



中国人民大学化学与生命资源学院  
SCHOOL OF CHEMISTRY AND LIFE RESOURCES, RENMIN UNIVERSITY OF CHINA

理化分析测试中心  
INSTRUMENTAL ANALYSIS CENTER (IAC)

# TA-TGA Q500

## 热重分析仪

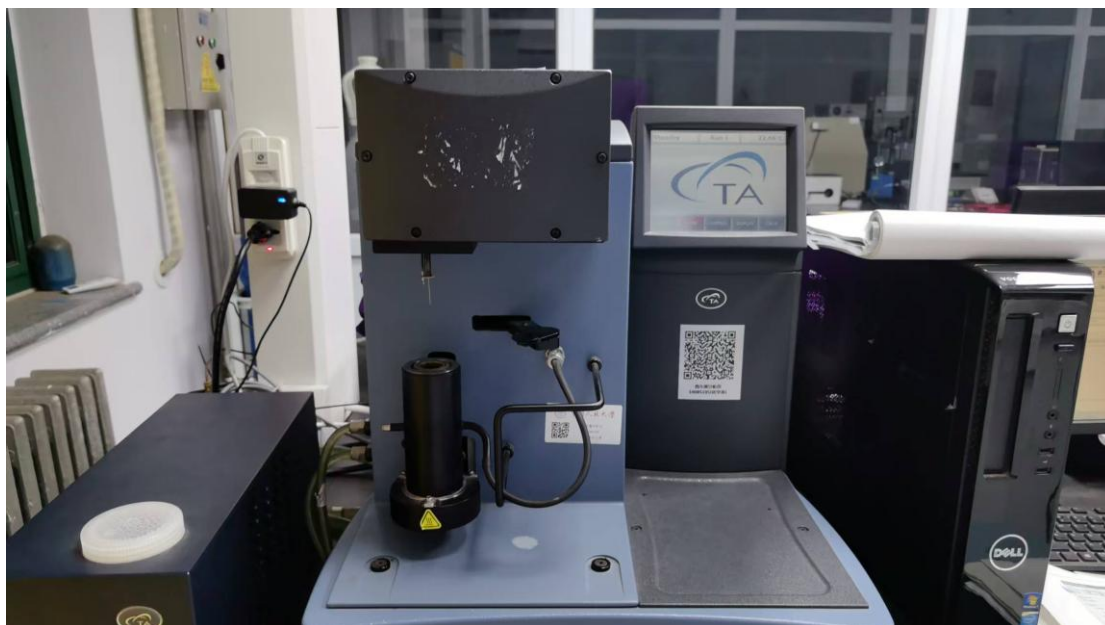
## 操作指南

制作团队：罗一萌、罗静雯

指导老师：袁斌

中国人民大学化学与生命资源学院

## 一、仪器基本信息



仪器照片

1. 仪器型号：T- TGAQ500 热重分析仪
2. 生产厂家：美国 TA 仪器沃特斯公司
3. 核心功能：热重分析（Thermogravimetric Analysis, TGA）用于测量样品在升温过程中或等温条件下随温度或时间变化的质量变化。主要用于材料表征，包括热稳定性分析、氧化稳定性、组成成分、产品寿命估算、分解动力学、反应性或腐蚀性氛围的影响、湿度及挥发物含量等。
4. 关键参数：

温度范围：室温+5 °C至 1000°C。

加热速率：0.1 至 100 °C/min（标准炉）。

吹扫气体：氮气（N<sub>2</sub>）、空气、氧气（O<sub>2</sub>）、氦气（He）、氩气（Ar），最大吹扫速率 200 mL/min。

尺寸：深度 55.9cm，宽度 47cm，高度 52.1cm；重量：30.9kg。

放置位置：理工楼 113 实验室

责任人：15329986131

## 二、操作前准备

### 2.1 人员要求

- 操作人员需完成 TGA 热重分析仪专项培训并通过考核，持“热重分析仪操作资格证”预约使用；
- 佩戴手套，合理使用喷枪。

### 2.2 仪器基本检查

- 检查仪器外观：确保无损坏、清洁，无灰尘或异物。
- 检查连接：验证电源线、以太网线、热交换器水管、冷却气管和吹扫气管连接牢固。确认气体缸（如氮气）连接正确，压力调节器设置为 8-10psi。
- 检查热交换器：确保冷却液（蒸馏水+TA 调节剂）液位至少 2/3 满，无污染（如藻类生长）。
- 检查样品盘：选择合适的样品盘（铂盘用于 600° C 以下，高温铂盘用于 1000° C，陶瓷盘用于与铂反应的样品）。清洁并干燥样品盘。
- 准备样品：样品质量 2-5mg，粉末状以增加表面积。确保样品不会在实验温度下沸腾或爆炸。
- 室温控制在 20~35° C 之间
- 环境干净而无尘
- 工作场所通风良好
- 避免仪器直接接受阳光曝晒
- 仪器需放置在水平，稳固且无震动的桌面上

- 仪器用电的电压需稳定，最好加装稳压器。
- 若需使用气体洗涤或冷却时，则必须为干净、无油、无水的冷气体。因此，决定在此气体进入仪器前之处理方式。通常被考虑到之前处理设备有：无油无水空气压缩机、氮气产生器、冷冻式气体除湿剂、分子筛干燥器等。
- 若仪器使用的气体要求固定的压力或流量时，则可装设调压阀或流量计作精准的控制。
- 若需用到冷却水时，则需讲究清洁且无水生生物。最好使用纯水，必要时加入抗冻剂、消泡剂或杀菌剂。
- 环境要求：室温 15-35° C，海拔低于 2km，通风良好，无振动。

### 三、标准操作流程

#### 3.1 开机

##### 3.1.1 打开电脑电源

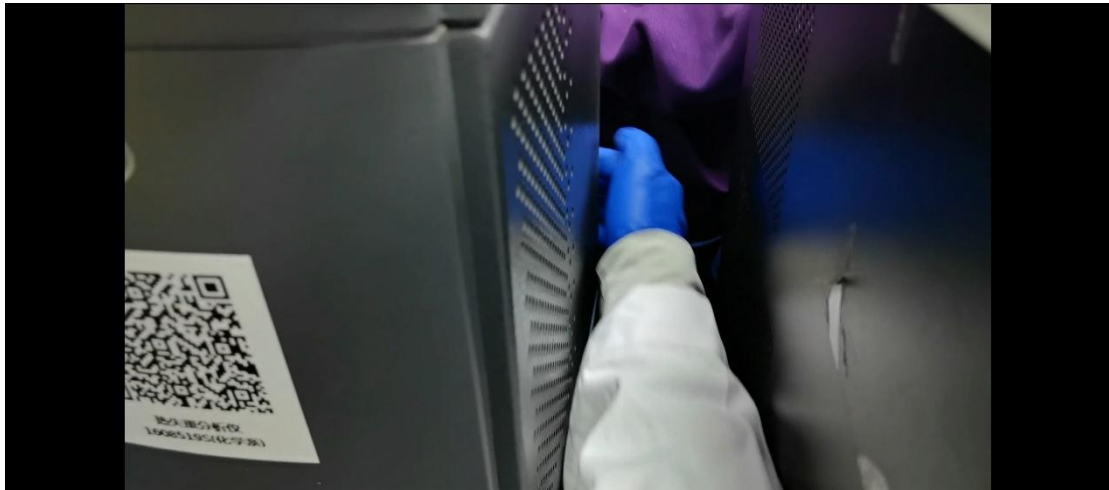


定位实验台右侧的电脑主机，确认主机电源线已连接至稳压电源（输出电压  $220V \pm 5\%$ ），避免电压波动影响设备运行。

按下电脑主机正面的电源按钮（标识“POWER”，颜色为蓝色），等待系统启动，期间请勿频繁断电或重启。

待 Windows 系统加载完成（约 1-2 分钟），桌面显示正常后，检查网络连接状态（实验无需联网，可禁用无线网卡避免干扰），关闭后台自动更新、杀毒软件等可能占用系统资源的程序，确保后续仪器控制软件稳定运行。

### 3.1.2 启动仪器主电源



找到实验台中央的热分析仪器，其左侧面板设有电源总开关，红色按钮标注“总电源”，初始状态为关闭。

用手指按下电源开关至凹陷状态，仪器开始通电，伴随轻微的内部风扇运转声。

打开主机“POWER”键，并打开计算机，于计算机桌面点选



Q Series Explorer，取得与 TGA 联机

## 3.2 气路系统开启

### 3.2.1 气路控制箱检查

实验台左侧设有气路控制箱，打开箱门，确认内部总气阀（黑色旋钮，标注“总进气”）、分气阀（银色旋钮，标注“流量调节”）及连接气管状态：气管无老化、无破损，接口处无松动，总气阀初始为顺时针拧紧的关闭状态（标记“OFF”）。查看气路压力表（量程 0-0.6MPa），确认指针归零，无残余压力。

### 3.2.2 总气阀开启



用右手握住总气阀旋钮，缓慢沿逆时针方向旋转，每旋转一圈需保持匀速（约 2 秒 / 圈），避免过快导致气路压力骤升损坏部件，共旋转 3 圈。

旋转过程中观察气路压力表，指针应缓慢上升至 0.1MPa 左右，若压力无变化或上升异常，立即停止操作，检查总气阀是否堵塞或气管是否弯折，排除故障后再继续。

### 3.2.3 分气阀调节



分气阀上标有“increase”（流量增加）与“decrease”（流量减少）方向箭头，握住分气阀旋钮，沿“increase”方向缓慢旋转。

同时观察分气阀上方的流量刻度盘（最小刻度 0.01，量程 0-1.0），当指针跳动至 0.1 刻度线时，停止旋转，保持旋钮不动 10 秒，确认指针稳定在 0.1 刻度（无上下波动），此时分气阀调节完成。

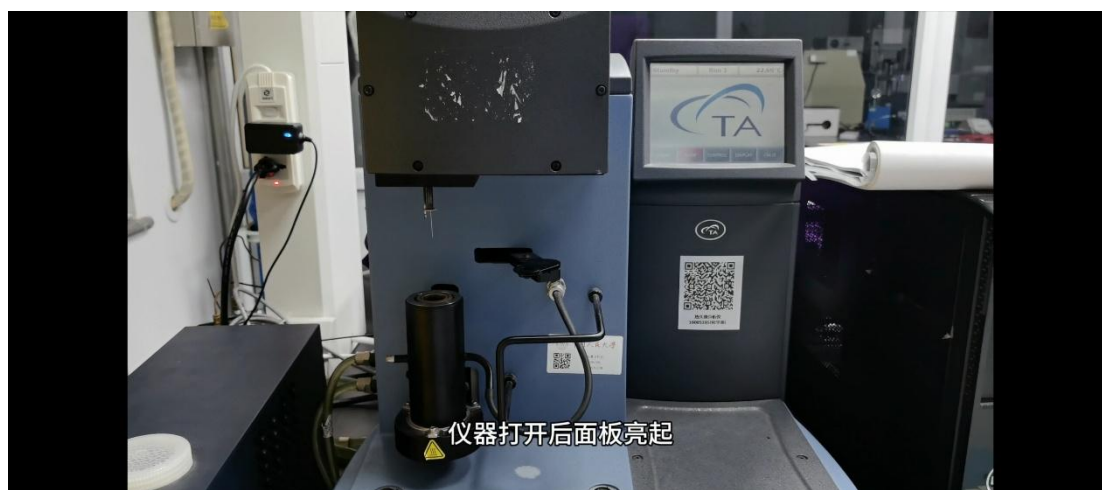
## 3.3 仪器预热与炉体调整

### 3.3.1 仪器预热监控

仪器自检完成后进入预热阶段，面板显示“预热中”，此时需持续监控面板温度显示（范围 0-1000℃，精度 0.1℃），预热目标为室温  $\pm 2^{\circ}\text{C}$ （如室温 25℃，需稳定在 23-27℃）。

预热时间约 15 分钟，期间请勿触碰仪器炉体（避免烫伤）或操作其他按钮，若预热超过 20 分钟温度仍不稳定（波动  $> 2^{\circ}\text{C}$ ），点击面板“复位”按钮，重新启动预热程序，必要时联系设备管

理员。



### 3.3.2 升温炉下降操作

伴随电机运转的轻微嗡嗡声，升温炉（圆柱形，外层为隔热不锈钢材质）缓慢向下移动，过程中观察炉体下方的挂钩（金属材质，呈“L”型，末端有挂槽）。

当挂钩完全暴露（无炉体遮挡，可清晰看到挂槽），炉体停止移动，此时检查挂钩状态：无变形、无氧化锈迹，挂槽边缘光滑，若挂钩异常，更换备用挂钩（位于仪器右侧工具箱内）。



## 3.4 铂盘预处理与去皮操作

### 3.4.1 小型手持式喷枪准备

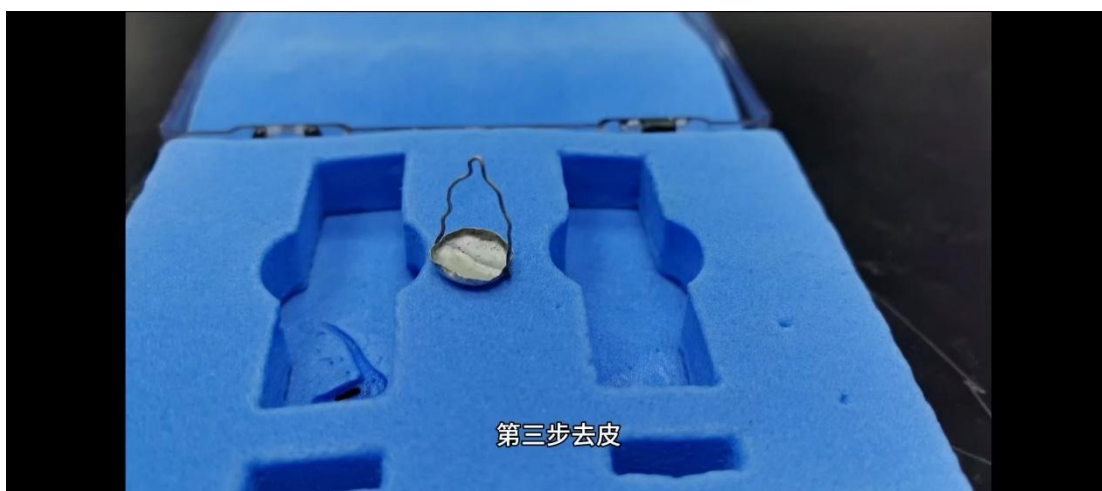
喷枪与燃气连接。从仪器右侧工具箱中取出小型手持式喷枪（主体为轻质合金材质，长度约 15cm，手柄式设计便于单手操作，喷嘴直径 0.5mm）。



检查喷枪气管（透明聚四氟乙烯材质，内径 3mm）无老化。按下按钮，此时火焰高度稳定在 1.5-2cm，呈锥形（外焰为淡蓝色，内焰为深蓝色，火焰集中无飘动）。

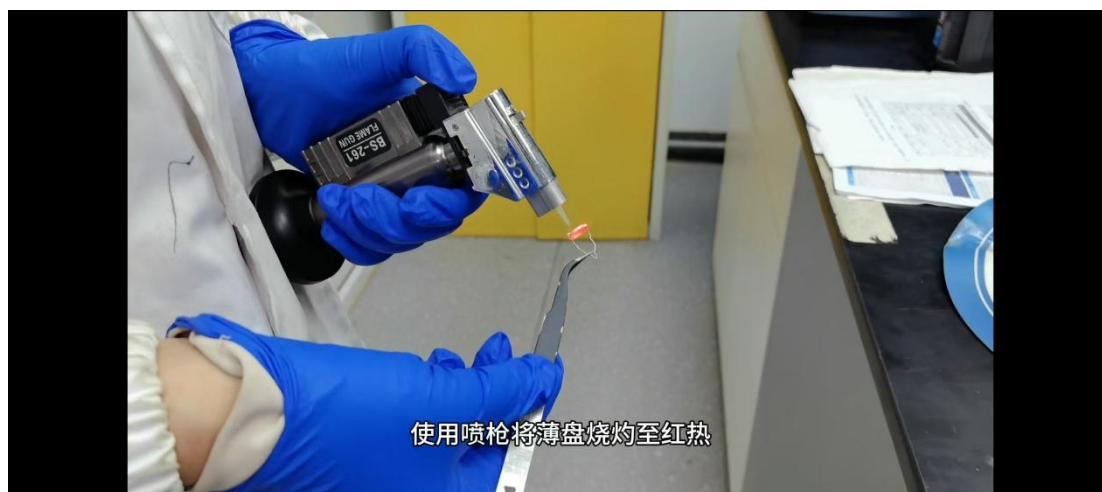
#### 3.4.2 铂盘烧灼处理

从专用储存盒（惰性气体保护，防止铂盘氧化）中取出铂盘（材质为 99.95% 纯铂，直径 5mm，厚度 0.3mm，表面光滑无纹路，密度  $21.45\text{g/cm}^3$ ，耐高温可达  $1772^\circ\text{C}$ ），每次实验需使用经过初步清洁的铂盘（非全新，但需无明显损伤）。



用特制铂盘专用镊子夹住铂盘边缘（仅接触边缘 1mm 区域，防止手上油脂或镊子金属污染铂盘工作面），将铂盘置于实验台上方通风橱内（开启通风，风速调至中档，避免火焰被吹散）。

单手握住小型手持式喷枪，打开点火开关，将喷嘴对准铂盘中心位置，保持喷嘴与铂盘的垂直距离 1-2cm（距离过近易导致铂盘局部过热变形，过远则烧灼不充分），调节压力旋钮使火焰内焰刚好覆盖铂盘表面（内焰温度最高，约 1000-1200℃）。

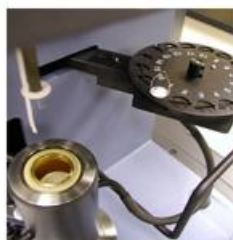


持续烧灼过程中观察铂盘颜色变化：从初始的银白色逐渐转为浅暗红色，再过渡至亮红色（表明铂盘温度达到 800-900℃，足以去除表面吸附的水分、油污及微量有机杂质），保持亮红色状态 20 秒（铂导热性强，无需过长时间烧灼，避免能量浪费），期间缓慢转动镊子（每 5 秒转动 1 圈），确保铂盘受热均匀。

### 3.4.3 喷枪锁定与铂盘冷却

## TGA样品测试

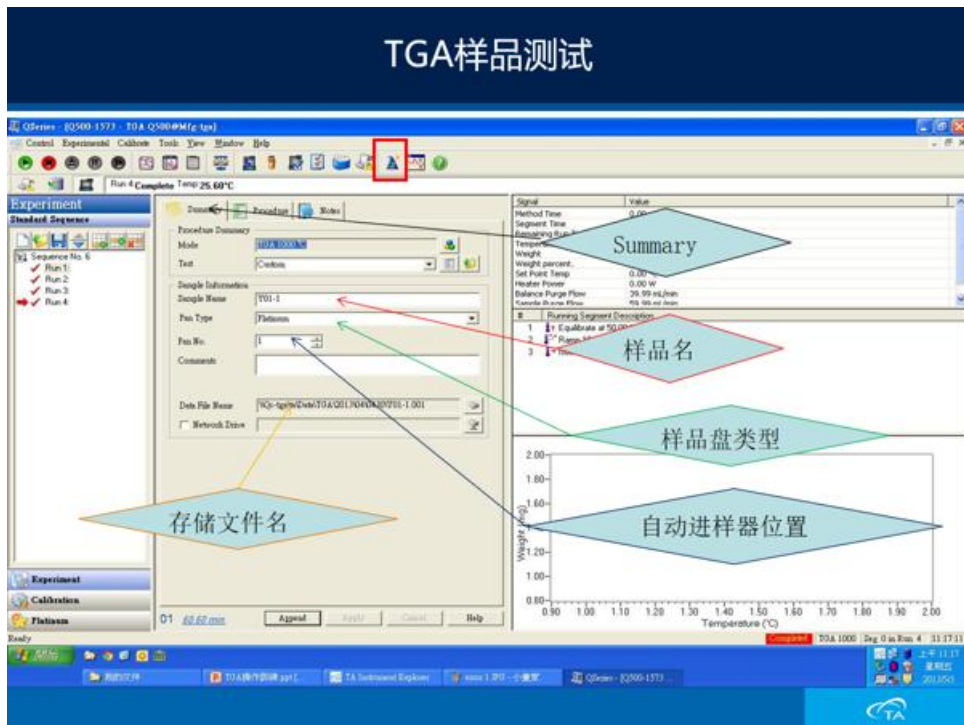
- 首先准备好一个干净的空样品盘。
- 使用随仪器配的铜镊子。
- Tare样品盘。
- 放入制备好的样品，样品要平铺到样品盘。对于挥发性样品，建议取超过30mg的样品量。
- 在软件上设置好相关参数，包括样品名，文件名，实验方法等。
- 如果有自动进样器，软件设置的位置须与实际一致。
- 点击start开始试验。



