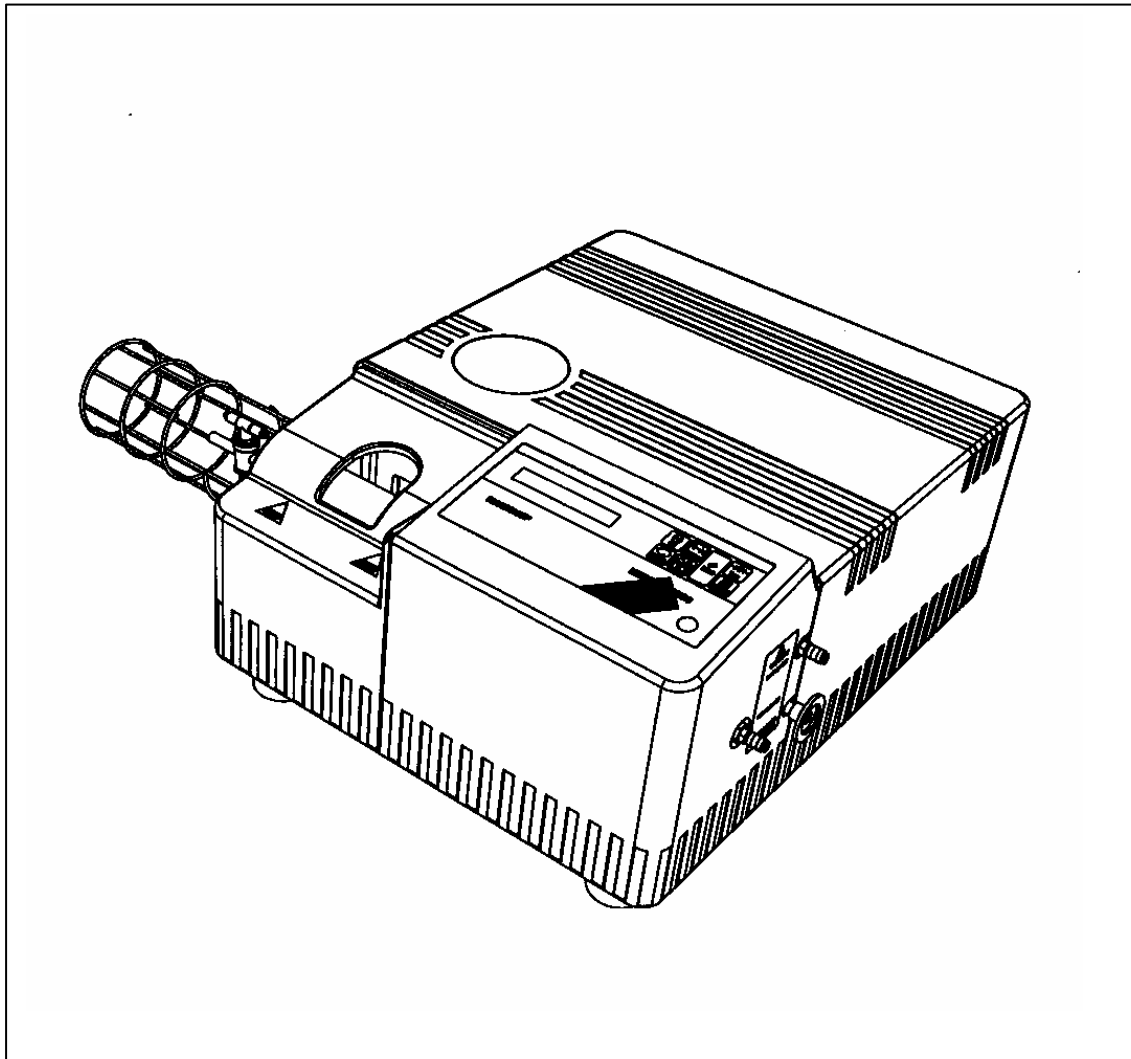


METTLER TOLEDO STAR[®] 系统

TGA/SDTA851[®] 热重分析仪

操作说明书



目 录

1	前言和 safety 注意事项	1
2	TGA/SDTA851[®] 仪器	9
3	恒温浴槽	21
4	安装	26
5	开启和关闭	30
6	称量	32
7	测量	42
8	校准	48
9	维护	50
10	出错信息、警告和故障	61

1 前言和 safety 注意事项

1.1 STAR°系统中的 TGA/SDTA851°热重分析仪

STAR°系统

欢迎进入梅特勒-托利多的 STAR°系统。

STAR°系统包括 STAR°软件和以下主机：DSC822°，HP DSC827°，TGA/SDTA851°，TMA/SDTA840 和 DMA/SDTA861°。

STAR°系统

在本操作说明中，TGA/SDTA851°热重分析仪简称为 TGA/SDTA851°。

在进行第一次测量前，请仔细阅读本章的安全注意事项。

警告

TGA/SDTA851°仪器是一台在进行热重分析(TGA)的同时，能同步进行差热分析(SDTA)的先进仪器。

进行热重分析时，我们可以测得在设定的温度程序下，一定的气体气氛中样品的质量变化。

热重分析

而进行同步差热分析时，我们可以得到在设定的温度程序下，一定的气体气氛中样品的温度相对于参比温度的变化。

差热分析

不同的 TGA/SDTA851°型号在操作时需要的软件版本也有所不同，如下所示：

	TGA/SDTA851°/ SF/1100	TGA/SDTA851°/ LF/1100	TGA/SDTA851°/ LF/1600
STAR°软件	版本 ≥ 3.1	版本 ≥ 4.0	版本 ≥ 5.1
Module 软件	版本 ≥ 4.0	版本 ≥ 4.0	版本 ≥ 4.1

*更多关于 STAR°软件的说明，请参阅 STAR°软件操作说明书。

1.2 选配件

对于 TGA/SDTA851[®] 仪器，有如下的选配件：

- TSO801RO 自动进样器
 - TSO800GC 或 TSO800GC1 气体控制器
 - TGA-MS 转换工具包，TGA-FTIR 接口
 - 开关线闸
- * 在测量前对坩埚进行自动打孔的工具包已经包含在自动进样器中。
- * 各个选配件的操作说明书可以根据要求进行发送，相应的操作说明书归入硬件文件一章中。

1.3 印刷惯例

在这些操作说明中使用下面的印刷惯例：

安全注意事项使用安全三角形标记：下面的警告三角形引起您对安全和危险的注意。忽略该信息可能会危及用户并致使仪器损坏以及其它的故障。



小心电击



小心爆炸



火



小心燃烧



小心

用框围住的 NOTICE 表示有关数据记录的重要注释。

Notice

Times New Roman 字型用来标记计算机屏幕上的内容(例如，菜单选项，出错信息等)。

Times New Roman

File/Open Curve(文件/打开曲线)表示：点击菜单项 File 然后点击子菜单项 Open Curve

斜体字样用于文件的标题。

斜体

Courier new 字型是您通过计算机键盘输入的信息。

Courier New

CAPITALS(大写字母)是显示在测量模式中的文字。

CAPITALS

(1)，(2)，(3)等表示用户必须进行的操作。解释性文字不用编号标记。

(1)，(2)

在有编号的说明文字后，后面的小字体常常是对前一项操作结果的说明。

* 表示附加说明(星号)

*

1.4 安全说明

仪器已经就归档在操作说明内的试验和计划进行了测试。然而您不能因此对我们所提供的产品就您所打算使用的方法及意图而不再对它们进行测试。您应该遵守下面的安全测量。

保护性测量

计算机和 TGA/SDTA851°

- 确保您所插入的引自电缆插座的电缆是接地的。否则技术故障可能是极危险的。
- 绝不要在可能有爆炸危险的环境中工作。仪器外壳不是气密性的(由于形成了火花以及在气体入口处有腐蚀,所以可能有爆炸危险)。
- 炉子的外壳比较热,可能会引起易燃性混合气体的燃烧。



TGA/SDTA851°

- 在您打开仪器外壳或更换保险丝时,断开 TGA 的电源,移开电源线。触电可能是极危险的。
- 绝不要充入可能会引起爆炸的混合性气体!绝不要使用可燃性气体或有爆炸性的混合气体作为吹扫气体,否则,可能会发生爆炸。
- 当炉子温度高于 300°C 时,绝不要关闭恒温水浴槽。仪器的冷却会就此关闭,测量单元的四周会变热而无法控制。
- 绝不要触碰炉体、炉盖或刚从炉体中取出的样品。炉体的温度会达到 1100°C(对于 TGA/SDTA851° : SF/1100°C 和 LF/1100°C)或 1600°C(对于 TGA/SDTA851° : LF/1600°C)。始终要用镊子来移动坩埚。



- 待测量单元冷却到室温后再打开它的外壳。
- 在炉子关闭的过程中，您的手不要靠近炉子！否则，手指可能会被炉子夹住。
- 如果测量的是会分解出有毒气体的物质，那么将测量单元放置在通风橱内。
- 通过气体出口活塞有控制的排除所有反应气体！为了合理的排放气体，可以接一段长度适中的管子。



TGA/SDTA851°：用恒温浴槽进行冷却

- 确保恒温浴槽的管子连接处已用夹子夹紧！否则，如果使用的是有毒溶剂的话，可能会伤到你自已。
- 如果要使用冷却剂，请遵守生产厂家的说明和一般的实验室安全守则。



TGA/SDTA851°：TSO800GC/TSO800GC1

- 绝不要使用可燃性气体或有爆炸性的混合气体，否则，可能会发生爆炸。
- 对气体控制器，仅使用规定的气体。爆炸性的混合气体可能会导致爆炸。



TGA/SDTA851°：TSO801RO 自动进样器

- 在炉子关闭的过程中，绝不要将手靠近炉子！绝不要将手指靠近移动柄。始终用镊子来加入和移走样品。



安全操作测量

计算机，TGA/SDTA851°

- 排除如下的环境影响：

- 震动，
- 气流，
- 阳光直射，
- 大气湿度大于 80%，
(当温度为 31°C 时，最大的相对空气湿度为 80%)
- 温度低于 5°C 和高于 40°C，
(当温度为 40°C 时，最大的相对空气湿度为 50%)
- 电场或磁场。



TGA/SDTA851°

- 在打开仪器前，检查仪器操作电压。如果仪器的操作电压与输入电压不符，仪器可能会受损。
- 只使用操作说明中规定类型的保险丝。
- 始终通入保护性气体来保护天平，因为样品发生化学反应时，可能会产生对天平有破坏作用的反应性气体。
- 不要使用腐蚀性气体充入测量单元。
- 如果测量的样品会分解形成腐蚀性气体，则在测量单元内充入惰性气体。
- 不要在样品盘上施加压力，也不要旋转以改变它的方向！
否则，微量天平和样品盘下的热电偶可能被损坏。



TGA/SDTA851*/LF1600°C

- 如果测试的重量(包括坩埚和样品的重量)超过 2g：注意如下的限制：
 - 测试温度不要超过 1500°C
 - 在 1500°C 下，最大恒温时间不要超过 15min
- 如果测试温度要达到 1600°C，注意如下的限制：
 - 最大的样品重量为 2g
 - 在 1600°C 下，不要做恒温实验
- 高温测试时需注意如下几点
 - 高温实验时，金属的样品可能会与铂材料的样品盘形成合金。因为共熔体有一个较低的熔融温度，所以，这可能会导致样品盘的破坏。
 - 如下材料会对铂有腐蚀作用：碳、磷、溴、砷、硅、锑、铋、铅和锡。
 - 为了防止铂与金属样品反应形成合金，建议使用 900ul 氧化铝坩埚。

**TSO801RO 自动进样器**

- 如果您必须打开进样器，请先取下塑料盖，转盘和滚花螺钉。
- 只使用那些与进样器转盘匹配的坩埚。
- 如果进样器意外停止，不要打开进样器。按照操作说明上的指导进行。

FCC 规则和无线电通讯干扰

本设备经检验符合 A 级数字设备的限制，并且遵守 FCC 规则的第 15 部分和加拿大通讯部门的无线电干扰规定。这些规定提出了一些合理的保护，以避免设备在商业环境中操作时，对无线电形成有害的干扰。如果没有按照本设备的操作手册来进行安装和使用，则本设备可能会产生并发射无线电，并导致对无线电通讯的有害干扰。

