

PCA

光量热计附件



Q SeriesTM
入门指南

修订版 A
2004 年 1 月发布



©2002 –2004, 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	5
安全	6
电气安全	6
放射危险	6
其他安全警告	6
保修信息	6
第 1 章: PCA 简介	9
概述	9
产品说明	9
实验注意事项	9
波长范围	10
光强度	10
基线噪声	10
暴露时间	10
温度	11
第 2 章: 设置 PCA	13
安装 PCA	14
第 3 章: 操作 PCA	17
系统的准备工作	17
操作 PCA	19
其他实验注意事项	21
双样品操作	25
典型实验结果	26
维护 PCA	28
备用部件	29
索引	31

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。

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。

使用光量热计附件 (PCA) 时，需要在几个重要方面注意人身安全。有关安全的全部详细信息，请参考《Novacure® 用户指南》。

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。

放射危险



警告：绝对不要直视光导设备中的光束或光束的反射光。高强度的紫外光辐射可使视网膜永久性的损伤，并导致失明。



警告：绝对不要紫外光束下暴露皮肤。暴露皮肤会严重灼伤皮肤。在紫外光束下工作时，切记戴上橡胶手套。

其他安全警告



警告：有关安全的全部详细信息，请阅读《Novacure® 用户指南》。

保修信息



警告：使用 PCA 时须多加小心，以免误用或处理不当。在最初安装光量热计附件后，TA Instruments 对双光导设备或 100 W 梅灯不提供保修。



警告：如果在 35°C 以上延长时间使用标准扩展范围的液态双光导设备，则其使用寿命将明显缩短。PCA 实验的建议（默认）温度上限为 80°C 。这一温度上限的得出是根据以下事实：炉子保持恒温 80°C 时，安装在炉子适配器上的光导设备的末端在 35°C 时达到“稳态”。

石英光导设备可在更高温度（高达 250°C ）下工作。请与当地的 TA 代表联系。

第 1 章

PCA 简介

概述

光量热计附件 (PCA) 用于 TA Instruments DSC Q100 和 Q1000 示差扫描量热仪。该附件使放置在 DSC 炉子内的样品可受到紫外光或可见光的照射。当样品（通常为光敏聚合物）对光线作出反应后，就会释放热量（即，发生了放热反应）。测量此热量，并用来研究相对反应性和/或反应动力学。所研究的反应通常发生比较迅速，在少于 15 分钟内即可获得结果。

产品说明

TA Instruments PCA 附件是以过滤曝光计 (Novacure® 2100) 为基础的，此曝光计包含可传输光谱范围为 250 到 650 纳米 (nm) 的光的高压汞灯。宽带过滤器 (320 至 500 nm) 是随仪器一起提供的标准件。光通过一套长 1 米、直径为 3 毫米、双向延伸范围为 250 至 700 nm、充满液体的光导设备由仪器传递到 DSC 炉子。光导设备使用一个专用适配器附加在炉子上。此图显示了这些系统组件。



实验注意事项

有几个基本的仪器特性会影响 PCA 结果的质量。这些特性包括：波长范围、DSC 炉子样品和参照位置处的光强度、基线噪声、暴露时间和温度。以下各段说明设计使用 PCA 的实验时应该考虑的各个方面。

注意：正在申请专利的 Q100 和 Q1000 DSC 炉子的 Tzero™ 设计在进行 PCA 实验时提供了及其重要的优势，包括直接测量和平衡炉子内样品和参照平台处的光强度的能力，以及执行双样品实验的能力。仅在 T4 热流模式下运行时，才能获得以上优势。因此，要求 PCA 实验在 T4 热流模式下运行。

Novacure® 是 EXFO Photonic Solutions, Inc. 的注册商标，该公司地址是 2260 Argentia Road, Mississauga, Ontario, Canada L5N 6H7。

波长范围

Novacure® 是一个过滤曝光计仪器。随仪器提供的宽带过滤器覆盖 320 至 500 nm，适于进行大多数的紫外光和可见光 PCA 研究。覆盖在紫外光（250 至 450 nm）区域的宽带过滤器是个选件。390 nm 和 490 nm 的可见光长传过滤器也是选件。这些后续添加的过滤器安装在光导设备的 DSC 一端。

光强度

PCA 以高强度、高压力的汞灯为基础，该汞灯能产生的总光强度约为 $20,000 \text{ mW/cm}^2$ 。此强度远远超出多数光量热计实验所要求的强度。（多数实验中样品处的光强度为 20 至 100 mW/cm^2 之间。）因此，到达 DSC 炉子的强度要组合使用 PCA 单元处的孔径控制及中性密度和/或光导设备一端的截断过滤器进行调整。

双光导设备的每个臂末端的光强度一定不能仅调整为正确的水平，必须对其进行平衡以产生最小基线偏移。TA Instruments Q Series™ DSC 采用独一无二的、正在申请专利的设计，该设计允许分别测量样品和参照平台处的热流。当没有样品、参照材料和坩埚时（即，仅有一个空的炉子），观察的热流直接与平台处的光强度相关。因此可以确定照射到样品的实际强度。另外，只需简单调整炉子的光导设备适配器即可平衡样品和参照平台处的强度。

基线噪声

理想情况下，通过光导设备传递到 DSC 炉子的光强度应该为常量。但是，在 PCA 中使用的高压汞灯的输出具有固有的波动。DSC 炉子很灵敏，可以检测到光强度的微小波动，并将其视为热流基线中的噪声。没有系统调整来消除此噪声。幸运的是，该噪声通常低于 $\pm 100 \mu\text{W}/\text{cm}^2$ ，这对于与所研究的光启动事件相关的热流没有影响，因为这些热流比噪声大许多个数量级。

暴露时间

光启动固化反应是快速热事件。可以在几秒或几分钟内完成固化。即使使用低强度的光，区分相似的材料的固化行为也很困难。因此，改变暴露时间的能力提供了另一个实验变量，它有助于改进行为区分和/或提供条件，以便更好地模拟实际处理中的情况（例如，当胶片快速经过光源时出现的胶片涂层光固化）。PCA 通过事件电缆连接到 DSC 炉子，该电缆可打开并关闭光源处的光闸。设置 PCA 方法时可以将暴露时间选择为短至 0.6 秒。

