# Q5000 SA 吸附分析仪



Q Series<sup>TM</sup> 入门指南



©2006 TA Instruments—Waters LLC 109 Lukens Drive New Castle, DE 19720

#### 声明

我们确信,本手册以及用于支持本仪器的软件的相关联机帮助中所包含的资料足以满足本仪器的使用要求。 如果仪器或操作过程用于此处所指定用途以外的用途,则必须由 TA Instruments 确认其适用性。 否则, TA Instruments 不对任何结果进行担保,并不承担任何责任或义务。 TA Instruments 同时保留在未事先声明的情况下修订本文档并进行更改的权利。

TA Instruments 享有本文档所涉及的专利权、专利应用权、商标、版权或其它知识产权。 除非 TA Instruments 在书面许可协议中明确规定,否则,本文档不赋予任何有关这些专利、商标、版权或其它知识产权的许可。

TA Instruments Operating Software 以及 Instrument、 Data Analysis 和 Utility Software 及其关联手册和联机帮助为 TA Instruments 所专有并享有版权。 我们授予购买者在其购买的模块和控制器上使用这些软件程序的许可。 未经 TA Instruments 事先书面同意,购买者不得复制这些程序。 每套许可程序将始终为 TA Instruments 的独占资产,未授予购买者上面指定的权利和许可以外的权利和许可。

# 重要信息: TA Instruments 手册附录

要查阅本《入门指南》的重要补充信息,请单击下面的链接:

- TA Instruments 商标
- TA Instruments 专利
- 其他商标
- TA Instruments 最终用户许可协议
- TA Instruments 办事处

# 目录

重要信息: TA Instruments 手册附录	3
注意、告诫和警告	6
条例遵守	7
安全标准	
电磁兼容性标准	
安全性	
仪器符号	
电气安全性	
化学安全性	
热安全性	
机械安全性	
提举仪器	>
第1章: Q5000 SA 简介	. 11
概述	11
194.4	. 11
Q5000 SA 组件	. 11
天平部件	. 13
湿度室	. 13
Q5000 SA 自动采样器	. 14
Q5000 SA 触摸屏	15
主功能键	
仪器规格	. 19
第 2 章: 安装 Q5000 SA	<b>. 2</b> 3
拆除包装 / 重新包装 Q5000 SA	. 23
系统的准备工作	23
检查系统	
选择位置	
填充热交换器	
连接电缆和管线	
<b>党徒 ○5000 C A</b>	20
安装 Q5000 SA	
斯除天平的包装	
- 启动仪器	
日切区奋 安装悬挂线	
安装湿度清除磁盘	
女教他反有陈噬猫	
<b>対す Q5000 5A 入 「</b> 关闭天平部件	
调节天平和湿度室	. 42
天平调节	. 42
使用水填充湿度室	43

关闭仪器	44
第 3 章: 使用、维护和诊断	45
使用 Q5000 SA	45
在开始使用之前	45
校准 Q5000 SA	
重量校准	
温度校准	
湿度 (流) 校准	
自动采样器校准	47
运行 Q5000 SA 实验	49
实验过程	
填充贮液罐	49
去除样品坩埚的皮重	49
加载样品	49
样品大小	
创建实验过程	
开始实验	50
停止实验	50
绘制结果	50
维护仪器	51
清洁仪器	
清洁 / 干燥石英坩埚	
维护热交换器	52
监视湿度室	52
更换保险丝	53
备用零件	54
<b>索</b> 引	57

# 注意、告诫和警告

本手册使用"注意"、"告诫"和"警告"来强调重要和关键的使用说明。

"注意"强调有关设备或过程的重要信息。



"告诫"强调如果未正确执行,可能会损坏设备或丢失数据的过程。



"警告"指明必须某个过程,如果未正确执行,可能对操作者或环境有害。

# 条例遵守

# 安全标准

#### 加拿大:

CAN/CSA-22.2 有关用于测量、控制和实验室用途的电气设备的第 1010.1-92 号安全性要求,第 1 部分:常规要求和修正。

CAN/CSA-22.2 有关用于材料加热的实验室设备的第 1010.2.010-94 号特别要求和修正。

<u>欧洲经济区</u>: (遵照 1973 年 2 月 19 日颁布的理事会条例 73/23/EEC,该条例统一了各成员国有关在特定电压范围内使用的电气设备的法律。)

EN61010-1: 2001 有关用于测量、控制和实验室用途的电气设备的安全性要求,第1部分: 常规要求和修正。

EN61010-2-010: 1994 有关用于加热材料的实验室设备的特别要求和修正。

#### 美国:

UL 61010A-1: 用于实验室用途的电气设备; 第1部分: 常规要求。 UL 61010A-2-010 第2部分: 有关用于加热材料的实验室设备的特别要求。

# 电磁兼容性标准

#### 澳大利亚和新西兰:

AS/NZS CISPR 11: 2004 工业、科研和医疗 (ISM) 射频设备电子干扰特性的测量限制和方法。

#### 加拿大:

1998年3月7日颁布的ICES-001第3版,引起干扰的设备标准,适用于:工业、科研和医疗射频发生器。

<u>欧洲经济区</u>: (遵照 1989 年 5 月 3 日颁布的理事会条例 89/336/EEC, 该条例规范了各成员国有关电磁兼容性的法律。)

EN61326-1: 1997 有关用于测量、控制和实验室用途的电气设备的电磁兼容性要求,第一部分:常规要求和修正。发射:满足 A 类要求 (表 3)。抗扰度:对于非连续性操作,满足性能标准 A (表 B.1)。

#### 美国:

CFR 第 47 篇电讯第 I 章联邦通讯委员会第 15 部分 "射频设备" (有关射频发射的 FCC 规定)。

# 安全性

# 仪器符号

以下标签显示在仪器上, 为您提供保护:

符号

解释



此符号位于后部维修面板上,表示在进行维护或修理工作*之前*,必须拨掉仪器的电源插头;系统中存在交流电压。

本仪器中存在高电压。 如果您未接受过电气过程培训,请勿拆除箱盖,除非本手册中明确指示您这样做。内部零件的维护和修理仅能由TAInstruments或其他合格的服务人员进行。

操作这些区域时,请留意警告标签并采取必要的预防措施。为了您的自身安全,请务必遵守《*Q5000 SA 入门指 南*》中包含的小心事项和警告。

# 电气安全性

在执行任何维护或修理工作之前,必须拨掉仪器的电源插头;系统中存在超过120 Vac 的电压。



警告: 本仪器中存在高电压。 如果您未接受过电气过程培训,请勿拆除箱盖,除非本手册中明确指示您这样做。内部零件的维护和修理仅能由 TA Instruments 或其他合格的服务人员进行。

### 化学安全性

仅使用在第一章中列出的净化气体。使用其他气体可能损坏仪器,或使操作员受到人身伤害。



警告: 如果您使用的样品可能会释放出有害气体,请将仪器置于排气装置附近,以排出这些气 体

# 热安全性

运行完实验后,应等待样品坩埚冷却后,再进行接触。

# 机械安全性



警告: 在湿度室移动时,请让您的手指和其他物品离开湿度室移动的路径。密封非常严密。

# 提举仪器

Q5000 SA 是一台相当重的仪器。为了避免人身伤害 (特别是对背部的伤害),请按照以下建议进行操作:



警告: 应由两人提举和/或搬运仪器。本仪器太重,一个人无法安全搬运。

# -第1章

# Q5000 SA 简介

# 概述

吸附分析仪 (TA Instruments Q5000 SA) 用于根据材料的质量、温度、时间和相对湿度来确定材料可以吸附或释放的湿气量。该仪器主要与应用程序有关,在应用程序中更改湿度水平可以影响或显著改变材料的重要属性或材料的使用 (例如,物理属性 [Tg]、稳定性、保存期限和生物药材料的效率)。

Q5000 SA 是一个对称系统,其中样品和参照品 (皮重)暴露于相同的环境条件 (温度和湿度)中。该系统的主要组件是温度控制的垂直式微量天平、湿度室和自动采样器。湿度室为样品区域和参照品区域维持相同的温度和湿度条件,可以进行精确的吸附/解吸附分析。

O5000 SA 与执行以下功能的控制器 (计算机)配合使用:

- 在您和 Q5000 SA 之间提供一个界面
- 使您可以设置实验并输入常数
- 存储实验数据
- 运行数据分析程序。



Q5000 SA

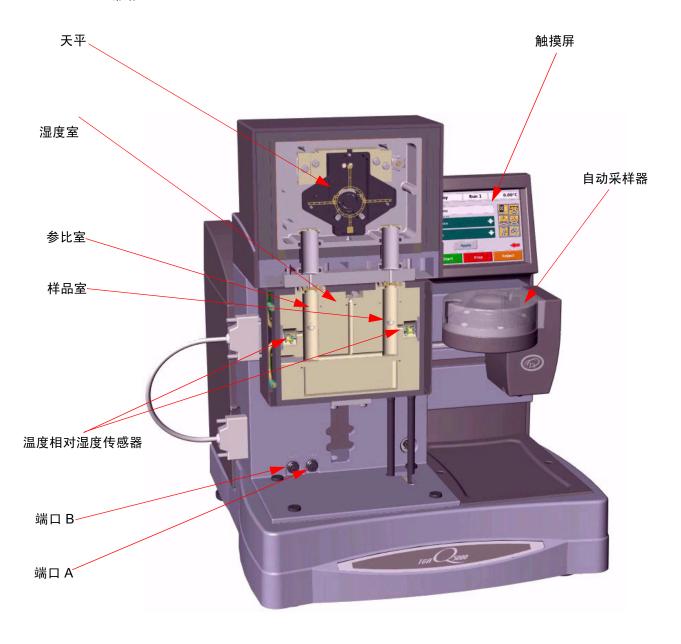
# Q5000 SA 组件

Q5000 SA 包括以下主要组件:

- 天平,用于准确测量样品的重量。天平是吸附分析系统性能的重要组成部分。
- *湿度室*,包括单独的样品室和参比室、质流流量控制器 (MFC)、传输和混合净化气体线路、用于生成已知 %RH 的净化气体的湿度容器以及两个单独的相对湿度传感器 (可以指示两个室的湿度)。
- 自动采样器,用于将样品加载到天平或从天平上卸载样品。
- 质流流量控制器(或 MFC),可以控制流向天平和湿度室的净化气体。正确调节湿度室 MFC 以生成所需的 %RH。在 O5000 SA 中使用了三个 MFC。
- 触摸屏,用于向仪器传达命令并提供实时数据显示。
- 箱,包含系统电子元件和机械组件。
- 热交换器,与湿度室壁上的珀耳帖组件一起来维持室内的温度。

有关各种组件的位置,请参见以下示意图。 有关各个组件操作的详细信息,请参见仪器控制软件的关联联机文档。

注意: 本手册未提及的技术参考信息、操作原理和其他信息,请参见仪器控制软件的关联联机帮助。



# 天平部件

Q5000 SA 天平部件由天平仪表机件、天平臂、天平臂传感器、悬挂线部件、样品坩埚和皮重坩埚组成。

*天平仪表机件*是天平臂连接到的紧带仪表机件。

*天平臂*是由铍铜合金制成、连接到仪表机件的部件。天平臂位于零点平衡系统中。悬挂环连接到每个端点上以穿挂悬挂线。

天平位置传感器由 LED 光源和印刷电路板部件(检测仪表机件的空位置)组成。天平杆传感器安装在天平臂的上方。它与模拟电路配合使用,来维持平衡位置。

该仪器具有两个*悬挂线部件*:一个用于参照品(皮重)坩埚,另一个用于样品坩埚。每个部件由悬挂线和悬挂环组成。悬挂线的每一端都有吊钩,用于将坩埚连接到环。悬挂环两端有孔眼,使用悬挂环可以将悬挂线连接到天平臂。

参照品悬挂线和参照品坩埚以机械方式平衡样品坩埚和样品悬挂线的重量。

# 湿度室

湿度室由样品室和参比室、加湿器、气体传输线路和混合线路以及两个独立的相对湿度传感器组成。所有这些组件都维持相同的温度。温度范围是 5℃至 85℃。

相对湿度 (RH) 由两个非常精确的质流流量控制器 (MFC) 控制。位于样品和参照品附近的传感器可以实时验证相对湿度是否达到要求。

室内的相对湿度范围可以控制在 0 至 98 %RH。

湿度室以机动化方式进行操作,可以向上和向下移动以及自动将样品加载和卸载到样品室内的悬挂线上。样品通过自动采样器进行加载,自动采样器可以支持总共十个半球形石英坩埚。

# Q5000 SA 自动采样器

Q5000 SA 自动采样器(请参见此处的图片)使您可以在平台上放置多个样品,以进行自动加载并运行序列。为湿度室使用石英坩埚托盘,一次可以容纳多达十个 180 μL 的半球形石英坩埚。实验将按普通的方式进行,可以连续运行样品。

要校准样品托盘,请参见本手册的第3章和仪器控制软件中的联机帮助。



# Q5000 SA 触摸屏

Q5000 SA 仪器具有用于本地操作员控制的 触摸屏,即内置集成显示器和小键盘。 屏 幕上显示的功能会根据您正在使用的菜单 而变化。 本节简要介绍了这些功能的基本 布局。

沿显示屏顶端的*状态行*显示了当前仪器状态、运行选择和温度。

屏幕的底部有一组键,用于提供主要的仪 器功能。有关每个键的说明,请参见下面的 表格。

触摸屏中间的功能将根据屏幕上所显示的 内容而变化。

# 主功能键

通过以下键来使用仪器的主要功能:



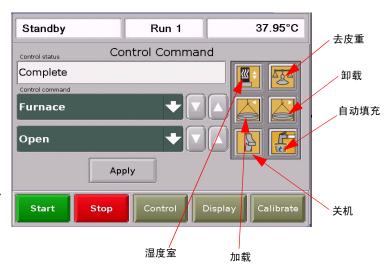
键名称	说明
Start [ 开始 ]	开始实验。这与仪器控制软件上的"Start[开始]"功能相同。 如果必要,"Start[开始]"将在开始实验之前自动加载样品坩埚并 关闭湿度室。
Stop [ 停止 ]	如果实验正在进行,此键能够以正常的方式终止方法,就好像实验已运行完毕,也就是说,方法终止条件将生效,并将保存生成的数据。这与仪器控制软件上的 "Stop [停止]"功能相同。如果实验未进行 (仪器处于待机状态或方法终止状态), "Stop [停止]"键将停止所有活动 (所有机械运动等)。如果自动采样器序列正在运行, "Stop [停止]"将停止该序列。
Control [ 控制 ]	显示控制命令函数的列表。这些功能用于控制仪器操作,例如湿度室移动、样品加载/卸载、去皮重等。可以从图标或下拉菜单中选择项目。选择 "Apply[应用]"以启动命令。有关此屏幕的详细信息,请参见下一页。
Display [ 显示 ]	访问显示屏,显示来自仪器的信号,例如信号显示、实时作图、 仪器信息等。
Calibrate [ 校准 ]	显示对该仪器可用的校准功能。可以使用此键访问自动采样器和 触摸屏等功能。

### 控制菜单

控制菜单 (请参见右侧的图片)通过按触 摸屏底部的 "Control [控制]"键进行访问。下表简要介绍了每个控制命令。

注意: 大多数显示的命令在进行的实验过程中不可用。

通过控制命令的下拉列表或按图标来选择 所需的功能。然后按"Apply[应用]"以 启动操作。



控制命令	说明
LOAD/UNLOAD [加载/卸载]	将样品坩埚从样品平台加载或卸载到天平上。如果必要,此功能 将自动关闭和打开湿度室。
TARE[皮重]	归零空样品坩埚的所显示重量:自动从样品平台加载坩埚、升高 湿度室以保护坩埚免受气流干扰、称量坩埚、将重量存储为偏 移、最后卸载坩埚。
TARE ALL [ 皮重全部 ]	以电子方式归零整个托盘的空坩埚所显示重量。
炉子上移 / 下移 (湿度室)	在湿度室关闭 (上)和湿度室打开 (下)功能之间进行切换,取 决于按下该键时湿度室所处的位置。可以在湿度室移动时按下该 键,以使湿度室反向移动。
自动填充	使用此键以启用湿度填充模式来使用蒸馏水填充湿度室。 这与在控制屏幕上的 "Control Command"下拉菜单中选择的"Humidity Fill Mode"功能相同。
HEAT EXCHANGER [ 热交换器 ]	打开或关闭热交换器。
RESET AUTO	重置自动采样器。
PAN TO FRONT [自动使盘至前方]	使用下拉菜单选择自动采样器样品托盘上所需的坩埚编号位置。 此窗口中显示的所选坩埚编号将移至最前。
(本表待续)	

RESET SAVED PARAMETERS [ 重置已存参数 ]	重置保存的仪器参数并重置仪器。
SHUTDOWN [ 关机 ]	关闭并重置仪器。

# 显示触摸屏选项

通过按触摸屏底部的 "Display [显示]"键可以访问 "Display Options"。将显示右侧图片中所示的键。

下表简要介绍了每个键的功能。



键名称	说明
SEGMENTS[分段]	访问当前正在用于实验的实验方法。
INFORMATION	显示软件版本、选项和 IP 地址等仪器信息。
STATUS[状态]	显示三个主要信号,指示实验的当前状态。
SIGNALS [ 信号 ] U.U	显示直接来自仪器的实时信号数据。 此处显示的信号是通过仪器 控制软件 (通过访问 "Tools" / "Instrument Preferences [ 仪 器首选项 ]")来进行自定义的。
PLOT[作图]	在实验过程中,当从仪器接收数据时,显示基于时间的数据作 图。
SCREEN SAVER [ 屏幕保护程序 ] (本表待续)	使您可以为触摸屏选择屏幕保护程序。



返回打开的窗口。

### 校准选项

通过按触摸屏底部的 "Calibrate [校准]"键可以访问校准选项。将显示下图中所示的键。下表简要介绍了每个键的功能。



键名称		说明
TOUCH SCREEN [ 触摸屏 ]	CAL	使您可以校准触摸屏显示。
AUTOSAMPLER [自动采样器]	7	访问自动采样器校准功能。

# 仪器规格

以下几页中的表格包含了 Q5000 SA 的技术规格。

# Q5000 SA 仪器特性

尺寸	纵深 55.9 cm (22 in.) 宽度 47 cm (18.5 in.) 高度 61 cm (24 in.)
仪器的重量 变压器重量 (适用于 230 Vac 操作)	39.5 kg (87 lbs) 8.18 kg (18 lbs)
电源	120 Vac, 50/60 Hz,标准 如果与降压变压器一起进行配置,则为 230 Vac, 50/60 Hz
能量消耗	最大 1.44 kVA,包括附件电源插座
绝缘等级	危险组件和低压组件之间的所有电气绝缘设计均符合强化绝缘的 要求。 低压电路已接地。
室内操作温度	15℃至 30℃(非冷凝)
温度控制范围	5°C 至 85°C
湿度范围	0 至 98 %RH
湿度容器液体	蒸馏水

