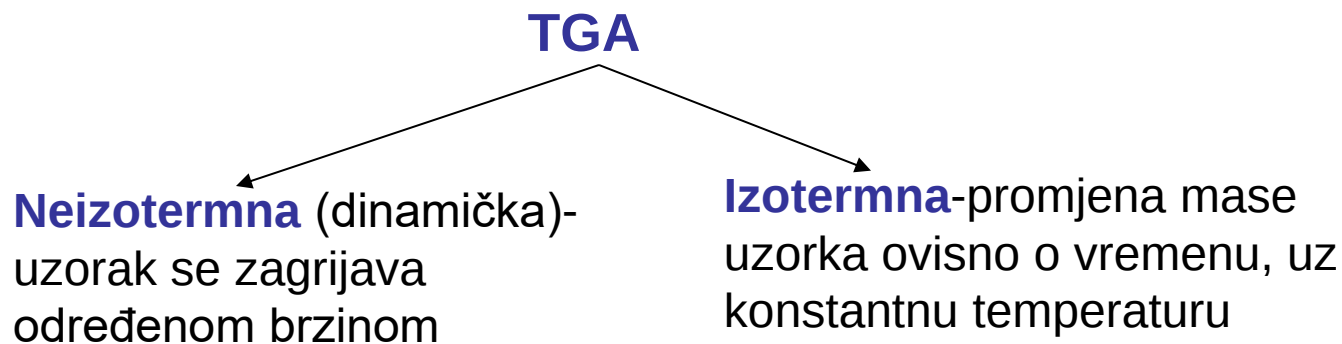


TERMOGRAVIMETRIJSKA ANALIZA (TGA)



FKITMCMXIX

TGA je tehnika kojom se prati **promjena mase uzorka u ovisnosti o temperaturi /ili vremenu**, tijekom programiranog zagrijavanja uzorka u uvjetima kontrolirane atmosfere (dušik, zrak, kisik)



TERMOGRAVIMETRIJSKA ANALIZA (TGA)

OPĆENITO

Za komercijalni TGA područje temperature je od 25 do 1000 °C.
Koriste se inertni plinovi: dušik, argon ili helij; oksidirajući plinovi: zrak ili kisik.

TGA tehnikom može se registrirati gubitak mase vezan za:

- lako hlapive komponente (apsorbirana vlaga ili voda)
- zaostalo otapalo ili aditivi niske molekulske mase
- oligomeri

**Između
25 i 300°C**

- produkti koji nastaju nakon reakcije umrežavanja fenolnih ili amino smola (voda i formaldehid)

**Između
100 i 250°C**

- razgradni produkti koji nastaju pucanjem lanca polimera

**iznad 200 ne
više od 800°C**

TERMOGRAVIMETRIJSKA ANALIZA (TGA)

OPĆENITO

Koje informacije o materijalu se mogu dobiti TGA tehnikom?

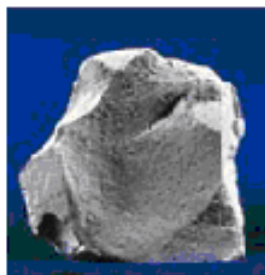
- sastav
- udio organske komponente
- udio anorganske komponente
- udio dodataka (aditiva)

Nadalje:

- stupanj umreženja
- toplinska postojanost ➡ preko toplinskih i termooksidativnih procesa
- kinetika preko odgovarajućih modela
- životni vijek materijala



Organski spojevi
Kemikalije



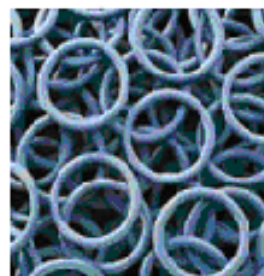
Anorganski spojevi
Minerali
Keramike
Metali



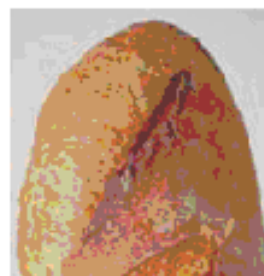
Farmacija
Lijekovi



Petrokemija
Ulja
Masti
Bitumeni



Polimeri
Termoplasti
Elastomeri



Prehrana
Masti
Proteini
Ugljikohidrati



Materijali
Kompoziti
Aditivi
Premazi

KALIBRACIJA I STANDARDI ZA KALIBRACIJU

U tablici su prikazani uobičajeni materijali za temperaturnu kalibraciju TGA instrumenta.

Materijal	Temperatura taljenja °C
Indij	156,6
Kositar	231,9
Olovo	327,5
Cink	419,5
Aluminji	660,3
Srebro	961,8

Termogravimetrijska analiza omogućuje kontinuirano praćenje promjene mase uzorka u funkciji temperature i / ili vremena.

Prije provedbe TGA eksperimenta treba odabrati:

- posudicu za mjerenje
- masu uzorka
- temperaturni program
- atmosferu (inertnu ili oksidativnu)

OSMIŠLJAVANJE I PROVOĐENJE TGA MJERENJA

Posudice za mjerenje

Za karakterizacija polimernih materijala obično se koriste posudice od:

- **Platine** koje podnose temperature do 800°C i više
- **Aluminijske** se koriste na temperaturama nižim od 660 °C (temperatura taljenja Al)
- **Keramičke** se koriste se za mjerenje na temperaturama iznad 900 °C

Primjer komercijalnih TGA posudica:

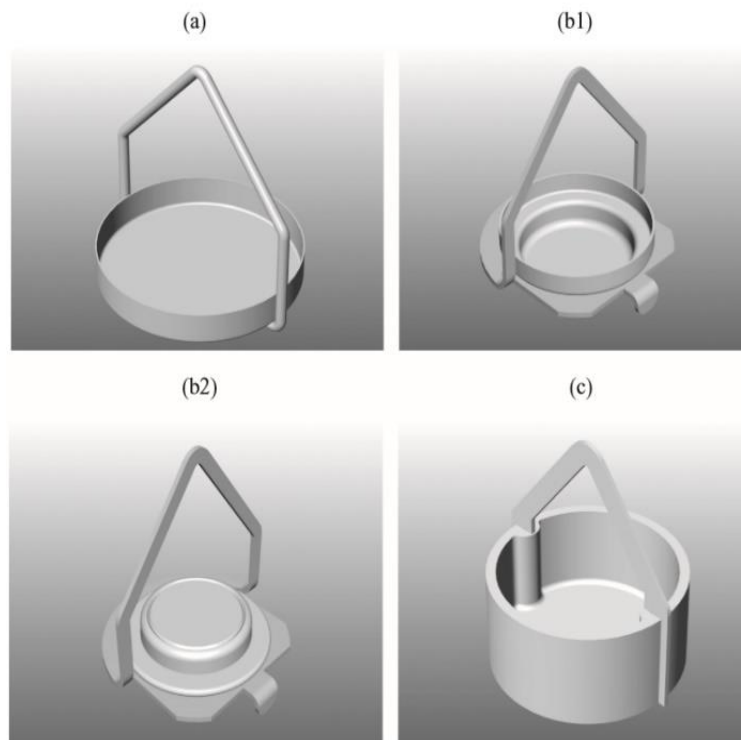
(a) platinasta 50 i 100 μ L

(b) aluminijska 80 μ L

(b1) otvorena

(b2) zatvorena

(c) keramička 250 μ L



OSMIŠLJAVANJE I PROVOĐENJE TGA MJERENJA

Temperature koje se koriste kod TGA mjerenja ovise o vrsti materijala:

- tekućine 100 – 300 °C
- polimeri 500 – 600 °C
- punila i toplinski postojani polimeri 650 – 1000 °C

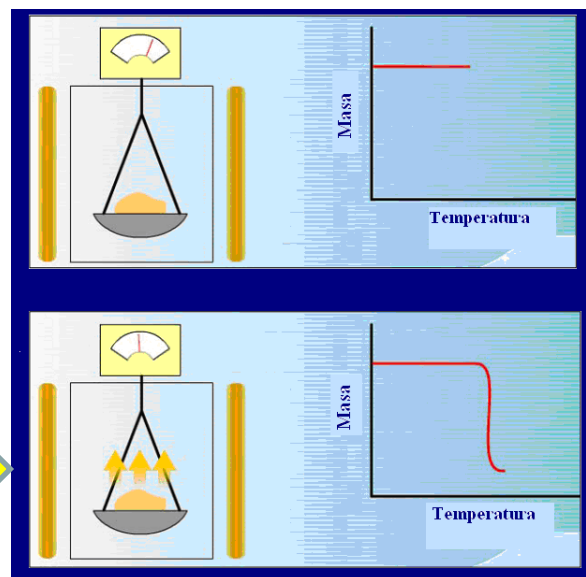
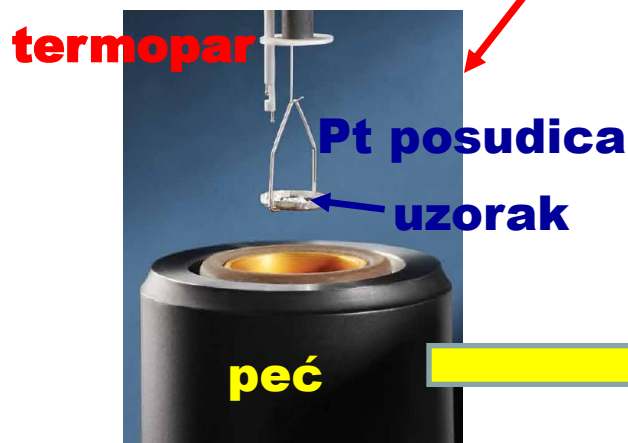
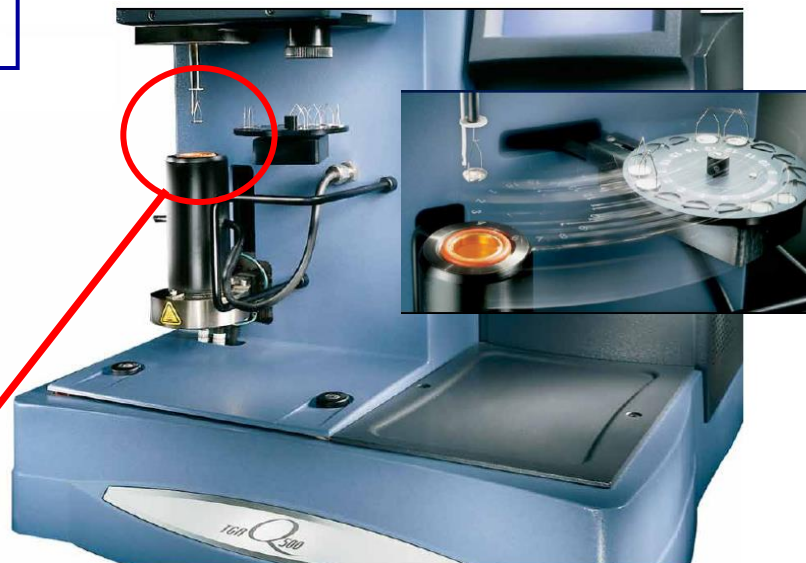
Brzine zagrijavanja obično su u području od 5 – 20 °C /min

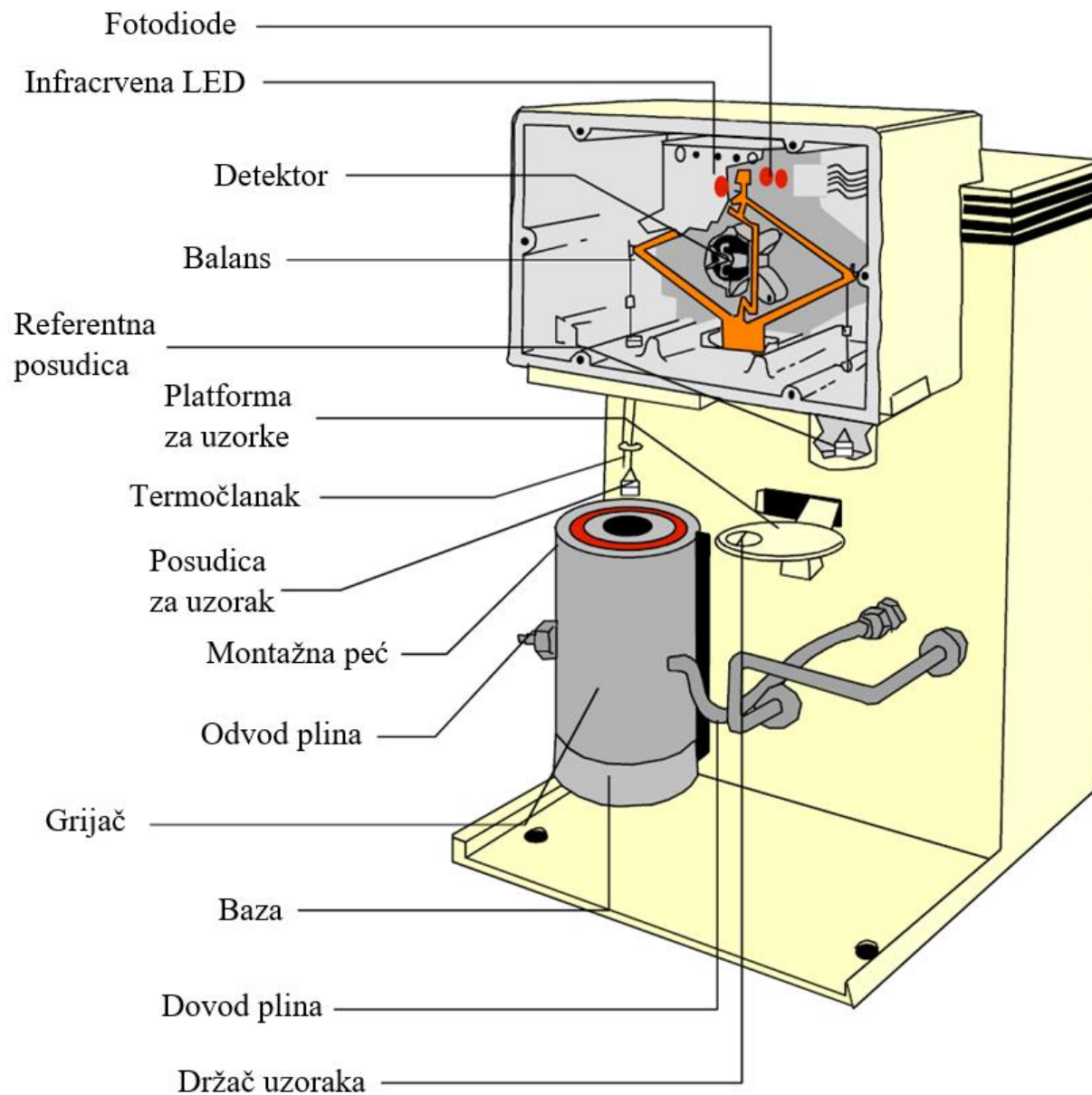
Protok plina kroz peć čija je vrijednost prema preporukama proizvođača 50 mL/min

