



POLITECHNIKA WARSZAWSKA

WYDZIAŁ INŻYNIERII  
CHEMICZNEJ I PROCESOWEJ

Praca dyplomowa inżynierska

Alicja Fus



## Kalorymetr Skaningowy DSC – zasada działania i zastosowanie do oceny trwałości termicznej substancji.

Promotor pracy: prof. dr hab. inż. Eugeniusz Molga

Opiekun pomocniczy: dr inż. Michał Lewak

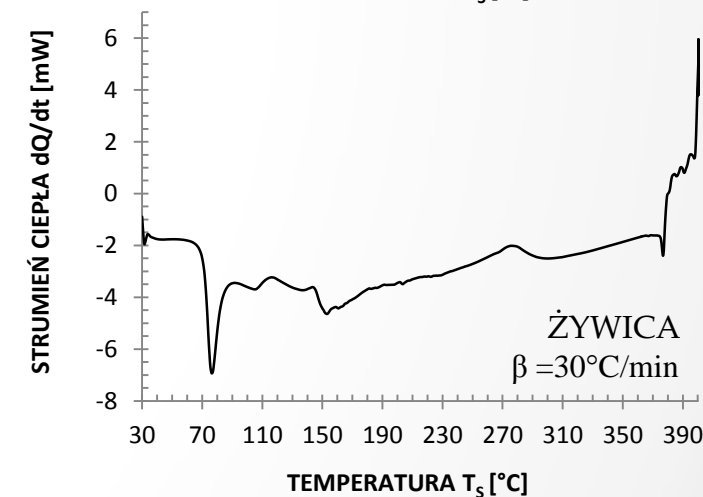
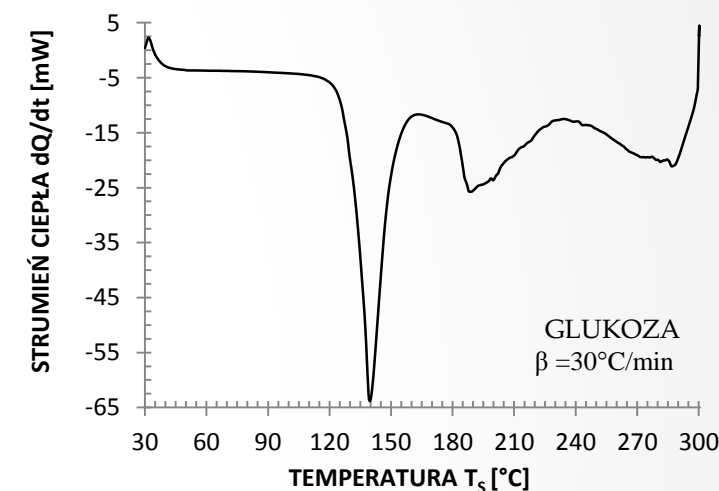
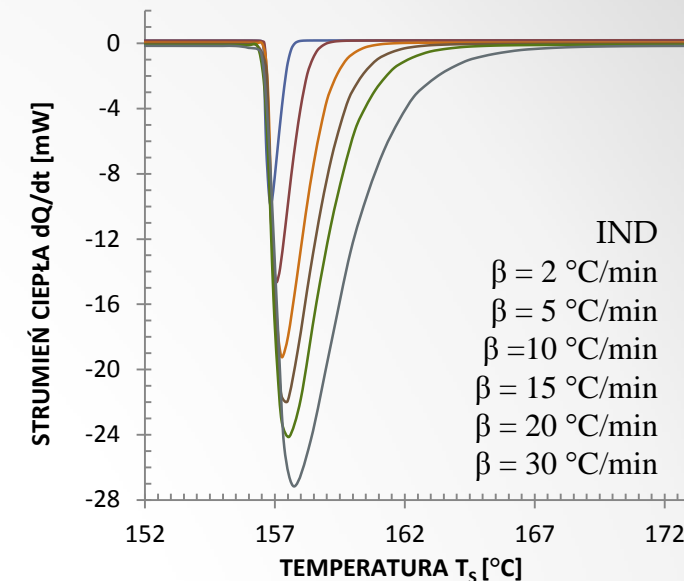
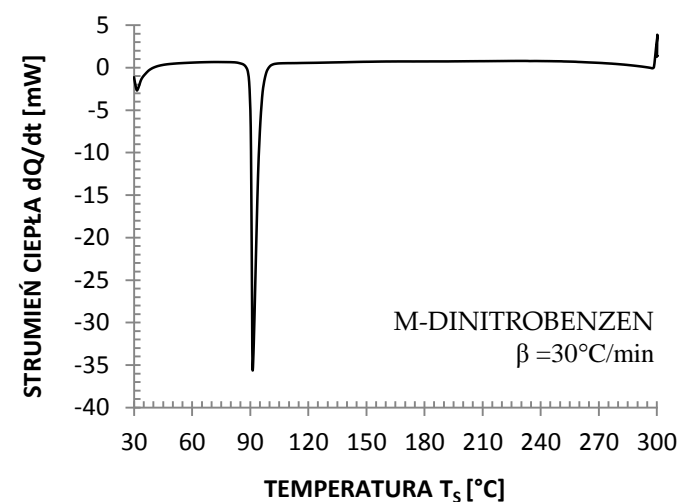
W pracy przedstawiono zastosowanie różnicowej kalorymetrii skaningowej do analizy właściwości termicznych ciał stałych, w tym oceny ich stabilności w wybranym przedziale temperatur.

