

# PHÂN TÍCH NHIỆT

## I. NGUYÊN LÝ VỀ PHÂN TÍCH NHIỆT (TA- Thermal analysis)

Khi nung nóng, phần lớn các chất đều trải qua những biến đổi nào đó về mặt vật lý hoặc hóa học, kèm theo sự thu hoặc tỏa nhiệt. Bằng cách ghi chép tự động các đường cong vi sai khi nung ta có thể phân tích định tính và cả định lượng các quá trình đó.

Phân tích nhiệt có thể thực hiện bằng cách trực tiếp hoặc gián tiếp (vi sai):

- Phân tích trực tiếp là phương pháp đo nhiệt biến đổi của chất cần nghiên cứu như hàm nhiệt độ.

Phương pháp này được dùng khi xây dựng biểu đồ pha, chuẩn cặp nhiệt điện.

- Phân tích gián tiếp là phương pháp so sánh chênh lệch nhiệt độ của mẫu cần nghiên cứu với nhiệt độ của mẫu chuẩn, là mẫu được xem như không có hiệu ứng nhiệt trong khoảng nhiệt độ mà ta nghiên cứu. Mẫu chuẩn có vai trò cân bằng, nhiệt của quá trình chỉ dùng để tăng nhiệt độ mẫu cần nghiên cứu.

\* Có các loại phương pháp phân tích nhiệt như sau:

| STT | Tính chất vật lý                             | Phương pháp                                                      | Ký hiệu          |
|-----|----------------------------------------------|------------------------------------------------------------------|------------------|
| 1   | Khối lượng<br>Mass                           | Nhiệt khối lượng<br>Thermogravimetry                             | TG               |
|     |                                              | Tốc độ giảm khối lượng<br>Derivative thermogravimetry            | DTG              |
|     |                                              | Đo lượng khí thoát ra<br>Evolved gas analysis                    | EGA              |
| 2   | Nhiệt độ<br>Temperature                      | Đường cong nhiệt độ<br>Heating curve determination               | T                |
|     |                                              | Phân tích nhiệt vi sai<br>Differential thermal analysis          | DTA              |
| 3   | Hàm nhiệt<br>Enthalpy                        | Nhiệt lượng kế quét vi sai<br>Differential scanning calorimeters | DSC              |
| 4   | Độ giãn nở dài<br>Dimensions                 | Giãn nở nhiệt<br>Thermodilatometry                               | D <sub>i</sub> T |
| 5   | Đặc trưng cơ<br>Mechanical characteristics   | Phân tích cơ nhiệt<br>Thermomechanical analysis                  | TMA              |
| 6   | Đặc trưng quang<br>Optical characteristics   | Nhiệt quang<br>Thermooptometry                                   | TO <sub>p</sub>  |
| 7   | Đặc trưng điện<br>Electrical characteristics | Nhiệt điện<br>Thermoelectrometry                                 | TE <sub>L</sub>  |
| 8   | Đặc trưng từ<br>Magnetic characteristics     | Nhiệt từ<br>Thermomagnetometry                                   | TM <sub>AG</sub> |

## II. NGUYÊN TẮC VÀ MỤC ĐÍCH PHÂN TÍCH NHIỆT

### 1. Những nguyên tắc cơ bản:

- Nguyên tắc tương ứng: Các quá trình biến đổi hoá lý xảy ra khi nung nóng các chất có hoạt tính nhiệt đều được ghi nhận tương ứng trên đường cong nhiệt
- Nguyên tắc tương ứng cho phép xác định nhiệt độ bắt đầu, cực đại và kết thúc của hiệu ứng nhiệt. Dạng hình học của hiệu ứng nhiệt được ứng dụng để nghiên cứu động học của các quá trình hoá lý xảy ra khi nung nóng các chất có hoạt tính nhiệt.
- Nguyên tắc đặc trưng: vật chất có hoạt tính nhiệt, khi nung nóng đều có những quá trình biến đổi hóa lý đặc trưng cho từng chất riêng biệt. Trường hợp trong cùng một khoảng nhiệt độ, xảy ra đồng thời những quá trình biến đổi của nhiều chất. Đường cong nhiệt sẽ ghi lại toàn bộ các quá trình biến đổi xen phủ lên nhau và được coi là không ảnh hưởng lẫn nhau.
- Nguyên tắc nung nóng của phân tích nhiệt được thực hiện liên tục với tốc độ đều trong lò điện. Đây cũng là điều kiện để giải phương trình vi phân truyền nhiệt có nghiệm
- Định luật bảo toàn thành phần và tính chất của vật chất là nguyên tắc cơ bản để nghiên cứu quá trình hoá lý xảy ra khi nung nóng các chất có hoạt tính nhiệt.

### 2. Mục đích phân tích nhiệt:

Từ những nguyên tắc cơ bản nêu trên cho phép chỉ ra mục đích của phân tích nhiệt như sau:

- Nguyên tắc đặc trưng cho phép xác định thành phần các khoáng chất. Xác định các chất có hoạt tính nhiệt.
- Nguyên tắc tương ứng cho phép xác định nhiệt độ bắt đầu, cực đại và kết thúc của hiệu ứng nhiệt. Dạng hình học của hiệu ứng nhiệt được ứng dụng để nghiên cứu động học của các quá trình hoá lý xảy ra trong mẫu. Khối lượng mẫu thay đổi là cơ sở của phương pháp tính định lượng các khoáng chất trong mẫu.

## III. CÁC PHƯƠNG PHÁP PHÂN TÍCH NHIỆT

### 1. Phân tích nhiệt vi sai (DTA)

Thực chất của phương pháp này là tìm các đường cong vi sai khi nung như sau: Chất cần thí nghiệm và đồng thời cả chất trơ nhiệt (chất chuẩn, không bị biến đổi chút nào khi nung nóng như  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$ , cao lanh, thủy tinh quắc...) đựng trong chén được đặt vào lò nung, rồi nung đều và liên tục đến nhiệt độ yêu cầu. Để xác định hiệu số nhiệt độ giữa mẫu và chất chuẩn, ta dùng cặp nhiệt vi sai. Nó cũng giống như hai cặp nhiệt bình thường (dụng cụ xác định nhiệt độ), được đặt trực tiếp ngay ở giữa khối chất cần thí nghiệm và giữa khối chất chuẩn. Những dòng nhiệt điện trong các cặp nhiệt đó luân chuyển ngược chiều qua một điện kế. Nếu khi nung, mẫu thí nghiệm không trải qua một biến đổi lý hoá nào cả (tức cũng như chất chuẩn), thì sẽ không phát sinh dòng điện ở trong mạch bởi vì cả hai chỗ hàn của các cặp nhiệt điện đều được nung nóng như nhau và những dòng nhiệt điện phát sinh ở trong chúng khử nhau. Lúc đó bộ phận tự ghi vẽ một đường thẳng, thực tế là song song với trục hoành. Còn khi trong chất thí nghiệm sinh ra một phản ứng nhiệt (thu hoặc toả

nhệt) thì nhiệt độ của nó và của chất chuẩn sẽ chênh nhau, trong mạch phát sinh dòng điện và bộ phận tự ghi vẽ trên màn hình ảnh một đường cong vi sai.

Các phản ứng kèm theo sự tỏa nhiệt được ghi chép lại trên các đường cong nung dưới dạng những đỉnh nhọn hướng lên trên (hiệu ứng tỏa nhiệt), các quá trình xảy ra kèm theo sự thu nhiệt thì được ghi chép lại dưới dạng những đỉnh nhọn hướng xuống dưới (hiệu ứng thu nhiệt). Lúc đường cong bắt đầu lệch khỏi đường thẳng nằm ngang được gọi là lúc bắt đầu của mọi phản ứng.

Mỗi khoáng vật đều có những hiệu ứng tỏa nhiệt và thu nhiệt riêng biệt. Biết các đặc trưng nhiệt của từng khoáng vật, có thể xác định được thành phần khoáng vật cần nghiên cứu. Muốn vậy, người ta so sánh đường cong nung của khoáng vật cần nghiên cứu với những đường cong chuẩn khi nung các khoáng vật tinh khiết và hỗn hợp của chúng.

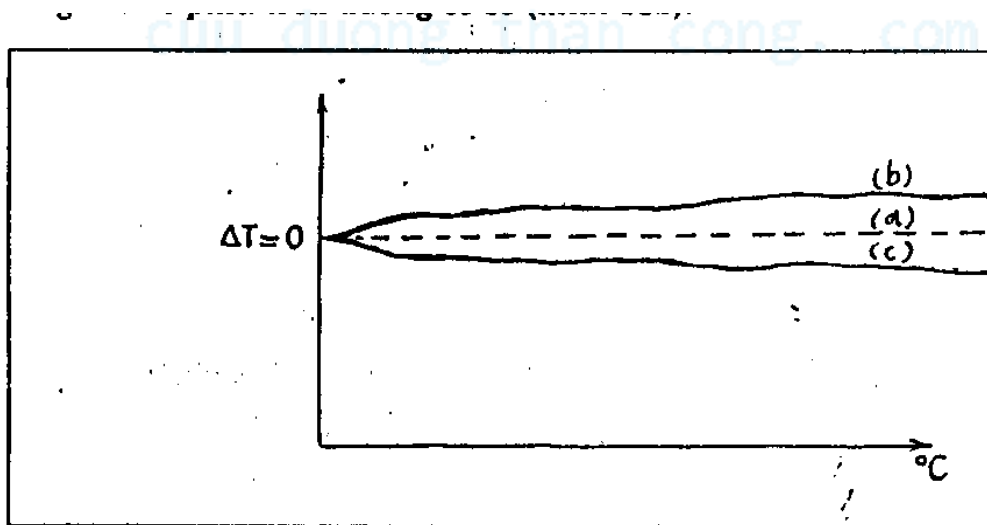
#### a) Phân tích định tính đường cong DTA

\* Cách phân tích và giải thích đường cong DTA

Gọi  $\lambda_m$  : hệ số dẫn nhiệt của mẫu nghiên cứu

$\lambda_c$  : hệ số dẫn nhiệt của chất chuẩn

- Độ dẫn nhiệt  $\lambda_m \approx \lambda_c$  : đường DTA có dạng là một đường thẳng gần trùng với đường cơ sở, cho biết mẫu nghiên cứu là chất trơ nhiệt.
- Độ dẫn nhiệt  $\lambda_m > \lambda_c$  : đường DTA có dạng là một đường thẳng nằm ở phía trên đường cơ sở.
- Độ dẫn nhiệt  $\lambda_m < \lambda_c$  : đường DTA có dạng là một đường thẳng nằm ở phía dưới đường cơ sở.



H1. Đường cơ sở  $\Delta T = 0$  (a)

Đường DTA có  $\lambda_m > \lambda_c$

Đường DTA có  $\lambda_m < \lambda_c$

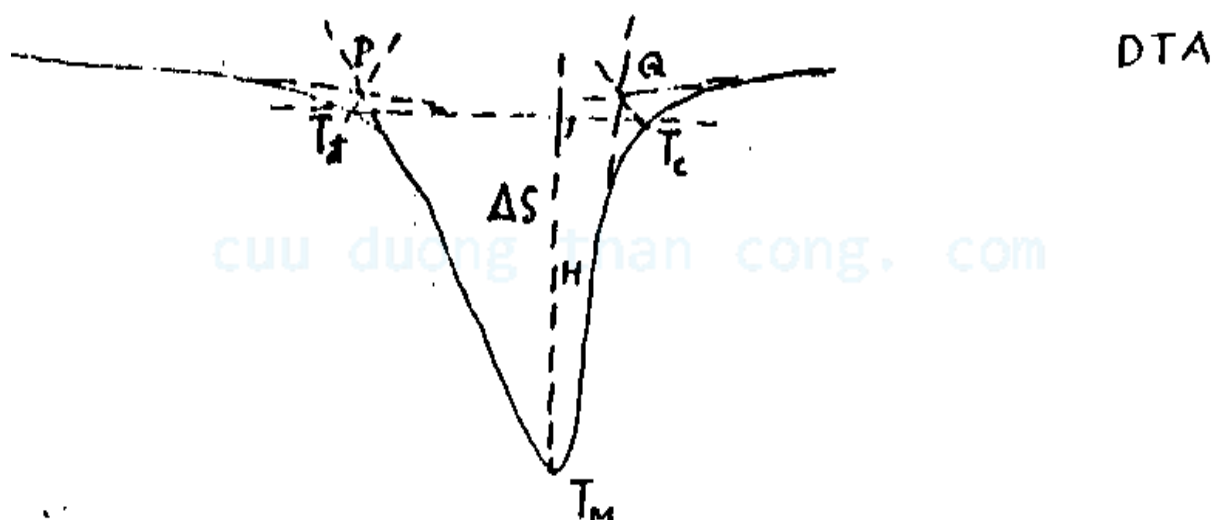
\* Các yếu tố để xác định một hiệu ứng nhiệt gồm(hình 2):

- Nhiệt độ tại thời điểm bắt đầu xảy ra hiệu ứng  $T_d$ ;
- Nhiệt độ cực đại của hiệu ứng nhiệt  $T_M$ ;
- Nhiệt độ kết thúc của hiệu ứng nhiệt  $T_c$ .

