

## A nomenclatura em análise térmica - Parte II

IVO GIOLITO

Instituto de Química – Universidade de São Paulo

Caixa Postal 20780

01498 São Paulo SP

MASSAO IONASHIRO

Instituto de Química – Universidade Estadual Paulista

Caixa Postal 174

14800 Araraquara SP

### ABSTRACT

#### The nomenclature of thermal analysis - Part II

The recommendations for the Nomenclature of Thermal Analysis published by the International Union of Pure and Applied Chemistry in conjunction with the International Confederation for Thermal Analysis were translated into portuguese, updating a previous publication up to 1987.

### INTRODUÇÃO

Em publicação anterior(1) foram apresentadas as traduções do inglês para o português dos Relatórios I(2), II(3), III(4) e IV(5) publicados pela Comissão de Nomenclatura da ICTA (International Confederation for Thermal Analysis), bem como as deliberações de outra Comissão da ICTA relacionada com os padrões e a maneira correta de se apresentar os resultados termoanalíticos.

Nos anos subseqüentes, uma versão combinada do segundo e do terceiro Relatórios (6) e o quarto Relatório (7) da ICTA foram endossados, com algumas modificações, pela União de Química Pura e Aplicada (IUPAC). A IUPAC também aprovou e recomendou o uso das abreviaturas propostas no primeiro Relatório da ICTA(8).

O texto da IUPAC referente ao segundo e terceiro Relatórios da ICTA apresentou as seguintes modificações:

Devido a opiniões muito variadas e a diferentes interpretações sobre o termo *pirólise*, a Comissão considera não oportuno oficializar o termo decomposição térmica e termos correlatos.

Parece ter havido certa confusão com relação ao termo *determinação isobárica de variação de massa*, da maneira como foi definido no primeiro Relatório. A Comissão considera que essa confusão pode ser superada através da seguinte afirmação:

No contexto do Relatório publicado em Talanta, 16, 1227 (1969), seção III B, subseções 1 e 2 os termos *Estática* e *Dinâmica* se referem à temperatura circundante. Deve-se lembrar que os mesmos termos são, também, utilizados com relação à atmosfera circundante.

A definição de calorimetria exploratória diferencial no primeiro Relatório, aplica-se somente quando são utilizados instrumentos com compensação de potência, não tendo sido proposta uma definição para cobrir o uso de instrumentos com fluxo de calor; em francês, os dois tipos foram claramente distinguidos(9,10). A Comissão também

reconhece que nos últimos anos tem aumentado o uso de termopares diferenciais para medições externas isotérmicas. É, portanto, recomendável que os dois seguintes termos e definições sejam acrescentados ao primeiro Relatório:

**Análise Térmica Diferencial Quantitativa (DTA Quantitativa)** - Relaciona-se com os usos da DTA, quando o equipamento é projetado para produzir resultados quantitativos em termos de energia e ou outros parâmetros físicos. O registro deve ser feito da maneira como é feito na curva DTA normal.

**Análise Térmica Diferencial (DTA) em Ambiente Isotérmico** - Modalidade de DTA na qual a diferença de temperatura entre a amostra e o material referência é continuamente registrada em função do tempo, a medida que ambos espécimens são mantidos em ambiente nominalmente isotérmico. O termo DTA isotérmico é incorreto e a abreviatura QDTA é considerada não autorizável.

Com relação às técnicas múltiplas, esse texto da IUPAC faz, ainda, a seguinte observação:

Quando escrito por extenso, os nomes de térmicas simultâneas devem ser separados por "e", ou, se abreviados de forma aceitável, por um hífen. Exemplo: TG-DTA simultâneas. Todas as abreviaturas devem ser escritas com letras maiúsculas, sem pontos, desde que não seja contrário à prática estabelecida".

Com relação às modificações que foram introduzidas no quarto Relatório da ICTA ao ser publicado pela IUPAC(7), devem ser destacados os seguintes comentários e recomendações:

Torna-se evidente, desde que foi publicado o primeiro Relatório, que a definição de análise térmica nele apresentada não era inteiramente satisfatória; além disso, com o passar dos anos, várias novas técnicas foram surgindo e técnicas até então menos importantes assumiram importância crescente. As recomendações que se seguem têm os objetivos de suplementar e atualizar as versões anteriores.

