

## KILKA UWAG O STANDARYZACJI TECHNIKI POMIARU TERMICZNEJ ANALIZY RÓŻNICOWEJ

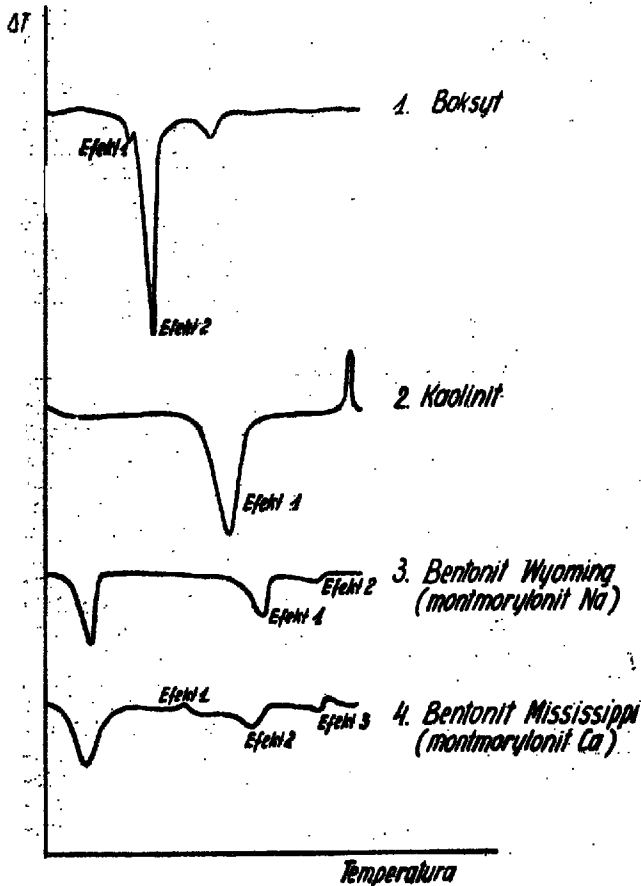
**R**OZWÓJ KAŻDEJ NOWEJ i ciekawej metody badań naukowych odbywa się zwykle w sposób dość spontaniczny i niekontrolowany, pozostawiony inwencji zainteresowanych. Dodatnią stroną tego stanu jest możliwość indywidualnego ulepszania aparatury lub techniki badań, ujemną natomiast, rozrzut otrzymywanych wyników dla jednych i tych samych oznaczeń, wywołany wprowadzeniem wariantów aparatury czy metodyki badań przez różnych badaczy. W pewnym stadium rozpowszechnienia metody zachodzi jednak konieczność porozumienia się specjalistów z danej dziedziny, w celu wspólnego rozpatrzenia trudności zagrażających metodzie w przypadku utrzymywania się stanu jej nieujednoczenia.

Problem ten jaszkrawo zaznacza się w dziedzinie termicznej analizy różnicowej, szczególnie w zastosowaniu do badania minerałów ilastych. Jak wiadomo,

już sam obiekt badań jest trudny, a fakt stosowania dowolnych rozwiązań aparaturowych i dowolnych technik pomiaru daje w efekcie takie różnice wyników w rejestrowanych temperaturach przemian tego samego materiału, że często uniemożliwia korzystanie z danych publikowanych.

Wydaje się, że sygnalizacja wstępnych kroków, podjętych w sprawie standaryzacji metody termicznej analizy różnicowej w świecie, przyniesie pożytek pracownikom, które stosują lub mają zamiar rozwinąć ten kierunek badań w Polsce. Omówienie tej sprawy przewidziane jest jako uzupełnienie artykułu o aparaturze do termicznej analizy różnicowej (1), a przedstawienie wyników doświadczeń pracowni Instytutu Materiałów Ogniotrwałych w zestawieniu z wynikami badań pracowni zagranicznych umożliwi innym naszym placówkom krytyczną ocenę wyników własnych.

