

实验五 综合热分析

一、实验目的

- (1)初步了解 TG、DSC、DMA 等热分析仪器的构造及工作原理；
- (2)熟悉热分析的实验步骤及应用范围。

二、实验原理

国际热分析协会(ICTAC)定义：热分析是在一定的气氛中测量样品的性质随温度的变化的关系的一组技术。

差示扫描量热法的基本原理是在程序控温下，样品和参比样之间的温度差或功率补偿值与样品温度的关系曲线，横坐标为时间或温度，纵坐标为热电势或功率，曲线的形状与样品的潜热和显热有关。潜热在曲线上显示出峰效应，而显热表现为基线。曲线的数学描述由日本学者神户博太郎给出：

a: 基线 开始升温后，样品和参比物之间有温度差 ΔT 存在，一定时间平衡后，样品和参比物才按程序升温速度(V)升温，此时 ΔT 成为定值，形成差热曲线的基线 $(\Delta T)_a$ 。

$$\Delta T = T_S - T_R = \frac{C_R - C_S}{K} V [1 - \exp(-\frac{k}{c_s} t)]$$

当 t 较大时， $(\Delta T) \rightarrow (\Delta T)_a$ ：

$$(\Delta T)_a = \frac{C_R - C_S}{K} V$$

b.峰 差热曲线热效应峰与基线所围城的面积正比于过程的热效应。

动态热机械分析法的基本原理是在程序控温下，测量物质在振动负荷下，动态模量和力学损耗与温度关系的一种方法。测量方式有拉伸、压缩、双悬、单悬、抗弯和剪切等。所给出的动态力学温度谱和频率谱对研究材料的使用条件和使用特性具有很大的指导意义。

三、实验仪器设备及流程

仪器名称	型号	厂家	仪器技术指标	分析内容
差热/热重分析仪	STA 449C/6/F	德国 Netzsch 公司	最高温度 1650℃，重量灵敏度 0.1 μg，各种气氛条件	热分解温度、相转变温度相变热焓、温度稳定性和氧化稳定性、比热 C_p 、反应阶段和反应动力学
差示扫描量热仪	DSC 204/1/F	德国 Netzsch 公司	温度范围为 -170~700℃，各种气氛条件	熔点、熔融热和结晶热、反应动力学、比热、相转变温度、结晶度、纯度、氧化诱导期、玻璃化温度

动态热机械分析仪	DMA 242	德国 Netzsch 公司	温度范围为-170℃~600℃，频率范围0.01~100Hz，最大应力16N，损耗分辨率0.00006	模量、粘度、玻璃化转变温度、高分子形态、固化程度、固化速率、阻尼特性、相关冲击强度、凝胶化作用
----------	---------	---------------------	---	---

四、实验操作步骤

- (1)打开电源、电脑，运行 STA449C 测试软件，打开控制箱及测试主机，检查气体种类、气流速度是否正确；
- (2)打开水箱，设定其恒温值高出室温 2~3℃；
- (3)设定正确的热电偶、坩埚和支架类型；
- (4)由测试软件检测支架信号、重量信号，使仪器处于正常的工作状态；
- (5)做基线：参比及试样位置上分别放置干净的坩埚，在测试程序中选定“Correction”，输入相应的测试温度范围、升温速度、气体种类及流量等测试条件，启动程序进行测试；
- (6)保存基线测试结果；
- (7)测试样：在试样坩埚内装入 4~30mg 试样(根据测试要求可变动)，记录精确质量，在程序中输入与“Correction”相同的测试条件，启动程序自动测试；
- (8)保存测试结果，打开综合热分析软件；
- (9)利用综合热分析软件对测试数据进行分析，给出一定温度范围内的失重、热量变化值及特征温度；
- (10)打印分析结果。

