



Acronim proiect:

FluidExAp

Titlul proiectului:

FLUIDE NOI DE TRANSFER TERMIC PENTRU APLICAȚII DE SCHIMB DE CĂLDURĂ

Contract nr. 18 PCE / 08.01.2025

**Proiect finanțat de Ministerul Cercetării, Inovării și Digitalizării,
CNCS – UEFISCDI, în cadrul PNCDI IV**

Data de început a proiectului: 8 .01.2025

Durata proiectului: 36 month

Livrabil nr. 2.1

RAPORT PRIVIND ANALIZA STRUCTURALĂ A NANOFUIDELOR

Data limită pentru livrabil	31/12/2025	
Autor	Alina Adriana MINEA	
Status	Draft/Final	
Nivel de diseminare	PU / CO	
Aprobat	18/11/2025	Alina Adriana MINEA

Cuprins

Rezumat	4
1. Echipamente și Tehnici	5
1.1 Analiza Termogravimetrică (TGA)	5
1.2 Microscopie Electronică de Baleiaj (SEM) & Spectroscopie cu Razele X Dispersive de Energie (EDX)	5
1.3 Difrakția cu Razele X a Pulberilor (PXRD)	5
1.4 Analiza Porozității	5
1.5 Spectroscopie în Infraroșu cu Transformata Fourier (FTIR)	5
2. Rezultate	6
2.1 Nanoparticule	6
2.1.1 Argint (Ag) – SEM, EDX, PXRD	6
2.1.2 Cupru (Cu) – SEM, EDX, PXRD	8
2.1.3 Alumina (Al ₂ O ₃) – TEM, SEM, PXRD, Analiza Porozității	11
2.1.4 Nanotuburi de carbon cu peretii multipli (MWCNT): TEM, SEM, PXRD, Analiza Porozității	13
2.1.5 Oxid de Magneziu (MgO) – TGA, SEM-EDX, Proprietăți de Adsorbție, TGA	15
2.1.6 Dioxid de Titan (TiO ₂) – TGA, SEM, EDX, PXRD, Proprietăți de Adsorbție	18
2.2 Fluide	25
2.2.1 Spectroscopie în Infraroșu cu Transformata Fourier – Reflexie Totală Atenuată (ATR–FTIR)	25

2.2.2 Spectroscopie prin Rezonanță Magnetică Nucleară (RMN) – PEG 200	25
2.2.3 Spectroscopie prin Rezonanță Magnetică Nucleară (RMN) – PEG 400	26
2.2.4 Analiza Calorimetrică Diferențială de Scanning (DSC)	28
2.2.5 Analiză Termică Diferențială (DTA)	31
2.2.6 Analiză Termogravimetrică (TG)	32
2.2.7 Analiză Termogravimetrică Derivată (DTG)	33
2.3 Suspensi	35
2.3.1 Analiza TG și DTA pentru suspensiile cu MgO	35

Rezumat

Acest document prezintă rezultatele obținute în urma analizei structurale.

Nanofluidele au fost împărțite în două categorii: nanofluide pe bază de PEG și nanofluide pe bază de surfactant.

Fiecare categorie de nanofluide a fost dezvoltată separat, urmând același protocol de laborator, elaborat pe parcursul acestui proiect.

Analiza structurală a fost realizată atât pentru fluide și amestecuri PEG, cât și pentru nanoparticule și mai multe suspensii.

1. Echipamente și Tehnici

1.1 Analiza Termogravimetrică (TGA)

Măsurătorile termogravimetrice au fost efectuate utilizând instrumentul STA 449F1 JUPITER (Netzsch, GmbH, Selb, Germania). Măsurătorile au fost realizate în intervalul de temperatură 301.15–973.15 K, cu o viteză de încălzire de 10 K min⁻¹, sub atmosferă de azot uscat, cu un debit de 50 mL min⁻¹. Datele obținute au fost procesate folosind software-ul NETZSCH Proteus 4.2 (Netzsch, GmbH, Selb, Germania).

1.2 Microscopie Electronică de Baleiaj (SEM) & Spectroscopie cu Razele X Dispersive de Energie (EDX)

Morfologia suprafeței și compoziția elementară a nanoparticulelor au fost evaluate utilizând un microscop electronic de baleiaj Verios G4 UC (Thermo Fisher Scientific, Brno, Republica Cehă), echipat cu un analizor Energy-Dispersive X-ray Spectroscopy (EDX) (Octane Elect Super SDD Detector, SUA). Micrografele SEM au fost obținute în ambele cazuri folosind o tensiune de accelerație de 10 kV și un spot de 0.4 nA. Pentru analiza EDX, probele au fost examinate cu o tensiune de accelerație de 20 kV și un spot de 6.4 nA.

1.3 Difracția cu Razele X a Pulberilor (PXRD)

Analiza difracției cu raze X a pulberilor (PXRD) a fost realizată pe un difractometru Rigaku Miniflex 600, utilizând radiație Cu K α ($\lambda = 1,5406 \text{ \AA}$), în intervalul unghiular 3–90° (2 θ), cu un pas de scanare de 0,01° și o viteză de înregistrare de 2° min⁻¹.

1.4 Analiza Porozității

Caracterizarea nanoparticulelor în ceea ce privește aria specifică a suprafeței și dimensiunea micro- sau mezoporelor (adsorbție fizică) a fost realizată utilizând un instrument Quantachrome NOVA 4200e.

1.5 Spectroscopie în Infraroșu cu Transformata Fourier (FTIR)

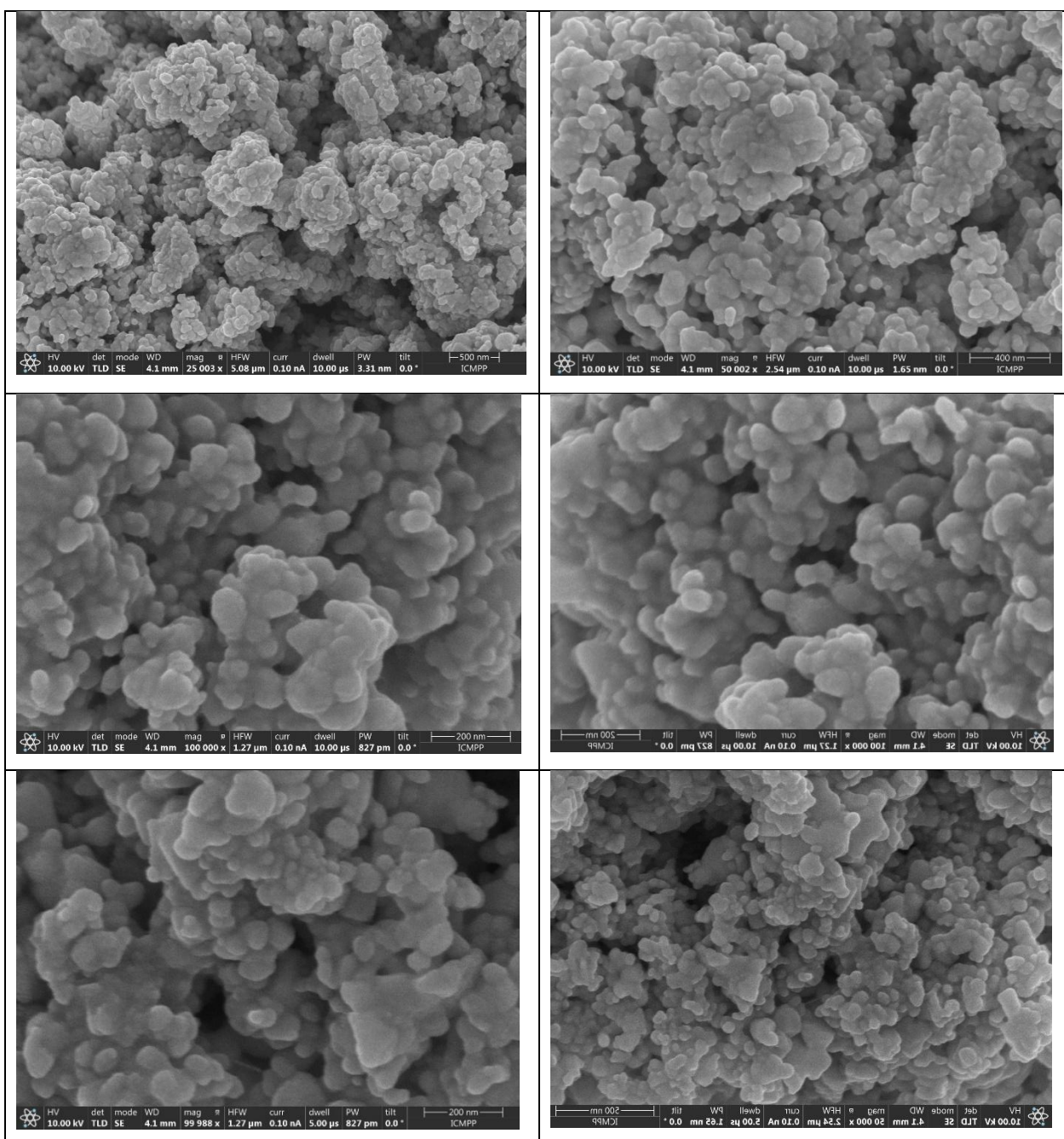
Spectrele obținute prin Spectroscopie în Infraroșu cu Transformata Fourier – Reflexie Totală Atenuată (ATR–FTIR) au fost înregistrate utilizând un spectrofotometru Shimadzu IRTracer-100 FT-IR, echipat cu un modul PIKE Technologies GladiATR pentru reflexie totală atenuată cu o singură reflexie.

2. Rezultate

2.1 Nanoparticule

2.1.1 Nanoparticule de argint (Ag): SEM, PXRD, EDX

Figurile 1 și 2 prezintă rezultatele SEM și EDX utilizate pentru a evalua compoziția elementală, puritatea și morfologia de suprafață a nanoparticulelor de Ag.



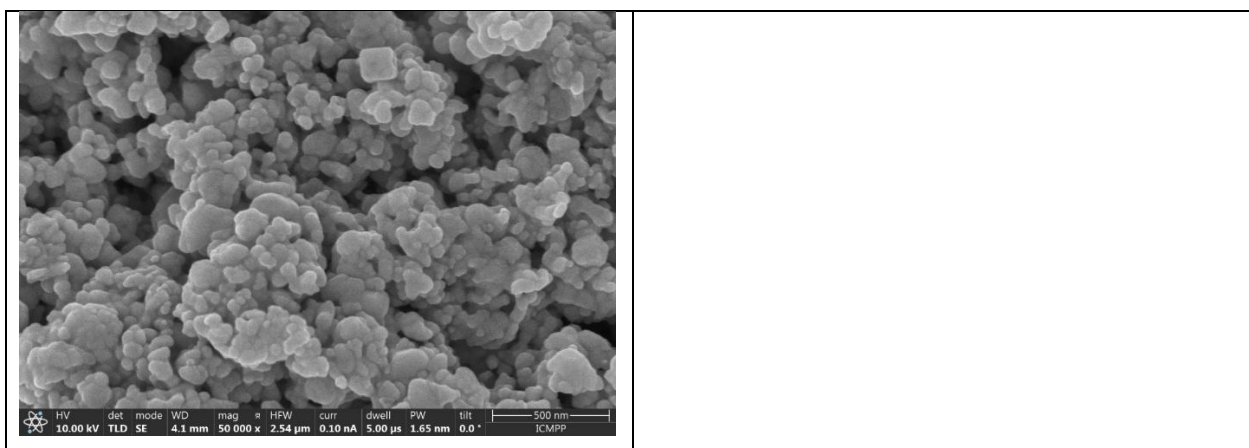


Fig. 1. Imagini SEM ale nanoparticulelor de Ag, la diferite scări.