#### SA 采样系统

下表包含 SA 样品坩埚、天平机械装置和湿度室的相关规格。

#### 适用于十坩埚托盘的样品坩埚选件

类型	半球形石英
坩埚容量	180 μL
每个托盘的坩埚数	10 个石英坩埚

注意: 也可以使用其他坩埚类型 (例如铂坩埚和密封的铝坩埚)。这些坩埚需要一个可容纳 25 个坩埚的托盘。有关完整列表,请参见联机帮助。

#### 天平机械装置

称重范围 (样品) <sup>1</sup>	100 mg (额定)
天平测量	需要皮重
分辨率	0.01 μg
准确度	± 0.1%



1 告诫: 天平悬挂的总机械负载量为 5 g。为避免损坏天平部件,样品的总重量、皮重、天平杆、悬挂线和坩埚的总重量不得超过 5 g。天平系统 (不包括样品坩埚、参照坩埚、样品和皮重)的总质量为 3.23 g。如果使用自动采样器,样品和坩埚的最大质量为 600 mg,其中参照坩埚和皮重质量为 500 mg。如果进行手动加载,样品和坩埚的最大质量为 930 mg,其中参照坩埚和皮重质量为 830 mg。

# 环境控制/湿度

净化气体	氦(干燥,99.999 %RH)
MFC 净化速率:	建议为 200 mL/min (适用于湿度室) 建议为 10 mL/min (适用于天平)

# 运行环境

环境温度范围	15°C − 30°C
海拔高度	低于海拔 2 km

Q5000 SA 入门指南 21

# 安装 Q5000 SA

# 拆除包装/重新包装 Q5000 SA

拆除包装和重新包装仪器需要的说明,作为单独的拆除包装说明随附在运输箱以及与仪器控制软件关联的联机 文档中。 您可能需要保留仪器随附的所有运输硬件、塑料夹板和运输箱,以备重新包装和运输仪器。



警告: 拆除包装时请找个助手帮忙。 不要试图单独完成。

# 系统的准备工作

在运输之前,仪器已经过电气检查和机械检查,因此只要正确安装,即可对其进行操作。本手册中仅给出了有限的说明,有关其他信息,请参见联机文档。安装操作包含以下步骤:

- 检查系统,看是否存在运输损坏以及是否缺少零件
- 填充热交换器
- 将 O5000 SA 连接至 TA Instruments 控制器
- 如果使用 230 Vac 而不是 120 Vac,则安装电压配置装置
- 连接热交换器电缆和水管线、净化气体管线、附件和电源线
- 拆除天平的包装,包括按照指导卸下运输支架
- 安装悬挂线
- 使仪器水平并对齐悬挂线
- 调整样品平台 (请参见联机文档)
- 填充湿度室

建议由 TA Instruments 维修工程师来拆除仪器包装和安装仪器。收到仪器后, 您可以致电 TA Instruments 预约安装。



告诫: 为避免出错,在开始安装之前,请完整地阅读本章内容。

# 检查系统

当您收到仪器后,请仔细检查仪器和运输容器是否存在运输损坏的迹象,并对照随附的运输清单检查收到的零件。

- 如果仪器受损,请立即通知运输人员和 TA Instruments。
- 如果仪器完好但缺少零件,请与TA Instruments 联系。

# 选择位置

鉴于使用 Q5000 SA 进行吸附分析实验的亚微克灵敏度,使用以下指导原则为仪器选择放置地点至关重要。 仪器应该:

置于 ... 可以控制温度的区域。 温度应该在 20-30℃。

- ...清洁的、无振动的环境 (最好置于建筑物的底层)。 仪器应该远离泵、马达或其他可以产生振动的设备。
- ...宽敞、通风的区域。
- 置于 ... 稳固的工作表面。建议使用大理石工作台。
- **靠近** ... 电源插座(120 Vac, 50 或 60 Hz, 15 amps; 或者如果配有降压变压器,可为 230 Vac, 50 或 60 Hz, 10 amps)。
  - ... 您的 TA Instruments 热分析控制器。
  - ... 使用适当的调节器、流量计和干燥器提供的净化气体 (如果需要)。

#### 远离 ... 多灰尘的环境。

- ... 直接的阳光照射。
- ...直接的通风 (风扇、室内通风管道)。
- ...通风不好的区域。
- ...噪声振动或机械振动。
- ...人员频繁走动的区域,川流不息的人群可能会产生气流或机械干扰。

### 填充热交换器

热交换器包含的贮液罐可以为仪器提供冷却剂来为湿度室散热。冷却剂通过供应管线离开热交换器,在湿度室内循环后,通过返回管线返回贮液罐,如此处图中所示(有关如何连接水管线的说明,请参见第27页)。要填充热交换器,请按照以下指导进行操作:

1. 拧开热交换器上的贮液罐盖 (请参见下图)。





2. 将 TA Instruments TGA 调节剂 (PN 952377.901) 添加到贮液罐中。有关贮液罐中调节剂的添加量,请参见调节剂瓶子上的说明。 然后向贮液罐中添加蒸馏水至内部边缘。

注意: 启动系统后,再次检查贮液罐中的水面,如果必要,请补充蒸馏水至内部边缘。



告诫: 请勿将除蒸馏水和 TA Instruments 的 TGA 调节剂以外的任何液体倒入热交换器贮液罐中。

3. 盖上贮液罐盖, 然后拧紧。

# 连接电缆和管线

要连接电缆和气体管线,您需要拆开仪器的后面板。所有指导性的说明均假设您面对仪器的背面。



告诫 将电源线连接至插座之前,连接好所有的电缆。拧紧所有计算机电缆上的翼形螺钉。 此时应该没有装置通电。



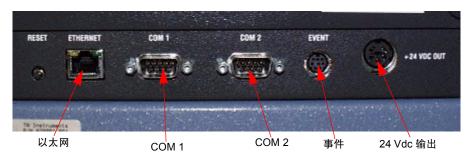
告诫: 无论何时插入或拔出电源线,都请握住插头而不是电源线。



警告: 要保护电源和通信电缆通道。请勿将电缆横放在过道上,以免被绊倒。

# 端口

仪器有一些端口位于仪器的背面。下表给出了每个端口的功能说明。连接电缆和管线时,请参考该列表。



Q5000 SA 左后方的五个端口

端口	功能
以太网	提供网络通信功能
Com 1	不适用于 Q5000 SA。
Com 2	不适用于 Q5000 SA。
事件	可以提供通用继电器接触闭合。
24 VDC 输出	为热交换器提供检测信号和电压。
底板净化	不适用于 Q5000 SA。
气体1	质流流量控制器 1 的入口端口 (天平净化)。 最大压强为 140 kPa gauge (20 psig)。
气体 2	质流流量控制器 2 和 3 的入口端口 (湿度室净化)。最大压强为 140 kPa gauge (20 psig)。
冷却气体	不适用于 Q5000 SA。



Q5000 SA 右后方的端口

#### 热交换器电缆和水管线

按照以下说明来连接热交换器电缆和水管线:

- 1. 找到仪器箱左后方的 24 Vdc 输出接头 (请参见第 26 页的图)。
- 2. 将热交换器电缆连接至该接头。只有热交换器电缆适合该接头。
- 3. 拆除水管线的包装。
- 4. 将标有 "SUPPLY"的水管线的一端连接至仪器箱右侧标有 "SUPPLY"的 接头 (如此处所示)。
- 5. 将标有 "SUPPLY"的水管线的另一端连接至热交换器上标有 "SUPPLY"的接头。
- 6. 将没有标记的水管线的一端连接至仪器箱右侧标有 "RETURN"的接头(如上所示)。



供应和返回 Q5000 SA 上的管线

7. 将没有标记的水管线的另一端连接至热交换器上标有 "RETURN"的接头。

注意: 开始第一次运行前,必须清除热交换器系统中滞留的空气。 完成 Q5000 SA 的安装后,打开仪器。 然后,从仪器控制程序中选择 "Control [控制]" / "Prime Exchanger [主交换器]"来启动热交换器泵;或者在触摸屏上滚动查看 "Control command [控制命令]"功能,直到出现 "Heat Exchanger [热交换器]",然后按 "Apply [应用]"来启动热交换器泵。根据需要补充冷却剂。 重复此过程,直到从系统中清除所有的空气并且仪器停止报告错误为止。

#### 以太网交换机设置

要将仪器连接至网络,需要进行必要的电缆连接,如下所述。 将仪器和控制器连接至一个以太网交换机。 此外,还有一些有关将控制器连接至 LAN 的说明。

#### 将仪器连接至交换机

- 1. 找到仪器左后方的以太网端口(如右图所示)。
- 2. 将以太网电缆的一端连接至仪器的以太网端口。
- 3. 将以太网电缆的另一端连接至以太网交换机上的其中一个网络端口 (如下图所示)。



以太网交换机



- 4. 检查位于背面板上的配置开关。必须将这些开关设置为关闭 (或向上的位置),以便控制器与仪器进行通信。
- 5. 检查仪器后面的以太网端口。 如果在仪器和交换机之间已正确地建立起 通信,则端口处会显示常亮的绿灯和闪烁的黄灯。
- 6. 按照下一节中的指导将控制器连接至以太网交换机。



配置开关

#### 将控制器连接至交换机

- 1. 找到计算机背面的以太网端口。
- 2. 将以太网电缆的一端插入计算机的以太网端口 (如右图所示)。
- 3. 将该电缆的另一端连接至交换机的其中一个网络端口。
- 4. 检查计算机后面的以太网端口。 如果在计算机和交换机之间已正确地建立起通信,则端口处会显示常亮的绿灯和闪烁的黄灯。



