

# Využití termické analýzy v materiálovém inženýrství

Iva Macková

---

Bakalářská práce  
2008

 Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně  
Fakulta technologická

---

Univerzita Tomáše Bati ve Zlíně

Fakulta technologická

Ústav fyziky a mater. inženýrství

akademický rok: 2007/2008

## ZADÁNÍ BAKALÁŘSKÉ PRÁCE

(PROJEKTU, UMĚLECKÉHO DÍLA, UMĚLECKÉHO VÝKONU)

Jméno a příjmení: Iva MACKOVÁ

Studijní program: B 2808 Chemie a technologie materiálů

Studijní obor: Chemie a technologie materiálů

Téma práce: Využití metod termické analýzy v materiálovém inženýrství

Zásady pro vypracování:

1. Metody termické analýzy jsou široce využívány v oboru materiálového inženýrství. Jedná se zejména o aplikace biomedicínské, farmaceutické, biologické, dále široké využití nachází v potravinářské technologii, analýze polymerů a pryže. Metody termické analýzy mohou být uplatněny všude tam, kde dochází k fyzikálně-chemickým změnám, jež jsou doprovázeny pohlcením nebo uvolněním tepla. Jsou to například teplota tání, teplota skelného přechodu, tepelná stabilita, složení, krystalizační chování, oxidace, čistota látek, apod. V této bakalářské práci bude uveden přehled metod termické analýzy a jejich možné využití při analýze a charakterizaci různých materiálů. Budou změřeny tři typy materiálů na zařízení DTA/TG.

Rozsah práce:

Rozsah příloh:

Forma zpracování bakalářské práce: **tištěná**

Seznam odborné literatury:

1. Blažek A., Termická analýza, SNTL PRAHA 1972.
2. Šesták J., Měření termofyzikálních vlastností pevných látek, Akademia PRAHA 1982.
3. Groenewoud W., Characterisation of Polymers by Thermal Analysis, ELSEVIER 2001, The Netherlands, ISBN: 0-444-50604-7.
4. [www.BEKALÁŘKAz.internetuanalyza.htm](http://www.BEKALÁŘKAz.internetuanalyza.htm)
5. Vaniček J., Metody termické analýzy, přednáška, katedra textilních materiálů, TF, TÚ Liberec.

Vedoucí bakalářské práce:

**doc. Mgr. Barbora Lapčíková, Ph.D.**

Ústav inženýrství polymerů

Datum zadání bakalářské práce:

**11. února 2008**

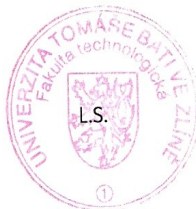
Termín odevzdání bakalářské práce:

**4. června 2008**

Ve Zlíně dne 11. února 2008



doc. Ing. Petr Hlaváček, CSc.  
*děkan*



prof. Ing. Lubomír Lapčík, Ph.D.  
*ředitel ústavu*

## **ABSTRAKT**

Metody termické analýzy jsou široce využívány v materiálovém inženýrství. Jedná se zejména o aplikace biomedicínské, farmaceutické, biologické, dále širší využití nachází v potravinářské technologii, analýze polymerů a pryže. Hlavní součástí této bakalářské práce bude rešeršní činnost zaměřená na využití metod termické analýzy při charakterizaci různých materiálů a následně budou změřeny tři typy materiálů na zařízení DTA/TG.

Klíčová slova: Termická analýza, materiálové inženýrství.

## **ABSTRACT**

Methods of Thermal analysis are widely used in material sciences. It is especially biomedical, pharmaceutical, biological applications and widely using has in food products, analysis of polymers and rubbers. The aim of the work will be search oriented on characterization of materials by thermal analysis. Measurements of three type of materials will be done on DTA/TG apparatus.

Keywords: Thermal Analysis, material science.

Ráda bych poděkovala doc. Mgr. Barboře Lapčíkové, Ph.D. za vedení bakalářské práce, za cenné rady a připomínky při jejím vypracovávání a za pomoc při experimentální práci.

Prohlašuji, že jsem na bakalářské/diplomové práci pracoval(a) samostatně a použitou literaturu jsem citoval(a). V případě publikace výsledků, je-li to uvolněno na základě licenční smlouvy, budu uveden(a) jako spoluautor(ka).

Ve Zlíně

.....

Podpis bakaláře

<b>ÚVOD.....</b>	<b>8</b>
<b>I. TEORETICKÁ ČÁST.....</b>	<b>9</b>
<b>1 TERMICKÁ ANALÝZA.....</b>	<b>10</b>
1.1 HISTORIE TERMICKÉ ANALÝZY.....	11
<b>2 METODY TERMICKÉ ANALÝZY.....</b>	<b>12</b>
2.1 ZÁKLADNÍ PRINCIP METOD TERMICKÉ ANALÝZY.....	12
2.2 FAKTORY OVLIVŇUJÍCÍ MĚŘENÍ TERMICKÉ ANALÝZY.....	12
2.3 DRUHY METOD TERMICKÉ ANALÝZY.....	14
2.4 TERMICKÁ ANALÝZA (TA).....	15
2.5 TERMOGRAVIMETRIE (TG). .....	15
Přístrojové vybavení.....	17
2.6 DERIVAČNÍ TERMOGRAVIMETRIE (DTG).....	18
2.7 DIFERENCIÁLNÍ TERMICKÁ ANALÝZA (DTA).....	18
Přístrojové vybavení.....	21
2.8 TERMICKÁ MECHANICKÁ ANALÝZA (TMA).....	22
Přístrojové vybavení.....	25
2.9 DYNAMICKO – MECHANICKÁ ANALÝZA (DMA).....	26
Přístrojové vybavení.....	26
<b>3 VYUŽITÍ A APLIKACE METOD TERMICKÉ ANALÝZY.....</b>	<b>28</b>
<b>II. PRAKTICKÁ ČÁST.....</b>	<b>31</b>
<b>4 PŘÍSTROJ.....</b>	<b>32</b>
<b>5 MĚŘENÉ MATERIÁLY.....</b>	<b>34</b>
5.1 ČOKOLÁDA.....	34
5.2 GUMOVÍ MEDVÍDCI.....	35
5.3 POLYETHYLEN.....	35
5.4 IBUPROFEN.....	36
<b>6 VÝSLEDKY A DISKUZE.....</b>	<b>38</b>
<b>ZÁVĚR.....</b>	<b>40</b>
<b>SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY.....</b>	<b>41</b>
<b>SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK.....</b>	<b>43</b>
<b>SEZNAM OBRÁZKŮ.....</b>	<b>44</b>
<b>SEZNAM PŘÍLOH.....</b>	<b>45</b>
<b>PŘÍLOHA P I: .....</b>	<b>46</b>
<b>PŘÍLOHA P II: .....</b>	<b>47</b>

## ÚVOD

Termální analýza je extrémně důležitá pro materiálové vědy a nachází stále širší uplatnění při testování materiálů. Struktura látek a jejich vlastnosti se často charakterizují pomocí teplot a tepelných efektů jejich fyzikálních a chemických přeměn. Při zahřívání nebo ochlazování látek dochází k procesům spojeným s uvolněním nebo pohlcením tepla respektive ke změně tepelné kapacity. Tyto tepelné efekty můžeme využít v termické analýze, která zahrnuje skupinu metod, jenž se používají pro studium pevných látek (resp. kapalin). Těmito metodami můžeme zkoumat pochody probíhající v látkách při jejich zahřívání nebo ochlazování v závislosti na čase nebo teplotě. Jednotlivé metody sledují změny fyzikálních vlastností vzorku (změny hmotnosti nebo objemu zkoumaného vzorku, uvolňování a pohlcování energie, vývoj a pohlcování plynů, změny elektrických, magnetických, optických vlastností apod.). Metody termické analýzy můžeme rozdělit na statické a dynamické. Statickými postupy zjišťujeme změny vlastností vzorku, který je zahříván na konstantní teplotu (izotermní ohřev). U dynamických postupů je stěžejní zahřívání nebo ochlazování vzorku konstantní rychlostí (neizotermní děj). V praxi se nejčastěji využívá dynamických metod, neboť jsou rychlejší a pomocí nich získáme více informací o dané látce.

## **I. TEORETICKÁ ČÁST**



## 1 TERMICKÁ ANALÝZA

Pod pojmem termická analýza se rozumí skupina experimentálních analytických metod, které sledují některé fyzikální a chemické vlastnosti zkoumaného systému v závislosti na čase nebo na teplotě.

Tyto metody se zabývají sledováním procesů, jako je například dehydratace, oxidace, disociace, fázové přeměny, krystalizace, tání, probíhajících při zahřívání či ochlazování tuhých popřípadě kapalných látek. Tyto procesy jsou vždy doprovázeny změnami, související s fyzikálně-chemickými vlastnostmi zkoumaného systému. Změny nastávají v hmotnosti, objemu, rozměru, energii, elektrické vodivosti, magnetických vlastností [1]. Každou látku je možné charakterizovat jejím energetickým obsahem vyjádřeným například Gibbsovou energií (G), v případě procesu konaného za stálého tlaku, která souvisí se změnou entalpie, absolutní teplotou a entropií podle vztahu:

$$\Delta G = \Delta H - T \cdot \Delta S \quad (1)$$

kde  $\Delta H$  je změna entalpie,  $T$  je absolutní teplota a  $\Delta S$  je změna entropie děje. Změna entalpie ( $\Delta H$ ) je základním a důležitým jevem pro tyto metody.

Každou fyzikální a chemickou změnu lze charakterizovat za stálého tlaku změnou obsahu Gibbsovy volné energie ( $\Delta G$ ). Podle základního přírodního zákona se každý systém, v případě samolného děje se snaží dosáhnout takového stavu, kterému odpovídá nejnižší hodnota Gibbsovy volné energie. Jako příklad můžeme uvést přechod látky z jedné krystalické formy do druhé, která má za dané teploty menší obsah volné energie a je tedy stálejší. Vytváření krystalické struktury nebo jiného stavu s nižší hodnotou volné energie může při ohřevu vzorku probíhat i přes jednotlivé mezistupně. Příkladem takové přeměny může být tání, var, sublimace, krystalická přeměna apod. Každou přeměnu charakterizuje teplota a změna tepelného obsahu (entalpie). Změnu entalpie doprovází i změna hmotnosti sledované látky (v důsledku sublimace, vypařování,...) [2].

