

[Akceptuje](#)

W ramach naszej witryny stosujemy pliki cookies w celu świadczenia państwu usług na najwyższym poziomie, w tym w sposób dostosowany do indywidualnych potrzeb. Korzystanie z witryny bez zmiany ustawień dotyczących cookies oznacza, że będą one zamieszczone w Państwa urządzeniu końcowym. Możecie Państwo dokonać w każdym czasie zmiany ustawień dotyczących cookies. Więcej szczegółów w naszej [Polityce Prywatności](#)

[Portal](#) [Informacje](#) [Katalog firm](#) [Praca](#) [Szkolenia](#) [Wydarzenia](#) [Porównania międzylaboratoryjne](#)
[Kontakt](#)



[Laboratoria](#)
[.net](#)
[Innowacje](#)
[Nauka](#)
[Technologie](#)

[Logowanie](#) [Rejestracja](#) [pl](#)

Newsletter

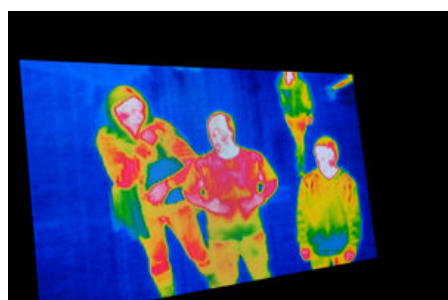
zapisz się



- [Nowe technologie](#)
- [Felieton](#)
- [Tygodnik "Nature"](#)
- [Edukacja](#)
- [Artykuły](#)
- [Przemysł](#)

[Strona główna](#) > [Artykuły](#)

Analiza Termiczna: teoria, nomenklatura i zastosowanie



Streszczenie

Metodami szybko się rozwijającymi i wkraczającymi w wiele dziedzin nauki są analizy termiczne (TA). Ze względu na różnorodność zastosowań (przemysł, chemia, biologia, ochrona środowiska itp.) tych metod nomenklatura tej dziedziny nie jest jednolita. Przedstawienie poprawnych sformułowań i podstaw teoretycznych pozwoli na ujednoczenie wiedzy z tego zakresu oraz stanowić będzie podstawę szczegółowym rozważaniom dotyczącym analizy termicznej. Szereg informacji dostarczanych metodami TA pozwala na zastosowanie tych metod w przemyśle farmaceutycznym i spożywczym.

Słowa kluczowe: analiza termiczna, termograwimetria, różnicowa kalorymetria skaningowa, termodylatometria, teoria derywatograficzna Osmonda, technika różnicowa Roberta-Austena.

Skróty

DSC - różnicowa kalorymetria skaningowa

TA - analiza termiczna

TD - termodylatometria

TG - termograwimetria

Wprowadzenie

Stan agregacji materii zmienia się znacząco podczas zmian temperatury, ulegając przemianom fizycznym i/lub przemianom (reakcjom) chemicznym. W stałym stanie skupienia substancje mogą występować w różnej postaci: krystalicznej, w stanie szklistym, amorficznym lub częściowo krystalicznym. Metastabilne są trzy ostatnie postacie a niekiedy niektóre formy polimorficzne substancji krystalicznych. Materia występująca w tych stanach ulega procesom relaksacyjnym, a przemiany fizyczne prowadzące do zmian stanu jej agregacji mają wówczas charakter kinetyczny [1,2].

