

<p align="center">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p align="center">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p align="center">PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 1 de 23</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

LEMAT

PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO

PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS

Fecha de Edición: 1 de Diciembre del 2012.

EDICIÓN	FECHA	HOJA/S	CAUSA DEL CAMBIO

	Elaborado:	Revisado por:	Aprobado/Autorizado por:
Nombre			
Firma			
Fecha			

Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 2 de 23</i> <i>Edición: 1</i>
--	---	---

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
1. OBJETIVO	3
2. ALCANCE	3
3. REFERENCIAS.	4
3.1 Documentos utilizados en la elaboración.	4
4. GENERAL	5
4.1 Definiciones.....	5
4.2 Nivel de riesgo y calificación.	6
5. DESCRIPCIÓN	9
5.1 Materiales	9
5.2 Preparación	10
5.3 Realización.....	11
5.3.1 Calibración con celdas vacías.	11
5.3.2. Calibración con discos de zafiro estándar.	16
5.3.3. Calibración de constante de celdas y temperatura.....	19
6. RECOMENDACIONES	22

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 3 de 23</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

1. OBJETIVO

El procedimiento que se describe establece las actividades a realizar para calibrar el Tzero™ (correspondiente a resistencia de celda y capacitancia), constante de celda y temperatura del equipo DSC Q200 con el objetivo de obtener resultados más exactos en los experimentos realizados.

2. ALCANCE

La celda contiene un Tzero™, sensor que permite la detección y compensación de los desequilibrios de resistencia y capacitancia. Estos desequilibrios pueden afectar negativamente las mediciones del flujo de calor. El principio se basa en una serie de mediciones en el flujo de calor en cuatro periodos (T4) que identifica los desequilibrios y, durante el calentamiento registra de manera más precisa los eventos térmicos. La señal de flujo de calor resultante proporciona una representación más exacta del calor real que fluye hacia y desde la muestra.

La calibración de Tzero™ consiste en una calibración de los sensores térmicos de capacitancia y los valores de resistencia; se lleva a cabo a través de dos experimentos, el primero con la celda vacía y el segundo con dos discos de zafiro colocados directamente en los sensores de muestra y referencia de la celda; ambas experimentaciones se someten al mismo programa de temperaturas y las curvas resultantes son analizadas mediante el software del computador que ejecuta la calibración.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 4 de 23</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

La calibración de constante de celda se basa en un calentamiento de un metal estándar, el indio en este caso, donde se calcula el punto de fusión y se compara con el valor teórico de fusión (157°C). Esta calibración se basa en un funcionamiento en el que se calienta el indio como metal estándar hasta lograr ver su punto de fusión. El calor de fusión calculado se compara con el valor teórico y la constante de la celda es la relación entre estos dos valores. Teóricamente, una muestra estándar debe fundir a una temperatura constante, como se funde y se extrae más calor se desarrolla una diferencia de temperatura entre la muestra y la referencia (cápsula vacía), donde el área bajo la curva del pico endotérmico formado en el termograma refleja el valor del diferencial de entalpía.

La calibración de temperatura se basa en una corrida en la que se calienta un metal tipo estándar, para este caso el indio, hasta que se logre ver su temperatura de fusión. Se compara la temperatura de fusión calculada con la temperatura de fusión teórica del mismo metal, y la diferencia que se calcula sirve para la calibración de la temperatura. La misma corrida que se utiliza en la calibración de la constante de celdas sirve para ésta calibración. La temperatura se corrige automáticamente.

3. REFERENCIAS.

3.1 Documentos utilizados en la elaboración.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 5 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

Para la elaboración de éste procedimiento se tomó de referencia los siguientes documentos:

- Manual del equipo DSC Q200, marca TA instruments.
- Información acerca del equipo DSC Q200 (www.tainstruments.com).

4. GENERAL

4.1 Definiciones

Calibración: La calibración se define como el “conjunto de operaciones que establecen en condiciones específicas, la relación que existe entre los valores indicados por un instrumento o sistema de medida, o los valores representados por una medida materializada y los correspondientes valores conocidos de una magnitud de medida”.
[VIM, International vocabulary of basic and general terms in metrology, 1993]

Pan: Cápsula o contenedor donde se colocan las muestras a analizar y que también puede servir de referencia.
www.dictionary.reference.com

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 6 de 23</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	--

Tzero™: Tzero™ es una avanzada tecnología DSC que proporciona una manera fundamentalmente más precisa de medir el flujo de calor.
www.tainstruments.com

Constante de celda: La diferencia de los valores de fusión del metal estándar teórico y el que mide el equipo.