## 1.1 Historie termické analýzy

K nejstarší metodám termické analýzy patří termická gravimetrie (TGA) a diferenční termická analýza (DTA). Obou těchto metod se využívá dlouho. S prvními pracemi termografického charakteru se setkáváme v letech 1893 a 1914 i když váhy tehdy používané nebyly nazývány termováhami. O rozvoj termografie u nás mají zásluhu Ivo Proks a Škramovský, který popsal vlastní konstrukci termovah v roce 1932. Počátky vývoje DTA jsou ve stejném období, jako vznik TGA. Tuto metodu poprvé použil Le Chatelier v roce 1886 ke studiu kalcitu a později jílových materiálů. Metoda byla zdokonalena Roberts-Austenem v roce 1891, použitím diferenčního termoelektrického článku, kterým měřil rozdíl termoelektrického napětí mezi články umístěnými ve zkoumaném a standardním vzorku. Tento systém byl později zlepšován a využíván v oblasti metalurgie [2]. Experimentální technika a technologie gravimetrie byla rozpracována pro polymerní látky B. Wunderlichem a I. Vyazovkinem [3, 4].

The International Confederation for Thermal Analysis and Kalorimetry (ICTAC), což je mezinárodní komise pro termickou analýzu a kalorimetrii. Jejím cílem je podporovat mezinárodní spolupráci v této oblasti prostřednictvím vědeckého výboru, kongresů, výměny informací. ICTAC vznikla původně z The International Confederation for Thermal Analysis (ICTA), což je mezinárodní komise pro termickou analýzu. Byla založena na První mezinárodní konferenci o termické analýze ve Skotsku v září 1965. V roce 1992 ICTA se přejmenovala na ICTAC. Má asi 500 individuálních členů a je řízena výkonným výborem, který se skládá z individuálních členů, ze zástupců jednotlivých národních organizací, z předsedů vědeckých komisí. Tito členové jsou voleni na kongresech ICTAC [1].

## 2 METODY TERMICKÉ ANALÝZY

Termická analýza je širší pojem pro analytické metody. Základním úkolem těchto metod je získat informace pro vypracování technologických postupů, např. lití, ochlazování, tepelné zpracování, tváření a další výrobní procesy. Metody slouží také ke studiu fázových přeměn, pro stanovení některých fyzikálních vlastností, např. teplot tání čistých látek, stanovení Curieova bodu, teplot likvidu a solidu, koeficientu délkové teplotní roztažnosti, tepelné a elektrické vodivosti, pomáhají při studiu kinetiky a termodynamiky různých procesů a reakcí. Své místo našly metody termické analýzy také při kontrole výroby a při ověřování jakosti výrobků [5].

### 2.1 Základní princip metod termické analýzy

Jednou z experimentálních metod používaných pro hodnocení materiálů je termická analýza. Stále jsou vyvíjeny nové metody, sledující změny vlastností materiálu s teplotou. Obecně vystupují tři veličiny:

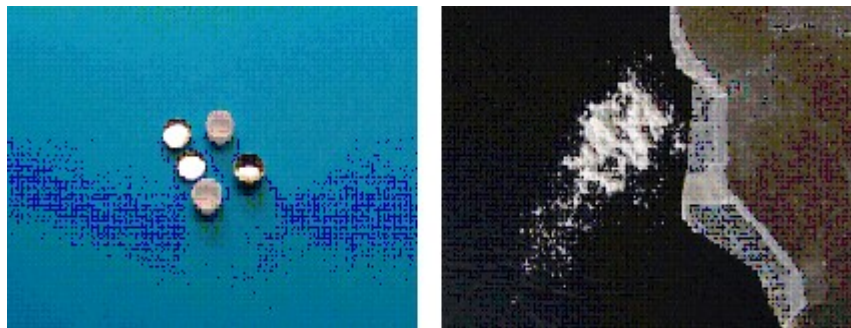
- Čas – Při izotermickém ohřevu se sledují změny vlastností v závislosti na čase. V praxi dochází ke kombinaci izotermického a neizotermického ohřevu zkoumaného materiálu.
- Teplota – Proces probíhá za izotermních podmínek, ale mnohem častěji se používá proměnné teploty při termických metodách.
- Vlastnost materiálu – Jednotlivé metody termické analýzy rozlišujeme podle druhu sledované vlastnosti [1].

### 2.2 Faktory ovlivňující měření termické analýzy

Výsledky měření mohou být ovlivněny mnoha faktory, které můžeme rozdělit do následujících skupin.

- Vlivy, které pocházejí z vlastností použitého konstrukčního materiálu a celkového zařízení.
- Experimentální podmínky

- rychlost zahřívání - Obecně se používá rychlost zahřívání od 2 do 20°C za minutu. (zvýšením rychlosti se zvýší vrchol píku , zvýší se jeho plocha)
- Atmosféra v peci - v případě statické atmosféry jsou uvolňované plyny v kontaktu s analyzovaným vzorkem, pokud jsou považovány za nežádoucí, musíme je odsávat. V případě dynamické atmosféry přichází vzorek do styku s atmosférou, která je do pece zaváděna (např. proud vzduchu, dusíku, argonu apod.) [6].
- Vlastnosti vzorku – Působí vlivy jak fyzikální tak chemické. Množství vzorku, velikost částic, tepelná vodivost vzorku, druh vzorku, druh probíhajících změn, tvar a velikost vzorku. Z hlediska velikosti částic je průběh reakce rychlejší použitím jemnějších částic, jsou reaktivnější a snižují počáteční a koncovou teplotu. Tepelnou vodivost a dobu reakce ovlivňuje upěchování vzorku a jeho kontakt s kelímkem [2]. Za ideální formu vzorku je považován hutný prášek o stejné zrnitosti, který lze připravit drcením, škrábáním materiálu. Pokud nelze připravit prášek lze použít vzorek ve formě malých disků vyražených ze vzorku [6].



*Obr. 1 Kelímky pro DTA a práškový vzorek připravený na analýzu DTA [6]*

Srovnávací vzorek by neměl podléhat termickým změnám v daném teplotním rozmezí, nesmí reagovat s nádobkou, popř. držákem, ve kterém je umístěn a jeho tepelná vodivost a kapacita by měla být co nejbližší analyzovanému vzorku [6].

U TMA metody to jsou ještě tyto faktory:

- Výběr správné měřicí sondy - Každá z měřících sond vyžaduje speciální postup měření, specifickou přípravu vzorků a je vhodná pro zjišťování různých vlastností.

- Optimalizace přitlačné síly – Může být rozhodujícím faktorem. Při měření penetrace (nebo tříbodového ohybu) je pronikání sondy vzorkem přímo vyžadováno, ale u expanze je tento jev nepříznivý, protože ovlivňuje koeficienty tepelné roztažnosti [7].

### 2.3 Druhy metod termické analýzy

Přehled základních metod termické analýzy dle sledované veličiny:

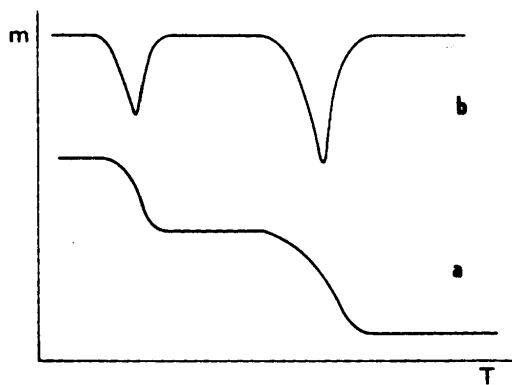
- **Klasická termická analýza (TA)** – Používá se k stanovení teploty tání a tuhnutí u čistých látek.
- **Termogravimetrie (TG)** – Sledovanou veličinou je změna hmotnosti analyzovaného vzorku v závislosti na teplotě nebo čase.
- **Derivační termogravimetrie (DTG)** – Zjišťuje první derivaci změny teploty.
- **Diferenční termická analýza (DTA)** – Sledovanou veličinou je teplotní rozdíl mezi analyzovaným vzorkem a referenční látkou.
- **Diferenční kompenzační kalorimetrie (DSC)** – Měřenou veličinou je reakční entalpie. DSC se dělí na – DSC s kompenzací příkonu a na DSC tepelného toku.
- **Termodilatometrická analýza (TD)** – Sleduje změny objemu.
- **Simultánní termická analýza (STA)** – Využívá se současně dvou metod pro studium fyzikálních vlastností (např. TG-DSC, TG-DTA)
- **Analýza uvolněných plynů (EGD, EGA)** – Registruje uvolňování plynů z analyzovaného vzorku, určuje plynné složky, stanovuje i chemické složení plynných směsí.
- **Termomechanická měření (TMA, DMA)** – Metody zkoumající mechanické vlastnosti vzorků [8].

## 2.4 Termická analýza (TA)

Považuje se za nejstarší a nejjednodušší metodu využívanou pro stanovení teploty tání a tuhnutí u čistých látek a dalších charakteristických teplot u slitin či složitějších nekovových soustav [9]. Metoda je založena na pozorování uvolňovaného nebo pohlcovaného tepla při fázové přeměně. Teplota systému je měřena v závislosti na čase [10].

