

LNCS

液态氮制冷系统



Q Series™
入门指南

修订版 B
2007 年 5 月发布



©2001 - 2007 TA Instruments—Waters LLC 版权所有
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720

声明

我们确信，本手册以及用于支持本仪器的软件的相关联机帮助中所包含的材料足以满足本仪器的使用要求。如果本仪器或这些过程用于此处所述之外的用途，则必须经 TA Instruments 确认它们的适用性。否则，TA Instruments 不对任何结果进行担保，并不承担任何责任或义务。TA Instruments 仍保留修订本文档且在不事先声明的情况下进行更改的权利。

TA Instruments 享有本文档所涉及的专利权、专利应用权、商标、版权或其它知识产权。除非 TA Instrument 的书面许可协议中明确规定，否则本文档不提供任何有关这些专利、商标、版权或其它知识产权的许可。

TA Instruments Operating Software 以及 Module、Data Analysis 和 Utility Software 及其相关的手册和联机帮助是 TA Instruments 的资产，其版权归 TA Instruments 所有。我们授予购买者在其购买的模块和控制器上使用这些软件程序的许可。未经 TA Instruments 事先书面同意，购买者不得复制这些程序。每套经过许可的程序仍为 TA Instruments 的独有资产，购买者不享有除上述权利和许可之外的任何权利和许可。

重要信息：TA Instruments 手册附录

请单击以下链接，访问有关本《入门指南》的重要补充信息：

- [TA Instruments 商标](#)
- [TA Instruments 专利](#)
- [其他商标](#)
- [TA Instruments 最终用户许可协议](#)
- [TA Instruments 办事处](#)

目录

| | |
|---------------------------------|-----------|
| 重要信息: TA Instruments 手册附录 | 3 |
| 目录 | 4 |
| 注意、告诫和警告 | 6 |
| 条例符合 | 7 |
| 安全标准 | 7 |
| 电磁兼容性标准 | 7 |
| 安全 | 8 |
| 电气安全 | 8 |
| 处理液态氮 | 8 |
| 热安全 | 9 |
| 水冷凝 | 9 |
| 温度范围 | 10 |
| 第 1 章: LNCS 简介 | 11 |
| 概述 | 11 |
| 规格 | 12 |
| 组件 | 13 |
| 第 2 章: 安装 LNCS | 15 |
| 拆除包装并检查 | 15 |
| 安装 LNCS 前的准备工作 | 15 |
| 选择地点 | 15 |
| 安装接收槽 | 16 |
| 安装 LNCS | 17 |
| 安装制冷机头 | 17 |
| 连接基净化和 LNCS 净化线路 | 19 |
| 连接 LNCS 线路 | 20 |
| 第 3 章: 填充、调节、使用和维护 | 23 |
| 概述 | 23 |
| 连接和自动填充 LNCS | 24 |
| 初始自动填充 | 24 |
| 程序化的自动填充 | 25 |
| 远程填充 LNCS | 26 |
| 远程自动填充 | 26 |
| 远程手动填充 | 28 |
| 启动 LNCS | 30 |

| | |
|------------------|----|
| 调节 LNCS 系统 | 31 |
| 步骤 1: 干燥系统 | 31 |
| 步骤 2: 稳定系统 | 31 |
| 使用 LNCS | 33 |
| 开始实验 | 33 |
| LNCS 启动条件 | 33 |
| LNCS 使用指导 | 33 |
| 维护 LNCS | 35 |
| 清洁 LNCS | 35 |
| 更换保险丝 | 35 |
| 更换石墨垫圈 | 36 |
| 备用部件 | 37 |
| 索引 | 39 |

注意、告诫和警告

本手册使用“注意”、“告诫”和“警告”强调重要和关键的使用说明。

“注意”突出有关设备或过程的重要信息。



“告诫”强调必须正确地遵循某个过程，否则会损坏设备或导致数据丢失。



“警告”指出必须正确遵循某个过程，否则会危害到操作者或周围环境。

条例符合

安全标准

加拿大:

CAN/CSA-22.2 第 1010.1-92 号安全要求，适用于测量、控制和实验用的电气设备，第一部分：一般要求 + 修正案。

CAN/CSA-22.2 第 1010.2.010-94 号特定要求（适用于材料加热实验设备）+ 修正案。

欧洲经济区：（遵照 1973 年 2 月 19 日颁布的理事会条例 73/23/EEC，该条例协调各成员国有关电子设备在某些电压范围内使用的法律，使之趋于一致。）

EN61010-1：1993 年对测量、控制和实验用的电气设备的安全要求，第一部分：一般要求 + 修正案。

EN61010-2-010：1994 年对用于加热材料的实验设备的特定要求 + 修正案。

美国:

UL61010A-1 实验用电气设备的安全要求；第一部分：一般要求。

IEC 1010-2-010：1992 年对用于加热材料的实验设备的特定要求 + 修正案。

电磁兼容性标准

澳大利亚和新西兰:

AZ/NZS 2064:1997 年用于测量工业、科研和医学（ISM）射频设备电子干扰特性的限制条件和方法。

加拿大:

1998 年 3 月 7 日颁布的 ICES-001 第 3 版，设备引起干扰标准，适用于：工业、科研和医学射频生成器。

欧洲经济区：（依照欧共体理事会 1989 年 5 月 3 日关于协调各成员国电磁兼容性的法律趋于一致的指令 89/336/EEC。）

EN61326-1:1997 年对测量、控制和实验用的电气设备的电磁兼容性要求，第一部分：一般要求+修正建议（用于 A 类设备）。

美国:

联邦通信委员会（FCC）CFR Title 47 电信第 I 章第 15 部分的射频设备（关于射频发射的 FCC 规则）。

安全



告诫：建议本仪器的操作员，如果以本手册中未指定的方式使用设备，则该设备所安全提供保护措施的效果可能会有所削弱。



告诫：由于制冷附件的大小和重量，LNCS 总是应由两个人提举，以防人身伤害。



告诫：制冷机头装置包括涂层玻璃丝材料。过多使用该材料会使玻璃丝微粒散射到空气中。有关使用玻璃丝时要遵守的安全措施，请参阅 MSDS 手册。

电气安全

在执行维护或维修操作之前，必须拔掉仪器的电源插头；系统中带有高达 120/240 伏的电压。



警告：本仪器中存在高压。内部零件的维护和维修只能由 TA Instruments 或其他合格的服务人员进行。

处理液态氮

LNCS 使用低温剂（即液态氮）进行冷却。由于液态氮的温度极低 [-195°C (-319°F)]，因而它容易烧伤皮肤。使用液态氮时，请采用以下预防措施：



警告：液态氮在室温下会快速沸腾。在使用液态氮的地方，务必保持通风良好，避免空气中缺氧。

1. 戴上防护眼镜或面罩，戴上足够大的手套以便可以轻松脱掉，并系上橡胶围裙。为了额外保护，请穿上高统、结实的靴子，并将裤腿留在靴统的外面。
2. 慢速传送液体，以免对仪器引起热冲击。使用符合要求的低温容器。确保封闭容器具有排气孔以便减压。
3. 液态氮暴露在空气中时，其纯度会降低。如果容器中的液体已经暴露于空气中很长时间，则在将其用于氧含量高会造成危险的环境之前，请先分析剩余的液体。



警告： 可能导致窒息

液态氮能够迅速导致窒息而无任何预兆。

请在具有充分通风条件的环境中存储和使用。

请勿在狭窄的空间内排放液态氮制冷系统 (LNCS) 容器。

请勿进入可能存在氮气的狭窄空间中，除非该区域通风良好。

本页上的警告适用于使用液态氮的场合。在使用液态氮的场合中，有时会采用缺氧传感器。

热安全

在样品运行期间，炉子表面温度可能非常高，足以烫伤皮肤。如果在 DSC 上进行低温试验，低温也可能造成人身伤害。在运行各种实验之后，必须先将 DSC 炉子温度调回室内温度，然后才能触摸炉子内表面。



