

MaxRes

简介

当设置TGA或TMA实验参数时，用户通常需要在两个相互矛盾的目标中做出选择（尽可能短的实验时间或最佳分辨率）。

升温速率是最重要的因素之一。高升温速率会缩短实验时间，但可能导致所测量热事件的不良分离（分辨率降低）。反之，低升温速率可更好地分离近距效应（分辨率提高），但实验时间会更长。

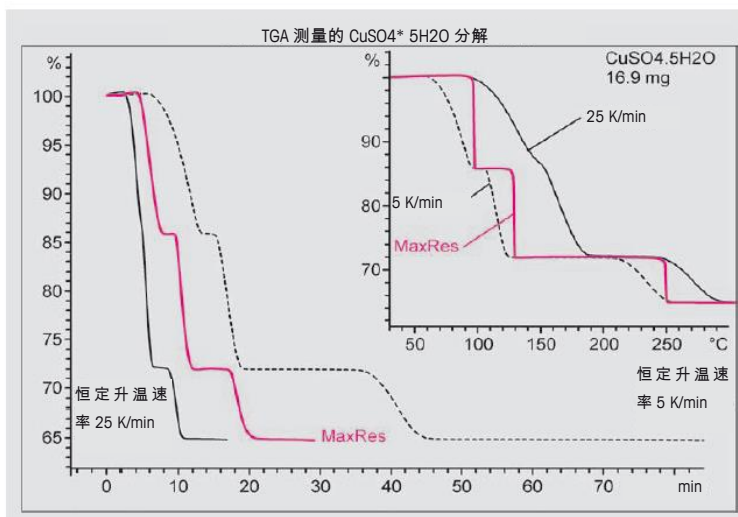
MaxRes可完美地解决了这一难题，在测量期间动态控制升温速率，根据样品的重量（TGA）或尺寸（TMA）自动调整升温速率。如此，可在保证分辨率的情况下进行快速测量。

特性和优点

- 近距效应的温度分辨率更佳 - 评估和解释更加轻松可靠
- 实验时间更短 - 节省测量时间
- 反应期间的准等温条件 - 反应动力学不受温度变化的影响

示例

通过 TGA 测量的 $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ 分解 (MaxRes)



图片以五水硫酸铜为例说明了TGA测量中增强分辨率的不同可能性。三个连续的重量损失台阶与2,2和1分子结晶水的化学计量损失相对应。

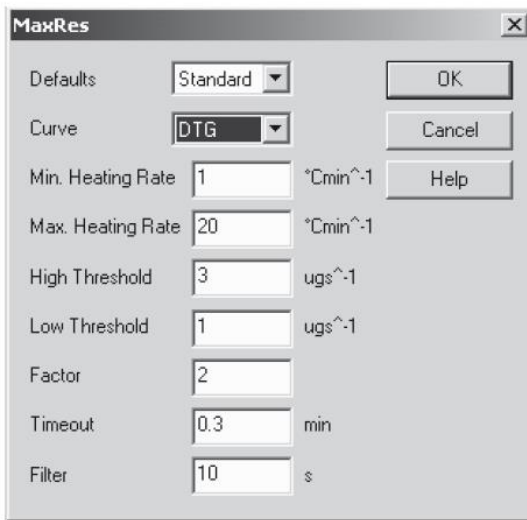
在25K/min的恒定升温速率下，第一台阶和第二台阶的分辨率较差，无法进行精确的定量。在5 K/min时，各个台阶分离良好，但实验时间多了五倍。

相对于在恒定(慢)升温速率下实现的相同分离质量，MaxRes可将实验时间减少一半。

MaxRes可用于以下情况：

- 重叠反应或转变
- 两个DTG峰之间的信号未返回至基线的不良分辨率事件
- 肩类信号
- 复合反应动力学
- 反应速率和活化能相差较大
- 水合化合物的结晶水失去 (xH_2O)
- 弹性体/塑料中挥发物/增塑剂的分离
- 多层材料的检测 (TMA)

