

ANALIZA KRZYWEJ TERMOGRAWIMETRYCZNEJ I TERMOGRAWIMETRCZYNEJ KRZYWEJ RÓŻNICZKOWEJ

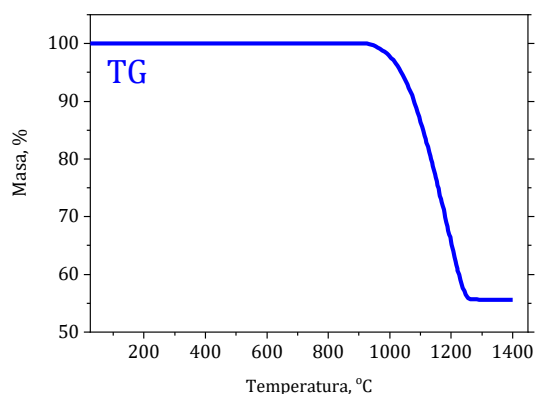
Krzywa termogravimetryczna

(TG – od ang. *thermogravimetric*)

Odwzorowuje zmiany masy próbki (krzywa malejąca ku dołowi = ubytek, krzywa rosnąca = przyrost masy) w funkcji temperatury lub czasu. Na krzywej TG daje się zaobserwować stopnie związane z ubytkiem lub przyrostem masy próbki podczas ogrzewania lub studzenia.

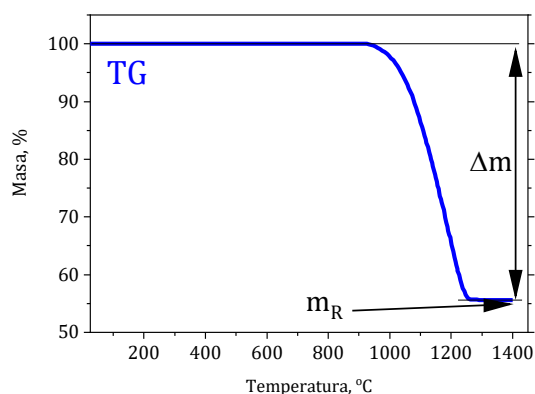
Uwaga! W interpretacji/porównywaniu wyników istotne jest uwzględnienie:

- szybkości ogrzewania
- rodzaju użytych tygli
- atmosfery prowadzenia pomiaru



1. Oznaczenie wartości ubytku/przyrostu masy (Δm) w wyniku reakcji lub procesów zachodzących w próbce na skutek ogrzewania/chłodzenia.

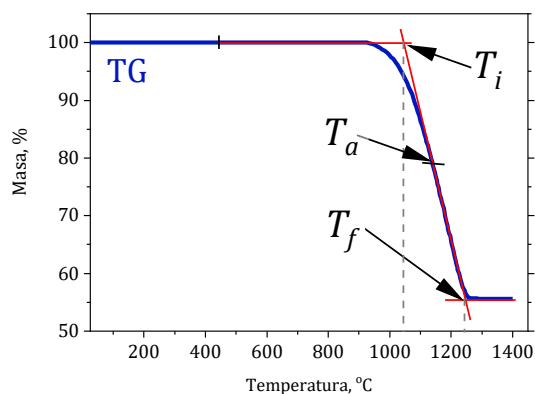
2. Oznaczenie pozostałości masy m_R i w maksimum temperatury zakresu pomiarowego.



3. Wyznaczenie ekstrapolowanej temperatury początku T_i i końca T_f rozkładu próbki w danym etapie. T_a to średnia arytmetyczna z dwóch wymienionych wyżej parametrów.

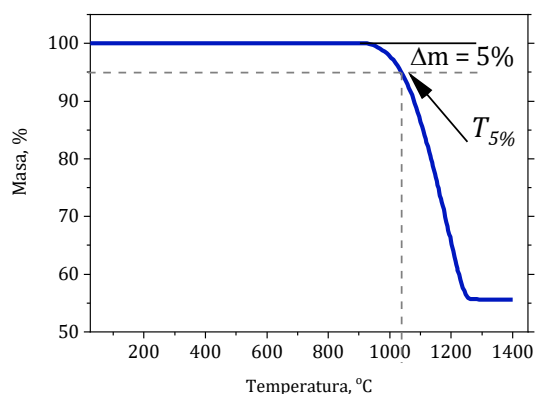
T_i wyznacza się jako punkt przecięcia przedłużonej linii stycznej wyrażającej masę początkową danego etapu rozkładu i ze styczną w punkcie przegięcia krzywej (maksymalnego nachylenia) może być użyty jako punkt temperatury odniesienia, w którym rozpoczyna się proces przyrostu masy/strat, i jest najczęściej stosowany do scharakteryzowania stabilności termicznej materiału.

Analizując ten wykres można znaleźć interesujące wartości, np. zmianę masy pomiędzy dwoma określonymi wartościami temperatury.



