

روش‌های تجزیه حرارتی

کاربرد در ترکیبات دارویی و فن‌آوری نانو

دکتر سیدمهدی قریشی

(استاد شیمی تجزیه دانشگاه کاشان)

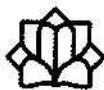
دکتر اسما خوبی

(دکتری شیمی تجزیه دانشگاه کاشان)



۱۳۹۳

سرشناسه	قربشی، سیدمهدی، ۱۳۴۰ -
عنوان و نام پدیدآور	روش‌های تجزیه حرارتی؛ کاربرد در ترکیبات دارویی و فن آوری نانوسیدمهدی قربشی، اسما خوبی
مشخصات نشر	تهران: سخنوران؛ کاشان: دانشگاه کاشان ۱۳۹۳
مشخصات ظاهری	۲۳۲ ص
شابک	۹۷۸-۶۰۰-۶۹۷۵-۹۱-۷
موضوع	آنالیز حرارتی - نانو
شناسه افزوده	خوبی، اسما، ۱۳۶۰ -
رده بندی کنگره	QD۱۱۷ / ۴ ۱۳۹۳
رده بندی دیویی	۵۴۳/۲۶
شماره کتابشناسی ملی	۳۴۳۶۲۴۸



دانشگاه کاشان
۵۷۰



کارگزار شمالی، بعد از انقلاب ایران، شماره ۱۴۰۷، طبقه اول

تلفن: ۶۶۴۷۶۳۰۶ - ۹۱۳۳۶۱۶۶۱۳

Sokhanvaran_pub@yahoo.com

▽

روش‌های تجزیه حرارتی
کاربرد در ترکیبات دارویی و فن آوری نانو

قربشی، سیدمهدی - خوبی، اسما

ناشر: سخنوران - دانشگاه کاشان

صفحه‌آرایی: سخنوران - طراحی جلد: مهدی، ۰۹۱۳۳۶۰۷۱۷۷

چاپ اول: ۱۳۹۳

لیتوگرافی، چاپ و صحافی: سخنوران

شمارگان: ۱۰۰۰ نسخه

حق چاپ محفوظ است.

قیمت: ۱۲۰۰۰۰ ریال

پیش‌گفتار

در دو دهه‌ی اخیر پیشرفت‌های زیادی در مطالعه و شناسایی ترکیبات جدید صورت گرفته است. یک دسته از این روش‌های شناسایی، روش‌های تجزیه حرارتی می‌باشد. در حال حاضر در زمینه‌ی روش‌های تجزیه حرارتی کتاب‌های اندکی وجود دارد. از این رو تألیف کتابی در این زمینه کاربردهای آن احساس می‌شد. کتاب حاضر علاوه بر بیان روش‌های مختلف تجزیه حرارتی دو دسته از مهم‌ترین کاربردهای آن را در زمینه‌ی ترکیبات دارویی و فن‌آوری نانوسازه‌ها شامل می‌شود. این کتاب به گونه‌ای طراحی شده است که می‌تواند برای دانشجویان دوره‌های کارشناسی، کارشناسی ارشد و دکتری رشته‌های شیمی، نانو و داروسازی قابل استفاده باشد.

کتاب در نه فصل تدوین شده است. در فصل ۱ اصول مقدماتی تجزیه حرارتی ارائه شده است. در فصل ۲ اصول گرماسنجی حرارتی، در فصل ۳ تجزیه حرارتی تفاضلی و گرماسنجی روبشی تفاضلی، در فصل ۴ تجزیه مکانی حرارتی و دینامیکی و روش‌های وابسته به آن، در فصل ۵ روش گرماسنجی، در فصل ۶ روش‌های تجزیه حرارتی هم‌زمان و در فصل ۷ سایر روش‌های تجزیه حرارتی بیان شده است. در فصل ۸ کاربرد روش‌های حرارتی در ترکیبات دارویی و بالاخره در فصل ۹ کاربرد روش‌های حرارتی در فن‌آوری نانو ارائه گردیده است.

