



DSC 系列差示扫描量热仪



1、仪器简介

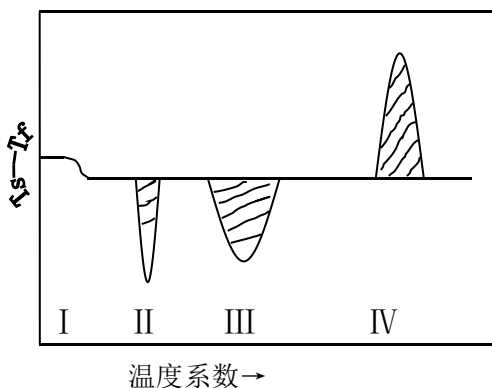
差示扫描量热法（DSC）这项技术一直被广泛应用。差示扫描量热仪既是一种例行的质量测试工具，也是一个研究工具。测量的是与材料内部热转变相关的温度、热流的关系。我公司的仪器为热流型差示扫描量热仪，具有重复性好、准确度高的特点，特别适合用于比热的精确测量。该设备易于校准，使用难度低，快速可靠，应用范围非常广，特别是在材料的研发、性能检测与质量控制上。材料的特性，如玻璃化转变温度、冷结晶、相转变、熔融、结晶、产品稳定性、固化/交联、氧化诱导期等，都是差示扫描量热仪的研究领域。我公司有多种类型差示扫描量热仪，客户根据实验参数以及实验需求选择不同的型号。



差示扫描量热仪应用范围有：高分子材料的固化反应温度和热效应、物质相变温度及其热效应测定、高聚物材料的结晶、熔融温度及其热效应测定、高聚物材料的玻璃化转变温度等。不同型号的仪器，测试不同的指标。

将试样和参比物分别放入坩埚，置于炉中进行程序加热，改变试样和参比物的温度。若参比物和试样的热容相同，试样又无热效应时，则二者的温差近乎为“零”，此时得到一条平滑的曲线。随着温度的增加，试样产生了热效应，而参比物未产生热效应，二者之间就产生了温差，在 DSC 曲线中表现为峰，温差越大，峰也越大，温差变化次数越多，峰的数目也越多。峰顶向上的峰称为放热峰，峰顶向下的峰称为吸热峰。

下图为典型的 DSC 曲线，图中表现出四种类型的转变：



I 为二级转变，是水平基线的改变

II 为吸热峰，是由试样的熔融或熔化转变引起的

III 为吸热峰，是由试样的分解或裂解反应引起的

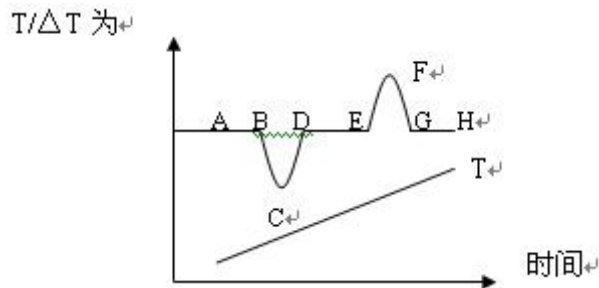
IV 为放热峰，这是试样结晶相变的结果

2、仪器原理

物质在物理变化和化学变化过程中往往会伴随着热效应，放热和吸热现象反映了物质热焓的变化。差示扫描量热仪就是测定在同一受热条件下，测量试样与参比物之间温差对温度或时间的函数关系。

差示扫描量热法，是在程序控制温度的情况下，测量输出物质与参比物的功率差与温度关系的一种技术。我公司仪器为热流型差示扫描量热仪，纵坐标是试样与参比物的热流差，单位为 mw。横坐标是时间 (t) 或者温度 (T)，自左向右为增长（不符合此规定应注明）。

试样与参比物放入坩埚后，按一定的速率升温，如果参比物和试样热容大致相同，就能得到理想的扫描量热分析图。



图中 T 是由插在参比物上的热电偶所反映的温度曲线。AH 线反应试样与参比物间的温差曲线。如果试样无热效应发生，那么试样与参比物间 $\Delta T=0$ ，则出现如曲线上 AB、DE、GH 那样平滑的基线。当有热效应发生而使试样的温度低于参比物，则出现如 BCD 顶峰向下的吸热峰。反之，则出现顶峰向上的 EFG 放热峰。

图中峰的数目多少、位置、峰面积、方向、高度、宽度、对称性反映了试样在所测温度范围内所发生的物理变化和化学变化的次数、发生转变的温度范围、热效应的大小和正负。峰的高度、宽度、对称性除与测试条件有关外还与样品变化过程中的动力学因素有关，所测得的结果比理想曲线复杂得多。

3、仪器特点

- 3.1 全新的炉体结构，更好的解析度和分辨率以及基线稳定性；
- 3.2 仪器下位机数据实时传输，界面友好，操作简便。

DSC	DSC-214	DSC-204	DSC-404	DSC-214H	DSC-404H
DSC 量程	0~±600mW				
温度范围	RT~600 °C	-40°C ~-600°C	-150°C ~-600°C	RT~600°C (带 降温扫描)	-150°C ~600°C (带 降温扫描)
升温速率	0.1~100°C/min				
温度精度	0.001°C				



温度波动	±0.01℃
温度重复性	±0.1℃
DSC 精确度	0.001mW
DSC 解析度	0.01uW
工作电源	AC220V/50Hz 或定制
控温方式	升温、恒温、降温（全程序自动控制）
程序控制	可实现六段升温恒温控制，特殊参数可定制
曲线扫描	升温扫描、降温扫描
气氛控制	两路自动切换（仪器自动切换）
气体流量	0-300mL/min（可定制其它量程）
气体压力	≤0.55MPa
显示方式	24bit 色 7 寸 LCD 触摸屏显示
数据接口	标准 USB 接口
参数标准	配有标准物质（锡），用户可自行矫正温度和热焓
软 件	带有温度多点校正功能
备注	所有技术指标可根据用户需求调整

4、仪器界面

4.1 “初始状态”键，用来查看环境温度、样品温度等信息。



4.2 “参数设置”键，用来设置实验参数，一般在软件上设置。



4.3 “设备信息”键，显示设备信息。管理员通道内部人员校准温度用的。



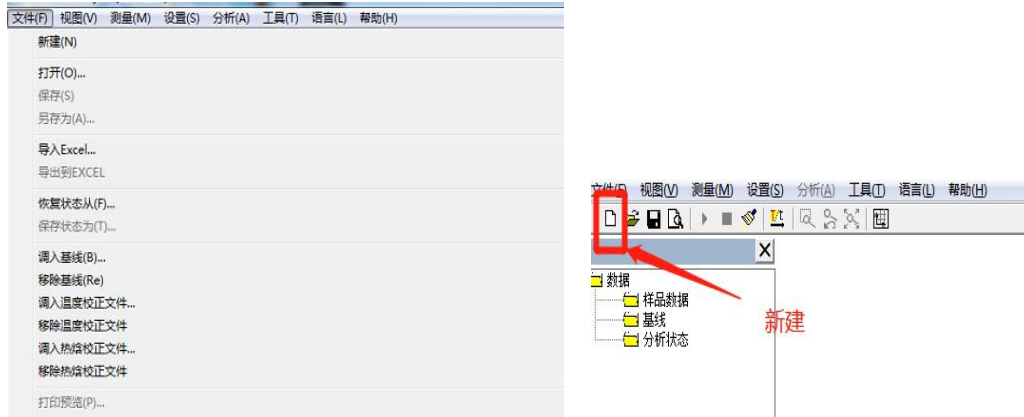
4.4 “开始运行”键，在电脑软件上操作开始后，显示当前数据信息。



5、软件说明

5.1 打开软件，点击“文件”菜单栏下的【新建】，或者【新建】快捷

键如下图：



5.2 点击“新建”之后，会调转到新的窗口，在新建窗口内，输入【样品名称】，【样品质量】，【操作员】，【实验参数】，【气氛】等信息，测试类型根据客户需求选择【OIT】或【非 OIT】，点击【连接仪器】，会听到一声蜂鸣声。注意两次实验，样品名称不可以一样，否则会覆盖上次数据，导致上次数据的丢失。如下图：