OSMIŠLJAVANJE I PROVOĐENJE TGA MJERENJA

Kako početi TGA mjerenje:

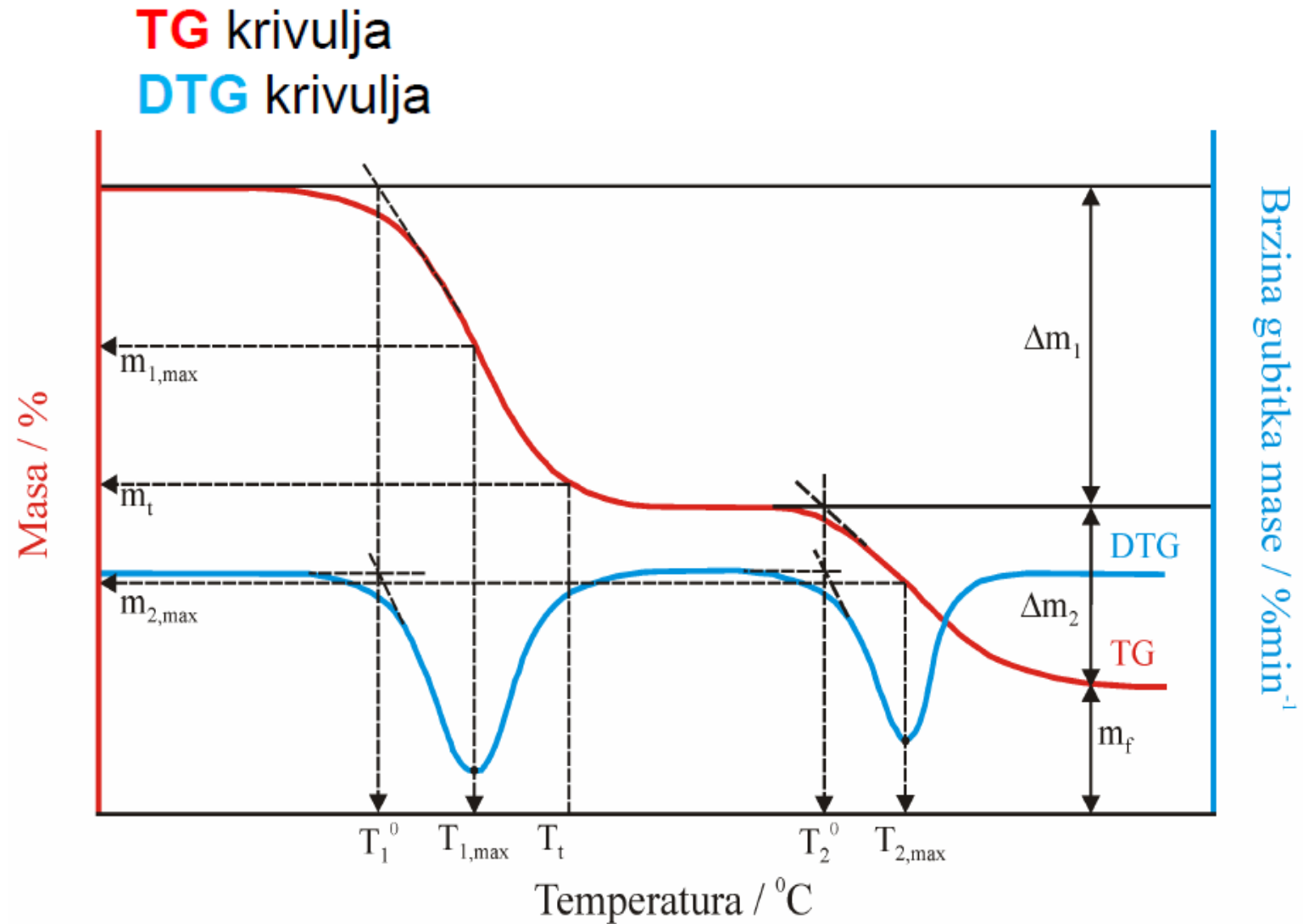
- 1) Tariranje prazne posudice
- 2) Postavljanje uvjeta mjerenja:
 - temperaturno područje
 - brzina zagrijavanja
 - protok plina
- 3) Postavljanje uzorka u posudicu
- 4) Zatvaranje peći
- 5) Pokretanje eksperimenta





Shematski prikaz elemenata **TGA** uređaja TA Instruments Q500

REZULTAT TGA MJERENJA



REZULTAT TGA MJERENJA

Očitano iz TG i DTG krivulje:

T - temperatura početka razgradnje (onset) - određuje se kao sjecište tangenti povučenih uz baznu liniju i uz silazni dio TG krivulje u točki minimuma (°C)

$T_{\max}$ - temperatura pri maksimalnoj brzini razgradnje - određuje se kao temperatura maksimuma DTG krivulje (°C)

