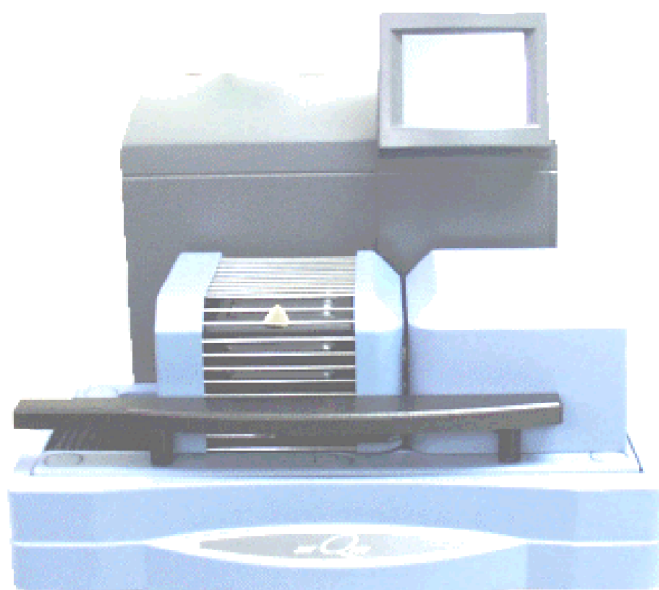


# ***SDT***

## ***Simultaneous DSC-TGA***

### **(同步 DSC-TGA)**



**Q Series™**  
入门指南

修订版 A  
2004 年 1 月发布



© 2002 – 2004 , TA Instruments-Waters LLC 版权所有  
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材料足以满足本仪器的使用要求。如果本仪器或这些过程用于此处所述之外的用途，则必须经 TA Instruments 确认它们的适用性。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 仍保留修订本文档且在不事先声明的情况下进行更改的权利。

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 Instrument 的书面许可协议中明确规定，否则本文档不提供任何有关这些专利、商标、版权或其它知识产权的许可。

TA Instruments Operating Software 以及 Module、Data Analysis 和 Utility Software 及其相关的手册和联机帮助是 TA Instruments 的资产，其版权归 TA Instruments 所有。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。每套经过许可的程序仍为 TA Instruments 的独有资产，购买者不享有除上述权利和许可之外的任何权利和许可。

## 重要信息：TA Instruments 手册附录

请单击以下链接，访问有关本《入门指南》的重要补充信息：

- [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
目录 .....	4
注意、告诫和警告 .....	6
条例符合 .....	7
安全标准 .....	7
电磁兼容性标准 .....	7
安全 .....	8
仪器符号 .....	8
电气安全 .....	8
化学安全 .....	9
热安全 .....	9
机械安全 .....	9
提举仪器 .....	9
<b>第 1 章: SDT 简介 .....</b>	<b>11</b>
概述 .....	11
组件 .....	11
SDT Q600 触摸屏 .....	12
主功能键 .....	12
控制菜单键 .....	13
显示菜单键 .....	14
仪器规格 .....	15
SDT 仪器特性 .....	15
SDT 采样系统/操作参数 .....	16
<b>第 2 章: 安装 SDT .....</b>	<b>17</b>
拆除包装/重新包装 SDT .....	17
安装仪器 .....	17
检查系统 .....	17
选择地点 .....	18
连接电缆和线路 .....	19
端口 .....	19
以太网开关设置 .....	21
将仪器连接到开关 .....	21
将控制器连接到开关 .....	21
将控制器连接到 LAN .....	22
净化线路 .....	23
辅助净化线路 .....	24
制冷气体线路 .....	25
电压配置装置 .....	26
电源开关 .....	27
电源线 .....	27

拆除天平的包装 .....	28
启动仪器 .....	31
关闭仪器 .....	31
<b>第 3 章：使用、维护和诊断 .....</b>	<b>33</b>
使用 SDT .....	33
在开始使用之前 .....	33
校准 SDT .....	34
TGA 重量校准 .....	34
DTA 基线校准 .....	34
温度校准 .....	35
DSC 热流校准 .....	35
双样品校准 .....	35
运行 SDT 实验 .....	36
实验过程 .....	36
选择 SDT 模式和信号 .....	36
准备 SDT 样品 .....	37
皮重称量并加载 SDT 测杯 .....	38
双样品操作 .....	40
设置净化气体 .....	41
主净化 .....	41
辅助净化 .....	41
开始实验 .....	42
停止实验 .....	42
维护仪器 .....	43
仪器清洁 .....	43
清洁炉子 .....	43
清洁护盖（风箱） .....	43
更换保险丝 .....	44
备用部件 .....	45
保险丝、电源线和电缆 .....	45
SDT 附件和样品测杯 .....	45
SDT 校准/参照材料 .....	45
<b>索引 .....</b>	<b>47</b>

# 注意、告诫和警告

本手册使用“注意”、“告诫”和“警告”强调重要和关键的使用说明。

“注意”突出有关设备或过程的重要信息。



“告诫”强调必须正确地遵循某个过程，否则会损坏设备或导致数据丢失。



“警告”指出必须正确遵循某个过程，否则会危害到操作者或周围环境。

# 条例符合

## 安全标准

### 加拿大:

CAN/CSA-22.2 第 1010.1-92 号安全要求，适用于测量、控制和实验用的电气设备，第一部分：一般要求 + 修正案。

CAN/CSA-22.2 第 1010.2.010-94 号特定要求（适用于材料加热实验设备）+ 修正案。

欧洲经济区:（遵照 1973 年 2 月 19 日颁布的理事会条例 73/23/EEC，该条例协调各成员国有关电子设备在某些电压范围内使用的法律，使之趋于一致。）

EN61010-1: 1993 年对测量、控制和实验用的电气设备的安全要求，第一部分：一般要求 + 修正案。

EN61010-2-010: 1994 年对用于加热材料的实验设备的特定要求 + 修正案。

### 美国:

UL3101-1 实验用电气设备的安全要求；第一部分：一般要求。

IEC 1010-2-010: 1992 年对用于加热材料的实验设备的特定要求 + 修正案。

## 电磁兼容性标准

### 澳大利亚和新西兰:

AZ/NZS 2064:1997 年用于测量工业、科研和医学（ISM）射频设备电子干扰特性的限制条件和方法。

### 加拿大:

1998 年 3 月 7 日颁布的 ICES-001 第 3 版，设备引起干扰标准，适用于：工业、科研和医学射频生成器。

欧洲经济区:（依照欧共体理事会 1989 年 5 月 3 日关于协调各成员国电磁兼容性的法律趋于一致的指令 89/336/EEC。）

EN61326-1: 1997 年对测量、控制和实验用的电气设备的电磁兼容性要求，第一部分：一般要求+修正建议（用于 A 类设备）。

### 美国:

联邦通信委员会（FCC）CFR Title 47 电信第 I 章第 15 部分的射频设备（关于射频发射的 FCC 规则）。

# 安全



**告诫：**建议本仪器的操作员，如果以本手册中未指定的方式使用设备，则该设备所提供保护措施的效果可能会有所削弱。

## 仪器符号

以下标签显示在 SDT 仪器上，用于提供保护：

符号	说明
	位于 SDT 炉子前面的该符号表示表面温度可能很高。不要触摸此区域，不要使易燃或易燃的材料接近此高温表面。  此符号显示在后维修面板上，表示在执行维护或维修工作之前，必须拔掉仪器的电源插头；系统中带有高达 120 Vac 的电压。
	本仪器中存在高压。若未经过有关电气程序的培训，除非是本手册中专门指定的操作，否则不要拆卸仪器柜盖。内部零件的维护和维修只能由 TA Instruments 或其他合格的服务人员进行。
	炉子天平侧上的该符号表示需要小心夹紧点。关闭炉子前要确保将该区域清理干净。

请在处理仪器的那些部件时注意警告标签并采取必要的预防措施。为了您自身的安全，您必须遵守《SDT Q Series 入门指南》中包含的告诫和警告。

## 电气安全

在执行维护或维修工作之前，必须拔掉仪器的电源插头；系统中带有高达 120 伏交流电压。



**警告：**本仪器中存在高压。若未经过有关电气程序的培训，除非是本手册中专门指定的操作，否则不要拆卸仪器柜盖。内部零件的维护和维修只能由 TA Instruments 或其他合格的服务人员进行。



**警告：**在潮湿的环境中运输或存储之后，该设备可能无法达到安全标准所列的全部安全要求。有关在设备使用之前进行干燥的方法，请参考第 20 页上的“告诫”。



## 化学安全

仅使用第一章中列出的净化气体。如果使用其他气体，可能会损坏仪器，或造成操作员的人身伤害。



**警告：**不要在 SDT 炉子中使用氢气或任何腐蚀性或者易燃的气体。在 SDT 中可将空气用作净化气体。不过，炉子必须远离挥发性的碳氢化合物，因为这些物质易燃。



**警告：**SDT 炉子装置包括一层耐火陶瓷纤维（RCF）绝缘材料。此绝缘层已完全密封到炉膛内，不能拆卸。



**警告：**如果使用的样品会放出有害气体，请将 SDT 放到排气装置附近，以排出这些气体。

## 热安全

运行实验后，使打开的炉子和样品横梁充分冷却后才能接触它们。



**警告：**在样品运行期间，炉子温度可能非常高，足以烫伤皮肤。实验过程中不要接触炉子。

## 机械安全



**警告：**在炉子移动过程中，注意保护手指并除去其他障碍物体。炉子密封得非常严密。

## 提举仪器

SDT 是一个很重的仪器。为了避免人身伤害（特别是背部的伤害），请按照下面的建议执行操作：



**警告：**请两个人一起提举和/或搬运本仪器。本仪器太重，一个人无法安全搬运。



# 第 1 章

## SDT 简介

### 概述

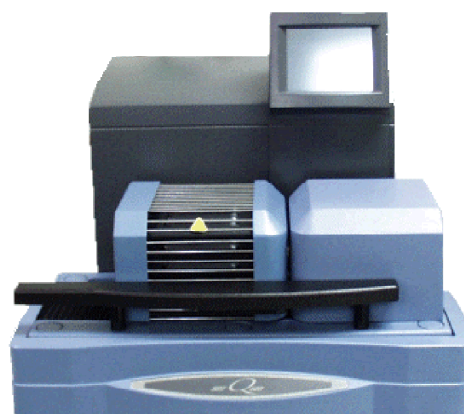
Simultaneous DSC-TGA Q Series™ 仪器或 SDT Q600 是一种可以同时执行差式扫描量热 (DSC) 和热重分析 (TGA) 的分析仪器。

