

维护指南



采样
加样
无人值守
操作技能

热分析维护指南 日常分析的技巧心得

METTLER TOLEDO

免责声明

本手册给出的信息是基于作者现有的知识和经验。列举的一些可能应用实例，每个实例进行实验和所得的数据是在我们实验室下非常小心操作仪器得到。实验和数据分析也是根据我们目前的知识水平，然而本手册并不排除需要自己探究方法、仪器和目的实用性。由于应用和模仿所给的应用案例我们无法掌控，因此不会承担相应责任。

在使用化学药品、溶剂和气体时，制造商或供应商所给的一般的安全规则和注意事项必须遵守。

© TM All names of commercial products can be registered trademarks, even if they are not denoted as such.

编辑部

尊敬的读者：

自从亨利•勒夏特列(Henry Louis Le Chatelier) 1887用热分析做的第一个实验，热分析已经发展为一系列材料表征必不可少的测量技术，包括高聚物、金属和非金属、动植物油、药物和食品。

1955年伯斯马(S.L.Boersma)发明了热流型DSC取得了热分析突破性进展。至今，热流型原理仍应用于当前的仪器，而梅特勒-托利多最新的闪速DSC更是将这一原理应用到极致。闪速DSC的温度范围是-95°C-500°C，最高可以达到2400000K/min的升温速率。

电脑的硬件和软件适用性对热分析的方法影响很大，它使得方法设置、实验操作、曲线分析，结果计算变得非常简便易懂，然而热分析专业知识和熟练的仪器操作技能对获得准确有意义的结果也是必不可少的。

这篇手册就如何在日常操作中简便而安全地执行热分析实验给出了一些方案。

梅特勒托利多

目录

1. 简介	5
2. 取样	6
3. 开始实验	8
4. 加样	9
5. 无人值守测量	10
6. 确保测量的准确性	11
7. 结论	13
8. 更多参考信息---了解最新资讯	14

1. 简介

在很短的时间里需要测试很多样品时，则要求仪器校准精确并且在最佳状态，这是对来料，产品中间样，部件的质量控制，失效分析及材料研发最基本要求。此外，仪器的操作应尽可能简单和安全。

仪器定期做基本保养可以确保良好的工作状态，依照严密的流程分析不会有丝毫的中断延误，自动装置可以有效避免人为操作失误。

梅特勒托利多热分析超越系统提供精确测量体系，实验需要试验方法可以包含多个实验进程以达到高智动水平。一些基本技能和培训对多热分析实验是非常有必要的。常规测试可以通过屏幕上一键功能实现，而不需要通过电脑端控制。

自动进样器可以可靠有效实现7天24小时的工作，其巧妙可靠的单轴运动设计，也通过了工厂耐力测试。

下面介绍常规维护及便捷工具帮助我们达到很好的热分析结果。

2. 取样

样品必须保证具有代表性、干净而且未经处理，因此，良好的实验室和生产规范(GLP, GMP)提出抽样规则来保证最终结果有意义。对于热分析，样品量和形状是取样主要考虑的两个方面。

样品量： 其他分析技术比如，滴定或pH值法可分析样品量达到100克或100毫升，而小样品量只能进行热分析。因此,选择正确的样品部分进行分析至关重要。

形状： 扁平的表面以保证很好的热接触。

热分析	样品大小
DSC	5-50 mg
Flash DSC	20-100 ng
TGA	10-100 mg
TMA	依据模式和样品而定 例：高分子膨胀率： 5*5*3 mm(长*宽*高)
DMA	依据样品、夹具和仪器型号而定 例：三点弯曲的热固性材料： 50*2*1 mm(长*宽*高)

表 1：热分析材料样品标准大小

此外，对于TGA可以根据内置的天平、特定失重台阶或残余量的特殊需求来考虑最小样品量，同样最大的样品量则依据坩埚容积、加热速率和分析时间而定，两个极限值可以嵌入到试验方法中，这样可以方便我们当进行试验时样品量超过极限值时仪器无法开始测试。

良好的热分析实验同样依赖坩埚和坩埚盖的正确选择。常见的坩埚材料有铝、氧化铝、铂、金、不锈钢、镀金坩埚、铜等，可以根据试验最大温度以及避免坩埚材料与样品反应来选择特定坩埚。

