



TA Instruments  
ANALISIS TERMICO





# CALORIMETRÍA DIFERENCIAL DE BARRIDO

---

Calorímetros Diferenciales de Barrido que ofrecen un desempeño superior con una flexibilidad incomparable para la más variada gama de aplicaciones



## ESPECIFICACIONES DEL DSC Q2000



El Q2000 es un DSC de tipo de investigación avanzada con un desempeño superior en la linealidad de la línea base, precisión, sensibilidad, y resolución. Su tecnología Tzero® Avanzado, junto con otras múltiples características exclusivas de hardware y software hacen del Q2000 un instrumento poderoso, flexible y fácil de usar. Como opciones están disponibles el DSC Modulado® y el confiable automuestreador de 50 posiciones. Una característica adicional de alto valor es el software Platinum™, el cual permite la planificación automática de pruebas diseñadas para mantener al Q2000 consistentemente en óptimas condiciones de operación. Con sus accesorios disponibles como el nuevo fotocalorímetro, el DSC a Presión, y una amplia gama de sistemas de enfriamiento, hacen del Q2000 un DSC bien equipado para satisfacer al investigador más demandante.

## Tecnologías

Tecnología Tzero®	Avanzada
MDSC®	Disponible
Medición Directa de Cp	Incluida
Software Platinum™	Incluido

## Características de Hardware

Pantalla SVGA Táctil a Color	Incluida
Celda Tzero Reemplazable por el Usuario:	Si
Automuestreador de 50 posiciones:	Incluido
Autolid II:	Incluido
Controlador Digital de Flujo Másico Doble:	Incluido
Rango Completo de Accesorios de Enfriamiento (LNCS, RCS90, RCS40, FACS, QCA):	Disponible
DSC a Presión:	Disponible
Fotocalorímetro	Disponible

## Desempeño de DSC

Rango de Temperatura:	Ambiente a 725°C,
Con accesorios de enfriamiento:	-180°C a 725°C,
Exactitud de temperatura:	± 0.1°C
Reproducibilidad de temperatura:	± 0.01°C
Reproducibilidad calorimétrica:	± 0.05%, basada en estándar metálico Indio.
Precisión calorimétrica:	± 0.05%, basada en estándar metálico Indio.
Margen Dinámico de Medición	>± 500 mW
Curvatura de Línea base (-50° a 300°C)	10 µW;
Reproducibilidad de línea base:	± 10 µW;
Sensibilidad calorimétrica:	0.2 µW (2:1 señal a ruido),
Relación altura/ancho Indio:	60 mW/°C

\*Relación altura/ancho del Indio: 1.0 mg In calentado a 10°C/min en atmosfera de N2.  
(Un número mayor indica un mejor desempeño).

# ESPECIFICACIONES DEL DSC Q20



La Serie Q20 (Q20, AQ20, Q20P) son módulos DSC efectivos en costo, fáciles de usar, y de propósitos generales, con un desempeño calorimétrico igual o superior a muchos modelos de tipo investigación de la competencia. Estos son instrumentos de nivel básico basados no solo en el desempeño, sino en las opciones disponibles. La familia Q20 es ideal para la investigación, enseñanza, y aplicaciones de control de calidad que requieren de un DSC básico, robusto y confiable. El AQ20 está diseñado para el análisis de hasta 50 muestras de manera secuencial sin atención del usuario. Los Q20 y A20 incluyen un controlador de flujo másico doble integrado y están disponibles con MDSC®. El Q20P está diseñado para realizar estudios en materiales sensibles a la presión o para muestras que pueden volatilizarse con el calentamiento.

Características de Hardware	Q20	AQ20	Q20P
Celda Tzero (fija)	Incluida	Incluida	—
Celda reemplazable por el usuario	—	—	Incluida
Automuestreador de 50 posiciones	—	Incluido	—
Autolid	—	Incluido	—
Controlador Digital de Flujo Másico Doble	Incluido	Incluido	—
Rango Completo de Accesorios de Enfriamiento (LNCS, RCS90, RCS40, FACS, QCA)	Disponible	Disponible	Solo QCA
DSC a Presión	—	—	Sí
Software Platinum™	—	Incluido	—
MDSC	Disponible	Disponible	—

### Desempeño

Margen de Temperatura	Amb a 725°C,	Amb a 725°C,	Amb a 725°C,
Con accesorios de enfriamiento	-180°C a 725°C	-180°C a 725°C	-130°C a 725°C
Exactitud de temperatura	± 0.1°C	± 0.1°C	± 0.1°C
Precisión de temperatura	± 0.05°C	± 0.05°C	± 0.05°C
Reproducibilidad calorimétrica (estándar de Indio)	± 1%	± 1%	± 1%
Precisión calorimétrica: (estándar de Indio)	± 1%	± 1%	± 1%
Margen Dinámico de Medición	+/- 350 mW	+/- 350 mW	+/- 350 mW
Resolución Digital	>0.04µW	>0.04µW	>0.04µW
Curvatura de Línea base (-50 a 300°C)	<0.15 mW;	<0.15 mW;	—
Reproducibilidad de línea base	<0.04 mW;	<0.04 mW;	—
Sensibilidad	1.0 µW	1.0 µW	1.0 µW
Relación altura/ancho Indio (mW/°C):	8	8	—

\*Relación altura/ancho del Indio: 1.0 mg In calentado a 10°C/min en atmosfera de N2. (Un número mayor indica un mejor desempeño).

# TECNOLOGÍA DSC DE LA SERIE Q™

## Diseño de la Celda Tzero

La celda Tzero está diseñada para la excelencia en el calentamiento y enfriamiento. El sensor de flujo de calor está maquinado simétricamente en una sola pieza de constantán de paredes delgadas, empotrado en el bloque de calentamiento de plata. Los beneficios del diseño incluyen una señal de respuesta más rápida, línea base más planas y reproducibles, sensibilidad y resolución superiores, mejoras en la precisión de los datos y una robustez incomparable.

