

DSC25XX 操作手册



第一部分 DSC25XX 操作说明

1. DSC 25XX 仪器入门指导	5
1.1 DSC 25XX 组成	5
1.1.1 主机	5
1.1.2 温度附件	6
1.1.3 PCA 附件	7
1.2 基本操作	7
1.2.1 开机流程	7
1.2.2 关机流程	8
1.2.3 制冷系统安装或更换	8
1.2.3.1 FACS	8
1.2.3.2 RCS	10
1.2.3.3 QCA	12
1.2.3.3.1 QCA+FACS	12
1.2.3.3.2 标准 QCA	12
1.2.3.4 LN2P	12
1.2.4 PCA 安装	14
1.3 联机	18
1.3.1 自动联机	18
1.3.2 添加离线分析	19
1.4 仪器校正	20
1.4.1 校正概览	20
1.4.2 Tzero 校正	20
1.4.3 T1 校正	23
1.4.4 热焓（炉子）常数校正	24
1.4.5 温度校正	26
1.4.6 MDSC 比热容校正	27
1.4.7 直接比热容校正（仅限于 DSC2500）	29
1.4.8 其他校正及校正设置	30
1.4.8.1 Cell Conditioning	30
1.4.8.2 Baseline Conditioning	30
1.4.8.3 添加标准物质信息	31
1.4.8.4 自动运行和计划运行	32

1.4.9	自动进样器校正.....	32
1.5	常见问题及解决方法	34
1.5.1	GDM 错误.....	34
1.5.2	炉子污染.....	34
1.5.3	无法联机.....	35
2.	DSC 实验步骤.....	36
3.	样品制备	37
3.1	样品盘类型	38
3.2	样品制备	39
3.2.1	Tzero 压机使用.....	39
3.2.2	Tzero 非密封铝盘和 Tzero 轻质量铝盘.....	41
3.2.3	Tzero 密封铝盘和 Alodined 处理的 Tzero 密封铝盘.....	41
3.2.4	Standard 非密封盘.....	42
3.2.5	Standard 密封盘.....	43
3.2.6	大体积盘.....	44
3.2.7	高压盘.....	46
3.2.7.1	封装样品.....	46
3.2.7.2	打开样品盘.....	47
3.2.7.3	清洗高压盘.....	47
3.3	样品盘选择技巧	48
4.	测试	48
4.1	步骤命令	48
4.2	普通模式	50
4.2.1	升温/降温	50
4.2.2	升温-降温-升温.....	51
4.2.3	氧化诱导.....	52
4.2.3.1	氧化诱导温度.....	52
4.2.3.2	氧化诱导时间.....	54
4.2.4	等温固化.....	55
4.2.5	等温结晶.....	56
4.3	调制模式	56
4.4	比热容测试	58
4.4.1	三步法.....	58

4.4.2	MDSC 法	60
4.4.3	直接法（仅限于 DSC2500）	60

1. DSC 25XX 仪器入门指导

1.1 DSC 25XX 组成

1.1.1 主机



图 1.1.1.1 DSC25XX Auto 正面图

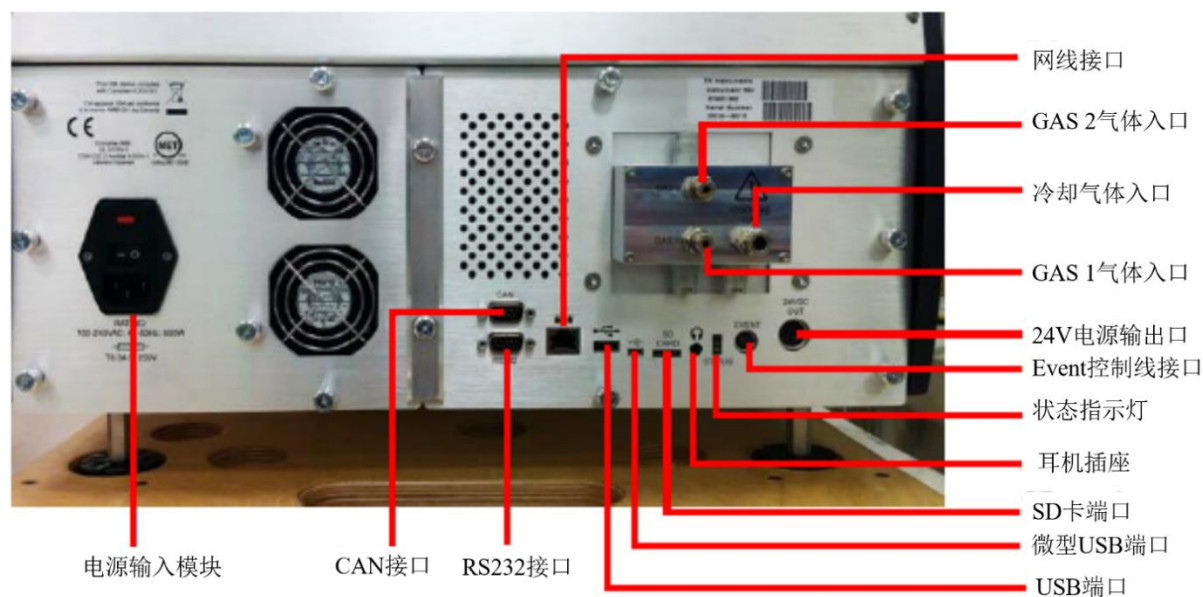


图 1.1.1.2 DSC25XX Auto 背面图

1.1.2 温度附件

RCS40: -40~400°C, 建议恒温实验温度不得超过 325°C	
RCS90 : -90~550°C	
RCS120: -120~400°C	
FACS: RT~725°C	
QCA: -180~550°C	 Quench Cooler Thermal enclosure
QCA for FACS : RT~725°C, 在执行升温程序前, 取出 QCA 杯子, 并且放上手动炉盖。	

LN2P: -180~550°C



1.1.3 PCA 附件



图 1.1.3.1 DSC-PCA 系统

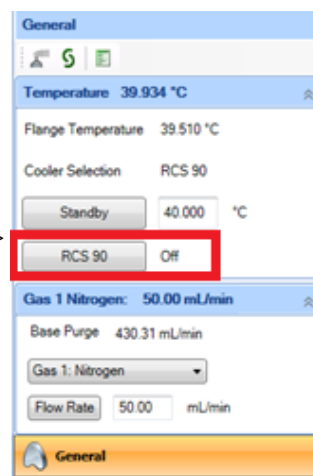
1.2 基本操作

1.2.1 开机流程

- 1) 打开高纯氮气，出口压力不高于140 kPa（20 psi）。
- 2) 打开DSC电源，直至出现下列显示，开机完成。
 - 注意：在开始实验前，仪器需预热60 min。



- 3) 启动计算机，然后打开TRIOS，并与仪器取得联机。
- 4) 如果配置了机械制冷RCS，选择软件控制（Event）或手动控制（Manual），然后打开制冷设备电源开关。如选择Event控制，在TRIOS控制软件【Control Panel】>【General】>【RCS On】，开启RCS。当flange温度降低时，表明RCS开始工作。



1.2.2 关机流程

- 1) 如使用 RCS，在 TRIOS 控制软件【Control Panel】>【General】>【RCS Off】，关闭机械制冷。
- 2) 当 Signals 信号中的 Flange 温度升高至室温以上时，从 TRIOS 软件左上角图标处选择【Shutdown】。
- 3) 待关机完成后，关闭仪器电源。
- 4) 关闭气体和计算机。

1.2.3 制冷系统安装或更换

1.2.3.1 FACS

- 1) 确保 DSC 炉子处于室温或待机温度。打开炉盖。如使用自动进样器，点击触摸

屏上的  打开炉子。

- 2) 小心抬起并拔出 Discovery DSC 盖板。



抬起顶盖



- 3) 将 FACS 沿炉子外围插入，并旋转使定位孔与定位销对齐。



- 4) 使用随机赠送的 5/32inch 的六角螺丝刀，按一个方向依次紧固每个螺丝，每次紧固 3~4 圈，直至完全固定。严禁一次性完全拧紧螺丝。



- 5) 将盖板盖上。



- 6) 单击TRIOS左上角图标，【Options】>【DSC25XX】>【Cooler】，选择【Finned Cooler】。

1.2.3.2 RCS

- 1) 取下Discovery DSC盖板。



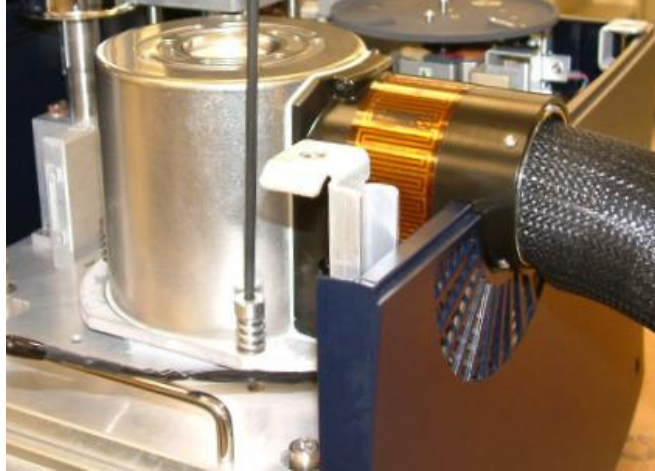
抬起顶盖



- 2) 将加热控制线连接到仪器上。一旦连接后，更换或拆卸RCS时无需取下加热控制线。再次安装时跳过该步骤。



- 3) 将RCS的制冷头沿炉子外围插入，并旋转使定位孔与定位销对齐。
- 4) 使用随机赠送的 5/32inch 的六角螺丝刀，按一个方向依次紧固每个螺丝，每次紧固 3~4 圈，直至完全固定。严禁一次性完全拧紧螺丝。



- 5) 将制冷头上的控制线与步骤 1 固定的加热控制线连接。



- 6) 取下盖板背面如下位置处的螺丝，取下保护件。



- 7) 将盖板右侧插入，然后左侧卡入到位。



- 8) 根据所使用的 RCS 类型，单击 TRIOS 左上角图标，【Options】> 【DSC25XX】> 【Cooler】，选择【RCS40】/【RCS90】/【RCS120】。

1.2.3.3 QCA

1.2.3.3.1 QCA+FACS

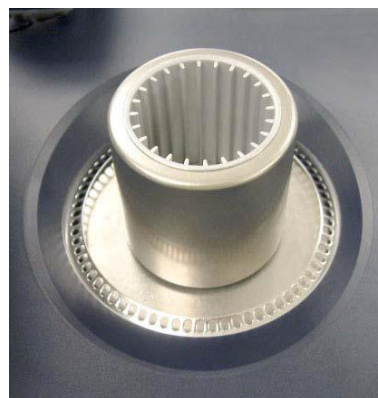
- 1) 参考 1.2.3.1 安装 FACS。
- 2) 将 QCA 插入 FACS。
 - **注意：**不建议用于室温下的操作。
 - **注意：**确保 TRIOS 中选择的冷却附件为【Finned Cooler】，而不是【Quench Cooler】。
 - **注意：**不建议在使用该套冷却附件时使用自动进样器。

1.2.3.3.2 标准 QCA

标准 QCA 配合 Thermal Enclosure 使用。安装方法同

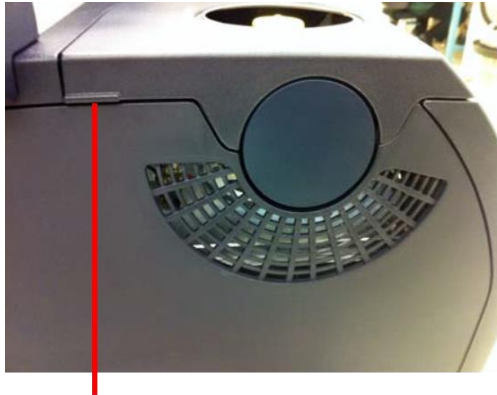
1.2.3.3.1。

- **警告：**在自动进样器运行时，不要触及自动进样器运行轨道，否则可能会破坏自动进样器。
- **注意：**TRIOS附件选择为【Quench Cooler】，且禁用自动进样器。QCA只能用于T1模式下。



1.2.3.4 LN2P

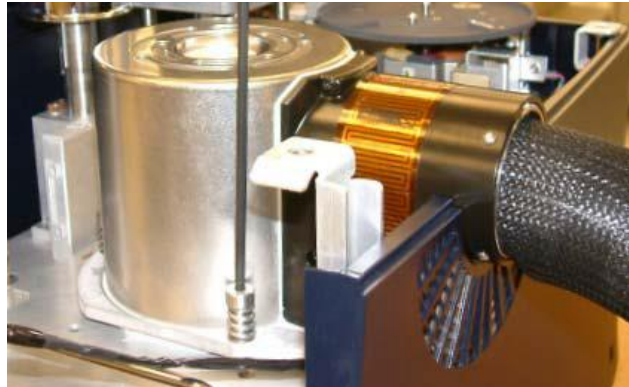
- 1) 取下 Discovery DSC 盖板。



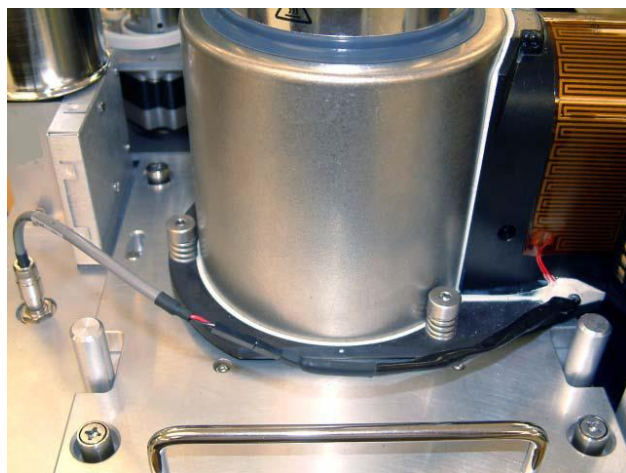
抬起顶盖



- 2) 将 LN2P 的制冷头沿炉子外围插入，并旋转使定位孔与定位销对齐。
- 3) 使用随机赠送的 5/32inch 的六角螺丝刀，按一个方向依次紧固每个螺丝，每次紧固 3~4 圈，直至完全固定。严禁一次性完全拧紧螺丝。



