

# Discovery TGA 55xx Series 操作訓練

3

**2018.05.31**

**Allen Chang**

**張永威**



# Discovery TGA 55xx Series 操作訓練說明

- 基本外觀介紹
- 開/關機流程
- TGA操作軟體
- 儀器校正步驟
- 樣品測試前準備工作
- TGA常見問題與維護
- 測試結果分析
- TGA常用消耗品

# 基本外觀介紹

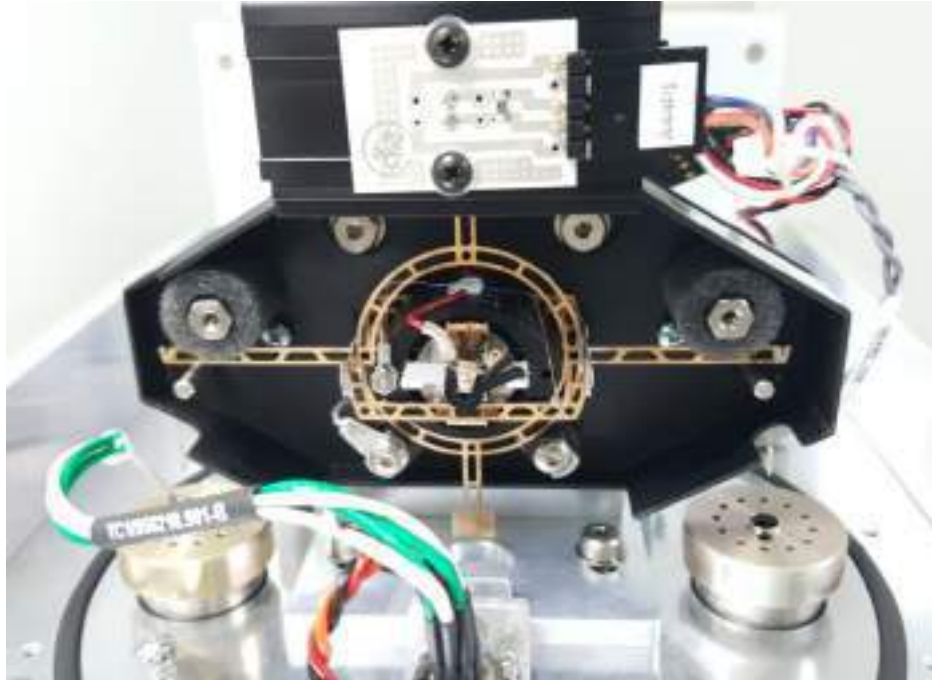


# 基本外觀介紹

- **Thermo Gravimetric Analyzer**:熱重分析儀, 簡稱TGA。
- TGA用來測量物質隨溫度升高或者時間（恒溫）變化時的重量變化，測試時樣品處於特定的氣氛(Purge Gas)中，可以用來表現分解，氧化或脫水等相關變化，評估材料的熱穩定性。
- TGA 55xx主要由以下部分組成：
  1. TGA主機:包括儀器的電源系統和其它電子零件
  2. **Balance**天平:準確稱量測試過程中樣品的重量，儀器的關鍵零件
  3. **Furnace**爐子:可以根據實驗，設定程式升溫或恒溫
  4. **Gas Delivery Module(GDM)**氣體輸送系統:主要進入爐子和天平的氣體，並且可以控制氣體的切換和流量控制
  5. **Auto sampler**自動上樣裝置:負責載入（Load）樣品到天平上，或卸載（Unload）樣品。自動上樣裝置可選配樣品盤打孔裝置，用於密封鋁盤在開始測試前打孔

# 基本外觀介紹

- **TGA天平** (TGA Balance)，其內部結構如下圖，需注意，儀器到貨時為保護天平不受損傷，會在左右兩側加上海綿，安裝時工程師會取掉。隨後如果需要更換天平白金吊絲時，需要安裝上此保護海綿，防止更換白金吊絲時損壞天平
- **Balance最大負重1克**



# 基本外觀介紹

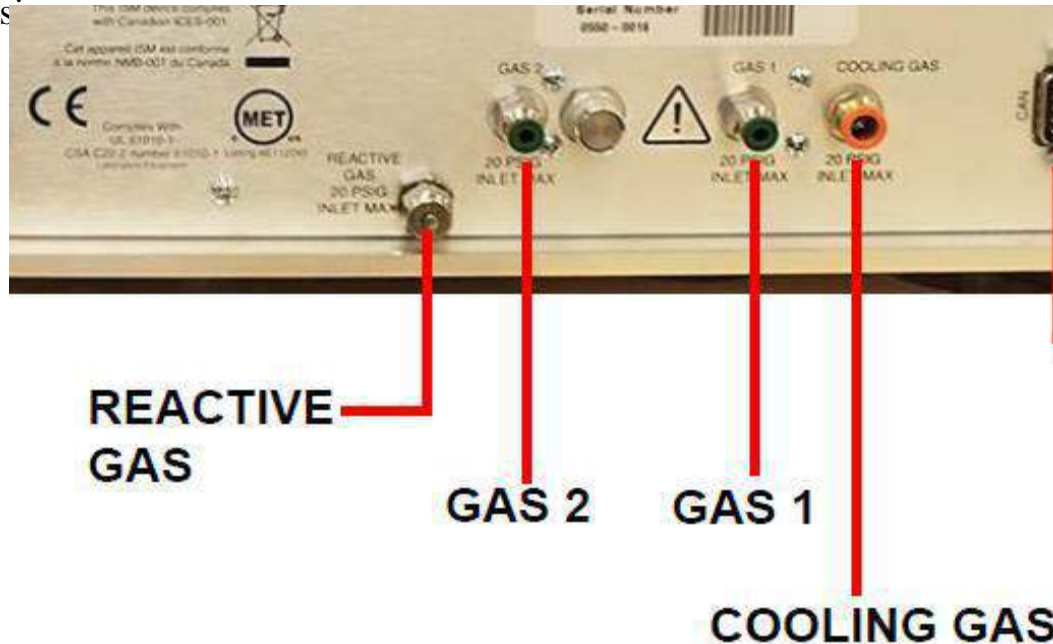
- TGA爐子 (TGA Furnace)
- 有標準爐子(Wire-wound furnace)和氣體分析爐 (EGA Furnace) 以及TGA 5500專用IR Furnace可以選擇，請參考各種爐子的規格參數和建議氣體流量設定如下：

	Wire-wound furnace	EGA Furnace	IR Furnace
最高使用溫度	1000°C	1000°C	1200°C
升溫速率範圍	0.1-100°C/min	0.1-50°C/min	0.1-500°C/min
天平進氣流量	40ml/min	10ml/min	10ml/min
樣品進氣流量	60ml/min	90ml/min	25ml/min

# 基本外觀介紹

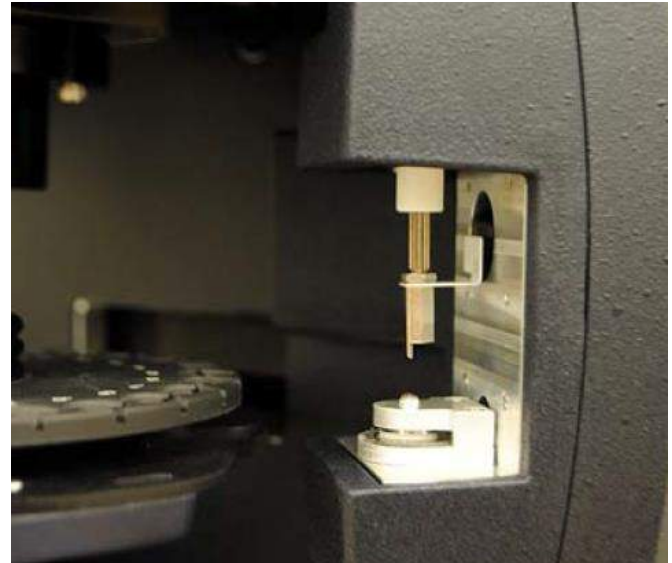
**WARNING: Oxygen can be used as a purge gas in the TGA. However, if you use oxygen as a purge gas, you must make sure the furnace is cleaned of hydrocarbons that could combust.**

- 氣體輸送系統，Gas Delivery Module(GDM)，可在實驗過程中選擇兩種不同氣體之間的切換，並在規格範圍內設定所需流量
- Gas 1: 用於sample和balance的進氣，最大輸入壓力20psi,需接高純氮氣
- Gas 2: 用於sample的第二種環境氣體，最大輸入壓力20psi;
- Cooling Gas: 用於實驗後爐子輔助冷卻，最大輸入壓力20psi;
- Reactive Gas: **不經GDM**，功能為在實驗的過程中導入反應性氣體，需要額外搭配流量計，最大輸入壓力20psi。



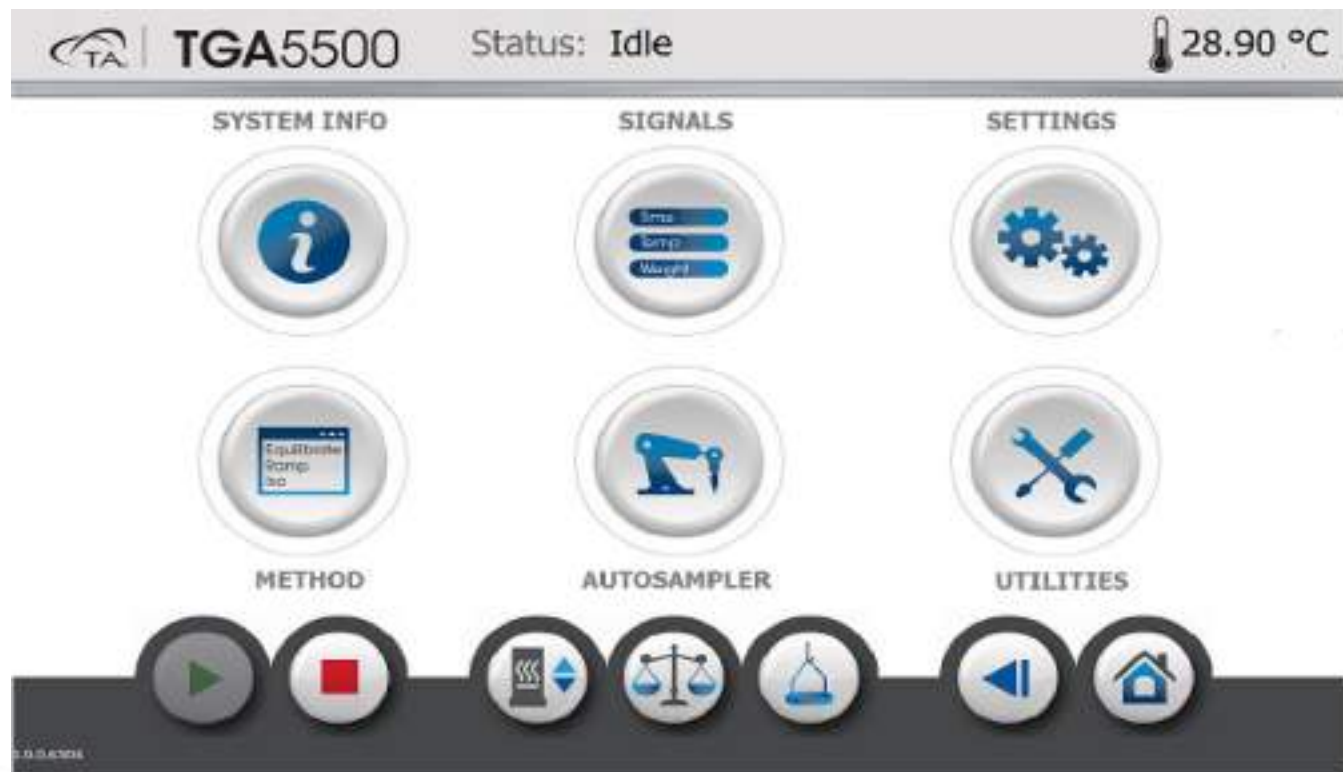
# 基本外觀介紹

- 自動進樣系統 Auto Sampler
- 如下圖，左圖為自動進樣系統，右圖為可選配的打孔裝置





# 基本外觀介紹



# 開/關機流程

# 開機流程

- 打開儀器控制電腦；
- 打開高純氮氣鋼瓶，出口壓力請調整20psi，約0.1MPa

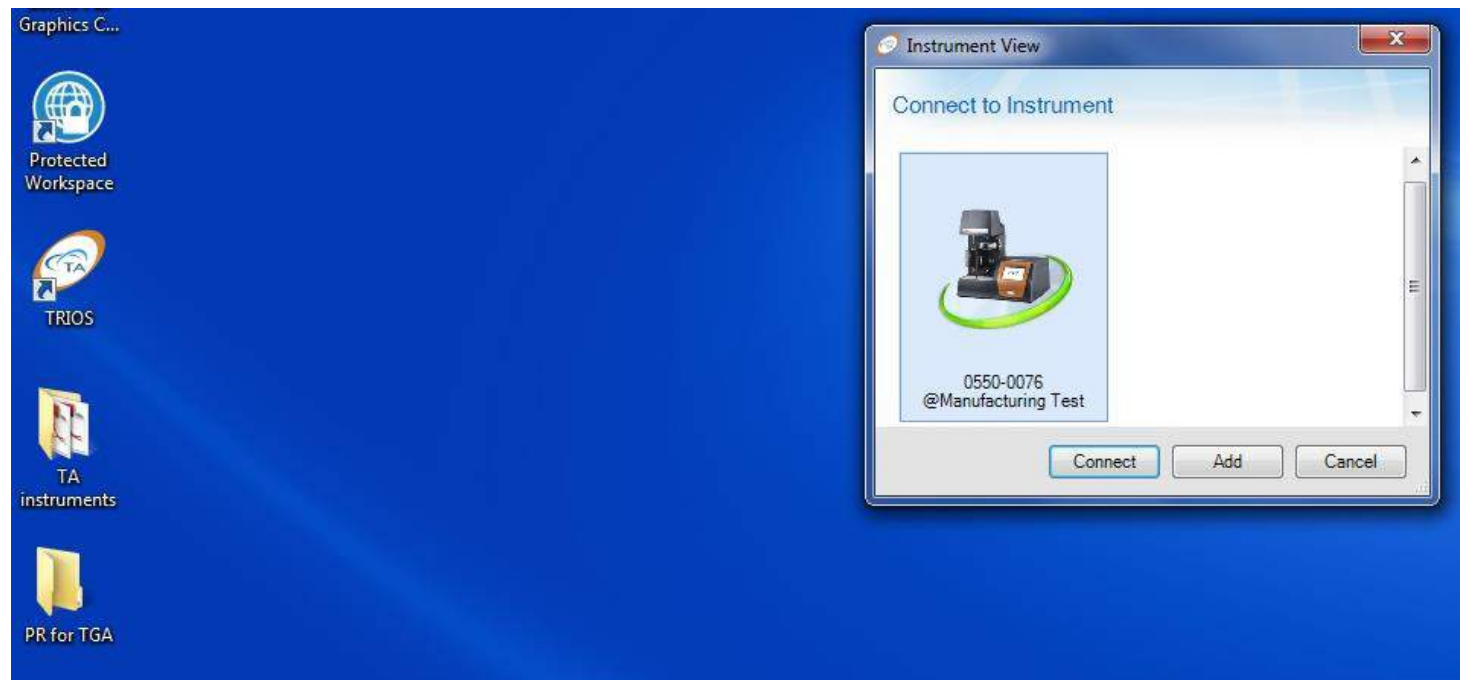


- 打開TGA電源，開關在儀器背面右下方。開機完成後，儀器液晶螢幕會進入待機介面，大概需要2-3分鐘時間，如下圖：



# 開機順序

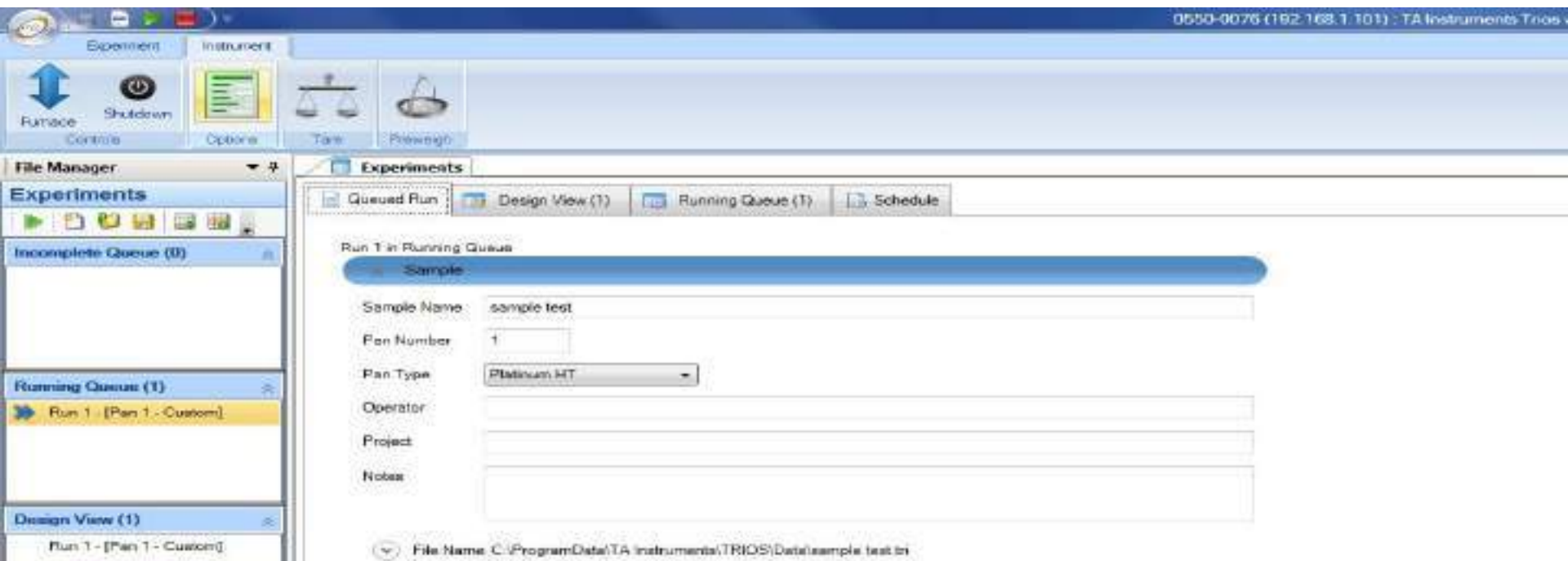
- 準備進入TRIOS，在彈出的儀器流覽器中點選儀器圖示，然後點擊Connect，即可打開儀器控制軟體



# 關機順序

關機過程如下：

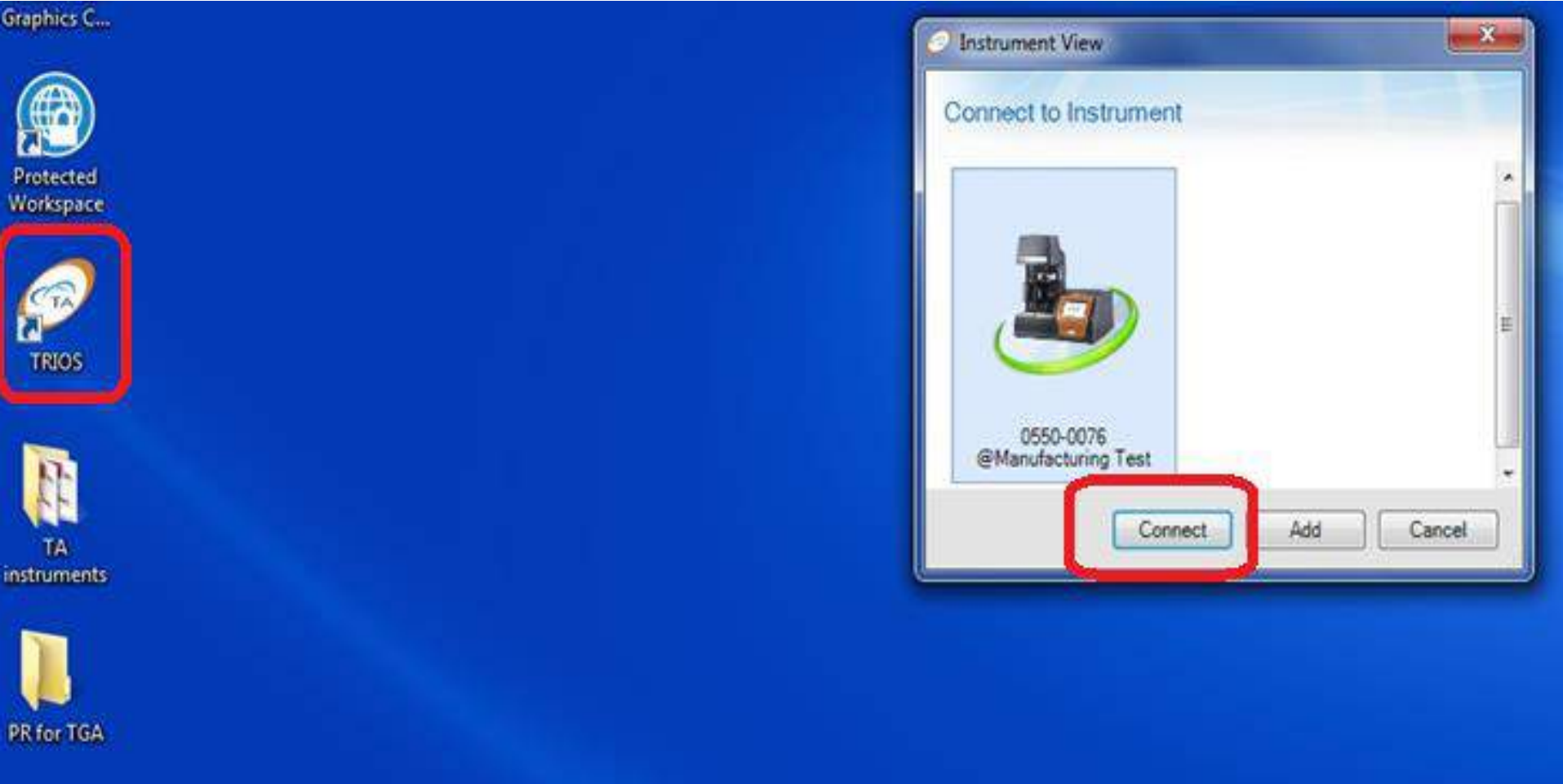
- 確認爐子處於關閉狀態；
- 點擊TRIOS控制軟體Instrument選項，點擊Shut down按鈕，選擇關閉儀器
- 待關機完成後，關閉儀器後面電源開關
- 關閉氣體和控制電腦



