

NETZSCH

Proven Excellence.



Дифференциальная Сканирующая Калориметрия DSC 3500 *Sirius*

Метод, Техника и Применения

Analyzing & Testing

Дифференциальная

Дифференциальная сканирующая калориметрия (ДСК) является одним из наиболее часто используемых методов термического анализа. Его можно использовать для анализа практически любого энергетического эффекта, возникающего в твердом или жидком состоянии во время термической обработки.

Простота в обращении и быстрый анализ являются одними из отличительных признаков этого аналитического метода, который оказался очень важным в областях исследований, разработок и контроля качества. Существует множество стандартов (ASTM, DIN, ISO и т.д.) данного метода для применения, оценки и интерпретации конкретных материалов, продуктов и их свойств.

Информация, получаемая из измерения ДСК

- Определение удельной теплоемкости (c_p)
- Температура стеклования
- Плавление / кристаллизация
- Степень кристалличности
- Реакции сшивания
- Совместимость
- Окислительная устойчивость
- Переходы в твердом теле
- Начало разложения
- Полиморфизм
- Фазовые переходы
- Жидкокристаллические переходы
- Эвтектическая чистота
- Реакции сшивания
- Удельная теплоемкость
- Определение чистоты
- Thermokinetics



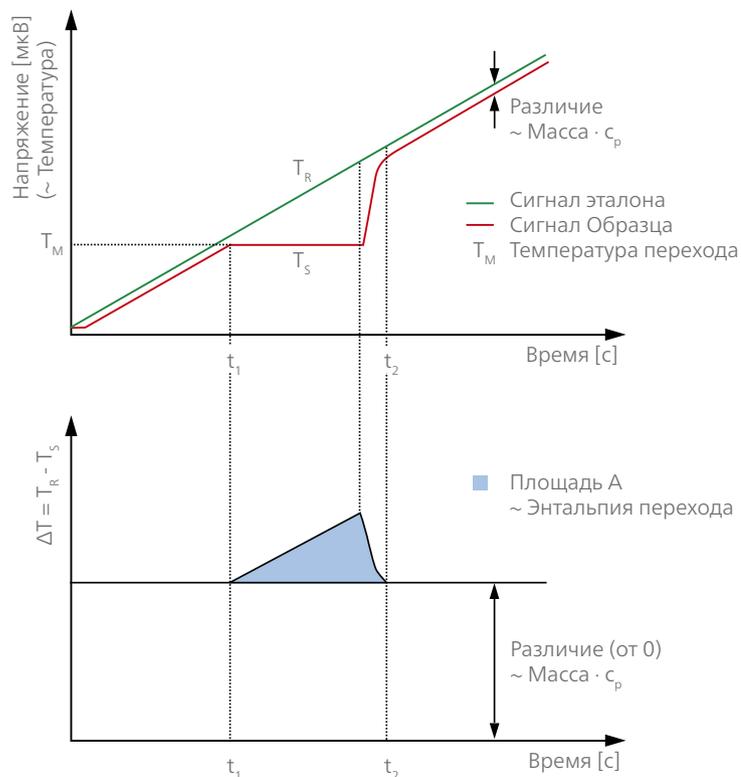
Сканирующая Калориметрия

МЕТОД ДСК

DSC 3500 *Sirius* работает по принципу теплового потока. При использовании этого метода образец и эталон подвергаются контролируемой температурной программе (нагрев, охлаждение или изотермический режим). Фактические измеренные свойства - это температура образца и разность температур между образцом и эталоном. Из сигналов необработанных данных можно определить разницу теплового потока между образцом и эталоном, которая представляет собой изменения калорийности образца.

Образец помещается в тигель, который затем помещается в измерительную ячейку (печь) системы ДСК вместе с тиглем эталона, который обычно пуст.

DSC 3500 *Sirius* соответствует практически всем стандартам на приборы и стандартам по применениям, включая: ISO 11357, ASTM E793, ASTM D3895, ASTM D3418, DIN 51004, DIN 51007, DIN 53765.



Генерация сигнала в тепловом потоке ДСК

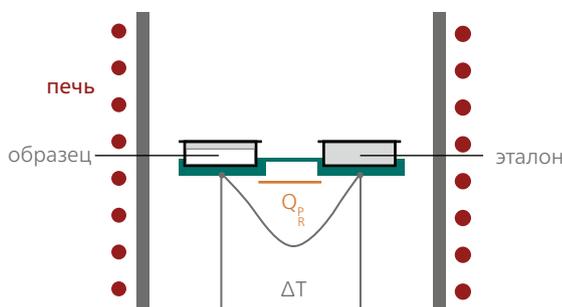


Схема ячейки теплового потока ДСК

DSC 3500 *Sirius*

Газонепроницаемый DSC 3500 *Sirius* сочетает в себе преимущества современных технологий, высокую чувствительность и надежного, легко управляемого прибора. Испытания могут проводиться в диапазоне температур от -170°C до 600°C .

Ключевыми компонентами DSC 3500 *Sirius* являются датчик теплового потока DSC, печь и надежные соединительные фитинги, которые предназначены для быстрого и простого крепления различных систем охлаждения.

Датчик DSC 3500 *Sirius* сочетает в себе высокую стабильность и оптимизированное разрешение тепловых эффектов. При изготовлении сенсорных дисков и проводов термопар используется лазерная сварка, что обеспечивает истинную чувствительность и надежность.

**НАДЕЖНЫЙ
И КРЕПКИЙ**



ПРЕИМУЩЕСТВА ДЛЯ ВАШЕЙ ВЫГОДЫ

Надежный

Печь и датчик

Оптимизированная конструкция печи и датчика обеспечивает очень стабильную базовую линию и превосходное отношение сигнал / шум.

Вариабельный

Газы и варианты охлаждения

Входные отверстия для защитного и продувочного газа, конечно же, являются стандартными характеристиками устройства. Для улучшения времени охлаждения и испытаний при температуре окружающей среды могут быть подключены различные варианты охлаждения. Конечно, универсальная система переключения газа и управления потоком также доступна.

Эффективный

Автоматическое устройство для смены образцов

Для приложений с высокой пропускной способностью образца, мы предлагаем устройство автоматической смены образцов, которое включает 20 образцов и эталонов, а также различные типы тиглей. Гибкость и высокая пропускная способность данной системы позволяет эффективно расходовать время.

