

Audio test:



# Termická analýza



## Vysokorychlostní DSC

Přednášející: Doc. Jiří Sopoušek

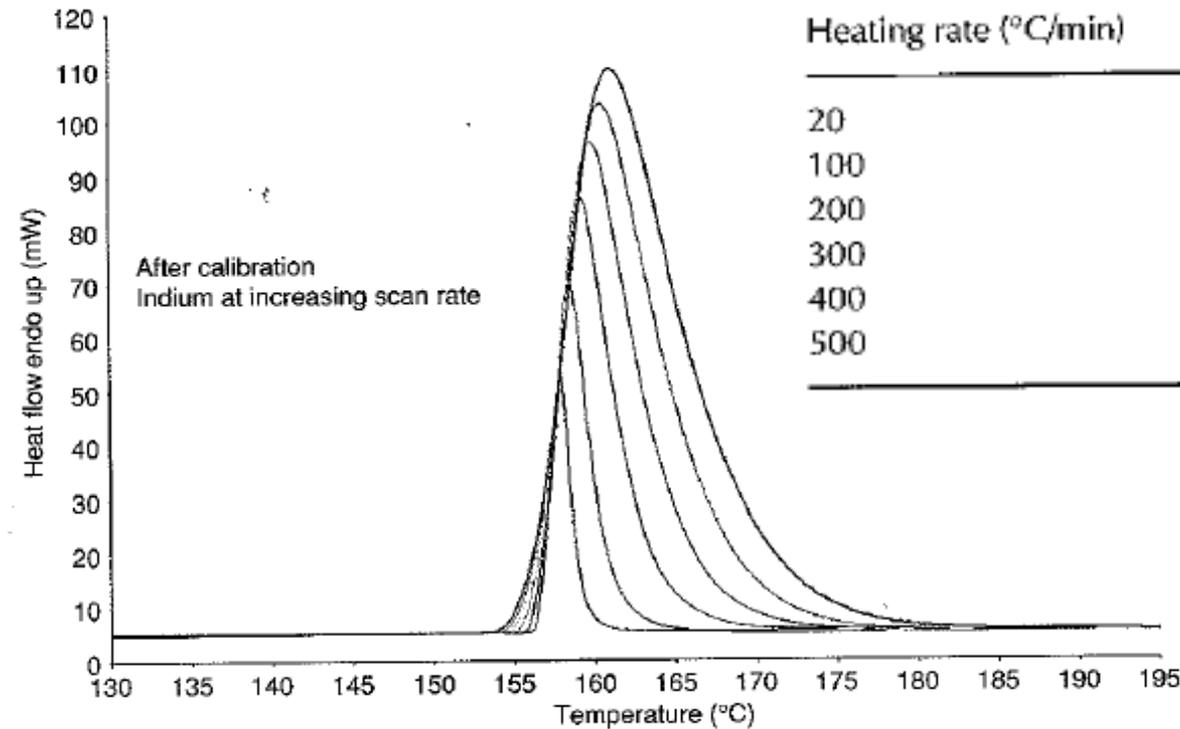
# Obsah

- Vysokorychlostní DSC (Perkin Elmer 1985)
- Rychlý ohřev nebo chladnutí
- HyperDCS™ (hsDSC)

# Vliv rychlosti na standard In pro DSC

**Table 2.1** Onset and heat of fusion data from indium scanned at rates of up to 500°C/min after calibration showing that measurement of both temperature and energy is quantitative

Heating rate (°C/min)	Onset temperature (°C)	Heat flow (J/g)
20	156.60	28.81
100	156.74	28.35
200	156.67	28.43
300	156.74	28.58
400	156.69	28.32
500	156.75	28.57



