

PDSC

压力炉示差扫描量热仪



Q Series™
入门指南

修订版 B
2007 年 2 月发布



©2002-2007 TA Instruments—Waters LLC 版权所有
109 Lukens Drive
New Castle, DE 19720

声明

我们确信，本手册中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 各办事处](#)

目录

声明	2
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
仪器符号	8
重要的安全信息	9
请在压力 DSC 炉子中使用氧气之前阅读本信息	9
请在压力 DSC 炉子中使用氢气之前阅读本信息	10
化学安全	10
电气安全	11
热安全	11
第 1 章: DSC 压力炉子简介	13
概述	13
压力炉子规格	14
第 2 章: 安装压力炉子	15
拆除包装/重新包装 DSC 压力炉子	15
安装 PDSC 炉子	15
准备炉子安装	15
拆卸 DSC Q 2000/1000 标准炉子和炉盖	15
拆卸 DSC Q20P/10P 炉子衣套	17
安装 PDSC 炉子 (Q2000/Q1000 或 Q20P/10P)	18
在压力炉子 (Q2000/Q1000 或 Q20P/Q10P) 上安装衣套	19
第 3 章: 使用和维护压力炉子	21
在开始使用之前	21
请在压力 DSC 炉子中使用氧气之前阅读本信息	21
重要的安全信息	21
请在压力 DSC 炉子中使用氢气之前阅读本信息	22
校准压力炉子	23
基线斜率和偏移校准	23
热含量 (炉子) 常数校准	23
温度校准	23
压力校准	23

运行压力 DSC 实验	24
实验过程	24
选择净化气体	24
装载 PDSC 样品	26
为炉子加压	27
通过位移对炉子加压	27
通过抽空对炉子加压	28
控制炉子压力	29
恒容操作	29
恒压操作	29
动压力操作（固定净化率）	30
释放炉子压力	31
真空操作	31
调制模式操作	32
低温操作	32
维护和诊断	33
清洁污染的压力炉子	33
研磨银盖和气环	34
备用部件	35
索引	37

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:

AS/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 + 修正案。辐射：满足 A 类要求（表 3）。抗扰度：满足不连续操作的性能标准 A。

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，则该设备所提供的保护措施的效果可能会有所削弱。

仪器符号

下面的标签显示在 DSC 仪器和/或压力 DSC 炉子上，便于保护措施的实施：

符号	说明
	此符号在压力圆筒和 PDSC 炉子的顶板上显示，表示所标记的零件（包括翼形螺钉螺栓）温度可能很高。注意不要触摸这些区域，不要使易熔或易燃的材料接近这些高温表面。
	此符号显示在后维修面板上，表示在执行维护或维修工作之前，必须拔掉仪器的电源插头；系统中带有高达 120/240 伏的电压。
	若未经过有关电气程序的培训，除非是本手册中专门指定的操作，否则不要拆卸仪器柜盖。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。
	此符号显示在炉子右侧，表示“如果氧气或氢气使用错误会损坏炉子，或对用户造成伤害。”有关详细信息，请参阅下一页中的“警告”。

请注意这些警告标签，并在处理那些仪器部件时采取必要的预防措施。《DSC 入门指南》和本《压力炉子入门指南》都含有告诫和警告信息，为了您自身的安全，必须遵守它们。

重要的安全信息

请在压力 DSC 炉子中使用
氧气之前阅读本信息



警告: 如果压力 DSC (PDSC) 中出现了过量的碳氢化合物, 可能会发生剧烈的燃烧, 从而损坏 PDSC 炉子并可能造成操作员的人身伤害。要防止这些问题的发生, 请按照下列指导执行操作:

- (1) **清洁供气管道:** 供氧管道、阀门、量具和调节器都要远离碳氢化合物, 并且在额定标准下使用氧气。如果不能确定组件是否符合氧气使用的额定标准, 请咨询供应商。如果管道内部散发“油脂”的气味, 或者其中留有液体或黑色的碳渣, 则可能会出现碳氢化合物。有关清洁步骤, 请咨询压缩气体供应商。
- (2) **炉子污染:** 拆卸压力箱, 直接用眼睛查看 PDSC 炉子, 检查是否存在油脂或其他有机污染物。整个氧气压力系统要远离碳氢化合物。如果 PDSC 炉子中可能存在碳氢化合物污染(溢出的样品、油脂残渣、油脂气味、碳渣等)问题, 请立即停止使用。请致电 (302) 427-4050 与 TA Instruments 服务部门联系, 以便安排安全检查的时间, 或者获得其他信息。
- (3) **检查所有供气管道。** 将 PDSC 炉子与其他设备(氧气瓶、量具、阀门、调节器等)连接起来的所有管道的外径都应该为 0.125 in。所有管路、阀门、量具和调节器都必须额定于 21 MPa gauge (3000 psig) 的高压服务, 并且要远离碳氢化合物。

如果计划在 PDSC 中使用氧气, 并且符合以下任何条件, 则应该查看上一页中的警告信息。

- 新安装 PDSC
- 改进了供气管道、阀门或量具
- 样品在 PDSC 中溢出
- PDSC 有“油脂”气味
- PDSC 最近没有使用。

如果遵照本章和整个手册所提供的安全说明和警告执行操作, 则可以确保 PDSC 操作的安全。

请在压力 DSC 炉子中使用 氢气之前阅读本信息

不要将氢气或其他高度易燃的气体与 Q Series™ **标准** DSC 炉子一起使用。



警告: 对于氢气的使用, 应该极其谨慎。当暴露到火焰或氧化材料中时, 氢气极易燃烧。
[Sax 安全手册, “工业材料的危险特性”指出氢气在室温环境下的爆炸下限 (LEL): 在空气中为 4.1%。注意要使氢气的浓度始终低于此值。]在 PDSC 炉子中使用氢气时, 在输入氢气之前, 一开始就应该使用氦气对整个炉子进行净化处理。



告诫: 在将氢气或氦气用作加压气体时, 最高温度或最大加热速率可能会低于指定的规格。



警告: 实验结束时, 应该将炉子排气到废气管道中, 并在打开压力容器之前使用氦气再净化一次。



警告: 检查所有供气管道。将 PDSC 炉子与其他设备 (氢气瓶、量具、阀门、调节器等) 连接起来的所有管道的外径都应该为 0.125 in。所有的管路、阀门、量具和调节器都必须额定于 21 MPa gauge (3000 psig) 的高压服务, 并且各部分之间的连接都应该紧密而无泄漏。