Всеохватывающий

Приложение Smart

Простота обработки обеспечивается во время настройки и оценки измерений программным приложением *SmartMode*. *SmartMode* включает в себя предустановленные методы измерения, приложения *Auto-Evaluation* и *Identify*.

НАДЕЖНОЕ ОСНАЩЕНИЕ

От настройки измерения до

SmartMode - нет необходимости быть экспертом в термическом анализе, чтобы начать измерение!

Нужно сделать всего несколько кликов, чтобы начать измерение

SmartMode – не нужно быть экспертом

SmartMode имеет четкую структуру, последовательную концепцию навигации и удобные кнопки. Используя шаблоны измерений Мастера можно начать измерение с нескольких вводов данных. С другой стороны, настраиваемые или предустановленные методы могут быть выбраны для проведения эксперимента. Предустановленные методы уже содержат все необходимые параметры для тех материалов, которые перечислены на плакате NETZSCH «Тепловые свойства полимеров».

Даже клиенты, не знакомые с программным обеспечением, сразу же поймут, как действовать дальше.

ExpertMode – Не только для профессиональных пользователей

Для тех, кто хочет глубже погрузиться в программное обеспечение для расширенной настройки параметров или для задания метода, возможен переход от *SmartMode* к *ExpertMode*. В режиме *ExpertMode* пользователь имеет доступ к полной функциональности программного обеспечения *Proteus®*, включая десятки функций и все настройки параметров.

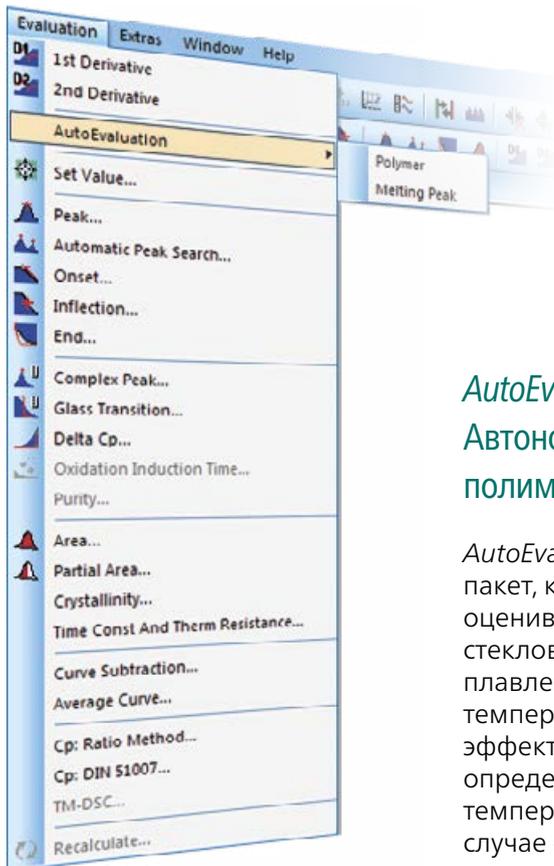
AutoCalibration позволяет полностью сконцентрироваться на задачах измерения

Процедуры калибровки должны быть простыми, быстрыми и – в идеале - выполняемыми во время измерения. *AutoCalibration* предоставляет процедуры автоматического создания всех соответствующих калибровочных кривых, автоматически загружая текущие калибровки, принимая во внимание выбранные условия измерения и проверяя их период действия.





AutoEvaluation до Identify



AutoEvaluation автоматически анализирует неизвестные кривые полимеров и расплавов металлов.

*AutoEvaluation** – Автономная оценка для полимеров

AutoEvaluation это программный пакет, который самостоятельно оценивает температуры стеклования, энтальпии плавления или пики температуры. Например, для эффектов плавления определяют как пик температуры, так и энтальпию; в случае стеклования программное обеспечение вычисляет T_g (температуру стеклования) и высоту шага, выраженную как ΔC_p .

В программе *AutoEvaluation* кривая обрабатывается независимо - без участия оператора. Эта инновационная технология впервые в истории позволяет проводить тестовые анализы, которые полностью независимы от пользователя и, следовательно, полностью объективны.

Конечно, пользователи по-прежнему могут выполнять ручную оценку, если это необходимо.

*Identify** – Шаг вперед с базой данных

Программное обеспечение *Identify* выполняет поиск похожих результатов, хранящихся в библиотеках полимеров, обеспечивая мгновенную интерпретацию результатов измерений.

С программным пакетом *Identify* можно проводить сравнения один на один с отдельными кривыми или литературными данными из выбранных библиотек или проверять, принадлежит ли конкретная кривая определенному классу. Эти классы могут содержать наборы данных для различных типов одного и того же полимера (например, нескольких типов PE), но также и кривые, такие как те, которые классифицируются как ПРИНЯТО или ОТКАЗАНО с точки зрения контроля качества.

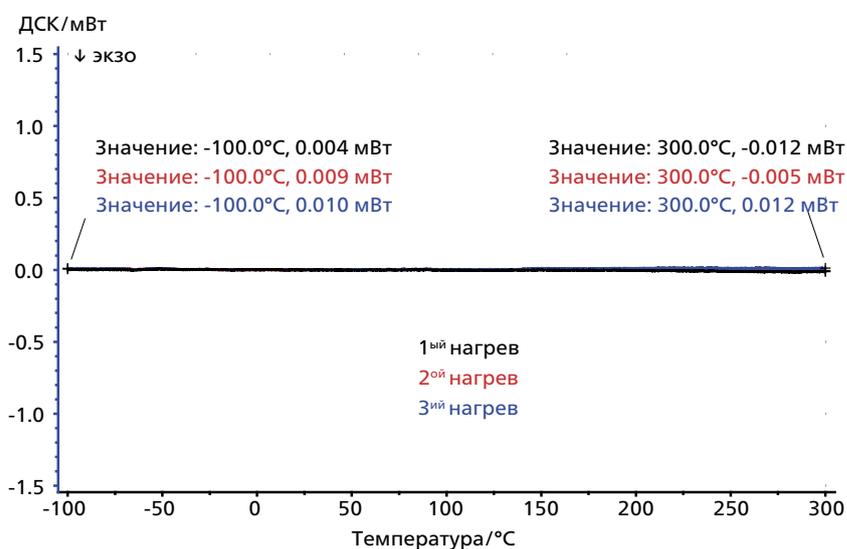
И библиотеки, и классы безграничны, и пользователи могут расширять их с помощью экспериментов и собственных знаний.

