

# Laboratorium

Przegląd Ogólnopolski

3-4/2013

## HYDROLAB

systemy uzdatniania wody

źródło wody w Twoim laboratorium



**HYDROLAB to:**

- projektowanie i produkcja laboratoryjnych systemów oczyszczania wody
- gwarancja jakości wody spełniającej wymogi PN-EN ISO 3696:1999, ASTM, CLSI, FP IX
- pełna dokumentacja kwalifikacyjna (IQ, OQ i PQ)
- montaż, rozruch oraz szkolenie
- profesjonalna obsługa serwisowa

[www.hydrolab.pl](http://www.hydrolab.pl)

DIAGNOSTYKA LABORATORYJNA

*Clostridium difficile*

LABORATORIUM PRZEMYSŁOWE

Autoklawizowany  
beton komórkowy

LABORATORIUM ŚRODOWISKOWE

Metody oznaczania boru

AUDYT

Instytut  
Techniki Budowlanej

# Metody analizy termicznej jako uniwersalne narzędzie w przemyśle

**STRESZCZENIE** | W 2009 roku w Akademii Górniczo-Hutniczej w Krakowie na Wydziale Inżynierii Materiałowej i Ceramiki rozpoczęło działalność Wydziałowe Laboratorium Badań Termofizycznych. Laboratorium wyposażone jest w nowoczesną, zaawansowaną aparaturę do analizy termicznej (TG, DTA-TG, DSC-TG, DIL, LFA), umożliwiającą wykonywanie pomiarów przy narzuconym reżimie temperaturowym oraz w określonej atmosferze gazowej. Pozwala to na dokonywanie charakterystyki badanych materiałów m.in. pod względem ich czystości, polimorfizmu, zmian strukturalnych, stabilności termicznej, procesu starzenia, własności termoplastycznych.

**SŁOWA KLUCZOWE** | analiza termiczna, badanie materiałów, właściwości termofizyczne i termochemiczne

**SUMMARY** | In 2009, at the Academy of Mining and Metallurgy in Krakow, Department of Materials Science and Ceramics Faculty, the Thermophysical Research Laboratory began its operations. The laboratory is equipped with modern and sophisticated equipment for thermal analysis (TG, DTA-TG, DSC-TG, DIL, LFA), allowing for measurements at imposed temperature regime and in particular gas atmosphere. This allows to obtain, among others, the characteristics of the tested materials in terms of purity, polymorphism, structural changes, thermal stability, the aging process, thermoplastic properties.

**KEY WORDS** | thermal analysis, testing of materials, thermophysical and thermochemical properties

dr inż. Magdalena Szumera,  
dr Grzegorz Grabowski,  
dr inż. Paweł Rutkowski

AKADEMIA GÓRNICZO-HUTNICZA IM. STANISŁAWA STASZICA W KRAKOWIE, WYDZIAŁ INŻYNIERII MATERIAŁOWEJ I CERAMIKI, KATEDRA CERAMIKI I MATERIAŁÓW OGNIOTRWAŁYCH

Wydziałowe Laboratorium Badań Termofizycznych WIMiC AGH posiada szeroką ofertę badań właściwości fizykochemicznych kierowaną do wszystkich gałęzi przemysłu i nauki. Zaliczyć do nich można takie właściwości, jak: ciepło właściwe, zmiana entalpii, zmiana masy, ciepło i temperatura przemian fazowych, rozszerzalność cieplna oraz przewodność czy dyfuzyjność cieplna.

Uzyskana w wyniku badań informacja na temat wybranych właściwości termofizycznych i termochemicznych ciał stałych oraz cieczy pełni bardzo ważną funkcję m.in. w optymalizacji procesów produkcyjnych. Pomiary przewodności cieplnej i dyfuzyjności cieplnej zarówno materiałów izolacyjnych, jak i wysoko przewodzących dostarczają podstawowych informacji niezbędnych do obliczeń inżynierskich przy projektowaniu na przykład elementów konstrukcyjnych oraz pozwalają na przeprowadzenie symulacji ich pracy w określonych warunkach. Możliwe pomiary metodami termicznymi pozwalają również na optymalizację procesów wytwarzania, takich jak: odlewanie, wtryskiwanie, spiekanie. Wszechstronność dostępnych w Laboratorium metod termoanalitycznych daje możliwość badania szerokiej grupy materiałów, począwszy od związków organicznych, a skończywszy na nieorganicznych, zarówno w stanie stałym, jak i ciekłym – w zależności od potrzeb badawczych i analitycznych.

