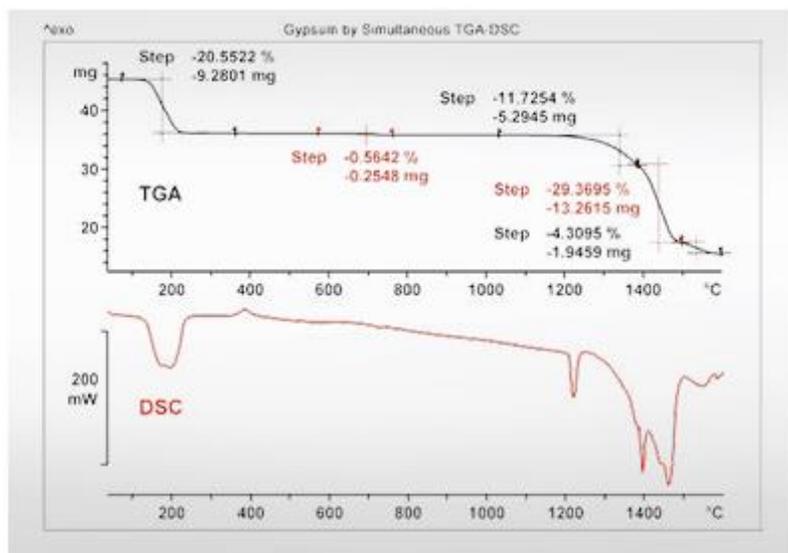


## 应用范围及典型案例

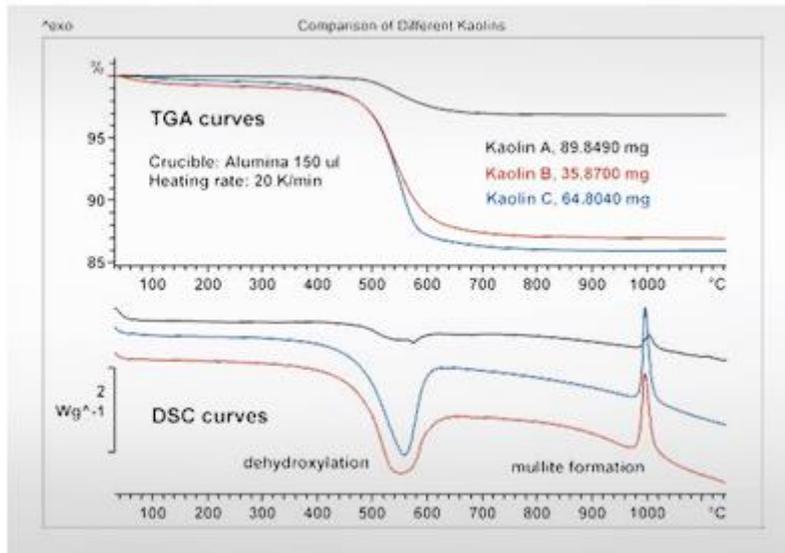
TGA	DSC
组分定量分析(水分、填料、聚合物含量、材料等)	熔融特性
气体吸附与解吸附	结晶
分解过程的动力学	多晶型
升华、蒸发与汽化	相图
热稳定性	玻璃化转变
氧化反应与氧化稳定性	反应动力学
鉴定分解产物、溶剂与溶剂化物	比热容
水份吸附与解吸附	
反应与转变焓值	
假性多晶态	
居里温度的测定	