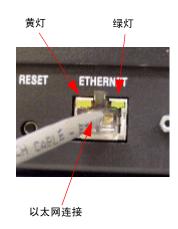


计算机 以太网端口

#### 将控制器连接至 LAN

您必须首先在计算机上安装网卡,才能将控制器连接至 LAN。

- 1. 找到计算机背面的第二个以太网端口。
- 2. 将以太网电缆的一端插入计算机的以太网端口。
- 3. 将另一端插入 LAN。
- 4. 检查计算机后面的以太网端口。如果在计算机和 LAN 之间已正确地建立起通信,则端口处会显示常亮的绿灯和闪烁的黄灯。



#### 净化管线

Q5000 SA 仅将氮气作为净化气体用于天平室并用于创建流动到样品室和参比室的潮湿的气体。因此, Q5000 SA 在仪器的背面仅有气体 1 端口来连接到氮气源。此外,实验时无法切换净化气体。Q5000 SA 中的三种质流

流量控制器 (MFC) 用于控制室内的相对湿度环境并为天平室提供干燥气体净化。您的 TA Instruments 维修工程师可能将为您连接管线。 如果需要,此处将提供说明。请参见右图来确定净化管线的位置。



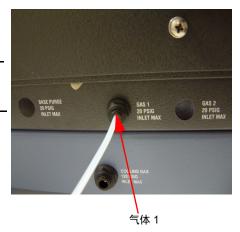
告诫: 请勿在净化管线中使用任何液体。确保您使用的是干燥气体。

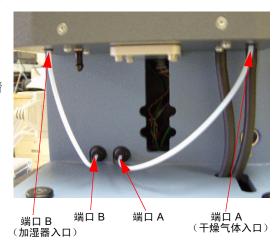
按照以下说明连接净化管线。建议使用 Teflon TFE 管,在仪器运输附件工具箱中有这种管。

1. 找到仪器背面的气体 1 端口。气体 1 端口用于净化天平室和湿度室。使用 o.d. (外径)为 1/8 英寸的管将氮气管线连接至气体 1 端口。

通过使用仪器控制软件选定的设置来控制天平室和湿度室的实际流速。

- 2. 找到仪器前面的端口 A。使用 o.d. 为 1/8 英寸的管将气体管 线连接至端口 A。将管的另一端连接至湿度室上的端口 A。 请参见右图。
- 3. 找到仪器前面的端口 B。使用 o.d. 为 1/8 英寸的管将气体管 线连接至端口 B。将管的另一端连接至湿度室上的端口 B。请 参见右图。
- 4. 确保已将净化气体源的压强调节在 70 和最大值 140 kPa gauge (10 到 20 psig) 之间。
- 5. 使用仪器控制软件查看 "Instrument Preferences [ **仪器首选项**]" / "Humidity Page" 上连接的气体。默认情况下,设置为 "Nitrogen [ 氮气 ]"。
- 6. 在 "Experiment View [实验视图]"的 "Notes [注释]"





**页面**上设置所需的净化速率。200 mL/min 是默认设置,建议您在大多数实验中使用该值。单击 "**Apply** [**应用**]"保存更改。

注意:如果使用的是实验室管道净化而不是瓶装氮气净化,强烈建议安装一台外部干燥器和五微米过滤器。



告诫: 腐蚀性气体不能用于本仪器。



**警告: 爆炸性气体不能用作净化气体。** 

注意: 请勿将任何气体连接到仪器背面的冷却气体端口或气体 2 端口。它们都不能用于Q5000 SA。

#### 湿度室序列电缆

要安装序列电缆,请遵循以下步骤:

- 1. 请确保拔下电源线,从而使仪器不带电。
- 2. 将湿度室一侧的序列电缆连接到仪器箱一侧的端口 (如右图所示)。



序列电缆

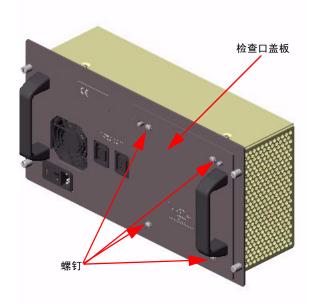
#### 电压配置装置

如果您使用的是 230 Vac 而不是 120 Vac,则需要使用电压配置装置。 按照以下步骤将该装置安装到电源控制装置 (PCU) 上:

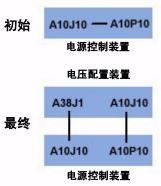


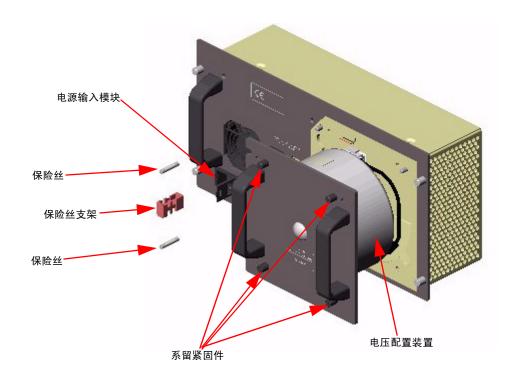
警告:本仪器中存在高电压。请确保先拔下仪器的电源,然后再执行这些步骤。 请参见第 9页的 "警告"。

- 1. 从运输箱中取出组件,并验证所有组件是否齐备。
- 2. 通过拆下用于紧固盖板的四(4)个螺钉来卸下位于仪器后面的检查口盖板。请参见下图。



- 3. 从位于 PCU 内的 A10P10 上断开 A10J10 接头。 现在,将电压配置装置上的 A10J10 接头连接到 PCU 内部的 A10P10。然后,将位于 PCU 内的 A10J10 连接至抗电涌子部件的 A38J1。 请参见右图图示。
- 4. 将该子部件安装到 PCU 中,并拧紧四个系留紧固件以将其固定好。
- 5. 从电源输入模块中卸下保险丝支架,并用附件工具箱中随附的 6.3 amp 保险丝替换 10 amp 保险丝。 丢弃 10 amp 保险丝。 请参见下页图片。





#### 电源开关

电源开关位于仪器的后面。 它是*电源输入模块*部件的一部分,它还包含电源线接口。 电源开关用于打开和关闭仪器。 如果需要变压器,则必须先安装它,然后再打开电源。

### 电源线

注意: 标有 <HAR> (调谐)的电源线符合欧洲经济区内国家 / 地区的安装标准。

按照以下说明安装电源线:

- 1. 请确保电源开关处于关闭 (0) 位置。
- 2. 将电源线插入仪器电源输入模块中。



告诫: 在将仪器电源线插入墙上的插座之前,请确保仪器与管线电压兼容。 检查装置背面的标签以验证电压。

3. 将电源线插入墙上的插座。



# 安装 Q5000 SA

TA Instruments 建议您在拆除仪器的天平机械装置的包装前,应完整阅读本章先前所述的安装说明。 将仪器从包装箱中取出并放置在大理石工作台上之后,按照包装箱中随附的说明表,使用以下步骤安装仪器:

- 卸下运输支架
- 拆除天平的包装
- 启动仪器
- 安装参照品悬挂线
- 安装样品悬挂线
- 安装湿度清除磁盘
- 对齐天平
- 关闭天平室
- 调节仪器
- 填充湿度室

# 卸下运输支架

在仪器随附的拆除包装说明表中也有关于该步骤的介绍。在此处重复介绍一遍,以防先前没有完全执行该步骤。

拧下下图所示的运输支架的支脚。抬起支架的支脚,卸下整个支架。您需要将支架和平板拉出,与顶部的四个 立柱分开。请保留该支架,以备将来运输仪器时使用。



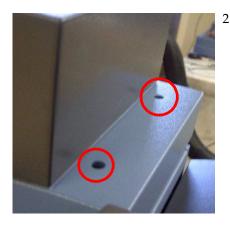


告诫: 在下一节中拆除天平的包装时,请小心不要损坏天平臂或悬挂环。

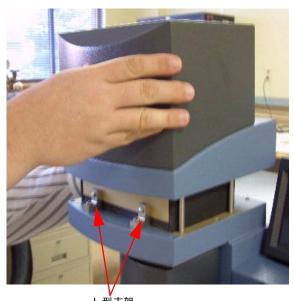
# 拆除天平的包装

卸下支架之后, 您可以继续拆除天平的包装。必须完成这一 至关重要的步骤,才能使用仪器。

1. 通过使用螺丝刀卸下背面的两个螺钉来卸下天平室盖。 (请参见下图。)保留这些螺钉。取下盖子。

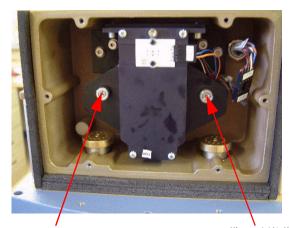


2. 使用十字螺丝刀从天 平室拆卸四个 L 型运 输支架。先卸下水平 螺钉, 然后再卸下垂 直螺钉。请参见上图 和下图。请保留这些 支架和螺钉, 以备将 来运输需要重新包装 仪器时使用。



L型支架

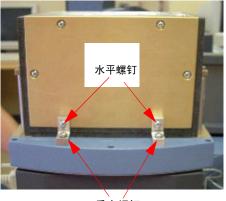
- 3. 卸下内部天平面板上剩余的四个螺钉 (请参见右图),然后卸下面 板。请确保面板内部的小O形环没有丢失。重新安装面板时,这些小 O形环必须处于适当的位置。
- 4. 拧下翼形螺钉并卸下如下图所示的左右天平盖。