4.2 Nivel de riesgo y calificación.

Instrucciones de seguridad

4.2.1 Con respecto al analista.

- ✓ Usar mandil para las tareas de laboratorio.
- ✓ Mantener los dedos y otros objetos lejos del horno cuando se esté realizando la experimentación, o cuando se abra o cierre el mismo.

4.2.2 Con respecto al patrón

Para calibración de Tzero™

- Manipular los discos de zafiro con pinzas.

Para calibración de constante de celda y temperatura.

- Manipular los pans con pinzas.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 7 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

4.2.3 Con respecto al equipo.

- ✓ Evitar los golpes bruscos sobre el equipo durante el acondicionamiento.
- ✓ Dejar el equipo y el área de trabajo limpios una vez finalizada la actividad.
- ✓ No abrir la celda cuando la temperatura del ambiente es mayor a la del interior de la celda ya que ésta podría ganar humedad.

Limpieza del equipo

- ✓ Limpiar la pantalla táctil del equipo y sus superficies utilizando un líquido limpiador de vidrios en un paño.

PRECAUCIÓN: No utilizar productos químicos abrasivos, limpiadores abrasivos, lana de acero o cualquier material áspero que pueda alterar o dañar la superficie.

4.2.4 Durante el ensayo

- ✓ Mantener el área de trabajo a temperaturas alrededor a 22°C.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 8 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	--

- ✓ Dirigir la calibración desde el teclado del computador para la programación. La pantalla táctil del equipo DSC Q200 resulta ser muy sensible al movimiento.
- ✓ Mantener la purga de gas abierta mientras se esté ejecutando el ensayo.
- ✓ Mantener el equipo de enfriamiento conectado y encendido durante el barrido de los ensayos.
- ✓ No olvidar retirar los discos de zafiro de las celdas después de realizar la calibración de Tzero™
- ✓ No olvidar retirar los pans de referencia y muestra de indio de las celdas del equipo después de realizar la calibración de constante de celda y temperatura.
- ✓ No tocar las celdas del equipo cuando se abra la tapa ya sea para poner o retirar los discos de zafiro.
- ✓ Colocar los zafiros dentro del kit del DSC cuando ya no se están utilizando.
- ✓ Mantener los dedos y otros objetos fuera de las celdas cuando se esté cerrando.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 9 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

- ✓ Asegurar que la tapa de las celdas esté cerrada cuando se ejecutan las calibraciones.
- ✓ Durante la ejecución del ensayo, evitar mover el equipo ya que podría afectar la calibración que se esté realizando en ese momento.
- ✓ Una vez finalizada la experimentación se deberá esperar que la temperatura de la celda se estabilice y no sea menor a la del ambiente para proceder a retirar los pans de referencia y muestra ya analizadas.
- ✓ Una vez finalizada las calibraciones si ya no se va a realizar alguna experimentación, apagar el equipo correctamente, primero apagar el computador y luego el equipo.

5. DESCRIPCIÓN

5.1 Materiales

Para calibración de Tzero

- ✓ Discos de zafiro estándar.
- ✓ Pinzas.

Para calibración de Constante de Celda y Temperatura.

- ✓ Indio Estándar.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 10 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	--

- ✓ Pans.
- ✓ Pinzas.

5.2 Preparación

NOTA: La secuencia de calibración inicia con Tzero seguido de constante de celda y temperatura.

Para calibración de Tzero

Los discos de zafiro deben ser retirados del kit de calibración del equipo DSC Q200 y son colocados directamente sobre las celdas del equipo, sin pan.

Para calibración Constante de Celda y Temperatura.

Realizar una pre-fusión del metal estándar, indio en este caso, para permitir la máxima superficie de contacto con el pan donde es colocado. El indio estándar se encuentra en el kit del equipo.

NOTA: Es importante tener en cuenta que el equipo quedará calibrado con respecto al tipo de PAN que se utilice, por lo tanto se debe usar el mismo tipo de Pan y tapa para la calibración como para la experimentación.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;">PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 11 de 23</i> <i>Edición: 1</i></p>
--	--	--

5.3 Realización

Para conectar el equipo con el computador se deber abrir el ícono de **TA Instrument Explorer** que se encuentra en el escritorio del computador, hacer click en el ícono del equipo con el botón derecho y escoger **Connect to the Instrument** (Conectar al instrumento) y así se accederá a la página del software del DSC Q200.

