

芯片式热重分析仪

用户手册

V1.0

厦门海恩迈科技有限公司

2023 年 6 月

High-End MEMS

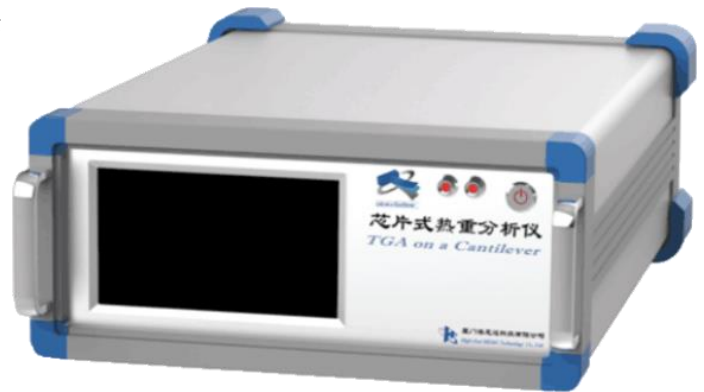
highend-mems.com



芯片式热重分析仪

特性

- 基于 MEMS 谐振芯片的创新性程序升温分析方法
- 单通道 100 pts & 双通道 50 pts 超高速采样
- 超微量样品消耗，单次测试仅需 ng 级样品
- 超低系统噪声，质量检测分辨率可达 1 pg
- 超高温控范围：室温~1000°C
- 超宽范围升降温速率控制：1°C/min ~ 4000°C/s
- 智能温控系统，可编程阶段控温
- 灵活操作，仪器触摸屏/PC 双控
- 方便快捷升级，软件/固件皆可电脑操作升级
- 低功耗，整机平均功耗 50W 以内



仪器概述

芯片式热重分析仪是一款基于全新原理的革命性仪器。与传统热重分析仪不同，它基于海恩迈自主研发的 Phoenix 系列自控温谐振式微悬臂梁芯片，替代传统的天平+炉管加热方式，具备片上程序升温与微小质量精确称重功能，在完美实现了传统热重分析仪功能的同时，于性能上也得到了数量级的提升。

本仪器除了体积小巧外，具有样品消耗量少、质量分辨率高、控温范围广、分析速度快、传质影响小和可快速升降温等优点。单通道采样速率最快可达 100 数据点每秒。

仪器内置嵌入式操作系统，配合 5 寸电容式触摸屏与简洁明了的操作界面，可快速上手进行仪器配置。同时仪器配套 PC 端控制与数据分析软件。软件功能丰富，可实现阶段控制编程以及毫秒级控制响应速度。

整机采用高精密配件，在保证性能指标的前提下，与传统仪器相比，大大降低整机功耗，瞬时最大功率 70 W，平均待机功耗只有 24 W。

目录

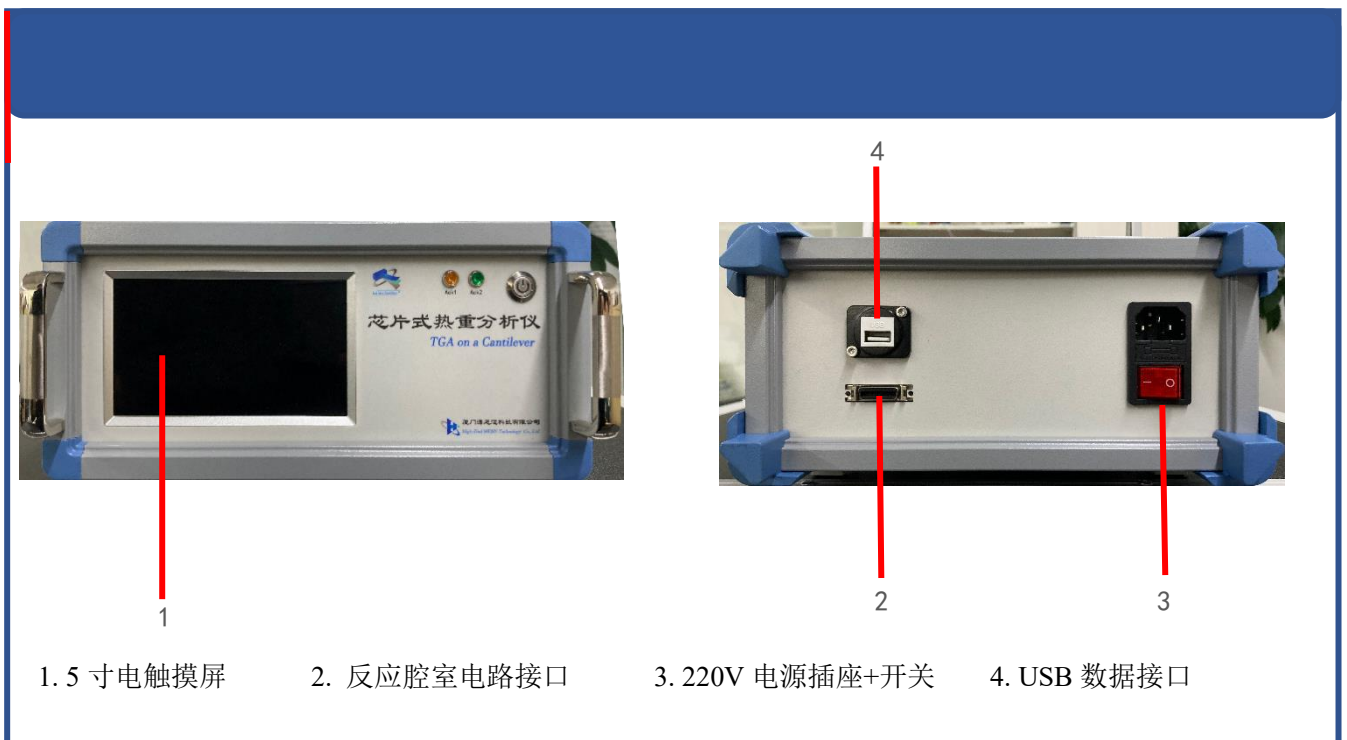
第一章 仪器简介	1
1.1 产品及配件	1
1.2 仪器外观及接口介绍.....	1
1.3 仪器 UI 操作介绍	2
第二章 程序升温分析测试操作说明	4
2.1 谐振频率采集	4
2.2 TGA 软件操作.....	8
2.3 分析软件操作	11
2.4 TG 实验操作方法.....	14
第三章 关机操作	16
3.1 关机操作步骤	16
第四章 注意事项	17
4.1 注意事项详细内容	17