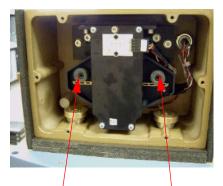
参照品一侧的盖子

样品一侧的盖子

- 5. 使用镊子压住泡沫材料,然后旋转 90 度使其与横梁不再接触。 轻 轻地取出样品和皮重两侧的泡沫材料填充物 (请参见正右方的图 中所示的位置),小心不要触及天平。
- 6. 将天平左右两侧的参照品一侧的盖子和样品一侧的盖子放回原处。 用手指拧紧翼形螺钉。
- 7. 找到我们在面板外部卸下的四个螺钉 (在步骤1中卸下的)。



垂直螺钉



参照品一侧的泡沫材料 样品一侧的泡沫材料

8. 将这四个螺钉中的两个置于天平室背面。

注意: 如果需要安装悬挂线,请跳过步骤 9、10 和 11。安装完悬挂线之后,才能打开内部天平面板和天平室盖。

- 9. 使用步骤 7 中卸下的两个螺钉和步骤 3 中卸下的四个螺钉将内部天平面板装回原处。确保小 O 形环位于面板内部的原位置,以便正确安装。
- 10. 在天平部件盖内部安装附件工具箱中的泡沫绝缘材料,同时保持底部处于打开状态。在天平部件盖的上表面上使劲按压。
- 11. 降低盖子,将泡沫材料小心地放置在天平室上。

按照下一节中的步骤打开仪器电源并启动仪器。如果您需要安装悬挂线,请继续执行以下几页上的说明。

# 启动仪器

- 1. 检查仪器和控制器之间的所有连接。确保每个组件都插入到正确的接头中。
- 2. 将仪器电源开关设置到打开(1)位置。

按照正确顺序打开电源后, TA Instruments 徽标将显示在触摸屏上。 这表示仪器已经可以使用了。

注意: 允许仪器在执行实验之前至少预热 30 分钟。 有关更多详细信息,请参见仪器控制联机帮助。

# 安装悬挂线

拆除仪器包装并取出泡沫材料之后,您需要安装悬挂线。相同类型的悬挂线同时用于天平的参照品一侧和样品 一侧。本节中将对过程进行说明。

注意: 如果您在拆除天平的包装之后执行该步骤,并且天平面板已经关闭,则你不必执行以下步骤 1 至 3。开始下一节。



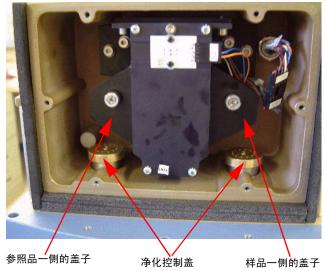
告诫: 安装过程中,注意不要弯曲悬挂线或损坏悬挂环。

- 1. 按照指导打开仪器。湿度室将自动降低。
- 2. 卸下将内部天平室面板固定到仪器上的螺钉,并卸下面板。请确保面板内部的小O形环没有丢失。重新安装面板时,这些小O形环必须处于适当的位置。
- 3. 拧下天平机械装置两侧的固定天平盖的翼形螺钉并 卸下盖子。请参见右图。继续下一节。

### 安装参照品或样品悬挂线

按照以下步骤安装悬挂线:

- 1. 找到附件工具箱中的悬挂线和夹具。
- 2. 放置悬挂线,使两个弯曲钩子位于顶部。使用黄铜镊子夹住悬挂线,请小心不要弯曲悬挂线。
- 3. 降低悬挂线至夹具的开口处并将两个钩子轻轻转到左边。
- 4. 仅固定夹具,使其与线成角度,从而底部稍微升至湿度室以使线的顶部有足够的空间,来清洁湿度室而不 用接触。请参见下图。

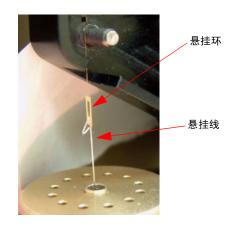






湿度室开口处

5. 拉直夹具使其缓慢垂直地将线向上插入到冷却板的孔中,请注意不要弯曲或折弯悬挂线。继续提升夹具直到钩子从净化控制盖中稍稍突出。请参见下图。



- 6. *可选的*: 此时您可能需要将一小片白纸小心地放置在悬挂环的 后面以便看得更清楚。
- 7. 如果需要,使用镊子轻轻使两个弯曲的钩子(指向左面)通过 悬挂环中的孔。移动钩子,直到将其完全嵌入环中为止。
- 8. 使夹具笔直下落到炉子中,由于您将移动夹具或悬挂线可能弯曲,请勿尝试使夹具成角度。
- 9. 请小心去除夹具和纸张 (如果使用)。
- 10. 对于位于参照品一侧的另一根悬挂线,请重复该过程。(相同长度的悬挂线同时用于两侧。)
- 11. 安装自动采样器样品平台 (位于附件工具箱中)。有一个导销可以帮助您正确地放置托盘。
- 12. 从触摸屏上或仪器控制程序中选择 "Autosampler Reset"。

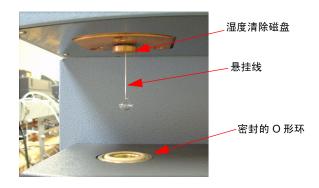
# 安装湿度清除磁盘

Q5000 SA 湿度清除磁盘可以在实验进行时防止在样品室上表面形成冷凝。当你第一次收到仪器,这些磁盘还未安装。按照这些说明安装磁盘:

- 1. 在您的附件工具箱中找到湿度清除磁盘 (如右图所示)。
- 2. 尽可能降低湿度室,以确保整个悬挂线上未加载坩埚。
- 3. 如图所示使用柄放置清除磁盘,然后将磁盘向上滑入样品一侧的悬挂线。向上推磁盘,使 柄充分就位以将清除磁盘固定在适当的位置,但是请勿使磁盘完全就位。



- 4. 安装参照品一侧的湿度清除磁盘时重复该过程。
- 5. 提升湿度室 当湿度室升高到完全关闭的位置时,将向清除磁盘方向推动并完全就位。当湿度室打开时,磁 盘将松散地悬挂在冷却板 (如下图所示)。



安装湿度清除磁盘之后, 您现在可以对齐天平 (如果需要)。

天平已由 TA Instrument 对齐。如果需要,您可以按照下一节的说明对齐天平。

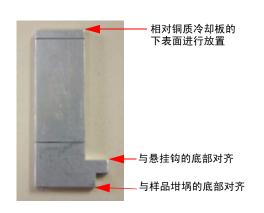
# 对齐 Q5000 SA 天平

为了避免重量信号噪音,Q5000 SA 必须调平,从而使样品坩埚和悬挂线在湿度室内悬空而不会接触侧面。坩埚悬挂的角度对于工作台轻微的不平非常敏感,所以为您的仪器选择一个稳固的桌子或工作台非常重要。

一旦将仪器放置在了满意的地方,就需要使用以下步骤调整样品悬挂线的顶部和底部,并将仪器调平。将坩埚加载到悬挂线时,执行以下步骤。

#### 对齐样品悬挂线

- 1. 按照以下步骤调整悬挂线和坩埚的位置,直到坩埚 底部距离冷却板 2.2 in. (5.6 cm):
  - a. 拧松位于天平内部的两个内部向上 / 向下天平 调整锁定螺钉 (如右图所示)。
  - b. 转动中心天平部件六角螺钉直到坩埚高度为正确的距离。有关螺钉的位置,请参见右图。下图显示了每个项目的正确距离。按照指导原则使用定位仪进行调整。





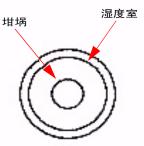
中心天平部件螺钉

- c. 向上/向下拧紧螺钉以将其锁定在适当的位置。
- d. 持续转动步骤 1b 中的六角螺钉直到向天平 部件的方向拧紧。
- 2. 按照以下步骤调整样品悬挂线各侧的位置:
  - a. 拧下两个外部左边 / 右边天平调整锁定螺钉 (如上图所示)。
  - b. 手动调整天平部件的左右位置,直到悬挂线位于顶部净化盖和底部样品管的中间位置。
  - c. 拧紧螺钉以将其锁定在所处位置。

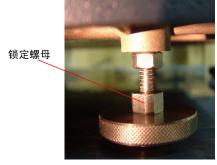
#### 对齐样品悬挂线的底部

该过程的目的是为了使样品坩埚处于湿度室内的中心,因此坩埚的移动在湿度室打开和关闭时都不会被干扰。 请参见右图。

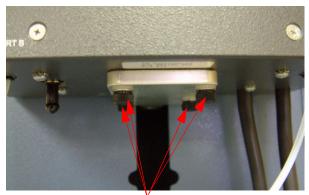
- 1. 使用触摸屏 "Calibrate [校准]" / "Autosampler [自动采样器]" / "Motor Test [马达测试]" / "Furnace Up/Dow [炉子上移 / 下移]" 的功能来缓慢提升湿度室至样品坩埚的底部,并触摸 "STOP [停止]"。
- 2. 检查湿度室内的样品坩埚对齐情况。 它应当是自由悬挂、粗略居中, 并不会碰到湿度室的侧面 (如右图所示)。
- 3. 如果湿度室内的样品坩埚没有居中并且没有自由悬挂,请通过调整底部的两个前支脚来校平仪器。顺时针旋转支脚以延长支脚长度或逆时针旋转以缩短支脚长度,以确保支脚和稳定装置能安全地接触工作台。继续调整直至坩埚正确悬挂为止。
- 4. 在仪器处于水平状态时,使用 7/16 英寸扳手向上拧紧锁定螺母,使 其固定在箱的底部,以将安装支脚固定在其所处位置。请参见右图。
- 5. 在某些情况下,必须对湿度室本身进行细微的调整。通过拧松四个将湿度室连接到提升臂(如下图所示)的螺钉,并移动湿度室直到坩埚处于中心位置,然后拧紧螺钉就可以实现该操作。



