

Discovery TGA热重分析仪操作使用说明书



注意事项:

1. 含卤素、硫化物的样品不能用本仪器进行测试;
2. 对于高膨胀的样品、加热时会爆炸的危险样品质量要很小(约1mg),以免加热时样品溢出或产生的高能量损坏热电偶。
3. 样品必须干燥, 粒度小于 $5\mu\text{m}$ 。
4. 测试过程中保持仪器、桌面等环境的干净整洁。
5. 不可在计算机上进行与实验无关的操作。
6. 拷贝数据请使用CD或VCD, 不能使用U盘以免感染病毒。
7. 认真填写实验记录。
6. 相关论文发表后, 请送一份复印件给SKL实验室。

同济大学污染控制与资源化研究国家重点实验室

(State Key Laboratory of Pollution Control and Resources Reuse, Tongji University)

Discovery TGA热重分析仪操作使用说明书

一、Discovery TGA热重分析仪的基本原理

任何一种物质都会随着温度的改变而发生质量的变化，如脱水、氧化、还原、分解等，在程序控制温度下，测量物质在给定气氛中质量的变化与温度之间的函数关系，即可得到物质的热（失）重曲线（即TG曲线，见图1），由此可以获得物质的水分及挥发性物质的含量、氧化还原稳定性、热稳定性、分解特性和分解动力学、物质寿命等基本参数。美国沃特斯有限公司（Waters LLC）TA仪器部生产的Discovery TGA热重分析仪是一款高精度热重分析仪，由微天平、加热炉、自动进样器、系统控制模块、计算机和相应运行软件组成。

