

DSC 214 智能模式下自动校正操作向导

文件编号: cPH60-DSC-38

目录

1. 智能模式下自动校正—标准校正程序
 - 1.1 进入标准校正程序
 - 1.2 自动进样器的设置
 - 1.3 校正项目的设置
 - 1.4 校正标样的设置
 - 1.5 校正测试与结果
2. 智能模式下自动校正—高级 Beflat 校正
 - 2.1 空样品位置的校正
 - 2.2 样品位置上的空坩埚校正
 - 2.3 高级 Beflat 校正结果

前言

在 DSC 214 智能模式下不仅设有预先定义的测试模板，还有预先定义的自动校正程序，包含有标准校正程序和高级 Beflat 校正程序。

- 标准校正程序包含有 DSC 的温度-热焓-Tau-R 校正，温度-热焓校正是 DSC 的常规校正，Tau-R 校正是对 DSC 的热阻和时间参数进行校正。
- 高级 Beflat 校正是对与温度和升温速率有关的 DSC 基线进行校正，扣除由于传感器的非对称性、参比端/样品端坩埚与传感器之间热阻差异、参比坩埚与样品坩埚质量差异引起的基线漂移。

完成自动校正程序后，软件自动分析处理测试数据，形成各自的校正文件和曲线，用户接受并保存该系列校正文件，便于后续测试调用，具体操作步骤如下。

1、智能模式下自动校正—标准校正程序

1.1 进入标准校正程序

在 DSC214 Smartmode 智能模式界面下，点击“自动校正”，显示有两个选项：标准校正程序和高级 BeFlat 校正。



1.2 自动进样器的设置

选择“标准校正程序”选项，在“自动进样器设置”界面下勾选激活自动进样模式，接下来对坩埚最高移除温度（比如 40 °C）、最终移除类型、参比坩埚类型进行设置。点击“增加”也可以重新定义新的参比坩埚位置、质量和类型。

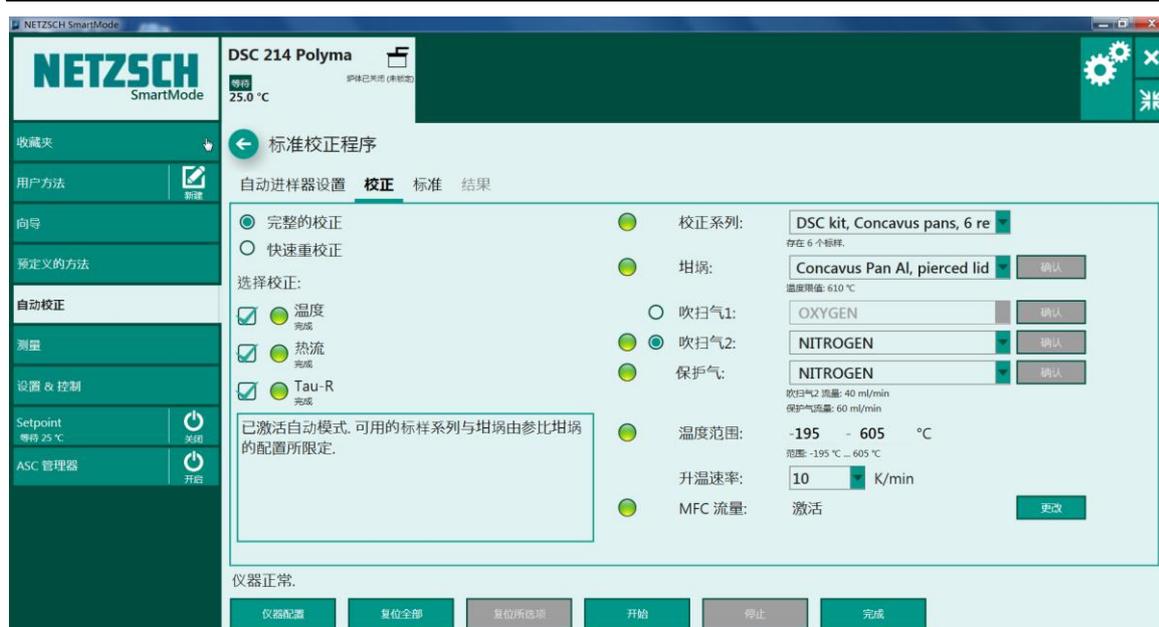


1.3 校正项目的设置

在“校正”界面下设有两种校正类型：一种是“完整的校正”，可以选择温度、热流和 Tau-R 进行同步校正；另一种是“快速重校正”，选用一种或多个标样对温度进行检查和对热焓进行重新校正。进行“快速重校正”的前提是已经完成了“完整的校正”，界面如下所示：