# TGA操作軟體

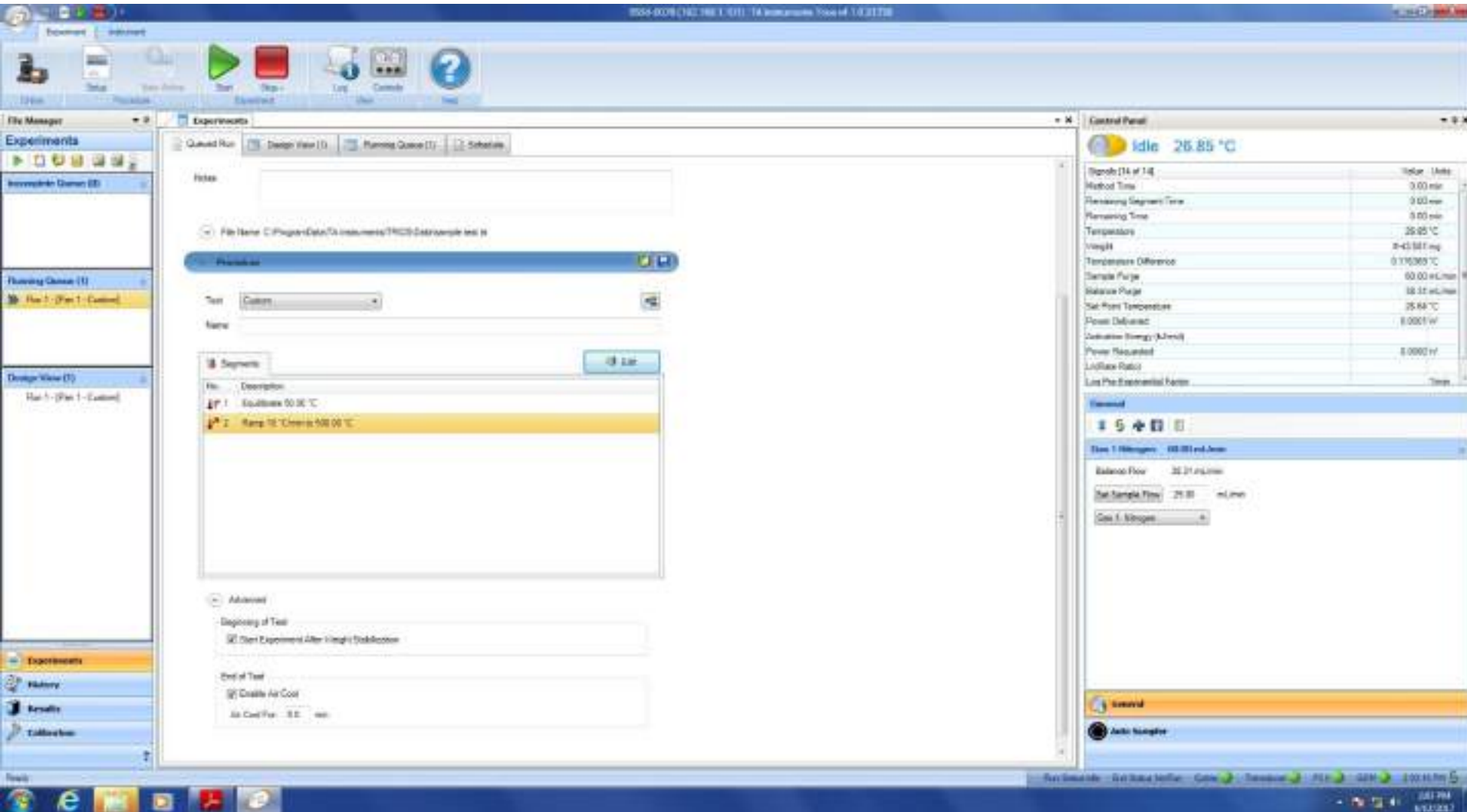
# TGA控制軟體

- 首先點選TRIOS控制軟體，接著點選Connect，把軟體打開。



# TGA控制軟體

- TRIOS控制軟體打開後如下圖所示：





# TGA控制軟體

The screenshot displays the TGA control software interface. The main window is titled "Experiments" and contains several sections:

- File Manager:** Located on the left, it shows a list of experiments under "Experiments", "Incomplete Queue (0)", "Running Queue (1)", and "Design View (1)".
- Experiments View:** The central area shows the details of a selected experiment, including "Notes", "File Name", "Procedure", "Segments", and "Advanced" settings.
- Control Panel:** Located on the right, it displays the current status of the instrument, including "Idle 26.85 °C", a table of signals, and various control parameters.

A red box highlights the "Experiments" view window, and a red arrow points to it with the text "Experiments視窗".

Signal	Value	Units
Method Time	0.00	min
Remaining Segment Time	0.00	min
Remaining Time	0.00	min
Temperature	26.85	°C
Weight	843.581	mg
Temperature Difference	0.176369	°C
Sample Purge	60.00	mL/min
Balance Purge	38.31	mL/min
Set Point Temperature	26.64	°C
Power Delivered	0.0001	W
Activation Energy (kJ/mol)		
Power Requested	0.0000	W
Ln(Rate Ratio)		
Log Pre-Exponential Factor		Time

Class	Value	Units
Gas 1 Nitrogen	60.00	mL/min
Balance Flow	38.31	mL/min
Set Sample Flow	25.00	mL/min
Gas 1 Nitrogen		

# TGA控制軟體

The screenshot displays the TGA control software interface. The main window is titled "Experiments" and shows a procedure editor. The procedure is named "Run 1 - (Plan 1 - Custom)" and consists of two segments:

No.	Description
1	Equilibrate 50.00 °C
2	Ramp 10 °C/min to 500.00 °C

The right-hand side of the interface features a "Control Panel" showing the current temperature as 26.85 °C. Below this, there is a table of signals and their values:

Signal	Value	Units
Method Time	0.00 min	
Remaining Segment Time	0.00 min	
Remaining Time	0.00 min	
Temperature	26.85 °C	
Weight	8.43581 mg	
Temperature Difference	0.176369 °C	
Sample Purge	60.00 mL/min	
Balance Purge	38.31 mL/min	
Set Point Temperature	26.64 °C	
Power Delivered	0.0001 W	
Activation Energy (kJ/mol)		
Power Requested	0.0000 W	
Ln(Rate Ratio)		
Log Pre-Exponential Factor		1 min

A red box highlights the "Experiments" menu item in the bottom-left corner, with a red arrow pointing to it from a red box containing the text "功能模式切換視窗".

功能模式切換視窗

# TGA控制軟體

The screenshot displays the TGA control software interface. The main window is titled "Experiments" and shows a "Design View" for a test run. The "Segments" table is visible, listing two segments: "1 Equilibrate 50.00 °C" and "2 Ramp 10 °C/min to 500.00 °C". The "Advanced" section includes checkboxes for "Start Experiment After Weight Stabilization" and "Enable Air Cool", with "Air Cool For" set to 5.0 min. A red box highlights the "Experiments" window and the "Control Panel" on the right. The "Control Panel" shows the current temperature as "Idle 26.85 °C" and a table of signals.

Signal	Value	Units
Method Time	0.00 min	
Remaining Segment Time	0.00 min	
Remaining Time	0.00 min	
Temperature	26.85 °C	
Weight	8.43581 mg	
Temperature Difference	0.176369 °C	
Sample Purge	60.00 mL/min	
Balance Purge	38.31 mL/min	
Set Point Temperature	26.64 °C	
Power Delivered	0.0001 W	
Activation Energy (kJ/mol)		
Power Requested	0.0000 W	
Ln(Rate Ratio)		
Log Pre-Exponential Factor		1 min

Control Panel

Idle 26.85 °C

Signals [14 of 14]

General

Gas 1 Nitrogen: 60.00 mL/min

Balance Flow: 38.31 mL/min

Set Sample Flow: 25.00 mL/min

Gas 1: Nitrogen

Auto Sampler

2:03 PM 6/12/2017

樣品編輯和實驗編輯視窗

# TGA控制軟體

The screenshot shows the TA Instruments TRIOS v4.1.0.31.739 software interface. The main window displays the 'Experiments' section with a 'Design View' showing a procedure with two segments: '1 Equilibrate 50.00 °C' and '2 Ramp 10 °C/min to 500.00 °C'. A 'Control Panel' window is open on the right, showing the current status 'Idle 26.85 °C' and a table of signals.

Signals [14 of 14]	Value	Units
Method Time	0.00 min	
Remaining Segment Time	0.00 min	
Remaining Time	0.00 min	
Temperature	26.85 °C	
Weight	8.43 581 mg	
Temperature Difference	0.176369 °C	
Sample Purge	60.00 mL/min	
Balance Purge	38.31 mL/min	
Set Point Temperature	26.64 °C	
Power Delivered	0.0001 W	
Activation Energy (kJ/mol)		
Power Requested	0.0000 W	
Ln(Rate Ratio)		
Log Pre-Exponential Factor		1 min

A red box highlights the 'Control Panel' window, and a red arrow points from a central label to it.

訊號功能視窗

# TGA控制軟體

The screenshot displays the TA Instruments TGA control software interface. The main window is titled "Experiments" and shows a procedure configuration for a "Custom" test. The procedure consists of two segments: 1. Equilibrate 50.00 °C and 2. Ramp 10 °C/min to 500.00 °C. The "Advanced" section includes options for "Start Experiment After Weight Stabilization" and "Enable Air Cool" with a 5.0 min air cool factor.

On the right side, the "Control Panel" shows the current temperature at 26.85 °C and a list of signals. A red box highlights the "General" settings section, which includes:

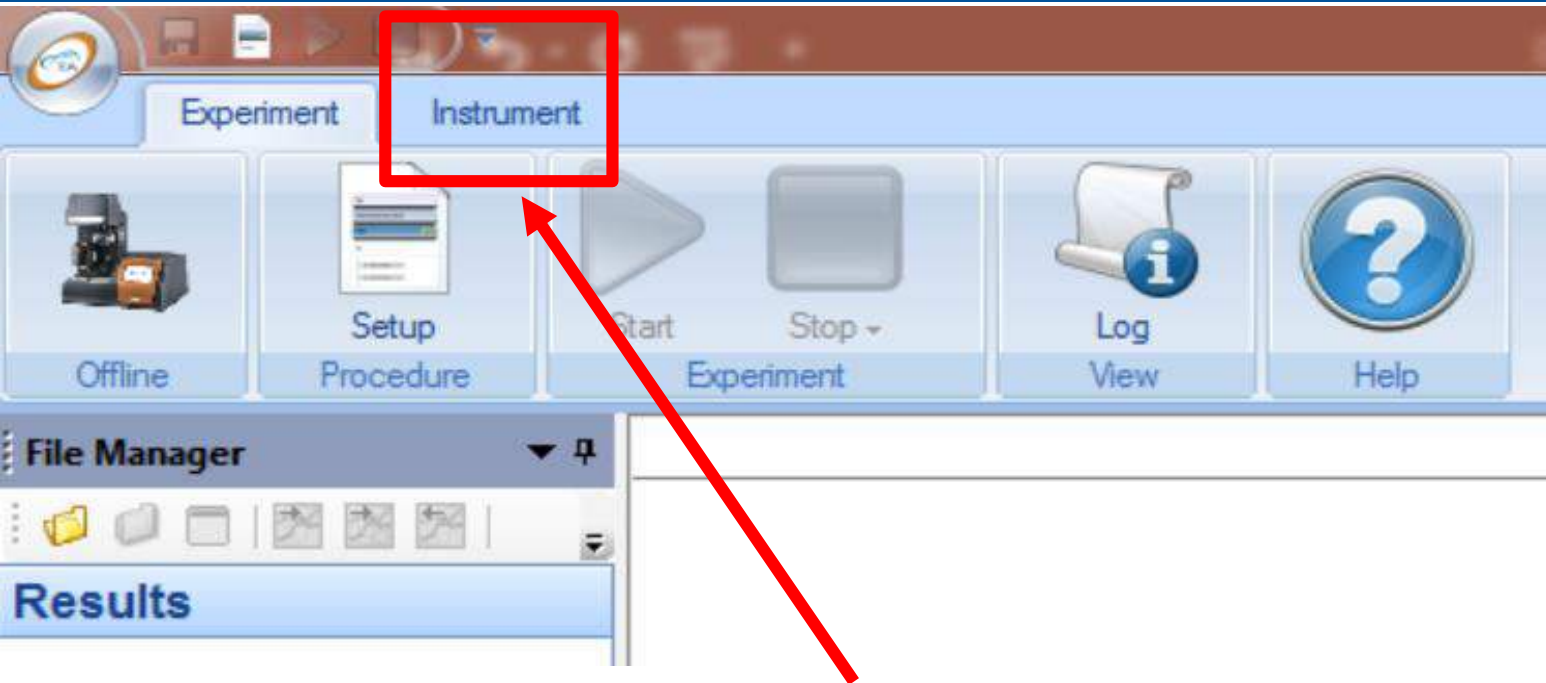
- Gas 1 Nitrogen: 60.00 mL/min
- Balance Flow: 38.31 mL/min
- Set Sample Flow: 25.00 mL/min
- Gas 1: Nitrogen

A red arrow points from the Chinese text "儀器一般功能設定視窗" (Instrument General Function Setting Window) to the highlighted "General" settings section.

儀器一般功能設定視窗



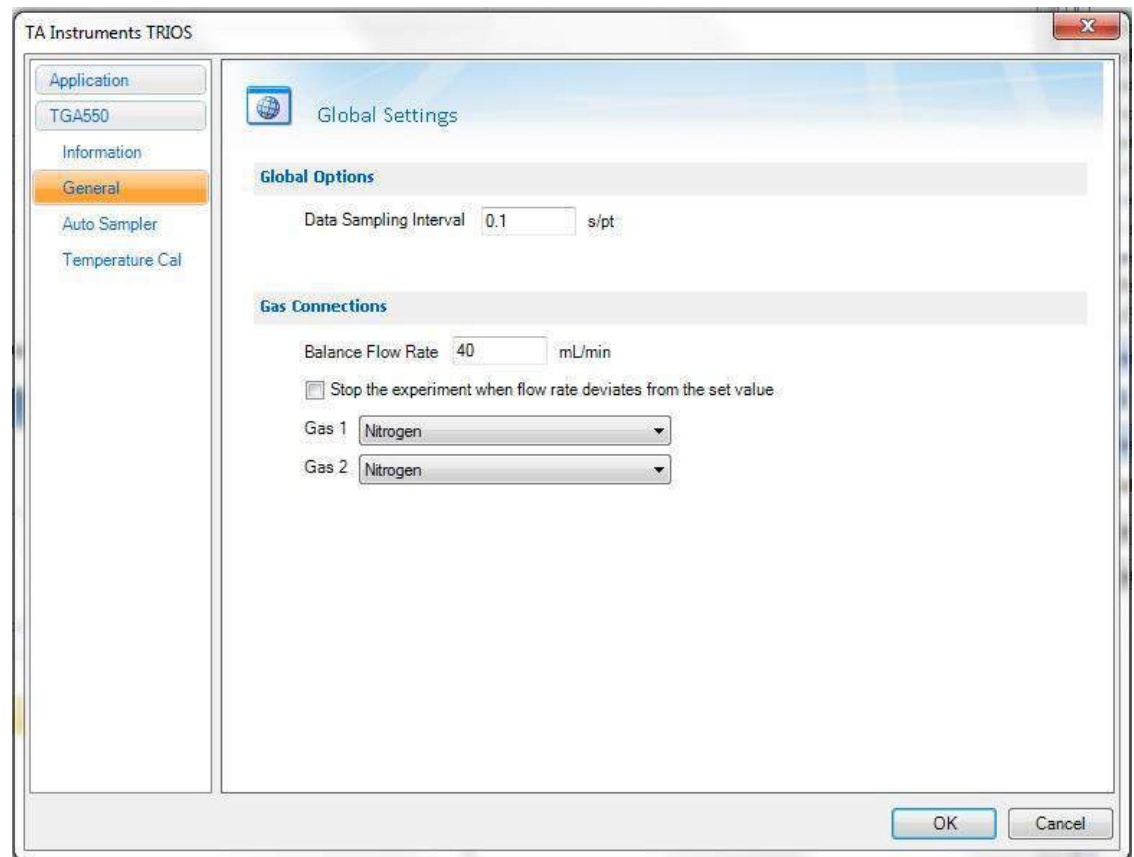
# Instrument/Options選項



點選Instrument視窗進入內部功能選項

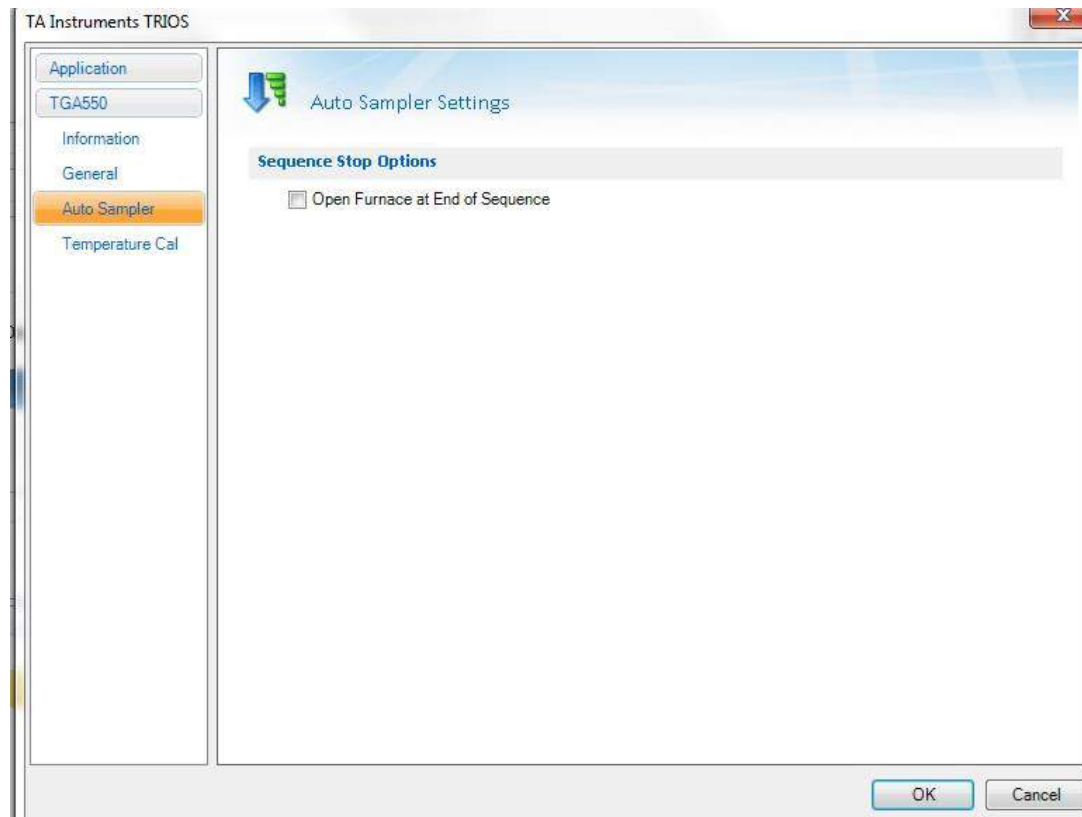
# Instrument/Options選項

- 點擊控制軟體上方Instrument, 然後點擊Options, 在彈出的對話方塊中:
- General, 可以選擇安裝Gas 2的氣體種類設定。
- 在Balance Flow Rate中, 可以設定天平進氣的流量。