告诫：使用 LNCS 进行制冷实验过程中，LNCS 和 DSC 系统的某些表面会变得非常冷。此时，暴露的皮肤在靠近或接触冷表面时会有受伤危险。我们建议在仪器处于低温状态时不要打开 DSC 护盖，以防系统中进入湿气。不过，如果您的确需要打开 DSC 护盖并处理任何冷表面，此时请使用镊子或手套，以防受伤。

水冷凝



警告：使用 LNCS 过程中，DSC 和 LNCS 的某些表面会变冷。这些冷表面会导致冷凝，某些情况下还会结霜。凝结的水珠会落到地板上。应为此做好准备，保持地板干燥。如果未清除冷凝物，会有滑倒的危险。

温度范围



告诫：如果安装了 LNCS 制冷机头并关闭了 LNCS 电源，则炉子温度不要超过 100°C。否则可能会对制冷机头造成严重损坏。



告诫：当在 400°C 以上的温度运行恒温实验时，建议不要使用 LNCS。如果将 LNCS 在高温下使用较长时间，则会缩短 DSC 炉子加热元素的寿命。

第 1 章

LNCS 简介

概述

LNCS（液态氮制冷系统）是用于 TA Instruments 分析仪的制冷附件。可将其用于差式扫描量热仪 (DSC) Q2000/1000, Q200/100 和 Q20/10 型。

液态氮制冷系统 (LNCS) 可在到 -180°C 到 550°C 的温度范围内实现自动而连续的温度控制。为 LNCS 容罐加压以将液态氮传送到热交换器，热交换器反过来冷却炉子。

可以使用 DSC 触摸屏或通过仪器控制软件在实验室内自动填充 LNCS (如图所示)。这要求最大为 170 kPa gauge (25 psig) 的低压存储容罐距离 LNCS 1.8 米 (6 英尺) 内。有关填充的信息，请参考第 3 章。



注意：在继续进行之前，请确定您已理解并将遵照本手册的安全一节中的安全预防措施操作。

规格

表 1 中的规格适用于液态氮制冷系统。

表 1
技术规格

| | |
|------------|---|
| LNCS 液态氮容量 | 50 L |
| 大小 | 高 115 cm (45 in.)， 直径 48 cm (19 in.) |
| 电源要求 | 100–240 Vac; 47–63 Hz, 180 VA |
| 重量 | 空置时为 51 kg (113 lbs); 装满时为 87 kg (193 lbs) |
| 制冷容量 | -180°C |
| 降压 | 储罐为 90 kPa gauge (13 psig) 填充线路为 345 kPa gauge (50 psig) |
| 压力表 | 0 至 210 kPa gauge (0 至 30 psig) |
| 液态氮供给软管 | 1.8 m (6 ft) 绝缘，由 LNCS 至热交换器。 |
| 液态氮填充软管 | 1.8 m (6 ft) 绝缘，由 LNCS 至存储容罐。提供用于连接存储容罐的接头和适配器。 |
| 存储容罐 | 仅使用低压供应容罐。推荐的源压力为 140 至 170 kPa gauge (20 至 25 psig)。 |

组件

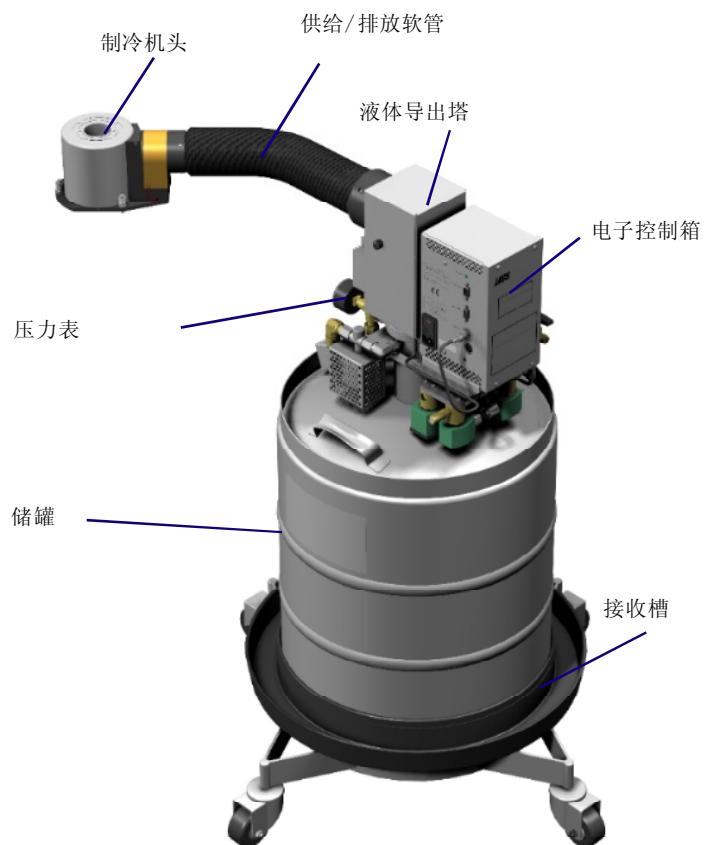
LNCS 由以下组件构成：一个 50 升储罐、液体导出塔、电子控制箱和通过长 1.8 米（6 英尺）的供给/排放软管连接到控制箱的制冷机头。请见下面的图。

储罐可以从内部或外部加压。当液面降低时，内部加压会限制制冷装置的能力（主要是温度响应性）。它还会消耗更多的液态氮，从而减少储罐的可用时间。

要获得最优性能，应首选外部加压，进行外部加压时，用户设备处的氮气源调整为 55 至 70 kPa gauge (8 至 10 psig)。LNCS 上的三通阀控制操作模式。

可以使用五个管路配件进行常规操作：

- 前两个用于连接制冷机头和供给/排放软管。它们位于液体导出塔顶部。一个配件（0.25 英寸管）用于到热交换器（在制冷机头中）的 LN₂ 供应，另一个配件（3/8 英寸管）用于从热交换器排放气体。
有关连接线路的说明，请参考第 2 章：“安装 LNCS”。
- 还有两个配件用于连接 LN₂ 存储源（该存储源用于填充），一个配件由电磁阀控制，另一个配件用于手动填充。有关使用该端口的说明，请参考第 3 章：“填充、使用、调节和维护”。
- 最后一个配件是用于外部储罐加压线路的安装点，即 55 至 70 kPa gauge (8 至 10 psig) 氮源，用于控制储罐的操作压力以将氮传送到热交换器。当自行加压可用时，可以选择使用此端口。



LNCS 的主要组件

第 2 章

安装 LNCS

拆除包装并检查

在阅读本手册时，您已经进行了部分拆除包装工作。继续拆除包装并检查 LNCS 运输箱的内容。应当保留运输储罐和包装材料直到已成功安装设备并且验证其正常运转，而且您可能希望保留它们以防需要重新包装并运输 LNCS。

如果 LNCS 在运输过程中处理不当或者有明显的损坏迹象，请立即联系运输公司，咨询有关索赔事宜。请致电 TA Instruments 以通知我们您所遇到的问题。在 TA Instruments 的授权代表修理仪器之前，切勿使用或安装附件。

如果部件丢失，请联系 TA Instruments 代表。

安装 LNCS 前的准备工作

LNCS 的安装通常与所有类型的 DSC 仪器的安装相同。



警告：填充 LNCS 之前，阅读处理低温材料的安全预防措施（在本手册有关安全的一节中）。无论何时处理液态氮，都要戴上防护眼镜或面罩，并戴上足够大的手套以便可以轻松脱掉。



警告：在开始任何服务或维修工作之前，仪器的电源必须关掉，而且必须拔掉电源线。

选择地点

由于使用 LNCS 的实验的灵敏度问题，选择地点至关重要，原则如下，有关更多详细信息，请参阅《DSC Q Series 入门指南》。LNCS 应该：

- 在 . . . 可以控制温度的区域。
 - . . . 清洁的环境。
 - . . . 仪器周围具有足够的工作和通风空间。
(有关附件的尺寸，请参考第 1 章的技术规格。)
- 靠近 . . . 电源插座 (100–240 Vac, 50 或 60 Hz)。
 - . . . TA Instruments 热分析控制器和 DSC。