理论



MaxRes算法

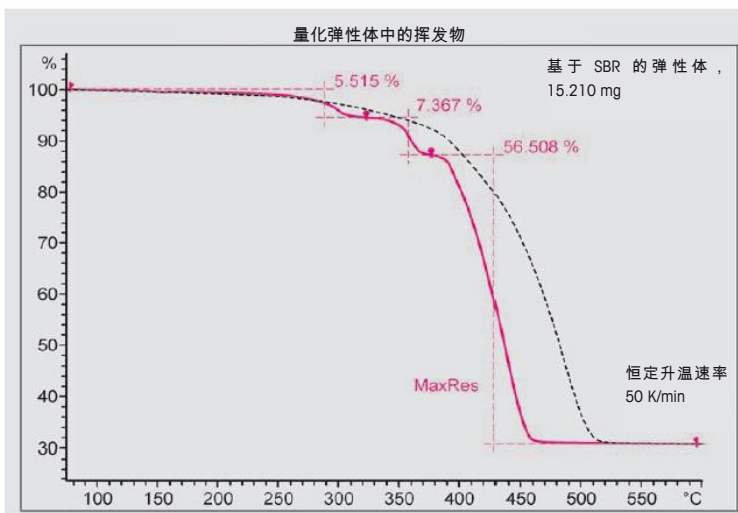
MaxRes使用测量曲线的一阶导数 (热重分析的DTG) 控制升温速率的变化。

可输入多个控制参数，例如阈值和速率参数来实现升温速率的最佳调整：

- 最小和最大升温速率
- 降低升温速率的高阈值
- 增加升温速率的低阈值
- 升/降温速率因子
- 超时 (延时)
- 改变升温速率的因素

应用实例

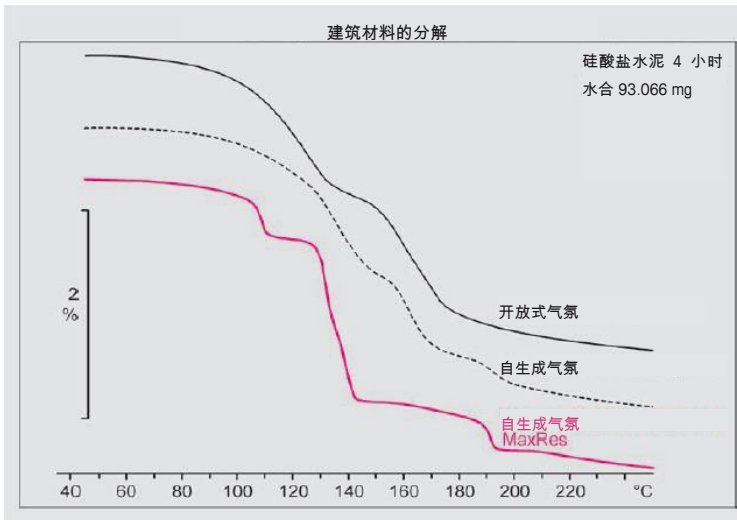
使用 TGA 量化弹性体中的挥发物



通常，油会作为增塑剂添加到弹性体中，其在聚合物热解前蒸发。为了通过TGA进行准确的成分分析，在减压下执行测量可将两种效用更好地分离。或者可萃取油。但两种方法均十分耗时，需要额外的仪器和工作。