### (1) 石膏热分析



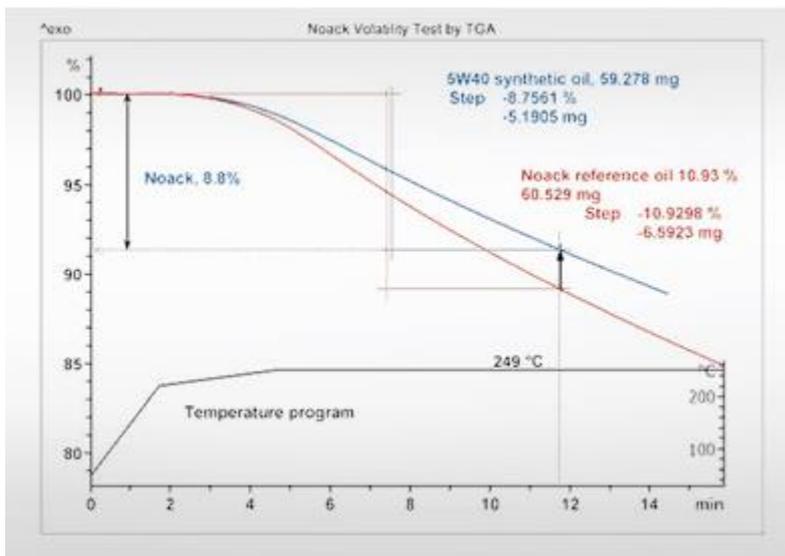
石膏， $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ，在  $300\text{ }^\circ\text{C}$  以下会损失结晶水。以杂质形式存在的碳酸钙在约  $700\text{ }^\circ\text{C}$  时分解。从大约  $1200\text{ }^\circ\text{C}$  开始，硫酸钙分多步分解。同步记录的 DSC 曲线显示分别在约  $390\text{ }^\circ\text{C}$  和  $1236\text{ }^\circ\text{C}$  时发生的两个固-固转变： $\gamma\text{-CaSO}_4$  (硬石膏 III) 至  $\beta\text{-CaSO}_4$  (硬石膏 II) 和  $\beta\text{-CaSO}_4$  至  $\alpha\text{-CaSO}_4$  (硬石膏 I)。后者在略低于  $1400\text{ }^\circ\text{C}$  时熔融，显示为一个尖锐的吸热峰。

## (2) 高岭土



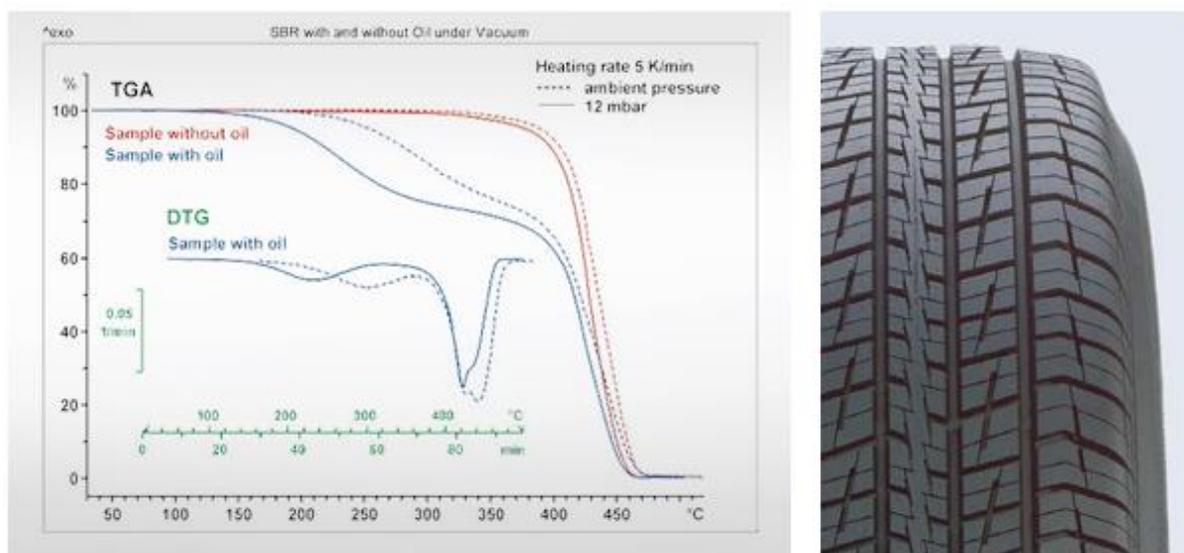
高岭土是一种白色矿物，被用于造纸工业中，也可用作塑料的填料和用于制造瓷器。高岭土的主要成分是高岭石  $\text{Al}_2\text{Si}_2\text{O}_5(\text{OH})_4$ ，该物质在  $450^\circ\text{C}$  与  $600^\circ\text{C}$  之间脱羟基。这是 TGA 曲线中发生重量损失的原因。示例显示了三种具有不同高岭石含量的高岭土样品的测量结果。高岭土 A 的 DSC 曲线在大约  $575^\circ\text{C}$  时出现一个小峰。它是  $\alpha$  石英向  $\beta$  石英固固转变的特征。在大约  $1000^\circ\text{C}$  时的放热峰是由于莫来石的形成所致。