La realización de la calibración se lleva a través del software instalado en el computador que conecta al equipo, mediante la opción **DSC Calibration Wizard** (Asistente de calibración para DSC).

5.3.1 Calibración con celdas vacías

1. Seleccionar el ícono que se encuentra en la parte superior derecha de la barra de herramientas **DSC Calibration Wizard** (Asistente de Calibración para DSC) para empezar la calibración.

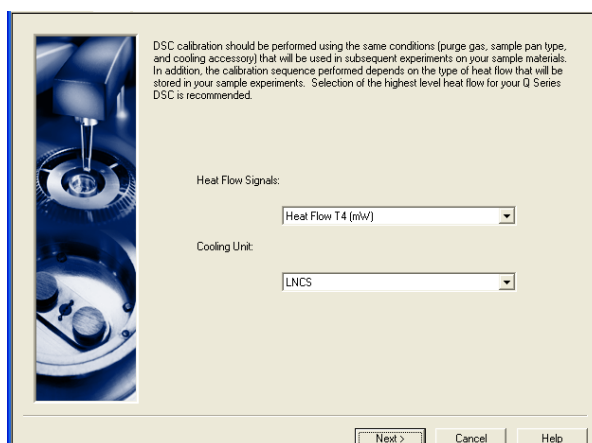


2. Aparecerá una ventana para poder seleccionar en **Heat Flow Signal** (tipo de medición para flujo de calor) la opción de **Heat Flow T4** (flujo de calor medido en 4 periodos) para el DSC Q200 en este caso, y en **Cooling Unit** (Unidades de enfriamiento) seleccionar LNCS, que es el accesorio de enfriamiento que se

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 12 de 23</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

encuentra conectado al DSC. Hacer click en el botón **Next** (Siguiente).

NOTA: El tipo de medición de flujo de calor depende del tipo de DSC, así mismo se debe escoger el accesorio de enfriamiento que se encuentre conectado al equipo.



3. Aparecerá una nueva ventana que permitirá seleccionar los parámetros a calibrar en función del modelo del equipo DSC, seleccionar para el equipo DSC Q200 la opción **Cell Resistance & Capacitance, Cell Constant and Temperature Calibration** (Calibración de Resistencia de celdas y Capacitancia, Constante de Celda y Temperatura). Ésta alternativa incluye la opción de calibración del **Tzero™** que corresponde a resistencia de celda y capacitancia. Hacer click en el botón **Next**.

4. En la pantalla que aparece, ingresar los parámetros para la primera corrida que se lleva a cabo con las celdas vacías. Se

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 13 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	--

deberá escoger las siguientes opciones y luego hacer click en el botón **Next**.

- **Calibration range** (Rango de calibración): **Tzero Heat only cal** (Calibración solo de calor para Tzero).
- **Lower Temperature** (Temperatura más baja): 20°C.
- **Upper Temperature** (Temperatura más alta): 145°C.
- **Ramp rate** (Rampa de velocidad): 10°C/min
- **Operator** (Operador): Nombre de la persona que ejecuta la calibración.
- **Comment** (Comentarios): Comentarios u anotaciones referentes a la calibración.
- **Data File Name** (Nombre de la carpeta de datos): Permite acceder a una ventana que facilita guardar el archivo en una carpeta.
- **Purgue gas** (purga de gas): **#-1 Nitrogen** (Nitrógeno).
- **Flow rate** (velocidad de flujo): 50 mL/min.

Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 14 de 23</i> <i>Edición: 1</i>
--	--	--

NOTA: Todos los parámetros que se establecen están en función del rango de temperatura que se maneja durante la experimentación, basándose en el tipo de accesorio de enfriamiento, para este caso **LNCS** que funciona con nitrógeno líquido. La calibración de Tzero debe realizarse a velocidades de calentamiento relativamente altas, tales como 20°C/min a fin de obtener la calibración más precisa de la capacitancia del sensor térmico y de los valores de resistencia, velocidades menores a 10°C/min no se recomiendan para la calibración de Tzero. Se recomienda también que la velocidad de flujo del gas sea de 50 mL/min.

