

ROLLE DER VERSUCHSVERHÄLTNISSE IN DEN THERMISCHEN UNTERSUCHUNGEN, II

EINFLUSS DER KORNGRÖSSE DER PROBE

Von

J. PAULIK, F. PAULIK und L. ERDEY

Lehrstuhl für Allgemeine und Analytische Chemie, Technische Universität, Budapest

(Eingegangen am 4. November 1967)

Änderungen in der Korngröße können bei unter Gasbildung verlaufenden Zersetzungen den Vorgang beeinflussen, da die Zersetzungsprodukte je nach Korngröße leichter oder schwerer aus dem Inneren der Körner zu entweichen vermögen.

Wir untersuchten Kalziumkarbonat in Form von Marmor. 0,40 g der feinpulverisierten Probe (Korngröße $< 0,05$ mm) wurden einmal in den Tiegel des Derivatographen [1], das andere Mal in den tellerförmigen Probehälter eingewogen [2], [3]. Die Messungen wurden auch mit je 1 groben Stücklein des Marmors von 0,40 g Gewicht im Teller wiederholt. Die übrigen Versuchsverhältnisse waren bei jeder Messung gleich, die Aufheizgeschwindigkeit betrug bei jeder Aufnahme 10 °C/min.

Die bei den Versuchen erhaltenen TG- und DTG-Kurven sind in Abb. 1 und 2 dargestellt. Abb. 1 zeigt, daß die Reaktion im Tiegel beinahe völlig un-

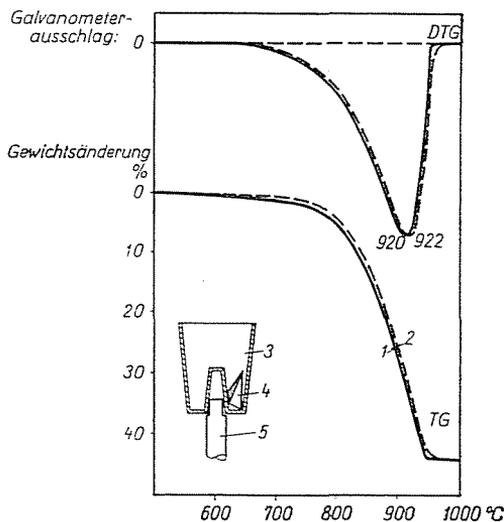


Abb. 1. TG und DTG Kurven von Marmor im derivatographischen Tiegel. 1. Korngröße $< 0,05$ mm. 2. Zersetzungskurven der aus einem Stücklein bestehenden Probe, 3. derivatographischer Tiegel, 4. Probe, 5. Halterstange, Anschluß zur Waage

abhängig von der Korngröße ist. Im tellerförmigen Probebehälter hingegen lag die Höchstgeschwindigkeit der Zersetzung der Probe in Pulverform um 70 °C niedriger als die der aus einem Stücklein bestehenden Probe (Abb. 2). Die Ergebnisse der Versuche im Teller zeigen, daß auch die Korngröße auf die Zersetzungskinetik erheblich einwirkt. Zunahme der Korngröße erschwert das Entweichen der gasartigen Zersetzungsprodukte und verschiebt die Reaktion in Richtung zu höheren Temperaturen.

Sobald die Gase aus dem Inneren der Körner herausgelangt sind, bestimmen verschiedene Versuchsumstände, und nicht die Korngröße die Entwei-

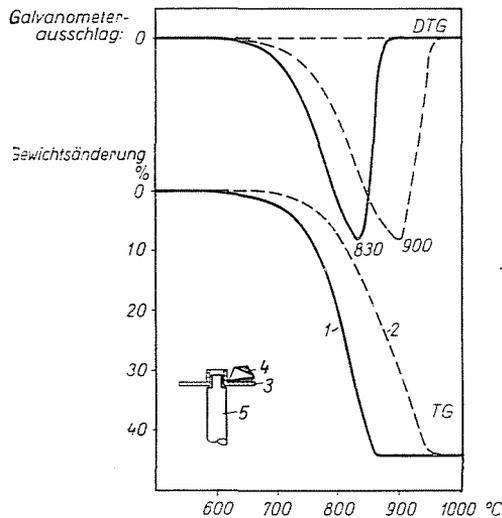


Abb. 2. TG und DTG Kurven von Marmor im tellerförmigen Probebehälter. 1. Korngröße < 0,05mm, 2. Zersetzungskurven der aus einem Stücklein bestehenden Probe, 3. Tellerförmiger Probebehälter, 4. Probe, 5. Halterstange, Anschluß zur Waage

chungsgeschwindigkeit aus dem Zwischenkörnerraum. Dies wurde durch die Versuchsergebnisse im Tiegel gezeigt. Da die Zersetzungskinetik der aus Pulver bzw. aus einem Stücklein bestehenden Proben im Tiegel völlig gleich war, muß angenommen werden, daß das freiwerdende Kohlendioxyd infolge seines hohen spezifischen Gewichts nicht aus dem Tiegel »herausfließen« konnte, sondern sich in beiden Fällen gleiche Kohlendioxydkonzentrationen in der Umgebung der Probe ausbildeten, durch die sowohl beim Pulver wie beim Stücklein die Zersetzung gleichermaßen verzögert wurde.

Die unter Gasbildung verlaufenden thermischen Gleichgewichtsreaktionen werden also auch durch die Korngröße beeinflusst, sofern andere Verhältnisse eine größere Wirkung ausüben als die Korngröße, so bestimmen diese den Verlauf der thermoanalytischen Kurve.

Zusammenfassung

Der Einfluß der Korngröße der Probe auf den Verlauf thermischen Vorgängen wurde untersucht und es wurde festgestellt, daß unter Gasbildung verlaufende reversible thermische Reaktionen von der Korngröße beeinflußt werden.

Literatur

1. PAULIK F., PAULIK J., ERDEY L.: Z. anal. Chem. **160**, 241 (1958)
2. PAULIK J., PAULIK F., ERDEY L.: Anal. Chim. Acta **34**, 419 (1966)
3. PAULIK J., PAULIK F., ERDEY L.: Anal. Chim. Acta, unter Druck

Prof. Dr. László ERDEY }
Ferenc PAULIK } Budapest XI., Gellért tér 4. Ungarn
Jenő PAULIK }