

## Руководство для начинающих

Этот буклет представляет собой введение в основные принципы термогравиметрического анализа (ТГА). Написано для специалистов, незнакомых с ТГА.



TGA 8000



TGA 4000 / STA 6000



STA 8000

*Семейство ТГ анализаторов PerkinElmer*

### Введение

Термогравиметрические анализаторы (ТГА) являются важными лабораторными приборами, используемыми в области материаловедения. ТГА используется в качестве одного из методов материаловедения, используемого в различных экологических, пищевых, фармацевтических и нефтехимических применениях. PerkinElmer является одним из лидеров в ТГА. Мы производим инструменты для термического анализа с 1960 года, и никто не понимает применения ТГА так, как мы. На следующих страницах мы отвечаем на общие вопросы о том, что такое ТГА, как работают эти приборы и какую они дают информацию.

## Содержание

|  |    |
|--|----|
| Введение .....   | 1  |
| Что такое ТГА? .....   | 3  |
| В чем разница между TGA8000 и TGA4000? .....   | 4  |
| Что отображается на ТГА-кривой? .....  | 4  |
| Как выглядит ТГА-кривая? .....   | 4  |
| Что можно узнать из этой ТГА-кривой? .....   | 5  |
| Что такое воспроизводимость измерения и почему это важно? .....  | 7  |
| Когда необходимо проверять калибровку ТГА? .....   | 7  |
| Как очистить печь ТГА? .....   | 7  |
| Когда необходимо проводить очистку трубки печи ТГА? .....  | 8  |
| Как наилучшим способом приготовить образец? .....  | 8  |
| В каком температурном диапазоне лучше работать? .....  | 8  |
| Какие скорости сканирования необходимо использовать? .....   | 9  |
| Когда необходимо откалибровать ТГА? .....  | 9  |
| Как откалибровать прибор? .....  | 10 |
| Примеры ТГА кривых .....   | 11 |
| Как можно использовать ТГА для сравнения двух (2) похожих образцов? .....                                      | 12 |
| Как можно использовать ТГА для контроля качества и входного контроля материалов? .....                         | 12 |
| Как можно использовать ТГА для обеспечения безопасности продуктов питания? .....                               | 13 |
| Как можно использовать ТГА для определения содержания сажи (углерода)? .....                                   | 13 |
| Можно ли использовать ТГА для выявления контрафактной продукции? .....   | 14 |
| Можно ли использовать ТГА для определения безопасных рабочих температур в атмосфере различных газов? .....     | 14 |
| Как можно использовать ТГА для оптимизации технологии производства готовой продукции? .....                    | 15 |
| Как ТГА используют в реверсивном инжиниринге? .....  | 15 |
| Как можно увеличить производительность лаборатории? .....  | 16 |
| Что делать, если у имеется ограниченное количество образца и мало времени для его полной характеристики? ..... | 16 |
| Примеры ТГ-ДСК кривых .....  | 16 |
| Что такое анализ выделяющихся газов? .....   | 17 |
| Можно на ТГА анализировать наноматериалы? .....  | 18 |
| Заключение .....   | 18 |
| Нормативные документы ГОСТ, действующие в Российской Федерации .....   | 19 |
| Важнейшие международные и зарубежные нормативные документы .....   | 19 |

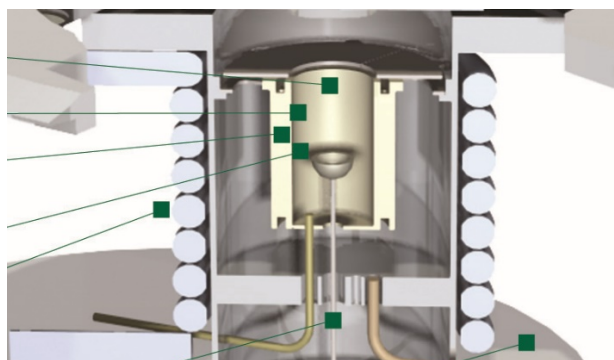
## 22 самых часто задаваемых вопросов о ТГА

### Что такое ТГА?

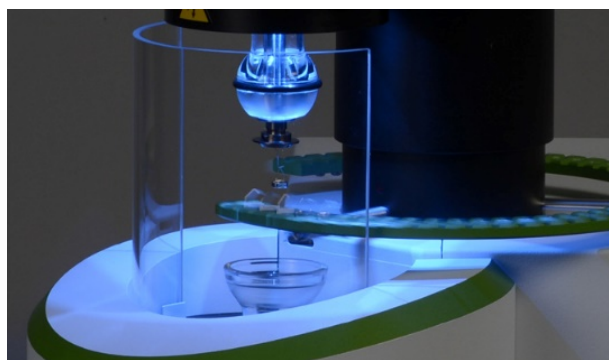
Определение: термogrавиметрический анализ (ТГА) – это термоаналитический метод, в котором масса вещества измеряется как функция температуры и/или времени, при этом образец нагревается по определенной температурной программе при контролируемой атмосфере. Альтернативное определение: ТГА – это метод, при котором при нагревании материала его вес увеличивается или уменьшается. Концепция ТГА весьма проста: в ТГА измеряется вес образца при нагревании или охлаждении в печи.

Прибор для ТГА состоит из тигля с образцом, помещенным на высокоточные весы. Тигель находится в печи и нагревается или охлаждается во время эксперимента. Масса образца контролируется в ходе эксперимента. Через печь продувается газ, который контролирует атмосферу вокруг образца. Этот газ может быть инертным или реакционным, газ обтекает образец и выходит через специальную систему выхлопа.

Компания PerkinElmer предлагает два типа ТГА: TGA4000 с верхней загрузкой и с нижним расположением весового механизма и TGA8000 с нижней загрузкой и с верхним расположением весового механизма. В приборе TGA4000 тигель с образцом находится на «стволовом» опорном стержне над весовым механизмом. В приборе TGA8000 тигель для образцов подвешен под весовым механизмом. Оба типа термовесов используют гравитацию для получения очень точных и воспроизводимых измерений.



TGA 4000



TGA 8000

Приборы для ТГА могут количественно определять потерю воды, потерю растворителя, потерю пластификатора, декарбонизацию, пиролиз, окисление, разложение, массовую долю наполнителя, количество металлического каталитического остатка, остающегося на углеродных нанотрубках, и массовую долю золы. Все эти количественные измерения обычно выполняются при нагревании, но есть некоторые эксперименты, где информация может быть получена при охлаждении. Как TGA8000, так и TGA 4000 управляются запатентованным программным обеспечением PerkinElmer для термоанализа Pyris Software и могут быть оснащены автосэмплерами для автоматизации работы.

Оба вида ТГА могут быть использованы в системах совмещенного анализа и подключаться к ИК-Фурье, масс-спектрометрам и хромато-масс спектрометрам как по отдельности, так и последовательно в системе ТГ-ИК-ГХМС.

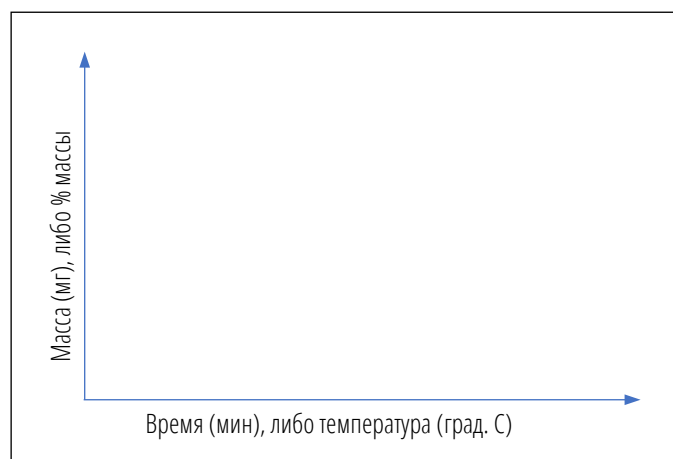
## В чем разница между TGA8000 и TGA4000?