2 TGA/SDTA851°仪器

2.1 TGA/SDTA851°仪器介绍

TGA/SDTA851°仪器的设计适合整个的 STAR° 系统(见图 2-1)。

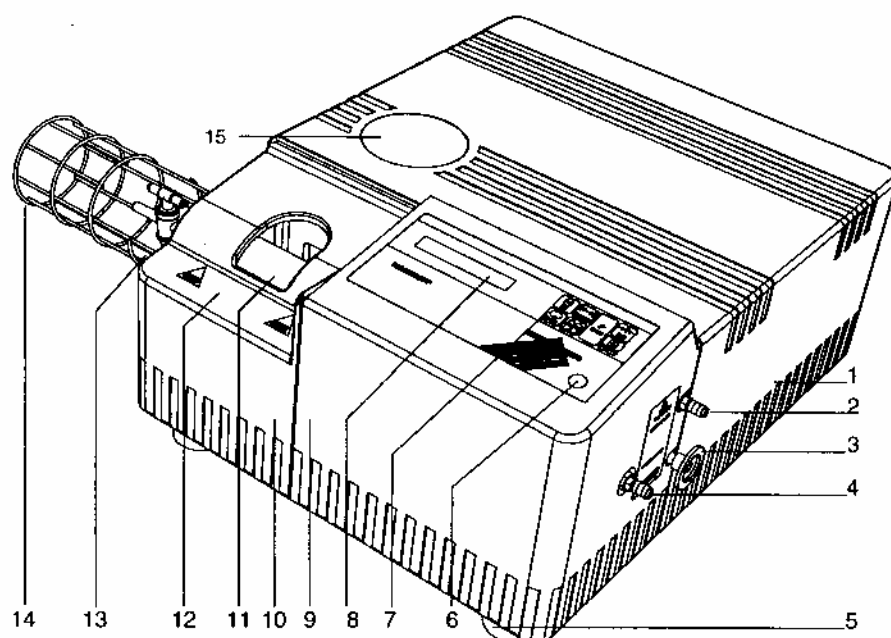


图 2-1 : TGA/SDTA851°仪器图

图示说明

- | | |
|----------------|------------|
| 1 仪器外壳 | 9 右前室 |
| 2 反应性气体入口 | 10 左前室 |
| 3 真空连接口和吹扫气体入口 | 11 样品加入口 |
| 4 保护性气体入口 | 12 加样表面 |
| 5 水平调节脚 | 13 开口 |
| 6 水平显示器 | 14 保护夹套 |
| 7 液晶面板键盘 | 15 热坩埚放置表面 |
| 8 液晶显示面板 | |

TGA/SDTA851° 有三个水平调节脚。这些脚的高度是可调的，从而保证仪器的水平和平稳。

仪器共包含三个部分：

- 1、右前室 - 天平室
- 2、左前室 - 炉子
- 3、仪器室 - STAR° 的基本电子元件

此仪器有两个电源：电子元件电源和炉子电源(参见“安装注意”)。在工厂安装时，电子元件电源的电压提供有 115V 和 230V 两种选择(50 或 60HZ)。此电压是不能调节的。炉子的电压可以根据此电压进行自动调节。

在 TGA/SDTA851° 仪器的后部，可以清楚的看到此仪器的外部连接(如图 2-2)。

注意：蓝色的玻璃表面仅用作放置热坩埚，不要放置其他热的东西，否则，玻璃可能会裂开。

左前室处有一个开口，通过这个开口，炉子可以打开。保护夹套可以防止用户在炉子打开时接触到炉子的表面。通过样品加入口，可以手动加入样品。加样时，可以把手放在和样品加入口挨着的加样表面上，可以使加样比较容易操作。

在右前室处可以看到水平显示器、液晶显示面板和键盘(参阅“测量”一章)。通过水平显示器，可以观察仪器的水平情况。当水泡在液面中央时，代表仪器处于水平状态。在液晶显示面板上，可以显示仪器的一些信息和实验的一些参数。您可以通过键盘控制仪器并从液晶显示面板上得到一些信息。

在仪器的右面，可以看到三个进气口：保护性气体入口，反应性气体入口和真空连接以及吹扫气体入口。天平要始终处于保护性气体的吹扫下。通过真空连接和吹扫气体入口，可以吹扫整个炉腔。通过反应性气体入口，反应性气体可以经由反应性气体毛细管导入到样品附近。

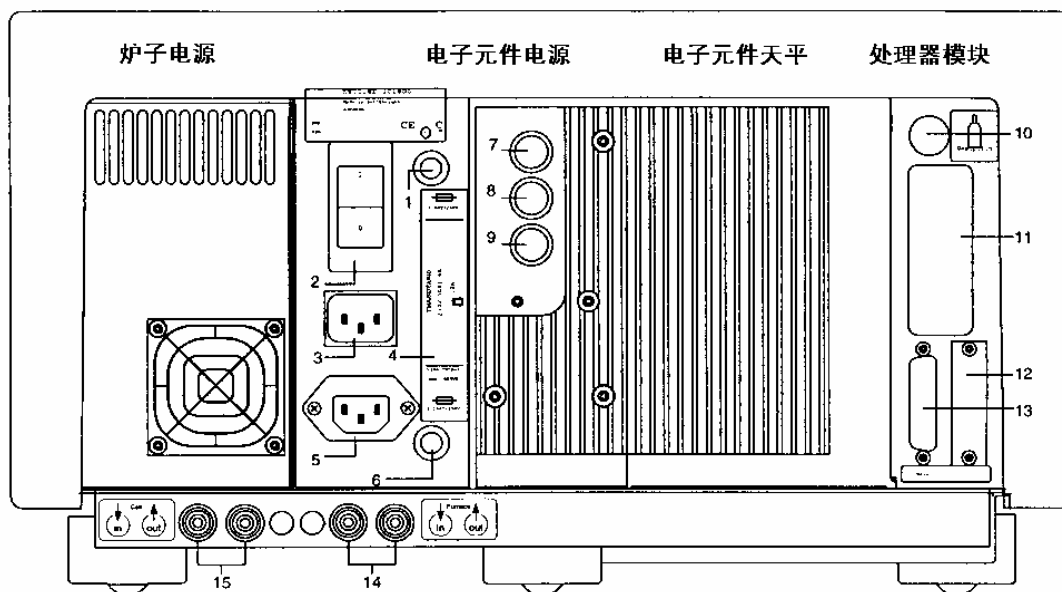


图 2-2：TGA/SDTA851°仪器后部视图

图示说明

- 1 电子元件电路系统保险丝
- 2 主开关
- 3 电源线插口
- 4 输出板
- 5 线闸(有“开关线闸”可选项)[#]
当有“开关线闸”时，连线插入此接口；如果没有安装开关线闸，即使炉子电源关闭了，其连接的外围设备仍然处于通电状态。
(“炉子电源关闭”)
- 6 线闸保险丝
- 7 冷却控制接口(仅对于 DSC)^{##}
- 8 气体控制器接口^{##}
- 9 同步外围设备接口，例如，质谱仪^{##}
- 10 气体控制器：测试信号输入
- 11 软件插槽
- 12 接口(可选)
- 13 连接电脑的 RS232 接口
- 14 连接恒温浴槽，以对炉体进行冷却
- 15 连接恒温浴槽，以对电子元件和恒温天平室进行冷却



冷却回路(入口)



冷却回路(出口)

[#] “线闸开关”选项：如果安装了该选项，则线闸就由炉子电源开启和关闭，因此，若炉子电源切断(“炉子电源关闭”)，则连接的设备也被切断了。线闸的最大充电量为 600 VA。

^{##} 这些选项需要“外围设备选项板”

3.2 测试单元

天平和炉子并称为测试单元。

测试单元可以根据天平类型、炉子大小以及最高测试温度来进行选择。只要炉子、样品支架和天平相互兼容(询问您的服务工程师)，对于已购买的 TGA/SDTA851°来说，是可以更换天平类型和炉子大小的。

* 将 TGA850 转换成 TGA/SDTA851°是不可能的。

有如下仪器可供选择：

表 2-1：TGA/SDTA851°仪器		
	最大样品尺寸	最高炉温
TGA/SDTA851°/SF/1100°C	100ul	1100°C
TGA/SDTA851°/LF/1100°C	900ul	1100°C
TGA/SDTA851°/LF/1600°C	900ul	1600°C
梅特勒-托利多天平	测量量程	分辨率
MT1	1g	1ug
MT5	5g	1ug
UMT5	5g	0.1ug

说明：

TGA/SDTA851°	仪器类型
SF	仪器炉子为小炉体，最大样品尺寸可以为 100ul
LF	仪器炉子为大炉体，最大样品尺寸可以为 900ul
1100°C 或 1600°C	测试单元的最高炉温

2.2.1 天平

有三种类型的天平可供选择(见表 2-1)。

天平

相应的天平位于仪器的右前室。

天平必须始终用保护性气体进行吹扫，例如氮气、氩气、空气等(20ml/min)。在首次测试以前，天平至少要被吹扫一整个晚上。保护性气体的入口位于仪器的右部。

保护性气体

- * 在实验的间隙，例如周末，也可以用保护性气体一直吹扫天平。否则，如果在间隙后直接进行实验，可能不会得到太高的精度。天平至少要被吹扫一整个晚上以后，再进行实验，才能得到很高的精度。

天平必须始终用保护性气体进行保护，否则，样品发生化学反应时放出的反应性气体可能会损害天平!



恒温浴槽

必须使用恒温浴槽。通过对天平室进行恒温，可以确保称量信号有良好重现性。

有关安装和需求的更多信息，请参阅“恒温浴槽”一章。

2.2.2 炉子

有三种类型的炉子可供选择(见表 2-1)。如果您的需求发生了变化，可以相应的对炉子的类型加以更改。

炉体类型

所有的炉子类型都具有一个水平的结构，由此可以减小由于气流而引起的扰动。

炉子是气密性的。但是，这并不代表您可以不考虑您所使用的方法和目的，就进行实验。



手动情况下，炉子可以通过按键盘上的“FURNACE”键打开(详见“测量”一章)。当配有自动进样器时，炉子可以通过自动进样器自动打开。

当炉子打开时，开启样品室的炉子马达推动转向齿条。炉体法兰装在转向齿条上。炉体法兰是炉子与天平的分界点，炉子与天平的连接则是通过炉体天平室的垫圈实现的。不锈钢的挡板防止天平因为辐射或对流而受热。



