

DSC 操作步驟

1. 寫紀錄簿
2. 開氣瓶(扳手轉開氣瓶，壓力調整到藍色線位置)

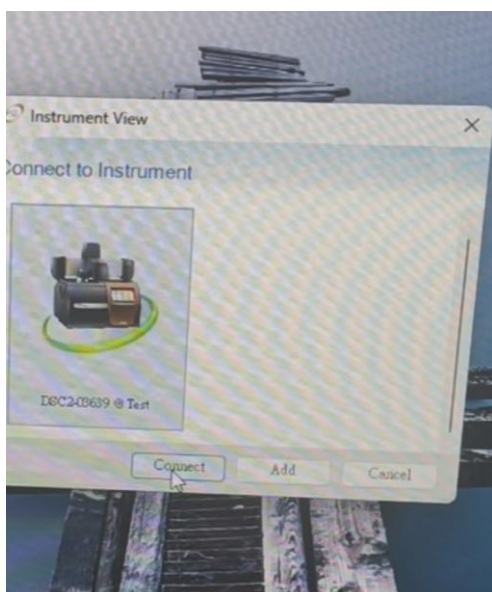
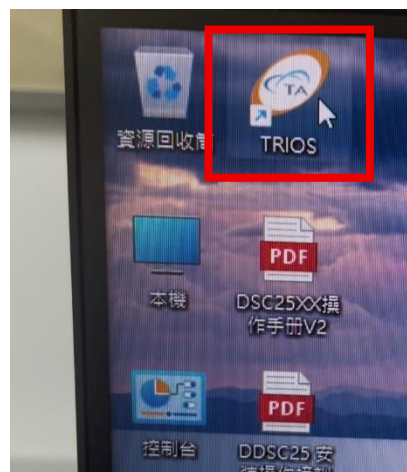
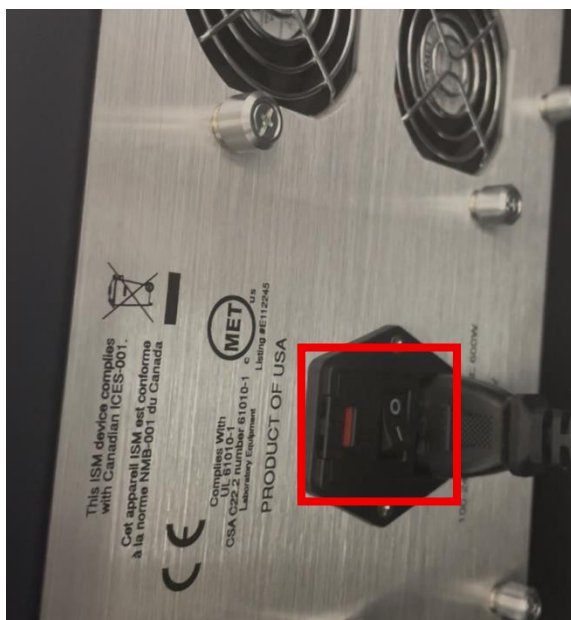


3. 開空壓機電源(開關 ON，紅色閥門打開與管線呈現水平，藍色閥門垂直管線)



