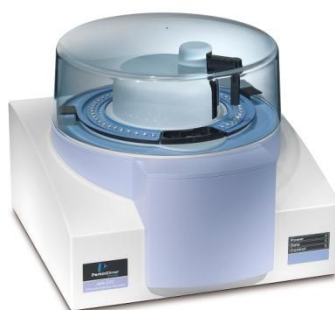


STA 6000 综合热分析仪 使用手册



珀金埃尔默仪器（上海）有限公司

目 录

第一章 STA 6000 仪器简介-----	1
第二章 Pyris Software 使用方法-----	2
第三章 STA 6000 仪器校正-----	17
第四章 数据分析-----	22

第一章 STA 6000 仪器简介

美国 PerkinElmer 公司是世界上最早研发生产热分析仪器的制造商，是国际先进热分析技术的代表。其 STA 6000 同步热分析仪可以同时测试样品的 TGA、DTA/DSC 信号，可以测试分析样品的热稳定性能、多组份分离分析、玻璃化转变温度、熔点、结晶性能、固化性能、分解温度以及分解动力学、分解热焓、氧化诱导过程等性能，适用于高分子材料、精细化工、无机材料等各个领域的高级研发和质量控制。STA 6000 具有优异的性能指标，例如：

- 温度范围：15 °C~1000 °C，测试起始温度低，可以更好的控制样品中的水份和溶剂；
- DT 和 DSC (mW) 信号任意显示，增强数据解析能力；
- 天平灵敏度：0.1 µg；
- 量热精度：± 2%；
- 升温速率：0.01~100 °C min⁻¹；
- 冷却速率快，仪器测试效率高，从 1000 °C 降温到 30 °C 少于 20 分钟；
- 内置式气体质量流量控制器，可以方便的在两种气体间进行切换，无需手动操作（通过方法编辑实现自动切换）；
- 模块化设计可以与质谱（MS）或者分子光谱（IR）进行联用。

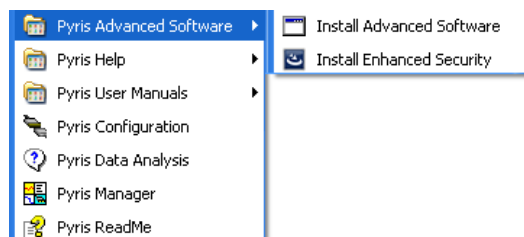


第二章 Pyris Software 使用方法

2.1 软件概述

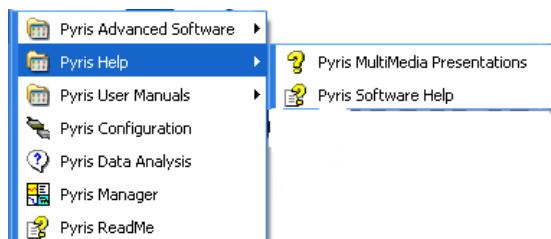
用户可以从 Windows 2000 或 XP 操作系统的开始菜单中调用 Pyris 软件。软件安装过程中可选择将“Pyris 软件管理器”（Pyris Manager）放置于开始菜单中或系统桌面上。软件的所有工具条，包括缩放工具条、状态面板等均采用浮动式窗口设计，用户可根据自身偏好改变它们的位置。可以通过双击想要拖动的工具条得到相应的浮动窗口，然后按住该窗口的标题栏拖至您想要的位置。其中控制面板可以固定于显示窗口的左边界或者右边界。操作系统开始菜单中的 Pyris 软件文件夹包含如下组件：

Pyris 高级软件（Pyris Advanced Software）



用户可通过该选项选择性的安装高阶软件（Install Advanced Software），例如步进扫描（MTDSC）或者 Pyris 动力学软件，以及安装 Pyris 增强型安全组件（Install Enhanced Security）。

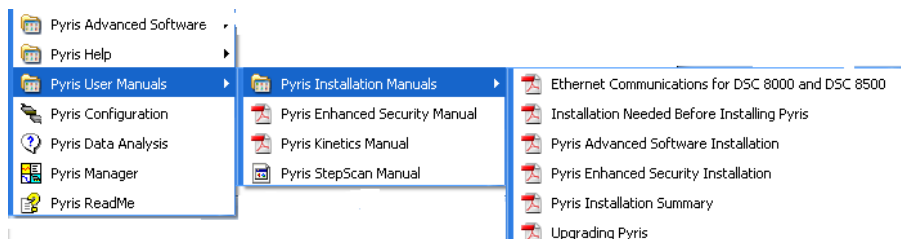
Pyris 帮助文档（Pyris Help）



该选项包含基于 WinHelp 的多媒体演示资料（Pyris MultiMedia Presentations）以及帮助文档（Pyris Software Help）。多媒体演示资料以视频方式指导用户如何制样或

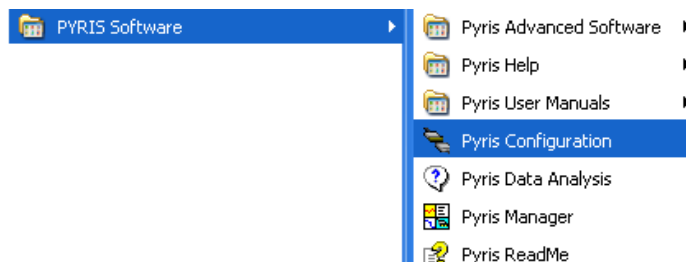
如何安装 TGA 吊丝等等。帮助文档则包含了 PerkinElmer 公司所有热分析仪器的使用说明，例如如何进行仪器校正、如何生成报告等等。

Pyris 软件用户使用手册 (Pyris User Manuals)



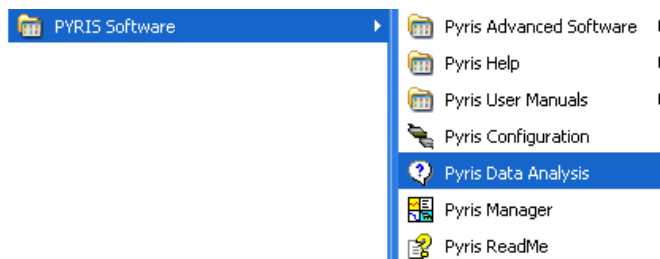
该选项包含了 Pyris 软件相关组件的使用说明 PDF 文档，例如动力学软件指南 (Pyris Kinetics Manual) 等等。

Pyris 软件配置 (Pyris Configuration)



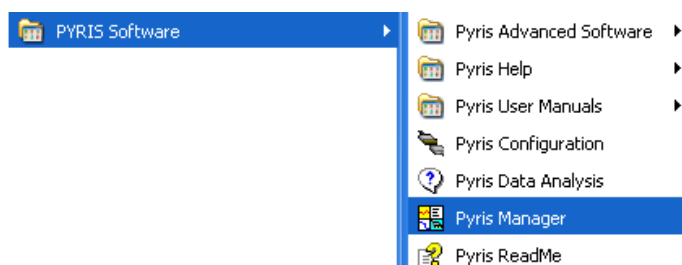
用户可以使用 Pyris 软件配置选项进行 STA 6000 仪器参数设置。该选项既可以从 Pyris 软件管理器中的 Start Pyris 调用，也可以从系统开始菜单中调用。

数据分析 (Data Analysis)



Pyris 软件包含数据分析组件可用于处理热分析仪采集的数据。该数据分析软件具有通用性，任何通过 Pyris 软件连接的 PerkinElmer 热分析仪器均可使用该软件处理数据。此外，软件可同时处理多组数据。

Pyris 软件管理器 (Pyris Manager)



用户可通过 Pyris 软件管理器进入仪器控制界面，该界面可同时显示所有与主机相连的热分析设备。此外，管理器还如下选项和功能：数据分析软件，监控仪器运行状况，配置 STA 6000 参数，Pyris 帮助文档以及关闭选项。

Pyris 自述文件 (Pyris ReadMe)