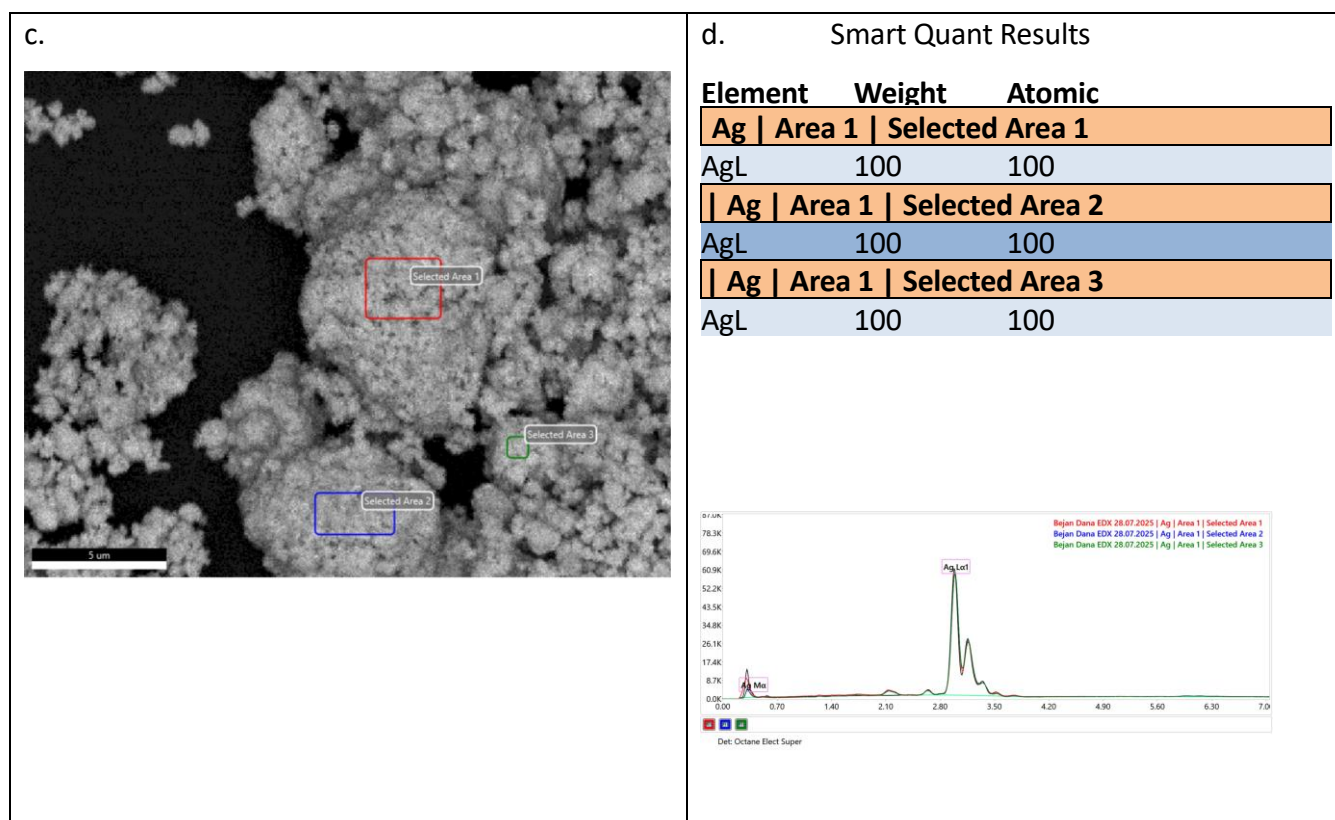


Fig. 2. Analiza EDX a nanoparticulelor de Ag.

Analiza difracției razelor X pe pulbere (PXRD) oferă informații despre gradul de cristalinitate și puritatea fazei cristaline a materialului. Modelele de difracție obținute pentru probe sunt ilustrate în Figura 3.

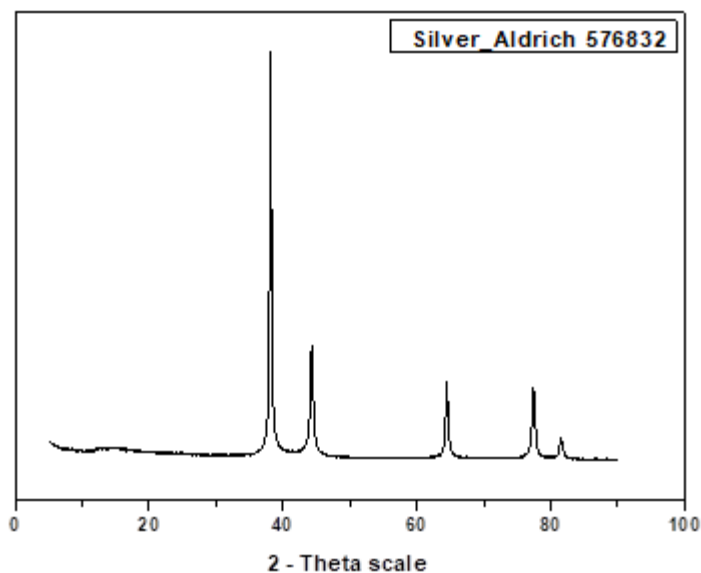
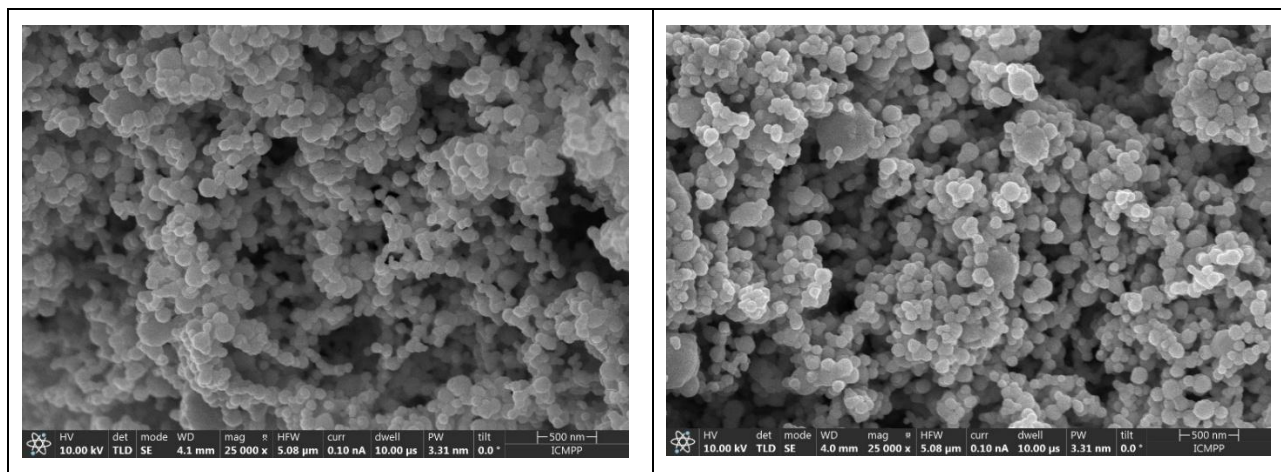


Fig. 3. Modelele PXRD ale argintului (Aldrich, cod 576832) utilizat în acest studiu.

2.1.2 Nanoparticule de cupru (Cu): SEM, EDX, PXRD

Figurile 4 și 5 prezintă rezultatele SEM și EDX, utilizate pentru a analiza structura elementală, puritatea și morfologia de suprafață a nanoparticulelor de Cu.



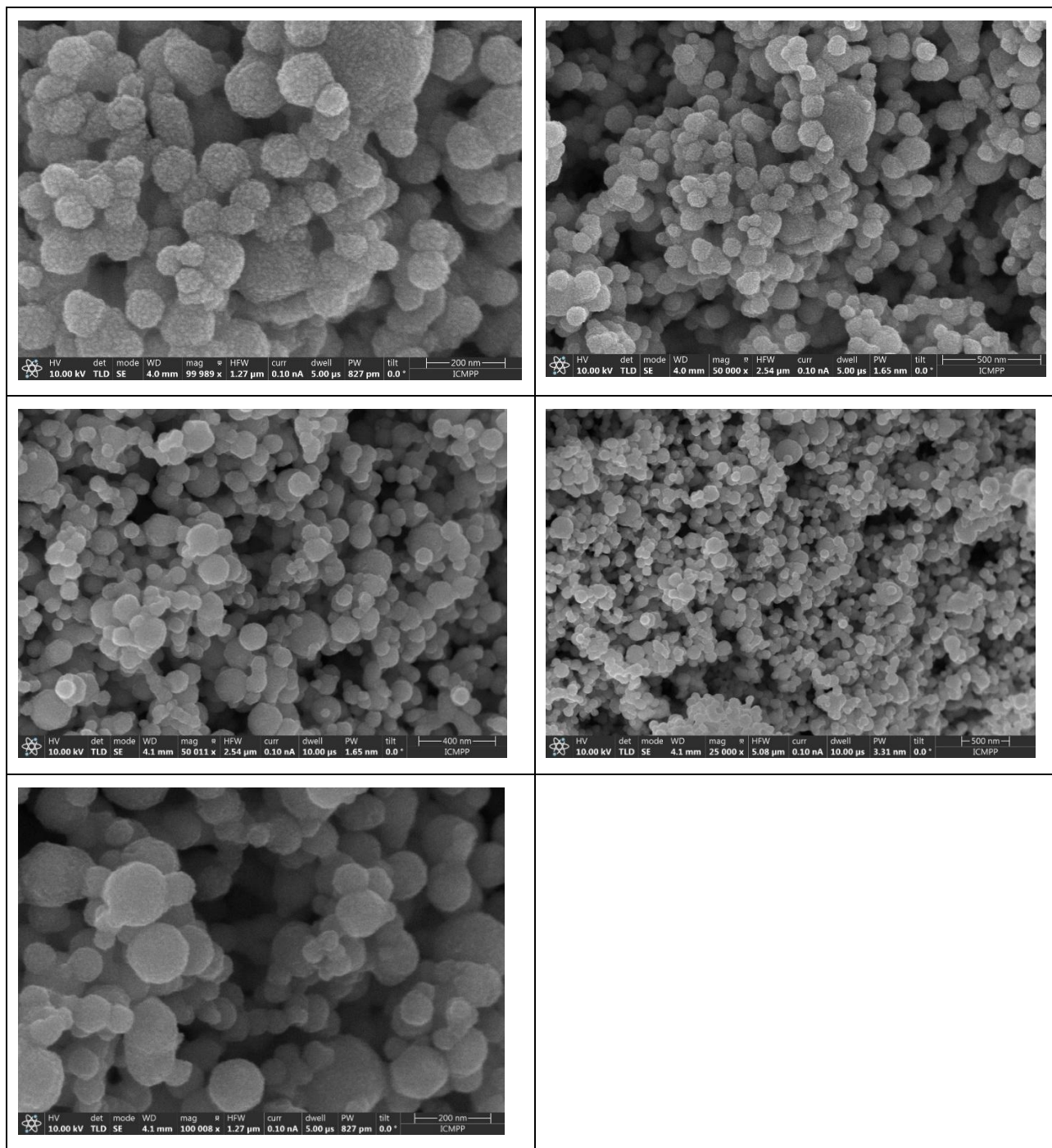


Fig. 4. Imagini SEM ale nanoparticulelor de Cu, la diferite scări.

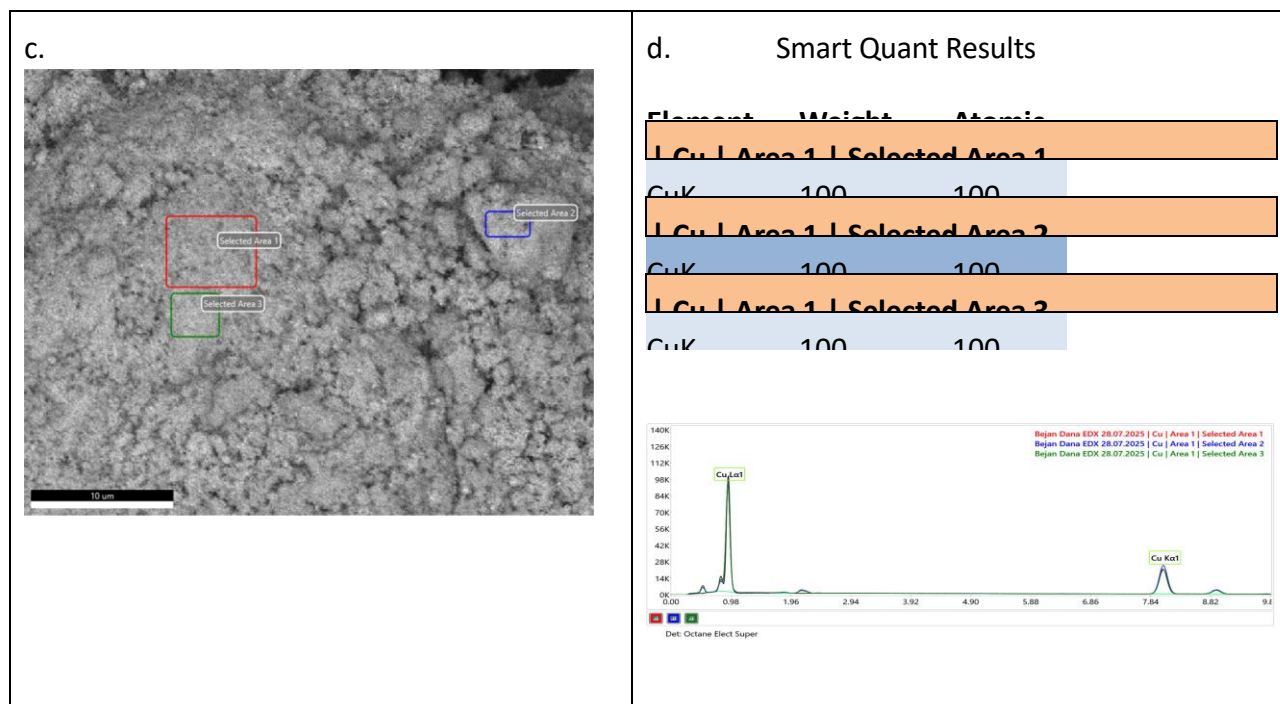


Fig. 5. Analiza EDX a nanoparticulelor de Cu.

Modelele de difracție obținute pentru probe sunt ilustrate în Figura 6.

