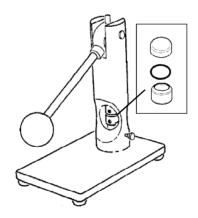
# DSC 高容量 坩埚套件



操作员指南

PN 900826.001 修订版 A 2004 年 2 月发布



©1999,2001-2004, 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。

### 商标和专利权

以下涉及内容适用于本文档中的信息:

#### TA Instruments 商标

Q Series<sup>™</sup> 是 TA Instruments Waters—LLC 的注册商标,该公司地址是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

Integrity <sup>™</sup> 是 TA Instruments Waters—LLC 的注册商标,该公司地址是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

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。

Tzero™ 是 TA Instruments Waters-LLC 的注册商标,该公司地址是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

μTA®是 TA Instruments Waters-LLC 的注册商标,该公司地址是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

Smart Swap™ 是 TA Instruments Waters—LLC 的注册商标,该公司地址是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

Hi-Res<sup>™</sup> 是 TA Instruments Waters-LLC 的注册商标,该公司地址是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

Mobius Drive™ 是 TA Instruments Waters—LLC 的注册商标,该公司地址 是 109 Lukens Drive, New Castle, DE 19720。

#### TA Instruments 专利权

用于控制样品加载供应电源的设备是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(加拿大专利号: 1,133,988)。

用于量热式示差热分析的方法和设备是 TA Instruments Waters-LLC 拥有的专利技术(加拿大专利号: 1,159,278)。

(下页继续)

自动采样装置是 TA Instruments Waters-LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 4,816,730)。

平行板介电分析仪是 TA Instruments Waters-LLC 拥有的专利技术(EP 专利号: 0347125)。

用于调制式示差分析 (MDSC®)的方法和设备是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术 (美国专利号: 5,224,775; 5,248,199; 5,346,306; 5,439,291. 其他专利号: CA 2,089,225; JP 2,966,691 和 3,299,575; 以及 BE, DE, EP, GB, IT, NL 0559362)。

热流型差示扫描量热仪传感器 (Tzero<sup>™</sup>) 是 TA Instruments – Waters LLC 拥有的专利技术 (美国专利号: 6,431,747 和 6,561,692)。

功率补偿型示差扫描量热仪是 TA Instruments—Waters LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,428,203)。

用于调制温度热重分析法 (MTGA™) 的方法和设备是 TA Instruments— Waters LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,336,741 和 6,113,261)。

红外线加热型示差热分析仪是 TA Instruments Waters-LLC 拥有的专利技术 (美国专利号: 5,509,733。其他专利号: CA 2,134,432 以及 BE、DE、EP、FR 和 GB 0660110)。

机械制冷系统是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 5,484,204。其他专利号: BE、CH、DE、EP、FR、GB、LI 和 NL 0703448)。

通过扫描热导显微镜术执行局部导热和表面成像的方法和设备是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,095,679 和 6,491,425。其他专利号: JP 3,229,329)。

调制温度热力学分析是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,007,240)。

(下页继续)

适用于材料成分高分辨率分析的方法和设备是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 5,368,391 和 5,165,792。其他专利号: CA 2,051,578 和 DE, EP, FR, GB, IT 0494492)。

用于导热性测量的方法和设备是 TA Instruments Waters-LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 5,335,993 和 EP 专利号 0634649)。

装有光学编码器(配有衍射光栅)和线型永磁式马达的动态机械热分析仪是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 5,710,426 和5,915,283)。

加热器对制冷热分析仪器低温流体的蒸发控制是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 5,973,299)。

示差扫描量热仪是 TA Instruments Waters-LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 5,842,788)。

通过扫描热导显微术使用成像执行化学分析的方法和设备是 TA Instruments Waters-LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,405,137)。

热重分析仪是 TA Instruments-Waters LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 5,321,719)。

调制式热重分析法是 TA Instruments—Waters LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,113,261 和 6,336,741)。

适用于高空间分辨率光谱显微镜法的方法和设备是 TA Instruments—Waters LLC 拥有的专利技术 (美国专利号: 6, 260, 997)。

结合扫描探针显微术执行局部机械热分析的方法和设备是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6, 200, 022, 英国专利号: 2, 332, 949)。

示差扫描量热仪是 TA Instruments—Waters LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,488,406)。

