



热分析应用手册：热分析应用基础

作者：Matthias Wagner 著，陆立明 译

出版社：东华大学出版社

出版时间：2011-11

订购渠道：东华大学出版社、新华书店、各大网站如当当网

定价：65 元

#### 内容简介

该书系统全面介绍了各种热分析方法的基本原理和测量方法，诸如 DSC、TGA、TMA、DMA、热光分析、TGA/MS 和 TGA/FTIR 联用技术的定义、原理和应用，以及样品制备、数据处理与表达，并着重阐述了玻璃化、二元相图、纯度测定、多晶型、吸附分析；还从热分析实验方法、条件（参数）选择到评价体系、实施方案制订了若干步骤。最后附有 ISO、ICTAC 等国际组织制订的各项热分析标准。

#### 目录：

1	热分析导论.....
1.1	定义.....
1.2	重要热分析技术简述.....
1.3	应用汇总.....
1.4	温度程序.....
2	热分析简史.....
2.1	热分析简史.....
2.2	梅特勒-托利多热分析简史.....
3	聚合物.....
3.1	导言.....
3.2	聚合物的合成.....
3.3	热塑性聚合物.....
3.4	热固性树脂.....

3.5	弹性体.....
3.6	聚合物添加剂.....
3.7	聚合物的热分析表征.....
4	热分析基础测量技术.....
4.1	定义.....
4.2	灵敏度.....
4.3	噪声.....
4.4	检测极限.....
4.5	漂移.....
4.6	时间常数、极限频率.....
4.7	数字分辨率和数据采集速率.....
4.8	传感器的校准与校正.....
4.9	最重要的电温度传感器.....
4.10	热分析中的温度.....
5	通用热分析计算.....
5.1	最优坐标系.....
5.2	图谱编辑.....
5.3	显示来自数据库的信息.....
5.4	图谱表示的优化.....
5.5	对试样质量归一化的测试曲线.....
5.6	用时间、参比温度或试样温度表示的曲线.....
5.7	与时间关系的试样温度曲线.....
5.8	用基线修正曲线.....
5.9	数学计算.....
5.10	曲线比较.....
5.10.1	单个坐标系中的多条曲线.....
5.10.2	多坐标系.....
5.11	数值计算.....
5.11.1	起始点.....
5.11.2	终止点.....
5.11.3	起始和终止点.....
5.11.4	对数起始点、终止点、峰及水平/切线对数台阶.....
5.11.5	峰.....
5.11.6	表格.....
5.11.7	最小-最大值.....
5.11.8	信号值.....
6	热分析的一般测量方法.....
6.1	常用的图谱坐标系.....
6.1.1	横坐标.....
6.1.2	纵坐标.....
6.2	测量池中的气氛.....
6.2.1	流速和气体纯度.....
6.2.2	低氧条件的获得.....
6.2.3	通常使用的吹扫气体.....
6.2.4	减压和过压.....
6.3	热分析中的坍塌.....
6.3.1	试样与测量池气氛的接触.....
6.4	热效应概述.....
6.5	校准与校正.....
6.5.1	有关定义.....
6.5.2	校准目的.....
6.5.3	参比物质.....

6.5.4	需要校准的性能.....
6.5.5	校准步骤.....
6.5.6	全方位校准 .....
7	差示扫描量热法.....
7.1	导言.....
7.2	DSC 设计与测量原理.....
7.2.1	热流的测量.....
7.2.2	样品温度的测量.....
7.2.3	熔融峰和结晶峰的形状.....
7.3	试样的制备.....
7.4	DSC 的测量.....
7.4.1	DSC测量中的吹扫气体.....
7.4.2	DSC测量的坍塌.....
7.4.3	对未知样品的测量步骤.....
7.5	DSC 曲线的解释.....
7.5.1	动态DSC曲线的解释.....
7.5.1.1	不呈现热效应的DSC曲线.....
7.5.1.2	呈现热效应的DSC曲线.....
7.5.1.3	物理转变.....
7.5.1.4	化学反应.....
7.5.1.5	假象的识别.....
7.5.2	等温DSC曲线的解释.....
7.5.2.1	物理转变.....
7.5.2.2	化学反应.....
7.5.3	关于DSC曲线解释的注解.....
7.6	DSC 数据的计算.....
7.6.1	特征温度.....
7.6.1.1	起始点.....
7.6.1.2	根据阈值计算的起始点.....
7.6.1.3	玻璃化转变.....
7.6.2	通过DSC曲线积分计算焓变.....
7.6.2.1	基线.....
7.6.2.2	含量测定.....
7.6.2.3	结晶度的测定.....
7.6.3	转化率.....
7.6.4	焓.....
7.6.5	比热容.....
7.6.5.1	蓝宝石法测量 $c_p$ .....
7.6.6	DSC纯度测定.....
7.6.7	n级动力学.....
7.6.7.1	基线和计算范围的选择.....
7.6.7.2	重要的计算设置.....
7.6.7.3	动力学数据的应用.....
7.6.7.4	转化率与反应时间关系的预测.....
7.6.7.5	等转化率曲线(达到特定转化率时反应时间与温度关系)的预测.....
7.6.7.6	DSC曲线模拟.....

