

Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 1 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	---	---

LEMAT

PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO

PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) 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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 2 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
--	---	---

ÍNDICE GENERAL

	Pág.
1. OBJETIVO	3
2. ALCANCE	3
3. REFERENCIAS.	5
3.1 Documentos utilizados en la elaboración.	5
4. GENERAL	6
4.1 Definiciones.....	6
4.2 Nivel de riesgo y calificación.	6
4.2.1 Con respecto al analista.....	6
4.2.2 Con respecto al equipo.	7
4.2.3 Durante el ensayo.	8
5. DESCRIPCIÓN	9
5.1 Realización.....	9
5.2 Instalación del Equipo LNCS al DSC Q200	9
5.3 Empezando la programación del LNCS.....	11
5.4 Acondicionamiento del LNCS.....	13
6. RECOMENDACIONES	26

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 3 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

1. OBJETIVO

El procedimiento que se describe establece las actividades a realizar para configurar los parámetros del instrumento y del estado del sistema LNCS-DSC (Accesorio de Enfriamiento de Nitrógeno Líquido para Calorímetro Diferencial de Barrido) para un óptimo rendimiento.

2. ALCANCE

Los calorímetros diferenciales de barrido disponen de sistemas de enfriamiento para trabajar a temperatura sub-ambiente, este accesorio estará conectado al equipo y se lo escogerá dependiendo del rango de temperatura al cual se deseé trabajar durante la experimentación. Entre ellos se encuentran:

- **Accesorio de Enfriamiento por Refrigeración (RCS):** El RCS es frecuentemente seleccionado como el dispositivo de enfriamiento preferido por los analistas térmicos ya que se puede operar en un amplio rango de temperatura y debido a que es un sistema cerrado que necesita sólo la energía eléctrica, no requiere el gasto de otros refrigerantes que son difíciles o costosos de obtener. TA Instruments ofrece dos modelos complementarios, el RCS90 y la RCS40.

El RCS90 emplea un sistema de refrigeración de dos etapas, que permite la operación del DSC / MDSC (DSC Modulado) en el rango de temperaturas de -90°C a 550°C. El RCS40 emplea un sistema de

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 4 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

refrigeración de una sola etapa, que permite la operación del DSC y MDSC en el rango de temperatura de -40°C a 400°C.

- **Accesorio de Enfriamiento por Nitrógeno Líquido (LNCS):** El sistema de enfriamiento de nitrógeno líquido ofrece un mayor rendimiento y flexibilidad en refrigeración. Opera con la temperatura más baja (a -180°C), y tiene una mayor capacidad de velocidad de enfriamiento (a 140°C/min), y un límite superior de temperatura de 550°C. Su capacidad de relleno automático permite al LNCS ser relleno automáticamente a partir de una fuente de nitrógeno líquido para la operación continua del DSC.
- **Accesorio de Enfriamiento por Ventilación (FACS):** El sistema de enfriamiento de aire con aletas (FACS) es un accesorio de refrigeración que ofrece una alternativa rentable a los sistemas de enfriamiento RCS o LNCS. Los FACS pueden ser utilizados para experimentos con enfriamiento controlado, estudios de ciclos térmicos, y para mejorar el tiempo de respuesta de la muestra. Se puede lograr líneas de base estables, calefacción y velocidades de enfriamiento lineales entre la temperatura ambiente hasta 725°C.
- **Accesorio de Enfriamiento Quench (QCA):** El accesorio de enfriamiento Quench (QCA) es un accesorio de refrigeración de operación manual, cuyo principal uso es compatible con el DSC P20 para enfriar una muestra a una temperatura sub-ambiente. La temperatura recomendada de funcionamiento del QCA es entre -

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 5 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

180°C a 400°C. Este accesorio QCA se llena fácilmente con: agua con hielo, nitrógeno líquido, hielo seco u otros medios de enfriamiento.

NOTA: Dentro del LEMAT el sistema de enfriamiento con el que se cuenta es el LNCS que funciona con Nitrógeno Líquido grado Industrial. Una vez que el LNCS se ha instalado correctamente (ver en la página de TA Instruments), siga los pasos a continuación para configurar los parámetros del instrumento y del estado del sistema LNCS-DSC para un óptimo rendimiento.

