

**目录**

开机  
气体与液氮  
制备样品  
装样  
新建测量  
设定温度程序  
选择校正文件  
设定测量文件名  
初始化工作条件  
测量运行  
测量完成

**1. 开机**

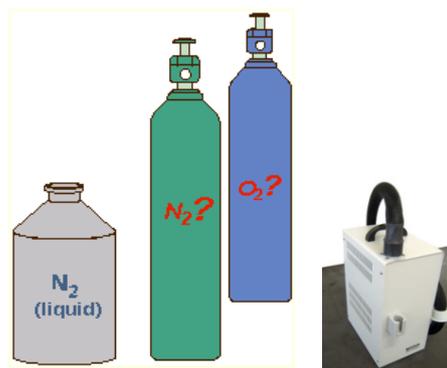
打开计算机与 DSC214，一般开机一小时左右可以进行样品测试。

**2. 气体与液氮**

### a. 确认测量所使用的吹扫气情况。

对于 DSC 通常使用 N<sub>2</sub> 作为保护气与吹扫气。如果需要进行材料抗氧化性测试，需要配备 O<sub>2</sub> 或空气。

气体钢瓶减压阀的出口压力（显示的是高出常压的部分），通常调到 0.5bar 左右，最高不能超出 1bar，否则易于损坏质量流量计 MFC。



### b. 如果使用液氮在低温下进行测试，确认液氮是否充足，是否需要充灌。

如果使用机械制冷进行冷却，打开机械制冷的开关。

## 3. 制备样品

准备一个干净的空坩埚。DSC 通常使用铝坩埚，温度范围-170...600℃。

先将空坩埚放在天平上称重，去皮（清零），随后将样品加入坩埚中，称取样品重量。重量值建议精确到 0.01mg。

加上坩埚盖（坩埚盖上通常扎一小孔），对于 Al 坩埚，一般需要放到压机上压一下，将坩埚与坩埚盖压在一起。



制样 → 坩埚盖扎孔 → 样品称量 → 坩埚密封

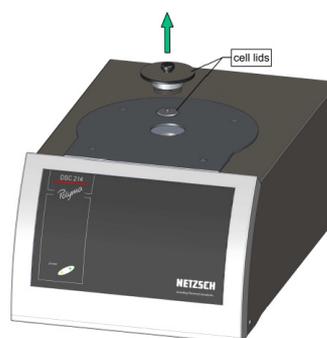
关于制样与坩埚压制的更多技巧，详见《DSC 测量附注》。

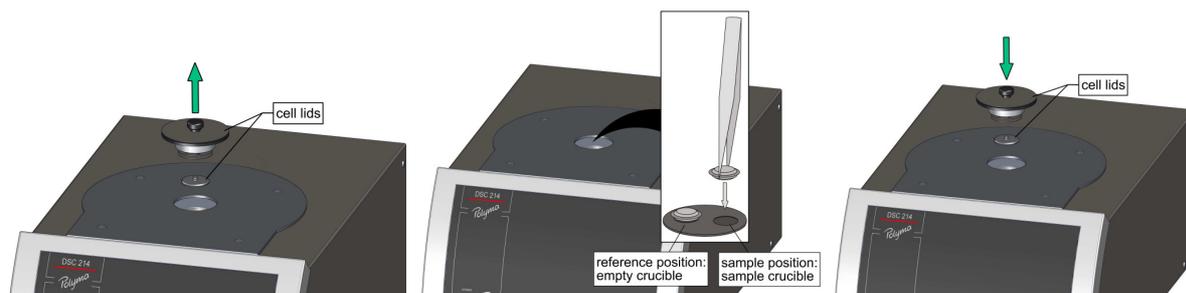
## 4. 装样

将样品坩埚放在仪器中的样品位（右侧），同时在参比位（左侧）放一空坩埚作为参比。

坩埚应尽量放置在定位圈的中心位置。特别对于比热测量，为了提高精度，保持坩埚定位的稳定性（前后一致性）较为重要。

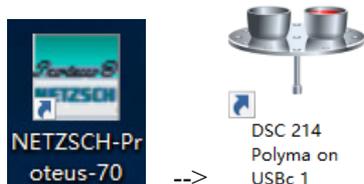
随后盖上炉体的两层盖子。（内层盖子应使用镊子操作。另注意尽量避免在炉体温度 100℃ 以上时盖上内盖。否则若不小心盖子放得歪了，由于突然受热的膨胀因素，易于卡在炉口，导致很难取出）