密封的坩埚可以避免样品蒸发以及与周围气氛的交互影响。例如密封的坩埚，其锅盖预穿50 μm小孔，可以限制与周围气氛交换而自发产生气氛，另一方面不带盖子的坩埚或者带的盖子扎了很大的洞，这样周围气氛就会进入坩埚与样品接触。



图1：热分析不同坩埚种类

坩埚材料	体积 μL	推荐使用	极限温度
铝	40	默认为DSC	640 ° C
铝	20	DSC测试：高分子膜、片状和粉末样品	640 ° C
铂金	40	TGA和DSC，DSC信号比氧化铝强	>640 ° C
金	40	耐化学腐蚀性强	750 ° C
不锈钢	120	中压DSC应用	250 ° C, 2 MPa
不锈钢	40	高压DSC应用	400 ° C, 15 MPa
氧化铝	70	默认TGA	2000 ° C
氧化铝	900	适合大样品TGA	2000 ° C

表2：坩埚和使用建议

不同样品如何加入坩埚可以参看
DSC样品制备视频中

► www.mt.com/ta-videos

更多细、建议和注意事项可以参看
《热分析应用基础》，《应用手
册》第7.3,9.3.10.3和11.3章。



图2：DSC测试样品在微量天平上称重

3. 开始实验

为确保安全简便地开始分析，热分析仪器和方法做如下准备：

- 仪器：** 确保仪器在试验开始温度下空闲，保证气体供应，在分析前核实仪器的性能
- 方法：** 选择最佳的试验参数例如加热速率、温度、样品量
 选择合适的分析范围和程序
 保存方法以备“一键”功能使用

“一键”功能启用可以提高安全和效率：

- 避免混淆试验方法
- 避免操作失误
- 避免新建或选择试验方法耗时
- 避免人工数据导入失误

由梅特勒托利多开发的“一键”功能应用于很多仪器，这样可以便捷安全地开始预定义的试验。在仪器上按下“一键”功能后，屏幕显示试验方法将自动开始或则会弹出下一个界面，要求输入样品名称、质量，如果有自动进样器会要求输入样品位置。

为了尽可能避免样品转录错误和简化试验，我们建议使用条形码阅读器来识别样品。



图3：一键功能屏幕显示

4. 加样

DSC和TGA样品加入有两种方式：

1. 手动加样

卓越的DSC和TGA系统拥有智能的人体工学设计，尤其是样品坩埚托盘放在靠近测量的传感器区域设计，操作员手可以倚靠在具有软涂层并且人体工学设计的支架上，因此可以保证样品加入简便安全。



图4：手动加样至DSC炉体

2. 自动进样器加样

自动进样器的最大优势在于无需人员操作，可以提高效率，延长工作时间，避免常规样品转移，提高重复性，降低操作影响。梅特勒托利多自动进样器一次性可以满足34个不同方法、不同坩埚的样品试验。自动抓手可以在实验前移除保护性坩埚盖也可以在密封铝坩埚上自动扎洞。这样可以防止样品在实验前和测试过程中卷曲或失去水分，同样可以保护那些对氧敏感的样品，我们巧妙的设计还可以确保针头不会接触样品，从而避免样品间污染。



图5：自动进样器抓取几种不同坩埚

查看自动进样器的工作请查看网址：

▶ www.mt.com/ta-automation

DMA测试时，样品需要固定在夹具上，然后加样。以下是几种加样模式应用于TMA测量。

TMA样品加入模式

穿刺或膨胀测试	拉伸测试	体膨胀测试
		

图6a：样品放在支架上，顶部由探针压住

图6b：样品由夹具固定然后悬挂在支架上

图6c：样品放在坩埚，顶部由探针压住

5. 无人值守测量

无人值守测量的完美设计可以有效避免操作失误，确保试验安全可靠。所有的试验参数都需要在编方法和保存前输入好以备使用。因此，为确保实验正确执行撤销任一方法，一旦开始试验，对应的方法将自动清除。

