NETZSCH

DSC 214 智能模式下自动校正操作向导

文件编号: cPH60-DSC-38

目录

- 1. 智能模式下自动校正—标准校正程序
 - 1.1 进入标准校正程序
 - 1.2 自动进样器的设置
 - 1.3 校正项目的设置
 - 1.4 校正标样的设置
 - 1.5 校正测试与结果
- 2. 智能模式下自动校正—高级 Beflat 校正
 - 2.1 空样品位置的校正
 - 2.2 样品位置上的空坩埚校正
 - 2.3 高级 Beflat 校正结果

前言

在 DSC 214 智能模式下不仅设有预先定义的测试模板,还有预先定义的自动校正程序,包含有标准 校正程序和高级 Beflat 校正程序。

- 标准校正程序包含有 DSC 的温度-热焓-Tau-R 校正,温度-热焓校正是 DSC 的常规校正,Tau-R 校正是对 DSC 的热阻和时间参数进行校正。
- 高级 Beflat 校正是对与温度和升温速率有关的 DSC 基线进行校正,扣除由于传感器的非对称性、 参比端/样品端坩埚与传感器之间热阻差异、参比坩埚与样品坩埚质量差异引起的基线漂移。

完成自动校正程序后,软件自动分析处理测试数据,形成各自的校正文件和曲线,用户接受并保存该系列校正文件,便于后续测试调用,具体操作步骤如下。

1、智能模式下自动校正—标准校正程序

1.1 进入标准校正程序

在 DSC214 Smartmode 智能模式界面下,点击"自动校正",显示有两个选项:标准校正程序和高级 BeFlat 校正。

收藏夹	标准校正程序	*
用户方法		
向导	高级 BeFlat® 校正	*
预定义的方法		
自动校正		
测量		
设置 & 控制		
Setpoint 等待 25 ℃ 关闭		
ASC 管理器		



1.2 自动进样器的设置

选择"标准校正程序"选项,在"自动进样器设置"界面下勾选激活自动进样模式,接下来对坩埚 最高移除温度(比如 40℃)、最终移除类型、参比坩埚类型进行设置。点击"增加"也可以重新定 义新的参比坩埚位置、质量和类型。

NETZSCH Smartwode			
NETZSCH	DSC 214 Polyma (非社) (非社) (非社) 25.0 °C		ぐ × 米
收藏夹	< ● 标准校正程序		
用户方法 新建	自动进样器设置 校正 标准	结果	
向导	☑ 激活自动进样模式		
预定义的方法	最高移除温度:	40 °C	
自动校正	最终移除:	移除样品	
测量	参比坩埚:	0 - Concavus Pan Al, pierced l	
设置 & 控制	位置 名称	质量 [mg] 坩埚质量 [mg] 坩埚	增加
Setpoint 😃 🕉	这一参比样品用在标准校正之中。 0	0 51.80 Concavus Pan Al, pierced lid 610 °C	1919
ASC 管理器			
	仪器正常.		
	仪器配置复位全部	复位所选项 开始 停止 完成	

1.3 校正项目的设置

在"校正"界面下设有两种校正类型:一种是"完整的校正",可以选择温度、热流和 Tau-R 进行同步校正;另一种是"快速重校正",选用一种或多个标样对温度进行检查和对热焓进行重新校正。进行"快速重校正"的前提是已经完成了"完整的校正",界面如下所示:

NETZSCH SmartMode	DSC 214 Polyma			<mark>\$</mark> * 米
收藏夹	← 标准校正程序			
用户方法	自动进样器设置 校正 标准 结果			
向导	 ○ 完整的校正 ● かきませて 	0	校正系列:	常规校正 ##5.1%#
预定义的方法	● 伏速重校正 选择校正:	0	坩埚:	Concavus Pan Al, pierced lid 福弘
自动校正	☑ ● 温度 (检查)	0) 吹扫气1:	AIR(80/20) 摘认
测量	☑ ● 热流 (重新校正)	0) 吹扫气2:	NITROGEN 确认
设置&控制	元五	0	保护气:	NITROGEN 微认 的日气2 流量: 40 ml/min 使Pretselle: 50 ml/min
Setpoint 🔮 美团	输入温度, 取值范围 (-195 ℃, 605 ℃> 且不等于 25	0	温度范围:	-195 - 605 °C
ASC 管理器 じ _{开启}	°C. 当前硬件温度范围为从 -195 ℃ 到 605 ℃		升温速率:	范斯: -195 °C 605 °C 10 K/min
		0	MFC 流量:	激活 更改
	请检查'结果'页面中的图形,并将校正结果设为'接受'.			
	(火器配置) 复位全部 复位所选项	开始	停止	完成