- 4) 连接制冷头上的防冷凝控制线。

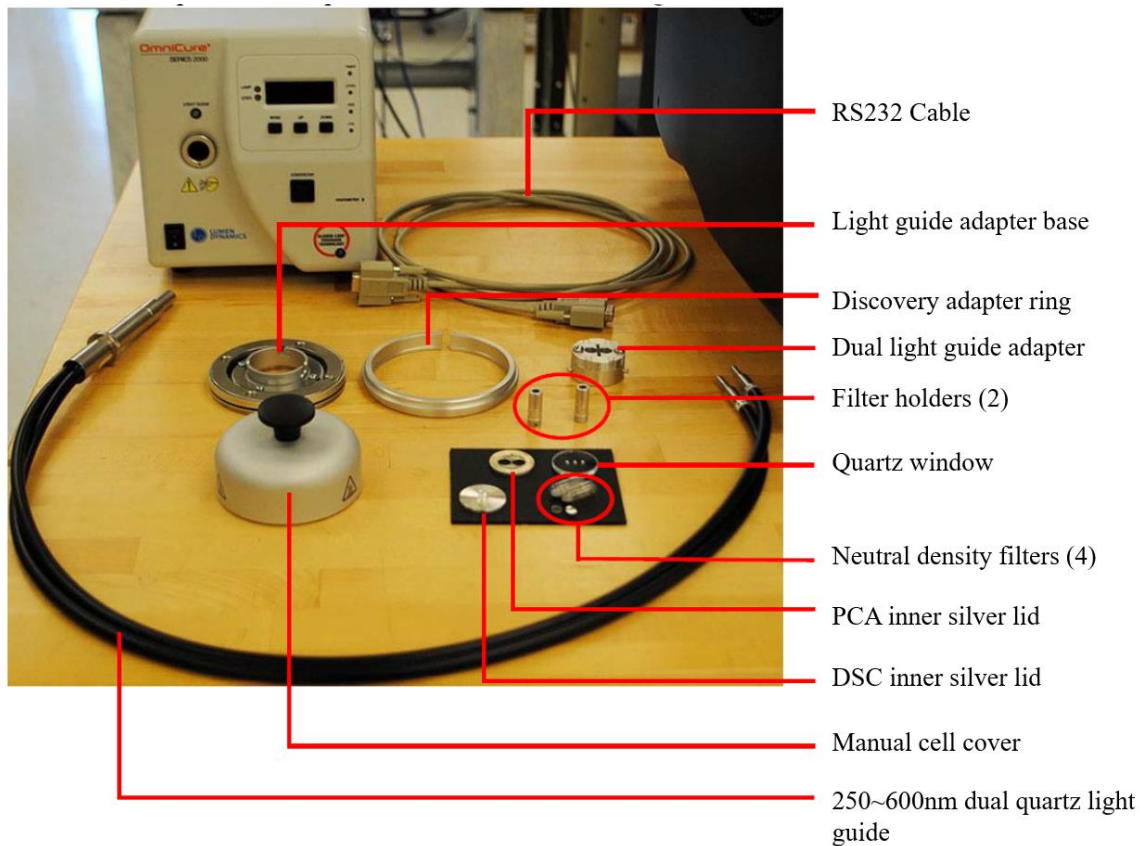


- 5) 取下盖板背面如下位置处的螺丝，取下保护件。



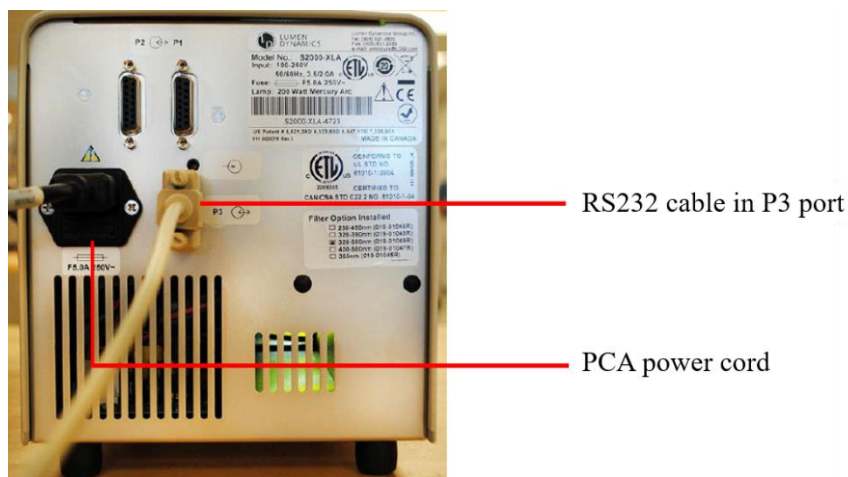
- 6) 将盖板右侧插入，然后左侧卡入到位。
- 7) 使用 CAN 接口连接控制线。
- 8) 连接电源线。
- 9) 单击 TRIOS 左上角图标，【Options】>【DSC25XX】>【Cooler】，选择【LN2P】。

1.2.4 PCA 安装

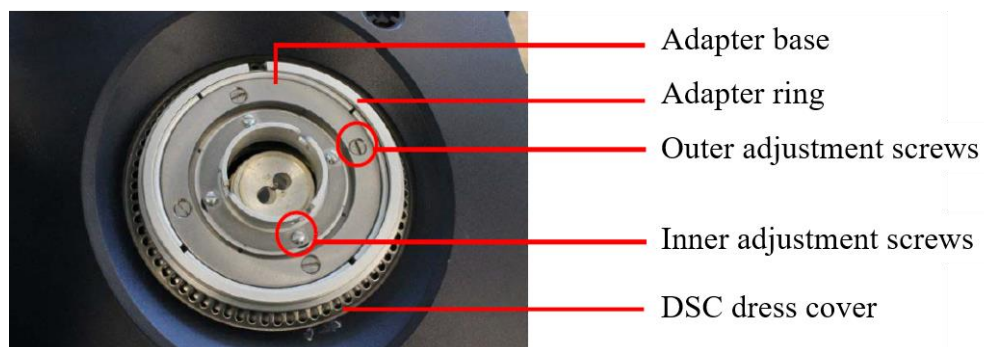


- * PCA 必须在使用 Tzero 技术的仪器上；
- * 滤波片共 5 种：320~500nm、250~450nm、320~390nm、365nm、400~500nm；
- * 两种导光管：双液体导管（-50°C~80°C）和双石英导管（-50°C~250°C）；
- * 两种滤光片：衰减为 1%和衰减为 10%；

1) 将光源放置在 DSC 旁边，连接 RS232 控制线。



2) 将 Discovery 适配环放置在 DSC 炉子上方，导光管适配基座放在适配环内部，如下图。

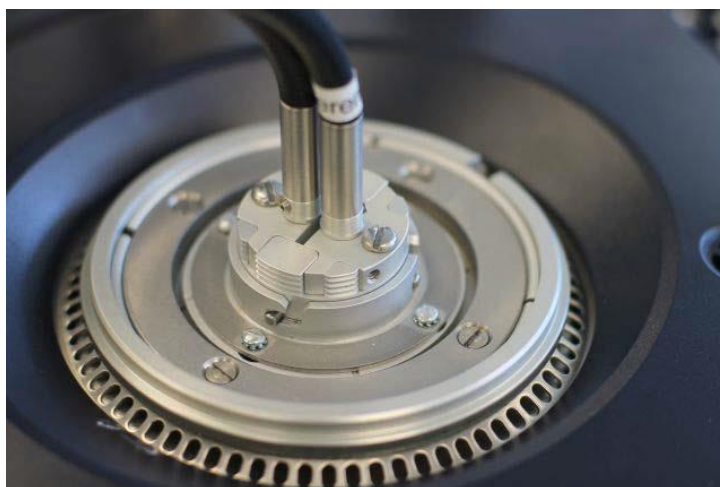


3) 在拧紧固定螺丝前，调整适配器基座的配置，使得导光适配器中间的两个孔正对样品台和参比台。

- 4) 对称拧紧螺丝，严禁一次性拧紧螺丝。
- 5) 将滤光片支架安装在导光管末端（如需，可将滤光片插入支架再执行此步操作）。

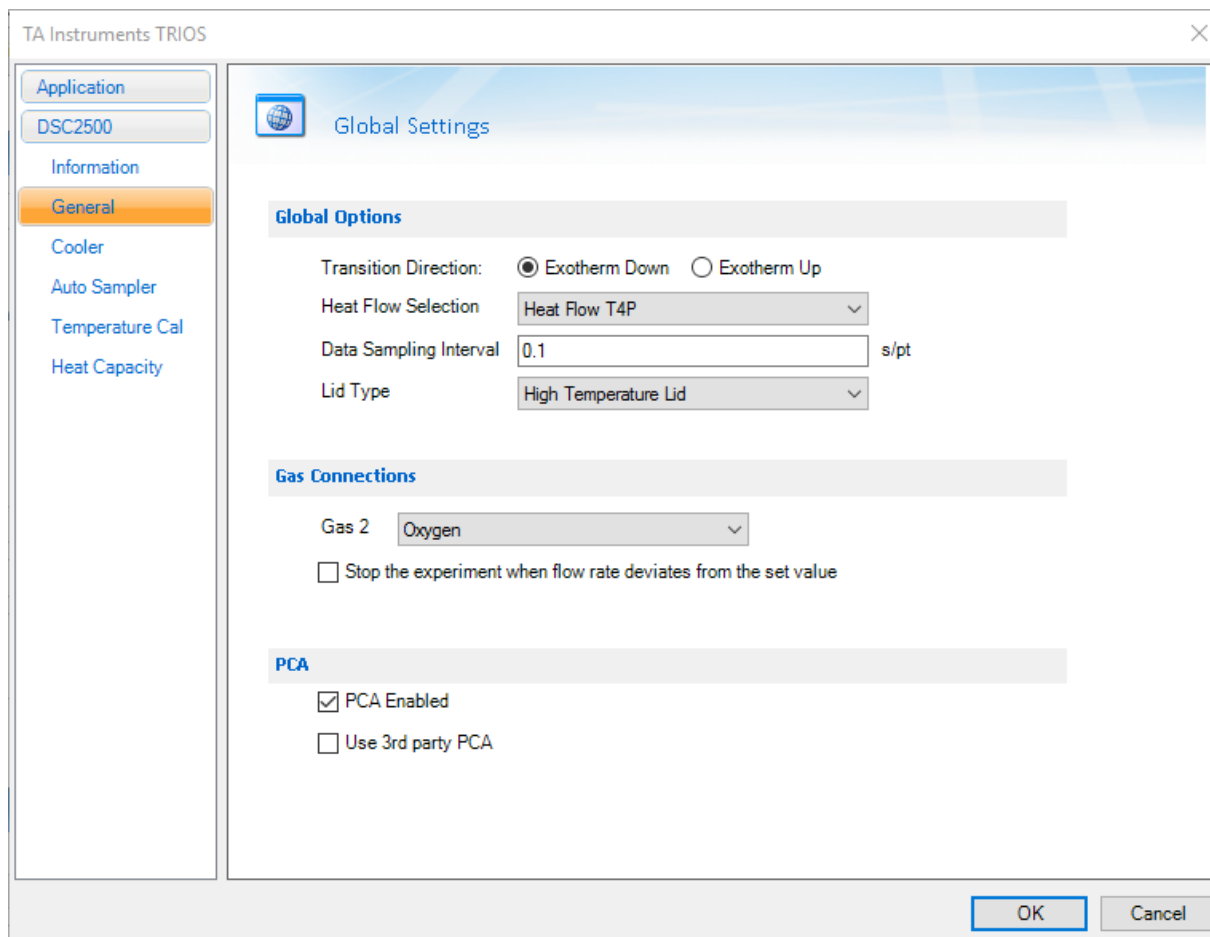


- 6) 将导光管一头插入导光适配器的两个孔的底部，另一头插入光源中，调节 PCA 位置，使导光管在连接时不会扭曲、打结或紧绷，随后紧固侧面的螺丝。

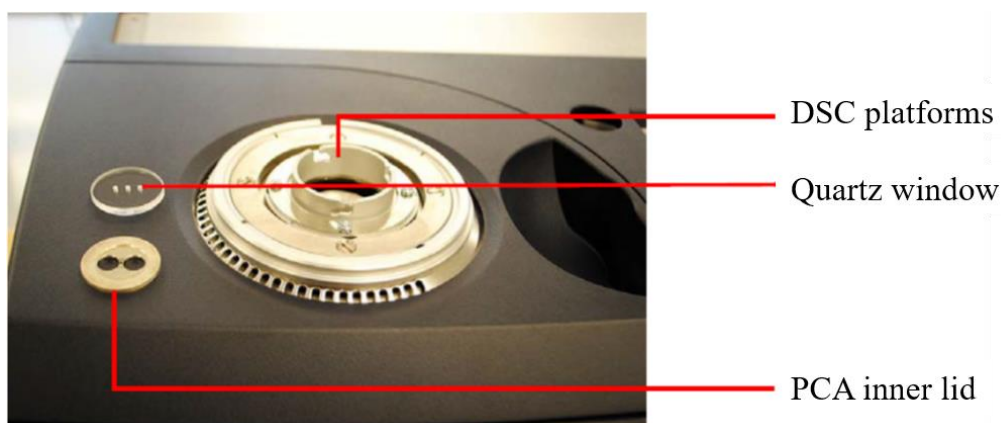


- 7) PCA 电源插头插到电源输出口上。

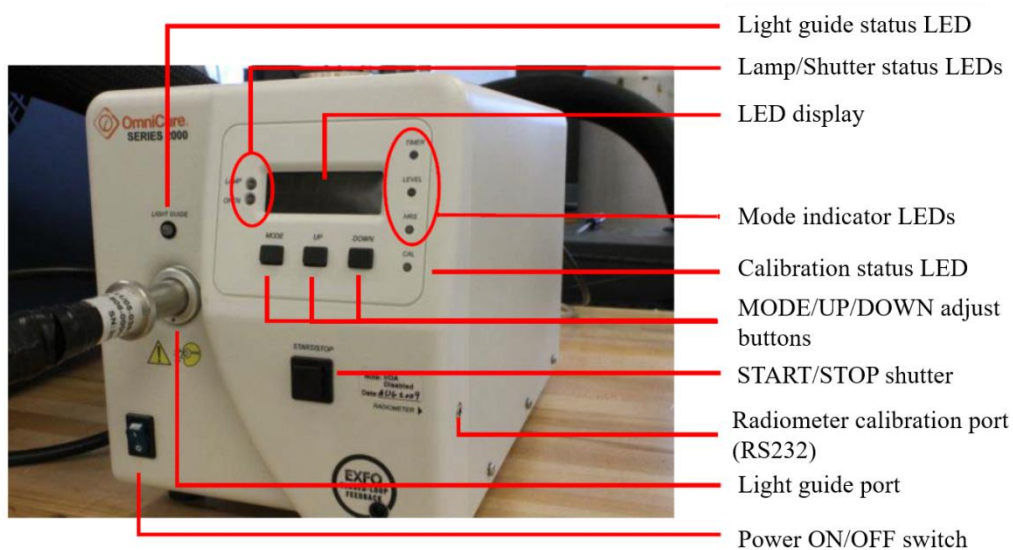
- 8) 单击 TRIOS 软件左上角，【Options】>【DSC25XX】>【General】>【PCA】，勾选【PCA Enabled】。



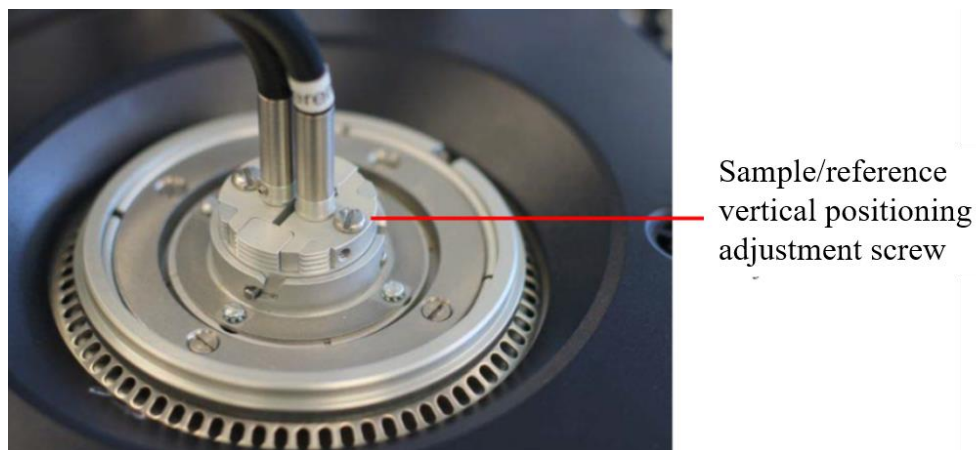
- 9) 炉子中不放置任何样品或样品盘，盖上 PCA 内盖（扁平面朝上），再盖上透明石英片。移动石英片，使石英的三个孔所在的直线与 PCA 内盖两个孔所在的直线正交，确保孔不会干扰进入炉子的光线。



- 10) 旋转固定导光适配器，按光源上的 MODE/UP/DOWN 来调节光强，随后打开光源（按光源上的 Start、触摸屏或 TRIOS 软件上【Sutter On】），直至达到所需强度。