SDT 可以在从室温到 1500°C 的温度范围内测量与材料内部的转变和反应相关的热流和重量变化。所提供的信息分为不含重量变化的吸热事件和放热事件 (例如, 熔化和结晶) 和包含重量变化的吸热事件和放热事件 (例如, 降解)。此外, 同时在同一仪器上对同一样品执行 DSC 和 TGA 测量, 提供了更高的效率, 并去掉了一些在数据分析中作为因子的实验和样品变量。

Simultaneous DSC-TGA 与一个控制器和相关的软件共同作用组成了一个热分析系统。

控制器是一台计算机, 用于执行以下功能:

- 在您和分析仪器之间提供一个界面
- 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。



### 组件

SDT 有三个主要的组件:

- 样品和参照天平装置, 可精确地测量热流和样品重量。
- 炉子, 控制样品气氛和温度。



**告诫:** 如果让炉子长时间处于高温下, 会缩短炉子的使用寿命。不要通过高温加热炉子的方法来清洁测杯, 应该在炉子的外面使用热源 (如本生灯) 来清洁它们。

- 机柜, 放置系统的电子元件和机械组件。

**注意:** 有关更详细的技术参考信息、操作理论和其它未包括在本手册中的与 SDT 有关的信息, 请参见与仪器控制软件相关的联机帮助。

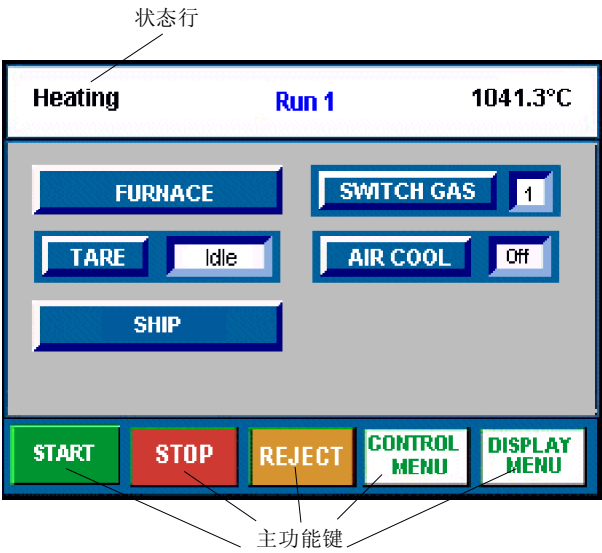
# SDT Q600 触摸屏

Q600 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。屏幕上显示的功能因所使用的菜单而异。本节简要说明触摸屏显示器上所显示的键的功能。

显示器顶端的状态行（参见右图）显示当前的仪器状态、当前的运行编号和温度。

在屏幕的底部是五个键，用于主要的仪器功能。不管所选的菜单如何，这些键总是可用的。关于主功能键的说明，请参见下一节。




注意：实验信息和仪器常数是  
通过控制器键盘输入的，而不是  
仪器触摸屏。





SDT 触摸屏

## 主功能键

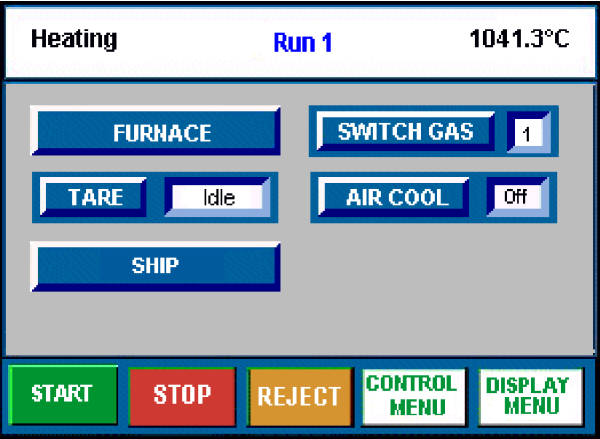
这一组键位于触摸屏的底部，用于执行仪器的基本功能以及访问两个主屏幕。有关详细信息，请参见下表。

键名称	说明
	<p>开始实验。这与仪器控制软件上的“启动”功能相同。</p> <p>当状态行显示“设置”时按下 Start 键可实现强制启动。强制启动在仪器设置期间便开始收集数据。</p>
	<p>如果实验正在进行，此键可以正常终止方法，好像它已经运行完毕；即，方法结束条件生效，并保存所产生的数据。这与仪器控制软件上的“停止”功能相同。</p> <p>如果实验未运行（仪器处于待机状态或方法结束状态），Stop 键将停止所有活动（空气冷却、所有机械运动等）。</p>
	<p>如果实验正在运行，REJECT 键将结束该方法。方法结束条件生效，就如同方法已经运行完毕。可是，已产生的数据将被丢弃。这与仪器控制软件上的“拒绝”功能相同。</p> <p>(本表待续)</p>






键名称	说明
	显示“控制菜单”触摸屏键。它们用于控制仪器的操作。
	访问“显示菜单”屏幕，该屏幕用于选择所需的显示选项。

### 控制菜单键

通过按下触摸屏底部的 Control Menu 键来访问“控制菜单”。将显示如下图所示的键。下表提供了每个键的功能的简要说明。

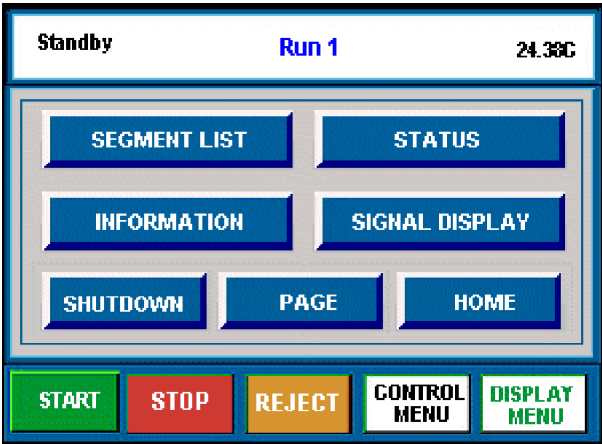


SDT 控制触摸屏

键名称	说明
	在炉子关闭（右）和炉子打开（左）功能之间进行切换，取决于按下该键时炉子所处的位置。当炉子移动时按下此键可以停止并反转移动的方向。
	在净化气体 #1 和净化气体 #2 之间进行切换。有关 SDT 所用气体的信息，请参见第 23 页。
	将空样品和参照测杯的显示重量归零，并将该重量存储为偏移。
	打开或关闭空气冷却功能。
	当横梁锁下时关闭炉子。这用于越过通常会阻止炉子关闭的安全检查，从而保护横梁使其免受损坏。仅当运输仪器时，才使用此选项。

## 显示菜单键

“显示菜单”是通过按下触摸屏上的 DISPLAY MENU 键来访问的。将显示如图所示的菜单。下表提供了每个键的功能的简要说明。



SDT 显示触摸屏

键名称	说明
SEGMENT LIST	访问当前正用于此实验的实验过程并突出显示活动分段。
STATUS	显示三个主信号，指示当前的实验状态。
INFORMATION	显示仪器信息，如软件版本、选项和 IP（Internet Protocol）地址。
SIGNAL DISPLAY	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自定义的。
SHUTDOWN	在关闭电源之前，请确保已经正确地关闭了仪器。
PAGE	蜂鸣声，用来呼叫连接到仪器的控制器。
HOME	返回到打开窗口。

# 仪器规格

以下几页中的表格包含了 SDT 的技术规格。

## SDT 仪器特性

尺寸	深度 56 cm (22 in.) 宽度 59.7 cm (23.2 in.) 高度 48 cm (19 in.)
重量 重量 (带变压器)	32 kg (70 lbs) 40 kg (88 lbs)
功率	120 Vac, 47/63 Hz, 1.44 kVA, 标准 如果配置了降压变压器, 为 230 Vac, 47/63 Hz, 1.44 kVA。
附件插座	120 Vac, 仅 TA 批准的附件
运行环境 条件	温度: 15–30 °C 相对湿度: 5–80 % (非冷凝) 安装类别 II 污染指数 2 最大高度: 2,000 m (6560 ft)
热电偶	铂-铂/13 % 铑类型 R
温度控制范围	室温 +5 °C 至 1500 °C
加热速率	100 °C/min 至 1000 °C 25 °C/min 至 1500 °C

## SDT 采样系统/操作参数

下表包含与 SDT 样品测杯、天平装置、炉子和净化气体相关的规格。

样品测杯	
类型	铂, 氧化铝 ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ )
容量	铂: 40 $\mu\text{L}$ ; 110 $\mu\text{L}$ (推荐用于 TGA-DTA 研究) 氧化铝: 40 $\mu\text{L}$ ; 90 $\mu\text{L}$ (推荐用于 DSC-TGA 研究)
操作参数	
热流精确度 (DSC)	优于 $\pm 2\%$ (基于金属熔化标准。)
热流精度 (DSC)	优于 $\pm 2\%$ (基于金属熔化标准。)
温度精确度	$\pm 1^\circ\text{C}$ (基于金属熔化标准。)
温度精度	$\pm 0.5^\circ\text{C}$ (基于金属熔化标准。)
$\Delta T$ 灵敏度 (DTA)	$0.001^\circ\text{C}$ (200 至 $1300^\circ\text{C}$ )
重量灵敏度*	0.1 $\mu\text{g}$
重量精确度*	$\pm 1\%$
*注意: SDT 天平装置对周围的室温变化很敏感。为获得最佳性能, 必须调节室温。	
炉子净化气体	氦、氮、空气、氩气
流速	20 至 1000 mL/min。 (在实验过程中, 典型的设置为 100 mL/min) 通过具有气体切换功能的“质流控制器”进行调节。
辅助净化	氧气、空气、一氧化碳、二氧化碳、氮气、氦气、氩气
流量	10 至 100 mL/min。 (在实验过程中, 典型的设置为 20 mL/min)



