

热分析超越系列



Flash DSC 2+

STAR® 系统

创新科技

全能模块

瑞士品质



闪速差示扫描量热法
获得对材料的新见解

METTLER TOLEDO

技术创新的巨大突破 开辟新的前沿领域

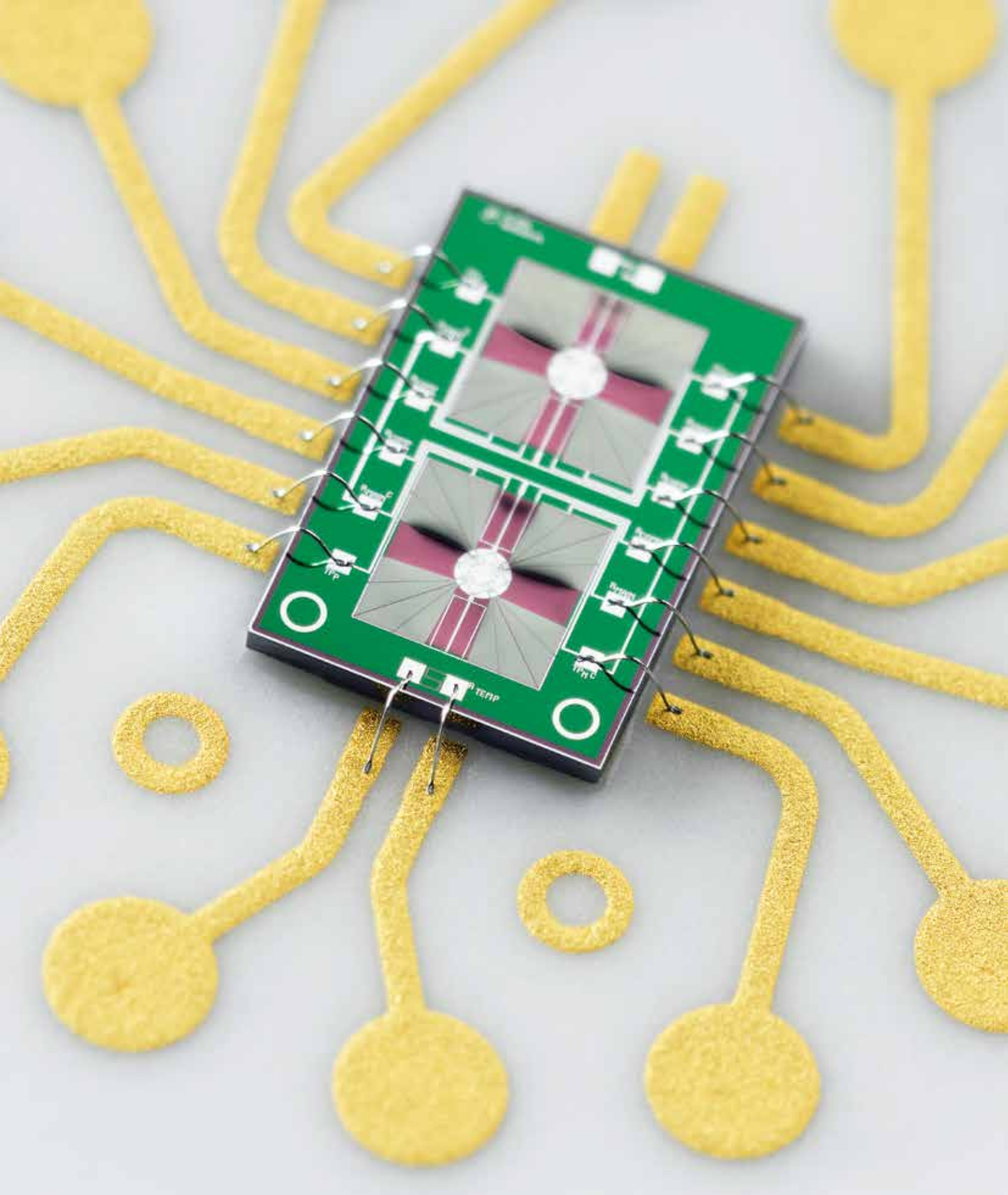
差示扫描量热法(DSC)是热分析领域最重要的方法。它可测量样品热流随温度或时间变化的函数曲线，因而能够对物理转变和化学反应进行定量测量。

Flash DSC 2+为快速扫描DSC带来了革命性变化。该仪器可分析以前无法测量的结构重组过程。Flash DSC 2+是对传统DSC的完美补充。现在，加热速率范围已超过7个数量级。

Flash DSC 2+:

- 极快的加热速率 — 防止结构重组
- 极快的冷却速率 — 可以制备具有特定结构属性的材料
- 高灵敏度 — 可以使用低升温速率进行测试，测试范围与常规DSC交叠
- 宽广的温度范围 — 执行从-95到1000 °C的测量
- 简单易用 — 轻松、快速制备样品并更换传感器，数据处理简单、方便
- 绝氧环境 — 防止测试过程中样品氧化
- 快速响应传感器 — 能够研究极为快速的反应或结晶过程动力学



