

## **Термический анализ гидрата оксалата кальция**

*Строкова Н.Е., Туракулова А.О., Савилов С.В.*

Метод синхронного термического анализа, в котором одновременно регистрируются сигналы ДСК, изменение массы, анализ отходящих газов, является мощным инструментом для исследования фазовых изменений в образцах. Целью настоящей работы является освоение принципов работы дифференциального сканирующего калориметра и возможностей метода термического анализа на примере определения содержания воды в оксалате кальция.

### **I. ТЕОРЕТИЧЕСКОЕ ВВЕДЕНИЕ**

Термический анализ – один из наиболее распространенных и перспективных методов характеристики свойств веществ и материалов. Как правило, он включает обнаружение и получение информации о фазовых и структурных превращениях веществ, а также химических реакциях, в соответствии с их тепловыми эффектами. При этом поглощение или выделение теплоты во время прохождения в нем того или иного процесса приводит к изменению индуцированной внешним воздействием скорости нагрева или охлаждения анализируемого образца. В общем случае, при проведении термического анализа фиксируют изменения какого-либо физического свойства вещества с изменением температуры.

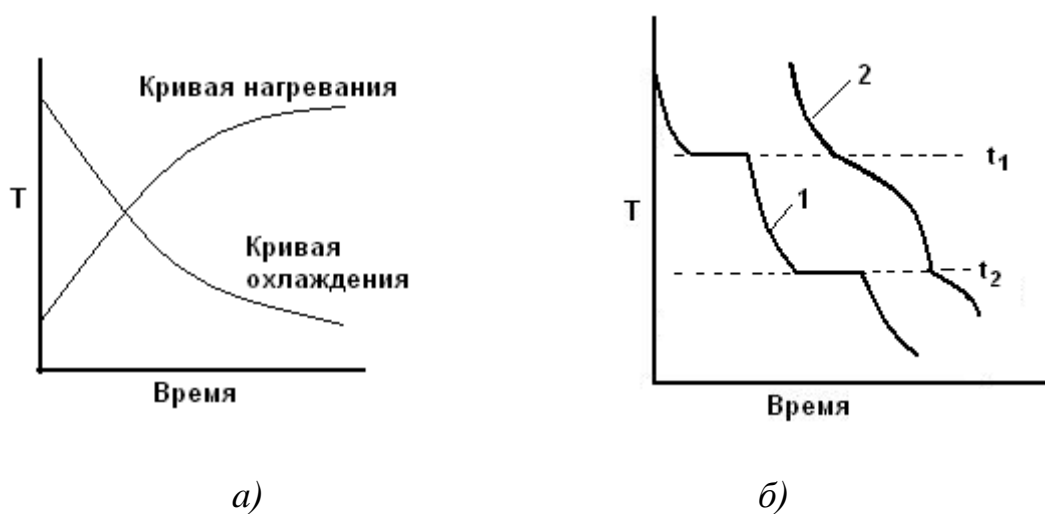
Термический метод анализа, как целостный и системный подход, основан русским ученым Н.С. Курнаковым для использования в физико-химическом анализе. В 1903 году им был предложен усовершенствованный вариант пирометра - прибора для записи кривых нагревания. Конструкция пирометра Курнакова до сих пор лежит в основе практически всех современных приборов для термоанализа. В качестве определяемого параметра в нем используется тепловой эффект процессов, происходящих в исследуемом веществе: плавление и кристаллизация, фазовые переходы, окисление и восстановление, процессы, связанные с разложением веществ и выделением газов, твердофазные реакции. В ряде случаев это может указывать на состав исследуемого объекта.

В настоящее время термические методы исследования широко применяются в самых разнообразных областях науки для определения фазового

состава природных минералов, пород и солей в минералогии и геологии, термической устойчивости и свойств веществ в материаловедении, определения содержания компонентов и функциональных групп в композитах в аналитической химии, определения оптимальных параметров процессов в химической технологии и т. д.

### **Экспериментальные подходы в термическом анализе**

В термическом методе анализа, в общем случае, используют построение кривых охлаждения и нагревания исследуемого образца. Простой термический анализ заключается в регистрации температуры образца во время её равномерного нагрева или охлаждения. При этом масса навески находится в пределах от нескольких десятков до нескольких сотен грамм. В образец вводят спай термопары, соединенной с регистрирующим устройством. Результатом эксперимента является термограмма в координатах «температура образца – время». Эффекты на кривых регистрируются более четко с уменьшением скорости нагревания или охлаждения пробы.

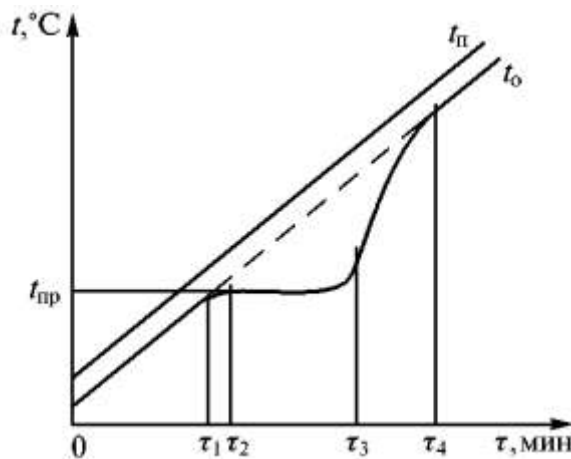


**Рис.14.1.** Термограммы образцов без (а) и с фазовыми превращениями (б).

Если при этом отсутствуют какие-либо фазовые превращения, связанные с выделением или поглощением тепла, то кривые изменения температуры во времени идут плавно, без перегибов (рис. 14.1, а). Если в системе происходят фазовые превращения, сопровождающиеся выделением или поглощением тепла, то на кривой, в зависимости от характера этих превращений, получаются участки с постоянной температурой на протяжении некоторого промежутка времени (кривая 1, рис. 14.1 б) или наблюдаются перегибы (кривая 2, рис. 14.1 б). Из термограмм видно, что охлаждаемый объект (кривая 1) испытывает два фазовых превращения при температурах  $t_1$  и  $t_2$ , в то время как образец,

соответствующий кривой 2, претерпевает фазовое превращение в интервале температур от  $t_1$  до  $t_2$ .

Рассмотрим в качестве примера термограмму образца, претерпевающего превращение с поглощением теплоты, при медленном его нагревании (рис.14.2).



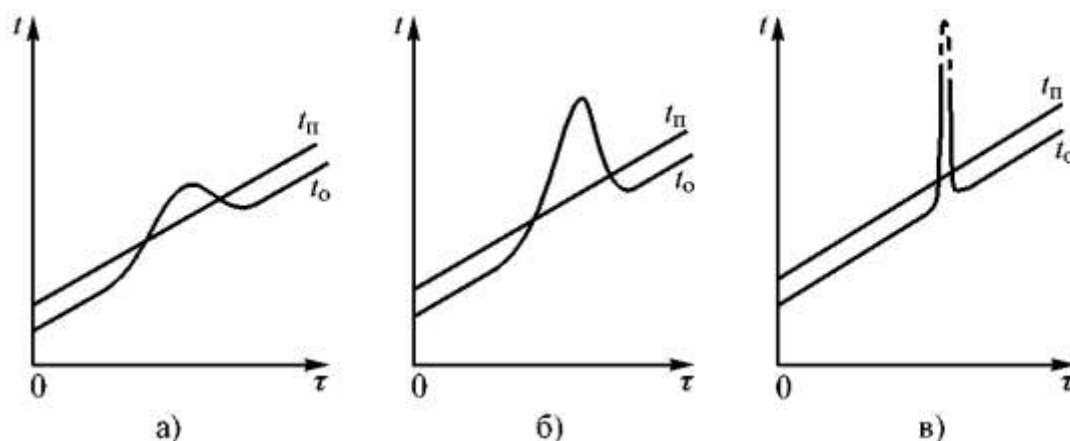
**Рис. 14.2.** Термограмма изотермического превращения при нагревании образца:  
 $t_n$ ,  $t_o$ ,  $t_{np}$  – температуры печи, образца и превращения, соответственно.

На ней можно выделить следующие участки:

1.  $0 - \tau_1$  – нагрев образца с постоянной скоростью. Вся теплота, передаваемая от печи к образцу, расходуется на его нагрев;
2. в момент  $\tau_1$  начинается превращение в поверхностном слое образца, часть подводимой теплоты затрачивается на превращение, скорость нагрева уменьшается до момента  $\tau_2$ , температура термопары, находящейся в образце, отстает от температуры его поверхности;
3. начиная с момента  $\tau_2$ , превращение охватывает все большую часть объема, вся подводимая теплота расходуется на превращение, температура образца остается постоянной;
4. разность температур между печью и образцом  $t_n - t_o$  возрастает во время превращения вплоть до момента его завершения  $\tau_3$ , поэтому после завершения превращения наблюдается период ускоренного нагрева образца  $\tau_3 \dots \tau_4$ . По мере уменьшения разности температур  $t_n - t_o$  скорость его нагрева уменьшается, поэтому моменту  $\tau_3$  соответствует перегиб кривой  $t_o(\tau)$ ;

5. с момента  $\tau_4$  устанавливается постоянство разности температур между печью и образцом, и дальнейший нагрев происходит с постоянной скоростью.