Cách xác định điểm  $T_d$  và  $T_c$  : từ nhánh bên trái và phải của hiệu ứng nhiệt, kẻ các đường tiếp tuyến cắt đường cơ sở ở hai điểm P, Q. Từ P, Q kẻ đường pháp tuyến DTA cắt đường DTA ở đâu thì chính là điểm  $T_d$  và  $T_c$

$T_M$  cho biết nhiệt độ tại thời điểm cường độ hiệu ứng nhiệt đạt tới cực đại.

Đường cao (biên độ) của hiệu ứng nhiệt (ký hiệu H) là đường vuông góc với đường cơ sở kẻ từ đỉnh hiệu ứng nhiệt. Diện tích hiệu ứng nhiệt  $\Delta S$  được giới hạn bởi các điểm  $T_d$ ,  $T_c$  và  $T_M$ .

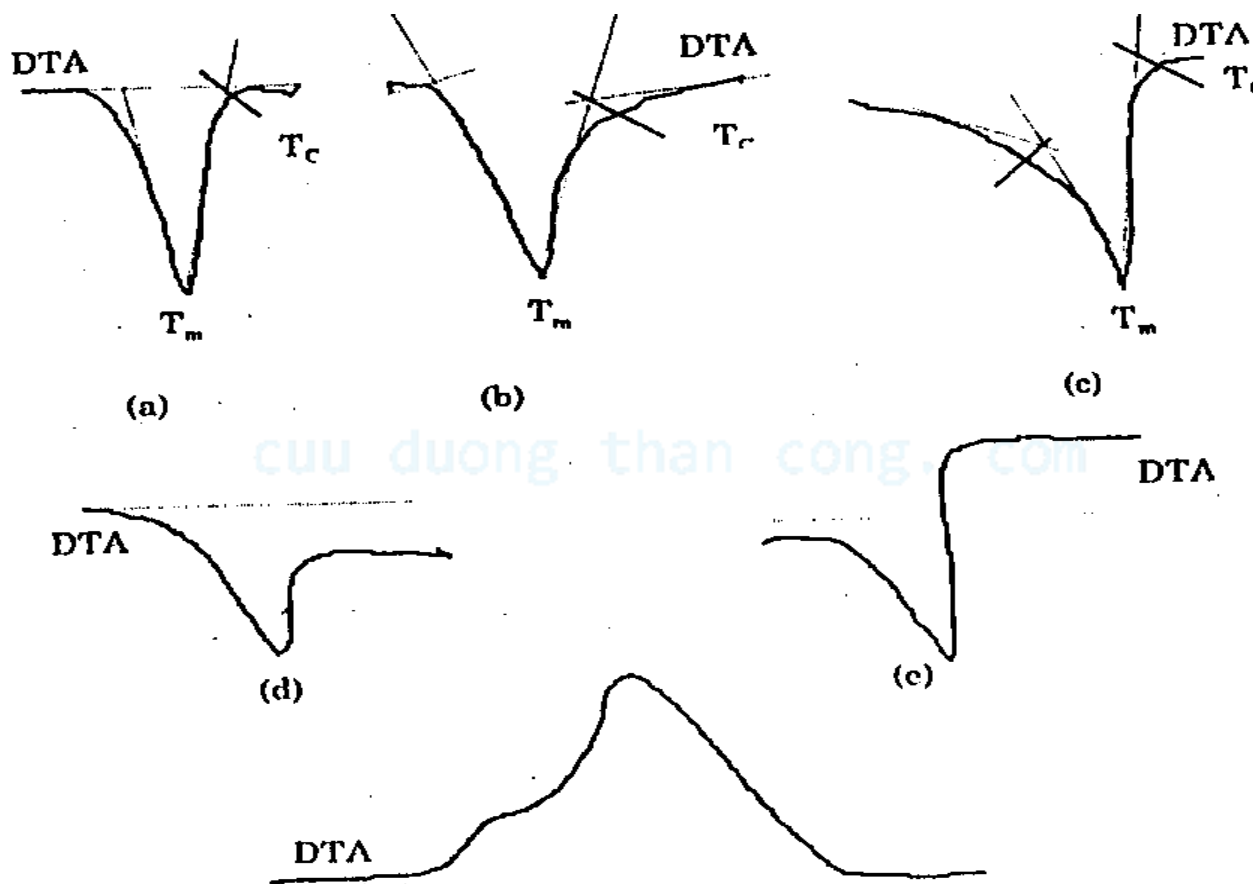


## H2. Các yếu tố đặc trưng cho hiệu ứng nhiệt

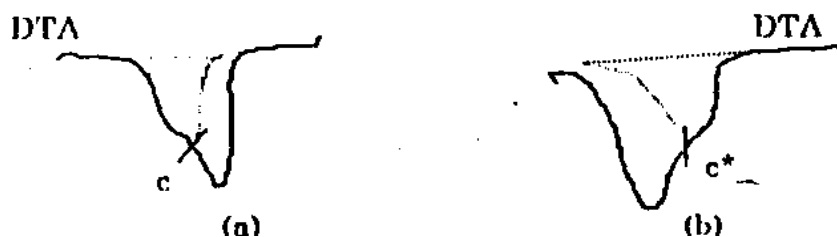
\* Các dạng hiệu ứng nhiệt (hình 3):

- Hiệu ứng nhiệt có hai nhánh parabol cân đối, đỉnh nhọn, được đặc trưng cho quá trình biến đổi có cường độ tăng liên tục, đạt tới cực đại tại đỉnh  $T_M$  và sau đó cường độ giảm dần cho đến điểm kết thúc là  $T_c$  (3a)
- Hiệu ứng nhiệt có nhánh bên trái dựng đứng (độ dốc lớn), nhánh bên phải thoải (độ dốc nhỏ) đặc trưng cho quá trình biến đổi trong mẫu lúc đầu rất nhanh. Cường độ đạt tới cực đại ở đỉnh  $T_M$  sau đó quá trình biến đổi giảm dần cho tới điểm kết thúc  $T_c$  (3b,3c)

- Hiệu ứng nhiệt có nhánh bên trái nằm dưới đường cơ sở, chứng tỏ mẫu sau khi nung nóng đã biến đổi thành sản phẩm có độ dẫn nhiệt nhỏ hơn độ dẫn nhiệt của mẫu chuẩn ( $\lambda_m < \lambda_c$ ) (3d,3e).
- Hiệu ứng nhiệt có đỉnh không nhọn chứng tỏ quá trình biến đổi trong mẫu xảy ra đều đều cho đến lúc kết thúc (3f).
- Hai hiệu ứng nhiệt chồng chập lên nhau : dấu hiệu nhận biết là nhánh bên trái hoặc bên phải của hiệu ứng nhiệt xuất hiện các điểm uốn © và ( $c^*$ ). Từ các điểm uốn có thể phân tích các hiệu ứng nhiệt thành phần (hình 4).
- Hiệu ứng nhiệt tổng hợp có cường độ bằng tổng cường độ các hiệu ứng nhiệt thành phần.



H3. Một số dạng hình học của hiệu ứng nhiệt



H4. Hai hiệu ứng nhiệt chồng chập lên nhau

## b) Phân tích định lượng đường cong DTA

Về mặt thực nghiệm, người ta nhận thấy rằng diện tích vùng xảy ra hiệu ứng nhiệt tỷ lệ với lượng chất và lượng nhiệt trong hiệu ứng. Nghĩa là:

$$\frac{M_a \cdot \Delta H}{g \lambda_1} = \int_{t_1}^{t_2} \Delta T \cdot dt = \Delta S$$

Trong đó:  $M_a$  - khối lượng phần tham gia hiệu ứng (kg)

$\Delta H$  - enthalpy phản ứng cho một đơn vị khối lượng tham gia phản ứng ( $J \cdot kg^{-1}$ ). Với các máy hiện đại có thể đo được nhiệt phản ứng.

$g$  - hằng số, đặc trưng cho sự sắp xếp hình học

$\lambda_1$  - hệ số dẫn nhiệt của mẫu ( $W \cdot m^{-1} \cdot K^{-1}$ )

$\Delta T = T_2 - T_1$  - chênh lệch nhiệt độ giữa mẫu nghiên cứu và mẫu chuẩn (K)

$t_1$  và  $t_2$  - thời gian bắt đầu và kết thúc hiệu ứng (s)

$$\Delta T = \frac{1}{4} \cdot \frac{dT}{dt} r^2 \left( \frac{1}{a_1} - \frac{1}{a_2} \right)$$

cuu duong than cong. com

Trong đó:  $\frac{dT}{dt}$  - tốc độ đốt nóng ( $K \cdot s^{-1}$ )

$r$  - bán kính chén đựng mẫu (m)

$a_1, a_2$  - hệ số dẫn nhiệt của mẫu và mẫu chuẩn ( $m^2 \cdot s^{-1}$ )

$\Delta S$  - diện tích hiệu ứng trên đường cong DTA ( $m^2$ )

Một cách khác có thể viết:

$$\Delta H = A \int_{t_1}^{t_2} \Delta T \cdot dt = A \Delta S \Rightarrow A = \frac{\Delta H}{\Delta S} = \frac{g \lambda_1}{M_a}$$

A- hằng số. Nếu xác định được A (tốt nhất là từ một mẫu đã biết), với giả thiết các điều kiện là tương đương, có thể tính được  $M_a$  (lượng chất tham gia phản ứng).

## 2. Nhiệt lượng kế quét vi sai

Đầu đo này có một điểm đặc biệt, được thiết kế đạt tối ưu cho thời gian không đổi và dòng nhiệt đồng nhất. Điều này cho phép đạt kết quả với độ nhạy cao, tiếng ồn cực kỳ thấp đặc biệt ở nhiệt độ 800 đến 1500°C (cặp nhiệt loại S) và một vạch nền rất ổn định với độ leach thấp

Thiết kế này là điều kiện tiên quyết để hiệu chuẩn dụng cụ đo dòng nhiệt và cho việc xác định nhiệt dung riêng  $C_p$

\* Cách tính toán:

$$\phi_r = dq_r / dt = - K(T) \Delta T_{PR}(T)$$

$\Delta T_{PR}$  : hiệu số nhiệt độ (dấu hiệu đo kể cả vạch nền hiệu chỉnh)

$\phi_r$  : thông lượng nhiệt (lượng nhiệt truyền qua bề mặt diện tích đơn vị trong thời gian đơn vị, còn gọi là thermal flux)

$Q_r$  : nhiệt (năng lượng truyền đi do chênh lệch nhiệt độ giữa nguồn phát ra năng lượng và nơi thu năng lượng, những dạng năng lượng truyền đi khác được gọi là công)

$K$  : Hệ số hiệu chuẩn (độ nhạy)

$T$  : thời gian

$$Q_r = \frac{K}{\beta} \int_{T_1}^{T_2} \Delta T_{PR}(T) dT$$

\* Cách hiệu chuẩn

Hệ số hiệu chuẩn  $K(T)$  cần thiết lập để xác định dòng nhiệt do sai khác nhiệt độ đo có thể được xác định bằng hai cách:

1) Đo từ 3 đến 5 mẫu vật liệu chuẩn (theo tiêu chuẩn ICTA) trong chén đựng mẫu cao hơn nhiệt độ yêu cầu dưới những điều kiện tương tự như vật liệu mẫu. Chỉ số độ nhạy này được ghi nhận bằng cách tích phân đỉnh nóng chảy hoặc đỉnh chuyển pha trên đường cong vi sai nhiệt (dấu hiệu đo) và so sánh giá trị này với giá trị chuẩn

$$K(T) = - \Delta H_F m / \Delta T_{PR}(t) dt$$

$\Delta H_F$  : nhiệt nóng chảy theo SRM

$M$  : khối lượng theo SRM

Những giá trị độ nhạy của tất cả việc đo lường có nhiệt độ tương ứng bằng một hàm đa thức thích hợp với đường cong độ nhạy của đầu đo dưới những điều kiện đo chi tiết này (phương pháp những điểm trùng)

2) Một mẫu chuẩn saphia có dạng đĩa được đo dưới những điều kiện tương tự như vật liệu mẫu. Độ nhạy của cả phạm vi nhiệt độ đo được xác định bằng cách so sánh những sai khác về nhiệt độ đo với giá trị chuẩn về nhiệt dung  $C_p$  (phương pháp liên tục)

$$K(T) = \frac{C_{p,SRM} \cdot \beta \cdot m}{\Delta T_{PR}(T)}$$

$C_{p,SRM}$  : giá trị chuẩn về nhiệt dung theo SRM (của saphia)

$m$  : khối lượng theo SRM

Hai phương pháp hiệu chuẩn trên đòi hỏi phải tính cả vạch 0 từ dấu hiệu đo chén không và chén có chứa mẫu

Phần mềm của NETZSCH đưa ra sử dụng được cho cả công việc hiệu chuẩn hằng ngày và hiệu chuẩn cả vạch 0

\* Hiệu chỉnh (correction)

Dấu hiệu đo từ dụng cụ với đầu đo đặc biệt phải được hiệu chỉnh với bất kỳ quá trình xảy ra cùng với việc tăng nhiệt độ. Vì thế cần phải đo lường trước với những chén trống hoặc với những chén có chứa vật liệu chuẩn (ví dụ như  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ) ở những điều kiện đo tương tự như đo mẫu (chương trình nhiệt độ, tốc độ nâng nhiệt, môi trường khí và dòng khí, vật liệu làm chén). Vạch 0 được trừ từ dấu hiệu đo của mẫu nhờ phần mềm NETZSCH.

