



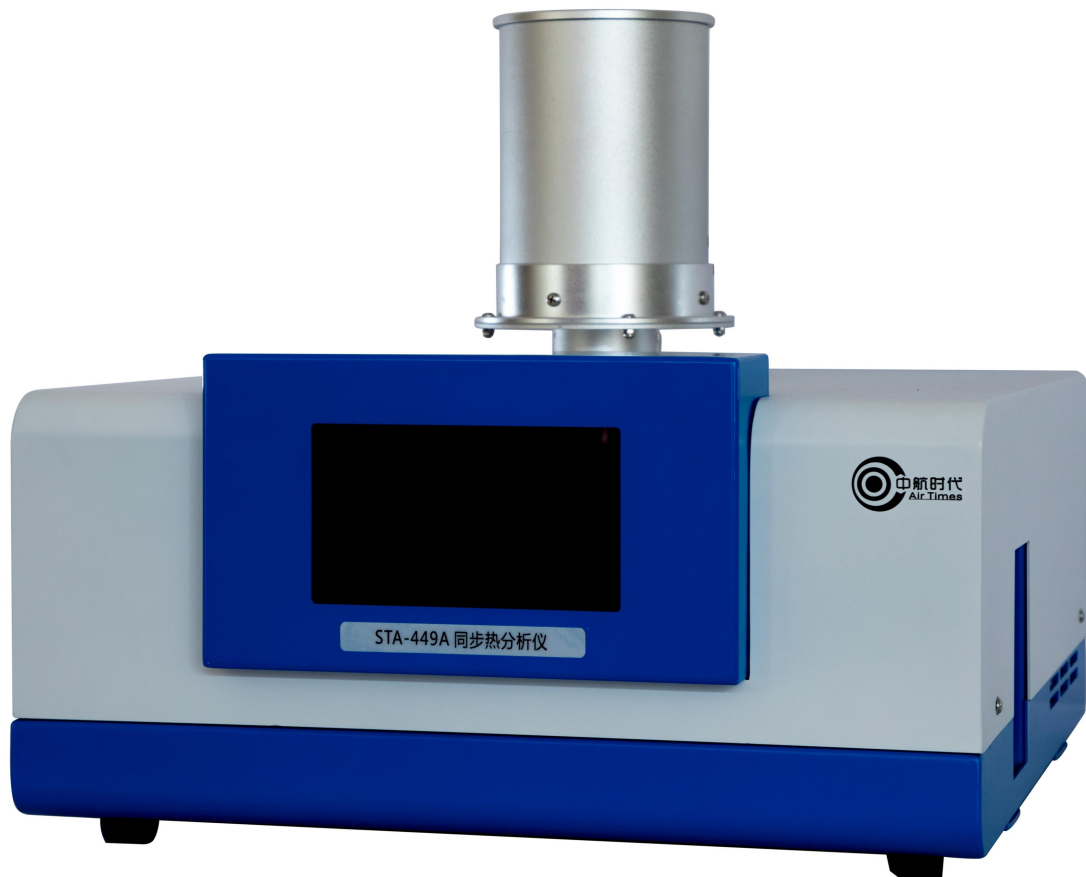
中航时代  
Air Times

北京中航时代仪器设备有限公司 倍受信赖的材料试验机制造商

400-166-9267 www.zhonghang17.com



# STA 系列同步热分析仪



## 1、概述

热失重法 (TGA) 是在程序控制温度下测量物质质量与温度关系的一种技术, 物质受热时, 发生物理变化和化学变化, 质量也随之改变。

测试过程伴有热效应产生, 即: 放热和吸热现象, 这种现象反映了物质热焓发生的变化 (DSC)。

DSC 是测定在同一受热条件下, 试样与参比物之间温差对温度或时间的函数关系。

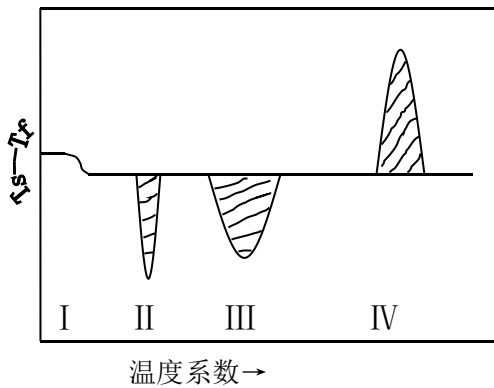
STA 同步热分析仪, 是综合研究上述变化之间的函数关系的仪器。

关于 DSC:

将试样和参比物分别放入坩埚, 置于炉中按预定程序加热, 改变试样和参比物的温度。若参比物和试样的热容相同, 试样又无热效应时, 则二者的温差近乎为“零”, 此时

得到一条平滑的曲线。随着温度的增加，试样产生了热效应，而参比物未产生热效应，二者之间就产生了温差，在 DSC 曲线中表现为峰，温差越大，峰也越大，温差变化次数越多，峰的数目也越多。峰顶向上的峰称为放热峰，峰顶向下的峰称为吸热峰。