第一章 仪器简介

1.1 产品及配件

包装内容物	
仪器	芯片式热重分析仪
配件	A to A USB 线 x1； 220V 品字电源线 x1； 反应腔室 x1；
相关文件	使用手册 x1； PC 端控制软件

1.2 仪器外观及接口介绍



1.2.1 5 寸电容屏：内置简洁明了的 UI，可快速对仪器进行设置与操作。

1.2.2 反应腔室电路接口。

1.2.3 220V 电源插座+开关。

1.2.4 USB-A 数据线：数据线与 PC 连接，就可进行数据与控制的传输。

1.3 仪器 UI 操作介绍:

1.3.1 单次控温界面

单次控温界面只能实现单次升温速率下的控温，在控温前需严格按照器件随附的参数设置基准电阻与温度系数这两个器件参数，然后再按照需求设置温度参数。在设定好参数后点击左下方控温开关按钮即可开始控温。

注：正常待机温度略微高于环境温度为正常现象，这是由于器件插入后会有微弱电流通过器件，由此引起温度略微上升。此现象并不影响正常控温。



1.3.2 阶段控温界面

阶段控温界面为可编程的程序控温设置界面，同样在控温前需严格按照器件随附参数设置器件参数，然后点击温度参数的“前往设置”按钮进入阶段控温设置界面，设定好参数后，点击左下方控温开关按钮即可开始控温。

在阶段控温过程中温度曲线显示界面左下角会显示当前控温所处阶段并在温度参数界面显示当前阶段参数设置。



1.3.3 阶段控温设置界面

阶段控温设置可保存与加载阶段控温参数，在设置好对应参数后，若需要进行阶段控温，需点击每一阶段前面的复选框，出现绿色小勾即为选中阶段。



第二章 程序升温分析测试操作说明

2.1 谐振频率采集

2.1.1 每次测试需先进行谐振频率扫频，当进入频率跟踪模式后方可进行后面的测试。

2.1.2 首先将信号控制电路与电脑通过配件中的 USB 数据线连接。

2.1.3 如图 3.1.1 所示，将传感器插入反应腔室。

注：注意悬臂梁传感器插入的方向。



图 2.1.1 传感器插入的朝向

2.1.4 盖紧反应腔室。

2.1.5 打开安装至电脑上的“微悬臂梁控制与采集系统”测试软件如图 3.1.2，首次打开软件需等待软件加载数据。



图 2.1.1 微悬臂梁控制与采集系统主界面

2.1.6 扫频主界面

1. 模式切换 2. 扫频设置 3. 官网链接 4. 软件说明 5. 开始测试 6. 停止测试
7. 软件更新 8. 版本信息 9. 控温调用 10. 真空开关 11. 扫频信息 12. 幅/相频曲线

2.1.7 频率跟踪界面

频率跟踪界面：实时显示当前谐振频率值，下方可进行图表设置。设置完成后需点击“生效设置”才可生效；“导出总数据至桌面”为手动导出测试数据按钮；“清除图表”为清除当前图表中数据，并不清除后台记录数据。

2.1.8 数据分析界面

数据分析界面：“Analysis Running”可抓取当前频率跟踪图表数据，进行局部数据放大，便于观察；“Open Rawdata”可打开其他已生成原始数据，并生成图表；“Clear”为清除图表按钮。

2.1.9 如图 2.1.3 所示，点击"设备选择"并在下拉框中选择设备名称；依次设置"起始频率"，"截止频率"，"扫描步长"，"采样率"，和"保存率"。

注意：起始频率建议默认为 30000，截止频率建议默认为 60000。如果无法扫描到共振峰，可以适当地扩大扫描范围。在真空测试中应打开"真空"，在正常大气测试中不应打开。"采样率"是程序和硬件每秒之间的数据交换次数，最大值为 100。"保存率"是程序每秒保存的数据点数，最大设置不能超过"采样率"。