Ustalenie przyczyn niezgodności wyników otrzymanych przez różnych badaczy metodą termicznej analizy różnicowej jest jednym z czołowych zadań utworzonego w r. 1948 w Londynie Międzynarodowego Komitetu Badania Glin (Comité International pour l'Étude des Argiles — w skrócie CIPEA), którego celem jest koordynacja i scalenie licznych, prowadzonych w różnych krajach badań nad glinami. Zajmuje się tym specjalna podkomisja, która bada wpływ stosowanych w różnych pracowniach technik i aparatur na wyniki termogramów różnicowych. Ustalenie czynników najbardziej na wyniki wpływających będzie podstawą ujednoczenia techniki pomiaru, co pozwoli zmniejszyć stopień rozrzutu wyników.



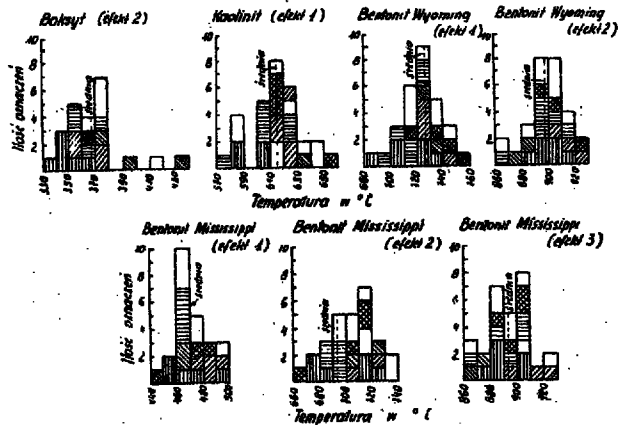
Ryc. 1. Termiczne krzywe różnicowe standardowych minerałów ilastych ustalonych przez podkomisję CIPEA.

Punktem wyjścia prac podkomisji było rozesłanie do około 50 pracowni krajów zachodnich standardowych minerałów ilastych, na ogół bardzo czystych i monomineralnych. Krzywe różnicowe tych minerałów, wykonane przez dr R. C. Mackenzie w laboratorium „The Macaulay Institute for Soil Research” Aberdeen Szkocja — przedstawione są na ryc. 1. Pracownie współdziałające z podkomisją zobowiązane zostały do nadesłania odczytów temperatur efektów cieplnych zaznaczonych na termogramach cyframi wraz z dokładnym opisem aparatury, na której wykonano oznaczenia i warunków, w jakich przeprowadzono pomiar.

Po otrzymaniu wyników z około 30 pracowni podkomisja opracowała je i opublikowała wraz ze wstępnymi wnioskami w postaci broszury 4). Stwierdzono, że: różnice w odczytach temperatur przemian tych samych minerałów były istotnie duże (rys. 2), jakkolwiek większość wyników ukladala się w pobliżu średniej arytmetycznej każdej temperatury. Największe wahania temperatur wykazały duże efekty endotermiczne kaolinitu i boksytu, gdy natomiast mniejsze

efekty bentonitów były mniej rozrzucone. Największą zgodność otrzymano dla małej, egzotermicznej reakcji (efekt 1) bentonitu Mississippi.

Poszczególne wyniki były dla każdej pracowni powtarzalne. Duży rozrzut wyników wszystkich pracowni należało więc przypisać wpływowi bądź jednej ze



Rodzaj bloczka	infolonny	metalowy	metalowy	ceramiczny	ceramiczny	metalowy
Położenie termistorunku temperaturowego	w substancji obojętnej	w bloczku na próbki	w substancji obojętnej	w substancji obojętnej	inne	inne
Naważka próbki (g)	<1,0	<0,5	0,5-1,5	<1,0	-	-
Szybkość ogrzewania (°C/min)	9-11	11-14	14-16	9-11	-	-

Ryc. 2. Rozłożenie wyników oznaczonych w około 30 pracowniach temperatur przemian standardowych minerałów ilastych

Tabela I

SZCZEGÓLY APARATURY I TECHNIKI POMIARÓW STOSOWANE W RÓŻNYCH PRACOWNIACH

	Rodzaj lub zakres	Ilość pracowni
Podstawka na próbki, wykonana z materiału:	Nikiel	15
	Platyna	2
	Inne metale (np. stal)	7
	ceramiczny	9
	krzemionkowy	1
Termopary o składzie	Chromel-Alumel	17
	Pt-Pt, Rh	10
	Kombinacja: chromel-alumel i Pt-Pt, Rh	4
Umieszczenie termopary temperaturowej:	w substancji obojętnej	19
	w bloczku na próbki	11
	w atmosferze pieca w próbce badanej	2
Naważka próbki (w gramach)	0,5	15
	0,5-1,0	8
	1,0-1,5	6
	1,5-2,0	2
	2,0	2
Szybkość ogrzewania (w °C/min)	8,9	1
	9-11	17
	11,1-14	7
	14-16	5
	16	2

zmiennych, stosowanej w technice pomiaru, bądź kilku zmiennych jednocześnie. Jak wynika z tab. I różnorodność szczegółów techniczno-aparaturowych, stosowanych w różnych pracowniach była istotnie du-