下图为典型的 DSC 曲线，图中表现出四种类型的转变：



I 为一级转变，是水平基线的改变

II 为吸热峰，是由试样的熔融或熔化转变引起的

III 为吸热峰，是由试样的分解或裂解反应引起的

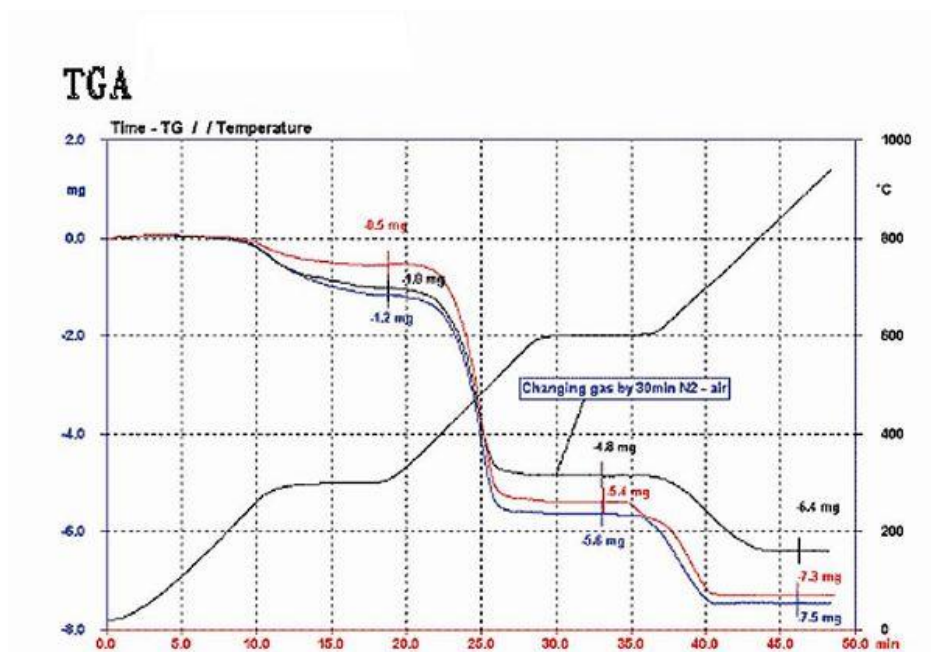
IV 为放热峰，是由于试样的结晶相变的反应引起的

典型的 DSC 曲线

关于 TGA：

可以根据需要进行 TGA 测试，下图体现了：

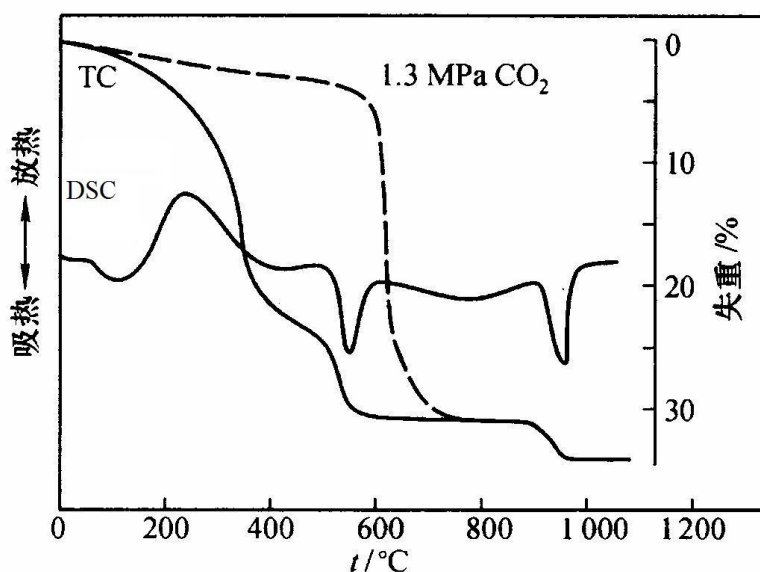
试样的热重、时间、温度之间的关系



TGA/DSC

下图体现了：

试样的热重 (TGA)、热焓变化 (DSC)、时间、温度之间的关系



## 2、仪器技术指标

| 型号     | STA-449A               | STA-449B |
|--------|------------------------|----------|
| 显示方式   | 24bit 色, 7 寸 LCD 触摸屏显示 |          |
| TG 量程  | 1mg ~ 3g, 可扩展至 30g     |          |
| TG 精度  | 0.01mg                 |          |
| 温度范围   | 室温~1250℃               | 室温~1550℃ |
| 温度分辨率  | 0.01℃                  |          |
| 温度波动   | ±0.1 ℃                 |          |
| 温度精度   | ± 1 ℃                  |          |
| 温度重复性  | ±0.1 ℃                 |          |
| 升温速率   | 0.1 ~ 100℃/min         |          |
| 控温方式   | 升温, 恒温, 降温 (全自动程序控制)   |          |
| 程序控制   | 可实现四段升温控制, 特殊参数可定制     |          |
| 曲线扫描   | 升温扫描                   |          |
| 气氛控制气体 | 两路自动切换 (仪器自动切换)        |          |
| 气体流量   | 0-200mL/min            |          |
| 气体压力   | ≤0.5MPa                |          |
| 恒温时间   | 0 ~ 300min 可任意设定       |          |
| 数据接口   | 标准 USB 接口              |          |
| 工作电源   | AC220V/50Hz            |          |