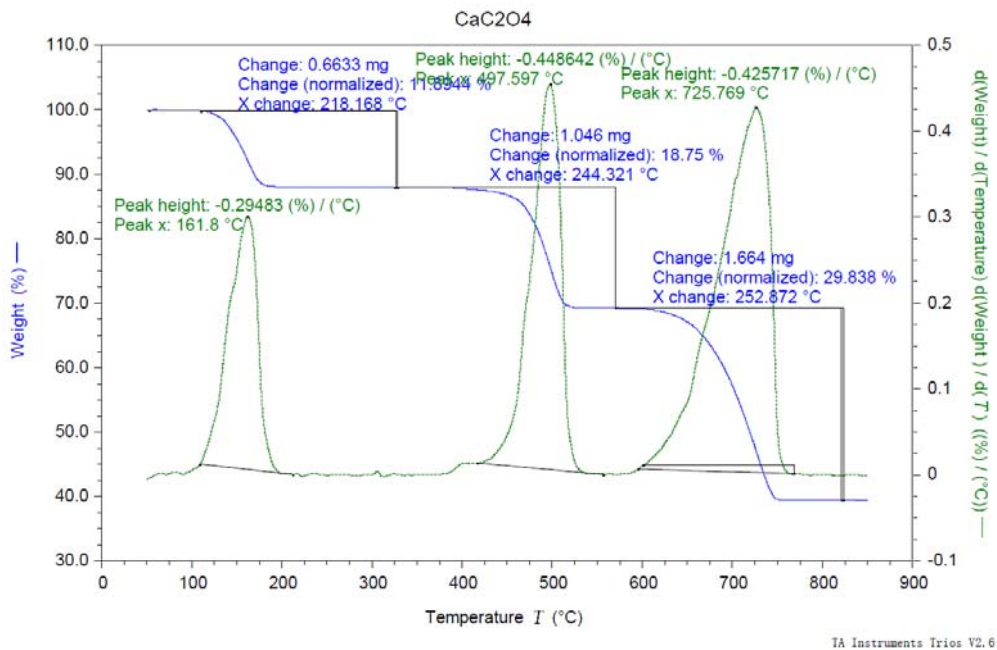


图1 CaC₂O₄·H₂O的热重（蓝色-TG）和微商热重（绿色-DTG）曲线

二、Discovery TGA热重分析仪的主要特点和技术指标

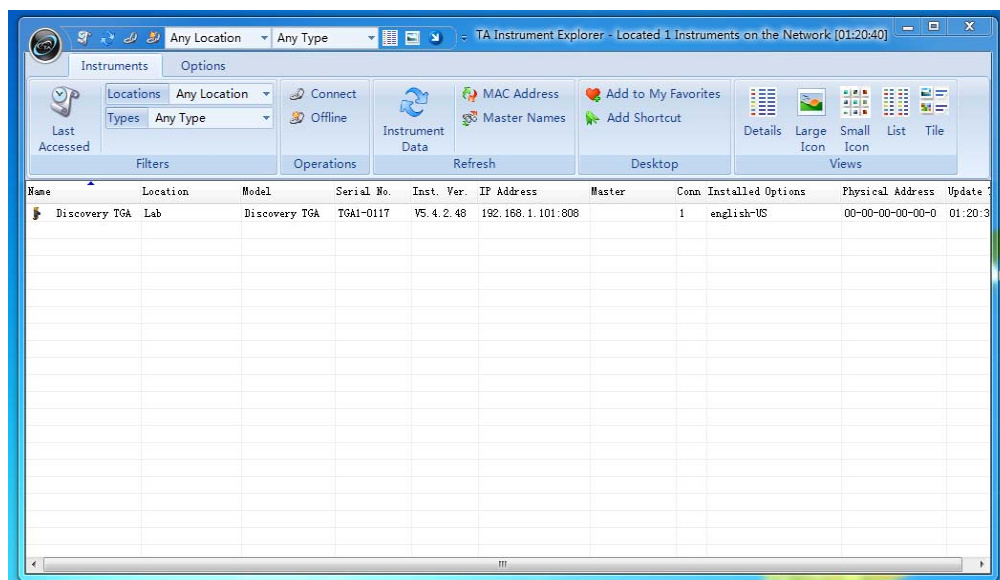
仪器采用红外辐射加热炉体，温度范围由室温~1200℃，全量程线性加热速率高达 500 K/min，瞬时速率可达 2000 K/min。主机标配高解析 TGA 技术，25 位自动进样器，内置强度可调的电磁场，用于自动居里点温度校正。水平吹扫气路和垂直保护气路有效降低 TGA 的浮力效应，使称重更为精密和准确。技术指标为：

- (1) 动态称重范围 100mg；称重准确度± 0.1%；称重精确度± 0.01%；短期噪声 (rms) 0.03 μg

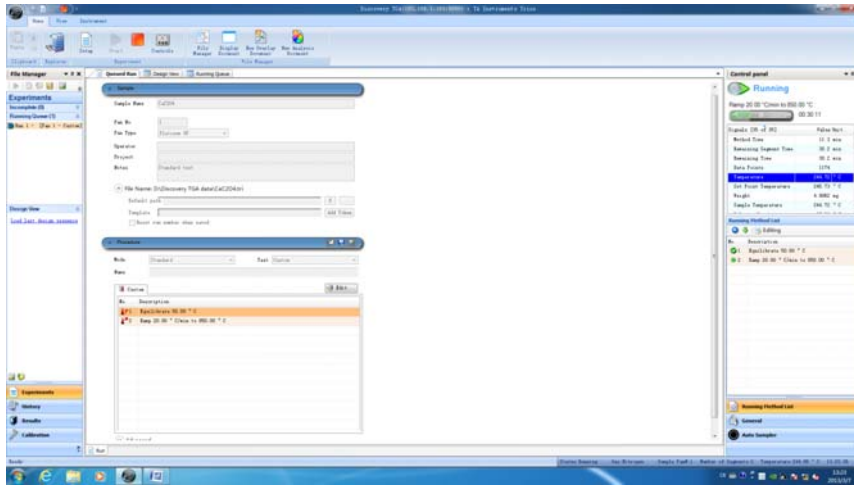
- (2) 信号分辨率 0.001 μg
- (3) 原始基线漂移 < 10 μg ; 原始基线平直度 < 1 μg
- (4) 恒温温度准确度 $\pm 1^\circ\text{C}$; 恒温温度精确度 $\pm 0.1^\circ\text{C}$
- (5) 程控升温速率($^\circ\text{C}/\text{min}$) 0.1~500 (线性), >2000 (冲击)
- (6) 炉体冷却(强制空气或氮气) 1200~35 $^\circ\text{C}$ < 10 min

三、Discovery TGA热重分析仪的操作方法

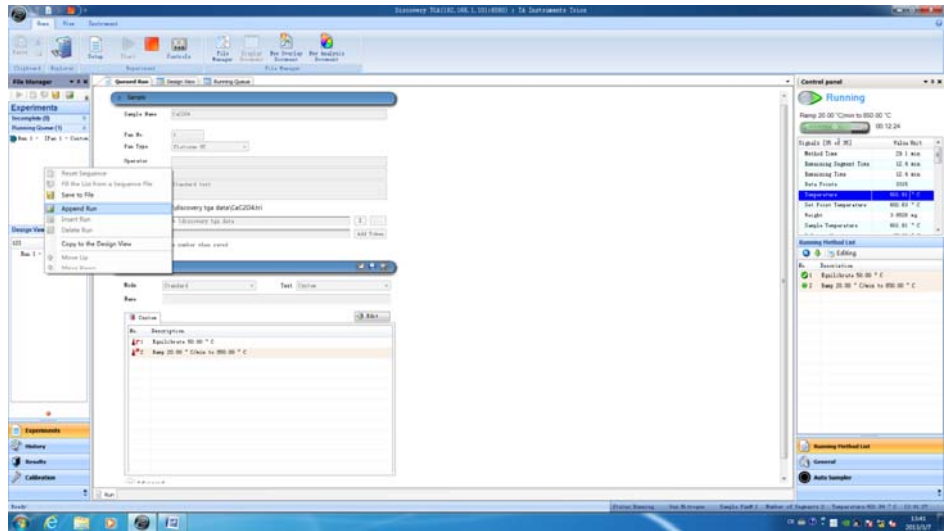
1. 打开稳压电源，打开仪器开关（在控制模块的后面右下侧），打开高纯 N_2 总阀，调节分压为 0.1Mpa。如果需要高纯空气作为反应气氛，需要同时打开空气总阀，分压调为 0.1Mpa。让仪器预热约 30 分钟（使炉温达到平衡温度）。
2. 打开电脑，双击桌面上的 TRIOS Explorer 图标，出现以下界面：