远离

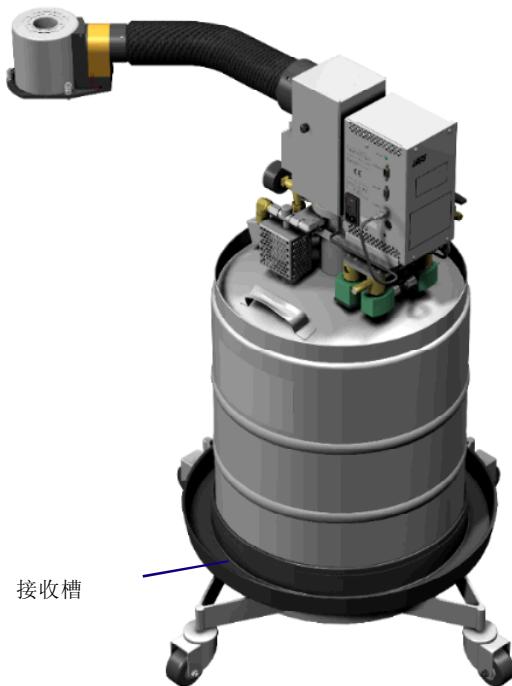
- ... 多灰尘的环境。
- ... 直射的阳光。
- ... 直接的通风（风扇、通风道）。
- ... 通风不好的区域。

安装接收槽

在液态氮制冷系统 (LNCS) 的正常使用中，会形成冰和霜。接收槽专用于在冰和霜溶化时，防止水滴落到地板上，避免潜在危险。

接收槽安装步骤如下：

1. 在黄铜配件上使用 5/8 英寸扳手，将塑料阀固定在配件中，直到拧紧为止，阀柄朝外。
2. 使接收槽在储罐上方向下滑动。尽可能将接收槽沿储罐下移，如右图所示。
3. 使用模制的嘴子作为对齐标准，将不锈钢夹具放在接收槽的内边缘。使用螺丝刀拧紧夹具，使接收槽和储罐之间密封。不要将夹具拧得太紧。
4. 定期清空接收槽，可以打开排水阀，将水排到适当容器，或者用软管连接到排水阀，然后将水排到地面排水管或较大的容器中。



告诫：手动填充操作中，不要将 LNCS 储罐填充过满，否则会引起液态氮溅入接收槽。过量的 LN₂ 将使接收槽变得易碎。

安装 LNCS

LNCS 用于 DSC Q2000/1000 或 Q200/100 时的安装方法完全相同。本节提供了可用于在两种 DSC 仪器的任何一种上安装 LNCS 的说明。

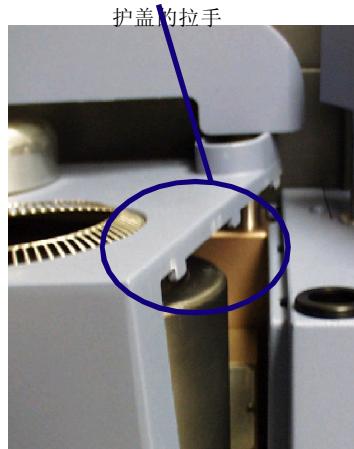
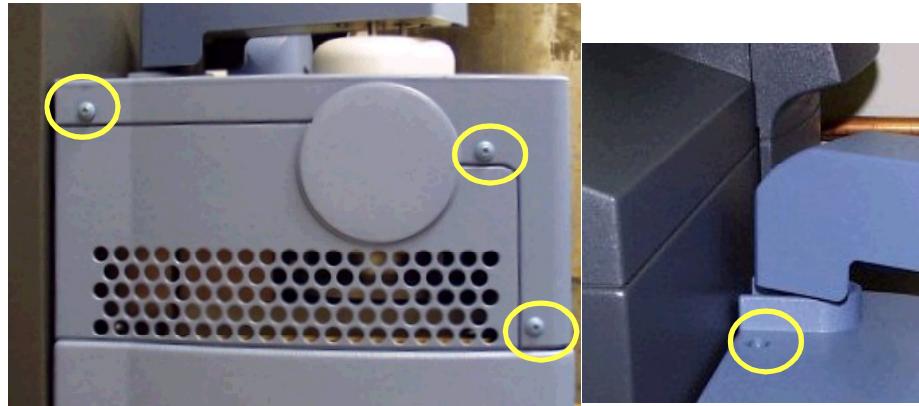


告诫：如果液态氮源压力高于 170 kPa gauge (25 psig)，那么需要添加压力调节器来确保传递到 LNCS 传送线路的压力不大于 25 psig。如不能成功限压，会引起填充电磁阀损坏、填充时间过长、并使安全减压阀启动。

安装制冷机头

根据下面的说明在 DSC 上安装制冷机头：

1. 拆卸 DSC 护盖。在仪器控制软件上选择**控制/盖子/打开**功能，使自动加盖装置从 Q200/100 或 Q2000/1000 炉子中升高，并使它移出原位置。
2. 拉出该装置护盖侧面的插头以拆卸它。然后拆卸将炉子护盖固定到该装置护盖上的螺钉（请参见右图）。侧面 (Q2000/1000) 有三个螺钉，上面有一个螺钉。保存好这些螺钉。
3. 如果您的仪器安装了自动进样器，则举起护盖以放开拉手，向您的方向拉护盖以将其完全拆卸（如左下图所示）。



如果您未安装自动进样器，则必须拆卸其他螺钉来松开护盖。然后向您的方向拉护盖以将其完全拆卸。炉子将完全揭开，如下页的图中所示。

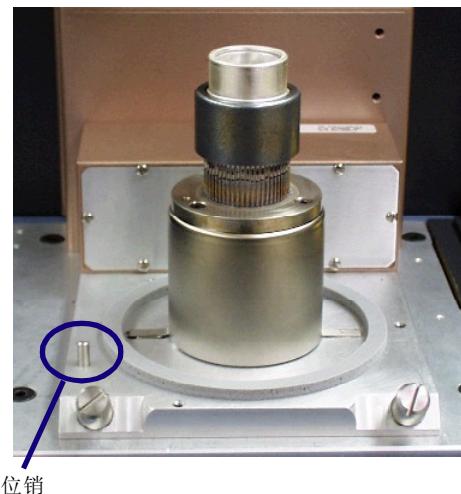
4. 如果热交换器软管已连接到 LNCS 储罐，那么在 DSC 炉子上安装制冷机头之前，您需要松开供应和排放配件。如果需要任何指导，请参考“连接 LNCS 线路”。这样会使得软管在下面的步骤中定位制冷机头时可以自由转动。

- 对齐炉子底座上的销（如图所示）和 LNCS 制冷机头底座中的相应插槽。在炉子上小心降低机头，并确保它完全到位。
- 从附件工具箱中拿出 3/32 英寸长的六角形 (Allen) 扳手。
- 在固定制冷机头时，用扳手尖端插入 LNCS 三个外加螺钉中的任何一个（请见下面的图）。但是，不要完全拧紧螺钉。



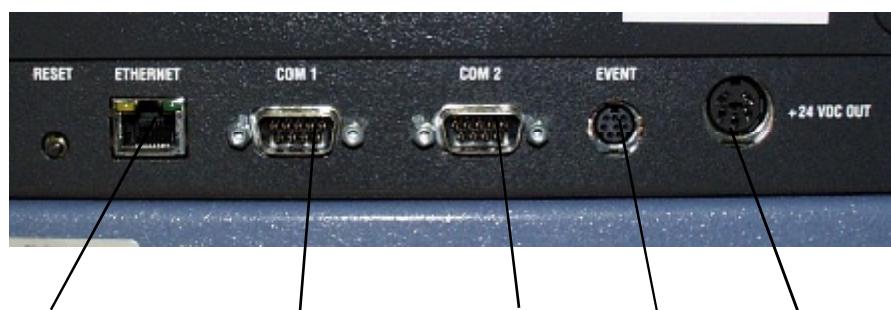
安装制冷机头

- 如果您在步骤 4 中已松开供应和排放配件，以使软管可自由转动，那么现在请重新拧紧这些配件。
- 如果需要，检查自动加盖装置是否对齐并进行调整。
有关此步骤，请参阅《DSC Q Series 入门指南》第 3 章“对齐自动加盖装置”。
- 根据下一页的说明来连接炉子基净化线路和制冷气体 (LNCS 净化) 线路。