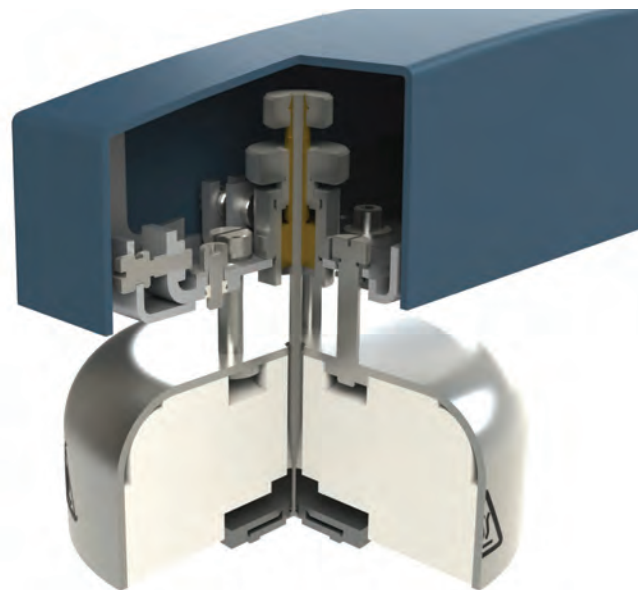
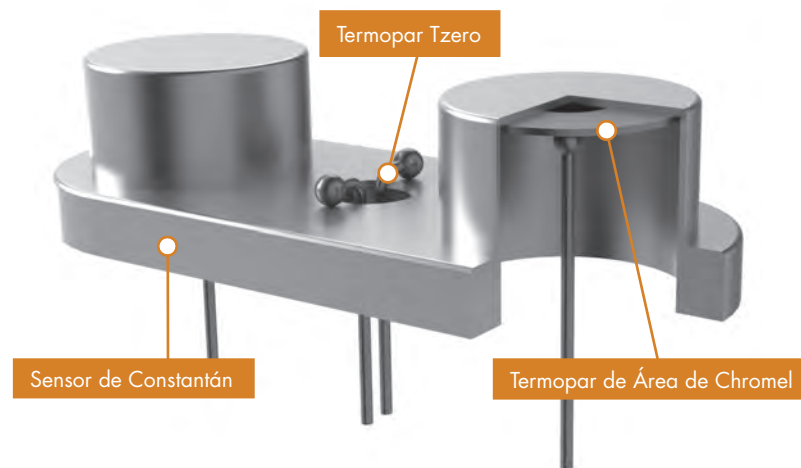
El termopar Tzero de chromel/constantán está localizado simétricamente entre las plataformas sensoras de la referencia y muestra, y actúa como un sensor independiente de medición y control del horno. Los termopares de disco de chromel están soldados por debajo de cada plataforma del sensor, proporcionando una medición independiente del flujo de calor medido en la muestra y la referencia que producen resultados DSC y MDSC® superiores.

## Tapa Automática

Los Q2000 y AQ20 cuentan con el nuevo y mejorado ensamble de tapa automática que consiste de 2 tapas superiores de plata con un innovador sistema de levantamiento y ventilación, con una cubierta aislante protectora en forma de domo. Con ello se obtienen mediciones más exactas y reproducibles derivadas de la mejora en el aislamiento térmico de la celda.

## Controladores de Flujo Másico

Los experimentos DSC de alta calidad requieren de un control preciso de la tasa de flujo de los gases de purga. Los controladores de flujo másico de gases de purga con capacidad integrada de realizar cambio de gases, proporcionan un control flexible como parte de los métodos individuales. Las tasas de flujo se ajustan entre 0 – 240 mL/min en incrementos de 1 mL/min. El sistema está precalibrado para helio, nitrógeno, aire y oxígeno, y pueden introducirse factores de calibración adecuados para manejar otros gases.





## Varillas y Brida de Enfriamiento

El diseño único incluye un arreglo de varillas de níquel simétricas para el enfriamiento que conectan la mufla de plata con la brida de enfriamiento. Este diseño produce un desempeño de enfriamiento superior sobre un amplio margen de temperaturas, tasas de enfriamiento más rápidas y mejora la agilidad en la operación de cambio de calentamiento a enfriamiento. Con nuestra extensa variedad de accesorios de enfriamiento pueden obtenerse temperaturas subambiente mas bajas con cambios de calentamiento a enfriamiento más rápidos en experimentos isotérmicos, de enfriamiento controlado o balístico y MDSC®.

## Mufla

El transductor Tzero® está integrado dentro de una mufla de plata de alta conductividad térmica con embobinado de Platinel® robusto y de alta duración. Los gases de purga se dosifican con precisión y exactitud con el controlador de flujo másico digital, y se precalientan antes de ser introducidos a la cámara de la muestra. Ello asegura un ambiente interno altamente uniforme en los sensores de la muestra y la referencia, y una vida útil larga a la celda, y a la vez obteniendo temperaturas isotérmicas exactas, tasas de calentamiento verdaderas, con una rápida respuesta a cambios de temperatura, y la habilidad de calentar a tasas de hasta 200°C/min.



# ACCESORIOS DE LA SERIE Q™

## Automuestreador

El automuestreador patentado\* del DSC es un potenciador poderoso del desempeño y productividad para los módulos DSC Serie Q, ya que proporciona una operación desatendida y confiable para los módulos Q2000 y Auto Q20. Tiene la habilidad única de emplear hasta 5 diferentes charolas de referencia y 50 portamuestras, por lo que permite a los laboratorios analizar secuencialmente muestras todo el día. Un sensor óptico guía al brazo de las muestras para asegurar una colocación precisa de la charola y la calibración automática del sistema. La productividad máxima del automuestreador del DSC se alcanza en conjunto con nuestro inteligente software Advantage™ que permite preprogramar el análisis, la comparación y presentación de los resultados.

\*U.S. Patent No. 6,644,136; 6,652,015; 6,760,679; 6,823,278

## Software Platinum™

Para asegurar la alta calidad de los datos, los módulos DSC equipados con el automuestreador (AQ20, AQ2000) pueden tomar ventaja plena de las características Platinum inherentes en nuestro software Advantage. Estas permiten al usuario agendar una variedad de pruebas de calibración, verificación y de diagnóstico para asegurar constantemente que el DSC se mantiene en óptimas condiciones de operación. El software Platinum permite a todos módulos DSC de la Serie Q proporcionar notificaciones vía correo electrónico del término de un análisis. También incluye la habilidad de buscar y bajar cualquier nueva versión de software que TA Instruments desarrolle como actualización del software Advantage.



## Prensa Tzero® para Encapsulamiento de Muestras

Un contribuyente clave para la calidad de los resultados DSC es la preparación de las muestras. La nueva prensa Tzero lleva el encapsulamiento de las muestras a nuevo nivel de desempeño y conveniencia para el sellado estándar y hermético de una amplia variedad de materiales. El juego de accesorios de la prensa incluye (4) dados para el sellado de las nuevas charolas y tapas Tzero estándar y herméticas de aluminio, y también para el sellado de las charolas y tapas estándar y herméticas de aluminio tradicionales (están disponibles dados adicionales para las charolas DSC de alto volumen y las charolas TGA selladas para el Discovery TGA). Los dados se fijan magnéticamente y no se requiere de herramientas o ajustes del usuario. Además cada juego de dados esta codificado en colores con las cajas que contienen las charolas y tapas, sean Tzero o tradicionales.