此处以"完整的校正"为例,选择"校正系列"如"DSC kit, Concavus pans, 6 references"使用 DSC214 自带的一套标准样品 ($C_{10}H_{16}$ 、In、Sn、Bi、Zn、CsCl)进行校正,选择"坩埚类型"如 Concavus Pan Al, pierced lid,设定"吹扫气和保护气"类型如氮气,设定"温度校正范围"(最大范围-195 $\mathbb{C} \sim 605 \mathbb{C}$,根据实际情况设定),选择"升温速率"如 10K/min。



NETZSCH SmartMode	
NETZSCH SmartMode	DSC 214 Polyma E
收藏夹 👆	← 标准校正程序
用户方法 都建	自动进样器设置 校正 标准 结果
向导	● 完整的校正
预定义的方法	
自动校正	☑ ● 温度 O 吹扫气1: OXYGEN Øル
测量	✓ ● 热流 ● ● 吹扫气2: NITROGEN
设置 & 控制	「With Control of the section of t
Setpoint 🔮 等待 25 ℃ 关闭	已激活自动模式。可用的标样系列与坩埚由参比坩埚 温度范围: -195 - 605 ℃
ASC 管理器	7回世-195で_605で 升温速率: 10 K/min
	● MFC 流量: 激活 更改
	仪器正常.
	仪器配置 <u>复位全部 复位所造革</u> 开始 得止 完成

1.4 校正标样的设置

进入"标准"界面下,显示有6个标准样品,根据实际情况(如果 DSC 没有配备液氮冷却,只能将低温标样 C₁₀H₁₆去除,测试剩下5个标样),选择需要校正的标准样品(In 为必测样,选项呈灰色),定义标样在自动进样器上位置,输入标样的质量(见标样盒内,有标注)。此处所列的熔融温度和热焓值均为标样的标准值,可供参考。

NETZSCH Smartmode										
NETZSCH SmartMode	DSC 214	Polyma							¢°	#≍ ×
收藏夹 用户方法 避	示 示 市 动 进 相	生校正程序 ¥器设置校正标准/结果								
向导		名称	ASC 位置	熔融温度 °C	热焓 J/g	样 品 质量 mg		۵ 🕼	1	
预定义的方法 自动校正	• Ø	Adamantane (C10H16) 温康程序、为 Adamantane: 开始于 25 ℃、決印到 - 100 ℃、恒置 15 分钟, 随后加热到 15 ℃,以 10 K/min 升温速率。	1	-64.5	22.000	10.17	•			
测量		Indium (In)	2 -	156.6	28.600	12.38	\bigcirc			
设置 & 控制		Tin (Sn)	3	231.9	60.500	13.99	0			
Setpoint 😃 美術		Bismuth (Bi)	4 -	271.4	53.100	13.61	0			
ASC 管理器		Zinc (Zn)	5 -	419.5	107.500	11.10	0			
		Contine Chlorida (CaCI)	2 分析	1760	17 200	17.01				
	● 不可	1能 🔵 就绪 😑 失敗 1的 😔 必须的	✓ 需 X 失	要验证 败	త	成功的 未使用	6	超出阈值 复位		
	仪器正常				-					
	仪器和	置 复位全部 复位所结项	开始		停止	完成				

1.5 校正测试与结果

将以上信息确认无误后,点击"开始"进行标准温度-热焓-Tau-R校正程序测试,界面自动转到"测量"界面,软件自动检查炉腔内参比位和样品位的坩埚情况,如果参比位和样品位有先前测试留下的标记,建议手动清除后再开始测试。下图是所有6个标样的校正测试。