自述文件描述了 Pyris 软件版本的最新信息，包括该版本的最新特征以及帮助文档中未提及的软件或硬件相关信息。

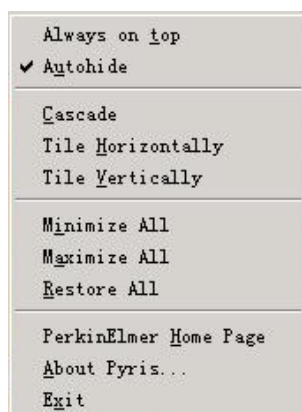
2.2 关于“Pyris Manager”

PE 公司热分析仪器均可使用“Pyris 软件管理器” (Pyris Manager) 进行操控，用户可从“Pyris Manager”中调用运行仪器以及分析数据等应用程序。通过仪器配置功能（位于软件管理器任务菜单中）可以动态的添加或删除与主机相连的热分析仪器。另外，用户还可以通过软件管理器实时监控每台热分析仪器的运行状态。



Pyris Manager 显示界面

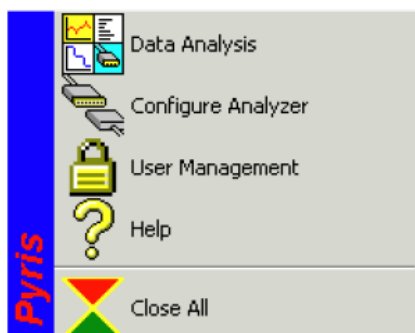
另外，当用户在“Pyris Manager”空白区域单击右键时，会跳出如下图所示菜单项，可对“Pyris Manager”显示窗口进行操作，具体内容如下所述：



- 保持前端显示（Always on top）。当用户运行多任务时，该选项能够确保“Pyris Manager”始终位于多任务窗口的最前端。注意：如果用户同时选择了自动隐藏功能，自动隐藏优先。
- 自动隐藏（Autohide）。当用户激活其他程序时（例如 word 等程序），“Pyris Manager”将自动隐藏。如果用户仅勾选“自动隐藏”，而未选取“保持前端显示”的情况下激活仪器，“Pyris Manager”将自动关闭。因此，用户必须确保“保持前端显示”始终处于选取状态。
- 叠层显示窗口（Cascade）。该选项可以使 Pyris 软件中的窗口以叠层方式显示。
- 水平平铺显示窗口（Tile Horizontally）。该选项可以使 Pyris 软件中的窗口以水平平铺方式显示。
- 垂直平铺显示窗口（Tile Vertically）。该选项可以使 Pyris 软件中的窗口以垂直平铺方式显示。
- 最小化所有窗口（Minimize All）
- 最大化所有窗口（Maximize All）
- PerkinElmer 主页（PerkinElmer Home Page）。点击该选项，可进入 PerkinElmer 主页。
- 关于 Pyris 软件（About Pyris...）。用户可通过点击该选项查看固件版本信息。
- 退出（Exit）

2.2.1 关于“Start Pyris”

“Pyris Manager”界面包含一个“启动 Pyris”（Start Pyris）按钮  和相关仪器的联机启动按钮，软件允许用一台计算机同时控制多台 PE 的热分析仪器，每台仪器都拥有自己的联机启动按钮。用户通过点击“Start Pyris”按钮可显示下拉式任务菜单，如下图：



任务菜单包含如下选项：

- 数据分析软件（Data Analysis）。用户通过点击“Data Analysis”进入数据分析软件，可进行脱机操作。
- 配置仪器（Configure Analyzer）。用户通过点击“Configure Analyzer”进入仪器配置程序，动态的添加或删除联机的 STA 6000 或者其他热分析仪器。当添加仪器配置完成后，相应仪器的启动按钮将显示在“Pyris Manager”界面中。
- 用户管理（User Management）。如果用户安装了增强型安全组件的 Pyris 软件，可通过点击该选项进入用户管理程序，进行用户名称，密码等参数的设置。另外，该程序会自动记录登陆历史和安全参数更改历史等信息，便于用户查询和管理。
- 帮助（Help）
- 关闭所有（Close All）

2.2.2 关于仪器控制程序

Pyris 软件允许使用一台计算机同时控制多台 PE 制造的热分析仪器，每台热分析仪在“Pyris Manager”界面中都有自己的联机启动按钮，例如上述“Pyris Manager 显示界面”图中包含 DSC 8000 启动按钮以及 Pyris 1 TGA 启动按钮等。



联机状态

脱机状态

仪器启动按钮上的小圆点可以显示不同的颜色，分别代表不同的含义。首先是仪器电源开关标志，当仪器处于开机状态，小圆点呈现高亮度显示，否则呈现灰色。其次，当仪器处于运行实验状态时，红色表示升温阶段（Heating），绿色表示降温阶段（Cooling），黄色表示热流平衡（Equilibrating）和等温（Holding）状态。如果仪器处于关机状态，用户仍然可以启动软件的主界面，但是启动后会跳出“STA 6000 不能被初始化”提示框。

仪器启动按钮上包含两个显示方框（如上图）。联机状态下可显示样品温度（Sample Temperature）等信息；脱机状态下则显示“Offline”。用户可根据需要改变显示的实时信息。方法如下：将光标移动至对应按钮上方，单击鼠标右键，点击改变“显示状态信息”（Change Status Information）对话框，最后通过下拉框选择显示信息（注意：不同仪器供选择的显示信息各不相同）。STA 6000 可供选择的显示信息包括：“At Temperature”、“At Load Temperature”、“Go To Load”、“Calibrating”、“Equilibrating”、“Holding”、“Heating”以及“Cooling”。

开机顺序：用户首先打开电脑；然后打开 STA 6000 电源，并检查气体阀门处于通气状态；打开“Pyris Manager”并点击“STA 6000”联机按钮，等待大约 10 秒钟时间 Pyris 主控程序自动打开。

默认条件下位于主控程序最上方的三排工具条自上而下依次为菜单栏、标准工具栏和标尺工具栏。位于图形窗口上方的是状态栏（Status Panel），右边的是控制面板（Control panel）。用户可以根据自己的喜好订制工具条的位置及显示方式。另

外，工具栏的选项在不同状态下（如仪器测试状态和数据分析状态）会发生变化。仪器状态包括：

- **Instrument Viewer:** 设备观察（即上图状态），点击  按钮切换
- **Method Editor:** 方法编辑，点击  按钮切换
- **Data Analysis:** 数据分析，点击  按钮切换
- **Pyris Player:** Pyris 播放器，点击  按钮切换

本教材主要针对前三种状态下的菜单进行说明（见下文）。首先介绍状态面板和控制面板，然后介绍方法编辑器的使用方法。

2.2.3 状态面板（Status Panel）

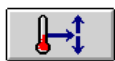
状态面板（Status Panel）由多个显示方框组成，每个方框均包含参数的名称和当前值。用户可点击下拉框切换显示的参数。当显示参数选定之后，该参数的当前值会实时显示在方框中。此外，用户还可以通过输入参数首字母快速选择显示参数。例如，您可以通过连续键入“f”在炉盖状态（Furnace Cover）、炉温（Furnace Temp）等以“f”字母开头的参数间进行切换。

状态面板共有十四个参数显示框，默认至少包含一个显示框，用户可按照下述方法改变状态面板显示框的数量：首先双击状态面板使之成为浮动窗口，然后单击选中该窗口的边界，拖动边界增加或者减少显示框的数量。每个面板的具体内容用户可以通过点击帮助按钮，然后点击相应图标进行详细阅读。

2.2.4 控制面板（Control Panel）

 “开始按钮”（Start），红色竖条位于按钮左侧。当所有准备工作完成后（如加样、方法编辑、热流稳定、重量稳定等设置）用户可以点击该按钮启动数据采集过程。此时，软件将自动切换至仪器监视窗口，按钮也变成  “停止按钮”（Stop），红色竖条位于按钮右侧。点击该按钮将停止测试过程，采集的数据将被自动保存，炉体温度按照设置速率回到设定温度。另外，上述按钮还具备联机启动的功能。如果用户在仪器处于电源关闭状态下点击“Pyris Manager”和