实验参数设置如下：

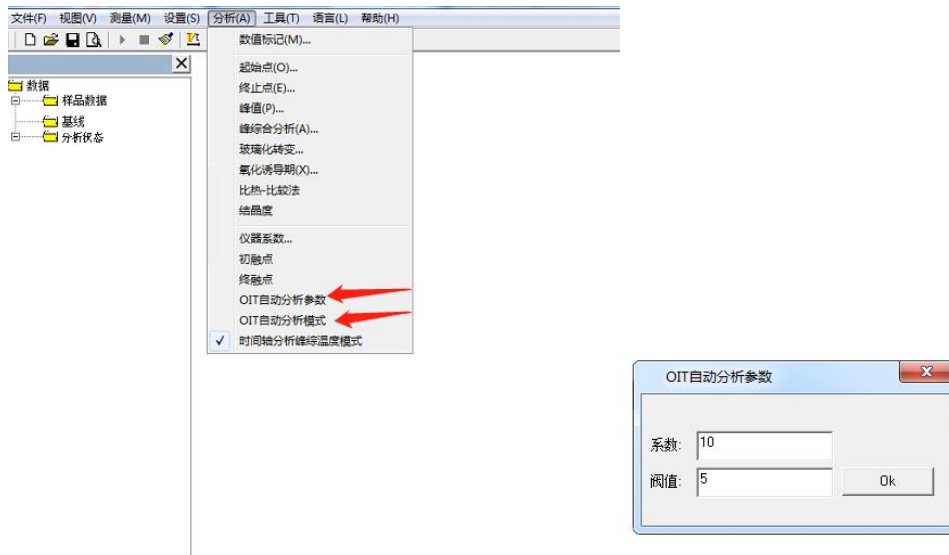
5.2.1 “氧化诱导期实验的参数设置”如下图：（阶段 1 可选择恒温时间 5-10



分钟，扫描速率 20，截止温度选择 190-210℃，常用为 200℃。阶段 2 扫描速率 0，截止温度同阶段 1，时间需大于样品 OIT 时间 10 分钟以上。样品时间未知时，可设定为 150 或 200min。测试类型选择 OIT)



软件带 OIT 自动分析功能，勾选 OIT 自动分析模式，OIT 自动分析参数，操作步骤及分析参数设置如下图：



选择自动模式后，仪器会在软件检测到氧化放热峰后自动停止实验，并对数据进行计算得到 OIT 时间。



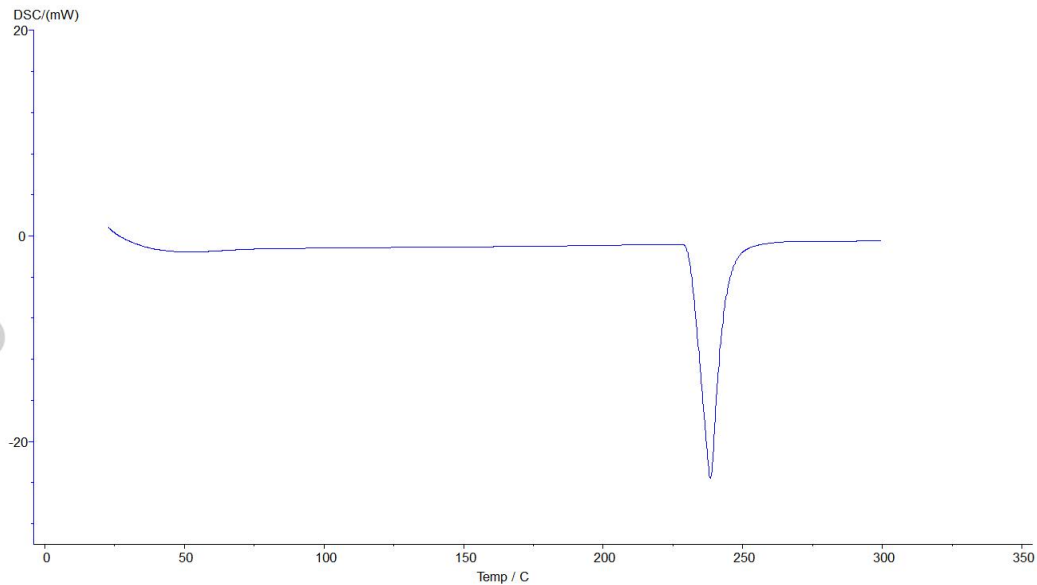
5.2.2 “熔点、相变温度实验的参数设置”（根据样品预估参数设置，测试类型选择非 OIT。）如下图：