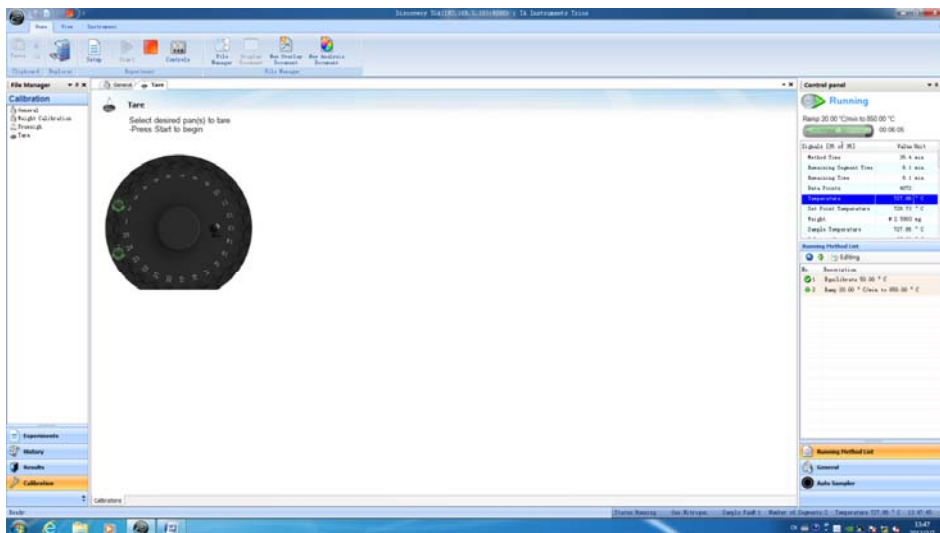
3. 点击 Instruments 选项，在弹出的列表里出现仪器的基本信息，包括仪器名称、序列号、IP 地址等，双击表内的 Discovery TGA 进入 TRIOS 软件。其中 Experiments 页下是进行实验时必须完成的填写选项，History 页里查看以前的实验情况，Result 页里可执行对实验结果的分析处理，Calibration 页里执行对仪器的校正操作。



4. 打开左下角的 Experiments，弹出进行实验设置的操作界面。
5. 双击 Running Queue 下的 empty 使其变成 Run 1，设置中间区域 Queued Run 下的各项内容。
6. 在 Sample 下输入样品名称、样品盘放置位置，选择样品盘类型（700℃以下选择 Platinum 100ul，超过 700℃但在 1000℃以下选择 Platinum HT，超过 1000℃但在 1200℃以下选择 Alumina），输入操作者姓名，File Name 里选择结果保存位置。
7. 设置 Procedure 下的信息，mode 选择 standard，Test 选择 custom。点击 Edit 进入试验方法编辑窗口，设置实验的起始温度（不设置起始温度的时候，试验从当前温度开始）、升温速度和结束温度，其它特殊程序可从程序栏里选择。
8. 如果需要用自动进样器做一系列的试验，可以在左边 Running Queue 下的空白区域右击，在移动菜单中选择 Append Run 来增加试验，每个样品可以设置不同的操作方法。



9. 放置样品盘并归零 (Tare): 轻轻将实验选择的样品盘 (室温~700°C 之间用低温 Pt 样品盘, 室温~1000°C 之间用高温 Pt 样品盘, 超过 1000°C 用陶瓷样品盘) 用镊子放入样品盘上, 如果同时设置了两个以上的试验 (Run), 需要放置两个以上的样品盘, 按照下列方法 Tare: 点击软件左下角的 Calibration 选项, 进入 Tare 页面, 点击需要 Tare 的样品盘位置。如果只是设置了一个 Run, 可以点击 Auto sampler 下的 Tare, 输入需要 Tare 的样品盘号。



- 10.
11. Tare 完成后将样品轻轻放进样品盘内 (如担心样品撒到样品架上, 可将样品盘拿下来放样品), 样品质量可在右侧 Control panel 里看到。
12. 查看 Housing blance 项下的温度是否达到设置的值, 如已达到点击 Start 开始试验。(必须达到 Housing blance 设置的温度后才能开始实验!!)
13. 测试结束后点击左下角的 Result, 出现结果分析界面, 选中或打开要处理的

结果文件，进行各项处理，点击左上角的黑色按钮，在下拉菜单里选择结果导出方式，可以分别导出数据和谱图文件。

14. 关机：点击 Instruments，点击 shutdown，关闭仪器，退出软件，关闭电脑，关闭气体。

注意：样品盘分为 3 种，普通 Pt 盘可以到 700 度，在 pan type 选项下软件识别 Platinum 100ul. 高温 Pt 盘可以到 1000 度，在 pan type 选项下软件识别为 Platinum HT。陶瓷样品盘最高温度为 1200 度，软件识别 Alumina。

2013 年 3 月制定