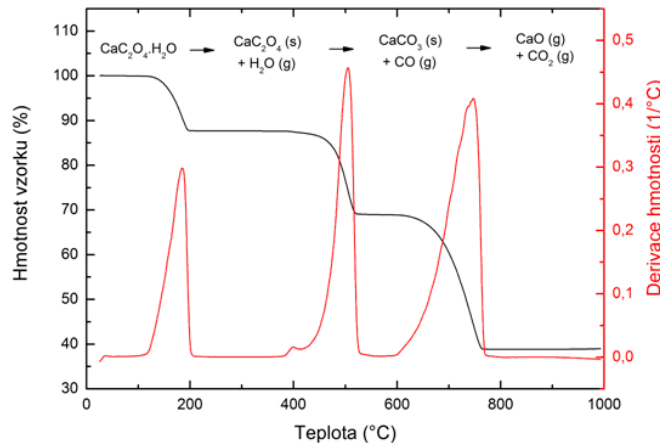
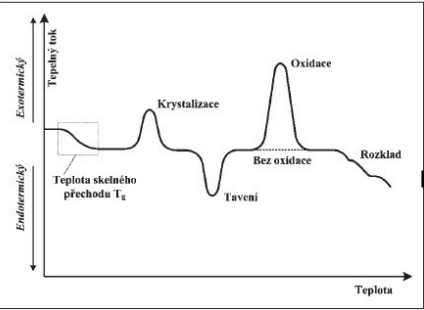


Termická analýza

- Skupina metod, které sledují změny složení a vlastností látek (jejich směsí) v závislosti na teplotě (definovaný teplotní program)



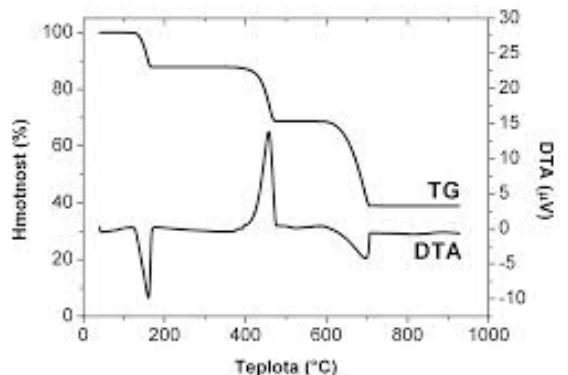


Termická analýza



Počátky TA

- **1887** Le Chatelier – publ. term. chování jílovitých hornin
- **1915** Honda - vynalezl termováhy (záznam změny hmotnosti vzorku v závisl. na def. teplotním programu)
- **1962** diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)



Termická analýza - metody

Určitou vlastnost vzorku lze studovat jako funkci teploty

Metoda	Studovaná vlastnost	Zkratka
Termogravimetrická analýza	hmotnost	TG
Diferenční termická analýza	rozdíl teplot	DTA
Diferenční skenovací kalorimetrie	entalpie, tepelný tok	DSC
Termomechanická analýza	Rozměr a mechanické vlastnosti	TMA
Termoelektrická analýza	Elektrické vlastnosti	TEA
Termomagnetická analýza	Magnetické vlastnosti	-
Termooptická analýza	Optické vlastnosti	TOA
Termoakustická analýza	Akustické vlastnosti	-
Analýza tepelně stimulované výměny plynů	Tepelně stimulovaná výměna plynů	

Termická analýza - metody

Termogravimetrická analýza

– změna hmotnosti studovaného vzorku způsobená uvolněním plyných produktů

→ sekundární metoda – detekce uvolněných plynů
(**EGD** = **E**nvolv**e**d **G**as **D**etection)

- analýza uvolněných plynů

(**EGA** = **E**nvolv**e**d **G**as **A**nalysis)

Moderní přístroje – současné (simultánní) měření více vlastností v rámci jednoho experimentu → simultánní termická analýza (**STA**)

