

О. Г. Дрючко, Н. В. Бунякіна, Б. Р. Боряк, Р. В. Захарченко, Л. П. Давиденко

Національний університет «Полтавська політехніка імені Юрія Кондратюка», Полтава, Україна

ТЕРМОАНАЛІТИЧНИЙ КОМПЛЕКС ДЛЯ ОХАРАКТЕРИЗУВАННЯ Й ІДЕНТИФІКАЦІЇ РЕЧОВИН МЕТОДОМ ДИФЕРЕНЦІЙНО-ТЕРМІЧНОГО АНАЛІЗУ ТА ЙОГО МОЖЛИВІ ДЕЯКІ СФЕРИ ЗАСТОСУВАННЯ

Анотація. Розроблено простий багатоцільовий термоаналітичний комплекс з комбінованим диференційно-термічним методом дослідження для ідентифікації речовин за температурами фазових перетворень (плавлення, кипіння, кристалізації, поліморфних переходів), термічного розкладання; вивчення природи і температурних меж протікання низки теплових ефектів – ступінчастих; близько розташованим за температурним значенням; таких, які накладаються (зумовлені зміною просторової модифікації, дегідратації, розкладання та ін.); функціональних залежностей фізичних властивостей речовин; якісного, а в деяких випадках і кількісного аналізу механічних сумішей кількох речовин; вимірювання температур фазових переходів індивідуальних речовин і систем, побудови на їх основі діаграм стану; вивчення кінетичних та термодинамічних параметрів фазових і хімічних їх перетворень; визначення теплофізичних та інших властивостей речовин зі зміною температури тощо. В основу функціонування аналітичного засобу покладене використання диференціально-термічного методу дослідження зразка й індиферентної речовини. Він складається з легкорозбірних електричних печей із спеціальними тримачами та касетами для зразків і еталону, пристрою лінійного програмного регулювання температури з фазовим керуванням, планшетного двохкоординатного компенсаційного потенціометра для запису термограм досліджуваних зразків в координатах ΔT - T . Його робочий температурний інтервал визначається областю значень використання хромель-алюмелевих (ХА) перетворювачів, до 1300 °С. Високі метрологічні характеристики комплексу забезпечуються використанням ХА термопар у негативному зворотному зв'язку пристрою регулювання температури; рядом схемних і конструкторських рішень його реалізації; прецизійним керуванням подачею середньої теплової енергії у зону нагрівання програмним задаванням пропорційного з часом закону «розгортки» величини опорної напруги датчика. Залежно від цілей втілюваних завдань пристрій може бути використаний самостійно в локальних системах чи у комплексі засобів під час проведення термоаналітичних досліджень. Розробка може бути використана для фундаментальних наукових досліджень; у виробничих лабораторіях для проведення експрес-аналізу фазового складу вхідної сировини і готової продукції, її випробуваннях, тестуванні, оцінюванні надійності й визначенні ресурсу напрацювання; сертифікації; при встановленні функціональних зв'язків досліджуваних об'єктів; з'ясування умов синтезу і модифікації властивостей сучасних багато функціональних матеріалів різного призначення та інших аналогічних цілей.

Ключові слова: термо-аналітичний комплекс, диференційно-термічний метод дослідження, лінійне програмне регулювання температури, теплофізичні перетворення речовин, двокоординатний запис термограм ΔT - T .

Вступ

У роботі триває обговорення результатів комплексних досліджень, що проводяться авторами, спрямованих на вирішення фундаментальних завдань зі створення нових й удосконалення наявних технологій одержання досконалих однофазних оксидних матеріалів перехідних і рідкісноземельних елементів зі структурою перовскіта, граната із відтворюваними властивостями низькотемпературними методами «м'якої хімії» та з використанням нітратних прекурсорів. Ці сполуки є абсолютними лідерами як за масштабами їх використання, так і щодо уваги з боку дослідників [1–10]. Тому сучасне матеріалознавство на їх основі потребує технологічних регламентів простих за конфігурацією, мало-стадійних, енергоефективних, таких, що характеризуються масштабістю, з можливістю відтворення продуктів із заданими однорідністю, стабільністю, комплексом наперед заданих характеристик.

