

TERMOGRAVIMETRIJSKA ANALIZA (TGA)

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

TGA



Neizotermna (dinamička)-
prate se promjene u uzorku u
ovisnosti o temperaturi, a
povećava se linearnom
brzinom grijanja

$$T_t = T_0 + \beta \cdot t$$

$$\beta \text{ [K/min]} (\beta = dT/dt)$$

T_0 početna temperatura

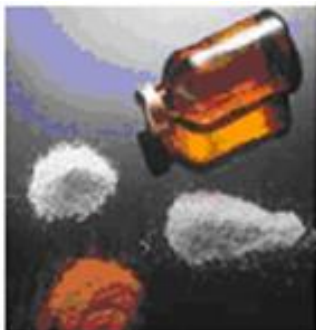
T_t temperatura u nekom vremenu t

Izotermna-promjena mase
uzorka ovisno o vremenu, uz
konstantnu temperaturu

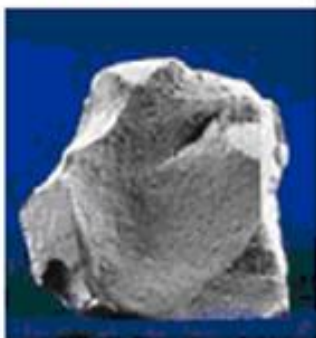
Primjena TGA

- karakterizacija i identifikacija materijala
- toplinska stabilnost materijala
- oksidativna stabilnost materijala
- razgradnja: mehanizam razgradnje, kinetika razgradnje
- određivanje organskog udjela u uzorku (otapalo)
- određivanje anorganskog udjela u uzorku (pepeo)
- sastav uzorka
- udio dodataka (aditiva)
- oksidacija; kinetika oksidacije

TGA-karakterizacija



Organski spojevi
Kemikalije



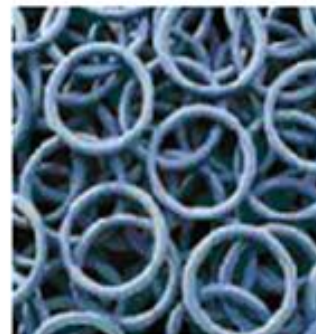
Anorganski spojevi
Minerali
Keramike
Metali



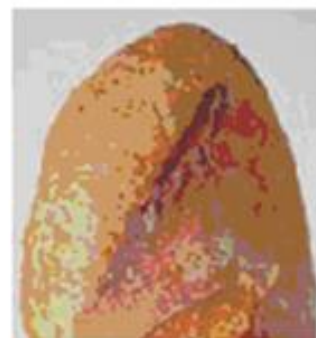
Farmacija
Lijekovi



Petrokemija
Ulja
Masti
Bitumeni



Polimeri
Termoplasti
Elastomeri



Prehrana
Masti
Proteini
Ugljikohidrati

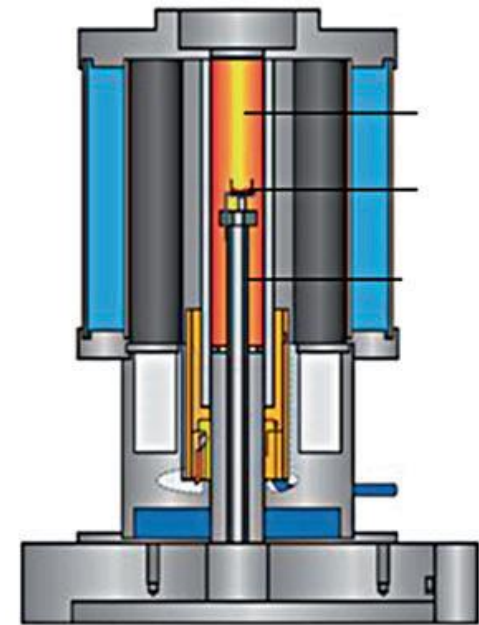
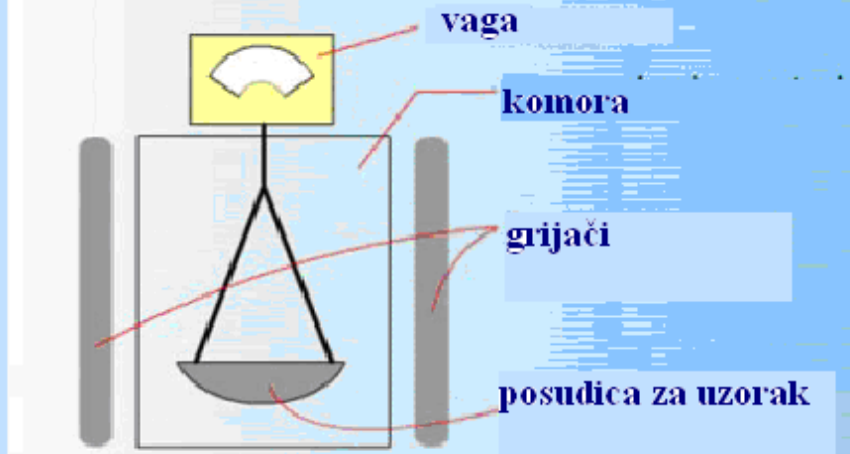