**Signál je  
úměrný  
rychlosti  
ohřevu  
(chlazení)**

**Figure 2.1** Indium after calibration, heated at rates of up to 500°C/min.

# Realizace

**Ohřev: malá hmotnost vzorku (cca 2-5mg) i pece, vysoký topný a chladicí výkon.**

**Pracovní plyn: helium, chlazení liquid N2**



# Použití

**Studium vzorků v metastabilních stavech ( $T_g$ , čistota),  
Eliminace rovnovážných konkurenčních dějů**

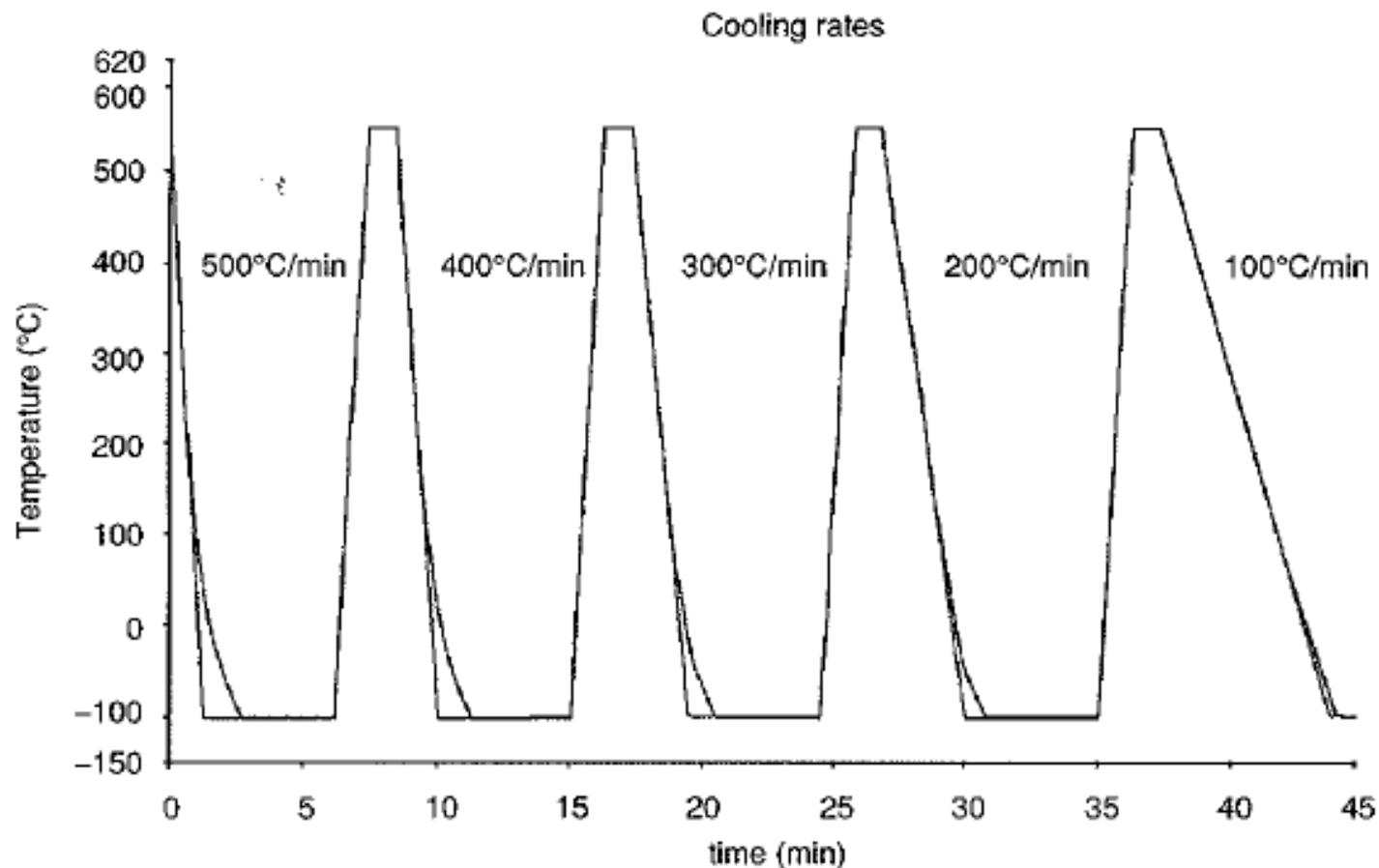
**Eliminace teplotních prodlev.**

**Separace signálů různých kinetických dějů (např.  
odpaření rozpouštědla a  $T_g$ )**

**Forensické měření (um vzorky)**

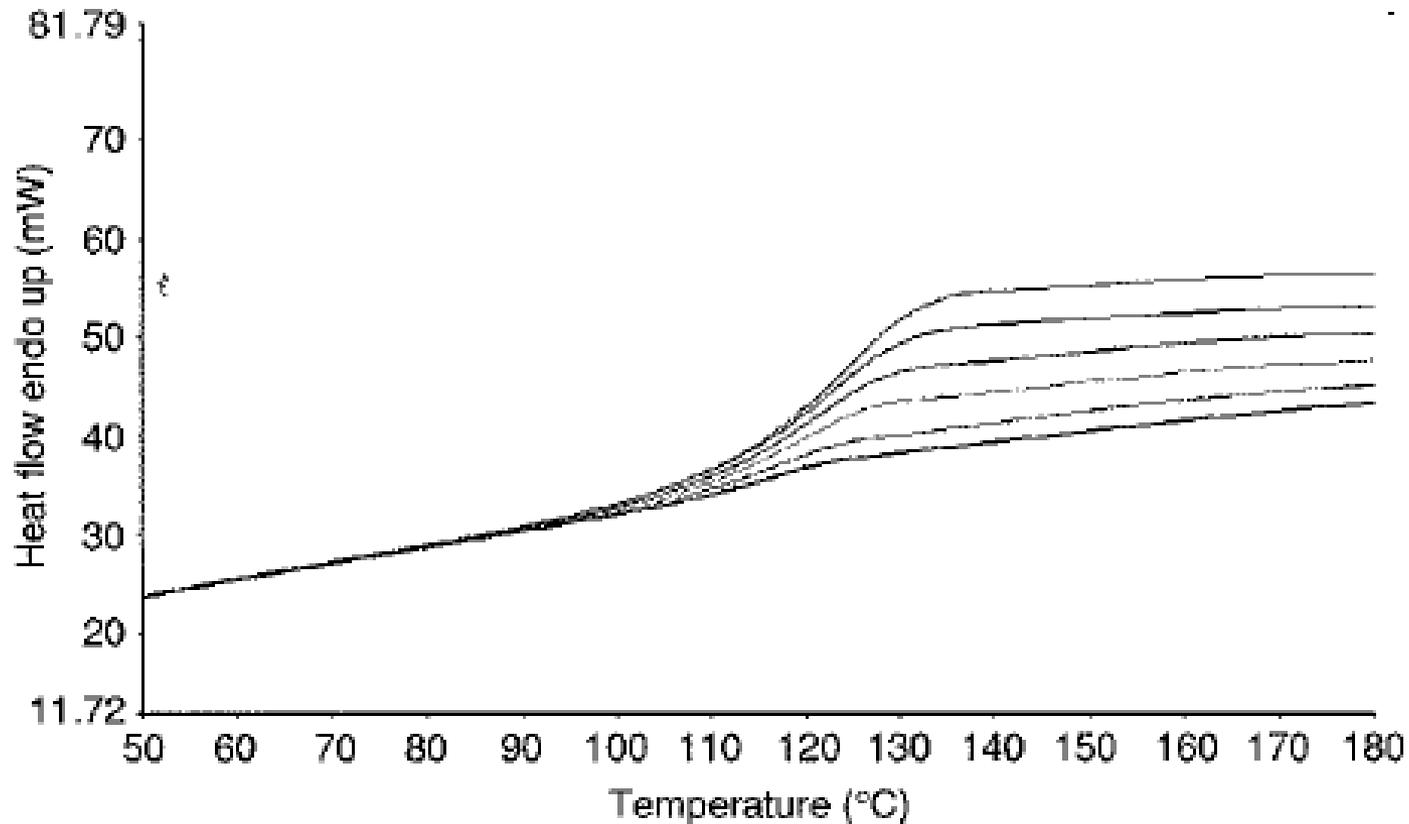
**Některé aplikace: studium vzorků citlivých na nečistoty v  
plynu,...**