* Дополнительные программные расширения

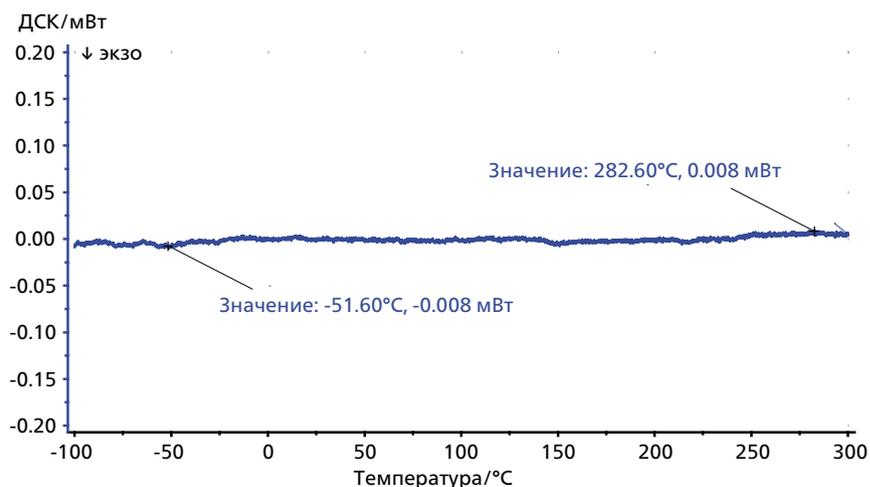
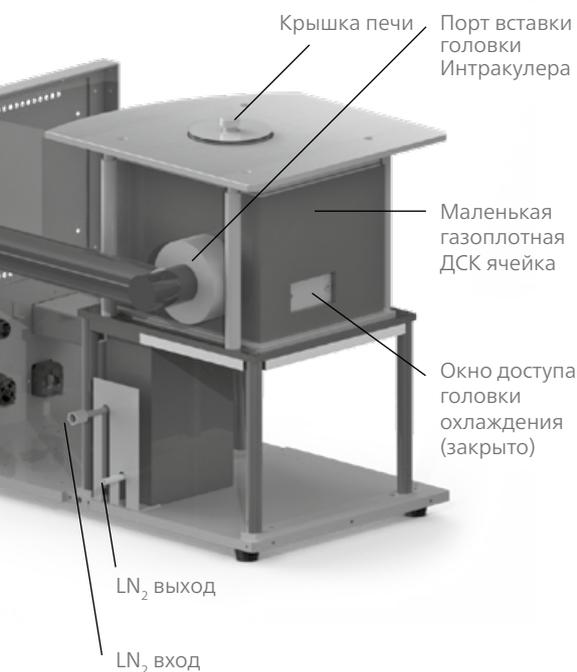
Стабильность базовой линии и Высокая повторяемость

Smart Печь – Дизайн Датчика

Нагревательные провода печи окружают всю сенсорную пластину. Они расположены таким образом, что температурные градиенты не возникают внутри или выше сенсорного диска. Эта компоновка является основой для очень однородного теплового потока к тиглям образца и эталона, и, следовательно, также для очень стабильной базовой линии и оптимального отношения сигнал / шум.



Высокая повторяемость базовой линии продемонстрирована на трех кривых измерения



Увеличенная базовая линия от -100°C до 300°C, показывает, что превосходная базовая стабильность находится в диапазоне $\pm 0,01$ мВт

Компактный дизайн – прибор подходит для лабораторий любого размера

The DSC 3500 *Sirius* отличается небольшим размером, не требующим большого рабочего места. Металлическая полка в верхней части системы ДСК предоставляет место для работы с образцами.



Размеры DSC 3500 *Sirius* с дополнительной системой Автоматической смены образцов (Автосэмплер)

Газонепроницаемость – обязательное условие для тестов ОИТ

Газонепроницаемая измерительная ячейка позволяет задать атмосферу для оптимальных условий измерения. Три магнитных клапана контролируют потоки газа и программируются на включение/ выключение. В качестве альтернативы, опционально доступны контроллеры расхода газа. Все эти особенности положительно влияют на процесс определения времени / температуры окислительной индукции (ОИТ).

Кроме того, газонепроницаемость позволяет избежать любого воздействия на систему ДСК, вызванного высокой влажностью окружающей среды. Например, проблемы с конденсацией в географических районах с высокой влажностью значительно уменьшаются.

Экономичное Охлаждение – Легко заменяемые устройства

Входные отверстия для защитного и продувочного газа являются стандартными функциями устройства. Конечно, универсальная система переключения газа и система управления потоком также доступны.

Для улучшения времени охлаждения и испытаний при температуре окружающей среды доступны различные варианты охлаждения. Интракуллер и система охлаждения жидким азотом (LN₂) могут быть самостоятельно заменены пользователем. Наша оптимизированная система охлаждения LN₂ отличается низким потреблением жидкого азота.

Варианты Охлаждения

- Охлаждение воздушным компрессором: от КТ до 600°C
- Вихревое охлаждение: от 0°C до 600°C
- Интракуллер IC 40: от -40°C до 600°C
- Интракуллер IC 70: от -70°C до 600°C
- Жидкий азот: от -170°C до 600°C
- Al охлаждающий чехол

Маленький, НО МОЩНЫЙ



Автоматическое устройство смены образцов

БЕЗ КОНТРОЛЯ ИЗМЕРЕНИЙ

Для приложений с высокой пропускной способностью доступно автоматическое устройство (Автосэмплер) на 20 образцов и эталонов. Помимо стандартных алюминиевых тиглей, в автосемплере можно размещать керамические тигли и тигли высокого давления.

Безопасность перемещения тигля обеспечивается четырьмя рычагами захвата. Этот механизм безопасно извлекает тигель из лотка и аккуратно, без покачивания, помещает его в положение на датчике. Эталонный тигель также можно менять так часто, как того требуют измерения.

Автосэмплер может быть легко запрограммирован через *SmartMode* программного обеспечения *Proteus*[®]. Конкретная программа измерения (метод) может быть назначена каждому образцу в лотке. Это может также включать процедуры оценки. Другими словами, Автосэмплер не только обрабатывает образцы, но также проводит измерения и оценку без необходимости контроля.

Светоотверждение с помощью УФ приставки



Помимо термически активируемых реакций, которые могут быть изучены с помощью обычной дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК), многие реакции полиадденсации и радикальной полимеризации также можно активировать облучением с достаточно высокой энергией.

