Tehnici avansate de analiză termică II

Pentru uzul studenților

Note de curs

Conf.dr.Ing. Nicoleta Monica Lohan

Denumirea disciplinei	**TEHNICI AVANSATE DE ANALIZĂ TERMICĂ 2**
Titularul activităţilor de curs/laborator	**Nicoleta Monica Lohan Elena MATCOVSCI**
Tipul de evaluare	**Examen**
Tipul disciplinei	**impusă**
Curs	**28 ore**
Laborator	**14 ore**
Credite	**4**

Pentru uzul studenților

Curs

- 1. TERMODILATOMETRIE
- 2.ANALIZĂ TERMOMECANICĂ (TMA)
- 3. ANALIZĂ MECANICĂ ÎN REGIM DINAMIC (DMA)
- 4. TERMOGRAVIMETRIE (TG)
- 5. TERMOMAGNETOMETRIE (TM)
- 6. TERMOPTOMETRIE

Pentru uzul studentilor

- 7. METODE DE ANALIZĂ TERMICĂ COMBINATE

(Analiza termica simultana STA, Analiză termomecanică și Analiză termică diferențială, - TMA-DTA, Analiză calorimetrică cu baleiaj și termooptometrie – DSC-TO)

- 8. ALTE METODE DE ANALIZĂ TERMICĂ (Termosonometrie, Termoacustimetrie, Termoelectometrie),
- 9. ANALIZĂ TERMICĂ LA NIVEL NANOMETRIC

Pentru uzul studentilor

- Principiu
- Aparate
- Interpretarea rezultatelor
- Aplicații în ingineria materialelor

pentru uzul studenților

Evaluare, sesiune

Pentru uzul studenților

Examen 60%

+

LABORATOR 40%

Bibliografie curs:

- 1. Handbook of thermal analysis and calorimetry, Series editor Patrick K. Callagher, Vol 1. Principles and practice, Editor Michael E. Brown, Elsevier, ISBN 0-444-82085-X, 2003
- 2. Thermal Analysis in Practice. Collected Applications. Dr. Matthias Wagner, Matter Toledo, 2009
- 3. Thermal Analysis. Fundamentals and Applications to Polymer Science, T. Hatakeyama, F.X. Quinn, Wiley, ISBN 0-471-98362-4 (hb), 1999
- 4. Modulated Temperature Differential Scanning Calorimetry. Theoretical and Practical Applications in Polymer Characterisation, Editated by Mike Reading and Douglas J. Hourston, Springer, ISBN-10 1-4020-3750-3 (e-book), 2006
- 5. Theory of calorimetry, Wojciech Zielenkiewicz, Eugeniusz Margas, 2004 Kluwer Academic Publishers, eBook ISBN: 0-306-48418-8

pentru uzul studentilor

LABORATOR

- 1 Prezentarea generală a laboratorului şi noţiuni de securitate și sănătate în muncă
- 2. Obținerea și interpretarea curbelor DMA obținute în cazul încălzirii și răcirii unui polimer
- 3. Evidențierea factorilor de influență asupra termogramelor DSC. Studiul efectelor vitezei de încălzire/răcire.
- 4. Caracterizarea comportamentului mecano-dinamic al unui aliaj feromagnetic cu memoria formei
- 5. Caracterizarea comportamentului mecano-dinamic a unui aliaj supus la solicitări mecanice cu frecvență variabilă
- 6. Obținerea și interpretarea curbelor DSC și DMA obținute în cazul încălzirii și răcirii "lemnului lichid„
- 7. Recuperări, definitivarea situației

Pentru uzul studenților

Tehnici avansate de analiză termică II

Pentru uzul studenților

Note de curs

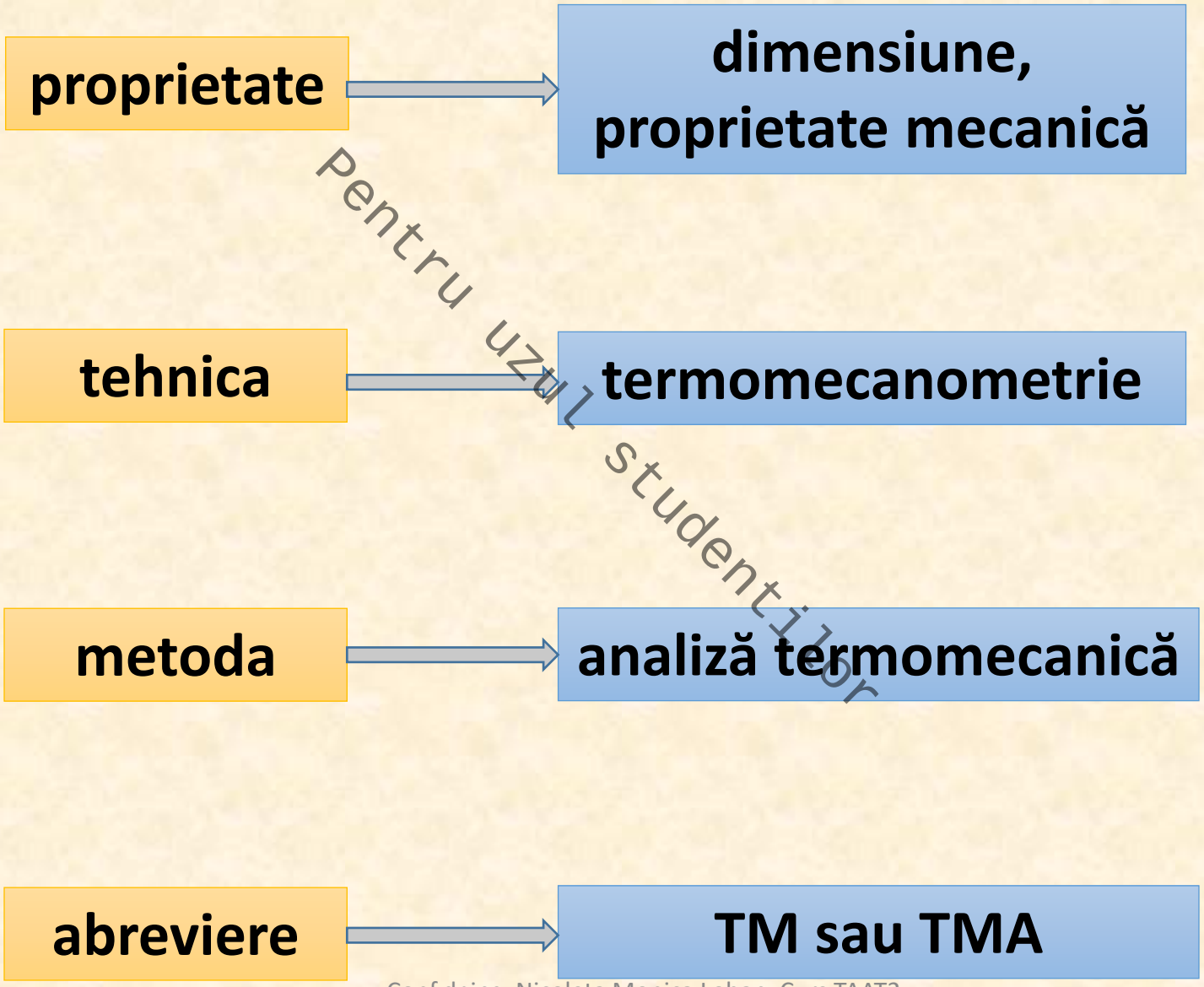
Conf.dr.ing. Nicoleta Monica Lohan

Analiza termomecanică

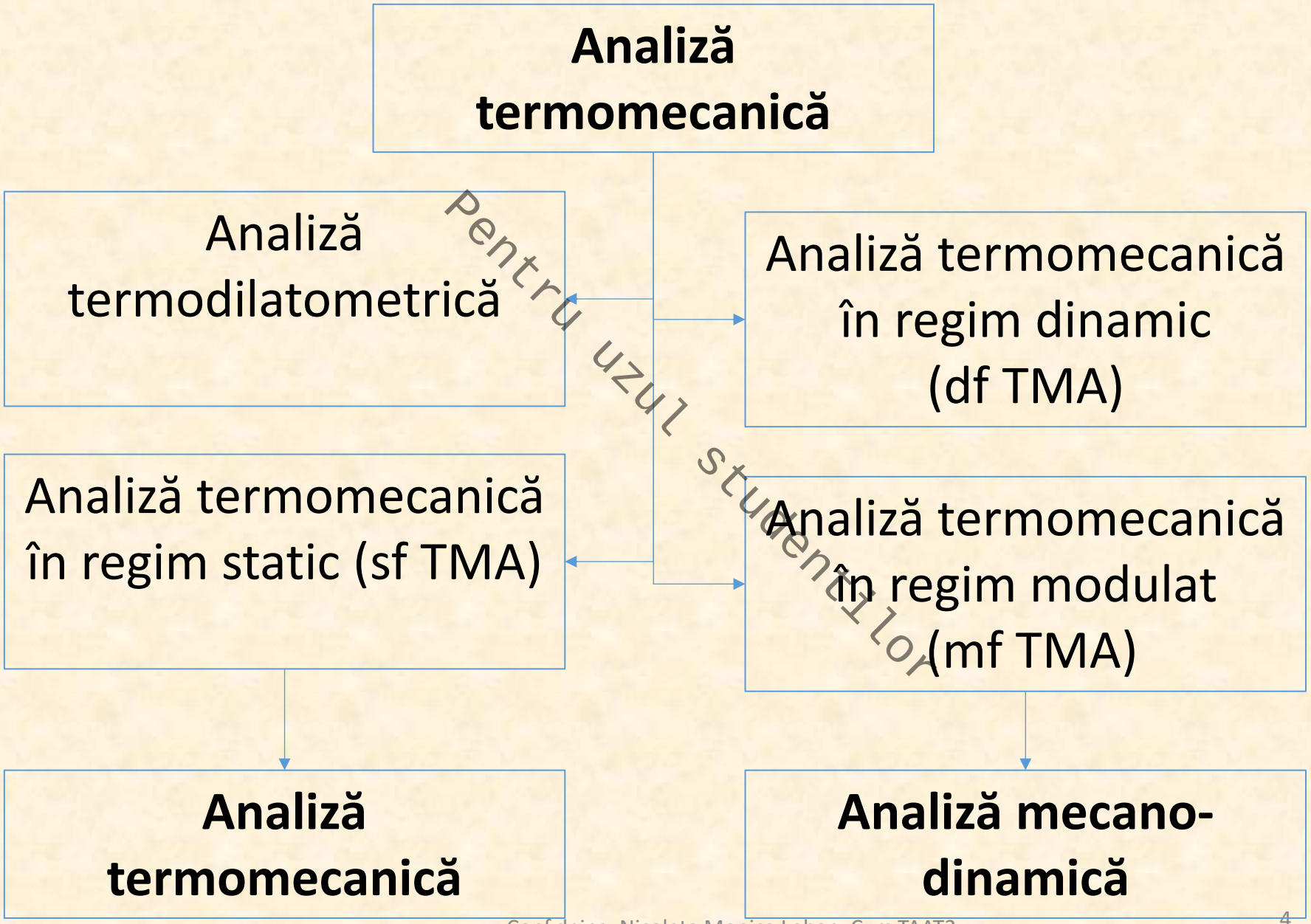


Pentru uzul studentilor

Analiză termomecanică



Analiză termomecanică



Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

Domenii de utilizare

Industria metalurgică

coeficient de dilatare

transformări de fază

Industria chimică

coeficient de dilatare

tranziție vitroasă

Industria electronică

tranziție vitroasă

exfoliere

Pentru uzul studenților

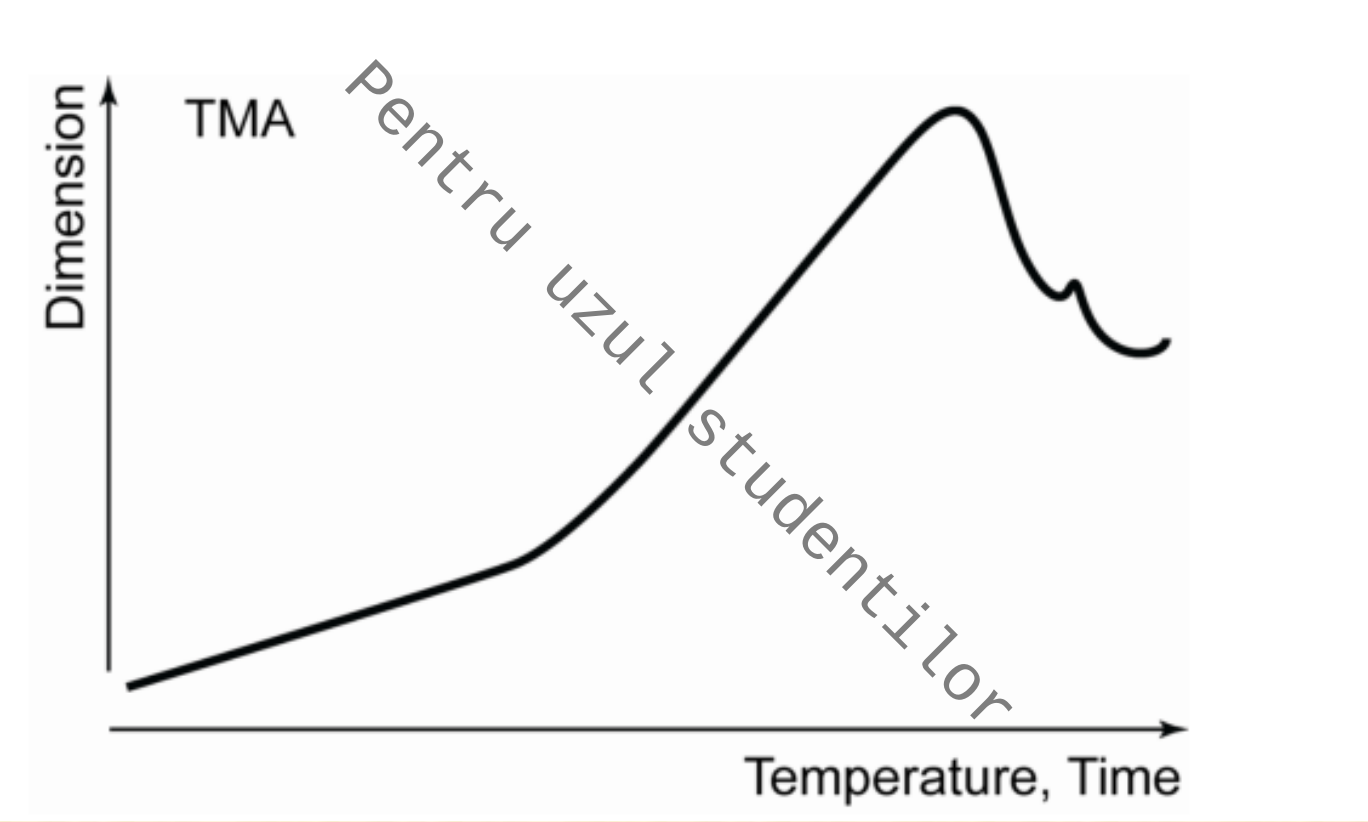
Analiză termomecanică

Caracteristici determinate:

- dilatarea termică liniară;
- coeficientul termic de dilatare;
- temperaturi de tranziție de fază;
- temperaturi de sinterizare;
- pași de contracție;
- temperaturi de tranziție vitroasă;
- puncte de înmuiere ;
- dilatare volumetrică;
- modificări ale densității;
- temperatura de descompunere.

Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică



Analiză termomecanică

Analiza termodilatometrică

Pentru uzul studentilor

- variația dimensiunilor unei probe la temperaturi constante => dilatometrie.

- variația dimensiunilor unei probe, în timpul unui program de temperatură controlată => termodilatometrie

Analiză termomecanică

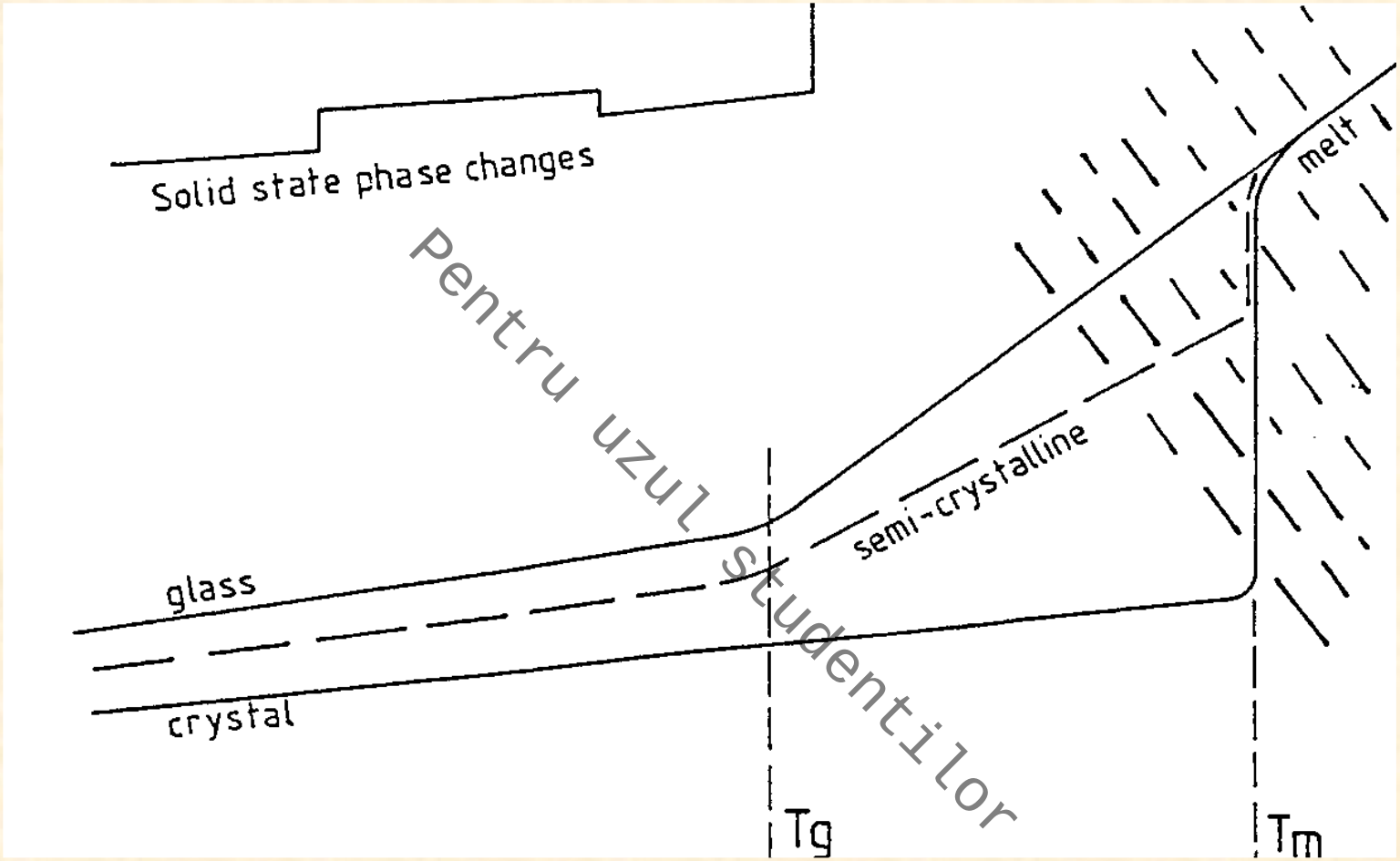
Aplicații:

- Determinarea coeficientului de dilatare liniară;
- Studiul transformărilor în fază solidă;
- Determinarea punctelor de transformare;
- Determinarea rezistenței la șoc termic a materialelor;
- Întocmirea diagramelor TTT.

Probele analizate pot fi din material solide, pulberi si chiar lichide, foi, fibre.

Pentru uzul studenților

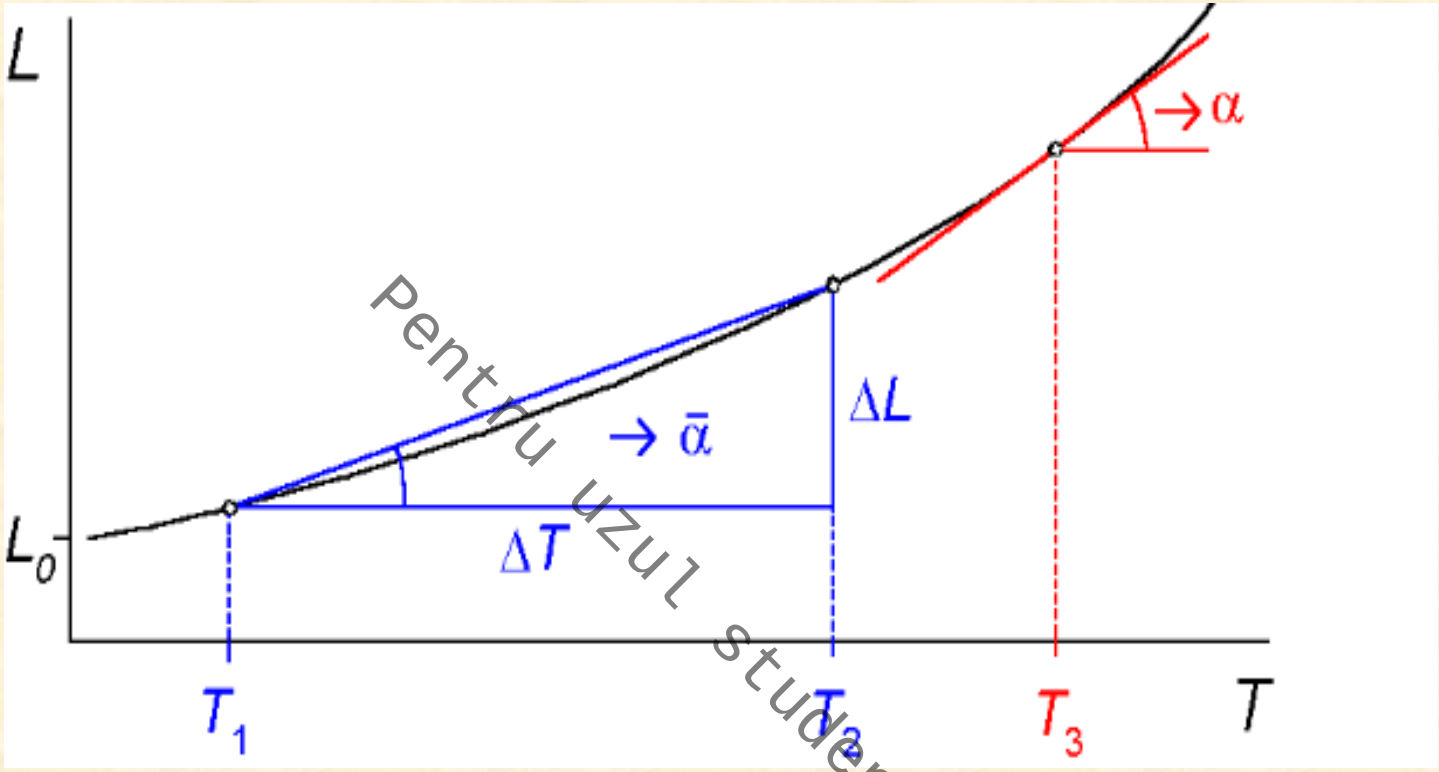
Analiză termomecanică



Pentru uzul studentilor

Reprezentarea schematică a unor zone de măsurare unde precizia termodilatometrică este utilă. Acestea cuprind tranzițiile de ordinul întâi, Tg și solid / solid. Măsurătorile exacte ale lungimii sunt dificile în regiunea hașurată

Analiză termomecanică



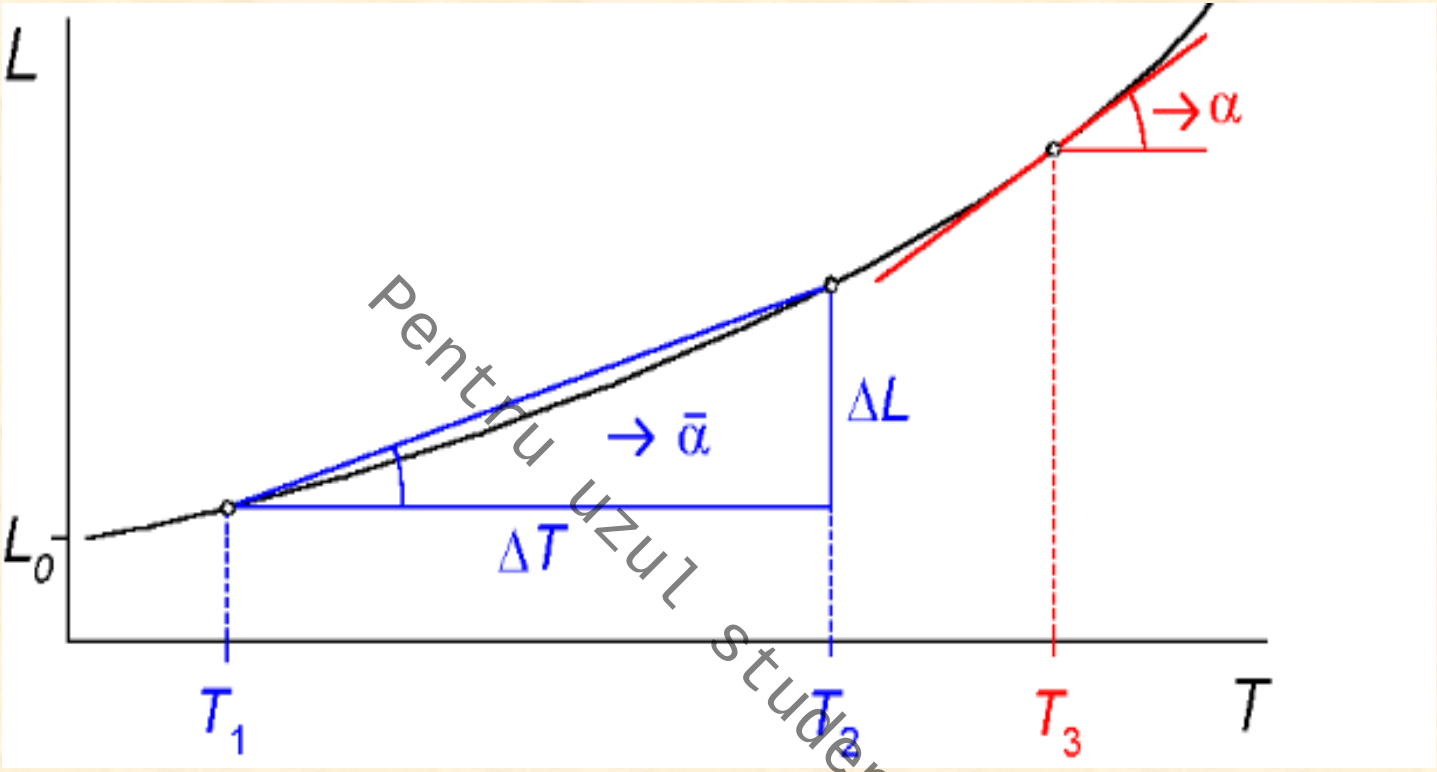
Pentru uzul studenților

coeficientul de dilatare liniar (instantaneu), $\alpha = \frac{\Delta L}{\Delta T} \cdot \frac{1}{L_0}$, $[10^{-6}K^{-1}]$

ΔL– variația lungimii probei la o modificare a temperaturii ΔT;

L_0 – lungimea probei la temperatura T_0,

Analiză termomecanică



Pentru uzul studenților

$coeficientul\ de\ dilatare\ mediu, \bar{\alpha}_{T_1T_2} = \frac{L_2 - L_1}{T_2 - T_1} \cdot \frac{1}{L_0} \approx \frac{\Delta L}{\Delta T} \cdot \frac{1}{L_0}$, $[10^{-6}K^{-1}]$

L_0 – lungimea probei la temperatura T_0,

L_1 – lungimea probei la temperatura T_1,

L_2 – lungimea probei la temperatura T_2.

Analiză termomecanică

Coeficienții de dilatare liniară a diferitelor materiale la temperatura camerei.

Material	$\alpha/10^{-6}K^{-1}$
Invar	0,1
Cuart,	0,5
Sticlă	3
Oxide de aluminiu	7
Platină	8
Fier	12
Cupru,	16.6
Aluminiu	24
Zinc	35
PVC-U	70
PE-HD	150
Cauciuc	220

Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

$$coeficientul\ de\ dilatare\ volumică, \gamma = \frac{\Delta V}{\Delta T} \cdot \frac{1}{V_0}$$

Pentru uzul studenților

V_0 – volumul probei la temperatura T_0,

ΔV – modificarea volumului la temperatura ΔT,

Materiale izotrope: $\gamma = 3\alpha$

Materiale anizotrope: $\gamma = \alpha_x + \alpha_y + \alpha_z$

Analiză termomecanică

Coeficienții de dilatare pot fi:

- determinați ca valori individuale,
- prezentați sub formă de tabel și
- afișați ca o curbă.

Pentru uzul studentilor

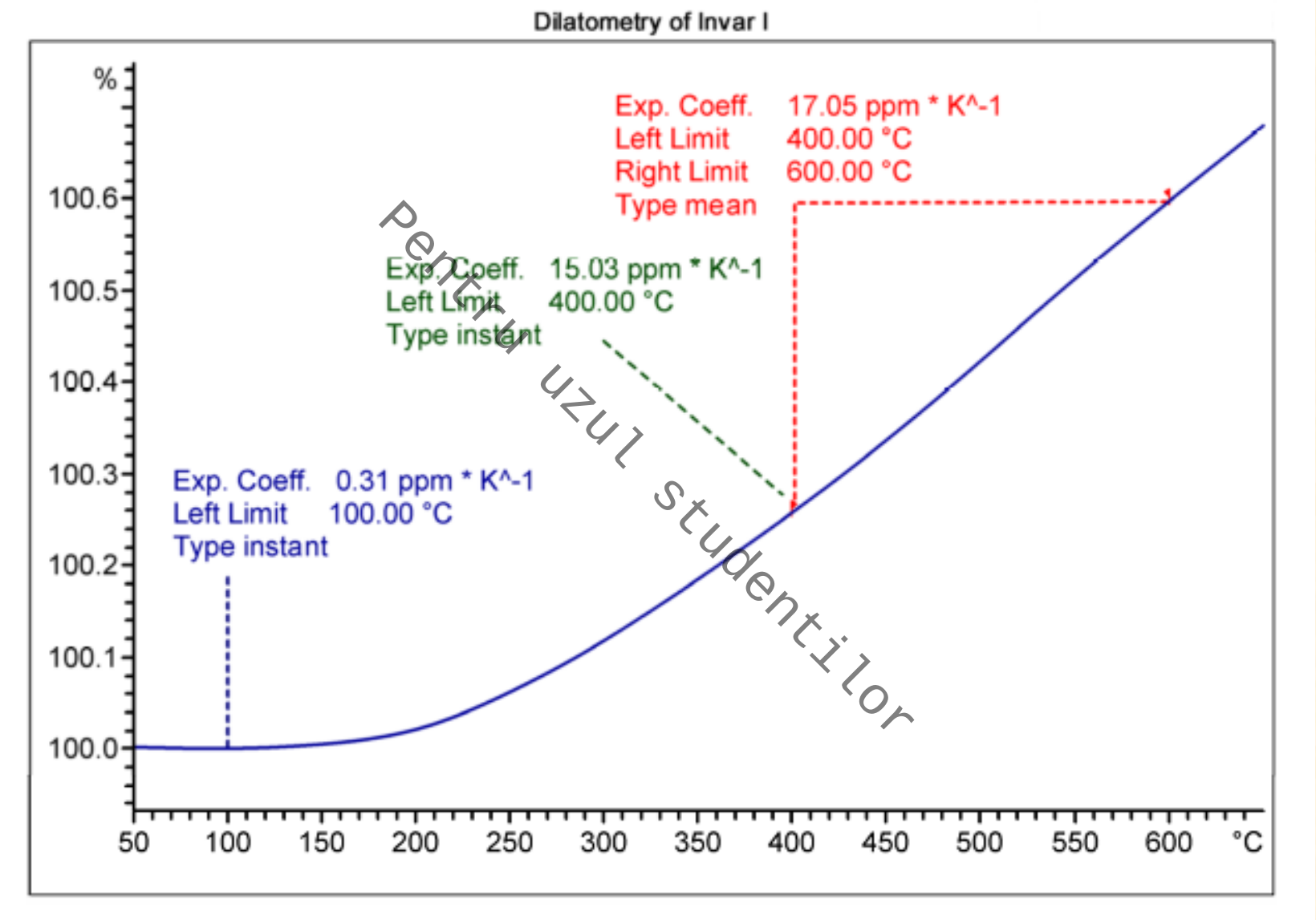
Analiză termomecanică

Cube de dilatare:

- diagrame TTT;
- transformări în timpul încălzirii sau răcirii continue;
- timp-temperatură-revenire;
- timp-temperatură-precipitare;
- diagrame timp-temperatură-deformare-transformare.

Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică



Wagner, 2017, Themromechanical Analysis

Analiză termomecanică

Echipamant- ***termodilatometru:***

- Dilatometre pentru determinarea coeficientului de dilatare termică
- Dilatometre pentru determinarea transformărilor de faze

Pentru uzul studentilor





- Orizontale
- Verticale

- Directe
- Diferențiale

Analiză termomecanică

Cuptor:

Pentru uzul studenților

- Încălzire : RT – 2800^{O}C;
- Viteze de încălzire: radiație: <100^{O}C/s;

  inducție: viteze de încălzire: 4000^{O}C/s;

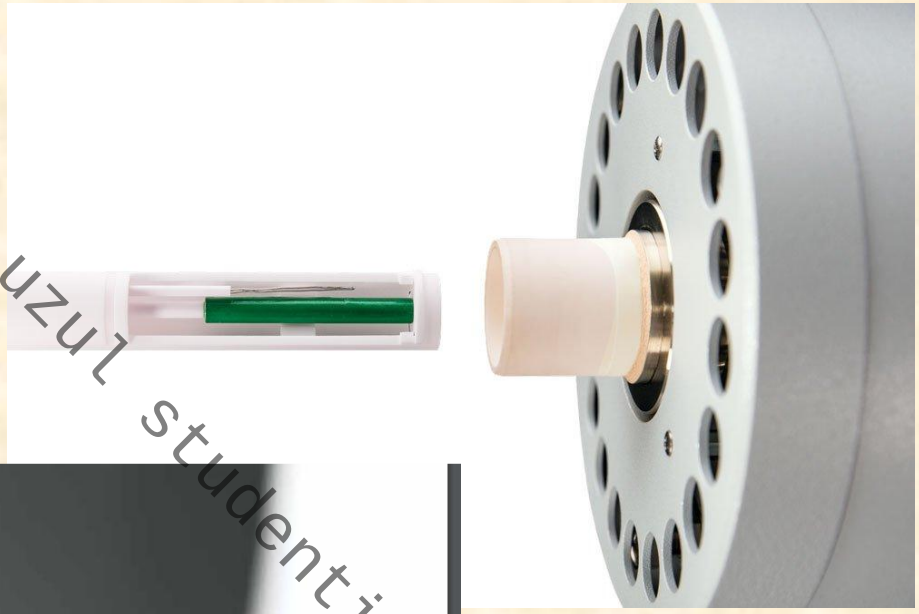
  conducție: viteze de încălzire: 10000^{O}C/s;
- Răcire: -160^{O}C;
- Viteză de răcire: până la 2500 K/s

Analiză termomecanică

Termocuple:

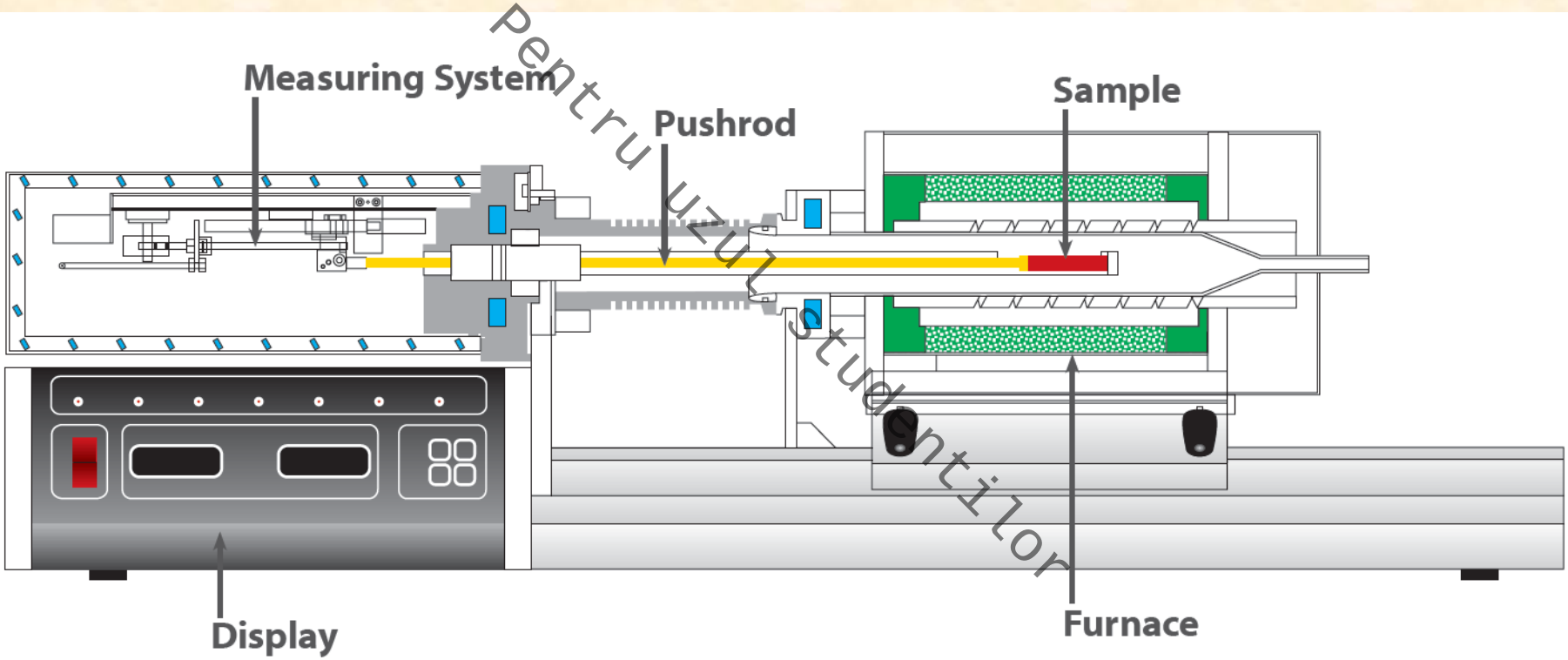
- CrNi / Ni
- PtRd / Pt

Pentru uzul studentilor





Echipamant- termodilatometru

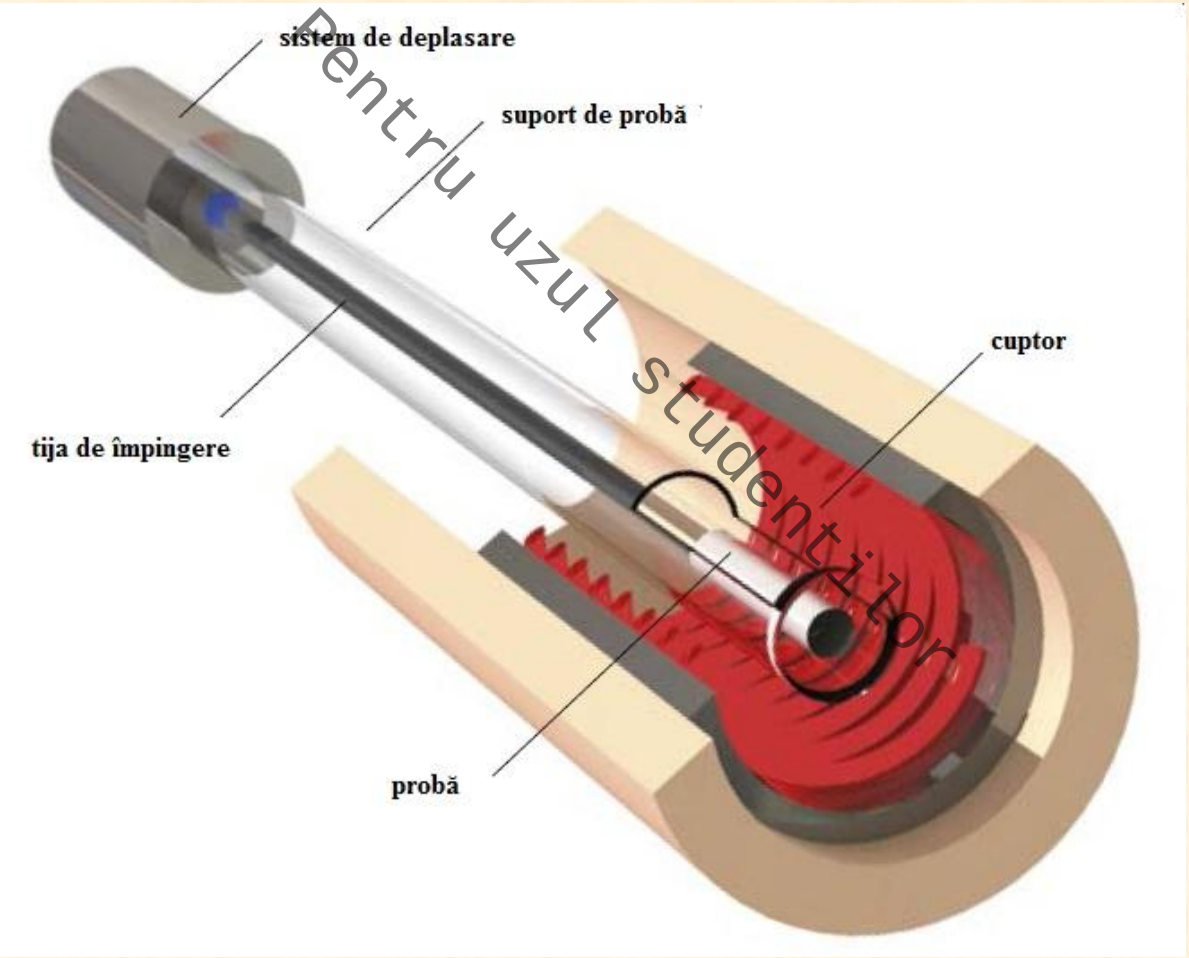


Pentru uzul studentilor

Secțiune printr-un termodilatometru

Analiza dilatometrică directă

În analiza dilatometrică directa se determină modificarea dimensiunii liniare a unei probe funcție de temperatură sau de timp.



Pentru uzul studenților

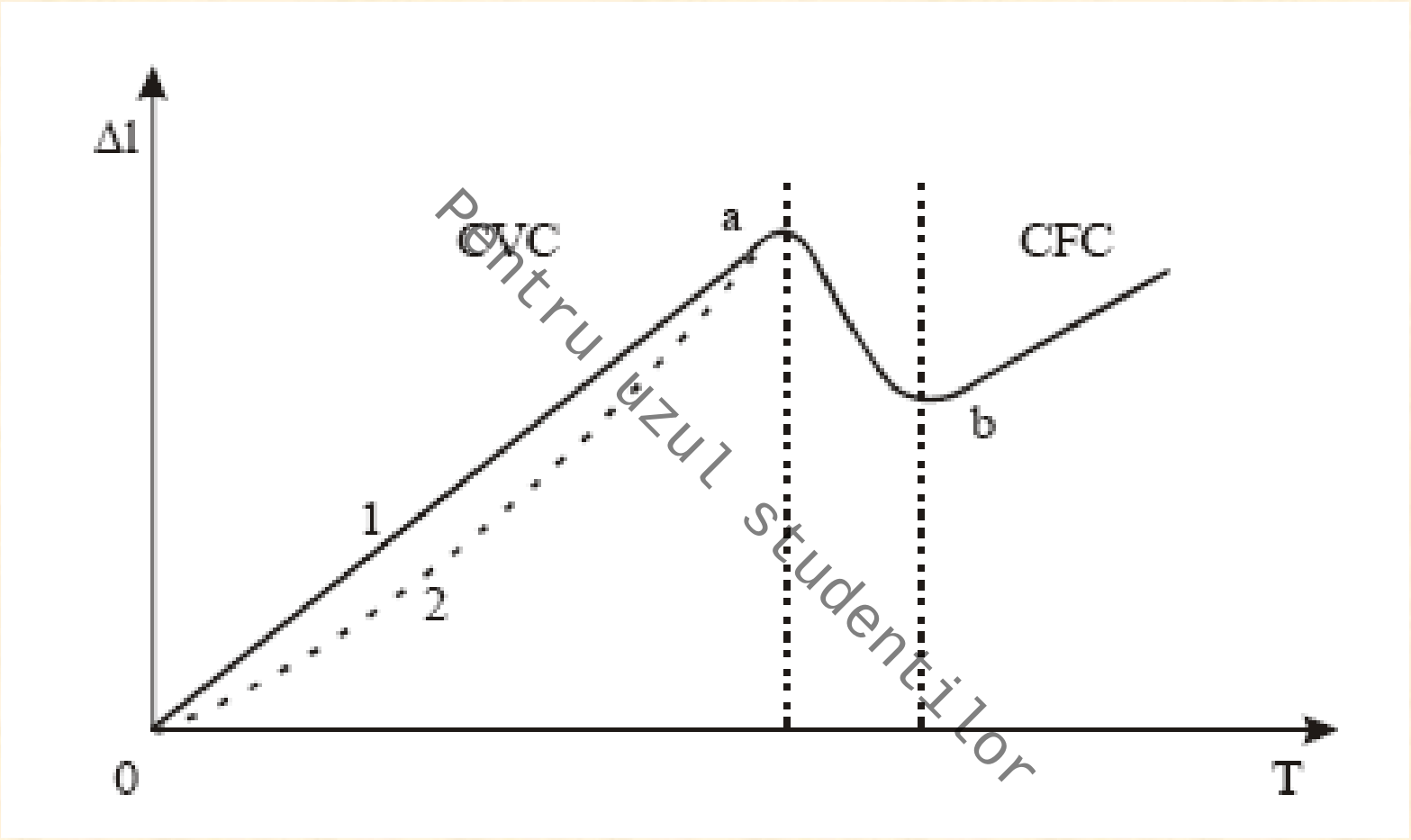
Pricipiul de lucru:

Cuptorul este încălzit cu o rezistenţă de încălzire R, comandată de un programator de temperatură. Proba este fixată la un capăt, iar dilatarea ei este preluată de o tijă din care nu suferă transformări în stare solidă. Tija transmite dilatarea la un traductor, Temperatura este măsurată cu un termocuplu.

Răcirea probei este controlată după un program prestabilit. Cu ajutorul semnalelor preluate de calculator va fi trasata curba de dilatare $\Delta l = f(T)$.

Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică



Pentru uzul studenților

Curba de dilatare pentru un material care are o transformare alotropică de la o structură CVC la o structură CFC (cazul fierului)

Analiză termomecanică

Dacă viteza de încălzire este prea mare (curba 2), nu mai există o dependenţă liniară între dilatare şi temperatură, datorită rămânerii în urmă a temperaturii probei faţă de temperatura din cuptor (histerezis termic).

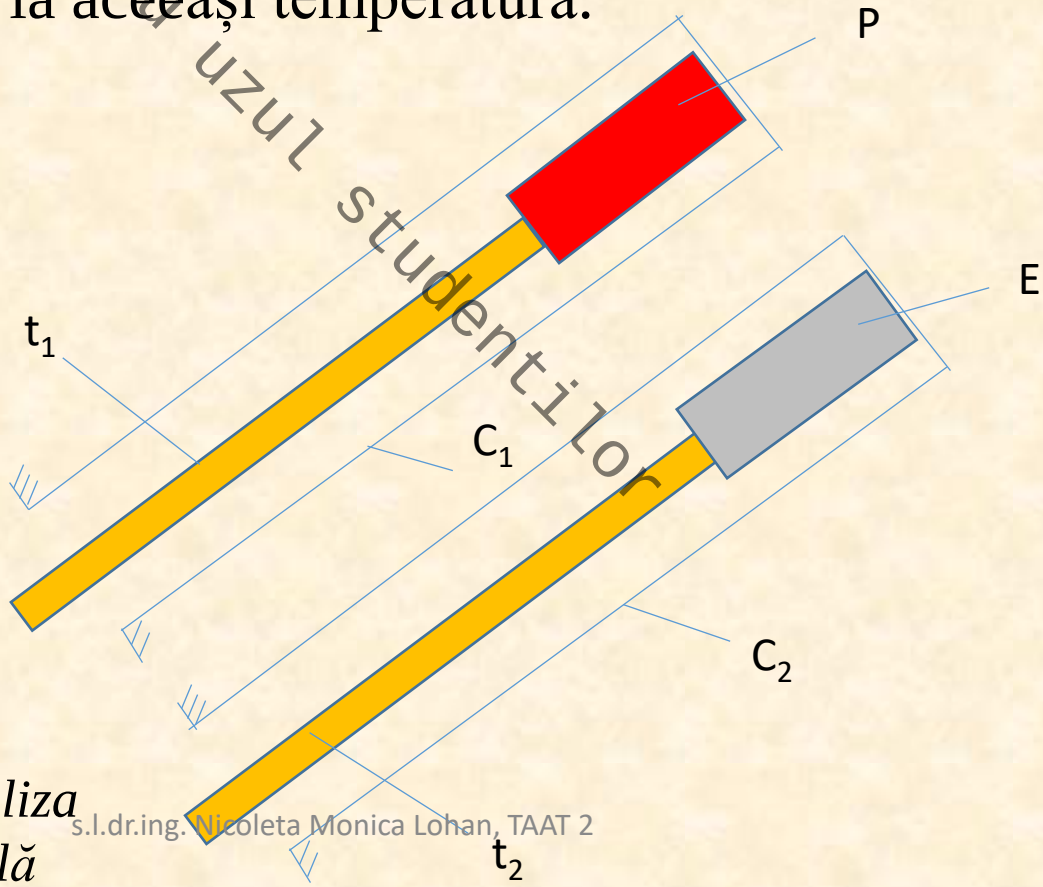
Din acest motiv pentru a se obţine determinări corecte, viteza de încălzire este standardizată şi este de aproximativ 2-3°C/min

Pentru uzul studenţilor

Analiza dilatometrică diferențială

Analiza dilatometrică diferențială, constă în principiu din compararea dilatației probei cu cea a unui etalon convenabil ales, ambele fiind încălzite la aceeași temperatură.

Pentru uzul studenților



Montarea probelor la analiza dilatometrică diferențială

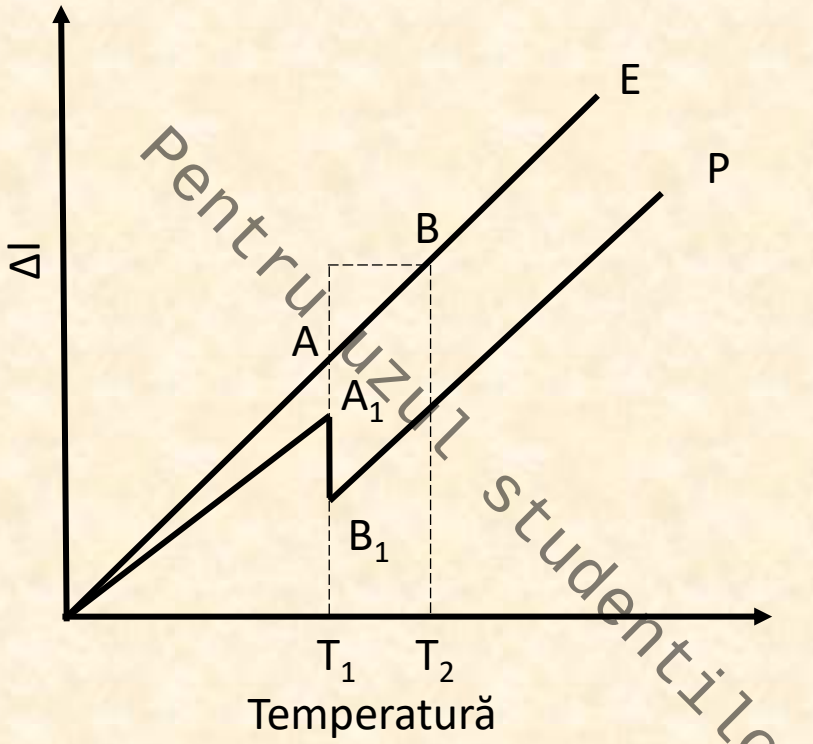
Analiză termomecanică

Proba (p) si etalonul (e) sunt introduse în tuburile de cuarț c_1 si c_2 așezate unele lângă altele iar dilatara lor este transmisă mecanismului de înregistrare prin intermediul unor tije de cuarț t_1 si t_2.

Etalonul se alege dintr-un material care nu prezinta modificări interne in intervalul de temperatura cercetat si are o dilatare perfect liniară și reversibilă.

pentru uzul studentilor

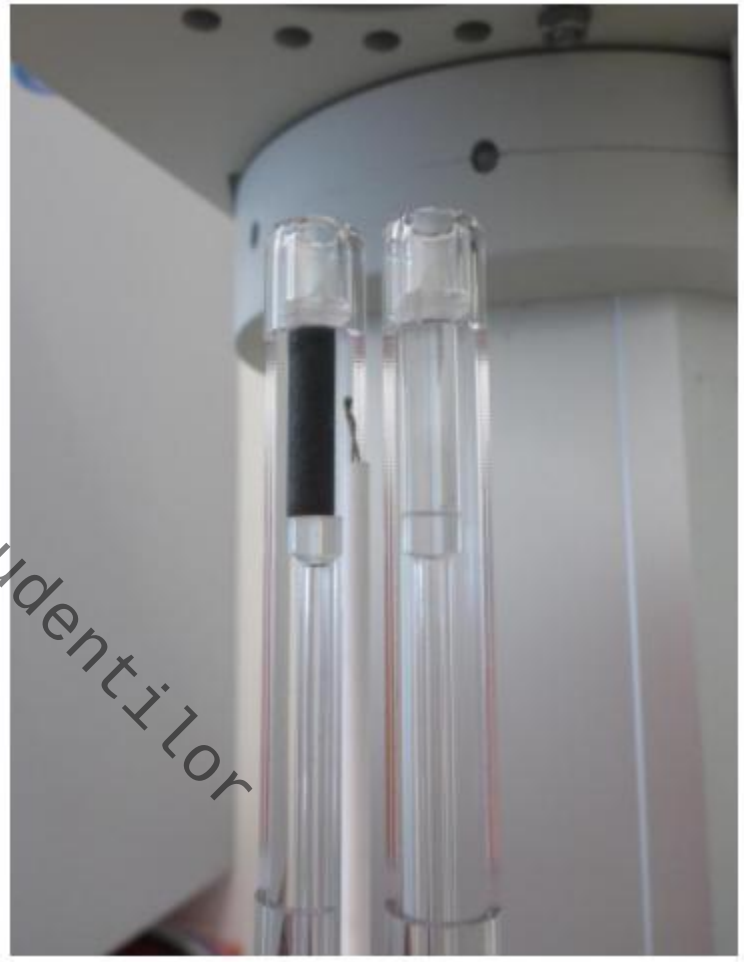
Analiză termomecanică



Curbele de dilatare pentru etalon si proba de încercat

Analiză termomecanică





Pentru uzul studentilor

Analiză termomecanică

Caracteristici ce pot fi determinate prin dilatometrie

- dilatare termică liniară
- coeficientul de dilatare termică (CDT)
- dilatare volumetrică
- pași de contracție
- punct de înmuiere
- temperatura de tranziție vitroasă
- tranziții de fază
- temperatura și etape de sinterizare
- schimbare densitate
- temperatura de descompunere·
- comportamentul anisotropic

Pentru uzul studentilor

Analiză termomecanică

Dilatometrele sunt utilizate în mod obișnuit în:

- • Industria sticlei
- • Industria ceramică
- • Sinterizarea ceramicii de înaltă tehnologie
- • Industria aerospațială
- • Industria metal / pulberi
- • Cercetare de materiale noi
- • Industria auto
- • Industria polimerilor

pentru uzul studentilor

Aplicarea analizei dilatometrice la studiul transformărilor de fază solid-solid

Această tehnică este utilizată pe scară largă pentru a studia comportamentul de transformare al oțelurilor în timpul încălzirii continue, răcirii și exploatării izotermice.

Pentru uzul studenților

- determinarea temperaturilor de transformare de fază în oțeluri, atât la încălzire și de răcire
  - ❑ Austenitică
  - ❑ Martensitică
  - ❑ Bainitică

Analiză termomecanică

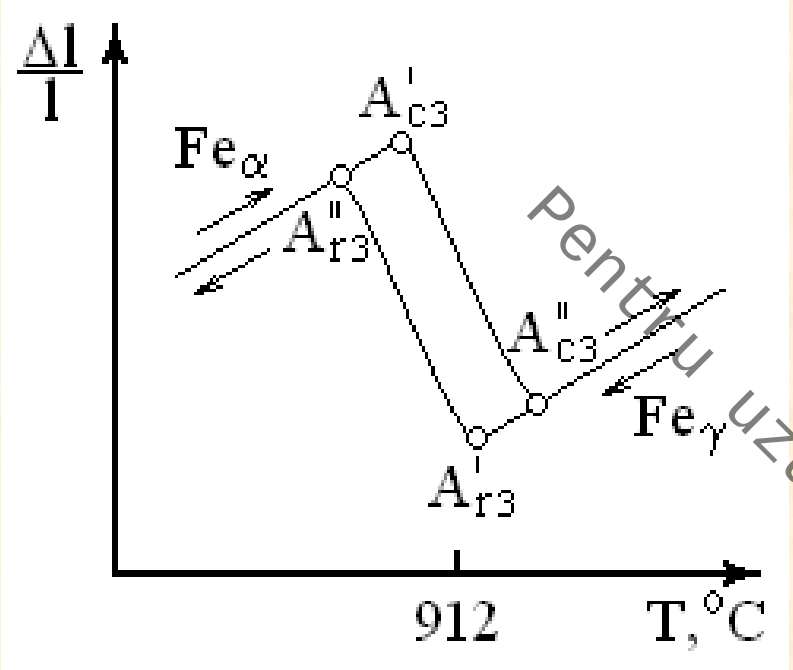
Prin înregistrarea transformărilor care au loc în condiții de temperatură controlată, este posibil să se prezinte rezultatele într-o formă grafică (diagramă), ce arată temperaturile de formare ale constituenților microstructurali care pot fi obținuți printr-un anumit program de răcire sau încălzire aplicat.

Pentru uzul studenților

Aceste diagrame de transformare au o valoare importantă în aplicațiile metalurgice, cum ar fi **tratamentul termic** și **procesul de sudarea**, și ca mijloc de **caracterizare** a oțelurilor pentru anumite procese.

Analiză termomecanică

Dilatogramă obținută prin dilatometrie directă a fierului tehnic pur



Curbele dilatometrice directe sunt folosite pentru determinarea punctelor de transformare şi a coeficientului de dilatare real şi mediu.

Pentru uzul studenților

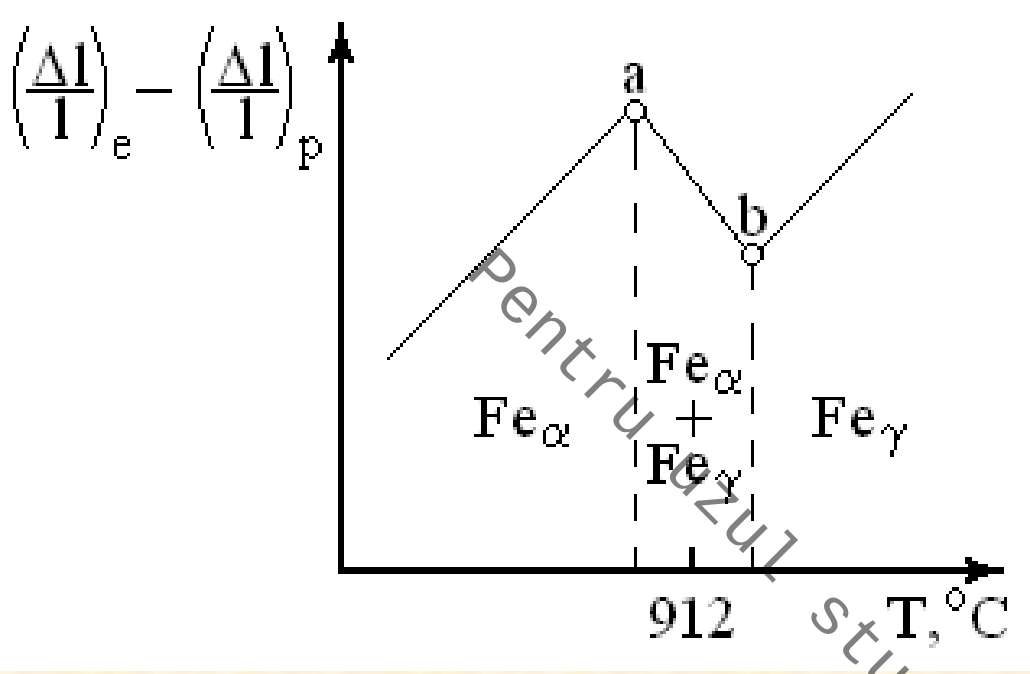
Ac'$_3$ A –începutul transformării la încălzire;

Ac"$_3$ – sfârşitul transformării la încălzire;

Ar'$_3$ – începutul transformării la răcire;

Ar"$_3$ – sfârşitul transformării la răcire.

Analiză termomecanică

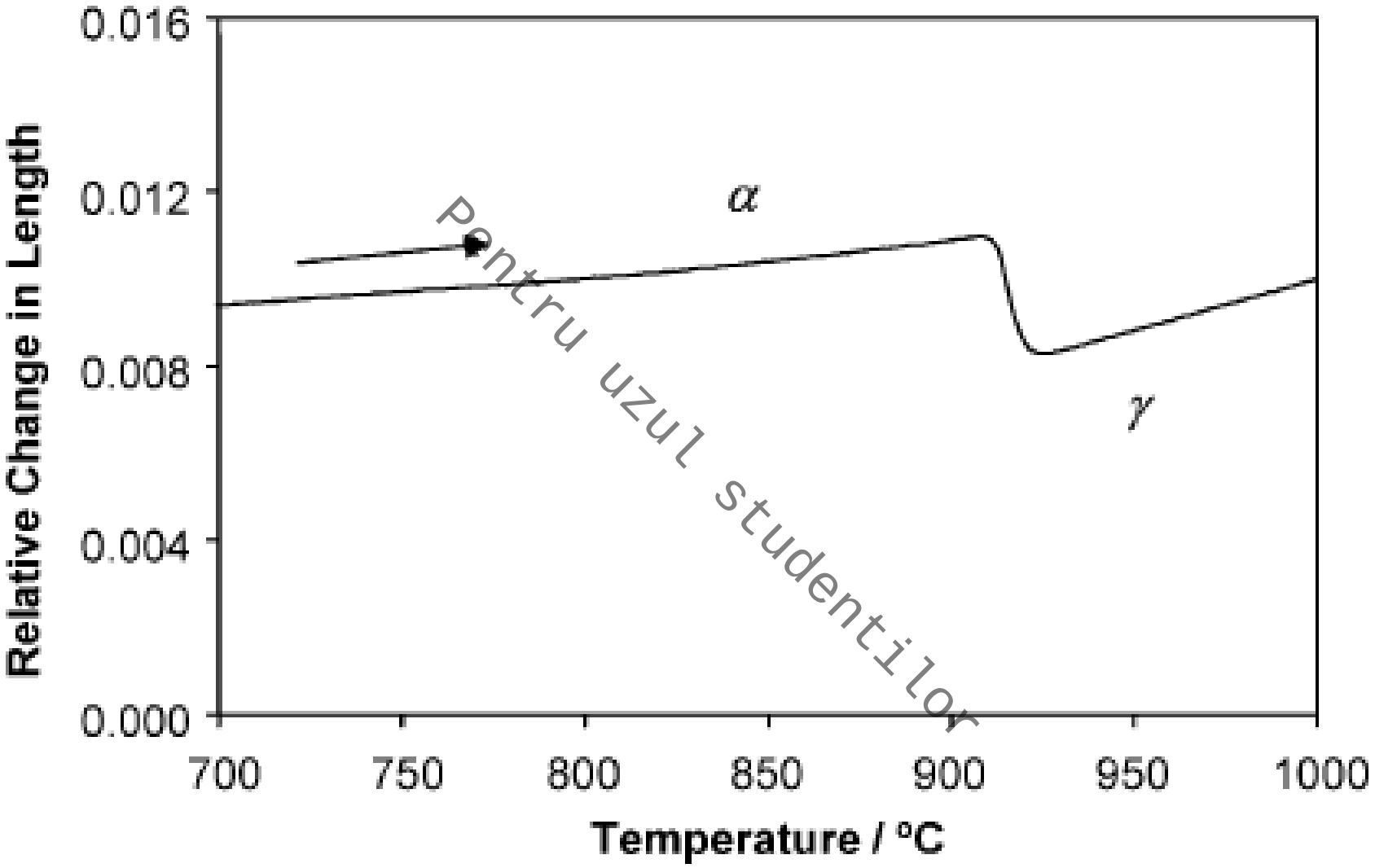


Dilatogramă obținută prin dilatometrie diferențială a fierului tehnic pur

Pentru uzul studentilor

Curbele dilatometrice diferenţiale sunt folosite mai ales pentru determinarea punctelor de transformare, această metodă este mult mai sensibilă decât cea directa şi de aceea este mai des folosită.