Различия в моделях приведены в Таблице 1.

| Таблица 1. Различия в моделях ТГА. |                   |                        |
|------------------------------------|-------------------|------------------------|
|                                    | TGA 8000          | TGA 4000               |
| Тип весов                          | Тигель на подвесе | Верхняя загрузка тигля |
| Температурный диапазон печи        | От -20 до 1200 °С | От +15 до 1000 °С      |
| Точность взвешивания               | 0.001%            | 0.01%                  |
| Максимальная навеска               | 1300 мг           | 1500 мг                |

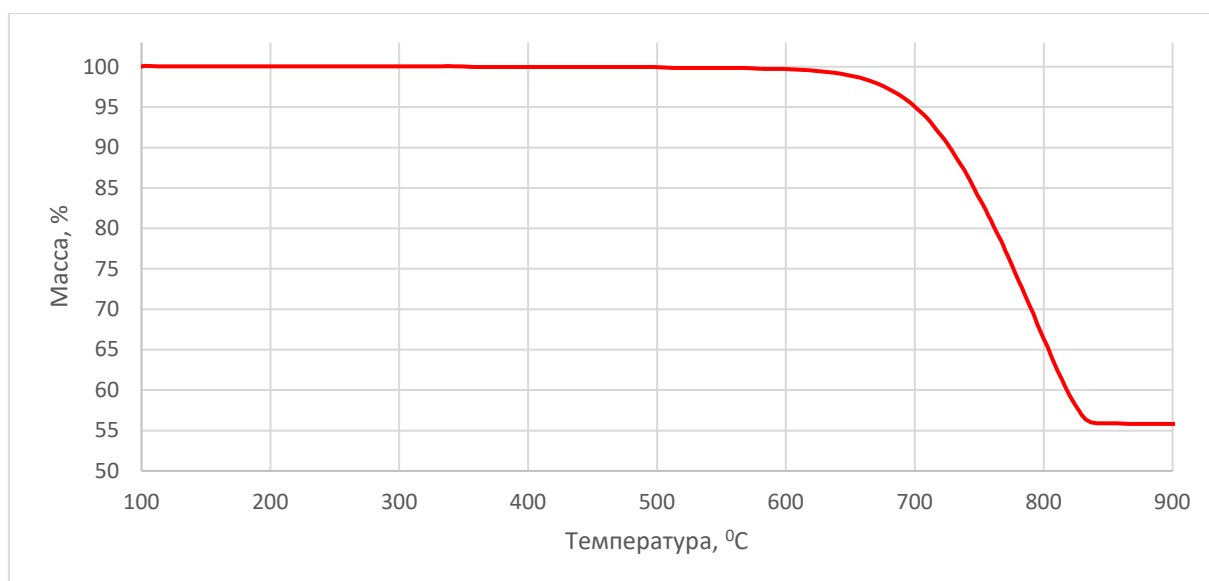
## Что отображается на ТГА-кривой?

На оси абсцисс (ось X) может отображаться температура или время, а на оси ординат (ось Y) отображается масса (мг) или процент массы (%).



## Как выглядит ТГА-кривая?

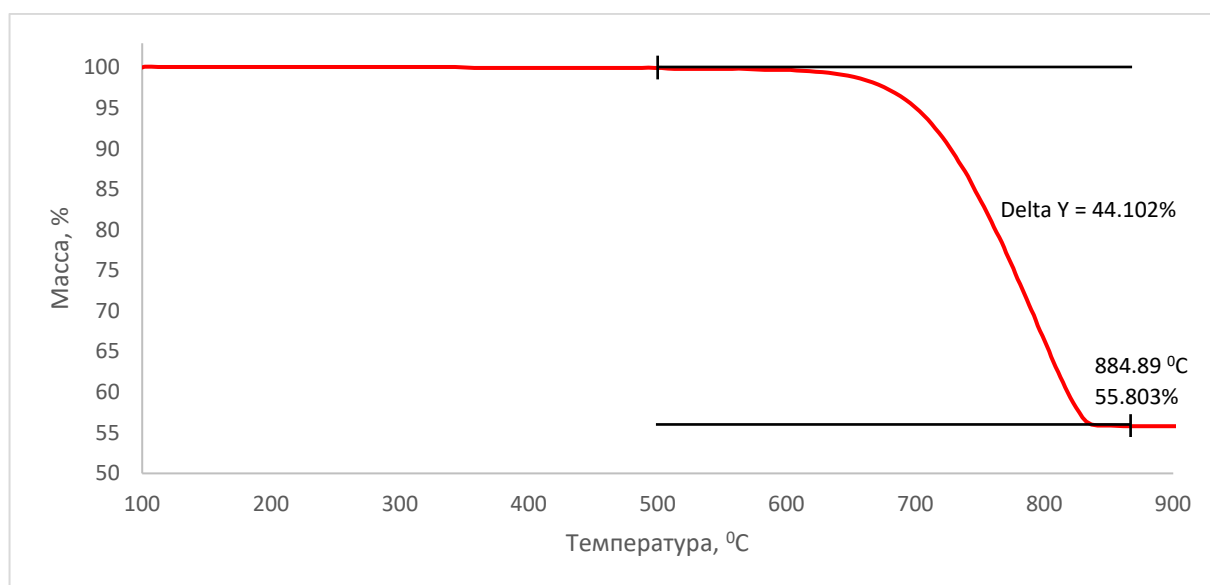
ТГА-кривая отображается слева направо. Нисходящая ТГА-кривая указывает на потерю массы. В данном примере анализировали образец карбоната кальция массой 15,013 мг. Температурная программа: нагрев от 100°С до 900°С со скоростью 10°С/мин в атмосфере азота со скоростью продувки 20 мл/мин.



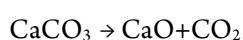
## Что можно узнать из этой ТГА-кривой?

Мы сначала перечислим всю известную нам информацию об образце, прежде чем мы сможем проанализировать данные. В данном примере анализа карбоната кальция мы знаем:

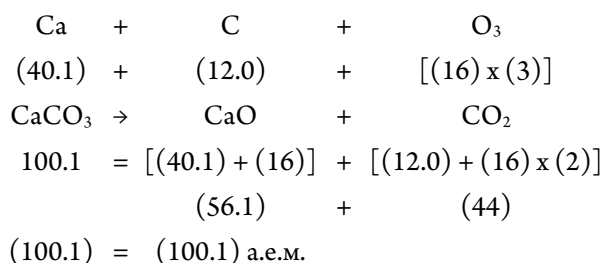
- $\text{CaCO}_3$  является раздражающим веществом, поэтому при работе с ним необходимы очки для защиты глаз
- Он гигроскопичен (поглощает влагу из воздуха).
- При нагревании карбоната кальция он разлагается, при этом выделяется летучий продукт и остается только оксид кальция.



Теперь мы можем полностью исследовать этот материал. Первое вычисление, которое можно сделать, чтобы убедиться, что образец чистый — это рассчитать молекулярную массу, подставив в формулу атомные массы.