## DSC a Presión

El Q20P es un sistema DSC dedicado para ensayos a presión que brinda mediciones de flujo de calor en materiales sensibles a la presión de -130 a 725°C, a presiones desde 1 Pa (0.01 torr) hasta 7 MPa (1 000 psi). La celda DSC a Presión emplea tecnología heat flux estándar e incorpora válvulas de control de presión, un manómetro, y tiene protección por sobre presión. Esta celda DSC a presión también es un accesorio opcional para el DSC Q2000 y puede emplearse como celda estándar a presión atmosférica desde -180 hasta 725°C.



## Fotocalorímetro

El Accesorio FotoCalorímetro (PCA) para el DSC Q2000 permite la caracterización de materiales fotocurables desde -50 hasta 250°C. Transmite una luz UV/visible (250-650 nm.) desde una fuente de mercurio de alta presión de 200 W hacia la cámara de la muestra mediante una guía doble de rango extendido con filtros de cuarzo de densidad neutral de paso de banda. La tecnología Tzero® permite la medición directa de la intensidad de luz en ambas posiciones, de muestra y referencia, lo que también permite la medición simultánea de dos muestras.



# OPCIONES DE CONTROL DE TEMPERATURA

## Sistemas de Enfriamiento por Refrigeración (RCS90 y RCS40)

El RCS es selección favorita como el dispositivo de enfriamiento DSC para el analista por su operación desatendida y libre de problemas para experimentos DSC y MDSC en un amplio margen de temperatura. Ya que es un sistema sellado que requiere solo de corriente para operar, el RCS tiene ventajas operativas en áreas donde otros refrigerantes son caros o difíciles de obtener. TA Instruments ofrece dos modelos complementarios: el RCS90 y el RCS40; ambos emplean la misma cabeza de enfriamiento, la cual se monta estrechamente sobre la celda DSC Serie Q™, eliminando completamente los problemas de congelamiento frecuentes diseños de competidores. Ambos enfriamiento balístico y controlable son alcanzables.

### RCS90

El RCS90 es un sistema de refrigeración de dos etapas, que permite una operación DSC / MDSC conveniente sobre el margen de temperatura de -90 hasta 550°C. Las tasas de enfriamiento controlado típicas del RCS90 se muestran en tabla debajo. El enfriamiento balístico desde 500°C hasta ambiente se alcanza en aproximadamente 7 minutos. El RCS90 es compatible con todos los sistemas DSC Serie Q.

Tasas de Enfriamiento Controlado del **RCS90**, desde 550°C (límite superior)\*

Tasa Controlada	Hasta Límite Inferior de Temperatura
100°C/min	300°C
50°C/min	120°C
20°C/min	-20°C
10°C/min	-50°C
5°C/min	-75°C
2°C/min	-90°C

### RCS40

El RCS40 es un sistema de refrigeración de una etapa, que permite una operación DSC / MDSC conveniente sobre el margen de temperatura de -40 hasta 400°C. Las tasas de enfriamiento controlado típicas del RCS40 se muestran en tabla debajo. El enfriamiento balístico desde 400°C hasta ambiente se alcanza en aproximadamente 7 minutos. El RCS40 es compatible con los modelos DSC Q2000 y Q20 (excepto el Q20P).

Tasas de Enfriamiento Controlado del **RCS40**, desde 400°C (límite superior)\*

Tasa Controlada	Hasta Límite Inferior de Temperatura
65°C/min	250°C
50°C/min	175°C
20°C/min	40°C
10°C/min	0°C
5°C/min	-15°C
2°C/min	-40°C

\* El desempeño puede variar ligeramente dependiendo de las condiciones ambientales del laboratorio





RCS40



RCS90

# OPCIONES DE CONTROL DE TEMPERATURA

## Sistema de Enfriamiento por Nitrógeno Líquido

El Sistema de Enfriamiento por Nitrógeno Líquido (LNCS) brinda el más alto desempeño y la mayor flexibilidad en el enfriamiento. Tiene el más bajo límite operacional de temperatura (hasta  $-180^{\circ}\text{C}$ ), la mayor capacidad de tasa de enfriamiento (de hasta  $140^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ), con un límite superior de operación hasta  $550^{\circ}\text{C}$ . Las tasas de enfriamiento controlado típicas del LNCS se muestran en tabla debajo. El enfriamiento balístico desde  $550^{\circ}\text{C}$  hasta ambiente se alcanza en aproximadamente 5 minutos. Tiene la capacidad de autollenado, lo que le permite llenarse automáticamente desde una fuente mayor de nitrógeno líquido para una operación DSC Serie Q™ (excepto el Q20P).

Tasas de Enfriamiento Controlado del LNCS, desde  $550^{\circ}\text{C}$   
(límite superior)\*

Tasa Controlada	Hasta Límite Inferior de Temperatura
$100^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$200^{\circ}\text{C}$
$50^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$0^{\circ}\text{C}$
$20^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$-100^{\circ}\text{C}$
$10^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$-150^{\circ}\text{C}$
$5^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$-165^{\circ}\text{C}$
$2^{\circ}\text{C}/\text{min}$	$-180^{\circ}\text{C}$

\* El desempeño puede variar ligeramente dependiendo de las condiciones ambientales del laboratorio





### Sistema de Enfriamiento con Aire (FACS)

El sistema de enfriamiento de aire (FACS) es un accesorio de enfriamiento innovador disponible para todos los módulos DSC Serie Q™ que representa una alternativa efectiva en costo para los sistema de enfriamiento LNCS y RCS. El FACS puede emplearse para experimentos de enfriamiento controlado, estudios de ciclado térmico, y para mejorar el tiempo de demora entre experimentos. Pueden obtenerse líneas estables y tasas de calentamiento y enfriamiento lineales en el margen de temperatura ambiental hasta 725°C.

### Accesorio de Enfriamiento No Controlado (Quench)

El Accesorio de Enfriamiento No Controlado (QCA) es un accesorio de enfriamiento de operación manual diseñado para su uso primario con los DSC Q20 para el templado de las muestras a temperatura subambiente antes de calentarla a un valor superior de temperatura. El margen recomendado de operación del QCA va desde -180 hasta 400°C. Su reservorio se llena fácilmente con agua, hielo, nitrógeno líquido, hielo seco o cualquier otro medio enfriante.