Існує багато методик синтезу вказаних оксидних багатокомпонентних матеріалів [2–11], заснованих на різних фізичних і хімічних принципах. Основними з них є:

- високотемпературний метод твердофазних хімічних реакцій;
- конденсаційні рідкофазні методи отримання нанорозмірних оксидних матеріалів засновані на:

– різних варіантах змішування вихідних компонентів (хімічного осадження (співосадження); золь - гель; гідротермальний; комплексонатної гомогенізації; заміни розчинника; синтез під дією мікрохвильового випромінювання);

– швидкому термічному розкладанні прекурсорів у розчині (розпилювальна сушка; швидкого розширення надкритичних флюїдних розчинів; кріохімічний);

– самозайманні (гліцин-нітратний; метод Пекіні; целюлозна (тканинна, паперова) технологія; піроліз полімерно-сольових плівок).

Вибір використання конкретного методу залежить від хімічної природи отримуваних сполук, розміру і морфологічних особливостей частинок продуктів синтезу, можливостей наявної лабораторної бази тощо. Ці методи використовують як незалежно один від одного, так і в комбінації.

Відомі широкі можливості хімічного дизайну нових матеріалів на основі шаруватих перовскітоподібних сполук, засновані на різних реакціях іонного обміну в їх структурі, процесах інтеркаляції, топіохімічної конденсації [12]. Вказані реакції можуть бути використані для отримання багатоперіодичних гомологів перовскітоподібних оксидів з менш стійких, метастабільних, структурних фрагментів та бути набором інструментів під час створення поліфункціональних матеріалів на їх основі.

Отримані з їх допомогою нові речовини з шаруватою структурою зберігають структурні особливості своїх перовскітоподібних попередників. При цьому велика варіативність їх складу і структури пояснює широкий спектр функціональних властивостей, притаманний таким матеріалам, та можливість застосування як мультиферроїків, високотемпературних напівпровідників, суперіонних провідників, діелектричної кераміки, надпровідників, каталізаторів, люмінофорів тощо.

Претендує на увагу нещодавно розроблена групою авторів нова низькотемпературна (350 °C) технологічна схема [13] отримання порошкових чистих та легованих лантаноїдвмісних складних оксидів (перовскітового і гранатового типу) шляхом об'єднання твердотільної реакції метатезису (спонтанного обміну атомними / іонними складовими між реагентами після короткого періоду ініціювання (використання, наприклад, мікрохвильового випромінювання, механічної, теплової активації) або реакції зсуву) та розплавленого нітрату лужного металу (чи суміші нітратів металів) як реакційного середовища. Запропонована двоетапна методологія є швидкою, простою і не передбачає використання будь-яких дорогих хімікатів. Це не потребує ні складного, ні дороговартісного обладнання, ні спеціальних запобіжних заходів. Наскільки нам відомо, це найнижча температура синтезу, яку коли-небудь повідомляли про однофазні перовскітові порошки. Метод також виявився корисним для одержання акцептор-легованих порошоків, що мають гарні характеристики спікання, а отже, перспективи використання під час виготовлення електродів, киснево-провідних електролітів для твердих оксидних паливних елементів, які демонструють майже чисту провідність іонів кисню при малому парціальному тиску кисню і високих температурах, відмінну термічну і хімічну стійкість при стандартних умовах експлуатації; керамічних мембран для розділення кисню та часткового окиснення вуглеводнів, газових датчиків та інше.

Нині сформульовані загальні принципи відносно розподілу катіонів за кристалографічними місцями структури досліджуваних оксидів та виявлені великі можливості ізоморфних заміщень. З'ясовуються способи керування параметрами функціональних матеріалів на їхній основі за рахунок вибору складу, умов синтезу і наступного оброблення. Процеси одержання цільового продукту проходять через низку стадій і супроводжуються утворенням проміжних фаз. Знання про їх склад, умови утворення й існування, властивості, особливості і закономірності перетворення дають можливість керувати такими процесами і проводити направлений синтез.

Накопичені нові знання про природу і механізми досліджуваних явищ, тенденції розвитку технічних засобів, розширення сфер використання сучасних оксидних РЗЕ-вмісних поліфункціональних матеріалів, підвищення вимог до їх стабільності і відтворення комплексу функціонально-технологічних характеристик, пошук напрямів удосконалення

технологій їх виготовлення і можливостей апаратного забезпечення зумовили продовження нашого дослідження з даної теми та розроблення прецизійних технічних засобів для з'ясування фундаментальних теплових перетворень досліджуваних об'єктів і їх можливої практичної реалізації.