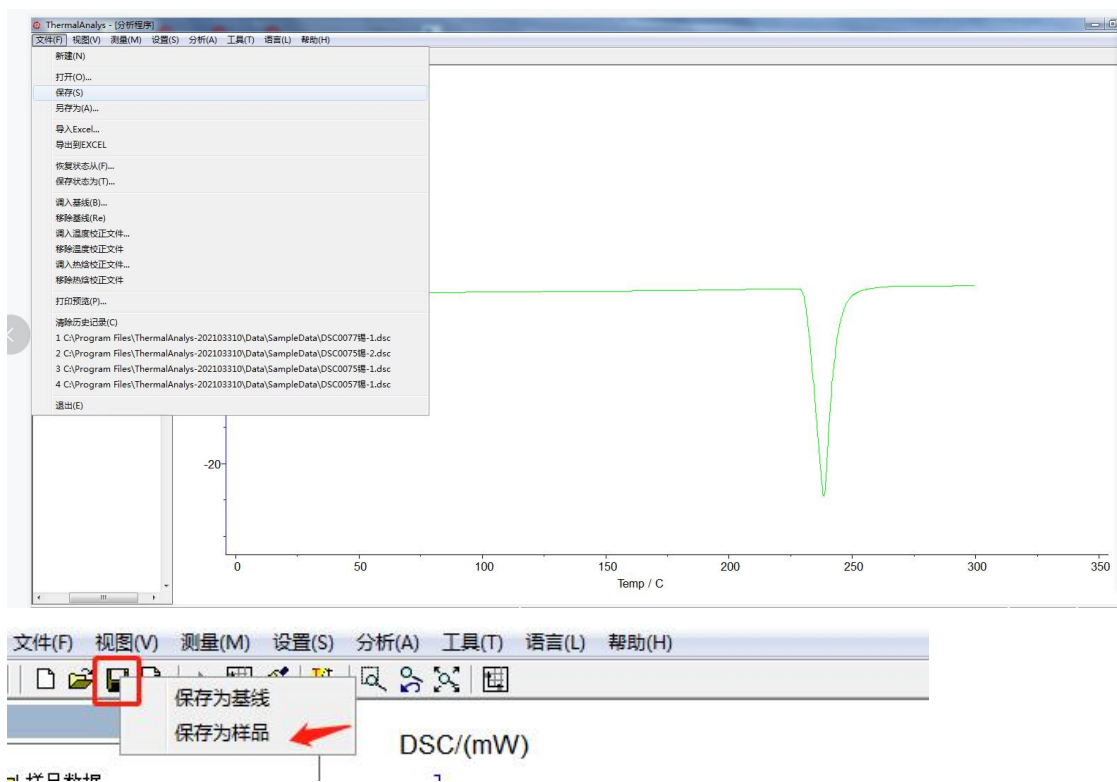
5.3 软件设置全部完成之后，点击【连接仪器】，点击软件左上角

“▶”开始键（如下图），设备会按设置的程序升温，同时软件实时记录数据。到达设置温度，仪器自动停止，出现如下图图谱（该图谱为熔点、相变温度图谱）



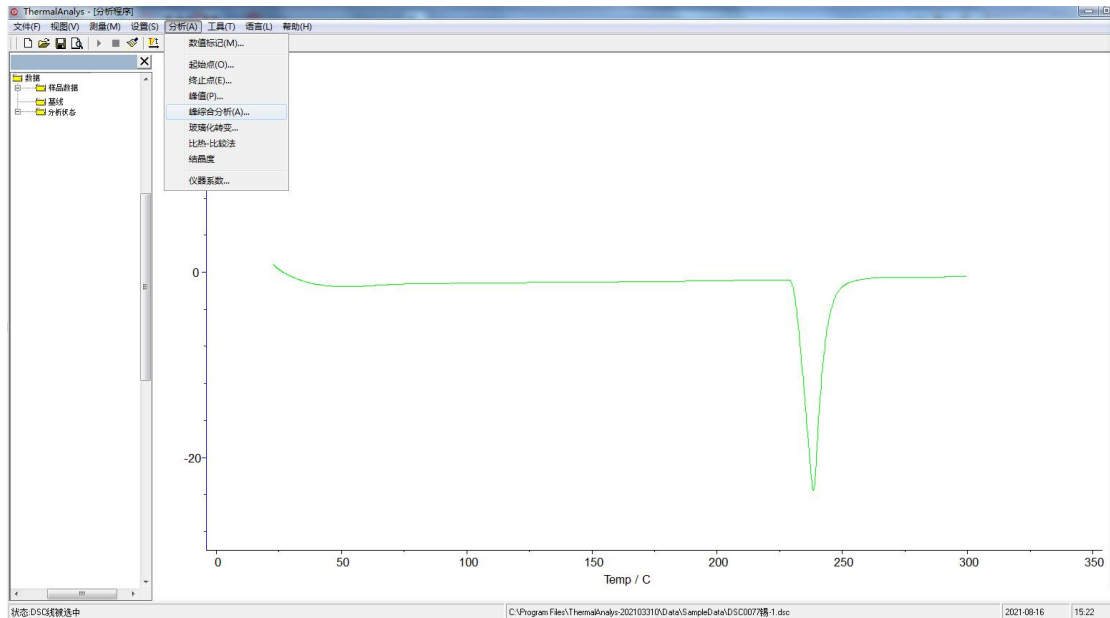


5.4 首先先保存图谱，防止丢失，也可使用快捷键，选择【保存为样品】。然后再进行分析。如下图：

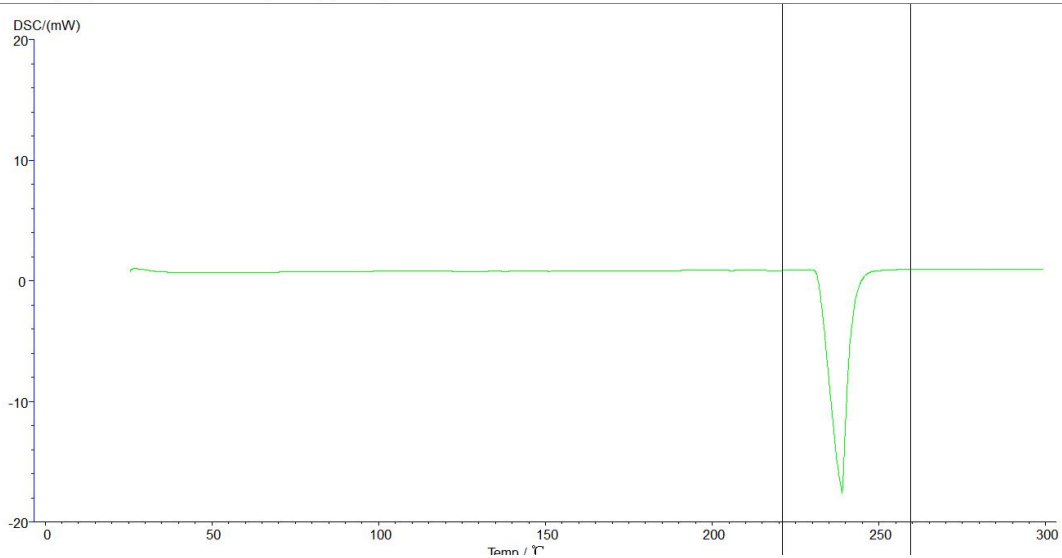


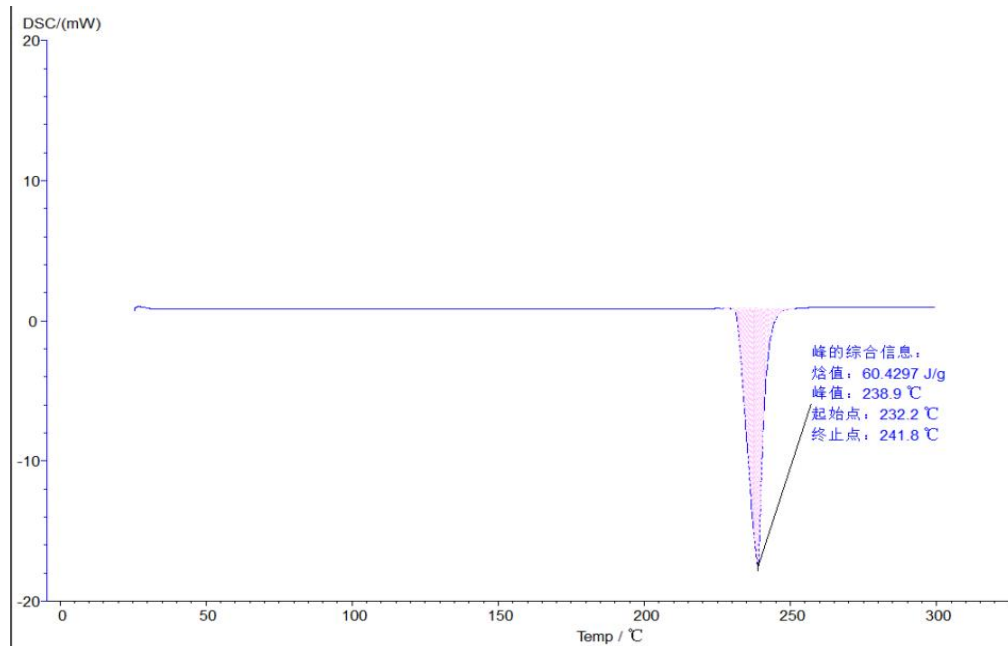
5.4.1 熔点，热焓，相变温度分析流程：点击图谱使其变成绿色，即选定图谱，点击任务栏中【分析】—【峰综合分析】—出现左右两根黑线，拖动左侧分析线