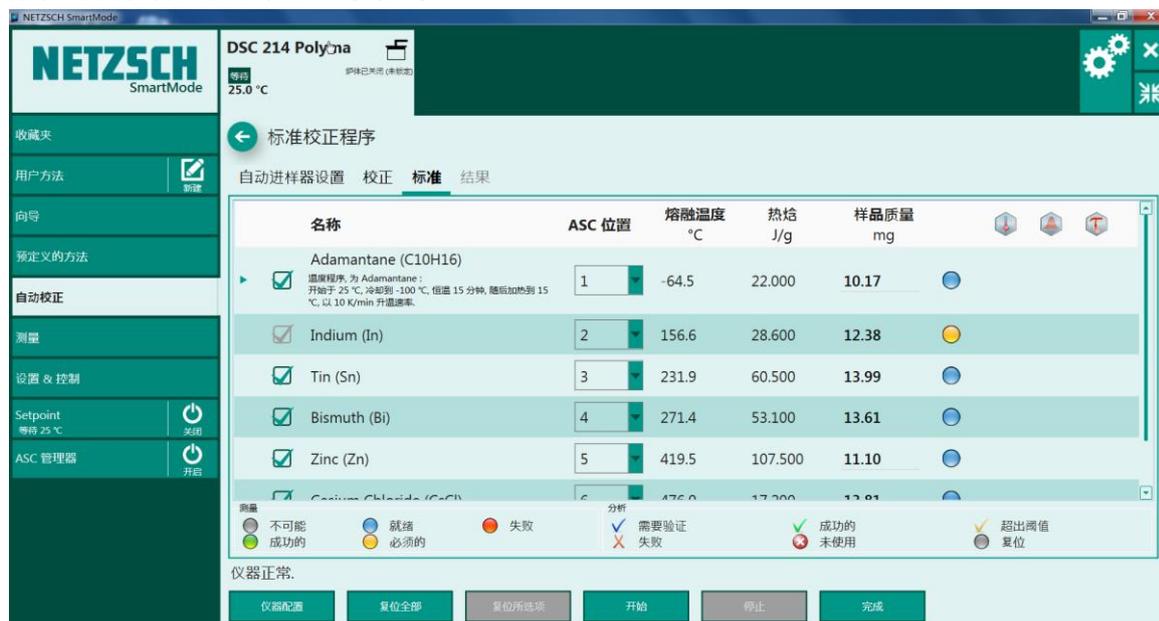


此处以“完整的校正”为例，选择“校正系列”如“DSC kit, Concavus pans, 6 references”使用 DSC214 自带的一套标准样品 (C₁₀H₁₆、In、Sn、Bi、Zn、CsCl) 进行校正，选择“坩埚类型”如 Concavus Pan Al, pierced lid，设定“吹扫气和保护气”类型如氮气，设定“温度校正范围”(最大范围-195 °C~605 °C，根据实际情况设定)，选择“升温速率”如 10K/min。