3. REFERENCIAS.

3.1 Documentos utilizados en la elaboración.

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

- LNCS Getting Started Guide (Guía para empezar con LNCS).
- Manual del equipo DSC Q200, marca TA instruments.
- Información acerca del equipo DSC Q200 (www.tainstruments.com).

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 6 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

4. GENERAL

4.1 Definiciones

Accesorio de Enfriamiento: Son dispositivos los cuales están conectados al DSC para poder llegar a temperaturas menores al ambiente. Cada accesorio tiene un rango de temperatura y se escogerá el accesorio indicado dependiendo de qué temperatura se requiera para la experimentación.

Acondicionamiento de LNCS: Es un proceso que se debe seguir utilizando el accesorio de enfriamiento por nitrógeno líquido para secar y estabilizar el sistema donde se realizara la experimentación.

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

4.2 Nivel de riesgo y calificación.

Instrucciones de seguridad

4.2.1 Con respecto al analista.

- ✓ Usar mandil para las tareas de laboratorio.

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 7 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

- ✓ 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 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.

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 8 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

4.2.3 Durante el ensayo.

- ✓ Mantener el área de trabajo a temperaturas alrededor de 22°C.
- ✓ Mantener la purga de gas abierta mientras se esté ejecutando el ensayo.
- ✓ Mantener el equipo de enfriamiento apagado durante el secado del sistema y encendido durante la estabilización del sistema.
- ✓ La celda debe de estar vacía durante la ejecución del ensayo.
- ✓ Asegurar que la tapa de las celdas esté cerrada cuando se ejecute el ensayo.
- ✓ Durante la ejecución del ensayo, evitar mover el equipo ya que podría afectar el acondicionamiento.
- ✓ Una vez finalizada el acondicionamiento se puede realizar la calibración y experimentación.

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 9 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	--

5. DESCRIPCIÓN

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 icono 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.

5.1 Realización

La realización del acondicionamiento se llevará a cabo mediante el software instalado en el computador que conecta al equipo. Este procedimiento se realizará cada vez que el cabezal que se une a la celda del equipo DSC sea desconectado, sirve para eliminar humedad dentro de la celda y, para dilatar y contraer los materiales tanto del LNCS como de la celda con el fin de que el comportamiento de los materiales estén en equilibrio.

5.2 Instalación del Equipo LNCS al DSC Q200

Una vez que el tanque LNCS se ha llenado, se procede a conectar las líneas de la manguera que conecta al DSC Q200 con las líneas del cabezal del LNCS.

NOTA: El cabezal del LNCS consta de dos líneas, para poder ligar estas líneas se usan como herramientas llaves de número 15 y 11/16

<p>Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p>PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p>PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 10 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

para poder asegurar el correcto sellado y que no exista fuga. Al final colocar la tapa del cabezal con los tornillos laterales.

En esta imagen se observa el uso de las llaves para el correcto sellado:



Luego del correcto sellado se procede a colocar el cabezal del LNCS



Equipo LNCS con el cabezal correctamente instalado

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 11 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---



NOTA: La posición del cabezal que contiene las dos tuberías por donde pasa el nitrógeno debe estar colocada en la posición adecuada, tal como se muestra en la figura anterior, ya que esto permitirá su correcto funcionamiento.

5.3 Empezando la programación del LNCS

1. Encender el equipo y luego el computador conectado al mismo.

NOTA: Asegurarse de abrir la purga de gas de nitrógeno seco grado 4,8 y que su presión no exceda los 25 psi.

