

# 热重分析仪(TGA)

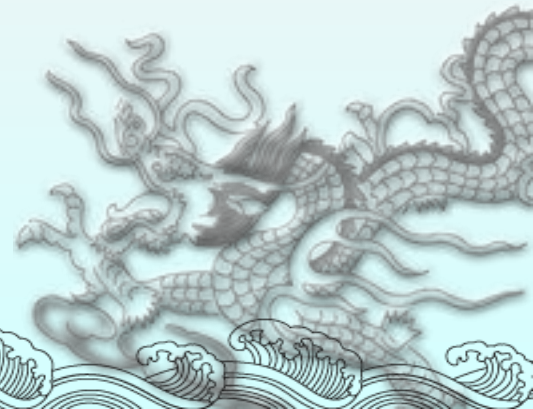
## 一 介绍:

它是在程序温度控制下测量物质与参比物质之间单位时间的能量差（或功率差）随温度变化的一种技术。它可以用来测量金属络合物的降解、煤的组分、物质的脱水、分解等。



## 二：TGA主要组件介绍：

- 天平，可提供精确的样品重量测量。天平是 TGA 系统的重要组件。
- 样品平台，可往天平上加载或从其上卸载样品。
- 炉子，可控制样品气氛和温度。Q50 和 Q500 均配备了标准炉子。
- 机柜，其内部为系统电子元件和机械组件。
- 热交换器，可为炉子散热。
- TGA Q500 具有两个质流控制器，该控制器控制通向天平和炉子的净化气体。



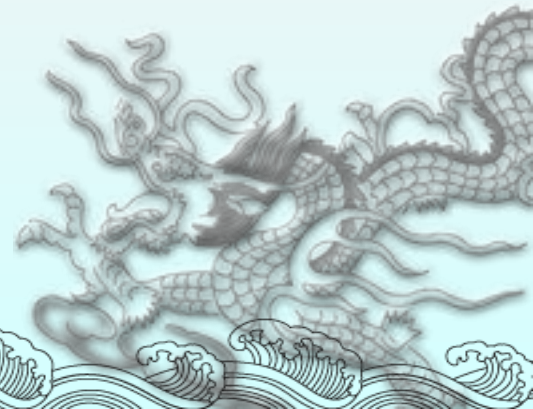
### 三 TGA原理

热重法：是在程序温度控制下测量试样的质量随温度变化的一种方法。这些变化可以给出材料热稳定性以及组份的丰富信息，通常在曲线上表示为毫克的变化，或更多地表现为起始重量变化的百分比。