## La Tecnología Tzero® proporciona:

- Línea base plana y reproducible, con una mejora de más de un orden de magnitud sobre los diseños de competidores, especialmente en el intervalo de temperatura subambiente.
- Sensibilidad superior debido a líneas bases más planas, con una mejor relación de señal a ruido.
- La mejor resolución disponible (mejor que la de instrumentos de compensación de potencia)
- Experimentos MDSC® más rápidos
- Medición directa de capacidad calorífica (Q2000)

La tecnología Tzero representa fundamentalmente un sistema más exacto para la medición del flujo de calor, ya que incorpora la medición de la resistencia y capacidad calorífica de los materiales de la celda, y cuyos efectos que se tenían por insignificantes. Su inclusión y compensación mejora dramáticamente la respuesta y reproducibilidad de la línea base. La resolución del flujo de calor también se ve mejorada ya que se mide directamente las diferencias en la tasa de calentamiento entre la posición de la muestra y la referencia, y que se compensa directamente en la medición del flujo de calor. La tecnología Tzero para la medición del flujo de calor es un desarrollo tecnológico patentado disponible solo en los DSC de TA Instruments.

\*U.S. Patent Nos. 6,431,747; 6,488,406; 6,523,998

## La tecnología MDSC® proporciona:

- La separación de transiciones complejas en sus componentes más fácilmente interpretables
- Incrementa la sensibilidad para detectar transiciones y fusiones débiles
- Incrementa la resolución sin disminuir la sensibilidad
- Permite una medición directa de la capacidad calorífica
- Brinda una medición de la cristalinidad más exacta

En el MDSC\* se superpone una oscilación sinusoidal de temperatura sobre la tasa de calentamiento lineal tradicional. El efecto neto es que el flujo de calor puede medirse simultáneamente con los cambios en la capacidad calorífica. En el MDSC, el flujo de calor DSC se denomina Flujo de Calor Total, su componente asociado con la capacidad calorífica es el Flujo de Calor Reversible, y su componente cinético es el Flujo de Calor No reversible. La señal de Flujo de Calor Total representa la contribución de todas las transiciones térmicas, justo igual que en un DSC estándar. La señal de Flujo de Calor Reversible contiene la transición vítrea y las fusiones, mientras que la señal de Flujo de Calor No Reversible muestra la contribución de los eventos cinéticos como el curado, volatilización, fusión y descomposición. Solo el Q2000 le permite un incremento en la productividad MDSC para producir datos de alta calidad ya que puede operar a tasas de calentamiento de DSC estándar de 10°C/min.

\*U.S. Patent Nos. 5,224,775; 5,248,199; 5,346,306

Canadian Patent No. 2,089,225

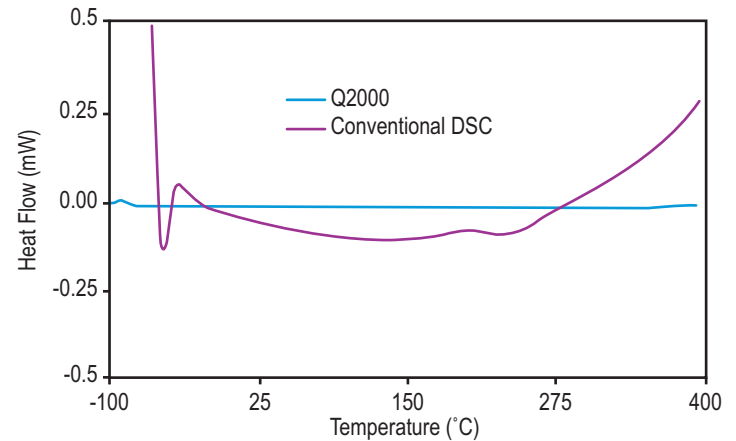
Japanese Patent No. 2,966,691



# APLICACIONES DE DESEMPEÑO DSC TZERO®

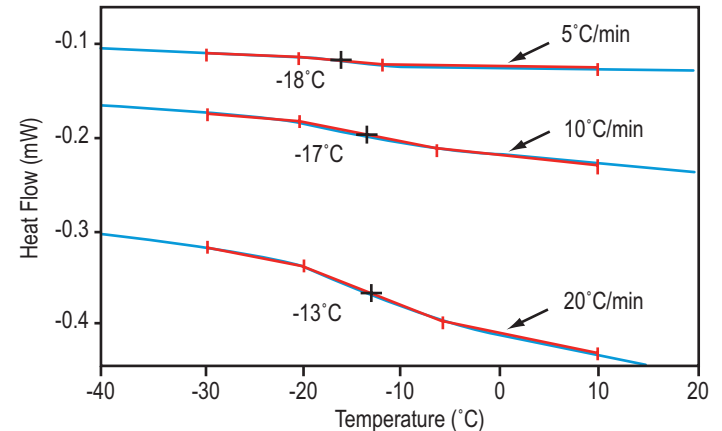
## Estabilidad de la Línea Base (Planicidad)

La figura a la derecha muestra la comparación de una línea base de celda vacía del Q2000 con la misma obtenida en un DSC heat flux tradicional. Los datos muestran que la línea base del Q2000 es superior en todos los aspectos. El offset de inicio es mucho menor, la línea base es mucho más recta y se redujo grandemente la pendiente. Esto marcadamente contrasta con los resultados obtenidos con los DSC de otros diseños, en los que una curvatura de línea base de 1 mW en el mismo intervalo de temperatura se considera aceptable.



## Sensibilidad (Tg de polímero)

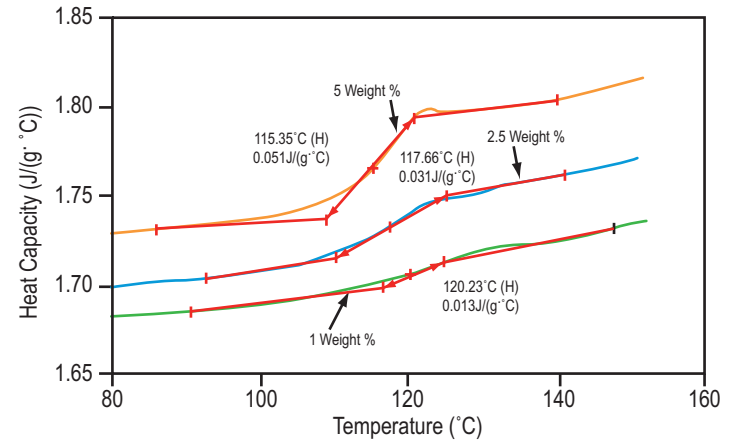
Esta figura muestra una medición de alta sensibilidad del Q2000 de una transición vítrea (Tg) en función de la tasa de calentamiento de una muestra muy pequeña (1 mg) de polipropileno, cuya Tg no es fácilmente detectable en un DSC debido a su estructura altamente cristalina. Los datos muestran que la Tg es fácilmente detectable aun a una tasa de calentamiento de 5 °C/min. La excelente línea base del Q2000 es la clave esencial para las mediciones exactas de las transiciones vítreas y capacidad calorífica de los materiales que exhiben transiciones débiles y amplias.