# Teplotní režim



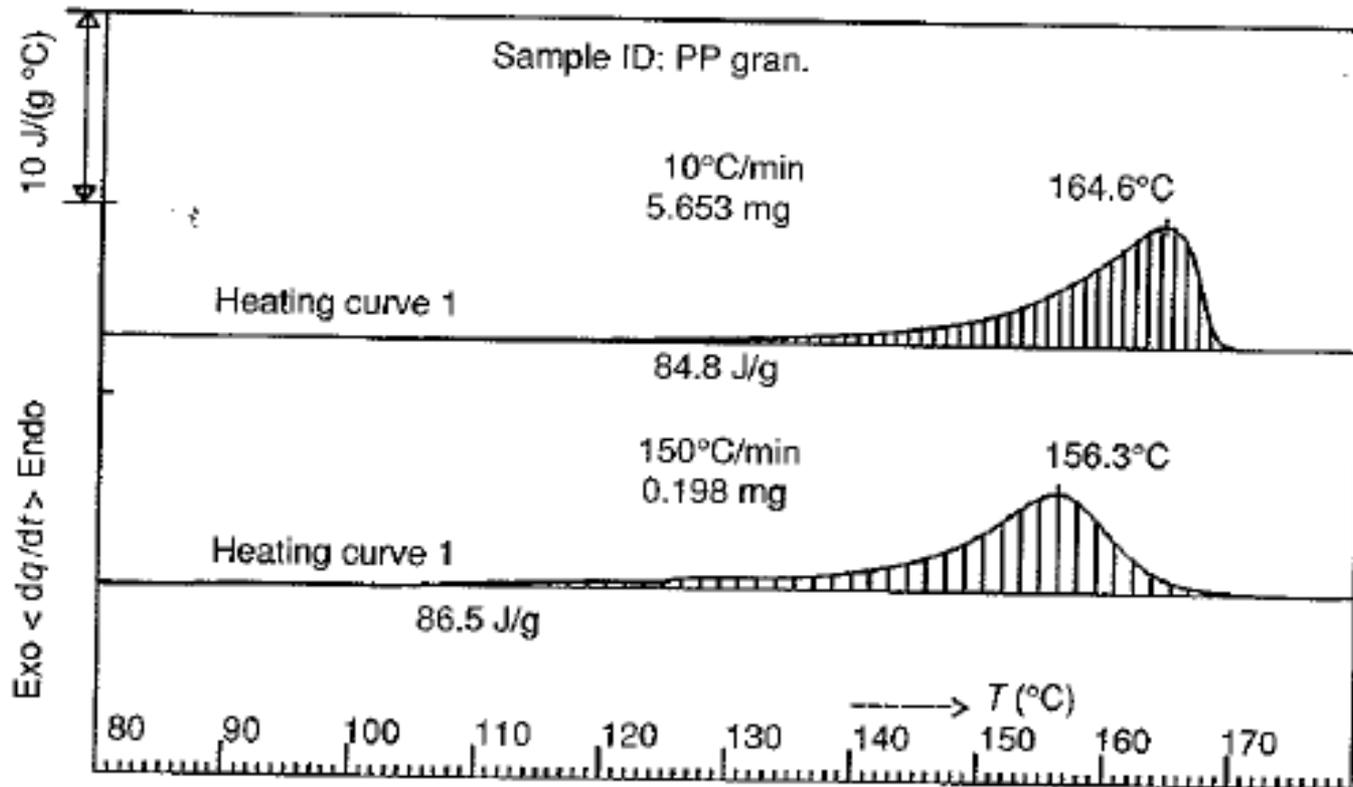
**Figure 2.4** Cooling rates achieved with power compensation DSC equipped with liquid nitrogen cooling. The figure shows program temperature with the actual scan rate, which shows deviation at the lower temperatures. Rates of 200°C/min are achievable through the ambient region.

