TGA 热重分析仪



Q Series 入门指南

PN 953044.001 修订版 A 2004 年 1 月发布



©2001 -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
目录
注意、告诫和警告
条例符合
安全 (以器符号 () 电气安全 () 化学安全 () 热安全 () 机械安全 () 提举仪器 ()
第 1 章: TGA 简介1
概述 15 组件 17
TGA Q500 触摸屏 15 主功能键 15 控制菜单键 17 自动辅助键盘功能 18 显示菜单键 18 TGA 平台校准键 19
TGA Q50 辅助键盘
选件和附件. 2 Hi-ResTM(高分辨率)TGA 2 调制式 TGA(MTGA) 2 EGA(逸出气体分析)炉子 2 使用 TGA 自动采样装置 2 其他附件 2
仪器规格 24 TGA 仪器特性 24 TGA 采样系统 25
第 2 章: 安装 TGA 27
拆除包装/重新包装 TGA27
安装仪器 2' 检查系统 2' 选择地点 28 填充热交换器 29

	29
端口	30
热交换器电缆和水线路	
以太网开关设置	
将仪器连接到开关	
将控制器连接到开关	32
将控制器连接到 LAN(局网)	
净化线路	
配备质流控制器的仪器	
未配备质流控制器的仪器	
制冷气体线路	
电压配置装置	
电源开关	
电源线	37
拆除天平的包装	37
启动仪器	38
安装悬挂线	
对齐样品悬挂线	
对齐样品悬挂线顶部	
对齐样品悬挂线底部	40
关闭仪器	41
Additional and the transport of the tran	
第 3 章: 使用、维护和诊断	43
使用 TGA	
开始使用之前	43
校准 TGA	
温度校准	
重量校准	44
运行 TGA 实验	
实验过程	
去除样品坩埚的皮重	
去除样品坩埚的皮重	
去除样品坩埚的皮重	46
去除样品坩埚的皮重	46
去除样品坩埚的皮重	46
去除样品坩埚的皮重	46 46
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 维护仪器 仪器清洁	46 47 47
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 (停止实验 维护仪器 仪器清洁 清洁炉室	46 47 47
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 (P让实验) (P	46 47 47 47 47
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 (停止实验 维护仪器 仪器清洁 清洁炉室	46 47 47 47 47
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 维护仪器	46 47 47 47 47 47
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 维护仪器 (及器清洁 、	46 47 47 47 47 49
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 维护仪器 仪器清洁 清洁炉室 只清洁 TGA 标准炉子 清洁 EGA 石英炉管	46 47 47 47 47 49
去除样品坩埚的皮重 加载样品 开始实验 停止实验 维护仪器 (及器清洁 、	46 47 47 47 47 49

安装 EGA 炉子	52
第一次安装	52
拆卸和重新安装 EGA 炉子	54
EGA 炉子拆卸	54
EGA 炉子拆卸	54
连接光/质谱仪	55
维护热交换器	57
排干并重新填充水容器	57
** * * * * * * * * * * * * * * * * * * *	
更换 TGA 热电偶	58
更换保险丝	59
备用部件	60
保险丝、电源线和电缆	
TGA 附件	60
TGA 样品坩埚和附件	61
TGA 校准/参考材料	
7	01
索引	63

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。

<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。

<u>欧洲经济区</u>: (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 + 修正案。辐射:满足 A 类要求(表 3)。抗扰度:满足不连续操作的性能标准 A。

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

本安装类别 II 设备在安全上符合以下安全标准:

- CAN/CSA-22.2 No. 1010. 1-92
- CAN/CSA-22. 2 No. 1010. 2. 10-94
- EN 61010-1/1993
- EN 61010-2-010/1994
- UL 3101-1, Part 1
- IEC 1010-2-010: 1992

仪器符号

以下标签显示在 TGA 仪器上, 用于提供保护:

符号

说明



位于 TGA 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,不要使易熔或易燃的材料接近此高温表面。



该符号位于后维修面板上,表示在执行任何维护或维修工作之前,必须拔掉电源的插头,系统中带有高达 120 伏的交流电压。.

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。

请在处理仪器的那些区域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《TGA 入门指南》中包含的告诫和警告。

电气安全

在执行任何维护或维修工作之前,必须拨掉仪器的电源插头;系统中带有高达 120 伏的电压。



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 37 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:请勿在 TGA 炉子或 TGA EGA 炉子中使用氢气或其他易爆气体。
- 警告:在 TGA 中可将氧气用作净化气体。但是,炉子必须保持清洁,如此可去除可能燃烧的易挥发碳氢化合物。
- 警告: TGA 炉子装置包括一层耐高温陶瓷纤维 (RCF) 绝缘。此绝缘层已完全密封到炉膛内,不能拆卸。如果部件破碎露出了 RCF 绝缘,我们建议将其按照任何耐高温材料来处置。
- 警告:如果在 TGA 中进行日常的会损失大量的易挥发的碳氢化合物(例如,润滑油)的 材料评估,则需要更为经常性地清洁炉子以防止在炉子中聚集会导致危险的残留物。
- 警告:如果使用的样品会放出有害气体,请将仪器放到排气装置附近,以排出这些气体。
- 警告: TGA EGA 炉子装置也包含有耐高温陶瓷纤维 (RCF) 绝缘。该绝缘附着在炉室内。仅可在更换 EGA 样品管或炉子装置时才可拆解炉室。有关处理 RCF 绝缘过程的信息,请参阅随样品管或炉子更换套件提供的说明。

热安全

运行完实验后,允许在触摸炉子和热电偶前将其打开以进行冷却。

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

TGA 是一台很重的仪器。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 TGA 简介

概述

TA Instruments 热重分析仪(TGA)是一台热重量变化分析仪器,与 TA Instruments 热分析控制器和相关软件共同作用组成了热分析系统。



在控制的气氛中,热重分析仪将重量变化量和变化率作为递增温度的函数,或在等温下作为时间的函数进行测量。它可用于表现任何出现重量变化的材料特性,及测量由于分解、氧化或脱水引起的相变。该信息有助于科学家或工程师确定百分比重量变化、相关的化学结构、过程以及最终使用性能。



TGA Q500 (带自动采样装置)

TGA Q50 (带标准炉子)

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

TGA 具有六个主要组件:

- 天平,可提供精确的样品重量测量。天平是 TGA 系统的重要组件。
- 样品平台,可往天平上加载或从其上卸载样品。
- 炉子,可控制样品气氛和温度。Q50 和 Q500 均配备了标准炉子。提供有可用于升级任一 TGA 仪器的逸出 气体分析仪 (EGA) 炉子,该炉子为选配件。

- 机柜,其内部为系统电子元件和机械组件。
- 热交换器,可为炉子散热。
- TGA Q500 具有两个质流控制器,该控制器控制通向天平和炉子的净化气体。

有几种仅适用于 TA Instruments TGA Q500 使用的选件。有关每个选件的更多信息,请参见第 28 页以及与仪器控制软件相关的联机文档。

注意:本手册未提及的有关 TGA 的技术参考信息、操作理论以及其他信息,请参见与仪器控制软件相关的联机帮助。

TGA Q500 触摸屏

TGA Q500 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辅助键盘。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。

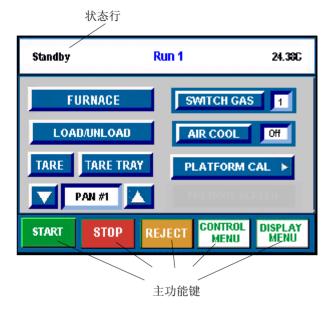
显示器顶端的状态行(参见右图)显示当前的仪器状态、温度和当前的运行编号。

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。有关*主功能键*的说明,请参见下一节。

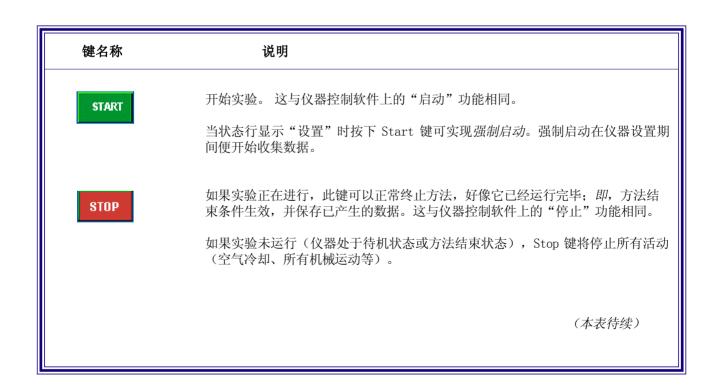
注意:实验信息和仪器常数均通过控制器键盘输入,而不是仪器触摸屏。

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。



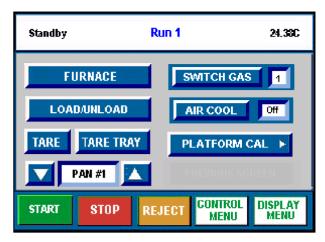
TGA 自动采样装置触摸屏



键名称	说明
REJECT	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 <i>丢弃</i> 。这与仪器控制软件上的"拒绝"功能相同。
CONTROL MENU	显示"控制菜单"触摸屏键。它们用于控制仪器的操作。
DISPLAY Menu	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。