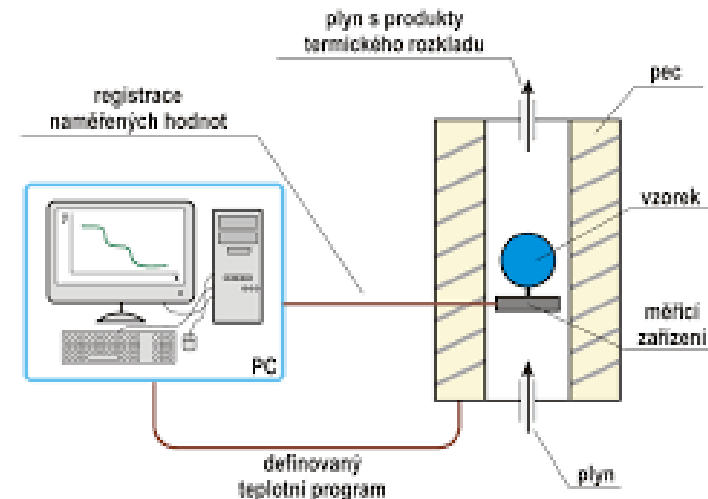
např. **TG/DTA**, **TG/DSC**, **TG/EGA-IR**, **TG/EGA-MS**

Termická analýza - experiment

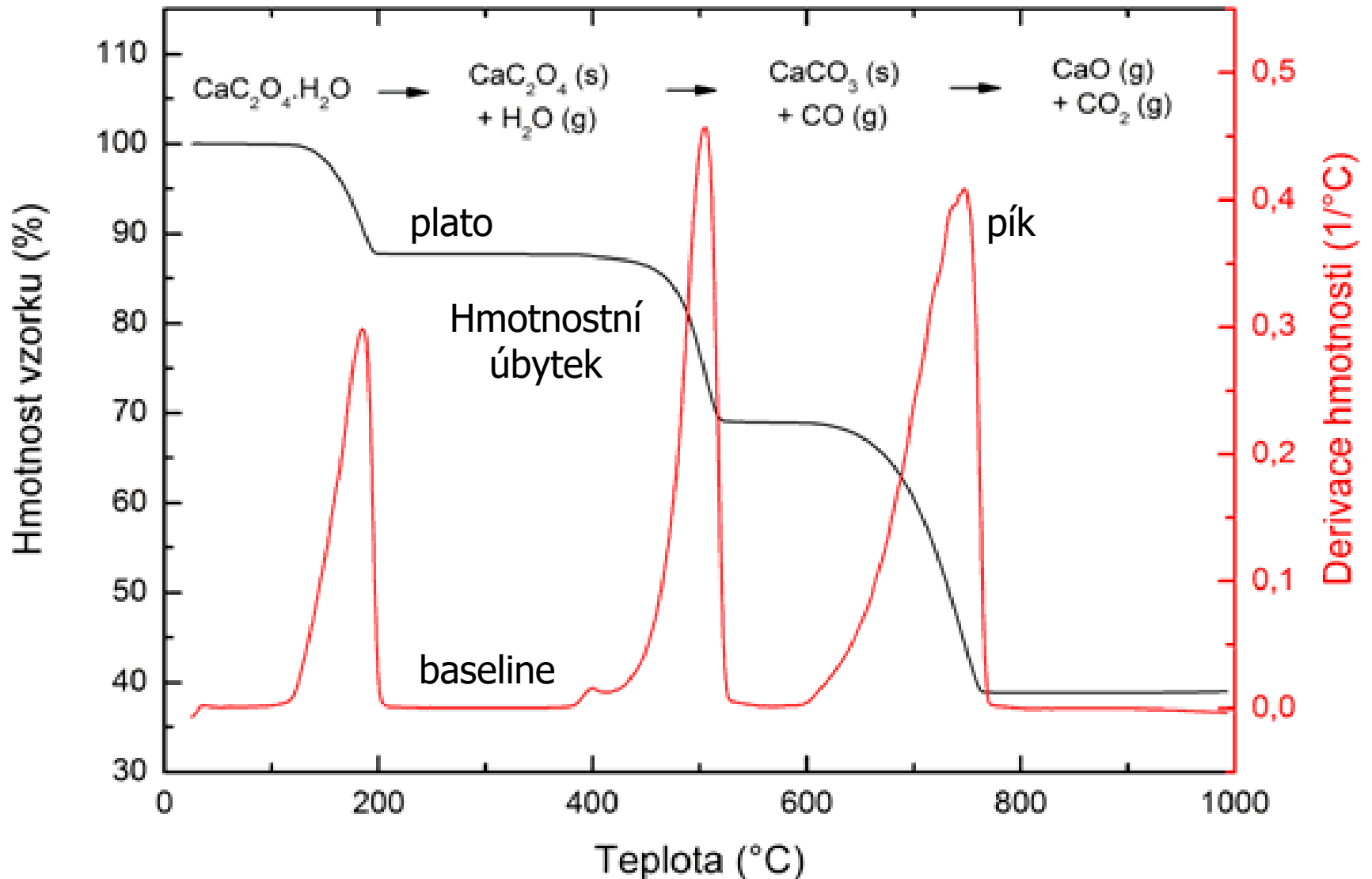
Vzorek v kelímku v pícce termického analyzátoru