小反射镜

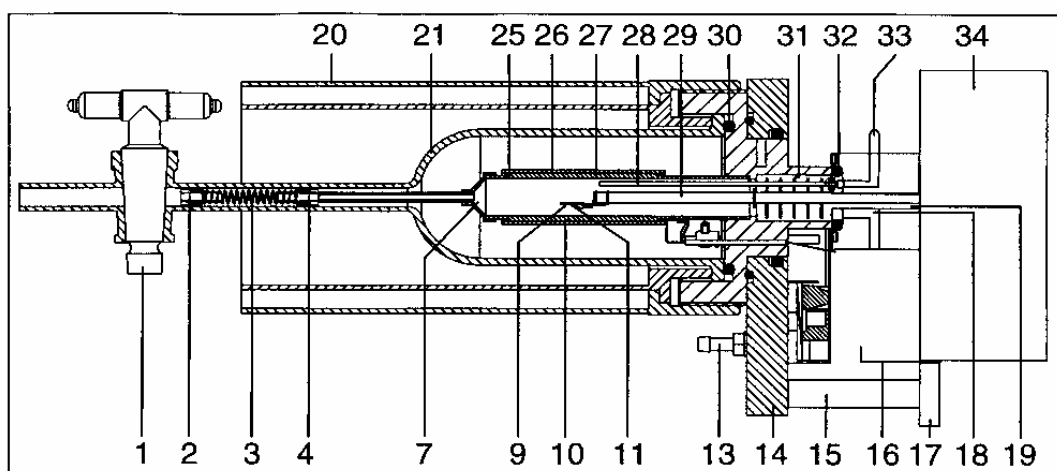


图 2-3：小炉体 TGA/SDTA851°/SF/1100°C 的剖面图

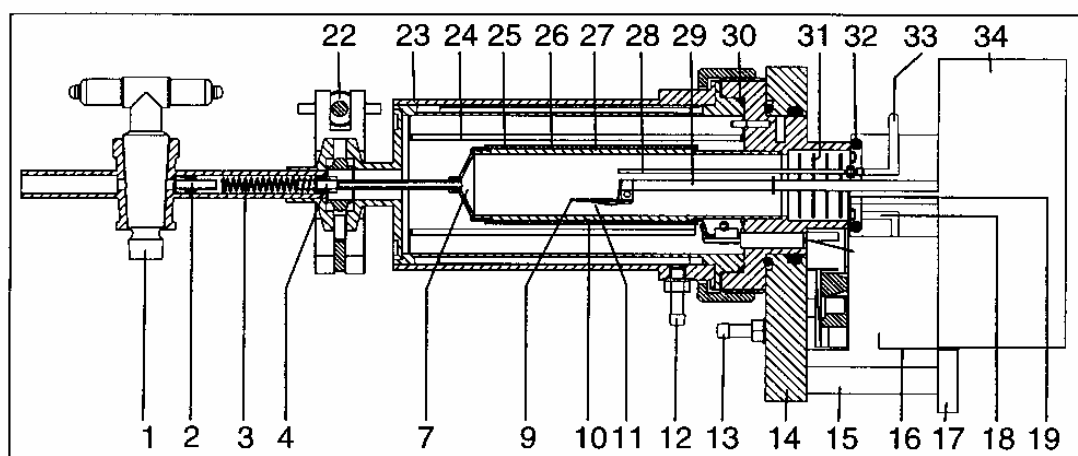


图 2-4：大炉体 TGA/SDTA851°/LF/1100°C 的剖面图

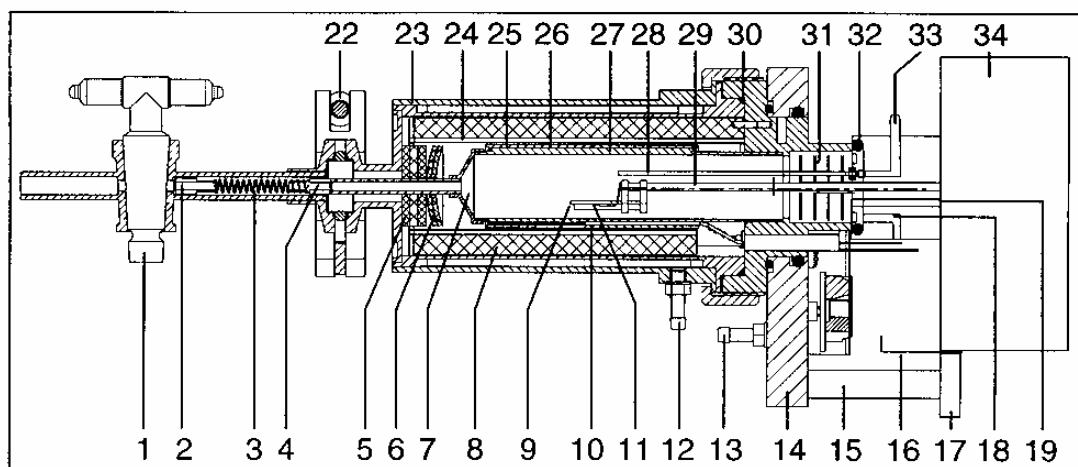


图 2-5：大炉体 TGA/SDTA851°/LF/1600°C 的剖面图

图 2-3, 2-4, 2-5 说明		组成材料
1	气体出口活塞	石英玻璃
2	前部护套	氧化铝
3	压缩弹簧	不锈钢
4	后部护套	氧化铝
5	炉盖隔离体(仅对于 LF/1600°C)	陶瓷
6	炉盖反射镜(仅对于 LF/1600°C)	镍和铂铑合金
7	炉盖	氧化铝
8	反射镜隔离(仅对于 LF/1600°C)	陶瓷
9	样品盘	SF/1100°C : 铂/铑 LF/1100°C : 铂/铑 LF/1600°C : 铂/铑、氧化铝
10	炉温传感器	R-型热电偶
11	样品温度传感器	R-型热电偶
12	冷却循环连接夹套(仅对于 LF)	镀镍黄铜
13	炉体法兰冷却连接	镀镍黄铜
14	炉体法兰	加工过的铝
15	转向齿条	不锈钢
16	收集盘	加工过的铝
17	开启样品室的炉子马达	
18	真空和吹扫气体入口	不锈钢
19	保护性气体入口	不锈钢
20	反射管(仅对于 SF)	加工过的铝
21	熔融硅护套(仅对于 SF)	石英玻璃
22	用螺丝调节的夹子(仅对于 LF)	铝
23	冷却夹套(仅对于 LF)	加工过的铝
24	反射管(仅对于 LF)	LF/1100°C : 镍 LF/1600°C : 铂/铑
25	隔离护套	氧化铝
26	炉子加热器	SF/1100°C : 坎萨尔斯铬铝电热丝 A1 通路 LF/1100°C : 坎萨尔斯铬铝电热丝 A1 通路 LF/1600°C : 铂/铑电热丝
27	炉管	氧化铝
28	反应性气体导管	氧化铝
29	样品支架	SF/1100°C : KER 610 氧化铝 LF/1100°C : KER 610 氧化铝 LF/1600°C : 氧化铝
30	炉体天平室垫圈	SF/1100°C : 氟橡胶 LF/1100°C : 丁腈橡胶 LF/1600°C : 丁腈橡胶
31	隔板, 挡板	不锈钢
32	炉子与天平室间的垫圈	硅橡胶
33	反应性气体入口	不锈钢
34	天平室	加工过的铝

炉体法兰被冷却，以免炉子对天平产生干扰。与此同时，垫圈也被冷却。垫圈必须要保证一直有效(没有损坏，并且没有轻微的胀大)。

炉子的所有部分(图 2-3, 2-4, 2-5)都被固定在炉体法兰上，并且由转向齿条推动。当炉子打开时，就可以看到样品盘、样品支架和收集盘。如果坩埚从样品盘上脱落，它会掉在收集盘上，然后，您可以用镊子将坩埚取出。

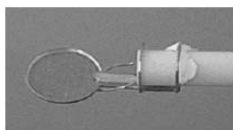
样品支架和天平连接，并且当炉子打开时，其固定不动。样品盘在样品支架的末端。当测量时，坩埚放在样品盘上。样品盘的构造根据炉子的类型而有所不同。



TGA/SDTA851°/LF/1600°C



TGA/SDTA851°/SF/1100°C



TGA/SDTA851°/LF/1100°C



TGA/SDTA851°/LF/1600°C

对于 TGA/SDTA851°/LF/1600°C 的类型，样品盘包含有两部分：支撑部分和位于样品盘中间的坩埚放置面。而对于 SF/1100°C 和 LF/1100°C 两种类型，样品盘仅含有坩埚放置面(样品盘的大小因炉子类型而有所不同)。

样品温度传感器直接位于样品盘的下方。因此，这就保证了样品离样品温度的测量点比较近，同时，还可以测量 SDTA 信号。所谓 SDTA 信号，就是指样品温度与设定温度之间的差值。

当炉子关闭时，样品支架和样品盘被包在炉体中。样品支架、样品盘以及在样品盘上的坩埚都不能接触炉壁。

炉体包括炉管、炉盖、炉体加热器和隔离护套。炉体加热器位于炉管表面的凹槽中。炉管的内径根据炉子的类型而有所不同：

TGA/SDTA851°/SF/1100°C：直径为 12mm

TGA/SDTA851°/LF/1100°C：直径为 20mm

TGA/SDTA851°/LF/1600°C：直径为 20mm

炉子温度传感器测量炉温并控制炉子的电源，其位于炉管的表面。

对于 SF/1100℃ 和 LF/1100℃ 类型的炉子，加热器是由坎萨尔斯铬铝电热丝组成的。而对于 LF/1600℃ 的炉体来说，其加热器是由铂/铑电热丝组成的。两块由陶瓷做成的隔离夹套将加热器固定在炉管上。



TGA/SDTA851*/LF1600°C

每一种炉子类型都有相应的炉盖，炉盖水平地关闭炉管。对于 LF/1600℃ 的炉盖，它还配有附加的反射镜和隔离材料。



TGA/SDTA851*/SF/1100°C



TGA/SDTA851*/LF/1100°C



TGA/SDTA851*/LF/1600°C

炉盖靠压缩弹簧与炉管接触，在弹簧的两端有小的间距护套。压缩弹簧与间距护套分别位于熔融硅夹套的前面(小炉体)和气体出口管中(大炉体，见图)。

大炉体(LF)的
气体出口管道

气体出口(所有炉体类型)

气体出口活塞是所有吹入加热炉的气体(反应性气体，吹扫气体，保护性气体)和样品在测试过程中产生的气体的出口。

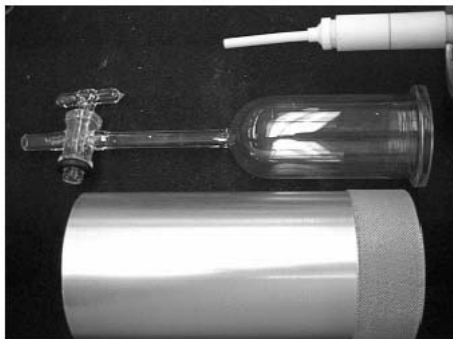
为了将这些气体导入另一台仪器，您需要特定的附件(借助“TGA-MS 转换工具箱”，您可以连接 MS 或 FTIR 仪器)。



出口活塞

炉腔的结构因炉子类型的不同而不同。

TGA/SDTA851°/SF/1100°C :

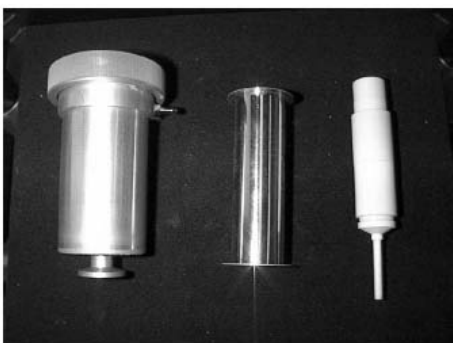


炉体位于熔融硅夹套中，熔融硅夹套的末端是气体出口活塞。

在炉体的外面，是两块反射管，它可以反射炉子的辐射。为了得到较好的反射效果，反射管的内部

必须保持清洁。

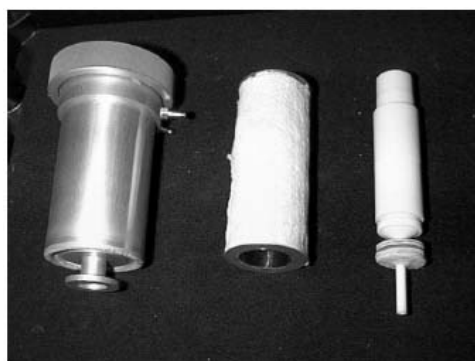
TGA/SDTA851°/LF/1100°C :



炉体位于一个双面的反射管中，反射管用来反射炉子的辐射。

在炉体的外面是冷却夹套。冷却夹套通过夹子与气体出口管相连，气体出口活塞是气体出口管的一部分。

TGA/SDTA851°/LF/1600°C :



炉体位于一个双面的反射管中，反射管用来反射炉子的辐射。为了加强隔离的效果，反射管和炉盖均用绝缘材料包覆。

在炉体的外面是冷却夹套。冷却夹套通过夹子与气体出口管相连，气体出口活塞是气体出口管的一部分。

安全操作措施

TGA/SDTA851°/SF/1100°C 和 TGA/SDTA851°/LF/1100°C

- 在 1100°C 下，不要用 MT5-TGA 天平的最大量程(5g)测试超过 30min，否则，可能造成样品盘的弯曲。



TGA/SDTA851°/LF1600°C

- 如果测试的质量(包括坩埚和样品的质量)超过 2g：注意如下的限制：
 - 测试温度不要超过 1500°C
 - 在 1500°C 下，最大恒温时间不要超过 15min
- 如果测试温度要达到 1600°C，注意如下的限制：
 - 最大的样品质量为 2g
 - 在 1600°C 下，不要做恒温实验
- 在高温下测试时需注意以下几点
 - 在高温下实验时，金属的样品可能会与铂材料的样品盘形成合金。因为共熔体有一个较低的熔融温度，所以，这可能会导致样品盘的破坏。
 - 如下材料会对铂有腐蚀作用：碳、磷、溴、砷、硅、锑、铋、铅和锡。
 - 为了防止铂与金属样品反应形成合金，建议使用 900ul 氧化铝坩埚。

炉子中的气氛

如果有必要的话，为了您当前的应用，对炉子的气氛组成，必须要进行检查，例如，在高温分解的条件下，必须确定氮气中氧气的浓度。

炉子是气密性的。但是，您不能因此对TGA/SDTA851°就您所打算使用的方法及意图而不再对它们进行测试。

炉子的气密性依赖于不同的参数：

- (1) 首先，检查所有的垫圈、气体出口活塞、软管夹子和自动炉子打开时的施加力。

炉腔中气体的浓度同样由保护性气体和吹扫气体的数量、预吹扫时间、后扩散以及导入气体的质量而共同决定。

检查气密性：

1. 在气体出口活塞处测量产生的压力：用一段软管将气体从气体出口活塞处导入一盛满水的容器。水在容器中的高度应为 10cm。压力会产生水泡。如果在 10cm 水深处，没有水泡产生，则说明炉子的气密性不够。
2. 测量活性炭在氮气气氛下的燃烧速率。用如下的方法：
第一段，从 50°C 以 50°C/min 的速率升温至 800°C，保护性气体为 20ml/min 的氮气，反应性气体为 50ml/min 的氮气；第二段，在 800°C 下恒温 15min，保护性气体为 20ml/min 的氮气，反应性气体为 50ml/min 的氮气。

实验结束时，活性炭的燃烧速率应小于 10ug/min。

炉体气氛



3 恒温浴槽

3.1 介绍

必须使用恒温浴槽。天平室必须处于恒温状态以保证信号的重复性。恒温浴槽的温度应为 22°C，因为天平是在此温度下进行校准的。

- * 例外：当使用两个恒温浴槽时，用于天平温度调节的恒温浴槽的温度必须为 22°C，用于炉子温度调节的恒温浴槽的温度可以小于 22°C。
- * 注意：低于 22°C 的浴温可能会产生冷凝水珠。

为了将热量从仪器中移除，必须对炉子进行冷却。对于 TGA/SDTA851[®]/LF/1600°C 的仪器，其炉子的电路系统也必须进行冷却。

在仪器的后部，有四个恒温浴槽的连接口。其中两个用于天平系统的冷却，另外两个用于炉子系统的冷却。接下来的表 3-3 显示了循环水的 3 种可能的连接方法。

METTLER-TOLEDO 推荐使用第二种方法：单恒温浴槽并联接法。

3.2 要求

根据炉子类型和所用恒温浴槽数目的不同，其要求也有所不同。

任何恒温浴槽，只要其符合表 3-1 和 3-2 的要求，就可以使用。

不要使用浴温超过 30°C 的恒温浴槽。较高的浴温可能会超出炉子的许可范围，从而终止实验的进行。

警告

表 3-1 单恒温浴槽串联或并联接法的最低要求	TGA/SDTA851° SF/1100°C	TGA/SDTA851° SF/1600°C	TGA/SDTA851° LF/1600°C
制冷功率 (20°C 浴温时)	240W	400W	800W
浴温	22°C		
冷却剂	水(加防腐液)		
冷却剂流速	最小 200ml/min		
浴温温度稳定性	0.1°C		
输出压力泵： • 最大压力(当流速为 0 l/min 时) • 最大流速(当压力为 0 mbar 时)	250 mbar 10 l/min		

