

热重使用指南

注意事项

1. 严格按照《姚组仪器使用规范》进行预约和登记。
2. 使用前先完整阅读操作指南以及相关资料。
3. 仪器工作时，避免在附近活动（切忌触碰按压仪器和桌面），否则会严重影响实验数据，保持热重桌面清洁。
4. 至少提前 12h 开启仪器和水浴，水浴温度比室温高 2~3℃。
5. 普通加热炉不可通入还原性气体、卤素气体和水蒸气，水蒸气可通入水蒸气炉,使用水蒸气炉时实验等待设置在 120-150℃。
6. 升温速率不可超过 40K/min，最高温度不可超过 1400℃。
7. 放置或取出坩埚时应轻拿轻放，防止打翻坩埚。
8. 不可用手直接接触干净坩埚。
9. 升降炉体时，炉体到达限位点后才可进行操作。
10. 下降炉体过程中，当支架进入炉体时需小心，确保支架处于正中间后，才可继续下降。
11. 当炉温降至 200℃ 以下时，才可升起炉体。
12. 实验结束后，不可关闭控制软件，不可关保护气，不可关闭主机。
13. 请把实验数据单独保存在文件夹，完成实验后及时拷走，不可擅自删除他人的数据文件。

操作流程

1. 检查仪器工作状态是否正常（显示面板，炉温，水浴温度）。
检查各气瓶压力（小于 0.1MPa）。
2. 基线测试：
 - 1) 准备一个干净的氧化铝坩埚，按解锁键+上键，升起炉体至最高点，用镊子将坩埚小心地放置在样品盘上，（参比坩埚一直不变），然后将炉体下降至最低点；
 - 2) 调出桌面上的控制软件 STA 449 F3 on USBc 1 ；

- 3) 点击新建;
- 4) 在“测量设定”窗口,
“快速设定”页面, 测量类型选择“修正”, 输入样品编号和名称(自定), 其他不变, 点击下一步;
- 5) “设置”页面, 确认仪器的相关硬件设置(一般不用更改), 点击下一步;
- 6) “基本信息”页面, 测量类型选择“修正”, 其他内容根据实验内容填写, 核对气路, 选择使用温度校正和灵敏度校正, Tau-R 不使用, 点击下一步;
- 7) “温度程序”页面, 首先选择初始等待(目的是使仪器从恒温下开始升温), 等待温度为 40°C, 升温速率为 5K/min, 最长等待时间 20min, 选择气氛及流量(保护气流量不易过大, 一般为 20ml/min), 勾选最大等待时间后开始, 勾选 STC, 点击增加。

仿上, 根据实验需求, 设定动态命令和恒温命令, 动态是指从上一段结束温度点, 以设定的升温(降温)速率, 至设定的目标温度点, 恒温是指保持在该温度点一定时间, 并设置好相应的气氛和流量, 每段程序设定好后点击增加。最后设定结束程序。右下角会显示整段程序的时间。检查无误后点击下一步;

- 8) “最后的条目”页面, 不需要改动, 点击下一步, 选择保存路径;
- 9) 点击, “开始等待到”, 即程序开始运行, 待温度稳定后会自动进入测试;
- 10) 实验结束, 待温度冷却到室温, 用镊子小心取出样品坩埚(可直接重复使用), 参比坩埚不变。

3. 样品测试:

- 1) 用一个干净的氧化铝坩埚, 称量约 10mg 样品(精确到 0.1mg), 记录该样品质量, 将坩埚轻微震荡, 使样品尽量铺平;
- 2) 调出桌面上的控制软件 STA 449 F3 on USBc 1;
- 3) 点击打开, 选择基线文件打开;
- 4) 在“测量设定”窗口,
“快速设定”页面, 测量类型选择“修正+样品”, 输入样品编号和名称(自定), 输入样品质量, 其他不变, 点击下一步;

- 5) “设置”页面，确认仪器的相关硬件设置（一般不用更改），点击下一步；
- 6) “基本信息”页面，测量类型选择“修正+样品”，其他内容根据实验内容填写，核对气路，选择使用温度校正和灵敏度校正，Tau-R 不使用，点击下一步；
- 7) “温度程序”页面，此时会自动显示出基线的温度程序，不需要也不可进行更改。右下角会显示整段程序的时间。检查无误后点击下一步。；
- 8) “最后的条目”页面，不需要改动，点击下一步，选择保存路径；
- 9) 点击，“开始等待到”，即程序开始运行，待温度稳定后会自动进入测试；
- 10) 实验结束，待温度冷却室温，用镊子小心取出样品坩埚，倒出残渣，用洗耳球吹扫干净后，放入自封袋中。（若坩埚污染严重，需单独放置）。

4. 实验全部结束后，将炉体下降，保护气调至 5ml/min。

六、数据分析

1. 运行数据分析软件 NETZSCH Proteus Thermal Analysis。
2. 打开实验数据（可同时打开多个数据文件）。
3. 左侧可视性窗口，可以勾选需要显示的数据。
4. 切换时间 / 温度坐标：点击“设置”坐标下的“X-温度”，将坐标切换为温度坐标。
5. 温度段的拆分：若测量数据包含多个温度段且需要分别进行处理，可选中曲线后，点击“查看”菜单下的“温度段”，点击右侧的“拆分”按钮，再点击“确定”，软件即自动将当前曲线拆分成两个可独立操作的部分。。
6. 调出 DTG 曲线：选中曲线，点击“分析”菜单下的“一次微分”或工具栏上的相应按钮，可调出 TG 信号对应的 DTG 曲线。
7. 平滑：选中 TG 曲线，点击“设置”菜单下的“平滑”。等级越高，平滑程度越大，但须注意在高的平滑等级下曲线可能会稍有些变形。一般的平滑原则为在不扭曲曲线形状的前题下尽量去除噪音、使曲线光滑一些。
8. TG-DTG 曲线标注
 - 1) 失重台阶标注：选中 TG 曲线，点击“分析”菜单下的“质量变化”，将两条标注线拖动到第一个失重台阶的左右两侧（失重台阶的左边界与右边界可参考相应的 DTG 峰进行判断），点击“应用”，软件自动标注出该范围内的质

量变化；

2) 残余质量标注：选中TG 曲线，点击“分析”菜单下的“残留质量”，软件自动标注出在终止温度处样品的分解残余量；

3) 失重台阶的外推起始点标注：选中 TG 曲线，点击“分析”菜单下的“起始点”，参考 DTG 曲线，将左边的标注线拖动到失重峰左侧曲线平的地方，右边的标注线拖动到峰的右侧；

4) 点击“应用”，软件即自动标注出失重的外推起始点（起始分解温度）。再点击“确定”退出；

5) DTG 曲线标注：峰值温度标注，选中 DTG 曲线，点击“分析”菜单下的“峰值”，将两根标注线依次拖动到三个 DTG 峰的左右两侧并点击“应用”，软件标注出 DTG 峰的峰值。

9. 坐标范围调整：使用“范围”菜单下的相应坐标调整功能项。

10. 导出文本数据：

选中待导出的曲线，点击“附加功能”菜单下的“导出数据”，导出范围可通过拖动两条黑线、或在操作界面左上角的“左边界”与“右边界”中输入相应的数值来调整。导出步长（即每隔多少时间 / 温度导出一个点）可在“步长”一栏中进行设定。如果需要同时导出TG、DTG 与DSC 曲线，可在“信号”处的“全选”上打勾。如果需要对导出格式进行设定，可点击“改变”按钮。