## 四 开始实验

- 选择坩埚类型和材料。
- 去除空样品坩埚的皮重。
- 将样品装入坩埚中。
- 通过 TA 控制器输入实验信息，其中包括样品信息和仪器信息。
- 开始实验。

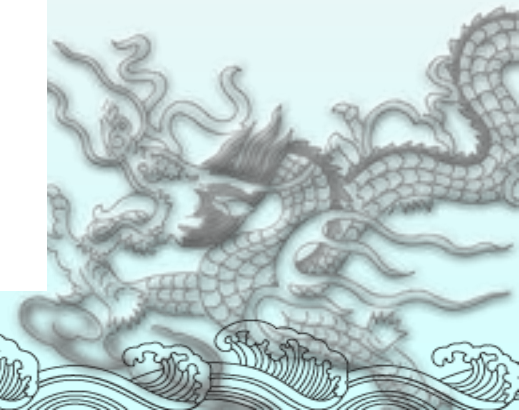


## 选择坩埚类型和材料。

在室温到 $1000^{\circ}\text{C}$ 的范围内因为铂金的稳定性和易于清理，大多数情况下建议使用铂金样品盘。

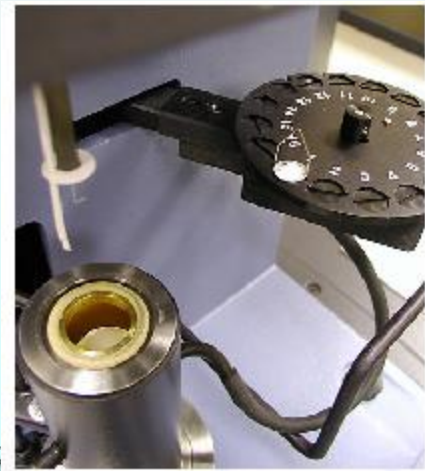
对低密度大体积样品，比如泡沫等，建议使用大容积陶瓷样品盘。

铝盘( $100\mu\text{L}$ )是低成本的样品盘，但使用温度不能操过 $600^{\circ}\text{C}$ 。



## 样品坩埚去皮重

必须在将样品装入之前去皮重以确保天平可产生精确的读数。将空的样品坩埚放在平台上并从“TGA 控制菜单”触摸屏或辅助键盘选择去皮重，坩埚自动装入，炉子升高以进行测量。当去皮重过程完成后，炉子自动降低并卸载坩埚。