**警告:** 辅助净化旨在允许在样品区域引进一种浓度适中的“反应”气体。辅助净化线路是由不锈钢制成的。炉子中的辅助净化管是 Inconel®。因此, 只有不与不锈钢 Inconel® 或铂 (或氧化铝) 进行反应的气体才可以用作辅助净化气体。(请牢记, 铂是催化剂, 允许发生一些在缺少它时本不会发生的反应)。



# 第 2 章

## 安装 SDT

### 拆除包装/重新包装 SDT

有关拆除包装和重新包装仪器所需的说明，请参见运输箱中的拆除包装说明以及与仪器控制软件相关的联机文档。您可能需要保留所有随附仪器的运输硬件、夹板和运输箱，以备重新包装并运输仪器。



**警告：** 拆开包装时请找个帮手。不要试图单独完成。

### 安装仪器

在运输之前，SDT 仪器已经过电气和机械检查，因此，如果正确安装，即可对其进行操作。本手册中仅给出有限的说明，请参阅联机文档以获得其他信息。安装操作包含以下过程：

- 检查系统，看是否存在运输损坏以及是否缺少部件
- 将 SDT 连接到 TA Instruments 控制器
- 连接净化气体线路、附件和电源线
- 拆除天平的包装

建议您让 TA Instruments 服务代表安装 SDT。您收到仪器后，可以打电话预约安装。



**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 SDT 时，请仔细查看仪器及其运输储罐，看是否存在运输损坏的迹象，并对照封装的运输列表检查收到的部件。

- 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部件，请与 TA Instruments 联系。

## 选择地点

鉴于 SDT 实验的灵敏性，使用以下指导为仪器选择放置地点至关重要。SDT 应该：

在 ...	可以控制温度的区域。
...	清洁的、无振动的环境中。
...	仪器周围具有足够的工作和通风空间。
在 ...	稳固的工作表面。
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。
...	压缩的实验空气和净化空气供应系统，并配有适当的调节器和流量计（如果需要）。
远离 ...	多灰尘的环境。
...	日光直接照射的区域。
...	直接风吹（风扇、室内通风管道）。
...	通风不良的区域。
...	杂乱的振动或机械振动。
...	易燃材料。



**告诫：**如果仪器曾放在潮湿的环境中，则需要对仪器进行干燥处理。重要的是，为了安全操作，要确保仪器接地与设备接地充分连接。

运行以下过程来干燥仪器：

- 1 以 **10 °C/min** 的速度加热到 **400°C**。
- 2 保持恒温 30 分钟。

# 连接电缆和线路

要连接电缆和气体线路，您需要接入 SDT 仪器的后面板。所有指导性的说明都是假设您面对仪器的背面。

注意：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。



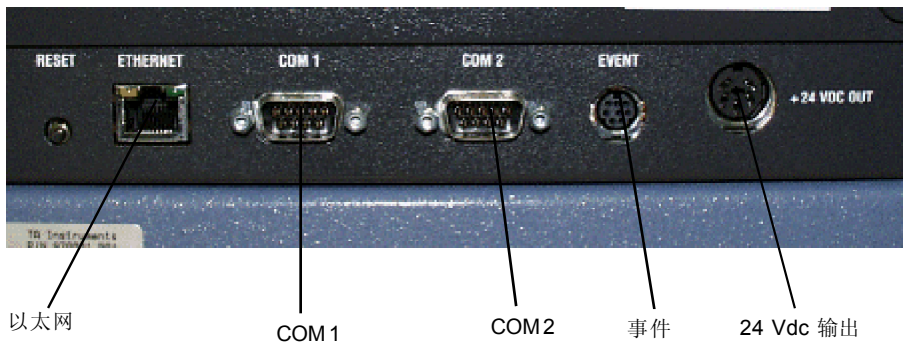
告诫：无论何时插入或拔下电源线时，都请握住插头而不是电线。



警告：要保护好电源和通信电缆通道。不要将电缆横放在过道上，以免被绊倒。

## 端口

SDT 在仪器的背面有一些端口。下表描述了各个端口的功能。连接电缆和线路时，请参考此列表。

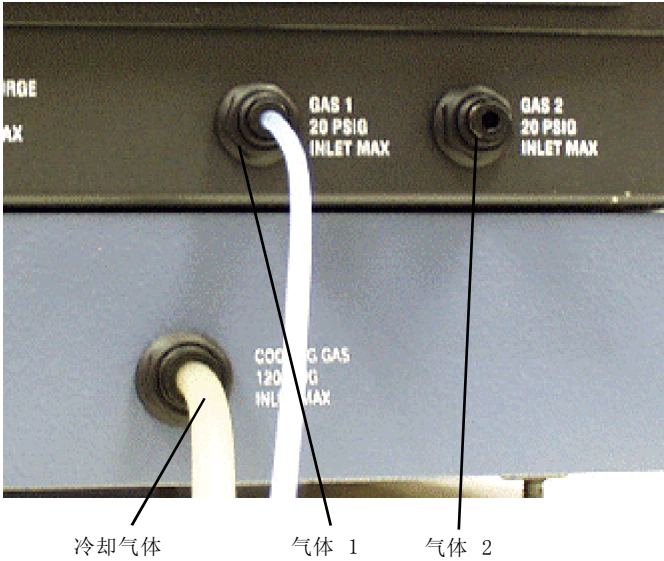


SDT 左背面的五个端口

端口	功能
以太网	提供网络通信功能
Com 1	诊断端口。（仅供厂家使用。）
Com 2	不用于 SDT。
事件	具有以下功能：通用继电器接触闭合、气体开关接触闭合同步输入或通用输入 4 - 24 Vdc 用于外部同步。
24 Vdc 输出	不用于 SDT。

(本表待续)

端口	功能
基座净化 (未显示)	不用于 SDT。
气体 1/气体 2	接入端口，用于连接到“质流控制器”。在实验过程中，能够切换主净化气体。最大压力 140 kPa gauge (20 psig) 。
冷却气体	向炉子提供气体以进行制冷。830 kPa gauge (120 psig) 最大压力。
辅助净化 (如第 24 页所示)	提供一个端口，以将附加的（“反应”）气体直接引入到样品和参照的附近。需要进行外部流调节。



SDT 右后面的三个可用端口

## 以太网开关设置

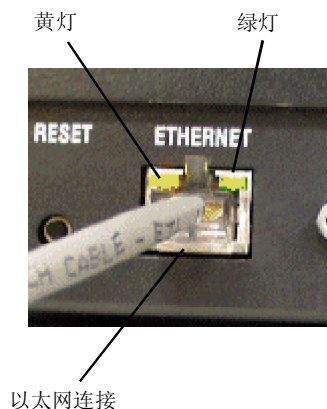
为了将仪器连接到网络，需要进行必要的电缆连接，如下所述。将仪器和控制器连接到一个以太网开关。另外，此处还包含有关将控制器连接到 LAN 的说明。

### 将仪器连接到开关

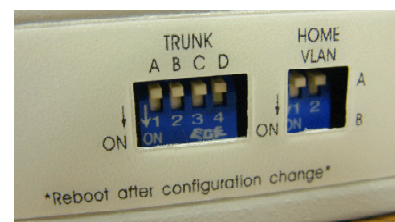
1. 找到位于仪器背面左部的以太网端口（如右图所示）。
2. 将以太网电缆的一端连接到仪器的以太网端口。
3. 将以太网电缆的另一端连接到以太网开关上的其中一个网络端口（如下图所示）。



以太网开关



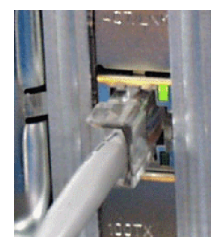
4. 检查背面板上的配置开关。它们必须设为关闭（或靠上的位置），以便控制器与仪器进行通信。
5. 检查仪器后面的以太网端口。如果在仪器和开关之间已正确地建立起通信，则端口上会显示常亮的绿灯和闪烁的黄灯。
6. 按照下一节中的指导将控制器连接到以太网开关。



配置开关

### 将控制器连接到开关

1. 找到计算机后面的以太网端口。
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. 将电缆的另一端连接到开关的其中一个网络端口。
4. 检查计算机后面的以太网端口。如果在计算机和开关之间已正确地建立起通信，则端口上会显示常亮的绿灯和闪烁的黄灯。
5. 按照下一节中的指导将控制器连接到 LAN 以获得网络功能。

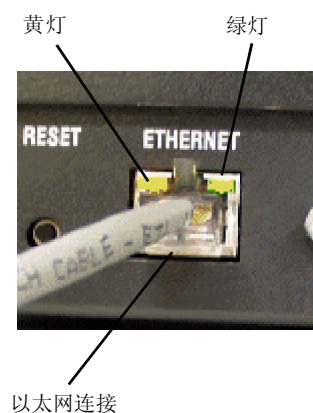


计算机  
以太网端口

## 将控制器连接到 LAN

在将控制器连接到 LAN 之前，需要在计算机中安装好网卡。

1. 找到计算机后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，则端口上会显示常亮的绿灯和闪烁的黄灯。



## 净化线路

通过将净化气体连接到系统来在 SDT 实验期间控制样品气氛。SDT 配有一个质流控制器 (MFC) 来控制主净化气体的流动速率。可以将两种不同气体连接到仪器，以便进行气体切换。按照这些说明连接净化线路。参考下图来找到净化线路。



**告诫：在净化线路中不要使用任何液体。**

按照下列说明执行操作：

1. 找到“气体 1”端口。“气体 1”端口用于净化样品区域。推荐使用的净化气体是氮。
2. 找到“气体 2”端口。“气体 2”端口也用于净化样品区域，同时还用在当“气体 1”端口需要其他气体时，或当实验过程中需要切换气体时。
3. 使用外径为 1/8 英寸的管道将主气体线路连接到“气体 1”端口。推荐使用 Teflon® TFE 管道，在仪器运输附件套件中有这种管道。如果想要的话，将第二种气体连接到“气体 2”端口。通过仪器控制软件对“质流控制器”设置进行选择，以控制流动速率。
4. 确保将净化气体源的压力调节在 70 至 140 kPa gauge (10 至 20 psig) 最大值。
5. 使用仪器控制软件在**仪器首选项/MFC**页面上指定连接的气体。
6. 在**实验视图**的**注释页**上将实验的流速设置为推荐的值 100 mL/min。单击**应用**保存这些更改。