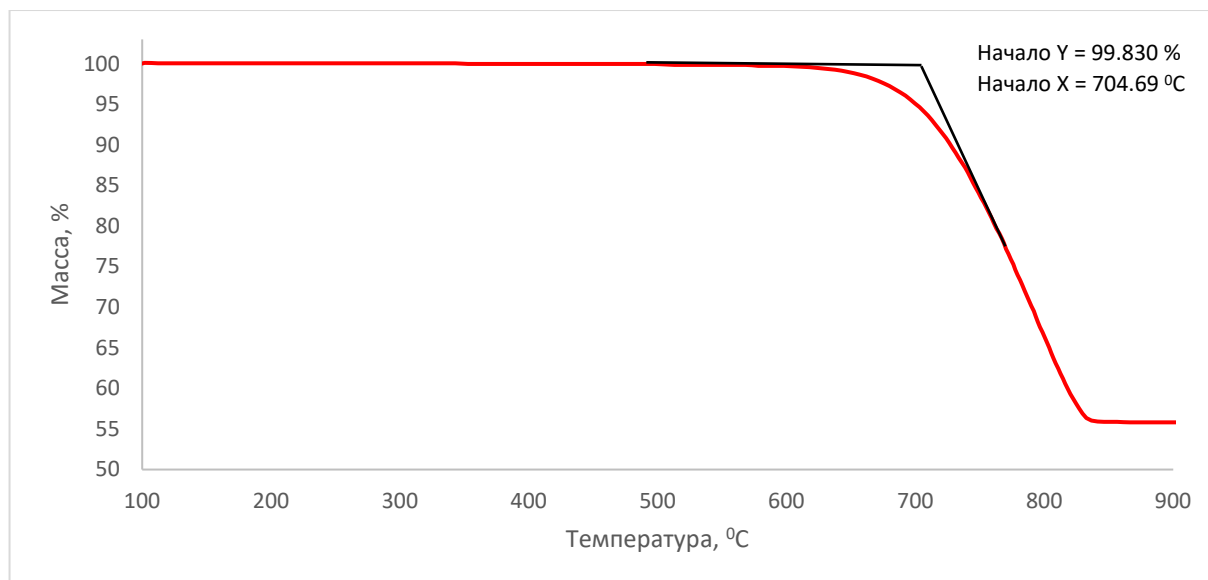


Где:  $M(\text{Ca}) = 40.08$  а.е.м  
 $M(\text{C}) = 12.011$  а.е.м.  
 $M(\text{O}) = 15.9994$  а.е.м

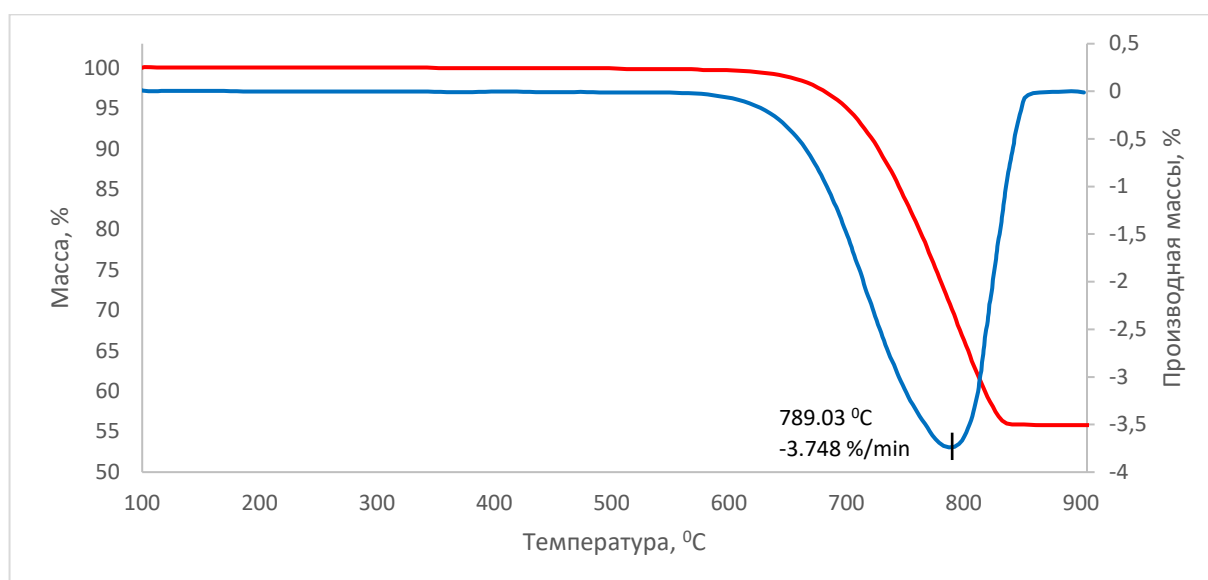


Измеренные значения практически точно равны расчетным значениям. Расчет в программе разницы по оси Y использовался для измерения выборки «на ходу». Итак, первая характеристика, которую мы узнаем об этом образце, это то, что он очень чистый.

| Компонент       | Расчетная/ожидаемая величина | Измеренная величина |
|-----------------|------------------------------|---------------------|
| CaO             | 56.1 а.е.м.                  | 55.803 а.е.м.       |
| CO <sub>2</sub> | 44 а.е.м.                    | 44.102 а.е.м.       |



Для дальнейшей характеристики этого образца карбоната кальция мы можем рассчитать экстраполированную начальную температуру начала разложения, которая соответствует температуре, при которой начинается потеря массы. Используется экстраполированная температура начала (Тн), поскольку этот расчет температуры воспроизводим, и он нормируется согласно стандартам ASTM (<http://www.astm.org/>) и ISO (<http://www.iso.org/>). Экстраполированная температура начала для данного эксперимента составляет 704,69°С.



Следующим расчетом, который полезен и завершает характеристику карбоната кальция, является расчет пика 1-й производной кривой потери массы. Кривая 1-ой производной легко генерируется через соответствующую опцию ПО Pyris в меню Math. Температура пика

1-го производной (Тр) составляет 789,03 °С. Пик первой производной указывает точку наибольшей скорости изменения на кривой потери веса и также называется точкой перегиба.

### Что такое воспроизводимость измерения и почему это важно?

Воспроизводимость – это способность получать одни и те же данные в одинаковом эксперименте из раза в раз. Воспроизводимость очень важна при сравнении одного набора данных с другим. Если эксперимент воспроизводится с одними и теми же результатами, то любое изменение в получаемых данных будет связано с изменением анализируемых образцов; но не ошибкой оператора!

Существуют шесть (6) параметров ТГА измерения, которые влияют на воспроизводимость:

- Калибровка
- Чистота печи
- Подготовка образца
- Температурный диапазон
- Скорость сканирования по температуре
- Атмосфера вокруг образца

### Когда необходимо проверять калибровку ТГА?

Калибровка ТГА легко проверяется. Лучше всего периодически проверять калибровку ТГА. Как часто это должно быть сделано? Это зависит от особенности образцов, которые вы анализируете. Если вы используете образцы, которые относительно чистые и не покрывают печь или трубку печи (стекло Pyrex®, окружающее область печи) продуктами разложения, рекомендуется проводить проверку ежедневно или еженедельно или где-то посередине. Новым пользователям ТГА лучше проверять калибровку каждый день перед началом экспериментов. Как только вы будете иметь представление о характере вашей калибровки и о том, как она меняется, вы можете увеличить интервал проверки и делать ее, например, через день.

Если вы передвигали ваш прибор – вам необходимо провести перекалибровку.

Если вы выключали ваш прибор на долгое время – вам необходимо провести перекалибровку.

Если вы работаете с образцами, от которых остаются продукты разложения на печи и на трубке печи – пожалуйста, проводите очистку печи между измерениями. Проверяйте калибровку после очистки печи и трубки печи.

### Как очистить печь ТГА?

Печь легко очищается если ее прогреть до 900°C в открытом виде на воздухе, при этом все органические остатки практически полностью выгорают из печи. У прибора TGA8000 на программной панели управления есть кнопка CLEAN. После нажатия этой кнопки печь опускается, и температура повышается в течение времени, достаточного для очистки печи. Все органические отложения будут выгорать.

## Когда необходимо проводить очистку трубки печи ТГА?

При работе с прибором TGA8000 если вы работаете с образцами, которые выделяют тяжелые смолистые продукты разложения, накапливающиеся в печной трубке, рекомендуется иметь две (2) печные трубки. Наличие двух (2) печных трубок позволяет запускать ТГА с чистой печной трубкой в то время, как вы очищаете загрязненную печную трубку. Вы можете спросить: «Когда я узнаю, влияет ли трубка печи на мой анализ?». Вы узнаете это по изменению точки Кюри во время проверки калибровки – если точка Кюри не находится в допустимых пределах. Информацию по процедуре очистки печной трубки вы найдете в разделе Help инструментального приложения для вашего прибора.