- 11) 调节适配器的定位螺丝，使得样品端和参比端的光强偏差小于 $\pm 2\%$ ；此时显示的光强为最终实验的光强。



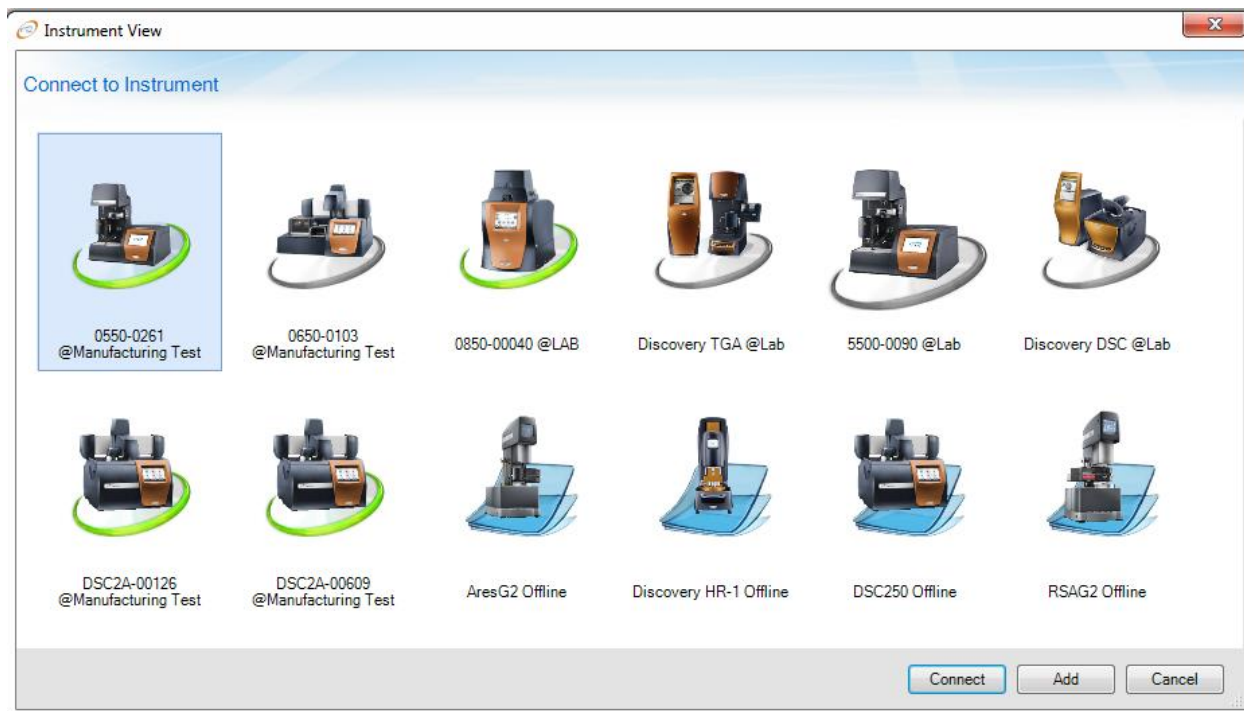
- 12) 关闭电源，即可进行光固化实验。

1.3 联机

1.3.1 自动联机

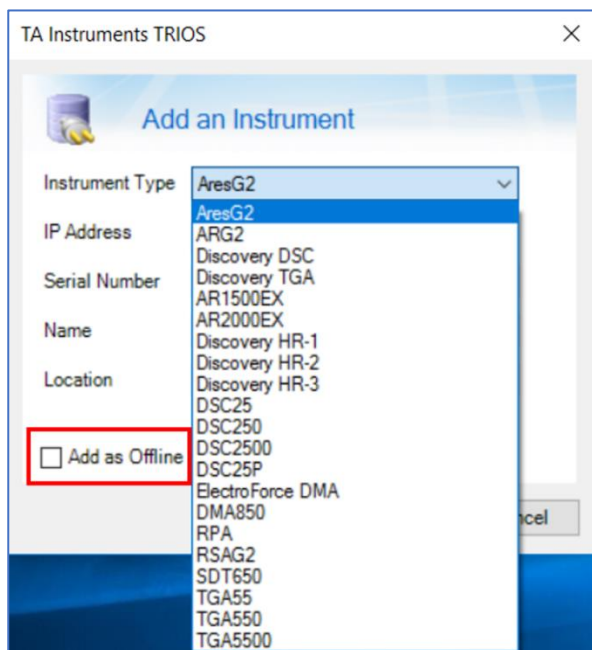
- 1) 启动与仪器相连且安装有 TRIOS 软件的计算机；
- 2) 双击桌面上的 TRIOS 图标，打开仪器探测器；
- 3) 点击在线的仪器（显示为绿色状态环），然后点击【Connect】，即可与目标仪

器取得联机；



1.3.2 添加离线分析

- 1) 启动安装有 TRIOS 软件的计算机；
- 2) 双击桌面上的 TRIOS 图标，打开仪器探测器；
- 3) 点击【Add】；
- 4) 在【Instrument Type】中选择对应的设备型号，勾选上【Add as Offline】，单击【OK】，此时探测器上会出现对应设备离线版的图标；
- 5) 单击该离线图标，点击【Connect】打开 TRIOS 离线版，即可在非操作计算机上完成数据分析。图标一旦添加，无需重复步骤 3 和步骤 4。



1.4 仪器校正

1.4.1 校正概览

校正项目	何时校正	校正过程	目的
Tzero 校正	- 首次使用新炉子 - 更改吹扫气体 - 清理炉子 - 更换制冷附件	- 基线 - 蓝宝石	获得仪器样品端和参比端的热容热阻曲线，最大限度降低仪器噪音
T1 校正	- 安装新盖子 - 定时校正	基线	获得基线的斜率和补偿值，最大限度降低仪器噪音
热焓（炉子）常数*	- 重新执行 Tzero 或 T1 校正后 - 更换盘型	ASTM E968 标准金属的熔融曲线	修正量热准确系数
温度校正*	建议每个月执行校正验证实验	ASTM E967 标准金属的熔融曲线	修正温度偏差
MDSC 比热容校正*	需使用 MDSC 测量比热容时	蓝宝石可逆比热容曲线	获得 MDSC 比热容校正系数曲线
直接比热容校正*	需使用直接法测量比热容时	蓝宝石比热容曲线	获得比热容校正系数曲线

* 如需使用可溯源的标准物质进行校正，可从计量单位购买。

1.4.2 Tzero 校正

Tzero 仅限于 DSC 250、DSC 2500 和第一代 Discovery DSC，其余型号 DSC 请执行 T1 校正，详见 1.4.3。

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【Tzero】>【Queue All】/【Run All】，创建 Tzero 校正。

Calibration Data

Calibration Setup

Calibration Experiment Setup

☐ Cell Conditioning
 ☒ Tzero
 ☐ Temperature
 ☐ Reversing Heat Capacity

☐ Baseline Conditioning
 ☐ Cell Constant/Temperature
 ☐ Direct Heat Capacity

Tzero

Sample Name

Tzero calibration

	Pan Number	Sample Mass	Pan Mass
Sample	10	107.630 mg	0.000 mg
Reference	1	108.520 mg	0.000 mg

[Edit Tray Configuration](#)

Pan Type

None

Operator

ZL

Project

Notes

Ramp Rate

20 °C/min

Lower Temperature

-90.000 °C

Upper Temperature

400.000 °C

Isothermal

10.0 min

☒ Perform Verification Run After Calibration

File Path

D:\DATA

Default

...

Run All

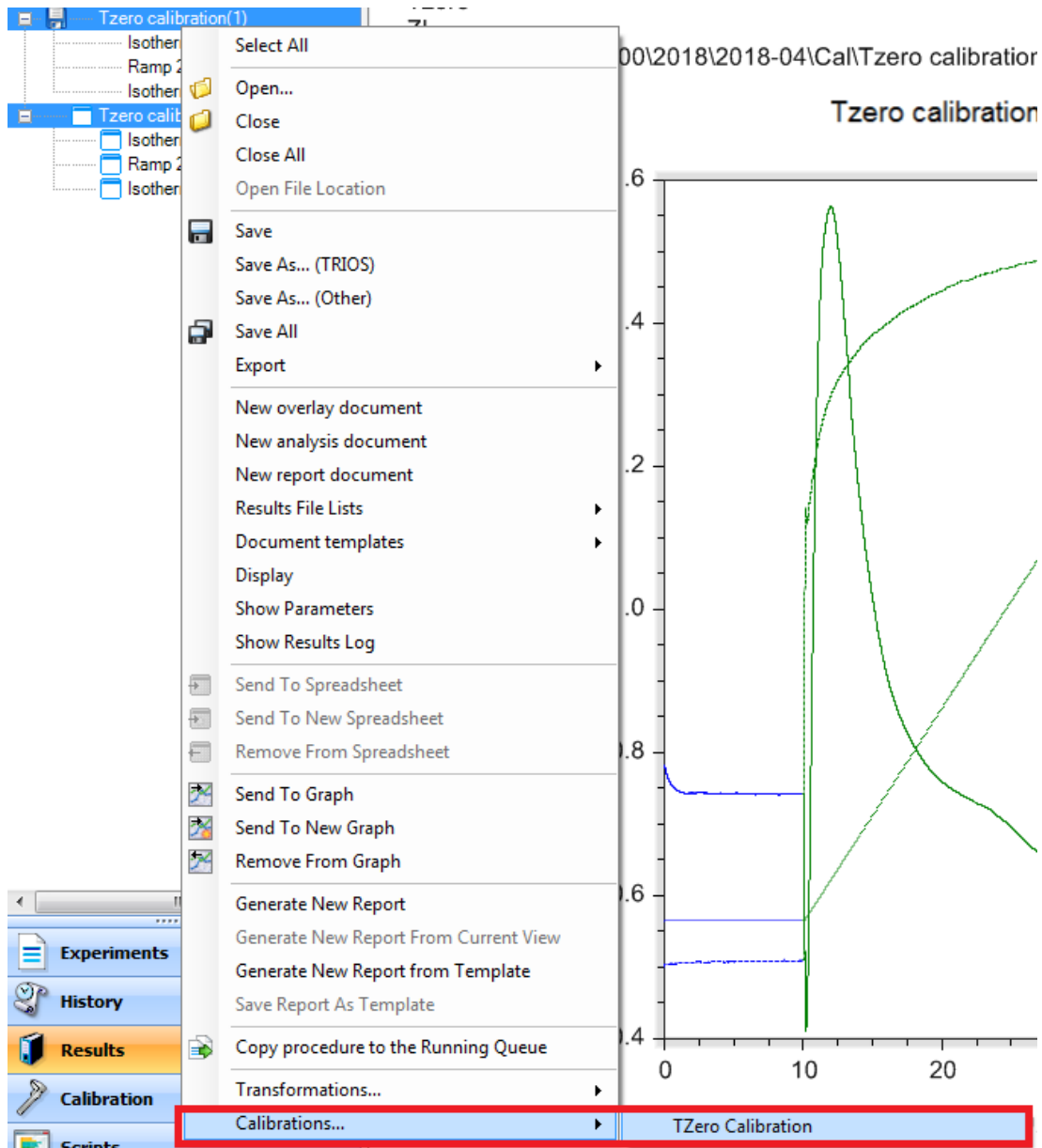
Queue All

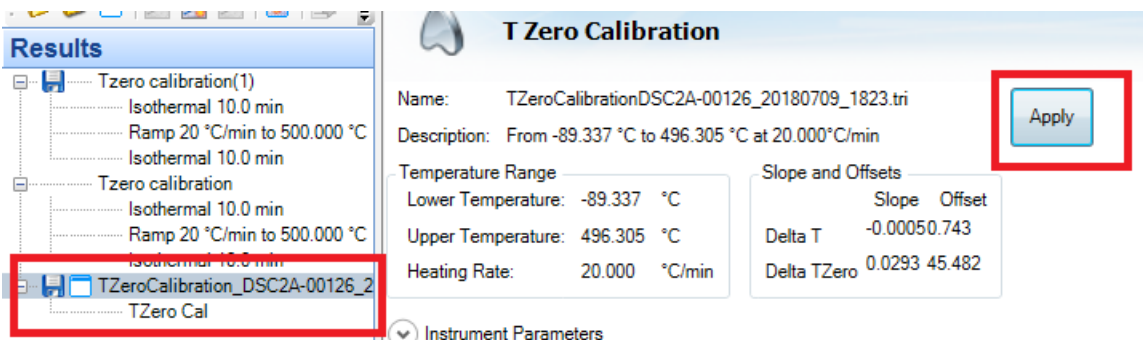
Schedule All

Tzero 校正过程执行如下步骤：

- 1) 炉子里不放置任何样品或样品盘，按照设定的温度范围、升温速率和等温时间进行实验，获得空白基线；
- 2) 无需样品盘，放置 Tzero 校正的蓝宝石（参比端为红色，样品端为透明），执行与基线相同的温度程序，获得蓝宝石校正曲线。
- 3) 校正完成后，仪器可自动分析并更新校正参数。

- 4) 如不能自动分析, 可手动分析并赋值。打开空白基线和蓝宝石曲线, 按住【CTRL】键, 同时选中两个文件, 右键>【Calibrations】>【Tzero Calibration】, 在随后出现的新文件中点击【Apply】即可。



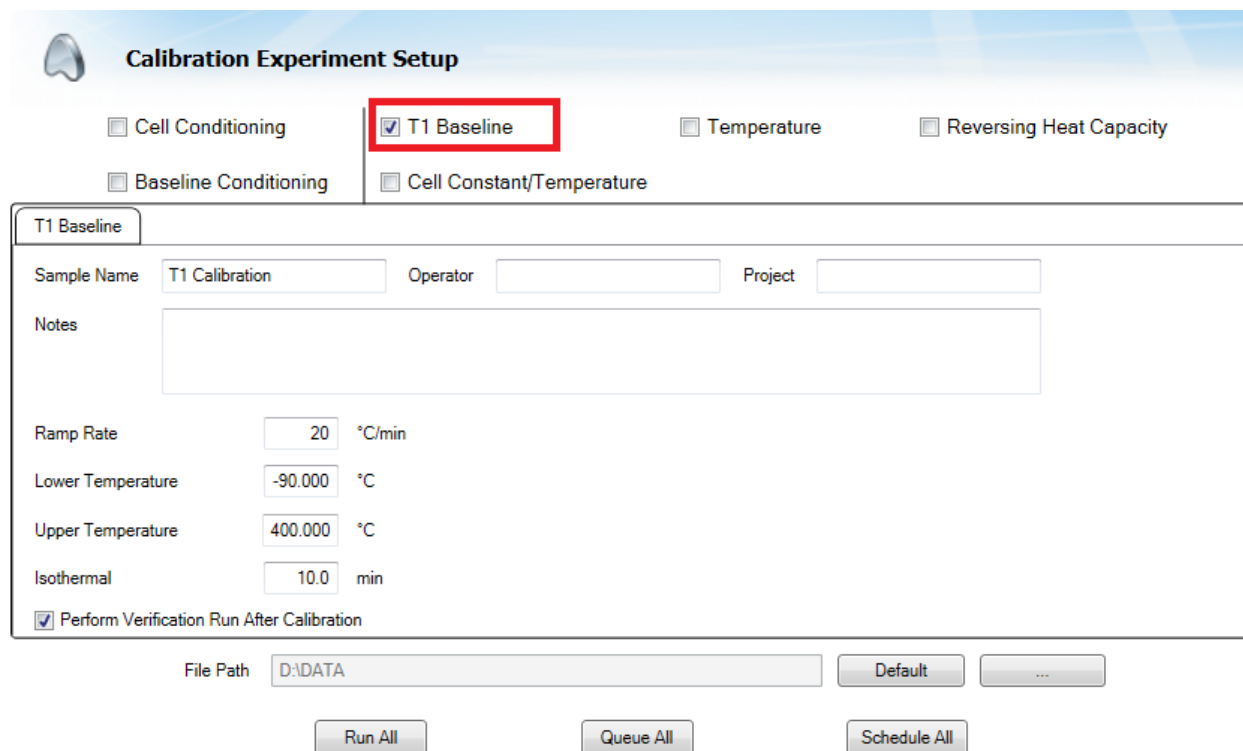


5) 验证完成后，可执行基线验证过程（勾选【Perform Verification Run After Calibration】），检查仪器的噪音程度。

- Tzero®技术是由 TA Instruments-Waters LLC 发明并由 TA Instruments-Waters LLC 申请的专利技术（美国专利号 6,431,747）。

1.4.3 T1 校正

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【T1 Baseline】>【Queue All】/【Run All】，创建 T1 校正。



执行校正过程如下：

- 1) 炉子里不放置任何样品或样品盘，按照设定的温度范围、升温速率和等温时间

进行实验，获得基线；

- 2) 校正完成后，仪器可自动分析获得基线的斜率和截距（补偿值），并更新校正参数。
- 3) 如不能自动分析，参照 Tzero 校正手动分析执行相似步骤。
- 4) 与 Tzero 校正相似，可执行基线验证过程检查仪器的噪音程度。

1.4.4 热焓（炉子）常数校正

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【Cell Constant/Temperature】>【Queue All】/【Run All】，创建热焓（炉子）常数校正。

Calibration Experiment Setup

☐ Cell Conditioning ☐ T1 Baseline ☐ Temperature ☐ Reversing Heat Capacity

☐ Baseline Conditioning ☒ **Cell Constant/Temperature**

Cell Constant/Temperature

Pan Number: 1 Pan Type: Tzero Aluminum

[Edit Tray Configuration](#)

Operator: ZL

Project:

Notes:

☐ Insert Isothermal: 1.0 min

Ramp: 10 °C/min

Calibration Experiments

Premelt	Reference Material	Melt Temp	Lower Limit	Upper Limit	Pan Number	Sample Mass
☒	Indium	156.598	106.598	186.598	10	2.750

☒ Calibration ☒ Perform Verification after Calibration

☐ Verification ☐ Perform Calibration if Verification fails

Verification Criteria: Temperature $\pm$ 0.1 °C Enthalpy $\pm$ 2 %

Verification Experiments

Premelt	Reference Material	Melt Temp	Lower Limit	Upper Limit	Pan Number	Sample Mass
☒	Indium	156.598	106.598	186.598	10	2.750

File Path: D:\DATA Default ...