Analiză termomecanică

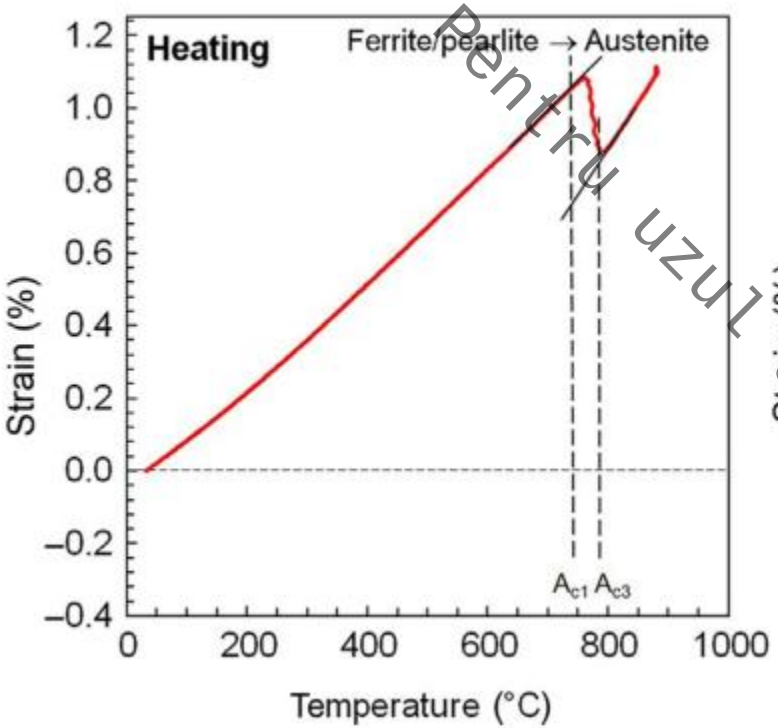


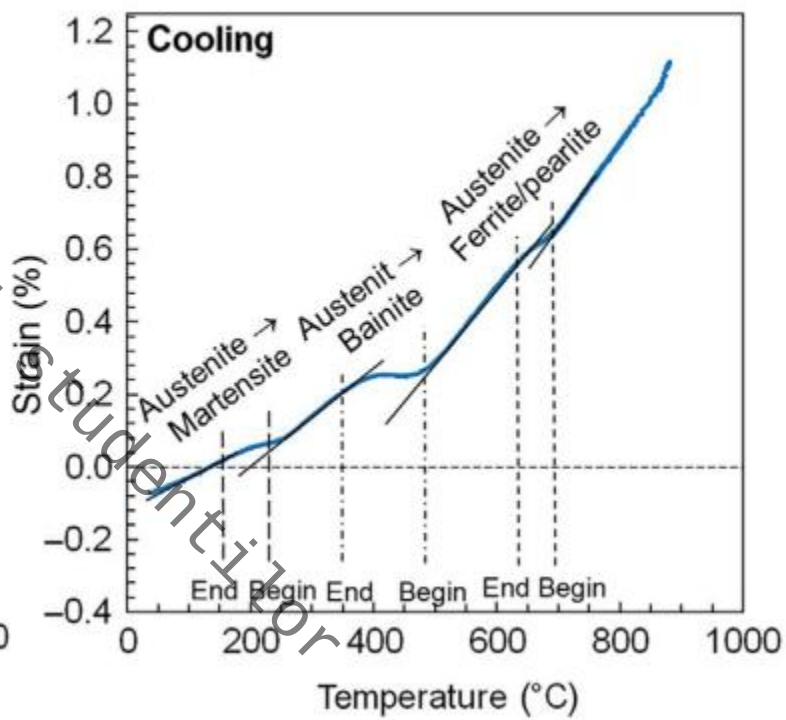
Pentru uzul studentilor

Transformarile alotropice ale fierului pur

Analiză termomecanică

Determinarea temperaturilor de început și de sfârșit ale transformare pe o curbă termodilatometrică



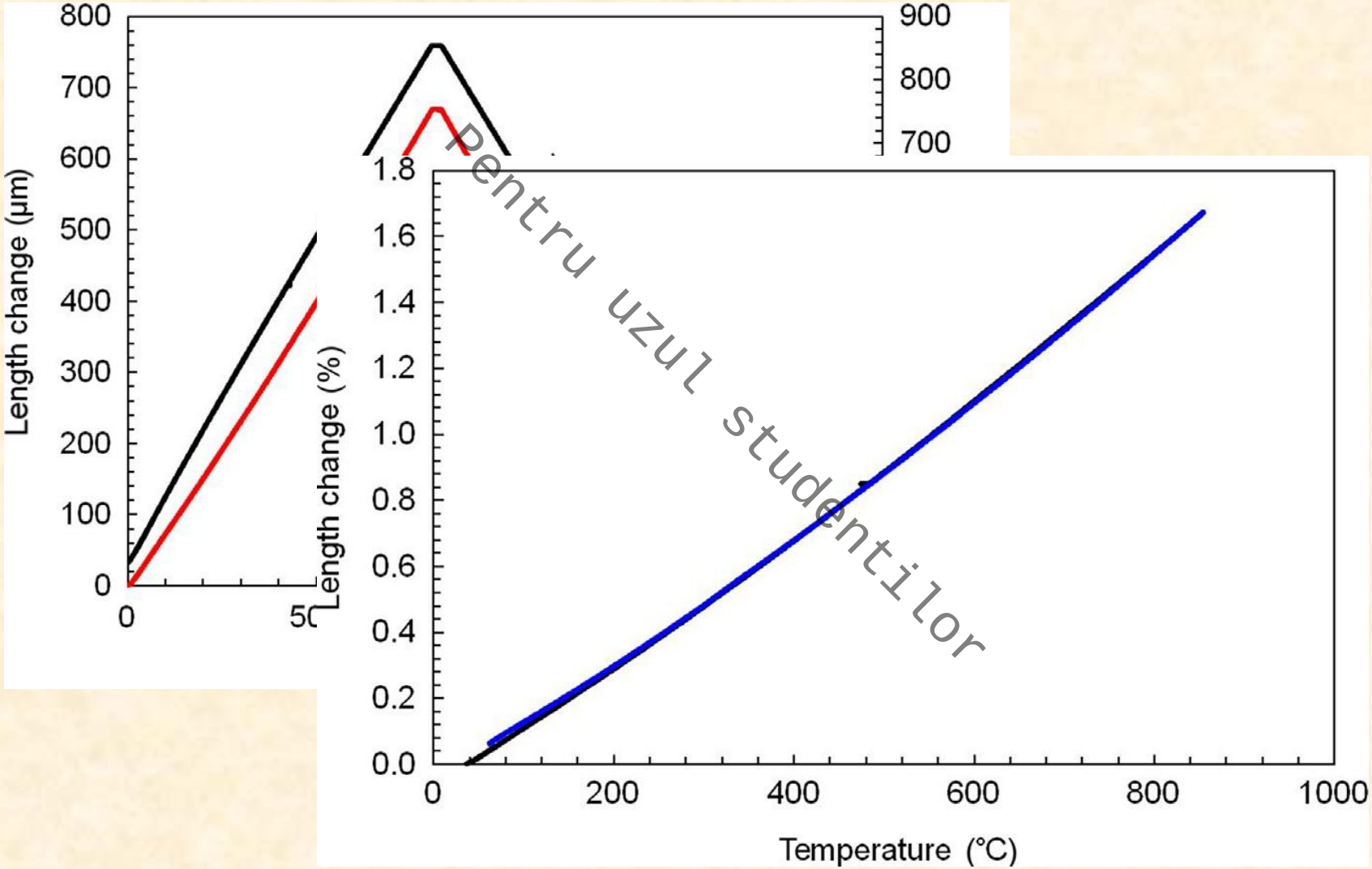


Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

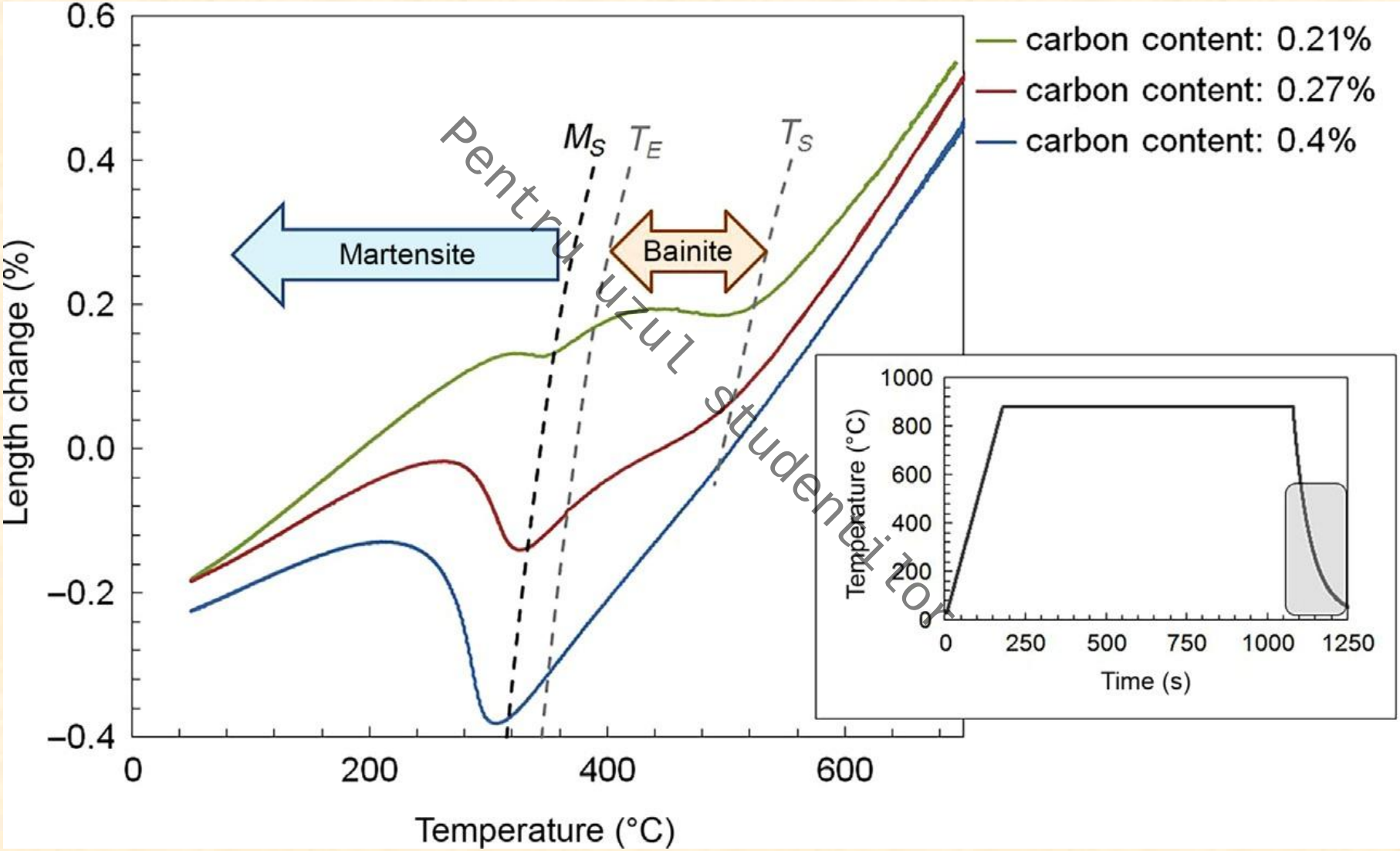
Exemple:

Coeficientul de dilatare termică al unui oțel austenitic



Analiză termomecanică

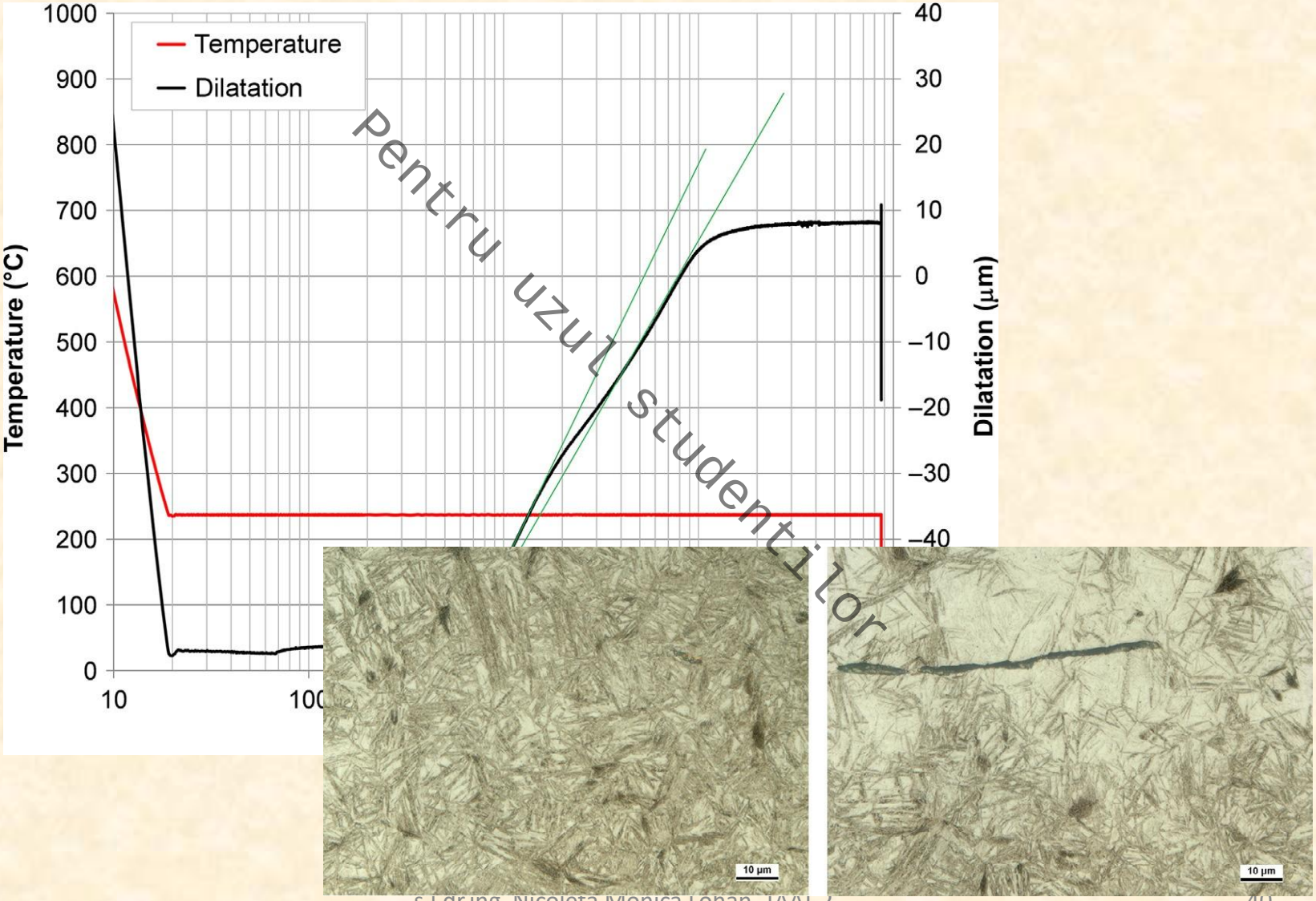
Comportamentul la răcire continuă a unuor oțeluri cu conținut diferit de carbon



Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

Efectul segregării asupra cineticii transformării izoterme a bainitei inferioare



Calibrarea

Pentru uzul studenților

Calibrarea instrumentului cu un etalon cu coeficientul de dilatare cunoscut este vitală pentru obținerea unor date corecte.

Calibrarea cu un etalon trebuie efectuată utilizând aceeași viteză de încălzire utilizată în experimentul cu probă, deoarece la viteze de încălzire mai mici, mai multe transformări de intensitate mică vor avea timp să se transforme, decât la viteze mari.

https://www.youtube.com/watch?v=42SaPEsx8Gg&t=2s

Pentru uzul studentilor

Analiza termomecanică



Pentru uzul studentilor

Analiza termo-mecanică

Analiza Termo Mecanică (TMA) este o tehnică de analiză termică a probei când aceasta este supusă unui regim de temperatură controlată și supusă la diverse solicitări (alungire, încovoiere, răsucire etc.). Deformarea este analizată în funcție de timp sau temperatură. Se realizează măsurători dimensionale foarte precise ale probei în funcție de temperatură cu o forță definită.

Pentru uzul studentilor



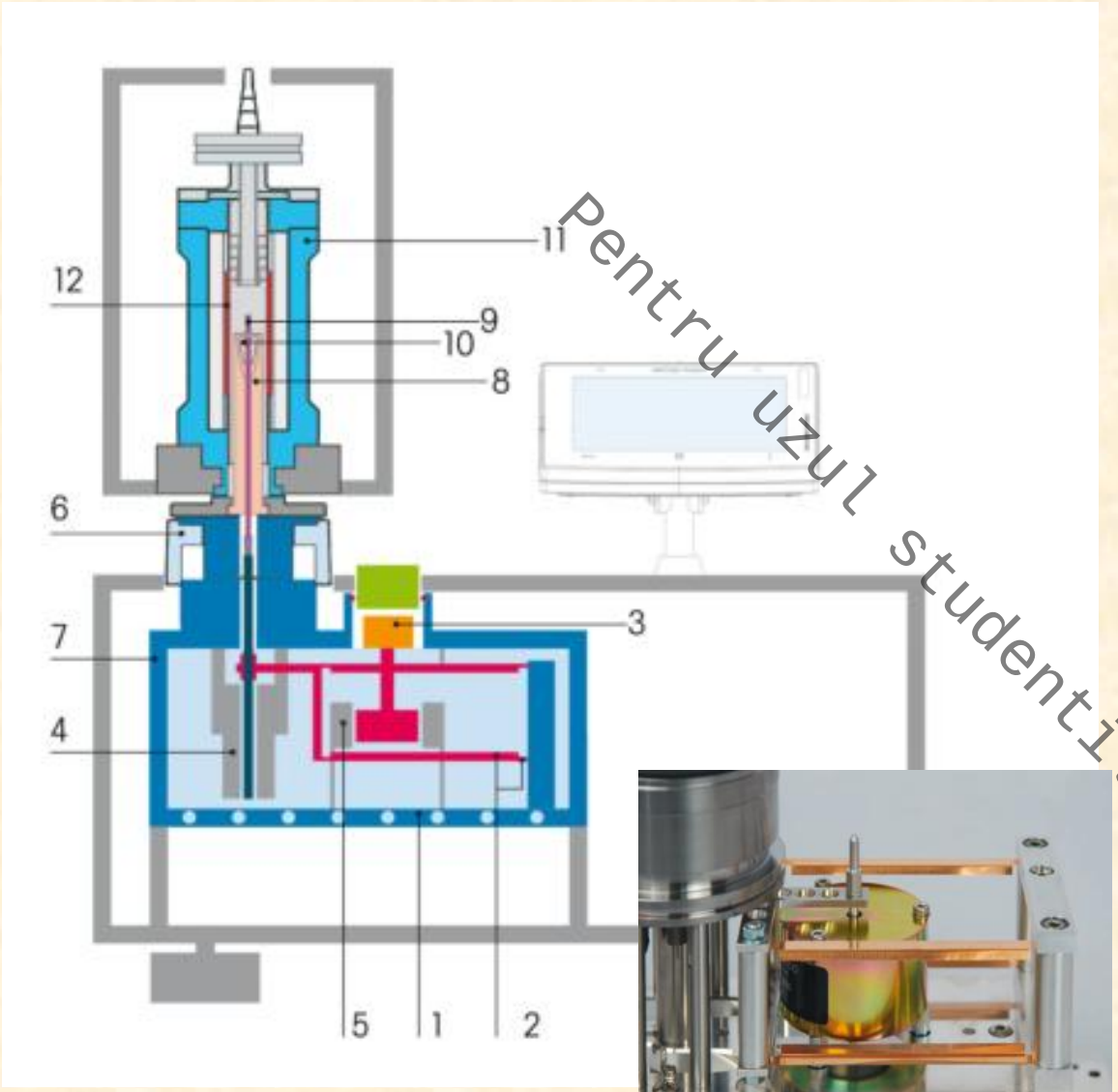
Analiză termomecanică

În funcție de modul utilizat:

- efecte termice;
- temperaturi care caracterizează efectele termice;
- gradul de deformare și
- coeficienții de dilatare termică.

Pentru uzul studenților

Principalele părți componente ale analizorului TM

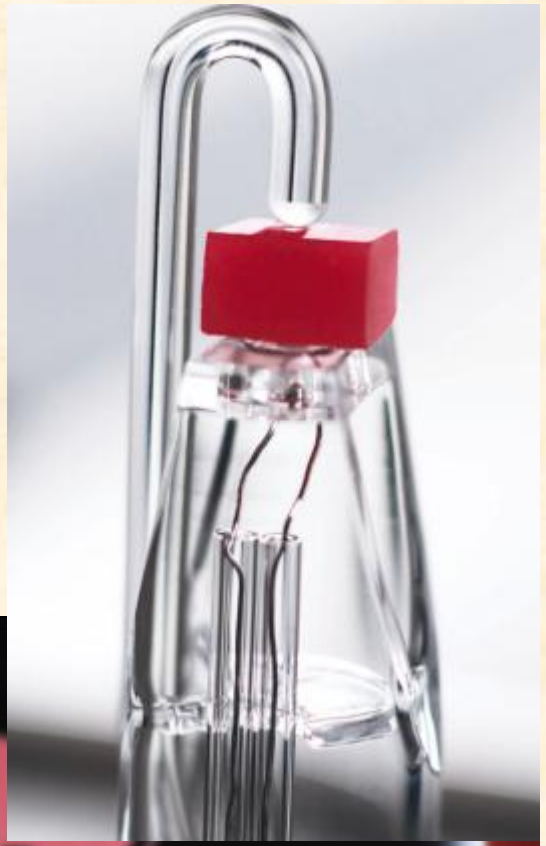


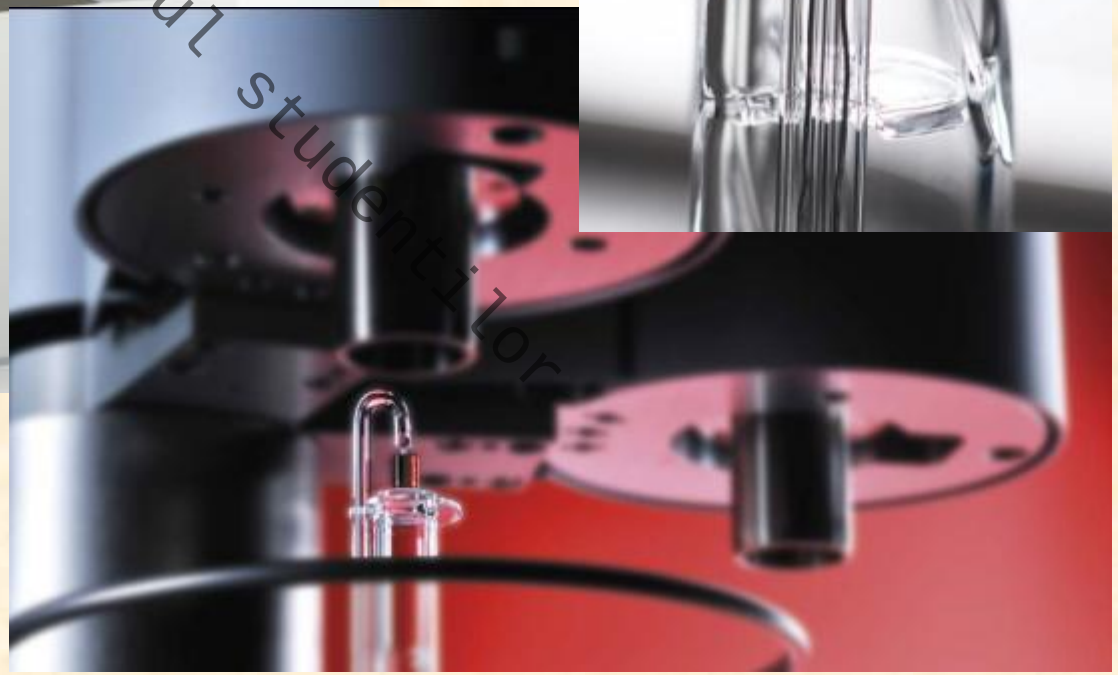
Pentru uzul studentilor

1 Sistem răcire cu apă
2 Sistem ghidare paralelă
3 Greutatea de reglare
4 Senzor (LVDT)
5 Generator de forță
6 Sistem reglarea înălțimii
7 Celulă de măsurare termostatată
8 Suport de proba
9 Sonda de măsurare
10 Senzor de temperatura proba
11 Sistem de răcire a cuptorului
12 Sistem de încălzire a cuptorului

Analiză termomecanică





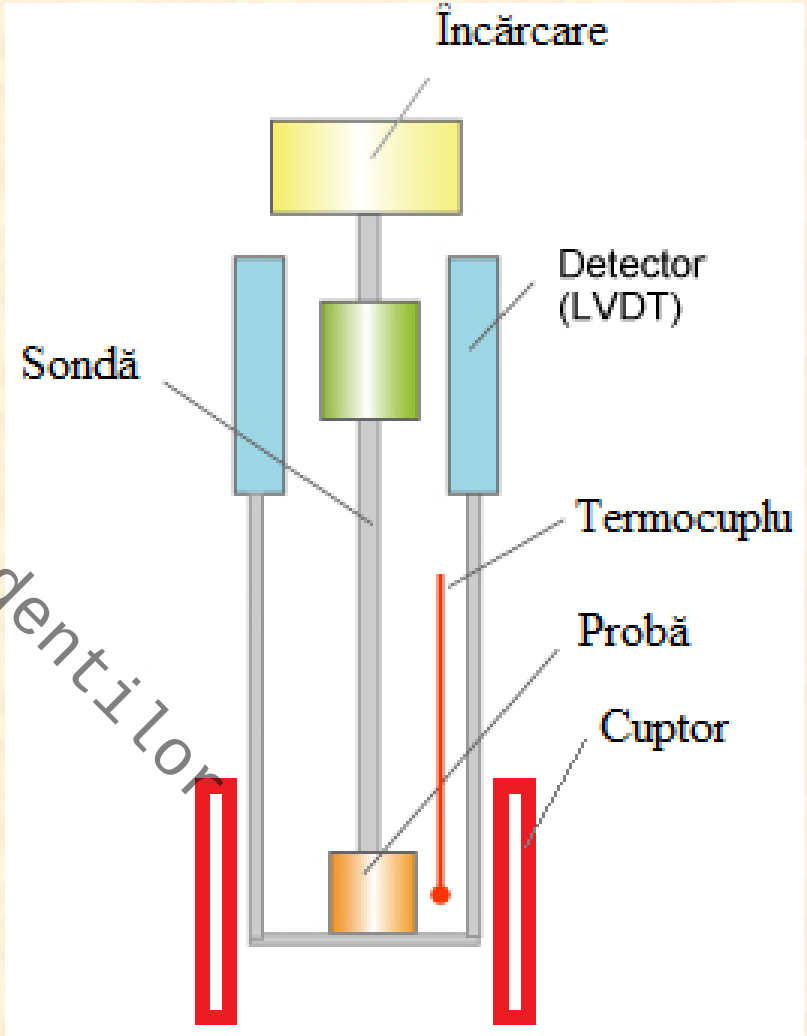


Pentru uzul studenților

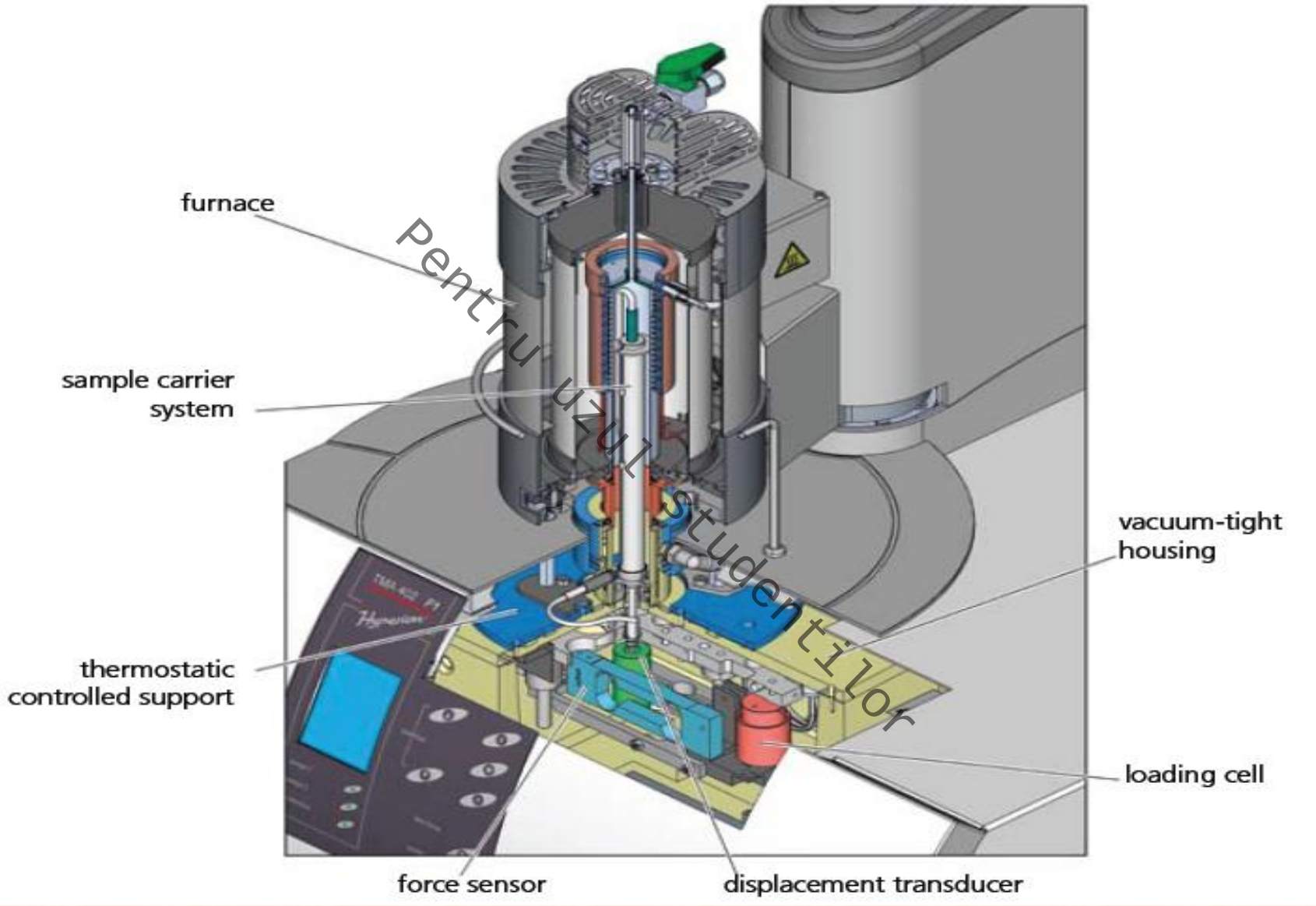
Principalele părți componente ale analizorului TM

- Cuptor
- Termocuplu
- Detector deplasare
- Detector de forță

Pentru uzul studentilor



Analiză termomecanică



Pentru uzul studentilor

Secțiune printr-un analizor termo-dinamic

https://www.youtube.com/watch?v=pzyM4wbnFno

Principiu de funcționare

Proba este introdusă în interiorul unui cuptor și se afla în contact cu o sonda ce este conectata la rândul ei la detectorul de lungime si dispozitivul de încărcare. Temperatura din cuptor este măsurată cu ajutorul unui termocuplu. Proba este supusă atât la încercări mecanice cît și la variații termice.

Deformarea probei (cum ar fi dilatarea termică sau înmuierea) apărută odată cu modificarea temperaturii, este măsurata odată cu deplasarea sondei, prin intermediul detectorului de lungime.

Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

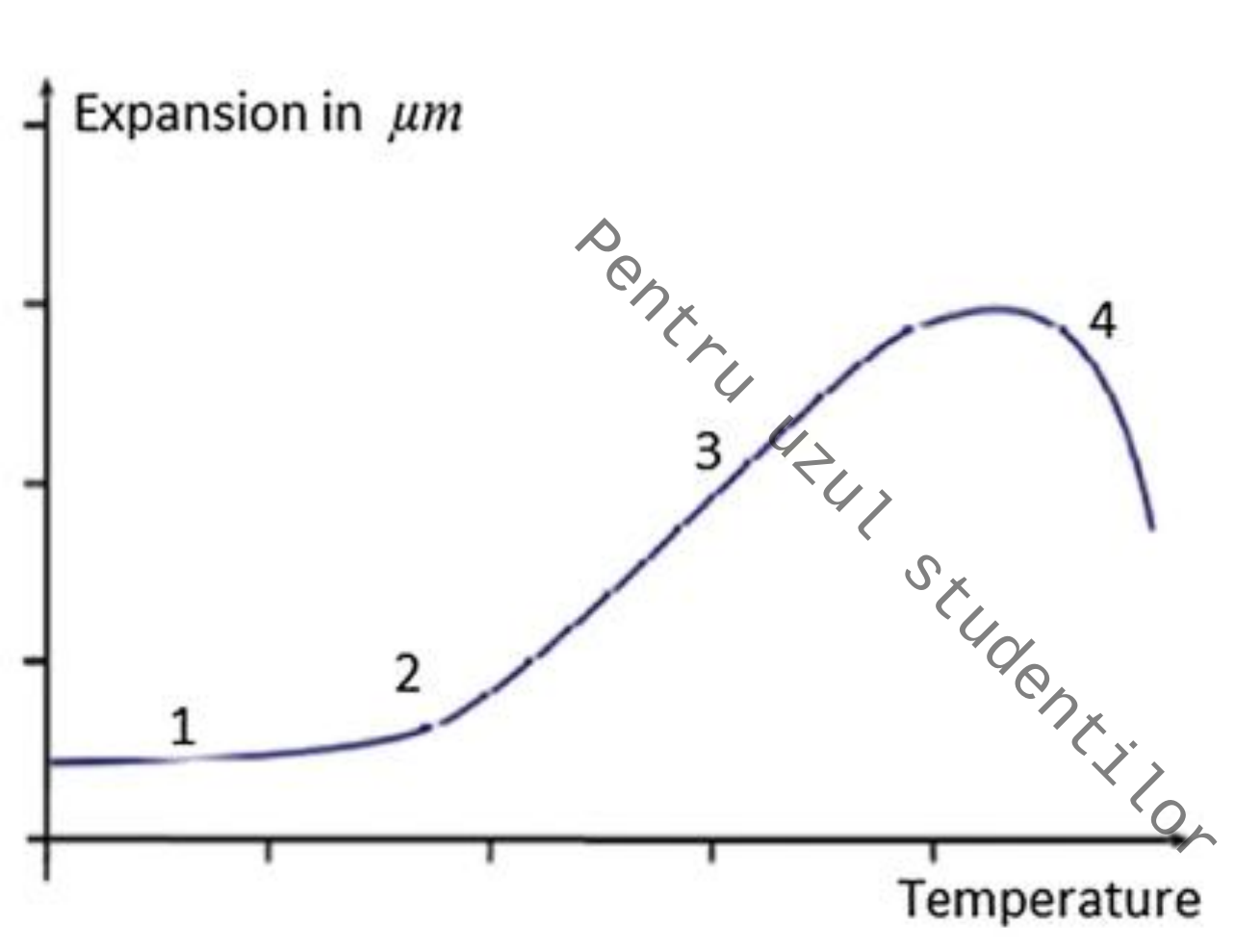
Senzorul diferențial al variației liniare (Linear Variable Differential Transformer LVDT) este utilizat pentru detectarea deplasării senzorului de deplasare.



Pentru uzul studenților

Experimentul se realizează în mediu de gaz inert. Pentru aceasta analizorul este prevăzut cu o pompă de vid și un sistem de purjare a gazului.

Analiză termomecanică



Curbă TMA tipică pentru un polimer

(1) dilatare înainte de tranziția vitroasă,

(2) tranziția vitroasă,

(3) dilatare peste tranziția vitroasă

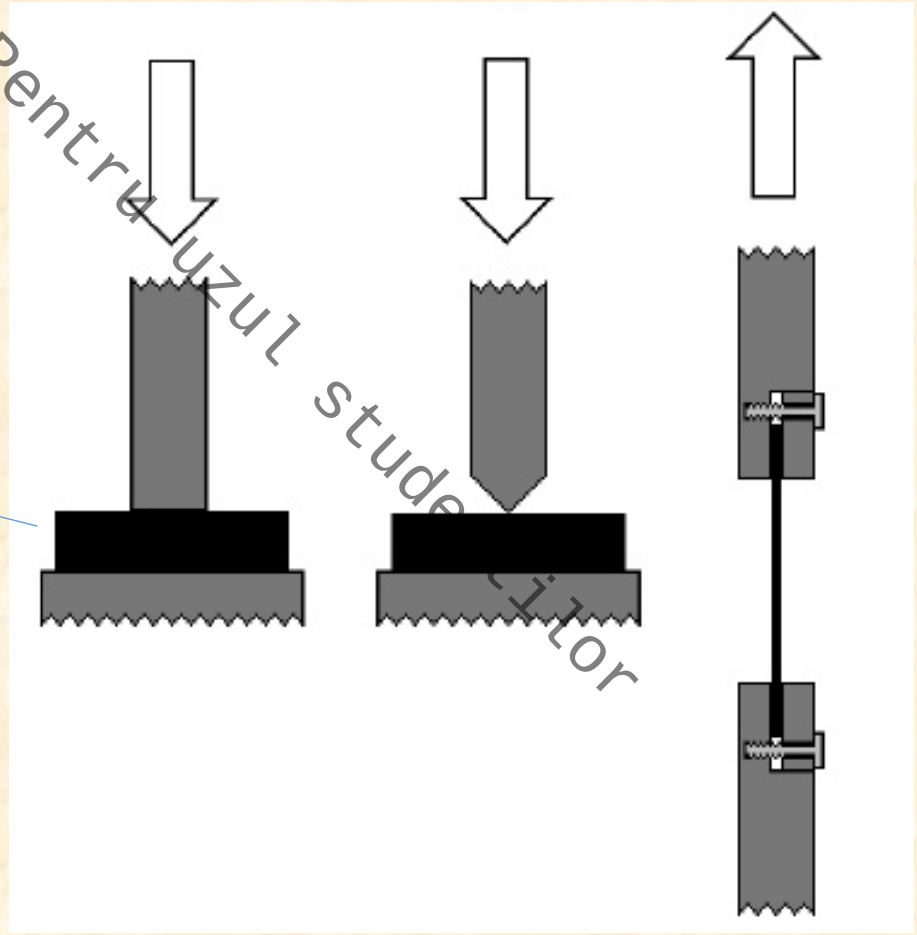
(4) deformare plastică.

Analiză termomecanică

Tipuri de probe și încercări utilizate în analiza termomecanică:

Dilatare/contracție

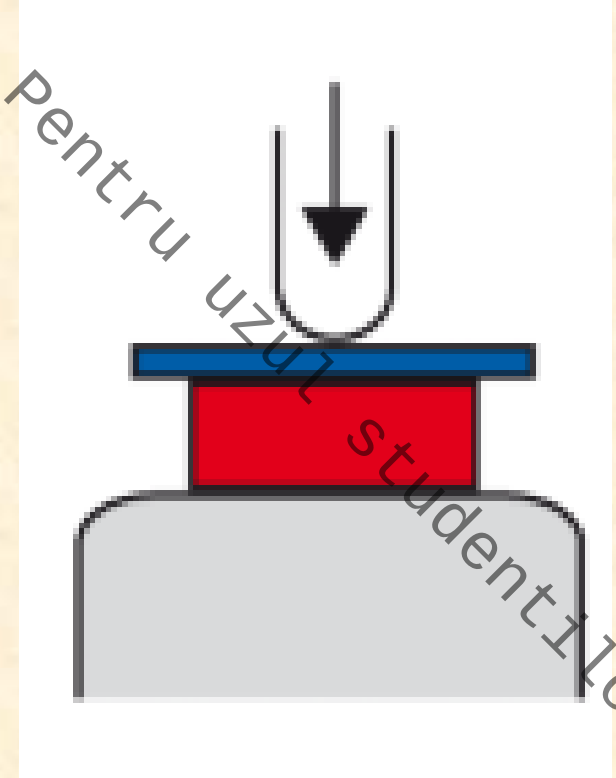
Adâncimea de pătrundere



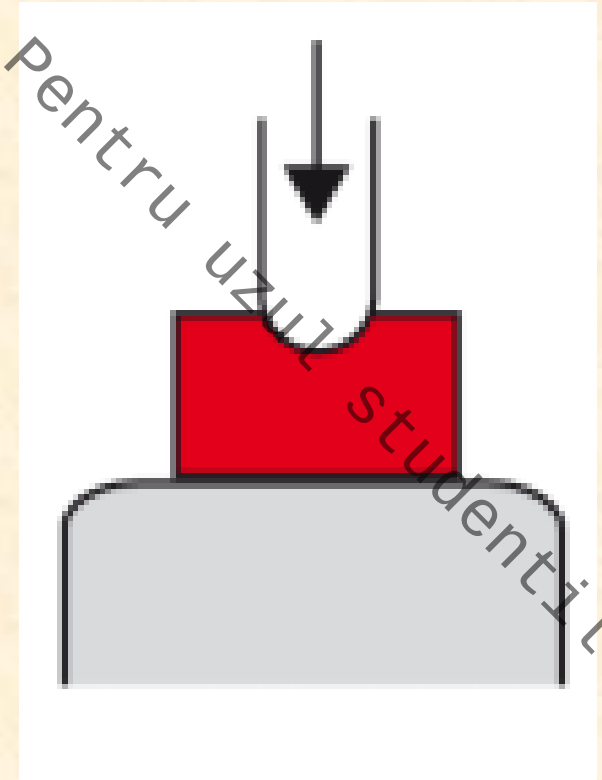
Pentru uzul studenților

Tracțiune

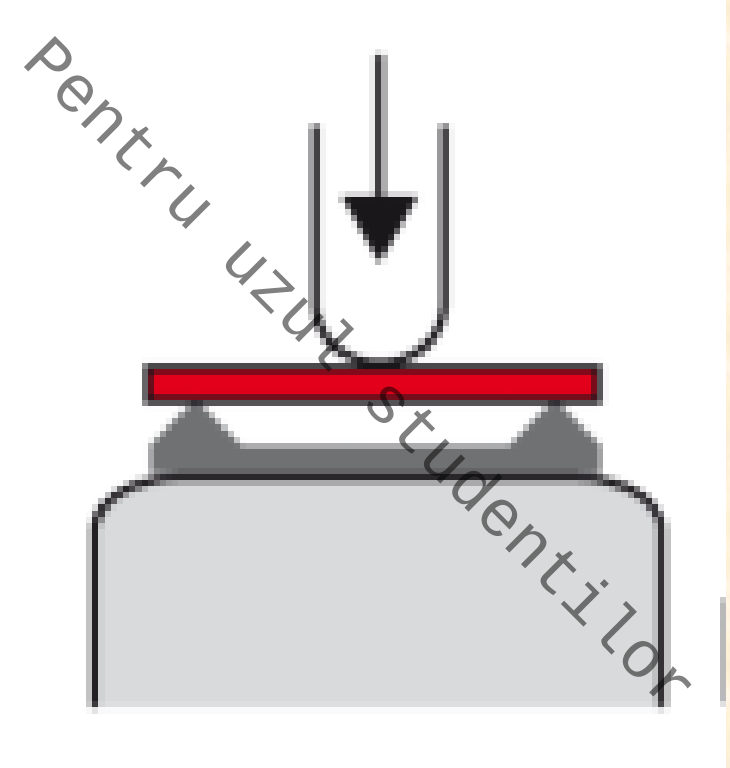
Compresie sau mod dilatometric



Penetrare

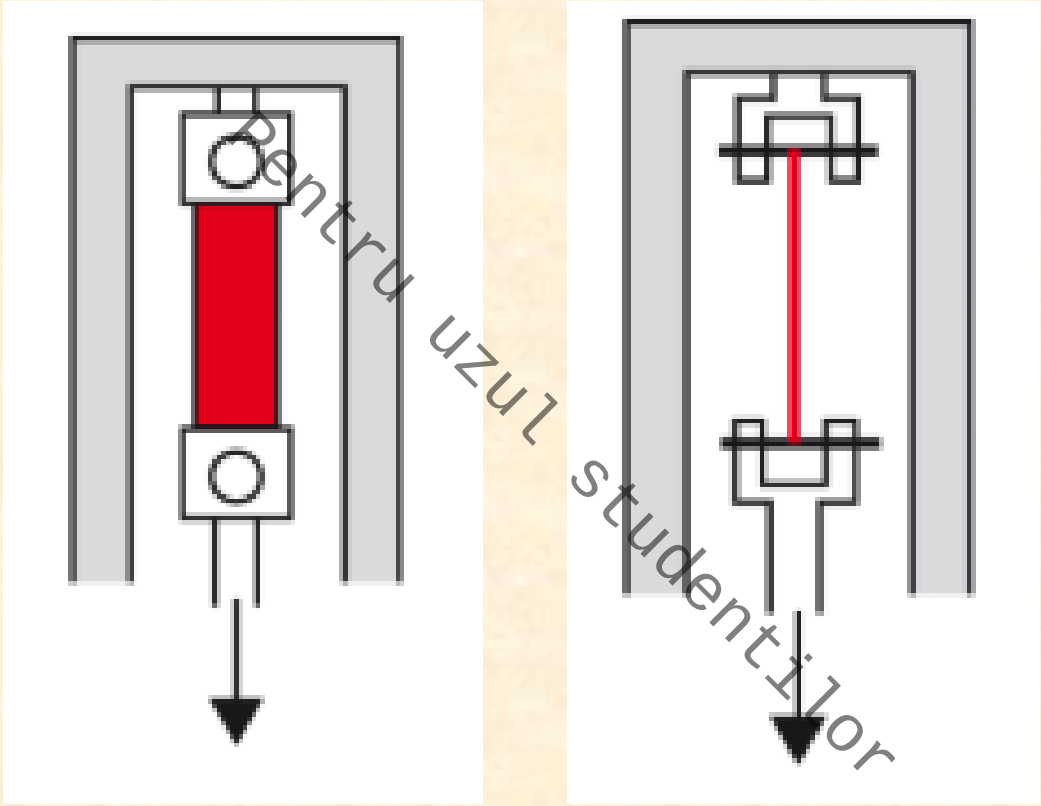


Încovoiere în trei puncte



Analiză termomecanică

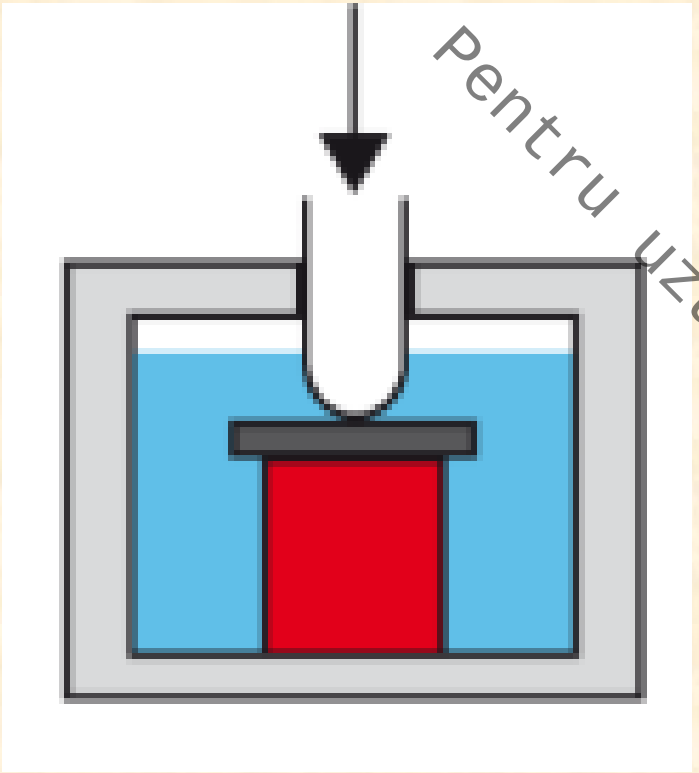
Tragere



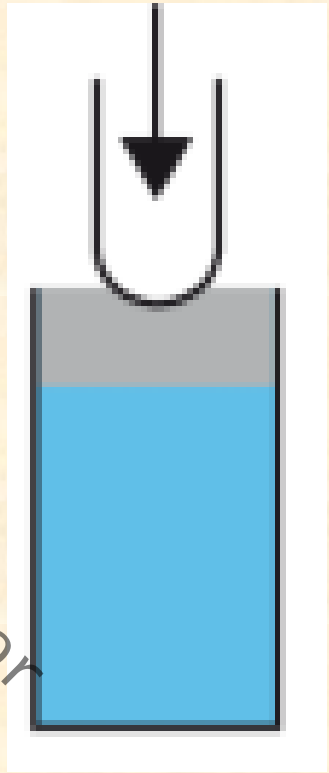
Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

Umflare



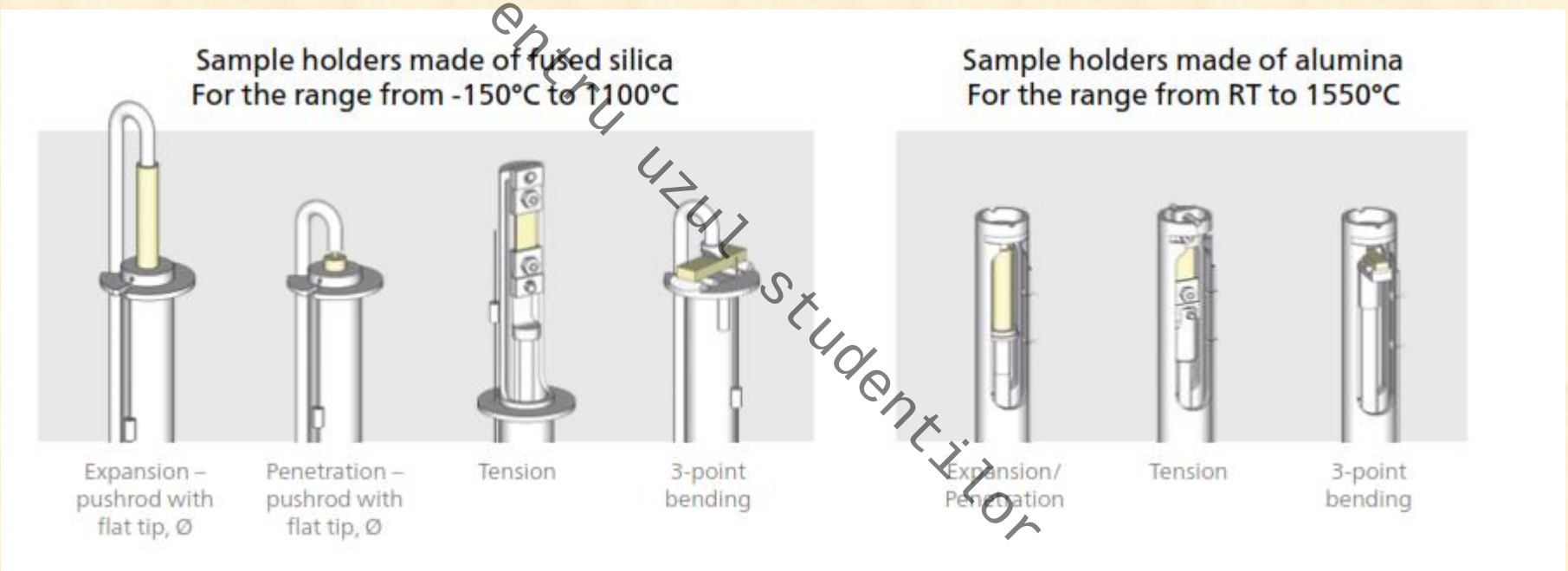
Mărirea volumului



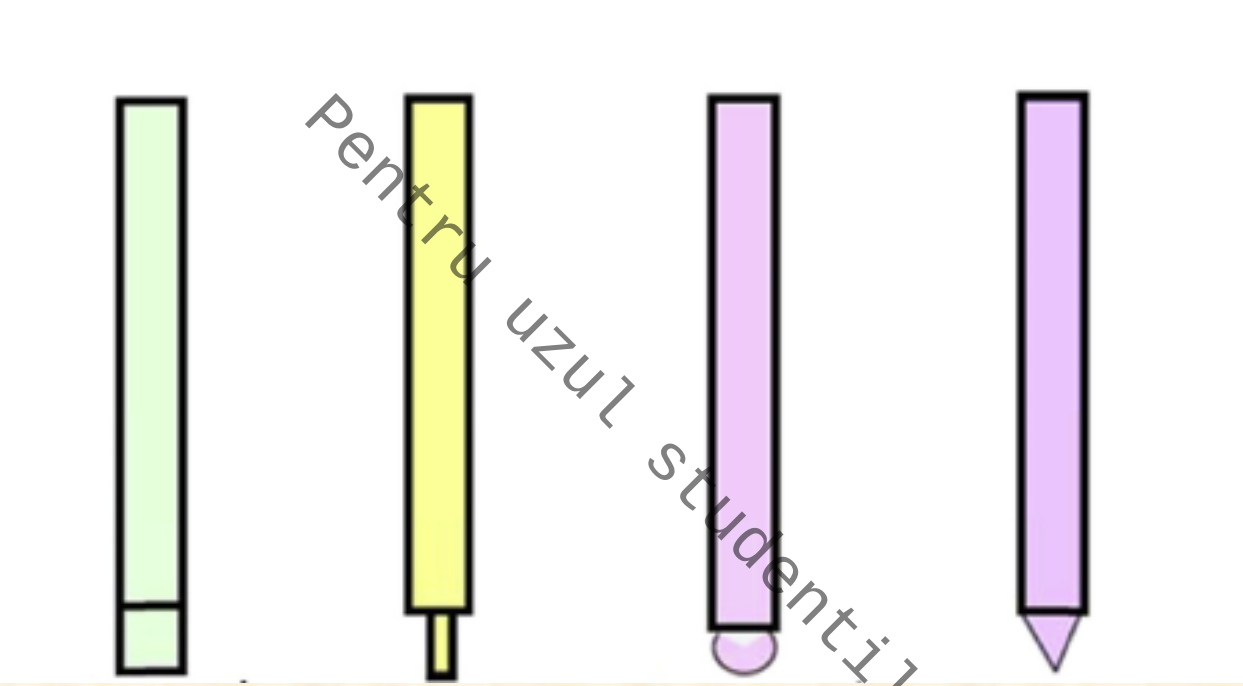
Pentru uzul studentilor

Dispozitive fixare probe

Pentru uzul studenților



Analiză termomecanică



pentru uzul studenților

Configurația sondelor pentru analiza TMA

Analiză termomecanică

Pregătirea probelor

- Probe – plan paralele, suprafață netedă, uscate

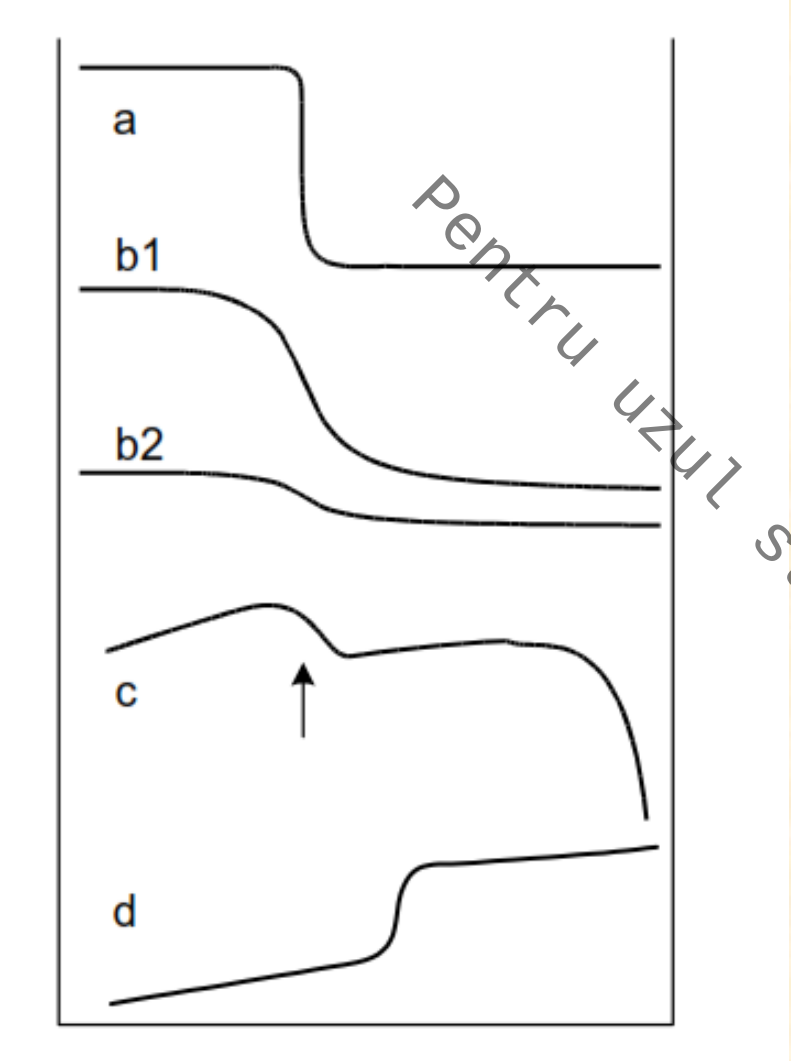
pentru uzul studentilor

- Dilatare – probe cu grosime de pana in 6 mm;
- Înmuiere (filme) – probe foarte subțiri (câțiva μm);

Programul de temperatură

- Viteza de încălzire cuprinsă între 1 și 5 K / min;
- Domeniu de temperatură -160^{o}C … + 1600^{o}C.

Interpretarea rezultatelor



Curbe TMA a diferite transformări

Pentru uzul studenților

a: Topirea cu sau fără descompunere.

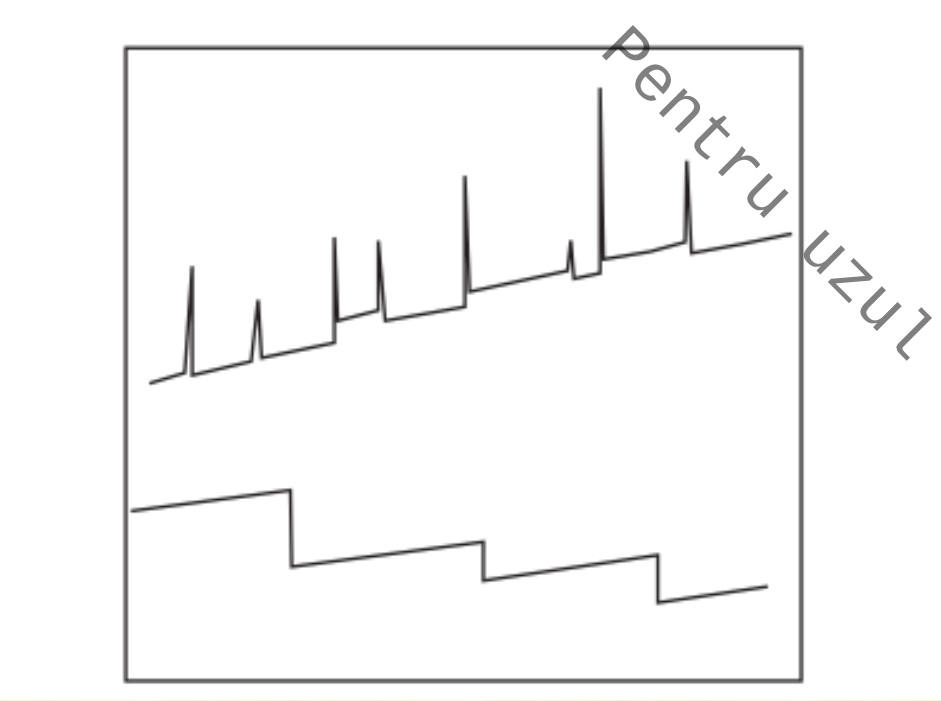
b1: Topirea polimerilor semicristalini

b2: PE-X reticulat nu se topește.

c: Cristalizarea la rece

d: Polimorfism: tranziție solid-solid.

Erori



Erori TMA

Curba de sus: deplasarea sondei pe suprafața epruvetei.

Curba de jos:

Artefact cauzat de alunecarea sondei în jos pe o probă tip pană

pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

TMA poate fi utilizată complementar cu analizorul DSC fiind o completare a acestuia. Pe lângă măsurarea coeficienților de dilatare, TMA este, de asemenea, o tehnica excelentă pentru determinarea tranzițiilor vitroase care nu pot fi măsurate în mod satisfăcător prin DSC. Modul de penetrare este ideal pentru caracterizarea tranzițiilor vitroase ale probelor dificile, cum ar fi filmele foarte subțiri.

Pentru uzul studenților

Analiză termomecanică

Cu încărcare constantă mărită:

- penetrare;
- teste de tranziție și comparare;
- test de încovoiere în 3 puncte;

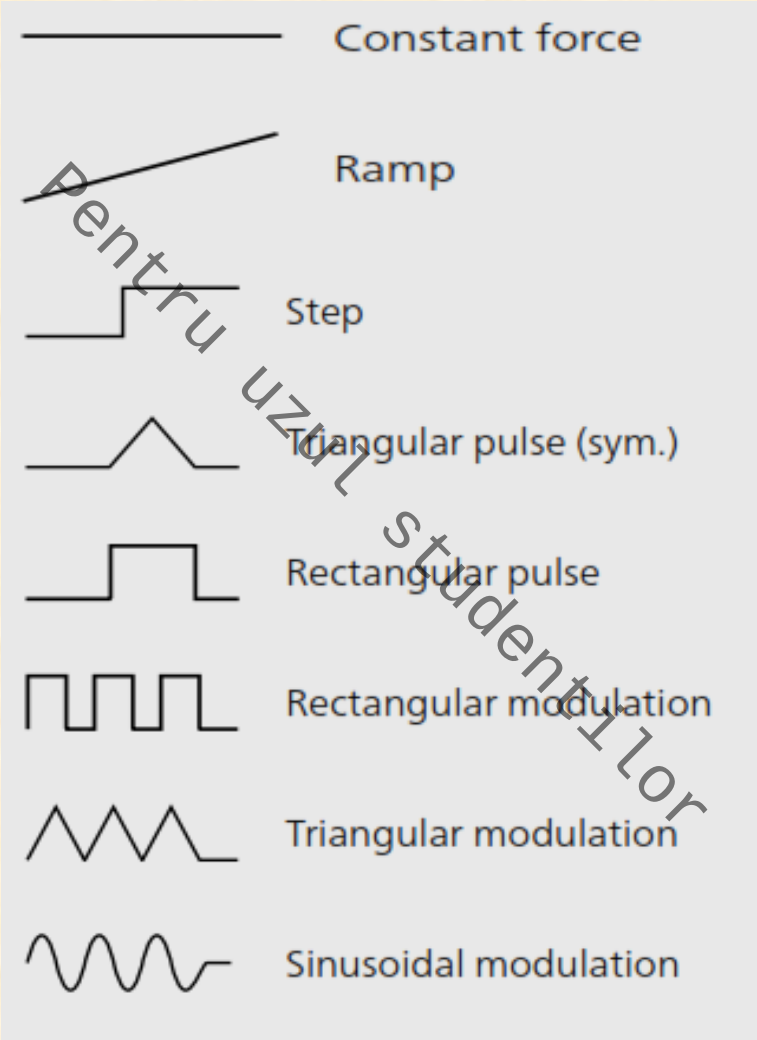
Cu încărcare dinamică:

- comportament vîsco-elastic.

Pentru uzul studentilor

Analiză termomecanică

Opțiuni de forță pentru determinare a proprietăților visco-elastice



pentru uzul studenților

Caracteristici/proprietăți ce pot fi determinate cu TMA

- evaluare dilatare termica liniară;
- modificare de volum;
- transformare de fază;
- evaluarea procesului de sinterizare;
- determinarea punctului de înmuiere;
- puncte de transformare;
- comportament de umflare
- comportare vâscoelastică
- tranziție vitroasă
- topire și cristalizare
- efectele termice ale produselor farmaceutice și alimentare.

Pentru uzul studenților

Materiale analizate prin TMA

- materiale compozite;
- metale;
- filme și fibre;
- ceramice;
- sticla;
- materiale plastice și elastomeri;
- vopsele și coloranți;
- adezivi.

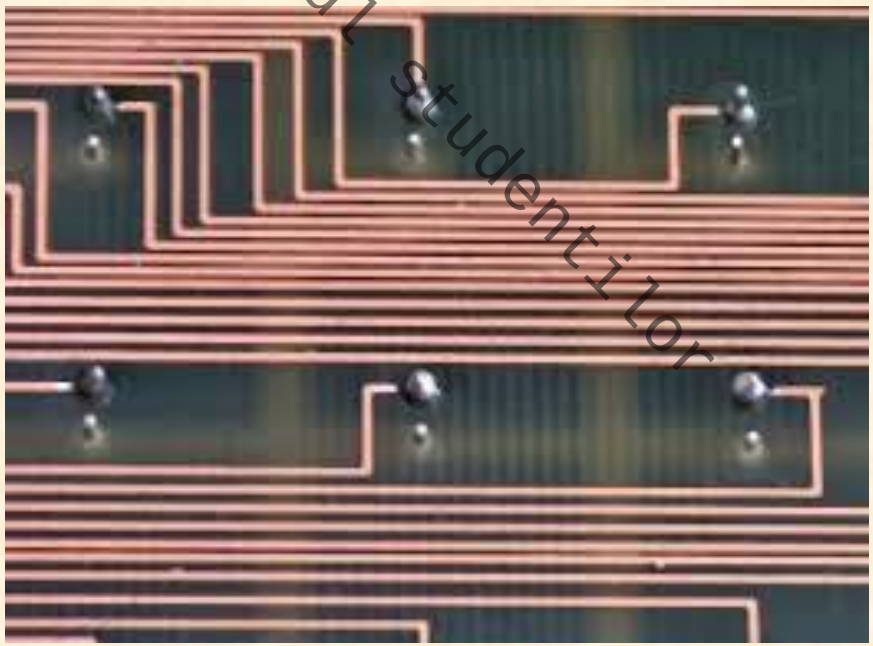


Pentru uzul studentilor

Analiză termomecanică

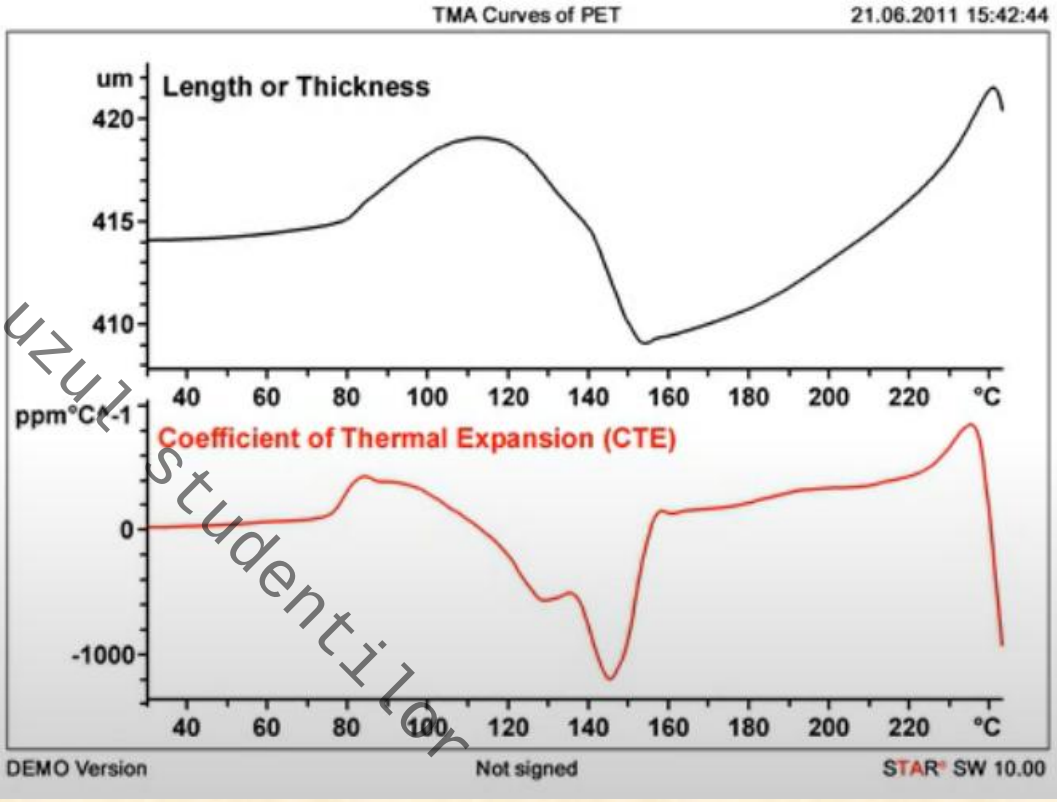
Deoarece multe materiale sunt utilizate în contact cu materiale diferite, viteza și valoarea coeficienților de dilatate trebuie să fie cunoscute. Acest lucru este necesar pentru a ajuta la proiectarea corectă a produselor și evitarea defectării produsului final.