## **Definição de análise térmica**

A definição dada no primeiro Relatório tem certas falhas e deve ser substituída pela seguinte:

**Análise Térmica** - Grupo de técnicas nas quais uma propriedade física da substância<sup>(\*)</sup> é medida como função da temperatura, enquanto a substância é submetida a um programa controlado de temperatura.

Essa definição, além de ser mais correta, tem a vantagem de poder, facilmente, ser adaptada para definir todas as técnicas termoanalíticas simplesmente alterando poucas palavras em cada caso.

Segue-se que, de acordo com a definição acima, algumas técnicas como difração de raios-X ou espectroscopia no infravermelho, podem, quando utilizadas de maneira específica, fornecer informação termoanalítica; esses casos especiais não serão considerados a seguir.

## **Técnicas termoanalíticas individuais**

---

<sup>(\*)</sup> No sentido de substância e ou seus produtos de reação.

Tendo-se em vista essa nova definição, foram julgadas cerca de uma centena de técnicas do conhecimento da Comissão. Afim de permitir interrelacionamentos foram classificadas as técnicas já descritas, as que nesse interim tornaram-se proeminentes e as que vêm mostrando boas possibilidades de futuros desenvolvimentos. O arranjo final adotado para as técnicas que foram definidas (Tabela I) mostra claramente as interrelações existentes entre elas e pode ser, se necessário, facilmente adaptado para incorporar novas propriedades físicas e ou novas técnicas. Pode-se, também, distinguir várias modalidades de certas técnicas.

A Comissão da ICTA também já publicou o Relatório V(11), cuja tradução para o português é apresentada a seguir:

### **Símbolos em análise térmica**

As recomendações a seguir relacionam-se com os símbolos empregados em conexão com as técnicas mais utilizadas atualmente: TG, DTG, DTA e DSC.

(a) O sistema Internacional de Unidades (unidades SI) deve ser utilizado, exceto em raros casos onde o símbolo recomendado conflitar com prática longamente estabelecida.

(b) O uso de símbolos com índice superior tal como  $\dot{T}$ , devem ser evitados.

(c) O uso de subscritos duplos como  $T_{Am}$  ou  $T_{pd}$  deve ser evitado. Caso esses símbolos forem considerados necessários, devem ser definidos com clareza na introdução da publicação.

(d) Não obstante o item (a) acima, o símbolo T deve ser usado para temperatura, quer seja expressa em graus Celsius ( $^{\circ}\text{C}$ ), quer em Kelvin (K). No caso de intervalo de temperatura, os símbolos K ou  $^{\circ}\text{C}$  podem ser usados de acordo com a Resolução 3 da 13<sup>a</sup> Conferência Geral de Pesos e Medidas (CGPM, 1967-68, pg. 104).

(e) O símbolo t deve ser usado para tempo, quer seja expresso em segundos (s), minutos (min) ou horas (h).

(f) A razão de aquecimento pode ser expressa como  $dT/dt$ , quando se pretende uma verdadeira derivada, ou  $\beta$  em  $\text{K}\cdot\text{min}^{-1}$  [ver item (d) acima]. A razão de aquecimento assim expressa não precisa ser constante e pode ser positiva ou negativa.

(g) Recomendam-se os símbolos m para massa e P para peso<sup>(\*)</sup>.

(h) O símbolo á é recomendado para indicar a fração que reagiu.

(i) A ordenada em DTA deve ser expressa em termos de diferença de temperatura T, entre a amostra e o material referência.

(j) A ordenada em DSC deve ser expressa em termos de  $dQ/dT$  ou  $dQ/dt$ , ao invés de  $dH/dT$  ou  $dH/dt$ , pois Q representa quantidade de calor ou de eletricidade, enquanto que H representa entalpia.

(k) Com relação a subscritos devem ser observadas as seguintes regras:

- Sempre que o subscrito relacionar-se com um objeto, deve ser uma letra maiúscula. Exemplos:  $m_A$  representa a massa da amostra;  $T_R$  representa a temperatura do material referência.
- Quando o subscrito relacionar-se com um fenômeno que está ocorrendo, deve ser representado com letra minúscula. Exemplos:  $T_g$ , representa a temperatura da

---

<sup>(\*)</sup> Uma qualidade com a mesma natureza de uma força, isto é, o produto da massa pela aceleração devido à gravidade.

transição vítrea:  $T_f$  representa a temperatura de fusão;  $T_\sigma$  representa a temperatura de uma transição em estado sólido<sup>(\*\*)</sup>.