(下页继续)

适合安装各种制冷设备的热分析装置(带有分布式阻抗和完整法兰盘)是 TA Instruments Waters—LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,523,998)

液态氮冷却系统是 TA Instruments—Waters LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,578,367)。

旋转流变仪(珀耳帖同心圆筒) 是 TA Instruments—Waters LLC 拥有的专利技术(美国专利号: 6,588,254)。

### 其他商标

Windows®NT、2000、XP、98、98SE、Me、Microsoft Excel® 和 Microsoft Word 97® 是 Microsoft Corporation 的注册商标。

Abobe® Acrobat®Reader®是 Adobe Systems Incorporated 的注册商标。

Oracle®和 Oracle9i™ 是 Oracle Corporation 的商标或注册商标。

TrueMetrix<sup>™</sup> 和 Scanning Tip Technology<sup>™</sup> 是 ThermoMicroscopes, Inc 的注册商标。

CHROMEL® 和 ALUMEL® 是 Hoskins Manufacturing Company 注册商标。

Teflon® 是 E. I. du Pont de Nemours and Company 的注册商标。

Loctite®是 Loctite Corporation 的注册商标。

Swagelok® 是 Swagelok Company 的注册商标。

Inconel®是 Inco Alloys/Special Metals 的注册商标。

X-acto® 是 Hunt Corporation 的注册商标。

Novacure® 是 EXFO Photonic Solutions, Inc 的注册商标。

TA Instruments Q Series 模块包含 Mentor Graphics 版权所有的专有嵌入式操作系统软件。

#### SILICON SOFTWARE

©1989-97 Mentor Graphics Corporation, Microtec Division 版权所有。保留所有权利。依据美国版权法保留未公布的权限。

#### 有限权利说明

按照 DFARS 227.7202-3 (a) 或 FAR 52.227-19 中"商业计算机软件受限权利"条款中(c) 子款的(1) 和(2) 的适当规定,美国政府或美国政府分支机构使用、复制或透露本内容受本软件许可协议的条款限制。

MENTOR GRAPHICS CORPORATION, MICROTEC DIVISION, 880 RIDDER PARK DRIVE, SAN JOSE, CA 95131-2440

### 声明

### 请仔细阅读:

除了此处明确提供的担保之外,TA Instruments 不提供其他任何担保,包括但不限于所有针对特定目的的适销性和适应性的暗示担保。

TA Instruments 保证: 提交的产品符合我们的质量标准,可以在 TA Instruments 2XXX 和 Q Series 示差扫描量热仪中使用。如果 TA Instruments 违背了任何担保协议,您只能(也是 TA Instruments 的唯一选择): 通过适当的商业交涉试着解决问题、更换次品,或者要求获得与购买价格相当的退款并终止本协议。

本协议列出了本交易的有关全部协议以及对其相关各方的理解,并取代了以前的所有协议、讨论以及对它们之间的理解,无论是口头协议还是书面协议。



警告:这些坩埚不适用于热稳定性不好或爆炸性材料的分析。高容量坩埚不能与 DSC 双样品炉子一起使用。通常情况下,在处理可能发生剧烈分解的材料时,须极其注意您自己和他人的安全。

# 目录

商标和专利权
声明
目录9
概述10
安全 10   安全标签 10
清洁坩埚14
准备坩埚16准备样品压机17装载并密封坩埚19称量样品20
准备 2XXX 炉子
运行实验25准备 DSC 2000 仪器26未装热交换器26装有热交换器28准备 DSC Q Series 仪器28
维护样品压机29
规格
备用部件30
TA Instruments 办事处31
索引

### 概述

本说明书介绍了准备 DSC 炉子中使用的高容量样品坩埚所需要的步骤。要密封高容量坩埚,请使用样品封压机。在执行操作之前,必须仔细阅读下列有关安全的章节。

### 安全

高容量坩埚经过了评估,可以达到欧盟 EN61010-1/1993 + A2/1995 和 EN61010-2-010/1994 的安全要求,并且已降到压力(200 kPa L)乘以体积(0.285 kPa L)的计算结果(用来确定适用性)的水平下。

### 安全标签

左侧的标签出现于与 DSC 高容量坩埚套件一起提供的金属钟罩中,以便保护您的安全。此本标签表示可能存在高温表面。注意不要触摸此区域,不要使易熔或易燃的材料接近此高温表面。



