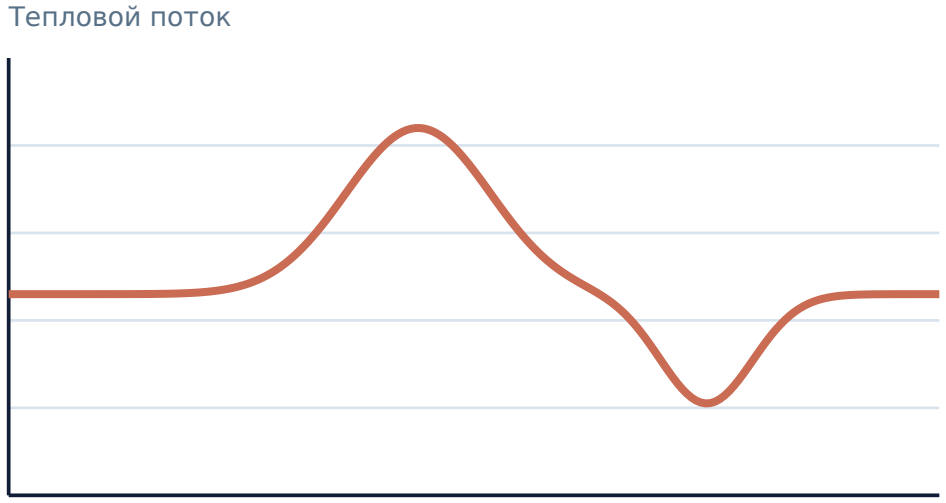
DSC измеряет разность тепловых потоков для образца и эталона.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Пики соответствуют тепловым эффектам, но их знак зависит от принятой конвенции.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



DSC: модельные тепловые эффекты МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Энтальпия по площади DSC-пика

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 05 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Интеграл теплового потока по времени характеризует теплоту перехода.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Для удельной энтальпии интеграл делят на массу образца.

СООТНОШЕНИЕ

$$\Delta H = (1/m)\int (dQ/dt)\, dt$$



DSC: модельные тепловые эффекты МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Устройство термоанализатора

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 06 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Прибор содержит температурный блок, датчики, тигли и систему управления атмосферой.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Состояние тигля и калибровка датчиков влияют на точность.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Структура · состав · свойства



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Скорость нагрева

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 07 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Параметр β=dT/dt задаёт темп температурной программы.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Более быстрый нагрев может смещать пики вследствие кинетики и температурного запаздывания.

СООТНОШЕНИЕ

$$\beta = dT/dt$$



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Влияние атмосферы

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 08 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

В инертном газе и в окислительной среде материал может претерпевать разные процессы.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

При сравнении измерений фиксируют тип газа и его расход.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Условия опыта · повторяемость



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Примеры для наноматериалов

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 09 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

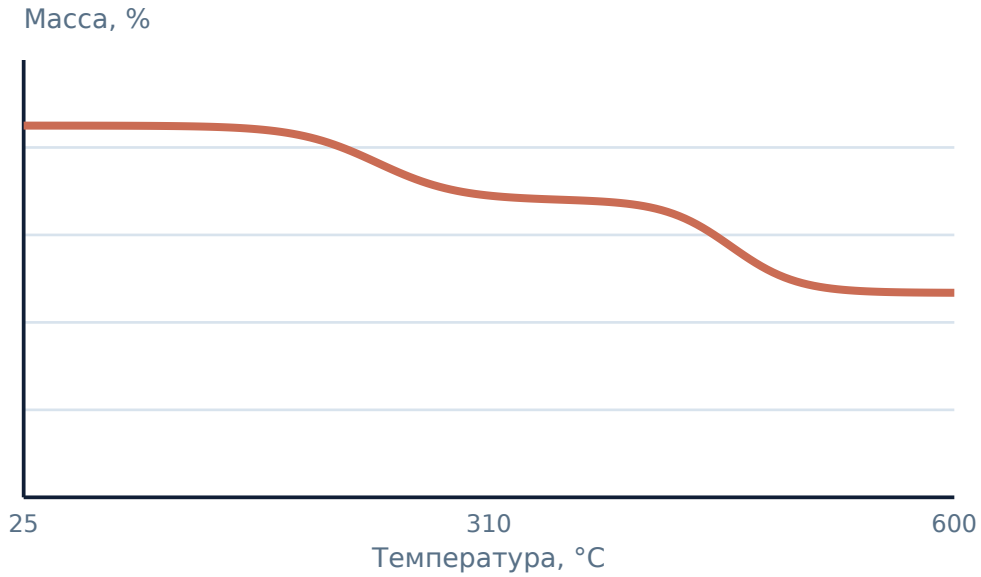
TGA помогает оценивать содержание летучих компонентов и термостабильность покрытий.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

DSC обнаруживает плавление, кристаллизацию и другие тепловые события.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Структура · состав · свойства