żle wskazuje, że wśród używanych elementów aparaturowych stosowanie niektórych jest szczególnie przez badaczy uprzywilejowane. Sugerowałoby to, że najlepszy do termicznej analizy różnicowej glin byłoby

Tabela III

PORÓWNANIE TEMPERATUR PRZEMIAN MINERALÓW ILASTYCH, OZNACZONYCH NA APARATURACH O RÓŻNYCH TECHNIKACH PRACY

Bloczek na próbki	ceramiczny			metalowy			metalowy			metalowy			ceramiczny					
	w substancji obojętnej			w substancji obojętnej			w bloczku na próbki			w substancji obojętnej			w substancji obojętnej					
Położenie termopary temperaturowej																		
Naważka próbki	0 — 1,0 g			0 — 1,0 g			0 — 0,5 g			0,5 — 1,5 g			1,0 — 1,5 g					
Szybkość ogrzewania	9 — 11°C/min			9 — 11°C/min			11 — 14°C/min			14 — 16°C/min			16°C/min					
Mineral	Średnia temperatury przemiany			Średnie odchylenie			Odczylenie standardowe			Średnia temperatury przemiany			Średnie odchylenie			Odczylenie standardowe		
	Średnia temperatury przemiany	Średnie odchylenie	Odczylenie standardowe	Średnia temperatury przemiany	Średnie odchylenie	Odczylenie standardowe	Średnia temperatury przemiany	Średnie odchylenie	Odczylenie standardowe	Średnia temperatury przemiany	Średnie odchylenie	Odczylenie standardowe	Średnia temperatury przemiany	Średnie odchylenie	Odczylenie standardowe			
Boksyt (efekt 1)	272	3,8	4,4	260	10,0	14,7	269	10,0	11,0	259	—	—	—	—	—			
Boksyt (efekt 2)	362	6,8	8,9	347	7,2	8,7	365	9,0	10,2	370	—	—	395	—	—			
Kaolinit (efekt 1)	611	8,8	9,0	600	8,7	10,2	616	4,2	4,5	626	12,0	12,0	632	17,5	17,5			
Bentonit (Wyoming) (efekt 1)	713	7,8	9,7	713	16,3	17,5	731	5,2	6,4	727	4,0	3,5	740	10,0	10,0			
Bentonit (Wyoming) (efekt 2)	900	4,8	14,8	895	8,0	9,4	917	5,7	6,4	883	7,0	6,5	892	—	—			
Bentonit (Mississippi) (efekt 1)	463	2,0	2,3	467	10,0	12,2	481	7,2	8,0	464	2,0	2,0	479	—	—			
Bentonit (Mississippi) (efekt 2)	690	6,0	6,9	695	19,0	19,4	715	5,6	7,5	713	8,0	7,5	713	3,5	3,5			
Bentonit (Mississippi) (efekt 3)	898	8,2	10,3	889	7,0	8,1	908	5,6	7,2	868	3,0	3,0	897	2,5	2,5			

ż. W celu ustalenia tych wpływów podkomisja zgrupowała część pracowni (po 2 lub więcej laboratoria), stosujących ten sam system poszczególnych zmiennych (a więc np. ten sam rodzaj bloczka, tę samą szybkość ogrzewania, naważki próbek itp.). Następnie obliczono (tab. II) dla każdej grupy średnią temperaturę każdej rozważanej przemiany cieplnej, jak również średnie odchylenie i odchylenie standardowe od średniej. Dokładna analiza tego zestawienia nasuwa następujące uogólnione wnioski:

1) Odczytane temperatury pomiaru próbki ogrzewanej w bloczku ceramicznym, wydają się raczej wyższe niż w przypadku bloczka metalowego, w zakresie temperatur 0 — 650° i — ogólnie biorąc, powtarzalność ich jest lepsza. Powyżej 650° odczyty oznaczeń w obydwu typach bloczków są porównywalne, natomiast powyżej 750° powtarzalność wydaje się być lepsza w bloczku metalowym.