TGA 自动采样装置触摸屏



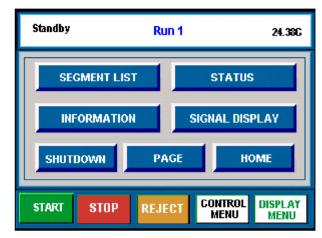
自动辅助键盘功能

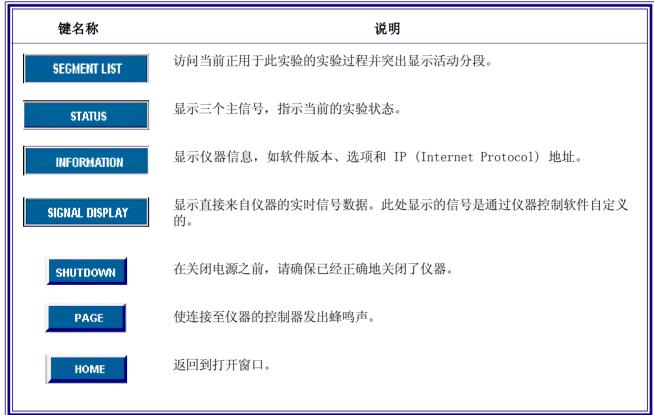
某些 TGA 仪器触摸屏的键会在确定条件下自动执行附加功能:

- START 会在必要时,在实验开始前自动加载样品坩埚并关闭炉子。
- TARE、LOAD 和 UNLOAD 会在必要时自动打开炉子。
- 可在样品 LOAD 进行中按下 START。

显示菜单键

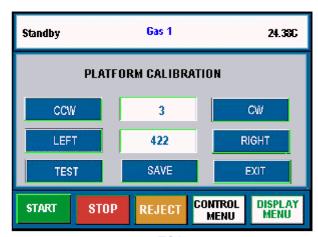
通过按下触摸屏底部的 DISPLAY MENU键来访问"显示菜单"。将显示如图所示的菜单。下表提供了每个键的功能的简要说明。





TGA 平台校准键

通过按下"控制菜单"触摸屏上的 CAL PLATFORM 键可访问 TGA 平台校准菜单。将显示如图所示的键。下表提供了每个键的功能的简要说明。



TGA 平台校准触摸屏

键名称	说明
CCW	仅适用于自动 TGA: 将旋转值(逆时针)减少一个位置。
CW	仅适用于自动 TGA: 将旋转值(顺时针)增加一个位置。
422	显示托盘的相对位置。使用 CCW、CW、LEFT 和 RIGHT 键来调节托盘位置。
LEFT	将左/右值朝左增加一个位置。
RIGHT	将左/右值朝右减少一个位置。
TEST	根据已做的校准调节移动样品臂。保存校准之后再次按下 Test 键以验证托盘位置的正确(精确)性。平台将首先到达原位置。
SAVE	存储校准值。
EXIT	离开托盘校准触摸屏菜单。

TGA Q50 辅助键盘



TGA Q50 仪器辅助键盘(如上所示)包括控制在仪器上进行就地操作(实验开始和停止、自动天平去皮重、样品加载/卸载和炉子打开/关闭)的键。使用仪器控制软件来输入实验信息和仪器参数。

下表对仪器键的功能进行了说明:

键 说明



开始键:开始实验。 这与仪器控制软件上的"启动"功能相同。



停止键: 如果实验正在进行,此键可以正常终止方法,好像它已经运行毕; 例 如,后试验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。

如果实验未运行(仪器处于待机状态或方法结束状态),停止键将停止所有活动(空气冷却、所有机械运动等)。



去皮重键: 归零空样品坩埚重量显示值; 自动从样品平台加载坩埚; 升高炉子以保护坩埚不会受到空气气流吹动, 称量坩埚重量并将重量值存储为偏移, 然后卸载坩埚。 这与仪器控制软件上的"去皮重"功能相同。



样品键: 在从样品平台加载样品坩埚到天平上与卸载样品到样品平台上之间进行切换。这与仪器控制软件上的"样品/加载/卸载"功能相同。



炉子键: 在炉子关闭和炉子打开功能之间切换。按下该键后炉子的状态取决于其当时的位置。这与仪器控制软件上的"炉子/打开"或"炉子/关闭"功能相同。

选件和附件

TGA Q Series 仪器有数种附件可供使用。仅适用于 TA Instruments TGA Q500 的几种选件有: 自动 TGA (多样品附件)、Hi-Res™ TGA (高分辨率选件)以及 MTGA (调制式 TGA)。选件 EGA (逸出气体分析)炉子均可安装在这两种 TGA 仪器上。本节提供了这些选件的简介。详细信息,请参阅联机文挡。

$Hi-Res^{TM}$ TGA

TA Instruments Hi-Res 动态速率 TGA (DRTGA) 技术与之前的控制技术不同,该技术中样品材料加热速率保持动态并根据样品分解速率的变化持续改进,以使重量变化分辨率达到最大。该项技术允许在 Hi-Res 斜坡分段期间,避免转变温度过高时,使用非常高的最大加热速率。在较低加热速率下,典型的 Hi-Res 斜坡在提高了分辨率的同时,完成时间与可比较的恒定加热速率实验一样或比其更少。

Hi-Res 选件的优点在于:

- 提高转变分辨率
- 加快扫描检查
- 增强签名分析功能
- 使转变温度更接近恒温值
- 增强方法编程灵活性

调制式 TGA (MTGA)

TA Instruments 调制式 TGA (MTGA) 是热重分析仪 TGA Q500 的具有创新性的选件。如同传统的 TGA, 该选件可用于研究分解或挥发性质。可是,MTGA 提供了独特的功能来增加从单个 TGA 实验中获取的信息量,从而让数据便于理解。

这些独特的功能包括:

- 连续确定活化能
- 单一动力学机制的验证
- 一阶动力学模型的验证

与传统 TGA 相比,配有 MTGA 的 TGA 在提供了同样信息的同时,还加入了新信息,对重量损失反应具有独到的理解。

特别是,MTGA 提供了另外的方式来获得一个或多个重量损失的动力学信息,花费的时间却比多个加热速率方法少。

另外,在整个重量损失反应过程中,MTGA 还提供了活化能的连续确定的值,而不仅仅是在指定反应级别下得到的值。获取连续活化能的功能,可允许您将反应期间活化能的变化作为温度或转换的函数进行跟踪。活化能的计算是"无需模型"的,不要求具备动力学方程式构成的知识。与活化能的连续确定一样,一阶动力学模型的假设(多数分解反应的合理假设)允许进行式前指数因子的自然对数计算。

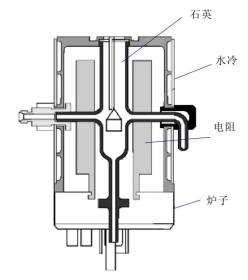
MTGA 应当用于快速、单一的动力学参数实验确定,或是需要有关这些参数的信息(作为温度或转换的函数)的地方。

EGA 炉子

逸出气体分析(EGA)炉子(如此图所示)是 Q500 或 Q50 的选配附件,它允许将光/质谱仪连接至仪器以分析样品分解产生的逸出气体。按照第 3 章的指导,可将EGA炉子和标准的 TGA炉子进行调换。

EGA 炉子包括石英玻璃样品管,其四周围有电阻加热器,这些均包在水冷炉室内。炉室安装在炉子底座上,该底座可以升高或降低炉子以装载和卸载样品。

样品管具有一个穿过炉室右侧的净化气体入口。炉室左侧的配件可用于连接传送线路,以将气体运送至光谱仪(例如质谱仪)。因为加热器在样品管外面,所以样品管中来自样品分解的逸出气体不会与电阻元件或炉子耐火陶瓷接触。



冷却空气进入炉子底座,并朝上从样品管外侧和炉子内侧之间通过,冷却空气完全和样品及样品区域隔离。炉子是一个电阻加热器,其上包缠着氧化铝陶瓷,因此允许样品区域温度高达 1000°C, 加热速率最大为 50°C/min。Platinel II® 热电偶放置在炉子内,正好位于样品坩埚上方,可监视样品环境温度。

炉子基座将炉子装置朝上围绕着样品坩埚移动至关闭位置,或朝下远离样品坩埚移动至打开位置。

使用 TGA 自动采样装置

TGA 自动采样装置(也称自动 TGA)是 TA Instruments TGA Q500 的附件(如图示)。该装置允许在 TGA 仪器上一次放置多达 16 个样品来测量其重量变化量和变化率。试验执行与使用 TGA 进行正常的实验一样,只不过现在使用自动采样装置可以在持续的基础上运行样品并保持结果纪录。以下列出了自动 TGA 使用的六个(6)标准 TGA 坩埚:

- 100 µL 铝
- 50 和 100 µL 铂质坩埚和
- 100、250 和 500 µL 氧化铝陶瓷坩埚。

作为 TGA 附件的自动 TGA,不会改变用于启动和关闭 TGA 仪器和控制器的过程。启动仪器时,请参考本手册第 3 章。



要校准样品托盘,请参考第 2 章中"自动TGA 平台校准键"的论述。有关 TGA 和自动 TGA 的任何其他信息,请参考仪器控制软件中的联机文档。

其他附件

TGA 可使用许多由不同制造商提供的标准分析附件: FTIR、质谱仪、气相色谱分析仪以及逸出气体分析仪。更进一步的信息,请向合适的当地仪器制造商咨询。

仪器规格

以下几页表格包含了TGA的技术规格。

TGA 仪器特性

尺寸	深度 55.9 cm (22 in.) 宽度 47 cm (18.5 in.) 高度 52.1 cm (20.5 in.)		
重量 变压器重量	30.9 kg (68 lbs) 8.18 kg (18 lbs)		
电源	标准 120 Vac 50/60 Hz 如果配置了降压变压器,为 230 Vac, 50/60 Hz		
动力消耗	1.5 kVA		
绝缘等级	危险组件之间的所有电气绝缘的设计均符合强化绝缘的要求。 低 电压电路已接地。		
室内操作温度	15°C 到 35°C (非冷凝)		
温度控制范围	室温 +5℃ 至 1000 ℃		
热电偶	Platinel II*		
标准炉子的加热速率 EGA 炉子的加热速率	0.1 至 100°C/min 0.1 至 50°C/min		

^{*}Platinel II 是 Engelhard Industries 的注册商标。

TGA 采样系统

下表包含与 TGA 样品坩埚、天平装置和炉子相关的规格。

样品坩埚

类型 铂,氧化铝(Al₀0₃),铝

容量 铂: 50 µL, 100 µL

氧化铝: 100 μL, 250 μL, 500 μL

铝: 100 µL

天平装置

称重范围 (样品) 1 1.0 g

天平测量2

分辨率 $0.1 \mu g$ 精确度 $\frac{5 \pm 0.1}{2}$

范围 200 mg 范围: $0.1~\mu g^-$ 200 mg 1000 mg 范围: $1~\mu g^-$ 1000 mg



¹告诫:天平的整个装置的可称重量为 5 g。为了避免损坏天平装置,请勿让样品、皮重、悬挂线以及坩埚的总重量超过 5 g。

²TGA 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。

质流控制器 (MFC) Q500 的炉子气氛

MFC 净化速率 最大 200 mL/min

警告: 不要在 TGA 标准炉子或 EGA 炉子中使用氢气或其他易爆气体。

警告:在 TGA 中可将氧气用作净化气体。不过,炉子必须保持清洁,如此可去除可能 燃烧的易挥发碳氢化合物。

告诫:腐蚀性气体不能用于本仪器。如果使用氧气作为净化气体,则必须确保炉子洁净 且没有可能燃烧的碳氢化合物。

拇	炸	Đ	「境
1 7€	ΉE	~	ングス

室温范围 15 − 35 °C

海拔 低于 2 km

拆除包装/重新包装 TGA

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,TGA 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
- 填充热交换器
- 将 TGA 连接至 TA Instruments 控制器
- 连接热交换器电缆和水线路、净化气体线路、附件和电源电缆
- 拆除天平的包装
- 安装悬挂线
- 测平仪器并对齐悬挂线
- 调节样品平台(参见联机文档)
- · 安装选配的 EGA 炉子

建议您让 TA Instruments 服务代表安装 TGA。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 TGA 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,并对照封装的运输清单检查收到的部件。

- 如果仪器受损,请立即通知承运人和 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 TGA 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。TGA 应该:

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。



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。

填充热交换器

热交换器包含贮液器,该容器为仪器供应冷冻剂来为炉子散热。冷冻剂从供应线路离开热交换器,在炉子内循环后,通过返回线路返回贮液器,如图所示(有关如何连接水线路的说明,请参看第31页)。要填充热交换器,请按照以下说明进行操作:

- 1. 旋掉热交换器上的贮水器帽(参见下图)。
- 2. 将 TA Instruments TGA 调节剂 (PN 952377.901) 加入贮水器瓶中。有关容器中调节剂的添加量,请参看瓶子

上的说明。然后向 瓶中添加蒸馏水至内部边缘。



注意:系统启动后,再次检查容器瓶中的水面,如果必要请再次添加蒸馏水至内部边缘。



告诫:不要将除蒸馏水以外的任何液体倒入热交换器容器中。

3. 重置并拧紧水贮液器帽。

连接电缆和线路

要连接电缆和气体线路,您需要进到 TGA 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。



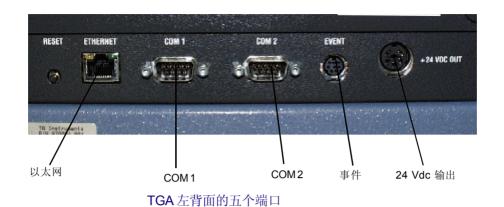
告诫: 无论何时插入或拔下电源线时,都请握住插头而不是电线。



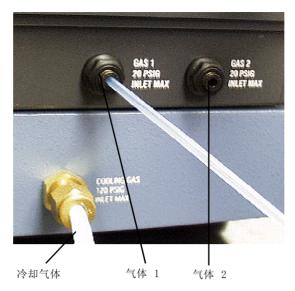
警告:要保护好电源和通信电缆通道。不要将电缆横放在过道上,以免被绊倒。

端口

TGA 在仪器的背面有一些端口。下表对各个端口的功能进行了说明。连接电缆和线路时,请参考此列表。



端口 功能 以太网 提供网络通信功能 Com 1 不用于 TGA。 不用于 TGA。 Com 2 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 提供热交换器检测信号和电压。 基净化 不用于 TGA。 气体 1 TGA Q500 或 TGA Q50 (带 MFC): 质流控制器输入端口。用于样品和天平净化 气体。最大压力 140 kPa gauge (20 psig)。 气体 1 TGA Q50: 样品净化气体输入端口。要求最大压力为 140 kPa gauge (20 psig) 的流量计 气体 2 TGA Q500 或 TGA Q50 (带 MFC): 质流控制器输入端口。用于样品净化气体。 最大压力 140 kPa gauge (20 psig)。 TGA Q50: 样品净化气体输入端口。要求最大压力为 140 kPa gauge (20 psig) 的流量计 冷却气体 向炉子提供气体以进行制冷。最大压力 830 kPa gauge (120 psig)。



TGA 右后面的三个可用端口

热交换器电缆和水线路

按照以下说明来连接热交换器电缆和水线路:

- 1. 找到仪器机柜左背面的 24 Vdc 输出接头(参见第 30 页的图)。
- 2. 将热交换器电缆连接至接头。仅热交换器电缆适合该接头。
- 3. 拆除水线路的包装。
- 4. 将水线路标有"SUPPLY"记号的一端连接至仪器机柜右背面的贴有 "SUPPLY"标签的接头(如图示)。
- 5. 将水线路标有"SUPPLY"记号的另一端连接至热交换器上贴有"SUPPLY"标签的接头。
- 6. 将水线路没有标记号的一端连接至仪器机柜右背面的贴有"RETURN"标签的接头(如上所示)。
- 7. 将水线路没有标记号的另一端连接至热交换器上贴有"RETURN"标签的接头。



TGA 上的供应和返回 线路

注意:第一次启动运行前,必须清除滞留在热交换器中的空气。TGA 安装完成后,打开仪器。然后从仪器控制菜单中选择**控制/主交换器**来启动热交换器。根据需要补充冷冻剂。重复过程直至从系统中清除掉所有的空气、仪器停止报告错误为止。

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)。



黄灯 绿灯 RESET ETHERNET

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。

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。



配置开关

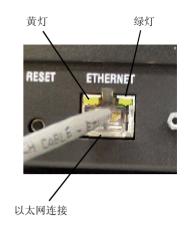


计算机 以太网端口

将控制器连接到 LAN

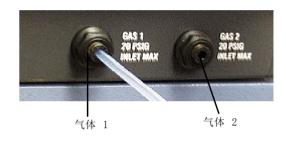
在将控制器连接到 LAN 之前,需要在计算机中安装好网卡。

- 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

通过连接净化气体至系统,可在 TGA 实验期间控制样品气氛。净化气体分别通至 TGA 的两个部分:炉子(样品)和天平室。TGA Q500 配有两个质流控制器 (MFC)来控制气体的流动速率。这是 TGA Q50 的选配附件。可以将两种不同气体连接到仪器,以便进行气体切换。按照这些说明连接空气净化线路。参见右图来找到净化线路。





