

Термический анализ двухкомпонентных систем

Гарина Ольга
Аксенова Светлана
Криворучко Мария

24 февраля 2021 г.

Цель работы: экспериментальное исследование двухкомпонентной системы с применением метода дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК).

Оборудование и материалы:

1. Кристаллические соли KNO_3 и $NaNO_3$ и навески их смесей;
2. Алюминевые тигли с крышками;
3. Шпатели;
4. Аналитические весы;
5. ДСК термоанализатор NETZSCH DSC 3500 Sirius.

ДСК термоанализатор NETZSCH DSC 3500 Sirius. Дифференциальная сканирующая калориметрия теплового потока (ДСК) – метод, в котором измеряется разность тепловых потоков к исследуемому образцу и к инертному эталону (рис.1) , в то время как они подвергаются одинаковой температурной программе в одной печи.

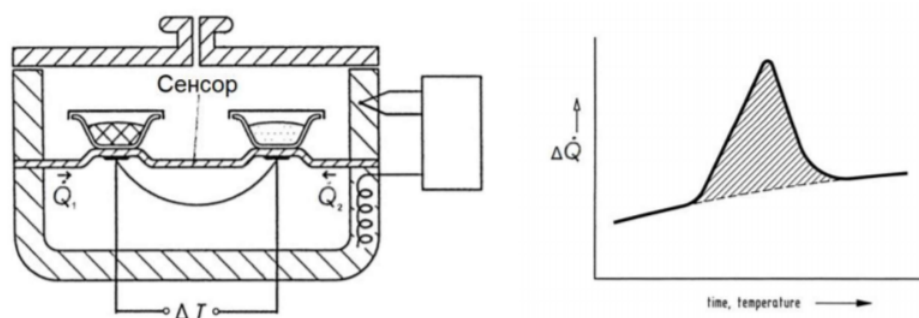


Рисунок 1 – а) – схема измерительной ячейки в ДСК, б) изменение теплового потока в ходе исследуемого процесса

С использованием метода ДСК возможно получение информации о температурах начала и окончания различных процессов (фазовые переходы, химические реакции), их тепловых эффектов, а также измерения теплоемкости веществ при постоянном давлении. Для вычисления теплового эффекта интегрируют площадь под кривой теплового эффекта (рис.1 б).

1 Ход работы

1. Для выполнения работы используем смесь нитратов калия и натрия с таким соотношением как: KNO_3 - 0,252 г, $NaNO_3$ - 0,2478 г. Смесь - 3,4 г.
2. Навеска взвешивается на аналитических весах, помещается в предварительно взвешенный алюминиевый тигель. Далее он закрывается, его запрессовывают и проделывают небольшое отверстие в крышке для выравнивания давления.
3. Помещаем тигель с образцом в печь ДСК термоанализатора на позицию для исследуемого образца.
4. На позицию для эталона помещают пустой алюминиевый тигель с крышкой, который будет играть роль образца сравнения.



Рисунок 2 – ДСК термоанализатор NETZSCH DSC 3500 Sirius

5. Проводим эксперимент по нагреву образца от комнатной температуры до 400 С со скоростью 5 К/мин и затем охлаждаем образец до комнатной температуры (допустимо ограничиться охлаждением образца до 100 С).
6. Результаты эксперимента в виде файла копируем с компьютера ДСК.

2 Обработка результатов:

$$\nu_{NaNO_3} = 0,00291 \text{ моль}$$

$$\nu_{KNO_3} = 0,002495 \text{ моль}$$

$$\phi_{NaNO_3} = 0,538$$

$$\phi_{KNO_3} = 0,461$$

Температура начала кристаллизации – 223,5 С. По полученным данным были посчитаны следующие площади под кривыми.