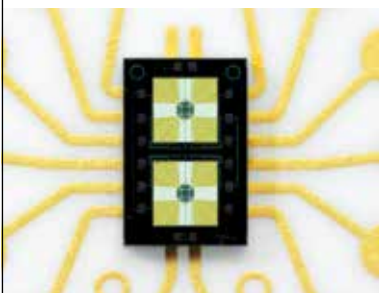


Flash DSC 2+的核心是基于MEMS (微型机电系统)技术的芯片传感器。

无可比拟的升温和降温速率 同时可以进行无氧测试

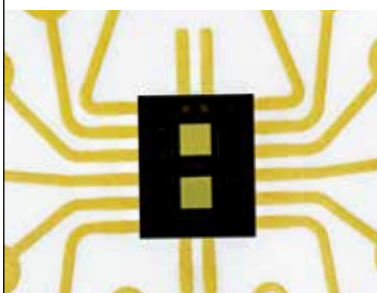
在常规DSC仪器中，为了保护传感器，将试样放在坩埚内进行测试。然而，坩埚的热容和热传导率对测量都具有显著的影响。在Flash DSC 2+中，样品直接放在MultiSTAR芯片传感器上。获得专利的动态功率补偿控制电路能够在很高的加热与冷却速率条件下进行测量，并且噪音水平极小。

MultiSTAR UFS 1传感器



全量程UFS 1传感器配有16只热电偶，并且具有很高的灵敏度与极高的温度分辨率。MEMS芯片传感器安装在一个有电路连接端口的稳定陶瓷基材上。

MultiSTAR UFH 1传感器



新开发的UFH 1传感器可以在-95至1000 °C宽广的温度范围内进行测量。时间常数极短，约为0.2 ms，使其可以达到更高的加热和冷却速率，分别为3'000'000和2'400'000 K/min。

无氧测量



宽广的温度范围能够研究各种材料的转变过程。其中一些，例如金属，会与氧发生反应(特别是在高温下)。为此，Flash DSC 2+能够避免这一类反应，使样品在无氧条件下进行测试。



两种类型的MultiSTAR传感器：UFS 1和UFH 1

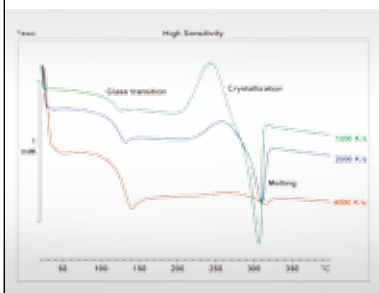
Flash DSC 2+可以用两种MultiSTAR传感器(UFS 1或UFH 1)来测试。两种MEMS芯片传感器安装在一个有电路连接端口的稳定陶瓷基材上。

梅特勒-托利多的Flash DSC 2+ 确保最大准确度

Flash DSC 2+可以帮助您制备具有确定结构(诸如在注塑过程中快速冷却期间所出现的结构)的样品。使用不同的冷却速率会影响样品的结晶行为与结构。

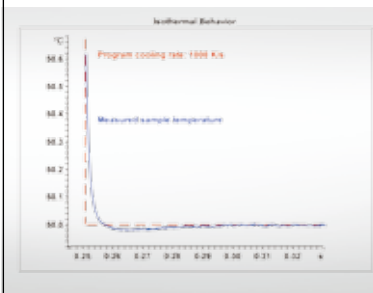
使用极高的加热速率可在不受重组过程干扰的情况下分析材料，这是因为极高的升温速率下此类过程没有时间产生。Flash DSC 2+还是研究结晶动力学的理想工具。

优异的灵敏度



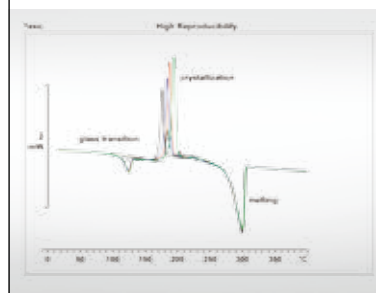
UFS 1传感器的参比端和样品端各有8对热电偶，呈星形对称排列在样品测量区域周围，从而能极其精确地测量温度。极佳的灵敏度意味着也可以在很低的升降温速率下进行测量。

更好的时间常数



时间常数是进行快速升降温扫描和等温测试的基础。时间常数越小，就越容易分离相邻的重叠热效应。UFH 1传感器的时间常数约为0.2 ms，约为常规DSC仪器时间常数的5000分之一。

高度可再现



芯片传感器的MEMS技术以及样品与传感器之间良好的热接触可实现高度可再现的测量。这可以方便地比较不同制备样品的多个测量曲线。



Flash DSC 2+是对传统 常规DSC的理想补充，可通过热分析表征现代材料和优化生产过程。

完美的人体工程学设计 是客户非常重视的品质

舒适地坐在仪器前就可完成样品的制备和安装。首先在放置于传感器上的显微镜载玻片上切割样品。然后用一根细丝将合适的样品转移到传感器上并调整好位置。

样品制备



样品制备需要使用显微镜进行辅助。显微镜同样用于将非常小的样品准确放置在传感器上。

可重复使用的芯片传感器



Flash DSC 2+的核心是基于MEMS (微型机电系统)技术的芯片传感器。样品直接放置于传感器上。使用过的传感器可存放于所提供的芯片传感器盒子中，以便在将来必要时执行进一步测量。仅用不到一分钟的时间即可完成传感器的更换。