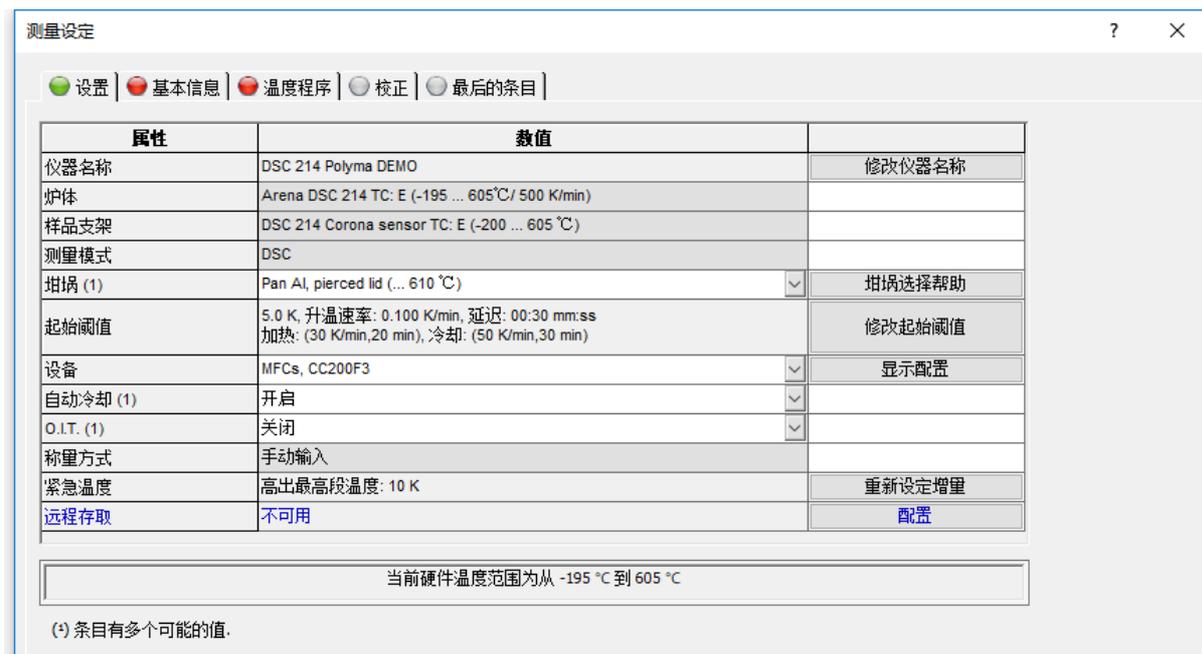


## 5. 新建测量

打开测量软件，等待几秒钟，待软件与仪器建立通讯：



点击“文件”菜单下的“新建”，弹出“测量设定”对话框：



该对话框包含四个标签页，分别为：设置、基本信息、温度程序、最后的条目。

首先在上图的“设置”对话框中确认一下仪器的硬件设置（坩埚类型、冷却设备等），随后点击“下一步”，进入基本信息设定：

测量设定

● 设置 | ● 基本信息 | ● 温度程序 | ● 校正 | ● 最后的条目

● 测量类型

修正

样品

修正 + 样品

样品 + 修正

实验室: NSI

项目: c0000

操作者: lab

日期: 4/3/2019 9:39:12 AM

材料:

样品

样品编号: 1#

样品名称: PP

样品质量: 6.58 mg

坩埚质量: 0 mg

参比

参比名称:

参比质量: 0 mg

坩埚质量: 0 mg

MFC 气体

设备	数值
吹扫气 1 MFC	<not defined>
吹扫气 2 MFC	NITROGEN
保护气 MFC	NITROGEN

改变气体

备注:

输入操作者名称

图例

● 输入未完成   ● 输入完成   ● 输入需要校验   ● 无法存取页面   ● 输入不需要

<- 上一步   确定   测量   取消   下一步 ->

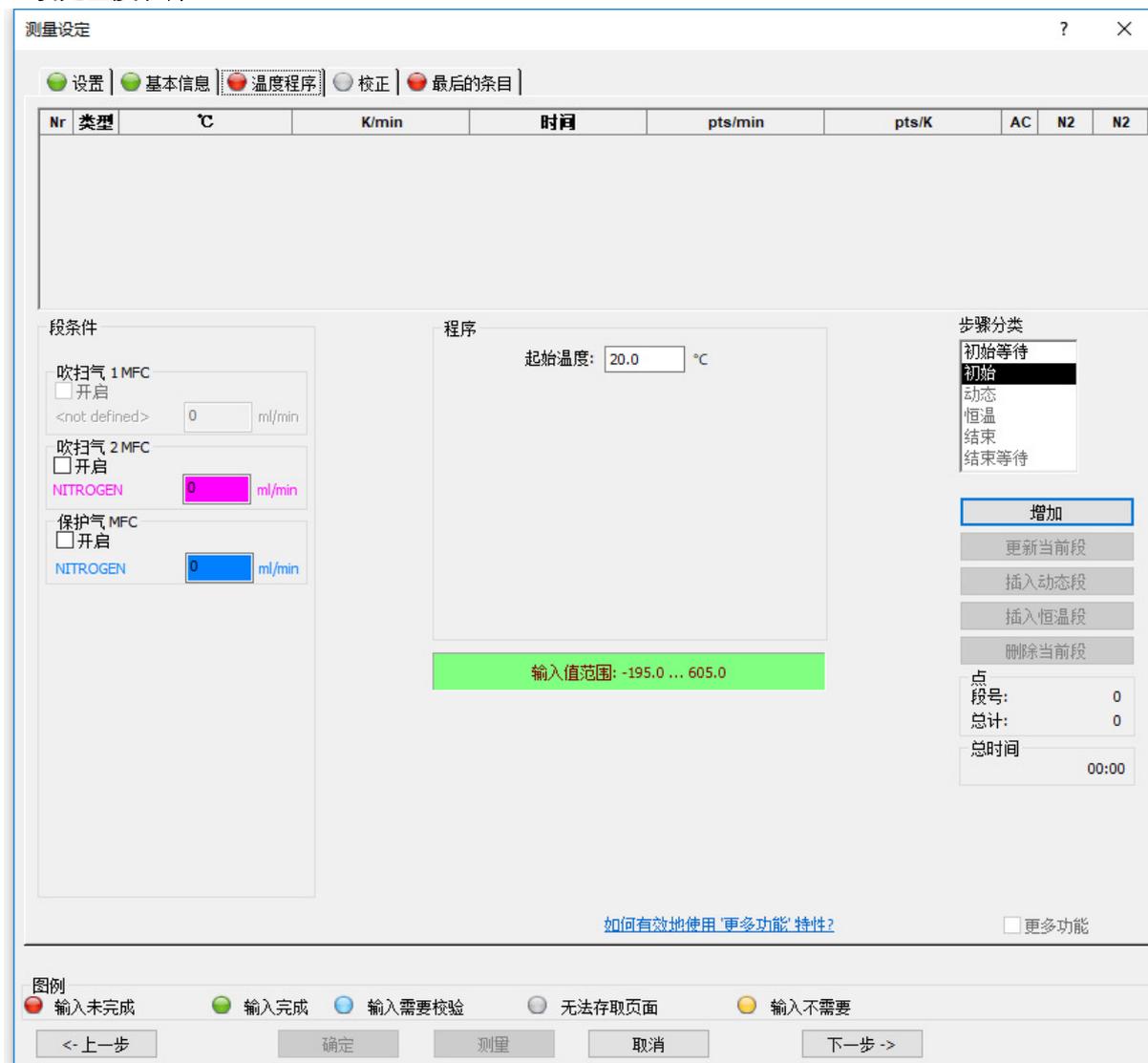
在对话框的上半部选择测量类型，输入实验室、操作者、样品名称、编号、重量等参数，并确认当前连接的气体种类。其中必填的是测量类型、样品名称、样品编号与样品质量四项。测量类型包括“修正”、“样品”、“修正+样品”、“样品+修正”四类，对于常规的 DSC 测试一般选“样品”即可。样品质量最好精确到 0.01mg，而其他的参比质量、坩埚质量等对测试没有影响，均可留空不填，或填个大致数字即可。

#### 关于不同的测量类型：

- 修正：使用空坩埚的空白基线测试，生成的是基线文件。
- 样品：直接的样品测试。不扣除基线。
- 修正+样品：打开基线文件，在其基础上进行样品测试。所测得的曲线将自动扣除基线。适合于比热测量，或对基线水平性要求较高的场合。
- 样品+修正：是一种“先测样品，后补基线”的特殊方式。即若之前已经进行了单“样品”模式的测试，后续又想将测量结果扣除一下基线。可放入空坩埚，再打开“样品”模式的数据，选择“样品+修正”进行编程与测试。所测得的数据将作为空白基线补充到原“样品”模式数据中，最终会得到相当于“修正+样品”方式的扣除了基线的样品数据。