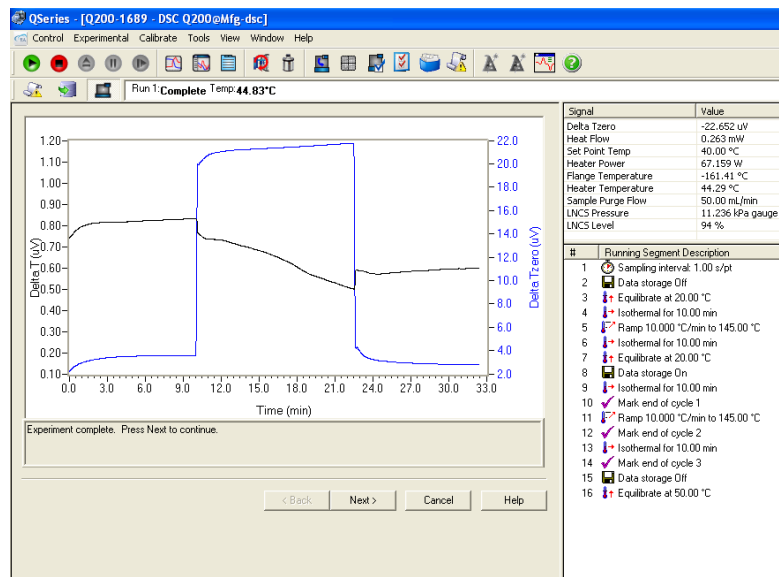
<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 15 de 23</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

5. En la ventana que aparece, hacer click en el botón **Start Experiment** (Inicio del experimento) para dar inicio a la calibración.

NOTA: En la ventana del lado derecho **Segment Description** (Descripción del segmento) aparecerá una lista de los segmentos que el **DSC Calibration Wizard** programa automáticamente.

6. Esperar que se complete la corrida.

7. Una vez terminada la primera corrida aparecerá una gráfica que nos indica que el experimento se ha completado, hacer click en **Next** para continuar.



<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 16 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	--

NOTA: La ventana que aparece, permitirá continuar con la calibración que requiere el uso de los discos de zafiros.

5.3.2 Calibración con discos de zafiro estándar.

1. En la ventana que aparece, ingresar los datos que requiere el programa:

- **Enter weight of sapphire 1** (Ingresar el peso del zafiro 1):
98.9 mg.
- **Enter weight of sapphire 2** (Ingresar el peso del zafiro 2):
98.3 mg.
- **Sapphire Data File Name** (Nombre de la carpeta de datos de zafiro): Permite acceder a una ventana que facilita guardar el archivo en una carpeta.
- **Comment** (Comentarios): Comentarios u anotaciones referentes a la calibración.

NOTA: El peso del zafiro 1 corresponde al zafiro ubicado en el lugar de muestra dentro de la celda del DSC, cuyo disco es transparente. El peso del zafiro 2 corresponde al zafiro ubicado en el lugar de referencia dentro de la celda de DSC, y el disco de zafiro es de color rojo. Es recomendable volver a tomar el peso de los discos de zafiro mediante una balanza analítica para confirmar que son los mismos que indica el kit del equipo DSC.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 17 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

2. Seleccionar del menú **Control** (Control) la opción **Lid** (Tapa) y hacer click en **Open** (Abrir). Se abrirá entonces la tapa de las celdas del equipo.

3. Colocar los discos de zafiro según corresponde referencia (zafiro rojo) y muestra (zafiro transparente), como se presenta en la figura:



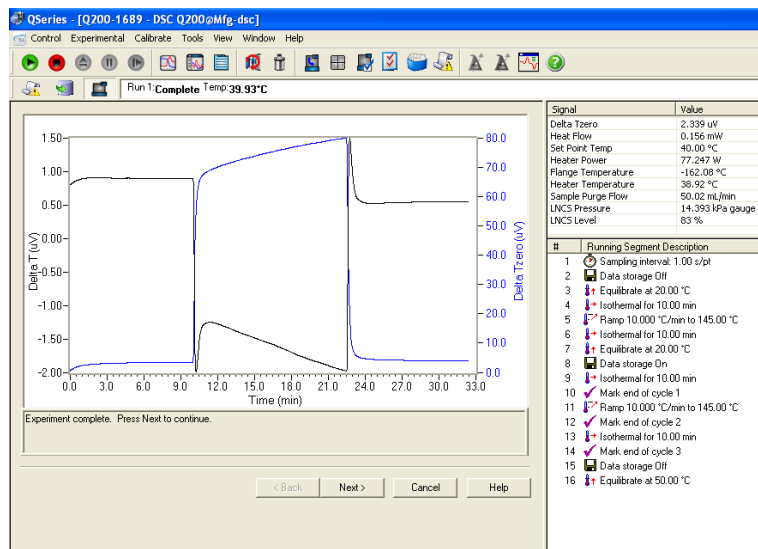
NOTA: Dentro de la celda del equipo DSC Q200 el lugar donde se coloca la referencia esta hacia dentro del equipo y la muestra hacia afuera del equipo.