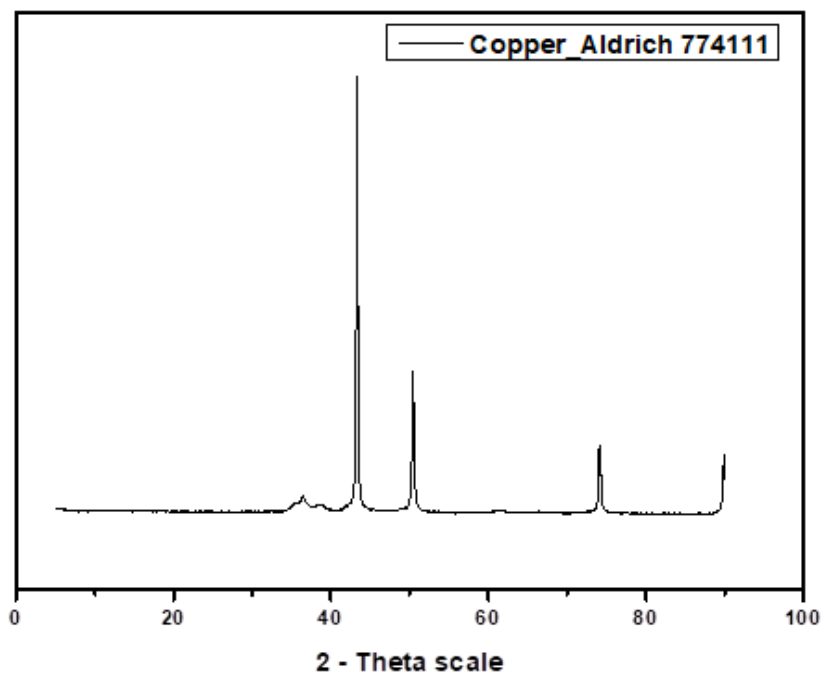


Fig. 6. Modelele PXRD ale cuprului (Aldrich, cod 774111) utilizat în acest studiu.

2.1.3 Nanoparticule de alumina (Al_2O_3): TEM, SEM, PXRD, Analiza porozității

Micrografele TEM au arătat că dimensiunea medie a nanoparticulelor de Al_2O_3 se situează în intervalul 10–50 nm.

Figura 7 ilustrează distribuția aparent neuniformă a particulelor de alumina.

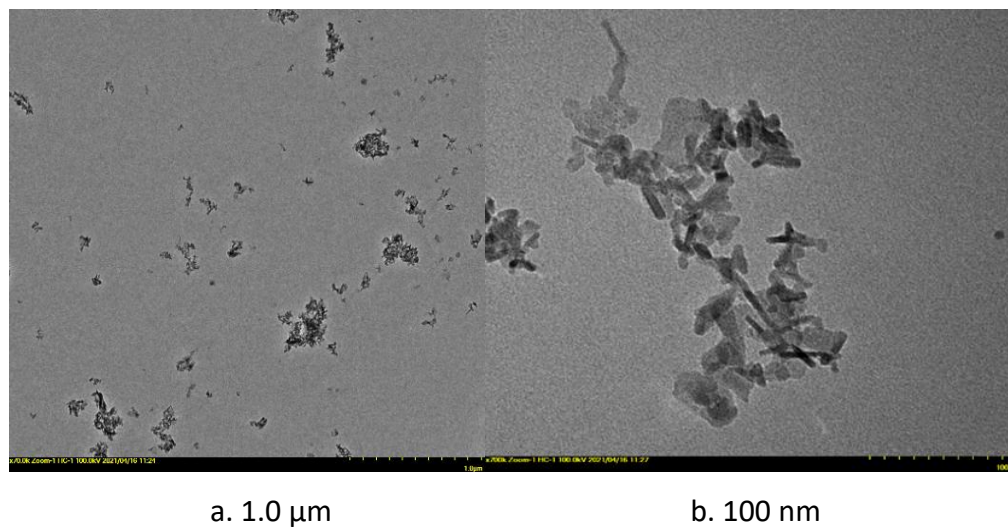


Fig. 7. Imagini TEM ale nanoparticulelor de Al_2O_3 (0,1 $\mu\text{m} \times 70,0 \text{ k}$, 100 nm $\times 700 \text{ k}$).

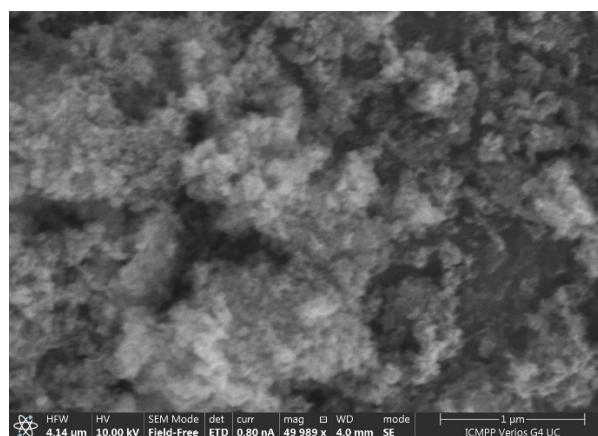


Fig. 8. Imagini SEM ale nanoparticulelor de Al_2O_3 .

Modelul XPRD al nanoparticulelor de Al_2O_3 este prezentat în Figura 9.

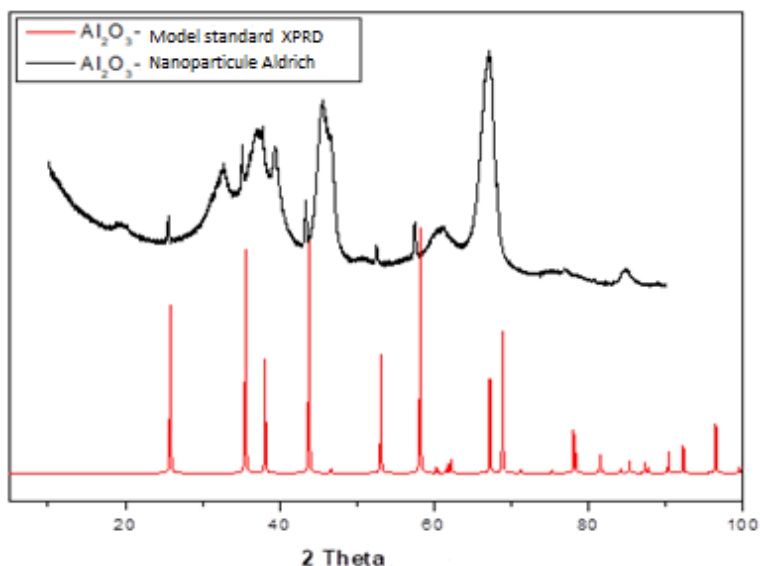


Fig. 9. Modelele XPRD ale compusului Al_2O_3 comparate cu modelele simulate din setul de date deșus (ICDD 96-110-1169).

Tabelul 1 arată că aria specifică de $138 \text{ m}^2/\text{g}$ identificată pentru Al_2O_3 este în concordanță cu valorile raportate în literatură. Izotermele de adsorbție a azotului sunt prezentate în Figura 10.

Tabel 1. Aria specifică BET și volumul total al porilor pentru materialele standard.

Compusi activati	Aria specifică BET [m^2/g]*	Aria specifică BET [m^2/g] Exp.	Volumul total a porilor [cm^3/g]
Al_2O_3	> 40	108	0.33
Al_2O_3	> 40	138	0.63

** Ariile specifice BET au fost calculate pe baza a cinci puncte de adsorbție în intervalul de presiune relativă $p/p_0 = 0.1-0.20$.

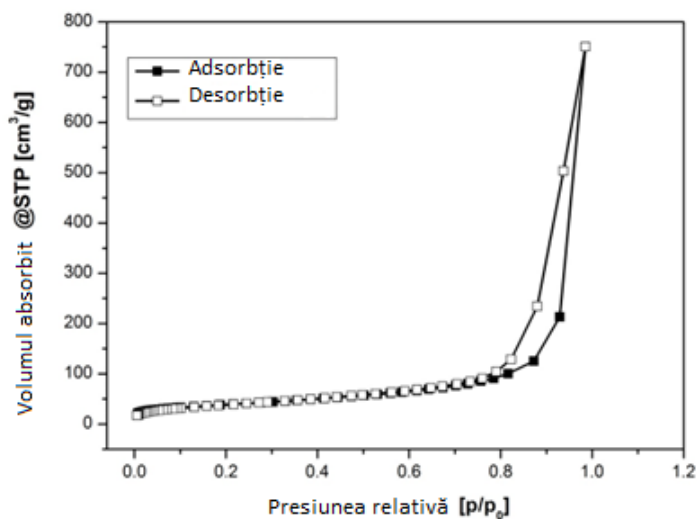


Fig. 10. Izotermele de adsorbție a N₂ pentru Al₂O₃ activată. Simbolurile închise și deschise corespund, respectiv, adsorbției și desorbției.

2.1.4 Nanotuburi de carbon cu pereți multipli (MWCNTs): TEM, SEM, PXR, Analiza porozității

Micrografele TEM au arătat că dimensiunea medie a nanoparticulelor pentru MWCNT se situează în intervalul 50–90 nm.

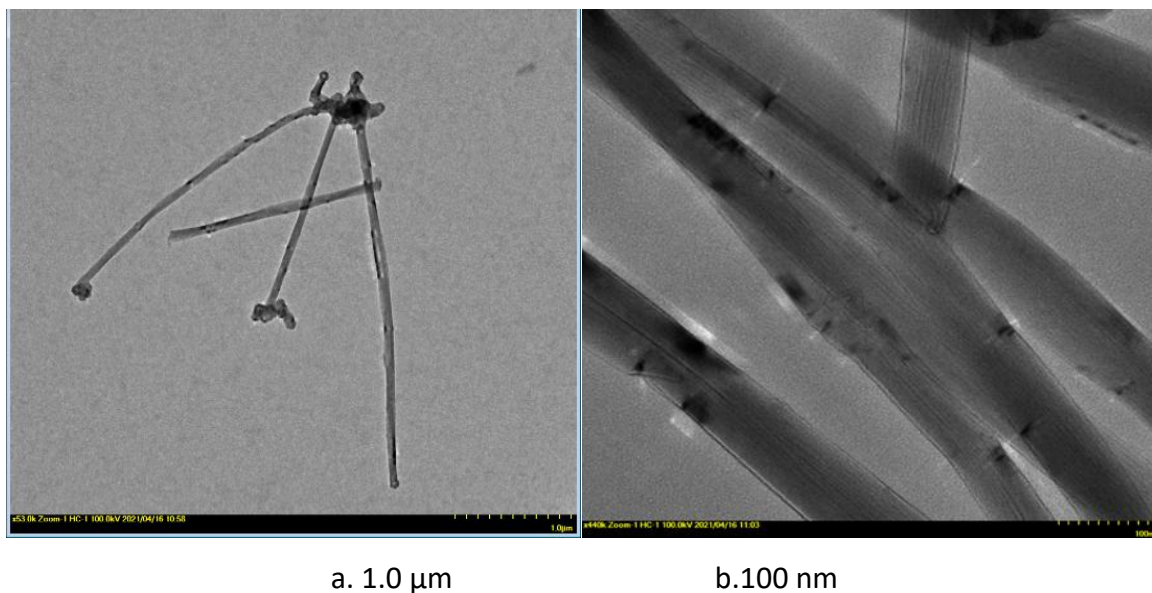


Fig. 11. Imagini TEM ale nanoparticulelor MWCNT (0.1 μm × 53.0 k, 100 nm × 440 k).

Figura 12 prezintă imaginile SEM ale nanopulberii studiate. Din analiza SEM se poate observa forma nanoparticulelor, în timp ce TEM a oferit informații mai detaliate privind dimensiunea acestora.

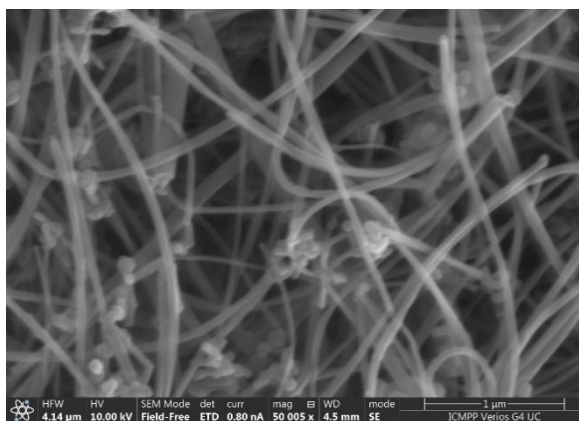


Fig. 12. Imagini SEM ale nanoparticulelor de MWCNT.

Modelele înregistrate pentru nanoparticulele de MWCNT sunt prezentate în Figura 13. S-a observat vârful caracteristic la $2\theta \approx 26.3^\circ$.

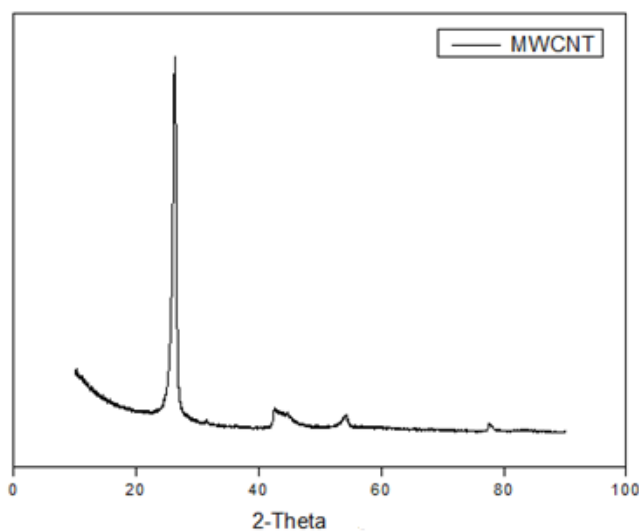


Fig. 13. Modelele XPRD ale nanoparticulelor de MWCNT utilizate în acest studiu.

Izotermele de adsorbție a azotului obținute sunt prezentate în Figura 14.

Tabelul 2. Aria specifică BET, volumul total al porilor și diametrul porilor pentru materialele standard.