Run All Queue All Schedule All

执行校正过程如下：

- 1) 制备标准物质的 DSC 样品，在上图【Reference Material】的下拉菜单中选择该种标准物质，此时自动给出温度范围，如不合适，可双击对应方框进行修改；
- 2) 校正完成后，仪器可自动分析获得未校正的熔融焓。热焓常数=理论熔融焓/未校正熔融焓。
- 3) 如不能自动分析，参照 Tzero 校正手动分析过程执行相似步骤。
- 4) 某些样品盘，如大体积盘、高压盘等，导热性不如常用的铝盘，在进行校正时，需适当提高校正的上限温度（如 250°C）。并在执行分析时，需对分析界限进行修改。
 - 打开校正文件，右键>【Calibrations】>【Temperature/Cell Constant】，点击【Go to】

Temperature / Cell Constant Calibration

Heating Rate 10 °C/min

Calibration Data

Calibration Values

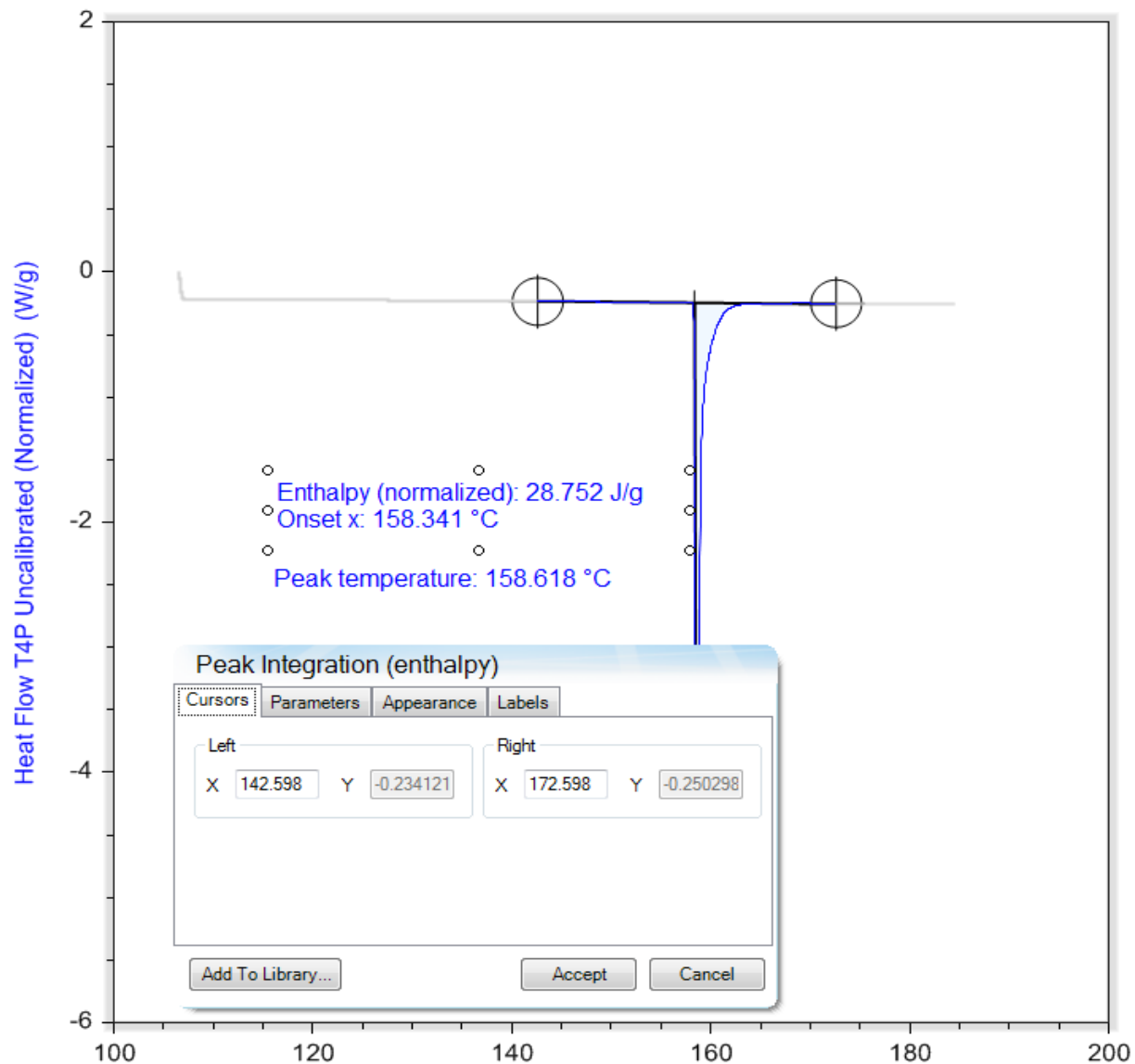
Temperature Offsets				KCell				
Standard	TMelt (Ref)	TMelt (meas)	Offset	Standard	Enthalpy (Ref) [J/g]	Enthalpy (meas) [J/g]	K Cell	Onset Slope (mW/°C)
Indium	156.598	158.341	-1.743	Indium	28.71	28.752	0.999	-68.666

Calibration Input Data

Standard	TMelt (Ref)	TMelt (meas)	Apply Offset	Sample Mass (mg)	Enthalpy (Ref) [J/g]	Enthalpy (meas) [J/g]	Apply K Cell	View
Indium	156.598	158.341	☒	2.750	28.71	28.752	☒	Go to

Instrument Parameters

- 在分析结果上右键>【Edit Analysis】，选择合适的界限进行校正分析。新分析的数据会赋予至校正文件中，随后【Apply】即可。



5) 与 Tzero 校正相似，可执行热焓验证过程仪器量测热焓的准确度。

1.4.5 温度校正

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【Temperature】>【Queue All】/【Run All】，创建温度校正。

Calibration Experiment Setup

☐ Cell Conditioning
 ☐ T1 Baseline
 ☒ Temperature
 ☐ Reversing Heat Capacity

☐ Baseline Conditioning
 ☐ Cell Constant/Temperature

Temperature

Pan Number: 1 Pan Type: Tzero Aluminum

[Edit Tray Configuration](#)

Operator:

Project:

Notes:

☐ Insert Isothermal: 1.0 min
 Ramp: 10 °C/min

Calibration Experiments

Premelt	Reference Material	Melt Temp	Lower Limit	Upper Limit	Pan Number	Sample Mass
☒	Tin	231.93	181.930	261.930	12	8.330
☒	Zinc	419.53	369.530	449.530	13	8.520
☒	Indium	156.598	106.598	186.598	14	2.580

☒ Calibration
 ☐ Perform Verification after Calibration
☐ Verification
 ☐ Perform Calibration if Verification fails

File Path: D:\DATA

执行校正过程如下：

- 1) 制备标准物质的 DSC 样品，在上图【Reference Material】的下拉菜单中选择该种标准物质，此时自动给出温度范围，如不合适，可双击对应方框进行修改；
- 2) 校正完成后，仪器可自动分析获得未校正的熔点（起始温度点）
- 3) 如不能自动分析，参照 Tzero 校正手动分析过程执行相似步骤。
- 4) DSC 温度校正可执行多点校正，即可在上图中点击【Add Experiment】进行添加。多点校正必须同时分析。
- 5) 与 Tzero 校正相似，可执行温度验证过程检查仪器的温度准确性。

1.4.6 MDSC 比热容校正

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【Reversing Heat Capacity】>【Queue All】/【Run All】，创建 MDSC 比热容校正。

Calibration Data Calibration Setup

☐ Cell Conditioning
 ☐ T1 Baseline
 ☐ Temperature
 ☒ Reversing Heat Capacity

☐ Baseline Conditioning
 ☐ Cell Constant/Temperature

Reversing Heat Capacity

Sample Name: Rev Cp Cal

Pan Number: Sample Mass:

Sample: 12 24.780 mg

Reference: 1

[Edit Tray Configuration](#)

Standard: Sapphire

Pan Type: Tzero Aluminum

Operator:

Project:

Notes:

Modulate Temperature Amplitude ±: 1.000 °C

Modulation Period: 120.0 s

Ramp Rate: 2 °C/min

Start Temperature: -90.000 °C

Final Temperature: 220.000 °C

File Path: D:\DATA Default ...

Run All Queue All Schedule All

执行校正过程如下：

- 1) 制备标准物质的 DSC 样品（通常为蓝宝石或聚苯乙烯 PS），在上图【Standard】的下拉菜单中选择该种标准物质，并选择温度范围、升温速率、调制周期和调制振幅，推荐使用如下程序；
 - 升温速率低于 5°C/min；
 - 调制周期 100s（非密封盘）或 120s（密封盘）；
 - 调制振幅 0.5~1°C
- 2) 校正完成后，仪器可自动分析获得校正系数曲线；
- 3) 如不能自动分析，参照 Tzero 校正手动分析过程执行相似步骤。

- 4) 选择与比热容校正一样的方法，验证经校正后比热容的准确性。

1.4.7 直接比热容校正（仅限于 DSC2500）

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【Direct Heat Capacity】>【Queue All】/【Run All】，创建直接比热容校正。

Calibration Experiment Setup

☐ Cell Conditioning ☐ Tzero ☐ Temperature ☐ Reversing Heat Capa
☐ Baseline Conditioning ☐ Cell Constant/Temperature ☒ Direct Heat Capacity

Direct Heat Capacity

Sample Name: Direct Cp-Calibration

	Pan Number	Sample Mass	Pan Mass
Sample	8	24.770 mg	52.000 mg
Reference	2	0.000 mg	50.560 mg

[Edit Tray Configuration](#)

Standard: Sapphire

Pan Type: Tzero Aluminum

Operator: ZL

Project:

Notes:

Ramp Rate: 20 °C/min

Start Temperature: -90.000 °C

Final Temperature: 400.000 °C

File Path: D:\DATA Default ...

Run All Queue All Schedule All

执行校正过程如下：

- 1) 制备标准物质的 DSC 样品（通常为蓝宝石或聚苯乙烯 PS），在上图【Standard】的下拉菜单中选择该种标准物质，并选择温度范围、升温速率；
- 2) 校正完成后，仪器可自动分析获得校正系数曲线；
- 3) 如不能自动分析，参照 Tzero 校正手动分析过程执行相似步骤。

- 4) 选择与比热容校正一样的方法，验证经校正后比热容的准确性。

1.4.8 其他校正及校正设置

1.4.8.1 Cell Conditioning

当遇到下列情况时，请在开始实验前执行 Cell Conditioning 步骤以除去制炉子内部和炉子外围及制冷头上的水/溶剂：

- 设置的待机温度在室温左右或低于室温；
- 使用 RCS 或 LN2P，实验过程中气体供应不足；
- 使用 RCS 或 LN2P，实验结束后 Flange 温度没有达到室温以上即关闭吹扫气体；
- 其他可能引起炉子周围及制冷头上水汽凝结的情况。

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【Cell Conditioning】>【Queue All】/【Run All】，创建程序。值得注意的是，Flange 在所有实验过程中不得超过 100°C，否则会严重损害制冷设备。

Calibration Experiment Setup

☒ Cell Conditioning ☐ T1 Baseline ☐ Temperature ☐ Reversing Heat Capacity
☐ Baseline Conditioning ☐ Cell Constant/Temperature

Cell Conditioning

Sample Name: Cell Drying Operator: ZL Project:
Notes:
Conditioning Temperature: 75.000 °C
Hold Time: 120.0 min

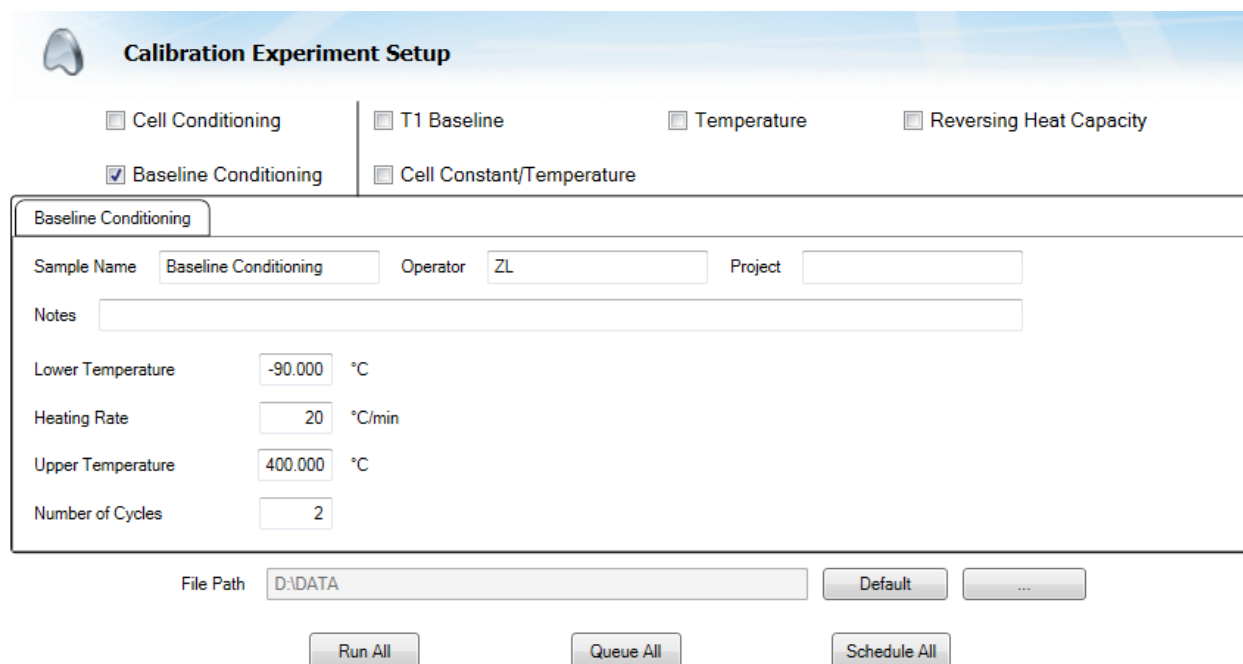
File Path: D:\DATA Default ...