Вид термограмм экзотермического процесса определяется скоростью выделения теплоты (рис. 14.3). Все схематические термограммы, приведенные в настоящем разделе, не учитывают изменения тепловых свойств образца в результате превращения.



**Рис. 14.3.** Термограммы экзотермических процессов при нагревании:  
*а* – медленный процесс; *б* – быстрое превращение; *в* – автокаталитический процесс, подобный взрыву.

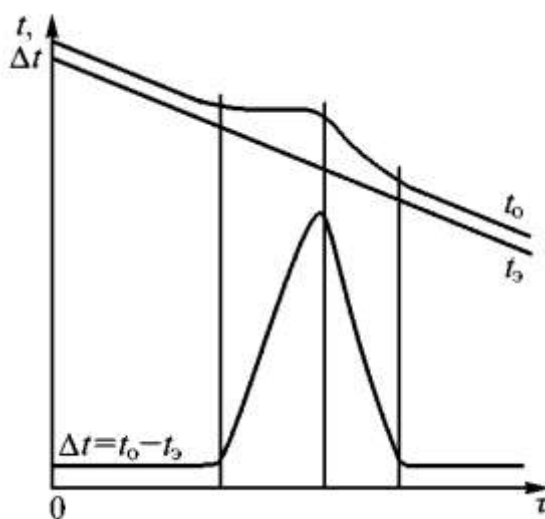
Если тепловые эффекты незначительны или масса исследуемого вещества мала, эффекты на термограммах, соответствующие превращениям, иногда могут быть даже не обнаружены. Для более точного фиксирования температурных превращений применяют более чувствительный, по сравнению с описанным, дифференциальный метод.

В приборе для регистрации дифференциальных температурных кривых в печь, наряду с исследуемым образцом, помещают тигель с эталонным образцом. Последний должен быть стабилен в исследуемом интервале температур, масса и теплоемкость его должны быть близки к этим параметрам для исследуемого образца.

В исследуемый и эталонный образцы помещают дифференциальную термопару, одноименные полюсы которой присоединены к двум гальванометрам, а в исследуемый образец – еще и обычную термопару, поскольку дифференциальная – не фиксирует температуры, при этом определяя слабые тепловые эффекты, возникающие в исследуемом образце. При помощи

обычной термопары определяется лишь температура фазового превращения. Для повышения равномерности нагрева образец и эталон помещают в массивный металлический блок, обычно представляющий собой цилиндр с двумя симметрично расположенными углублениями. Блок закрывается крышкой с отверстиями для термопар. Материал блока также не должен претерпевать фазовых превращений в рабочем диапазоне температур.

При проведении дифференциального термического анализа регистрируют как температуру образца, так и разность температур между образцом и эталоном (рис. 14.4). До начала превращения образец и эталон равномерно нагреваются, и при правильно выбранном эталоне разность температур между ними  $\Delta t = t_o - t_s$  близка к нулю.

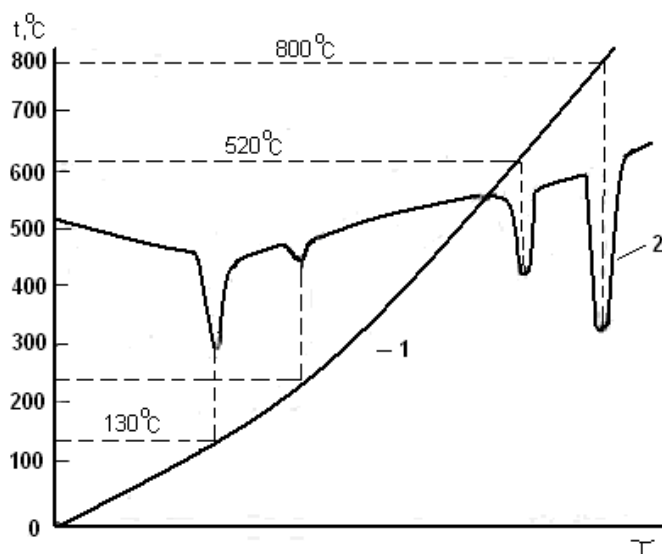


**Рис. 14.4.** Пример дифференциальной термограммы образца, претерпевающего превращение с выделением теплоты.

Во время превращения скорость нагрева (или охлаждения) образца по отношению к эталону изменяется, поэтому разность температур между ними возрастает и достигает максимума к моменту конца превращения. В дальнейшем  $\Delta t$  быстро уменьшается до значения, близкого к нулю. Таким образом, на дифференциальной кривой появляется экстремум, соответствующий концу превращения.

На рис.14.5 приведена термограмма нагревания нитрата калия. При нагревании образца на термограмме (кривая 1) должны наблюдаться фазовые превращения при  $127^{\circ}\text{C}$ , соответствующие переходу из ромбической модификации в ромбоэдрическую, и при  $336^{\circ}\text{C}$ , соответствующие плавлению соли. Как видно, перегибы, соответствующие этим температурам, практически

незаметны. Однако из дифференциальной кривой (2) наличие превращений очевидно.



*Рис. 14.5. Простая и дифференциальная термограммы нитрата калия.*

**Факторы, влияющие на вид термограммы:**

- **Масса образца.** С ее увеличением возрастает длина площадки на кривой зависимости  $t_0(\tau)$ . Однако при избыточной массе близкие по температуре эффекты термограммах могут налагаться друг на друга.
- **Теплопроводность образца.** Повышение теплопроводности образца приводит к уменьшению пиков на дифференциальной кривой.
- **Эталонный образец:** его теплоемкость и теплопроводность должны быть максимально близки к этим параметрам для образца. При выборе параметров эксперимента следует придерживаться соотношения  $C_3 \times m_3 = C_0 \times m_0$  ( $C$  - удельная теплоемкость,  $m$  - масса).
- **Скорость изменения температуры.** Чем меньше скорость превращения, тем ниже должна быть и скорость нагрева или охлаждения пробы. При быстром нагреве следует уменьшать массу образца и эталона. Увеличение скорости нагрева смещает превращения в область более высоких температур. При умеренно быстром нагреве изменение температуры превращения обычно невелико. Температура превращений при охлаждении гораздо сильнее зависит от скорости охлаждения, а при некоторых критических скоростях охлаждения возможно изменение типа превращения.

При сравнительно невысоких температурах, когда можно пренебречь лучистым теплообменом, методом ДТА можно не только определить температуру превращения в образце, но и измерить его *тепловой эффект*. При указанном условии количество теплоты, полученной образцом, определяется законом Ньютона:  $dQ = \alpha (t_{\text{п}} - t_0) dt$ , где  $\alpha$  - коэффициент теплопередачи;  $t_{\text{п}}$  - температура печи или блока;  $t_0$  - температура образца;  $t$  - время. Из этого следует, что при отсутствии превращения количеству теплоты, полученному образцом при нагреве от температуры  $t_1$  до  $t_2$ , пропорциональна площадь  $S_1$  на термограмме, ограниченная прямыми нагрева печи и образца и отрезками ординат, соответствующих значениям  $t_1$  и  $t_2$ .

Однако применение метода термического анализа в его классическом варианте при современном уровне развития аппаратурной базы является нетехнологичным. Поэтому в современных приборах конструкторы совмещают сразу несколько возможных методов исследования. Например, установив тигель с образцом на термостатированные весы, можно определить потерю массы при прокаливании; одновременно с этим классическим подходом рассчитываются и тепловые эффекты превращений. В данном случае возможно построение кривых зависимости как температуры от времени, так и массы от температуры.

При работе с современным оборудованием, во избежание путаницы, необходимо отличать реализованные аппаратурно дифференциальные методы анализа от методов математической обработки экспериментальных кривых (т.н. деривативные методы), позволяющих наиболее корректно определить, например, температуры начала изменения массы и её окончания.

Таким образом, среди *современных термических методов* исследования можно выделить следующие:

1) **Термогравиметрия (ТГ)** – метод термического анализа, при котором регистрируется изменение массы образца, как функции температуры или времени. Его применяют для исследования термической стабильности веществ, определения их состава, влажности и т.д. Также как и термический анализ, термогравиметрия может быть реализована в простом (нагревается только образец) и дифференциальном вариантах (в печь помещены образец и эталон).

В свою очередь, термогравиметрию можно подразделить на:

а) изотермическую, или статическую, когда масса образца изменяется на протяжении некоторого времени при постоянной температуре;

б) квазистатическую, когда образец нагревается при нескольких температурах до достижения постоянного значения массы;

в) динамическую, когда температура среды, окружающей нагреваемый образец, изменяется по заданному закону. Динамические методы являются более информативными и используются для определения кинетических параметров процессов.

2) **Дифференциальный термический анализ** – описанный выше метод, позволяющий наиболее прецизионно определять температуры начала и окончания изменений, происходящих в образце.