## 加载样品

按如下方法将样品加载到 TGA 炉子中：

1. 将样品放在样品坩埚中，然后将坩埚放置在样品平台上。样品坩埚底部的线应该与坩埚孔中的凹槽对齐，以使样品悬挂线吊起样品。

**注意：始终使用黄铜镊子来夹持样品坩埚。**

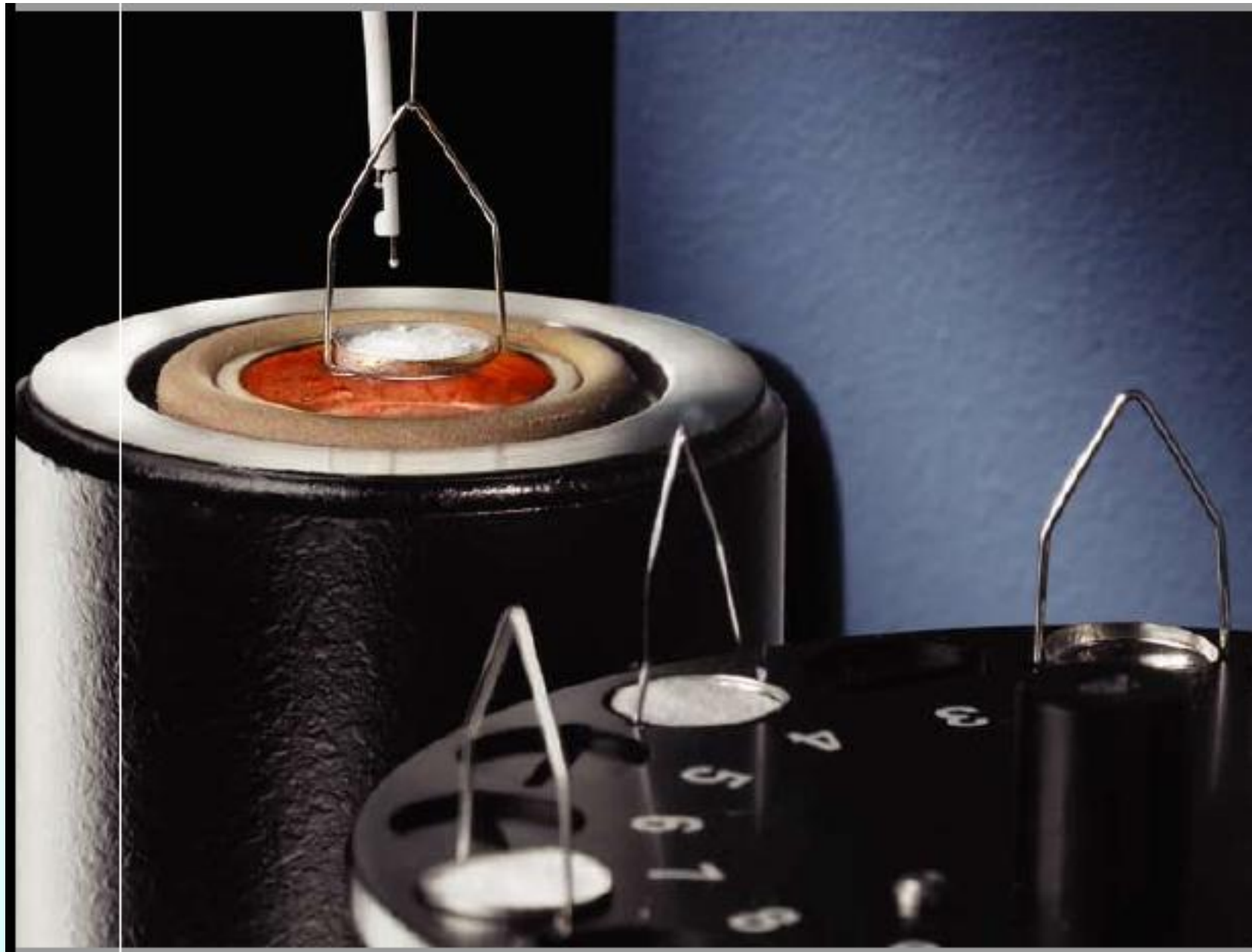
2. 在控制菜单触摸屏或辅助键盘上触摸加载键。

TGA 将自动将样品坩埚加载到天平上。

3. 将热电偶定位在样品坩埚的边缘而不是中间以获得最佳效果。

**注意：热电偶应该距离样品约两毫米。**

4. 触摸控制菜单触摸屏或辅助键盘上的 FURNACE 键以将炉子围绕样品向上移动来关闭炉子。



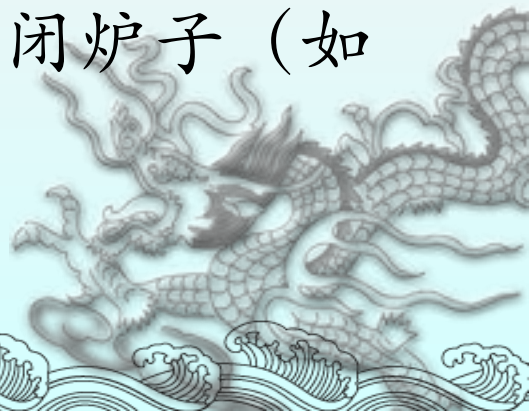


## 开始实验

请确保已连接好 TGA 及控制器，且已经通过仪器控制软件输入了所有必要的信息。

**注意：**一旦开始实验后，最好使用计算机的键盘进行操作。TGA 对运动非常敏感，能够获取到由于触摸仪器触摸屏上的键而引起的振动。

触摸仪器触摸屏或辅助键盘上的 START 键，或选择仪器控制软件上的“开始”来开始实验。当启动仪器时，系统自动加载样品坩埚并关闭炉子（如果需要），然后运行实验直到完成。





Run 1: Standby Temp: 26.27 °C

Sequence

- Run 1
- Run 2

Summary Procedure Notes

Procedure Summary

Mode: TGA 1000 °C

Test: Ramp

Sample Information

Sample Name: CaOx

Pan No.: 1

Comments:

Data File Name: C:\Documents and Settings\lew\My Documents\QuickS

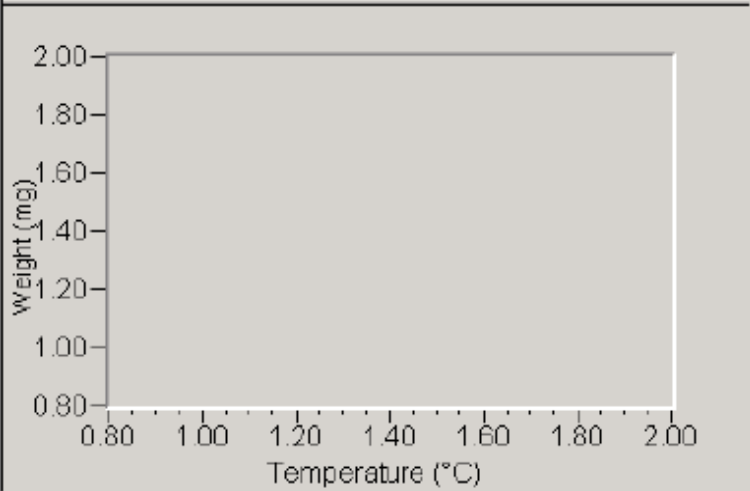
Archive Enable

Autoanalyze

Analysis Macro:

Signal	Value
Method Time	0.00 min
Segment Time	0.00 min
Remaining Run Time	0 min
Temperature	26.27 °C
Weight	-71.7221 mg
Weight percent	100.00 %
Balance Purge Flow	0.00 mL/min
Sample Purge Flow	0.00 mL/min
Set Point Temp	0.00 °C
Heater Power	0.00 W