注意：如果您使用实验（室内）净化气体，而不是瓶装的净化气体，强烈建议您安装一个外部的干燥机，以及在气体线路连接到仪器之前安装一个 5 $\mu$ m 的过滤器。



**告诫：腐蚀性气体不能用于本仪器。**

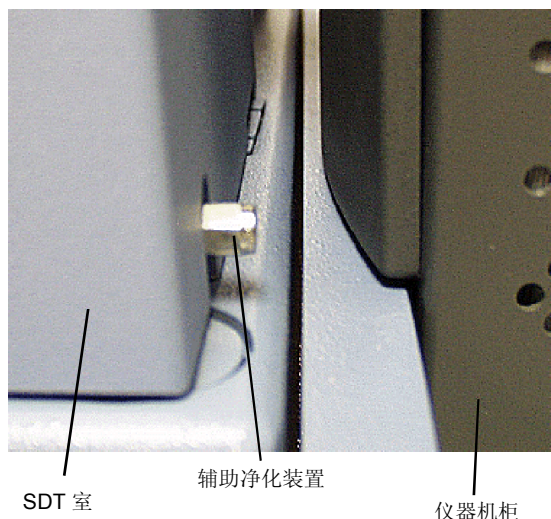


**警告：如果使用易燃气体作为净化气体，则是非常危险的。不建议将易燃气体用于本仪器。有关可用于 SDT 仪器的净化气体的列表，请参见第 1 章。**



## 辅助净化线路

辅助净化装置（此处所示）用于将样品置于另一种气体环境中，而非通过质流控制器的那一种气体。此气体是通过安装在天平臂之间的 Inconel® 管引入样品和参照区域的。此辅助净化功能旨在允许将第二种气体引入样品的附近，而不将天平暴露于该气体中。使用以下步骤安装辅助净化线路。

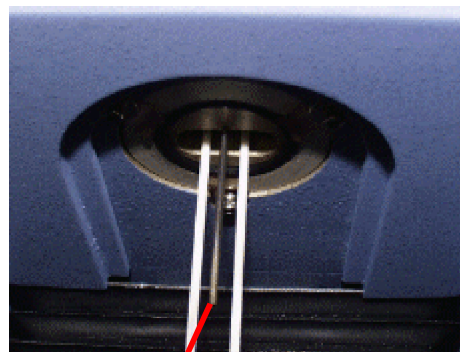


**告诫：严禁将腐蚀性气体用作辅助净化气体。**



**警告：如果使用易燃气体作为净化气体，则是非常危险的。不建议将易燃气体用于本仪器。有关可用于 SDT 仪器的净化气体的列表，请参见第 1 章。**

1. 卸下辅助净化装置的盖子，它位于 SDT 外壳和仪器右侧的机柜之间。
2. 安装附件套件内提供的螺母和套圈。
3. 将需要的气体连接到外部的流量计。气流是通过此流量计控制的，而不是使用“实验视图”中的“注释页”控制的。另外，辅助净化气体的流速不作为一种信号存储在数据分析文件中。
4. 将外径为 1/8 英寸的压缩管的一端连接到流量计，另一端连接到辅助净化装置。
5. 将流量计调节到推荐的 20 mL/min。



辅助净化管道

**注意：**必须自始至终都使用主净化气体（推荐的流速为 100 mL/min）。这可以防止辅助净化气体反向扩散到天平中。



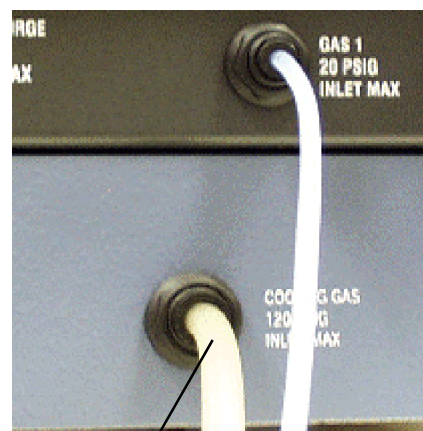
## 制冷气体线路

使用以下步骤安装制冷气体线路。

1. 找到制冷气体装置，它是位于 SDT 机柜背面的一个 1/4 英寸的 Legris 装置，标有最大值 830 kPa gauge (120 psig) 的警告标签。请参见右图。
2. 请确保将压缩实验气体源调节到 170 和 830 kPa gauge (25 和 120 psig) 之间，且不含油和水蒸气。
3. 将外径为 1/4 的管道连接到制冷气体装置。

注意：氮气也可以用作制冷气体。不管选择何种气体作为制冷气体，它都应该是清洁和干燥的。

注意：仅当炉子的温度低于 600°C 时，空气制冷系统才运作。



冷却气体

# 电压配置装置

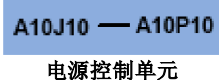
如果您使用的电压为 230 Vac 而非 120 Vac，则需要一个电压配置装置。按照以下这些步骤将该装置安装到电源控制单元（PCU）：



**警告：**如 标签所示，本仪器内存在高电压。在执行这些步骤之前，确保拔下仪器的电源。请参见第 8 页上的电气安全警告。

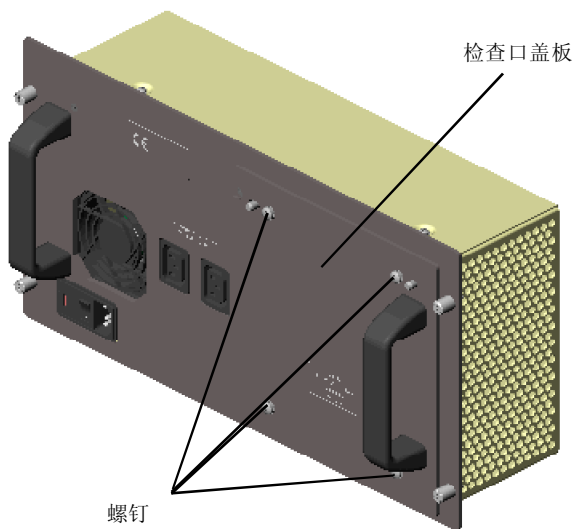
1. 从运输箱中取出组件，并检查是否所有组件均已齐备。
2. 卸下位于仪器后面的检查口盖板（拆下用于紧固它的四个螺钉）。请参见右图。
3. 从 PCU 内的 A10P10 上断开 A10J10 接头。现在将电压配置装置上的 A10J10 接头连接到 PCU 内部的 A10P10。然后将 PCU 内的 A10J10 连接到抗电涌子装置的 A38J1。请参见下图中的说明。

初始

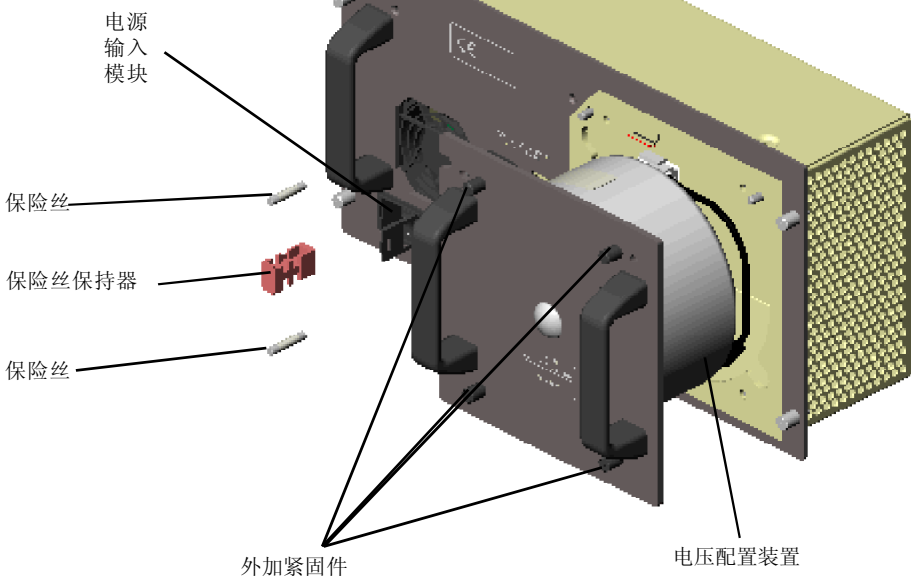


电压配置装置

最终



4. 将该子装置安装到 PCU 并拧紧那四个外加紧固件以将其固定好。
5. 从电源输入模块中拆下保险丝保持器，并用套件中的 6.3 amp 保险丝替换 10 amp 保险丝。丢弃 10 amp 保险丝。请参见右图。



## 电源开关

电源开关位于仪器的背面。它是电源输入模块的一部分，该模块还包含电源线接口。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，再打开电源。