Для очистки трубки печи используйте мягкое мыло с водой и бутылочную щетку, чтобы очистить внутреннюю часть трубки печи. Если загрязнения при этом не удаляются используйте соответствующий растворитель. При использовании растворителей всегда читайте инструкцию по безопасности и, если возможно, проконсультируйтесь с вашим специалистом по безопасности в лаборатории для принятия мер предосторожности. После очистки промойте трубку печи водой и дайте ей высохнуть на воздухе.

## Как наилучшим способом приготовить образец?

Это зависит от природы образца. Далее приведены шесть (6) основных положений, которые необходимо соблюдать при подготовки образцов:

- Масс образца должна быть от 2 до 50 мг.
- Если у вас минимальное количество образца используйте для анализа не менее 1 мг.
- По возможности закрывайте дно тигля материалом для анализа
- В тигли для образцов (керамические или платиновые) можно помещать жидкости, порошки, пленки, твердые вещества или кристаллы.
- После того, как вы определились с формой образца, для достижения наилучших результатов используйте примерно одинаковый вес образца во время каждого эксперимента. Это обеспечит воспроизводимость.
- Многие маленьких кусочков образца лучше, чем один большой кусок. Лучше иметь большую площадь поверхности, подвергаемой продувке образца.

## В каком температурном диапазоне лучше работать?

Вы должны иметь определенную информацию про свой образец. Вам необходимо знать приблизительную температуру интересующего вас перехода в материале. После того как вы определились с приблизительной температурой события, выполните предварительное сканирование. Предварительное сканирование выполняется со скоростью 20°C/мин, оно начинается и заканчивается на 100°C ниже и выше интересующего перехода. После предварительного сканирование просмотрите результаты и отрегулируйте начальную и конечную температуры анализа.

Помните, что могут быть случаи, при которых проводится изучение материалов при изотермической температуре. Ваш ТГА способен проводить изотермические эксперименты, а также эксперименты по охлаждению. Для экспериментов по охлаждению скорости сканирования ограничены более медленными скоростями, чем при нагреве. Все зависит от температурных диапазонов вашего эксперимента.



## Какие скорости сканирования необходимо использовать?

Вы можете изменить скорость сканирования по температуре. Если вам нужно лучшее разрешение для переходов, вам следует сканировать медленнее, в этом случае, возможно изменить скорость с 20°C/мин до 10°C/мин

Если вас не интересует температурное событие, и вы хотите знать только содержание инертного наполнителя в материале, то вы можете сканировать со скоростью 50°C/мин и быстро разложить полимер, а затем просто рассчитать оставшийся наполнитель после того, как все остальные компоненты полностью разложатся. Это экономит время эксперимента и даст воспроизводимые результаты.

Что необходимо знать об атмосфере вокруг образца?

**Важно:** Никогда не используйте чистый водород в качестве продувочного газа. Если вы собираетесь использовать иной газ, кроме воздуха, кислорода, аргона или азота, обратитесь к своему поставщику газа или специалисту по безопасности в лаборатории, чтобы быть информированным обо всех потенциальных опасностях.

Многие материаловедческие исследования проводят для изучения процессов окисления с помощью ТГА. Т.е. в качестве среды для образца при сканировании или при изотерме используется воздух или кислород. Для этого окислительный газ вводится в печь непосредственно с самого начала эксперимента или на какой-либо его стадии. Ввод окислительного газа во время эксперимента довольно прост. Это делается через встроенный в анализатор и контролируемый через ПО Pyris контроллер массового расхода газов.

**Важно:** Для прибора TGA8000 и его предшественников аналогичной конструкции важно помнить, что продувочный газ для весового механизма должен быть только азот, даже если вы используете и переключаете другие газы для продувки печи. Также важно всегда иметь поток продувочного газа для весового механизма на 10 мл/мин выше, чем поток для продувки печи. Некоторые пользователи запускают перепад давления на продувку весов даже выше, чем 10 мл/мин. Данная разница в потоках продувочных газов печи и весового механизма предотвращает обратный ток летучих продуктов разложения в зону весового механизма. Последнее, что вы хотите сделать при эксплуатации этого прибора – это чтобы летучие продукты разложения загрязнили ваши сверхточные весы. Никогда не продувайте весы иными газами, кроме азота.

**Важно:** Во многих случаях исследований процессов окисления генерируют отложения продуктов разложения углеводородов, которые могут покрывать вашу печь и трубку. Некоторые пользователи увеличивают продувку печи воздухом или кислородом до 50 мл/мин, чтобы удалить эти отложения через выходящие газы. При этом, не забудьте также увеличить продувку азотом весового механизма.

## Когда необходимо откалибровать ТГА?

Ниже перечислены основные причины для перекалибровки прибора:

- Когда вы сменили обычный температурный диапазон ваших измерений.
- Когда вы сменили скорость продувочного газа.
- Когда вы сменили продувочный газ.
- Для TGA8000 – когда вы сменили подвес тигля.

- Для TGA4000 – когда вы заменили сенсор с держателем образцов.
- Если прибор переносился на другое место или переустанавливался.

Если вы видите, что калибровка прибора по температуре превышает допустимые пределы, выполните повторную калибровку. Типичные пределы точности калибровки по температуре находятся в пределах от 1°C до 5°C от ожидаемого значения. Вам необходимо выбрать необходимую для ваших измерений точность.

### Как откалибровать прибор?

Ваш прибор имеет ряд процедур калибровки, расположенных в программном обеспечении Pyris в меню «Calibrate». Пожалуйста, прочитайте HELP файлы о калибровке перед калибровкой вашего TGA.

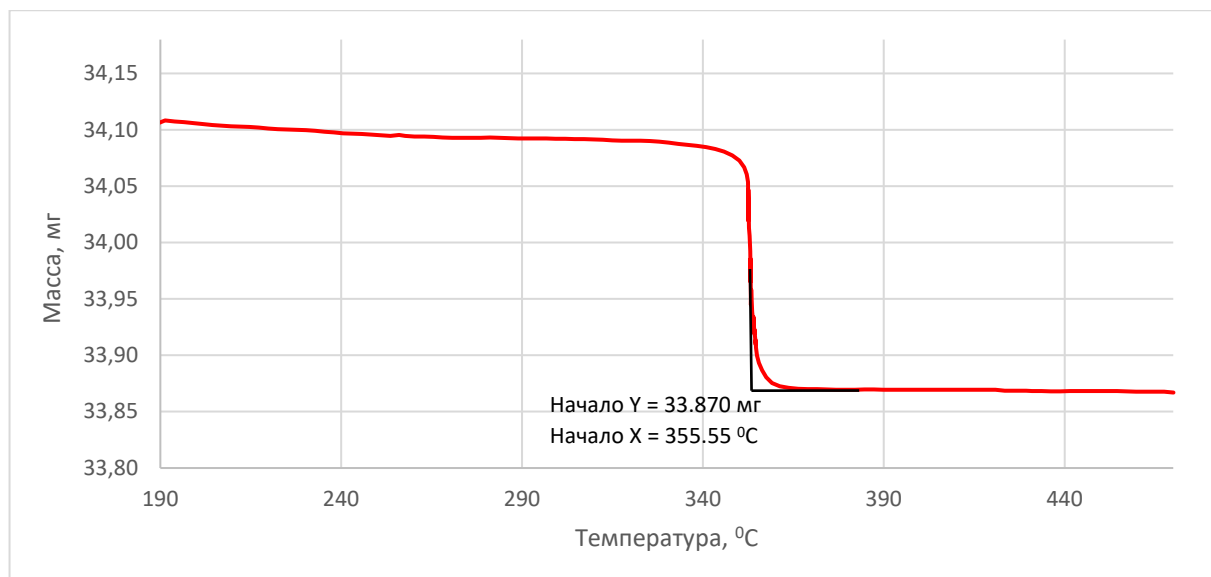
**Важно:** всегда восстанавливайте значения калибровки по умолчанию перед выполнением новой калибровки. Вы можете определить, были ли введены значения калибровки по умолчанию по дате и времени файла калибровки.