Compusi activati	Temperatura de activare [°C]	Suprafata specifica BET, [m ² /g], Exp.	Volumul total al porilor, [cm ³ /g]*	Diametrul porilor, [nm]
MWCNT (Runda 1)	200	~ 18	0.025	15.26
MWCNT (Runda 2)	200	~ 19	0.023	16.80
MWCNT (Runda 1)	150	~ 18	0.032	15.61
MWCNT (Runda 2)	150	~ 19	0.035	15.45

* Volumul total al porilor a fost calculat din izoterma de adsorbție a azotului la $p/p_0 = 0.93$.

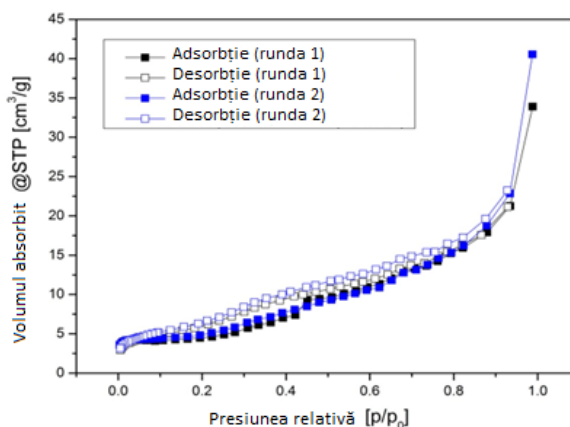


Fig. 14. Izotermele de adsorbție a N₂ pentru MWCNT activate la -196 °C. Simbolurile închise și deschise corespund, respectiv, adsorbției și desorbției.

2.1.5 Nanoparticule de oxid de magneziu (MgO): TGA, SEM-EDX, Proprietăți de adsorbție, TGA

Nanoparticulele de MgO au fost analizate pentru stabilitatea termogravimetrică, iar rezultatele sunt prezentate în Figura 15.

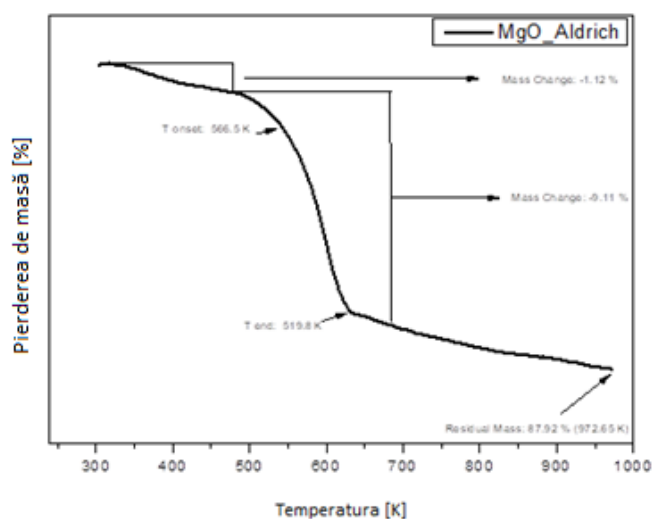
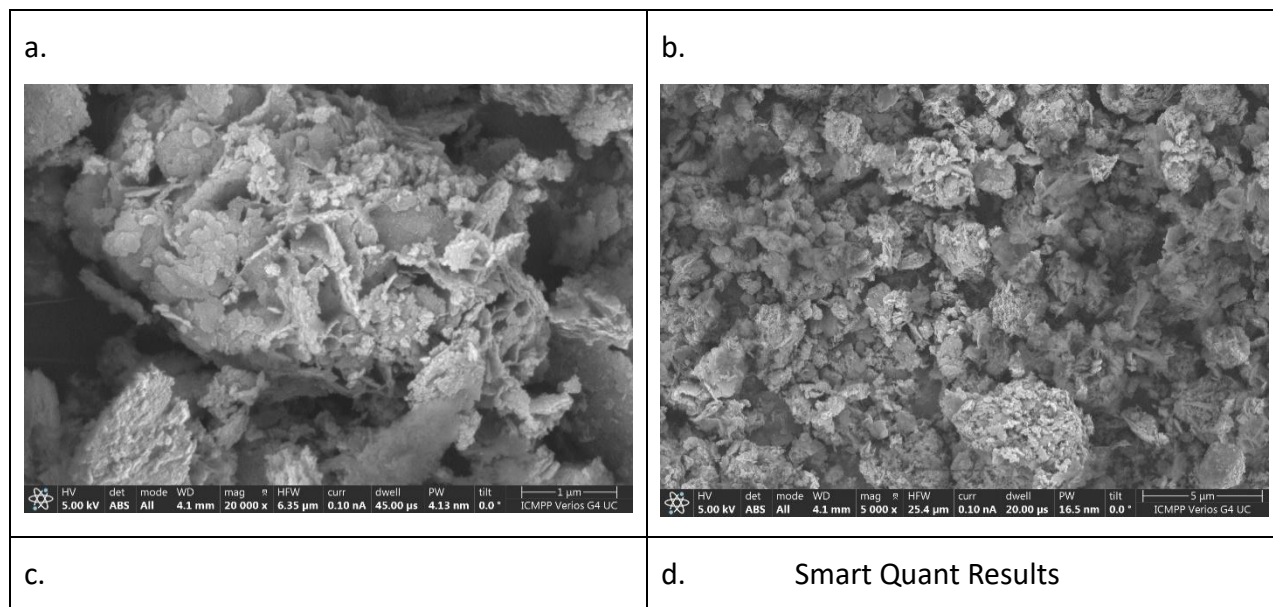


Fig. 15. Nanoparticule de MgO: analiză termogravimetrică (TGA).

Figura 16 prezintă rezultatele SEM și EDX, utilizate pentru a analiza compoziția elementală, puritatea și morfologia de suprafață a nanoparticulelor de MgO.



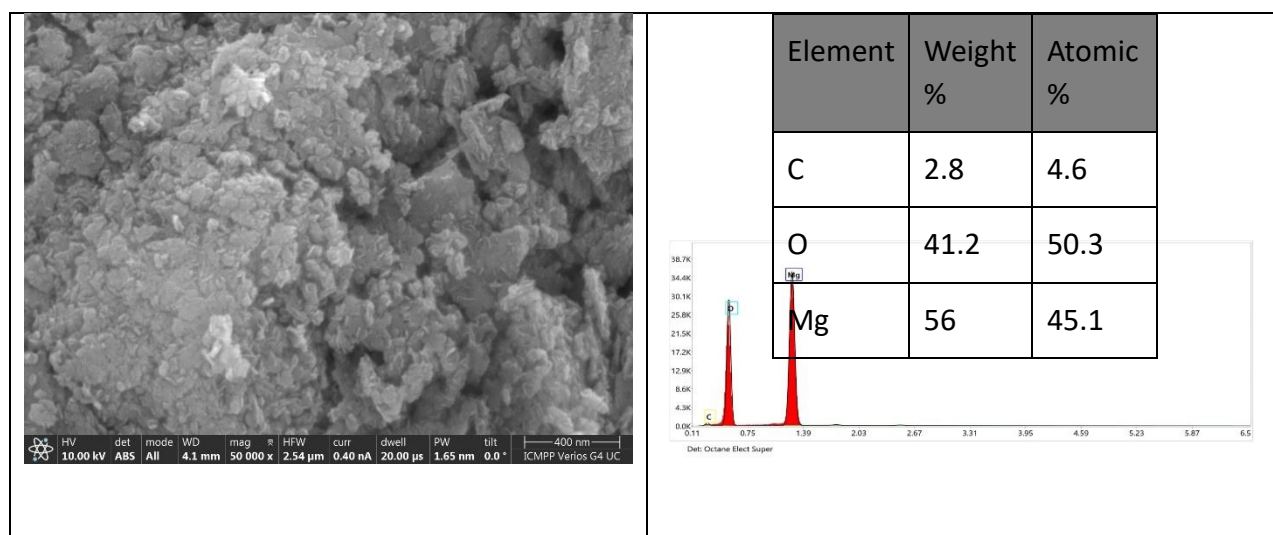


Fig. 16. Imagini SEM ale nanoparticulelor de MgO la diferite scări: (a) 1 μm , (b) 5 μm și (c) 400 nm; (d) Analiza EDX a nanoparticulelor de MgO.

Table 3. Aria specifică BET, volumul total al porilor și diametrul porilor pentru nanoparticulele standard.

Compusi activati	Temperatura de activare [$^{\circ}\text{C}$]	Suprafata specifica BET [m^2/g]	Volumul total al porilor [cm^3/g]	Dimensiunea porilor [nm]
MgO	200	~ 62	0.142	≥ 15.13

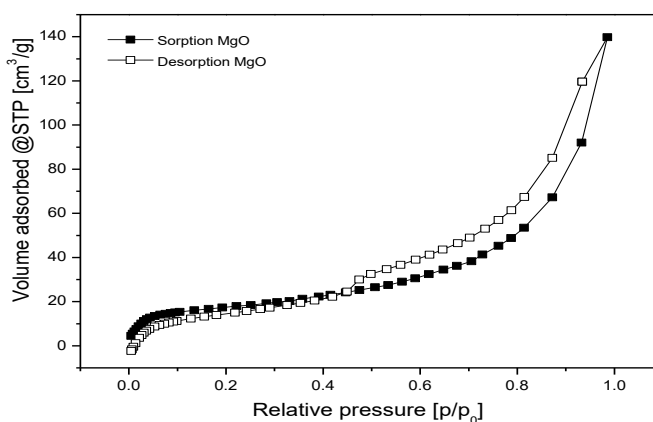


Fig. 17. Izoterma de adsorbție a N_2 pentru MgO activat la -196°C . Simbolurile închise și deschise corespund, respectiv, adsorbției și desorbției.

Figura 18 prezintă curbele TG și DTA, înregistrate folosind instrumentul STA 449 F1 JUPITER (Netsch, Germania) cu o viteză de încălzire de $5 \text{ K}\cdot\text{min}^{-1}$ în azot anhidru.

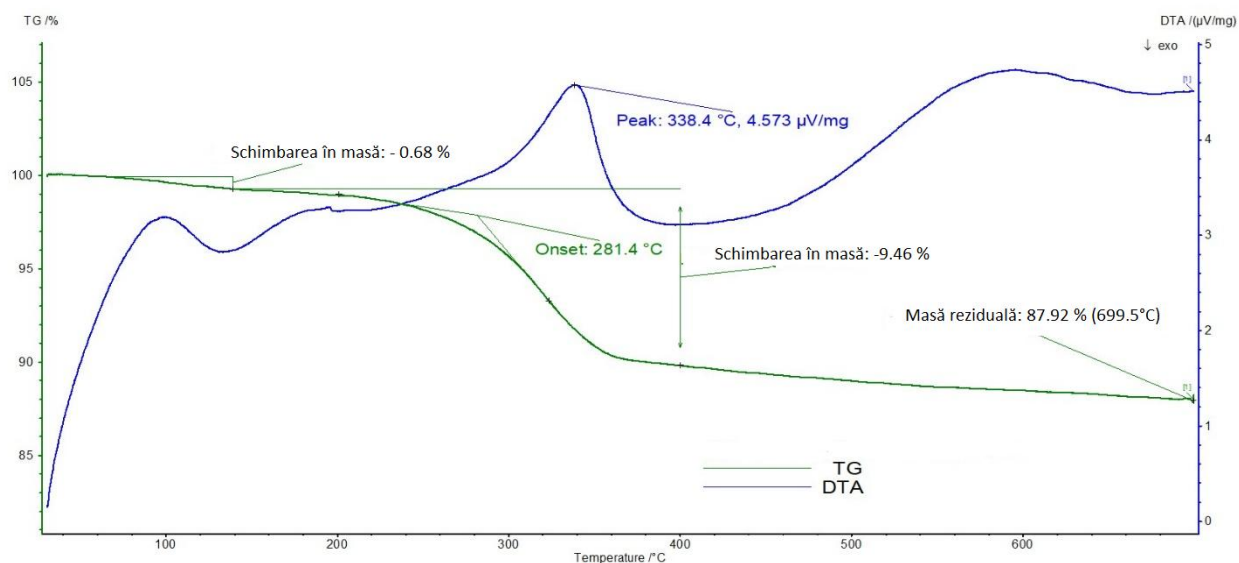


Fig. 18. Termogramă TG–DTA a pulberii de MgO.

2.1.6 Nanoparticule de dioxid de titan (TiO_2): TGA, SEM, EDX, PXRD, Proprietăți de adsorbție

Nanoparticulele de TiO_2 au fost analizate prin termogravimetrie, iar Figura 19 arată că materialul este stabil până la 973.15 K.

