

差示扫描量热仪

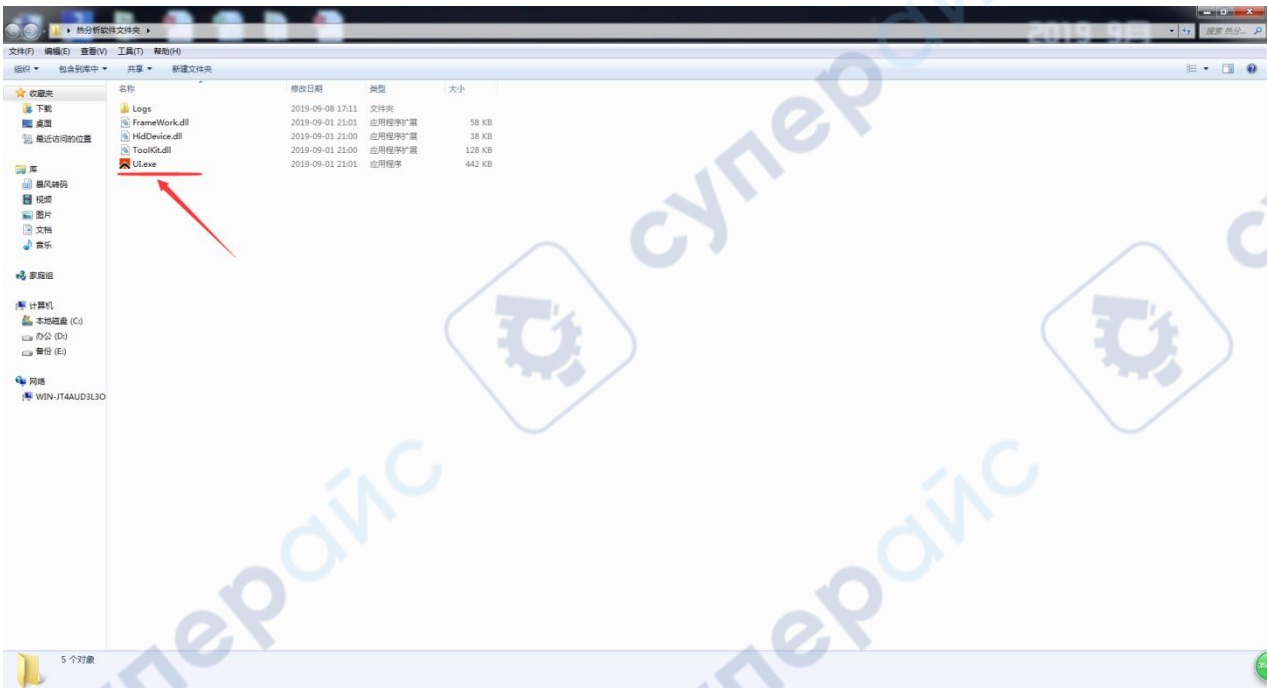
操作说明

一. 实验前准备:

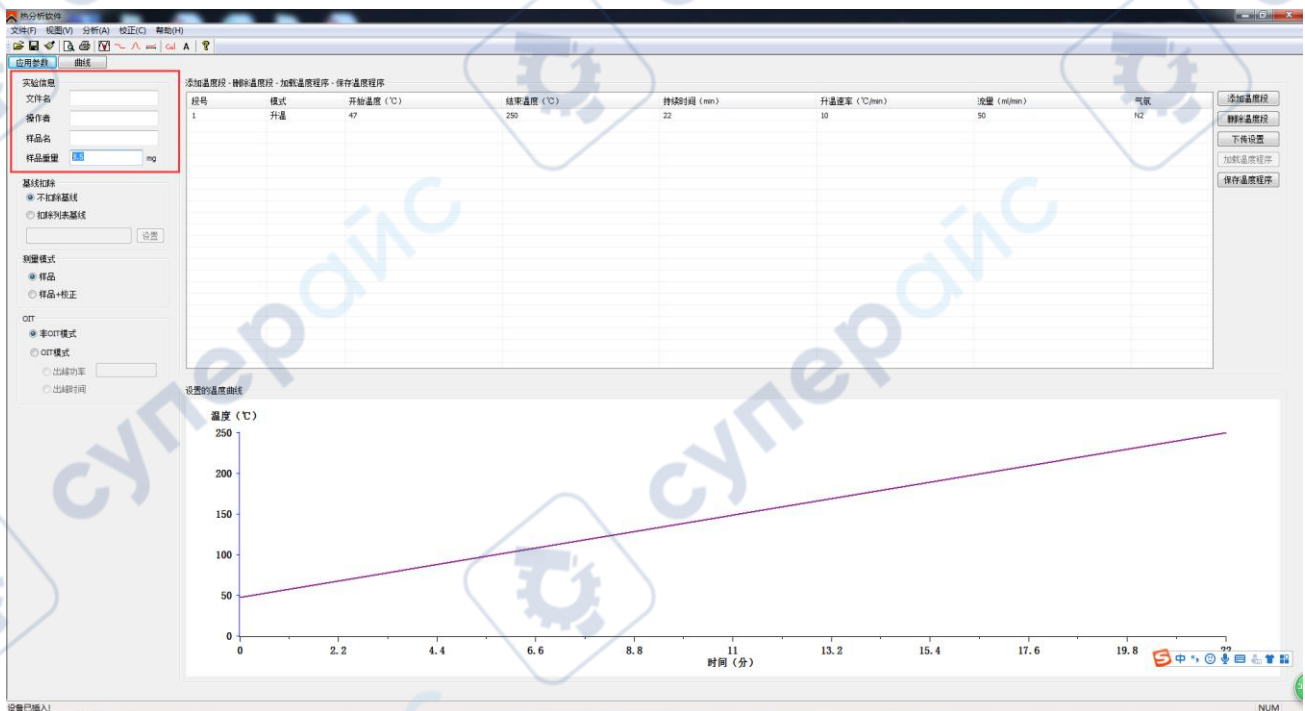
1. 将氧气和氮气与仪器对应气管接头接好。调整好氧气氮气的压力在 0.3Mpa。
2. 数据线连接电脑，电脑内安装好热分析软件。
3. 仪器的电源线连接 **220V50Hz** 电源，正确接地。
4. 准备好待测样品，选择正确的坩埚，将样品坩埚和参比坩埚分别放入仪器的托盘上。