Materijali
Kompoziti
Aditivi
Premazi

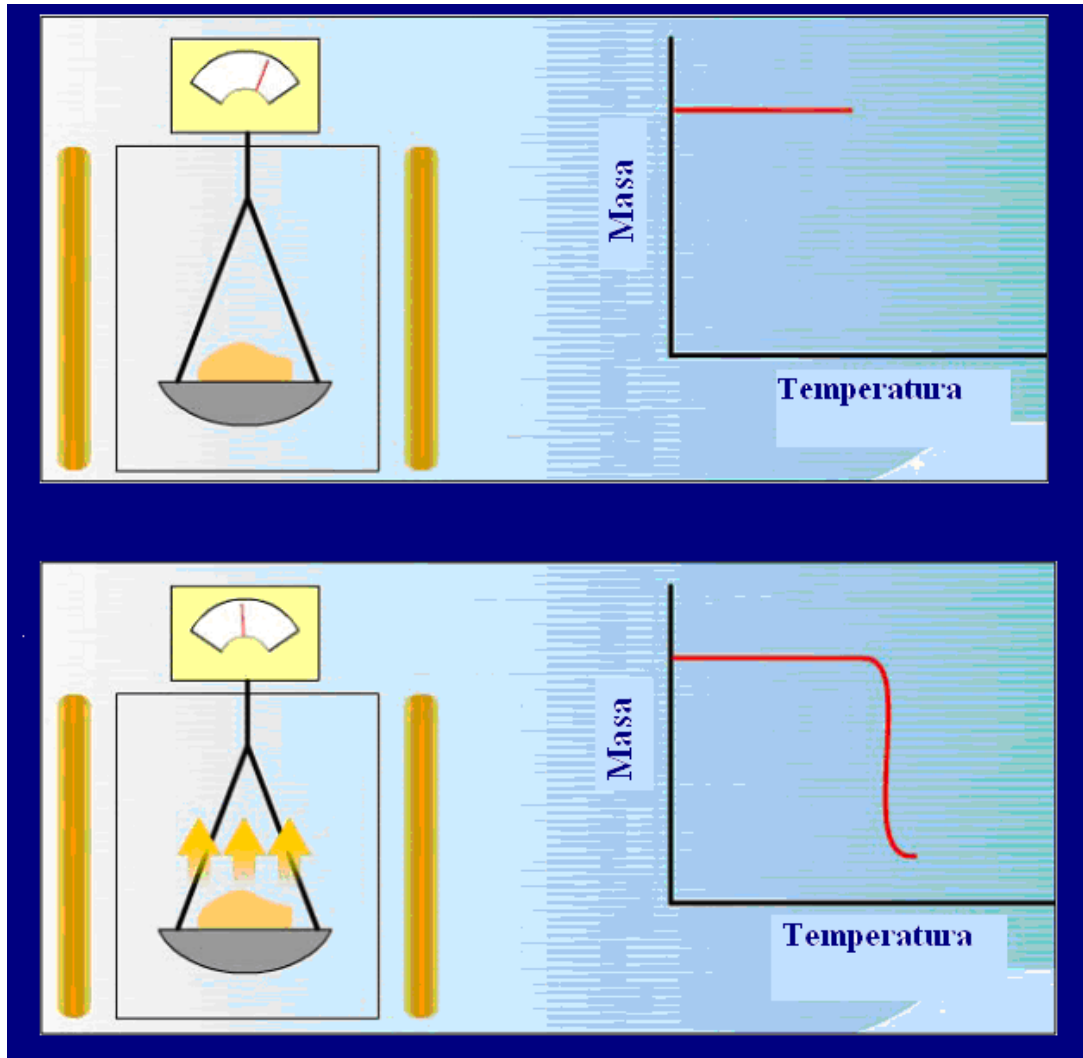
TGA ANALIZATOR

Promjene u masi uzorka

- u funkciji temperature
- u funkciji vremena (konst. temperatura)



Termogravimetrijski analizator sastoji se od grijaćeg prostora (pećnice), unutar kojeg je smješten nosač uzorka (mikrovaga), te optičkog senzora i pretvarača. Promjena mase uzorka uzrokuje pomak nosača uzorka koji se bilježi putem optičkog senzora, te pretvara u električni signal koji pokazuje ovisnost promjene mase uzorka o temperaturi i vremenu. Temperaturno područje rada je najčešće od sobne temperature do 1000 °C.



Zagrijavanjem uzorka u termogravimetrijskom analizatoru, dolazi do reakcije dekompozicije uzorka pri čemu nastaju kruti i plinoviti produkti. Isparavanjem plinovitih produkata dolazi do gubitka jednog dijela mase uzorka što rezultira padom mase na termogravimetrijskoj krivulji.