### 3、仪器工作环境

电源 AC220V±10V ≤10A

环境温度 20~28℃

安放仪器的工作台桌面平整。周边无大型机械，或其它震动源。

本仪器高度精密，整个实验过程（约一个小时）实验室的温度波动应小于 2 摄氏度。

可在实验前 3 小时，关闭实验室门窗，控制实验室温度。

仪器应在实验前半小时打开电源。

仪器应远离加热器，远离空调机出风口。

### 4、仪器安装

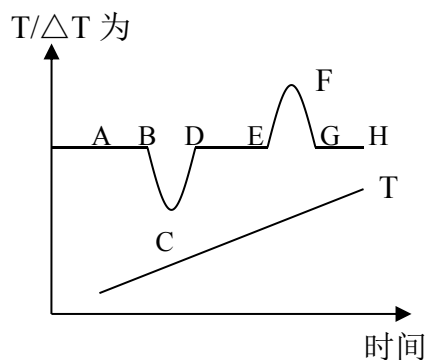
根据装箱清单检查仪器部件是否齐全

仪器平放在工作台上，联接电源线、信号线

安放仪器的工作台桌面平整

### 5、实验原理

试样与参比物放入坩埚后，按设定的速率升温，如果参比物和试样热容大致相同，就能得到理想的扫描量热分析图。



图中 T 是由插在参比物的热电偶所反映的温度曲线。AH 线反应试样与参比物间的温差曲线。如试样无热效应发生，那试样与参比物间  $\Delta T=0$ ，在曲线上 AB、DE、GH 是平滑的基线。当有热效应发生而使试样的温度低于参比物，则出现如 BCD 顶峰向下的吸热峰。反之，则出现顶峰向上的 EFG 放热峰。

图中峰的数目多少、位置、峰面积、方向、高度、宽度、对称性反映了试样在所测温度范围内所发生的物理变化和化学变化的次数、发生转变的温度范围、热效应大小和正负。峰的高度、宽度、对称性除与测试条件有关外还与样品变化过程中的动力学因素有关，所测得的结果比理想曲线复杂得多。

### 6、仪器界面

6.1 “初始状态”键，用来查看环境温度、样品温度等信息。



6.2 “参数设置”键，用来设置实验参数，一般在软件上设置。



6.3 “设备信息”键，显示设备信息。



6.4 “开始运行”键，在电脑软件上操作开始后，显示当前数据信息。

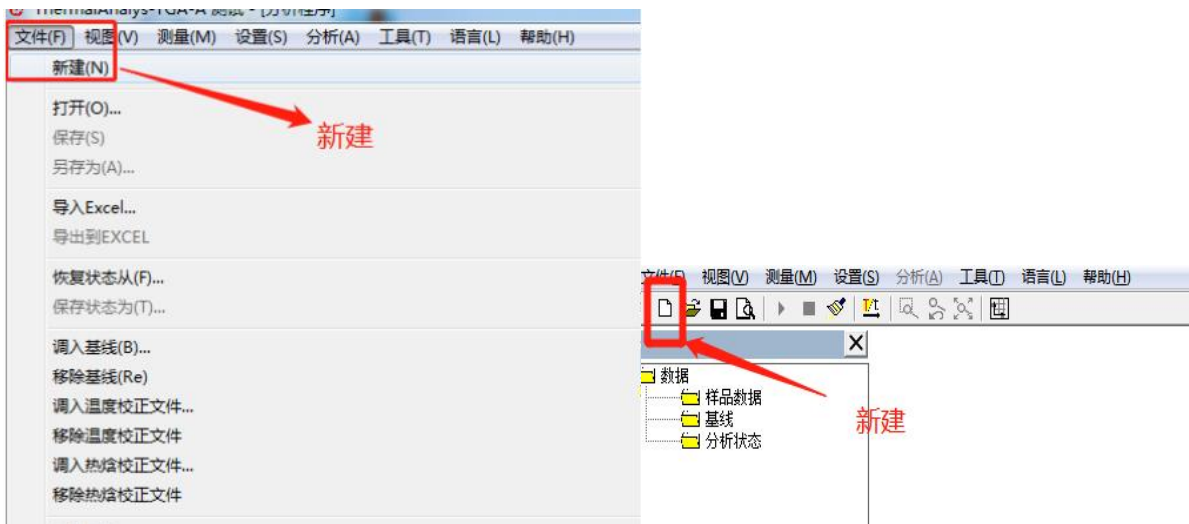


## 7、实验操作步骤

1. 连接好电源线，USB线和需要的气体后开机显示如图：开机预热30分钟，稳定后，如TG质量显示不是0，可以按TG清零。如图



2. 30 分钟之后，打开软件，选择【文件】，点击【新建】，或者任务栏的【新建】快捷键，填写【样品名称】，【空坩埚质量】，选择【坩埚类型】、【气氛】。实验样品名称不要重复，防止覆盖掉上一次的实验数据。如下图：