4. 開電腦電源 and 開 DSC 儀器總電源，DSC 螢幕開機

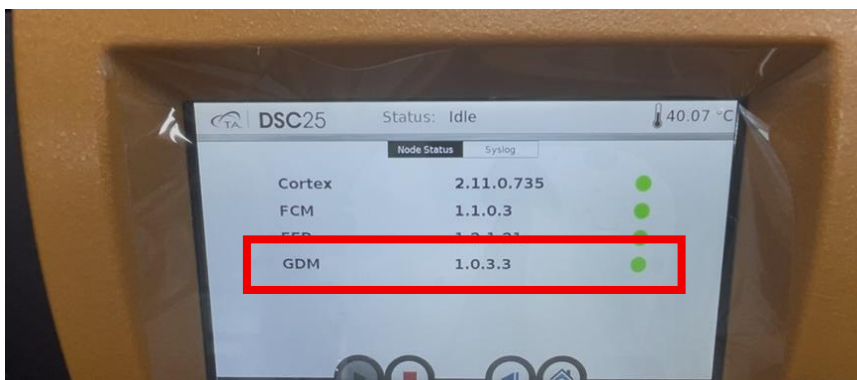
後，電腦打開程式 TRIOS，點選 Connect 進入程式畫面



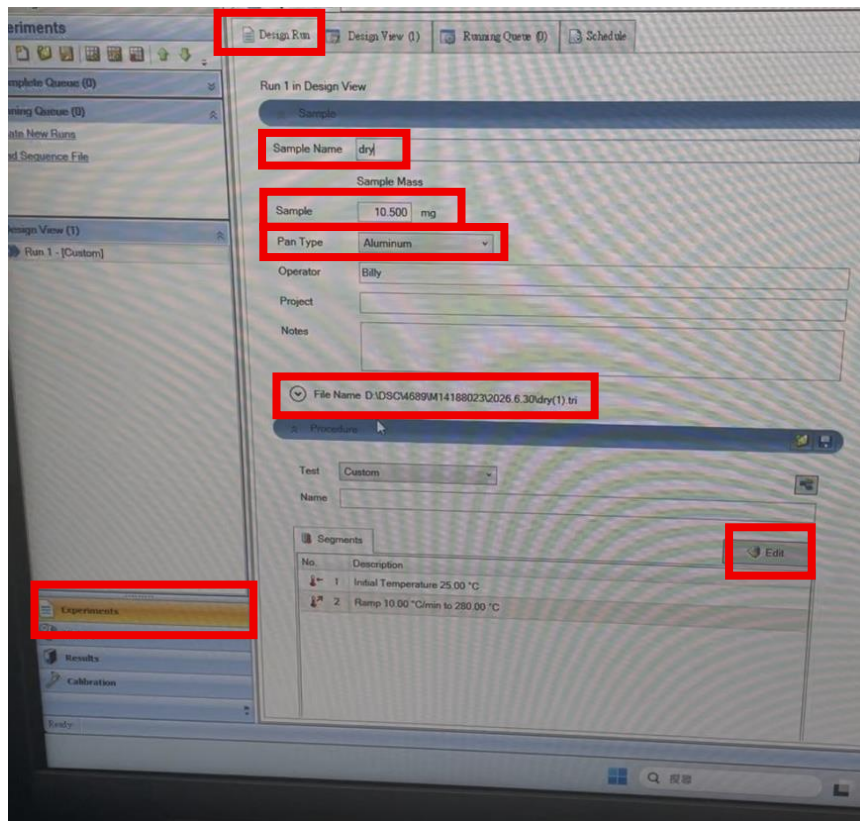
5. 打開冷水機(綠色開關，下面黑色開關選擇 EVENT，程式右下角 RCS ON，並確認程式右上角 Flange Temperature 有開始下降)並暖機 30 分鐘



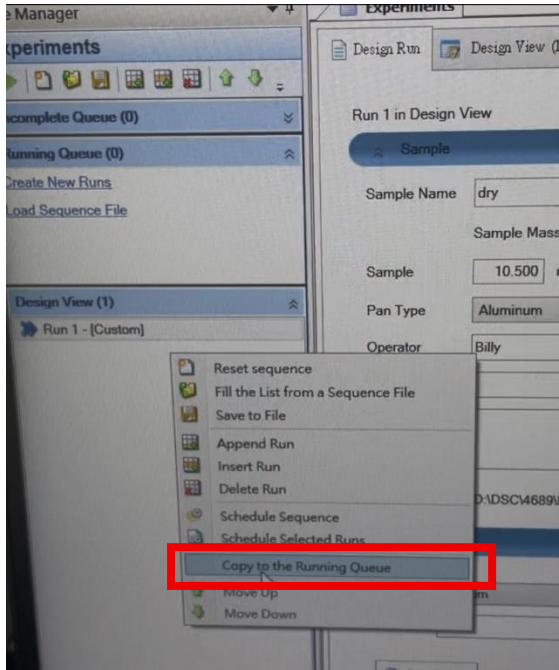
6. 確認 DSC 觸控面板 SYSTEM HEALTH→GDM 是否為綠燈，若是紅燈則把氣瓶壓力調高，直到螢幕變綠燈為止