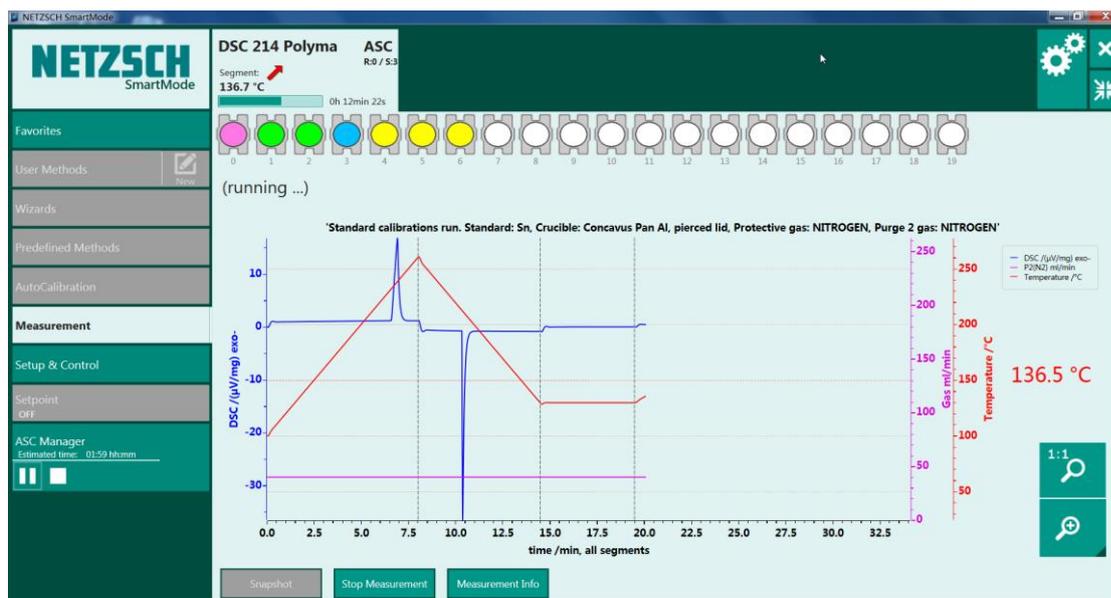
1.4 校正标样的设置

进入“标准”界面下，显示有 6 个标准样品，根据实际情况（如果 DSC 没有配备液氮冷却，只能将低温标样 $C_{10}H_{16}$ 去除，测试剩下 5 个标样），选择需要校正的标准样品（In 为必测样，选项呈灰色），定义标样在自动进样器上位置，输入标样的质量（见标样盒内，有标注）。此处所列的熔融温度和热焓值均为标样的标准值，可供参考。



1.5 校正测试与结果

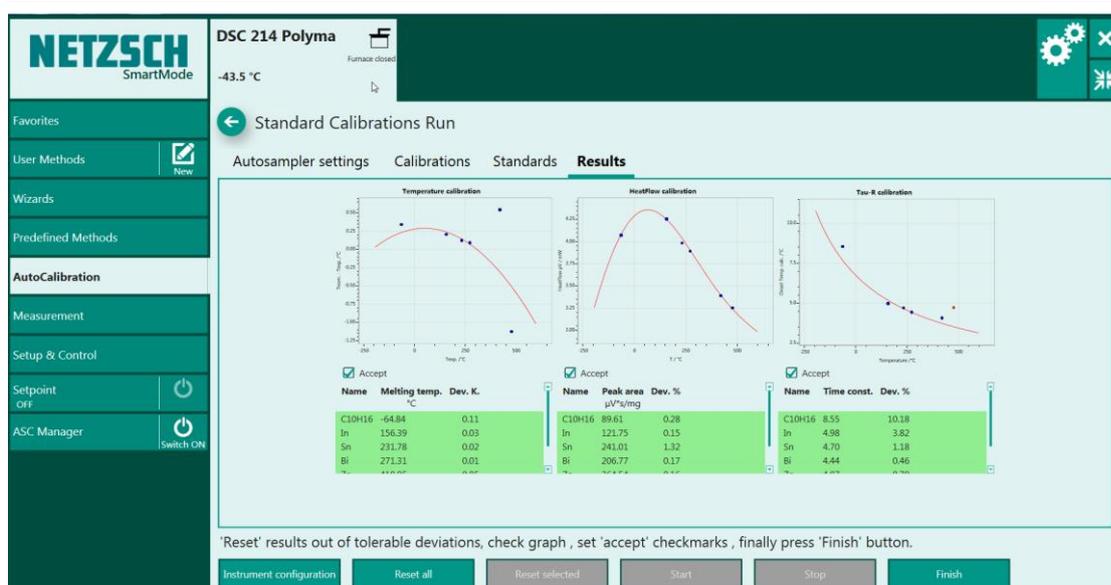
将以上信息确认无误后，点击“开始”进行标准温度-热焓-Tau-R 校正程序测试，界面自动转到“测量”界面，软件自动检查炉腔内参比位和样品位的坩埚情况，如果参比位和样品位有先前测试留下的标记，建议手动清除后再开始测试。下图是所有 6 个标样的校正测试。