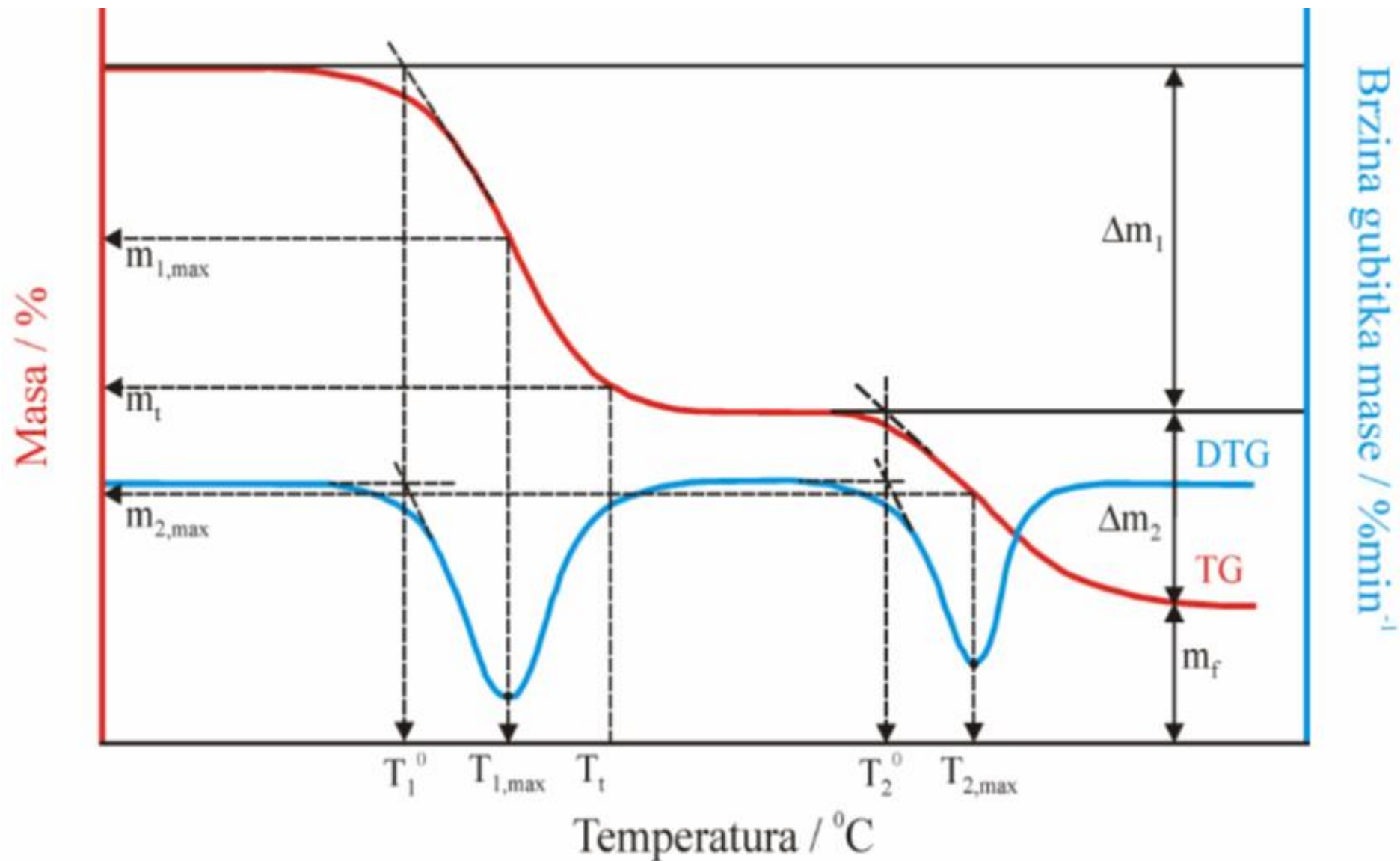
Temperature koje se koriste kod TGA mjerenja ovise o vrsti materijala:

- 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

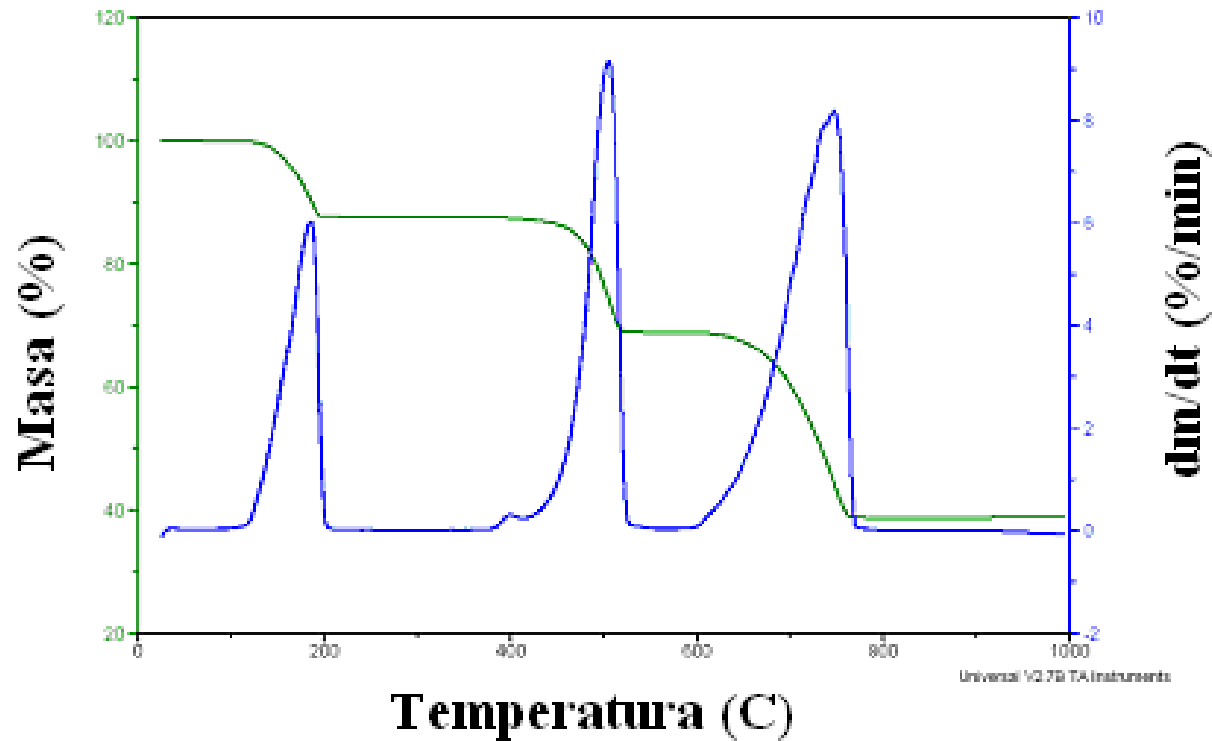
Protok plina kroz peć čija je vrijednost prema preporukama proizvođača 50 mL/min

REZULTAT TGA MJERENJA



Iz TG i DTG krivulja određuju se slijedeće značajke:

- temperatura početka razgradnje (onset), $T_{ons}/^{\circ}\text{C}$, a određuje se kao sjecište tangenti povučenih uz baznu liniju i uz silazni dio DTG krivulje u točki minimuma
- temperatura pri kojoj uzorak izgubi 5% početne mase, $T_{5\%}/^{\circ}\text{C}$
- temperatura pri maksimalnoj brzini razgradnje, $T_{max}/^{\circ}\text{C}$,
- gubitak mase u nekom razgradnom stupnju, $\Delta m/g$
- ostatna masa uzorka