触摸屏终端



Flash DSC 2+前面的大尺寸彩色触摸屏终端能够显示仪器的状态，易于阅读。即使不使用电脑，也可以通过触摸屏输入指令和查询信息。



Flash DSC 2+改进了传感器固定工具，使得传感器的安装更加简便、快捷，并且测试结果具有更高的重复性。

高效性 得益于实用配件

Flash DSC 2+的测试温度范围扩展到了-95 °C到1000 °C，可用于绝大多数材料的测试研究。Flash DSC 2+可以通过配置内置机械制冷进行低温测试。

芯片传感器盒



每个芯片式传感器只能用于一个样品的测试。如果您想对同一个样品进行多次测试研究，建议您将已制备好样品的传感器安全地存放在芯片式传感器盒中。

蓝盒：UFS 1/ST传感器
红盒：UFH 1/HT传感器

标准配件



仪器提供以下制备测试样品所需的工具作为标准附件：

- 有备用刀片的裁刀
- 柳叶针
- 镊子
- 皮革布
- 磨石
- 毛刷
- 发丝夹
- 载玻片
- 校准标样钢和铝

显微镜用薄片切片机 (选配件)



显微镜用薄片切片机可用于将小块粒状聚合物等材料切割成厚度为10至30 μm的薄片。然后使用随仪器提供的切样刀将薄片再切割成可用于分析测试的小试样。

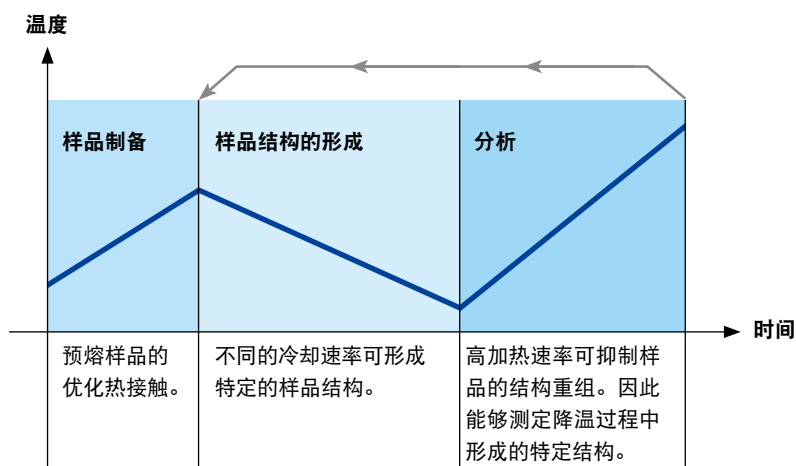


螺丝密封盖确保了无氧测试条件。它可以密封测量单元并防止与周围环境的气体交换。

卓越的性能 获得新的结果

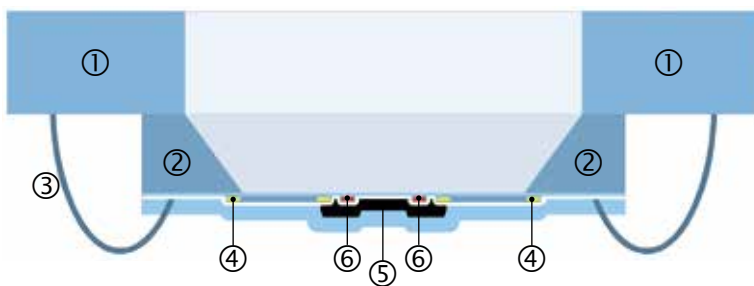
测量原理：只有当样品足够小并且与传感器热接触良好时，才能实现高加热或冷却速率。样品在第一次升温过程中熔融，从而极大地改善了与传感器的热接触。通过在宽广的温度范围内改变降温速率，能够获得特定的样品结构。

在第二次加热过程中，由于加热速率非常高，样品没有时间发生结构重组。巨大的升温 and 降温速率范围，允许用户在一次实验中测量许多不同的样品结构。

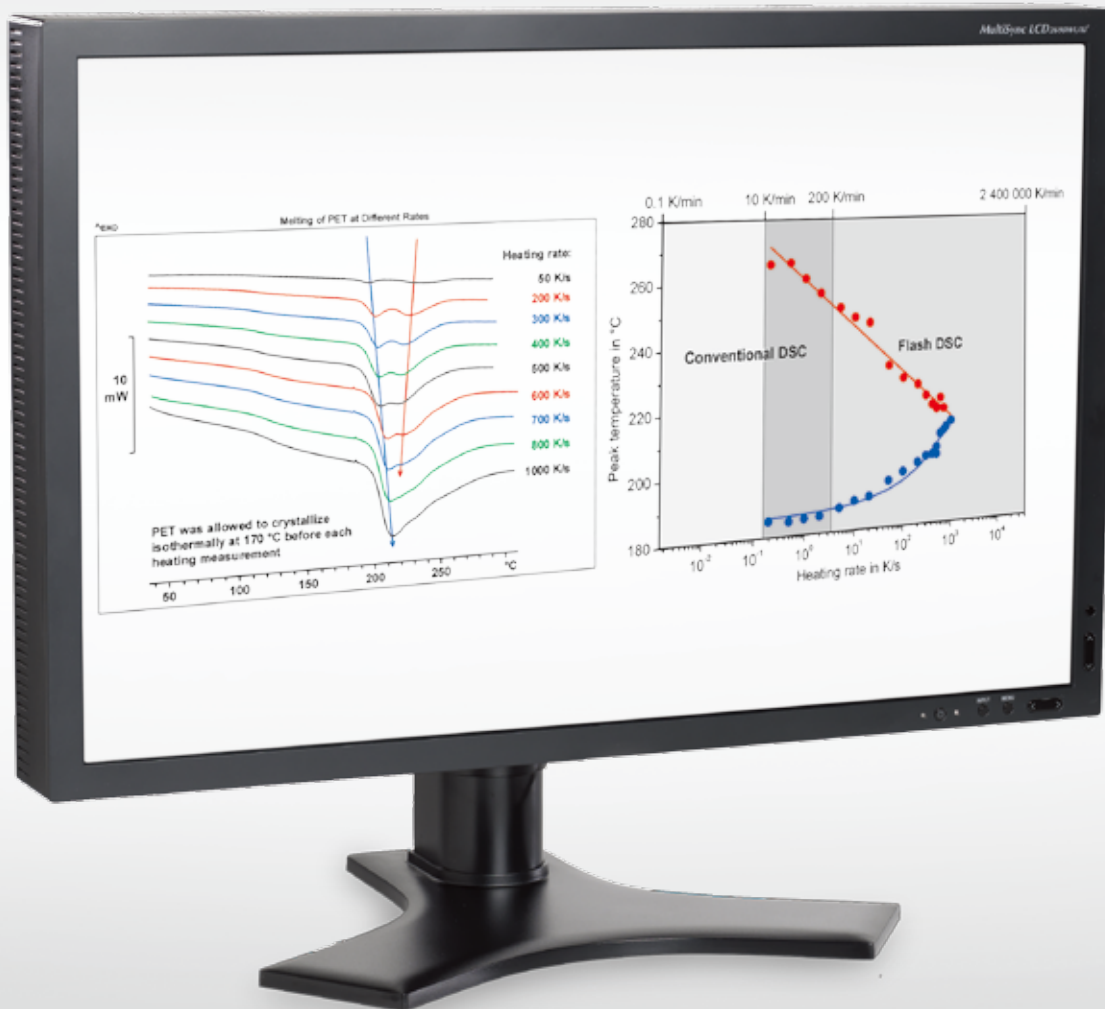


芯片传感器原理

传感器的样品和参比侧均有两个热阻式加热器，能够按照所需的温度程序进行加热。较小的加热器用于补偿控制(动态补偿控制)。使用对称排列于传感器样品和参比侧上测量区域周围的两组8对的热电偶对热流进行测量。



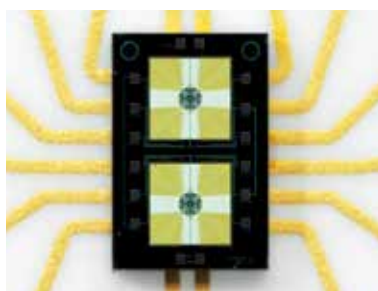
- 1. 陶瓷板
- 2. 硅支架
- 3. 连接线
- 4. 电阻加热器
- 5. 铝板(样品区)
- 6. 热电偶



聚对苯二甲酸乙二醇酯(PET)的结构重组

许多聚合物在加热时，在DSC测量曲线中表现出结构重组效应。曲线因此并不呈现原本存在于样品中的微晶的融化。在此以在170 °C下等温结晶5分钟的PET样品来加以说明，然后再降至室温来证明的。在0.2 K/s和1000 K/s之间的加热速率下的测量曲线显示两个峰值。随着加热速率的提高(蓝色箭头)，较低温度下的峰值向高温方向迁移。

这是由于最初的微晶熔融所出现的峰。高温峰值向低温方向迁移(红色箭头)。该峰的出现是由于在测量过程中结构重组产生微晶的熔融。在1000 K/s时只观察到一个峰值，在此升温速率下几乎不会发生结构重组。



均匀的温度分布

芯片传感器的样品测量区域由氮化硅和二氧化硅制成，涂有铝薄层，这使得传感器上的温度分布非常均匀。有效测量区域的厚度仅约2.1 μm，因此时间常数主要取决于样品。

未来的新材料

Flash DSC给出答案

Flash DSC 2+是通过热分析表征当代材料和优化生产过程的理想新工具。

高分子材料、多晶型物质及许多复合材料和共混物具有亚稳态结构，这些结构的形成取决于生产过程中的冷却条件。在加热过程中，可能会出现重组过程，例如不稳定微晶的熔融和重结晶或相分离等。通过改变加热速率，可以研究升温过程中加热速率对结构重组的影响。

Flash DSC可以模拟发生快速冷却的工艺过程。从而获得在接近生产工艺的过程条件下添加剂(如：成核剂)对材料结构形成的影响。等温测试可以获得在几秒钟之内发生的快速转变或反应的动力学信息。

在材料分析和开发过程中，快速测量可以节省很多时间。通过对实际生产工艺冷却速率下形成的材料结构进行研究，可以提高产品的质量。测量数据可用于模拟计算和优化生产条件。

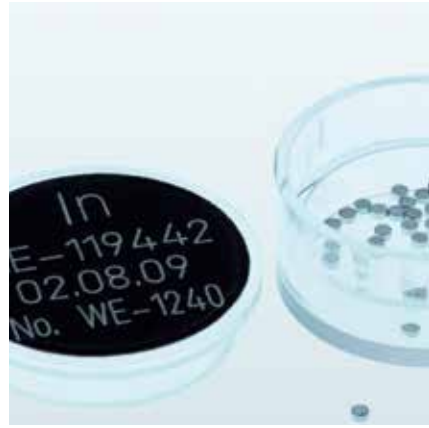
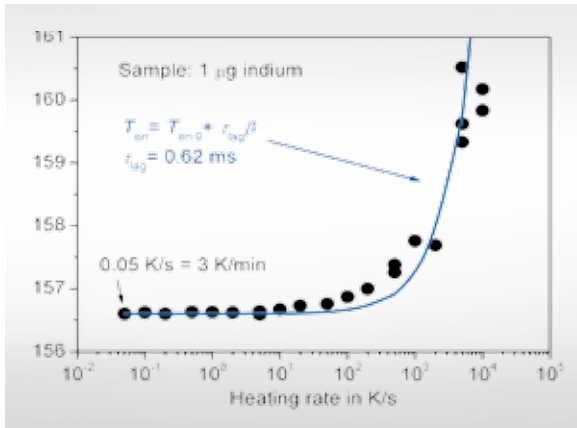
Flash DSC的应用范围

- 对材料结构形成过程进行详细分析
- 直接测量快速结晶过程
- 测定快速反应的反应动力学
- 在接近生产工艺条件下研究添加剂的作用机理
- 在很短的时间内对材料进行全面的热分析
- 对微量样品进行分析
- 测定用于模拟计算的数据



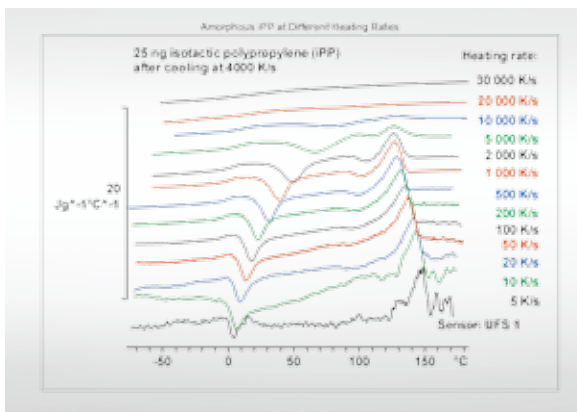
Flash DSC 2+具有宽广的温度范围，是表征许多金属合金的理想工具。

不同升温速率下钢的熔融



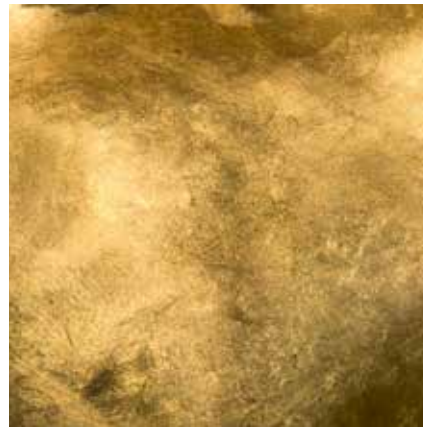
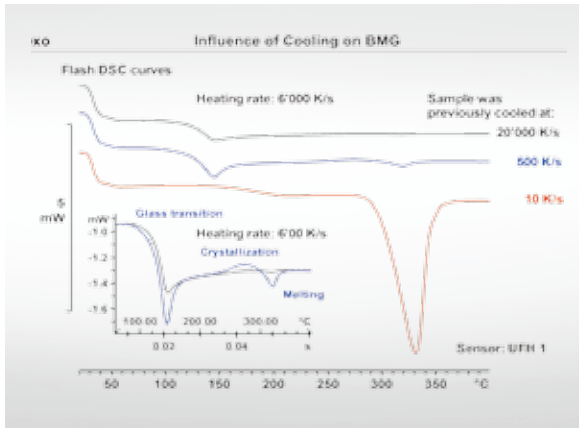
使用UFS 1传感器在0.05 K/s和10'000 K/s之间的不同加热速率下测量铟(1 µg)的熔融。与常规DSC一样，传感器和样品之间的热传导(热滞后)会影响测量的起始温度 T_{on} 。如果不进行修正， T_{on} 会随升温速率的增大而线性增大。对于Flash DSC 2+来说也是如此。为了适应大范围升温速率，横坐标在图中以对数形式显示。因此，线性函数如蓝色曲线所示。

无定形IPP的结构重组



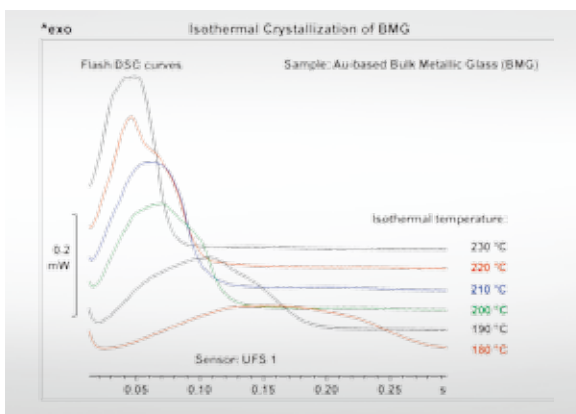
将聚丙烯由熔体状态以4 000 K/s降温可以得到无定形全同立构聚丙烯(iPP)。然后以5 K/s至30 000 K/s的加热速率对获得的材料进行测量。玻璃化转变出现在0 °C以下，然后冷结晶导致出现放热峰。当温度高于100 °C时，微晶熔化。当加热速率较高时，冷结晶峰向高温方向迁移，熔融峰向低温方向迁移。当升温速率高于1000 K/s以后，峰面积明显变小，直到达到30'000 K/s，此时样品不再发生结构重组。

以不同速率降温的金基金属玻璃(BMG)合金的升温测试曲线



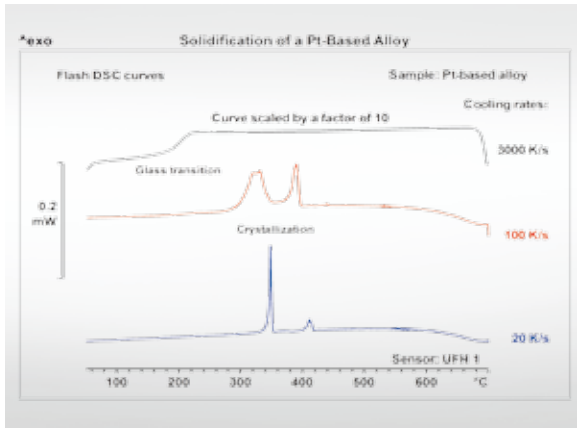
该图显示了以6000 K/s升温速率测量的金基BMG合金的升温测试曲线。预先将样品在配备有UFS 1传感器的Flash DSC 2+中以20'000、500和10 K/s的速率降温。以10 K/s的速率降温后，样品完全结晶。升温曲线显示了300和350 °C之间的熔融峰。BMG合金在500和20'000 K/s下降温后形成了无定形态。样品在升温过程中少量结晶，这解释了小融化峰出现的原因。在局部放大图中，结晶和熔融的热效应都被放大了。

BMG合金的等温结晶



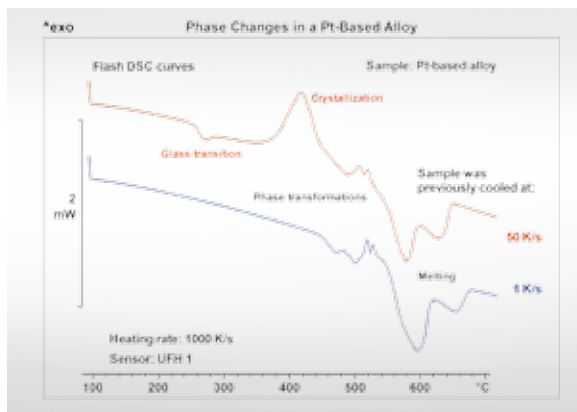
Flash DSC 2+配备的UFS 1传感器的信号时间常数非常小，因此能够在毫秒级的时间尺度上进行等温测试研究。该示例中我们将BMG合金以30000 K/s的升温速率由室温升温至等温结晶温度，观察其在不同温度下的等温结晶曲线。每条曲线所对应的结晶温度标注在右侧。结晶峰的最大值大约出现在40~160 ms。

Pt基BMG合金的降温测试曲线



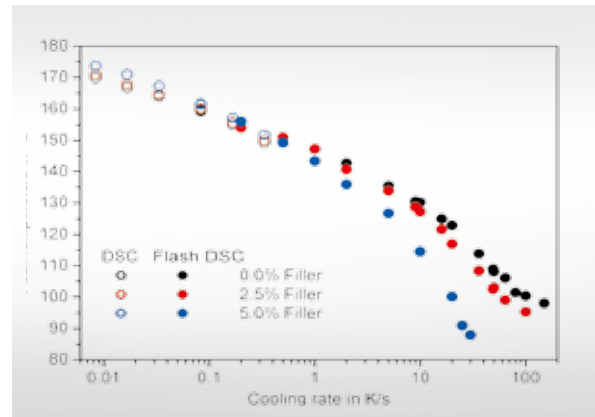
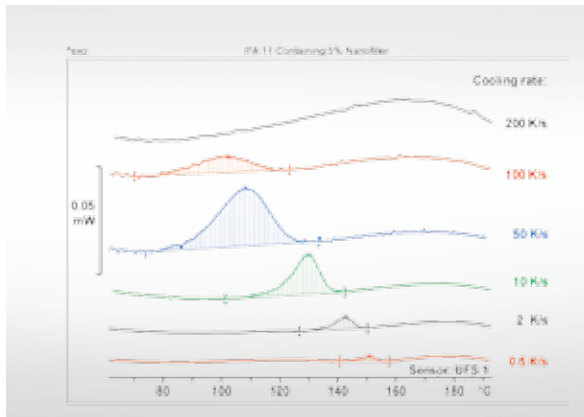
该示例是对铂基金属合金以不同的速率降温的测试曲线，测试温度范围为700~50 °C。为了能够在一张图中显示所有的热流曲线，我们将3000 K/s下的降温曲线除以10以缩小坐标。在较低的降温速率(20 K/s和100 K/s)时，降温曲线上可以观察到两个结晶峰。而当以3000 K/s降温时，样品仅显示一个玻璃化转变，这说明样品的结晶过程完全被抑制了，只形成了无定形态。

Pt合金的结晶、固-固转变和熔融



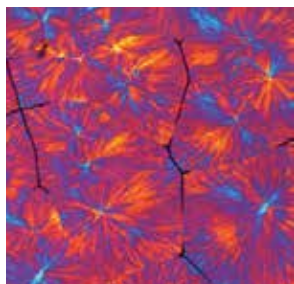
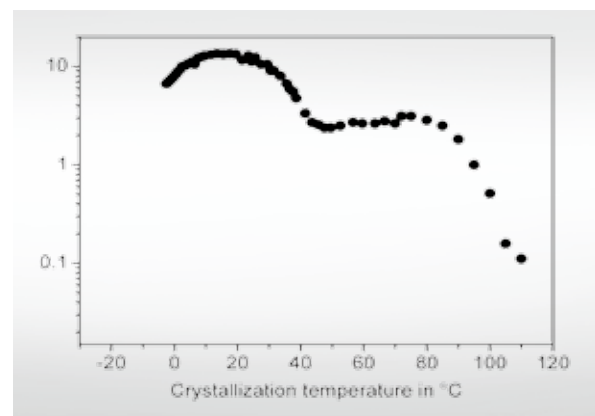
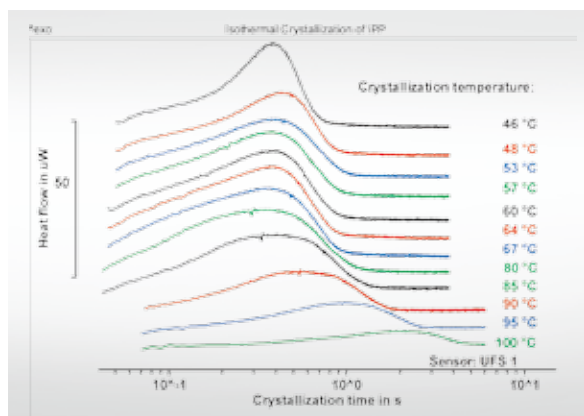
该示例中预先以1 K/s和50 K/s的速率从熔体状态冷却金属合金。然后以1000 K/s加热时，缓慢冷却的合金(1 K/s，黑色曲线)在约580 °C呈现固-固转变，在更高的温度下熔融。而较快冷却的样品(50 K/s，红色曲线)最初为无定形状态，在250 °C是呈现玻璃化转变，随后发生结晶。

PA 中的纳米填料



聚酰胺11 (PA 11)的性能可以通过添加纳米粒子填料和使用合适的加工条件(例如齿轮的注塑)来优化。填料在实际冷却速率下的效应会影响微晶的尺寸,从而影响材料的机械性能。在Flash DSC和常规的DSC仪器中,以不同的冷却速率测量具有0%、2.5%和5%纳米填料含量的三个PA 11样品。但在较高的降温速率下变小。在200 K/s时,样品不再结晶。当以峰值温度作为降温速率的函数显示时,冷却速率对填料效应的影响变得明显。在低于0.3 K/s (20 K/min)的降温速率下,未填充的PA 11首先结晶。相反,在较高的降温速率下,即接近实际工艺的条件下,纳米粒子会起到结晶促进剂的作用。

iPP 的等温结晶



为了测量等规聚丙烯(iPP)的等温结晶行为,首先以2000 K/s的速率将熔体冷却到110 °C和-20 °C之间的不同结晶温度。在降温过程中不会形成结晶结构。之后,在等温条件下测量结晶过程。放热结晶峰的峰值出现在0.05 s至10 s之间。使用峰值时间的倒数来表征结晶速率,对结晶温度做图,所得曲线在约20 °C时呈现最大值。在温度较低时,聚丙烯主要以均相成核结晶为主,结晶速度很快。测量曲线还显示了结晶动力学随温度的变化。

简单、直观的操作 直接、高效且安全

STAR^e软件经过扩展，包含了新的功能，可帮助您针对特定实验准备Flash DSC 2+仪器，开发高级分析方法并执行灵活的结果评估。复杂的测量程序可在数分钟内完成设置，大量的可用工具允许准确、高效地评估曲线。

图形方法开发



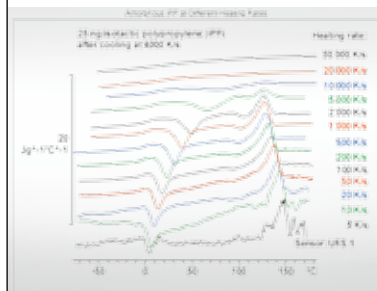
可以在STAR^e软件的方法窗口中编辑任何类型的温度曲线，最多200个温度段。大量针对Flash DSC的复杂操作——例如循环或条件终止——有助于实现精心设计的实验，帮助产生准确的结果。

实验窗口



实验窗口允许您选择一种方法并输入指定实验的相关数据。在典型的Flash DSC实验中，这些数据包括新传感器的调试和校正程序。

灵活评估的基准



实验窗口允许您选择一种方法并输入指定实验的相关数据。在典型的Flash DSC实验中，这些数据包括新传感器的调试和校正程序。



软件支持

在典型的Flash DSC实验中，测试结果与升温、降温速率或等温时间相关。实验通常仅需要极短的时间就能完成，而样品制备需要更多的时间，分析和解读数据需要的时间最长，但同时也是Flash DSC实验中最有趣的部分。STAR®软件已扩展新的功能，以满足Flash DSC的测试需求。例如，几分钟内即可建立复杂的测试程序，可以高效地分析处理大量的曲线。