梅特勒托利多热分析超越系列仪器设有很多安全可靠的无人值守测试特征，下面是一些选择：

- 柔性校准技术是STARe软件的功能之一，确保准确的校准数据用于分析结果，该功能在分析结果中可以自动考虑不同试验间不同的气氛、坩埚、加热速率等因素。
- 气流内置在试验方法设置中，因此没必要人工校准气流同时柔性校准功能也会考虑到气流的因素
- TGA设有浮力补偿，简便高效得到准确的TGA结果，缩短50%试验时间：
 - 避免了跑空白和减空白
 - 避免了空白和测试间的冷却时间
- 实验测试完成结果自动保存，程序预置的宏分析可以得到想要的效果，并且自动验证设定的极限值，例如，结果文本会显示“样品测试通过”。分析后的结果可以自动打印和转移到实验室信息管理系统(LIMS)。
- 当测试结束，可以通过邮件来通知用户，这对于手动操作仪器，在等测下一个样时非常有用

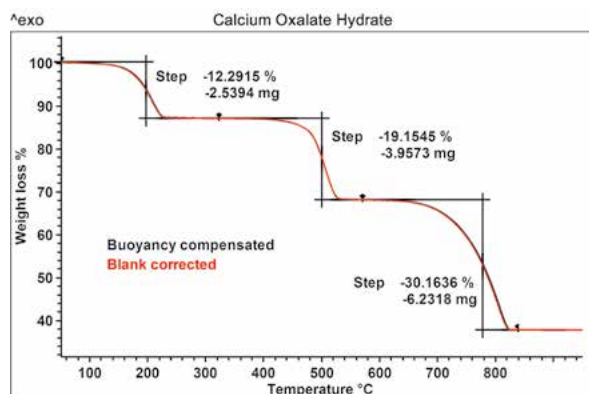


图7：浮力补偿型与传统TGA测试结果完全吻合

无人值守的测试另一方面是应用自动进样器，这有效拓宽了无人值守操作周期，即便是非常规实验室工作时间。梅特勒托利多DSC和TGA自动进样器可以放34个样品，普通的抓手可以处理不同类型坩埚，只要实验方法设定好甚至还可以对坩埚盖扎眼。



图8：内置的气体供应可以不需要用户手动交换

6. 确保测量的准确性

校准也叫作检验，决定了测量值和参比值的差异，可以提供仪器当前测量状态信息。校准结果必须在可接受误差限范围内，通过改变仪器参数确保测量值和参比值一致，当校准结果的偏差不在可接受范围内，我们需要校准。

测量信号(纵坐标)、物理性质连同曲线横坐标需要校准。往往，我们需要校准DSC的温度和热流以及TGA的称重。

纵坐标	<ul style="list-style-type: none"> • DSC：热流单位W，归一化热流为J/g • TGA：质量单位g(可以用电子微量天平自动称量，也可以手动称量) • TMA和DMA：长度(位移)用mm，力用N
横坐标	<ul style="list-style-type: none"> • 温度单位：°C，K或者F • 时间单位(例：等温测试)：s或min。时间是通过石英表的微处理器衡量，非常准确因此可以不必校准

表3：横纵坐标

测量值和参比值可接受的偏差依赖所测试样品，也就是可接受的测量结果不唯一。同样，温度校准可接受范围，依赖于后面的样品测试。例如，如果样品测试温度总是在200°C就结束，那么DSC就没有必要校准660°C(铝的熔点)的温度点。

我们建议每月校准一次仪器，假如结果能重复在可接受的误差范围内，那么校准周期可以翻倍，假如多次测量得到不可接受的误差范围，校准周期缩短一半。然而，校准周期和很多因素有关，例如：内部规章、法务规定、仪器试验频率、应用领域等，对很多客户而言半年校准一次就可以，有些人则需要天天校准。不管哪一类，建议将校准结果保存备案。

校准后，还需要做一个校准试验以确保获得正确的结果。

可以结合任意测量模式、坩埚种类和气氛来校准。梅特勒托利多STARe软件的校准数据存放在软件数据库里。在数据库里有很多方法对应一些不同测量参数组合(例如：DSC，40ul Al坩埚，空气)。

