

其他分析仪器常见问题

S3/Q5. 同一样品岛津粒度仪测试得出的结果和其他品牌的结果不一致？

S3/A5. 激光粒度测试法是一种间接测量粒径分布的方式。首先通过激光照射样品，检测器得到散射光的分布信号，再通过一定的算法得出粒径分布数据。由于不同公司采用的算法不一样，因此不能简单进行数据比较。

S3/Q4. 样品粉末加入后，一直悬浮在液面上，无法形成均匀的分散液？

S3/A4. 加入几滴中性洗涤剂后，样品在水中分散良好。有些样品是属于有机性粒子，在水中难于分散，在开启超声波的同时，还需要借助一些分散剂（如中性洗涤剂、十二烷基磺酸钠、六偏磷酸钠等），帮助将粒子分散。

S3/Q3. 样品测量过程中，粒度分布峰一直跳动变化？

S3/A3. 样品池测试过程中是否一直有气泡，在低转速下开启超声 1 分钟后，气泡赶净，数据稳定正常。气泡也是一种粒子，在激光粒度仪中也会产生信号，干扰样品的信号。

S3/Q2. 测量结果图右侧有肩峰出现，是否正常？

S3/A2. 通常将样品超声波处理 1 分钟后再测试，肩峰消失。很多样品容易发生团聚，需要使用超声处理，破坏样品团聚再测定。

S3/Q1. 如何确定样品的折射率参数？

S3/A1. 激光粒度测试中，需要输入样品折射率，样品的折射率分为实部和虚部两部分，实部可以通过工具书或网络查找；虚部代表样品对光的吸收度，通常可以通过样品颜色判断，颜色越浅，虚部选择数值越小。例如：一般无色或白色样品，选择 0.00~0.05，黑色样品选择 0.50~1.00。

TA3/Q11. DSC-60 如何计算半结晶时间？

TA3/A11. 半结晶时间是指结晶过程进行一半的时间。我们的软件可以对结晶峰积分峰面积，但是不能准确积分峰面积一半处的位置，只能手动调节位置尝试。

TA3/Q10. 如何确定聚合物材料的玻璃化转变温度？

TA3/A10. 玻璃化转变时，在热分析谱图上相应出现一个台阶，台阶的阶差的一半处，台阶的起始点，两点切线的交点即为玻璃化转变温度。实际操作中，选中谱图中带分析热变化曲线，点击菜单栏中“分析”→“玻璃化转变”即可。

TA3/Q9. DSC 测量时，样品发生泄漏并粘到检测器上，如何处理？

TA3/A9. 样品污染到检测器，很可能会影响到后面的测量结果。建议先用棉签沾酒精轻轻擦拭检测器表面，将大部分污染物清洁干净，再在通入空气的条件下升温到 400~600℃，并保持半小时左右。

TA3/Q8. 用 DSC 测试高分子样品的熔点，发现检测器总被污染，如何解决？

TA3/A8. DSC 测试应尽量避免样品分解物溢出污染检测器，所以在测试结束后要及时停止升温，从而避免样品高温分解。DSC 测试时通入的 20~50mL/min 惰性气体，可以帮助将溢出的气体及时清除。而当溢出物太多而污染检测器，要及时清洁。

TA3/Q7. DSC 测试样品，一定要用坩埚将样品密封吗？

TA3/A7. 不一定。DSC 用坩埚分为密封和不密封两种，一般的固体样品，可以选择不密封坩埚，但是要用卷边器将样品压在坩埚中，目的是使样品与坩埚紧密接触，从而改善样品-坩埚-检测器的导热性；而对于液体样品，为了防止样品溅出污染检测器，一般要求使用密封坩埚。

TA3/Q6. 分析橡胶样品低温 (<0℃) 的玻璃化转变温度，测量重复性差，且基线波动严重？

TA3/A6. 测量时没有使用干燥气，导致基线波动，数据重复性差。指导改进后，数据正常。在低温测量时，因为用到液氮降温，所以要从“dry”口通入 300-500mL/min 的高纯氮，这样可有效避免检测器结露影响测量结果。

TA3/Q5. 测量环氧树脂玻璃化转变温度，无法看到明显的转变？

TA3/A5. 环氧树脂样品通常会加入大量玻璃纤维，影响有机部分的热分析测量，建议加大进样量和提高升温速度以提高响应信号。

TA3/Q4. 用 TGA 测试样品时基线不好？

TA3/A4. 首先检查吊杆是否与炉子壁接触（特别是高温型的铂金吊杆）。然后检查吊杆、吊篮及坩埚是否干净，如不干净先升温至仪器的最高使用温度（中温型 1000℃，高温型 1500℃）保温 10min 清洁后再做样测试。