- Quando o subscrito relacionar-se com um determinado ponto no tempo ou com um ponto na curva, pode ser representado com letra minúscula ou com algarismo. Exemplos:  $T_i$  representa a temperatura inicial;  $m_f$  representa a massa final;  $t_{0,5}$  representa o tempo no qual reagiu uma fração da amostra a 0,5;  $T_{0,3}$  representa a temperatura na qual a fração que reagiu foi 0,3;  $T_p$  representa a temperatura do pico;  $T_e$  representa a temperatura do início extrapolado do pico DTA ou DSC [tal como definido na referência (a)].

A presente publicação, da mesma maneira como já foi salientado anteriormente(1), constitui uma contribuição ao trabalho de futuras Comissões Oficiais que venham a tratar da tão necessária padronização e oficialização da nomenclatura química no Brasil e de modo muito particular da nomenclatura em química analítica, área na qual, até o momento, muito pouco se tem feito.

**TABELA I - Classificação das Técnicas Termoanalíticas**

Propriedade física	Técnica(s) Derivada(s)	Abreviatura aceitável
Massa	Termogravimetria	TG
	Determinação isobárica de variação de massa	
	Detecção de gás desprendido	EGD
	Análise de gás desprendido	EGA
	Análise térmica por emissão	
Temperatura	Análise por produção térmica de partículas	
	Determinação da curva de aquecimento*	
	Análise térmica diferencial	DTA
Entalpia	Calorimetria exploratória diferencial**	DSC
Dimensões	Termodilatometria	
Características mecânicas	Medição termomecânica	
	Medição termomecânica dinâmica	
Características acústicas	Termossonimetria	
	Termoacustimetria	
Características ópticas	Termoptometria	
Características elétricas	Termoeletrometria	
Características magnéticas	Termomagnetometria	

\* Quando o programa de temperatura for no modo resfriamento, torna-se: determinação da curva de resfriamento.

\*\*A confusão surgida acerca desse termo parece ser melhor resolvida separando-se duas modalidades: DSC com Compensação de Potência e DSC com Fluxo de Calor.

<sup>(\*\*)</sup>  $\sigma$  (sigma) é recomendado, como subscrito, pois  $T_s$  poderia, possivelmente, ser fundido com  $T_S$  e subscritos com duas letras devem ser evitados [item (3) acima].

## Referências

- (1) Ionashiro, M. e I. Giolito, 1980. Nomenclatura, Padrões e Apresentação dos Resultados em Análise Térmica. *Cerâmica*, 26, 1724.
- (2) Mackenzie, R.C., 1969. Nomenclature in Thermal Analysis. *Talanta*, 16, 1227-30; *Pure Appl. Chem.*, 1974, 37, 441-44.
- (3) Mackenzie, R.C., 1972. Nomenclature in Thermal Analysis, Part II. *J. Thermal Anal.*, 4, 343-47; *Talanta*, 19, 1074-84; *Thermochim. Acta.*, 8, 325-28.
- (4) Mackenzie, R.C., 1975. Nomenclature in Thermal Analysis, Part III. *J. Thermal Anal.*, 8, 197-99; *Thermochim. Acta*, 12, 105-7.
- (5) Mackenzie, R.C., 1978. Nomenclature in Thermal Analysis, Part IV. *J. Thermal Anal.*, 13, 387-92.
- (6) IUPAC Analytical Chemistry Division, 1980. Nomenclature for Thermal Analysis II and III. *Pure Appl. Chem.*, 37, 441-44.
- (7) IUPAC Analytical Chemistry Division, 1985. Nomenclature for Thermal Analysis IV. *Pure Appl. Chem.*, 57, 1737-40.
- (8) IUPAC Analytical Chemistry Division, 1980. Use of Abbreviations in the Chemical Literature. *Pure Appl. Chem.*, 52, 2229-32.
- (9) ICTA, Sous-Comité Français, 1973. La Nomenclature en Analyse Thermique. *Analisis*, 2, 459-63; *J. Thermal Anal.*, 6, 241-44; *Thermochim. Acta*, 8, 325-28.
- (10) ICTA, Sous-Comité Français, 1975. La Nomenclature en Analyse Thermique IIe Partie. *Analisis*, 3, 236-38.
- (11) Mackenzie, R.C., 1981. Nomenclature in Thermal Analysis, Part V. *Thermochim. Acta*, 46, 333-35.

**Registro na ABC: Trabalho n° 525.**