4. Ustalenie parametrów (np. $T_{2\%}$, $T_{5\%}$) charakteryzujące polimery pod względem stabilności termicznej.

- $T_{2\%}$ - temperatura 2% ubytku masy wskazującą na ilość produktów lotnych czy też wilgoci i zanieczyszczeń
- $T_{5\%}$ - temperatura 5% ubytku masy, którą przyjmuje się jako temperaturę początku degradacji,

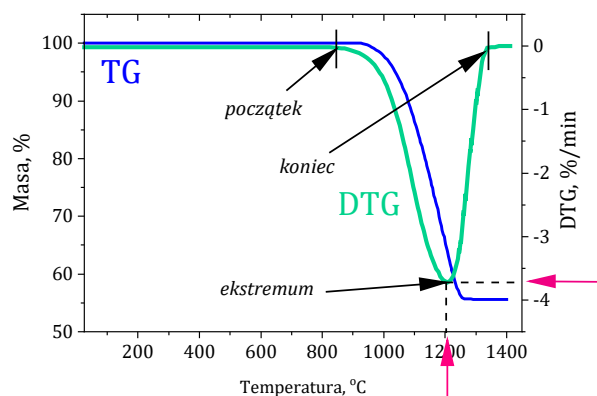
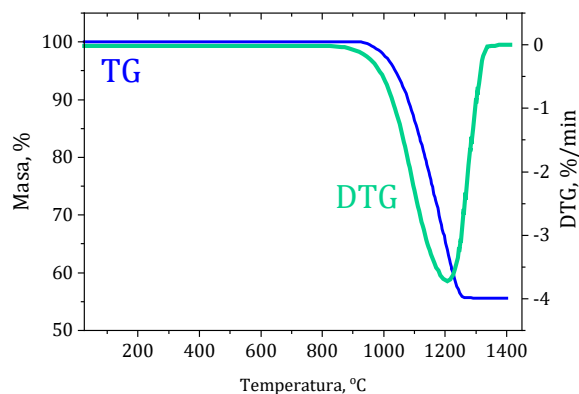


Termograwimetryczna krzywa różniczkowa

(DTG ang. derivative thermogravimetric)

stanowi narzędzie pomocne w interpretacji wyników analizy TG. DTG otrzymuje się poprzez zróźniczkowanie krzywej TG – jest to jej pierwsza pochodna: $dm/dt = f(T)$.

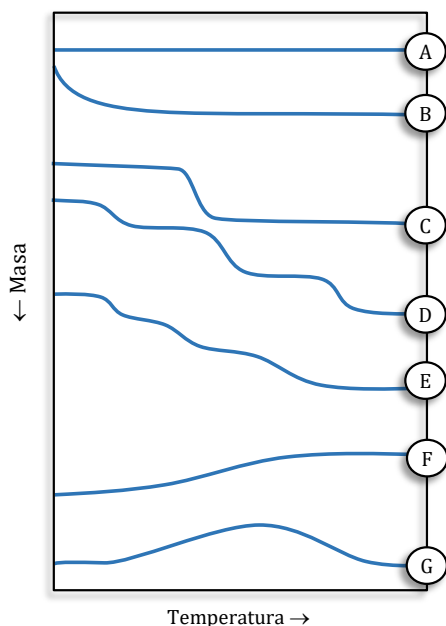
Umożliwia rozdzielenie nakładających się etapów rozkładu materiału, których nie widać bezpośrednio z przebiegu krzywej TG.



1. Odczytanie temperatury maksymalnej szybkości przemiany (°C) i maksymalnej szybkości ubytku/przyrostu masy (dm/dt ; np. %/min) w danym zakresie temperatury („współrzędne” ekstremum).

2. Wyznaczenie początku i końca przemiany, która skutkuje ubytkiem/przyrostem masy (ustalenie zakresu temperatury zachodzenia reakcji i odczytanie z krzywej TG wartości zmiany masy).

Przykładowe przebiegi krzywych TG i ich omówienie



A. próbka nie ulega rozkładowi z wydzielaniem lotnych produktów. Jednak możliwe jest zachodzenie przemian stanu stałego, topnienie, zeszklenie, krystalizacja czy polimeryzacja – te procesy zachodzą bez ubytku/przyrostu masy!

B. gwałtowny spadek masy na początku zadanego zakresu temperatury może wskazywać na wystąpienie desorpcji w próbce

C. jednoetapowy rozkład, na podstawie tej krzywej można określić stabilność termiczną substancji, parametry kinetyczne czy stechiometrię reakcji

D. wieloetapowy rozkład z pośrednimi stanami stabilnymi. Na podstawie tej krzywej również można określić stabilność termiczną substancji, stechiometrię reakcji

E. na krzywej obserwuje się kilka etapów rozkładu bez pośrednich stanów stabilnych. Nie ma możliwości określenia stechiometrii reakcji. W przypadku takiego przebiegu krzywej tg kluczowa jest ocena wpływu szybkości ogrzewania na zarejestrowany przebieg zmian.

F. na krzywej zarejestrowano wzrost masy próbki w wyniku jej reakcji z otaczającą atmosferą

G. krzywa ilustruje wzrost masy próbki w wyniku np. utleniania, a w wyższej temperaturze jej rozkład

Opracowanie merytoryczne i graficzne:

Karolina Kaczmarek

AGH Akademia Górniczo-Hutnicza im. St. Staszica w Krakowie

Instrukcja jest dostępna na licencji Uznanie autorstwa - Na tych samych warunkach 4.0. (CC BY-SA 4.0)

