

DSC 仪器维护

文件编号: cPH60-DSC-06

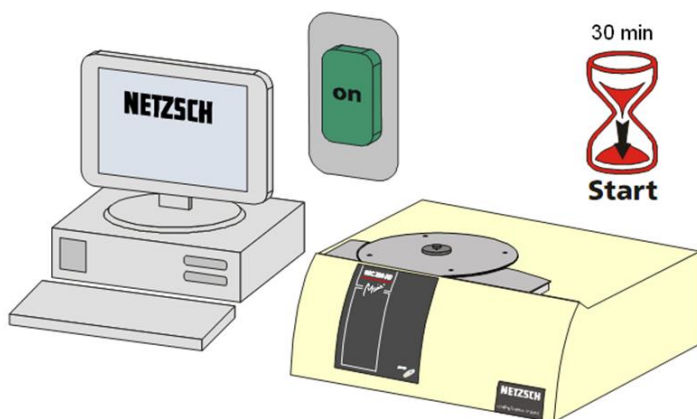
目录

测试注意事项
 污染清理
 空烧功能
 污染清除后的检验

本文件针对的 DSC 仪器型号: Netzsch DSC214, DSC3500, DSC204F1, DSC200F3。

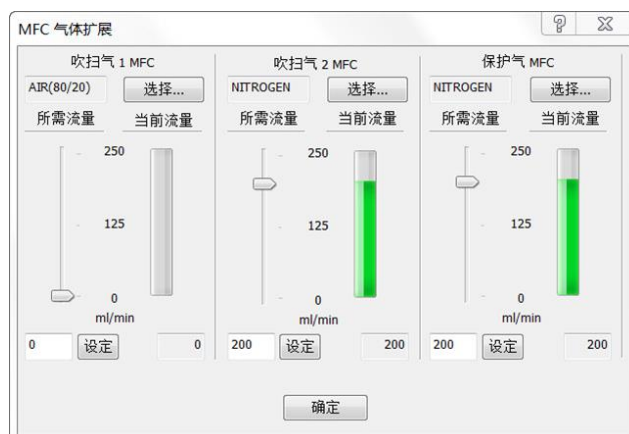
测试注意事项

仪器平时可一直处于开机状态, 尽量避免频繁开机关机。
 在之前关闭仪器的情况下 (不包括短期的关机与重新开机), 一般建议开机半小时后进行测试。



DSC 原则上不用于分解测试, 特别应尽量避免可能产生碳烟或油渍类挥发物的测试, 以免对传感器和炉体造成不易清理的污染甚至损害。

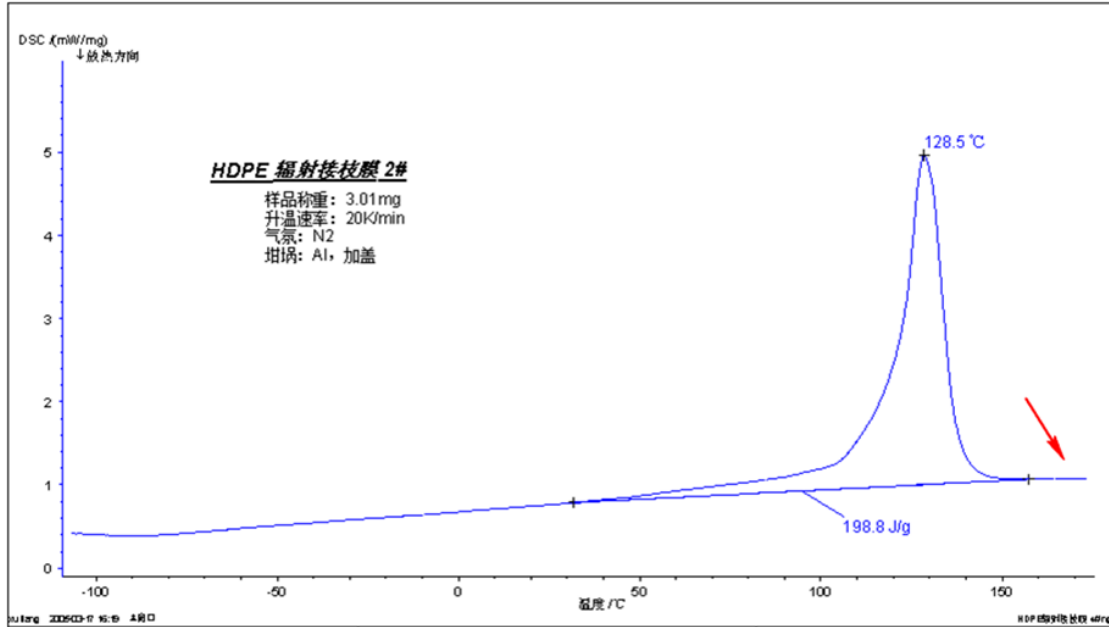
实验前应对样品的组成有大致了解。如有可能的危害性气体产生, 又不得不进行测试, 实验要加大吹扫气的流量。