Для DSC 3500 *Sirius* мы предлагаем УФ приставку, состоящую из УФ-лампы и контроллера, генератора импульсов для управления затвором, и крышки из УФ-волокна с упором для удобной работы.

Преимущества Фото-ДСК измерений

- Расширение техники ДСК с возможностью светового излучения
- Анализ фото-иницированных реакций в самых разных материалах
- Измерение светового отверждения полимерных смол, красок, покрытий и клеев (степень сшивки полимеров)
- Изучение влияния УФ-стабилизаторов в фармацевтике, косметике и продуктах питания (эффекты старения)
- Выбор температуры, атмосферы, интенсивности света, длины волны и времени экспозиции
- Определение реакционной способности и времени отверждения стоматологических композитов



Технические Характеристики УФ приставки

Температурный диапазон	от -100°C до 200°C	
Тигли	Открытые из алюминия	
Рекомендуемые типы Hg-ламп	DELOUX 04	Omniculture® S 2000*
Макс. мощность	9.9 Вт/см ²	> 10 Вт/см ²
Диапазон длин волн	от 315 нм до 500 нм	от 320 нм до 500 нм
Время излучения	от 0.1 с до 1000 с	от 0.2 с до 1000 с
Диаметр отверстия излучения	8 мм, 4 мм, 2 мм	8 мм, 4 мм, 2 мм

* Световоды (2x Ø 3 мм) могут быть установлены на DSC 3500 *Sirius*. Возможен только ручной запуск без подключения программного обеспечения.



Идентификация

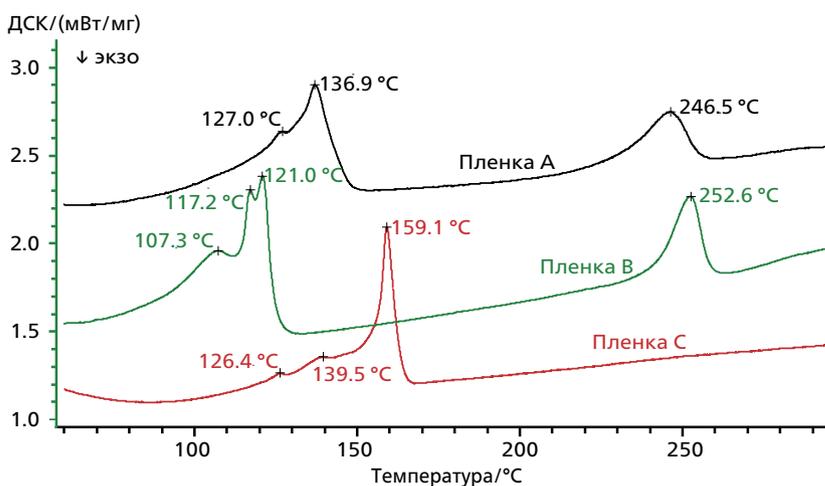
DSC 3500 Sirius также хорошо подходит для исследований материалов полимерной и пищевой промышленности.

Упаковочные пленки на основе ПЭ, ПП и ПА

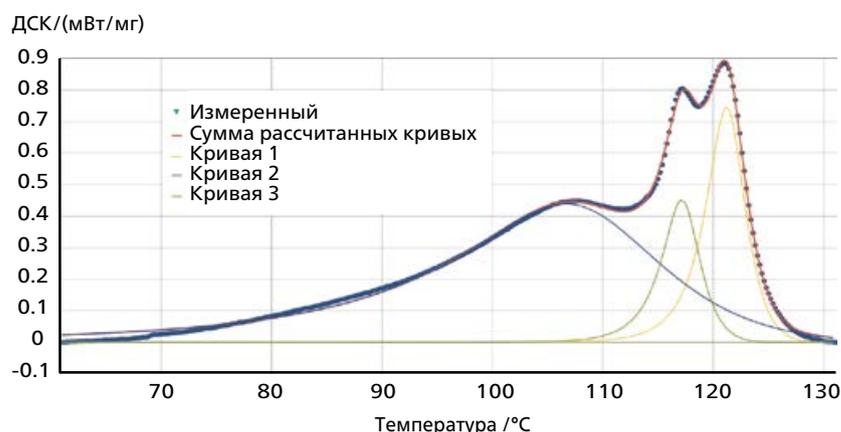
На верхнем графике показаны два измерения нагревания для трех разных упаковочных пленок А, В и С. Только для образцов А и В был обнаружен более поздний пик - при 247°C и 253°C соответственно - что является типичным диапазоном плавления для различных видов полиамидов (ПА). Пик при 159°C, проявляемый исключительно в пленке С, наиболее вероятно связан с плавлением полипропилена (ПП).

Два пика, расположенные при 126 и 140°C, а также пики, обнаруженные в одном и том же диапазоне температур на кривых ДСК пленок А и В, обусловлены различными типами полиэтилена (ПЭ).

На рисунке ниже, программное обеспечение Peak Separation использовалось для разделения трех пиков, обнаруженных в образце В, между 100 и 125°C. График показывает почти идеальную корреляцию между измеренной кривой (пунктир) и суммой трех рассчитанных кривых (красный).



2-й нагрев выполнялся на трех материалах при температуре от 30°C до 300°C; скорость нагрева 10 К/мин. 1-й нагрев дает информацию о термической истории полимера; 2-й нагрев отражает его свойства.



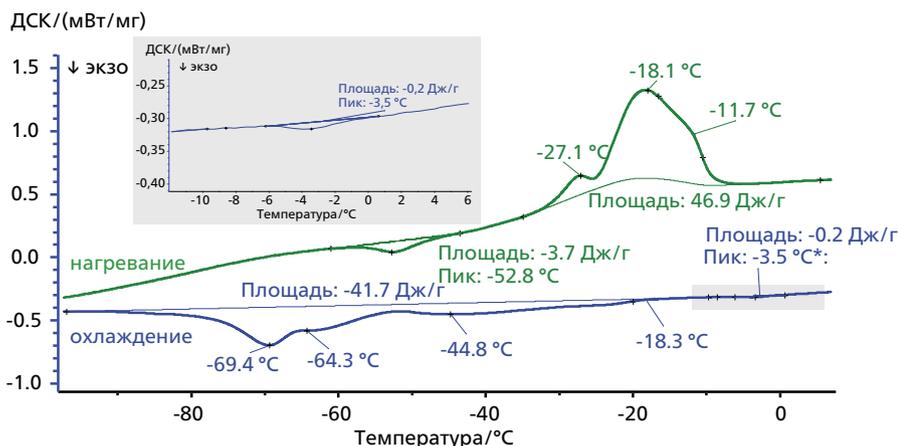
Разделение тройного пика образца В с помощью дополнительного программного пакета *Peak Separation*