# Instrument/Options選項

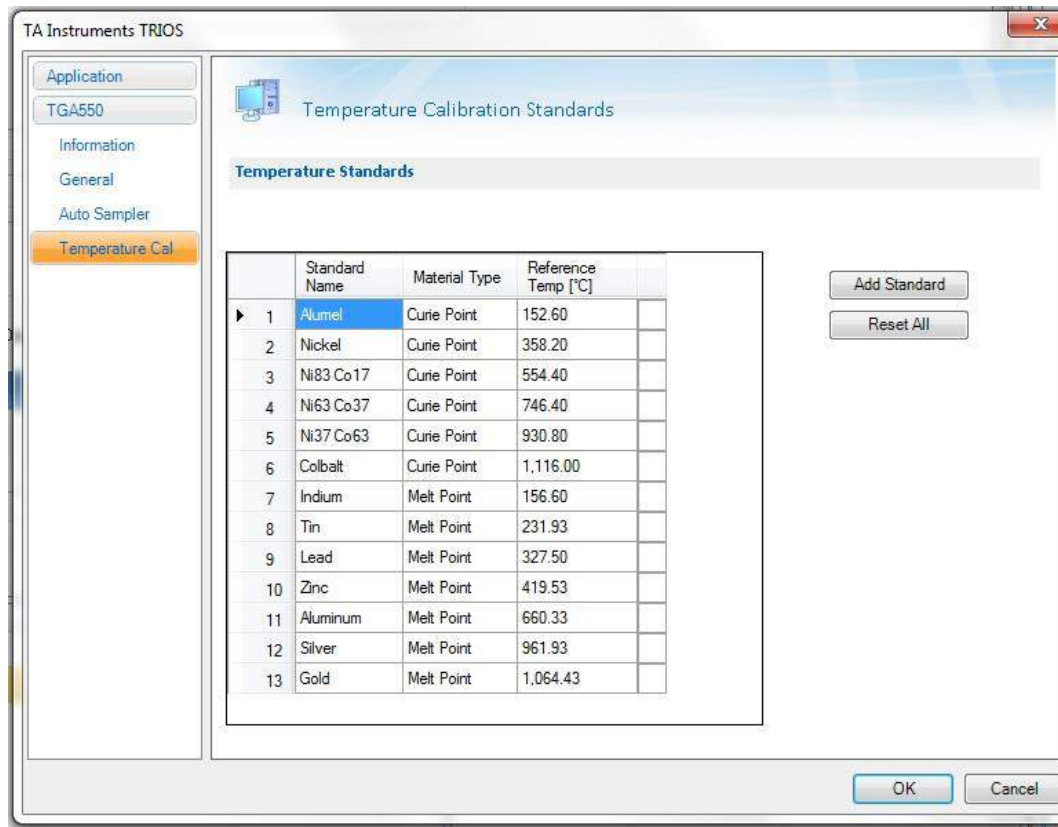
- Auto Sampler
- Open Furnace at the End of Sequence: 在實驗測試完畢後，打開爐子。
- **注意：進行Curie Point溫度校準試驗時，此處不能勾選，需保持爐子關閉。**





# Instrument/Options選項

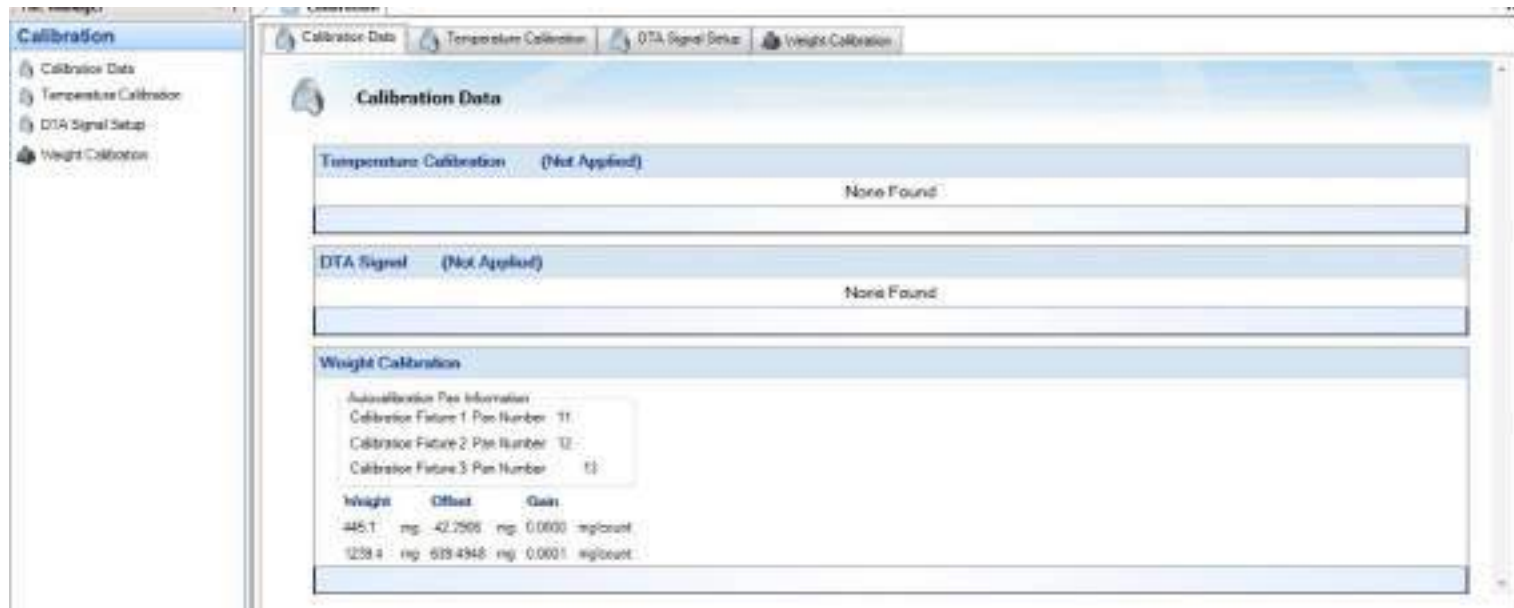
- Temperature Cal, 設定標準物質的標準參考值:



# 儀器校正步驟

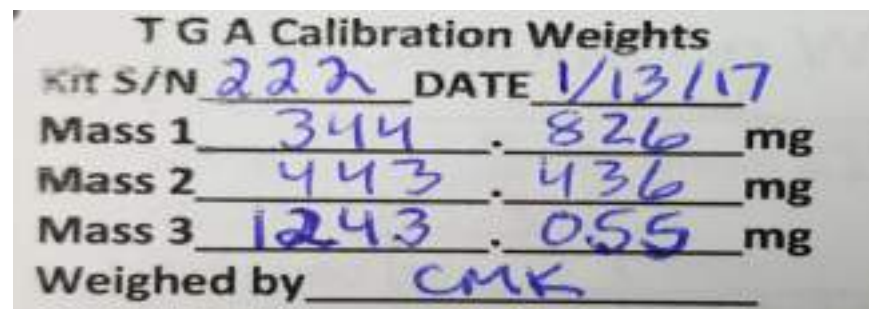
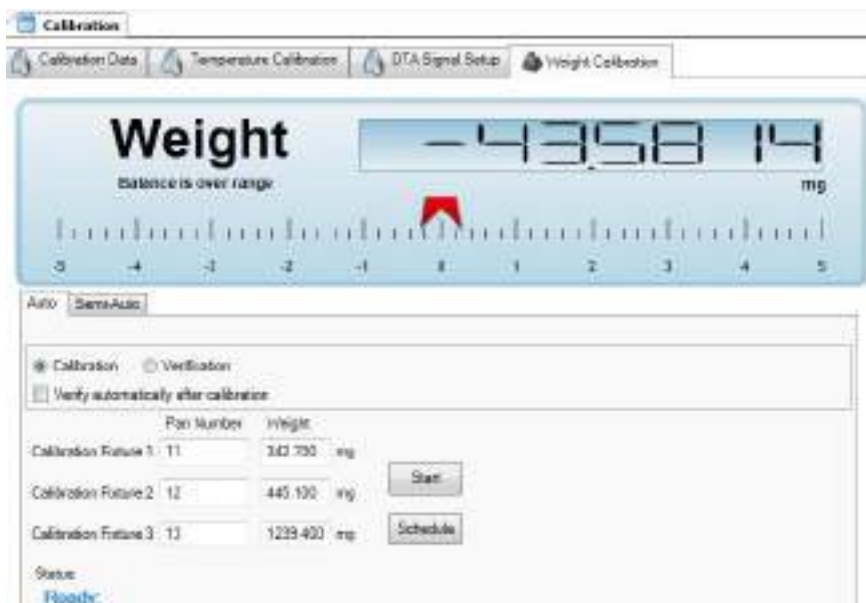
# 校正步驟及校正介面

- 點擊軟體File Manager下面的Calibration選項，進入儀器校正介面，其中有Calibration Data, Temperature Calibration, DTA Signals Setup和Weight Calibration;
- 在Calibration Data中，可查看當前保存的校正資料。
- DTA Signals Setup對於TGA 550為選配功能，在感興趣的溫度範圍內，使用特定升溫速率進行測試後，可得到DTA（差熱分析）信號並可自動應用到儀器系統中。
- Temperature Calibration和Weight Calibration，溫度校正和重量校正，必須定期進行校正。



# 校正過程- Weight Calibration (TGA 5500)

- 點擊Weight Calibration Setup選項，進入如下重量校正介面。
- 接著從標準配件盒中，取出重量自動校正用的Calibration Fixture，如下圖所示1, 2, 3號，分別放在Auto Sampler的11, 12和13號位置。
- 在Calibration Fixture包裝盒的底部，有三個Fixture的重量，將其分別輸入軟體中如下圖所示對應位置。
- 輸入完畢，點擊本介面中的Start按鈕，自動開始重量校正。



# 校正過程- Weight Calibration (TGA 5500)

- **Weight Calibration**完成後提示如下，資料自動保存在Calibration Data中，如下圖；
- 校正頻率：每個月定期進行，對天平重量信號進行校正。

The screenshot displays the software interface for TGA 5500, specifically the Calibration Data section. The interface includes a navigation bar with tabs for Calibration Data, Temperature Calibration, DTA Signal Setup, and Weight Calibration. The main content area is divided into three sections: Temperature Calibration (Not Applied), DTA Signal (Not Applied), and Weight Calibration. The Weight Calibration section contains a table with Autocalibration Pan Information and a table of calibration data.

**Calibration Data**

Temperature Calibration (Not Applied)

DTA Signal (Not Applied)

**Weight Calibration**

Autocalibration Pan Information

Calibration Fixture 1 Pan Number	11
Calibration Fixture 2 Pan Number	12
Calibration Fixture 3 Pan Number	13

Weight	Offset	Gain
443.436 mg	42.2906 mg	0.0000 mg/count
1243.055 mg	639.4948 mg	0.0001 mg/count

Information (4013) 4/13/2017 10:29:20 AM

Weight calibration has successfully completed.

Close

# 校正過程- Weight Calibration (TGA 55X)

- 點擊Weight Calibration 選項，進入如下重量校正介面。
- 接著放上一個空的樣品盤，放在進樣的手臂上。
- 完成之後取出標準盒內校正專用的法碼100mg，接著點選Calibrate完成校正。
- 接著放入1000mg，同樣點選Calibrate，自動完成所有校正。



# 校正過程- Weight Calibration (TGA 55X)

- **Weight Calibration**完成後提示如下，資料自動保存在Calibration Data中，如下圖；
- 校正頻率：每個月定期進行，對天平重量信號進行校正。

The screenshot displays the software interface for TGA 55X. The main window is titled "Calibration" and contains several tabs: "Calibration Data", "Temperature Calibration", "DTA Signal Setup", and "Weight Calibration". The "Calibration Data" tab is active, showing sections for "Temperature Calibration (Not Applied)", "DTA Signal (Not Applied)", and "Weight Calibration".

An information dialog box is overlaid on the screen, titled "Information (4013) 4/13/2017 10:29:20 AM". It contains an information icon and the text "Weight calibration has successfully completed." with a "Close" button.

**Weight Calibration**

Autocalibration Pan Information

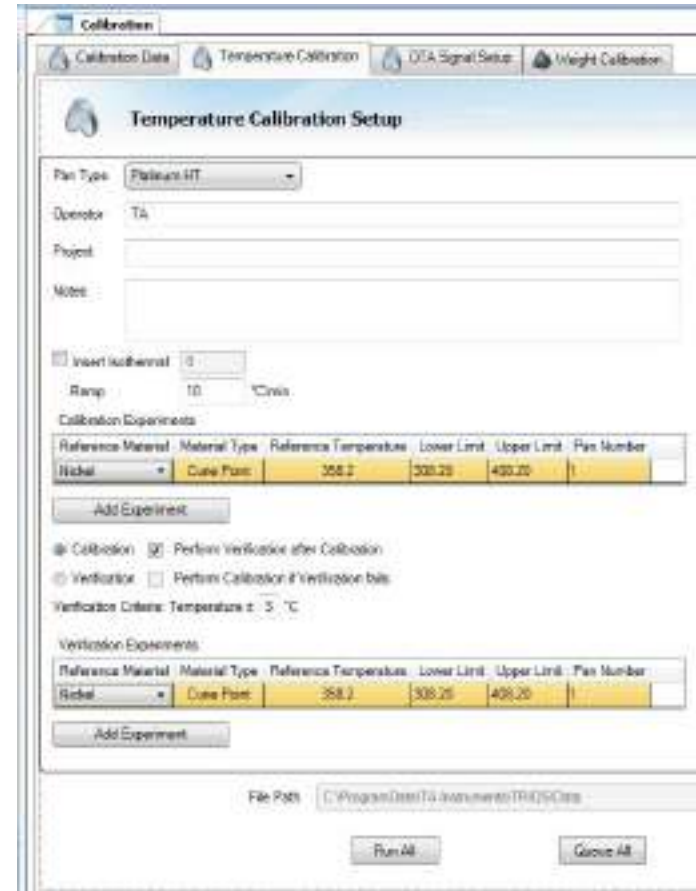
Calibration Fixture 1	Pan Number	11
Calibration Fixture 2	Pan Number	12
Calibration Fixture 3	Pan Number	13

Weight	Offset	Gain
443.436	mg 42.2906	mg 0.0000 mg/count
1243.055	mg 639.4948	mg 0.0001 mg/count



# 校正過程- Temperature Calibration

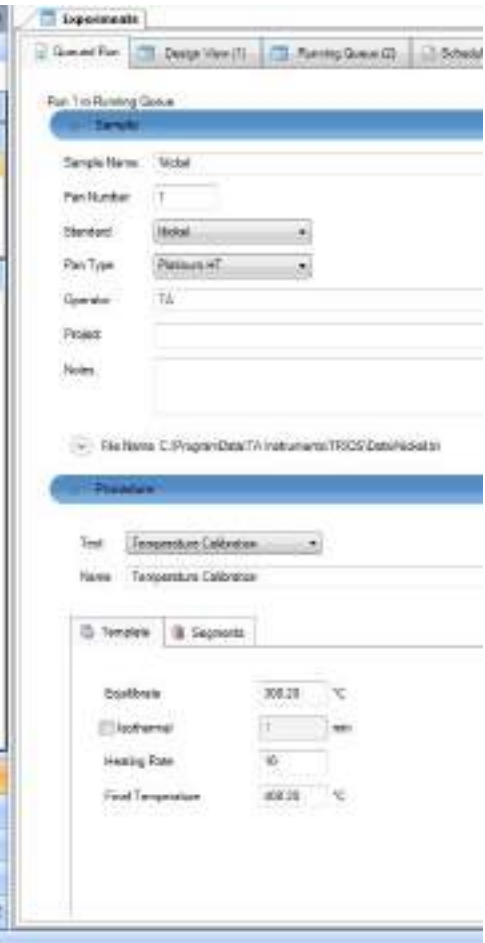
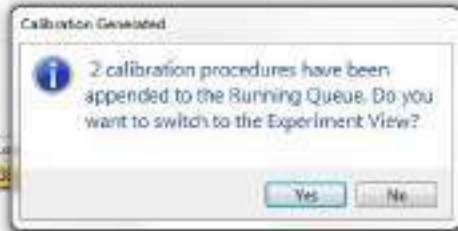
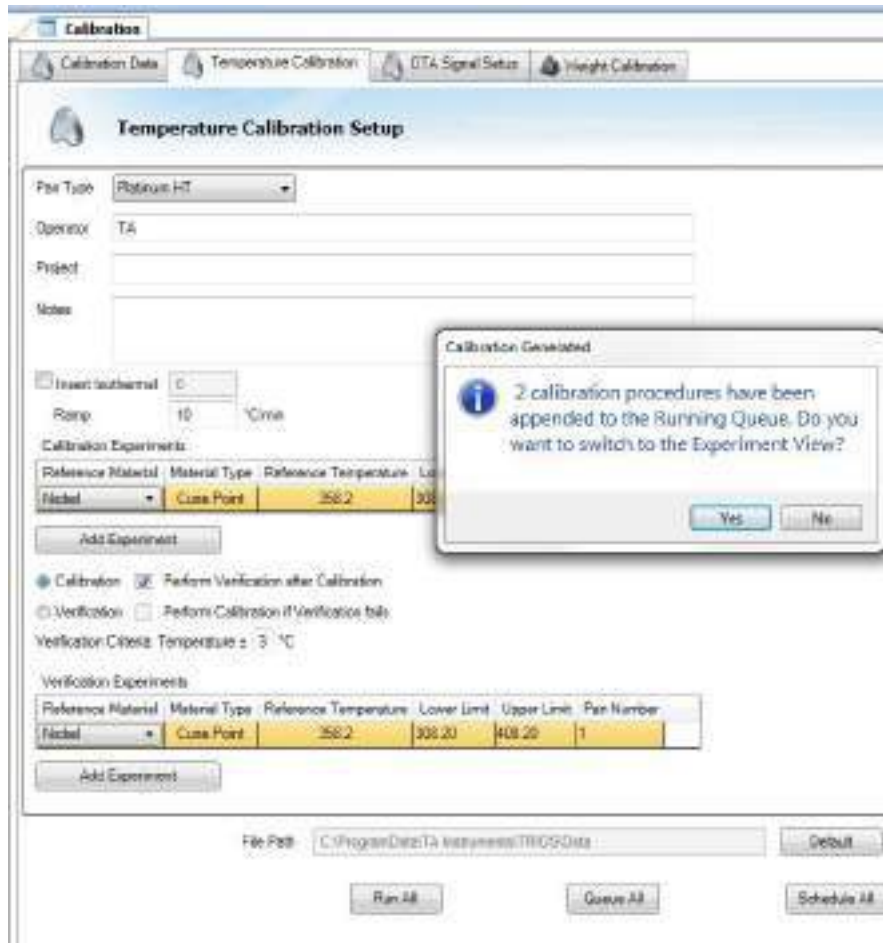
- 校正頻率：建議每個月執行一次，另外，若是當熱電偶位置變動時或改變(Purge Gas)環境，也建議重新校正。
- 校正時根據磁性材料，當溫度升高到居理點時的磁性變化，會產生失重現象而測得居里點，最後與標準參考值一起存入儀器系統，對溫度進行校正。
- 設置介面如下：儀器標準配件為Nickel，首先在Reference Material下拉式功能表中選擇Nickel；
- Ramp中設定升溫速率為10；
- Pan Number中輸入放置Nickel標準物質的樣品盤在Auto Sampler上的位置；（在將Nickel放在樣品盤前，先用空盤Tare）；
- 勾選Perform Verification after Calibration，使用與Calibration實驗相同的設置，在校正後進行驗證測試，如右圖所示：