Laboratorium zaopatrzone jest w wyspecjalizowaną aparaturę badawczą, m.in. firmy NETZSCH Analyzing and Testing. Instrumenty w Wydziałowym Laboratorium Badań Termofizycznych charakteryzują się wysoką czułością i z powodzeniem mogą być wykorzystywane do badań w kontroli towarowej, zapewniającej odpowiednią jakość produktu oraz optymalizację procesów wytwarzania.

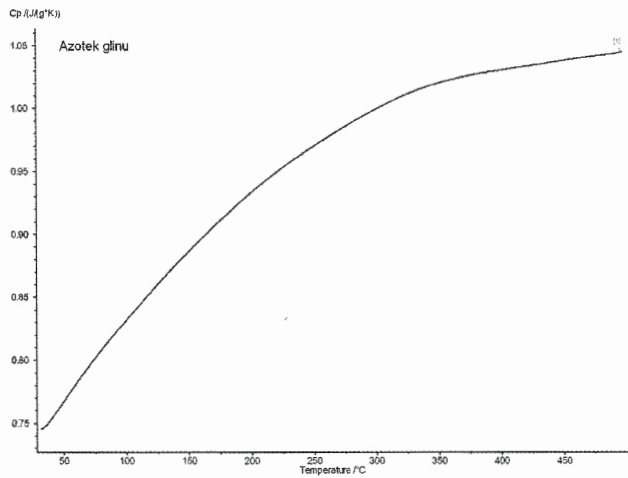
Działalność badawczo-rozwojowa, wiedza i wieloletnie doświadczenie pracowników Wydziałowego Laboratorium Badań

Termofizycznych oraz nowoczesne urządzenia laboratoryjne stanowią gwarancję wysokiej jakości prowadzonych badań.

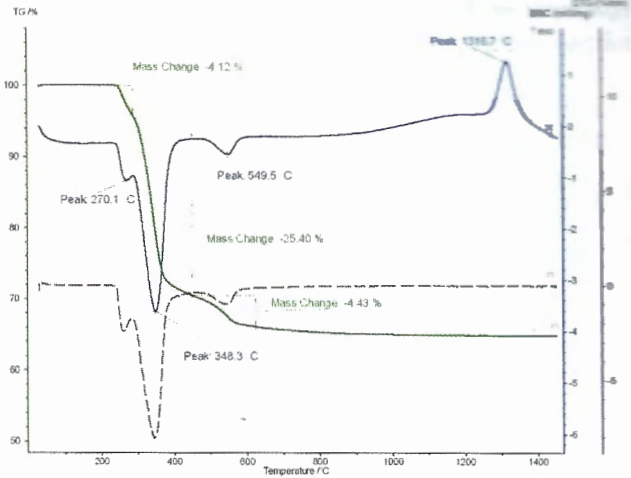
## ANALIZATOR TERMICZNY

Niezbędnym elementem aparatury jest analizator termiczny. W Laboratorium znajduje się analizator termiczny NETZSCH STA 449 F3. Jest to urządzenie, które zapewnia połączenie dwóch metod badawczych: termicznej analizy różnicowej (DTA) oraz termogravimetrii (TG) lub różnicowej kalorymetrii skaningowej (DSC) oraz termogravimetrii (TG). Instrument umożliwia wykonywanie pomiarów zmian masy próbki oraz towarzyszących im efektów cieplnych zachodzących w tych samych warunkach dla tej samej próbki. Taki sposób analizy zapewnia większą efektywność oraz umożliwia uzyskanie kompleksowej informacji dotyczącej charakterystyki cieplnej badanego materiału. Istnieje możliwość wykonywania pomiarów w zakresie temperaturowym od 25 do 1500°C (atmosfera statyczna, dynamiczna, obojętna, utleniająca, redukcyjna) oraz od 25 do 2000°C (atmosfera statyczna, dynamiczna, obojętna), w tygielkach wykonanych z tlenku glinu, platyny, aluminium oraz grafitu.

