

***Прибор на все
случаи:
новый DSC 204 F1
Phoenix®***

**Стефан Кнапе, Эрвин Кайзерсбергер,
Татьяна Ветрова
NETZSCH-Gerätebau GmbH, Зельб, Германия**

Содержание

- **Новая конструкция со встроенными функциями**
- **Два типа сенсоров для различных применений**
- **VeFlat: сглаживание и улучшение воспроизводимости базовой линии**
- **Газонепроницаемая ячейка DSC**
- **Встроенный электронный контроллер газового потока**
- **Устройства охлаждения сжатым воздухом, механическое и азотом LN_2/GN_2**
- **Разнообразие тиглей**
- **Автоматическая смена образца (опция)**

Дизайн



- *Привлекательный дизайн*
- *Включение всех необходимых функций*
- *Корпус выполнен методом литья под давлением*

Современный дизайн и функциональная конструкция



Измерительная система: Основные характеристики

Широкий температурный интервал

-180 ... 700°C

Скорости нагрева / охлаждения

0.001 ... 100 К/мин

Порог чувствительности ДСК 0.1мкВт

2 канала продувочного газа с

автоматическим переключением

1 канал защитного газа

Типы сенсоров DSC

- τ – сенсор с наименьшим временем отклика
- μ – сенсор с наибольшей чувствительностью

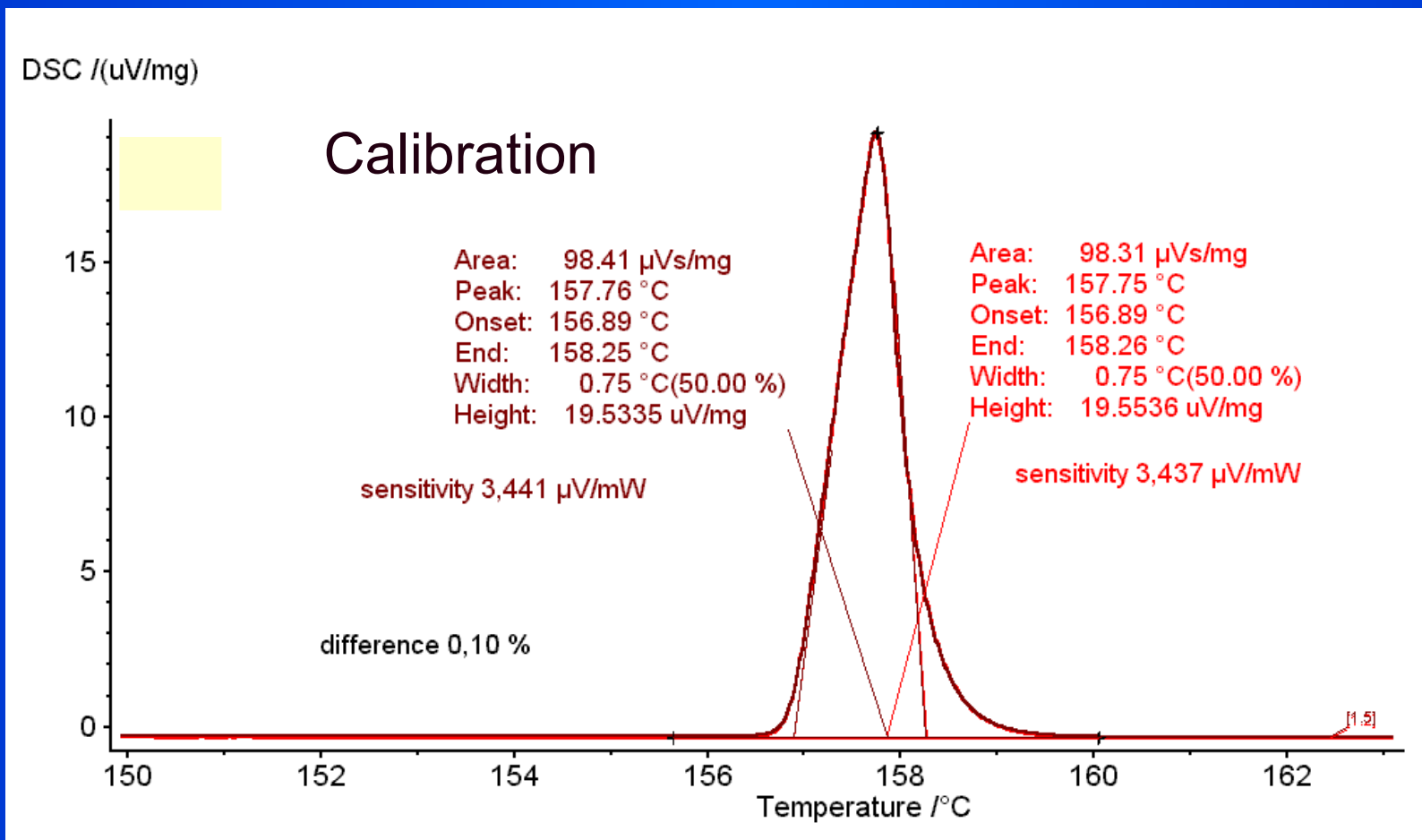
 τ  μ

Типы сенсоров ДСК

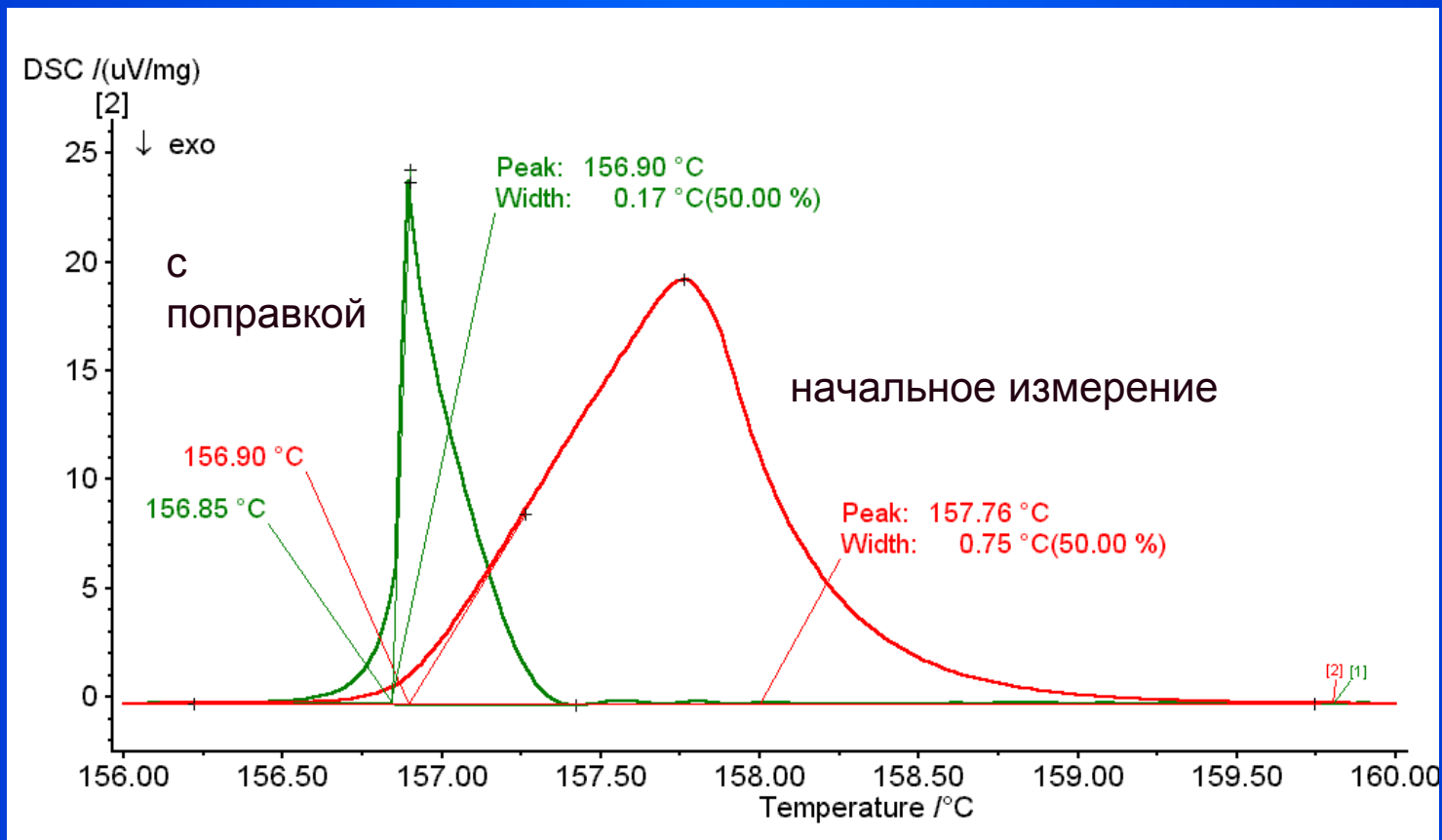
	температурный диапазон (°C)	калориметрическая чувствительность (мкВ/мВт)	постоянная времени (с)
τ	-180 ... 700	3 ... 3.5	0.6
μ	-150 ... 400	40 ... 65	< 3

2.1 мг индия, 10 К/мин

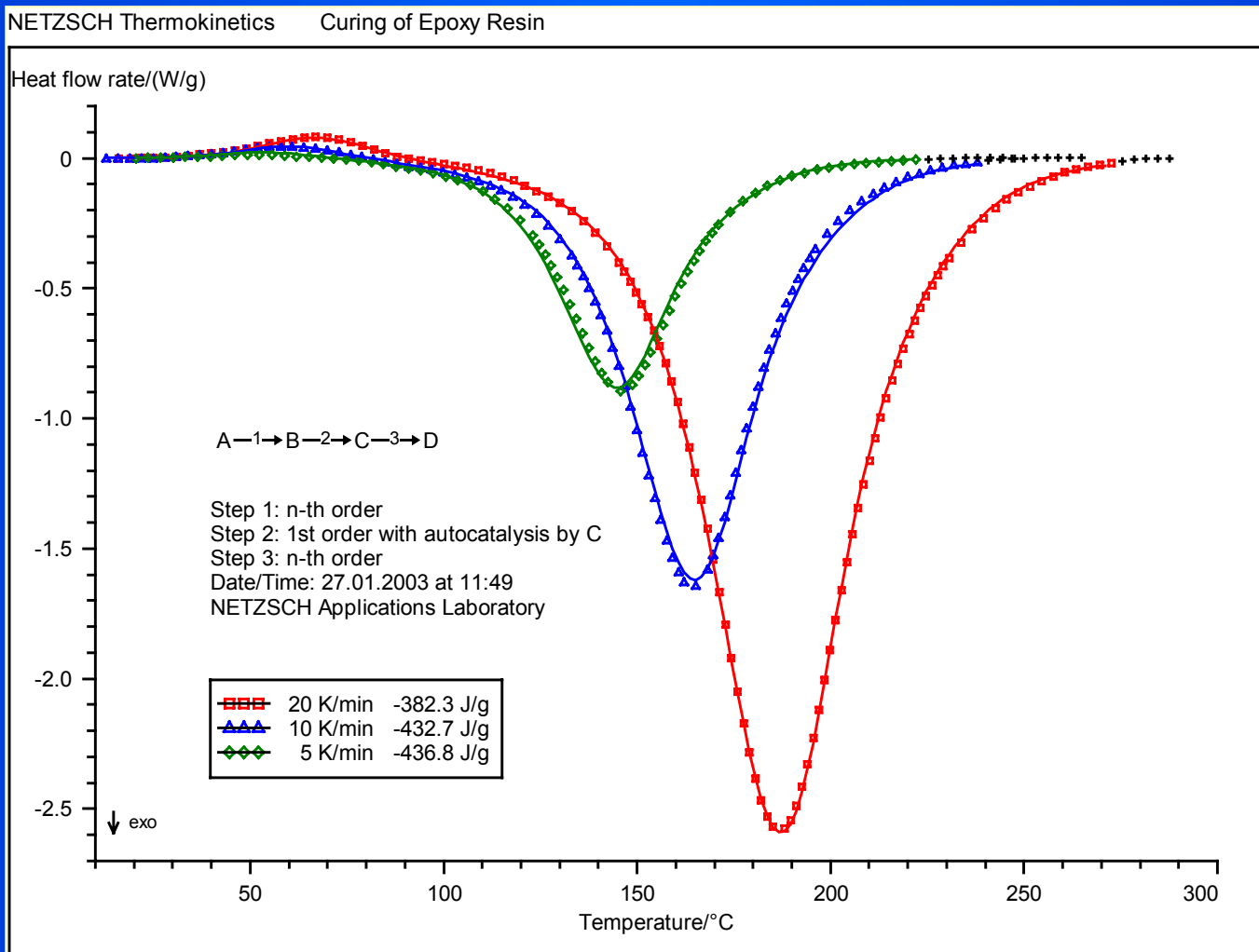
N2 20 мл/мин (воспроизводимость лучше 0.1 %)



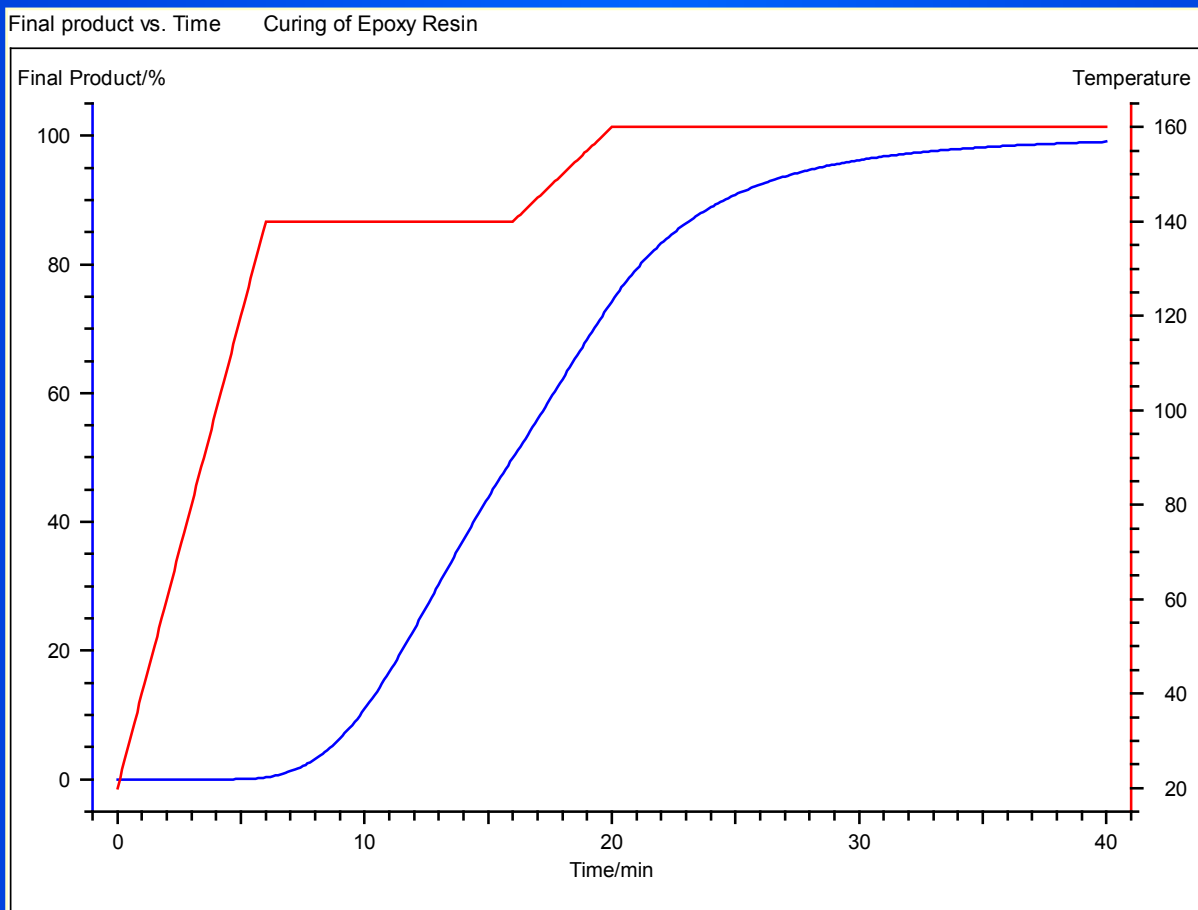
Программная корректировка ДСК, расширенное программное обеспечение (поправки на тепловое сопротивление и постоянную времени)