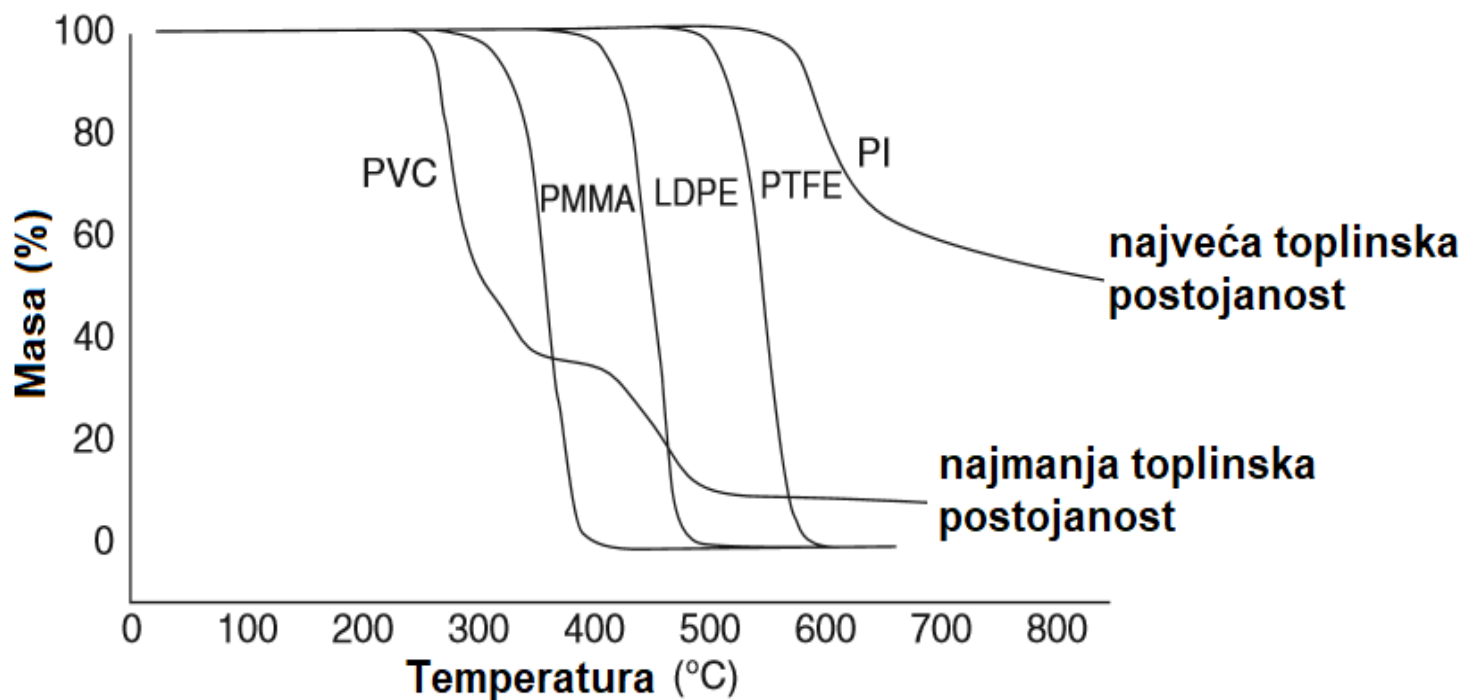
m_p – početak gubitka mase uzorka (%)

m_f - konačna masa uzorka (%)

Δm - promjena mase u pojedinom stupnju razgradnje

TOPLINSKA I OKSIDATIVNA POSTOJANOST POLIMERA

Kako odrediti toplinsku postojanost više polimera?



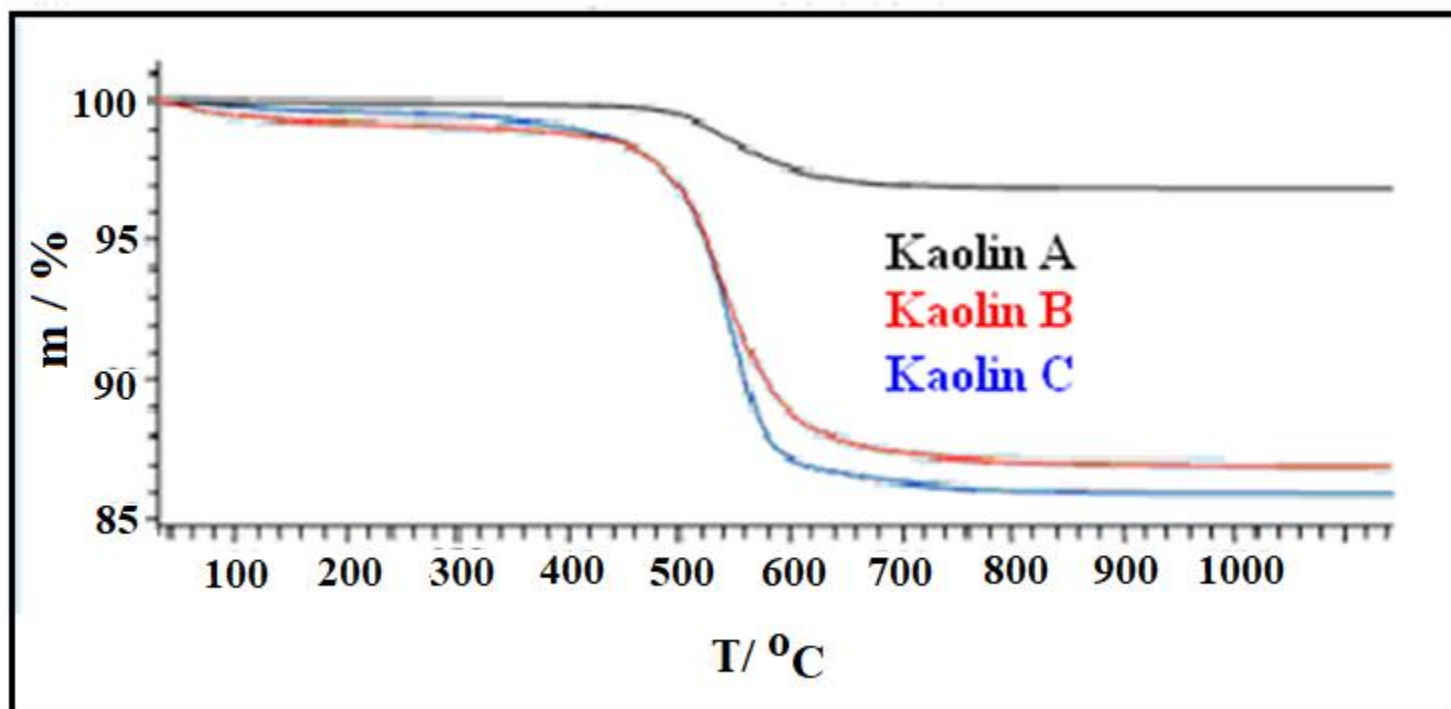
TOPLINSKA I OKSIDATIVNA POSTOJANOST POLIMERA

Općenito, polimeri se razgrađuju radikalskim mehanizmom, koji počinje pucanjem veza na temperaturi razgradnje, a ovisan je o jakosti veza i strukturi polimera.