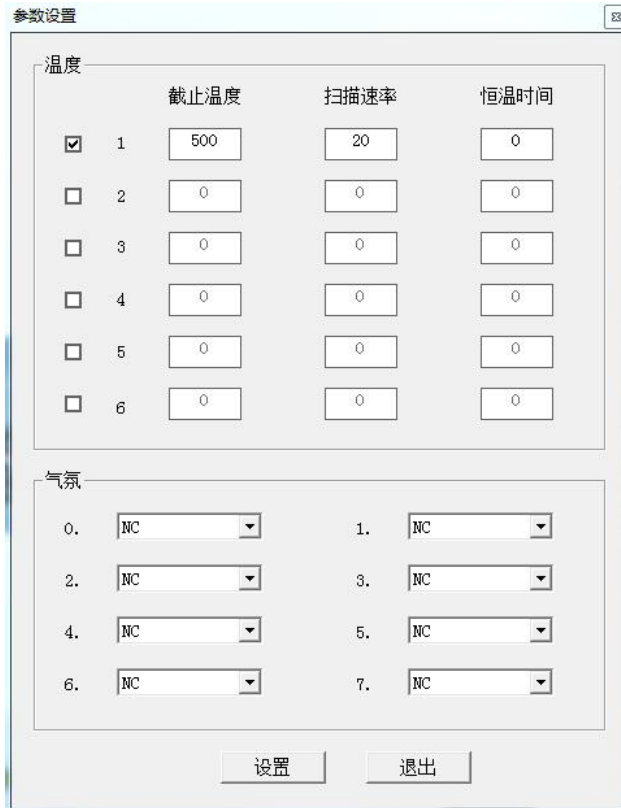
|       |                          |   |                         |
|-------|--------------------------|---|-------------------------|
| 实验室:  | <input type="text"/>     | 样品名称:   | <input type="text"/>    |
| 实验人员: | <input type="text"/>     | 坩埚质量:   | <input type="text"/> mg |
| 日期:   | 2021/4/12 10:34:25       | 坩埚类型:   | 陶瓷坩埚                    |
| 备注:   | <input type="text"/>     | 气氛:   | 空气                      |
| 测量类型: | <input type="radio"/> 样品 | 提示:   |                         |
|       |                          | <input type="button" value="连接仪器"/> <input type="button" value="继续"/> <input type="button" value="取消"/> |                         |

3. 将 2 个空坩埚分别放在样品托盘上;待质量稳定后, 把界面显示的质量填入到软件上“坩埚质量”, 点击【连接仪器】; 如上图

4. 取出托盘右边的坩埚, 放入样品后再放在托盘上;

5. 盖上炉体盖, 先盖内部陶瓷盖, 再盖上金属盖;