2. Verificar si la fuente de nitrógeno seco está conectado a la purga base y a la purga del gas de enfriamiento (LNCS):

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 12 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

- Usar nitrógeno seco en la conexión de GAS 1 cuando el rango de temperatura de ensayo o de trabajo del sistema está entre -100°C a 400°C.
 - Usar helio en la conexión de GAS 1 cuando el rango de temperatura ensayo o de trabajo del sistema está entre -180°C a 400°C.
3. Verificar el tipo correcto de enfriamiento (por ejemplo, LNCS) en **Tools** (Herramientas) / **Instrument Preferences** (Preferencias del Instrumento) / **DSC Page** (Página Calorímetro Diferencial de Barrido) en la página del software del DSC.
4. Secar el sistema LNCS antes de encenderlo siguiendo el Paso 1 del procedimiento de acondicionamiento, el cual se encuentra en la siguiente sección, “Acondicionamiento de LNCS” (Sección 5.4).
5. Verificar que **Post-test conditions** (las condiciones posteriores a la prueba) estén como se desee, este ícono se encuentra en **Procedure Page** (Página de Procedimiento) en el botón **Post Test**. Se debe utilizar temperatura por encima del ambiente para evitar que la celda se enfríe entre los experimentos (por ejemplo, los valores típicos son de 35 a 50 ° C). Una vez que éstas condiciones se verifican, seleccionar **Control** (Control)/ **Go to Standby Temp** (Ir a la temperatura de espera), para ajustar la temperatura se va a **Tools** (Herramientas) / **Instrument Preferences** (Preferencias del instrumento)/ **DSC Page** (Página del DSC).

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 13 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

NOTA: Se recomienda que la celda del DSC éste cubierto cuando no se estén colocando muestras y no debería estar abierto por debajo de la temperatura ambiente.

6. Continuar con el paso 2 del procedimiento de acondicionamiento en la sección 5.4 "Acondicionamiento de LNCS" para estabilizar aún más el sistema DSC-LNCS. Este experimento cíclico permite que en el sistema DSC-LNCS resulte una óptima línea base y calibración.

7. Calibrar el DSC después de acondicionar el sistema.

5.4 Acondicionamiento del LNCS

Una vez que el intercambiador de calor LNCS esté instalado en el DSC, el siguiente procedimiento de acondicionamiento se debe ejecutar antes de la calibración y de los experimentos a realizar. El primer paso de secado se lo realiza cuando se está instalando primero el sistema y después periódicamente para secar el sistema eliminando la humedad en la celda del DSC y en el intercambiador de calor antes de encender el LNCS. El segundo paso se utiliza para estabilizar el sistema DSC-LNCS, ciclando el sistema para tener un equilibrio en el comportamiento de los materiales cuando trabaja en forma conjunta el equipo con el LNCS.

Paso 1: Secando el Sistema

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 14 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

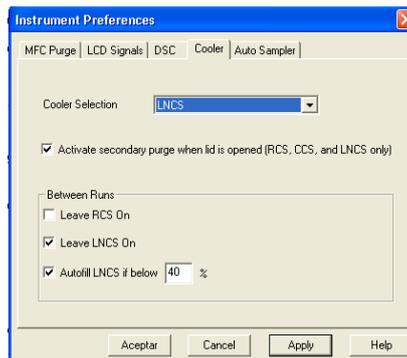
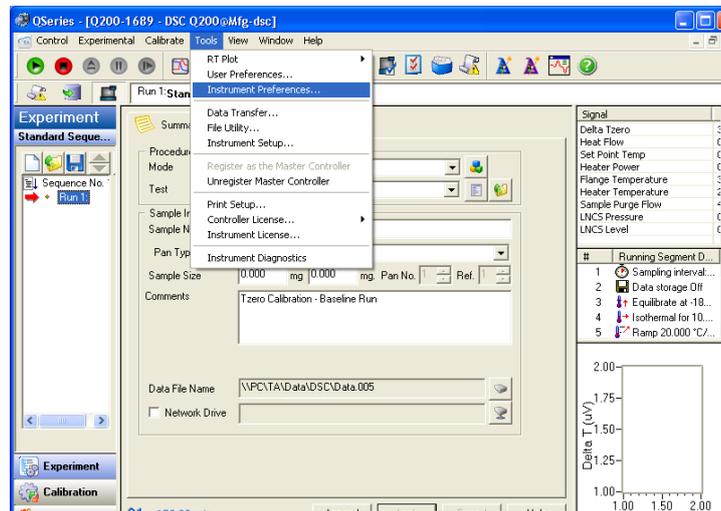
1. Verificar que la celda del DSC este vacía y cubierta, hacer click en **Control** (Control)/ **Lid** (Tapa)/ **Open** (Abrir) y para cerrar acceder al mismo menú en la opción **Close** (Cerrar).

