

## 差示扫描量热仪 – DSC 3500

方法，技术，应用



DSC 3500 Sirius

# DSC 3500 Sirius 测试原理

## 差示扫描量热仪

差示扫描量热仪（DSC）是最常用的固液材料热效应分析技术。

该技术操作简便，分析快速，在研发，制造和质量检验领域中逐渐成为不可取代的检测技术。在很多行业中，针对具体材料和产品的应用、评估及解析，都会使用到DSC技术，人们为此制定了大量的测试标准（ASTM，DIN，ISO等）。

### DSC应用

- 玻璃化转变
- 熔融与结晶过程
- 结晶度
- 晶型转变
- 多晶形
- 交联反应
- 比热
- 纯度
- 氧化稳定性

### 测试原理

将样品装进坩埚，与参比坩埚（通常为空坩埚）一起置于传感器盘上，位于炉体内，按照一定的温度程序（线性升温、降温、恒温及其组合）进行测试，连续测量两者之间的热流差。

DSC 3500 Sirius – 结构耐用，性能可靠

DSC 3500 Sirius结合现代科技的先进性，以其高灵敏度、坚固、操作简便的优越性，成为热分析技术中的主力军，仪器测试温度范围为-170°C到600°C。

DSC 3500 Sirius的核心结构为DSC热流型传感器、炉体以及可配备多种冷却设备的连接装置。

DSC 3500 Sirius的传感器同时具备了高稳定性和优异的热效应分辨率。耐驰公司使用新技术，将传感器的面盘和热电偶使用激光焊接为一体，使得该仪器具备了高灵敏度的同时耐腐蚀性能也超乎想象。



带自动进样器的DSC 3500 Sirius

## DSC 3500 Sirius主要特点

### 性能可靠 – 炉体和传感器

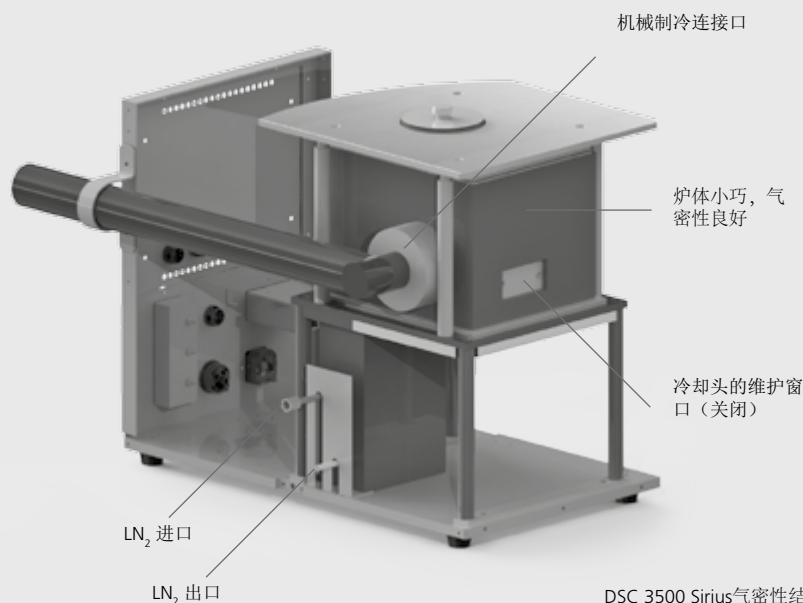
炉体的加热丝环绕整个传感器面盘，这样的设计使得传感器上下几乎都不存在温度梯度。炉体对样品端和参比端同时进行三维立体加热，热流均匀，所以该款仪器具备了高稳定的基线和完美的信噪比。同时，易挥发物的凝结也被降低到了最低水平。

### 多样性 – 气体和冷却设备

该仪器可同时配备保护气和吹扫气。为了节约冷却时间，优化负温测试效果，该仪器可提供多种冷却设备供选择，比如压缩空气，机械制冷和液氮制冷。此外，有多功能的气体流量控制器（MFC）可供选择。