Состав и окислительная стабильность



Поведение при плавлении и кристаллизации пищевого масла

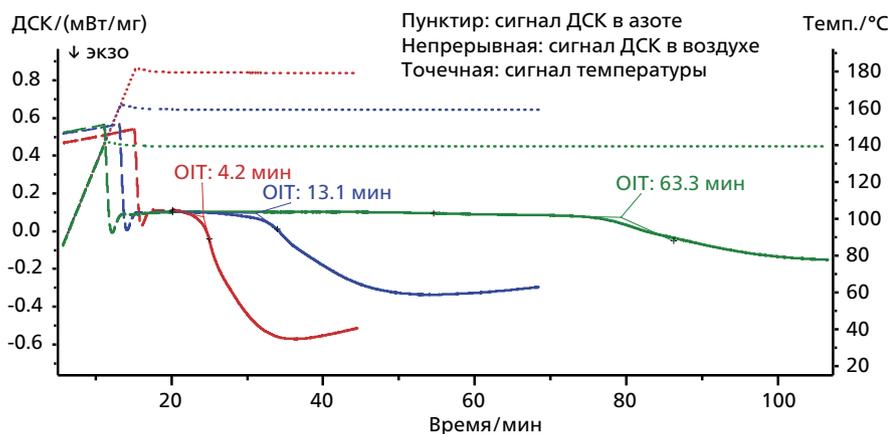
Этот образец рапсового масла сначала охлаждали до -150°C , а затем нагревали до 40°C . Экзотермический пик, начинающийся при -18°C (во время контролируемого охлаждения, синяя кривая), обусловлен кристаллизацией масла. Минимумы при -45 , -64 и -69°C отражают состав масла, состоящего в основном из олеиновой, линолевой и линоленовой кислот, а также различных насыщенных и ненасыщенных жирных кислот. Пик, обнаруженный при -4°C , вероятно, вызван кристаллизацией добавки. При последующем нагревании происходит посткристаллизация при -53°C , после чего происходит плавление компонентов масла (пики при -27°C , -18°C и -12°C).



Рапсовое масло, масса образца: 1,19 мг, алюминиевый тигель с крышечкой с отверстием; охлаждение до -150°C , нагрев до 40°C , скорость нагревания/охлаждения 10 K/мин .

Время окислительной индукции (ОИТ) - Относительная устойчивость углеводородов к окислению

Этот график показывает измерения ОИТ на рапсовом масле, нагретом до трех разных температур в инертных условиях. После пятиминутного времени уравнивания атмосфера переключалась на воздух. Кривые ДСК показывают влияние температуры испытания на деградацию образцов. Деградация началась раньше при более высоких температурах: это заняло 63 минуты в окислительных условиях при 140°C , и всего 4 минуты при 180°C .

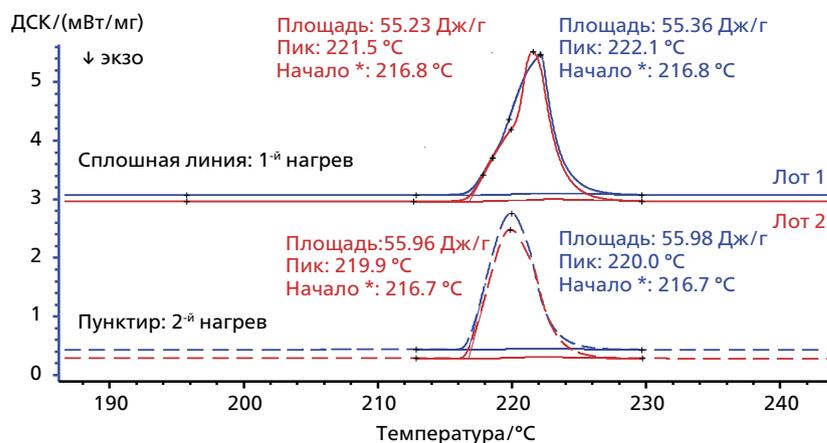


Рапсовое масло, масса образца 1,19 мг, алюминиевый тигель с крышечкой с отверстием; охлаждение до -150°C , нагрев до 40°C , скорость нагревания/охлаждения 10 K/мин , изотермические температуры 140°C (зеленая), 160°C (синяя) и 180°C (красная)

Контроль качества и Анализ отказов

Контроль качества припоев

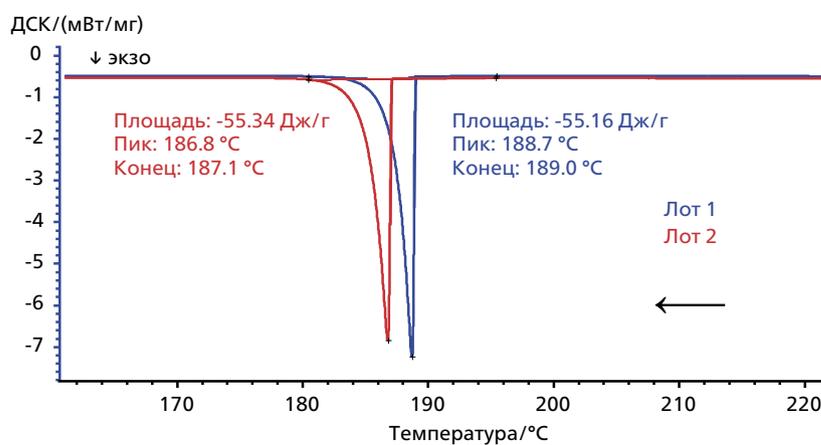
Два припоя, изготовленные из одного и того же материала, но взятые из разных партий, нагревали каждый два раза. На верхнем графике приведено сравнение 1-го и 2-го сегментов нагревания двух образцов. Оба сегмента имеют эндотермический пик (температура начала при 217°C), который обусловлен плавлением металлических сплавов. Два сплава демонстрируют сходное поведение при плавлении. Это выражается не только в форме кривых, но и в значениях температурных пиков и площадей.



1-й и 2-й нагрев двух припоев. Масса образца 6.47 мг (партия 1) / 7.05 мг (партия 2), Al тигель с крышкой с отверстием, скорость нагревания 10 К/мин.

