

# 热重差热综合分析仪操作规程

## 一、仪器名称

Diamond 热重差热综合分析仪 (TG/DTA); 美国珀金埃尔默 (PE) 股份有限公司

## 二、仪器功能

主要用于研究测量样品在程序温度控制下的化学及物理变化所引起的质量和热量的同步变化, 可测试材料的分解温度、热稳定性、重量变化率、相变、熔点、熔化热、玻璃化转变温度等。

## 三、操作指南

1. 操作仪器前, 需仔细阅读使用说明书, 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. 旋开气体压缩钢瓶 ( $N_2$  或 Air) 阀门, 调节减压阀使气压在 0.3MPa 左右, 打开变压器电源和气体控制箱电源, 打开仪器电源。

3. 打开电脑, 启动 “Pyris Manager” 操作软件, 点击 “Diamond TG/DTA” 取得联机。

4. 在软件右下方 “Purge Gas” 下拉菜单中选择气体类型 Gas I  $N_2$  或 Gas II Air, 点击 “Apply” 会听到一声响, 然后调节气体控制箱对应旋钮, 使气体流量在 100~200 ml/min。

5. 在 “Method Editor” 窗口中, 在 “Program” 标签下编辑测试程序, 包括初始温度、终止温度 (最高 800°C) 和速率等, 在 “Sample info” 标签下编辑样品名称, 选择数据保存路径。

6. 长按仪器右下角 “Open” 按钮, 开炉检查, 在右边的样品盘上使用镊子轻轻放入一枚空氧化铝坩埚, 长按 “Close” 按钮, 关闭炉体, 点击 “Zero Weight” 重量清零。

7. 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, 装样量不能超过坩埚容量的 1/3, 平铺紧实于坩埚底部, 建议纤维样品量在 5mg~10 mg, 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, 关闭炉体。

8. 等信号稳定后, 点击 “Zero DTA Signal”、“Reset Monitor” 清除杂乱的实时监测曲线, 点击 “Sample Weight” 对样品称重, 然后点击 “Start/Stop” 开始测试。

9. 测试完成, 待炉温降至室温后, 开炉检查, 重复以上步骤进行下一个样品的测试。

10. 导出数据 (.txt 文件)。点击“File”——“Export Data”——“ASCII format...”。

11. 实验全部结束后，等仪器降到室温，一般不需要关机，如需要关机，依次关闭软件，主机电源，变压器电源，电脑，气阀开关。

12. 做好大型精密仪器设备的使用情况记录、实验器具归位。

13. 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. 实验温度控制在室温~800℃内。

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可离开。