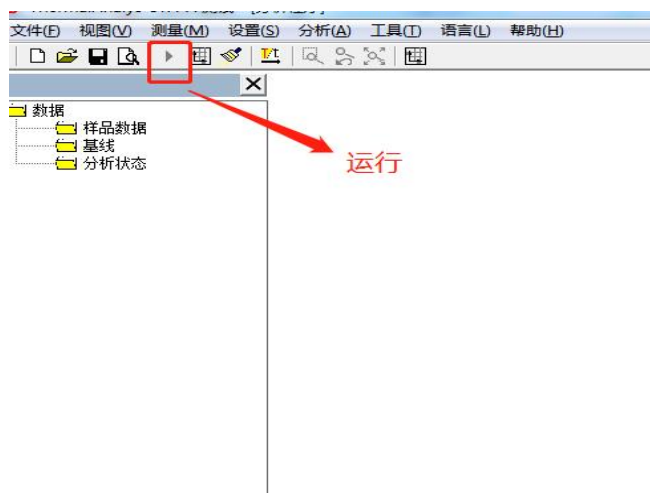
6. 点击【继续】进入-----“参数设置”, 可分段设置温度; 如下图



注意: 为了保护仪器使用寿命, 不建议长期设置 1000℃ 高温。

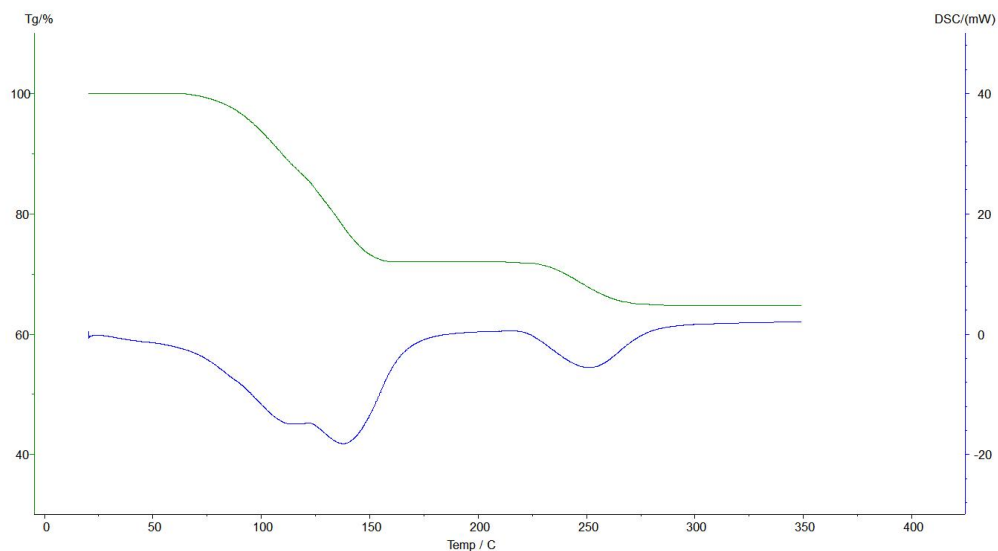
7. 所需参数设置完成, 点击上图的【设置】键, 同时 TG 质量稳定后点击软件上【运行】

键 , 如下图:

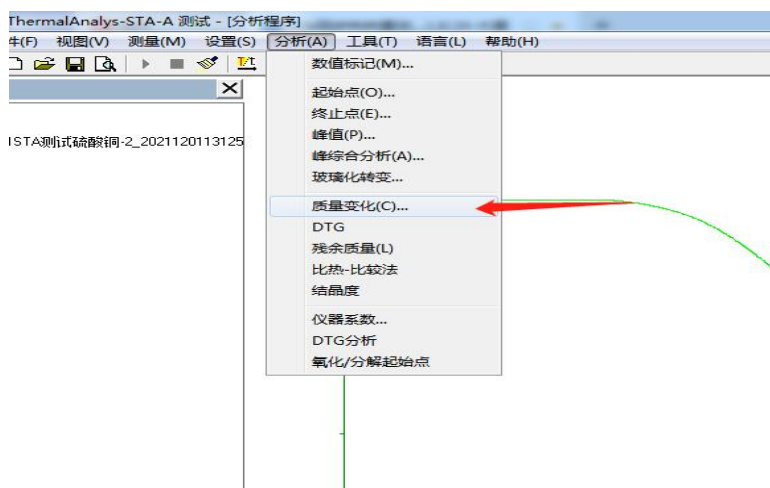


8. 到达设置温度, 仪器自动停止, 出现下图, 绿色为 TG 质量线, 蓝色为 DSC 曲线。横坐标为温度、左侧纵坐标为质量坐标、右侧纵坐标为 DSC 坐标 (坐标大小在设置里选择可调坐标轴选择合适的区间) 实验结束, 保存数据, 通过软件进行实验数据分析计算。

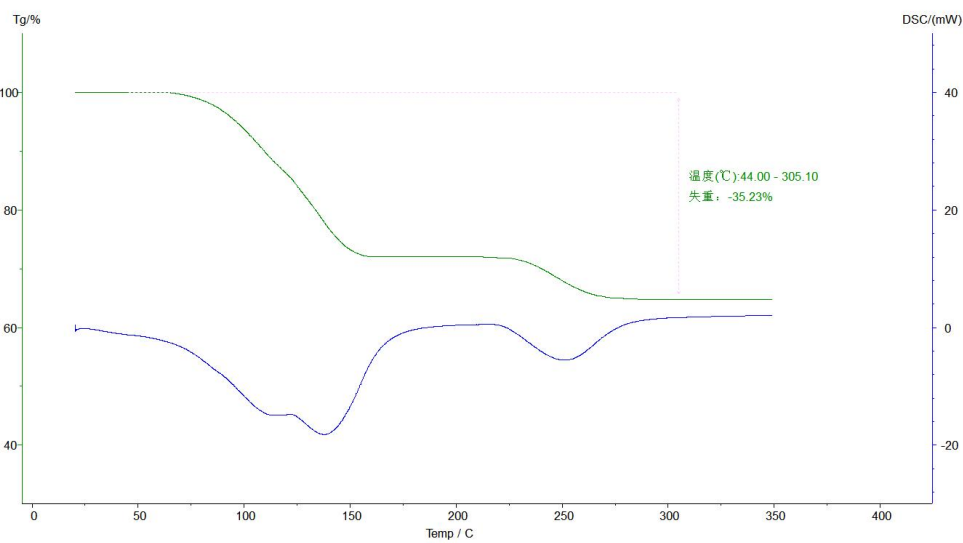
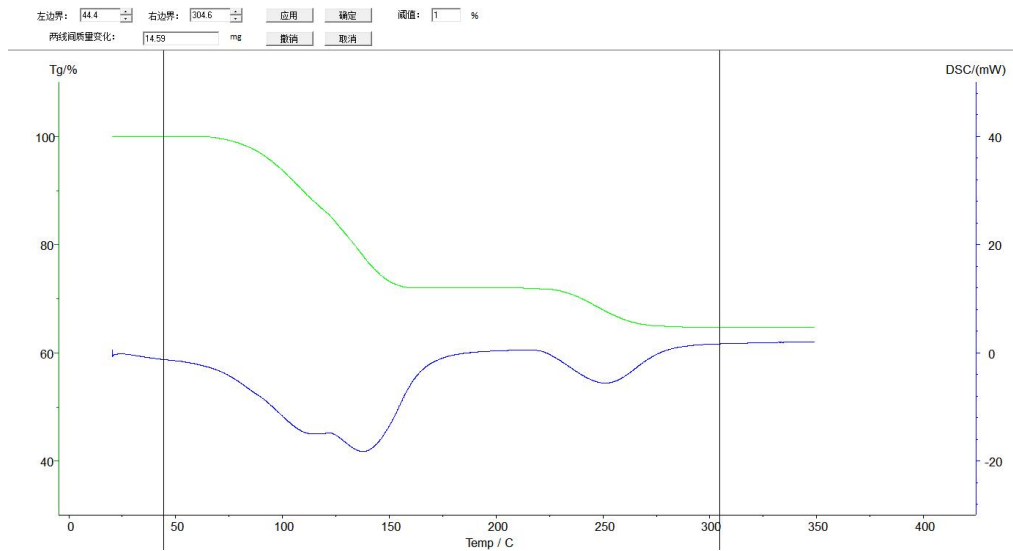