下面的注意、告诫和警告是为了防止事故的发生,并确保实验的安全。在使用本套件中的材料之前,请仔细阅读本章节,并遵循所有的指导说明。为了确保安全,在任何时间都要戴上安全眼镜。



警告: 不要在 DSC 双样品炉子中使用 DSC 高容量坩埚。



警告: 高容量坩埚经过设计,可以用来评估自生气体下压力高达 3.8 MPa(550 psi)、温度高达 250°C 的材料。正因为如此,它们并非作为压力 DSC 炉子的替代品,它们专用来在特定净化气体(通常是惰性气体或活性气体)的高压下评估材料。相比较而言,高容量坩埚主要用于评估需要抑制水或溶剂挥发(或升华)以获取良好的热流结果的材料。

使用 75-µL(额定)的含水样品\*,在压力超过上限之前,这些坩埚可以在 250°C 左右的温度下使用。但是,由于其他样品可能由于加热更快地增大压力,更重要的是,由于坩埚始终位于压力上限,最终会破裂(损坏),从而可能损坏 DSC 炉子,因此,强烈建议您在决定是否在高容量坩埚中评估某种材料时,千万要谨慎。此外,不要在这些高容量坩埚中使用高能材料(如烟火)。

\*不要超过坩埚的样品容量( $100~\mu$ L)(p),坩埚中样品不要完全填满)。



警告:在装入或卸下坩埚时,不要触摸炉子内侧,或者靠在炉子上面。实验结束时,在高容量坩埚完全冷却到室温状态之前,不要卸下坩埚。甚至,处理冷却后的坩埚时也要小心。高温分解反应所产生的气体在冷却时可能不会凝结;因此,坩埚在室温时可能仍然处于压力下。



警告:适当密封的坩埚会在内部压力超过密封坩埚压力承受能力时,快速释放压力。这些坩埚不适用于热稳定性不好或爆炸性材料的分析。

DSC Q Series: 高容量坩埚可以与 DSC Q1000 或Q100 (使用装有散热器的空气制冷系统 (FACS)、RCS 或 LNCS 配置)一起使用。实验期间,自动加盖装置<u>必须</u>位于其位置。如果使用 DSC Q10 仪器,则在实验期间,手动盖和安全夹具必须位于其位置。

DSC 2XXX Series: 当在 DSC 2000 series 仪器上使用这些高容量坩埚运行任何实验时,必须使用所提供的下列安全设备:未装有热交换器的炉子 — 金属钟罩和固定支架 [DSC 2010] 或金属钟罩和固定旋钮 [DSC 2910 和 2920]。装有 RCS 或 LNCA 热交换器的所有炉子 (DSC 2010、2910 或 2920) — 安全盖。

注意: 所提供的安全盖不适用于2XXX Series RCS (冷冻制冷系统) 热交换器,该交换器已经采用一种"原型"传热管进行了修改。序号小于 1641 的 RCS 装置可能含有这种原型传热管。有关如何修改这些 RCS 装置以便与高容量坩埚一起使用的更多信息,请与服务部门或当地的 TA Instruments 代表联系,服务部门的电话是 (302) 427-4050。



警告: DSC 高容量坩埚<u>不应</u>与旧式的 DSC 机械制冷附件 (MCA) 一起使用。MCA (PN 990460.901/.902) (这种产品已在 1995 年停产) 不能与 DSC 高容量坩埚套件中的安全盖一起使用。



告诫: 如果坩埚的密封很好,可以承受最大 3.8 MPa gauge (550 psig) 的内部压力、最高 250°C 的温度。如果坩埚的密封不好,则在内部压力达到此压力上限之前,即释放压力。

### 清洁坩埚



告诫:使用镊子或其他适用的工具,处理坩埚盖、坩埚底、0 形环以及装配好的坩埚。手上的油会使数据出现误差。

像与 TA Instruments DSC 系统一起使用的其他坩埚一样,此高容量坩埚也按 照高质量标准制造。对于大多数应用,这些坩埚一收到即可使用;但是,如果坩埚用于高灵敏度实验,建议在使用之前进行额外的清洁工作。本过程来自 ASTM 标准 E1858 的附录 A: "示差扫描量热仪对碳氢化合物氧化诱导时间的测试方法"。