## 电源线

注意：带有 <HAR> 标记（协调的）的电源电缆符合欧洲经济区国内安装标准。



按照以下说明安装电源线：

1. 确保 SDT POWER 开关处在“关闭”（0）位置。
2. 将电源线插入 SDT 电源输入模块中。



**告诫：**在将 SDT 电源线插入墙上的插座之前，确保仪器与线路电压兼容。检查装置背面的标签以检验电压。

3. 将电源线插入墙上的插座上。

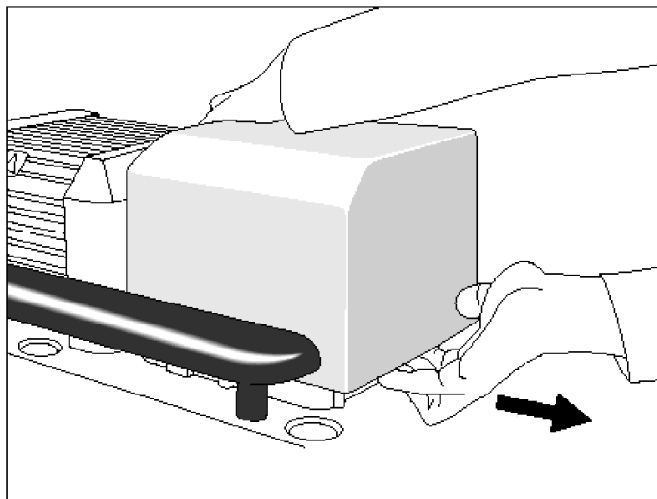
# 拆除天平的包装



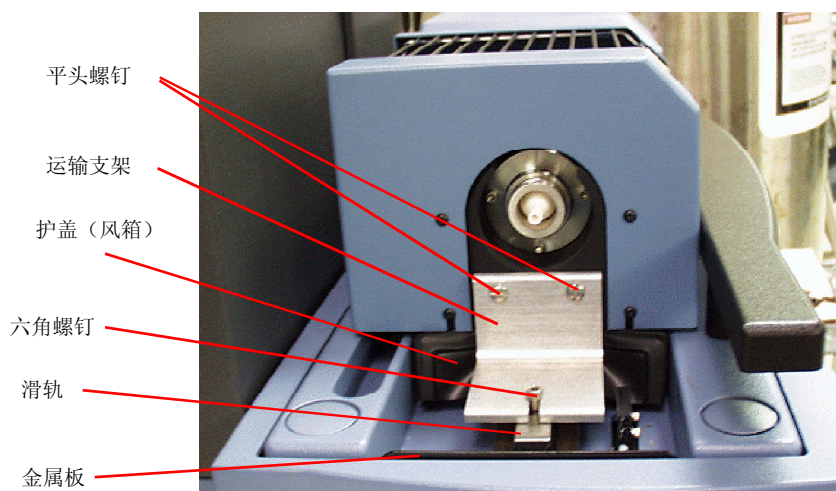
**告诫：当拆除天平包装时，请认真遵循以下步骤，以免损坏两个天平横梁。**

运输 SDT 过程中，配有一个天平衣套、运输泡沫材料以及一些锁定在适当位置的机械部件，以保护内部的装置。按照以下这些过程拆除仪器的包装并准备使用：

1. 使用双手抓住天平衣套，向上拉并轻轻地来回活动。当具有足够空隙时，将手指放到衣套下面，如右图所示。然后在衣套的右侧顶部边缘向外拉，以拿下天平室的盖子，同时向上滑出衣套。
2. 找到炉子左侧运输支架上的三个螺钉（请参见下页上的图示）此支架用于在运输过程中让炉子保持适当位置。
3. 使用一个平头螺丝刀完全拆下两个螺钉及其垫圈，并使用一个 10/32 六角扳手拆下六角螺钉。然后拆下支架，但不要丢弃它。保留支架，以备需要运输 SDT 时使用。
4. 重新将两个螺钉及其垫圈放到炉子左侧相同的孔中。将六角螺钉放回到滑轨中（那里已经有一个锁紧垫圈）。
5. 拉出橡胶护盖子（风箱）并将其向左拉。将盖子的一端钩到黑色金属板上。

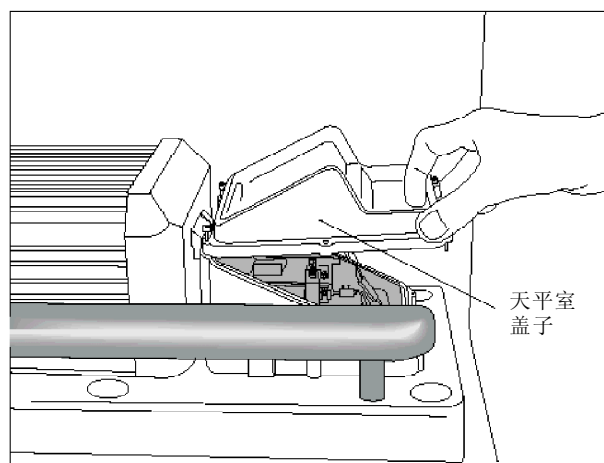


拆下天平衣套

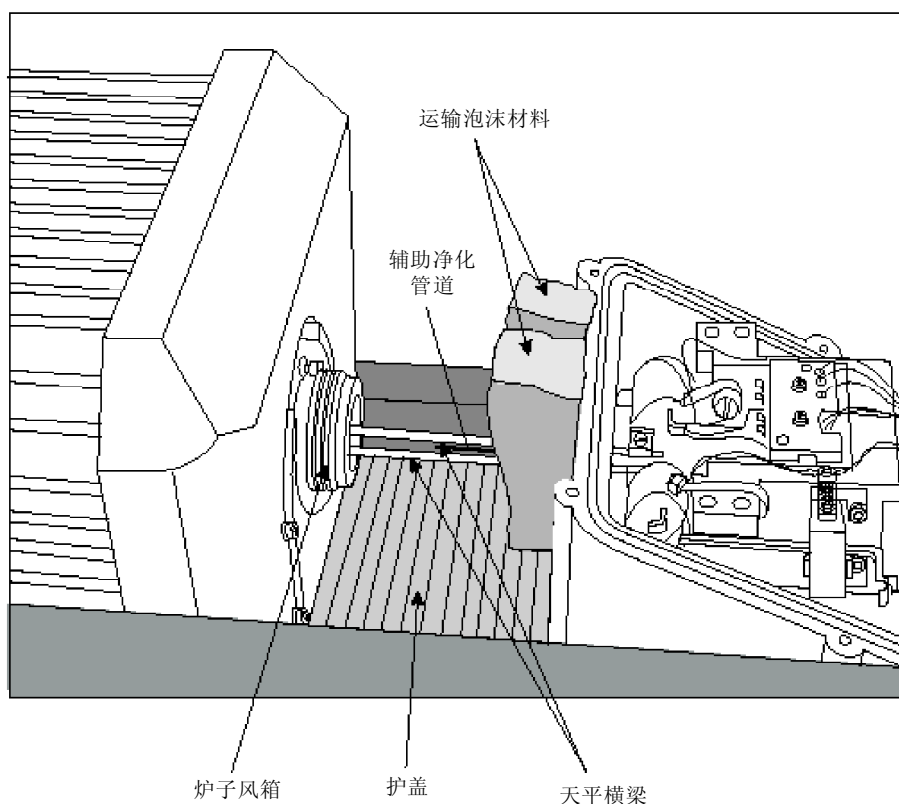


找到运输支架装置

6. 使用一个 3/32 英寸的六角扳手拆下用于固定天平室盖子的六个螺钉。
7. 将双手分别放到天平室盖子的两侧，并小心地提起盖子的右侧，如图所示。
8. 先向上转动盖子的右侧，以清除天平装置的内部装置。然后提起盖子的左侧并完全拆下盖子。
9. 检查天平装置，查看是否存在可见的损坏。如果找到任何损坏，请与 TA Instruments 代表联系，再进行其他操作。
10. 打开 SDT 的电源开关。
11. 按下仪器触摸屏上的 FURNACE 键以开动炉子。当炉子打开 5 至 8 cm (2 至 3 英寸) 时，通过再次按下 FURNACE 按钮或使用 STOP 按钮停止炉子。这使得天平横梁的周围有足够的空间可以触到运输泡沫材料，如下图所示。

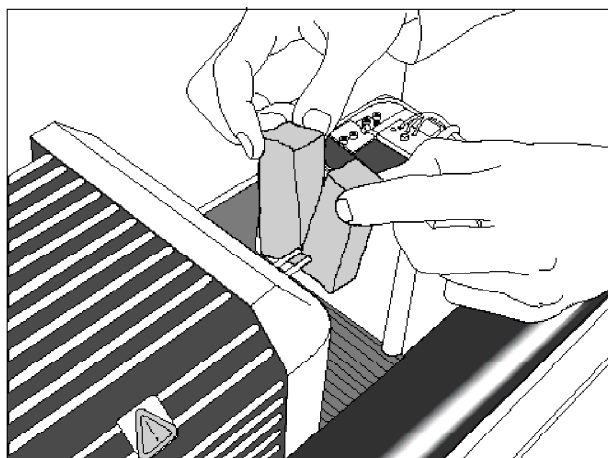


拆下天平室盖子

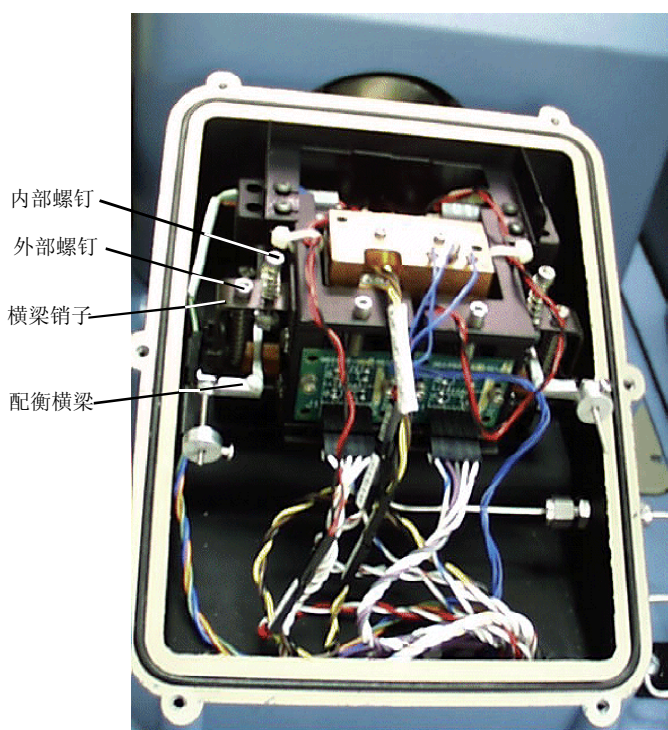


找到运输泡沫材料

12. 用双手小心地抓住泡沫材料的顶部，如右图所示，并分开 Y 形泡沫材料的两个顶端部分。
13. 在横梁下面轻推泡沫材料的后端，并非常小心地取下泡沫材料以免损坏样品和参照横梁。
14. 找到前（样品）横梁销子上的两个螺钉，它们用于在运输过程中将配衡横梁固定在锁定的位置。请参考下图。



取出运输泡沫材料



用于锁定横梁的两个螺钉

注意：在开始操作之前，务必校准仪器。

15. 使用一个 3/32 英寸的六角扳手，逆时针方向旋转内部螺钉若干圈，从配衡横梁中升起来。
16. 逆时针方向旋转外部螺钉以松开横梁销子装置。应该将螺钉旋松到配衡横梁可以在两个方向上自由移动的地步。
17. 小心地旋下内部的螺钉（顺时针），从而使它现在可以非常接近但不接触配衡横梁。对外部的螺钉进行相同的操作，从而使支架非常接近但不接触配衡横梁。调整横梁销子可以确保配衡横梁不会过度地移动。
18. 对后面的（参照）横梁销子重复步骤 14 至 17。
19. 重新放回天平室盖子，并重新安装那六个螺钉以将其固定到位。
20. 重新放回天平衣套。