Nhiệt dung riêng của chén chuẩn bao gồm cả vật liệu chuẩn nên gần bằng với nhiệt dung riêng của chén mẫu bao gồm cả vật liệu mẫu để đảm bảo có cùng chiều hướng của vạch 0. Và chén mẫu nên chứa khối lượng mẫu tương tự như chén chuẩn

### **3. Phân tích nhiệt đồng thời (STA)**

STA là một ứng dụng cho phép phân tích đồng thời từ 2 (hoặc hơn) tính năng kỹ thuật của cùng một mẫu. Ví dụ như phân tích nhiệt trọng (TG) đồng thời với nhiệt lượng kế quét vi sai (DSC) hoặc nhiệt vi sai (DTA)

Sự phối hợp phân tích nhiệt đồng thời (DTA/TG hoặc DSC/TG) cho ưu điểm lớn là dấu hiệu đo của mẫu đều chính xác dưới cùng điều kiện và thời gian đo.

### **4. Phân tích nhiệt khối lượng (TG, DTG)**

Phương pháp kế tiếp dùng để phân tích nhiệt là phương pháp cân nhiệt (nhiệt khối lượng). Nó cho phép quan sát và ghi chép sự mất mát khối lượng vật chất trong quá trình nung nóng liên tục. Công việc phân tích được tiến hành ở thiết bị cân nhiệt chuyên môn. Trên các đường cong hao trọng lượng, nhiệt độ được ghi ở trục hoành, còn lượng hao trọng lượng tính bằng % được ghi ở trục tung. Các chất khi nung nóng thường thay đổi khối lượng. Sự thay đổi này là do các chất có chứa nước bị mất nước hoặc do có sự phân tách một pha khí nào đó chẳng hạn như khí  $\text{CO}_2$ ,  $\text{SO}_3$ ,  $\text{SO}_2$  hoặc quá trình oxy hóa...

Như vậy đường thay đổi khối lượng TG cho biết khối lượng mẫu nghiên cứu bị giảm hay tăng lên là bao nhiêu % so với khối lượng mẫu kể từ thời điểm bắt đầu nung nóng.

Trường hợp trong khoảng nhiệt độ nào đó có hai hoặc nhiều quá trình xảy ra đồng thời dẫn đến thay đổi khối lượng mẫu, trên đồ thị đường TG chỉ đo được tổng độ giảm khối lượng của các quá trình xảy ra. Muốn biết độ giảm khối lượng của mỗi quá trình riêng biệt, người ta lấy đạo hàm đường cong TG (Derivative thermogravimetry analysis- DTG).

Phương pháp phân tích nhiệt khối lượng TG, DTG được ứng dụng để phân tích định lượng thành phần khoáng vật hoặc thành phần các chất có hoạt tính nhiệt trong mẫu nghiên cứu.

#### **a) Cách phân tích và giải thích đường cong TG và DTG**

- Khi mẫu nghiên cứu là chất trơ nhiệt nghĩa là mẫu không thay đổi khối lượng trong suốt quá trình nung nóng thì đường cong TG và DTG có dạng là một đường thẳng.
- Khi mẫu xuất hiện quá trình biến đổi kèm theo thay đổi khối lượng, đường TG chạy xuống phía dưới hoặc phía trên tạo thành một đoạn dốc đứng hoặc thoải. Độ dốc này phụ thuộc vào quá trình biến đổi khối lượng có cường độ xảy ra nhanh hoặc chậm (hình 5).

- Đường DTG xuất hiện một đỉnh tương ứng hướng xuống dưới nếu là quá trình giảm khối lượng, hướng lên trên nếu là quá trình tăng khối lượng (hình 6)

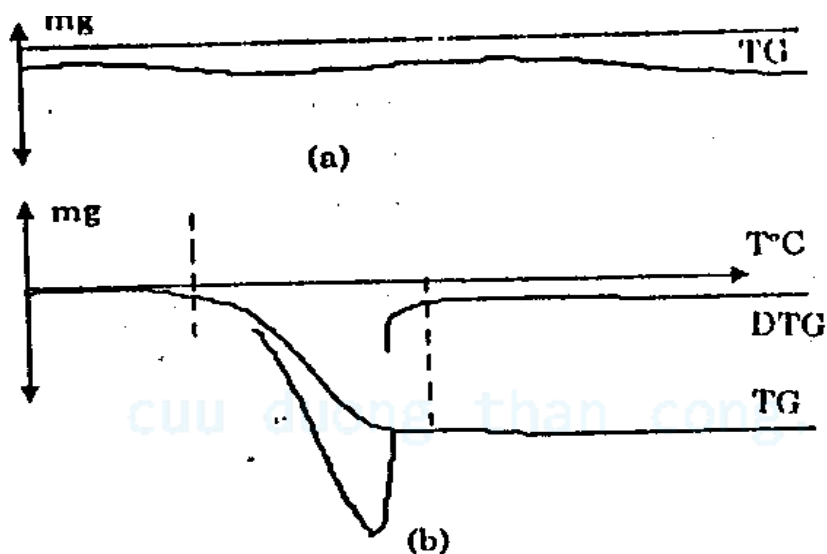
Để xác định giá trị  $\Delta m$ , ta thực hiện phép chiếu điểm đầu và điểm cuối của đỉnh trên đường DTG xuống đường TG (hình 5 và 6).

Trường hợp hai quá trình thay đổi khối lượng xảy ra gần đồng thời:  $\Delta m_1$  và  $\Delta m_2$  thì đường TG chỉ xác định tổng khối lượng  $\Delta m$  :

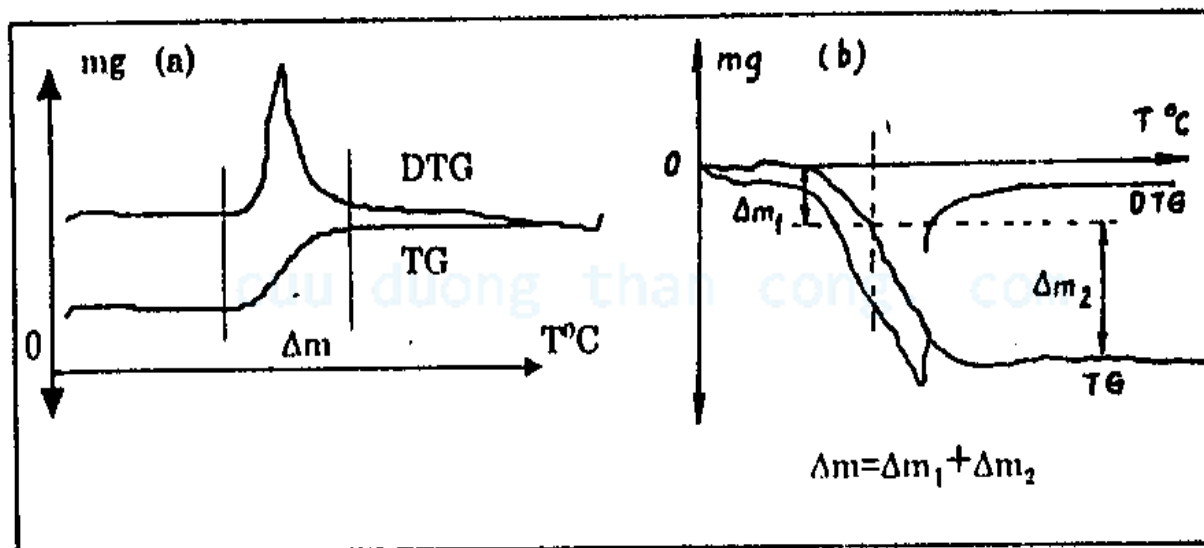
$$\Delta m = \Delta m_1 + \Delta m_2 .$$

Đỉnh tương ứng trên đường DTG có nhánh bên trái hay nhánh bên phải xuất hiện một điểm uốn.

Từ các điểm đầu và điểm uốn của đỉnh, thực hiện phép chiếu xuống đường TG để xác định giá trị  $\Delta m_1$  và  $\Delta m_2$  .



H5. Đường cong TG và DTG



H6. Đường cong DTG và TG tương ứng với quá trình tăng khối lượng (a)

Đường cong DTG và TG tương ứng với hai quá trình biến đổi xảy ra đồng thời (b)

#### b) Phân tích định lượng đường cong TG và DTG

Cơ sở của phép đo DTG liên quan tới tốc độ thay đổi khối lượng và tốc độ chuyển động của cân theo mối tương quan tỷ lệ thuận:

$$\frac{dm}{dt} \approx \frac{ds}{dt}$$

Trong đó  $dm$  – lượng mẫu giảm

$dt$  – thời gian

$ds$  – quãng đường của cân cần dịch chuyển.

Sức điện động  $E$  xuất hiện trong cuộn dây có chiều dài  $l$  chuyển động với tốc độ  $ds/dt$  trong từ trường đều của một nam châm vĩnh cửu có cường độ là  $H$  được tính theo công thức:

$$E = Hl \frac{ds}{dt}$$

Biết điện trở thuần của điện kế có giá trị không đổi. Do đó ứng với góc quay  $\varphi$  không quá lớn của khung dây điện kế, ta có góc quay  $\varphi$  tỷ lệ với cường độ dòng điện cảm ứng xuất hiện trong cuộn dây:

$$\varphi(t) \approx I \approx E_0 \frac{ds}{dt} \approx \frac{dm}{dt}$$

Khi mẫu nghiên cứu có nhiệt độ tăng tuyến tính với nhiệt độ của lò điện thì góc quay  $\varphi$  được coi là hàm số của nhiệt độ  $T$  hay thời gian  $t$ .

#### **4. Những yếu tố ảnh hưởng đến đường cong nhiệt**

Dựa trên lý thuyết và kết quả phân tích nhiệt cho thấy rằng quá trình xảy ra trong mẫu phụ thuộc vào điều kiện thí nghiệm. Với điều kiện khác nhau, sẽ thu được những đường cong nhiệt rất khác nhau, do đó phải lập chương trình nung nóng cho từng loại khoáng vật.

Những yếu tố có ảnh hưởng chủ yếu đến sự biến đổi của các quá trình xảy ra trong khoáng vật khi nung nóng là: áp suất khí quyển trong lò, Khối lượng mẫu, tốc độ nung nóng, kích thước hạt, hình dạng chén, gia công mẫu, độ nhạy của cặp pin nhiệt điện ...

Trong kỹ thuật phân tích nhiệt, để có được một nhiệt đồ tốt người ta thường:

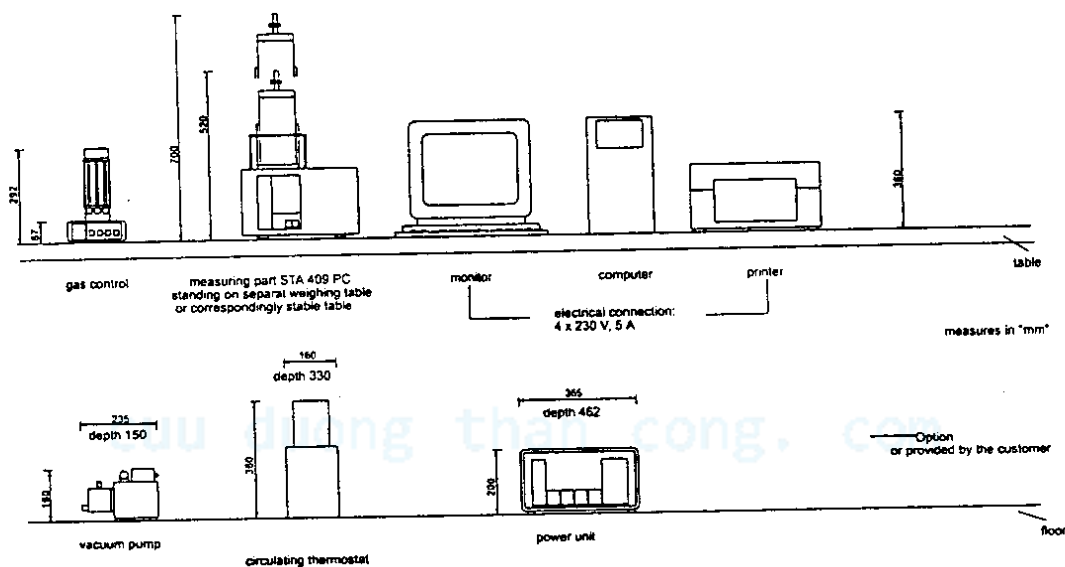
- Chọn khối lượng thích hợp cho mẫu và chất trợ nhiệt.
- Chế độ nung nóng phải đều đặn và liên tục.
- Độ chặt của mẫu và chất trợ nhiệt phải được phân bố đều trong chén.
- Hình dạng và kích thước của chén đựng mẫu và chất trợ nhiệt phải tương tự nhau
- Các dữ kiện chương trình nung nóng trên thiết bị phân tích phải giống nhau cho cùng một loại mẫu nghiên cứu.