告诫: 在净化线路中不要使用任何液体。

配备质流控制器的仪器

如果 TGA 配有质流控制器(为 TGA Q500 的标配),请按照以下说明进行操作。

- 1. 找到"气体 1"端口。"气体 1"端口用于净化样品和天平区域。
- 2. 找到"气体 2"端口。"气体 2"端口仅用于净化样品区域,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。如果需要,将第二种气体连接到"气体 2"端口。

对于带质流控制器的仪器,可使用仪器控制软件选择设置来单独控制流动速率。

- 4. 请确保已将净化气源的压力调节在 70 到 140 kPa gauge (10 到 20 psig) 之间。
- 5. 使用仪器控制软件来指定**仪器首选项/MFC页面**上连接的气体。

6. 在**实验视图**的**注释页**上将实验的组合净化速率设置为或小于推荐值 100 mL/min 。单击**应用**保存这些更改。气流分布如下所示: (a) 用于标准炉子,40% 至天平室,60% 至样品,或(b) 用于 EGA 炉子,10%至天平室,90%至样品。

注意:如果使用实验室净化气体,而不是瓶装净化气体,强烈推荐安装一台外部干燥机和五微米过滤器。



告诫: 腐蚀性气体不能用于本仪器。



警告:如果使用易爆炸气体作为净化气体,则是非常危险的。不建议将易爆气体用于本仪器。有关可用于 TGA 仪器的净化气体的列表,请参见第 2 章。

未配备质流控制器的仪器

如果 TGA <u>没有</u>配备质流控制器(对 TGA Q50 而言此为出厂配置),请按照以下说明进行操作。(如果需要,可以安装 MFC 进行升级)

- 1. 找到"气体 1"端口。"气体 1"端口仅用于净化样品区域。使用外径为 1/8 英寸的管道将所需气体的线路 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。
- 2. 找到"气体 2"端口。"气体 2"端口仅用于净化天平区域。使用外径为 1/8 英寸的管道将所需气体的线路 连接到"气体 2"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。
- 3. 对于<u>没有</u>配备 MFC 的仪器,通过使用连接至 TGA Q50 背面的每个净化配件(气体 1和气体 2)的流量计来维持正确的流动速率至关重要。
- 4. 请确保已将净化气源的压力调节在 70 到最大 140 kPa gauge (10 到 20 psig) 之间。
- 5. 使用仪器控制软件来指定**仪器首选项/MFC 页面**上连接的气体。
- 6. 在**实验视图**的**注释页**上将实验的组合净化速率设置为或小于推荐值 100 mL/min 。单击**应用**保存这些更改。气流分布如下所示: (a) 用于标准炉子,40% 至天平室,60% 至样品,或(b) 用于 EGA 炉子,10%至天平室,90%至样品。

注意:如果使用实验室净化气体,而不是瓶装净化气体,强烈推荐安装一台外部干燥机和五微米过滤器。



告诫:腐蚀性气体不能用于本仪器。



警告:如果使用易爆炸气体作为净化气体,则是非常危险的。不建议将易爆气体用于本仪器。有关可用于 TGA 仪器的净化气体的列表,请参见第 2 章。

制冷气体线路

使用以下步骤安装制冷气体线路。

- 1. 找到制冷气体配件,它是位于 TGA 机柜背面的一个 1/4 英寸的 Legris 装置,标有最大 830 kPa gauge (120 psig) 警告标签。
- 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. 将压缩实验空气线路连接至制冷气配件。

注意: 氮气也可以用作制冷气体。

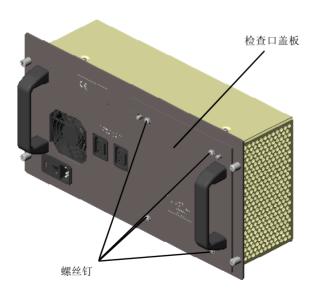
电压配置装置

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 9 页的"警告"。

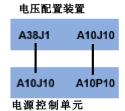
- 1. 从运输箱中取出组件,并检查是否所有组件均已齐备。
- 2. 卸下位于仪器后面的检查口盖板(拆下用于紧固它的四个螺钉)。请参见下图。

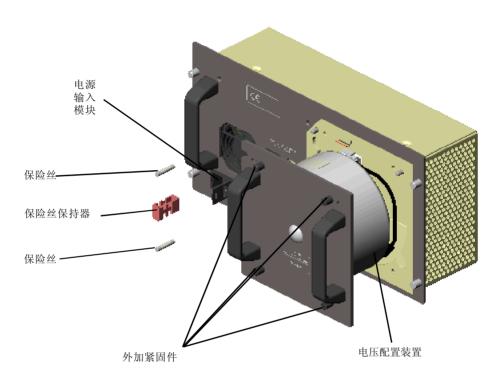


- 3. 从 PCU 内的 A10P10 上断开 A10J10 接头。现在将电压配置装置上的 A10J10 接头连接到 PCU 内部的 A10P10。然后将 PCU 内的 A10J10 连接到抗电涌子装置的 A38J1。请参见右图图示。
- 4. 将该子装置安装到 PCU 并拧紧那四个(4) 外加紧固件以将其固定好。
- 5. 从电源输入模块中拆下保险丝保持器,并用套件中的 6.3 amp 保险 丝替换 10 amp 保险丝。丢弃 10 amp 保险丝。请参见下图。

初始 A10J10 — A10P10 电源控制单元

最终





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 TGA POWER 开关处在"关闭"(0) 位置。
- 2. 将电源线插入 TGA 电源输入模块中。



告诫:在将 TGA 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。

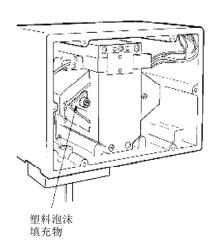
拆除天平的包装

TA Instruments 建议在拆除 TGA 天平包装前,应完整阅读本章中的说明。

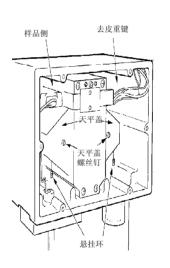


告诫:拆除天平包装时,请小心不要损坏天平臂或 悬挂环。

- 1. 使用 TGA 附件套间中提供的 7/64-英寸球形起子旋松将天平室面 板固定在仪器上的六个螺丝钉。
- 2. 取下面板。
- 3. 旋松并拆除将天平护盖固定在天平装置的样品(左)侧的翼形螺钉(如图示),拆下护盖。
- 4. 使用镊子将螺丝钉孔周围的泡沫塑料填充物取出(参见下图):



- a. 轻轻地用镊子 压住泡沫塑料, 注意不要碰到天平。
- b. 从天平室中取出泡沫塑料填充物。
- 5. 重置样品侧护盖和螺丝钉。
- 6. 重复步骤来拆除去皮重(右)侧的塑料泡沫填充物。



启动仪器

- 1. 检查 TGA 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。

正确开启电源后,TA Instruments 标志将显示在 Q500 的触摸屏上,对于 Q50 而言,辅助键盘上的绿灯会亮起。这表示仪器已经可以开始使用了。

注意:允许 TGA 在执行实验之前至少预热 30 分钟。

安装悬挂线



告诫:安装期间,注意不要弯曲悬挂线或损坏悬挂环。

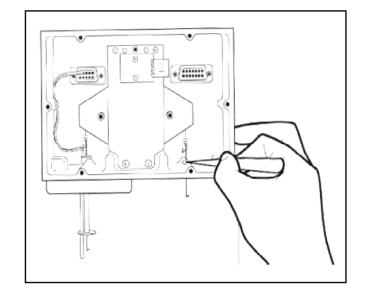
- 1. 打开仪器。
- 2. 按下 FURNACE 键降低炉子。
- 3. 使用 TGA 附件套间中提供的球形起子,旋松将天平室面板固定在仪器上的六个螺丝钉,并拆下面板。
- 4. 旋松并拆除将天平护盖固定在天平装置的样品(左)侧的翼形螺钉,拆下护盖。
- 5. 找到 TGA 附件套件中的样品悬挂线。
- 6. 握住悬挂线,如此弯折两次的顶钩指向左侧,底钩指向右侧。 请参见右图。
- 7. 小心地将悬挂线的底部插入炉子顶部足够深,如此可将线的顶部插入热电偶管中,而无须弯折悬挂线。
- 8. 将悬挂线穿过热点偶管进入天平室,并钩住位于管的顶部之上的线的顶部。