二. 热分析软件操作:

1. 双击【UI.exe】打开热分析软件。



2. 进入【热分析软件】



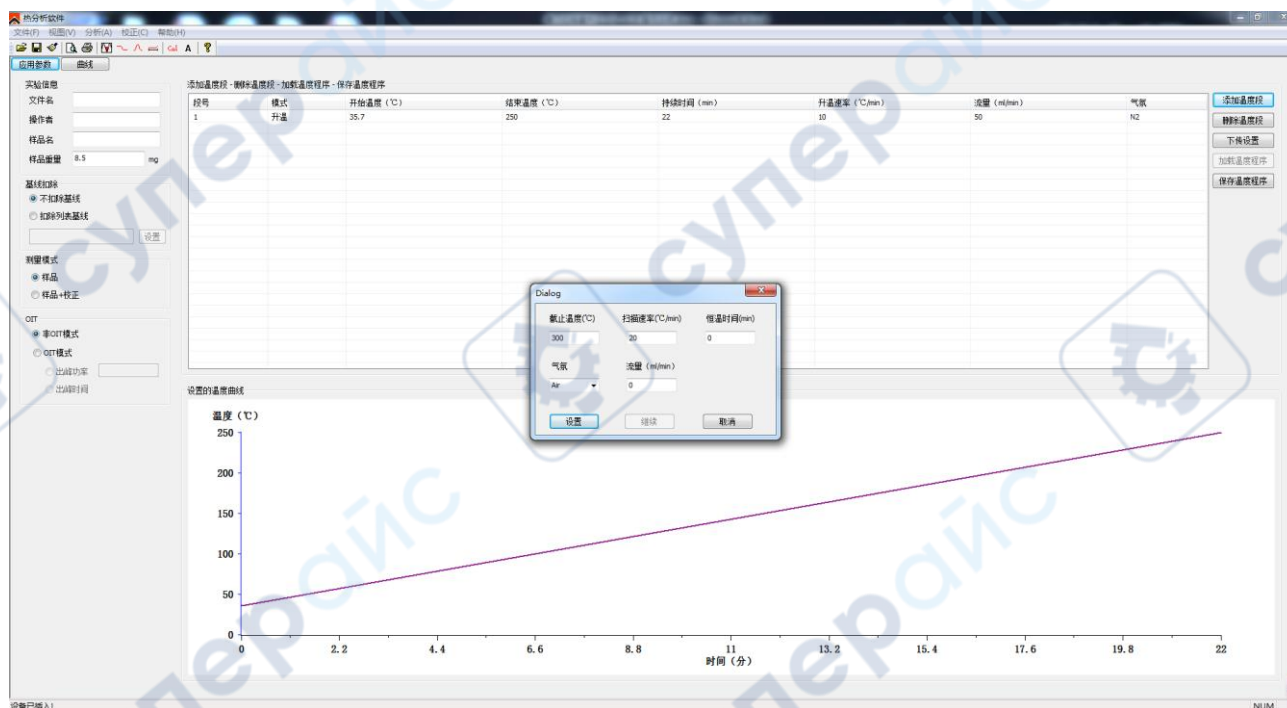
在【应用参数】栏目填写【实验信息】，【温度设置】，【基线扣除】，【测量模式】，

【OIT】

- (1) 【实验信息】：文件名，操作者，样品名，样品重量。
- (2) 【温度设置】：添加温度段，删除温度段，下传设置，加载温度程序，保存温度程序
- (3) 【基线扣除】：不扣除基线，扣除列表基线。
- (4) 【测量模式】：样品，样品+校正。
- (5) 【OIT】：非 OIT 模式，OIT 模式。