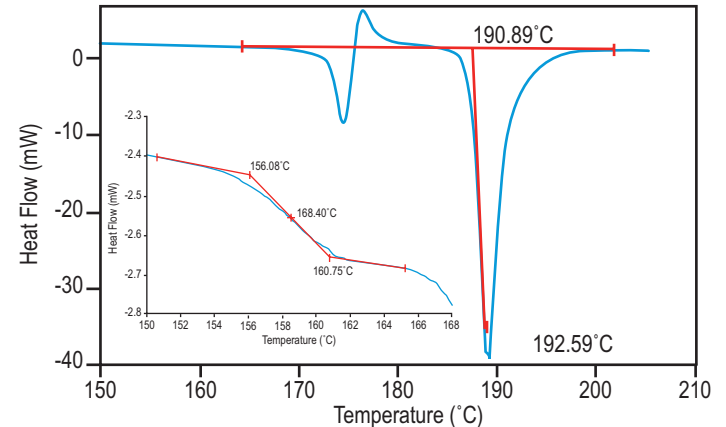
## Sensibilidad (Tg de Lactosa)

Esta figura ilustra el alto nivel de sensibilidad en una aplicación farmacéutica. La detección de pequeñas cantidades de lactosa amorfa es crítica en el desarrollo de fármacos y es fácilmente alcanzable en una muestra de 10 mg a 20 °C/min en el Q2000. La medición directa de capacidad calorífica permite cuantificar el cambio radical de la Cp, el cual es directamente proporcional a la cantidad de fase amorfa presente en la muestra.



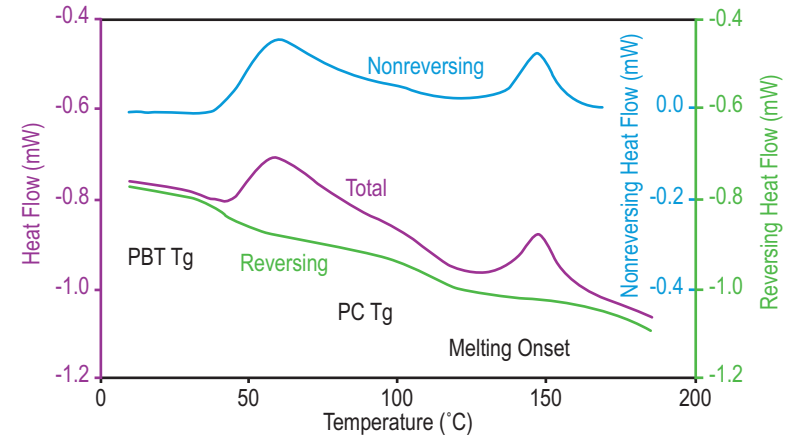
## Resolución

La figura a la derecha muestra la excelente resolución inherente en la señal de flujo de calor Tzero®. Este producto farmacéutico contiene una serie de transiciones polimórficas. Note que cada pico es fácilmente resuelto, a la vez que se preserva la sensibilidad necesaria para la sutil transición vítrea en una temperatura menor (inserto)



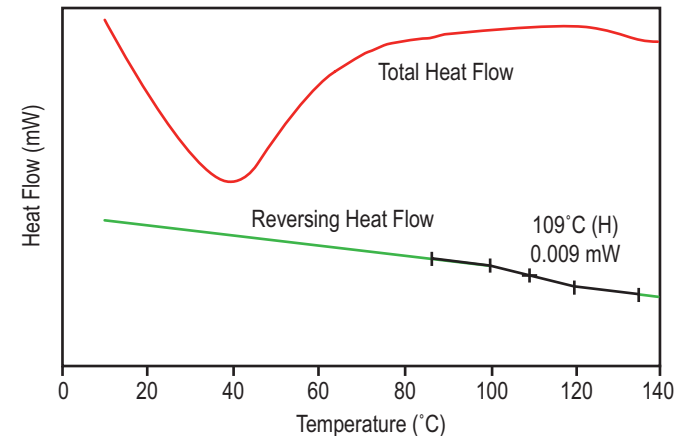
## Separación de Transiciones Complejas

La figura a la derecha muestra los resultados MDSC para una aleación de una mezcla de los termoplásticos policarbonato (PC) y polibutilén-tereftalato (PBT). Este material exhibe una variedad de transiciones traslapantes, lo que complica la interpretación del Flujo Calórico Total. El MDSC separa efectivamente la cristalización del componente PBT en el Flujo Calórico No-Reversible, y con ello permitiendo una determinación exacta de las temperaturas de transición vítrea para cada polímero.



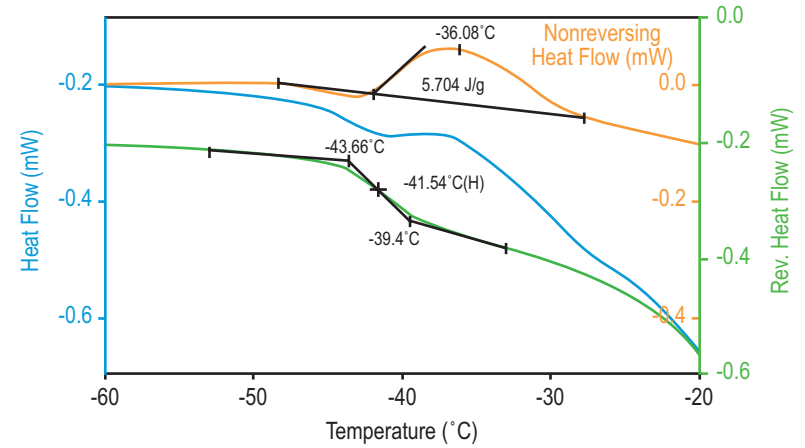
## Sensibilidad de Señal Mejorada

El MDSC proporciona una mejora en sensibilidad para medir transiciones muy débiles y muy amplias, tales como la transición vítrea en polímeros altamente cristalinos, o en los que la Tg está oculta bajo un segundo evento térmico que traslapa. Estos datos se generaron empleando una muestra muy pequeña (2.2 mg) de un recubrimiento polimérico. El flujo calórico total no muestra transición alguna en la región donde se espera la Tg, debido a la larga endoterma alrededor de los 40 °C que indica la pérdida de solvente. El Flujo Calórico Reversible sí indica una Tg muy débil (8.5  $\mu$ W) alrededor de los 109 °C, confirmando la sensibilidad de la técnica MDSC.