五、数据处理

- (1)仪器结构简图见图 1 和图 2。请标出下列仪器结构图中各部分的名称。

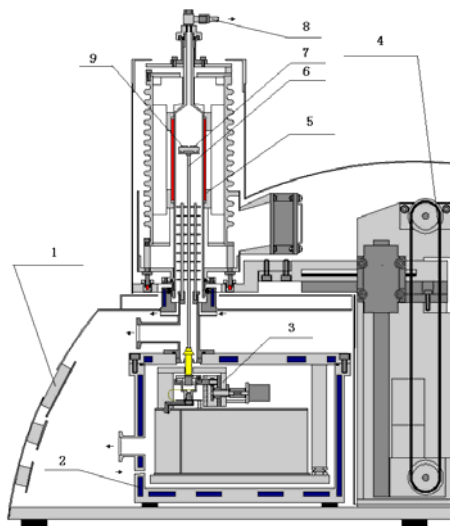


图 1 STA 449C/6/F 同步热分析仪结构简图

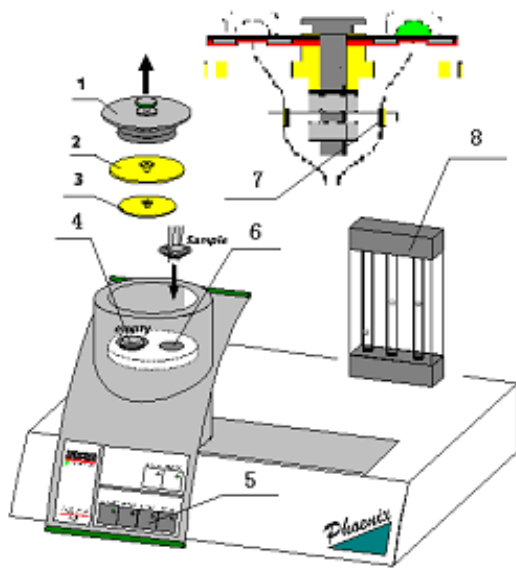


图2 DSC 204/1/F 差示扫描量热仪结构简图

(2)读图。说明下列试样在加热过程中的质量变化与温度的关系。

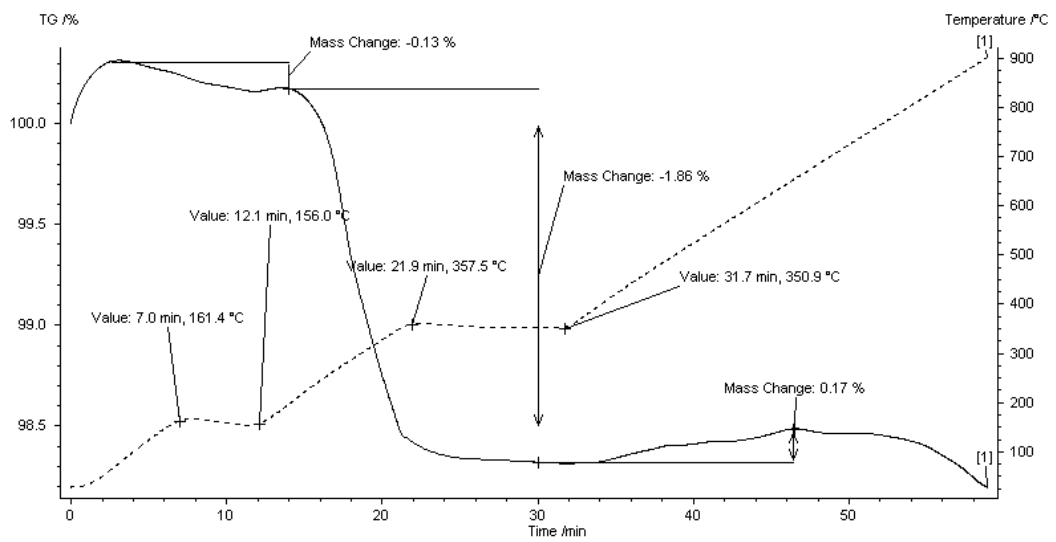


图3 铁氧化物粉体的热重曲线

六、分析讨论题

(1)读图 聚四氟乙烯的 DSC 图如下。指出该材料的 T_g 及熔融温度。

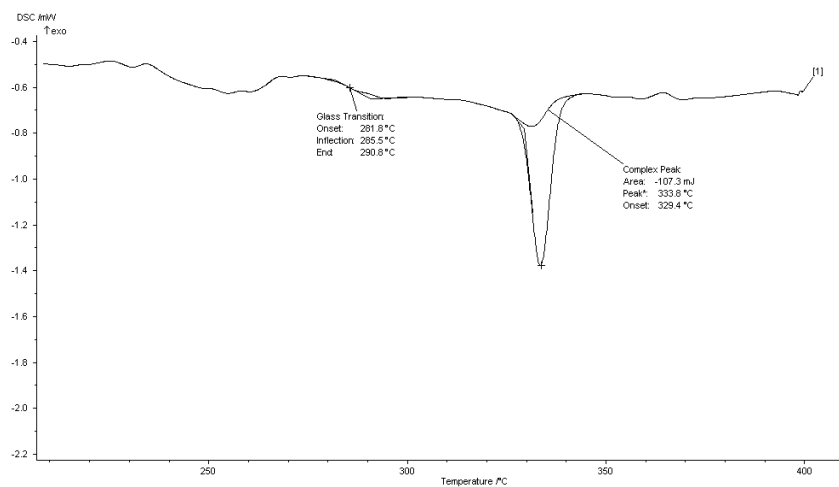


图 4 聚四氟乙烯 DSC 图

(2)热分析有哪些应用？举例说明。

(执笔人：李晓云、施井玲)