Термокинетический анализ ОТВЕРЖДЕНИЯ ЭПОКСИДНЫХ СМОЛ

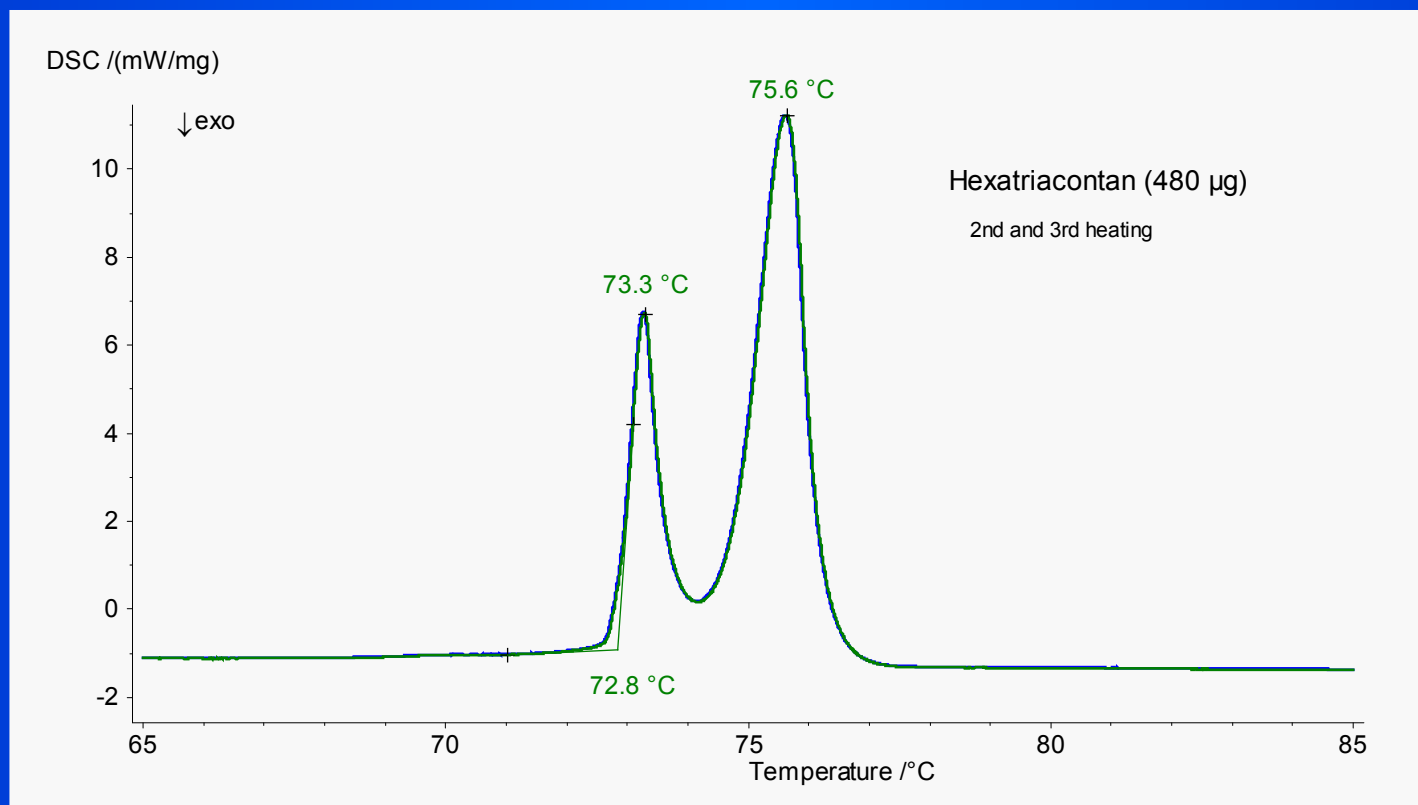


Прогноз степени отверждения эпоксидной смолы при определенной температурной программе



τ - сенсор

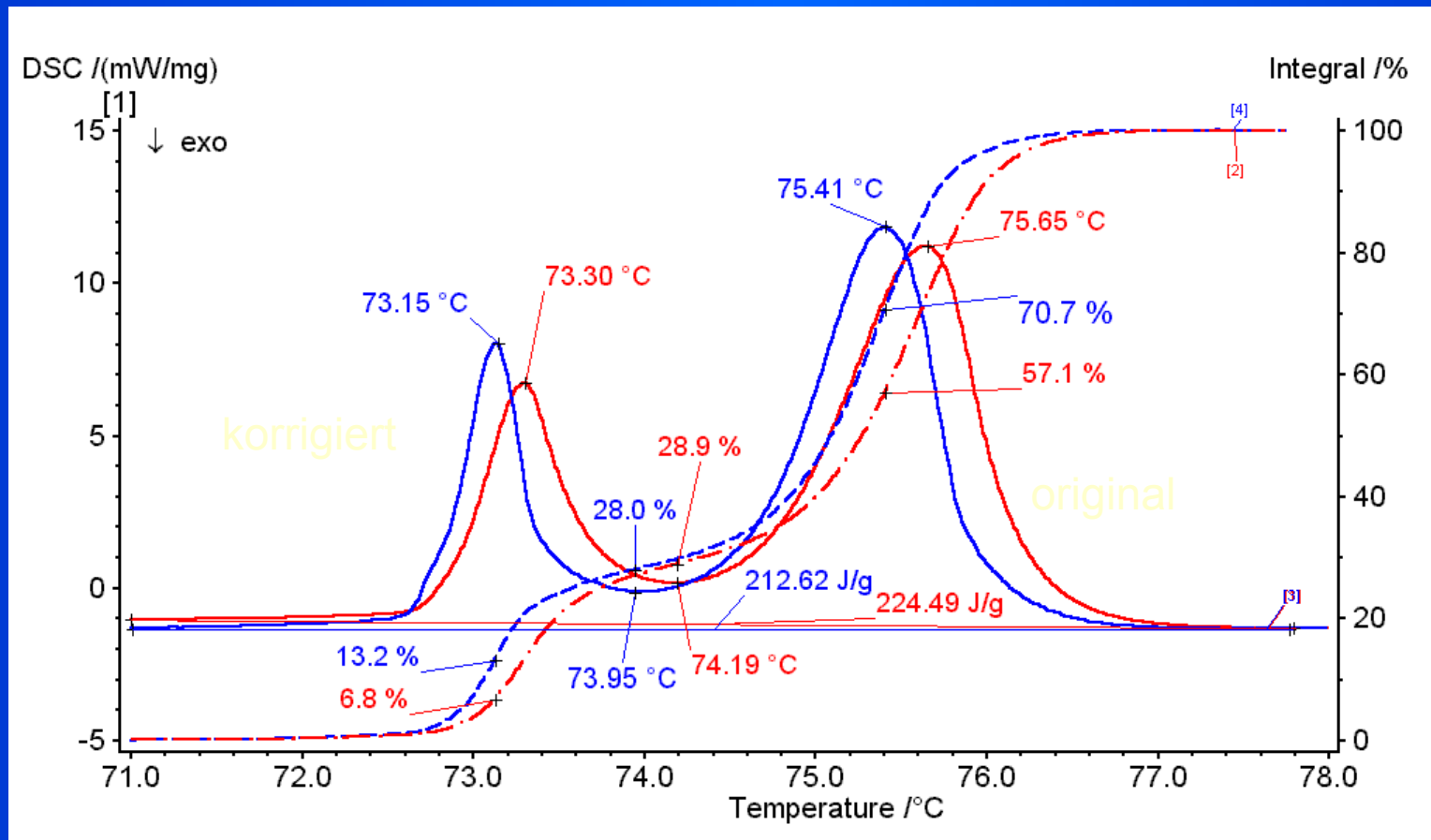
Отличное разрешение пика благодаря малой постоянной времени; высокая воспроизводимость при 5 К/мин



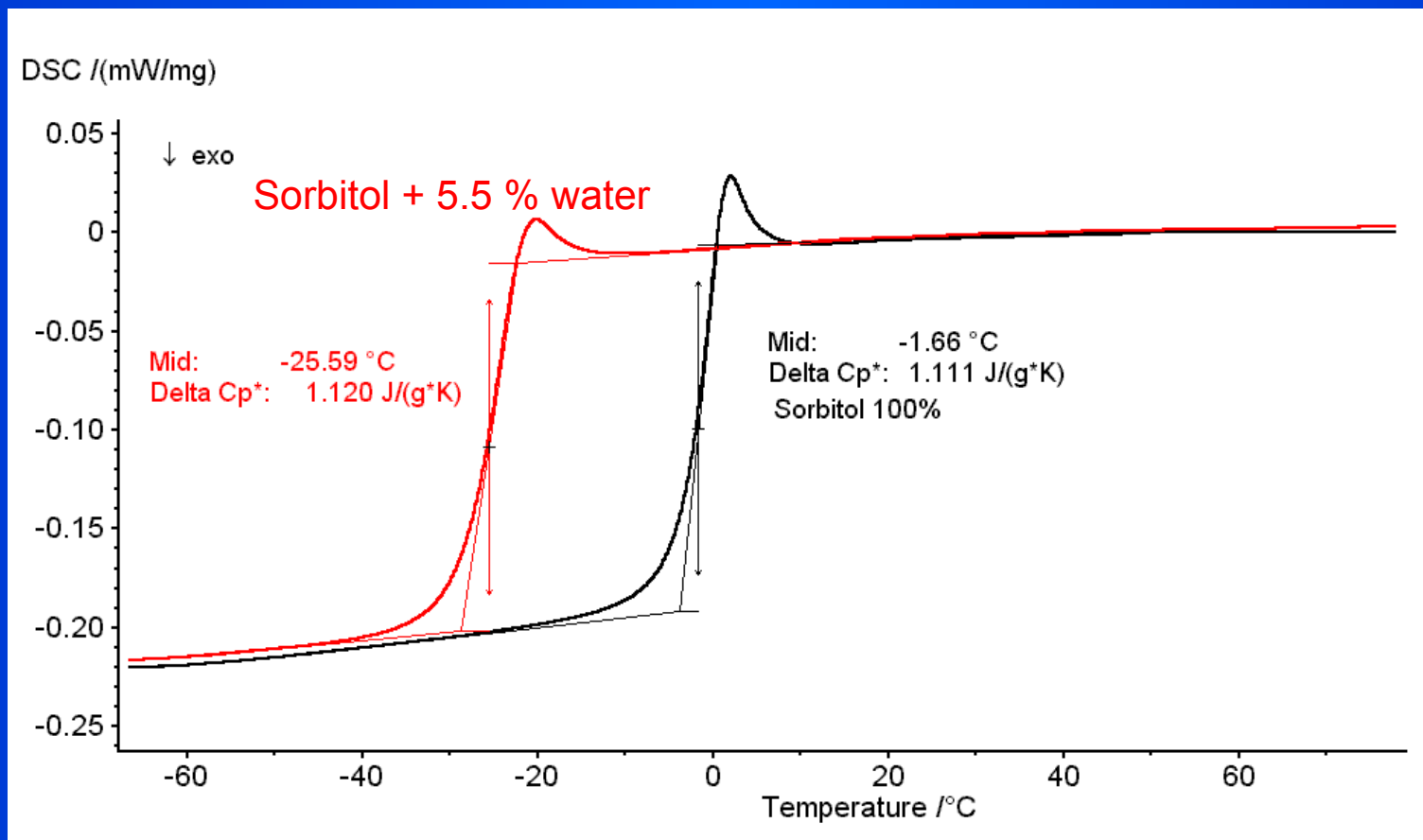
Программная коррекция ДСК и интегральный сигнал: проба - 480 мкг Нехатриасонтан (C₃₆P₇₄)



(устранение влияния прибора приводит к улучшению разрешения пика и уточнению информации об отношении твердое тело-жидкость)



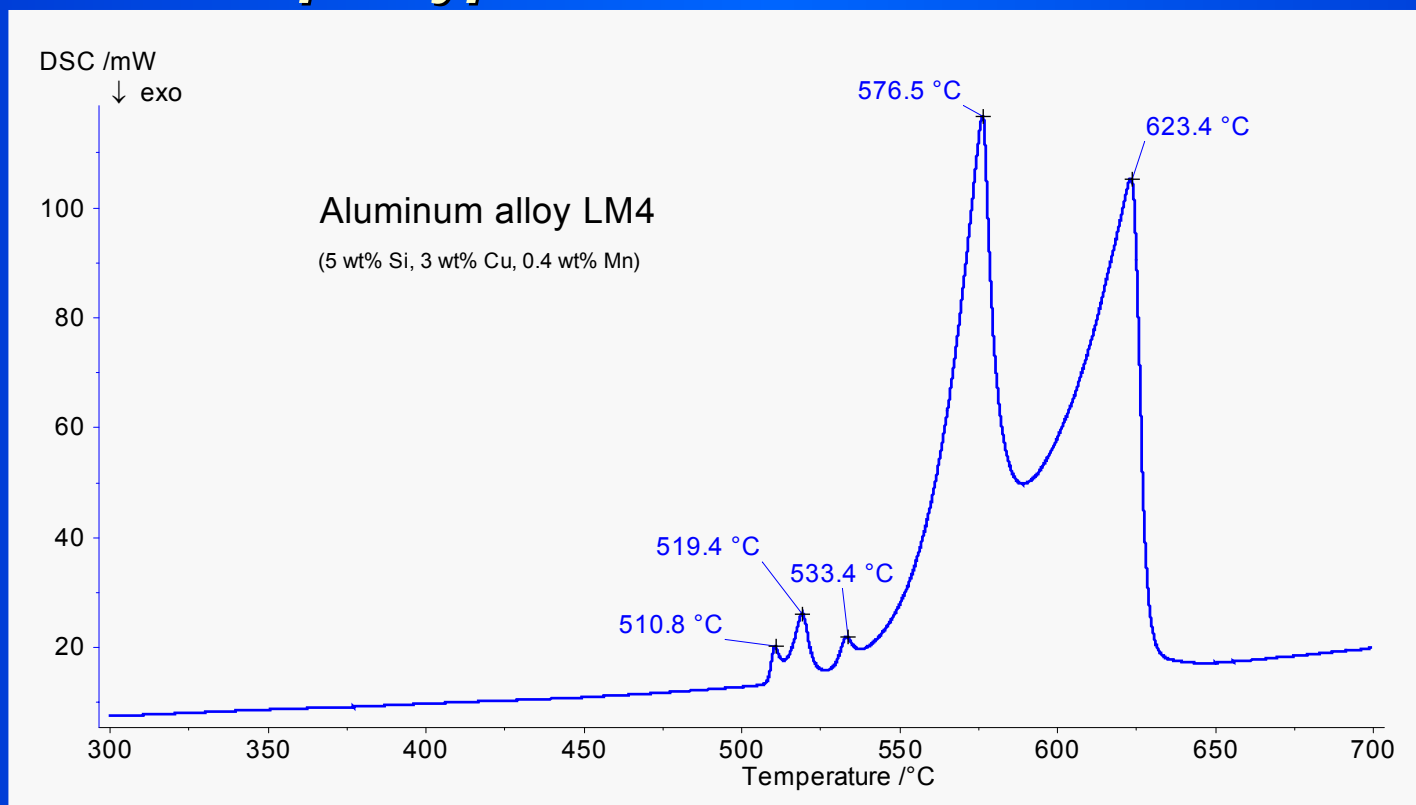
Сорбитол (сорбит, заменитель сахара, влияние содержание воды - сдвиг перехода стеклования)



