

经验介绍(241 ~ 243)

TGA/SDTA 851° 热分析仪炉箱部分 常见故障的剖析

薛青松, 蒋金刚, 陈 丽

(华东师范大学化学系 上海市绿色化学与化工过程绿色化重点实验室, 上海 200062)

摘 要: 热分析仪的炉箱部分因受到高温老化和样品腐蚀双重影响, 是该仪器多发故障的部位之一. 介绍了该区域的常见故障及其排除方法.

关键词: 热分析仪; TGA/SDTA 851°; 炉箱部分; 故障排除

中图分类号: O6-32

文献标识码: B

文章编号: 1006-3757(2011)04-0241-03

热分析仪作为一种常用的高精密科学仪器广泛应用于化工、材料、能源等领域^[1-3]. 高精度天平单元(最小刻度可达 1/1 000 mg)和精确的温控单元是热分析仪两大核心单元^[4-5], 一般采用延长托盘和氮气保护等措施来避免高精度的天平单元受到损害, 而温控单元的部分元件因长时间暴露在高温的样品气氛中易被老化和腐蚀, 因此, 热分析仪的故障常出现在炉箱部分. TGA/SDTA 851° 是 Mettler 公司研制的一款较为经典的差热热重分析仪, 结合 10 年的管理经验, 论文较为详细地介绍 TGA/SDTA 851° 热分析仪炉箱部分的几个常见故障及排除方法.

1 TGA/SDTA 851° 炉箱的结构剖析

本实验室使用的 TGA/SDTA 851° 热分析仪标配小炉 (Small Furnace, ab. SF), 最高使用温度为 1100 °C. 其炉箱部分因长时间暴露在样品的高温气氛中, 较易出现故障. 图 1 是 TGA/SDTA 851° 炉箱部分及其结构剖面图, 根据不同区域可划分为样品室、加热水冷、尾气排放等 3 个主要区域. 样品室中最核心的元件是天平托盘[图 1(1)]及其底部的样品温度传感器[图 1(3)], 因其长时间暴露在样品产生的各种气氛中易被腐蚀而损坏, 此外, 放取样品用力不当也易引起托盘变形. 加热水冷区域中易发

生故障的元件为加热丝[图 1(14)]、炉温传感器[图 1(2)]及水冷通道[图 1(5)]等元件, 虽然该区域不直接暴露在样品气氛中, 但是尾气排放通道同加热部分并不完全隔离, 会有少量样品气体进入加热部分, 尤其在尾气排放通道受阻的情况下, 加热部分的加热丝及炉温传感器易被污染腐蚀, 从而导致故障, 而水冷通道故障主要表现为因水垢等引起的水流速下降, 导致图 1(6)的法兰内电路部分的温度过高. 样品在高温下产生的挥发物沉积在尾气排放管道导致堵塞, 尤其长时间测试高温下易分解的样品及大质量进样, 需要经常清洗和疏通. 下面详细介绍本实验室在使用 TGA/SDTA 851° 过程中炉箱部分出现的几个常见故障及排除方法.

2 炉箱部分的常见故障及排除方法

本实验室的 TGA/SDTA 851° 热分析仪在使用过程中出现过几次故障, 主要集中在炉箱部分.

2.1 “Error 024”错误

在本仪器使用约 2 年后, 开机自检能正常通过, 样品在低温测试时仪器完全正常, 当设定程序达到约 800 °C 及以上时, 实验自动中止, 并出现“Error 24”信息提示. 参照该仪器的说明书, “Error024”对

收稿日期: 2011-10-20; 修订日期: 2011-11-22.

作者简介: 薛青松 (1978-), 男, 博士, 高级工程师, 主要从事大型仪器的管理、维修、功能开发工作.

E-mail: qsxie@chem.ecnu.edu.cn

应的错误信息是“The temperature of the cooling flange does not agree with the specified value, heat dissipation not guaranteed”,即图 1(6)所示法兰的温度过高,不能及时散热.水冷管道被水垢等堵塞是导致仪器运行至高温时出现该错误的主要原因.打开

仪器的左前门,旋开如图 1(5)所示冷却水出水管,采用注射器抽取等方式疏通后,重新启动仪器,故障消除.此外,还有 2 种情况可能导致该故障的发生:①水冷系统制冷失灵,水温过高;②水循环泵的性能下降引起水流速过小.