### 高效率 – 自动进样器

针对大样品量测试需求，我们提供20位自动进样器（ASC）供选择，样品和参比位任意指定，可用于各种坩埚类型。



DSC 3500 Sirius气密性结构图

### 技术参数

温度范围	-170°C ... 600°C
温度重复性	± 0.01°C (标准金属)
温度准确度	± 0.1°C (标准金属)
升降温速率	0.001°C/min ... 100°C/min
量热灵敏度	0.2µW
量热重复性	± 0.1% (标准金属)
量热准确度	± 1% (标准金属)
温度/热焓校正	多点校正技术
基线漂移	< ± 10µW (-50°C ... 300°C)
DSC量热范围	0 ... ± 650mW
气体切换装置	3路独立的气流控制装置，软件自动切换
冷却装置	液氮、机械
测量气氛	氧化、还原、惰性（动态或静态）
自动进样器	选件，20位
调制DSC (TM-DSC)	选件，配备专利FRC®校正技术
高级软件	选件，热动力学、峰分离、纯度、热模拟

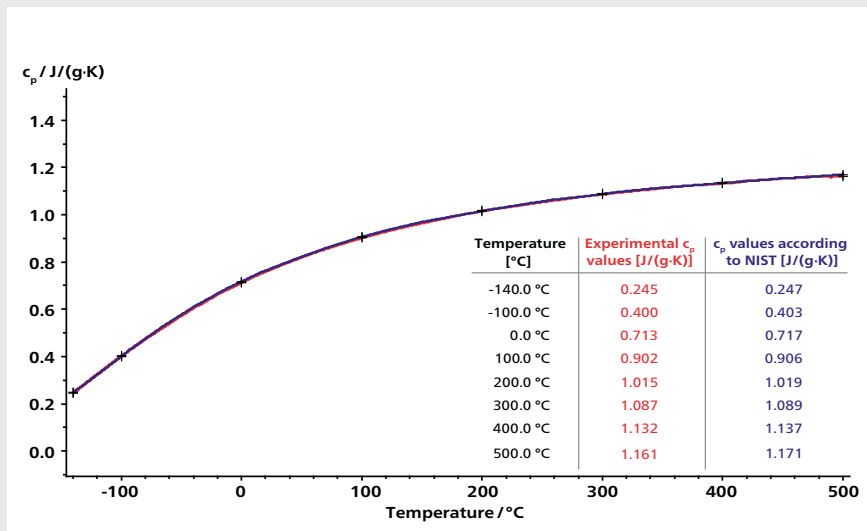
# DSC 3500 Sirius - 应用



DSC3500 Sirius可以用于各种材料的性能表征，如高分子、药物、纺织品、食品、化妆品、无机材料、金属等。DSC方法已成为研究人员快速、可靠的工具，在汽车、服装及制药等行业得到广泛应用。此外，操作便捷、分析迅速以及标准化的评估程序，使DSC3500 Sirius成为质量保障和失效分析实验室的有力工具。

## 无机材料的比热测试—从低温到高温

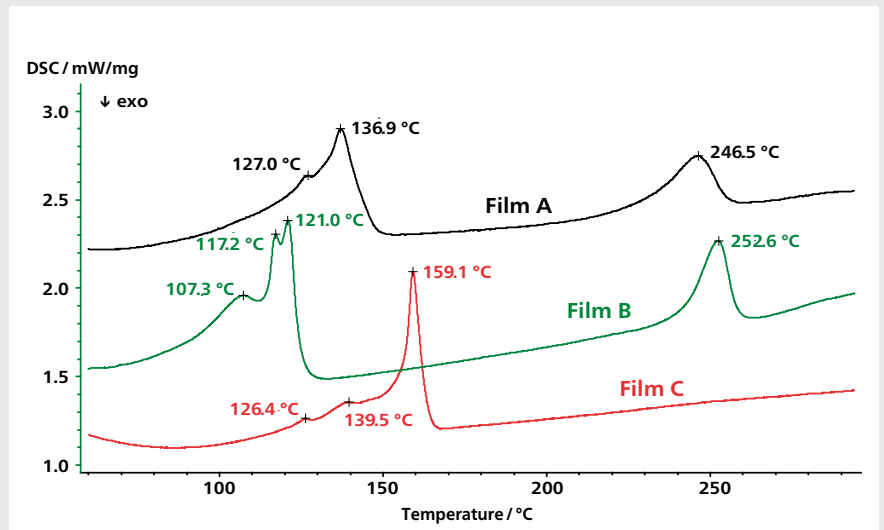
蓝宝石是比热测试时常用的参比样品，比热值已知。DSC3500 Sirius测试了蓝宝石在-140°C到500°C范围内的比热，并与NIST提供的理论值进行比较。在测试的温度范围内，实测值与理论值的最大偏差为0.8%。