Run All Queue All Schedule All

1.4.8.2 Baseline Conditioning

Baseline Condition 步骤，用于使仪器快速实现内部电路的稳定最佳运行状态。常用于仪器开机后，及清理炉子后的重新校正前。

在【Calibration】>【Calibration Setup】>勾选【Baseline Condition】>【Queue All】/【Run All】，来创建程序。



Calibration Experiment Setup

☐ Cell Conditioning
 ☐ T1 Baseline
 ☐ Temperature
 ☐ Reversing Heat Capacity

☒ Baseline Conditioning
 ☐ Cell Constant/Temperature

Baseline Conditioning

Sample Name:
 Operator:
 Project:

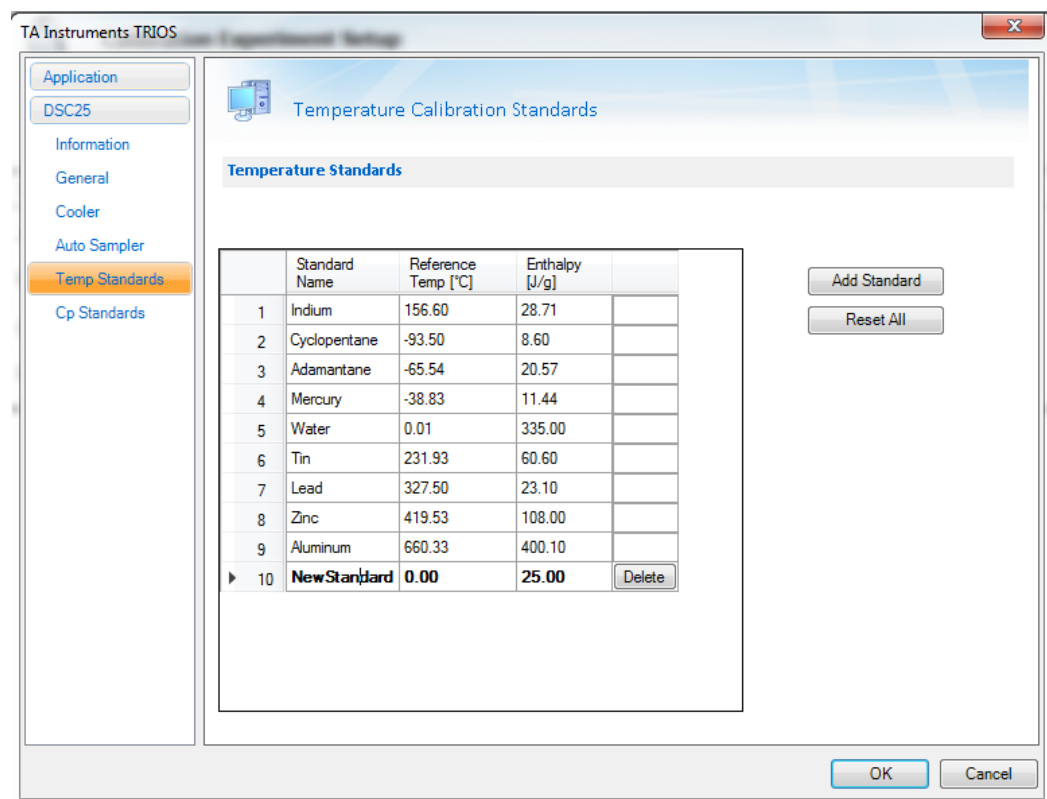
Notes:

Lower Temperature: °C
 Heating Rate: °C/min
 Upper Temperature: °C
 Number of Cycles:

File Path:

1.4.8.3 添加标准物质信息

如在执行温度校正或热焓（炉子）常数校正时，标准物质下拉菜单中没有该物质，可按如下步骤进行添加：



TA Instruments TRIOS

Application: DSC25

Information

General

Cooler

Auto Sampler

Temp Standards

Cp Standards

Temperature Calibration Standards

Temperature Standards

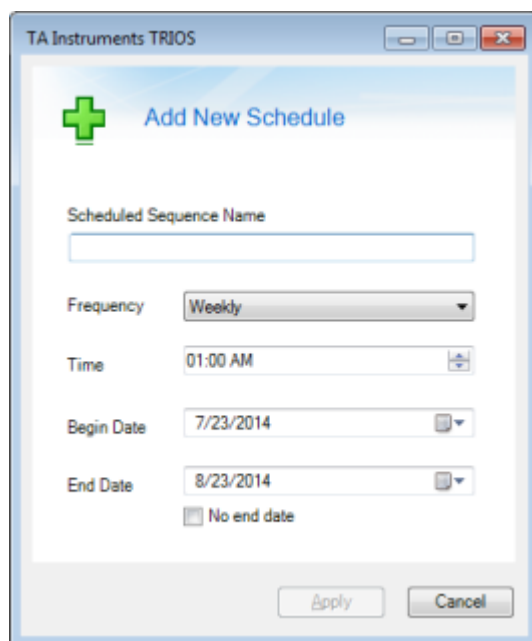
	Standard Name	Reference Temp [°C]	Enthalpy [J/g]	
1	Indium	156.60	28.71	
2	Cyclopentane	-93.50	8.60	
3	Adamantane	-65.54	20.57	
4	Mercury	-38.83	11.44	
5	Water	0.01	335.00	
6	Tin	231.93	60.60	
7	Lead	327.50	23.10	
8	Zinc	419.53	108.00	
9	Aluminum	660.33	400.10	
▶ 10	New Standard	0.00	25.00	Delete

- 单击 TRIOS 左上角图标，【Options】>【DSC 25XX】>【Temp Standards】。
- 单击【Add Standard】。
- 修改标准物质的名称、参考温度（相转变温度，如熔点、固-固相转变）、热焓值等。如该物质不进行热焓校正，可不输入该值。

1.4.8.4 自动运行和计划运行

在设定好校正程序后，可单击下列方法执行校正程序：

- **【Run All】**——将校正实验发送到运行序列并执行该序列。
- **【Queue All】**——将校正实验发送到运行序列，运行之前可再次检查。单击功能区上的 Start 开始执行校正，或在仪器处于运行状态时按照序列顺序自动执行。
- **【Schedule All】**——安排在某个指定的日期运行校正。在**【Add New Schedule】**对话框中选择校正频率（一次/每天/每周/每月）、时间、开始和结束的日期。



1.4.9 自动进样器校正

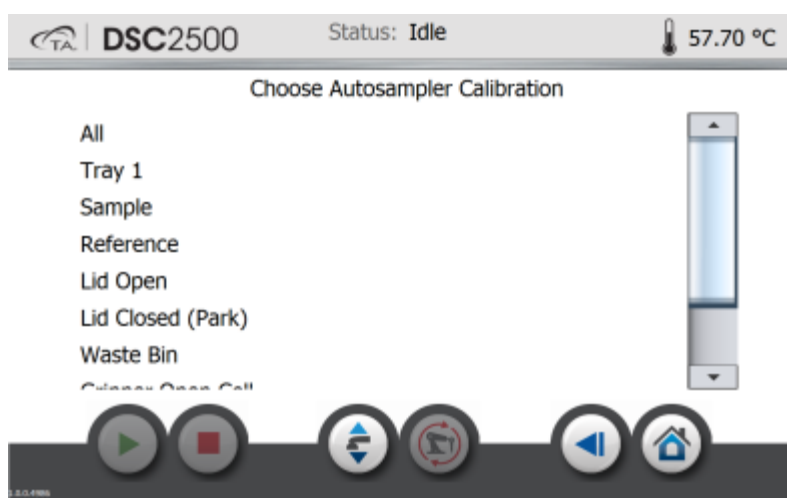
如自动进样器在实验过程中出现了位置偏差、高度偏差等，可执行此项校正。

- **警告：请在 TA 工程师协助下完成该校正。**

校正项目	描述
All	按下列顺序逐步执行自动进样器的所有校正
Tray Position 1	校正自动进样器抓取托盘上样品盘的位置
Sample and Reference Positions	校正自动进样器放置样品盘在样品端和参比端的位置
Gripper Open Cell	用于设置样品端爪子打开的幅度。在开始校正前，先从托盘的 #1 位置抓取样品盘，放入样品端
Gripper Open Tray	用于设置托盘爪子打开的幅度。在开始校正前，先从样品端取出样品盘放入相应的托盘。
Griper Closed	用于设置爪子抓取样品闭合的幅度
Lid Close	校正关闭炉子时炉盖与炉子的对准情况
Waste Bin	调整识别垃圾桶的位置

校正步骤：

- 1) 确保仪器在执行校正前已处于室温或待机温度。
- 2) 打开炉盖。
- 3) 取出炉子里的盘。
- 4) 在触摸屏上，选择【Autosampler】>【Calibration】进入校正界面。



- 5) 点击需校正的项目，自动进样器移动至当前指定位置。如位置可接受，点击【Accept】。否则，请选择【Adjust】，进入调节界面。
- 6) 点击【Check】，确认自动进样器在目标位置或其附近，调节界面右侧的六个

方向箭头（上、下、左、右、前、后），使其达到合适位置。再次点击【Check】进行检查。

- 7) 如位置可接受，点击【Save】。**【Save】的位置必须是当前校正项目的工作位置。例如，校正 Sample 位置时，自动进样器的爪子在夹取或释放样品盘的位置才可以点击【Save】。**
- 8) 如位置不可接受，重复步骤 6 直至位置合适。
- 9) 执行下一个校正。

1.5 常见问题及解决方法

在实验过程中，遇到任何与仪器硬件相关的问题，请咨询 TA 工程师。

1.5.1 GDM 错误

可能是由于气体供应不足造成。排查 TRIOS 软件【Control Panel】中的【Base Purge】以及【Cell Purge】的流量。【Base Purge】一般流速 300mL/min，可通过调节气阀来实现控制。

1.5.2 炉子污染

警告：请在 TA 工程师协助下完成。

- 1) 确认仪器已经污染，而不是 Tzero 错误校正引起的。通常表现为炉子出现可见污染，空白基线（无坍塌）时存在尖锐明显的噪音，甚至出现噪音峰。
- 2) 用棉签蘸取少量丙酮、乙醇或其他可溶解污染物的溶剂，从银制炉体向内，轻轻擦拭和溶解污染物。重复该过程直至清理干净。
- 3) 用干净的干棉签擦干炉子内部。
- 4) 氮气吹扫下，将炉子加热至 200°C，并在 200°C 下保持 5min 以除去所有残留溶剂。
- 5) 测试炉子的空白基线，验证其性能。如果原基线中的异常消失，但基线形状或斜率不可接受，则可能需要执行 Tzero 或 T1 校正。如果异常仍然存在，但不太明显，请重复上述步骤并重新验证空白基线；
- 6) 如重复上述不足无法消除异常，可使用随机附带的玻璃毛刷轻刷炉体及样品台，Discovery25XX 也可轻刷热电偶。用干燥的压缩空气吹出炉子中的残屑；



- 7) 重复步骤 5;
- 8) 如上述两种方法均无法消除异常, 则需要在氧化性气氛中将炉子加热至高温进行清洁。

* 注意: 清理炉子的过程中保持盖子是打开状态, 以防止排气管因废气冷凝而堵塞。如配备了自动进样器, 请在开始运行下列时手动打开炉盖。您可以通过在 DSC 触

摸屏上选择  或单击软件控制面板中的【Lids】来打开炉盖。

- FACS——炉子中不放任何坩埚, 在空气吹扫下, 使用 20°C/min 的升温速率, 将炉子加热到超过最高工作温度 (校正的上限温度) 50°C 或 600°C (取较低的温度)。炉子降至室温后, 执行步骤 6。
- RCS——炉子中不放任何坩埚, 保持制冷设备开启, 在空气吹扫下以 20°C/min 的升温速率, 将炉子加热到超过最高工作温度 (校正的上限温度) 50°C 或 550°C (取较低的温度)。注意, 如使用 RCS40, 其最高工作温度是 400°C。挥发性污染物通常在较低温度下即可去除, 有机污染物在 550°C 以上也会被氧化。炉子降至室温后, 执行步骤 6。

警告: 使用过程中以及关闭 RCS 电源时, 请务必确认 RCS 的制冷头低于 100°C, 否则可能会严重影响或损坏 RCS 设备。

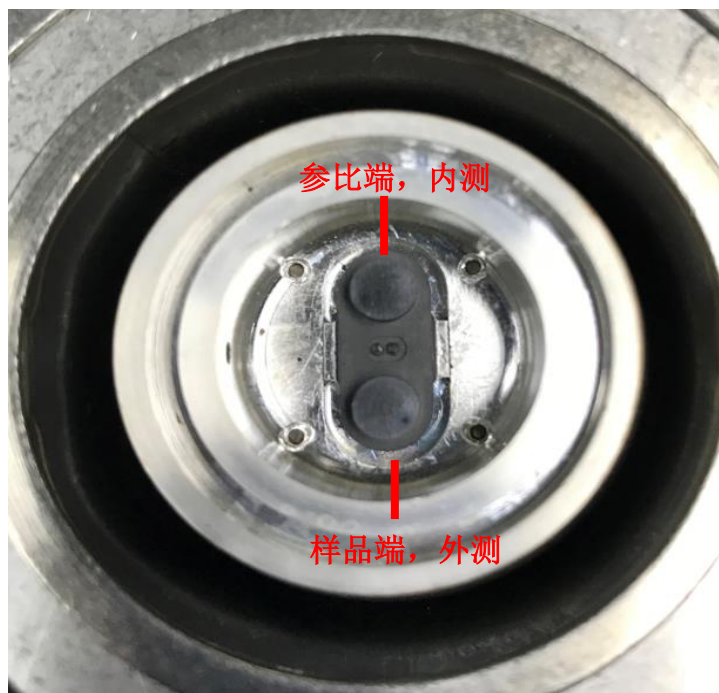
1.5.3 无法联机

- 1) 检查计算机与仪器间是否有路由器;
- 2) 如无, 查看计算机的网络配置与仪器的网络配置是否一致;
 - 仪器: 触摸屏主菜单, 【SYSTEM INFO】>【NETWORK】>【NETWORK】, 查看【Static】静态 IP 参数;
 - 计算机: 控制面板——网络和共享中心——本地连接/以太网——属性——Internet Protocol Version 4 (TCP/IPv4);

- 3) 如配置了路由器，去掉路由器，仪器与计算机通过网线直接相连，更改计算机和仪器的网络配置（除 IP 地址最后一位不一致外，其余配置信息一致）。连接仪器看是否可联机；
- 4) 更换操作计算机、网线尝试是否能联机；
- 5) 如上述均无法解决，请联系 TA 工程师。

2. DSC 实验步骤

- 1) 开机，详见 1.2.1 部分。
- 2) 制备样品，详见 3.2 部分。
- 3) 打开炉子。将制备的样品盘放置在 DSC 炉子的样品端，参比盘放在参比端。关闭炉子。如选配了自动进样器，忽略这一步。



- 4) 设置实验程序，详见第 4 部分。



- 5) 单击  开始实验。
- 6) 如在实验过程中需要添加、删除、更改实验程序，在 TRIOS 软件右侧的 Running Method List 中单击 Edit 来修改。

No.	Description
1	Ramp 20 °C/min to
2	Select Gas: Gas 2
3	Ramp 20 °C/min to

- 修改：单击需修改参数，输入数值。
- 添加步骤：单击 Add 进行添加。

No.	Description	Select Segments to Add
1	Isothermal 1 min	Jump
2	Ramp 20 °C/min	Equilibrate
3	Isothermal 1 min	Initial Temperature
		Ramp
		Isothermal
		Step
		Increment
		Heater PID
		Zero Heat Flow
		Modulate Temperature
		Select Gas
		Mass Flow
		Air Cool
		Event1
		Event2
		Repeat