如果对氢气的使用存在问题, 请拨打美国 TA Instruments 应用部门的热线: (302) 427-4070。

如果有关于 TA Instruments DSC 压力炉子安全使用的问题, 请拨打我们在应用部门热线 (302) 427-4070, 或者与您当地的 TA Instruments 代表联系。

化学安全

仅使用第一章中列出的净化气体。如果使用其他气体, 可能会损坏仪器, 或造成操作员的人身伤害。



告诫: 不要从炉盖内拆卸白色的纤维绝缘材料。

电气安全



告诫：DSC 压力炉子固定用的固定翼形螺钉可确保与电气设备的接头正确接合。如果没有它，则不能运行实验。如果螺钉没有完全固定，仪器可能会无法为炉子供电，仪器也将无法操作。

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。



警告：如果炉子位于潮湿的环境中，可能需要对压力 DSC 炉子进行干燥处理。重要的是，为了安全操作，要确保仪器接地与设备接地充分连接。

运行“炉子/冷却装置调节”试验模板，干燥炉子：

- 1 以 $10\text{ }^{\circ}\text{C/min}$ 的速度加热到 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$
 - 2 等温变化持续 120 分钟。
-

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。如果使用压力 DSC 炉子进行低温试验，低温也可能造成人身伤害。在运行各种实验之后，必须先将炉子温度调回室内温度，然后才能触摸炉子内表面。

第 1 章

DSC 压力炉子简介

概述

压力 DSC 炉子 (PDSC) (如右图所示) 是一个封装于钢质圆柱体内的炉子，可承受压力 7 MPa gauge (1000 psig)。除了可执行与标准 DSC 炉子相同的大多数基本测量外，PDSC 炉子还可以在压力升高的情况下或真空下运行。这一随压力和温度而变化的能力提供了如下性能：

- 重叠峰的分辨率
- 确定蒸发热量和蒸汽压力
- 受控环境下的反应速率
- 对压力敏感反应的研究

压力 DSC 炉子具有两个气流控制阀、一个三通阀、一个压力表、一个压力排泄阀以及侧面的气压配件。在炉子的底座中包含一个 8.3 MPa gauge (1200 psig) 减压阀和一个压力传感器。



压力 DSC 炉子使用康铜（热电的）盘作为主要的传热元件，它产生热流量 T₁。一个银质的加热段，罩着开孔的银盖，封装了康铜盘。所选样品和惰性参照物放在位于盘凸起部分的坩埚上。热量通过康铜盘传递给样品和参照坩埚。到样品和参照坩埚的热流量差由 CHROMEL® 康铜面积热电偶监测。热电偶形成于康铜盘和焊接到该盘底部的两个凸起部分的 CHROMEL® 薄片的连接处。

CHROMEL® 和 ALUMEL® 金属线连接到热电偶连接处的样品 CHROMEL® 薄片，以测量样品温度。ALUMEL® 金属线焊接至参照薄片，以用于热平衡。控制炉子的热电偶为 CHROMEL® 康铜。



DSC Q20P/10P

净化气体（通过压力 DSC 炉子底座的入口进入加热段），在经净化气体入口进入样品腔之前，已通过循环预热达到段温度。气体通过银质盖上的排气孔排出。

压力 DSC 炉子可用作 Q2000/1000 (见右图) 的可选的、可由操作员更换的炉子。它也可作为集成 DSC Q20P/10P 系统 (见左图) 的部件。



带压力炉子的 Q2000/Q1000

压力炉子规格

尺寸 (仅炉子)	深度 23.6 cm (9.3 in.) 宽度 22.4 cm (8.8 in.) 高度 33.3 cm (13.1 in.)
重量 (仅炉子)	10.5 kg (23 lbs)
温度 范围	-130 至 725°C
空气	-100 kPa 至 7 MPa (1 Pa 至 7 MPa 绝对压力)，恒定压力或恒定体积
动态气体 净化	达到 200 mL/min (炉子流速)
净化气体	氮气、空气、氧气、一氧化碳、二氧化碳、氢气、氦气、氩气
热流量	仅 T1 热流量
兼容性	可用作 DSC Q2000/Q1000 的可互换炉子。 也可用作 DSC Q20P/Q10P 的专用部件。

性能取决于所选压力和空气。

第 2 章

安装压力炉子

拆除包装/重新包装 DSC 压力炉子

仪器拆除包装和重新包装所需的说明在产品运输箱以及仪器控制软件相关的联机文档中作为独立的拆除包装说明存在。一旦您要重新包装并运输炉子，您可能需要保留所有运输硬件和运输箱。

安装压力 DSC 炉子

要安装 DSC 压力 (PDSC) 炉子，请遵照以下这些说明，并参考相关图形。因为 PDSC 可用作 DSC Q1000 的可互换炉，也可用作 DSC Q20P/Q10P 上安装的专用炉，所以本节讲述这两种配置。



告诫：不要从炉盖内拆卸白色的纤维绝缘材料。

准备炉子安装

在安装压力 DSC 炉子之前，必须将炉子底座完全暴露出来。根据您的 DSC 仪器所适用的说明拆卸盖子。

拆卸 DSC Q 2000/Q1000 标准炉子和炉盖

要在安装压力 DSC 炉子之前从仪器上拆卸 DSC Q2000/Q1000 标准炉子，请遵照以下步骤操作：

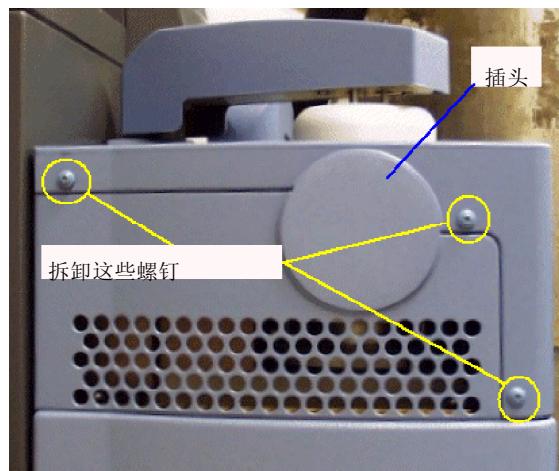
1. 选择**控制/盖子/打开**功能使自动加盖装置从 Q2000/Q1000 炉子中升高，并使它移出原位置。如果 Q2000/Q1000 配备了自动采样装置，则请在自动采样装置的触摸屏上按下 **HOME** 键将其移动到原位置。