3. 【温度设置】温度程序设置

- (1) 删除已有的温度程序，点击【删除温度段】，直至删除所有的温度段。
- (2) 设置自己需要的温度程序，点击【添加温度段】



弹出对话框，填写当前段的【截止温度】【扫描速率】【恒温时间】【气氛】【流量】

A. 以氧化诱导期测试为例： 在氮气保护下，以 20 度每分钟的扫描速率升温到 200 度，然后恒温 5 分钟，切换成氧气，进行等温氧化诱导期的测定。

<1> 第一段【截止温度】200，【扫描速率】20，【恒温时间】0，【气氛】N2

【流量】50（这里随便填写，因为 DSC320 非气体质量流量计）

第一段填写完成后，点击【设置】->【继续】

<2> 第二段【截止温度】200，【扫描速率】0，【恒温时间】5，【气氛】N2。

第二段填写完成后，点击【设置】->【继续】

<3> 第三段【截止温度】200，【扫描速率】0，【恒温时间】200，【气氛】O2。

填写完成后，点击【设置】->【取消】

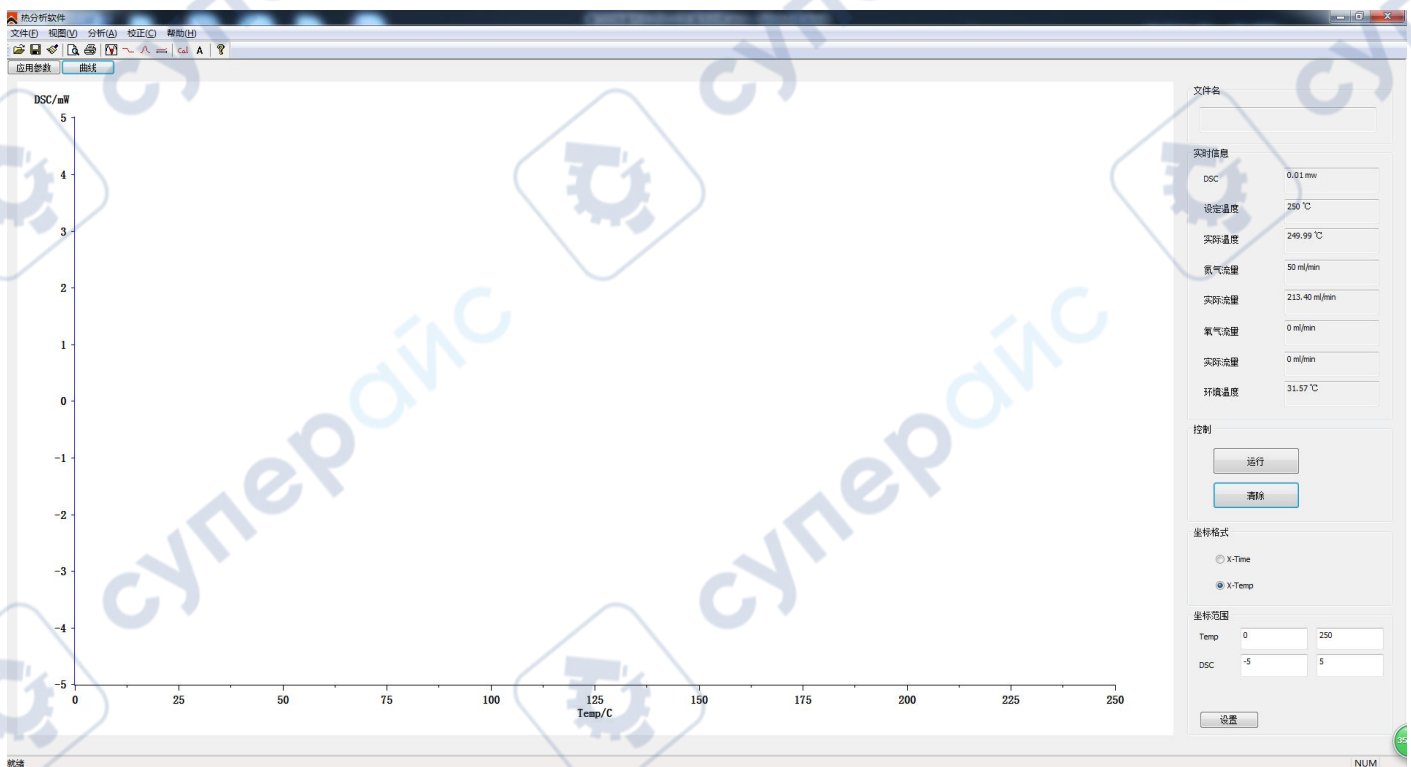
B. 以熔融峰测试为例：（In 钢 的熔点 156.7℃，设置截止温度在熔融峰后 50 度即可）

<1>第一段【截止温度】220，【扫描速率】20，【恒温时间】0，【气氛】N2

温度程序段设置好后，点击【上传设置】，仪器会“嘀”的一声，表示设置成功。

也可将该温度程序保存起来，点击【保存温度程序】；后期使用相同升温程序得实验可点击【加载温度程序】即可。

4. 实验信息，温度程序设置好后，可以点击【曲线】进入绘制曲线界面



单击【控制】->【运行】，仪器会出现“嘀”的一声，右面【实时信息】出会显示实时

信息（DSC，设定温度，实际温度，氮气流量，实际流量，氧气流量，实际流量，环境温度），此时【控制】栏的【运行】按键变成【停止】按键显示，如若要停止运行，点击【停止】。