图 2.1.3 设备选择

- 2.1.10 在程序执行期间，将根据设置进行几次扫描。扫描方法是从大的低精度范围到小的高精度范围，以便获取共振频率和相位，并为后续的频率跟踪提供数据支持。默认的"起始频率"是 30000 Hz，默认的"截止频率"是 60000 Hz，这是第一次扫描的范围。请根据您的悬臂梁的大致共振频率修改适当的起始和结束频率。如果您不清楚悬臂共振频率的大致范围，您可以将"起始频率"设置为 20000 Hz，"结束频率"设置为 120000 Hz，以全面扫描悬臂频率。扫描步长最小为 100 Hz，这意味着在第一次扫描中每 100 Hz 记录一个点，后续的扫描自动减小 10 倍。扫描步长设置值越小，精度越高，但扫描时间越长。在初次扫描之后，程序将自动调整共振驱动相关参数，以将振幅调整到最佳水平。在调整过程中，请不要操作软件，以避免出错。
- 2.1.11 参数设置完毕后，点击"开始测试"按钮开始测试。程序将自动进入扫描模式，您可以在幅频和相频特性曲线中观察扫描状态。如果在扫描过程中发现参数设置错误，请直接点击"停止测试"按钮，终止测试，等待程序自动停止并初始化。重新设置参数后，您可以再次开始测试。
- 2.1.12 扫描过程完成后，程序将自动跟踪共振频率，并切换到**频率跟踪模式**。在这种模式下，您可以观察"扫描共振相位差"，"实时共振相位差"，"实时共振频率"，和"品质因数 Q 值"。图表每秒显示的数据点数量可以根据您的需要进行调整。图表最多可以显示 360000 个数据点。如果您想要显示更长时间的数据点，可以减少"每秒显示的数据点数量"。

注意：每秒显示的数据点数量必须是 1 或 5 的整数倍，否则图表的显示时间可能不准确，但这个设置不影响后台保存的数据。

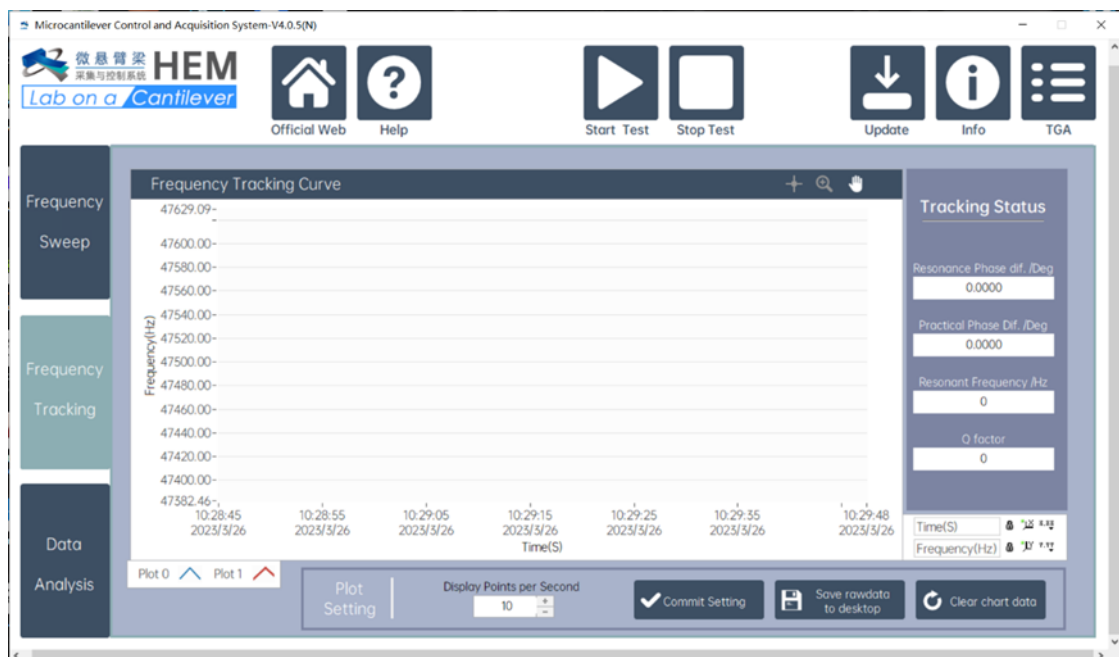


图 2.1.4 频率跟踪模式界面

- 2.1.13 要停止测试，点击"停止测试"按钮。程序会自动停止测试并将数据保存到桌面。建议在停止之前手动点击"导出数据至桌面"按钮，以防止程序未能自动导出数据。
- 2.1.14 软件更新：当软件第一次打开时，如果有新版本，会自动提示。你也可以手动点击"更新"按钮检查是否有新版本的软件。如果有新版本的软件，你可以点击下载按钮，等待软件自动下载到桌面，下载完成后，关闭当前软件，提取安装包并根据安装包中的说明安装软件。