2. Acceder a **Tools/Instruments Preferences** del software del instrumento DSC. Aparecerá una ventana en donde se deben de cambiar las siguientes opciones :

En la pestaña **Cooler** (Enfriador) seleccione el tipo de accesorio que se está usando en este caso en **Cooler Selection** (Selección de enfriador) escoger la opción LNCS. Además señalar en **Between Runs** (Entre corridas) las opciones **Autofill LNCS if below 40%**(Autollenado del LNCS si el nivel del tanque está por debajo de 40%) y **Leave LNCS On** (Dejar encendido el LNCS).

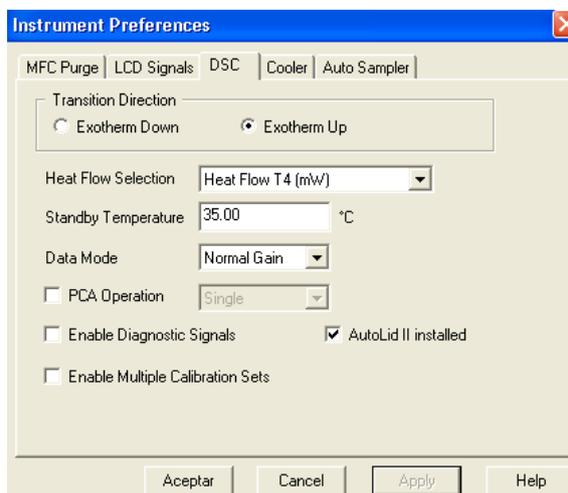
NOTA: La opción **Autofill LNCS if below 40%**, es escogida siempre y cuando se cuente con un tanque de mayor volumen que sea suministro de nitrógeno líquido y que esté conectado al LNCS. En caso de no contar con este tanque, el LNCS es llenado manualmente por personas capacitadas tomando las medidas respectivas.

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 15 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	--	---



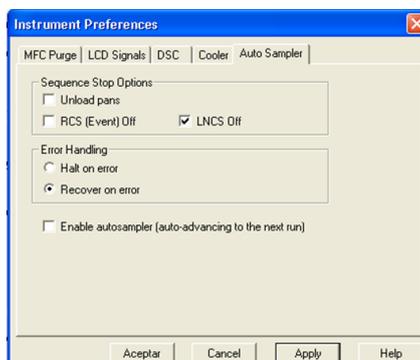
En la pestaña **DSC** en **Heat Flow Selection** (Selección de flujo de calor), seleccionar **Heat Flow T4** (Flujo de calor T4), se escoge esta opción debido a que el DSC Q200 analiza el flujo de calor en 4 periodos de tiempo. En la opción **Standby Temperature** (Temperatura de espera) colocar la temperatura a la cual la celda va a poder abrirse, debe de estar entre 35°C y 50°C.

Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 16 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
--	---	--



NOTA: La temperatura de espera se refiere a la temperatura a la cual se puede abrir la celda del DSC, la celda del DSC no se puede abrir a temperaturas menores a la del ambiente ya que puede haber una acumulación de humedad dentro de la celda, si esto ocurre se debe realizar el acondicionamiento y calibración nuevamente.

En la pestaña de **AutoSampler** (Automostrador) seleccionar **LNCS Off** (LNCS apagado)



