

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。

地址:北京市房山区阎富路 66 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:



温度系数→

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△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			$0\sim\pm600$ m	W	
温度范围	RT [~] 600 ℃	-40℃ ~-600℃	-150℃ ~-600℃	RT [~] 600℃(帯 降温扫描)	-150℃ [~] 600℃(带 降温扫描)
升温速率			0.1 [~] 100℃/m	nin	
温度精度			0.001℃		



温度波动	±0.01℃
温度重复性	$\pm 0.1^{\circ}$ C
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。



差示扫描量热仪				<u>≬</u> °⊂
初始状态 Initial State	(
	环境温度:	26.5	°C	初始气氛:
参数设置 👸	environment temp			● 空气 Air
Parameter Settings				⑤ 氮气 N2
设备信息 (え)	样品温度:		°C	○ 氧气 O2
Equipment Information	sample temp			
设备简介 😑				
Equipment Introduction	DSC:		mW	
开始运行 📐				N2 O2
Start Running				
◎° 运行状态:待机中				

4.2"参数设置"键,用来设置实验参数,一般在软件上设置。

差示扫描量热仪			9		ß	°C
初始状态 Initial State						
	选择	序号	扫描速率 ℃/min	目标温度 ℃	恒定时间 min	气氛
参数设置 Parameter Settings		1				
- 近冬信白		2				
及 亩 后 忌 Equipment Information		3				
山 冬 符 众		4				
Equipment Introduction		5				
		6				
Start Running						
O°运行状态:待机中						

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。

() 前时代	北京中航时代	代仪器设备有限公司	倍受信赖的材	料试验机制造商
Air Times	400-166-9267	www.zhonghang17.com	MC 🎰 (EISO

差示扫描量热仪	9	∂ °C
初始状态 Initial State	设备类型: DSC	
参数设置 /念	硬件版本:	
Parameter Settings	软件版本。	
设备信息 Equipment Information	设备ID号:	
设备简介 Equipment Introduction	管理员通道:	进入
开始运行 Start Running		
O°运行状态:待机中		

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。

差示扫描量热仪		9	ß	°C
初始状态				1
Initial State	参数	当前值	单位	
参数设置 👸	DSC		mW	
Parameter Settings	样品温度		°C	
设备信息 😱	运行阶段			
Equipment Information	运行时间		min	
(设备简介 (三)	恒温时间		min	
Equipment Introduction	当前气氛		· · · · ·	+=
结束运行 Stop Running				宣 看 设置
● 运行状态:待机中				

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:

新建(N)	
打开(O) 保存(S) 另存为(A)	
导入Excel 导出到EXCEL	
恢复状态从(F) 保存状态为(T)	1986年(1981年) (1981年) (1987年) (1987年) (1987年) 1987年 - 1987年 - 1987年) (1987年) (1987年) 1987年 - 1987年) (1987年) (198775) (1987755) (198775555) (1987755555555555555555555555555555555555
 満入基接(8)< 移除基接(Re) 潤入温度位正文件 移除温度位正文件 潤入热焓位正文件 移除热焓位正文件 	→ 数据 → 样品数据 → 量 基 线 → 分析状态 →
打印预览(P)	

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:

样品名称:	sample_1	阶段	截止温度	扫描速率	恒温时间	气氛
样品质量(mg):	20	⊽ 1.	100	20	10	NC 💌
测试日期:	2022-01-07	[[2.	0	0	0	NC 💌
操作员:	user	 Г 3	0	0	0	NC 💌
		F 4.	0	0	0	NC 💌
		测试类型:	r oit	C 非OIT	初始气氛:	NC 💌

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
 地址:北京市房山区阎富路 66 号 7
 邮箱: zhsdyg@163.com



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 0IT 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 0IT)

17003030		头验参数				
样品名称:	样品1	阶段	截止温度	扫描速率	恒温时间	气氛
样品质量(mg):	20	₩ 1.	200	20	5	N2 💌
测试日期:	2022-01-07	₩ 2	200	0	150	02 🔽
操作员:	02		0	0	0	NC 💌
		— 4.	0	0	0	NC 💌
		测试类型:	OIT OIT O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O O	C 非OIT	初始气氛:	NC 💌

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:

文件(F) 視風(M) 殺量(M) 殺雪(S) □ GP 日 0、 → 目 の 10 - 10 年品数据 - 10 年品数据 - 10 系代を	(分析(A)] 工具(T) 语言(L) 帮助(H) 数值标记(M) 起始点(O) 经注点(E) 峰信(P) 峰综合分析(A) 玻璃化转变 氧化诱导明(X) 比纳-比较法 结晶度 仪器系数 初融点		
	 ○IT自助分析参数 ○IT自助分析模式 ✓ 时间输分析律综温度模式 	OIT自动分析参数 × 系数: 10 阈值: 5 0k	

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 0IT 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 0IT。)如下图:

1+00%%%		头验参数	and the second	1		
样品名称:	样品1		截止温度	扫抽速率	恒温时间	气氛
样品质量(mg):	20	I.	300	10	0	N2 💌
测试日期:	2022-01-07	□ □ [□] 2.	0	0	0	NC 💌
操作员:	02	□ 3.	0	0	0	NC 💌
		— 4.	0	0	0	NC 💌
		测试类型:	C OIT	• 101	初始气氛:	NC 💌

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)

文件(E)	视图(⊻)	测量(M)	设置(<u>S</u>)	分析(A)	工具(I)	语言(L)	帮助(<u>H</u>)
🗅 🖬	F 🖬 🖪		🖋 🖳	12 2	$ \blacksquare $		
			×				
╸╋⋳╬	₽						



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:

e	O ThermalAnalys - [分析程序]	-		-							و مع
C	文件(F) 祝園(V) 測量(M) 设置(S)	分析(A) 工具(T) 谱	皆言(L) 帮助(H)								
	新建(N)										
	打开(O)										
	另存为(A)										
	导入Excel 导出到EXCEL										
	恢复状态从(F) 保存状态为(T)										
	调入基线(B) 移种基线(Re) 调入温度校正文件 移种温度校正文件 调入热焓校正文件 移种热焓校正文件										
	打印预选(P)										
3	演師方形に選代し 1 CiPeogram Files\ThermalAn 2 CiPeogram Files\ThermalAn 3 CiPeogram Files\ThermalAn 4 CiPeogram Files\ThermalAn 遺出(E)	alys-202103310(Data)(alys-202103310(Data) alys-202103310(Data) alys-202103310(Data) -202- -202-	SampleData\DSC007 SampleData\DSC007 SampleData\DSC007 SampleData\DSC005	7環-1.dsc 5陽-2.dsc 5陽-1.dsc 7層-1.dsc							
	< <u> </u>	0	* (j	50	100		150 Temp / C	200	250	300	350
-		MEAN)	27.里(0)	/\te/A	TEM	海舎の入	#RB5/UD				
XI	14(r) 1981(V)	测重(IVI)	反王(5)	カηπ(A)	工具(I)	店百(L)	书印(日)				
		。 [FT] . 同方头其然	A T/T	a s	× 🗉						
		保存为样品	-	DS	SC/(mW)				_	
-1 +1			1								

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】一【峰综合分析】一出现左右两根黑线,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:







5.4.2 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】一【氧化诱导期】一出现左右两根黑线,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】一【玻璃化转变】一出现左右两根黑线,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:



地址:北京市房山区阎富路 66 号



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。

标准物质	理论熔点℃	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

下表为常用标定物的熔点及理论热焓数值。



6.2 温度校准操作步骤:

设备信息一管理员通道一456进入一输入理论和测量值一保存一关机重启(测量 值为标定物熔点测试所得的起始点温度)

差示扫描量热仪	•	<u>≬</u> •c
初始状态 Initial State 参数设置 Parameter Settings 设备信息 Equipment Information	设备类型: DSC 硬件版本: 软件版本: は备工D号: して、 して、 して、 して、 して、 して、 して、 して、	
设备简介 Equipment Introduction 开始运行 Start Running	管理员通道: 45	56 进入
○运行状态: 待机中		

差示扫描量热仪				ß	°C
	修正点	理论值	测量值		
	修正点1	30	30		
	修正点2	100	100	返回	
	修正点3	231.9	233.5	保存	
● 运行状态:待机中					



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±1℃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蜂。如下图,图中 B 点对应的 B' 是起始温 度 Ti,G 点对应的温度是外推起始温度 Teo,即峰的前沿最大斜率处的切线与前 基线延长线的交点,C 点对应的温度是蜂顶温度 Tm,D 点对应的 D' 是终止温度 了 Tf。



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、铟等来校准仪器,测量仪器系数。

邮箱:zhsdyq@163.com



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 Tg 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△J 叫阶差,在△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 Tg。玻璃化转变温度, 没有很固定的数值,住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℃/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℃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))