Pentru uzul studenților



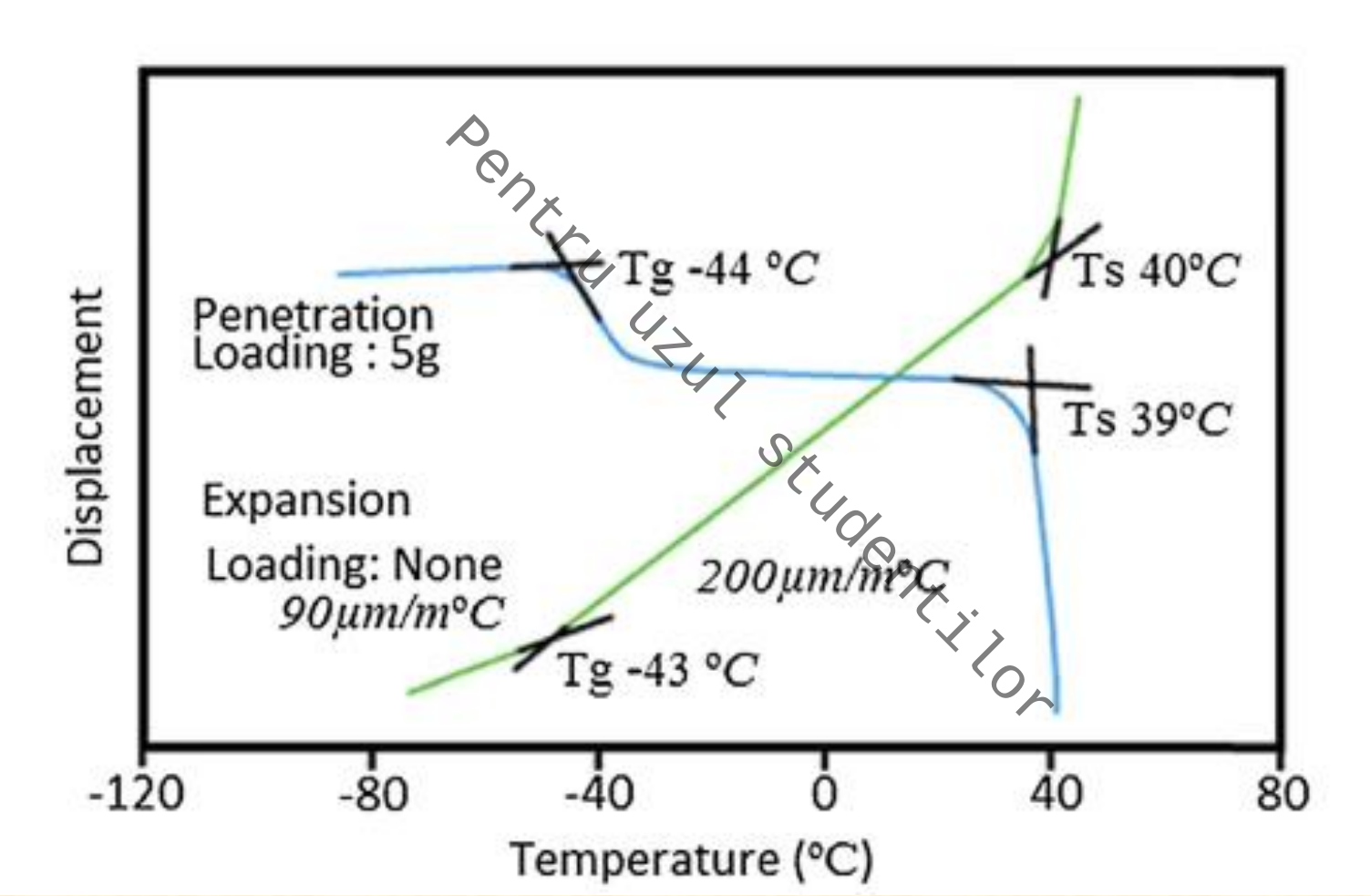
Aplicații ale TMA





Pentru uzul studentilor

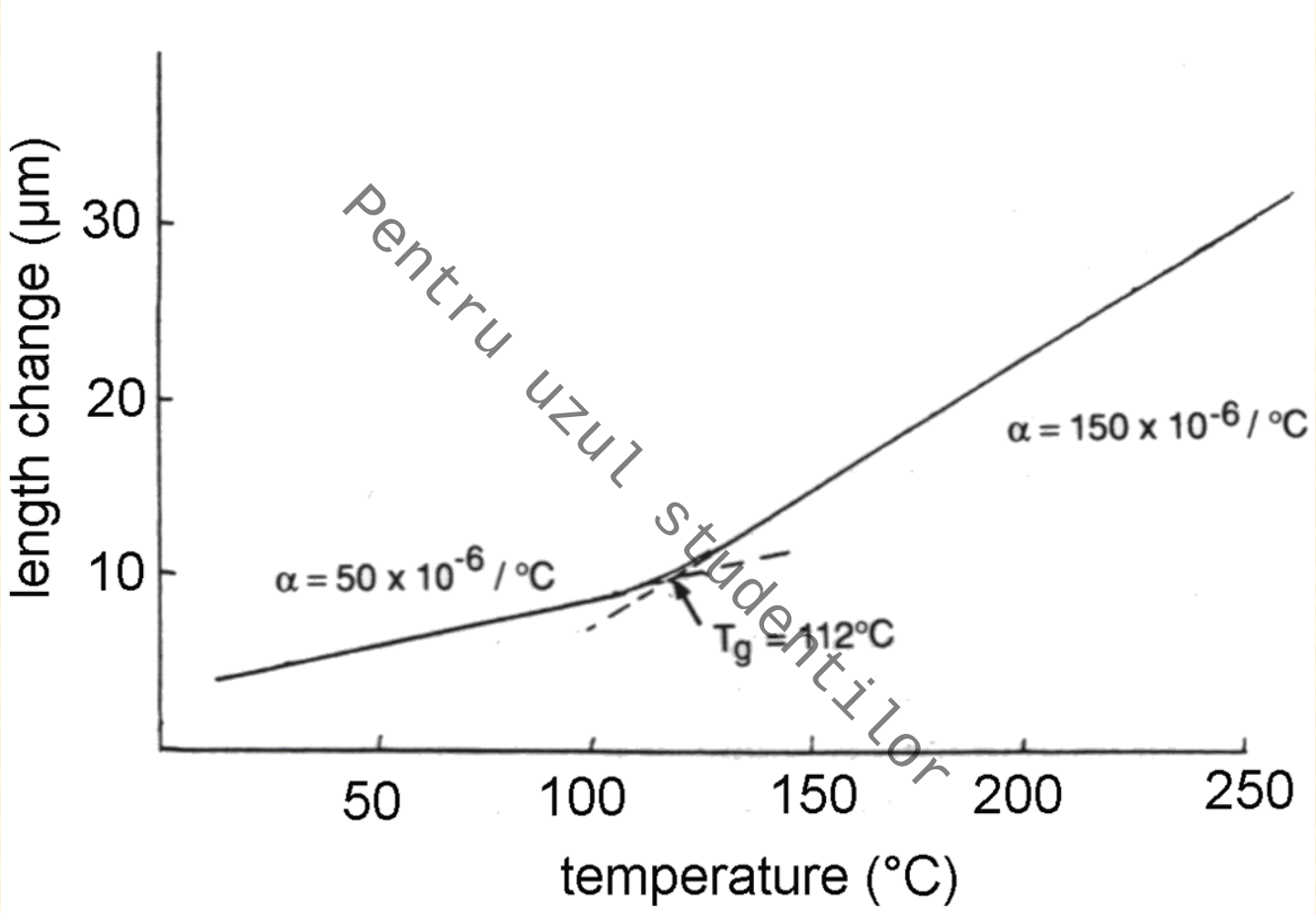
Măsurarea temperaturii de tranziție vitroasă și temperatura de înmuiere



Pentru uzul studenților

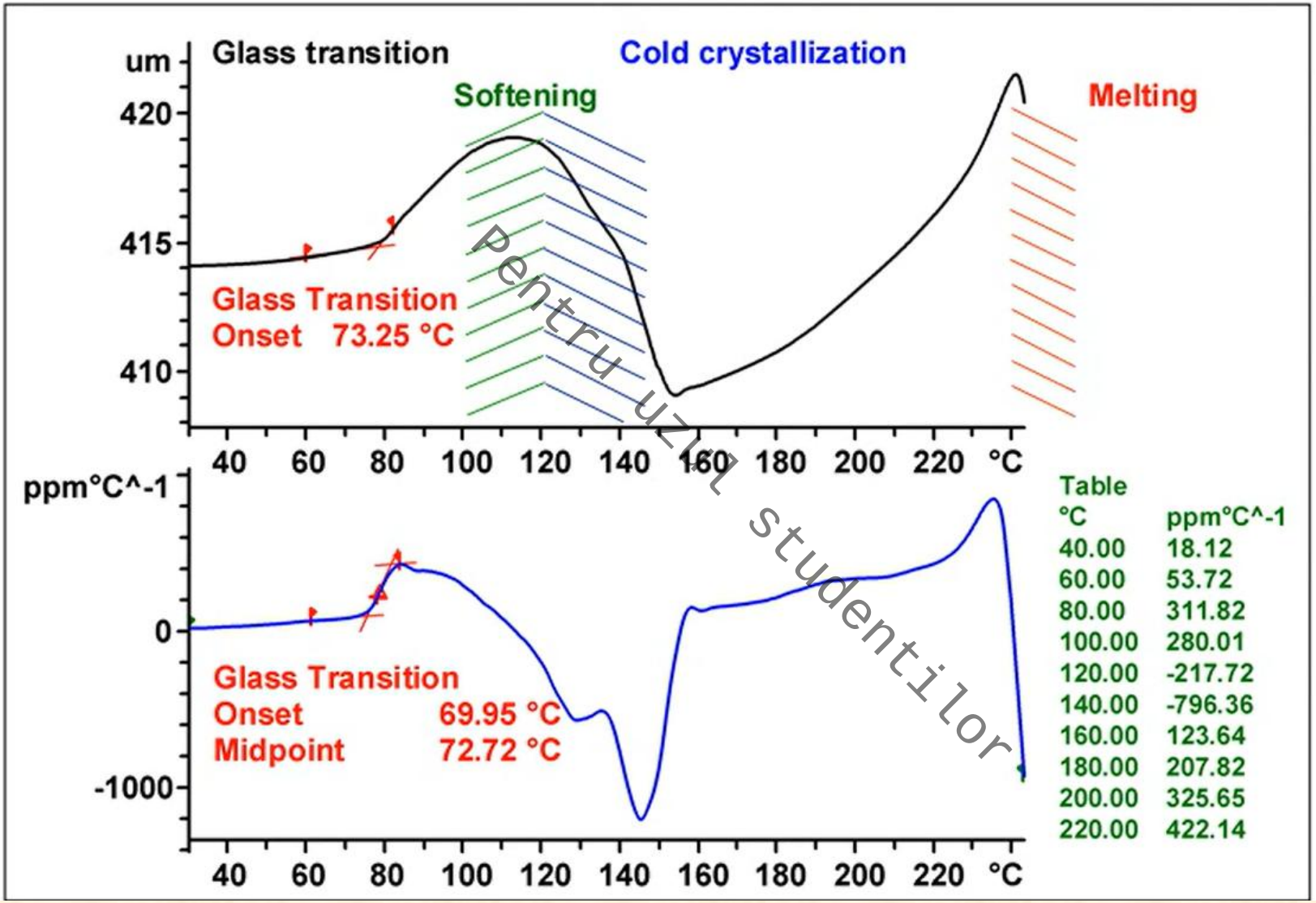
Temperatura de tranziție vitroasă și temperatura de înmuiere pentru un polimer

Analiză termomecanică



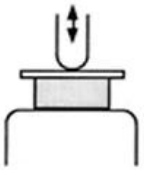
Pentru uzul studenților

Termograma TMA ce prezintă temperatura de tranziție vitroasă într-un circuit imprimat



pentru uzul studentilor

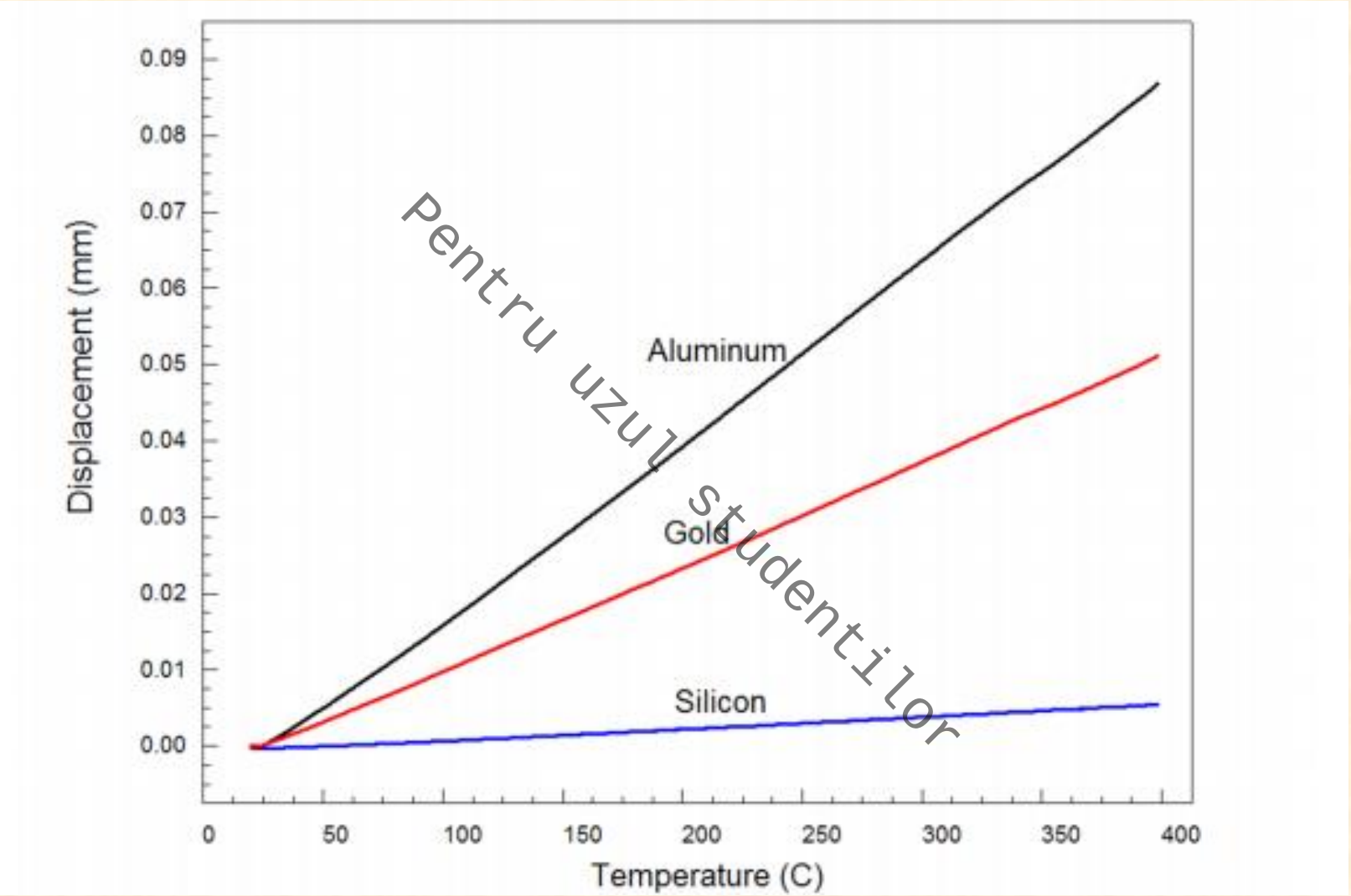
Dilatometrie



Analiza TMA PET (mod dilatometrie)

Analiză termomecanică

Măsurarea coeficientului termic de dilatare

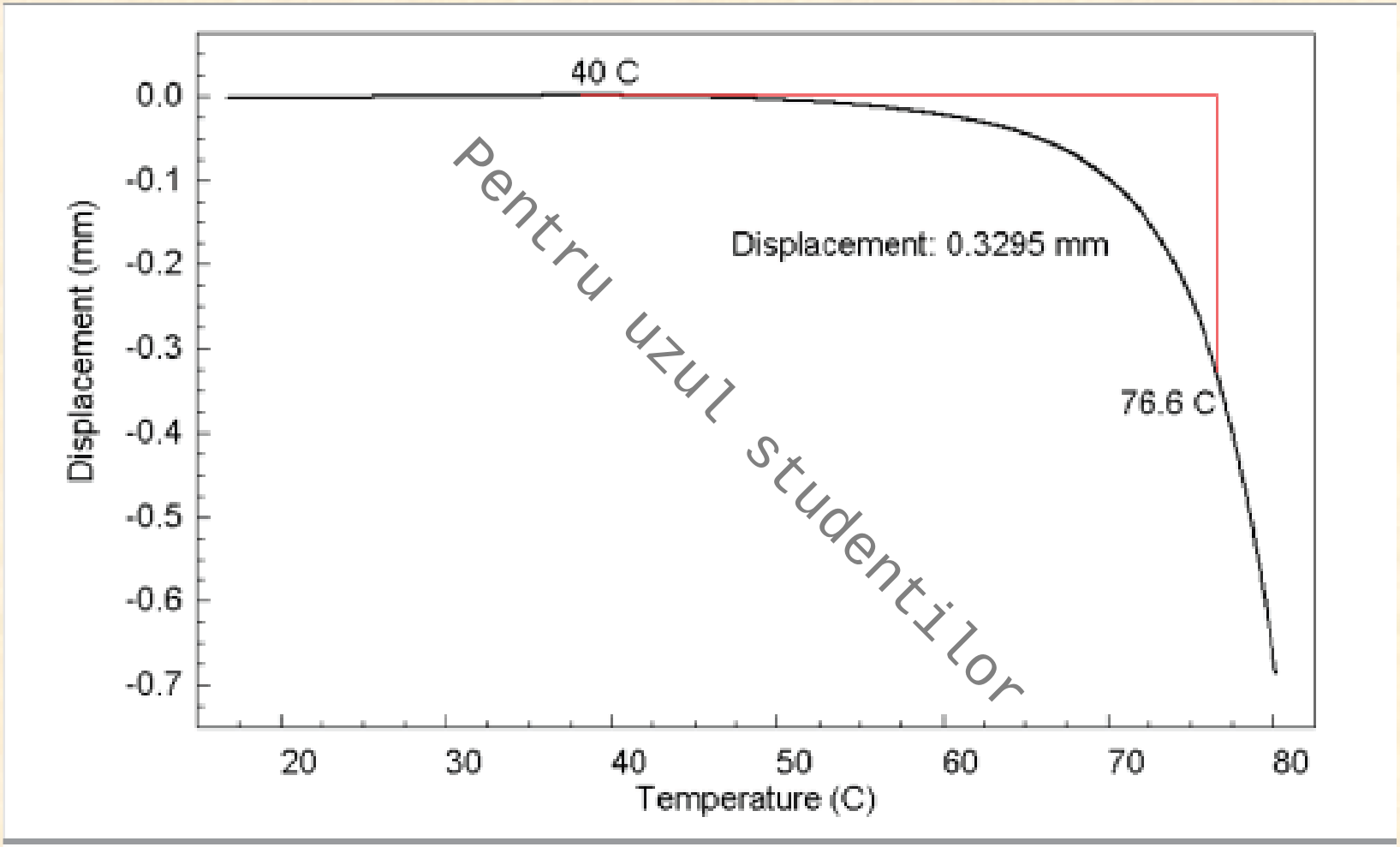


Dilatarea elementelor pure aluminiu, aur și siliciu

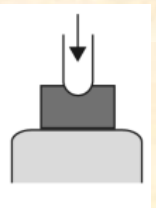
Bruce Cassel Kevin Menard PerkinElmer, Inc. Shelton, CT Thermal Analysis, Coefficient of Thermal Expansion Measurement using the TMA 4000

Analiză termomecanică

Adâncimea de pătrundere

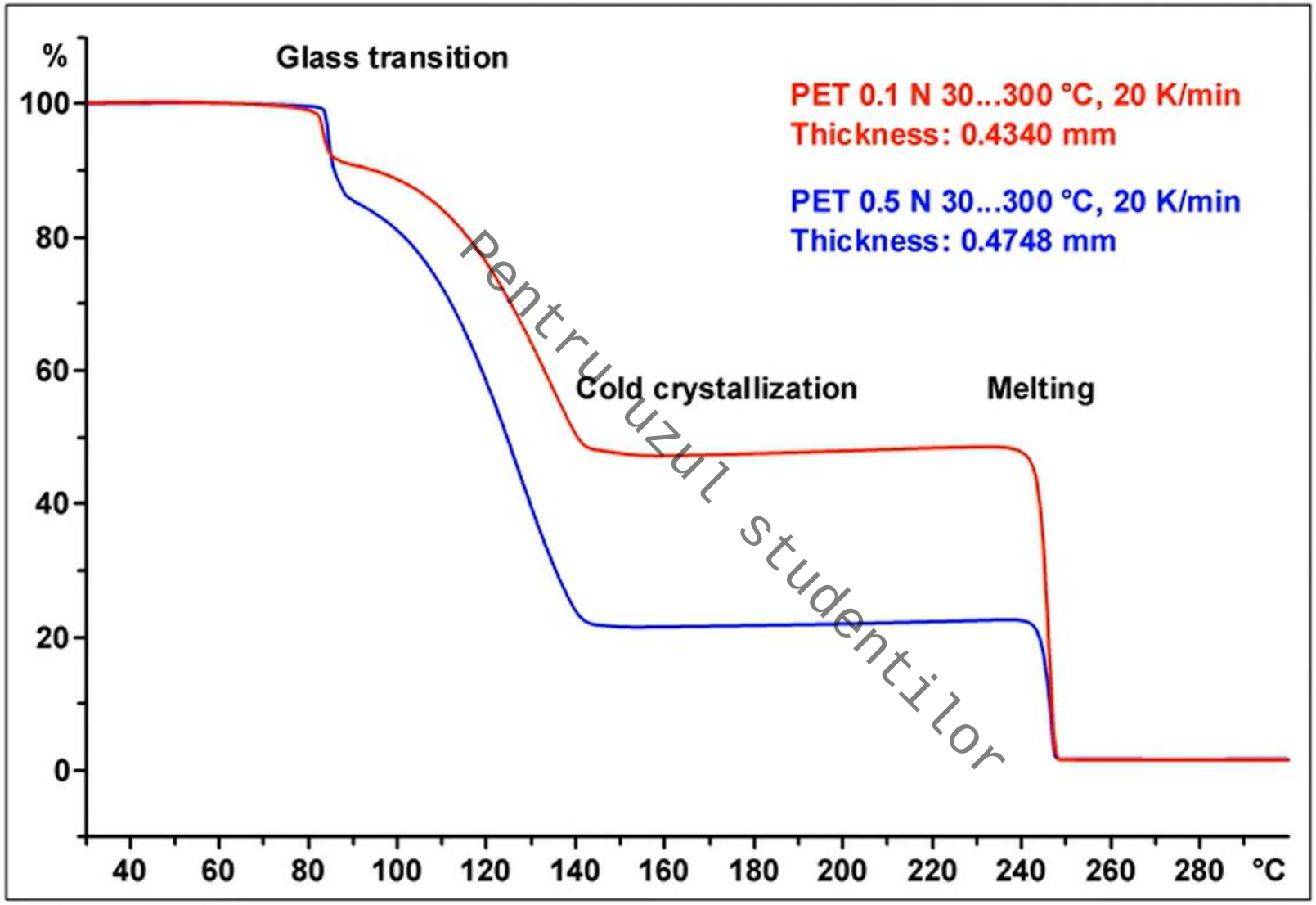


Pentru uzul studentilor



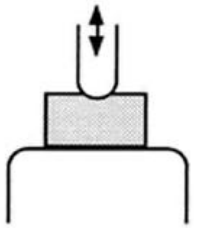
Termograma TMA ce prezintă temperatura de înmuire pentru un material PVC

Thermal analysis, Bruce Cassel, Kevin Menard PerkinElmer, Inc. Shelton, CT USA

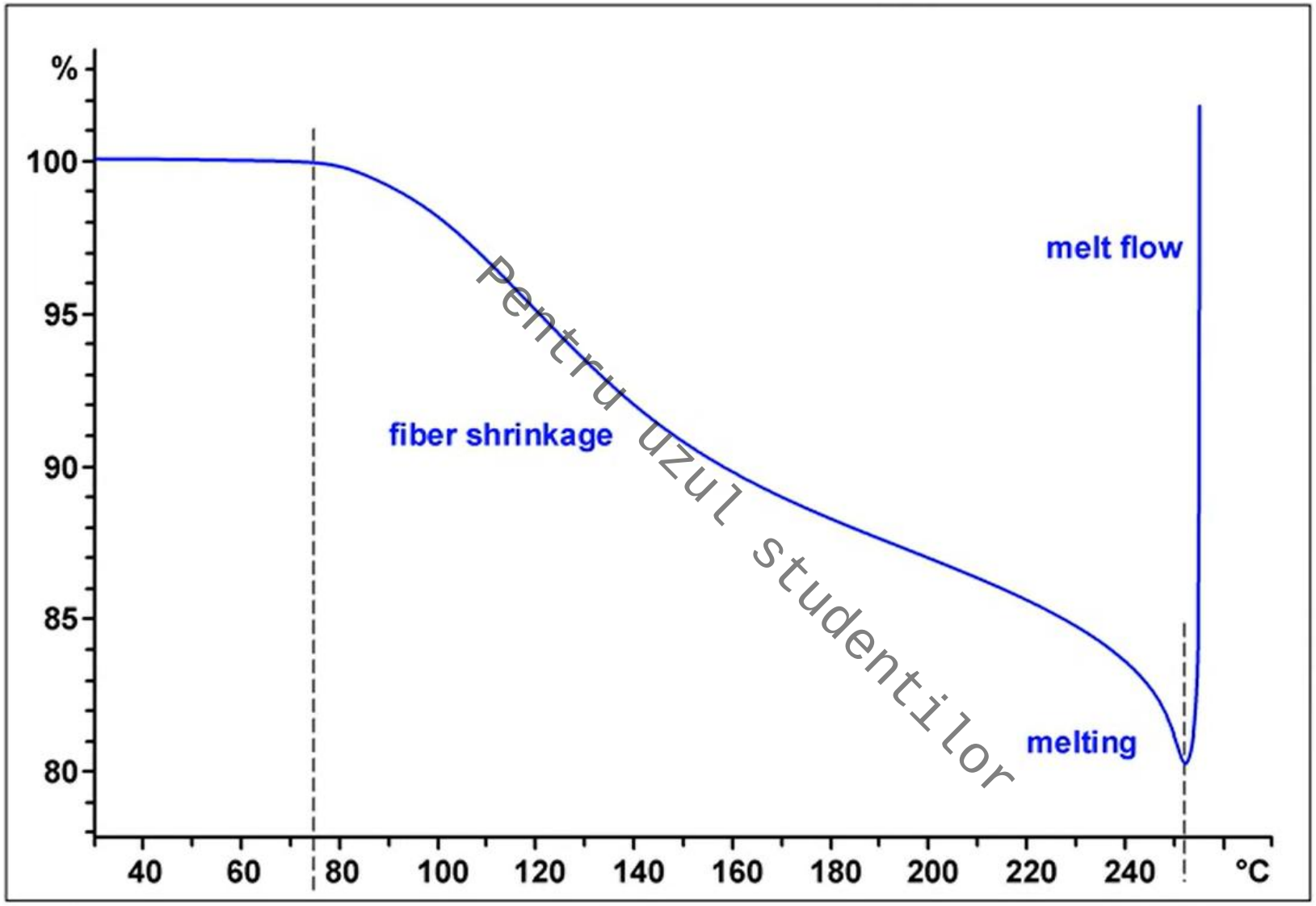


pentru uzul studentilor

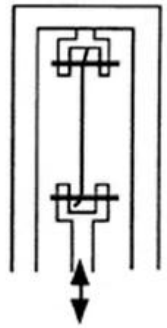
Penetrare



Analiza TMA PET (mod penetrare)

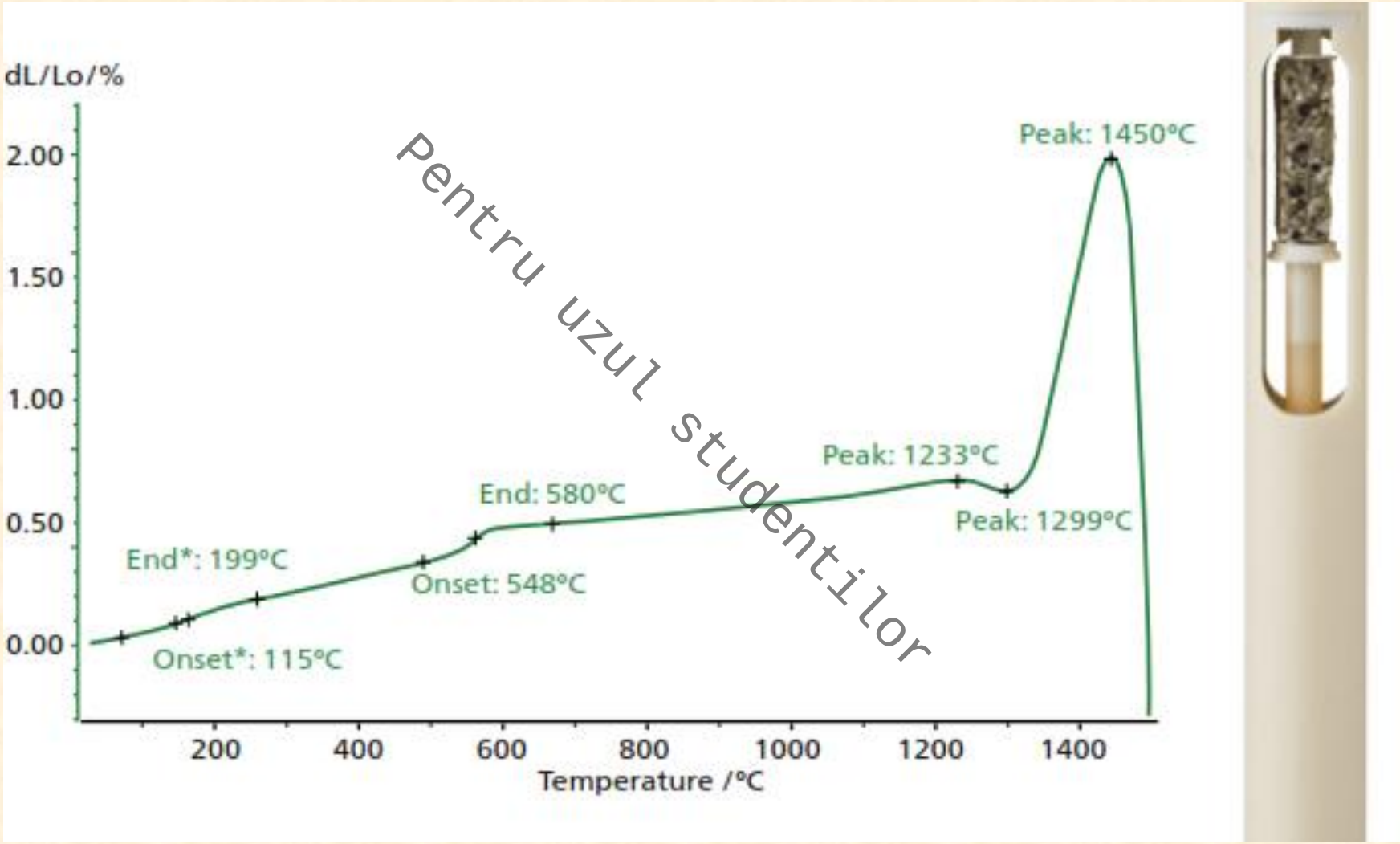


Tragere



Analiza TMA fire PET (mod tragere)

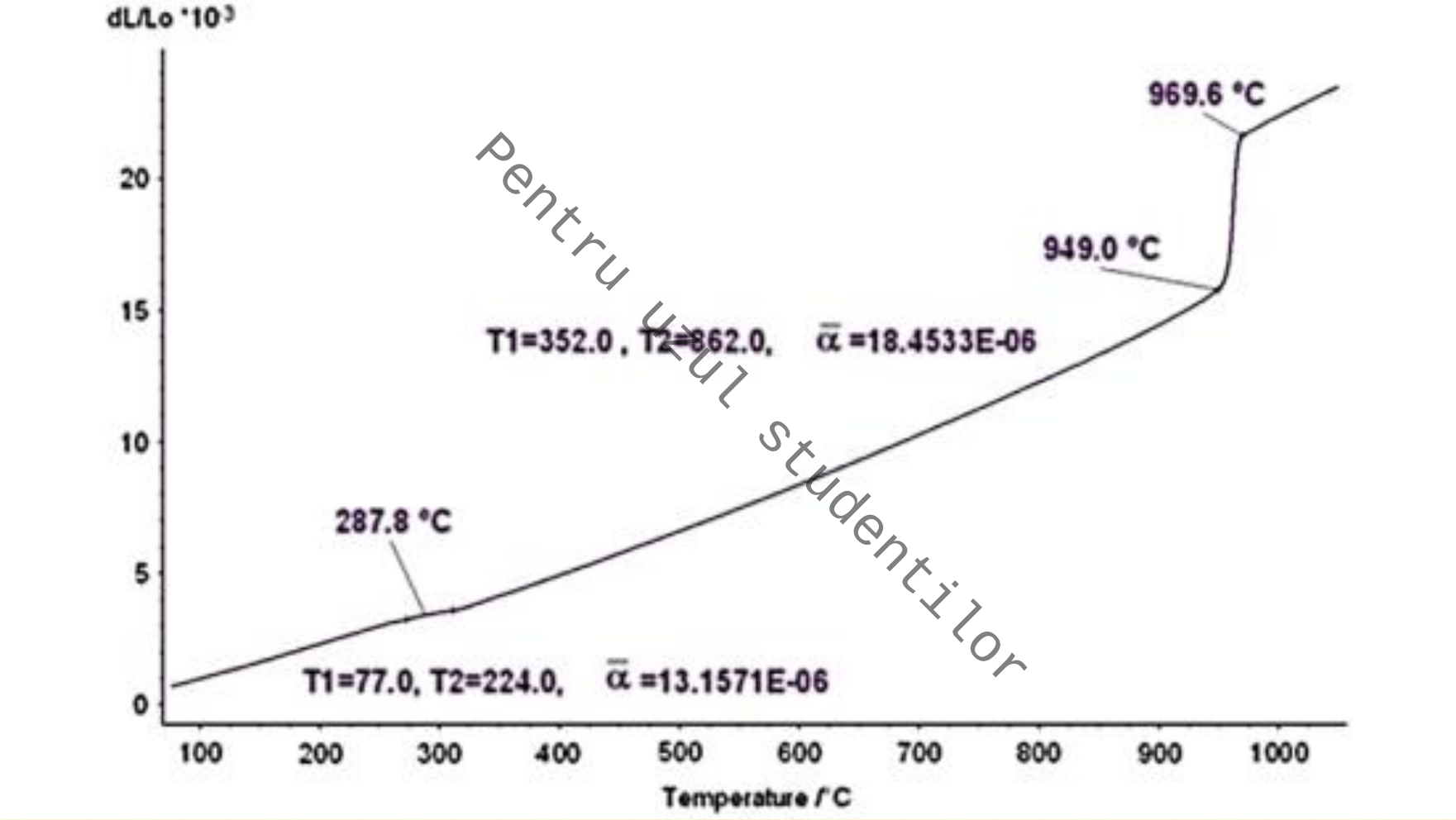
Măsurarea coeficientului de dilatare termică



Pentru uzul studentilor

Comportamentul termic al unui tipic material refractar

Temperaturi de transformare de fază

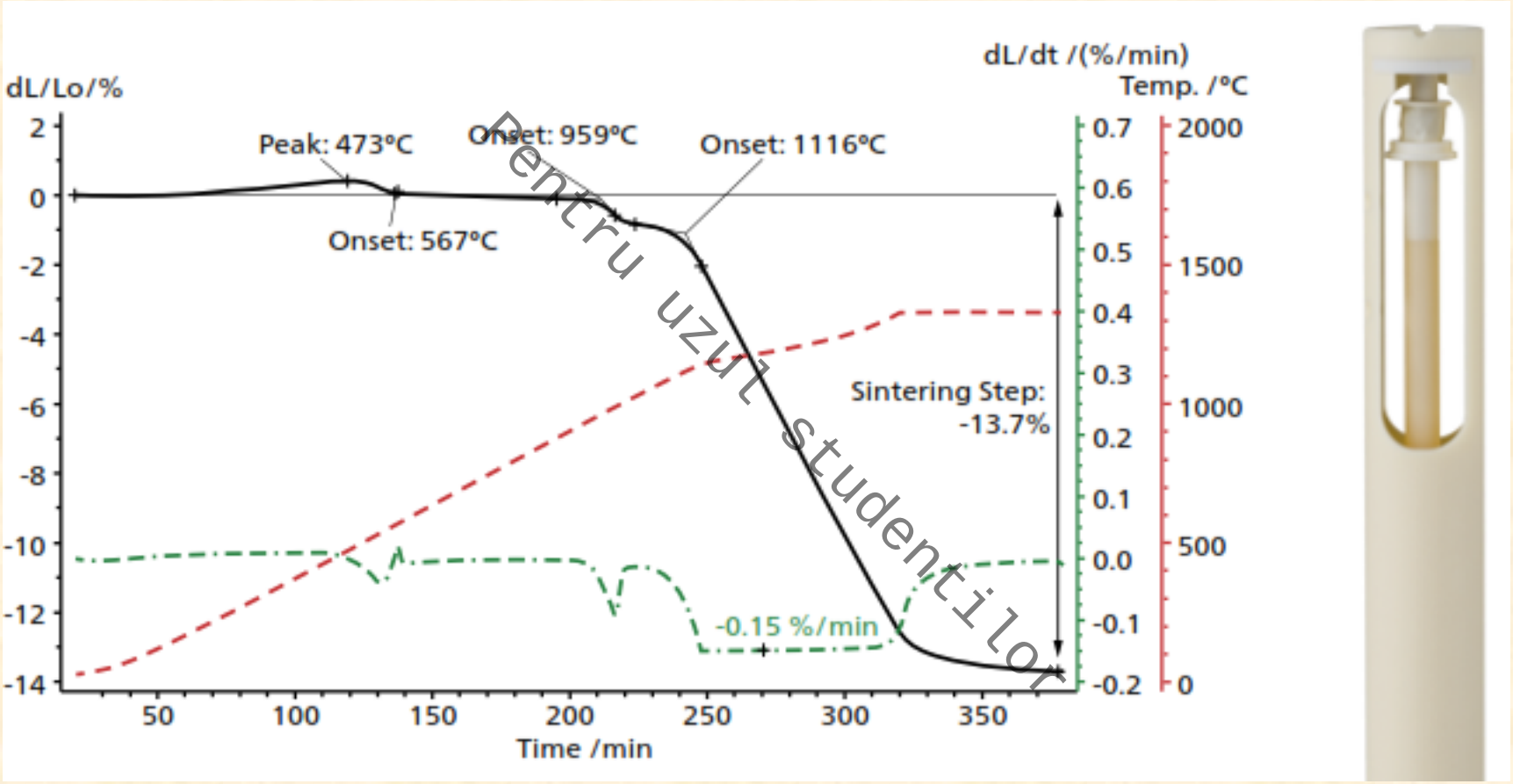


Pentru uzul studentilor

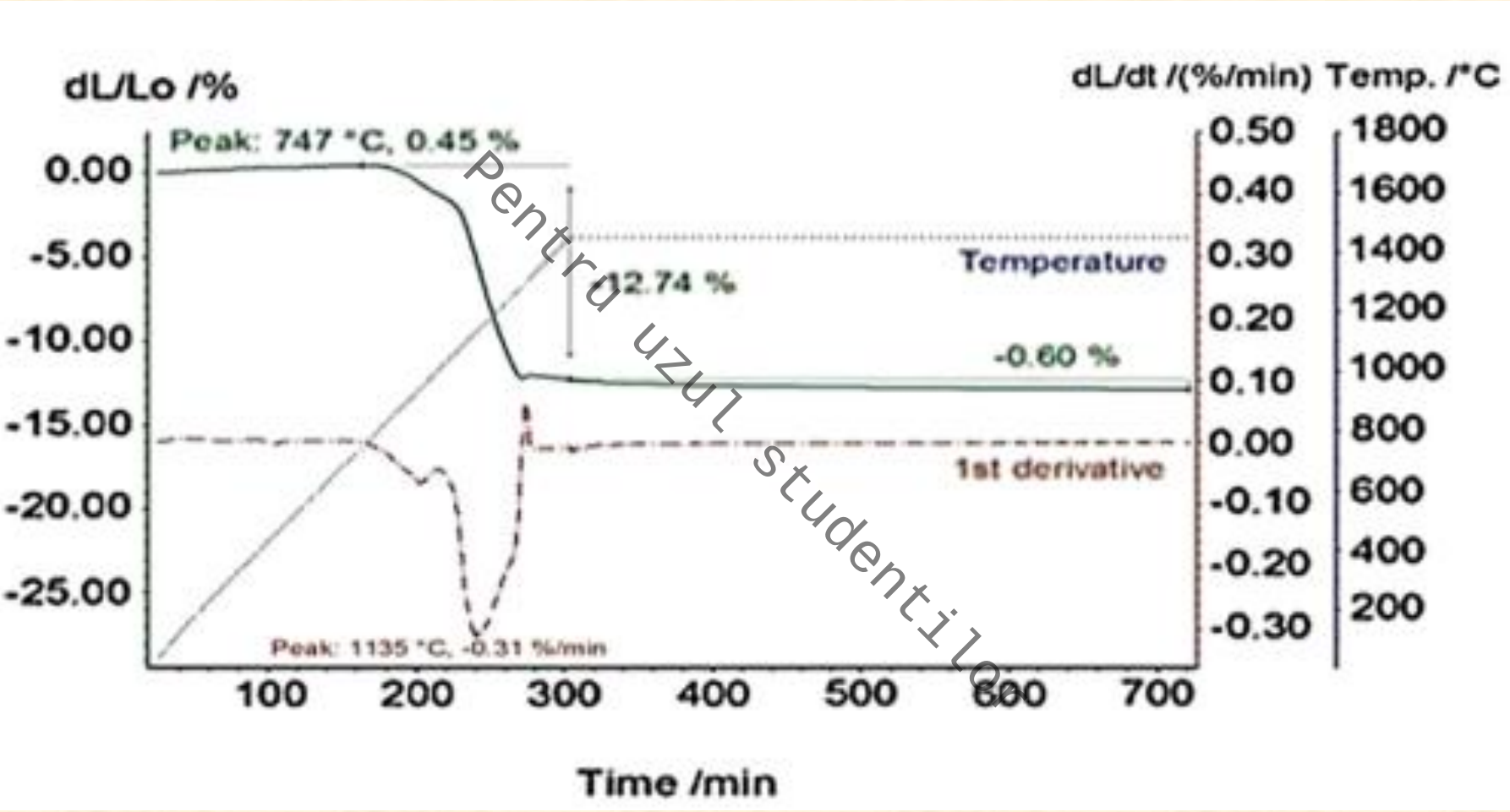
Curbă TMA înregistrată în timpul analizei unui aliaj Ni-Sn

Analiză termomecanică

Sinterizare



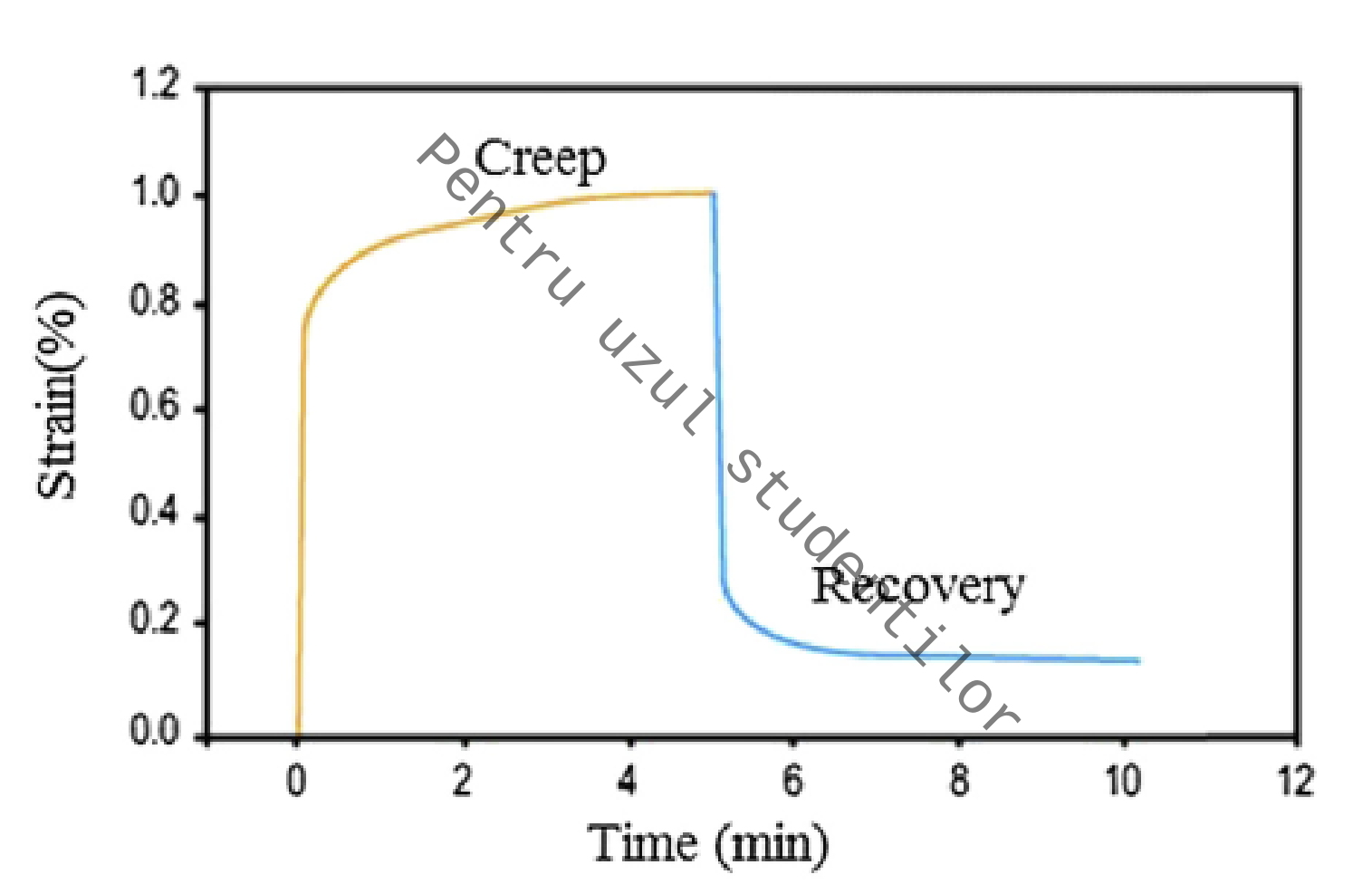
Analiză termomecanică



pentru uzul studentilor

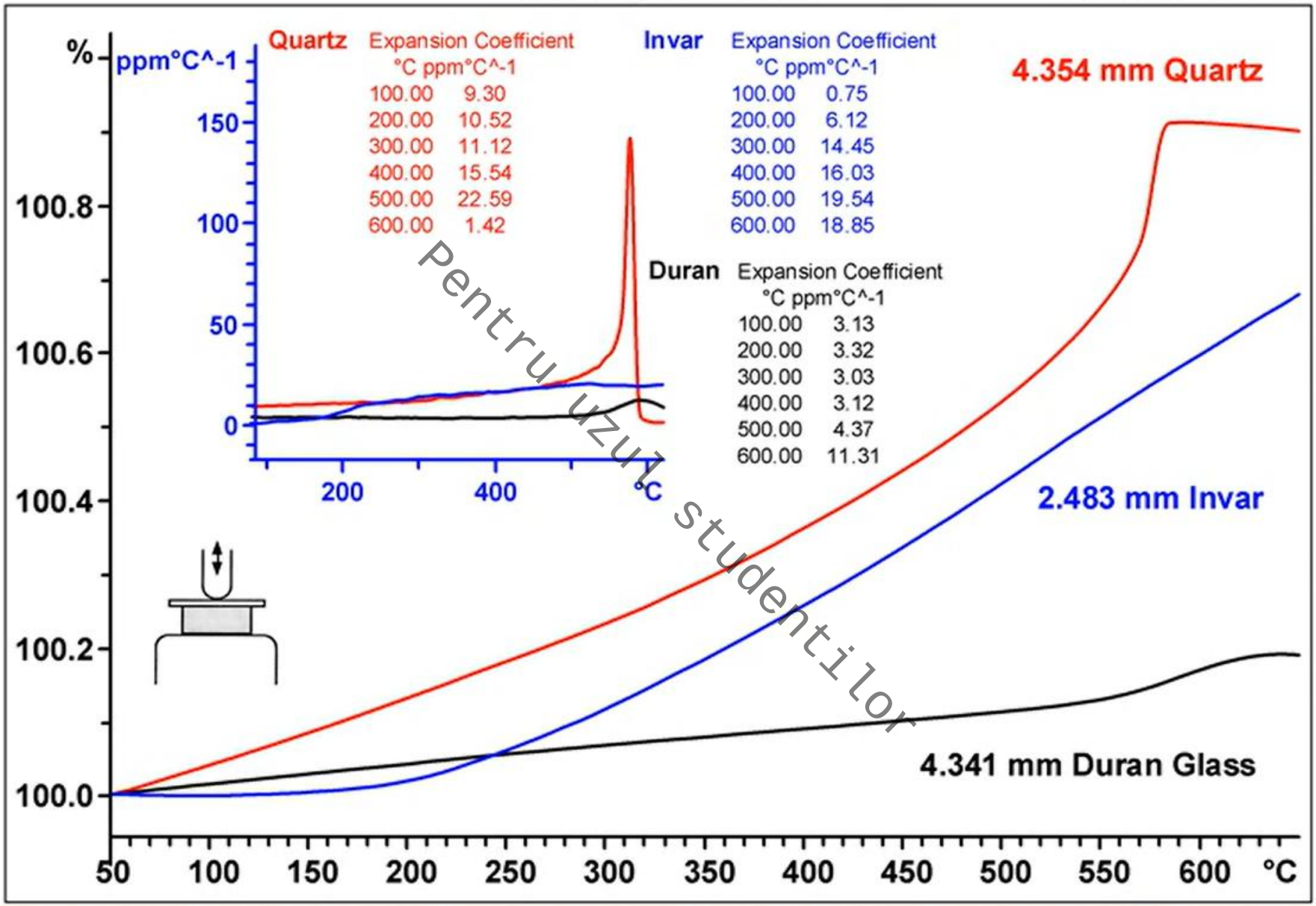
Termograma TMA ce ilustrează sinterizarea TiAl

Testele de fluaj

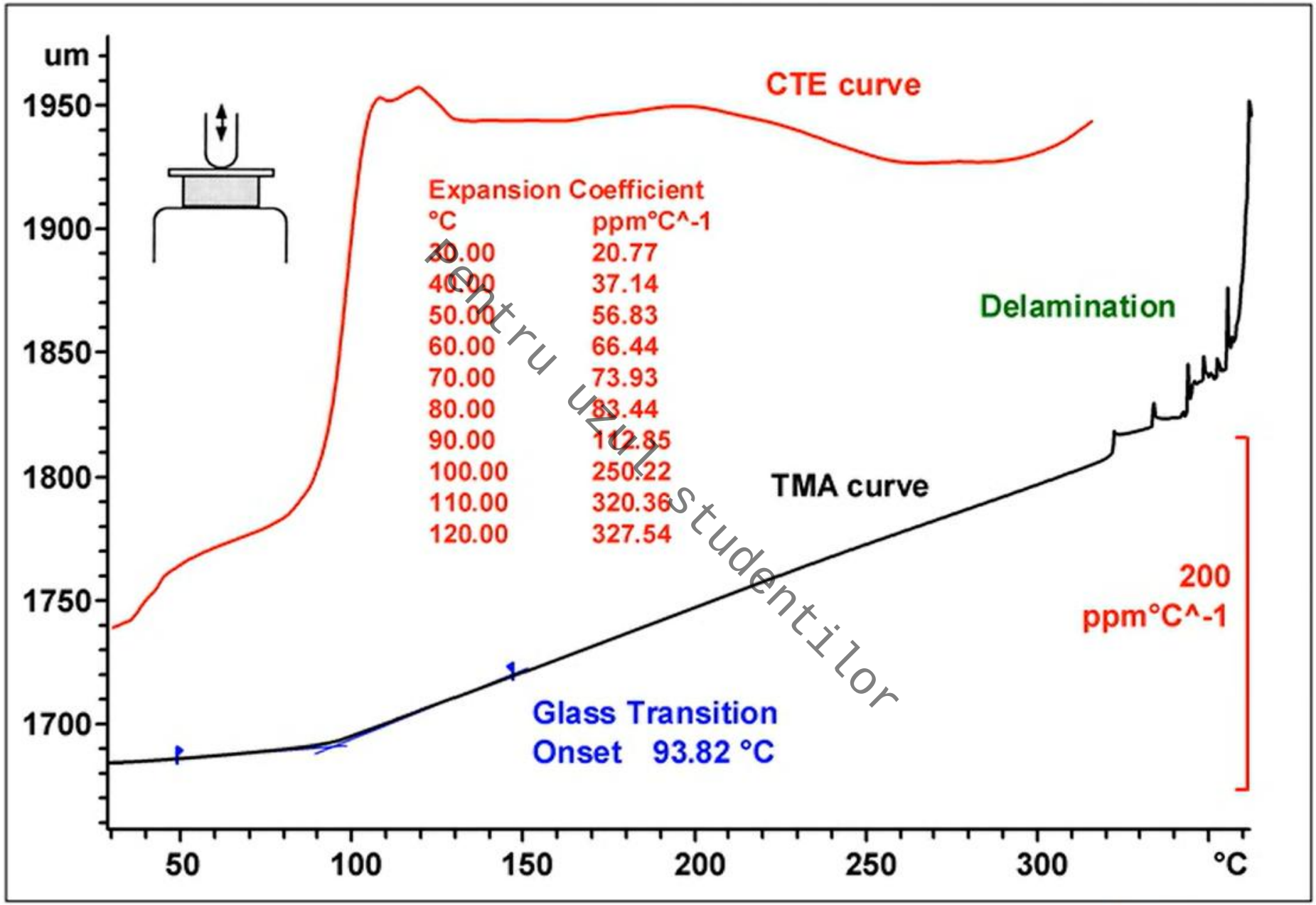


Pentru uzul studenților

Termograma TMA ce ilustrează comportarea la fluaj a PE



pentru uzul studentilor



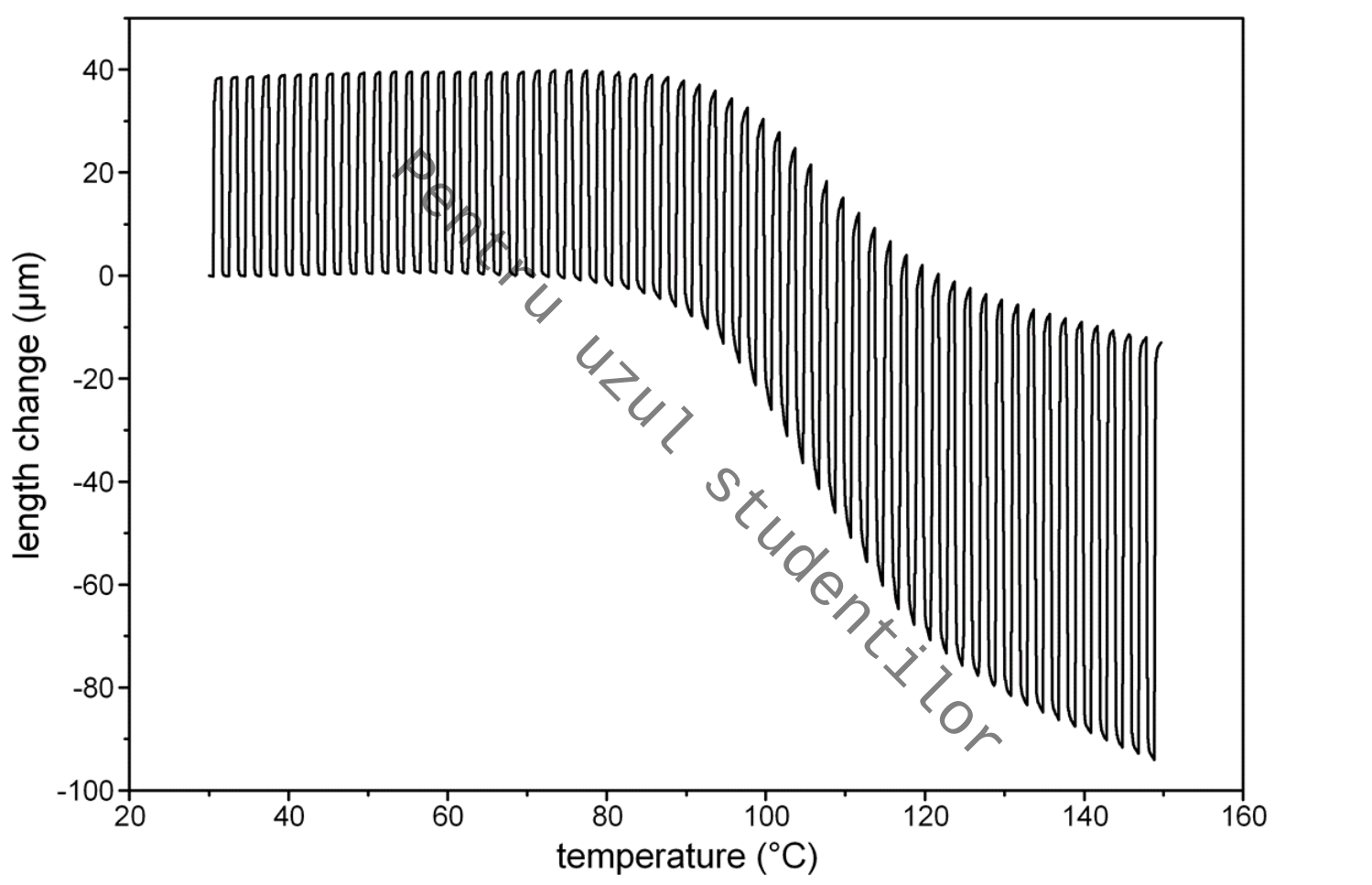
pentru uzul studentilor

Analiza termo-mecanică dinamică (DTMA)

Pentru uzul studentilor

La jumătatea drumului dintre analiză termomecanică convențională și analiză mecanică dinamică (DMA) este tehnica mecanică în regim dinamic (sau sarcină) DTMA.

Analiză termomecanică



Termograma TDMA pentru o rășină epoxidică armată cu fibre de carbon

Analiză termomecanică

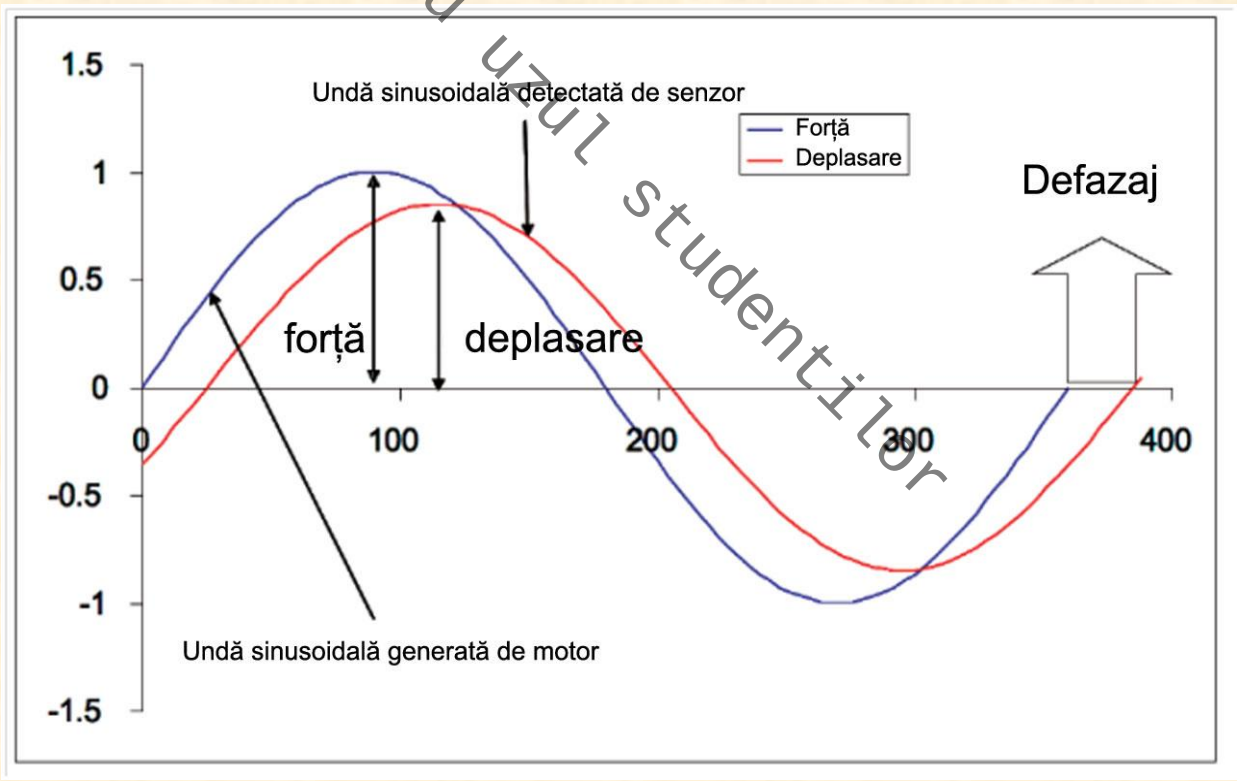
Pentru uzul studenților

https://www.youtube.com/watch?v=PLq0k1Xxm-Q

https://www.mt.com/at/de/home/library/videos/lab-analytical-instruments/tma-online-training-course-video-31.html

Analiza mecano-dinamică

pentru uzul studenților



Analiza mecano-dinamică

- Analiza mecano-dinamică (DMA) oferă informații despre proprietățile mecanice ale materialelor viscoelastice în funcție de timp, temperatură și frecvență.
- Analiza (DMA) este o tehnică utilizată pe scară largă pentru a caracteriza proprietățile materialelor în funcție de temperatură, timp, frecvență, tensiune aplicată, atmosferă de lucru sau o combinație a acestor factori.

Pentru uzul studenților

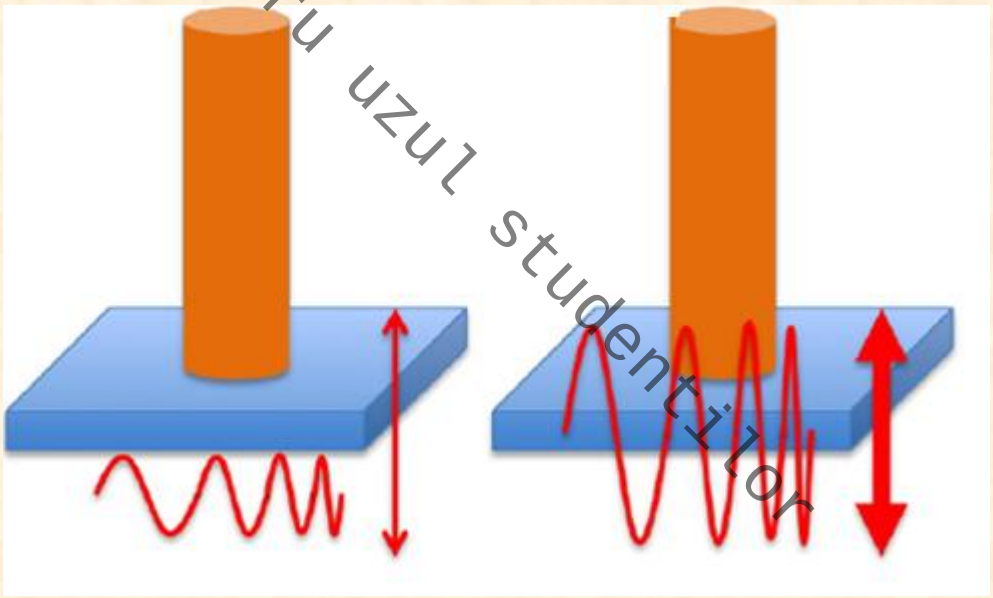
Analiza TMA → forță statică constantă unui material → modificarea dimenională a materialului pe măsură ce variază temperatura sau timpul.

Analiza DMA → aplică o forță oscilatorie la o frecvență stabilită unui material și identifică modificări ale rigidității și capacității de amortizare.

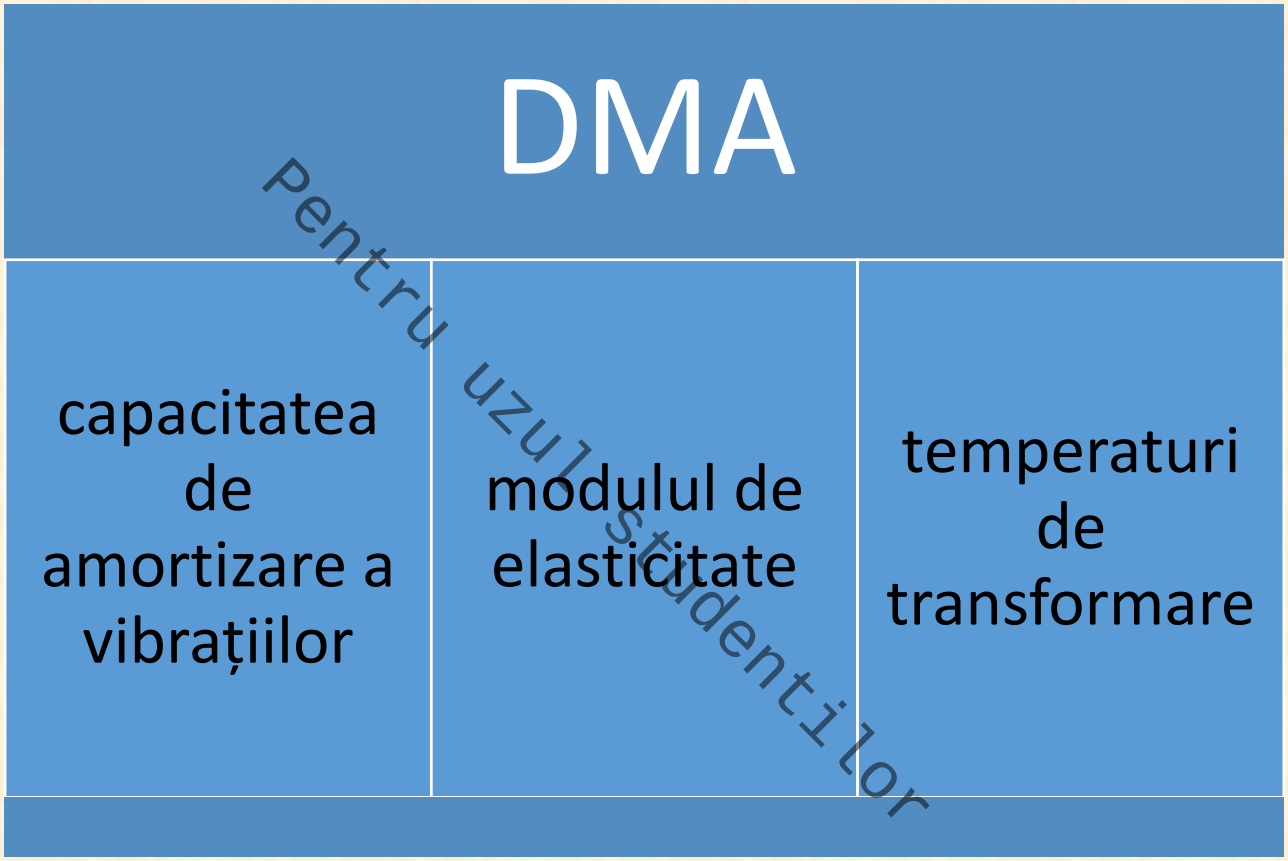
Pentru uzul studenților

- Proba este supusă unei solicitări mecanice periodice (sinusoidale).

Pentru uzul studenților

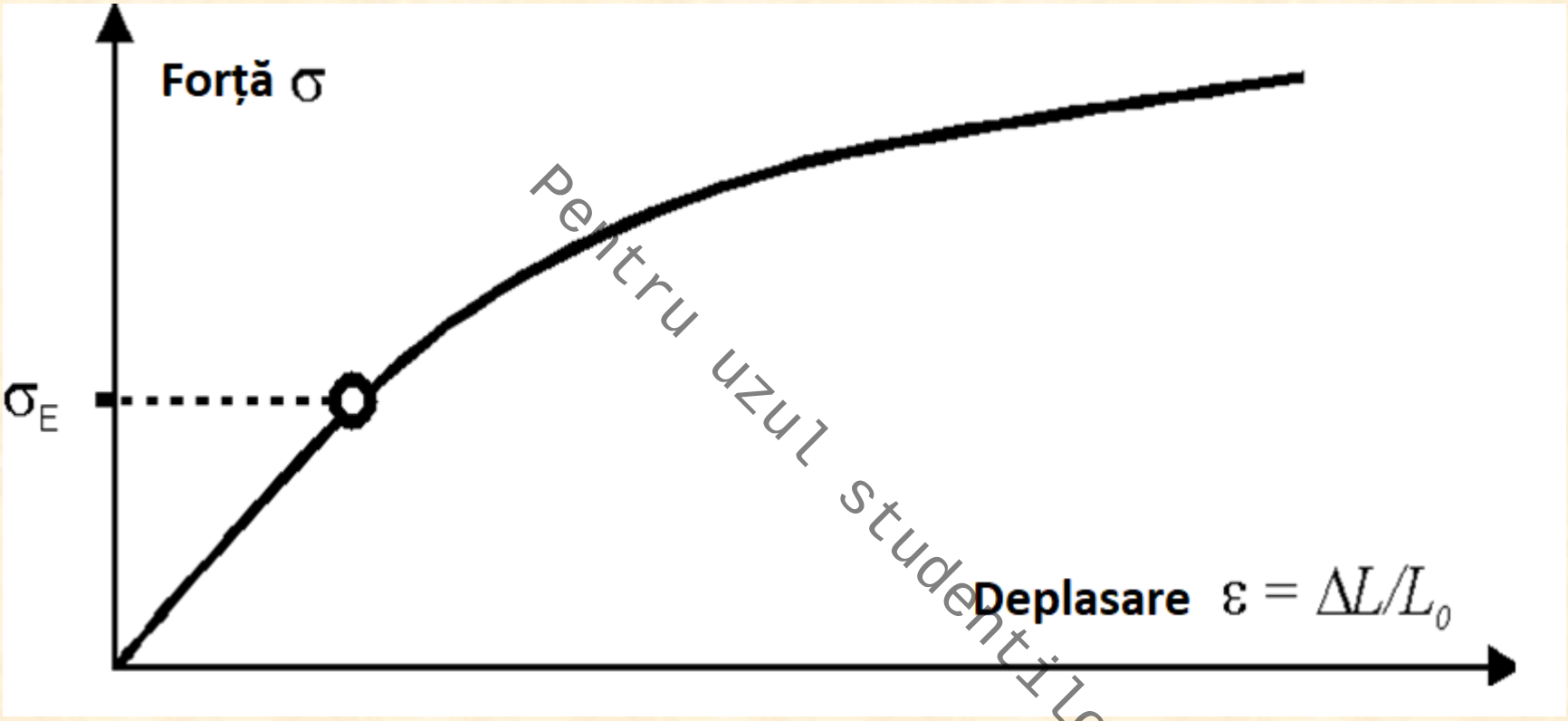


Ultrasonic slow dynamics to probe concrete aging and damage, E. Larose *and* N. Tremblay, AIP Conference Proceedings **1511**, 1317 (2013); https://doi.org/10.1063/1.4789195



Pentru uzul studenților

Rezultatul analizei DMA → modulul complex al probei.



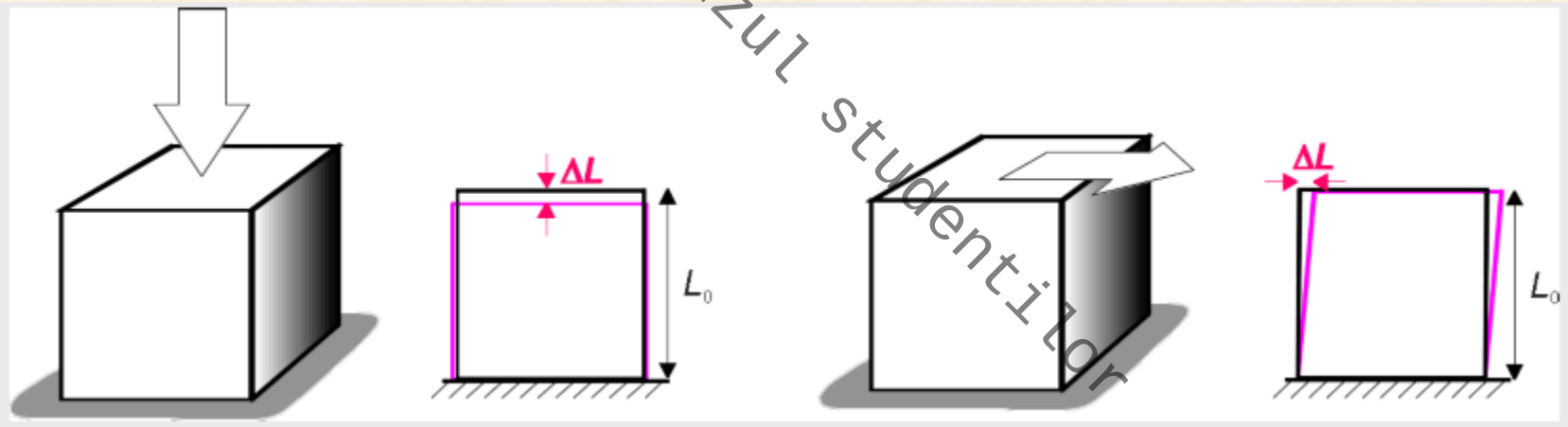
pentru uzul studenților

Diagramă tensiune-deformație pentru un material solid.
σ_E reprezintă limita elastică

Modulul de elasticitate: $E=\frac{d\sigma}{d\epsilon}$

Modulele principale ale materialelor solide sunt modulul de rigiditate sau forfecare (G) și modul lui Young (E).