STA 6000 启动按钮，虽然软件已经启动，但处于未联机状态，“Start/Stop”按钮显示为。此时，如果将仪器电源打开，点击该按钮可以方便快速进行联机，同时按钮显示恢复至先前状态，省去了退出软件重新启动步骤。**注意：该按钮不具备联机断线功能，联机完成后再次点击默认切换至“开始/结束”实验功能。**



“调温按钮”（Go to Temperature）。用户通过配合使用该按钮和其下方的温度编辑框，可以令仪器快速到达指定的温度，控温速率可以在“偏好设置”（Preference）窗口中的“Go to Temp Rate”中进行设定。



“回到加样温度”（Go to Load）。将程序温度调到加样温度。加样温度（Load Temperature）可以在“Preference”窗口中设定。



“等温控制”（Hold Temperature）。不论仪器处于空闲状态还是程序控温阶段，当用户点击该按钮后仪器都将立即开始在当前温度下进行等温控制过程。



“读取样品重量”（Sample Weight）。该按钮在实验开始后变为无效状态，用户通过点击该按钮可以读取样品盘中的样品重量同时将该数值自动导入方法编辑窗口中的重量输入窗口。

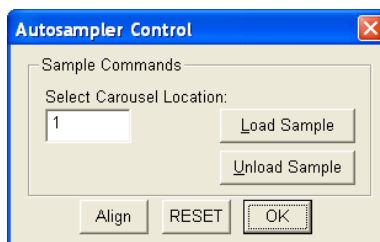


“读取零点”（Zero Weight）。该按钮在实验开始后变为无效状态，用户通过点击该选项将样品盘的重量设为零重量点。。



“自动进样器控制”（Autosampler Control）。如果用户选配了自动进样器，可通过点击该选项框进入自动进样器控制对话框（见下图）。用户在该窗口中可以控制自动进样器的载样和去样过程，也可以进行自动进样器定位校正以及恢复默认值的操作。具体校正过程参见 Pyris Help 目录。

如果仪器未配自动进样器，则该按钮处于失效状态。



“重置数据监视窗口”（Reset Monitor Button）。该命令用于清除数据观察窗口中杂乱无章的实时监控曲线。可反复使用。当仪器未开始实验时，数据监视窗口实时监控仪器基线信号，当实验开始后，数据监视窗口自动清屏并开始监视测试结果曲线。



“载气类型选择”。用户可通过该下拉框选择联机气体的类型，气体流量可在方法编辑窗口中进行设置。改变气体类型后请点击“Apply”按钮保存设置。用户可以在偏好设置窗口中对载气类型以及对应的进气口进行修改。

2.2.5 方法编辑器（Method Editor）

“实验方法”是指决定分析仪器采用何种程序控温参数进行数据采集，方法编辑器（Method Editor）是制定实验方法的工具。Pyris 软件中有预设有默认的方法文件（默认的存放路径为 C:\Program Files\Pyris\Methods）。用户可以在默认方法中进行参数修改，设置成为新的默认方法文件。用户通过点击按钮进入方法编辑界面。在方法编辑状态下，用户可以编辑新的方法文件，也可以打开一个已经存在的方法文件。方法编辑界面共有四个选项卡，从左到右依次为样品信息设置页面（Sample Info），初始状态设置页面（Initial State），程序控温设置页面（Program）以及程序预览页面（View Program）。

1. 样品信息页面（Sample Info）

样品信息页面中，部分参数可以选择性的进行设置，甚至不用设置。为了便于用户管理数据，我们建议尽量完成所有的参数和文字的输入。

实验信息标签栏

- 样品名称 (Sample ID)：最长可输入 512 个字符，用于对样品进行标示（可选）；
- 操作员名字 (Operator ID)：最长可输入 512 个字符，用于对操作员进行标示（可选）；
- 评述 (Comment)：最长可输入 512 个字符，用于对实验目的和样品信息等进行描述（可选）。

样品重量标签栏

- 重量零点 (Zero)：该选项为样品盘重量值（皮重），将该值作为重量零点位置，用户可以通过点击控制面板中的“读取零点”按钮来获得零位值，软件会自动将称量值导入输入框中（必填项）。用户也可以自行设置一个重量零点值；
- 样品重量 (Weight)：输入以 mg 为单位的样品重量，默认为 1.000 mg。用户可以通过点击位于控制面板中的“读取样品重量”按钮自动将称量值导入该输入框中（必填项）。

数据保存标签栏

- 文件名 (File Name)：用于输入保存数据的文件名。Pyris 软件默认的文件名为 QSAVE.xxD，用户可以在“偏好设置窗口”中改变显示的默认文件名。在输入文件名时有如下诀窍供用户参考：如果您按如下格式输入文件名，则软件会按实验先后顺序自动填写文件名，输入<指定文件名>####，自动为<指定文件名>001、<指定文件名>002……，该方法在使用自动进样器时非常有用；如果您调用方法后未采用上述格式的文件名同时不改变文件名时，软件将在指定文件名后加上@YYMMDDHHMMSS.xxD 以区别原有文件，其中 YY 为年份，MM 为月份，DD 为日期，HH 为小时，MM 为分钟，SS 为秒钟，.xxD 中的 xx 为仪器特征字母，D 代表 data。
- 浏览 (Browse)：如果用户打算改变数据保存位置，可以通过点击该选项打开浏览对话框；
- 路径 (Directory)：该选项允许用户改变数据的保存路径。

2. 初始状态页面 (Initial State)

用户可在初始状态页面中设置数据采集前 STA 6000 仪器的动作和事件。例如，通过设置允许仪器在测试开始后自动判断特征信号是否稳定，是否需要进行气体切换等动作。换句话说，该页面主要是为了提高实验的自动化程度设计的，仪器必须在完成用户的设定条件或满足某种判据后才能开始数据采集过程。另外，该页面还允许用户设定程序控温的起始值以及是否需要扣除基线。如果选择了扣除基线功能，“Brown”按钮将自动激活，用户需要选择所要扣除基线的名称以及存放位置。该功能允许仪器在运行实验过程中自动扣除所选择基线数据。建议用户尽量选择实测的基线数据来运行基线扣除实验。当用户在“Pre-Run Actions”界面的空白区域单击鼠标右键时，会跳出下图所示的“预动作”（Pre-Run Action）选项快捷菜单。下面将对各选项进行逐一说明：

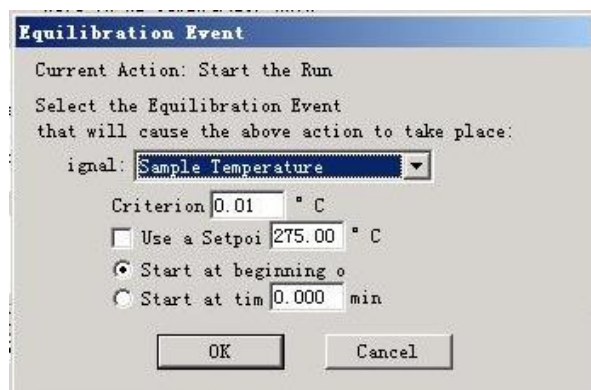


- 添加一个动作（Add an Action）：将跳出两个选项供用户选择：“运行实验”（Start Run）和“切换气体”（Switch Gases）。如果用户选择“Start Run”，则进入下面的对话框：



