

POLSKA
RZECZPOSPOLITA
LUDOWA



URZĄD
PATENTOWY
PRL

OPIS PATENTOWY 134 802

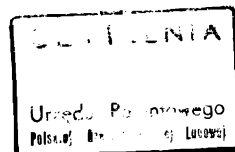
Patent dodatkowy
do patentu _____

Zgłoszono: 81 07 07 /P.232113/

Pierwszeństwo: _____

Zgłoszenie ogłoszono: 83 02 14

Opis patentowy opublikowano: 1986 12 31



Int. Cl.³ G01N 25/00

Twórcy wynalazku: Anna Maria Bułka-Baranowska, Janusz Bolesław Baranowski
Uprawniony z patentu: Anna Maria Bułka-Baranowska, Łódź;
Janusz Bolesław Baranowski, Łódź /Polska/

SPOSÓB I URZĄDZENIE DO ANALIZY TERMICZNEJ SUBSTANCJI W OPARCIU O REJESTRACJĘ KRZYWYCH POCHODNYCH RÓŻNICOWEJ ANALIZY TERMICZNEJ I RÓŻNICOWEJ ANALIZY TERMOGRAWIMETRYCZNEJ

Przedmiotem wynalazku jest sposób i urządzenie do prowadzenia analizy termicznej substancji w oparciu o rejestrowane krzywe będące pochodnymi krzywych różnicowej analizy termicznej i różnicowej analizy termograwimetrycznej. Z licznych publikacji, a zwłaszcza z publikacji W. Wendlandt pod tytułem "Thermal Methods of Analysis" A. Wiley-Interscience Publication John Wiley and Sons New York, London, Sydney, Toronto 1974, znanych jest wiele metod analizy termicznej. Do podstawowych metod analizy termicznej zalicza się termograwimetrię, badającą zmianę masy próbki w czasie ogrzewania, oraz różnicową analizę termiczną badającą zmianę różnicy temperatury próbki badanej i temperatury substancji wzorcowej w funkcji temperatury. Na podstawie krzywych analizy termograwimetrycznej można określać przemiany chemiczne, a na podstawie krzywych różnicowej analizy termicznej efekty termiczne towarzyszące przemianom chemicznym i fizycznym.

W metodzie termograwimetrycznej i w różnicowej analizie termicznej występuje ograniczenie związane z tym, że wiele substancji ulega kolejnym przemianom, których zakresy temperatury pokrywają się lub są bardzo bliskie. Otrzymywane krzywe są mało czytelne i trudne do interpretacji. Wadę tę w przypadku termograwimetrii usuwa częściowo różnicowa termograwimetria, której krzywa jest pochodną krzywej termograwimetrycznej. Ilość punktów ekstremalnych na krzywej różnicowej termograwimetrii wskazuje na liczbę etapów zachodzących przemian. Nie umożliwia ona jednak pewnego określenia liczby przemian i zakresów temperatur poszczególnych przemian. Dotychczas nie opracowano sposobu jednoczesnego otrzymywania krzywych pochodnych od różnicowej analizy termograwimetrycznej i różnicowej analizy termicznej bezpośrednio jako wynik doświadczenia.

Typowe urządzenie do analizy termicznej, na przykład derywatograf firmy MOM Budapeszt, zbudowane jest z pieca, wagi z zamocowanym na jednym z ramion termoelementem w os-

łonce, a na drugim ramieniu wagi zamocowany jest selenoid poruszający się w jednorodnym polu magnetycznym. W przestrzeni pieca obok tygielka z próbką badaną, umieszczonego na osłonce termoelementu, zamocowanego na ramieniu wagi, znajdują się dwa termoelementy na osłonkach których znajdują się tygielki z substancją wzorcową. Najczęściej substancją wzorcową jest tlenek glinu odmiany α . Urządzenia te pozwalają rejestrować zmianę masy, szybkość zmian masy i różnicę między temperaturą próbki badanej i próbki wzorcowej w funkcji temperatury. Urządzenia te nie zezwalają na rejestrację krzywych pochodnych od szybkości rozkładu /szybkości zmian masy/, od krzywej różnicowej analizy termicznej. Krzywe będące pochodnymi od krzywych różnicowej analizy termogravimetrycznej i różnicowej analizy termicznej umożliwiają pewne określenie ilości etapów zmian masy i towarzyszące tym zmianom oraz zmianom fizycznym efekty cieplne przy jednoczesnym określeniu zakresów temperaturowych tych przemian. Niedogodność obecnych urządzeń usuwa urządzenie według wynalazku. Sposób analizy termicznej według wynalazku polega na tym, że dwie jednakowo przygotowane próbki badanej substancji ogrzewa się przy zachowaniu stałej różnicy temperatury otoczeń tych próbek. Analizuje się zarejestrowane, rejestratorem znanej konstrukcji, w urządzeniu według wynalazku krzywe obrazujące zmianę różnicy mas próbek, szybkość zmian różnicy mas próbek oraz zmianę różnicy temperatury między próbkami w funkcji temperatury jednej z próbek. Uzyskane krzywe są pochodnymi: różnicową termogravimetrią względem temperatury, podczas gdy w obecnych metodach względem czasu; pochodną różnicowej analizy termogravimetrycznej względem czasu; pochodną różnicowej analizy termicznej względem temperatury.