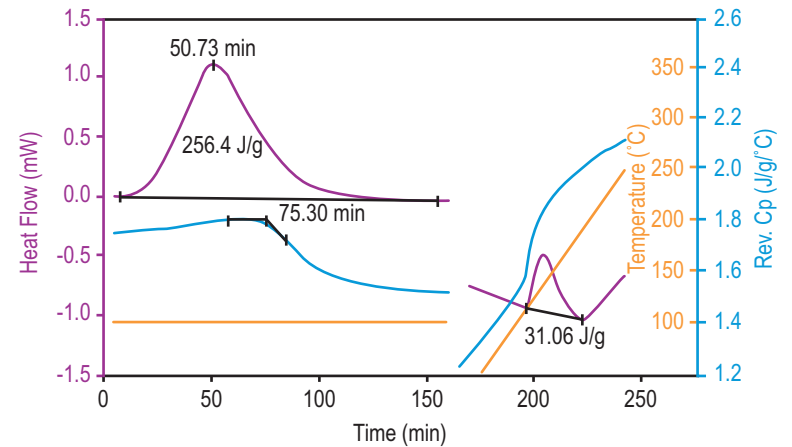
## Interpretación de Datos Mejorada

Esta figura ilustra una aplicación de interés en estudios en alimentos o farmacéuticos, en los que las señales MDSC® de flujo calórico total y sus componentes no-reversible y reversible se muestran para una muestra acuosa enfriada de sacarosa al 40%. La señal reversible indica claramente la T<sub>g</sub> de la sacarosa entre -43.6 y 39.4 °C. La señal no-reversible exotérmica se relaciona con la cristalización del agua libre que no pudo cristalizar durante el enfriamiento de la muestra debido al incremento significativo de la movilidad y difusión del material durante su transición vítrea.



## Capacidad Calorífica Cuasi-Isotérmica

Uno de los mayores beneficios del DSC Modulado® es su habilidad para medir la capacidad calorífica en modo cuasi-isotérmico, esto es, isotérmicamente con la excepción de una pequeña modulación de la temperatura. El MDSC Cuasi-isotérmico es particularmente benéfico al estudiar sistemas con curado. La figura debajo muestra el análisis cuasi-isotérmico de una resina epóxica termoendurecible. En la primera parte del experimento, se monitorea el curado a 100 °C por 160 min y es evidente como disminuye la Cp y por la gran exoterma en el Flujo Calórico Total. La segunda parte involucra el calentamiento de muestra en condiciones MDSC a 3 °C/min para medir la T<sub>g</sub> del sistema curado, así como el curado residual.

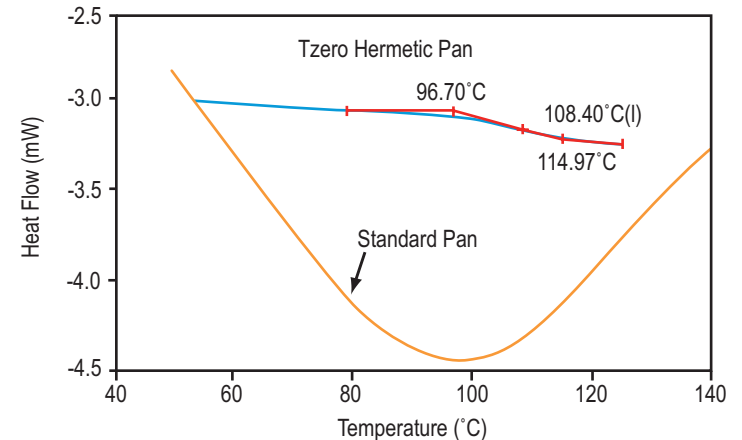
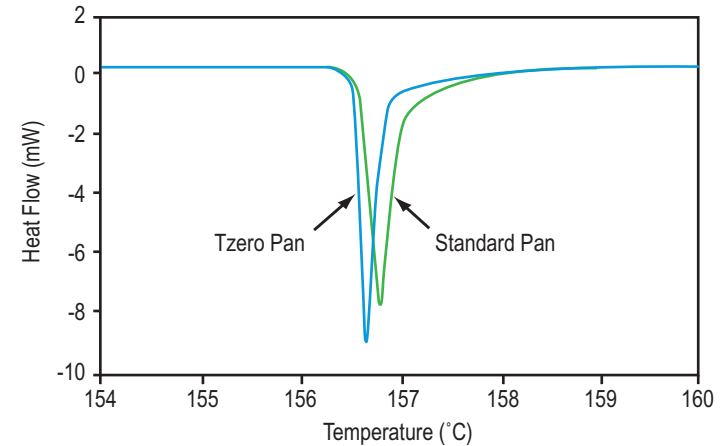




# APLICACIONES DE CHAROLAS Y TAPAS TZERO®

Fabricadas con tecnología avanzada y con especificaciones de maquinado muy cerradas, las charolas Tzero brindan una mejora significativa sobre la tecnología de las generaciones previas, así como la de los competidores, en el desempeño estándar de pruebas con estándar metálico de Indio. En la figura a la derecha, note la mejora en la señal de respuesta y la calidad del pico cuando se usa la charola Tzero contra la charola estándar.

Aquí se muestra la utilidad de la charola Tzero hermética. En este ejemplo, se muestran resultados DSC para caseína empleando tanto las charolas herméticas como las estándar. La caseína contiene una gran cantidad de humedad adsorbida, la cual se libera cuando se calienta en una charola estándar. Los datos resultantes solo exhiben una gran endoterma debido a su evaporación. Pero cuando se analizan en una charola Tzero hermética, la volatilización se suprime, lo que permite identificar claramente la transición vítrea de la caseína.