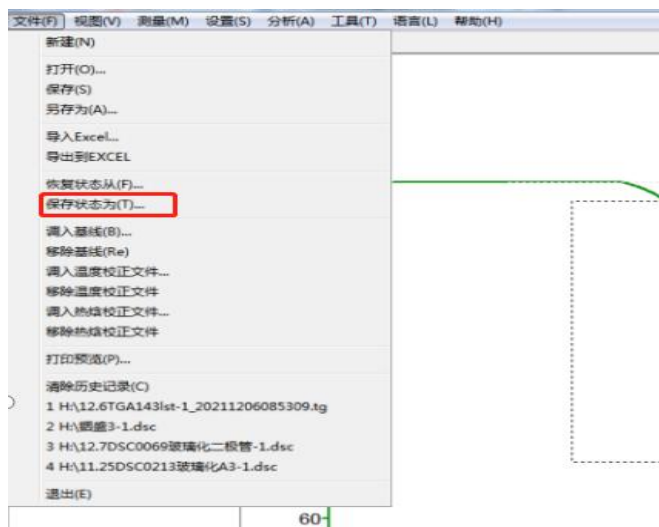
9. 点击图谱，是图谱颜色有墨绿色变为浅绿色，即选定图谱，点击任务栏中【分析】—【质量变化】—拖动左右两根黑线选择温度范围，得出失重比，再点击图谱，使其变成墨绿色，如下图