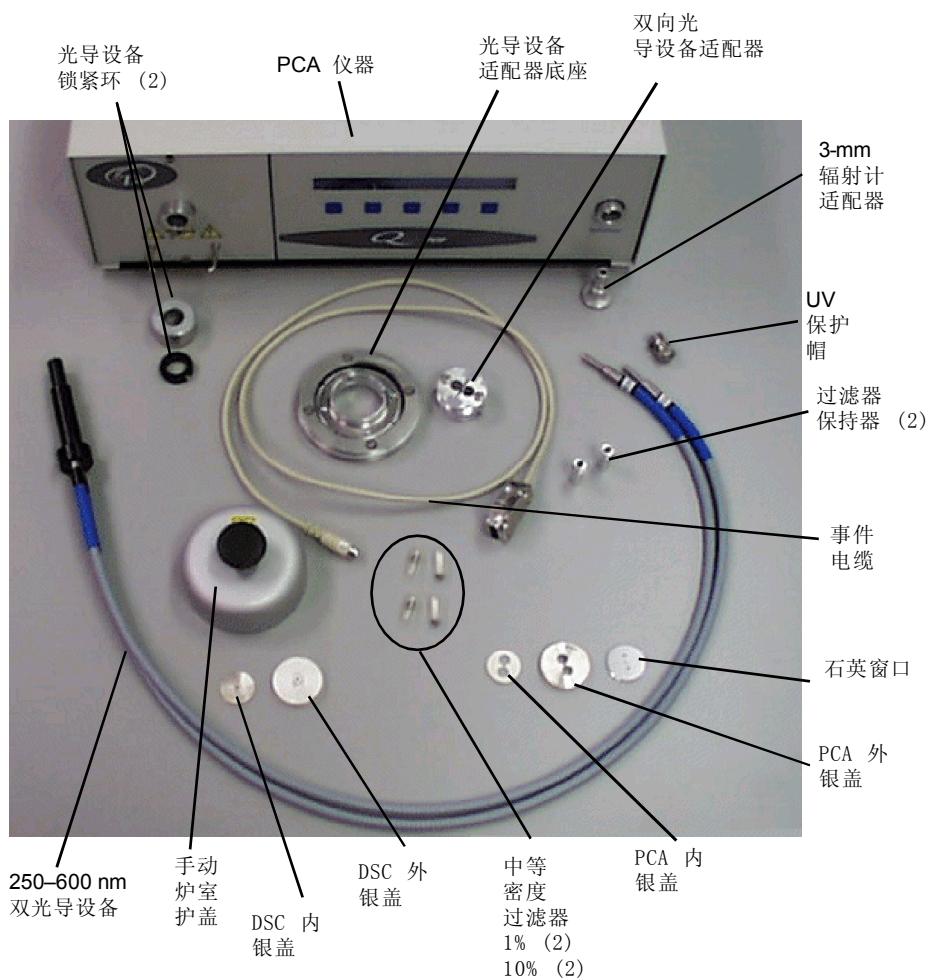
温度

大多数 PCA 实验都是恒温进行的。PCA 与 FACS 和 RCS 制冷装置兼容。可以进行 PCA 实验的温度范围为 -50 到 80°C。而且，一旦 PCA 实验完成，可以对完全/部分固化样品材料在比所选制冷装置的温度范围更宽的范围内进行标准 DSC 实验，只需对系统进行少量更改。

第 2 章

设置 PCA

本节简要介绍 Q Series™ 光量热计附件 (PCA) 的安装。有关详细信息, 请参考《DSC Q Series™ 入门指南》、联机帮助和《过滤曝光计 (Novacure®) 用户指南》。在安装中可使用随 PCA 及其附件工具包提供的许多组件。这些组件在下图中进行了标识。



光量热计附件组件

安装 PCA

1. 在 PCA 单元中安装汞灯和 320 至 500 nm 的过滤器。（有关详细信息，请参考《Novacure® 用户指南》。）
2. 在 DSC 上安装相应的制冷附件和热交换器。PCA 可用的温度范围是 -50 至 80°C，且与装有散热器的空气制冷系统 (FACS) 和冷冻制冷系统 (RCS) 相兼容。

注意：在设置 PCA 实验的过程中，可以在软件中输入 80°C 以上的实验温度。但是，只能对石英光导设备而不能对随 PCA 提供的标准液态光导设备执行 80°C 以上的操作。

3. 安装制冷装置后，重置制冷装置的热交换器周围的衣套。PCA 光导设备适配器底座固定在此衣套上。
4. 从仪器控制菜单中选择工具/仪器首选项/DSC。然后选中“PCA 操作”。这一点对于正确操作仪器很重要。PCA 与 DSC Q100 和 Q1000 兼容，但不能用于自动加盖装置或自动进样器。选择“PCA 操作”作为仪器首选项将使自动加盖装置开启而不关闭，并禁用自动进样器。这就排除了使用 PCA 过程中突然关闭及损坏自动加盖装置的可能性。

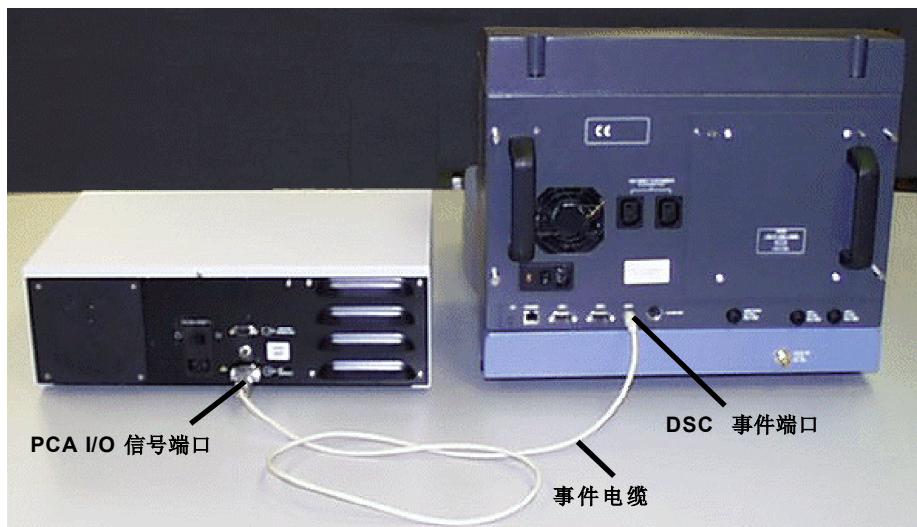
注意：一旦启动 PCA 实验时禁用了自动加盖装置和自动进样器（如果有），则即使在取消选择“PCA 操作”的情况下，这些装置仍然保持禁用状态。这将使得 PCA 和 DSC 实验可交替运行，且需要最少的转换。若要重新启用自动加盖装置，则选择“控制/自动加盖装置/启用”。若要重新启用自动进样器，则选择“控制/自动进样器/启用”。

5. 将 PCA 单元放在 DSC 右侧的实验室工作台上。因为 RCS 制冷剂线路从左侧连接至 DSC 热交换器，所以将 PCA 定位在右侧，则可以将光导设备安装在 PCA 单元和炉子之间，而不会对光导设备有任何约束。

6. 插上 PCA 电源插头。将事件电缆从 DSC 事件端口连接至 PCA 单元上的 I/O 信号端口。请参见右图。此电缆可以通过使用仪器控制软件中的“事件”分段来打开或关闭 PCA 光源光闸。

注意：必须将 PCA 单元上的操作模式设置为“EXTIM”，才能启用此功能。

注意：当将 PCA 与 RCS 制冷装置组合使用时，必须在 RCS 仪器的前面将 RCS 设置为“手动”（而不是“事件”）。因为在 DSC 上只有一个“事件”端口，现在此端口用于控制 PCA，所以必须手动打开或关闭 RCS。