如果需要重新包装 SDT 以进行运输，请参考联机帮助以获取相关信息。



# 启动仪器

1. 检查 SDT 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。

经过正常的开机顺序后，TA Instruments 徽标将显示在触摸屏上。这表示仪器已经可以开始使用了。

注意：在执行实验之前，请让 SDT 至少预热 30 分钟。



告诫：如果仪器曾放在潮湿的环境中，则需要对仪器进行干燥处理。重要的是，为了安全操作，要确保仪器接地与设备接地充分连接。

运行以下过程来干燥仪器：

- 1 以 10 °C/min 的速度加热到 400 °C
- 2 保持恒温 30 分钟。

# 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。
- 如果将由开关引起的电源波动降到最低，则 SDT 和控制器的电子元件的性能更可靠。

鉴于这些原因，不赞成频繁地打开和关闭系统及其组件。因此，当您在仪器上完成实验并想将热分析系统用于其他任务时，建议您让仪器保持打开状态。

为确保正常地关闭仪器，建议您从“仪器控制”菜单中选择**控制/关闭仪器**或者按“显示菜单”触摸屏上 **SHUT-DOWN** 键。将显示一条确认消息。选择 OK（触摸屏）或“关机”（仪器控制）以继续。与仪器的所有通信都将停止，同时仪器将数据保存到闪存中。当此过程完成后，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。

要关闭仪器的电源，将电源开关设置到“关闭”(0) 位置。





# 第 3 章

## 使用、维护和诊断

### 使用 SDT

所有 SDT 实验都具有以下概要。某些情况下，并非要执行所有这些步骤。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可以从仪器控制程序的联机帮助中找到。因此，此处并未详细叙述所有的这些说明。

- 校准仪器
- 选择模式和要保存的信号
- 选择测杯类型和材料
- 设置主净化气体和辅助净化气体流速
- 创建或选择试验过程，并通过 TA 仪器控制软件输入实验信息
- 选择并皮重称量样品和参照横梁上的两个空样品测杯
- 加载样品
- 关闭炉子
- 开始实验
- 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定期（至少每月一次）检查校准。

### 在开始使用之前

在设置实验之前，确保已经正确安装了 SDT 和控制器。确保您已经：

- 在 SDT 和控制器之间进行了所有必要的电缆连接
- 连接所有气体线路
- 接通各个装置的电源
- 将控制器连接到仪器
- 熟悉控制器的操作
- 校准 SDT（如果需要）。

## 校准 SDT

要获得准确的实验结果，您应该在初次安装 SDT 时校准它，并且以后定期校准。至少每当横梁设置、使用加热速率或净化气体发生更改时应该重新校准 SDT。

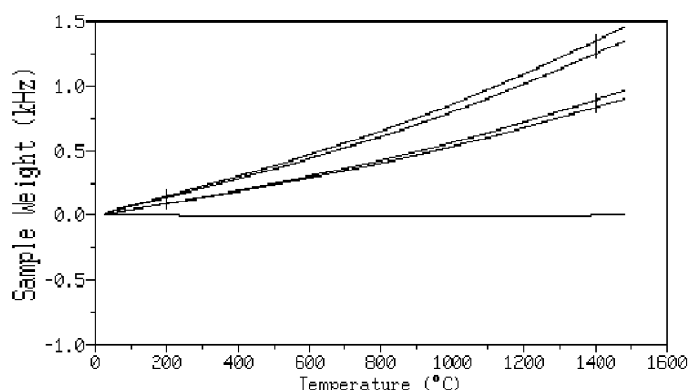
SDT 校准包括以下过程：

- TGA 重量校准：TGA 重量信号的校准。
- DTA 基线校准：Delta T 信号的校准。
- 温度校准：温度信号的校准。
- DSC 热流校准：热流信号的校准。
- 双样品校准：双样品重量信号的校准。

这些校准都在校准模式下进行，且必须按所示的顺序执行。（从仪器控制菜单中选择**校准**。）有关执行各个实验的详细信息，请参考 SDT 联机帮助文档。

### TGA 重量校准

TGA 重量校准基于两次运行：一次使用校准砝码，另一次不使用砝码（空横梁）。对来自两次运行的 TGA 数据都要分析，并对横梁和重量因子进行校准。



TGA 重量校准结果

### DTA 基线校准

DTA 基线校准基于分析收集自基线运行的 Delta T 数据，该基线运行是在后续实验中使用的温度范围上进行的。（此实验通常使用与 TGA 重量校准相同的基线运行。）

DTA 基线是由样品温度的线性（斜率和偏移）函数校正的。这将导致移位并旋转基线，从而让校准的位置接近 0°C。

注意：当将 SDT 用作 DSC-TGA（即，当不保存 Delta T 信号）时，则不必进行 DTA 基线校准。这是因为 DSC 热流校准包括基线相减。可是，DTA 基线的形状对于快速验证很有价值，即验证正确地定位 SDT 横梁以及能成功地完成 DSC 热流校准。

## 温度校准

温度校准是基于标定高纯度金属标准品的熔点吸热。将此标准品记录的熔化始点与其文献值进行比较，计算出的差值用于温度校准。最多可以使用 5 个标准品。锌 (419 °C) 在 SDT 附件套件中提供。其它合适的标准品有锡 (232 °C)、铝 (661 °C)、银 (961 °C) 金 (1064 °C) 和镍 (1455 °C)。如果使用一个已知的标准品和已观察到的熔点，则整个曲线与实际的熔点相比会有所偏移。如果使用多个标准，则通过立方曲线逼近校正温度。多点温度校准比一点校准更准确。

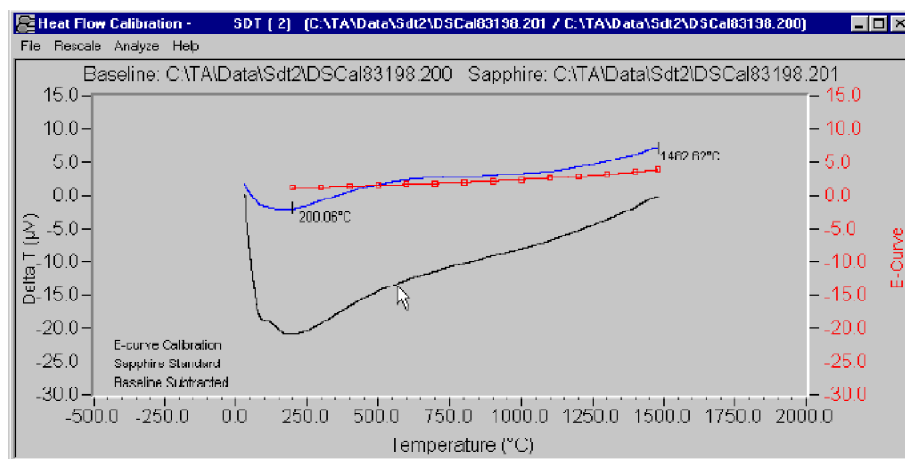
## DSC 热流校准

SDT 热流校准基于分析蓝宝石在 200 至 1500 °C 范围内的热容曲线（参见下图）以及高纯度锌金属的熔解热。需要运行三次实验：一次使用空的氧化铝测杯 (90  $\mu$ L) 作为参照和样品（基线运行），一次使用一个蓝宝石标准品（在 SDT 附件套件中提供）作为样品。在温度范围中的多个温度点上将测量出的蓝宝石的热容与文献值进行比较，并以数学的方式进行拟合以生成一个热流校准曲线。

此校准曲线还可以通过第三个实验进一步细调，该实验测量高纯度锌丝（在附件套件中提供）的熔解热。测量出熔解热，并使用已知的锌 (108.7 J/g) 的熔解热值和等式“炉子常数 = 已知值/测量值”来计算炉子常数。计算出的炉子常数的值便输入到软件中。

## 双样品校准

双重校准是一种替代方法以提供参考数据，允许两个坩埚与样品一起使用。基线运行是通过两侧的去皮重的、空的坩埚进行的，并且每侧观察到的重量和温度轮廓存储为温度的立方曲线函数。这些存储的轮廓便为后续的双样品运行提供历史参考数据。为获得最佳结果，在后续的双样品实验中应使用相同的测杯。



DSC 热流校准

# 运行 SDT 实验

## 实验过程

所有 SDT 实验都将具有以下概要。某些情况下，并非要执行所有这些步骤。要了解本手册未涉及的内容，请参见仪器控制软件联机帮助。

- 连接并设置净化气体。
- 选择希望的操作模式和要保存的信号（热流、重量和/或 Delta T）。
- 选择、加载并在天平上皮重称量样品测杯（和参照测杯）。
- 选择并准备样品。这包括准备一个适当大小的样品并将其放到测杯中。
- 通过 TA 控制器输入实验和过程信息，其中包括样品信息和仪器信息。
- 关闭炉子。
- 开始实验。

## 选择 SDT 模式和信号

当在 SDT 上运行实验时，有四种可用的模式 — 标准、校准、双样品和双样品校准。

- **校准模式**应该用在执行任何标准实验之前。此模式校准重量、DTA基线、温度和/或热流。此模式中可用的信号不能更改。
- **标准模式**用于进行其它所有非校准实验。在此模式中，可以单独选择每个实验要保存的信号。一些可用的信号有“重量”、“热流”、“Delta T (°C)”和“Delta T (microV)”。
- **双样品模式**用于进行所有正常的（非校准）双样品实验。此模式中使用的信号包括 A 侧（样品横梁侧）和 B 侧（参照横梁侧）的“温差 (°C)”、“温差 (°C/mg)”、“重量 (mg)”和“重量百分比 (%)”。此模式仅用于使用与双样品校准相同的条件（例如，加热速率、净化等）进行温度斜线变化的实验。为获得最佳结果，应该使用与双样品校准期间所用的相同的 SDT 测杯。
- **双样品校准模式**用于执行双样品 SDT 实验之前。此模式校准从天平两个臂上获得的重量 A 和 B。此模式中可用的信号不能更改。