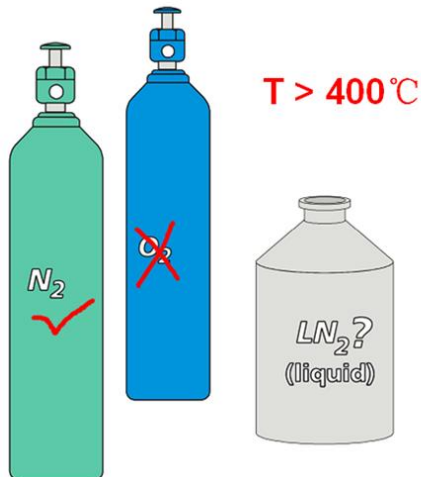
为了保护传感器，避免在高温下的样品可能的挥发或分解造成的污染，应尽量避免无目的的无意义地将样品升到过高的温度或在较高温度下作较长时间停留。因此建议：

对于熔融测试，一般升过熔点 20~30K，待基线走平后，即可开始降温。

对于其他反应，一般在希望观察的热效应完成、基线走平之后，即可开始降温。



在测量过程中全程开启惰性保护气 PG，有利于延长炉体使用寿命，且避免在低温下结霜。400℃以上的测量须使用惰性气氛（一般为 N2）作为吹扫气体。不能使用空气或 O2。当炉体处于 450℃ 以上时，一般不建议使用 LN2 进行冷却。



为了延长炉体与传感器的使用寿命，如无特别的测试需要，一般不建议将仪器升至极限温度。特别是尽量避免仪器在较高温度 (>500℃) 的情况下长时间恒温或慢速升温。

测试完成后，建议等炉温降到 200℃ 以下后才能打开炉体。

问：DSC200F3 & DSC204F1 可以做到 600 或 700 度，为什么不能做高分子分解？

答：DSC 不是不可以做分解，是我们不建议大家拿它做分解测试。对于 DSC 而言，传感器一般是金属合金类的，比较容易受到酸性物质腐蚀，也不能长时间高温氧气下操作。所以 DSC 不是不能做分解实验，而是做分解实验是否会污染传感器，有腐蚀性气体挥发肯定是不能做的，即使分解出来的气体没有腐蚀性我们也不建议做。因为一般我们是在 N₂ 气氛下测试，分解后可能产生大量的碳黑，它很容易附着在传感器面盘与炉盖上（表现为传感器被“熏黑”），给仪器的清洗造成麻烦，也影响传感器的灵敏度。



污染清理

在每次测试开始之前，应确保炉体内干净。

在炉体受到污染的情况下，应首先检查一下 DSC 信号、温度信号是否正常显示，如果正常，说明热电偶未损坏。随后可以进行清理。



清理方式:

使用蘸有有机溶剂（酒精或丙酮）的棉签、无绒毛布或纸巾，擦拭传感器表面受污染的部位。

对于粘附较牢的污染物，可先使用配套的玻纤刷、或细金刚石海绵（fine diamond sponge）轻轻地进行擦拭（不可用力，否则易刮伤传感器表面），再使用蘸有酒精/丙酮的棉签清洁一下传感器表面，粘除擦下来的颗粒碎屑等污染物，必要时可辅以使用一些带抽力的设备（如吸尘器等）抽走颗粒碎屑。



