



绝热加速量热仪

化学反应安全性、含能材料和电池开发的先进解决方案

首屈一指的绝热量热仪

绝热量热仪

研究热失控的重要工具



ARC® 244

过去30年中，绝热加速量热仪一直是保障化工生产过程安全的基石。最近，绝热量热仪开始被广泛用于测试锂离子电池的热失控。这些测试的相似之处在于都需要测试放热量（热力学）和放热速度（动力学）。这个过程中样品压力会显著增大，温度升高和压力增大就可能导致爆炸。因此，绝热加速量热仪的设计通常比许多其他类型的量热仪更坚固。

电池内部或者化工生产过程中反应产生的热量都会增加反应物的温度进而加快反应速率，从而导致热失控。在某个临界点，当反应产生热量的速率大于体系周围环境中散热的速率时，就不可避免发生热失控反应。显然，最极端的情况下热量无法散失或只能散失一小部分，这称为绝热环境。在绝热环境下，任何热量，即使是少量热量，也会导致温度升高、反应速率加快，进而产生更多的热量，这称为绝热加速反应。大型反应容器和笔记本锂离子电池内部都可能发生类似的绝热加速反应。绝热加速量热仪正是在这种绝热环境下进行小规模的安全测量。

耐驰，新一代的绝热加速量热仪

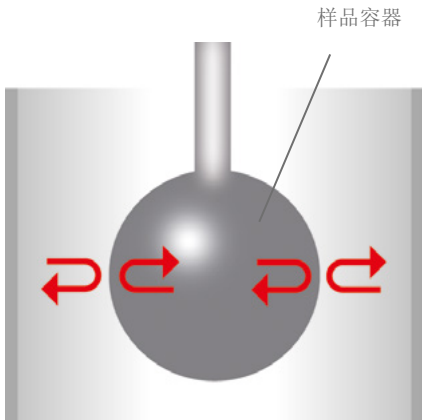
德国耐驰将绝热加速量热仪提升到了新的高度，使其成为同类产品中的佼佼者。Dow公司最早在1970年代开发了这套系统，该系统于2009年被耐驰公司收购。耐驰继承了其先进技术并在原有系统的基础上不断开发，使其功能更强大。加速量热仪可以实现绝热环境，结合VariPhi®专利技术，不仅可以更准确地进行绝热测试，而且开辟了传统ARC®无法进行的量热测试的新领域。



方法

化学反应（例如分解反应）释放的能量是化工研究、电池研究及其他工业生产关注的焦点问题。对于放热反应，如果热量散失的速率小于产生的速率，就会发生热失控反应，最坏的情况是造成灾难性的影响（爆炸）。绝热量热仪可以在绝热环境下模拟最坏的情况，是分析此类问题的理想工具。使用绝热系统的优点是无热量散失，因此可以模拟大规模化学反应容器中的真实情况。

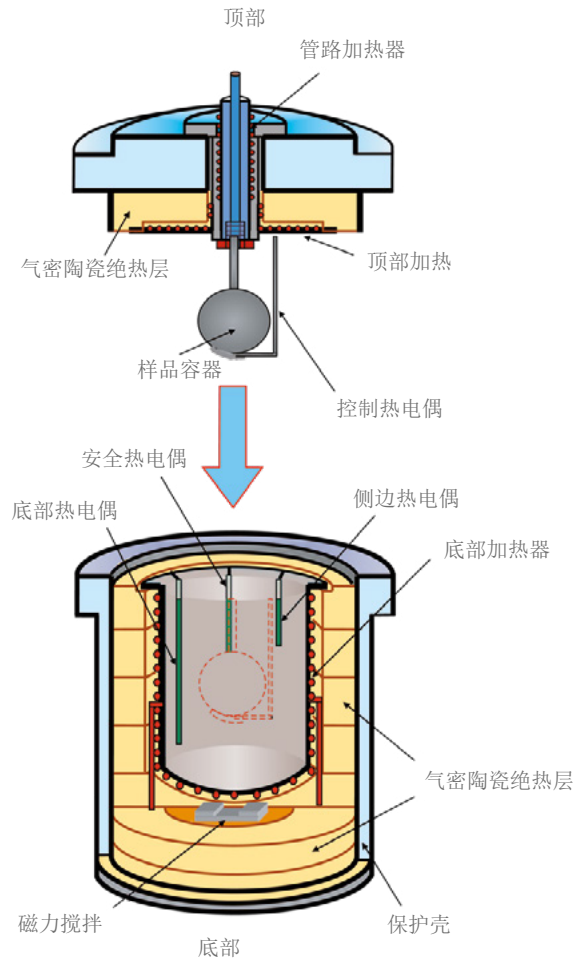
几十年来，加速量热仪已被这个领域的研究人员广泛用于定量测试化学反应过程中的温度、热焓及压力变化。