Процедуры калибровки включает:

- **Восстановление значений по умолчанию**
- **Калибровка весов.** Калибровка весов - это автоматическая процедура, которая предлагает пользователю очистить чашку весов, обнулить весы и поместить калибровочный груз, который поставляется с прибором, в чашку для образцов.
- **Калибровка печи.** Калибровка печи – это 9-точечная калибровка, пределы которой определяются пользователем. Все, что вам нужно сделать, это следовать указаниям ПО, ввести верхний и нижний пределы диапазона температур, в котором вы хотите сделать калибровку и нажать кнопку запуска калибровки. Калибровка печи – это автоматическая процедура, которая выполняется приблизительно за пятьдесят (50) минут.
- **Калибровка по температуре** использует стандартные материалы по точкам Кюри. Стандарты по точкам Кюри – это материалы, которые при нагревании теряют магнитные свойства. Точная точка Кюри – это точка, в которой материал больше не обладает магнитными свойствами. Эта точка находится как конечная точка потери массы. Ниже приведен пример расчета точки Кюри для никеля на приборе TGA8000 с использованием расчета ONSET в конце потери массы.

Калибровка температуры – это специальная процедура, при которой пользователю предлагается поместить кусочек стандарта по точке Кюри длиной примерно 3 мм в тигель для образца; затем обнулите массу и данные и ввести справочные данные по материалу. Далее ПО предложит вам поместить магнит, чтобы создать искусственный вес, считать этот вес в ПО, а затем запуститься процедура сканирования по температуре.

Магнитную силу прикладывают, помещая постоянный магнит ниже держателя для образца в TGA8000 или помещая постоянный магнит над держателем для образца в TGA4000. Поскольку магнит на TGA4000 будет тянуть вверх (поскольку постоянный магнит расположен над образцом) TGA кривая будет аналогична приведенной на рисунке кривой потери массы на TGA8000, за исключением того, что кривая будет инвертирована, указывая на увеличение веса.



Расчет точки Кюри для никеля — Точка Кюри - это температура, при которой материал теряет магнитные свойства.

### Примеры ТГА кривых

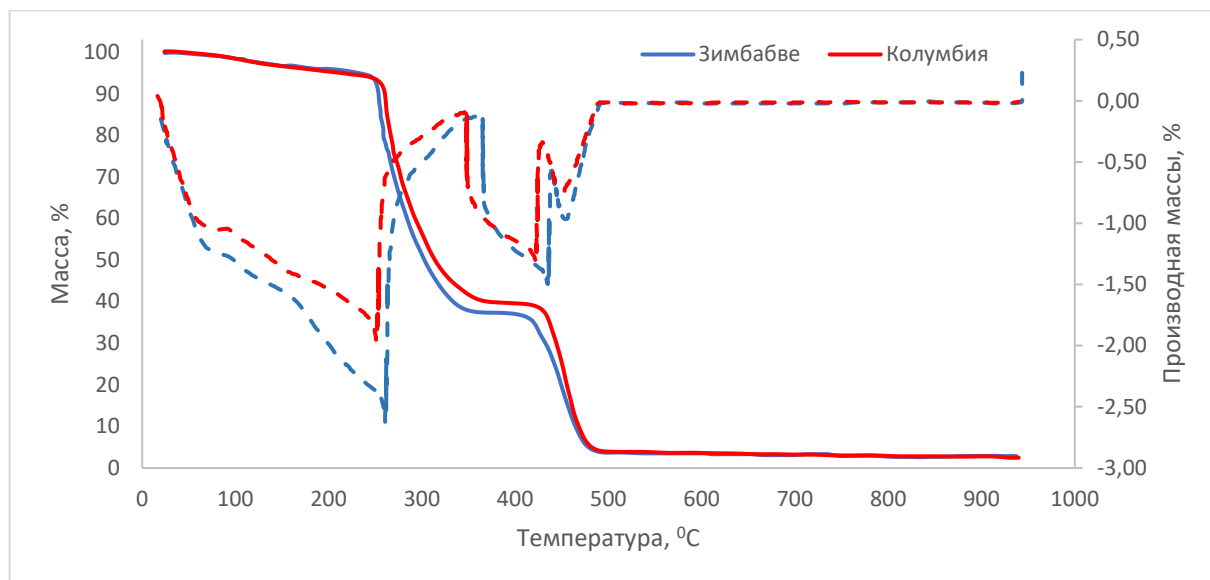
В большинстве ТГА экспериментах в качестве продувочного газа для образца используется инертные газы. Это сделано для того, чтобы образец реагировал только на температуру во время разложения. Когда образец нагревают в инертной атмосфере это называется пиролизом.

Пиролиз — это химическое разложение органических материалов при нагревании в отсутствие кислорода или любых других реагентов.

В некоторых случаях вам может понадобиться использовать реакционный продувочный газ для взаимодействия с образцом, например, кислород. При использовании кислорода в качестве продувочного газа вы можете переключать газы с азота на кислород во время эксперимента. Это распространенная методика определения процентного содержания углерода в материале.

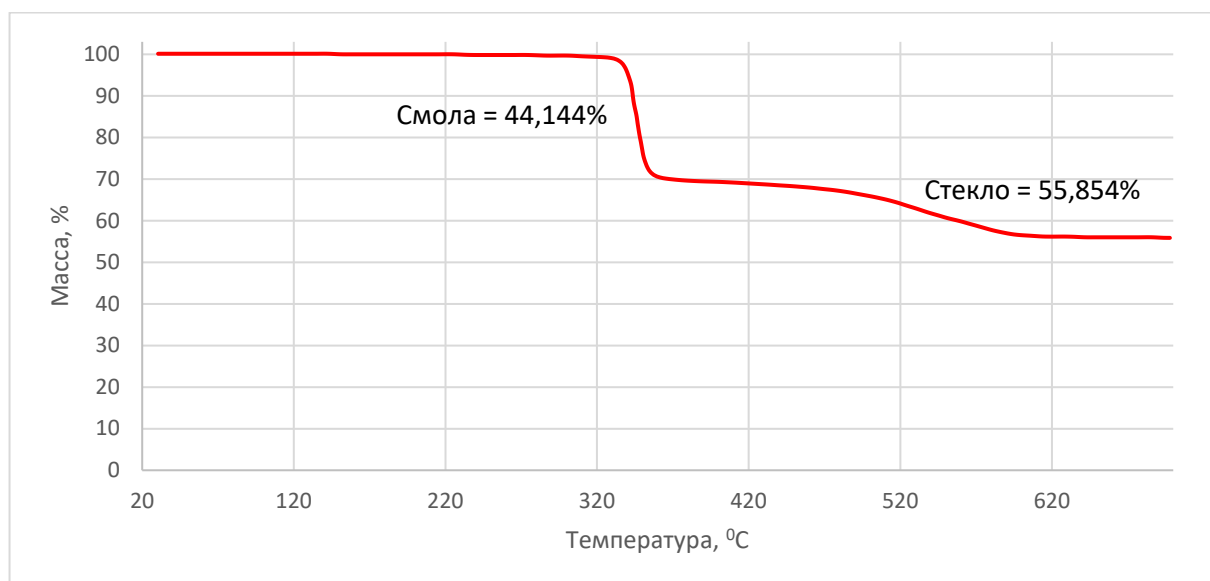
## Как можно использовать ТГА для сравнения двух (2) похожих образцов?

Здесь сравниваются два (2) типа кофе: из Зимбабве (синяя кривая) и из Колумбии (красная кривая), используя одинаковые методы анализа. Сплошные линии - это кривые потери массы, а пунктирные линии - их соответствующие производные. Различия легко отображаются, но для интерпретации значения этих различий потребуется специалист по кофе.



