

Q600SDT 热重及差示扫描量热同步测定仪操作手册

(Q600 Simultaneous DSC-TGA)

热重分析法 (TG, TGA) 是在程序控制的温度下, 观察样品的质量随温度或时间的函数。TGA 技术广泛应用于塑料、橡胶、涂料、药品、催化剂、无机材料、金属材料与复合材料等各领域研究开发、工艺优化与质量监控。测量与研究材料的如下特性:

- 热稳定性
- 分解过程
- 吸附与解吸
- 氧化与还原
- 成分的定量分析
- 添加剂与填充剂影响
- 水分与挥发物
- 反应动力学

同步热分析将热重分析 TG 与差热分析 DTA 或差示扫描量热 DSC 结合为一体, 在同一次测量中利用同一样品可同步得到热重与差热信息。

相比单独的 TG 与/或 DSC 测试, 具有如下显著优点:

- 消除称重量、样品均匀性、升温速率一致性、气氛压力与流量差异等因素影响, TG 与 DTA/DSC 曲线对应性更佳。
- 根据某一热效应是否对应质量变化, 有助于判别该热效应所对应的物化过程 (如区分熔融峰、结晶峰、相变峰与分解峰、氧化峰等)。
- 在反应温度处知道样品的当前实际质量, 有利于反应热焓的准确计算。

一. 使用注意事项

1. 目前, Q600SDT 和 Q50TGA 两套仪器由一台计算机同时控制, 所以, 使用时必须注意仪器控制窗口的标题, 选择正确的控制窗口。
2. Q600SDT 的最高测试温度为 1300℃。1000℃以下允许最大升温速率为 80℃/min; 1000℃至 1300℃允许最大升温速率为 20℃/min; 不要在 600℃以上进行恒温实验; 不要在 400℃以上进行长时间的恒温实验。
3. 测试时必须保证足量的保护气体流经仪器, 气体流速一般为 100mL/min。本室提供高纯氮气和空气二种气氛, 测试前先确认气体钢瓶的总压表有压力, 分压表压力调节在 0.1MPa。一般情况下, 不必关气和开气。若必须调节分压阀的话, 一定要能缓慢, 调节过程中分压不允许超过 0.12MPa, 否则易损坏仪器内的气体质量流量计。
4. 测试前, 对样品应有基本的认识: 成份是什么, 加热后可能出现什么现象。目前已知: 含有氟化物、多糖类物质、表面活性剂的样品, 加热后容易爬出坩埚, 导致仪器污染; 含高氯酸根或次氯酸根的样品, 分解物腐蚀白金, 直接损坏测样平台; 含铁金属的有机化合物以及升华物质或加热后产生升华物质的样品, 都会污染仪器。所以, 谢绝这些类型样品的测试!! 如果你对你的样品热性质尚不了解, 请在测试前先与实验室工作人员联系。
5. 为保证仪器安全运行, 测试前必须仔细检查仪器是否正常, 尤其是二个测样平台及参比坩埚是否有异物, 是否变色。确认正常后, 方可开始实验。如有问题, 请及时与工作人员联系。一旦开始测试, 表明你已认可仪器状态正常。此后发现仪器的任

何问题，你便是事故责任人，须承担相应的赔偿责任。为此，请慎重！

6. 本仪器未联网，但通过网卡联系电脑及仪器主机，所以，请不要更改网址设置！
7. 测试结束后，在仪器使用记录本上登记使用机时及使用情况，镍勺和镊子擦拭干净后放回原处，不要带离实验室！同时保持实验室的整洁。