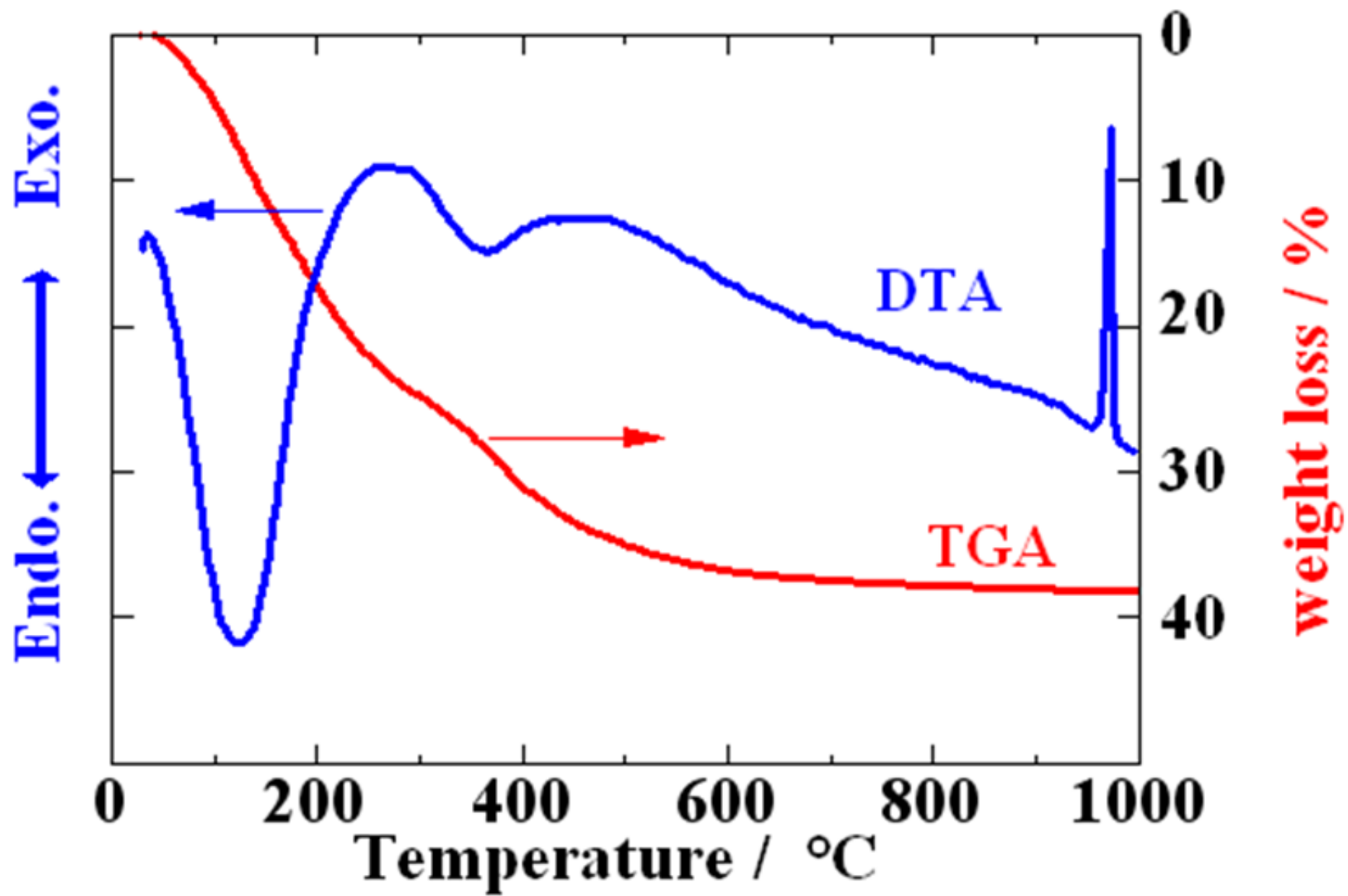
- skupenství vzorku: pevné, kapalné
- kelímek: platinový, hliníkový, korundový, atd.
- pícka: elektrická
- navážka vzorku: desetiny až stovky mg (0.1 – 100 mg)
- Teplotní program
- Pecní atmosféra:

statická x dynamická
(definovanou rychlostí proudí
píčkou plyn – vzduch, dusík,
argon, kyslík, vodík atd.)

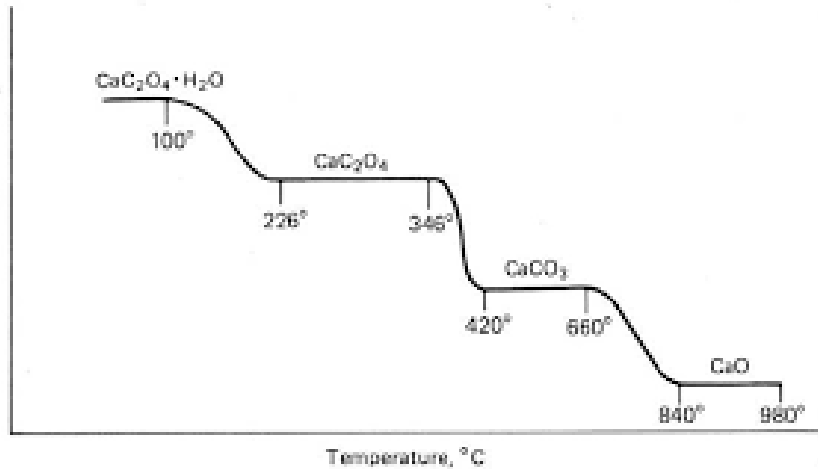


Termická analýza



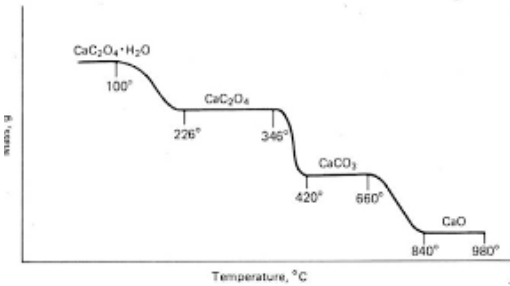


Termická analýza – termogravimetrie (TG)



- Studuje změnu hmotnosti vzorku v závislosti na teplotě (většinou lineárně rostoucí)
- Vzorek v kelímku umístěn na termováhy v pídce termického analyzátoru
- Volitelná: navážka vzorku
teplotní program
pecní atmosféra a průtok plynu

Termická analýza – termogravimetrie (TG)