W celu badania przemian chemicznych, takich jak stechiometria, ciepło, kinetyka reakcji, stosuje się różne techniki termoanalityczne w zależności od badanego procesu. Wyróżnia się następujące rodzaje przemian chemicznych:

- przemiany chemiczne faz skondensowanych przebiegające z udziałem składnika atmosfery gazowej jako substratu reakcji pierwotnych (np. proces siarczanowania di tlenkiem siarki)
- przemiany chemiczne faz skondensowanych przebiegające z udziałem składnika atmosfery gazowej jako substratu reakcji wtórnych (np. procesy utleniania w fazie gazowej lotnych produktów termicznego rozkładu)
- przemiany chemiczne faz skondensowanych przebiegające bez udziału składnika atmosfery gazowej
- przemiany chemiczne faz skondensowanych, których produktami są tylko fazy skondensowane (np. procesy poliaddycji w stopie)
- przemiany chemiczne faz skondensowanych, których produktami są fazy skondensowane i produkty gazowe (np. reakcje polikondensacji czy termicznego rozkładu soli kwasów organicznych)
- przemiany chemiczne faz skondensowanych, których produktami są tylko produkty gazowe (procesy termicznego rozkładu substancji organicznych do produktów lotnych w temperaturze ich powstawania).

Szybkość procesu powyższych przemian materii zależy od jej rodzaju, warunków prowadzenia przemiany (katalizator/inhibitor przemian chemicznych, skład atmosfery gazowej mającej kontakt z próbką) i temperatury. Warunkiem koniecznym do przeprowadzania analiz termicznych nieodwracalności przemian, którą można uzyskać dzięki warunkom pomiaru oraz zapewnienie warunków do osiągnięcia zamierzonego stopnia konwersji składników próbki w procesie o określonej

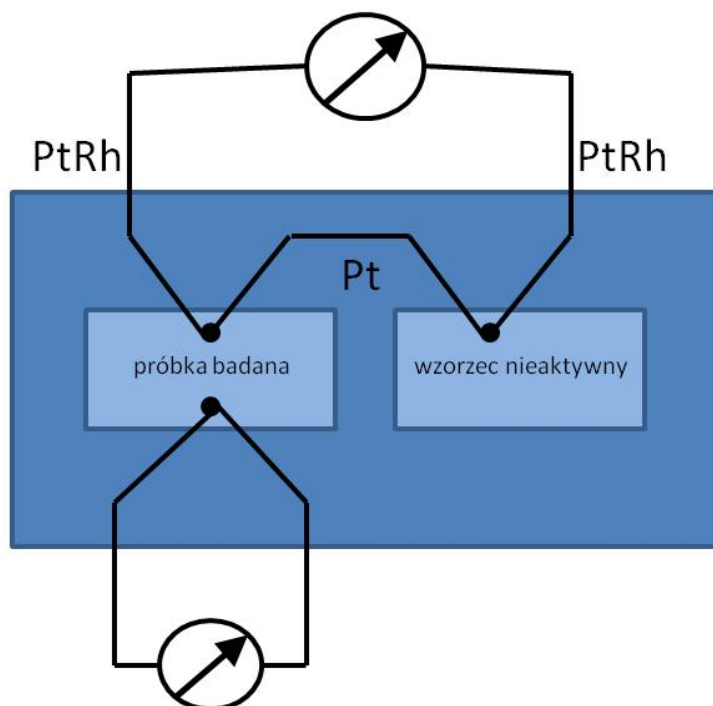
stechiometrii. Stabilne chemicznie materiały, podczas przemian fizycznych jest odwracalna np. odszklenie–zeszklenie, topnienie–krystalizacja, przemiany w ciekłych kryształach (z wyjątkiem przechłodzenia). Całkowicie nieodwracalny nieodwracalnymi procesami są egzotermiczne procesy relaksacyjne (zimna krystalizacja), przemiany fizyczne wymuszające przemiany chemiczne, przemiany fazowe typu: faza skondensowana oraz reakcje chemiczne, zarówno typu rozkładu jak i syntezy procesach chłodzenia [1, 2].