SDT 用于执行 TGA 及 DSC（最常用）或 DTA（取决于要进行的实验）的同时测量。在本手册和联机帮助中，您将看到对 DSC-TGA 实验或 TGA-DTA 实验的引用。这些术语是指分别保存热流和重量的实验，或保存重量和 delta T (( $\mu$ V 和/或 °C) 的实验。

## 准备 SDT 样品

两种专门的样品测杯可用于 SDT。另外，这些测杯有多种型号。选择样品测杯的标准很简单：

- 对于 DSC-TGA 实验，**必须**使用陶瓷（氧化铝）90 mL 测杯。这些测杯可兼容（即，不影响结果）绝大多数高温材料。另外，特意将蓝宝石 DSC 热流校准标准品切到适合 90 mL 测杯的大小。
- 对于 TGA-DTA 实验，陶瓷（40 mL 或 90 mL）或铂（40  $\mu$ L 或 110 mL）测杯是可接受的替代品。对于 TGA-DTA 实验，通常首选铂，因为其易于清洗且不与绝大多数有机物和聚合物反应。对于无机物或腐蚀性材料，陶瓷是更好的选择。

所有的测杯类型都可重复使用。要在实验之间清洁测杯，请使用本生灯或丙烷喷灯来烧掉残余物。



**告诫：**不要将炉子加热到高温来清洁测杯，而是在炉子外面清洁它们，如上所述。如果让炉子长时间处于高温下，会缩短炉子的使用寿命。



**警告：**如果铂测杯用作高温（即，1300 °C 以上）下，它们将粘到样品和参照平台中的铂传感器上，当拿走测杯时，将损坏传感器。这会导致需要更换样品和参照横梁装置。

为防止这种情况的发生，您可以（1）使用陶瓷测杯或（2）在开始 TGA-DTA 之前，在铂测杯与传感器之间放一些氧化铝细粉末。

**注意：**氧化铝吸收湿气。在使用氧化铝之前，您需要干燥它。将氧化铝粉末存储在干燥器中。

## 皮重称量并加载 SDT 测杯

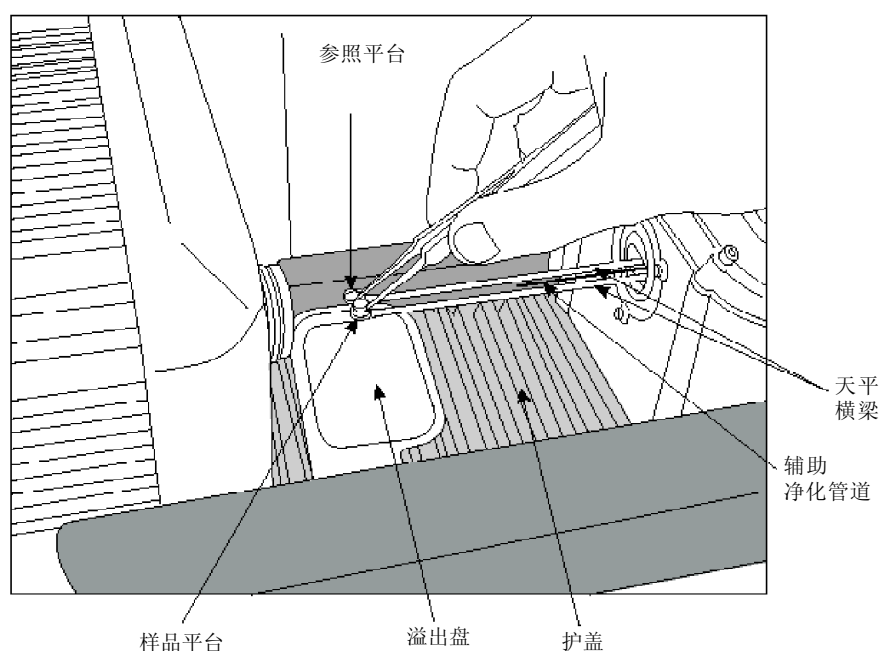
皮重称量 SDT 测杯将确保天平测量出的重量仅反应样品的重量。在每次实验之前，关闭炉子后，您都应该皮重称量 SDT 测杯，即使您在连续的实验中使用同一测杯。

当您皮重称量测杯时，SDT 读出空测杯的重量，然后将重量存储为一个偏移，需要从后续的重量测量中减去它。为获得最佳准确度，必须等重量的读数稳定下来，再接受为偏移。当使用自动皮重称量过程时，SDT 将确定重量读数何时充分稳定。

因为 SDT 具有两个天平装置，要对参照和样品 SDT 测杯都进行皮重称量。

**注意：**始终使用镊子来夹持 SDT 测杯。

1. 按下仪器触摸屏上的 FURNACE 键以打开炉子。
2. 将一个空的 SDT 测杯放到前样品天平装置的平台，确保它正确放置（如下图所示）。
3. 将一个空的 SDT 测杯放到后参照天平装置的平台，确保它正确放置（如前页上的图所示）。



加载 SDT 样品测杯

4. 按下 FURNACE 键关闭炉子并保护测杯不受气流吹动。
5. 按下仪器触摸屏上的 TARE 键。SDT 将自动称量测杯重量并将重量存储为偏移。

**注意：**炉子打开时，如果温度变化太快（即，温度导致重量在 10 秒内的变化超过 3.0  $\mu\text{g}$ ），或当仪器处于校准模式时，仪器将不进行皮重称量。

6. 按下 FURNACE 键打开炉子。

皮重称量 SDT 测杯后，如果需要，可以按照步骤 7 到步骤 11 加载参照材料（如氧化铝）。如果不使用参照材料，则可以跳过步骤 12。

注意：参照材料（如氧化铝）建议用于 TGA-DTA 实验，可以将参照和样品测杯之间的热容差值降到最低，从而改进基线。不能将参照材料用于 DSC-TGA 实验。此外，执行校准和后续的样品实验时应使用一个空的氧化铝测杯作为参照。



**告诫：**如果样品材料溢出到平台上，会对平台导致永久性的污染。如果出现这种情况，则需要更换两个天平横梁。因此，加载样品时，请从横梁上取下测杯。

7. 将溢出盘旋转到横梁下的适当位置。
8. 从后面（参照）平台上取下参照测杯。
9. 将与计划使用的样品等量的参照材料放到参照测杯中。

注意：对于 DSC-TGA 实验，不使用参照材料。

10. 将装满的测杯重新放置到参照平台上。
11. 按下仪器触摸屏上的 DISPLAY MENU 键，然后触摸 SIGNAL DISPLAY 键并观测参照重量。如果重量可以接受，转至步骤 12。如果不可接受，根据需要重复步骤 8 至步骤 11。
12. 从前面（样品）平台上取下样品测杯。
13. 将样品材料放到样品测杯中。如果使用了参照材料，则量出大致等量的样品材料。
14. 将测杯放置到样品平台上，确保样品测杯正确地放在平台上。

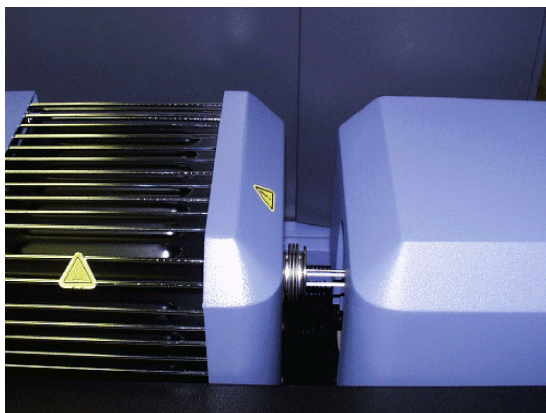
注意：重复地将样品测杯和参照测杯放置到样品平台和参照平台（横梁传感器）上，对于获得最佳 SDT 性能至关重要，特别是对于 DSC-TGA 校准和实验。因为很难重复地将测杯“居中”地放到平台上，因此，建议在放置测杯时，总是放到平台的一侧。另外，测杯的旋转位置应该一致。可以通过在测杯上划个小记号并总是让该记号面对平台的同一方向来实现。

15. 按下仪器触摸屏上的 DISPLAY MENU 键，然后触摸 SIGNAL DISPLAY 键并观测样品重量。如果重量可以接受，转至步骤 16。如果不可接受，根据需要重复步骤 12 至步骤 15。
16. 将溢出盘放回扶手下的位置。



17. 按下仪器触摸屏上的 FURNACE 键以关闭围绕样品的炉子。

注意：如果重量超出范围（小于范围或大于范围），炉子将不关闭。此功能可以防止损坏天平横梁。



炉子关闭

## 双样品操作

SDT Q600 可以在双样品模式下操作。此模式可同时提供两种样品的 TGA-DTA 信息进行比较。当运行双样品实验时，将 A 侧（样品）和 B 侧（参照）的信号捕获到一个数据文件中。

注意：保存的信号假定“重量 A”来自样品（前）平台，而“重量 B”来自参照（后）平台。

当运行双样品实验时，请遵循以下建议：

- 在完成所有的标准校准过程后，执行双样品校准。
- 选择**视图/实验视图**，然后从可用的模式列表中选择 SDT 双样品模式。在“样品名”字段输入两个样品的名称（例如，Sample 1/Sample 2）。最多可用 32 个字符。
- 将两个干净的 SDT 坩埚放到样品横梁和参照横梁上。然后按下 **TARE**。（为得到最佳结果，应该使用与双样品校准时相同的坩埚。）
- 当选择了双样品模式时，便有不同的一系列已保存的信号可用于存储到数据文件中。这些信号包括 A 侧（样品横梁侧）和 B 侧（参照横梁侧）的“温差（ $^{\circ}\text{C}$ ）”、“温差（ $^{\circ}\text{C}/\text{mg}$ ）”、“重量（mg）”和“重量百分比（%）”。如果在 Universal Analysis 程序中显示和分析时需要这些信号，则选择规格化的信号（ $^{\circ}\text{C}/\text{mg}$  和 % 信号），这很重要。
- 要监测 SDT 信号显示触摸屏上的重量变化，请使用仪器控制程序选择**工具/仪器首选项/LCD 信号**。然后选择“重量”和“重量 %”。

注意：在仪器触摸屏上一次只可选择六个信号。因此，要选择双样品信号，必须有两个标准默认信号不能选中。

- 在双样品操作中所得到的绝对重量和温差结果的精度没有单样品操作中的精度好。因此，为获得最佳结果，推荐使用单样品操作。另外，建议仅将双样品模式用于斜坡实验。
- 两个样品（A 和 B）的数据包含在一个数据文件中。可以通过在 Universal Analysis 程序中选择相应的信号组（A 或 B）来分开数据。