在变化前端，右侧分析线在变化后端，选取好后，点击【应用】，【确定】，再点击该曲线，使其变成蓝色，分析完毕。分析好的图谱如下图：

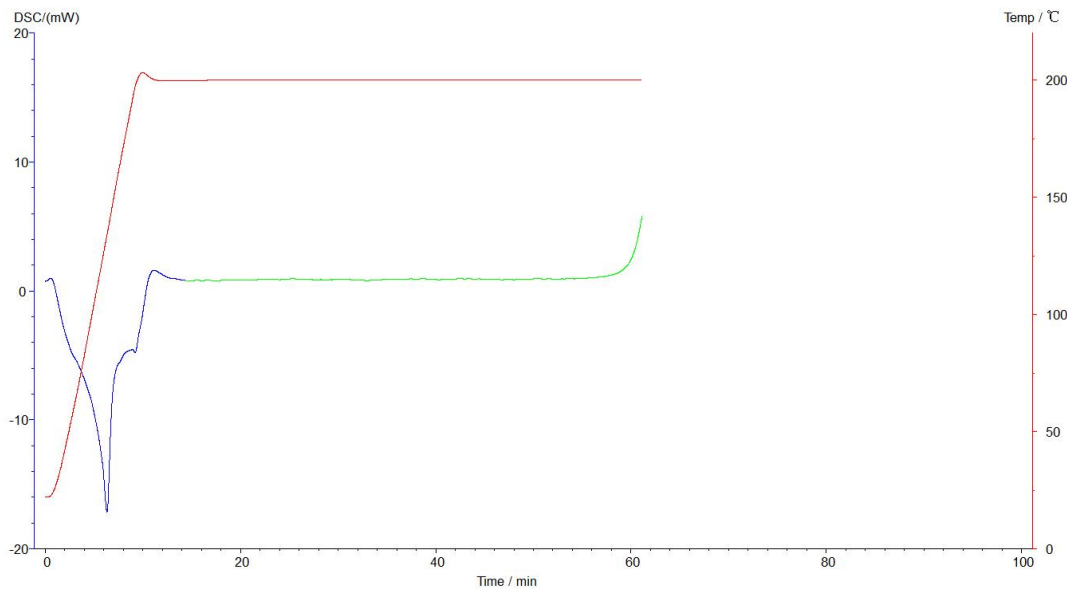


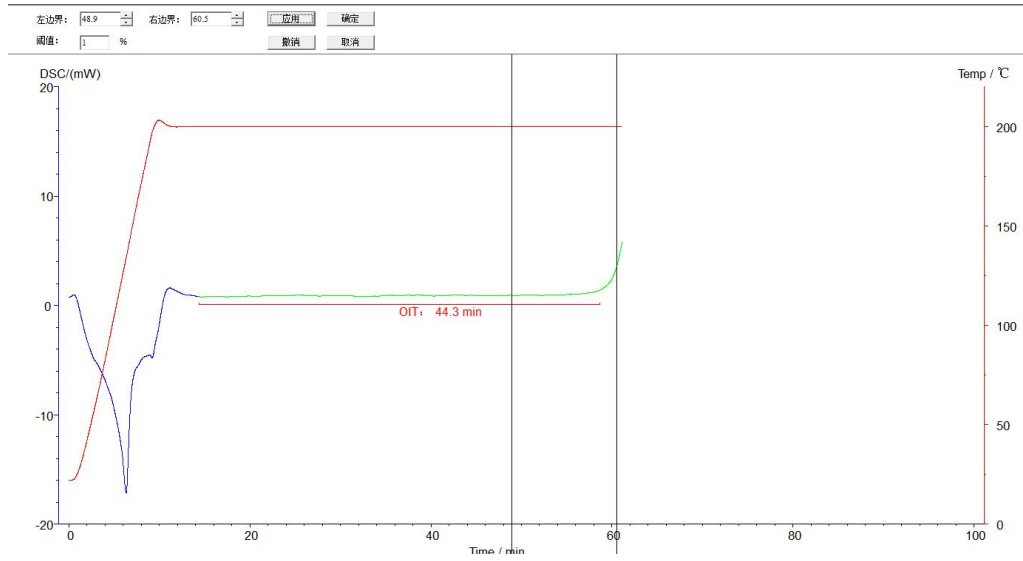
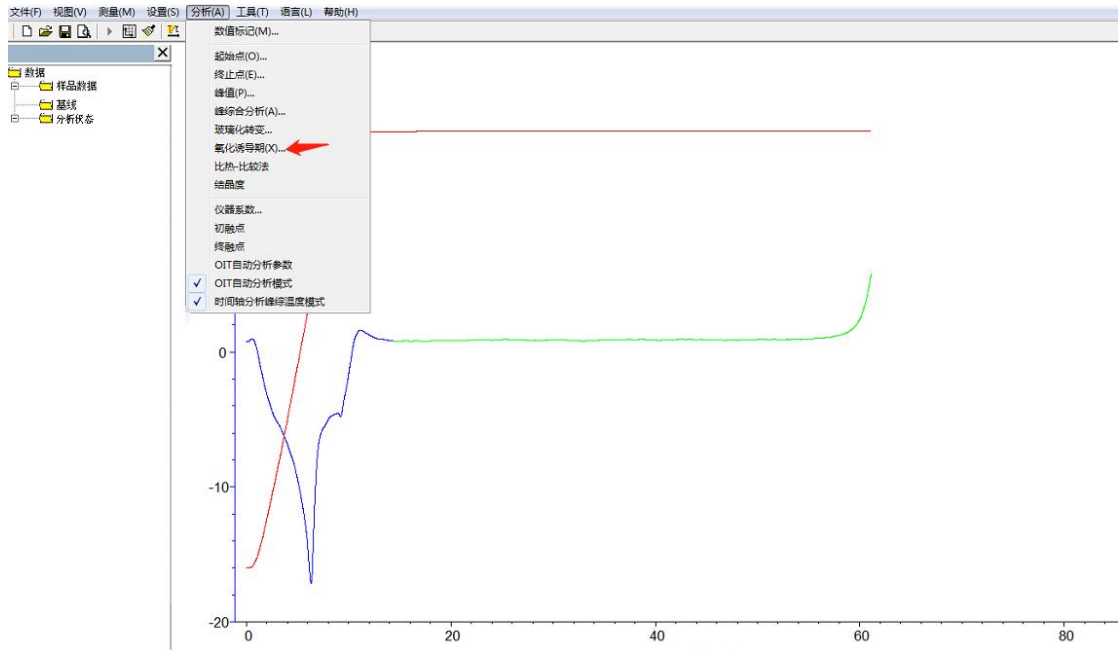
左边界: 221.0 右边界: 259.5 应用 确定
 阈值: 1 % 取消 取消