注意：压力 DSC 炉子与 DSC Q2000/Q1000 自动加盖装置或自动采样装置不兼容。必须禁用这些部分，以使它们在压力炉子实验过程中不会冲突（停止）。当压力 DSC 炉子安装好以后，Q2000/Q1000 软件会自动识别并禁用这两项。

2. 拉出该装置盖子侧面的插头以拆卸它。然后拆卸将炉子盖子固定到装置盖子上的 Phillips 头螺钉。侧面有三个螺钉，顶部有一个螺钉。保存好这些螺钉。

3. 如果您的仪器安装了自动采样装置，则举起盖子以放开拉手，向您的方向拉盖予以将其完全拆卸。

如果您未安装自动采样装置，则必须拆卸其他螺钉来松开盖子。然后向您的方向拉盖予以将其完全拆卸。

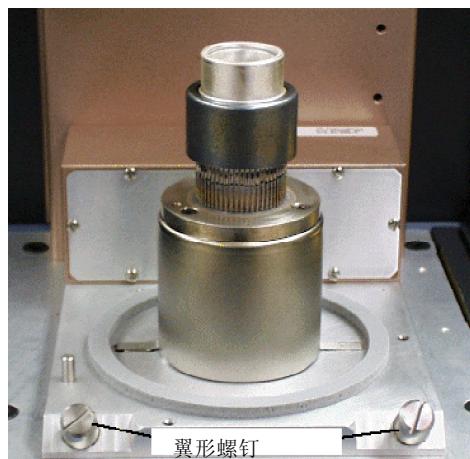


4. 如果安装了冷却附件，请确保其达到室内温度，然后将拆卸。有关拆卸冷却附件的说明，请参见《入门指南》中有关该附件的部分，按照安装冷却附件的说明相反步骤操作即可。

5. 拆卸炉子底座前面的两个翼形螺钉，如右图所示。

6. 确保炉子已达到室温，再将其滑出。

7. 按照 18 页的说明在 QDSC 上安装 PDSC 炉子，再按照 19 页的说明安装衣套。



拆卸 DSC Q20P/Q10P 炉子衣套

TA Instruments Q20P/Q10P 是专用的压力 DSC 系统。但是，通过精心设计，操作员可根据需要随时用新的压力 DSC 炉子来更换旧的（损坏的、不起作用的）压力 DSC 炉子。根据本节的说明，拆卸炉子衣套和旧的炉子，然后按照下一节的说明来安装新炉子，即可完成此更换。

请遵照以下说明操作：

1. 使用 Phillips 头螺丝刀拆卸炉子后面用来固定炉子衣套顶片的单个螺钉（如图所示）。

2. 将顶片向上滑动并取出。

3. 滑动炉子衣套底片并将其取出，如下图所示。



在 PDSC 炉子盖子顶片上的螺钉



拆卸炉子盖子底片

4. 确保炉子处于环境压力下（即，未承受压力）。拔掉输入和输出端口的所有管道。
5. 拆卸炉子底座前面的两个翼形螺钉（如左图所示）。
6. 确保炉子达到室内温度。然后将炉子滑出。
7. 按照下一节的说明安装新的 PDSC 炉子。

安装 PDSC 炉子 (Q2000/Q1000 或 Q20P/Q10P)

1. 握住 PDSC 并将其滑到基板上。炉子后部应与 DSC 底座上的连接器外壳相接触。
2. 安装两个固定用的翼形螺钉，然后将其顺时针旋转。固定螺钉仅需要用手指来拧紧，以保持 PDSC 稳定。
3. 用一足够长的管道 (0.125 英寸) 从受压气体源的压力调节器连接到 PDSC 炉子的输入端口，如下图所示。气体（氮气、空气、氧气、氩气等）的压力应调节为最高 7 MPa gauge (1000 psig)。



固定用的翼形螺钉



警告：如果使用氢气，压力 DSC 炉子的填充方式必须确保高温时不存在氧气。



告诫：如果使用氧气，则要确保使用与氧气相关的配件、量具和管道。

所选的调节器应有两个量具：一个用来监测源压力，另一个用来监测调节器输出压力。调节器应满足承受源压力的标准，其输出应涵盖实验的压力范围，即最大为 7 MPa gauge (1000 psig)。



警告：不能将 PDSC 直接与受压气体源连接，而不使用适当调节器。



警告：管道必须具有足够的强度，以承受实验中要使用的压力。

4. 按照如下说明安装炉子盖子，然后在安装后校准压力 DSC 炉子。有关校准信息，请参阅第 3 章。

在压力炉子 (Q2000/Q1000 或 Q20P/Q10P) 中安装衣套

在按照本章前面的说明安装 PDSC 炉后，将压力炉子所用的衣套放置在炉子上。用于 Q20P/Q10P 的衣套与用于 Q2000/Q1000 的衣套略有不同。Q2000/Q1000 的衣套经过修改，可适用于在 Q2000/Q1000 上存在自动加盖装置和自动采样装置的情况下。但这两种衣套都可以按照下面的相同步骤安装。（Q20P/Q10P 如图中所示。）

1. 如右图所示，将炉子的衣套底片在炉子底座上滑动。将它向回推，直到它与该装置后部相接触。
2. 按下图所示，将顶片沿着炉子连接器向下滑动，使顶片中的拉手与底片中的插槽匹配。
3. 使用 Phillips 头螺丝刀安装用来固定炉子衣套顶片的单个螺钉。



安装衣套底片



安装衣套顶片

第 3 章

使用和维护压力炉子

在开始使用之前

请在压力 DSC 炉子中使用
氧气之前阅读本信息

重要的安全信息



警告：如果压力 DSC (PDSC) 炉子的安装碳氢化合物过多，会引起强烈的燃烧，从而损坏压力炉子，并可能造成操作员的人身伤害。要防止这些问题的发生，请按照下列指导执行操作：