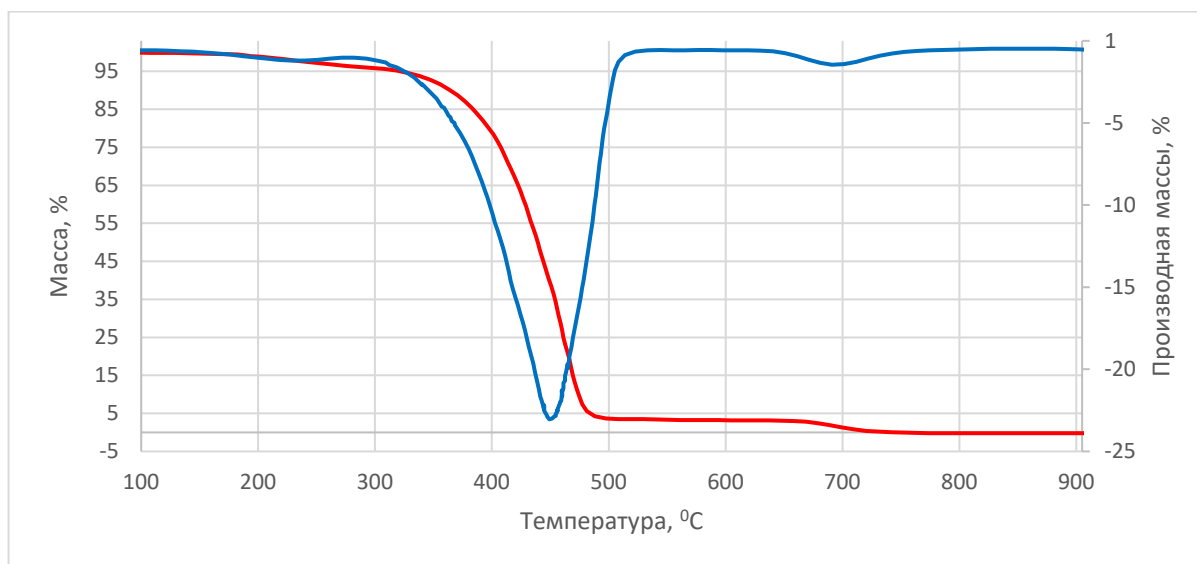
## Как можно использовать ТГА для контроля качества и входного контроля материалов?

Ниже показан анализ усиленной стекловолокном печатной платы. Этот анализ определяет количество смолы и количество стекловолокна, используемого в этом материале. Расчет Delta Y был использован для определения процентного содержания компонентов. Смола = 44,144%; Стекловолокно = 56,854%. Смола разлагается в два этапа, сначала быстро, а затем замедляется по мере разложения последней оставшейся смолы.



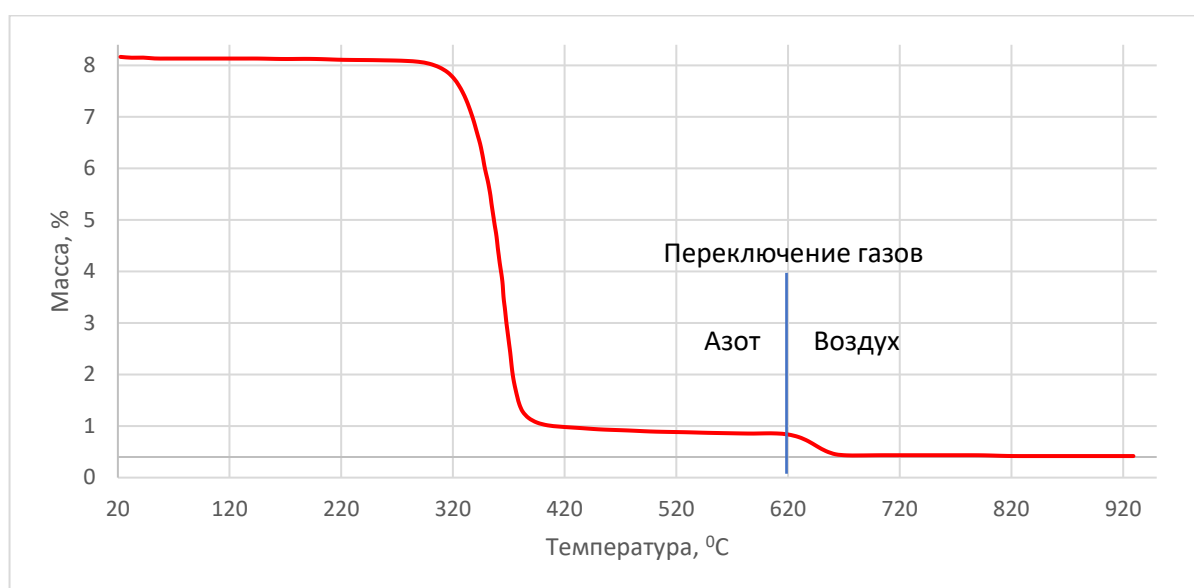
## Как можно использовать ТГА для обеспечения безопасности продуктов питания?

На рисунке представлен ТГА анализ трехкомпонентного материала АБС (акрилонитрил-бутадиен-стирол). Данный образец АБС имеет высокую концентрацию бутадиена. Красная кривая потери веса показывает три стадии потери массы, представляющих каждый компонент. Синяя производная кривая имеет 3 пика. Это подтверждает, что в этом эксперименте происходит три (3) различных тепловых события. Процент каждого компонента должен быть согласованным для этого продукта, чтобы обеспечить полезную и безопасную функциональность. Также для этого анализа можно использовать функцию AutoStepwise\*.



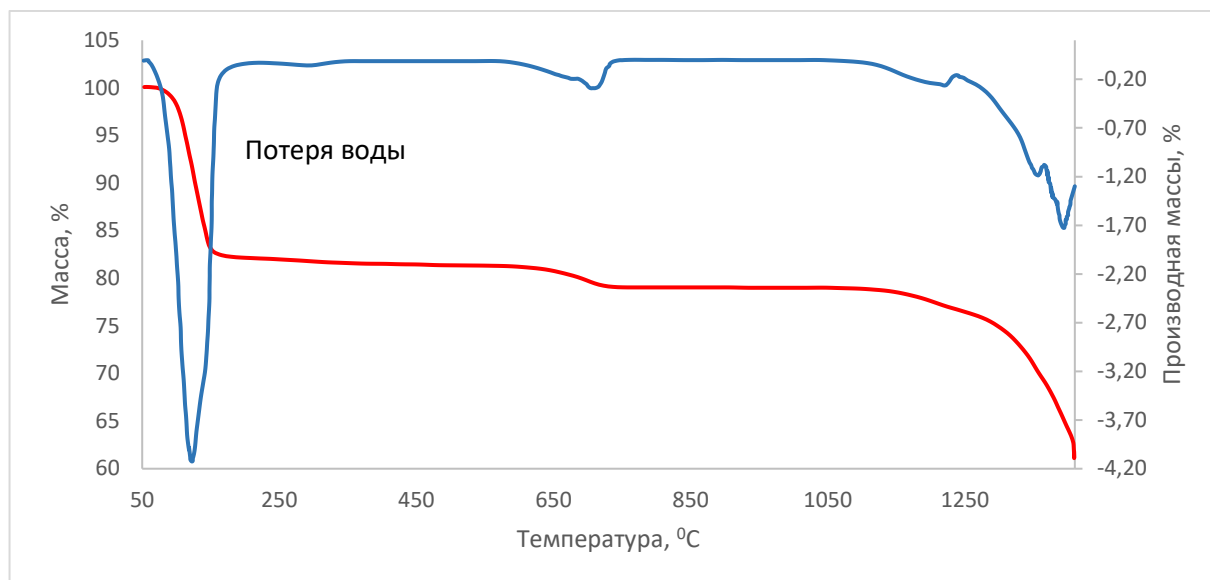
## Как можно использовать ТГА для определения содержания сажи (углерода)?

На рисунке приведен анализ образца гипса промышленного качества, проведенный в атмосфере воздуха в температурном диапазоне от +50°C до +1400°C на ТГ анализаторе STA8000. Скорость сканирования составляла 10°C/мин. Красная кривая - кривая потери массы, а ее первая производная - синяя кривая. Потеря воды в 18,5% начинается с начальной отметки 50°C и продолжается до 150°C. Значения были рассчитаны с использованием расчета начальной точки (onset) и расчета Delta Y.