## 2.5 Termogravimetrie (TG).

TG je jednou ze základních metod termické analýzy. TG patří mezi dynamické analytické metody [1]. Je založena na pravidelném zaznamenávání hmotnosti vzorku, který je zahříván či ochlazován. Podle způsobu ohřevu lze rozlišit izotermní nebo-li statickou termogravimetrii, při níž se vzorek zahřívá při konstantní teplotě a neizotermní nebo-li dynamickou termogravimetrii, kdy je změna hmotnosti vzorku registrována v závislosti na čase nebo teplotě, která roste či klesá určitou zvolenou rychlostí podle programu [8]. Změny hmotnosti se vyjadřují v závislosti na teplotě  $m = f(T)$  nebo na čase  $m = f(t)$  termogravimetrickými křivkami (obr. 2a) [9].



Obr. 2 a) Křivka TG, b) křivka derivační TG [9]

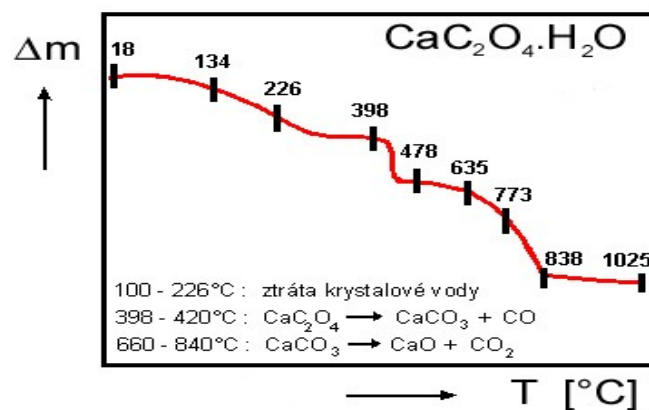
Změny hmotností látek při jejich zahřívání můžeme vyjádřit rovnicí:

$$m_{AB}(s) = m_A(s) + m_B(g) \quad (2)$$

Při zahřívání dochází k rozkladu materiálu a tudíž k uvolňování plynné složky, což zapříčiňuje i snížení hmotnosti zkoumané látky. S těmito změnami se setkáváme např. u tepelného rozkladu monohydrátu šřavelanu vápenatého, který v první fázi ztrácí krystalovou vodu a dalším zvyšováním teploty se odštěpuje CO a vzniká  $\text{CaCO}_3$ , ten při dalším zvýšení teploty přechází na CaO za uvolnění  $\text{CO}_2$  (viz obr. 3). Může také docházet k opačným jevům, kdy látka při zahřívání zvýší svoji hmotnost. Rovnice změny hmotnosti je:

$$m_A(s) + m_B(g) = m_{AB}(s) \quad (3)$$

Příkladem mohou být oxidace neušlechtilých kovů, kdy vzniká oxid nebo hydroxid příslušného kovu [11].



Obr. 3 Rozklad monohydrátu šřavelanu vápenatého [8]

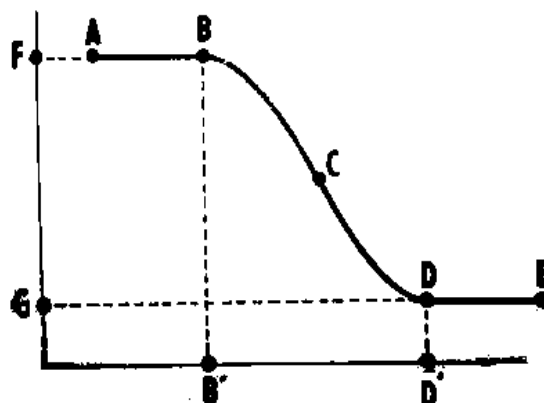
Termogravimetrická křivka, vyjadřuje závislost změn hmotnosti na teplotě nebo čase. Zaznamenává informace o složení zkoumaného vzorku, jeho tepelné stálosti, teplotním rozkladu a také o produktech vznikajících při rozkladu.

TG křivka vyjadřuje:

- Závislost hmotnosti (změny hmotnosti) na teplotě nebo čase – tato závislost je vyjádřena normální TG křivkou
- Závislost rychlosti změny hmotnosti s teplotou nebo časem – tato závislost je vyjádřena diferenciální (derivovanou) termogravimetrickou křivkou (DTG)

Tyto dvě závislosti souvisí s tím, které závislosti se při analýze zrovna sledují. [2]

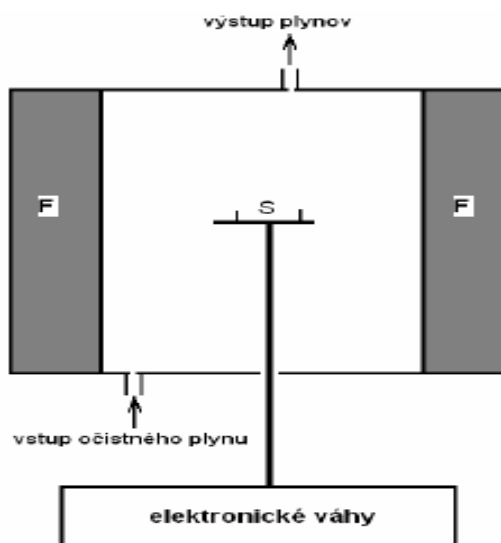
TG křivka ve svém průběhu obsahuje vodorovné úseky s osou x, tzv. prodlevy, a zlomy (obr. 4). Prodlevy jsou úseky, kdy ještě nedošlo k žádné změně hmotnosti vzorku. Zlomy naopak naznačují, že se analyzovaný vzorek začíná rozkládat (mění svoji hmotnost). Po dosažení určité teploty nastává další prodleva. Jednotlivé zlomy představují úbytky hmotnosti [12].



Obr. 4 Popis zlomu na křivce TG

(ABCDE - křivka TG, BCD - zlom, B - počátek zlomu, C - inflexní bod, D - konec zlomu, B' - počáteční teplota, D' - konečná teplota, FG - výška zlomu, AB - přední základní linie, DE - zadní základní linie) [9]

### Přístrojové vybavení



Obr. 5 Schéma termogravimetru. Označení: F - pec, S - vzorek [1]



Přístroje TG se skládají z elektrické pece, analytických vah, nosičů vzorků, zařízení pro měření a řízení teploty, registračního zařízení. Termováhy obsahují vážící mechanismus (pákové váhy, torzní váhy, pružinové váhy, elektromagnetické váhy) a regulátory teploty. Na vahách jsou umístěny nosiče vzorků, které zasahují do pece.

## 2.6 Derivační termogravimetrie (DTG)

DTG lze odvodit od klasické termogravimetrie derivováním  $m = f(T)$  podle času. Tedy derivační termogravimetrická křivka má tvar:

$$\frac{dm}{dt} = f(T) \quad (4)$$

Tato metoda je vhodnější než klasická, pokud potřebujeme zjistit změny hmotnosti, které v průběhu děje proběhly těsně za sebou. Křivka DTG neobsahuje prodlevy a zlomy, ale píky, jako tomu je i u DTA. Inflexní body zlomů u TG odpovídají vrcholům píků na teplotní ose [2].

## 2.7 Diferenciální termická analýza (DTA)

Diferenciální termická analýza (DTA) patří mezi dynamické metody. Sleduje pochody, při kterých dochází ke změnám fyzikálním, ale může dojít i ke změnám chemických vlastností zkoumaného vzorku, během zahřívání. Tyto změny se projevují uvolňováním nebo spotřebováním tepelné energie (což jsou exotermické a endotermické pochody). K těmto dějům dochází při plynulém ohřevu nebo ochlazení analyzovaného vzorku a srovnávacího vzorku ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{MgO}$  a  $\text{SiO}_2$  či některé čisté kovy). Při DTA se porovnávají změny teplot zkoumaného vzorku se srovnávacím vzorkem, který těmto změnám nepodléhá. Teplotní rozdíl  $\Delta T$  se zaznamenává graficky jako teplotní resp. časová závislost  $\Delta T = f(T)$  resp.  $\Delta T = f(t)$  nazývaná jako křivka přímého ohřevu (obr. 6). Křivka  $\Delta T = f(T)$  pak vykazuje maxima nebo minima podle toho, zda došlo k exotermní nebo endotermní reakci. Množství pohlcené nebo uvolněné energie sledovaného děje, je úměrné ploše píku na křivce  $\Delta T = f(T)$ . Závislost mezi plochou píku a reakčním teplem lze vyjádřit následujícím vztahem:

$$A = \frac{m \cdot \Delta H}{k \cdot \lambda} \quad (5)$$

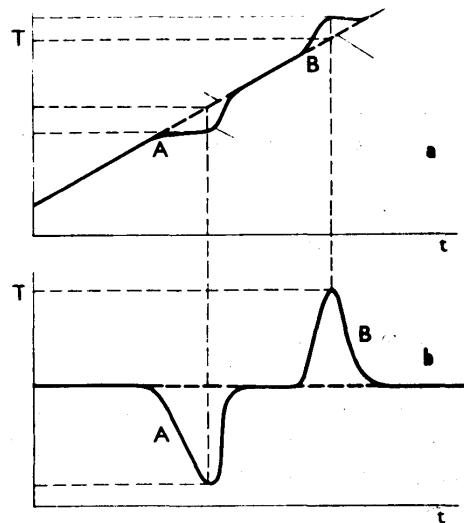
kde: A .....značí plochu píku

m.....hmotnost vzorku

$\Delta H$ .....reakční teplo pro 1 g vzorku

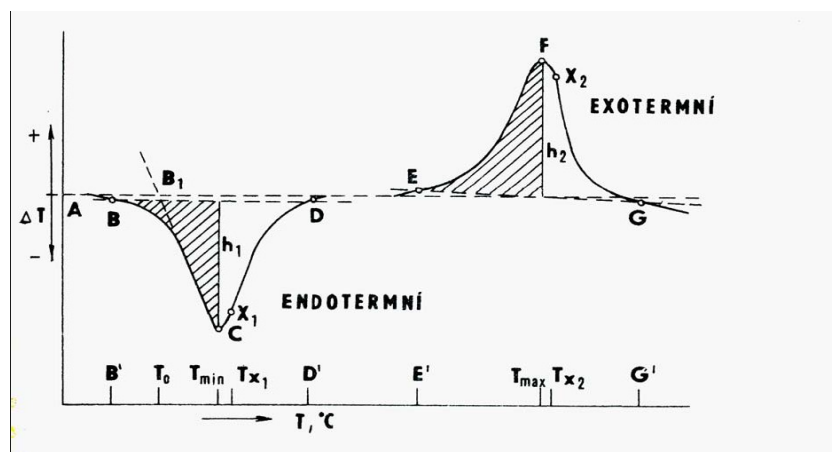
k.....geometrický faktor (charakterizuje tvar vzorku)

$\lambda$ .....tepelná vodivost vzorku [12].