- (1) **清洁供气管道：**供氧管道、阀门、量具和调节器都要远离碳氢化合物，并且在额定标准下使用氧气。如果不能确定组件是否符合氧气使用的额定标准，请咨询供应商。如果管道内部散发“油脂”的气味，或者其中留有液体或黑色的碳渣，则可能会出现碳氢化合物。有关清洁步骤，请咨询压缩气体供应商。
- (2) **炉子污染：**拆卸压力箱，直接用眼睛查看 PDSC 炉子，检查是否存在油脂或其他有机污染物。整个氧气压力系统要远离碳氢化合物。如果 PDSC 炉子中有可能存在碳氢化合物污染物（溢出的样品、油脂残留物、油脂气味、碳渣等），请立即停止使用。请致电 (302) 427-4050 与 TA Instruments 服务部门联系，以便安排安全检查的时间，或者获得其他信息。
- (3) **检查所有供气管道。**将 PDSC 炉子与其他设备（氧气瓶、量具、阀门、调节器等）连接起来的所有管道的外径都应该为 0.125 in。所有管路、阀门、量具和调节器都必须额定于 21 MPa gauge (3000 psig) 的高压服务，并且要远离碳氢化合物。

如果计划在 PDSC 中使用氧气，并且符合以下任何条件，则应该查看上述警告信息。

- 新安装 PDSC
- 改进了供气管道、阀门或量具
- 样品在 PDSC 中溢出
- PDSC 有“油脂”气味
- PDSC 最近没有使用。

如果遵照本章和整个手册所提供的安全说明和警告执行操作，则可以确保 PDSC 操作的安全。

请在压力 DSC 炉子中使用 氢气之前阅读本信息

不要将氢气或其他高度易燃的气体与 Q Series™ 标准 DSC 炉子一起使用。



警告：使用氢气时，应该极其谨慎。当暴露到火焰或氧化材料中时，氢气极其易燃。
[Sax 安全手册，“工业材料的危险特性”指出氢气在周围环境下的爆炸下限 (LEL)：
在空气中为 4.1%。注意要使氢气的浓度始终低于此值。]在 PDSC 炉子中使用氢气时，
在输入氢气之前，一开始就应该使用氦气对整个炉子进行净化处理。



警告：实验结束时，应该将炉子放在排气缸中排气，并在打开压力容器之前使用氦气再净化一次。



警告：检查所有供气管道。将 PDSC 炉子与其他设备（氢气瓶、量具、阀门、调节器等）连接起来的所有管道的外径都应该为 0.125 in。所有管路、阀门、量具和调节器都必须额定于 21 MPa gauge (3000 psig) 的高压服务，并且各部分之间的连接都应该紧密而无泄漏。

如果对氢气的使用存在问题，请拨打美国 TA Instruments 应用部门的热线：(302) 427-4070。

如果有关于 TA Instruments 压力 DSC 炉子安全使用的问题，请拨打我们在应用部门的热线 (302) 427-4070，或者与您当地的 TA Instruments 代表联系。

校准压力炉子

要获得最好的实验结果，如果是第一次安装 PDSC 炉子，则应该对 PDSC 炉子进行校准操作，并且以后净化气体、加热速率和/或压力更改时，要定期进行校准。这些校准实验通过使用仪器控制软件进行执行和分析。有关如何执行每次校准的详细信息，请参阅联机帮助文档，这些文档可通过“帮助”菜单或单击仪器控制软件中的“帮助”按钮进行访问。

基线斜率和偏移校准

使用 PDSC 测量的热流是 T1 热流。执行基线斜率和偏移校准，其中包括通过整个温度范围（后面的实验所预期的）加热空炉的操作。本校准用来计算使基线平滑并将热流信号归零所需要的斜率和偏移值。

热含量（炉子）常数校准

本校准基于加热标准金属（如铟）通过其熔化点的操作。将所计算的熔解热与理论值比较。炉子常数是这两个值之间的比率。

始点斜率或热阻是用来测量温度上升抑制（在熔化的样品中发生）的方法，这与热电偶有关。理论上，标准的样品应该以不变的加热速率熔化。由于样品熔化并吸收了更多的热量，因此，样品与样品热电偶之间的温度差异越来越大。计算这两点之间的热阻，作为熔化峰值之前的热流始点斜率对温度的曲线。此始点斜率值可用于动力学计算和纯度计算，以便校正该热阻。

温度校准

温度校准基于加热标准金属（如铟）通过其熔化点的操作。将本标准所记录的熔点与已知的熔点进行比较，计算其差异用于温度校准。用于炉子常数校准的文件同样可以用于本校准。

此外，最多可以使用四个其他的标准来校准温度。如果使用一对已知并已观察到的熔点，则整个曲线与实际的熔点相比，基本上都会有所偏移。如果使用多个标准，则通过立方曲线逼近校正温度。多点温度校准比单点温度校准更精确。

压力校准

对于 PDSC 炉子，压力校准是一个可选的校准操作。其操作基于：将从两点（通常情况下为一个大气压和选择的另一气压值）读到的压力与从外部压力计读到的压力进行比较。有关信息，请参阅随仪器控制软件提供的联机帮助。

运行压力 DSC 实验



警告：只要在操作时打开输出阀和压力排泄阀，就会对外部管道或组件（如流量计）施加完全的压力，而它们可能无法承受完全的压力。如果是真空连接到炉子，压力将转回到炉子，而炉子可能无法承受压力如此急剧的变化。这有可能会严重损坏炉子。

不要让 PDSC 炉子靠近易燃的材料。

实验过程

PDSC 可以用于斜坡加热和等温实验。压力实验可以在恒容、恒压、动压力（固定净化速率）或真空下进行。（请参阅本章后面的信息。）下面的章节将说明适用于 PDSC 炉子的独特的实验条件。

1. 选择净化气体（参阅下一节）。
2. 根据需要连接和设置外部附件（如流量计）。
3. 选择并准备样品。本操作包括准备适当大小和重量的样品，选择坩埚类型和材料，并将样品密封到坩埚中。有关详细信息，请参阅联机文挡。
4. 开启 PDSC 炉子并将样品坩埚（亦即相同类型的空的参照坩埚）装入炉子中。
5. 关闭炉子，并按照第 27 页“为炉子加压”的指导对炉子加压。
6. 通过 TA 控制器输入实验和过程信息，其中包括样品信息和仪器信息。按照本章中有关 PDSC 炉子操作的说明执行操作。
7. 开始实验。在实验完成之后，打开炉子之前，释放压力（参阅第 31 页）。