10. 调节左右两根黑线，选择温度范围，确定范围后选择应用，出现下图所示；失重质量百分比得出。点击【应用】、【确定】，分析结束。

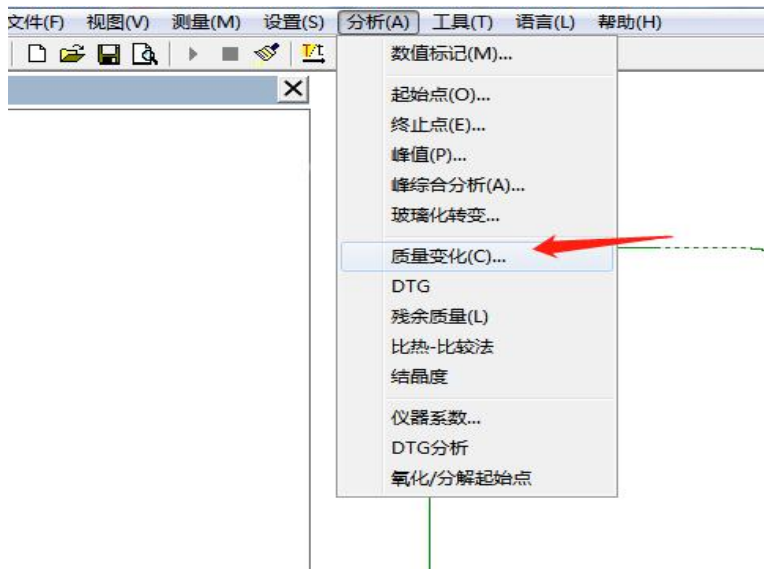


11. 点击【文件】-【保存为状态 T】，保存分析数据。如下图：

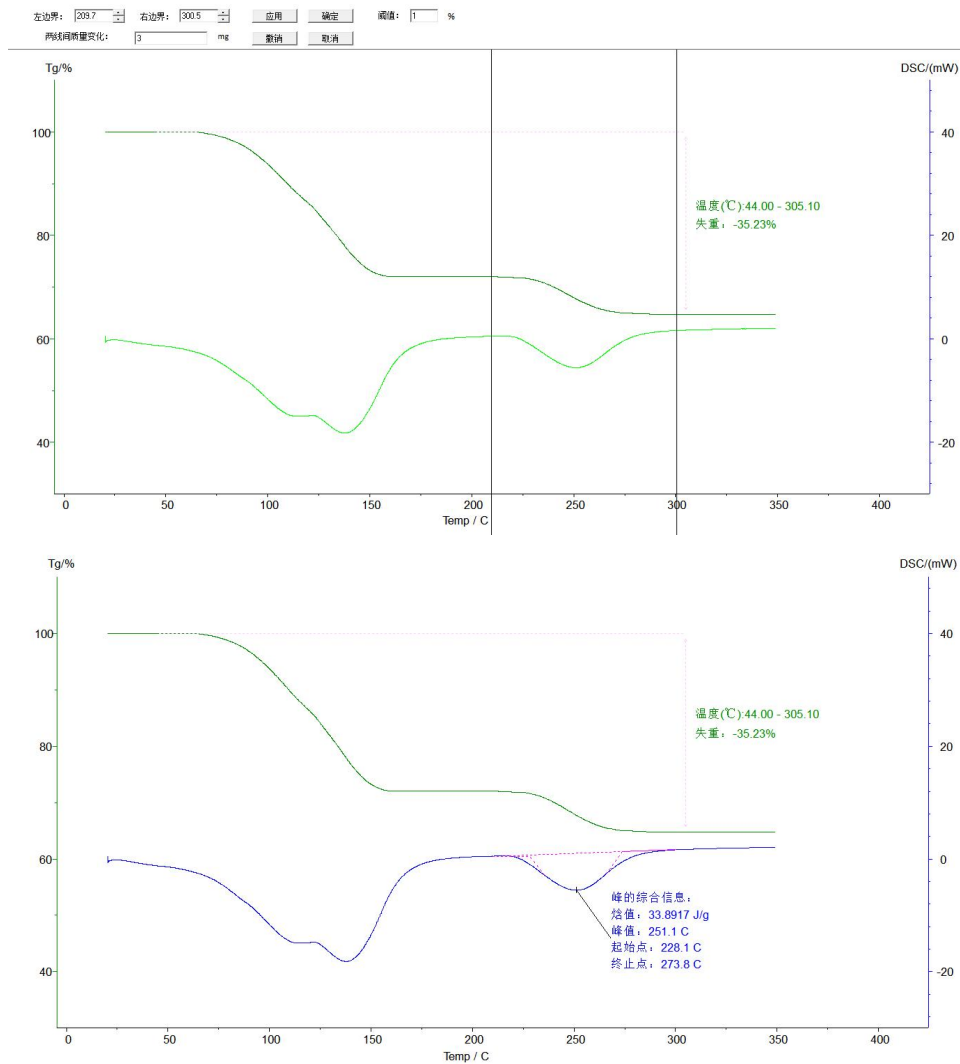


12. STA 也可以分析 DSC 曲线，分析如下：

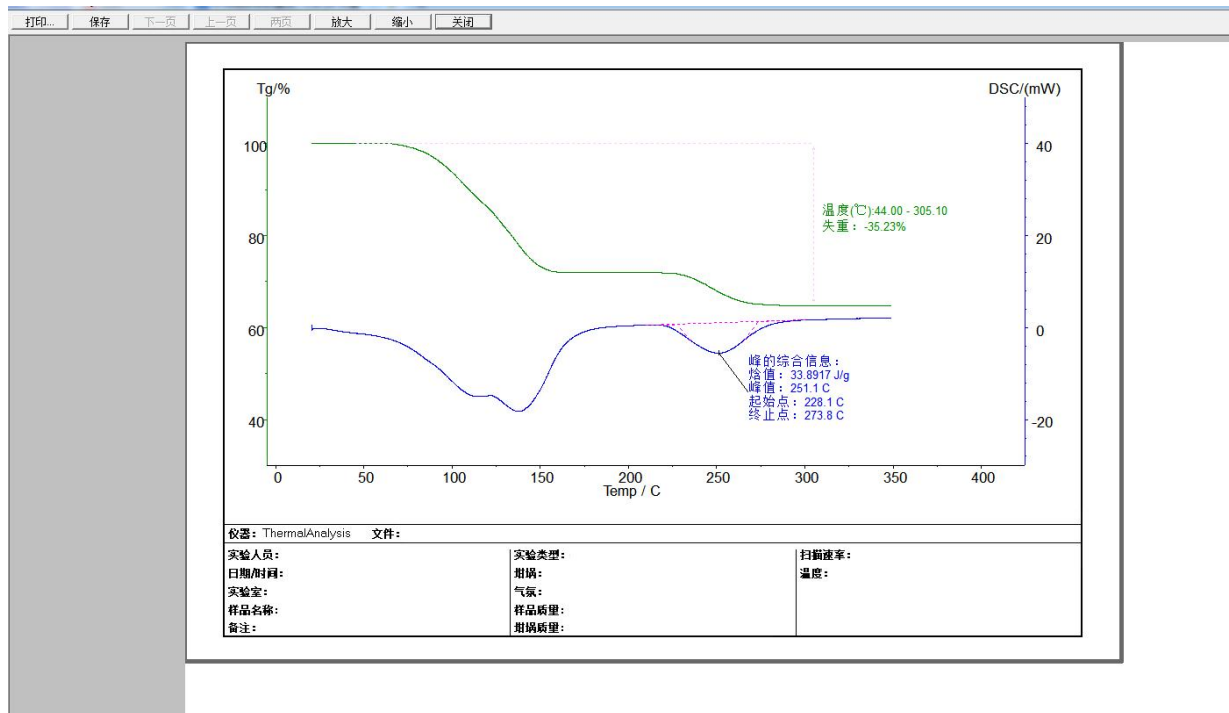
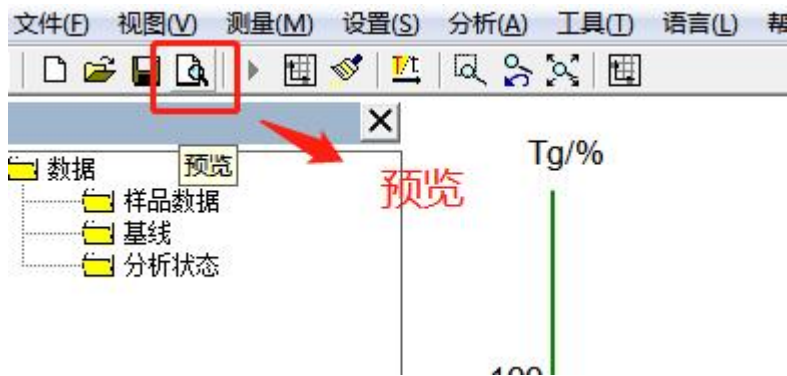
点击选中要分析的曲线，使其变成浅绿色进行分析，点击分析，选择峰综合分析，如下图：