Постановка завдання. Для успішної реалізації послідовної методології з вивчення теплових перетворень досліджуваних об'єктів необхідно:

- застосувати метод диференційно-термічного аналізу (як найбільш чутливий до характерних змін) для охарактеризування сумісної поведінки складових компонентів систем;
- розробити пристрій програмного формування лінійного закону зміни температури в робочій зоні нагрівання;
- з'ясувати характеристики запропонованого засобу та його технічні можливості;
- виявити особливості і закономірності у поведінці продуктів перероблення;
- інтерпретувати одержані результати;
- виявити впливаючі фактори і їх домінантність;
- одержані результати покласти в основу проведення запропонованого технологічного регламенту послідовного процесу перероблення.

Виклад основного матеріалу дослідження

Розроблено простий багатоцільовий термоаналітичний комплекс (рис. 1) з комбінованим диференційно-термічним методом дослідження для ідентифікації речовин за температурами фазових перетворень (плавлення, кипіння, кристалізації, поліморфних переходів), термічного розкладання; вивчення природи і температурних меж протікання низки теплових ефектів – ступінчастих; близько розташованим за температурним значенням; таких, які накладаються (зумовлені зміною просторової модифікації, дегідратації, розкладання та ін.); функціональних залежностей фізичних властивостей речовин; якісного, а в деяких випадках і кількісного аналізу механічних сумішей кількох речовин; вимірювання температур фазових переходів індивідуальних речовин і систем, побудови на їх основі діаграм стану; вивчення кінетичних та термодинамічних параметрів фазових і хімічних їх перетворень; визначення теплофізичних та інших властивостей речовин зі зміною температури тощо.

В основу функціонування аналітичного засобу покладене використання диференціально-термічного методу дослідження зразка й індіферентної речовини. Він складається з легкорозбірних електричних печей із спеціальними тримачами та касетами для зразків і еталону, пристрою лінійного програмного регулювання температури з фазовим керуванням, планшетного двохкоординатного компенсаційного потенціометра для запису термограм досліджуваних зразків в координатах ΔT - T . Його робочий температурний інтервал визначається областю значень використання хромель-алюмелевих (ХА) перетворювачів, до 1300 °C [14]. Високі метрологічні характеристики комплексу забезпечуються використанням ХА термопари у негативному зво-

ротному зв'язку пристрою регулювання температури; рядом схемних і конструкторських рішень його реалізації; прецизійним керуванням подачею середньої теплової енергії у зону нагрівання програмним задаванням пропорційного з часом закону

«розгортки» величини опорної напруги задатчика. Залежно від цілей втілюваних завдань пристрій може бути використаний самостійно в локальних системах чи у комплексі засобів під час проведення термо-аналітичних досліджень.