选择净化气体

PDSC 炉子可以使用与构建材料（不锈钢、铜、铜康、银、CHROMEL®、ALUMEL®）兼容的净化气体，如氮气、空气、氧气、氢气、氩气、氦气、干燥的二氧化碳、一氧化碳以及其他气体。选择什么气体取决于特定的应用情况。但是，某些其他的因素也可能会影响特定净化气体的选择。这些考虑因素如下：

- **安全：**如果处理不当，氧气、氢气和一氧化碳等活性气体可能出现爆炸，或者危及人身安全。有关更多的信息，请参阅整个手册中的其他警告。
- **导热性：**像氢气和氦气等高导热性气体可能会限制能够获得的实验温度条件。下表简要地指出了这些限制条件。

气体/温度压力限制

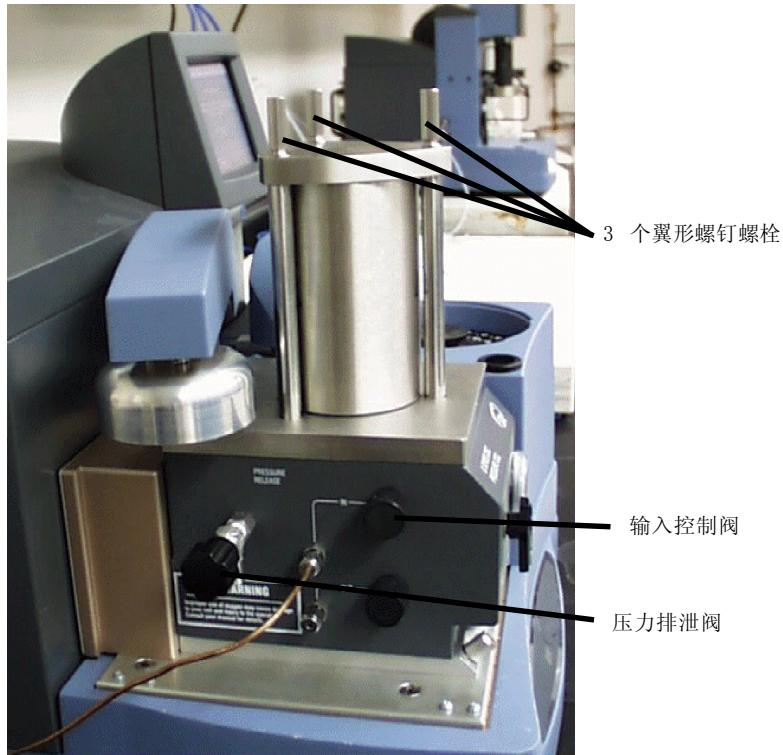
气体	压力 MPa gauge (psig)					
	°C/min	环境	1.4 (200)	2.8 (400)	5.6 (800)	7.0 (1000)
氮气	100	385 °C	—	—	—	275 °C
	50	720 °C	600 °C	—	—	—
	20	720 °C	720 °C	720 °C	600 °C	—
	10	720 °C	720 °C	720 °C	—	655 °C
氩气	100	255 °C	—	—	—	—
	50	465 °C	450 °C	—	—	360 °C
	20	—	570 °C	535 °C	—	455 °C
	10	—	605 °C	—	510 °C	490 °C
氢气	100	—	215°C	195°C	160°C	155°C
	50	—	370°C	325°C	290°C	265°C
	20	—	480°C	435°C	340°C	300°C
	10	—	540°C	495°C	425°C	300°C

注意：破折号（—）表示值未确定。

装载 PDSC 样品

如果已准备好样品坩埚，并输入了所有必要的实验前数据，则准备将样品坩埚装入 PDSC 炉子。在加载样品之前，应该先将 PDSC 炉子安装到 DSC 中（有关安装说明，请参阅第 2 章）。

1. 关闭输入控制阀（参见右图）以关掉进炉子的气源。
2. 慢慢地打开压力排泄阀，并使其保持开启状态，以确保炉子位于周围的压力下。
3. 拧开顶板上的三个翼形螺钉螺栓（参见右图）。不要使用工具打开或关闭炉子。



告诫：如果难以拧开翼形螺钉螺栓（螺栓摩擦力太大），则炉子可能仍然处于某种压力下，或者炉温太高。（这是安全的特征。）按照步骤 1 和 2 所描述的，再检查一次阀的位置，或者将炉子冷却到低于 50 °C（如果超过 50 °C，有烧伤的危险）。

-
4. 拆卸顶板、炉盖和银盖。



告诫：如果炉子刚刚使用过，这些组件的温度可能会非常高。作为安全的操作习惯，在装卸顶板时要戴上皮革手套，在装卸金属炉盖或银盖时都要使用镊子。

5. 加载样品和参照坩埚，样品在前，参照坩埚在后。对于大多数压力实验的运行，样品坩埚都是打开的，这样可以确保样品与净化气体间相互作用的效果达到最佳。其他坩埚配置可用于特定的目的（例如，使用带针孔的密封坩埚进行气压测量）。有关详细信息，请参阅联机帮助。
6. 重置顶板、炉盖和银盖。将顶板尽可能的往下推，注意不要损坏 O 形环或震动炉子，否则可能会使坩埚移位。
7. 用手指均匀拧紧三个翼形螺钉螺栓，从而确保螺纹完全啮合。
8. 关闭 PDSC 炉子，并按第 29 页“控制炉子压力”的指导控制压力。