定位销

- 对于其他两个外加螺钉，重复执行步骤 7。在将每个螺钉拧动一遍之后，返回并重新拧紧所有的三个螺钉，直到认为其肩部接触底部为止。不要拧得太紧。
- 将护盖在炉子上滑回来，并重上原先已拆除的螺钉。
- 进到 LNCS 的背面和仪器的背面。
- 找到互连电缆。将电缆的一端插入 LNCS 上的 15 针 D 仪器连接器中。将电缆的另一端插入 DSC 仪器后面标为 COM2 的端口中（如下图所示）。
- 确保不要将较大的软管严重弯曲。它在仪器和 LNCS 之间应稍微有点弯曲。



在 DSC 左后部的五个端口

连接基净化和 LNCS 净化线路

在使用液态氮制冷系统 (LNCS) 时，除了标准的 DSC 炉子净化方法之外，还需要两种其他的净化方法。其中的一种净化方法是基净化，可用来持续地净化炉子底座。另一种方法是 LNCS 净化，在使用自动进样器控制 (Q1000为标配，Q100为选配) 装入/卸载样品或调节炉子的期间，而炉子处于打开状态时，可用来自动净化 LNCS 制冷机头内部。按照下面的说明连接这些净化设备的线路。

1. 找到基净化端口。它是仪器右后方的四个端口之一（如下图所示）。



DSC 右后面的四个端口

2. 确保气体源的压力保持在 140 kPa gauge (20 psig) 的标准以内。建议使用干燥的氮气。
3. 使用外径为 1/8 in 的管道将气体源连接到基净化端口。建议使用 Teflon® TFE 线路。仪器的管口将对流速 (300 至 350 mL/min) 进行自动调节，以便正常操作。
4. 找到位于仪器右后侧的“制冷气”端口（如上图所示）。并将 LNCS 净化连接到该端口。
5. 确保 LNCS 净化气体源的压力仍然保持在 140 kPa gauge (20 psig) 的标准以内。并且应该使用干燥的氮气。

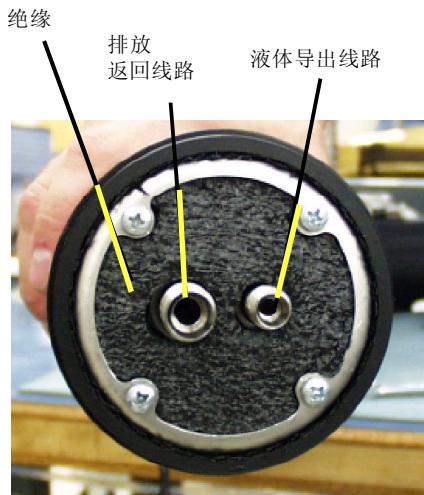
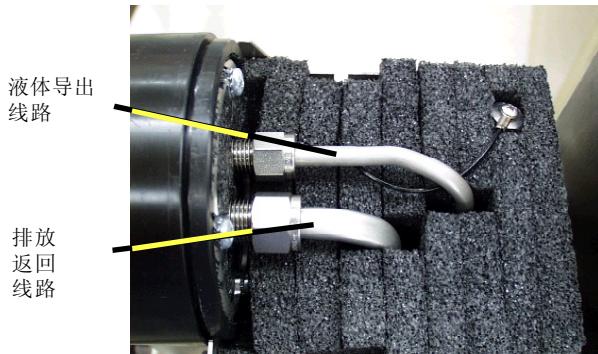
注意：既然基净化和 LNCS 净化都可能处于环境温度下，那么所用的气体应该是干燥的。建议所用气体中氮气含量要达到 99.999%。

6. 使用外径为 1/4 in 的管道将气体源连接到 DSC 仪器后面的 LNCS 净化的制冷气端口。建议使用 Teflon® TFE 管道。通过 Advantage Q Series™ 软件自动调节的电磁阀可以确定 LNCS 净化启动的时间。仪器的管口将对流速 (300 至 350 mL/min) 进行自动调节，以便正常操作。

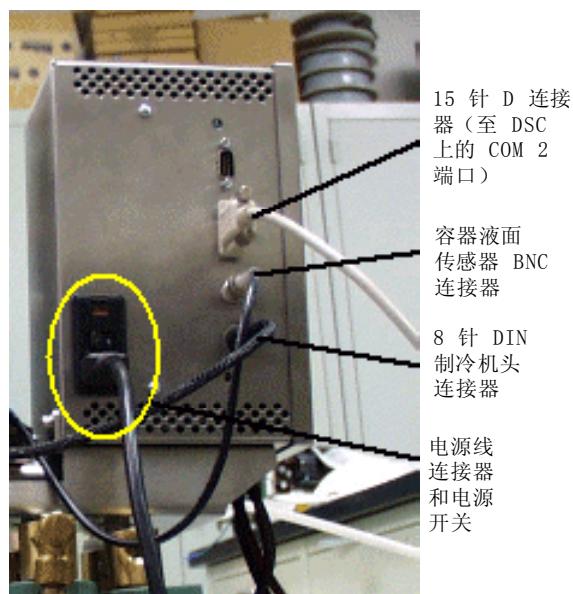
连接 LNCS 线路

在 DSC 炉子上安装制冷机头（也称为热交换器）之后，根据说明连接供给和排放线路：

1. 松开液体导出塔的顶部护盖两侧的外加螺钉。将护盖直接向上拉出以将其卸下。
2. 拿出 1.8-m (6 英尺) 长供给软管及其连接的制冷机头。制冷机头的另一端是要连接到 LNCS 液体导出塔的两条线路。下图显示了要连接的两条线路。
3. 如下图所示，使用 9/16 英寸扳手将较小的液体供应线路连接到较小的配件。
4. 如下图所示，使用 11/16 英寸扳手将较大的排放返回线路连接到其他配件。



5. 重上液体导出塔上的顶护盖。
6. 拧紧护盖侧面的外加螺钉直到其底部朝外（用手指拧紧）。
7. 将8 针 DIN 制冷机头连接器连接到 LNCS 电子控制箱后面的端口。有关连接器的位置，请参考右图。
8. 如果容器液面 BNC 连接器尚未就位，将其从液体导出塔连接到电子控制箱。
9. 将 15 针 D 连接器电缆连接到 LNCS 电子控制箱上的仪器端口。另一端连接到 DSC 后面的 COM 2 端口。



LNCS 电气连接

注意：带有〈HAR〉标记（协调的）的电源电缆符合欧洲经济区国内安装标准。

10. 将电源线两端分别插入电子控制箱和电源插座。
11. 将 LNCS 电子控制箱后面的电源开关打开。
12. 如果要对 LNCS 进行外部加压，则按照右图所示，将氮气存储源连接到氮气供应线路。
13. 将黑色手柄向左旋转（向氮气源线路方向）以进行外部储罐加压（请参见右图）。供应线路，50 至 70 kPa gauge (8 至 10 psig) 氮气源，用来控制储罐的操作压力，以迫使 LN₂ 进入热交换器。