二. 开机准备

- 打开仪器主机及计算机的电源开关（一般由工作人员开机）。
- 如果仪器各部件连接正确，计算机显示屏上会在 Q Series Explorer 窗口自动显示 Q600-0270 仪器图标，双击该图标，进入实验控制窗口。（另有 Q50TGA 仪器图标）。
- 确认气体钢瓶的总压表有压力，分压阀压力调节在 **0.1MPa**。**一般情况下，不必关气和开气**。若必须调节分压阀的话，一定要能缓慢，调节过程中分压不允许超过 0.12MPa，否则易损坏仪器内的气体质量流量计适当打开氮气(或空气)钢瓶分压阀。
- Q600SDT 仪器内有内置式气体流量计，只要在 NOTE 页选择气体类型(氮气或空气)，将气体流速设置为 100mL/min，再点 APPLY 键即可。

三. 加样

- 在仪器的液晶触摸屏上，选择 Control Menu，按 FURNACE 键打开炉子。
- 将一个空坩埚放到参照平台上（如果参比坩埚未被污染，可重复使用），另一个空坩埚放到样品平台上。（若有上一次测试的样品坩埚，请先取出）。
- 按 FURNACE 键关闭炉子后，等待 10 秒钟以上，让天平平稳后，按下仪器触摸屏上的 TARE 键，将空坩埚重量置零。
- 按 FURNACE 键打开炉子，将保护盘旋转到样品平台下。
- 取下样品坩埚，放在实验台干净的台面上(最好铺张干净的纸)，将样品加入到坩埚内。（加样量与样品的性质有关，一般而言，有机、高分子类样品因分解剧烈，样品量不宜太多，2-5mg 就够了）。加样时须注意坩埚外壁及底部不能沾附样品或其它物质。
- 将样品坩埚放置到样品平台上，尽量与空坩埚的放置位置一致。
- 按 FURNACE 键关闭炉子。

（触摸屏上的 Control Menu 中，请不要按 Ship 和 Switch Gas 这二个键，以免出错。）

（注意：关闭炉子的时候，注意观察炉子不要碰上测试杆！）

四. 设置实验参数

在实验控制窗口设置实验参数。必要时，从 View 菜单中选择 Experiment View。

Summary页

Mode	----	SDT Standard	标准 SDT 测试模式
		SDT Calibration	SDT 测试模式校正（工作人员专用）
		SDT Dual Sample	双样品测试模式（可同时提供两种样品的 TGA-DTA 信息进行比较）
		SDT Dual Sample Calib.	双样品测试模式校正（工作人员专用）

选择不同的 Mode，相应的 Test 内容有所不同。

如在 Standard 模式下，Test 的内容为：

Test	----	Custom	自行编辑实验程序
		Ramp	提供等速升温实验程序
		Isothermal	提供恒温实验程序

.....

不同的 Test 选项，对应的 Procedure 页的内容亦不同。

Sample Name 输入样品名称。

Data File Name 数据文件名。点Browse键，从中选择自己课题的文件夹，再输入文件名，OK。文件保存路径统一为：F:/ Q600SDT /DATA/课题组/……，不按要求保存的文件，可能随时被删除。

其它几项：Network Drive、 Autoanalyze、 Start Remotely 不要选择。

Procedure页

在此页编辑实验方法。如果在 Test 中选择的是 Custom，点 Editor 可进行实验方法的编辑；如果在 Test 中选择的是 Ramp 等已提供的实验程序，只要修改相关参数。

Advanced.. 为数据采集间隔。一般为 1.00pt/s。如无特殊需要，请不要修改此参数。

Post Test 当样品测试完毕后，仪器自动将炉子温度保持在此设定范围。请不要修改此参数！

Note页

输入操作者姓名、坩埚类别等。选择氮气或空气气源，流速设置为 100mL/min。

以上三页参数设置完成后，点 Apply。（注：应在加样开始前先通上气流）

五. 数据采集

以上步骤完成后，点 start 按钮，仪器开始按设定的方法进行实验并保存所采集的数据。屏幕右下角有实验图谱的实时显示。若要放大观看，可从 View 菜单中选择 Real Time Plot View。