Pentru uzul studenților



compresiune

forfecare

Pentru uzul studentilor

Material	*E* at 25 °C /GPa
PVC	2.5
aluminum	70
steel	210
iridium	530

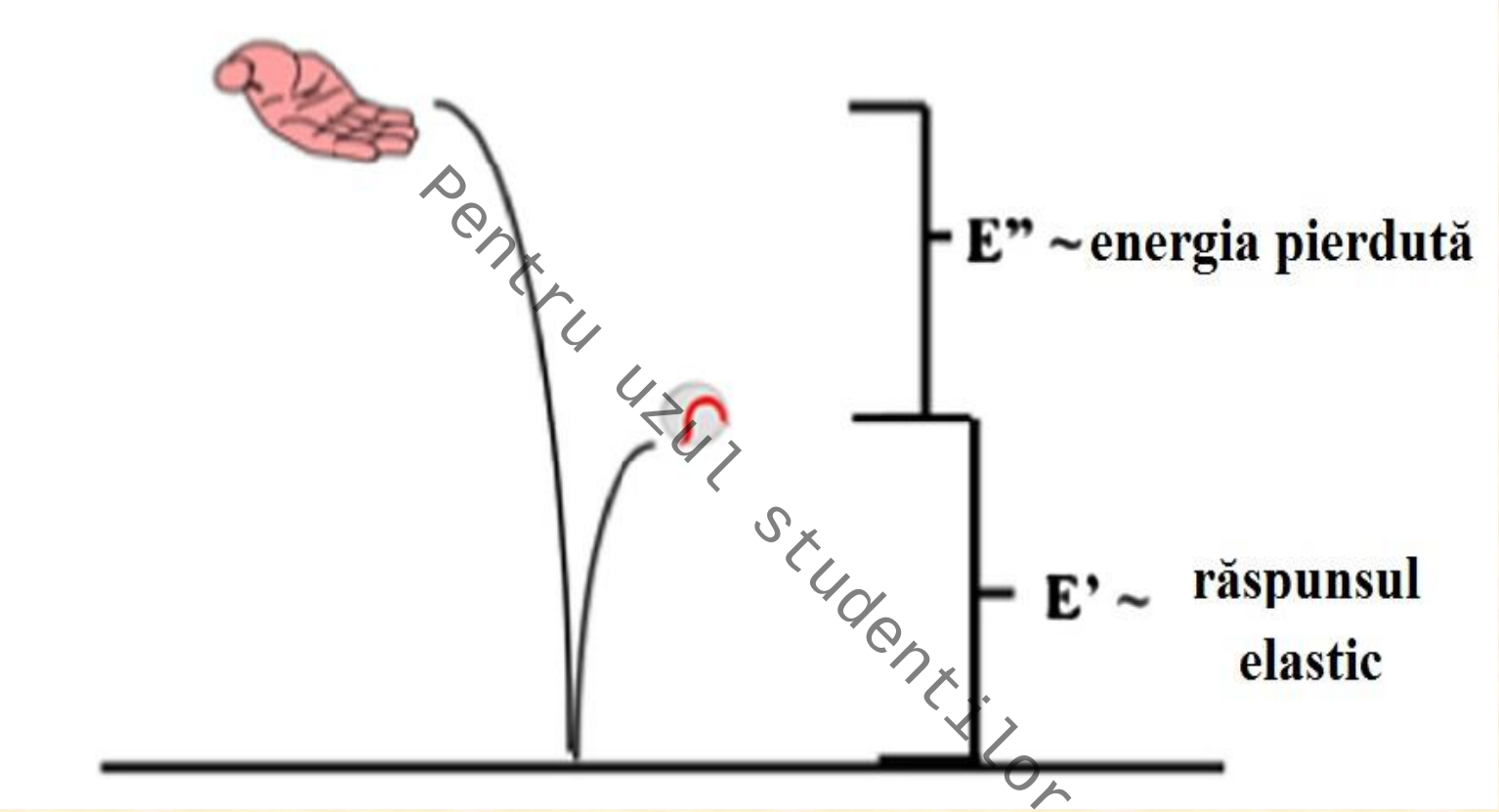
DMA permite determinarea:

- modulului de înmagazinare (E’)
- modulului pierdere (E’’).

Pentru uzul studentilor

E’ este adesea asociat cu "rigiditatea" unui material și determină cât de rigidă sau fragilă este o probă.

E’’ sau modulul de pierderi dinamice este un răspuns vâscos al materialului.

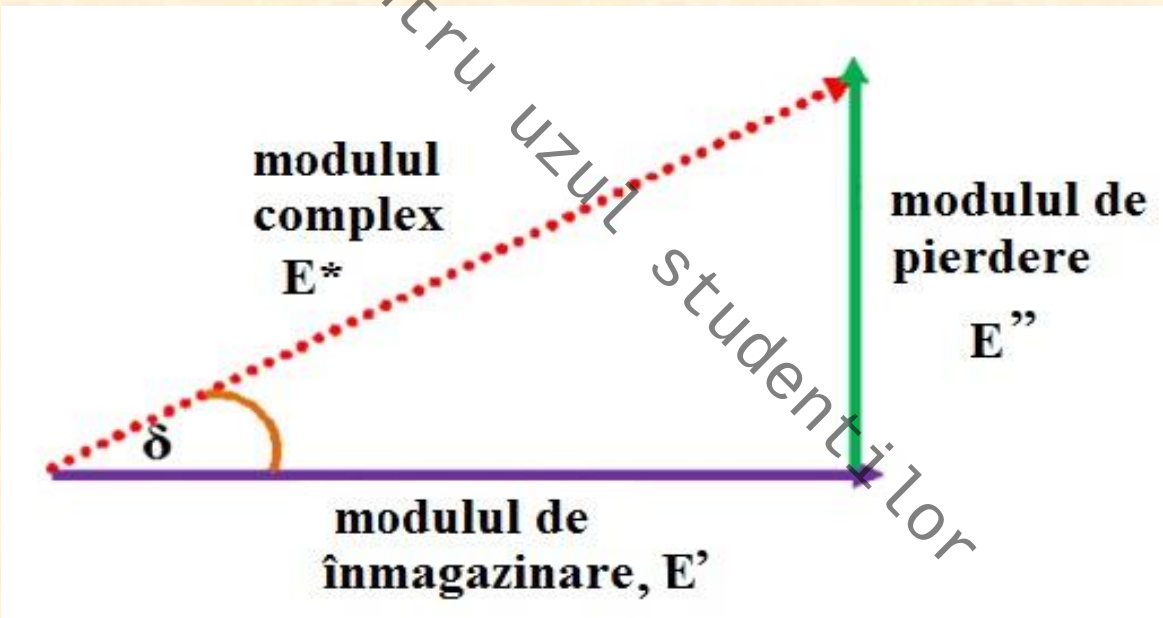


Ilustrarea modulului de pierdere și a celui de înmagazinare

[Saba N., 2016]

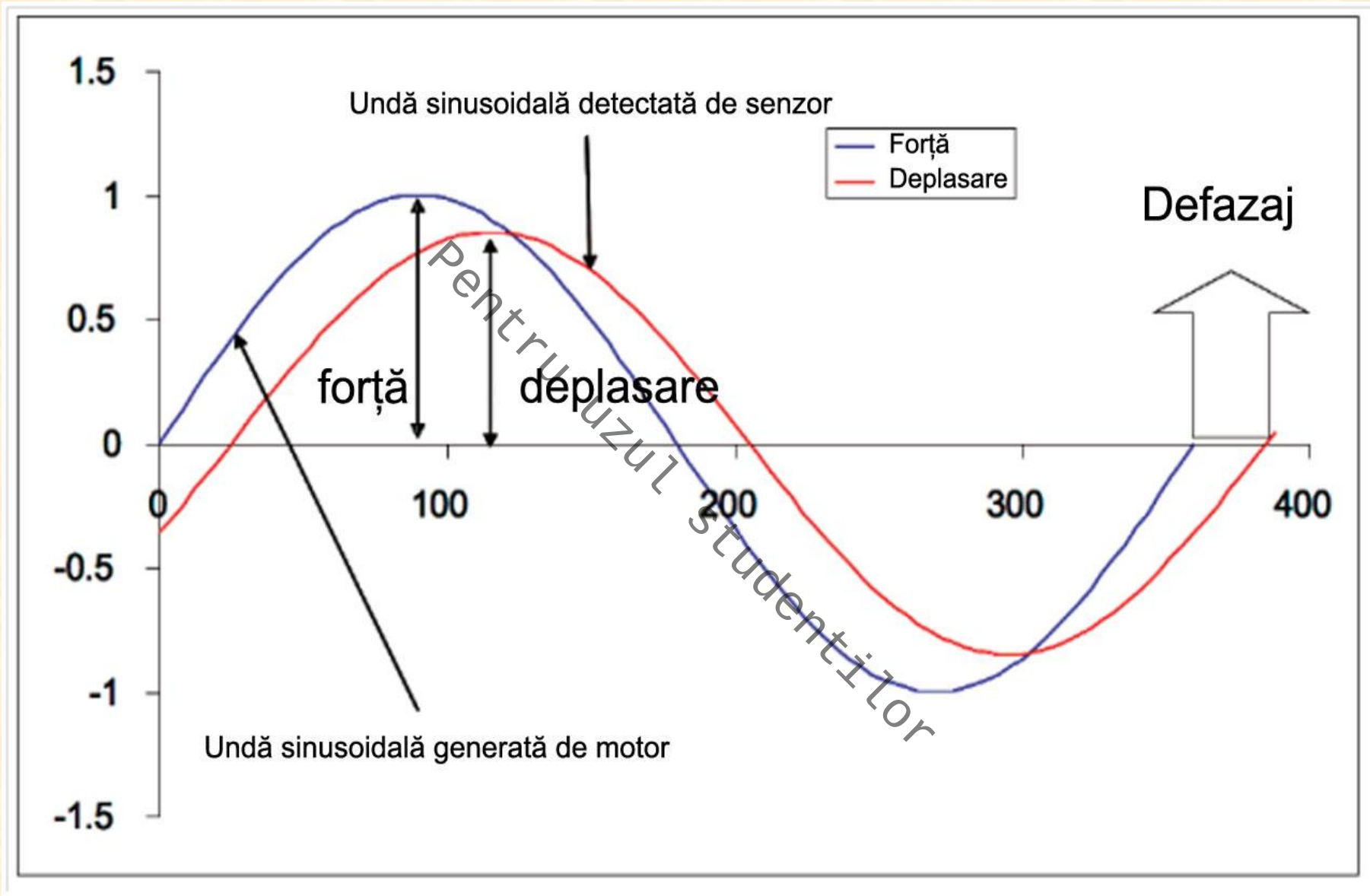
Capacitatea de amortizare sau frecarea internă:

$$Tan\ \delta = \frac{E''}{E'}$$

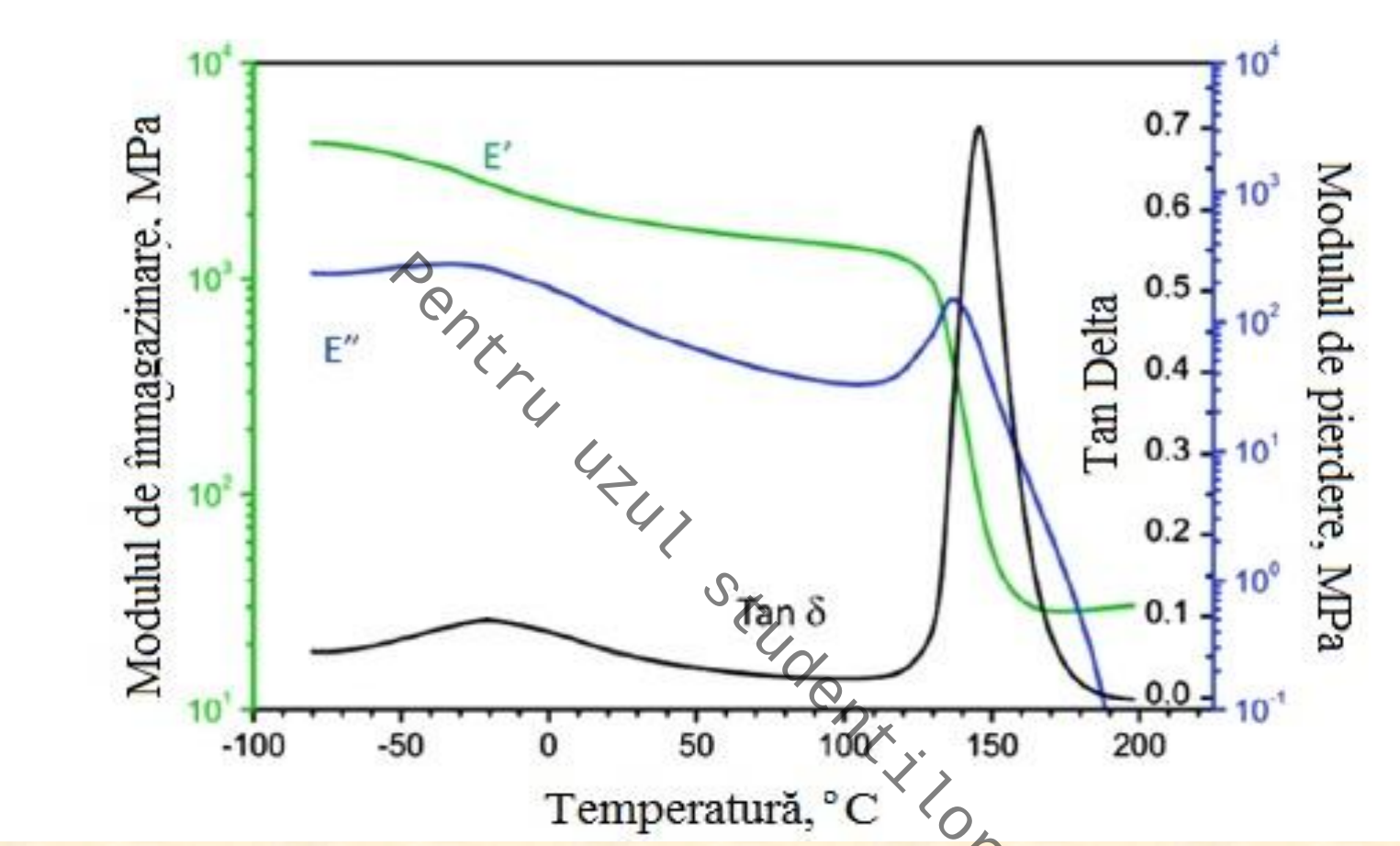


Pentru uzul studenților

Relația dintre E’, E”și Tan δ [Saba N., 2016]



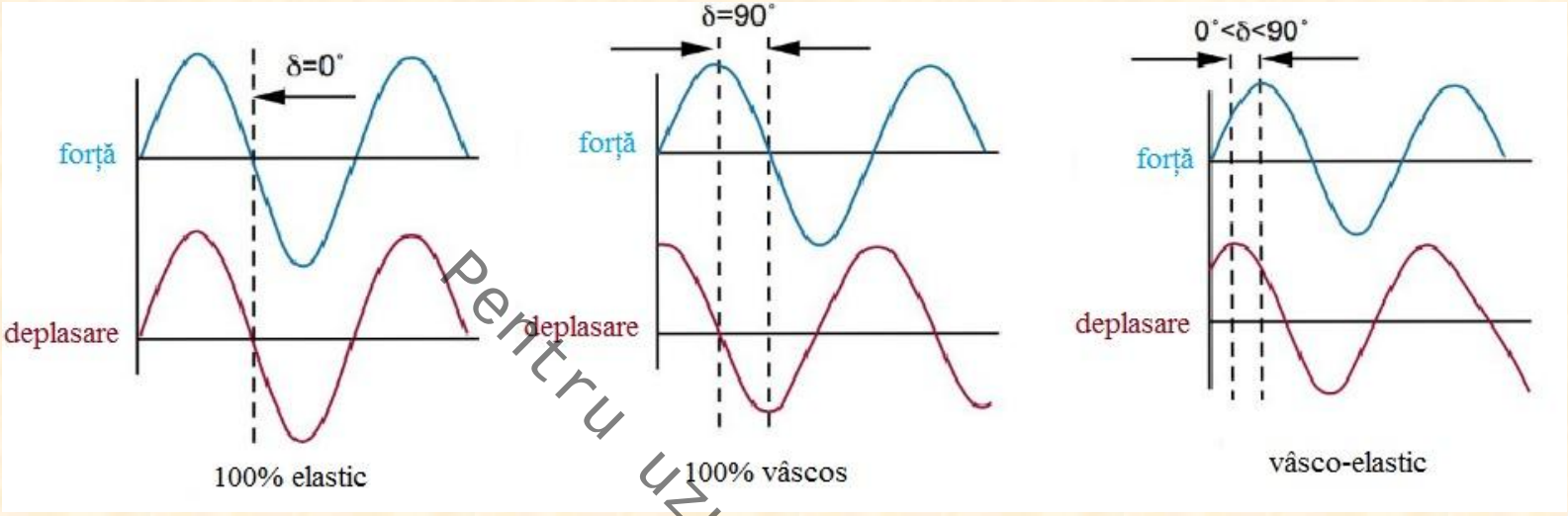
Relația dintre forța sinusoidală aplicată și reacția materialului din care rezultă diferența dintre faze notată cu tan d



Variația E', E'' și Tan δ cu temperatura

valoare ridicată a lui *Tan δ* → material ce prezintă o tensiune mare, neelastică;

valoare mică a lui *Tan δ* → o elasticitate ridicată.



Ilustrarea comportamentului elastic, vâscos și vâsco-elastic

Pentru uzul studenților

- δ este 0° pentru materiale pur elastice;
- δ este 90° pentru materiale pur vâscoase.

Tipuri de comportament a probei:

- Pur elastic: Tensiunea aplicata (sau forța) și deformarea (deformarea) sunt în fază. Unghiul de fază, δ, este 0: ⟹ fără pierderi de energie.
- Pur vâscos: unghiul de fază, δ, este π / 2 (90 °): ⟹ energia de deformare este convertită în căldură.
- Viscoelastic: Unghiul de fază este între $0 < \delta < \pi / 2$ (90 °).

Unghiul de fază este mai mare ⟹ oscilația este puternic amortizată.

Pentru uzul studenților

Instrumentul utilizat pentru efectuarea unor astfel de măsurători se numește **analizor mecano-dinamic**, DMA.

Pentru uzul studenților

DMA măsoară:

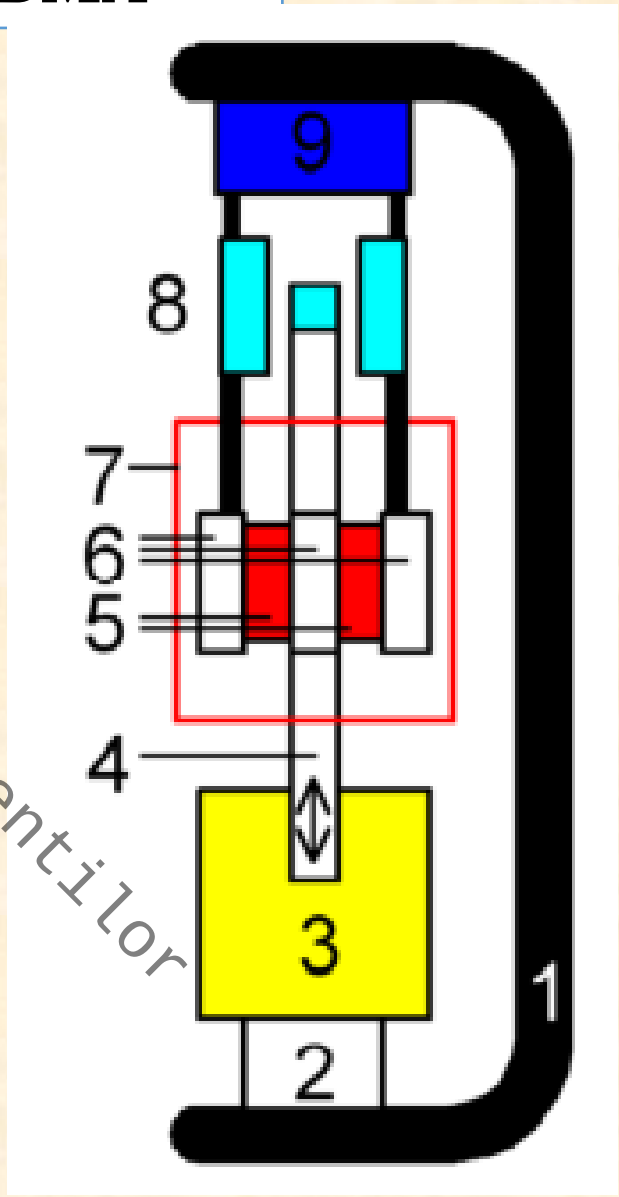
- amplitudinea forței,
- amplitudinea deplasării și
- diferența de fază dintre forța și semnalul de deplasare.



Principalele părți componente ale DMA

1. Stand
2. Dispozitiv pentru reglare a înălțimii
3. Motor
4. Arbore de acționare
5. Probă
6. Dispozitiv fixare probă
7. Cuptor
8. Senzor LVDT
9. Senzor pentru forță

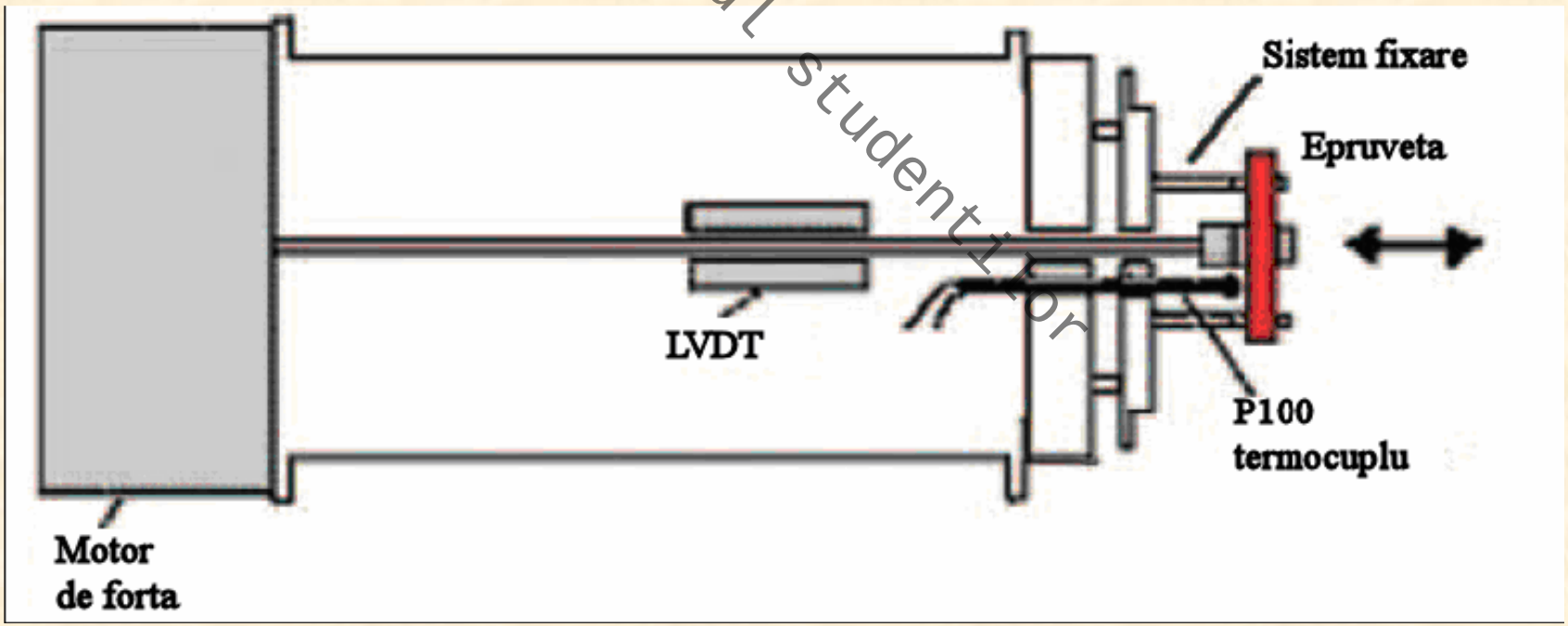
Pentru uzul studentilor



Principalele părți componente ale DMA

- Cuptor
- Termocuple
- Detector deplasare
- Motor de forță
- Sistem fixare

Pentru uzul studenților



Principiu de funcționare

Proba este fixată în suportul de probe. Suportul de probe împreună cu proba sunt introduse în interiorul unui cuptor și supuse unui program de temperatură și controlat. La aplicarea unei tensiuni cunoscute, proba se va deforma un anumit procent ce depinde de rigiditatea probei.

Întregul experiment are loc într-un mediu de gaz inert. Răcirea se poate realiza cu azot lichid (aprox. -170 ^{o}C) sau cu aer (aprox. -50 ^{o}C).

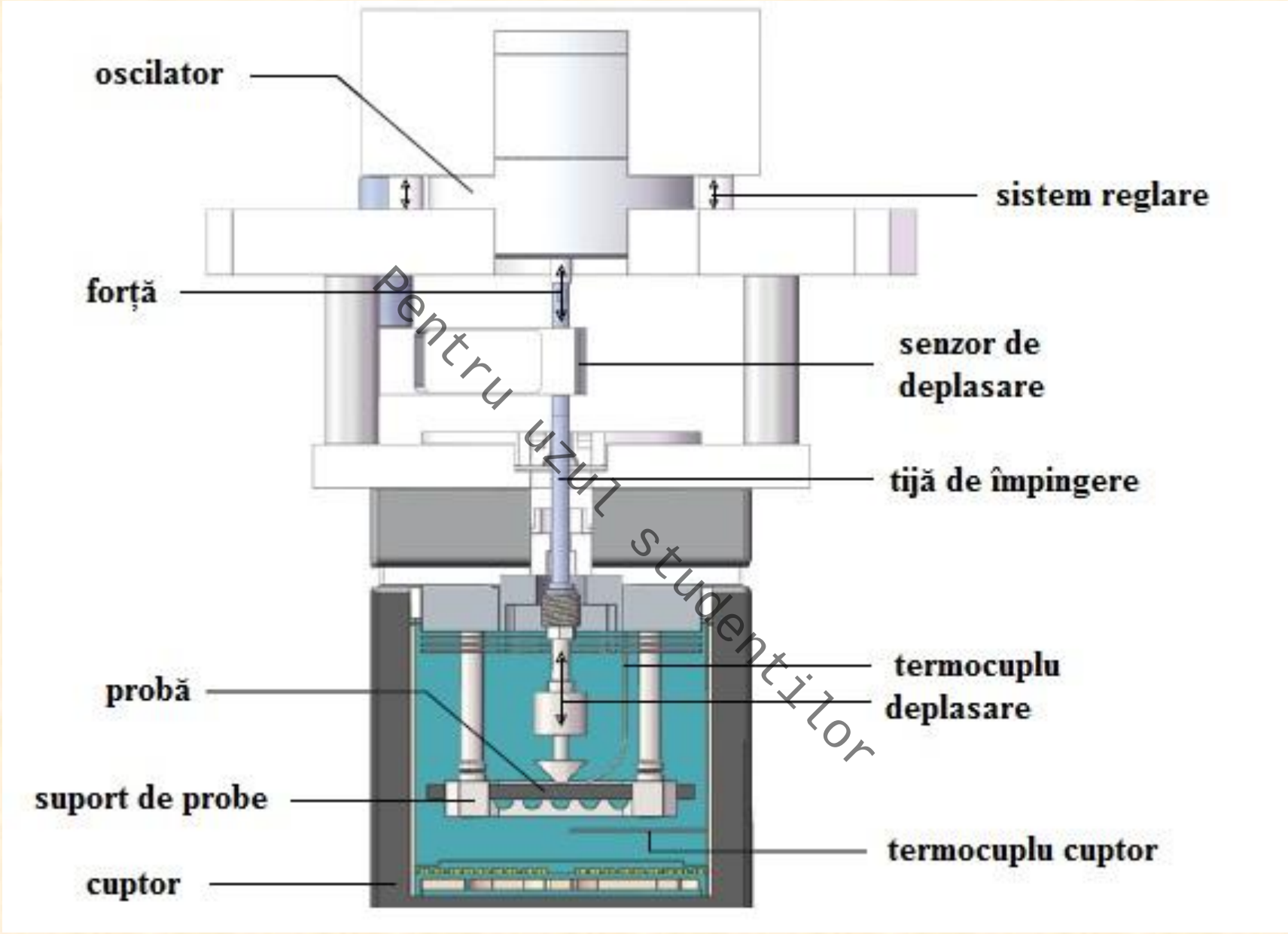
.

Pentru uzul studentilor

La aplicarea unei tensiuni cunoscute, proba se va deforma un anumit procent ce depinde de rigiditatea probei. Deformarea are loc sinusoidal și este aplicată cu ajutorul unui motor ce generează această mișcare oscilatorie ce este transmisă probei prin intermediul unui arbore de acționare. LVDT (Linear Variable Differential Transformer) - sistemul electronic de măsurare înregistrează răspunsului probei la forţa aplicată (deformaţie).

Temperatura probei și cea a cuptorului este măsurată cu ajutorul a două termocuple.

Pentru uzul studenților



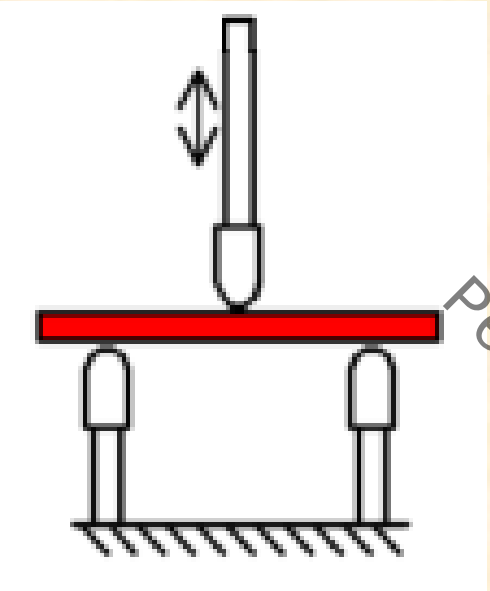
Pentru uzul studentilor

Secțiune printr-un analizor mecano-dinamic

DMA poate fi aplicată la o gamă largă de materiale, folosind diferitele moduri de deformare:

- tragere;
- compresiune;
- îndoire dublă în consolă;
- încovoiere în 3 puncte;
- forfecare.

Pentru uzul studentilor

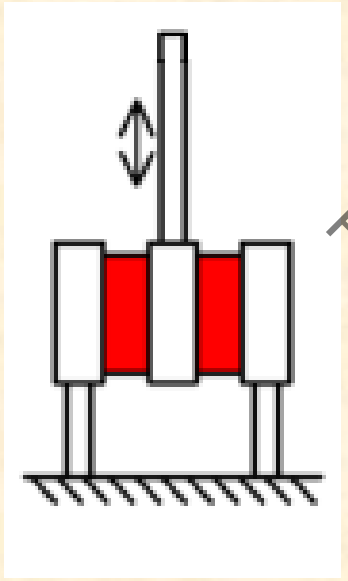




Încovoiere în trei puncte

Pentru uzul studenților

- probe cu valori mari ale modulului: polimeri, metale și materiale ceramice armate cu fibre.
- intervalul modulului: 100 kPa la 1000 GPa.

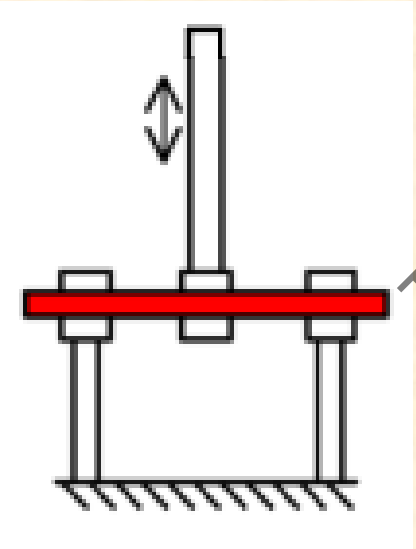




Forfecare

pentru uzul studentilor

- modulul de forfecare, G.
- probe moi cu valori ale modulului de la 0,1 kPa la 5 GPa.

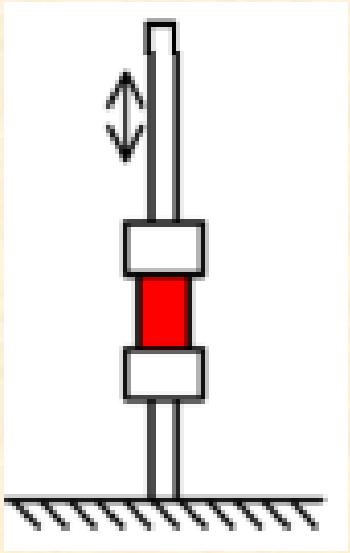




Îndoire dublă în consolă

Pentru uzul studentilor

- probe moi cu valori ale modulului de la 10 kPa la 100 GPa.





Pentru uzul studenților

Tracțiune

- filme, fibre și probe sub formă de tije subțiri.
- intervalul modulului: 1 kPa la 200 GPa.

Caracteristici ce pot fi determinate cu DMA

- proprietățile materialului vîscoelastic
- comportamentul vîscoelastic al probei;
- teste de fluaj și relaxare;
- predicția comportamentului unui material;
- frecarea internă;
- teste de îmbătrânire;
- temperaturile care caracterizează comportamentul vîscoelastic .

Pentru uzul studentilor



Suport de probe special pentru materiale cu vâscozitate mare

- teste cu frecvente multiple;
- determinarea temperaturii la care are loc tranziția vitroasă pentru probe de polimeri semicristalini, materiale amorfe sau compozite;
- determinarea modulului de elasticitate în diferite condiții, mai ales pentru probele rigide.

pentru uzul studentilor

Materiale ce pot fi analizate cu DMA

- Metale și aliaje metalice;
- Polimeri;
- Ceramice;
- Sticle;
- Compozite;
- Biomateriale.

Pentru uzul studentilor

Pentru a putea obține rezultate bune prin intermediul analizei mecanice în regim dinamic trebuie îndeplinite următoarele condiții:

Pentru uzul studenților

- dispozitivul utilizat trebuie să fie calibrat, proba utilizată trebuie și ea să fie pregătită cu atenție ținându-se cont de geometria necesară impusă de tipul suportului de probe utilizat,
- trebuie utilizate forțe adecvate tipului de material,
- trebuie utilizate viteze de încălzire/răcire cuprinse între 2-5 ^{o}C/min, în funcție de sensibilitatea transformării.

Pregătirea probelor:

1. Debitarea probelor
2. Curățare
3. Degresare
4. Uscare
5. Măsurare

pentru uzul studentilor

- ❑ Măsurători folosind un program de temperatură dinamică;

- Incalzire-menținere-răcire, viteze de 1…3 K/min.

- ❑ Utilizarea oscilațiilor diferite:
  - Frecvență constantă, de ex. 10 Hz.
  - Multi-frecvență, 4 frecvențe simultan, de ex. 10, 20, 50 și 100 Hz.
- ❑ Măsurători izoterme la diferite frecvențe
  - comportamentul termomecanic dependent de frecvență la o anumită temperatură.
- ❑ Măsurători izoterme cu creșterea amplitudinii.

Pentru uzul studenților

Măsurători

Temperatură:

Pentru uzul studentilor

- Temperatură de cristalizare;
- Temperatura tranziției vitroase;
- Temperatra de relaxare;

Măsurători

Frecvență:

pentru uzul studentilor

- Comportare la relaxare;
- Procesul tranziției vitroase;
- Interacțiuni moleculare;
- Capacitate de amortizare.

Măsurători

Amplitudine:

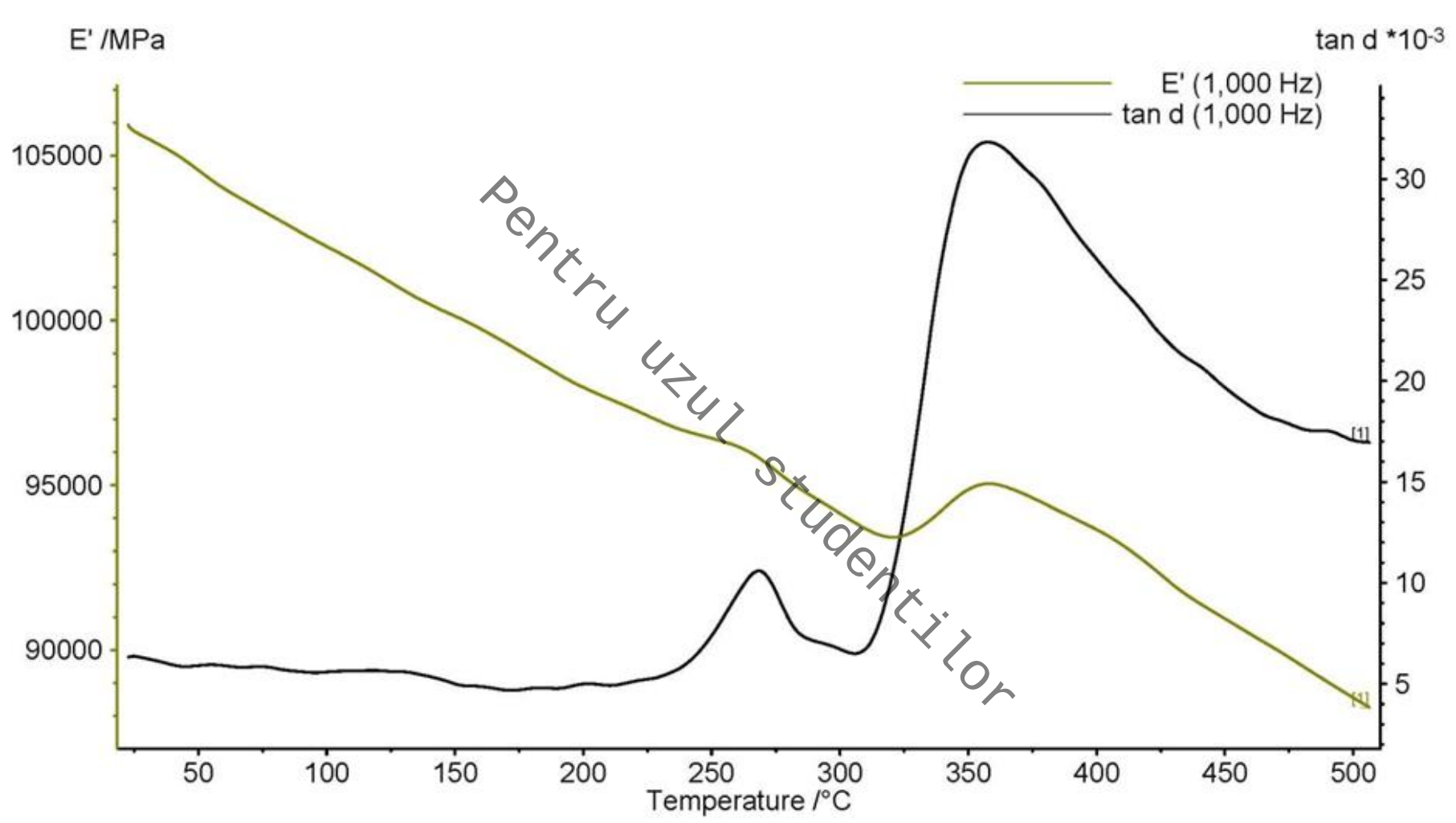
- Proprietăți neliniare;

pentru uzul studentilor

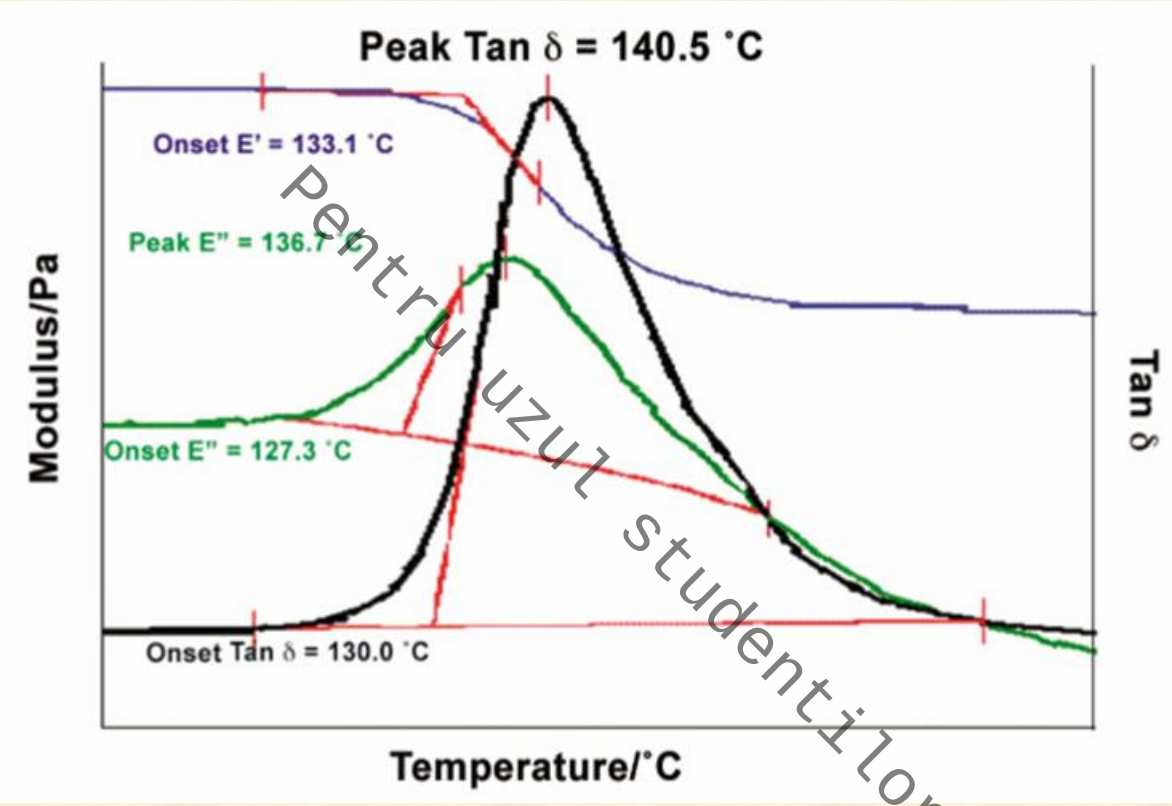
Interpretarea curbelor DMA

Pentru uzul studentilor

Transformări în fază solidă



Variația modulului de elasticitate și a frecării interne cu temperatura într-o probă călită din aliaj cu memoria formei Fe14Mn6Si9Cr5Ni



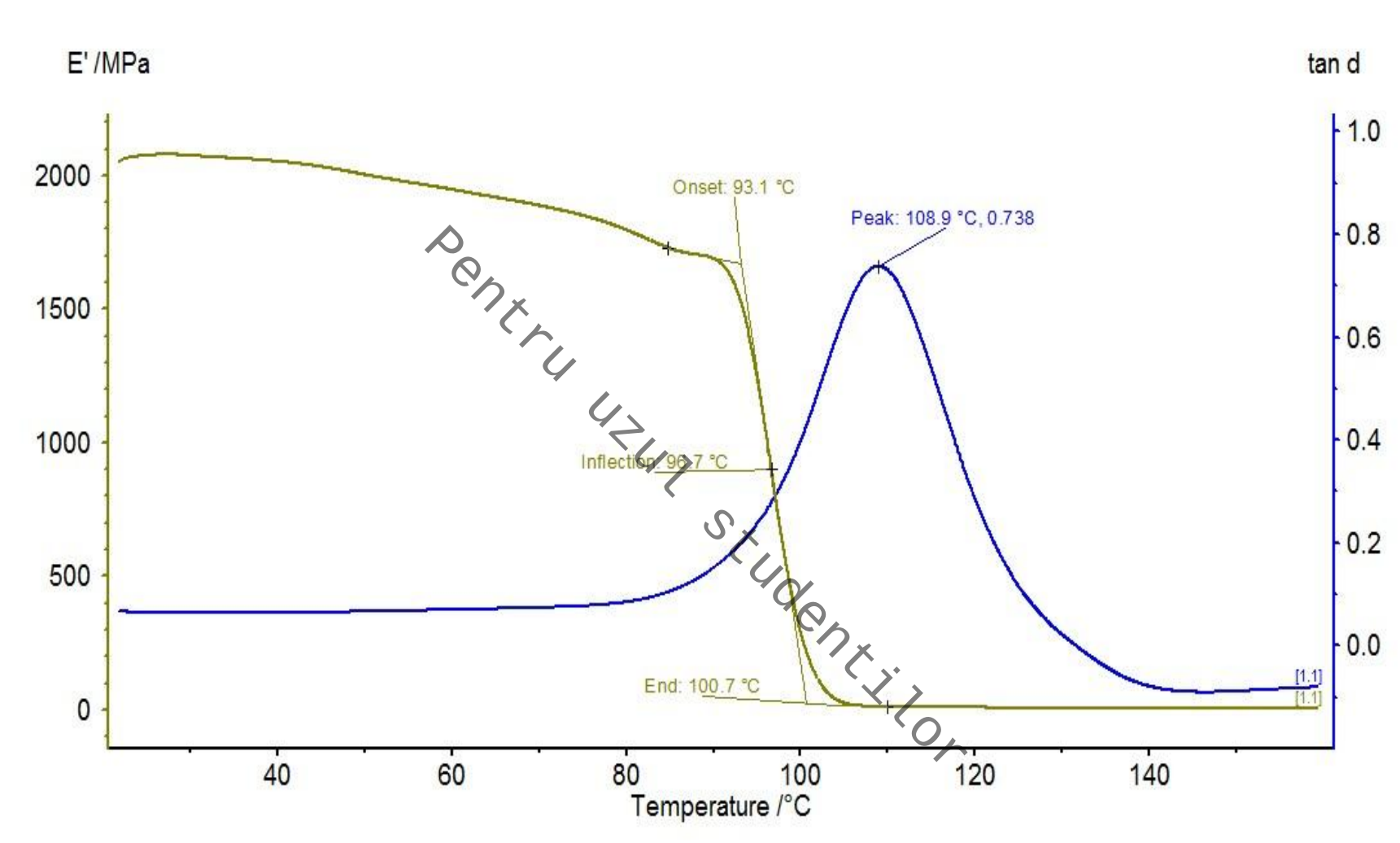
pentru uzul studenților

Tranziția vitroasă observată cu ajutorul analizei mecanice în regim dinamic

Pentru determinarea Tg se utilizează mai multe variante:

- temperatura onset la scăderea modulului E‘;
- temperatura onset la începerea apariţiei peak-ului pe curba tan δ;
- temperatura corespunzătoare maximului peak-ului curbei tan δ;
- temperatura corespunzătoare maximului peak-ului curbei log (E").

Pentru uzul studenţilor

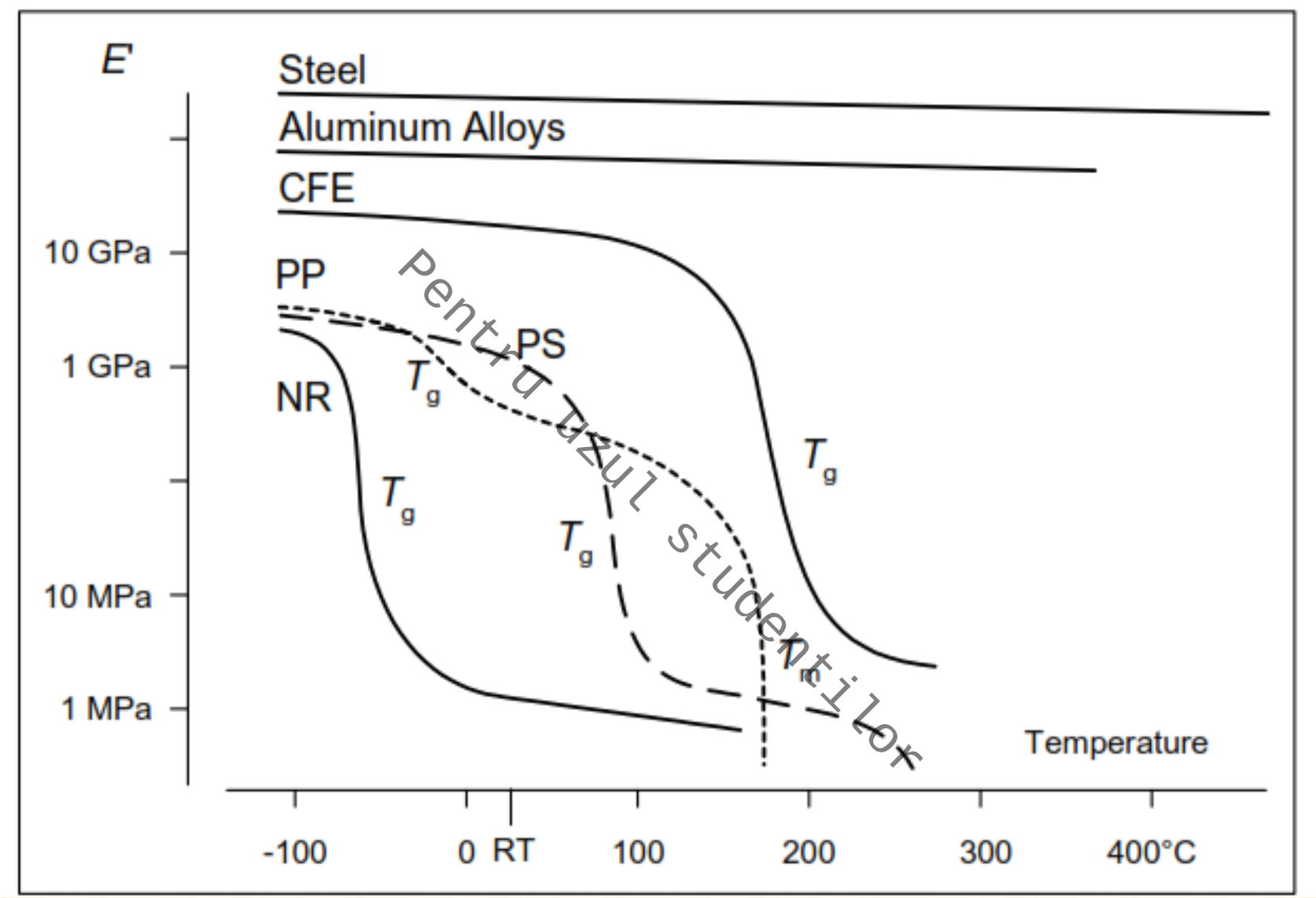


Variația frecării interne și a modulului de elasticitate cu temperatura pentru o probă din polietilenă tereftalată

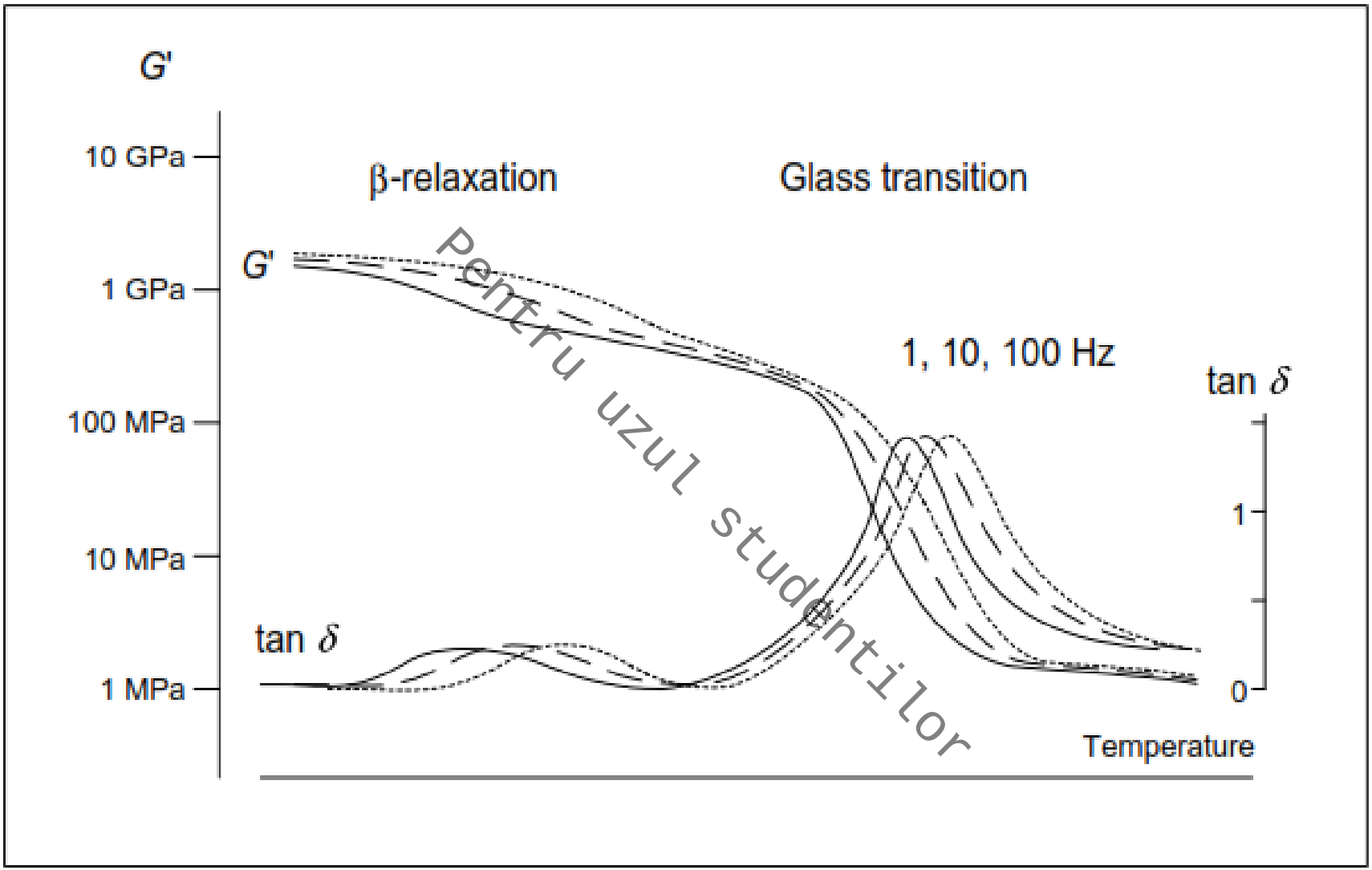
În figura anterioară este redată variația modulului de elasticitate și a frecării interne cu temperatura pentru o polietilenă tereftalată (PET) prelevată dintr-un recipient pentru apă.

Proba prezintă o transformare vitroasă în jurul temperaturii de 100^{o}C iar scăderea modulului de elasticitate aproape de valoarea 0 înseamnă că DMA-ul a pierdut contactul cu proba. Diferența dintre valoarea frecării interne înregistrată la începutul transformării și cea obținută după aceasta certifică faptul că după transformare materialul se regăsește în altă fază ce prezintă o altă valoare a frecării interne.

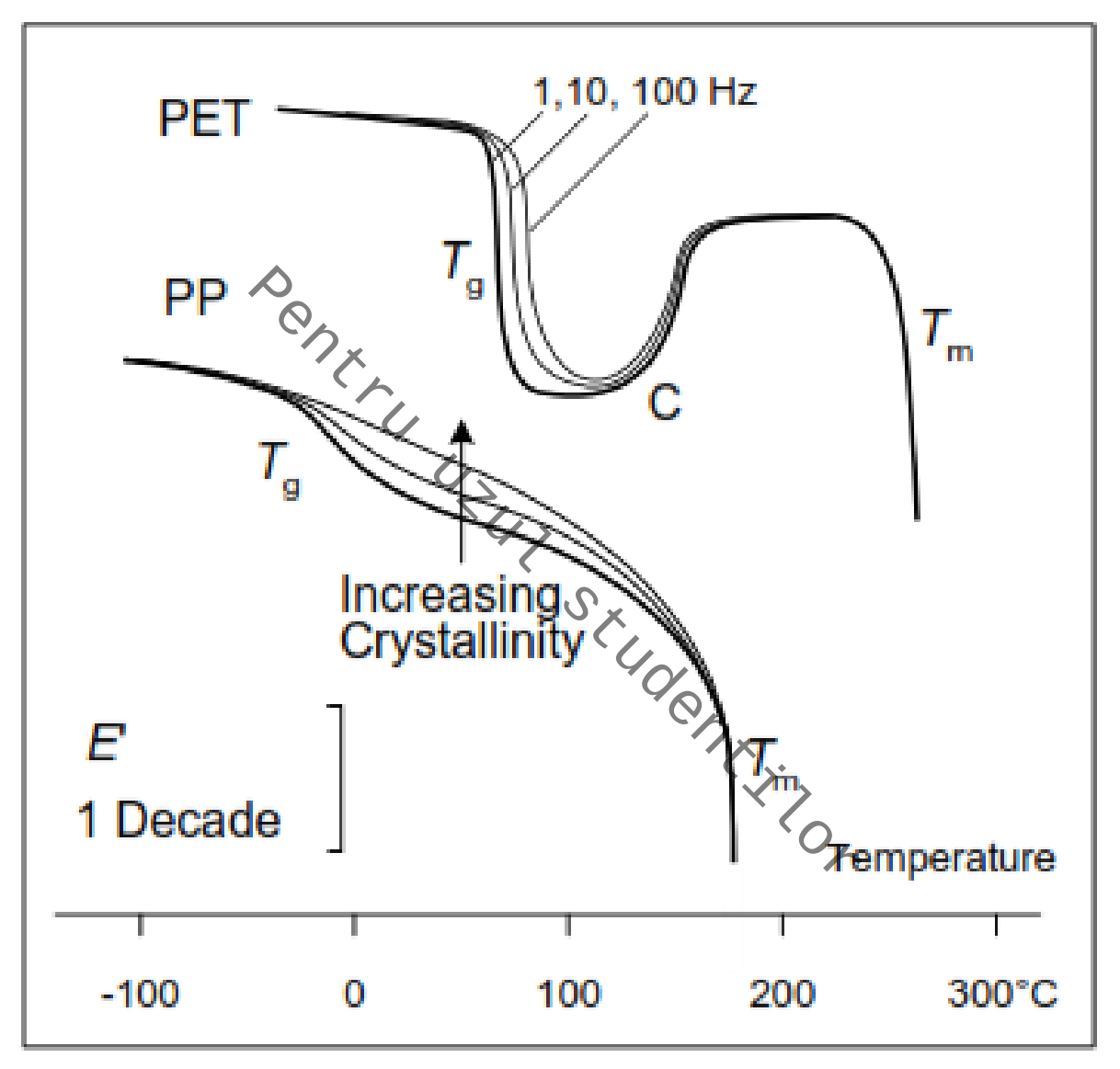
Pentru uzul studenților



Variația modulului de înmagazinare cu temperatura pentru diverse materiale

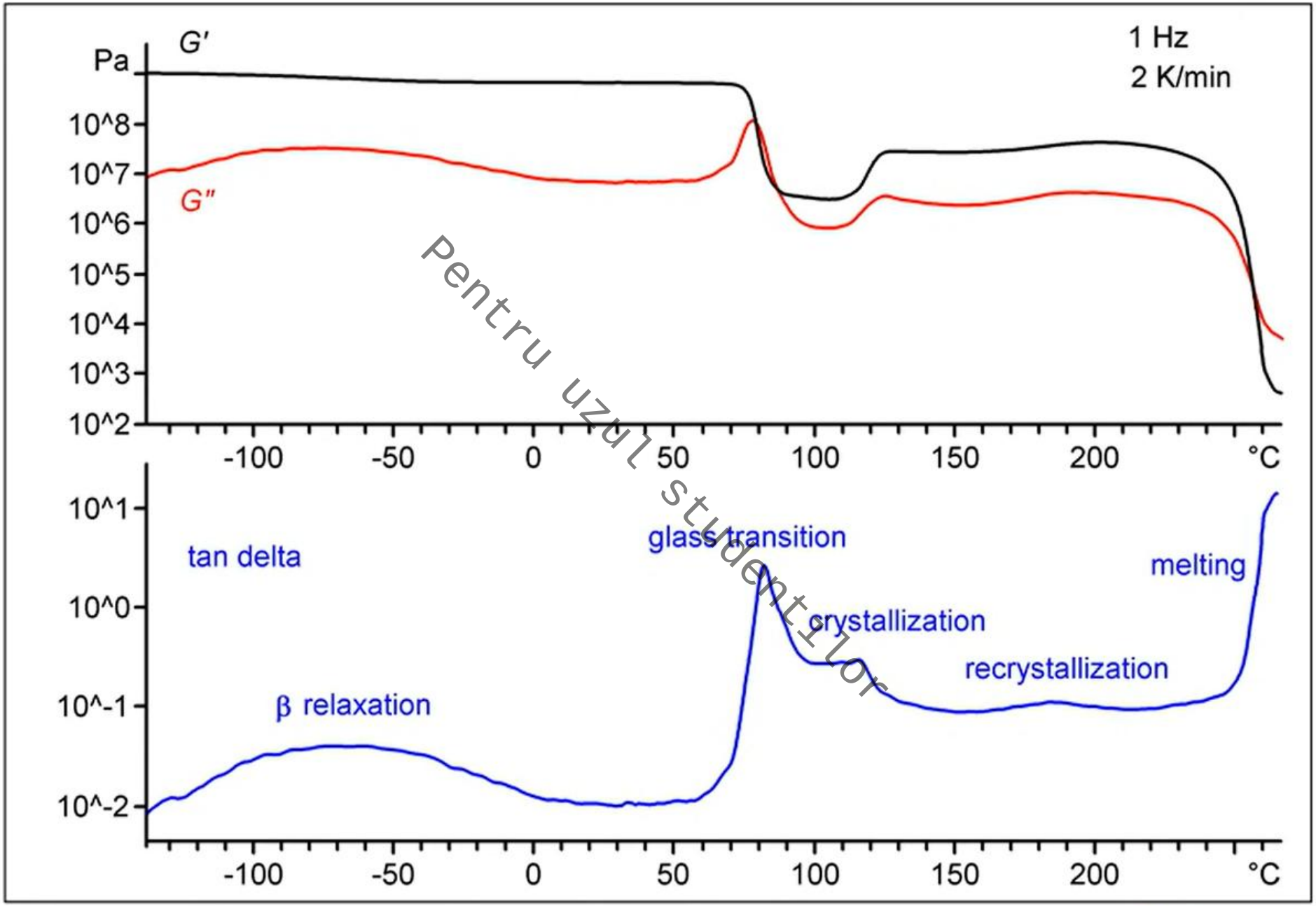


Modulul de forfecare, G 'și Tan delta măsurate la trei frecvențe

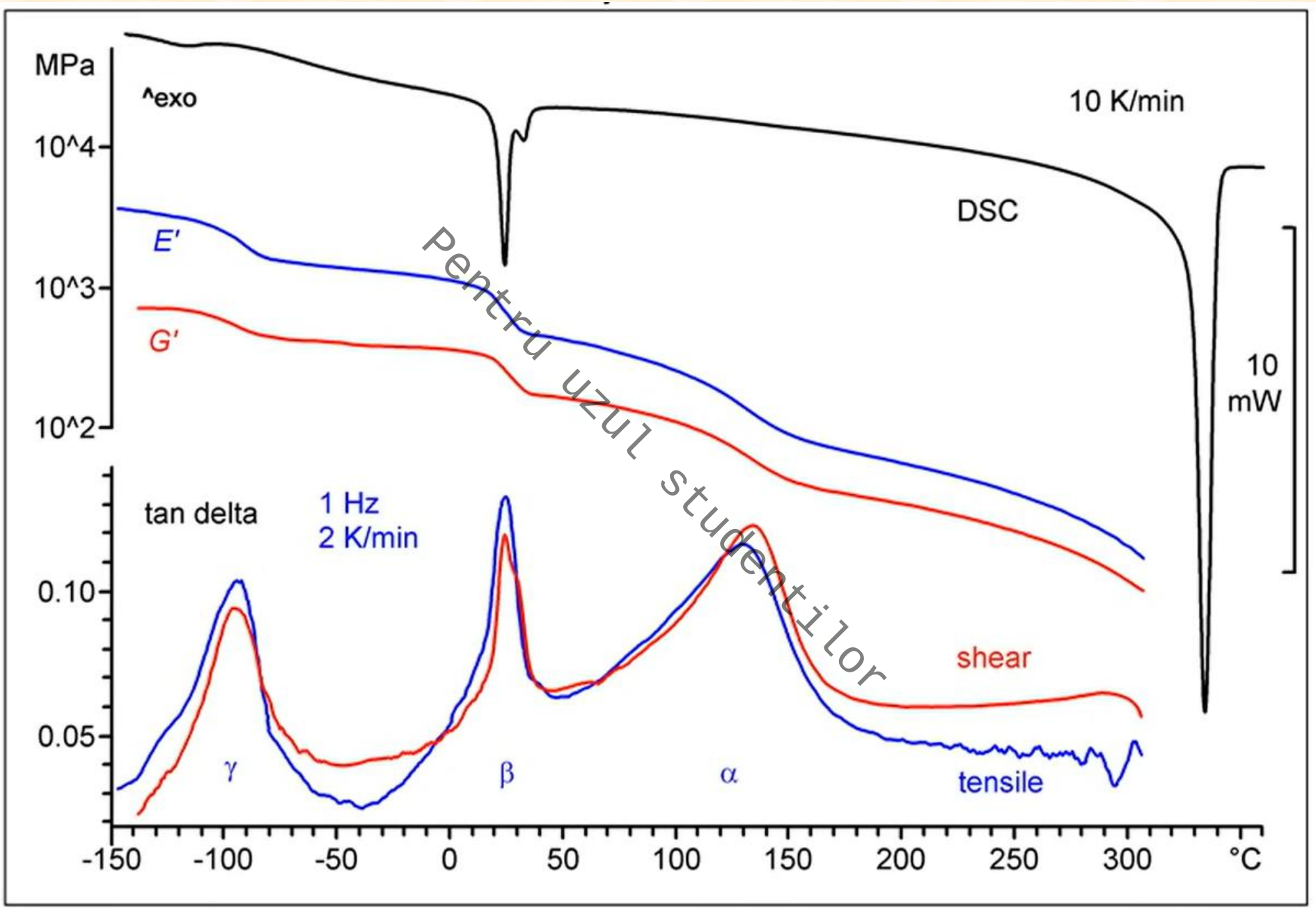


Pentru uzul studentilor

Variația modulului de înmagazinare cu temperatura pentru PET si PP

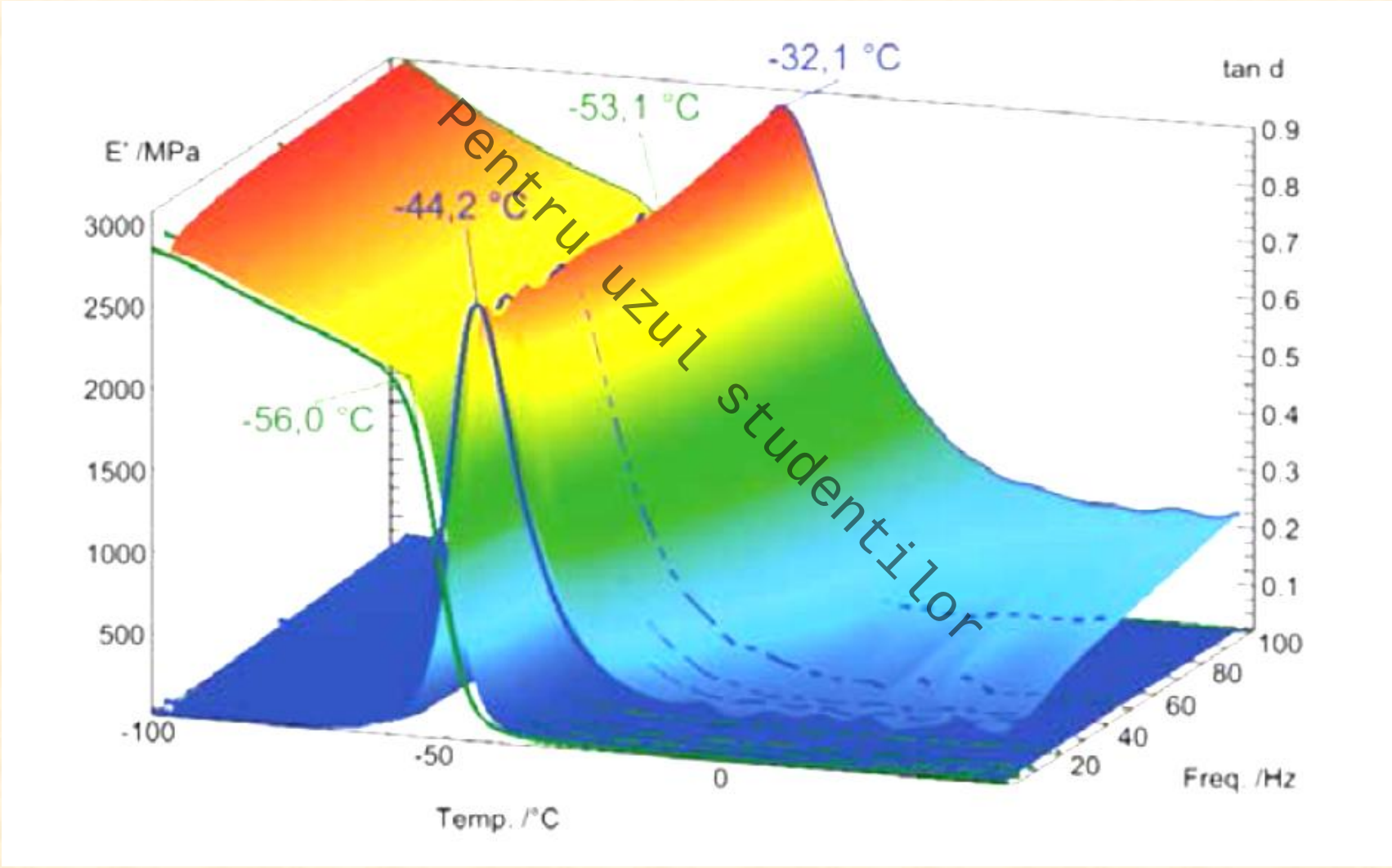


Pentru uzul studenților



Pentru uzul studentilor

Soft-urile analizoarelor moderne permit redarea diagramelor 3D a variației modulului de înmagazinare și a frecării interne cu temperatura.