2) Umieszczenie termoelementu temperaturowego w bloczku na próbki lub w substancji obojętnej nie zbyt zmienia rejestrowaną temperaturę danej przemiany, prócz małego przesunięcia w górę w niższych zakresach temperatur, co daje się bardziej zauważyć w przypadku bloczków ceramicznych.

3) Różnice w naważce próbki w zakresie 0,2 — 1,0 g mało wpływają na notowaną temperaturę przemiany.

4) Temperatura przemiany zależy w dużym stopniu od szybkości ogrzewania. Mały wzrost szybkości ogrzewania wywołuje stosunkowo duże zmiany (podwyższenie) temperatury przemiany.

6) Obecność chromelu (w termoelementach bądź w bloczkach) może mieć wpływ na temperatury niektórych przemian. Wymaga to jednak dalszego sprawdzenia.

Z przedstawionych danych wynika, że całkowita standaryzacja aparatury stosowanej w świecie do badań metodą termicznej analizy różnicowej byłaby sprawą trudną do przeprowadzenia. Tabela I wpraw-

następujący schemat aparatury: bloczek metalowy, termoelementy chromel-alumel, termoelement temperaturowy, umieszczony w substancji termicznie obojętnej, naważka próbki mniejsza od 0,5 g i szybkość wzrostu ogrzewania: 10° C/min. ± 1° C. Jednakże niewiele jest aparatów spełniających te wszystkie warunki jednocześnie. Trudno więc wyciągać ogólniejsze wnioski co do zgodności wyników, jakie możnaby w takim przypadku uzyskać. Większość zaś aparatów różni się takimi szczegółami, jak np. inny typ bloczka, inna szybkość ogrzewania lub naważka próbki itp.

Nie wydaje się być zatem realne całkowite przedstawienie się na jeden typ aparatury w obecnym stanie rozpowszechnienia w świecie badań metodą termicznej analizy różnicowej. Zdaniem podkomisji CIPEA, obserwacje poczynione w przedstawionej powyżej pracy, pozwalają wysunąć ograniczone na razie, lecz prawdopodobnie dość ważne w konsekwencjach zalecenia dotyczące standaryzacji nie samej aparatury, lecz jedynie techniki pomiaru.

Pierwszym i — jak się wydaje — łatwym do przyjęcia usprawnieniem byłoby ujednoczenie dwóch zmiennych: szybkości ogrzewania próbek i wstępnego ich przygotowania.

Pierwszy czynnik, jak potwierdziły obserwacje podkomisji, wpływa wyraźnie na wyniki. Ogólne więc przyjęcie ogrzewania z jednakową szybkością 10°/min. ± 1° zalecane już przez CIPEA w r. 1948 — byłoby całkowicie uzasadnione, tym bardziej że jest to szybkość najczęściej przez badaczy stosowana.

Druga zmienna, tj. wstępne przygotowanie próbki do pomiaru, jest sprawą istotną, gdyż duża dowolność w jej stosowaniu uniemożliwiła podkomisji interpretację czułych, niskotemperaturowych efektów endo-termicznych (np. u bentonitów), towarzyszących wydzielaniu się wody hygroscopijnej. Tu podkomisja sugeruje przyjęcie zalecanego przez CIPEA sposobu umieszczania próbek nad nasyconym roztworem

$Mg(NO_3)_2 \cdot 6H_2O$ , co najmniej na 4 dni przed pomiarem.

Ogólna akceptacja tych dwóch zaleceń, która powinna przynieść niewątpliwą poprawę w uzyskiwaniu bardziej zgodnych wyników, pozwoliłaby przystąpić do standaryzacji kolejnej zmiennej, tzn. wielkości naważki próbki. Tu propozycje podkomisji zmierzają do ustalenia jej górnej granicy do 0,5 g, co uzasadnione jest często spotykanymi trudnościami albo w otrzymaniu dostatecznej ilości substancji badanej albo w jej preparowaniu. Kwestię zwiększenia czułości zapisu — według podkomisji — należałoby rozwiązać przez zastosowanie bardziej czułych przyrządów rejestrujących lub czułych termoelementów.