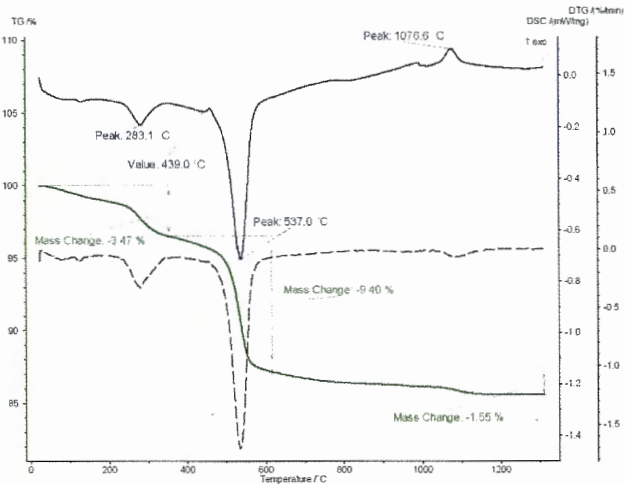
Możliwe zastosowania to: pomiary ciepła właściwego proszków oraz spieków (rys. 1), badanie ceramicznych tworzyw porowatych, badanie surowców oraz materiałów przemysłu ceramicznego, budowlanego, szklarskiego, metalurgicznego, odlewniczego i w innych branżach przemysłu (rys. 2, 3), wyznaczenie temperatur oraz ciepła reakcji chemicznych i przemian fazowych (rys. 4), badanie struktury w różnych temperaturach produktów powstających na przykład podczas degradacji termicznej materiałów ilastych czy ceramicznych, jak również zmian strukturalnych wszelkich materiałów amorficznych i krystalicznych, badanie procesów utwardzania spoiw mineralnych czy sieciowania materiałów polimerowych, opracowywanie mechanizmów ▷



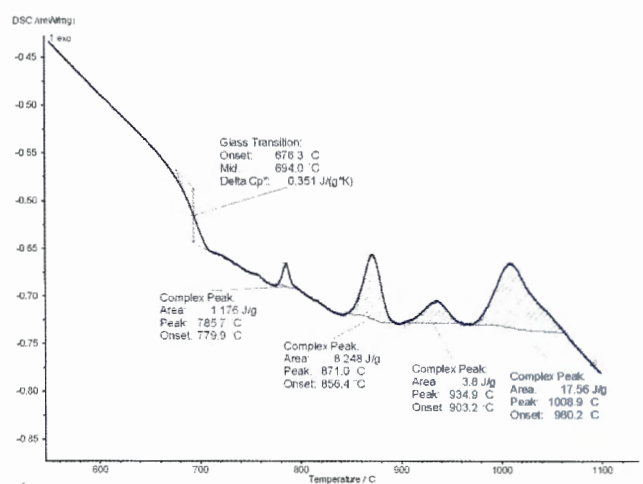
Rys. 1. Określenie ciepła właściwego azotku glinu. Warunki pomiarowe: zakres temperatury: 500°C, szybkość grzania: 10°C/min, atmosfera: azot, tygł: Pt



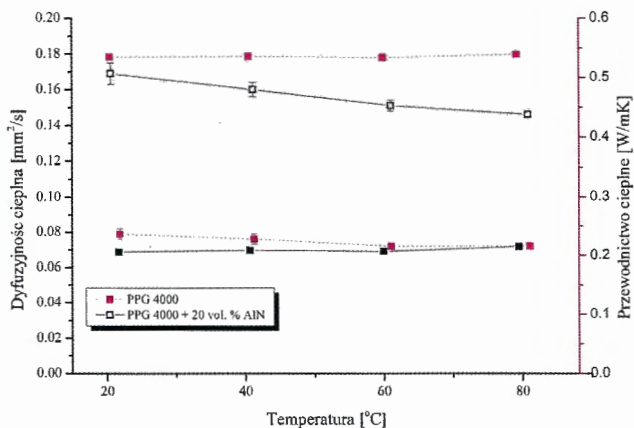
Rys. 2. Krzywe termiczne DSC-TG-DTG Al(OH)<sub>3</sub>. Warunki pomiarowe: zakres temperatury: 1450°C, szybkość grzania: 10°C/min, atmosfera: powietrze, tygł: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