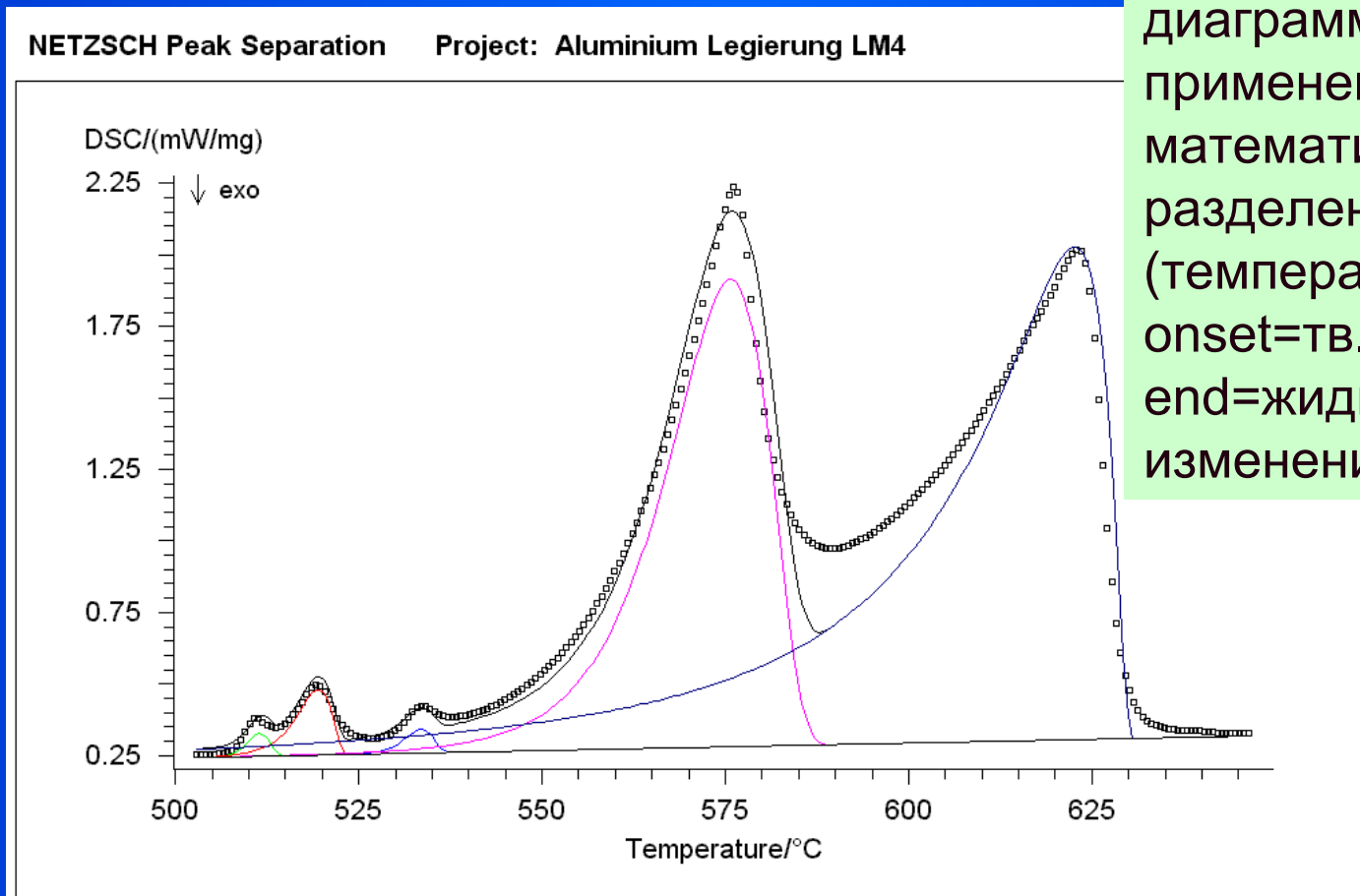
10.94 мг (чистый), 25.42 мг, закрытые Al тигли, 10 К/мин, N2 20 мл/мин

τ - сенсор

Отличное разрешение пика при скорости нагрева 10 К/мин также при высоких температурах



Алюминиевый сплав: LM4



Расчет фазовых диаграмм с применением математического разделения пиков (температуры onset=тв. тело, end=жидкость, изменения теплот)

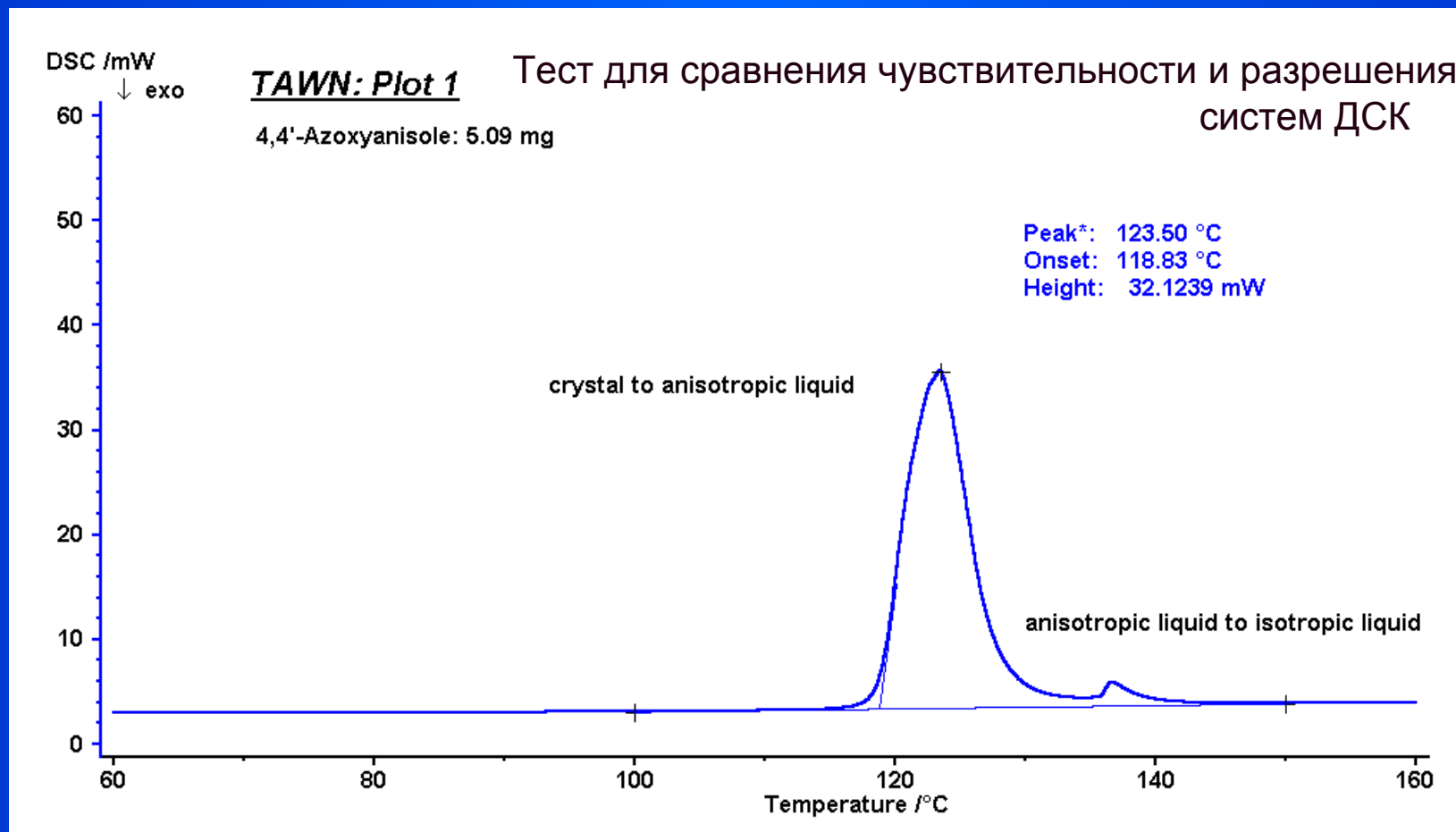
Пик 1: 0.36%, пик 2: 1.7%, пик 3: 0.48 %, пик 4: 35.4 % пик 5: 62.03 %

μ - сенсор

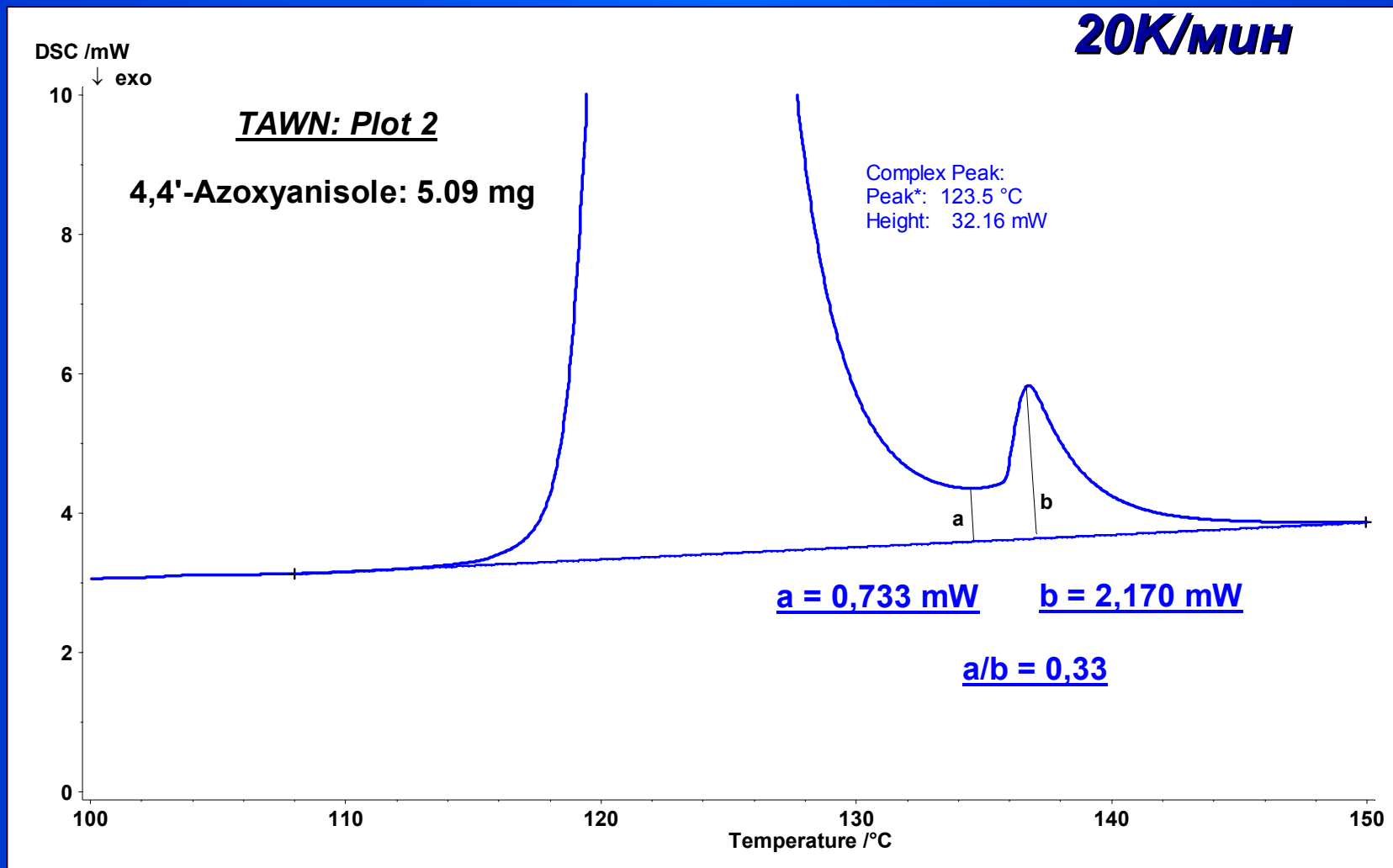
Для повышения калориметрической чувствительности при регистрации тонких термических эффектов в качестве сенсорного диска использовалась специально легированная кремниевая подложка

Особенно подходит для применений в фармацевтике, анализе продуктов питания и жидких кристаллов.