Praca podkomisji CIPEA daje niewątpliwą korzyść, gdyż pozwala porównać wyniki własne oraz warunki, w jakich je otrzymano, z warunkami pracy i wynikami innych. Dzięki temu można upewnić się co do słuszności obranej techniki pomiaru lub wykryć błędy, które mogą być przyczyną zbyt dużych odchyleń od większości ogólnie otrzymywanych wyników.

Wykorzystując te możliwości konfrontacji metod i wyników badań Instytut Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach nawiązał kontakt z podkomisją CIPEA, wskutek czego otrzymano od jej przewodniczącego, dr R. C. Mackenziego, wyniki opublikowanych prac podkomisji oraz kilka próbek minerałów standardowych. Oznaczenia ich wykonano na aparaturze zmontowanej w Instytucie Materiałów Ogniotrwałych i ulepszonej w ciągu paru lat doświadczeń.

Wydaje się, że wyniki otrzymane w pracowni IMO mogą stanowić dość ciekawy przyczynek do prac podkomisji CIPEA z uwagi na warunki, w jakich je uzyskano. Ich zestawienie i interpretację należy więc poprzedzić opisem aparatury i szczegółów technicznych, stosowanych przy pomiarach, co prawdopodobnie pozwoli uzasadnić otrzymaną stosunkowo wysoką zgodność odczytanych temperatur, z wynikami średnich temperatur obliczonych przez podkomisję, a również może oddać usługi przyszłym pracownikom termicznej analizy różnicowej w Polsce.

Stosowana obecnie w pracowni IMO w Gliwicach aparatura do termicznej analizy różnicowej posiada — według wymogów klasyfikacji podkomisji CIPEA, podanej w tab. I, następujące elementy i cechy:

1. **Bloczek na próbki:** dwa małe tygielki ceramiczne, a raczej dwie małe tubki bez dna, nakładane na wystającą z płytki ceramicznej spoiny termoelementu różnicowego. Tygielki spoczywają na płytce ceramicznej, całość zaś otoczona jest pokrywką niklową tak, jak to wskazuje ryc. 3.

2. **Termoelementy:** różnicowy Ni — NiCr, temperaturowy Pt-Pt/Rh.

3. **Położenie termoelementu temperaturowego:** w substancji obojętnej.

4. **Naważka próbki:** 0,22 g (dla substancji elastycznych).

5. **Szybkość ogrzewania:**  $11^\circ/\text{min.} \pm 1^\circ \text{C}$ .

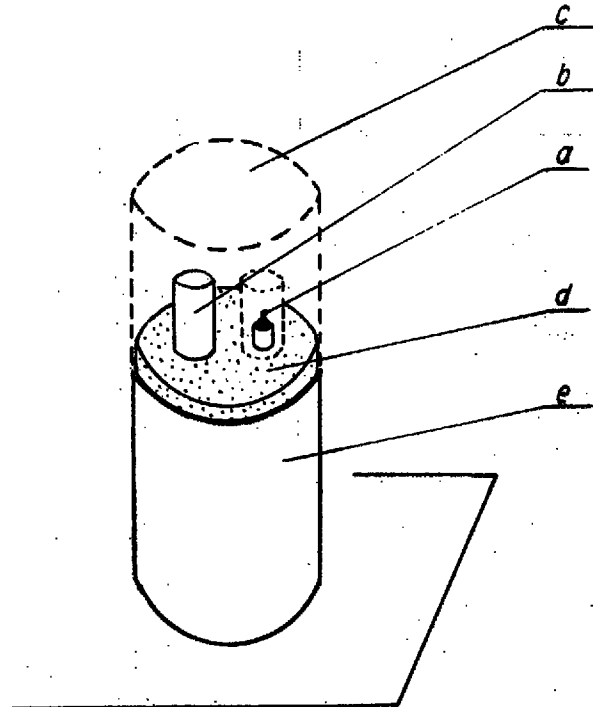
Próbki ogrzewano w oporowym piecyku elektrycznym z automatyczną regulacją programową o zapisie mechanicznym na potencjometrze rejestrującym, a w razie potrzeby stosowano fotoelektryczny wzmacniacz prądu stałego.