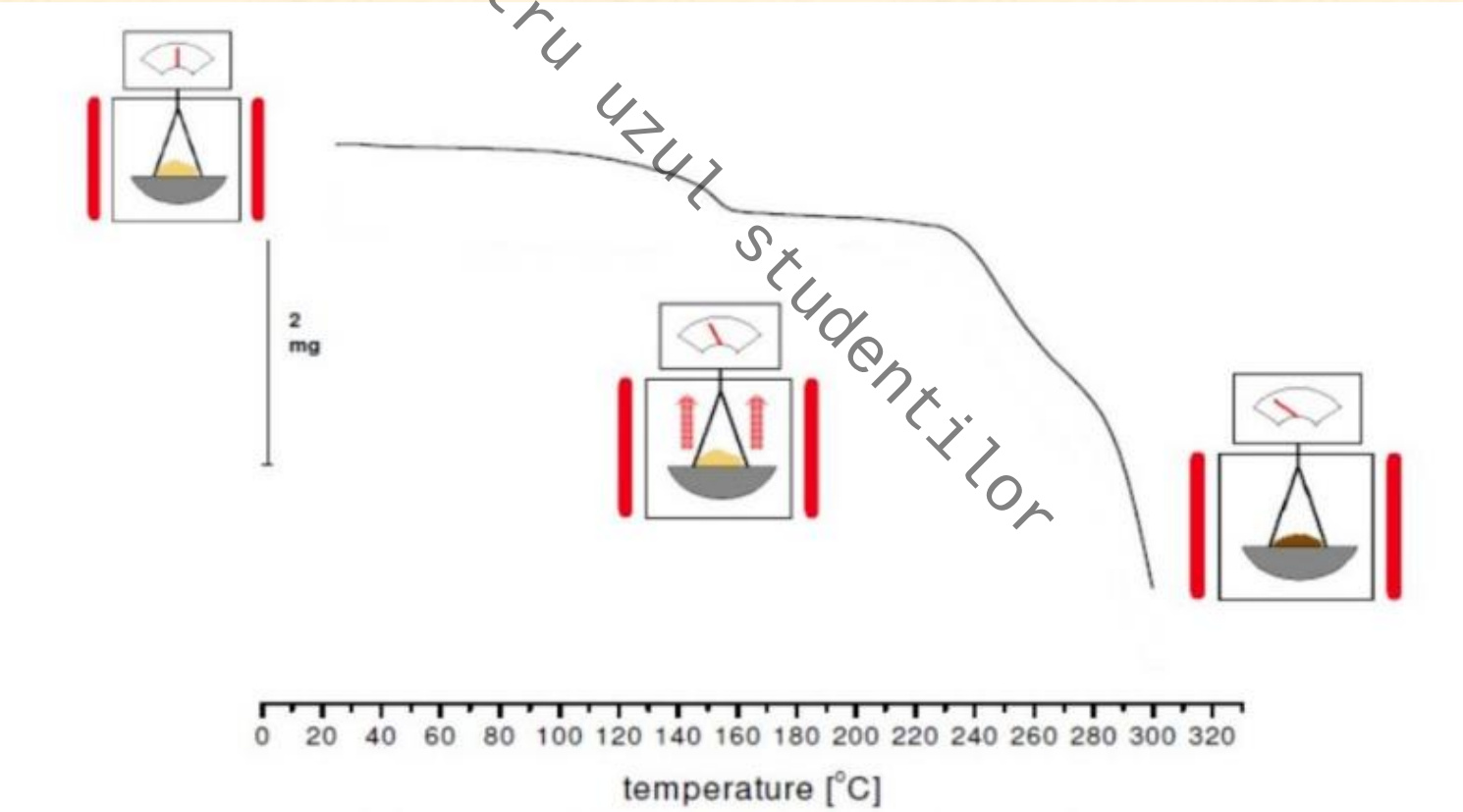
Diagramă 3D a proprietăţile vâsco elastice ale unui elastomer

https://www.youtube.com/watch?v=eRYmA32nZIc

Pentru uzul studentilor

Analiza termogravimetrică

pentru uzul studentilor



Analiza termogravimetrică

Analiza termogravimetrică (TGA) este o tehnica de analiză termică ce constă în măsurarea schimbărilor masei unei probe odată cu creșterea temperaturii, într-o atmosferă controlată.

Pentru uzul studenților

Analiza termogravimetrica oferă informații complementare si suplimentare analizei diferențiale de baleiaj (DSC).



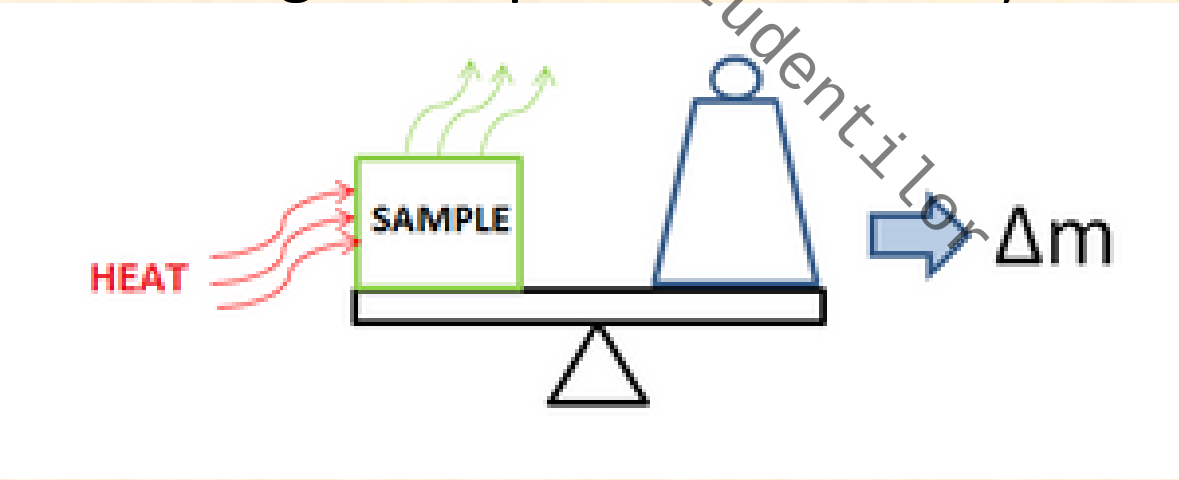
Analiza termogravimetrică - TGA

Termogravimetrie - TG

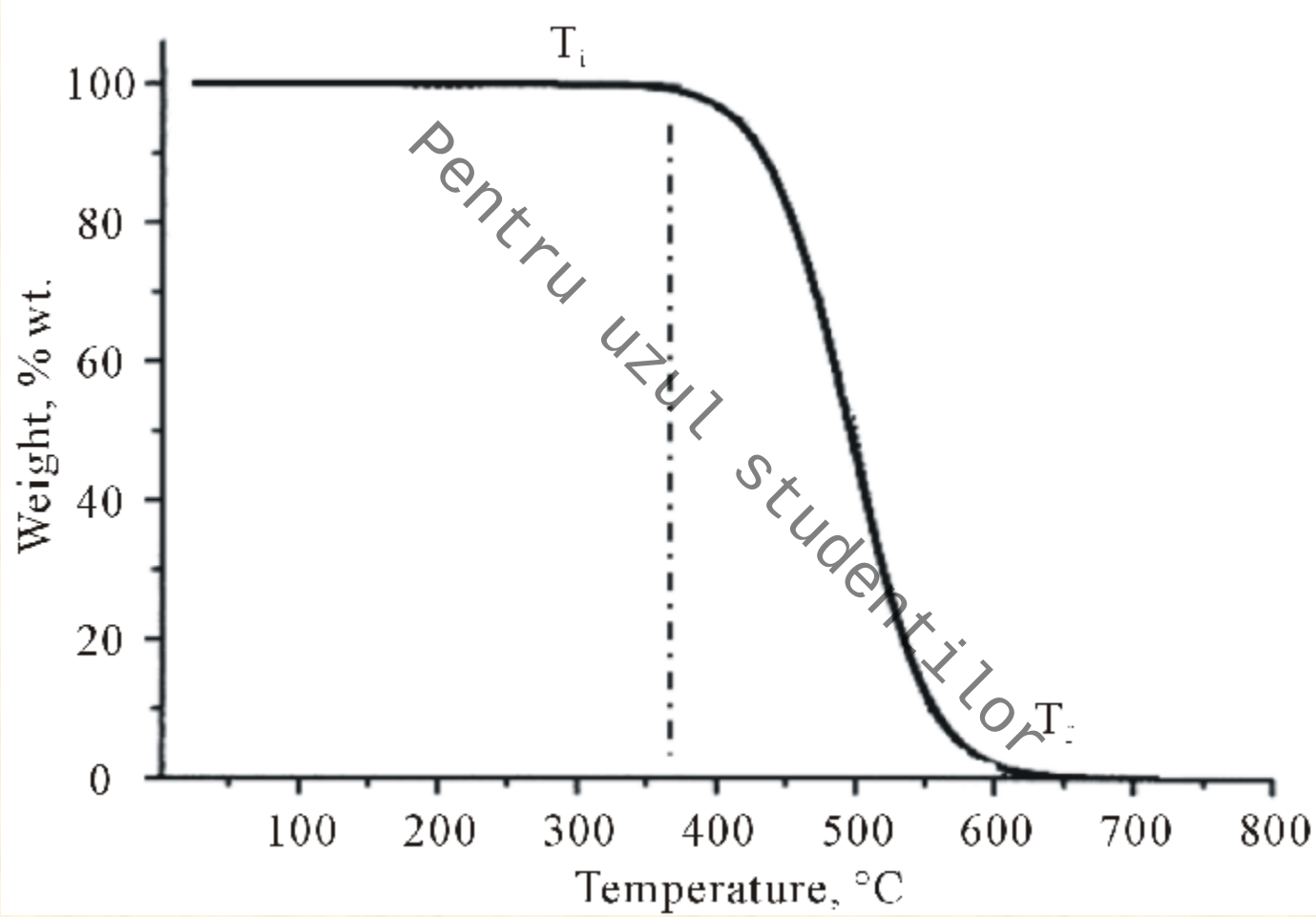
Pentru uzul studenților

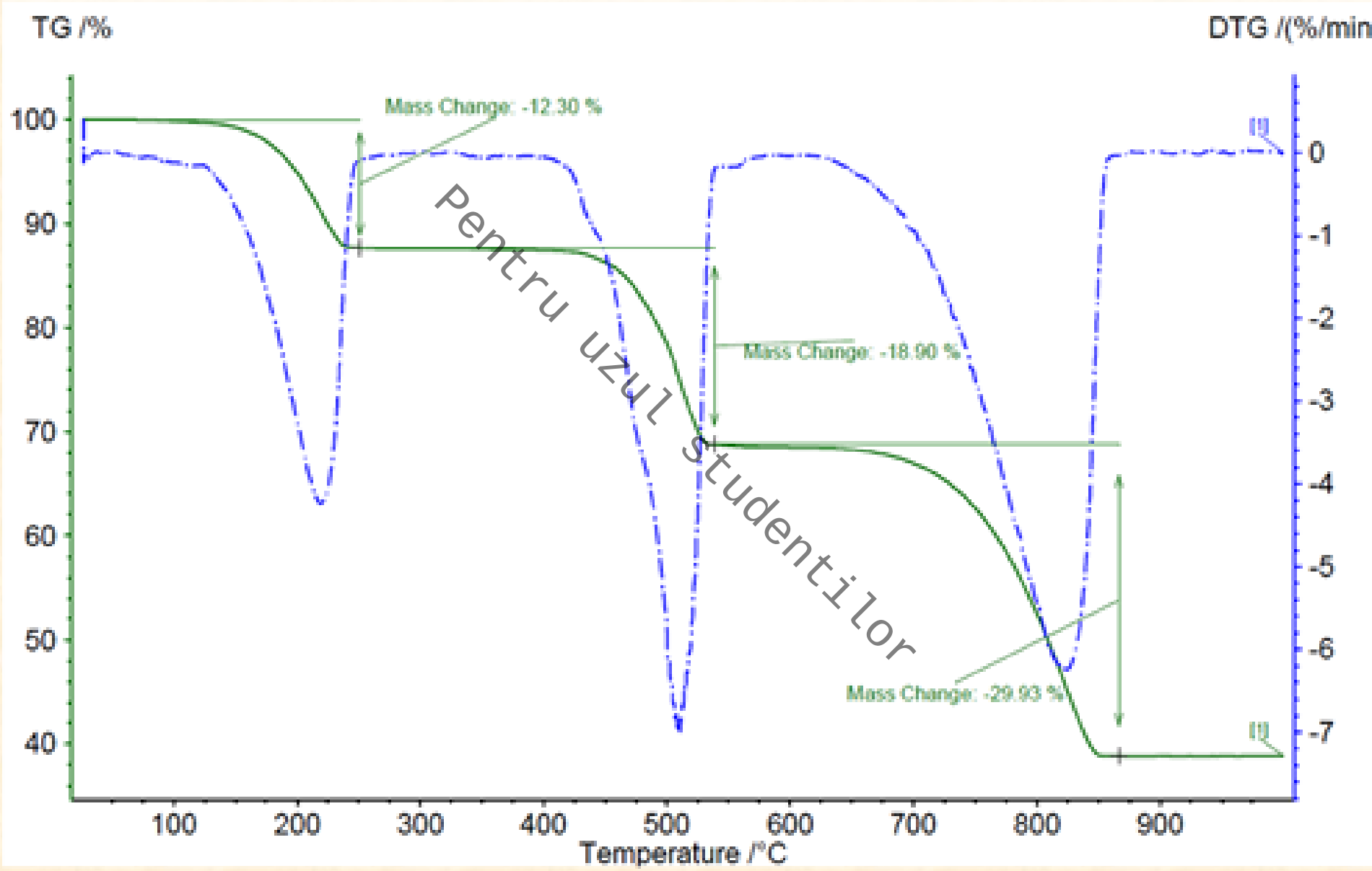
Instrumentul utilizat – Termobalanță

Parametru înregistrat: pierdere sau creștere de masă



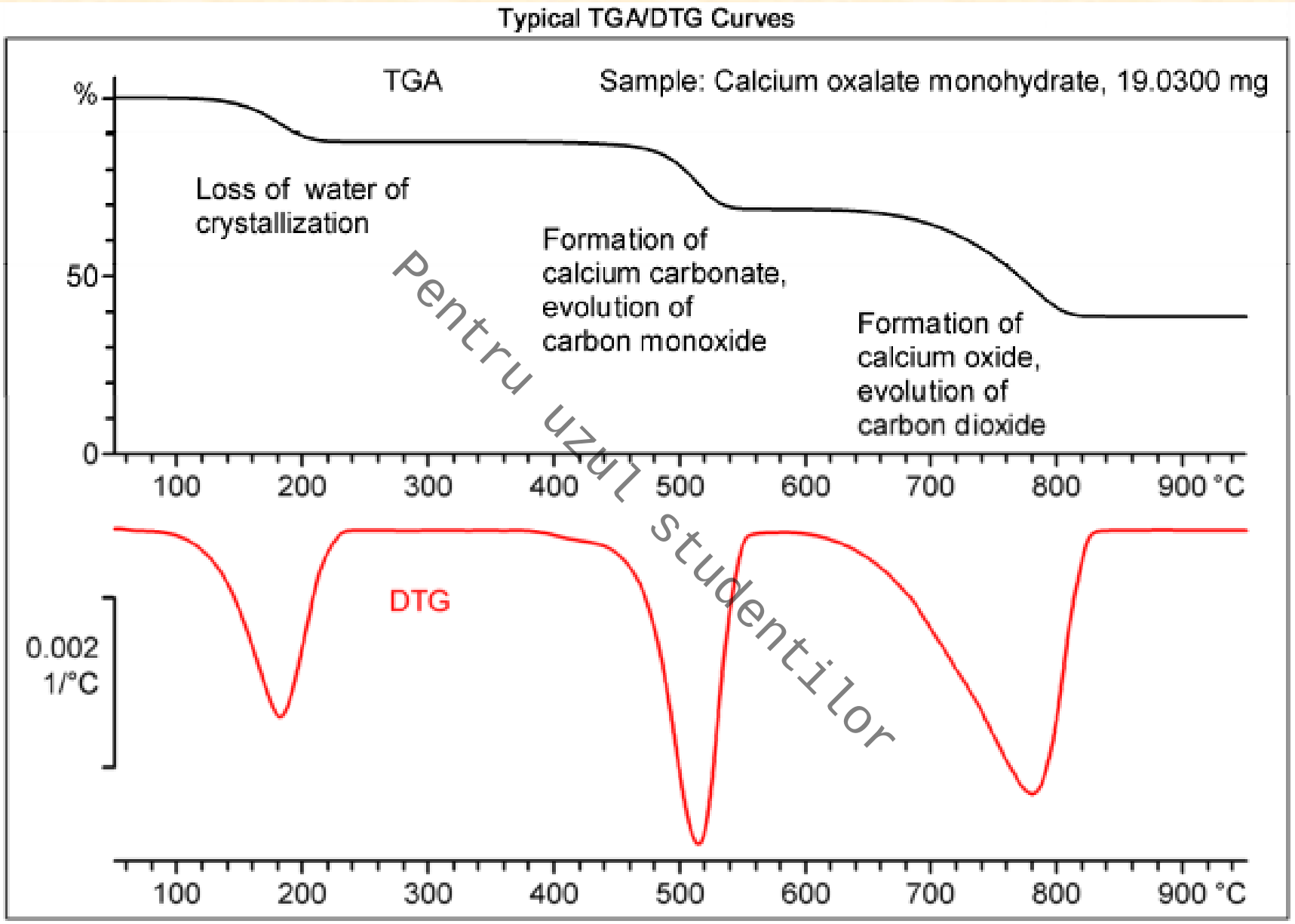
Pierderile de masă pot fi într-un singur pas sau în mai mulți pași .




TG /%
DTG /(%/min
Mass Change: -12.30 %
Mass Change: -18.90 %
Mass Change: -29.93 %
pentru uzul studentilor
100
90
80
70
60
50
40
0
-1
-2
-3
-4
-5
-6
-7
100
200
300
400
500
600
700
800
900
Temperature /°C

Rezultatele unei măsurări TGA sunt de obicei afișate ca o curbă TGA în care masa este reprezentată grafic în funcție de temperatură sau timp. O altă prezentare utilă și complementară este utilizarea primei derivate a curbei TGA în ceea ce privește temperatura sau timpul. Aceasta arată viteza la care se schimbă masa și este cunoscută sub numele de curbă termogravimetrică diferențială sau curba DTG.

Pentru uzul studenților



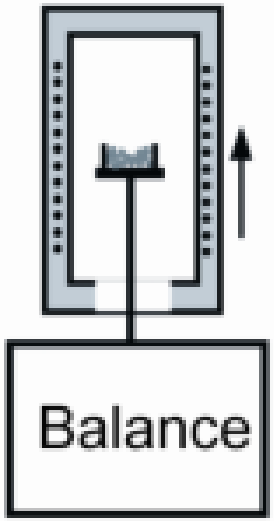
pentru uzul studentilor

Efecte diferite pot determina pierderea sau creșterea masei:

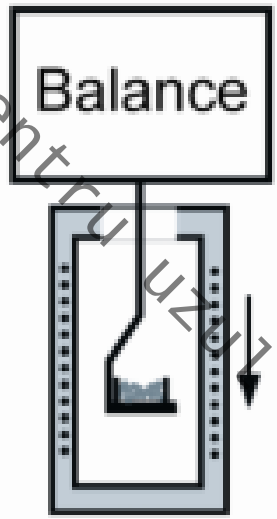
- Oxidarea metalelor în aer sau oxigen,
- Reacții de reducere,
- Proprietăți magnetice,
- Evaporarea constituenților volatili,
- Uscare,
- Desorbția și adsorbția gazelor, umidității și a altor substanțe volatile,
- Pierderea apei de cristalizare,
- Descompunere.

Pentru uzul studenților

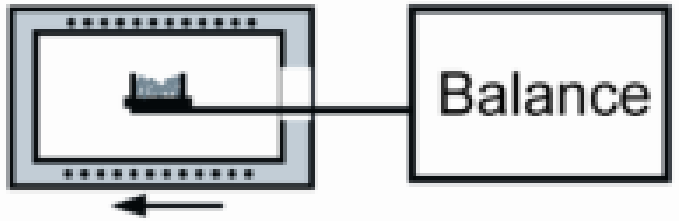
Principiul de proiectare și măsurare



Incarcate superioară



Incarcate inferioară



Incarcate orizontală

pentru uzul studentilor

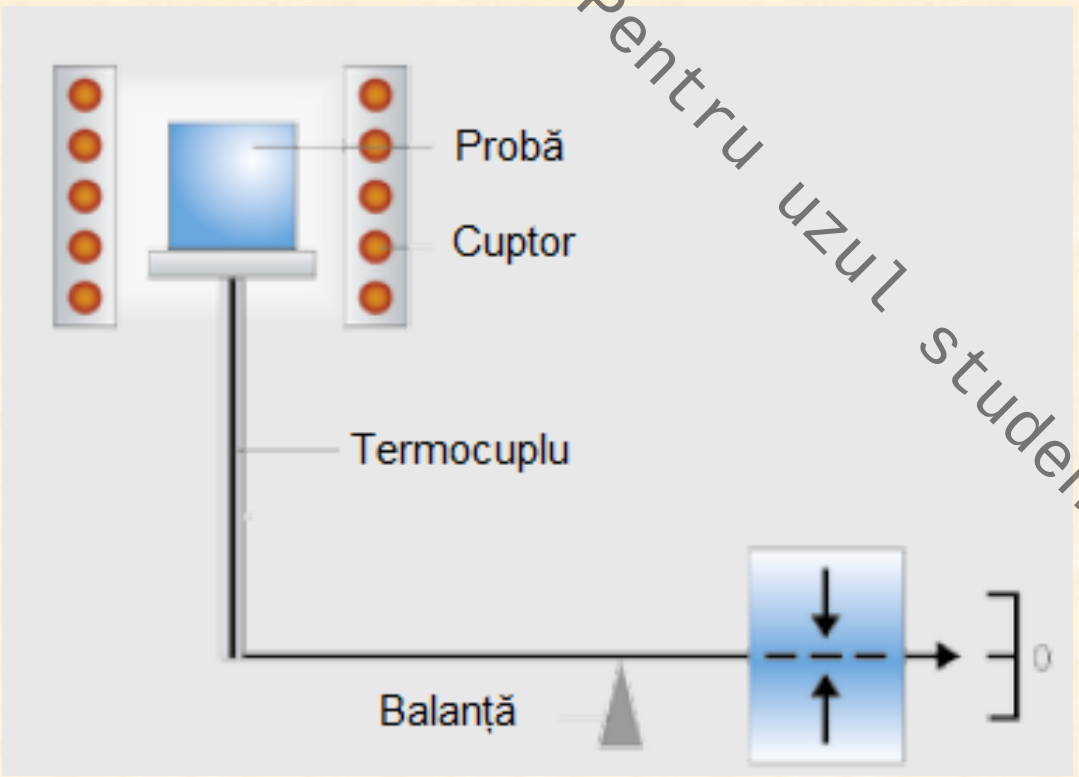
Tipuri de balanțe

În funcție de rezoluția pe care o oferă, balanțele se clasifică în:

- semimicro- (10 µg),
- micro- (1 µg),
- ultramicro- (0,1 µg).

Pentru uzul studentilor

Instrumentul folosit în analiza termogravimetrică se numește analizor termogravimetric.



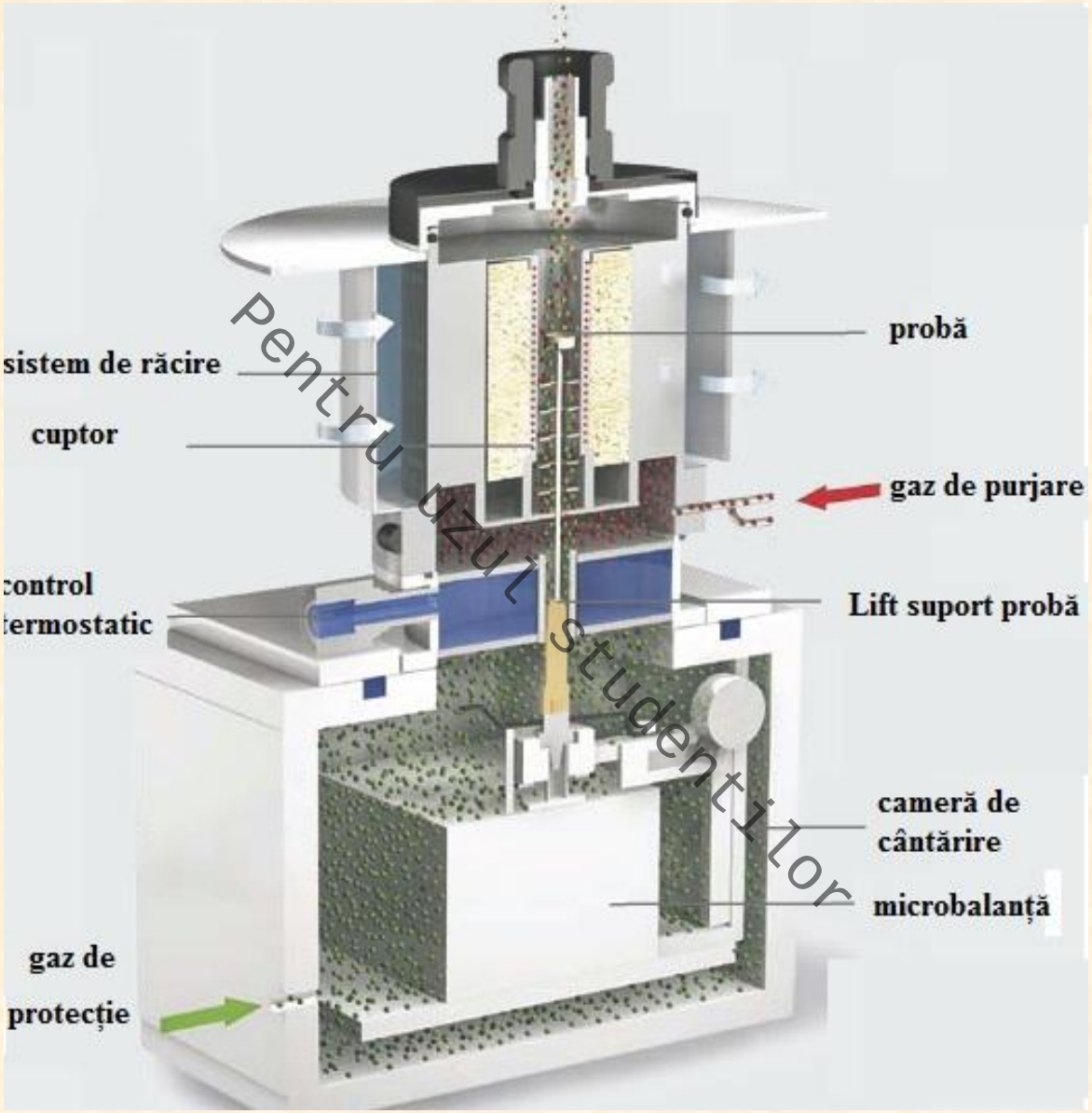
Pentru uzul studenților

- cuptor;
- probă
- termocuple
- balanță
- sistem de înregistrare

Principiu de funcționare

Proba este introdusă într-un cuptor prevăzut cu un termocuplu atașat de microbalanță. Ansamblul microbalanței măsoară masa inițială a probei la temperatura camerei şi apoi monitorizează continuu schimbările masei probei pe măsură ce proba se încălzește. Datele sunt preluate de către un calculator care va trasa curbă termogravimetrică ce indică variația masei unei probe prin modificarea controlată a temperaturii.

pentru uzul studenților

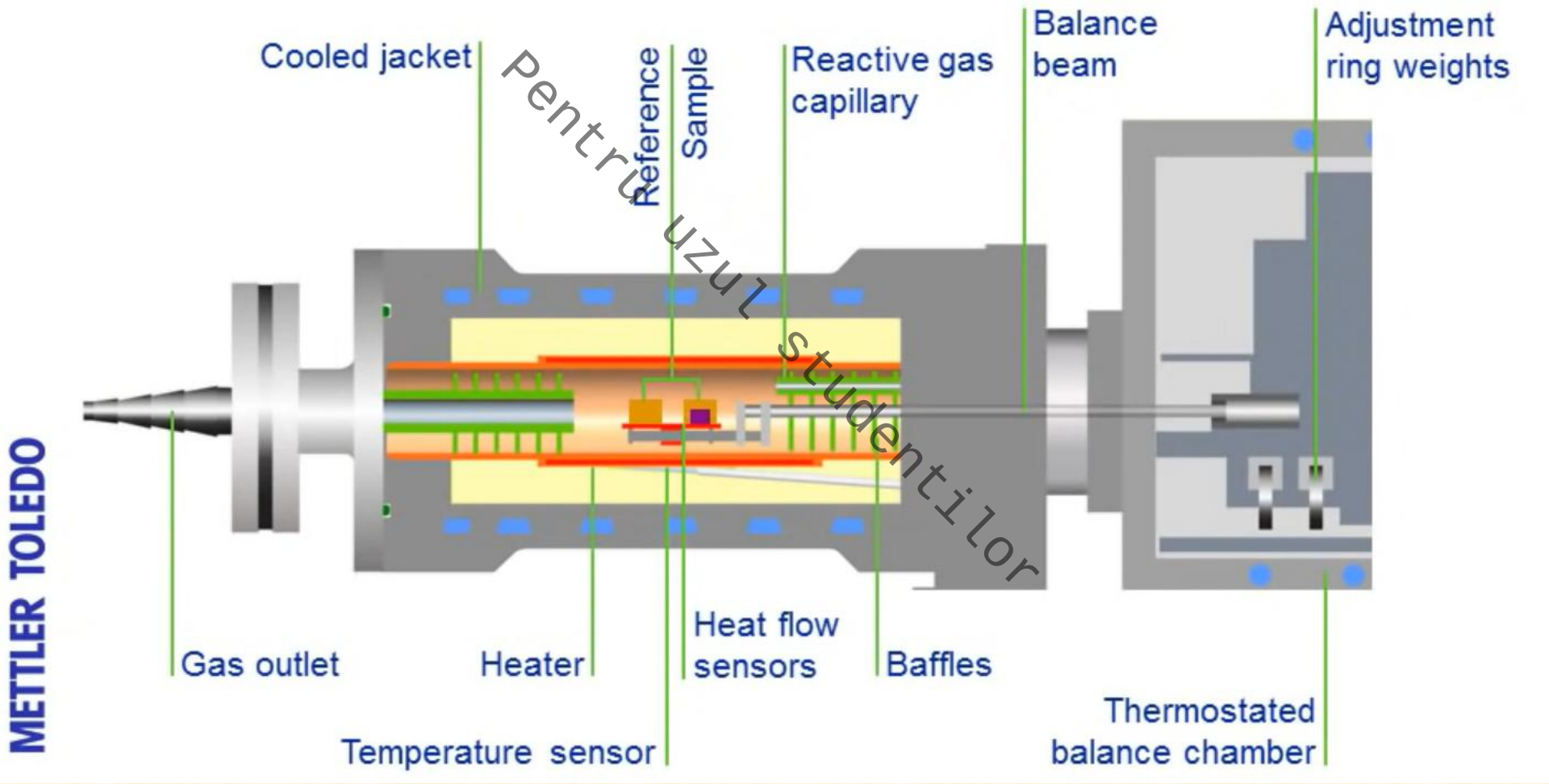


Pentru uzul studenților

Secțiune printr-o microbalanță TG NETZSCH

- Cuptorul este din cuarț iar temperatura poate fi crescută până la 1000°C.
- Există sisteme prevăzute cu prelevare automată de probe;
- Termocuplul se află în contact cu creuzetul care conține proba. Acest lucru asigură o citire corectă a temperaturii probei, independent de atmosferă, fluxul de gaz sau viteza de încălzire;
- Rezultatele sunt înregistrate ca pierdere masică-timp (pentru analizele izoterme) sau pierdere masică-temperatură (pentru analizele efectuate cu o viteza de încălzire constantă).

Pentru uzul studenților



Pentru uzul studentilor

Pentru uzul studentilor

https://www.youtube.com/watch?v=SKsg8MOFilQ
https://www.youtube.com/watch?v=itLVkpaB84Y

Informații oferite:

- Schimbări de masă
- Analiza compozițională
- Descompunere
- Oxidare
- Stabilitate termică
- Comportament de reducere
- Studii de coroziune
- Determinarea conținutului de umplutură

pentru uzul studentilor

Informații oferite:

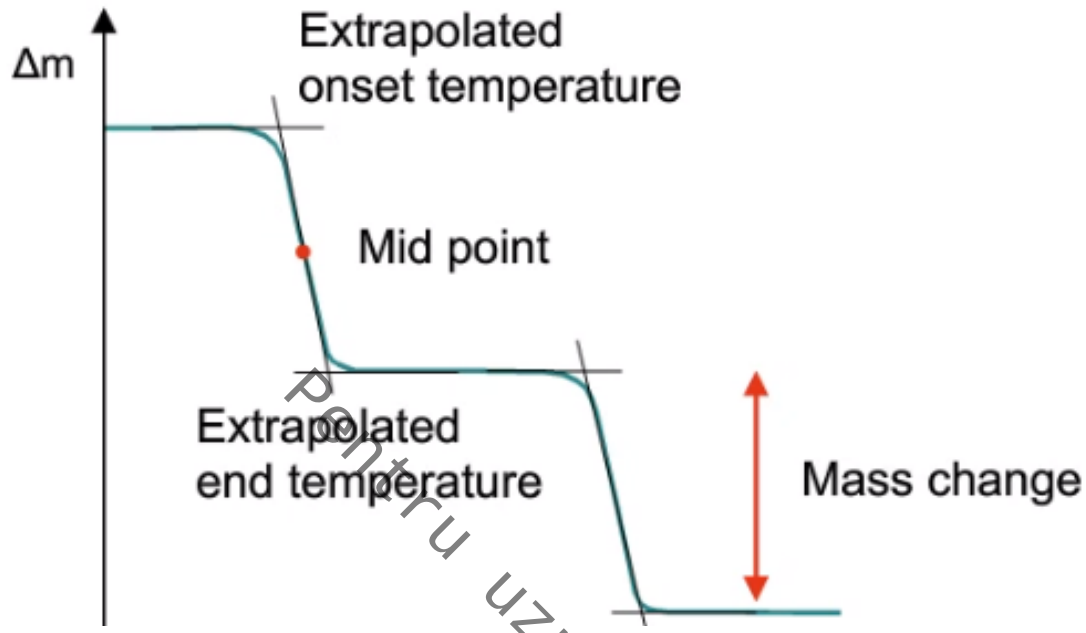
- Influența îmbătrânirii
- Determinarea conținutului de umiditate
- Determinarea adaosului de negru de fum
- Determinarea conținutului de cenușă
- Temperaturi Curie
- Cinetică de reacție
- Determinarea purității

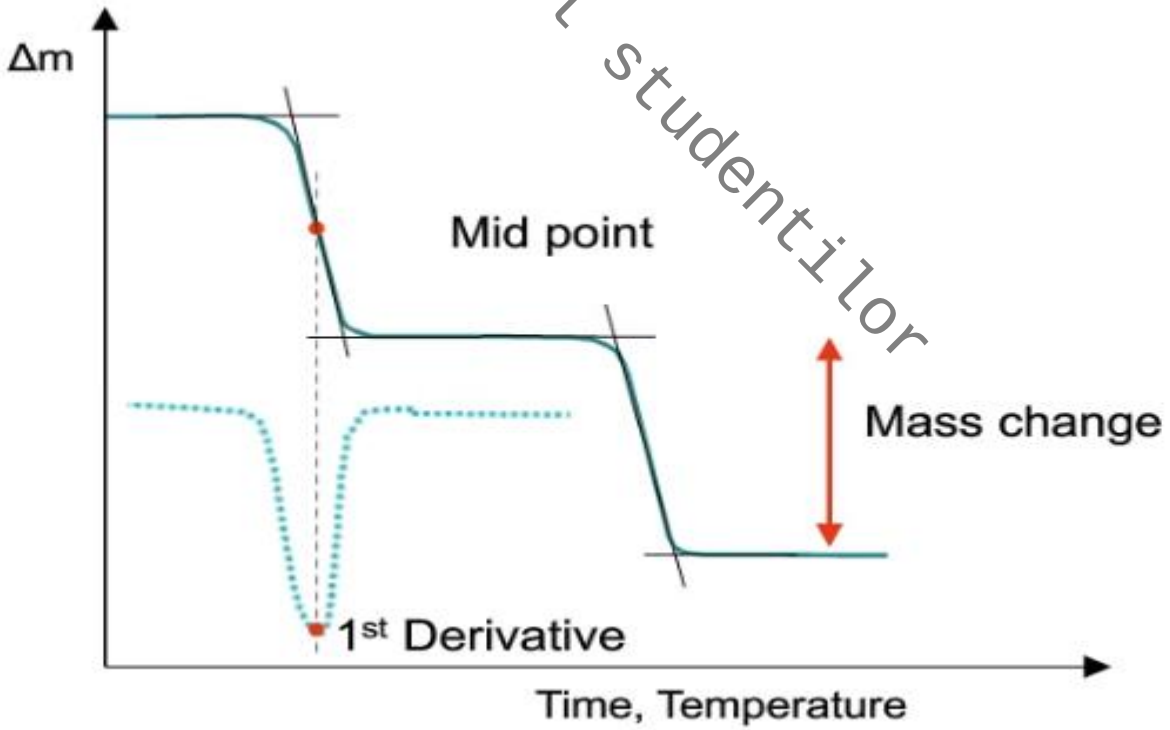
Pentru uzul studenților

Procesele ce pot fi analizate prin TGA

Proces	Variația masei probei	
	creștere	scădere
Adsorbţie sau absorbţie	●	–
Desorbţie	–	●
Deshidratare	–	●
Sublimare	–	●
Vaporizare	–	●
Descompunere	–	●
Reacţie solid-solid	–	●
Reacţie solid-gaz	●	●

Pentru uzul studentilor



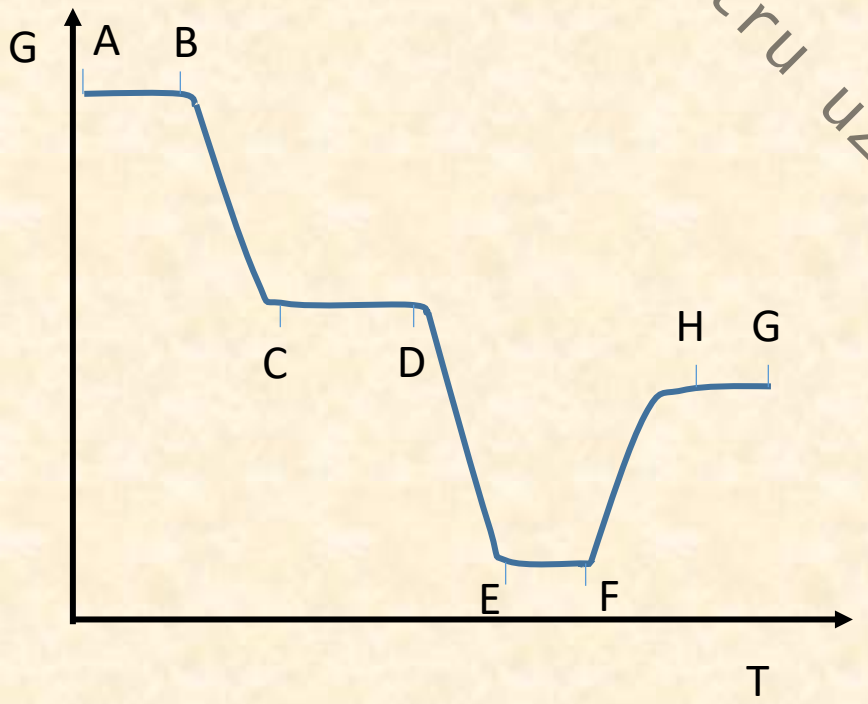


Pentru uzul studentilor

Interpretarea curbelor TGA

Analiza termogravimetrică permite obţinerea următoarelor informaţii asupra sistemului cercetat:

Pentru uzul studentilor

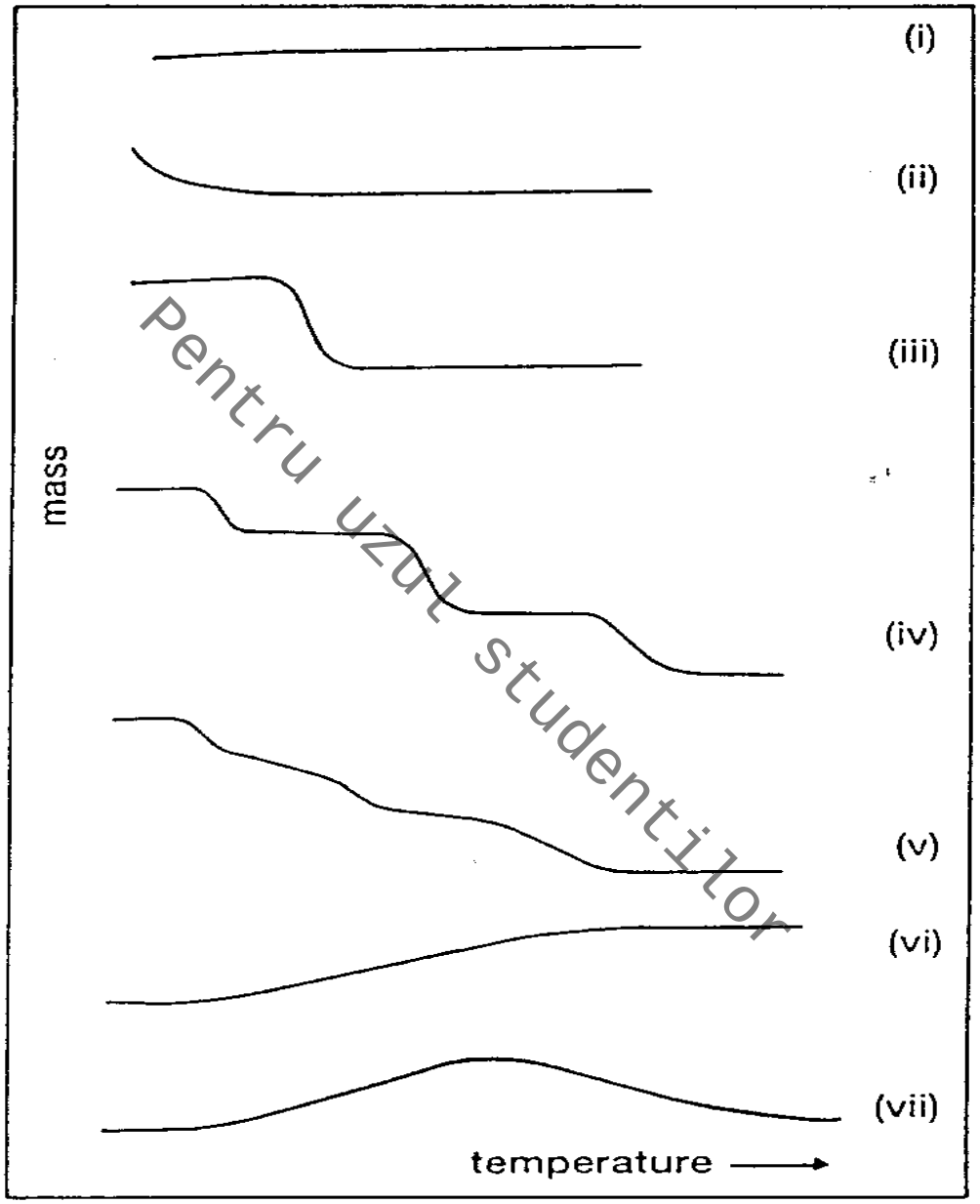


Curba termogravimetrică

Stabilitate termică

- determinarea temperaturii la care materialul începe să se descompună sau să reacționeze și acestei temperaturi sa îi corespundă o modificare a masei.
- absenta unei reacții de descompunere indica o **stabilitate termica a materialului**.

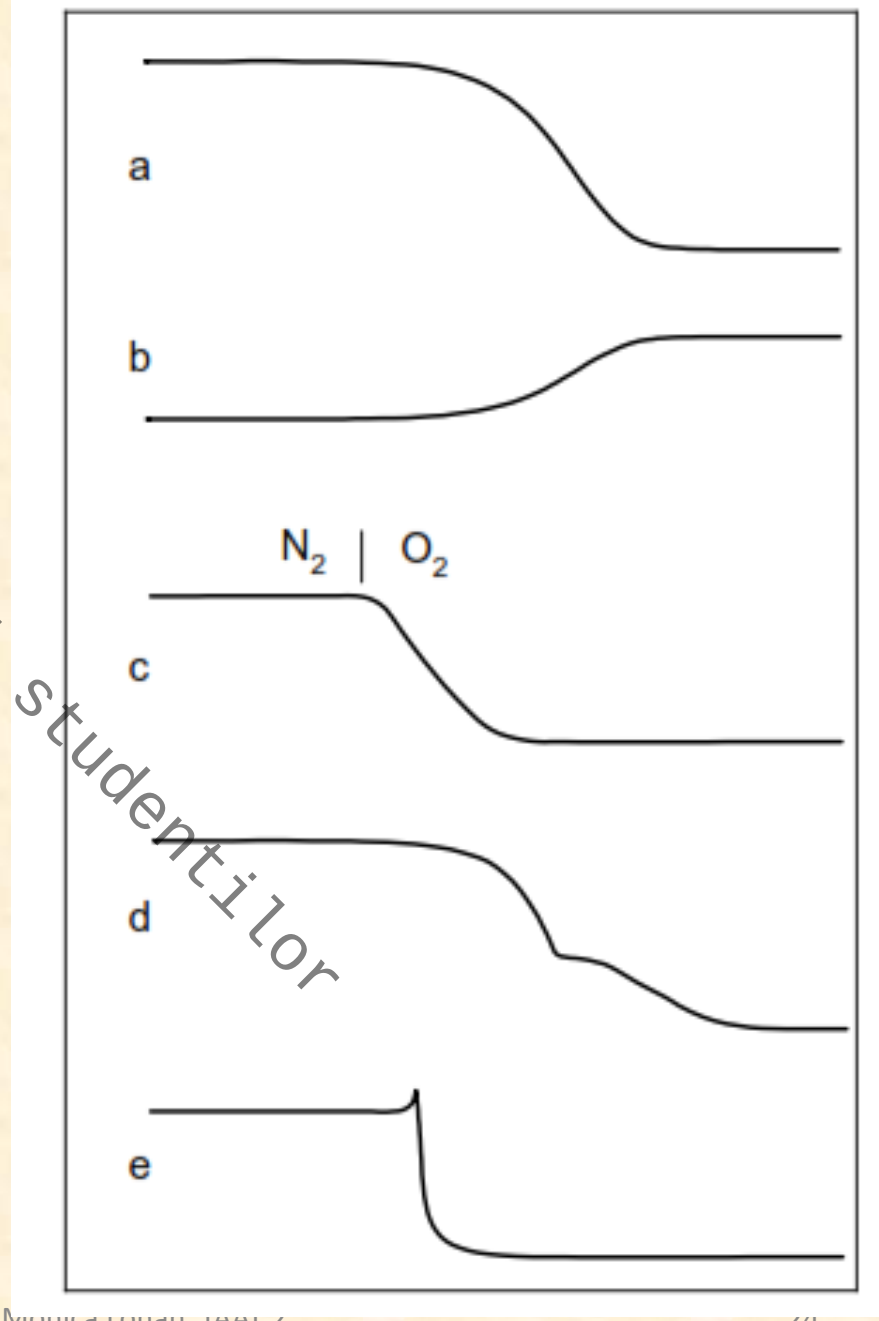
Pentru uzul studentilor



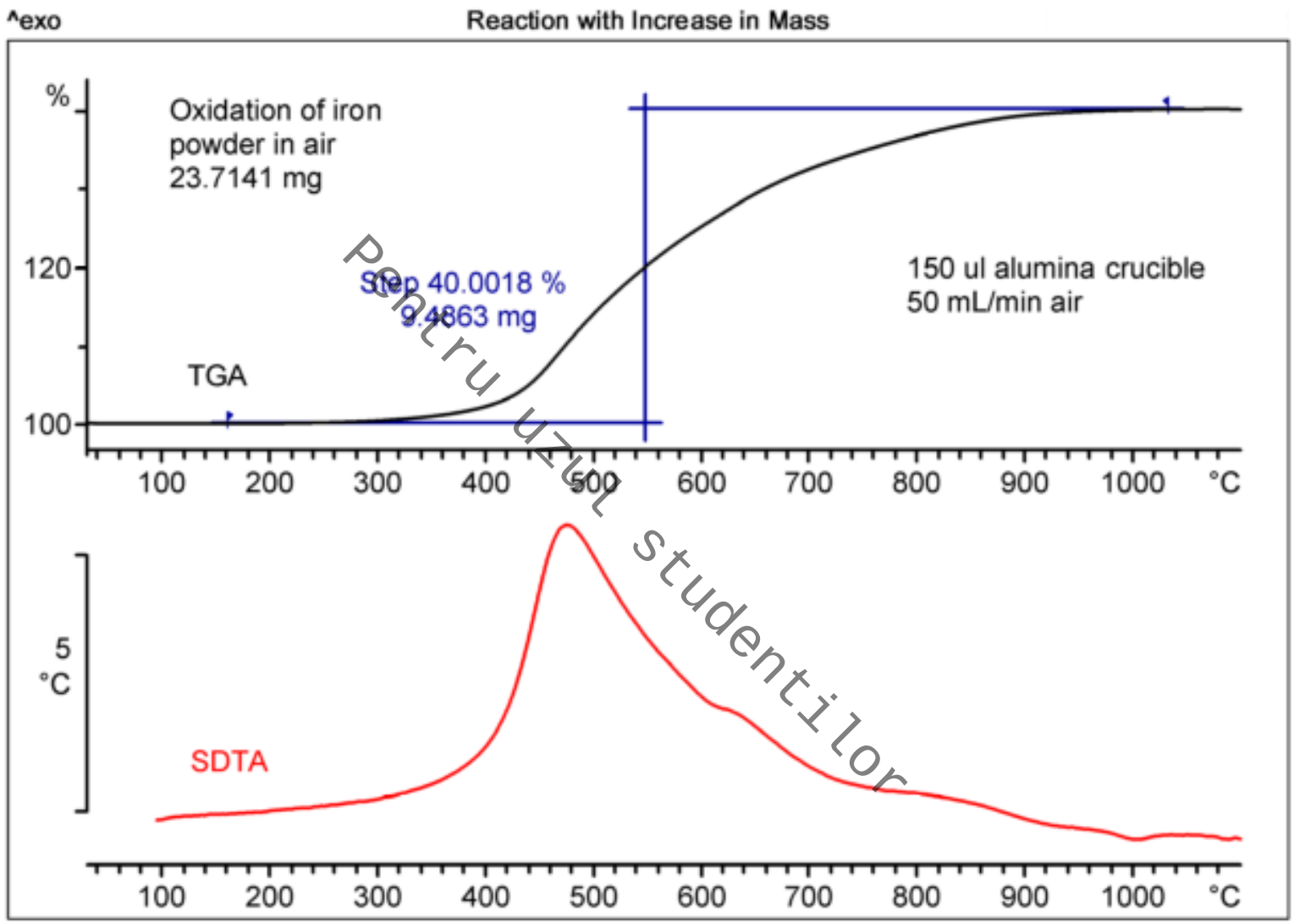
pentru uzul studentilor

Reacții chimice

a. Descompunere termică cu formarea produșilor de reacție volatili
b. Coroziune, oxidarea metalelor (formarea de produși nevolatili)
c. Arderea negrului de fum la trecerea de la N_2 La O_2;
d. Descompunere în mai mulți pași;
e. Descompunere explozivă cu efect de recul



Pentru uzul studentilor

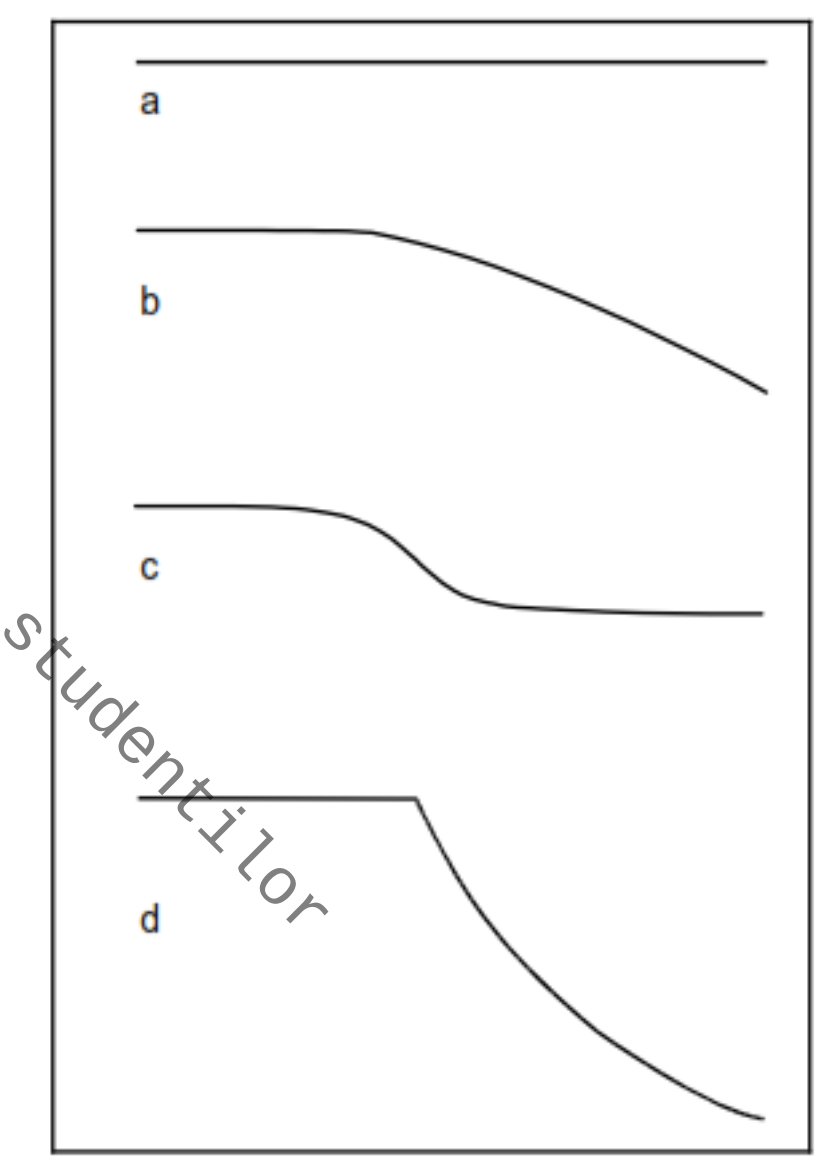


Pentru uzul studentilor

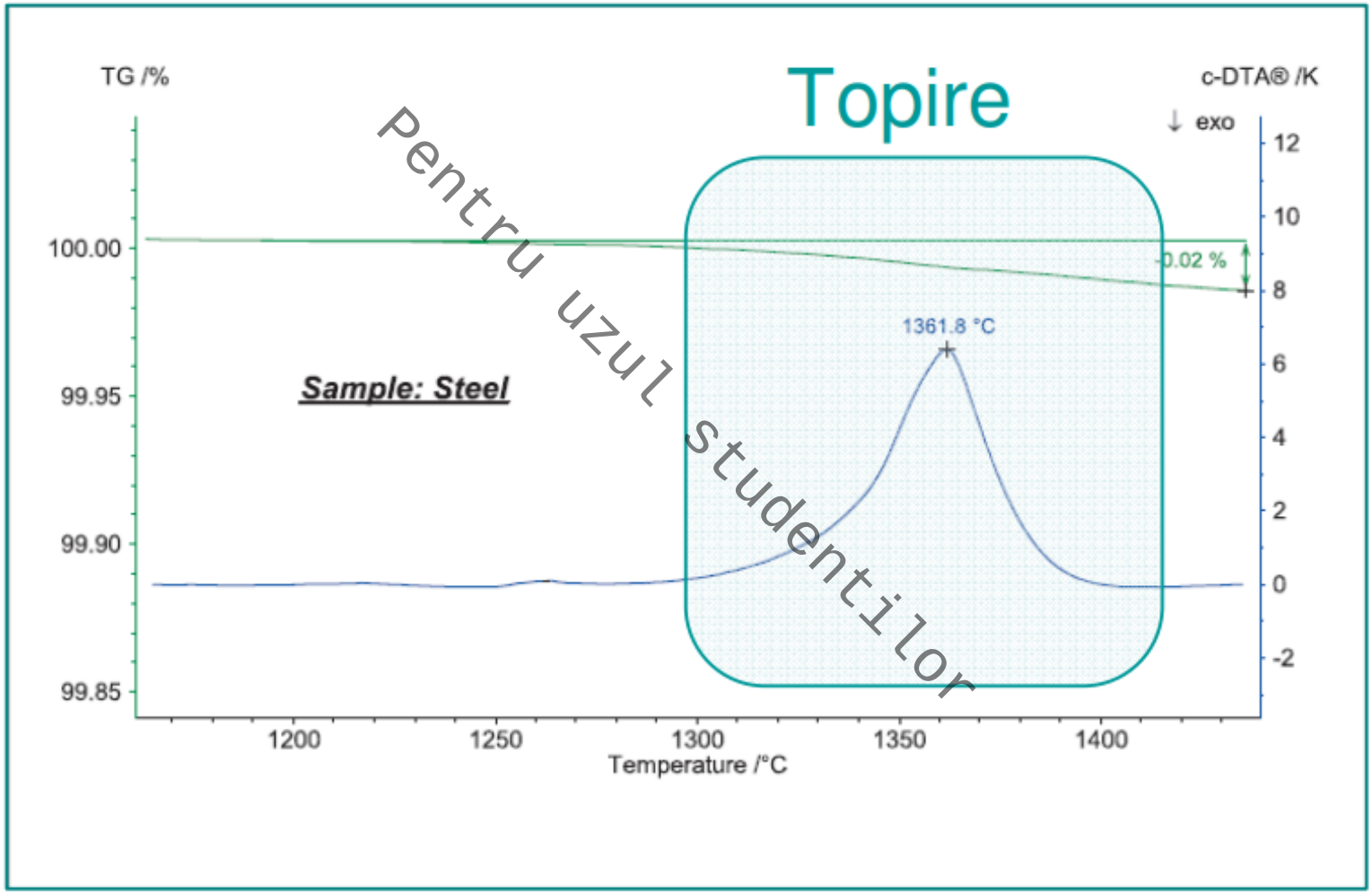
Oxidarea fierului

Topire

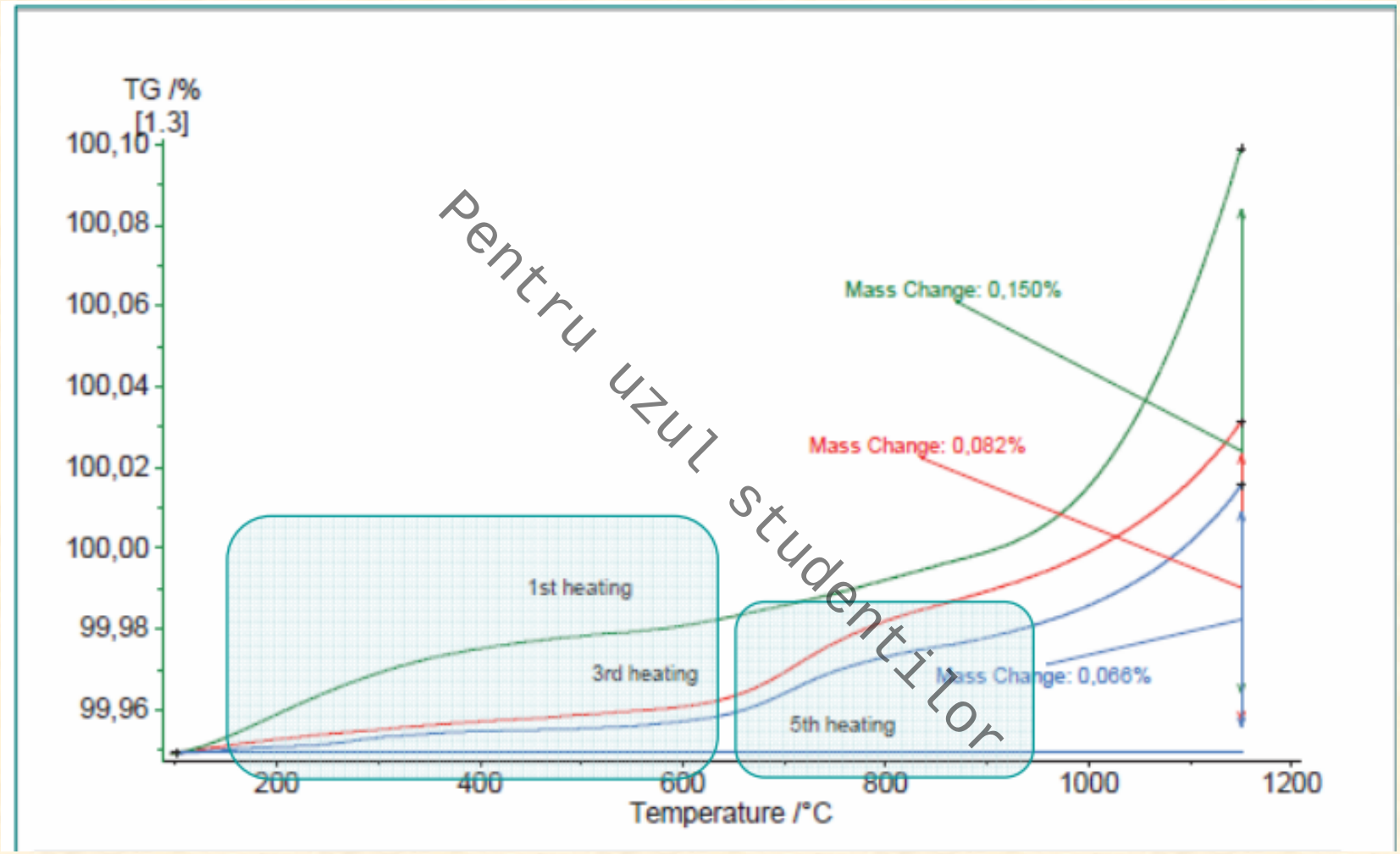
a. Probă cu presiune mică
b. Topire volatilă
c. Arderea negrului de fum la trecerea de la N_2 La O_2;
d. Proba se topește și se descompune.;



pentru uzul studentilor


TG /%
c-DTA® /K
↓ exo
Topire
pentru uzul studentilor
100.00
99.95
99.90
99.85
12
10
8
6
4
2
0
-2
-0.02 %
1361.8 °C
Sample: Steel
1200
1250
1300
1350
1400
Temperature /°C

Oxidare

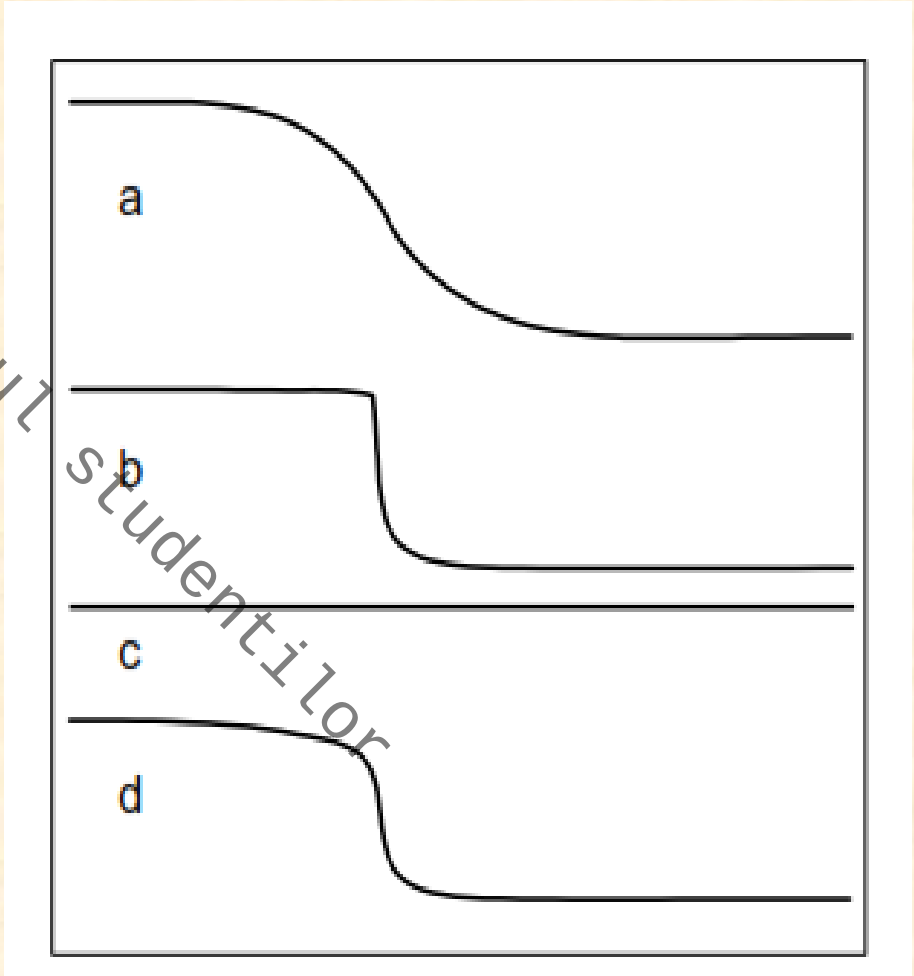


Oxidare la suprafata

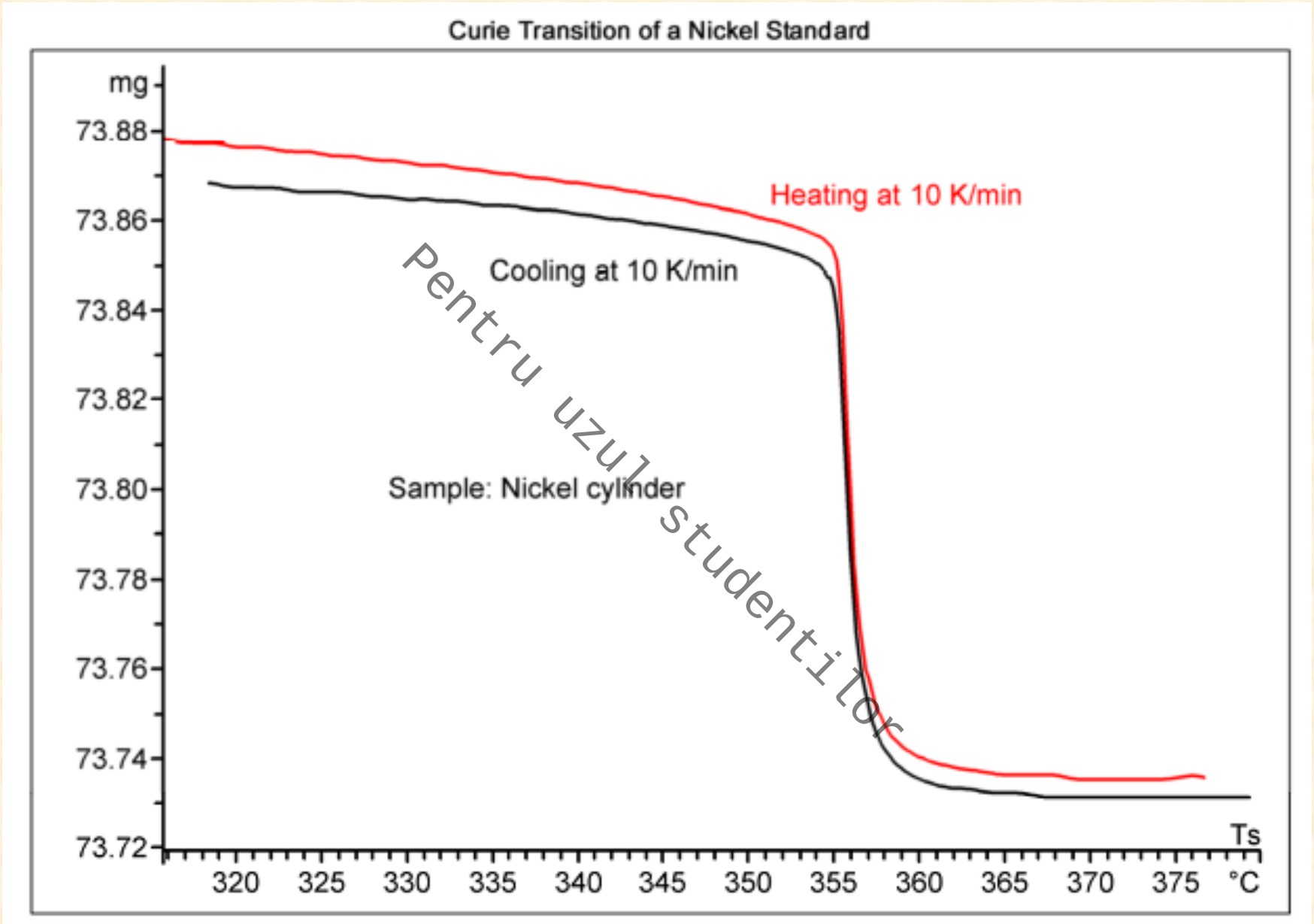
Oxidare in profunzime

Alte efecte gravimetrice

a. Uscare, desorbție, sublimare
b. Fierbere într-un creuzet perforat
c. Tranziție feromagnetică Curie fără magnet: fără efect TGA;
d. Aceeași probă cu un magnet permanent sub cuptor.



pentru uzul studenților


Curie Transition of a Nickel Standard
mg
73.88
73.86
73.84
73.82
73.80
73.78
73.76
73.74
73.72
Heating at 10 K/min
Cooling at 10 K/min
Sample: Nickel cylinder
pentru uzul studentilor
Ts
320
325
330
335
340
345
350
355
360
365
370
375
°C

Pregătirea probelor

- Proba trebuie să fie reprezentativă pentru materialul analizat.
- Masa probei trebuie să fie suficientă pentru a obține precizia necesară pentru test.
- Proba trebuie modificată cât mai puțin posibil în procesul de pregătire.
- Proba nu trebuie contaminată de procesul de pregătire.