- 通过 TA 控制器输入实验和过程信息，其中包括样品信息和仪器信息。
- 开始实验。在实验完成之后，打开炉子之前，慢慢释放压力（参阅第 31 页）。

对炉子加压

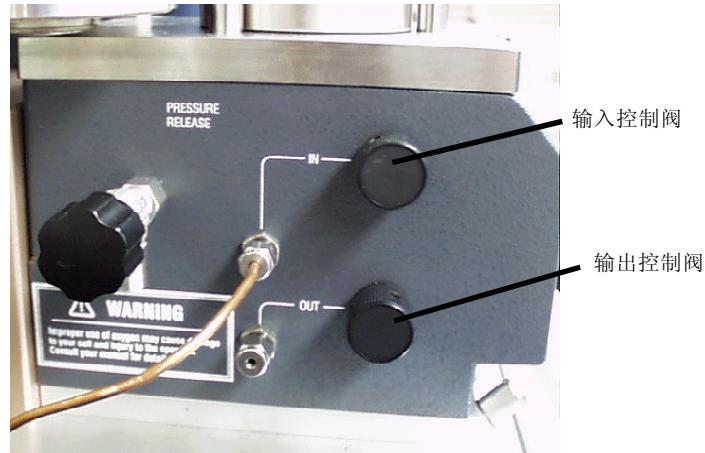
PDSC 在高达 7 MPa gauge (1000 psig) 的内部压力或压力低于 1 Pa (10^{-2} torr) 的真空中可以运行。可以使用位移或真空对炉子加压。

注意： QPDSC 炉子中的压力传感器是 7MPa gauge 的全刻度设备。传感器能够对真空进行测量，并表示为负的 kPa gauge，但是本设备的偏移和分辨率将限制其在高真空条件下的实用性。必须使用外部量具来精确地测量高真空条件。

通过位移加压

请参考图片以识别相应的阀。

- 关闭输入控制阀。
- 关闭输出控制阀。
- 将净化/填充阀设置为“填充”（如下图所示）。



注意： 由于气体直接进入炉子外壳而不是炉腔，因此，一开始，可以使用“填充”位置对炉子加压。这样，样品坩埚不再可能“被吹离”传感器平台。

- 将源气体瓶中的输出调节器设置为实验的最大初始压力。如果炉子在恒容下操作，压力不要超过 7 MPa gauge (1000 psig)。
- 慢慢打开输入控制阀，并将炉子注满气体，使压力大约为 2 MPa gauge (300 psig)。
- 关闭输入控制阀，然后慢慢打开压力排泄阀，并使压力返回到常压。
- 关闭压力排泄阀。

8. 打开输入阀，使压力达到需要的级别。

注意：在进行等温实验（如氧化稳定性评估）时，该实验需要在达到温度要求后转换为需要的气体，一开始就应该在室温下使用惰性气体（如氮气）对炉子加压，直到其压力稍微低于所需要的最终压力时为止。然后，应该使用位移热加压过程（仅一对空和填满）引入需要的气体。需要的气体应该在需要的压力下引入，该压力将稍微高于所替换惰性气体的压力。

9. 一旦炉子被加压，则将净化/填充阀返回到“净化”位置。

通过抽空加压

1. 将真空泵和软管连接到压力排泄阀排气口。将测量真空泵机头压力用的量具插入使用 T 形装置的软管中。
2. 关闭炉子的三个阀：输出阀、输入阀和压力排泄阀。
3. 将净化/填充阀设置为“填充”。

注意：由于气体直接进入炉子外壳而不是炉腔，因此，一开始，可以使用“填充”位置对炉子加压。这样，样品坩埚不再可能“被吹离”传感器平台。

4. 启动真空泵，并打开压力排泄阀。然后，慢慢打开输入阀，将源气体引入炉子中。当气体流经炉子时，可以监控真空泵的机头压力。使用输入阀调节此压力。机头压力不要超过制造商对该泵的限定值。
5. 允许气体流经炉子几分钟。
6. 首先关闭压力排泄阀，然后关闭真空泵，并打开输入阀，使压力达到需要的级别。

注意：使用氢气时，首选抽空的方法，这样可以确保在引入氢气之前炉子中的氧气全部抽空。

控制炉压

在开始实验之前，必须先对 PDSC 炉子加压，使其压力达到实验的要求。下面将提供对恒容、恒压和动压力操作的指导。请参见右图以了解净化/填充阀的位置。进行实验时，压力值将储存到数据文件件。

注意：在实验过程中，如果压力传感器指出压力超过了 7.6 MPa gauge (1100 psig)，实验将被终止。



净化/填充阀

恒容操作

注意：在恒容操作中，一开始就对炉子加压，使其压力达到需要的值，随后所有的入口/出口都将关闭。实验中真实的炉压将随着温度的升高而增加。炉压信号显示为实时的信号，如果选择，也可以保存为数据文件信号。

在对炉子加压之后，检查三个炉子阀门是否都关闭，炉压是否接近需要的压力，以及净化/填充阀是否设置为“净化”。使用仪器显示器中显示的炉压确定炉子的内部压力。

如果炉压低于所需要的起始压力，则使用输入阀升高压力。如果炉压太高，则使用输出阀降低压力。但是，使用输入阀和输出阀时要谨慎；压力量具的读数存在滞后性，如果阀启动太快或太慢，最终的压力将超过或达不到需要的起始压力。



警告：恒容操作允许的最大起始压力室温下低于 7.0 MPa gauge (1000 psig)。不要超过此值。

一旦获得了最终的压力值，则关闭所有的炉阀。

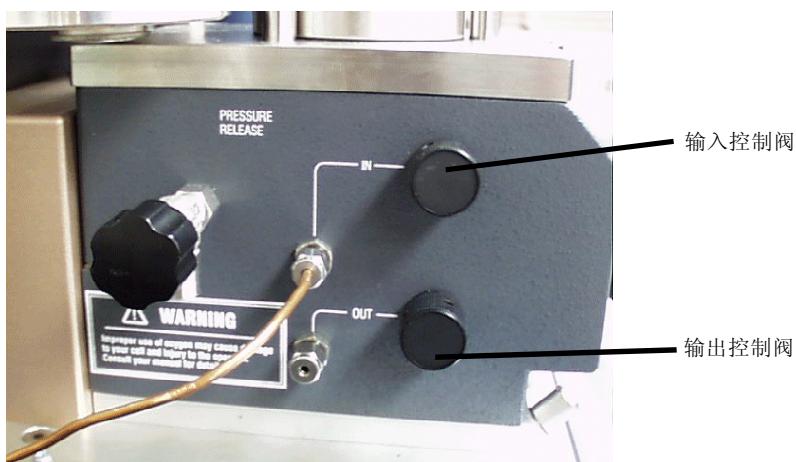
恒压操作

注意：在恒压操作中，一开始就对炉子加压，使其压力达到需要的压力值。然后使用流量计通过输出阀产生微小泄漏。本布置允许先增加压力（随着温度升高而增加），然后降低压力。