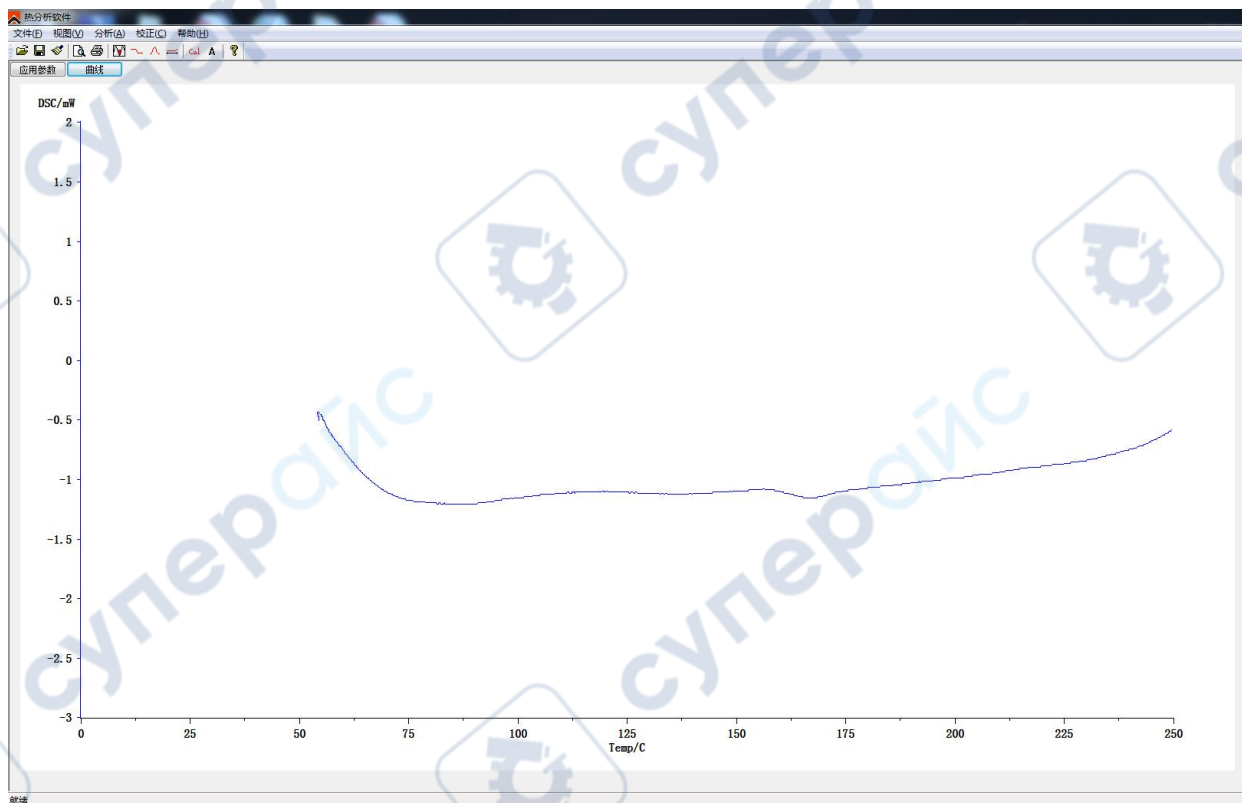
5. 【曲线】界面，调节【坐标范围】

可以调节温度坐标，DSC 坐标以及时间坐标，填写完成后单击【设置】即可

6. 【曲线】界面，切换【坐标格式】

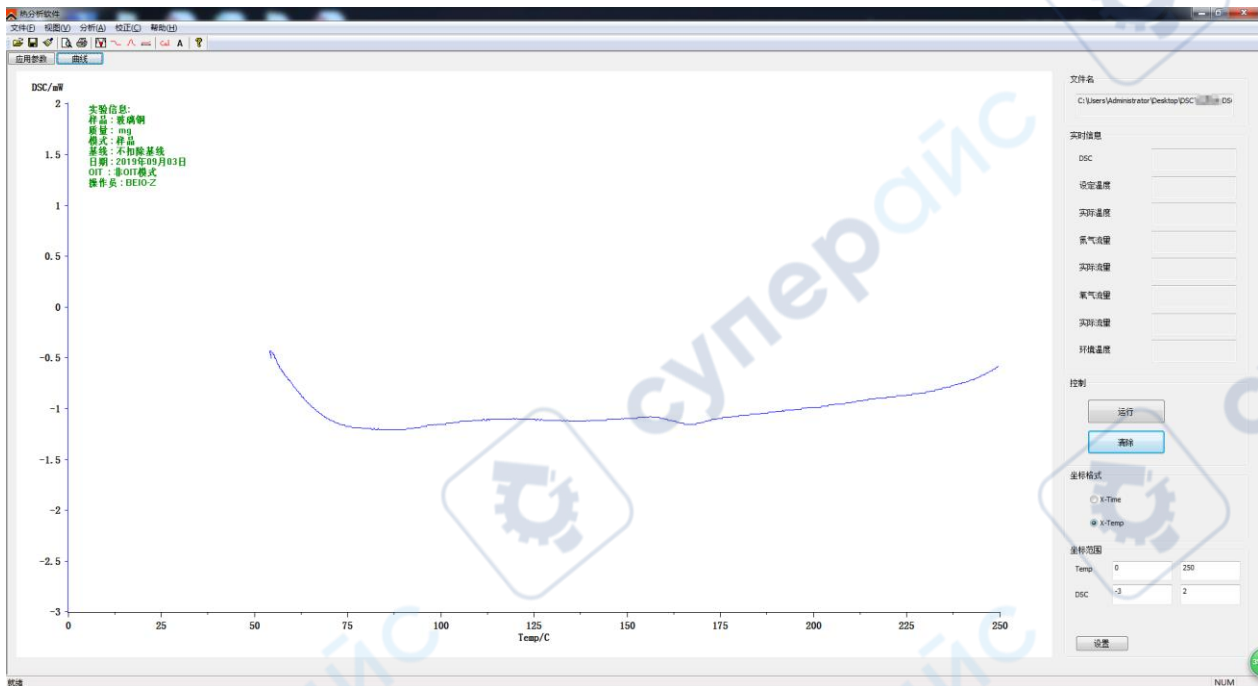
坐标格式有【X-Time】和【X-Temp】两种可以选。

7. 保存数据并进行数据分析




<1> 实验结束点击【文件】->【保存】或者快捷键【】

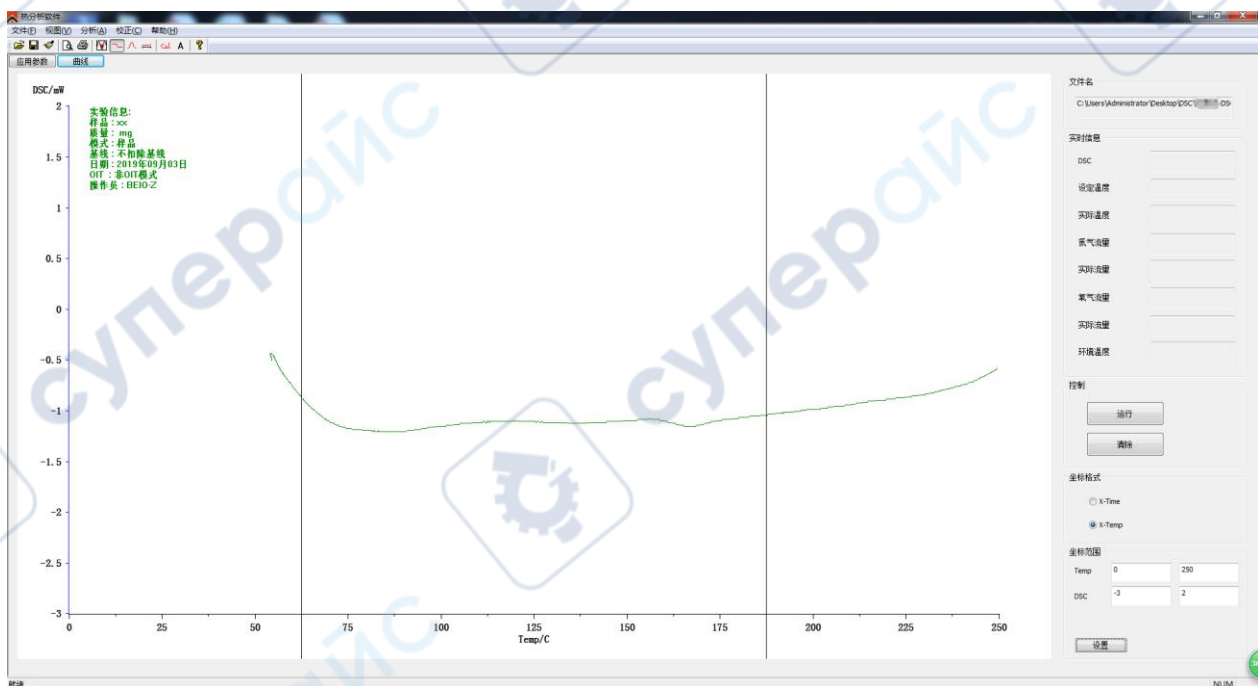
<2> 打开【文件】->【打开】或者快捷键【】



<3> 曲线分析【玻璃化转变温度】 (这个是玻璃钢的玻璃化转变温度测试曲线)