**警告：不要使用压缩气体对 LNCS 加压。
储罐内会累积大量液态氧，对安全造成威胁。**



设置外部加压



如果要使用内部储罐加压，则将黑色手柄向右旋转，如右图所示。无需连接供应线路。

现在您已做好填充液态氮制冷系统的准备。根据下一章的说明进行。

设置内部加压

第 3 章

填充、调节、使用和维护

概述

液态氮制冷系统 (LNCS) 必须从液态氮存储容罐进行填充。基本上有两种方法可用：

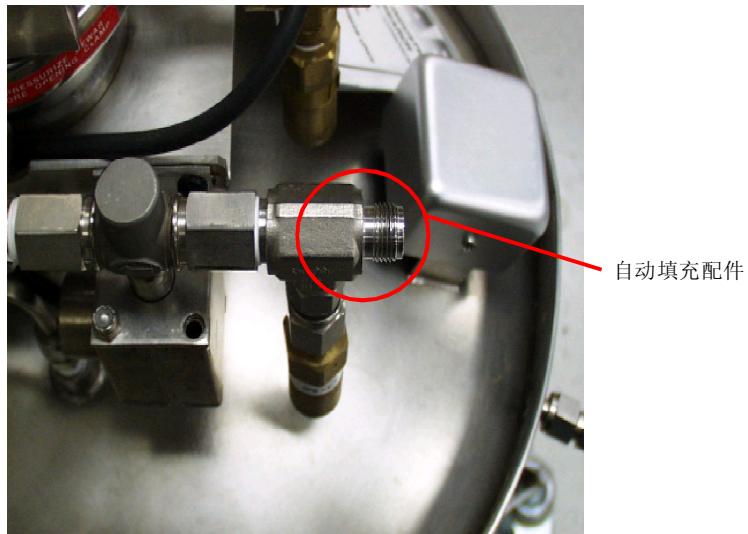
- 自动填充指从任何源对 LNCS 进行自动填充，既可以从离设备很近的存储容罐进行本地填充，也可以从远离实验室的地方进行远程填充。本地自动填充是填充容器的最方便的方法。自动填充将使用 DSC 仪器控制软件所控制的功能。如果有电源可用来运行设备，也可以从远程执行自动填充操作。
- 手动填充是在没有电源允许进行自动填充的情况下必须使用的方法。在无法获得电源的远程位置，经常要进行手动填充。

本章将讨论用于填充 LNCS 的不同方法，以及与调整、使用和维护 LNCS 有关的信息。

连接和自动填充 LNCS

要使用本地填充功能，您首先需要按如下指导将制冷附件连接到液氮存储源，然后填充存储容罐。在初始填充之后，您可以设置软件以便在实验完成后自动填充 LNCS。

1. 将低压存储源放置在距离 LNCS 足够近的地方（在 1.8 m (6 ft) 的范围内），以使自动填充传送管可以方便地连接源和 LNCS。同样，LNCS 和仪器也需要靠近以允许使用 1.8-m (6-ft) 的传送软管进行连接。
2. 按如下步骤连接 LNCS 以进行自动填充：
 - a. 将传送管连接到 LNCS 自动填充配件（如右图所示）。
 - b. 使用接头和适配器配件（在附件工具箱中提供）将传送管的另一端连接到存储容器。
3. 如果尚未安装制冷机头，则按照第 2 章的说明，在 DSC 上安装制冷机头。制冷机头必须固定在炉子上，而且在填充 LNCS 之前，炉子必须可操作。
4. 为 LNCS 和仪器通电。
5. 在开始实验之前，按照下一节“初始自动填充”的说明，用液态氮填充存储容罐。



初始自动填充

必须填充 LNCS 之后，才能对 DSC Q Series™ 仪器执行制冷实验。根据本节的说明填充 LNCS。

使用 Thermal Advantage Q Series Explorer 连接到需要的仪器。从仪器控制主菜单选择**控制/LNCS/填充**。将对 LNCS 进行自动填充。

当储罐已满、存储容罐为空，或 LNCS 储罐压力持续一分钟以上低于 1 psig 时，自动填充将停止。一旦储罐已进行了初始填充，您就可以按照下一节的说明来设置程序化的自动填充。

程序化的自动填充

“自动”也指在两次运行实验之间从存储容罐对 LNCS 进行自动重新填充。本节讲述如何设置 LNCS 和连接的仪器以允许进行自动填充。

Q Series 仪器自动控制 LNCS，后者可调节压力以向制冷机头供应液态氮。

要在 Q Series 仪器的实验完成之后，向 LNCS 自动重新填充液态氮，请访问工具/仪器首选项/DSC 页面，选择 **LNCS 自动填充如果低于**，然后输入期望百分比。

注意：通常从靠近设备的存储容罐填充 LNCS。如果您需要从远程存储源（即，存储源不位于设备附近）向 LNCS 储罐填充液态氮，请遵循下一页开始处的说明。

远程填充 LNCS

如果有电源可用来运行设备，则可以进行远程（远离控制器和仪器）自动填充操作。按下电子控制箱侧面的填充按钮 3 秒钟或更长时间，将会启动自动填充。如果按下此按钮少于 3 秒钟，则将重新设置 LNCS。

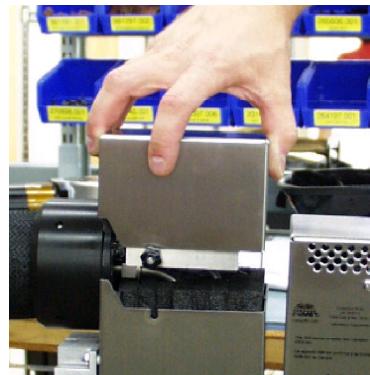
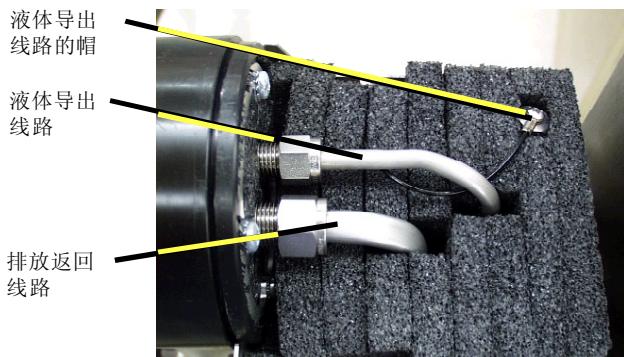
如果在远程填充位置没有电源可用，则可以手动填充 LNCS。

本节介绍了自动和手动远程填充方法。

远程自动填充

根据本节的说明在远程自动填充 LNCS。

1. 关闭 LNCS 的电源。
2. 松开液体导出塔的顶部护盖两侧的外加螺钉。将护盖直接向上拉出以将其卸下，如右图所示。
3. 使用 9/16 英寸扳手将较小的液体导出线路从其配件上卸下，如下图所示。



4. 使用 11/16 英寸扳手将较大的排放返回线路从余下的配件中卸下，如上图所示。
5. 将供给软管从液体导出塔上拉下。位于塔内顶部的是液体导出线路的盖（如左上图所示）。从塔绝缘层上卸下盖及其连接的线。
6. 将盖固定在液体导出线路上。请参见右图。





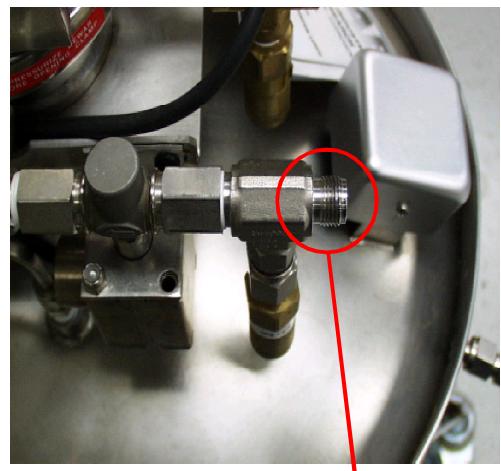
警告: 如果供给软管已从 LNCS 上取下, 则液体供应线路上的配件必须盖上盖 (请参见步骤 5 和 6), 以防止液态氮在填充过程中从配件中喷射出来。

7. 断开氮气供应线路 (如果已连接)。
8. 断开 LNCS 处的 15 针 D 连接器电缆。从电子控制箱断开 8 针 DIN 制冷机头连接器。
9. 拔下电源线的电源插头, 但仍使其连接到 LNCS。
10. 将 LNCS 滚动到存储源的位置, 并将电源线插入最近的电源插座。打开电源开关。
11. 确保要用于填充 LNCS 的存储源是低压 (最高为 25 psi) 容器。
12. 将传送软管由存储源连接到自动填充配件, 如图所示。
13. 打开存储源上的阀。
14. 按下 LNCS 控制箱上的“填充”按钮 (如左图所示) 并按住 3 秒钟以启动自动填充。当储罐已满时, 填充将自动停止。