4. Seleccionar del menú **Control** (Control) la opción **Lid** (Tapa) y hacer click en **Close** (Cerrar). Se cerrará entonces la tapa de las celdas del equipo.

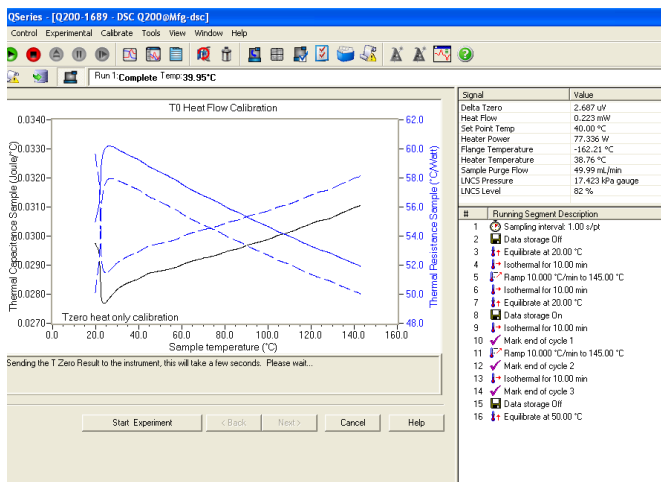
5. Hacer click en **Start Experiment** de la ventana que se presente en ese momento. Esperar hasta que se complete la corrida.

Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 18 de 23</i> <i>Edición: 1</i>
--	--	--

6. Una vez finalizada la segunda corrida, hacer click en **Next** para continuar. Se podrá visualizar las curvas de calibración que se formaron.



7. Cuando la corrida es completada, las gráficas de capacitancia y resistencia se guardan automáticamente.



5.3.3 Calibración de constante de celdas y temperatura

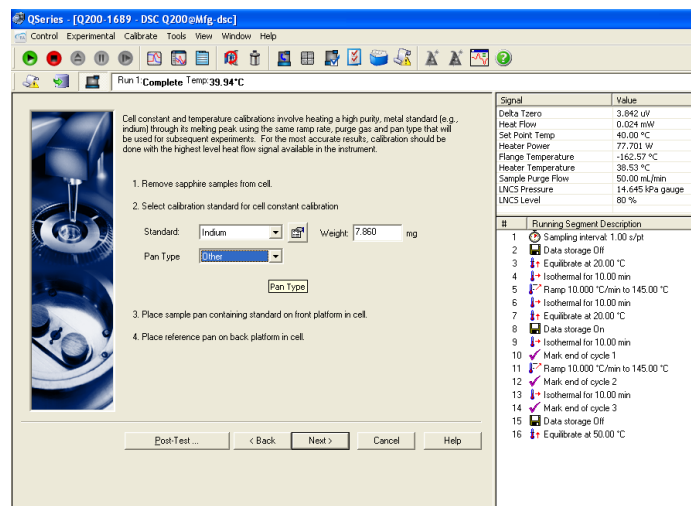
NOTA: DSC Calibration Wizard permite realizar todas las calibraciones de forma continua, por ello la ventana siguiente a la de calibración de capacitancia y resistencia permitirá ingresar los valores para la calibración de constante de celda y temperatura que se realiza con indio estándar.

1. Colocar los parámetros para la calibración de constante de celda realizada con el metal indio estándar:

- **Standard (Estándar): Indium (Indio)**

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 20 de 23</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

- **Weight (Peso):** Se coloca el peso del indio que se usará para la calibración, este valor debe de estar entre 3 y 10 miligramos. En este caso se pesó 7.86 mg.
- **Pan Type (Tipo de Pan): Tzero Aluminum Hermetic (Pan Tzero hermético de aluminio).**



NOTA: Abrir la celda para sacar los zafiros y poder colocar el pan de muestra de indio y el pan de referencia (vacío).