#	Running Segment Description
1	Ramp 20.00 °C/min to 1000.00 °C



01 49.00 min. Append Apply Cancel Help

Resume the current run

## 五 操作条件的影响

### 1. 升温速率的影响

这是对TG测定影响最大的因素。升温速率越大温度滞后越严重，开始分解温度 $T_i$ 及终止分解温度 $T_f$ 都越高。温度区间也越宽。

一般进行热重法测定不要采用太高的升温速率，对传热差的高分子物试样一般用5~10K/min，对传热好的无机物、金属试样可用10~20K/min，对作动力学分析还要低一些。

## 2. 气氛的影响

热天平周围气氛的改变对TG曲线的影响也非常显著。

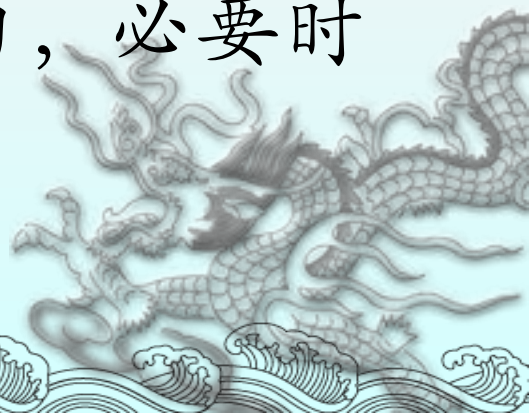
在流动气氛中进行TG测定时，流速大小、气氛纯度、进气温度等是否稳定，对TG曲线都有影响。一般，气流速度大，对传热和逸出气体扩散都有利。使热分解温度降低。对于真空和高压热天平，气氛压力对TG也有很大影响。