绝热系统：无热量进入，无热量散失

技术

样品（通常为克级）在球形容器中，容器周围是复杂的加热系统。根据工作模式，控制容器周围的环境温度与样品温度相同，这样样品产生的热量就不会散失，这就是绝热条件。



ARC® 254量热仪示意图

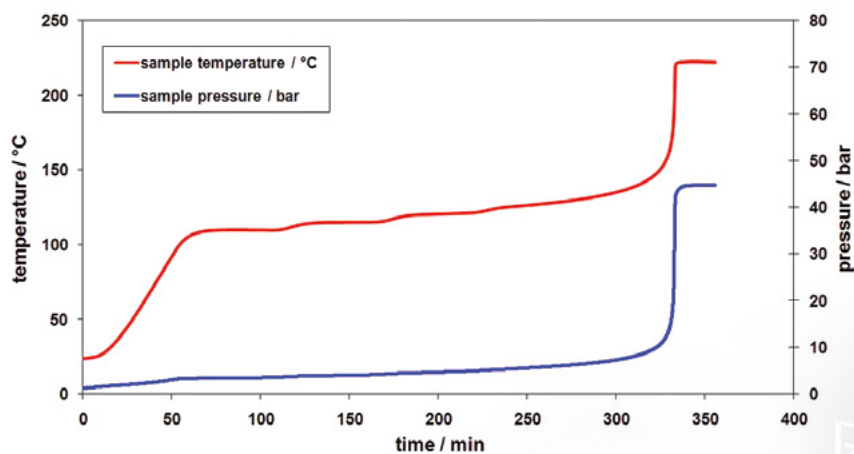
了解绝热加速量热法

加热-等待-探测模式（HWS模式）是一个“小心翼翼”接近反应温度的过程：

- 将样品材料加热到一定温度→加热段
- 等温稳定→等待段
- 转变为绝热模式→探测段，搜索样品的自加热速率是否超过用户设置的放热阈值（通常为0.02 k/min）。

测试结果

热失控反应通常采用加热-等待-探测模式（HWS）进行研究，检测反应温度及反应过程中温度和压力的上升。此外，还可以测得温度及压力的增大速率，这些都是用于表征最坏情况下反应的重要数据。



20%的DTBP丙酮溶液的热失控反应

基于Dow公司设计的 ARC测试——加速量热仪ARC®244

ARC®244是一款经济型量热仪，用于测试与反应过程或化学品存储过程相关的放热量及热量释放速率，所用样品体积为0.5ml...7ml。这款量热仪使用Dow最早开发的ARC®系统结构，可以与客户早年的测试数据保持一致。

这款仪器的特点是高性能、安全性、易用性和灵活性，在室温到500°C范围内保证数据的完整性和稳定性。



ARC® 244



ARC® 244量热仪组件

操作模式

- 加热-等待-探测模式用于研究热失控反应
- 等温-固定/等温-跟踪模式用于研究存储条件及自催化反应（等温老化技术）
- 动态升温模式用于快速扫描未知样品

选配VariPhi®

扫描和等温模式可以测试吸热和放热反应，与DSC方法类似。

特性	作用	优势
自动升降马达	使用者无需手动抬起量热仪的盖子，并可以依个人喜好设定工作高度	操作简便，省力，安全
过温保护	安全热电偶监控量热仪的温度，一旦超过预设温度，可以自动关闭系统，无需通过软件	热失控状况下保护发热体及仪器其他部件
管路加热器	将压力传输管加热至与样品相同温度	防止回流和热量散失，避免测量得到的反应放热量及温度和压力的变化速率偏低
等温模式	以极小的漂移进行长时间的等温老化测试	获得更精确可靠的数据
自动煅烧、温度调整及基线漂移	用户可快速设定煅烧-调整-漂移测试序列。软件自动逐一进行测试	无需人工干预，提高效率