# 校正過程-Temperature Calibration

- 設置完成後，點擊Queue All按鈕，即彈出如下對話方塊，兩個溫度校正依照順序排入Running Queue；



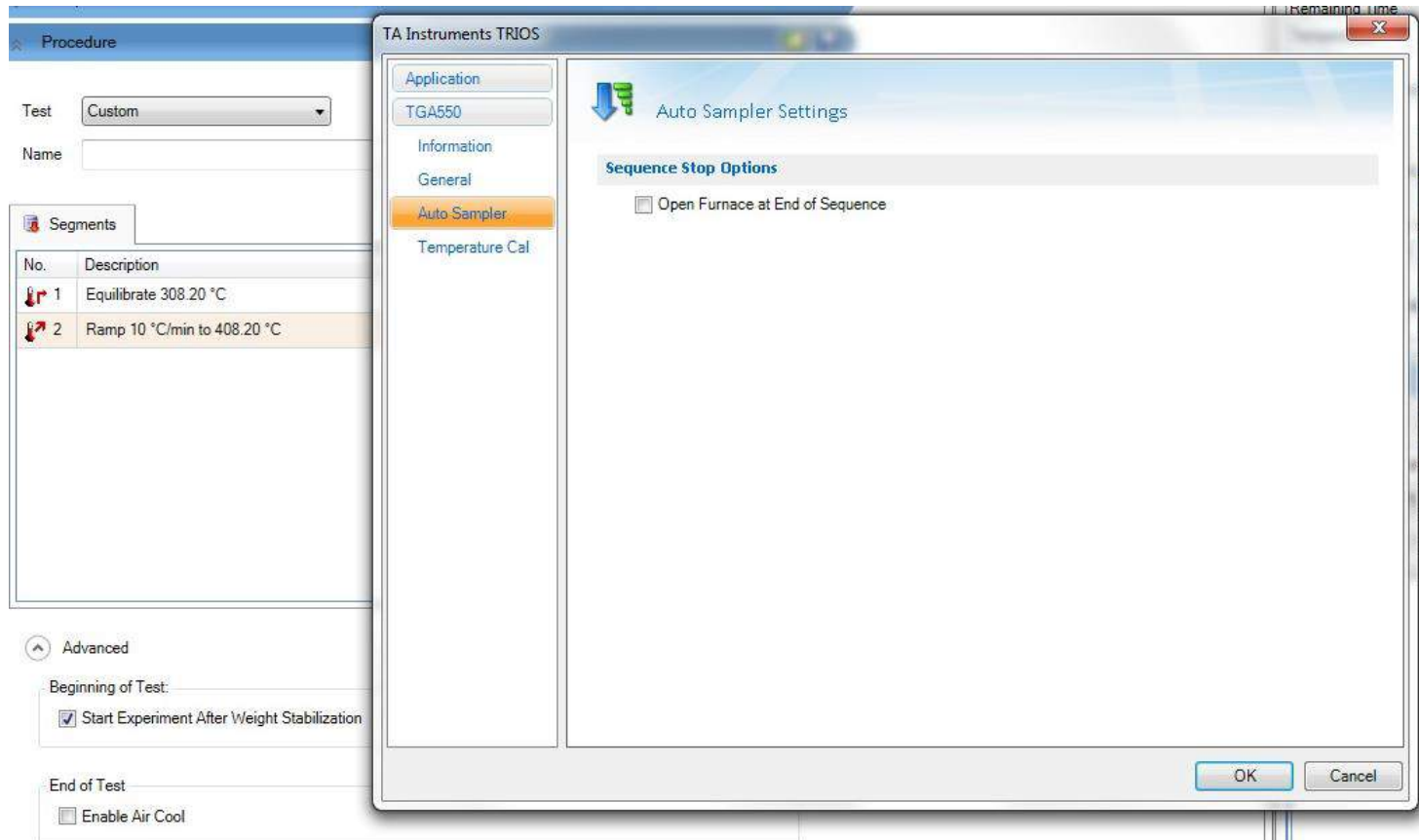
# 校正過程- Temperature Calibration

- 將裝有Nickel標準物質的樣品盤Load到天平上，關閉爐子。
- 如右圖示例，此時將磁鐵放置於爐子下方，使其盡可能靠近爐子底部。



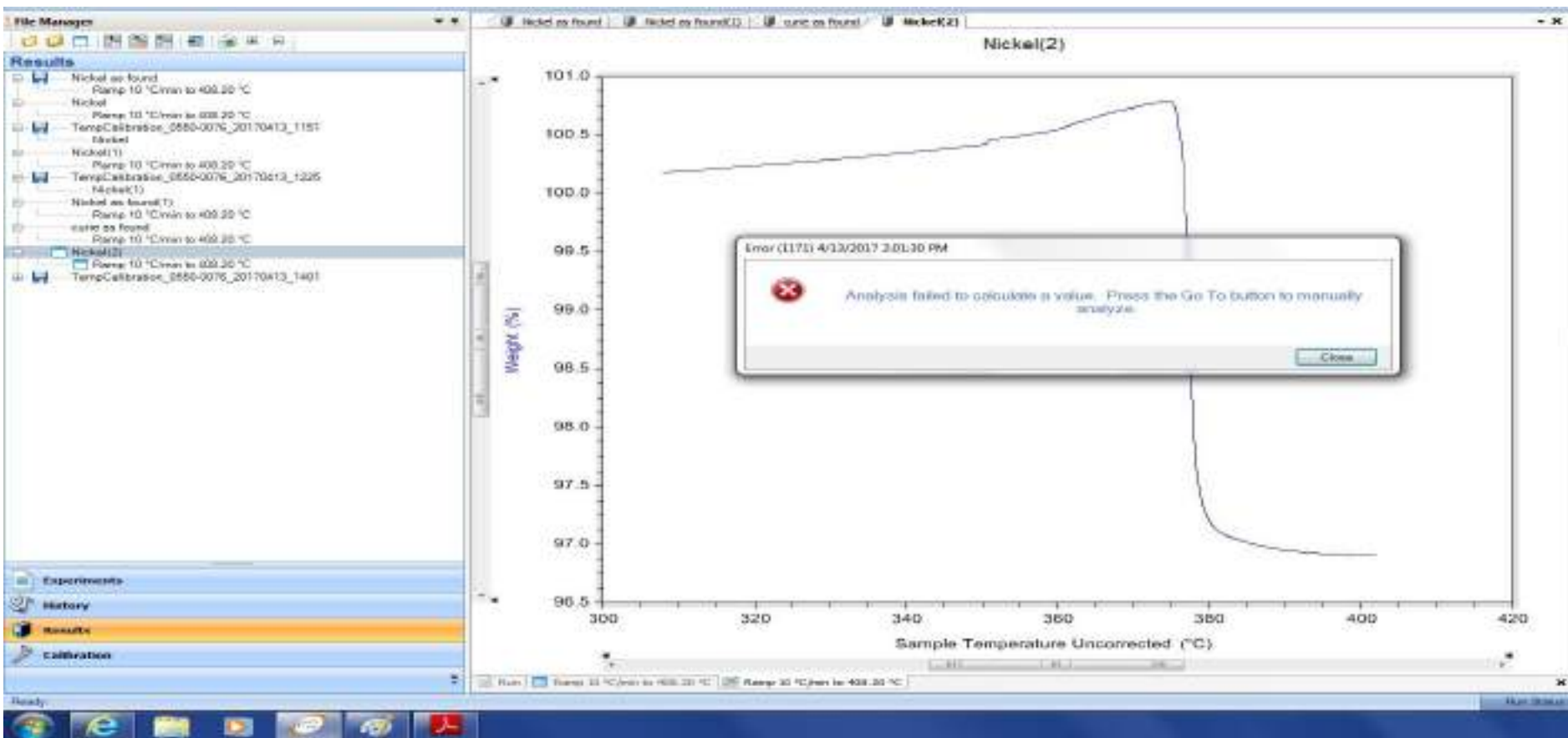
# 校正過程- Temperature Calibration

- 如前所述，確認Auto Sampler中Open Furnace at End of Sequence未勾選；End of Test中，Enable Air Cool未勾選；以確保在試驗結束時，取走磁鐵前，爐子不會自動開啟。
- 點擊開始試驗，進行溫度校正；



# 校正過程- Temperature Calibration

- 溫度校正完成後，軟體系統會自動分析並保存分析結果。
- 如果出現以下提示，則需手動分析居里點，並保存校正結果：此時點擊Close，軟體會自動轉入下頁視窗。



# 校正過程- Temperature Calibration

- 在此頁面中，點擊**Go to**按鈕，軟體進入手動分析居里點的頁面，如下頁；

The screenshot displays the 'Temperature Calibration' software interface. The main window shows the following details:

- Heating Rate:** 10 °C/min
- Calibration Values Table:**

Standard	Material Type	Reference	Measured	Offset
None	Cure Point	200.0	NaN	NaN

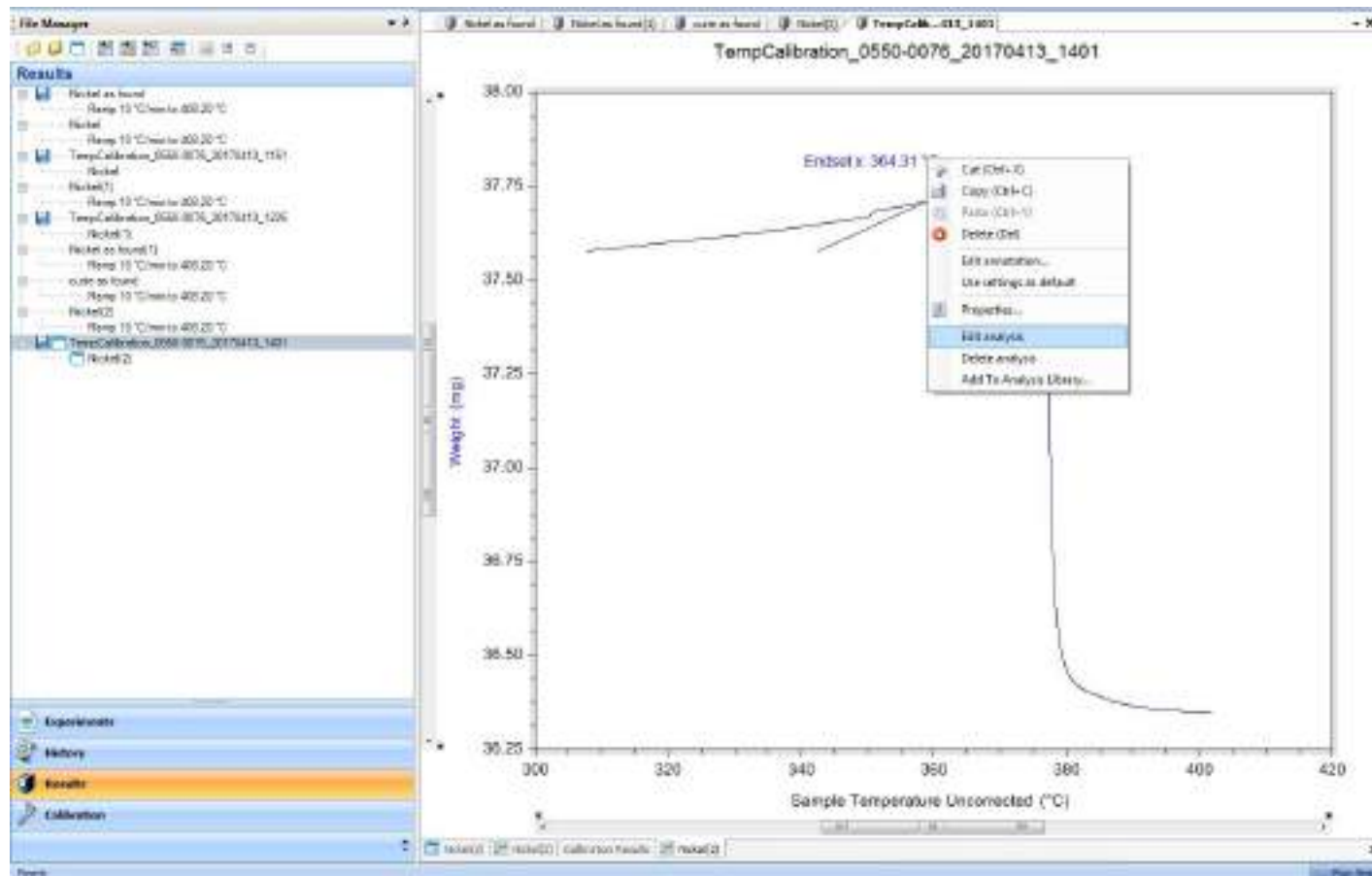
- Calibration Input Data Table:**

Standard	Material Type	Reference	Measured	Apply Offset	Value
None	Cure Point	200.0	NaN	Off	Go to

The right-hand 'Control Panel' displays the current status as 'Idle 222.29 °C' and lists various signals and their units, including 'Flowing Segment Time', 'Flowing Time', 'Temperature', 'Weight', 'Temperature Difference', 'Sample Purge', 'Balance Purge', 'Set Point Temperature', 'Power Delivered', 'Autation Every 60 Min', 'Power Resistor', 'LoFlow Ratio', and 'Loop Pre Exponential Factor'. The bottom 'General' section shows 'Gas 1 Nitrogen' and 'Release Flow' set to 80.00 mL/min.

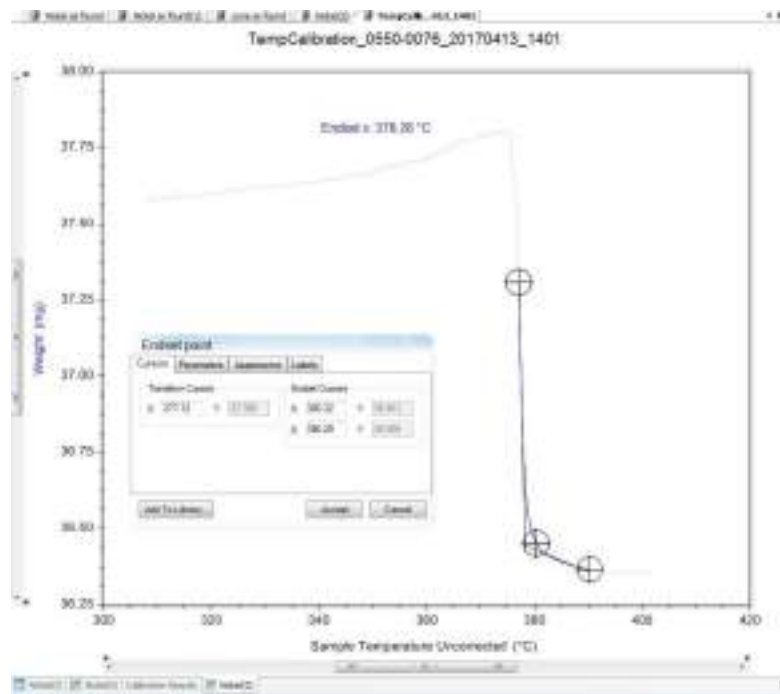
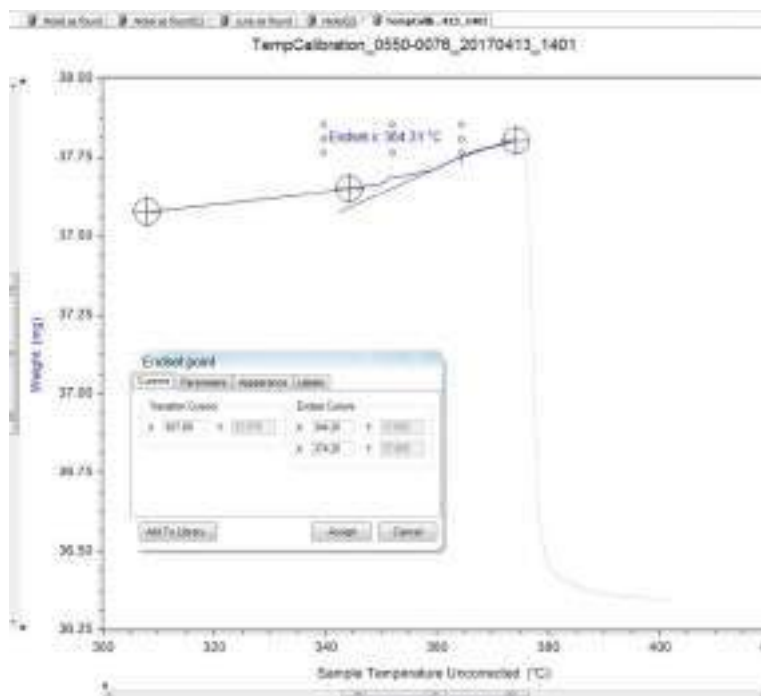
# 校正過程- Temperature Calibration

- 在此頁面中，按一下滑鼠右鍵，然後選擇**Edit Analysis**，進入下頁視窗：



# 校正過程- Temperature Calibration

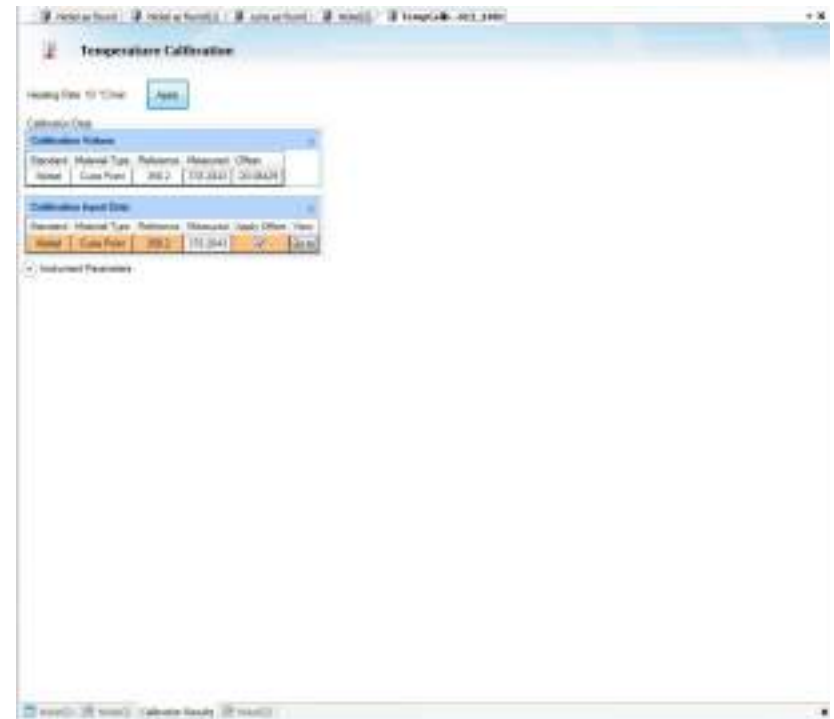
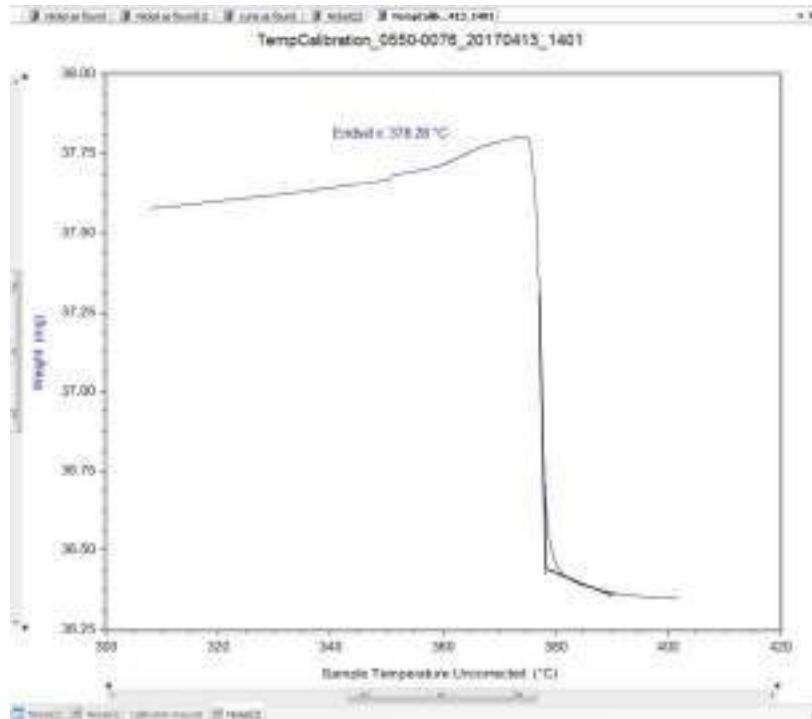
- 如下左圖，軟體上出現三個十字圓游標，和一個對話方塊。使用滑鼠左鍵，拖動三個十字圓游標到下右圖所示位置，以分析Endset Point:
- 分析完畢後，在對話方塊中點擊**Accept**。





# 校正過程- Temperature Calibration

- 如下左圖所得居里點分析結果，點擊圖形下方的**Calibration Results**選項按鈕，進入到如下右圖視窗，點擊**Apply**按鈕，將校正結果手動保存；
- 校正結果保存後，在**Calibration Data**中，可查看相關資料。





# 樣品測試前準備工作

# 樣品測試前準備工作

- 樣品準備
- 樣品量一般取5-10mg，視情況而定進一步調整具體的重量。
  
- 測試方法
- TGA測試方法一般會涉及到起點溫度，終點溫度，升溫速率，環境氣體選擇和進氣流量等。
- 以上這些因素對測試結果都有一定的影響，特別是升溫速率和樣品量，因此在報告TGA測試結果時，需同時說明測試方法。
  
- 測試
- 使用乾淨的空盤，放在Auto Sampler上的目標位置，然後點擊軟體中的TARE，儀器會自動掛上樣品盤並且自動關閉爐子。
- 若需設置多個實驗順序，也可以同時選擇多個樣品盤歸零，設定後儀器會按照Auto Sampler上的序號，逐一進行。
- 歸零後，加上適量樣品，編輯好樣品資訊和測試方法，點擊Start按鈕開始實驗。

# 樣品盤的清理

- 實驗結束後，將樣品盤中的未分解殘留樣品做清理處理，然後可以如右圖，將其在酒精燈外焰上燒紅，以進行徹底的清理。
- 清理樣品盤過程，注意避免把樣品盤弄變形。



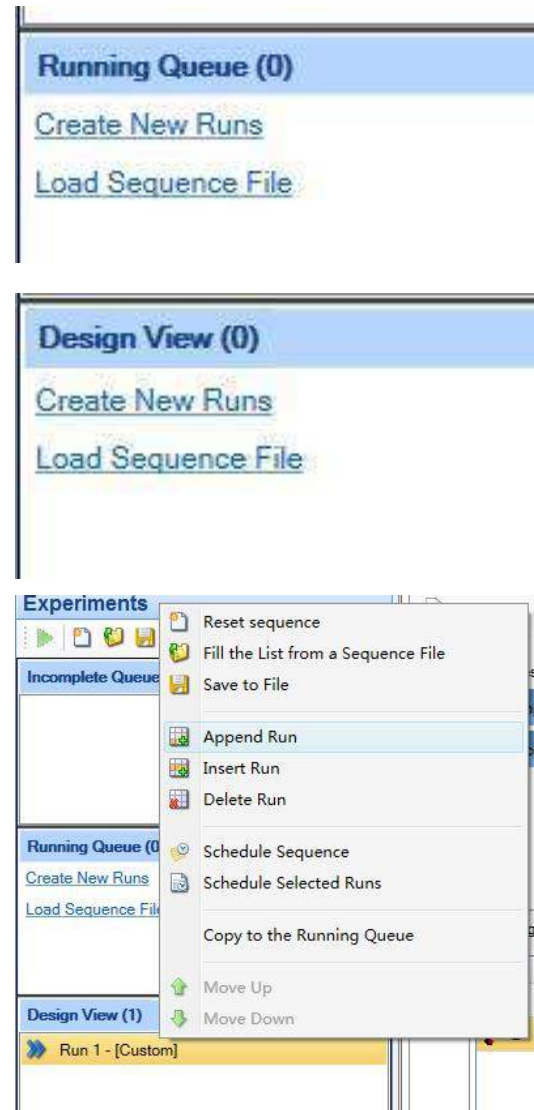
# 編輯一個實驗

- 點擊File Manager中的Experiment, 進入實驗編輯視窗:
- Incomplete Queue: 未完成實驗視窗
- Running Queue: 正在進行的實驗視窗
- Design View: 預編輯實驗視窗