填充按钮

注意: 填充过程中, 冷气将从 LNCS 排气孔排出。因液面而异, 填充过程通常需要 15 到 40 分钟的时间。



自动填充
配件

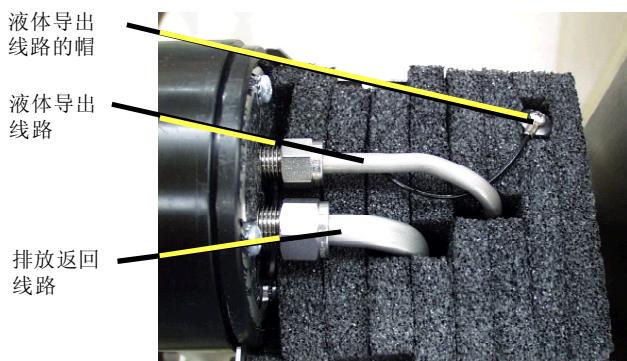
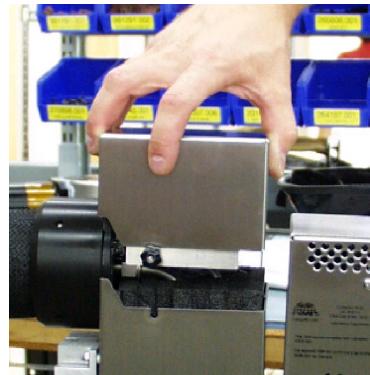
注意: 传送液态氮的过程中, 在管路、LNCS 部件及存储容罐上会形成霜。

15. 自动填充完成后, 要留出足够的时间使传送管路上遗留的液体蒸发掉。
16. 关闭液氮存储容罐上的阀, 并立刻断开连接到存储源的传送管路。
17. 断开连接到 LNCS 自动填充阀的传送软管, 关闭电源开关并拔下电源线的电源插头。
18. 将 LNCS 放回到分析仪器附近的位置, 并重复步骤 1 到 9, 重新连接制冷附件。

远程手动填充

根据本节的说明在远程位置手动填充 LNCS:

1. 关闭 LNCS 的电源。
2. 松开液体导出塔的顶部护盖两侧的外加螺钉。将护盖直接向上拉出以将其卸下，如右图所示。
3. 使用 9/16 英寸扳手将较小的液体导出线路从其配件上卸下，如下图所示。



4. 使用 11/16 英寸扳手将较大的排放返回线路从余下的配件中卸下，如上图所示。
5. 将供给软管从液体导出塔上拉下。
6. 在塔内顶部找到液体导出线路的盖（如左上图所示）。从塔绝缘层上卸下盖及其连接的线。
7. 将盖固定在液体导出线路上。请参见右图。



警告：如果供给软管已从 LNCS 上取下，则液体供应线路上的配件必须盖上盖（请参见步骤 5、6 和 7），以防止液态氮在填充过程中从配件中喷射出来。



8. 断开氮气供应线路（如果已连接）。
9. 断开 LNCS 处的 15 针 D 连接器电缆。从电子控制箱断开 8 针 DIN 制冷机头连接器。

10. 拔下电源插头，并从 LNCS 上断开电源线。
11. 将 LNCS 滚动到存储源的位置。
12. 确保要用于填充 LNCS 的存储源是低压（最高为 25 psi）容器。
13. 使用 11/16 英寸扳手，从手动填充配件上卸下盖（如右图所示）。在存储源和手动填充配件之间连接传送软管。
14. 将储罐放在天平（如果有的话）上，以便通过监测重量来确定何时储罐已满。
15. 打开存储源上的阀，并使其保持打开状态直到储罐达到填充重量 87 kg (193 lbs)。



警告：如果填充过程中液态氮开始从排气孔溅出，则立即关闭存储源上的阀以停止填充过程。动作必须迅速，以防止对设备造成冷冻损坏。

注意：填充过程中，冷气将从 LNCS 排气孔排出。因液面而异，填充过程通常需要 15 到 40 分钟的时间。

注意：传送液态氮的过程中，在管路、LNCS 部件及存储容罐上会形成霜。

16. 关闭液氮存储容罐上的阀。
17. 要留出足够的时间使传送管路上遗留的液体蒸发掉。
18. 断开手动填充阀上的传送软管并更换帽，使用扳手适当拧紧（不要拧的太紧）。
19. 将 LNCS 放回到分析仪器附近的位置，并重复步骤 1 到 10，重新连接制冷附件。

启动 LNCS

如果正确安装了 LNCS，请按照下面的步骤，设置仪器的参数并调节 LNCS-DSC 系统以便获得最佳性能。

1. 在 DSC 仪器控制软件的工具/仪器首选项/DSC 页面中，确保选择了适当的制冷器类型（即，LNCS）。
2. 确保干燥氮气源已连接到基净化和制冷气体 (LNCS) 净化。选择要用于 DSC 仪器后面的“气体 1”端口的气体（参见下面的“注意”）。

注意： 干燥的氮气用于基净化和 LNCS 净化。但是，如果开始温度低于环境温度，则应将氦气用于“气体 1”（炉子净化）。如果开始温度高于环境温度，则可以使用氮气。

3. 在按照下节“调节 LNCS”部分的调节过程中的步骤 1 打开 LNCS 之前，先对 LNCS 系统进行干燥处理。
4. 验证实验后条件（可单击**实验后**按钮通过**过程页**访问）的设置是否满足需要。应该使用环境温度以上的温度窗口，以防止炉子在两次实验的间隔期间制冷（例如，典型值为 35 至 50° C）。如果这些条件已通过验证，则从**控制**菜单选择**转至待机温度**以调用工具/仪器首选项/DSC 页面上的待机温度设置。

注意： 在没有装入样品时应该将 DSC 炉子盖上，并且不应在环境温度以下打开炉子。

5. 继续执行下一节“调节 LNCS”中调节过程的步骤 2，以便在安装之后使 DSC-LNCS 系统更稳定。本循环实验使得 DSC-LNCS 系统更加稳定，从而获得最优的基线和校准效果。
6. 在调节系统之后，重新校准 DSC。

注意： 在设置实验时，必须对实验后条件进行验证。应该使用环境温度以上的温度窗口，防止炉子在两次实验的间隔期间会制冷到低于环境温度。

调节 LNCS 系统

每次在 DSC 中安装 LNCS 热交换器时，在进行校准和实验之前，应该执行下面的调节程序。在第一次安装系统时，使用调节过程中的步骤 1，这以后，在启动 LNCS 之前，要定期对系统进行干燥处理，以排出 DSC 炉子和热交换器中的湿气。通过循环系统，执行步骤 2 使 DSC-LNCS 系统更加稳定，从而获得最优基线结果。

步骤 1：干燥系统

按照下面的说明执行操作：

1. 确保 DSC 炉子已空，且炉子已盖上护盖。如果正使用自动加盖机制，请确保护盖的位置正确。（有关护盖对齐的指导，如果需要的话，请参见《DSC Q Series 入门指南》或联机帮助中的“对齐自动加盖装置”部分。）
2. 访问 DSC 仪器控制软件的工具/仪器首选项/DSC 页面。验证所选的制冷器类型（LNCS）是否正确，选中“保持 LNCS 打开”，并验证“待机温度”是否满足要求。
3. 通过 DSC 仪器控制软件，访问**实验视图摘要页面**。选择“标准”模式，然后从列表中选择“炉子/冷却器调节”实验模板。本实验在 LNCS 关闭的情况下进行。
4. 单击**过程页**。
5. 验证 75° C、120 min 的默认条件，然后选择**应用**。这些条件都适用于典型的情况。
6. 访问**试验后参数**窗口，并在温度范围窗口输入 35 至 50° C 的温度范围，使炉子温度返回到略高于环境温度。如果 LNCS 正在运行，在实验前后将炉子温度保持在环境温度之上是非常重要的。
7. 开始实验。
8. 一旦本实验完成，基净化和炉子净化必须一直打开着。否则，大气中的湿气将使系统变得潮湿，并且随着时间的增长和相对湿度的增大，可能需要再执行该过程一次。