先进的专业测试技术 加速量热仪ARC[®]254

高级加速量热仪ARC[®]254能够帮助工程师及科研人员鉴别潜在危险，获得过程优化及热稳定性的关键数据。作为一台高度灵活的仪器，ARC[®]254配有微型化学反应容器，可以实现样品的搅拌、材料注入，并可用于进行排放研究。ARC[®]254设计使用传统10ml球形容器，也可以使用更大的130ml容器进行低 Φ 测试或排放测试。



ARC[®] 254



操作模式

- 加热-等待-探测模式用于研究化工及电池样品的热失控反应
- 等温-固定/等温-跟踪模式用于研究存储条件/环境影响及自催化反应（等温老化技术）
- 动态升温模式用于快速扫描未知样品

选配VariPhi®

- 扫描和等温模式可以测试吸热和放热反应，与DSC方法类似。
- 使用等微量热仪在线测试电池循环充放电过程

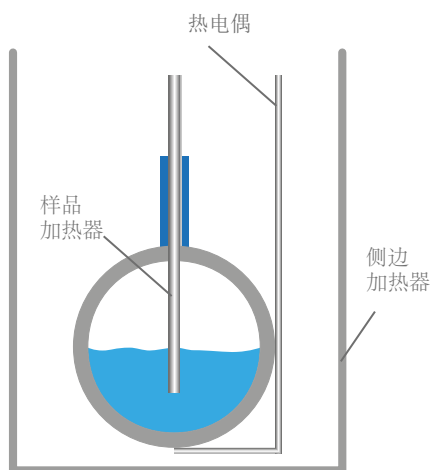
特性*	作用	优势
温度跟踪速率达200K/min	跟踪快速反应过程，无需增加系统热惯性	数据更可靠，应用范围更宽
气密性的硬质陶瓷隔热层	绝热性能更稳定	稳定的绝热性能，确保提供更准确的结果，清理简单
真实温度校正	通过VariPhi®可以修正温度	获得更准确的起始分解温度
电池容器（D-cell，18650，软包电池）	测试电池及电池的充电/放电	轻松测试不同种类电池

* 除上表所述外，同时包含ARC® 244特性

VariPhi® 专利解决方案

更通用的低热惯性测试，提高测试效率

VariPhi®是一种独立控制的可变直流电加热器。利用该技术可以设定系统的热惯性，以对真实环境下的容器热损失进行补偿。采用不同测量模式，如等温或扫描模式，可以定量分析吸热和放热过程，并测得比热。



VariPhi®

理论

实际情况下，反应放出热量的一部分会被样品容器吸收，容器的质量和比热决定了吸收能量的多少。系统热容（样品热容与容器热容之和）与样品热容（质量与比热乘积）的比值就是热惯性 Φ （Phi）。

若样品质量比容器质量大得多，热惯性值近似等于1，这类测试通常被称为低热惯性测试。对于工业规模的加工和存储，由于大型存储罐的质量对于所存储物料的质量来说显得微不足道，因此通常属于低热惯性条件。因此，从模拟实际情况的角度，低热惯性测试很重要。但也会遇到高热惯性的情况，所以设备能够在不同热惯性条件下测试也就显得非常重要。VariPhi®的名字来源于用户能够在同一台量热仪上以少量安全的样品量，快速方便地进行从低热惯性到高热惯性的测试。

热惯性（ Φ 因子）计算公式：

$$\Phi = \frac{(m_s \cdot C_{p,s} + m_c \cdot C_{p,c})}{m_s \cdot C_{p,s}} \quad \Phi = 1 + \frac{m_c \cdot C_{p,c}}{m_s \cdot C_{p,s}}$$

m_c = 容器质量
 $C_{p,c}$ = 容器的比热
 m_s = 样品质量
 $C_{p,s}$ = 样品的比热

标准模式，例如加热-等待-探测、等温-固定模式、等温-跟踪模式

- 补偿样品容器引起的热损失
- 可以设定热惯性或Phi (Φ) 因子
- 小样品量下的低Phi测试

扫描模式

- 在不降低灵敏度的前提下，测试时间至少缩短75%
- 精确测量吸热转变

火灾模拟模式

模拟火灾场景下热量传输到样品上的情况

等温模式

- 用于测量化学品和电池的等温量热仪
- 基于VariPhi®概念的3D电池传感器，可以在量热仪内部对电池进行充放电研究



绝热量热仪的样品容器

耐驰提供各种各样的容器，以满足不同测试的需求。管状容器用于含能材料测试，也可用于带VariPhi®技术的固体和膏状样品测试。特殊设计的电池测试支架可以满足常规的商业电池测试，也可以定制样品容器。