Важность измерений при охлаждении

Кривые охлаждения двух образцов отличаются после 1-го нагревания (нижний график). Лот 1 (синяя кривая) уже кристаллизуется при 189°C, тогда как Лот 2 проявляет еще более сильный эффект переохлаждения; начало кристаллизации смещено к более низкой температуре (конечная точка 187°C). Этот эффект можно объяснить разным содержанием примесей в образцах.



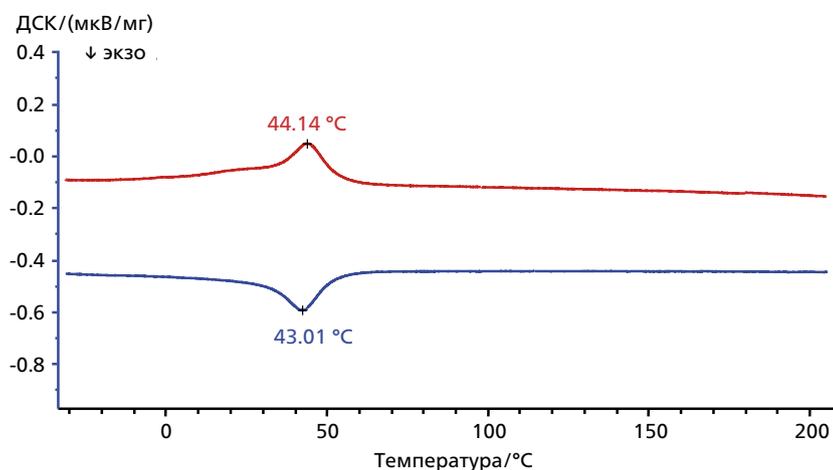
Сегмент охлаждения двух образцов припоя после первого нагревания; скорость охлаждения 10 К/мин

Хорошему металлу нужен подходящий прибор



Высокая производительность для быстрого контроля качества не только полимеров, но и металлов.

Сплав с памятью формы



Нагревание (красная кривая) и охлаждение (синяя кривая) сплава с памятью формы; масса образца 13.82 мг, скорость нагревания 5 К/мин, атмосфера азота, алюминиевый тигель с крышкой с отверстием.

Сплавы с памятью формы «запоминают» свою первоначальную форму и после деформации возвращаются к своей прежней форме при нагревании. Наиболее часто встречающееся изменение фазы в сплавах с памятью формы - это мартенситное превращение, которое является недиффузионным превращением. Этот эффект может быть изучен с помощью ДСК. Измерение, для сплава TiNi, показывает мартенситное превращение аустенита при 44°C (пик температуры) во время нагревания. Во время охлаждения низкотемпературный мартенсит образуется при 43°C.

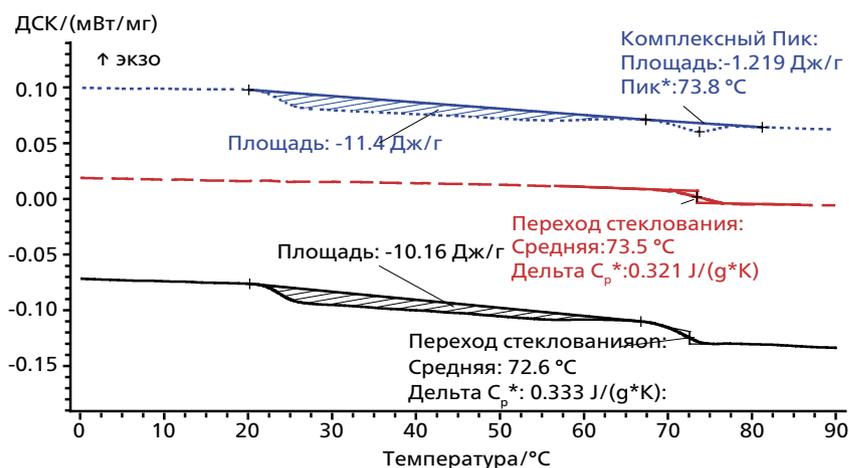
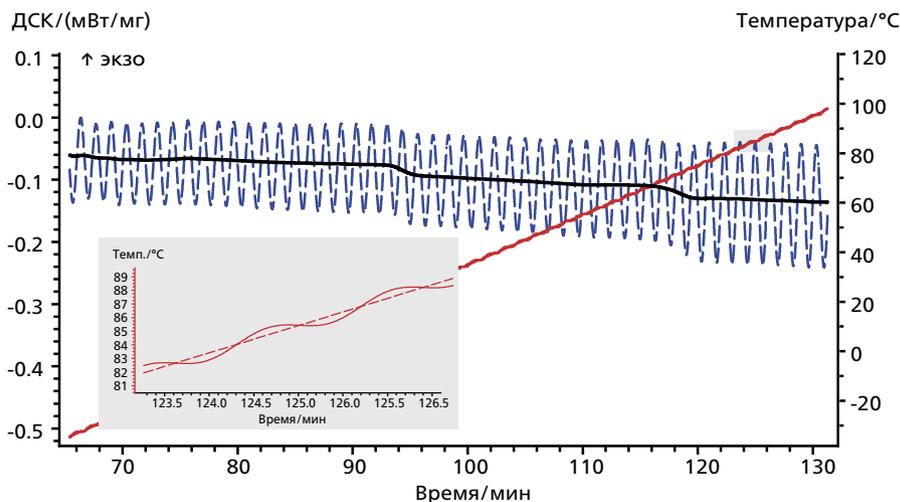
Температурно-Модулированный ДСК

Разделение Перекрывающихся Эффектов

Для температурно-модулированного ДСК (ТМ-ДСК) скорость нагрева изменяется путем перекрытия основной линейной скорости нагрева синусоидальной температурной модуляцией. В то же время образец подвергается нелинейной температуре (см. вставку верхнего графика). Это позволяет хорошо отделить переход стеклования от таких эффектов, как релаксация, отверждение и т.д.

ПВБ - Определение температуры стеклования

Это измерение ТМ-ДСК на ПВБ позволяет разделить модулированный сигнал (верхний график) на реверсивный (нижний график, красная кривая) и нереверсивный (нижний график, синяя кривая) сигнал. Стеклование является реверсивным энергетическим эффектом и хорошо видно на кривой (красный) при 73,5°C. Пик релаксации (при 73,8°C в суммарном сигнале, черная кривая) может быть четко обнаружен на нереверсивной кривой (синий, нижний график). Эндотермический эффект от 20 до 60°C обусловлен испарением влаги.