3) **Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК)**, позволяющая определять температуры и тепловые эффекты, сопровождающие описанные выше превращения веществ, например, энтальпии и температуры фазовых переходов, исследовать процессы стеклования, плавления, кристаллизации, реакционное поведение, термостойкость и др. В то время, как методы ТГ и ДТА являются высокотемпературными, метод ДСК позволяет исследовать термические превращения веществ даже при пониженных температурах.

4) **Термомеханический анализ (ТМА), дилатометрия (ДИЛ) и динамический-механический анализ (ДМА)** изучают зависимость механических свойств веществ и материалов от температуры. К ним можно отнести эксперименты по определению вязкоупругих свойств, характеристик жесткости и демпфирования, прочности на разрыв, стеклования, фазовых переходов 2-го рода. В случае дилатометрии фиксируемым параметром является тепловое расширение материала.

5) **Диэлектрический анализ (ДИЭ)** – метод, изучающий зависимость изменения диэлектрической проницаемости веществ и фактора диэлектрических потерь с температурой. Помещение диэлектрика в электрическое поле приводит к поглощению им энергии. Её количество, накопленное в единице объема, зависит от диэлектрической постоянной и

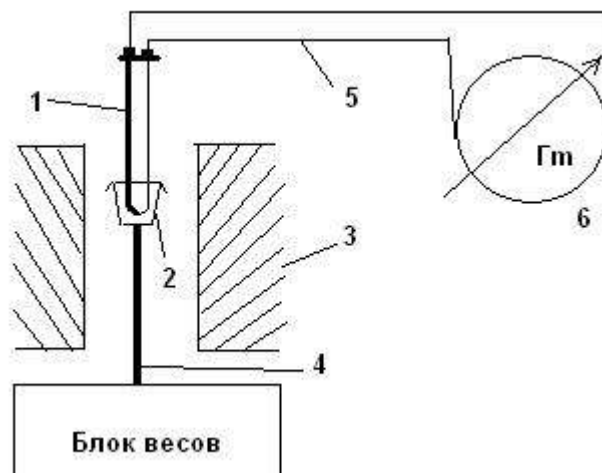


величины приложенного поля. Реальные диэлектрики, в отличие от идеальных, передающих всю энергию во внешнюю электрическую цепь при устранении поля, рассеивают некоторую её часть, определяемую коэффициентом диэлектрических потерь, в виде тепла.

Еще одним примером использования термических методов является фазовый анализ: так, исследуя кривую нагревания или охлаждения смеси веществ и зная температуры превращений её компонентов, можно судить об их присутствии.

### ***Термогравиметрический анализ.***

На рис.14.7 представлена схема простейшей термогравиметрической установки, которая состоит из весов непрерывного взвешивания (или термовесов), печи, в которую помещают образец, термопар и регулятора температуры.



***Рис. 14.7. Схема простейшего термогравиметрического анализатора.***

Тигель с образцом (2), находящийся в печи (3), нагревается с заданной постоянной скоростью. При этом непрерывно фиксируется масса держателя образца (4). Одновременно с помощью термопары (1) измеряется температура образца. Для измерений при невысоких температурах, как правило, используют хромель-алюмелевые термопары, в то время как при высоких (до 1700°С) – платинородиевые. В устаревших приборах спай термопары помещался в образец, в то время как в современных установках термопары находятся в держателе. Противоположные концы термопар подключаются к измерительному гальванометру. Во время нагревания тигля с веществом гальванометр регистрирует наличие электрического тока, напряжение которого

закономерно связано с температурой нагрева. В результате получается график зависимости “масса образца-температура”.

Важным параметром в термоанализе является коэффициент чувствительности прибора, зависящий от температуры и условий эксперимента. Он определяется предварительно на стандартных веществах с известными теплотами переходов. Исходя из этих данных, происходит пересчет показаний приборов (мкВ/мг) в стандартные величины (Дж/г).

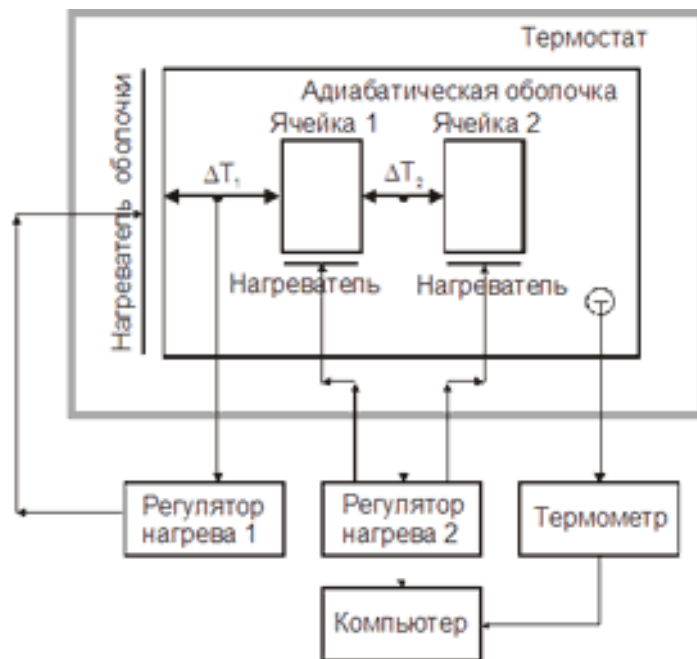
В отличие от простого термогравиметрического анализатора, в дифференциальном термогравиметрическом анализаторе на держателе устанавливаются тигель с образцом и тигель сравнения с эталоном, в который помещают инертное вещество, либо оставляют пустым. Посредством метода ДТГ можно с высокой степенью точности определить характер и величину изменения массы пробы с изменением температуры. На основании дифференциальной термогравиметрической кривой можно также производить стехиометрические расчеты или вычисления процентного содержания компонентов.

При аппаратной реализации метода ДТГ параллельно можно регистрировать и дифференциальные термические кривые. Таким образом, можно установить направление и величину изменения энтальпии, связанной с химическими реакциями и другими процессами, происходящими в исследуемом веществе под влиянием тепла.

### **Дифференциальная сканирующая калориметрия.**

Отличие метода ДСК от ДТА состоит в том, что измеряется не разность температур между образцом и эталоном, а разность тепловых потоков. Как правило, в ДСК-приборах применяется компенсационная схема (рис. 14.8), которая заключается в следующем: тигли с образцом и эталоном, находящиеся в адиабатической оболочке, нагреваются с постоянной скоростью. Для поддержания постоянной скорости, нагревающим элементам подводится определенная мощность. Мощности электронагревателей обеих ячеек автоматически регулируются с помощью регуляторов нагрева так, чтобы выдержать заданную скорость; при этом энергия расходуется на нагрев тиглей и часть - на нагрев и превращения исследуемого вещества, находящегося в тигле в одной из ячеек. Для поддержания одинаковой температуры в ячейках и сохранения одинаковой скорости их прогрева, мощности, подводимые к

ячейкам различны. Их разность регистрируется с помощью компьютера или самописца в виде функции от температуры. Таким образом, происходит регистрация зависимости разницы в тепловых балансах ячеек, возникающей из-за дополнительных тепловых затрат, необходимых для фазового перехода или химической реакции, от температуры.

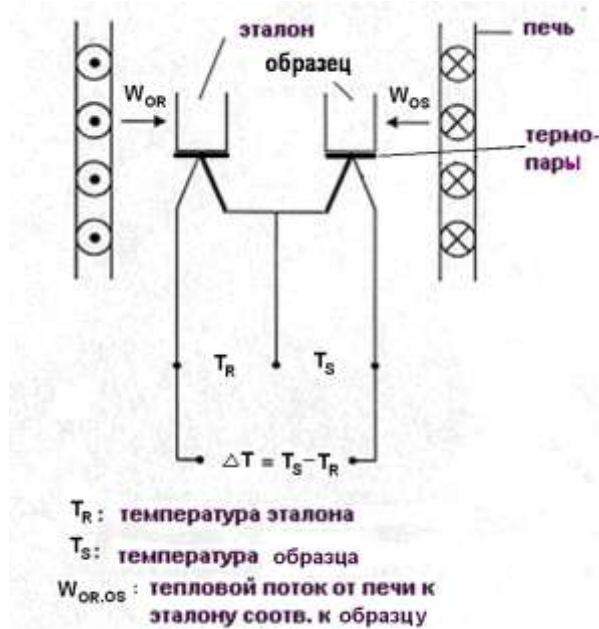


*Рис. 14.8. Схематическое устройство дифференциального сканирующего калориметра.*

\*\*\*\*\*

Перечисленные выше возможности различных методов регистрации свойств веществ с изменением температуры, привели к созданию универсального прибора, в котором совмещены различные варианты термического метода анализа – ДТА, ДТГ и ДСК, получившего название синхронного термического анализатора.

В методе синхронного термического анализа (СТА) регистрация изменений осуществляется аналогично тому, как это реализовано в ДТА-анализаторах. Для фиксации температур и тепловых потоков в приборах для синхронного термического анализа используют, соответственно, одну термопару для ДТА, и набор микро-термопар для ДСК, расположенных на донной части прободержателя (рис.14.9).