容器材质

- 玻璃、哈氏合金、镍铬铁合金、不锈钢、钼合金、钛合金制成的球形容器，壁厚从0.4mm到5.1mm不等
- 不锈钢、钛合金制成的管状容器，壁厚从0.4mm到0.7mm不等

容量

- 球形容器1ml到130ml
- 管状容器0.1ml到9ml



技术参数

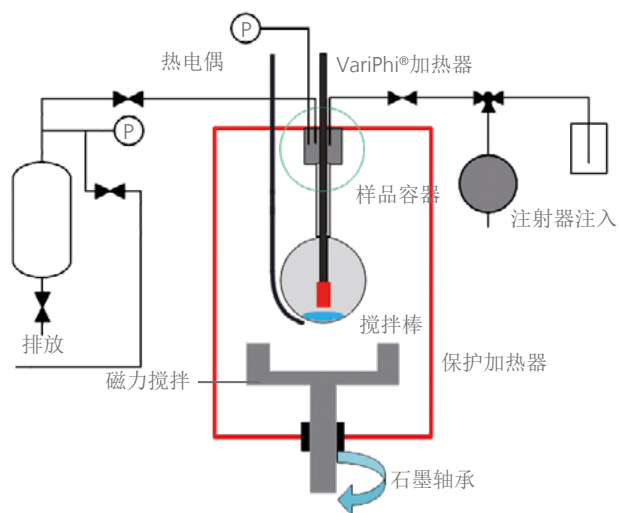
	ARC® 244	ARC® 254
温度范围	RT ... 500°C	RT ... 500°C
压力范围（标准）	0 bar ... 200 bar	0 bar ... 200 bar
提升装置	马达	马达
典型样品量*	0.5 ml ... 7 ml	0.5 ml ... 8.5 ml
最大跟踪速率	20 K/min	200 K/min
温度重复性	0.1 K	0.1 K
VariPhi®	可选	可选
测量模式	<ul style="list-style-type: none"> • 加热-等待-探测 • 恒定升温速率 • 等温 	<ul style="list-style-type: none"> • 加热-等待-检测 • 恒定升温速率 • 等温
搅拌	可选	可选
注入	可选	可选
排放	可选	可选
电池测试附件	-	<ul style="list-style-type: none"> • 热失控 • 等温 • 循环充放电
低Φ因子	有 与压力相关**	有 与压力相关**
动力学软件	可选	可选
应用	<ul style="list-style-type: none"> • 过程安全 • 与历史数据比对 	<ul style="list-style-type: none"> • 过程安全 • 电池 • 含能材料