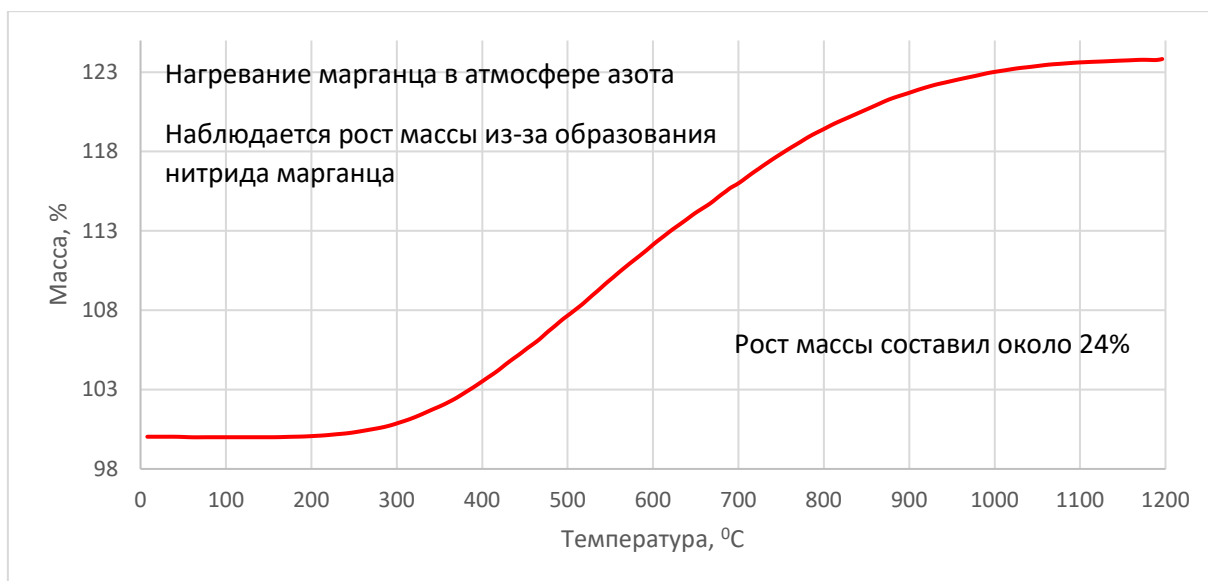
## Можно ли использовать ТГА для выявления контрафактной продукции?

На рисунке приведен анализ образца гипса промышленного качества, проведенный в атмосфере воздуха в температурном диапазоне от +50°C до +1400°C на ТГ анализаторе STA8000. Скорость сканирования составляла 10°C/мин. Красная кривая - кривая потери массы, а ее первая производная - синяя кривая. Потеря воды в 18,5% начинается с начальной отметки 50°C и продолжается до 150°C. Значения были рассчитаны с использованием расчета начальной точки (onset) и расчета Delta Y.



## Можно ли использовать ТГА для определения безопасных рабочих температур в атмосфере различных газов?

На рисунке приведен пример эксперимента по увеличению массы. Образец марганца нагревали в атмосфере азота на TGA8000. Скорость продувки печи составляла 30 мл/мин. Расчет Delta Y был проведен произвольно для температурного диапазона от 115°C до 1190°C. В этом эксперименте увеличение веса происходит из-за образования нитрида марганца. Когда марганец нагревают в аргоне, его масса не меняется.



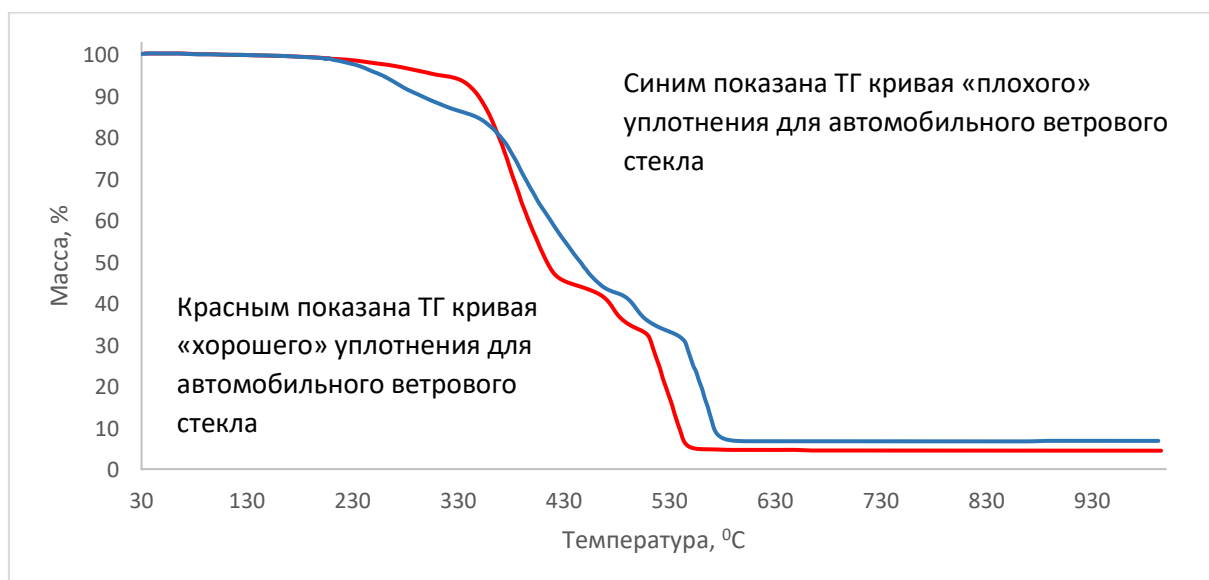
## Как можно использовать ТГА для оптимизации технологии производства готовой продукции?

На рисунке показаны результаты анализа образца талька в атмосфере воздуха в температурном диапазоне от +50 до +1500°C на STA8000. Скорость сканирования составляла 10°C/мин. Красная кривая — кривая потери массы, а ее первая производная — синяя кривая. Воздух использовался в качестве продувочного газа, потому что в этой среде тальк перерабатывают для использования в средствах личной гигиены. Лучшее понимание того, когда происходят тепловые события, позволяет оптимизировать процесс.



## Как ТГА используют в реверсивном инжиниринге?

ТГА часто используется в лабораториях разработки новых продуктов. На рисунке сравниваются два продукта. Эти сравнения часто проводятся методом ТГА. Конкурирующие продукты от разных поставщиков хорошо отличаются по ТГА кривым.



## Как можно увеличить производительность лаборатории?

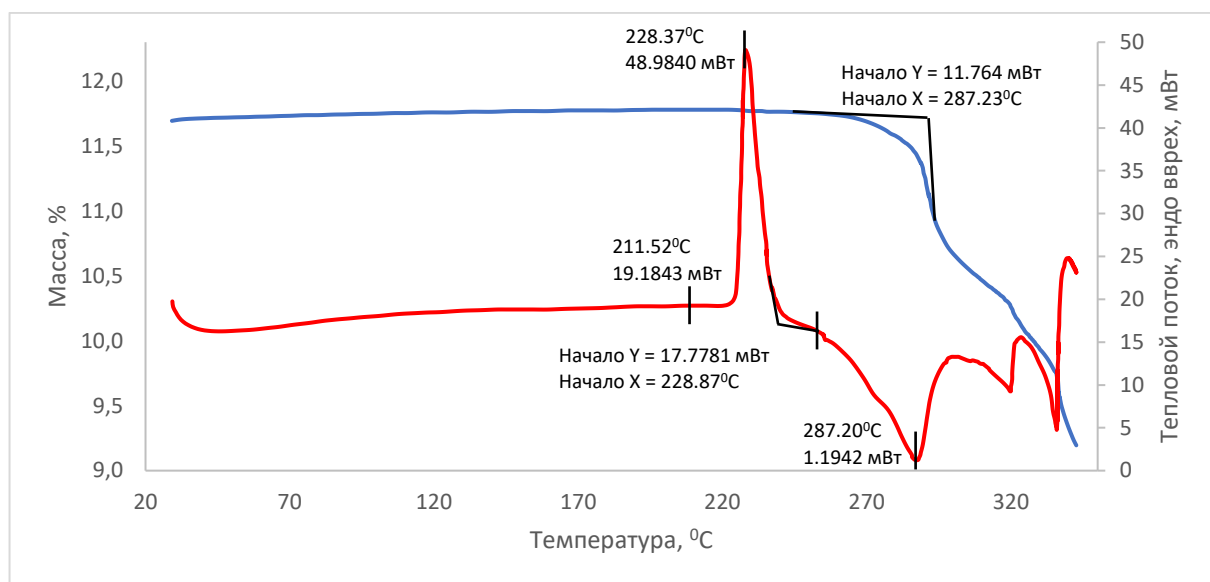
ТГ анализаторы TGA8000, TGA 4000 и STA 6000 могут оснащаться автосэмплерами, что позволяет автоматизировать работу этих приборов без участия оператора.