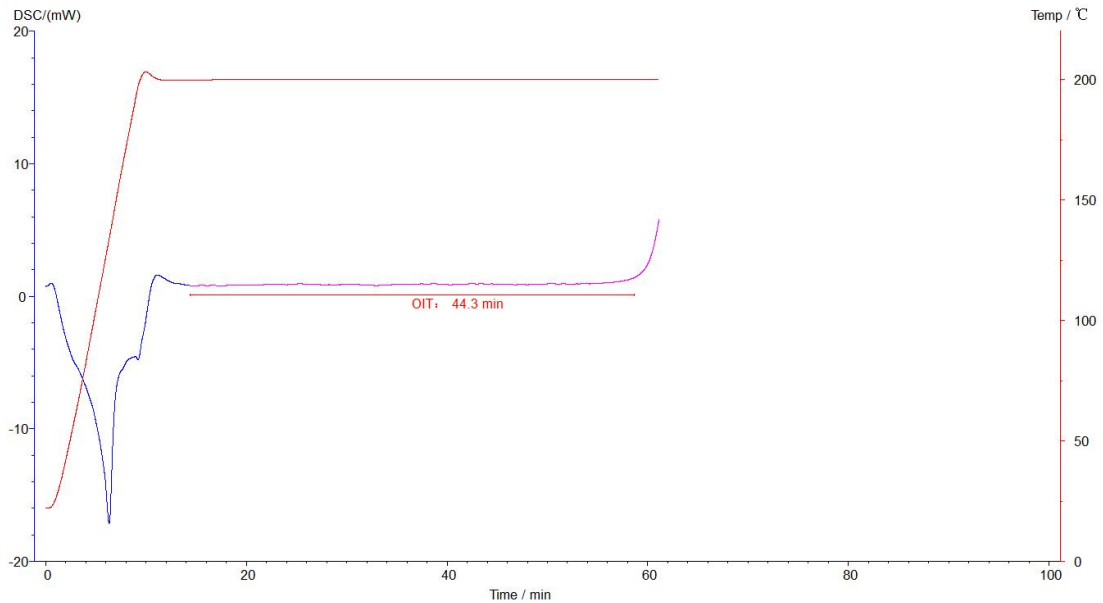




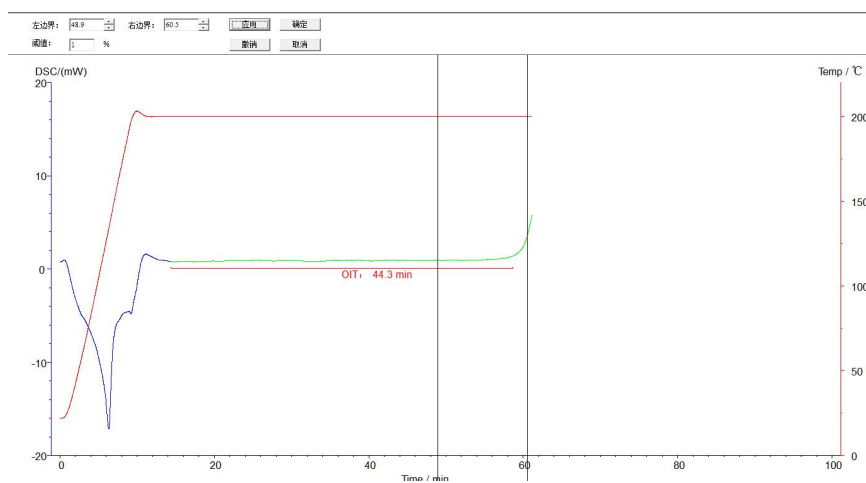
5.4.2 氧化诱导分析流程: 点击图谱使其变成绿色, 即选定图谱, 点击任务栏中【分析】—【氧化诱导期】—出现左右两根黑线, 拖动左侧分析线在变化前端, 右侧分析线在变化后端, 选取好后, 点击【应用】, 【确定】, 再点击该曲线, 使其变成玫红色, 分析完毕。分析好的图谱如下图



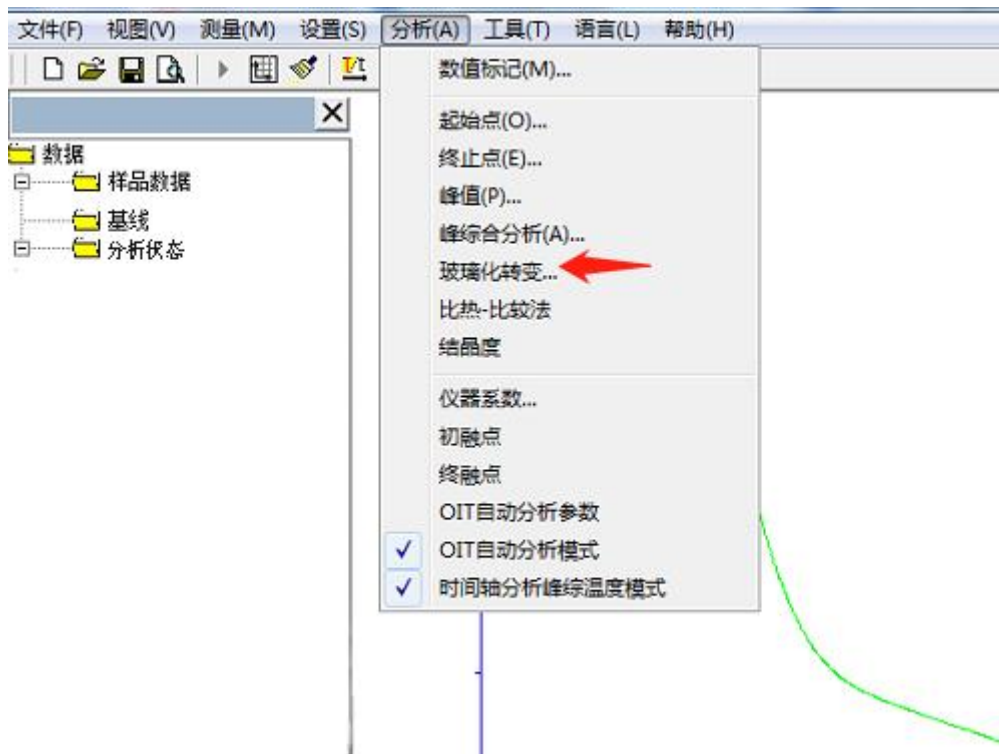
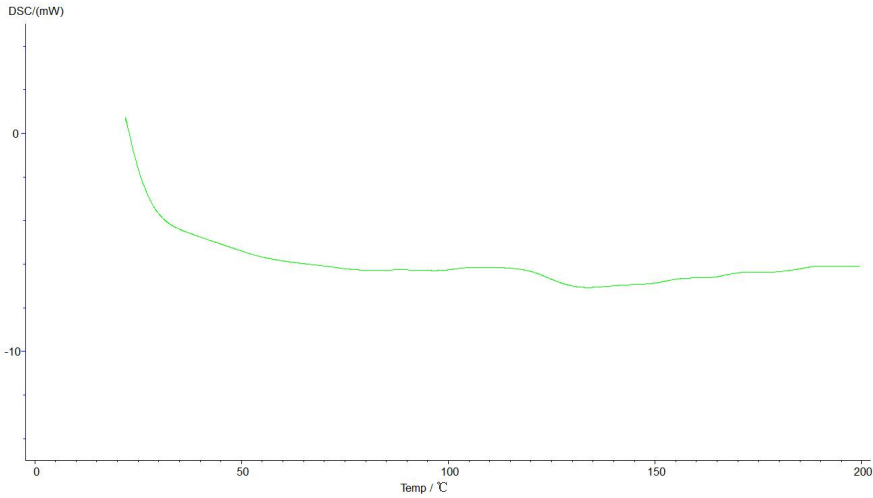