Urządzenie według wynalazku zbudowane jest z wagi o wysokiej dokładności dowolnego rozwiązania na ramionach której zamocowane są w osłonkach termoelementy. Na osłonkach termoelementów umieszcza się tygielki z próbkami badanej substancji. próbki ogrzewane są za pomocą dwu lub jednego pieca w sposób zapewniający stałą różnicę temperatury między otoczeniami próbek. Stałą różnicę temperatury uzyskuje się przez utrzymywanie stałej różnicy temperatury między piecami lub przez odizolowanie jednej z próbek osłoną o znanym i stałym w badanym zakresie temperatury współczynnikiem wnikania ciepła. Rejestrator, według znanych rozwiązań, rejestruje wychylenie wagi, szybkość wychylenia wagi oraz różnicę temperatury badanych próbek w funkcji temperatury jednej z próbek lub w funkcji czasu przy liniowym wzroście temperatury. Krzywa wychylenia wagi odpowiada różnicowej termogravimetrii, krzywa szybkości wychylenia wagi odpowiada pochodnej różnicowej termogravimetrii, krzywa różnicy temperatury odpowiada pochodnej różnicowej analizy termicznej.

Sposób analizy termicznej i urządzenia według wynalazku zostały przedstawione na rysunku, na którym fig. 1 i fig. 2 przedstawiają przykłady wykonania wynalazku nie ograniczając jego zakresu. Przykład 1. Na ramionach wagi 1 charakteryzującej się wysoką dokładnością zamocowane są osłonki z termoelementami 2. Na osłonkach znajdują się w jednakowych tygielkach 3 jednakowo przygotowane próbki analizowanej substancji. próbki przykryte są piecami 4, których temperatura rośnie tak, że przez cały czas utrzymuje się stała różnica temperatury między temperaturą tych pieców. Na jednym z ramion wagi zawieszony jest selenoid 5 umieszczony w jednorodnym polu magnetycznym. W czasie analizy możliwy jest pomiar temperatury jednego z pieców, różnicy między temperaturą w obu próbkach, wychylenia wagi i szybkości wychylenia wagi przez pomiar prądów indukowanych w selenoidzie, proporcjonalnych do szybkości zmian jego położenia. Przykład 2. Układ przedstawiony na fig. 2 różni się od poprzedniego tym, że ogrzewanie próbek prowadzi się za pomocą jednego pieca 4, a różnicę temperatury między otoczeniami próbek uzyskuje się przez zastosowanie do jednej próbki osłony 6 z materiału o stałym współczynnikiem wnikania ciepła w badanym zakresie temperatury. Zamiast selenoidu do rejestracji wychylenia i szybkości wychylenia wagi można stosować inne urządzenia na przykład toroid, wskazówkę z układem optycznym itp..

Z a s t r z e ż e n i a p a t e n t o w e

1. Sposób analizy termicznej substancji w oparciu o rejestrację krzywych pochodnych różnicowej analizy termicznej i różnicowej analizy termograwimetrycznej, w którym badane próbki substancji ogrzewa się w specjalnie skonstruowanych urządzeniach ogrzewających i jednocześnie rejestruje zmiany temperatury i masy próbek, na podstawie których wyznacza się krzywe pochodne różnicowej analizy termicznej i różnicowej analizy termograwimetrycznej służące do wyznaczania i charakteryzowania przemian fizycznych i chemicznych próbek, z n a m i e n n y t y m, że ogrzewa się dwie jednakowo przygotowane próbki badanej substancji przy zachowaniu stałej różnicy temperatury między otoczeniami tych próbek.

2. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że rejestruje się różnicę między temperaturą próbek, różnicę mas próbek oraz szybkość zmian różnicy mas próbek substancji badanej w funkcji temperatury jednej z próbek lub czasu przy liniowym wzroście temperatury.

3. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że zachowanie stałej różnicy temperatury uzyskuje się przez ogrzewanie próbek za pomocą dwu pieców.

4. Sposób według zastrz. 1, z n a m i e n n y t y m, że zachowanie stałej różnicy temperatury uzyskuje się przez osłonięcie jednej z próbek materiałem o stałym w badanym zakresie temperatury współczynniku wnikania ciepła.

5. Urządzenie do analizy termicznej substancji w oparciu o rejestrację krzywych pochodnych różnicowej analizy termicznej i różnicowej analizy termograwimetrycznej przy ogrzewaniu dwu próbek badanej substancji, zbudowane z wagi wysokiej dokładności, z dwu pieców, w przestrzeni których znajdują się tygle napełnione badaną substancją umieszczone na osłonkach termopar przy czym termopary połączone są z programatorem ogrzewania oraz z rejestratorem temperatury jednej z próbek i różnicy temperatury próbek oraz wyposażone w urządzenie do rejestracji wychyleń i szybkości wychyleń wagi od położenia równowagi, z n a m i e n n e t y m, że osłonki termopar zamocowane są na ramionach wagi wysokiej dokładności.

Fig. 1

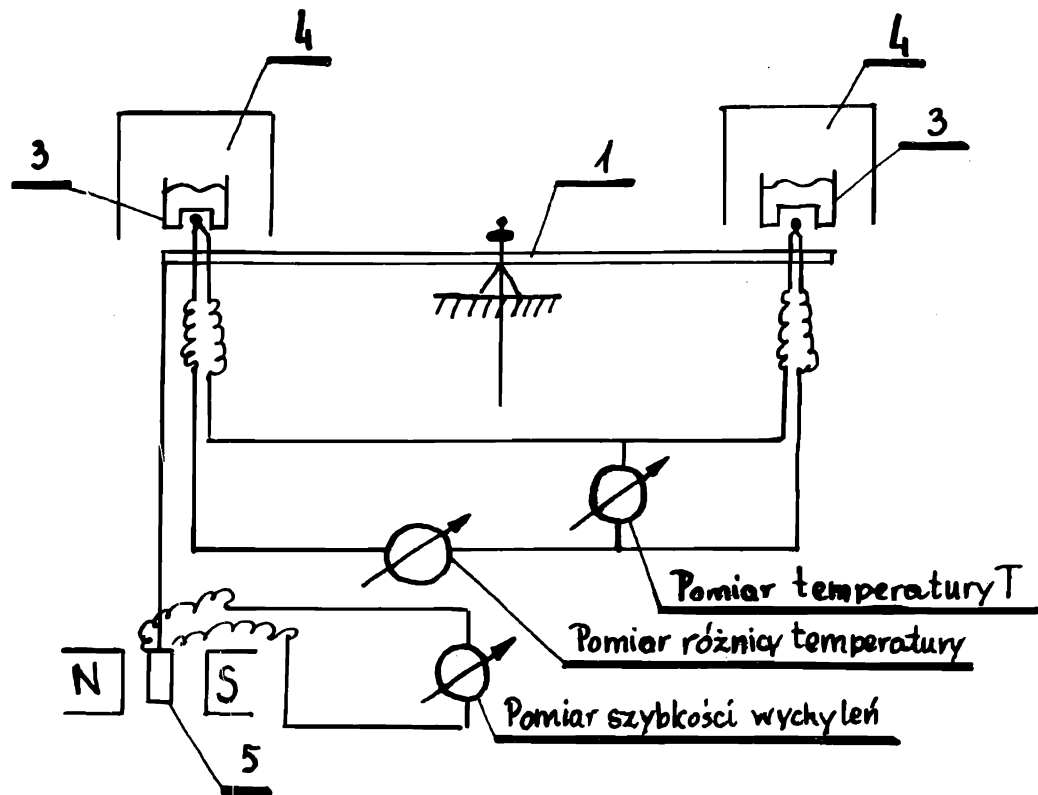


Fig. 2