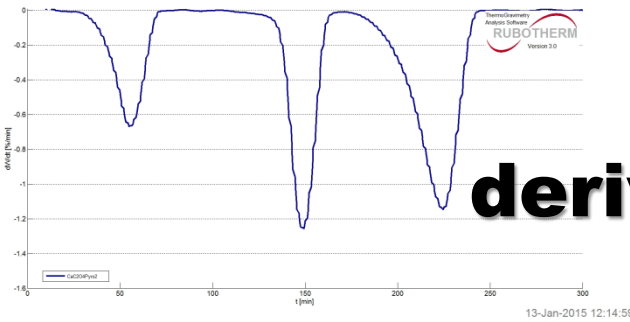


TG křivka:

- oblast změn hmotnosti (úbytek nebo nárůst)
- oblast beze změn hmotnosti (obl. term. stability, *plato*)
- dílčí resp. celkový hmotnostní úbytek

Určení:

- hmotnostního úbytku term. rozkladu - obsah solváto-molekul (krystalově váz. voda nebo jiná rozpouštědla)
- % obsahu anorganických částí studovaných molekul
- teploty rozkladu látek (např. polymery)
- nepřímo molekulovou hmotnost studovaných látek
- studium reakční kinetiky jednotlivých dějů teplot. rozkladu

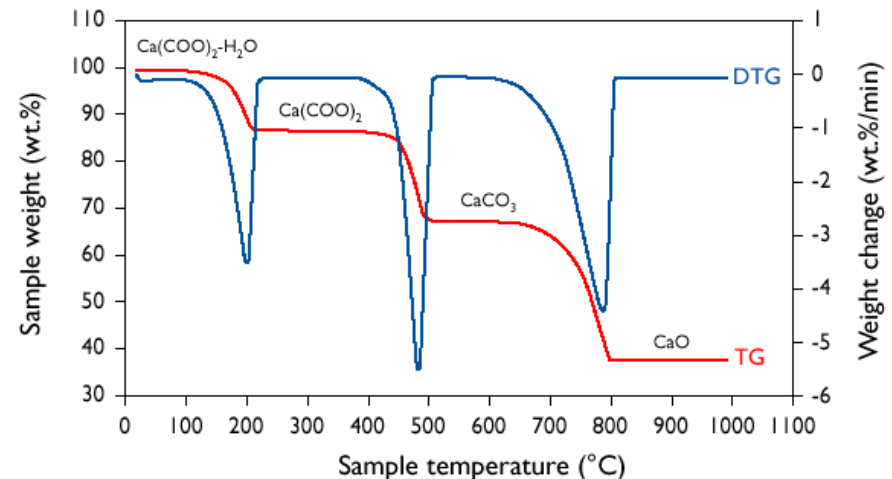


Termická analýza – derivační termogravimetrie (DTG)