在设定好了基本参数与校正文件之后，点击“下一步”，进入温度程序设置：

## 6. 设定温度程序



编辑温度程序，使用右侧的“温度段类别”列表与“增加”按钮逐个添加各温度段，并使用左侧的“段条件”列表为各温度段设定相应的实验条件（如气体开/关，是否使用某种冷却设备进行冷却，AC代表自动冷却，如果配有多种制冷，软件会根据程序温度范围自动切换制冷方式）。已添加的温度段显示于上侧的列表中，如需编辑修改可直接鼠标点入，如需插入/删除可使用右侧的相应按钮。

例如需要设定如下温度程序：25°C ... 10K/min, N2 ... 300°C，则先将“开始温度”处改为25，将吹扫气2（假设接的是N2）和保护气左侧打上勾，流量一般用默认值（保护气/吹扫气分别为40ml/min和60ml/min）即可。点击“增加”，“温度段类别”自动跳到“动态”，设定界面变为：

在“终止温度”处输入 300，“升温速率”处输入 10，采样速率可使用默认值（对于一些在短时间内发生的快速反应，也可加大采样速率），点击“增加”，再在“温度段类别”处选择“结束”，界面变为：

测量设定
?
×

● 设置
● 基本信息
● 温度程序
● 校正
● 最后的条目

Nr	类型	°C	K/min	时间	pts/min	pts/K	AC	N2	N2
1	●	25.0							
2	●	300.0	10.000	0.27:30	300.00	30.00		40	60

**段条件**

吹扫气 1 MFC  
 开启  
<not defined> 0 ml/min

吹扫气 2 MFC  
 开启  
NITROGEN 40 ml/min

保护气 MFC  
 开启  
NITROGEN 60 ml/min

**程序**

终止温度: 300.0 °C

升温速率: 10.000 K/min

采样速率: 30.000 pts/K

采样速率: 300.000 pts/min

输入值范围: -195.0 ... 605.0

**步骤分类**

- 初始等待
- 初始
- 动态
- 恒温
- 结束
- 结束等待

增加

更新当前段

插入动态段

插入恒温段

删除当前段

点

段号: 8250

总计: 8250

总时间: 00:27

[如何有效地使用 '更多功能' 特性?](#)
 更多功能

**图例**

● 输入未完成    ● 输入完成    ● 输入需要校验    ● 无法存取页面    ● 输入不需要

<- 上一步
确定
测量
取消
下一步 ->

“紧急复位温度”与温控系统的自保护功能有关，指的是万一温控系统失效，当前温度超出此复位温度时系统会自动停止加热。该值一般使用默认值即可（默认为终止温度+10°C。在“设置”选项卡的“紧急温度”中可修改此默认值）。如果配备了空气压缩机，需要在实验完成后自动打开空气压缩机进行冷却，可在“结束后-工作条件”处在“冷却”左侧打勾。随后再点击“增加”，界面变为：

测量设定

● 设置 | ● 基本信息 | ● 温度程序 | ● 校正 | ● 最后的条目

Nr	类型	℃	K/min	时间	pts/min	pts/K	AC	N2	N2
1	●	25.0					1	40	60
2	●	300.0	10.000	0:27:30	300.00	30.00	0	40	60
3	●	310.0					0	40	60