# Zvýšení citlivosti



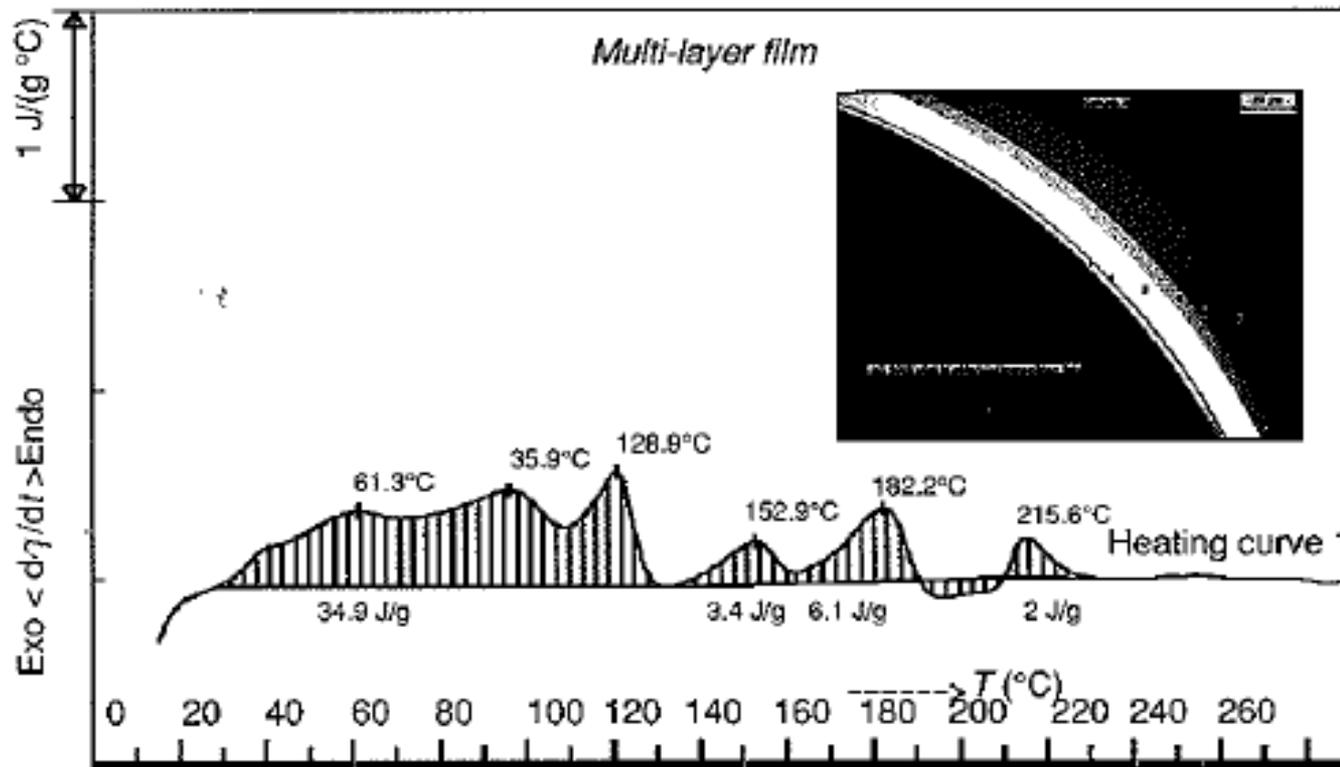
**Figure 2.6** Increasing scan rate increases the size of the glass transition of PMMA. The increased sensitivity makes it possible to measure transitions that are difficult to see at low scan rates.

# Zamezení posuvu tání k vyšším teplotám



**Figure 2.7** In the example above, polypropylene heated at 150°C/min melts at a lower temperature and with a broader profile than a sample heated at 10°C/min. Heating faster prevents any annealing processes which will displace the melting profile to higher temperatures. (Courtesy of Pijpers and Mathot.)