TGA: ступени потери массы МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Совместная интерпретация TGA и DSC

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 10 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Совпадение теплового эффекта и потери массы может указывать на разложение.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Тепловой пик без изменения массы может быть связан с фазовым переходом.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Подготовка и калибровка

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 11 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

Масса, геометрия образца и материал тигля выбираются под задачу.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Пустой тигель и эталоны помогают оценить базовую линию и температуру.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Условия опыта · повторяемость



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Коррекция базовой линии

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 12 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

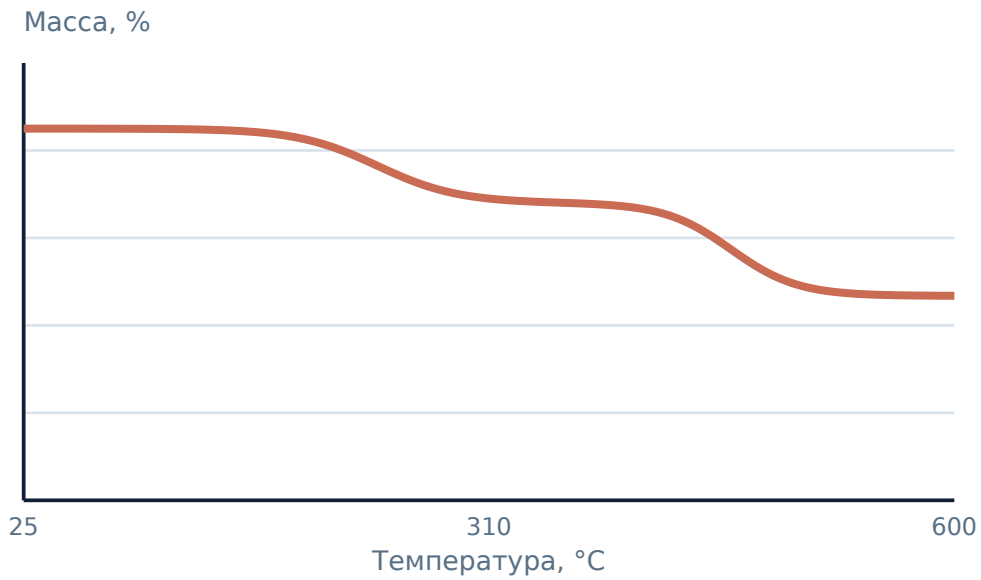
Перед интегрированием тепловых пиков необходимо определить базовую линию.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Величину массового остатка приводят к исходной массе образца.

СООТНОШЕНИЕ

Остаток = $100m/m_0$, %



TGA: ступени потери массы МОДЕЛЬ / СХЕМА

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Частые ошибки интерпретации

КЛЮЧЕВЫЕ ПОЛОЖЕНИЯ · 13 / 13

ФИЗИЧЕСКИЙ СМЫСЛ

По одной TGA-кривой нельзя однозначно назвать летучий продукт без дополнительного анализа.

ОБРАТИТЕ ВНИМАНИЕ

Искажения возможны из-за плавучести, конвекции и неоднородности нагрева.

ПРАКТИЧЕСКИЙ КОНТЕКСТ

Измерение · калибровка · вывод



ПОСЛЕДОВАТЕЛЬНОСТЬ ОПЕРАЦИЙ

Схема или расчётная кривая; не реальные измерения.

Разбор расчётного примера: Массовая потеря по TGA

ИСХОДНЫЕ ДАННЫЕ

Исходная масса m_0 = 8,0 мг; после нагревания m = 6,4 мг.

РЕШЕНИЕ

Потеря = (8,0 − 6,4) / 8,0 × 100% = 20%.

КАК ПОНИМАТЬ РЕЗУЛЬТАТ

Массовый остаток равен 80%; состав продуктов требует отдельного анализа.

Итоги лекции: главные выводы

Принцип

DTG показывает скорость изменения массы в зависимости от температуры или времени. Максимумы по модулю…

Применение

В инертном газе и в окислительной среде материал может претерпевать разные процессы. При сравнении…

Ограничения

По одной TGA-кривой нельзя однозначно назвать летучий продукт без дополнительного анализа. Искажения возможны из-за…

Главный итог: обоснованный научный вывод требует корректной физической модели и проверки измерений.

Контрольные вопросы и литература

ВОПРОСЫ ДЛЯ САМОПРОВЕРКИ

1. Что измеряют TGA и DSC?
2. Как влияет скорость нагрева на результат?
3. Почему по одной TGA-кривой нельзя указать летучий продукт?

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ЛИТЕРАТУРА

1. Srinivasan et al. Experimental Techniques, 2024

2. Hussain. Handbook of Functionalized Nanomaterials, 2020

Материалы курса, 2026

Самостоятельное задание: назовите измеряемый параметр, предложите метод и укажите возможный источник ошибки.