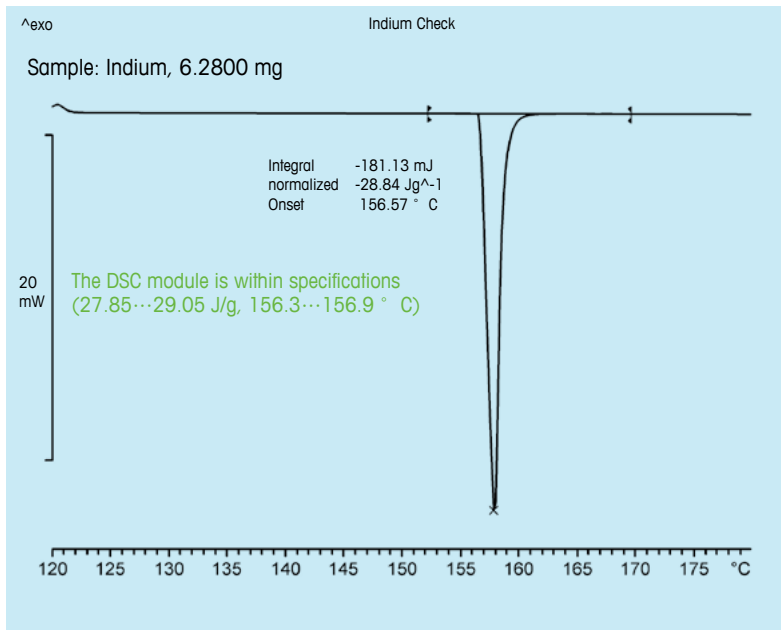


图9 DSC校准结果在误差范围内，不必校准

更多细节参看《热分析应用基础》，《应用手册》6.5章

7. 结论

仪器维护、测试方法设置和样品制备对好的测量结果至关重要，必须仔细实施以确保精确可靠的结果，这也是保证实验室效率和流畅的工作流程前提。

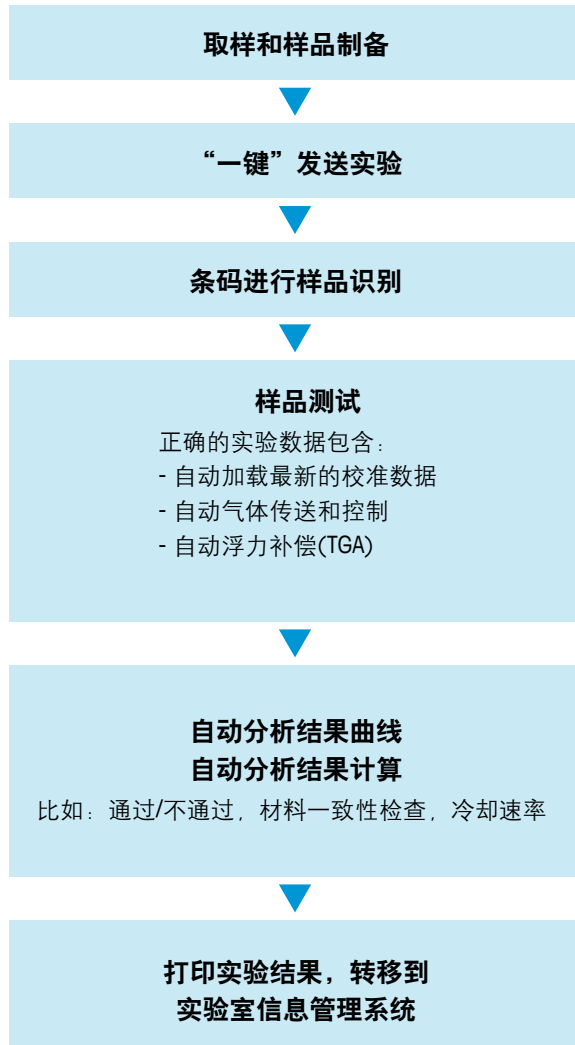


表4 完整的热分析工作流程

热分析超越系列仪器从坩埚选择到仪器校准、测量精度各个方面支持用户，帮助用户最终得到精确可靠的测量结果。

8. 更多参考信息 – 了解最新资讯

利用我们各种出版物和网上资源确保您了解最新资讯及对业务更新。

8.1 视频

我们在网上提供不同议题的技术视频，您可以在任何时间和地点观看

▶ www.mt.com/ta-videos

8.2 在线研讨会

我们在网上提供不同议题的研讨会，您可以按需在任何时间和地点参加在线研讨会

▶ www.mt.com/webinars

在线研讨会致力于热分析用户可以点击下面链接

▶ www.mt.com/ta-webinars

8.3 应用及UserComs杂志

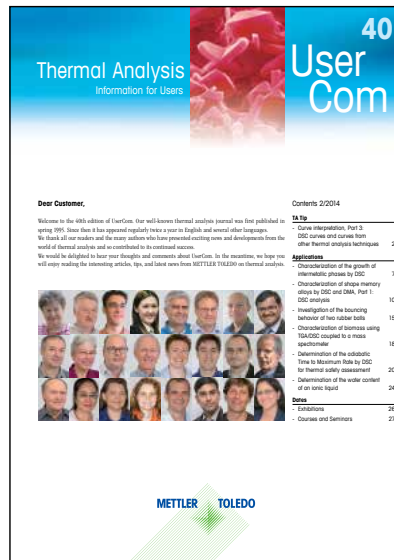
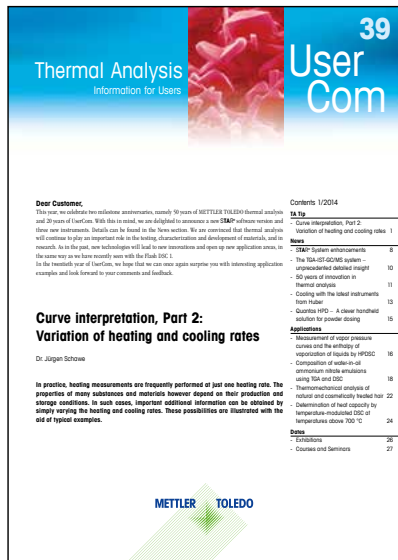
我们提供全面的热分析方法

热分析应用

▶ www.mt.com/ta-applications

热分析UserCom

▶ www.mt.com/ta-usercoms



8.4 手册

欢迎购买下面用户手册，该书包含TA基础知识和经验并且作了详细解释

应用手册	页数	采购码	细节
热分析应用基础	327	51 725 244	
热固性树脂	315	51 725 069 51 725 067 51 725 068	卷1和2 卷1 卷2
热塑性聚合物	150	51 725 002	
弹性体	275	51 725 061 51 725 057 51 725 058	卷1和2 卷1 卷2
聚合物-选择性应用	38	300 76 210	
药物	100	51 725 006	
食品	50	51 725 004	
逸出气体分析	65	51 725 056	
热分析检验	232	51 725 141	

► www.mt.com/ta-handbooks

良好的测试管理规范

五步提高测量结果