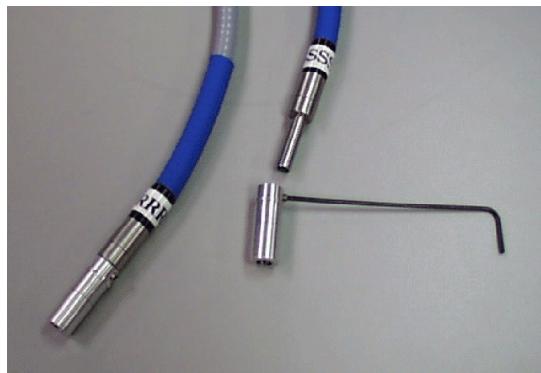
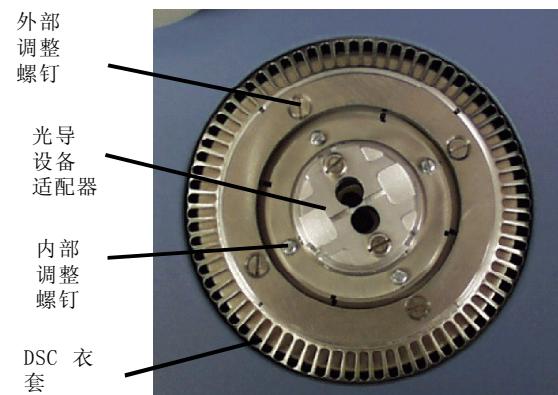
7. 将光导设备适配器底座放入 DSC 衣套的金属格栅内，使其靠在制冷装置 (FACS 或 RCS) 上。在紧固之前，调整适配器的位置，以使光导设备适配器上的两个孔居于 DSC 炉子样品和参照平台中间。均匀拧紧四个螺钉以使其刚好合适。请参见右图。不要拧得太紧。

以后，可以在需要时使用这四个内圈螺钉来对光导设备适配器的位置进行略微调整。

8. 将光导设备插入 PCA 单元左侧的光导设备端口，直到它就位并发出咔哒声为止。

9. 在光导设备臂末端安装过滤器保持器，如右图所示。

10. 将光导设备臂插入炉子上光导设备适配器的两个孔中。调整 PCA 单元的位置（如果需要），以使从 PCA 单元到炉子的光导设备桥无扭曲、绞结或机械应变。请见下面的图。



11. 根据以下信息，选择并安装所需的过滤器设置。在 PCA 单元中使用的、由高压汞灯发出的光的波长范围是 250 至 650 nm。DSC 炉子中的样品所看到的波长范围取决于在光源前或在光导设备臂末端的过滤器保持器中插入宽带过滤器还是截断过滤器。PCA (所提供的) 在光源前安装了 320 至 500 nm 的宽带过滤器。推荐大多数 PCA 研究中使用此过滤器。如果所研究的材料已由可见光固化，则应取下此过滤器，并将可见光截断过滤器 (390 nm 或 490 nm) 插入光导设备的过滤器保持器中。

注意： 可见光截断过滤器是 PCA 的一个选件。有关部件编号信息，请参阅第 3 章。

12. 通过组合使用 PCA 单元上的运行注册光闸控制和中等密度过滤器，调整照射到 DSC 内的样品上的光强度。中等密度过滤器可传输 10% 和 1% 的可见光，该过滤器包括在附件工具包中。根据需要将所需过滤器安装在光导设备过滤器保持器中。请见下面的图。**确保过滤器平放在保持器中。**

注意：如果要求在样品处获得所需波长范围和强度的光线，光导设备过滤器保持器设计为可同时容纳中等密度过滤器和截断过滤器。



告诫：这些过滤器的一面或两面上具有半硬的涂层。由于这些涂层比玻璃软，因此易于擦除。只能触摸外露涂层过滤器的边缘。

如果需要清洁，则应格外小心地进行。首先，如果可能，用干燥的空气除去任何外界物质。用柔软的棉布轻轻擦拭，除去任何剩余微粒。最后，用新实验室用毛巾蘸上几滴纯的无水酒精或丙酮进行清洗，这可以清洁过滤器而无任何损坏。

第 3 章

操作 PCA

本节简要介绍光量热计附件 (PCA) 的操作。有关详细信息，请参考《DSC Q Series™ 入门指南》、联机帮助和《Novacure 用户指南》。

系统的准备工作

PCA 设计用于 DSC Q100 和 Q1000。为了正确进行实验，所监测的 DSC 热流必须为 T4。（在仪器控制菜单上的“工具/仪器首选项/DSC 页”中选择该选项。）因此，在使用 PCA 之前，必须使用仪器控制程序中的“校准向导”对 DSC 进行校准。有关详细信息，请参考软件程序中的联机帮助。

将标准手动内外银盖和手动 DSC 炉子护盖放好后，再执行 Tzero 校准过程。在 PCA 操作过程中，将使用不同的盖布置，如本章中后续部分所述。但是，如果在 PCA 测试之后，对部分或完全固化的材料进行常规 DSC 实验，则应使用手动盖和护盖。

在校准 DSC 后，请根据这些说明在 DSC 仪器上安装 PCA。

1. 在锁紧环中安装扩展范围的双光导设备，并将其固定在光源前的端口中，如右图所示。

2. 确定当使用《Novacure® 用户指南》中第 5 节所介绍的过程时的最大可用强度。通常，此值应介于 15,000 和 20,000 mW/cm² 之间。

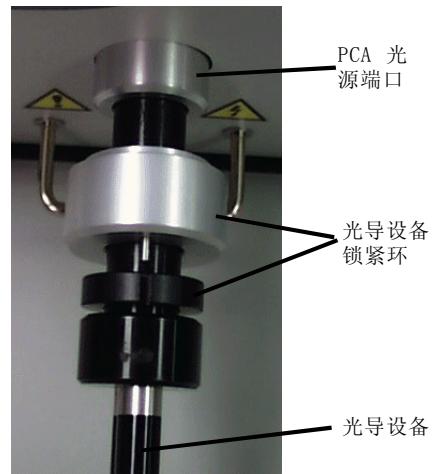
注意：最大可用强度将随光源所用时间的增长而减少。

3. 在 PCA 单元上将运行注册设置为期望的光源强度。（所选强度必须介于 500 mW/cm² 和上面的步骤 2 所确定的最大强度之间。）通常选择的光源强度介于 2,000 和 7,000 mW/cm² 之间，因为当使用中等密度或截断过滤器时，可在 DSC 炉子处获得范围为 20 至 100 mW/cm² 的测量强度。

4. 注意光导设备的两臂分别标记为“S”（样品）和“R”（参照），确保光导设备在不同的实验中的重定位保持一致。

5. 松开固定螺丝，从光导设备臂的两端取下过滤器保持器。

6. 根据《Novacure® 用户指南》第 6 节中的说明，使用 PCA 单元内部的辐射计来测量光导设备臂末端的强度。应将辐射计测量的“方法/源”设置为“电流”。