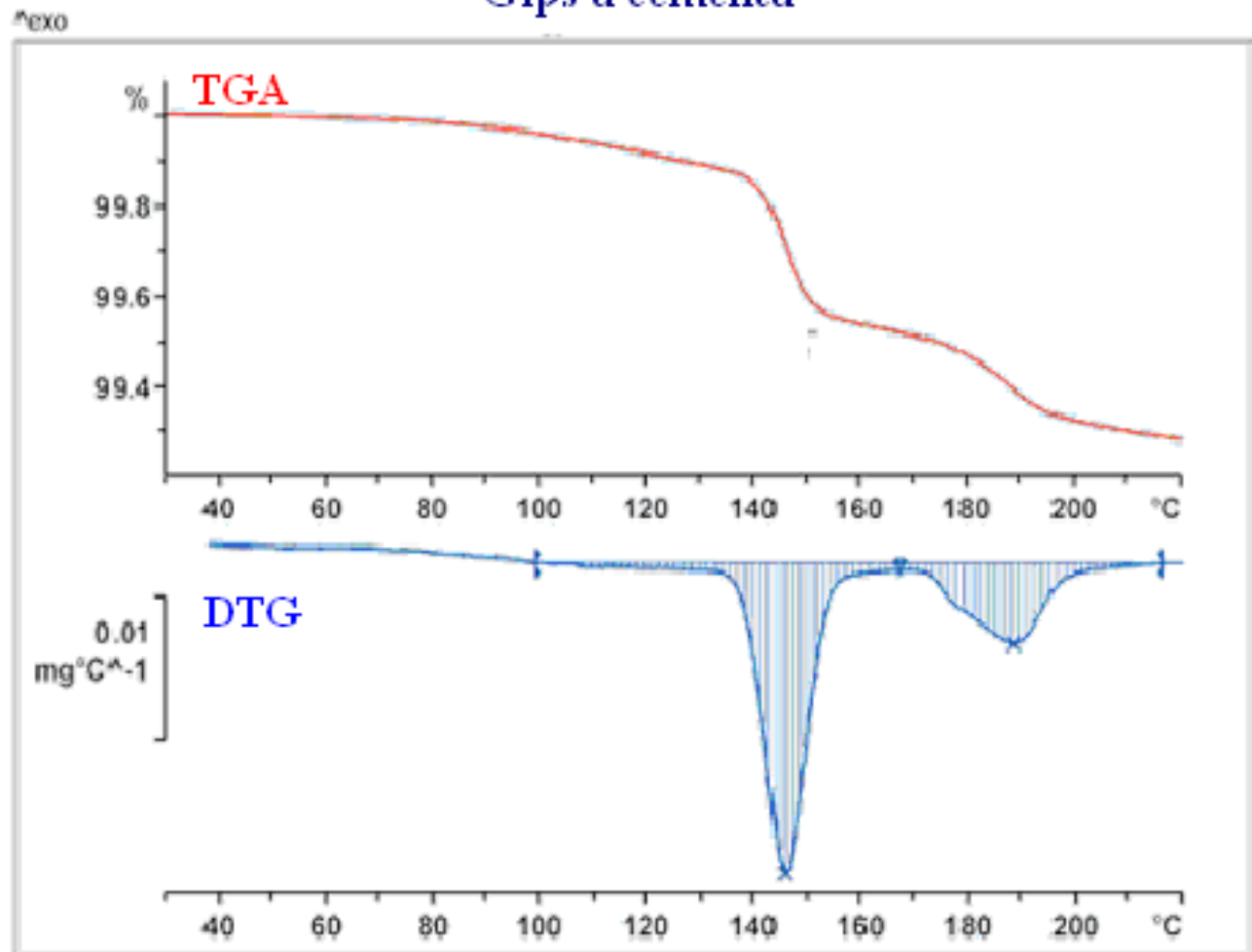
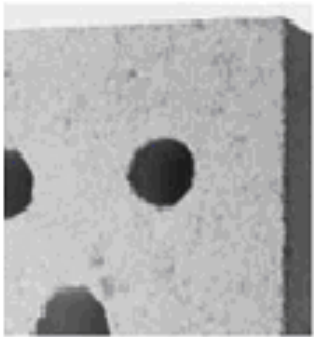