表 3-2 双恒温浴槽并联接法的最低要求	天平室	TGA/SDTA851 [°] SF/1100℃	TGA/SDTA851 [°] SF/1600℃	TGA/SDTA851 [°] LF/1600℃
制冷功率(浴温为 20℃ 时)	240W	240W	400W	800W
浴温	22℃	≤ 22℃		
冷却剂	水(加防腐液)			
冷却剂流速	最小 200ml/min			
浴温温度稳定性	0.1℃	0.1℃ ^{##}		
输出压力泵： • 最大压力(当流速为 0 l/min 时) • 最大流速(当压力为 0 mbar 时)	250 mbar 10 l/min			

^{##}如果可以接受较低的炉温重复性的话，那么，浴温的温度稳定性可以为 2.0 。

推荐如下类型的恒温浴槽：

TGA/SDTA851°/SF/1100°C	• Julabo F32-HD
TGA/SDTA851°/LF/1100°C	• Julabo F34-HD
TGA/SDTA851°/LF/1600°C	• Julabo FP50-HD • Haake F6 C50

3.3 冷却剂

- (1) 用水做冷却剂。

不要使用腐蚀性液体作为冷却剂！否则，仪器可能被损坏。

不要使用蒸馏水或去离子水为冷却剂。它可能会对测试单元有腐蚀作用。



- (2) 在水中加入附送的防腐液(CORTEC® VCL-649)。浓度为 0.1%(1000 ppm)。

- * 10 l 体积的水需要 10 ml 的防腐液。
- * 如果需求更多的防腐液，可以订购(见“附件”一章)。
- * 为了减少水垢的产生，可以使用不传热的软管。

- (3) 根据您的需要一年更换一次到两次冷却剂。

- * 冷却剂会与下列物质接触：铝、铜、镍和硅管。

3.4 恒温浴槽的安装

- (1) 根据如下的操作说明，进行恒温浴槽的准备。

恒温浴槽的连接口在仪器的后面板上。

对于冷却剂的连接，一定要使用仪器后部的接口。

仪器右部的接口仅用于气体连接。如果您将冷却剂接入气体接口，测量单元可能被损坏。



- (2) 使用附送的软管和分流单元，将软管按照表 3-3 所示连接到仪器后部。

* METTLER TOLEDO 推荐使用第二种连接方法：单恒温浴槽并联接法。

检查冷却剂的流动方向是否正确。冷却剂流向不对可能会引起测量单元故障，并导致错误的测量结果。

警告

- (3) 建议：安装一个流量控制器来控制冷却剂的流动。

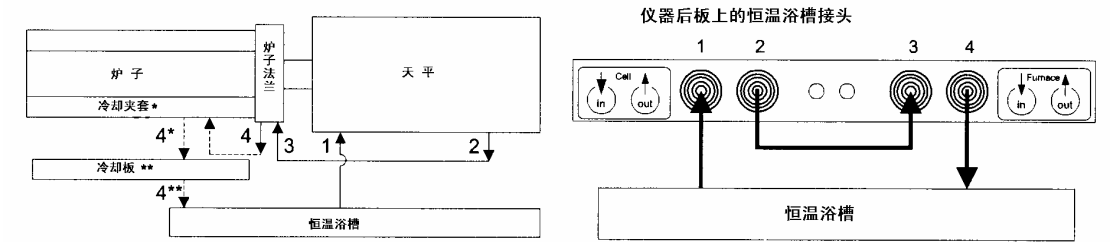
* 如果使用第三种连接方法：双恒温浴槽并联接法，推荐安装两个流量控制器。

- (4) 用管夹固定所有的软管以防脱落。

- (5) 在进行第一次测量前，让恒温浴槽运行一整夜，以使测量单元得到恒定的温度。

表 3-3：连接恒温浴槽冷却回路的三种方法

1. 单恒温浴槽串联法

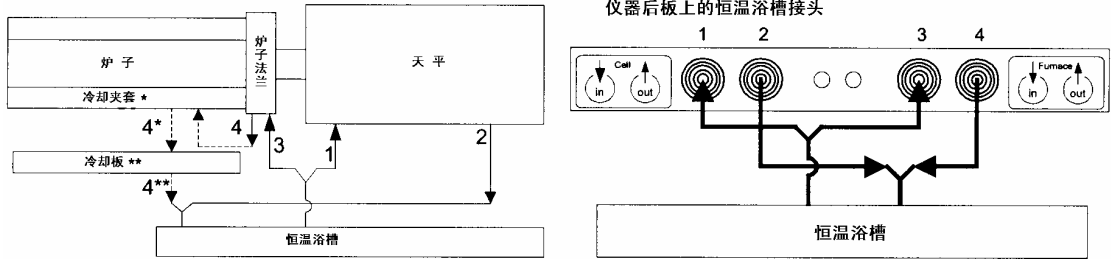


优点

- 只需要短软管
- 当冷却回路堵塞时，流量控制仪会显示流量减少

2. 单恒温浴槽并联法

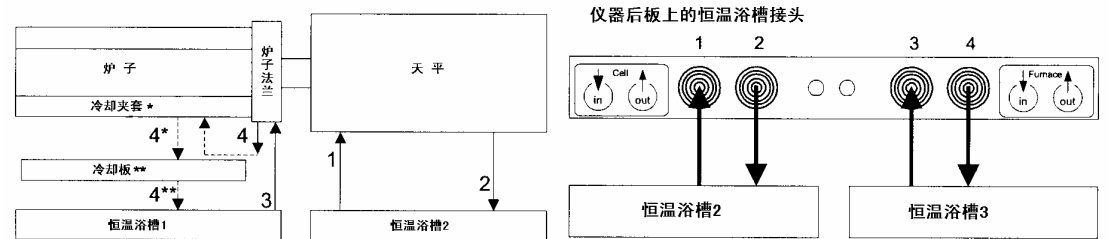
(推荐方法)



优点

- 传导电阻低

3. 双恒温浴槽并联法



优点

- 与天平室相比，炉体能在较低温度保温

图示说明：

- * — ➡ 1100 °C 大炉体冷却夹套
- ** — ➡ 1600 °C 大炉体冷却夹套

4 安装

4.1 环境

TGA/SDTA851° 可以在室温为 10℃ ~ 31℃，相对湿度为 20% ~ 80% 的环境条件下正常工作。

环境

如果可能的话，安装仪器的房间应该为空调房。在测试过程中，房间温度的变化不要超过 2℃。

警告

4.2 位置

4.2.1 电磁适应性

为了得到较好的测量结果，选择一个合适的仪器摆放位置是十分必要的。

警告

到处都有电磁场的存在，它可以干扰非常灵敏的测量信号从而产生假象。

电磁兼容性

- (1) 选择 TGA/SDTA851° 的安装位置时，请避免下面的电磁干扰：
- (2) 仪器附近应该没有垂直电源线、电机或类似的装置。同时还要检查邻近的处所！

(3) 确保在 TGA/SDTA851° 和下面的设备间留出以下的最小间距：

- 至计算机 0.5 m
- 至打印机或带有电源变压器的绘图仪 1.0 m
- 至恒温浴槽 1.2 m
- 至荧光灯管 1.0 m
- 至电冰箱或冷藏室 5.0 m

(4) 所有其它电气设备可能会是干扰源，应该远离仪器。

(5) 在测量时不要使用移动电话、无线发射设备或类似的装置。

4.2.2 工作区域

(1) 仪器的工作区域不能靠近：

工作区域

- 窗口：太阳直射会使转盘上的样品温度升高；
- 取暖器：加热设备会产生直接的热辐射和强的空气扰动；
- 空调或电风扇：它们会产生强的空气扰动；
- 电梯：震动

* 如果必要的话，通过合适的措施减小恒温浴槽的震动。

4.2.3 工作台

TGA/SDTA851° 是一台非常灵敏的仪器。测试过程中的震动会使测试信号产生假象。

震动

因此，工作台必须：

工作台

- 不能传递震动；
- 使用时不能弯曲；
- 用防磁材料制作；
- 防静电；

最佳的选择就是大理石的工作台面。将大理石台面用控制架固定在墙上或者将工作台面放在两块厚重的支撑架上。不要将台面同时固定在墙上和地面上，否则，墙壁和地面的振动会被传递 (参见小册子“正确的称量”)

工作台

不要在工作台上放置重物。为了避免称量误差，工作台表面不要覆盖塑料板、玻璃板或金属板。

4.3 电源电压

在打开外壳或更换炉体前，让炉体冷却，关闭仪器，断开仪器电源! 触电可能会有致命危险!



TGA/SDTA851°仪器有两个电源：

1. 电子元件电源
2. 炉子电源

在工厂组装期间，电子元件电源设有 115V 或 230V 两种交流电压(50 或 60 Hz)。该内置电压不能改变。

电子元件电源

炉子电源先识别电器电源的内置电压，然后自动调节以适合其值。

炉体电源

TGA/SDTA851°有如下的保险丝：

保险丝	230V	115V
• 对于 TGA/SDTA851°电源	T1.6L250V	T3.15L250V
• 对于线性插座 (最大充电量 600 VA)	T3.15L250V	T6.3L250V

4.4 安装注意事项

在工厂组装期间，TGA/SDTA851[®]仪器设有 115V 或 230V 两种交流电源(50 或 60 Hz)。该内置电压不能改变。

电压

- (1) 为仪器选择一块合适的工作场所(参见本章先前的建议事项)。
- (2) 检查仪器后面板铭牌上的电压值。如果主电压不符合其值，请致电服务工程师。
- (3) 连接主电源。
- (4) 用 RS232 接口连接仪器和计算机。

RS232 接口

- * COM1：使用连接电缆 9 针凹式/25 针凸式接头(参见附件)
- * 多端口连接：使用连接电缆 25 针凸式/25 针凹式接头(参见附件)

- (5) 连接恒温浴槽。
- (6) 连接吹扫气体(选配件)。

吹扫气体

- * 建议：吹扫气体 50 ml/min
- * 建议：保护性气体 20 ml/min

- (7) 用仪器的支脚螺钉和水平仪调节仪器水平。
- (8) 接通仪器电源，然后迅速按下 OK 键。用 ROTATE 键调节液晶显示屏的对比度。满意后，按 OK 键退出。
- (9) 定义 STAR[®] 软件中的仪器(参见操作说明 STAR[®] 基本软件，“安装窗口”一章)
- (10) 进行检查测量。
- (11) 如果检查值是在限值内，则可以开始测量。

5 开启和关闭

5.1 开启

电源开关位于仪器后面板的顶部。

开启

- (1) 接通仪器电源。

开启计算机和 TGA/SDTA851[®] 的顺序并不重要。

* 如果使用 HP Desk Jet 打印机，则必须先打开打印机电源。

显示固件版本。然后进行自测、电子仪器的校准和天平的自动校准。校准天平需要 3 分钟。

天平校准成功后，待机显示屏显示：
IDLE FURNACE OFF (闲置炉体关闭)
25 °C (测量单元的当前温度)

5.1.1 与计算机的通信问题

如果与计算机的通信出现故障，会出现下面的显示：
COMMUNICATION TIME-OUT (通信连接超时)

- (2) 看看是不是下面的原因：
 - 计算机电源没有打开
 - 仪器没有连接到同一端口 (参见 Function/Install [功能/安装])
 - RS232 电缆没有正确连接

5.2 关闭

绝不要在测量单元温度高于 300°C 时关闭恒温浴槽，否则仪器的热量不会发散，测量单元四周温度会急剧上升。



(1) 在关闭电源前：

- 一定要取出最后一只样品坩埚。

(2) 关闭仪器电源。 电源开关在后面板的上方中间。关闭计算机和仪器的顺序并不重要。



6 称量

6.1 称量概述

TGA/SDTA851° 的测量单元包括炉体和天平。有了天平盘就可以称量样品。用 TGA/SDTA851° 仪器能否进行称量的过程取决于是否安装了自动进样器。可采用手动(没有安装自动进样器)、半自动或自动(装有自动进样器)方式进行坩埚称量和样品称量。

TGA 仪器称量

用 TGA/SDTA851° 进行称量并不是必须的。你也可以在单独地天平上称量坩埚和样品，然后将数据手动输入日常操作窗口、试验窗口或者仪器控制窗口。

用单独的天平称量

* 在单独的天平上称量时，可以增加样品量。

如果您将 METTLER TOLEDO 的天平连接到了计算机，您可以将数据自动地送至 STAR° 软件(参见 STAR° 软件操作说明中的“天平窗口”)。

用连接的天平称量

有以下几种称量情况：

- 用 TGA/SDTA851° 仪器手动称量，没有安装自动进样器
- 用 TGA/SDTA851° 仪器半自动称量，装有自动进样器
- 用 TGA/SDTA851° 仪器自动称量，装有自动进样器
- 用单独的天平称量，手动输入数据
- 用单独的连接至计算机的天平称量，自动传送数据(传送键)