## Что делать, если у имеется ограниченное количество образца и мало времени для его полной характеристики?

Синхронный термоанализатор STA6000 сочетает в себе два аналитических метода: ТГА и ДСК. Термоанализатор STA6000 может одновременно получать данные ДСК по тепловому потоку и данные ТГА по потере массы. Тепловой поток ДСК измеряется в Дж/г и мВт.

Прибор STA6000 разработан для решения рутинных и исследовательских задач. В синхронном анализаторе STA6000 применяется передовая технология сенсора, которая обеспечивает более высокую точность и качество результатов. Запатентованный сенсор SaTurnA™ и проверенная компактная печь обеспечивают лучший контроль температуры, более последовательные измерения и самое быстрое время охлаждения, чем любой другой синхронный ТГ-ДСК анализатор.

## Примеры ТГ-ДСК кривых



На рисунке показаны результаты анализа фармацевтического образца на STA6000. Красная кривая — кривая ДСК и синяя кривая — кривая ТГА (потери массы).

Этот образец представляет собой низкомолекулярный кристаллический. Кривая ДСК показывает, что существует переход, связанный с плавлением кристаллов при температуре 228,37°C. После перехода в расплав базовая линия возвращается в немного более низкое положение, чем базовая линия до пика плавления. Это изменение на 1,4 мВт (уменьшение с 19,18 мВт до 17,77 мВт), указывает на то, что жидкая фаза имеет более низкую теплоемкость ( $C_p$ ), чем кристаллическая фаза. После расплавления базовая линия меняет наклон, когда образец начинает разлагаться. Пик экзотермического разложения по кривой ДСК при 287,2°C соответствует температуре начала разложения на кривой ТГА 287,2°C



## Что такое анализ выделяющихся газов?

Для анализа продуктов выделяющихся при ТГА эксперименте используются несколько методов. Данный метод называется анализ выделяющихся газов (ЕГА). Существует несколько методов совмещенного анализа в которых сочетаются 2 или более приборов.

Это следующие методы совмещенного анализа:

**ТГА-ИК.** В этом методе термогравиметрический анализатор (ТГА) совмещается с ИК-Фурье спектрометром. Данный метод (ТГ-ИК) является наиболее распространенным методом систем анализа выделяющегося газа (ЕГА). При нагревании образца в ТГА он будет выделять летучие компоненты или продукты горения возникающие при сжигании. Эти газы затем передаются в ИК-ячейку, где можно идентифицировать компоненты. Этот метод наиболее полезен, когда известно, что выделяющиеся газы представляют собой отдельные компоненты из небольшого набора веществ, например воды, диоксида углерода или обычных растворителей, которые имеют характерные ИК-спектры.

**ТГА-МС.** Комбинация ТГА с масс-спектрометром позволяет обнаруживать очень низкие уровни примесей в режиме реального времени. При нагревании образца на ТГА образец будет выделять летучие вещества или продукты горения при сжигании. Эти газы передаются в масс-спектрометр, где компоненты идентифицируются. Благодаря своей способности обнаруживать очень низкие концентрации веществ, ТГ-МС является мощным методом для контроля качества, безопасности и разработки продукции. Этот метод наиболее полезен, когда выделяющиеся газы или продукты распада известны заранее, и их немного.

**ТГА-ГХМС** Сочетание ТГА с хромато-масс спектрометром (ГХ-МС) становится все более популярным. При нагревании образца в ТГА происходит выделение газов. Эти газы затем передаются в газовый хроматограф, где компоненты собираются. Затем образец может быть подвергнут анализу с помощью ГХ для разделения веществ и идентификации пиков на МС. Благодаря своей способности обнаруживать очень низкие уровни веществ в сложных смесях, ТГ-ГХМС является мощным инструментом для контроля качества, безопасности и разработки продукта.



*ТГ-ИК*

*ТГ-МС*

*ТГ-ГХМС*

## Можно на ТГА анализировать наноматериалы?

Метод ТГА широко используется для контроля качества при производстве и применении углеродных нанотрубок (CNT). В процессе производства углеродных нанотрубок ТГА используется для оценки количества металлического каталитического остатка остающегося при производстве нанотрубок. Таким образом, нанотрубки можно классифицировать по чистоте по разнице между 100% навеской и остатком катализатора (определяя содержание углерода в металле). ТГА также используется для анализ конечных продуктов, которые содержат наночастицы или нанотрубки.

Анализ покрытий с наноматериалами и нанотрубками может быть выполнен также с применением методов анализа выделяющихся газов. Эти методы могут использовать как производители наночастиц, так и производители конечных продуктов, которые содержат наночастицы и нанотрубки. При этом важно, что входящий в состав системы совмещенного анализа ТГ анализатор можно использовать и отдельно как простой ТГА.

## Заключение

ТГ анализ широко используется для характеристики и проверки материалов. Метод ТГА применим в большинстве отраслей, а экологические, пищевые, фармацевтические и нефтехимические приложения являются основными отраслями применения термогравиметрического анализа и анализа выделяющегося газа.

## Полезные ссылки

Раздел сайта Шелтек АГ посвященный термоанализу

<http://www.scheltec.ru/catalog/thermal-analysis/>

Раздел сайта PerkinElmer посвященный термоанализу (на английском языке)

<https://www.perkinelmer.com/category/thermal-analysis-instruments>

Раздел сайта PerkinElmer посвященный примерам применения ТГ анализаторов (на английском языке)

<https://www.perkinelmer.com/category/thermogravimetry-tga-instruments>

Библиотека применений оборудования PerkinElmer в анализе наноматериалов (на английском языке)

<http://www.perkinelmer.com/nano>

# Нормативные документы, посвященные ТГА

## Нормативные документы ГОСТ, действующие в Российской Федерации

ГОСТ 32334 Масла смазочные. Определение потерь от испарения на термогравиметрическом анализаторе методом Ноак

ГОСТ Р 56721 Пластмассы. Термогравиметрия полимеров. Часть 1. Общие принципы

ГОСТ Р 56722 Пластмассы. Термогравиметрия полимеров. Часть 2. Определение энергии активации

## Важнейшие международные и зарубежные нормативные документы

ASTM D2288 Test Method for Weight Loss of Plasticizers on Heating

ASTM D4202 Test Method for Thermal Stability of PVC Resin

ASTM D2115 Test Method for Volatile Matter (including water) of Vinyl Chloride Resins

ASTM D2126 Test Method for Response of Rigid Cellular Plastics to Thermal and Humid Aging

ASTM D3045 Recommended Practice for Heat Aging of Plastics Without Load

ASTM D1870 Practice for Elevated Temperature Aging Using a Tubular Oven

ASTM D4218 Test Method for Determination of Carbon Black Content in Polyethylene Compounds by a Muffle-Furnace

ASTM D1603 Test Method for Carbon Black in Olefin Plastics

ASTM D5510 Practice for Heat Aging of Oxidatively Degradable Plastics

ASTM E1131 Standard Test Method for Compositional Analysis by TGA

ASTM E1641 Standard Test Method for Decomposition Kinetics by TGA