2.2 TGA 软件操作

2.2.1 访问 TGA 软件有两种方式：1. 点击共振频率控制和采集系统上的"TGA"按钮。2. 通过安装软件后创建的桌面快捷方式进入。

2.2.2 打开软件后，菜单栏位于顶部，状态栏位于底部，如下图所示：

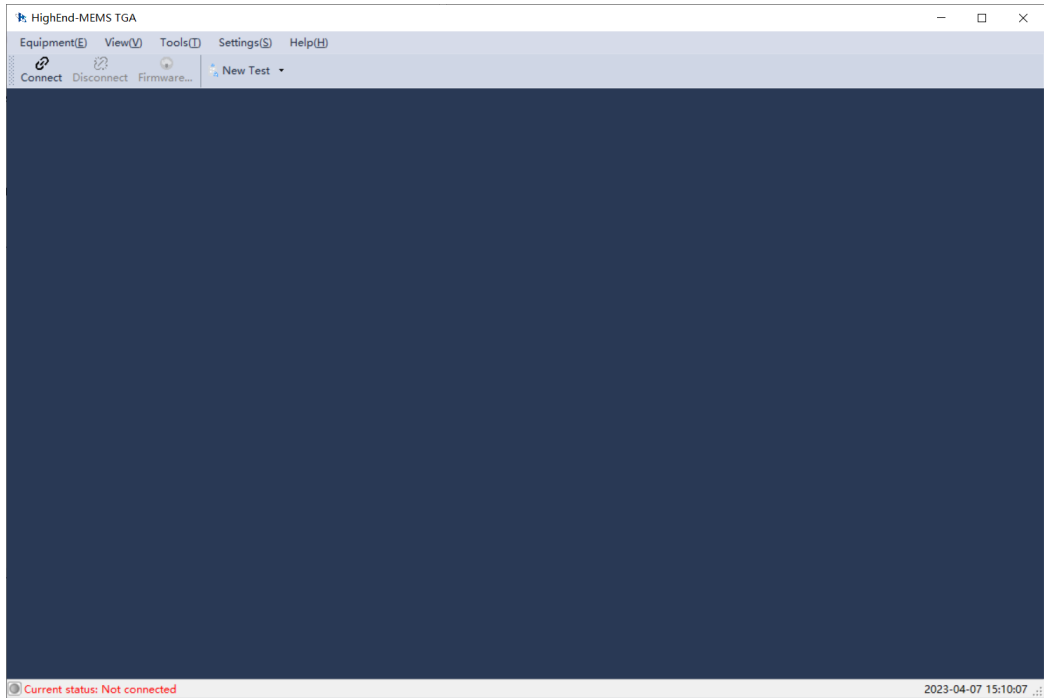


图 2.2.1 TGA 初始界面

2.2.3 在"设备"下拉菜单下，您可以选择"连接"来连接设备，"断开连接"来断开设备，选择"固件更新"来升级设备。

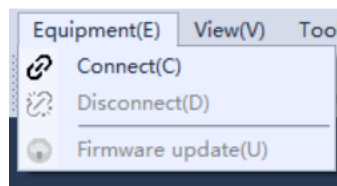


图 2.2.2 设备选项卡下拉菜单

2.2.4 在"工具"下拉菜单下，您可以选择显示"工具栏"和"状态栏"。

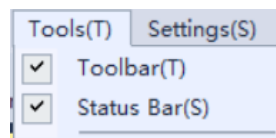


图 2.2.3 工具选项卡下拉菜单

2.2.5 在"设置"下拉菜单下，您可以选择语言环境。

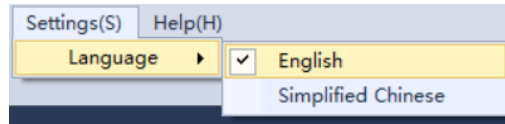


图 2.2.4 设置选项卡下拉菜单

2.2.6 在"帮助"下拉菜单下，您可以找到官方网站和软件版本信息。



图 2.2.5 帮助选项卡下拉菜单