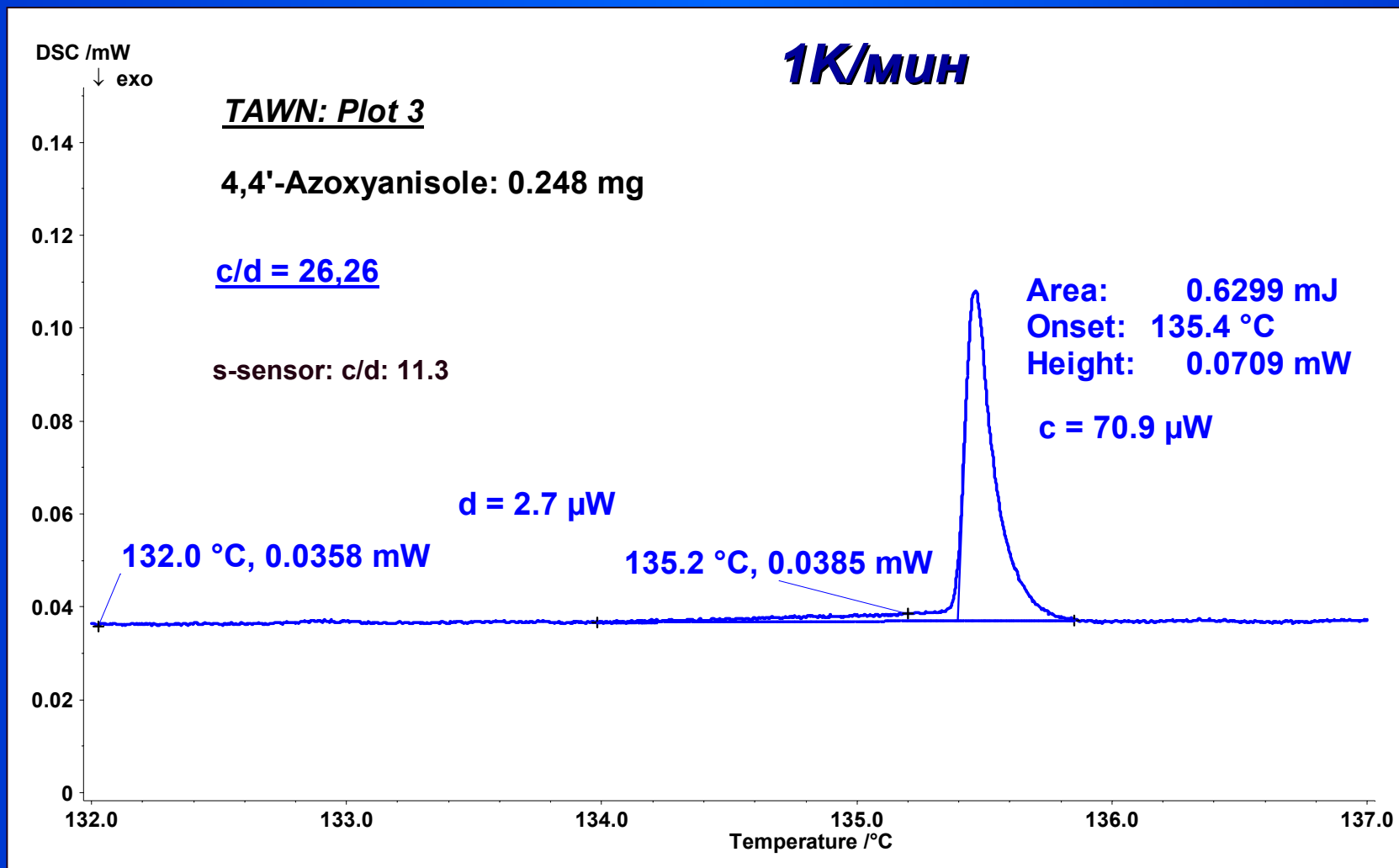
μ - сенсор: 4,4'-азоксианизол, обзор



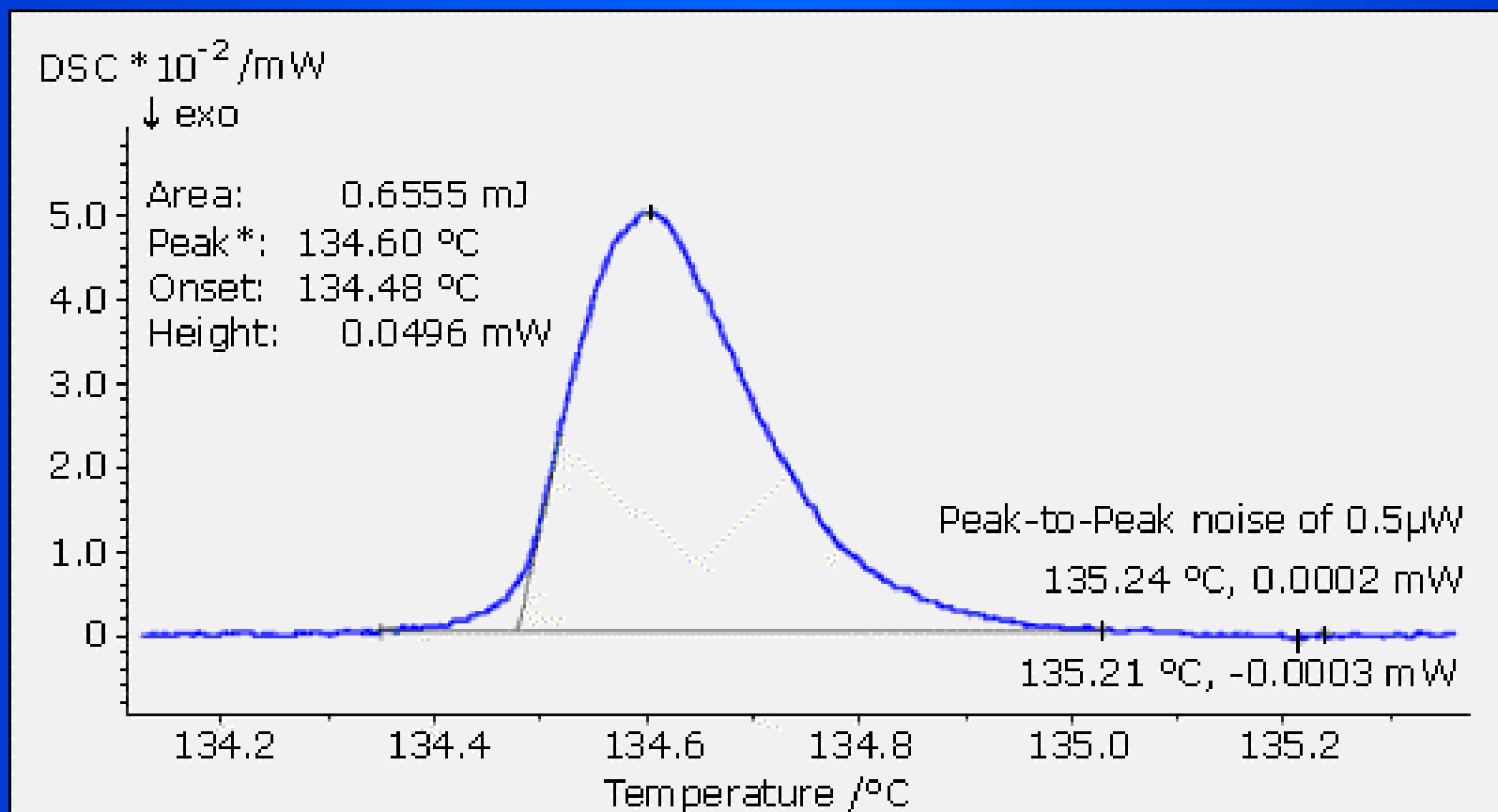
μ - сенсор: 4,4'-азоксианизол, тест разрешения



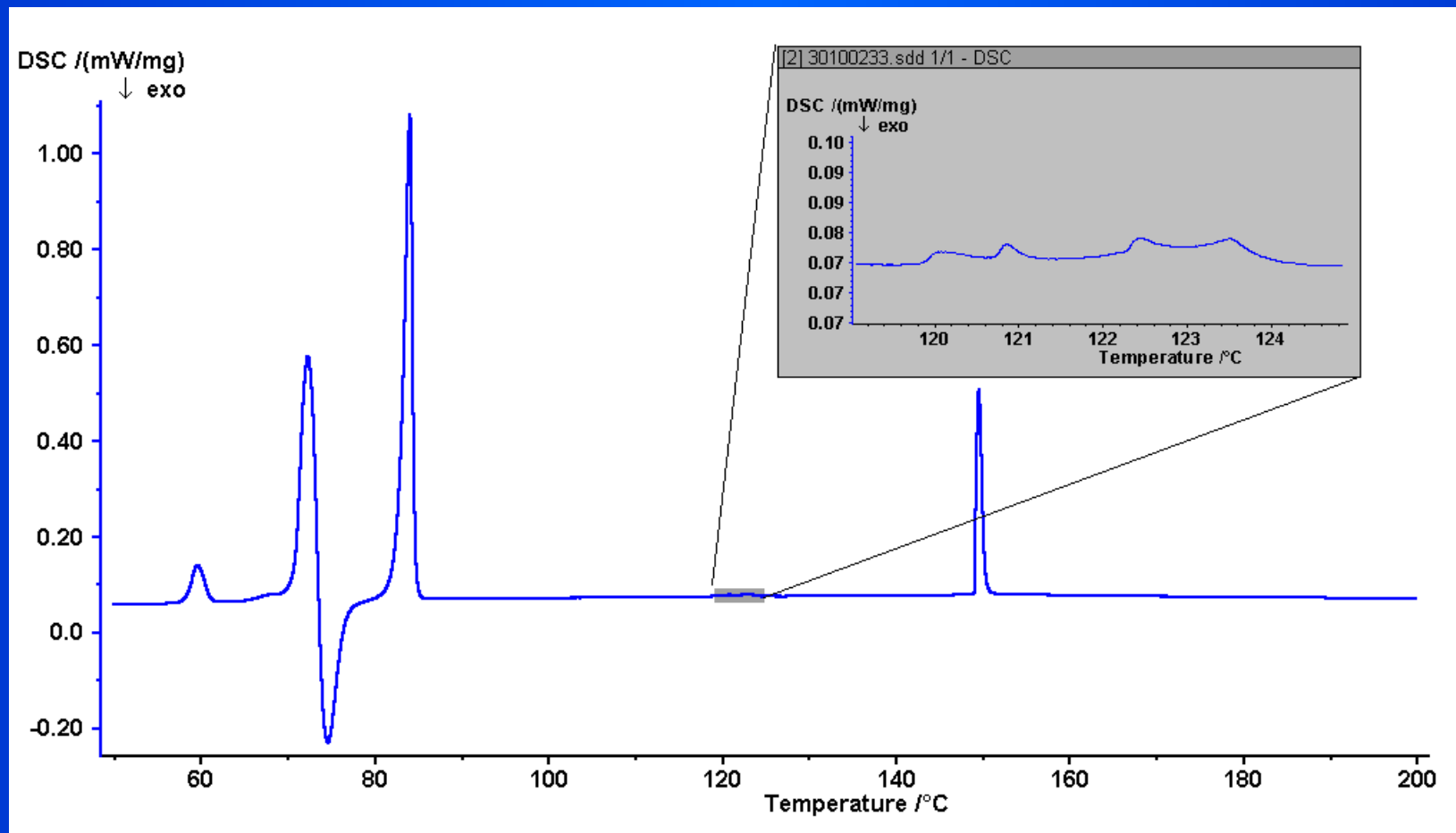
μ - сенсор: 4,4'-азоксианизол, тест чувствительности