MaxRes能够在不使用额外硬件的情况下，将油蒸发从聚合物热解中良好分离出来。能够简单精确地量化挥发物 - 在示例中为5.5%和7.4%。

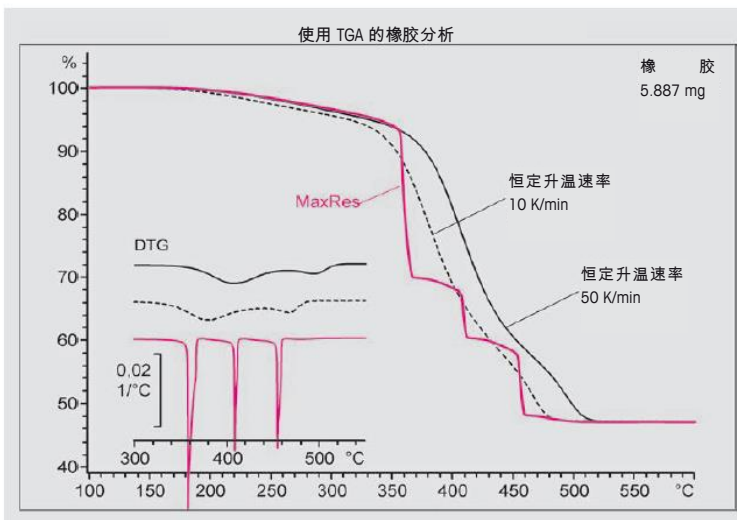
通过 TGA 测量建筑材料-硅酸盐水泥的分解



硅酸盐水泥的水合作用在复合过程中会形成不同的水合物。这可以通过TGA分析进行研究。但解释脱水早期的重量损失曲线并不容易,因为CSH、钙矾石和硫酸钙的分解台阶十分接近。

在开口坩锅中只观察到两个重量损失台阶,因此解释过程较困难。自生成气氛(使用带50- μm 孔盖的铝制坩锅)和MaxRes的联用能够大幅提高部分重叠脱水过程的分离。然后可定量测量钙矾石。

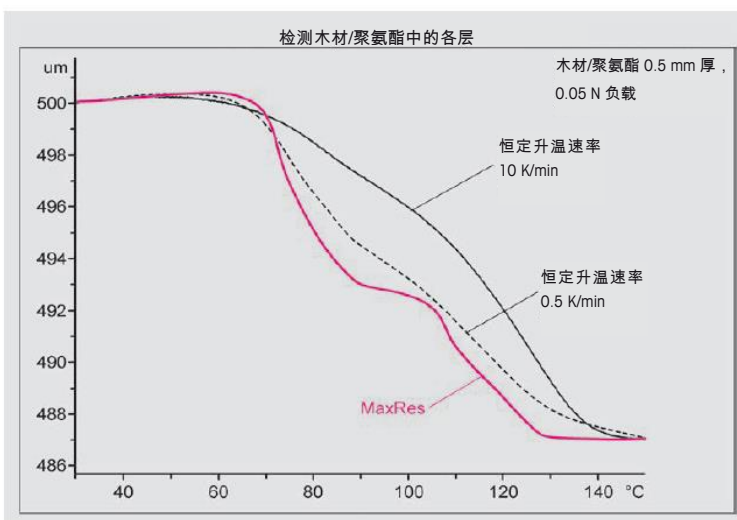
使用 TGA 的橡胶分析



当使用TGA在恒定升温速率下执行橡胶分析时,由于分解台阶重叠,因此获得的曲线通常难以解释和进行定量分析。由于动力学效应,缓慢的升温速率将各个分解反应转变为更低的温度。只有在良好分离各个重量损失台阶时,才能对组分进行精确定量。

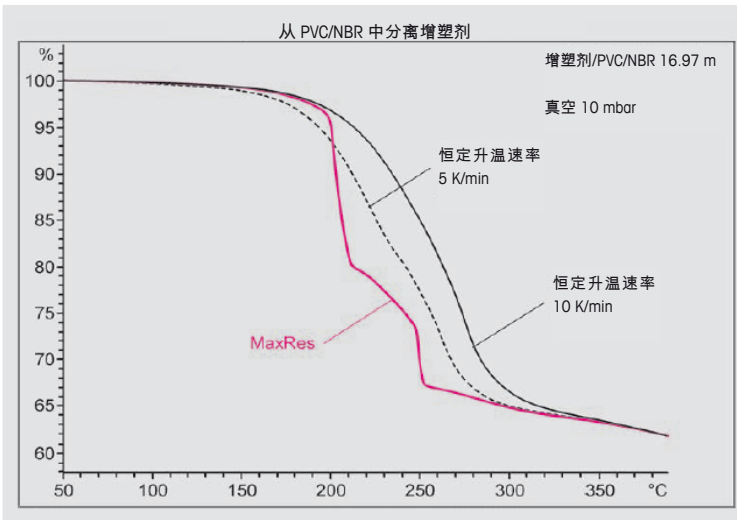
自动调整升温速率获得的MaxRes曲线检测到三个分解台阶,这表明其涉及复杂的反应动力学。示例中显示的所得DTG曲线表明,只有使用MaxRes获得的DTG峰才能回到基线。这可对橡胶样品进行准确的成分分析。