7. 剛開始須先清理腔體，(程式左下角 Experiments→
Procedure→Edit→設定 Ramp 20°C/min to 400°C



8. 程式左手邊 Design View 的下面空白處滑鼠點選右鍵→
選擇倒數第三項(Copy to the Running Queue)，即可點選
上方綠色開始鍵

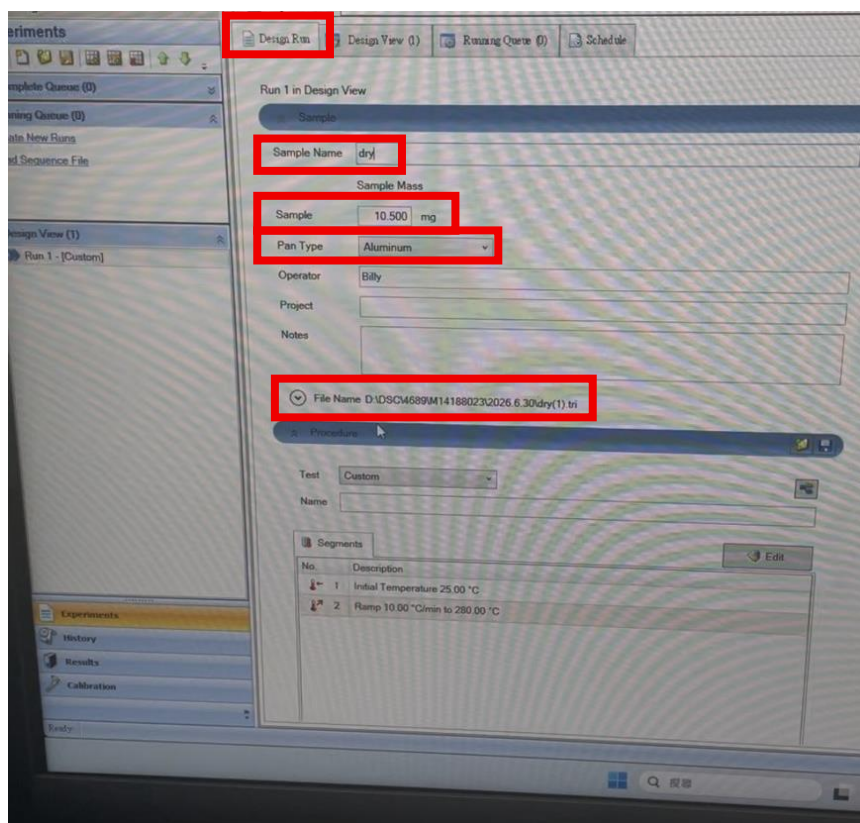


9. 拿出兩個鋁盤與兩個上蓋，將要測量的 sample 秤 3~5mg
的重量放入其中一個鋁盤並使用壓錠機壓錠，另外壓錠
一個空的鋁盤當樣品

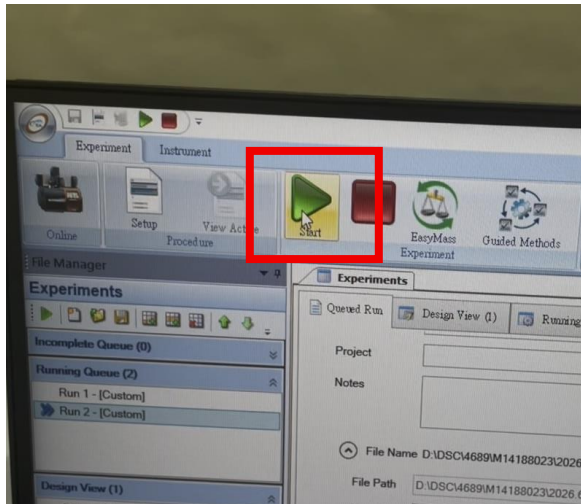
10. 確認機台 Temperature 回到室溫後，打開腔體外罩，用
鑷子夾起內蓋，靠牆那側放上空鋁盤，靠自己這側放有
sample 的鋁盤，並將內蓋與外罩放回