Измерение ТМ-ДСК на поливинилбутиральной пленке (ПВБ); масса образца 6.034 мг, тигель Al с проколотой крышечкой, скорость нагрева 2 К/мин, амплитуда 0,5°, период 80 с, атмосфера N2. Образец выдерживали в условиях влажности в течение 4 ч до измерения.

Теплофизические Свойства (ТФС)

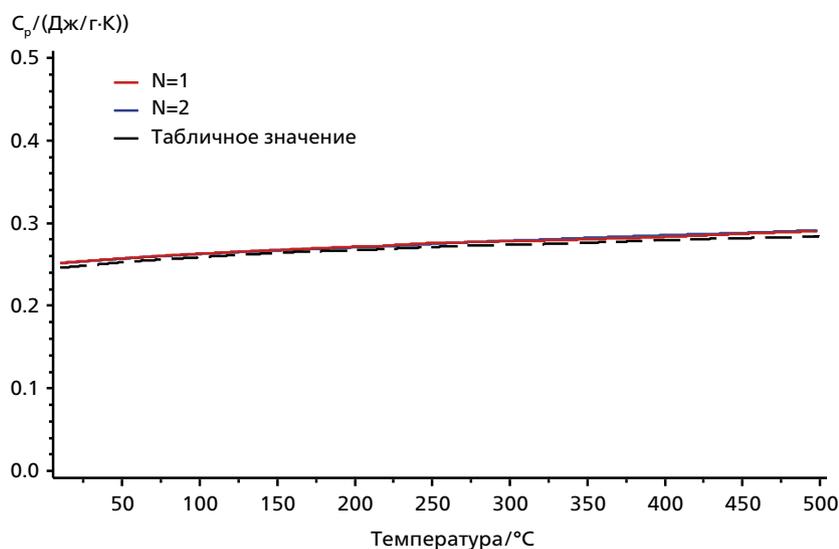
Удельная Теплоемкость

Молибден SRM 781

Стандартный материал NIST 781 (99,95 мас.% поликристаллического молибдена) является распространенным эталонным материалом для измерений удельной теплоемкости (c_p) с хорошо проверенными данными c_p .

DSC 3500 *Sirius* использовался для определения c_p SRM 781 между комнатной температурой и 500°C. После этого полученные значения теплоемкости сравнивали с данными, предоставленными NIST (Национальный институт стандартов и технологий; см. Таблицу ниже).

Эти измерения были выполнены в тиглях из Pt с вставками из оксида алюминия и проколотыми крышками (см. фото).



Определение удельной теплоемкости молибдена; масса образца 284.67 мг; скорость нагрева 10 К/мин, расход газа 20 мл/мин, атмосфера N_2



Экспериментальные данные в сравнении с литературными данными (NIST) по молибдену SRM 781

Температура [°C]	Эксперимент [[Дж/(г К)]	C_p по данным NIST [Дж/(г К)]
25	0.245	0.248
100	0.263	0.259
200	0.271	0.268
300	0.278	0.274
400	0.284	0.280
500	0.291	0.285

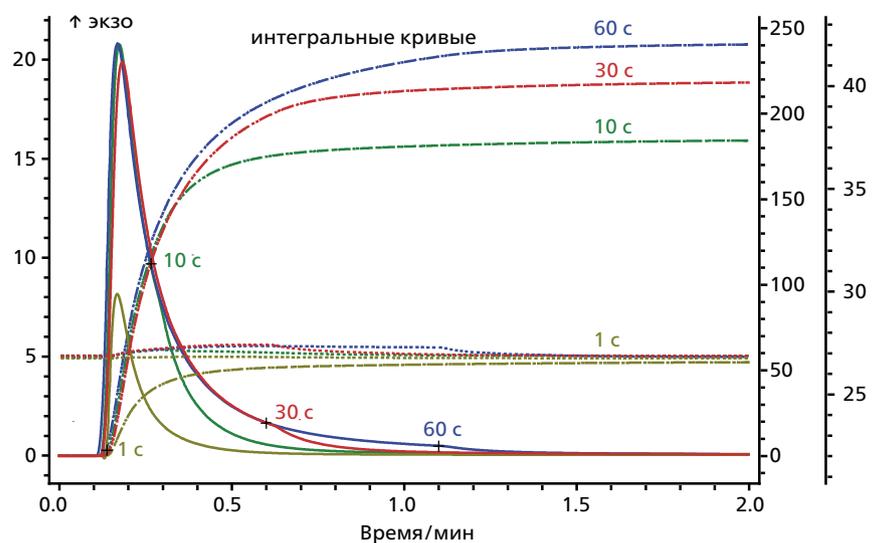


Отверждение – влияние УФ



Влияние времени облучения на систему УФ-отверждения

DPHA полимеризуется при воздействии источников свободных радикалов. Это особенно полезно в покрытиях и чернилах. Здесь влияние времени облучения (1 с, 10 с, 30 с и 60 с) показано при температуре образца 27°C. С увеличением времени облучения отверждение увеличивается, что видно по полной энтальпии. Соответствующие интегральные кривые отражают конверсию (степень отверждения) от УФ-отверждения.



Зависимость времени облучения DPHA (дипентаэритритол пента/гексаакрилат) + irg 184 (инициатор 0,05%).

Преимущество систем УФ-отверждения заключается в их быстрой реакции - в течение нескольких секунд после воздействия облучения при низкой изотермической температуре в отсутствие растворителей.