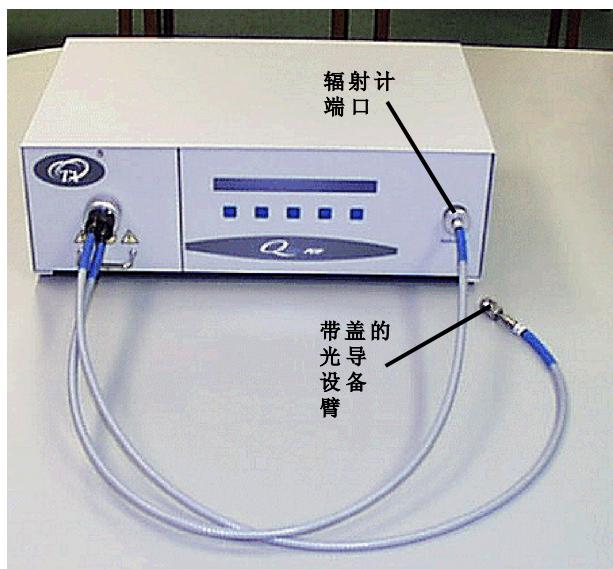


警告： 内部辐射计一次只能供光导设备的一个臂使用。应该在匹配和校准过程中将另一个“自由”臂盖上帽，以避免使操作员的眼睛突然暴露于光线下，而对眼睛造成伤害。此光导设备帽包括在附件工具箱中。

7. 将单元上的光导设备直径设置为 3 mm 作为每个光导设备臂的直径。（请参考《Novacure® 用户指南》的第 5 节。）必须使用辐射计适配器，以使光导设备臂正确插入辐射计端口。
8. 测得两臂强度后，将结果进行比较。这两个强度应该几乎一致，误差在 5% 以内。如果这两个强度达不到上述要求，通过在光源处旋转锁紧环来调整光导设备的位置。根据步骤 5 中的指导再次测量这两个强度，并根据需要进行调整直到它们“符合”5% 以内的误差。
9. 按照右图所示，拧紧锁紧环上的固定螺钉以将光导设备锁紧在恰当位置。

注意：Novacure® 辐射计的数字分辨率随光强度的减弱而降低。处于较低的强度时，这可能导致两个强度相差超出 5%，而使其看起来不同。无须继续尝试使两强度匹配，因为最终的强度平衡是由 DSC 炉子来实现的。

10. 使用样品臂校准光导设备臂末端的光强度。校准是在将光导设备插入辐射计端口的情况下、使用内部辐射计来进行的，如下图所示。**确保盖住光导设备的自由臂，请参见上面的警告。**有关校准的详细信息，请参阅《Novacure® 用户指南》的第 7 节。校准值应该与运行注册中选择的值接近。

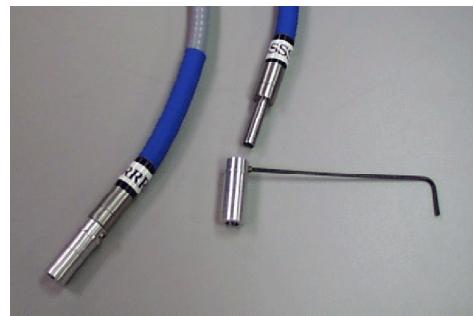


操作 PCA

在按照前面的指导校准 PCA 后，即可将其与 DSC 连接，并按如下步骤调整系统：

1. 在两个光导设备臂的末端安装过滤器保持器。拧紧固定螺钉，使它们处于合适位置。请参见右图。

注意：光导设备适配器内的开口大小设置为可以在过滤器保持器位置合适的情况下容纳光导设备臂。因此，即使不需要任何过滤器，也必须将过滤器保持器放置在合适位置。



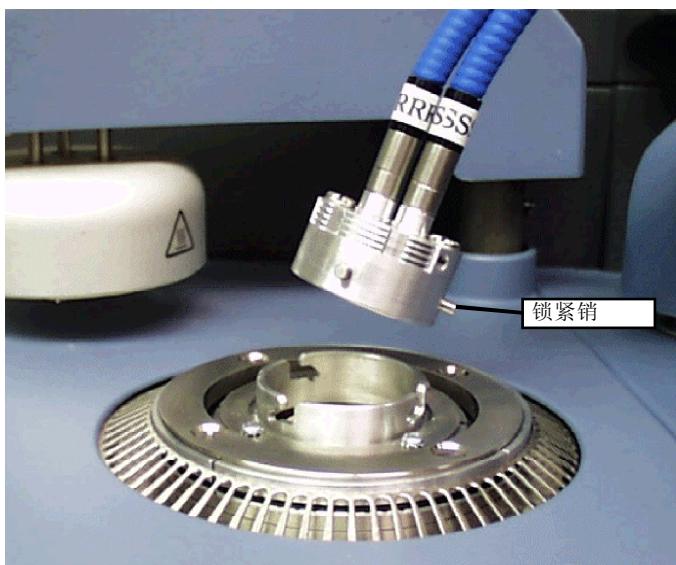
2. 通过取下保持器端帽上的螺钉，插入所需的过滤器（如果有）。请见下面的图。在给端帽重新拧上螺钉之前，确保过滤器平放在保持器内。



告诫：这些过滤器的一个或两个表面上有半硬的涂层。由于这些涂层比玻璃软，因此易于擦除。只能触摸外露涂层过滤器的边缘。

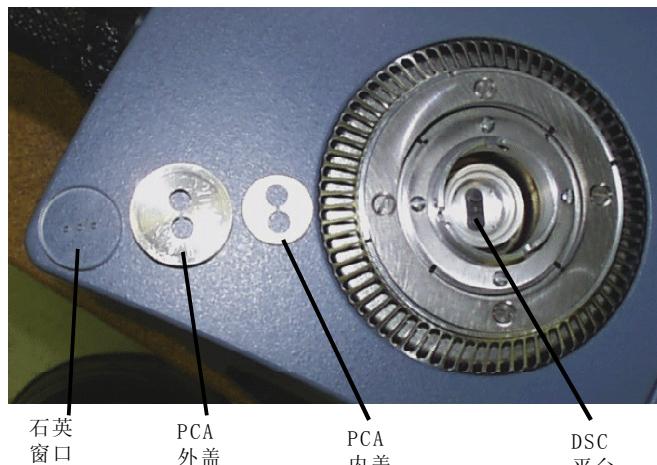
如果需要清洁，则应格外小心地进行。首先，如果可能，用干燥的空气除去任何外界物质。用柔软的棉布轻轻擦拭，除去任何剩余微粒。最后，用新实验室用毛巾蘸上几滴纯的无水酒精或丙酮进行清洗，这可以清洁过滤器而无任何损坏。

3. 将光导设备臂插入光导设备适配器内的参照 (R) 孔和样品 (S) 孔中，直到其底部如右图所示。拧紧固定螺钉以使其处于合适位置。如果需要，现在可通过旋转适配器直到锁定销与安装环内的插槽分离，将适配器和光导设备臂作为单独配件从炉子上取下。



请参见左图。（注意，每次从样品载荷取下此单独配件时，现在可根据插槽的固定位置，在所需的精确位置重置此单独配件。取下和重置配件时，要检查过滤器是否仍平放在保持器中。）