a. 单击蓝色曲线，曲线变绿，则表示选中曲线。

b. 单击【分析】->【玻璃化 G 转变】或快捷键【】，【曲线】界面会出现 2 条黑色竖线。



c. 拖动 2 条黑色竖线，第 1 条竖线放在玻璃化拐点之前较平滑处，第 2 条竖线

放在玻璃化拐点之后较平滑处。



d. 单击快捷键【Cal】计算出玻璃化转变温度，然后再次单击【Cal】竖线消失

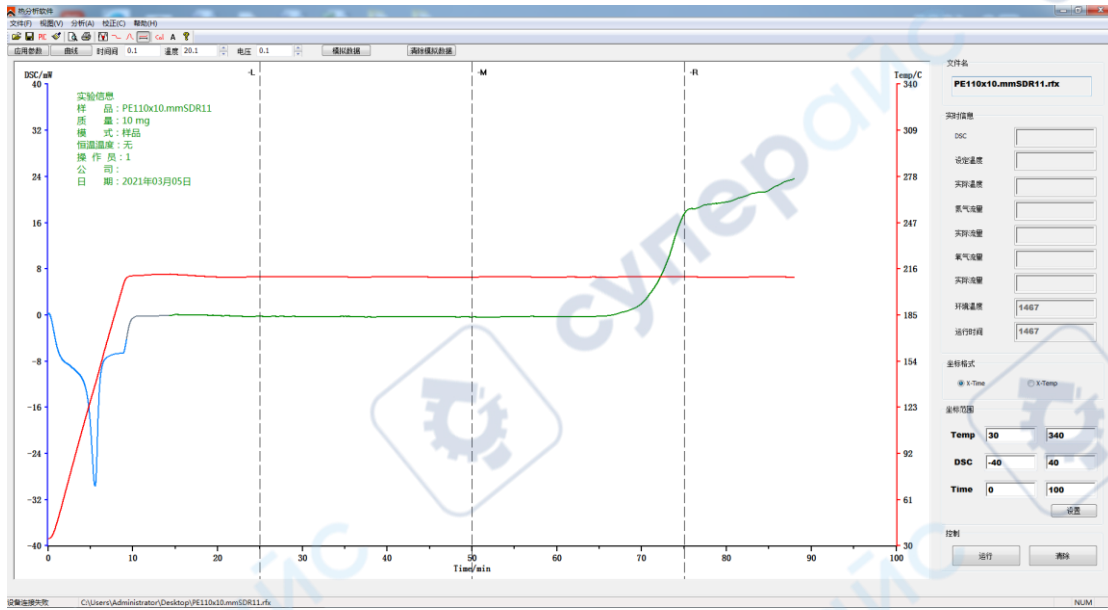


<4> 曲线分析【氧化诱导期】

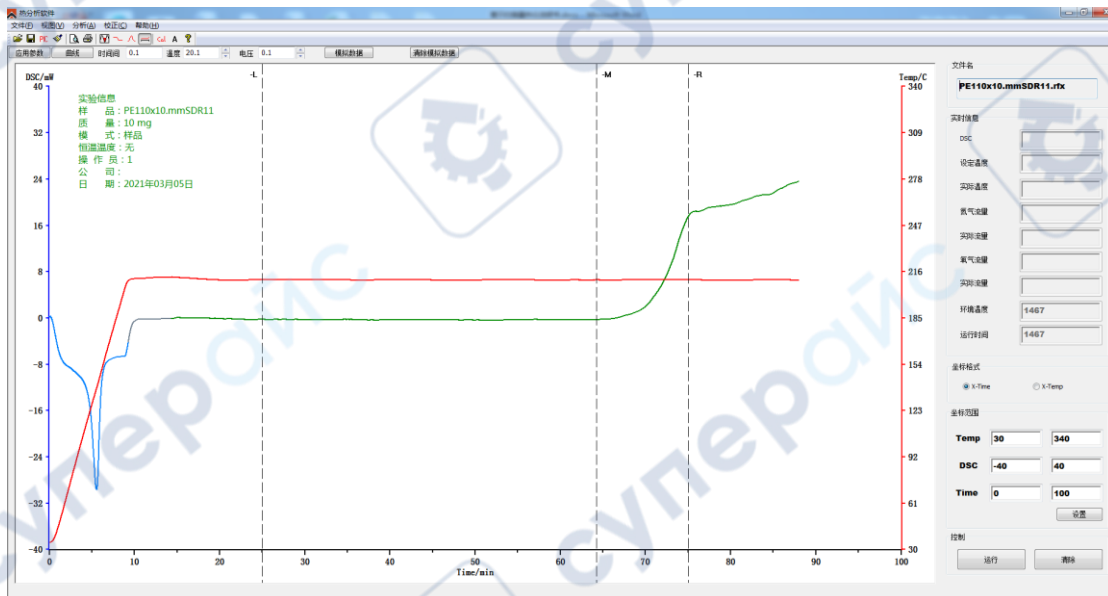