烧灼完成后，关闭点火开关，将压力调节旋钮顺时针拧至锁定位置，标注“LOCK”标识对齐。用镊子夹住灼热的铂盘，缓慢放入铺有石英棉的陶瓷托盘（石英棉可缓冲冲击，避免铂盘因温差骤变产生应力裂纹），置于通风橱内自然冷却至室温（约8分钟，因铂比热容大，冷却速度慢于氧化铝薄盘，触摸托盘边缘无热感时方可移动），冷却期间禁止其他物品接触铂盘。

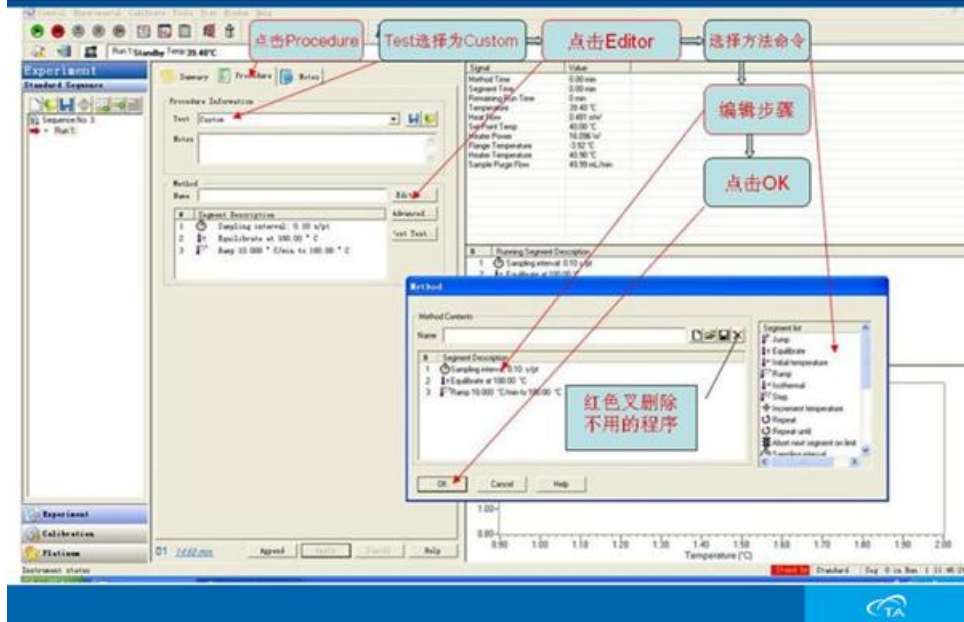


### 3.4.4 仪器软件启动与参数设置



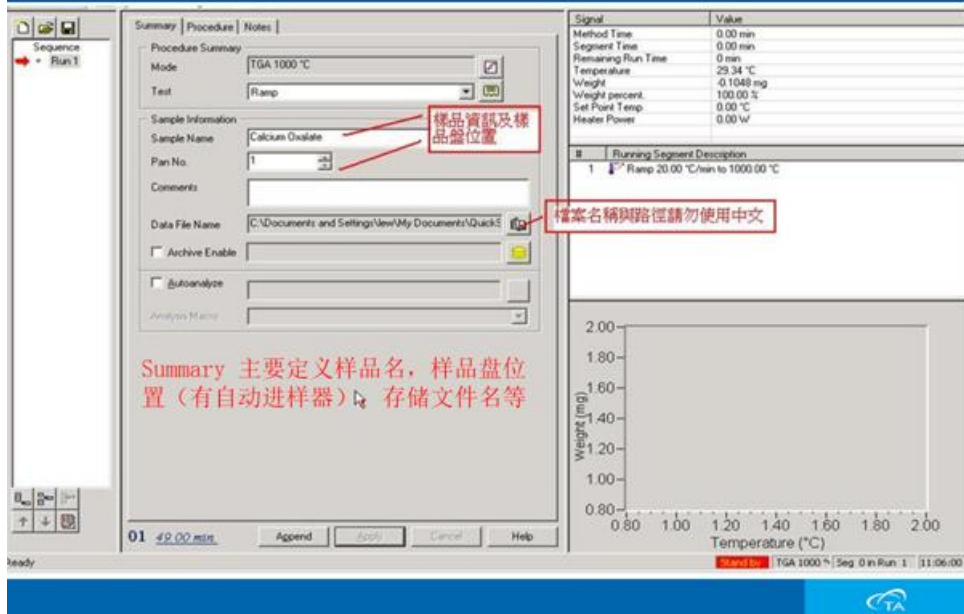
数据存储路径设置。在软件主界面上方菜单栏，点击“文件”→“存储路径”，弹出文件夹选择窗口，选择电脑 D 盘“实验数据”文件夹（避免存在于 C 盘，防止系统崩溃丢失数据）。在“实验数据”文件夹内，新建以当日实验日期命名的子文件夹（如“20250927”），双击进入子文件夹，点击“确定”，完成存储路径设置，此时软件状态栏会显示“存储路径：D:\实验数据\20250927”。

## TGA样品测试

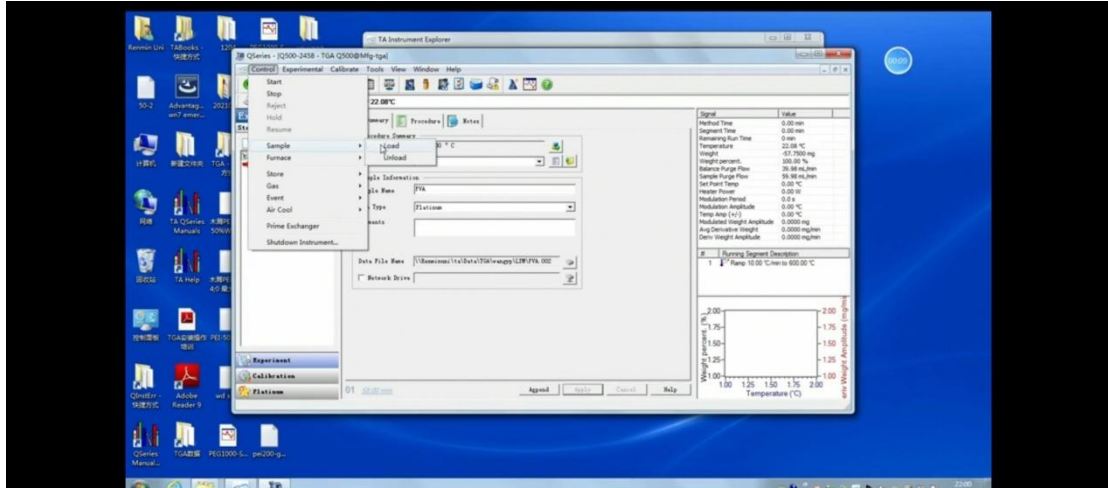


软件界面监控确认。查看软件右上角的数据显示区：包含“示重”（量程 0-50mg，精度 0.001mg）与“温度”（实时同步仪器面板温度）两个参数，确认数值正常（示重初始为 0.000mg，温度与室温一致）。

## TGA控制软件



检查左上角 “control”（控制）面板：包含 “example” “furnace” “load” 按钮，若有报错，点击 “帮助” → “错误排查”，按提示解决（如重启软件、检查设备连接）。

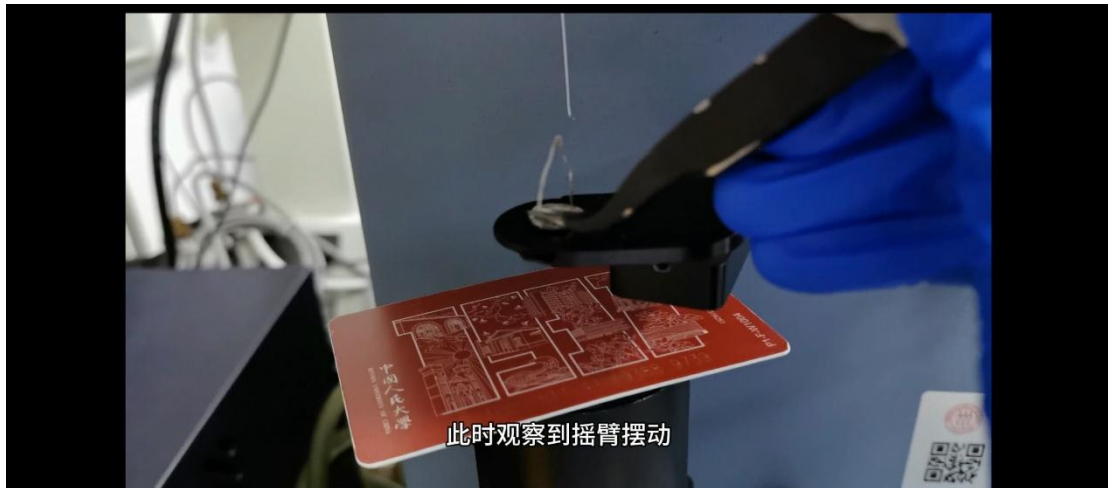


### 3.5 铂盘悬挂与去皮执行

#### 3.5.1 摇臂启动与小孔封堵

在 “control” 面板中，先点击 “example” 按钮（灰色变为蓝色，激活状态），再点击 “load” 按钮，此时观察仪器内部：摇臂（金属杆，末端带有定位装置）开始缓慢摆动，摆动幅度约 30°，最终停在挂钩正前方（定位位置）。

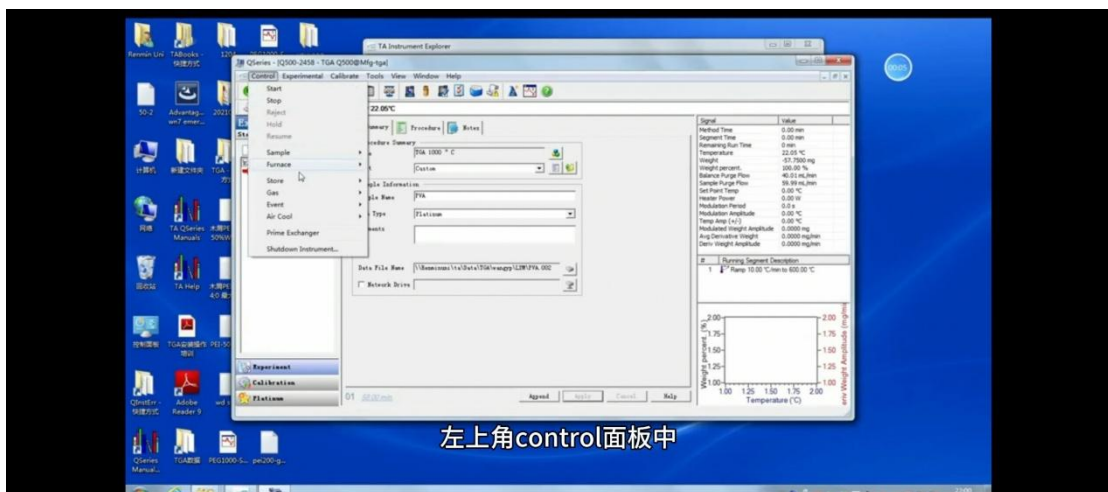
立即取专用硅胶塞（直径 3mm，与仪器底部小孔匹配，位于工具箱内），用手指将其完全塞入仪器底部的小孔（防止铂盘在操作过程中掉入仪器内部加热腔，铂盘回收价值高，需避免丢失），确认硅胶塞无松动（轻轻拨动无位移）。若无硅胶塞可使用卡片等替代。



### 3.5.2 铂盘悬挂操作

用冷却后的铂盘专用镊子夹住铂盘边缘，将铂盘中心的微小挂孔（直径 1mm，位于铂盘圆心处）对准挂钩末端的细径挂槽（直径 0.8mm，需精准对齐），缓慢放下铂盘，确保铂盘水平悬挂（铂盘平面与水平面夹角 $\leq 1^\circ$ ，无倾斜、无晃动，避免因重心偏移导致称量误差）。

悬挂完成后，观察软件右上角的“示重”数值：应显示铂盘的实际质量（约 0.500-0.600mg，具体数值因铂盘批次略有差异），若数值显示为“-0.001mg”或“0.000mg”，说明铂盘未挂稳（可能挂孔未卡入挂槽），需用镊子轻轻调整铂盘位置，重新悬挂直至数值正常。



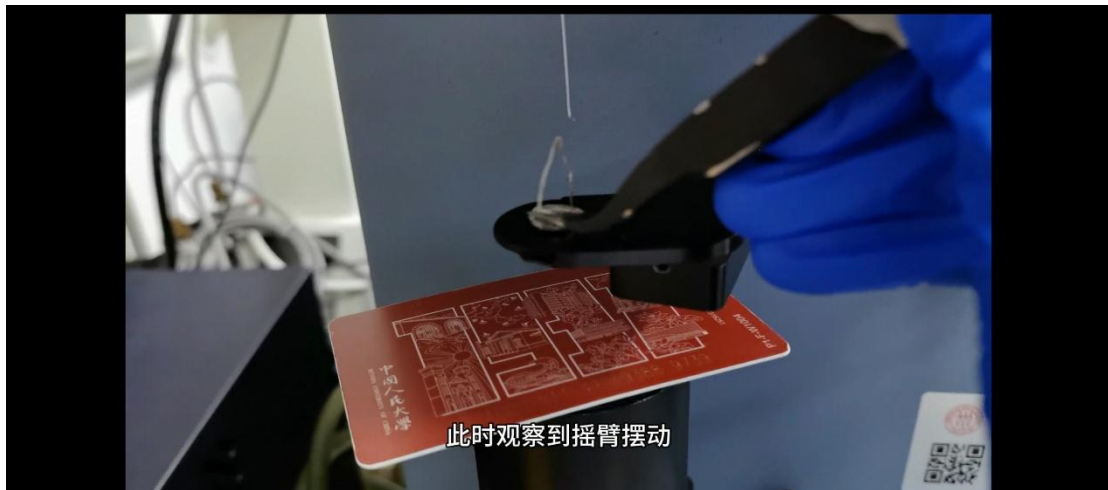
### 3.5.3 去皮程序启动与监控

点击软件界面选择 Tare 功能键，自动归零此空盘当数值在  $0.000\text{mg} \pm 0.002\text{mg}$  范围内持续稳定 1 分钟（确保去皮彻底，无残留质量偏差），软件自动弹出“去皮完成”提示框，点击“确定”，去皮程序结束。

## 3.6 去皮后铂盘取出

### 3.6.1 炉体下降与铂盘检查去皮完成后，铂盘自动 unload

去皮完成后，点击软件“炉体控制”→“下降”，升温炉缓慢下降至初始位置（挂钩完全暴露），用镊子轻轻触碰铂盘边缘，确认其仍稳定悬挂（无掉落风险，铂盘质量较大，掉落易损坏挂钩或加热腔）。



观察铂盘表面状态：无明显变色（仍保持银白色，无暗黄色氧化层）、无污渍附着，若出现局部氧化（如边缘呈淡黄色），需重新进行烧灼处理（氧化层会增加额外质量，影响后续样品称量准确性）；若铂盘变形（如边缘翘曲），则更换备用铂盘，将变形铂盘放入“铂盘待修复盒”。

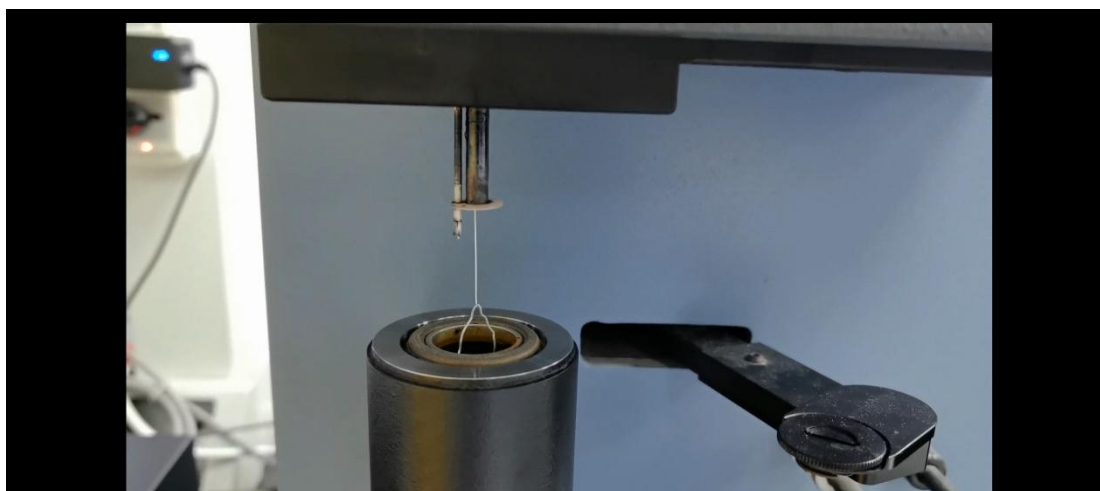


### 3.6.2 铂盘取出与存放

用铂盘专用镊子小心取下铂盘，避免触碰挂钩或炉体（防止铂盘表面沾染金属碎屑），将其放入铺有洁净石英棉的专用陶瓷托盘（与冷却时使用的托盘分开，标注“去皮后铂盘”），托盘需提前用酒精棉擦拭消毒并晾干。



拔出仪器底部的硅胶塞，放入工具箱内对应位置；关闭软件“control”面板的“example”按钮（蓝色变为灰色），检查铂盘托盘无异物后，将托盘移至实验台左侧，准备后续上样操作（铂盘需保持清洁，避免长时间暴露在空气中，防止吸附灰尘）。



### 3.7 准确称量样品

#### 3.7.1 天平启动与预热

实验台左侧放置电子分析天平（精度 0.001mg，量程 0-100mg），按下天平正面的电源按钮（绿色），天平启动后进入预热阶段，显示屏显示“预热中”，预热时间需 30 分钟（确保称量精度）。

预热期间，用无尘布擦拭天平称量盘（避免灰尘影响），关闭天平防风罩（防止气流干扰），禁止在天平附近放置重物或剧烈震动台面。

#### 3.7.2 天平校准

预热完成后，天平显示屏显示“0.000mg”，此时进行校准：打开防风罩，取出 10mg 标准砝码（位于天平左侧校准盒内，用镊子夹取，避免手触），轻轻放在称量盘中央。

点击天平面板“校准”按钮（标识“CAL”），天平开始自动校准，显示屏显示“校准中”，约 1 分钟后显示“校准合格”，取出标准砝码（放回校准盒），关闭防风罩，天平准备就绪。



### 3.7.3 样品准备与称量环境确认

取出待测试样品（固体粉末状，已在干燥器中干燥 24 小时，避免水分影响），将样品管（玻璃材质，带盖）放在天平旁，确认称量环境：无风（关闭实验台附近风扇）、无振动（禁止触碰天平台面）、温度  $20 \pm 5^\circ\text{C}$ 、湿度 40%-60%。