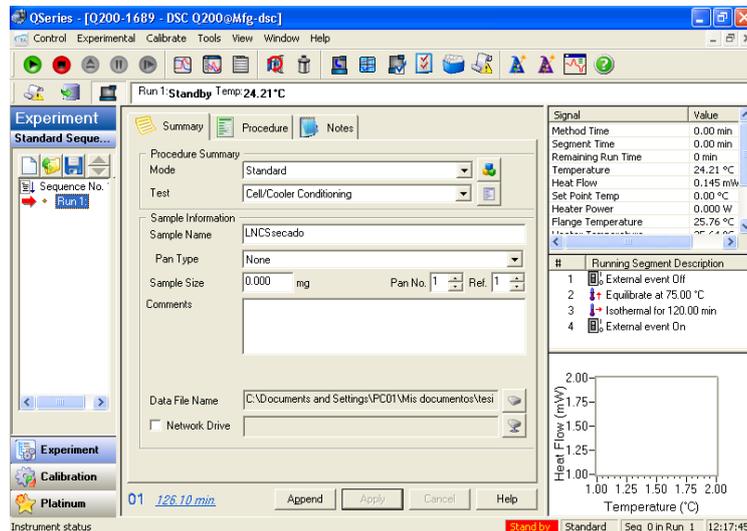
<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p style="text-align: center;"><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Hoja 17 de 26</i></p> <p style="text-align: center;"><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

NOTA: El Paso 1 (secando el sistema) se lo debe realizar con el LNCS apagado, Paso 2 (estabilizando el sistema) no se selecciona **LNCS Off** debido que en este paso la corrida se la realiza con el LNCS prendido.

3. Hacer click en **Apply** (aplicar) y luego Aceptar, cuando se haya colocado los datos correctos en **Instrument Preferences**.

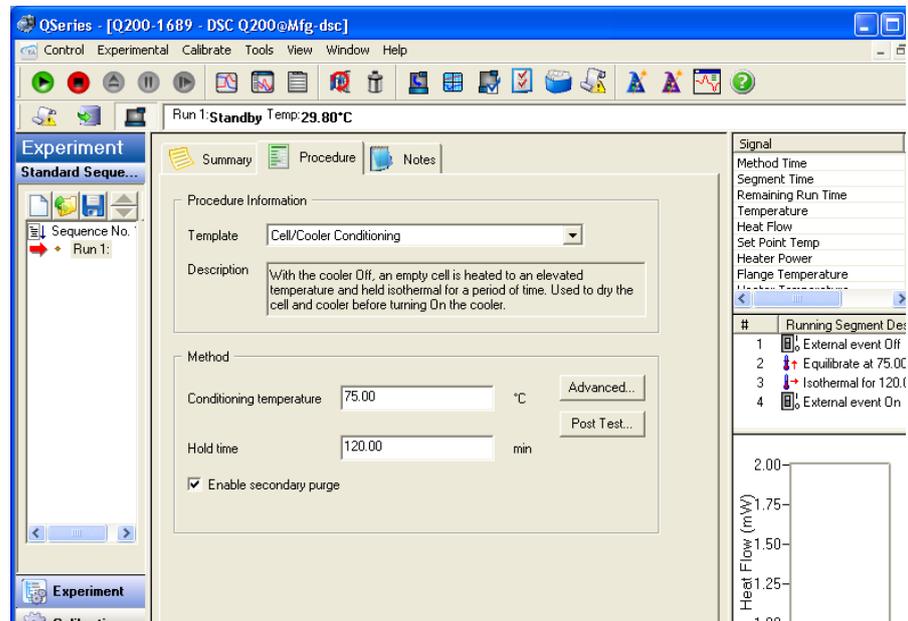
4. Usando el software de control del instrumento DSC, acceder a **Experimental View** (Vista Experimental) y a **Summary Page** (Página de Resumen). Seleccionar modo **Standard** (estándar) y luego seleccionar **Cell/Cooler Conditioning** (Acondicionamiento de la celda y enfriador) del ícono **Test** (Prueba). Dentro de **Sample Information** (Información de la muestra) en **Sample Name** (Nombre de la muestra) se coloca el nombre que se desea; **Pan Type** (Tipo de Pan), debido a que no existe nada en la celda colocar la opción **None** (Nada), **Sample Size** (Tamaño de la muestra), debido a que no existe nada en la celda se coloca 0 mg. El archivo es guardado dentro de esta misma pestaña en la sección **Data File Name** (Nombre de la carpeta de datos).

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 18 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	--	---

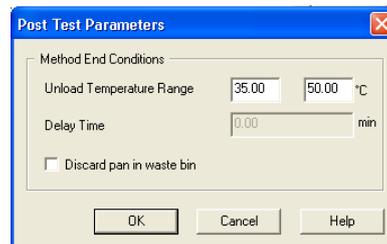


5. Haga clic en **Procedure Page** (Página de procedimiento).
6. Verificar las condiciones por defecto de 120 minutos a 75 °C y seleccione **Apply** (aplicar). Estas condiciones son apropiadas para situaciones típicas.

Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 19 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
--	---	--



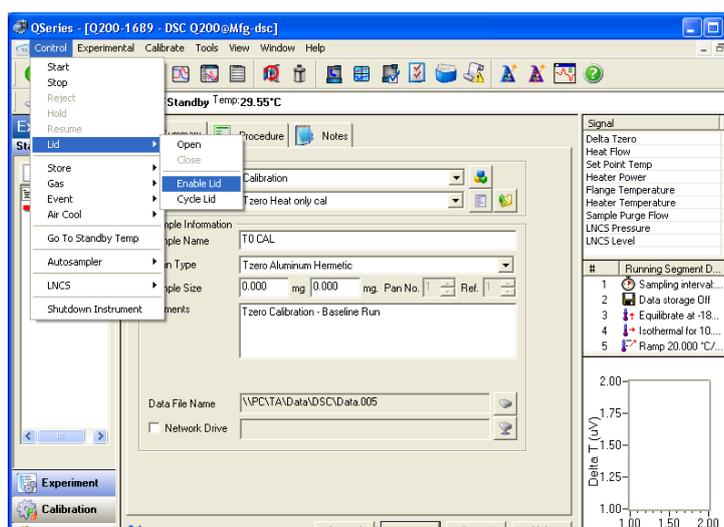
7. Acceder a la ventana de **Post Test Parameters** (Parámetros después de la prueba) que se encuentra en **Procedure Page**, introduzca un rango de temperatura de 35 a 50°C para que la celda tenga ligeramente una temperatura superior a la del ambiente.



8. Desactivar la opción **AutoLid** (Cerrado y abierto automático) del menú de **Control/Lid** (tapa)/**Enable Lid** (Permitir el cerrado y

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 20 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

abierto automático) y del mismo menú desactivar la opción **Autosampler** (Automostrador).



NOTA: Al aparecer un visto  en el icono **Enable Lid** quiere decir que está activado, en este paso hay que hacer click para que ya no aparezca el visto y así poder desactivar la opción **Enable Lid** y la opción **Enable Autosampler**.

9. Hacer Click en el ícono **Start** que se encuentra en la barra de herramientas para iniciar el experimento.



NOTA: El tiempo de duración de esta corrida es de aproximadamente 126 minutos.

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p><i>PEU/LEMAT/01</i></p> <p><i>Hoja 21 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

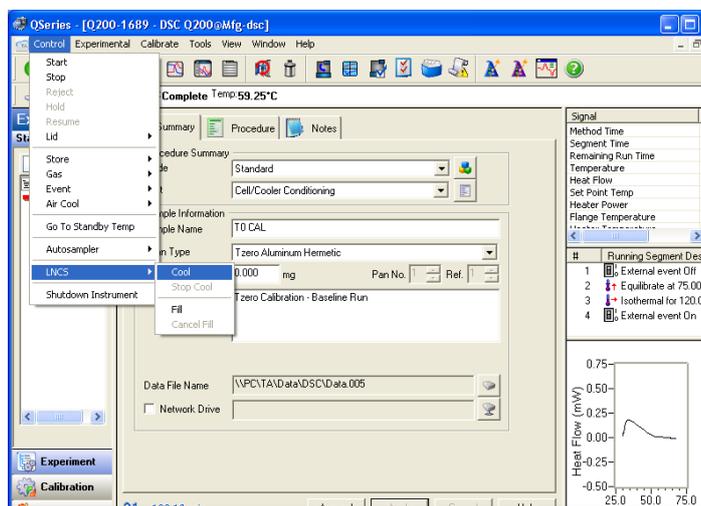
10. Al término de este experimento, la purga de la base y de la celda debe permanecer en forma continua. Si las purgas no permanecen continuas, la humedad atmosférica contaminará el sistema y, en función del tiempo implicado y humedad relativa, el procedimiento deberá ser repetido.