شک نیست که با وجود تلاش فراوان، کتاب حاضر عاری از نقص نخواهد بود، که امید است با تذکر استاتید محترم و دانشجویان گرامی در تجدید نظر بعدی رفع گردد.

این پیش‌گفتار را با تشکر از تمامی افرادی که در تدوین کتاب ما را یاری نموده‌اند به پایان می‌رسانیم.

سید مهدی زاهدی - شما خوبی

فروردین ماه ۱۳۹۳

فهرست مطالب

پیش‌گفتار.....	۵
----------------	---

فصل اول/ ۱۵

مقدمه‌ای بر تجزیه حرارتی (TA)

۱-۱. مقدمه.....	۱۶
۱-۲. توصیف تجزیه حرارتی.....	۱۷
۱-۳. اجزای عمومی یک سیستم TA.....	۱۸
۱-۴. عوامل مؤثر بر نتایج TA.....	۱۹
۱-۴-۱. نمونه.....	۱۹
۱-۴-۲. جنس و شکل ظرف نمونه.....	۲۰
۱-۴-۳. سرعت گرم کردن.....	۲۰
۱-۴-۴. محیط و اتمسفر اطراف.....	۲۱
۱-۴-۵. جرم نمونه.....	۲۲
۱-۵. روش‌های مکمل و همزمان.....	۲۳

فصل دوم/ ۲۵

جرم‌سنجی حرارتی (TG)

۲-۱. مقدمه.....	۲۶
۲-۲. جرم‌سنجی حرارتی (TG).....	۲۶
۲-۲-۱. انواع ترازوهای میکرو و کروزرها.....	۲۹
۲-۲-۲. اجاق.....	۳۴
۲-۲-۳. برنامه‌ریز حرارتی.....	۳۴
۲-۲-۴. نمونه‌ها.....	۳۵
۲-۳. کالیبراسیون درجه‌ی حرارت.....	۳۵
۲-۴. اتمسفر.....	۳۸

۳۹	۵-۲. کاربردهای جرم‌سنجی حرارتی.....
۳۹	۵-۲-۱. منحنی‌های جرم‌سنجی حرارتی تفکیک $Mg(OH)_2$
۴۰	۵-۲-۲. کلسیم اگزالات تک آبه $(CaC_2O_4 \cdot H_2O)$
۴۳	۵-۲-۳. مس سولفات پنج آبه $(CuSO_4 \cdot 5H_2O)$
۴۳	۵-۲-۴. جز به جز شدن پلیمرها.....
۴۵	۵-۲-۵. آنالیز مخلوط‌ها.....
۴۶	۵-۲-۱. مخلوط فلزات قلیایی خاکی اگزالات.....
۴۸	۵-۲-۲. مخلوط پلیمرها.....
۵۰	۵-۲-۶. خاک‌ها.....
۵۰	۵-۲-۷. زغال سنگ.....
۵۲	۵-۸. تالعات اکسایش.....
۵۲	۵-۱. مطالعات کاهش.....
۵۲	۶-۲. جرم‌سنجی حرارتی با کنترل شده و TGA با قدرت تفکیک بالا.....
۵۴	۶-۲-۱. مخزن پلیمرها.....
۵۵	۶-۲-۲. مواد افزودنی به مواد وختی.....
۵۵	۶-۲-۳. داروها.....
۵۶	۷-۲. طبقه‌بندی منحنی‌های TG.....
۵۸	پرسش‌های پایان فصل.....

فصل سوم

تجزیه حرارتی تفاضلی (DTA) و گرماسنجی تفاضلی (DSC)

۶۴	۳-۱. مقدمه.....
۶۴	۳-۲. تاریخچه.....
۶۵	۳-۳. تجزیه حرارتی تفاضلی (DTA).....
۶۶	۳-۴. گرماسنجی روبشی تفاضلی (DSC).....
۶۶	۳-۴-۱. DSC جبران کننده توان.....
۶۶	۳-۴-۲. DSC جریان گرمایی.....
۶۷	۳-۵. وسایل و تجهیزات.....
۶۷	۳-۵-۱. حسگرها.....
۶۹	۳-۵-۲. اجاق و کنترل کننده.....
۶۹	۳-۶. مواد مرجع.....