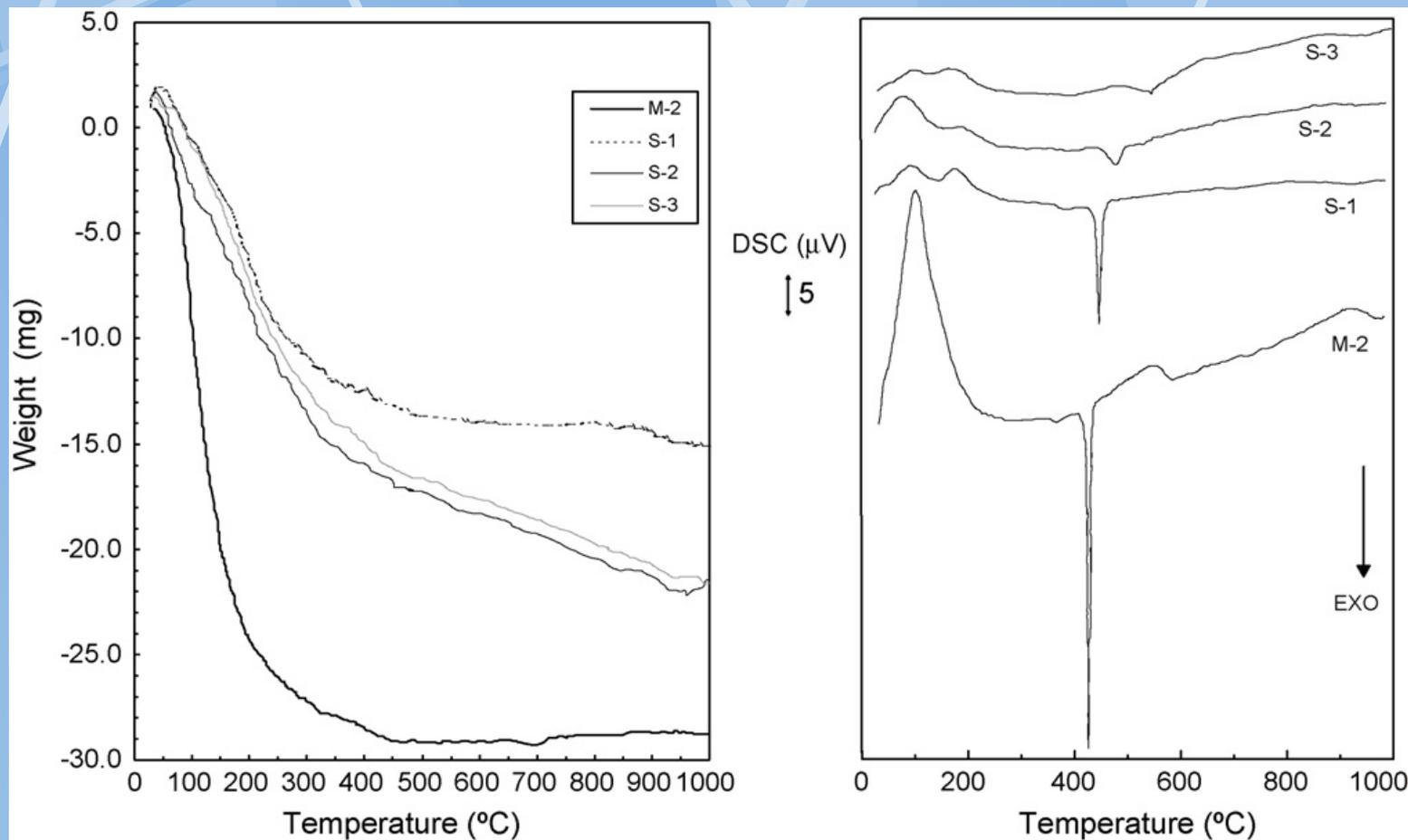
# Rozlišení signálu vícevrstvého materiálu