注意: 为了便于看见悬挂线,建议在钩住悬挂线之前,将一张白纸滑入天平室,使之位于每个环之后(完成后不要忘记取出白纸)。



- 9. 用黄铜镊子夹住悬挂线的顶钩。小心保持顶钩指向左边,将双弯折穿过悬挂环,这样就可将此线挂在环上。
- 10. 拧松并拆下去皮重管。
- 11. 找到 TGA 附件套件中的去皮重悬挂线。
- 12. 握住悬挂线,如此弯折两次的顶钩指向左侧,底钩指向右侧。
- 13. 使用黄铜镊子,将悬挂线插入去皮重侧的天平室,并向下穿过去皮重管连接上的孔,注意不要弯曲线(如图所示)。
- 12. 小心保持顶钩指向左边,将双弯折穿过选挂环, 如此线就挂在了环上。
- 13. 选择要在实验中使用的样品坩埚,并加载一个样品大小和类型在去皮重悬挂线上。
- 14. 重置去皮重管,用手指将其拧紧并压住 0 形密封。

现已准备好对齐悬挂线。



对齐样品悬挂线

要避免重量信号噪音,TGA 仪器必须水平放置,如此热电偶管就不会碰到炉子内部的样品坩埚和悬挂线。坩埚悬挂的角度对于工作台轻微的不平非常敏感,所以为 TGA 选择一个稳固的桌子或工作台非常重要。

一旦将 TGA 放置在了满意的地方,就需要使用以下步骤调节样品悬挂线的顶部和底部,并将仪器调平。

对齐样品悬挂线顶部

- 1. 将空的样品坩埚放置在平台上。
- 2. 触摸仪器触摸屏上的 **LOAD** 键。TGA 将自动降低炉子(如果必要),移动样品平台至炉子上方,并将坩埚加载到天平上。

如果坩埚不自动进行加载,请将其手动(使用黄铜镊子)放到样品悬挂线上并继续本过程。样品悬挂线对齐后,请使用样品平台调节过程(有关信息,请参见软件联机帮助)来校正加载。

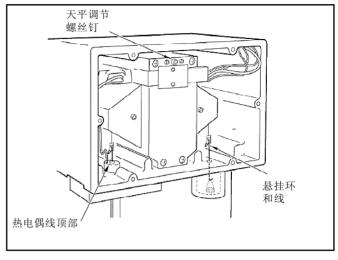
- 3. 查看样品悬挂线的顶端是否是自由悬挂,并大概位于天平室内部的热电偶管顶部内的中心。
- 4. 如果该线没有粗略地位于热电偶管内的中心,请使用 7/64 英寸球形起子旋动天平调节螺丝钉(参见右图)直至线居中。

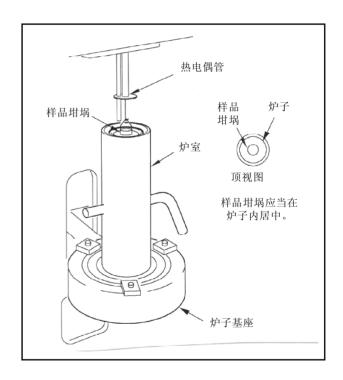
顺时针旋动天平调节螺丝钉会将线朝后移动,逆 时针旋转会将线朝前移动。

对齐样品悬挂线底部

- 1. 触摸控制菜单触摸屏上的 FURNACE 键以升高 炉子恰好至样品坩埚的底部,触摸 STOP。
- 2. 检查炉子内的样品坩埚对齐情况。它应当是自由 悬挂、粗略居中,并不会碰到炉子的侧面或热电偶(如右图所示)。
- 3. 如果炉子内的样品坩埚没有居中并且没有自由悬挂, 请通过调节底部支脚来测平 TGA 仪器。顺时针旋转 支脚可将其加长,或反时针旋转可将其缩短。继续调 节直至坩埚正确悬挂为止。
- 4. 触摸 FURNACE 键降低炉子。
- 5. 触摸 UNLOAD 键从炉子卸下样品坩埚。
- 6. 重置天平室面板及其6个螺丝钉。

如果必须手动加载样品坩埚以将其在炉子内对齐,则 应当使用仪器控制软件调节样品平台(有关信息,请 参见联机帮助)。





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 TGA 和控制器的电子元件的性能便更可靠。

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"触摸屏上的 SHUTDOWN 键。屏幕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屏中。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 TGA

所有 TGA 实验都具有以下摘要。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
- 选择坩埚类型和材料
- 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
- 选择并去除样品坩埚皮重
- 加载样品
- 设置净化气体流动速率
- 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(每月一次)检查校准。

开始使用之前

在设置实验之前,确保已经正确安装了 TGA 和控制器。确保您已经:

- 在 TGA 和控制器之间进行了所有必要的电缆连接
- 连接了热交换器水线路
- 连接所有气体线路
- 打开各个装置的电源
- 安装了所有合适的选件
- 将控制器连接到仪器
- 熟悉控制器的操作
- 校准 TGA (如果必要)。

校准 TGA

要获得精确的实验结果,您应该在第一次安装 TGA 时进行校准。但是,为了获得最好的效果,还应定期重复校准。

TGA 需要两种类型的校准:温度和重量校准。两个校准过程都通过仪器控制软件执行。

温度校准

如果 TGA 实验必须要求 精确的转变温度,则温度校准会很有用。要对 TGA 进行温度校准,您需要分析高纯度 磁通量标准以确定其居里温度,然后在温度校准表中输入观察值和正确值(有关更多信息,请参阅联机帮助和文档)。最常用的标准是居里温度为 354.4°C 的镍(用于GM761 的 NIST 证书)。观察温度和正确温度对应于校准的实验转变温度和理论转变温度(及居里温度)。在校准表中可输入 1 到 5 个温度校准点(成对观察和正确温度点)。多点校准比单点校准更精确。有关更多信息,请参阅联机帮助。

重量校准

对 TGA 的重量校准至少应该每月执行一次。重量校准过程校准 200 mg 和 1 g 的重量范围。校准参数存储在仪器内。

在将校准重量用来校准仪器之前,您必须确定校准重量的精确重量。

仪器控制重量校准功能将指导您逐步完成校准过程,有关更多信息,请参阅联机帮助。

运行 TGA 实验

实验过程

所有 TGA 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。

- 选择坩埚类型和材料。
- 去除空样品坩埚的皮重。
- 将样品装入坩埚中。
- 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。
- 根据需要,按照与净化气体相同的方式连接并设置外部附件。
- 开始实验。

样品坩埚去皮重

必须在将样品装入之前去皮重以确保天平可产生精确的读数。

将空的样品坩埚放在平台上并从"TGA 控制菜单"触摸屏或辅助键盘选择**去皮重**,或者从仪器控制软件中选择**控制/去皮重**。坩埚自动装入,炉子升高以进行测量。当去皮重过程完成后,炉子自动降低并卸载坩埚。

加载样品

按如下方法将样品加载到 TGA 炉子中:

1. 将样品放在样品坩埚中,然后将坩埚放置在样品平台上。

样品坩埚底部的线应该与坩埚孔中的凹槽对齐,以使样品悬挂线吊起样品。

注意: 始终使用黄铜镊子来夹持样品坩埚。

- 2. 在控制菜单触摸屏或辅助键盘上触摸**加载**键。TGA将自动将样品坩埚加载到天平上。
- 3. 将热电偶定位在样品坩埚的边缘而不是中间以获得最佳效果。

注意: 热电偶应该距离样品约两毫米。

4. 触摸控制菜单触摸屏或辅助键盘上的 FURNACE 键以将炉子围绕样品向上移动来关闭炉子。

开始实验

在开始实验之前,请确保已连接好 TGA 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:一旦开始实验后,最好使用计算机的键盘进行操作。TGA 对运动非常敏感,能够获取到由于触摸仪器触摸屏上的键而引起的振动。

触摸仪器触摸屏或辅助键盘上的 START 键,或选择仪器控制软件上的"开始"来开始实验。当启动仪器时,系统自动加载样品坩埚并关闭炉子(如果需要),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或辅助键盘上的 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

您可以根据您自己的情况清洁 TGA 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。

清洁炉室

请按照本节中适用于您的仪器上的 TGA 炉子类型的说明执行操作。TGA Q50 和 Q500 均配备了标准炉子,但 EGA 炉子可能作为选件安装。

只清洁 TGA 标准炉子

为了延长炉子的使用寿命,建议您至少每月清洁炉室一次以除去冷凝物。按照下面的说明执行操作。



警告:如果您经常在 TGA 中测试发出大量挥发性碳氢化合物的材料(例如,润滑油),则您需要更频繁地清洁标准炉子以防止炉子中累积残留物而造成危险。

- 1. 按下 FURNACE 键以完全打开炉子。
- 2. 如果必要,则卸载坩埚。
- 3. 将电源开关设置到关闭位置(0位)并从仪器上拔下电源线。
- 4. 将净化管道从炉室净化连接断开。
- 5. 松开并取下螺母和防松垫圈,保持接地线在炉室后部,并将线从炉室上断开。