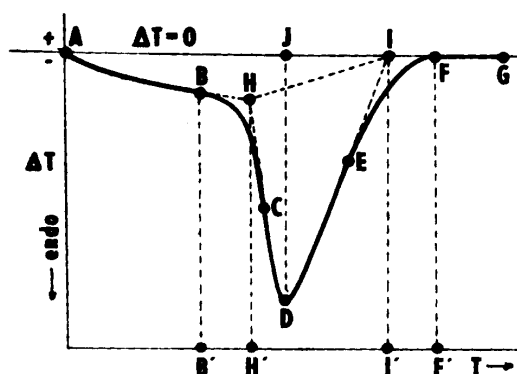
Obr. 6 a) Křivka přímého ohřevu, b) křivka DTA [5]

Rozdíly teplot se registrují současně s teplotou referenčního vzorku jako závislosti  $dT = f(T)$ , resp.  $T = f(dT)$  nebo ve formě časové závislosti  $dT = f(t)$  [10].



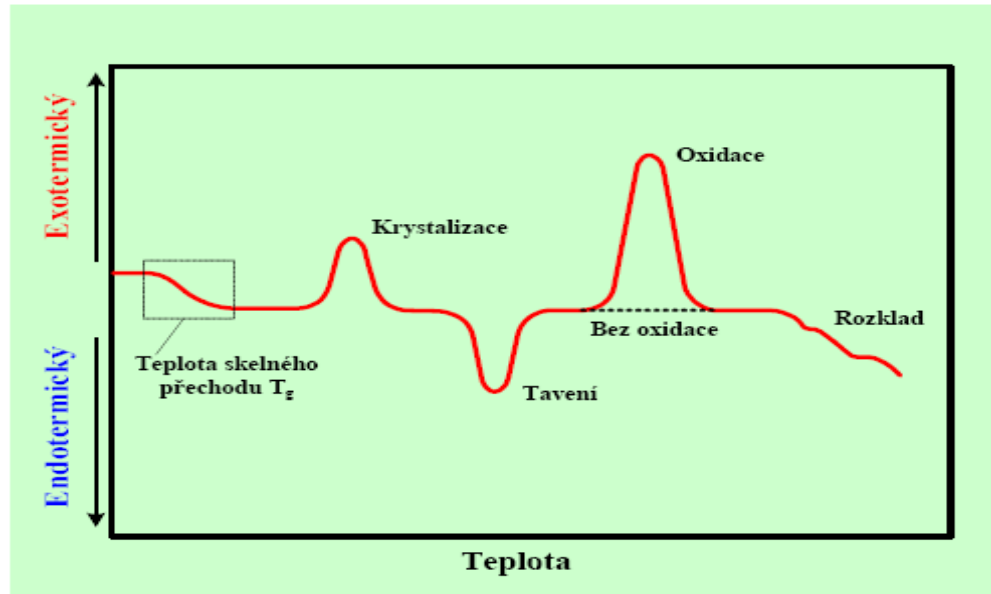
Obr. 7 Modelová křivka u DTA (idealizovaná) [13]

Na obr. 7 je znázorněna idealizovaná křivka DTA, v rozmezí mezi body A a B neprobíhá reakce a  $\Delta T = 0$ . V bodě B začíná registrace endotermní reakce, která začala již před touto teplotou. Na křivce se reakce projeví endotermním efektem, který dosahuje maxima rozdílu teplot v bodě C (teplota  $T_{\min}$ ). Od bodu C dochází k rovnoměrnému zvyšování teploty vzorku do bodu D, kdy došlo k vyrovnání teploty vzorku se standardem ( $\Delta T = 0$ ). Reakce však v bodě C nekončí, probíhá až do bodu  $X_1$  (teplota  $T_{x1}$ ). Další průběh křivky odpovídá nulové hodnotě  $\Delta T$  a je zhruba rovnoběžný s osou X (osou teploty T). V bodě D začíná exotermní reakce. Uvolněné teplo zvyšuje teplotu vzorku vzhledem ke standardu. Na křivce DTA registrujeme pík s maximem v bodě F (za teploty  $T_{\max}$ ). Reakce končí teprve při teplotě, odpovídající bodu  $X_2$ , který leží na sestupné části exotermního píku. V bodě C se teplota vzorku vyrovnává s teplotou standardu. ( Přesnou polohu bodů  $X_1, X_2$  není možno určit.) [13].



Obr. 8 Termoanalytická křivka [11]

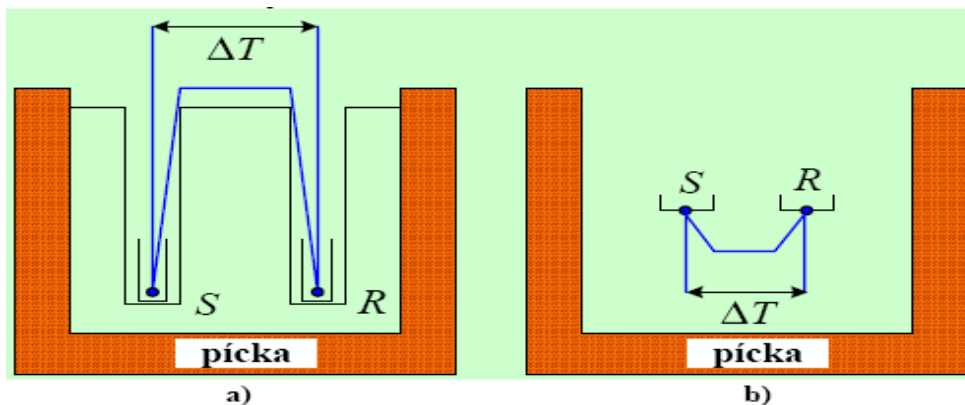
Základem křivky DTA je pík (na obr. 8 – část vymezená body BCDEF), kde bod B představuje začátek píku, body C a E jsou inflexními body, bod D minimum (jemu odpovídá minimální teplota) a bod F konec píku. Bod H respektive I značí extrapolovaný začátek respektive extrapolovaný konec, který získáme jako průsečík základní linie AB respektive FG s tečnou vedenou bodem C respektive E. Vzdálenost bodů D a I představuje výšku píku. Šířka píku je pak vymezena body B' a F'. Úsek H'I' značí reakční interval [11]. Exotermní efekty na křivkách DTA v praxi znamenají, že teplota vzorku překročila teplotu srovnávacího standardu. V případě, že je exotermní pík mohutný a teplota nástupu reakce vyšší (nad cca 300 °C), dochází již k samotné pyrolýze, tedy k termickému rozkladu vzorku. Mezi další děje vyznačující se exotermní reakcí na křivce DTA patří také polymerová krystalizace či vytvrzování přehled základních reakcí, které se mohou vyskytovat při ohřevu polymerních materiálů viz obr. 9 [6].



Obr. 9 Idealizovaná křivka DTA zobrazující základní typy změn vyskytujících se v polymerních materiálech [6]

### Přístrojové vybavení

Existuje mnoho výrobců aparatur pro DTA (Mettler Toledo, Netzsch, Shimadzu...), kteří mají své vlastní konstrukční řešení, ale aparatura by měla obsahovat tyto hlavní komponenty, jako je pícka, držák vzorků, termoelektrické články, které slouží jako čidla pro měření teploty a teplotních rozdílů vzorků, nádobky (kelímky, misky s víčky), ve kterých jsou umístěny vzorky, regulátory teploty a zapisovače dat. Schématické uspořádání měřicí cely konvenční DTA a DTA v dnešní podobě je uvedeno na následujícím obrázku [6].



Obr. 10 Uspořádání měřicí cely DTA: a) konvenční provedení, b) dnešní podoba DTA [6]

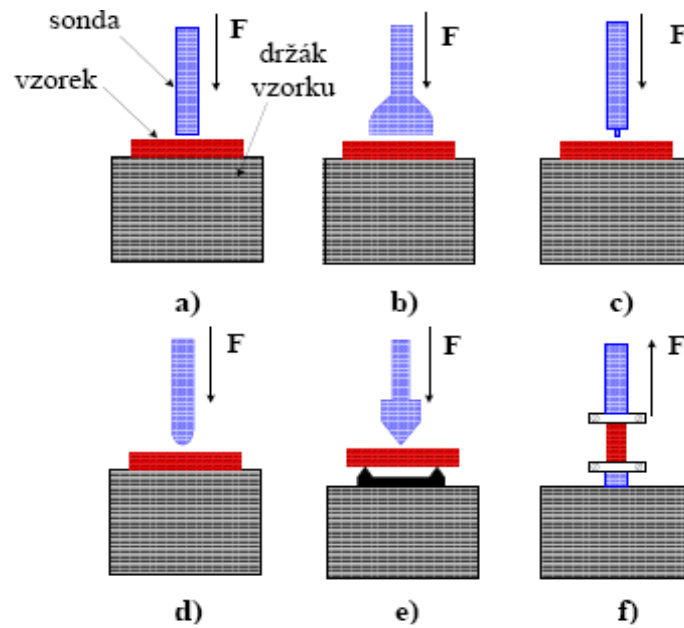
## 2.8 Termická mechanická analýza (TMA)

TMA je metoda, při níž se měří deformace vzorku, který je zatížený neoscilující silou jako funkci teploty a látka je vystavována řízenému teplotnímu režimu. TMA může být zaměřována s dilatometrií nebo s dynamickou mechanickou analýzou, z důvodů s nesrovnalostmi v terminologii, protože se souběžně používá mnoho názvů pro různé módy měření a konstrukčních uspořádání.