图：蓝宝石比热测试，样品质量：112.25mg，坩埚：Pt，加盖。升温速率：10K/min。

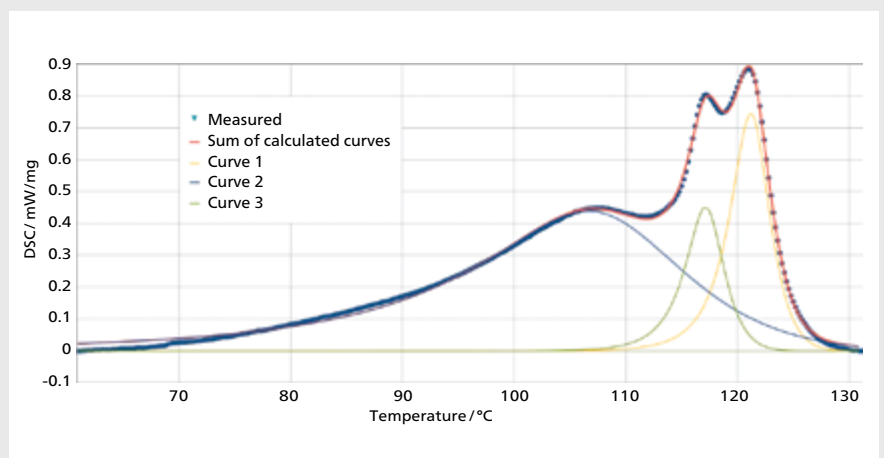
## 包装材料 - DSC，专业的识别工具

DSC是一种快速、简便鉴别材料的工具。图中为三种不同的包装材料以10K/min的速率从30°C升温至300°C的二次升温曲线，进行二次升温前先将样品加热至熔融后以20K/min的速率冷却。一次升温曲线包含了高分子的热历史信息，2次升温曲线可反映材料本身的性质。右图为样品A、B和C的二次升温曲线，薄膜A和B分别在247°C和253°C有吸热峰，对应不同类型聚酰胺的熔融过程，126°C和140°C的吸热峰则为不同类型聚乙烯的熔融，薄膜C在159°C的吸热峰很可能是聚丙烯的熔融过程。



图：DSC测试3种不同聚合物薄膜包装袋。样品质量：0.692mg（样品A），1.45mg（样品B），0.919mg（样品C）。坩埚：Al，加盖扎孔。二次升温前，将样品先以20K/min的速率加热至熔融并以20K/min的速率冷却，以消除热历史的影响。

右图为采用峰分离软件将B样品在100°C到125°C之间的峰进行分离后的结果，可以看出，原来重叠的峰被分离成3个独立的峰，峰值温度分别为107°C、117°C和121°C，且实测曲线（点画线）与3条计算曲线拟合成的总曲线（红色）几乎完全重合，说明分离效果很好。峰分离有助于准确计算单个峰的峰值和峰面积。

