

升温速率对含油量测定的影响

当弹性体含有相当量的油时，对弹性体聚合物成分的分析就可能出现误差，因为在聚合物开始热解的温度范围油会汽化。因此，对精确测量，应该使用确保油在低温下就汽化的条件。如果认为油的失重本质上是一个传递过程，则可通过在较低的温度(例如以较低的升温速率测试)保留样品、减少样品量或降低气氛压力(采用真空)来实现油的优先汽化。因此，通过采用较低的升温速率和在真空中进行测试应可达到油汽化与聚合物热解的更好分离。本章节将检测升温速率对含油量测定的影响。

目的 用以 NR/SBR 共混物为基础的弹性体来表明升温速率对油汽化和聚合物热解的影响。本例对碳黑的测定不感兴趣，因而仅介绍氮气下的测试。

样品 含下列组分的硫化橡胶(样品 E):

NR	25.5%
SBR	7.2%
硫化体系	4.0%
油	9.1%
其它增塑剂	0.5%
碳黑	4.3%
无机填料	49.0%

条件

测试仪器:	TGA
坩埚:	30 μ L 氧化铝坩埚
样品制备:	约 20mg 的橡胶片
TGA 测试:	在氮气(50ml/min)下从 50°C 升温至 625°C 升温速率: 30K/min、10K/min 和 2K/min
气氛:	氮气

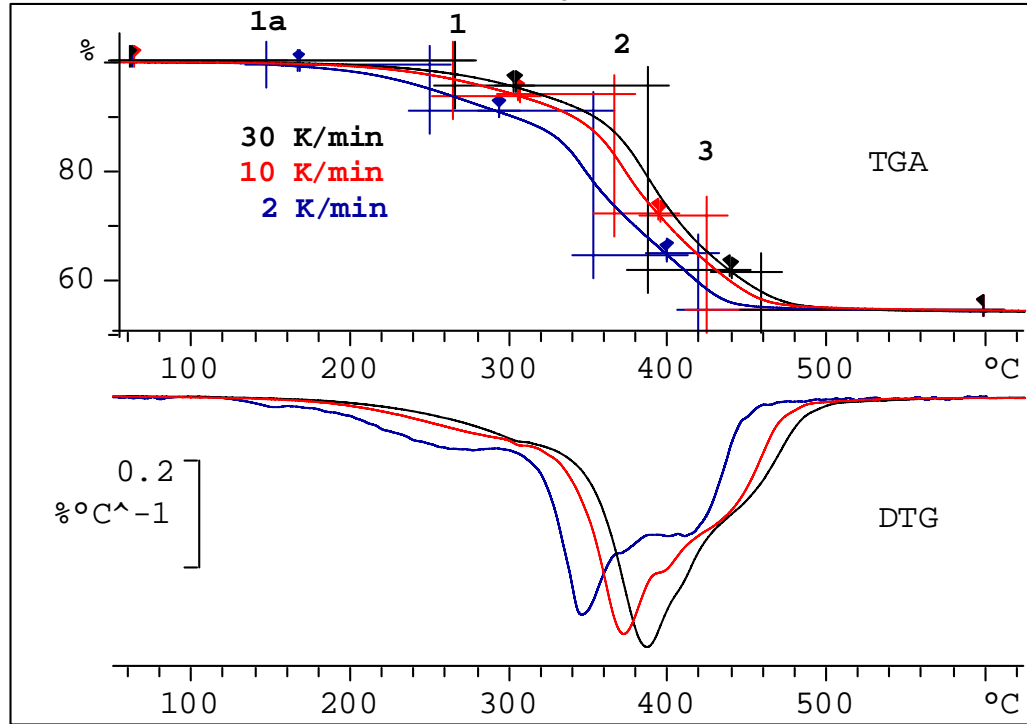


图 4.81 Fig. 4.81

计算

台阶 Step	台阶高度, % Step height in %			配方含量, % Formulation in %
	30 K/min	10 K/min	1 K/min	
1a 增塑剂和水 Plasticizer and water	-	-	0.8	0.5
1 油 Oil	4.6	6.3	8.4	9.1
2 NR 热解 NR pyrolysis	34.1	21.9	26.4	25.5
3 SBR 热解 SBR pyrolysis	7.2	17.3	10.4	7.2
灰分 Ash	53.9	54.2	53.9	53.3
聚合物含量 Polymer content	41.3	39.2	36.8	32.7

解释

显然，所有与质量损失有关的效应在较低升温速率移向较低温度，使得各个台阶分离更好。

尤其是实现了油的更好分离，从测得的油含量由 4.6%(30K/min)提高到 8.4%(2K/min)便可看到这一点。后一个值与配方(9.1%)良好一致。较低升温速率下分辨率的改善也使得各个聚合物组分的分离更好、测量更准确。

硫化体系含量为 4%，故配方的聚合物含量和硫化体系含量之和(36.7%)与以 2K/min 测试的热解台阶(2 和 3)总高度很好吻合。

结论

较低的升温速率使得不同过程分离更好，尤其是油汽化与聚合物热解之间的分离。这个过程的改善意味着测试时间显著延长。