请按照此处指定的步骤清洁 TA Instruments DSC 高容量坩埚:

- 1. 在装有玻璃塞的 250 mL 的锥形烧瓶中, 最多放置 20 个坩埚。
- 2. 添加大约 150 mL 的水 (要充分覆盖坩埚)。
- 3. 摇晃装有坩埚和水的锥形烧瓶 0.5 到 2.0 分钟。
- 4. 至少让锥形烧瓶停放 1 分钟。
- 5. 将水轻轻倒出锥形烧瓶。
- 6. 添加大约 150 mL 的试剂级二甲苯(要充分覆盖坩埚)。
- 7. 摇晃装有坩埚和二甲苯的锥形烧瓶 0.5 到 2.0 分钟。
- 8. 至少让锥形烧瓶停放 1 分钟。
- 9. 将二甲苯轻轻倒出锥形烧瓶。

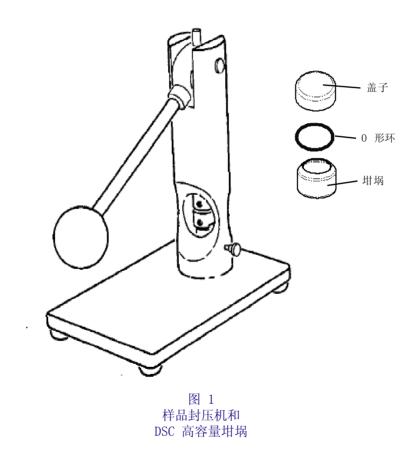
- 10. 重复执行步骤 2 到 5。
- 11. 在第二次使用二甲苯洗涤之后,添加大约 150 mL 的试剂级丙酮。
- 12. 摇晃装有坩埚和丙酮的锥形烧瓶 0.5 到 2.0 分钟。
- 13. 至少让锥形烧瓶停放 1 分钟。
- 14. 将丙酮轻轻倒出锥形烧瓶。
- 15. 重复执行步骤 11 到 14。
- 16. 使用氮气在湿坩埚上以 150 到 200 mL/min 的速度流动以清除剩余的溶剂 时,要旋转锥形烧瓶,以便坩埚不会附着在锥形烧瓶底部或侧面。这大约要持续 5 到 6 分钟。
- 17. 将清洁过的坩埚装回它们的存储容器中,并记录清洁日期。

# 准备坩埚



告诫: 使用镊子或其他适用的工具,处理坩埚盖、坩埚 底、0 形环以及装配好的坩埚。手上的油会使数据出现误 差。

请参照图 1 并按照本节中的说明为 DSC 高容量坩埚实验准备样品坩埚。



### 准备样品压机

DSC 高容量坩埚可以使用样品封压机(也适用于其他 DSC 坩埚)进行密封。

样品封压机交货时上模不密闭。要设置压机以构成高容量样品坩埚,请执行下列操作:

- 1. 松开上模具下面的固定螺钉。卸下上模的底部(顶部仍然保留在原来的位置)。
- 2. 松开样品压机圆柱上的翼形螺钉(见图 2)。
- 3. 逆时针旋转压机底部的底座螺钉,降下下模保持器。

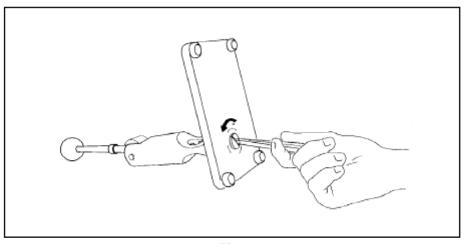


图 2 松开底座螺钉

4. 抬起下模并将其从下模保持器中卸下。

- 5. 将高容量坩埚下 模(图 3)放进 下模保持器中。
- 6. 将高容量坩埚上 模放进当前上模 下的压机中(现 在,已经放好了 两个上模部 件)。
- 7. 拧紧上模部件的 固定螺钉。不需 要进行任何调 节。