Dokładny opis aparatury podany już został w „Przeglądzie Geologicznym” (1). Tu uzasadnimy tylko wybór podanych wyżej warunków pomiaru. Jak wynika z porównania podanego w tab. I warunki pomiaru zgadzają się w dużej mierze ze szczegółami technicznymi najbardziej rozpowszechnionymi wśród badaczy. Schematem odbiega może bloczek na próbki, który jednak zastosowany został w tej postaci w wyniku prób i doświadczeń przeprowadzonych w IMO. Taki typ bloczka ma swoje uzasadnione przyczyny. Małe i o cienkich ściankach tygielki mają mniejszą pojemność cieplną niż całe jednolite bloczki ceramiczne lub metalowe. Dzięki temu efekty cieplne towarzyszące reakcjom nie są pochłaniane przez bloczek; są duże i wyraźne. Tygielki są odseparowane, przez co unika się wpływu nieraz dużego ciepła reakcji próbki na substancję obojętną, co również powoduje zniekształcanie zapisu

efektu cieplnego. Dalszą ich zaletą jest ich mała wielkość. Umożliwia to używanie małych ilości próbki badanej. W tym typie podstawki na próbki ułatwione jest również oczyszczanie po pomiarze zarówno tygielków, jak i spoin termoelementu różnicowego.

Dopełnieniem bloczka jest pokrywa niklowa. Pokrywka posiada zalety bloczka metalowego, będąc zarazem pozbawiona jego wad. Przekazuje ona ciepło tygielkom w sposób równomierny i chroni je przed ewentualnymi prądami konwekcyjnymi w piecu. Ponieważ nie styka się tygielkami, nie odbiera im ciepła wydzielanego podczas niektórych reakcji, a tym samym nie zmniejsza zapisu efektu cieplnego. Nadto przestrzeń, jaką obejmuje pokrywka, jest wystarczająco duża dla dyfuzji pary wodnej lub gazów, wydzielających się z próbki w czasie reakcji rozkładu (1).

Ilość próbki używanej w pomiarze jest, jak już wspomniano, niewielka, i wynosi dla glin 0,22 g.



Ryc. 3. Bloczek na próbki stosowany w Instytucie Materiałów Ogniotrwałych.

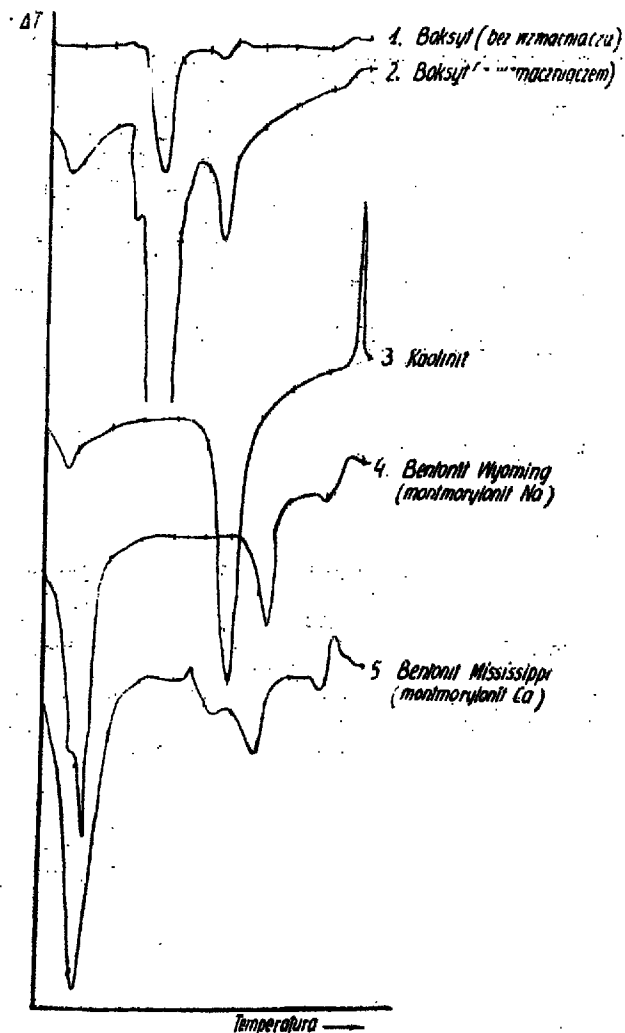
a — termoelement, b — tygielki ceramiczne, c — pokrywa niklowa, d — płytka ceramiczna, e — podstawa ceramiczna.