7.6.8	依照ASTM E698的动力学.....
7.6.9	依照ASTM E1641的动力学.....
7.6.10	非模型动力学.....
7.6.10.1	非模型动力学的应用.....
7.6.10.2	对转化率与时间关系的预测.....
7.6.10.3	对一定转化率下反应时间与反应温度关系的预测.....
7.6.10.4	DSC曲线的模拟.....
7.6.11	高级非模型动力学.....
7.6.12	去卷积.....
7.7	某些特殊的 DSC 测试.....
7.7.1	氧化诱导期的测定.....
7.7.2	压力下的DSC测量.....
7.7.3	安全性研究.....
7.8	DSC 应用概述.....
7.9	校准与校正.....
7.9.1	单点校准与多点校准.....
7.9.2	单点校准和校正.....
7.9.2.1	用钢校准.....
7.9.3	多点校准和校正.....
7.9.3.1	其它测量组合.....
7.9.3.2	单独校准.....
7.9.3.3	多点温度校准.....
7.10	附录：用单一测试评价 DSC 测量单元的性能.....
7.10.1	由钢熔融峰测定的重要参数.....
7.10.2	DSC测量的分辨率.....
7.10.3	DSC的“灵敏度”.....
8	热重分析.....
8.1	导言.....
8.2	设计与测量原理.....
8.2.1	浮力修正.....
8.2.2	同步TGA/DSC和TGA/SDTA.....
8.3	试样制备.....
8.4	测量.....
8.4.1	升温速率的影响.....
8.4.2	坩埚的影响.....
8.4.3	炉体气氛.....
8.4.3.1	惰性气氛中的残留氧.....
8.4.3.2	过压.....
8.4.3.3	减压.....
8.4.4	自动进样器进样.....
8.4.5	非均匀样品和质量变化很小的样品.....
8.5	TGA 曲线的解释.....
8.5.1	化学反应.....
8.5.2	熔融时的失重效应.....
8.5.3	其它失重效应.....
8.5.4	鉴别假象.....
8.6	TGA 计算.....

8.6.1	水平或切线台阶计算.....
8.6.2	含量测定.....
8.6.3	经验含量.....
8.6.4	反应转化率.....
8.7	典型应用：橡胶分析.....
8.8	TGA 数据处理汇总.....
8.9	化学计量需要考虑的事项.....
8.10	校准与校正.....
9	热机械分析.....
9.1	导言.....
9.2	TMA 的设计与测量原理.....
9.2.1	测量模式.....
9.2.2	膨胀法与针入法.....
9.2.3	动态负载热机械分析(DLTMA) .....
9.3	试样制备.....
9.4	温度程序.....
9.5	TMA 曲线的解释.....
9.5.1	相转变的TMA效应.....
9.5.2	玻璃化转变的TMA.....
9.5.3	化学反应.....
9.5.4	假象.....
9.6	TMA 计算.....
9.6.1	玻璃化转变.....
9.6.2	热膨胀系数.....
9.6.3	转化率.....
9.6.4	杨氏模量.....
9.7	TMA 应用汇总.....
9.8	TMA/SDTA 的校准与校正.....
9.8.1	TMA的校准项目.....
10	动态热机械分析.....
10.1	导言.....
10.2	DMA 的测量原理与设计.....
10.2.1	测量原理.....
10.2.2	刚度和模量.....
10.2.3	几何因子.....
10.2.4	贮存模量和损耗模量.....
10.2.5	温度-频率等效原理.....
10.2.6	动态热机械分析的重要应用.....
10.2.7	DMA仪器的设计.....
10.2.8	测量模式.....
10.3	试样制备.....
10.4	DMA 测量.....
10.4.1	力或位移控制的测量.....
10.4.2	误差产生的通常原因.....
10.4.3	动态温度程序测量.....
10.4.4	不同频率下的等温测量.....
10.4.5	振幅渐增的等温测量.....
10.5	DMA 曲线的解释.....
10.5.1	与温度关系的DMA曲线的解释.....