# APLICACIONES DE CHAROLAS / TAPAS ESTÁNDAR

Las charolas y tapas DSC están disponibles en aluminio, aluminio con revestimiento galvánico, oro, platino, grafito, y las versiones de acero inoxidable. Pueden emplearse en una amplia variedad de condiciones de temperatura y presión. Las muestras pueden correrse en modo DSC estándar en charola abierta, charolas y tapas con sello estándar o hermético, o en capsulas de presión. Las muestras en charola abierta también pueden correrse con presiones controladas usando la celda PDSC. Todas las charolas estándar de aluminio tienen la misma clasificación de temperatura y presión. Los detalles generales se muestran aquí.



<b>Estándar</b>	Temperatura (°C)	Presión
Aluminio	-180 a 600	100 kPa
Platino	-180 a 725	100 kPa
Oro	-180 a 725	100 kPa
Grafito	-180 a 725	100 kPa

<b>Hermética</b>	Temperatura (°C)	Presión
Aluminio	-180 a 600	300 kPa
Aluminio Galvanizado	-180 a 200	300 kPa
Oro	-180 a 725	600 kPa
Alto Volumen	-100 a 250	3.7 MPa
Acero Inoxidable	Amb. a 250	10 MPa

# APLICACIONES DSC

## Temperaturas de Transiciones

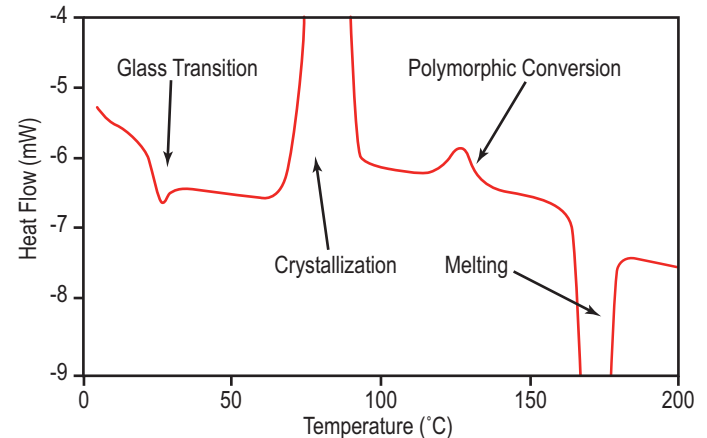
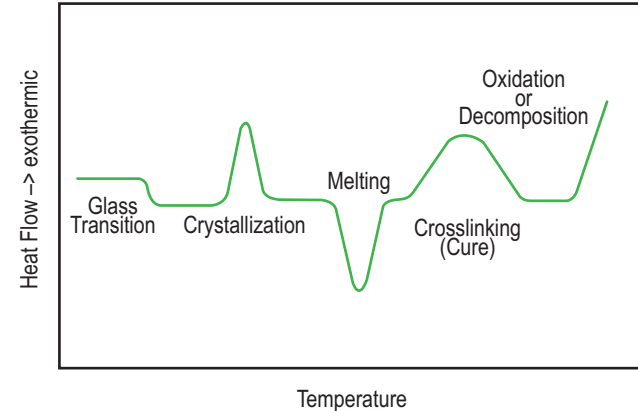
El DSC proporciona determinaciones de temperaturas de transiciones rápidas y precisas empleando cantidades mínimas de muestra. Las mediciones de temperatura más comunes incluyen las siguientes:

- Fusión
- Transición Vítre
- Estabilidad Térmica
- Onset de Oxidación
- Onset de Curado
- Cristalización
- Transiciones Polimórficas
- Cristales Líquidos
- Desnaturalización de Proteínas
- Transiciones Sólido -Sólido

Este compuesto ilustra la formas típicas de las principales transiciones observadas en un DSC.

## Flujo Calórico

El flujo de calor es un detector universal, ya que todos los procesos físicos y químicos involucran un intercambio de calor. Por ello, la señal de Flujo Calórico DSC comúnmente se usa para medir y cuantificar una amplia variedad de eventos y transiciones, que a menudo ocurren en un material en función de la temperatura. Este ejemplo muestra un material farmacéutico que experimenta una amplia variedad de cambios físicos mientras se calienta desde debajo de ambiente hasta su temperatura de fusión. El DSC es sensible para todos esos eventos.



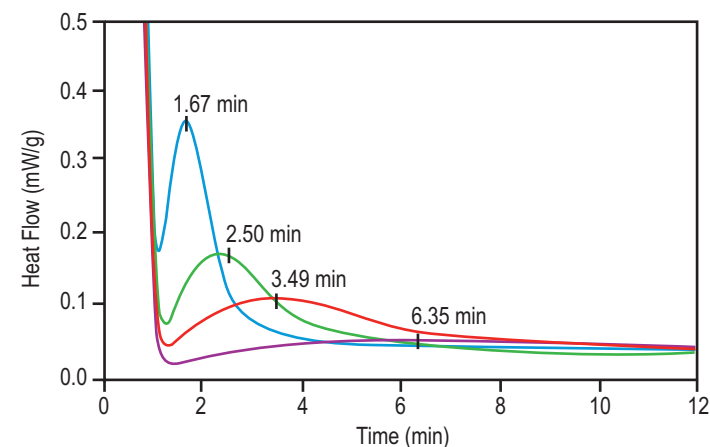
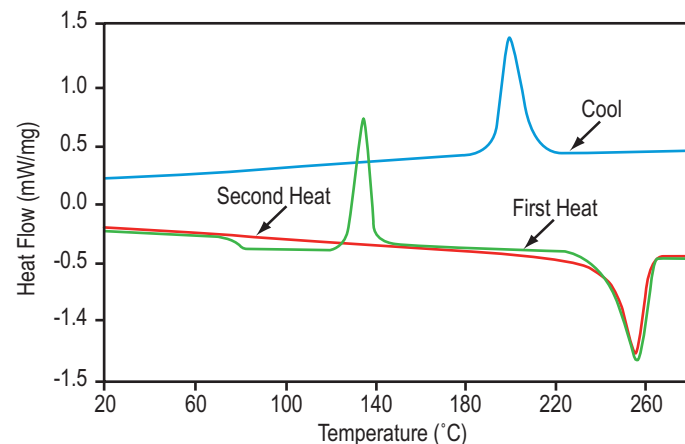


## Historia Térmica

El DSC es una excelente herramienta para la determinación de la historia térmica de una muestra de polímero. En este experimento, la muestra se somete a un perfil de “calentamiento-enfriamiento-recalentamiento” y se hace una comparación entre los dos ciclos de calentamiento. La figura contiene los resultados de este perfil para una muestra de poliéster. Comparando el primer ciclo de calentamiento (con historial térmico desconocido) con el segundo ciclo de calentamiento (con historial térmico conocido), se puede derivar la información concerniente a la morfología original del material. Esto puede ser útil en la identificación de problemas en el desempeño o en las condiciones de procesamiento.