Ovaj mehanizam može se podijeliti u tri skupine:

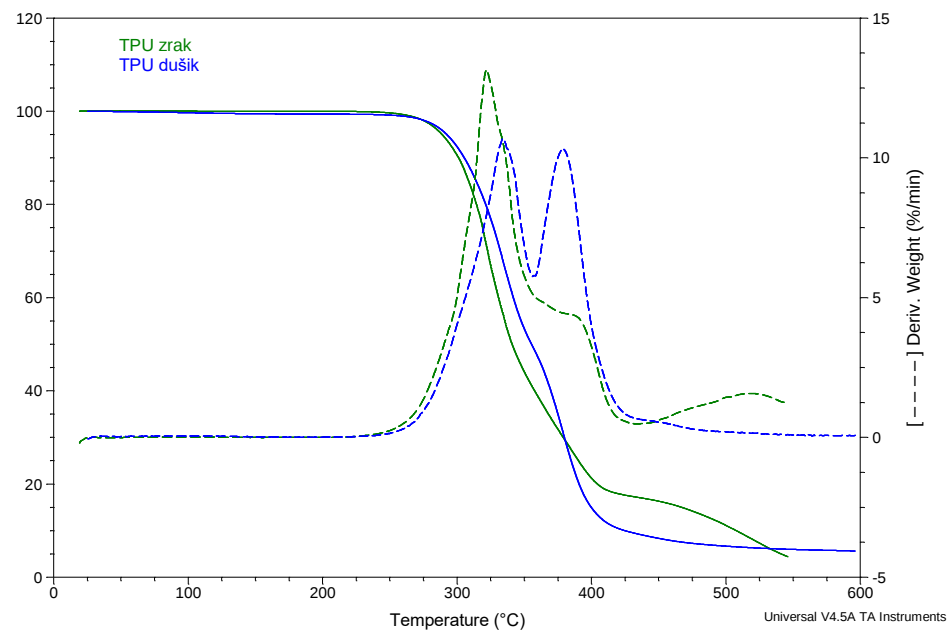
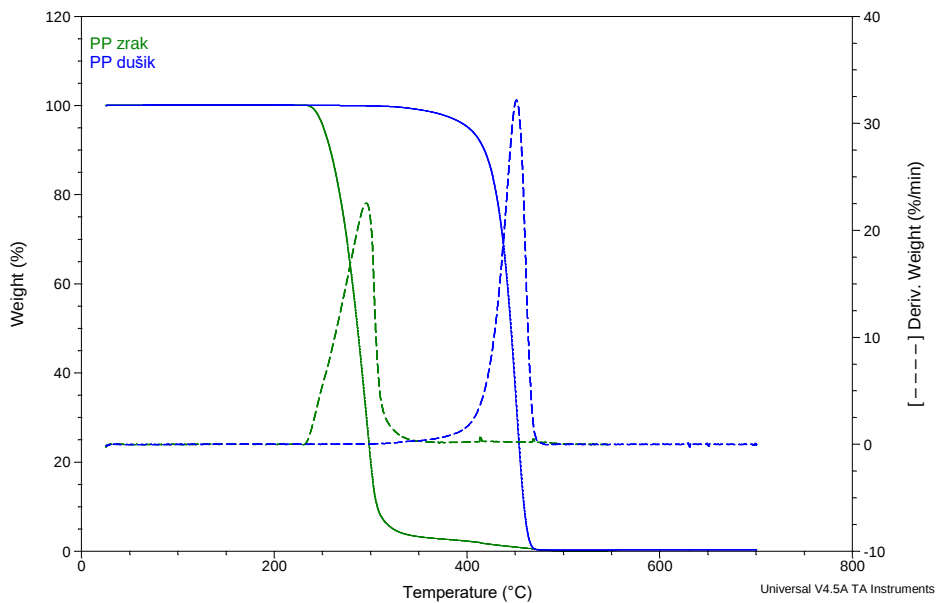
- nasumično pucanje lanca (primjer razgradnja polietilena)
- diocijacija do monomera (npr.razgradnja PMMA ili polioksi metilena (POM))
- uklanjanje bočnih skupina (npr. razgradnja PVC-a (HCl skupine))

TOPLINSKA I OKSIDATIVNA POSTOJANOST POLIMERA



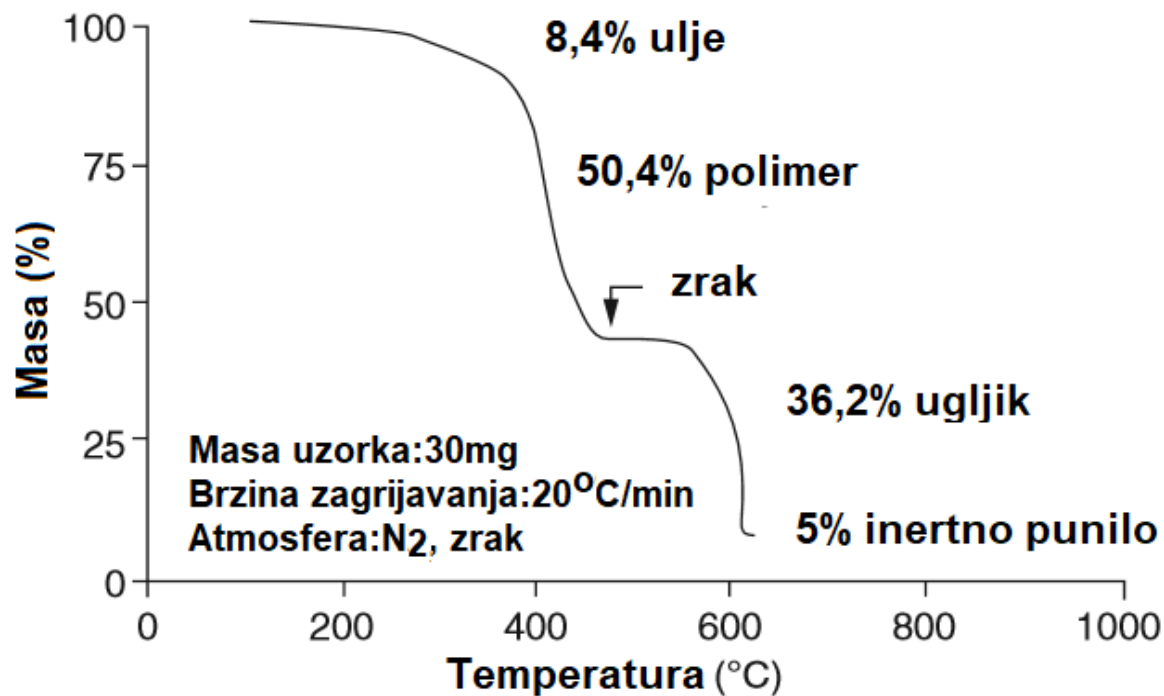
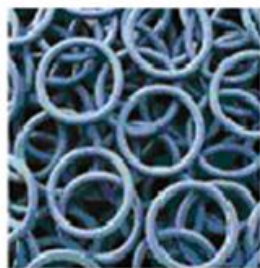
TOPLINSKA I OKSIDATIVNA POSTOJANOST POLIMERA