使用自动进样器 ASC 将设定的标样校正测试全部完成后，界面上右侧显示：测试是否成功、温度-热焓-Tau-R 校正是否成功。下图是 6 个标样的校正完成状态。

Name	ASC Position	T. Melt. °C	Enthalpy J/g	Sample Mass mg	Measurement	Evaluation
<input checked="" type="checkbox"/> Adamantane (C10H16)	1	-64.5	22.000	10.17	Succeeded	Succeeded
<input checked="" type="checkbox"/> Indium (In)	2	156.6	28.600	12.38	Succeeded	Succeeded
<input checked="" type="checkbox"/> Tin (Sn)	3	231.9	60.500	13.99	Succeeded	Succeeded
<input checked="" type="checkbox"/> Bismuth (Bi)	4	271.4	53.100	13.61	Succeeded	Succeeded
<input checked="" type="checkbox"/> Zinc (Zn)	5	419.5	107.500	11.10	Succeeded	Succeeded
<input checked="" type="checkbox"/> Cesium Chloride (CsCl)	6	476.0	17.200	13.81	Succeeded	Threshold exceeded

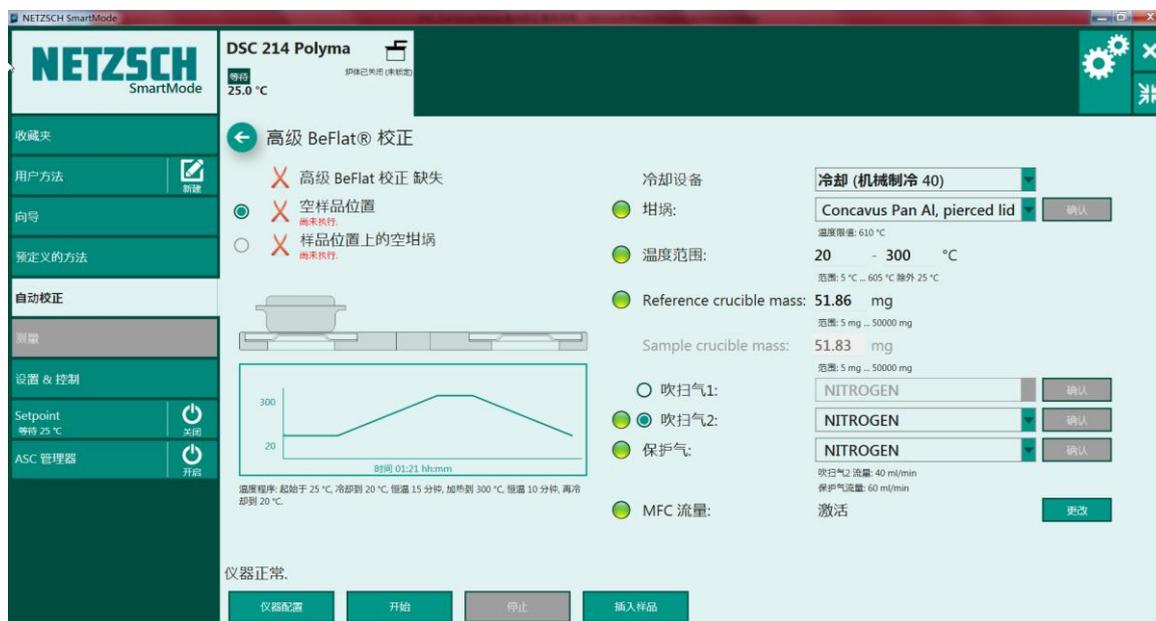
点击“结果”选项，界面显示温度、热焓和 Tau-R 的校正曲线，对于超出阈值的数据点，软件在拟合校正曲线时，不予采纳。点击“接受提交”，将校正曲线文件保存在系统中，点击“完成”结束 DSC214 的标准校正程序。下图是 6 个标样的校正曲线与结果。