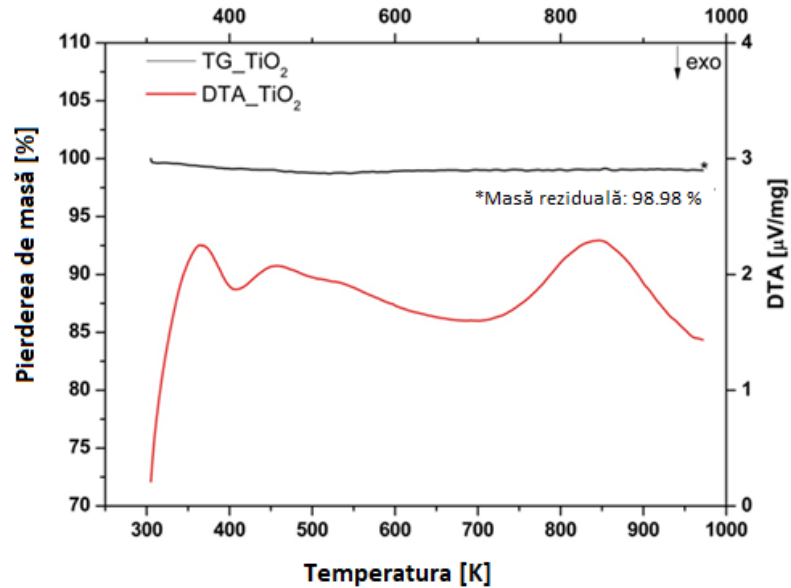
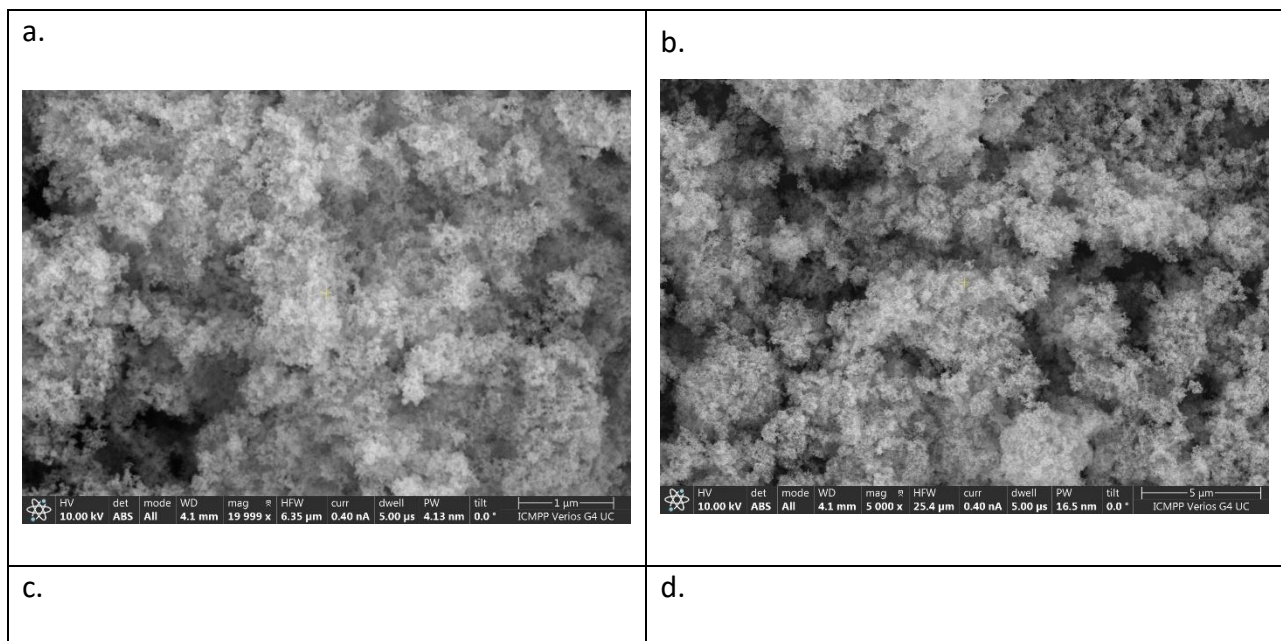


Fig. 19. Analiza TG/DTA a nanoparticulelor.

Rezultatele analizei morfologice SEM a nanoparticulelor de TiO₂ sunt prezentate în Figura 20. După cum se observă în imagini, nanoparticulele au o formă aproximativ sferică și dimensiuni omogene, așa cum este ilustrat în Figura 20d.



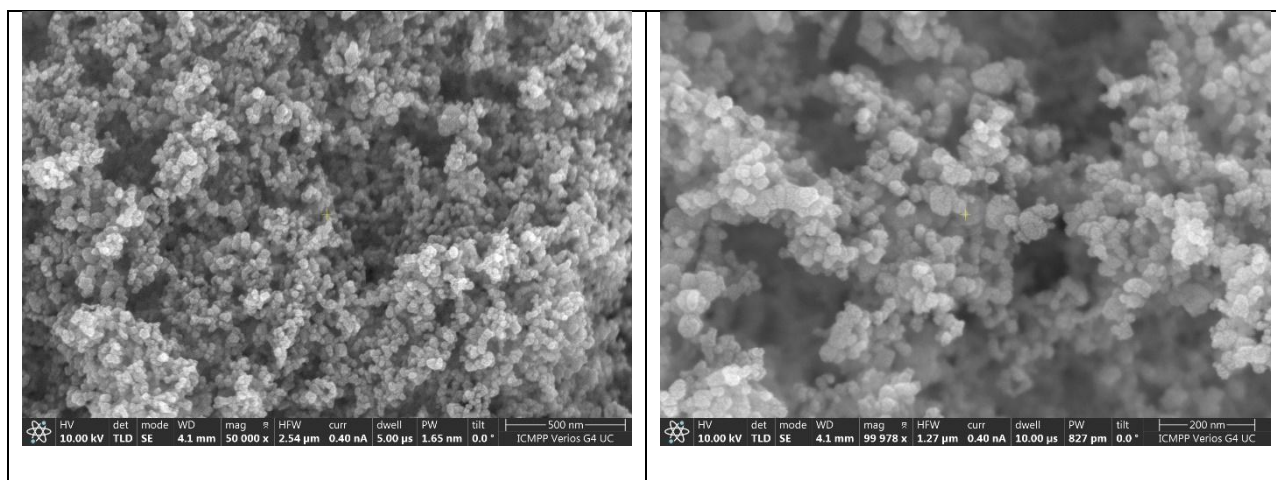


Fig. 20. Imagini SEM ale nanoparticulelor de TiO_2 la diferite scări: (a) $1 \mu m$, (b) $5 \mu m$, (c) $500 nm$ și (d) $200 nm$.

După cum se arată în Figura 21, spectrul prezintă vârfurile caracteristice ale titanului și oxigenului.

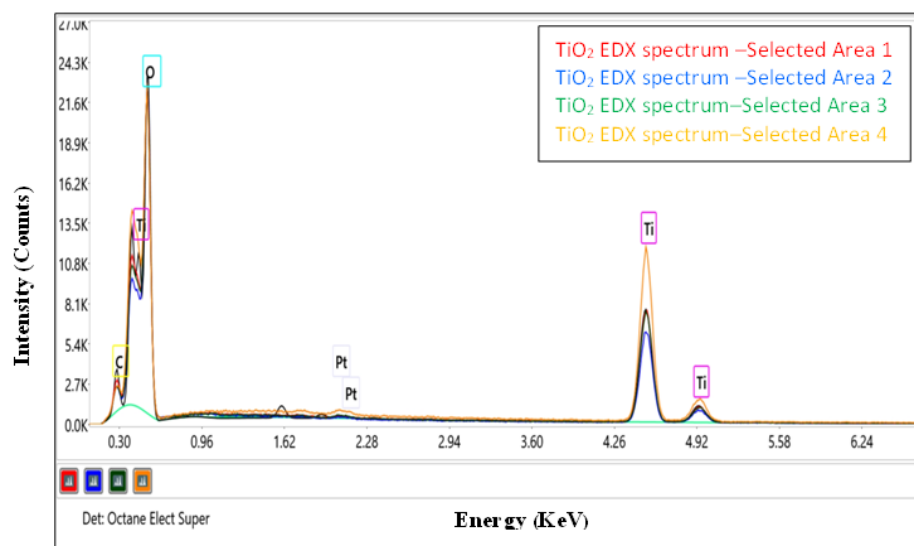


Fig. 21. Spectru EDX al nanoparticulelor de TiO_2 .

Table 4. Tabelul cu procentele masice (Wt %) și procentele atomice (At %) obținute din spectrele EDX prelevate din patru zone diferite ale nanoparticulelor de TiO_2 .

	TiO_2 - Zona 1		TiO_2 - Zona 2		TiO_2 - Zona 3		TiO_2 - Zona 4	
	At%	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%	At%	Wt%

CK	16.5	8.1	16.6	7.7	24.4	12.8	18.2	9.6
OK	61.7	40.4	54.1	33.6	53.6	37.6	61.8	43.3
Ti K	20.3	39.8	28.6	53	21.5	45	19.1	40
PtM	1.5	11.7	0.7	5.6	0.5	4.5	0.8	7.2

Spectrele PXRd prezentate în Figura 22 au fost înregistrate folosind un difractometru Rigaku Miniflex 600 și evidențiază clar vârfurile nanomaterialelor comerciale de TiO_2 . Figura 23 indică faptul că proba de TiO_2 este alcătuită din 88 % anatază și 12 % rutil. Vârfurile de difracție sunt listate în Tabelul 5.

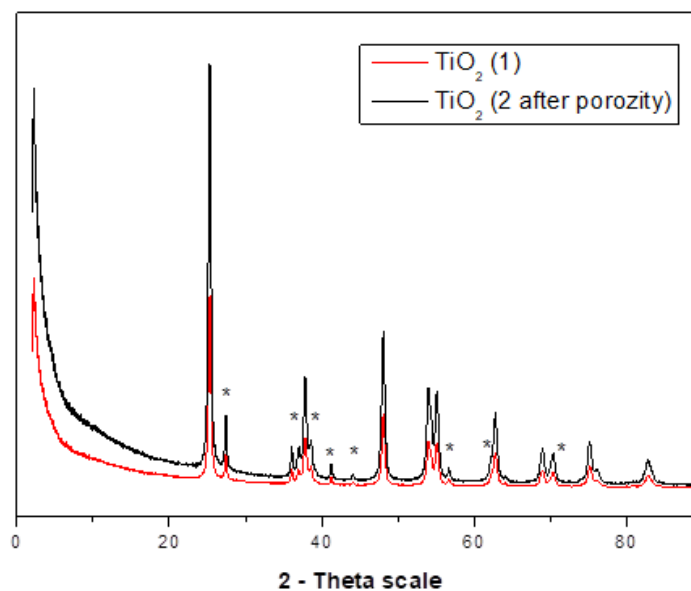


Fig. 22. Modelele PXRd ale compusului TiO_2 achiziționat: înainte și după măsurarea porozității (faza rutil).*

Tabelul 5. Date PXRd pe pulbere, planele hkl calculate pentru [TiO_2].

Nr.	2 Theta (valori observate pentru TiO_2)	(hkl)	2 Theta (valori observate pentru TiO_2 după măsurarea porozității)	(hkl)
-----	---	-------	--	-------

1	25.30	(101)	25.30	(101)
2*	27.43	(110)	27.43	(110)
3*	36.08	(101)	36.08	(101)
4	36.96	(103)	36.96	(103)
5	37.82	(004)	37.82	(004)
6	38.57	(112)	38.56	(112)
7*	39.18	(200)	39.19	(200)
8*	41.24	(111)	41.24	(111)
9*	44.04	(210)	44.04	(210)
10	48.03	(200)	48.02	(200)
11	53.92	(105)	53.91	(105)
12	55.05	(211)	55.05	(211)
13*	56.62	(220)	56.20	(220)
14	62.70	(204)	62.69	(204)
15*	62.76	(002)	62.77	(002)
16	68.80	(116)	68.79	(116)
17*	69.00	(301)	69.01	(301)
18	70.28	(220)	70.27	(220)
19	75.07	(215)	75.06	(215)
20	76.02	(301)	76.02	(301)
21	82.68	(224)	82.67	(224)

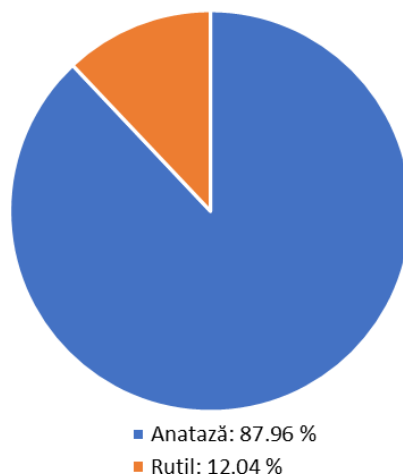


Fig. 23. Compararea cu modelul „whole powder pattern” (WPPF) pentru TiO₂.

Table 6. Aria specifică BET, volumul total al porilor și diametrul porilor pentru nanoparticulele standard.

Compusi activati	Temperatura de activare [°C]	Spurafata specifica BET [m ² /g]	Volumul total al porilor [cm ³ /g]	Dimensiunea porilor [nm]
TiO ₂ (runda 1)	200	~ 49	0.079	>14.19
TiO ₂ (runda 2)	200	~ 46	0.081	> 16.26
TiO ₂ (Aldrich)**	-	35-65	-	-

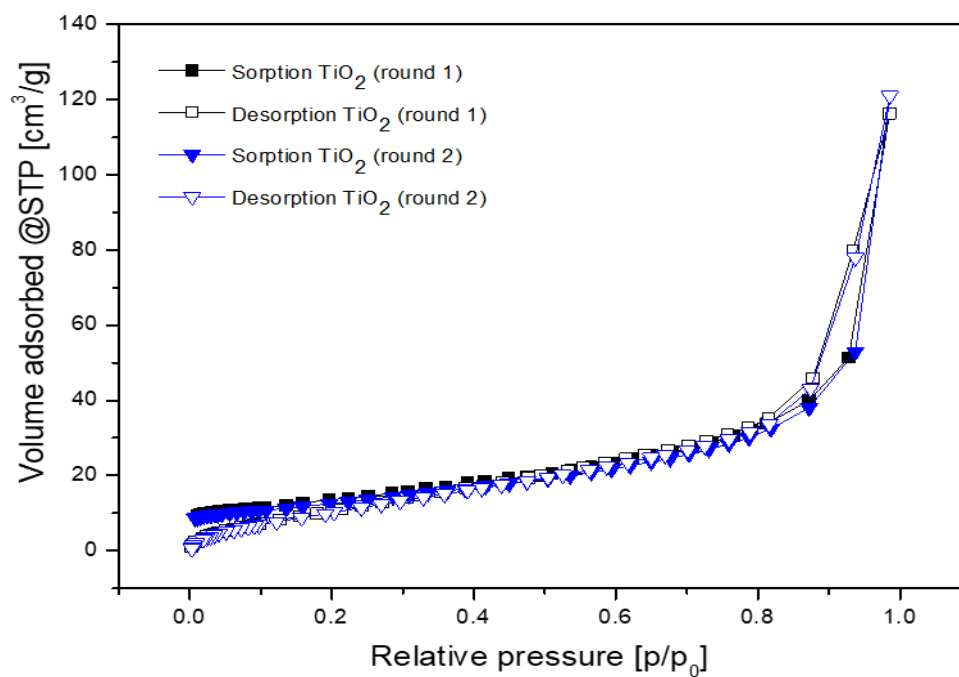


Fig. 24. Izotermele de adsorbție a N₂ pentru TiO₂ activat la -196 °C. Simbolurile închise și deschise corespund, respectiv, adsorbției și desorbției.