## Cinética

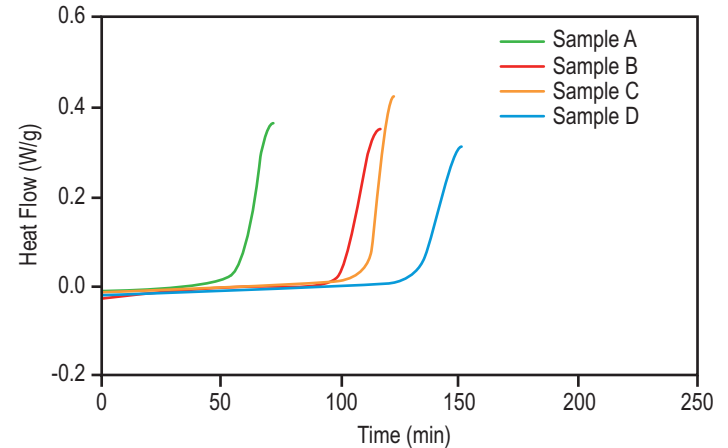
La Cinética es el estudio de los efectos del tiempo y temperatura en una reacción. La cristalización isotérmica es un ejemplo de un experimento en el cual se puede obtener la información cinética. Estos datos muestran los resultados de ensayos de cristalización isotérmica para una muestra de un polímero que se ha cristalizado a varias diferentes temperaturas por debajo de su punto de fusión. Analizando el tiempo en el que se alcanza el pico máximo del flujo de calor para cada temperatura, se pueden calcular varios parámetros cinéticos, entre los que se incluye la energía de activación, la tasa de constante y el porcentaje de conversión.



# APLICACIONES DSC

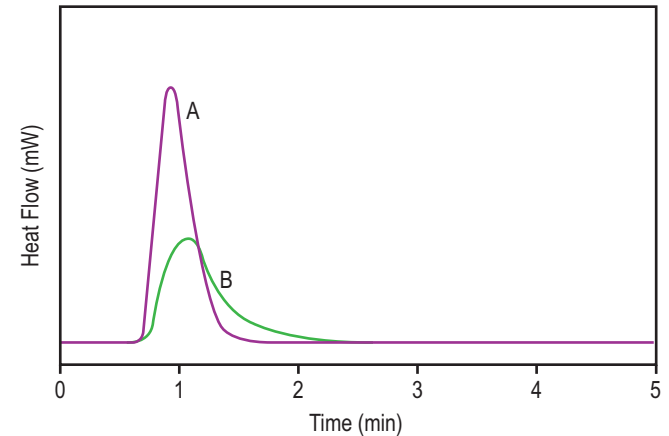
## Presión (y Tiempo)

El DSC a Presión acelera los ensayos OIT y resuelve el inicio del proceso de oxidación. La figura a la derecha muestra un estudio comparativo de una serie de dispersiones poliméricas de dos componentes que contienen diferentes niveles del mismo antioxidante. Rápidamente se pueden apreciar claras diferencias en su desempeño. Los ensayos proporcionaron las mismas respuestas en dos días que los ensayos tradicionales de "exposición en el campo" demoraron dos meses en obtener. Otras aplicaciones comunes de PDSC incluyen a) curado en resinas termoestables, b) estudios de catalizadores, y c) simulaciones a microescala de reacciones químicas.



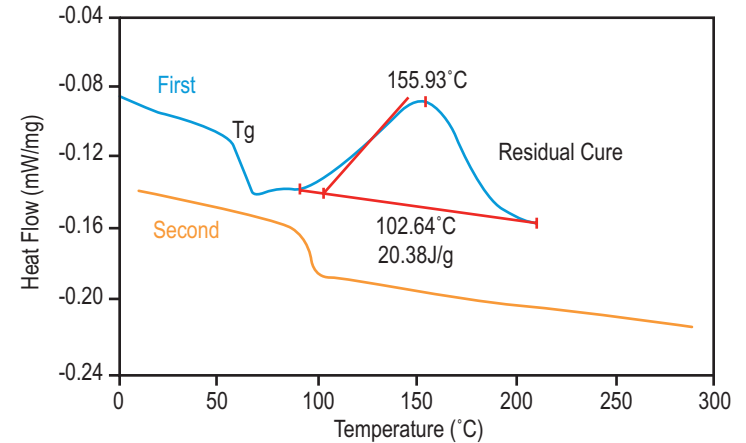
## Fotocurado

El Accesorio Fotocalorímetro (PCA) es una herramienta adecuada para caracterizar las reacciones que se inician por medio de luz UV/visible. La figura compara dos diferentes formulaciones acrílicas corridas en las mismas condiciones. Los datos muestran que la formulación A cura rápidamente bajo exposición a la luz UV, mientras que la formulación B reacciona más lentamente, y tiene un mayor tiempo de formación de pico y una entalpía más baja. En todos los experimentos PCA la forma de los picos y las entalpías de las transiciones son afectadas por la química de la formulación, los aditivos, iniciadores y el gas de purga empleado.



## Grado de Curado

El grado de curado de un termoestable puede afectar dramáticamente su procesamiento y condiciones de uso final. El DSC frecuentemente se usa para investigar y cuantificar el curado de epóxidos y otros materiales termoestables. Esta figura muestra los datos del primer y el segundo calentamiento de un material termoestable. La exoterma del primer calentamiento indica que la muestra no estaba completamente curada al recibirse. Cuantificando el curado residual y comparando las temperaturas de transición vítrea entre ambos ciclos, fácilmente puede determinarse el grado de curado.



## Análisis de Polimorfismo Farmacéutico

Los materiales farmacéuticos frecuentemente existen en múltiples formas cristalinas, llamadas polimorfos. Estos tienen la misma estructura química, pero diferente estructura cristalina, lo que puede originar diferencias significativas en sus propiedades físicas como su solubilidad, biodisponibilidad, y estabilidad de almacenamiento. El DSC es la técnica prevalente para la detección del polimorfismo farmacéutico. Aquí se muestra el análisis DSC de un material farmacéutico en el que se detectaron tres distintos polimorfos en el calentamiento del compuesto amorfo.

