同步热分析仪操作规程

一、仪器名称

Q600 同步热分析仪(SDT);美国 TA 仪器公司

二、仪器功能

同步热分析仪是将热重分析仪和量热仪相结合,用于测试物质随着温度的改变而发生如脱水、氧化或还原、分解等过程都会引起重量的变化,把温度与物质质量变化之间的函数关系记录下来,同时测定当物质发生物理与化学变化过程所产生的热效应,如蒸发热、相变热、热解热等。

三、操作指南

- 1. 操作仪器前,需详细阅读使用说明书,并经过专业培训。若实验过程中出现异常情况,及时联系本仪器管理人员。
- 2. 打开气体压缩瓶(一般为氮气或空气)开关,调节减压阀使气压在 0.1MPa 左右。
- 3. 打开 SDT 仪器后右下方电源,仪器开机自检,完成后触摸屏上出现 TA 图标。打开电脑,点击"TA Instrument Explorer"快捷方式,双击打开窗口中"SDT Q600"图标取得联机。
- 4. 点击上方 "Experiment View" 按钮,在 "Procedure" 标签下编辑测试程序,包括升温速率、终止温度 (最高 800℃)等。点击"Summary" 标签,"Mode"选择"SDT Standard","Test"选择"Custom",在"Sample Information"下编辑样品名称及其他备注信息,选择数据文件保存路径。点击下部"Apply"按钮,将设置写入电脑。
- 5. 点击仪器触摸屏上"CONTROL MENU"按钮,点击"FURNACE"打开 炉体。在靠近操作者的样品盘上使用镊子轻轻放置一空氧化铝坩埚,再次点击 "FURNACE"按钮,关闭炉体,待天平稳定后,点击软件上的"TARE"按钮。
- 6. 点击 "FURNACE" 再次打开炉体,取下样品盘上的坩埚,用小药匙小心加入待测样品,样品量不宜超过坩埚的 1/3,平铺紧实于坩埚底部,建议纤维样品量可在 5mg~10mg,其他高分子材料样品量控制在 5mg 以内。将坩埚边缘及底部擦拭干净后重新放入样品盘,点击 "FURNACE" 关闭炉体。待右侧 Weight信号稳定后,所显示的值即为待测样品重量。
- 7. 点击软件左上方"Start"按钮开始测量。测试过程中不要调节气体流量, 仪器所放置的桌面也不要有明显震动。在程序运行期间若要停止测量,可点击 "Stop"按钮终止测量。
 - 8. 测试完成,降温风扇停止转动后,开炉重复以上步骤进行下一个样品的

测试。

- 9. 打开 "TA Universal Analysis" —— 点击"Open Data File" (找到实验数据)——"File"——"Export Data File"——"Plot Signals Only…"——"Finish"。 导出数据(.txt 文件)到原文件夹。
- 10. 实验全部结束,一般不需关机,机器会保持恒温,做好实验桌卫生,通知仪器管理老师。(如需关机,必须先点击软件左上角 Control 按钮,在下拉菜单中点击 Shutdown Instrument,软件提示可以关闭仪器时,关闭仪器后部右下主机电源,关闭软件、电脑,气阀开关)。
 - 11. 做好大型精密仪器设备的使用情况记录、实验器具归位。
 - 12. 离开实验室前,做好清洁卫生工作,关好门窗,关闭电源。

四、注意事项

- 1. 装有测试样品的坩埚要轻拿轻放。
- 2. 实验温度控制在 800℃以内,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. 实验过程中必须随时注意测试曲线走向,若出现异常情况,必须立即终止实验。
 - 4. 测试结束后必须确认仪器炉温降至室温后方能离开。