用酒精棉擦拭取样勺（微型不锈钢材质，容量约 1mg），自然晾干后备用。

打开天平防风罩，将干净的样品管放在称量盘中央，天平显示样品管质量（如 1.234mg），点击“去皮”按钮，显示屏归零（0.000mg）。

用取样勺取少量样品，缓慢加入样品管中，同时观察显示屏数值：目标质量为 2-5mg，当数值接近目标范围（如 4.800mg）时，减少取样量（每次加入少量，避免过量）。

当数值在 2.000-5.000mg 范围内（如 4.987mg），停止加样，关闭防风罩，等待 10 秒，确认数值稳定（无波动），记录样品质量（精确至 0.001mg，如 4.987mg）。



#### 3.7.4 样品管密封与存放

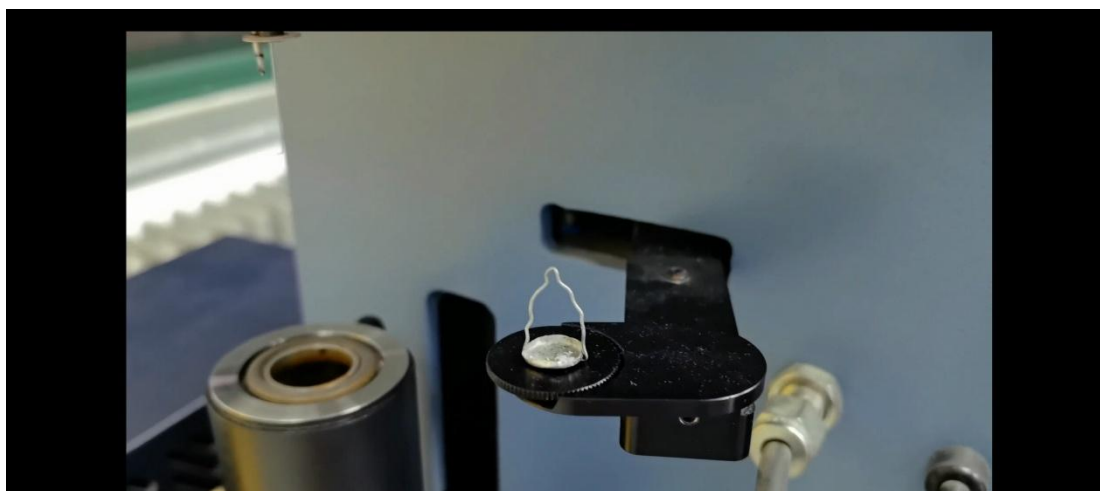
打开防风罩，用镊子取出样品管，盖上管盖（防止样品洒落或吸潮），在样品管上标记样品名称、称量质量与日期（如“SampleA-4.987mg-20250927”）。

将样品管放在实验台专用样品架上（避免倾倒），清理天平称量盘（若有样品洒落，用无尘布蘸取少量酒精擦拭干净），关闭天平电源，完成称量。

### 3.8 样品上样操作

#### 3.8.1 挂上铂盘

用冷却后的铂盘专用镊子夹住铂盘边缘，将铂盘中心的微小挂孔（直径 1mm，位于铂盘圆心处）对准挂钩末端的细径挂槽（直径 0.8mm，需精准对齐），缓慢放下铂盘，确保铂盘水平悬挂（铂盘平面与水平面夹角 $\leq 1^\circ$ ，无倾斜、无晃动，避免因重心偏移导致称量误差）。



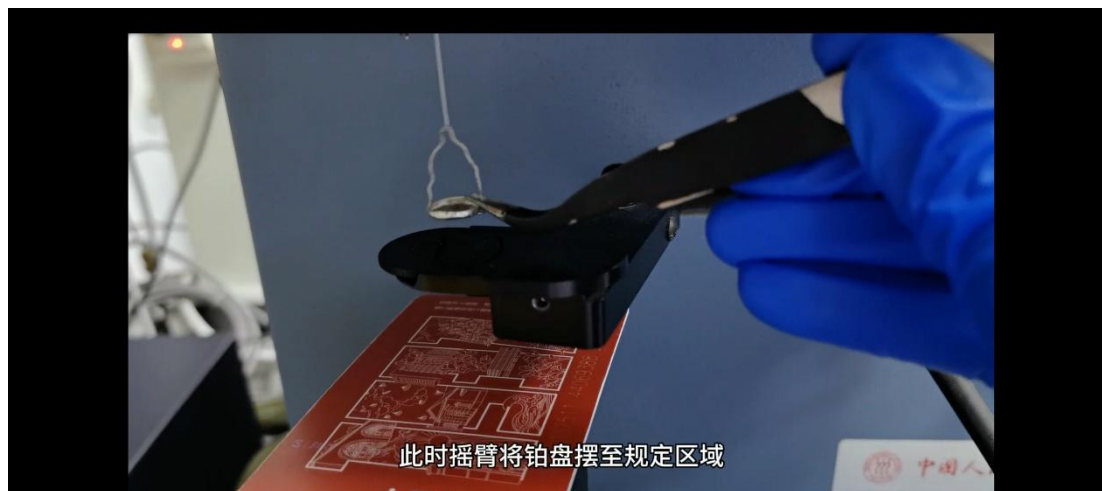
用铂盘专用镊子（尖端包裹聚四氟乙烯，避免划伤铂盘表面）夹取去皮后的铂盘（已冷却至室温，表面银白色无氧化），将铂盘中心挂孔对准拨盘末端的细径挂槽（直径 0.8mm），缓慢放下铂盘，确保铂盘水平悬挂（铂盘平面与磨盘平面平行，间距 1-1.5mm，无倾斜、无晃动，避免触碰炉壁或磨盘）。

回到仪器控制软件界面，点击左上角“control”（控制）面板，找到“furnace”按钮（初始为灰色未激活状态），点击“furnace”使其变为蓝色激活状态，在弹出的下拉菜单中选择“up”选项。

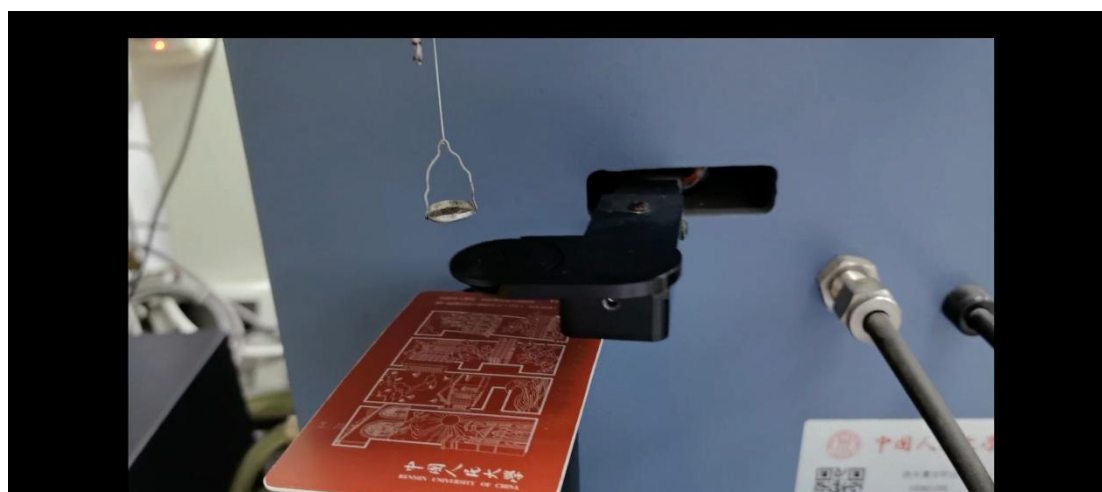


### 3.8.2 铂盘上升

铂盘悬挂完成后，软件自动触发炉算控制程序，仪器内部的炉算（金属网状结构，孔径 0.5mm，耐高温不锈钢材质）开始缓慢抬升，抬升速度为 5mm/s（避免过快导致铂盘晃动）。



观察炉壁抬升过程：需与炉壁下方的密封槽完全结合（无明显缝隙，结合处贴合紧密），当炉算到位后，软件界面显示“炉算密封完成”，同时仪器面板的“密封指示灯”变为绿色（红色为未密封，黄色为密封中）。



检查铂盘与炉壁的相对位置：铂盘未触碰炉壁（间距 $\geq$  0.5mm），若位置异常（如铂盘倾斜靠近炉壁），重新调整铂盘悬挂位置后再次抬升炉壁。

选取工具列中【Experiment View】键，于 Summary 中输入样品信息。

The screenshot shows a software window with three tabs: 'Summary', 'Procedure', and 'Notes'. The 'Summary' tab is active. It contains two main sections: 'Procedure Summary' and 'Sample Information'.  
In the 'Procedure Summary' section, the 'Mode' is set to 'TGA 1000 °C' and the 'Test' is set to 'Custom'.  
In the 'Sample Information' section, the 'Sample Name' is 'KVO2305', the 'Comments' are 'Ramp 20°C / min.', and the 'Data File Name' is '\\Ta5000\ta\Data\TGA\wenlin\KVO2305-Hi-Res.002'. There are also checkboxes for 'Archive Enable' and 'Autoanalyze', and a dropdown menu for 'Analysis Macro'.

### 3.9 升温程序设置与启动

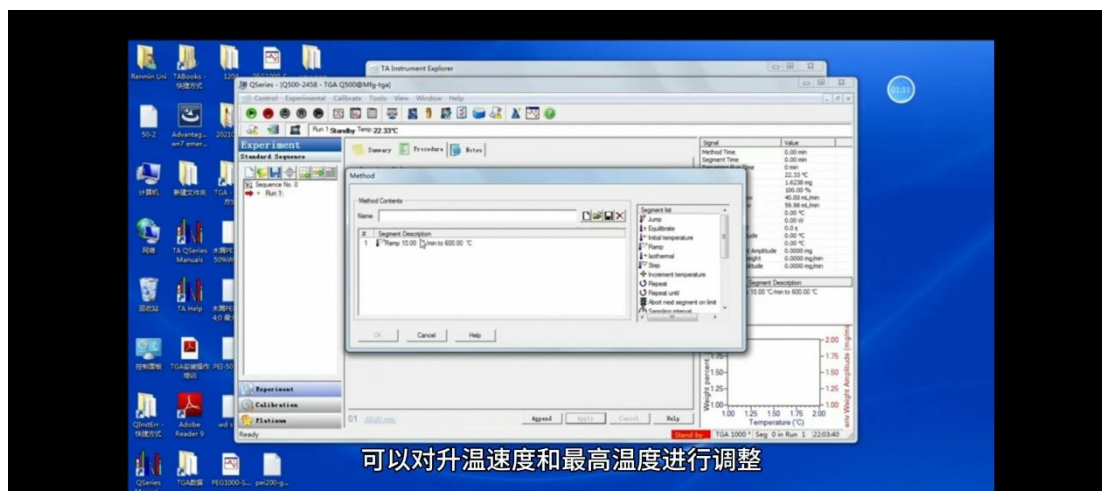
#### 3.9.1 升温参数确定（结合样品特性）

根据待测试样品的热稳定性数据（查阅相关文献，如样品的热分解起始温度为 350℃），确定升温参数：

升温速度：5℃/min（样品易分解，低速升温可准确捕捉分解峰）；

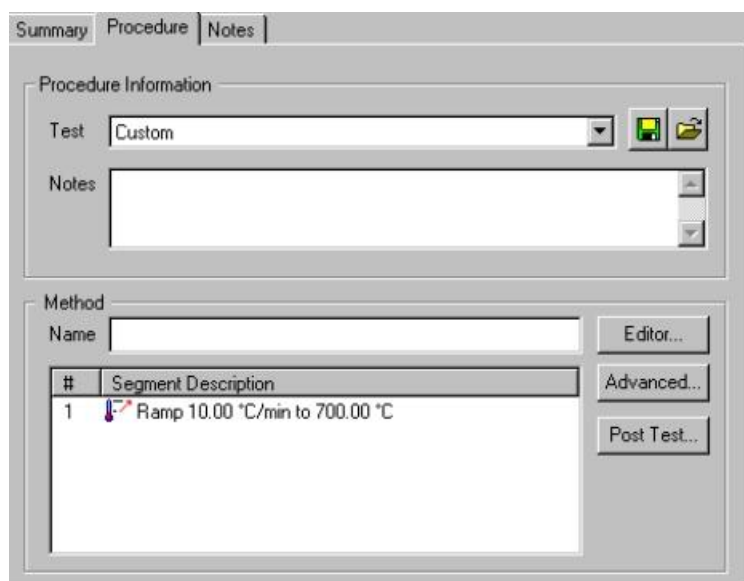
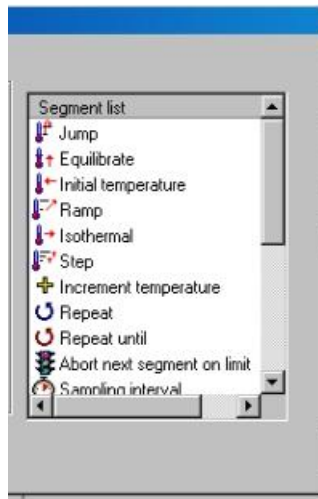
最高温度：450℃（高于分解温度 100℃，确保样品完全分解）；

平台温度：300℃（设置 10 分钟平台，观察样品是否有相变过程）。

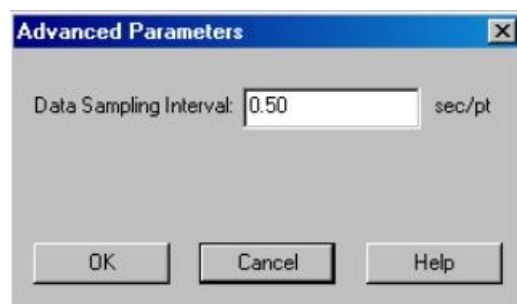


### 3.9.2 软件升温参数设置

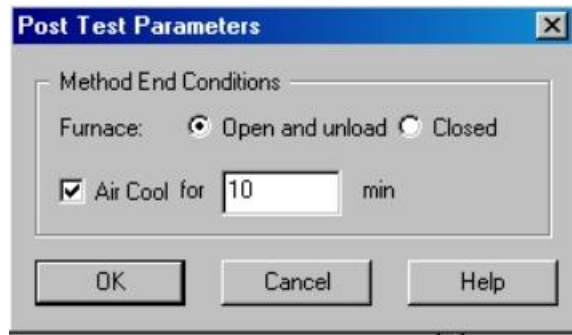
于 Procedure 中【Editor】键编辑测试的方法。



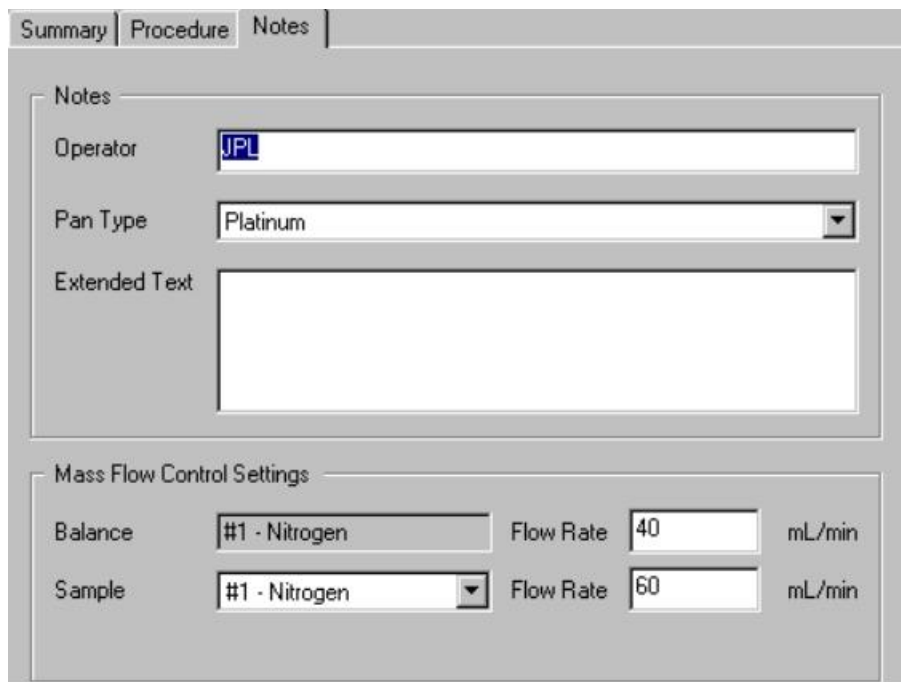
于 Procedure 中【Advanced Parameters】可以选择取点间隔



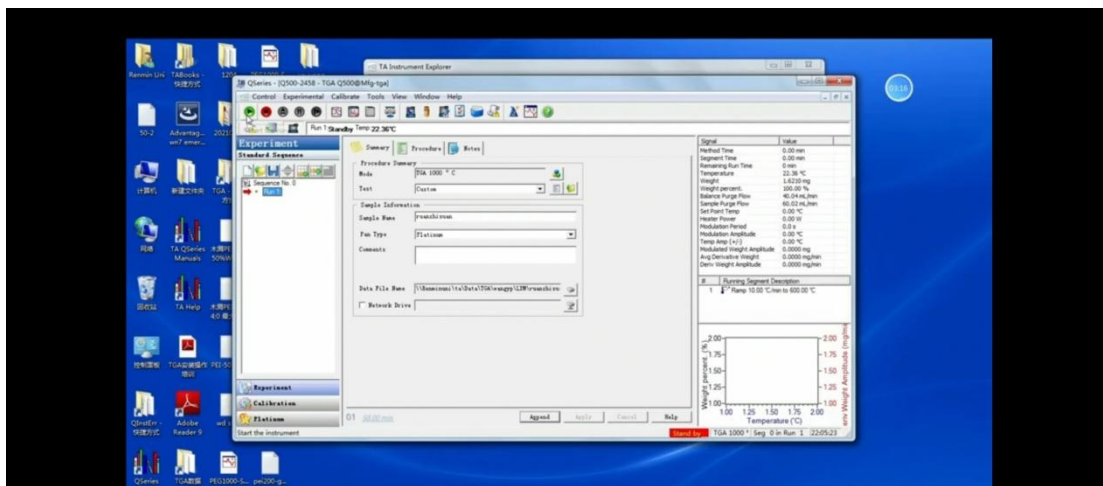
于 Procedure 中【Post Test Parameters】可以选择实验结束后加热炉自动开启或闭合，是否启动强制空气冷却。