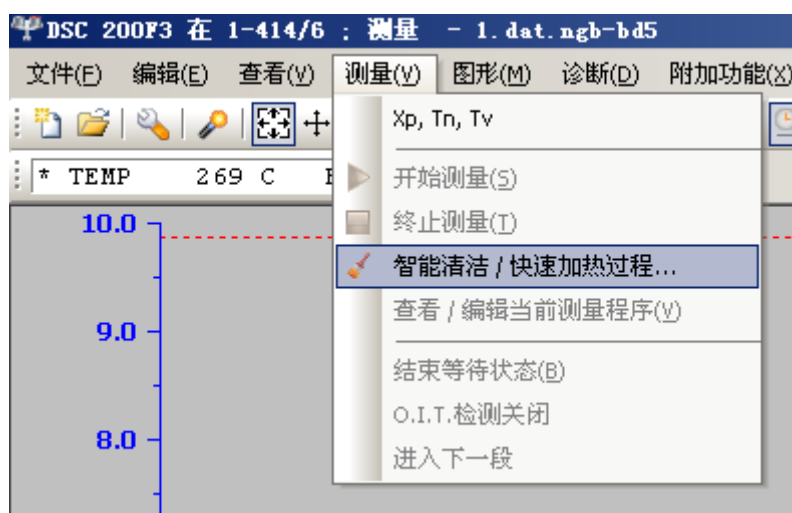
随后对炉体进行空烧。

空烧功能

注：执行此操作前，强烈建议先联系耐驰工程师讨论空烧清理方案。

在 Proteus 6.0 之前，对炉体进行空烧清洁的传统方式，是在不放坩埚的情况下编辑一个温度程序。建议的温度程序为在 N₂（或 Air）气氛下，升至一定温度，随后酌情恒温一定时间。

而在 Proteus 6.0 中，测量软件新增了“智能清洁 / 快速加热过程”：



点击后出现如下对话框：

智能清洁 / 快速加热测试

空炉体 (不使用坩埚)
当前温度: 34.1 °C

加热 / 冷却段
目标温度: 400.0 °C 升温速率: 20.000 K/min STC

等温段
时间: 00:15 hh:mm STC

请输入时间在 00:00 和 99:59 之间

当前硬件温度范围为从 5 °C 到 605 °C

在智能清洁/快速加热测试过程中程序不控制设备.
您需要使用“诊断”菜单下的对话框, 将其开启或关闭.

运行 取消

仪器正常. 仪器配置...

可参照上图所示，将空炉体（无坩埚）以 10~20K/min 的升温速率升到一定温度，并视情恒温一定时间。（注意气体需在“诊断”菜单下的“气体与开关”或“MFC 气体管理”中事先打开并调节好合适的流量，视情使用 N2 或 Air）。

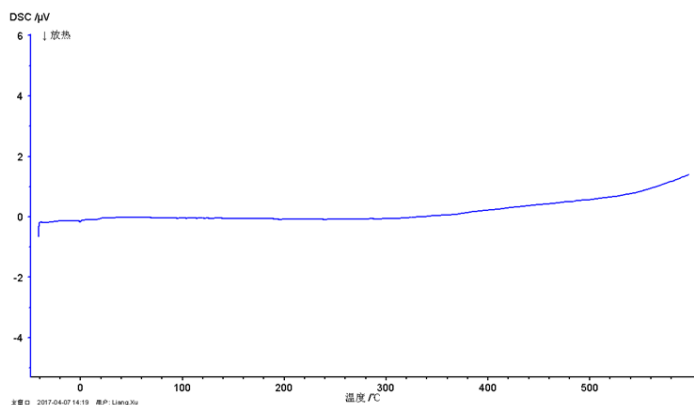
设置完成后，点击“运行”开始空烧运行。

污染清除后的检验

在发生较严重污染的情况下，在按照上述擦除、空烧步骤尽可能地清除污染之后，一般需验证一下传感器的性能（基线、温度、灵敏度）有无受到影响。方法是：

step1: 在日常使用温度范围内进行基线的验证测试。若基线基本正常，局部不存在明显的峰，传感器一般仍可继续使用。

step2: 使用标样 In 与 Zn 进行温度与灵敏度的验证测试。若温度与热焓较理论值偏差不大，可直接使用。若发生了较大偏差，则需要重新进行温度与灵敏度校正（详见《DSC 仪器校正》）。



耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司 应用实验室
徐梁

初稿：2012. 7.

最后修订于：2020. 9.

基于 Proteus 6.0 版

技术支持邮箱：nsi-lab@netsch.com

www.netsch.cn