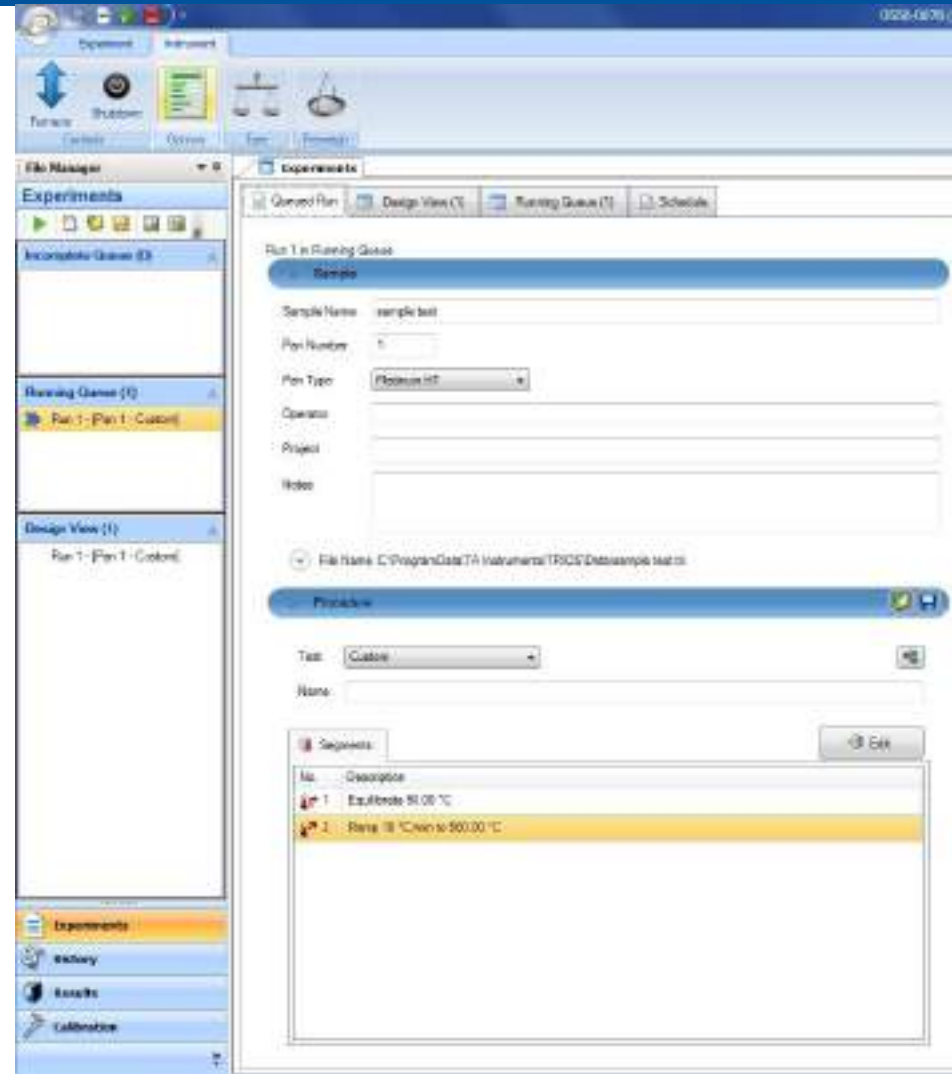
# 編輯一個實驗

- 如右圖，在Running Queue或Design View介面下，都可以選擇Create New Runs，創建一個新的實驗；
- 其中在Design View中，創建一個新的實驗，並輸入了相應的樣品資訊，試驗方法後，可以按一下滑鼠右鍵，選額Copy to the Running Queue，將該試驗發送到實驗視窗中。
- 可在Design View中編輯新的Run，編輯完成後拷貝到Running Queue中，特別是對於帶自動上樣裝置的儀器，可以設置多個Run，儀器自動進行測試。



# 編輯一個實驗

- 創建一個新的實驗後，樣品資訊的編輯在如右圖Sample選項：
- 輸入樣品名 (Sample Name), 樣品在自動上樣裝置上的位置 (Pan Number)；
- 選擇所使用的樣品盤的類型 (Pan Type)；
- 選擇資料保存路徑（點擊File Name左面的下拉圖示，即可選擇）；



# 編輯一個實驗

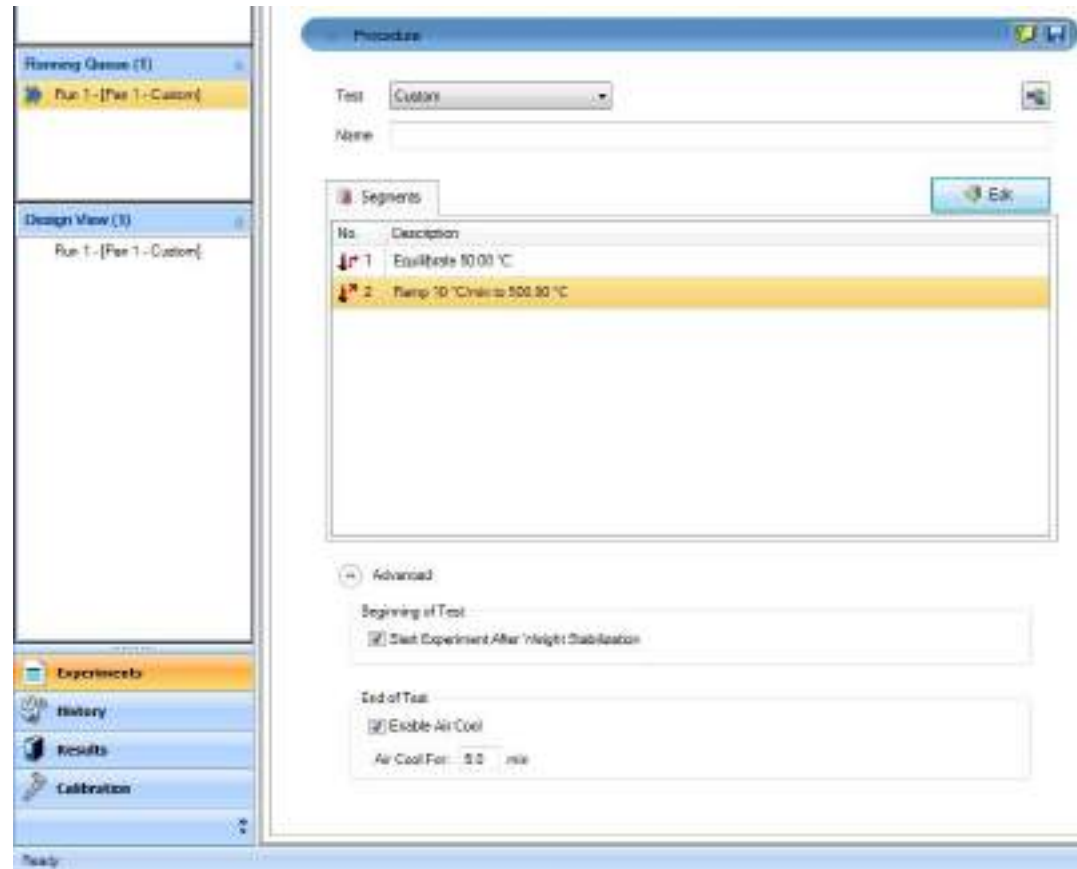
- TGA樣品盤類型 (Pan Type)
- 目前TA可選的樣品盤類型如下表，不同的樣品盤，其最高使用的溫度也不相同，在編輯實驗資訊時，需在軟體中選擇所使用的樣品盤類型。

Item/Area	Specifications
Types of pans available	Platinum, ceramic ( $\text{Al}_2\text{O}_3$ ), aluminum
Volume capacity and temperature range	20 $\mu\text{L}$ Sealed aluminum (to 600°C) 50 $\mu\text{L}$ Platinum (to 1000°C) 80 $\mu\text{L}$ Aluminum (bottom of sealed pan, to 600°C) 100 $\mu\text{L}$ Platinum (to 1000°C) 100 $\mu\text{L}$ Platinum-HT (to 1000°C) 100 $\mu\text{L}$ Ceramic (to 1200°C) 250 $\mu\text{L}$ Ceramic (to 1200°C)
Number of pans per tray	25 Pans



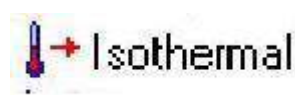
# 編輯一個實驗

- 創建一個新的實驗後，實驗方法的編輯在如右圖Procedure選項：
- 選擇右圖需要使用命令，按滑鼠左鍵兩下，該命令即進入左面Segments下，在此處輸入相應的所需數值，編輯完畢後點擊Apply完成。
- Start Experiment After Weight Stabilization:
- 待重量信號穩定才開始測試，建議勾選。
- End of Test
- Enable Air Cool
- 打開氣體冷卻，如果勾選，實驗結束後會自動取下樣品盤並打開Air Cool功能做冷卻處理。



# 編輯一個實驗

- TGA實驗方法常用命令如下，一般一個完整的TGA實驗，包括起始溫度，升溫速度，結束溫度。



- **Equilibrate**, 設置一個開始溫度，爐體會從當前溫度快速升溫到設定溫度並且穩定，當儀器檢查爐體溫度穩定到設定值後，程式自動轉入下一步。
- **Ramp**, 設定升溫速度和實驗結束溫度。當結束溫度低於開始溫度，Ramp為一個降溫實驗。
- **Isothermal**, 設置一個恒溫等待時間，已前一步結束溫度做恒溫。

# 編輯一個實驗

- 爐子氣體選擇和設定如右圖的Control Panel中，本次實驗儀器所使用為標準爐子，爐子進氣流量設定為60。
- （點擊軟體上方Controls按鈕，可控制Control Panel視窗開啟或關閉）
- 實驗方法設定中，也有氣體的選擇和流量的設定提供切換使用。

The screenshot displays the 'Control Panel' window with the following data:

Signals (14 of 14)	Value	Units
Method Time	0.00	min
Remaining Segment Time	0.00	min
Remaining Time	0.00	min
Temperature	26.85	°C
Weight	#-43.581	mg
Temperature Difference	0.175368	°C
Sample Purge	60.00	mL/min
Balance Purge	38.31	mL/min
Set Point Temperature	26.64	°C
Power Delivered	0.0001	W
Activation Energy (kJ/mol)		
Power Requested	0.0000	W
Ln(Rate Ratio)		
Log Pre-Exponential Factor		1/min

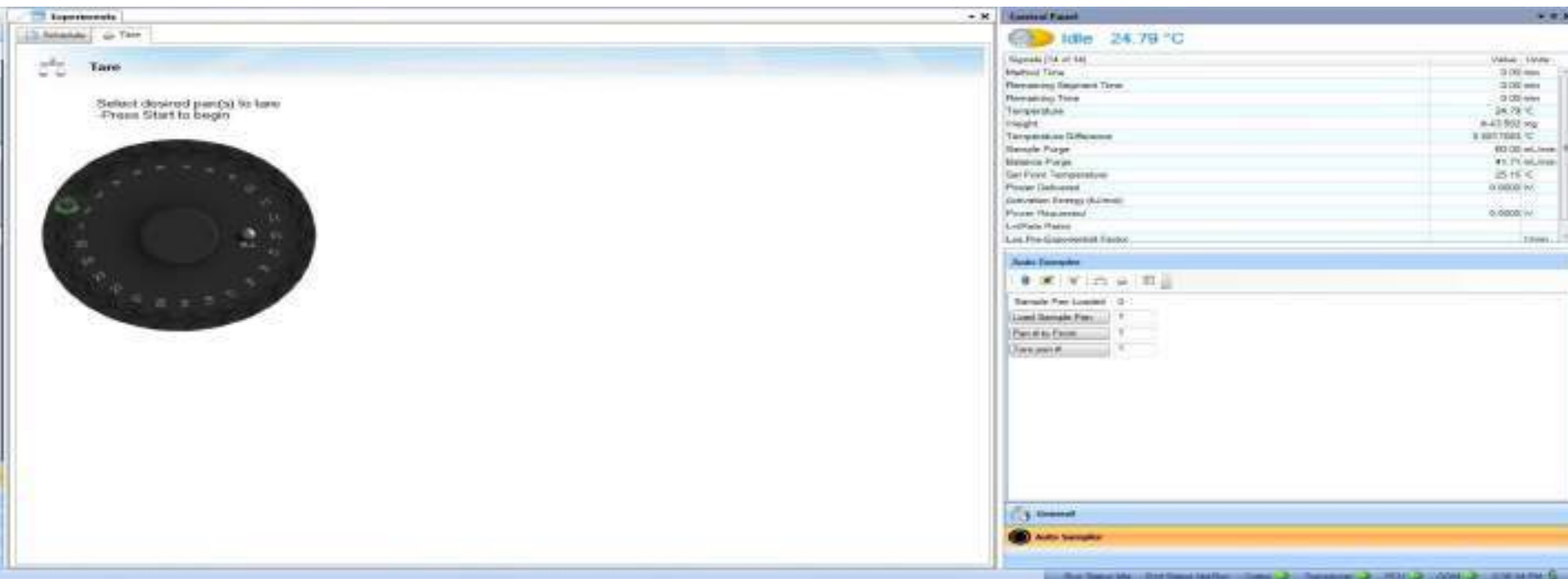
Below the table, the 'General' section shows the following settings:

- Gas 1 Nitrogen: 60.00 mL/min
- Balance Flow: 38.31 mL/min
- Set Sample Flow: 25.00 mL/min
- Gas 1: Nitrogen

The bottom of the interface shows a status bar with 'General' and 'Auto Sampler' tabs, and a system tray with the time '2:03 PM' and date '4/12/2017'.

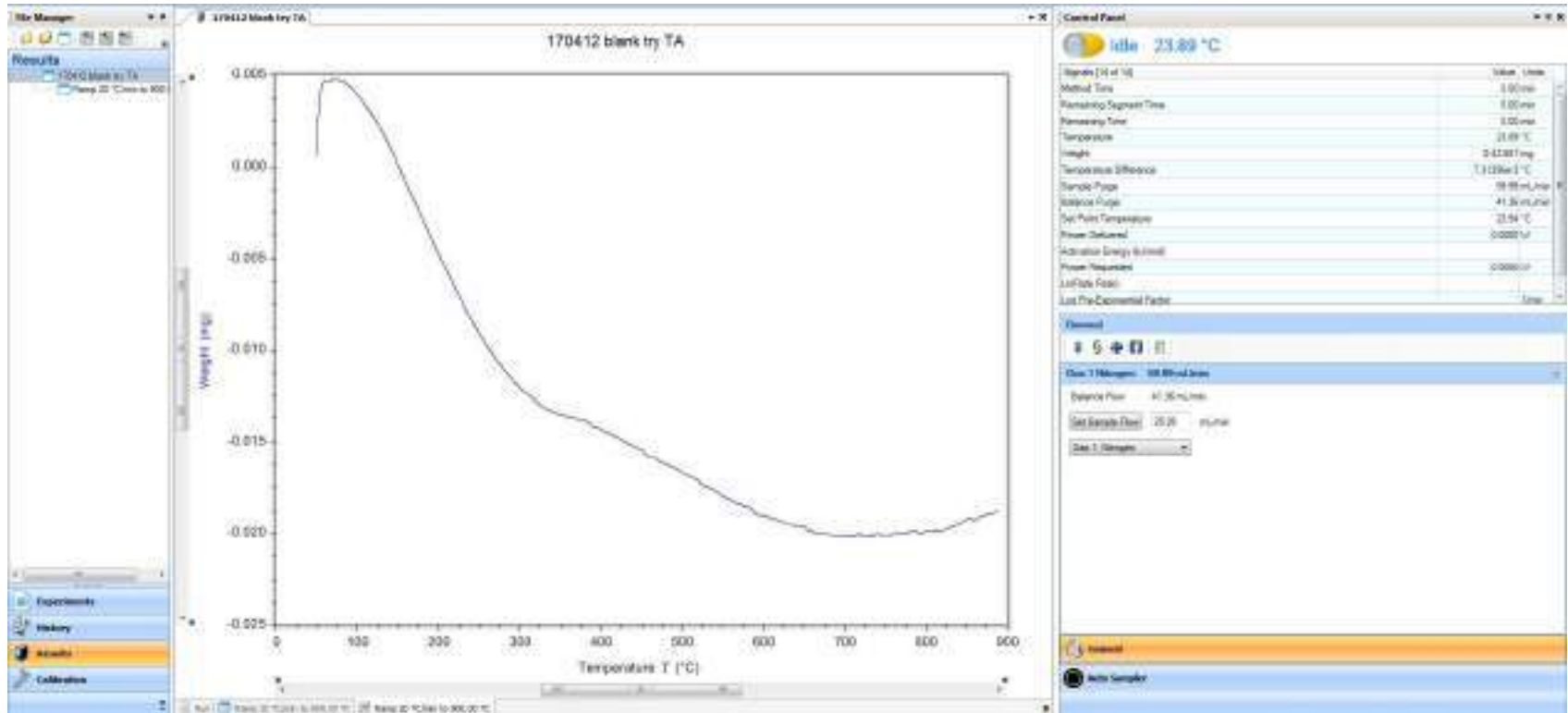
# 編輯一個實驗

- 點擊軟體右下方的**Auto sampler**選項，即顯示如下介面：
- **Load Sample pan #**: 載入樣品盤
- **Pan # to Front**: 將來某號樣品盤轉動到Auto Sampler的最前方，方便取下或放上；
- **Tare pan #**: 歸零，可選一個或多個樣品盤位（Pan Number），儀器會按順序逐個歸零；
- Tare後，儀器自動打開爐子並自動取下樣品盤，接著在樣品盤上放入適量樣品，點擊Load Sample Pan, 掛入對應樣品盤，回到Running Queue，關閉爐子，點擊綠色開始按鈕(Start)，開始測試。



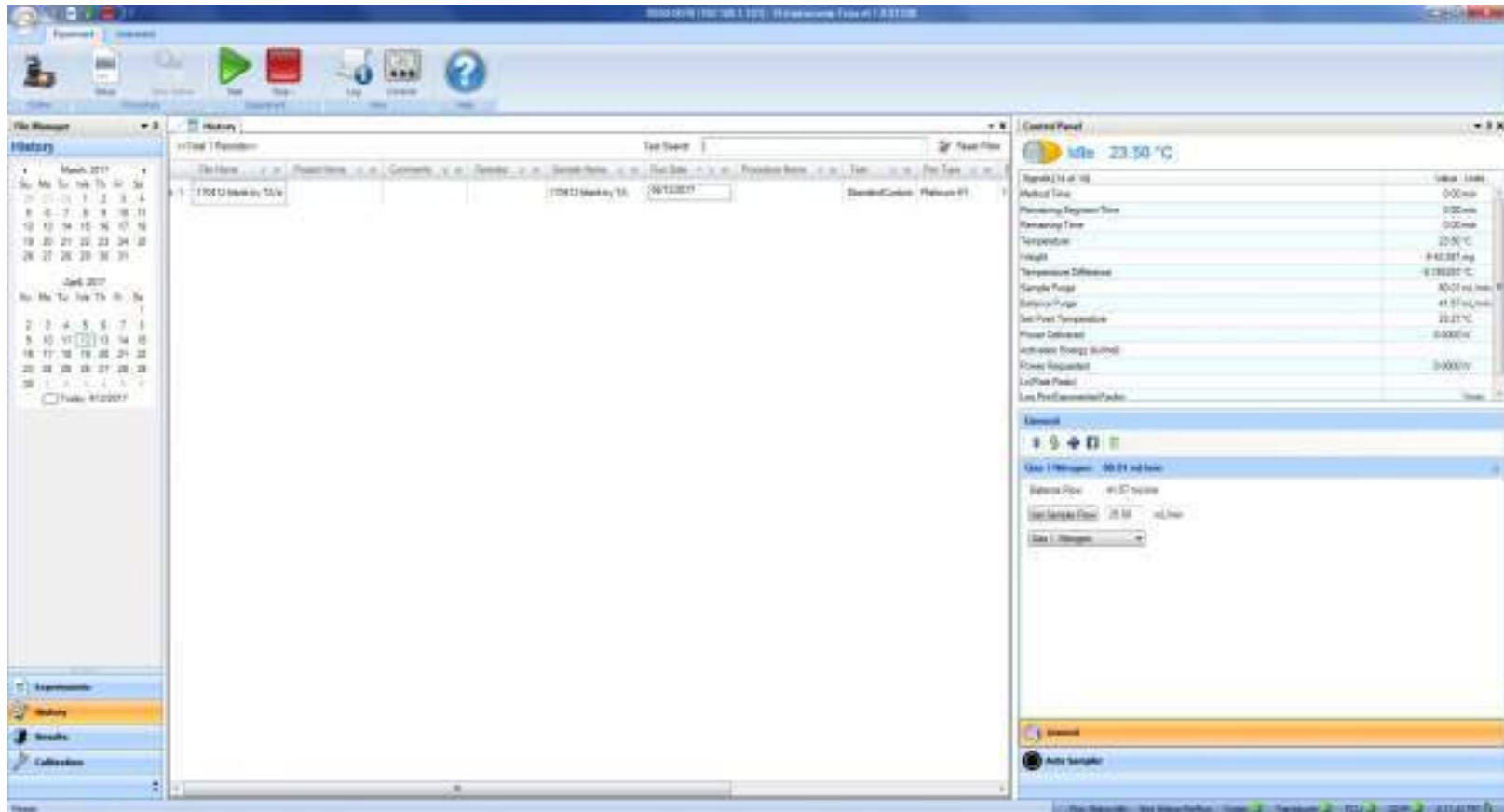
# 編輯一個實驗

- 實驗開始後，軟體即轉入到如下**Results**介面顯示目前測試結果。



# 編輯一個實驗

- 點擊**History**，顯示如下介面，在其中點擊日期，可以查之前所做的測試。

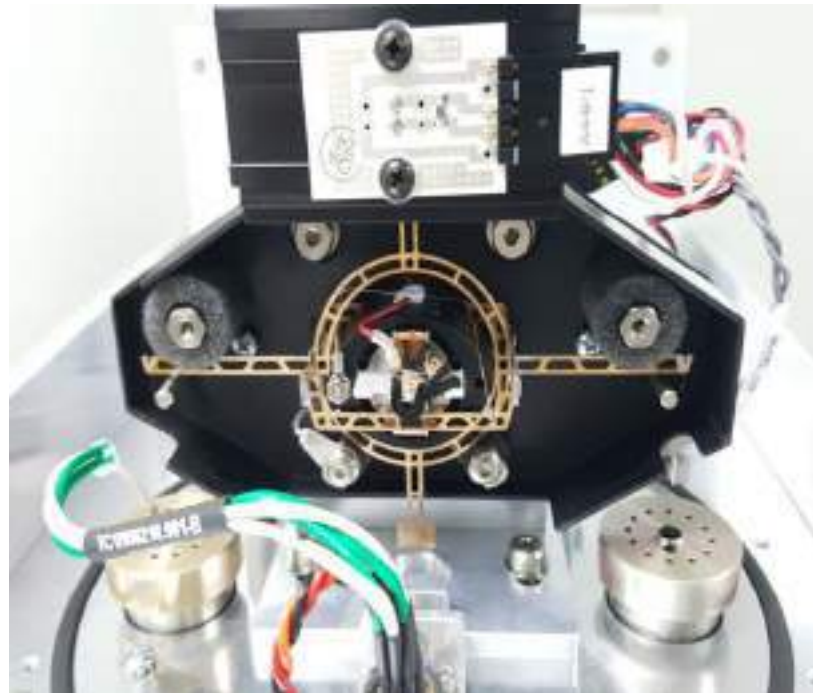


# TGA常見問題與維護



# 平時保養注意事項

- TGA常有問題的部分不外乎Furnace,Thermocouple,Balance,白金吊絲
- 白金掛勾彎曲可以拆下,使用兩片平板物品或是載玻片輕壓白金掛勾滾直
- 調整後的白金吊絲需做樣品盤的中心位子調整
- 標準爐氣體出口,常因樣品殘留物堵塞,建議定期拿棉花棒沾微濕的酒精清潔