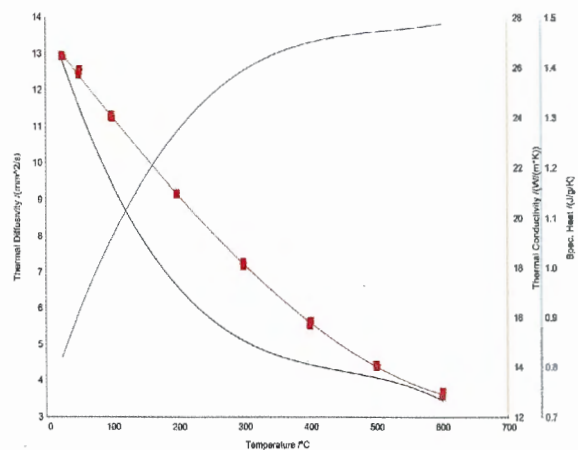
Rys. 3. Krzywe termiczne DSC-TG-DTG surowca przemysłowego ceramicznego boksytu. Warunki pomiarowe: zakres temperatury: 1300°C, szybkość grzania: 10°C/min, atmosfera: powietrze, tygł: Pt



Rys. 4. Krzywa termiczna DSC szkła krzemianowo-fosforanowego. Warunki pomiarowe: zakres temperatury: 1100°C, szybkość grzania: 10°C/min, atmosfera: azot, tygł: Pt



Rys. 5. Wynik pomiaru dyfuzyjności cieplnej dyspersji ceramicznej w poliglikolu PPG. Warunki pomiarowe: zakres temperatury: 80°C, szybkość grzania: 2°C/min, atmosfera: argon



Rys. 6. Pomiar dyfuzyjności cieplnej, ciepła właściwego oraz wyliczone na ich podstawie przewodnictwo kompozytu o osnowie węgla boru. Warunki pomiarowe: zakres temperatury: 600°C, szybkość grzania 10°C/min, atmosfera: argon

▷ sieciowania materiałów wiążących i opracowywanie mechanizmów degradacji termicznej różnego rodzaju materiałów.

### ‡ LASEROWA METODA IMPULSOWA

Laserowa metoda impulsowa pozwala na bezpośrednie i bardzo precyzyjne wyznaczenie dyfuzyjności cieplnej w zakresie 0,01-1000 mm<sup>2</sup>/s oraz pośrednie wyznaczenie przewodnictwa cieplnego ciał stałych, proszków oraz cieczy. Pomiarów mogą być wykonywane w zakresie temperaturowym nawet do 1900°C w atmosferze argonu. Istnieje możliwość wyznaczania ciepła właściwego badanych materiałów metodą porównawczą względem mierzonego wzorca. Laserowa metoda impulsowa w Wydziałowym Laboratorium wykonywana jest przez analizator NETZSCH LFA 427.

Zastosowanie analizatora:

- Wyznaczanie dyfuzyjności cieplnej/przewodnictwa cieplnego czystych metali, stopów metalicznych, materiałów hamulcowych, materiałów izolacyjnych dla elektroniki, materiałów ogniotrwałych, węglowych mat izolacyjnych, laminatów, polimerów, cieczy i dyspersji ceramicznych (rys. 5) czy zaawansowanych materiałów ceramicznych (rys. 6).
- Określanie przewodnictwa cieplnego jako parametru niezbędnego do symulacji komputerowej procesów obróbki skrawaniem.
- Dobór oraz kontrola jakości materiałów dla celów elektroniki.
- Projektowanie elementów dobrze odprowadzających ciepło w konstrukcji radarów o wysokiej mocy, projektowanie elementów izolacyjnych, materiałów

wielowarstwowych czy materiałów dla przemysłu lotniczego.

- Dobór oraz określenie warunków otrzymywania materiałów pracujących w układach o podwyższonej temperaturze.
- Dobór składu i parametrów procesu otrzymywania form odlewniczych.
- Kontrola jakości surowców produkcyjnych przy zachowaniu tych samych warunków otrzymywania.

### ‡ DYLATOMETR

Dylatometria stanowi technikę pozwalającą na wyznaczanie zmian wymiarów liniowych badanej próbki w funkcji temperatury lub czasu. Dostępna w Wydziałowym Laboratorium Badań Termofizycznych aparatura (dylatometr NETZSCH DIL 402C) umożliwia prowadzenie pomiarów w zakresie temperaturowym do 1600°C, ze stałą lub zmienną prędkością przyrostu temperatury, w określonych atmosferach gazowych (statyczna, dynamiczna, obojętna, utleniająca, redukcyjna). Urządzenie pozwala na wykonywanie pomiarów zarówno materiałów litych, jak i surowych (sprasowanych proszków) przy wymiarze nieprzekraczającym 25 mm.