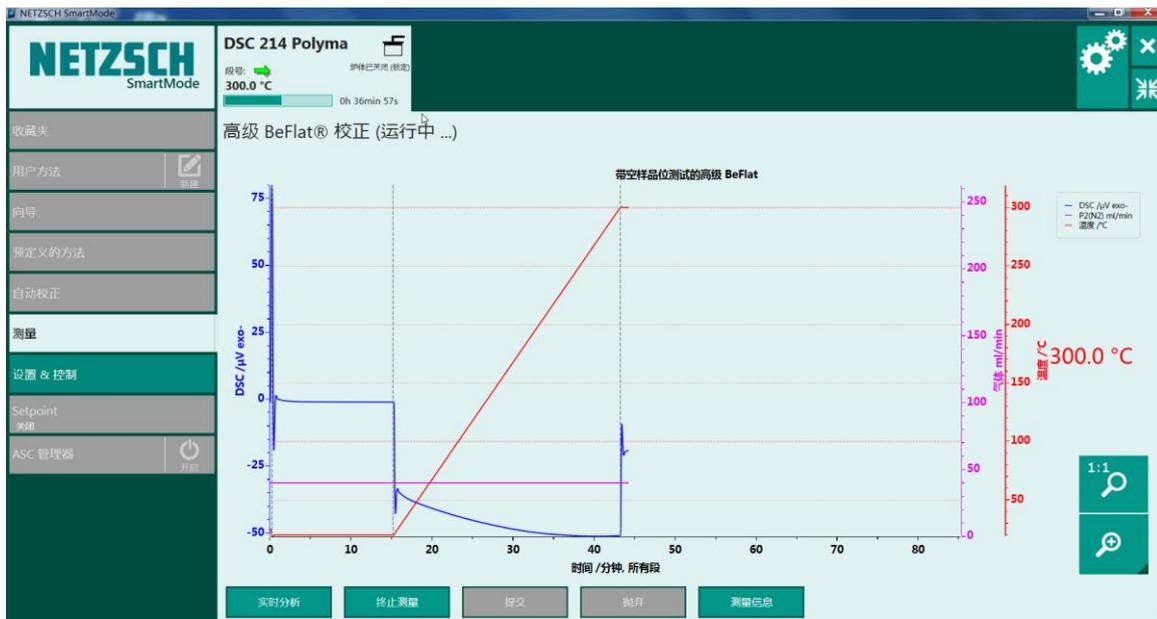
2、智能模式下自动校正—高级 Beflat 校正

2.1 空样品位置的校正

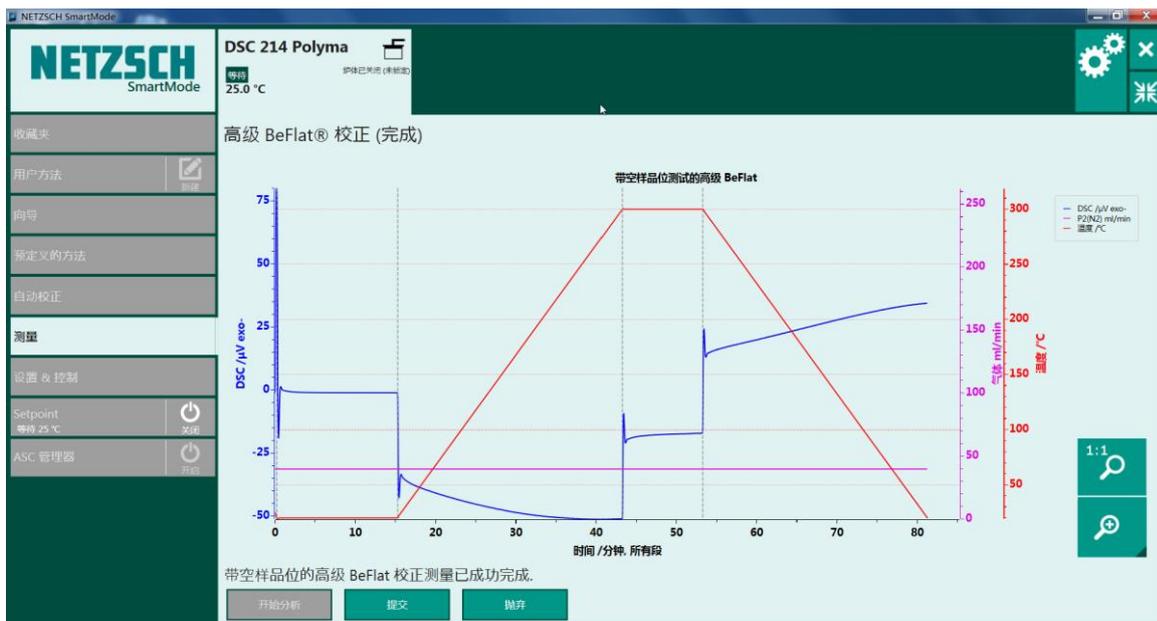
在“自动校正”菜单下，点击“高级 Beflat 校正”界面显示如下。首先选择左侧位置的“空样品位置”，设置冷却设备、坩埚类型、温度范围、以及参比坩埚的质量，确认吹扫气和保护气类型。



