

高聚物的差热分析

所属实验课程：《高分子物理实验》、《综合性课程设计》

一、概述

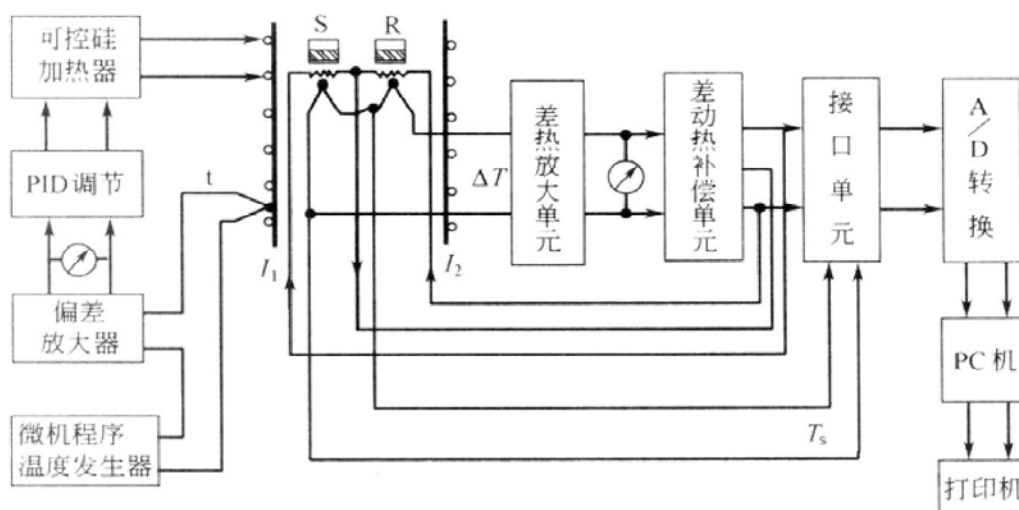
差热分析（Differential Thermal Analysis—DTA）法是一种重要的热分析方法，是指在程序控温下，测量物质和参比物的温度差与温度或者时间的关系的一种测试技术。该法广泛应用于测定物质在热反应时的特征温度及吸收或放出的热量，包括物质相变、分解、化合、凝固、脱水、蒸发等物理或化学反应。广泛应用于无机、有机、特别是高分子聚合物、玻璃钢等领域。

二、实验目的

1. 掌握差示扫描量热法（DSC）的基本原理及仪器使用方法。
2. 测量聚酯、聚乙烯等试样的DSC曲线，掌握应用DSC测定聚合物的 T_g 、 T_c 、 T_m 、 ΔH_f 及结晶度 f_c 的方法。

三、实验原理

DSC 是在程序控制温度下测量输入到物质（试样）和参比物的能量差与温度（或时间）关系的一种技术。根据测量的方法又可分为两种基本类型：功率补偿型和热流型，两者分别测量输入试样和参比物的功率差及试样和参比物的温度差。



DSC 原理示意图

功率补偿型 DSC 的主要特点是试样和参比物分别具有独立的加热器和传感器。上是 DSC 的整机工作原理图，整个仪器由两个控制系统进行监控，其中一个控制温度，使试样和参比物以预定的程序升温或降温；另一个用于补偿试样和参比物间的温差。