$$\Delta H_1 = -22,93 \text{ Дж/г}$$

$$\Delta H_2 = -145 \text{ Дж/г}$$

$$\Delta H_3 = 111,1 \text{ Дж/г}$$

Молярная масса смеси

$$M = 92,291 \text{ г/моль}$$

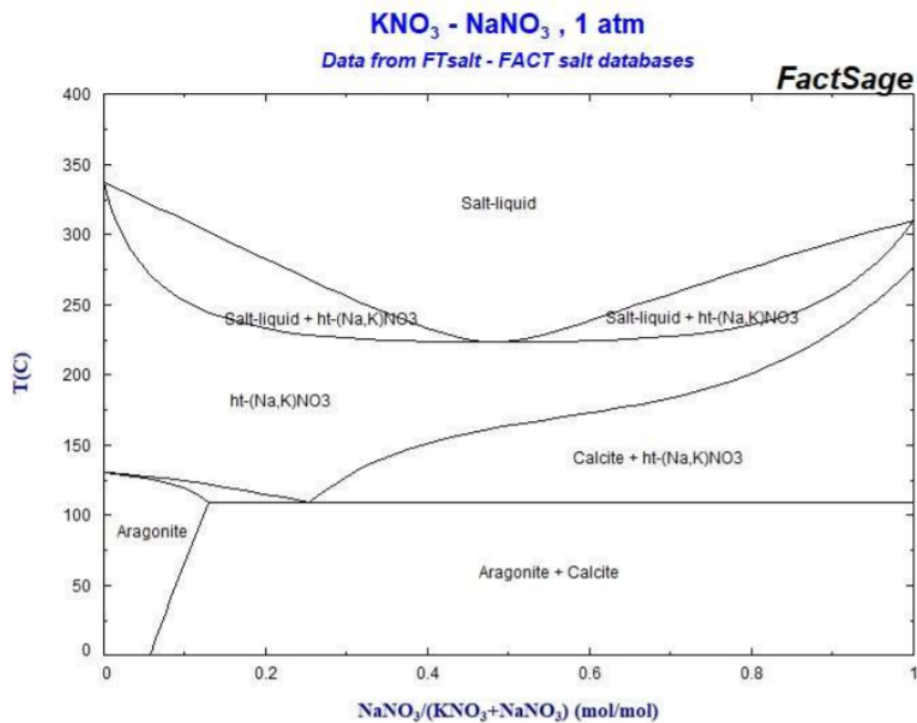


Рисунок 3 – Экспериментальная диаграмма плавкости для системы $\text{NaNO}_3 - \text{KNO}_3$ из базы данных FTsalt – FACT salt database.

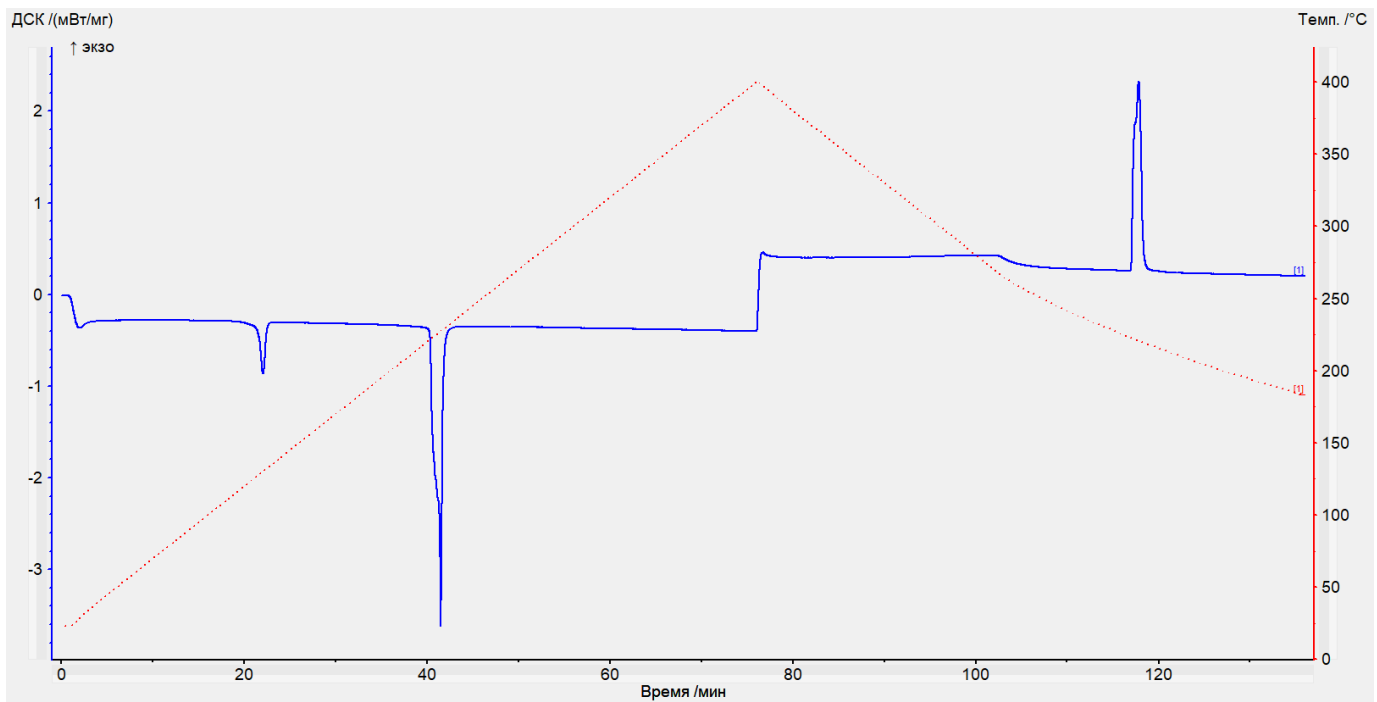


Рисунок 4 – Полученные кривые

Тогда пересчитаем энтальпию

$$\Delta H_1 = -2,12 \text{ кДж/моль}$$

$$\Delta H_2 = -13,38 \text{ кДж/моль}$$

$$\Delta H_3 = 10,2 \text{ кДж/моль}$$

3 Вывод:

В ходе эксперимента удалось получить энтальпии плавления и кристаллизации смеси солей нитратов калия и натрия в соотношении 1:1, что, согласно рисунку 3, близко к точке эвтектики.

4 Литература

1. Лабораторный практикум по химической физике