4. 使用改动后的内外银盖覆盖炉子，以便两孔直接定位在炉子内的样品和参照平台上。确保内盖的水平一侧朝上放置。请参见右图。



5. 使用镊子将石英窗口放置在外银盖上面。旋转石英窗口，确保孔不对准样品或参照平台，以便在 PCA 实验过程中不会干扰光进入炉子。



6. 确定螺钉 在光导设备适

配器上的垂直位置（参见下图）。用这些螺钉来调整光导设备两臂末端的距离以及样品和参照平台之间的距离，以平衡两个炉子平台之间的光强度。先顺时针旋转定位螺钉直到拧紧，将臂到平台的距离调整至最小。

7. 用如下的步骤设置 DSC 方法：

平衡温度：测试温度

数据存储：打开

采样间隔：0.1 秒/点

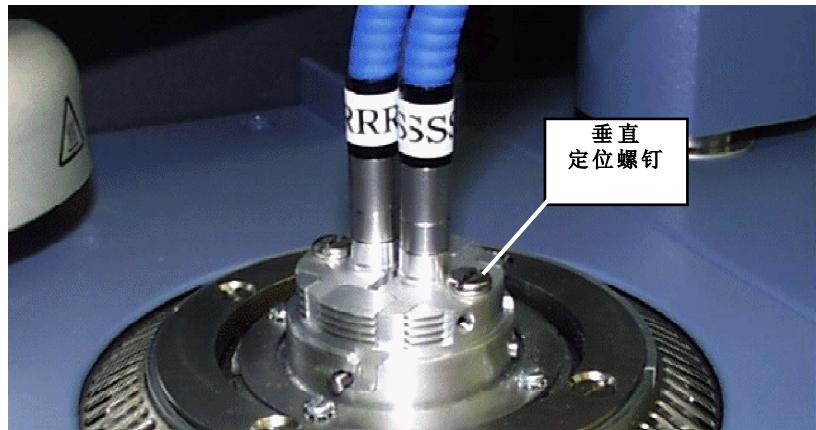
等温：0.5 min.

事件：打开

等温：3 min.

事件：关闭

8. 监视 DSC 模块的 LCD 上的“信号显示”时，或通过在实时绘图区绘制强度信号来监视控制器时，执行强度平衡过程。



- 要控制器监视，请从下拉菜单选择强度信号。

- 要监视 LCD 信号显示上的 PCA 信号，使用仪器控制程序选择工具/仪器首选项/LCD 信号。然后选择“样品强度”和“参照强度”。

注意：任何一次只能选择 6 个信号来显示。因此，要选择 PCA 强度信号，必须有两个标准默认信号不能选中。

9. 开始实验。当事件启动后，光进入空的炉子，样品强度和参照强度将增加并达到平衡。如果系统中的所有变量平衡良好，则这两个强度将相等。但是，通常情况下，它们将相似而不能达到平衡。

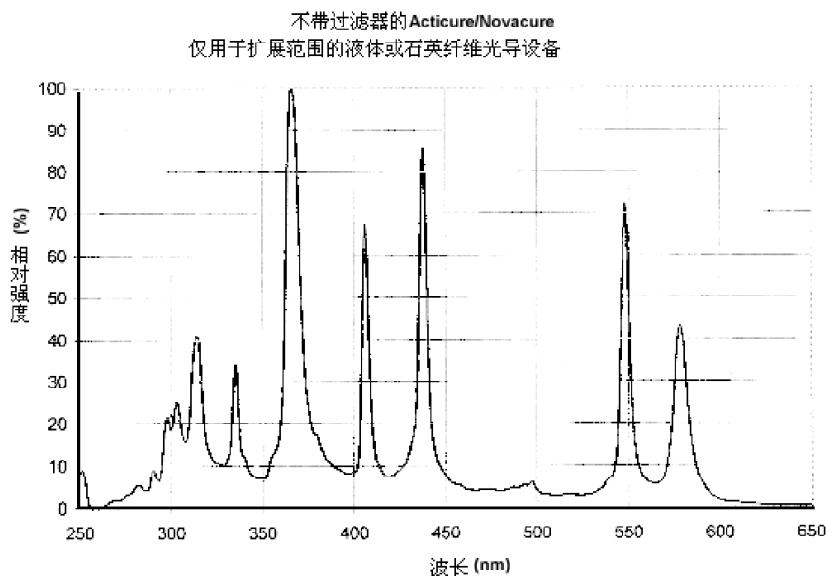
- 通过调整光导设备臂的高度（最初表示最高强度）来平衡强度。一边观察所选的显示，一边逆时针旋转定位螺钉，直到两个强度相差在 $\pm 2\%$ 范围内。
- 注意最终平衡的强度。这是在后续实验中样品将应用的实际强度。因为强度是一个能影响光量热计结果的关键实验变量，因此应经常用相似的样品强度进行比较性研究。

注意：样品强度和参照强度是设置 PCA 时使用的“诊断”信号。它们不是通常存储在实验数据文件中的信号。请参考下面的“注意”。

注意：如果传递到 DSC 炉子的光强度低于 10 mW/cm^2 ，使用这些炉子信号无法测量和平衡样品强度和参照强度。而必须使用外部辐射计和自定义安装来测量此强度，此自定义的安装设计用来在炉子上安装光导设备时，使光导设备在辐射计上的距离与光导设备末端和炉子平台之间的距离（0.81 英寸）相同。

其他的实验注意事项

- 在样品处获得特定强度的过程是一个错误尝试的过程。下面的指导将有助于进行调整。
 - 可以设置 PCA 单元的运行注册，以使光导设备末端产生的强度介于 500 mW/cm^2 和来自于灯的最大可用强度（根据灯的使用时间最大可达 $20,000 \text{ mW/cm}^2$ ）之间。
 - 在 DSC 炉子平台处的强度约为光导设备末端所测得强度的 $1/10$ 。（此强度减少是因为在通过光导设备和平台之间的 20 mm 的空气间隙处发生漫射所致。）通过使用提供的 10% 或 1% 的传输中等密度过滤器还可以进一步减少此强度。
 - 在 DSC 炉子平台的可见区域的强度与同等条件下、采用标准 320 至 500 nm 宽带过滤器配置时所测得强度相比，约为 $1/2$ （使用 390 nm 过滤器），为 $1/4$ （使用 490 nm 过滤器）。（这些相对强度是在所用的光谱区域出现的高强度波长的数量所产生的结果。请参见下图中的高压汞灯。）



- 在多数实验中，当炉子受到光线照射时，会发生基线偏移。此偏移与样品热容、样品坩埚热容和空参考坩埚热容之间的差别相关。相对于所测量的放热事件而言，此偏移很小。而且，在固化完成后将基线后推，可以很容易地消除该偏移在峰值积分中的影响。
- 当炉子受到光照射时，温度会升高。当光强度很高时 ($> 100 \text{ mW/cm}^2$)，此升高很明显，而且会在一定程度上受到所使用的制冷附件的影响。但是，由于多数固化反应的速度而且温度变化不大 ($< 1^\circ\text{C}$ 在强度为 100 mW/cm^2 时)，因此反应动力学应该不会受到影响。
- 有几个变量会影响 PCA 结果，包括波长范围、光强度、温度和暴露时间。暴露时间由实验方法中的等温段长度来控制，它从光线开始进入炉子的时间点开始（即，“事件”打开），到移去光线的时间点结束（即，“事件”关闭）。最短的暴露时间可以设置为 0.6 秒。
- Q SeriesTM DSC 设计为在整个温度范围内启动制冷的条件下运行。选择用于 PCA 实验的制冷附件时，需要考虑以下事项。