### 3. 试样用量、粒度和装填情况的影响

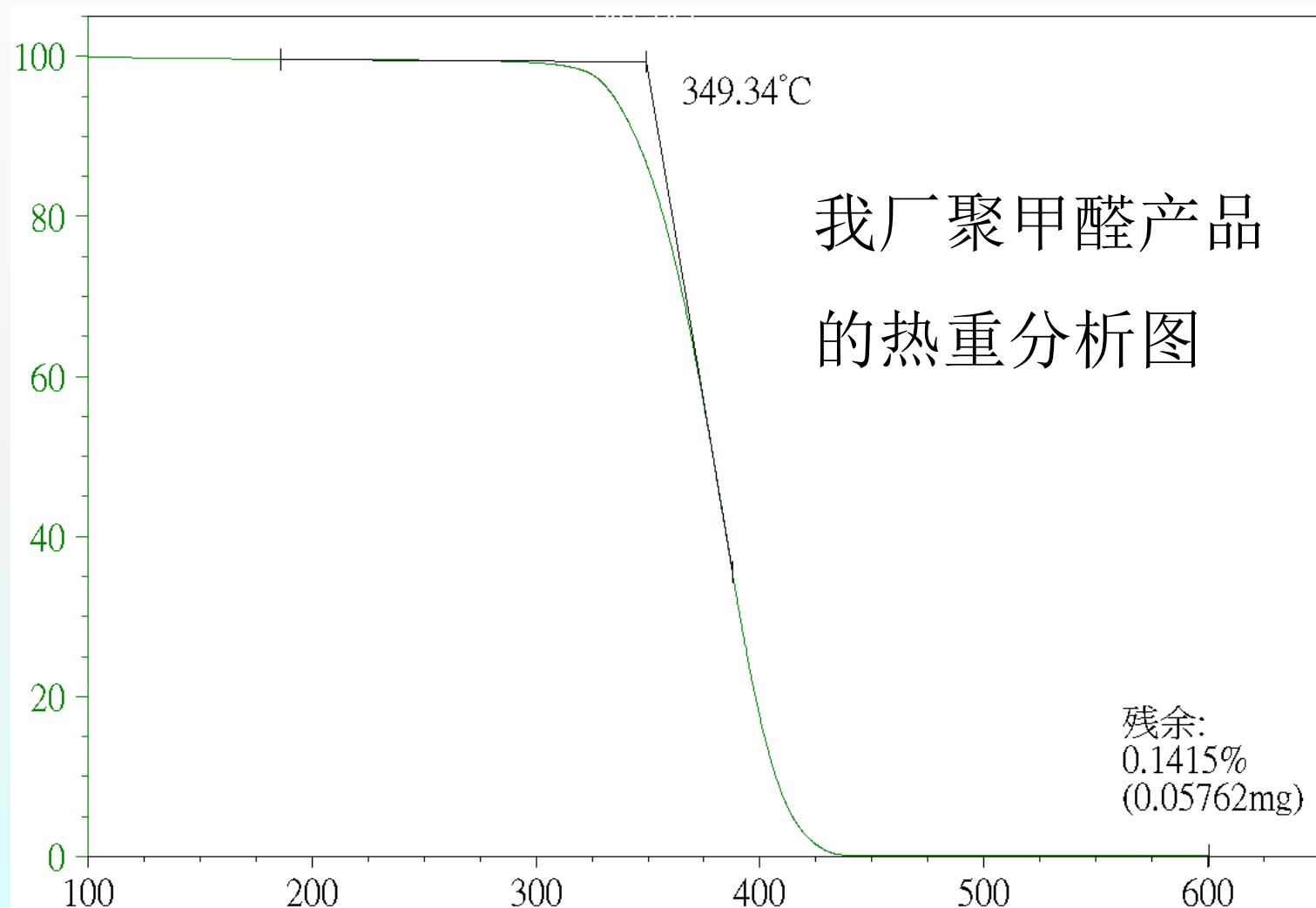
试样用量多时，要过较长时间内部才能达到分解温度。

试样粒度对TG曲线的影响与用量的影响相似，粒度越小，反应面积越大，反应更易进行，反应也越快，使TG曲线的 $T_i$ 和 $T_f$ 都低，反应区间也窄。

试样装填情况首先要求颗粒均匀，必要时  