# 平時保養注意事項

- TGA爐壁需定期清潔 並保持黃銅色般乾淨
- 爐子排氣出口的清潔, 並維持暢通
- 白金掛鉤的垂直性與調整TGA機台水平, 樣品盤需在爐口正中心



# 熱電偶和樣品盤

- TGA熱電偶主要材料是Pt, 有不少材料會對Pt損害。如果類似的樣品測試比較多，會引起熱電偶故障。熱電偶為消耗品，不在保固範圍。
- 下列物質將損壞白金：
  - 鹵素 ( $\text{Cl}_2$ ,  $\text{F}_2$ ,  $\text{Br}_2$ )，王水 $\text{Li}_2\text{CO}_3$  [ $\text{CO}_2$ 釋出之前]， $\text{SiC}$ ，[ $1000^\circ\text{C}$ 以上]
  - $\text{FeCl}_3$ ，Be合金 [在熔點以上即開始揮發]， $\text{HCl}$ 與氧化性物質（如鉻酸，錳酸鹽，三價鐵鹽，熔融鹽）混合，還原性氣氛，Pb, Zn, Sn, Ag, Au, Hg, Li, Na, K, Sb, Bi, Ni, Fe, steel, As, Si（形成合金），P, B, Se [ $320^\circ\text{C}$ 以上（建議在測試完成後立即冷卻並移去樣品，以防止硒的揮發）]，金屬氧化物與還原性物質，S（使坩堝表面粗糙），鹼金屬的氫氧化物，鹼金屬的碳酸鹽、硫酸鹽、氰化物以及鹼金屬繞丹寧酸 [較高溫度下]， $\text{KHSO}_4$  [較高溫度下]，碳黑或單體碳 [ $1000^\circ\text{C}$ 以上]， $\text{SiO}_2$  [還原性條件下]， $\text{HBr}$ ， $\text{KCN}$ 溶液 [較高溫度下]，耐高溫氧化物 [1000°C以上]

# 熱電偶和樣品盤

- 白金對下列物質不具備抵抗力：
  - $\text{KNO}_3$ 與 $\text{NaOH}$ 混合物 [700°C 無空氣存在情況下]
  - $\text{KOH}$ 與 $\text{K}_2\text{S}$  [700°C 無空氣存在情況下]
  - $\text{LiCl}$  [600°C 下]
  - $\text{Na}_2\text{O}_2$  [500°C 無空氣存在情況下]
  - $\text{MgCl}_2$ ,  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$  [700°C 下]
  - $\text{HBr}$ ,  $\text{HI}$ ,  $\text{H}_2\text{O}_2$  (30%) 與 $\text{HNO}_3$  [100°C 下]
  - $\text{KCl}$  (熔融過程中的分解產物具有破壞性。熔點：768°C)
- 白金對下列物質抵抗力有限：
  - $\text{KHF}_2$ ,  $\text{LiF}$ ,  $\text{NaCl}$  [900°C 下]
  - $\text{NaOH}$ 與 $\text{NaNO}_3$ 的混合物 [700°C 無空氣存在情況下]

# Heat Exchanger

- 如下圖，循環水槽(Heat Exchanger) 實驗開始或溫度較高時，自動啟動。
- 要定期檢查循環水槽中的水位，至少要滿於出水孔。
- 如果水質不清潔，需更換，更換水後，請添加儀器附贈的Conditioner。



# TGA儀器與電腦通訊故障

- TGA和電腦之間是通過網路線進行通訊協定，可直接設定固定IP或是使用路由器來做連線。
- 在未征得工程師同意情況下，請勿擅自更改儀器/電腦之間的通訊設定。

# Help 按鈕

- 點擊儀器主介面上的如下Help按鈕，即可彈出有關儀器詳細的線上說明，其中有關於儀器各方面詳細的介紹，如下圖，也可以點擊其中的Search按鈕，輸入相應的關鍵字，尋求說明：