* 所示为典型样品量，可扩展。样品容器的选择会影响测试结果，详细信息请参考产品手册和配件清单。

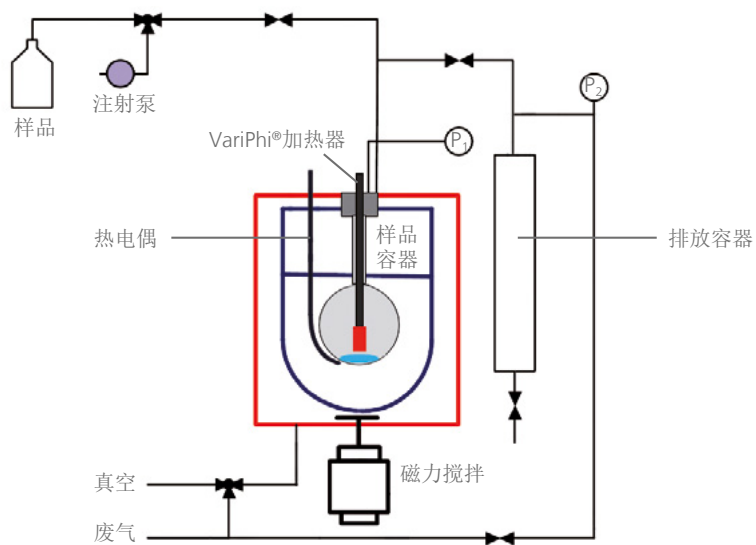
** 取决于样品压力

选件匹配测试需求

ARC®244 选件



ARC®254 选件



为您的应用选择最佳的量热仪

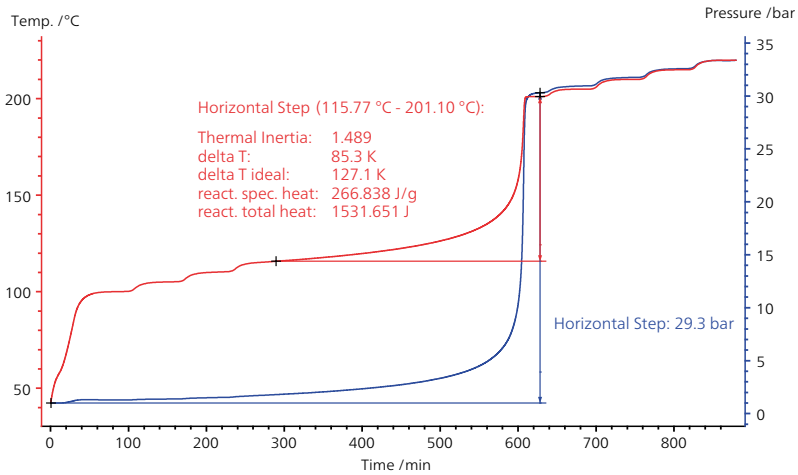
智能软件解决方案

测量任务

绝热加速量热仪的测量软件能够快速设定测量方法、选择测量模式并跟踪测试进度。可以得到所有的原始信号，生成简洁明了的测试曲线。软件以二进制和ASCII格式储存数据，方便将数据导出到其他软件进行高级分析。

- 根据仪器和应用，软件自动匹配相关设置
- 测试设置方法界面直观明了，自带输入检查，避免输入错误
- 可以保存方法，以便后续调用
- 软件带有在线帮助功能，易于理解、使用
- 测量过程中数据自动保存到硬盘
- 智能固件随时监控重要部件的状态
- 安全控制功能集成在硬件和固件控制中
- 数据文件与Proteus®软件兼容
- 能够使用耐驰高级软件或第三方软件分析数据

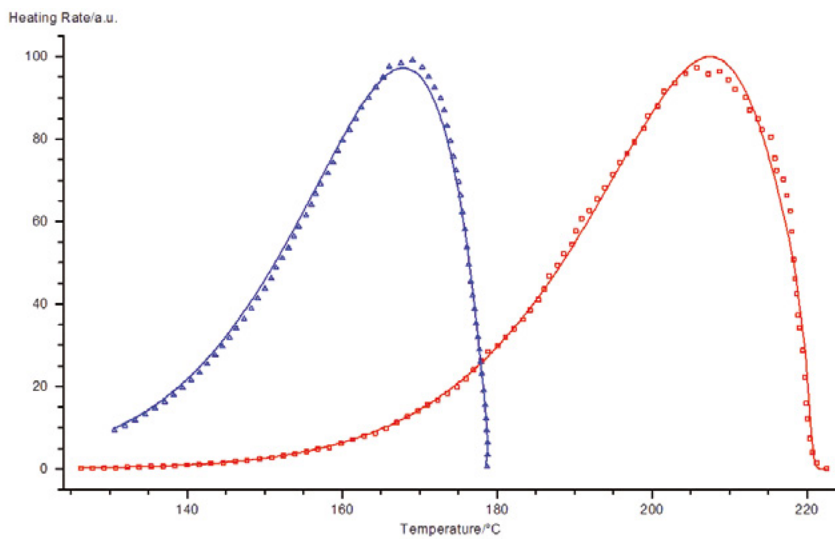




Proteus®分析软件的截图

分析软件

利用耐驰热分析软件Proteus®对测量数据进行分析。谱图上可以呈现所有测量结果，如温度变化、放热速率、压力变化趋势等。软件可以分析每根信号曲线的特征温度，如起始点、峰值和终止点，也可以直接分析样品的分解热焓和进行标准动力学分析。