2. Hacer click en el botón **Next**.

3. Colocar los parámetros de temperatura para programar la corrida con indio estándar, pero antes seleccionar la opción **Premelt (Pre-fusión)** que asegura que el indio se derrita y tenga mayor superficie de contacto con el pan de muestra que lo contiene.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: right;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: right;"><i>Hoja 21 de 23</i></p> <p style="text-align: right;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	--

- **Start Temperature** (Inicio de Temperatura): 100°C
- **Heating Rate** (Velocidad de Calentamiento): 10°C/min
- **Final Temperature** (Temperatura Final): 180°C
- **Data File Name** (Nombre de la carpeta de datos): Permite acceder a una ventana que facilita guardar el archivo en una carpeta.
- **Operator** (Operador): Nombre de la persona que ejecuta la calibración.
- **Purgue gas** (Purga de gas): **#-1 Nitrogen** (Nitrógeno).
- **Flow rate** (Velocidad de Flujo): 50 mL/min.

NOTA: Los valores de los parámetros son los recomendados por las páginas de TA Instruments para ésta calibración, la muestra de indium se puede utilizar hasta 10 veces.

4. Hacer click en el botón **Next**.

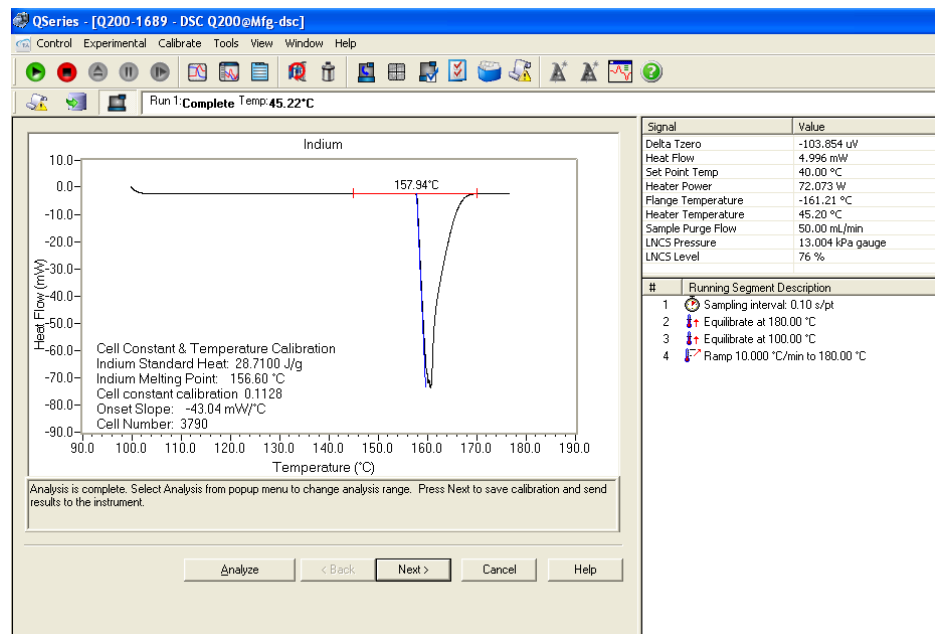
5. En la ventana que aparece, hacer click en el botón **Start Experiment** (Inicio del experimento) para dar inicio a la calibración.

6. Esperar que se complete la corrida.

7. Una vez terminada la primera corrida, hacer click en **Next** para continuar.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;">PEU/LEMAT/01</p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 22 de 23</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
---	---	---

NOTA: Los datos son analizados automáticamente por el software del computador.



8. Hacer click en el botón **Next** para que los resultados de la calibración sean guardados exitosamente en el instrumento.

9. Hacer click en el botón **Finish** (Finalizar).

6. RECOMENDACIONES

- La calibración debe realizarse en función del rango de temperatura de las experimentaciones que se realizarán, de preferencia hacer la calibración en todo el rango de temperatura posible para tener la

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA CALIBRACIÓN DE TZERO, CONSTANTE DE CELDA Y TEMPERATURA DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 23 de 23</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

opción de realizar experimentaciones con otros parámetros de temperatura.

- Debe tomarse en cuenta siempre el tipo de accesorio de enfriamiento que se está utilizando, debido a que en base a éstos se colocarán los valores de temperatura para la calibración del Tzero™.
- La calibración del equipo debe realizarse periódicamente para obtener siempre resultados precisos.
- Es recomendable que no se apague el LNCS entre corridas.