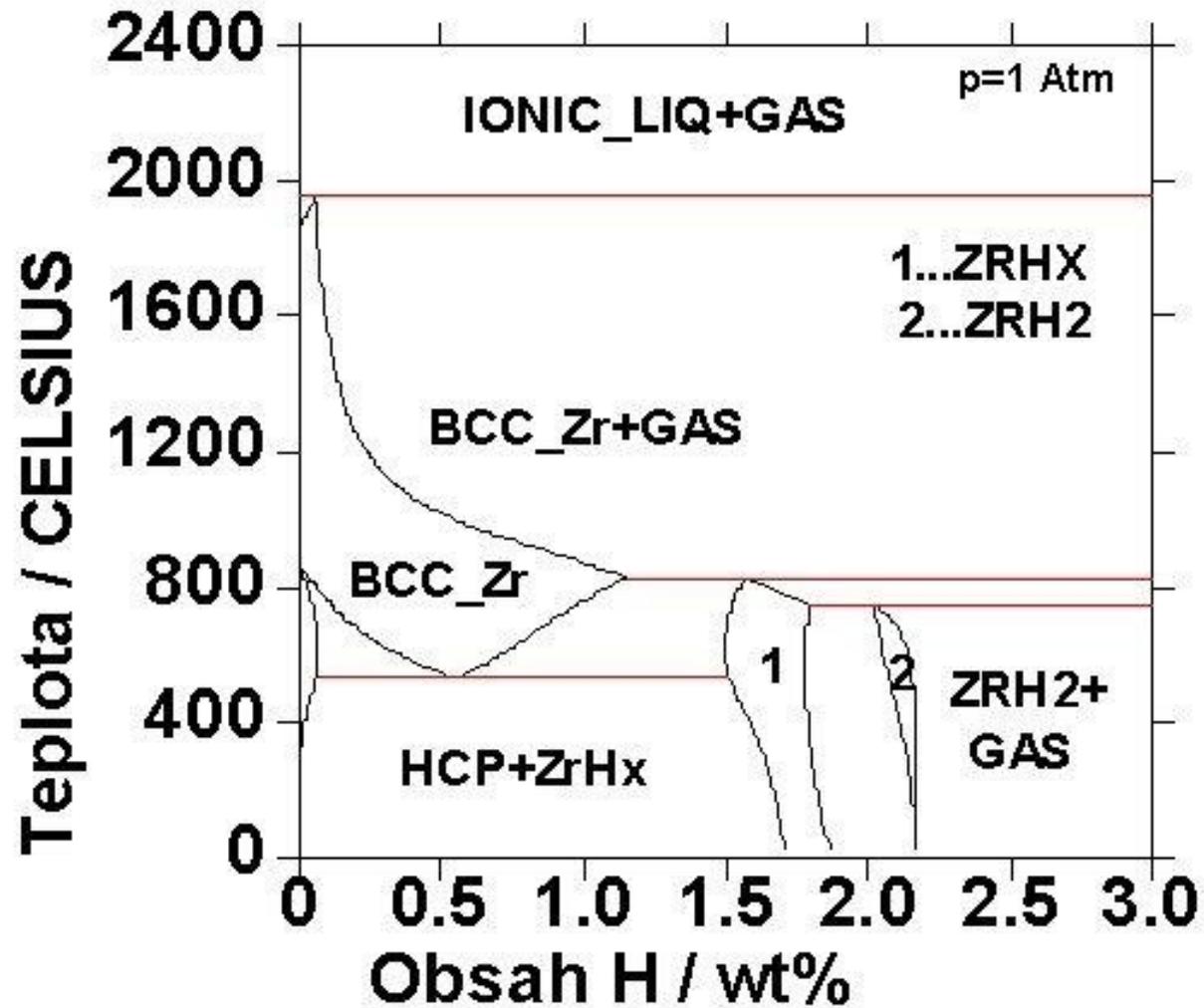
**Figure 2.9** This shows the ability to distinguish a range of polymers of a multilayer film from their melting profile. In this case, the polymer is a thin film coated on the surface of a substrate from which it cannot easily be removed, heated at 150°C/min. At low rates sensitivity is insufficient to make these types of measurements. (Courtesy of Pijpers and Mathot.)