2.2.7 连接设备：在菜单中点击"连接"选项，选择设备的 COM 端口。**注意：设备必须先接入才能成功连接。**

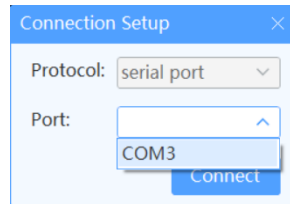


图 2.2.6 选择 COM 端口

2.2.8 点击"连接"按钮并成功连接设备后，主界面将如下图所示：

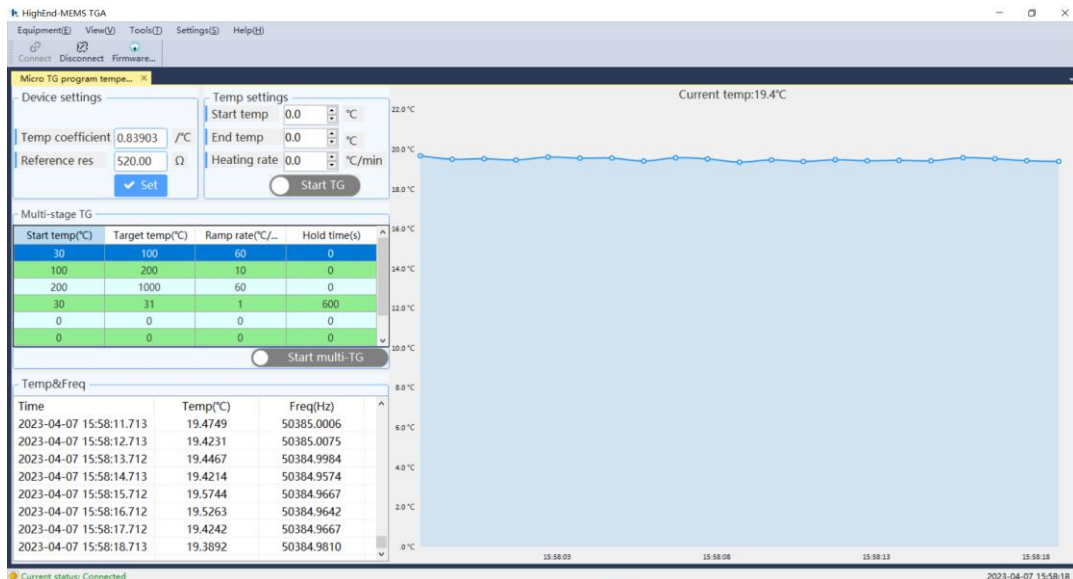


图 2.2.7 连接成功后的主界面

2.2.9 主界面分为：1. 设备设置，2. 温度设置，3. 程序温度控制，4. 数据记录，5. 温度曲线显示。

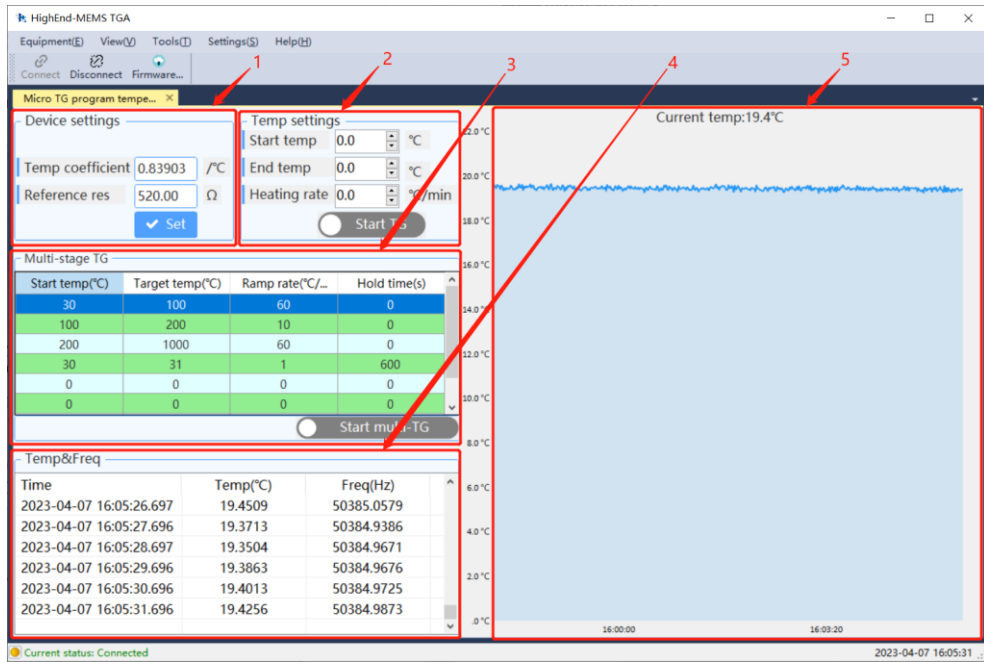


图 2.2.8 主界面功能划分

2.2.10 设备设置：每次修改参数后，需点击"设置"按钮。

2.2.11 温度设置：可以像在设备的触摸屏界面上一样设置温度参数。点击右边的按钮开始温度控制。

2.2.12 多阶段 TG 模式：设置参数后，点击"开始多阶段 TG"按钮开始温度控制。右键可以保存设置的方案。

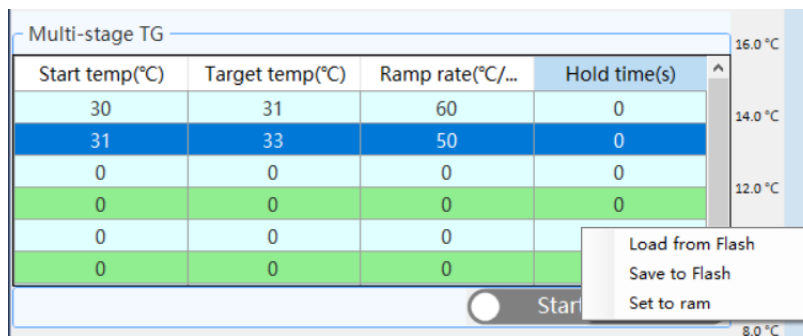


图 2.2.9 多阶段 TG 窗口

2.2.13 数据记录：此功能实时记录时间、温度和频率数据。通过右键并取消勾选"记录数据"选项，您可以将数据导出到 Excel 文件。