于 Notes 中输入操作者、备注、调整吹扫气体流量

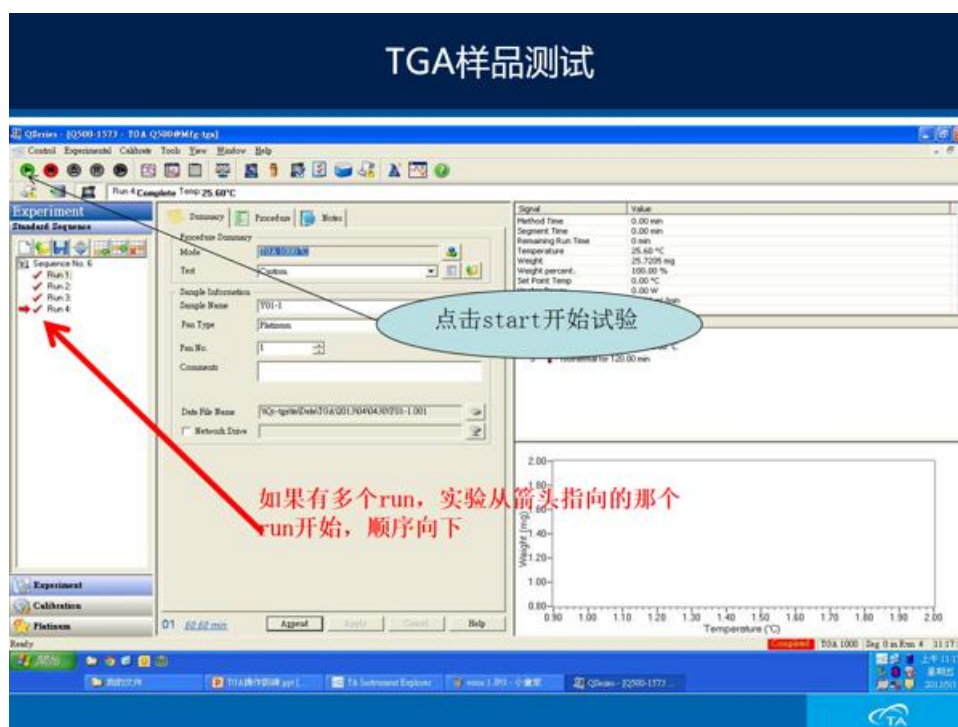


编辑完后按【Apply】

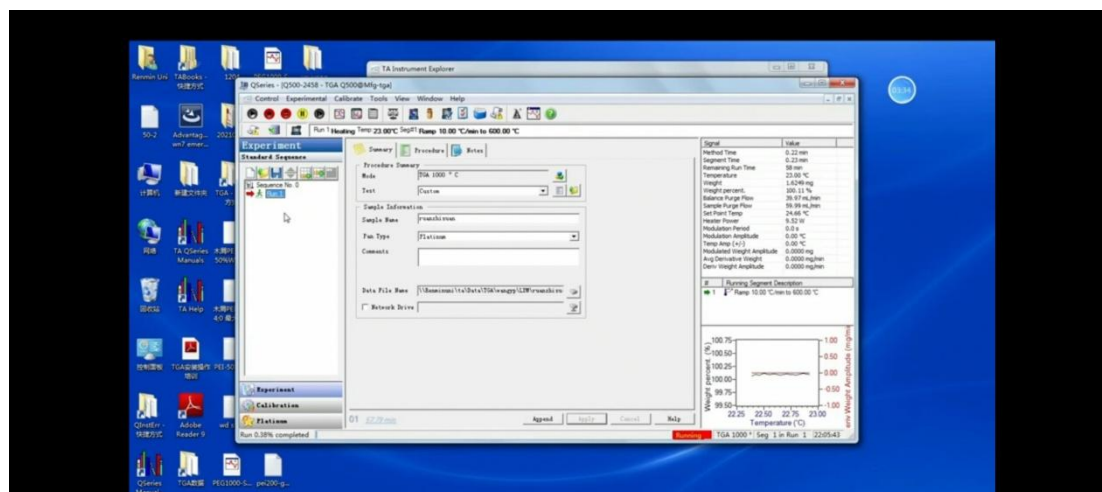


### 3.9.3 升温启动与实时监控

升温过程中持续监控 20-30 分钟：



温度曲线：应呈平滑上升趋势（无突升、突降，平台阶段曲线水平，波动 $\leq 0.5^{\circ}\text{C}$ ）；



在实验进行中可选取【Full Size Plot View】、【Plot View】等键来观看实验的实时图形。

可实时对未完成的实验步骤进行修改，在实验程序的空白处单击右键，可以选择“Modify Running Method”修改程序，或者选择“Go To Next Segment”直接进行下一步。

只要在联机(ON-Line)状态下，TGA所产生的数据会自动一次次转到计算机硬盘中，实验结束后，完整的档案便会存储到硬盘里。

如果因为某种原因联机失败的话，实验数据仍持续存到主机内的内存，只要不要关机或另外再进行新的实验，数据就不会流失，只要再选择 TOOL/Date Transfer 之后，便可以强制将内存内的数据转存到硬盘之内。

若不主动停止实验的话，则会依据原先载入的方法完成整个实验，假定中途觉得不需要再进行实验的话，可以按【Stop】键停止(数据有存盘)或按【Reject】键停止(数据不存档)。结束实验与结果分析后，可将计算机关闭，关闭时将打开的窗口一一关掉后，再按“Shout Down”，这是正常结束程序。

### 3.10 样品取出、数据存储与实验收尾

#### 3.10.1 炉体降温等待

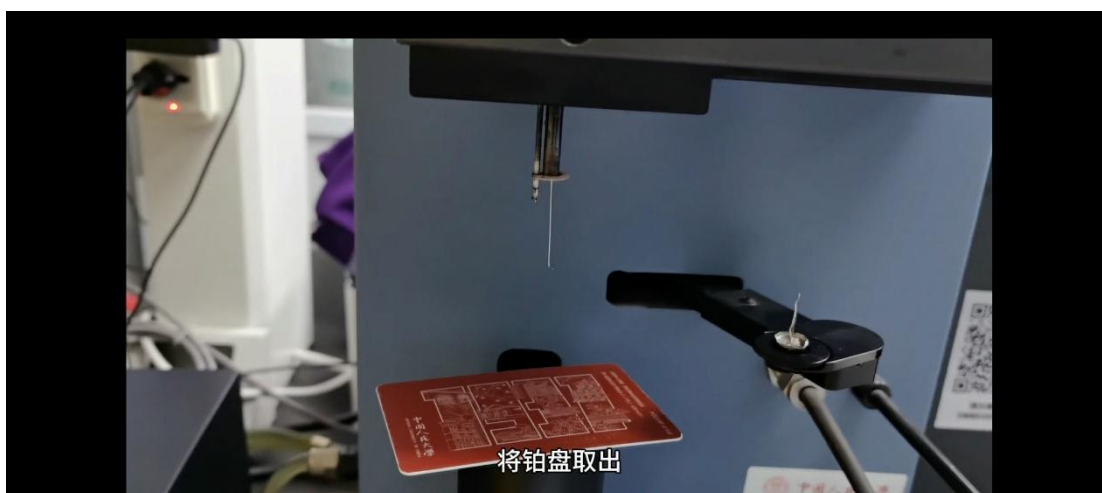
停止升温后，仪器进入自然降温阶段，此时禁止立即打开炉体或取出样品（炉体温度过高，易导致烫伤或样品氧化），需持续监控软件温度显示，等待温度降至 50℃以下（面板显示 $\leq 50^{\circ}\text{C}$ ）。

降温过程约 15-20 分钟，期间可进行数据初步查看（如曲线形状、关键温度点），但请勿关闭软件或断开设备连接。

#### 3.10.2 炉体下降与小孔封堵

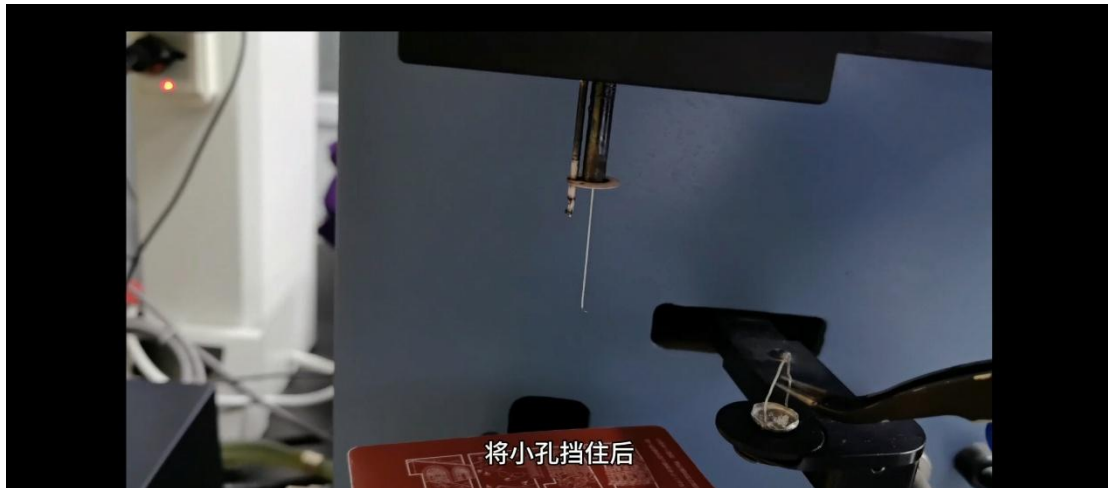


按【FURNACE】键关闭炉子。关闭炉子可以避免空气流动影响到重量读取。注意记得一定要在仪器参数窗口中的实验终止状态区选择关闭炉子（Procedure/Post Test/Furnace Closed）。因为在加热炉下方有磁力棒的时候，会阻碍炉子的降下。如果要打开，可能会损坏炉子。



### 3.10.3 样品取出与处理

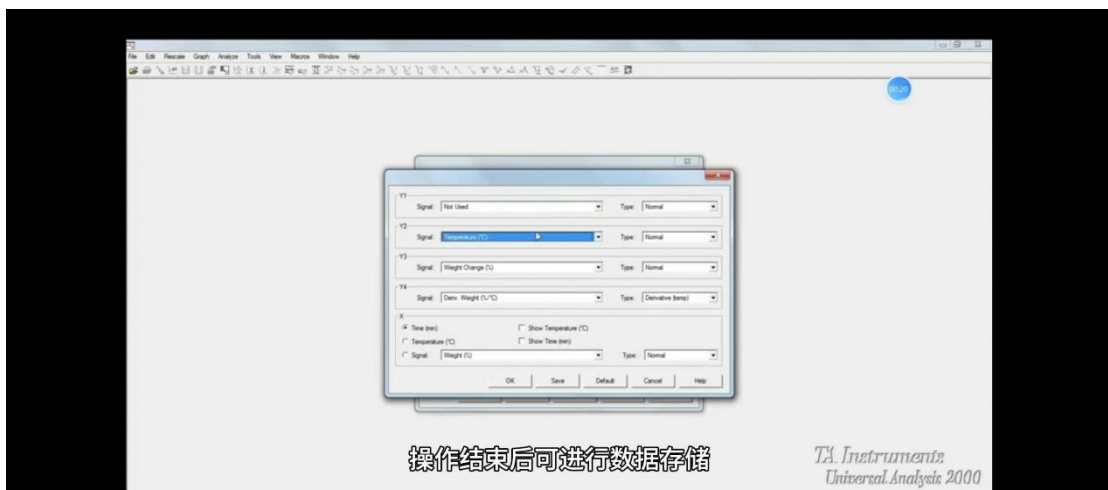
用镊子小心夹取悬挂在拨盘挂钩上的薄盘（连带磨盘上的样品），缓慢取出，避免样品洒落，将其放入专用样品回收盒（位于实验台右侧，标注“待分析样品”）。



若样品已完全分解（无固体残留），将薄盘与磨盘分别用酒精棉擦拭干净，薄盘放入“清洁薄盘盒”，磨盘放回工具箱；若有固体残留，将残留样品刮入样品管，标记后放入样品储存柜，薄盘与磨盘按上述方法清洁。

### 3.10.4 数据存储

数据参数选择. 在软件主界面点击“数据设置”→“坐标轴设置”，弹出参数选择窗口：



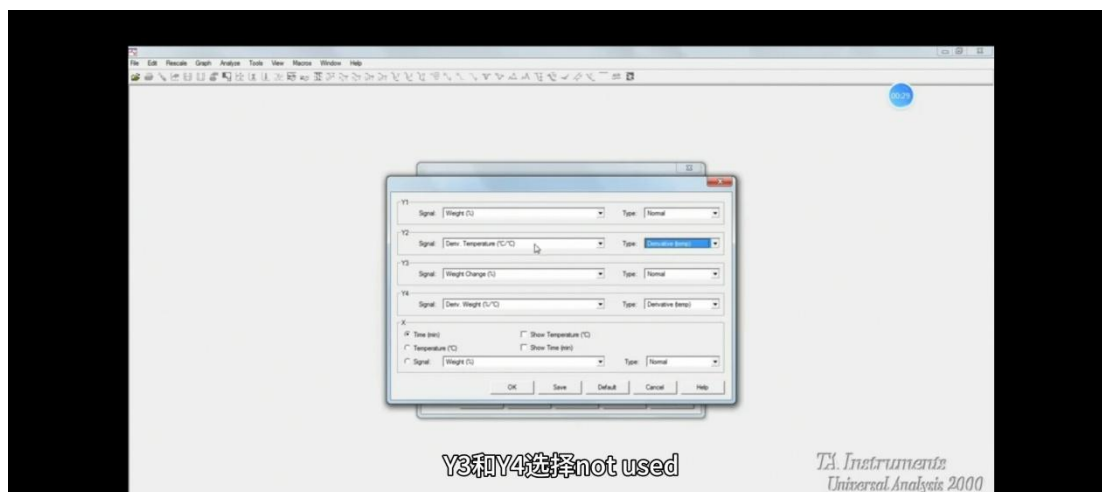
Y1 轴：在下拉菜单中选择“weight”（质量），单位设置为“mg”；

Y2 轴：同样选择“weight”，单位“mg”（用于对比质量变化趋势）；

Y3 轴：选择 “not used”（不启用）；

Y4 轴：选择 “not used”；

点击 “确定”，软件数据显示区仅保留质量相关参数，曲线绘制区显示质量 - 时间曲线（蓝色）与温度 - 时间曲线（红色），便于后续分析。



### 3.10.5 数据保存

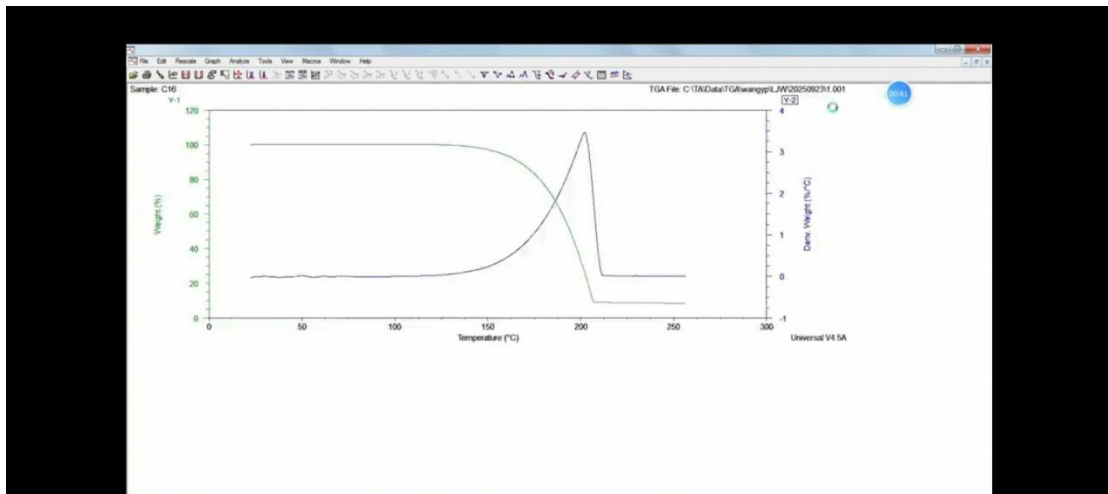
点击软件 “文件” → “保存数据”，弹出保存窗口，默认存储路径为之前设置的 “D:\ 实验数据 \20250927”，文件名自动生成（包含样品名称、实验时间，如 “SampleA-202509271430”），格式为 “.tga”（软件专用格式，包含时间、温度、质量的原始数据）。

点击 “保存”，软件状态栏显示 “保存成功”，此时可在存储路径中找到对应的 “.tga” 文件，确认文件大小（约 1-2MB，根据实验时间长短变化），避免保存失败。

### 3.10.6 数据导出与命名

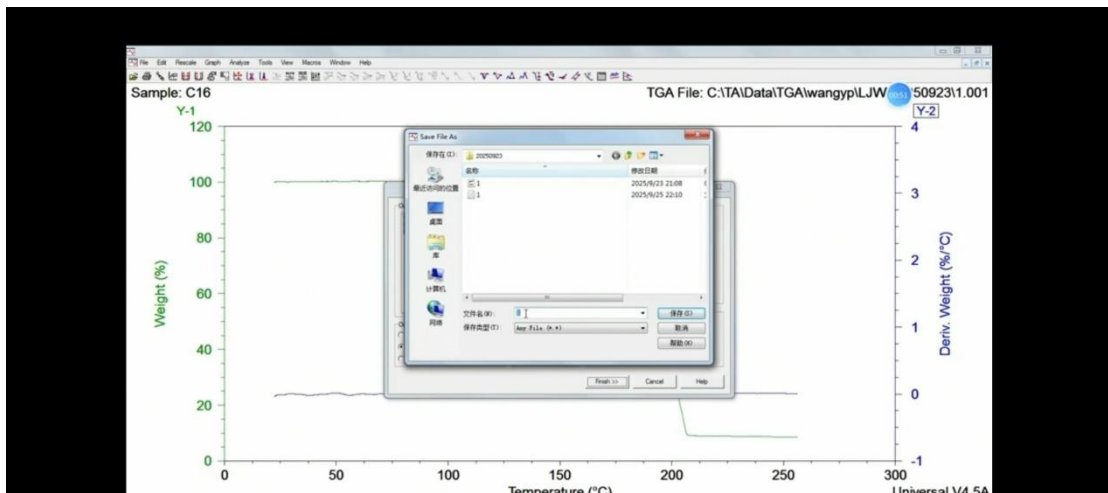
点击 “文件” → “导出数据”，在导出格式中选择 “文本文件 (.txt)”（便于用 Excel 等软件进一步分析），弹出导出窗口：

确认导出数据范围：选择“全部数据”（包含整个升温过程的所有测量点，每 10 秒一个数据点）；



命名规则：按“样品名称 - 称量质量 - 实验日期 - 编号”格式命名，如“SampleA-4.987mg-20250927-001.txt”；

点击“导出”，等待导出完成（约 10 秒），打开导出的文本文件，检查数据完整性：包含表头（时间 /s、温度 /°C、质量 /mg）与对应的数值，无缺失或乱码，若有异常，重新导出。



### 3.11 实验结束与设备关闭

#### 3.11.1 气路系统关闭

先关闭分气阀：握住分气阀旋钮，沿 “decrease” 方向顺时针旋转，直至旋钮无法转动（力度适中，避免损坏螺纹），观察流量刻度盘指针回到 0 刻度，确认分气阀完全关闭。



再关闭总气阀：沿顺时针方向旋转总气阀旋钮，直至拧紧（标记 “OFF” 对齐），观察气路压力表指针归零，无残余压力；关闭气路控制箱门，将肥皂水、毛刷放回工具箱。



### 3.11.2 仪器电源关闭

在软件界面点击 “操作” → “关机”，仪器进行关机自检（关闭加热模块、气路模块、升降系统），面板指示灯从绿色逐渐变为红色，自检完成后显示 “可关机”。

按下仪器左侧的总电源开关（红色按钮，弹出状态），仪器完全断电；关闭软件（点击右上角“×”，确认“是否保存当前设置”，选择“否”），关闭电脑（点击“开始”→“关机”，



### 3.11.3 实验台整理与记录

清理实验台面：用无尘布擦拭仪器表面、电脑桌面、天平台面，将镊子、硅胶塞、薄盘、磨盘等工具清洗干净（薄盘与磨盘用去离子水冲洗后晾干），放回工具箱对应位置。

将导出的数据文件拷贝至实验室服务器（路径“//Server/热分析实验数据 / 202509”），样品管放入样品储存柜（按样品名称分类存放）。

填写实验日志：记录实验日期、样品名称、称量质量、升温参数、实验异常情况（如无异常则写“无”）、数据文件路径，签字确认后，实验操作全部结束。

## 四、数据处理

### 4.1 txt 数据文件基础校验

#### 4.1.1 文件结构确认

#### 4.1.2 数据范围初筛

快速浏览 “温度 (°C)” 列：确认数据从室温（如 25°C）升至最高设定温度（如 450°C），无断崖式跳变（如从 300°C 骤降至 50°C）；“质量 (mg)” 列初始值应与样品称量质量一致（如 4.987mg），无初始值为 0 或负数的情况（排除铂盘去皮不彻底导致的误差）。标记异常数据段（如温度未达设定值、质量骤降超过 1mg），后续需结合实验记录分析原因（如样品喷溅、气路中断）。