打开 DSC 炉子，手动放入参比坩埚，然后关闭炉子，点击“开始”进行空样品位置的校正测量。界面自动跳转到“测量”界面，显示如下。

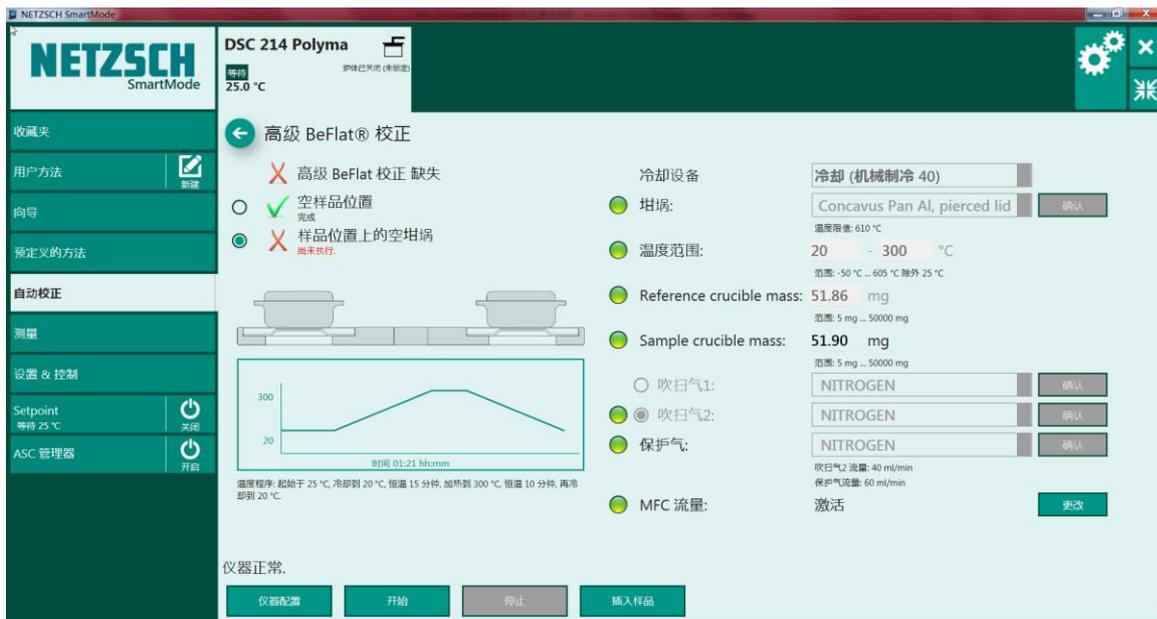


测量结束后，界面显示如下。点击“提交”完成高级 BeFlat 校正的空样品位置测量。



2.2 样品位置上的空坩埚校正

接下来选择“样品位置上的空坩埚”测量，输入样品坩埚质量，手动放入样品空坩埚后，点击“开始”进行测量。

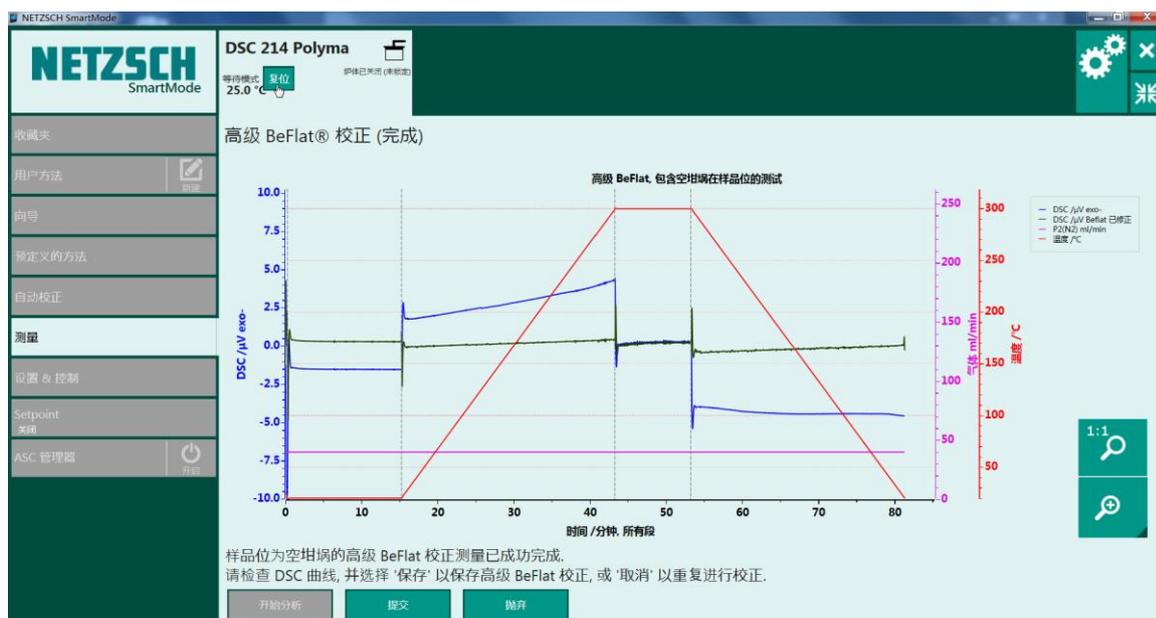


“样品位置上的空坩埚”测量界面如下。