要过筛。



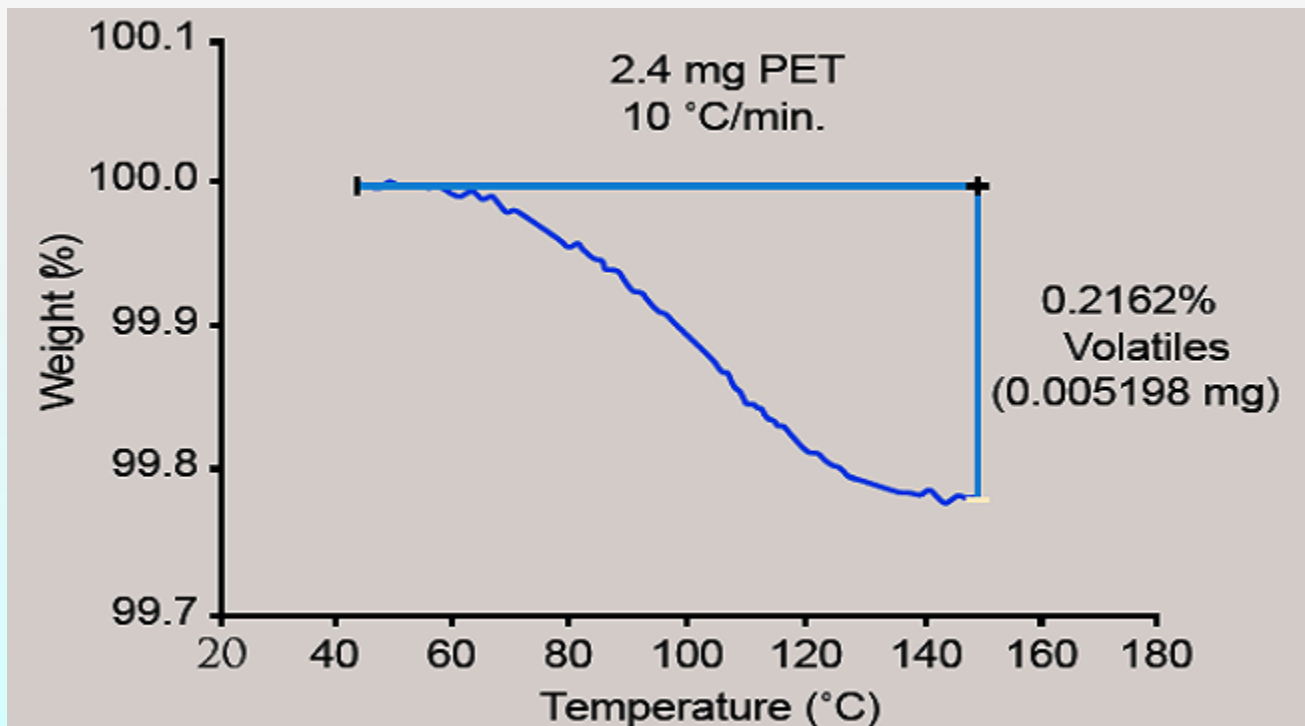
## 六：图谱解析及简单应用



## 高灵敏挥发份分析：

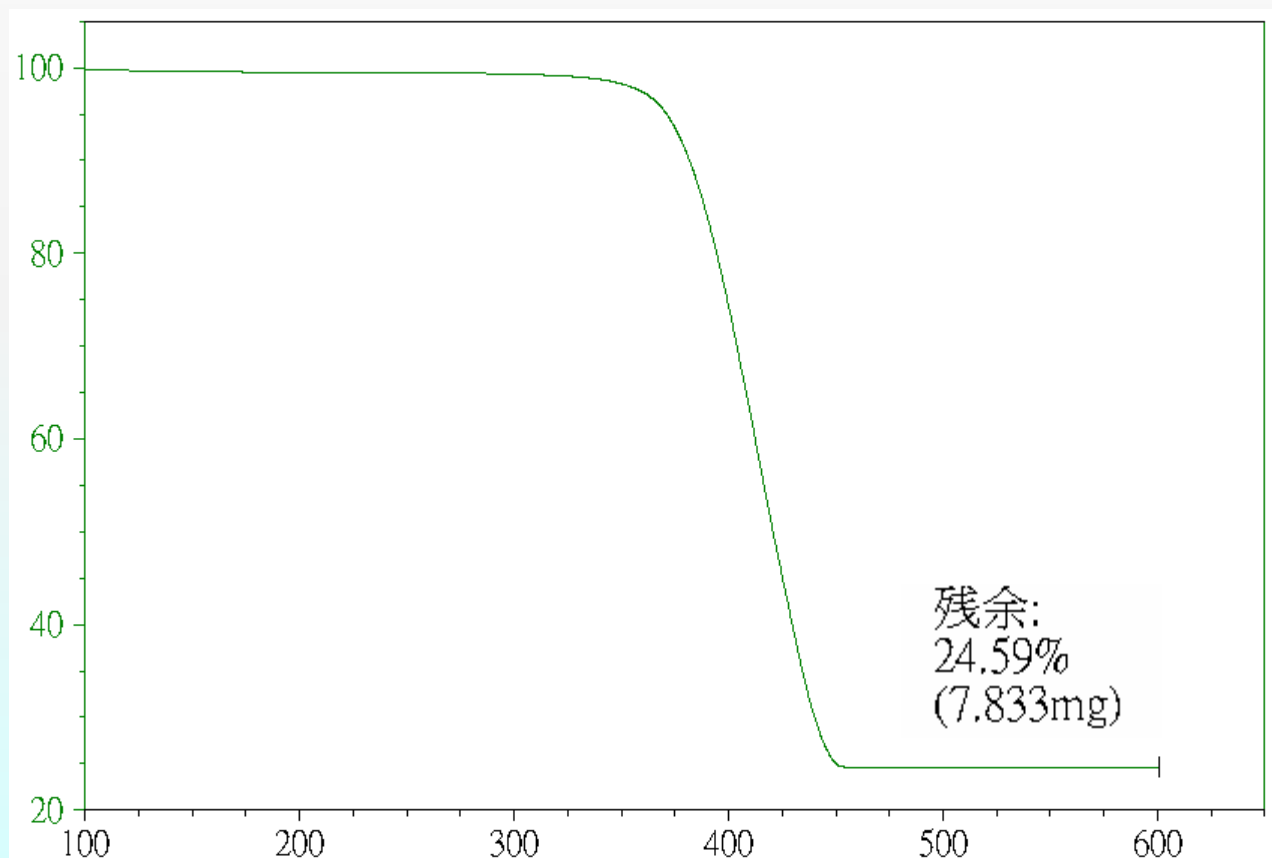
某些产品中，水份或其它挥发份的存在会破坏产品的加工过程。TGA具有极高的灵敏度，从而允许对微量的成份进行定量分析。