# Diskuze

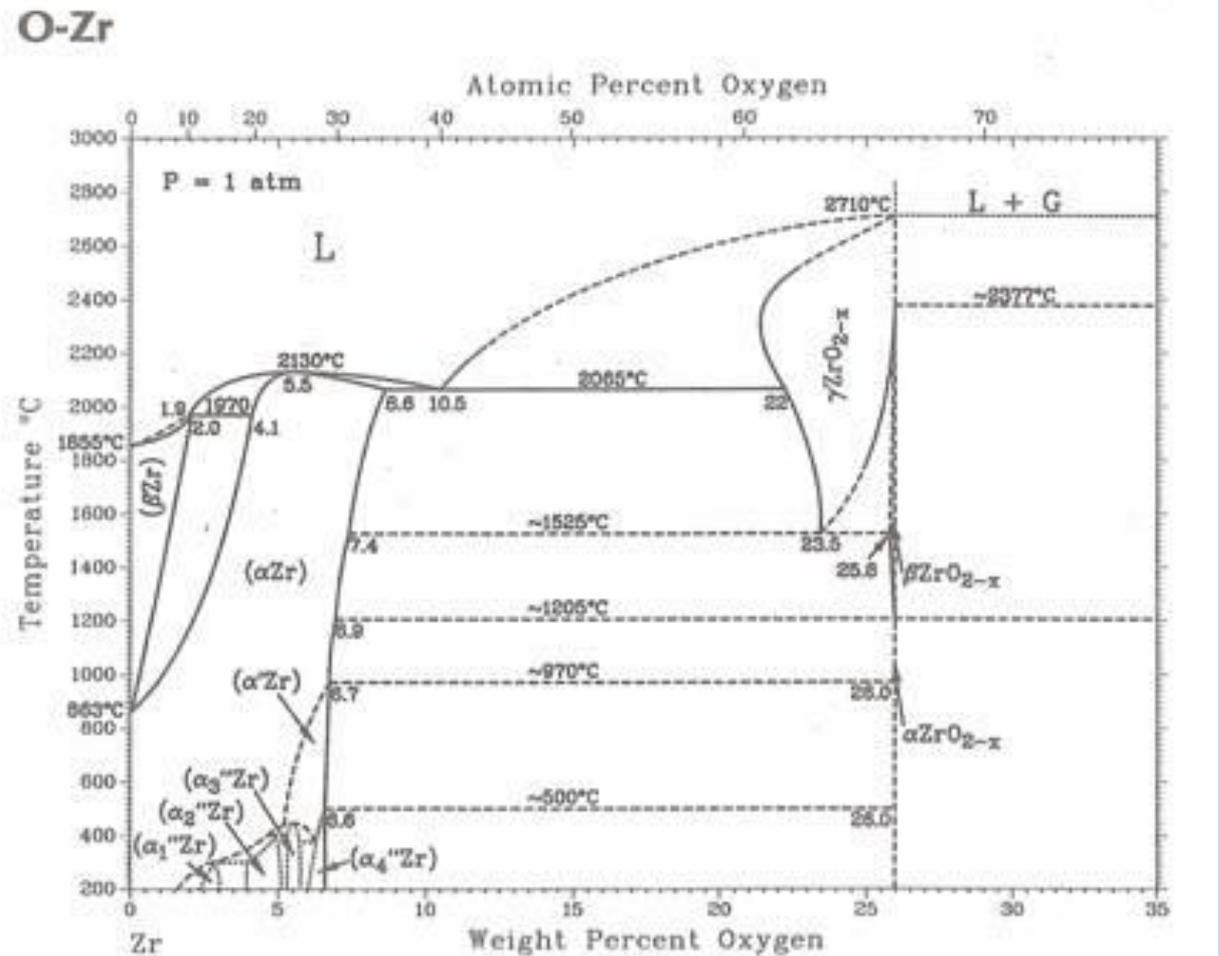
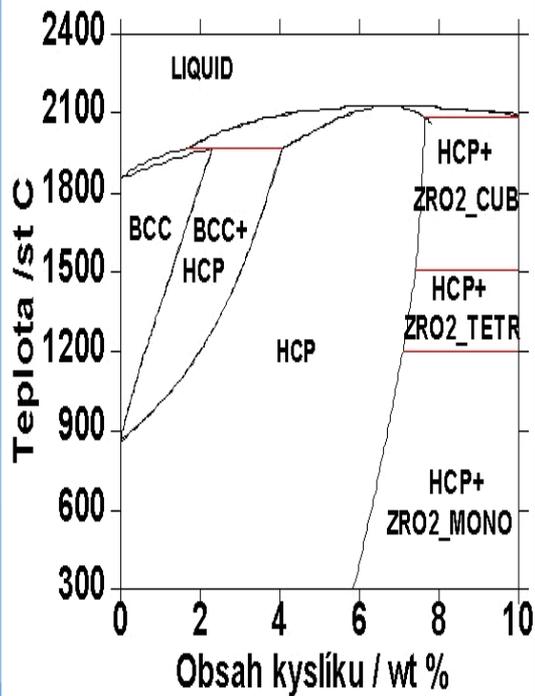
## DSC zirkonia, ztráta vodíku



# Zr-H system



# Zr-O system



# Zr-O-H system