Termooksidativna razgradnja

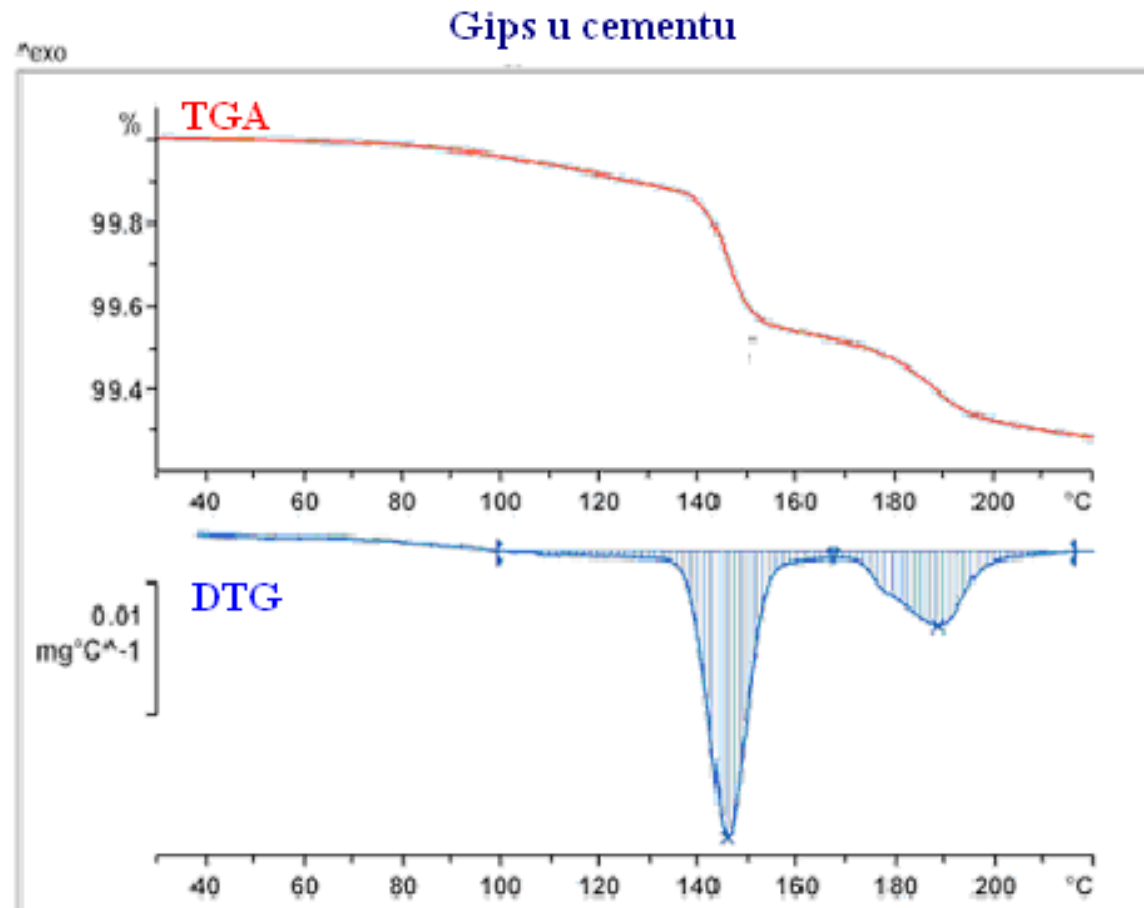
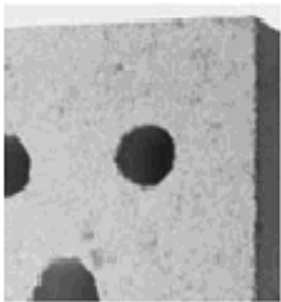