对于恒压下的操作，流量计必须位于输出阀以便降低过高的压力。

在最初的加压之后，确保三个炉阀都关闭，并且炉压接近需要的压力，净化/填充阀设置为“填充”。

1. 设置源气体调节器，使其处于需要的操作压力下。
2. 检查不受限制的流量计在炉子输出接头处的连接。关闭输出阀。（请参见下图，了解输入阀和输出阀的位置。）



3. 慢慢地打开炉子的输入阀。等待内部炉压（如仪器显示器所显示）稳定处于需要的操作压力值。
4. 慢慢地打开输出阀。
5. 使用输出阀，通过不受限制的流量计将气体流量调整为 1 L/min。气体应该从炉子排出。等待内部炉压稳定处于需要的操作压力值。
6. 将净化/填充阀设置为“净化”。

动压力操作 (固定净化率)

注意：在动压力（恒定流动）操作中，一开始就对炉子加压，使其压力达到需要的压力值。随后，打开输入阀和输出阀，从而进行动态净化。本布置保持恒定排气流量。

在一开始对炉子加压之后，确保三个炉子阀门都关闭，炉压接近需要的压力值，以及净化/填充阀的设置为“填充”。对于本模式的操作，输出阀接头处需要安装一个不受限制的流量计。

1. 设置源气体圆筒中的调节器处于适当的压力下。
2. 慢慢地打开输入阀。
3. 慢慢地打开输出阀。等待流量计处测量的流量趋于稳定。如果需要更好的调节流量，则计量流动阀可连接于输出端口与流量计之间。
4. 调节输出阀，直到流量计显示需要的压力值（典型情况为 50 mL/min）为止。如果输出阀完全打开时流量太低，请检查输入阀的位置。如果需要，小心地打开输入阀。如果这样，仍然没有将流量增大到需要的流量值，则必须对源气体压力进行调节。

5. 要调节源气体压力，请关闭全部三个阀，然后从步骤 1 开始按照此过程重新操作一次。
6. 等待，直到压力和流量达到需要的值为止。将净化/填充阀设置为“净化”。

由于处于本位置的流量计与大气相通，因此，在计算高压下样品的流量时，必须考虑压力差。如果这样配置，净化气体将流经加热段，直接进入样品室。这样，可以在净化气体与样品接触之前预先加热净化气体，此外，还可以通过银盖将样品挥发物或分解气体排出样品室。



警告：不要对流量计后面的管道进行限制。如果管道受到限制，将导致流量计受到压力。

释放炉压

在 PDSC 运行完成之后，打开压力排泄阀，慢慢释放炉压。



警告：压力排泄阀中废气的温度可能非常高，足以引起烧伤、火灾或材料损坏。



告诫：如果快速释放压力，可能会损坏炉子。



警告：以氢气作为净化气体运行时，应该将炉子排气到废气管道中，然后，在打开压力容器之前，用惰性气体（氦气）再净化一次。

真空操作

要在真空下进行 PDSC 操作，请将真空系统连接到压力排泄阀上，并使其他两个阀保持关闭状态。

要在真空下维持正常的灵敏度和分辨率，可能需要在康铜盘与坩埚之间使用导热材料（首选粘贴膏）。硅酮热处理油脂 (Silicone heat-sink greases Dow Corning type 340 或等效材料) 工作效果非常好。此外，还可以使用硅酮高真空油脂。当温度超过 200 °C 时，不应使用这些材料。

调制模式操作

在对炉子加压时，可以在 Q2000/Q1000 PDSC 炉子中运行调制 DSC® 实验。（对于 Q20P/Q10P 仪器，MDSC® 选项不可用。）这样，可以获得加压后的 MDSC® 数据文件。

用 Advantage Q Series™ 软件联机帮助中用于常压 DSC 的相同标准，选择实验参数（如调制期间、调制振幅）。但是，请注意：这些参数的容许范围取决于净化气体的性质和压力。要在调制 DSC 模式操作中获得有意义的结果，实验温度应该高于 100°C。

低温操作

正常情况下，PDSC 炉子用于常温或常温以上温度下的实验；但是，它也可以用于低温实验（按照下面的说明所提供的）。需要使用冷却圆筒 PN 900674.901，TA 仪器的一种选配附件。

1. 关闭输入控制阀以关闭炉子的气源。
2. 慢慢地打开压力排泄阀，并使其保持开启状态，以确保炉子位于周围的压力下。
3. 拧开顶板上的三个翼形螺钉螺栓。不要使用工具打开或关闭炉子。



告诫：如果难以拧开翼形螺钉螺栓（螺栓摩擦力过大），炉子可能仍然处于某种压力下，或者炉温太高。（这是安全的特征。）按照步骤 1 和 2 所描述的，再检查一次阀的位置，或者将炉子冷却到低于 50 °C（如果超过 50 °C，有烧伤的危险）。

4. 拆卸顶板、炉盖和银盖。



告诫：如果炉子刚刚使用过，这些组件的温度可能会非常高。作为安全的操作习惯，在装卸顶板时要戴上皮革手套，在装卸金属炉盖或银盖时都要使用镊子。

5. 加载样品和参照坩埚，样品在前，参照坩埚在后。

6. 将冷却圆筒放在 PDSC 炉顶，并添加液态氮或其他适当的冷却剂（如干冰等）。请参阅本手册前面有关液态氮的告诫和警告。



告诫：不要将液态氮直接输入 PDSC 炉子，否则会损坏炉子。

7. 当炉子达到需要的低温时，拆卸冷却圆筒，然后放上银盖、炉盖和顶板。将顶板尽可能的往下推，注意不要损坏 O 形环或震动炉子，否则可能会使坩埚偏离位置。

注意：为获得 DSC 压力炉子稳定性能所建议的最低温度是 -130°C。

8. 用手指均匀拧紧三个翼形螺钉螺栓，从而确保螺纹完全啮合。
9. 对炉子加压并开始实验。在实验完成之后，打开炉子之前，慢慢释放压力（参阅第 31 页）。

维护和诊断

主要的维护操作如本节所说，这是客户的责任。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：DSC 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。

