

## DSC 实验小结

陆明 何波

在近期利用 DSC 测定交联聚苯乙烯微球的玻璃化转变温度随交联密度的变化的实验中，我们发现了一个平时容易忽视但对于实验结果有影响的实验样品处理细节，张立群老师要求我们描述给大家，希望能对大家后续的实验研究有所帮助。

本实验得到了丁磊同学、宋帅帅同学、郑云同学的大力帮助，在这里表示感谢。

实验中，何波同学将自由基乳液聚合制备的交联聚苯乙烯乳液破乳后，经过真空干燥得到固体状态的交联聚苯乙烯微球粉末。我们利用 DSC 测定交联聚苯乙烯微球的玻璃化转变温度随交联密度的变化。DSC 测试分四段：① 以 20K/min 的升温速率从 25℃ 升温至 200℃；② 200℃ 保温 3min；③ 以 20K/min 的降温速率从 200℃ 降温至 25℃；④ 再以 20K/min 的升温速率从 25℃ 升温至 200℃。

分析第四段得到的热流随温度的变化曲线，如图 1 所示。由图中可以看出，除了玻璃化转变外，图线中有一个小的熔融峰。通常利用自由基乳液聚合制备得到的应当是无规的聚苯乙烯，图中出现的小熔融峰无法得到很好的解释。

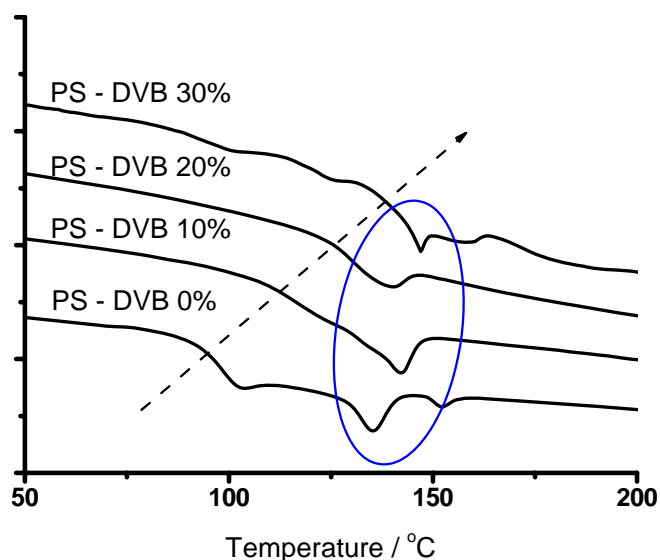


图 1 乳液聚合制备的不同交联密度的聚苯乙烯的 DSC 曲线

最初我们猜测可能是聚合中形成了局部的有序结构，产生的微小晶区形成的熔融峰。在与张立群老师、卢咏来老师讨论时，张老师提出熔融峰的热焓很小，在 1.9 J/g 左右，应该不是聚苯乙烯的熔融峰。两位老师怀疑是乳液聚合过程中加入的大量乳化剂残留物引入的杂质造成的，建议我们利用热水洗涤样品后再重复 DSC 测试。

我们利用 90℃ 的去离子水浸泡洗涤交联聚苯乙烯粉末样品；再经过淋洗、抽滤后，在 50℃ 鼓风干燥机中烘干。样品重复 DSC 测试，测试条件不变。得到结果如图 2 所示。与图 1 对比可以发现，经过热水洗涤后原先出现的小的熔融峰消失。证实此前 DSC 图线中的熔融峰确实是残留乳化剂导致的。

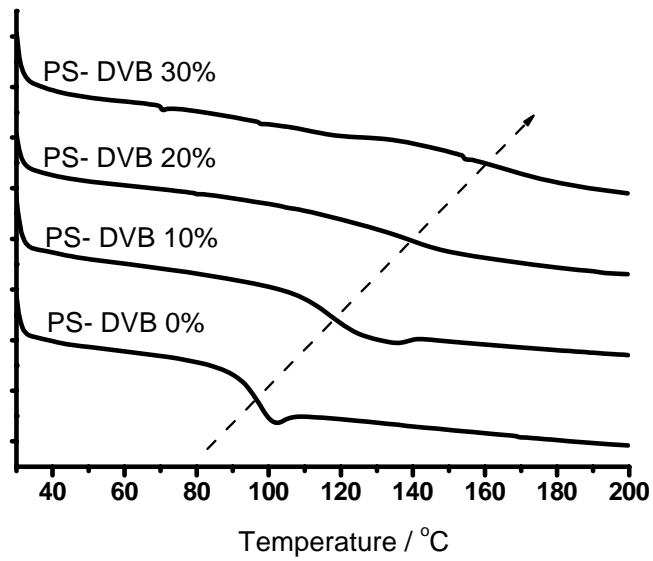


图2 热水洗涤样品后，重复的 DSC 曲线

我们在 DSC 测试中的这一现象与原因分析希望能对中心内做合成、以及乳液共混共絮凝等相关课题的同学提供一些参考：乳化剂等残余物质对于 DSC 的分析结果会产生一定干扰。请大家在 DSC 测试前样品制备时留意预先除去体系中可能的残留物质。