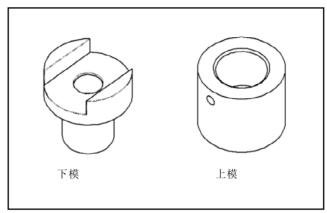


图 3 DSC 高容量坩埚印模

### 装载并密封坩埚

在根据上面的指导使用所安装的相应印模,设置样品封压机之后,请按照下列步骤装载并密封高容量坩埚。

- 1. 在将样品放进高容量坩 埚中获取总重量<u>之前</u>, 先称量一下高容量坩 埚、坩埚盖和 0 形环。
- 2. 将 0 形环一直向下推到 坩埚盖中。
- 3. 将样品装入坩埚中。
- 4. 将坩埚放进样品压机下 模的凹槽中。
- 5. 将高容量坩埚盖盖在装 有样品的坩埚上。
- 6. 将样品压机杠杆向下 拉,直到两个印模部件 吻合为止。现在,高容 量坩埚已经密封,而 0 形环也应该看不见了。

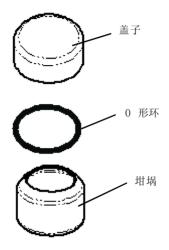


图 4 DSC 高容量盖子、 坩埚和 0 形环

### 称量样品

在实验参数信息中输入样品大小之前,需要称量样品。

注意: 尽量使样品的质量很小, 以便使用。

在处理密封坩埚时,必须保持其水平,特别在使用液态和粘性的样品时更要如此。随后,样品将保留在坩埚上,并且不会粘到坩埚盖的下面。

称量装有密封装置和样品的高容量坩埚。从总重量中减去空坩埚、坩埚盖和 0 形环(参见上一页的第 1 步)的重量即可获得样品的重量:

现在,高容量坩埚可以在 DSC 炉子中使用了。请参见下一页的使用说明以准备炉子。

## 准备 2XXX 炉子

在使用密封的高容量坩埚进行校准或运行实验之前,需要执行一个简单的步骤来准备 DSC 炉子。

首先,卸下玻璃罩(2XXX series DSC 有该玻璃罩)和盖子(所有的 DSC 都有)。然后,如下图所示,将所提供的垫片向下放到打开的炉子内(图中的炉子为 DSC 2920)。垫片应该位于炉子内侧边缘。<u>必须</u>使用银制垫片,确保高容量坩埚的顶部不与盖子接触。如果没有使用银制垫片,灵敏度会下降,检测微小转变的能力也会减弱。在安装垫片之后,可以继续按照下一节的校准指导执行操作。

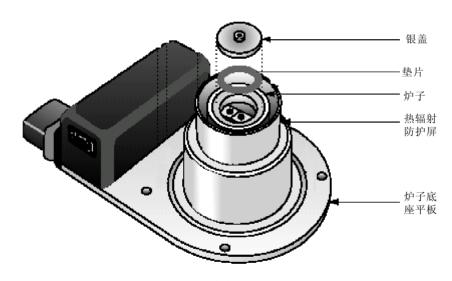


图 5 在炉子(图中为 DSC 2920)中安装垫片

### 校准 DSC

为了获取精确的实验结果,应该使用密封的高容量坩埚重新校准 DSC系统的炉子常数和温度。请按照以下指导进行校准。参见仪器的相应部分。

#### DSC 2XXX Series 仪器

- 1. 使用空的密封坩埚作为参照。
- 2. 在高容量坩埚中密封 8 mg 到 10 mg 的铟金属样品。
- 3. 将坩埚放进炉子内。
- 4. 执行下列步骤:
  - a. 如果使用了制冷附件和热交换器: 安装安全盖。
  - b. *如果没有使用热交换器*: 在炉子上方安装金属钟罩。然后,为仪器 安装相应的安全设备: DSC 2010 的固定支架(见图 7)或DSC 2920 的固定旋钮(见图 8)。这将确保金属钟罩将提供需要的安全外壳。



警告: 适当密封的坩埚会在内部压力超过密封坩埚压力承受能力时,快速释放压力。在使用高容量坩埚运行任何实验或进行校准时,必须使用所提供的安全设备(没有安装热交换器的炉子的金属钟罩,或者安装了热交换器的炉子的安全盖)。如果您正在使用装有 RCS 热交换器或机械制冷附件的 DSC 炉子,则在继续执行操作之前必须阅读第 11 页中的"警告"。

- 5. 使用建议的校准方法校准系统(有关信息,请参见 DSC 和仪器控制联机文档)。如果需要其他温度校准点,则收集数据时必须使用高容量坩埚。
- 6. 在运行实验之前,将仪器返回为标准模式。