Pentru uzul studenților

Factorii care influențează rezultatele analizei termogravimetrice:

Factori instrumentali

1. Viteza de încălzire
2. Atmosfera în care se realizează analiza
3. Tipul de creuzet

pentru uzul studenților

Factori ce țin de caracteristicile probei

1. Masa probei
2. Mărimea particulei de probă

Factori ce țin de probă:

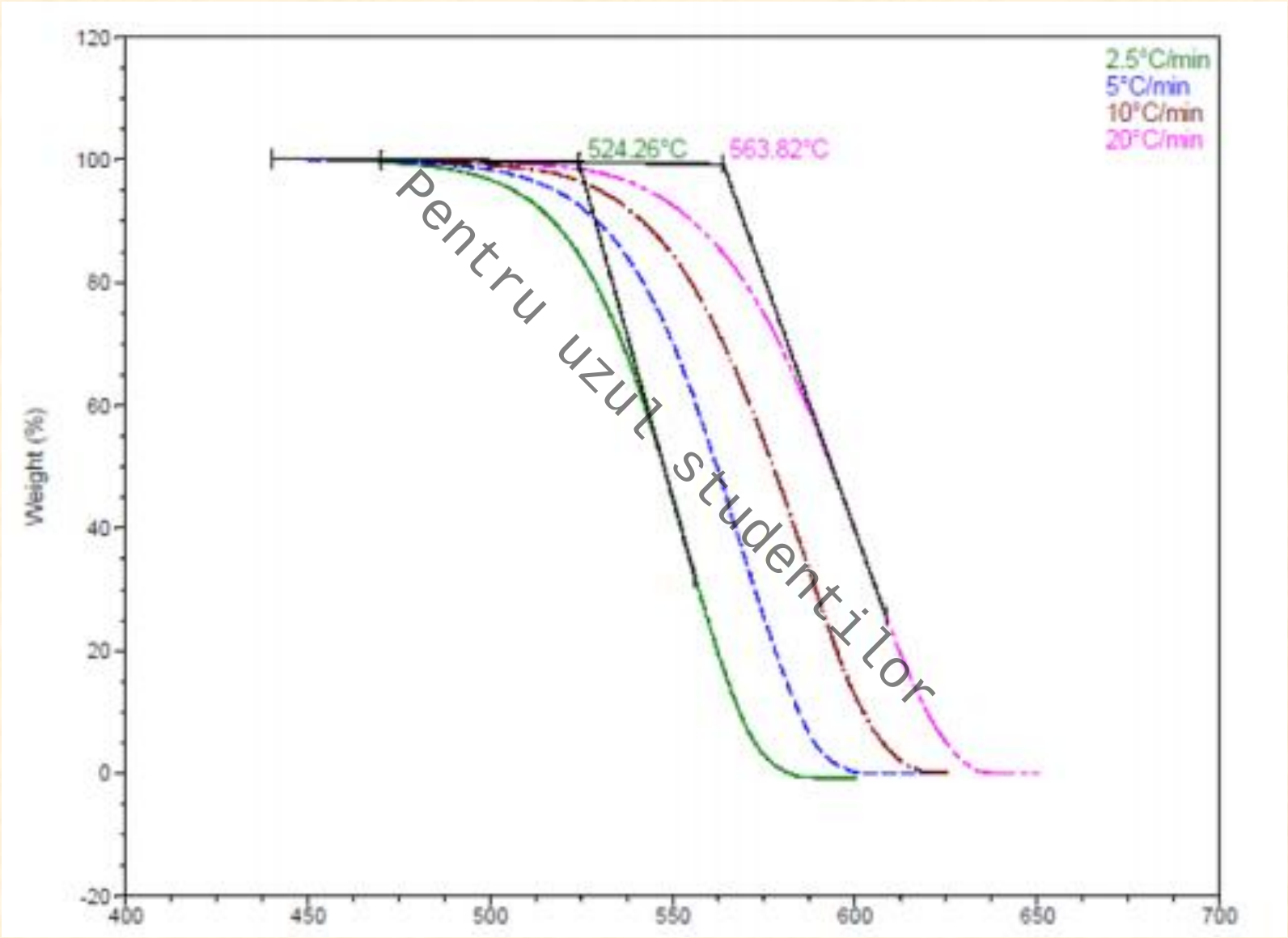
1. Mărimea probei
2. Omogenitatea și morfologia

Efectele vitezei de încălzire:

- viteze mai mari de încălzire determină deplasarea reacțiilor la temperaturi mai ridicate;
- dacă se utilizează viteze de încălzire inadecvate, reacțiile se pot suprapune și rămân nedetectate.

Pentru uzul studenților

Efectele vitezei de încălzire:



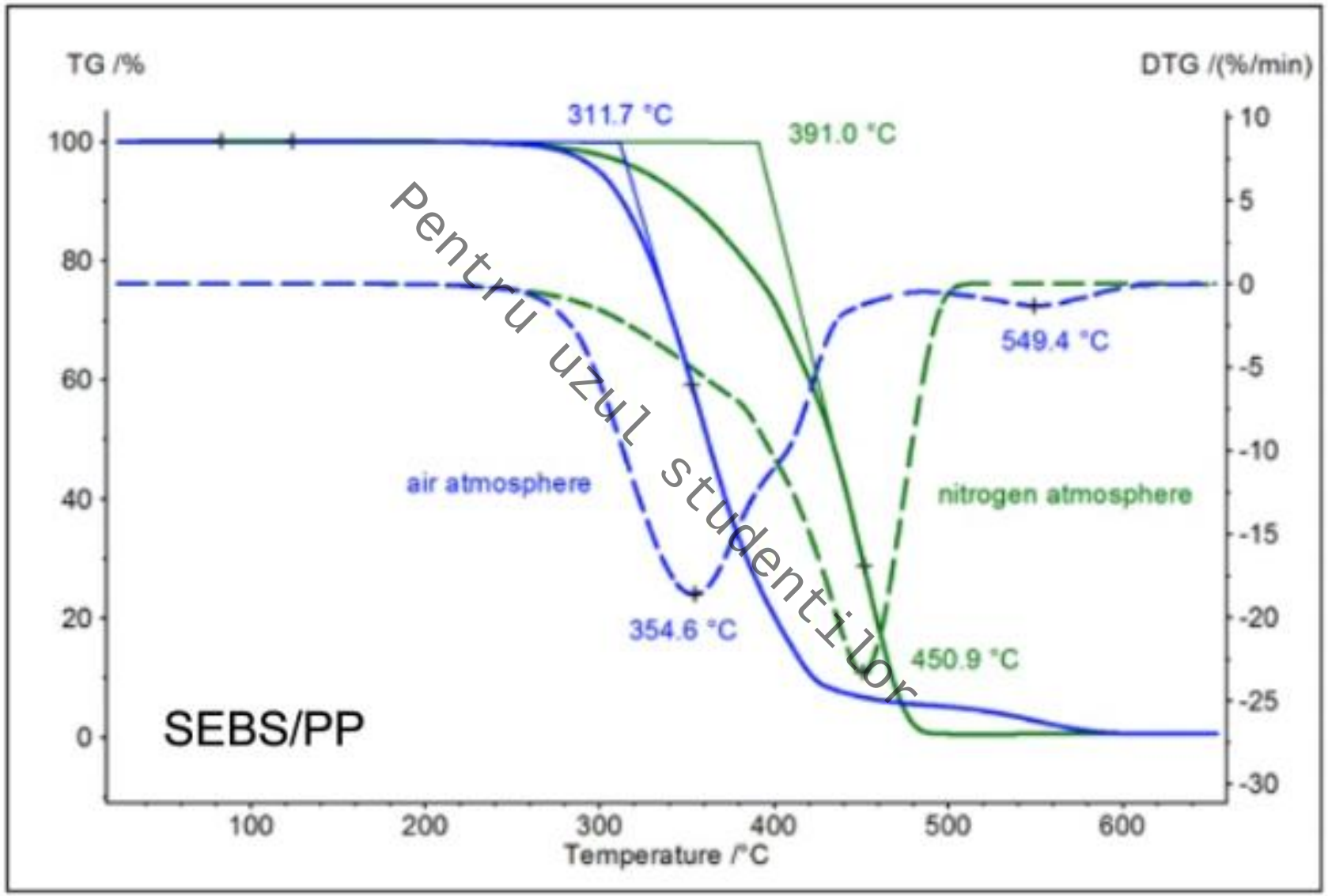
Pentru uzul studenților

Efectul atmosferei în care se realizează analiza

- gaz de protecție pentru a proteja balanța împotriva oricăror gaze corozive (Ar, N_2);
- gaz de purjare pentru îndepărtarea produselor de reacție gazoase din interiorul cuptorului (He);
- un gaz reactiv - interacțiunea gazului cu proba (O_2, H).

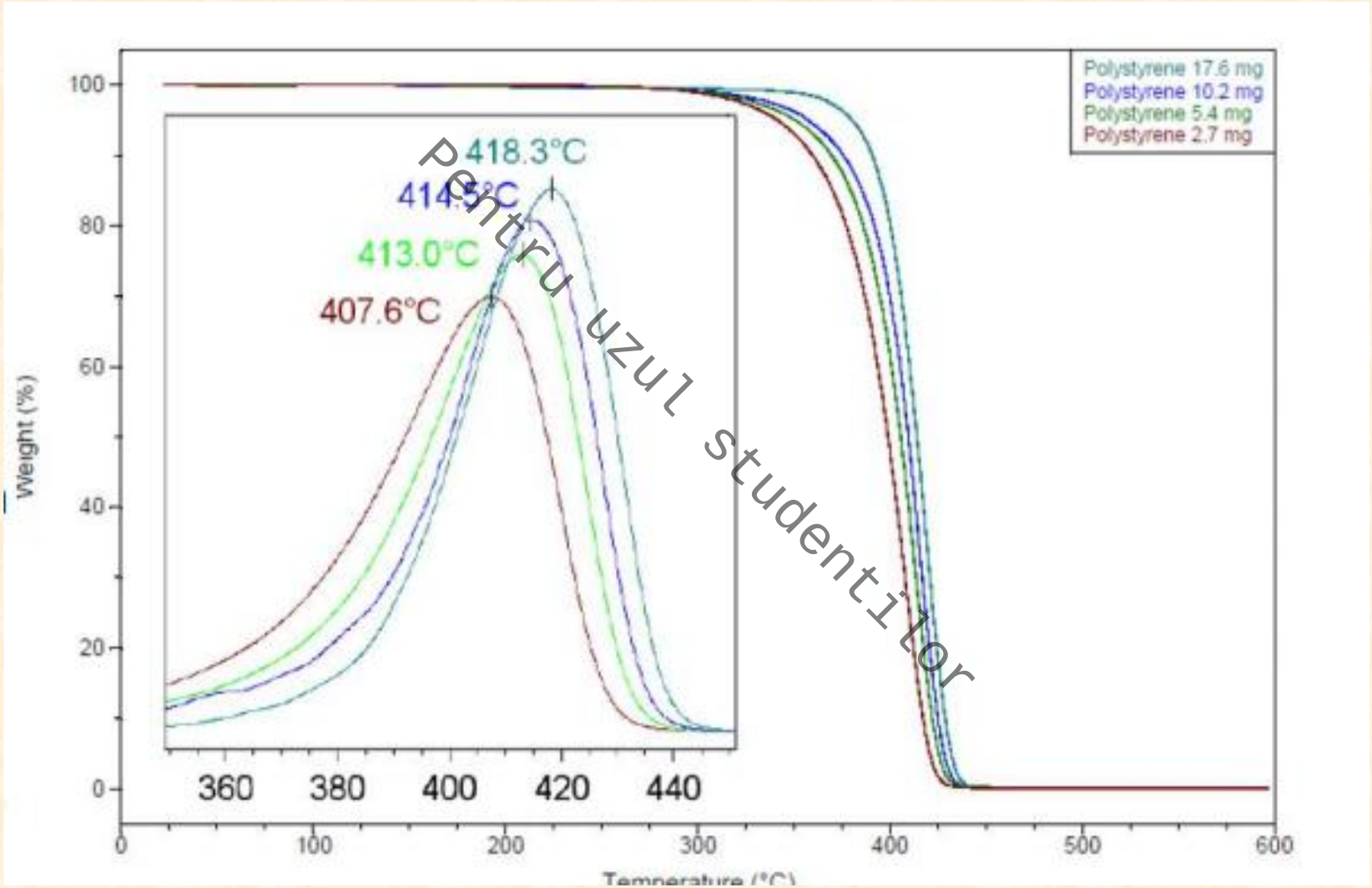
Pentru uzul studentilor

Efectul atmosferei în care se realizează analiza



pentru uzul studenților

Efectul masei probei



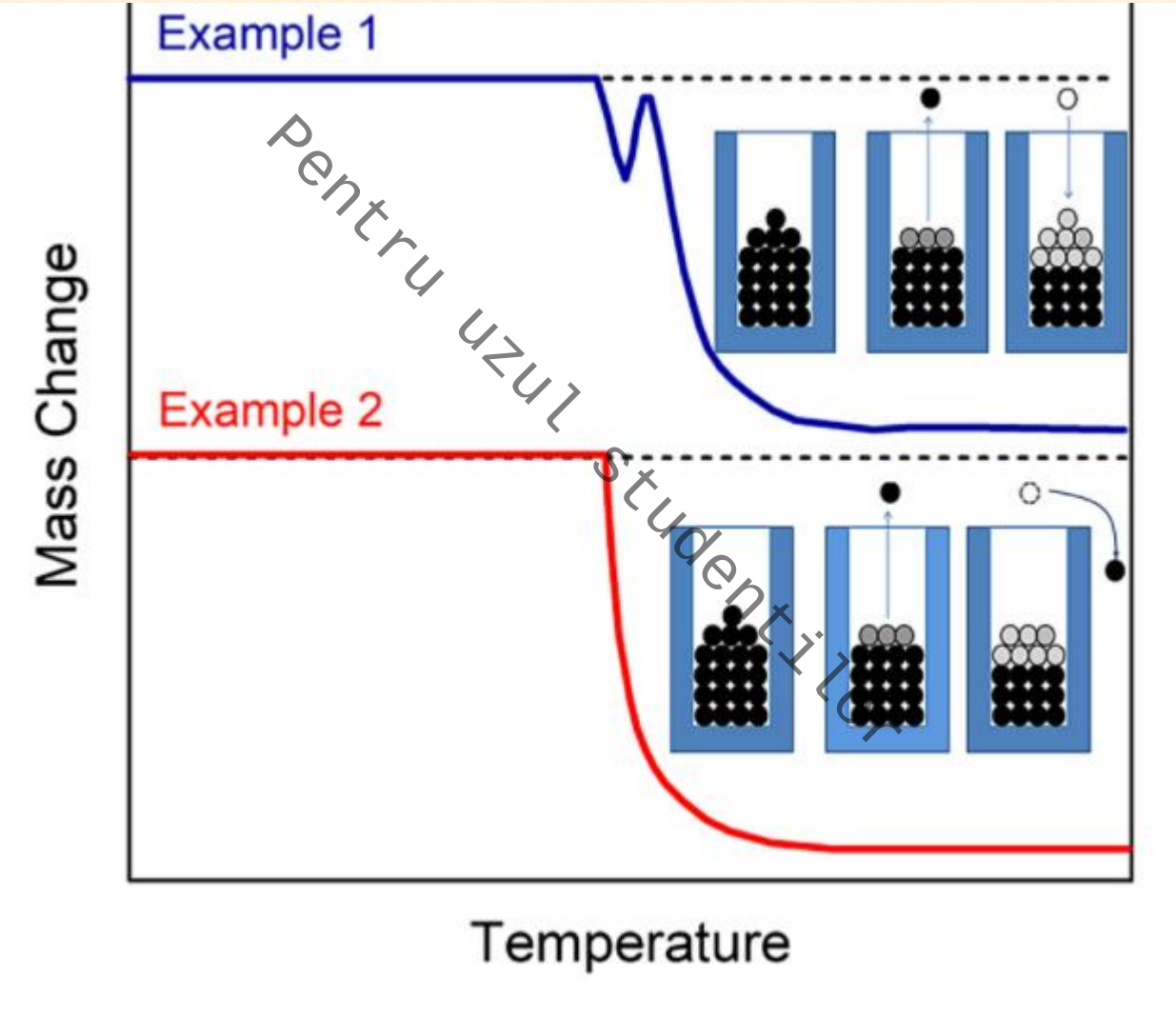
Pentru uzul studentilor

Identificarea erorilor

- Efectele de flotabilitate cauzate de scăderea densității gazului din atmosfera înconjurătoare la încălzire => creștere aparentă a masei;
- Fluctuațiile debitului de gaz;
- Pierderea bruscă a masei rezultată din ejectarea unei părți a probei.

Erorile pot fi identificate prin efectuarea de măsurători repetate și efectuarea de experimente în alb.

Pentru uzul studenților


Example 1
Example 2
Mass Change
Temperature
pentru uzul studentilor

Pot fi analizate:

- ✓ mase plastice
- ✓ cauciuc
- ✓ metale
- ✓ fibre
- ✓ uleiuri
- ✓ ceramica
- ✓ compozite
- ✓ sticla
- ✓ ciment
- ✓ materiale refractare
- ✓ rasini
- ✓ combustibil
- ✓ medicamente
- ✓ substante active
- ✓ alimente

Pentru uzul studentilor

Calibrarea

Precizia unei măsurători depinde de:

- echipament,
- probă,
- tehnicile experimentale.

Pentru uzul studentilor

Calibrări:

- de masă,
- de temperatură.

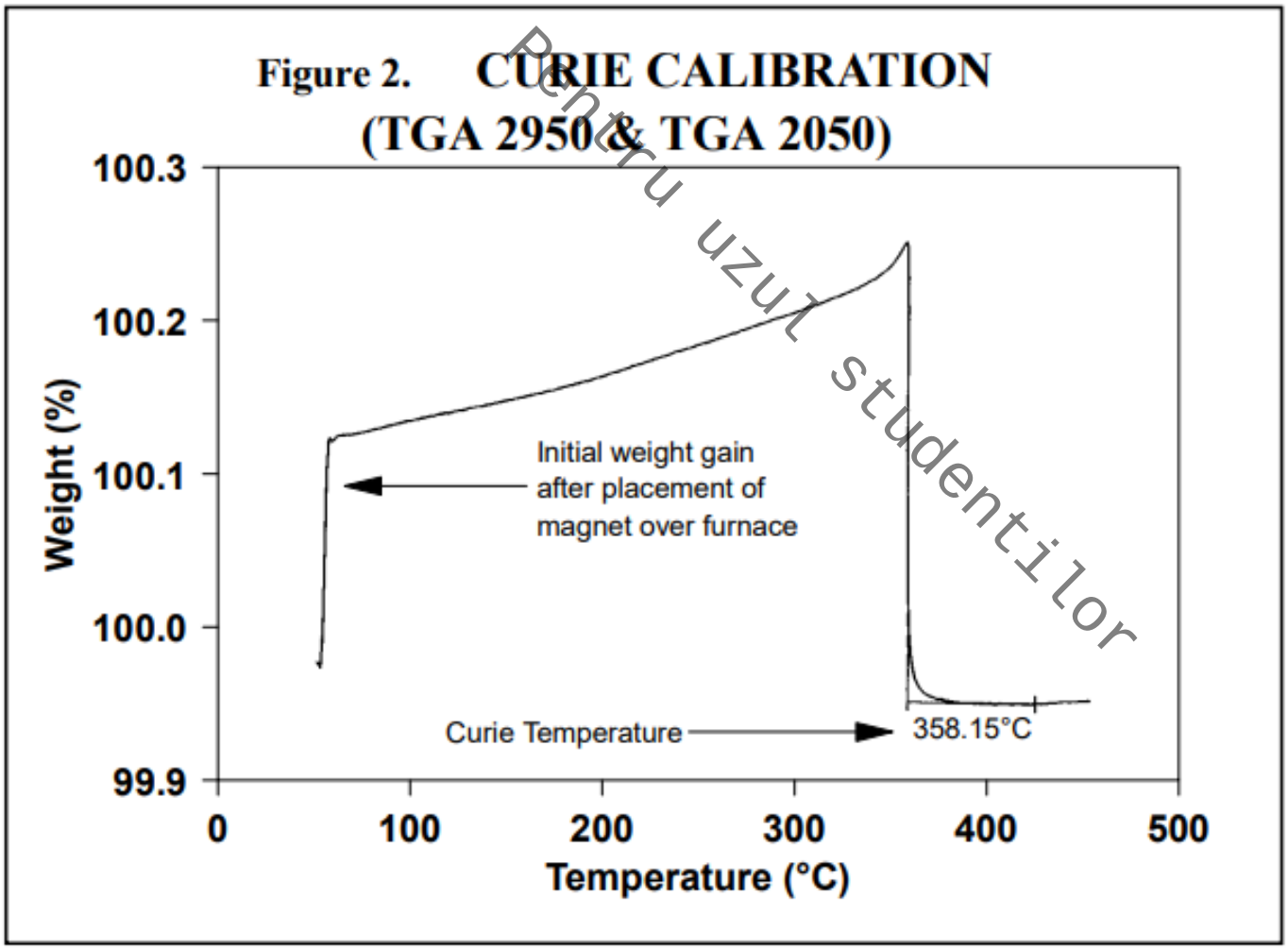
Pentru uzul studentilor

Calibrarea masei

- mase de calibrare într-o gamă largă de dimensiuni și mai multe clase de precizie de la organizațiile de standardizare sau furnizori comerciali.
- Standardele de clasa M sunt utilizate de organizațiile de standardizare pentru certificarea altor clase de piese de masă.
- Clasa S – 100 mg – toleranță de ±0.0250mg sau 250 ppm;
- Clasa S1 – 100 g – toleranta de ±0.0500mg sau 500 ppm;

Pentru uzul studenților

Calibrarea temperaturii



Pentru uzul studentilor

ici,

500

metoda „legăturii fuzibile” – folosește piese cu masa inerta, suspendate de balanță, prin legături de sârmă fuzibilă subțire.

pentru uzul studentilor

Concluzii

- Variatia temperaturii trebuie să produca o schimbare în masa probei, deci TGA este limitată la reacții de descompunere și oxidare, iar procese fizice analizate pot fi de vaporizare, sublimare sau desorbție;
- Prin TGA obținem informații despre modificarea masei unui material, dar originea acestor schimbari trebuie investigată cu tehnici adiționale (ex. DSC).

Pentru uzul studentilor

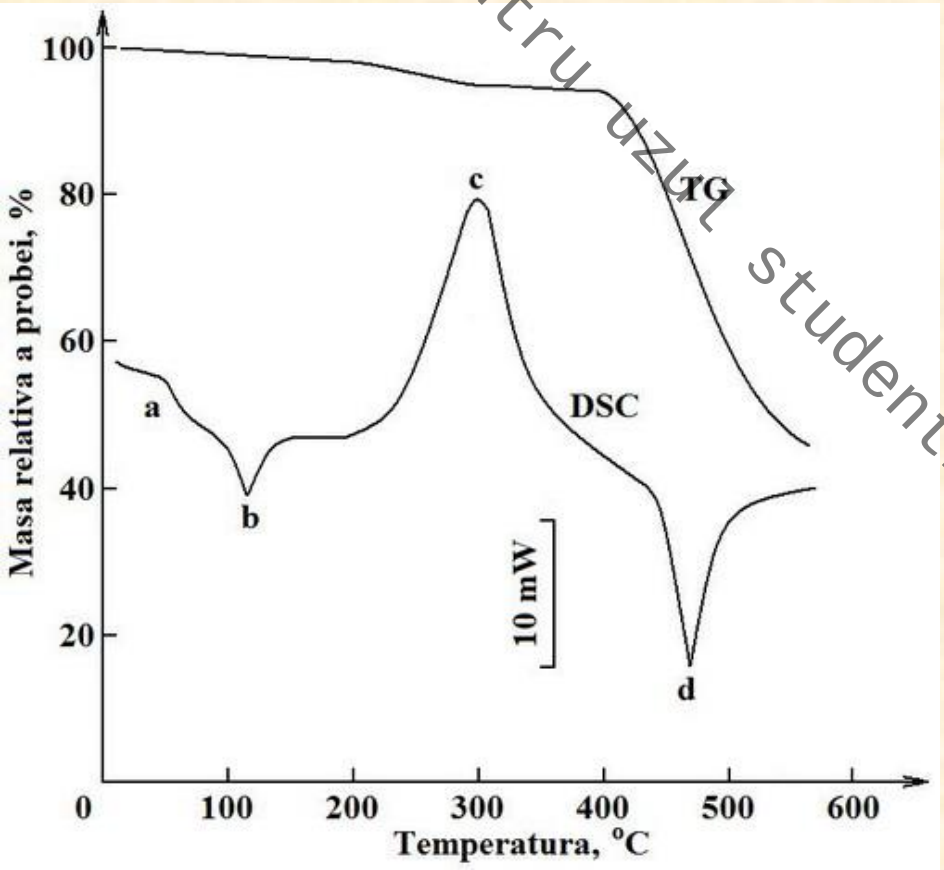
Analizele TG sau DTA/DSC dau rareori suficiente informații necesare unei caracterizări complete a reacțiilor care au loc într-un sistem, informații care însă pot fi completate cu cele furnizate de alte metode de analiză termică.

Metode alternative de analiză termică se aplică simultan, de exemplu TG şi DSC, rezultând informații despre aceeași probă, studiată în aceleași condiții experimentale.

Pentru uzul studenților

Analiza termică simultană (STA) combină DSC-ul cu metodele de termogravimetrie și efectuează măsurătorile de flux de căldura si pierderile de masa sub aceleași condiții.

Pentru uzul studenților



Curbe TG-DSC pentru o răşină poliamidică nevulcanizată;

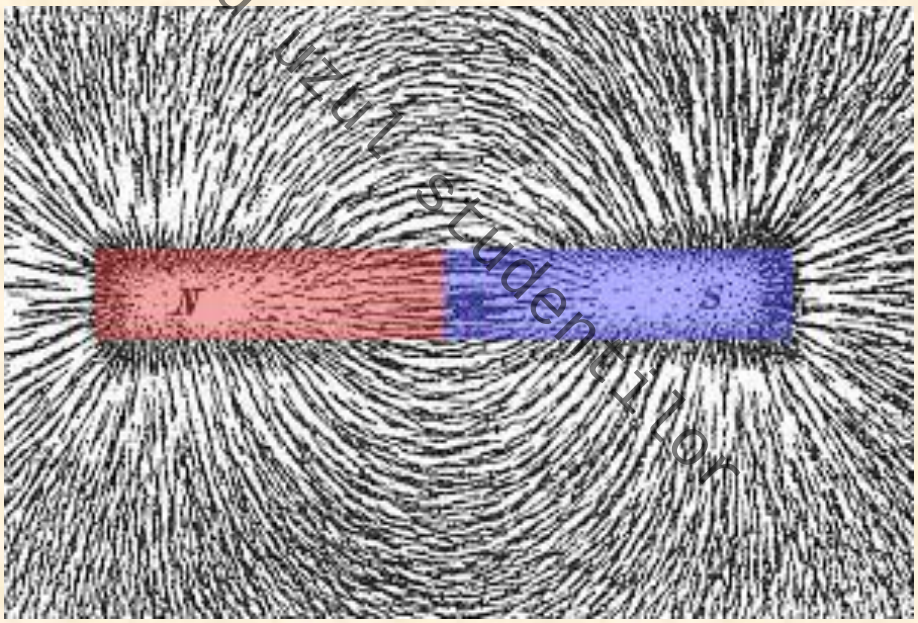
În figura anterioara este prezentată vulcanizarea şi descompunerea unei răşini poliamidice:

- după tranziţia vitroasă (a) şi topirea materialului la cca. 120ºC (b) (fenomene puse în evidenţă prin DSC), curbele TG pun în evidenţă etapele iniţiale a unei reacţii exoterme de vulcanizare (c) care determină şi o scădere a masei de 7%.
- Descompunerea endotermă a acestei răşini are loc, conform curbei TG, la cca. 430ºC (d), valoare ce este folosită la calculul căldurii de vulcanizare.

Pentru uzul studenților

Analiza termomagnetrică

Centrul de studenți



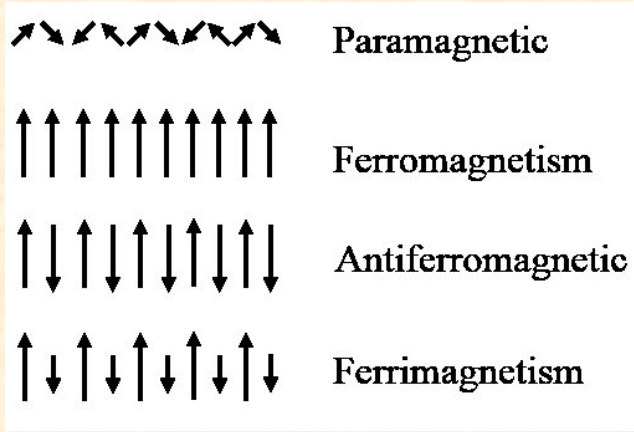
Analiza termomagnetică

Proprietățile magnetice si feromagnetice ale materialelor depind de creșterea sau scăderea temperaturii.

Pentru uzul studenților

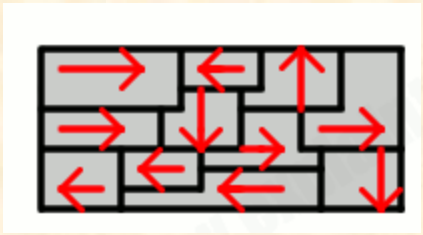
Variațiile de temperatură de magnitudini mari pot produce modificări în structura materialului însoțite de schimbări ale proprietăților magnetice corespunzătoare.

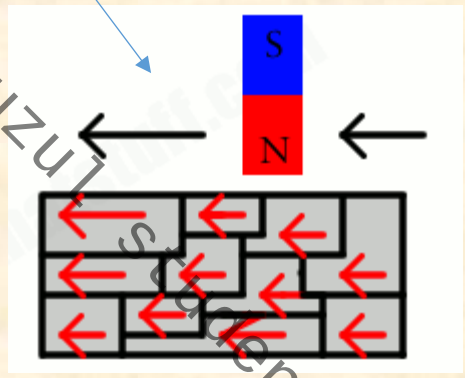
Studiul efectelor magnetice care apar în timpul de încălzirii sau răcirii probelor se numește ***analiză termomagnetică***.



Probă

Pentru uzul studenților





antiferomagnetism

paramagnetism

feromagnetism

Volumul susceptibilității magnetice a unei probe este definit ca:

$$\chi = \frac{M}{H}$$

M = magnetizarea;

H = intensitatea câmpului magnetic.

$+\chi$ = paramagnetice

$-\chi$ = diamagnetice

Pentru uzul studenților

Sensibilitatea materialelor diamagnetice nu se schimbă prea mult odată cu temperatura.

Materialele feromagnetice au susceptibilități ridicate la temperaturi sub ceea ce este cunoscută sub numele de punctul Curie.

Pentru uzul studenților

La temperatura de tranziție, denumită și temperatura Curie sau punctul Curie a materialelor feromagnetice, magnetizarea dispare și materialul devine paramagnetic.

Domenii de interes :

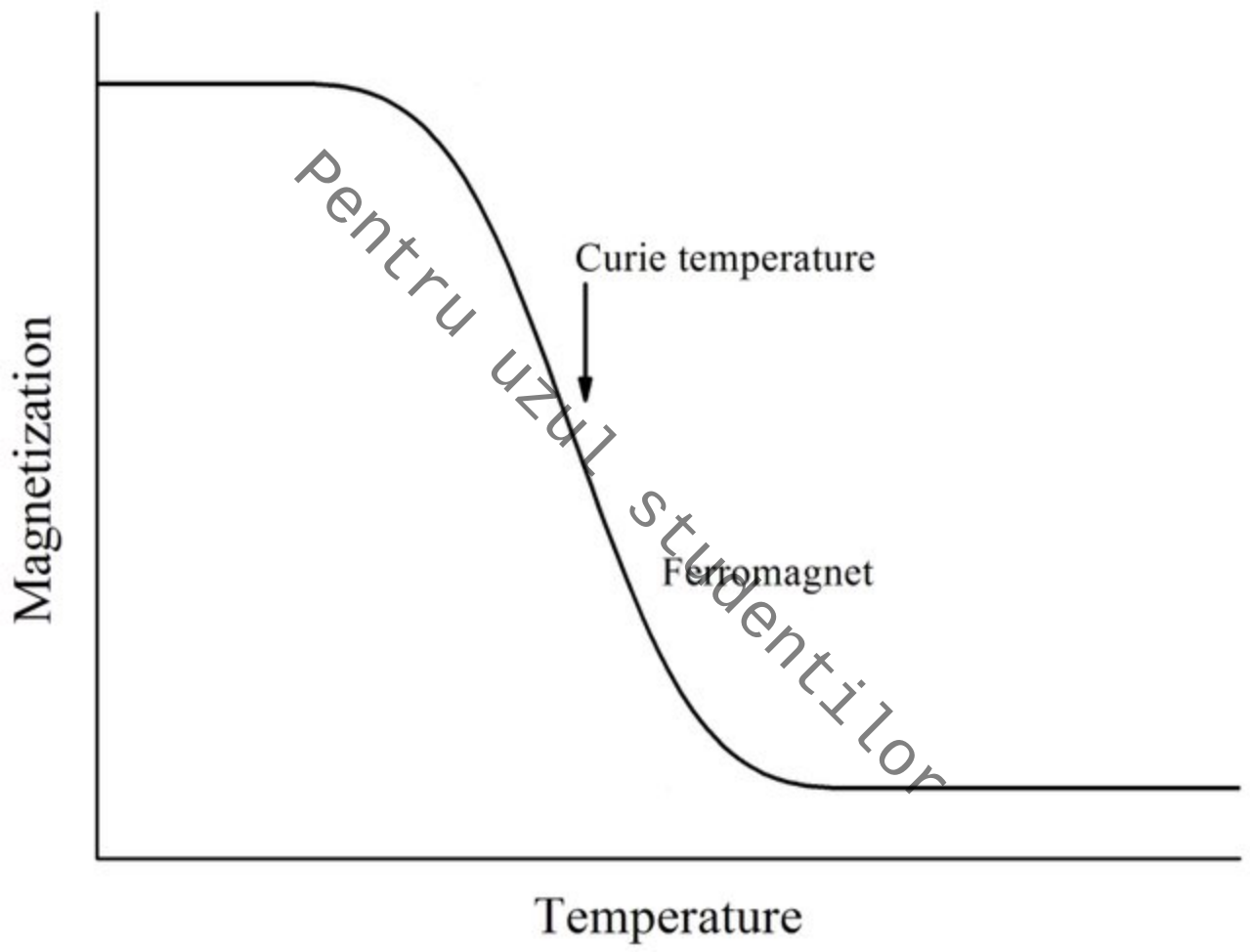
- 1) determinarea temperaturii de tranziție magnetică pentru a caracteriza materialul sau pentru a servi ulterior ca un potențial standard de temperatură pentru termogravimetrie;
- 2) detectarea reactanților magnetici, a intermediarilor sau a produselor în timpul reacțiilor și
- 3) urmărirea vitezelor de reacție pentru astfel de reacții.

Pentru uzul studenților

Se examinează o gamă largă de **materiale, metale, ceramică, catalizatori, minerale și complexe anorganice**.

Scopul analizei termomagnetice este, în principal, determinarea punctului Curie cu ajutorul curbelor termomagnetice (magnetizare-temperatură).

Pentru uzul studentilor

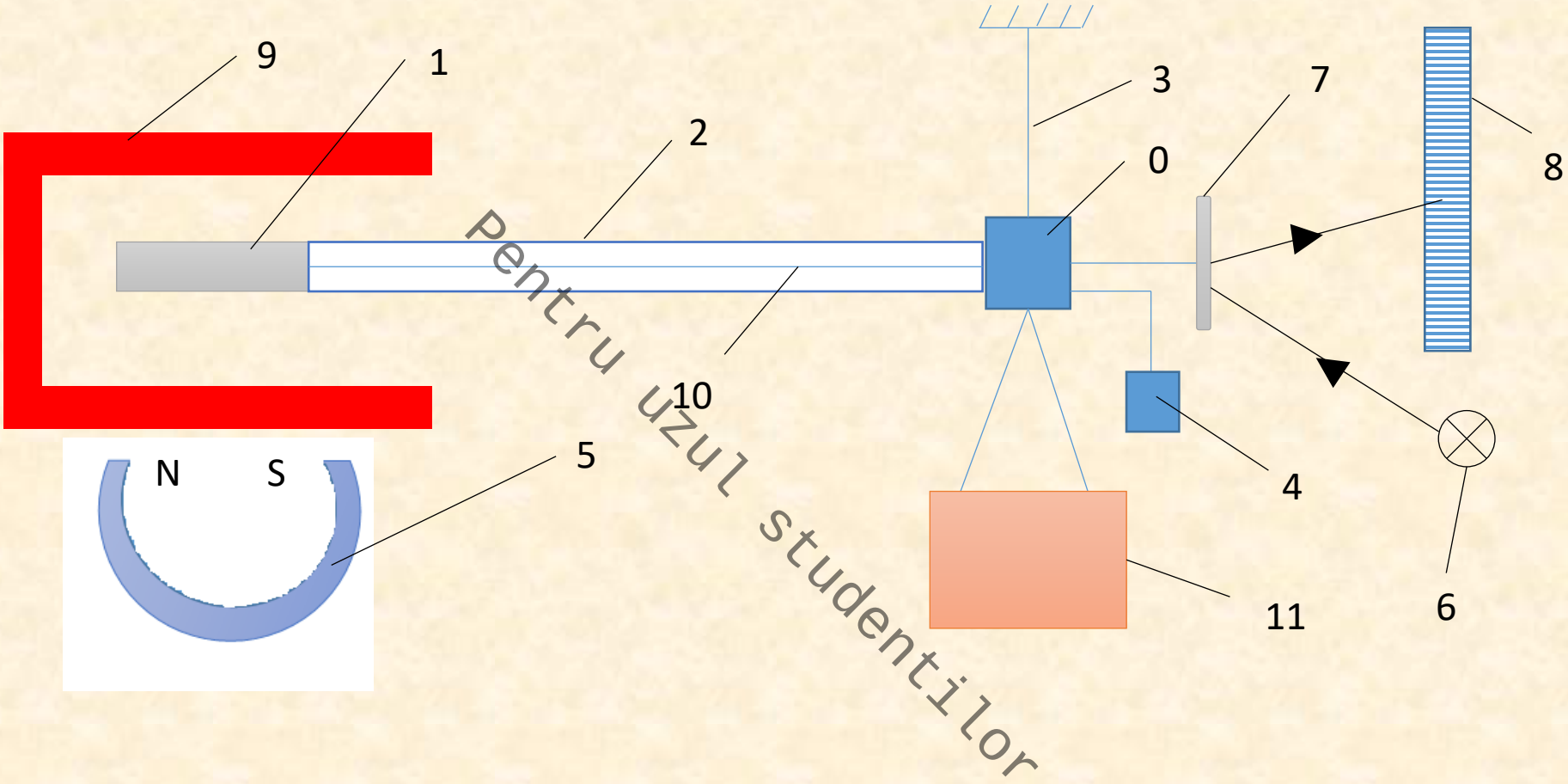


pentru uzul studentilor

- din forma curbelor magnetizare - temperatură se obțin indicații asupra:
  - diferitelor faze magnetice prezente;
  - se pot estima unele mărimi termodinamice specifice materialului respectiv;
  - studiază tranzițiile de fază din starea feromagnetică în starea paramagnetică şi invers.

Pentru uzul studentilor

Analizor termomagnetic



Schema constructivă a balanței termomagnetice cu indicație optică

Părți componente ale balanței termomagnetice cu indicație optică

1 - proba de analizat

2 - tijă de cuarț

3 - fir de wolfram

4 - contragreutăți

5 - magnet

6 - sursă de lumină

7 - oglindă

8 - scară gradată

9 - cuptor.

10 termocuplul

11 - galvanometrul

pentru uzul studentilor

Principiu de funcționare

Proba de analizat (1) este prinsă pe o tijă de cuarț (2), suspendată in punctul (0) cu un fir de wolfram (3), in aşa fel încât, printr-un sistem de contragreutăți (4), să se poată echilibra.

Forța magnetică este exercită de către magnetul permanent (5) asupra probei de analizat, astfel încât brațul balanței (1-2) să fie orizontal, iar fasciculului emis de sursa (6) şi reflectat de oglinda (7) să ocupe pe scara gradată (8) poziția inferioară.

pentru uzul studenților

Încălzirea probei de analizat în cuptorul (9), până aproape de punctual Curie, duce la scăderea proprietăilor magnetice ale probei şi ridicarea brațului balanței, oglinda (7) se inclină, iar fasciculului luminos este deviat proporțional cu scăderea forței magnetice de atracție a probei.

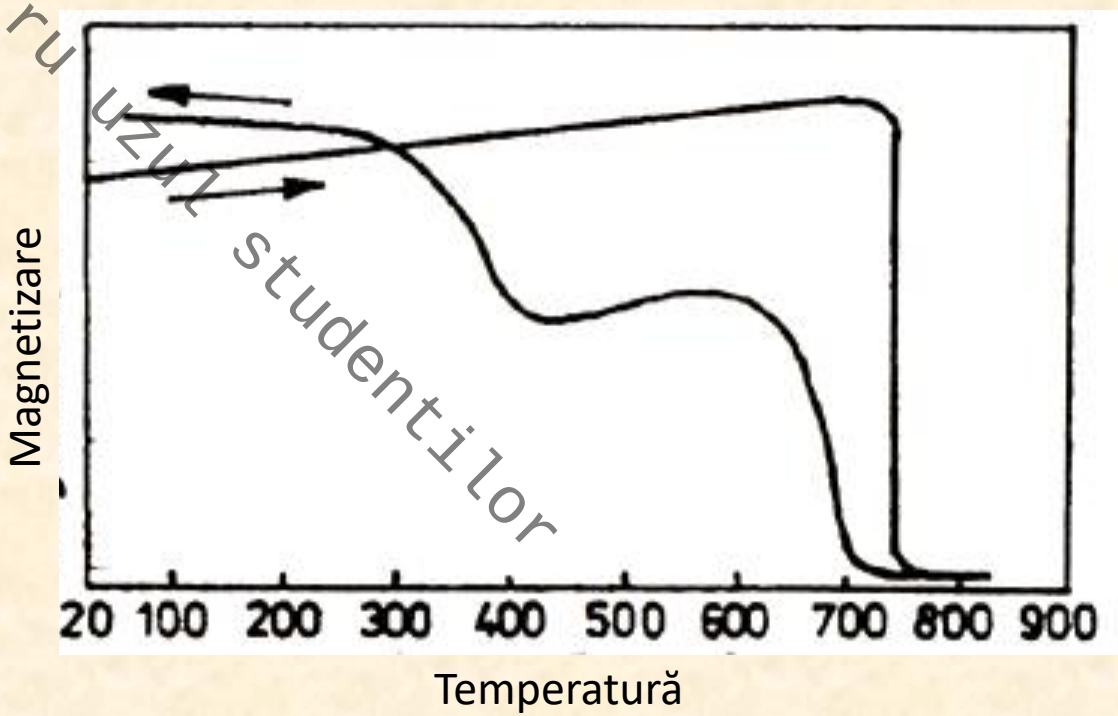
În urma înregistrării demagnetizării/magnetizării funcție de temperatura măsurată de termocuplul (10) şi galvanometrul (11), se obțin curbe termomagnetice ce pun in evidență punctul Curie.

Pentru uzul studenților

Aplicații:

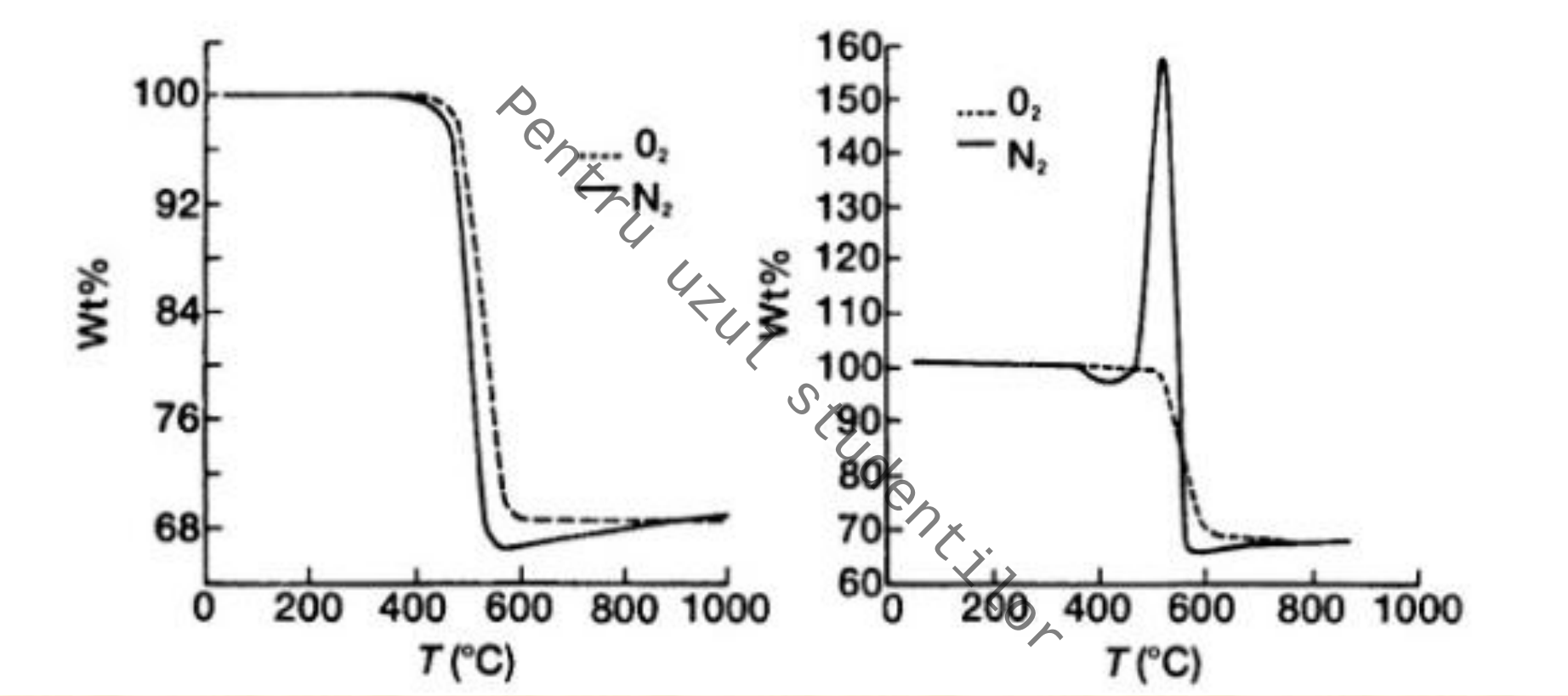
Curba magnetizare-temperatură pentru Fe este prezentata in figura alăturata. Se poate observa ca la temperatura 770^{o}C apare o demagnetizare puternica.

Pentru uzul studentilor



Curba magnetizare-temperatură pentru Fe

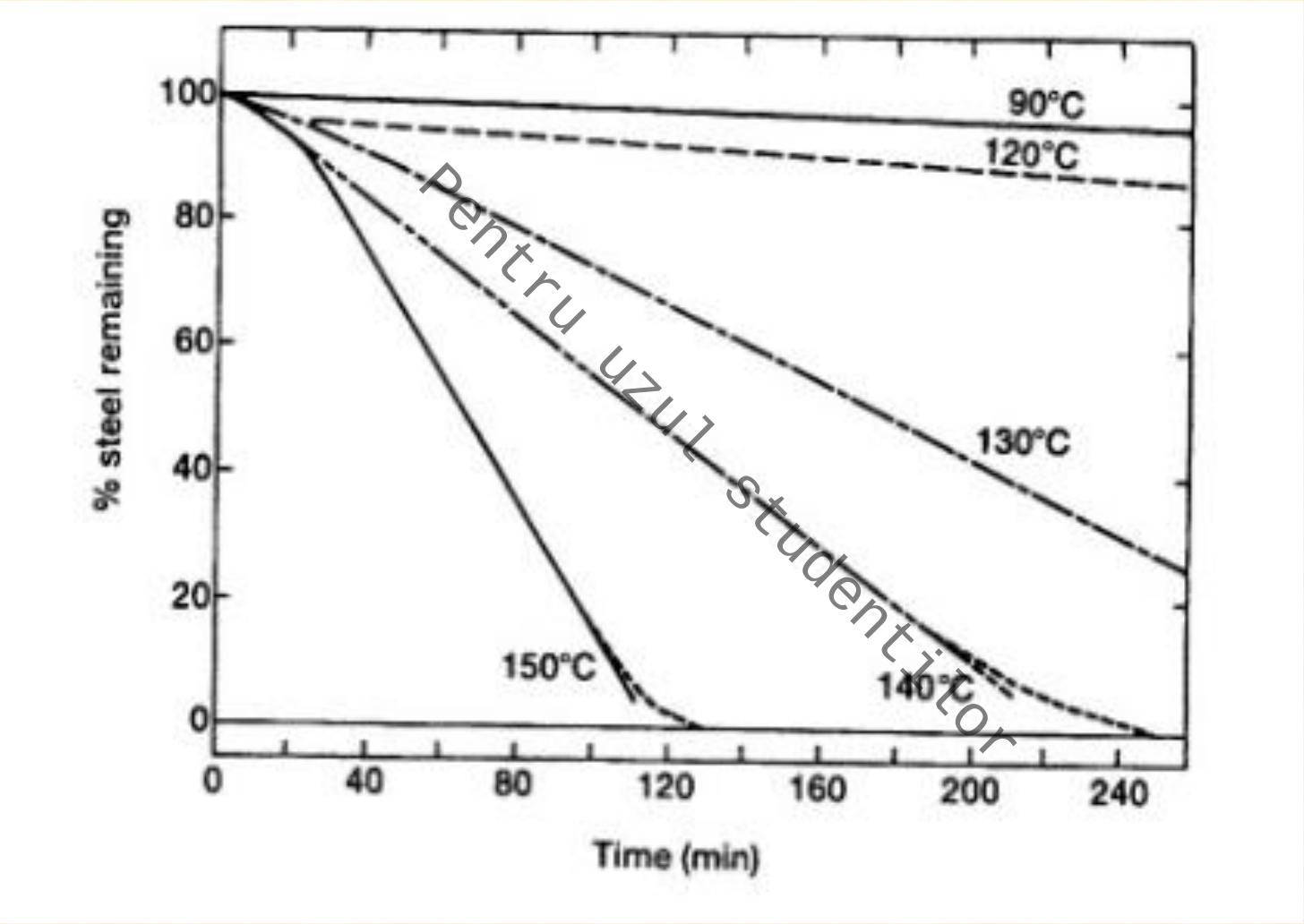
Descompunerea termică a sideritei



Pentru uzul studentilor

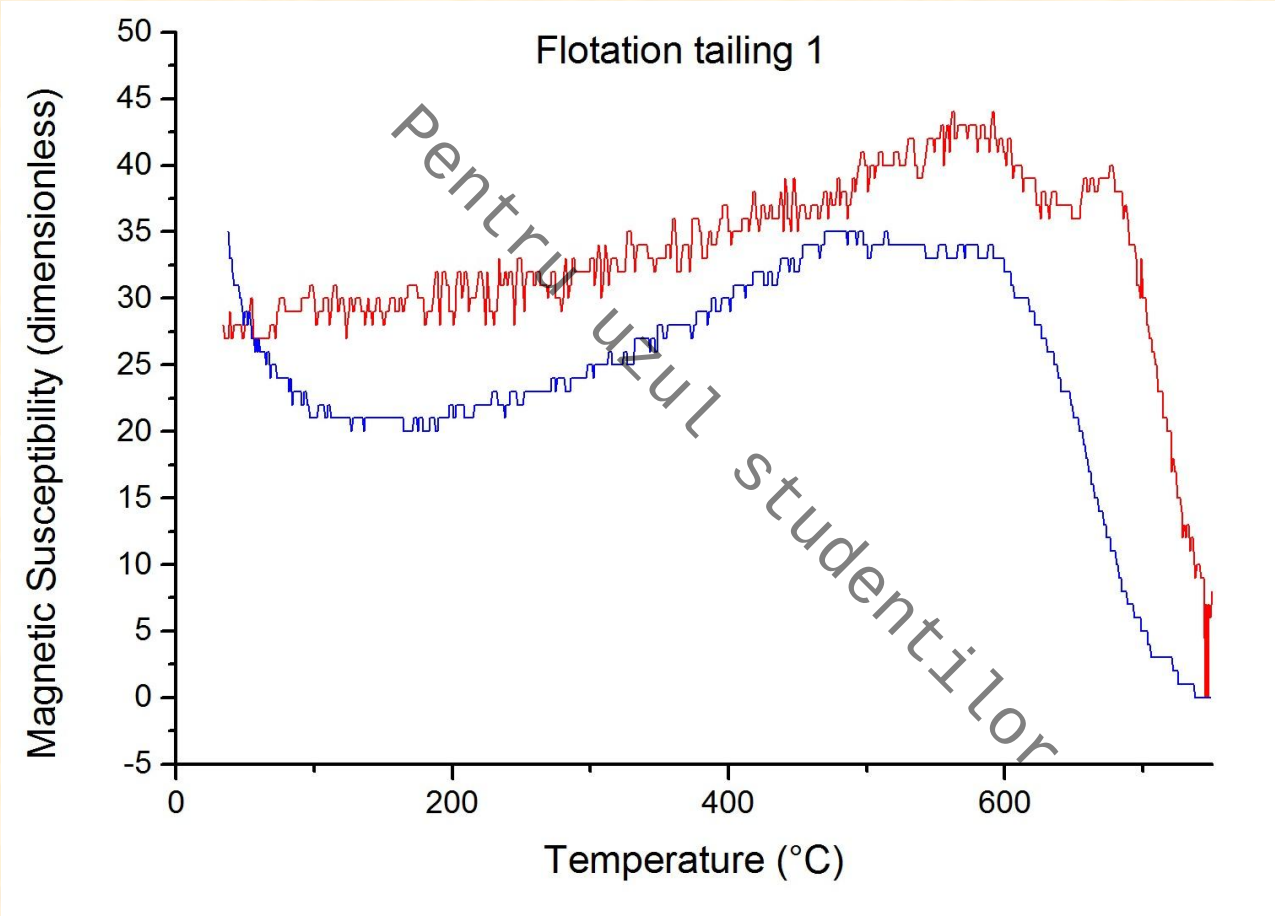
TG TM

Coroziunea oțelului

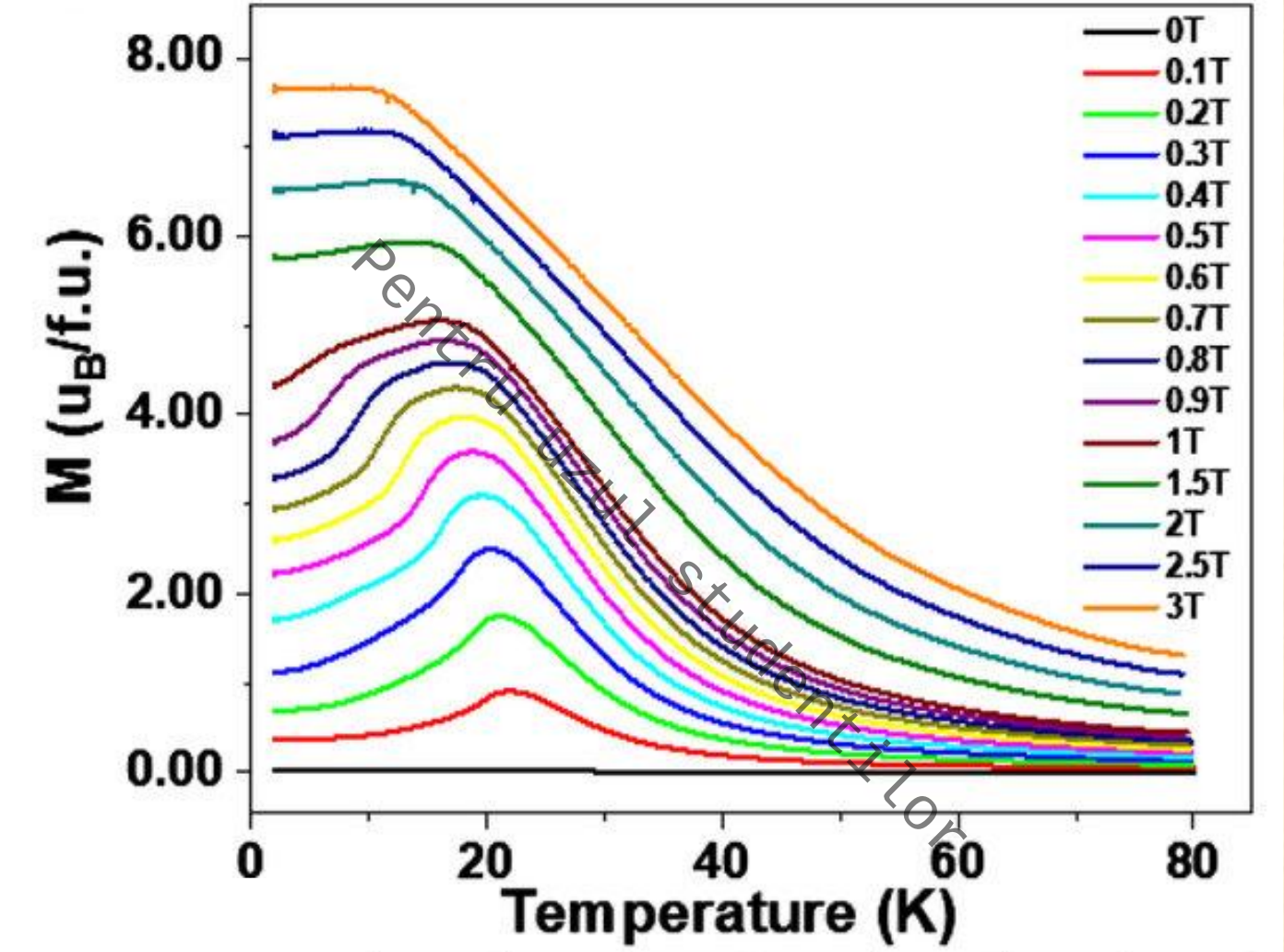


Pentru uzul studentilor

Studiu termomagnetic pentru identificarea fazelor minerale



Gd2PdSi3



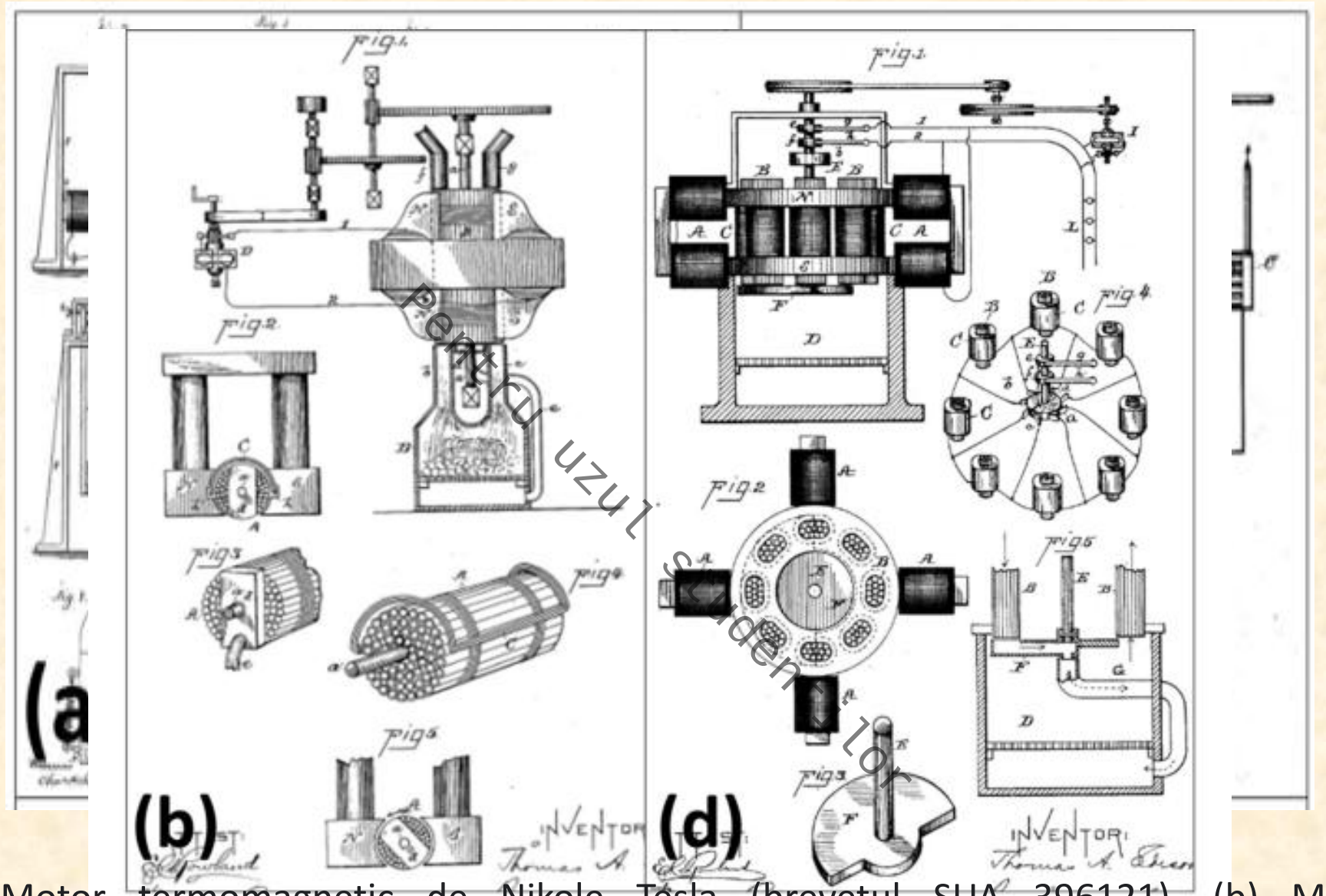
Pentru uzul studentilor

Zhang, Han & Huang, Qing & Hao, Lin & Yang, Junyi & Noordhoek, Kyle & Pandey, Shashi & Zhou, Haidong & Liu, Jian. (2020). Anomalous magnetoresistance in centrosymmetric skyrmion-lattice magnet Gd 2 PdSi 3. New Journal of Physics. 22. 10.1088/1367-2630/aba650.

Aplicații ale dispozitivelor termomagnetice

Pentru uzul studentilor

- brevete eliberate la sfârșitul secolului al XIX-lea (Nikole Tesla, Thomas Edison);
- studii limitate în anii 1950;
- progrese înregistrate în proiectarea materialelor magnetice în ultimele decenii;



Pentru uzul studenților

(a) Motor termomagnetic de Nikole Tesla (brevetul SUA 396121). (b) Motor piromagnetic de Thomas Edison (brevetul SUA 380100). (c) Generator electric piromagnetic de Nikole Tesla (brevetul SUA 428057). (d) Generator piromagnetic de Thomas Edison (brevetul SUA 476983).

- Dispozitivele termomagnetice care folosesc materiale magnetice din pământuri rare pot fi proiectate pentru a genera electricitate aproape de temperatura camerei sub gradienți termici foarte mici;
- dispozitivele termomagnetice pot fi utilizate pentru a spori viteza de răcire a modulelor solare utilizate în vehiculele aeriene fără pilot (UAV) cu energie solară (actuatori termici);
- dispozitivele termomagnetice pot fi utilizate pentru a crește viteza de disipare a căldurii serverelor de stocare a datelor.

Pentru uzul studenților

Termoptometria



Pentru uzul studentilor

Termoptometria este definită de IUPAC ca fiind

„O tehnică în care se măsoară proprietățile optice ale unei probe.”

Termomicroscopie: "O tehnică în care proprietățile optice ale probei sunt observate și măsurate cu microscopul."

pentru uzul studenților

International Union of Pure and Applied Chemistry (IUPAC).

Termomicroscopia

pentru uzul studenților

Aceasta tehnică a fost dezvoltată de Austriac Ludwig Kofler (1891-1951) și soția sa Adelheid Kofler.

Microscopia termică este o combinație între microscopie și analiza termică, capabilă să permită studiul și caracterizarea materialelor în funcție de temperatură și timp.

Analiză termică + analiză optică = microscopie de

transmisie a luminii

sau

microscopiei reflectate

în timpul măsurării termoanalitice

Pentru uzul studentilor

Microscopia de transmisie prin analiză termică → microscopia în stadiu cald;

Microscopia de reflecție cu analiză termică → microscopia DSC.

Pentru uzul studentilor

Măsurarea luminii totale, lungimea de undă specifică (s), indicele de refracție și luminiscență (ca o funcție de temperatură) dau termofotometria, termospectrometria, termorefractometria respectiv termoluminescența.

Observarea la microscop (ca o funcție de temperatură) poartă denumirea de la ***termomicroscopie***.

Pentru uzul studenților

Termomicroscopia este cea mai importantă metodă de cercetare în domeniul *termoptometriei* (ICTAC) (sau *analiză termo-optică* (TOA)), în care proprietățile optice ale substanțelor sunt măsurate în funcție de temperatură.

Informațiile obținute în urma examinării microscopice pot fi îmbunătățite considerabil în combinație cu rezultatele altor analize.

Înregistrarea simultană a măsurătorilor de la diferite metode într-un singur proces are cele mai multe rezultate.

Pentru uzul studenților

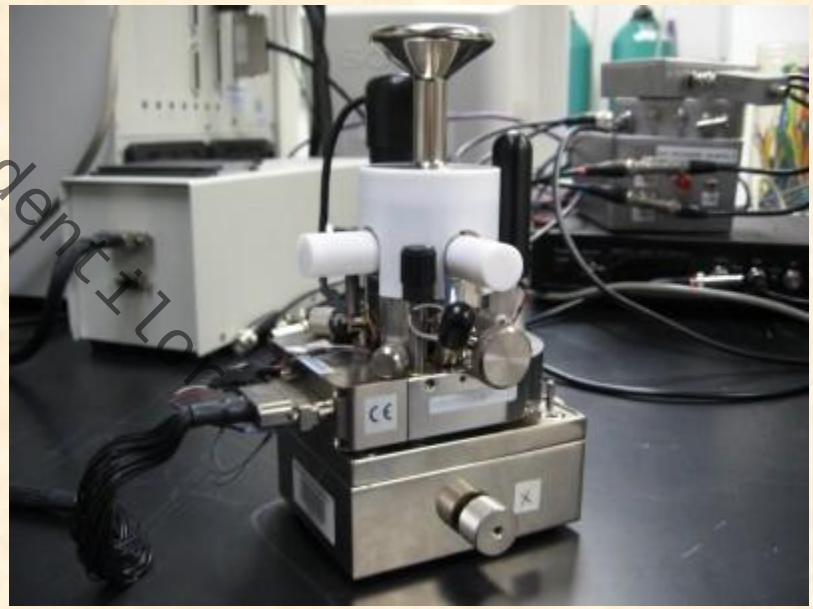
microscopie + alte metode:

pentru uzul studentilor

- difracția cu raze X
- microscopia electronică
- spectroscopia UV și IR
- analiza termică diferențială

- ***termomicroscopia*** proprietățile optice ale substanțelor sunt măsurate în funcție de temperatură.