Paso 2: Estabilizando el Sistema

El siguiente experimento cíclico se realiza después de la primera etapa con el fin de permitir que el sistema DSC-LNCS se estabilice, dando como resultado una optimización en la línea de base y en la calibración.

1. Seleccionar del menú **Control**, la opción **LNCS /Cool** (enfriador). Esto permitirá activar el LNCS (previamente conectado y encendido) y empezar a enfriar la celda del DSC. Una vez que el LNCS ha comenzado a funcionar, **flange temperature** (temperatura de la brida) se enfriará rápidamente a su temperatura de funcionamiento.

Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT	PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS	PEU/LEMAT/01 <i>Hoja 22 de 26</i> <i>Edición: 1</i>
---	---	--



NOTA: La brida es el punto de contacto del dispositivo de enfriamiento con el DSC.

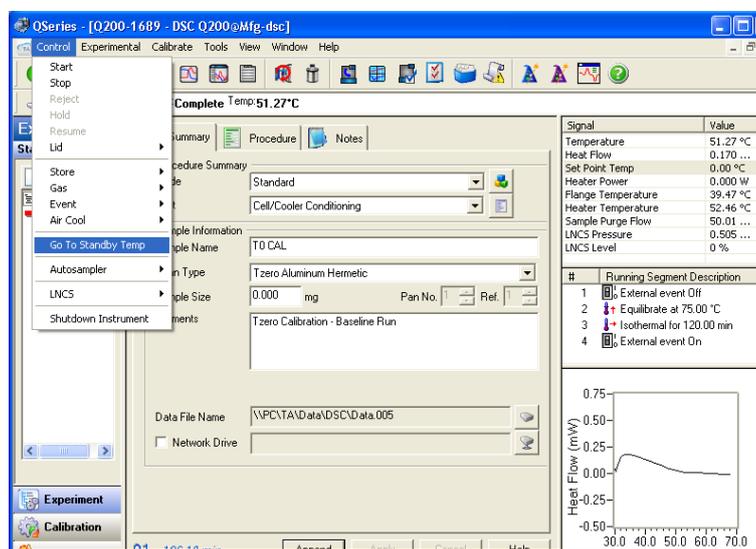
2. Comprobar las condiciones en la ventana de **Instruments Preferences y Post Test** según como es señalado en el numeral 2 y 6 del paso 1 (secando el sistema).

3. Verificar que la celda este cubierta y vacía.

4. Dentro del panel **Signal Display** (Visualización de la Señal) comprobar que **Set Point Temperature** (Temperatura Establecida) se muestre como el valor del punto medio del rango de temperatura especificado en la ventana **Post Test Parameters**, ésto indica que el control del **Post Test Temperature** está activo. Si el control **Post Test Temperature** no está activo (es decir el **Set Point Temperature** se lee 0,00 ° C) seleccione **Go to Standby Temp** (Ir la temperatura de

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 23 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

Espera) en el menú de **Control**. Para recurrir al ajuste de la temperatura de espera seguir los siguientes pasos, ir a **Tools/ Instruments Preferences/ DSC Page** (al igual que el numeral 6 del paso 1).



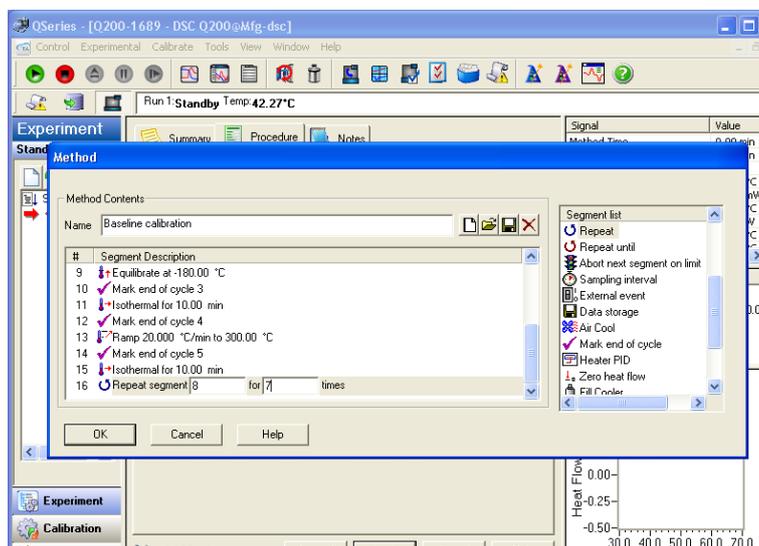
5. Dentro de la vista experimental en el **Summary Page** en la parte de **Test** escoger la opción **Custom** y en **Procedure**, hacer click en **Editor** (Editor) para crear y guardar la corrida, cuando ya estén colocados todos los segmentos hacer click en **OK**.