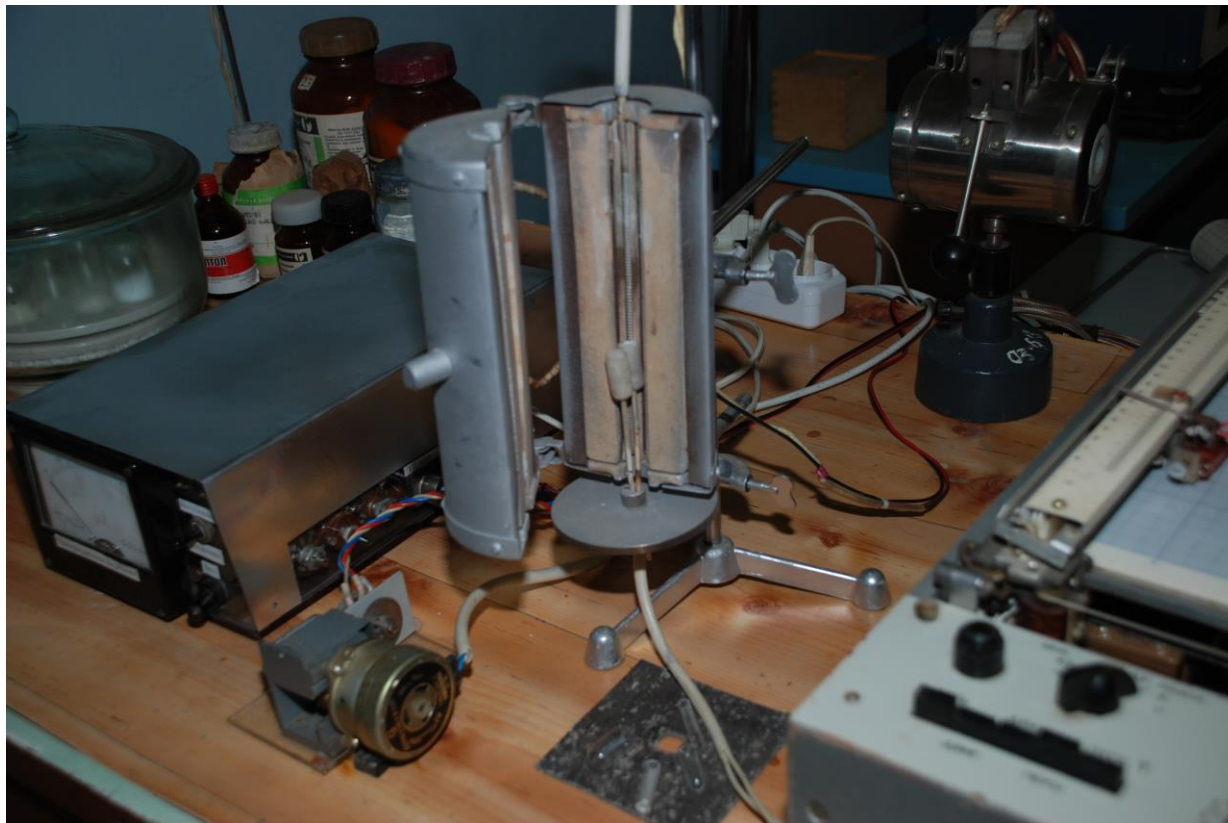


Рис. 1. Комплекс для охарактеризування й ідентифікації речовин методом диференційно-термічного аналізу

Комплекс розроблено з метою створення нескладними технічними засобами багатоцільового програмного формувача лінійного з часом закону зміни температури у робочій зоні легкокорозбінного касетного нагрівача з можливістю візуального спостереження за зразком й хорошим відтворенням умов і режиму дослідження, з високою надійністю й вдалим метрологічними характеристиками для оснащення лабораторних, наукових і виробничих термоаналітичних комплексів з вивчення температурної поведінки і встановлення функціональних залежностей параметрів досліджуваних об'єктів.

Запропонована розробка є одним із можливих простих варіантів її реалізації, результатом тривалого творчого пошуку можливості поєднання ефективності й переваг принципів, що лежать в основі побудови сучасних систем регулювання в блоці керування програмуванням температури в дериватографі [15] і підвищеної стійкості та надійності роботи прецизійних систем керування тепловими процесами, організованих із застосуванням лінійних елементів у головному контурі негативного зворотного зв'язку [16].

Можливі й інші, наприклад, у поєднанні з електронним дискретним задаванням опорної напруги, що особливо важливо при автоматизації експерименту і для підвищення його надійності.

Спосіб програмного формування лінійного закону зміни температури нагрівника технічно реалізований у пристрої формування лінійного закону зміни температури (ПФЛЗТ) для спеціально розробленого багатоцільового термоаналітичного комплексу, структурна схема якого приведена на рис. 2 і дозволяє наочно розібратися у підходах щодо вирішення поставленої задачі.

Робота програмного регулятора температури (ПФЛЗТ) запатентована [17] і базується на фазовому методі керування потужністю, що підводиться до електричних нагрівників опору. Він складається із:

- задатчика температури,
- первинного перетворювача (датчика температури - хромель-алюмелевої термопари, ТХА),
- вузла віднімання (ВВ) на основі диференціального операційного підсилювача,
- порогового пристрою (тригера Шмітта, ТШ),
- генератора з лінійним законом зміни напруги (ГЛЗН) для синхронізування роботи пристрою з частотою напруги живлення, блокування-генератора (БГ),
- силового блока,
- схеми індикації режимів роботи пристрою,
- схеми індикації пориву кола термоперетворювача,
- параметричного стабілізатора двополярної напруги живлення.