۷۰	۷-۳. اصول نظری DTA و DSC
۷۲	۸-۳. DTA کمی یا DSC جریان حرارتی
۷۵	۸-۳-۱. DTA کمی با سل سه‌تایی
۷۶	۹-۳. سیستم DSC جبران کننده توان
۷۷	۱۰-۳. DSC تنظیم کننده درجه‌ی حرارت (TMDSC)
۷۷	۱۱-۳. کالبراسیون
۷۹	۱۲-۳. کاربردهای DTA و DSC
۸۰	۱۲-۳-۱. تغییرات فیزیکی و اندازه‌گیری‌ها
۸۰	۱۲-۳-۱-۱. نقطه‌ی ذوب و ΔH_{fusion} مواد
۸۰	۱۲-۳-۱-۲. انتقال فاز بلوری
۸۰	۱۲-۳-۱-۳. نیترات پتاسیم (KNO_3)
۸۱	۱۲-۳-۱-۴. آمونیم نیترات NH_4NO_3
۸۲	۱۲-۳-۱-۵. چرخه‌ی شکلی مواد غذایی و دارویی
۸۴	۱۲-۳-۱-۶. انتقالات بلورینگی
۸۶	۱۲-۳-۱-۷. دیاگرام فاز
۸۸	۱۲-۳-۱-۸. اندازه‌گیری ظرفیت حرارتی
۸۹	۱۲-۳-۲. واکنش‌های شیمیایی
۸۹	۱۲-۳-۲-۱. سینتیک واکنش از منحنی‌های DSC
۹۱	۱۲-۳-۲-۲. ترکیبات معدنی و کمپلکس‌ها
۹۱	۱۲-۳-۲-۳. کلسیم اگزالات تک آبه $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$
۹۲	۱۲-۳-۲-۴. مس سولفات پنج آبه $(\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O})$
۹۲	۱۲-۳-۲-۵. کبالت پیریدینیوم کلراید $(\text{Co}(\text{C}_5\text{H}_5\text{N})_2 \cdot \text{Cl}_2)$
۹۳	۱۲-۳-۲-۶. سیمان حاوی میزان بالایی آلومینا
۹۳	۱۲-۳-۲-۷. خاک رس و مواد معدنی دیگر
۹۷	۱۲-۳-۲-۸. مواد معدنی
۹۷	۱۲-۳-۲-۹. سنتز ترکیبات در دماهای بالا
۹۸	۱۲-۳-۲-۱۰. مواد آتش‌زا و آتش‌بازی (مواد پیروتکنیک)
۹۹	۱۲-۳-۲-۱۱. ابر رساناها
۱۰۰	۱۲-۳-۲-۱۲. ترکیبات آلی
۱۰۰	۱۲-۳-۲-۱۳. جز جز شدن اکسایش
۱۰۱	۱۲-۳-۲-۱۴. تشکیل و اصلاح پلیمر

- ۱۰-۱ ۱۴-۲-۱۲-۳. تغییرات در پروتئین‌ها.
- ۱۰-۲ ۱۵-۲-۱۲-۳. جز جز شدن پلیمرها.
- ۱۰-۳ ۱۳-۳. سیستم‌های DSC ویژه و خاص.
- ۱۰-۳ ۱-۱۳-۳. DSC تحت فشار (PDSC).
- ۱۰-۴ ۲-۱۳-۳. DSC نور گرماسنجی.
- ۱۰-۵ ۳-۱۳-۳. DSC اصلاح شده (MDSCTM).