Pentru uzul studentilo



Teermomicroscopia permite observarea modificărilor morfologice și structurale în funcție de temperatură. Astfel de modificări se bazează pe procese fizice sau chimice. Observarea dependenței unui parametru caracteristic al unui material de temperatură contribuie la identificarea și caracterizarea acelui parametru.

Această tehnică implică, în principal observarea unei probe printr-un microscop echipat cu o camera ce poate fi încălzita sau răcită cu o viteză controlată.

Pentru uzul studenților

Pentru o astfel de investigație este necesar un termomicroscop, care cuprinde:

- dispozitiv de încălzire / răcire,
- suport de probă,
- sursă de lumină,
- dispozitive pentru înregistrarea optică,
- analizoare de date și de prelucrare a imaginilor.

Pentru uzul studenților



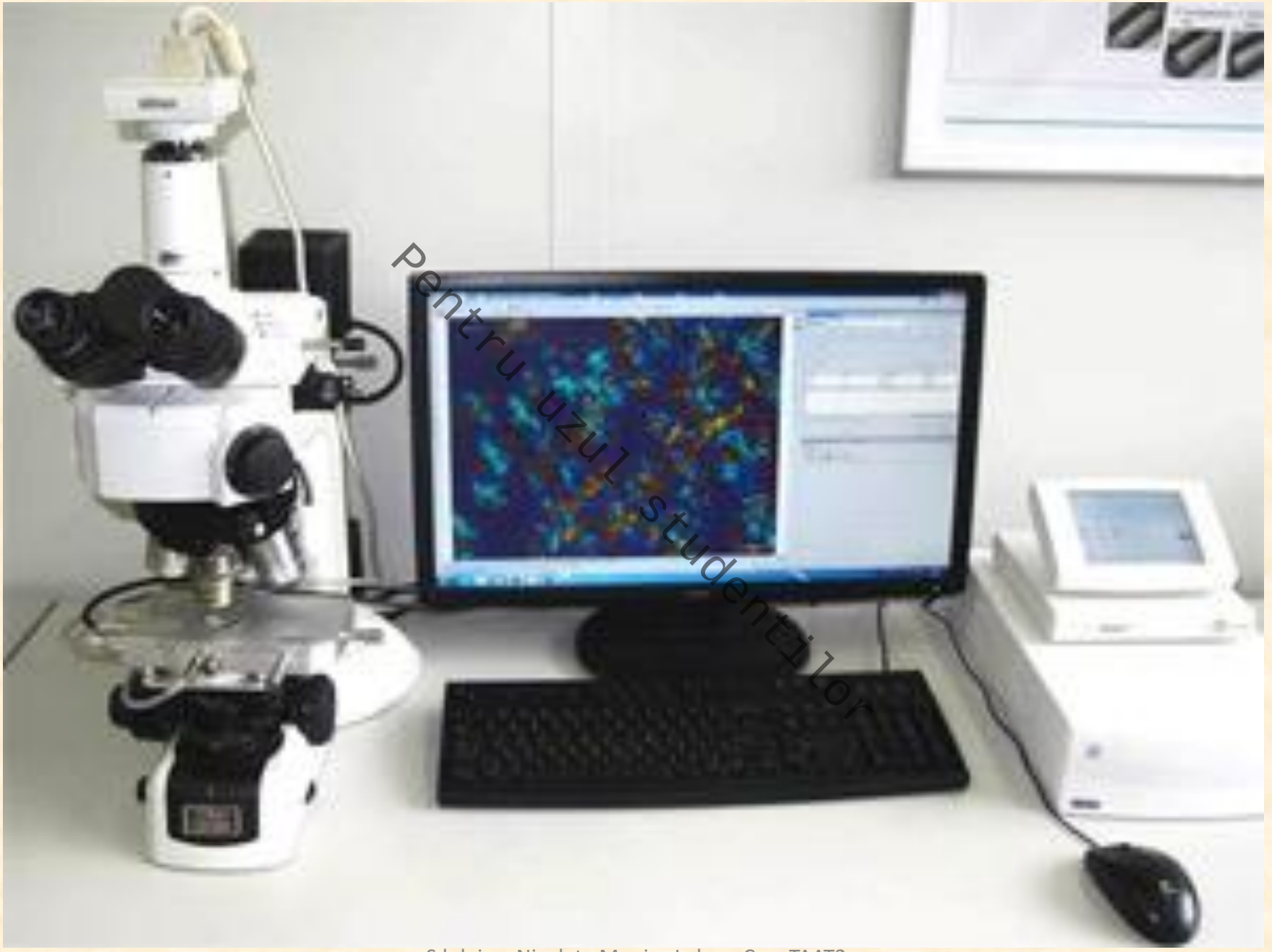
Mod de lucru

Dispozitivul de încălzire/răcire al microscopului constă într-un ansamblu ce permite încălzirea și răcirea probelor analizate într-un domeniu de temperatură cuprins între -170° C și până la 2000°C sau chiar mai mult. Acesta este echipat cu un element de control al temperaturii. Materialul analizat este amplasat în interiorul dispozitivului. O cameră color este atașată la microscop pentru observarea modificărilor vizuale.

pentru uzul studentilor



Dispozitiv de încălzire/răcire


Pentru uzul studenților

Lentila obiectivului este partea cea mai sensibilă a microscopului, deoarece trebuie să funcționeze cât mai aproape de dispozitivul de încălzire pentru a obține cea mai mare rezoluție.

Este necesară protejarea acesteia de orice efecte dăunătoare cauzate de încălzirea acesteia.

Pentru uzul studenților



Tipuri de microscoape cu camera termică

Tip	Interval de temperatură °C	cu DSC	Cu TG	Diferite atmosfre de lucru
Cu dispozitiv de răcire	-170 … 25	-	-	+
Cu dispozitiv de încălzire	25 … 350	+	+	+
	25 … 2700	+	-	-

Pentru uzul studentilor

Stadiu rece: între temperatura camerei și -50 °C și, în cazuri speciale până la -268 °C pentru **ingineria materialelor** și **medicină**;

Pentru uzul studenților

În știința materialelor, studiul probelor în timp ce sunt supuse răcirii este utilă pentru studierea *transformărilor de faze* de temperatură joasă în metale și pentru *evaluarea polimerilor* sub temperatura lor de tranziție vitroasă.

Răcirea se realizează în mod obișnuit utilizând:

- dioxid de carbon lichid (-78,5 ° C)
- azot lichid (-195,8 ° C)
- hidrogen lichid (-252,9 ° C)
- heliu lichid (-268.9 ° C)

pentru uzul studentilor

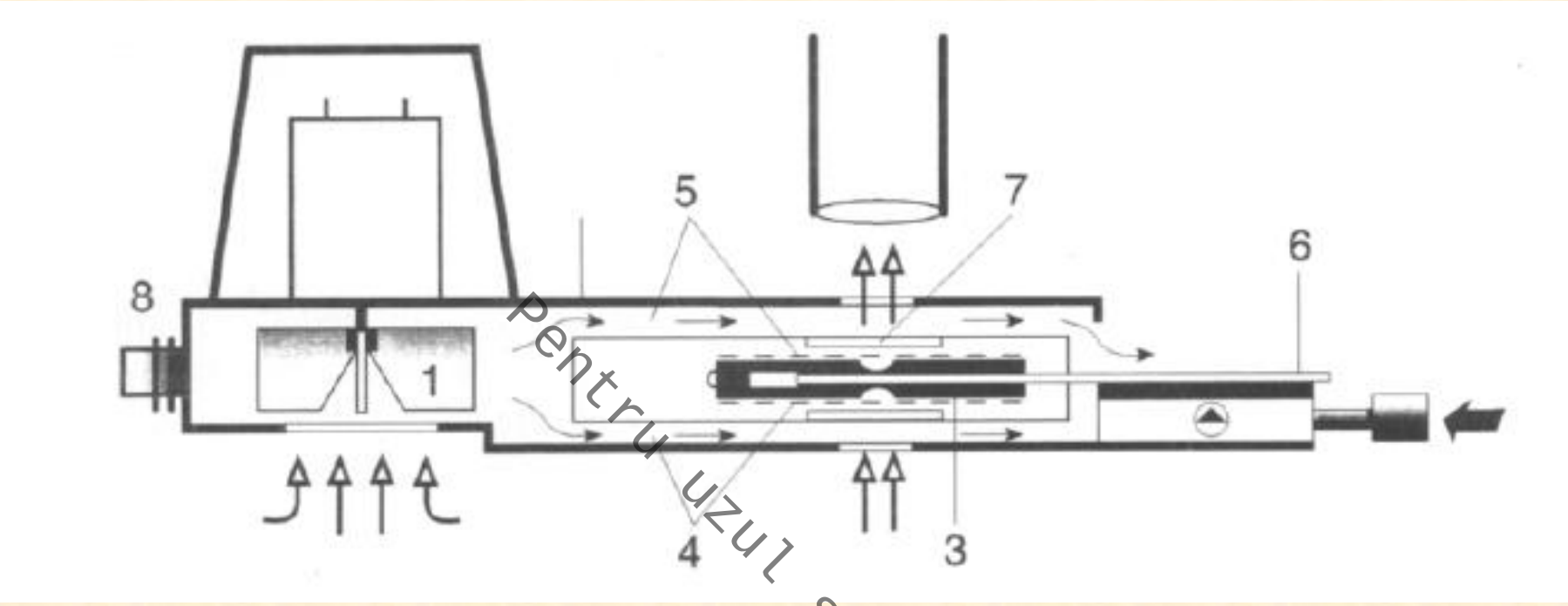
Stadiu cald: între temperatura camerei și 2700 ^{o}C;

- Temperaturi inferioare : caracterizarea compușilor organici (adică punctul de topire, cristalinitatea etc.).

- Temperaturi ridicate : examinarea dinamică a proprietăților fizice de la temperatură înaltă, a cineticii transformării de fază la temperaturi ridicate ale ***metalelor, ceramicii și mineralelor.***

Pentru uzul studenților

Este necesară adaptarea atmosferei de lucru la tipul de probă analizat!



Pentru uzul studentilor

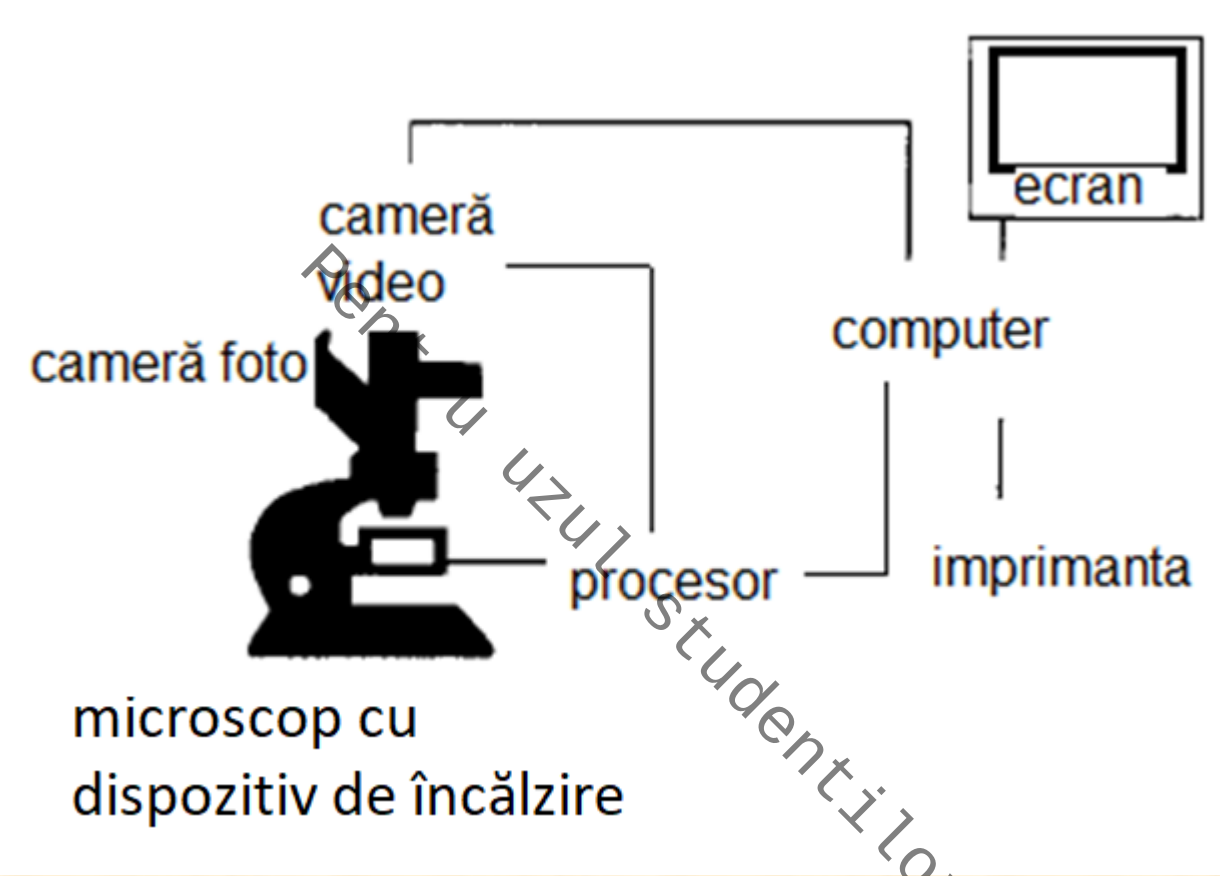
Microscop cu camera de încălzire Matter Toledo
[Handbook of Thermal analyses and Calorimetry]

1 – ventilator
2 – obiectiv
3 – termocuplu
4 , 5 –dispoizitiv de încălzire / răcire
6 – suport probă
7 – filtru de protecție termică
8 – curent de gaze

1. Termomicroscopia simplă

Pentru uzul studentilor

Din punct de vedere istoric, termomicroscopia simplă a fost punctul de plecare pentru dezvoltarea ulterioară a tehnicii care este încă în uz astăzi.



Pentru uzul studentilor

Schema unui ansamblu ce conține un microscop simplu cu dipozitiv de încălzire

Termomicroscopia joacă un rol important în cercetarea materialelor, caracterizarea substanțelor și, de asemenea, în asigurarea calității fie ca un dispozitiv simplu, fie ca în combinații cu alte echipamente.

Unitatea centrală este întotdeauna un microscop echipat cu un dispozitiv de încălzire. Diferitele programe de temperatură sunt controlate de un procesor. Pentru observarea probei și în special pentru înregistrarea proceselor dinamice, de microscop poate fi atașată o cameră video.

Pentru uzul studenților

Unitatea procesoare controlează de asemenea această cameră video și poate salva atât imagini simple, cât și secvențe de filme. Pentru control suplimentar, un computer este conectat la echipament. Observarea on-line a experimentului este posibilă pe monitor și fiecare imagine relevantă poate fi imprimată.

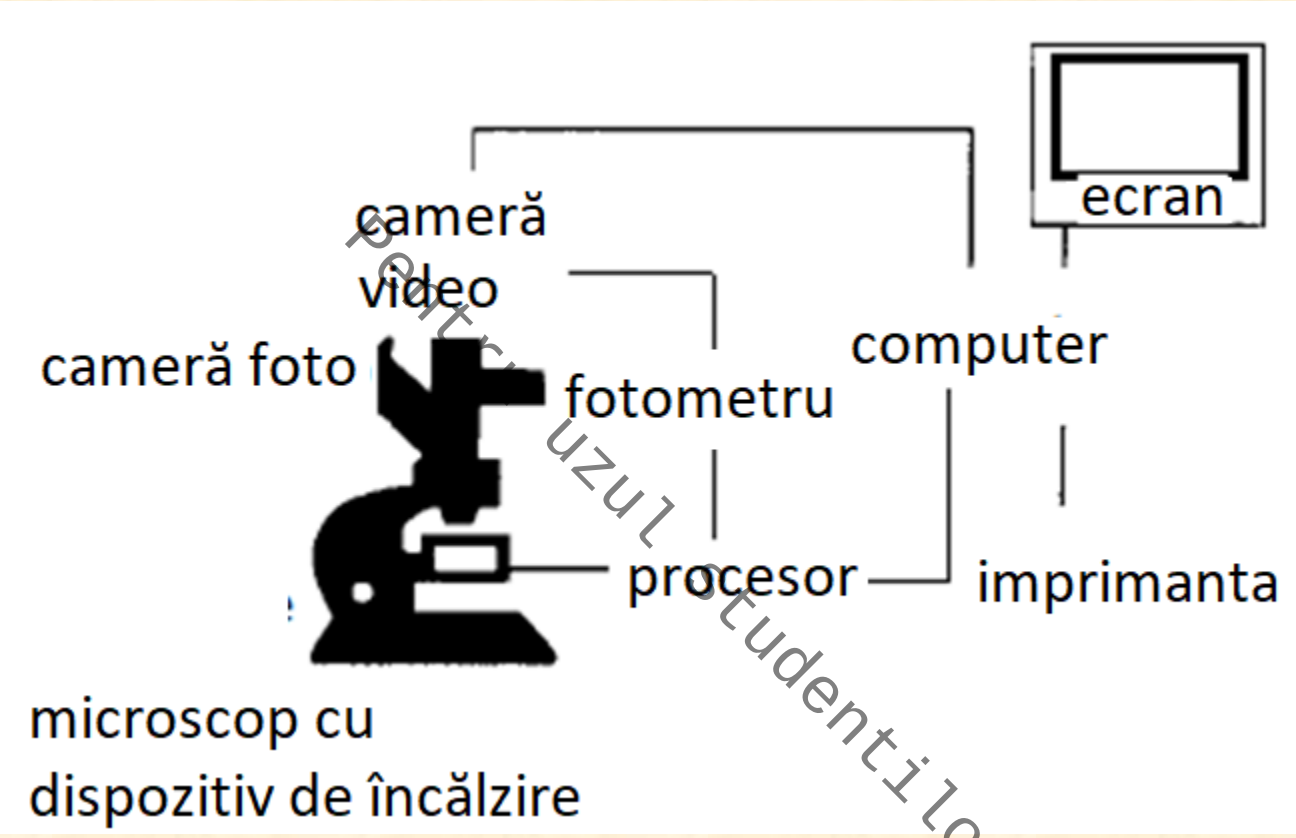
Pentru uzul studentilor

2. Termofotometria

Pentru uzul studenților

Microscopul este echipat suplimentar cu un fotometru care înregistrează transmisia luminii prin probă.

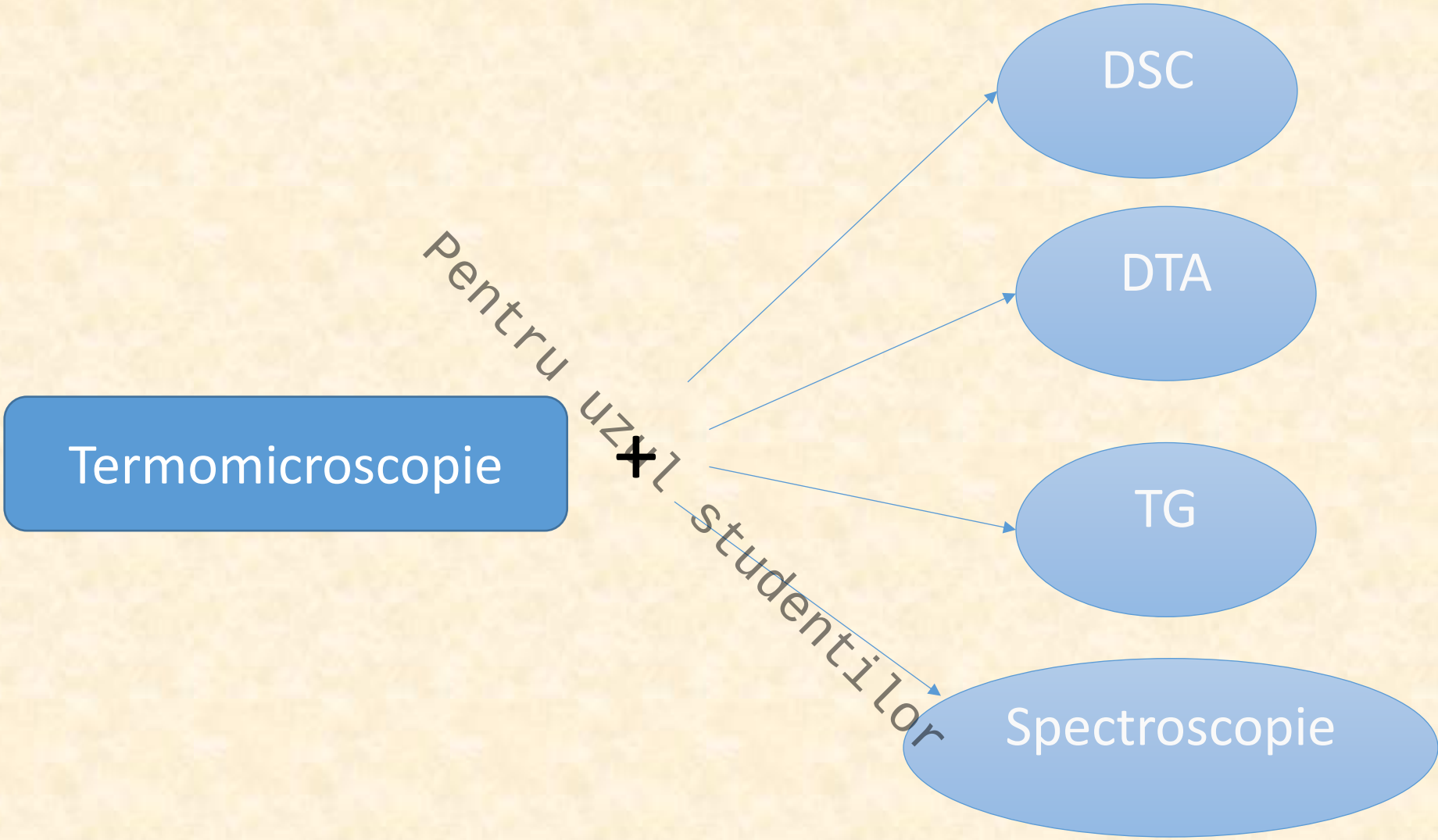
Aplicație: determinarea punctului de topire al unei substanțe sau a temperaturii de tranziție a unui lichid, în lumină polarizată sau normală.



Schema unui ansamblu ce conține un microscop simplu cu dipozitiv de încălzire și fotometru

- Echipamentul + computerul + diferitele unități de procesor controlează programul de temperatură și permite coordonarea și evaluarea temperaturii, a imaginilor și a proprietăților optice.
- Întregul câmp vizual este proiectat pe fotorezistor printr-o lentilă compusă.
- Înainte ca proba pregătită să fie introdusă în stradiu cald, filtrele de polarizare trebuie traversate și este setată intensitatea luminii.
- După introducerea probei în câmpul luminos al microscopului, trebuie setată limita superioară a intensității luminii.

Pentru uzul studenților


Termomicroscopie
pentru uzul studenților
DSC
DTA
TG
Spectroscopie

Termomicroscopie + DSC sau DTA

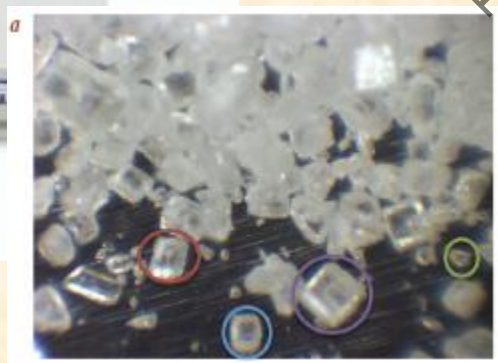
- fluxul de căldură, intensitatea luminii reflectate și curbele TASC (Thermal analysis by structural characterization) sunt generate împreună cu imagini simultane ale probei pentru a oferi o caracterizare îmbunătățită a materialelor.
- relația dintre structura și modificările proprietății dintr-un material în funcție de temperatură.

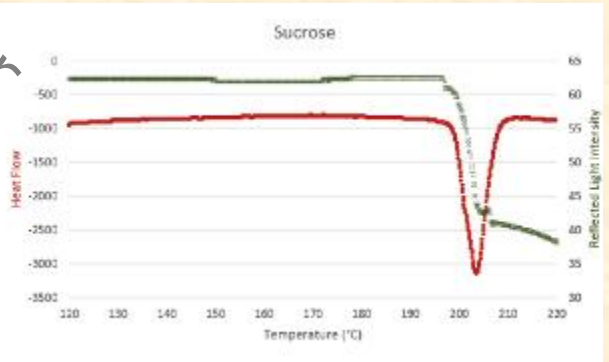
Pentru uzul studenților





pentru uzul studentilor





Termomicroscopie + TG

- Cântărirea simultană și observarea microscopică a probei → corelarea modificărilor morfologice ale materialului cu scăderea sau creșterea masei acestuia.

Pentru uzul studentilor

Fenomene ce pot fi observate prin termomicroscopie

- Topirea;
- Cristalizarea;
- Modificarea dimensiunilor grăunților;
- Modificări de fază; polimorfism;
- Transformări în stare solidă;
- Interacțiunea dintre compuși diferiți;
- Dizolvarea unui compus într-altul;
- Sublimare și / sau evaporare.
- Determinarea temperaturii de aprindere a compușilor pirotehnici.

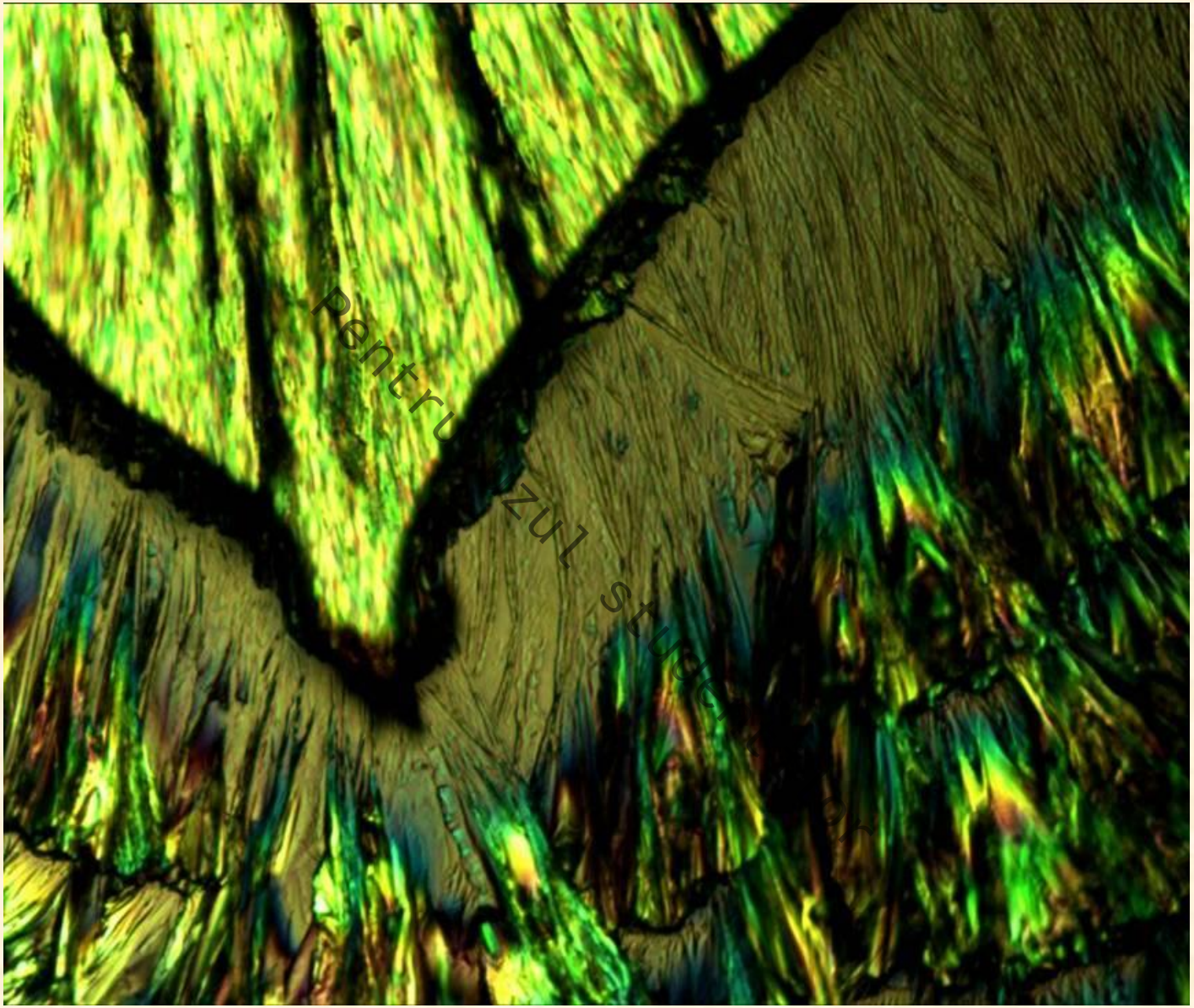
pentru uzul studentilor

Domenii de aplicare ale termomicroscopiei

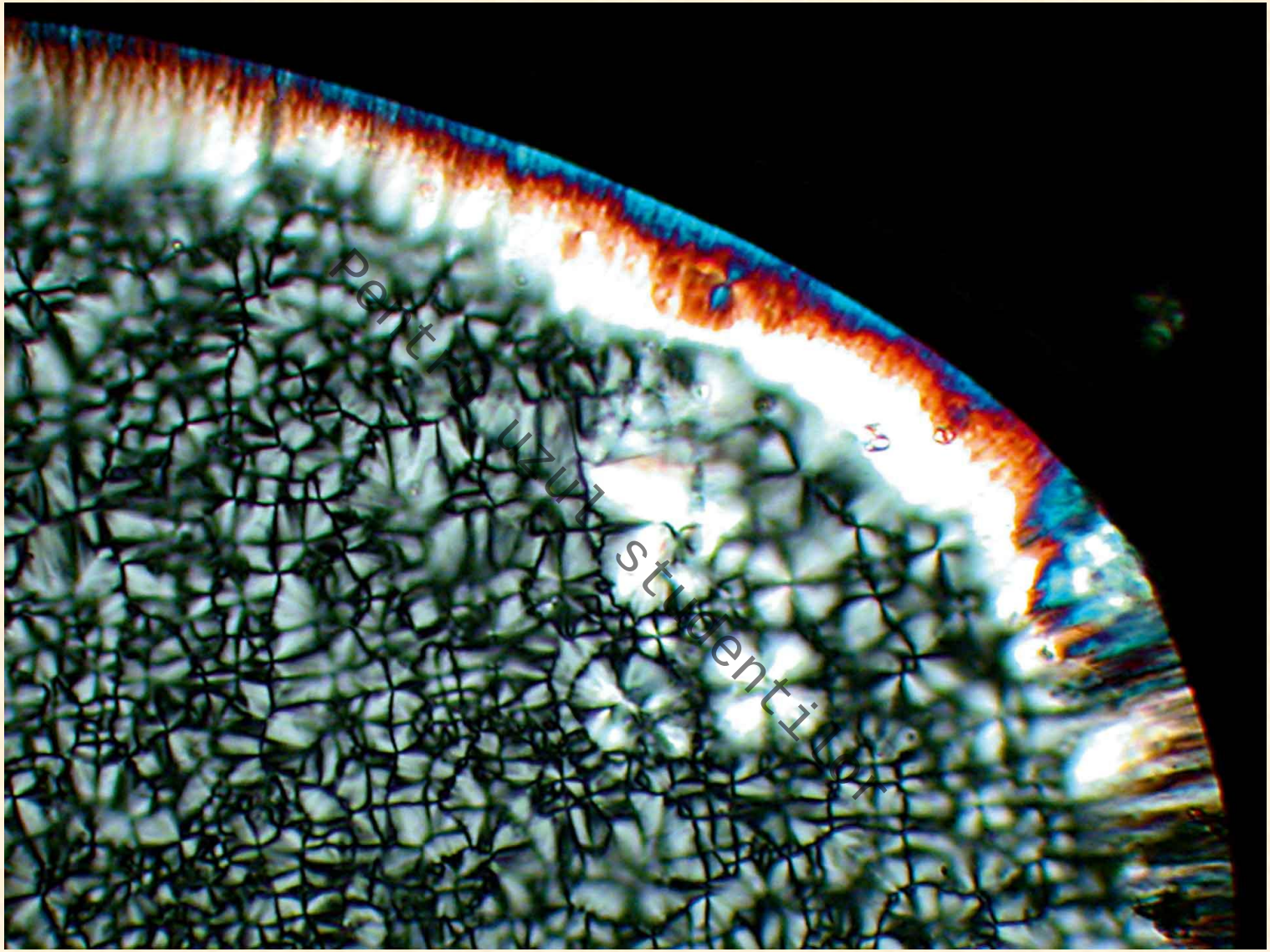
- Ingineria materialelor (Procese de topire, cristalizare, germinare, diagrame de fază)
- Ingineri chimică (puritate, descompunere)
- Industria farmaceutică
- Cristalografie

Pentru uzul studentilor

https://www.youtube.com/watch?v=r_gAWjuKh8E

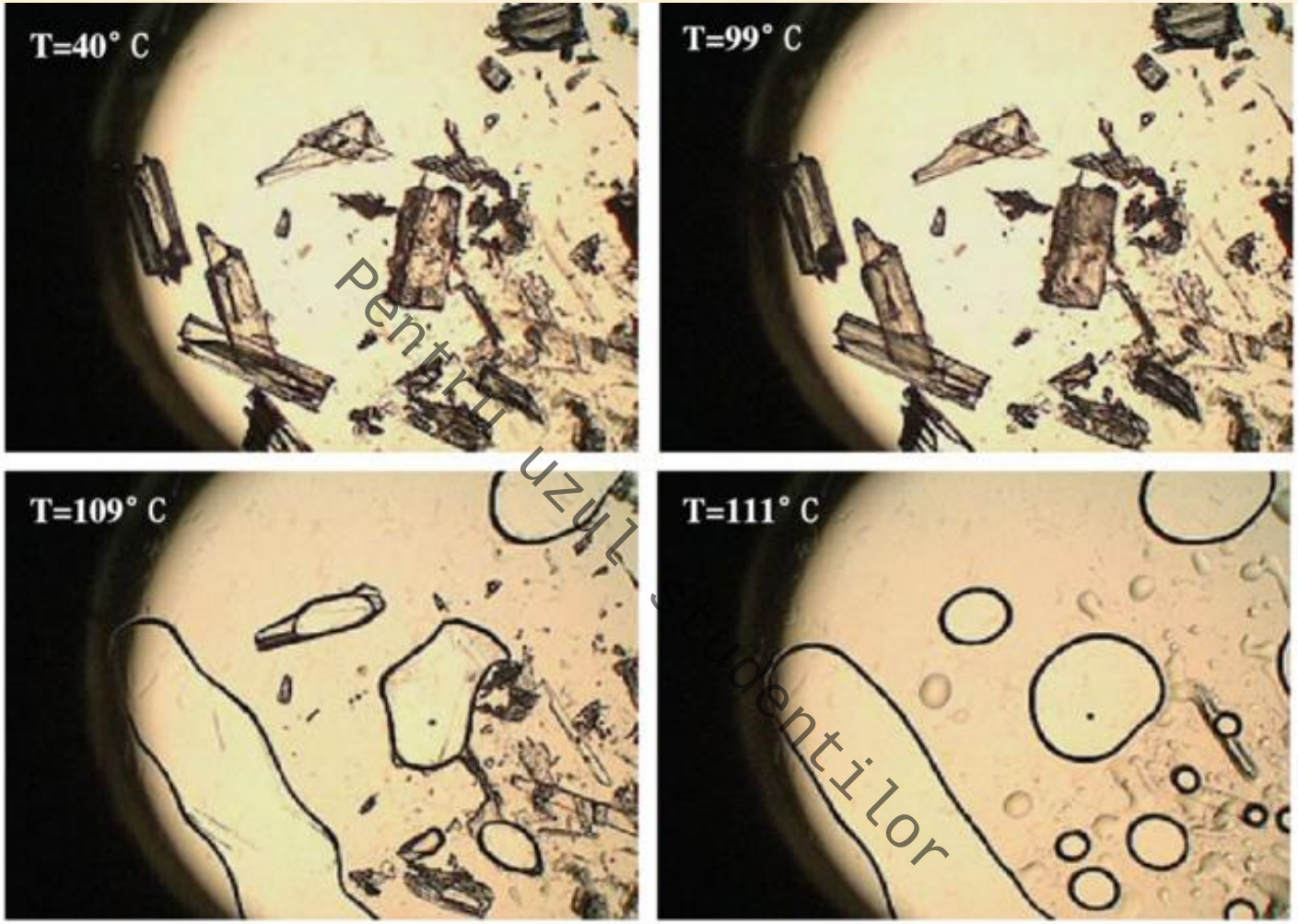


Topirea și recristalizarea unui compus înregistrată cu ajutorul unui microscop cu stagiu cald



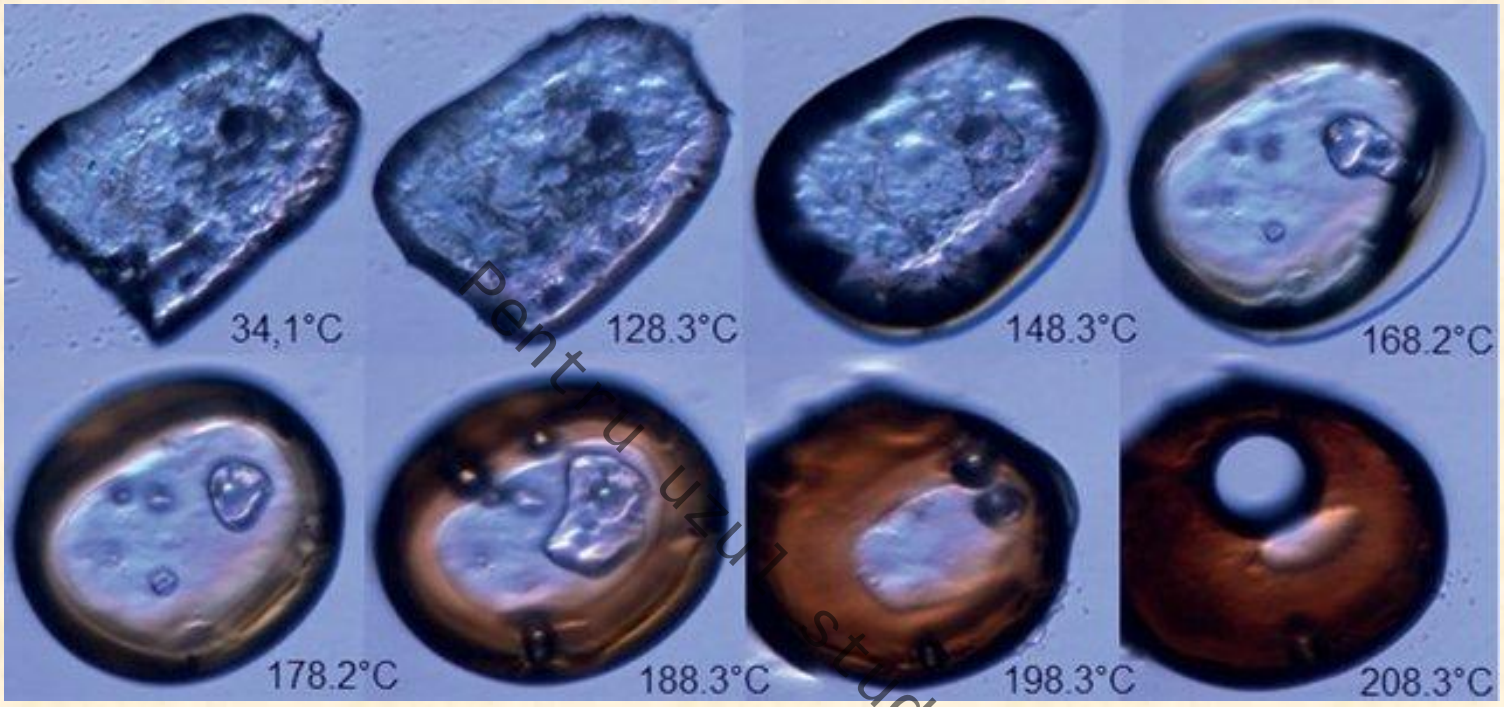
Fazele solid-lichid la 100°C a unui material

https://www.zeiss.com/microscopy/us/products/light-microscopes/axio-imager-2-for-materials.html



pentru uzul studenților

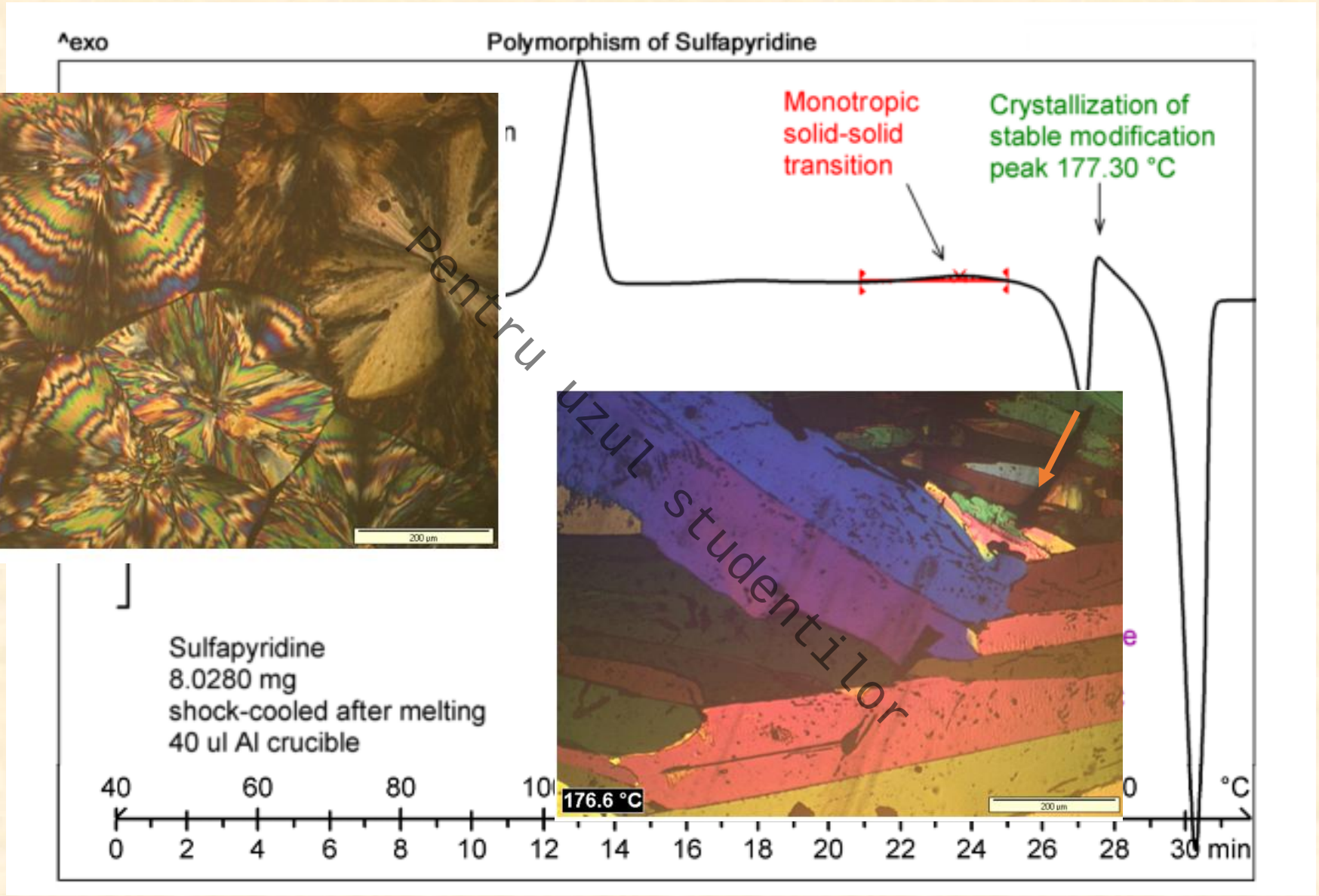
Microscopii înregistrate pentru clorură de soldiu cu un microscop cu stagiu cald la diferite temperaturi



Bromura de zinc

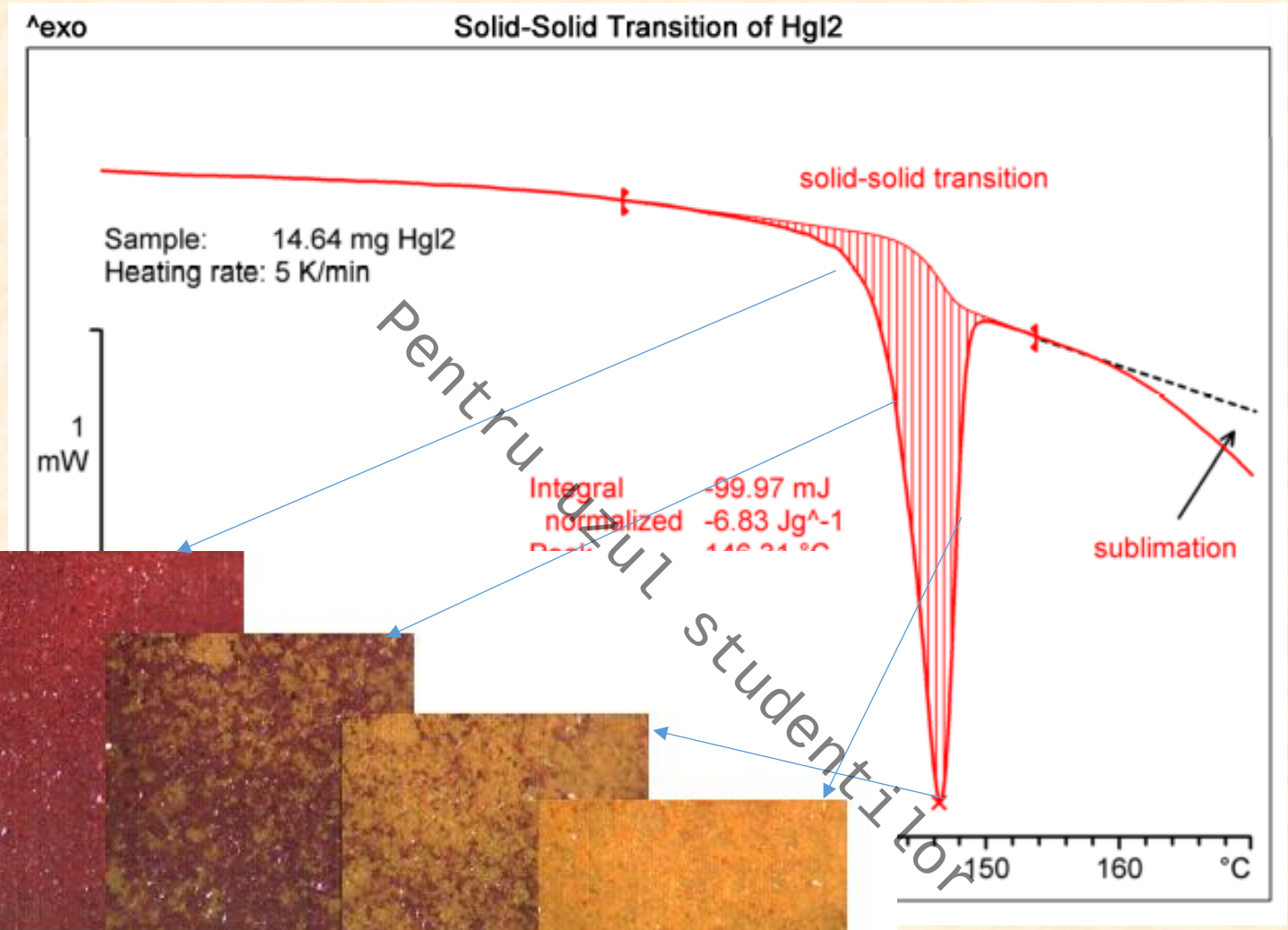
Pentru uzul studentilor

Z. Anorg. Allg. Chem.2020,646,1–10



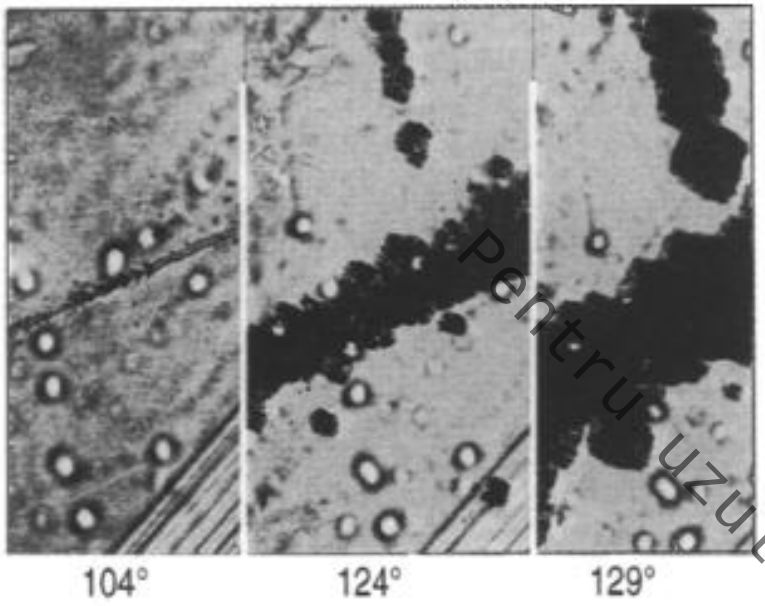
Pentru uzul studentilor

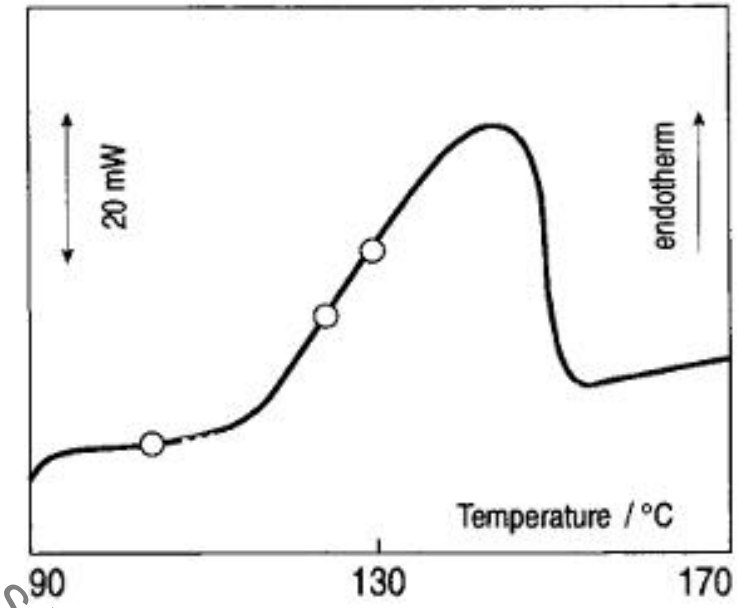
Termograma DSC a sulfapiridinei



pentru uzul studenților

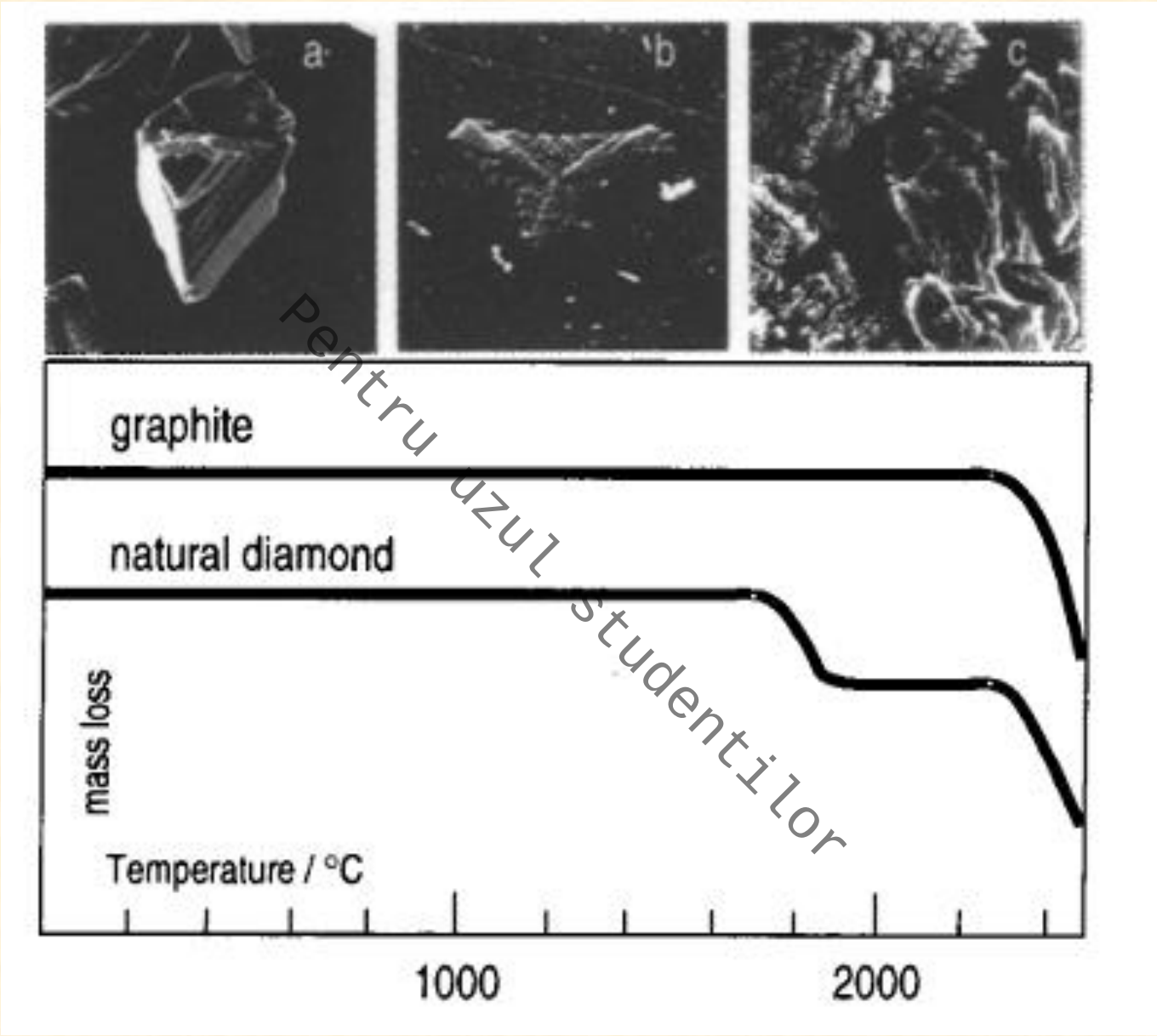
idă Iodură de mercur





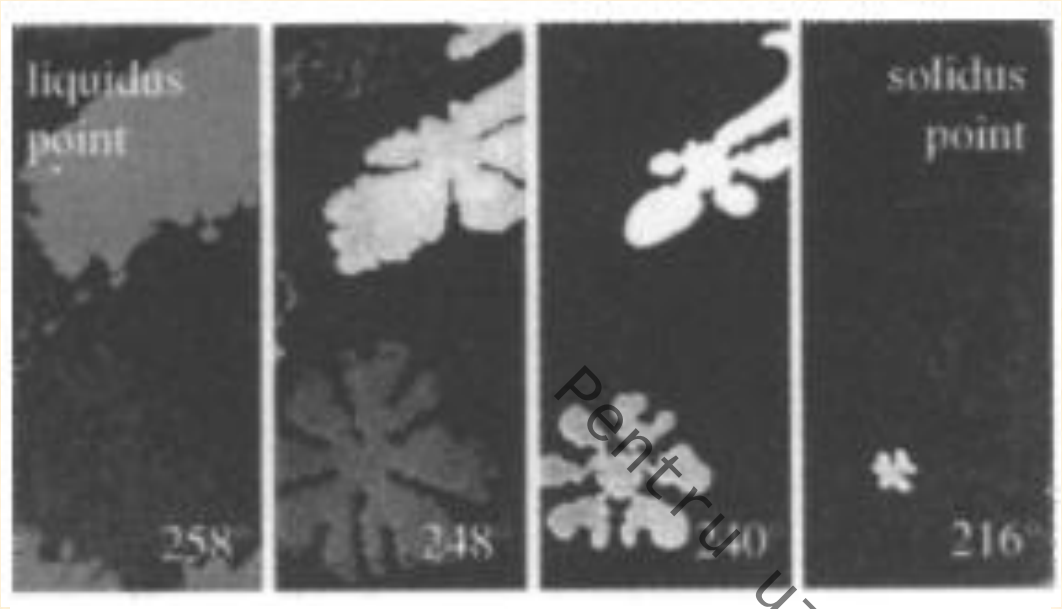
Pentru uzul studenților

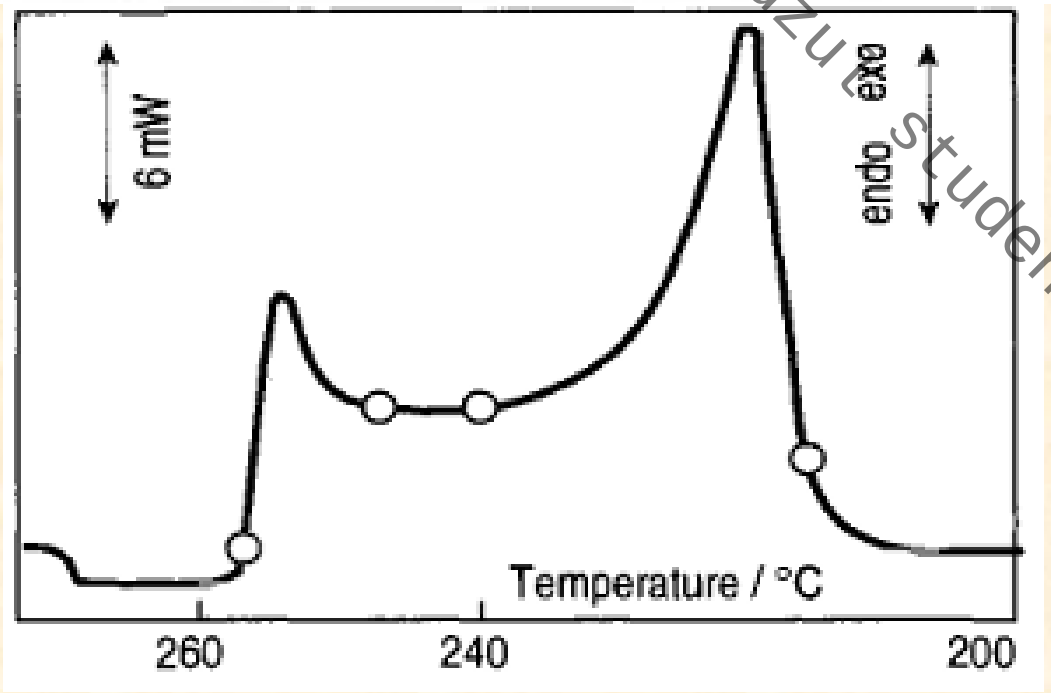
Microstructură și curbă DSC a unei probe din gips



Pentru uzul studentilor

Imagini SEM și Curbele TG ale diamantului natural





Microstructuri și curbe DTA înregistrate în timpul răcirii unui material

Pentru uzul studentilor

https://www.youtube.com/watch?v=HPcJ1AlDONE

pentru uzul studentilor

Metode de analiză termică simultană STA

Pentru uzul studentilor



Analiza termică simultană, STA (Simultan Thermal Analysis) = aplicarea simultană a diferitelor tipuri de tehnici (de analiză termică).

Pentru uzul studenților

- Experiment pe aceeași probă, în același timp.
- Proba este încălzită sau răcită într-un singur cuptor în același timp.
- Măsurători simultane ≠ măsurători paralele.

Avantaje:

1. Timp mai scurt pentru a efectua toate măsurătorile necesare
2. Corelație exactă a diferitelor evenimente observate.
3. Mai multe informații despre proba analizată.

Pentru uzul studenților

4. Aceeași probă este monitorizată prin diferite tehnici dar cu factori externi identici (viteza de încălzire sau răcire, fluxul de gaz, compoziția gazului, tipul cuptorului etc.).

Pentru uzul studentilor

Dezavantaje:

- instrumentele STA au construcție complicată deoarece diferiți senzori trebuie combinați → reducere a sensibilității pentru unul sau mai multe semnale;
- semnale mai puțin clare.

Pentru uzul studentilor

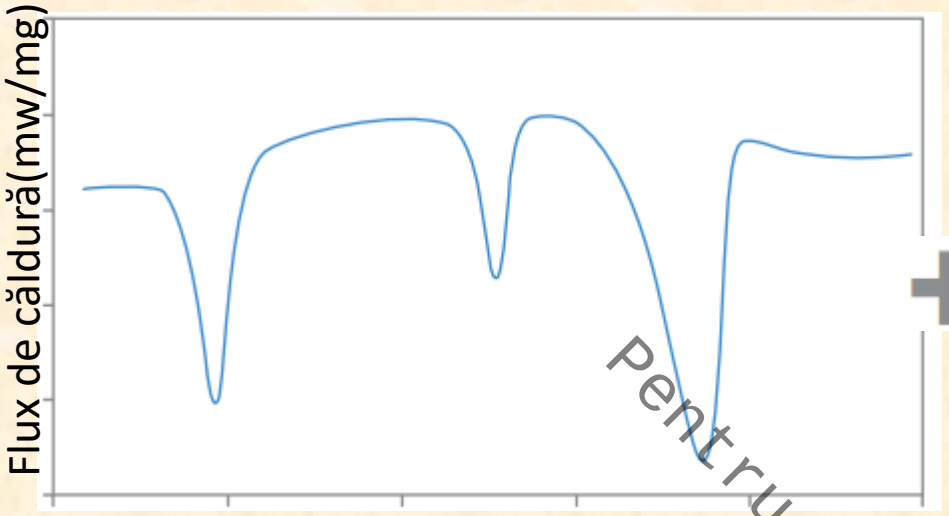
Tehnicile complementare = toate formele de măsurare a proprietăților fizice, chimice și mecanice și toate formele de spectroscopie (difracția de raze X, spectroscopia mecanică, spectroscopia electronică și optică).

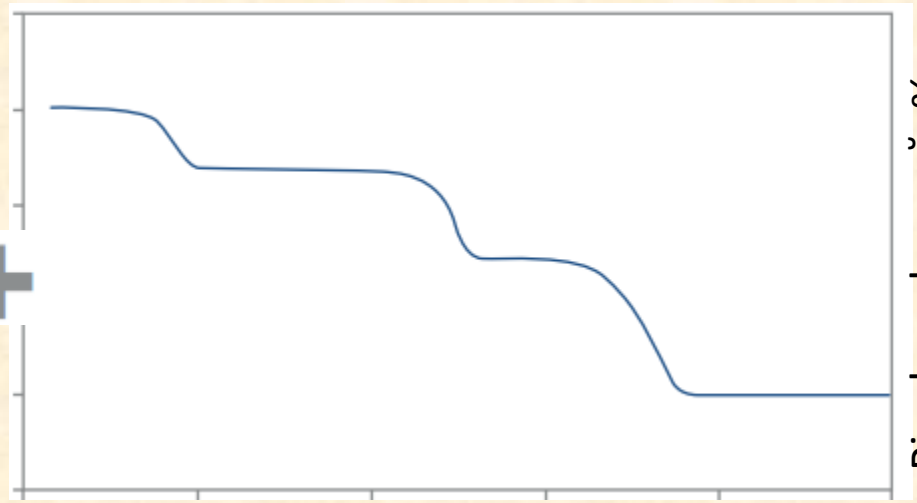
Pentru uzul studenților

ANALIZĂ SIMULTANA: TERMOGRAVIMETRIE ȘI CALORIMETRIE DIFERENȚIALĂ CU BALEIAJ TG-DSC (DTA)

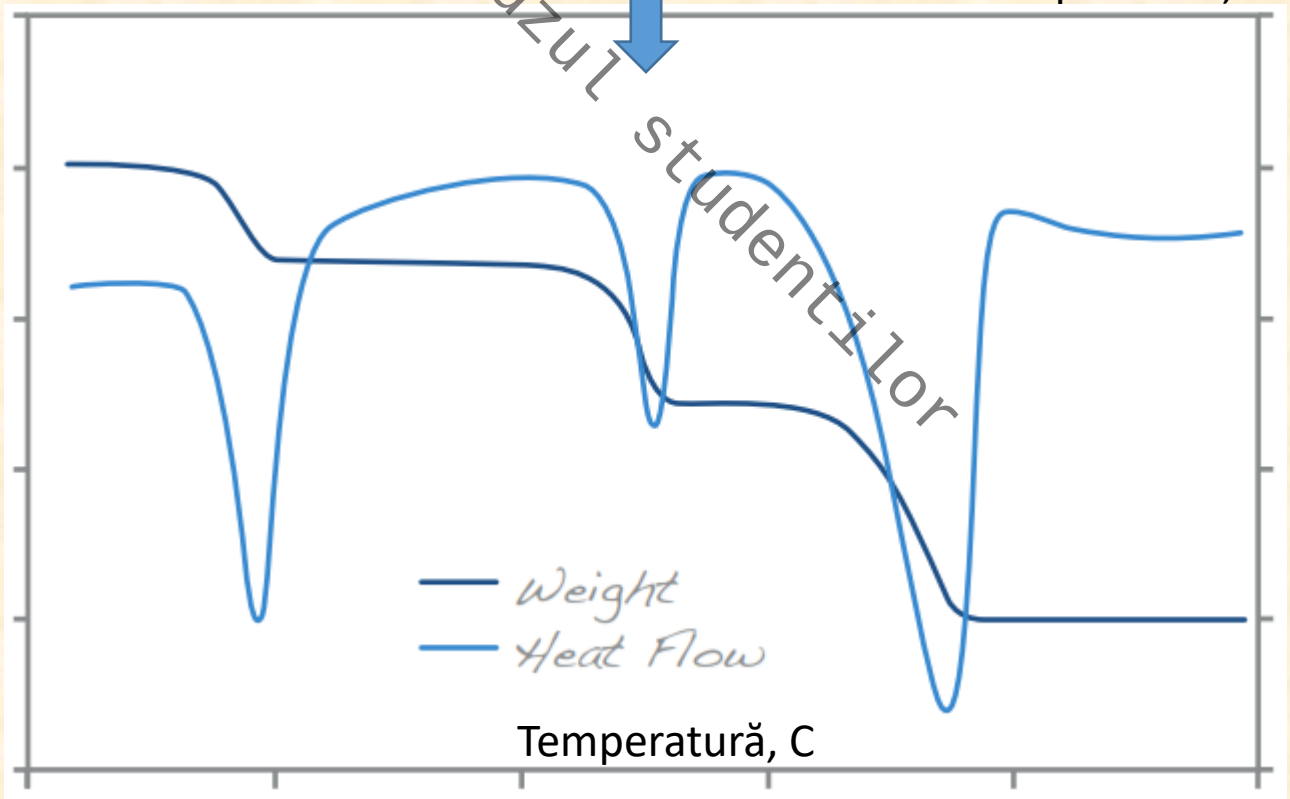
Pentru uzul studentilor

- Cea mai comună tehnică de analiză termică simultană cu o singură probă: DSC (sau DTA) și TG.





pentru uzul studenților



Calibrarea

❑ calibrarea temperaturii pentru TG:

Pentru uzul studentilor

✓măsurarea indirectă a temperaturii de topire;

✓determinarea punctului Curie.

Avantaj:

- Calibrarea temperaturii prin utilizarea senzorului DSC (DTA).

❑ calibrarea DSC:

Pentru uzul studentilor

✓Calibrarea temperaturii;

✓Calibrarea sensibilității.