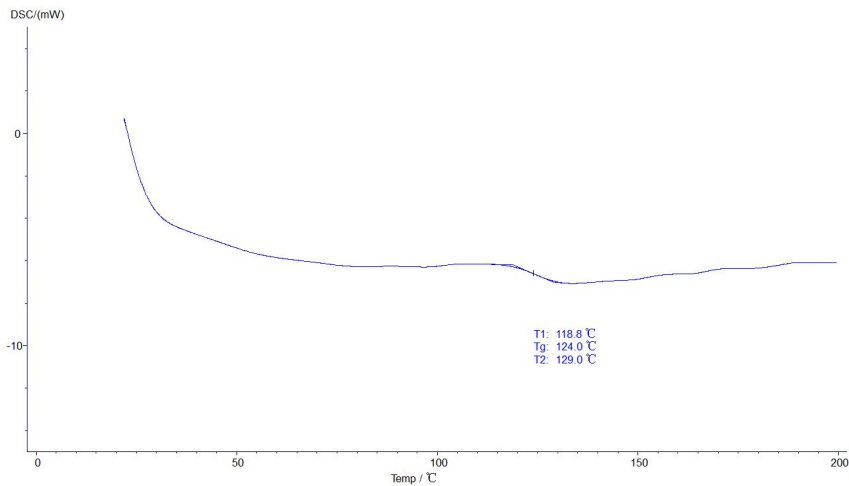
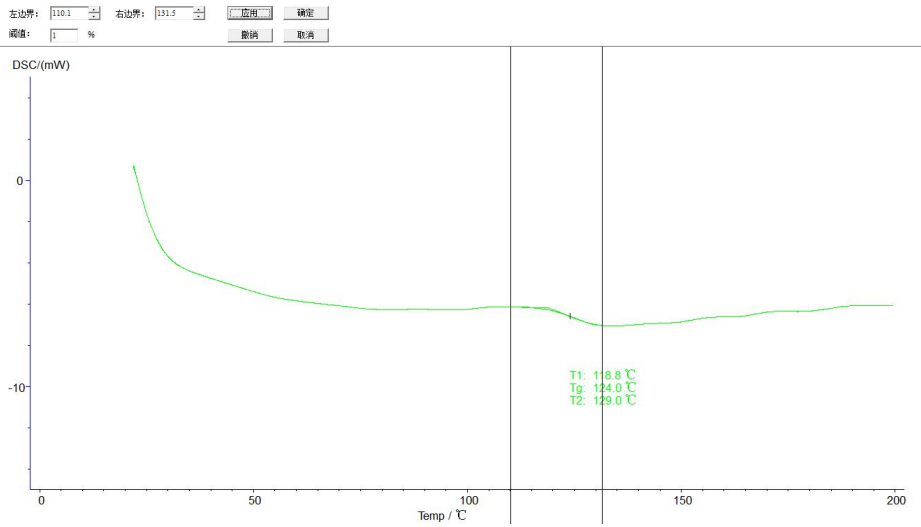


软件 OIT 自动分析功能，仪器运行结束，直接出现下图：

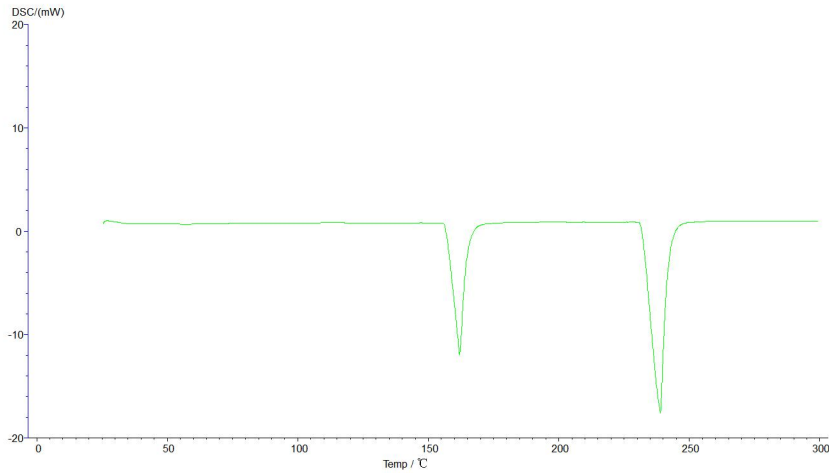


5. 4. 3 玻璃化分析操作：点击图谱使其变成绿色，即选定图谱，点击任务栏中【分析】—【玻璃化转变】—出现左右两根黑线，拖动左侧分析线在变化前端，右侧分析线在变化后端，选取好后，点击【应用】，【确定】，再点击该曲线，使其变成蓝色，分析完毕。分析好的图谱如下图





5.4.4 初熔点, 终熔点分析: 点击图谱使其变成绿色, 即选定图谱, 点击任务栏中【分析】—【初熔点】或【终熔点】—出现左右两根黑线, 拖动左侧分析线在变化前端, 右侧分析线在变化后端, 选取好后, 点击【应用】, 【确定】, 再点击该曲线, 使其变成蓝色, 分析完毕。分析好的图谱如下图:



文件(F) 视图(V) 测量(M) 设置(S) 分析(A) 工具(T) 语言(L) 帮助(H)

数值标记(M)...

起始点(O)...

终止点(E)...

峰值(P)...

峰综合分析(A)...

玻璃化转变...

比热-比较法

结晶度

仪器系数...