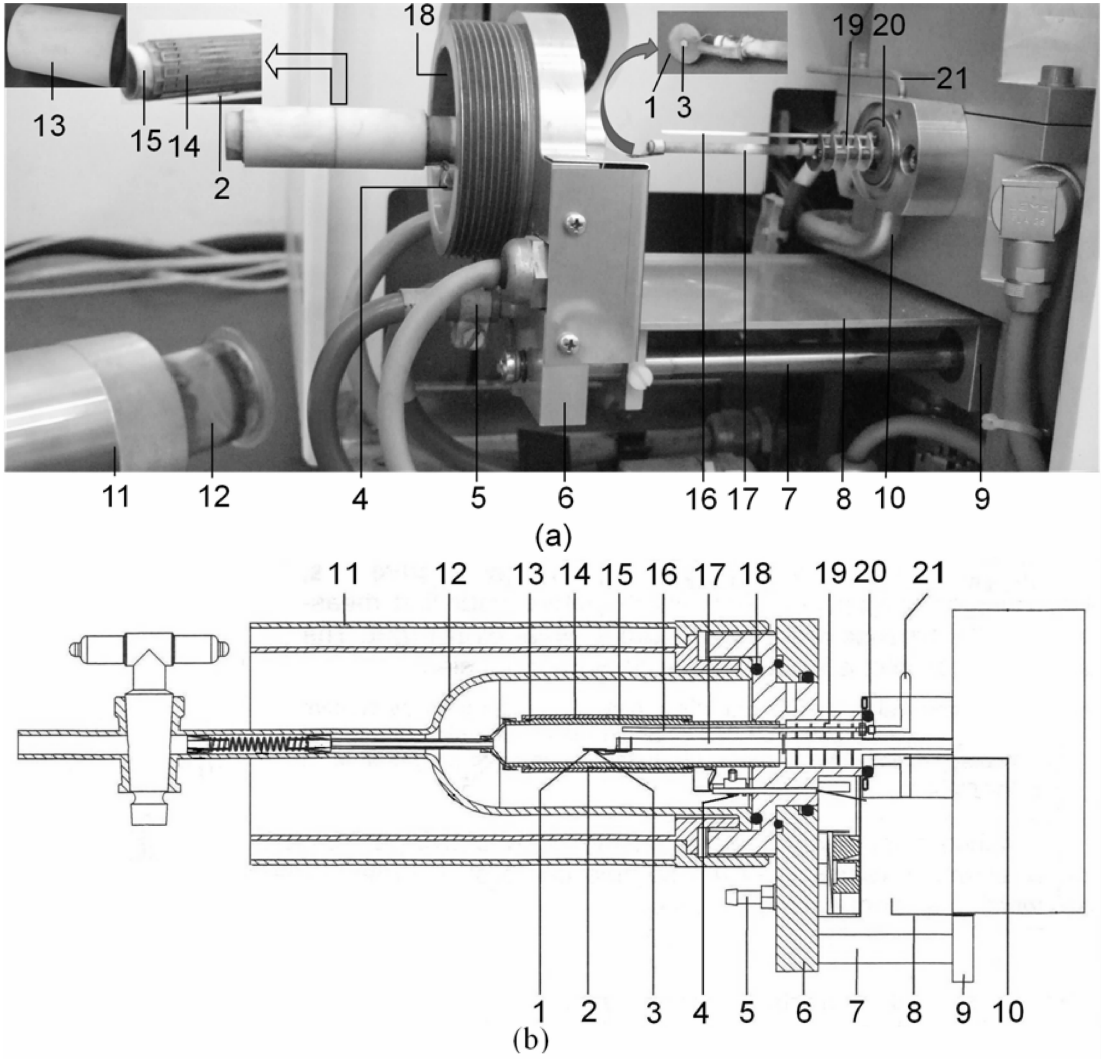


图 1 TGA/SDTA 851°/SF/1 100 °C 炉箱部分及其剖面示意图

Fig.1 Photo (a) and schematic sectional view (b) of furnace TGA/SDTA 851°/SF/1 100 °C

1. Crucible holder; 2. Furnace temperature sensor; 3. Sample temperature sensor; 4. Nut for furnace heating; 5. Connection cooling circuit; 6. Furnace flange; 7. Steering rack; 8. Collector plate; 9. Furnace motor for sample chamber opening; 10. Protective gas inlet; 11. Reflector tubes; 12. Fused silica Jacket; 13. Isolating jacket; 14. Furnace heating; 15. Furnace pipe; 16. Reactive gas capillary; 17. Crucible carrier; 18. Furnace balance housing gaskets; 19. Baffles; 20. Gasket between furnace and balance; 21. Reactive gas inlet.