下图展示了2.4mg聚酯（PET）中挥发物的分析。0.2%的重量变化对应仅有5.2mg的绝对重量损失。



## 残留物测量:

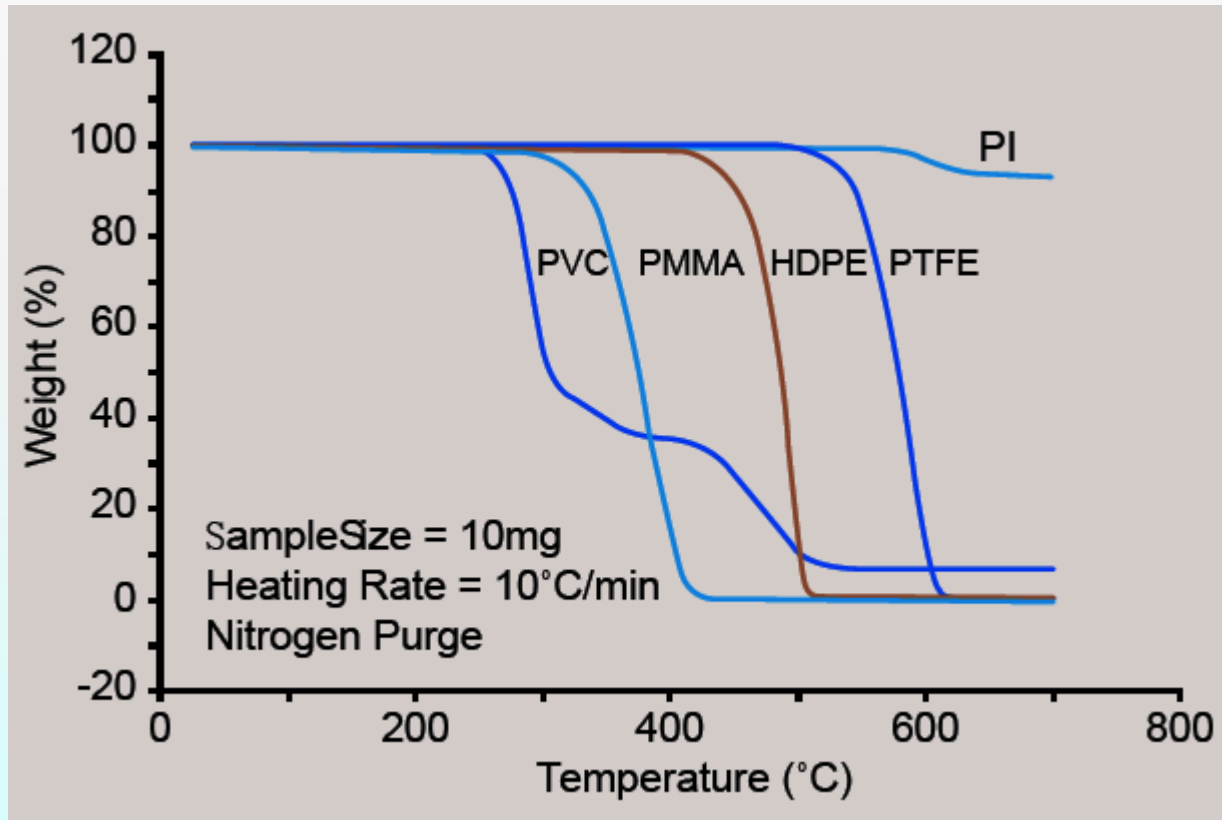
分析有机物中无机填充物或色素的含量是常见的TGA应用。下图是聚甲醛增强改性产品，中玻璃纤维含量分析的图谱。