- Chén đựng mẫu phải được đặt cân đối trong không gian lò. Đầu đo nhiệt độ của cặp pin nhiệt điện đặt trong mẫu và chất trợ nhiệt phải được bố trí đối xứng qua trục của lò điện hình trụ.

## IV. THỰC HÀNH PHÂN TÍCH NHIỆT

Tiến hành phân tích nhiệt trên máy STA 409 PC

Máy STA 409 PC thường được bố trí như sau:

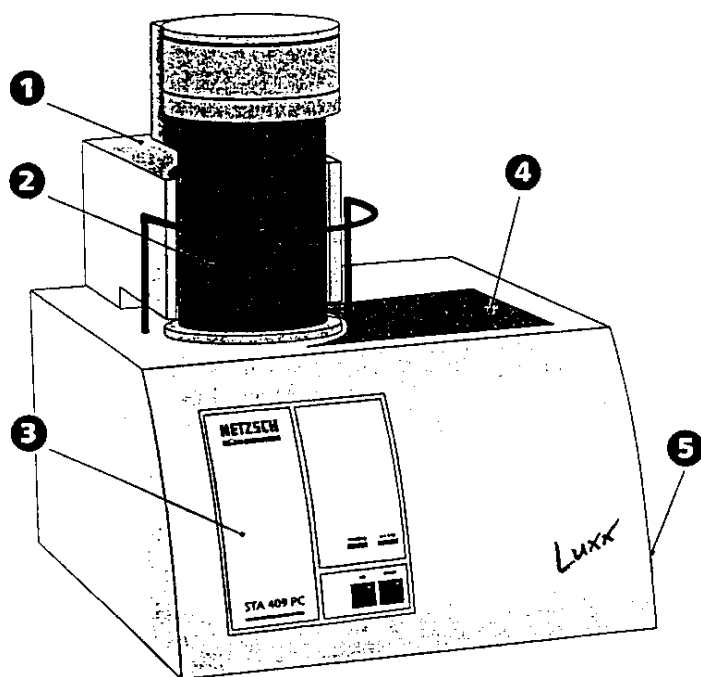


### 1. Mô tả thiết bị

Hệ thống phân tích nhiệt gồm có các bộ phận:

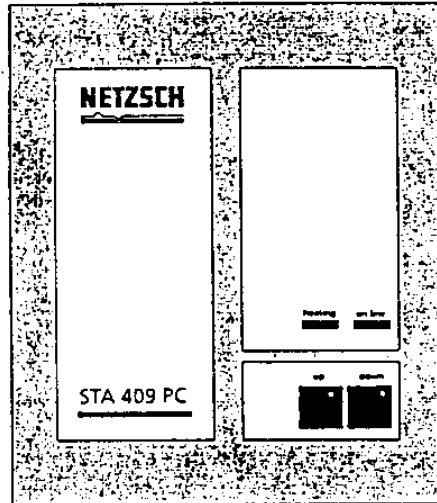
- Bộ phận đo lường
- Bộ nguồn
- Hộp kiểm soát khí
- Hệ thống chân không
- Bình điều nhiệt tuần hoàn
- Hệ thống cân
- Máy tính, máy in

#### a) Bộ phân đo lường:



- 1- Hệ thống cân trực.
- 2- Lò nung.
- 3- Hệ thống tải mẫu
- 4- Bảng điều khiển hoạt động
- 5- Tủ chứa
- 6- Nút bấm “an toàn”

\* Bảng điều khiển các hoạt động:  
+Mặt trước:



Tên gọi  
On line (chạy)

Chức năng  
LED on (bật dụng cụ)  
LED off (tắt dụng cụ)

Heating (nung)

LED on (lò đang nung)  
LED off (Tắt lò)

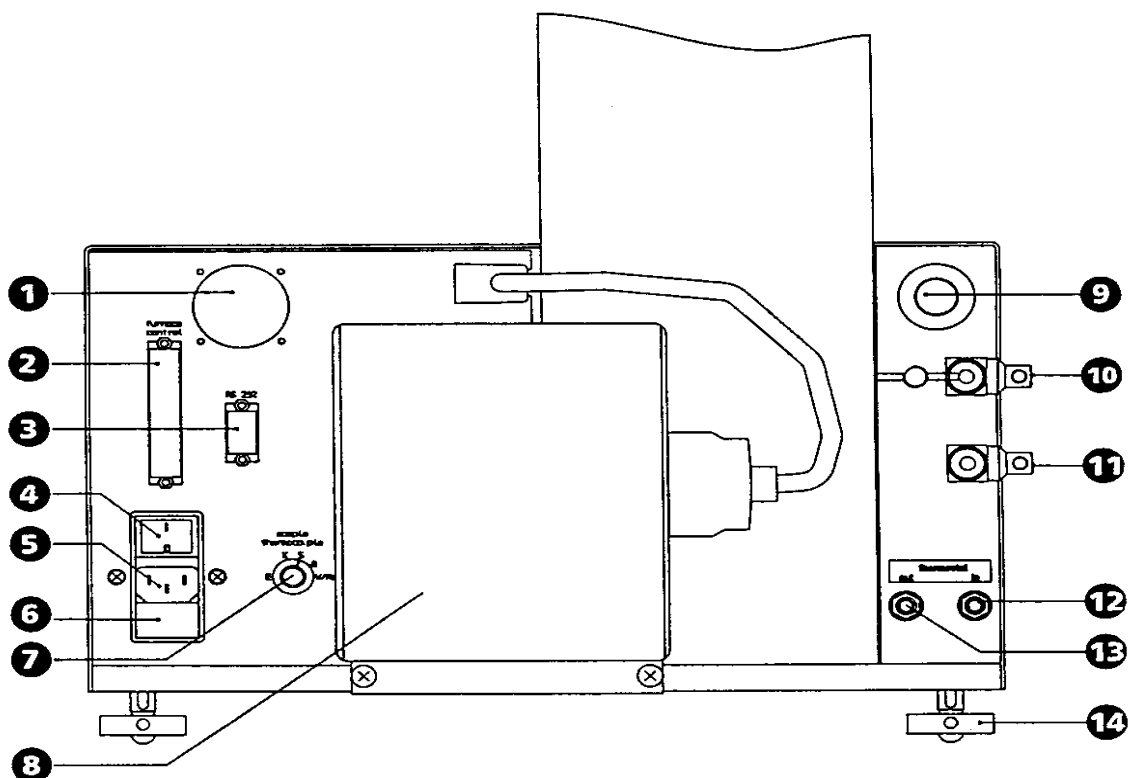
Up (đi lên)

Push button (nút bấm) + up : di chuyển lò đi lên (mở lò)

Down (đi xuống)

Push button + down : di chuyển lò đi xuống (đóng lò)

+Mặt sau:



- 1- Quạt (làm nguội thiết bị điện tử)
- 2- Nút (kiểm soát lò) – kết nối với bộ nguồn
- 3- Nút (RS232) – kết nối với máy tính
- 4- Công tắc chính (tắt, mở bộ phận đo)
- 5- Lỗ cắm cung cấp điện cho bộ phận đo 230V/115V
- 6- Cầu chì chính (dạng ống)
- 7- Nút dùng chuyển đổi loại cặp nhiệt điện
- 8- Cân điện tử (được kết nối riêng biệt với nguồn cung cấp)
- 9- Mép kết nối (nối với hệ thống chân không)
- 10- Đầu dẫn khí vào phòng mẫu
- 11- Đầu dẫn khí vào hệ thống can
- 12- Đầu từ bình điều nhiệt đi vào
- 13- Đầu đi ra bình điều nhiệt
- 14- Điều chỉnh độ cao

\* Lò nung:

+ Thông số kỹ thuật

Phạm vi nhiệt độ nung:  $25 \div 1550^{\circ}\text{C}$

Nhiệt độ nung cực đại:  $1550^{\circ}\text{C}$

Nhiệt độ làm việc cực đại:  $1500^{\circ}\text{C}$

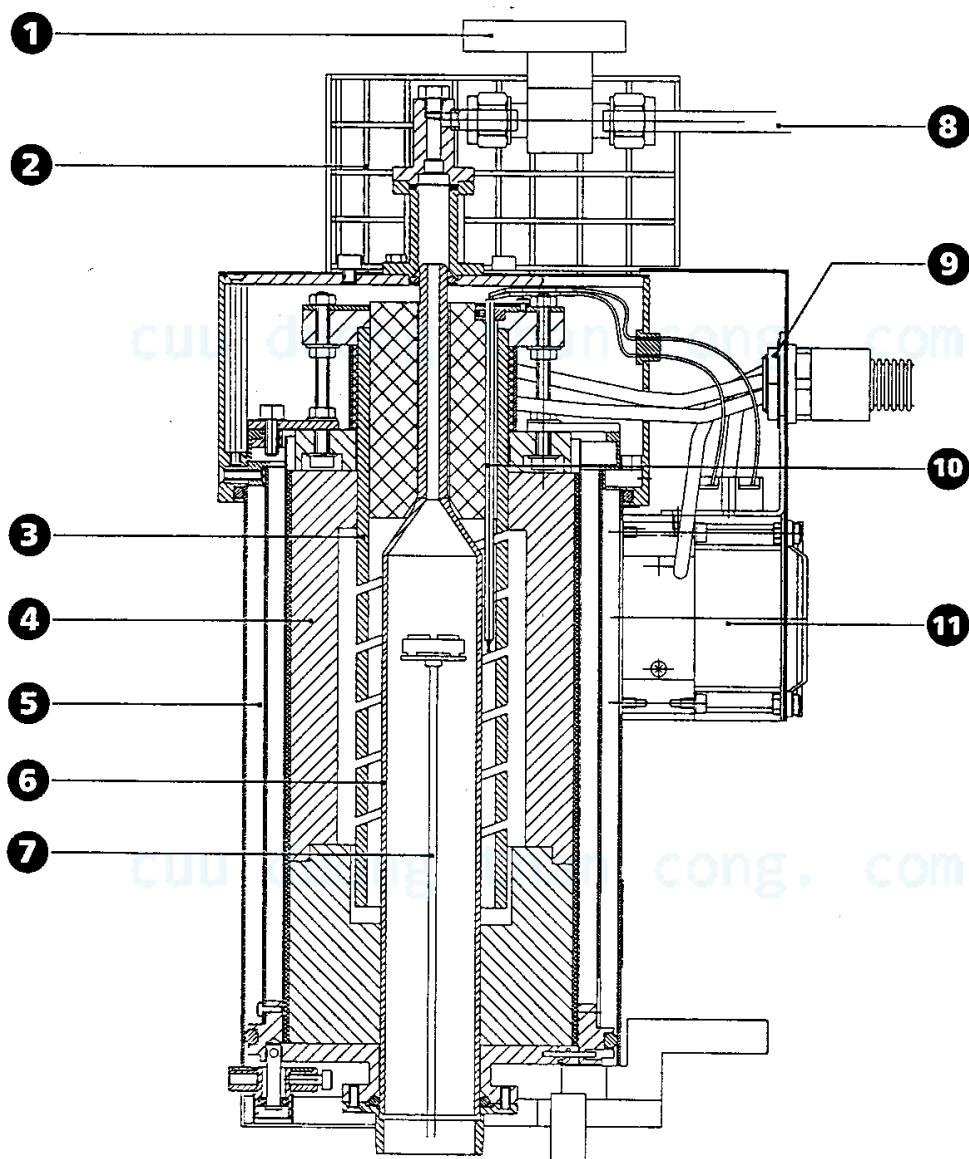
Cặp nhiệt điện kiểm soát: loại S (Pt/PtRh)

Môi trường nung: oxy hóa, trơ, khử

Tốc độ nâng nhiệt: tối đa  $50^{\circ}\text{K/phút}$  nhưng tốc độ sử dụng tốt nhất là  $20 - 30^{\circ}\text{K/phút}$