用户可以在该对话框中选择仪器运行实验的先决条件：

→ “A Signal Equilibrates” 表示先决条件为某个信号必须达到平衡，选择后会弹出信号平衡的判据对话框：

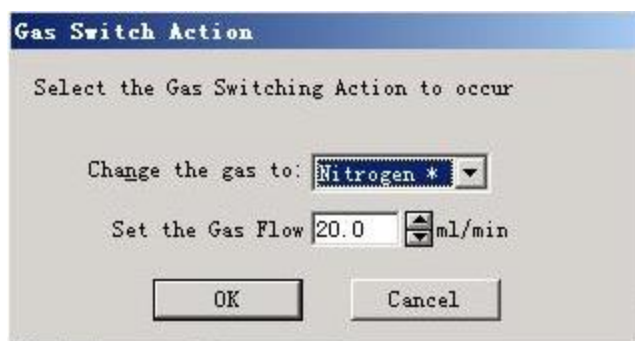


用户可在上述对话框中选择以样品温度（Sample Temperature）或以程序温度值（Program Temperature）等作为判据信号。在 Criterion 中输入判断标准的正负偏差值。如果选择了“Use a Setpoint”选项，代表在该温度下进行正负偏差的判断。否则，程序默认以实验开始时间来判断运行起点，可以从头计时，也可以从开始一段时间后作为运行起点。

→ “A Specified Time is Reached” 指定点击开始后的时间作为运行实验的先决条件。

→ “Action Occurs Immediately” 则代表点击开始后立即运行实验，没有任何先决条件。

如果在添加动作选项中选择了“Switch Gases”，仪器将以气体切换作为运行实验的先决条件。其中包括气体的种类和流量的选择，如下图所示：



下拉列表中可供选择的气体有氮气、氧气、氦气、氩气、空气、混合气一和混合气二等。选择 OK 后同样会弹出平衡判据对话框，用于确定气体转换的条件。

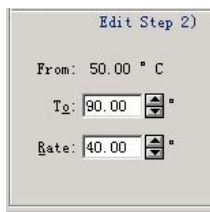
- 添加一个事件（Add an Event）：可供选择的方案同样包括“A Signal Equilibrates”；“A Specified Time is reached”；“Action occurs Immediately”三项。
- 编辑条目（Edit an Item）：高亮选中任意条目，然后对当前条目进行修改。
- 删除条目（Delete an Item）：删除当前选中条目。
- 改变条目（Change an Item）：改变当前选中条目。
- 展开所有条目（Expand All Items）：用于展开所有条目，也可以双击鼠标实现部分展开。
- 合拢所有条目（Collapse All Items）：用于合拢所有条目。

3. 程序设置页面（Program）

该页面的内容随高亮度方法步骤（Method Steps）的不同而稍有变化。在“Method Steps”列表中，显示的是温度程序。如果用户在“Initial State”窗口未更改初始温度，用户可以在该页面更改。右边一排按钮是实现对温度程序的修改，包括添加步骤（Add a Step）、插入步骤（Insert a Step）、删除条目（Delete Item）、增加动作（Add Action）、增加事件（Add Event）和结束条件（End Condition）。对于每一个步骤，可以在页左下角改变步骤的具体参数。对于每一个步骤，用户还可以在“Detail”中对步骤的具体内容和目的等进行简短描述。

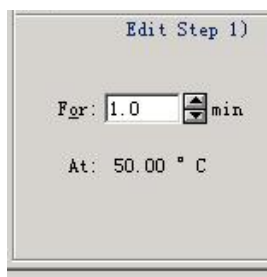
用户可以在“Data Sampling Options”选项中改变每个步骤的取点密度。可以直接规定数据点的数量“Number of Points”；也可以规定每秒采集点数“Seconds between Points”。默认情况下，方法列表中仅有一步等温程序，等温时间为 1 min。按下“Add a Step”按钮，会弹出对话框，具体内容如下所述：

→ “Temperature Scan”：温度扫描程序，可以进行升温和降温扫描（设定初始温度低于结束温度则认为升温过程，反之为降温过程）。结束温度和扫描速率在左下角的编辑控件里修改，如下所示（截取自页面左下角）：



其中的“From”温度和上一步的结束温度或用户定义的初始温度有关。“To”表示扫描的终点。“Rate”是扫描速率。如果“To”的温度比“From”的温度高，则进行的是升温扫描，否则进行降温过程。

→ “Isothermal”：等温温度程序，等温时间可以修改，如下图所示。



→ “Repeat Steps”：重复步骤。可以选择一步重复，也可以选择几个连续的步骤作为重复单元。

按下“Insert a Step”按钮，弹出的对话框和按下“Add a Step”弹出的对话框完全相同。区别是前者是在高亮度显示条目前端加入步骤，而后者是加在后端。

“Delete Item”可用于删除当前步骤。通常情况下，如果程序步骤前后关联，则软件会提示用户不能删除该步骤。这里用“Item”而不用“Step”的原因是当前的方法步骤中还可能有关动作（Action）和事件（Event）。

点击“Add Action”按钮，会给出如下三个选项：



“Switch Gases”：切换气体。点击 OK 后会出现气体选择对话框，用户可以选择气体的种类和流量，然后会弹出对话框，提示用户确定气体切换动作发生的条件：

- A Signal Equilibrates: 信号平衡判据，同前；
- A Signal Crosses a Boundary: 信号超过某一边界条件判据；
- A Specified Time is Reached: 直接规定多长时间后切换气体；
- Action Occurs Immediately: 立即进行气体切换；

“Stop Run”：终止数据采集。选择后会弹出对话框，提示用户确定数据采集终止的条件，同上面 4 条。

“Next Program Step”：进入下一个程序步骤。

“Add Event”是添加事件的命令。仅当“Add Action”动作添加后自动激活，处于可点击状态。

“End Condition”：仪器结束动作。该选项允许用户设定仪器实验结束后的自动运行动作。例如，用户可以选择实验结束后回到加样温度（Go To Load Temp）、可以选择在实验结束温度等温（Hold）或者回到指定的温度值（Go To）等等。修改后必须点击“Done”才能令仪器接受改变值。

4. 程序预览页面（View Program）

用户可以在此页面中对所有的温度程序、步骤等进行复查，如有不妥之处，立即返回修改。

第三章 STA 6000 仪器校正

几乎所有的热分析仪器，使用前都要进行校正，STA 6000 也不例外。以温度校正为例，STA 6000 实验多数是在非平衡态，即等速升温的动态条件下进行，在炉子的介质空间-试样容器-试样之间会形成温度梯度。另外，由于仪器结构的限制，测温元件通常不与试样直接接触，即使对同一转变（或反应），温度测定也会因仪器、实验条件而异。温度校正的目的正是校正仪器的指示温度等于试样的真实温度。校正要采用转变温度和转变焓已知的标准物质（称为标样），选取的基本原则是：化学惰性，存储或升温过程中不发生变化，不与试样皿发生反应，材料易得，如商品（化学纯或分析纯）化学试剂和高纯度金属，所取特征转变温度足够明显、分立和重复。

STA 6000 仪器提供两种校正方法：一种是 **CD 光盘导入式校正**（某些校正项可以通过随机 CD 光盘导入实现校正），另一种是**手动校正**（Manually Calibration）。STA 6000 仪器校正项包括：重量校正、传感器校正、DTA 基线优化、温度校正以及热流校正。用户采用 CD 光盘导入式校正方式可以跳过传感器校正、温度校正以及热流校正，但是重量必须重新进行校正。在该模式下，用户运行重量校正后，软件不会将传感器、温度或者热流校正项重置。具体的步骤如下所述：

● CD 光盘导入式校正步骤

1. 将随机自带校正光盘中的校正文件拷贝至 Pyris > Calibration folder 文件夹下；
2. 点击工具栏中的 Calibrate > Calibrate Instrument 选项进入仪器校正界面，跳出的对话框显示了仪器当前的校正状态；
3. 点击工具栏中的 File > Open > select CD calibration file > Open 选项将拷贝的校正文件导入到仪器校正对话框。此时会跳出“确认导入”的对话框，请选择 OK/Yes 导入校正参数；
4. 使用随机配带的 100 mg 标准重量对仪器的重量进行校正，具体为将标准重量置于仪器中，点击重量校正按钮，用户按照提示框完成校正过程，软件会提示用户保存重量校正参数；

5. 当所有校正完成后，用户可点击 **Finish** 按钮保存校正文件。

如果用户不想使用随机自带的温度和热流校正项，首先应该将温度项和热流项的理论值和实测值进行重置（例如：选中 **Indium** 校正项 > 点击右侧的 **Edit** 按钮 > 重置实测值 > 点击 **OK** 退出，对 **Silver** 项以及热流项采用相同的步骤进行重置），而后再将重新测试的实测值输入到相应窗口完成校正。需要注意的是用户必须点击 **Accept Values** 按钮来保存改动步骤。