2.2 样品温度传感器开路

在本实验室的热分析仪使用约 6 年后,出现过

1 次样品温度传感器开路的情况,相应的错误代码为“Error 38”,参照该仪器的说明书,该代码对应的

错误信息为“Sample temperature sensor or Electronics defective or over temperature”,即:①样品温度传感器;②电子缺陷;③温度过高都可能引起该错误的出现.由于温度传感器一直暴露在样品的气氛中,不同的样品分解可能产生一些污染性气体,样品温度传感器易被损坏而开路.通过肉眼观察天平托盘正下方,发现温度传感器的两金属丝中一根脱落,因其同托盘天平为一整体,须连同托盘天平一并更换,重新启动仪器,故障消除.

2.3 加热丝熔断

由于本实验室的热分析仪使用频次较高,每天测试样品数均在4~6个,加热丝熔断的故障出现过4次,故障表现为:打开仪器,自检能正常通过,电脑软件的运行窗口左下角温度显示正常,但当运行程序时,温度显示不再变化.向Mettler公司购买货号为51026567的配件,打开仪器的左前门,旋下样品室中如图1(11)所示的圆柱形铜护套,取下如图1(13)所示的两个陶瓷圈,卸下如图1(4)所示的两颗固定加热丝的螺帽,更换如图1(15)陶瓷管上的加热丝(图1(14)),并按相反的顺序组装上述配件,重新启动仪器,故障排除.陶瓷圈和陶瓷管都是易损元件,更换时要特别小心,同时尽量避免接触炉温传感器.最后,用Cu、Zn、Al、In等标样对仪器进行温度校正,使温度误差达到仪器指定的范围内.

综上,TGA/SDTA 851°热分析仪的性能相对稳定,故障较少出现,主要集中在炉箱部分,为了延长仪器的使用寿命和减少检修次数,需要做好以下几点:(1)使用二次去蒸水并每隔3个月更换1次;

(2)在兼顾仪器灵敏度的前提下,尽量减少样品的进样量;(3)经常清洗疏通尾气排放通道;(4)保持活性气体的流量在100 mL/min左右,如果需要在N₂气氛中测试,将活性气体路切换到N₂路,并选用相当的流量;(5)轻放轻取样品,保持天平托盘的稳定;(6)在满足样品测试条件的前提下,尽量降低程序升温的最高温度,仪器长时间在高温下运行会加速热环境中各元件的老化.

参考文献:

- [1] 刘明光,裴光文,刘月亭,等. 理学TG_DTA_DSC差热分析仪温度检测部分故障及排除方法[J]. 分析测试仪器通讯,1997, 7(4): 245~246.
- [2] Qingsong Xue, Lida Gao, Yong Lu. Sulfur-tolerant Pt/Gd₂O₃-CeO₂-Al₂O₃ catalyst for high efficiency H₂ production from autothermal reforming of retail gasoline[J]. Catalysis Today, 2009, 146(1~2): 103~109.
- [3] 陈金春,高立达,薛青松,等. Ce_{0.8}Gd_{0.2}O_{1.9}制备方法对负载的铂催化剂在异辛烷水蒸气重整制氢过程中抗硫中毒性能的影响[J]. 中国稀土学报, 2008, 26(4): 394~399.
- [4] 宋学萍. CRP-1型差动热分析仪电压表无指示故障的分析与检修[J]. 实验技术与管理. 1997, 14(3): 19~21.
- [5] 邱银安,王加阳. 热重分析仪温度控制器的设计与实现[J]. 计算机测量与控制,2005, 13(6): 584~586.

Troubleshooting for Furnace Unit in TGA/SDTA 851° Thermal Analyzer

XUE Qing - Song, JIANG Jin - Gang, CHEN Li

(Shanghai Key Laboratory of Green Chemistry and Chemical Process,
Chemistry of Department, East China Normal University, Shanghai 200062, China)

Abstract: Aging and corruption of the furnace unit in a thermal analyzer under the hot sample atmosphere is one of the units that troubles frequently appeared. In this paper, common troubles and troubleshooting methods of furnace unit in TGA/SDTA 851° are introduced.

Key words: thermal analyzer; TGA/SDTA 851°; furnace part; troubleshooting

Classifying number: O6-32

