

差热分析法测定晶相组成

一、实验目的意义

差热分析(DTA)在分析物相的动态平衡和转化方面是一个相当重要的参考技术指标。差热分析方法在实际的硅酸盐制品生产、金属制品生产及复合材料的生产加工过程中的应用相当广泛,通过差热分析图并结合其他测试分析手段能为研制产品、产品生产质量控制提供重要的技术参考。

本实验的目的:

- 1、了解差热分析的基本原理、方法。
- 2、应用差热分析方法识别原料、化合物。
- 3、了解影响差热分析曲线图的因素。

二、实验基本原理

原料、化合物在加热、冷却过程中会产生脱水、分解、相变、氧化、还原、熔融。伴随着上述各种物理、化学反应,就会产生吸热或放热效应。差热分析方法就是通过测定原料、化合物在加热、冷却过程中所产生的热效应值(与加热、冷却时间;温度相对应)对原料、化合物进行定量或定性分析。

差热电偶:

差热电偶的基本原理是将被测样品与参照样品放置在差热电偶的热端所对应的两个样品座内在同一加热、冷却过程中进行加热、冷却,当被测样品在这一过程中产生吸热或放热效应时,被测样品的温度就会低于或高于参照样品的温度,此时差热电偶的冷端就会输出对应的差热电势。如果差热电势为零,则说明被测样品在这一过程中没有产生吸热或放热效应。

参照样品就是在某一段加热、冷却过程范围内不产生热效应的物质。参照样品又被称为惰性样品或标准样品。

将两支热电偶的负极相连,当被测样品与参照样品在同一加热、冷却过程中被测样品与参照样品产生温度差时,则在两个正极之间就会存在电势差,两个正极之间的电势差被称为差热电势,由两支负极相连所构成的热电偶被称为一对差热电偶。

当被测样品产生吸热效应时,其温度就会低于参照样品的温度,此时在记录仪上所显示的曲线高于平直线。当被测样品产生放热效应时,其温度就会高于参照样品的温度,此时在记录仪上所显示的曲线低于平直线。当被测样品不产生热效应时,其温度就等同于参照样品的温度,此时在记录仪上所显示的曲线为一平直线。曲线的状态被称为峰或谷,其面积的大小与热效应的大小相对应,由此可对被测样品进行定量或定性分析。

三、实验仪器及装置

实验仪器为高温差热分析仪，见图 2.1:



图2.1 高温差热分析仪

相关配套设备与附件为:

1、差热电偶；2、测温热电偶；3、记录仪；4、电位差计；5、温度控制器；6、样品托座；7、高温电炉；8、计算机、打印机。

差热分析法的电炉分低温型($<1000^{\circ}\text{C}$)和高温型($1000\rightarrow 1600^{\circ}\text{C}$)两类。实验装置差热电偶示意图 2.2:

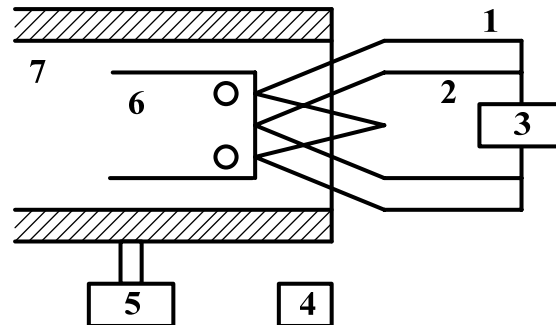


图2.2 差热电偶

四、实验样品的要求及制备

- 1、选择实验样品 A、B。
- 2、对实验样品 A、B 分别进行研磨。
- 3、将实验样品 A、B 分别进行干燥，称量。

五、实验步骤

- 1、接通电源、使差热分析仪处于工作状态。
- 2、计算机、打印机处于工作状态。
- 3、按照操作次序分别将实验样品和标准样品放置在对应的样品基座内(实验样品和标准样品的密度应相等)。
- 4、设定加热升温曲线($5\sim 15^{\circ}\text{Cmin}$)。

5、记录对应的温度和检流计值。

六、实验结果与数据处理

- 1、制作记录温度和检流计值的图表。
- 2、绘制差热曲线。

七、实验结果与讨论

- 1、影响差热曲线图形状的因素。
- 2、用差热分析方法绘制化合物的相图。