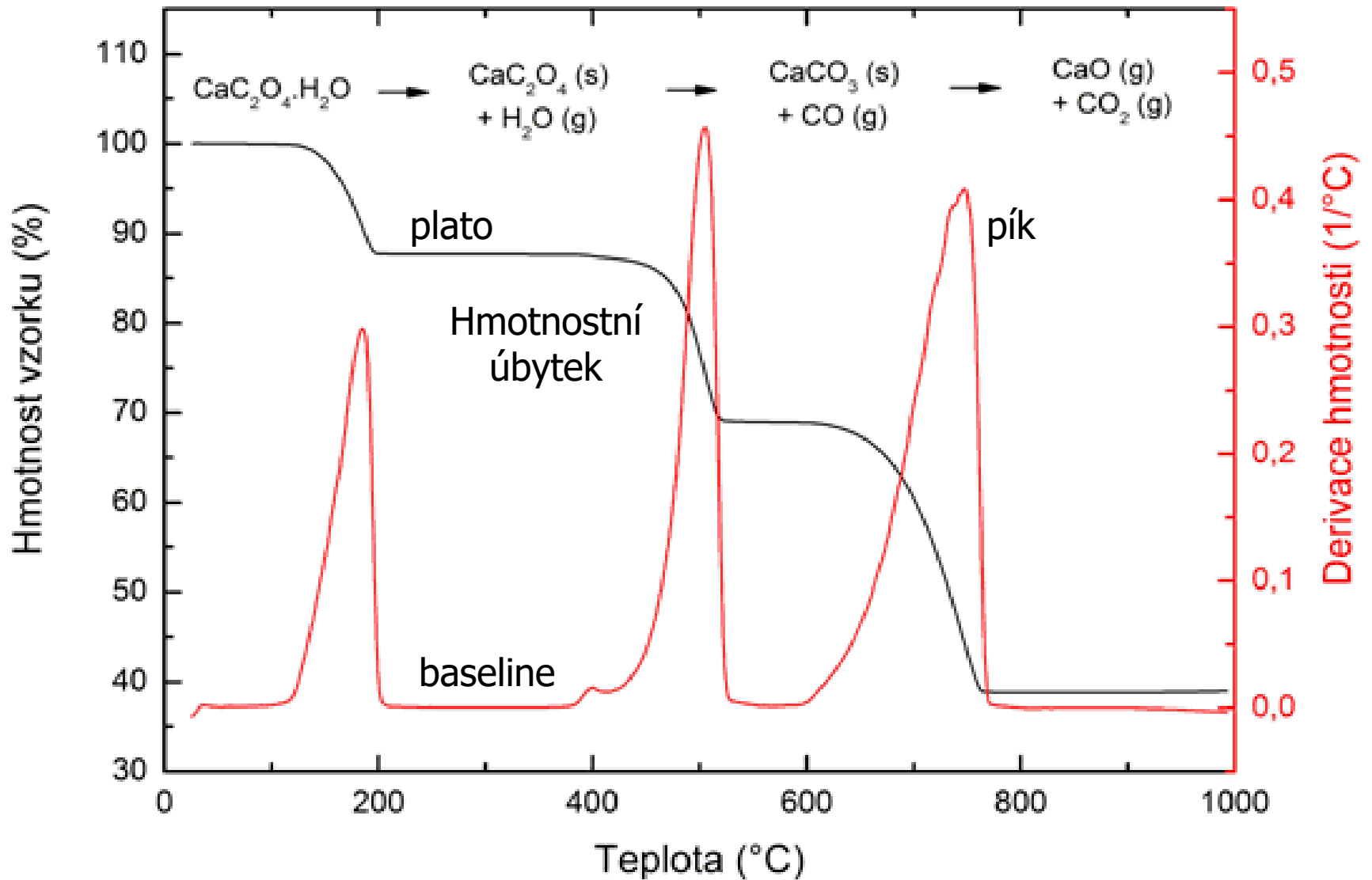
- ❑ Pomocná metoda termogravimetrické analýzy – z exper. dat TG jako její první derivace
- ❑ Přesnější rozlišení počátků a konců jednotlivých dějů při termickém rozkladu
- ❑ Rozpoznání z kolika dílčích kroků se termický rozklad skládá

DTG křivka:

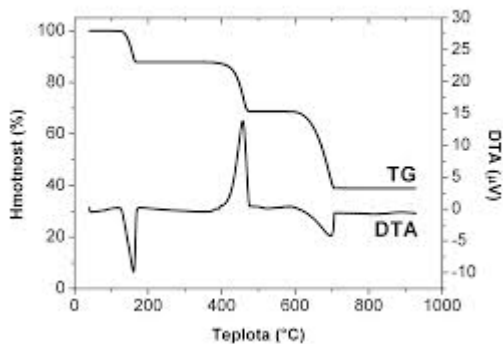
- term. stabilita → nulové hodn.
- změny hmotnosti → píky



Termická analýza



Termická analýza – diferenční termická analýza (DTA)