四、主要仪器设备

仪器：CDR-4P 差动热分析仪、电子天平、镊子、刀片等。

试样：聚酯、聚乙烯等；参比样： α -Al₂O₃。

五、操作方法和实验步骤

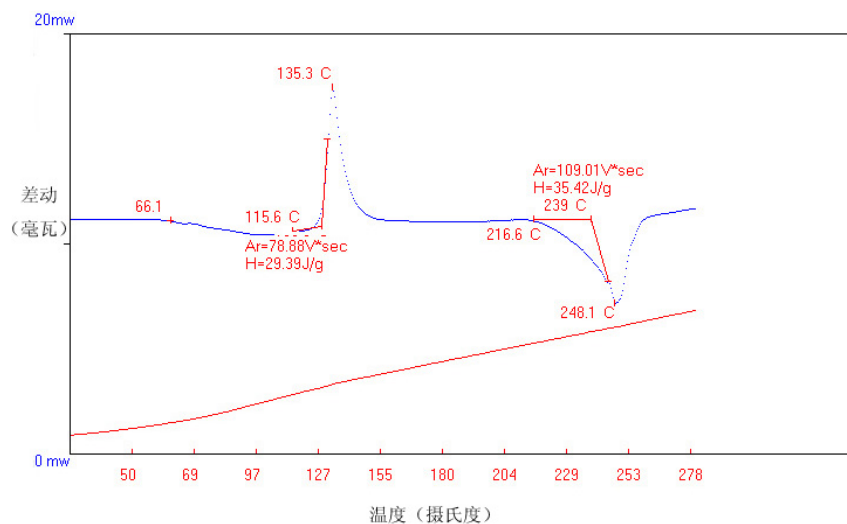
1. 仪器准备：按照仪器说明书的要求对仪器进行检查，做好准备工作，使仪器处于正常状态。
2. 从面板下方到上方依次打开仪器电源，预热20min。
3. 准确称取15mg 左右 α -Al₂O₃ 为参比，再称取相当质量的待测聚合物。打开炉子的上盖将样品和参比样分别放入样品支架的左右两侧托盘，盖好炉盖。
4. 可选择所需的测试气氛，调节好气体流量。
5. 调节仪器测试条件。升温速率（一般10~20℃/min）和温度范围（20-400℃）。
6. 根据测试要求，选择适当的升温方式和速度编制程序。
7. 启动计算机DSC热分析软件，出现“数据采样程序”界面，点击“采样设置”，设置好样品名称、质量、升温速度等相关参数，然后开始采样。
8. 升温至所需值后，按电炉停止按钮，结束升温。然后，按住“ \wedge ”键，直到SV 屏幕显示“STOP”时再松手。
9. 按“曲线”菜单下的“保存”，将DSC 曲线保存好。
10. 将电炉升高，用电吹风吹冷风使电炉降至室温，则可进行下一个样品的测试。
11. 测试完毕，依次关闭打印机、数据处理微机、数据站接口单元、差动热补偿单元、差热放大单元、微机温控单元（可控硅加热单元）电源开关。
12. 关闭气体阀门及冷却水。

六、计算机数据处理

调出保存的DSC 曲线后，即可数据处理。具体步骤如下。

1. 在“数据采样程序”界面中，点击“分析”菜单下的“曲线分析”选项，出现“曲线/选项/报告框”界面时，点击“打开”文件图标，双击打开选定曲线。
2. 点击“处理”菜单下的“设置”选项，选择“常规处理”或“玻璃化转变温度”，输入需处理的“待处理峰数”，按“确定”键。

3. 分别点击起点、终点图标，用鼠标确定待处理峰的起点、终点，然后点击“处理”菜单中的“计算”，得到该峰的熔融温度、焓变值等处理结果。
4. 点击“报告”菜单中的“打印选择”，勾选“图谱/DSC/标志/T/结果”，按“确认”键即开始打印结果。



DSC曲线图

七、注意事项

1. 样品应装填紧密、平整，如在动态气氛中测试，还需加盖铝片。
2. 升温程序的第二段设为 400 - -121℃，-121 为停止指令，即温度达到 400℃后停止加热。
3. “斜率”旋钮用于调整基线水平，已由老师调整好，不再自行调整。

八、思考题

1. DSC 与DTA 有什么主要差别？
2. 影响DSC 的主要因素有哪些？测试同一组试样时如何保持测试条件的一致性？
3. 在DSC 图谱上如何辨别 T_m 、 T_c 、 T_g ？