فصل چهارم/۱۰۷

تجزیه مکانیکی حرارتی و دینامیکی و روش‌های وابسته

- ۱۰-۸ ۱-۴. مقدمه.
- ۱۰-۸ ۲-۴. ریه مکانیکی حرارتی (TMA).
- ۱۰-۹ ۳-۴. تجزیه مکانیکی دینامیکی (DMA).
- ۱۰-۹ ۴-۴. وسایل و ابزار تجزیه مکانیکی حرارتی.
- ۱۱۱ ۱-۴-۴. پیل.
- ۱۱۲ ۲-۴-۴. کالیبراسیون.
- ۱۱۲ ۵-۴. روش دی‌الکتریک.
- ۱۱۳ ۶-۴. کاربردهای TMA.
- ۱۱۳ ۱-۶-۴. اندازه‌گیری بسط گرمایی و انقباضی.
- ۱۱۴ ۲-۶-۴. تجزیه ترمودینامیکی مواد دارویی.
- ۱۱۵ ۳-۶-۴. سرعت کنترل رسوب برجای ماندن.
- ۱۱۶ ۷-۴. کاربردهای تجزیه مکانیکی دینامیکی.
- ۱۱۶ ۱-۷-۴. تجزیه مکانیکی دینامیکی پارچه‌های تحت فشار با رنگ.

فصل پنجم/۱۱۹

گرماسنجی

- ۱۲۰ ۱-۵. مقدمه.
- ۱۲۰ ۲-۵. تعریف گرماسنجی.
- ۱۲۱ ۱-۲-۵. قانون اول ترمودینامیک.
- ۱۲۲ ۲-۲-۵. قانون دوم ترمودینامیک.
- ۱۲۲ ۳-۲-۵. قانون سوم ترمودینامیک.
- ۱۲۳ ۳-۵. گرماسنج‌ها.

۱۲۴	۴-۵ طبقه‌بندی گرماسنج‌ها
۱۲۴	۴-۵-۱ اصول اندازه‌گیری
۱۲۴	۴-۵-۱-۱ گرماسنج‌های هدایت گرمایی
۱۲۵	۴-۵-۲ گرماسنج‌های انباشتگی حرارتی
۱۲۵	۴-۵-۳ گرماسنج‌های مبادله حرارتی
۱۲۵	۴-۵-۲ نحوه‌ی کارکرد
۱۲۵	۴-۵-۳ اصول ساخت
۱۲۶	۵-۵-۵ انتخاب گرماسنج‌ها برای مقاصد خاص
۱۲۶	۵-۵-۱ گرماسنج‌های محلول
۱۲۷	۵-۵-۲ گرماسنج‌های اشتراقی
۱۲۹	۵-۵-۳ گرماسنج‌های همدم
۱۳۱	۵-۶ اطلاعات گرماسنجی
۱۳۲	۵-۷ علامت گرماسنجی
۱۳۳	۵-۸ مکانیسم واکنش
۱۳۴	۵-۹ اطلاعات سینتیکی
۱۳۵	۵-۱۰ کاربردهای گرماسنجی همدم
۱۳۶	۵-۱۰-۱ واکنش‌های شیمیایی
۱۳۶	۵-۱۰-۱-۱ واکنش‌های فاز محلول
۱۳۷	۵-۱۰-۲ واکنش‌های حالت جامد
۱۳۷	۵-۱۰-۲-۱ تغییرات فیزیکی

فصل ششم/۱۳۹

روش‌های تجزیه حرارتی همزمان (STA)

۱۴۱	۶-۱ مقدمه
۱۴۱	۶-۲ روش همزمان جرم‌سنجی حرارتی و تجزیه حرارتی تفاضلی (TG-DTA)
۱۴۲	۶-۲-۱ کاربردهای TG-DTA
۱۴۲	۶-۲-۱-۱ کاهش جزئی سرامیک ابر رسانا از YBCO
۱۴۳	۶-۲-۱-۲ TG-DTA نمونه‌ی زغال سنگ
۱۴۴	۶-۲-۱-۳ TG-DTA سدیم تنگستات دو آبه
۱۴۵	۶-۲-۱-۴ TG-DTA تفکیک چوب
۱۴۶	۶-۲-۱-۵ TG-DTA پلی‌وینیل کلراید