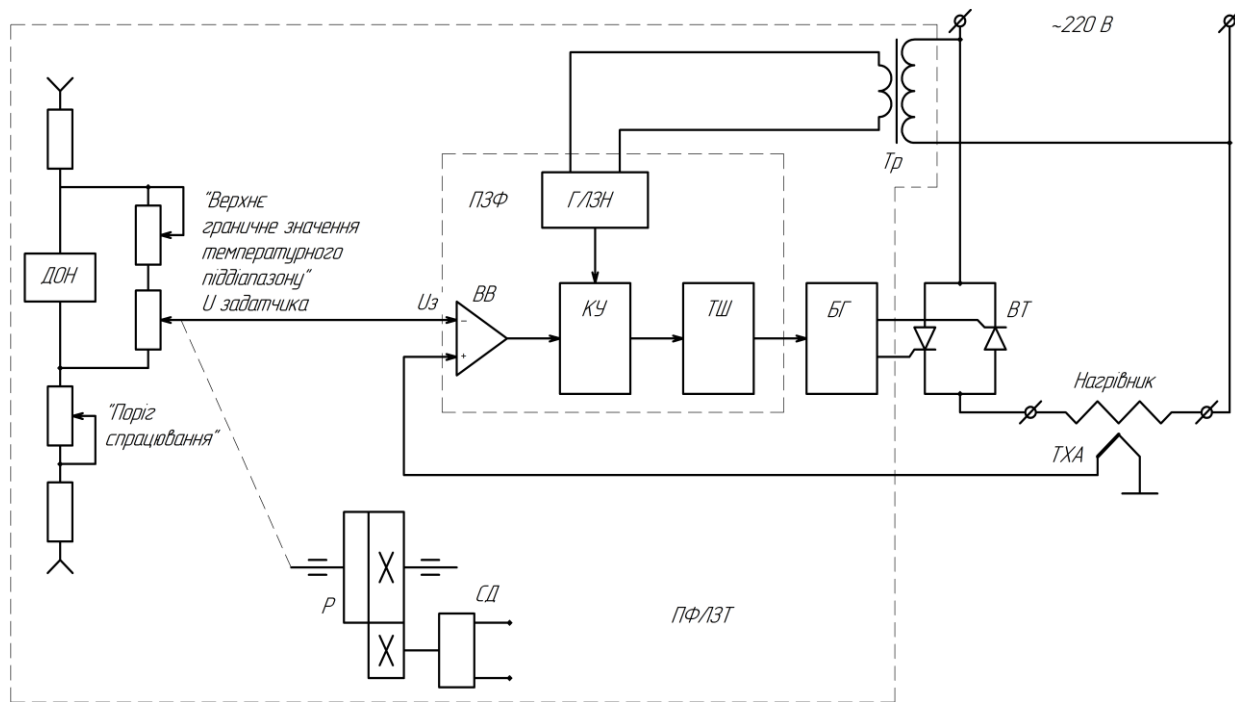


Рис. 2. Спосіб програмного формування лінійного закону зміни температури нагрівника

У вузлі задатчика опорної напруги використано серійний змінний потенціометр СП із лінійною залежністю опору від кута повороту (характеристика А) після нескладного видалення фіксатора кінцевого положення, на вал якого насаджена шестерня.

Редуктор (Р) зі здвоєними шестернями й храповиком дозволяють легко змінювати положення движка потенціометра в процесі проведення експерименту, а також встановлювати його в початкове положення.

Для зручності експлуатації потенціометр, редуктор, синхронний двигун (СД) жорстко закріплені на загальній виносній платформі.

Проведенню експерименту передують підготовчі стадії:

а) повзунок потенціометра задатчика із храповим механізмом установлюють у крайнє початкове положення;

б) потенціометр корекції „поріг спрацювання” переводять у положення, що відповідає моменту включення системи керування;

в) визначають $t_{\text{поч.}}$ об'єкта дослідження;

г) залежно від цілей поставлених завдань і режиму програмування піднімання температури вибирають передаточне відношення редуктора приводного механізму часової „розгортки” опорної напруги датчика й встановлюють відповідно з таблицею додатку [14] та графічною температурною характеристикою термоперетворювачів із хромель-алюмелевих сплавів (рис. 2).

Упорне верхнє, що відповідає верхньому граничному значенню досліджуваного температурного піддіапазону.

Після виконання усіх підготовчих операцій за командою „пуск” розпочинається робота комплексу в автоматичному режимі.

Напруга задатчика температури з прецизійного опорного джерела (ДОН) подається на інвертуючий вхід вузла віднімання (ВВ). На його неінвертуючий вхід приєднана хромель-алюмелева термопара, яка введена у ланцюг головного контуру негативному зворотному зв'язку системи регулювання, а вибір її типу зумовлений природною практично лінійною залежністю ЕРС від температури, яка характерна для електродів із хромель-алюмелевих сплавів.