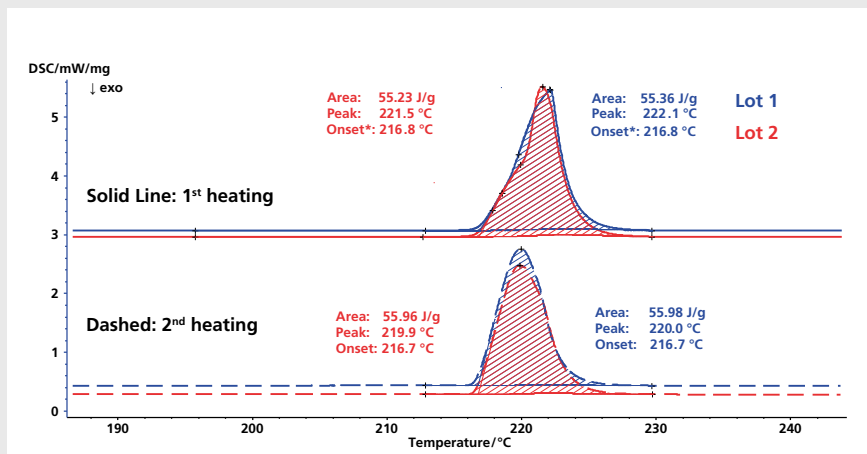


图：利用峰分离软件分离B样品三个重叠的峰

# DSC 3500 Sirius - 应用

## 焊料的质量控制

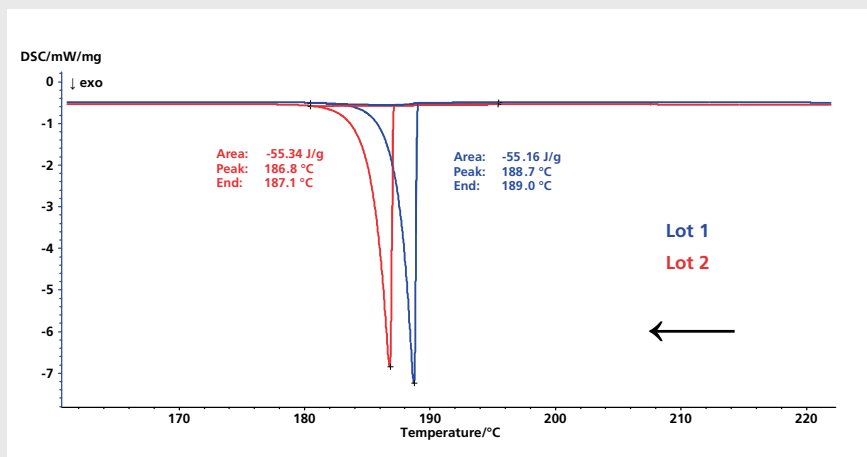
DSC3500 Sirius可用于合金样品的质量控制。本例中，测试了2种成分相同但取样位置不同的焊料，测试温度范围从25℃至250℃，每个样品分别进行两次升温测试，并将两次升温的结果分别进行对比。两次升温过程中2个样品均出现吸热峰（起始点217℃），为合金的熔融。不同位置取的样品的熔融过程非常相似，不仅曲线形状相似，而且峰的温度及面积也基本一致。



图：2个焊料样品的一次和二次升温曲线。样品质量：6.47mg (lot1)，7.05mg (lot2)。坩埚：Al，加盖扎孔。温度程序：升温降温升温，加热至250℃，升/降温速率10K/min。

然而，2个样品的降温曲线（一次升温后降温）却不尽相同，Lot1（蓝色曲线）结晶温度为189℃（终点），Lot2（红色曲线）结晶需要更大的过冷度，起始结晶的温度低于Lot1，终止点温度为187℃。结晶温度的差异与样品中的杂质含量不同有关。

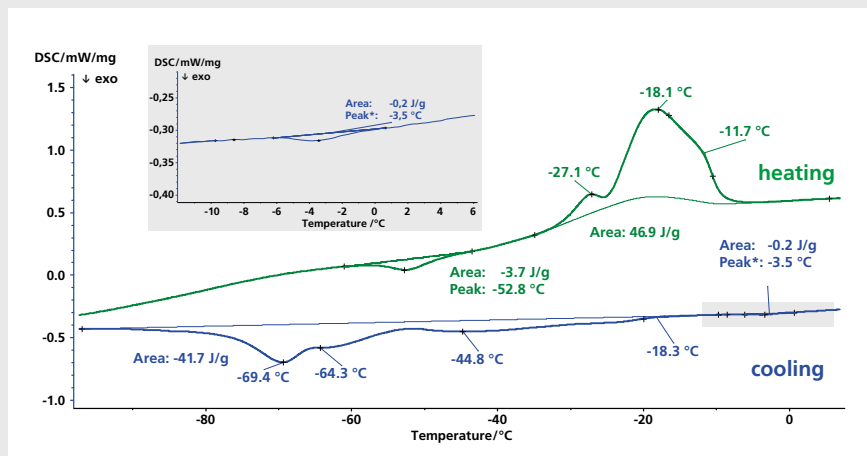
这个例子说明DSC3500 Sirius可以对样品进行快速的质检。此外，还说明降温测试的重要性，尤其是样品的升温曲线相近时。