a. 单击蓝色曲线，曲线变绿，则表示选中曲线。


b. 单击【分析】->【氧化 O 诱导期】或快捷键【】，【曲线】界面会出

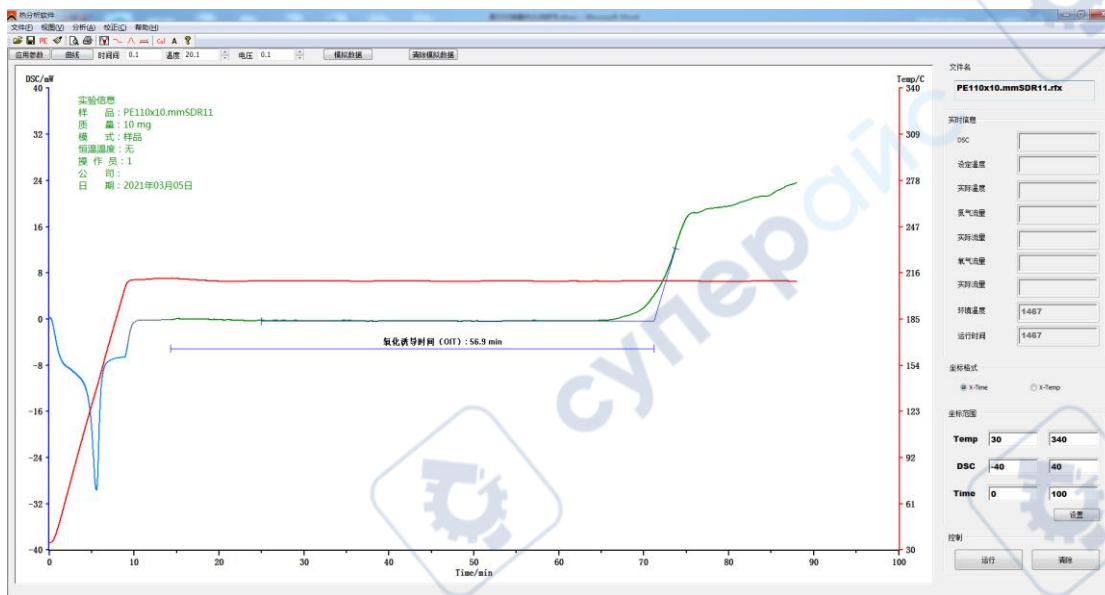
现 3 条黑色竖线。



c. 拖动 3 条黑色竖线，第 1 条,第 2 条竖线放在氧化之前较平滑处，第 3 条竖线放在氧化峰峰顶附近。

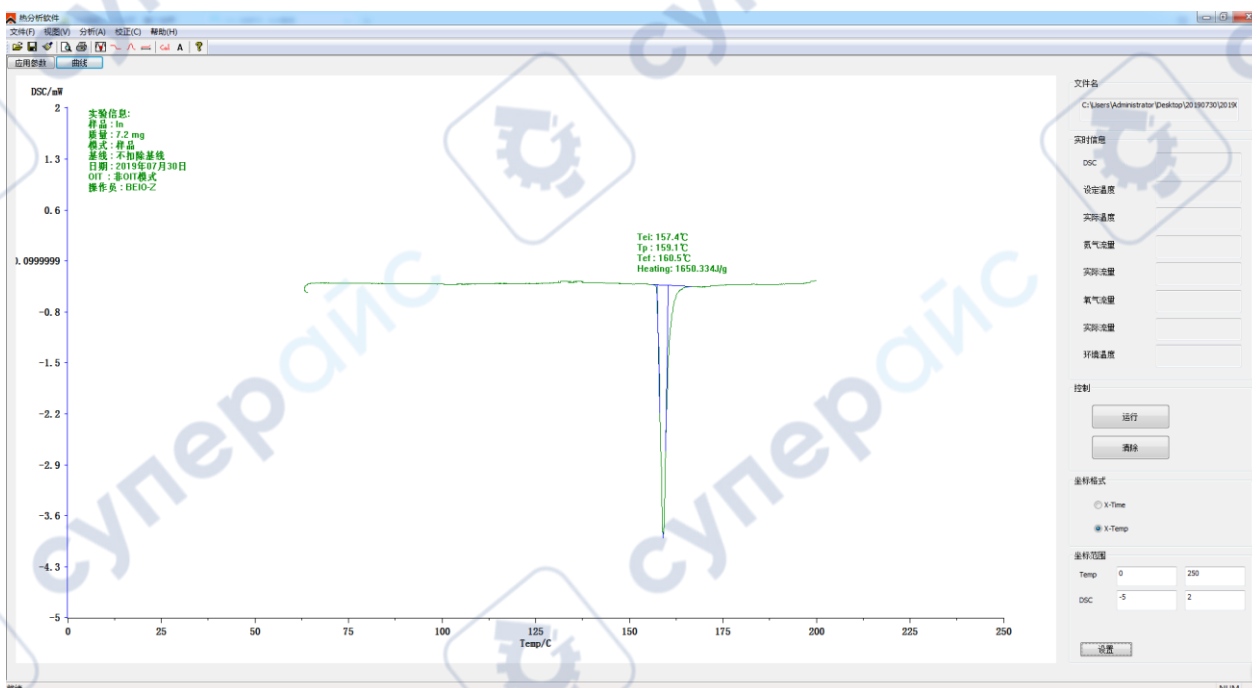


d. 单击快捷键【Cal】计算出氧化诱导期时间，然后再次单击【】竖线消失



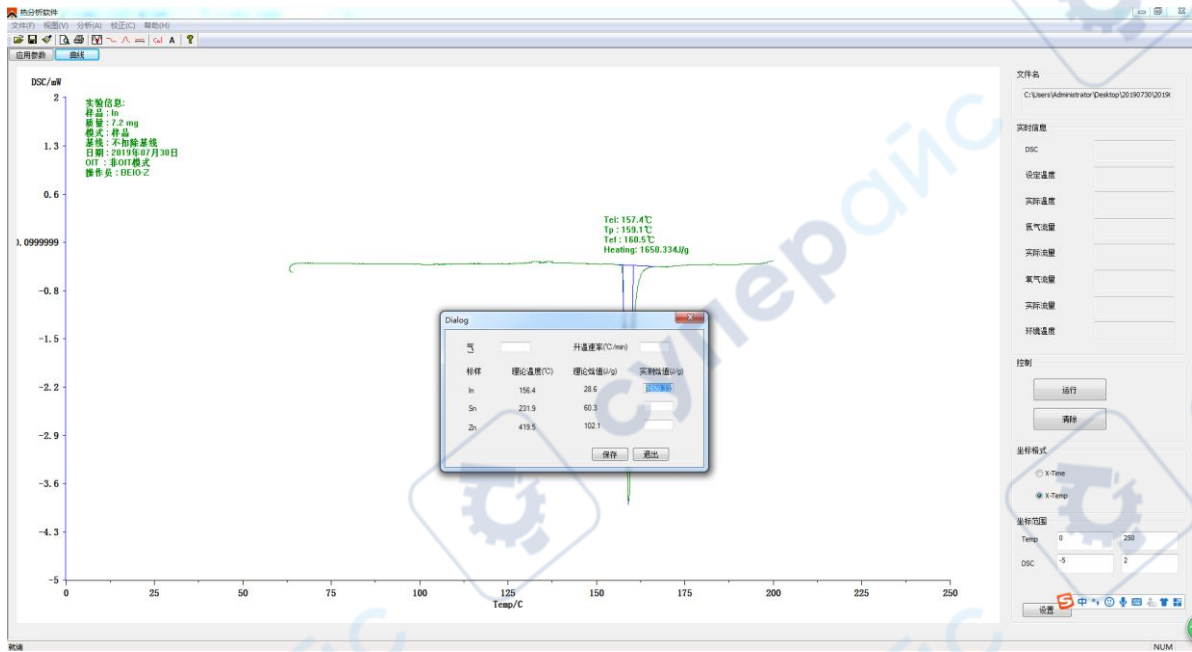