m_p i m_k - svojstvo
uzorka

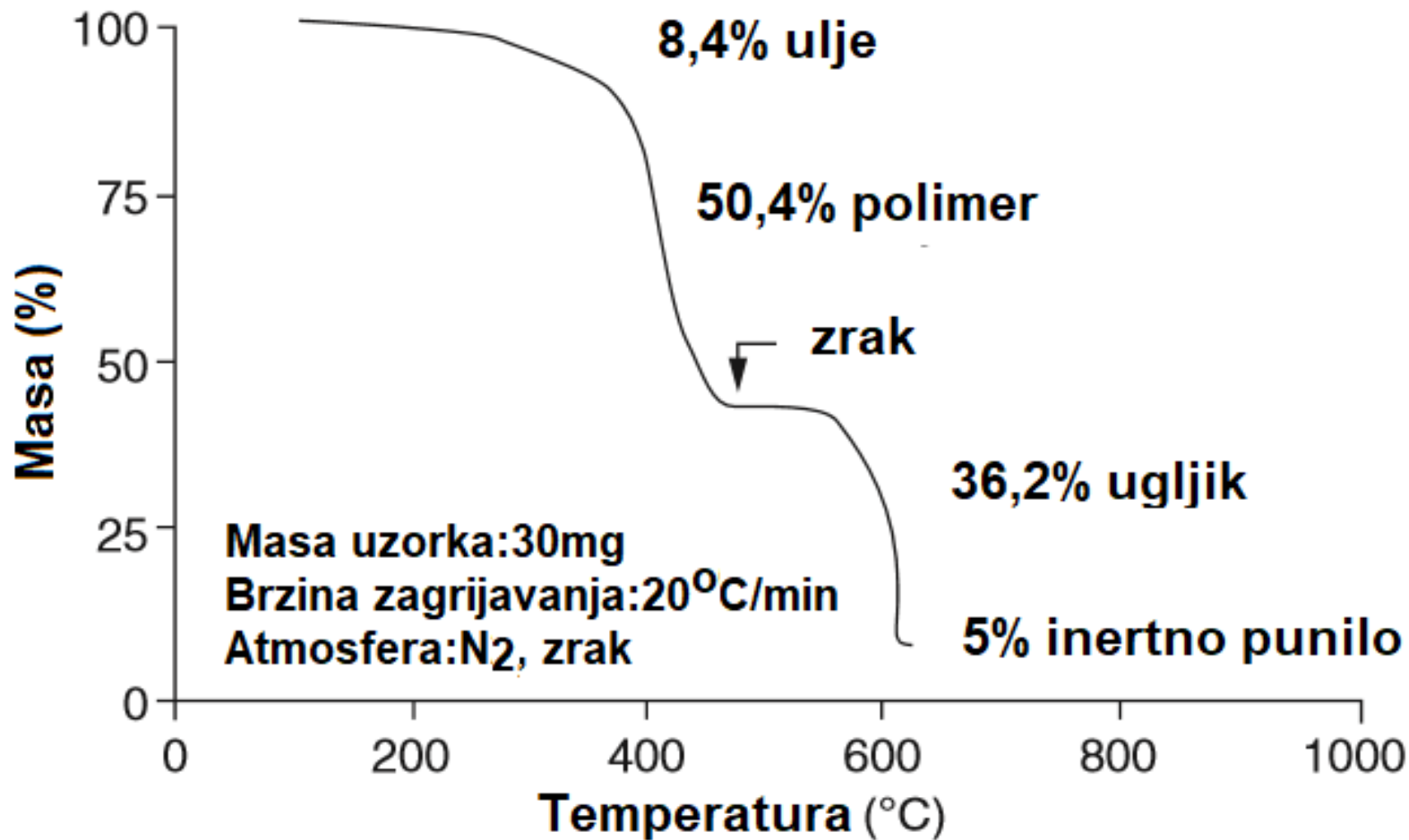
T_p i T_k - ovise o:

- ✓ brzini zagrijavanja
- ✓ vrsti uzorka
- ✓ atmosferi

Gips u cementu



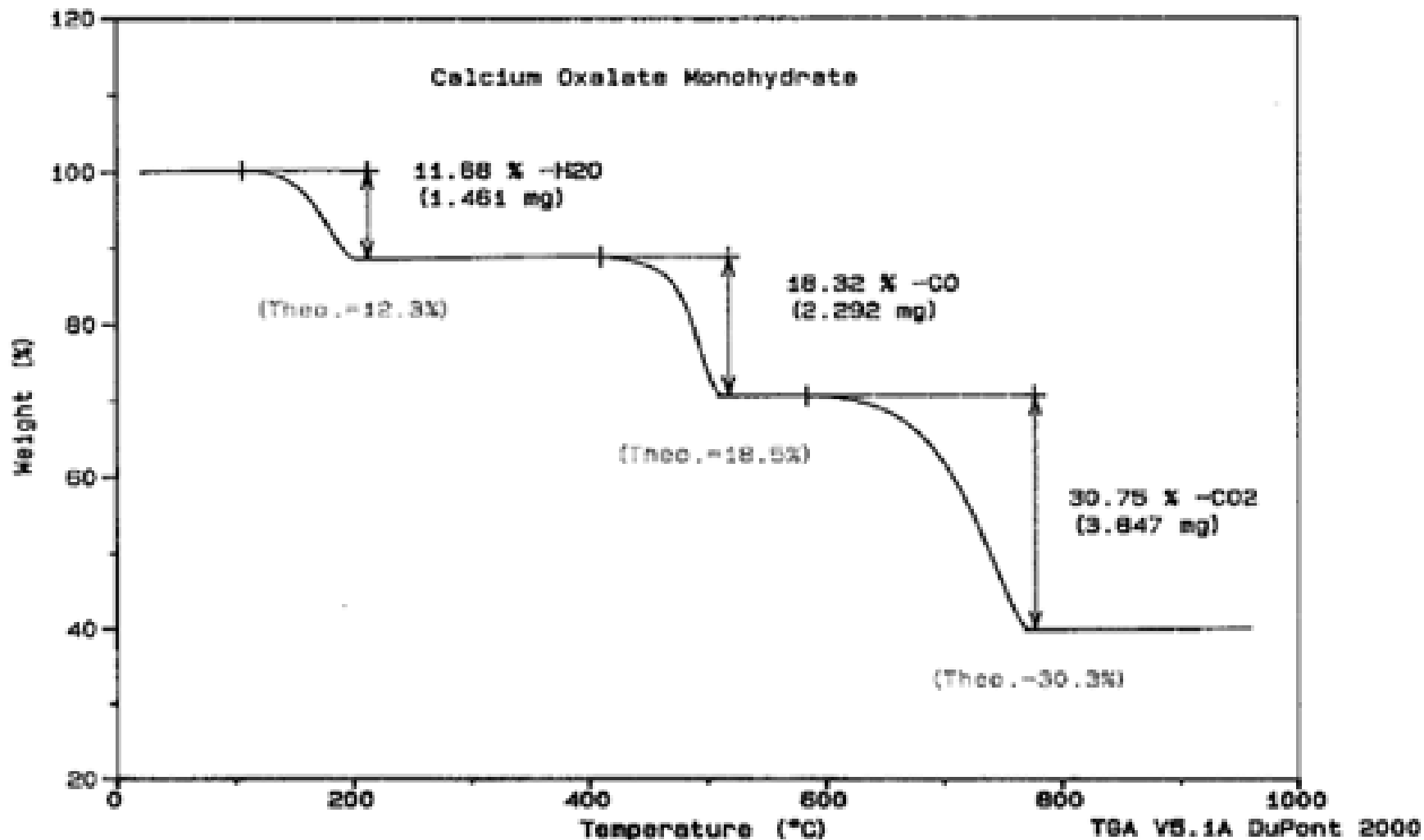
Određivanje sastava gume s TGA



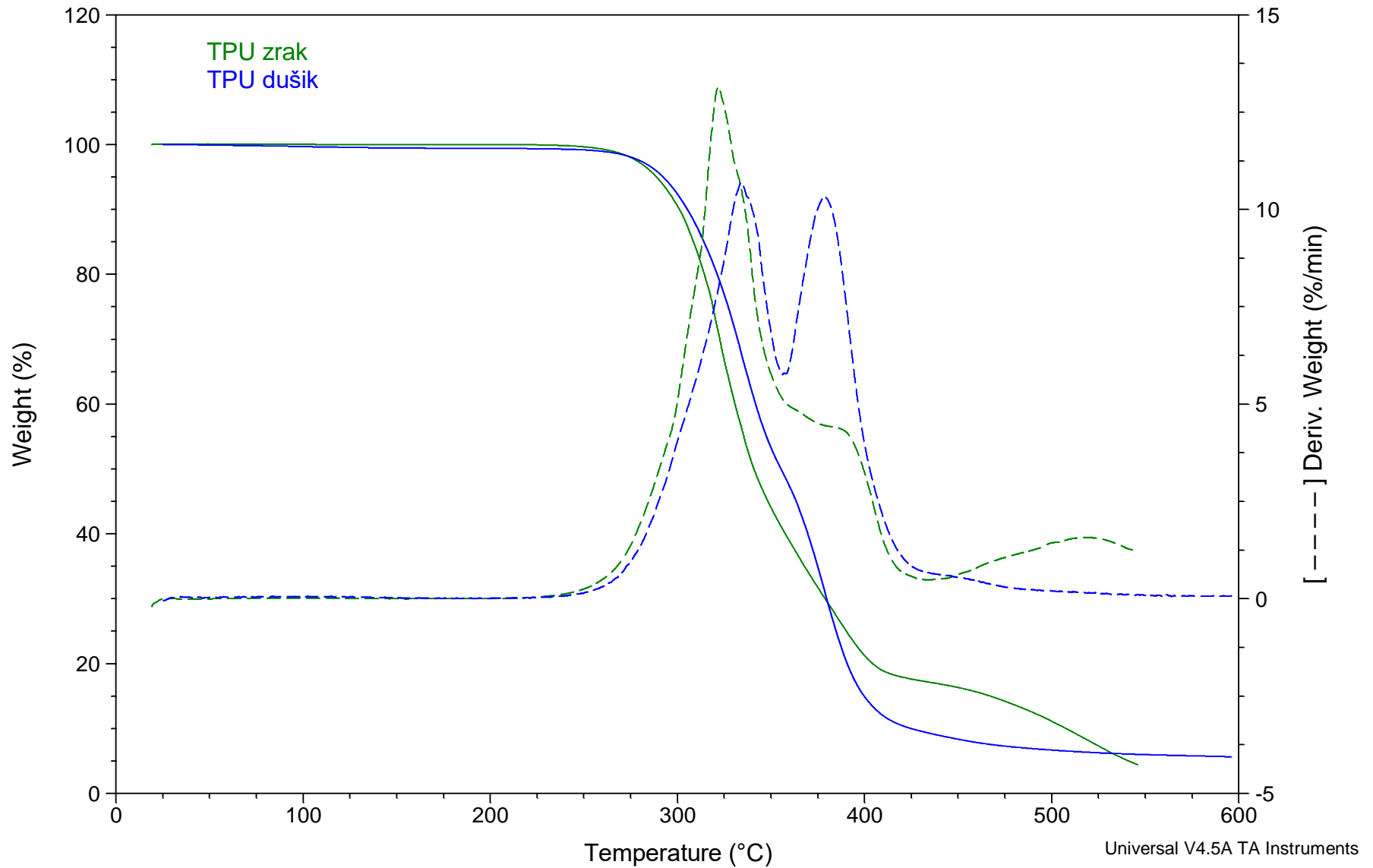
Sample: Calcium Oxalate TGA Std.
Size: 12.5090 mg
Method: 25 to 1000°C: 20*/min
Comment: N2 Sweep