步骤 2：稳定系统

在执行第一步之后，继续进行下面的循环实验，使 DSC-LNCS 系统更稳定，从而获得最优的基线和校准效果。

1. 从菜单中选择**控制/LNCS/制冷**。这将开启 LNCS，并开始冷却炉子。一旦启动 LNCS，法兰温度将迅速冷却到操作温度。
2. 按照上一页的步骤 2 和 6 所述，验证仪器首选项和实验后条件。
3. 确保炉子是空的，并已盖上护盖。

4. 观察信号显示窗格。验证所显“设置点温度”是否位于**试验后参数**窗口所指定温度范围的中间值。如果是，则表示试验后温度控制正在起作用。如果试验后温度控制没有起作用（即，“设置点温度”值为 0.00°C），则从**控制**菜单选择**转至待机温度**，以调用**工具/器首选项/DSC** 页面中的待机温度设置。
5. 创建并保存下列“自定义”方法：
 - 1 打开数据存储
 - 2 在 50°C 保持平衡
 - 3 等温 60 分钟
 - 4 标记周期的终点
 - 5 在 300°C 保持平衡
 - 6 标记周期的终点
 - 7 等温 30 分钟
 - 8 标记周期的终点
 - 9 在 -180°C 保持平衡
 - 10 标记周期的终点
 - 11 等温 10 分钟
 - 12 标记周期的终点
 - 13 斜坡 20°C/min 至 300°C (下页继续)
 - 14 标记周期的终点
 - 15 等温 10 分钟
 - 16 重复执行第 8 步 7 次
6. 开始步骤 5 所创建的实验。运行 LNCS 时，法兰温度必须低于 100°C。如果开始运行时法兰盘温度高于 100°C，则会发出错误消息，并且运行将终止。在正常操作期间，开始运行时的法兰盘温度应该低于 -145°C。

在调节 LNCS (通过执行干燥和稳定步骤) 之后，请对以上述方法运行的最新基线的假象进行评估。在使用 LNCS 进行实验之前，请校准 DSC。有关详细信息，请参阅 DSC 联机帮助。

使用 LNCS

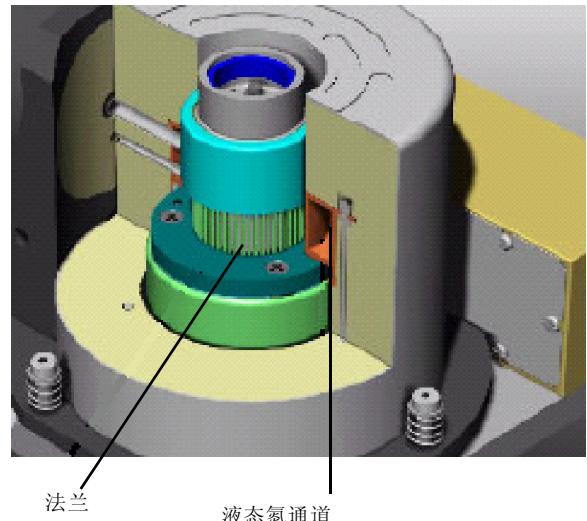
最佳做法是在运行实验之前，启动 LNCS（参阅第 40 页）。这将使 LNCS 趋于稳定，并防止样品在运行实验之前处于低温环境下。

开始实验

开始实验之前，请确保 DSC 与控制器已连接，已连接了标准和基净化气体，而且您已通过仪器控制软件输入了所有必要信息。

注意：开始实验后，最好使用计算机的键盘进行操作。DSC 对运动非常敏感，当在仪器触摸屏上接触一个键引起振动时，它可能会拾取该信号。

选择仪器控制软件上的**开始**，或触摸仪器触摸屏上的 START 键（Q100 或 Q1000）来开始实验。当启动仪器时，系统自动运行实验直到完成。



LNCS 启动条件

如果使用的是液态氮制冷系统 (LNCS)，当作为炉子结构的一部分的法兰（如图所示）达到低于 -160°C 的温度时，以及系统检测到存在充足的液态氮时，将开始运行。炉子温度然后设置为 20°C ，实验方法开始。

LNCS 使用指导

如果 LNCS 安装正确，并且系统经过了调节和校准，则在标准实验操作期间，应该坚持按照下面的指导执行。

- 在使用 LNCS 时，除了标准炉子净化气体之外，制冷气体 (LNCS) 净化和基净化还需要干燥、不潮湿的气源。对于此净化，建议使用干燥的氮气。而这些气体必须不间断地供给。否则，大气中的湿气将进入并污染系统。
- 当自动加盖装置打开炉子时，LNCS 净化自动打开，以防止湿气进入系统。（注意：当炉子盖子在 DSC Q10 上手动打开时，此操作不起作用。）强烈建议任何时候（载入样品或未载入样品时），炉子盖子都应该处于合适位置。在取下盖子前，使用**控制/空气冷却/打开**打开 LNCS 净化。放好盖子后，关闭 LNCS 净化。
- **重要信息：**如果您打算在常温以下运行实验，请使用氦气作为净化气体。如果您使用 LNCS 用于在常温以上进行快速制冷（即，等温结晶），那么可将氦气用作净化气体。

注意：确保运行实验和校准系统采用相同的气体。例如，如果使用氮气校准，则运行时也要使用氮气。

- 访问 DSC 仪器控制软件的工具/仪器首选项/DSC 页面。验证所选的制冷器类型 (LNCS) 是否正确，并选中“保持 LNCS 打开”。选中“LNCS 自动填充如果低于”选项，然后按照需要输入百分比，以自动填充 LNCS。这表明，当实验结束时如果液态氮液面低于指定百分比，则会自动填充 LNCS。填充过程启动后，将在下一个预定运行的实验之前完成填充。如果未选中此选项，则需在需要时手动填充 LNCS。（默认 = 选中，40%）
- 在设置实验时，必须对实验后条件进行验证。同时，应该启用温度窗口，并使用高于环境温度的温度范围，以防止炉子在实验间隔期间变冷。
- 在设置自动进样器序列时，访问仪器首选项/自动进样器页面并选择 LNCS 需要的序列结束选项。
- **重要信息：**当温度低于环境温度时，不要打开DSC炉子，以防止在炉子内形成霜和湿气。如果发生此现象，则必须重复调节和校准步骤。
- **重要信息：**一旦已调节好 DSC-LNCS 系统，建议在两次实验之间不要关闭 LNCS，以尽可能获得期望的最佳基线性能。
- **重要信息：**如果运行时没有安装有效的基净化，在没有加热器电源（例如实验后条件）的情况下炉子只能在更低的温度限定值保持更长时间，并且/或者在法兰盘温度低于环境温度时会从炉子中拆卸LNCS，这将导致炉子中的湿气过多，并需要更多的时间才能对炉子进行干燥处理，例如，执行“调节LNCS”部分的调节过程中的步骤 1。



警告：如果安装了 LNCS 制冷机头并关闭了 LNCS 电源，则炉子温度不要超过 100°C。否则可能会对制冷机头造成严重损坏。



告诫：当在 400°C 以上的温度运行恒温实验时，建议不要使用 LNCS。如果将 LNCS 在高温下使用较长时间，则会缩短 DSC 炉子加热元素的寿命。

注意：如果冷却法兰盘的温度达到了操作温度，它将会使任何存在的湿气发生冷凝。如果最初的湿度级别太高，或者没有最大程度地降低后来进入热交换器外壳的湿气量，将在热流动信号中观察到假象。通常情况（并非唯一的情况）下，在 0 至 100°C 之间可以观察到假象，并且会随着时间的增加而提高。

维护 LNCS

本节介绍的主要维护过程是要由用户进行的。进一步的维护应该由 TA Instruments 代表或其他合格的服务人员执行。要获得更进一步的信息，请查询随仪器控制软件一起安装的联机文档。