使用 TMA 检测木材上的两层聚氨酯



软化木材涂层后,将TMA探针插入涂层各层间,得到其对温度、时间或粘度的依赖性。这说明控制MaxRes升温速率可测定两个涂层的软化行为。在恒定的升温速率下,将TMA探针插入两个涂层,发现两个重叠涂层尺寸发生变化。为提高这两种效应的分辨率,MaxRes在首次压入期间降低了升温速率,所以在首个渗透过程完成前未达到第二层的软化温度。与使用恒定升温速率的实验相比,MaxRes可更好地分离两个的连续过程。

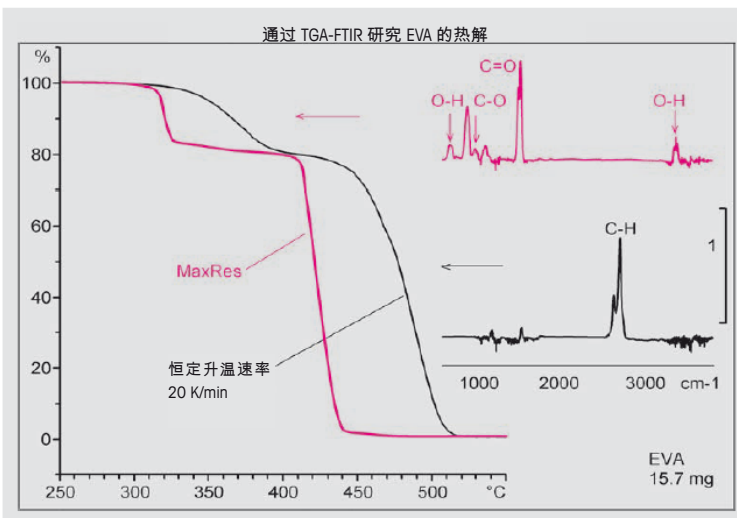
通过 TGA 测量从 PVC/NBR 混合物中分离的增塑剂蒸发



MaxRes不只是可以根据分解动力学的差异而分离台阶。物理蒸发过程也可从重叠分解反应中分离。这通常使用较高的升温速率进行，以将反应转向更高温度。

但PVC/NBR中增塑剂的成分分析是例外情况，对它需要采用不同的方法：降低炉中气氛的压力以将蒸发温度降低到PVC不再降解的数值。使样品中的增塑剂扩散是一个定时过程 - 降低升温速率可在PVC降解开始前完全蒸发。在5或10 K/min的恒定升温速率下，无法准确测定增塑剂的含量。

通过 EGA 研究乙烯基丙烯酸酯的热稳定性



联用TGA-FTIR和逸出气体分析（EGA）可研究复杂的聚合物分解过程。但当使用恒定的升温速率时，由于反应气体混合物的存在，解释热解测量的FTIR光谱可能十分困难，因为各种官能团的吸收带通常是重叠的。

由于现在重量损失台阶清晰分离，MaxRes能准确测定乙烯基丙烯酸酯（EVA）的乙烯基乙酸酯含量。EVA的分解分为两个不同台阶。FTIR光谱有C-O、C=O和O-H吸收带，这表明侧基消除反应直接导致乙酸（20%）首先释放。在第二个重量损失台阶（80%）中，2850-3000cm⁻¹范围内的C-H拉伸吸收带表明剩余的不饱和链发生分解。

结果显示，同时使用TGA-FTIR和MaxRes可更好地实现两个台阶的分解过程。



梅特勒-托利多
 实验室/过程分析/产品检测设备
 地址：上海市桂平路589号
 邮编：200233
 电话：021-64850435
 传真：021-64853351
 E-mail: ad@mt.com

工业/商业衡器及系统
 地址：江苏省常州市新北区太湖西路111号
 邮编：213125
 电话：0519-86642040
 传真：0519-86641991
 E-mail: ad@mt.com

梅特勒-托利多始终致力于其产品功能的改进工作。基于该原因，产品的技术规格亦会受到更改。如遇上述情况，恕不另行通知。 Printed in P.R. China 2016/05

www.mt.com

访问网站，获得更多信息

欢迎添加实验室微信号



微信号：MT-LAB