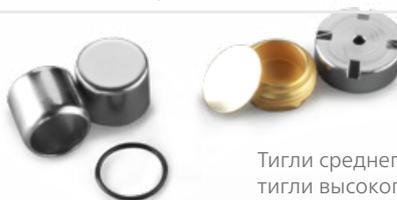
Основные Технические Характеристики

DSC 3500 Sirius

Тип ДСК	Система теплового потока
Диапазон температур	-170°C до 600°C
Скорость нагревания/ охлаждения	От 0,001 К / мин до 100 К / мин (скорость охлаждения зависит от температуры)
Диапазон измерений	± 650 мВт
Точность	<ul style="list-style-type: none"> ■ Температура: 0.1 К ■ Энтальпия: < 1% для металлов; < 2% для большинства материалов
Сменные пользователем охлаждающие устройства	<ul style="list-style-type: none"> ■ Воздушный компрессор: от КТ до 600 °С ■ Вихревое охлаждение: от 0 °С до 600 °С ■ Интракулер: от -40 °С/-70 °С до 600 °С ■ Жидкий азот: от -170 °С до 600 °С ■ Al охлаждающий чехол
Газовые атмосферы	Окислительная, инертная (статическая, динамическая)
Газовый контроль	<ul style="list-style-type: none"> ■ 3 встроенных фритта; 3 магнитных клапана (программируется вкл / выкл) ■ Дополнительно 3 регулятора расхода газа или одно устройство регулирования расхода газа
Время окислительной индукции	Интегрировано в программное обеспечение
Автоматическое устройство смены образцов	<ul style="list-style-type: none"> ■ до 20 тиглей образцов и эталонов (дополнительно) ■ Съёмный лоток
Программные дополнения (опционально)	<ul style="list-style-type: none"> ■ Температурно-модулированный ДСК ■ Определение удельной теплоемкости (c_p) e ■ <i>Разделение пиков</i> ■ <i>Thermokinetics</i> ■ <i>AutoEvaluation</i> ■ <i>Identify</i>
Аксессуары	<ul style="list-style-type: none"> ■ Разнообразные тигли (Al, Pt, Al₂O₃, Au, Ag, Cu, автоклавы и т.д.) ■ Для легкой подготовки образца, Резак образцов и комплект для подготовки образца



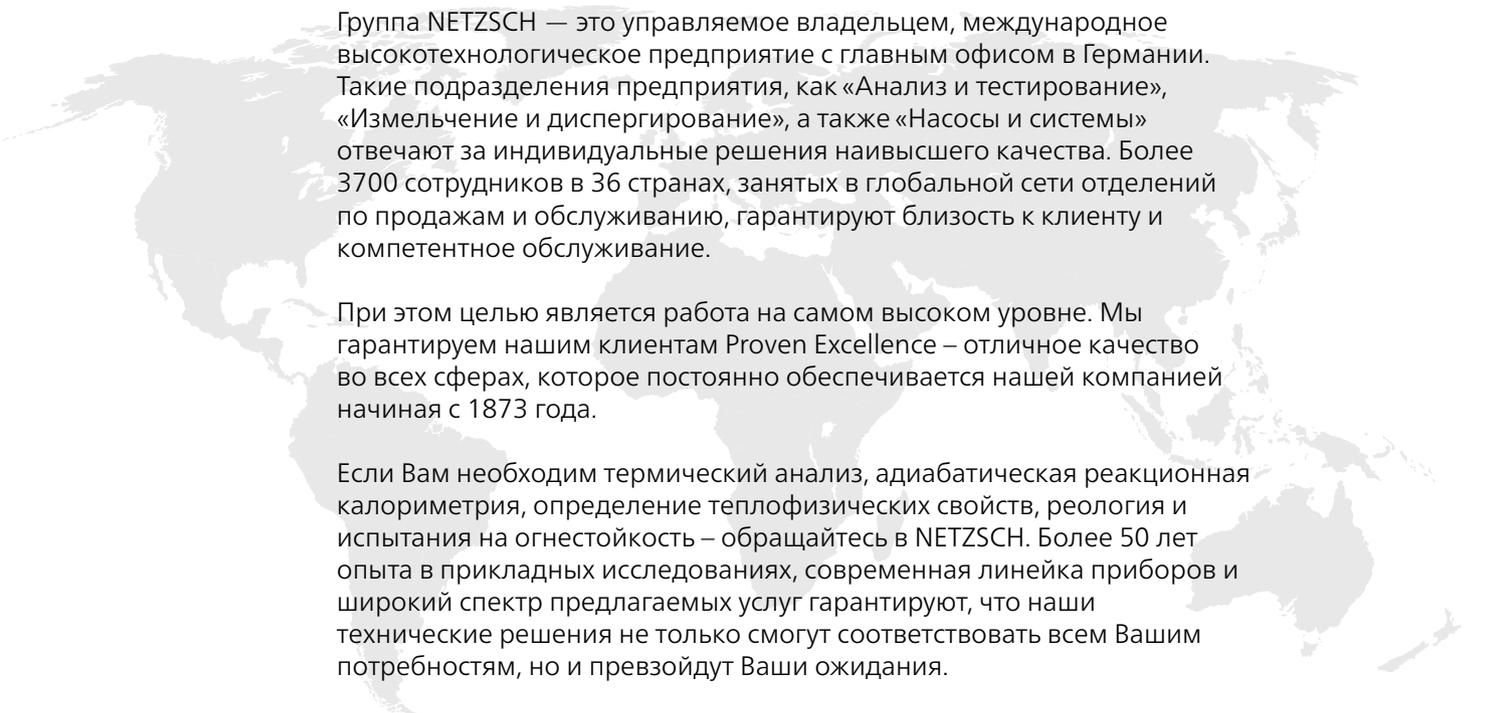
Уплотнительный пресс для различных типов алюминиевых тиглей



Тигли среднего давления (слева) и тигли высокого давления (справа)



Al тигли с крышками



Группа NETZSCH — это управляемое владельцем, международное высокотехнологическое предприятие с главным офисом в Германии. Такие подразделения предприятия, как «Анализ и тестирование», «Измельчение и диспергирование», а также «Насосы и системы» отвечают за индивидуальные решения наивысшего качества. Более 3700 сотрудников в 36 странах, занятых в глобальной сети отделений по продажам и обслуживанию, гарантируют близость к клиенту и компетентное обслуживание.

При этом целью является работа на самом высоком уровне. Мы гарантируем нашим клиентам Proven Excellence – отличное качество во всех сферах, которое постоянно обеспечивается нашей компанией начиная с 1873 года.

Если Вам необходим термический анализ, адиабатическая реакционная калориметрия, определение теплофизических свойств, реология и испытания на огнестойкость – обращайтесь в NETZSCH. Более 50 лет опыта в прикладных исследованиях, современная линейка приборов и широкий спектр предлагаемых услуг гарантируют, что наши технические решения не только смогут соответствовать всем Вашим потребностям, но и превзойдут Ваши ожидания.

Proven Excellence.

Филиал НЕТЧ-Герэтебау ГмбХ
Ленинский пр-т, д. 113/1
117198 г. Москва
Российская Федерация
тел./факс: +7 (499) 272-05-32
ngb@netsch.ru

NETZSCH[®]

www.netsch.com