- Dilatometrie je považována za předchůdkyni termomechanické analýzy. Měří změny v rozměrech vzorku pouze při nulovém či nepatrném zatížení. Dilatometry mají jednodušší konstrukci než aparatury TMA.
- Dynamická mechanická analýza umožňuje měřit deformaci vzorku při oscilujícím mechanickém zatížení.

TMA měření probíhá při mechanickém zatížení vzorku, při kterém dochází k jeho deformaci jak rozměrů, tak i tvaru. Tyto efekty jsou výsledkem ztracené energie nebo energie akumulované. Ztracená energie vzniká při vzájemném pohybu molekul, je to tzv. viskózní odezva a energie akumulovaná vzniká, když na vzorek přestane působit vnější síla, je to tzv. elastická odezva. Výsledky TMA jsou kombinací rozpínavosti a visko-elastického chování vzorku, přičemž platí, že viskózní odezva je časově závislá a elastická odezva je časově nezávislá. TMA má několik druhů módů měření, které rozlišujeme a závisí na druhu použité měřicí sondy, které můžeme podle jejich tvaru a použití rozdělit na:

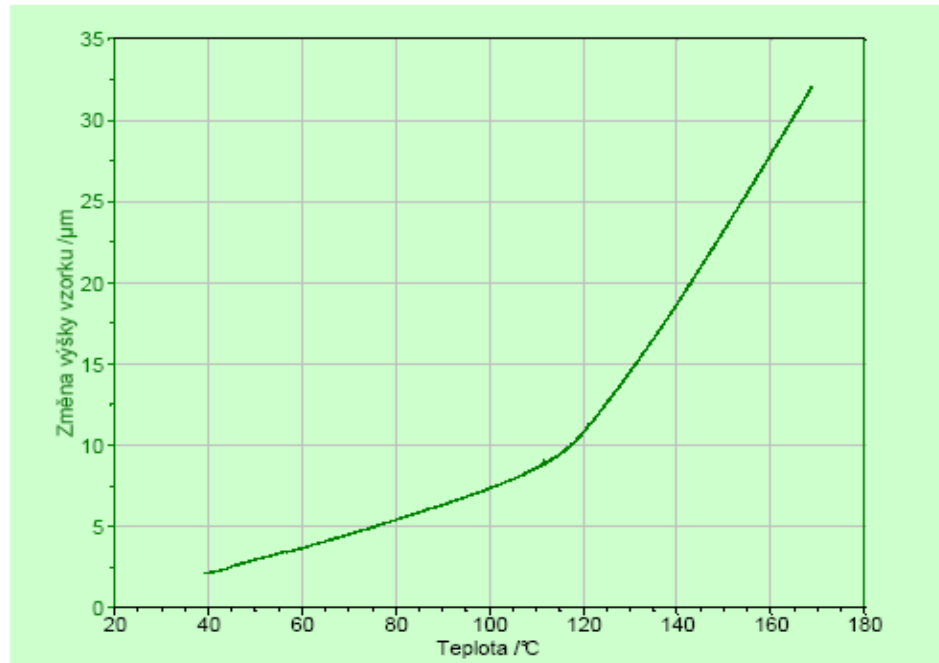
- Expanzní, makroexpanzní – někdy označována jako dilatometrické, penetrační, sondy pro tříbodový ohyb, hemisferické, sondy tahové, sondy na měření vlastností vláken.



Obr. 11 Příklady typů měřících sond pro TMA – a) expanzní, b) makroexpanzní, c) penetrační, d) hemisferické, e) pro třibodový ohyb, f) tahové [7]

Volba vhodné sondy závisí především na tom, co od měření očekáváme, na povaze vzorku a na dalších faktorech. Podle použité metody měření lze analýzou naměřených dat zjistit tyto parametry:

- Koeficient tepelné roztažnosti v určitém teplotním intervalu
- Průběh koeficientu tepelné roztažnosti v závislosti na teplotě
- Bod měknutí a tavení materiálu
- Viskozitu tuhých látek
- Objemovou relaxaci nekystalických materiálů (smrštění)
- Moduly pružnosti
- Změnu viskoelastických vlastností látek
- Změnu rozměru vzorku v závislosti na stupni dehydratace, bobtnání v rozpouštědle
- Zbytkové pnutí materiálu [7].



Obr. 12 TMA křivka tepelné roztažnosti sklolaminátu tloušťky 1,5 mm, (přitažlivá síla 0,01N, rychlost ohřevu 2°C/min, makroexpanzní sonda) [7]

Například hodnotu lineárního koeficientu tepelné roztažnosti můžeme přímo spočítat ze sklonu křivky v daném teplotním intervalu, pro který platí následující vztah:

$$\alpha_l = \frac{l}{L_0} \cdot \frac{\Delta L}{\Delta T} \quad (6)$$

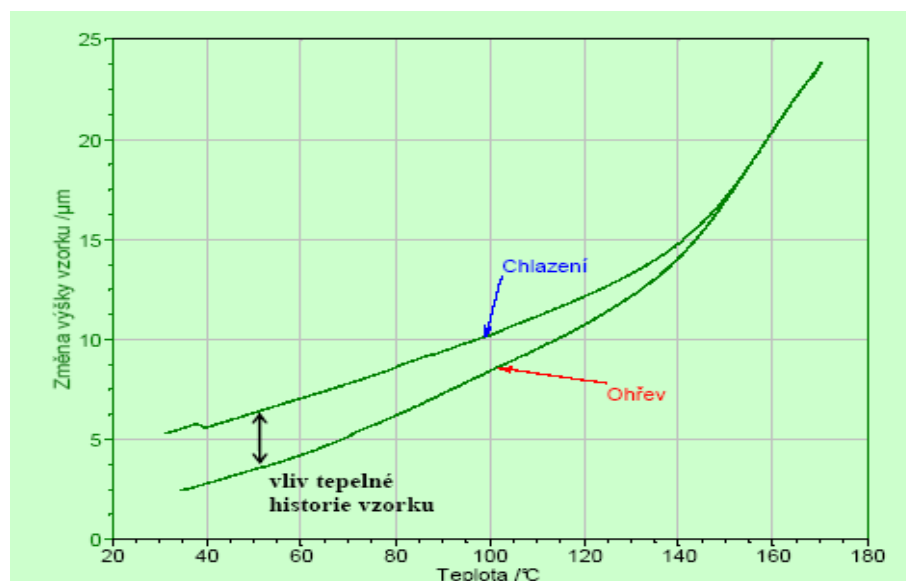
kde:  $\alpha_l$  – lineární koeficient tepelné roztažnosti

$L_0$  – původní výška vzorku před měřením

$\Delta L/\Delta T$  – sklon termomechanické křivky

S pomocí TMA lze zaznamenat také teplotu skelného přechodu  $T_g$ , při které se amorfní a polykrystalické polymery transformují ze sklovitého do kaučukovitého stavu. Hodnota  $T_g$  závisí na experimentálních podmínkách a módu měření. Na obrázku č. 12 je TMA křivka tepelné roztažnosti sklolaminátu, zlom odpovídá výrazné změně lineárního koeficientu tepelné roztažnosti sledovaného materiálu. V některých případech se  $T_g$  lépe určuje z první derivace křivky TMA. Pokud bychom zkoumaný vzorek zahřívali vícekrát, zjistíme, že hodnota  $T_g$  určená při prvním ohřevu vzorku (z první termomechanické expanzní křivky) může být výrazně odlišná od teploty  $T_g$  určené při dalším ohřevu. Efekt posunu teploty  $T_g$  je způsoben její závislostí na teplotní historii vzorku a je důležitý hlavně u polymerních materiálů. Rozdíl

mezi prvním a druhým ohřevem nám může poskytnout informace o tepelné historii vzorku. Jako příklad je uveden průběh roztažnosti vytvrzené epoxidové pryskyřice, která byla vystavena tepelnému stárnutí (obr. 13). Pryskyřice byla při stárnutí udržována ve sklovitém stavu, což znamená, že nebylo dosaženo teploty skelného přechodu. Stárnutí pryskyřice se v tomto případě projevilo smrštěním vzorku. Pokud v průběhu analýzy dosáhneme teploty  $T_g$ , dojde k náhlému uvolnění vnitřního pnutí a vzorek se roztáhne. Při následném pomalém chlazení již odpovídá průběh termomechanické křivky stavu před teplotním stárnutím a rozdíl mezi těmito průběhy lze jednoduše kvantifikovat a posuzovat jako vliv stárnutí [7].

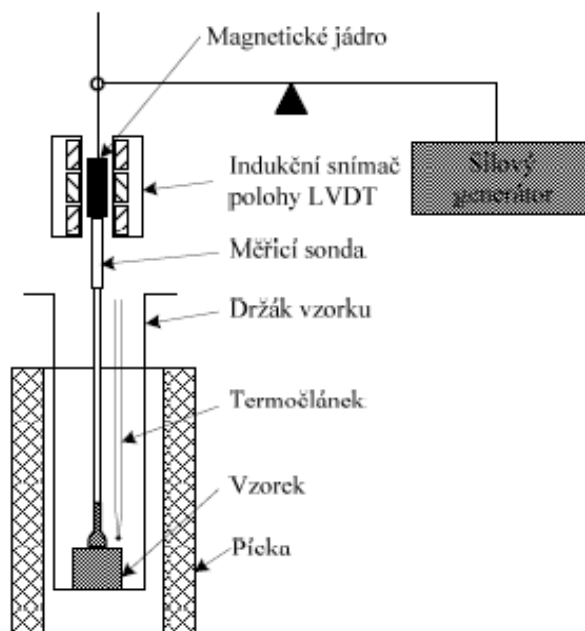


Obr. 13 Vliv tepelného namáhání epoxidové pryskyřice na průběh její expanzní křivky [7]

### **Přístrojové vybavení**

Jádrem aparatury pro termomechanickou analýzu (obr. 14) je indukční snímač polohy vzorku **LVDT** (*Linear Variable Differential Transformer*). Na feromagnetické jádro LVDT může být jednoduše připojena jakákoli z měřících sond. Konec sondy dosedá na vzorek, který je umístěn na držáku vzorku. Měřící sondy a držák vzorku jsou nejčastěji vyrobeny z křemeného skla. V těsné blízkosti vzorku se také nachází termočlánek. V průběhu měření je vzorek (spolu s držákem a koncem sondy) umístěn uvnitř pece a jeho výška je kontinuálně vyhodnocována [7].