精确测量的最佳办法取决于所使用的物质：

- 稳定的样品(没有偏差的样品)
- 不稳定的样品(有偏差的样品)

6.2 稳定和不稳定样品

我们将物质分为：重量稳定的(惰性)物质和重量有偏差的物质(例如，吸收空气的水分或由于溶剂的挥发)。在热重分析中，不稳定的样品因为它们在称量和实际测量开始之间的重量变化而出现问题。我们将这种重量变化称为偏差(见图 6-1)

偏差

稳定的样品按照公式： $m_0 = m_1$

不稳定的样品按照公式： $m_0 \neq m_1$

* 为了避免在转盘上重量有所变化，提供有“盖自动穿孔工具包”选配件。

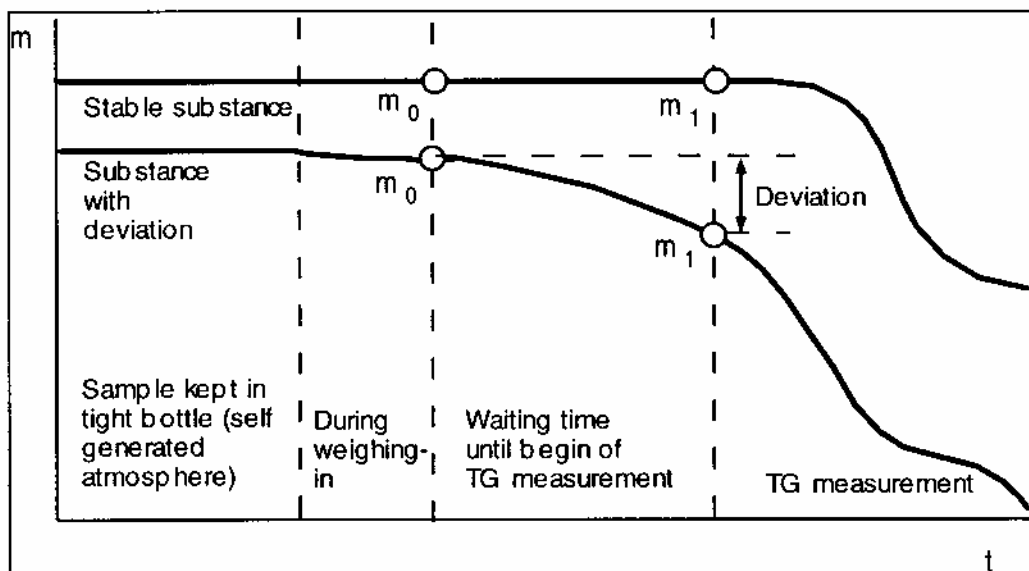


图 6-1：不稳定样品的偏差

当坩埚和样品的重量输入 STAR® 软件后产生偏差时，TG 曲线就不会从 100%开始。在分析计算窗口中会计算测量前的重量损失($m_0 \rightarrow m_1$)。

当坩埚或样品重量没有输入 STAR® 软件而产生偏差时，整个 TG 曲线由于偏差而移位，这样，残留物的计算就会产生误差。

警告

表 6-1: 试验窗口、日常操作窗口或仪器控制窗口中有关测量初始值的重量数据输入项的影响(使用自动进样器)**例子:** 坩埚重量=187 mg

稳定样品 测量前重量=20 mg

稳定样品 第一次测量后重量=20 mg

不稳定样品 测量前重量=20 mg

不稳定样品 第一次测量后重量=18 mg

	稳定样品 无偏差：	不稳定样品 有偏差：
1. 例: 试验窗口、日常操作窗口或仪器控制窗口内的输入项 样品重量 0.0000mg 坩埚重量 187.00mg	- 第一次测量值设为样品重量。 - 除去坩埚重量 - 例: 测量开始时 20 mg=100%	- 第一次测量值设为样品重量。 - 除去坩埚重量 - 例: 测量开始时 18 mg=100% - 测量前的偏差不明显, 而且无法计算。
2. 例: 试验窗口、日常操作窗口或仪器控制窗口内的输入项 样品重量 20.000mg 坩埚重量 0.00mg	- 第一次测量值设为已知样品的重量, 即测量开始时的重量为已知样品的重量。 - 例: 测量开始时 20 mg=100%	- 第一次测量值设为已知样品重量, 即, 测量开始时的重量为已知样品的重量。 - 例: 测量开始时 20 mg=100% - 测量前的偏差不明显, 而且无法计算。
3. 例: 试验窗口、日常操作窗口或仪器控制窗口内的输入项 样品重量 20.000mg 坩埚重量 187.00mg	- 测量开始时的重量为样品的重量。 - 除去坩埚重量。 - 例: 测量开始时 20 mg=100%	- 测量开始时的重量不是已知样品的重量。 - 除去坩埚重量。 - 例: 测量开始时不是 100% (18 mg ≠ 100%)。 - 测量前的偏差是明显的。在分析计算窗口中可以计算偏差。
4. 例: 试验窗口、日常操作窗口或仪器控制窗口内的输入项 样品重量 0.0000mg 坩埚重量 0.0000mg	- 第一次测量值设为样品重量。 - 第一次测量值包括坩埚重量和样品重量。 - 没有去除坩埚重量。 - 例: 测量开始时 207 mg=100%	- 第一次测量值设为样品重量。 - 第一次测量值包括坩埚重量和样品重量。 - 没有去除坩埚重量。 - 例: 测量开始时 205 mg=100% - 测量前的偏差不明显, 而且无法计算。

6.3 称量

在将样品放入炉体前，请注意

- 准备 TGA/SDTA851° 仪器的样品时，可能会产生静电(尤其是在冬天，通过地毯磨擦)。
- 要排除静电，可以在加样前接触仪器外壳的金属部分。
- 如果在加样时排除静电，天平可能会受损!

- (1) 避免在坩埚中加入太满的固体或泡沫物质。如果坩埚加的太满，在关闭炉体时它会碰及炉体边缘并会掉入炉室内。

试验窗口中样品重量和坩埚重量的缺省值为 0 mg。样品重量和坩埚重量的输入不是强制性的。如果没有输入样品重量(在试验开始后 $m_0=0$)，STAR° 软件取第一次的测量值作为样品重量。如果在试验窗口中输入样品重量，则该重量不会被第一次测量值 m_1 覆盖(参见表 6-1)。

样品大小

- * 仪器控制窗口中的重量变化对当前试验来说是有效的，但是它们不出现在原始试验窗口页中。
- * 在试验开始后，重量是无法改变的。
- * TGA/SDTA851° 的微天平自动稳定性检测[ASD]规定了时间(设定为 1 至 7 秒)，在重量显示在显示屏的这段时间内，必须检测到稳定的重量信号。缺省的 ASD 值为 4 秒。设定的越高(5-7)，称量的精确性就越高(根据设置，在 5 至 7 秒间的稳定重量信号为 0.1μg)，但相应的时间就越久。设定的越低(1-4)，达到稳定重量的信号就越快(根据设置，1 至 4 秒间的稳定重量信号为 1μg)，但精确度就较差。要更改 TGA/SDTA851° 的 ASD 设置，请联系服务工程师。

表 6-2 是各类称量一览表。

- (2) 选择所需的称量模式，根据所给的 A 至 D 部分的说明进行操作。

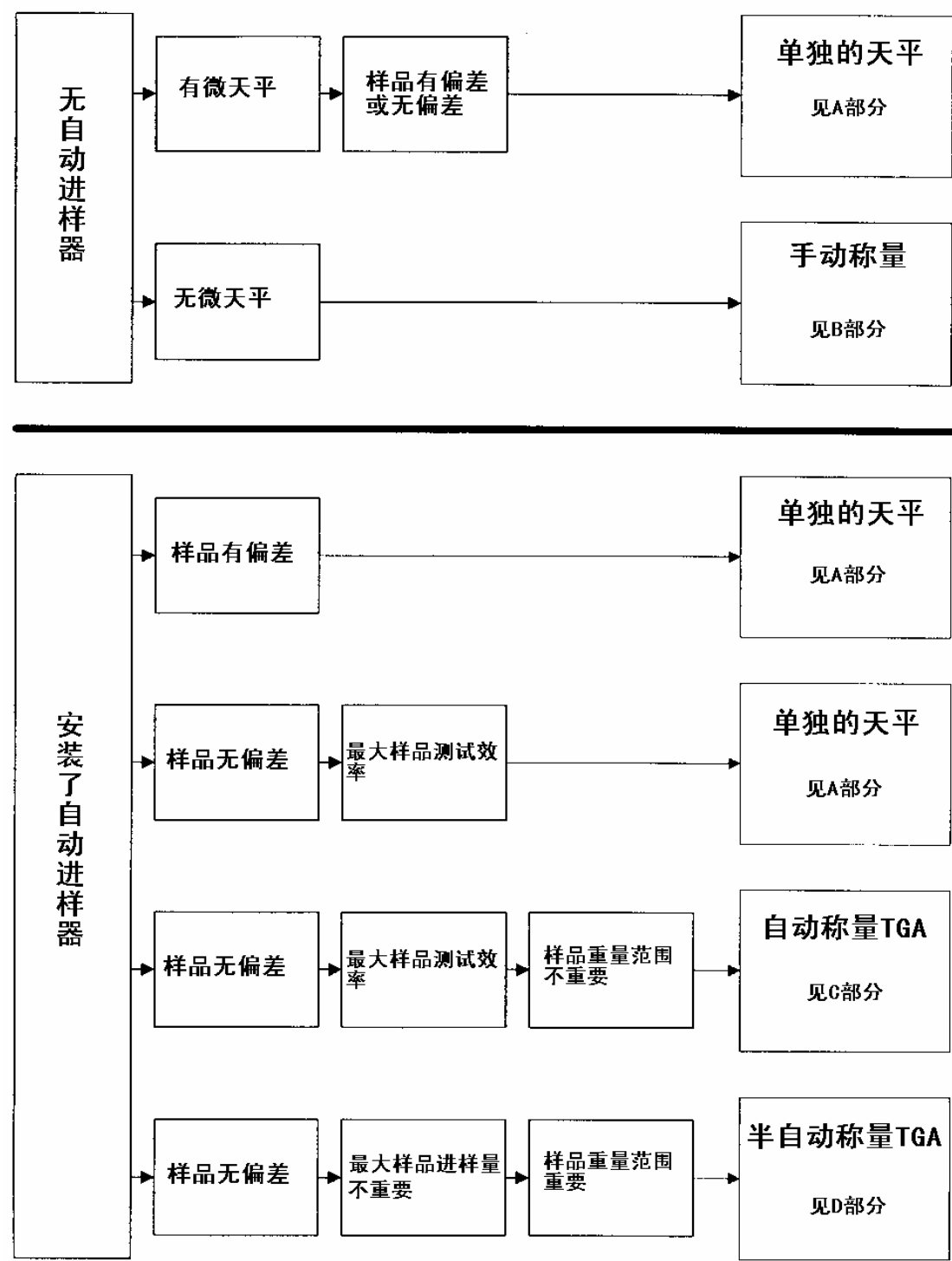


图 6-2: 称量一览表

A 用单独的天平进行称量

如果称量不稳定样品，在称量后直接盖上坩埚盖以防重量损失。

使用特殊的坩埚盖(参见附件一章)，在测量前自动移去盖子。

使用特殊的穿孔坩埚盖(参见附件一章)，在测量前用针(选配件)对盖进行穿孔。

确保使用了正确的坩埚盖。

(1a) 稳定样品：如果使用不带盖的坩埚：

称量坩埚。在试验窗口输入重量(Pan Weight [坩埚重量] 输入项)。

(1b) 不稳定样品：如果坩埚在称量后被密封，并且在测量前被针自动穿孔：

称量坩埚和坩埚盖。在试验窗口输入重量(Pan Weight 输入项)。

(1c) 不稳定样品：如果盖有坩埚盖，该坩埚盖在测量前会自动移去：

称量坩埚。在试验窗口输入重量(Pan Weight 输入项)。

(2) 去除坩埚的重量。

(3) 称量样品。在试验窗口(输入项 Size [重量])中输入重量(m_0)

(4) 开始试验。

* 测量非常稳定的物质可以节省升温时间，起始温度从 25°C 移至 200°C。此时，也节省了冷却时间和分析时间！当在其它天平上称量时，还能节省出更多的时间，因为在 200°C 时去除坩埚的重量和称量样品是非常耗时的(天平读数在坩埚加热后才会稳定，一般是几分钟以后)。因不同的静态浮力而产生的误差可以忽略：10 µl 容量的样品在 200°C 时增重 4.6 µg。相当于表观质量增加了约 0.05%。