从上方查看时,坩埚应该 位于湿度室的中心。



5. 降低湿度室,然后手动卸下坩埚并移回到托盘上。



湿度室调整螺钉

# 关闭天平部件

您完成前几页的步骤之后,请按照以下这些说明完成 Q5000 SA 的安装:

注意: 如果天平面板已经打开, 您将无法执行步骤 1。请从步骤 2 开始。

- 1. 将内部天平面板放回原处并使用六个螺钉将其固定。(卸下第 34 页上的步骤 3 中的四个螺钉以及单独随附在盖子内部的塑料包中的两个螺钉。)确保小 O 形环位于面板内部的原位置,以便正确安装。
- 2. 从附件工具箱中取出天平室泡沫材料填充物。
- 3. 从天平部件盖内的附件工具箱安装泡沫绝缘材料,同时保持底部打 开。在天平部件盖的内部上表面上使劲按压。请参见右图。
- 4. 降低盖子,将泡沫材料小心地放置在天平部件上。将盖子后面的两个螺钉放回原处。
- 5. 安装自动采样器盖。现在安装过程已经完成。

安装在此处的泡沫材料。



# 调节天平和湿度室

# 天平调节

为了使您的仪器达到最佳性能并保持天平室干燥,必须为 Q5000 SA 进行天平调节。第一次安装仪器时以及每次打开天平室时都需要进行天平调节。

#### 温度稳定

建议的天平室温度为35℃。安装时或打开天平室时允许仪表运动的温度稳定一个小时。这段时间内,由于天平的磁力随温度改变,重量测量将出现某些变动。

#### 对天平进行干燥处理

仪表运动的温度稳定后,您将需要使用净化速率为 100 mL/min 的氮气对天平进行 12 小时的干燥处理。必须消除天平室内的湿气以最长时间的保持重量信号的稳定性。需要相当多的时间才能完全去除悬挂的天平部件中的少量聚合材料吸附的湿气。

#### 维护干燥的天平

要在调节后维护干燥的天平,请使用为 10 mL/min 的天平净化速率。

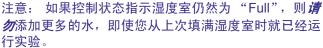
注意: 如果天平已经在周围环境打开了几分钟 (例如,在更换悬挂线时)以及运行长时间的实验需要重量测量的最终稳定性,则仪器应该整夜放置在净化速率为 100 mL/min 的环境中。

# 使用水填充湿度室



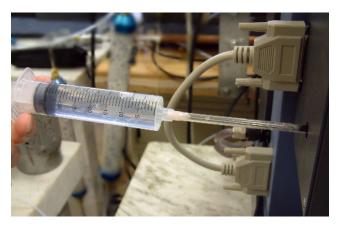
告诫: Q5000 SA 湿度室需要蒸馏水来防止矿物质堆积。<u>请勿向蒸馏水中添加任何调</u> <u>节剂</u>。

- 1. 使用仪器上的触摸屏,选择 "Control [控制]"屏幕。
- 2. 使用 "Control [ 控制 ]" 屏幕上的 "Control Command" 下拉菜单,选择: "Humidity Fill Mode"。
- 3. 选择 "**Apply** [ **应用** ]"以启用 "Humidity Fill Mode"。请稍等,直到执行前屏幕顶部显示"就绪"信息。





4. 更换湿度室左边的水填充装置的橡胶盖 (如右图所示)。



5. 使用注射器 (请参见下图),**缓慢**向湿度室中添加蒸馏水直到仪器发出蜂鸣声。当湿度室水量已满时,屏幕上的控制状态将更改为"Full"。

注意: 将会出现与 FULL 传感器相关联的时间 延迟。传感器需要几秒钟进行记录湿度室已满 的信息以及显示并发出蜂鸣声。因此,缓慢填充湿度室可避免填充过量。

- 6. 完成后按 "Apply [ 应用 ]" 以禁用 "Humidity Fill Mode"。注意: 如果仪器仍然 处于填充模式,您将<u>无法</u>运行随后的湿度实 验。
- 7. 将水填充装置上的橡胶盖放回原处。注意: 如果不将此盖放回原处,您将无法获得合理的湿度结果。

注意: 您将需要充足的时间来平衡执行实验之前的水的温度。因为湿度室内的水应该处于平衡温度,通常不需要在实验*时*添加水。

Q5000 SA 入门指南 43

# 关闭仪器

决定关闭仪器之前,请考虑以下事项:

- 热分析系统的所有组件均设计为可长时间通电。
- 如果将由开关装置引起的电源波动降到最低,则 Q5000 SA 和控制器的电子元件的性能会更可靠。

因此,最好不要频繁地开关系统及其组件。 因此,当您在仪器上完成一个实验并且希望使用热分析系统来执行 其他任务时,建议您不要关闭仪器,同时保持 10 ml/min 的天平净化速率 /

为确保正常地关闭仪器,建议您从"Instrument Control"菜单中选择"Control [控制]"/"Shutdown Instrument",或者从触摸屏控制选项中选择"Shutdown [关机]"。将显示一条确认消息。选择"OK"(触摸屏)或"Shutdown [关机]"(仪器控制)以继续。与仪器的所有通信都将停止,同时仪器会将数据保存到闪存中。完成此过程之后,仪器将发出一条消息,指示可以安全地关闭仪器电源或重置仪器。

要关闭仪器电源,请将仪器后面的电源开关设置到关闭(0)位置。

# -第3章

# 使用、维护和诊断

# 使用 Q5000 SA

所有 Q5000 SA 吸附分析实验都具有以下常规要点。在某些情况下,并非所有这些步骤都需要执行。这些步骤中的绝大多数都是使用仪器控制软件执行的。执行这些操作所需的说明位于仪器控制程序的联机帮助中。因此,此处不会对其进行详细介绍。

- 校准仪器
- 通过 TA 仪器控制软件, 创建或选择测试步骤并输入实验信息
- 选择样品坩埚并去除其皮重
- 加载样品
- 开始实验
- 在实验结束后卸载样品。

要获得准确的结果,请认真遵循以下过程并且每月至少检查校准或验证性能一次。

# 在开始使用之前

在设置实验之前,请确保 Q5000 SA 和控制器已经正确安装。确保您已经完成以下操作:

- 完成 Q5000 SA 和控制器之间的所有必要电缆连接 (以太网连接)。
- 连接热交换器电源线和水管线
- 连接所有气体管线
- 打开各个装置的电源
- 熟悉控制器操作
- 调节和校准 Q5000 SA (如果必要)

# 校准 Q5000 SA

要获得精确的实验结果,您应该在首次安装仪器时进行校准。 但是,要获得最佳结果,还应该定期验证性能并重新校准 (如果必要)。

在 Q5000 SA 上进行以下校准:

- 重量校准
- 温度校准
- 湿度 (流) 校准
- 自动采样器校准
- 触摸屏校准

注意:除了温度校准和湿度校准之外,您可以执行所有这些校准。有关信息,请参见以下章节。温度校准需要高精确度的外部仪表,并且必须由 TA Instruments 服务人员来执行。湿度(流)校准也需要专门的外部设备,并且必须在工厂内执行。因此,如果检测出湿度校准问题,则必须更换质流流量控制器 (MFC) 部件。

## 重量校准

首次安装系统时,需要进行重量校准。可以通过仪器控制程序("Calibrate/Weight"),使用 Q5000 SA 附件工具箱中经过鉴定的 50 mg 重量执行该校准。也可以通过铂功能,使用附件工具箱中经过鉴定的 100 mg 匹配坩埚模执行该校准。有关详细信息,请参见联机帮助。

可以使用仪器控制程序或铂功能以及经过鉴定的标准的 50 mg 或 100 mg 匹配坩埚定期验证重量校准。

## 温度校准

在运输仪器之前,在工厂中对 Q5000 SA 执行温度校准。在安装时,TA Instruments 维修工程师将使用高精确度的、经过鉴定的外部仪表验证该校准是否为  $35^{\circ}$ C。

# 湿度(流)校准

Q5000 SA 使用 "开环"排列来生成和测量室内样品和参照品周围的湿度水平。通过控制气体通过两个经过校准的质流流量控制器 (MFC) 的比率生成湿度。这些质流流量控制器在运输之前,已在工厂中使用经过鉴定的外部流量检测设备进行校准。在安装时通过运行溶解性盐可以验证校准是否正确,也可以由操作员定期进行验证。TA 服务人员使用在 57.6±2 %RH(绝对)、25℃ 时溶解的溴化钠进行验证。

在样品坩埚和参照品坩埚附近的湿度传感器可以提供湿度的实时指示,并可以进一步确认湿度校准是否正确。

# 自动采样器校准

如果自动采样器无法在自动加载过程中正确地吊取样品坩埚,则自动采样器可能需要进行校准。安装时应执行校准过程,此后应该根据需要定期进行校准。

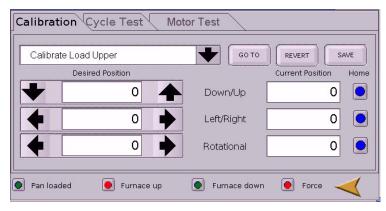
其他可能导致无法正确吊取坩埚的原因包括:

- 仪器未处于水平状态。有关解决该问题的说明,请参见"对齐天平"。
- 悬挂线不直。更换悬挂线。有关说明,请参见"安装悬挂线"。
- 吊环弯曲,请确保使用直的坩埚吊环。

要执行自动采样器校准,请按照下面的说明进行操作:

- 1. 触摸位于触摸屏底部的 "Calibrate [ 校准 ]" 按钮。将显示 右图中所示的屏幕。
- 2. 按 "Autosampler [自动采样器]" 按钮。
- 3. 如果尚未选定 "Calibration [校准]"选项卡,请触摸该选项卡。 将显示如下图所示的屏幕。