#### 4.1.3 数据导入与格式规范（以 Excel 为例）

##### Excel 导入步骤

打开 Excel，点击 “数据” → “自文本 / CSV”，选择目标 txt 文件：

第一步 “导入向导”：勾选 “分隔符号”，点击 “下一步”；

第二步：勾选 “制表符”，取消其他分隔符（如逗号、空格），预览窗显示数据列清晰分隔，点击 “下一步”；

第三步：“数据格式” 设置：“时间 (s)” 列设为 “数值”（保留 0 位小数），“温度 (°C)” 设为 “数值”（保留 1 位小数），“质量 (mg)” 设为 “数值”（保留 3 位小数，匹配分析天平精度），“状态码” 设为 “文本”，点击 “完成”，数据导入至 Excel 工作表（A-D 列依次对应 4 个参数）。

##### 辅助列创建

在 E 列插入 “时间 (min)” 列（便于曲线横坐标显示）：E2 单元格输入公式 “=A2/60”，下拉填充至最后一行数据，设置为 “数值”（保留 1 位小数）；

在 F 列插入 “质量保留率 (%)” 列（核心分析参数）：F2 单元格输入公式 “=(C2/C2)\*100”（C2 为初始样品质量，锁定行号避

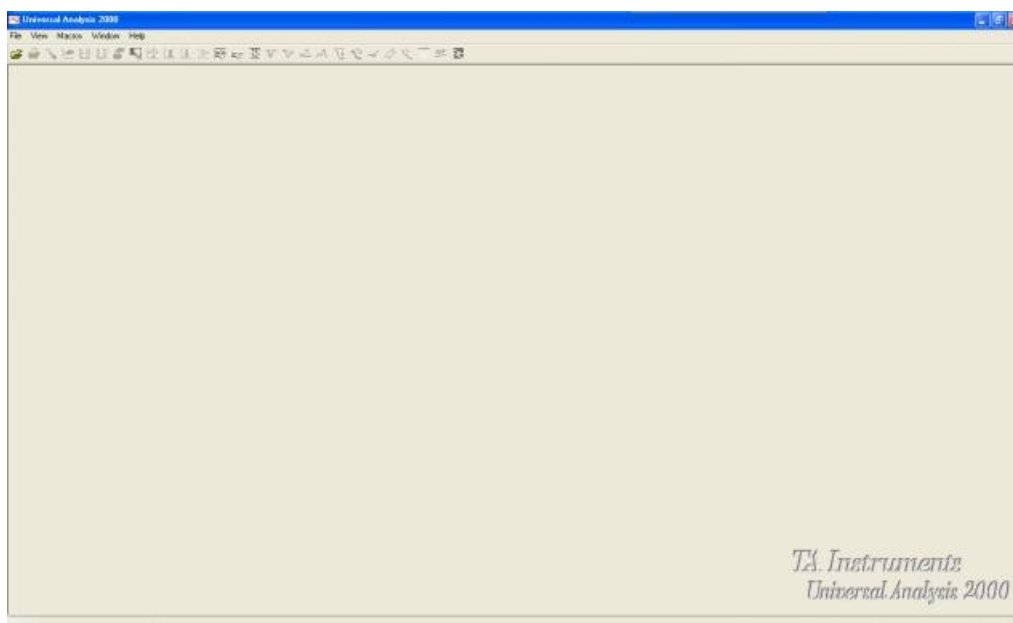
免下拉时偏移)，下拉填充，设置为“数值”（保留 2 位小数），该参数用于直观反映样品热稳定性（保留率越高，热稳定性越强）。

## 4.2 关键参数计算（热分析核心指标）

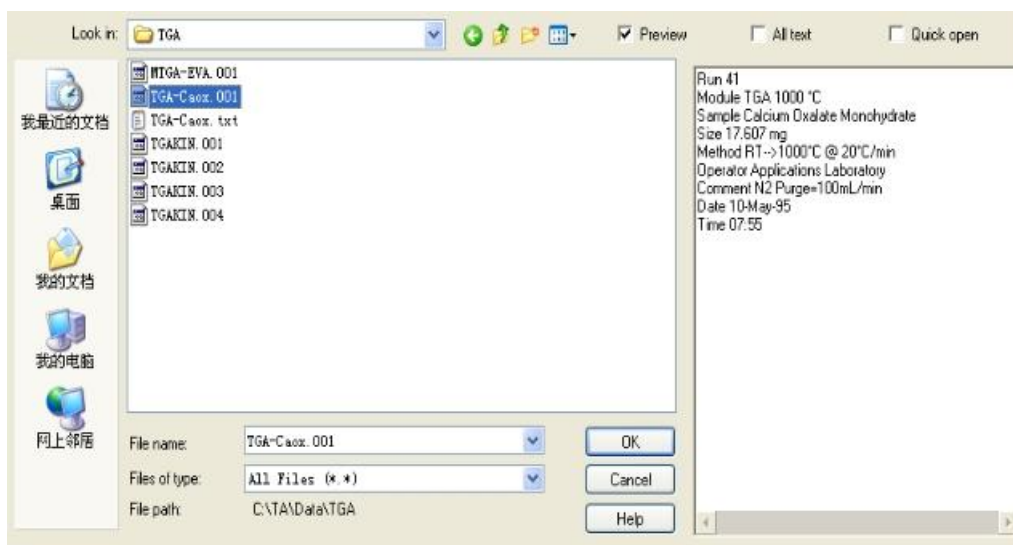
TA 仪器的通用分析程序 Universal Analysis Program，可分析各式各样不同的热分析数据资料。

### 4.2.1 基本数据处理

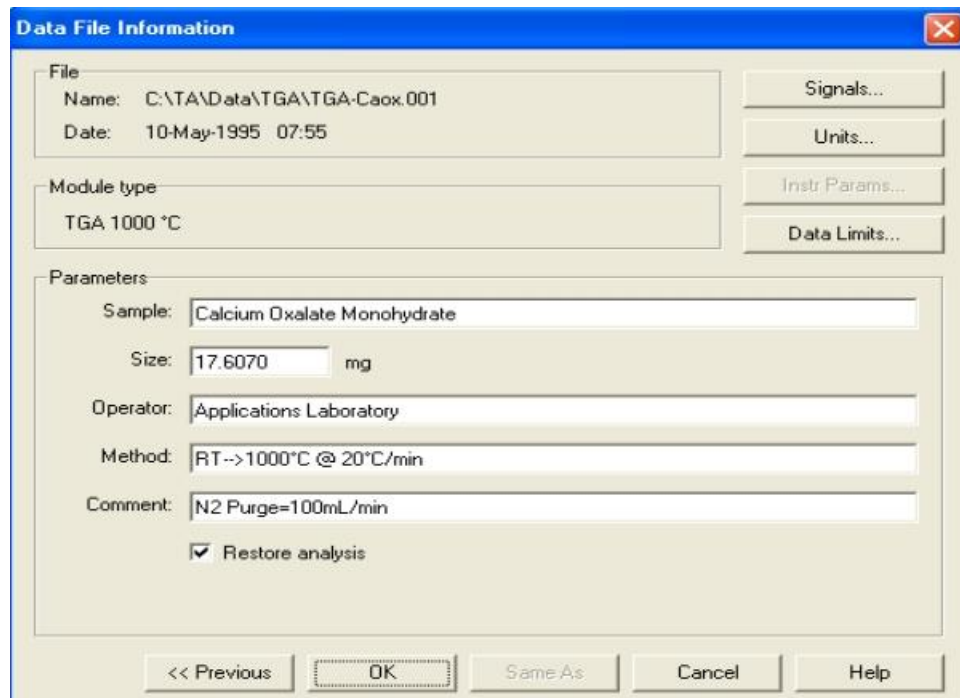
选择【Universal Analysis】软件，便会显示如下之窗口



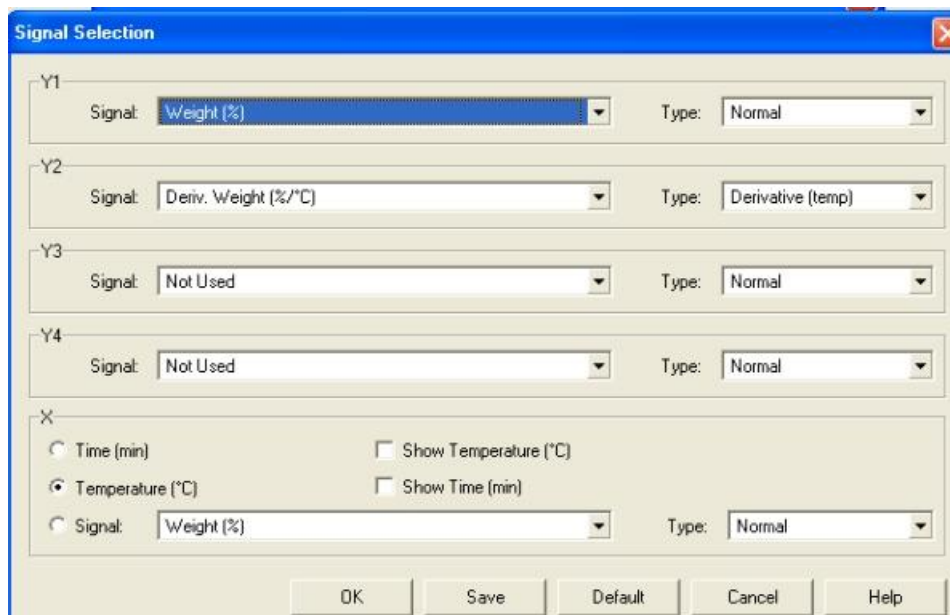
按 File/Open 中选择欲分析的档案



选好后，便会出现 Data File Information 窗口



在窗口右上角的【Signals】按钮上按一下，便会出现窗口

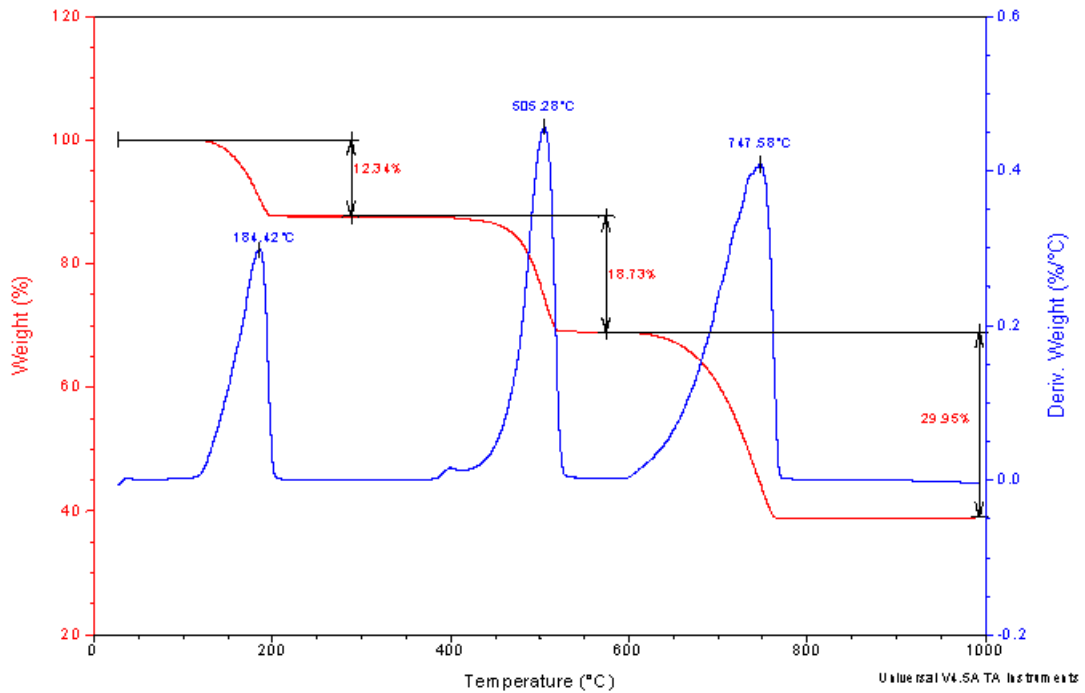


可在窗口内选择 Y 与 X 轴讯号与种类，进入 Units 选择 Y 轴与 X 轴的单位，当所有讯号都选择完毕，按 OK，屏幕上便出现窗口

Sample: Calcium Oxalate Monohydrate  
Size: 17.6070 mg  
Method: RT-> 1000 °C @ 20 °C/min  
Comment: N2 Purge= 100mL/min

TGA

File: C:\T A\Data\TGA\TGA-Caox.001  
Operator: Applications Laboratory  
Run Date: 10-May-1995 07:55



选择 Analyze 底下各种分析功能在选定范围后分析图谱，选择 Rescale 与 Graph 底下的功能去调整图形刻度与设定，分析完毕可以由 File/Save Analysis 保存分析的文档，也可以选择“Export Plot”导出图谱，“Export PDF File”导出 pdf 文档，或“Export Data file”导出原始数据。由 Edit/Copy Plot 命令可以复制图谱，可直接粘贴到 Office 文档中

#### 4.2.2 热分解起始温度 (Tonset) 计算

基于“温度 (°C) - 质量保留率 (%)”曲线，采用“切线法”计算：

第一步：在 Excel 中筛选“质量保留率 (%)”开始下降的连续数据段（如从 99.8% 降至 95%），对应温度范围设为“疑似分解区间”（如 320-380°C）；

第二步：在该区间取两点（如温度 320℃时保留率 99.8%，温度 380℃时保留率 95.0%），计算分解段切线斜率： $k=(95.0-99.8)/(380-320)=-0.08\%/^{\circ}\text{C}$ ；

第三步：计算初始质量保留率（如 99.8%）的水平线与切线的交点：设交点温度为  $T_{\text{onset}}$ ，代入公式“ $99.8 = -0.08*(T_{\text{onset}}-320)+99.8$ ”，解得  $T_{\text{onset}}=320^{\circ}\text{C}$ （实际计算需根据具体数据调整，若分解段为曲线，需用 Origin 的“切线工具”自动拟合，精度更高）。

#### 4.2.3 热分解峰值温度（ $T_{\text{peak}}$ ）与残重率计算

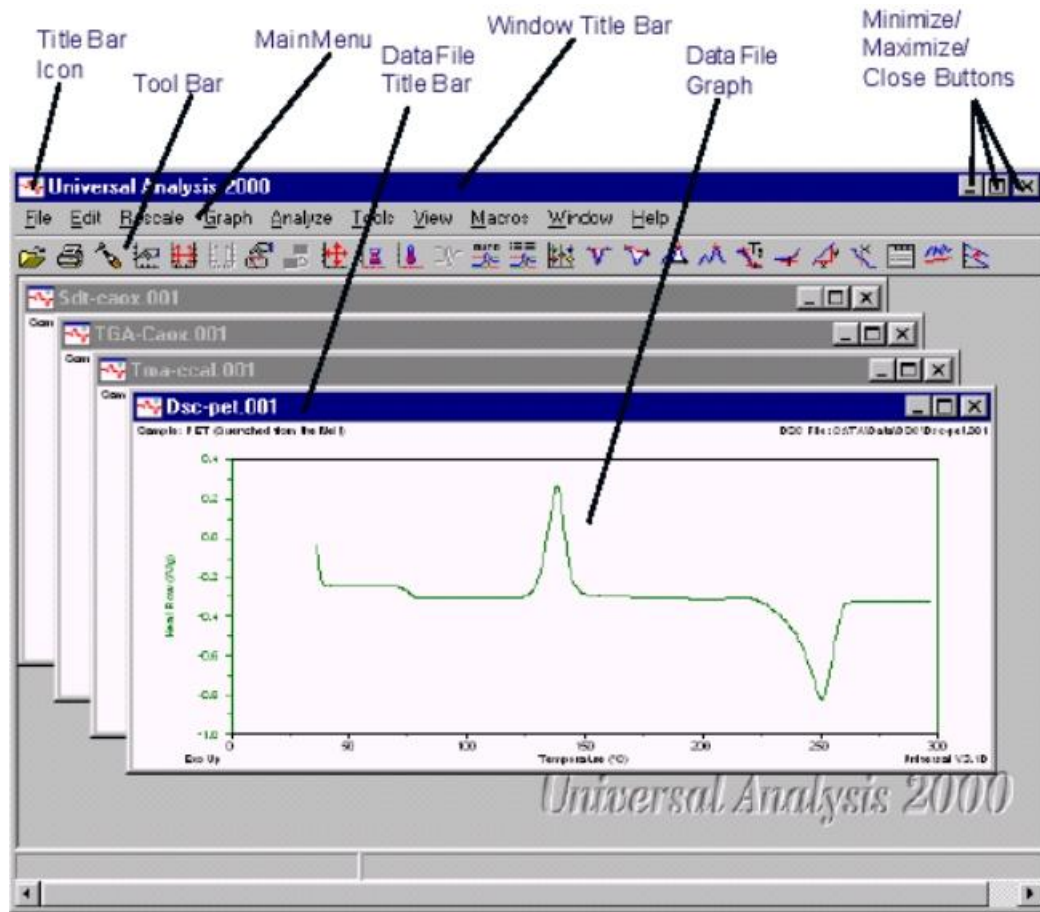
$T_{\text{peak}}$ ：筛选“质量保留率（%）”下降速率最快的点（即质量变化率绝对值最大），对应温度即为  $T_{\text{peak}}$ 。在 Excel 中插入“质量变化率（%/min）”列（G 列）：G3 单元格输入公式“ $=(F3-F2)/(E3-E2)$ ”，下拉填充，找到 G 列绝对值最大的数值（如  $-2.5\%/min$ ），对应温度即为  $T_{\text{peak}}$ （如  $350^{\circ}\text{C}$ ）；

残重率：实验结束时（最后一行数据）的质量保留率，即 F 列最后一行数值（如 85.20%），计算公式为“（最终质量 / 初始样品质量）\*100%”，反映样品在最高温度下的残留量（残重率高说明样品耐热性强，若残重率低于 50%，需结合样品特性判断是否为正常分解，如聚合物样品完全分解残重率接近 0）。

#### 4.2.4 软件其他窗口

部分窗口(Parts of the Window)

在 Universal Analysis 的窗口上，可大约一次开启 10 个数据文件，外加一个选图之曲线图，每一个窗口的抬头，都会显示出数据文件的名称。如下



### 主要目录(Main Menu)



主要目录是用来执行档案数据上的各式各样功能。下面表格为主要目录里几个功能选项的说明：

Menu	目录	叙述(Description)
File	档案	使用档案项目，可开启数据文件，并执行各种不同的功能；如开启窗口、关闭窗口、储存分析、数据输出、执行打印...等等。
Edit	编辑	使用编辑项目，可在现有图形上，执行

		多种编辑功能；如删除、调整、及图形批注。
Rescale	重新调节坐标	使用重新调节坐标的功能，可修改限定重点、重新制定分析范围。修改轴上的量定范围，借着局部放大、缩小现有图形的部分来作分析。
Graph	图表	使用图表项目，可自由选择修改讯号、单位、参数、限定数据、曲线图等来制定图形。
Analyze	分析	使用分析项目可用来选择您要为现有的数据文件作何种分析。此分析项目里所包含的分析种类，都是特别设计，也是目前最实用的。
Tools	工具	使用工具项目，在现有图形中作各种不同功能的运用；如把图形平滑、平移、旋转，也可在两轴上执行曲线的变形。还可以进行基线扣除。
View	检视	使用检视项目，可观察结果、数据、方法等内容，借着运用 Report Editor 程序，来检阅并编辑报告。
Window	窗口	使用窗口项目，可连结屏幕上数个开启的窗口。
Help	帮忙	使用帮忙项目，可运用快捷方式找到 Help 的主题内容、在线查询手册、及产品数据。

## 工具列(Tool Bar)



在 Universal Analysis 的主要窗口上，有一个工具列图表，只要在图表按钮上点一下，便可执行出主要目录项目之操作相同功能的效果。

可执行主要目录上的档案【File】/选项【Options】，在窗口上会显示出整页的工具项目，可设定、圈选最常使用的工具项；如下图所设定的一些最常用工具列。若记不住每一个插图按钮的用法，可将光标移到插图按钮上，再按钮下方会出现一个长方形，上面写着工具项名称。这个就是所谓的实时辅助 flyover help。