段条件

吹扫气 1 MFC  
 开启  
 <not defined> 0 ml/min

吹扫气 2 MFC  
 开启  
 NITROGEN 40 ml/min

保护气 MFC  
 开启  
 NITROGEN 60 ml/min

程序

等待温度: 20.0 °C  
 升温速率: 40.000 K/min  
 最长等待时间: 02:00 hh:mm

输入值范围: -195.0 ... 200.0

步骤分类

初始等待  
 初始  
 动态  
 恒温  
 结束  
 结束等待

增加  
 更新当前段  
 插入动态段  
 插入恒温段  
 删除当前段

点  
 段号: 0  
 总计: 8250  
 总时间: 00:27

如何有效地使用 '更多功能' 特性?  更多功能

图例

● 输入未完成   ● 输入完成   ● 输入需要校验   ● 无法存取页面   ● 输入不需要

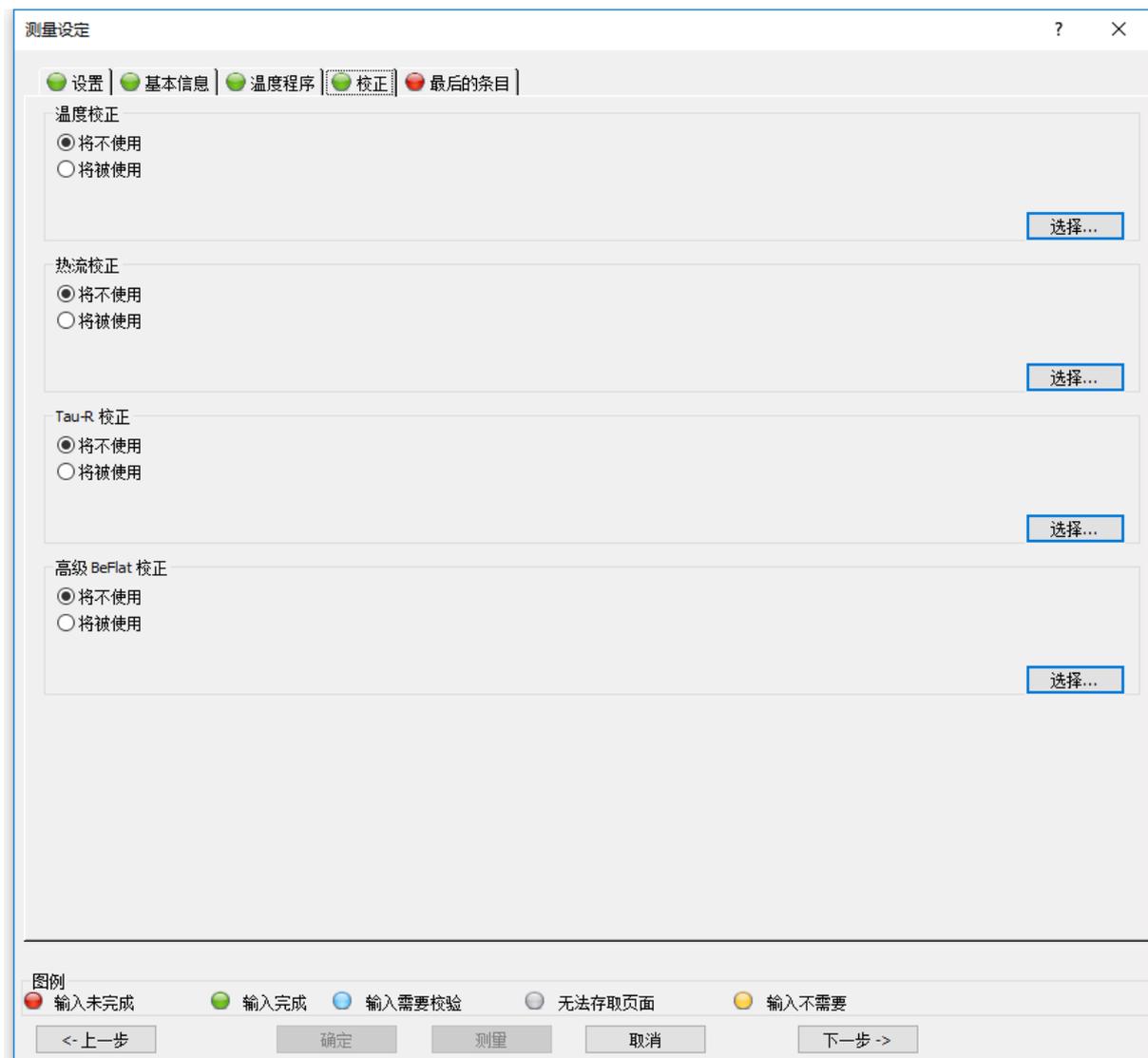
<- 上一步   确定   测量   取消   下一步 ->

此时温度程序的编辑已经完成，“结束等待”段一般不必设置。如果需要对上述设置进行修改，可直接在编辑界面上侧的温度程序列表中点入编辑；如果没有其他改动，可点击“下一步”，进入下一步骤。