在完成设定的实验程序后，仪器会自动结束实验，并开始自然降温。

中途终止实验，点 STOP 键；中途放弃实验，点 REJECT 键。

特别强调：上面没有提到的其它菜单内容，请不要随意更改。尤其是 Tools 菜单下的 Instrument Setup、Controller License、Instrument License，不允许作任何修改！

六. 数据处理

从 View 菜单中选择 Universal Analysis，进入数据分析处理窗口。

1. 调出数据文件

点 Open 钮，按文件路径选定文件后，点 OK，出现 Data File Information 窗口；

Parameter 栏列出了该文件的有关参数（若样品名等输入有误，可在此处修改）；

点 Signals 钮，选择所要绘图的 X、Y 轴的 Single 及 Type。如热重曲线、热重的微商曲线、差热曲线、热流曲线等，点 OK 确认并退出。若点 Save--OK，则所选择的 X、Y 轴参数将随文件一起保存；

点 Units 钮，可以选择 X、Y 轴信号的单位；

以上参数均确定后，点 Data File Information 窗中的 OK，即调出图谱。

2. 改变坐标区间和分析范围

(1) 选择 Rescale 菜单

Manual Rescale: 输入所需的坐标起始、终止值

Full Scale All: 回到最初完整的坐标。

Stack Axes: 当同一文件有二个以上 Y 坐标时，可将各图谱互不重叠地显示。

(2) 需局部放大时，可用鼠标在图谱区要放大的部分拉出一个虚框，左击虚框内部，框内图谱即放大。点 Full Scale All，恢复初始图谱。

3. 在 Graph 菜单，Signals——选择 X、Y 轴信号；units——选择坐标信号的单位。

4. 数据分析

Analyze——进行有关数据处理。

(在图谱区的空白处单击鼠标右键, 也出现 Analyze 菜单。)

若同时选择了几个Y轴的图谱, 点[Y-1], 对Y₁-X谱图进行处理; 点[Y-2], 对Y₂-X谱图进行处理, 以此类推。不同图谱对应不同的分析菜单。

举例: 对热重曲线, 如选择 step transition, 将二个光标分别移到台阶的二个平台的合适位置上, 鼠标右键点图谱区的空白处, 在快捷菜单中选择 Accept Limits, 出现 Transition Label (可输可不输), 点 OK, 处理结果便标在热重谱图上。若要删除分析结果, 可用鼠标右键点要删除的数据, 在出现的快捷菜单中选择 Delete Result, 即删除这项分析结果。

可根据需要自行选择合适的分析方法。

5. 谱图标注

Edit—Annotate—输入标注内容—OK, 将光标移至所需位置, 鼠标右键点击谱图区空白处, 在快捷菜单中选择 Accept Limits。

6. 打印谱图

点 Print, 打印显示的谱图及处理结果。

7. 谱图叠加

调出要叠加的文件, Graph—Overlay—Auto Configure, 选择要叠加的 Y 轴信号, 点 OK 即显示叠加的谱图。

或 Graph—Overaly—Manual Setup, 点 Add Cruves, 确定要叠加的文件及 Y 轴类型。对叠加的谱图, 若要移动某一图线, 可左击该图线, 再按住鼠标左键拖动至合适位置。

七. 数据拷贝

实验结束后请将你的图谱文件及时拷走。SDT、DSC 的图谱均可转化为 ASCII 文件。只允许光盘刻录数据, 禁止使用 U 盘。

SDT 文件的转化和拷贝:

File—Export data File—File Signals Only—ASCII data File—A:—文件名—save

八. 待机处理

测试结束后, 如果气体足够, 不必进行待机处理。若气体已不足, 请在炉温降至 100℃ 以下时, 将气体流速设置为 0mL/min 后, 点 Apply。

九. 关机步骤: (平时不需要进行关机, 一般也只由工作人员关机)

关闭各活动窗口后, Start—Shutdown—Shut down the computer, 然后关闭计算机、仪器主机、打印机及接线板、变压器的电源, 最后关闭氮气。

注意: 待炉温起码低于 300℃ 以下时再关机!