## 执行基本程序操作 Performing Basic Program Operations

本段落将介绍这本手册中的三个基本操作事项：重新制定

Rescaling、曲线分析 Analyzing the Curve、取得报告 Obtaining Reports。详细内容可参考 Universal Analysis 在线查询手册，或其它数据的讲解。

## 重新制定图形范围 Rescaling the Graph

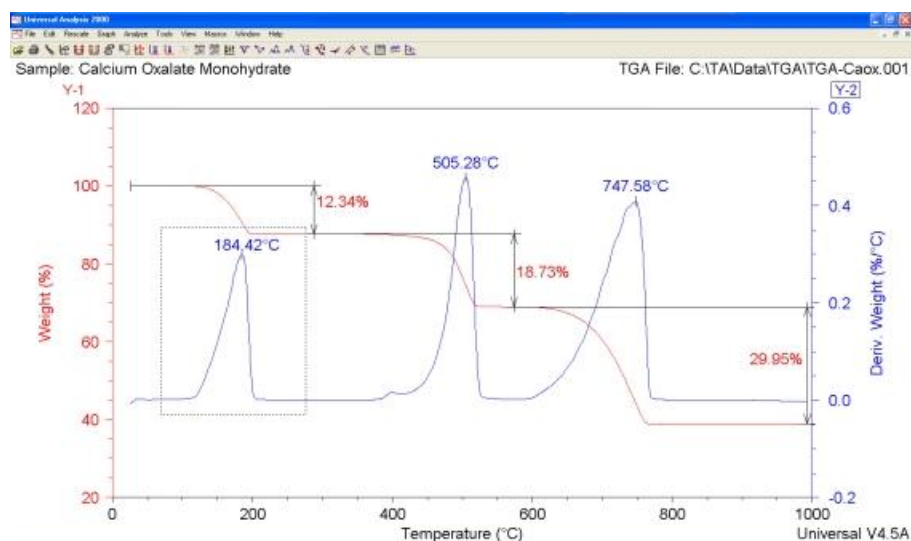
通常在执行曲线分析时，会选定局部曲线加上缩小放大来作分析，可直接使用缩放方块，或在 Rescale 选项选取。

## 使用缩放方块 Using the Zoom Box

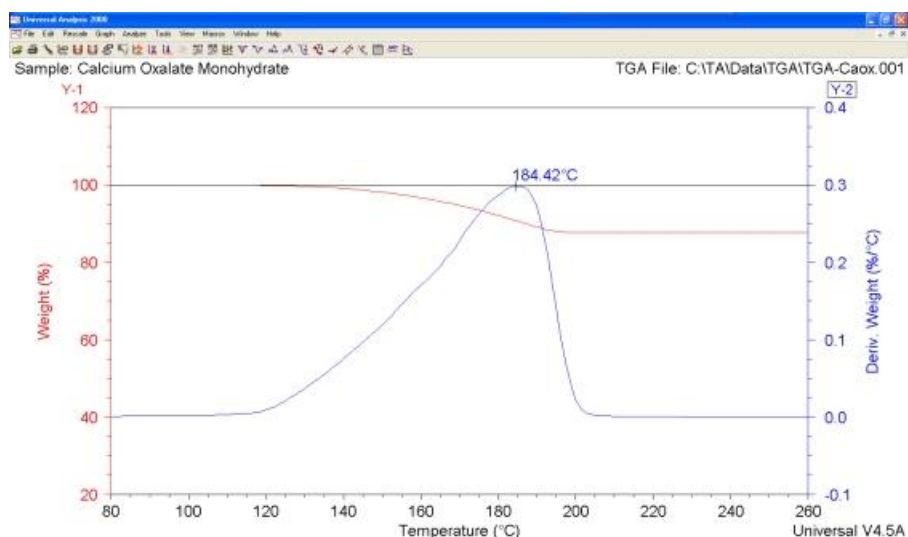
使用缩放方块是重新设定 rescale 的最快方法。很轻易的使用鼠

标，在区在线作局部放大分析。请依照下列指示来进行局部缩小放大。

1. 将光标点在要放大的区域上，按下鼠标左键不放并移动鼠标，便会在原来的光标上出现缩放范围虚线框框，继续移动鼠标，把所要放大的曲线范围，用虚线框住。



2. 放开鼠标，确认所选的范围无误，再将光标移到框框内，在鼠标左键按一下，便可出现放大图。



可以重复使用上面介绍的放大步骤，来放大区在线的小区域，若要

还原到刚刚的选择范围，只要按 Ctrl-U 或选择 Rescale/Previous Limits 即可。

### 使用窗体重新设定范围 Rescaling Using the Menu

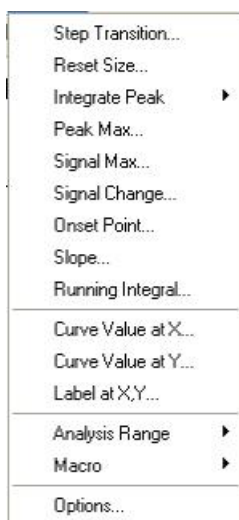
也可以执行其它特定种类的重新设定操作方法：从主要窗体里选出 Rescale，便会显示副窗体，从副窗体的选项中，选择要执行的项目。



下面图表格将针对副窗体的功能作进一步的介绍：

Menu Item	窗体选项	叙述 Description
Manual	手动设定	藉由输入数字号码来设定范围。
Cursor	滑动游标	使用可滑动绘图光标，来重新绘制图形。
Zoom Out	缩小镜头	当选择使用缩小镜头的选项时，会使原来的影像缩小；在此选项上每按一下，便可做比

		率性的缩小
Previous Limits	先前设定范围	<p>在刚得到的图形屏幕作任何尺度改变之前，选先前设定范围的选项可重新绘图；只有在 Rescale 选项上，重新设定的尺度范围会受影响，其它颜色及批注不变。再一次选择先前设定范围，图形会回到刚刚的上一张图表。</p> <p>快捷方式 Ctrl-U</p>
Full Scale	完整范围	<p>从数据文件中，得到的第一次图形是具备完整范围的图形。此图形会依据选定轴本身的最大值与最小值，自动显示出完整范围。</p>
Common Scale	一般范围	<p>(适用双轴或双轴以上的图形)，调整一般的轴(具备相同单位)，使它与所选定的轴具相同范围。</p>
Stack Axes	堆积轴	<p>(适用双轴或双轴以上的图形)，当选定堆积轴时，需调整 Y 轴，当轴上的曲线会自动一个迭上一个；且任何一个轴上的曲线不会迭排在任何一个轴上。</p>



## 曲线分析 Analyzing the Curve

执行分析用的窗体：

在主窗体上选 Analyze (如右图所示分析窗体)，或将光标移到图形范围内，点一下鼠标的右键，便会显示出如右图的抽取式窗体。

我们将于下一表，针对一般分析 general analyze 的选项内容，作简略的介绍。

关于 Analyze 选项的进一步讯息，请参考其它文献数据，或在 Universal Analysis 程序中作在线查询。

Options	选项	叙述 Description
Step Transition	阶梯跃变	计算台阶式变化的起始点、终止点、最大转变点、及信号改变量。如，应该改命令可以判定 TGA 数据的起始分解温度、每步的重量损失%
Reset Size	重设质量 (尺寸)	对于 TGA 和 TMA，可以修改用于计算的样品量 (或尺寸)，应用此命令可以补偿样品由于条件的变化引起的质量或尺寸变化 (如挥发、吸附、松弛、固化等)
Integrate Peak	峰值积分	计算热转换、熔化峰始点温度、最大峰值温度和峰面积。
Peak Max	峰最大	确定相对于一条线性基线的峰点值
Signal Max	信号最大	用于计算两个选定点之间的最大信号

		值。
Signal Change	信号变化	用于确定一条曲线上两点之间信号的变化量。
Onset Point	起始点	确定任何可更改基线斜率的热转变的始点。
Slope	斜线	计算选定曲线区域的平均斜线。
Running Integral	执行积分	绘制另一条曲线，进行数据累积积分。
Curve Value	曲线值	确定曲线上任意点的 X、Y 坐标。
Lable at X, Y	点值	确定曲线图界限内任意点的 X 和 Y 坐标。
Analysis Range	分析范围	使用“分析范围”选项从原始 X 轴范围的部分中设置分析范围，进而将要分析的数据限定在所选的范围中。这些分析功能将看不到此范围之外的数据，但是仍然保留已经在这些曲线上执行的分析。
Macro	宏	使用此菜单选项从显示的列表中打开一个宏。宏用于执行数据文件的“自动分析”。如果尚未创建宏，则此列表中不显示任何项。
Options	选项	使用“分析”菜单中的“选项”菜单项可设置在分析数据文件时使用的参数。

### 使用报告编辑 Using the Report Editor

报告编辑程序是包含在通用分析 Universal Analysis 中的独立程

序，可以用来显示、编辑、插入及打印报告。您也可以把它运用在文章的撰写、编辑与打印。

**註解：**

在通用分析 **Universal Analysis** 中，一個時段內只能運用一個報告編輯視窗。倘若本視窗已開啟或在最小狀態，並且檢視 **View** 的功能也在執行中，目前視窗上的資料會被最新選定的訊息所取代。

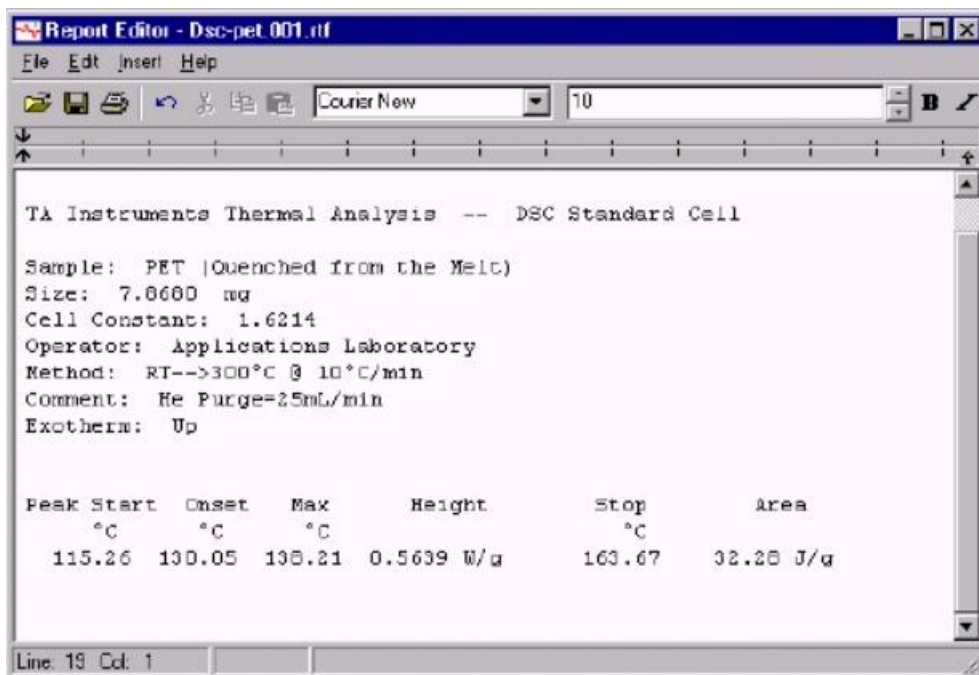
请按照下面的步骤，来进行通用分析报告的检视、编辑与打印。

1. 选出要打印曲线报告的窗口：您可以藉由 Windows 目录来选取，也可以直接在档案窗口上点选。
2. 从检视 View 目录上作功能选项，选定后，报告编辑程序会自动开启，并与报告同时显现出来。
3. 在报告编辑程序目录上，可找到编辑或打印的功能选项。

Options	选项	叙述 Description
Results Report	结果报告	使用此功能检视分析并作成书面报告。
Data Table	数据图表	使用此数据图表功能显示样本数据报告，并从数据文件中点示出原始资料。若用在较多多样化的数据上，譬如频率或振幅等，每一个多样化的值，都会有一个各别的数据图表

Parameter Block	参数区	使用参数区功能，可浏览所有实验参数表，这些参数都是当时曾经被用来取得数据的参数，并加以储存在数据文件中。
Method Log	方法纪录表	使用方法纪录表功能，可浏览所有纪录过的方法，这些方法都是当时曾经被用来作为资料的取得。每一个实验方法，都是由一群事先设计好的解说程序单元所组成，这些单元都会被输送到要做分析的仪器中
Report Editor	报告编辑	使用报告编辑功能，可开启报告编辑程序，我们将于下一个单元作进一步的介绍。

下图为结果报告范例：



## 储存结果与程序过程 (Saving the Results and Program Session)

如果要储存分析结果，或整个实验的过程，可下列做法：

1. 从主目录上选取 **【File/ Save Analysis】**，可将现有的分析，储存到档案数据中供未来使用。
2. 从主目录上选取 **【File/ Save Session】**，可将现有已分析档案储存到档案数据中供未来使用，亦可储存迭图的分析结果。

## 离开程序 (Exiting the Program)


当完成数据分析后，可以从主目录上选取 **【File/Exit】** 来离开程序。

### Advantage 工具列

按 键	功 能
	Start: 开始实验
	Stop: 停止实践并纪录停止前之数据
	Reject: 停止并放弃实验数据
	Hold: 暂停实验，除非按 Resume 继续实验或是按 Stop 停止实验
	Resume: 解除暂停的指令，使实验得以继续下去
	RealTime Plot Full Screen View: 用全屏幕观看实时窗口
	RealTime Plot Pane View: 除了实时窗口外还可观看讯号格、方法步骤格、顺序格
	Experiment Pane View: 除了实时窗口、讯号格、方法

	步骤格、顺序格之外还可观看实验窗口，同时实验窗口也是编辑实验名称、档名与方法等的地方
	Tare: 执行空盘归零
	Instrument Setup: 进入仪器装置窗口
	Calibrate Weight: 执行重量校正
	Calibration Analysis: 进入校正程序的分析窗口
	Instrument Preferences: 进入仪器优先领域
	User Preferences: 可开启使用者偏爱窗口，如此可在里面设定使用者喜爱的型式
	File Utility: 进入档案实用窗口
	Error Log: 进入错误记录窗口
	Experiment Wizard: 进入实验向导窗口
	Universal Analysis: 可开启分析软件

## 附录二




选项 Segment	叙述 Description
温度跳动 <b>【Jump】</b> 	温度跳动步骤会立刻改变设点温度，造成样品温度呈弹跳式的改变。这个步骤然后可允许下一个步骤的立即执行(接下来的步骤通常是定温步骤)。注意使用这个步骤可能会造成巨大的温度过冲(overshoot)。这项步骤不会自动起始数据收集动作。
平衡温度	平衡温度步骤会加热或是冷却样品到达


<p><b>【Equilibrate】</b></p> 	<p>定义温度，以加热器让样品在此温度上达到稳定，然后继续执行下一个步骤，这个步骤不会自动起始数据收集。</p>
<p>起始温度</p> <p><b>【Initial Temperature】</b></p> 	<p>起始温度步骤会把加热炉加热或冷却到定义温度，在这个温度上达到稳定，然后维持这个温度直到继续执行实验，你可以选择主要菜单中的控制/重新开始功能。按下仪器控制键板上的开始 (START) 键。当温度已经达到稳定后，仪器状态显示列上将会出现“ready”。这个步骤不会自动起始数据收集。</p> <p>例如：Initial Temp200° C: 起始温度设定 200° C</p>
<p>线性升/降温</p> <p><b>【Ramp】</b></p> 	<p>线性升温/降温步骤会以固定比率加热或是冷却样品直到定义的温度，它会在温度和时间的关系图上产生一条直线。这个步骤会自动打开数据收集，除非预先执行关闭数据收集步骤。</p> <p>例如：Ramp10° C/min to 200° C 以每分钟 10° C 的速率升温到 200° C。</p>
<p>恒温</p> <p><b>【Isothermal】</b></p> 	<p>恒温步骤会把样品温度维持在当前的温度(如果前一个步骤所设定的)一段特定的时间。这个步骤会自动打开数据收集，除非预先执行关闭数据收集步骤。</p>

	<p>例如: Isothermal for 10 min 保持原温度 10 分钟</p>
<p>阶梯温变</p> <p>【Step】</p> 	<p>阶梯温变会让温度在每个特定的时间间隔里跳动一定度数的温度，一直达到最终温度为止。这个步骤会自动打开数据收集，除非预先执行关闭数据收集步骤。</p> <p>例如: Step 5° C /2min to 200° C 以每两分钟内升温 5° C 一直到 200° C。</p>
<p>定额温变</p> <p>【Increment】</p> 	<p>定额温变步骤会依控制步骤升高或降低定额温度，让温度平衡，然后开始下一个步骤。</p> <p>例如: Increment 5° C 升温 5° C</p>
<p>重复【Repeat】</p> 	<p>重复步骤可以依指示名称重复执行步骤，它可以让方法中的单一步骤或是多个步骤重复特定的数目。</p> <p>例如: Ramp5° C /min to 200° C 以每分钟 5°C 的速率升温到 200° C。 Ramp5° C /min to 50° C 以每分钟 5° C 的速率降温到 50° C。 Repeat segment 1 for 2 times 重复步骤 1 两次(含上 2 步骤)</p>
<p>重复到最终温度</p>	<p>重复到最终温度步骤可以重复执行方法</p>

<p><b>【Repeat Until Final Temp】</b></p> 	<p>中的单一步骤或是一群多个步骤直达到或是通过最终温度。</p> <p>例如: 1. Equilibrate at 50° C 在 50° C 上达到平衡。</p> <p>2. Isothermal for 5 min 保持等温 5 分钟。</p> <p>3. Increment 10° C 升温 10° C</p> <p>Repeat segment 2 until 200° C 重复步骤 2 到 200° C</p>
<p>依限定条件结束下一步骤</p> <p><b>【Abort Next Segment on Limit】</b></p> 	<p>依限定条件结束下一步骤让你可以在符合指定的限制条件时，跳过或是终止其它的方法步骤。</p> <p>如果在步骤一开始即达到限定条件，此步骤会被跳过，然后方法会继续执行下一个步骤。</p> <p>如果执行到一半时达到的，此步骤剩下的部分会被跳过。</p> <p>注意：限定步骤通常是接在升温梯度、定温等步骤之后的。</p> <p>例如: Equilibrate at 200° C 在 200° C 上达到平衡</p> <p>Abort next segment of mW&gt;1 功率&gt;1mW 时结束下一步骤（即结束恒温）</p> <p>Isothermal for 100min</p>

	保持等温 100 分钟
取点间隔【Sample Interval】 	取点间隔步骤让你可以定义或是修改数据收集的速率。(单位: 秒/点) 例如: sampling interval 0.5 sec/pt 取点间隔每 0.5 秒取一个数据点
气体选择【Gas Selection】 	气体选择步骤是用来控制连接在气体附属辅助功能(GSA)上的气体 1 和气体 2 之间的切换。这个步骤是用来在实验中的指定时间或温度上作同步气体切换。 例如: Select Gas1 选择使用气体 1
物件【Event】 	对象步骤控制外接对象, 透过仪器背面的对象闸作转接。它是用来在实验中, 针对外接硬件作同步控制的工作。 例如: External Event: On 打开外接对象
数据储存【Data Storage】 	数据储存步骤控制实验中的数据收集工作。如果没有使用数据储存步骤, 数据储存会在方法中第一次执行升温梯度、定温、或是阶梯温变步骤的时候自动启动。 例如: Data Storage: On 打开数据储存
空气冷却【Air Cool】	空气冷却步骤控制内部连到压缩空气上的冷却电子圈筏。(空气冷却特征) 例如: Air Cool: On 打开空气冷却功能
标示循环终止	标示循环终止步骤是在使用数据分析程