不同 Φ (Phi) 因子下的测试数据与计算模拟数据的比对

高级动力学分析和热模拟

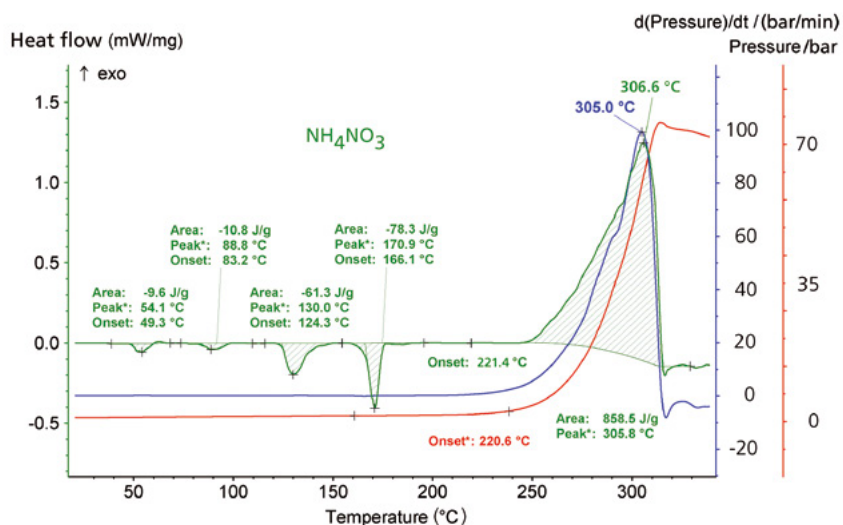
大多数分解反应由多步反应（如连串反应、平行反应或竞争反应）组成，无法用简单的动力学模型进行解释。耐驰高级动力学软件支持多步反应模型（多个不同反应步骤）和15种以上不同反应类型，是深入分析反应机理的理想工具。

应用案例

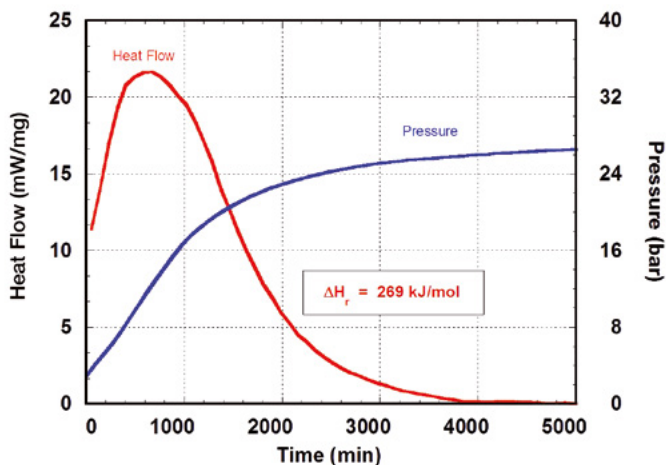
加速量热仪可以用于进行固体或液体化学品，或者气/液，液/液，气/固，和液/固混合物的热分析，也可以用于模拟间歇或半间歇反应、火焰爆炸与紧急卸压过程，以及测量物理性能。

含能材料

硝酸铵是一种应用广泛的原料(例如用于生产化肥)。这里用配备了VariPhi®功能的加速量热仪测试了样品的固态相变，熔融(166°C)以及分解过程(起始分解温度221°C)，这类测试对含能材料的安全性能研究是非常重要的。