清洁受到污染的压力炉子

差的基线通常都代表炉子受到了污染。必须对 PDSC 炉子进行正确的清洁处理，以维护符合要求的操作。由于康铜盘非常薄（大约 0.1 mm 或 0.004 in），**建议不要刮掉炉子康铜盘上的污染物**，如果盘子变形，基线会受到影晌。

如果通过基线发现样品已经污染，请按照下面建议的清洁过程执行操作：

1. 拆卸炉子中的坩埚。
2. 连接空气净化设备。
3. 使用玻璃纤维擦除器（包括在 DSC 附件套件中）轻轻地刷炉子。
4. 用气体清洁圆盘。

注意：在使用空气清洁炉子时，必须戴上安全眼镜或护目镜。

5. 使用空气净化将炉子加热到 600 °C 或比最高操作温度高 50 °C（其中较低者），然后开始清洁处理。使用 20°C/min 的加热速率。斜坡加热至 600 °C，然后保持此温度 15 分钟。
6. 在炉子冷却下来之后，重复步骤 3 和 4。
7. 再运行实验一次，并比较基线。如果有显著的改进，但基线仍然无法接受，则污染物可能被氧化和还原为惰性灰分。再运行实验一次，然后检查进一步的改进情况。

8. 如果基线可接受，则返回到正常的操作。

如果康铜盘看起来非常干净，没有弯曲或破裂，但基线问题仍然存在，则可能不是污染的缘故；可能需要更换炉子（请与 TA Instruments 服务代表联系）。

研磨银盖和气环

如果在 PDSC 热流曲线（在压力下获得）观察到正弦基线噪声，则银盖和气环（银盖所座的银岩架）可能会变得有点弯曲，并且应该在下次运行之前使用研磨工具将其研磨平滑。研磨工具随 PDSC 炉子一起提供。

1. 将银盖（把手柄端向上）放于平滑表面上的一张精细（600 grit）砂纸上，并按八字形移动银盖，直到变形的区域变平滑为止。
2. 要使气环变得平滑，请使用所提供的双面胶带将一张砂纸粘贴到（400 grit）研磨工具上。使用剪子或剃刀将砂纸剪得与研磨工具一般大小。使用从轻到中等的压力，在环上来回旋转研磨工具（PN 008837. 001）。然后，使用玻璃纤维刷并轻轻吹风进行清洁处理。

注意：在使用空气清洁炉子时，必须戴上安全眼镜或护目镜。

备用部件

下表列出了可从 TA Instruments 获得的 DSC 的备用部件。订购部件时，请查阅办事处列表。

部件编号	说明
202813. 039	O 形环、PDSC 压力圆筒密封
008837. 001	气环研磨工具
900969. 001	PDSC 银盖
900601. 901	PDSC 绝缘层
900674. 901	DSC 快速冷却圆筒
970800. 901	更换 PDSC 炉子

索引

A

ALUMEL® 薄片 13

安全

使用氢气 10, 23

使用氧气 9, 21

安全标准 7

安装

压力 DSC 炉子 15

B

标签

存在高压 8

高温 8

警告 8

在压力炉上显示 8

部件列表 35

C

CE 符合 7

CHROMEL® 薄片 13

参照坩埚

加载 27, 33

拆除包装 15

拆卸

标准 DSC 炉子 15

抽空

对炉子加压 29

抽空气体 29

D

低温操作 33

低温 PDSC 实验 33

电磁兼容性标准 7

电气安全 11

顶板 27, 33

动压力操作 31

F

分辨率 31

G

固定净化率操作 31

规格

压力 DSC 炉子 14

H

恒容操作 29

恒压操作 29

J

基线

问题 33

基线偏移校准 23

基线噪声

导致 34

加压

炉子 27

加载参照坩埚 27, 33

加载样品坩埚 27, 33

减压阀 13

校准

基线偏移 23

炉子常数 23

热含量常数 23

温度 23

压力 23

警告

高温 8, 11

K

康铜盘 13

快速冷却圆筒 33

L

冷却圆筒

用于压力实验 33

灵敏度 31

流量 31

流量调节 31

流量计 29

炉阀 31

炉压

控制 29
释放 31
炉子
 拆卸 Q2000/Q1000 标准炉子 15
 拆卸 Q20P/Q10P 炉子衣套 17
 拆卸衣套 15
 加压
 通过位移 27
 清洁 33
 受到污染时清洁 21
 有污染时清洁 9
 炉子常数校准 23
 炉子
 制冷 33

P

PDSC. 请参见压力 DSC 炉子
PDSC 的备用部件 35
PDSC 的部件 13
PDSC 的特性 13
PDSC 中的气体更换 27

Q

Q2000/Q1000
 安装衣套 19
 拆卸标准炉子和炉盖 15
Q20P/Q10P 19
 安装衣套 19
气体位移 27
气味
 油脂气味警告 9, 21
清洁炉子 33
氢气
 使用前警告 10, 23
 使用时安全 23
 在压力炉子中使用 10, 23

R

热安全 11
热电偶 13

S

示差扫描量热仪 (DSC)。参见仪器实验

- 低温运行 33
- 更换气体 27
- 过程 24
- 基线噪声 34
- 加载样品 27
- 控制炉压 29
- 释放压力 31
- 研磨银盖和气环 34
- 运行 24

T

碳氢化合物

- 警告 9, 21
- 清洁供气管道 9, 21
- 条例符合 7
- 调节器 18
- 调制模式
 - 操作 33

W

- 维护 33
- 位移
 - 对炉子加压 27
- 温度校准 23
- 污染的炉子
 - 清洁 9

Y

- 压力
 - 释放 31
- 压力 DSC 炉子
 - 安装 15
 - 规格 14
 - 重新包装 15
- 压力 DSC 炉子
 - 安装 18
 - 说明 13
- 压力传感器 13
- 压力校准 23

研磨工具 34
氧气
 使用前警告 9, 21
 使用时的安全 9, 21
 在压力炉子中使用 9, 21
样品
 加载 27
样品坩埚
 加载 27, 33
衣套
 安装 19
 拆卸 17
仪器
 拆除包装 15
 维护 33
 重新包装 15
疑难解答
 无法拆卸翼形螺钉 33
翼形螺钉螺栓
 无法拆卸 33

Z

真空泵 29
真空操作 9, 31
诊断 33
重新包装 15