11. 程式左下角 Experiments→Sample Name 樣品名稱→樣品重量紀錄→Pan Type 選擇 Aluminum→File Name 點開→點選 … ，並設定存檔位置



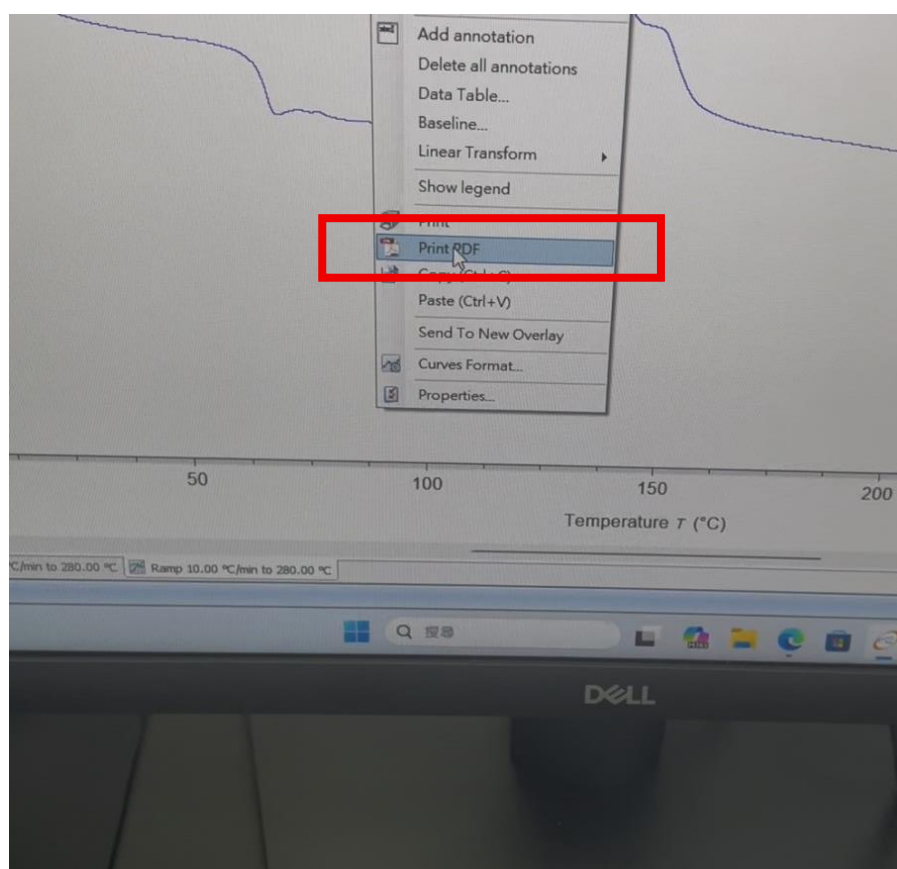
12. Procedure→Edit→設定好自己要的實驗參數，並點選
程式左手邊 Design View 的下面空白處滑鼠點選右鍵→
選擇倒數第三項(Copy to the Running Queue)，即可點
選上方綠色開始鍵



13. 測完後確認腔體溫度降回室溫，打開腔體外罩與內蓋，
將兩個鋁盤都取出，並蓋回外罩與內蓋

14. 測完即可到 Results 檢查數據，直接在圖上點選右鍵，

選擇 PDF 即可儲存圖檔，並用光碟將檔案取出



15. 所有實驗進行完重複地 7、8 步驟清潔腔體

16. 關機步驟:清潔完確認腔體溫度降回室溫，且鋁盤階取出後即可點選程式右下角 RCS off→程式左上方 Online → Shutdown →冷卻機率色開關→DSC 主機電源關機→電腦關機→空壓機電源 off→紅色閥門打開與管線呈現垂直，藍色閥門慢慢打開洩氣(不要開太大!!!) →氣瓶壓力閥+板手關閉→寫實驗紀錄簿