Obr. 14 Konstrukční uspořádání aparatury TMA [7]

## 2.9 Dynamicko – mechanická analýza (DMA)

DMA je podobná TMA v tom, že je měřeno zvětšení či zmenšení vzorku jako funkce teploty při použitím oscilujícím zatížení [14]. DMA metoda je schopná charakterizovat a interpretovat mechanické chování materiálu a je založena na sledování viskoelastické odezvy materiálu podrobeného malému oscilačnímu napětí. Metoda odděluje viskoelastickou odezvu materiálu na dvě komponenty modulu ( $E^*$ ): reálná část, která reprezentuje elastický modul ( $E'$ ) a imaginární část, která představuje útlumovou nebo viskozitní složku ( $E''$ ).

Celkový tzv. komplexní modul je  $E^* = E' + iE''$ . Tato separace měření do dvou komponent popisuje dva nezávislé procesy uvnitř materiálu: elasticitu, což je vratná složka a viskozitu, což je ztrátová nebo-li disipační energie a to je základní princip DMA [1].

### *Přístrojové vybavení*

Základem DMA přístroje jsou dvě vyvážená rovnoběžná ramena, uložená na speciálních čepech, umístěných blízko středu ramen. Čepy jsou vysoce přesné torzní pružiny. Mezi ramena se do speciálního držáku upíná vzorek, který vytváří rezonanční systém. Rezonančním systémem je myšlena rezonanční frekvence závislá na modulu a geometrii vzorku. Celé zařízení je umístěno v termostatickém prostředí, které umožňuje jak izotermní měření tak měření při změně teploty, obvykle od  $-150$  do  $500$  °C. Deformace vzorku je způsobena dvěma protichůdnými momenty stejné velikosti, které působí na protilehlé konce vzorku upnutého do svorek [1].

### 3 VYUŽITÍ A APLIKACE METOD TERMICKÉ ANALÝZY

#### 1. Oblast analytické chemie:

- Automatická vážková analýza
- Výzkum nových sloučenin pro vážkovou analýzu
- Sledování tepelného chování sloučenin v různých atmosférách
- Sledování čistoty a stability sloučenin s použitím standardů
- Systematické studium vlastností preparovaných sloučenin
- Studium dehydratačních a rozkladných reakcí, rozpouštění, nových separačních metod
- Analýza tuhých látek a minerálů

#### 2. Oblast anorganické chemie – chemikálie, minerály, keramika, kovy, slitiny, slinuté karbidy, skla, katalyzátory, stavebniny apod.

- Studium chemických procesů, metalurgických reakcí, reakční kinetiky, čistoty
- Studium stability a rozkladných reakcí, reakčních a měrných tepel, krystalizace a vzniku fází, magnetických změn

#### 3. Oblast organické chemie – léčiva, plastické hmoty, výbušniny, saponáty, barvy, textilie, paliva, celulóza, polymery apod.

- Studium stability, polymeračních reakcí, katalytické aktivity, čistoty, oxidační stability, rozpouštění
- Studium hydratace a dehydratace, tání a sublimace, reakčních měrných tepel
- Identifikace [4].

Mimo tyto tři zmíněné aplikace je možné uvést aplikace, které jsou specializované hlavně například na chemii uhlí, explozivních látek, cementu a keramických materiálů, metalurgii [2].

### Ověřování jakosti polymerů s použitím termické analýzy

Termoanalytické metody mají jako analytický nástroj již dlouhou tradici. Obzvláště ve výzkumu a výrobě polymerů jsou termické analyzátoři používány stále více. Vytvářejí pojitko mezi rozdílnými fyzikálními zkušebními metodami, jako jsou trhací zkoušky nebo MFI testy, a analytickými nástroji jako FTIR spektrofotometrie. DSC a TG pokrývají přibližně 80 % aplikací analýz polymerů. Jsou to metody jednoduché a dobře automatizovatelné.

- Diferenciální skenovací kalorimetrie (DSC) se stala nejpoužívanější termickou metodou charakterizace polymerů. Základem je závislost mezi termickými vlastnostmi a molekulární strukturou polymeru, jeho morfolofií a požadavky na jeho výrobu. Toto ukazuje například na druh krystalické struktury, teplotu tání nebo skelného přechodu nebo oxidační stabilitu. Další aplikací DSC je identifikace polymerních složek ve směsi. Existuje ještě řada dalších možných použití DSC - určování oxidační stability (OIT), speciálně pro PE nebo PP, zpracování pryskyřic nebo pryží, výpočet měrné tepelné kapacity  $C_p$ , analýza stárnutí polymerů, určování teploty skelného přechodu  $T_g$ .
- Termogravimetrie (TG) určuje složení polymerních směsí, obsah pomocných výrobních látek, jako jsou vosky, rozpouštědla nebo aditiva, samotných polymerních složek, organických a anorganických plniv. Používá se hlavně v gumárenském průmyslu [15].
- Dynamicko – mechanickou analýzou (DMA), můžeme charakterizovat polymerní materiál závislostí modulu a útlumu nebo-li ztrátového úhlu na teplotě popřípadě na čase. Tím poskytuje základní údaje o mechanických vlastnostech, které mají přímý vztah ke zpracování a především ke zpracovatelnosti a použitelnosti výrobku. Metoda DMA je citlivá na posuzování sekundárních přechodů v polymerech. Lze ji také použít k určení: teploty skelného přechodu, bodu měknutí a tání, mechanických ztrát v materiálu (charakterizuje jeho tlumící schopnost), tečení metodou píku (postupná změna rozměrů materiálu při zatížení), stupeň krystalizace, míra orientace, bod nesítní, dlouhodobou teplotní stabilitu (stárnutí materiálu) [1].

### Aplikace TMA a DTA v elektrotechnologické diagnostice

- TMA - Hlavním Přínosem této analýzy pro elektrotechnologickou diagnostiku je studium chování polymerních materiálů. Polymery v dnešní době hrají při výrobě elektrických strojů podstatnou roli. TMA se stala pro elektrotechnologickou diagnostiku nezastupitelnou metodou. TMA nachází využití hlavně při diagnostice stavu dvou či tříslučkových kompozitních materiálů, plášťů kabelů, konstrukčních prvků strojů a to jak ve fázi jejich výroby, tak i při provozu [7].
- DTA - Patří mezi nejstarší termické analýzy. V době je postupně vytlačována Diferenční skenovací kalorimetrií (DSC), která je v mnohých ohledech „vylepšenou verzí DTA“. Z tohoto důvodu je oblast využití obou metod velmi podobná. Aplikaci DTA při diagnostice materiálů, můžeme využít při identifikaci fázových přechodů, určování teploty fázových přechodů (tavení, skelný přechod, krystalizace...), určování teploty tepelného rozkladu a dehydratace, optimalizaci vytvrzovacího režimu epoxidových pojiv (či jiných teplem tvrditelných polymerů), analýze tepelné historie vzorků, analýze oxidační stability, sledování technologické kázně při zpracování izolantů, určování sklonu životnostních charakteristik... [6].

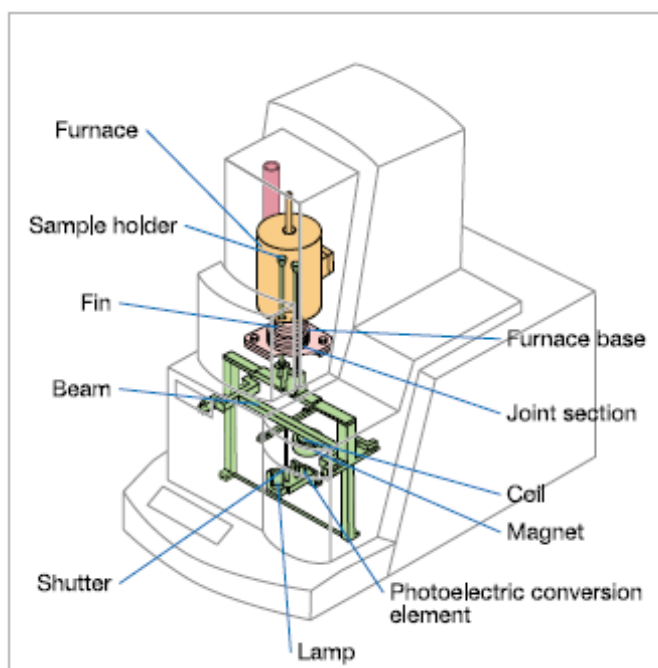
## **II. PRAKTICKÁ ČÁST**

## 4 PŘÍSTROJ

Všechny vzorky byly testovány na přístroji DTG 60 – SHIMADZU viz.obrázek 16. Měřicí přístroj pro termickou analýzu je simultánní DTA – TG.



Obr. 15 Přístroj DTG 60 – SHIMADZU



Obr. 16 Složení přístroje DTG 60 – SHIMADZU

*Furnace – pec, sample holder – držák vzorku, Fin – žebro, Beam – paprsek, Shutter – clona (klapka), Lamp – lampa, Photoelectric conversion element - fotoelektrický snímač, Magnet – magnet, Coil – cívka, Point section – bodová část, Furnace base – pec*

Teplotní rozsah měření – od laboratorní teploty do 1100°C

citlivost vah 0,001 mg

měřicí rozsah +/- 500mg což je +/- 1%

DTA – detektor – termočlánek – Pt + 10% Pt/Rh

měřicí rozsah +/- 1 až 1000  $\mu V$

atmosféra - vzduch

- inertní plyn N<sub>2</sub>

- může být statická nebo dynamická od 30 – 50 ml/min



## 5 MĚŘENÉ MATERIÁLY

Testovala jsem čtyři vzorky, z oblasti potravin, plastů a farmacie.