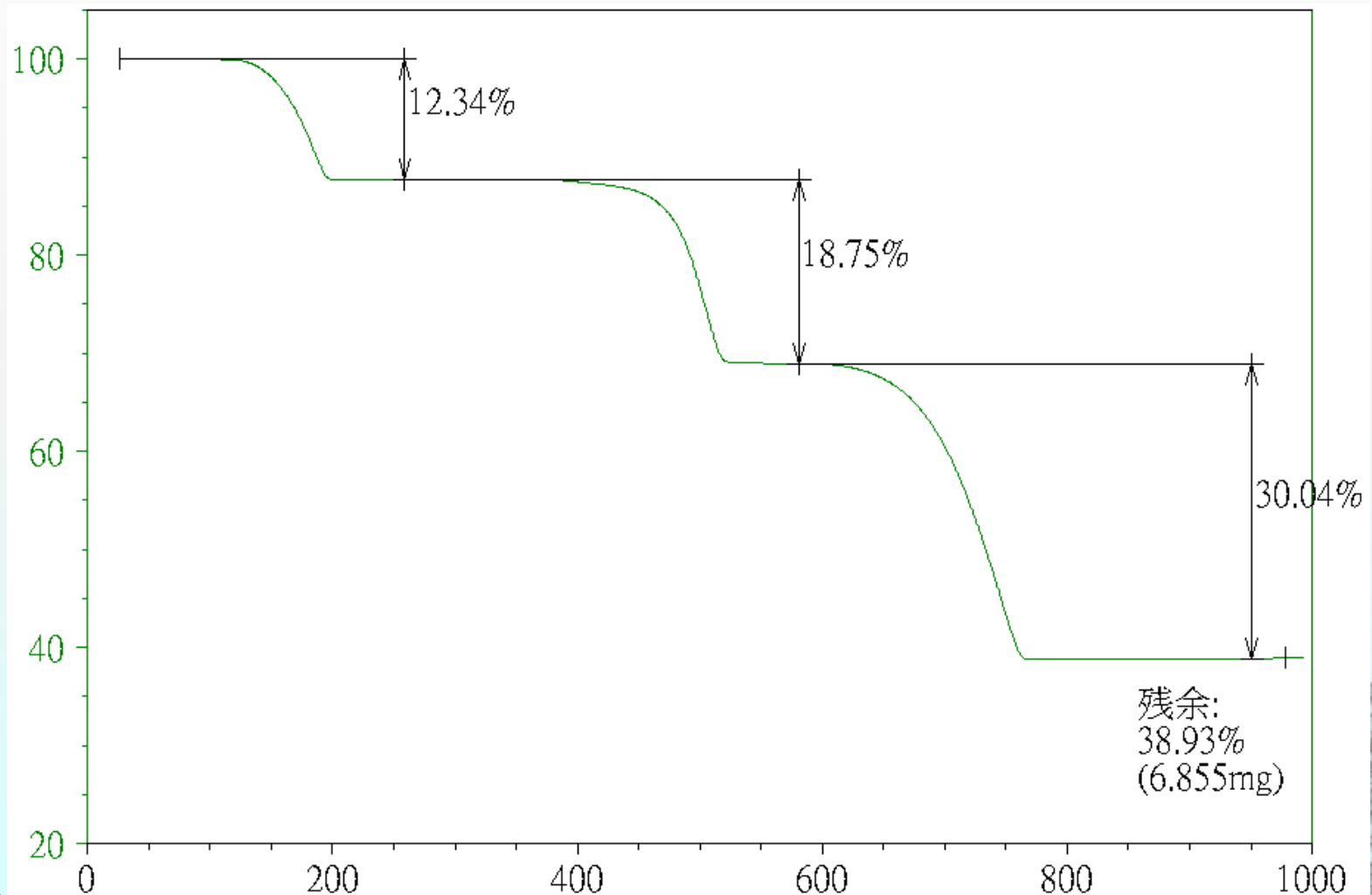
## 热稳定性

TGA另一主要用途是检测材料的热稳定性和失重分解信息。图8是常用高聚物（PVC, PMMA, HDPE, PTFE 和PI）的热失重曲线。



## 挥发份的分析:

用TGA评估吸附水、结合水和挥发组分也非常容易。下图是带结晶水的碳酸氢钙3步失重过程。



## 添加剂的作用

下图比较了添加阻燃剂对聚碳酸酯PC耐温性能的影响。添加阻燃剂的PC，分解温度比未改性PC低20-25°C。在分解阶段，改性材料也比标准材料在选定的温度（如460°C）下的失重要多（如：48%比28%）。这表明阻燃剂的添加反而加速了聚碳酸酯的分解。但是阻燃剂的作用应该是防止火焰传播。