Discovery DSC 25

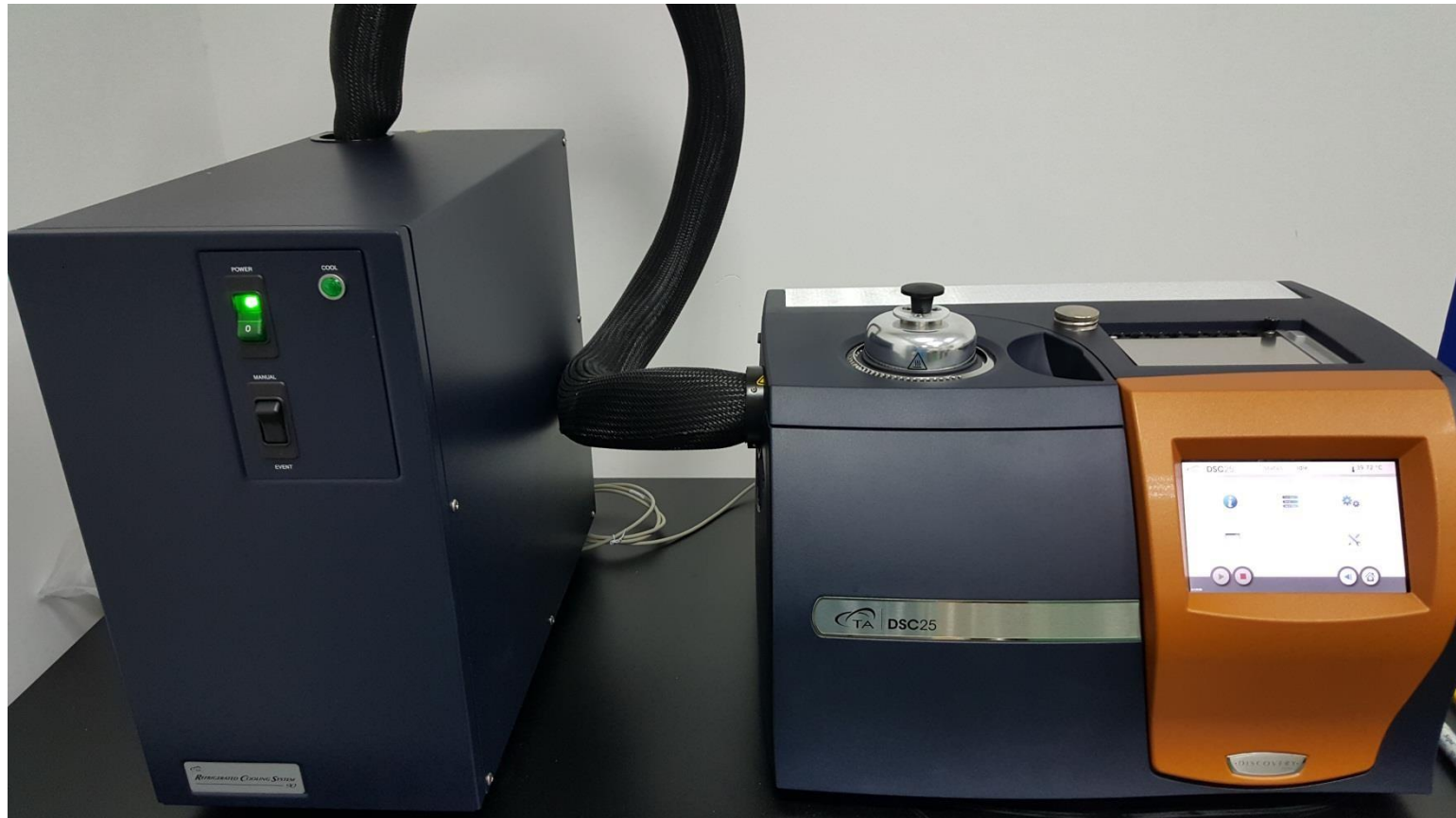
操作規範

3



基本介紹

配置了RCS90的DSC 25儀器



基本介紹

- Differential Scanning Calorimeter: 差示掃描量熱儀, 簡稱DSC。
- DSC用來測量物質隨溫度或者時間變化時的熱流變化, 提供相應吸熱或放熱的定量資料, 據此測定一些轉變的溫度, 熱焓。這些轉變可能包括相轉變, 熔化(結晶), 氧化, 固化, 玻璃化轉變, 或其它熱力學, 動力學過程。它也可以用來測量材料的熱容。
- DSC25主要由以下部分組成:
 1. DSC主機: 包括儀器的電源系統和其它電子部件;
 2. DSC爐子: Cell, 儀器的核心部件;
 3. DSC氣體輸送系統, Gas Delivery Module (GDM), 控制爐子吹掃氣體和其它保護氣, 包括氣體切換和流量控制;
 4. 冷卻裝置: 根據所需測試的溫度範圍, 有機械製冷附件(RCS), 鰭形空氣冷卻附件(FACS), 液氮快速冷卻附件(Quench Cooler), 液氮輸送系統附件(LN2P)等供選配。

基本介紹

- DSC爐子 (DSC Cell)
- 在熱流式DSC Cell中，我們將樣品物質放入樣品盤中封存，並且和一個相同規格的空樣品盤一起放於DSC Cell的測量座上。當DSC Cell的溫度改變時（通常是線性升降溫），在樣品台 (Sample) 及參考台 (Reference) 的熱能也開始改變，此時DSC Cell熱電偶測量得到樣品台和參考台的溫度差，通過如下公式計算得到熱流：

重要提示：測試過程應避免樣品在爐子內分解，即測試的最高溫度必須低於樣品的裂解溫度，否則會污染甚至損壞爐子。

$$q = \frac{T_r - T_s}{R} = \frac{-\Delta T}{R}$$