۱۴۶	۳-۶. روش هم‌زمان TG-DSC
۱۴۷	۳-۶. ۱. DSC نوع کالوت
۱۴۸	۳-۶. ۲. کاربردهای TG-DSC
۱۴۸	۳-۶. ۱-۲. انتقال فاز حالت جامد آمونیوم نیترات
۱۴۸	۳-۶. ۲-۲. اندازه‌گیری گرمای تبخیر
۱۴۹	۳-۶. ۳-۲. مواد دارویی
۱۵۰	۳-۶. ۴-۲. اثرات اتمسفر فعال
۱۵۰	۴. تجزیه گاز متصاعد شده (EGA)
۱۵۱	۳-۶. ۱-۴. دستگاه‌وری EGA
۱۵۴	۳-۶. کاربردهای EGA

فصل هفتم/۱۵۹

سایر روش‌های تجزیه حرارتی

۱۶۰	۷-۱. مقدمه
۱۶۰	۷-۲. صوت‌سنجی حرارتی
۱۶۰	۷-۲-۱. صوت‌سنجی ناشی از تنش (TSC)
۱۶۱	۷-۲-۱-۱. دستگاه‌وری
۱۶۲	۷-۲-۱-۲. تفسیر علامت TS
۱۶۳	۷-۲-۱-۳. کاربردهای TS
۱۶۳	۷-۲-۱-۳-۱. کاربرد TS مربوط به انتقال فاز در $KClO_4$
۱۶۵	۷-۲-۱-۳-۲. کاربرد TS مربوط به انتقال فاز و تفکیک $KClO_4$
۱۶۵	۷-۲-۱-۳-۳. کاربرد TS مربوط به انتقال فاز هنگام تبلر شدن
۱۶۵	۷-۲-۱-۳-۴. کاربرد TS در ردیابی و تشکیل سرامیک‌های شیشه‌ای
۱۶۸	۷-۲-۲. صوت‌سنجی حرارتی عبوری
۱۶۸	۷-۲-۲-۱. دستگاه‌وری صوت‌سنجی حرارتی عبوری
۱۷۰	۷-۲-۲-۲. کاربردهای صوت‌سنجی حرارتی عبوری
۱۷۲	۷-۳. الکتریسیته‌سنجی حرارتی
۱۷۲	۷-۳-۱. کاربرد روش الکتریسیته‌سنجی حرارتی در سیستم‌های رزینی مراقبت شده
۱۷۸	۷-۴. میکروسکوپ حرارتی (نورسنجی حرارتی)
۱۷۹	۷-۴-۱. تجهیزات کلی و لوازم
۱۸۰	۷-۴-۲. میکروسکوپ

۱۸۰	۳-۴-۷. نگه‌دارنده‌ی نمونه
۱۸۰	۴-۴-۷. میکروسکوپ سرمایی
۱۸۱	۵-۴-۷. میکروسکوپ حرارتی
۱۸۱	۵-۷. مغناطیس‌سنجی حرارتی (TM)
۱۸۲	۱-۵-۷. دستگاه

