

NETZSCH 差示扫描量热仪操作规程

1 开机

按顺序开氮气（0.2MPa 即可，不能大于 0.5 MPa），电脑，DSC 主机，预热半小时。

2 测试

2.1 双击桌面上“NETZSCH - TA4_5”图标，再双击“DSC 200F3 on USBc 1”图标，进入 DSC 操作介面。

2.2 待界面右下角有温度与电压数值显示后，开始设置。点击诊断，选择气体与开关，在弹出的对话框里选择吹扫气 2 与保护气。

2.3 调节转子流量计，使吹扫气 2 和保护气流速分别控制在 20-40 mL/min 与 50 -60 mL/min 范围内，一般使用流速分别为 30 mL/min 与 60 mL/min

2.4 烧基线。将两个空坩埚用镊子小心放入样品池，依次盖上三个盖子。选择文件新建，在跳出的对话框里选择“是”，在新弹出的对话框里，选择修正测量类型，并填好编号，名称等信息，点“继续”，依次选择温度校正文件（24020414 L.td5）与灵敏度校正文件（24020414 L.ed5），进入温度程序设置，点“继续”，保存，确定，再点“开始”，进入修正文件测量。

2.5 测量完成后，冷却。再将制好的样品按照左参比右样品的原则用镊子小心放入样品池，依次盖上三个盖子。

2.6 选择文件打开，在新弹出的对话框里，选择 2.4 步骤的基线，选择样品+修正测量模式，并填好编号，重量，名称等信息，点“继续”，保存，确定，再点“开始”，进入样品测量。

2.7 冷却。气体保持开通，待温度冷却到室温以上 100°C 以下时，将样品取出。

3 数据处理

4 关机

关闭 NETZSCH 程序，关闭 DSC 主机电源（接有稳压电源后可不关），关闭氮气阀。

5 清理和登记

NETZSCH 差示扫描量热仪操作注意事项

1 样品要求

- 1.1 样品在高、低温下无强氧化性、还原性，做样前先查看坩埚适用材料说明；
- 1.2 样品及其产物不腐蚀铝坩埚，腐蚀铝坩埚的必须换用其它坩埚。

2 制样

- 2.1 严禁用手拿、取坩埚，必须用镊子夹取；
- 2.2 轻拿轻放，保持坩埚不变型；
- 2.3 保持锅底平整清洁，否则受热不均，测量不准；
- 2.4 坩埚盖子要先扎眼再封装，如要做密封试验，需用特制的耐压坩埚；
- 2.5 装样时尽可能使样品既薄又广地平铺在坩埚底部，用量一般以不超过坩埚 1/3 容积约 10 mg 为好。
- 2.6 制好的样品放入样品池时，镊子等任何硬物件不得碰、靠、划样品池底部；镊子等硬物须拿稳，以防掉入炉内，撞击并刮坏加热炉或样品池底部；

3 测试工艺

- 3.1 通液氮冷却前一定要先开吹扫气与保护气，否则炉内易结霜。
- 3.2 实验完毕后在冷却到室温以上 100℃ 以下才能开炉膛盖，否则炉内易生成水汽或水汽凝结成冰。
- 3.3 尽量避免从负极限升温到最高温的工艺，或者升温速度过大的工艺，高温端尽量不做恒温或缓慢爬升工艺；使用空气最好不要超过 400℃，纯氧不要超过 300℃。否则氧化炉子器件，缩短仪器寿命。
- 3.4 STC 程序不能用于 300℃ 以上的样品测试。
- 3.5 估计产物过多时加大吹扫气量；
- 3.6 测试过程中保持气流稳定
- 3.7 样品不能烧到分解，温度上限必须小于分解温度；不确定其分解温度的，可先做 TG 以确定分解温度

4 维护保养

- 4.1 发现样品池被污染时要及时用软棉签蘸酒精擦洗，千万不可用硬物；如果污垢难以清除，用专用玻璃刷清理；保持三个炉膛盖的通畅；
- 4.2 每次用玻璃刷清理之后，由于样品池载板厚度变化导致传热变化，要重新进行校正后再试验。