- ❖ měření rozdílu teploty mezi studovaným a referentním (Al_2O_3 , SiC, silikonový olej, oktylfталát) vzorkem v rámci stejného teplotního programu v závislosti na teplotě

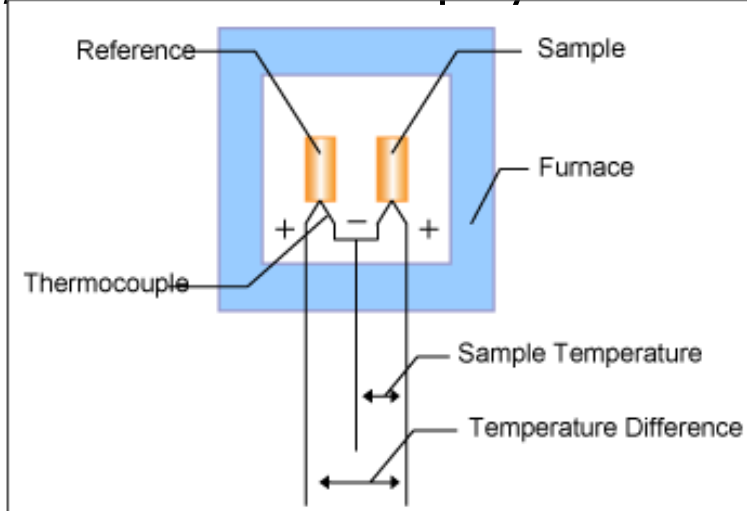
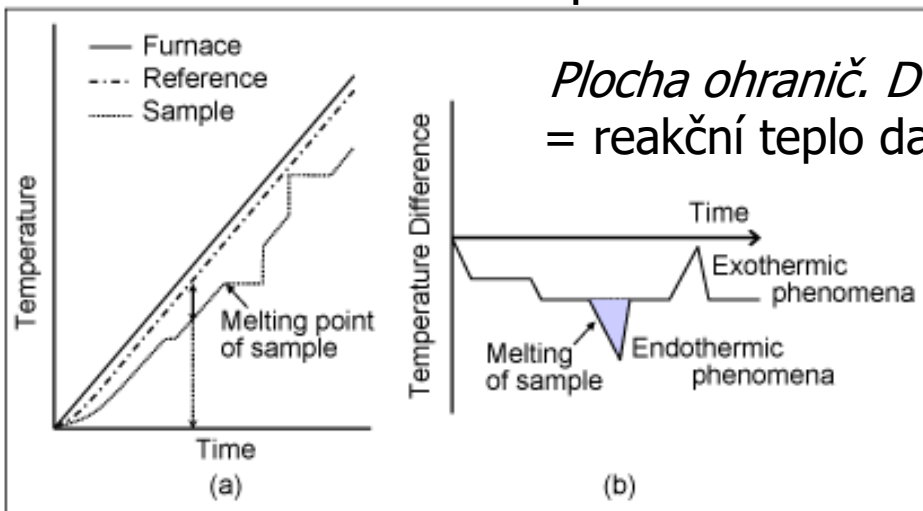
DTA křivka: exotermické efekty

oxidace, krystalizace
reakce v pevné fázi

endotermické efekty

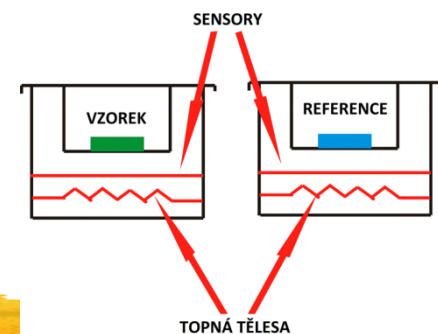
desolvatace, termický rozklad, tání,
rozpoušt., změna modifik. a polymorfie