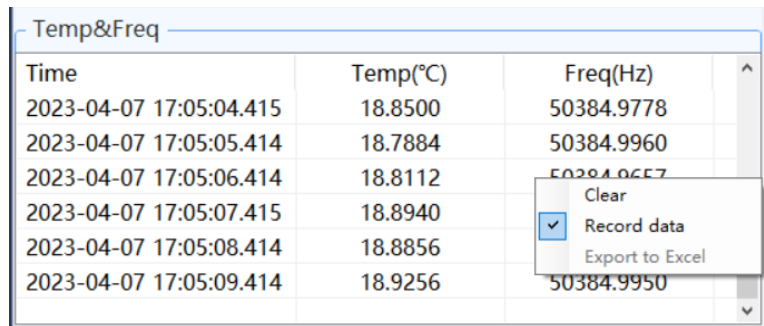


图 2.2.10 数据记录窗口

2.2.14 温度曲线显示：在此界面，右键可以为图表做相应设置。"每秒样本数"选项让您选择适当的温度采样率。

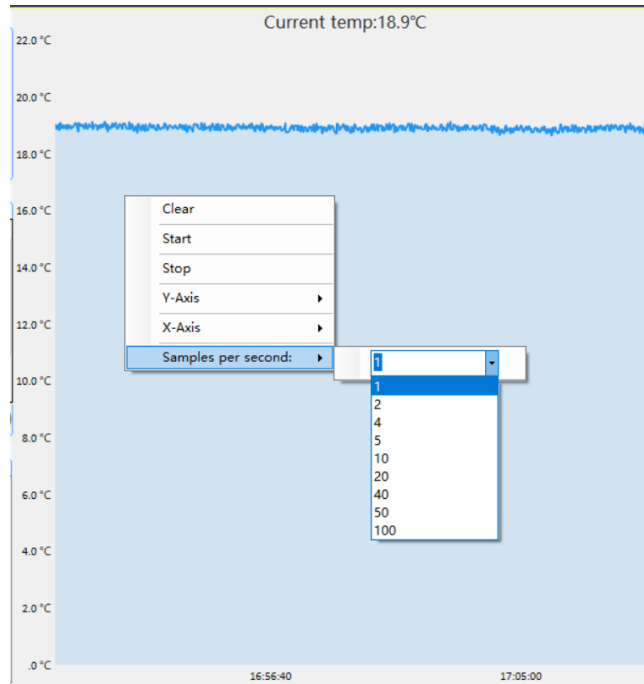


图 2.2.11 温度曲线显示窗口

2.3 分析软件操作

2.3.1 软件可以通过安装软件后生成的桌面快捷方式进入。（软件运行需赋予管理员权限）开启的软件，有菜单栏和工具栏

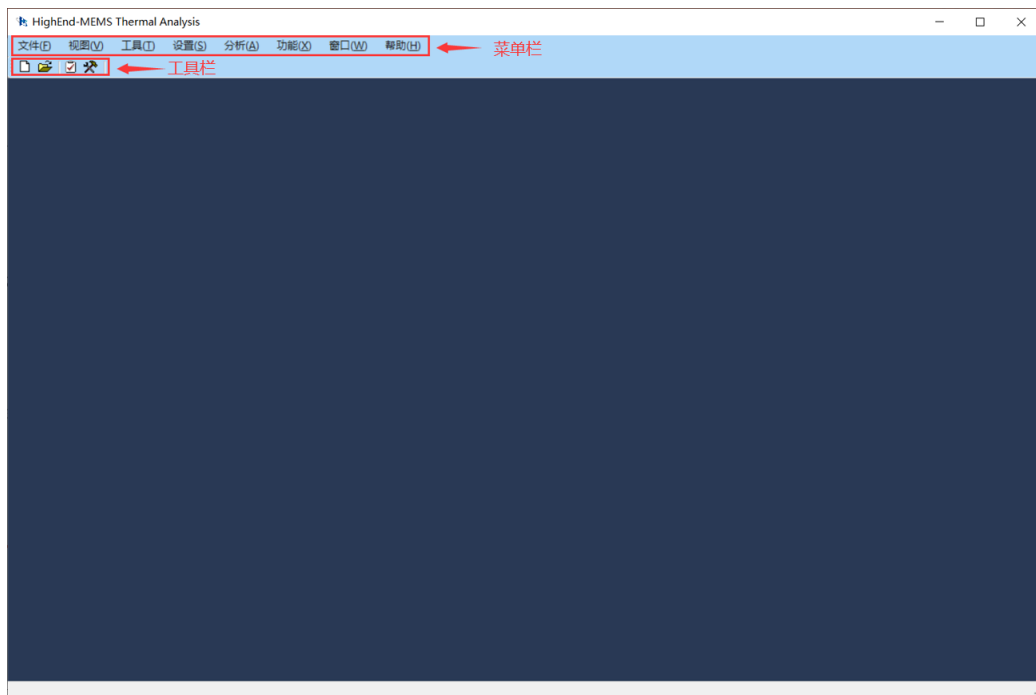


图 2.3.1 分析软件初始界面

2.3.2 选择菜单栏工具选项卡下拉窗口数据分析按钮，或选择工具栏数据分析按钮弹出数据分析窗口。

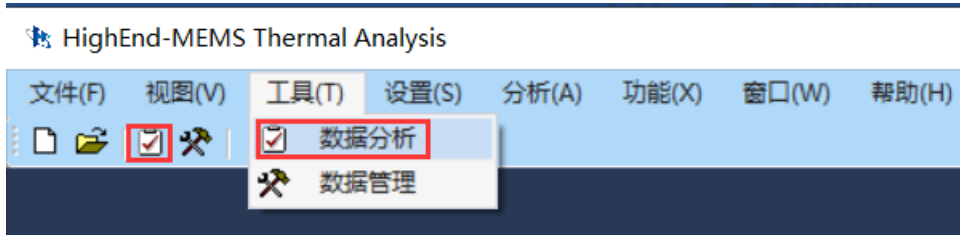


图 2.3.2 数据分析按钮



图 2.3.3 数据分析窗口

2.3.3 设定好参数并选择好数据后点击“设定 OK”，处理好的数据自动记录到数据，点击菜单栏工具下拉菜单下的数据管理，打开数据。**注意：点击“设定 OK”按钮时程序无反应，可能是选择的基线数据和测试数据是打开状态，请关闭后再点击“设定 OK”按钮**