„Гарячий” спай термопар розташовується біля нагрівника й ізолюється тонким шаром термостійкого діелектрика. Різниця напруг датчика і термопар є сигналом похибки. На вході каскаду узгодження (BC) сигнал похибки складається з напругою формувача лінійно змінної напруги (ГЛЗН). При умові

$$U_{вих.БВ} + U_{вих.ГЛЗН} \geq U_{верх.пор.}$$

на виході тригера Шмітта утворюються прямокутні імпульси, задній фронт яких „фіксований” і співпадає з кінцем робочого півперіоду напруги живлення в мережі, а передній фронт „зміщується” при зміні сигналу похибки в системі відслідковування терморегулюючого пристрою.

Прямокутні імпульси, що формуються тригером Шмітта, керують роботою блокінг-генератора, на виході якого з'являються серії імпульсів загальною шириною, що відповідають тривалості прямокутних імпульсів. Блокінг-генератор застосовується для електричного розв'язування кола керування зі силовою частиною регулюючого пристрою за допомогою імпульсного трансформатора. Імпульси зі вторинної обмотки трансформатора блокінг-генератора керують фазою відкриття силового тиристорного вентиля (ВТ), здійснюючи таким чином пропорційне керування

середньою потужністю нагрівача. Подача енергії в об'єкт здійснюється до тих пір, поки температура в ньому не досягне заданого значення. При цьому напруга на виході диференційного підсилювача наближається до нуля, і силовий клапан закривається (призакривається).

Система повільно проходить через низку послідовних квазіблизьких станів, відтворюючи лінійну температурну закономірність із часом у зоні нагрівання.

Пристрій з таким лінійним додатковим ланцюгом н.з.з. виявляє слабку залежність від нестабільності вихідних компонентів і при великій глибині негативного зворотного зв'язку за потужністю забезпечує не тільки високу лінійність коефіцієнта передачі, але й слабку залежність вихідної потужності від коливань напруги живлення.

Перевагою даного способу при технічній його реалізації у системі керування нагрівником за відхиленням температурного параметра при вирішенні поставленої задачі - є використання у системі датчика параметра й лінійного негативного зворотного зв'язку природної лінійної залежності термо-ЕРС хромель-алюмелевих сплавів від різниці температури їх гарячого і холодного спаїв, яка сьогодні не використовується в жодному подібному аналітичному засобі. Він являє інтерес за схемним і конструкційним шляхами вирішення проблеми формування закону регулювання температури об'єкта -

простий, з високою чутливістю і хорошою розрізною здатністю.

Реалізується на сучасних комплектуючих елементах, які серійно виготовляються, і може бути запропонований для використання при вирішенні багатьох аналогічних задач.

Комплекс може бути використаний для аналогічних наукових досліджень; у виробничих лабораторіях для проведення експрес-аналізу фазового складу вхідної сировини і готової продукції, її випробуваннях, тестуванні, оцінюванні надійності й визначенні ресурсу напрацювання; сертифікації; при встановленні функціональних зв'язків досліджуваних об'єктів тощо.

Висновки

Приладові характеристики розробленого термо-аналітичного комплексу дозволяють отримувати надійні емпіричні тепло-фізичні дані, що стають основою для виявлення, ідентифікації, контролю утворюваних фаз, визначення елементного складу і вмісту проб, проведення аналізу і порівняння фазового стану об'єктів у підготовчих стадіях перероблення в інноваційних технологіях з використанням попередників елементів різної електронної структури і різними комбінованими способами їх активації, встановлення технологічно-функціональних залежностей, керованого модифікування властивостей продуктів синтезу.