8. 温度与焓值的校准

<1> 测试标准物 “In 钢” 的熔点以及焓值。



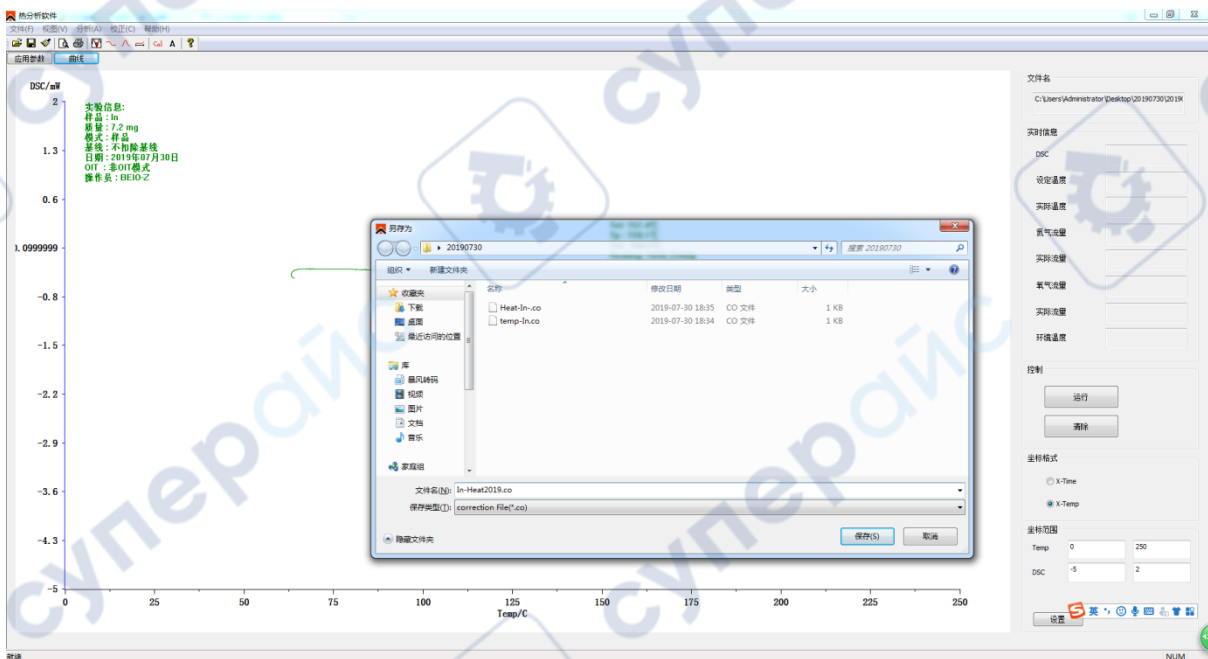
上图可以看出钢的熔点对的，但是焓值偏差很大。

<2> 单击【校正】->【焓值 S 校正】



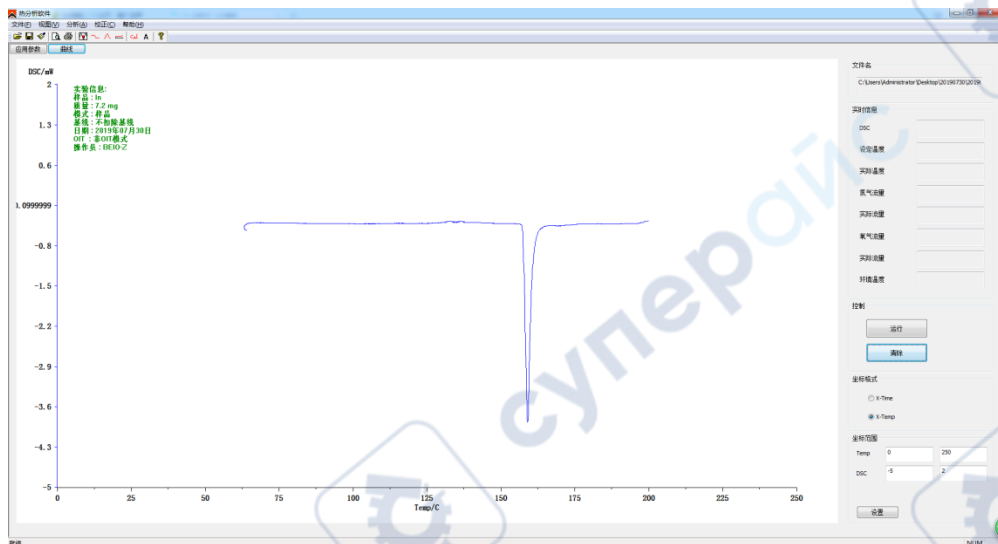
在弹出的对话框 In 的【实测焓值 J/g】处填写刚计算的实测焓值。单击【保存】


生成焓值校正文件后缀【.co】

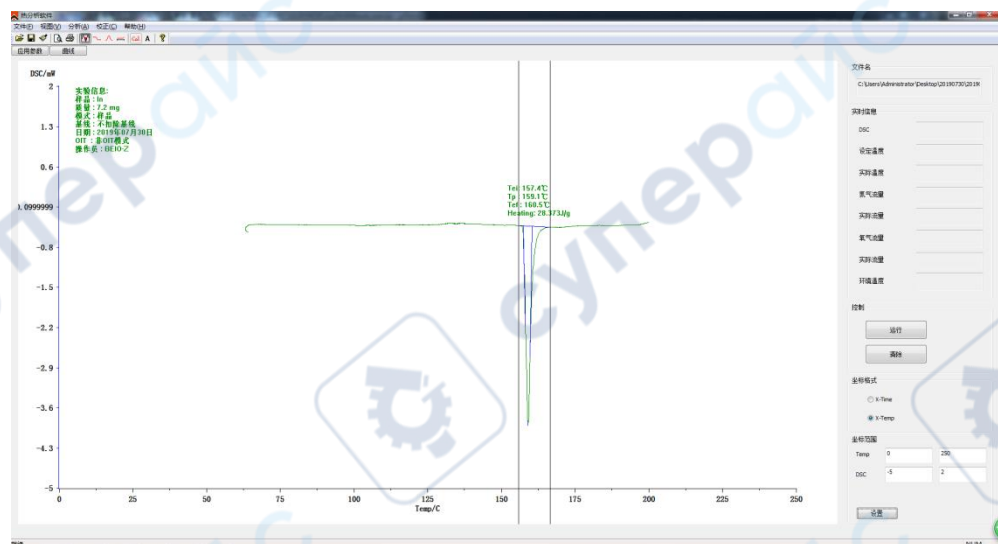