4. 按照以下说明来调整两个自动采样器 坩埚位置 "Calibrate Load Upper [校准加载上位]"或 "Calibrate Load Lower [校准加载下位]"。

除了校准功能以外,还提供了另外两种功能: TGA 自动采样器循环试验 (使您可以测试加载/卸载功能和穿孔功能)和TGA 自动采样器马达试验 (使您可以测试各个马达)。有关信息,请参见联机帮助。

#### 校准加载上位位置

此校准用于调整样品托盘来回滑动以加载样品坩埚时的位置。

- 1. 将坩埚放置在样品托盘的编号为1的位置。
- 2. 从触摸屏的 "Calibration [校准]"页面中选择 "Calibrate Load Upper [校准加载上位]"。
- 3. 选择 "GO TO [转至]"按钮。坩埚将移至加载位置。
- 4. 坩埚停止后,观察吊环和悬挂线钩的位置。钩应该位于吊环的带角柄的中心,并且不应该接触吊环,以确保钩在托盘移动时不会扯掉坩埚。
- 5. 触摸方向箭头,然后触摸 "GO TO [转至]"按钮,以将所需的托盘位置向上/下、向左/右或顺时针/逆时针移动,直到正确定位托盘。
- 6. 在托盘移动到所需的加载 (上位)位置后,选择 "SAVE[保存]"。



#### 校准加载下位位置

此校准用于调整样品托盘的位置,以确保坩埚悬挂在悬挂线钩上时,托盘的移动不会影响坩埚。

- 1. 从样品托盘的编号1位置加载坩埚。
- 2. 从触摸屏的 "Calibration [校准]"页面中选择 "Calibrate Load Lower [校准加载下位]"。
- 3. 选择 "GO TO [转至]" 按钮。
- 4. 观察托盘的运动。托盘应该向下移动,穿过坩埚的底部而不发生接触。
- 5. 触摸方向箭头以向上/向下、向左/向右、顺时针/逆时针移动托盘至所需的位置,直到托盘正确放置。
- 6. 在托盘移动到所需的卸载 (下位加载)位置后,选择 "SAVE[保存]"。

注意: 将左 / 右和旋转位置同时保存到 "Calibrate Load Lower [校准加载下位]"和 "Calibrate Load Upper [校准加载上位]"窗口。因此,您会自动将值保存到这两个位置

# 运行 Q5000 SA 实验

# 实验过程

所有 Q5000 SA 实验都将具有以下常规要点。在某些情况下,并非所有这些步骤都需要执行。有关本手册未涉及的内容,请参见仪器控制软件联机帮助。

- 填充湿度室内的贮液罐
- 去除空样品坩埚的皮重。
- 将样品加载入坩埚中。排除静电效应。
- 通过 TA 控制器输入实验信息,其中包括样品信息和仪器信息。
- 使用仪器控制软件创建或选择实验过程。
- 开始实验。

# 填充贮液罐

在开始吸附实验之前 (或使用自动采样器的实验序列),检查湿度室中贮液罐中水面十分重要。如果 "控制状态"显示指示为 "OK"或 "低",使用第 43 页上的步骤填充湿度室。此外,查看联机帮助 (从菜单中选择 "帮助/帮助主题"并使用 "目录"查找主题)中名称为 "关于湿度室"的主题。该主题提供关于运行试验时验证水量是否充足的其他信息,以及关于防止自动采样器实验开始时贮液罐水面较低的软件安全设置的信息。

通常在自动采样器序列的中间向贮液罐中添加水不是十分恰当。但是,如果实验运行时的温度为 25℃,可以添加水,特别是在平衡步骤的前一部分,而不会影响结果。

# 去除样品坩埚的皮重

必须在将加载样品之前去皮重以确保天平可产生准确的样品重量的读数。

将空的样品坩埚放在平台上并从 "Q5000 SA 控制菜单"触摸屏选择去 "TARE [ 皮重 ]",或者从仪器控制软件中选择 "Control/Tare"。选择托盘上所需的坩埚。坩埚自动加载,湿度室升高以进行测量。当去皮重过程完成后,湿度室自动降低并卸载坩埚。

注意: 需要将具有相同大小和类型的样品坩埚放置于于去皮重一侧,以确保正确的操作。

## 加载样品

有关样品准备的详细信息,请参见联机帮助。去除样品坩埚的皮重后,按照以下说明将样品加载到 Q5000 SA 湿度室:

1. 将样品放置在样品坩埚中,然后将坩埚放置在用于去皮重的相同位置处的样品托盘上。 (可以在托盘安装在仪器上或卸下时,进行此项操作。) 坩埚的吊环应该与托盘上的蚀刻线对齐,以便样品悬挂线可以拾取样品坩埚。

注意: 始终使用黄铜镊子来夹持样品坩埚。

注意: 某些材料很容易产生静电电荷,因此加载时将出现问题。这种现象最有可能发生在周围湿度比较低的实验中。Q5000 SA 提供的金属涂层的石英坩埚通过天平直接接地,应该会消除这种问题。

2. 更换自动采样器上的样品托盘 (如果需要), 然后将塑料盖放置在样品托盘上面 (如果需要)。

您可以在开始实验之前预先称重样品 (如果需要),以获得重量的记录。预先称得的重量对于极易挥发的材料很有价值。所得重量将存储在数据文件记录内。

注意: 在自动采样器托盘中等待分析的的样品可能增益或损失重量 (分别根据吸附潮气或损失挥发物),最好使用分析前提前穿孔的密封铝坩埚进行分析。

## 样品大小

Q5000 SA 天平对于微小的重量改变非常灵敏。因此,不必使用较大的样品,特别是如果样品在暴露在湿气中时增益多于其初始重量的 10% 的情况。样品大小为 5 – 10 mg 就足够了。如果总重量增益少于 0.5%,则推荐使用稍大的样品大小 (25 – 30 mg)。通常较小的样品将更快地与正在使用的湿度平衡。执行梯升湿度或梯升温度实验,也推荐使用较小的样品。

## 创建实验过程

Q5000 SA 仪器控制软件允许运行各种吸附分析实验,包括: 恒温下步阶湿气、恒温下梯升湿气、保持湿度不变时分步温度以及保持湿度不变时梯升温度。软件包含简化设置这些各种类型实验的模板。有关更多详细信息,请参见"可用的 Q5000 实验模板"。

## 开始实验

开始实验之前,请确保 Q5000 SA 与控制器联机,并且已经通过仪器控制软件输入了所有必要的信息。

通过触摸仪器触摸屏上的 "START[开始]"键,或选择仪器控制软件上的 "Start[开始]",来开始实验。 当启动仪器时,系统将自动加载样品坩埚并关闭湿度室 (如果必要),然后运行实验直到完成。

## 停止实验

如果由于某种原因,需要终止实验,您可以随时通过按下控制菜单触摸屏上的 "停止"键,或通过仪器控制软件选择 "STOP [停止]",来停止实验。 其他可以停止实验的功能是 "Reject"。 但是,"Reject" 功能将丢弃通过实验获取的所有数据;而 "Stop [停止]" 功能将保存在停止实验之前收集到的所有数据。

注意: 有关关闭仪器的信息,请参见第2章。

## 绘制结果

绘制 Q5000 SA 结果时,时间或相对湿度几乎始终用作 X 轴信号。样品传感器 RH (%) 或参照传感器 RH (%) 可以指示实验时样品区域和参照坩埚内的湿度,但是因为这些值不如相对湿度 (%) 信号精确,因此通常不用做 X 轴。

除了直接绘制原始实验信号之外,Universal Analysis 程序提供许多其他有用的方法来对待 / 查看结果。例如,"初始样品重量"可以用于重量更改测量或"初始干燥后的重量"也可以用于重量更改测量。也可以使用诸如 BET 和 GAB 此类的分析。

# 维护仪器

客户应负责本节中介绍的主要维护过程。 任何进一步的维护均应由 TA Instruments 代表或其他合格的服务人员执行。 有关详细信息,请参见与仪器控制软件一起安装的联机文档。



警告: 由于本仪器中的电压很高,因此,未经培训的人员不得尝试检测或修理任何电路。

## 清洁仪器

您可以按照自己的频率清洁 Q5000 SA 触摸屏。 应该使用家用液体玻璃清洁剂和软布来清洁触摸屏。 用玻璃清洁剂浸湿软布 (而不是触摸屏),然后擦拭触摸屏和周围的表面。



告诫: 请勿使用烈性化学制品、腐蚀性清洁剂、钢丝棉或任何粗糙的材料来清洁触摸屏,因为您可能会划伤其表面并降低其功能。

# 清洁/干燥石英坩埚

Q5000 SA 石英样品坩埚可重复使用。但是,必须在重复使用样品容器之前去除上次吸附实验时残留的试验材料,以便进行之后的实验。



告诫:由于石英处于高温火焰中时可能会变软和变形,因此无法使用丙烷喷灯清洁石英坩埚。

由于吸附分析使用的许多材料是水溶的,因此首先尝试通过使用 HPLC 级水或蒸馏水 / 去离子水冲刷坩埚或来清洁石英样品坩埚。 使用甲醇、乙醇或异丙醇冲刷之后漂洗石英坩埚,并在空气中干燥 15 至 20 分钟。您可以在干燥之前使用 Q-tip 药签去除多余的酒精。**请勿 使用清洁剂**来清洁石英坩埚。

如果水无法去除残留物,您可以使用温和或有机清洁剂 (例如丙酮)。溶剂方法可能需要结合使用持续时间较短的超声波清洁。但是,由于机械搅动会破坏石英样品坩埚或使其变形,因此这是最后的方法。