Terminologia i definicje w analizie termicznej

Ujednolicenie terminologii stosowanej w zakresie analizy termicznej rozpoczęto wraz z powstaniem International Confederation for Thermal Analysis (ICTA) (1968). Pojęcia i terminy zmieniały się na przestrzeni lat. Obecnie obowiązują zalecenia ICTAC z roku 1998/1999 [3, 4, 5, 6]. Zgodnie z podaną w literaturze nomenklaturą: analiza termiczna oznacza analizę zmian właściwości próbki związanych z narzuconym próbkce reżimem temperaturowym (wszelkie sekwencje zmian temperatury w stosunku do czasu, zmiany te są zaprogramowane z góry. Badanie próbek metodami termicznymi może odbywać się bezpośrednio, polegające na rejestracji temperatury badanego materiału i jego przemian lub pośrednio, polegające na rejestracji zmian innej właściwości materiału, ale zależnej od temperatury.

Do bezpośrednich analiz termicznych zalicza się wiele metod, których klasyfikacja została wprowadzona na podstawie rodzaju badanych właściwości. Do podstawowych metod termicznych zaliczamy: termograwimetrię (TG) oznacza technikę, którą określa się zmiany masy próbki, a różnicową kalorymetrię skaningową (DSC) technikę, którą określa się zmiany różnicy strumieni cieplnych (różnicy mocy cieplnej) próbki badanej do próbki odniesienia, występujące pod wpływem narzuconego próbkom reżimu temperaturowego. Technika DSC jest formalnie metodą kalorymetryczną jednak w literaturze zalicza się ją często do technik termoanalitycznych [5, 7]. Do metod pośrednich zaliczamy: metodę dylatometryczną (termodylatometria, TD) – z użyciem dylatometru rejestruje się zmiany długości próbki/próbek, które zmieniają się wraz z temperaturą oraz metodę elektryczną (rezystometryczna), w której mierzy się zmiany oporności właściwej nagrzewanej próbki.

W badaniach i analizie pomiarów wykorzystuje się teorię derywatograficzną Osmonda, w której rejestruje się czas ΔT , który jest konieczny do takiego nagrzania lub ostudzenia próbki, aby temperatura zmieniła się o określoną wartość Δt ; temperaturę przemiany wskazuje ostre maksimum (pik) na wykresie zmian stosunku $\Delta T/\Delta t$ w czasie. Większość metod wykorzystuje w pomiarach technikę różnicową Roberta-Austena. Próbka badanego materiału i próbka odniesienia (nie ulegająca przemianom) są umieszczane w tym samym piecu; temperaturę mierzy się z użyciem termopary zwykłej (pomiar temperatury pieca) oraz różnicowego obwodu z dwoma termoparami, reagującego na różnicę między temperaturami obu próbek (Rys.1).



Rysunek 1) Schemat termicznej analizy różnicowej wg Roberta-Austena

Zastosowanie metod analizy termicznej

Oprócz czysto chemicznego zastosowania analiz termicznych (analiza fazowa, oznaczanie składu chemicznego i czystości, pomiar ciepła przemian fazowych i reakcji chemicznej, wyznaczanie ciepła właściwego substancji, wyznaczanie parametrów kinetycznych reakcji, temperatura zeszklenia) mają one ogromne znaczenie w badaniu próbek organicznych. Pomiarów te pozwalają wyznaczyć temperaturę i ciepło topnienia nowo zsyntetyzowanych związków oraz ich stabilności termicznej. Ma to olbrzymie znaczenie, gdy związek ten będzie wykorzystywany w medycynie. Analiza termiczna pozwala wyznaczyć czystości substancji farmaceutycznych a także stwierdzić czy preparaty te nie uległy przemianom w wyniku nie właściwego przechowywania. Metody te pozwalają na szczegółowe opisanie czynności optycznych substancji i ich mieszanin. Jednym z głównych aspektów badawczych jaki daje analiza termiczna jest obserwowanie zmian polimorficznych substancji oraz kompatybilności składników mieszanin. Analiza termiczna ma zastosowanie także w przemyśle szczególnie przy produkcji sorbentów, gdyż metody te pozwalają na ilościowe oznaczanie wody krystalizacyjnej i wody zaabsorbowanej. Metody analiz termicznych wykorzystuje się w przemyśle spożywczym do badania degradacji tłuszczów jadalnych na skutek reakcji utleniania, żelowania i retrodegradacji skrobi, analizy napojów alkoholowych, mięsa. A nawet zbadania warunków zamrażania i suszenia produktów spożywczych.

