

# 热重-红联用仪操作规程

## 一、仪器名称

TGA4000+SP2 热重-红外联用仪, PerkinElmer 公司

## 二、仪器功能

热重—红外联用仪是一种用于纺织科学技术、材料科学等领域的分析仪器,可用于研究材料的热稳定性、分解过程、吸附与解吸、氧化与还原、水分与挥发物测定,作材料成分的定量分析,研究添加剂与填充剂影响,反应动力学研究、热分解机理等。在得到热分析信息的同时,可进一步对热分析过程中的逸出气体进行检测,得到关于材料的更多信息。

## 三、操作指南

### (一) 开机前准备

1. 开机前必须先开循环水,开关在仪器后方,等蓝色屏幕上出现“standby”,按下电源键,等待温度稳定在 20°C。

2. 打开联用 TL 8000e 开关,点击 TL 8000e 屏幕下方的 standby 和 pump on 等待温度到 270°C 并稳定后再打开电脑。

3. 打开电脑上的红外软件 Spectrum IR,双击后出现一个弹窗,点击 OK。接着打开热重软件。

### (二) 开始测试

1. 编辑信息:软件打开后出现两个窗口,点击 Method Editor 窗口的 Sample info 编辑样品信息,点击 Brows 修改保存位置到 D:\DATA 文件中。

2. 设置参数:点击 Program,点击 Add a step 添加步骤,选择 Temperature Scan,点击 OK,然后点击 Add Action 选择“Trigger an Excellent Event”,点击 OK,接着选择第一个“Switch Excellent Channel 1 to on”,点击 OK,选择最后一个“Action occurs Immediately”,点击 OK。编辑完成后,删除 Hold for 1.0min at 50°C,使刚刚编辑的程序位于 Temperature program 的后面。修改参数,修改完成后点击 Temperature program 记录测试所需时间。

3. 放置样品:将 TGA 4000 上方的圆环向里推,将黑色管子拿出,放置空坩埚,用镊子慢慢送到里面的小托盘上方,使得坩埚尽量靠近托盘,松开镊子,使坩埚平稳的落到小托盘的上,盖紧样品池。

4. 称重:等到电脑屏幕上 weight 稳定,点击去皮,拿开盖子,称量样品(5-10mg)放进坩埚中,用镊子慢慢送到托盘上方,松开。用黑色管子盖上,并且将圆环往外拉,将黑色管子固定在样品上方。

5. 测试开始

(1) 切换到红外软件，点击 **Instrument**，观察 **Ordinate Units** 是否是吸光度 **A**，如果不是点击下拉菜单选择 **A**。下拉到 **Timebase**，点击 **run**，修改名称，修改 **Directory** 地址，**Run time** 的时间大于上面 **Temperature program** 的时间。

(2) 上述修改完成后，点击 **background**，采集背景结束后，点击 **Start Run**。

(3) 返回 **TG** 页面，待到 **weight** 值稳定，点击天平承，接着点击开始按钮。

### (三) 保存数据

1. 红外数据点击 **process** 选择 **timebase** 选择 **convert time Asis**，在弹出的窗口里点击 **From Thermal data**，点击后面下拉菜单，点击 **select**，选择测试的 **TG** 数据导入，点击 **convert**，点击 **OK**。将 **X** 轴变为温度。然后点击右上角四联图像图标，将右边的 **3.False Color** 移到左边，将左边的 **3d Surface** 移到右边，点击 **OK**。

2. 右击 **3D** 图选择 **Eigen**，改变 **3d** 图的坐标和颜色，修改完成后点击 **Apply**，然后点击 **Close**。

3. 点击 **Kopieren** 复制图片，粘贴到 **Word** 文档中。然后，点击 **File**，点击 **Export**，修改保存位置，点击 **Apply to all**，最后点击 **Export**。

## 四、注意事项

1. 开机前必须先开循环水，特别是在升温前要确认冷却循环水已经开启。

2. 关机前请确认炉子温度降到室温附近，特别是关闭循环水之前要确认炉子温度降到室温。

3. 循环水的水温不要太低，最好在室温偏下几度，水温太低可能导致炉子内部产生冷凝水，降低天平寿命。

4. 开机前请确认天平吹扫气和系统干燥气处于打开状态。

5. 取放样品坩埚到样品支架杆上时必须轻拿轻放，避免折断天平杆或者损坏天平部件。

6. 实验完成后请保持炉子内清洁，如果发现炉体污染要及时清理，具体方法可以升温至 **800** 度左右空烧炉子。

7. 保持坩埚清洁，每次做完样后及时清理样品坩埚，方便下次使用。

8. 仪器气体进口压力不能太高，最好调节到使 **PYRIS** 软件信号栏内的压力显示为 **1.5 Bar**，压力太高会损坏气体质量流量计。

9. 仪器开关机间隔要大于 **5** 分钟，如果同一天内仪器使用间隔时间较长，建议用户采用待机方式，不要频繁的开关机。

10. 装样不能太多，特别是粉末样品，如果装满坩埚容易溢出到炉子或者天平上，最终有可能影响实验结果或损坏仪器。

11. 装样时要先拿出坩埚，不要将坩埚放置在炉体内进行装样，这样容易使样品掉入炉子或者天平室，进而造成污染或损坏仪器。