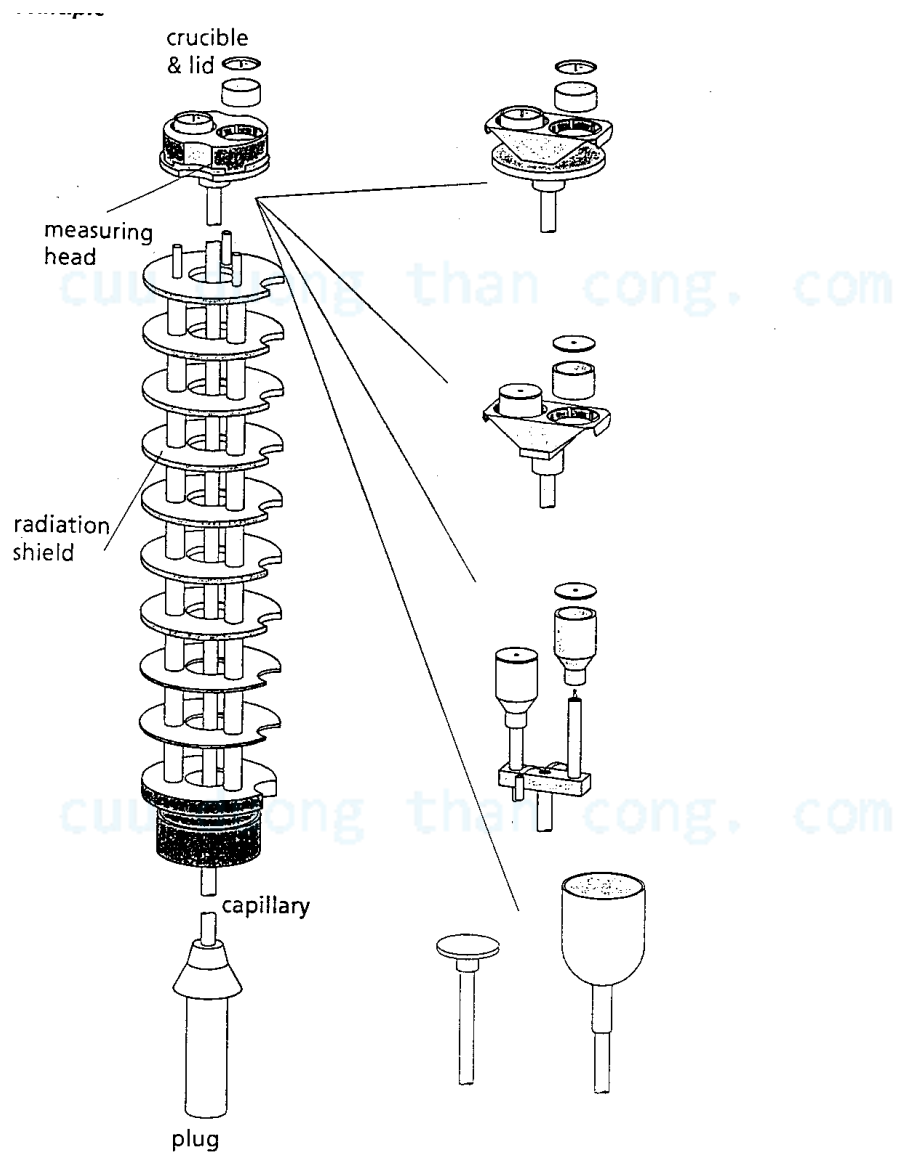
Thời gian làm nguội: từ  $1500^{\circ}\text{C}$  xuống  $100^{\circ}\text{C}$  mất 45 phút (làm nguội tự nhiên)

+ Chi tiết lò:

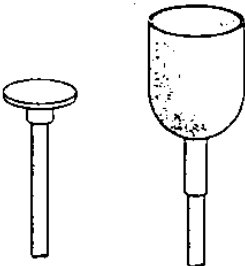
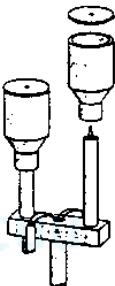
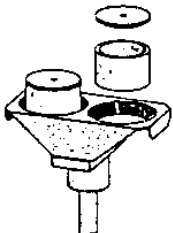


- 1- Van chặn
- 2- Chấn lửa
- 3- Điện trở đốt nóng (SiC)
- 4- Vật liệu cách nhiệt
- 5- Vỡ lò (2 lớp)
- 6- Ống bảo vệ
- 7- Hệ thống tải mẫu
- 8- Nơi khí được bơm vào
- 9- Nút kết nối (nung lò)
- 10- Kiểm soát cấp nhiệt điện
- 11- Quạt (làm nguội lò)

\* Hệ thống tải mẫu:



+ Các loại đầu đo và chén :

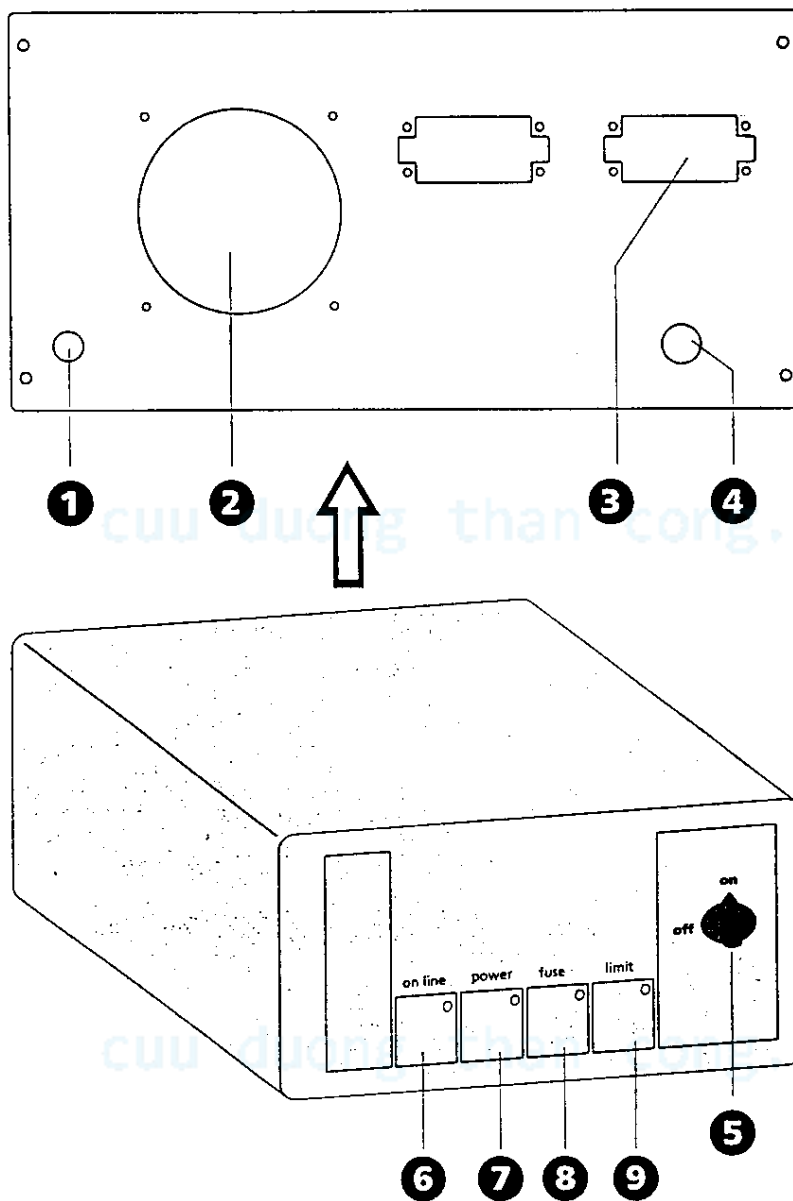
|                                                                                     | Type                                                                                                                                        |
|-------------------------------------------------------------------------------------|---------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
|    | <b>TG measurements</b><br><b>Order Number:</b><br><b>6.227.1 – 57 + S</b><br><b>for large sample quantities:</b><br><b>6.227.1 – 58 + S</b> |
|   | <b>TG – DTA measurements</b><br><b>Order Number:</b><br><b>6.227.1 – 55 + S</b>                                                             |
|  | <b>TG – DSC measurements</b><br><b>Order Number:</b><br><b>6.227.1 – 70 + S</b>                                                             |
|  | <b>TG - DSC (also for Cp measurements)</b><br><b>Order Number:</b><br><b>6.227.1 – 72 + S*</b>                                              |

b) Bộ nguồn:

Đặc điểm:

Nguồn điện cung cấp cho lò nung: 2,0 KVA

Kích thước: 200 × 370 × 470 (mm)



- 1- Hệ thống điều khiển lò nung (được kết nối với bộ phận đo)
- 2- Quạt (làm nguội thiết bị)
- 3- Vận hành lò nung (cắm kết nối từ bộ phận đo)
- 4- Bộ chuyển AC/220V (nối với nguồn điện)
- 5- Công tắc chính (tắt, mở nguồn điện)
- 6- LED – “on line” tắt, mở thiết bị
- 7- LED – “power” – chỉ tình trạng lò đang hoạt động
- 8- LED – “fuse” – cho biết có một thiếu sót nào đó ở nguồn điện vào
- 9- LED – “limit” – cho biết có sự vượt quá công suất điện cho phép

c) Hộp kiểm soát khí:

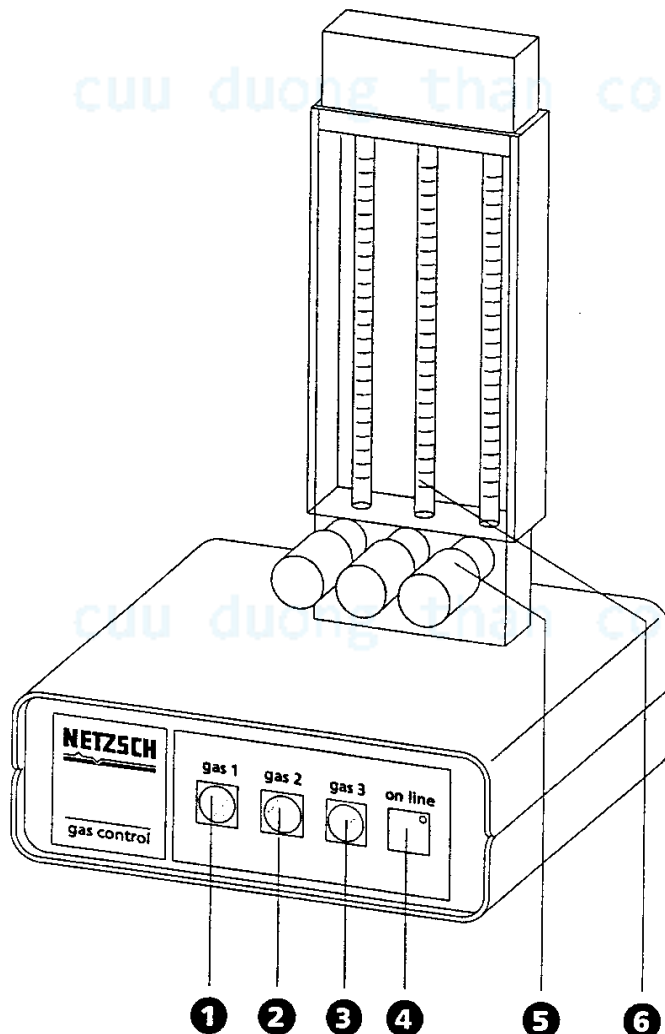
Phạm vi dòng khí: 5 – 190ml/phút (Đối với khí nitơ)

3 ống đo dòng

Áp suất vào cực đại: 0.5 bar

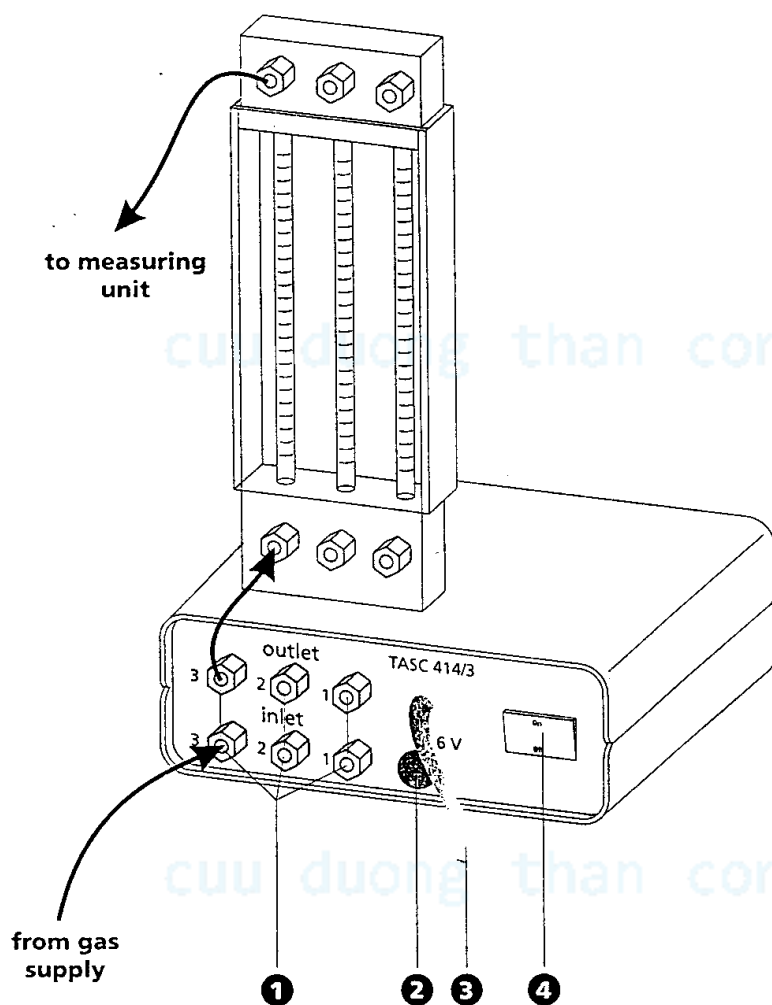
Nguồn cung cấp: 115V/230V

+ Mặt trước của hộp kiểm soát khí:



- 1- Nút bấm: tắt, mở khí 1
- 2- Nút bấm: tắt, mở khí 2
- 3- Nút bấm: tắt, mở khí 3
- 4- LED “on line”: tắt, mở thiết bị kiểm soát khí
- 5- Nút điều chỉnh dòng khí
- 6- Ống đo dòng khí

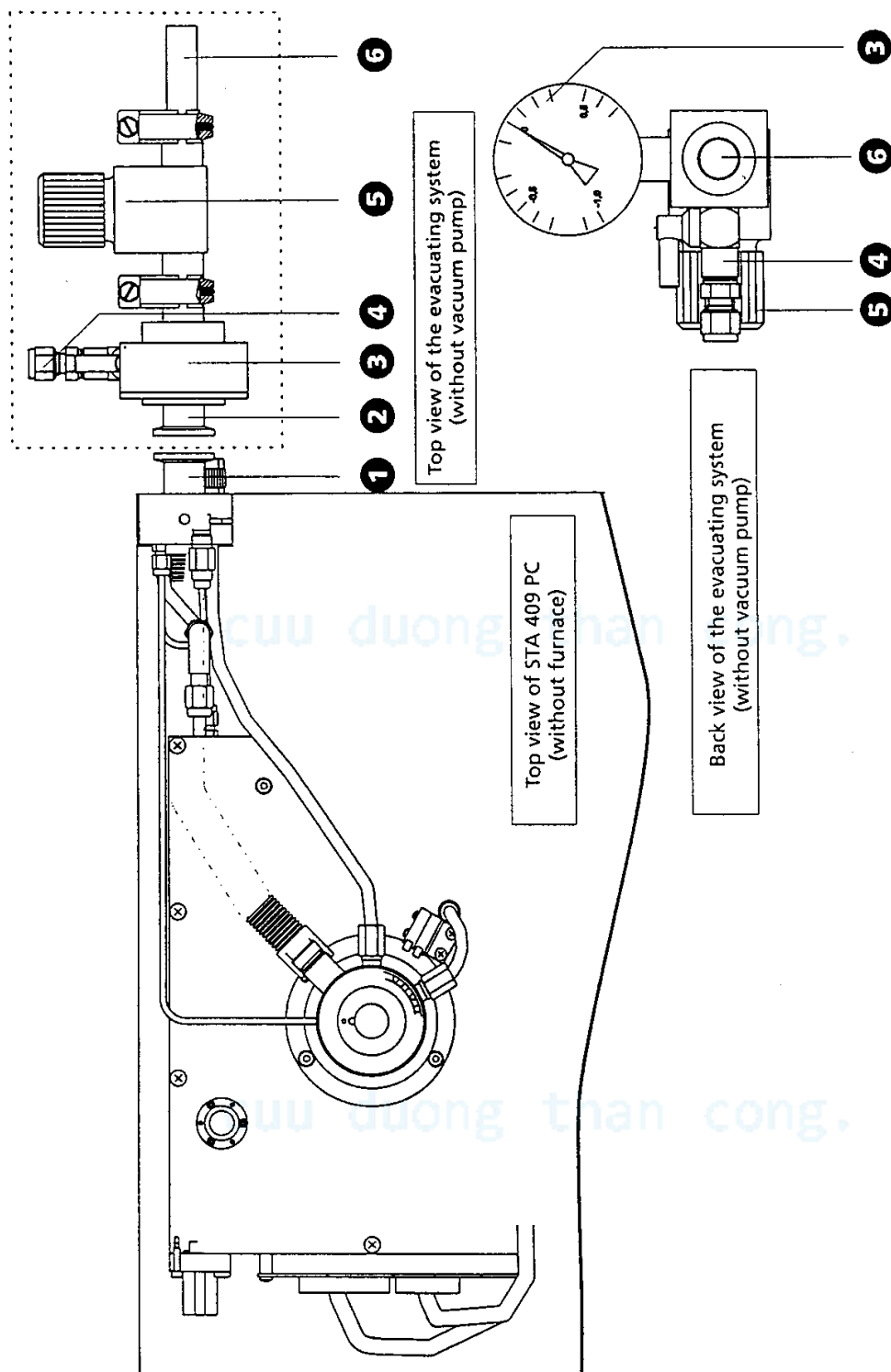
+ Mặt sau của hộp kiểm soát khí:



- 1- Chỗ kết nối khí vào và ra
- 2- Nút kết nối – nguồn điện mang 6V
- 3- Chỗ kết nối với bộ phận đo (kiểm soát lò nung)
- 4- Công tắc chính: tắt, mở hộp điều khiển

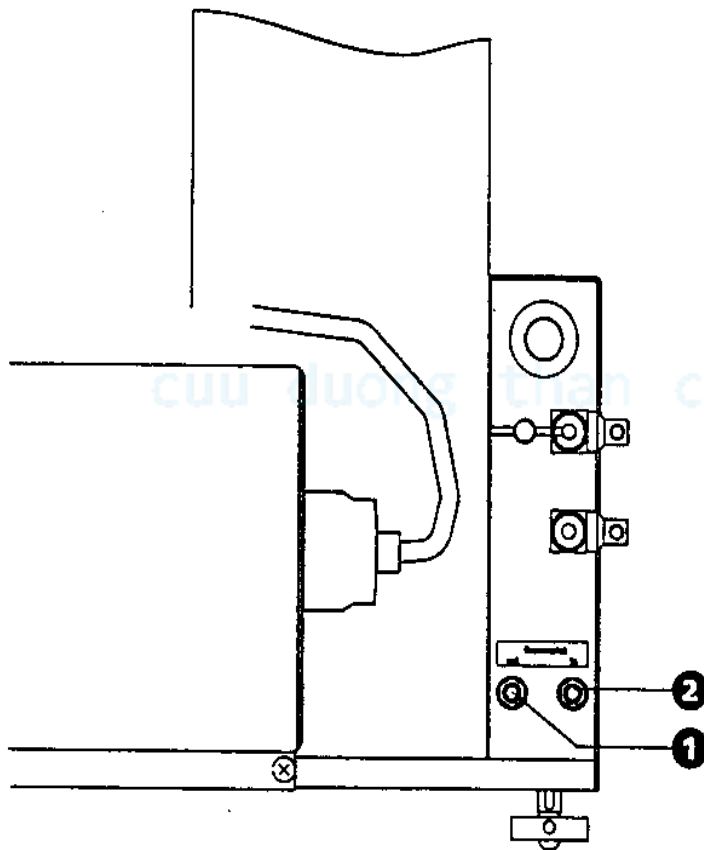
d) Hệ thống chân không:

Máy STA 409 PC được trang bị một hệ thống chân không



- 1- Gờ chân không (STA 409 PC – bộ phận đo)
- 2- Gờ chân không (hệ thống chân không)
- 3- Chân không kế
- 4- Kết nối với dòng khí để tăng nhanh dòng khí vào
- 5- Van đóng
- 6- Ống kết nối với bơm chân không

e) Bình điều nhiệt tuần hoàn



+ Đặc tính kỹ thuật:

|                                |                      |
|--------------------------------|----------------------|
| Nhiệt dung                     | 2000W                |
| Năng suất bơm (dung lượng bơm) | 15lít/phút           |
| Sai lệch nhiệt độ              | $\pm 0.03 \text{ K}$ |
| Nguồn điện cung cấp            | 230V/50/60 Hz        |

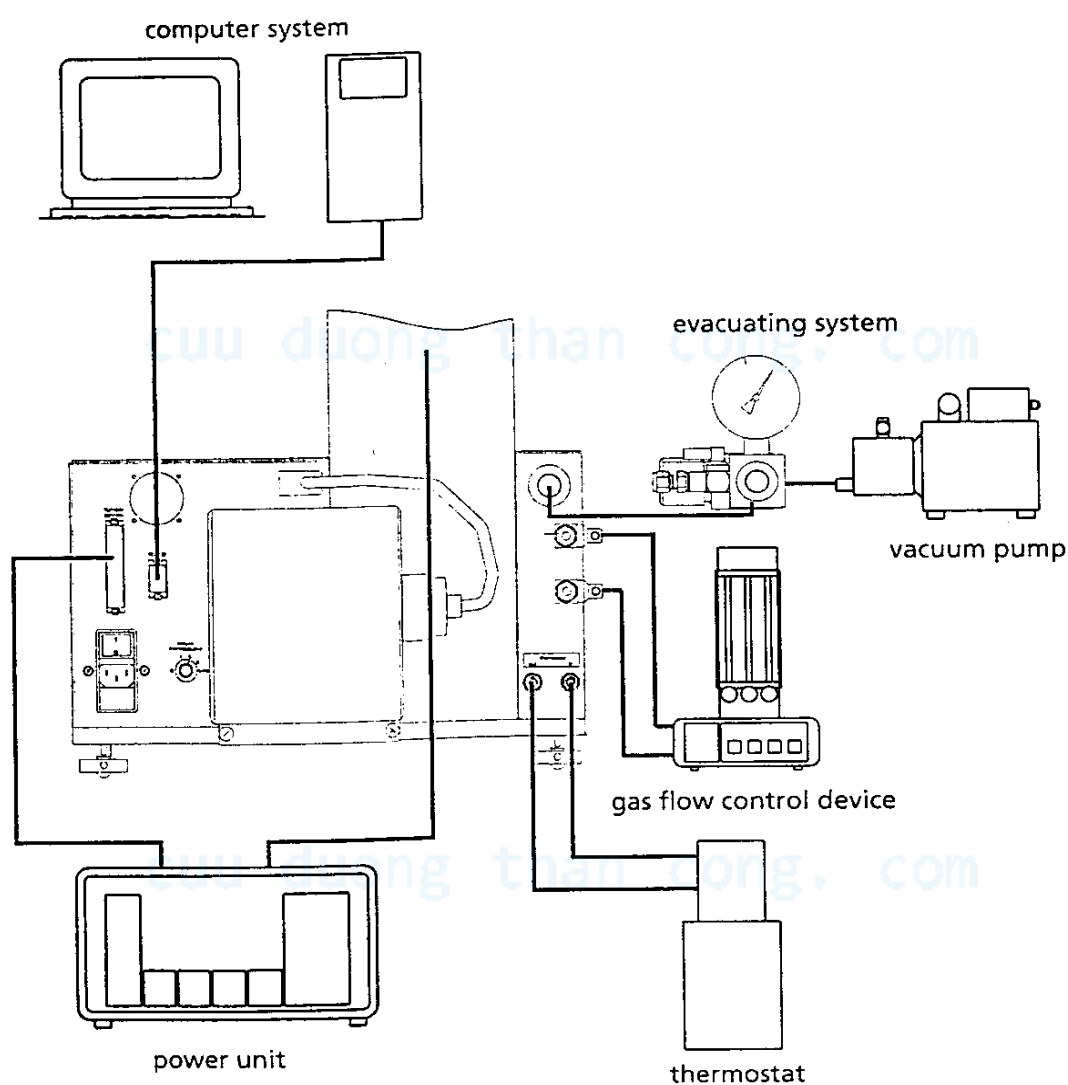
+ Chi tiết:

1. Đầu ra của máy điều nhiệt
2. Đầu vào của máy điều nhiệt

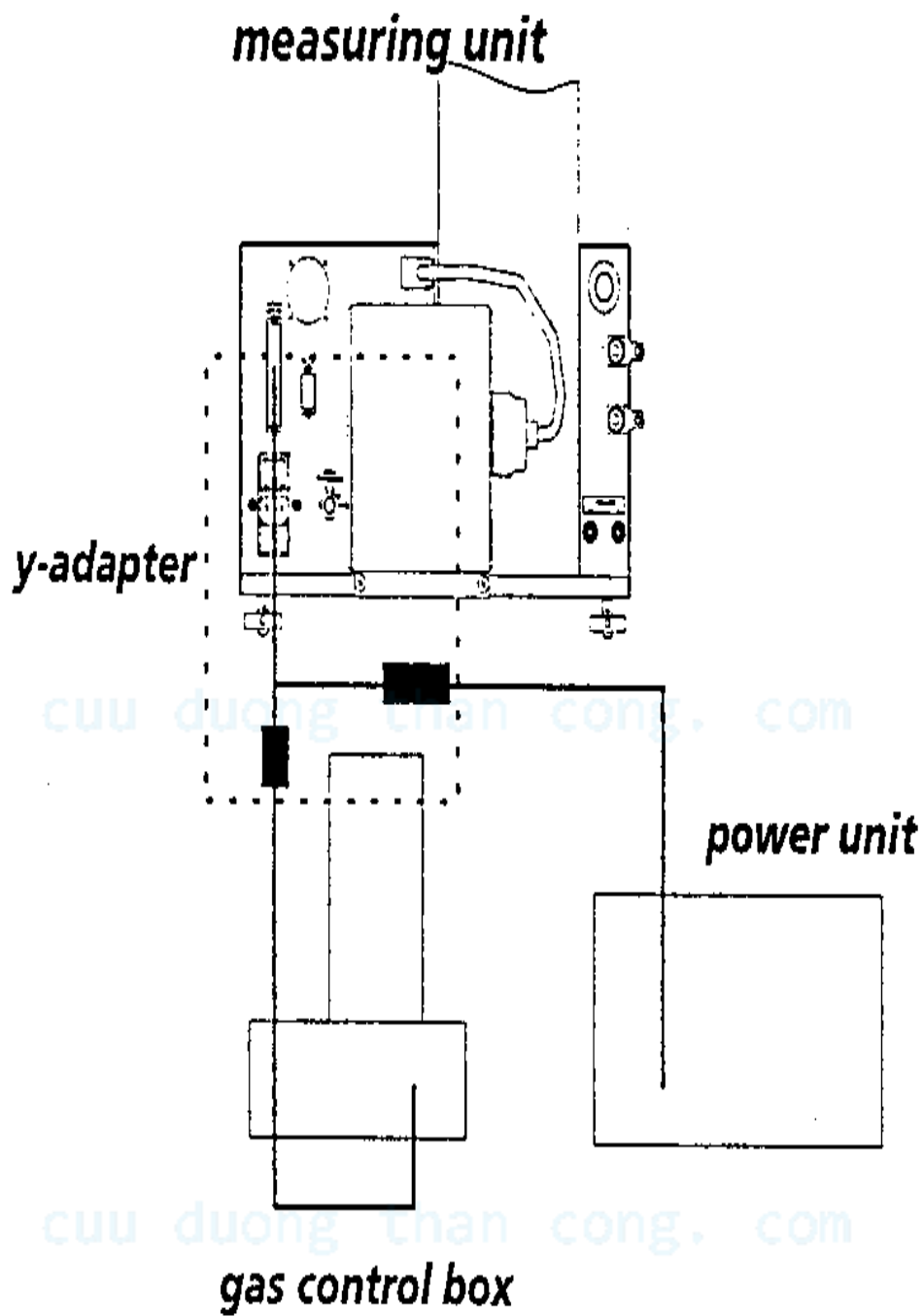
+ Lưu ý: độ dài tối đa của các ống dẫn từ bình điều nhiệt đến bộ phận đo là 2m

f) Hệ thống cân: cân điện tử tối đa 18g

**\* Cách kết nối các bộ phận:**



\* Lưu ý: Hộp kiểm soát dòng khí phải được nối với bộ phận đo qua một adaptor



## 2. Vận hành máy

Trong quá trình phân tích nhiệt, việc kiểm tra các thông số có một ý nghĩa quan trọng ảnh hưởng đến kết quả đo. Những thông số cần được chú ý khi chuẩn bị đo là:

- Hiệu chuẩn
- Chuẩn bị mẫu
- Khối lượng mẫu
- Vật liệu chuẩn (vật liệu làm chén)
- Nhiệt độ phòng chứa mẫu
- Chương trình nhiệt độ
- Môi trường

### a) Hiệu chuẩn:

- Hiệu chuẩn nhiệt độ và hàm nhiệt là một điều kiện tiên quyết cho việc phân tích định lượng của máy đo STA. Bất cứ khi nào có sự sửa chữa hoặc có sự thay đổi điều kiện đo lường đều cần phải hiệu chuẩn lại. Thường một năm nên hiệu chuẩn lại ít nhất là một lần

Vật liệu dùng để hiệu chuẩn DSC/DTA (nhiệt độ và hàm nhiệt) có phạm vi nhiệt độ tăng dần đến 1500<sup>0</sup>C gồm 8 mẫu kim loại (cho sử dụng chén nung bằng Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) như sau:

| Tên gọi  | Ký hiệu | Độ tinh khiết | Nhiệt độ, <sup>0</sup> C |         |
|----------|---------|---------------|--------------------------|---------|
|          |         |               | Lý thuyết                | Dung độ |
| Indium   | In      | 99.99%        | 156.6                    | ± 3K    |
| Tin      | Sn      | 99.99%        | 231.9                    | ± 3K    |
| Bismuth  | Bi      | 99.99%        | 271.4                    | ± 3K    |
| Zinc     | Zn      | 99.99%        | 419.6                    | ± 3K    |
| Aluminum | Al      | 99.99%        | 660.3                    | ± 3K    |
| Silver   | Ag      | 99.99%        | 961.8 (1)                | ± 3K    |
|          |         |               | 951.5 (2)                | ± 3K    |
| Gold     | Au      | 99.99%        | 1064.2                   | ± 3K    |
| Nickel   | Ni      | 99.99%        | 1455 (1)                 | ± 5K    |

(1) Ở điều kiện không có không khí

(2) Có không khí

Khối lượng vật liệu cần cho mỗi lần đo: 5 ÷ 50mg

Đối với đo lường DSC lượng vật liệu chỉ nên dùng tối đa từ 10 ÷ 15mg

\* *Chương trình nhiệt độ*: mỗi vật liệu hiệu chuẩn phải được tiến hành đo 2 hoặc 3 lần trong cùng một chương trình nhiệt độ mới thu được kết quả chính xác. Đối với máy ghi nhận đỉnh nóng chảy, những dữ liệu được coi là hoàn thành phải có ít nhất 6 đến 8 điểm nhiệt độ. Và nhiệt độ cuối cùng của giai đoạn nâng nhiệt không nên vượt quá điểm nóng chảy tương ứng từ 10 đến 20<sup>0</sup>K. Còn trong giai đoạn làm nguội, nhiệt độ nên xấp xỉ dưới 100<sup>0</sup>C điểm chuyển tiếp tương ứng cần đạt được để đảm bảo sự kết tinh hoàn toàn

+ Lưu ý: do Zn bắt đầu bị oxy hóa trên  $225^{\circ}\text{C}$  nên mẫu này chỉ cho chạy hiệu chuẩn một lần và chỉ 2 đến 3 điểm nhiệt độ.

Đường cong đo lường của lần thứ 2 và thứ 3 mới được dùng để đánh giá kết quả (bỏ qua lần đo đầu).

Sau khi hiệu chuẩn xong, ta lập đường cong độ nhạy tạo bởi những điều kiện đo lường đã chọn. Nếu đường cong này bị lệch ra khỏi phạm vi dung sai cho phép thì việc hiệu chuẩn phải được lập lại. Nếu khi hiệu chuẩn lại vẫn bị lệch thì phải liên hệ với nơi cung cấp máy.

- Hiệu chuẩn cân: Cân cần được hiệu chuẩn lại khi có sự di chuyển, sửa chữa, khi thay bộ phận tải mẫu hay khi có những thay đổi đáng kể trong kết quả đo (ví dụ khi thay đổi chén chứa mẫu) .

\* *Cách thức hiệu chuẩn cân:*

- Mở Menu Measurement của phần mềm NETZSCH
- Chọn tiêu đề: Diagnosis
- Chọn: Balance Calibration
- Bắt đầu hiệu chuẩn
- Chờ đến khi hiệu chuẩn đã hoàn tất

#### b) Chuẩn bị mẫu

Khi chuẩn bị mẫu, cần phải hiểu rõ tính chất của mẫu (tính dính cũng như nhiệt độ nóng chảy...). Sự tiếp xúc nhiệt tốt giữa mẫu và cảm biến nhiệt là một yêu cầu không thể thiếu để có kết quả tối ưu

Cách chuẩn bị cho mẫu rắn và lỏng như sau:

- Đối với những mẫu dạng bột: mẫu được rải nằm bằng phẳng dưới đáy chén đựng mẫu
- Đối với những mẫu dạng khối rắn (ví dụ như cao su hoặc chất dẻo): dùng dao cắt chúng thành những lát mỏng
- Đối với những mẫu có dạng mỏng như phim: cắt nhỏ chúng và cho phủ hết đáy chén. Để có sự tiếp xúc tốt giữa mẫu và đáy chén nên dùng nắp đáy chén lại.
- Đối với những mẫu dạng sợi: cắt chúng thành những sợi ngắn và đặt chúng nằm song song trong chén. Nếu sợi được quấn quanh một thanh nhỏ thì lấy chúng ra khỏi thanh và cắt nhỏ, đặt vào chén. Nếu là một bó sợi được bao lại bằng lá nhôm thì cắt cả sợi lẫn lá nhôm cho vào chén. Để tăng độ chính xác của kết quả thí nghiệm nên nhỏ vào chén một giọt dầu silicon (giúp cải thiện quá trình chuyển giao nhiệt)
- Những mẫu dạng lỏng: tùy thuộc vào độ nhớt, có thể dùng que thủy tinh, pipet hoặc một ống chích để nhỏ mẫu vào chén
- Đối với những mẫu không bền (phóng xạ): nên dùng những chén đặc biệt kín áp (suất). Bộ phận đo cần phải hiệu chuẩn lại khi sử dụng những chén kín áp này
- Đối với những mẫu có phản ứng bay hơi (ví dụ có sự bay hơi của nước, khí  $\text{CO}_2$ ): dùng chén có nắp đáy. Những nắp đáy này có đục một lỗ nhỏ ở giữa để tránh sự biến dạng của chén khi nung

\* *Chọn chén đựng mẫu:* chén đựng mẫu được chọn tùy thuộc vào:

- Hệ thống tải mẫu
- Vật liệu mẫu
- Khí bơm vào tạo môi trường

c) Khối lượng mẫu:

- Khối lượng mẫu được cân bằng cân phân tích có độ chính xác =  $\pm 0.01$  mg
- Chén chuẩn và chén đựng mẫu cần được làm sạch bằng acêton hoặc cồn trước khi sử dụng
- Khi cho mẫu vào chén: không được để mẫu dính vào cạnh hoặc gờ chén

d) Vật liệu chuẩn:

- Có một số chất có thể tương hợp với vật liệu làm chén tạo thành những pha lẫn lộn
- Mẫu đã chảy ra có thể phản ứng với vật liệu làm chén và là nguyên nhân làm nhiệt độ chảy thay đổi
- Khi đo những mẫu kim loại trong những chén bằng kim loại cần có sự theo dõi chặt chẽ. Nếu có sự phân hủy hay tan chảy chén có thể dẫn đến ăn mòn bộ phận tải mẫu

\* Danh sách các chất gây tương hợp với vật liệu làm chén:

| Vật liệu làm chén                        | Các chất                       |                  |    |    |    |    |    |                                                       |    |    |    |
|------------------------------------------|--------------------------------|------------------|----|----|----|----|----|-------------------------------------------------------|----|----|----|
|                                          | C <sub>5</sub> H <sub>10</sub> | H <sub>2</sub> O | Ga | In | Sn | Pb | Zn | Li <sub>2</sub> SO <sub>4</sub> x<br>H <sub>2</sub> O | Al | Ag | Au |
| Corundum, Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> | 0                              | 0                | +  | +  | +  | +  | +  | +                                                     | +  | +  | +  |
| Bornitride, BN                           | 0                              | 0                | +  | +  | +  | +  | +  | +                                                     | +  | ?  | ?  |
| Graphite, C                              | 0                              | 0                | +  | +  | +  | +  | +  | +                                                     | +  | +  | -  |
| Thủy tinh silic                          | +                              | +                | +  | +  | +  | +  | ?  | +                                                     | -  | ×  | ×  |
| Đá silic, SiO <sub>2</sub>               | +                              | +                | +  | +  | +  | +  | +  | +                                                     | -  | +  | +  |
| Aluminium, Al                            | +                              | .                | -  | +  | -  | +  | -  | +                                                     | ×  | ×  | ×  |
| Al, đã oxy hóa                           | +                              | +                | +  | +  | +  | +  | +  | +                                                     | ×  | ×  | ×  |
| Silver, Ag                               | +                              | +                | -  | -  | -  | -  | -  | ?                                                     | -  | ×  | ×  |
| Gold, Au                                 | +                              | +                | .  | .  | -  | -  | -  | +                                                     | -  | -  | ×  |
| Nickel, Ni                               | +                              | +                | .  | .  | .  | .  | .  | ?                                                     | -  | +  | -  |
| Iron, Fe                                 | +                              | .                | .  | +  | .  | +  | -  | ?                                                     | -  | +  | -  |
| Thép tinh chế                            | +                              | +                | .  | +  | .  | +  | -  | ?                                                     | -  | +  | -  |
| Platinum, Pt                             | +                              | +                | .  | .  | -  | -  | -  | +                                                     | -  | -  | -  |
| Molybdenum, Mo                           | +                              | +                | .  | ?  | .  | ?  | .  | ?                                                     | ?  | ?  | -  |
| Tantalum, Ta                             | +                              | +                | ?  | +  | ?  | ?  | ?  | +                                                     | -  | +  | -  |
| Tungsten, W                              | 0                              | 0                | .  | ?  | ?  | .  | +  | ?                                                     | .  | +  | +  |