СПИСОК ЛІТЕРАТУРИ

1. Мазуренко Е.А., Герасемчук А.И., Трунова Е.К. и др. Координационные соединения металлов – прекурсоры функциональных материалов. *Укр. хим. журн.* 2004. Т. 70, № 7. С. 32–37.
2. Белоус А.Г. Некоторые тенденции развития функциональных материалов на основе сложных оксидных систем. *Укр. хим. журн.* 2009. Т. 75, № 7. С. 3–14.
3. Zhang Q., Schmidt N., Lan J. et al. A facile method for the synthesis of the $\text{Li}_{0.3}\text{La}_{0.57}\text{TiO}_3$ solid state electrolyte. *Chem. Com.* 2014, vol. 50, pp. 5593–5596.
4. Гавриленко О.М., Пашкова О.В., Белоус А.Г. Кристаллохімічні особливості та властивості Li^+ , $\{\text{Na}^+, \text{K}^+\}$ -заміщених ніобатів лантану і структурою дефектного перовскіту. *Укр. хим. журн.* 2005. Т. 71, № 8. С. 73–77.
5. Almadhi A., Injac S., Ji K., Ritterb C., Attfield P. Chemical tuning of a double double perovskite oxide. *Chem. Commun.* 2025, vol. 61, pp. 13469–13472.
6. Гавриленко О.М. Літій-провідні матеріали на основі ніобатів і танталатів лантану: синтез, структура, властивості. *Укр. хим. журн.* 2004. Т. 70, № 9. С. 31–34.
7. Chu W-F., Thangadural V., Weppner W. Ionics – a key technology for our energy and environmental needs on the rise. *Ionics*. 2006, no. 12, pp. 1–6.
8. Ramzy A., Thangadural V. Tailor-Made Development of Fast Li Ion Conducting Garnet-Like Solid Electrolytes. *A. Chem. Soc.* 2010, vol. 2, no. 2, pp. 385–390.
9. Белоус А.Г. Сложные оксиды металлов для сверхвысокочастотных и высокопроницаемых диэлектриков. *Укр. хим. журн.* 2008. Т. 74, № 1. С. 3–21.
10. Jena H., Govindan Kutty K.V. Studies on the ionic transport and structural investigations of $\text{La}_{0.5}\text{Li}_{0.5}\text{TiO}_3$ perovskite synthesized by wet chemical methods and the effect of Ce, Zr substitution at Ti site. *J. Mater. Sci.* 2005, vol. 40, pp. 4737–4748.
11. Varma A., Mukasyan A.S., Rogachev A.S. et al. Solution Combustion Synthesis of Nanoscale Materials. *American Chemical Society. Chem. Rev.* 2016, vol. 116, pp. 14493–14586.
12. Schaak R.E., Mallouk T.E. Perovskites by Design: A Toolbox of Solid-State Reactions. *Chemistry of Materials*. 2002, vol. 14, no. 4, pp. 1455–1471.
13. Mendoza E., Padmasree K.P., Montemayor S.M. et al. Molten salts synthesis and electrical properties of Sr- and/or Mg-doped perovskite-type LaAlO_3 powders. *Journal of Materials Science*. 2012, vol. 47, pp. 6076–6085.
14. International Standard IEC 60584-1:2013 Thermocouples - Part 1: EMF specifications and tolerances. ICS [17.200.20 - Temperature-measuring instruments](#). ISBN 978-2-8322-1047-5
15. Derivatograph Q-1500 D. Operation manual. MOM, Optical Instruments Factory. Budapest, 2009. – 102 p.
16. Попович М.Г. Теорія автоматичного керування / М.Г. Попович, О.В. Ковальчук. – К.: Либідь, 2007. – 656 с.

17. Пат. 43549 Україна. МПК G 05 D 23/00. Спосіб програмного формування лінійного закону зміни температури нагрівника / О.Г. Дрючко, Д.О. Стороженко, Н.В. Бунякіна, І.О. Іваницька – у 2009 01783; Заявлено 02.03.2009; Опубл. 25.08.2009, Бюл. №16. – 10 с.

Received (Надійшла) 14.05.2025

Accepted for publication (Прийнята до друку) 13.08.2025

ВІДОМОСТІ ПРО АВТОРІВ / ABOUT THE AUTHORS

Дрючко Олександр Григорович – кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри автоматики, електроніки та телекомунікацій, Національний університет «Полтавська політехніка імені Юрія Кондратюка», Полтава, Україна;
Oleksandr Dryuchko – Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Automation, Electronics and Telecommunications, Yuriy Kondratyuk Poltava Polytechnic National University, Poltava, Ukraine; e-mail – itm.dryuchko@nupp.edu.ua; ORCID Author ID: <https://orcid.org/0000-0002-2157-0526>; Scopus Author ID: <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6504199218>.

Бунякіна Наталія Володимирівна – кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри хімії та фізики, Національний університет «Полтавська політехніка імені Юрія Кондратюка», Полтава, Україна;
Natalia Bunyakina – Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Chemistry and Physics, Yuriy Kondratyuk Poltava Polytechnic National University, Poltava, Ukraine; e-mail – nning.bunyakina@nupp.edu.ua; ORCID Author ID: <https://orcid.org/0000-0003-4241-5127>; Scopus Author ID: <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6506551562>.

Боряк Богдан Радиславович – кандидат технічних наук, доцент, доцент кафедри автоматики, електроніки та телекомунікацій, Національний університет «Полтавська політехніка імені Юрія Кондратюка», Полтава, Україна;
Bohdan Boryak – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Automation, Electronics and Telecommunications, Yuriy Kondratyuk Poltava Polytechnic National University, Poltava, Ukraine; e-mail – boryakbr@nupp.edu.ua; ORCID Author ID: <https://orcid.org/0000-0002-8114-7930>; Scopus Author ID: <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=58983614200>.

Захарченко Руслан Володимирович – кандидат технічних наук, доцент, доцент кафедри автоматики, електроніки та телекомунікацій, Національний університет «Полтавська політехніка імені Юрія Кондратюка», Полтава, Україна;
Ruslan Zakharchenko – Candidate of Technical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Automation, Electronics and Telecommunications, Yuriy Kondratyuk Poltava Polytechnic National University, Poltava, Ukraine; e-mail – itm.rvzakharchenko@nupp.edu.ua; ORCID Author ID: <https://orcid.org/0000-0002-4651-0159>; Scopus Author ID: <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=57221734157>.

Давиденко Людмила Павлівна – кандидат хімічних наук, доцент, доцент кафедри хімії та фізики, Національний університет «Полтавська політехніка імені Юрія Кондратюка», Полтава, Україна;
Lyudmila Davydenko – Candidate of Chemical Sciences, Associate Professor, Associate Professor of the Department of Chemistry and Physics, Yuriy Kondratyuk Poltava Polytechnic National University, Poltava, Ukraine; e-mail – nning.davydenko@nupp.edu.ua; ORCID Author ID: <https://orcid.org/0000-0002-0072-7328>; Scopus Author ID: <https://www.scopus.com/authid/detail.uri?authorId=6603603657>.

Thermoanalytical complex for characterization and identification of substances by the method of differential thermal analysis and some of its possible areas of application

Oleksandr Dryuchko, Natalia Bunyakina, Bohdan Boryak, Ruslan Zakharchenko, Lyudmila Davydenko

Abstract. A simple multi-purpose thermoanalytical complex with a combined differential-thermal method of research has been developed for the identification of substances by the temperatures of phase transformations (melting, boiling, crystallization, polymorphic transitions), thermal decomposition; studying the nature and temperature limits of a number of thermal effects - stepwise; closely located by temperature value; those that overlap (caused by a change in spatial modification, dehydration, decomposition, etc.); functional dependencies of physical properties of substances; qualitative, and in some cases quantitative analysis of mechanical mixtures of several substances; measurement of phase transition temperatures of individual substances and systems, construction of state diagrams on their basis; study of kinetic and thermodynamic parameters of their phase and chemical transformations; determination of thermophysical and other properties of substances with a change in temperature, etc. The operation of the analytical tool is based on the use of the differential-thermal method of research of the sample and indifferent substance. It consists of easily dismountable electric furnaces with special holders and cassettes for samples and the standard, a device for linear program temperature control with phase control, a tablet two-coordinate compensation potentiometer for recording thermograms of the samples under study in ΔT - T coordinates. Its operating temperature range is determined by the range of values of the use of chromel-alumel (HA) converters, up to 1300 °C. High metrological characteristics of the complex are ensured by the use of a HA thermocouple in the negative feedback of the temperature control device; a number of circuit and design solutions for its implementation; precision control of the supply of average thermal energy to the heating zone by software setting the proportional to time law of the "sweep" value of the reference voltage of the setter. Depending on the goals of the implemented tasks, the device can be used independently in local systems or in a complex of means during thermoanalytical studies. The development can be used for fundamental scientific research; in production laboratories for rapid analysis of the phase composition of incoming raw materials and finished products, their testing, evaluation of reliability and determination of service life; certification; when establishing functional relationships of the objects under study; clarification of the conditions for synthesis and modification of the properties of modern multifunctional materials for various purposes and other similar purposes.

Keywords: thermo-analytical complex, differential thermal research method, linear program temperature control, thermophysical transformations of substances, two-coordinate recording of thermograms ΔT - T .