<3> 计算校正后的焓值，单击【打开】->【打开灵敏度 S 校正文件】，打开刚才保存的.co 校正文件。

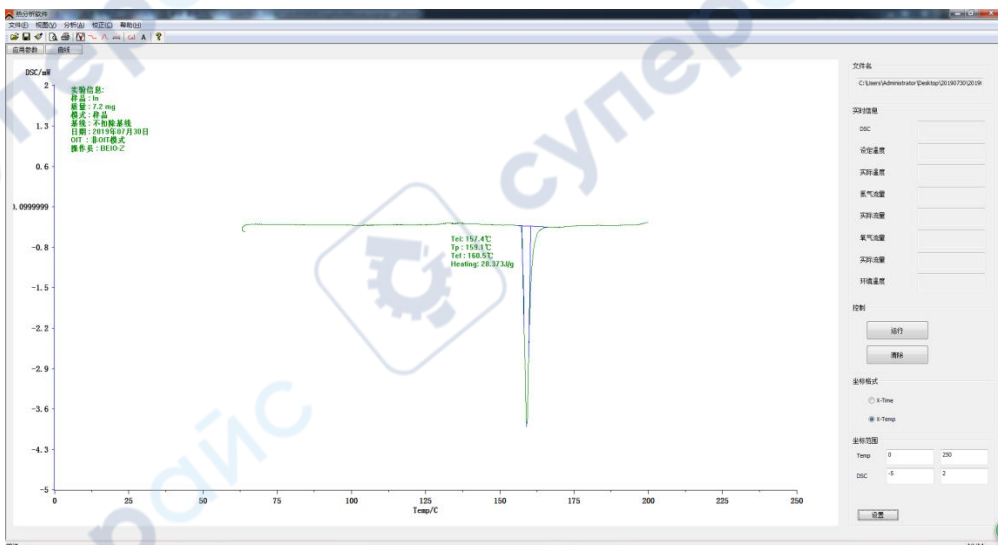
<4> 打开我们测试的样品曲线，这里我们打开刚才的 In 测试曲线。




打开曲线后单击曲线本身蓝色变绿，单击【分析】->【峰综合分析】或者快捷键【】。



这样可以看到焓值为 28.373J/g，已经被校正过。鼠标可以拖动数据显示的位置



8. 打印报告

设置好打印机，直接打印单击【文件】->【打印】或者快捷键【】，进行报告的打印。也可以进行预览。