— 多数 PCA 实验在环境温度与 80°C 之间恒温进行。对于扩展范围的注入液体的光导设备，在 35°C 以下使用时其寿命为几年，而在 50°C 使用时寿命减少为几天。在 80°C 与 FACS 制冷装置一起使用时，在适配器中的光导设备末端在 30 分钟后仅能达到 35°C 。因为 PCA 实验持续时间通常少于 5 分钟，所以温度对光导设备寿命的影响很小。但是，在光导设备安装在炉子上的情况下，并不推荐使 DSC 在 80°C 长时间保持恒温。

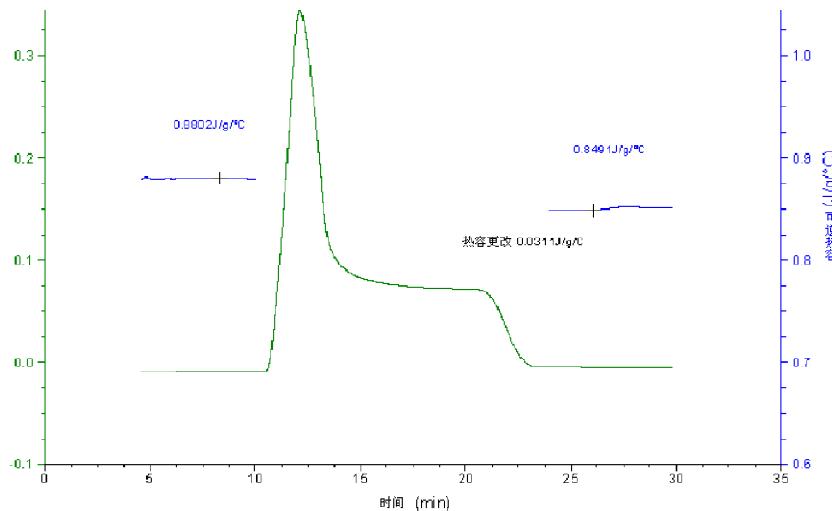
注意：在设置 PCA 实验的过程中，可以在软件中输入 80°C 以上的实验温度。但是，只能对石英光导设备而不能对随 PCA 提供的标准液态光导设备执行 80°C 以上的操作。

- 装有散热器的空气制冷系统 (FACS) 并未设计为在环境温度低于 5°C 的情况下进行 Tzero 校准。它应主要用于在 30 和 80°C 之间进行的 PCA 实验。
- RCS 制冷附件允许在 -50 到 80°C 之间进行 PCA 测量。由于 RCS 操作过程中，DSC 炉子的某些部分的温度可能低于环境温度，所以应该采取适当实验过程以确保不会在系统表面发生湿气冷凝（来自大气）。DSC 有一个辅助净化装置，在 PCA 实验结束时该装置将自动启动，以减少任何潜在的冷凝。（一个实验开始时，此净化装置自动关闭。）始终应在炉子温度达到环境温度或更高温度时加载和卸载样品。

注意：建议将“卸载温度范围”参数（设置实验过程时在“试验后参数”窗口选择）设置为 35 到 40°C 。在 -50°C 长时间进行 PCA 实验后，在 DSC 顶部的石英窗口的外面将达到约 17°C 。但是，实验结束后，只需几分钟的时间，炉子即可达到 35 到 40°C 的推荐卸载温度，石英窗口外侧温度也升高回 24 至 26°C 范围。

- 有些情况下，可能需要在运行等温 PCA 实验后立即运行 DSC 斜坡加热实验，以完成材料的固化过程（固化由光启动，但通过加热完成）或在固化部分或全部完成后评估玻璃化转变或其他热属性。TA Instruments PCA 已设计为可以实现 PCA 和标准 DSC 实验之间的快速转换。只须遵循以下步骤：
 - 取下双光导设备适配器（光导设备仍保留在原位）。[无须取下光导设备适配器底座。实际上，如前面所述，一旦禁用了自动加盖装置和自动进样器（如果有），当切换回标准 DSC 时，必须注意重新启用这些功能。] 这样安排是为了可以执行本节所描述的实验类型，而无须取下光导设备适配器底座，也无须改变光导设备及炉子平台的排列。
 - 用标准 DSC 的内外银盖和手动炉子护盖更换 PCA 内外银盖和石英窗口。
 - 取消选择仪器控制菜单中工具/仪器首选项/DSC 页上的“PCA 操作”。
 - 设置所需的 DSC 方法并开始实验。
- Q Series™ DSC/PCA 系统的另一个独特功能是可以对光固化前后的材料进行准恒温调制 DSC® 测量。不能在样品暴露于光线下的情况中进行调制 DSC 测量，因为由于光线和放热固化过程所引起的温度变化会使调制中断。不过，也可创建下页显示的实验方法，在该方法中，准恒温 MDSC® 段在 PCA 暴露段之前或之后运行。经过固化过程，多数材料的热容会降低，因为内部结构变得更加坚硬，而且分子运动变得更少。

注意：由于 PCA 光照射期间的热容信号不是有效信息，所以绘制结果时可能希望仅显示在光照射前和光照射后的热容，如下图所示。这可以使用 Universal Analysis 中的“排除数据”功能来实现。



Modulated DSC® 和 MDSC® 是 TA Instruments –Waters LLC 的注册商标，该公司地址是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

MDSC 可逆热流信号与热容直接相关。因此，测量 MDSC 可逆热流的变化作为特定 PCA 照射情况的结果，是用于区分相似材料的另一种选择。

在 35°C 时保持平衡

数据存储： 打开

数据收集： 0.1 秒/数据点

保持恒温 0.5 分钟

每 40 秒调制 $\pm 0.2^\circ\text{C}$

保持恒温 1 分钟

每 40 秒调制 $\pm 0^\circ\text{C}$

保持恒温 0.5 分钟

事件： 打开

保持恒温 2 分钟

事件： 关闭

保持恒温 1 分钟

每 40 秒调制 $\pm 0.2^\circ\text{C}$

保持恒温 5 分钟

双样品操作

DSC Q SeriesTM 仪器的独特设计允许分别测量样品和参照平台处的热流。这提供了测量和平衡炉子平台的光强度的功能（请参见第 12 页和第 27 页）。另外，独立测量热流的功能使 PCA 可用于双样品操作。双样品操作主要用于在一组特定的实验条件下（波长范围、光强度、温度和暴露时间），比较相似的材料，以评估不同类型或光启动剂浓度的影响。结果作为两个不同的热流信号 [“热流 A”和“热流 B”] 捕捉在单个数据文件中。