Cada uno de los numerales siguientes son conocidos como segmentos y las temperaturas escogidas para el acondicionamiento debe cubrir el valor máximo de los ensayos.

<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 EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 24 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

1. **Data Storage On** (Almacenamiento de Datos encendido).
2. **Equilibrate 50°C** (Equilibrar a 50°C).
3. **Isotherm 60 minutes** (Isotherma durante 60 minutos).
4. **Mark end of cycle 0** (Marcar final del ciclo 0).
5. **Equilibrate 145°C** (Equilibrar a 145°C).
6. **Mark end of cycle 1** (Marcar final del ciclo 1).
7. **Isotherm 30 minutes** (Isotherma durante 30 minutos).
8. **Mark end of cycle 2** (Marcar final del ciclo 2).
9. **Equilibrate 20°C** (Equilibrar a 20°C).
10. **Mark end of cycle 3** (Marcar final del ciclo 3).
11. **Isotherm 10 minutes** (Isotherma durante 10 minutos).
12. **Mark end of cycle 4** (Marcar final del ciclo 4).
13. **Ramp 20°C/min to 145°C** (Rampa de 20°C/min hasta llegar a 145°C).
14. **Mark end of cycle 5** (Marcar final del ciclo 5).
15. **Isotherm 10 minutes** (Isotherma durante 10 minutos).
16. **Repeat segment 8 for 7 times.** (Repetir el segmento 8 por 7 veces).

<p style="text-align: center;">Laboratorio de Ensayos Metroológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p style="text-align: center;">PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p style="text-align: center;">PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 25 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
--	--	---



6. Iniciar el experimento creado en el numeral anterior haciendo click en el ícono **Start** que se encuentra en la barra de herramientas. La temperatura de la brida debe estar por debajo de 100°C cuando se opera con LNCS. Si la corrida se inicia cuando la brida es superior a 100°C, aparecerá un mensaje de error y la corrida se dará por terminada. Durante el funcionamiento normal, la temperatura de la brida debe ser inferior a -145°C en el inicio de la corrida.

NOTA: Durante todo este proceso no se debe apagar el tanque de enfriamiento LNCS para que la temperatura a la que va a iniciar la corrida no varíe. Éste paso dura aproximadamente 358 minutos. Se puede observar que el tanque de nitrógeno tiene una liberación de gas que se conoce como “venteo”, esto es normal debido a que el tanque necesita aliviar la presión que se genere de la evaporación del nitrógeno líquido.

<p>Laboratorio de Ensayos Metrológicos y de Materiales LEMAT</p>	<p>PROCEDIMIENTO ESPECÍFICO DE ENSAYO</p> <p>PARA EL USO DEL SISTEMA DE ENFRIAMIENTO CON NITRÓGENO LÍQUIDO (LNCS) DEL EQUIPO DSC Q200 MARCA TA INSTRUMENTS</p>	<p>PEU/LEMAT/01</p> <p><i>Hoja 26 de 26</i></p> <p><i>Edición: 1</i></p>
---	--	---

En la siguiente figura se muestra el “venteo”:



6. RECOMENDACIONES

- Después de acondicionar el LNCS (por tanto realizar los pasos para el secado y la estabilización) calibrar el DSC antes de llevar a cabo los experimentos. Ver la ayuda en línea para DSC en la página de TA Instruments para obtener más información.
- Una vez que se haya hecho el acondicionamiento del sistema DSC-LNCS es recomendable que no se apague el LNCS entre corridas.