- 删除步骤：鼠标左键选中欲删除步骤，按 DELETE 键进行删除。

7) 实验完成后，参考“TRIOS 分析说明”进行相应的分析。

3. 样品制备

3.1 样品盘类型

DSC 盘型	使用温度 范围 (°C)	耐受压 力	盘/盖子	压头	软件设置
非密封盘					
Tzero®铝盘	-180~600	/	Tzero Pan/Tzero Lid	黑色	Tzero Aluminum
Tzero®轻质量 铝盘	-180~600	/	Tzero Low-Mass Pan/Tzero Lid	黑色	Tzero Aluminum
标准铝盘	-180~600	/	Standard Pan/Standard Lid	绿色	Aluminum
铜盘	-180~725	/	Copper Pan	/	Copper
金盘	-180~725	/	Gold Pan/Gold Lid	绿色	Gold
铂金盘	-180~725	/	Platinum Pan	/	Platinum
石墨盘	-180~725	/	Graphite Pan/Graphite Lid	/	Graphite
密封盘					
Tzero®铝密封 盘	-180~600	300 kPa	Tzero Pan/Tzero Hermetic Lid	蓝色	Tzero Aluminum Hermetic
标准铝密封盘	-180~600	300 kPa	Hermetic Pan/ Hermetic Lid	白色	Aluminum Hermetic
Tzero®铝打孔 密封盘	-180~600	300 kPa	Tzero Pan/Tzero Hermetic Lid w/Pinhole	蓝色	Tzero Aluminum Pin Hole Hermetic
Alodined 处理的 Tzero 铝盘	-180~200	300 kPa	Tzero Alodined Pan/ Tzero Hermetic Alodined Lid	蓝色	Alod Aluminum Hermetic
金密封盘	-180~725	600 kPa	Gold Hermetic Pan/Gold Hermetic Lid	白色	Gold Hermetic
大体积盘（不	-100~250	10 MPa	High Volume Pan/Lid/Seals	黄色	High Volume

锈钢)					
高压盘 (不锈 钢)	RT~300	10 MPa	High Pressure Capsule/Seal	特殊 工具	Pressure Capsule

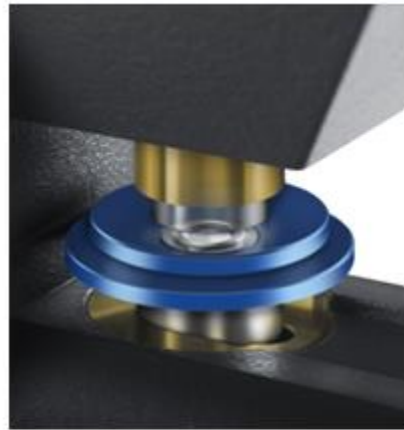
- 对于某些涉及到大量水分（如食品）的样品测试，推荐使用 Alodined 处理的 Tzero 密封铝盘。水与铝会在较高的温度下反应，释放热量，干扰测试数据。因此对 Tzero 密封铝盘进行无机 Alodine 处理，消除样品中水分的影响。当测试样品为液体样品时请特别注意，液体的存在可能会导致冷焊密封现象。可使用 Tzero 压机和蓝色压头进行封装。使用该盘时，TRIOS 软件中选择 Tzero Alodined Aluminum Hermetic 作为盘类型。
- SFI 盘是专为评估食用油脂的油脂固化率而设计。盘底周围有一凹陷边缘，防止表面张力引起的“毛细作用”，影响实验或污染炉子热台。

3.2 样品制备

3.2.1 Tzero 压机使用

- 1) 选择所需样品盘和盖子，以及相应颜色的压头。
 - 请注意小心用镊子夹取样品盘和盖子，确保放置样品盘和盖子的所有台面都干净无污染。
- 2) 称取空白样品盘和盖子的重量。
 - 请注意，只有 Discovery DSC 2500、Discovery DSC、Q2000 和 Q1000 可使用样品盘和盖子重量（高级 Tzero 模式）来提高热流测量的分辨率和灵敏度。当准确输入样品盘和盖子的重量，样品端和参比端盘总重量的差异的影响可得到补偿，并改善测量测量，建议您执行这一步骤。其他 Q 系列及 Discovery 系列的仪器则无需执行此步骤。
- 3) 将制备好的样品小心放入样品盘中。如样品是粉末或颗粒，请注意均匀分散在样品盘中，且防止样品逸出至样品盘边上。
- 4) 称取样品的重量，注意控制样品量。对于普通聚合物，建议使用 5~10mg；药物或金属样品，观测熔点时可使用 1~3mg 样品量；交联聚合物或固化后的样品等，需使用 10~20mg 左右的样品量。

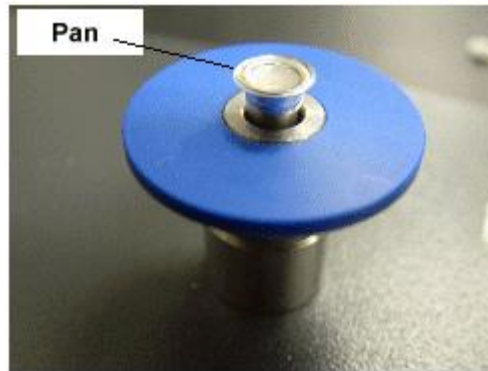
- 5) 将样品装入样品盘，并将匹配的盖子放在样品的合适位置上。
- 6) 将压机手柄向后推，推入匹配的上压头，磁铁将其固定。
- 7) 将下压头与准备好的样品盘和盖子放入压机中，轻轻旋转确保位置正确。
- 8) 向前拉手柄至其停止。
 - 注意：确保在整个压制过程中牢牢握住手柄。



- 9) 向后放掉手柄，取出下压头。



10) 从下压头中取出样品盘。

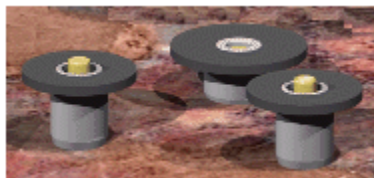


11) 准备一个和样品盘类型一样的空白盘作为参比。

3.2.2 Tzero 非密封铝盘和 Tzero 轻质量铝盘

使用下图所示的黑色压头进行制备，包括下压头（较大直径）和两个上压头。

- 表面平坦的上压头用于可均匀平放在样品盘中的样品，可使得盖子与样品实现最大接触。
- 具有内凹的上压头是用于制备性状不规则的样品。该压头可使得盖子按按样品性状发生变形，固定样品并使盘底部变形最小。



3.2.3 Tzero 密封铝盘和 Alodined 处理的 Tzero 密封铝盘

使用下图所示的蓝色压头进行制备，包括一个下压头和一个上压头。



Tzero 密封铝盘的正确组合方法如下（凹面向下）。



**Tzero Aluminum
Hermetic**

在某些情况下，如样品密度下、大样品量（增加分辨率）、溶剂含量较大等，可将 Tzero 密封盖凹面向上进行密封。

3.2.4 Standard 非密封盘

使用下图所示的绿色压头进行制备，包括下压头（较大直径）和两个上压头。

- 表面平坦的上压头用于可均匀平放在样品盘中的样品，可使得盖子与样品实现最大接触。

具有内凹的上压头是用于制备性状不规则的样品。该压头可使得盖子按按样品性状发生变形，固定样品并使盘底部变形最小。



**Standard
Aluminum**

3.2.5 Standard 密封盘

使用下图所示的白色压头进行制备，包括一个下压头（较大直径）和一个上压头。每个上压头上都刻有数字，显示其在密封样品时的使用顺序。



Standard
Aluminum
Hermetic



Upper Die #1

Upper Die #2

按照以下基本说明使用 Tzero 压机和 Standard 密封铝盘：

- 1) 将样品装入样品盘，并将匹配的盖子放在样品的合适位置上，凹面向上。
- 2) 将压机手柄向后推，推入白色上压头#1，磁铁将其固定。



Upper Die #1

- 3) 将下压头与准备好的样品盘和盖子放入压机中，轻轻旋转确保位置正确。
- 4) 向前拉手柄至其停止，形成密封表面的边缘。

- 5) 向后按压手柄，取下下压头和样品盘，然后取下上压头#1。
- 6) 将上压头#2 推入压机中。



Upper Die #2

- 7) 再次放入下压头和“预成型”的样品盘，旋转下压头确保正确安放。
- 8) 向前拉手柄直至停止。这一步需要较大的力。
 - 注意：确保在整个压制过程中牢牢握住手柄。
- 9) 再次向后推手柄，取下下压头和样品盘。
- 10) 使用压机的样品盘卸载工具取下样品盘。样品盘已准备完成，可在仪器上测试。

准备一个和样品盘一样类型的空白样品盘作为参比盘，制备方法与样品盘一样。

3.2.6 大体积盘

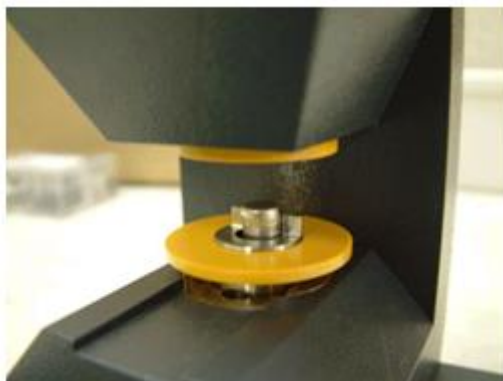
大体积盘样品制备需要使用下图所示的黄色压头。该套压头包括一个下压头（右）和一个上压头（左）。

更多信息，请参阅 [High Volume Pan Kit Getting Started Guide](#)。



按照以下基本说明使用 Tzero 压机和大体积盘：

- 1) 选择所需的样品盘、盖子和 O 型圈，以及黄色压头。
- 请注意小心用镊子夹取盘、盖子和 O 型圈。确保放置样品盘的所有台面都干净无污染。
- 2) 称取空白样品盘、盖子和 O 型圈的总重量。
- 3) 用镊子将 O 型圈放入盖子中，并一直推到盖子顶部。
- 4) 准备样品并小心放入样品盘中。如果是粉末或颗粒样品，请均匀放置在样品盘中，且防止样品逸出至样品盘边上。
- 5) 称取放置在样品盘中的样品的重量，注意控制样品量。有关最佳样品量，请参考培训课程中的介绍。
- 6) 将填充好的样品盘放入下压头中，并将匹配的盖子放在样品的合适位置上。
- 7) 将压机手柄向后推，推入黄色上压头，磁铁将其固定
- 8) 将下压头与准备好的样品盘和盖子放入压机中，如下图所示。将高平台放在压机后部，轻轻旋转确保位置正确。



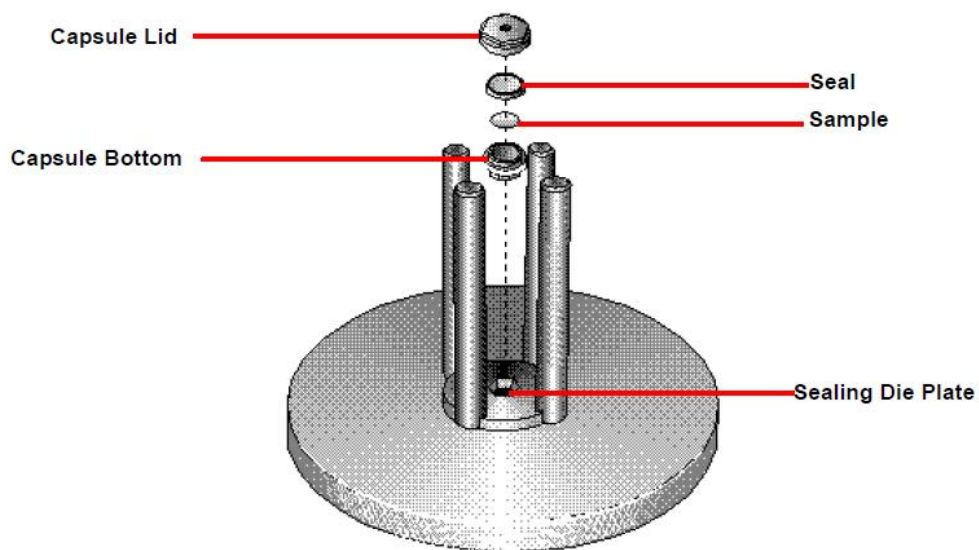
- 9) 向前拉手柄至其停止，形成密封表面的边缘。
 - 注意：确保在整个压制过程中牢牢握住手柄。
- 10) 再次向后推手柄，取下下压头和样品盘。
- 11) 准备一个和样品盘一样类型的空白样品盘作为参比盘，制备方法与样品盘一样。

3.2.7 高压盘

高压盘在使用之前需进行专门的温度和炉子常数校正，详见校正过程。

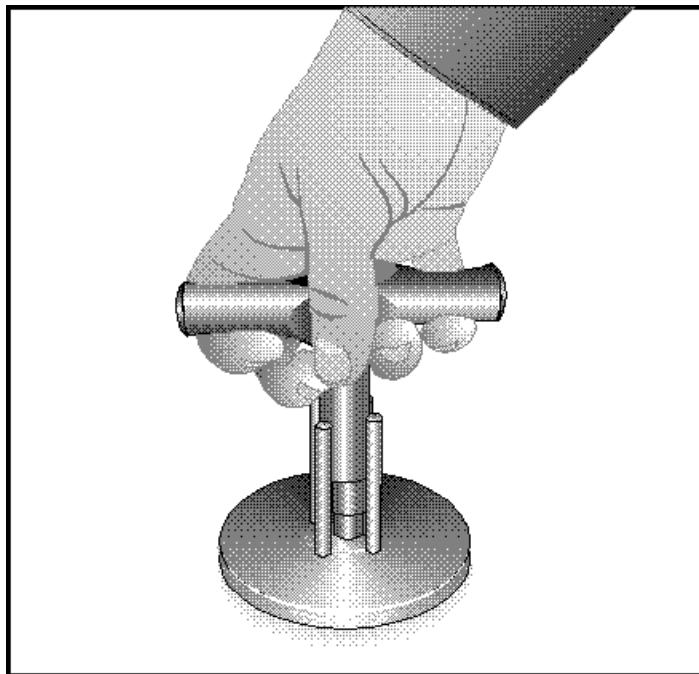
3.2.7.1 封装样品

- 1) 称量高压盘、防爆密封片、高压盖的重量；
- 2) 用镊子将高压盘放入压制工具中，如下图；



- 3) 将样品小心放入盘底，然后向下盖上密封防爆片；

- 4) 使用镊子，将高压盖该在密封防爆片上；
- 5) 使用 T 字形工具对准盖子，施加轻微压力的同事顺时针旋转 T 字形工具，直至听到工具滑动的声音为止；



- 6) 取出样品盘，称量整个蜜蜂体系的总重量，获得样品重量；
- 7) 制备空白高压盘作为实验所用的参比盘.