TA3/Q3. 用 DTG-60 测试样品热稳定性铝坩埚升温到 1000℃时铝坩埚与检测器粘连？

TA3/A3. 各种坩埚都有使用温度上限，要严格在温度上限下使用。铝坩埚最高使用温度是 600℃（在样品参数设定时，有选坩埚种类 pan 中需

选择铝坩埚 Aluminum，这样用铝坩埚时如果设定温度超过 600℃（仪器会有警告提示），超过此温度就会融化，甚至与空气反应形成氧化铝，而损坏检测器。

TA3/Q2. 用 DSC 测试热量变化结果不稳定？

TA3/A2. 经检查，DSC 检测器的镀银盖已被腐蚀，内外颜色变黑，且表面粗糙不平。更换此盖后，检测结果稳定。另外，DSC 热量曲线漂移过大或有杂峰，首先可取出样品，通空气升温至 600℃ 保温 10min，冷却后做样品如果情况依旧，可能是 DSC 检测器或检测器盖已被腐蚀老化，需要更换检测器及检测器盖。

TA3/Q1. TMA 测试时，温度不完全按照设定程序进行？

TA3/A1. 仪器联机后，点击软件菜单栏中“检测器”→“温度控制”→“炉温”；如果改了炉温仍然出现刚才的问题，就让仪器先按照设定温度走完样，看看目标温度和实际温度之间差多少度，之后在软件中将此差值输入“检测器”→“TMA Hold Temp Adjust”选项。

T3/Q8. 开机后，“基线位置”一项一直显示“未准备好”，基线高度在 200 以上，无法进样？

T3/A8. 更换二氧化碳吸收剂。仪器开机后只有“背景监视”中各项指标都正常才可以进样分析。基线位置太高，一般原因有：1.新换载气纯度不够，载气中二氧化碳浓度太高；2.二氧化碳吸收器失效，需要更换；另外流通池脏污，检测器本身不良，气路不通等也可能导致该故障。

T3/Q7. 不小心进了很粘稠的污水样品，仪器被污染怎么办？

T3/A7. 遇到明显 TOC 浓度很高的样品，尽量避免直接进样，要用纯水进行稀释后再进样，以免污染进样管路。一旦污染，要将稀释水换成乙醇，利用“仪器”→“维护”→“清洗”功能彻底用乙醇清洗吸样管、TOC 进样管以及 IC 进样管，或者进 3% 以下的双氧水样品进行 TC 分析一到两次，之后用纯水进样至出峰稳定。

T3/Q6. 测试样品不出峰，基线是一条直线？

T3/A6. 仪器中冷凝水瓶中水液面太低，造成样品产生的二氧化碳没有到达检测器，而从冷凝水瓶中漏出；建议测试前检查冷凝水瓶水位，并用纯水加满。

T3/Q5. 湿法测定纯水中 TOC 时，发现样品峰面积比以往数据降低很多？

T3/A5. 可能氧化剂失效，重新配制过硫酸钠后再测试。

T3/Q4. 带有悬浮颗粒的样品如何测量？

T3/A4. 如果粒径比较细小，在样品中分布比较均匀，可以使用电磁搅拌器将样品搅拌后采样测定。此时建议使用悬浮颗粒附件进行测量；如果样品中颗粒物较大，建议用高速离心的方法将颗粒物沉淀后，用 TOC 主机和 SSM-5000A 分别测试上清液与沉淀颗粒固体。

T3/Q3. 测量纯水为什么结果出现负数？

T3/A3. 通常是由于错误地选择了差减法（ $TOC=TC-IC$ ）测量。对于纯水来讲，TOC 含量很低，差减法需要两次测量，结果误差较大（TC 和 IC 的数值都远远高于 TOC，它们测量的偏差值已经与 TOC 的数值相当，这样的差减会导致非常大的偏差）；NPOC 法只需要一次测量，误差较小。对于纯水样品建议使用 NPOC 法。另外一种可能性：仪器催化剂不良，TC 进样系统不良等原因造成 TC 部分检测效率降低，如果在这种状态下测 NPOC 也是不准的，这时需要对 TC 部分进行维护并重新做校准曲线。

T3/Q2. 测试液体样品 TOC 含量，检测信号不出峰，而是一条直线？

T3/A2. 先确定冷凝水瓶中水足够，检查检测器连接二氧化碳吸收瓶的两根管路是否变软弯曲，进而造成堵塞，导致气体无法通过至检测器没有信号。

T3/Q1. 燃烧法仪器样品重复性不好的原因？

T3/A1. 通常是由于催化剂需要更换等维护。