<p><b>【Mark Cycle End】</b></p> 	<p>序时在数据上加上标示。一般使用标示提供数据的快速剖析，以分离实验步骤(即加热-冷却周期)。循环终止代号会在每次使用到此步骤时由 0 自动增加标记数，因此可以提供执行周期次数的计算。</p> <p>例如：Mark end of cycle 0 循环终止标示为 0</p>
<p>高解析升温速率</p> <p><b>【High Resolution Ramp】</b></p> 	<p>高解析升温速率步骤依照样品的分解速率的改变，来改变加热器的加热/冷却速率，这样可以提高重量改变的分辨率。</p> <p>例如：Ramp 50° C/min res. 4.0 to 800° C</p> <p>以每分钟 50° C 的速率增温到 800° C，分辨率 4.0</p>
<p>高解析灵敏度</p> <p><b>【High Resolution Sensitivity】</b></p> 	<p>高解析灵敏度步骤设定是高分辨率坡度增温步骤的一个附加参数，这个参数可以用来调整高解析样品在温度控制计算上的反应。对于在分解机制上变化性大的典型样品，有时候会必须使用这个步骤。敏感度设定值是一个无单位的数值，范围从 1.0(敏感度最低)到 8.0(敏感度最高)之间。敏感度高倾向于延长实验时间。</p> <p>例如：High Resolution Sensitivity</p>

	2.0 高解析灵敏度 2.0
调制 TGA 【TGA Modulate】 	调制 TGA 步骤让你可以输入特定的温度 振幅震荡和周期(频率)参数，可以用在 后续的升温步骤或恒温步骤。 例如: Modulate +/-4° C every 200 secs 每隔 200 秒重调温度到正负 4 度以内

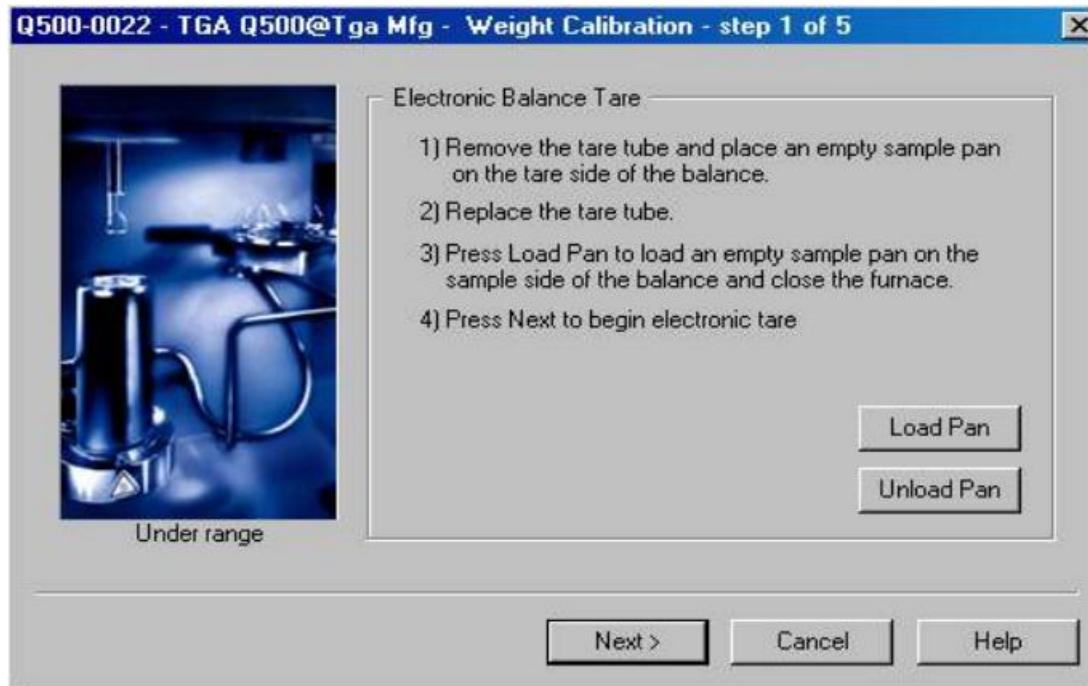
## 五、常见故障处理

### 5.1 仪器校正

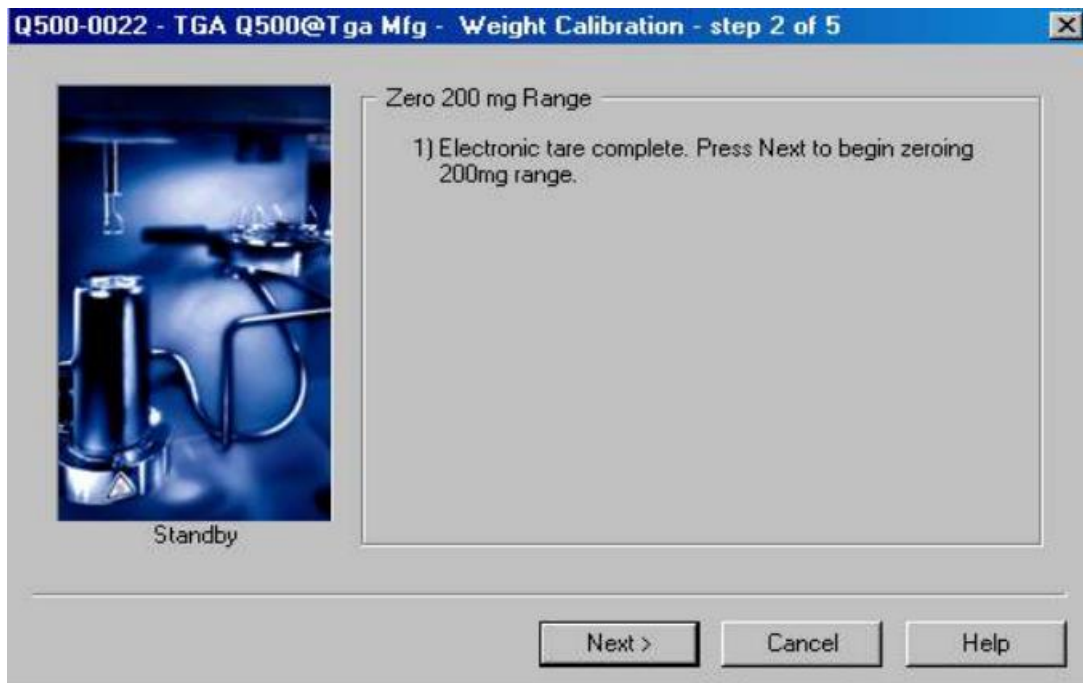
#### 5.1.1 重量校正

步骤一: Electronic Balance Tare

1. 准备一酒精灯或喷枪，实验前先将铂金盘烧至通红
2. 按【Load Pan】加载干净的样品盘，待稳定后会有“Stable”的字样出现
3. 再按【Next】开始 electronic tare，如 Show Fig 1-1

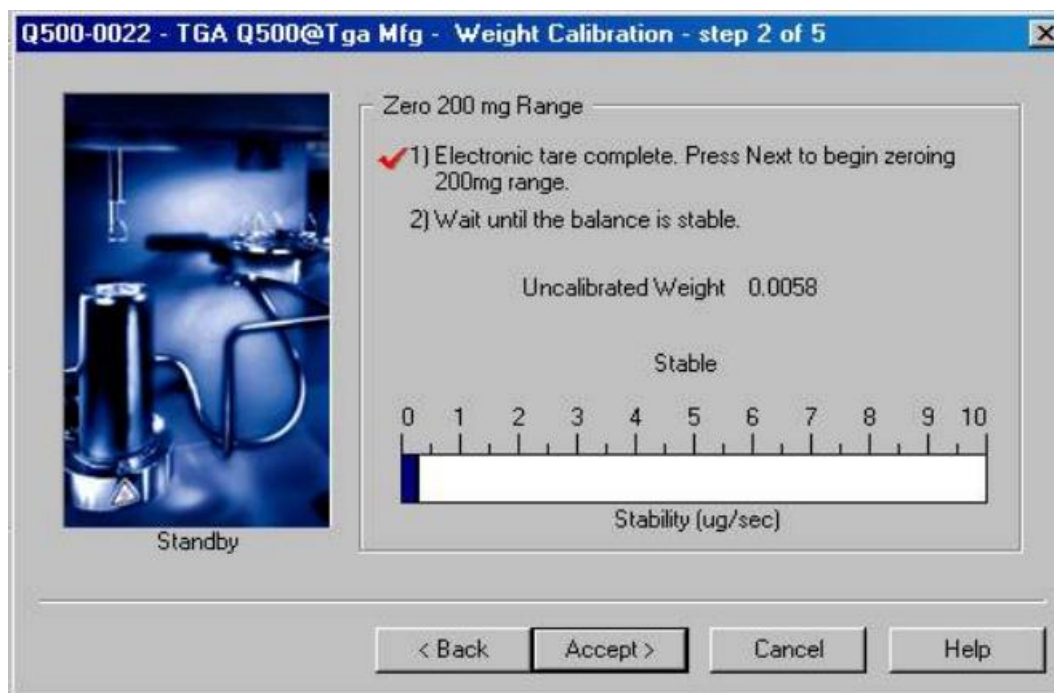


4. 待 electronic tare 完毕后，按【Next】进行步骤二，如 Show



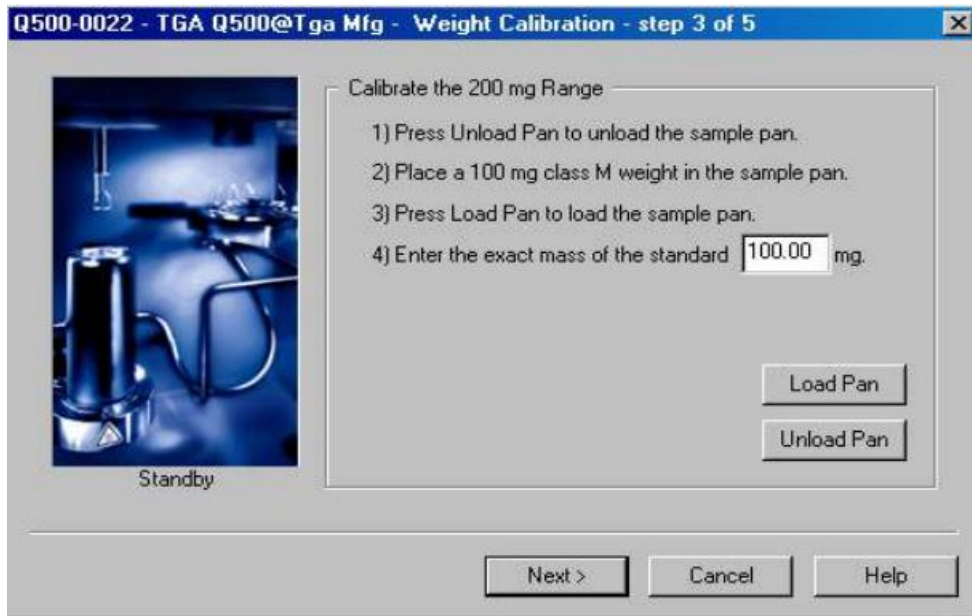
步骤二：200mg 范围归零

重量校正的第一步骤中，仪器会在 200mg 的重量范围内量测重量，然后量得的读数会被仪器储存作为 200mg 范围的归零值。



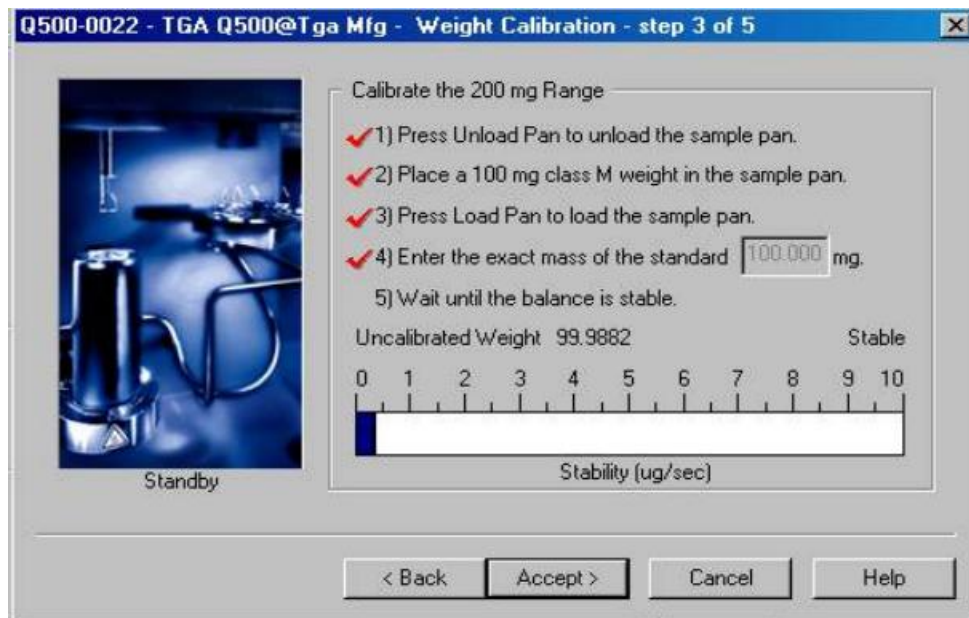
### 步骤三：200mg 范围校正

1. 从 TGA 附件盒中找到的 100mg 重的标准砝码
2. 把 100mg 重的砝码放在样品盘上
3. 按下仪器面板上或彩色触摸屏上的装载 (LOAD) 键载入样品盘并把样品盘挂到样品钩上
4. 按下仪器面板上或彩色触摸屏上的加热炉 (FURNACE) 键紧闭加热炉
5. 输入标准砝码的正确质量 (默认值=100mg)



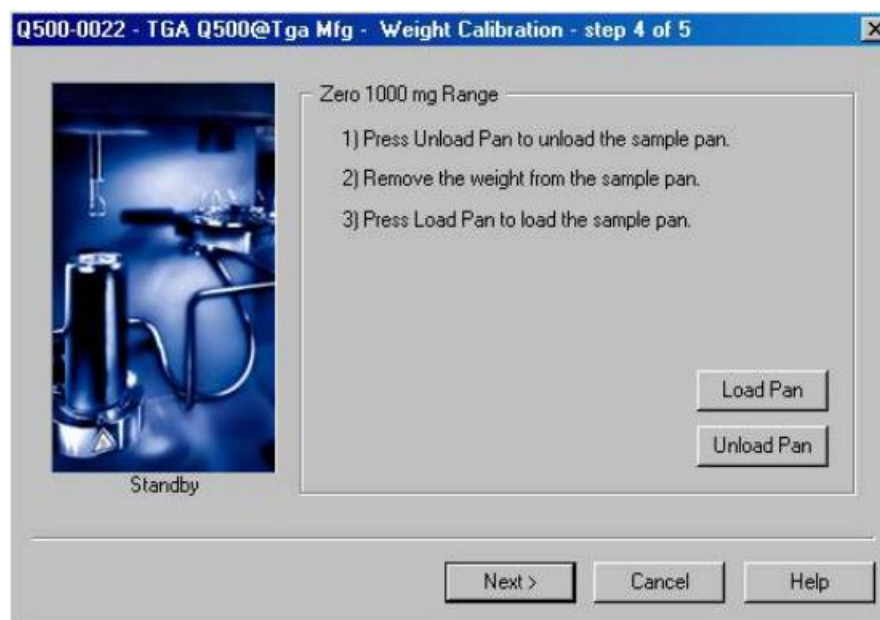
6. 等待重量读数稳定，会有稳定“Stable”字样出现作为提示

7. 按下【Accept】键继续校正程序



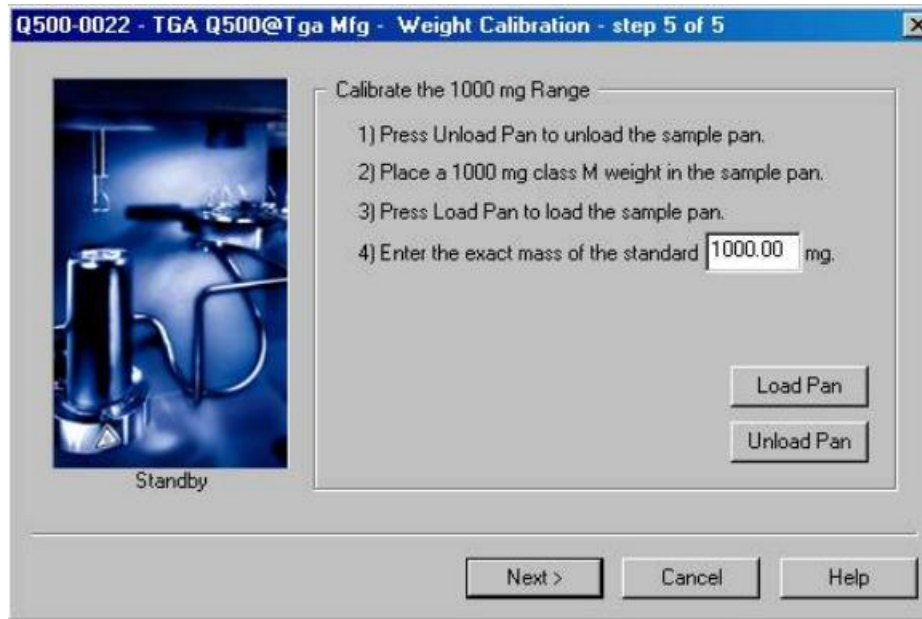
步骤四：1000mg 范围归零

重量校正的第二步骤中，仪器会在 1000mg 的重量范围内量测重量，然后量得的读数会被仪器储存作为 1000mg 范围的归零值。



#### 步骤五：1000mg 范围校正

1. 从 TGA 附件盒中找到的 1000mg 重的标准砝码
2. 把 1000mg 重的砝码放在样品盘上
3. 按下仪器面板上或彩色触摸屏上的装载 (LOAD) 键载入样品盘并把样品盘挂到样品钩上
4. 按下仪器面板上或彩色触摸屏上的加热炉 (FURNACE) 键紧闭加热炉
5. 输入标准砝码的正确质量 (默认值=1000mg)



6. 等待重量读数稳定，会有稳定“Stable”字样出现作为提示

7. 按下【Accept】键继续校正程序



当你成功地完成 TGA 仪器的五步骤重量校正程序，会有校正过程结束的讯息显示。



### 5.1.2 平台校正

样品平台调整方法是用在如果样品下垂线在自动装载动作中没有办法正确的拾起样品盘时。这时样品平台必须调整让仪器可以顺畅地装载及卸下样品盘。

为了避免重量讯号的杂音，TGA 必须做好水平校调让样品盘及下垂线可以垂入炉子而不会触碰。样品平台校正方法的第一个步骤就是调整及水平校调仪器。

从 Thermal Advantage 程序中的 Tool Bar 选取 Calibrate/Platform 以进行平台校正。平台调整步骤 4 之 1 的窗口会出现。



注意：在做步骤一之前，重量校正必须先完成

### 步骤一：样品盘居中校正

为了要让样品盘居中，样品下垂线的顶端及底端必须经过调整，同时仪器必须水平。

1. 在仪器的量测天平上挂上空样品盘(这一步可以用自动或是手动做到)。
2. 检查样品下垂线的顶端有没有自由悬挂，并且大致和天秤炉子内的热偶管同中心，且位于热偶管的顶端。如果下垂线没有大致位于中心，旋转天秤调整螺丝(详情参见仪器使用手册)直到下垂线位于中心。
3. 把炉子刚好升高到样品盘的底部。

4. 检查样品盘在炉子里的校准位置。它应该是自由悬挂的，大致位于中心，而且不能碰触到炉子或是下垂管的内壁。如果样品盘没有位于中心，调整仪器底部的座脚直到样品盘可以正确的垂挂。以顺时针方向旋转可以让仪器水平座脚伸长，逆时针旋转则可以让它缩短。
5. 按下【Next】键继续校正方法。