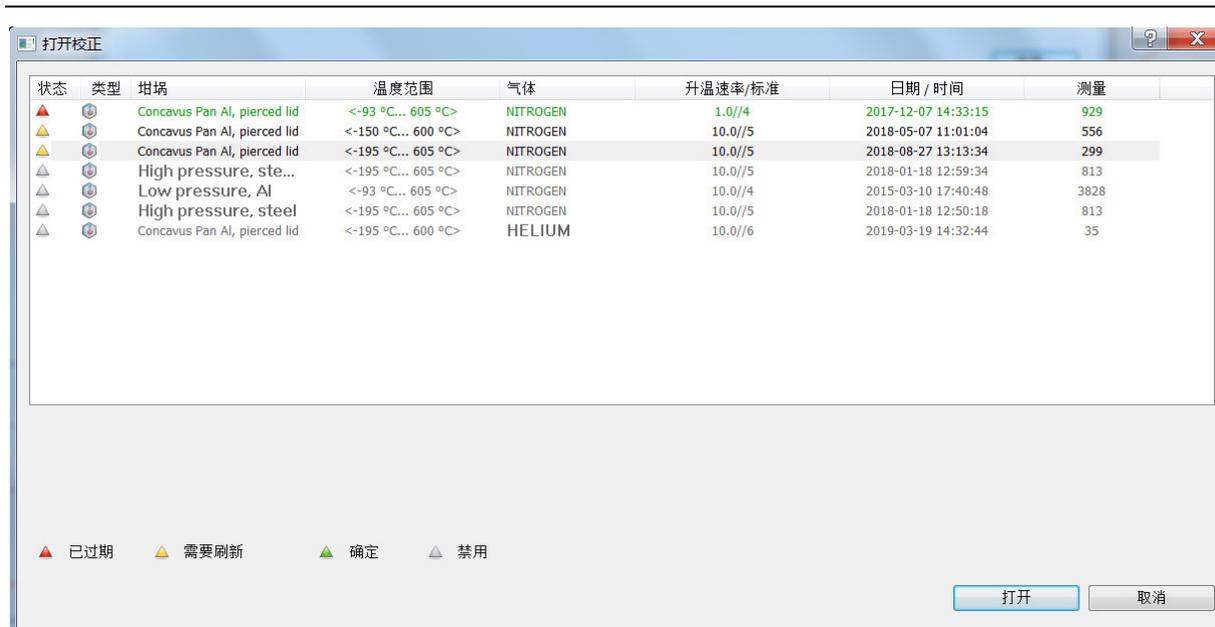
关于温度程序编辑的其他相关问题，如“初始等待”、“结束等待”、STC、“更多功能”等，以及一些更复杂的温度程序的编制示例，参见《DSC 测量附注》。

## 7. 选择校正文件

点击“下一步”，进入“校正界面”，这里共有四种校正，温度校正、灵敏度校正、Tau-R 校正和高级 Beflat 校正，其中温度校正用于校正热电偶的测温偏差，灵敏度校正用于温差和热流差的换算，Tau-R 用于对时间常数和热阻进行修正，Beflat 用于扣除系统基线漂移，关于这些校正的详细含义及做法请参考仪器校正文档。

