

热综合分析仪的使用演示实验

一、实验目的

- 1.了解热综合分析仪的构造。
- 2.熟悉掌握热综合分析仪的工作原理及仪器的操作过程

二、实验原理

热综合分析仪是利用材料对外界温度的敏感度以实现对材料某些性能进行检测的综合仪器,其设备主要组成包括冷却水系统,气氛系统,加热炉,温度程序控制器,信号放大系统,试样支撑—测量系统,及数据显示记录系统等组成.根据信号检测与数据采集过程的不同,热综合分析仪又包括热重分析法与差热分析法。

2.1 差热分析：许多物质在加热或冷却过程中，会产生热效应，表现为该物质与外界环境之间产生温度差。差热分析（简称 DTA）就是通过测定温度差来鉴别物质，确定其结构、组成或测定其转化温度、热效应等物理化学性质，广泛地应用于许多科研领域及生产部门。

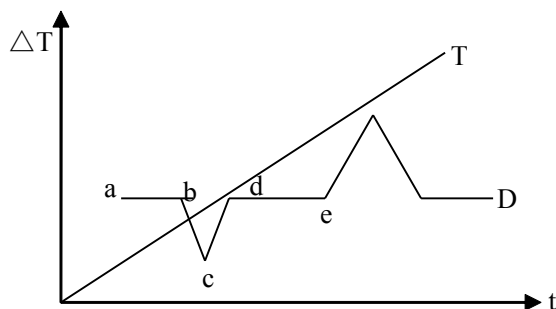


图 1 理想的差热曲线

谱图说明：图 1 中有两条曲线，曲线 T 为温度曲线，它表明参比物温度随时间的变化情况；曲线 D 为差热曲线，它反映样品与参比物间的温度差 ΔT 同时间的关系。与时间轴 t 平行的线段 ab、de 表明 $\Delta T=0$ 或常数，称为基线；bc、cd 段组成差热峰，一般规定放热峰为正峰，此时样品的焓变小于零，温度高于参比物；吸热峰出现在基线的另一侧，称为负峰或吸热峰。

在实际测定中，由于样品与参比物间往往存在着比热、导热系数、粒度、装填疏密度等方面的差异，再加上样品在测定过程中可能发生收缩或膨胀，差热曲线会产生漂移，其基线不再平行于时间轴，峰的前后基线也不在一条直线上，差热峰可能比较平坦，使 b、c、d 三个转折点不明显，这时可以通过作切线的方法来确定转折点，进而确定峰的面积。

2.2 热重分析

热重法（简称 TG）是在程序控温下，测量物质的质量随温度(或时间)的变化关系。检测质量的变化最常用的办法就是用热天平，测量的原理可分为变位法和零位法。在矿物方面的应用：自然界大多数矿物如粘土类矿物、石灰石、白云石等，在加热过程中会放出气体（ $\text{CO}_2 \uparrow$ 、 $\text{H}_2\text{O} \uparrow \cdots$ ），造成重量损失，用热天平测出物质的失重量与相对应的温度作图，即可获得失重曲线。根据曲线斜率的变化可确定该矿物的失重温度区间及失重温度。对常见的矿物材料来说失重曲线又称为脱水曲线，因为矿物在加热过程中造成失重的原因主要是脱水，脱去吸附水（又称自由水）和结构水（又称结晶水）。不同的矿物有不同的失重曲线。将一未知矿物的失重曲线与一套已知矿物的标准曲线相比较，可初步鉴定矿物的类型及组成。在陶瓷方面的应用，陶瓷矿物原料的组分定性、定量；无机和有机化合物的热分解；蒸发、升华速度的测量；活化能和反应级数测定；催化剂和添加剂评定；吸水和脱水测定。利用

失重分析法还可以对在加热过程中有重量变化的动力学过程进行研究探讨。

三、仪器及试剂

- 1、HCT-2 型差热-热重分析仪（含数据工作站）
- 2、待测样品 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ ，差热参比物 $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 。
- 3、坩埚 2 只，镊子，小勺

四、实验步骤

- 1) 打开冷却水开关后，开机预热30min。
- 2) 转动手柄将电炉的炉体升到顶部，然后将炉体向前方转出。
- 3) 准确称量8~10mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 于坩埚中，放在样品支架的右侧托盘上， $\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$ 参比坩埚放在左侧的托盘上。
- 4) 小心地合上炉体，转动手柄将电炉的炉体降回到底部。
- 5) 打开热重分析数据收集工作站，进行程序温度的设置。依次输入测量序号，样品名称，重量，操作者姓名，回到Measure，点击Sart，测量开始，炉内开始加热升温，记录开始。当试样达到预设的终止温度时，测量自动停止。等炉温降下来后再关机。（为保护仪器，注意炉温在500C以上不得关闭HCT-2主机电源）
 - 6) 进入分析界面（Analysis），打开所做测量文件，对原始热重，差热记录曲线进行适当处理，就可得到需要的热重，差热数据。