图：2个样品的冷却曲线。样品质量：6.47mg (lot1)，7.05mg (lot2)。坩埚：Al，加盖扎孔。温度程序：升温降温升温，加热至250℃，升/降温速率10K/min。

## 食用油的熔融与结晶行为测试

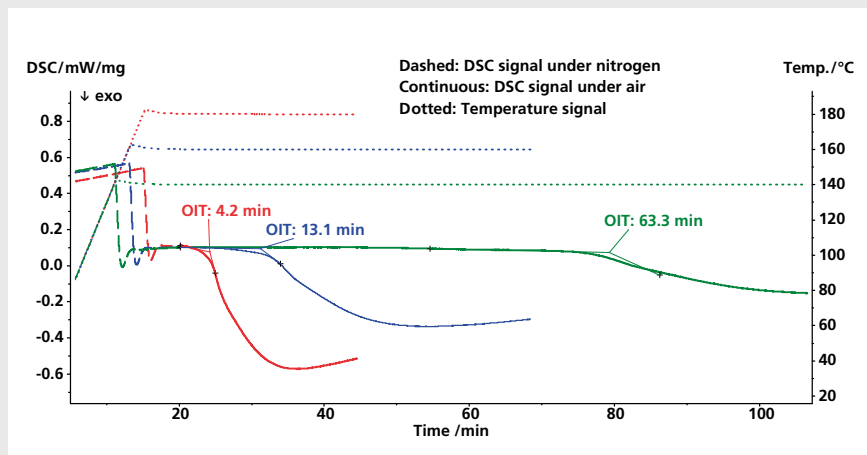
DSC 3500 Sirius同样适用于食品行业的研究。这里我们给出了菜籽油的DSC测量结果。样品首先冷却到-150℃，再加热至40℃。冷却速率为10K/min，由于油的结晶，在-18℃开始出现放热峰。曲线在-45℃，-64℃，-69℃出现最小值，显示菜籽油主要成分为油酸、亚麻油酸和亚麻酸等各类饱和与不饱和脂肪酸。-4℃的放热峰可能为添加剂的结晶。在随之的升温过程中，在-53℃出现冷结晶峰，接着是菜籽油各组分的熔融峰（峰值温度-27℃，-18℃与-12℃）。



图：菜籽油DSC测试；样品量：1.19mg；坩埚：铝坩埚加盖；温度程序：降温到-150℃，再升温至40℃；升降温速率：10K/min。

## 菜籽油的氧化诱导期测试（O.I.T）

根据氧化诱导期的时间长短可以判断碳氢化合物的氧化稳定性。这些在DSC 3500 Sirius上都可以轻易地实现。这里给出了菜籽油样品在惰性气氛（N<sub>2</sub>气氛）下，三次升至不同温度下的测量结果。5分钟平衡时间后，气氛切换成空气。右图DSC曲线给出了不同测试温度对样品氧化裂解的影响。温度越高，样品氧化开始的越早：在140℃需要63min样品开始氧化，而在180℃仅需4min。



图：菜籽油DSC测试；样品量：1.19mg；坩埚：Al坩埚敞口；温度程序：N<sub>2</sub>气氛下10K/min升温至140℃，160℃，180℃，恒温5min，再切换成空气；恒温温度：140℃（绿色曲线）；160℃（蓝色曲线）；180℃（红色曲线）。

# DSC 3500 Sirius – Proteus® 软件和附件

## 软件

DSC 3500 Sirius软件基于Windows®操作系统，包含了所有测量功能和数据分析功能。这一软件包具有极其友善的用户界面，包括易于理解的菜单操作和自动操作流程，并且适用于各种复杂的分析。

### 软件的重要特性

- 耐驰公司的Proteus®软件通过ISO验证，基于Windows® XP及Windows® 7操作系统。
- 测量与分析可以同步进行
- 一台电脑可连接多台不同仪器同时测量
- DSC、TG、TMA、DMA数据可以在同一个工作区间内进行综合分析
- 多种类型文本数据导入功能
- 一阶微分与二阶微分
- 曲线的颜色与线型可以自由选择
- 直接保存与恢复分析状态
- 提供与上下文相关的帮助系统
- 结果可通过邮件直接发送
- 仪器设置的自动检测（如炉体，传感器等等）
- 与Excel®兼容的CSV格式数据导出
- 提供温度校正与灵敏度校正程序
- 可以创建画中画模式（PIP/FLIP）