Przy wzmożeniu czułości zapisu przez włączenie wzmacniacza naważkę próbki można ograniczyć do jeszcze mniejszych ilości, co jest bardzo wygodne, gdy dysponuje się materiałem badanym trudno dostępnym w większych ilościach.

Jako termoelement różnicowy zastosowano Ni-Ni/Cr, z uwagi na jego dużą siłę termoelektryczną, co również zwiększa czułość zapisu efektów cieplnych. Pomiaru wzrostu ogrzewania dokonywano zawsze w substancji termicznie obojętnej i według tak mierzonej temperatury odczytywano temperatury przemian mineralnych.

Jeśli chodzi o szybkość ogrzewania, to badania przeprowadzone w IMO potwierdziły również jej wpływ na wynik rejestrowanej temperatury efektu cieplnego. Próby wykonane z kaolinem pławionym z Sedlca k. Karłowich Varów wykazały, że przy zastosowaniu szybkości ogrzewania  $20^\circ/\text{min.}$ , reakcję kaolinu notowano w temperaturze około  $625 - 630^\circ$ . Ogrzewanie z szybkością  $15^\circ/\text{min.}$  przesunęło temperaturę tej przemiany o około  $10 - 15^\circ$  niżej, a przy szybkościach  $10$  i  $12^\circ/\text{min.}$  reakcję obserwowano w temperaturach jeszcze niższych, lecz praktycznie biorąc, tych samych dla obydwu szybkości. W tym ostatnim przypadku

temperatura zapisywanego efektu zależała również od rodzaju stosowanego bloczka. Przy szybkościach ogrzewania kaolinu 10 i 12°/min. reakcję w bloczku ceramicznym rejestrowano w temperaturze ok. 580—590°; natomiast przy tych samych szybkościach w bloczku niklowym — w temperaturze 595—605°.



Ryc. 4. Termiczne krzywe różnicowe standardowych minerałów ilastych oznaczone na aparaturze Instytutu Materiałów Ogniotrwałych.

W próbie ogrzewanej w bloczku stosowanym obecnie, tzn. składającym się z tygielków ceramicznych i pokrywki niklowej, notowano endotermiczną reakcję kaolinu w temperaturze około 595—600°, dla szybkości ogrzewania zarówno 10, jak i 12°/min. Temperatura tego efektu jest więc pośrednia między wynikami otrzymanymi w obydwu poprzednich typach bloczków. Podobne zresztą zjawisko, jak to będzie podane niżej, zaobserwowano przy porównaniu wyników standardowych minerałów, oznaczonych w IMO z danymi zestawionymi przez podkomisję CIPEA.

Termiczne krzywe różnicowe standardowych minerałów ilastych wykonane na aparaturze IMO przedstawia ryc. 4. W tabeli III podano wyniki odczytów efektów cieplnych tych minerałów (rubryka 5) w zestawieniu z:

1) średnią wyników około 30 pracowni zagranicznych, pracujących na aparaturze różnego typu (rubryka 1);

2) średnią wyników kilku pracowni stosujących podobne do IMO warunki pomiaru z wyjątkiem bloczka, który był ceramiczny (rubryka 2);

3) średnią wyników kilku pracowni, stosujących podobne do IMO warunki pomiaru lecz z bloczkiem metalowym (rubryka 3).

Dla potwierdzenia obserwacji dotyczących wyników otrzymanych w opisanym bloczku, obliczono średnie odczytów temperatur efektów cieplnych, uzyskanych w pracowniach pracujących z podobną techniką pomiaru lecz z bloczkami metalowymi i ceramicznymi (rubryka 4).