● 手动校正步骤

1. 点击工具栏中的 **Calibrate > Calibrate Instrument**，打开校正页面。如果校正参数显示为默认值，则直接点击 **Start Calibration** 执行校正步骤；若校正参数为非默认值，则需要重置校正参数，具体做法有两种：导入 **Default** 文件或点击 **Restore All** 按钮；
2. 完成重置后，点击 **Next** 按钮，首先进入重量校正页面。将标准重量置于仪器中，点击 **Run Calibration** 按钮，根据提示框进行重量校正，完成后保存并点击 **Next** 按钮进入传感器校正页面；
3. 传感器校正页面中，设定温度范围为 30 °C 至 1000 °C，点击 **Run Calibration** 执行 **Sensor Calibration**，整个过程大约需要 1 hr，完成后保存并进入下一个校正窗口；
4. 请用户在 DTA 基线优化窗口中保留默认值，直接点击 **Run Calibration** 执行自动校正，完成后点击 **Next** 按钮，跳过温度校正以及热流校正页面（连续点击 **Next**），当页面出现 **Finish** 按钮时，点击该按钮保存当前校正文件，建议用户将文件名设置成为 “**Weight and Sensor Calibration + 日期**” 格式。关闭校正窗口；
5. 在方法界面中设定升温程序，采用相同的升温速率分别测定标样钢和标样银的升温 DSC 曲线，获得熔点以及焓值测定值。当测试完成后，用户可通过点击工具栏 **Calc** 下拉框中的相应选项进行熔点以及焓值的计算，记录测定值；
6. 打开校正窗口，同时点击 **Start Calibration** 按钮；
7. 连续点击 **Next** 按钮直到进入温度校正页面，用户可在该页面中添加或者删除标样的数量。选中 **Indium** 标样，然后点击位于右侧的 **Edit** 按钮，将实测的熔点值以及升温速率等信息输入到相应窗口中，点击 **OK**。同样的在 **Silver** 标样中输入相应实测值，点击 **OK**（如果页面中仅含有 **Indium**，您可以添加您要的标样进行

校正)。完成后务必点击 **Accept Values** 按钮更新校正参数，软件会提示用户热流校正将被重置，请点击 **OK**。

8. 点击 **Next** 进入热流校正页面，采用步骤 7 的方法将相应的焓值测定值等参数输入到相应窗口中并点击 **Accept Values** 按钮更新校正参数，完成后点击 **Next** 进入校正结束页面；
9. 在结束页面中，用户可以浏览每一步校正结果以及参数值，确认无误后点击 **Finish** 按钮并保存为新的校正文件。校正完毕，关闭校正窗口。

PS: 什么是样品温度校正？为何要选择金属标样的 Onset 温度作为校正点？

温度校正是指对 DSC 热流曲线的横轴（即温度轴）进行校正，即令传感器实测温度等于样品的真实温度。在温度校正中，外推起始点温度（Onset）是一个极为重要的概念，通常温度校正选取该点作为校正目标。任何一个热事件的发生都要经历一定的温度范围。以晶体的熔融为例，从开始熔融到熔融结束，一般要经历几度乃至十几度的温度范围，依试样量和实验条件而定。在这一过程中，有些点的重复性较好而有些则较差。例如，对于同一试样而言，外推起始点的温度和峰顶温度的重复性较好而起始温度和结束温度的重复性较差，如图 3 所示。所谓的外推起始温度是指峰温前端热流变化率最大的一点作切线与基线的交点对应的温度，大量实验证实，此点的温度重复性最好。尽管对于同一试样而言，峰温的重复性同样很好，但对于不同的试样量，峰温往往是不同的。图 4 中峰温 1 对应较小的试样量而峰温 2 对应较大的试样量，但外推起始温度是基本相同的，这就是为什么选取外推起始

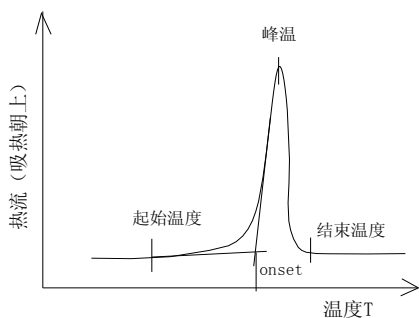


图3 熔融过程示意图

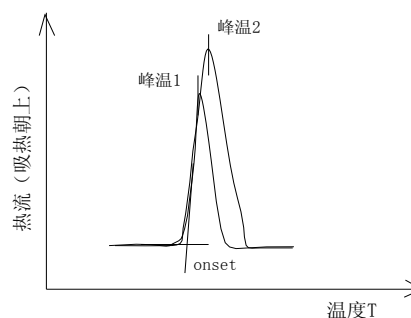


图4 峰温与外推起始温度的比较

温度进行校正的根本原因。

温度校正的操作过程是首先在仪器默认的校正状态下（校正文件为 **default**）按一定的升（降）温速率扫描标准物质，记下 **Onset** 温度和转变焓 ΔH （其中 ΔH 用于热流校正）作为测量值。然后将测量值和预期值（标准值）输入，软件会按固有算法进行计算比较，或者粗略地理解成将测量值变为预期值。对于温度校正，校正程序并未限定用户必须用两点或多点校正，如果实验允许也可采用单点校正。同样，对于校正的温度范围，完全由用户根据具体的设备型号凭经验确定。一般认为校正的温度范围越小，温度精度越高。企图用一两种标样去校正一个很大的温度范围是不合理的，为此，PE 推荐了多种标准物质供用户选择。如下表所示。

PE 推荐采用 ISO 9000 质量体系认证的标准参比物（Certified Reference Materials, CRM）进行校正。就目前文献来看，一般采用两点温度校正法，将感兴趣的温度范围落在这两点温度范围以内。例如 PE 公司推荐 STA 6000 常规温度校正选用两种高纯标样铟（Indium）和银（Silver），分别利用其熔融温度及熔融焓进行校正。

常用标样列表

标样类型	标样名称	热事件	转变温度 °C	转变焓 J g ⁻¹
常温标样	铟	熔融	156.60	28.45
	锡	熔融	231.88	60.46
	铅	熔融	327.47	23.01
	锌	熔融	419.47	108.37
	银	熔融	961.93	104.76

对于何时需要校正 STA 6000，PE 推荐的做法是：开始实验前，用标准物质检验一下，如果认为不满意，立即进行校正。这也可看成是实验的基本步骤之一。除此以外，当有下列情况之一发生时，需要重新校正：

- ✓ 操作温度范围发生变化。一般的做法是重新选用合适的标样，涵盖期望的温度

范围。

- ✓ 净化气体的类型和流量改变。STA 6000 测试对气体流量的变化非常敏感，气体流量的轻微变动就会在 DSC 曲线上产生明显的波动。而且，各种气体的导热系数相差很大（如氦气的导热系数远大于氮气）。
- ✓ 长时间未开机（一周以上）。

校正前，最好通过编制温度程序在需要校正的温度区间进行升温扫描，同时观察信号变化。对于在某一温度下出现比较明显的转折，应考虑炉子里是否有微量的遗留物，应设法清洗。否则，将严重影响校正的效果。

第四章 数据分析

数据分析是热分析实验的重要环节。同样一批数据，可以从不同的角度进行分析，得到不同的结论。分析结果也是因人而异的，有经验的用户往往可以获得满意的结果。本节将对数据分析的常用功能与技巧进行阐述，供初级用户参考。需要说明的由于 Pyris 软件是一款通用软件，其中有些功能不是为 STA 6000 设计的，而是用于其他热分析仪器（比如 TGA 或 DSC 等），不在本章的讨论之列。