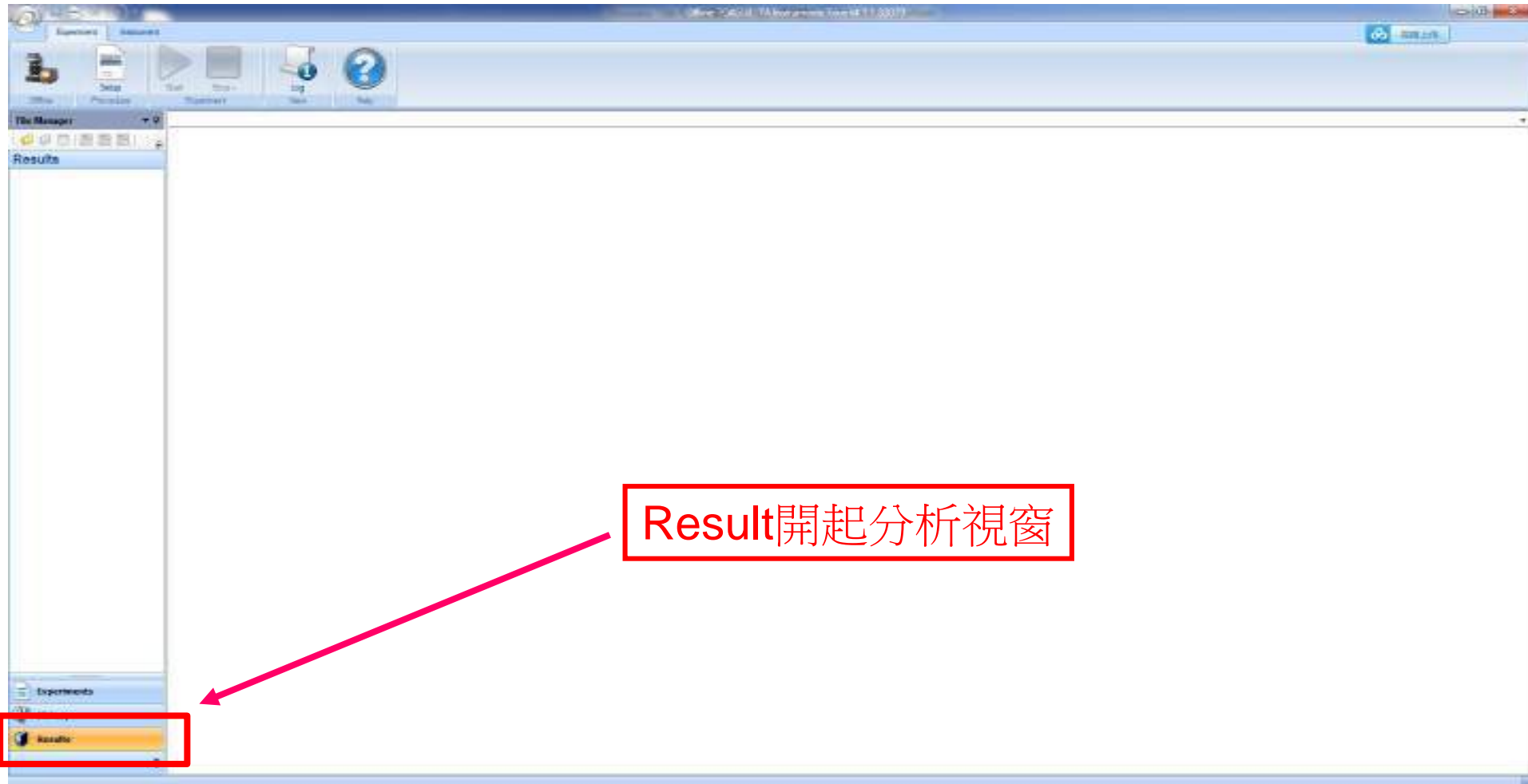




# 測試結果分析

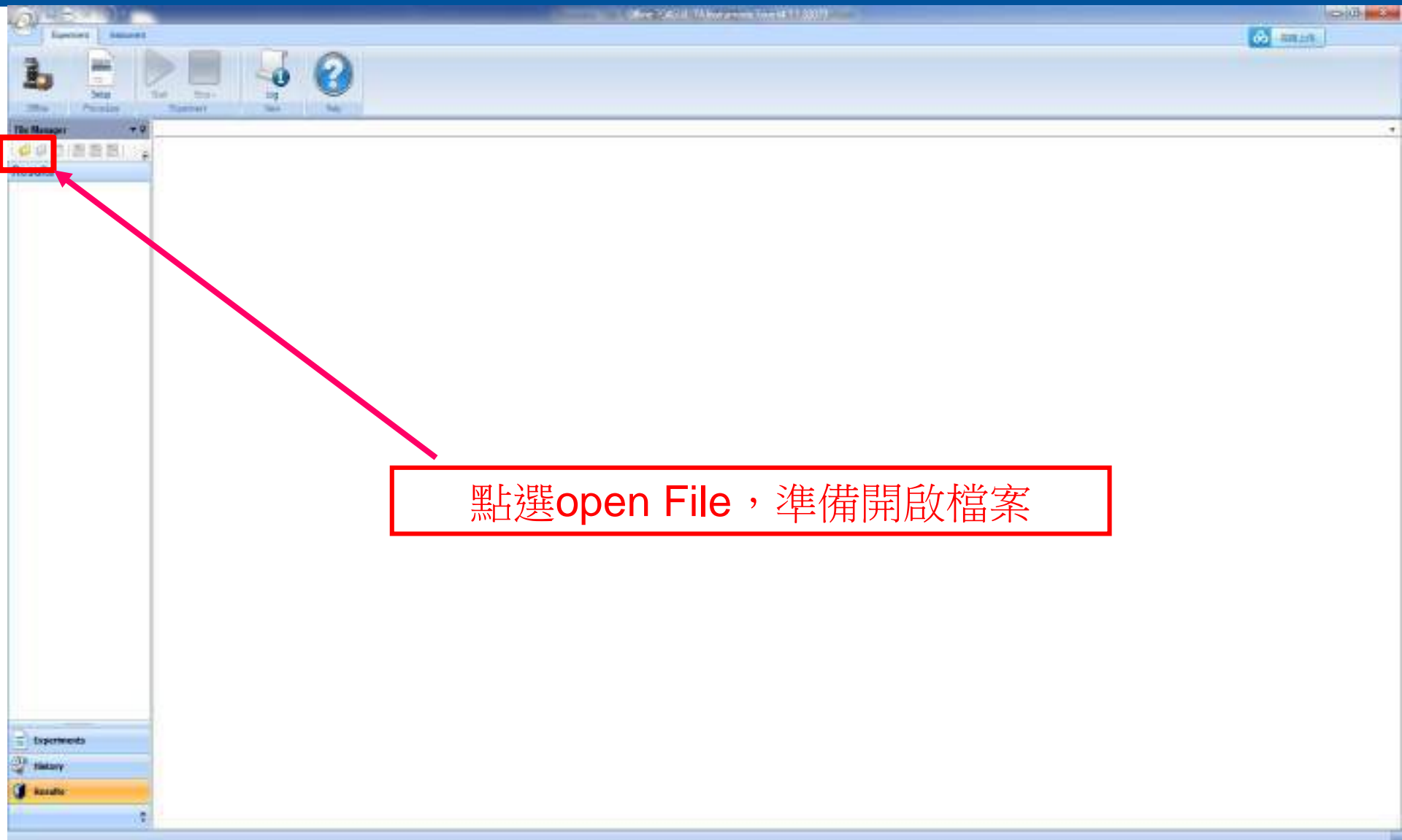
# 測試結果分析

- 打開TRIOS軟體後，在File Manager欄點擊Result，即進入結果分析介面：



Result開起分析視窗

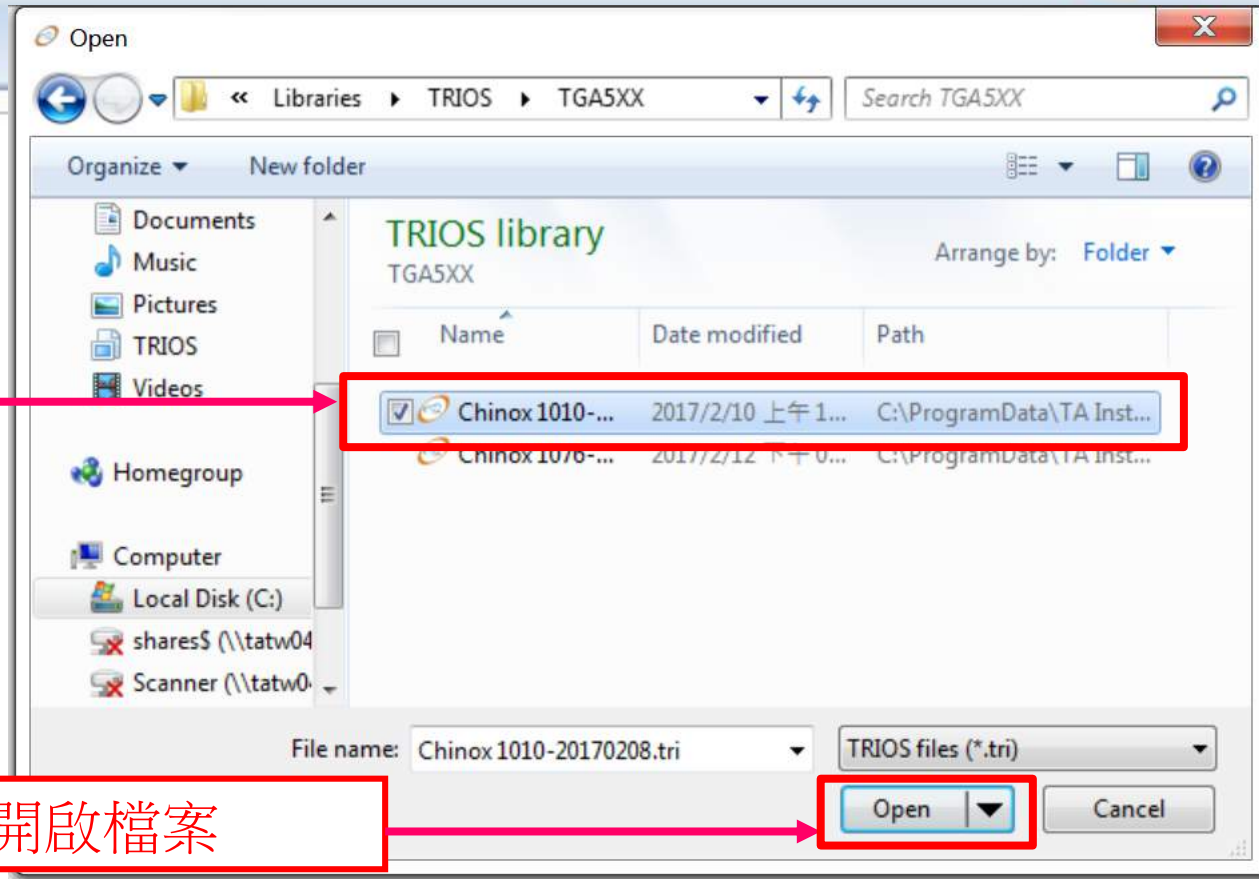
# 測試結果分析



點選open File，準備開啟檔案

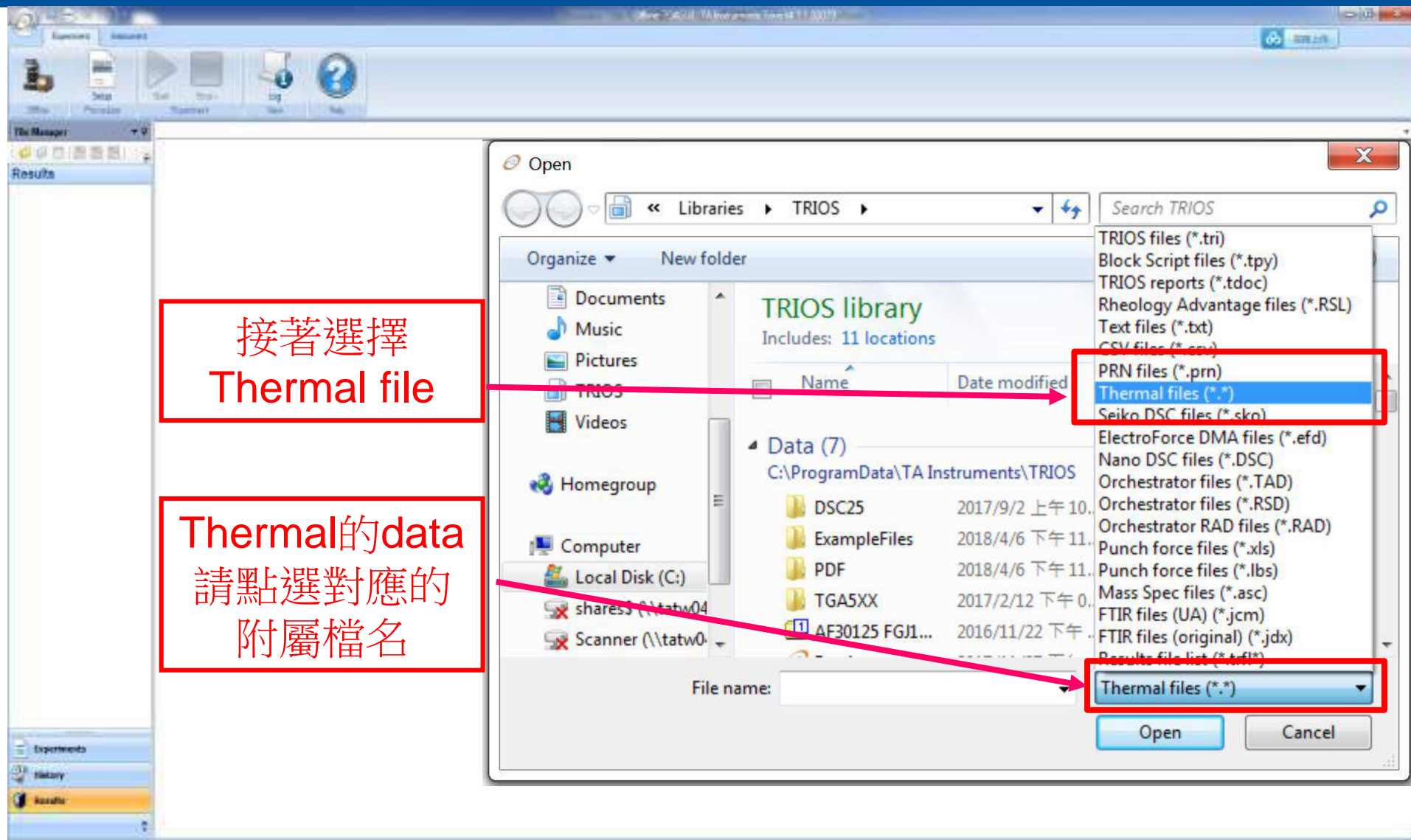
# 測試結果分析

選擇已儲存  
data準備開啟  
檔案



點選open File，開啟檔案

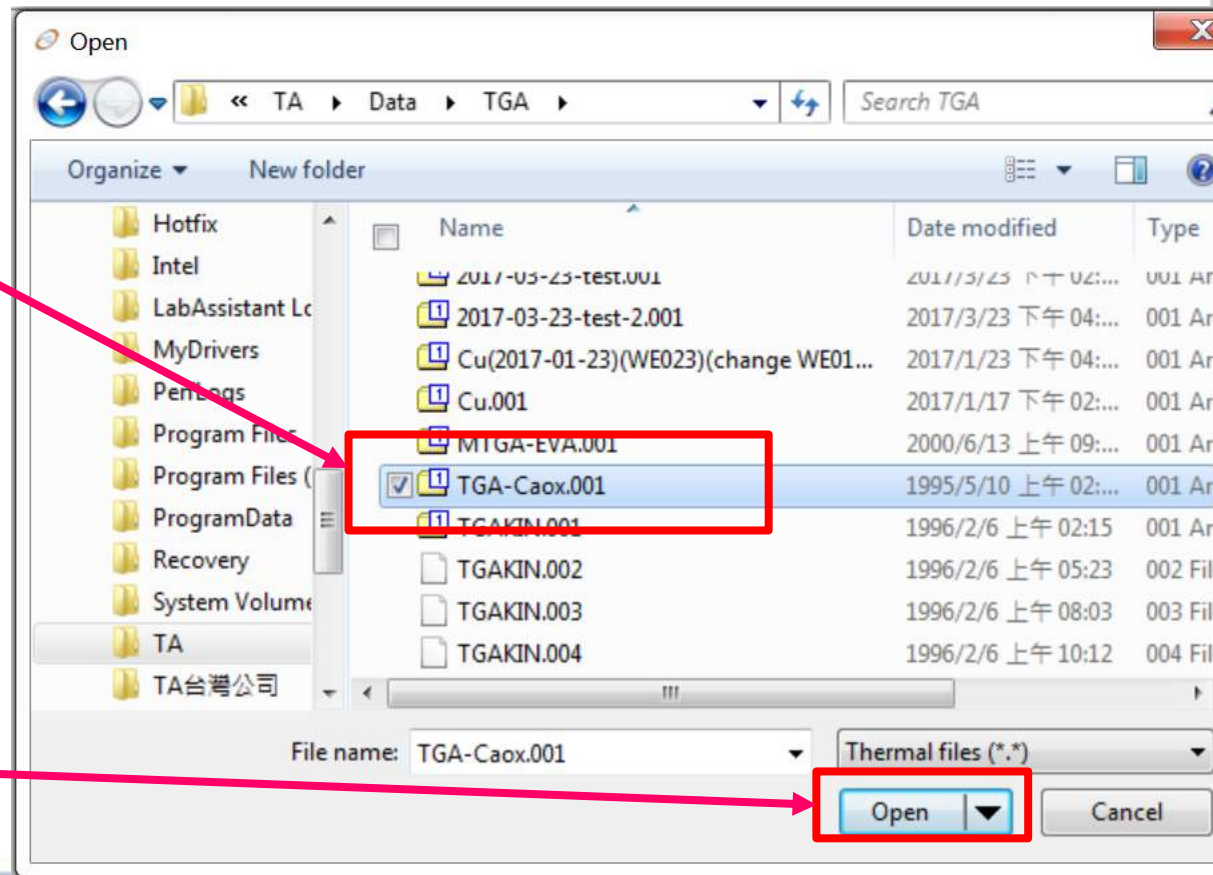
# 測試結果分析



# 測試結果分析

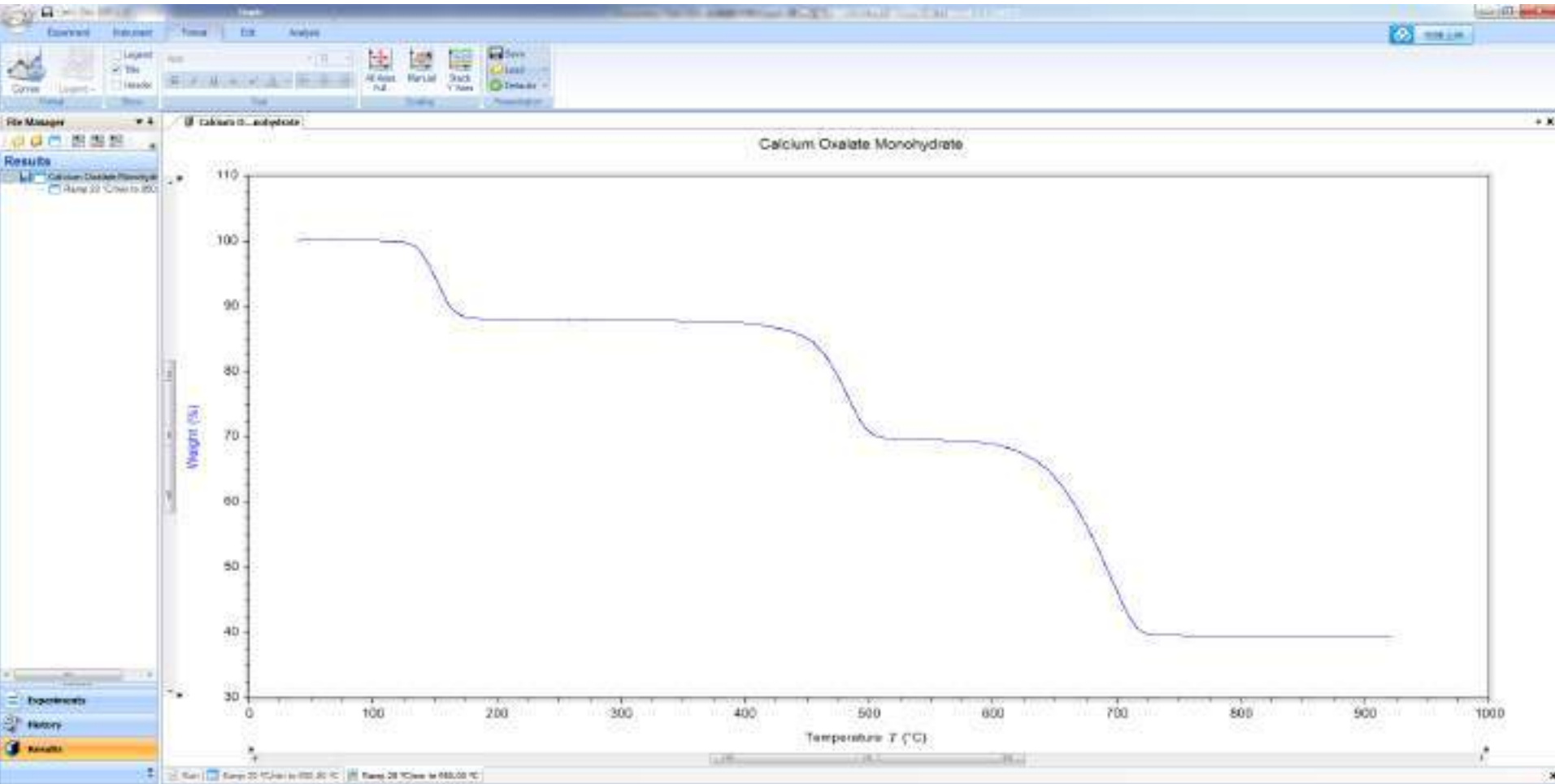
接著選擇  
Thermal data

點選open File  
，開啟檔案



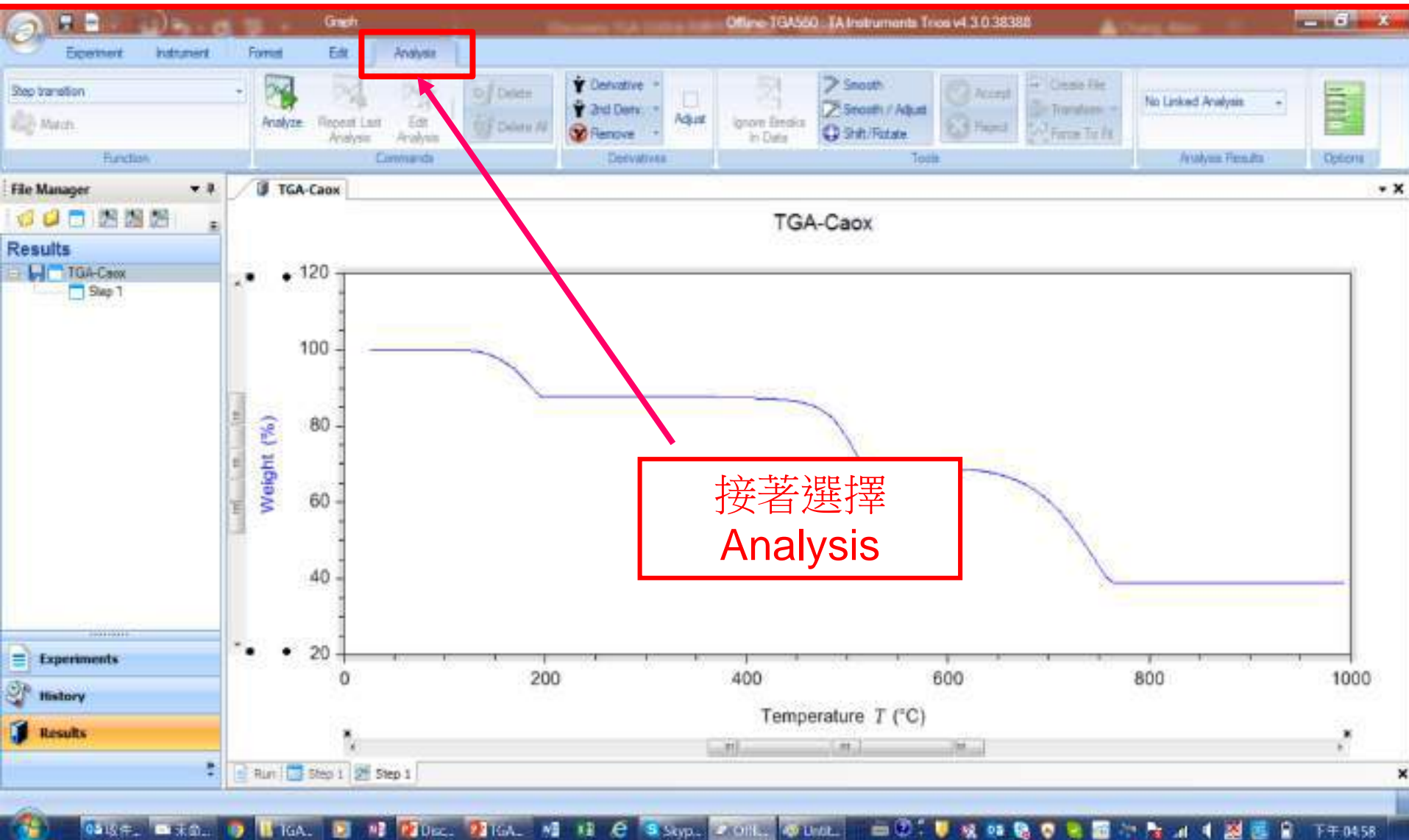
# 測試結果分析

- 接著圖檔就會完全開起，準備進入各種分析數據功能。

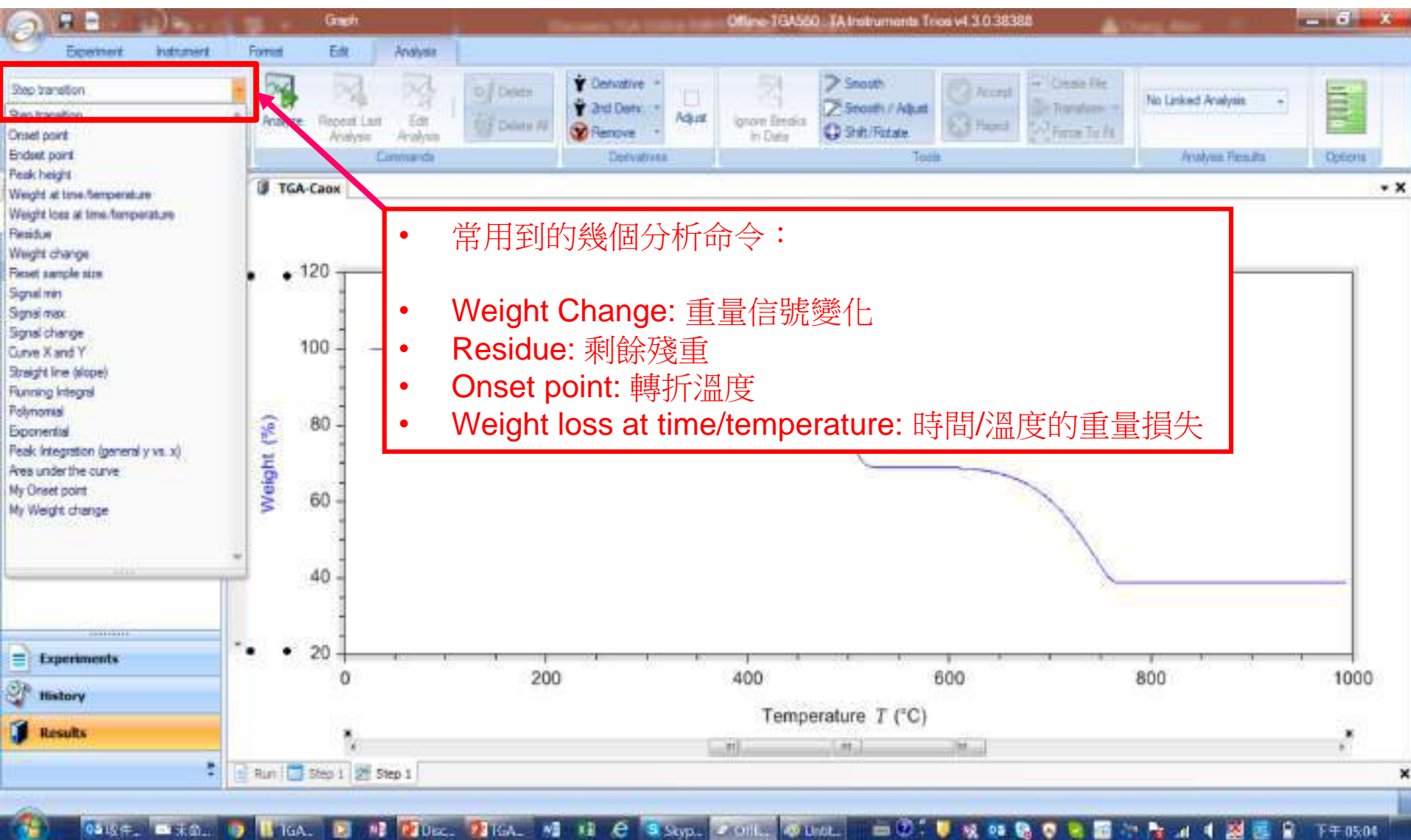




# 測試結果分析

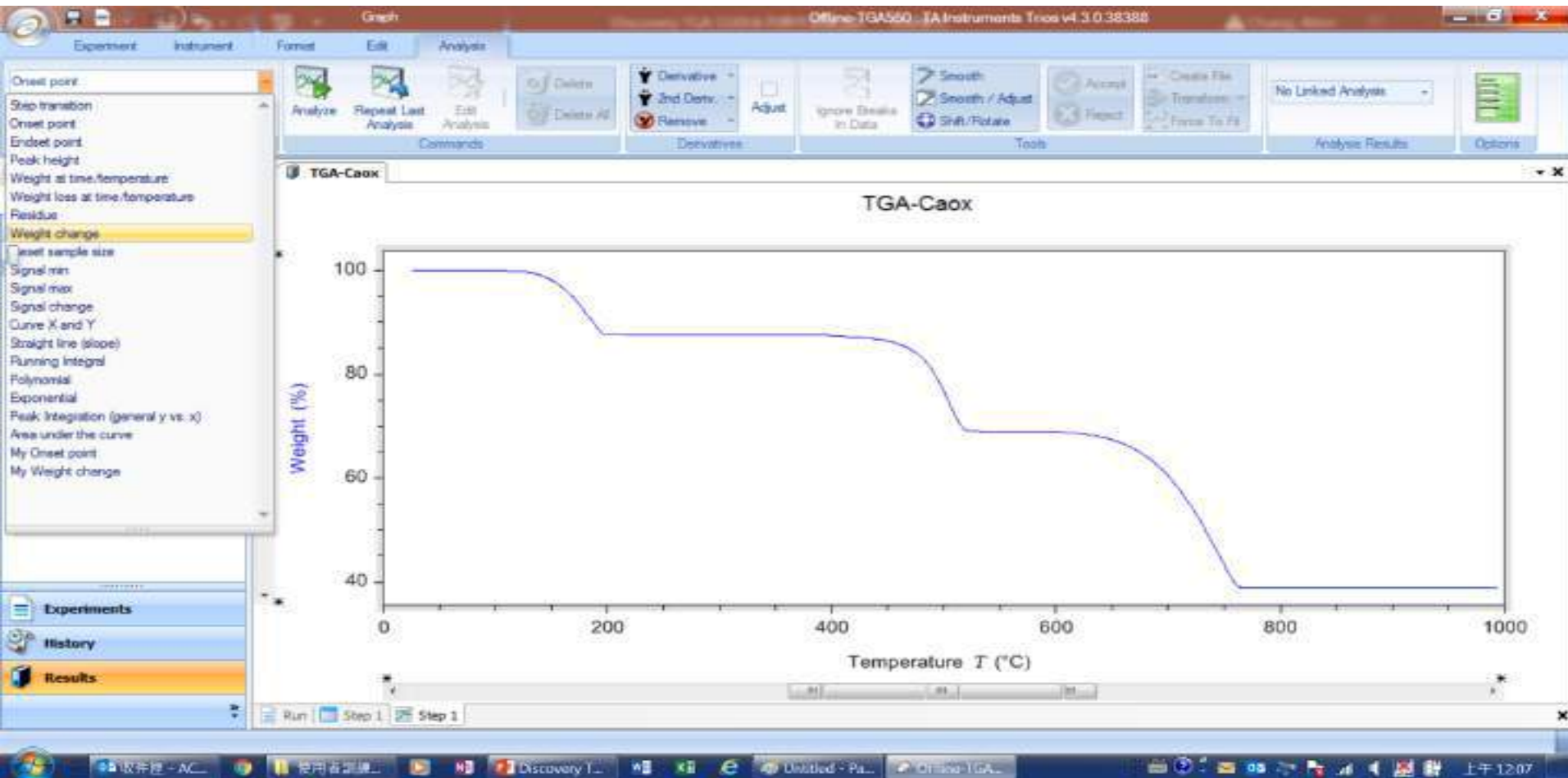


# 測試結果分析



# 測試結果分析

- 點擊Analysis選項，並且在分析命令下拉式功能表中選擇需要的功能，此次以Weight change做範例說明。

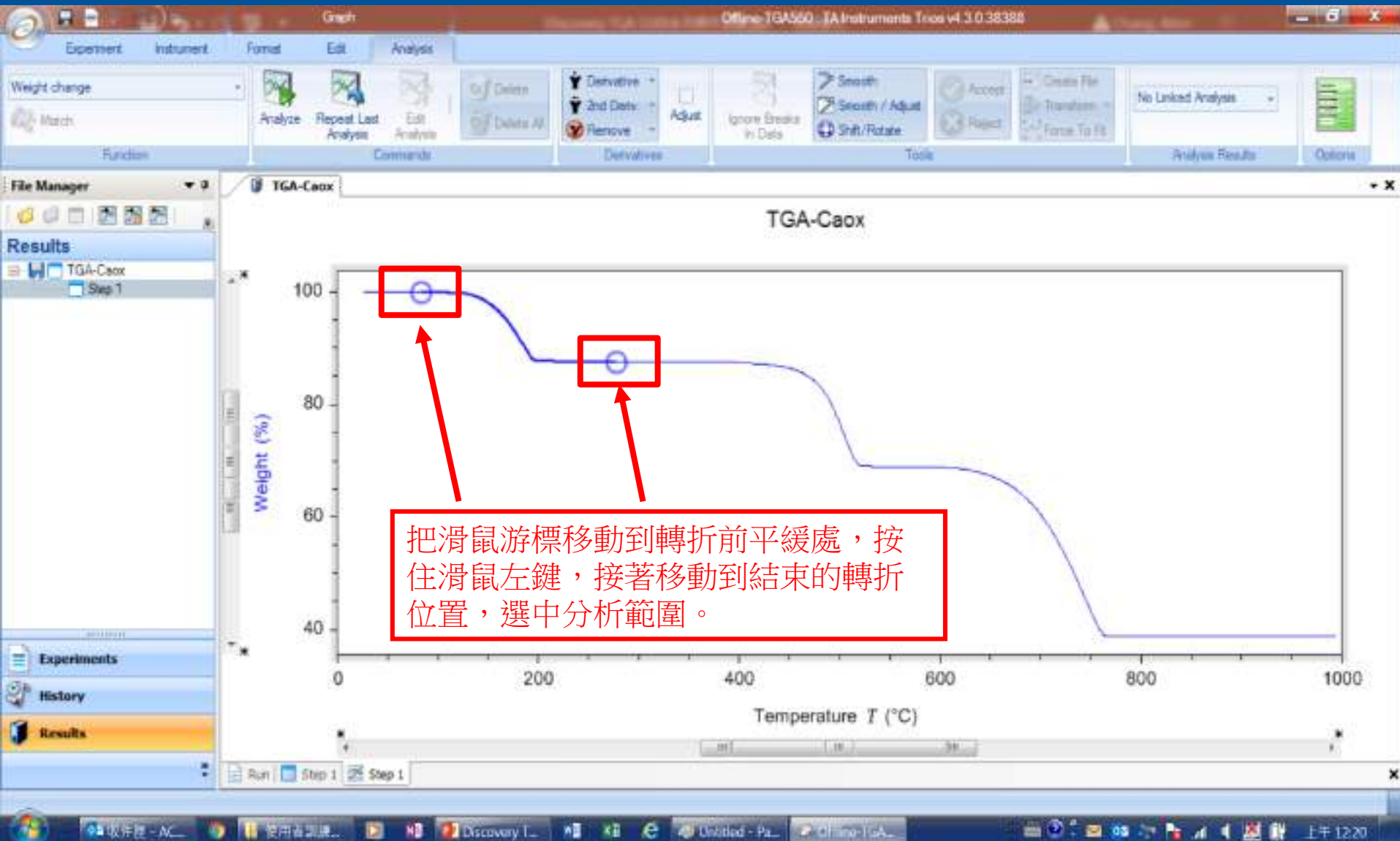


# 測試結果分析

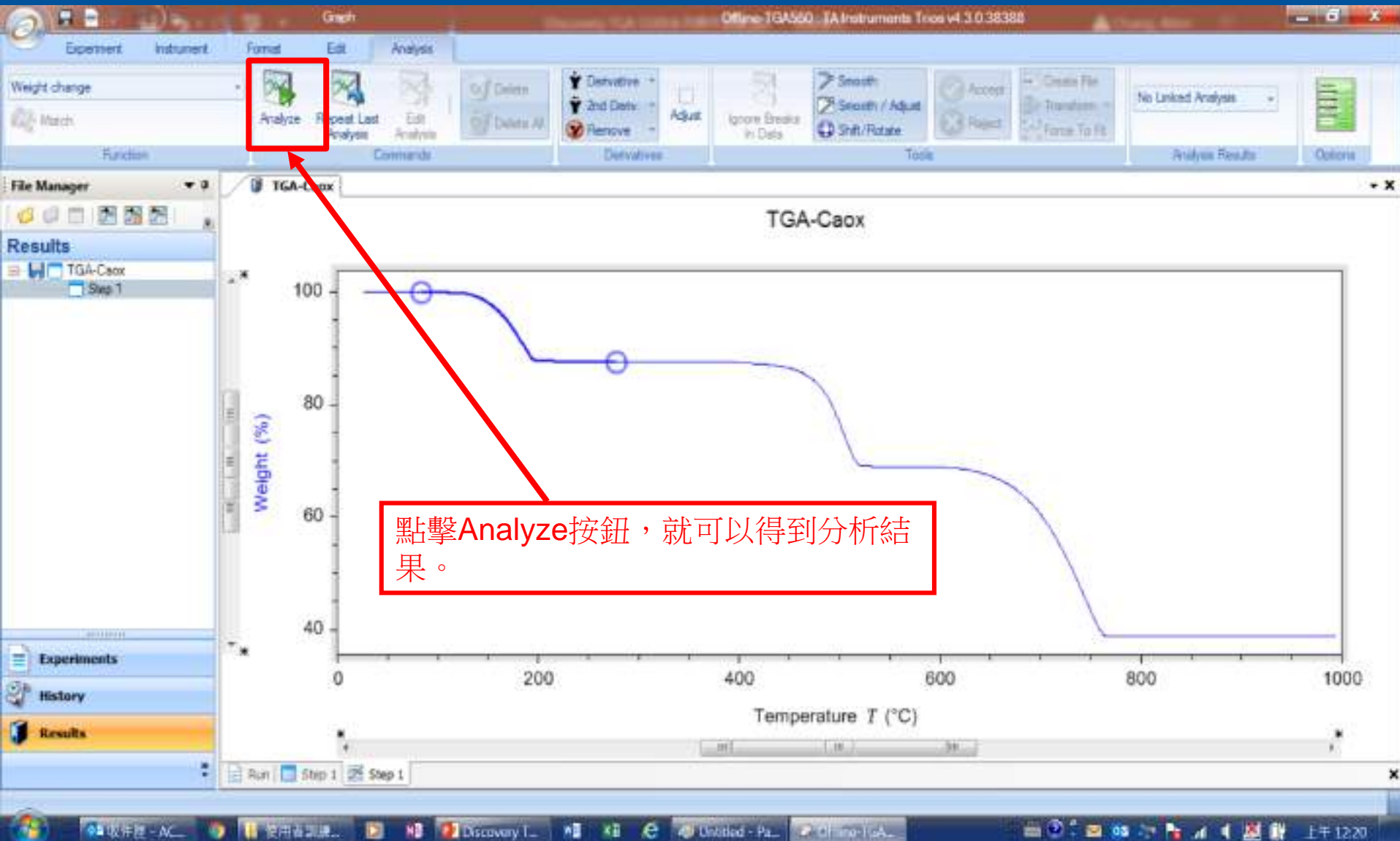




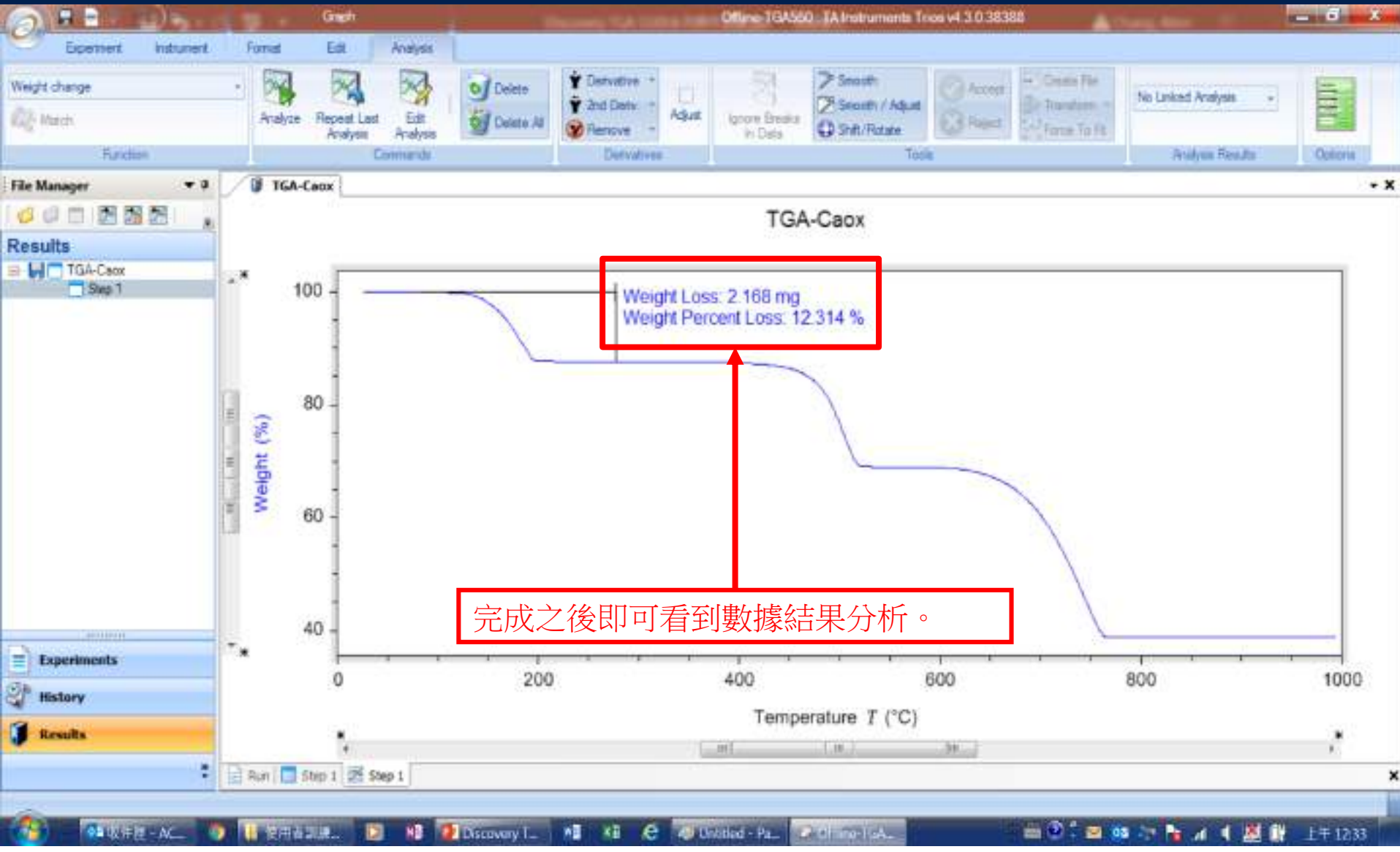
# 測試結果分析



# 測試結果分析

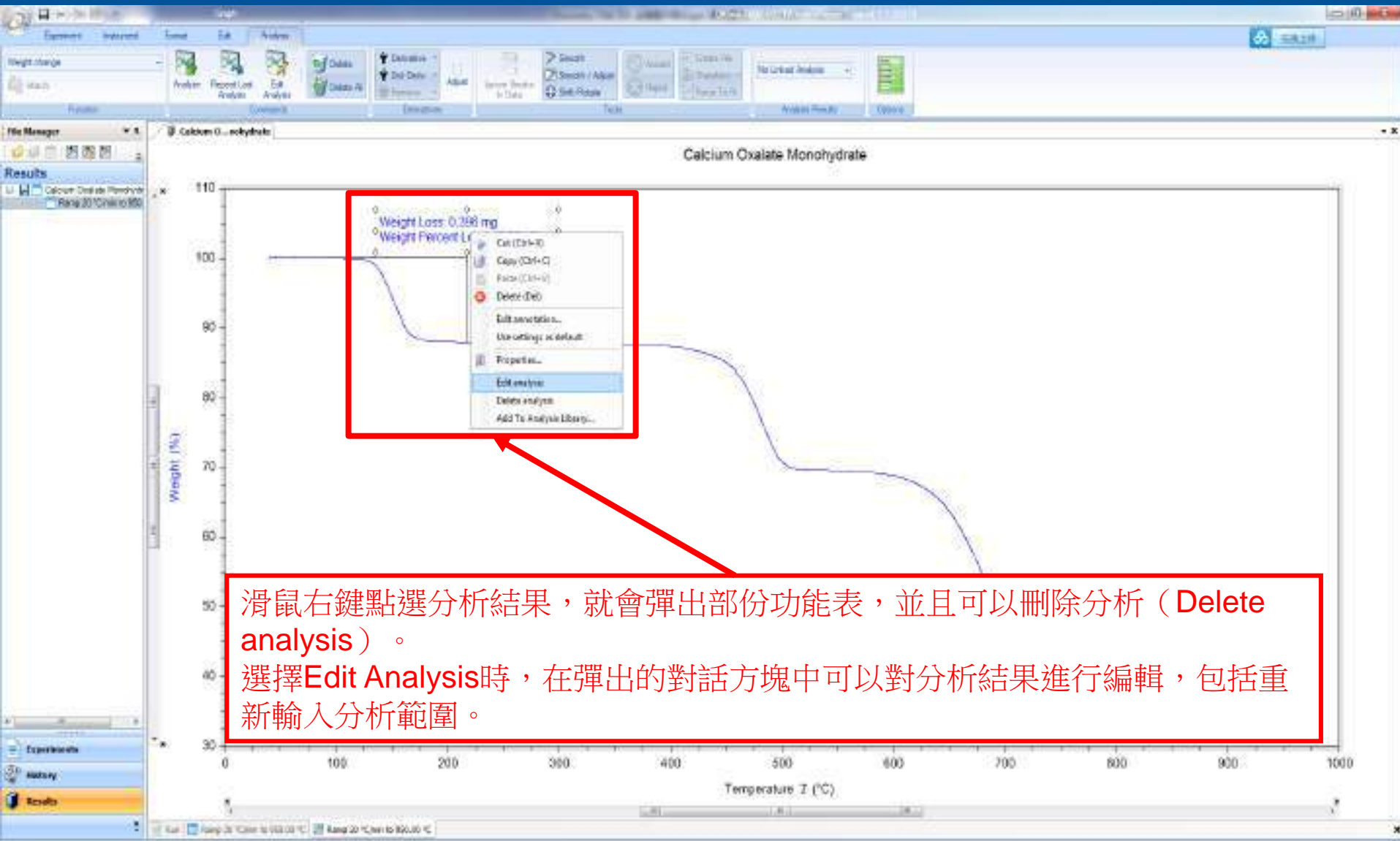


# 測試結果分析



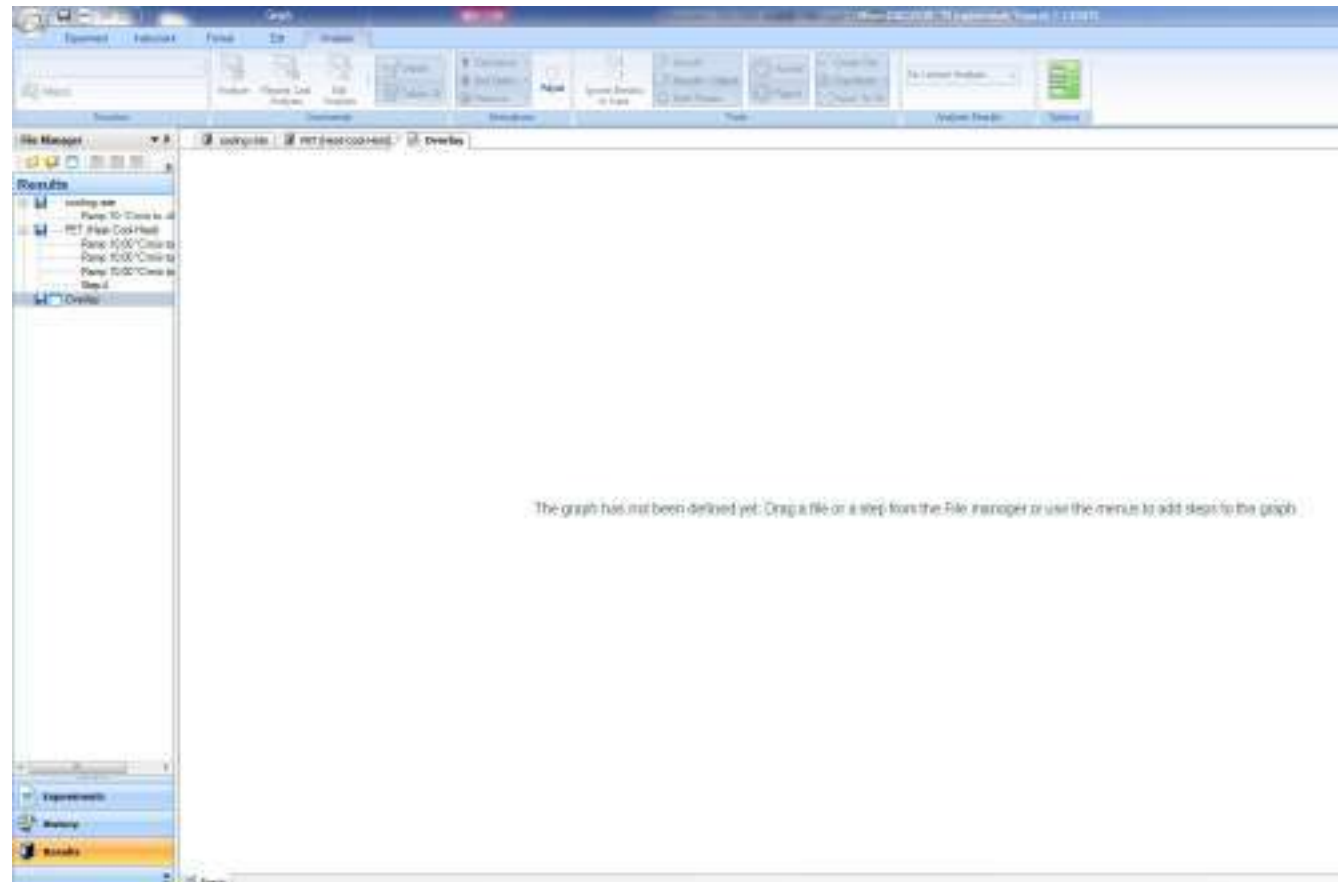


# 測試結果分析



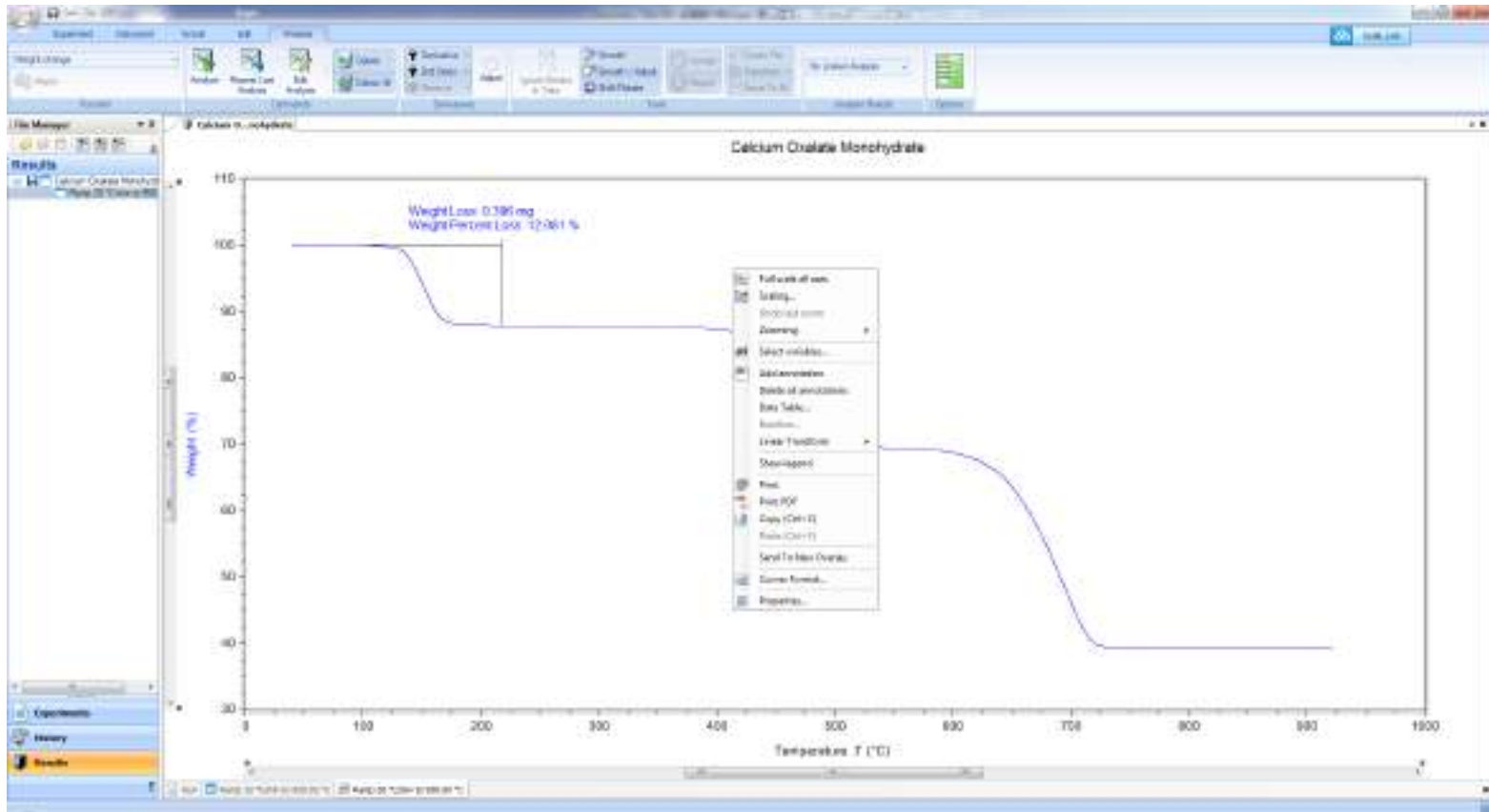
# 測試結果分析

- 如需將多次測試的結果重疊，打開需要重疊的檔，在左邊Results框的空白處，按一下滑鼠右鍵，選擇New overlay document, 生成一個新的overlay檔，如下右圖，將需要重疊的試驗步驟滑鼠左鍵拖到右邊空白處，編輯完成後，滑鼠按右鍵overlay名稱，選擇save即可保存。