## 步骤二：平台臂位置校正

调整平台臂的位置让样品盘可以正确的装载和卸下。



你可以在窗口左边的对话框里输入希望把平台移动的单位数值，或是也可以利用滑块棒来改变平台的位置，注意：

- (a) 在正确的装载方向键上按鼠标键以让平台依此方向移动，按

一下可以移动一个单位

(b) 在滑块棒的空白处按鼠标键，每按一下可以动五个单位，或是

(c) 把光标移到滑块上按住鼠标键把滑块移到你所想要的位置再放掉

2. 按下【Next】键把平台臂移到所选的位置，继续下一个步骤



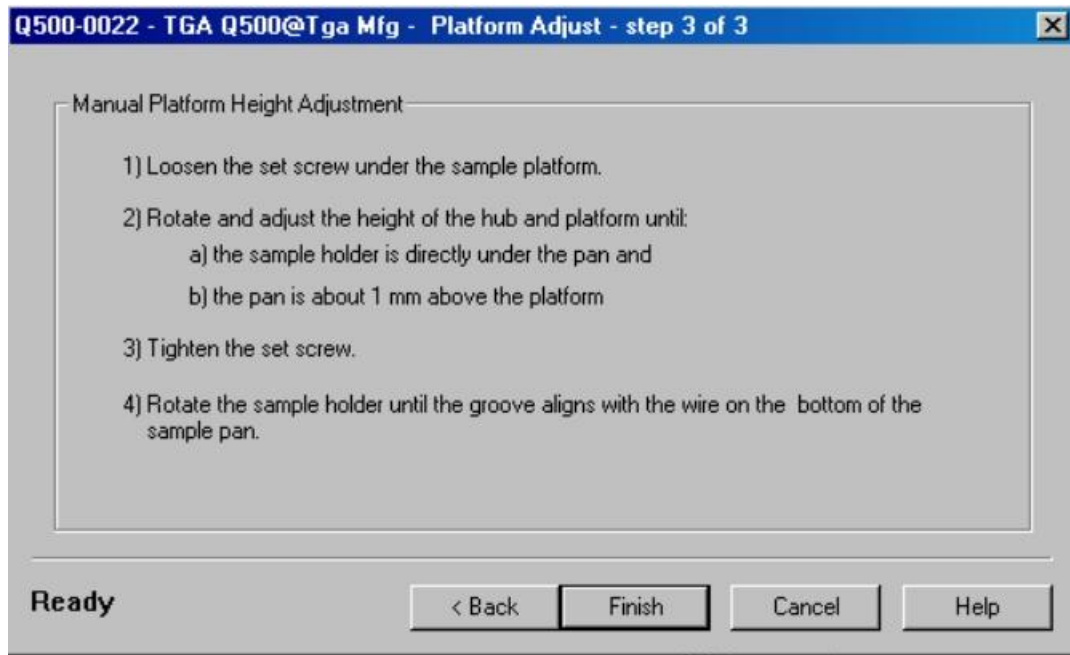
步骤三：手动平台高度调整

在步骤三中你可以对样品平台高度做手动调整



1. 用螺丝刀旋松位于样品平台底下的固定螺丝。
2. 移动样品台：(a) 旋转它直到样品托盘位于样品盘的正下方，如图解所示，然后 (b) 调整样品平台的高度直到样品盘的底部大致位于样品平台上方 1mm 处。
3. 用螺丝到旋紧固定螺丝 (不要旋得太紧到可能损坏螺丝螺牙的地步)。
4. 按下【Next】键继续校正方法。


在步骤三中你可以对样品臂及样品托盘做调整



1. 用螺丝刀旋松于样品臂上的螺丝
2. 伸展或收缩样品臂，顺时针或是逆时针旋转样品托盘直到盘孔中的凹槽对准样品盘底部的下垂线
3. 用螺丝刀旋紧固定螺丝(不要旋的紧到可能损坏螺丝牙的地步)
4. 按下【Finish】键，完成平台校正。

### 5.1.3 温度校正

温度校正用分析磁性标准物质来决定其居里温度 (Curie Point Temp)，磁性物质在居里点时，会发生磁性衰减的性质，因此会与外加在 TGA 加热炉外的磁铁间的磁力减弱，导致重量变化。居里温度是从重量对温度的“S”形曲线上利用切线交会法求得的交会点。

1. 确定 Purge gas、Air Cool (25~120psig) 等气体管线及气体切换气皆以连接妥善
2. 打开主机“POWER”键
3. 如连接空气压缩机，先排放 Air Cool 的无油式空气压缩机内的积水，再打开电源启动
4. 打开控制计算机，载进 Thermal Advantage 或于计算机桌面载进 ，取得与 TGA 的联机
5. 选取【MODE】选择模式(一般使用 TGA1000° C 模式)  
\*注意：在做校正前，先进入 Calibrate/Temperature Table 中，按“Reset”键，将之前的校正值消去。
6. 在实验温度范围内，选择所需的标准居里金属(如镍)，若温度范围宽广则可能会需要多个校正点。最多有五个校正点可以用。这些标准物彼此的居里点差至少 10° C 以上。
7. 如果安装了自动进样器，需要注意的是应先将自动进样器“Disabled”，确认将 Control/Autosampler/Enable 前的勾去掉。
8. 选取 View/Experiment View 编辑条件
  - (1) 于 Summary 中输入样品数据(名称、批注、文件名等)
  - (2) 于 Procedure 中编辑方法
    - (a) 平衡的起始温度设定在标准物质的居里点温度之下 100° C。
$$T_{\text{curie}} - 100^{\circ} \text{C} = \text{起始温度}$$
    - (b) 加热速率与以后的实验相同，加热到居里点温度以上约 50° C。

$T_{\text{curie}} + 50^{\circ} \text{C}$  = 终点温度

9. 编辑完成后按【Apply】
10. 调整吹扫气体流量，一般建议 Balance Purge: 40ml/min;  
Furnace Purge: 60ml/min
11. 将干净的空的样品盘放到样品台上
12. 按【LOAD】键载入样品盘并把它挂到样品钩上，调整 Thermocouple 使其与样品盘的距离约 1~2mm
13. 按主机上的【TARE】键将空盘归零
14. 归零后，将样品放入空盘内
15. 按【LOAD】键载入样品盘并把它挂到样品钩上
16. 按【FURNACE】键关闭炉子。关闭炉子可以避免空气流动影响到重量读取  
  
\*注意：记得一定要在仪器参数窗口中的实验终止状态区选择关闭炉子（Procedure/Post Test/Furnace Closed）。因为在加热炉下方有磁力棒的时候，会阻碍炉子的降下。如果要打开，可能会损坏炉子。
17. 按主机上或控制软件中的【START】键开始进行实验
18. 由讯号显示观察在 Y 轴上的讯号 Weight%(重量损失%)。重量损失讯号应该会自 100%开始变化。
19. 握住磁力棒把它放在加热器下方的中央。慢慢升起磁力棒，接近加热炉的底部，同时观察讯号 Weight%的变化。继续慢慢升起磁力棒直到侦测到有较明显的重量增益出现（一般重量增益为 1-2% 较为合适），此时在磁力棒下部放置适当的物体保持磁力棒在这个位置。
20. 继续实验并且持续升温直到渐渐生成“S”形曲线。利用这条

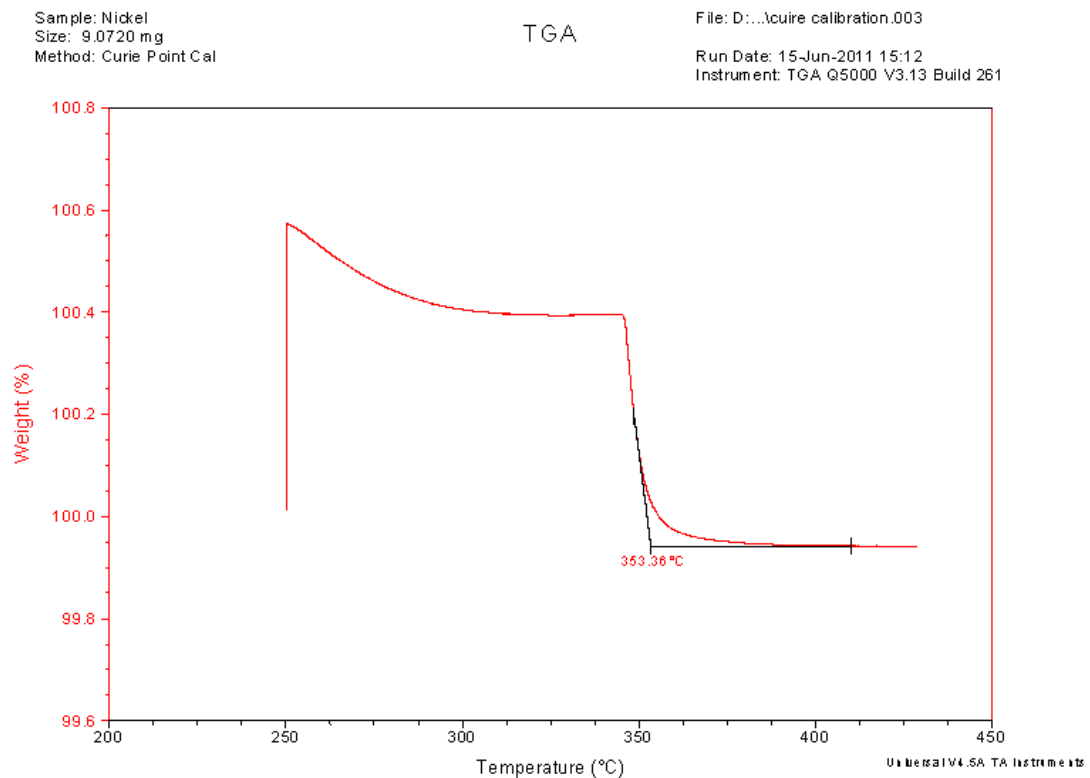
“S”形曲线上的外插“Offset”点求得居里温度。

21. 实验完毕后进入 Universal Analysis 软件以分析 TGA 温度校正档案，利用 Analyze 内的 Onset Point 命令分析得到如图 1-15 的温度值。

22. 对其他标准物的居里温度，重复步骤 8 到步骤 21 求得。

23. 等待所有的温度校正实验完成，然后选 Calibrate/Temperature Table/Observed Temperature 栏中输入所测得温度，Correct Temperature 栏中输入理论温度。

\*要记得在每个实验结束后把磁力棒自加热炉下移走。这可以避免因加热器加磁，而影响以后的实验结果。



## 5.2 热电偶损坏

### 5.2.1 故障现象

软件提示温度信号异常、升温曲线严重偏离设定、温度显示剧烈跳动或为固定错误值。

### 5.2.2 可能原因

(1) 人为操作不当：悬挂或取放铂金盘时，镊子或样品盘触碰、刮伤脆弱的铂金热电偶；

(2) 样品不当：测试了与铂金发生反应或形成合金的禁用物质，或在高温下对热电偶有腐蚀性的样品；

(3) 机械应力：仪器受到撞击或剧烈振动。

### 5.2.3 处理步骤

(1) 立即停止实验，关闭加热程序；

(2) 立即联系设备管理员，严禁自行拆卸或处理；

(3) 协助管理员检查实验记录，分析可能导致损坏的原因。

### 5.2.4 预防措施

(1) 悬挂铂金盘时务必专注、轻柔，确保稳定后再升起炉体；

(2) 实验前必须确认样品性质，绝对禁止测试禁用列表中的物质；

(3) 在满足实验目的前提下，尽量采用较低的最终温度。

## 5.3 基线漂移或噪声过大

### 5.3.1 故障现象

空白实验或样品实验过程中，质量曲线出现持续漂移或毛刺状噪声。

### 5.3.2 可能原因

(1) 气体纯度不足、流量设置不当或不稳定、气路泄漏；

(2) 炉体、样品盘或挂钩有污染物；

(3) 实验台有振动；

(4) 样品量过多或发生喷溅。

### 5.3.3 处理步骤

(1) 检查并确认吹扫气体流量设置正确且稳定；

(2) 执行空白实验检查基线，若不佳则彻底清洁铂金盘和炉膛；

(3) 确保仪器放置在稳固、无振动的台面上；

(4) 减少样品用量至 2 mg 左右。

### 5.3.4 预防措施

(1) 始终使用高纯度气体 ( $\geq 99.99\%$ )；

(2) 每次实验前对铂金盘进行烧灼清洁；

(3) 保持实验室环境稳定。

## 5.4 质量信号异常

### 5.4.1 故障现象

去皮后示重不为零、加载样品后无质量变化、质量值突然跳变。

### 5.4.2 可能原因

(1) 铂金盘未挂稳、挂孔未完全卡入挂钩、样品盘与炉壁接触；

(2) 操作时有小颗粒异物掉入天平系统；

(3) 防风罩未关闭或密封不严。

### 5.4.3 处理步骤

(1) 下降炉体，检查铂金盘是否悬挂正确、平稳，重新悬挂；

(2) 检查炉腔内是否有异物，用洗耳球小心吹扫；

(3) 确保在称量读数时关闭防风罩。

### 5.4.4 预防措施

(1) 悬挂铂金盘时，务必先用专用塞子堵住底部小孔；

(2) 操作时轻拿轻放，避免物品掉入仪器内部。

## 六、注意事项

### 6.1 人员与安全

6.1.1 操作人员必须经过专项培训并考核合格。

6.1.2 操作时应佩戴防护眼镜和实验服，高温操作时佩戴耐高温手套。

6.1.3 必须熟悉紧急停止按钮的位置，遇突发情况立即按下。

### 6.2 样品准备与上样

6.2.1 样品用量应遵循“宜少不宜多”原则，推荐用量为 2 mg 左右。

6.2.2 绝对禁止测试以下对铂金热电偶和样品盘有损伤的物质：

(1) 所有含硫 (S) 化合物；

(2) 卤素单质及其化合物；

(3) 金属单质如 Pb、Zn、Sn、Ag、Au、Hg、Li、Na、K、Sb、Bi、Ni、Fe、As、Si、P、B 等；

(4) 硒 (Se)，尤其在 320°C 以上；

(5) 碱金属的氢氧化物、碳酸盐、硫酸盐、氯化物；

(6)  $\text{KNO}_3$  与 NaOH 的混合物、KOH 与 KS 等；

(7) LiCl、 $\text{MgCl}_2$ 、 $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ 、KCl 等盐类。

#### 6.2.3 其余注意事项

1. 准备一酒精灯或喷枪，实验前先将铂金盘烧至通红即可，若有无  
机物附着可轻轻刮除

2. Sample Purge 流量一般设为 60 ml/min(型号 Q50/500 系列)；25  
ml/min(型号 Q5000)

3. Balance Purge 流量一般设为 40 ml/min(型号 Q50/500 系列); 10 ml/min(型号 Q5000)

4. TGA 内部构造为一精密光学天平, 故实验中避免震动

5. 请勿用手挂铂金盘, 避免损伤铂金吊钩

### **6.3 仪器操作**

6.3.1 实验前必须用酒精灯或喷枪将铂金盘烧至通红, 若有不易挥发的无机物附着可轻轻刮除。

6.3.2 严禁用手直接触摸或悬挂铂金盘, 必须使用聚四氟乙烯头镊子。

6.3.3 吹扫气体流量标准设置为: Sample Purge 为 60 mL/min; Balance Purge 为 40 mL/min。

6.3.4 TGA 内部是精密的光学天平, 实验过程中必须确保仪器免受任何振动干扰。

### **6.4 记录与管理**

6.4.1 如实、及时填写实验记录, 包括样品信息、参数和异常情况。

## **七、维护与保养**

### **7.1 日常维护**

7.1.1 每次实验后, 待炉体冷却至室温, 使用洗耳球或软毛刷清除炉腔内残留物。

7.1.2 将使用过的铂金盘进行烧灼清洁, 检查无损后放回专用储存盒。

7.1.3 用无水乙醇擦拭仪器外表面及实验台面, 保持整洁。

### **7.2 定期维护**

7.2.1 每周检查气路连接管状态, 确认气体净化剂有效性。

7.2.2 每周在常用条件下进行空白实验，监控基线漂移情况。

7.2.3 每月检查炉体密封圈是否老化、变形，确保炉腔密封良好。

### 7.3 专业维护

7.3.1 每半年或每年由专业工程师对仪器进行系统性校准。

7.3.2 每1-2年进行一次全面的预防性维护（PM），包括内部清洁和性能检测。

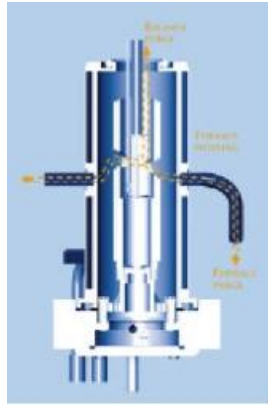
7.3.3 定期巡检时应对热电偶、天平系统等关键部件状态进行评估。

### 7.4 常见养护问题



TGA常有问题的部分不外乎Furnace, Thermocouple, Balance这三个部分

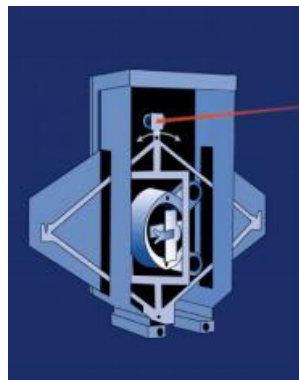
由下图我们可以看到purge除了通过炉体外另外有Balance Purge经由天平部分向下流动以免热流往上冲影响天平动作



TGA的铂金吊丝也常会因操作不当而变形,可以试着拆下用两片载玻片将他回复原状



由下图可以看到TGA的天平部分是由高感度的光感应SENSOR来控制天平的动作



通常如果做实验时发现图形会有不正常的剧烈震动通常是有东西碰到炉壁,不是Thermocouple就是Sample pan,此外环境震动所造成的影响也要考虑进去,如果是环境震动影响的话,换个地方摆或是

加个防振垫应该可以稍微改善，另外如果是撞到炉壁则调整仪器的水平使得Sample pan的位置置中，Thermocouple的位置不要碰到炉壁，或是作发泡材料时需调整Thermocouple的高度以免样品碰到Thermocouple影响到实验图形，此外调整Thermocouple注意不要直接拉尖端部位，请由Thermocouple靠天平的部位小心的调整。

另外如果您是用EGA炉子的话，如果发现实验数据有异常，请先检查EGA purge出口是否有堵住的现象。

最后如果实验发现图形会有一定幅度有规律的震动时，这种情形通常为电源品质不良所致，建议加装UPS稳压器是不错的选择。

### 以下列出几个常见的ERROR讯号

Err 02: Power fail.

为电源出现问题, 查看电源线是否有确定接妥, 检查仪器后面的保险丝是否有损坏的现象, 电源开关是否工作正常, 若接正常通常为POWER故障.

Err 12: GPIB bus error. Bus controller not listening.

可以用橡皮擦清洁GPIB卡的金手指接脚部位, 或是将GPIB卡换个插槽试试.

Err 15: CMOS RAM checksum error. Stored parameters lost.

此为CMOS损坏或是主机板上的电池供应不正常所致, 请先连续开机3天将电池充电试试.

Err 40: Err 41: Err 42: Err 43: Err 44:

GPIB input string which caused the error

出现此类讯息通常为GPIB连接线损坏,或是接头松脱所致,相同的用橡皮擦或是小锉刀将接脚清理一下重新联结试试.

Err 69: Heater control board is not operational. Failed diagnostic.

Err 70: Heater control board detected an error (Code=xx).  
Run terminated.

Err 71: Heater control board not ready. Heater board fault.  
Run terminated.

Err 72: Heater control command time-out. Heater board fault. Run terminated.

出现以上讯息为Heater control board有异常,直接连络我们吧.

Err 73: No heater power at method start. Cannot start run.  
Check fuse & switch.

这讯息也很常见,通常是Heater switch 没开...

Err 74: Analog board is not operational. Failed diagnostic.  
Cannot start run.

为Analog board有异常,直接连络我们吧.

Err 75: Drive board is not operational. Failed diagnostic.  
Cannot start run.

为Drive board 有异常,直接连络我们吧.

Err 81: Bad temperature reading. Hardware error. Method terminated.

出现此讯息通常为Thermocouple损坏..

Err 118: Weight out of range. Cannot start run, unload

sample, or tare.

此讯息通常是TGA的砝码盘部分PAN掉落所致, 检查如果有掉落重新挂上即可.