## 设置净化气体

SDT 配有主净化气体和辅助净化气体。本节叙述如何使用和设置这些净化气体。

### 主净化气体

主净化气体通过仪器后面的“气体 1/气体 2”端口进入 SDT（请参见第 2 章来连接主净化线路）。主净化气体流经天平室、穿过样品和参照测量系统，然后从炉管的末端流出。因为此净化气体通过天平室，所以主净化气体应该限制为常用的、最好是惰性气体（如氮）。空气也可以用作主净化气体。

主净化气体是通过内部的质流控制器（MFC）和气体切换附件进行调节的。MFC 持续地监视和控制气体的流速，如果想要，还将流速存储到数据文件中，气体切换附件可以在实验中间更换主净化气体。

主净化气体用在所有的 SDT 实验中典型的流速是 100 mL/min。

### 辅助净化气体

辅助净化提供了附加的实验灵活性，引入更具反应性的气体，而不将敏感的天平装置暴露在该气体下。辅助净化气体通过 SDT 室的特殊端口进入 SDT（请参见第 2 章来连接辅助净化气体）。此净化气体从参照天平臂和样品天平臂之间的小直径的管子流入炉子区域。

辅助净化气体的流速通常低于主净化气体（额定速率为 20 mL/min）。因此，主净化气体可防止辅助净化气体回流到天平室，但会让辅助气体扫过样品和参照，最后从炉管中流出。

辅助净化气体的流速由可选的外部流量计控制，且该信号不进行存储。绝大多数 SDT 实验中都不使用辅助净化气体。

## 开始实验

在开始实验之前，请确保已连接好 SDT 及控制器，且已经通过仪器控制软件输入了所有必要的信息。

注意：开始实验后，最好使用计算机的键盘进行操作。SDT 对运动非常敏感，能够拾取到由于触摸仪器触摸屏上的键而引起的振动。

关闭炉子，然后通过触摸仪器触摸屏上的 START 键或通过仪器控制软件上选择**开始**来开始实验。

## 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触摸屏上的 STOP 键或通过仪器控制软件选择**停止**来停止实验。另一种能停止实验的功能是**拒绝**。可是，“拒绝”功能会丢弃从实验中获取的所有数据；“停止”功能会保存在停止实验之前收集的任何数据。

## 维护仪器

本节介绍的主要维护过程是要由用户进行的。进一步的维护应该由 TA Instruments 代表或其他合格的服务人员执行。要获得更进一步的信息，请查询随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，未经培训的员工绝对不要尝试检查或修理任何电路。

## 仪器清洁

您可以根据自己的情况清洁 SDT 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。用玻璃清洁剂蘸湿软布（而不是触摸屏），然后擦拭触摸屏及其周围表面。



**告诫：**不要使用烈性化学制品、腐蚀性的清洁剂、钢丝棉或任何粗制材料来清洁触摸屏，因为您可能会划伤其表面并降低其功能。

## 清洁炉子

为去除积聚在炉子内部的任何污物，建议您每运行 10 次实验后便清洁一次炉子，方法是以 20 °C/min 的斜坡速度将炉子加热到大约 1000 °C。将此清洁所需的时间保持到最短。如果让炉子长时间处于高温下，会缩短炉子的使用寿命。

## 清洁护盖（风箱）



**告诫：**任何时候都不要取下护盖。

使用压缩空气去除盖子褶皱处的灰尘。要清洗溢到盖子上的污物，使用软布或纸巾蘸着水和软性肥皂轻轻擦拭。

# 更换保险丝

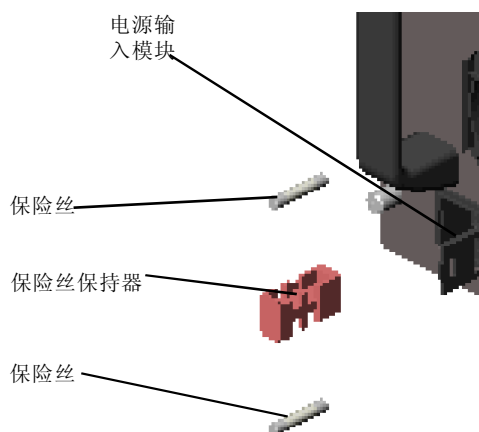


**警告：**在检查或更换保险丝之前，切记要拔下仪器的电源插头。

SDT 包含用户不能处理的内部保险丝。如果任何内部保险丝烧断，则  
会存在危险。请致电 TA Instruments 服务代表。

唯一您可以自己更换的保险丝是位于仪器后面的电源输入模块中的保  
险丝。要检查或更换这些保险丝：

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螺丝刀，将它撬开。
3. 在保险丝保持器的边缘插入螺丝刀，将它从仪器中拉出来。
4. 卸下旧保险丝，并更换新保险丝，必须使用与仪器后面板标示的  
类型和额定参数一样的保险丝。
5. 将保险丝保持器放回原处并将门关上。



## 备用部件

本节列出可从 TA Instruments 获得的 SDT 的备用部件。某些部件必须由服务代表进行更换。订购部件时，请参见下表。

### 保险丝、电源线和电缆

部件编号	说明
205221.001	保险丝 (6.3 A, 250 V)
205221.002	保险丝 (10 A, 250 V)
251470.025	以太网网线 [6 m (25 ft), 屏蔽线]
253827.000	电源线
920223.901	事件电缆

### SDT 附件和样品测杯

部件编号	说明
920063.901	电源控制单元
961020.901	炉子装置 (包括陶瓷炉管)
259508.000	黄铜镊子
259509.000	刮刀, 弯型, 长 165 mm
270226.022	O 形环状炉管
960017.901	SDT 双横梁套件
960148.901	铂样品测杯, 40 $\mu\text{L}$ ; 每包装 3 个 (用于 TGA-DTA 研究)
960149.901	铂样品测杯, 110 $\mu\text{L}$ ; 每包装 3 个 (用于 TGA-DTA 研究)
960072.901	氧化铝样品测杯, 40 $\mu\text{L}$ ; 每包装 3 个 (用于 TGA-DTA 研究)
960070.901	氧化铝样品测杯, 90 $\mu\text{L}$ ; 每包装 3 个 (用于 DSC-TGA 研究)
960239.901	氧化铝样品盖子; 每包装 3 个 (用于 DSC-TGA 研究)

### SDT 校准/参照材料

部件编号	说明
915079.903	蓝宝石 DSC 热流校准标准品
900905.901	草酸钙
952183.901	用于温度校准的瓶装铝丝
960014.901	校准砝码组
960034.901	氧化铝参照材料, 用于 TGA-DTA 研究



## A

安全

- 电气 9
- 化学 9
- 机械 9
- 热 9

安全标准 7

安装

- 电压配置装置 26
- 辅助净化 25
- 主净化线路 23

## B

保险丝

- 在 SDT 上更换 44

保险丝保持器 26

铂测杯 37

部件 45

## C

参照测杯

- 放置 39

操作

- 双样品 40

触摸屏

- 主功能键 13

## D

DSC 功能 11

- 测量 11

DSC-TGA 实验

- 样品测杯 37

DTA 基线校准 34

电磁兼容性标准 7

电缆 19

- 电源 27

- 以太网 21

- 电气安全 9
- 电压配置装置
  - 安装 26
- 电源输入模块 26, 44
- 端口 19

## F

- FURNACE 键 13
- 风箱
  - 清洁盖 43
- 辅助净化 16
- 辅助净化气体
  - 连接线路 25
  - 流速 41
  - 设置流速 25
  - 使用 41
  - 说明 41
  - 通过 SDT 的路径 41

## G

- 规格 15

## H

- 横梁销子
  - 松开 30

## J

- 计算机
  - 连接到 LAN 23
  - 连接到以太网集线器 21
- 校准
  - DSC 热流 35
  - DTA 基线校准 34
  - TGA 重量校准 34
  - 双样品 35
  - 温度 35
- 金属标准品 35
- 净化流速 16
- 净化气体 16
- 净化线路
  - 辅助 25
  - 主 23



## K

控制菜单 13

控制器

描述 11

## L

LAN 23

蓝宝石标准品 35

流量计 25

炉子

清洁 43

炉子净化气体 16

## M

模式

双样品 40

## P

配衡横梁

松开 30

皮重称量 38

偏移 38

## Q

气体

推荐的 23

气体切换附件 41

气体源

压力 23

清洁 43

炉子 43

仪器 43

## R

热交换器

电缆 19

线路 19

热流

精度 16

精确度 16

热流校准 35

熔解热 35

## S

SDT

安装 17

电缆

电源 27

检查 17

启动 31

停止 31

线路

净化 23

制冷气体 25

校准 34

组件 11

STOP 键 13

实验

过程 36

拒绝 42

开始 42

停止 42

样品准备 37

双样品操作

保存的信号 40

运行实验 40

指导 40

## T

TGA 重量校准 34

TGA-DTA 实验

使用双样品操作 40

样品测杯 37

陶瓷测杯 37

天平室

移除盖子 29

重新放回盖子 30

天平装置

参照 11

样品 11

条例符合 7

停止实验 42

## W

网络 21

维护

SDT 43

温度

精度 16

精确度 16

温度校准 35

## X

线路

连接 19

显示菜单 14

触摸屏键 14

信号

选择 36

## Y

样品测杯

大小 37

放置 39

类型 37

皮重称量 38

容量 16

选择 37

重量容量 16

准备 37

样品锅 16

衣套 28

仪器。参见 SDT；TGA

仪器

连接到以太网集线器 21

以太网电缆

将计算机连接到 LAN 23

以太网集线器

连接到控制器 21

连接到仪器 21

溢出盘 39

运行实验 36

## Z

制冷气体线路

- 安装 25
- 质流控制器 (MFC) 23, 41
- 重量
  - 超出范围 40
- 重量精确度 16
- 重量灵敏度 16
- 主功能键 13
- 主净化气体
  - 连接线路 23
  - 流速 41
  - 设置流速 23
  - 使用 41
  - 说明 41
  - 通过 SDT 的路径 41
- 转子流量计 41
- 状态行 13
- 组件 11