由于 Pyris 软件采用了多线程技术，因此，在进行数据采集的同时还可以进行实验数据的处理分析，提高工作效率。当然，用户也可以在脱机条件下分析数据。本章将以后者为例加以说明。由于 Pyris 软件的运行是离不开密码锁的，因此脱机数据分析必须在联机电脑上进行。

首先启动“Pyris Manager”，之后会在屏幕上方出现 Pyris 任务栏（可以设为自动隐藏）。单击“Start Pyris”按钮，大约 10 秒钟后即可进入数据分析主界面，同时打开上次打开的最后一个数据文件。

4.1 工具栏

在数据分析状态下，软件默认显示如下两排工具栏：



下面分别对其功能进行说明：

 设备观察（Instrument View）。将当前窗口变为设备观察窗口，用户通过设备观察窗口可以观察正在进行的数据采集情况以及仪器空闲时的状态等。该窗口可以进行尺寸的调整、移动等，但不能被关闭。

 方法编辑器（Method Editor）。将当前窗口切换到方法编辑界面。该窗口同样不能被关闭。

 数据分析（Data Analysis）。该命令在新建数据窗口中打开一条或多条实验曲线数据，供用户分析。点击按钮后会弹出 Windows 标准文件选择对话框，默认目录是“Data”目录，用户可以在“Preference”中规定打开数据的默认目录。

 Pyris 播放器（Pyris Player）。该命令将当前窗口切换到 Pyris 播放器界面。在播放器中，用户可以定义播放列表，将常用的一系列的手工操作动作（步骤）变为在仪器的提示下完成或由仪器自动完成。包括方法编辑，数据采集、数据分析，甚至打印结果等，从而大大提高实验的自动化程度和一致性，避免操作疏漏带来的返工等诸多不便。也可以用于自动进样器的控制。

 新建（New）。在新的窗口中打开新的数据文件。在数据分析状态，该按钮的功能和数据分析按钮完全相同。在方法编辑状态，该命令是建立一个新的方法文件。相比较而言，后者更常用。

 打开文件（Open）。功能同“New”和“Data Analysis”。

 添加数据（Add Data）。在当前的数据文件窗口中添加一条或多条新的数据文件。该命令在进行数据的比较时非常有用。

 文件保存（Save）。对当前修改过的数据文件进行保存。修改内容可包括计算结果的分析与标注、曲线的平滑处理、斜率的改变、数据系列的显示选择等。

 打印（Print）。打印当前窗口中的内容。

 打印预览（Print Preview）。

 删除（Delete）。删除当前窗口中选定的内容，包括活动曲线、用户添加的文字标示等。

 拷贝（Copy）。该命令将当前活动曲线的原始坐标数据，连同曲线上的分析计算结果一起拷贝到 Windows 剪贴板。

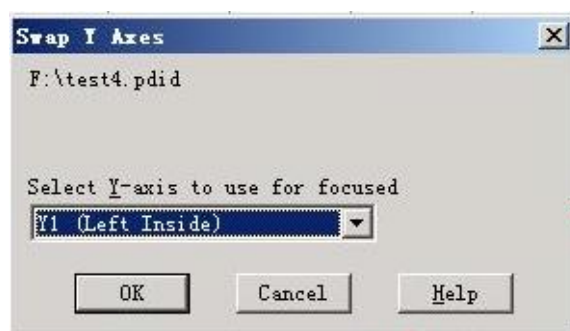
 方法显示（Method Used）。用于显示获取当前文件的方法（温度程序）。

 网格显示开关（Grid）。用于显示或关闭当前数据窗口中的网格。

 帮助（Help）。用鼠标点击后鼠标的形状就变成该按钮的形状，再在自己需要获得帮助的地方点击，就可显示帮助信息。

 显示雷达窗口（Radar Window）。关于雷达窗口的介绍见前文。

 交换 Y 轴（Swap Y）。当前数据窗口中如果有两条或两条以上单位（热流单位、比热单位、焓单位等）不同的曲线时，用户可以通过此按钮调整 Y 轴的左右顺序。点击后会出现选择对话框，如下所示：



可以在下拉列表框中选择靠左的坐标轴的单位。

 调整 X 坐标（Rescale X）。在数据分析状态和数据采集状态以及设备观察状态下，都可使用该功能，目的是根据用户的需要对 X 坐标进行适当的调整，比如规定坐标的最大值和最小值、是否采用对数显示、X 坐标的单位（是温度单位还是时间单位），对话框形式如下：

注意使用对数坐标时只能对正数进行操作。使用该命令不仅可以突出显示实验现象，而且可以美化图形。点击 **Rescale** 就可实现坐标变换并关闭窗口。

 调整 Y 坐标（Rescale Y）。同调整 X 坐标功能类似。但不能进行显示单位的选择。

 X 坐标满刻度显示（Full Scale X Axis）。让图形在 X 方向满刻度显示。



Y 坐标满刻度显示 (Full Scale Y Axis)。让图形在 Y 方向满刻度显示。



满刻度显示 (Full Scale)。让图形在 X 和 Y 方向均满刻度显示。



返回上一个显示模式 (Previous Scaling)。该命令和橡皮框功能结合使用，而不是针对以上几个坐标调整按钮的。当用橡皮框进行几级局部放大后，如果用户想回到上一级局部方法，可以使用该按钮。



对 X 坐标取对数 (Log X)。有负温度时不可以使用。



对 Y 坐标取对数 (Log Y)。有负值时不可以使用。



曲线上下平移 (Shift Curve)。可以将 DSC 热流曲线上下平移，从而方便重合曲线的比较。当该按钮变会灰时，表明该种类型的曲线不能上下平移。点击后会显示如下显示：

同时，鼠标的形状变成“十”字形，用户可以用鼠标在数据窗口中选择移动位置（可发现上面窗口中的数据同时改变），也可以在上面窗口中输入坐标。



显示图例窗口 (Legend Window)。



调整曲线斜率 (Slope)。曲线斜率的调整是数据分析中最常使用的功能之一。选择此命令后会弹出斜率调整对话框：

默认情况下，在活动曲线与数据窗口的交点出现“X”，用户可通过拖动鼠标改变斜率调整的区域。在上面的对话框中，“Align Endpoint”是一个很有用的命令，选择它可以将热流曲线的终点的热流值调成零，从而方便数据的比较。



显示图例窗口 (Legend Window)。该命令给出当前窗口中所有曲线的图例，包括曲线类型、步骤单位以及当前的活动曲线。用户还可以从图例窗口中改变当前活动曲线，这一点对于两条几乎相互重叠的曲线或多条热流曲线来说很有用，因为通过鼠标直接在数据窗口中点选可能很难实现。



标注工具（Annotate）。该命令可以在数据窗口中的任意位置标注多种风格文字内容。这对于增加数据的可读性大有好处。点选后弹出如下对话框：

在“Type text to be added”中，用户可以输入不超过 40 个字符的文本信息。如果内容多于 40 个字符，则后面的内容略去。用户可以选择多次使用该命令输入更多的内容。在“Select Rotation”中，用户可以选择文字的显示方向，比如垂直还是水平。点击“Font”按钮弹出 Windows 标准字体风格对话框，用户可以方便地选择字体、文字大小、颜色等。如果在复选框中打勾，则用户写的文本信息将不列入数据文件的一部分，而只是在重新调出曲线时随曲线一起显示。如果标注成了数据文件的一部分，文字尺寸将不再随曲线的变化而变化。对于文字的显示位置，用户在上面对话框中点“OK”后会关闭对话框，同时会出现显示文字用的矩形条，用户通过移动鼠标就可选择显示位置。如不合适，可以在文字上点击鼠标重新移动。



X 轴的时间/温度转换（Temp/Time X-Axis）。实现 X 坐标的时间单位和温度单位的相互转换。有些计算只有在横坐标是温度的情况下进行，而有些实验数据（比如等温转变）只有在横坐标是时间的情况下才能观察和计算。