### DSC Q100 或 Q1000 仪器

- 1. 使用一个空的密封坩埚作为参照。
- 2. 称量一个 8 mg 到 10 mg 的铟金属样品。
- 3. 将氧化铝薄膜层(大约 20 mg)放进样品坩埚中。然后,将铟金属样品放到氧化铝薄膜层上。

注意: 正常情况下,都是将相同实验条件下的校准材料(通常是铟)作为随后的样品材料进行评估,从而完成 DSC 热流和温度的校准。但是,随着 Q DSC T4 热流分辨率的提高,必须稍微更改一下校准条件,以适应这样的情况: 相对于低导热性不锈钢高容量坩埚较大的质量,铟金属样品的质量较小。添加氧化铝可以帮助平衡差异,并更适合在这些坩埚中运行的材料的校准。

- T1 热流校准不需要氧化铝。
- 4. 密封坩埚。
- 5. 在继续执行操作之前,关闭自动加盖装置。本步骤对于安全是非常重要的。
- 6. 使用建议的校准方法校准系统(有关信息,请参见 DSC 和仪器控制联机文档)。确保执行对 Tzero 炉子热阻及热容的校准。

注意: 使用校准向导,可以很方便地校准 DSC Q Series 仪器。

7. 在运行实验之前,将仪器返回为标准模式。

### DSC Q10 仪器

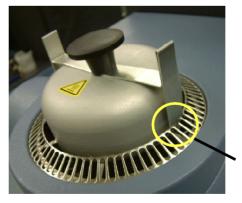
- 1. 使用一个空的密封坩埚作为参照。然后将其放进炉子中。
- 2. 称量一个 8 mg 到 10 mg 的铟金属样品。
- 3. 密封坩埚, 然后将其放进炉子中。
- 4. 在手动盖上安装安全夹具,操作如下:
  - a. 拧开手动盖上部的旋钮。
  - b. 将安全夹具中间的孔对准露出的螺钉放置。
  - c. 将旋钮旋转回手动盖上,然后 拧紧。
- 5. 在将手动盖下降到炉子上时,将安全夹具上的接头向中心挤压(如图所示)。**要点**: 确保两端的吊钩完全钩在通风孔(如图所示)上。在盖子上轻轻向上拉,以确保它牢固。





警告:除非安全夹具已牢固安装在如图所示的位置,否则不要试图使用高容量坩埚运行 DSC Q10。

- 6. 使用建议的校准方法校准系统。使用校准向导,可以很方便地校准DSC Q10。Q10 上只能使用 T1 热流校准。
- 7. 将仪器返回到标准模式。



牢固地 放置 吊钩

### 运行实验

在使用高容量坩埚校准 DSC 并将仪器返回标准模式之后,将样品和参照坩埚装进 DSC 炉子中。



警告: 在使用高容量坩埚时,温度不要超过 250°C。

适当密封的坩埚会在内部压力超过密封坩埚压力承受能力时,快速释放压力。

DSC 2XXX Series 仪器: 在使用高容量坩埚运行任何实验或进行校准时,必须使用所提供的安全设备(如第 26至 28 页中的图 6至 9 所示)。

DSC Q100 和 Q1000 仪器: 在使用高容量坩埚开始实验之前,必须关闭自动加盖装置。

<u>DSC Q10 仪器</u>:在使用高容量坩埚开始实验<u>之前</u>,必须 将安全夹具牢固地安装在手动盖上。



警告: <u>不要</u>在 DSC 双样品炉子中使用高容量坩埚。高容量坩埚<u>不</u>适合与该炉子一起使用。



警告:如果您正在使用装有 RCS 热交换器或机械制冷附件的 DSC 炉子,则在继续执行操作之前,必须阅读第 11 页中的"警告"。

在使用 DSC 高容量坩埚评估高热容的较大样品(例如,稀蛋白质水溶液)时,往参照坩埚中添加"惰性"材料(例如水)可能会有所帮助。这样,可以平衡热容,从而获得更满意的基线,并可以观察到感兴趣的微小转变。