B 不带自动进样器的 TGA/SDTA851°，手动称量样品

- (1) 在 TG 测量前快速称量样品，这样就不会产生偏差。
精确测量时，必须将起始温度设为室温
- (2) 将坩埚和样品重量输入项的试验发送至仪器控制窗口。
- (3) 在显示 INSERT SAMPLE(加入样品)后加入空的坩埚，并关上炉体。
- (4) 用 TARE(去除皮重)键去除坩埚重量。 去除坩埚重量
- (5) 打开炉体，取出坩埚，加入样品，放入装了样品的坩埚，然后关上炉体。
样品重量显示出来。
如果可能的话，加样时不要从炉体中取出坩埚。
- (6) 如果确定了样品范围，检查重量是否在范围之内 (D=)。按 OK 确认重量。 样品重量范围
上次显示的重量数据被设为样品重量，实验开始进行。
如果重量不在范围内(D>或 D<)：纠正重量。重复步骤 (5)。
- (7) 开始实验。

C 带自动进样器的 TGA/SDTA851°，自动称量样品

- (1) 在仪器控制窗口禁用 Autostart [自动启动]功能 (Configuration [配置]) Autostart 关闭
- (2) 将坩埚重量和样品重量输入项的实验发送至仪器控制窗口。
- (3) 在转盘上放入足量的干净的空坩埚。
- (4) 打开实验缓冲区。
- (5) 标记所需的实验。

* 没有必要按编号顺序进行实验。坩埚号可以从 106 选择到 110，还有坩埚 132。

- (6) 点击 Auto Weigh [自动称量]按钮
出现一个对话框。显示出标记的实验。
- (7) 自动称量坩埚：
点击 Pan [坩埚]按钮，然后按 OK 确认。
自动进样器对所有坩埚(只对做了标记的实验)进行自动称量。
称量数据显示在 Pan 一栏的实验缓冲区内。

- (8) 自动称量样品：

* 如果称量范围很重要，或者是有偏差的样品：进入 A 部分或 D 部分。

在坩埚中加料。

启用 Autostart 功能
(参见 Control/Configuration [控制/配置])。

用 Start Experiment [开始实验]开始进行连续测量。

自动运行标记的实验(相应的坩埚重量会被去除)。第一次称量显示在实验缓冲区的 Sample 栏内。

* 若想先称量所有的样品：在相应的坩埚内加入样品，然后点击自动称量窗口中的 Sample 按钮。按 OK 确认。

自动进样器操作出现出错信息后，炉体仍是开启的。在用 FURNACE 键关闭炉体前，确保样品支架或炉体内没有坩埚，否则天平会受损!



D 带自动进样器的 TGA/SDTA851°，半自动称量样品

在半自动称量模式，可以用仪器单独称量每份样品。检查仪器液晶显示屏上的称量数据，然后根据情况确认重量(OK)或者改变样品的数量重复进行称量(REPEAT)。

自动进样器放入坩埚。

放入坩埚

当按下 OK 确认仪器显示屏上的数据时，称量数据就自动传送到 STAR®系统。

自动进样器操作出现出错信息后，炉体仍是开启的。在用 FURNACE 键关闭炉体前，确保样品支架或炉体内没有坩埚，否则会损坏天平!



- (1) 在仪器控制窗口中禁用 Autostart 功能(参见 Control/Configuration)。
- (2) 发送实验。
- (3) 打开实验缓冲区。
- (4) 标记想要进行的实验。
- (5) 点击 Edit
- (6) 点击 Sample 按钮称量样品。

如果需要半自动称量坩埚，点击 Pan 按钮。半自动称量坩埚非常耗时。自动称量坩埚是非常有效的(参见 C 部分)

转盘转至特定的加料位置以简化加料过程。也即，不管对转盘上的那个坩埚号加料，加料位置总是不变的。

* 在日常操作窗口或实验窗口定义样品范围。

- (7) 在坩埚中加入样品，然后点击 REPEAT。
测量坩埚和样品的重量。重量显示在液晶显示屏上。坩埚位于加料位置。

- (8) 如果样品重量不在样品范围内($D >$ 或 $D <$ ，而不是 $D =$)，纠正样品重量，然后按下 REPEAT 键。
如果样品重量在样品范围内($D =$)，按下 OK 确认。

- (9) 在对话窗口按 OK 确认重量。

* 如果先称量坩埚再称量样品，则在称量样品前必须先在对话窗口按 OK 确认坩埚重量。

- (10) 开始实验。

6.3.1 加料位置

加料位置定在转盘的中心。转盘有 34 个坩埚位置，从 1 标记为 34。转盘上的每个中心位置都可定为加料位置。

加料位置

缺省的加料位置为位置 8。8 号坩埚处在转盘中心的加料位置。当称量 27 号坩埚时，转盘将坩埚 27 转至加料位置，相应的坩埚 8 移开该位置。

更改加料位置

- (1) 点击仪器控制窗口中的 Control/Experiment Buffer。
 - (2) 点击 Defaults 按钮。
 - (3) 在 Fill In Position [加料位置]项中输入新的加料位置，按 OK 确认。
- 至此，转盘转至新的加料位置。

更改加料位置

7 测量

7.1 需要：方法和实验

可以在 STAR° 软件操作说明中找到有关方法和实验的信息。

7.2 键盘

键盘在仪器右前方外壳上(见图 7-1)。可以利用仪器上的键盘发出命令，或者获取有关测量单元和进行实验的信息。

键盘

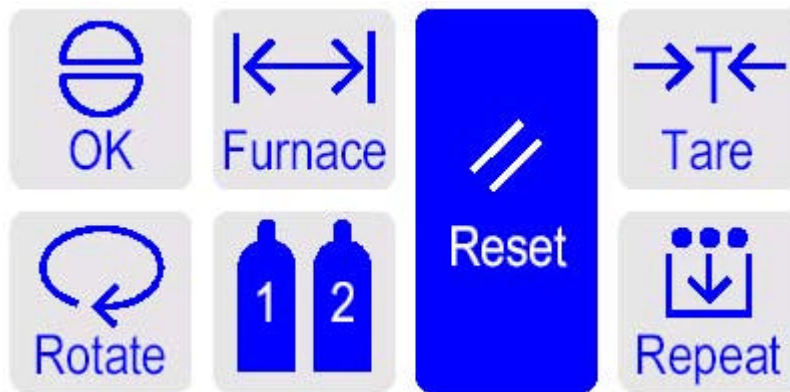


图 7-1：TGA/SDTA851°仪器的键盘

OK 确认仪器信息(命令、请求、警告、出错信息)。

- * 要调节液晶显示器的对比度，可以打开 TGA/SDTA851°仪器，然后迅速按下 OK 键。用 ROTATE 键调节液晶显示器的对比度。满意后按 OK 退出。



ROTATE 键有几个功能：

- 调节液晶显示器的对比度(只在电源开启时)
- 在液晶显示器第二行中选择以下的项目(也可参见表 7-2)：
 - 当前温度
 - 天平状态、Delta Trac 范围，重量
 - 定义地样品重量范围
 - 样品范围的图形液晶显示(Delta Trac)
 - 气体 1 和气体 2 的流速(使用气体控制器时有效)
 - 剩余实验时间



FURNACE 键打开和关闭炉体。

- 关闭炉体。
要打开炉体，按下一次 FURNACE。
- 打开炉体：
要关闭炉体，再次按下 FURNACE。



GAS 键可以查看气体 1 和气体 2 的流速(ml/min)(只有使用气体控制器才有效；参见操作说明中有关气体控制器部分)。



RESET 键是一个终止键。

按一次 RESET 键终止当前实验。仪器返回至待机温度。

按两次 RESET 键终止当前实验，并关闭加热电源(“炉体电源关闭”)。

按三次 RESET 键终止当前实验。仪器返回至待机温度。



REPEAT 键用于自动进样器的半自动称量。按下 REPEAT 键测量样品的重量。在补足不足的样品后再次按下 REPEAT 键，自动进样器再次称量样品。可以多次重复该步骤直至获取满意的重量。按 OK 确认重量。



TARE 键除去仪器中天平的重量。在用仪器手动称量前总要除去天平重量，以避免称量误差。



7.3 液晶显示屏

液晶显示屏上显示测量值和信息，以及仪器的当前状态。

液晶显示屏

液晶显示屏显示两行。第一行显示测量单元的测量状态。该信息总是显示着。可在计算机上的仪器窗口中看到同样的信息。表 7-1 列出了可能出现的液晶显示信息。

表 7-1：显示在液晶显示屏第一行上的信息

显示的信息	含义
Idle Furnace off	炉体电源关闭
Standby	炉体处于待机温度
Going to Insert T	进入加样温度
Insert Sample	加入样品
Going to Start T	进入起始温度
Setting	测试单元还不稳定
Measuring	正在测量
Going to Remove T	进入结束温度
Remove Sample	取出样品和坩埚

LCD 的第二行显示了有关当前实验的其它信息。有六种信息(见表 7-2)。

要从一项信息跳至另一项信息，可以：

- (1) 按下 TGA/SDTA851° 上的 ROTATE 键。
下一条信息显示，见表 7-2。
- (2) 不断按下 ROTATE 键直至获取所需的信息项。

- * 只能顺着一个方向在信息项间移动。如果跳过了某一项，则继续按着该键直到返回至开头为止。
- * 如果可能，在测量时不要按 ROTATE 键。振动会扰乱精确的测量。

表 7-2：显示在液晶显示屏第二行上的信息

显示的信息	含义
温度	25°C: 测量单元的当前温度
S:	天平状态： ST=稳定，US=不稳定 UL=负载，OL=过载 在用自动进样器进行称量时，S 显示被以下的 P 显示所代替： P: (Pan)转盘上当前坩埚位号(只有装了自动进样器才有效，替代显示 S:)
D:	Delta Trac 范围: 显示样品重量位于规定样品范围的那一部分。以下符号含义为: - 没有样品范围被发送至测量单元 = 样品重量在样品范围内 < 样品重量不在样品范围内(太低) > 样品重量不在样品范围内(太高) 这些符号(-, =, <, >)与下一项 DT(Delta Trac)显示中的信息相对应。
m:	重量: 测量重量[mg]， 根据所安装的天平显示重量: 例，0.003 mg 或 0.0003 mg
180.0 <R> 240.0	显示定义的样品范围，例，R=180 到 240 mg 之间范围
DT: <... ■=.....>	Delta Trac: 用 ■ 符号动态显示。该符号以图形的形式显示样品重量位于规定样品范围的那一部分。■ 符号只在样品重量在规定的范围内时出现。 符号(-, =, <, >)相应于 D 项显示信息: 见上面。
气体 1: --ml 气体 2: --ml	显示了指定气体的气体流速: (安装气体控制器时才有效)。
剩余时间	2:15:34: 完成实验还需要的剩余时间，以小时:分:秒表示 注意: 对于基于 MaxRes 方法的实验，显示的剩余时间和准确的剩余时间可能有出入，因为 MaxRes 实验的持续期取决于样品的行为。

7.4 测量前的设置时间

每次 TGA/SDTA851° 的测量都是基于一项所规定的程序方法。实验开始时，测量单元就运行所规定的温度程序。

放入样品后，测量单元进入实验的起始温度。当样品温度达到起始温度时，测量单元开始待机直至样品温度的转变效应完成。样品温度必须在 $\pm 0.3^\circ\text{C}$ 范围内保持 20 秒。转变响应时间就称为设置时间。在仪器的液晶显示屏和 STAR° 软件的仪器控制窗口中显示实验阶段。当达到规定要求时，就开始进行测量(见图 7-2)。如果在 10 秒内没有达到要求，实验仍开始进行。

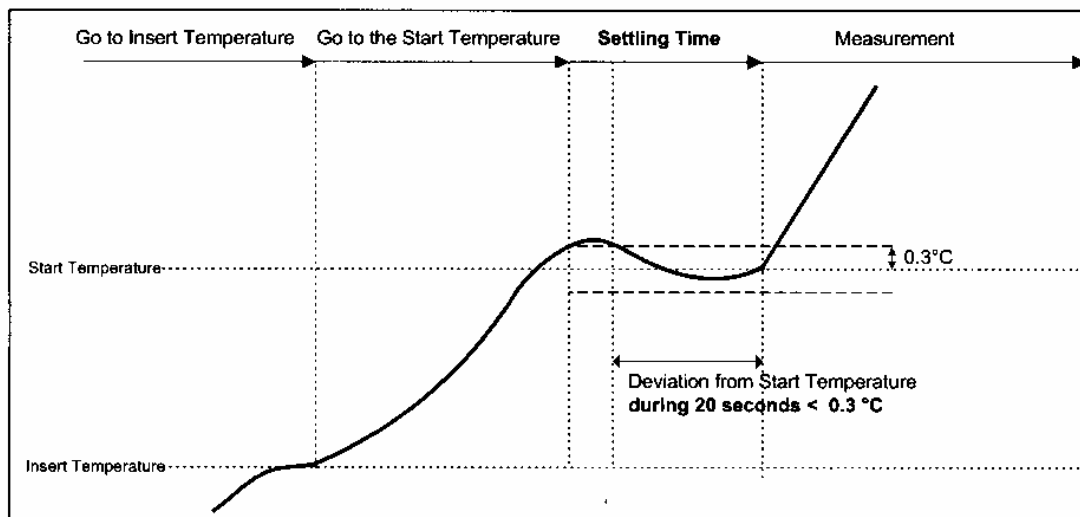


图 7-2 测量前的设置时间

更改设置时间

当达到要求的恒定温度时，就开始进行测量。该要求不能被用户修改。

可以强制开始进行测量。跳过设置时间。如果此时样品温度和起始温度之间的偏差超过 $\pm 0.5^\circ\text{C}$ ，则用红色括号标记测量曲线。

强制开始

跳过设置时间：

- (1) 按下 OK。
跳过了设置时间。强制测量开始。

用户可延长设置时间。

要延长设置时间，可以：

- (1) 用一个以等温度段开始的温度程序来新建方法。 延长设定时间

该第一等温部分已经是测量的一部分!