μ- сенсор: 4,4'-азоксианизол, 0.27 мг, 1 К/мин

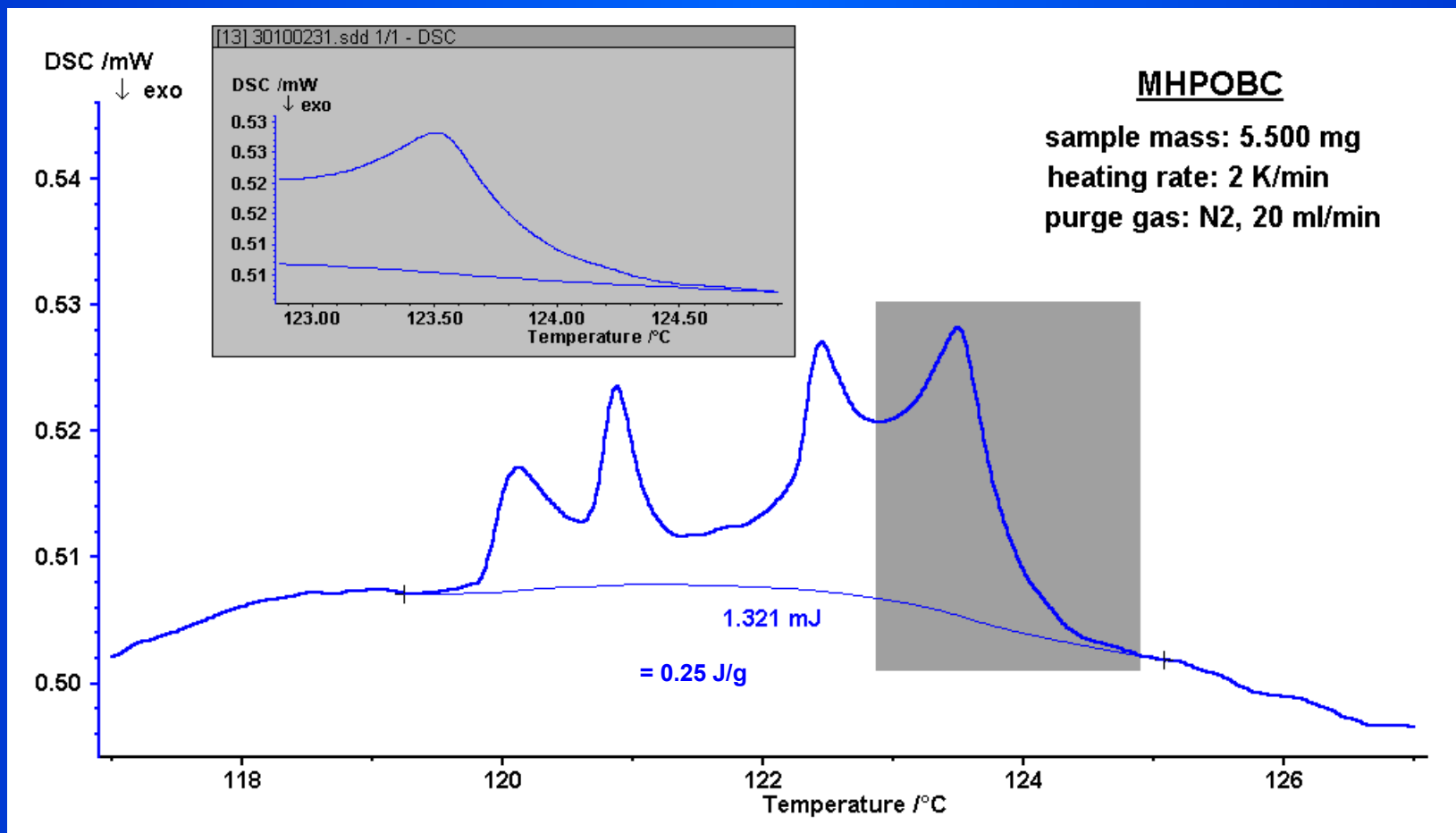


μ- сенсор: жидкий кристалл МНРОВС



(R)-4-[(1-Methylheptyloxy)-carbonyl]phenyl 4'-octyloxy-4-biphenylcarboxylate

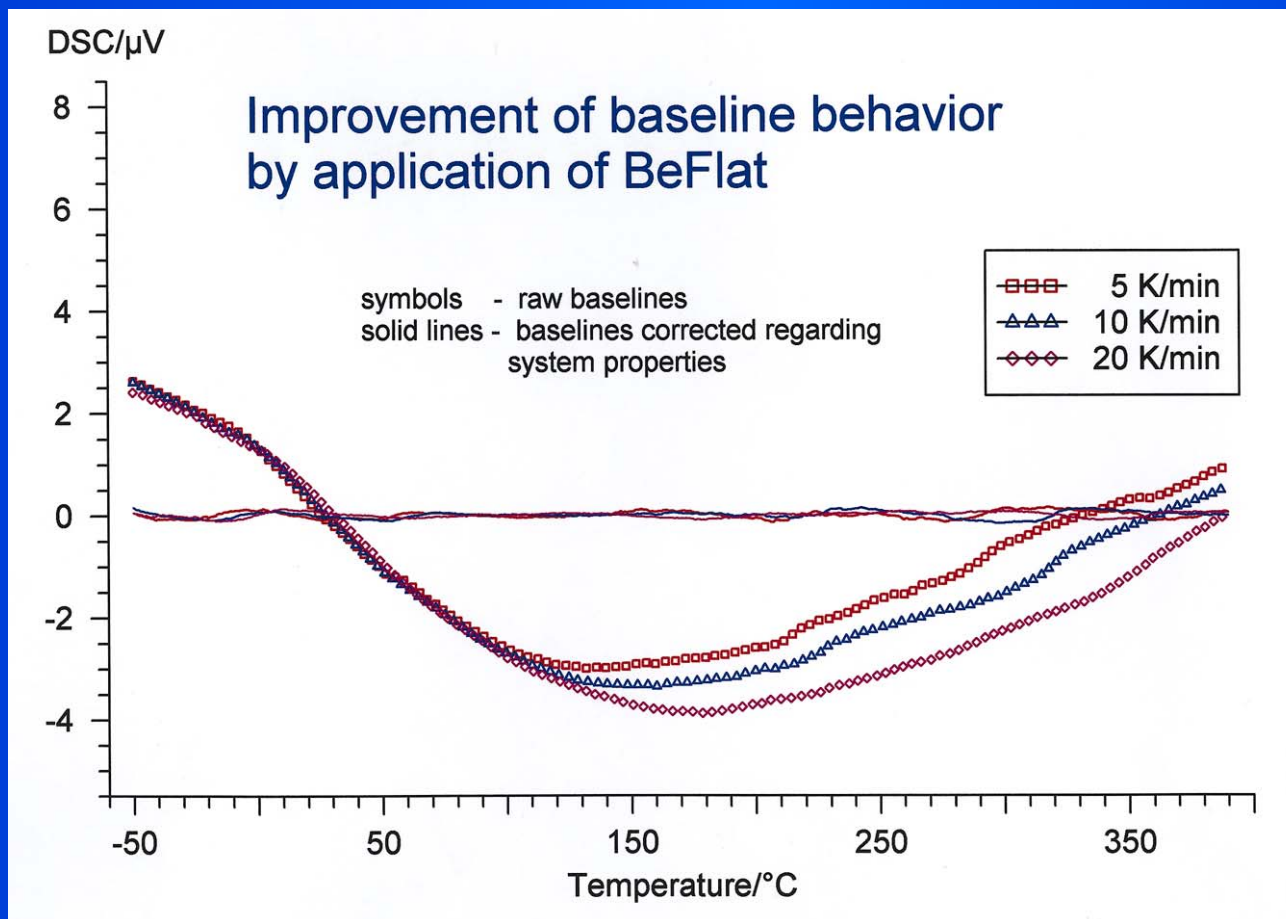
μ - сенсор: жидкий кристалл МНРОВС



BeFlat

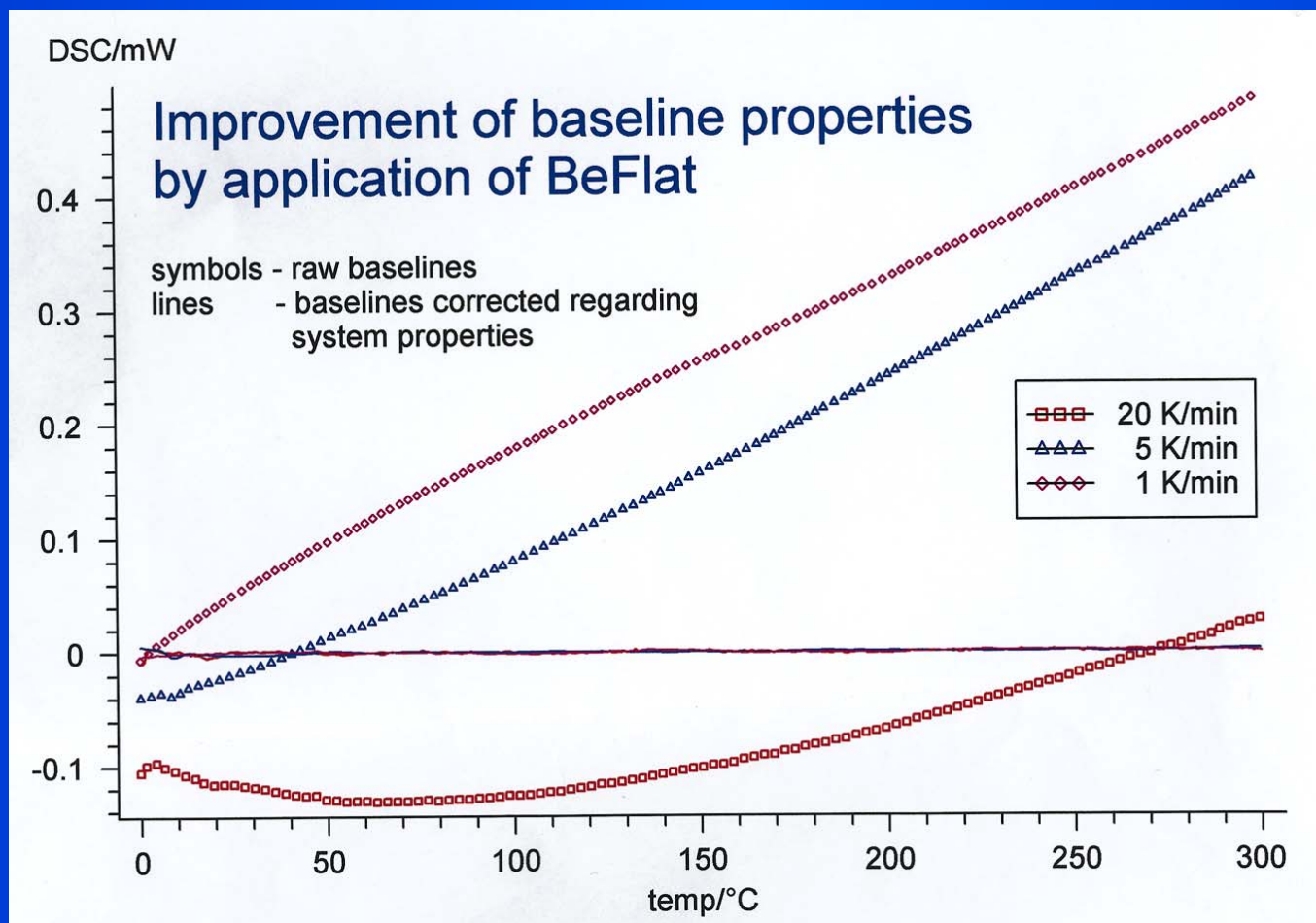
Расширенное программное обеспечение Proteus[®] - задачи проведения и контроля измерений, а также оценка результатов измерений.

Новый метод уточнения результатов: BeFlat



Отклонения базовой линии, зависящие от температуры и времени, корректируются полиномом. Коэффициенты полинома определяются с помощью не менее трех измерений с различными скоростями нагрева.

Новый метод уточнения результатов: BeFlat



Процедуру BeFlat можно применять во время или после измерений и сохранить в памяти вместе с необработанными данными.

Газонепроницаемая ячейка DSC

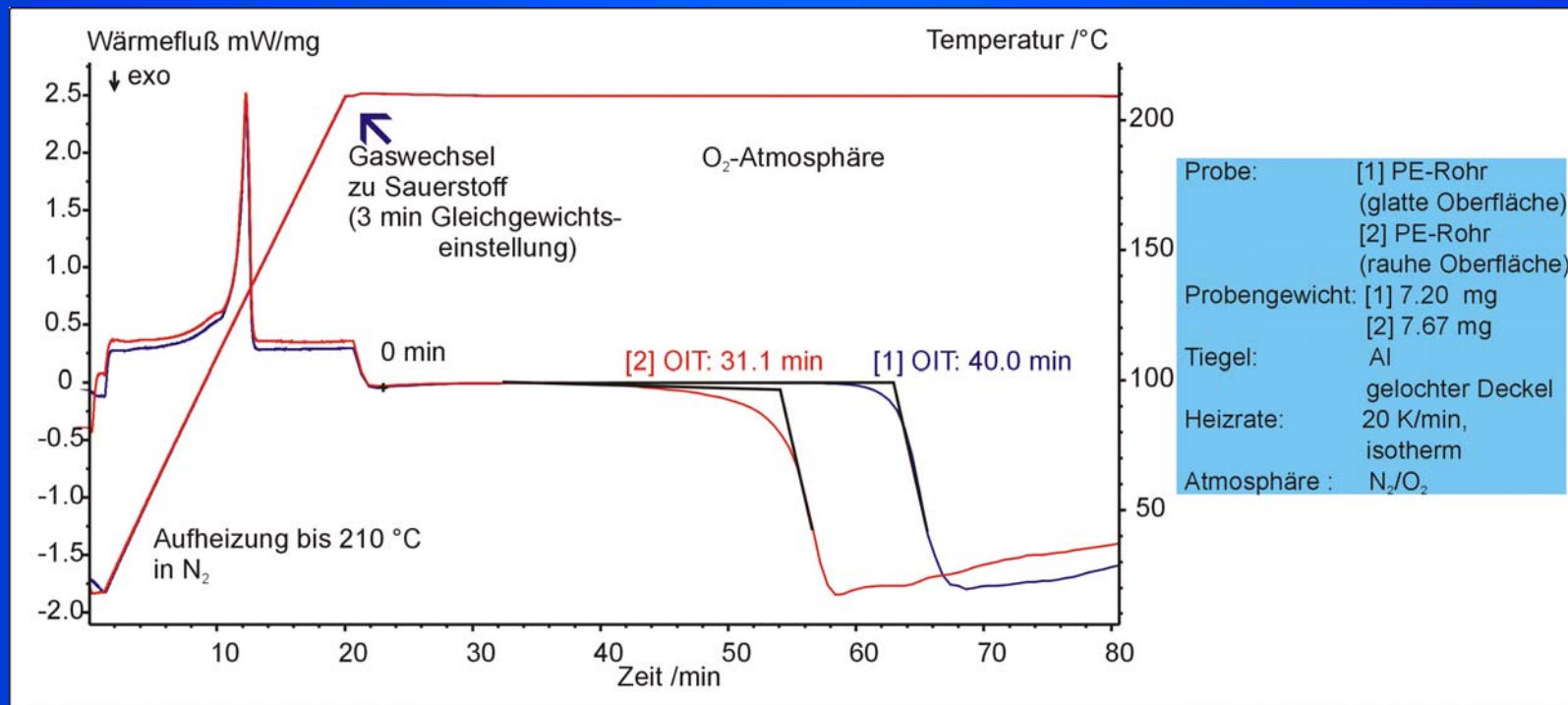
- *Заданная газовая атмосфера*
- *Сопряжение с Фурье ИК-спектрометром (FTIR) или масс-спектрометром (MS) для анализа низколетучих газов*
(в разработке)

Встроенная электроника для контроля и управления газовым ПОТОКОМ

- *Встроенная электроника для контроля потоком продувочных и защитных газов с помощью программного обеспечения*
- *Измеритель потока, откалиброванный по N_2*
- *Калибровочные коэффициенты для O_2 , Ar, He, CO_2 , ...*
- *Калибровочные коэффициенты могут быть также определены оператором*
- *Точные газовые потоки, например, для определения O.I.T.*
- *Устанавливаемые значения:
5 ... 250 мл / мин, шаг хода: 1 мл / мин
(He: 10 ... 250 мл / мин, шаг: 5 мл / мин)*

Определение О.И.Т.

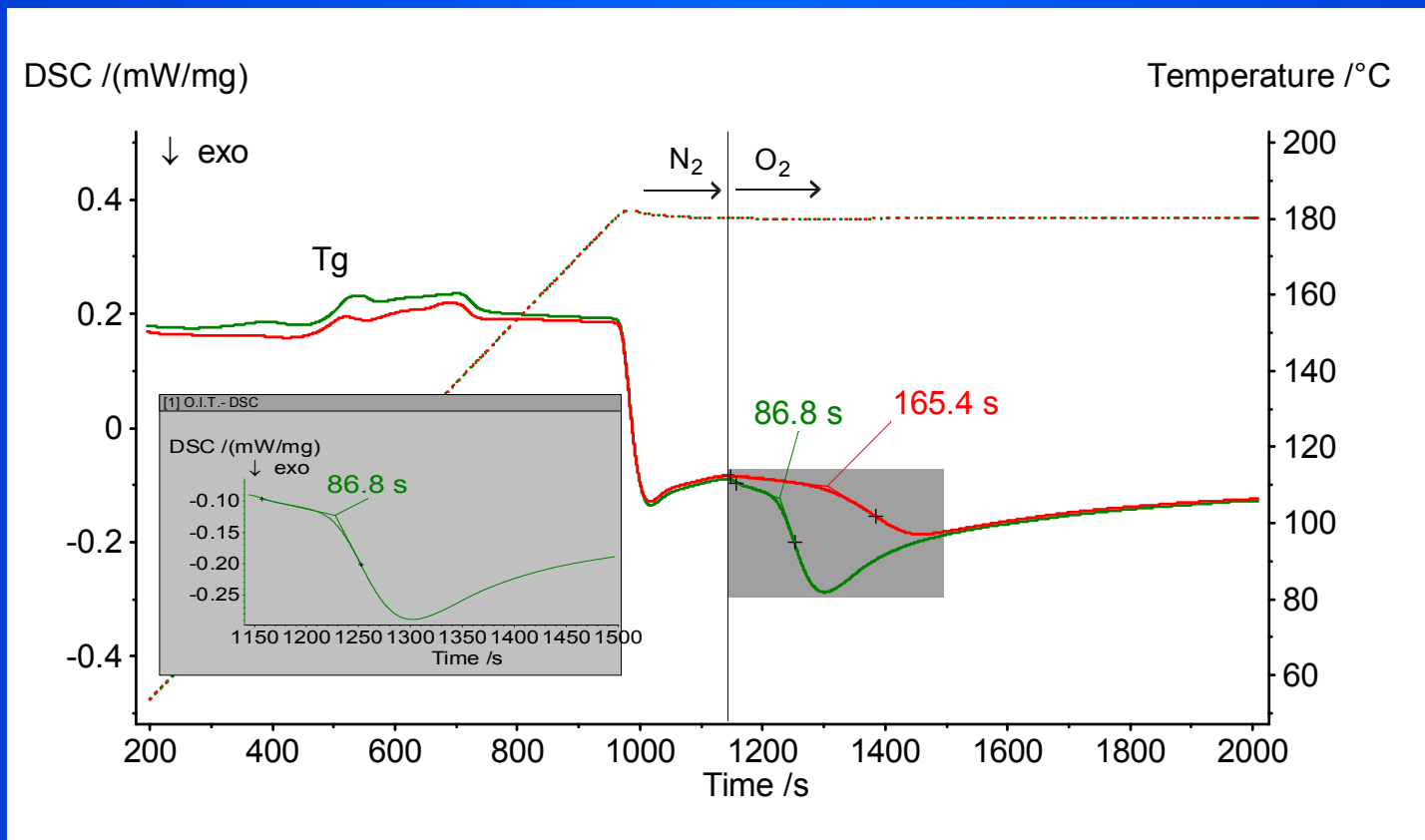
полиэтиленовых труб с использованием ТОЧНЫХ ГАЗОВЫХ ПОТОКОВ (50 мл/мин)



О.И.Т. В соответствии с нормами **DIN EN 728**, **ISO/TR 10837**,
ASTM D 3895

Исследование влияния антиоксидантов (стабилизаторов)

Окислительное индукционное время (O.I.T.) полимера ABS с использованием точного газового потока (50 мл/мин)



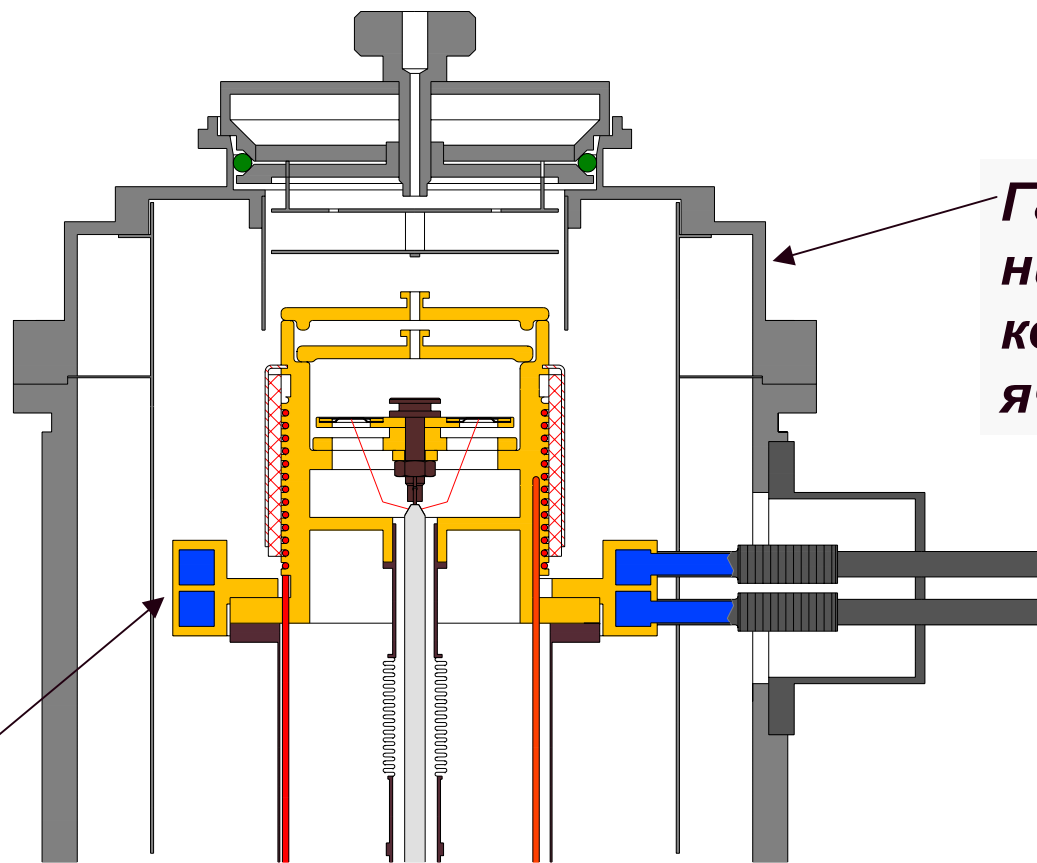
Дефектный образец (зеленая кривая) начинает окисляться гораздо раньше, чем чистый эталонный образец (красная кривая).