*Рис. 14.9. Схема СТА-анализатора, совмещающего ТГ и ДСК методы.*

## II. ВОПРОСЫ ДЛЯ ПОДГОТОВКИ К РАБОТЕ

1. Что такое экзо- и эндотермические процессы? Приведите примеры.
2. Какие современные термические методы вы знаете? Зависимость каких свойств от температуры определяется в каждом из них?
3. Какие факторы могут повлиять на вид термограммы?

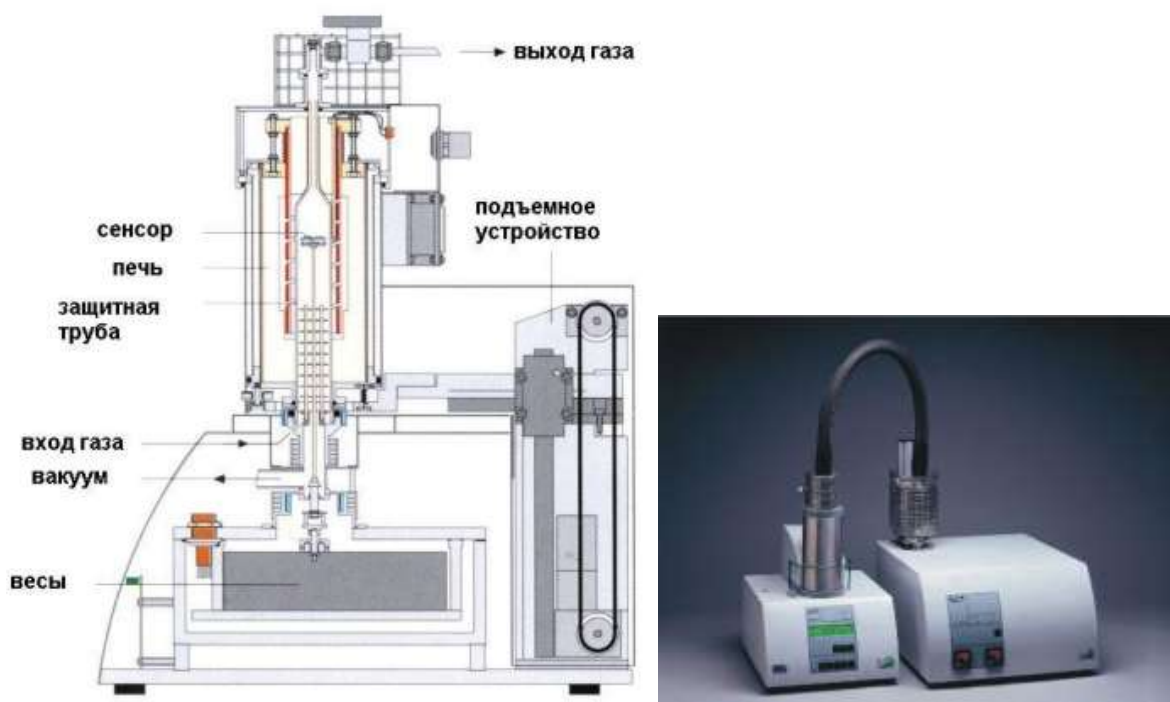
## III. ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНАЯ ЧАСТЬ

### 1. Аппаратура

При выполнении работы будет использоваться синхронный термический анализатор Netzsch 449C Jupiter с разрешением по массе 1 мкг, совмещенный с квадрупольным масс-спектрометром NETZSCH 409 AOELOS (рис. 14.10). Прибор регистрирует изменение массы, абсолютную температуру образца и разницу температур между образцом и эталоном, тепловые потоки. Измерения всех указанных величин проводятся одновременно на одном и том же образце в одних и тех же условиях. Программируемый микропроцессорный регулятор температуры позволяет проводить эксперимент в различных температурных режимах - при нагревании, изотермической выдержке и охлаждении. Измерения можно проводить в статической или динамической атмосферах в вакууме. При анализе в динамической атмосфере тигель с образцом продувается потоком газа с заданной скоростью. В качестве продувочных газов возможно использование кислорода, аргона,  $CO_2$ , азота и других неагрессивных

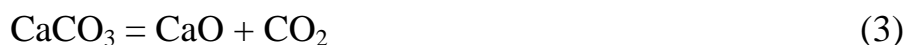
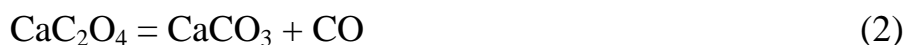
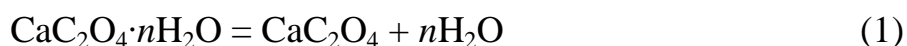
газов. В конструкции прибора предусмотрена защита термостатированного блока весов от загрязнения выходящими из образца газами: в течение всего эксперимента его продувают потоком инертного газа (аргона).

Прибор сопряжен с квадрупольным масс-спектрометром Aeolos QMS 409, что позволяет анализировать газы, выделяющиеся из образца при проведении термического анализа. Ионизация молекул происходит электронным ударом 70 эВ, диапазон масс 1...300 а.е.м., разрешение 0,5 а.е.м, предел детектирования составляет 1 ppm. Отличительными характеристиками масс-спектрометра являются малые размеры квадрупольного масс-фильтра, эффективная и воспроизводимая ионизация газов в источнике ионов, высокое разрешение при регистрации атомов, молекул и фрагментов.



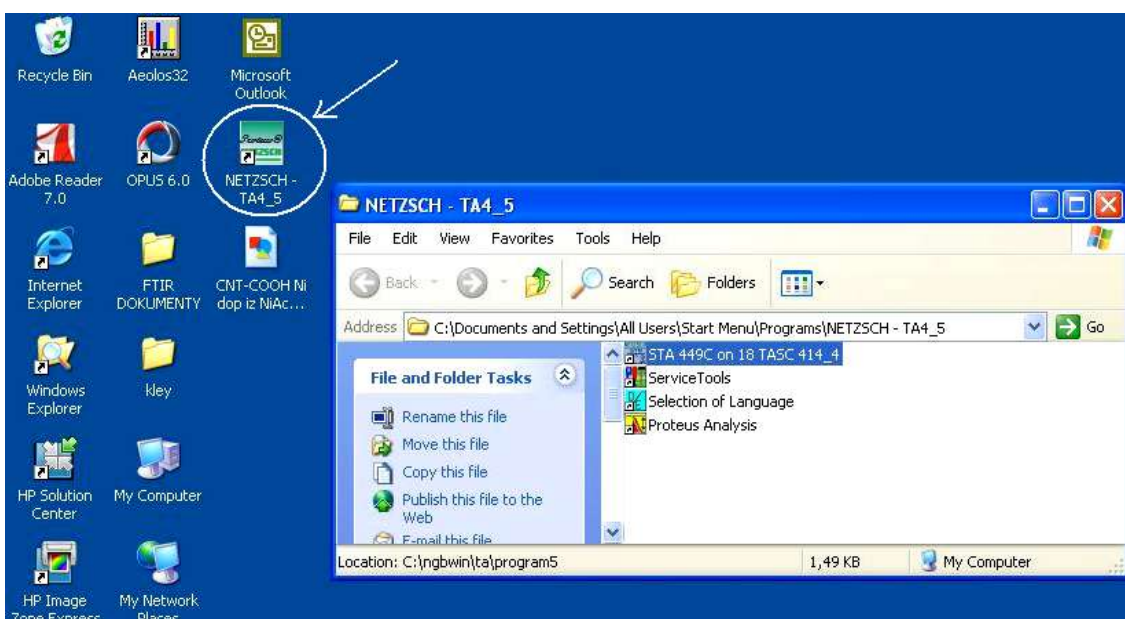
*Рис.14.10. Схема устройства синхронного термического анализатора (слева) и внешний вид СТА, сопряженного с масс-спектрометром (справа).*

В ходе эксперимента исследуем процесс разложения гидрата оксалата кальция  $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot n\text{H}_2\text{O}$ , протекающего в три стадии:

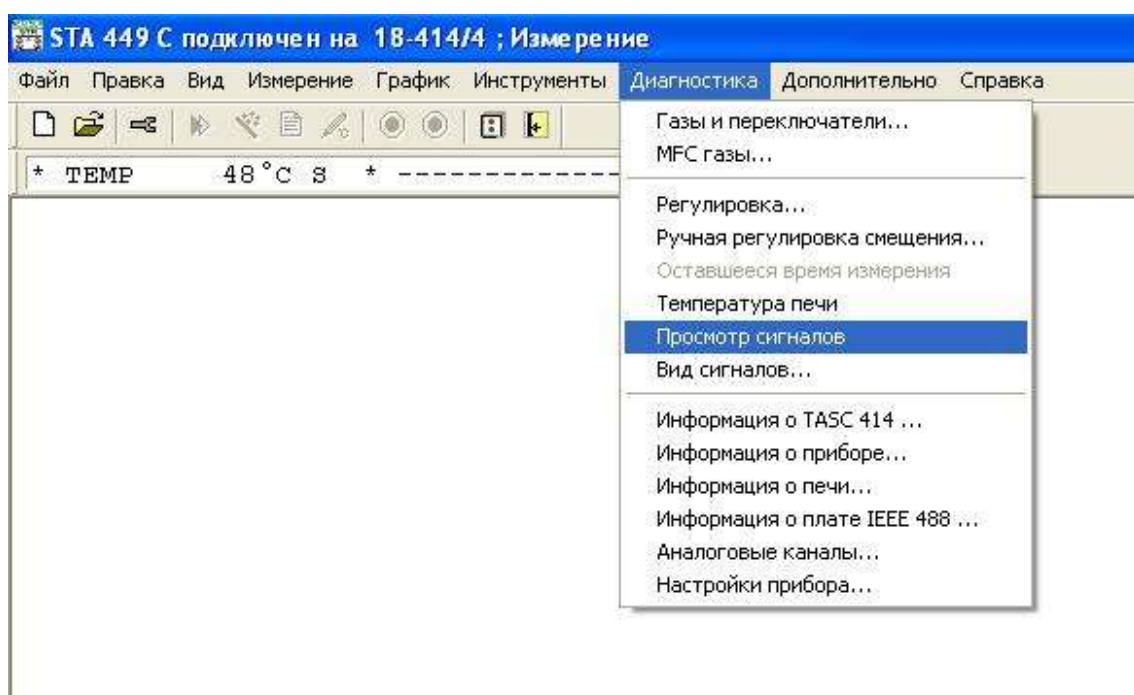


## 2. Проведение эксперимента

- 1) Образец массой 10-20 мг взвесить в корундовом тигле и поместить в одну из ячеек прободержателя, в другую - поместить пустой тигель.
- 2) Опустить печь одновременным нажатием клавиш “↓” и “Safety” на панели прибора до появления на дисплее цифр, обозначающих массу.
- 3) Включить рубильник контроллера печи.
- 4) Запустить программу анализом иконкой Netzsch на рабочем столе компьютера и затем программу STA 449C on 18 TASC 414\_4.

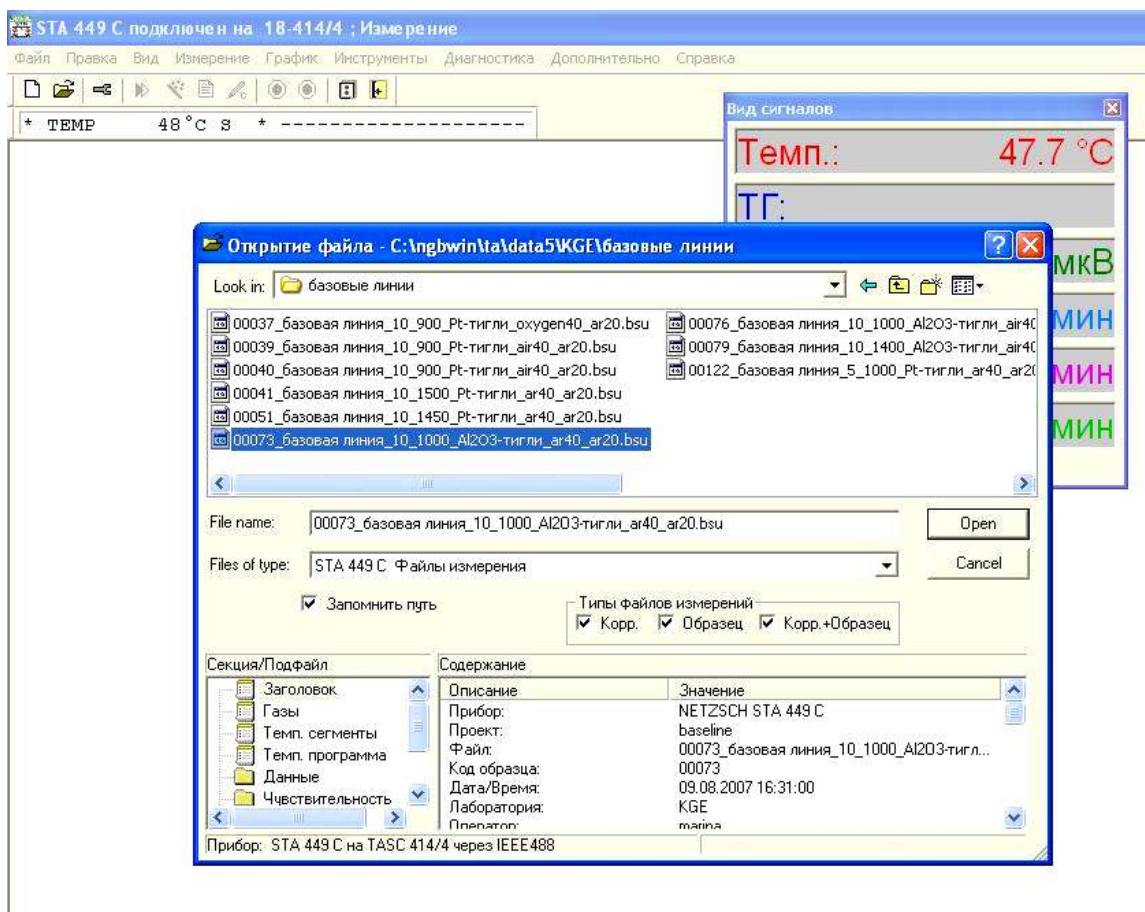
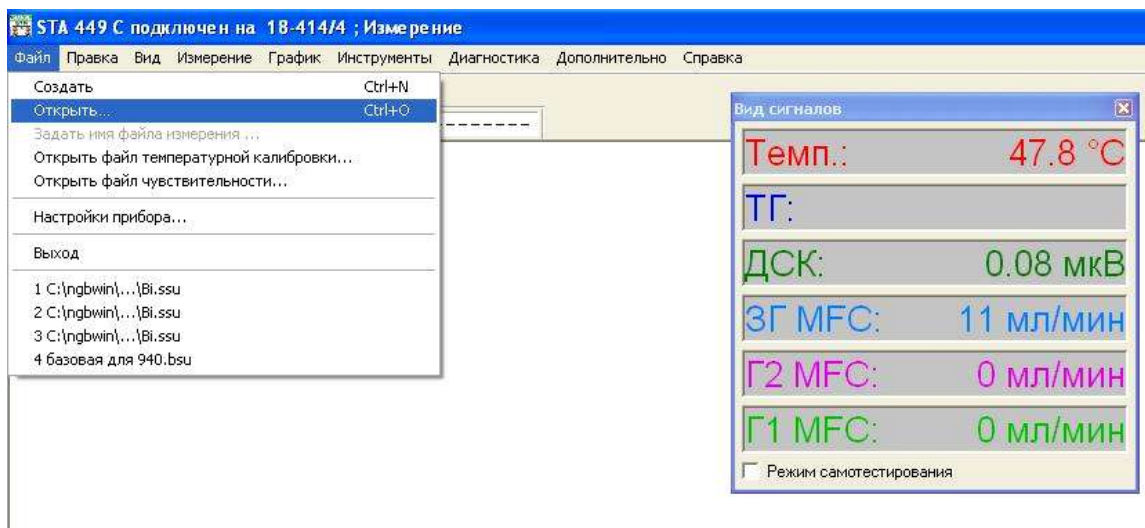


- 5) В меню Диагностика выбрать Просмотр сигналов.