7.5 测量

7.5.1 测量过程

在仪器控制窗口可以监视测量的过程。

按下 RESET 键，测量会及早地停止。仪器一直测量曲线直至曲线被保存为止(例外：除非关闭了自动保存功能)。 终止

7.5.2 测量后

测量后，REMOVE SAMPLE(取走样品)的请求显示在液晶显示屏和仪器控制窗口内。

- (1) 取走样品。
- (2) 开始进行下一次实验。

8 校准

8.1 铟铝检查

至少每月检查一次温度和热流的精确性是良好的实验室操作。用铟铝来检查仪器温度的精确度。该检查可以测量铟和铝的初始熔解温度。

铟/铝检查

只要检查结果在 METTLER TOLEDO 限值之内，则无需校准。限值如下：

温度	铟	: 156.6±2.0 °C
	铝	: 660.3±3.0 °C
样品温度	铟	: 156.6±2.0 °C
	铝	: 660.3±3.0 °C

限值

进行铟/铝检查

- (1) 点击实验窗口或日常操作窗口中的 Method (方法)按钮。选择 Check TGA851 In/Al (铟/铝检查 TGA851)方法
- (2) 根据所选方法准备铟/铝样品
 - * 将 2 块铟片(10 至 20 mg)和一块铝片(2 至 10 mg)放入一只氧化铝坩埚内。铟(In)不要碰着铝(Al)。该方法使用 N₂ 或空气作为保护性气体。如果铟和铝没有相碰，则该测量坩埚可以再次使用。
 - * 如果想在白金坩埚中测量铟/铝样品，必须在坩埚的底部铺上一层氧化铝粉末。
- (3) 开始实验。
进行铟/铝检查。

- (4) 实验结束后打开评估窗口，在 Settings/Open Curve...(设置/打开曲线...)中选择横坐标为 Reference Temperature (参比温度)，打开测量曲线。
- (5) 点击 TA/SDTA。
- (6) 点击空白纵坐标 (mg)，然后选择 Edit/Cut(或是用 Shift-Delete 键)移去纵坐标，这样就只剩下 SDTA 曲线。

检查开始进行。

- (7) 点击 File/Open EvalMacro/AAA

自动分析计算铟/铝检查。

如果结果值在限值内，出现以下文字：

The Module is within specifications! (仪器在技术规格之内!)

如果结果值不在限值内，出现以下文字：

Please calibrate the TGA/SDTA851°! (请校准 TGA/SDTA851°!)

- (8) 只要检查结果在 METTLER TOLEDO 限值内，就无需校准。
- (9) 如果检查结果不在 METTLER TOLEDO 限值内，用新物质重复测量。若结果仍不在限值内，校准仪器(参见 STAR[®] 软件文件中的“校准”一章)。

8.2 校准



错误的校准会导致错误的结果。因此，此项工作应该由合格的专业人员进行!

* 只有铟/铝检查不在限值内时才有必要进行校准。

可以用全校准过程来校准 TGA/SDTA851°。进行全校准过程时(包括样品温度校准、 τ_{lag} 校准和参比温度校准)，所有的校准都同时进行。不过，也可以进行单独的校准(样品温度校准、 τ_{lag} 校准或参比温度校准)。

在 STAR[®] 软件中，可以为所有需要的校准找到校准方法。如果所给方法无法满足需要，可以用 Method Window”(方法窗口)软件选项创建自己的校准方法。

在 STAR[®] 软件操作说明的“校准”一章中有更多有关不同校准原理及性能的介绍。

9 维护

9.1 更换保险丝

TGA/SDTA851°有如下的保险丝：

保险丝	230V	115V
对于 TGA/SDTA851°电源	T1.6L250V	T3.15L250V
对于线性插座(最大充电量为 600 VA)	T3.15L250V	T6.3L250V



在打开外壳或关闭保险丝前，要关闭 TGA/SDTA851°，然后切断仪器电源。触电可能会是致命的!

- (1) 关闭仪器，并切断仪器的电源。
 - (2) 更换仪器后部的保险丝。不要打开外壳。
- * 有关电源和保险丝的更多信息，请参见“安装注意事项”一章。

9.2 一般维护注意事项



处理所有陶瓷和石英时要非常小心。它们很脆且易碎!

9.3 冷却回路中流量的减少

流量减少表明冷却回路堵塞。

(1) 检查外部管路的清洁度和稠度。

如果有必要，清洗或更换外部管道。

(2) 如果堵塞在仪器内部：

- 改变冷却回路的流向，去除堵塞(不要进行测量!)
- 如果清洗不能去除堵塞，使用气压将它吹出。
- 如果堵塞仍存在，更换恒温浴槽的冷却剂，用含 1%磷酸的水冲洗管道 120 分钟左右。

(3) 如果堵塞去除，流量恢复，则再次更换冷却剂。使用含防腐剂的水(参见“冷却剂”一章)。

如果还是无法去除堵塞，则必须拆下外壳，手动清洗内部管道。请致电服务工程师。

9.4 从炉室取出坩埚

如果坩埚从样品支架掉下：

- 它被收集板接住，或是
- 坠入炉体内



在用 FURNACE 键关闭炉体前：确保收集板或炉体中没有坩埚。
否则天平会受损。

(1) 用镊子从收集板上取走坩埚和其它散落的样品碎屑。

(2) 如果坩埚落入炉体，必须打开炉体才能将它取出(参见“打开炉体”)。

9.5 清洁炉体(加热)

加热炉体后，大部分的污物会被除掉：

- (1) 将炉体加热(用 300 ml 空气或最好是 300 ml 氧气)至 1000℃，保护至少 30 分钟。



在炉体未冷却到室温前绝不要触碰炉体! 炉体温度会达到 1100℃ 或 1600℃ 以上。

如果加热还不能除去污物，那么：

- (2) 打开炉体，用 TGA 刷清洁。

9.6 打开炉体

9.6.1 打开小炉体(SF)

以下情况必须打开炉体

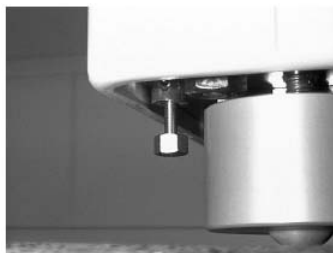
- 从炉体中取出坩埚
- 用 TGA 刷清洁炉体



在炉体未冷却到室温前绝不要触碰炉体! 炉体温度会达到 1100℃ 以上。



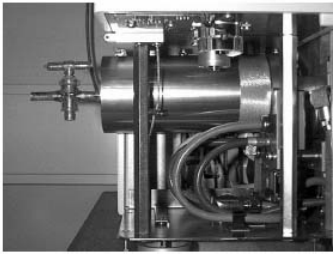
- (1) 关闭仪器。
- (2) 在打开外壳前让测量单元冷却至室温!
- (3) 如果安装了自动进样器：拿掉塑料盖和转盘。



左前外壳固定在仪器底部，由三个六角螺钉固定在仪器下面。

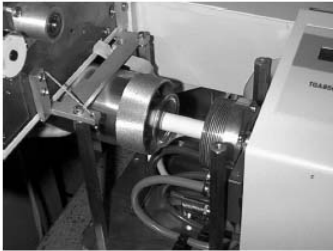
- (4) 拧下螺钉，小心将左前外壳取下。

* 如果安装了自动进样器：打开自动进样器，朝左边，这样就可以方便的取下左前外壳。



可以看见炉体法兰、反射管和出气口活塞。

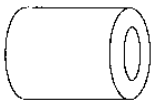
- (5) 将反射管从炉体法兰上旋下，同时小心地扶住出气口活塞。



- (6) 完成后：将熔融硅套和反射管以及出气口活塞拉向左方。只要出气口活塞还装在仪器上，熔融硅套就不会落下反射管。



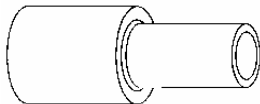
不要拧松压力弹簧和熔融硅套上未固定的两个小隔离套筒。如果掉落了隔离套筒，它们会破裂的。



特氟隆隔离套筒

不要加热特氟隆隔离套筒！

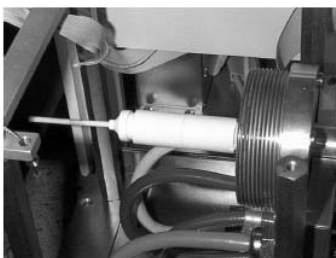
- (7a) 用溶剂清洗脏掉的隔离套筒。



陶瓷隔离套筒

陶瓷隔离套筒可以加热！

- (7b) 用气体燃烧器燃烧脏掉的陶瓷套筒。



可以看见炉体。炉盖没有固定在炉体上。



- (8) 小心地移去炉盖。炉盖不是固定的。

- (9) 如果炉盖的毛细管被堵住无法使用，用气体燃烧器燃烧毛细管。

慢慢沿着毛细管推动燃烧器，机械清洁毛细管。



- (10) 小心地将炉体法兰拉至左方，直至看到样品支架为止。



现在样品容器和样品支架没有任何保护!



炉体法兰打开时，样品容器和样品支架没有任何保护。不要对样品容器和样品支架施加压力! 否则，天平可能会损坏!

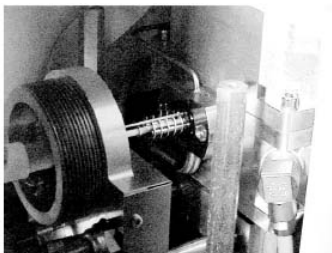
在清洗炉子时不要用刷子触碰样品盘或样品支架! 样品盘上受到过强的力会损坏天平!

取出坩埚

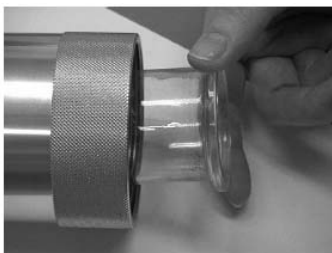
- (11) 用镊子从炉体中取出坩埚。

清洗炉体

- (12) 用刷子(见附件)小心地清洗炉体内部。



- (13) 将炉体法兰小心地推回原位置。



- (14) 取下出气口活塞上的垫片，然后取下活塞。
(15) 取下反射管上的熔融硅套筒。



- (16) 用一般的溶剂(例，丙酮或酒精)清洗熔融硅套筒，或者在烤箱中将其加热至 700℃。
(17) 清洗熔融硅套筒上的指纹，然后将它放回反射管内。

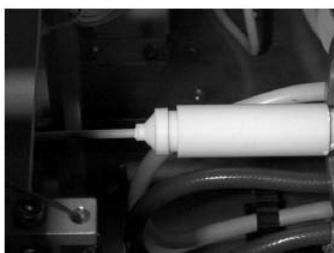
* (手上的)汗渍会浸入熔融硅。熔融硅表面会结霜，无法再进行清洗。

- (18) 将隔离套筒和压缩弹簧放入熔融硅套筒。将熔融硅套筒放回至反射管内，将活塞放入出气口活塞中，用垫圈紧固。



在炉体法兰内有炉室垫圈槽。从炉体法兰上拆下反射管时，炉室垫圈可能会粘住反射管。

- (19) 因此，检查炉室垫圈是否在炉体法兰的垫圈槽内。
(20) 检查恒温浴槽的电线(样品支架/样品容器之间，以及炉体/炉体法兰之间)是否没有相互接触。不然会产生短路。



- (21) 检查隔离套筒盖的两部分是否盖住了炉体加热器。
(22) 将炉盖放入炉体内。



- (23) 用螺钉小心的将反射管固定在炉体法兰上。
(24) 将左前外壳放回原位，旋上仪器底部的三个六角螺钉。
(25) 接通仪器电源。

9.6.2 打开大炉体(LF)

以下情况必须打开炉体

- 从炉体中取出坩埚
- 用 TGA 刷清洁炉体



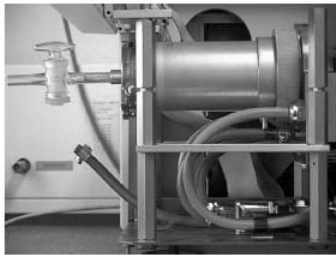
在炉体未冷却到室温前绝不要触碰炉体! 炉体温度会达到 1100℃ 以上!