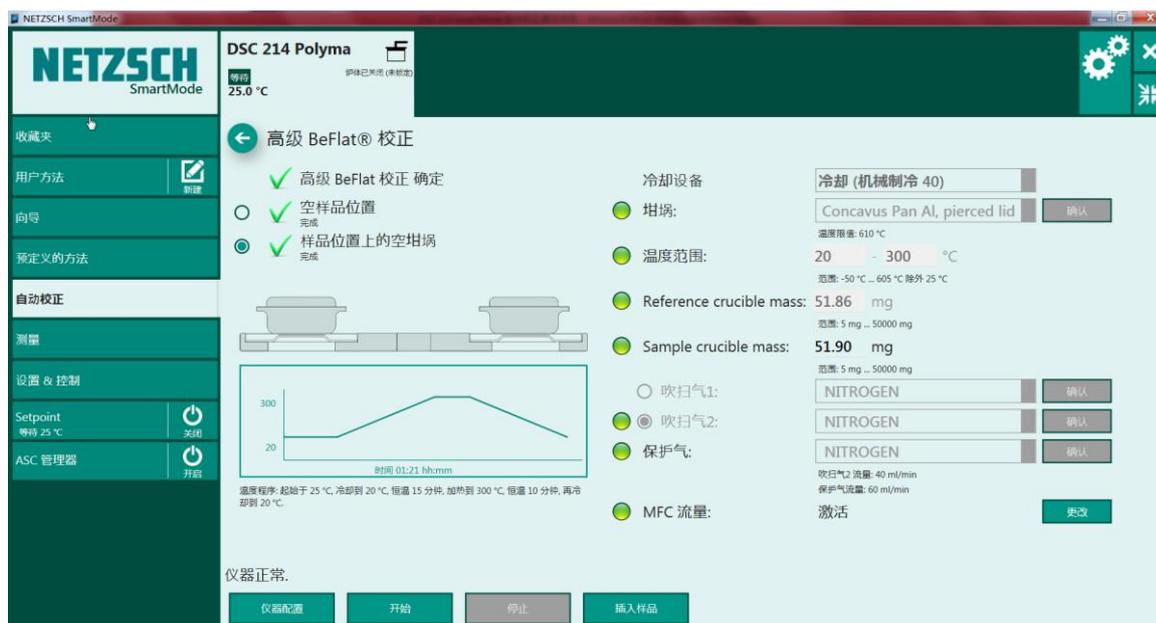


2.3 高级 Beflat 校正结果

在“样品位置上空坩埚”测量结束后，软件自动计算得到一条覆盖设定温度范围的 DSC 高级 Beflat 校正曲线（图中绿色曲线）。点击“提交”，保存高级 Beflat 校正结果，便于在后续实际测试中调用该校正文件。



完成后的“高级 BeFlat 校正”界面显示如下。



耐驰科学仪器商贸（上海）有限公司 应用实验室

朱明峰

初稿：2017. 04

最后修订于：2017. 05

技术支持邮箱：nsi-lab@netzsch.com

www.ngb-netzsch.com.cn