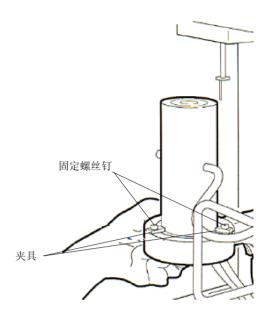


告诫:注意不要将螺母或防松垫圈掉到 TGA 机壳内。

- 6. 松开夹具上用来将炉室法兰固定在炉子底座上的三(3)个固定螺丝钉(请参见右图),并将夹具顺时针旋转四分之一圈以将螺丝钉从法兰上卸下。
- 7. 小心向上提举炉室使其超出并位于炉子的左边。(您可能必须 要移动热电偶以将炉室完全移出炉子。)
- 8. 在下面放一些纸巾,并将炉室倒置在上面。
- 9. 用溶剂(如酒精)和棉药签清洁炉室内部。确保足够小心不要划破或剥落镀金平板。

注意:用空气吹干炉室和净化端口,以在替换炉室之前除去任何溶剂的痕迹。

10. 将卸下炉室的过程反过来操作以更换炉室,即在炉子上小心降低炉室,将夹具定位在炉室法兰上方,拧紧固定螺丝钉,用螺母和防松垫圈重新连接地线,并重新连接净化管道。





警告: 为了获得防止电击的持续保护,必须安全连接接地线。

注意: 如果必须移动热电偶以提举炉室,请记住重置热电偶。

- 11. 将电源线连接到仪器,并将电源开关设置到打开位置(1)。
- 12. 用氮气净化系统 1 小时。
- 13. 清洁并更换炉室后,将 TGA 加热到 900°C 以除去任何剩余的溶剂。

清洁 EGA 石英炉管

EGA 炉子可以作为一个选件在 TGA 上安装。使用以下说明来清洁炉子中的石英管。

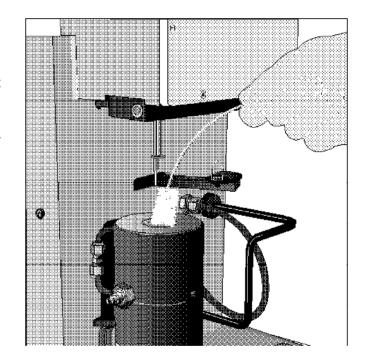


警告:不要用裸露的手指触摸炉子样品管。皮肤中的油脂可能引起石英玻璃失去光泽,导致样品管的寿命严重缩短。不要将金属仪器插入样品管,以免对样品管造成类似破裂的划伤或碎片污染。



告诫:清洁炉子时,不要碰到炉子上方的悬挂线和炉子热电偶,以防造成损坏。

- 1. 按下 FURNACE 键以完全打开炉子。
- 2. 卸下任何样品坩埚。
- 3. 卸下位于炉子底座下的橡皮帽。
- 4. 在炉管下放置一个小的杯子。使用溶剂(如酒精)漂洗炉管以除去碎片。溶剂将从管底排入杯中。
- 5. 使用软刷(我们建议使用弹性洗瓶刷),轻轻上下滑动刷子以清洁炉管内部,使手柄自由弯曲,如图所示。
- 6. 再次使用溶剂漂洗炉管。
- 7. 完成清洁过程后,重置橡皮帽于石英管柄上。
- 8. 用氮气净化系统 1 小时。
- 9. 将炉子加热到 900°C 以除去任何剩余溶剂。



更换 TGA 炉子

如果炉子因任何原因出现故障,则可以取下 TGA 炉子以进行更换。 按照适用于您的仪器上安装的炉子的说明进 行操作。

拆卸和重新安装标准炉子

若要拆卸或重新安装炉子,您将必须从仪器机壳前面的插槽内的连接上拆下炉臂。

炉子拆卸

若要拆卸炉子,请使用以下过程:

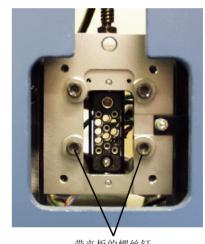
- 1. 按下 FURNACE 键以完全打开炉子。
- 2. 使用您的 TGA 附件工具箱中提供的球形起子松开仪器机壳前面插槽内 的炉臂连接两侧的两个螺丝钉。

右图中,已拆下炉臂/底座,更清楚地显示了螺丝钉和夹板的位置。

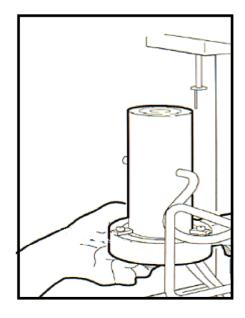
注意: 为了到达左上方的螺丝钉和夹板的位置, 松开炉子 底座上的三个固定螺丝钉。轻轻地逆时针旋转炉室以将制 冷剂连接线路从机壳插槽前移开。

- 3. 旋转每个螺丝钉以转动 D 型夹板,以使夹板的平的边缘垂直对齐并与 炉臂内的凹槽平行。
- 4. 一手握住炉子底座, 触摸 FURNACE 键以提升炉子并使其升到路径的 1/4 高, 然后触摸 STOP 键。
- 5. 从仪器机壳内拆下炉臂/底座。请见下面的图。
- 6. 松开固定螺丝钉,如果需要再从炉子底座上卸下炉室,小心不要接触 制冷剂连接线路。将炉室放置在机壳前面。
- 7. 从炉臂/底座的底部卸下空气制冷管道。炉臂/底座现在已完全从仪器 上拆卸下来。

注意: 当拆卸空气制冷管道时, 注意不要使其滑回仪器 机壳内。



带夹板的螺丝钉



炉子更换

若要更换或重新安装炉子,请遵循以下步骤:

1. 将空气制冷管道连接到炉臂/底座的底部。

注意:在尝试重新连接炉臂并将其插入机壳插槽内之前,将插槽内的四个螺丝钉都向外多旋转一圈以再次使每个夹板的平的边缘与炉臂上的凹槽平行,这可能很有好处。(将螺丝钉再松开一圈可以给您提供更大的空间,以将臂固定到连接中。)若要松开螺丝钉,请按 FURNACE 键以降低连接,从而您可以从插槽的宽的部分到达连接处。对齐夹板后,再次按下 FURNACE 键以使炉子升到约 1/4 路径高。

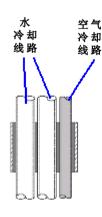
- 2. 插入炉臂。
- 3. 继续握住炉子底座,按下 FURNACE 键以将炉子完全降低。
- 4. 使用球形起子,拧紧炉臂连接两侧的两个螺丝钉,确保所有四个夹板的弯曲边缘与炉臂上的凹槽接合。
- 5. 提升炉子直到探头芯的顶面到达热电偶管道上悬挂的陶瓷盘为止。**格外小心**地拧紧陶瓷底座上安装的两个螺丝钉,将炉子探头芯的每侧都与陶瓷盘对齐。陶瓷盘应与探头芯的内径同中心。

不要超过用手拧紧的 1/8 圈,否则炉子底座将破裂。

- 6. 降低并拆下炉子。使用塑料包中的夹具和第3步中收集的螺丝钉安装水冷炉室。
- 7. 将地线环形接线片连接道炉室。在 TGA 中重新安装炉子和炉室。

注意:为了到达左上方的螺丝钉和夹板的位置,逆时针轻轻旋转炉室。这可将净化和制冷剂连接线路从机壳插槽前移开。

- 8. 为了防止绞结制冷剂或空气制冷管道,确保管道方向如右图所示(当面向 TGA 前面 时)。
- 9. 顺时针旋转炉室,直到它正确对齐,并使三个固定螺丝钉就位以确保炉子开口位置适合正确加载样品。如果需要,则按照第 1 章的说明重新对齐样品悬挂线。TGA现已准备好,可以进行操作。



安装 EGA 炉子

以下说明讲述了如何在 TGA 上执行 EGA 炉子的第一次安装。

第一次安装

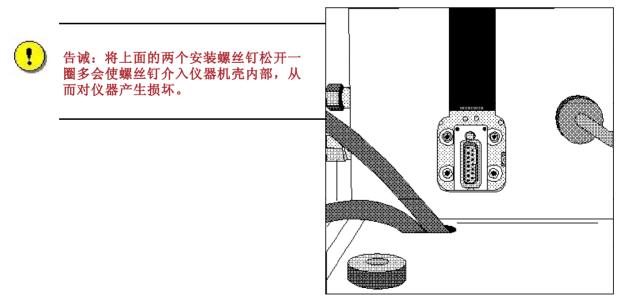
第一次安装 EGA 炉子包括拆卸标准 TGA 炉子并用 EGA 炉子更换。请参考"拆卸和重新安装 EGA 炉子",以进行后续的炉子更换。

- 1. 将水滴锅放置在仪器左侧,用于在拆卸标准炉子时接收从软管连接处泄漏的制冷剂。
- 2. 使用第 3 章的"拆卸和安装炉子"中的说明拆卸标准 TGA 炉子。 确保不要从炉室中拆下炉子。
- 3. 从炉臂/底座的底部卸下空气制冷管道。