- (1) 关闭仪器。
- (2) 在打开外壳前让测量单元冷却至室温!
- (3) 关闭恒温水槽。
- (4) 如果安装了自动进样器：拿掉塑料盖和转盘。



- (5) 左前外壳固定在仪器底部，由三个六角螺钉固定在仪器下面。拧下螺钉，小心将左前外壳取下。
- (6) 如果安装了自动进样器：打开自动进样器，朝向左边，这样就可以方便的取下左前外壳。



- 可以看见炉体法兰、反射管和出气口活塞。
- (7) 旋下冷却套管进口和出口处的夹子。
 - (8) 移走冷却套管进口和出口处的软管。一些水会从软管中流出。



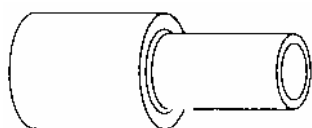
- (9) 在旋下出气管道夹子时要小心地扶住出气口。
- (10) 慢慢地将出气管道拉至左方。



- (11) 将出气管道拉至左方时：不要拧松压力弹簧和两个小的隔离套筒。



不要拧松压力弹簧和熔融硅套上未固定的两个小隔离套筒。如果掉落了隔离套筒，它们会破裂的。



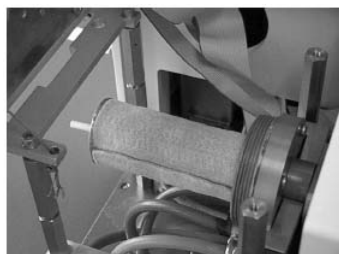
陶瓷隔离套筒

陶瓷的隔离套筒可以加热!

- (12) 用气体燃烧器燃烧陶瓷隔离套筒。



- (13) 拧下冷却夹套管。
(14) 小心的将冷却套管拉至左方。确保冷却套管没有变形。
(15) 除去冷却套管上的冷凝物。不要使用酸或碱!

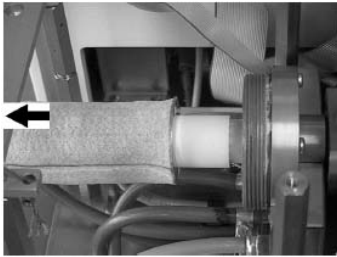


可以看见反射管。炉盖的毛细管露出反射管。

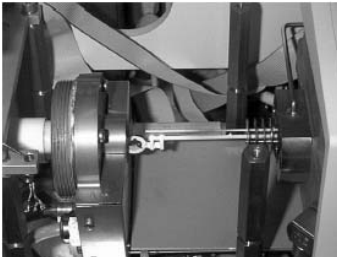
TGA/SDTA851[®]/LF/1600 °C 的反射管包有一层隔离材料(见图)。



- (16) 小心地将炉盖拉至左方。它不是固定的。
TGA/SDTA851[®]/LF/1600 °C 型炉盖另配有反射镜和隔离材料(见图)。



(17) 小心地将反射管拉向左方。
可以看见炉体。



(18) 手动将炉体法兰拉至左方。
样品容器和样品支架没有任何保护。



炉体法兰打开时，样品盘和样品支架没有任何保护。不要对样品盘和样品支架施加压力! 否则，天平可能会损坏!

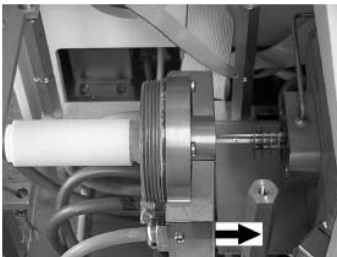
在清洁炉子时不要用刷子触碰样品盘或样品支架! 样品盘上受到太强的力会损坏天平!

取出坩埚

(19) 用镊子从炉体中取出坩埚。

清洁炉体

(20) 用刷子小心地清洁炉体内部(见附件)。



(21) 将炉体法兰放回原位。

(22) 检查隔离套筒盖的两部分是否盖住了炉体加热器。



(23) 将反射管推回至炉体内。

(24) 将反射管末端的孔口对准炉体法兰的销针。

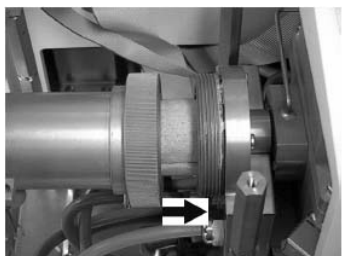


(25) 将炉盖小心的放在炉体管道上。



(26) 微微转动炉体管道上的炉盖，检查炉盖的位置。

(27) 检查隔离材料是否适合反射管。



(28) 将冷却套管小心的推回，并拧紧。确保螺丝是清洁的。必须稍加润滑便于移动。



(29) 将隔离套筒和压缩弹簧放入出气口管道。

(30) 用夹子将出气口管道旋入冷却套管内。



(31) 确保夹子的螺钉完全到位，并且没有碰到仪器外壳。如果螺钉碰到了外壳，则炉体无法打开，或不能完全打开(“噪音”)。



(32) 将软管连接到冷却套管的入口和出口。用夹子紧固软管。

(33) 将左前外壳放回原位，旋上仪器底部的三个六角螺钉。

(34) 接通仪器和恒温浴槽电源。在测量前将天平至少保温一个晚上。

9.7 要点提示

9.7.1 温度偏差

一些反应产物的毒性会影响 R 型热电偶的测量效果。下面的结果指明了问题的所在：

1. 明显错误的样品温度(与样品温度热电偶有关)
2. 动态阶段重量信号上的红色括号间隔期太长(如果样品温度刚好在括号点处跳跃，炉体热电偶可能会受损)。

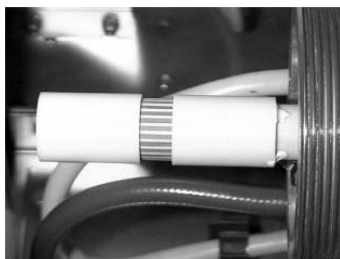
补偿措施

(只对 TGA/SDTA851°/SF/1100 °C 和 TGA/SDTA851°/SF/1600 °C 才可能有效)

如果经常进行测量，使用氮气：每周用空气或者最好是氧气将测量单元加热至最高温度。

如果与炉体热电偶单元有关：

- (1) 打开炉体(参见“维护”一章)。
- (2) 取下炉盖。
- (3) 小心地将隔离套筒拉向左方，直至看到热电偶为止。因此，在加热时，热电偶最好处在氧气气氛中。



- (4) 在没有炉盖情况下关闭炉体(参见“维护”一章)。
- (5) 用大约 300 ml/min 的氧气或空气吹扫测量单元(使用吹扫气体入口)。在 100°C 用氧气或空气加热测量单元，至少持续 15 分钟。

- (6) 进行检查(以 50 K/min 从室温到 1000°C)
- (7) 打开炉体，将隔离套筒推回左方。
- (8) 放回炉盖。
- (9) 关闭炉体(参见“维护”一章)。



下列物质会影响热电偶：碳、磷、硼、砷、硅、锑、铋、铅和锡。

10 出错信息、警告和故障

10.1 出错信息

出错信息表示严重的仪器故障。在一些情况下，您可以采取适当的措施来修理仪器，但是通常您是不可能修理的，必须致电服务工程师。

出错

* 测量总是会被出错而打断。

- (1) 查看下表修复故障。
- (2) 按照“测量”一栏内的说明进行操作。
- (3) 如果无法修复故障或者出错信息再次显示，致电服务工程师。
- (4) 如果可能：告知服务工程出错信息内容和详情。您的反馈会有助于我们在以后的版本中解决这些故障。

出错信息一览表		
错误号	原因	测量
4	硬件故障 (因为错误 23 或 25)	(1) 关闭电源至少持续 5 秒。 在重新启动时，仪器进行内部自检和内部自校准。 (2) 如果错误再次出现：致电服务工程师
5	电源电压超出接受的范围。	(1) 检查实际电源电压，将其同后面板的电压选择器设置进行比较。 电压必须匹配。

6	自动进样器调节故障。上次的调节距离超出可接受的范围。	(1) 关闭电源至少 5 秒后再重新启动仪器。 在重开启仪器时，仪器进行内部自检和内部自校准。 (2) 重新调节。 * 确保按照操作说明按下了数次 OK 键。 * 在校准前必须装上仪器外壳，否则校准会被空气流所扰乱。 (3) 如果错误再次出现：致电服务工程师
7	仪器的硬件版本和软件版本不匹配	(1) 检查版本并致电服务工程师
8	需要气体控制，其没有连接	(1) 检查气体控制器和仪器的接头，或者检查仪器的安装(Install/Module)
20	炉盖粘住 炉盖位置检测故障 炉温超出范围(SW) 炉温传感器或电器故障或温度过高(HW)	(1) 见错误 4
24	冷却法兰的温度范围不在规定值内，无法确保加热损耗。	(1) 检查恒温浴槽(是否接通电源，冷却装置是否连接正确，流量是否充足) 对于内置冷却器：检查冷却剂的流量和温度 (2) 如果恒温浴槽致冷正常，错误依然出现：致电服务工程师。
25	冷却法兰温度传感器或电器故障或温度过高(HW)	(1) 参见错误 4
27, 29	硬件故障	(1) 参见错误 4
30	无法识别仪器	(1) 致电服务工程师
31, 35	硬件故障	(1) 参见错误 4
38	样品温度传感器或电器故障或温度过高(HW)	(1) 关闭仪器，确保热电偶之间没有相互触碰。 (2) 保证热电偶没有缠绕! (3) 确保样品支架面上热电偶被正确地放置(见图 7-1)。 (4) 再次开启仪器。 (5) 如果在开启时仍有问题，请致电服务工程师。
40	样品温度不在规定值内	(1) 参见错误 4
42	热电偶冷接头不在规定值内	(1) 参见错误 24
43	硬件故障	(1) 参见错误 4

出错信息一览表		
错误号	原因	测量
50	自动进样器故障	(1) 致电服务工程师。 若要继续进行工作： 关闭仪器，用钳子将自动进样器杆拉出测量单元。打开电源。在安装窗口禁用自动进样器。手动加入样品。
51	气体控制器故障	(1) 致电服务工程师
53-56	硬件故障	(1) 致电服务工程师
128..999	内部软件错误 例外：ERROR 400：软件或硬件问题	(1) 用 OK 键确认错误，关闭电源，至少持续 5 秒。 重新启动时，仪器进行内部自检和内部自校准。内部软件故障被修复。 (2) 如果无法解决问题：致电服务工程师
401	自动进样器操作时出错	(1) 关闭电源，至少持续 5 秒。 重新启动时，仪器进行内部自检和内部自校准。内部软件故障被修复。 (2) 如果错误再次出现：致电服务工程 (3) 要继续工作，参见错误 50

10.2 警告

警告提醒您与希望的操作有偏差。在有些情况下只需确认，在有些情况下则需要采取适当的措施。

警告

* 测量不会因警告而中断(例外：警告 10，12 和 13，14)。

- (1) 查看下表修复故障
- (2) 按照“测量”一栏内的说明进行操作。

如果无法修复故障或者出错信息再次显示，致电服务工程师。

警告一览表

警告	原因	测量
8	样品支架上没有坩埚或坩埚盖	如果加入样品时出现警告： (1) 检查转盘上的当前位置，是否有坩埚或坩埚盖。点击 <i>Retry</i> 按钮重复加样过程。 如果取出样品时出现警告： (1) 寻找丢失的坩埚或坩埚盖。在没有找到和取走坩埚或坩埚盖前，不要继续实验。如果手动取走了坩埚(或坩埚盖)点击 <i>Continue</i> 继续实验。如果想用自动进样器取走坩埚，点击 <i>Retry</i> 按钮重复取走样品过程。
9	坩埚或坩埚盖在样品支架上，但位置不理想	如果在自动进样器初始化时出现警告信息： (1) 用镊子小心地向下拉坩埚或坩埚盖，将其取走，然后点击 <i>Reset</i> 键。 如果在加入样品过程中出现警告： (1) 用镊子小心地向下拉坩埚或坩埚盖，将其取走，然后点击 <i>Reset</i> 键。
10	缺少自动进样器盖或盖子移位	(1) 将盖子放置到位。 只有盖子放置到位，击活微型开关时自动进样器会继续工作。
11	没有连接自动进样器	(1) 连接自动进样器。
12	自动进样器样品检测故障	(1) 致电服务工程师。 要继续工作： 禁用安装窗口中的自动进样器。继续手动加入样品坩埚。
13	键盘失灵	(1) 致电服务工程师。 * 在电源开启时，不要按下任何键，否则会出现警告 13。
14	在最后一小时没有达到初始温度 (start temperature)，起始温度 (Insert temperature) 或终止温度 (Remove temperature)，或这些温度无法控制。	(1) 按 OK 或 RESET 键确认警告(见下面)。 OK⇒测量单元进入实验过程的下一步骤。 例：没有达到起始温度(模式：<i>Going to Insert T</i>)，表明温度太高或太低。按 OK 确认。实验过程的下一模式(状态 <i>Insert Sample</i>)被激活。 RESET⇒实验终止。
20...54	发生内部软件错误，并被修复	(1) 按 OK 确认。
55	仪器标识号错误	(1) 检查编号 标识号必须符合 Install/Module 下的编号
56 ff.	内部软件错误版本不匹配	(1) 按 OK 确认。 内部软件错误被修复。 (2)如果错误再次出现：致电服务工程师

10.3 故障

下表是导致仪器故障的另外一些原因。

问题：样品移动 仪器没有校水平。 (1) 使用仪器的四个底脚螺钉和水平仪水平调节仪器。 仪器受到振动。 (1) 避免仪器附近所有的振动。 (2) 如果打开炉盖的过程不顺利：稍微用润滑油润滑一下转向齿条。若问题仍然存在，请致电服务工程师。	样品移动
---	-------------