基本介紹

- DSC氣體輸送系統 (GDM)

- GDM控制爐子吹掃氣體，可以在實驗過程中實現兩種氣體之間的切換，並在規格範圍內設定所需的流量，同時還控制冷卻氣體和相關保護氣體
- 氣體接入儀器的介面在儀器背部，如右圖：
- GAS 1：爐子吹掃氣體（purge gas），同時用於基本淨化保護氣體，只能使用非反應性氣體，如高純氮氣；
- GAS 2：爐子吹掃氣體
- GAS 1和GAS 2接入的氣體，接入壓力控制須設定在20psi，如果**GAS 2**接的是氧氣，壓力最高只能為**5psi**。
- Cooling Gas：用於FACS或低溫附件，氣體接入壓力為20psi。



基本介紹

- 冷卻裝置
- 根據所選用的冷卻裝置不同，儀器可以實現不同的測試溫度範圍，以及相應的可控降溫速率。
- 不同冷卻附件的工作溫度區間如下，但如前所述，在此工作區間設定實驗溫度時，**測試終點溫度不能超過樣品分解溫度。**

FACS

RCS120

RCS90*

RCS40**

Quench Cooling Accessory (without FACS)

Quench Cooler for FACS

Ambient to 725°C

–120 to 400°C

–90 to 550°C

–40 to 400°C

–180 to 550°C

Ambient to 725°C

DSC爐子污染

- DSC嚴禁做到樣品裂解，裂解會導致爐體cell污染，嚴重情況下會導致cell中的sensor損壞。建議對於未知樣品先採用TGA測試其裂解溫度，DSC結束溫度要低於裂解溫度；
- 如果實驗後發現爐體污染，需先空燒一次，然後使用玻璃纖維刷刷掉，再把掉落在爐體中的玻璃纖維吸走。刷後爐體需要空燒一次，然後最好重新校正
- 爐體中間的Tzero熱電偶需要在工程師指導下刷。