3.2.7.2 打开样品盘

按照前面封装过程的逆过程进行打开，密封防爆片不能重复使用。

3.2.7.3 清洗高压盘

参考“ASTM E1858 通过差示扫描量热仪测定烯烃类氧化诱导时间的测试方法”附录 A 进行清洗。本方法也适用于清洗金盘、铂金盘等可重复使用的 DSC 盘。

- 1) 将高压盘放入装有玻璃塞的 250mL 锥形瓶中，最多 20 个；
- 2) 加入约 150mL 甲苯（或足以覆盖全部高压盘的量）；
- 3) 旋转锥形瓶 0.5~2.0min；
- 4) 静置 1min 以上；
- 5) 倒出甲苯；
- 6) 重复步骤 1~5；

- 7) 第二次甲苯洗涤完后加入约 150mL 丙酮;
- 8) 旋转 0.5~2.0min;
- 9) 静置 1min 以上;
- 10) 倒出丙酮;
- 11) 重复步骤 7~10;
- 12) 旋转锥形瓶并用氮气吹扫, 确保没有盘粘在瓶底或瓶壁上。使用 150~200mL/min 的氮气干燥高压盘, 约 5~6min。
- 13) 将清洗完的高压盘放回储存容器并记录日期。

3.3 样品盘选择技巧

- 通常固体使用非密封盘, 液体使用密封盘;
- 执行氧化诱导实验和光固化实验等, 无需加盖;
- 根据样品性质和测量参数进行合理选择, 具体请咨询 TA 工程师。

4. 测试

4.1 步骤命令

步骤	描述	示例
Abort	条件中止命令, 当达到特定条件时, 中止下一步过程。如果步骤刚开始时就达到了, 跳过下一步, 方法会继续执行下下一步。如果执行步骤时达到特定条件, 该步骤剩余的时间会跳过。 注意: Abort 命令后面通常跟升温或恒温步骤。	例如 (DSC): • Equilibrate at 200°C • Abort next segment if mW>1 • Isothermal for 100 min
Air Cool	控制内部冷却的电磁阀, 需连接空压机 (空冷的特点)	• Air Cool: On
Data	控制实验过程中的数据采集情况。如果没有使用该命令, 数据采集功能会在方法中第一个 Ramp、Isothermal 或 Step 步骤自动打开。	• Data On
Equilibrate	快速升温或降温至设定温度, 待温度稳定, 继续下一步。Equilibrate 不会自动开启数据记录功能。	• Equilibrate at 200°C

Event 1 / Event 2	控制外接设备的切换，通常用于在方法中对外接硬件的同步控制	Event 1: On
Fill Cooler_Wait (仅限于 LN2P)	用于向 LN2P 中填充液氮。在 LN2P 填充完成后，再跳转至下一步骤	
Fill Cooler_No Wait(仅限于 LN2P)	开始向 LN2P 中填充液氮，同时跳转至下一步骤	
Heater PID	改变执行加热步骤时仪器炉子的加热性能。PID 分别代表传统温度控制的三种模式，比例、积分和微分。该命令指定每种温度控制模式的比例。命令进队当前正在方法有效。实验结束后，PID 重设为默认值。	P= 35 I= 70 D=2
Increment	用于控制步阶升降温中的台阶设定，使得温度平衡，然后开始下一步。	Increment by 5°C
Initial Temperature	使炉子加热/冷却到指定温度并稳定，然后保持温度直至点击对话框中的 OK 或选择仪器屏幕或键盘上的 Start，才会继续进行实验。该命令不会自动开启数据采集功能。	Initial Temperature 200°C
Isothermal	使样品在当前温度进行等温一定时间。该命令会自动开启数据采集功能，除非前面设置了 Data Off 命令。	Isothermal for 10 min
Jump	该命令会立即改变设置温度 (Set Temperature)，引起样品温度发生冲击改变。该命令允许下一步骤的快速执行，通常后面为 Isothermal 命令。值得注意的是，该命令会引起很大的温度过冲效应。该命令不会自动开启数据采集功能。	Jump to 200°C
LN2 Pump Control(仅限于 LN2P)	该命令可以打开或关闭 LN2P 的主动制冷功能。	
Mark End	该命令可以提供一个标记符，用于后续的数据分析。一般来说，该功能可分离各个实验步骤（如加热-冷却循环）。	Mark end of cycle 0
Mass Flow	更改选择气体的流速当仪器配置了 GDM（气体传递模块）。	Mass Flow 50 mL/min
Modulate Temperature	仅限于调整 DSC 中。该命令允许输入调制温度振幅和周期（频率）参数，用于随后的 Ramp 或 Isothermal 步骤。	Modulate temperature amplitude 1°C period 60 seconds
Ramp	允许使用某一固定速率加热或冷却样品，	Ramp 10°C/min to

	直至达到设定终止温度，温度与实现呈线性关系。该命令自动开启数据采集功能，除非前面添加了 Data Off 命令。	200°C
Repeat	该命令重复一个或多个步骤多次。	• Ramp 5°C/min to 200°C • Ramp 5°C/min to 50°C • Repeat segment 1 for 2 times
Repeat Until	该命令允许执行一个或多个命令直至达到或超过某一设定终止温度。	• Equilibrate at 50°C • Isothermal for 5 min • Increment 10°C • Repeat segment 2 until 200°C
Sample Interval	允许自定义或改变数据采集速度（单位为秒每个点 s/pt）。	• Sample Interval 2 sec /pt
Select Gas	该命令可控制配有 GDM 的仪器在 Gas1 和 Gas2 间自由切换。该命令可同步气体切换在某一特定时间或温度。	• Select Gas 2
Shutter	<i>仅限于有 PCA 附件的 DSC 中。该命令控制 PCA 的紫外光源通过仪器后面的 USB 口，通过 RS232——USB 接口板。</i>	• Isothermal for 0.5 min • Shutter: Open • Isothermal for 2 min • Shutter: Closed • Isothermal for 0.5 min
Step	使得样品跳跃到特定温度在特定时间间隔直至达到最终温度。自动开启数据存储功能，除非前面有 Data Off 步骤。	• Step 5°C for 2 min to 200°C
Zero Heat Flow	该命令可设置热流信好的绝对值为零，在 5min 等温阶段后。确保了热流信号是准确的，对于得到准确的总比热信号及其重要。	• Zero heat flow 50°C

4.2 普通模式

4.2.1 升温/降温

参考程序：

Procedure

Test: Custom

Name: Custom

Segments

No.	Description
1	Equilibrate 30.000 °C
2	Ramp 10 °C/min to 300.000 °C

Edit

- 下限温度——2min 原则，即下限温度到转变起点温度至少要有 2min 的时间，以保证样品稳定基线的形成。例如，转变开始的温度点约 70°C，当采用 10°C/min 的升温速率时，测试下限温度最高 50°C。
 - 上限温度——转变结束后继续加热 2min，或样品分解 5% 的温度点（取低值）。

4.2.2 升温-降温-升温

参考程序：

Procedure

Test: Custom

Name: Custom

Segments

No.	Description
1	Equilibrate 0.000 °C
2	Ramp 10 °C/min to 300.000 °C
3	Ramp 10 °C/min to 0.000 °C
4	Ramp 10 °C/min to 300.000 °C

Edit

- 下限温度——2min 原则，即下限温度到转变起点温度至少要有 2min 的时间，以保证样品稳定基线的形成。例如，转变开始的温度点约 70°C，当采用 10°C/min 的升温速率时，测试下限温度最高 50°C；

- 上限温度——转变结束后继续加热 2min，或样品分解 5%的温度点（取低值）；
- 第一次加热——除去在样品加工、储存、运输、制备等过程中残留的热历史，如内应力、热焓松弛等；
- 冷却——以恒定速率创造相同的热历史
- 第二次加热——在相同热历史的情况下测定样品的转变性质。

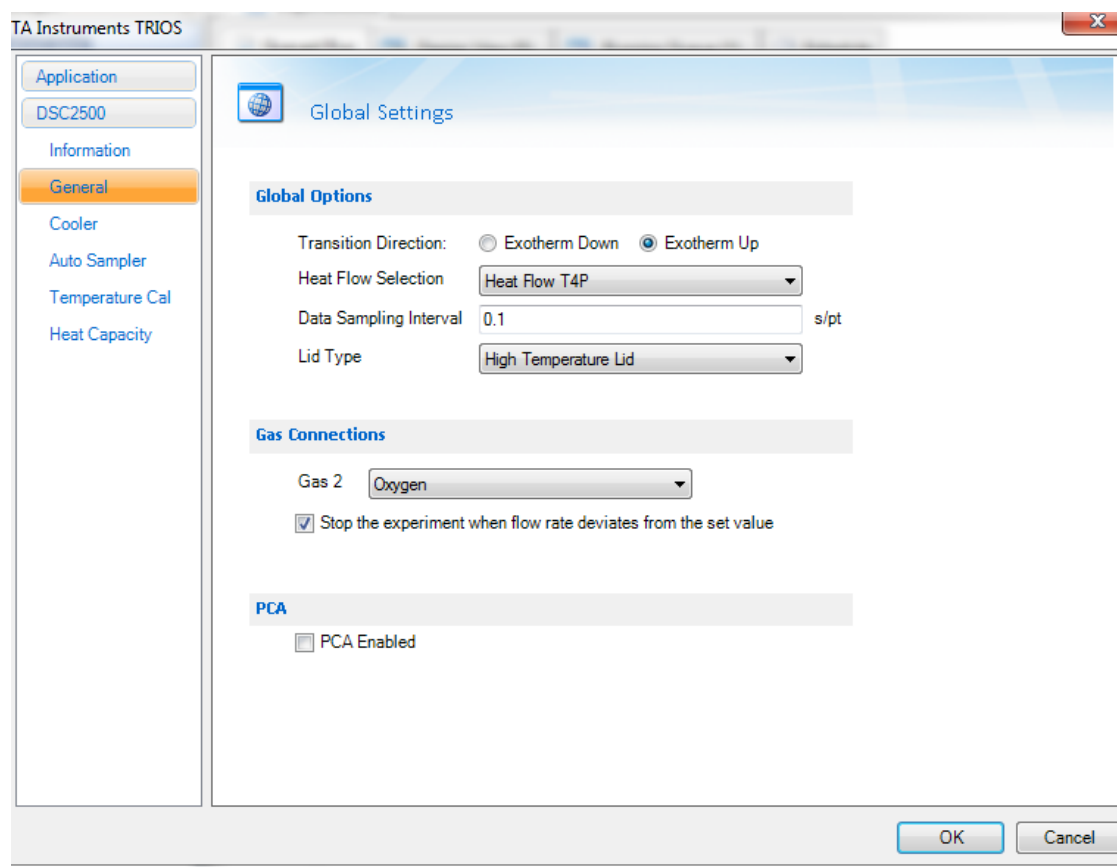
4.2.3 氧化诱导

氧化诱导实验是用于评估材料的耐氧能力。

- 氧化诱导时间：在常压、氧气或空气气氛下，量测材料在规定温度下发生氧化放热现象的时间。
- 氧化诱导温度：在常压、氧气或空气气氛下，量测发生氧化放热现象的温度。

4.2.3.1 氧化诱导温度

- 1) 将 Gas2 与空气或氧气气源相连；
- 2) 单击 TRIOS 软件左上角，【Options】>【DSC25XX】>【General】>【Gas 2】



- 3) 称取一定量样品，装入 DSC 盘中，无需加盖；
- 4) 设置实验程序，参照如下：

Procedure

Test: Custom

Name: Custom

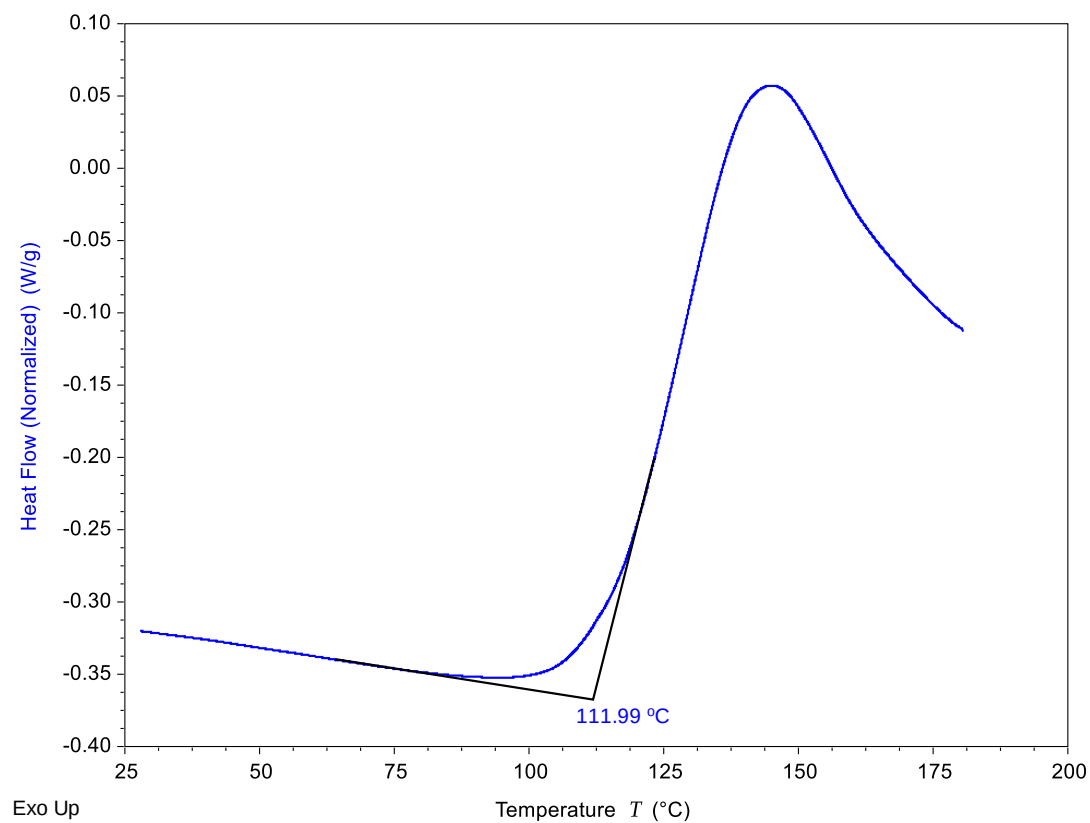
Segments

No.	Description
1	Equilibrate 40.000 °C
2	Select Gas: Gas 2
3	Isothermal 5.0 min
4	Ramp 10 °C/min to 250.000 °C

Edit

氧化峰峰值点出现后即可停止实验。

- 5) 分析，选用 Onset 或 Oxidation Temperature



4.2.3.2 氧化诱导时间

- 1) 将 Gas2 与空气或氧气气源相连;
- 2) 单击 TRIOS 软件左上角, 【Options】>【DSC25XX】>【General】>【Gas 2】
- 3) 称取一定量样品, 装入 DSC 盘中, 无需加盖;
- 4) 设置程序, 参考如下:

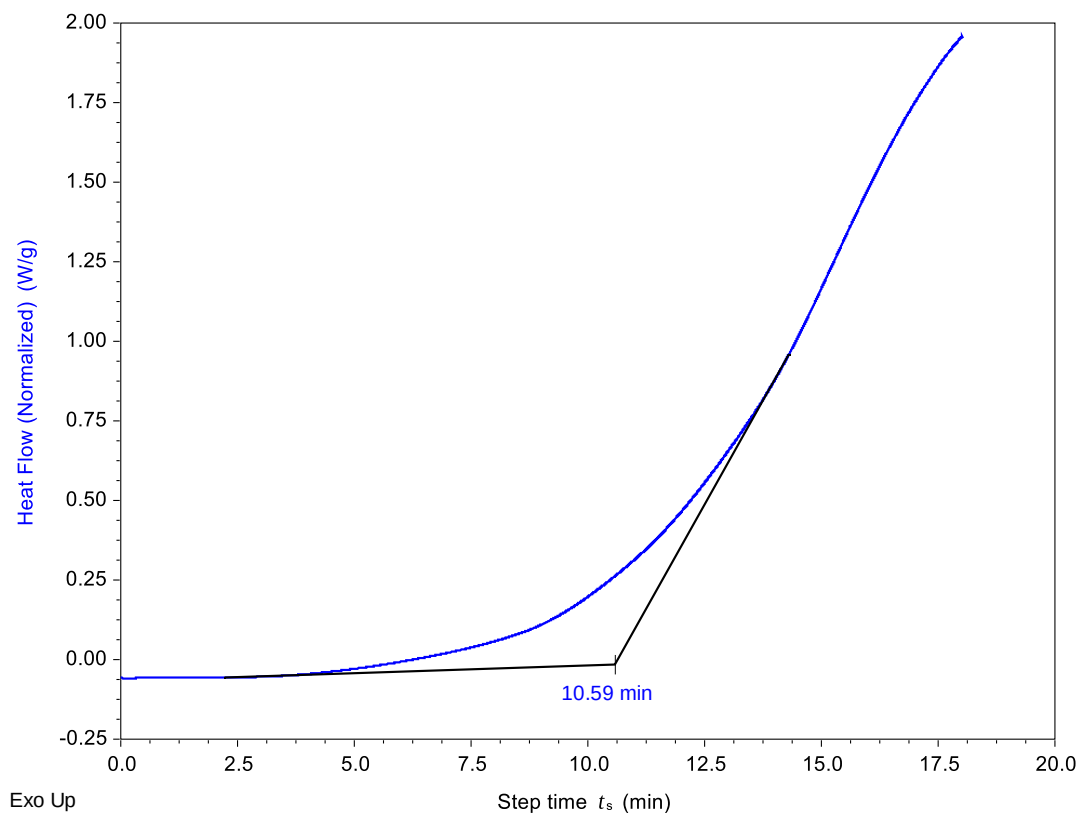
The screenshot shows the 'Procedure' window in TRIOS software. At the top, there is a blue header bar with the word 'Procedure' and two icons. Below this, there is a 'Test' dropdown menu set to 'Custom' and a 'Name' text field. A 'Segments' tab is selected, showing a table of test segments. The table has two columns: 'No.' and 'Description'. The segments are as follows:

No.	Description
1	Equilibrate 40.000 °C
2	Isothermal 5.0 min
3	Ramp 20 °C/min to 175.000 °C
4	Isothermal 3.0 min
5	Select Gas: Gas 2
6	Isothermal 60.0 min

Each segment has a small icon to its left. An 'Edit' button is located to the right of the segments table.