4.2 菜单

- File 菜单

STA 6000 的文件类型可以分为四大类：方法文件（后缀名为.stam，默认保存路径 C:\Program Files\Pyris\Methods）、数据文件（后缀名为.stad，默认保存路径 C:\Program Files\Pyris\Data）、校正文件（后缀名为.stac，默认保存路径 C:\Program Files\Pyris\Calibrations）以及播放列表文件（后缀名为.stap，默认保存路径 C:\Program Files\Pyris\Player Lists）。用户可以在相应窗口中打开对应文件，例如在方法编辑窗口中打开方法文件，在数据处理窗口中打开数据文件，以此类推。用户每次可以选择打开一个文件，也可以选择打开多个文件。

- Edit 菜单

共有 4 项命令，**Delete** 命令用于在图形窗口中删除当前激活的曲线或者文字标示。所谓的激活曲线是在当前窗口中处于活动状态的曲线，激活曲线的方法是用鼠标左键在曲线上单击。每个窗口中只能有一条活动的曲线。**Copy** 命令是将活动曲线的横坐标和纵坐标的所有值复制到 Windows 剪贴板上。如果该曲线上还有结果标注，则一起拷贝。用户可以任意打开一个数据文件，选择 **Copy** 命令后到 Office 等软件中粘贴，考察其数据格式。

- **View 菜单**

Method Used...命令用于观察当前活动曲线的方法属性，即该曲线是用何种方法得到的。这是非常有用的命令，因为实验结束后用户往往会将当时的实验方法忘记。在进行方法编辑时所有用户输入的信息在这里都能看到，这对于数据分析很有用。在弹出的对话框中共分为 5 页：**Sample Info** 页面是样品信息描述，包括数据文件名及存放路径、实验时间、基线文件、样品质量等信息；**Initial conditions** 页面是实验的初始信息；**Calibration** 页面给出该曲线是在何种校正状态下获得的；**Validation** 页面给出该实验方法是否经过检查确认以及由谁确认；最后一项给出了实验采用的温度程序。

Results 命令用于观察当前窗口中的计算结果，主要起到观察和清除的作用。

Legend 命令弹出图例窗口，给出当前窗口中所有曲线的图例，以方便用户对曲线的分辨。可以在此窗口中点选激活不同的曲线。

Radar 命令用于显示雷达窗口，给出当前活动曲线的全貌，如果用户使用了“橡皮框”（橡皮框是一个进行图形局部放大的工具，用鼠标拖出一个包含部分曲线的矩形框，然后在框中双击鼠标，即可将该矩形连同内部的图形全窗口显示），则该窗口给出“橡皮框”在整个曲线中的位置。该命令便于用户对曲线的观察和分析。该命令在工具条上有按钮。

Grid 命令用于消除或显示图形窗口中的网格。该命令在工具条上有按钮。

Rescale Tools 用于显示或隐藏 **Rescale** 工具条。

Toolbar 用于显示或隐藏主工具条。

Status Panel 用于隐藏或显示状态面板。

Control Panel 用于显示或隐藏控制面板界面。

- Display 菜单

Rescale X, Rescale Y 这两个菜单主要实现对图形坐标的调整，比如对坐标的截取和进行坐标的放大等，满足用户分析数据的需要。

Weight %用于改变热重曲线纵坐标为失重百分比。

Log X 以及 Log Y 用于实现将坐标轴在对数坐标和线性坐标之间切换功能。

Annotate 菜单为标注工具，用于在图形中添加各种风格的文字，对实验结果进行描述，丰富图形的内容。

- Curves 菜单

该菜单主要实现对不同类型实验数据（曲线）进行显示，以确定对实验数据系列中的哪一组进行操作。

Heat Flow > Heat Flow（热流）命令用于显示激活曲线的热流信号（如果预先在方法编辑中选择了扣除基线命令，则该处显示为扣基线后的热流信号）。

Heat Flow > Baseline Heat Flow（基线热流）该命令用于显示用户激活曲线的基线热流信号。如果用户未在方法编辑中指定扣除基线文件，则显示一条热流为零的水平线。

Heat Flow > Unsubtracted Heat Flow（未扣基线热流）该命令用于显示未进行基线扣减的热流信号。如果没有预先指定基线热流文件，则该命令与 Heat Flow 命令功能相同。

Weight > Weight（样品重量）该命令用于显示样品重量随温度和时间变化曲线，如果预先在方法编辑菜单中勾选了扣除基线文件，则显示为扣基线后的失重曲线信号。

Weight > Baseline Weight（基线重量）用于显示基线失重曲线。

Weight > Unsubtracted Weight（未扣除基线重量）用于显示实测的样品失重曲线，未扣除预选的基线曲线。

Temperature > Sample Temperature（样品温度）命令用于显示程序温度下样品的温度实测曲线。通常，样品温度滞后于程序温度。滞后的多少与样品种类、样品量、净化气体的类型、热接触状况、温度等有关。

Temperature > Program Temperature（程序温度）命令用于显示程序温度曲线。

Delta T 用于显示样品与参比物之间的温差信号曲线，该信号纵坐标为 **Delta T**（单位为 $^{\circ}\text{C}$ ），横坐标为 温度或时间。

Heat flow Calibration（热流校正）显示理论的热流信号曲线，用户可以将其与实测曲线进行比较。

Enthalpy（焓值）命令用于显示激活曲线的焓值数据。当激活曲线是比热曲线时，该命令将对比热曲线进行积分，求出不同温度区间的焓值大小。在进行理论分析时该命令非常有用。

Step Select（步骤选择）如果选中该项，则用户在选择 **Heat Flow**，**Unsubtracted Heat Flow** 等命令时可以通过弹出的对话框选择不同温度程序下的热流曲线。如果不选中，则不弹出选择对话框，即不能进行步骤选择。

Endotherms Up（吸热向上）该命令如果选中，则规定热流曲线峰向上为吸热，反之为向下吸热。早期的热流型 **DSC** 规定吸热向下，而功率补偿型规定吸热向上，在 **Pyriss software 5.0** 以后的版本中已经没有如此严格的规定，完全根据用户的喜好。

Start Time At Zero（开始时间设为 0）该命令在进行多步实验时非常有用，如果以时间为横坐标，可以方便地进行曲线比较。如果选中该项，则每一个实验步骤的时间都是从 0 开始。例如，样品经历一系列的热历史之后进行等温结晶的研究，则可以很方便地用此功能将等温结晶的开始时间设为 0。

- **Math 菜单**

该菜单主要实现曲线的数学运算，比如求导运算、加减运算及求平均值等。

Derivative（求导）命令用于求当前活动曲线的一阶导数，所求结果变为当前活动曲线。该命令对于分辨微小热事件很有用。求导后，由于进行了数学运算，结果曲线可能会有一些不光滑。

Subtract（扣减）命令实现两条相同类型的曲线的减运算。

Add（相加）命令实现两条类型相同的曲线的加运算。

Average（平均值）命令用于求两条或多条相同类型曲线的平均值。

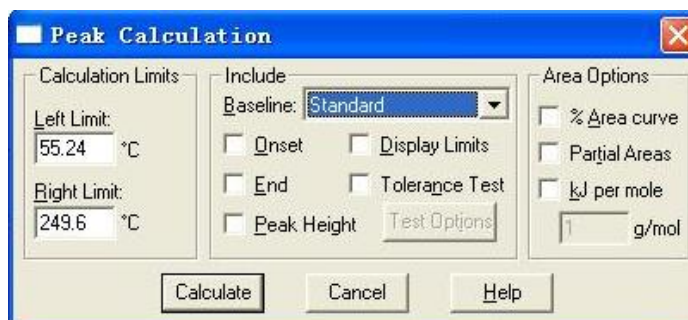
Smooth（平滑）命令用于实现不平整曲线的平滑功能。该命令主要是对进行数学运算产生的曲线的微小波动进行平滑处理。在应用于 DSC 原始数据时应非常慎重，因为可能对实验结果产生影响，得到不真实结果。