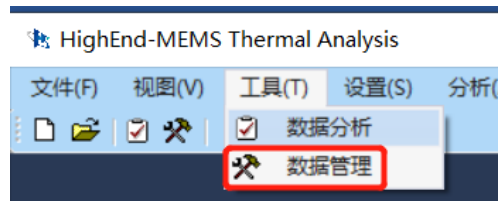


图 2.3.4 数据管理按钮

材料名称	材料批次	器件编号	温度系数	实验日期	机器编号	实验人员	实验气体	气体流量 (sccm)
2	P1	3	0.81718	2021/6/23 17:59:56	YOGA14S	test	混合气体	56.4
测试	P1	测试	0.88239	2021/9/6 11:21:28	LAPTOP-...	实验员1	N2	100

图 2.3.5 数据管理

2.3.4 菜单栏设置选项下拉菜单可以曲线选择 X 轴为时间轴或温度轴

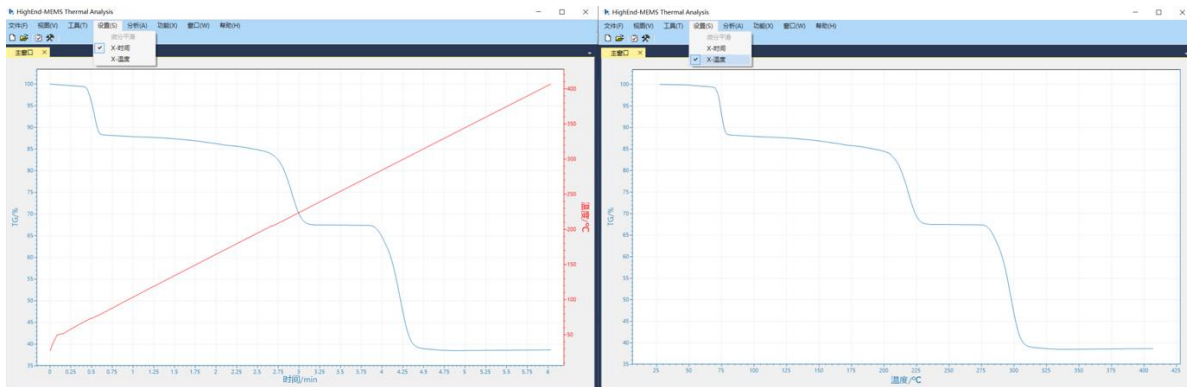


图 2.3.6 X 轴转换

2.3.5 菜单栏分析选项下拉窗口选择一阶微分，可以得到 DTG 曲线。选择起始点，拐点或终止点。选择变化范围得到对应的温度值。

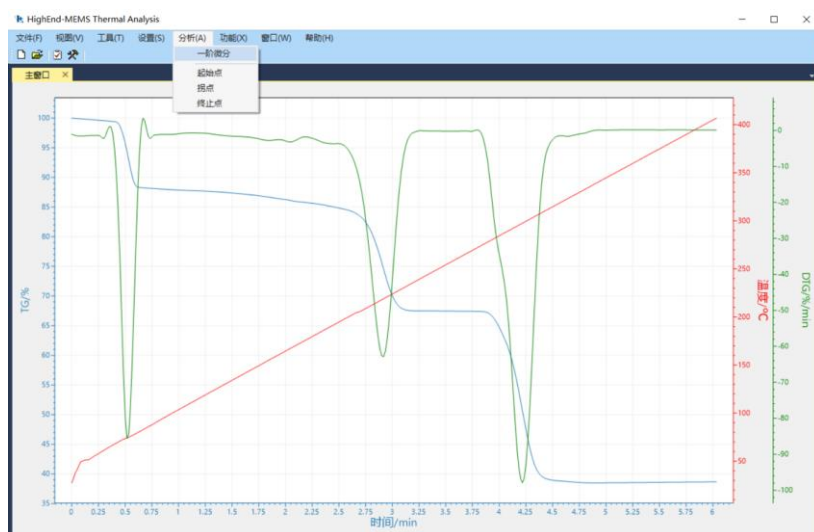


图 2.3.7 DTG 曲线生成

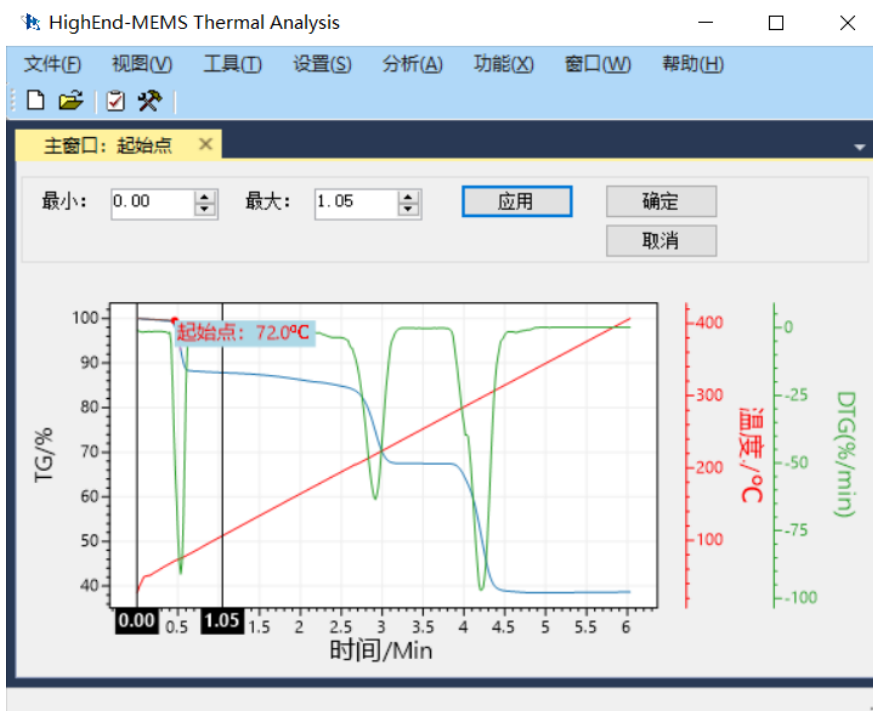


图 3.3.8 确定起始点

2.3.6 菜单栏功能选项下拉窗口可以导出当前页面曲线的具体数值到 excel 中，可以在弹出窗口命名文件并选择保存的路径。

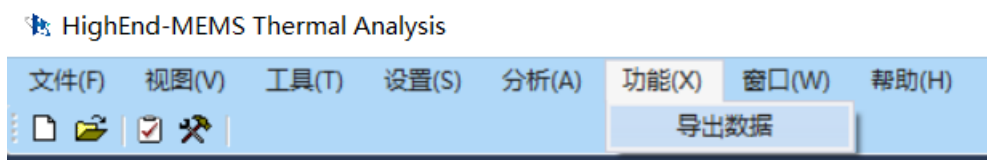


图 3.3.9 导出数据

2.4 TG 实验操作方法

2.4.1 连接好实验设备，设置完实验环境，打开频率控制与采集软件，选择实验需要使用的悬臂梁器。

2.4.2 将器件插入反应腔室。设置并启动频率控制与采集软件，待跳转到频率跟踪界面后，点击 TGA 按钮，设置 MCCS 软件采样点数和器件对应的参数。

- 2.4.3 先将悬臂梁加热到 200℃除去表面附着水汽，关闭控温后重新设置实验需要的升温速率和初始，截止温度（注意：当截止温度超过 800℃时请在惰性气体保护下进行实验）。点击开始控温后进行实验基线的记录。