警告:在装入或卸下高容量坩埚时,不要触摸炉子内侧,或者靠在炉子上面。实验结束时,在高容量坩埚完全冷却到室温状态之前,不要卸下坩埚。甚至,处理冷却后的坩埚时也要小心。高温分解反应所产生的气体在冷却时可能不会凝结,因此,坩埚可能仍然处于环境温度的压力下。

### 准备 DSC 2000 仪器

#### 未安装热交换器

在使用未装有热交换器的 DSC 时,必须在 DSC 2920、2910 或 2010 仪器上 安装金属钟罩(如图 6 所示),然后使用固定支架(2010)或固定旋钮(2910和 2920)使其牢固。请参见图 7 和 8。

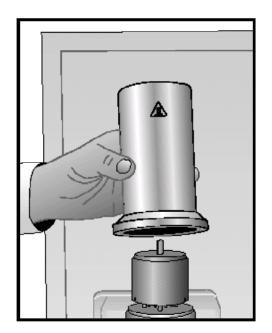


图 6 将金属钟罩与 DSC 2920、2910 或 2010 炉子一起使用

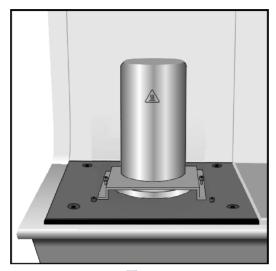


图 7 使用支架固定好 DSC 2010 上的金属钟罩

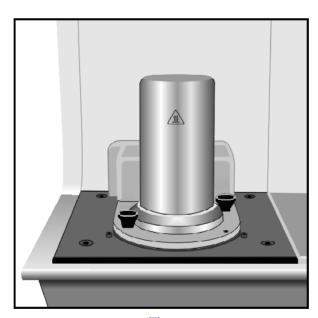


图 8 使用固定旋钮固定好 DSC 2920 (或 2910) 上的金 属钟罩

#### 装有热交换器

在使用装有 RCS 或 LNCA 热交换器的 DSC 时,必须在热交换器上安装安全盖(如下面的图 9 所示)。



图 9 将安全盖与 DSC 炉子和热交换器一起 使用

### 准备 DSC Q Series 仪器

在装载带有高容量坩埚的 DSC Q1000 或 Q100时,不需要对仪器做任何准备工作。但是,<u>必须</u>确保在使用所装载的高容量坩埚运行实验的任何时间内,自动加盖装置或手动盖都处于关闭状态。

装载带有高容量坩埚的 DSC Q10 时,在使用高容量坩埚运行实验之前,<u>必须</u>将确保安全夹具牢固地安装在手动盖上。请参见第 24 页上的说明。

# 维护样品压机

需要时,使用湿软布(在稀释的实验室清洁剂中浸湿)将样品封压机擦拭干净。

# 规格

表 1 列出高容量坩埚和密封装置的技术规格。

表 1 高容量坩埚规格

最大承受压力	3.8 MPa gauge (550 psig)
水溶液的温度限制	250° <b>C</b>
坩埚 体积 材料 0 形环材料	100 µL (最大) 302 SST Viton

# 备用部件

在订购高容量坩埚的备用部件时,请使用下列部件编号。

表 2 DSC 高容量坩埚部件列表

部件编号	说明	
900825. 902	DSC 高容量坩埚套件(包括 100 个坩埚、100 个坩埚盖和 100 个 0 形环)	
900824. 901	DSC 高容量坩埚的模具	
900906. 901	氧化铝参照材料	

### TA Instruments 办事处

有关我们最新产品以及其他信息,请浏览我们的网站:

www.tainst.com.

TA Instruments—Waters LLC 109 Lukens Drive New Castle, DE 19720

电话: 1-302-427-4000 或 1-302-427-4040

传真: 1-302-427-4001

美国热线服务电话 要获得有关热分析应用软件的帮助,请拨打热分析用户帮助电话: 1-302-427-4070。 美国服务电话

要获得仪器服务和修理服务, 请拨打电话: 1-302-427-4050。

#### 澳大利亚

TA Instruments C/O Waters Australia Pty. Ltd. Unit 3, 38-46 South Street Rydalmere NSW 2116 Australia 申注,613, 9553, 0813

电话: 613 9553 0813 传真: 61 3 9553 0813

#### 比利时 / 卢森堡公国

TA Instruments a Division of Waters N.V./S.A. Raketstraat 60 Rue de la Fusée 1130 Brussel / Bruxelles Belgium