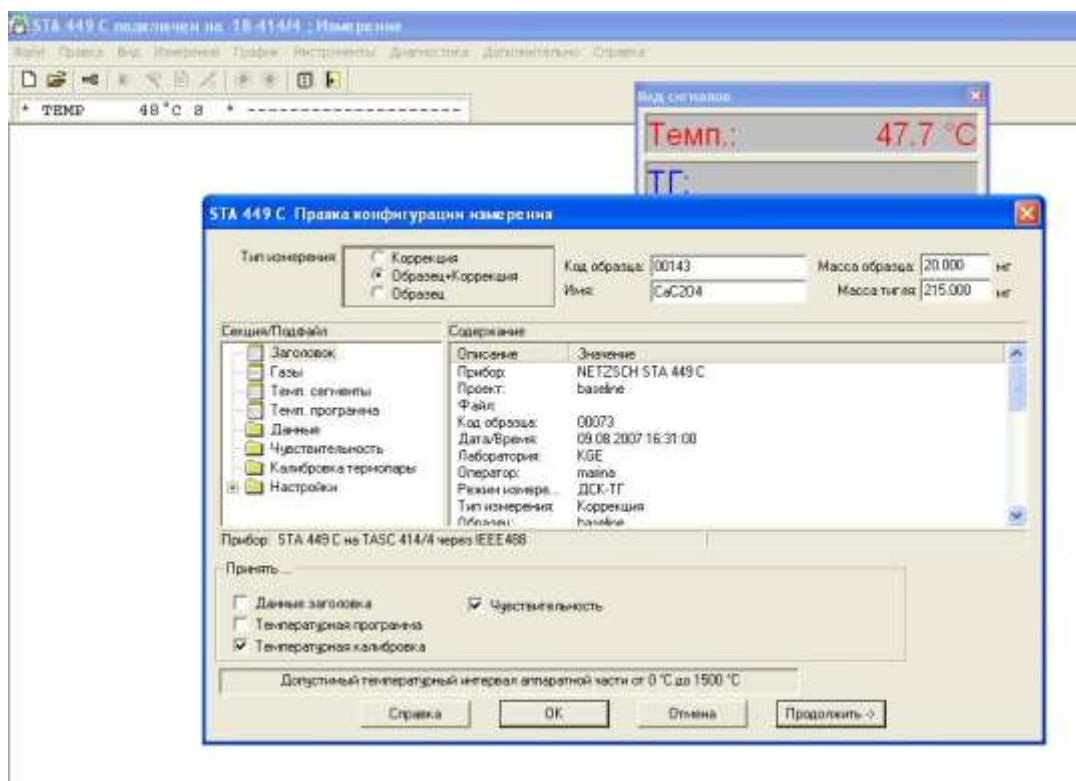




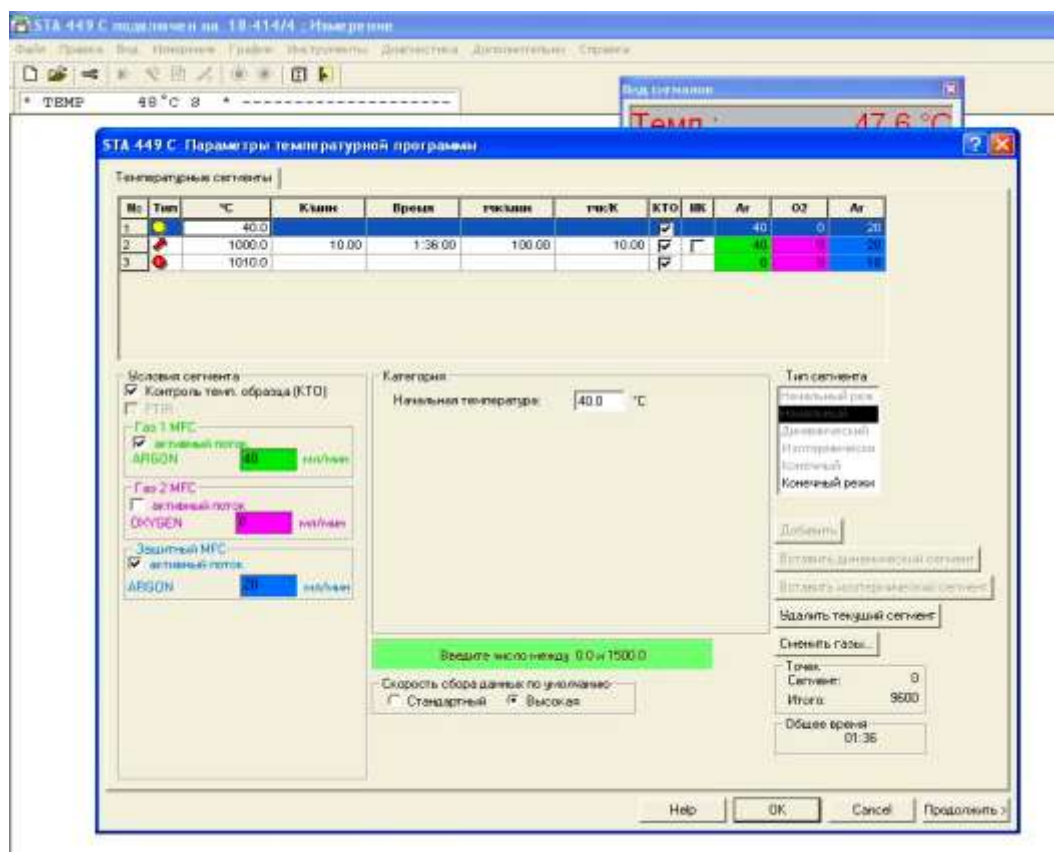
б) Затем открыть базовую линию, соответствующую условиям эксперимента, как это показано на рисунке:



7) Внести в соответствующие поля тип измерения, код образца имя образца, массу образца и тигля, нажать кнопку «Продолжить».

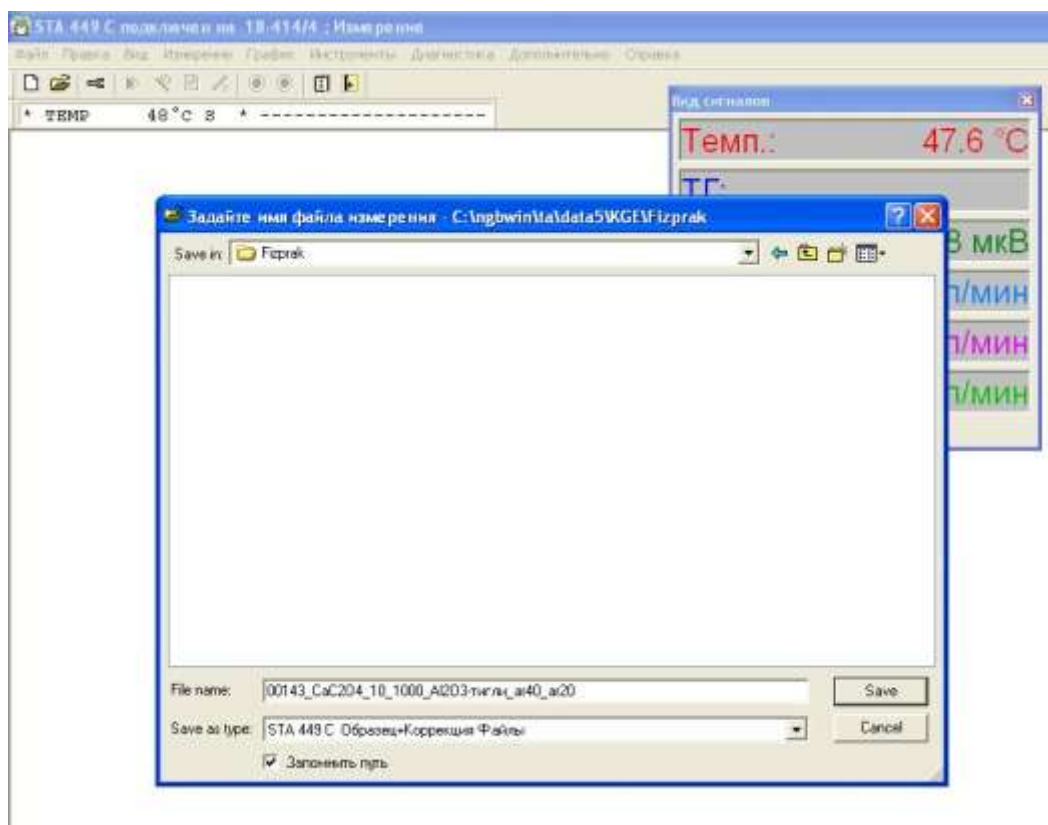


8) Задать программу анализа: от 40 до 1000°C, скорость нагрева 10°C/мин, Газ 1 (аргон) - 80 мл/мин, Защитный (аргон) 40 мл/мин. Нажать кнопку «Продолжить».

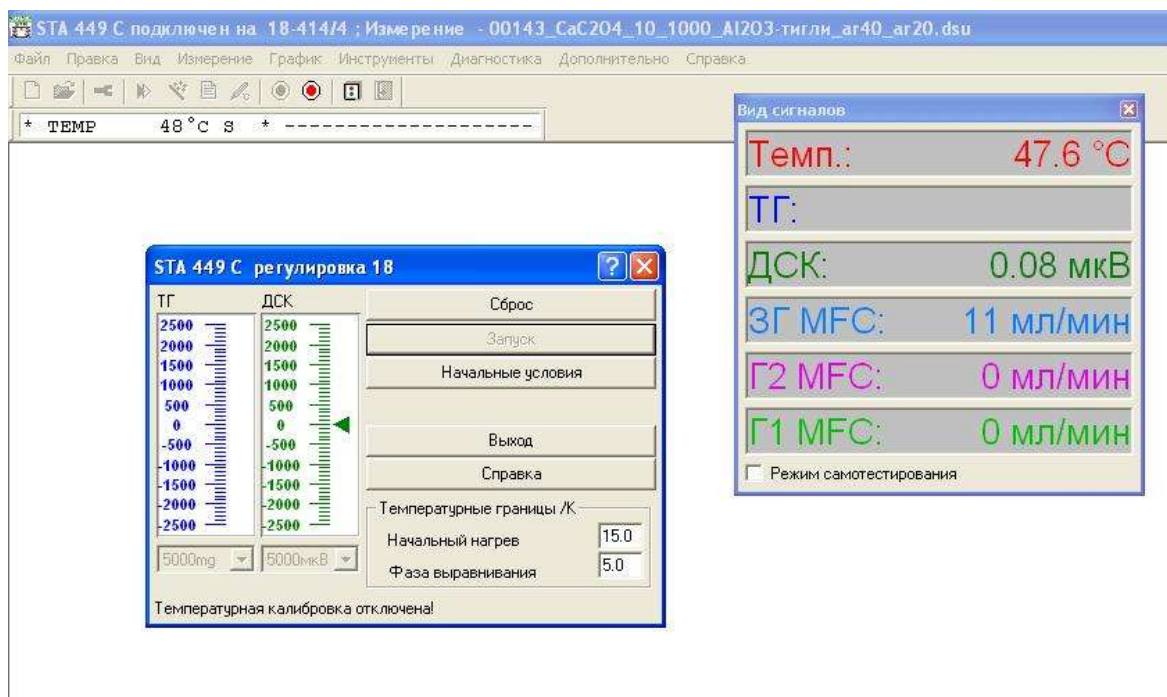




9) Выбрать папку для сохранения файла (ngbwin\data5\ЦКП\Практикум по физической химии), ввести имя файла (с указанием в названии файла номера измерения, своего имени, даты) и сохранить его, нажать «Save».