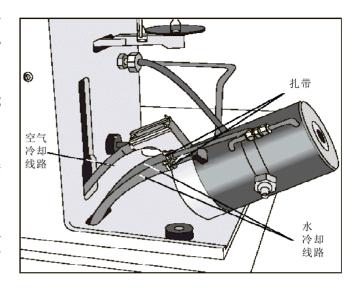
注意: 拆卸空气制冷管道时,不要使其滑回仪器机壳。

- 4. 将炉子装置放置在仪器左侧,以使软管连接位于水滴锅上方。目视水管道的左(AAA)和右(CCC)向,以使您以后在重新连接时不要使其交叉。(请参见下页中的图。)然后小心剪断扎带线并从炉室断开水冷管道。(当软管断开连接时,少量制冷水将排到埚中。)
- 5. 按下 FURNACE 键以完全降低炉子支撑架。
- 6. 将每个固定螺丝钉松开不足一满圈,以便夹板的水平侧垂直对齐,如图所示。

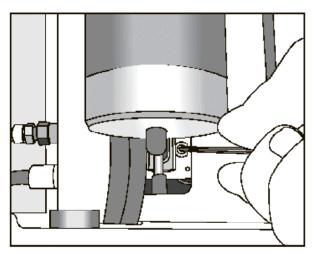
现在完全拧紧下面的两个安装螺丝钉,然后将其都松开两满圈,<u>加上一圈的小部分</u>,以使夹板的水平侧垂直 对齐,如右图所示。



- 7. 将空气制冷管道插入 EGA 炉子底座,然后连接两条水冷管道,确保管道不交叉。有关管道的布置,请参考右图。一定要在制冷管道周围安装扎带(工具箱中有提供)以防止水泄漏。
- 8. 按下 FURNACE 键以升高炉子支架,直到下面的安装螺丝钉处于仪器面板中的加大切口的顶部边缘下。然后按下 Stop 键。
- 9. 将 EGA 炉臂插入支架的连接器中,并使用 TGA 附件工具箱中提供的球形起子拧紧下面的两个安装螺丝钉。请参见下图。
- 10. 按下 FURNACE 键以完全降低炉子。使用球形起子拧紧上面的炉子安装螺丝钉。为了到达左上侧的安装螺丝钉,将球形起子插入炉室左侧的水连接管道之间,如下图所示。



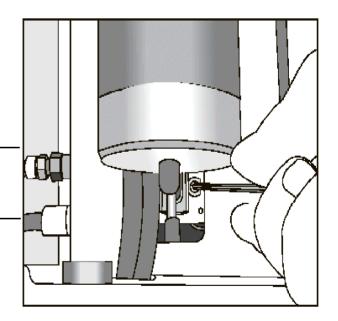
11. 将净化软管连接道炉子右侧的净化气体入口。



告诫:安

告诫:安装净化软管时握住玻璃净化软管以避免打碎玻璃。

12. 检查热交换器容器的水面,根据需要添加水。有关说明,请参阅第2章"填充热交换器"。



拆卸和重新安装 EGA 炉子

若要拆卸或重新安装炉子,您将必须将炉臂从仪器机壳前的插槽内拆开。

EGA 炉子拆卸

若要拆卸 EGA 炉子,请使用以下过程:

- 1. 在控制菜单触摸屏上触摸 FURNACE 键以完全打开炉子。
- 2. 找到炉臂连接每侧顶部的两个安装螺丝钉,位于仪器前的插槽内。使用 TGA 附件工具箱中的球形起子将两个螺丝钉旋松不到一圈。为了够到左上侧的安装螺丝钉,将球形起子插入炉室左侧的水连接管道之间。
- 3. 触摸 FURNACE 键以将炉子升高约一(1) 英寸并触摸 Stop 键。
- 4. 使用提供的球形起子松开底部的两个安装螺丝钉。
- 5. 从仪器机壳内拆下 EGA 炉臂/底座。
- 6. 从炉臂/底座的底部卸下空气制冷管道。

注意: 拆卸空气制冷管道时,不要使其滑回仪器机壳。

- 7. 将收集锅放置在仪器左侧,用于在拆卸 EGA 炉子时接收从软管连接处泄漏的制冷剂。
- 8. 将炉子装置放置在仪器左侧,以使软管连接位于水滴锅上方。然后小心剪断扎带线并从炉室断开水冷管道。 (当软管断开连接时,少量制冷水将排到水滴埚中。)

现在炉子已完全从仪器上拆卸下来。

EGA 炉子安装

更换或重新安装 EGA 炉子。如果需要,请参考前页中的图。

- 1. 将空气制冷管道连接到炉臂/底座的底部。
- 2. 将水冷软管滑动到 EGA 炉子水连接管道并用扎带线固定。
- 3. 将上面的两个安装螺丝钉完全拧紧,然后将每个螺丝钉旋松不多于一满圈,以使夹板的水平侧垂直对齐。

现在完全拧紧下面的两个安装螺丝钉,然后将其都松开两满圈,<u>加上一圈的小部分</u>,以使夹板的水平侧垂直对 齐。



告诫:将上面的两个安装螺丝钉松开一圈多会使螺丝钉介入仪器机壳内部,从而对仪器产生损坏。

- 4. 按下 FURNACE 键以升高炉子支架,直到下面的安装螺丝钉正好处于仪器面板中的加大切口的顶部边缘下。 然后按下 STOP 键。
- 5. 将 EGA 炉臂插入支架的连接器中,并使用球形起子拧紧下面的两个安装螺丝钉。
- 6. 按下 FURNACE 键以完全降低炉子。使用球形起子拧紧上面的炉子安装螺丝钉。为了到达左上侧的安装螺丝钉,将球形起子插入炉室左侧的水连接管道之间。
- 7. 将净化软管连接道炉子右侧的净化气体入口。



告诫:安装净化软管时握住玻璃净化软管以避免破坏玻璃。

8. 检查热交换器容器的水面,根据需要添加水。有关说明,请参阅第 2 章 "填充热交换器"。 如果需要,则按照第 1 章的说明重新对齐样品悬挂线。

连接光谱仪

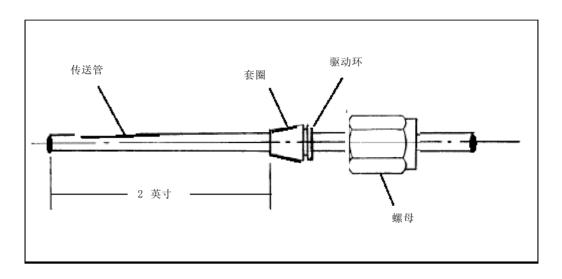
TGA EGA 炉子允许您将光谱仪(如 FTIR 光谱仪)连接到仪器。若要连接任何光谱仪,您需要使用传送线路(由光谱仪生产商提供)将逸出气体从 TGA 上的样品传送到光谱仪。

- 传送线路直径应为 1/8 英寸,以与气体排放线路上的 1/8 英寸 Swagelok®配件连接。
- 传送线路应该由耐热合金制成,此材料可以防止逸出气体的腐蚀并防止温度达到 1000°C 时发生氧化。
- 传送线路必须通过样品管中的气体排放结口和玻璃分支管路。它应该在样品管内径的点内结束,以确保逸出气体在进入传送线路之前不会冷凝。
- 传送线路必须足够长以允许灵活移动。它必须可以容许 EGA 炉子上下移动 8.2 cm (3 和 5/8 英寸)以打 开和关闭来进行样品加载和卸载。(如果传送线路不够长,它必须在每次打开和关闭炉子时断开和重新连 接。)

要将光谱仪连接到 EGA 炉子,请遵循以下步骤:

- 1. 在传送线路的合适长度处安装 Swagelok®螺母、驱动环和套圈,而使传送线路在套圈外伸出两英寸多。
- 2. 锻造套圈,然后切断传送管路一端以使管路的两英寸伸出套圈外。请参阅下页中的图。

注意:将传送线路伸出 Swagelok® 配件外两英寸可能引起 TGA 运行不正常。



- 3. 确保传送线路末端在插入气体排放连接口之前保持平直并且无氧化物遗迹。
- 4. 插入传送线路并拧紧 Swagelok® 螺母以密封连接器。拧紧 Swagelok® 螺母时,使用 3/8 英寸扳手于排放 结口平坦处以防止其转动。



警告:如果传送线路不平直,或者上面有严重的氧化物遗迹,则当插入线路时样品管会损坏。

维护热交换器

热交换起除了需要维持液体制冷剂的液面和质量外,不需要任何维护。如果液面降得太低,或者制冷剂被污染,这可能导致仪器出问题。



告诫: 不要将除蒸馏水和 TA 调节剂以外的任何液体倒入热交换器容器。

您应该定期检查热交换器制冷剂的的液面和情况。建议您根据仪器的使用情况每三个月或六个月定期检查一次。

将蒸馏水添加到容器中,如果需要,则应将容器至少保持 2/3 满。如果有明显的霉菌增长,则按照下一节中的说明排干容器瓶,使用蒸馏水重新填充,并添加 TA Instruments TGA 调节剂。