Z porównania danych przedstawionych w tabeli III wynika, że oznaczenia temperatur reakcji wzorcowych minerałów ilastych, przeprowadzanych przez podkomisję CIPEA, wykonane na aparaturze do termicznej analizy różnicowej, zmontowanej w IMO:

1) mieszczą się w granicach średnich wyników obliczonych dla około 30 pracowni, pracujących na aparaturze różnego typu;

2) układają się w pobliżu średnich wyników pracowni, pracujących w podobnych warunkach pomiaru z bloczkami zarówno ceramicznymi, jak metalowymi;

3) zgadzają się całkowicie (w granicach błęd pomiaru) ze średnią sumy wyników otrzymanych w podobnych warunkach pomiaru w ceramicznych i metalowych bloczkach na próbki.

Przedstawione wyniki pozwalają więc sądzić o dobrym rozwiązaniu aparatury, na której je otrzymano. Ponieważ pracuje ona w warunkach najbardziej rozpowszechnionych wśród badaczy oraz częściowo już zalecanych jako standardowe przez CIPEA, przeto wyniki na niej uzyskane uważać można za zgodne z wynikami, jakie powinno się otrzymać, stosując do-

Tabela III

PORÓWNIANIE WYNIKÓW OTRZYMANÝCH W PRACOWNI I.M.O. Z WYNIKAMI BADAŃ PODKOMISJI CIPEA

Minerał	Średnia wyników dla ok. 30 pracowni (różne warunki pomiaru)	Średnie wyników otrzymanych w następujących warunkach pomiaru:		Średnia wyników z rubryk 2 i 3	Wyniki otrzymane w pracowni I.M.O.
		bloczek: ceramiczny	bloczek: metalowy		
		ogrzewanie: 9 — 11°C/min naważka próbki: 0,1 — 1,0 g położenie termoelementu temperaturowego: w substancji obojętnej			
Boksyt (efekt 1)	—	272	260	266	270
Boksyt (efekt 2)	368	362	347	354	358
Kaolinit (efekt 1)	615	611	600	605	600
Bentonit Wyoming (efekt 1)	725	713	713	713	715
Bentonit Wyoming (efekt 2)	898	900	895	897	900
Bentonit Mississippi (efekt 1)	460	463	467	465	460
Bentonit Mississippi (efekt 2)	703	690	695	692	690
Bentonit Mississippi (efekt 3)	894	898	889	893	890

tychczasowe, międzynarodowe zalecenia warunków pomiaru.

Prace podkomisji CIPEA do spraw termicznej analizy różnicowej świadczą o ugruntowaniu się tej metody w świecie. Nie ulega wątpliwości, że w niedalekiej przyszłości stanie się ona i u nas jedną z niezbędnych metod fizyczno-chemicznych w wielu laboratoriach. Z kontaktów IMO z krajowymi pracownikami naukowo-badawczymi wynika, że w Polsce istnieje już kilkanaście ośrodków, które posługują się w swych pracach termiczną analizą różnicową, natomiast kilkadziesiąt pracowni jest w trakcie jej uruchamiania lub co najmniej nią się interesuje.

Informacje dotyczące standaryzacji (której temat poruszany już był na łamach „Przeglądu Geologicznego”, 1) wydają się w tych warunkach aktualne i pożyteczne. Nie trzeba bowiem podkreślać, jak ważne jest otrzymywanie wyników porównywalnych w skali międzynarodowej i jaką rolę w tym odgrywa adaptacja zaleceń standaryzacji międzynarodowej.

W podsumowaniu nasuwałby się realny i w świetle wyżej podanych faktów, całkowicie uzasadniony wnio-

sek wspólnego, zorganizowanego zajęcia się w kraju zarówno problemem standaryzacji metody termicznej analizy różnicowej, jak i niemniej ważną sprawą preparatyki minerałów wzorcowych.

#### L I T E R A T U R A

1. Basińska-Pampuchowa St. — Aparatura do termicznej analizy różnicowej i możliwości jej budowy w kraju. „Przegląd Geologiczny” 1957, nr 4.
2. Basińska-Pampuchowa St. — Sprawozdanie z pracy badawczej I. M. O., nr 87, 1956.
3. Basińska-Pampuchowa St. — Wstępne badania glin rejonu strzegomskiego przy pomocy termicznej analizy różnicowej. Biul. Prac. Bad. I. H., nr 5, 1955.
4. Mackenzie R. C., Farquhason K. R. — Standardisation of Differential Thermal Analysis Technique. C. R. XIX Session Congr. Geol. Int. (Alger) 18 (1952) 183.