此时会出现两条分析线，拖至左侧分析线在变化前端，右侧分析线在变化后端，选取好后，点击应用，确定，点击该曲线，使其变成蓝色，分析完毕。曲线如下图：



13. 可以点击打印预览，如下图：



## 8、参比物选择、样品制备

### 8.1.1、环氧类高分子材料:

参比物-----用空的陶瓷坩埚。

样品-----已固化的、高熔点的环氧树脂类样品（这类产品一般用于电子器件、变压器灌封）可以将样品制成 4mm 见方的立方体，称重后将样品放入样品坩埚，再将坩埚放置在样品专用的托盘上。

建议将待测样品磨成粉状，（但勿锤击敲打，以免改变样品特性）将样品放入坩埚，并压实。（这点很重要，关系实验成否）。

8.1.2、环氧类、聚酯类粉末、片状材料可以将样品放入坩埚，压实。称重后将样品坩埚放置在样品专用的托盘上。

### 8.2.1、

只测试样品的 DSC 曲线:

如无特别要求可以采用敞口坩埚，如需带盖坩埚，请联系我司人员另行商议。

### 8.2.2、

只测试样品的 TG 曲线：

如无特别要求可以采用陶瓷坩埚，因不测试样品的 DSC 特性所以可以不需要参比物，直接将样品坩埚放在托盘中部。

### 8.2.3、

测试样品的 DSC 特性和 TG 特性：

参比物-----空陶瓷坩埚或空铝坩埚（与样品坩埚材质相同）。

样 品-----采用铝坩埚或陶瓷坩埚，将样品放入坩埚内，称重后将坩埚放置在样品专用的托盘上。

#### **重要提示：**

实验温度超出 600℃时不能使用铝坩埚，铝坩埚融化会损坏仪器部件。

## **9、注意事项：**

1. 不得使用硬物清洁样品支架及实验池，以免对仪器造成永久性损害。
2. 使用橡皮球吹去实验池内的灰尘。**禁止用嘴吹，防止产生人身伤害。**
3. 样品支架污染严重时，可以将：**截止温度**设为 600℃、**升温速率**设为 20℃/min、**恒温时间**设为 30min ，仪器里面不放任何坩埚，烧高温的目的使污染物挥发。接着按【运行】键，开始运行。
4. 仪器长期搁置不用或做低温试验期间，基线出现不平整、毛刺等现象，是因水分侵入实验池。  
可以将：**截止温度**设为 400℃、**升温速率**设为 20℃/min、**恒温时间**设为 0min 按【运行】键，运行完毕基线恢复正常。

## 10、装箱清单

|             |       |
|-------------|-------|
| 主机          | 1 台   |
| U 盘         | 1 个   |
| 数据线         | 2 根   |
| 电源线         | 1 根   |
| 铝坩埚         | 200 只 |
| 陶瓷坩埚        | 200 只 |
| 陶瓷盖         | 2 个   |
| 金属盖         | 1 个   |
| 生胶带         | 1 卷   |
| 纯锡粒         | 1 袋   |
| 10A 保险丝     | 5 只   |
| 样品勺/样品压杆/镊子 | 各 1 个 |
| 吸耳球         | 1 个   |
| 气管          | 2 根   |
| 配重块         | 1 个   |
| 传感器         | 1 个   |
| 说明书         | 1 份   |
| 保修单         | 1 份   |
| 合格证         | 1 份   |

备注：如需要其它配件另行商议（客户自配氧气、氮气、计算机（USB 插头））