初融点 ←

终融点 ←

OIT自动分析参数

OIT自动分析模式

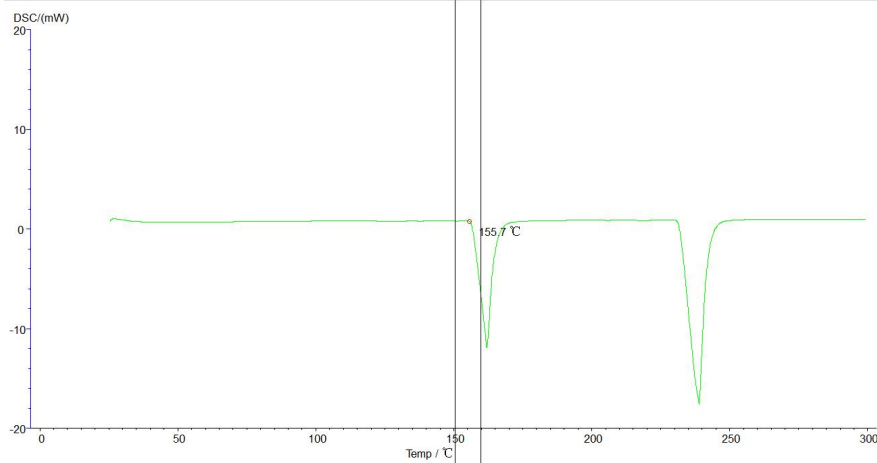
时间轴分析峰综温度模式

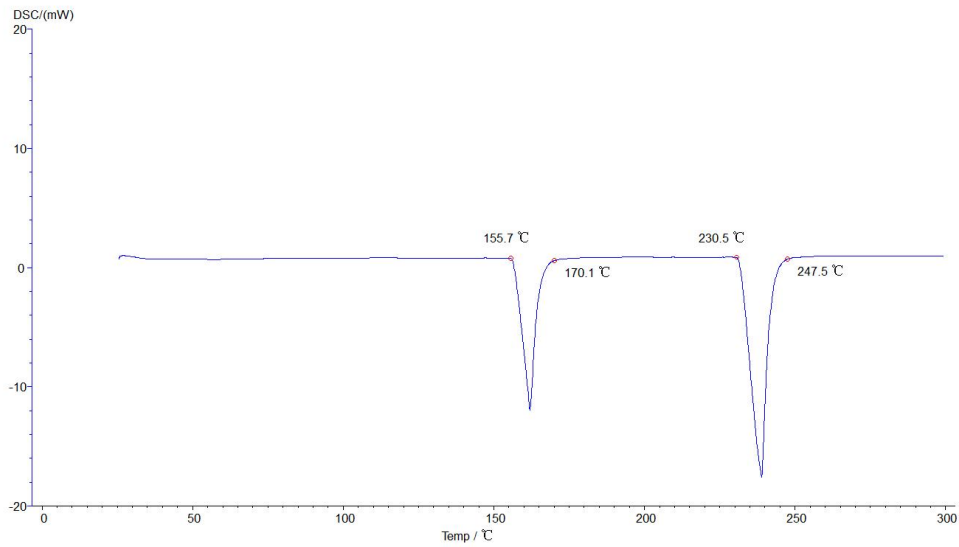
数据

- 样品数据
- 基线
- 分析状态

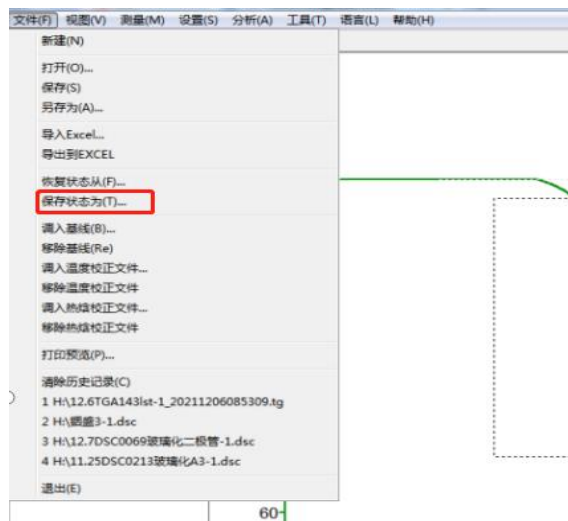
左边界: [150.5] 右边界: [159.8] 应用 确定

编辑: [1] % 删除 取消

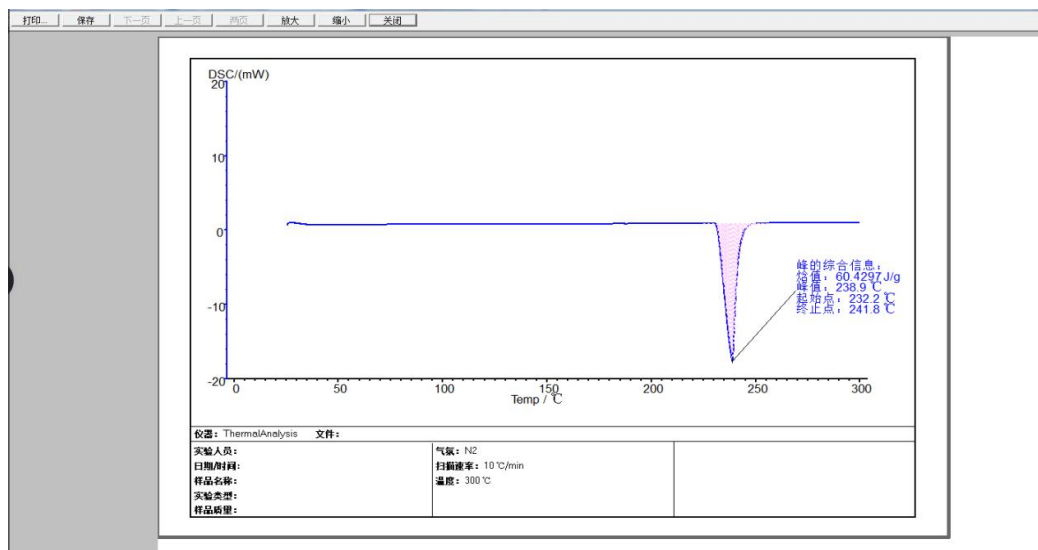




5.5 所有分析后的图谱，点击【文件】-【保存为状态 T】，保存分析数据。如下图：



5.6 所有图谱可以出报告，点击【打印预览】，如下图：



6、标定物的选择和温度校正

6.1 标定物的选择

不定期的进行温度校正，以保证测试准确度。根据样品的实际测试温度，选择标定物。标定物选择的原则：标定物的外推温度与样品待测项目的温度要比较接近，以保证测试的准确性。我公司只提供锡标定物。

下表为常用标定物的熔点及理论热焓数值。

标准物质	理论熔点 $^{\circ}\text{C}$	理论熔融热焓 J/g
铟 In	156.6	28.6
锡 Xi	231.9	60.5
锌 Zn	419.5	107.5



6.2 温度校准操作步骤:

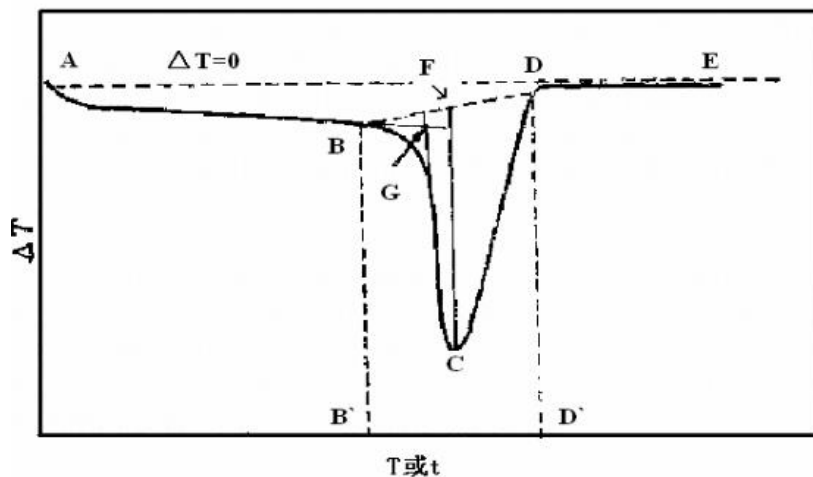
设备信息—管理员通道—456 进入—输入理论和测量值—保存—关机重启（测量值为标定物熔点测试所得的起始点温度）



7. 仪器应用

7.1 熔点（热焓）测量

熔点是物质从晶相到液相的转变温度，是热分析最常测定的物性数据之一。其测定的精确度与热力学平衡温度的误差可达 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 左右。目前采用 ICTA 推荐的方法，测出某一固体物质的熔融吸热峰。如下图，图中 B 点对应的 B' 是起始温度 T_i ，G 点对应的温度是外推起始温度 T_{e0} ，即峰的前沿最大斜率处的切线与前基线延长线的交点，C 点对应的温度是峰顶温度 T_m ，D 点对应的 D' 是终止温度了 T_f 。



热焓是表示物质系统能量的一个状态函数，其数值上等于系统的内能 U 加上压强 P 和体积 V 的乘积，即 $H=U+PV$ 。在一定条件下可以从体系和环境间热量的传递来衡量体系的内能与焓的变化值。在没有其它功的条件下，体系在等容过程中所吸收的热量全部用以增加内能，体系在等压过程中所吸收的热量，全部用于使焓增加，由于一般的化学反应大都是在等压下进行的，所以焓更有实用价值。DSC 曲线中我们可以通过计算峰面积得到试样的熔融热焓，即图中的 BCD。

7.2 仪器系数的测定

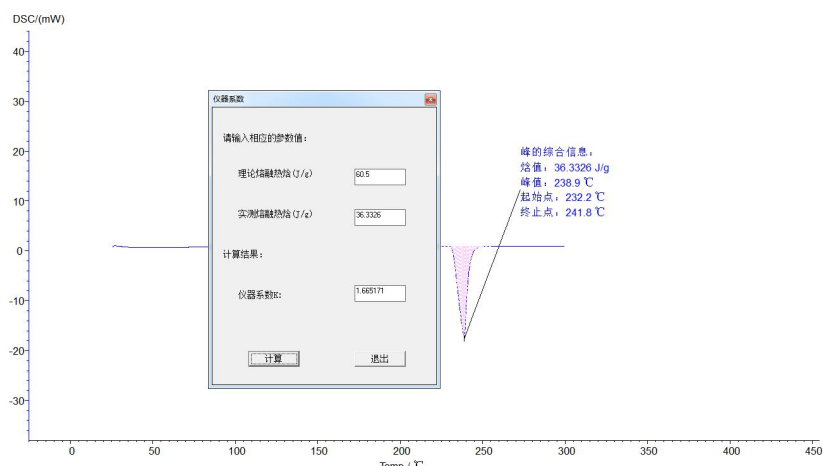
由于仪器系数可能会根据环境的变化而变化，温度、湿度等等对它都会产生或大或小的影响。为确保实验结果的准确性，应时常测仪器的系数。通常选用锡、锌、钢等来校准仪器，测量仪器系数。

