

## ПРОГРАММНЫЙ КОМПЛЕКС TERMO: ИСПОЛЬЗОВАНИЕ СОВМЕСТНО С ДСК

Программа предназначена для термического анализа при изотермическом и неизотермическом нагреве (дериватограф, дифференциальная сканирующая колориметрия (DSC)).

Для использования совместно с DSC применяется один канал (DTA). При этом результатами анализа являются величины тепловых эффектов.

Калибровка канала производится согласно инструкции на прибор, но обычно это осуществляется следующим образом.

### КАЛИБРОВКА КАНАЛА

В первую очередь, необходимо построение калибровочного графика для конкретного прибора.

Калибровочный коэффициент  $K$  или константу прибора можно рассчитать по веществам с известными тепловыми эффектами и температурами плавления (см. табл.) по уравнению

$$K = \frac{m\Delta H}{\int_{\tau_0}^{\tau_k} \Delta T dt}, \text{ Дж}/(\text{мкВ с}), \quad (1)$$

где  $m$  - масса эталонного вещества, г;

$\Delta H$  - теплота плавления эталонного вещества, Дж/г (табл. 1);

$\Delta T$  - отклонение кривой DTA, мкВ;

$\tau_0$ ,  $\tau_k$  - время начала и конца процесса, с.

Примечание: значение интеграла в формуле (1) вычисляется программой («Обработка»-«Вычисление теплового эффекта по DTA»), если в параметрах уравнения аппроксимации  $K = f(T)$  («Сервис»-«Параметры»-«Кинетика»-«Вычисление теплового эффекта по DTA», см. рис. 1) задать коэффициенты

$$a = c = d = 0;$$

$$b = 1,$$

и, при расчетах, задать  $T = 1$ ,  $m = 1$ .

## Температура и теплота плавления эталонных веществ

Эталонное вещество	$T_{пл}, ^\circ\text{C}$	Теплота плавления, Дж/г
Индий	157,0	28,42
Олово	232,0	60,30
Свинец	327,3	23,03

По значению  $K$  строится график в координатах  $K$ - $T$ . Из полученного графика методом интерполяции находится коэффициент  $K$  для конкретной температуры.

Примечание: как калибровка, так и расчеты производятся либо по температуре начала пика, либо по температуре середины пика.

Для автоматического расчета коэффициента  $K$  и теплоты  $\Delta H$  зависимость  $K = f(T)$  аппроксимируются уравнением вида

$$K = a + bT + cT^2 + dT^3. \quad (2)$$

Затем коэффициенты уравнения (2) вводятся в соответствующие поля во вкладке «Кинетика» окна «Параметры» (см. рис. 1).

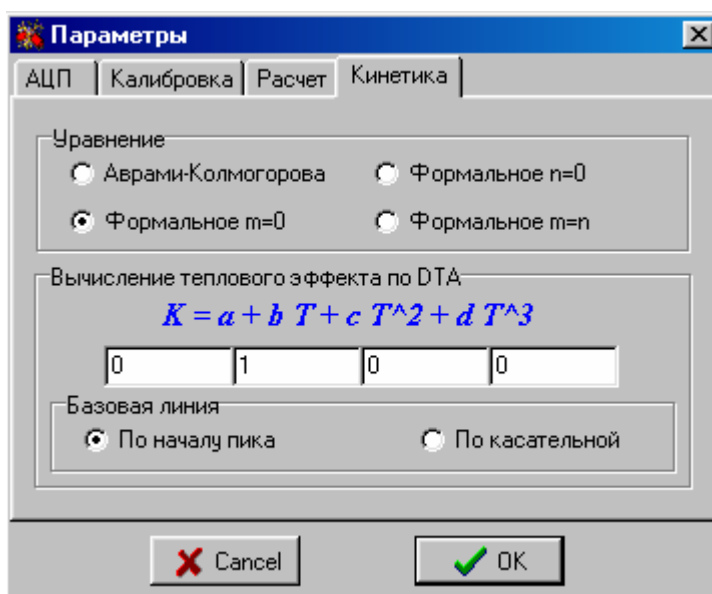


Рис 1. Окно «Параметры»: вкладка «Кинетика»

### ПРОВЕДЕНИЕ РАСЧЕТОВ

Поскольку на кривой может располагаться несколько тепловых эффектов, либо случайные помехи необходимо провести предварительную обработку

сигнала (см. описание программы Termo). Затем необходимо выбрать информативный участок кривой, содержащий обрабатываемый пик (см. рис. 2).

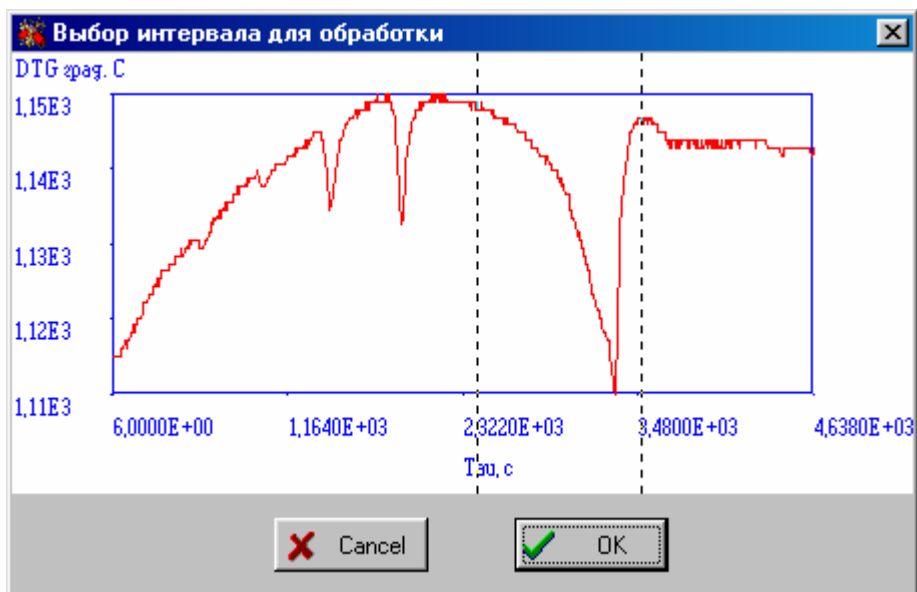


Рис. 2. Выбор информативного участка

Затем для вычисления теплового эффекта необходимо выбрать последовательность команд «Обработка»-«Вычисление теплового эффекта по DTA».