• Calc 菜单

该菜单下包括数据分析的绝大多数命令，只有很好地掌握了该菜单的功能并灵活运用，才能从实验数据中获得更多的信息。

Peak Area（峰面积）

该命令用于对激活曲线的峰面积进行计算，是用户使用的最多的命令之一。选择该命令后，会弹出以下菜单：



同时，在高亮曲线的两端会出现两个“X”，用户需要在两个“X”号之间寻找并进行与峰有关的计算。用户可以通过拖动两个“X”号来选择合适的起止限，也可以在“Peak Calculation”对话框里输入左右边界。通常前者更方便，而后者更能保证数据的一致性和精度。一般只要将整个峰包括在两个端点内即可，不要选得

太大和太小。在进行峰分析时，基线的选取对结果有很大的影响。最新版的 Pyris software 提供了如下 5 种选择方案：

- 标准基线（Standard）：将两个端点以直线相连，作为基线。在峰前后的曲线比较平直且无明显的台阶的时候使用。该种方案是经常使用的方案；
- “S”形基线（Sigmoidal）：两个端点之间不再以直线相连，而是用“S”形线相连。适用于峰前后出现台阶的情形。比如峰前后有比热的明显变化，则峰前热流和峰后热流将不在同一直线上，而是有阶跃，此时用标准基线会产生较大误差；如果用户在“Peak Calculation”对话框中选择的是“S”形基线，则点击“Calculate”按钮时还会自动生成两条源自端点的橡皮线，供用户调整。调整的原则是能代表峰前后热流的线性外推值，两个线性外推直线通常应保持平行。该种方案是经常使用的方案；
- 从右至左水平基线（Horizontal from Right）：从右端点生成一条水平线，到左端点时，如果不能相交，则用垂直线相连。该方法只在某些特殊的场合使用，因为不同的端点读出的结果相差很大；
- 从左至右水平基线（Horizontal from Left）：类似于（3），只是反方向产生水平线；
- 零基线（Horizontal at Zero）：用纵坐标为零的水平线作为基线，水平线与两个端点之间用垂线连接。通常误差较大。

除了基线的选择外，用户还可以在“Peak Calculation”对话框里选择分析结果中是否包含起始值（Onset）、结束值（End）、峰高值等，还能对读取结果是否满足公差进行设定，以及读取部分峰的面积和显示转变百分比曲线。通常后者在研究与转变份额有关的分析中非常有用。

Peak search（峰搜索）

该命令用于在用户选取的温度范围内搜索峰。选择该命令后会弹出“Peak Search”对话框，如下所示：



用户可以在该对话框中规定信号为峰的阈值（如信号高度为多少或者面积达到多少等）。由于有了橡皮框功能，因此该项命令并不经常使用，因为大多数人习惯于手工寻找峰的位置。

Onset（起始点）

该命令用于确定转变的起始点，即热流信号开始明显偏离基线的位置。偏离多少才被认为是 Onset 点由用户在弹出的对话框中规定。

Tg（玻璃化转变温度）

用于玻璃化转变过程的分析。DSC 是研究物质玻璃化转变过程的强有力工具。当物质发生玻璃化转变时，在转变前后会有比热的变化，而 DSC 对玻璃化转变的表征是通过跟踪转变过程中的比热变化实现的，因此，如果规定吸热向上，则在升温或降温扫描中出现在 DSC 热流曲线或比热曲线上向上的台阶状变化可能就是玻璃化转变过程。升温 and 降温都可以测量玻璃化转变温度，但升温过程的信号会更明显，包含的信息也更多，因此，人们习惯在升温过程中测量 Tg。

选择此项命令的前提是曲线上必须有台阶状变化。由于在许多场合，玻璃化转变的信号不是太明显，因此用户可以使用橡皮框功能分级查找。选择 Tg 命令后，会弹出“Glass Transition”对话框，用户可以选择读取的左右端点、结果中包含的内容以及读取哪一点为玻璃化转变温度等。端点可以采用手工输入的方法，也可以用鼠标直接拖动选取。选取的原则是要包括整个台阶，且端点应位于转变前后的平直的线上。

由于玻璃化转变是在一个温度跨度内发生的，因此在公布实验结果时应给出选择何点为玻璃化转变温度。有如下四种选择方法：

比热变化中点外推温度（Half Cp Extrapolated）是指对转变前后的比热信号进行线性外推到转变区域，将比热变化一半处的温度。

拐点温度（Inflection Point）指转变过程中二阶导数为零的点所对应的温度。

半宽温度（Half-Width）是指 Onset 温度和 End 温度中点的温度。Onset 温度是指转变前基线与转变过程中曲线上升沿斜率最大点处的切线的交点对应的温度，End 温度是指转变后基线与曲线下降沿斜率最小点处的切线的交点对应的温度。

假想温度（Fictive Temperature）是根据焓定义的。由于玻璃化转变前后有比热变化，因此对比热曲线进行积分获得的焓曲线会在玻璃化转变处出现转弯，即斜率发生变化，转变前后焓曲线切线的交点即假象温度。该功能主要用于玻璃体焓松弛规律的分析。通常，如果玻璃体没有经历焓松弛过程，该温度比半比热外推温度低 2~3 °C。

Step（台阶转变）

用于分析台阶状转变，用于获得特征温度和台阶高度等。在 TGA 中和 TMA/DMA 中应用较多，DSC 中不常用。

Delta X（X 差值）

计算激活曲线上两点之间的水平距离。

Delta X（Y 差值）

计算激活曲线上两点之间的垂直距离。

Even Mark（事件标记）

读取某一点的 X 和 Y 坐标。

Trigger（触发点）

该命令功能和 Onset 命令相似，用于对 Onset 事件不明显的转变起始温度进行读取。

Slope (斜率)

用于计算曲线的斜率。选择该命令后会弹出“Slope Calculation”对话框，用户可以选择曲线中感兴趣的部分进行斜率的计算。

Kinetics (动力学)

动力学计算的高级软件包，包括了等温动力学 (Isothermal Kinetics)、扫描动力学 (Scanning Kinetics) 和热重动力学 (TGA Kinetics) 分析。

DSC 扫描动力学简单易行，只要有一条热流曲线即可进行动力学分析，可求出反应热、反应常数、指前因子、活化能等动力学参数，并给出置信曲线。根据用户的需要，还可以针对不同的参数作图，以及对等温和绝热状态下的反应特征进行预测性的计算等。

DSC 等温动力学计算需要 3 条以上的等温转变热流曲线，根据 Arrhenius 关系，计算指前因子、反应级数、活化能等动力学参数。根据用户的需要，还可以针对不同的参数作图。

关于动力学软件的细节，可参见软件提供的动力学用户手册。

• Tools 菜单

该菜单下用户需要重点关注的为偏好设置窗口（位于 Tools > Preferences）。在该窗口中用户可以订制仪器的默认参数，比如载样温度，降温速率等等。

Load Temperature (载样温度)：用户可以在该窗口中改变仪器默认的载样温度，当用户点击 Go To Load 按钮后，仪器会自动将温度控制到载样温度。

Go To Temp Rate (自动控温速率)：当用户点击 Go To Load 按钮或者 Go To Temp 按钮后，仪器会按设定的控温速率到达指定温度，该速率的设置在该窗口进行操作。用户可以在 $100\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ 范围内设定默认控温速率。选择合适的自动控温速率能够大大提高实验效率。

Ordinate Filter (纵坐标滤镜)：用于实时平滑数据曲线（重量），当用户选中该项目后，仪器读取数据时间和现实在屏幕上存在 12.5 秒的滞后。

Cooling Device（冷却装置）：用户可在该窗口的下拉框中选择 STA 6000 的制冷设备，前提必须将制冷设备与仪器正确连接。

- **Window**

窗口操作，用户可根据自己的喜好改变窗口的显示方式。默认的是 **Cascade**（层叠）显示方式。也可以选择水平排列和垂直排列。对于有些窗口（比如校正窗口），默认是最大化显示，要想关闭窗口，必须先将窗口的显示模式改为 **Cascade** 后才能关闭。在 **Windows** 菜单中，还有当前打开的窗口列表，借此可以激活需要的数据窗体。

- **Help**

显示帮助文件。