فصل هشتم/ ۱۸۳

کاربرد روش‌های حرارتی در ترکیبات دارویی

۱۸۴	۸-۱. مقدمه
۱۸۴	۸-۲. مطالعه‌ی حرارتی تعدادی از کمپلکس‌های روتنیوم (III)
۱۸۴	۸-۲-۱. کمپلکس $[\text{Ru}(\text{oxo})\text{Cl}_3(\text{H}_2\text{O})](\text{H}_2\text{O})_2$
۱۸۵	۸-۲-۲. کمپلکس $[\text{Ru}(\text{pip})_2\text{Cl}_3(\text{DMSO})](\text{H}_2\text{O})_2$
۱۸۵	۸-۳. رفتار حرارتی تعدادی از کمپلکس‌های نیکل (II) و مس (II) با مشتقات N_2N دی متیل بای گوانید با خصلت ضد سرطانی
۱۸۷	۸-۴. مطالعه‌ی حرارتی تیواورت کمپلکس سموت تری کلرید
۱۸۸	۸-۵. پایداری حرارتی کمپلکس‌های آنادیم با مشتقات فلاوانوئید با خواص شبه انسولین
۱۸۸	۸-۵-۱. بررسی رفتار حرارتی کمپلکس $\text{VO}(\text{OH})(\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7)(\text{H}_2\text{O})_2$
۱۸۸	۸-۵-۲. بررسی رفتار حرارتی کمپلکس $\text{VO}(\text{OH})(\text{C}_{15}\text{H}_{10}\text{O}_7)(\text{H}_2\text{O})_4$
۱۸۹	۸-۶. اندازه‌گیری استامینوفن با استفاده از روش گرانشی روبشی تفاضلی
۱۹۱	۸-۷. رفتار حرارتی سفالکسین در ترکیبات مختلف
۱۹۲	۸-۸. کاربرد روش‌های حرارتی در مسدودکننده گیرنده‌های بن
۱۹۴	۸-۹. مطالعه‌ی رفتار حرارتی برهم‌کنش حالت جامد ایبوپروفن و نیوسلین
۱۹۷	۸-۱۰. بررسی رفتار حرارتی کتکول آمین‌ها و اسیدهای آمینه
۱۹۹	۸-۱۱. بررسی رفتار حرارتی محصولات ایزوتریتینوئین
۲۰۰	۸-۱۲. مطالعه‌ی ترکیبات سولفونامید با استفاده از روش‌های حرارتی
۲۰۲	۸-۱۳. مطالعه‌ی بازدارنگی دو سفالوسپرین روی باکتری اشرشیاکولی با روش میکروگرماسنجی
۲۰۴	۸-۱۴. مطالعه‌ی قابلیت ترکیب‌پذیری و سینتیک تجزیه گرمایی پریماکوئین تحت شرایط هم‌دما و غیرهم‌دما

فصل نهم/ ۲۰۷

کاربرد روش‌های حرارتی در فن‌آوری نانو

- ۱-۹. مقدمه..... ۲۰۸
- ۲-۹. تأثیر نانوذرات ZnO بر روی خواص مکانیکی و گرمایی نانوکامپوزیت‌های اپوکسی..... ۲۰۸
- ۳-۹. رفتار حرارتی نانوذرات تیتانیوم دی‌اکساید تهیه شده به‌وسیله ی رسوب‌گیری از محلول‌های آبی..... ۲۱۱
- ۴-۹. آنالیز مغناطیسی و حرارتی نانوذرات MFe_2O_4 ($M=Co, Mn, Zn$)..... ۲۱۲
- ۵-۹. مطالعه ی حرارتی البومین سرم انسانی روی نانوذرات سیلیکای اصلاح شده با گروه‌های آمینو..... ۲۱۴
- ۶-۹. تهیه نانوبلورهای مس-روی اکسید با استفاده از روش تجزیه حرارتی در محیط آبی..... ۲۱۵
- ۱-۶. بررسی رطوبتی رفتار حرارتی نانوبلورهای مس-رویاکسید..... ۲۱۷
- ۷-۹. بررسی پایداری حرارتی نانوکامپوزیت‌های لاستیک سیلیکون/گرافیت اکسید..... ۲۱۹
- ۷-۹. بررسی پایداری حرارتی نانوکامپوزیت‌های لاستیک سیلیکون/GO..... ۲۲۰
- ۸-۹. مطالعات حرارتی نانوکامپوزیت روی زیرکونات مشتق شده از روش سل-ژل..... ۲۲۳
- ۱-۸-۹. مطالعه ی حرارتی نانو کامپوزیت روی زیرکونات..... ۲۲۴
- منابع و مراجع..... ۲۲۷