TGA

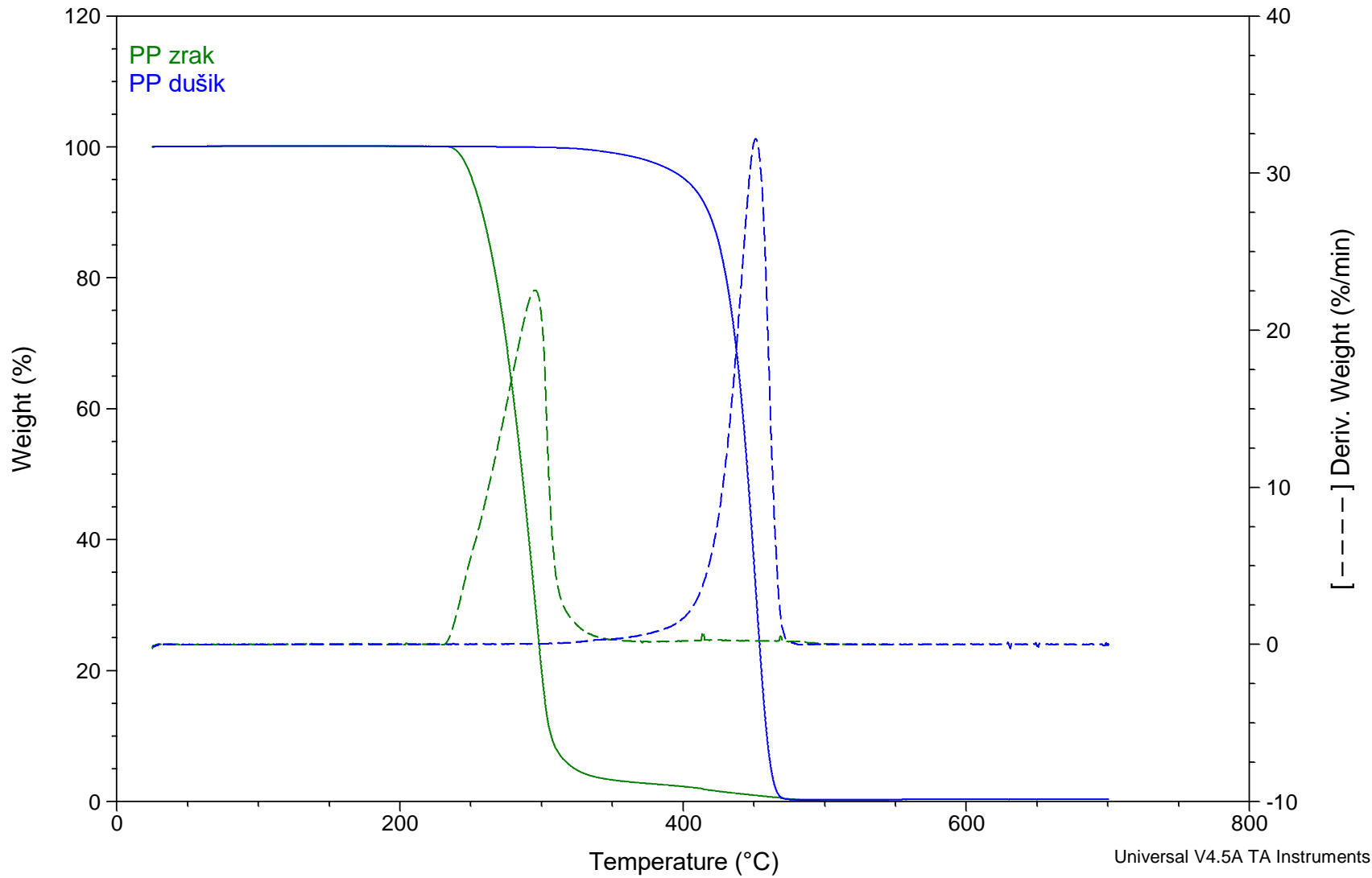
File: C:\CAOX1020.01
Operator: L.C. Walker, HMI
Run Date: 20-Oct-97 09:33