电话: 32/2 706 00 80 传真: 32/2 706 00 81

#### 欧洲

TA Instruments Ltd Cleeve Road Leatherhead, Surrey KT22 7UQ United Kingdom

电话: 44/1372 360363 传真: 44/1372 360135

#### DSC 高容量坩埚套件 =

#### 法国

TA Instruments Division de Waters SA 1-3, Rue Jacques Monod 78280 Guyancourt

France

电话: 33/1 30 48 94 60 传真: 33/1 30 48 94 51

#### 德国

TA Instruments Germany Max Planck Strasse 11 63755 ALZENAU

Germany

电话: 49/6023 96470 传真: 49/6023 964777

#### 意大利

TA Instruments - Div. Di Waters S.p.A. Via Achille Grandi, 27 20090 Vimodrone (Milano),

Italy

电话: 39/02 27421 283 传真: 39/02 250 1827

#### 日本

TA Instruments Japan No. 5 Koike Bldg. 1-3-12 Kitashinagawa Shinagawa-Ku, Tokyo 140-0001 Japan

电话: 813 5479 8418 (销售和应用) 传真: 813 5479 7488 (销售和应用) 电话: 813 3450 0981 (维修和会计) 传真: 813 3450 1322 (维修和会计)

#### 挪威

Hvamstubben 17 N-2013 Skjetten

Norway

电话: 47 63846055 传真: 47 63846051

#### 荷兰

TA Instruments A Division of Waters Chromatography bv Postbus 379 / Florijnstraat 19 4870 AJ Etten-Leur The Netherlands

电话: 31/76 508 72 70 传真: 31/76 508 72 80

#### 西班牙

Waters Cromatografia S.A. Division TA Instruments Parc Tecnologic del Valles Ronda de Can Fatjo, 7-a 08290-Cerdanyola del Valles Spain

电话: 93 600 93 00 传真: 93 600 93 60

#### 瑞典

TA Instruments Division of Waters Sweden PO Box 485 19124 Sollentuna Sweden

电话: 46 (0) 8 555 11 500 传真: 46 (0) 8 555 11 520

# 索引

A	准备高容量坩埚 29
	DSC 仪器
安全 10	高容量坩埚的校准 23
CE 符合 10	担保 8
标签 10	担保声明 8
压力 / 温度限制 11	电话号码
安全盖	TA Instruments 31
及主皿 适用于装有热交换器的 DSC 炉子 29	垫片
安全夹具 24	安装 21
安装 24	F
安全设备	T'
DSC 2010 的固定支架 23, 27	分解
DSC 2920 的固定旋钮 23, 27	材料 8
Q10 安全夹具 24	G
	U
В	坩埚,高容量
部件	部件 29
高容量坩埚 29	材料 29
	规格 29
C	密封 19, 20
材料	密封后处理 20
分解 8	内部压力 25
自生气体 11	清洁
参照 23, 24	使用前 14
	体积 11, 29
D	温度限制 25
DSC 2000 仪器	校准 DSC 23
准备高容量坩埚 27	压力上限 13
DSC Q 10 安全夹具 24	准备 17
\ \ \	

DSC Q Series 仪器

坩埚盖	T
安装 19 高容量坩埚 安全设备 24 固定旋钮 23, 27 固定支架 23, 27	T1 热流 24 T4 热流 23 TA Instruments 办事处 31
J	W
校准 DSC 高容量坩埚 23 DSC 2XXX 仪器 23	www.tainst.com 31 温度限制 25, 29
DSC Q100 或 Q1000 仪器 23 校准向导 23 机械制冷附件 (MCA) 12, 23, 25 金属钟罩 23, 27 安全标签 10	Y 压力限制 11 氧化铝 23 样品 称量 20
O 0 形环 安装 19 欧盟 安全要求 10	样品压机。请参见样品封压机 样品封压机 17 清洁 29 准备 17 样品体积 11 印模
RCS (冷冻制冷系统) 安全盖 12 热交换器 27 安全盖 29	高容量坩埚 18 运行实验 使用高容量坩埚 25 乙 注册商标 3
<b>S</b> 商标 3 使用高容量坩埚的实验 25	世

装有热交换器 27 准备 DSC Q Series 仪器 29 最大承受压力 29