- 2.4.4 到达目标温度后，先点击频率与控制软件上的导出总数据至桌面，再点击关闭控温，选择合并频率文件，选择刚刚导出的频率文件，合并后命名保存为基线。
- 2.4.5 关闭频率与控制软件，拔出器件，进行点样操作。点样完毕后放置在 70℃烘箱内烘烤 30℃，除去溶剂。
- 2.4.6 将器件插入反应腔室，设置并启动频率控制与采集软件，待跳转到频率跟踪模式后，点击“TGA”按钮，设置 M CCS 软件采样点数和器件对应的参数。
- 2.4.7 曲线稳定后，开始控温，到达目标温度后，先点击频率与控制软件上的导出总数据至桌面，再点击关闭控温，选择合并频率文件，选择刚刚导出的频率文件，合并后命名保存为升温测试数据。
- 2.4.8 数据保存完毕后点击桌面“Thermal Analysis”图标开启分析软件，点击“数据分析”功能，弹出窗口中输入对应内容选择刚才保存的基线和升温测试数据，点击“设定 OK”按钮后自动绘制出 TG 曲线。

第三章 关机操作

3.1 关机操作步骤

- 3.1.1 当设备使用结束后，在结束测试的状态下，从测试腔体取出悬臂梁芯片放在盒子中。插拔时注意不要触碰到悬臂梁芯片（悬臂梁芯片两端有开孔，可用尖嘴镊子夹取，防止损坏芯片）。
- 3.1.2 直接关闭芯片式热重分析仪 220 V 电源开关。
- 3.1.3 保存好实验数据，关闭测试软件和电脑。

第四章 注意事项

4.1 注意事项详细内容

4.1.1 为保证实验精度，实验前应开机 30 分钟。

4.1.2 谐振悬臂梁芯片比较脆弱，插拔悬臂梁时不可用手触摸悬臂梁芯片部分，不可触摸金线部分，否则会导致悬臂梁沾上指纹等污染物。不可经受较大的冲击力和震荡，点样时不可压弯，否则会导致悬臂梁损坏。

4.1.3 长时间不用时需关闭仪器电源。

4.1.4 如有新版本软件请及时更新版本软件。