排干并重新填充水容器

按照如下步骤排干并重新填充热交换器水容器:

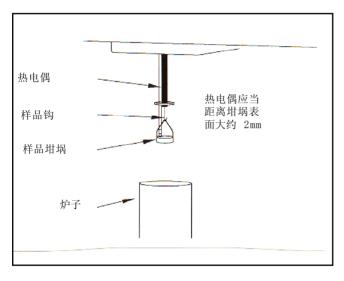
- 1. 从仪器机壳断开热交互器控制线路和水线路。
- 2. 拧开并拆下水容器帽。
- 3. 按如下步骤排干制冷剂并冲刷系统:
 - a. 提升热交换器并倒出水容器瓶的液体。
 - b. 仅使用蒸馏水将瓶填充到 2/3 满,并重置帽。
 - c. 将热交换器控制电缆和水线路重新连接到仪器机壳。
 - d. 通过选择仪器控制程序的"控制/主交换器"打开泵并使水循环几分钟。
 - e. 通过选择控制/停止关闭泵,并检查容器瓶中水的清洁度。
 - f. 如果水的清洁度仍然无法接受,则从仪器机壳断开热交换器电缆和水线路并重复步骤 a 到 e。
 - g. 不断重复此过程,直到您对瓶中的水在经过循环后的清洁度满意为止。
- 4. 倒掉水并使用 TGA 调节剂 (PN 952377.901) 和新鲜的蒸馏水填充。
- 5. 选择**控制/主交换器**以再次打开泵,并使水循环直到水线路中气泡消失,然后选择**控制/停止**停止泵。
- 6. 重置并拧紧水容器帽。

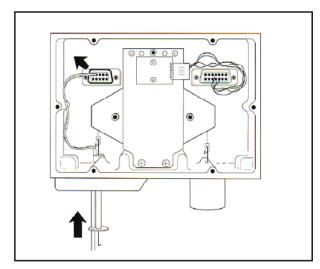
更换 TGA 热电偶

TGA 的重量变化 通常通过样品温度反映出来,此样品温度由样品附近的热电偶测量。如果分解过程中样品喷出气体或冒出泡沫,则此热电偶将暴露于样品排放的气体和污染中。需要更换热电偶。由于温度达到 1000°C 而产生脆化时也需要更换。

要更换样品热电偶:

- 1. 卸下样品坩埚后,炉子打开而且卸下天平盘,将热电 偶从下面向上推,使其重新回到天平室中。
- 2. 从连接器上拔下热电偶并将其从天平室中拆下。
- 3. 将新的 TGA 热电偶插入连接器。





- 4. 将新的热电偶向下穿过热电偶管路旁边的孔。
- 5. 将热电偶末端穿过使之恰好通过热电偶管路末端的陶瓷盘。
- 6. 将热电偶定位在距离样品坩埚大约 2 mm 的位置。确保热电偶的末端不会碰到坩埚。
- 7. 确保悬挂线不接触天平室内热电偶的顶部。
- 8. 重置天平室面板并拧紧螺丝钉。

注意:要更换去皮重和样品悬挂线,请参阅第2章的"安装悬挂线"。

更换保险丝

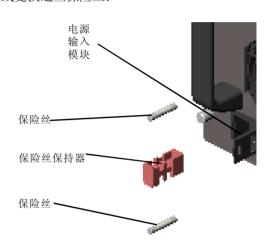


警告: 在检查或更换保险丝之前, 切记要拔下仪器的电源插头。

TGA 包含用户不能自行维修的内部保险丝。如果任何内部保险丝烧断,则会存在危险。请致电 TA Instruments维修代表。

您只能自行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:

- 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螺丝刀,将其撬开。
- 3. 在保险丝保持器的边缘插入螺丝刀,将其从仪器中拉出来。
- 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. 将该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 TGA 的备用部件。某些部件必须由服务代表进行更换。要订购部件,请参看下表。

保险丝、电源线和电缆

部件编号	说明	
205221. 001 205221. 002 251470. 025 253827. 000 920223. 901	保险丝(6.3 A, 250 V) 保险丝(10 A, 250 V) 以太网网线 (25 英尺,屏蔽线) 电源线 事件电缆	

TGA 附件

部件编号	说明
920063. 901	电源控制单元
200063.029	0 型环,炉子的底帽板
259508.000	黄铜镊子
259509.000	刮刀,弯型,长 165 mm
265749.001	0 型环,炉室的底部
269845.001	0 型环,炉室到天平室
269920.002	球形起子, 0.050-inch
269920.026	球形起子, 7/64-inch
952014.901	天平装置
952017.001	去皮重管
952040.901	样品悬挂线
952040.902	去皮重样品悬挂线
952162.901	热交换器管路
953110.901	电动机驱动 PCB
953160.901	TGA 热交互器装置
953208.901	样品热电偶装置
953550.901	质流控制器升级套件,包含维护安装
952121.001	工作表面托盘
952256. 901	Kapton 悬挂环

TGA 样品坩埚和附件

部件编号	说明
952018. 906 952018. 907 952018. 908 952018. 909 952323. 902 952377. 901 952018. 910	100 μL 铂样品坩埚套件 100 μL 陶瓷样品坩埚套件 50 μL 铂样品坩埚套件 250 μL 陶瓷样品坩埚套件 250 μL 陶瓷样品坩埚套件 100 μL 铝样品坩埚套件 调节套件 500 μL 陶瓷样品坩埚套件

TGA 校准/参照材料

说明
C 类校准重量套件 (1 mg 至 500 mg)
Cal. wt. 100 mg
Cal. wt. 1 g
草酸钙样品
校准重量套件(100 mg 和 1 g)
TGA 温度校准套件
TGA 镍参照资料
TGA 镍铝合金参照资料
炉子装置

```
安全标准 8
安装
电压配置装置 35
悬挂线 38
В
保险丝
在 DSC 上更换 59
部件 60
C
操作环境 26
触摸屏
主功能键 15
自动 TGA 平台校准 19
D
电磁兼容性标准 8
电缆
以太网 32
电压配置装置
安装 35
对齐
样品悬挂线 39
E
EGA 炉子 22 to 25
说明 22
F
辅助键盘 15
TGA Q50 20
功能 19
```

Α

功能键 15

```
G
坩埚
 加载 45
光谱仪
 连接到 EGA 炉子 55
规格 24
Н
Hi-Res® TGA 21
J
计算机
 连接到 LAN 33
 连接到以太网集线器 32
加载样品 45
净化线路 33
校准
 TGA 44
 温度 44
 重量 44
K
控制器
 键盘 15
 说明 13
L
LAN 33
LOAD 键 17
炉管
 清洁 49
炉子
 EGA
  安装 52
  拆卸/重新安装 54
 标准
  清洁炉室 47
 拆卸 50
 清洁炉室 47
```

重新安装 50

```
P
平台校准触摸屏 19
Q
气体
 推荐 34
清洁 47
EGA 炉子石英管 49
 炉室 47
 石英炉管 49
仪器 47
R
热电偶
更换 58
热解重量分析仪。参见 TGA
热交换器 57
 电缆 30
 水容器 57
 线路 30
 制冷剂 57
S
STOP 键 15
实验
 过程 45
 拒绝 46
 开始 46
 停止 46
T
TGA
 EGA 炉子 22 到 25
 安装 27
 安装光谱仪 55
 备用部件 60
 操作环境 26
 电缆
 电源 37
```

更换热电偶 58 规格 24 加载样品 45

```
检查 27
 炉子
  安装 51
  拆卸 50
 启动 38
 清洁 47
 热交换器 57
  水线路 31
 使用 43
 说明 13
 停止 41
 维护 47
 线路
  净化 33
 悬挂线
  安装 38
 仪器特性 24
 自动采样装置 23 到 26
 组件 13, 15
TGA Q50
 辅助键盘 20
TGA Q500
 触摸屏 15
  显示菜单键 19
TGA 自动采样装置 23 到 26
TGA 组件 13
天平
 拆除包装 37
天平装置 25
调制式 TGA (MTGA) 21
条例符合 8
停止实验 46
网络 32
维护
TGA 47
温度校准 44
```

X

显示菜单

触摸屏键 19

线路

连接 29

悬挂线

安装 38

对齐 39

γ

样品

加载 45

样品坩埚 25

样品埚

加载 45

样品悬挂线

对齐 39

仪器。参见 TGA

仪器

连接到以太网集线器 32

以太网电缆

将计算机连接到 LAN 33

以太网集线器

连接到控制器 32

连接到仪器 32

逸出气体分析 (EGA) 炉子

安装 54

逸出气体分析 (EGA) 炉子

安装 52

远程键。参见系统键

运行实验 45

Z

质流控制器 25

重量校准 44