### Proteus®软件

- 强大的分析功能：
  - 玻璃化转变
  - 峰值标注，峰值搜索，选择多种不同类型基线
  - 部分峰面积计算
- 相变热焓：
  - 可选择多种不同类型基线进行峰面积分析（热焓）
- 自动基线扣除
- 结晶度计算
- 比热测试与分析（选件）
- Tau-R® 模式：将仪器的时间常数与热阻因素纳入计算并加以扣除，能得到更尖锐的DSC峰形（选件）
- 固液相比例（SFI）
- BeFlat® 用于基线优化（选件）
- 氧化诱导期计算（O.I.T）
- MFC气流控制
- 多条曲线同时分析
- 可导入任意以ASCII码数据保存的测量文件
- 温度调制DSC（选件）

### 高级软件（选件）

- 峰分离软件可用于重叠峰精确的分离与分析
- 热动力学软件可对反应与动力学参数进行高级表征，模拟加工过程



## DSC配件

DSC 3500 Sirius可以根据您的需要配备多种附件，以进一步优化性能。多种冷却系统可使炉体冷却至室温。低于室温的，采用高性价比机械制冷设备可以冷却至-40℃，液氮冷却可低至-170℃。DSC 3500 Sirius可配备气体流量控制系统，精确控制三路不同的吹扫气与保护气的流量。

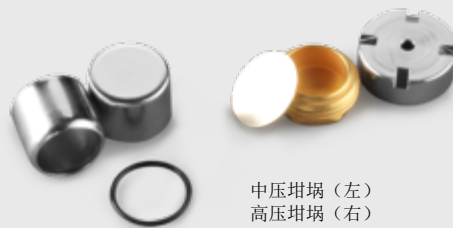
批量常规测试还可配备带20个样品/参比的自动进样系统（ASC），可在一次自动进样中使用不同类型的坩埚。

耐驰公司提供铝、银、金、铜、铂、氧化铝、氧化锆、石墨、不锈钢压力坩埚等各种类型的坩埚，以满足几乎所有的测试需求。

耐驰最新研发的制样钳，是制备高分子样品的理想工具，可以很方便的切割出平整的样品底面。



制样钳



中压坩埚（左）  
高压坩埚（右）



带盖铝坩埚

适用于不同规格铝坩埚的压机

## 专业的服务



### 耐驰的专业素养 - 服务

在世界各地，耐驰提供全面的技术支持和专业可靠的售前售后服务。同时，我们技术服务与应用部门的员工也会随时提供咨询服务。

在为用户量身定制的培训计划中，您和您的员工将会掌握如何最大限度地开发仪器的潜力。

为维护您的利益，在仪器的整个运行周期内都有我们经验丰富的服务团队为您保驾护航。

### 服务特点

- 安装和调试
- 热线服务
- 预防性维护
- 校准服务
- IQ/OQ/PQ
- 现场紧急维修/更换部件
- 仪器搬家
- 技术咨询
- 备件服务

## 耐驰的专长 - 应用实验室

耐驰公司的热分析应用实验室经验丰富，能够帮助您解决几乎所有的热分析问题。从制备合适的样品，精确的测试操作，直到测量结果的分析等，我们都全力协助。耐驰在全球不同国家拥有三十多个先进的热分析应用实验室，为您提供解决方案，满足您的热分析需求。

在热分析和热物性测试领域，耐驰为材料表征（固态、粉末和液态）提供全面多样化的分析技术，并且能对绝大多数不同尺寸和形态的样品进行测量。

在我们应用实验室的协助下，您将获得高精度的测量结果和深入的数据分析。通过精确表征新材料和组分，您能够在实际开展项目之前最大限度地降低失败的风险，并获得超越竞争对手的决定性优势。

对于实际生产中的疑难问题，我们会与您共同分析并制定解决方案。只需在测试和服务方面进行少量投资，您就可获得高效回报，大幅度降低停产时间和废品率，并且帮助您优化整个工艺流程。