2.2. Fluide

2.2.1 Spectroscopie în infraroșu cu transformata Fourier și reflexie totală atenuată (ATR–FTIR)

Figura 25 prezintă spectrele ATR ale PEG-ului pur cu masă moleculară de 200 g·mol⁻¹ și 400 g·mol⁻¹.

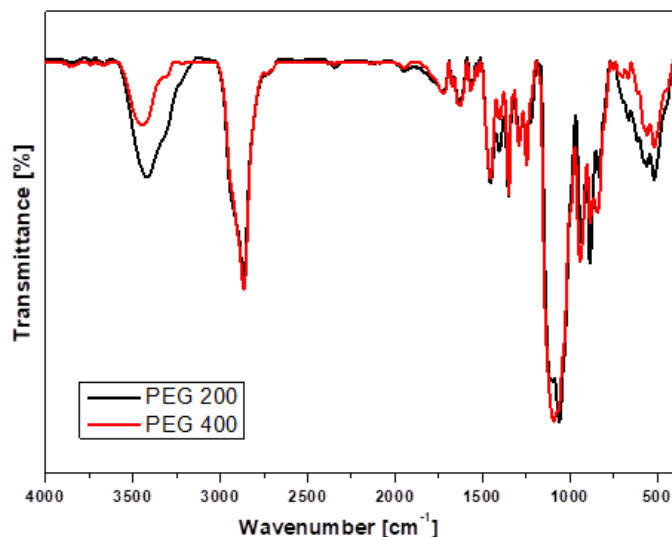


Fig. 25. ATR–IR ale PEG-urilor, măsurate cu modulul GladiATR de la PIKE Technologies.

2.2.2 Spectroscopie prin Rezonanță Magnetică Nucleară (NMR) – PEG 200

Structura PEG 200 a fost confirmată prin spectroscopie NMR. Spectrul ¹H NMR al PEG 200 a arătat semnalul caracteristic protonilor de alcool sub forma unui multiplu la 4.58 ppm, corespunzător protonului din gruparea OH și protonului marginal –H, un semnal larg la 3.52 ppm corespunzător lanțului marginal (CH₂–CH₂) și un multiplu între 3.48–3.42 ppm corespunzător lanțului polimeric (CH₂–CH₂) (două grupări).

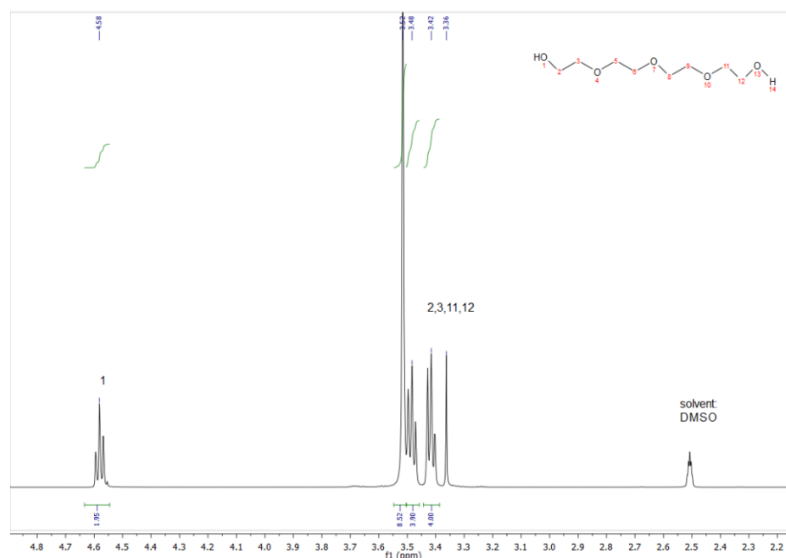


Fig. 26. Spectru ^1H NMR (400,1 MHz, DMSO-d_6) al PEG 200; δ , ppm: 4.58 (m, 1H), 3.52 (m, 8H), 3.48–3.42 (m, 4H), 3.36 (br s, 2H).

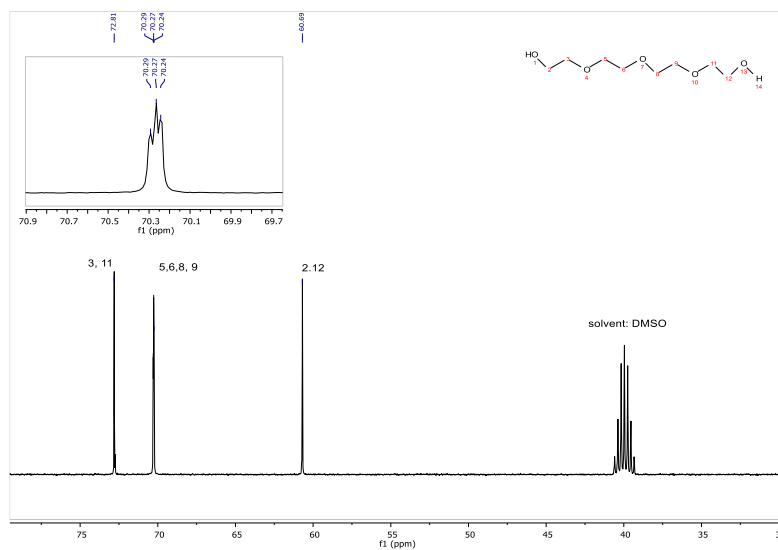


Fig. 27. Spectru ^{13}C NMR (100,6 MHz, DMSO-d_6) al PEG 200; δ , ppm: 72.81 (C3, C11), 70.29 – 70.24 (C5, C6, C8, C9), 60.69 (C2, C12).

2.2.3 Spectroscopie prin Rezonanță Magnetică Nucleară (NMR) – PEG 400

Spectrul ^1H NMR arată un multiplet la 4,58 ppm corespunzător protonului OH și protonului marginal –H, un multiplet între 3.5 și 3.4 ppm corespunzător lanțului polimeric ($\text{CH}_2\text{–CH}_2$) și un vârf mic la 3.34 ppm, datorat prezenței urmelor de apă, care pot proveni atât din probe, cât și din solventul deuterat. Numărul corect de atomi de carbon alifatici aparținând lanțului polimeric a fost identificat în spectrul de carbon al compusului PEG 400, așa cum este reprezentat în Figura 28.

^1H NMR (400.1 MHz, DMSO-d_6) δ , ppm: 4.58 Hz (m, 1H), 7.80 - Hz (m, 4H),

^{13}C NMR (100.6 MHz, DMOS d_6) δ , ppm: 72.81 Hz (C^*), 70.29 Hz ($\text{CH}_2\text{-CH}_2$), 60.68 (C^*) (Figura 29).

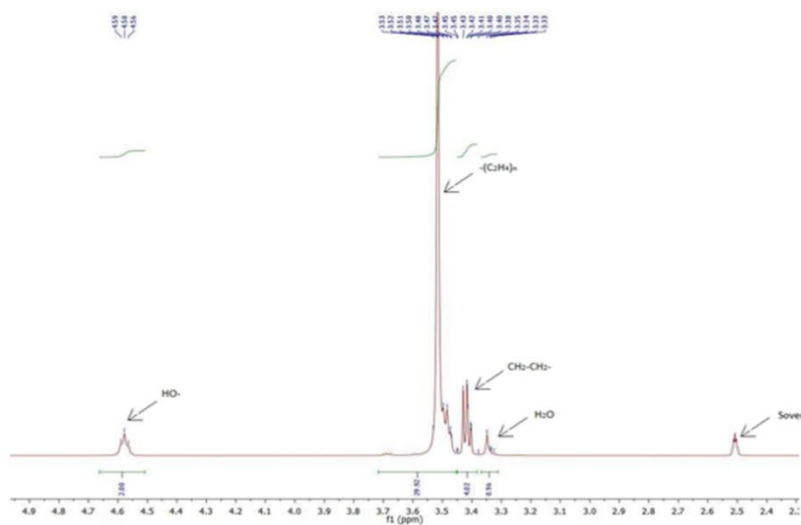


Fig. 28. Spectru ^1H NMR pentru PEG 400 (în DMSO deuterat ca solvent).

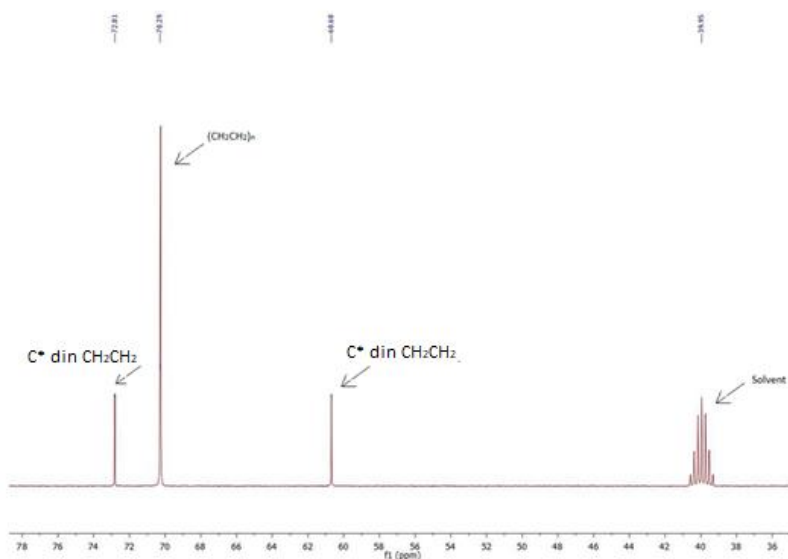


Fig. 29. Spectru ^{13}C NMR pentru PEG 400 (în DMSO deuterat ca solvent).

2.2.4 Analiză prin Calorimetrie Diferențială de Scanning (DSC)

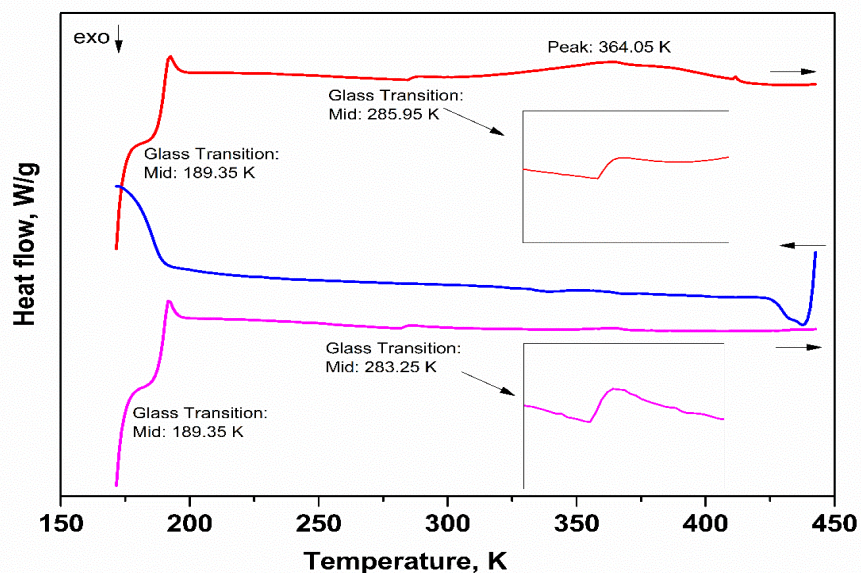


Fig. 30. Curbe DSC ale PEG 200 la o viteza de încălzire de $10 \text{ K}\cdot\text{min}^{-1}$, în gaz inert (N_2); Inserție: vârful de tranziție sticloasă.

Detaliile efectelor endotermice și exotermice pentru ciclurile selectate ale PEG 200 sunt prezentate în Figura 30, în timp ce în figurile 31–33 sunt prezentate rezultatele pentru amestecuri.

Tabelul 6. Rezultatele analizei prin calorimetrie diferențială de scanning (DSC): temperaturile de tranziție sticloasă (T_g), topire (T_m) și cristalizare (T_c) ale PEG-urilor pure și ale amestecurilor.