### 5.1 Čokoláda



Obr. 17 Obrázek výrobku

- Výrobek – Milka, mléčná čokoláda z alpského mléka s mléčnou náplní (45%).
- Výrobce – Německo: Kraft foods CR s.r.o.
- Složení – rostlinný tuk, kakaové máslo, sušená syrovátka, sušené odstředěné mléko, kakaová hmota, laktóza, mléčný tuk, sušená smetana (2,5%), lísko-oříšková pasta, emulgátor, aroma.

Cíl experimentu: Teplotní chování tání čokolády.

Detail experimentu a podmínky měření: Vzorek byl nastrouhán, umístěn do hliníkové pánvičky a měřen od 23°C do 60°C ve statické atmosféře vzduchu, rychlost ohřevu byla 10°C/min.

## 5.2 Gumoví medvídci



Obr. 18 Obrázek výrobku

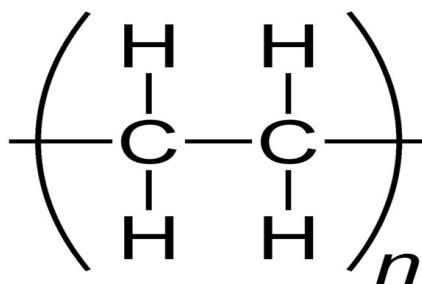
- Výrobek – JOJO Medvídci
- Výrobce – Nestlé Česko s.r.o.
- Složení – želé s ovocnými příchutěmi a vitamínem C: glukózový sirup, cukr, želatina, kyseliny (vinná, jablečná, citrónová), jablečná šťáva (1%), lešticí směs (rostlinný olej, lešticí látka ), aroma (citrónové, pomerančové, jahodové, jablečné), vitamín C, barviva ( chinolinová žluť, červeň allura AC, brilantní modř FCF), může obsahovat stopy mléka

Cíl experimentu: Optimalizace podmínek skladování potraviny.

Detail experimentu a podmínky měření: Použit červený medvídek, z kterého byl vyříznut vzorek kulovitého tvaru o průměru 5 mm, umístěn do hliníkové pánvičky a měřen od 40°C do 600°C ve statické atmosféře vzduchu, rychlost ohřevu byla 10°C/min.

## 5.3 Polyethylen

Je termoplast, který vzniká polymerací ethenu. Při výrobě lze využít vstřikování a vytlačování. Vyrábí se z něj nejrůznější hračky, sáčky (mikroten) a elektrotechnická izolace. Polyethylen je v současnosti nejpoužívanějším polymerem na světě.



Obr. 19 Vzorec polyethylenu

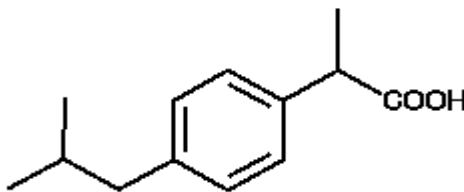
- Vzorek – nízkohustotní polyethylen

Cíl experimentu: Analýza složení – zjištění o jaký druh polyethylenu jde.

Detail experimentu a podmínky měření: Vzorek byl kulovitěho tvaru, umístěn do hliníkové pánvičky a měřen ve atmosféře nitrogenu 50ml/min, rychlost ohřevu byla 10K/min a rozsah měření byl od 40°C do 600°C.

## 5.4 Ibuprofen

Je léčivo ze skupiny nesteroidních antirevmatik, které se používá na tlumení bolestí, zánětů a horeček. Existuje ve formě tablet, sirupů a léků pro lokální podání (krémy, gely). Tablety v síle do 400 mg se dají zakoupit v lékárně i bez lékařského předpisu. Prodává se pod různými komerčními názvy, např. Apo-Ibuprofen, Brufen, Dolgit, Ibalgin, Ibumax, Nurofen.



Obr. 20 Struktura ibuprofenu



Obr. 21 Obrázek výrobku

- Výrobek – Ibalgin 400, obsah Ibuprofenu v 1 potahované tabletě je 400mg
- Výrobce – Zentiva, a.s., Praha, ČR
- Složení – Ibuprofenum 400mg v 1 potahované tabletě, kukuřičný škrob, předželatinový kukuřičný škrob, sodná sůl karboxymethylškrobu, kyselina stearová, mastek, koloidní bezvodý oxid křemičitý, hypromelóza 2910/3, makrogol 6000, oxid titaničitý, erythrosin, simetikonová emulze SE 4,

Cíl experimentu: Cílem bylo zjistit o jaký typ izomeru ibuprofenu se jedná.

Detail experimentu a podmínky měření: Vzorek byl nadrcen, umístěn do hliníkové pánvičky a měřen v dynamické atmosféře nitrogenu 50ml/min, rychlost ohřevu byla 10°C/min, rozsah měření byl od 30°C do 110°C.

## 6 VÝSLEDKY A DISKUZE

Měřené vzorky byly z oblasti potravinářského, farmaceutického a chemického průmyslu a zároveň příklady aplikace termické analýzy v materiálovém inženýrství. Jednotlivé grafy měřených materiálů jsou uvedeny v příloze.

Čokoláda – Naměřená teplota tání vzorku byla 33,28°C (viz příloha) a je shodná s hodnotami uvedenými ve firemní literatuře Mettler Toledo [16].

Gumoví medvídci jsou ideálním produktem, kterými můžeme demonstrovat potenciální aplikace termické analýzy v potravinářském průmyslu. Mezi jejich datem výroby a spotřebou jsou gumoví medvídci vystaveni různým podmínkám např. rozdílným teplotám, mechanickému napětí a jiným vlivům. Tyto měnící se podmínky mohou být simulovány užitím termické analýzy a vlastnosti produktu určeny z naměřených výsledků. Z hlediska složení obsahují hlavně želatinu, bílkovinné produkty, cukr, hroznový cukr, potravinářská barviva, obsah uhlohydrátů může být až 78% hmotnosti. Původní materiál, z kterého se gumoví medvídci vyrábí obsahují různé ingredience a během změny teploty se mění jejich chuť. Z DTA křivky je patrný endotermní pík při  $(126 \pm 2)^\circ\text{C}$ , který souvisí s uvolněním vody, což je též patrné z TG záznamu úbytkem hmotnosti 1,3 % v rozmezí teplot od 60°C do 230°C. Rozklad materiálu probíhal ve dvou krocích [17], při 113°C začíná první váhový úbytek materiálu, druhý váhový úbytek 87,2 %, který je viditelný na TG křivce v rozmezí 230°C až 600°C.

Polyethylen – Z DTA křivky je patrný endotermní pík 106°C, což je teplota tání polyethylenu. Další exotermní píky souvisejí s pyrolízou polyethylenu. Tyto hodnoty jsou porovnatelné s teplotou tání nízkohustotního PE, která je 108,8°C a vysokohustotního PE je 139°C [18]. Z toho vyplývá, že náš měřený vzorek je nízkohustotní polyethylen. Rozklad polymeru zaznamenaný na TG křivce začíná při 340°C a v rozmezí teplot 340 až 540°C dochází k jeho celkové degradaci a úbytek hmotnosti je 98,9%, 1,2% je reziduum (uhlík). Cílem byla analýza složení, která pomocí TGA techniky je rychlá, přesná a dává nám kvalitativní informace, které charakterizují přítomnost polyethylenu [17].

Ibuprofen – Se vyskytuje ve dvou izomerních formách. Izomery jsou substance se stejným chemickým složením, ale různou strukturou. Enantiomery jsou izomery a vykazující optickou aktivitu, jestliže (+) a (-) enantiomery jsou přítomny ve stejném poměru v krystalu, pak se nazývají racemáty a čisté enantiomery mají různou krystalovou strukturu, rozdílnou rozpustnost a teplotu tání. Cílem bylo zjistit o jaký typ izomeru se jedná. Z experimentu jsme zjistili, že se jedná o racemát, teplota endotermního píku z DTA měření je 76°C (viz příloha). Teplota tání enantiomeru je 50,4 °C [19].

## ZÁVĚR

Metody termické analýzy se uplatňují při studiu fyzikálních i chemických vlastností látek a pomocí těchto metod dokážeme popsat chování látek během teplotních změn.

Bakalářská práce se skládá z teoretické a praktické části. V teoretické části byly shrnuty principy základních metod termické analýzy.

V experimentální části byl popsán přístroj pro termickou analýzu DTG 60 – SHIMADZU, na kterém byly měřeny různé vzorky z různých oborů materiálového inženýrství, např. potravin, plastů a farmacie. Z měření byly zjištěny některé důležité fyzikální a chemické vlastnosti těchto materiálů.