10.5.1.1	DMA曲线的表示.....
10.5.1.2	动态温度程序测量的DMA曲线的解释.....
10.5.2	与频率关系的DMA曲线的解释.....
10.5.2.1	复合模量和复合柔量.....
10.5.2.2	模量和柔量与频率的关系.....
10.6	DMA 计算.....
10.6.1	主曲线方法.....
10.7	DMA 应用汇总.....
10.8	DMA/SDTA861e 的校准.....
10.8.1	DMA需要校准的项目.....
11	玻璃化转变.....
11.1	玻璃与玻璃化转变.....
11.2	玻璃化转变的 DSC 测量.....
11.3	DSC 玻璃化转变温度的测定.....
11.4	物理老化与焓松弛.....
11.5	玻璃化转变对材料的表征.....
11.5.1	引言.....
11.5.2	半结晶物质.....
11.5.3	取向.....
11.5.4	热机械历史.....
11.5.5	交联.....
11.5.6	摩尔质量.....
11.5.7	增塑剂.....
11.5.8	聚合物共混物.....
11.5.9	共聚物.....
11.5.10	化学改性.....
11.5.11	填料.....
11.5.12	总结.....
11.5.13	玻璃化转变影响因素汇总.....
11.6	测量玻璃化转变的其它热分析技术.....
11.6.1	TMA.....
11.6.2	调制技术.....
11.6.2.1	DMA、DLTMA.....
11.6.2.2	温度调制DSC.....
11.6.3	DMA测定的动态玻璃化转变.....
11.6.4	玻璃化转变温度热分析测量技术的比较.....
11.6.5	聚苯乙烯T <sub>g</sub> 不同热分析技术的测量结果汇总.....
12	二元相图与纯度测定.....
12.1	引言.....
12.2	最重要的二元相图.....
12.3	预测 DSC 曲线的连接线.....
12.4	由 DSC 测量曲线绘制相图.....
12.5	DSC 纯度的测定.....
12.5.1	基本原理.....
12.5.2	DSC纯度分析的适用性.....
12.5.3	挥发性杂质.....
12.5.4	主组分的热稳定性.....
12.5.5	多晶型.....

12.5.6	试样制备和DSC测量参数.....
13	多晶型.....
13.1	导言及术语.....
13.2	多晶体的检测.....
13.3	磺胺嘧啶多晶体的 DSC 检测.....
14	温度调制 DSC.....
14.1	导言.....
14.2	等温步阶扫描方法(IsoStep).....
14.3	调制 DSC.....
14.4	多频温度调制 DSC 技术 TOPEM™.....
15	逸出气体分析.....
15.1	质谱分析法简介.....
15.2	傅立叶转换红外光谱法简介.....
15.3	TGA 与气体分析仪的耦联.....
15.4	应用举例.....
16	TGA 吸附分析.....
15.4.1	一水草酸钙的分解(TGA-MS) .....
15.4.2	PVC的热解(TGA-FTIR) .....
15.4.3	药物中溶剂的检测(TGA-MS) .....
16	TGA吸附分析.....
16.1	TGA 吸附分析简介.....
16.2	应用实例.....
16.2.1	二水盐酸阿米洛利的动态吸附曲线.....
16.2.2	糊精的吸附等温线.....
16.2.3	淀粉吸附焓的测定.....
16.3	校准.....
16.4	典型的应用领域.....
17	热光分析法.....
17.1	导言.....
17.2	热显微镜法.....
17.3	热分析中的化学发光.....
17.3.1	导言.....
17.3.2	CL仪器.....
17.3.3	应用实例.....
17.3.3.1	氧化诱导期.....
17.3.3.2	高压下的热分析.....
17.3.3.3	氢过氧化物的测定.....
17.3.3.4	CL成像.....
17.4	总结.....
18	测量方法的开发.....
18.1	导言.....
18.2	步骤 1: 合适的测试技术的选择.....
18.2.1	分析任务.....
18.2.2	“灵敏度” .....
18.2.3	测量模式.....
18.3	步骤 2: 取样与试样制备.....
18.4	步骤 3: 坩埚的选择(DSC 和 TGA) .....
18.5	步骤 4: 温度程序的选择.....
18.6	步骤 5: 气氛的选择.....
18.7	步骤 6: 测量后试样的检查.....
18.8	步骤 7: 计算.....
18.9	步骤 8: 确认.....
18.10	总结.....
19	标准热分析方法汇总表.....

19.1 标准化组织.....

19.2 热分析标准