## (3) 油的挥发性



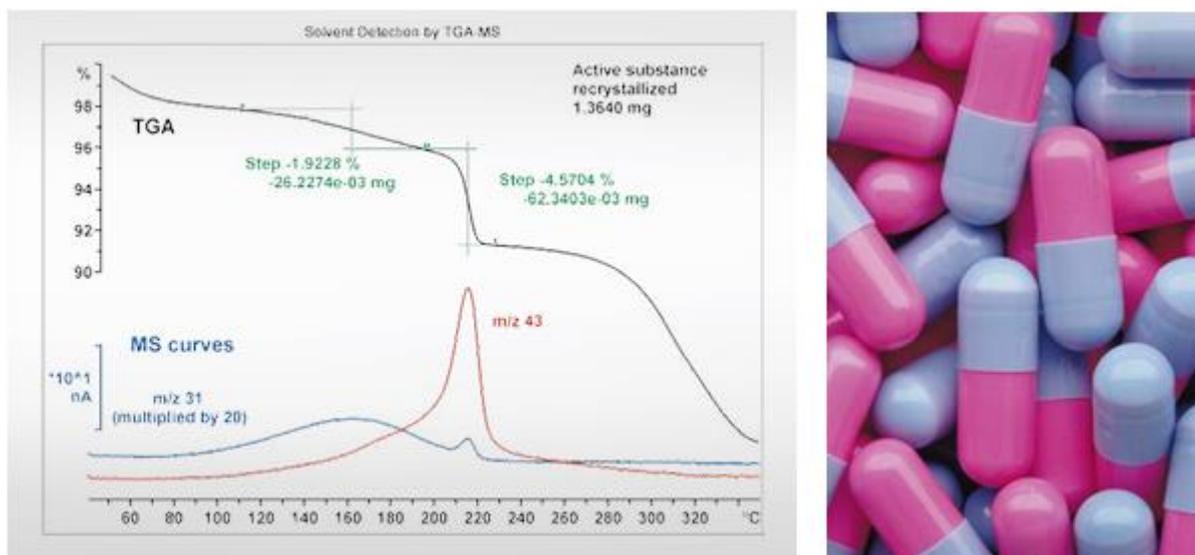
根据 ASTM D 6375 进行的 Noack 试验被用于评估润滑油在特定温度下的相对于参比油的挥发性或蒸发损失。该流程可总结为图中的温度程序(黑色曲线)。参比油达到规定的质量损失 10.93%用了 11.9 min，被测试的油样在同样的时间内失重 8.8%，因此其 Noack 挥发度为 8.8%。这种方法可快速可靠地表征油的挥发度。

#### (4) 测定弹性体内的增塑剂含量



油经常被用作弹性体内的增塑剂。通常，油在与弹性体开始分解的相同的温度范围内挥发，因此难以定量测定油含量。这种情况下，可在减压条件下测量弹性体样品，以分离两种效应。该示例显示在常压和 12 mbar 的测试条件下，含油和不含油 SBR 样品的重量损失曲线。压力基本不会对不含油 SBR 的测量曲线产生影响。相比之下，对含油 SBR 的减压测量可使油挥发和弹性体分解得到完全分离。

#### (5) 药物中的残留溶剂



许多药物从溶剂中重结晶。结果，产物中常常有溶剂残留物。TGA-MS 这样的联用技术是检测和鉴定这些残留物的理想选择。在示例中，甲醇和丙酮被用于重结晶活性物质。这两种物质的存在可由  $m/z$  43 和  $m/z$  31 碎片离子曲线中的峰来确认。结果显示，200 °C 的重量损失台阶几乎完全归因于丙酮的挥发。

## 二、样品要求

1. 本仪器不接收含卤素元素样品，样品不能渗透、腐蚀  $\text{Al}_2\text{O}_3$  坩埚或与  $\text{Al}_2\text{O}_3$  坩埚发生反应。

2. 加热时产生有毒有害气体的样品及易燃、易爆性样品不接收。

3. 易挥发、易吸水性样品测试结果不理想，送样时请告知。

4. 对于隐瞒样品信息而造成设备故障或损坏的，中心要求用户或用户课题组承担相应的维修费和误工费。

5. 建议样品至少准备 10mg（每次测试需 3 至 5mg，考虑称取时会有损失，以及需重复测试等）。多余样品可以回收。如果样品硬度较大，建议切成质量为 5mg 以下的小块。