清洁后,样品坩埚应该存储在干燥器中以准备下次使用。

# 维护热交换器

对于热交换器,仅需要保持液体冷却剂的液面和质量,此外不需要进行其他任何维护。如果液面降得太低,或冷却剂被污染,则可能导致仪器出现问题。



告诫: 请勿将蒸馏水和 TA 调节剂以外的任何液体倒入热交换器贮液罐中。

您应该定期检查热交换器冷却剂的液面和状态。建议您根据仪器的使用情况,每三个月或六个月进行一次定期 检查。

如果必要,将蒸馏水添加到贮液罐中,以保持贮液罐至少装满 2/3。 如果有明显的霉菌增长,请排干容器瓶,使用蒸馏水重新填充,并添加 TA Instruments TGA Q5000 调节剂。有关填充热交换器的说明,请参见第 25 页。

# 监视湿度室

湿度室中的贮液罐将需要定期重新填充蒸馏水。当室内水面较低时,状态行中将显示一条信息。遵循第 42 页上的说明来再次填充湿度室。SA 在湿度室贮液罐中的多个水面传感器表示为"满""OK"(主要范围在"满"和"低"之间)和"低"。

注意: 当贮液罐中水量大约为 40 mL 时,将首先触发 "低"指示器。

Q5000 SA 中的贮液罐为 "满"时,可容纳大约 150 mL 的水量。 当然,实验时水的消耗率取决于温度、要求的 %RH 和时间。 但是,决定性因素是温度。 25°C 时,即使使用高湿度,消耗率也比较低。 25°C 时,需要 30 天才能耗尽贮液罐。这为 Q5000 SA 自动采样器托盘充满时(10 个样品)的分析提供相当足够的时间。 另一方面,在极端条件下(例如, 85°C 等温和 85 %RH),水的消耗率将高得多。 因此,这仅需要大约 15 小时就可以耗尽贮液罐。 应该有充足的时间来执行至少一个稳定的实验。

注意: 在开始实验的自动采样器序列之前,始终填充贮液罐是比较好的做法。 如果在实验 / 序列中添加水时没有正在采集重要数据,可以在实验或自动采样器序列中间添加水。 根据湿度室在添加水时的温度,添加温水而不是周围环境温度的水可能更加有益。

# 更换保险丝

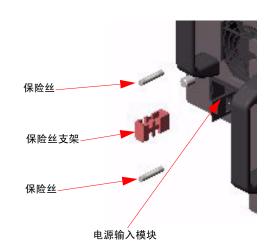


#### 警告: 在检查或更换保险丝之前,切记要拔下仪器的电源插头。

Q5000 SA 包含用户不能处理的内部保险丝。如果任一内部保险丝烧断,则可能存在危险。 请致电 TA Instruments 维修工程师。

您自己仅能更换位于仪器后部的电源输入模块中的保险丝。要 检查或更换这些保险丝,请执行以下操作:

- 1. 关闭仪器并拔掉电源线。
- 2. 在电源输入模块门的边缘插入小型螺丝刀,然后将其撬开。
- 3. 在保险丝支架的边缘处插入螺丝刀,以将保险丝支架从仪器中拉出。
- 4. 卸下旧保险丝,并更换新的保险丝(必须具有仪器后面板上标示的类型和额定值)。
- 5. 将保险丝支架放回开口中并将门关上。



53

# 备用零件

## 保险丝、电源线和电缆

零件号	说明
205221.001 205221.002 251470.025 253827.000 920223.901	保险丝 (6.3 amp, 250 V),用于电压配置装置的 230 Vac 操作保险丝 (10 amp, 250 V),用于 120 Vac 操作以太网电缆 (25 英尺,无屏蔽)电源线 事件电缆

# Q5000 SA 附件

零件号	说明
920163.901	电源控制装置
259508.000	黄铜镊子
259509.000	刮刀,弯形,长 165 毫米
271621.001	O形环,炉室到天平室
269920.004	圆头起子, 5/64 英寸
269920.026	圆头起子, 7/64 英寸
269920.005	圆头起子, 3/32 英寸
952162.901	热交换器管
952377.901	热交换器调节剂工具箱
953160.901	TGA 热交换器部件
957331.901	悬挂环
957082.901	样品悬挂线
200391.001	扳手,双角, 1/4 英寸
200392.001	镜子,可调节,直径7/8英寸
957357.001	量表,位置,炉子 / 钩 / 坩埚
957156.901	湿度传感器 (2个一包)
957323.901	湿度清除磁盘

## Q5000 SA 样品坩埚和附件工具箱

零件号	说明
957216.901	10 坩埚托盘,自动采样器
957210.903	180 μL 金属石英半球形坩埚 (3 个一盒)
957099.901	25 坩埚托盘, 自动采样器
957207.904	$100~\mu \mathrm{L}$ 铂样品坩埚( $3~\mathrm{\Upsilon}$ 一盒) $^{1}$
957363.901	80 μL 铝样品坩埚 (100 个一盒) <sup>1,2,3</sup>
957362.901	· 铝样品盖(100 个一盒)
957364.901	不锈钢吊环 (15 个一盒)
957352.901	密封的铝坩埚工具箱,其中包括:
	957362.901 铝样品盖 (100 个一盒)
	957363.901 80 μL 铝样品坩埚 (100 个一盒) <sup>1,2,3</sup>
	957364.901 不锈钢吊环 (15 个一盒)
	957358.001 密封坩埚穿孔对齐工具
	957201.001 密封坩埚卷边工具
1 季西 75 卅根式.舟	DNI 057000 001

- 1 需要 25 坩埚托盘, PN 957099.901。
- <sup>2</sup> 需要密封铝坩埚工具箱内的多个其他零件, PN 957352.901。有关更多信息, 请参见联机帮助。
- <sup>3</sup> 需要 TA Instruments 蓝色样品夹具, PN 900878.902。

## Q5000 SA 校准 / 参比材料和工具箱

零件号	说明	
200413.001 957450.901 957400.901	校准重量 50 mg - 1 类 湿度参比材料,溴化钠 Q5000 SA 自动校准称重工具箱	

#### 英文

Com 端口 26 **LAN 29** Q5000 SA 样品平台 11 组件 11 Q5000 SA 的组件 11 A 安全标准 7 安全性 电磁兼容性标准 7 电气 8 化学 8 热 8 提举仪器 9 仪器符号 8 安装 拆除天平的包装 34 电压配置装置 31 净化管线 29 泡沫绝缘材料 35 取出泡沫材料填充物 34 卸下 L 型支架 34 卸下天平面板 34 序列电缆 30 悬挂线 36 В 半球形玻璃坩埚 14 保险丝 在仪器上更换 53 标准7 玻璃坩埚 14

#### $\mathbf{C}$

采样系统 20

拆除包装 天平 34 卸下运输支架 33

触摸屏 15

#### D

电磁兼容性标准 7

电缆 27 电源 32 序列 30 以太网 28

电气安全性 8

电压配置装置 安装 31

电源开关 32

电源控制装置 (PCU) 31

电源输入模块 32

端口 26

#### G

高温表面 8

告诫 6

管线

净化 29 连接 25

规格 19

采样系统 20 天平机械装置 20

#### Η

海拔高度 21

化学安全性 8

环境 21

绘制结果 50

#### J

计算机

连接至 LAN 29 连接至以太网交换机 28

加载样品 49

检查 23

校准 46

校准加载上位 48 校准加载下位 48 湿度传感器 46 重量 46

校准功能 15

结果

绘制 50

警告 6

净化管线 29

净化气体 8 建议 21 速率 21

净化速率 21

#### K

控制菜单 15

#### $\mathbf{M}$

面板 34

模式

湿度填充 43

目录 4

#### P

泡沫材料填充物 34

泡沫绝缘材料 35

## Q

气体

建议 30 净化管线 29

气体端口 26

清洁 51

仪器 51

清洁坩埚 51

#### R

热交换器 11, 52 电缆 27 冷却剂 52 水管线 27 填充 25

#### S

湿度室

填充 43

实验

创建 50

过程 49

拒绝 50

开始 50

停止 50

事件端口 26

水

填充湿度室 43

水管线 27

#### T

特性 19

提举仪器 9

```
天平
  拆除包装 34
  面板 34
  取出泡沫材料填充物 34
天平机械装置 20
填充湿度室 43
条例遵守7
停止实验 50
W
网络 28
网络连接 28
维护
  Q5000 SA 51
无法在自动加载过程中正确地吊取样品坩埚 47
X
下表给出了每个端口的功能说明 26
显示菜单 15
箱 11
序列电缆 30
悬挂线
  安装 36
Y
样品
  加载 49
```

坩埚类型 14

样品残留物 51

样品大小 50

样品平台 11

样品坩埚 20 加载 49 居于中心 40

样品坩埚选项 20

Q5000 SA 入门指南

#### 移动仪器 9

仪器 电源线 32 端口 26 规格 19 检查 23 校准 46 净化管线 29 连接到网络 28 连接到以太网交换机 28 连接管线 25 清洁 51 热交换器 填充 25 使用 45 天平机械装置 20 停止 44 维护 51 位置 24 悬挂线 36 运行环境 21 组件 11 仪器特性 19 以太网电缆 将计算机连接至 LAN 29 以太网端口 26 以太网交换机 连接计算机 28 连接至仪器 28 运输支架 33 运行环境 21 运行实验 49 Z 蒸馏水 43 支架 L型34 卸下 34 质流流量控制器 21 注意 6

62

自动采样器 14

自动采样器托盘 规格 20

组件 11

坩埚 20

玻璃 14

干燥 51

加载 49

居于中心 40

清洁 51

Q5000 SA 入门指南 63