注意：这里假定“热流 A”来自样品（前）平台，而“热流 B”来自参照（后）平台。

有关运行双样品实验的其他说明归纳如下：

- 通过在仪器控制菜单中选择工具/仪器首选项/DSC，然后选中“PCA 操作”和“选择双操作”来选择双样品操作。
- 选择视图/实验视图。在“样品名”字段输入两个样品的名称 [例如，Photo 1032 (A)/Photo 1042 (B)]。最多可用 32 个字符。
- 在“样品重量”字段输入输入样品重量。注意：即使在评估两个样品时，也只可输入一个样品重量。确定由两个样品所生成的规格化热流时，将使用此处输入的重量。使用相同的重量不会出现问题。因为样品重量会影响特定实验条件下所获得的固化率和固化水平，通常好的作法是准备并使用重量相差不超过 $\pm 5\%$ 的样品。
- 选择双 PCA 操作后，两个新的信号会自动存储在数据文件中。这两个信号是“热流 A”和“热流 B”，这两个信号分别来自位于炉子的样品和参照平台上的样品。

要监测 DSC 信号显示触摸屏上的热流，请使用仪器控制程序选择工具/仪器首选项/LCD 信号。然后选择“热流 A”和“热流 B”。

注意：在仪器触摸屏上一次只可选择六个信号。因此，为了选择双样品热流信号，必须取消对两个标准默认信号的选择。

要在控制器的信号显示窗格中监测这些热流，单击右键以显示弹出菜单，在自定义信号显示上单击，然后从下拉菜单中选择热流信号。

- 使用仪器控制程序中的 Tzero 校准向导来对双样品操作执行热流校准。因为两个炉子平台上响应和温度分布图非常相似，所以只在一个样品平台上执行热流和温度的校准，且在评估“热流 A”和“热流 B”结果时采用同一炉子常数。

- 在双样品操作中所得到的绝对热流精度结果没有单样品操作中的结果好。因此，要获得最优的反应热和动力学评估，推荐使用单样品操作。

注意：双样品操作还可与上一节所介绍的准恒温调制 DSC® 测量一起使用。

典型实验结果

下图显示了典型 PCA 结果。图 1 显示了可见固化粘合剂。照射时间充足，可完成材料固化。

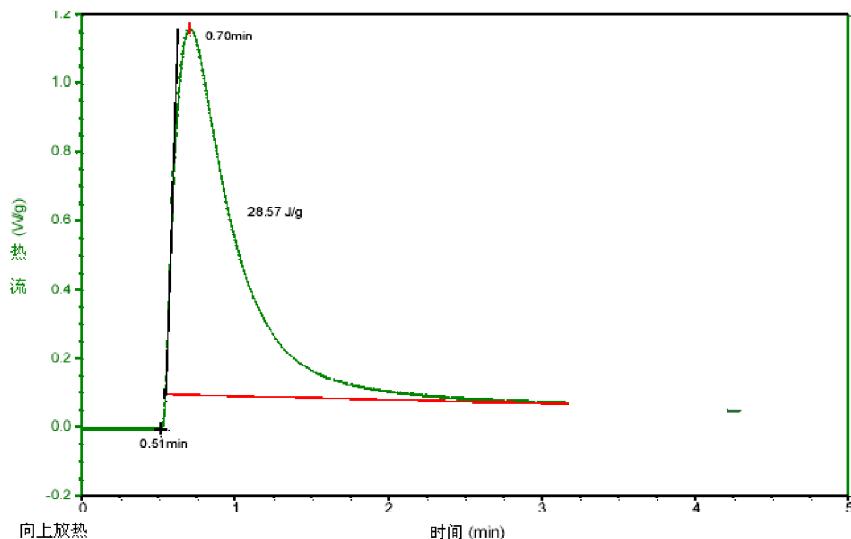


图 1
可见固化粘合剂

下页的图 2 和图 3 显示了对两个类似的粘合剂进行“多次闪光”实验后的结果，其中每个粘合剂受到一系列宽带（320 至 500 nm）光线的短时间（0.6 秒）“闪光”照射。每次闪光期间所发生的固化量是不同的。在最初闪光期间发生的固化量表示粘合剂 A 固化较快。

根据不同等温温度时的一系列光触发实验，使用 TA Instruments DSC 恒温动力学软件评估固化动力学特性是可能的。

注意：Universal Analysis 自动对实验数据绘图，此数据来自于包括“事件”段的方法，绘图中启动“事件”处有一中断。分析 PCA 结果时必须更改此“默认”设置，因为数据在绘图中中断，会导致峰值积分失败。要更改此设置，打开 PCA 数据文件。（注意绘图中的断点。）从菜单中选择文件/选项，然后单击数据页。取消选择“在气体切换或事件标记处分断数据”，然后单击保存和确定。此更改现在成为您后续所有 UA 工作的默认设置，直到您有意更改它为止。