10) В появившемся окне нажать последовательно «Сброс», затем – «Начальные условия». Переместить окно вниз или свернуть (но не закрывать!)



11) Запустить программу масс-спектрометра ярлыком «Aeolos 32» на рабочем столе компьютера. В результате появится окно с показателями давления, которое в норме приблизительно равно  $1,7-2 \times 10^{-5}$  мм.рт.ст. Подождать пока мигающее окно исчезнет.

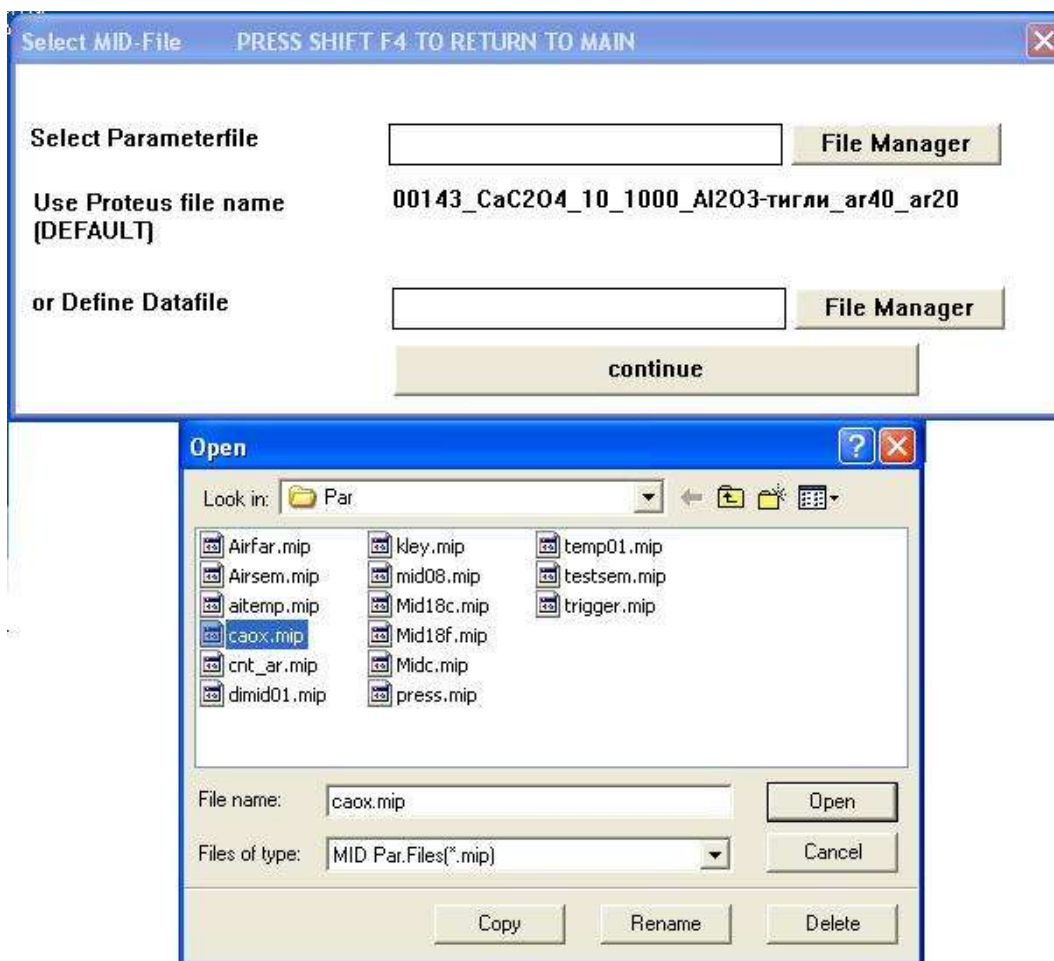
Measurement Number: 51				Process	Process	Process	Process
Nbr	Type	Ident	Unit	13:26:41	13:26:40	13:26:40	13:26:41
0	F.Var.	p[mbar]		2.455E-05	2.417E-05	2.442E-05	2.446E-05
1							
2							
3							
4							
5							
6							
7							
8							
9							
10							
11							
12							
13							
14							
15							
16							
17							
18							
19							
20							

12) После него появится окно:



Выбрать режим triggered runs → MID vt.

13) В появившихся окошках выбрать параметровый файл caox.mip (после нажатия кнопки file manager). Имя файла, в который запишется анализ, будет таким же, что и для ДТА-анализа. Нажать “continue”.



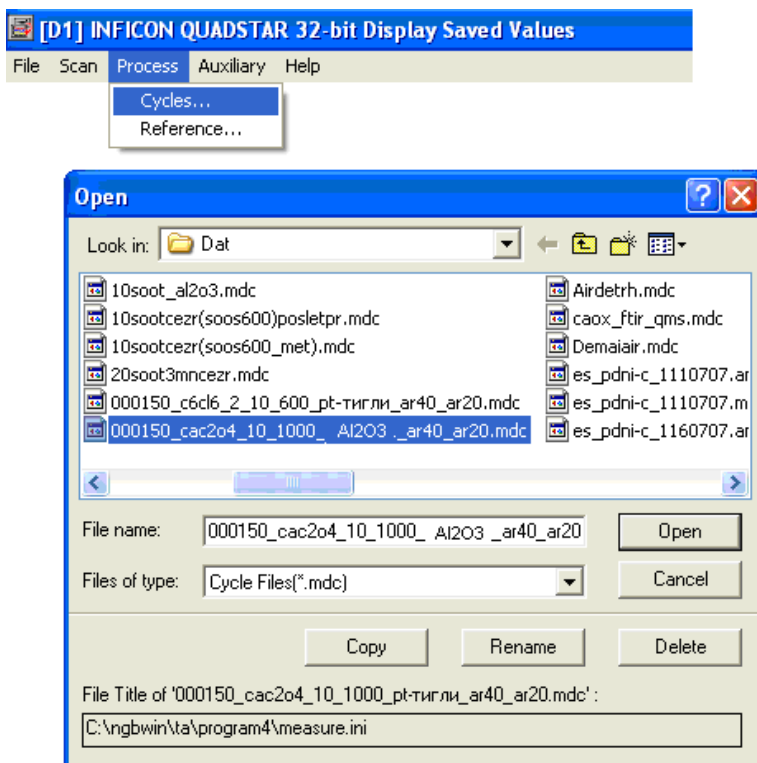
14) Появится синее окно с надписью “Ожидание сигнала от ТГ”.

15) Переместить окно с файлом ДТА-анализа вверх, подождать 5-10 мин и запустить анализ кнопкой «Запуск».