Fluid	Masa probei, mg	Primul ciclu de incalzire			Ciclul de racire		Al Doilea ciclu de incalzire		
		T_g , K (Onset/Mid)	T_m , K	T_c , K	T_c , K	T_c , K	T_g , K (Onset/Mid)	T_m , K	T_c , K
PEG 400	3.4	-	279.65	-	247.95	-	281.15	-	-
PEG 200	6.6	187.85/ 189.35 284.65/ 285.95	364.05	-	-	-	187.95/ 189.35 282.35/ 283.25	-	-

L2	8.4	190.45/ 193.25 298.85/ 299.45	254.35/ 268.45 362.85	216.05	-	-	191.45/ 193.35 295.65/ 296.65	255.4 5/ 269.5 5	212.5 5
L3	18	188.85/ 190.95	275.45	-	239.05	226.15	188.65/ 190.45	277.1 5	-
L4	16.3	190.45/1 92.35	277.95/ 299.05	-	-	247.85	189.35/ 190.35	280.7 5/ 297.5 5	-

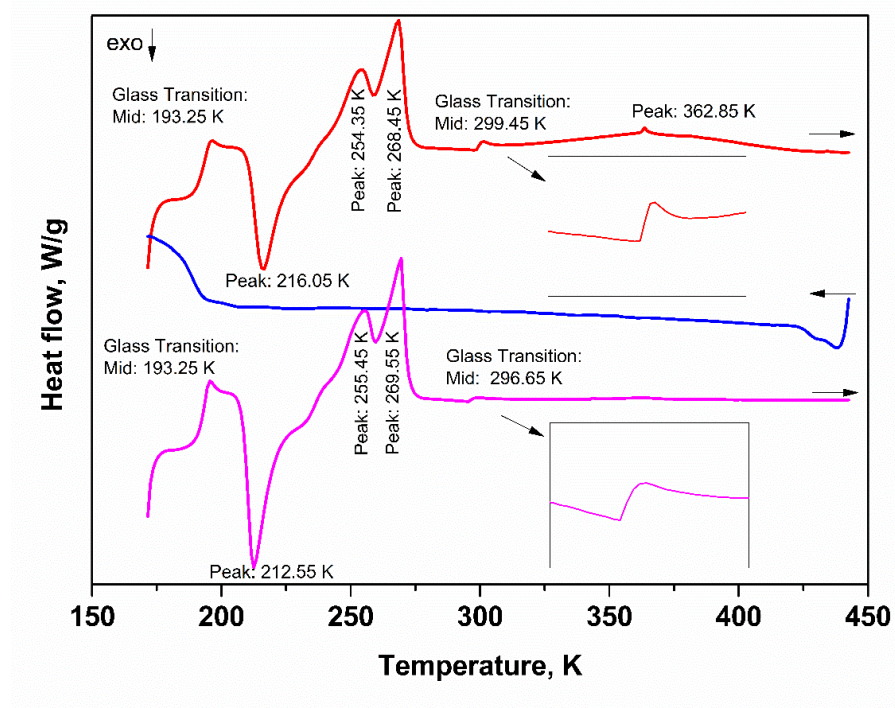


Fig. 31. Curbe DSC ale amestecului L2 la o viteză de încălzire de $10 \text{ K} \cdot \text{min}^{-1}$, în gaz inert (N_2); Inserție: vârful de tranziție sticloasă.

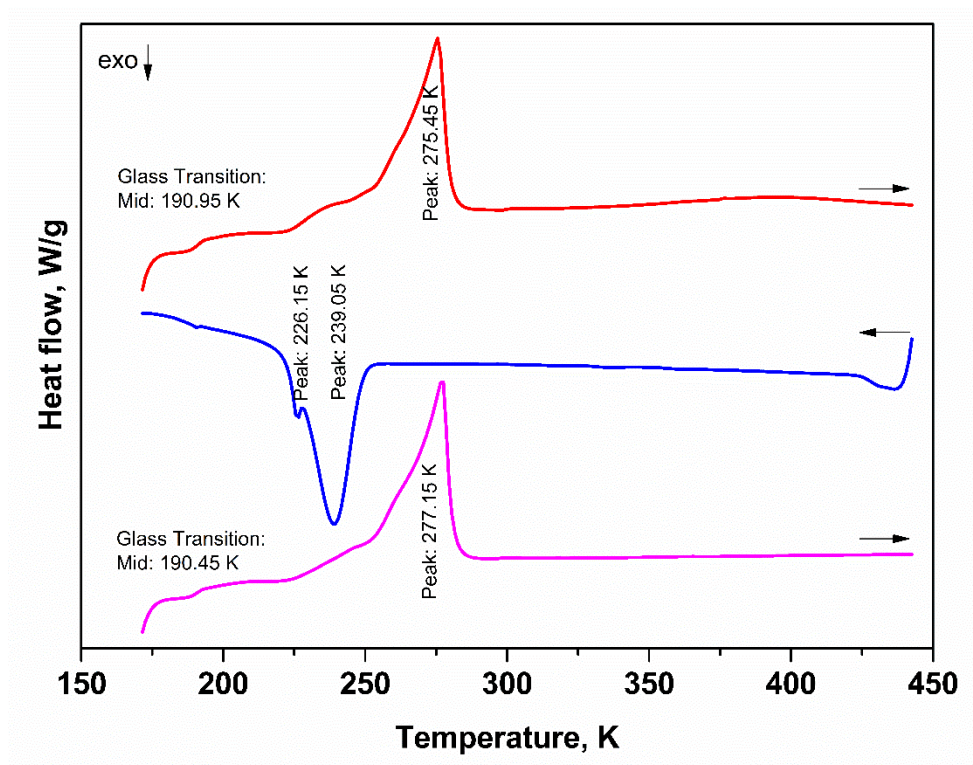


Fig. 32. Curbe DSC ale amestecului L3 la o viteză de încălzire de $10 \text{ K}\cdot\text{min}^{-1}$, în gaz inert (N_2).

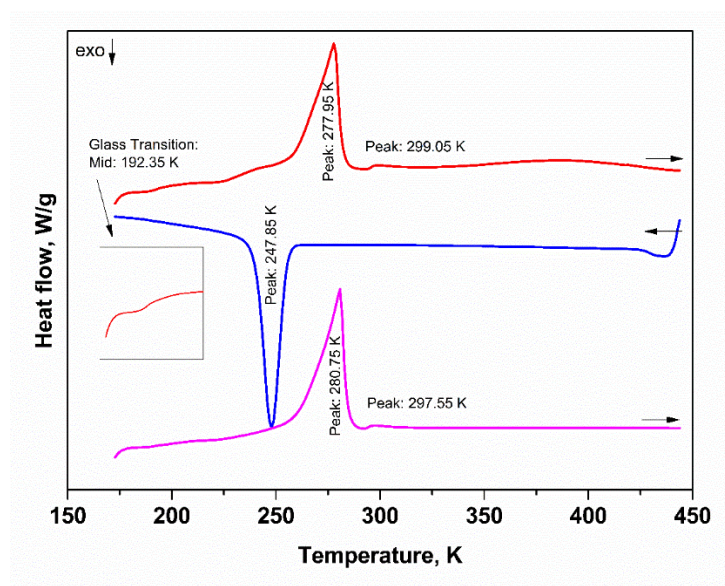


Fig. 33. Curbe DSC ale amestecului L4 la o viteză de încălzire de $10 \text{ K}\cdot\text{min}^{-1}$, în gaz inert (N_2); Inserție: vârful de tranziție sticloasă.

2.2.5 Analiză Termică Diferențială (DTA)

Analiza DTA a fost realizată pentru a verifica efectele exotermice și endotermice, precum și eventualele pierderi de masă la temperaturi foarte ridicate.

Figura 34 prezintă rezultatele DTA pentru toate probele, inclusiv PEG 400 studiat anterior, pentru a oferi o imagine completă și a permite compararea datelor. Datele prezentate în Tabelul 7 arată că temperatura de descompunere termică variază de la 679,65 K pentru L3 până la 571,15 K pentru L2 (respectiv de la valoarea maximă la cea minimă).

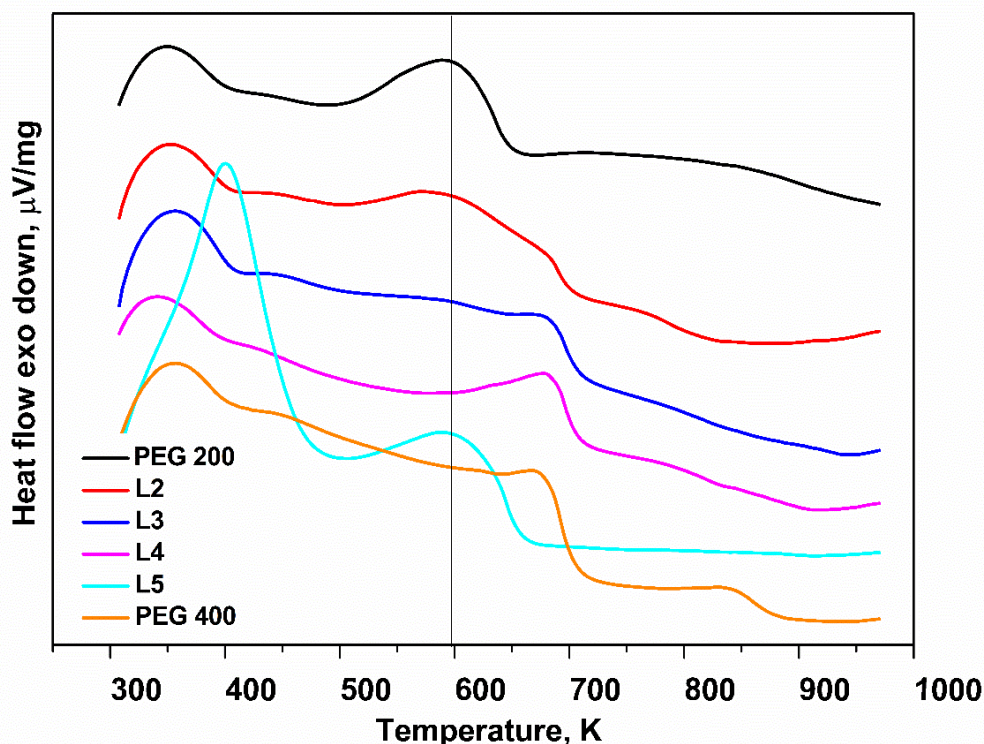


Fig. 34. Analiza DTA pentru PEG 200, PEG 400 și a tuturor amestecurilor.

Tabelul 7. Date termogravimetrice cuprinzând principalele etape de degradare, precum și pierderea în masa (%) și cantitatea probelor analizate (mg).

Proba	T onset, K	Varful T (DTG),	Varful T (DTA),	T endset, K	Pierderea totala de masa	Caracteristici DTA	m

		K	K		972.65 K (Residue), %	(process endo/exo)	(masa probei), mg
PEG 400	641.15	674.65	667.35	688.65	0.98	-endo	46.00
PEG 200	547.25	600.45	590.25	631.05	0.97	-endo	47.80
L2	548.25	664.95	571.15	686.55	0.94	-endo	52.69
L3	547.45	677.45	679.65	693.75	1.39	-endo	51.41
L4	628.65	676.65	677.35	691.95	1.94	-endo	32.02
L5	551.05	392.55 610.25	400.35 590.45	638.55	0.95	-endo	78.87

2.2.6 Analiza termogravimetrică (TG)

Punctele de pierdere de masă pentru L3 și L4 sunt aproximativ egale: 498.15 K. Se poate observa din Figura 35 și Tabelul 8 că temperatura unică de descompunere a lichidelor crește odată cu adăugarea de PEG 400 și există un comportament de descompunere într-o singură etapă, cu formarea de compuși volatili (CO₂).

Figura 35 arată, de asemenea, că L5 (amestecul dintre PEG și apă) începe să piardă masă la o temperatură mai scăzută, la aproximativ 333.15-343.15 K, deoarece apa este cea care începe să se evapore.

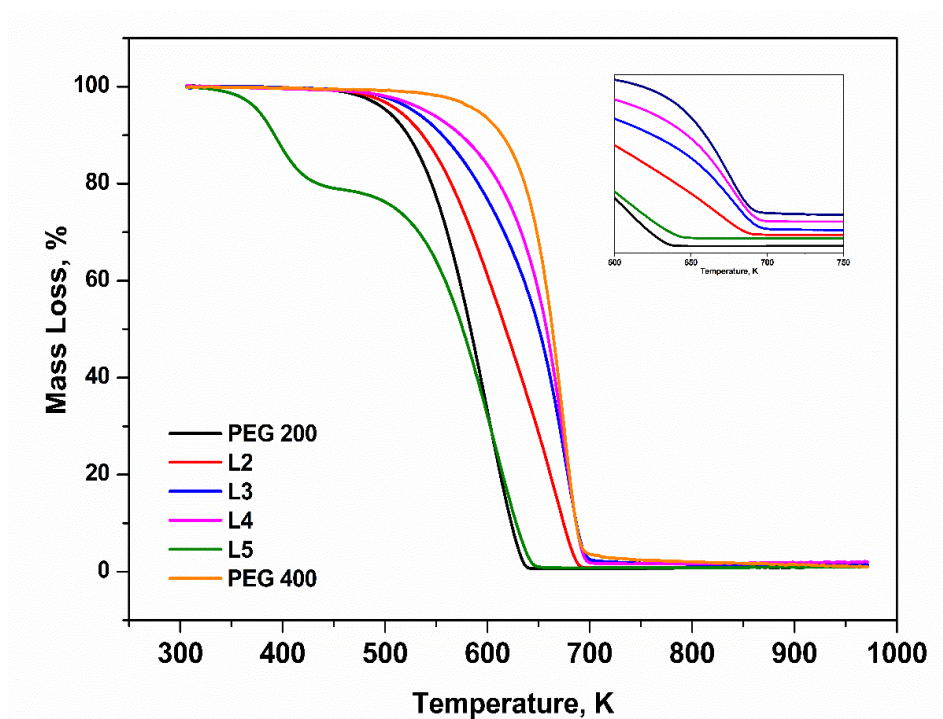


Fig. 35. Curbele TG ale PEG 200, PEG 400 și ale tuturor amestecurilor la o viteză de încălzire de 10 K min^{-1} , în gaz inert (N_2); Inserție: intervalul final T.