仪器系数是在校准好温度的前提下测试标定物的热焓，然后根据标定物的理论热焓和仪器系数的计算公式来计算仪器系数。

在【数据分析】栏，选择【仪器系数】出现下图对话框，将理论熔融热焓和实测熔融热焓分别填入对应栏中，点击计算按钮即可得到仪器系数。仪器系数在计算结晶度时同样用到，不是连续做实验则需将仪器系数记录下来，以备以后使用。

以纯锡样品实验为例，输入锡的理论热焓值为 60.5J/g，实测热焓为 36.3326J/g，系统计算出的仪器系数 K 为 60.5/36.3326 该仪器系数软件界面上自动生成。

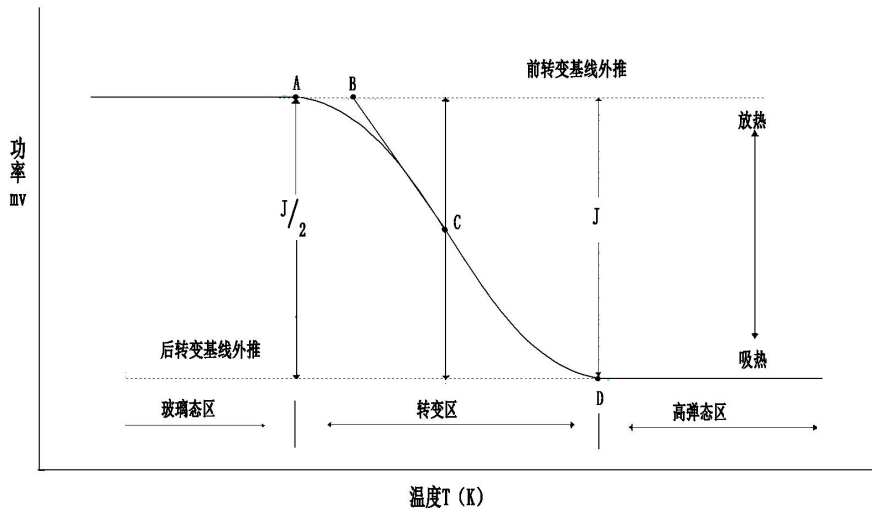
通常仪器系数的测定可以在仪器校正后测得。在仪器校正时，称量标准物质的质量，填写在实时数据栏中质量栏内，若校正所测得的相变温度接近试样的实际温度，即可在记录此次的热焓值，计算仪器系数，作为该仪器的系数。设置如下图：



7.3 玻璃化转变温度测量

玻璃化是将某种物质转变成玻璃样无定形体（玻璃态）的过程，玻璃态是一种介于液态与固态之间的状态，在此形态中没有任何的晶体结构存在。DSC 测定玻璃化转变温度 T_g 就是基于高聚物在玻璃化温度转变时，热容增加这一性质。在 DSC 曲线上，其表现为：在通过玻璃化转变温度时，基线向吸热方向移动。如下图所示。图中 A 点是开始偏离基线的点。把转变前和转变后的基线延长，两线间的垂直距离 ΔJ 叫阶差，在 $\Delta J/2$ 处可以找到 C 点。从 C 点作切线与前基线延长线相交于 B 点。ICTA 建议用 B 点作为玻璃化转变温度 T_g 。玻璃化转变温度，没有很固定的数值，往往随测定方法和条件而变。因此，在标出某聚合物的玻璃

化转变温度时，应注明测定的方法和条件。



其他相变温度，如固化温度，结晶温度等同样的分析熔点的操作就可以。

8、仪器使用注意事项

1. 为保证仪器正常使用，样品在测试温度范围内不能发生热分解，与金属铝不起反应，无腐蚀。被测量的试样若在升温过程中产生大量气体，或能引起爆炸的都不能使用该仪器。因此，测试前应对样品的性质有大概的了解。

2. 检查仪器所有连接是否正确，所用气体是否充足，工具是否齐全。

3. 试验中，若选择铝坩埚为样品皿，试验的最高温度不可超过 550℃。

4. 实验室室温控制在 20℃-30℃，温度较为恒定的情况下实验结果精确度和重复性较高。室温较高的情况下需开空调以保证环境温度在短期内相对恒温。每次实验完，降温到 40 度以下，才可以做第二次实验。

5. 坩埚底要平，无锯齿形或弯曲，否则传热不良。

6. 制备 DSC 样品时，不要把样品洒在坩埚边缘，以免污染传感器，破坏仪



器。坩埚的底部及所有外表面上均不能沾附样品及杂质，避免影响实验结果。

7. 试样用量要适宜，不宜过多，也不宜过少。固体样品一般为 10mg 左右。液体样品不超过坩埚容量的三分之一。如样品用量另有要求，根据要求确定用量。

8. 对于无机试样可以事先进行研磨、过筛；对于高分子试样应尽量做到均匀；纤维可以做成 1~2mm 的同样长度；粉状试样应压实。

9. 坩埚放在传感器中固定位置上，试样用量少时要均匀平铺在坩埚底部，不要堆在一侧；若试样是颗粒，需要放在坩埚中央位置。

10. 升温速率一般情况下选择 10°C/min。过大会使曲线产生漂移，降低分辨力；过小测定时间长。

11. 不得使用硬物清洁样品托及实验区，以免对仪器造成不可逆损害。

12. 如果实验区有灰尘或其他粉末状杂物应使用洗耳球吹干净，禁止用嘴吹，以免发生意外。

13. 采集数据的过程中应避免仪器周围有明显的震动，严禁打开上盖，轻微的碰撞仪器前部就会在 DSC 曲线上产生明显的峰谷。

14. 不要在采集数据的过程中调节净化气体的流量，因为气体流量的轻微改变会对 DSC 曲线产生影响。

15. 实验结束后，千万小心 DSC 的炉盖，等温度降到 100°C 以下，用镊子轻拿轻放，避免被烫或者炉盖损坏。

16. 电源：AC220V，50HZ，功耗≤2000W。

17. 断开数据线，关闭仪器之前必须先关闭软件。以防止联机、通讯失误。（此问题在 XP、SP3 系统中会发现，其他系统未试验过）。

解决办法： 1. 如果遇到联机成功，无数据返回，则需要重启计算机。

2. 如果遇到联机失败，则需要在设备管理器中将带感叹号的 USB



设备卸载，重新加载即可，无需重启计算机。

9、装箱清单

主机	1 台
U 盘	1 只
数据线	2 根
电源线	1 根
铝坩埚	200 只
金属盖	3 个
生胶带	1 卷
纯锡粒	1 袋
10A 保险丝	5 只
样品勺/样品压杆/镊子	各 1 个
吸耳球	1 个
气管	2 根
说明书	1 份
保修单	1 份
合格证	1 份

备注：如需要其它配件另行商议（客户自配氧气、氮气、计算机（USB 插头））