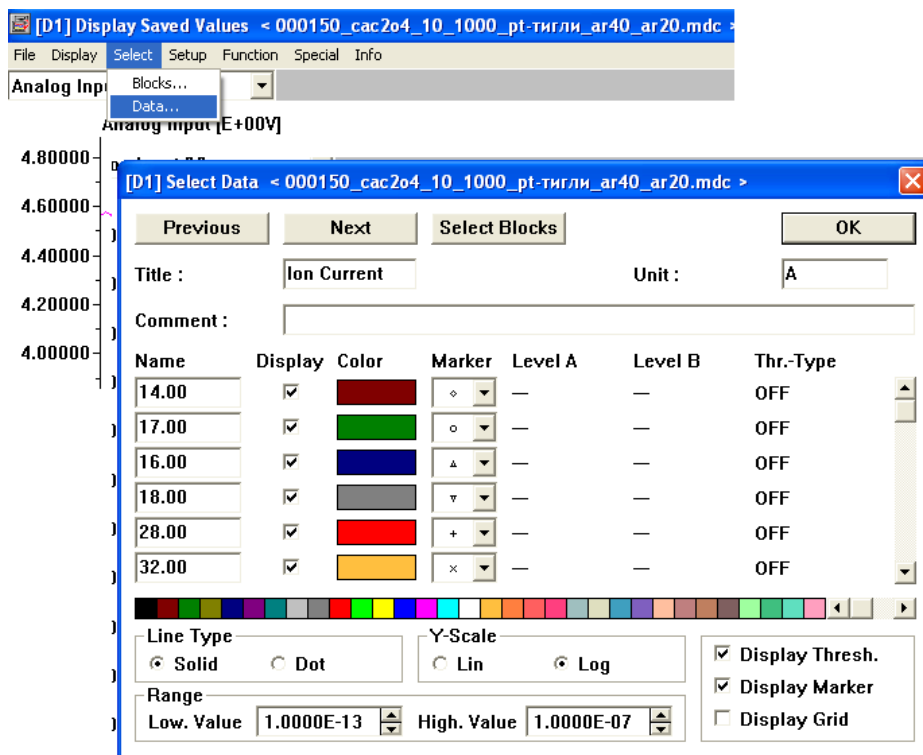
#### IV. ЗАПИСЬ И ОБРАБОТКА ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫХ РЕЗУЛЬТАТОВ

1) **Результаты синхронного термического анализа.** После окончания анализа в меню “Инструменты” выбрать “Перейти в программу анализа” (либо в программе Proteus Analysis открыть полученный файл). Ознакомиться с функциями обработки результатов, присутствующих в меню. По данным термогравиметрических кривых определить температуры начала и окончания процессов, а также величину потерь массы образца на каждой стадии и остаточную массу. Рассчитать содержание гидратной воды в соли. На основе кривых дифференциально-термического анализа по площади пика определить тепловой эффект каждого процесса и его тип (эндотермический или экзотермический).

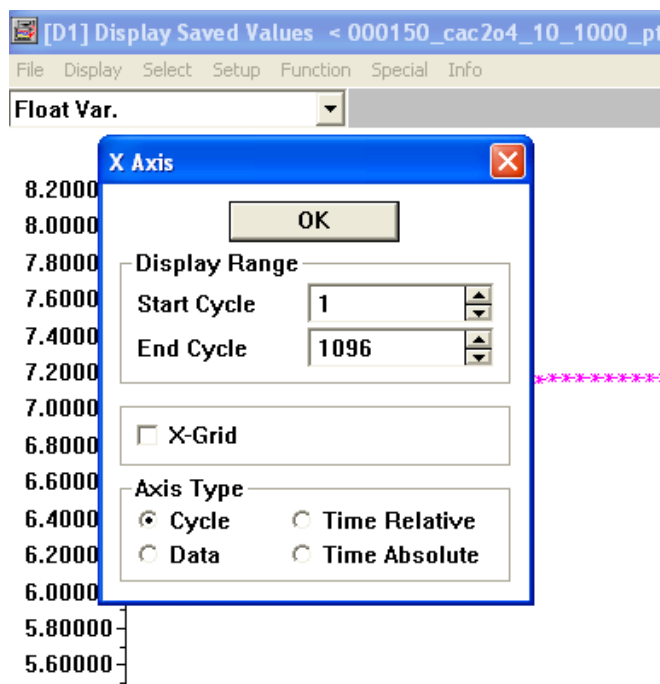
2) **Результаты масс-спектрометрии отходящих газов.** Для просмотра масс-спектров в программе Dispsav (ярлык Aeolos 32) в меню progress выбрать cycles и открыть полученный файл масс-спектров.



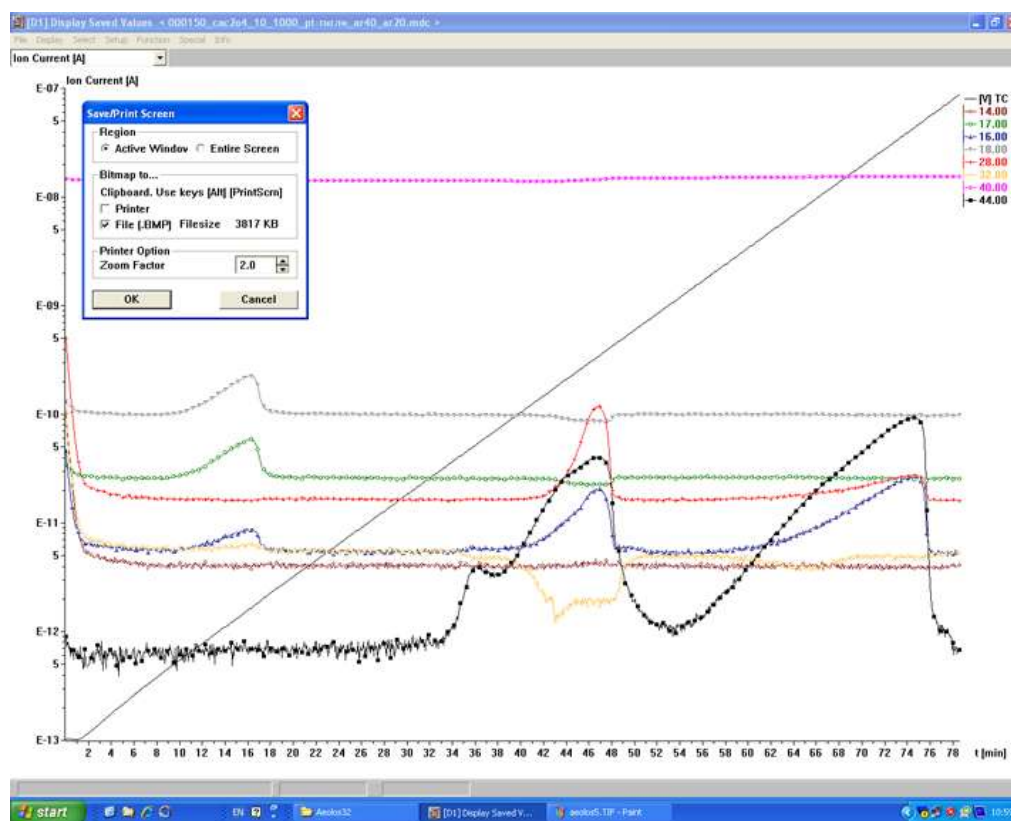
В открывшемся окне зайти в меню Select → Data, выбрать в поле Y-scale вид представления логарифмический (Log) и поставить галочку на Display Marker.



В меню Setup → X-axis выбрать размерность шкалы x Time Relative:



В результате спектр должен быть представлен в следующем виде:



Для его сохранения нажать одновременно Ctrl + Shift + F12, в поле «bitmap to...» убрать галочку с Printer и поставить на File (.bmp). Сохранить в папку Практикум по физической химии с указанием в названии файла номера измерения, своего имени, даты.

Чтобы совместить сигнал ионного тока ( $m/z$ ) с кривыми термоанализа их необходимо конвертировать в текстовый формат (ASCII). Во вкладке File найти

функцию Convert to ASCII. Затем в программе обработки термограмм (Proteus Analysis) необходимо выбрать представление оси абсцисс в координатах времени, тогда температура будет выражена отдельной функцией (отображается красной пунктирной линией). Щелкнуть на ней правой кнопкой мыши и выбрать «Импорт QMS». Выбрать нужный \*.asc файл, выбрать массовые числа. Затем нужно опять перевести ось абсцисс в координаты температуры.

## V. ПРЕДСТАВЛЕНИЕ РЕЗУЛЬТАТОВ РАБОТЫ

В рабочем журнале поместить график ТГ и ДСК кривых с выполненной обработкой (обозначены пики на кривой ДСК, расставлены потери массы и указана остаточная масса на кривой ТГ) и сигналом ионных токов ( $m/z$ ). Привести расчёт содержания гидратной воды по потери массы. На основе кривых дифференциально-термического анализа определить тепловой эффект каждого процесса и его тип (эндотермический или экзотермический). Определить соответствие термограмм и кривых изменения ионных токов, указать, какие газы выделяются на каждой стадии разложения кристаллогидрата.

Отчет о проведении работы должен включать цель работы, ответы на вопросы, схему разложения оксалата кальция, формулы расчёта содержания гидратной воды, результаты расчётов и график.

## VI. ЛИТЕРАТУРА

1. Н.Д.Топор, Л.П. Огородова, Л.В. Мельчакова. Термический анализ минералов и неорганических соединений. М.: изд-во МГУ, 1987, - 269 с.
2. А. Ф. Майорова. // Соросовский образовательный журнал, №10, 1998, с.50-54.
3. Ф. Паулик, И.Паулик и Л.Эрдеи. Дериватограф. Теоретические основы. Будапешт: Венгерский оптический завод, 1970 -145 с.
4. Журавлёв Л.Г., Филатов В.И. Физические методы исследования металлов и сплавов: Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2004. – 157 с.
5. Ю.С. Ляликов. Физико-химические методы анализа. 5-е изд. М.: Химия, 1973. – 546 с.
6. А. Белевцев, В. Богатов, А. Каржавин, Д. Петров, А. Улановский. Термоэлектрические преобразователи температуры. Теория, практика, развитие. // Современные технологии автоматизации. № 2, с. 66-76, 2004.