2.2.7 Analiza termogravimetrică derivată (DTG)

Analiza DTG, așa cum se observa în Figura 36, a aratat că PEG 400 are o viteză maximă de pierdere de masă la 673.15 K , în timp ce PEG 200 prezintă un vârf maxim la 598.15 K . Comportamentul amestecurilor se situează între aceste 2 limite, așa cum se poate observa din Figura 36.

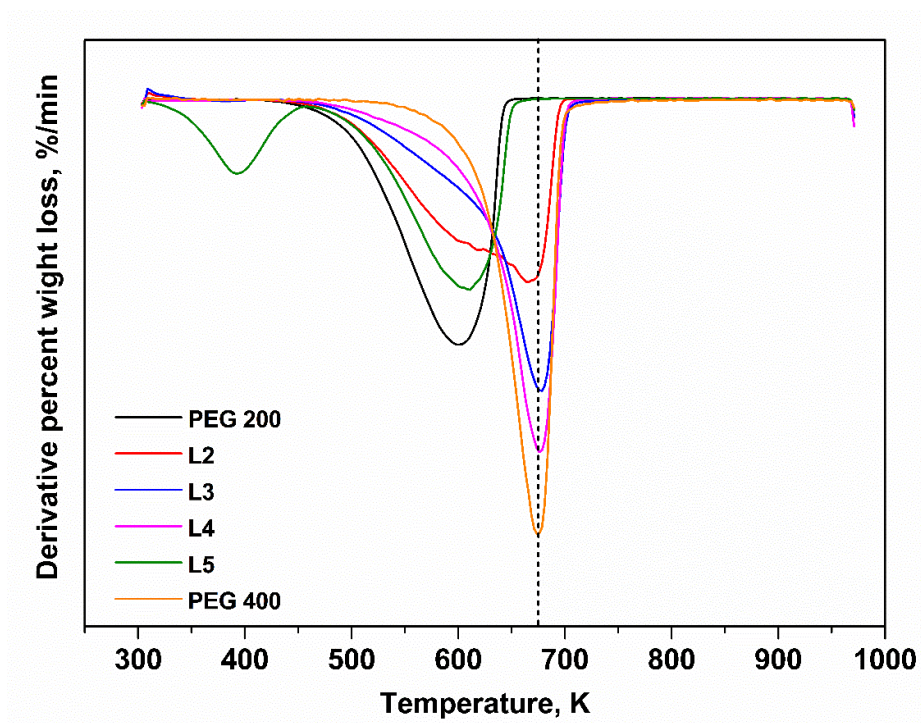


Fig. 36. Curbe DTG pentru PEG 200, PEG 400 și toate amestecurile la o viteză de încălzire de 10 K min^{-1} , în gaz inert (N_2).

2.3. Suspensii

2.3.1. TG și DTA pentru suspensiile cu MgO

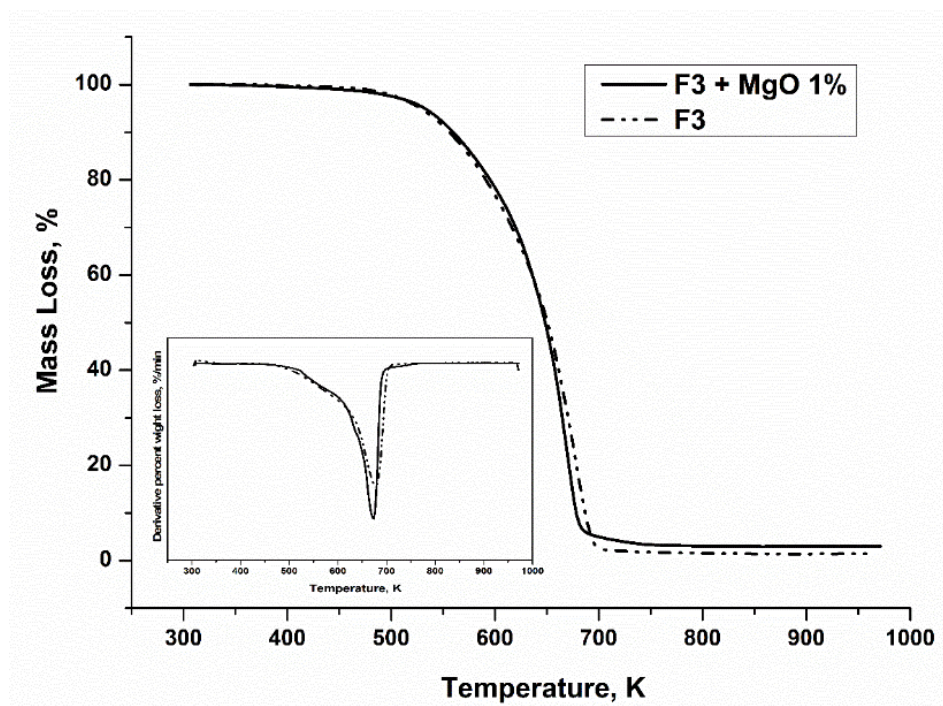


Fig. 37. Stabilitatea termică a fluidului F3 cu 1% wt MgO a fost analizată utilizând analiza termogravimetrică.

Figura 37 prezintă spectrele de reflexie totală atenuată (ATR) ale PEG pur cu masa moleculară de 200 g mol⁻¹ și 400 g mol⁻¹, așa cum a fost achiziționat, fără uscare prealabilă.

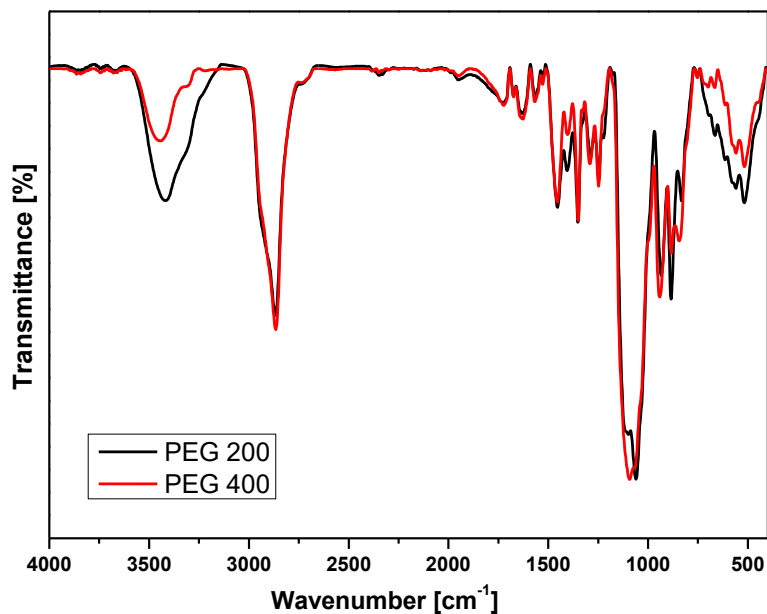


Fig. 38. ATR-IR ale PEG-urilor măsurate cu un modul GladiATR de la PIKE Technologies.

Analiza termică a fost realizată prin analiză termică diferențială (DTA) și termogravimetrie (TG), pentru fluidul de bază, iar câteva probe sunt prezentate în Figura 39 și Figura 40. Probele au fost preparate și plasate într-o cuvă TGA, apoi analizate la o viteză de încălzire de 10 K min^{-1} , sub spălare cu azot și un debit de gaz de 100 mL/min .

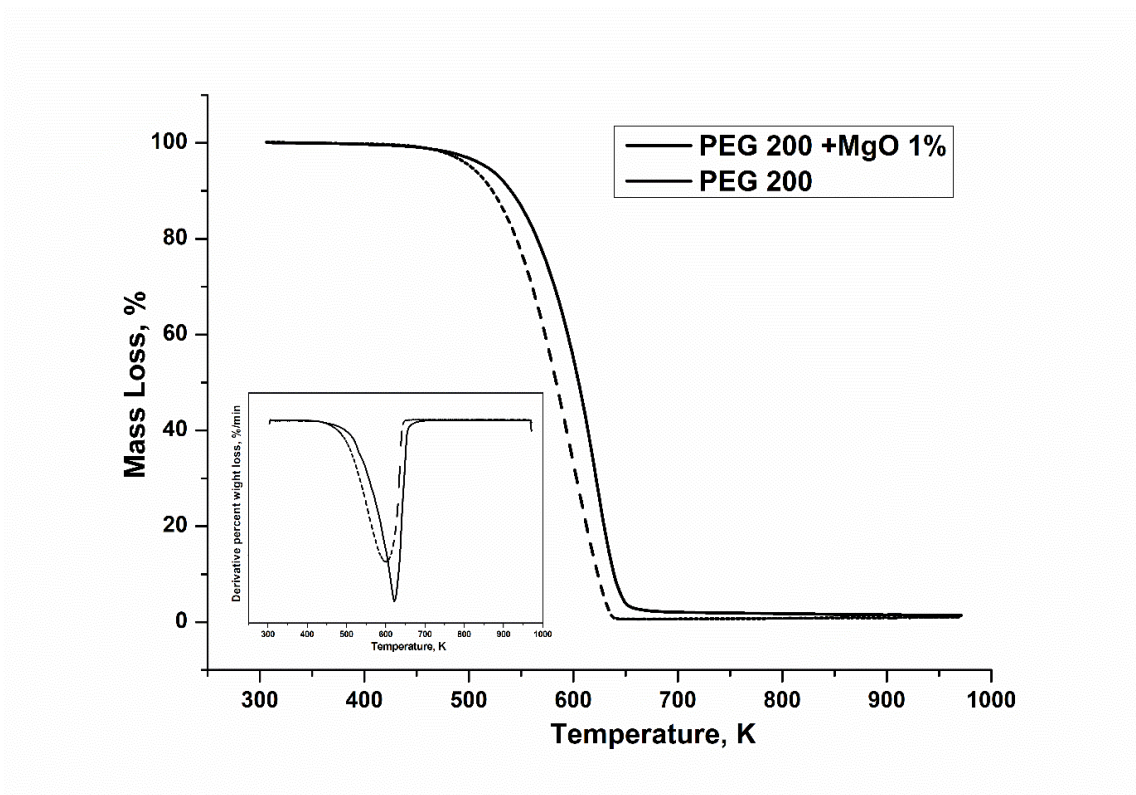


Fig. 39. DTA și TG pentru probele PEG 200

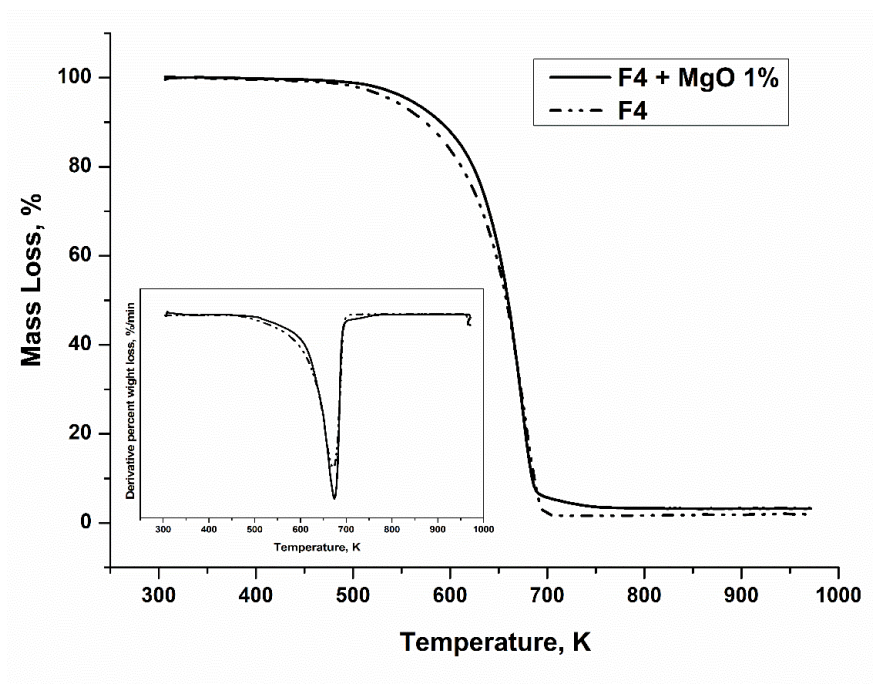


Fig. 40. DTA și TG pentru probele F4.

Tabelul 8. Date termogravimetrice care cuprind principalele etape de degradare, precum și pierderea în greutate (%) și cantitatea probelor analizate.

Probe	T onset, K	T peak (DTG), K	T endset, K	Pierderea totala de masa la 973.15 K Reziduu, %	m/mg masa probei
PEG 200	547.25	600.45	631.05	0.97	47.8
PEG 200+1% MgO	572.65	622.15	642.05	1.37	126.74
F4	628.65	676.65	691.95	1.94	32.02
F4+1% MgO	634.55	673.95	685.65	3.18	58.14