使用VariPhi®选项测试硝酸铵的相变和分解过程



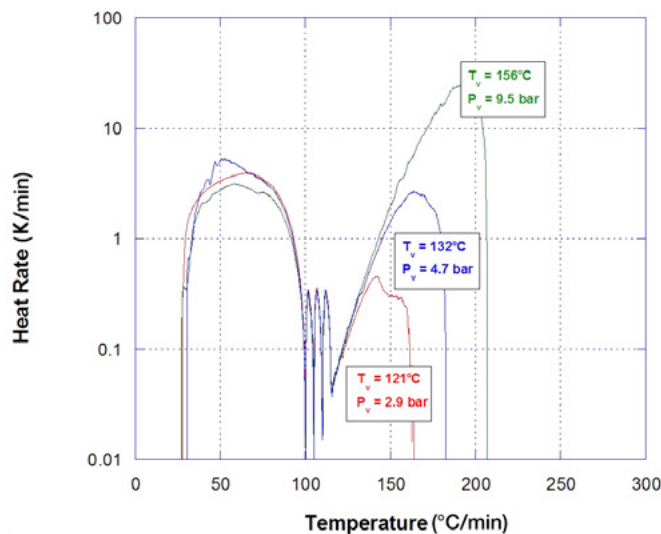
3-甲基4-硝基苯酚在180°C下的自催化行为

自催化反应

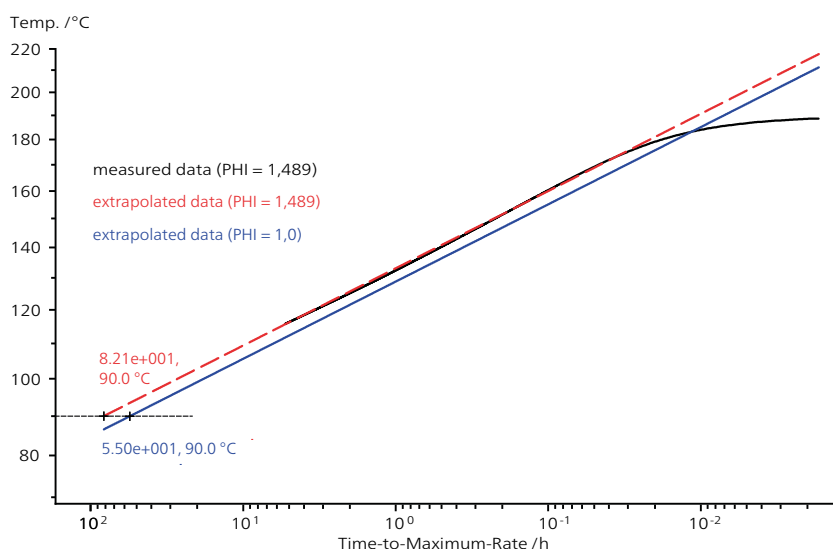
将3-甲基4-硝基苯酚加热至分解温度时, 它会发生自催化反应, 这一过程可以使用等温-跟踪或等温-固定模式进行研究, 使用VariPhi®选项可以实现在真正的等温条件下测试样品。图中展示了材料反应的自催化性质, 开始时热流增加, 随着反应物的消耗又逐渐减小, 整个过程中释放的热量可以通过对热流信号进行积分获得。

排放测试

所有的ARC均可以在排放模式或开放式的容器中进行测试。排放测试时，由计算机控制的阀可以排放至500ml的存储罐中。如果反应容器内的压力停止升高，并且样品的温度不变或者变化缓慢，可以认为反应体系为气相反应体系。反应过程中压力可能会继续增加，但因为容器顶部空间增加，压力增加的速率会逐渐减小。测试结束后，可以对存储罐中的排出物进行分析。



排放测试显示减小排气口压力可以使反应温度升高



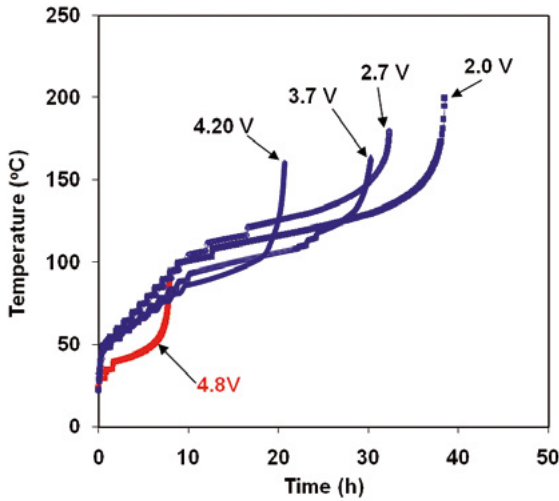
在盛有甲苯的钛样品容器（PHI因子1.489）中加入5.74克DTBP进行测量得到TMR（对数刻度）的曲线。

如果物质/混合物储存在一个容器中，其容器的热损失为 $\Phi=1.489$ ，则在82小时后达到最大自加热速率。然而，如果在储存期间没有热损失（ $\Phi=1$ ），将在55小时后达到最大自加热速率。

到达最大反应速率时间（TMR）

为了识别化学品在加工和储存过程中的潜在危害，通常需要在绝热条件下测量TMR曲线。该信息用于预测化学品安全储存的温度。TMR是热失控反应开始与最大反应速率（最大自热速率）之间的时间。如果化学反应面临失控反应的危险事件，则最大反应速率相当于爆炸。由于利用ARC实验观察到的TMR值会受反应容器的 Φ 因子的影响，通常对 $\Phi=1$ 进行校正，实际上预测了最坏的情况。