Możliwe zastosowania:

- Wyznaczenie współczynnika rozszerzalności cieplnej badanych materiałów, który między innymi pozwala na wyznaczanie zmian gęstości materiałów w funkcji temperatury, jak również może być wykorzystany do projektowania tworzyw kompozytowych, doboru materiałów do pokryć wielowarstwowych, projektowania wyłożyń pieców przemysłowych oraz jako parametr niezbędny do prowadzenia symula-

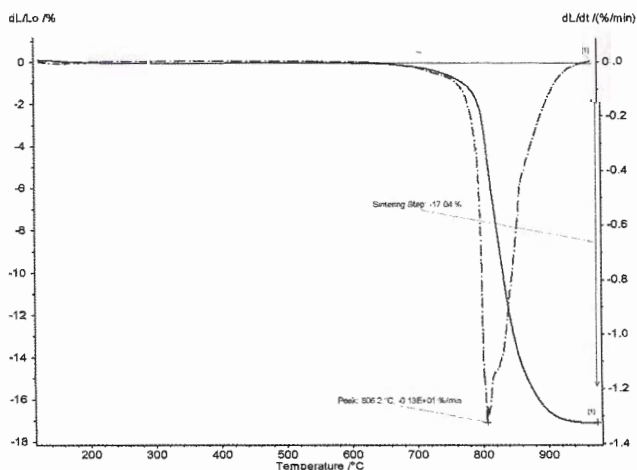
cji numerycznych różnych procesów technologicznych oraz symulacji naprężeń wytworzonych w materiałach kompozytowych o zadanej geometrii (rys. 7 i 8).

- Wyznaczenie temperatur topnienia, mięknięcia czy przemian polimorficznych badanych materiałów.
- Określenie stopnia i szybkości zagęszczenia materiału (skurcz), jak i temperatur początku i końca procesu spiekania. Tego typu informacja pozwala na dobór lub ewentualną korektę warunków procesów produkcyjnych prowadzących do otrzymywania polikryształów (spieków) różnych materiałów oraz ich kompozytów.
- Symulacja skomplikowanych programów temperaturowych procesów technologicznych.

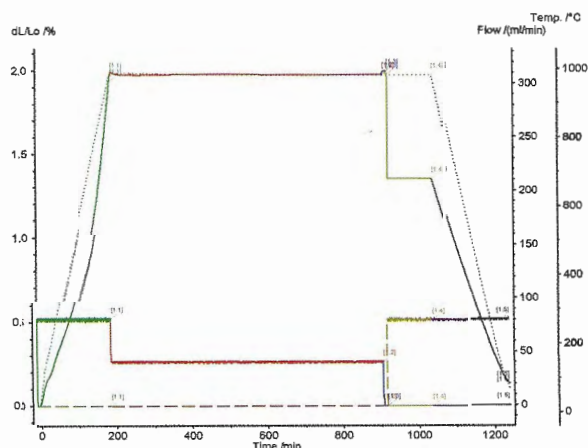
### ‡ PODSUMOWANIE

Pracownicy Wydziałowego Laboratorium Badań Termofizycznych Wydziału Inżynierii Materiałowej i Ceramiki AGH cechują się doświadczeniem oraz obszerną wiedzą z zakresu analizy termicznej i możliwości jej wykorzystania w badaniu materiałów zarówno organicznych, jak i nieorganicznych. Laboratorium oferuje również wsparcie merytoryczne oraz możliwość wykonania pomiarów próbnych. Istnieje możliwość nawiązania współpracy z innymi jednostkami badawczymi zarówno ze środowiska nauki, jak i przemysłu.

Wychodząc naprzeciw Państwa oczekiwaniom, Wydziałowe Laboratorium Badań Termofizycznych posiada szeroką/bogatą ofertę pomiarową i wykwalifikowaną kadrę naukową w zakresie analizy termicznej. □



Rys. 7. Krzywa dylatometryczna. Wyznaczanie temperatury i skurczu podczas spiekania



Rys. 8. Symulacja procesu technologicznego. Różne prędkości ogrzewania i chłodzenia oraz zmienna atmosfera w różnych częściach procesu