ODREĐIVANJE SASTAVA TGA TEHNIKOM

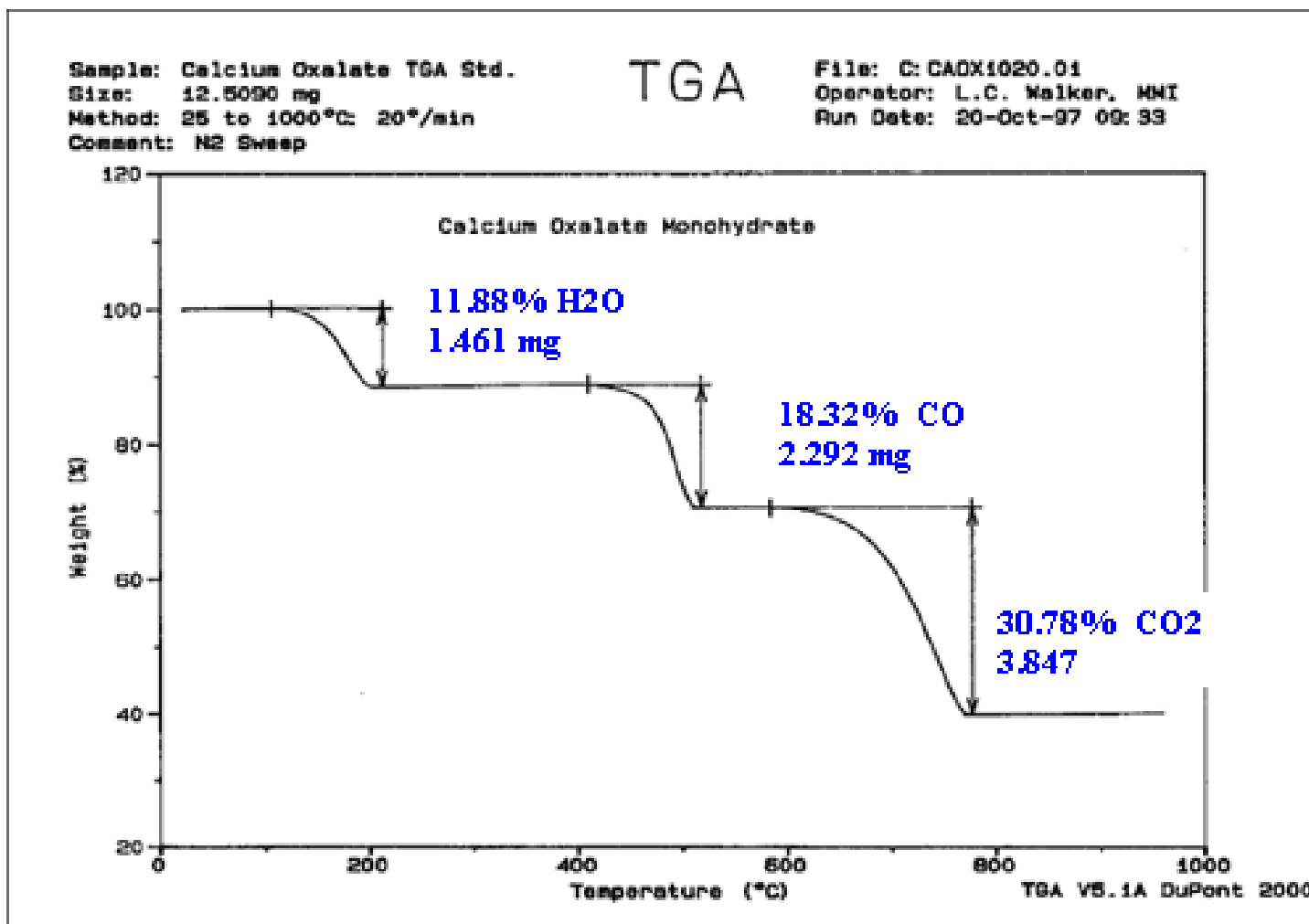
Određivanje sastava gume s TGA



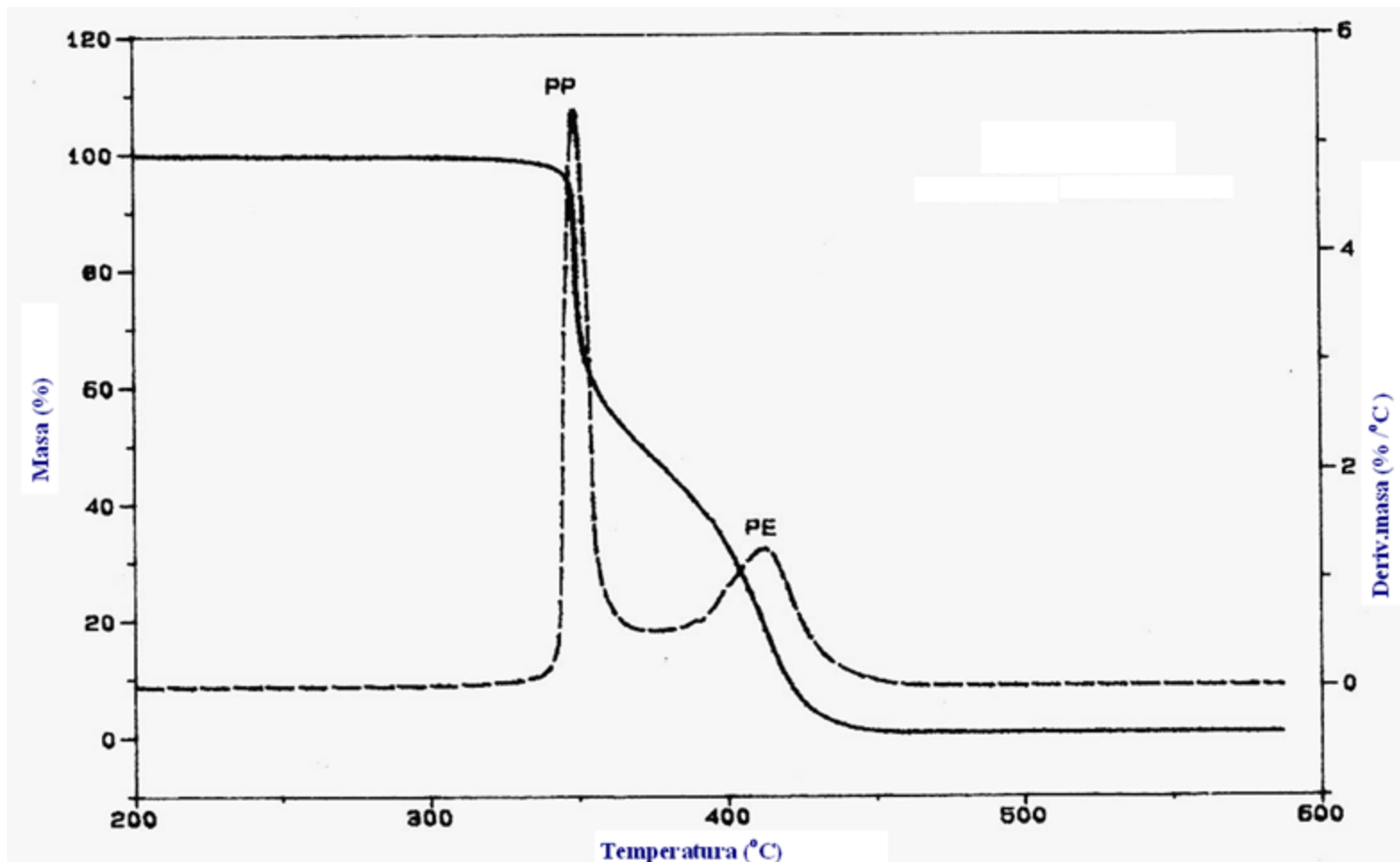
ODREĐIVANJE SASTAVA TGA TEHNIKOM



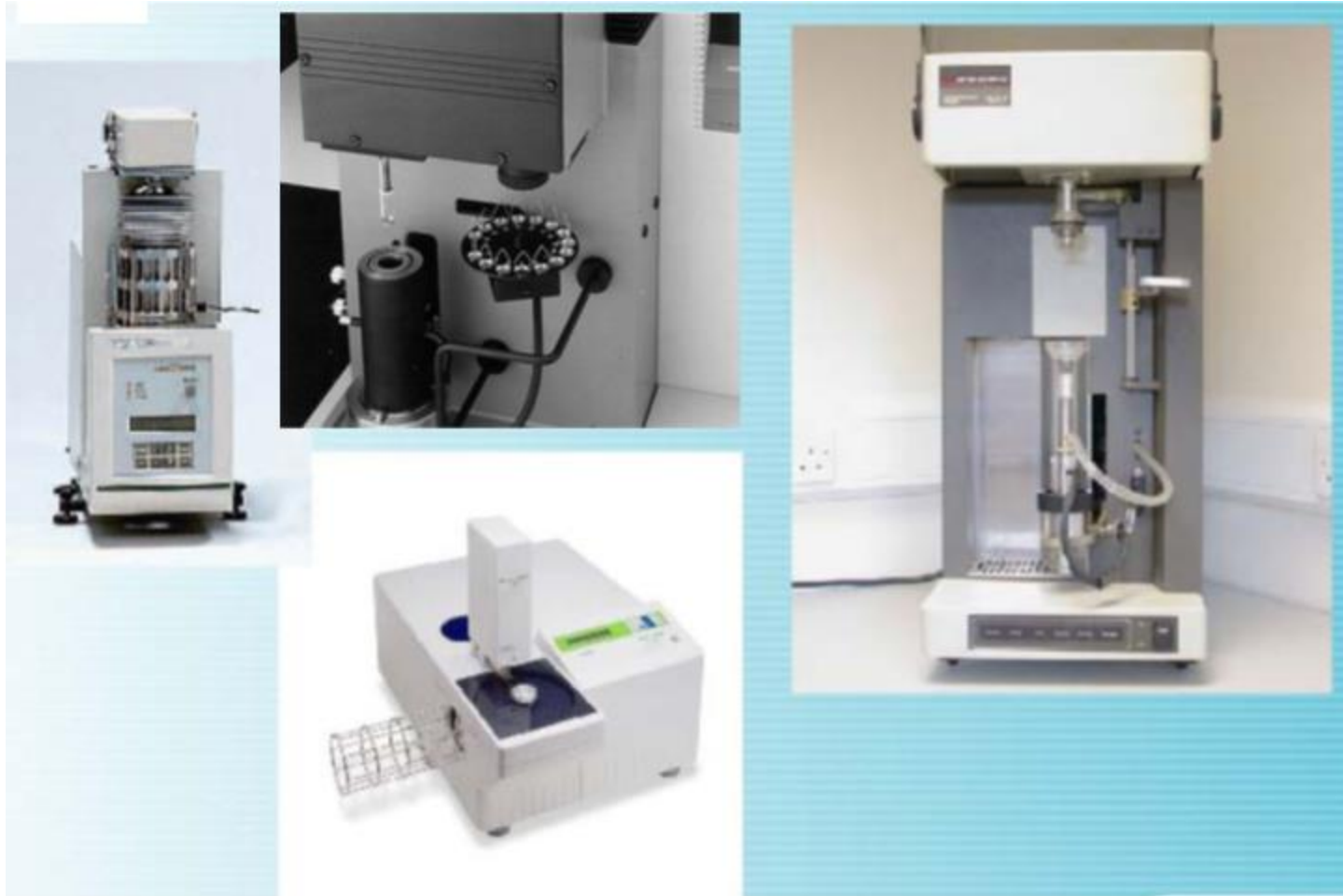
ODREĐIVANJE SASTAVA TGA TEHNIKOM



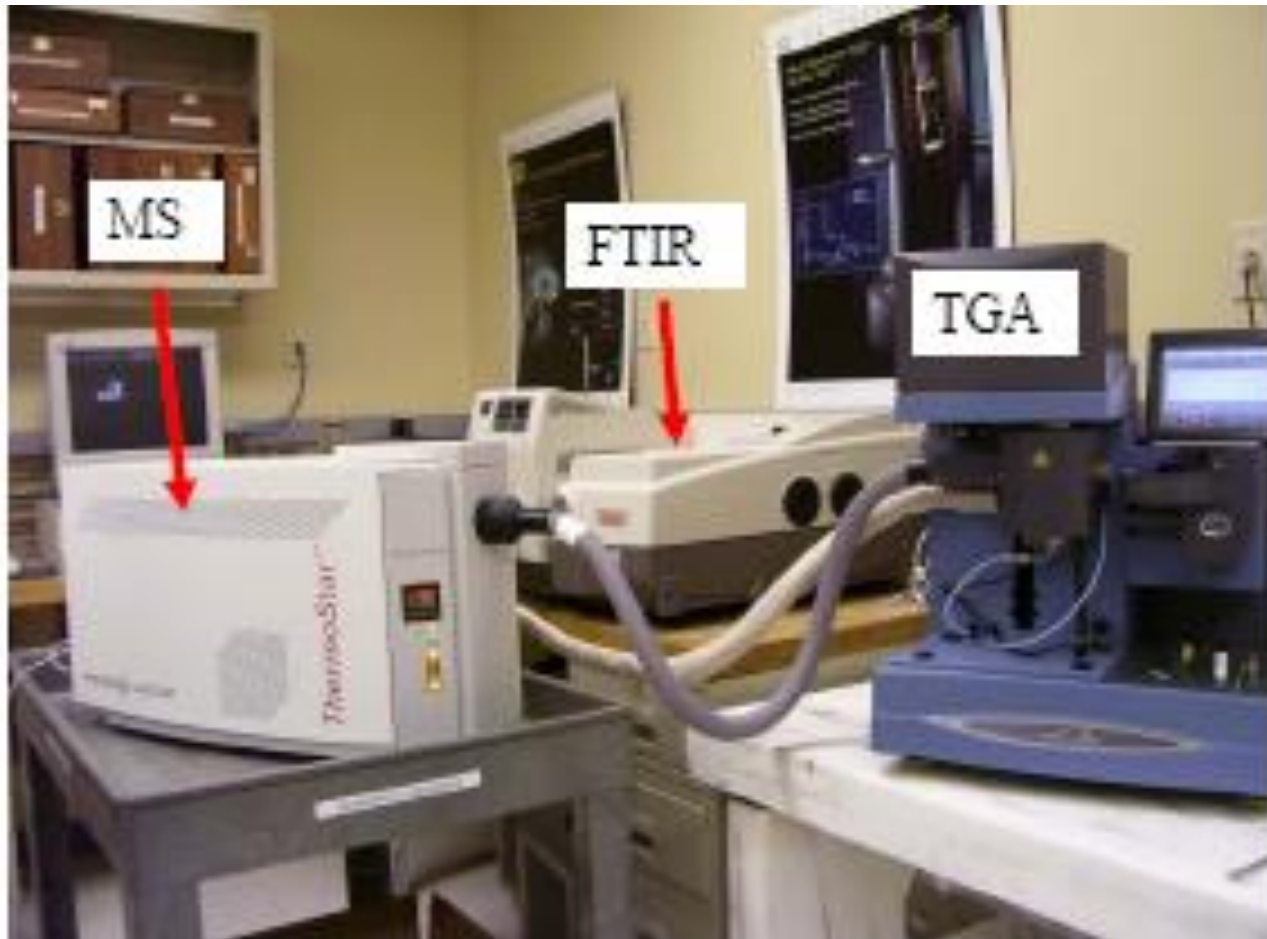
Određivanje toplinske razgradnje polimernih mješavina



TIPOVI TGA INSTRUMENATA



TGA INSTRUMENT + DRUGI INSTRUMENTI



HVALA NA PAŽNJI

PITANJA?