Kalorymetria DSC (ang. Differential Scanning Calorimetry), jest jedną z metod służących do ogólnej analizy termicznej, polega na pomiarze zmian różnicy strumienia ciepła przepływającego do próbki badanej i próbki odniesienia w trakcie zmian temperatury otoczenia obu materiałów. Podczas przemiany fizykochemicznej próbka badana pochłania lub wydziela więcej ciepła niż materiał odniesienia. Różnica tej mocy cieplnej jest przedstawiana na wykresie krzywej DSC w funkcji czasu lub temperatury. Na podstawie analizy przebiegów i pików powstałych na skutek przemian, różnicowa kalorymetria skaningowa pozwala na uzyskanie satysfakcjonujących wyników w zakresie charakterystyki materiałów, analizy fazowej a także ciepła właściwego materiałów. Umożliwia również ilościowe określenie ciepła zachodzących przemian fizykochemicznych oraz wyznaczanie parametrów kinetycznych reakcji.

Do najczęściej spotykanych metod pomiarowych, wykorzystywanych w kalorymetrii różnicowej, należą metody przepływu ciepła (heat flux), gdzie mierzona jest różnica temperatur pomiędzy substancją badaną a materiałem odniesienia oraz metoda kompensacji mocy (power compensation), w której wartością mierzoną jest moc dostarczana do elementów grzejnych umieszczonych pod próbkami, w celu zniwelowania generującej się pomiędzy nimi różnicy temperatur. Niezależnie od wybranego rozwiązania konstrukcyjnego, wspólną cechą wszystkich kalorymetrów DSC jest różnicowa metoda pomiaru, a więc każde urządzenie DSC powinno składać się z dwóch identycznych układów pomiarowych, połączonych ze sobą w taki sposób, aby umożliwić pomiar różnic występujących pomiędzy nimi podczas pomiaru. Ewentualne zakłócenia z otoczenia oddziałują na obydwa układy w jednakowy sposób, dzięki czemu nie mają wpływu na mierzoną różnicę temperatur substancji czy mocy grzejnej dostarczanej do próbek. Charakterystyczną cechą obydwu opisanych powyżej typów kalorymetrów DSC jest natomiast proporcjonalność mierzonego sygnału do strumienia przepływającego ciepła.

W części doświadczalnej przeprowadzono serię pomiarów na kalorymetrze skaningowym DSC1/500 firmy Mettler-Toledo, programując różne szybkości grzania  $\beta$  ( $^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ). Na początku sprawdzono ustawienia parametrów kalorymetru poprzez przeprowadzenie kalibracji urządzenia z użyciem próbki indu o wysokiej czystości. Na podstawie otrzymanych wykresów dla każdej  $\beta$ , odczytano temperatury topnienia związku i wyznaczono ciepło przemiany. Po porównaniu wyników z danymi literaturowymi wykazano, że aparat jest skalibrowany prawidłowo.

Następnie wykonano serię pomiarów z użyciem glukozy, żywicy epoksydowej, m-dinitrobenzenu oraz nitrofenoli. Otrzymane wyniki zestawiono w postaci krzywych kalorymetrycznych, które poddano analizie w kierunku oceny stabilności badanych substancji w ustalonym zakresie temperatur.



Wyniki pomiarów pokazały, że największą trwałością termiczną spośród analizowanych substancji wykazały się nitrozwiązki, które po stopieniu, w najszerszym zakresie temperatur, nie ulegały innym przemianom. Zarówno glukoza jak i żywica wykazały dużo większą podatność na działanie wysokiej temperatury i uległy kolejnym przemianom endo- i egzotermicznym prowadzącym do rozkładu substancji. Przedstawiona analiza dowiodła, że na podstawie pojedynczego pomiaru kalorymetria skaningowa dostarcza wielu informacji o charakterze procesów przebiegających pod wpływem temperatury i z powodzeniem może być wykorzystywana do oceny stabilności termicznej.