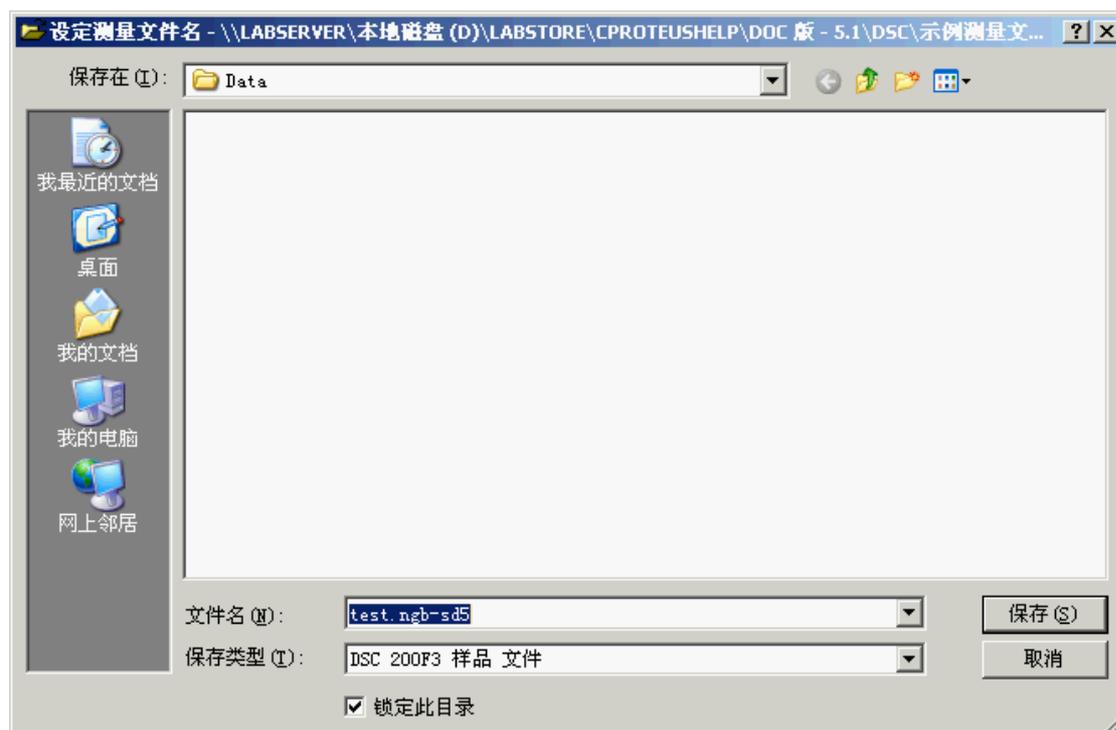


对于多数常规测试，温度和灵敏度校正是必须使用的，点击右侧的“选择”，弹出如下对话框，选择合适的校正文件（坩埚类型、气氛等条件需与校正文件匹配，否则系统会自动禁用），点击“打开”即可。