警告：由于本仪器中的电压很高，未经培训的员工绝对不要尝试检查或修理任何电路。



告诫：在使用任何清洁或净化方法（制造商建议的方法除外）之前，用户都应该咨询制造商，确保提出的方法不会损坏设备。

实际上，液态氮制冷系统需要的维护很少。本节中介绍了以下需要注意的几项：

- 清洁
- 保险丝更换
- 石墨垫圈更换。

清洁 LNCS

您可以根据您自己的情况清洁 LNCS。应该使用家用液体玻璃清洁剂和软布来清洁该设备。用玻璃清洁剂蘸湿软布（而不是设备），然后擦拭该设备周围表面。

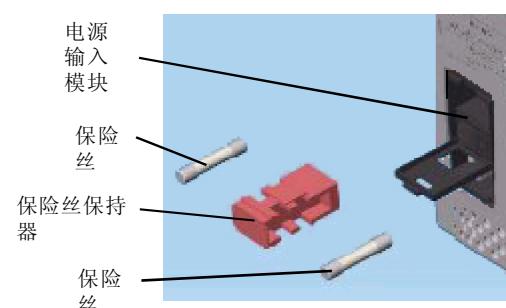


警告：不要使用烈性化学制品、腐蚀性的清洁剂、钢丝棉或任何粗制材料来清洁该设备。

更换保险丝

您可以更换电子元件控制箱后部的电源模块中的保险丝。要检查或更改保险丝，请遵照以下说明，并根据需要参考相应的图：

1. 关闭制冷附件并拔掉电源线。
2. 在电源输入模块门的边缘插入小螺丝刀，将它撬开。
3. 在保险丝支架的边缘插入螺丝刀，将它从仪器中拉出来。
4. 卸下旧保险丝，并更换新保险丝，必须使用与仪器后面板标示的类型和额定参数一样的保险丝。

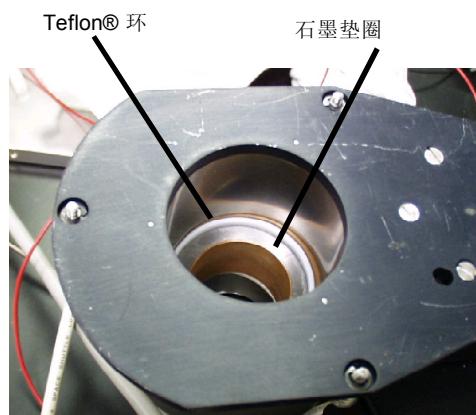


- 将保险丝支架放回原处并将门关上。
- 重新插上电源线并再次将设备打开。

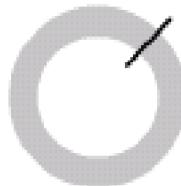
更换石墨垫圈

在 LNCS 制冷机头内，有几个零件的功能是使 DSC 炉子和制冷附件之间实现紧密密封。如果您发现设备的制冷性能开始无法达到预期的效果，您可能需要检查制冷机头内的石墨垫圈，并根据需要按照如下说明对其进行更换：

- 断开设备电源，等到法兰温度高于环境温度。
- 卸下制冷机头。如果需要，则参阅从第 17 页开始的安装说明。
- 如图所示，将制冷机头倒置。
- 检查石墨垫圈有无撕裂、孔或磨损迹象。还要检查 DSC 炉子上的制冷法兰有无任何石墨残留物。根据需要，按照如下步骤更换垫圈。
- 使用小的平头螺丝刀，撬出固定石墨垫圈的白色 Teflon® 环。此环具有切口，因而容易取下。
- 卸下损坏的石墨垫圈并将其废弃。
- 找到新的垫圈和剪刀。在垫圈一侧沿直径方向仔细做一切口，以进行安装。（运输过程中此垫圈无切口，以免损坏。）
- 小心将新的垫圈按入制冷机头，注意不要损坏薄的材料。允许垫圈边缘滑入制冷机头内专门设计的沟槽。
- 重置白色的Teflon® 环，使有斜面的一侧朝外，以使其快速返回原位并固定垫圈。
- 再次在仪器上安装制冷机头，并接通电源。
- 如果需要，检查自动加盖装置是否对齐并进行调整。有关此步骤，请参阅《DSC Q Series 入门指南》第 3 章“对齐自动加盖装置”。



制冷机头内



用剪刀为
垫圈剪开切口

备用部件

可从 TA Instruments 获取 LNCS 的备用部件。订购部件时，请参见下表。

| 部件编号 | 说明 |
|-------------|------------------------------------|
| 970408. 901 | 制冷机头装置 |
| 271282. 001 | 电源 |
| 970250. 901 | 印刷电路板, 控制, LNCS |
| 271562. 001 | 保险丝, 2. 5A, 250V |
| 970322. 901 | 自动填充阀 |
| 970323. 901 | 自动填充排气阀 |
| 970324. 901 | 压力调节阀装置 (L11) |
| 970325. 901 | 压力调节排气阀装置 (L12) |
| 970326. 901 | 压力控制阀装置 (L13) |
| 970327. 901 | 压力控制排气阀装置 (L14) |
| 200121. 002 | 345 kPa gauge(50 psig) 减压阀, 填充管路保护 |
| 200121. 001 | 90 kPa gauge(13 psig) 减压阀, 储罐保护 |
| 970374. 001 | 垫圈, 石墨, 热交换器 |
| 970076. 001 | 定心环热交换器 |
| 970418. 901 | 储罐帽装置 |

索引

符号

- 8 针 DIN 制冷机头连接器 20, 27, 28
- 15 针 D 连接器 20
- 15 针 D 连接器电缆 27, 28

A

- 安全标准 7
- 安装 17

B

- BNC 连接器 20
- 保险丝
 - 更换 35
- 备用部件 37
- 玻璃丝 9
- 部件 37

C

- 拆除 LNCS 的包装 15
- 储罐 13
- 存储源 27, 29

D

- DSC
 - 拆卸护盖 17
- 低温材料 15
- 地点 15
- 电磁兼容性标准 7
- 电子控制箱 13, 20, 27, 28
- 垫圈 36

G

- 干燥系统 31
- 供给软管 20
- 管道
 - 基净化 19
- 规格
- LNCS 13

J

检查 LNCS 15

接收槽

 安装 17

 清空 17

K

开始

 实验 33

L

LNCS

 备用部件 37

 操作 33

 拆除包装 15

 初始填充 24

 调节 31

 干燥系统 31

 更换保险丝 35

 检查 15

 警告 35

 启动 30

 清洁 35

 使用指导 33

 填充

 第一次 24

 自动填充 25

 维护 35

 稳定系统 31

 远程填充

 手动方法 28

 自动填充 26

 制冷机头

 石墨垫圈更换 36

 自动填充 23, 25

LNCS (液态氮制冷系统) 11

 说明 11

 组件 13

冷凝 9

冷却法兰盘 35

连接器电缆

 安装 20

炉子 / 冷却器调节实验模板 31

N

内部储罐加压 13, 21

P

排放返回线路 26, 28

安装 20

Q

启动

实验

LNCS 启动条件 33

气体线路

基净化的连接 19

气体源 19

气源 33

清洁

LNCS 35

S

石墨垫圈

更换 36

实验

开始 33

实验后条件 31, 35

示差扫描量热仪 (DSC) 请参见仪器

手动填充

远程位置 28

霜 9

T

Teflon® 环 36

填充 LNCS

远程手动方法 28

远程自动填充方法 26

条例符合 7

调节 LNCS 31

W

外部储罐加压 13, 21

维护 35

更换石墨垫圈 36

稳定系统 31

X

系统

干燥 31

稳定 31

线路

排放

安装 20

液体输送

安装 20

Y

液态氮制冷系统 (LNCS) 11

安装 17

连接到 DSC 17

安装前的必备条件 15

液体导出塔 13

液体导出线路 26, 28

安装 20

盖 26, 28

仪器

维护 35

制冷附件

LNCS 11

Z

制冷附件

启动条件 33

制冷机头 13, 20, 24

安装 18

石墨垫圈更换 36

自动填充

远程 26

自动填充 LNCS 24