**SEZNAM POUŽITÉ LITERATURY**

- [1] VANÍČEK, J., Metody termické analýzy, katedra textilních materiálů, TF, TÚ Liberec 2007, <http://www.ft.vslib.cz> (25.11.2007)
- [2] BLAŽEK, A., Termická analýza, Vydavatelství Praha, SNTL, 1972
- [3] WENDERLICH, B., H.BAUR, B., Heat Capacities of linear High Polymers
- [4] VYAZOVKIN: Model-free Kinetics in Comparison with Traditional Kinetics, Center of Thermal analysis, University of Utah
- [5] Termická analýza, <http://www.chemlink.cz> (20.1.2008)
- [6] Diferenční termická analýza a její využití v elektrotechnologické diagnostice. Elektrovue ISSN 1213 – 1539, 2008, <http://www.elektrovue.cz> (18.2.2008)
- [7] Teoretické a praktické aspekty termomechanické analýzy. Elektrovue ISSN 1213 – 1539, <http://www.elektrovue.cz> (18.4.2008)
- [8] Hutnická analytika, Termická analýza, <http://www.fmfi10.vsb.cz> (15.12.2007)
- [9] LITOŠ, J., Experimentální metody, <http://ecentrum.fsv.cvut.cz> (15.12.2007)
- [10] Termická analýzy – teorie, <http://www.vscht.cz/met/stranky/vyuka/labcv/labor> (15.12.2007)
- [11] ROSICKÝ, J., Termická analýza. UK, Praha 1989
- [12] ZÝKA, J., Analytická příručka, díl I. SNTL, Nakladatelství technické literatury, Praha 1979
- [13] LOSOS, Z., Ústav věd o Zemi, Přírodovědecká fakulta, MU Brno: ÚLOHA 8. Termická analýza, <http://www.sci.muni.cz>, (20.1.2008)
- [14] ERICKSON, B. E., The Many Faces of Thermal Analysis, Analytical Chemistry News & Features, October 1, 1999; p. 689A-692A
- [15] Ověřování jakosti polymerů a použitím termické analýzy 2008, [http://www.chemagazi.cz/Texty1CHXIII\\_1\\_cl7.pdf](http://www.chemagazi.cz/Texty1CHXIII_1_cl7.pdf)
- [16] Mettler Toledo, Collected application TA. Food
- [17] WAGNER, M., Thermal characterization of food products, Mettler Toledo UserCom 2/2006



- [18] Mettler Toledo, Collected application TA. Thermoplastic
- [19] Mettler Toledo, Collected application TA. Pharmaceutical

**SEZNAM POUŽITÝCH SYMBOLŮ A ZKRATEK**

$\Delta H$	Změna entalpie
$\Delta S$	Změna entropie
T	Absolutní teplota
TA	Termická analýza
TG	Termogravimetrie
DTG	Derivační termogravimetrie
DTA	Diferenční termická analýza
DSC	Diferenční kompenzační kalorimetrie
TD	Termodilatometrická analýza
STA	Simultální termická analýza
TMA	Termická mechanická analýza
DMA	Dynamicko – mechanická analýza
$\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$	Šťavelan vápenatý
CO	Oxid uhelnatý
$\text{CaCO}_3$	Uhličitan vápenatý
CaO	Oxid vápenatý
$\text{CO}_2$	Oxid uhličitý
$\lambda$	Tepelná vodivost
$\text{Al}_2\text{O}_3$	Oxid hlinitý
MgO	Oxid hořečnatý
$\text{SiO}_2$	Oxid křemičitý
Tg	Teplota skelného přechodu

**SEZNAM OBRÁZKŮ**

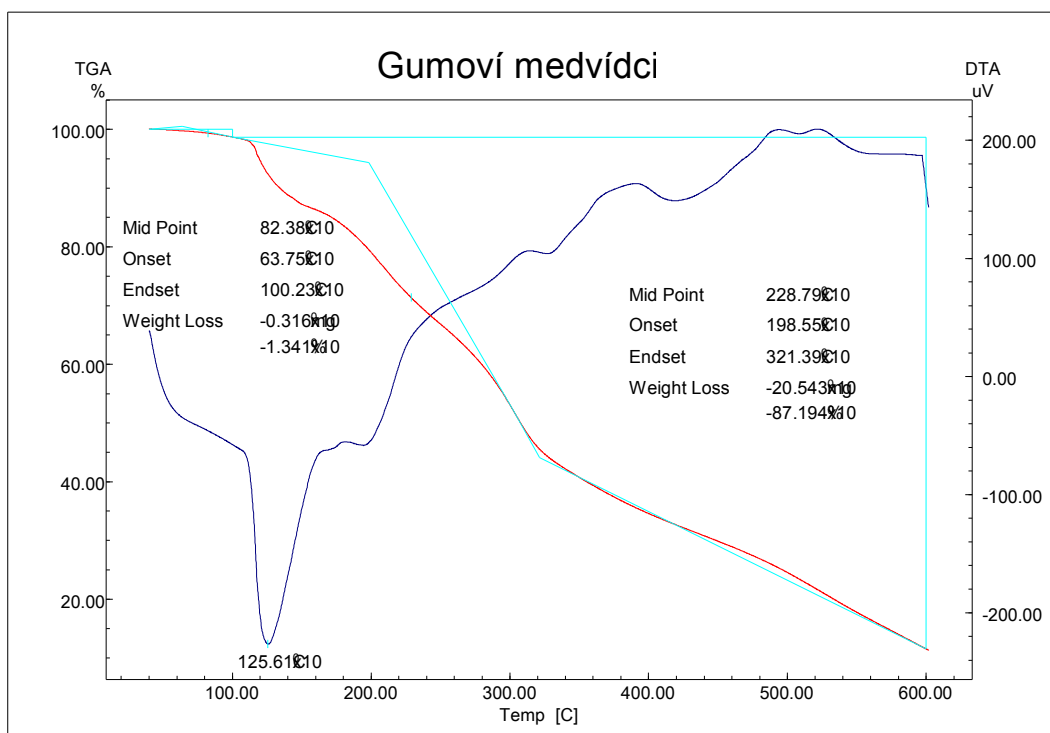
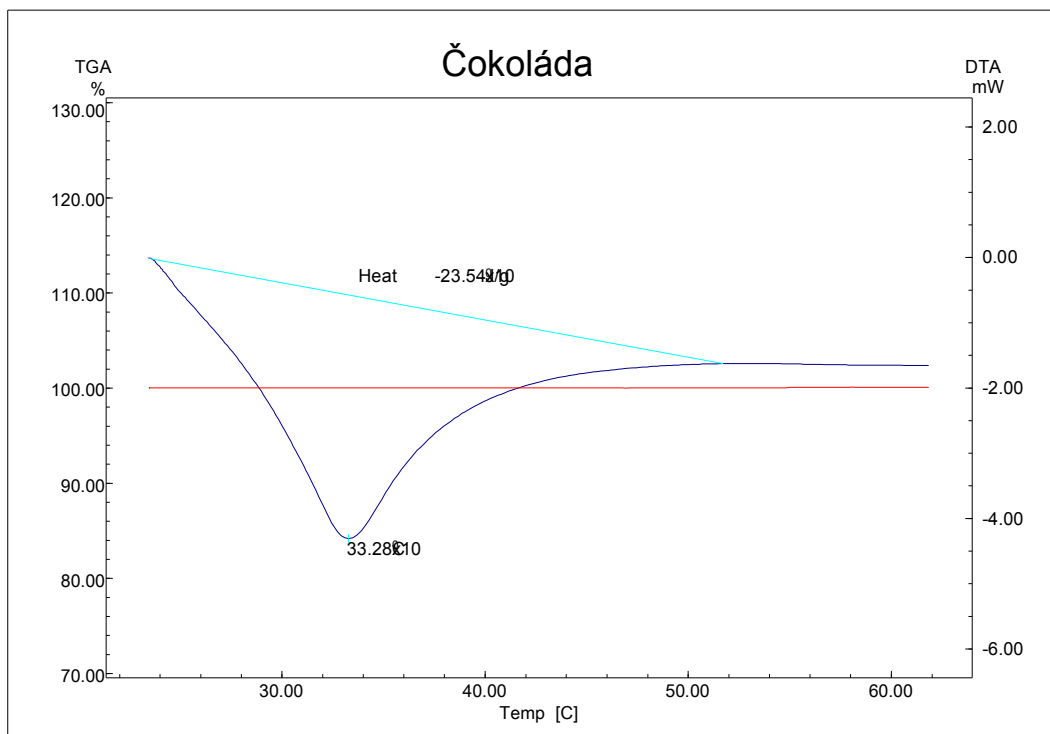
Obr. 1 Kelímky pro DTA a práškový vzorek připravený na.....	12
Obr. 2 a) Křivka TG, b) křivka derivační TG [9].....	14
Obr. 3 Rozklad monohydrátu šťavelanu vapanatého [8].....	15
Obr. 4 Popis zlomu na křivce TG.....	16
Obr. 5 Schéma termogravimetru. Označení: F – pec, S – vzorek [1].....	16
Obr. 6 a) Křivka přímého ohřevu, b) křivka DTA [5].....	18
Obr. 7 Modelová křivka u DTA (idealizovaná) [13].....	18
Obr. 8 Termoanalytická křivka [11].....	19
Obr. 9 Idealizovaná křivka DTA zobrazující základní typy změn vyskytujících se v.....	20
Obr. 10 Uspořádání měřící cely DTA: a) konvenční provedení,.....	20
Obr. 11 Příklady typů měřících sond pro TMA – a) expanzní, b) makroexpanzní, c) penetrační, d) hemisferické, e) pro tříbodový ohyb, f) tahové [7].....	22
Obr. 12 TMA křivka tepelné roztažnosti sklolaminátu tloušťky 1,5 mm, (přitažlivá síla 0,01N, rychlost ohřevu 2°C/min, makroexpanzní sonda) [7].....	23
Obr. 13 Vliv tepelného namáhání epoxidové pryskyřice na průběh její expanzní křivky [7].....	24
Obr. 14 Konstrukční uspořádání aparatury TMA [7].....	25
Obr. 15 Přístroj DTG 60 – SHIMADZU.....	31
Obr. 16 Složení přístroje DTG 60 – SHIMADZU.....	31
Obr. 17 Obrázek výrobku.....	33
Obr. 18 Obrázek výrobku.....	34
Obr. 19 Vzorec polyethylenu.....	35
Obr. 20 Struktura ibuprofenu.....	35
Obr. 21 Obrázek výrobku.....	36

## **SEZNAM PŘÍLOH**

Příloha P I: Čokoláda, Gumoví medvídci

Příloha P II: Polyethylen, Ibalgin

# PŘÍLOHA P I:



## PŘÍLOHA P II:

