

Яценко А. И.

ТЕРМИЧЕСКИЙ МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОСТАВА ОКСИДА МАРГАНЦА

Работа выполнена под руководством к.т.н., доц. Баршутина С.Н.

ТГТУ, Кафедра « Материалы и Технологии»

Состав оксида марганца определяем с помощью дериватографического анализа. Отобранную пробу с известным химическим составом помещают в дериватограф и проводят нагрев со скоростью 5°C в минуту. В процессе нагрева фиксируют абсолютное изменение веса (TG), дифференциальную скорость изменения веса (DTG), температуропроводность (DTA), температуру T . Нагрев осуществляют до температуры, при которой дальнейшее ее увеличение не приводит к изменению абсолютного веса пробы.

Для каждого компонента, входящего в состав пробы имеются свои температуры распада, которые сопровождаются выделением в окружающую среду или поглощением из нее элементов или соединений. Поэтому возможно заранее приблизительно определить значение температуры, до которой проводить нагрев того или иного соединения. После нагрева до максимальной температуры пробу охлаждают до 250°C , также как и при нагреве производят фиксирование основных параметров. Время выдержки при температуре 250°C определяется по фиксируемым параметрам: TG , DTG , DTA . Когда все эти параметры стабилизируются, и их положение не будет меняться со временем, то это будет время, с которого необходимо проводить дальнейшее охлаждение до температуры 20°C . На рис.1 приведена дериватограмма с кривыми, обусловленными фазовыми превращениями при изменении температуры.

Кроме характерных точек фазового превращения основного оксида Mn_2O_3 на кривых обнаруживаются изменения, характерные для других фаз. Их идентифицирование можно провести по температурам превращения предполагаемых фаз, тепловому эффекту, абсолютному и дифференциальному изменению веса образца. Кривую TG можно разделить на ряд характерных участков, связанных с поведением предполагаемых фаз. Участок "а" связан с выделением свободной и кристаллизационной воды; уменьшение веса на участке "б" связано с распадом $MnO(OH)_2$ и образованием MnO_2 по реакции [1]:

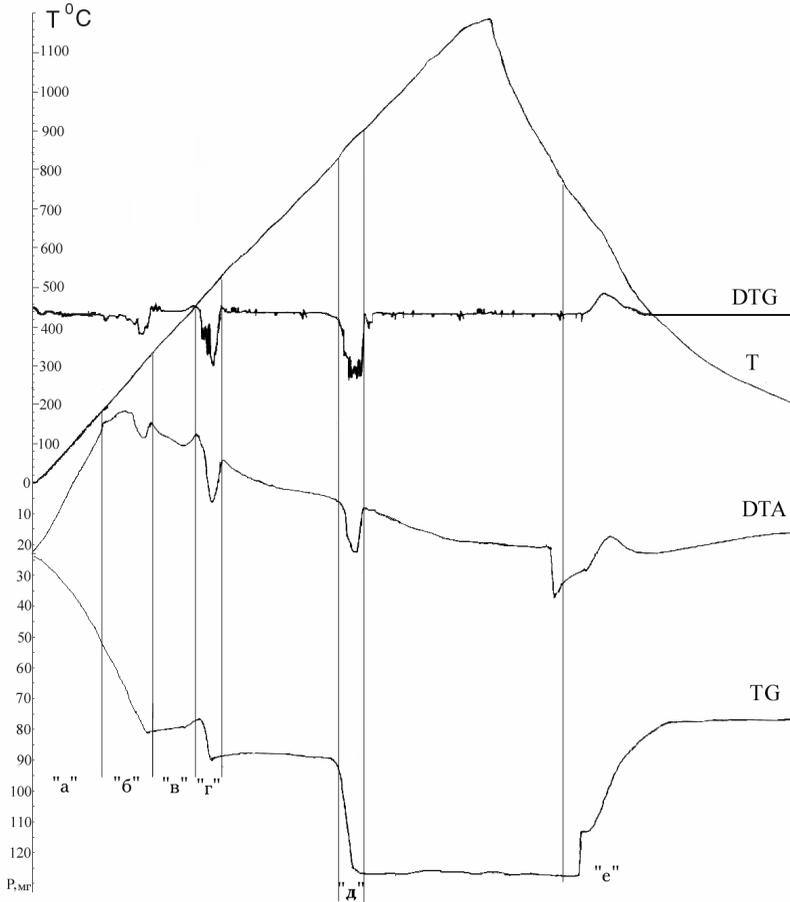
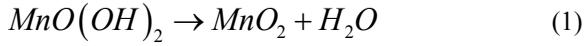


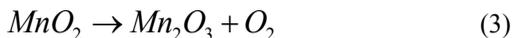
Рис. 1. дериватографические кривые исследования оксида марганца

Начало распада $\text{MnO}(\text{OH})_2$ фиксируется на кривых *DTA* и *DTG* в виде скачка при температуре плюс 120°C, реакция в основном заканчивается при температуре плюс 320 - 325°C, присутствие MnO подтверждает и скачок на кривых *DTA*, *DTG*, соответствующий температурному переходу ромбического в β - MnO тетрагональный; на участке "в"

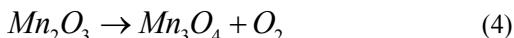
кривой TG наблюдается плавное увеличение веса, что связывается с окислением MnO кислородом атмосферы:



Резкое уменьшение веса на участке "г" кривой TG однозначно связано с распадом $\beta - MnO$ тетраэдрического. Начало участка соответствует температуре плюс $540^\circ C$ по температурной кривой (T) и характерными изменениями DTA , DTG , предполагаемый процесс



Уменьшение веса на участке "д" можно отнести за счет фазового перехода Mn_2O_3 в Mn_3O_4 , проходящего при температуре плюс $870^\circ C$:

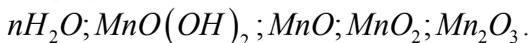


Приращение абсолютного веса образца на кривой TG (участок "е") при охлаждении от температуры плюс $960^\circ C$ можно объяснить поглощением кислорода соединением Mn_2O_3 с нестехиометрическим составом после фазового перехода при температуре плюс $870^\circ C$:



Превращение не сопровождается изменением массы на кривой TG . DTG , однако, отмечается пиковым отклонением на кривой DTA , что связано с различной кристаллографией этих соединений, а соответственно и температуропроводностью.

Таким образом, исходя из данных дериватографического исследования, можно предположить существование в исходном образце следующих фаз[2]:



Список литературы:

1. Аналитическая химия марганца. Лаврухина А.К., Юкина Л.В. М., «Наука», 1974, стр. 220.
2. Чистые химические вещества. Корякин Ю.В., «Химия», 1974, стр. 408.