使用自动进样器 ASC 将设定的标样校正测试全部完成后,界面上右侧显示:测试是否成功、温度-热焓-Tau-R 校正是否成功。下图是6个标样的校正完成状态。

NETZSCH SmartMode	DSC 214 Polyma E Furnice doud				✿ <mark>×</mark> ※
Favorites	Standard Calibrations Run				
User Methods	Autosampler settings Calibrations	Standards Results			
Wizards	Name	ASC T. Melt. Position °C	Enthalpy Sample Mass J/g mg	۵	T
Predefined Methods	🕢 Adamantane (C10H16)	1 -64.5	22.000 10.17		
AutoCalibration	🗹 Indium (In)	2 156.6	28.600 12.38		
Measurement	🗹 Tin (Sn)	3 231.9	60.500 13.99		
Setup & Control	🗹 Bismuth (Bi)	4 271.4	53.100 13.61		
Setpoint O	🗹 Zinc (Zn)	5 419.5	107.500 11.10		
ASC Manager Switch ON	Cesium Chloride (CsCl)	6 476.0	17.200 13.81		2
	Messurement Impossible Ready Succeeded Obligatory	Failed Evaluation Failed V Needs verification Failed	Succeeded Not used	Threshold excee	:ded
	'Reset' results out of tolerable deviations, Instrument configuration Reset all	check graph , set 'accept' checkman Reset selected Start	rks , finally press 'Finish' button	l. Finish	

点击"结果"选项,界面显示温度、热焓和 Tau-R 的校正曲线,对于超出阈值的数据点,软件在拟 合校正曲线时,不予采纳。点击"接受提交",将校正曲线文件保存在系统中,点击"完成"结束 DSC214 的标准校正程序。下图是 6 个标样的校正曲线与结果。



NETZSCH SmartMode	DSC 214 Polyma Furnese closed	\$ ※
Favorites	🗲 Standard Calibrations Run	
User Methods	Autosampler settings Calibrations Standards Results	
Wizards	Tempersture calibration Tex-2 calibration Tex-2 calibration	
Predefined Methods		
AutoCalibration		
Measurement		
Setup & Control	0 1 0 1 00 1 00 1 00 30 30 1 20 30 100 /C 1/C trappont. ↓ Accesst	
Setpoint 🕐	Name Melting temp. Dev. K. Name Peak area Dev. % Name Time const. Dev. %	
ASC Manager	C10H16 -64.84 0.11 C10H16 89.61 0.28 C10H16 8.55 10.18 In 156.39 0.03 In 121.75 0.15 In 4.98 3.82 Sn 231.78 0.02 Sn 24.10 1.32 Sn 4.70 1.18 Bi 271.31 0.01 Bi 20677 0.17 Bi 4.44 0.46	
	'Reset' results out of tolerable deviations, check graph, set 'accept' checkmarks, finally press 'Finish' button.	
	Instrument configuration Reset all Reset selected Start Stop Finish	

2、智能模式下自动校正—高级 Beflat 校正

2.1 空样品位置的校正

在"自动校正"菜单下,点击"高级 Beflat 校正"界面显示如下。首先选择左侧位置的"空样品位置",设置冷却设备、坩埚类型、温度范围、以及参比坩埚的质量,确认吹扫气和保护气类型。

NETZSCH SmartMode		second the statement of the second			×
NETZSCH	DSC 214 Polyma			¢°	× 米
收藏夹	😋 高级 BeFlat® 校正				
用户方法 🚺 🎲	🗙 高级 BeFlat 校正 缺失	冷却设备	冷却 (机械制冷 40)		
向导	● × 空样品位置	● 坩埚:	Concavus Pan Al, pierced lid	确认	
预定义的方法	〇 X 样品位置上的空坩埚	◎ 温度范围:	20 - 300 °C 范围: 5 °C … 605 °C 除外 25 °C		
自动校正		Reference crucible mass:	51.86 mg		
測識		Sample crucible mass:	sada: s mg s0000 mg		
设置 & 控制	200	O 吹扫气1:	范围: 5 mg 50000 mg NITROGEN	确认	
Setpoint 公 等待 25 ℃ 关闭		🔵 🔘 吹扫气2:	NITROGEN	确认	
ASC 管理器	20 时间 01:21 hh:mm	● 保护气:	NITROGEN	确认	
	温度程序: 起始于 25 °C, 冷却到 20 °C, 恒温 15 分钟, 加热到 300 °C, 恒温 10 分钟, 再冷		保护气流量: 60 ml/min		
	却到 20 °C.	● MFC 流量:	激活	更改	
	仪器正常.				
	仪器配置 开始 停止	插入样品			