氧化峰峰值点出现后即可停止实验。

- 5) 分析, 选用 Onset 或 Oxidation Time



4.2.4 等温固化

- 1) 制备一定量样品待用；
- 2) 在【Options】>【DSC25XX】>【Auto Sampler】，禁用自动进样器（不选【Enable Autosampler and Autolid operation】）。
- 3) 将参比盘放入 DSC 炉子的参比端，样品不放入，盖上手动银盖和炉盖；
- 4) 设置温度程序，参考如下：

Procedure

Test: Custom

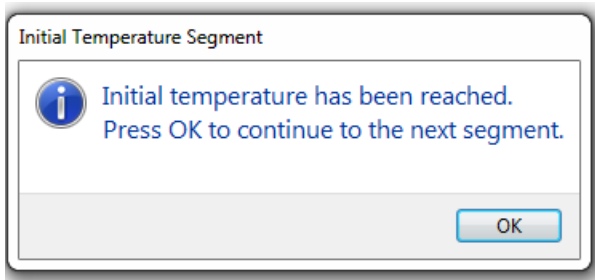
Name: Custom

Segments

No.	Description
1	Initial Temperature 120.000 °C
2	Isothermal 120.0 min

Edit

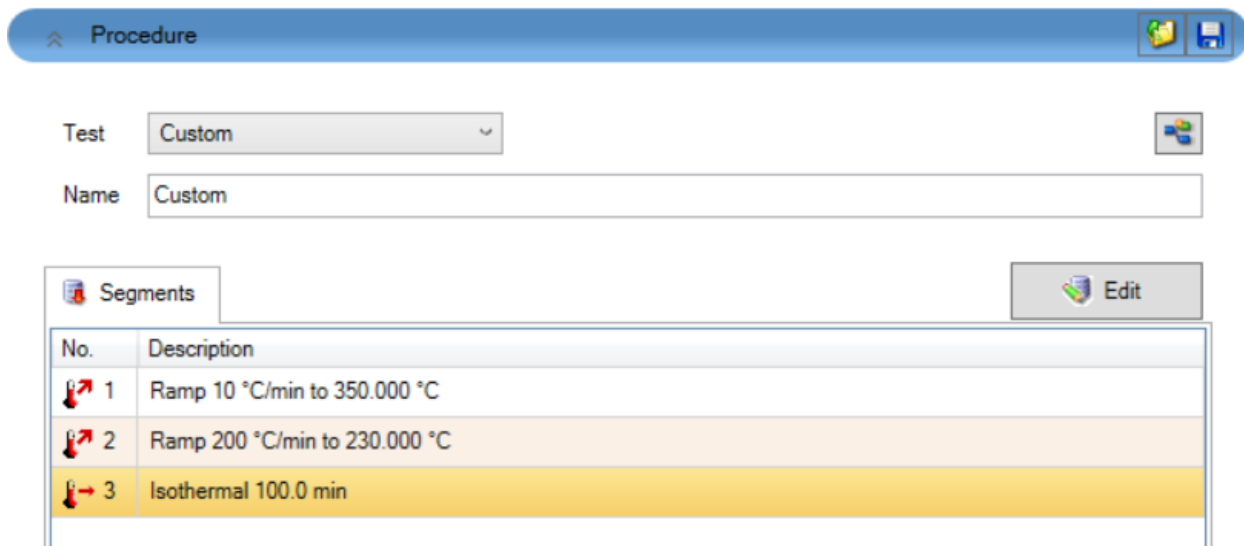
- 5) 开始实验，当出现下列窗口时，说明炉子已经到达待测温度；



- 6) 迅速打开炉盖和手动银盖，放入样品，盖上手动银盖和炉盖。在盖上手动银盖的瞬间单击 OK 或按回车键。
- 7) 等温直至固化完成为止。
- 8) 选用【Peak Integration】>【Horizontal from right】或【Tangent from right】进行分析。

4.2.5 等温结晶

- 1) 设置实验程序，参考如下



选用【Peak Integration】>【Horizontal from right】或【Tangent from right】进行分析。

注意：降温速度取决于制冷设备的制冷能力，即使时同样型号的制冷，随着使用会发生损耗，制冷能力有不同程度的降低。

4.3 调制模式

在 Test 中选择 Modulated Conventional 模式，根据所选择的升温速率和周期，按照下表进

行选择；

	周期							
		40	50	60	70	80	90	100
升温速率	0.1	0.011	0.013	0.016	0.019	0.021	0.024	0.027
	0.2	0.021	0.027	0.032	0.037	0.042	0.048	0.053
	0.5	0.053	0.066	0.080	0.093	0.106	0.119	0.133
	1.0	0.106	0.133	0.159	0.186	0.212	0.239	0.265
	2.0	0.212	0.265	0.318	0.371	0.424	0.477	0.531
	5.0	0.531	0.663	0.796	0.928	1.061	1.194	1.326

如使用的升温速率上表中没有，可通过加和的方法获得。如下图，使用的升温速率是 3°C/min，可通过 1°C/min 和 2°C/min 的振幅相加。

The screenshot shows a software interface for setting a procedure. The 'Procedure' tab is active, showing 'Test' as 'Modulated Conventional' and 'Name' as 'Modulated Conventional'. Below this, the 'Template' tab is selected, displaying the following parameters:

- Modulate Temperature Amplitude ±: 0.477 °C
- Modulation Period: 60.0 s
- Ramp Rate: 3 °C/min
- Start Temperature: 0.000 °C
- Final Temperature: 200.000 °C

- 升温速率的选择——在转变范围内能完成至少 4 个周期下尽量提高升温速率。对于峰转变而言，4 个周期是指半峰宽范围；而玻璃化转变指的时外推起始温度至外推终止温度。

玻璃化转变	“标准的”玻璃化转变	样品量：10~15mg 周期：40s
-------	------------	-----------------------

		振幅：2 倍于表值 升温速率：3°C/min
	“难检测的”玻璃化转变	样品量：10~20mg 周期：60s 振幅：4 倍于表值 升温速率：2°C/min
	“伴有热焓回复峰的”玻璃化转变	样品量：5~10mg 周期：40s 振幅：1.5 倍于表值 升温速率：1°C/min

* 注意：MDSC 的参数与样品盘、样品、仪器性能有很大关系。上表的参数仅作参考。具体实验时请先咨询 TA 工程师。

4.4 比热容测试

4.4.1 三步法

- 1) 选择合适的样品盘；
- 2) 取两组样品盘，两组的重量差异小于 0.1mg；
- 3) 用压机压紧参比盘，注意不要压样品盘，否则后续无法放入标样和蓝宝石；
- 4) 设置实验程序，参考如下：

Procedure

Test: Custom

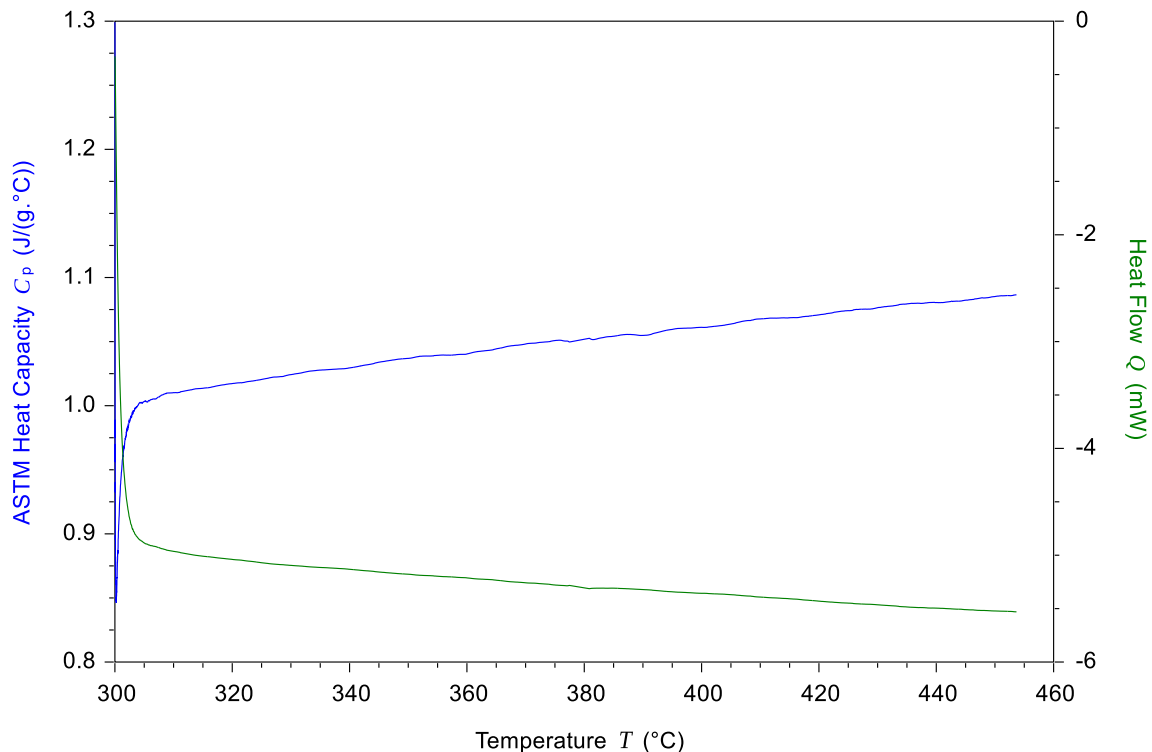
Name: Custom

Segments

Edit

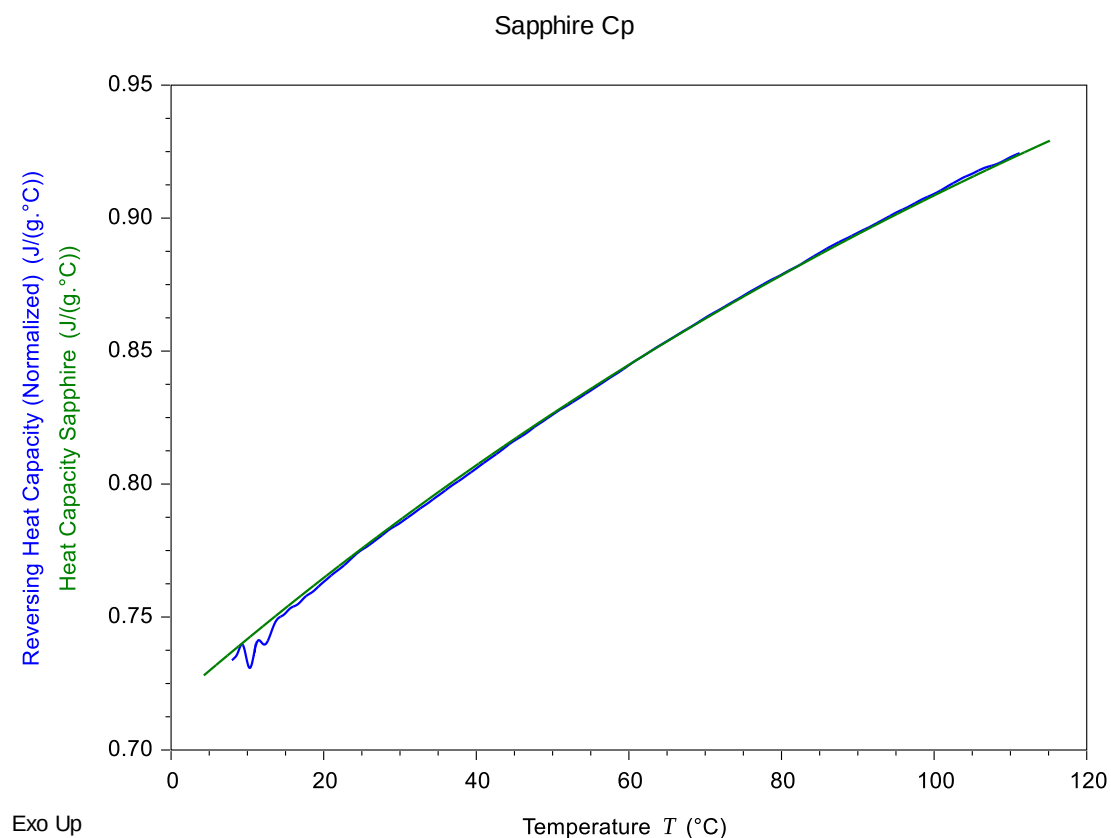
No.	Description
1	Equilibrate 0.000 °C
2	Isothermal 10.0 min
3	Ramp 10 °C/min to 100.000 °C
4	Isothermal 10.0 min

- 起始温度至少低于测量温度 30°C;
 - 等温过程是必要的, 5~20min 较为合适;
 - 温度区间至多不超过 200°C, 否则最好分段测试, 并保持每段温度区间不超过 200°C;
- 5) 将空白样品盘和参比盘放入仪器中, 样品质量输入 0, 开始实验, 获得基线“Baseline”;
 - 6) 待回到室温后, 取出样品盘, 轻轻打开盖子, 将附件盒内“MDSC calibration Sapphire”的蓝宝石(注意: 较大的蓝宝石用在非密封盘, 较小的蓝宝石用在密封盘)装入样品盘, 轻轻盖上, 输入蓝宝石质量, 执行与基线完全一致的程序, 得到蓝宝石曲线“Sapphire”;
 - 7) 待回到室温后, 取出样品盘, 打开盖子, 取出蓝宝石放回原处。称取 10~20mg 样品量(如比热容小, 可适当增加样品量), 盖上样品盖, 用压机压紧样品盘。输入样品重量, 执行与基线完全一致的程序, 得到样品曲线“Sample”
 - 8) 同时选中基线、蓝宝石曲线和样品曲线, 右键>【Transformations】>【Heat Capacity Calculation】, 获得三步法的比热容曲线。(基线和蓝宝石文件必须分别命名为含有“Baseline”和“Sapphire”单词的文件, 不可使用中文名)



4.4.2 MDSC 法

- 1) MDSC 校正, 获得校正系数曲线, 详见 1.4.6;
- 2) 制备样品, 制备方法参照 4.4.1;
- 3) 除温度范围外, 其他参数均保持与 MDSC 校正一致, 开始实验;
- 4) 在结果中调取“Reversing Heat Capacity (Normalized) (J/(g·°C))”信号即可。



4.4.3 直接法（仅限于 DSC2500）

- 1) 直接比热容校正, 获得校正系数曲线, 详见 1.4.7;
- 2) 制备样品, 制备方法参照 4.4.1;
- 3) 保持与校正一致的升温速率, 开始实验;
- 4) 在结果中调取“Heat Capacity (Normalized) (J/(g·°C))”信号即可。