- + không hòa tan, không ảnh hưởng đến nhiệt độ chảy
- tan chảy chén, gây thay đổi nhiệt độ chảy
- . hòa tan cục bộ, có thể làm thay đổi nhiệt độ chảy
- × chảy chén
- ? tính tương hợp không rõ
- 0 không thấy rõ sự kết hợp

#### đ) Chuẩn bị cho các bộ phận của máy

##### *\* Kiểm soát bình điều nhiệt cho bộ phận đo:*

- Để bắt đầu cho một việc đo lường, cắm bình điều nhiệt tối thiểu từ 2 đến 3 giờ trước khi dùng
- Để kiểm soát tốt hơn bộ phận điều chỉnh điều nhiệt nên cắm bình điều nhiệt qua đêm trước khi đo
- Đừng tắt bình điều nhiệt nếu thiết bị vẫn được sử dụng cho những ngày kế tiếp
- Đặt nhiệt độ cho bình điều nhiệt khoảng trên  $2^{\circ}\text{C}$  so với nhiệt độ xung quanh

##### *\* Chọn lựa hệ thống tải mẫu:*

- Hệ thống tải mẫu được chọn theo yêu cầu sử dụng (TG, DTA/DSC) và nhiệt độ làm việc. Việc sử dụng những cặp nhiệt riêng lẻ thường ảnh hưởng đến độ chính xác về nhiệt vì tính chất khác nhau của vật liệu làm cặp nhiệt.
- Những điều kiện đo phải được chọn lựa để nhiệt độ làm việc đạt yêu cầu mà không gây nguy hiểm cho hệ thống đỡ mẫu. Một sự phối hợp thích hợp giữa kiểu lò và hệ thống đỡ mẫu đã được sử dụng
- Một vài hệ thống tải mẫu chỉ cho phép sử dụng loại khí đốt chỉ định

##### *\* Cách lắp đặt bộ phận tải mẫu*

- Dùng ngón tay cái và ngón trỏ nhắc ở giữa ống dẫn của bộ phận tải mẫu
- Cái chốt được đánh dấu bằng một chấm đỏ. Xoay bộ phận tải mẫu sau cho chấm đỏ này ở trước mặt
- Gắn nút kết nối của bộ phận tải mẫu này vào lỗ ghi
- Ấn bộ phận tải mẫu này xuống một cách nhẹ nhàng cho đến khi thấy khớp với ống trực
- Kiểm tra nút kết nối này có đúng vị trí không bằng cách xoay nhẹ nhàng ống dẫn mẫu

##### *\* Cách đặt chén:*

- Đặt chén vào chóp của bộ phận tải mẫu. Nhớ đặt chén đựng mẫu ở đằng trước, chén chuẩn ở đằng sau.

##### *\* Điều chỉnh lò:*

Vị trí chính xác của lò đã được điều chỉnh bởi NETZSCH nên việc điều chỉnh lại lò là không cần thiết

Nếu lò được điều chỉnh lại thì:

- Vị trí của bộ phận tải mẫu phải đặt đúng vào giữa lò nung
- Kiểm tra nó bằng cách chạy thử (với hai chén không)
- Nếu đường cơ bản lệch lạc so với đường tiêu chuẩn (thu nhiệt hoặc tỏa nhiệt) tương ứng thì phải sử dụng con tán dưới đáy lò. Con tán được đánh dấu bằng số từ 0 đến 4. Để xoay con tán, dùng một cái vặn vít nhỏ hoặc một cái khóa
- Vị trí của yếu tố nhiệt thay đổi cần chú ý đến bộ phận tải mẫu

##### *\* Chọn môi trường khí:*

Máy STA 409PC cho phép đo lường dưới những điều kiện sau:

- Động lực dòng khí
- Môi trường khí tĩnh
- Chân không

+ Động lực dòng khí: dùng để tạo môi trường khí → bảo vệ bộ phận đo và buồng cân

Phương thức:

- Tạo áp suất chân không khoảng  $0.5 \div 1.0$  bar
- Mở van để nạp khí vào bộ phận đo và buồng cân
- Hút chân không và nạp khí lần hai
- Mở van thoát khí
- Mở dụng cụ kiểm soát dòng khí để điều chỉnh dòng khí bơm vào
- Chờ vài phút cho dòng khí ổn định
- Tiến hành đo

+ Môi trường khí tĩnh : buồng chứa mẫu tuy được lấp đầy khí nhưng khí này sẽ không được trao đổi trong suốt quá trình đo lường (khí trơ)

**\* Một số vấn đề cần lưu ý:**

- Cần phải tránh sự xâm nhập của khí gây ăn mòn vào buồng cân. Do đó:

- + Buồng cân phải luôn luôn được bơm khí trơ
- + Tốc độ dòng khí trơ bơm vào phòng cân phải cao hơn so với phòng chứa mẫu
- + Chỉnh lại tốc độ dòng khí trơ bằng dụng cụ đo dòng
- + Tạo chân không bộ phận đo
- + Đưa khí bảo vệ qua van “bảo vệ” cho đến khi đạt áp suất mong muốn
- + Chờ cho đến khi dòng khí trơ ổn định

- Tốc độ bơm khí:

- + Bơm 1  $\approx 20 \div 30$  ml/phút
- + Bảo vệ : 10 ml/phút

- Không mở lò sau khi vừa nung xong cho đến khi nhiệt độ của mẫu  $< 300^{\circ}\text{C}$ . Trước khi mở lò, chờ đến khi lò cân bằng áp suất

- Để tránh môi trường gay nguy hại cho thiết bị, cần theo những hướng dẫn sau đây khi nạp hoặc bơm khí:

- + Bộ phận đo được thiết kế kín chân không. Vì thế, có thể tiến hành đo trong một môi trường đã được kiểm soát
- + Bảo đảm an toàn trong khi đo ở nhiệt độ trên  $1000^{\circ}\text{C}$ . Những vật liệu ceramic thường xảy ra phản ứng ở nhiệt độ này. Những vật liệu này về bản chất có ảnh hưởng đến ứng suất vì có những thay đổi nhiệt độ thường xuyên. Vì thế, có thể xảy ra sự cracking và lệch dòng. Do những tính chất đặc biệt của vật liệu ceramic nên không thể dự đoán trước được những nhược điểm này và vì thế không thể tránh khỏi được thậm chí không thể ngăn ngừa được
- + Khí trơ, khô là khí được khuyến dùng để bơm vào buồng chứa mẫu. Trước khi dẫn khí vào, một cuộc kiểm tra sự rò rỉ cần tiến hành khi tạo chân không để đảm bảo sự trong sạch cho môi trường chứa mẫu. Cần lưu ý khí thoát phải được dẫn qua một ống thải thích hợp. Tùy thuộc vào điều kiện đo lường (mẫu đo, môi trường, phạm vi nhiệt độ nung) mà những

sản phẩm không mong muốn có thể được tạo thành bởi nhiệt phản ứng khi sử dụng khí trơ.. Những sản phẩm này (ví dụ như HCN, CO, SO<sub>2</sub>, dioxin...) mặc dù chỉ chiếm một lượng nhỏ cũng gây tổn hại đến sức khỏe, vì thế không nên để nó bay vào phòng làm việc

+ Người sử dụng máy phải dự phòng trước dù có hay không có những khí độc giải phóng ra trong suốt quá trình đo. Việc giữ gìn an toàn là hoàn toàn cần thiết

Khi việc đo lường có sinh ra những khí trong buồng chứa mẫu, vậy thì một cuộc kiểm tra về khả năng gây nguy hại của khí hay hỗn hợp khí là cần thiết. Trong trường hợp này, những khía cạnh dưới đây phải được đưa ra xem xét cẩn thận:

- Những hỗn hợp khí gây nổ hay những thành phần gây nổ thoát ra từ mẫu tiếp xúc với oxy (trong không khí)
- Chắc chắn rằng không có những độc tố có thể thoát ra từ khí hoặc hỗn hợp khí khi nung. Cần xem xét đến những phản ứng có thể xảy ra giữa khí bơm vào phòng cân và khí vào buồng chứa mẫu
- Loại trừ những khí ăn mòn các đầu dẫn và các van sử dụng trong hệ thống hoặc những thiết bị xung quanh (ví dụ như van áp kế, dụng cụ đo dòng ...). Nếu không, sự rò rỉ là không tránh khỏi
- Những khí hoặc hỗn hợp khí có ảnh hưởng lên những đồ phụ tùng của hệ thống. Tuy chúng không gây ra sự rò rỉ nhưng có thể gây ăn mòn dẫn đến hư hại toàn bộ hệ thống

### 3. Cách thức đo:

cuu duong than cong. com

Bật hệ thống máy tính và bộ phận đo khoảng 60 phút trước khi bắt đầu đo

cuu duong than cong. com

Tùy thuộc vào những điều kiện đo lường của máy mà

yêu cầu bổ sung: các khí  
bơm, chân không

Bật bình điều nhiệt ít nhất  
3 giờ trước khi bắt đầu đo

cuu duong than cong. com

Chuẩn bị mẫu đo

cuu duong than cong. com

Cân mẫu trên cân phân  
tích và cho mẫu vào chén

Bấm đồng thời nút “up” và  
“safety” để di chuyển lò  
đến vị trí chờ

cuu duong than cong. com

Đặt chén chứa mẫu (đằng  
trước) và chén chuẩn  
(đằng sau) lên đầu chóp  
của bộ phận tải mẫu

cuu duong than cong. com

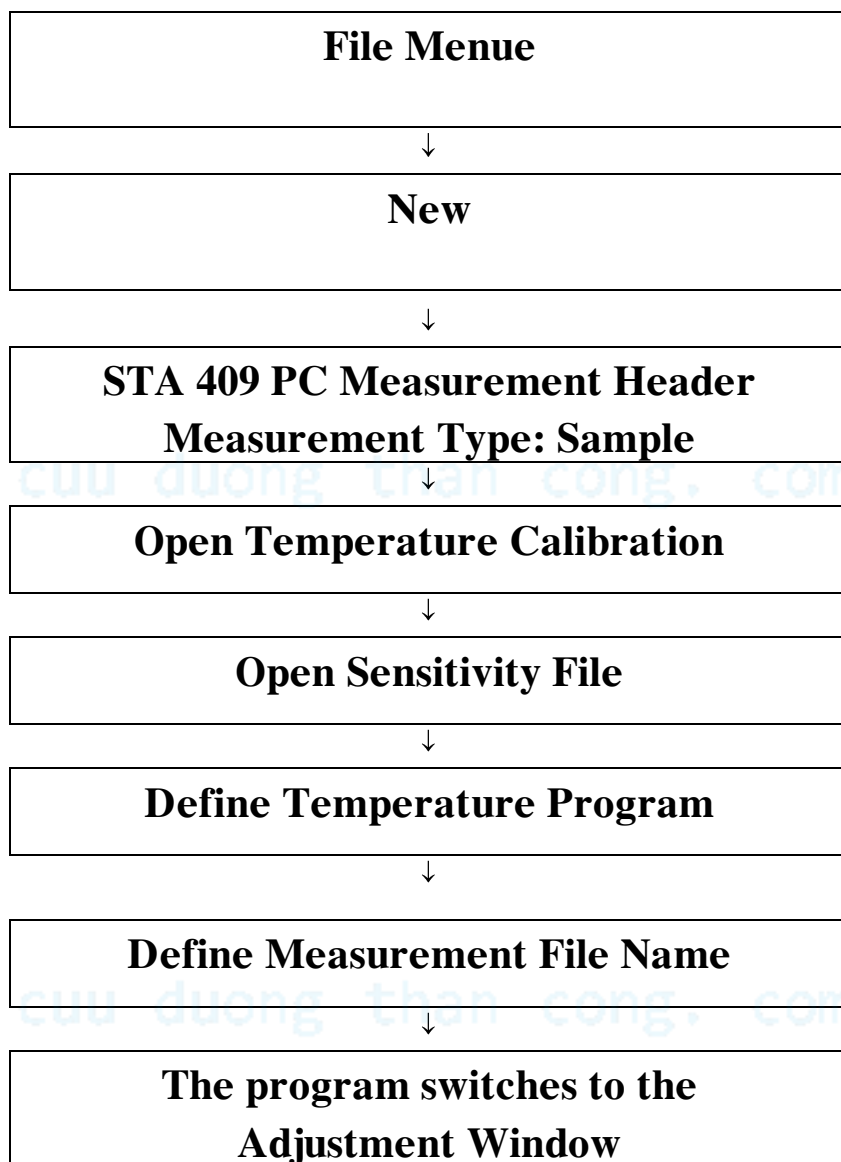
Bấm đồng thời nút “down”  
và “safety” để di chuyển  
lò vào vị trí đo

cuu duong than cong. com

Bật hộp dụng cụ điều  
chỉnh dòng khí . Đặt yêu  
cầu về lượng khí

cuu duong than cong. com

## 11 Cách thức khởi động chương trình đo mẫu :



|  |       |  |
|--|-------|--|
|  | Start |  |
|--|-------|--|

***\* Một số giản đồ phân tích nhiệt từ máy STA 409 PC***

cuu duong than cong. com

cuu duong than cong. com