典型电池应用



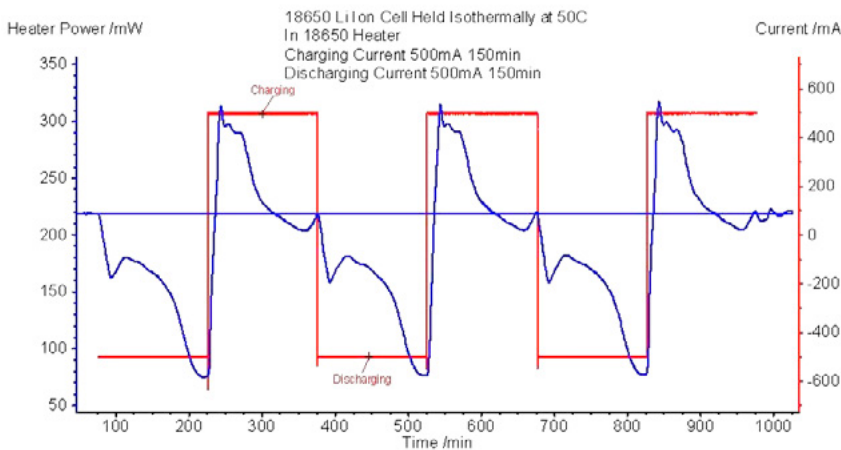
充电状态对18650锂离子电池热稳定性的影响

电池热失控

研究者可以使用绝热加速量热仪研究整块电池在绝热环境中、不同条件（额定和过载）下的表现。电池可以在量热仪内进行充放电，因此可以模拟测试多种使用场景。使用VariPhi®选件，可以在等温条件下研究电池的充放电过程，获得热管理的重要数据。



锂离子电池



ARC®254进行电池等温充放电循环测试，获得加热功率和电流与时间的关系

电池等温循环测试

使用量热仪对电池进行循环充放电测试，可以观察到电池内部发生的一些现象，进而得到电池在额定和过载状态下的数据，这些数据对于设计电池组热管理系统非常必要。

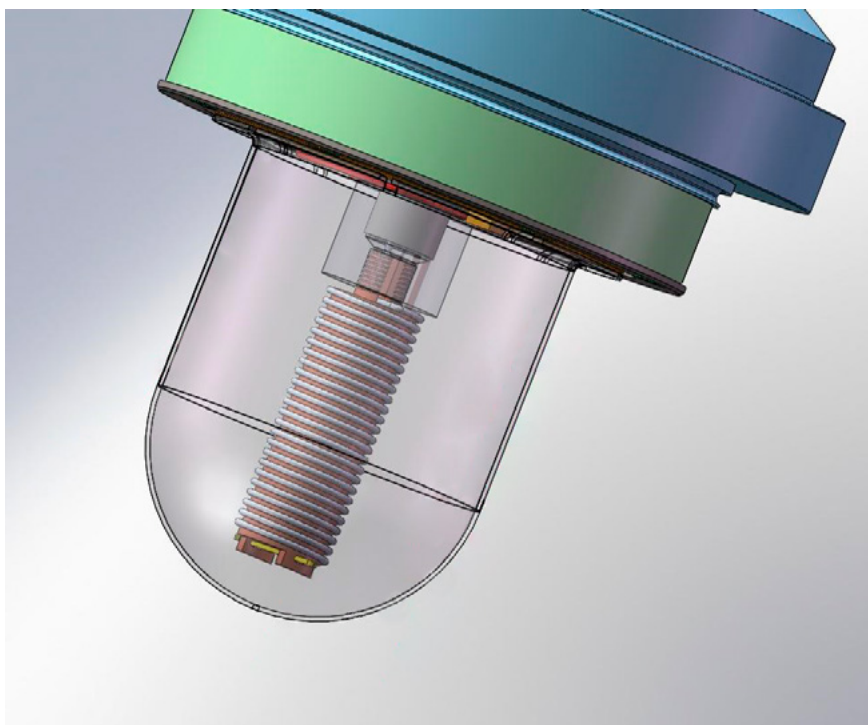
各种电池尺寸的Valphi®加热器



18650电池和相应的VariPhi® 3D传感器



D电池和相应的VariPhi® 3D传感器



耐驰的专业素养-服务

在世界各地，无论是在销售前和售后，耐驰代表者综合保障和专业，可靠的服务。我们的技术服务和应用部门的专业人员随时为您提供咨询服务。在为你和你的员工量身定做的特殊培训项目中，你将学会充分使用您的仪器。

为了维护和保护您的投资，在仪器的整个使用寿命中将一直伴随着我们经验丰富的服务团队。