世界级的服务与技术支持 提供您可信赖的测试结果

梅特勒-托利多的服务产品组合旨在确保热分析系统的持续稳定和可靠性。经过瑞士总部的培训，我们的全球团队将凭借专业的知识，技能及经验，为您提供最高水平的技术支持，并根据您的特殊需求优化服务。

有趣且全面的应用资料



网上技术交流讲座
www.mt.com/ta-webinars
www.mt.com/ta-ondemand

手册
www.mt.com/ta-handbooks

视频
www.mt.com/ta-videos

综合培训



如果您想自学，可以购买Tutorial Kit《教程工具包》，其中包括23种精心挑选的应用示例和相应的测试物质。

www.mt.com/ta-tutorial

课堂培训仍是有效的学习方法。

www.mt.com/ta-training

注册参加在线培训课程！

www.mt.com/ta-ettraining

每年出版两次的应用杂志



每年在热分析方面的大量科研成果和研究发现。我们的UserCom杂志上会发表来自不同应用领域和行业的有趣案例。

www.mt.com/ta-usercoms



小组沟通互动的培训形式为参与者和讲师营造了一种非常有利的学习环境。

闪电DSC 2+ (Flash DSC 2+)技术指标

温度参数

| | | |
|------|----------|--|
| 温度范围 | 空气冷却 | RT to 1000 °C (UFH 1) / RT to 500 °C (UFS 1) |
| | 机械制冷(一级) | -35 to 1000 °C (UFH 1) / -35 to 450 °C (UFS 1) |
| | 机械制冷(二级) | -95 to 1000 °C (UFH 1) / -95 to 420 °C (UFS 1) |
| 降温速率 | | UFH 1: 6 to 2'400'000 K/min (or 0.1 to 40'000 K/s) UFS 1: 6 to 240'000 K/min (or 0.1 to 4'000 K/s) |
| 升温速率 | | UFH 1: 6 to 3'000'000 K/min (or 0.1 to 50'000 K/s) UFS 1: 6 to 2'400'000 K/min (or 0.1 to 40'000 K/s) |

传感器

| | |
|----------|--|
| 传感器膜材料 | 硅/氮化硅(UFH 1) / 氮化硅(UFS 1) |
| 热电偶 | 4 (UFH 1), 16 (UFS 1) |
| 信号时间常数 | 大约0.2 ms (UFH 1); 大约1 ms (UFS 1) |
| 样品量UFS 1 | 大约5 - 400 ng (有机材料, 聚合物); 100 - 10000 ng (金属) |
| 样品量UFH 1 | 大约5 - 100 ng (有机材料, 聚合物); 50 - 5000 ng (金属) |

闪电DSC传感器

| | |
|------------------------|-------------------------|
| 传感器类型 | UFH 1 (高温型)或UFS 1 (标准型) |
| 最大热流信号P _{max} | ±20 mW |
| 热流信号噪音 | rms < 0.5 µW (典型) |
| 热流信号等温漂移 | < 5 µW/h (典型) |

测试气体条件

| | |
|------|-------------------------|
| 绝氧环境 | < 50 ppm O ₂ |
|------|-------------------------|

显示终端

| | |
|------|-----------------------------|
| 触摸控制 | 彩色TFT; WVGA 7", 800 x 480像素 |
|------|-----------------------------|

信号检测

| | |
|---------|--------------------------------|
| 采点频率 | Max. 10 kHz (10000点/s) |
| 温度信号分辨率 | 7.5 mK (UFH 1), 2.5 mK (UFS 1) |
| 温度信号噪音 | rms < 0.01 K (典型) |

通讯

| | |
|-------|-----|
| 计算机连接 | 局域网 |
|-------|-----|

尺寸

| | |
|---------------------|-----------------|
| 仪器尺寸 (宽 x 长 x 高) | 45 * 60 * 50 cm |
|---------------------|-----------------|

符合

IEC/EN 61010-1, IEC/EN61010-2-010 and IEC/EN61010-2-081
CAN/CSA C22.2 No. 61010-1, No. 61010-2-010 and No. 61010-2-081
UL Std. No. 61010-1
IEC/EN61326-1 (class B)
IEC/EN61326-1 (industrial requirements)
FCC, Part 15, class A
AS/NZS CISPR 11, AS/NZS 61000.4.3

www.mt.com

访问网站, 了解更多信息

梅特勒-托利多
实验室/过程分析/产品检测设备
地址: 上海市桂平路589号
邮编: 200233
电话: 021-64850435
传真: 021-64853351
E-mail: ad@mt.com

工业/商业衡器及系统
地址: 江苏省常州市新北区
太湖西路111号
邮编: 213125
电话: 0519-86642040
传真: 0519-86641991
E-mail: ad@mt.com



欢迎添加实验室微信号



微信号: MT-LAB

欢迎添加工业微信号



微信号: MT-IND

欢迎添加过程分析微信号



微信号: MTPROC

欢迎添加产品检测微信号



微信号: MTPICN

欢迎添加零售业微信号



微信号: MT-RET

梅特勒-托利多始终致力于其产品功能的改进工作。基于该原因, 产品的技术规格亦会受到更改。如遇上述情况, 恕不另行通知。
12320679 Printed in P.R. China 2018/08