*Plocha ohranič. DTA křivkou
= reakční teplo daného děje*

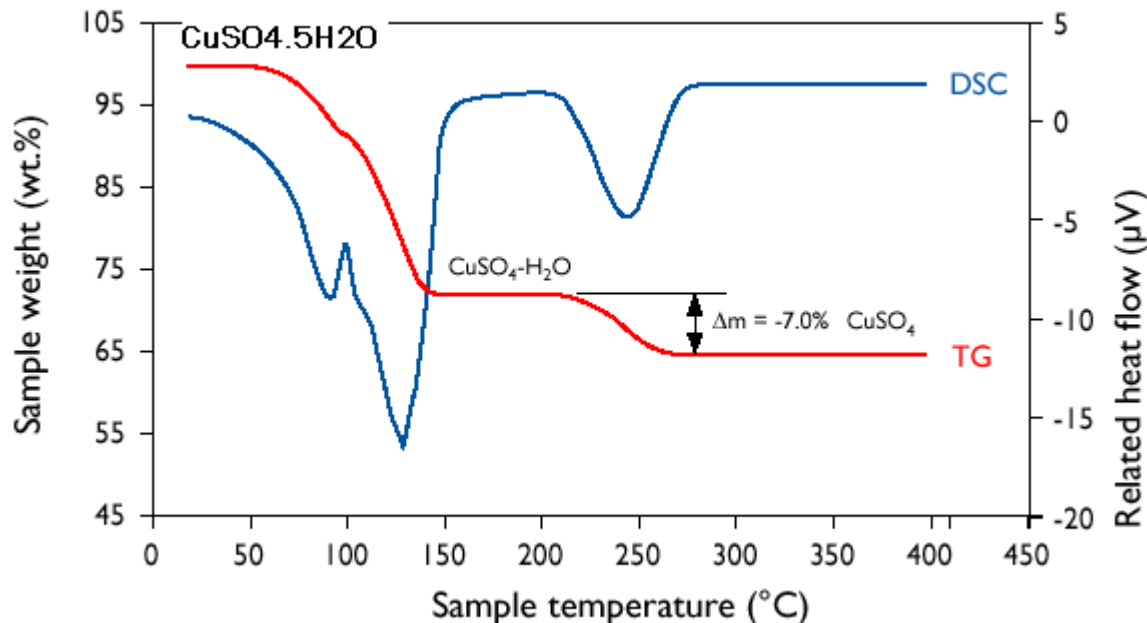




Termická analýza – diferenční skenovací kalorimetrie (DSC)



- Studuje množství energie (tepla) potřebné pro udržení totožné teploty studovaného vzorku a inertního standardu v rámci stejného teplotního programu v závislosti na teplotě
- **DSC** podobné jako **DTA**, **DSC** je přesnější



Využití:

- jako DTA
- studium oxidační stability
- stanovení teploty tání a tuhnutí
- chem. a farmac. průmysl
- hodnocení kvality polymerů, léčiv atd.

Termická analýza - metody

- TG, DTA, DSC spojeny s detektorem (EGD) nebo analyzátozem (EGA) vzniklých plynů
 - EGD - vzniklý plyn veden do detektoru tepelné vodivosti
→ detekce plynů
 - EGA - vzniklý plyn veden do: plynového chromatografu (GC)
hmotnostního spektrometru (MS)
infračerveného spektrometru (IR)
→ lepší popis probíhajících dějů termického rozkladu
→ TG-MS, TG/DTA-IR, TG/DSC-MS

Termická analýza - využití

❖ Kovy a slitiny

- amorf. slitiny, vodík absorb. slitiny, tepel. odol. oceli a slitiny

❖ Anorganické a keramické materiály

- Hydratace × dehydratace (anorganické sloučeniny, zeolity)
- Tepelná kapacita, tepelná vodivost
- Složení spinelů (např. pro baterie)

❖ Organické sloučeniny a polymery

- Tepelná stabilita polymerů, stárnutí, degradace
- Složení a aditiva
- Tekuté krystaly

❖ Biomolekuly

- Tepelná stabilita
- Interakce protein-DNA (anorg. slouč. – DNA)

❖ Farmaceutika

❖ Potraviny