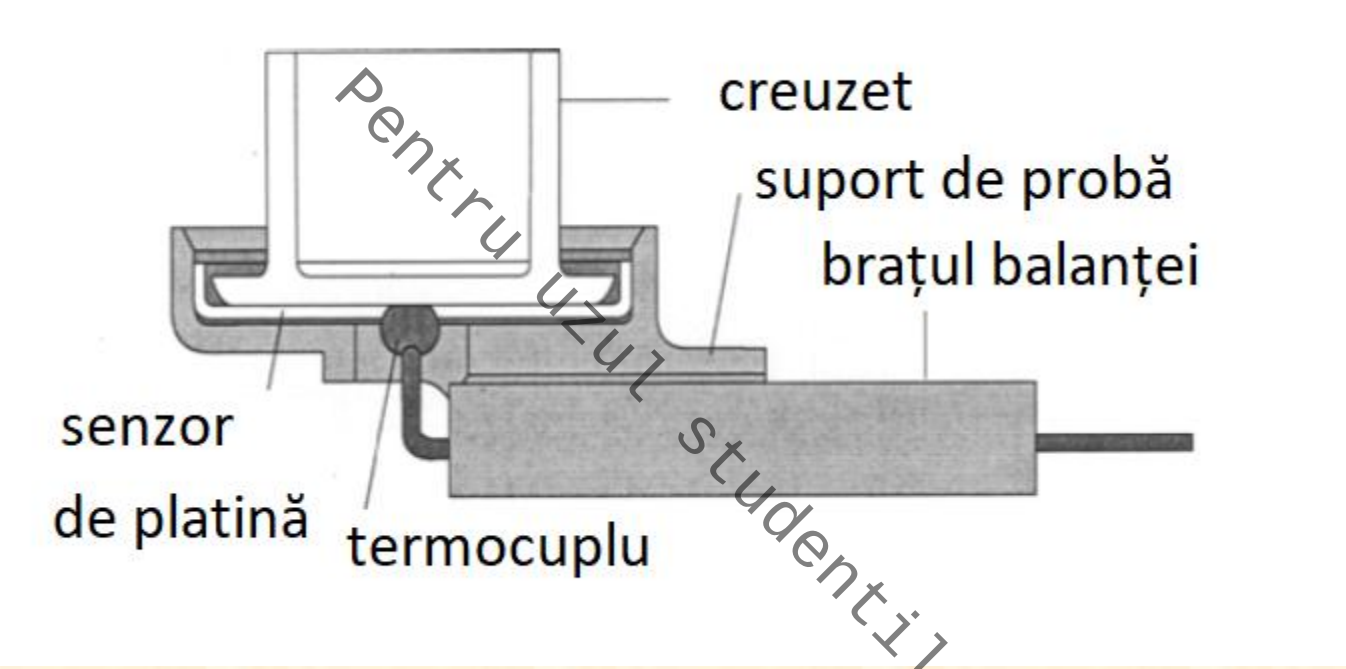
Avantaj:

- poate fi obținuta o precizie ridicată a schimbului de căldură pe unitate de masă.

Echipamentul pentru TG+DSC (DTA)

Combină avantajele unei termo-microbalanţe de precizie cu un calorimetru DSC de înaltă temperatură.

pentru uzul studentilor



Pentru uzul studentilor

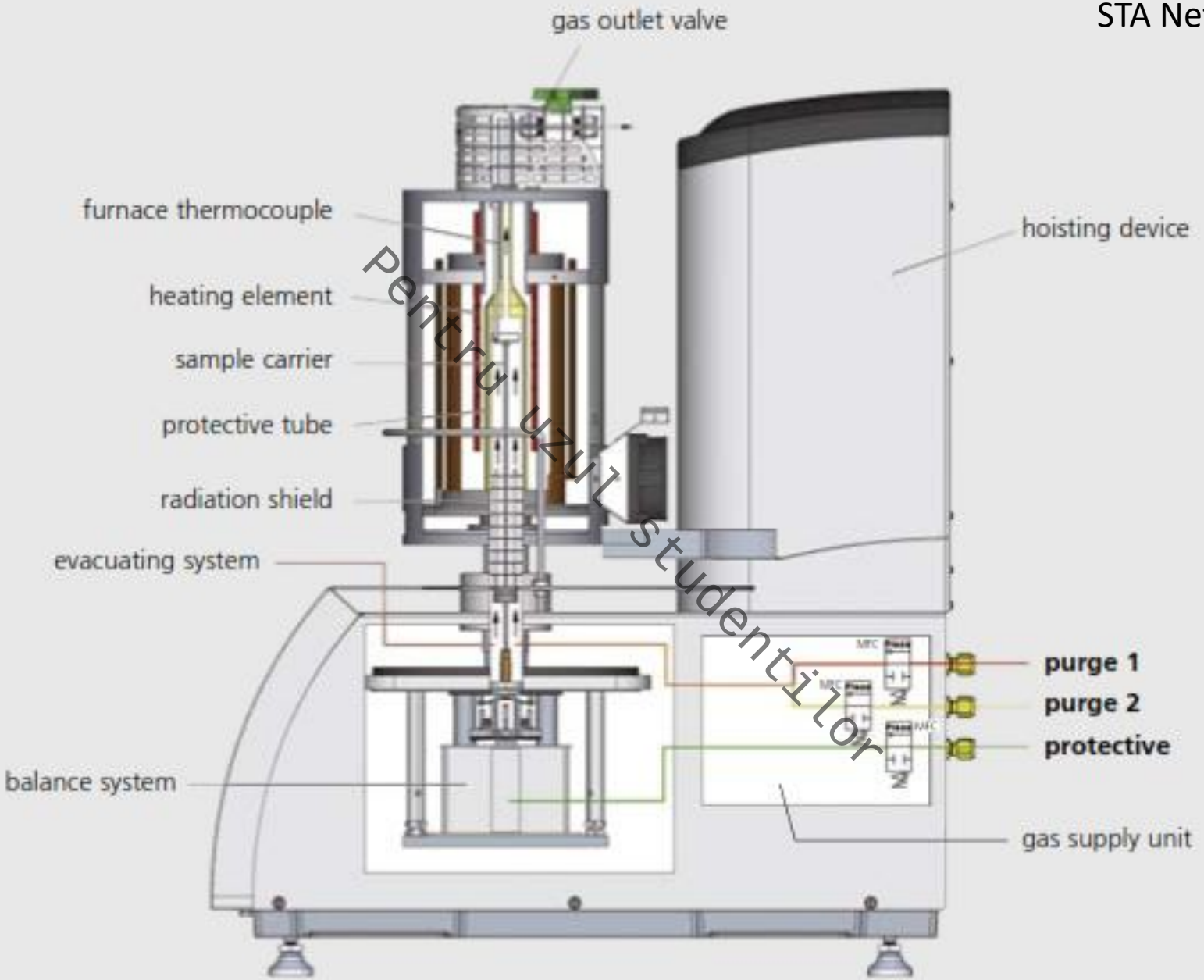
Vedere schematică a suportului de probă



pentru uzul studentilor

STA 449 ***F1*** *Jupiter (Netzsch)*

STA Netzsch



Pentru uzul studentilor



DTA with
slip-on plates



DSC crucible variety

pentru uzul studentilor





DSC-c_p for ASC operation

DSC-c_p

Standard DSC

DTA with protected thermocouples

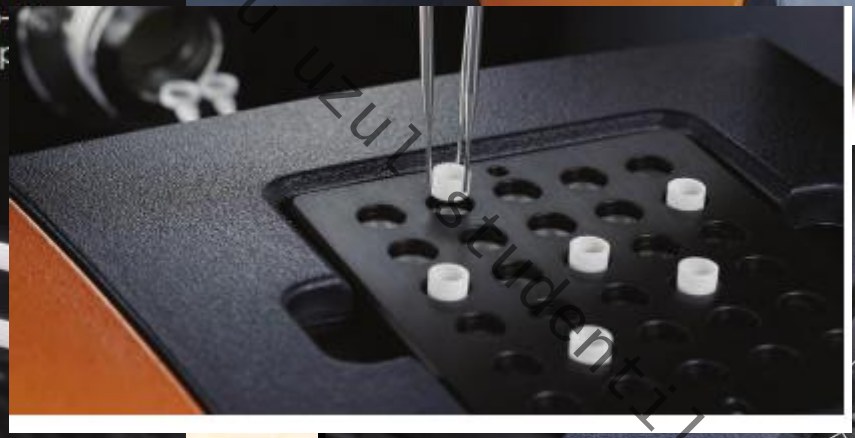
TGA for hanging samples

DTA for hanging samples

STA TA instruments





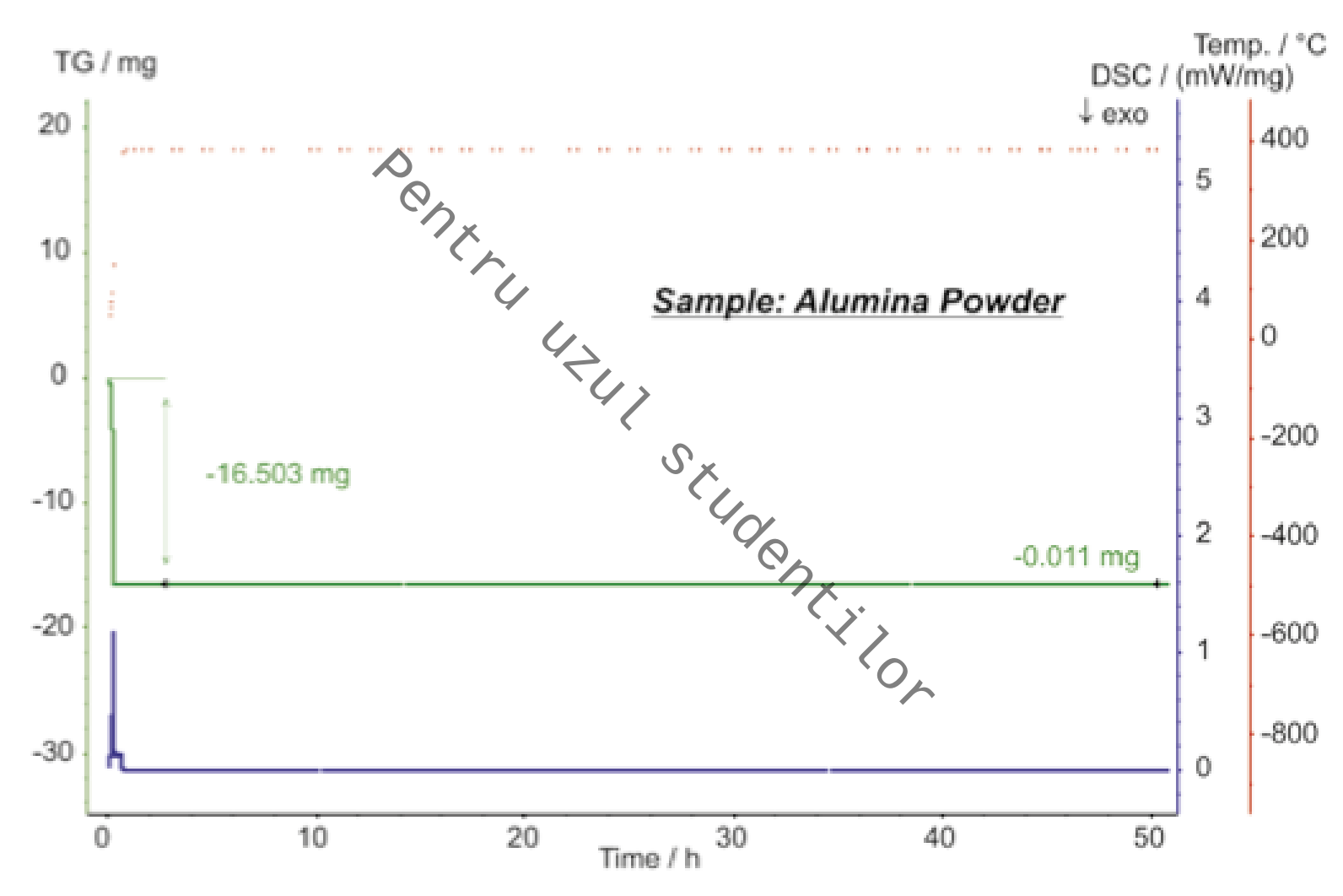


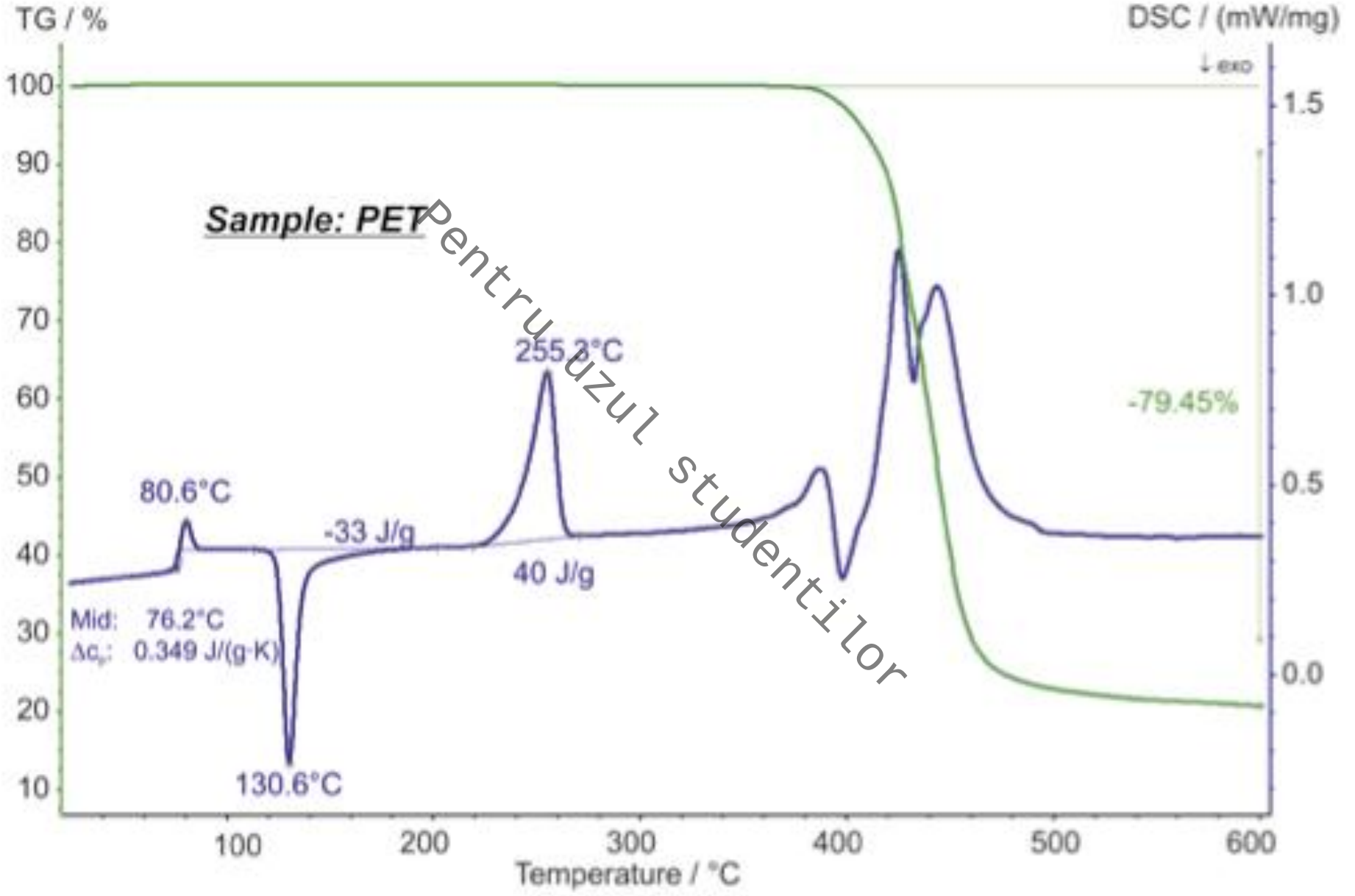


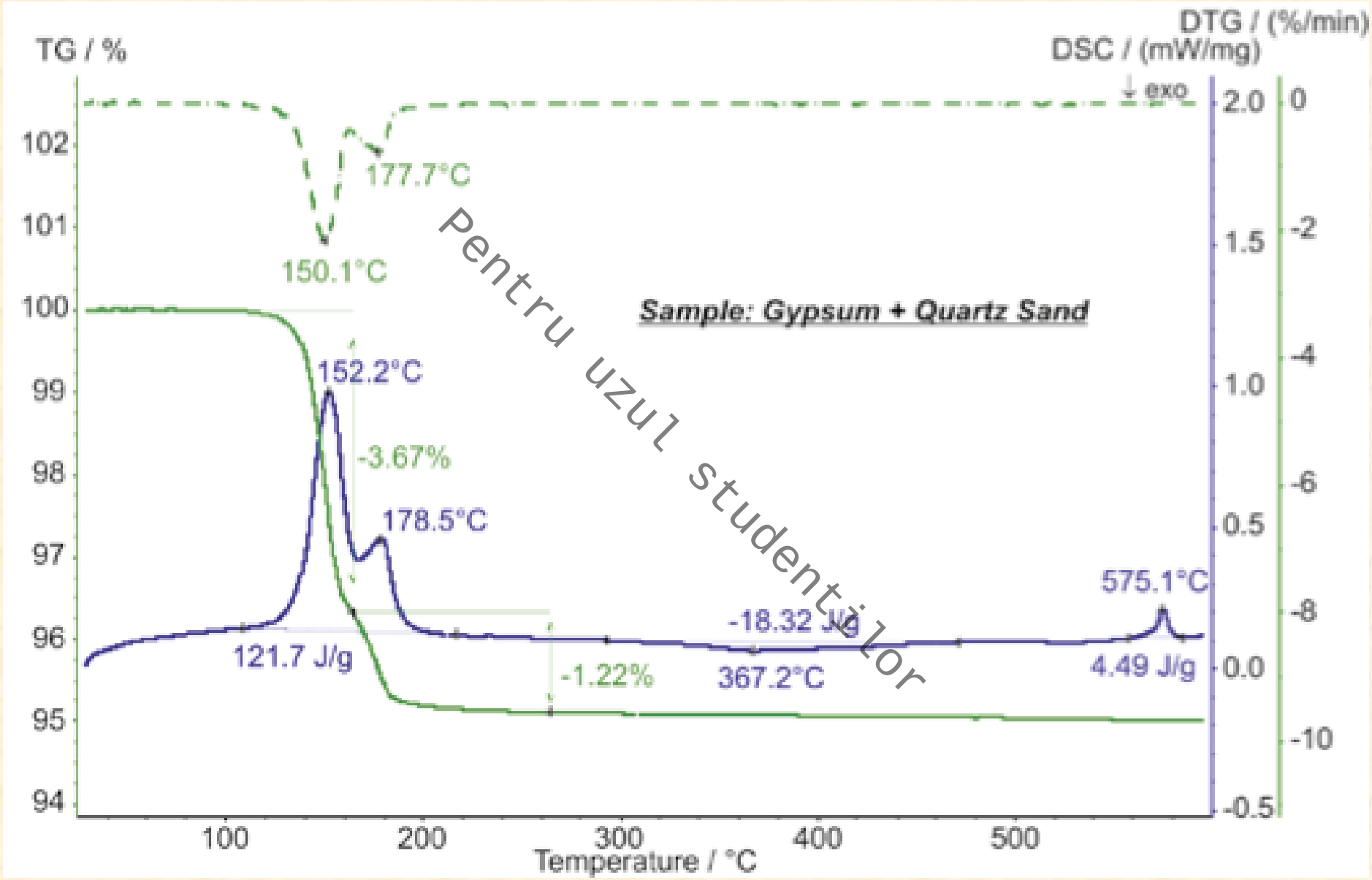
Pentru uz student

Exemple de aplicații

Stabilitate termică

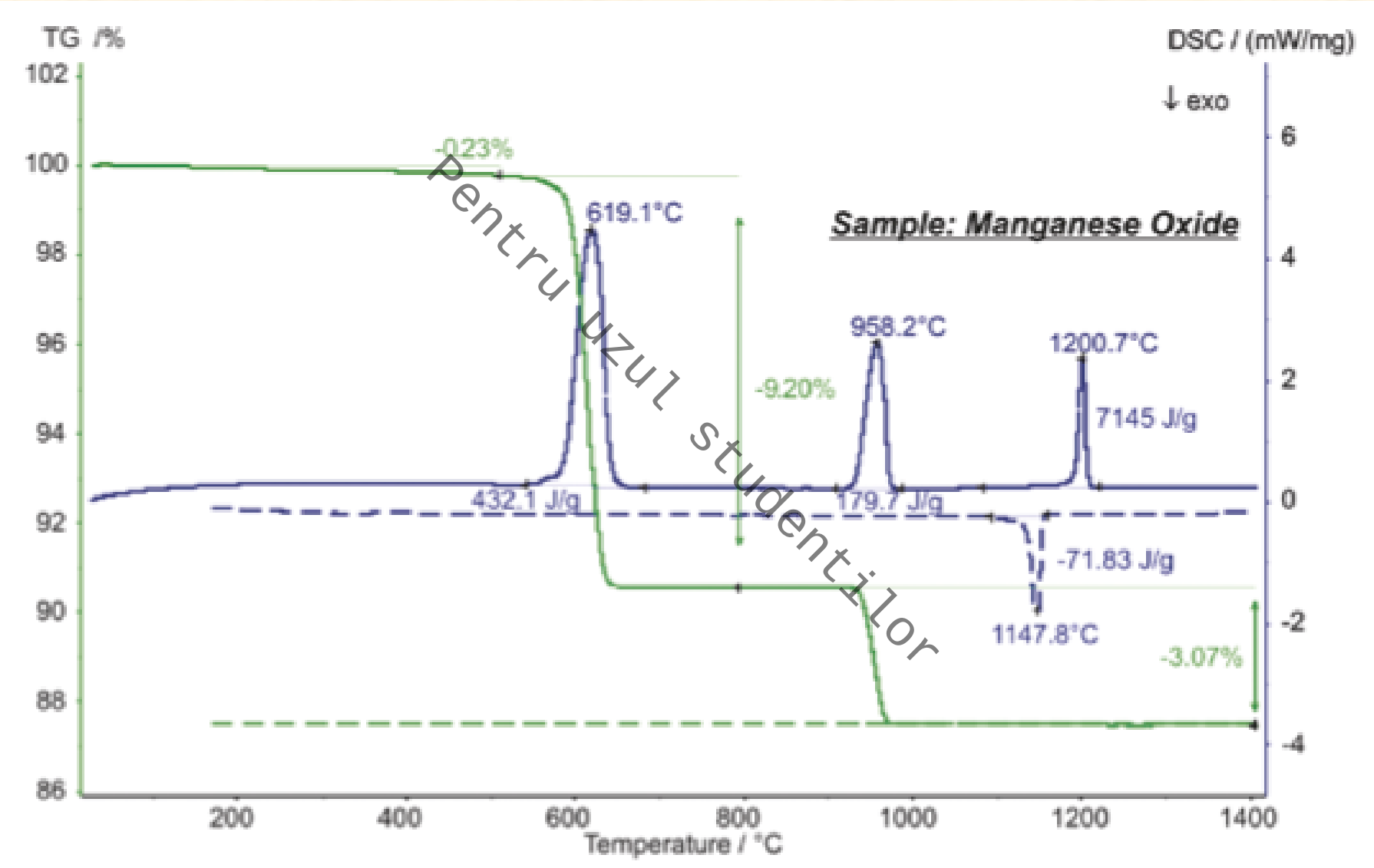



TG / %
DSC / (mW/mg)
↓ exo
100
90
80
70
60
50
40
30
20
10
1.5
1.0
0.5
0.0
Sample: PET
Pentru uzul studentilor
255.2°C
-79.45%
80.6°C
-33 J/g
40 J/g
Mid: 76.2°C
Δc_p: 0.349 J/(g·K)
130.6°C
100
200
300
400
500
600
Temperature / °C



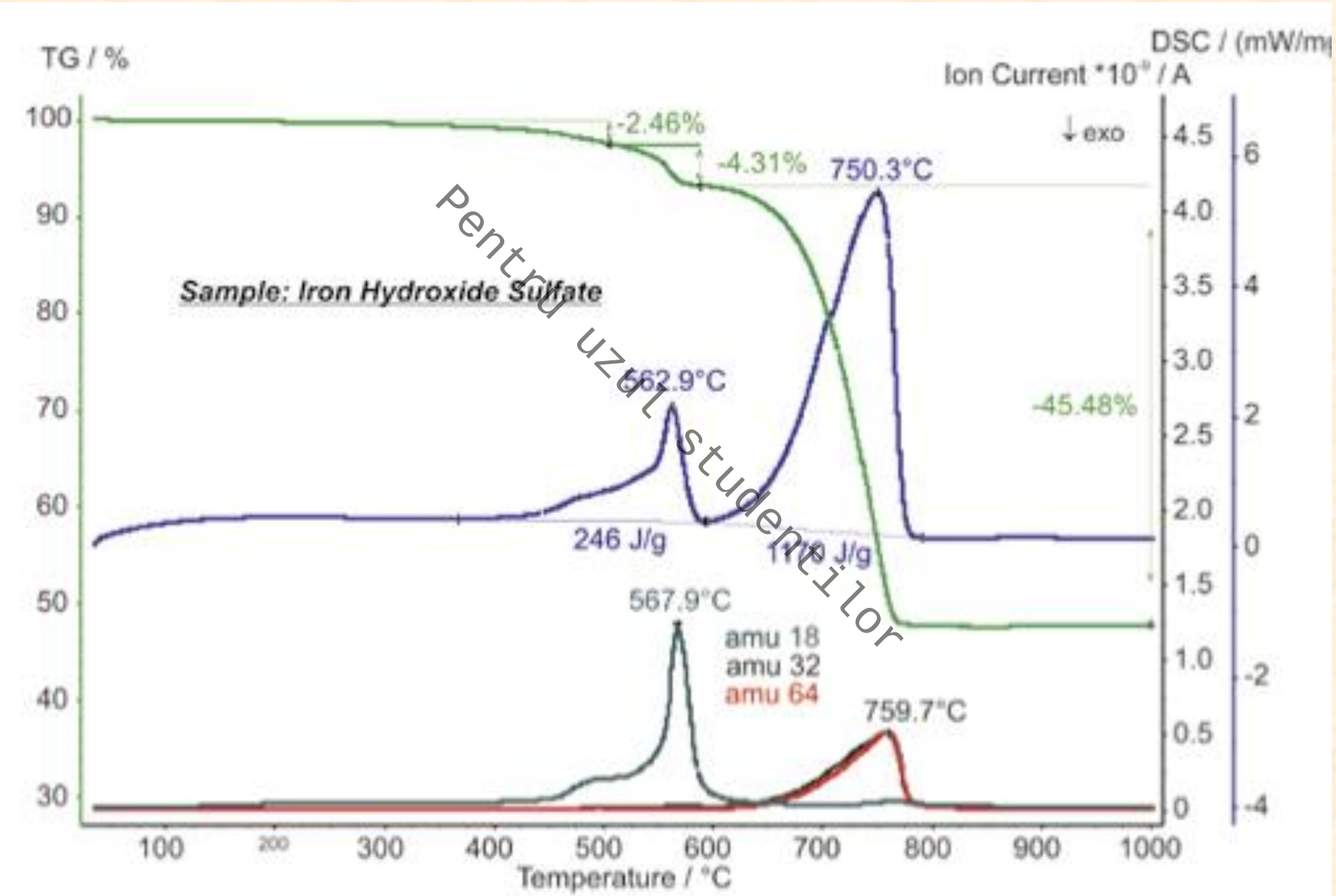
pentru uzul studenților

Reducerea dioxidului de mangan

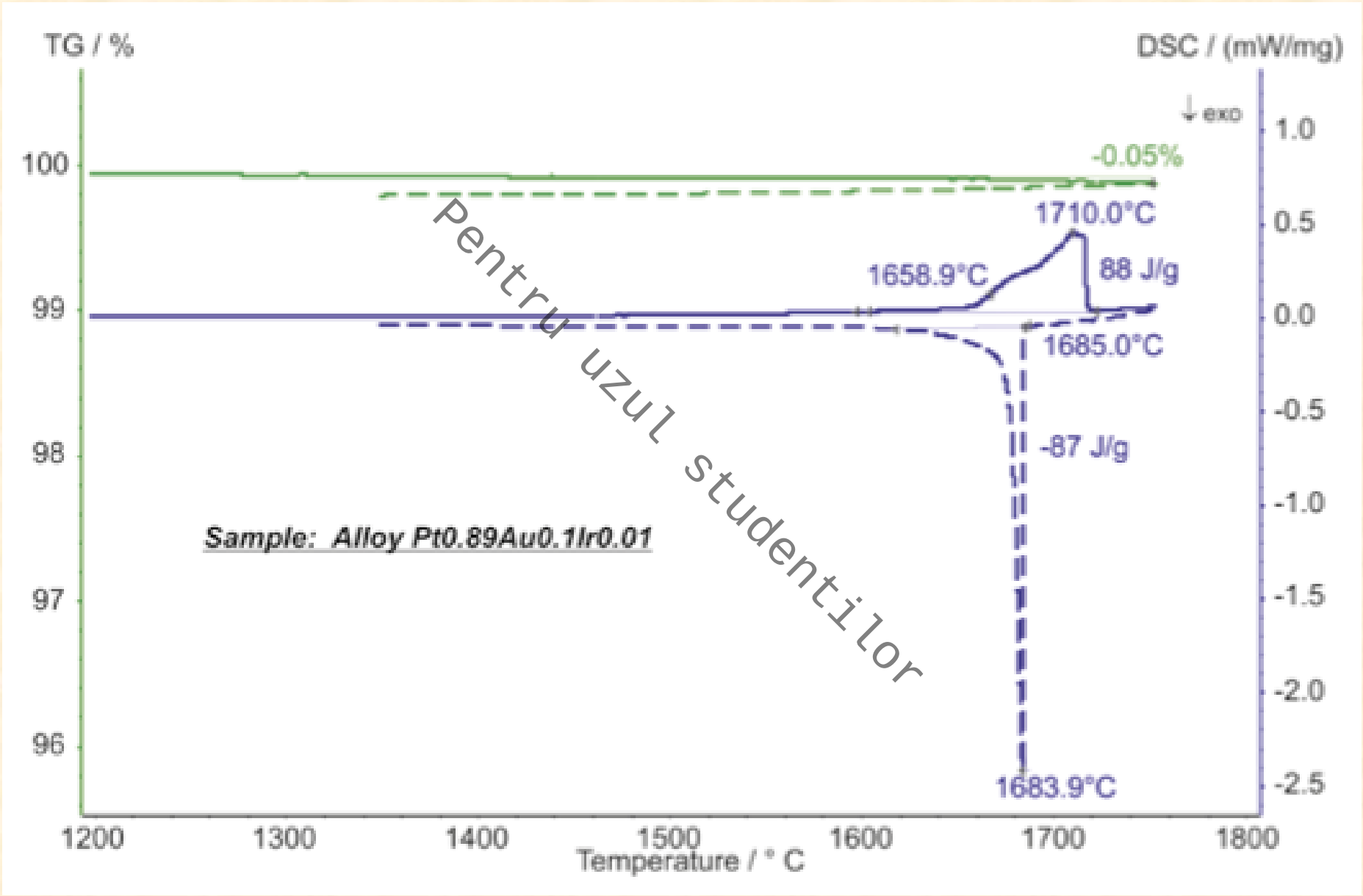


Pentru uzul studenților

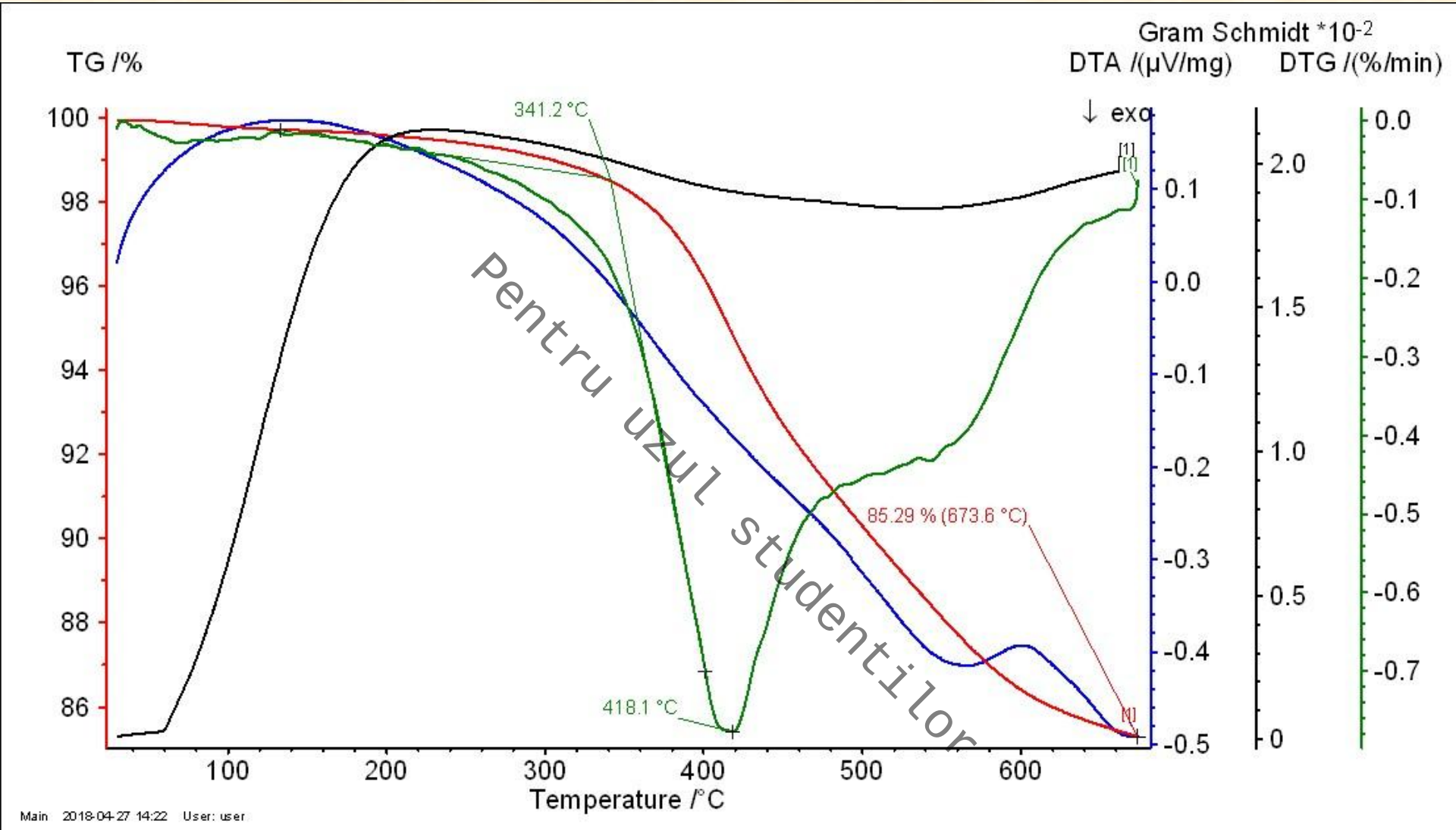
Descompunere



Diagrame de fază pentru aliaje



pentru uzul studentilor



Pentru uzul studentilor

Instrument :	NETZSCH STA 449F1 **File :** D:\CLIENTI 2018\Gaina _Pompier\PI-fib sticla-cup-10K- N2_670K.ds1 **Remark:** Linie baza 30_500K_TG_DTA-tipS _ cu creuzeti Al_1K/min-n2_ 40ml_20ml				
Project :	Linie Baza TG_DTA	**Material :**	AL2O3	**Segments :**	1/1
Identity :	PI-fib sticla-cup-10 N_670K	**Correction file :**	LB_TG-DTA-N2_10K_sampler type S-700K_08 05 2017.bs1	**Crucible :**	DTA/TG crucible Al2O3
Date/time :	27/04/2018 10:26:23	**Temp.Cal./Sens. Files :**	TCALZERO.TCX / SENSZERO.EXX	**Atmosphere :**	N2 / N2
Laboratory :	Anorganic Polymers	**Range :**	30/10.0(K/min)/700	**TG corr./m. range :**	820/5000 mg
Operator :	Dr. N.Tudorachi	**Sample car./TC :**	DTA/TG S / S	**DSC corr./m. range :**	020/5000 µV
Sample :	PI-fib sticla-cup-10 N_670K, 37.316525 mg	**Mode/type of meas. :**	DTA-TG / sample with correction		

Created with NETZSCH Proteus software

ANALIZĂ SIMULTANĂ TERMOMECANICĂ -ANALIZA TERMICĂ DIFERENȚIALĂ (TMA-DTA)

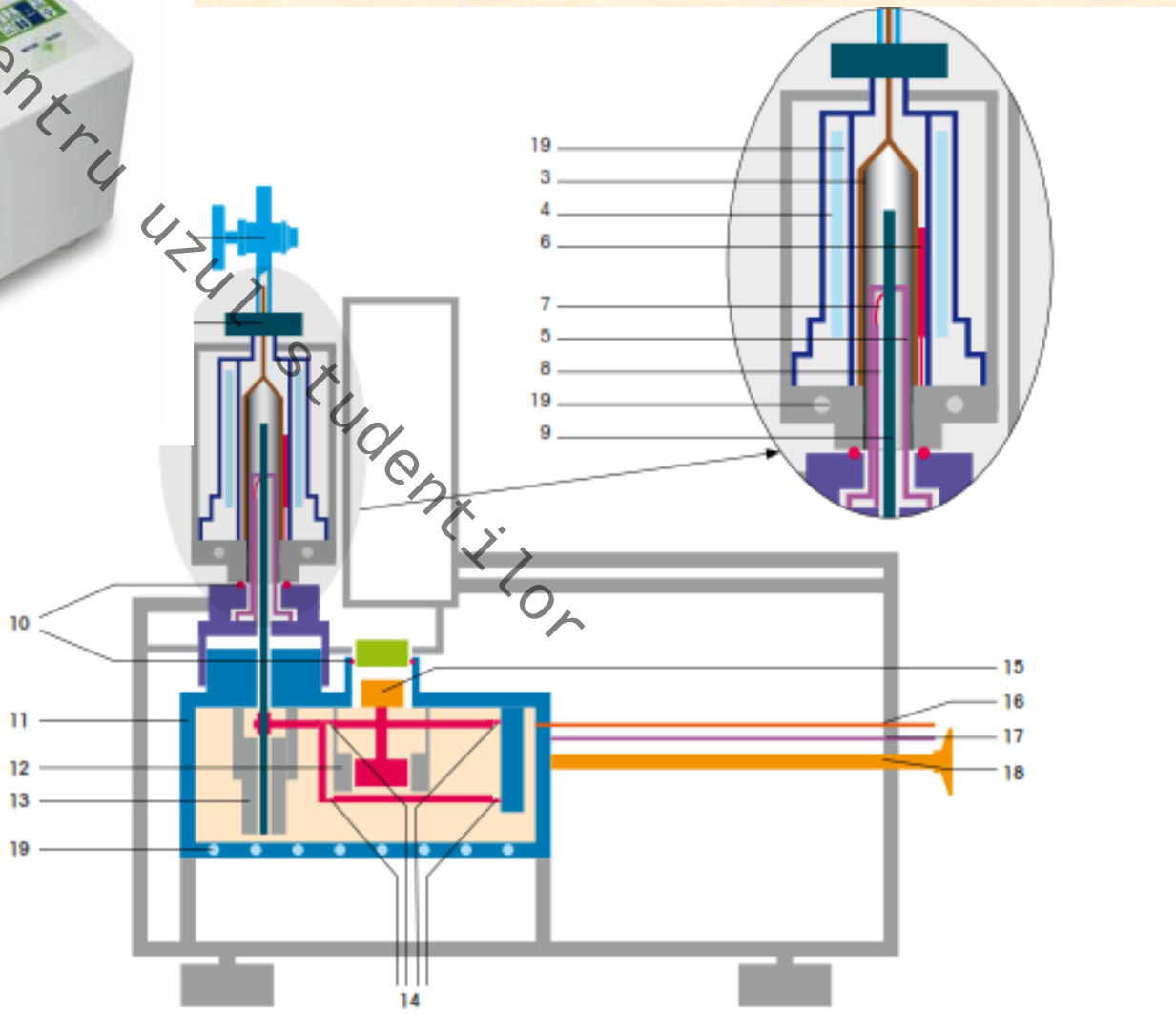
Pentru uzul studenților

- combinația TMA-DTA este mai puțin obișnuită;
- TMA+DTA sau TMA+DSC oferă informații simultane pentru aceeași probă, măsurată în circumstanțe identice.
- TMA+DTA informații despre modificările dimensionale și rigiditatea care însoțesc topirea

TMA/SDTA840 Analiză termomecanică – analiză simultană DTA



Pentru uzul studentilor





TMA/SDTA841[e]
Quartz glass sample support with the K-type thermocouple for sample temperature measurement

Semnalul SDTA este diferența calculată dintre temperatura măsurată a probei și cea a referinței.

Pe lângă modificarea lungimii, semnalul DTA măsurat simultan (SDTA) este disponibil și ca mărime de măsurare.

Pentru uzul studenților

Aplicații:

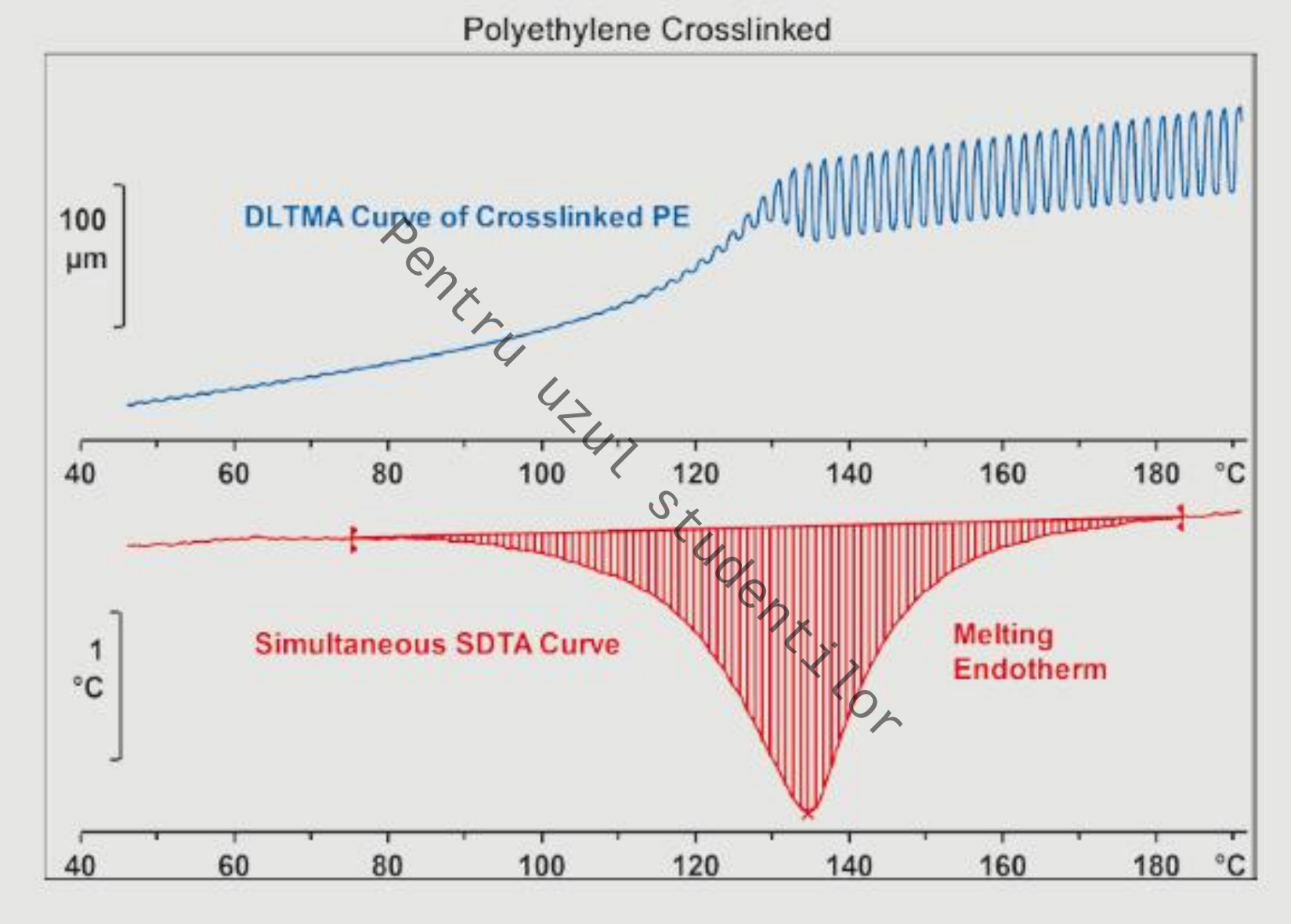
Industrie	Aplicații
Materiale plastice (elastomeri, termorezistenți, termoplastici)	Coeficientul de dilatare termică, tranziția vitroasă, comportamentul la fluaj
Industria electronică	Tranziția vitroasa, coeficientul de dilatare termică, delaminare
Filme subțiri	Comportament de dilatare și contracție
Produse chimice (materiale organice și anorganice, metale, produse farmaceutice)	Coeficientul de dilatare termică, tranziții solid-solid
Universități, Cercetare	Schimbări dimensionale în condiții experimentale variate

Pentru uzul studentilor

Analiză simultană TMA+DSC

- metodă excelentă pentru determinarea tranzițiilor vitroase care nu pot fi măsurate de DSC.

Pentru uzul studentilor

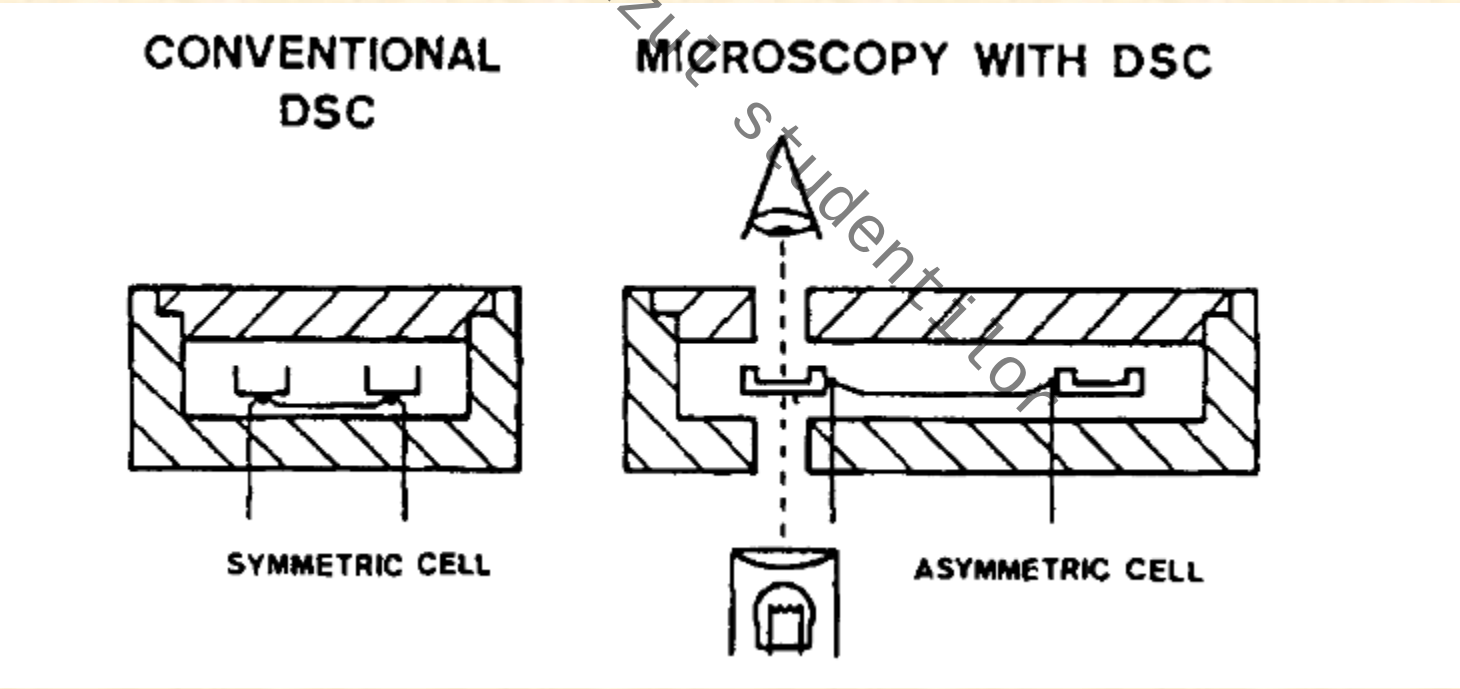


Pentru uzul studentilor

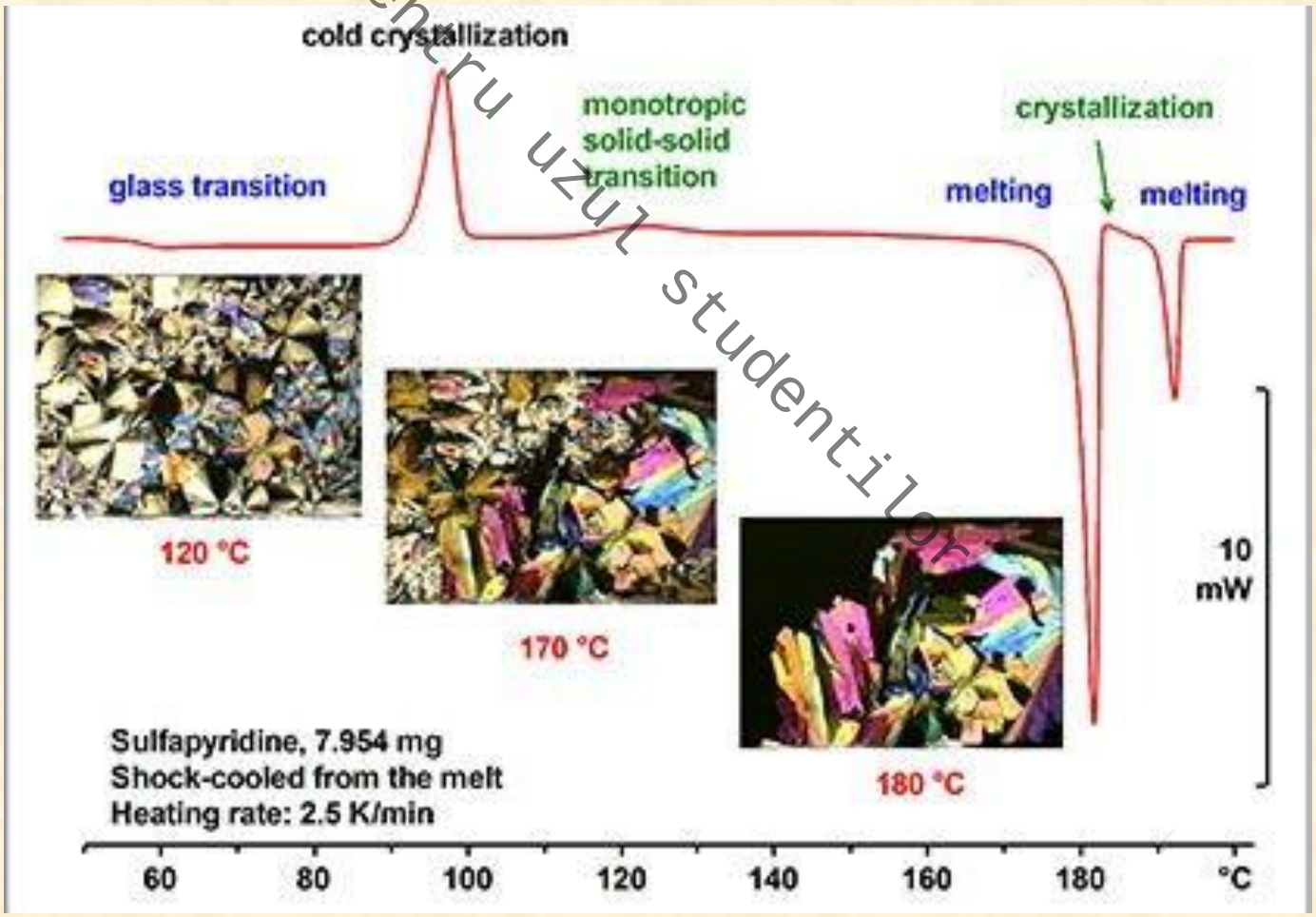
Analiză simultană DSC+TOA

- monitorizarea vizuală a probelor poate fi combinată cu o altă măsurare cantitativă, cum ar fi DSC sau DTA;

Pentru uzul studenților



Dintr-un singur experiment, fluxul de căldură, intensitatea luminii reflectate și curbele TASC sunt corelate cu imagini simultane ale probei.



Material pentru uzul studenților

Analiză simultană DMA+DEA

- Analizele simultane dielectrice (DEA) și dinamice mecanice (DMA) permit determinarea proprietăților materialului dielectric sub diferite sarcini mecanice.
- DEA oferă informații despre mobilitatea ionilor și/sau dipoli într-un material, iar DMA oferă informații despre comportamentul mecanic al materialului.

Pentru uzul studenților

- În ciuda avantajelor importante, analiza termică simultană rămâne mai putin populară decât măsurătorile simple sau paralele.
- lista posibilelor combinațiile nu sunt cu siguranță complete;

Pentru uzul studentilor

- Principalele întrebări sau probleme legate de STA rămân indiferent dacă rezultatele obținute sunt la fel de exacte ca în experimentele individuale
- dacă rezoluția și sensibilitatea fiecărui semnal obținut în STA este aceeași cu cea din modul unic TA;

Pentru uzul studentilor

ALTE METODE DE ANALIZĂ TERMICĂ

Pentru uzul studenților

Termosonometrie

Pentru uzul studentilor

- undele sonore emise de o probă (emisie acustică) sunt măsurate în funcție de temperatură în timpul unui program de încălzire controlat

Sursele sunetelor emise în materiale:

- mișcarea dislocatiilor;
- generarea și propagarea fisurilor;
- germinarea de noi faze;
- procese de relaxare;
- transformări de faze;
- modificări discontinue ale proprietăților fizice.

Pentru uzul studentilor

Exemplu:

Tranziție vitroasă →unde elastice care provoacă un efect acustic;

Limita de detectare a unei explozii de emisii acustice a fost estimată ca aproximativ 1 fJ, iar frecvențele implicate variază de la audio la câțiva MHz.

Nota: Femtojoule = fJ = $1{,}0 \cdot 10^{-15}$ J

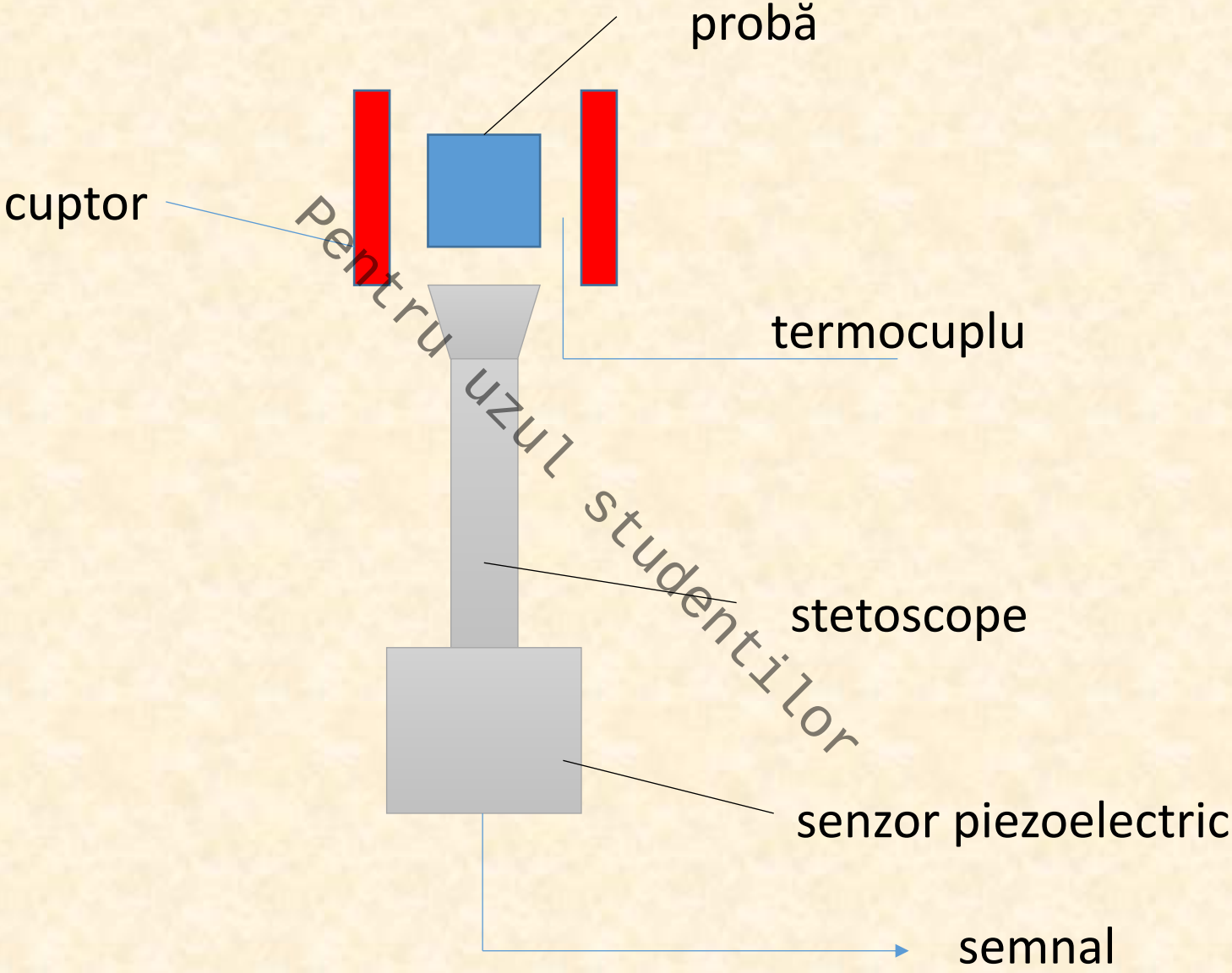
pentru uzul studenților

Utilizare:

- evaluarea defectelor cauzate de radiații;
- conținutul de defecte;
- gradul de recoacere a probelor;
- evenimente mecanice asociate cu deshidratarea, descompunerea, topirea.

pentru uzul studenților

Schemă echipament termosonometrie



Mod de lucru

- sunetele sunt emise ca vibrații mecanice înainte și în timpul transformărilor termice din probă;
- activitate sonică din probă este preluată și transmisă cu ajutorul unui stetoscop;
- undele mecanice sunt convertite în semnale electrice;
- Proba este amplasată în capătul stetoscopului - transformator acustic și este conectat la un senzor piezoelectric.

Pentru uzul studenților

- Suprafețele de contact trebuie să fie bine lustruite;
- peliculele subțiri de ulei de silicon îmbunătățesc transferul semnalului;
- termocuplul este plasat de obicei cât mai aproape posibil de probă fără a-l atinge efectiv.

Pentru uzul studentilor

Semnalul rezultat dintr-un experiment de termosonometrie constă într-o cascadă rapidă de semnale în descompunere:

Pentru uzul studenților

- numărul de semnale de amplitudine de vârf mai mare decât valoarea pragului stabilită într-un timp dat;
- timpul pentru care amplitudinea semnalului depășește valoarea pragului;
- de câte ori semnalele trec printr-un nivel de tensiune ales într-o direcție pozitivă;
- nivelul de amplitudine (energie) rădăcina medie pătratică ;
- ca un set de frecvențe.

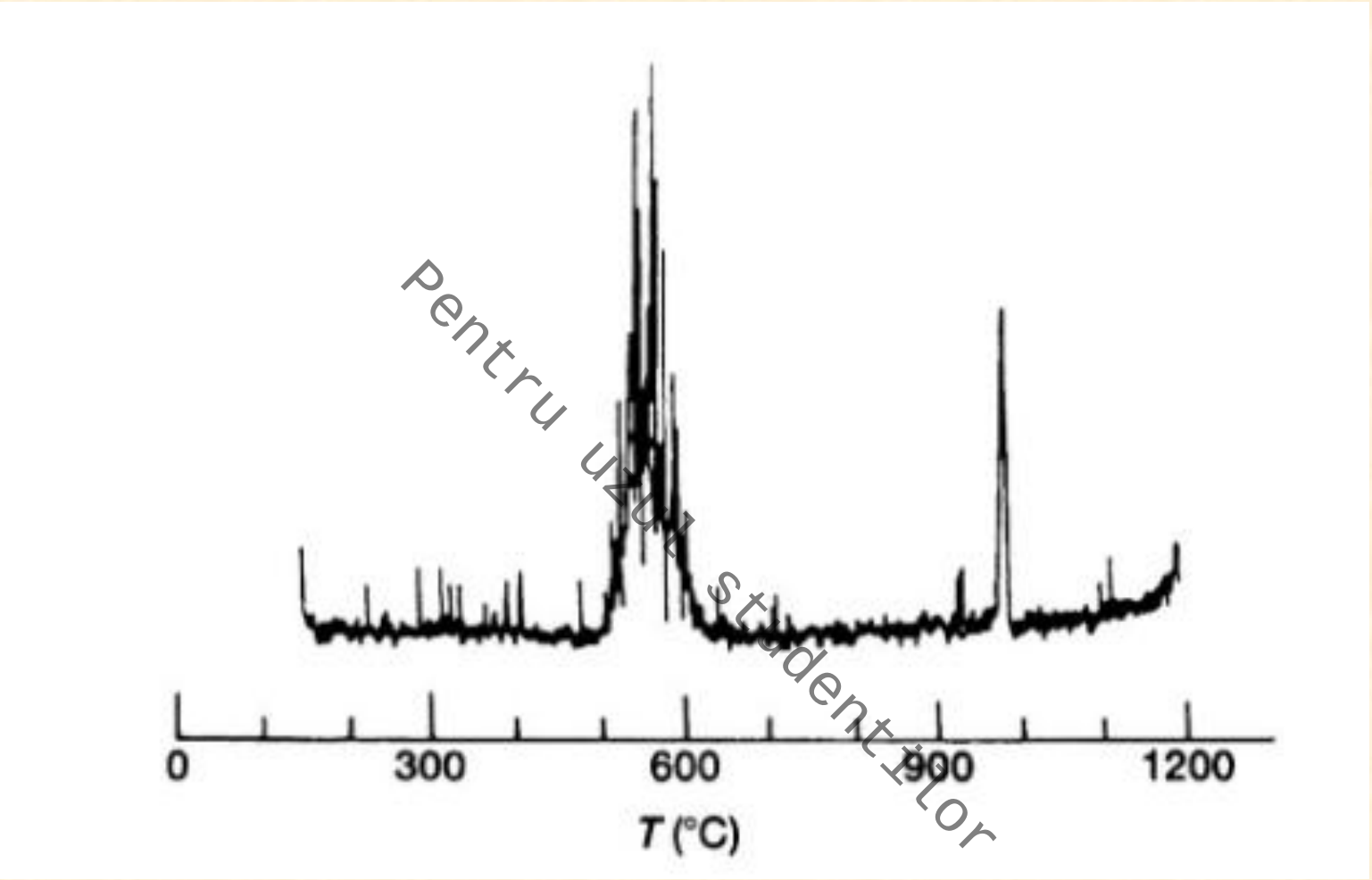
Curbele TS sunt de obicei utilizate în combinație cu alte rezultate termoanalitice pentru a caracteriza o probă.

Pentru uzul studentilor

STA

TS - DTA

TS- TERMODILATOMETRIE



Pentru uzul studenților

Curbele TS pe kaolini

Pot fi analizate materiale ceramice, sticle, materiale refractare, metale și aliaje, polimeri.

Pentru uzul studenților

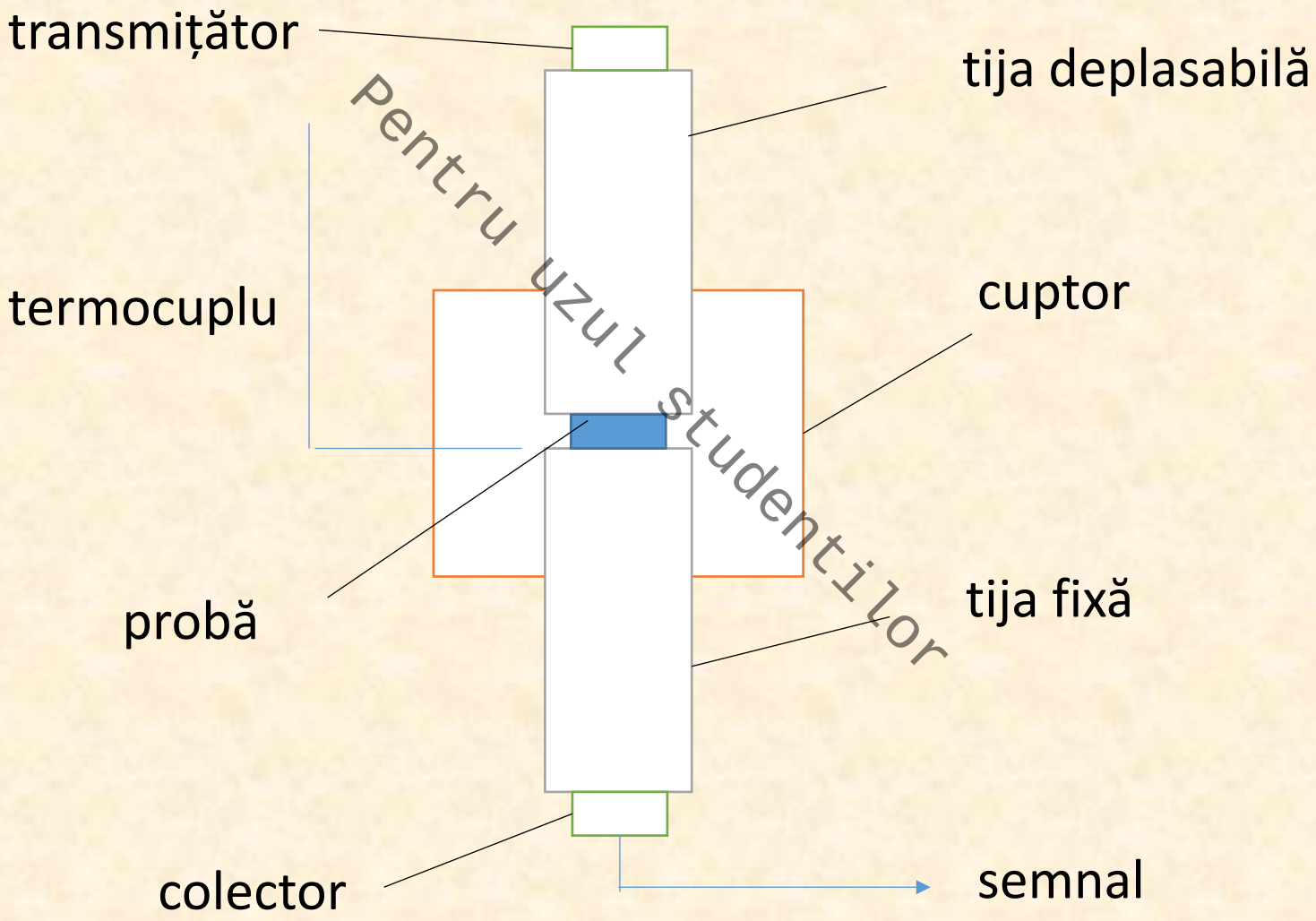
- Minerale – ardere, decalcinare, procese de descompunere;
- Sticle, ceramice, materiale refractare – microfisuri, rezistența la șoc termic, temperatura tranziției vitroase, temperatura de înmuiere;
- Metale și aliaje – tranziții de fază transformarea martensitică; cinetica cristalizării la sticlele metalice;
- Polimeri – cristalizarea, tranziții de fază

Termoacustimetrie

În termoacustimetrie, caracteristicile undelor acustice impuse după trecerea printr-o probă sunt măsurate în funcție de temperatură, în timp ce proba este supusă unui program de temperatură controlat.

pentru uzul studentilor

Schemă echipament termoacustimetrie



Termoelectometrie (analiza termică dielectrică)

Analiza dielectrică măsoară modificările proprietăților unui material când este supus unui câmp electric periodic. În analiza termică dielectrică (DETA) proba este, de asemenea, supusă unui program de temperatură

pentru uzul studenților

Analiza termică dielectrică (DETA) - tehnică de știință a materialelor în care un câmp electric oscilant este utilizat pentru a analiza modificările proprietăților fizice ale unui număr de materiale.

Pentru uzul studentilor

Principalele proprietăți electrice ale probei în funcție de temperatură:

Pentru uzul studentilor

- conductanță de curent continuu sau alternativ,
- capacitate
- proprietățile dielectrice.

Mod de lucru:

pentru uzul studenților

Un câmp electric oscilant se aplică unui material, măsurătorile capacității și conductanței materialului sunt luate în funcție de timp, temperatură și frecvență.

Capacitate = încărcătura electrică stocată în probă

Conductanță = restul încărcăturii electrice disipată în probă

În practică, o probă va fi pusă în contact cu doi electrozi cu plăci paralele, iar unuia dintre electrozi i se aplică o tensiune sinusoidală. Răspunsul este apoi măsurat la al doilea electrod, curentul sinusoidal fiind slăbit și deplasat în conformitate cu mobilitatea ionilor și alinierea dipolului. Dipolii vor încerca să se alinieze atât cu ionii, cât și cu câmpul electric și să se deplaseze spre electrodul de polaritate opusă. Semnalul de tensiune oscilantă este aplicat la frecvențe de la 0,001 la 100 000 Hz

Pentru uzul studenților

Analiza termică dielectrică poate fi utilizată în:

Pentru uzul studenților

- investigații privind comportamentul de întărire a sistemelor de rășini termoizolante, adezivi, vopsele și materiale compozite.
- măsurarea constantei dielectrice și polarizabilitatea polimerilor în timpul tranzițiilor de fază, cum ar fi tranziția vitroasă, topire, cristalizare;