良好测量管理规范五步指南，首先分析过程测量需求以及相应风险。

利用这些信息，良好测量管理规范直截了当地提出了选择、安装、校准和实验室仪器操作

- 保存结果的精确和准确
- 遵守法规和安全审计
- 提高产量，降低成本
- 专业资格培训



良好热分析管理规范™

快速安全的热分析结果 – 参看GTAP™

实验室日常工作很早前就有获得可靠的材料热性能分析需求：

需求导向的系统选择，以及专业安装、资格认证和培训是获得可靠、无误的热分析测量。

梅特勒托利多在各方面提供全方位解决方案以确保您投资在正确的领域，通过针对性的努力将风险降到最低：这是一个长期的解决方案。

▶ www.mt.com/gtap

学习更多良好测量管理规范

www.mt.com/gp

www.mt.com

访问网站，获得更多信息



梅特勒-托利多
实验室 / 过程分析 / 产品检测设备
地址：上海市桂平路589号
邮编：200233
电话：021-64850435
传真：021-64853351
E-mail: ad@mt.com

工业 / 商业衡器及系统
地址：江苏省常州市新北区
太湖西路111号
邮编：213125
电话：0519-86642040
传真：0519-86641991
E-mail: ad@mt.com

北京分公司
电话：010-58523688

天津分公司
电话：022-23195151

重庆分公司
电话：023-62955089

广州分公司
电话：020-32068786

成都分公司
电话：028-85975916

西安分公司
电话：029-87203500

哈尔滨分公司
电话：0451-51717644

杭州分公司
电话：0571-85271808

厦门分公司
电话：0592-2070609

郑州分公司
电话：0371-65628818

新疆分公司
电话：0991-3736253

昆明分公司
电话：0871-3156835

青岛分公司
电话：0532-85768231

济南分公司
电话：0531-86027658

石家庄分公司
电话：0311-86030316

南京分公司
电话：025-86898266

武汉分公司
电话：027-85712292

长沙分公司
电话：0731-82280150



欢迎添加实验室微信号



微信号：MT-LAB

梅特勒-托利多始终致力于其产品功能的改进工作。基于该原因，产品的技术规格亦会受到更改。如遇上述情况，恕不另行通知。 Printed in P.R. China 2015/08