# 測試結果分析

- 在圖形空白處，按一下滑鼠右鍵，在彈出的功能表中，可以選擇坐標軸參數 (Select Variables), 輸出pdf文檔(Print PDF), 或直接複製(COPY)。



# TGA常用消耗品

# TGA常用消耗品-掛絲

- 白金吊絲，如下兩個部件號，第一個是樣品端用，第二個是TARE端用。
  -

956327.901	Sample hang-down wire
956328.901	Tare hang-down wire

# TGA常用消耗品-樣品盤

- 樣品盤，常用樣品盤零件編號如下：

957207.903	50- $\mu$ L platinum sample pans (package of 3)
957207.904	100- $\mu$ L platinum sample pans (package of 3)
957387.901	50- $\mu$ L platinum-HT sample pans (package of 3)
957387.902	100- $\mu$ L platinum-HT sample pans (package of 3)
957329.903	100- $\mu$ L ceramic sample pans (package of 3)
957329.904	250- $\mu$ L ceramic sample pans (package of 3)

# 現場TGA操作問題 Q & A



# TA Taiwan 維修人員

- 北區維修:

張永威

- 手機 0972-633337
- E-mail [AChang@tainstruments.com](mailto:AChang@tainstruments.com)

- 中區維修:

張瑞銓

- 手機 0972-633336
- E-mail [RChang@tainstruments.com](mailto:RChang@tainstruments.com)

- 南區維修:

- 程鈴雄

- 手機 0972-633338
- E-mail [SCheng@tainstruments.com](mailto:SCheng@tainstruments.com)

Thank You

TA Instruments

The World Leader in  
Thermal Analysis, Rheology,  
and Microcalorimetry

[www.tainstruments.com](http://www.tainstruments.com)