Metody analityczne wykorzystywane są w badaniu, syntetyzowaniu i sieciowaniu polimerów. Pozwalają opisać elastyczność i wytrzymałość tych związków, co determinuje wykorzystanie danego polimeru w przemyśle. W badaniach polimerów bada się także ich wzajemną kompatybilność w mieszaninach (niemieszalne, całkowicie mieszalne, częściowo mieszalne lub złożone morfologia mieszaniny).

Podsumowanie

Techniki stosowane w analizie termicznej są bardzo różnorodne. Poznanie podstaw teoretycznych analizy termicznej pozwoli zrozumieć poszczególne techniki w zakresie niezbędnym do poprawnego

projektowania i przeprowadzania pomiarów a także ułatwi poprawność interpretacji ich wyników. Zastosowanie analiz termicznych jest coraz szersze i obejmuje wiele dziedzin nauki stąd też nomenklatura powinna być jednoznaczna i ujednolicona niezależnie od działu w jakim została zastosowana.

Autor: Karolina Wójciuk

Literatura:

- [1] Wunderlich B. 1997. The Basis of Thermal Analysis, w E.A. Turi (ed.), Thermal Characterization of Polymeric Materials. Academic Press (1997) 205
- [2] Wunderlich. 1990. B. Thermal Analysis. Academic Press
- [3] Gmelin E. 1999. Report of the Chairman of the Scientific Commissions and Working Groups, ICTAC News, 32/2 (1999) 10-12
- [4] Hemminger W., Wilburn F.W., Gravelle P.C., Haglund B.O., Hianes P.J., Hakvoort G., Ohlyba M., Simon J., Sarge S.M., ICTAC Nomenclature Committee Report: „Recommendation for Names and Definitions in Thermal Analysis and Calorimetry”, ICTAC News, 31/2 (1998) 107-122
- [5] Hemminger W., Sarge S.M., Definitions, Nomenclature, Terms and Literature, w Gallacher P.K. (ed. serii), Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry, Brown M.E. (ed. vol. 1): Principles and Practice, Elsevier (1998) 1-73
- [6] ICTAC Nomenclature of Thermal Analysis, ICTAC News, 37/2 (2004) 62-70
- [7] Höhne G.W.H., Hemminger W., Flammersheim H.-J. 1996. Differential Scanning Calorimetry. An Introduction for Practitioners, Springer-Verlag, Berlin, Heidelberg, New York

<http://laboratoria.net/arttykul/14330.html>

Informacje dnia: [Každy lekarz wypisze juź dziecku i seniorowi darmowy lek Robot czy człowiek?](#)
[Od soboty wystawa CLEVERFOOD w Centrum Nauki Experyment Szósta edycja Polskiej Konferencji Sztucznej Inteligencji NCBR przeznaczy ponad 66 milionów złotych Innowacyjny papier powstał we współpracy naukowców i przemysłu](#)
[Každy lekarz wypisze juź dziecku i seniorowi darmowy lek Robot czy człowiek?](#)
[Od soboty wystawa CLEVERFOOD w Centrum Nauki Experyment Szósta edycja Polskiej Konferencji Sztucznej Inteligencji NCBR przeznaczy ponad 66 milionów złotych Innowacyjny papier powstał we współpracy naukowców i przemysłu](#)
[Každy lekarz wypisze juź dziecku i seniorowi darmowy lek Robot czy człowiek?](#)
[Od soboty wystawa CLEVERFOOD w Centrum Nauki Experyment Szósta edycja Polskiej Konferencji Sztucznej Inteligencji NCBR przeznaczy ponad 66 milionów złotych Innowacyjny papier powstał we współpracy naukowców i przemysłu](#)

Partnerzy