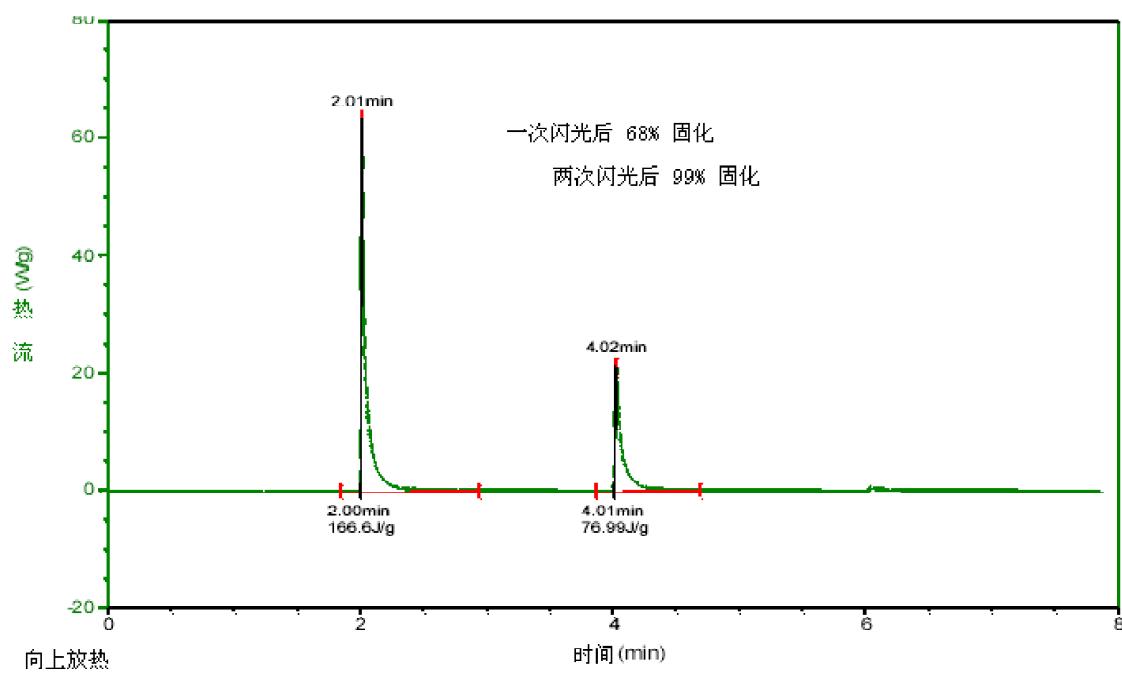


图 2
粘合剂 A 闪光固化

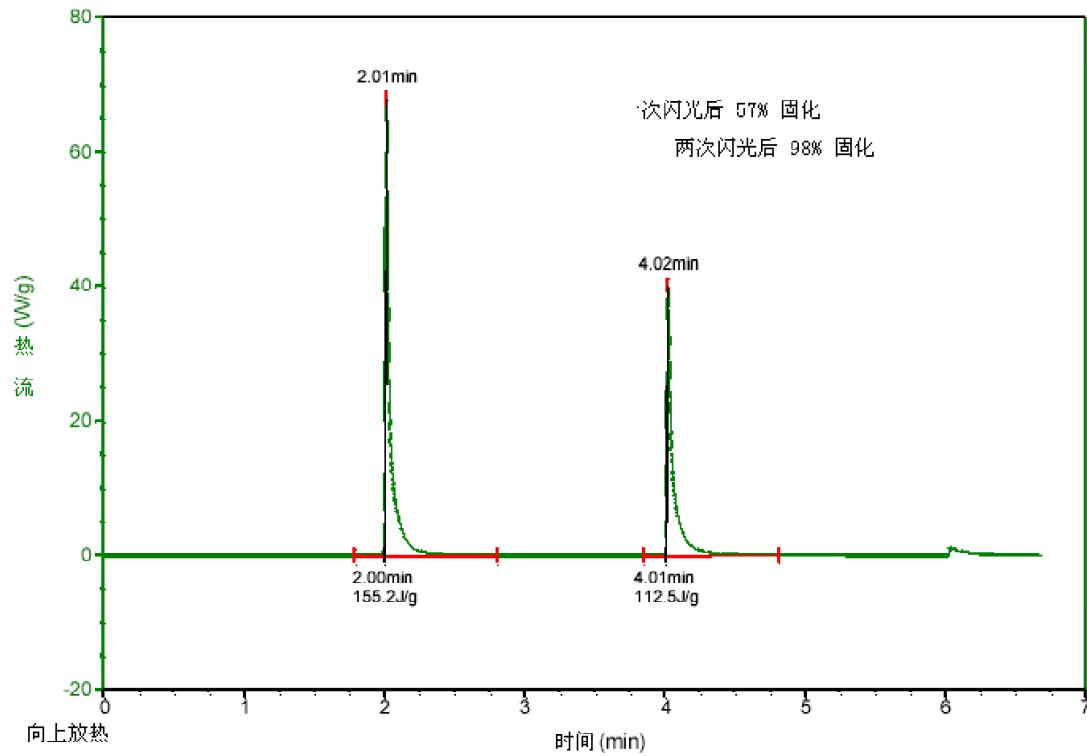


图 3
粘合剂 B 闪光固化

维护 PCA

光量热计附件的维护主要包括对风扇背面的空气过滤器的适量清洁和更换，以及日常维护。有关这些过程的详细信息，请参考《Novacure® 用户指南》第 11 节。

备用部件

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

部件编号	说明
935002. 902	PCA 附件工具箱, 其中包括:
200177. 001	适配器, 辐射计, 3mm, PCA
203947. 026	扳手, 六角, 1/16"
205087. 109	固定螺丝钉, #4-40 x .12", 平头
265981. 001	扳手, 六角, .050"
269920. 026	扳手, 六角, 7/64"
271400. 001	固定螺丝钉, #6-32 x .12", 尼龙顶部
271635. 001	保险丝, 4A, 250V, Fast Blo, 5x20mm
271636. 001	润滑剂, 精度, .5 oz 管, PCA
935003. 001	盖, 内部, 银, PCA
935004. 001	盖, 外部, 银, PCA
935005. 901	电缆, 事件, PCA
935006. 001	过滤器, 内部, 320–500 nm, PCA
935007. 901	窗口, 石英, PCA
935008. 901	帽, UV 保护, PCA
935010. 901	适配器底座, PCA
935011. 901	适配器, 双光导设备, PCA
935012. 001	光导设备, 双, 250–600nm 无保修*
935015. 901	过滤器, 中等密度, 1%, 2 ea
935016. 901	过滤器, 中等密度, 10%, 2 ea
935021. 001	灯, 100W 汞, PCA 无保修*
935022. 901	过滤器保持器装置, 双光导设备
935034. 901	炉子护盖, 手动, PCA
970282. 001	盖, 上面, 银, 手动, DSC
970283. 001	盖, 内部, 银, 手动, DSC
其他备用部件:	
271626. 001	0 形圈, 3.239" ID x .070" W, PCA (最初作为适配器底座 PN 935010. 901 的部件)
935006. 002	过滤器, 内部, 250–400 nm, PCA
935013. 001	空气过滤器工具箱, Pkg. Of 10, PCA
935014. 001	辐射计, 250–600 nm, PCA
935018. 901	过滤器, 长传, 390 nm, 2 ea
935019. 901	过滤器, 长传, 490 nm, 2 ea
* 无保修: 在最初安装后, TA Instruments 对以下产品不提供保修, 这些产品包括双光导设备或 100 W 汞灯。	

索引

符号

“热流 A” 25
“热流 B” 25

A

安装 14

B

保修 6, 29
暴露时间 10, 22
备用部件 29
波长范围 15, 22
部件 29

C

操作 19
操作模式 14

D

DSC
使用 PCA 前的准备工作 17
校准 17
DSC 的衣套 14
DSC 炉子
覆盖 20
光强度调整 10
平台处的强度 21
平台温度 22
取下光导设备臂 19
电缆
事件 14
定位 PCA 和 DSC 14

F

反应动力学 9
方法

设置 20

放热反应 9

放热事件 22

峰值积分 22

辐射计

内部的 17

G

改动后的盖 20

汞灯 9, 10, 15

光导设备 9

安装 17

安装环 15

保持器 15

臂 17

安装过滤器 15, 19

安装过滤器保持器 19

定位 15

过滤器保持器 16

适配器 15

位置 20

锁紧在恰当位置 18

温度的影响 22

直径 18

光固化 10

光谱范围 9

光启动固化反应 10

光强度 10

比较 18

测量光导设备臂末端 17

调整 16

监视 20

平衡 20

校准 18

光照强度

确定最大 17

源 17

过滤器 17

安装 15, 19

选择 15

J

基线噪声 10

结果

变量影响 22

质量 9

K

可见光 9

L

螺钉

垂直位置 20

P

PCA

作为双样品仪器操作 25

PCA 暴露段 23

PCA 的使用原则 21

PCA 信号 20

曝光计 10

Q

强度。参见光强度

强度

调整 21

R

RCS

当与 PCA 一起使用时的设置 14

热流 25

热流基线

噪声 10

S

示差扫描量热仪 (DSC)。参见仪器

石英窗口 20

实验

持续时间 22

典型 PCA 结果 26

温度范围 22

实验注意事项 21

事件电缆

连接 14

手动盖 17

双样品操作 25

T

Tzero 校准向导 25

W

维护 28

温度

由于光照射 22

温度范围 11

X

系统

调整 19

信号 20, 25

Y

样品

光强度暴露 10

样品重量 25

仪器

备用部件 29

运行注册 17, 18

Z

噪声

热流基线 10

准恒温调制 DSC 实验 23

紫外光 9