Различные устройства охлаждения

- *Охлаждение жидким /
газообразным азотом
(LN₂/GN₂)
-180 ... 700°C*
- *Механическое охлаждение
-85 ... 600°C*
- *Охлаждение сжатым воздухом
RT ... 700°C*



Схема: LN₂ / GN₂



*Газонепро-
ницаемый
корпус
ячейки*

*Охлаждающий
пояс
(серебро),
используется
также при
воздушном
охлаждении*

LN₂ / GN₂ охлаждение

Жидкий азот (LN₂)

- *-180 ... 700°C*
- *Постоянные скорости охлаждения:*
 - 10 К/мин до -150°C*
 - 20 К/мин до -140°C*
- *Минимальное время охлаждения от 700°C до -170°C:*
ок. 10 мин

Газообразный азот (GN₂)

- *-110 ... 700°C*
- *Постоянные скорости охлаждения :*
 - 10 К/мин до -100°C*
 - 20 К/мин до -35°C*

По поводу охлаждения жидким азотом

- *могут быть проблемы с доставкой (проблема снабжения)*
- *жидкий азот дорогостоящий (особенно малые количества)*
- *При использовании азота необходимо соблюдать технику безопасности*

Механическое охлаждение (МС)

- *Широкий температурный диапазон:
-85 ... 600°C*
- *Незначительные текущие расходы*
- *Система охлаждения закрытого типа →
не используется хладагент, не нужно
заполнять снова сосуд Дьюара,
не образуется «ледяная шуба» во время
цикла охлаждения*

Принцип действия механического охлаждения: эффект Джоуля-Томсона

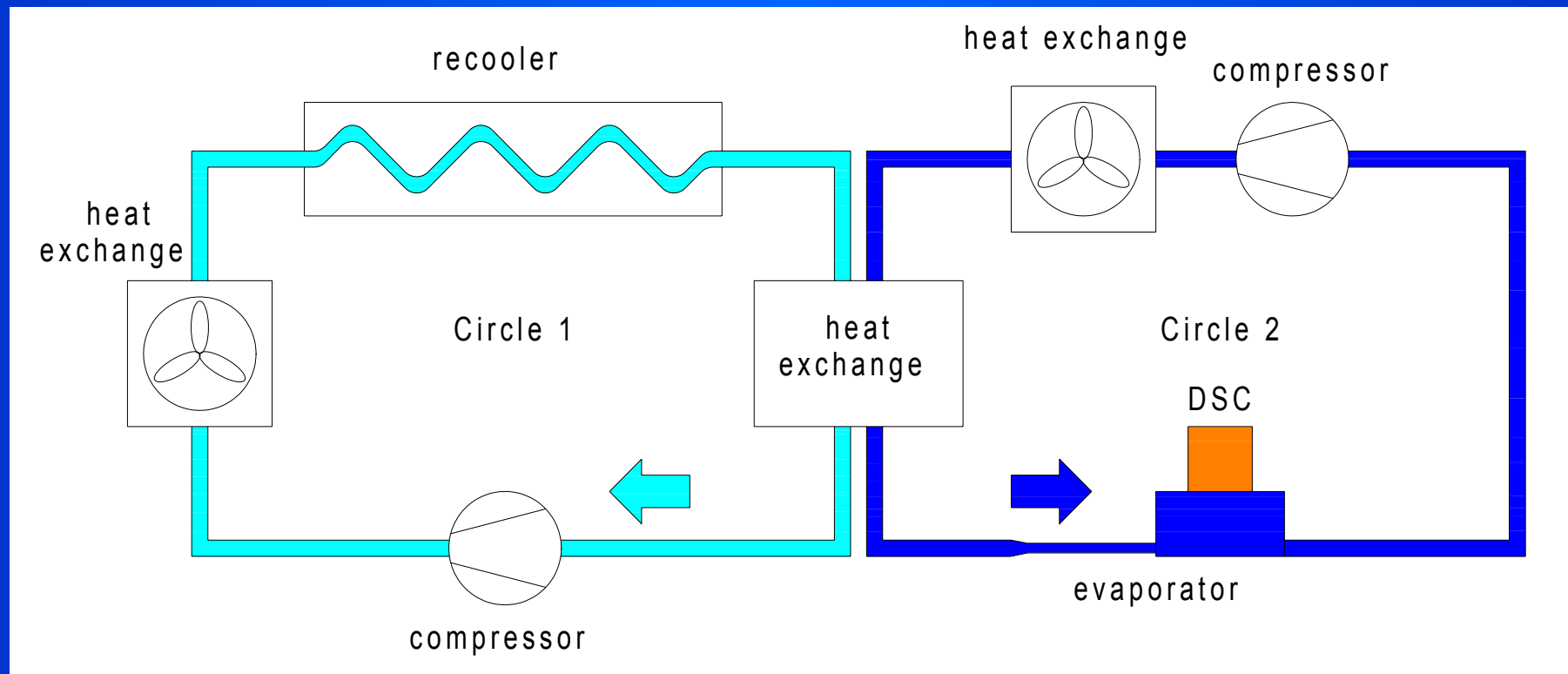
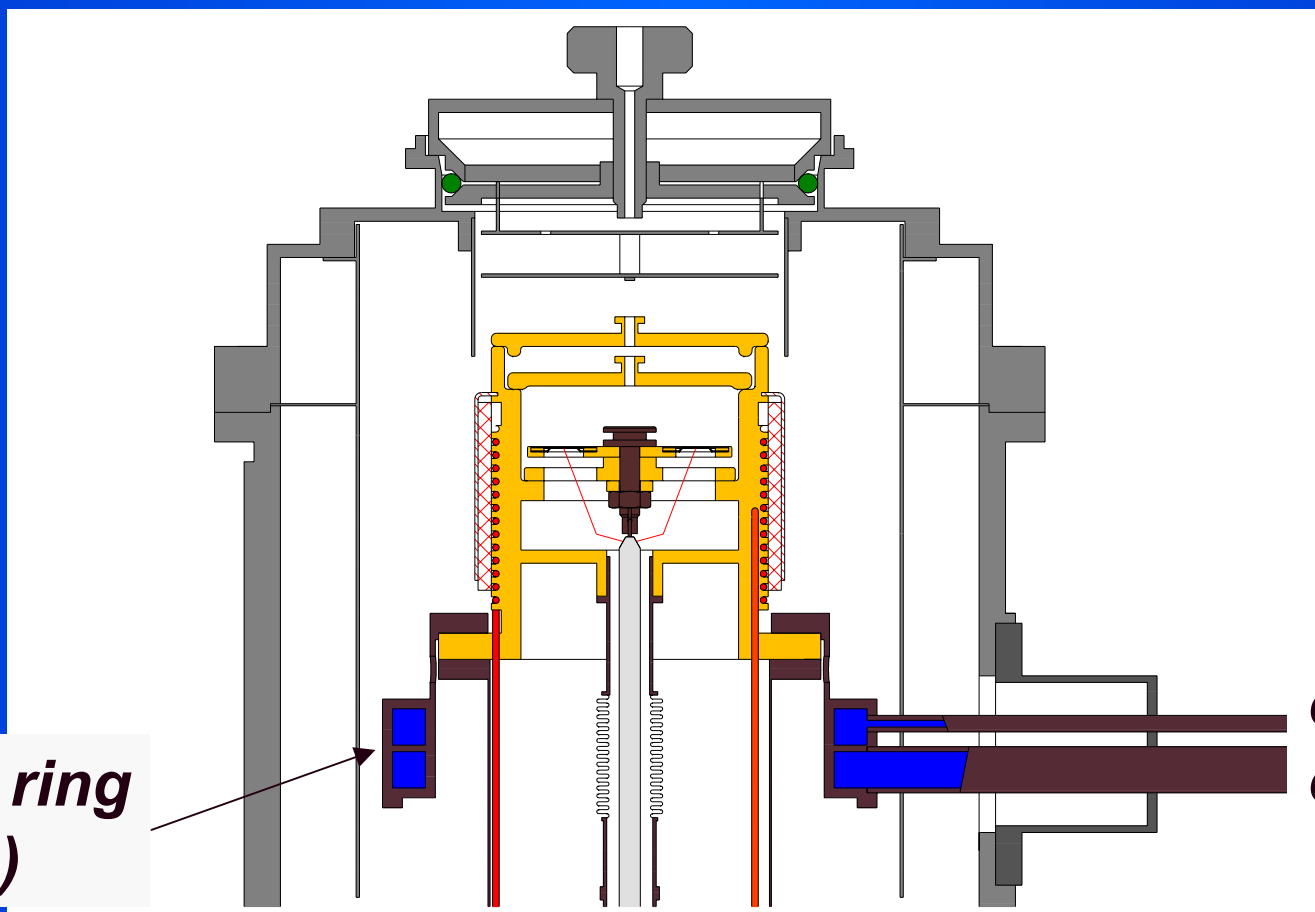


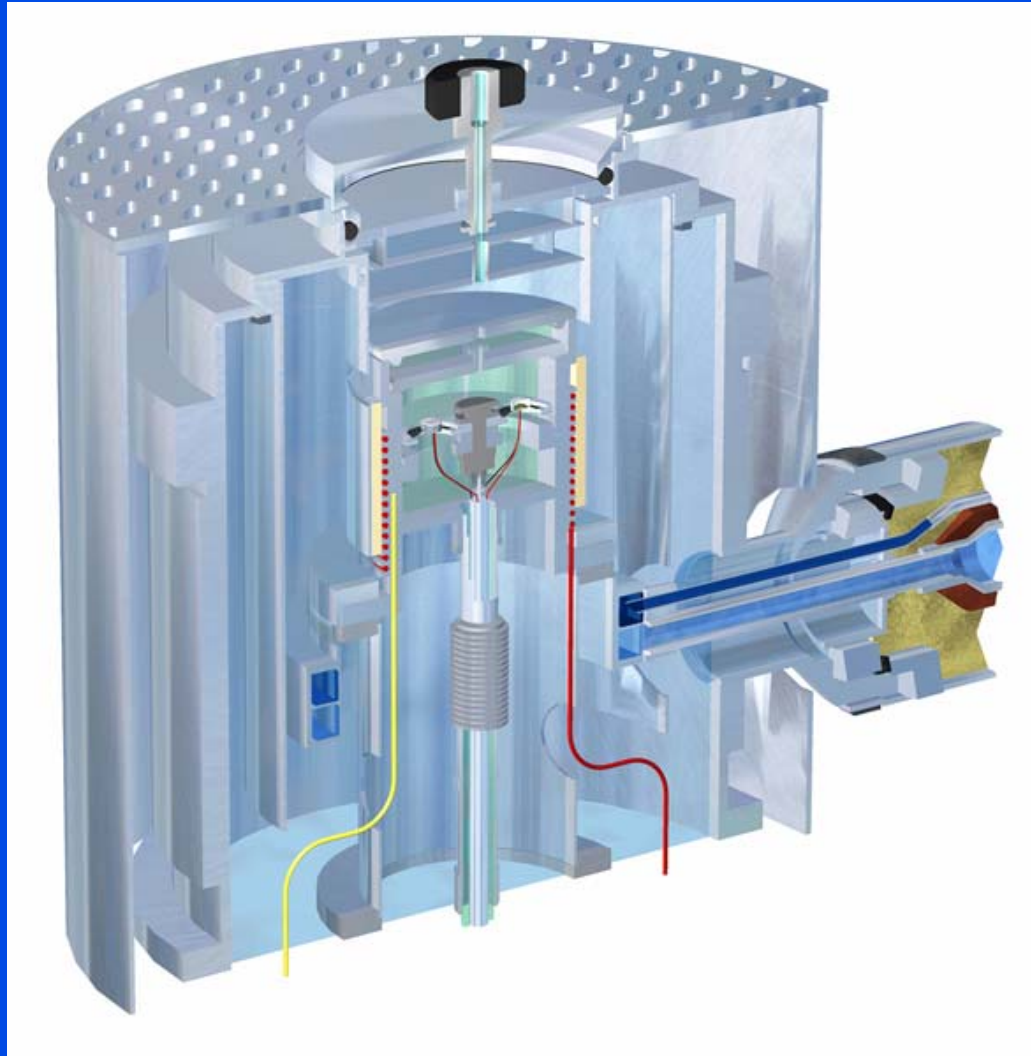
Схема: механическое охлаждение



**Cooling ring
(никель)**

**вход
выход**

Схема: механическое охлаждение



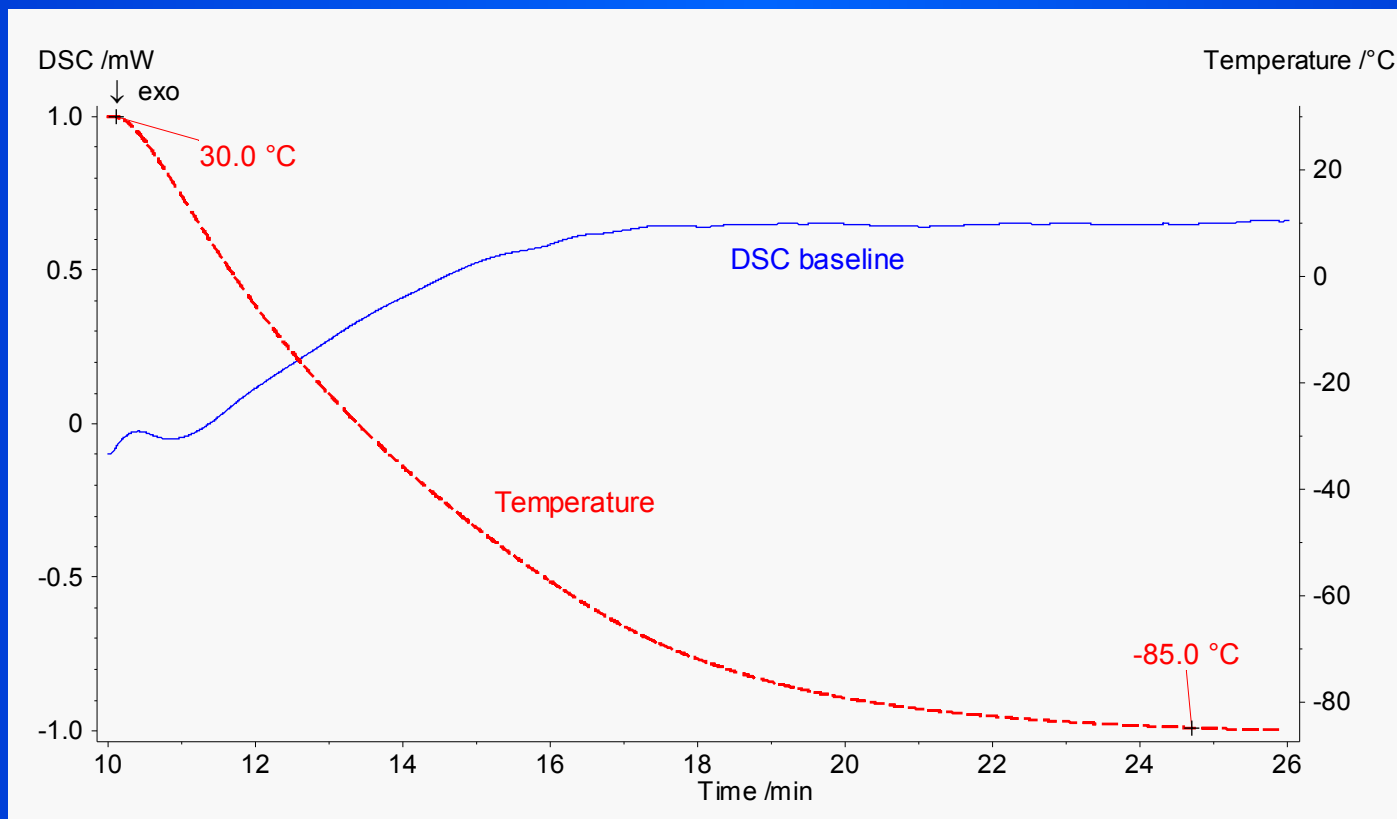
Механическое охлаждение

Температурные диапазоны для постоянных скоростей охлаждения

Скорости охлаждения [К/мин]	2	5	10	20
Механическое охлаждение	- 75	- 65	- 45	25
Прежний DSC 204	- 50	- 15	45	135

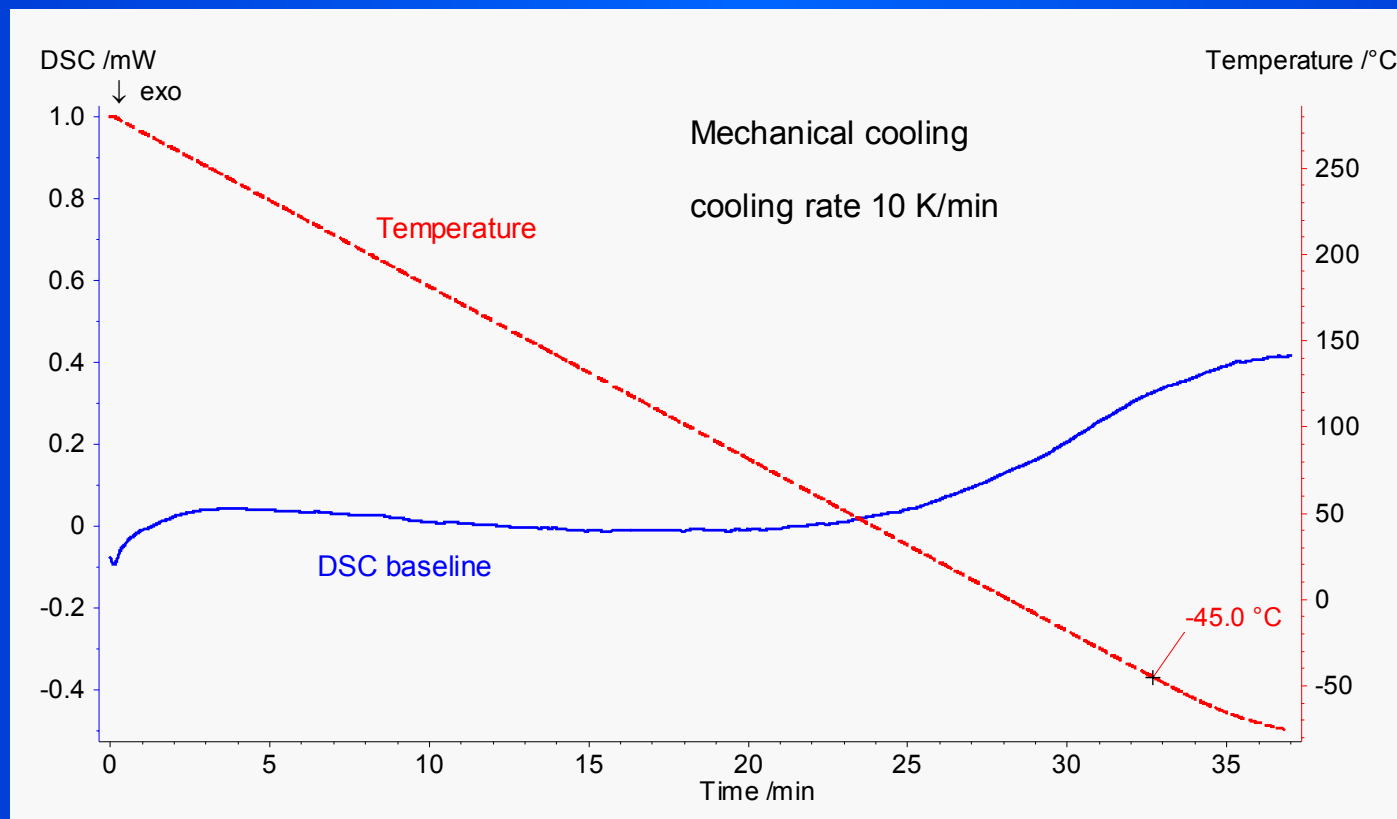
Механическое охлаждение

Низшая температура – 85°C



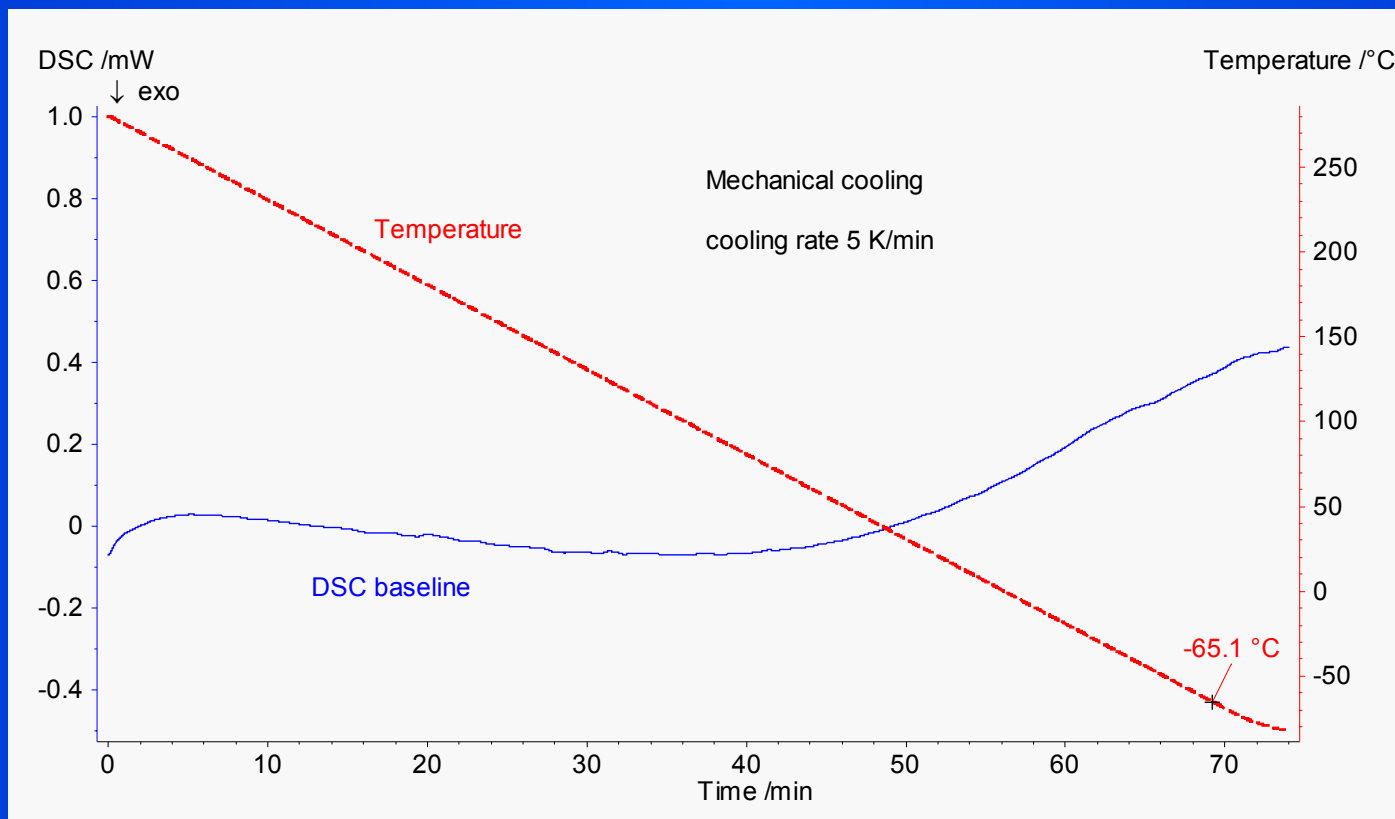
Механическое охлаждение

Скорость охлаждения - 10 К/мин



Механическое охлаждение

Скорость охлаждения - 5 К/мин



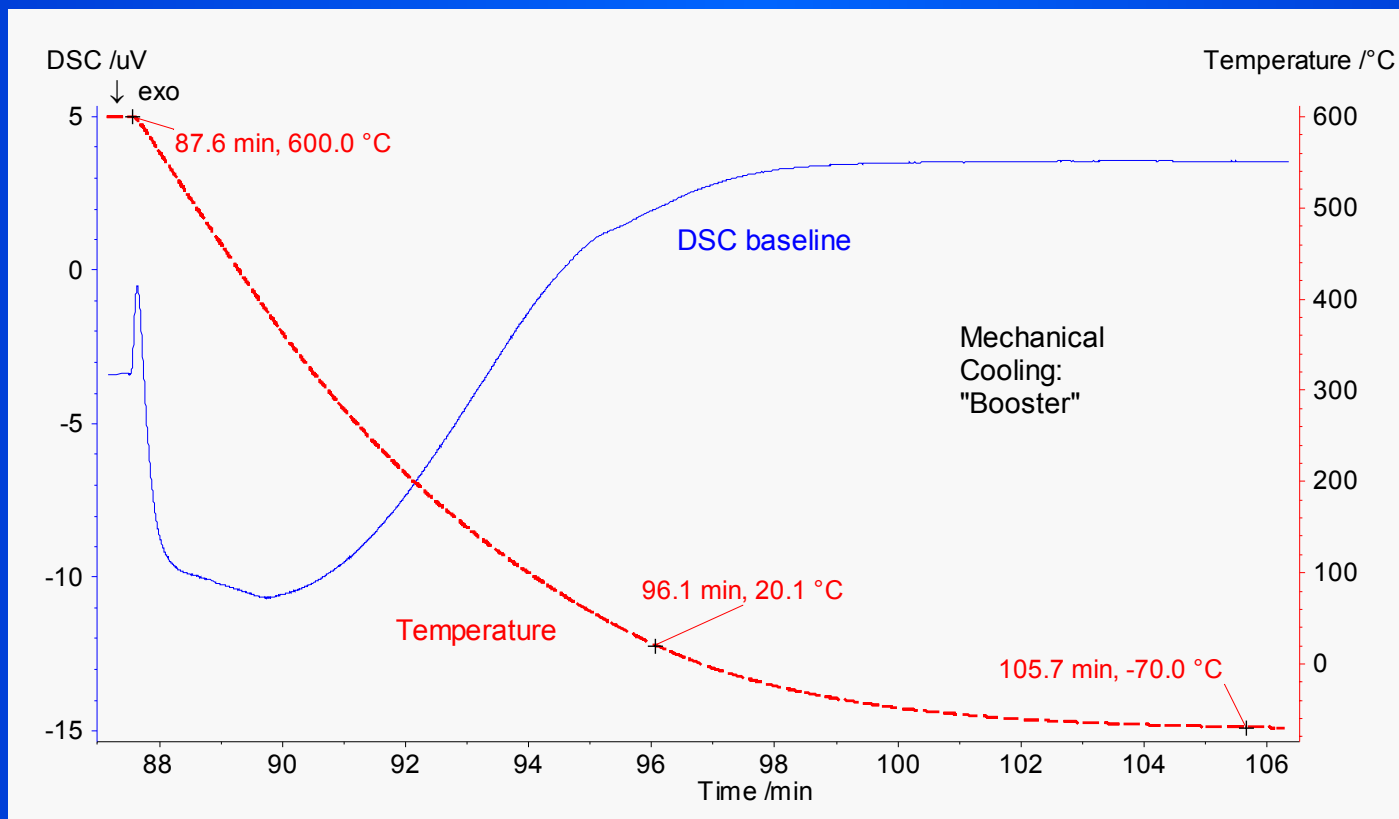
Механическое охлаждение

„Booster“ (ускоритель) для быстрого охлаждения:

- режим контролируемого охлаждения*
- большая мощность охлаждения (макс. 500 Вт)*
- может включаться / выключаться программным обеспечением*
- наинизшая температура : -70°C*

Механическое охлаждение

„Booster“ для быстрого охлаждения:



Механическое охлаждение

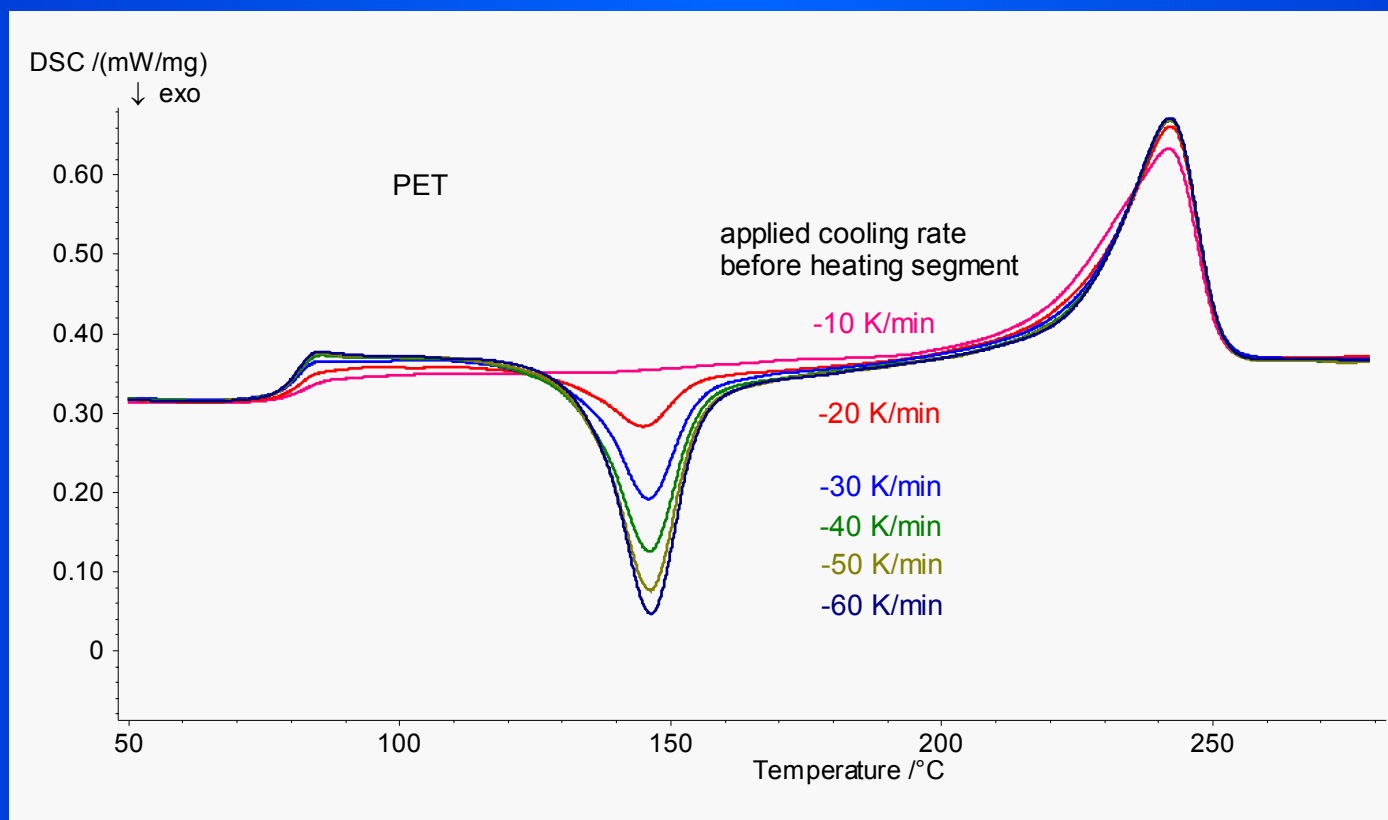
„Booster“ для быстрого охлаждения:

mechanical cooling		with booster		without booster	
start temperature	end temperature	cooling time	cooling rate (controlled)	cooling time	cooling rate (controlled)
°C	°C	min	°C/min	min	°C/min
600	300	3,2	85	4,8	41
600	100	6,4	47	11,9	21
600	0	8,9	31	17,4	12

Усилитель (booster) увеличивает скорость охлаждения более чем в 2 раза

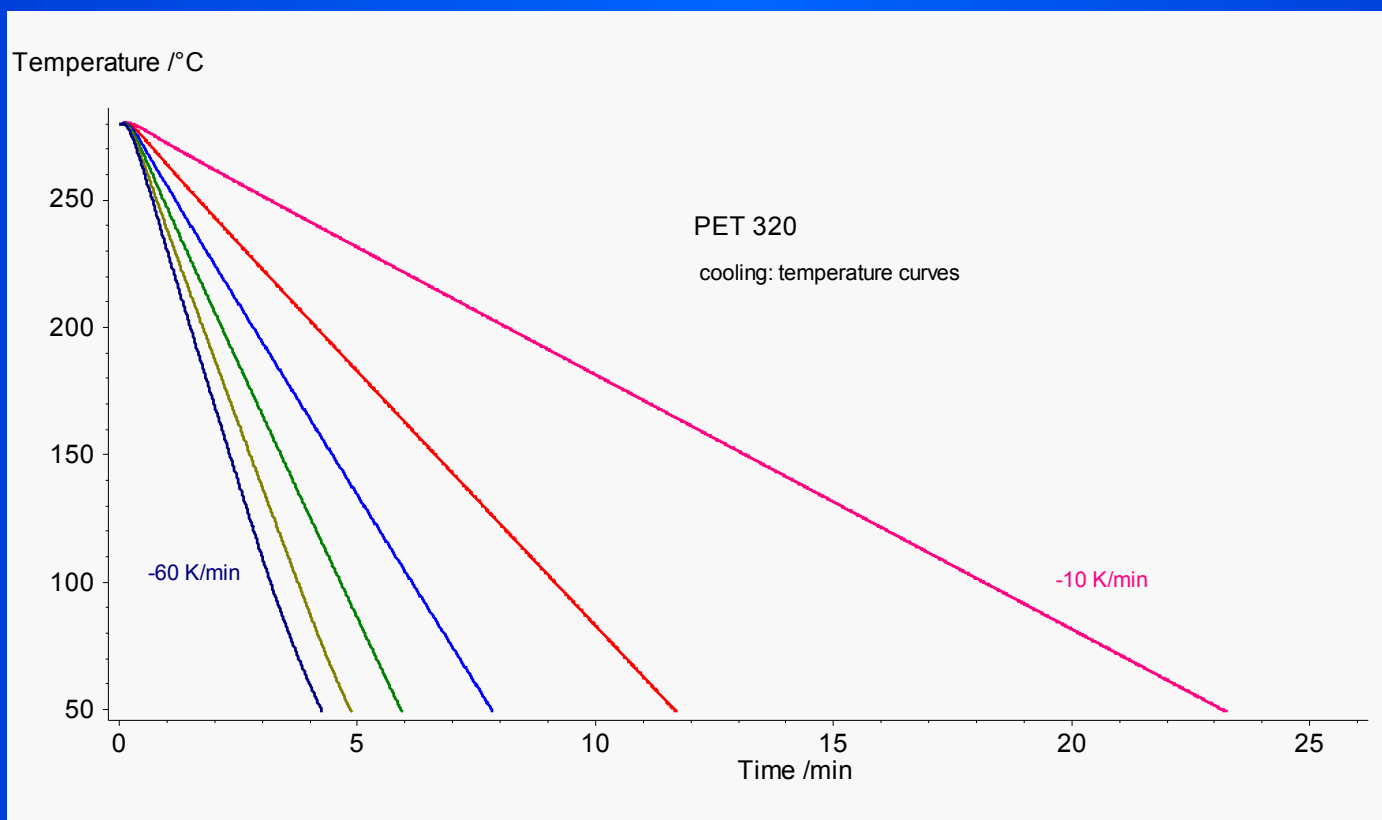
Механическое охлаждение

Стеклование, перекристаллизация и плавление ПЭТ как функция скорости охлаждения



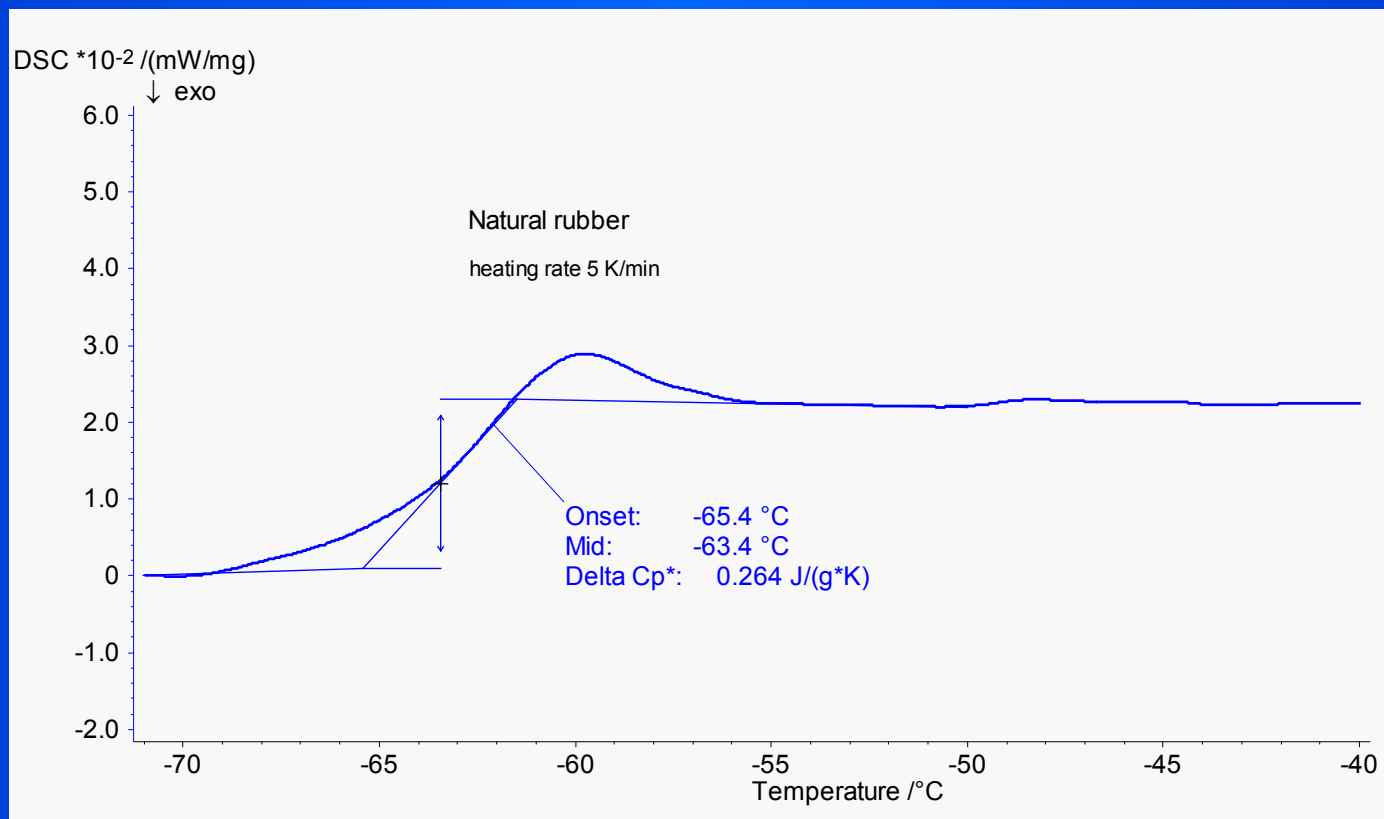
Механическое охлаждение

Линейные скорости охлаждения



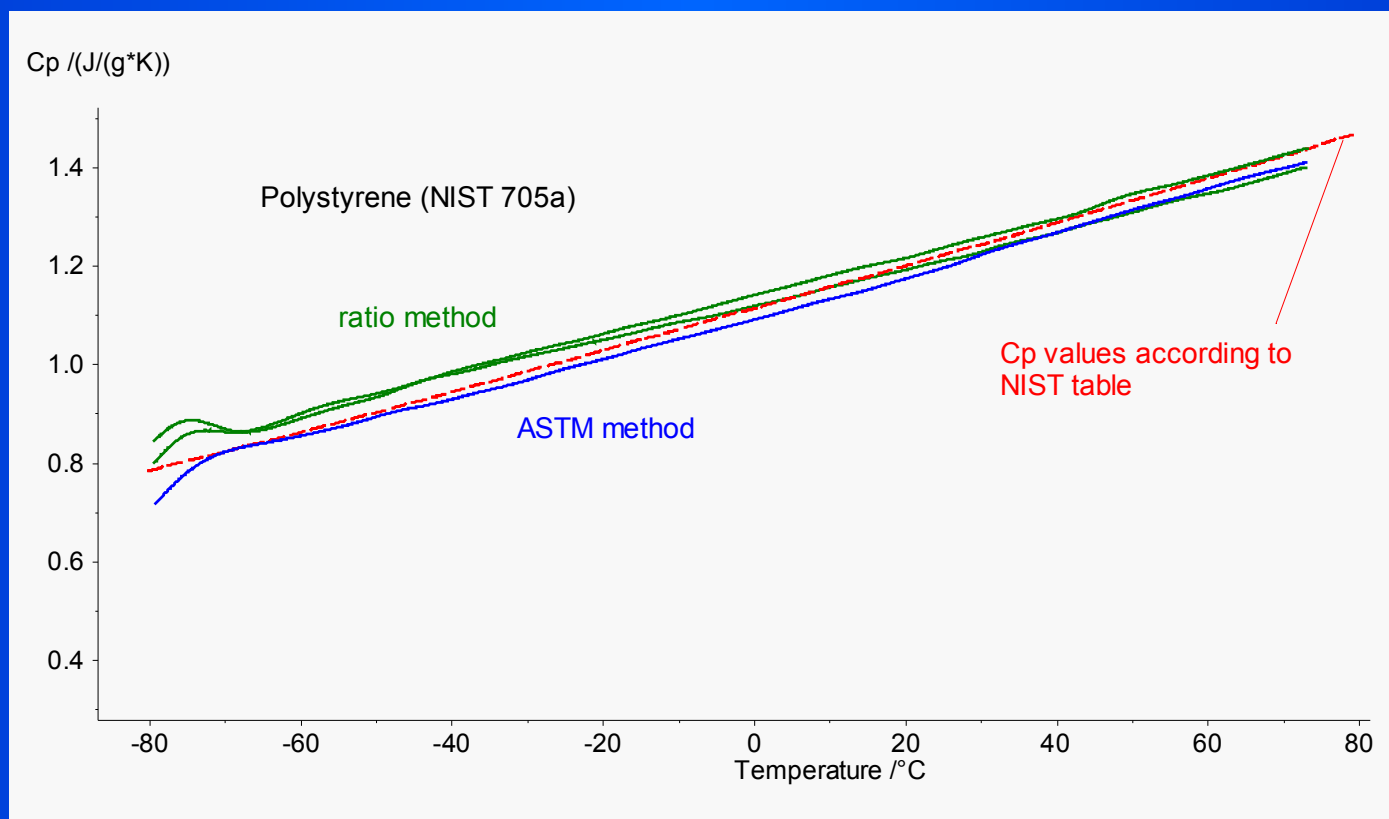
Механическое охлаждение

Стеклование натурального каучука (NR)

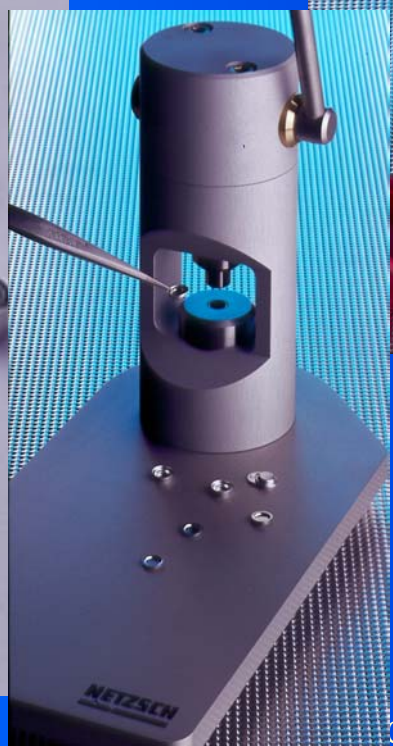


Механическое охлаждение

Удельная теплоемкость c_p полистирола (PS) +/- 2.5 % от эталонного образца NIST



Тигли для любого применения



Автоматическая смена образца (ASC)

- *64 позиции для образцов и эталонов*
- *Устройство перфорации (опция)*
- *Upgrade возможен позже и проведен обученным персоналом*



Концепция новой платформы

- *Единая концепция платформы со встроенными функциями для вакуумплотных термовесов*

TG 209 F1 Iris®

- *«Автосэмплер» также совместим и с TG 209 F1 Iris®*



Many Thanks for your Attention and Interest in our New DSC 204 *F1 Phoenix*®