TGA u struji dušika, zraka

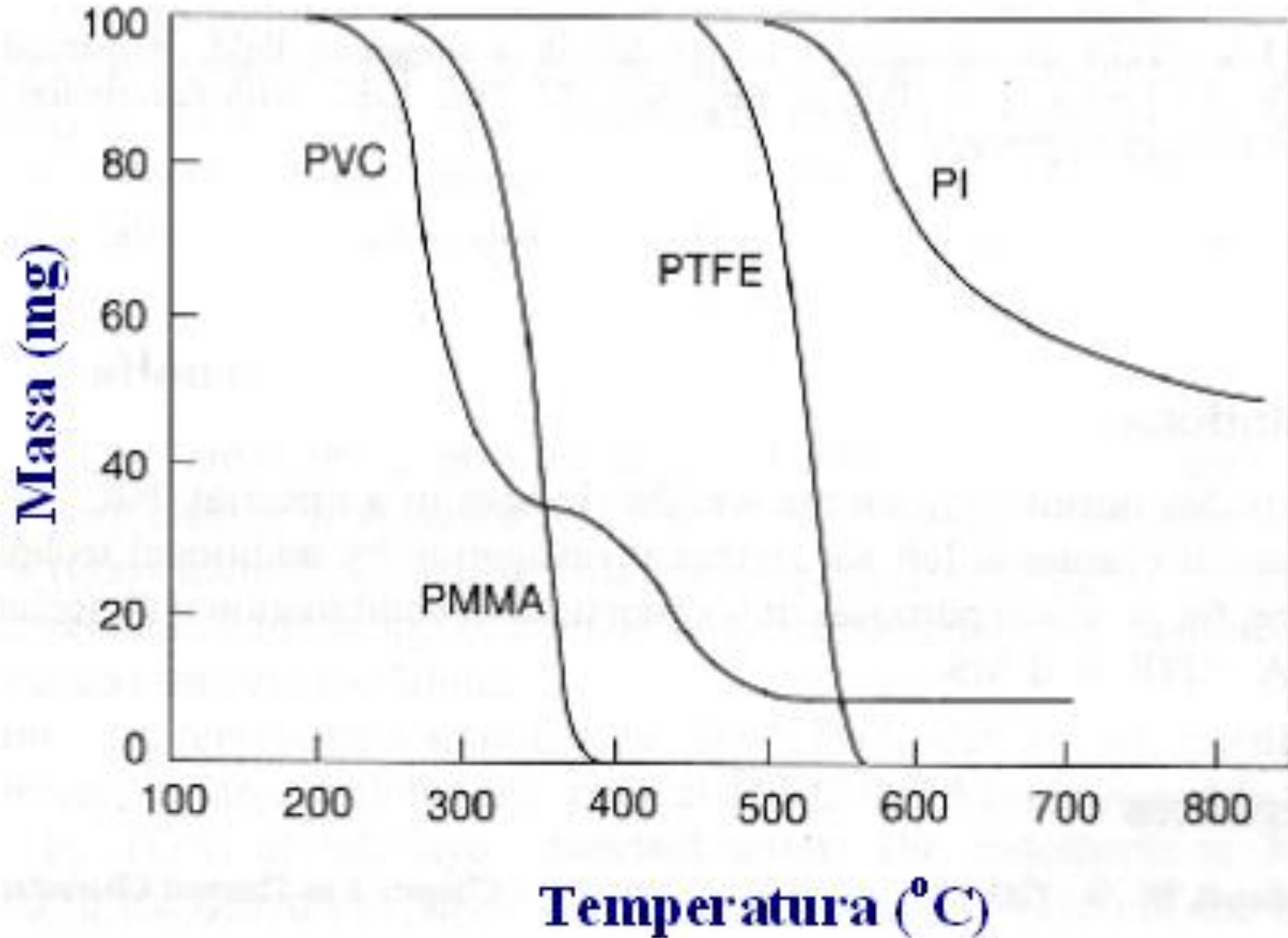


TGA u struji dušika, zraka

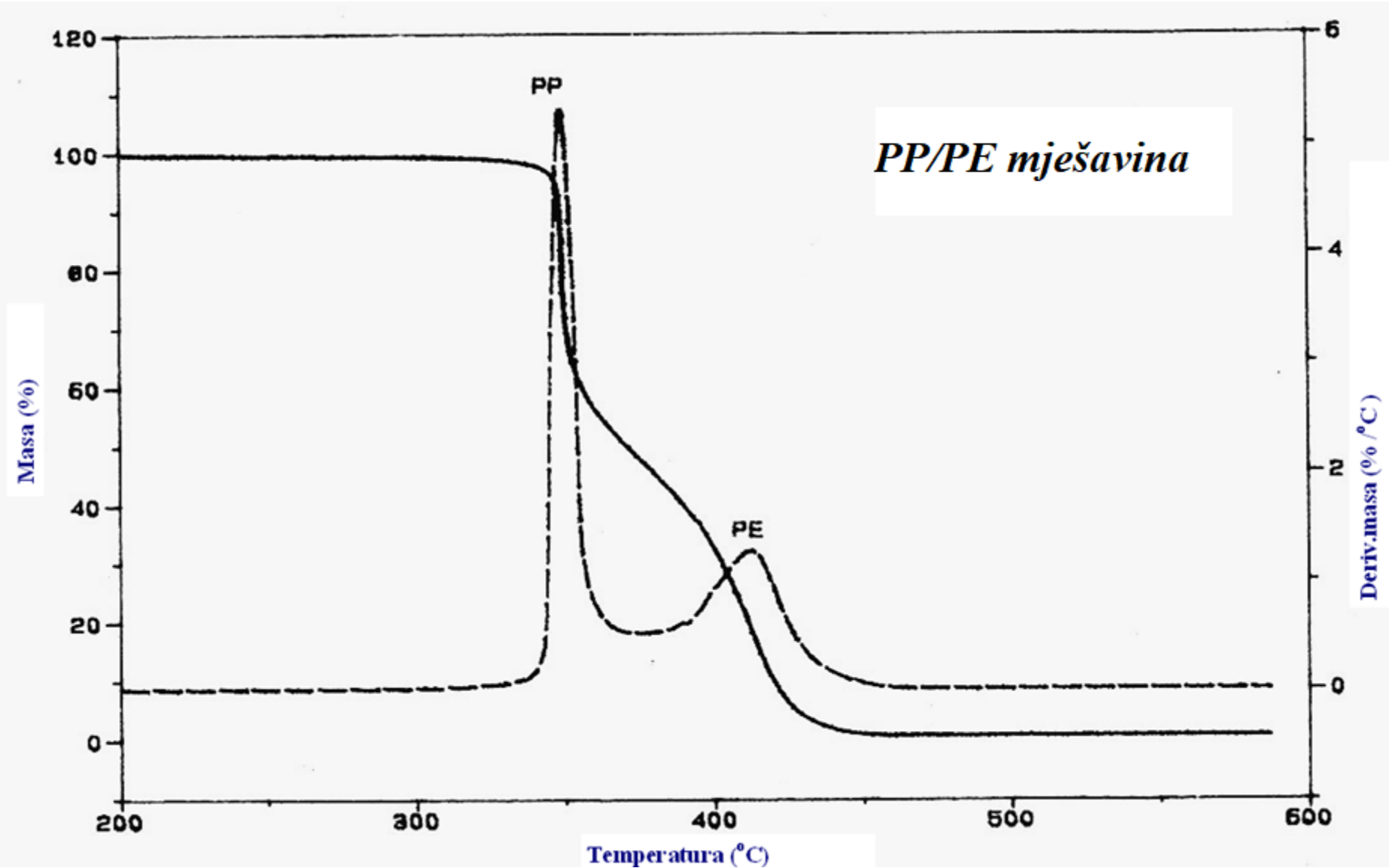


Identifikacija polimera

Toplinska stabilnost (postojanost)

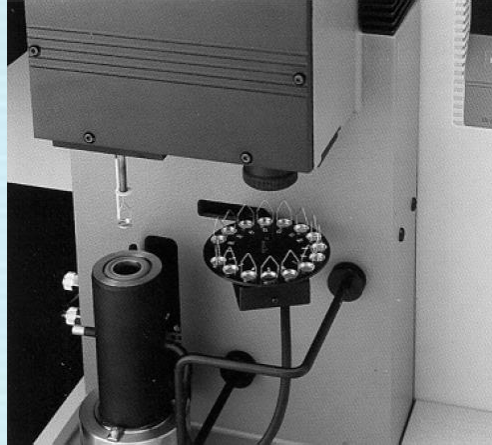


TGA –polimerne mješavine



TIPOVI TGA INSTRUMENTATA

TGA



TGA INSTRUMENT + DRUGI INSTRUMENTI



HVALA NA PAŽNJI

PITANJA ?