打开 DSC 炉子,手动放入参比坩埚,然后关闭炉子,点击"开始"进行空样品位置的校正测量。界面自动跳转到"测量"界面,显示如下。





测量结束后,界面显示如下。点击"提交"完成高级 Beflat 校正的空样品位置测量。



2.2 样品位置上的空坩埚校正

接下来选择"样品位置上的空坩埚"测量,输入样品坩埚质量,手动放入样品空坩埚后,点击"开 始"进行测量。



	DSC 214 Polyma 于			2	×
SmartMode	\$\$\$5.0 °C			*	洸
收藏夹	중 高级 BeFlat® 校正				
用户方法	🗙 高级 BeFlat 校正 缺失	冷却设备	冷却 (机械制冷 40)		
向导	○ ✓ 空样品位置	● 坩埚:	Concavus Pan Al, pierced lid	附认	
预定义的方法	K 样品位置上的空坩埚 尚未来行。	● 温度范围:	油度保備: 610 ℃ 20 - 300 °C 空間帯: -50 ℃ … 605 ℃ 除外 25 ℃		
自动校正		Reference crucible mass:	51.86 mg		
刘重		Sample crucible mass:	范围: S mg 50000 mg 51.90 mg		
设置 & 控制		〇 吹扫气1:	范围: 5 mg 50000 mg NITROGEN	附认	
Setpoint 😃	300	● ● 吹扫气2:	NITROGEN	ηίλ.	
ASC 管理器 サ度	20 时间 01:21 hh:mm	● 保护气:	NITROGEN 8	有认	
	溫度程序: 起始于 25 °C, 冷却到 20 °C, 恒温 15 分钟, 加热到 300 °C, 恒温 10 分钟, 再冷 却到 20 °C.	MEC 流量·	保护气流量: 60 ml/min 染灯活	624	
		₩ C MGE.			
	仪器正常.				
	仪器配置 开始 停止	插入样品			

"样品位置上的空坩埚"测量界面如下。



2.3 高级 Beflat 校正结果

在"样品位置上空坩埚"测量结束后,软件自动计算得到一条覆盖设定温度范围的 DSC 高级 Beflat 校正曲线(图中绿色曲线)。点击"提交",保存高级 Beflat 校正结果,便于在后续实际测试中调用 该校正文件。





完成后的"高级 Beflat 校正"界面显示如下。

NETZSCH SmartMode					×
NETZSCH SmartMode	DSC 214 Polyma			¢	× 米
收藏夹	중 高级 BeFlat® 校正				
用户方法	✓ 高级 BeFlat 校正 确定	冷却设备	冷却 (机械制冷 40)		
向导	○ ✓ 空样品位置	● 坩埚:	Concavus Pan Al, pierced lid	制人	
预定义的方法	● ✓ 样品位置上的空坩埚 _{完成}	● 温度范围:	20 - 300 °C		
自动校正		Reference crucible mass:	51.86 mg		
夏辰		Sample crucible mass:	sam: s mg sould mg		
设置 & 控制		〇 吹扫气1:	范围: 5 mg 50000 mg NITROGEN	玩	
Setpoint 🔮	300	● ● 吹扫气2:	NITROGEN	礼人	
ASC 管理器	20 85何 01:21 hh:mm	● 保护气:	NITROGEN 000000000000000000000000000000000000	Pi L	
	溫度程券: 起始于 25 °C, 冷却到 20 °C, 恒温 15 分钟, 加炸到 300 °C, 恒温 10 分钟, 再冷 却到 20 °C.	● MFC 流量:	保产气流量: 60 ml/min 激活	記な	
	仪器正常				
	仪器配置 开始 停止	插入样品			

耐驰科学仪器商贸(上海)有限公司 应用实验室 朱明峰 初稿: 2017.04 最后修订于: 2017.05 技术支持邮箱: <u>nsi-lab@netzsch.com</u> <u>www.ngb-netzsch.com.cn</u>