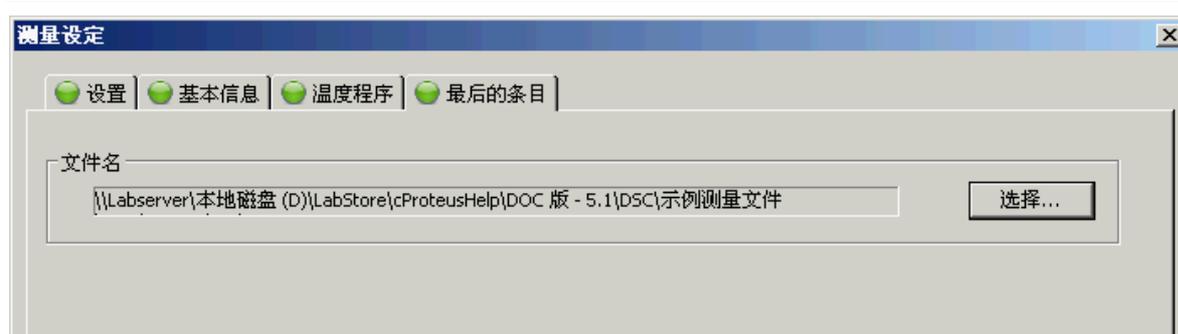


## 8. 设定测量文件名

温度程序编辑完成后，点击“下一步”，弹出测量文件名设定对话框：



选择存盘路径，设定文件名，设定完成后点击“保存”，回到“测量设定”的主界面：



## 8. 初始化工作条件与开始测量

在上图的对话框中点击“测量”或“下一步”按钮，弹出“DSC214 在...调整”对话框：



点击“初始化工作条件”，内置的质量流量计将根据实验设置自动打开各路气体并将其流量调整到“初始”段的设定值。

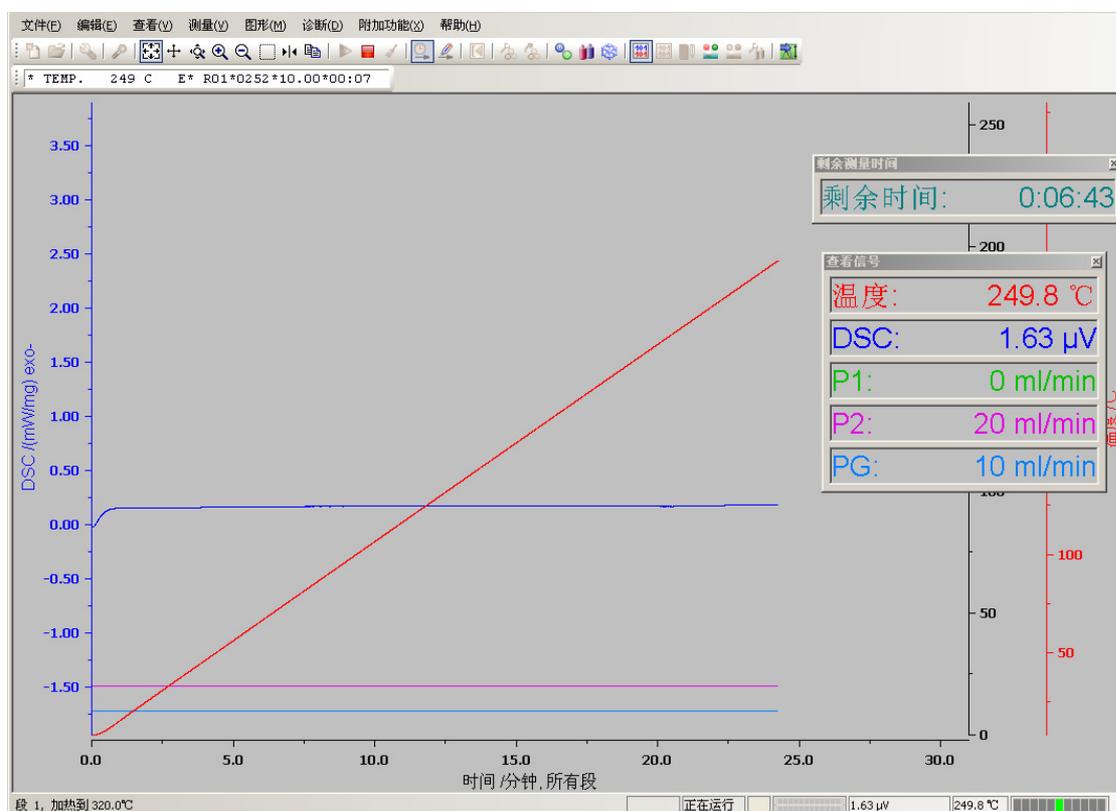
随后点击“诊断”菜单下的“炉体温度”与“查看信号”，调出相应的显示框：



若仪器已处于稳定状态，DSC 信号稳定，当前实际温度（炉体温度或样品温度）与设定起始温度相近或一致，即可点击“开始”开始测量。

关于在实际温度与设定起始温度不一致情况下的预加热/预冷却，以及从低温开始升温等情况下的处理技巧，详见《DSC 测量附注》。

测量界面为：



## 9. 测量运行

如果需要在测试过程中将当前曲线（已完成的部分）调入分析软件中进行分析，可点击“工具”菜单下的“运行实时分析”。

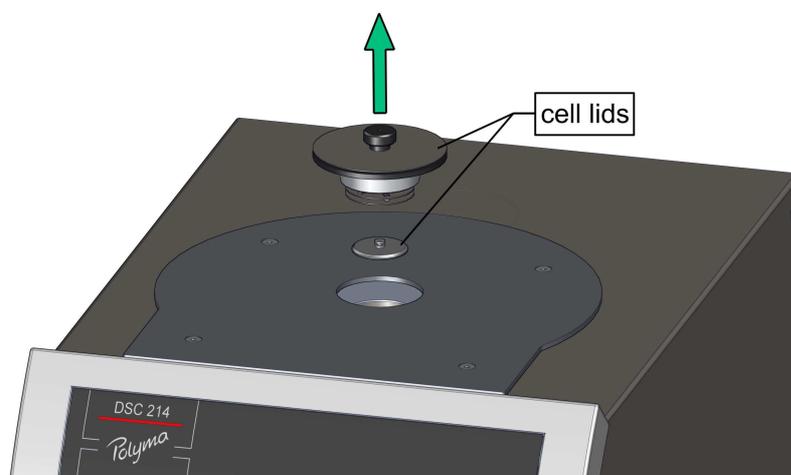
如果需要提前终止测试，可点击“测量”菜单下的“终止测量”。

关于测量过程中其他可使用的软件功能的描述，详见《DSC 测量附注》。

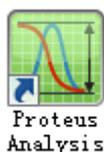
## 10. 测量完成

待炉体温度降至 200℃ 以下后，打开炉盖，取出样品。再合上炉盖。

如后续还有样品，参比坩埚可不取出。



点击“工具”菜单下的“运行分析程序”，将测量曲线调入分析软件中进行分析。



关于数据分析，详见《DSC 数据分析向导》。

耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司 应用实验室

王荣

修订于：2019. 4.

基于 Proteus 7.1 版

技术支持邮箱：[nsi-lab@netsch.com](mailto:nsi-lab@netsch.com)

<http://www.ngb-netsch.com.cn>