



Ministério do Desenvolvimento
Indústria e Comércio Exterior



**PROJETO DE COOPERAÇÃO SUL-AMERICANA EM IDENTIFICAÇÃO DE
PROPRIEDADES FÍSICAS EM TRANSFERÊNCIA DE CALOR E MASSA**

***Caracterização Termofísica de Materiais por
Calorimetria Diferencial de Varredura (DSC)***

***Eduardo Kirinus Tentardini, D.Sc
Toseli de Farias Matos, M.Sc***

Sumário

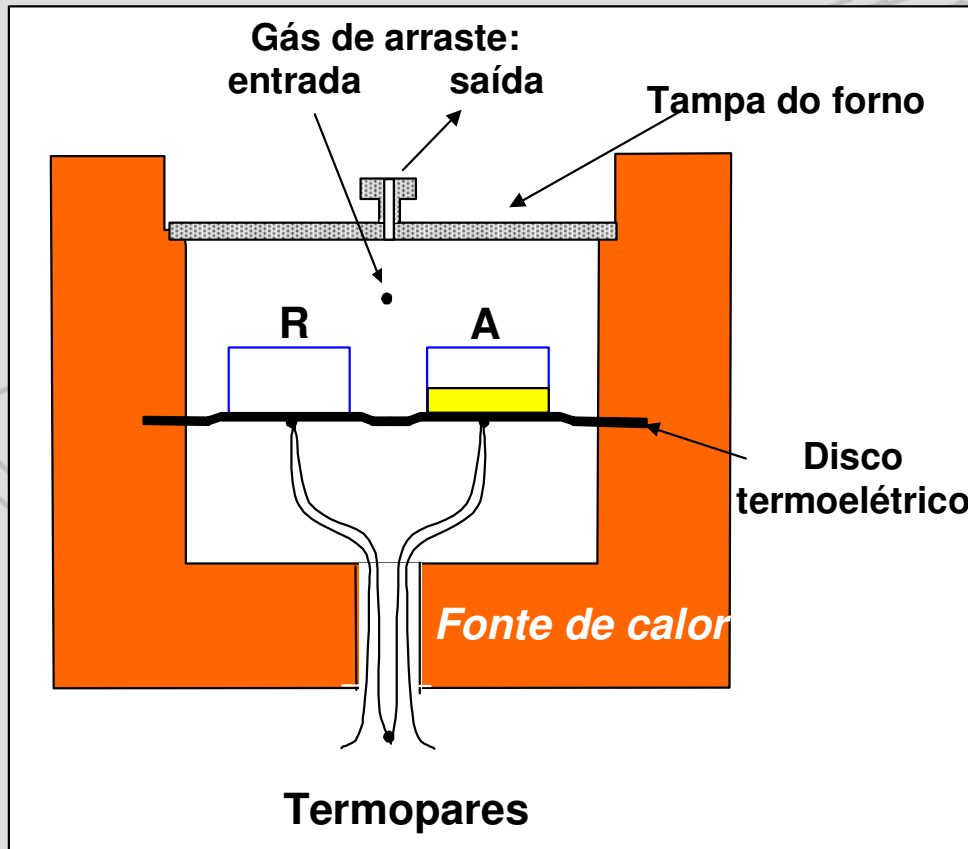
- análise térmica
- como funciona um DSC?
- metodologia de uso do DSC
- quais as aplicações do DSC?
- interpretações de curvas de DSC
- DSC Q1000
- análise de casos
- projetos



ANÁLISE TÉRMICA

Análise térmica é o conjunto de técnicas que permite medir as mudanças de uma propriedade física de uma substância e/ou de seus produtos de reação em função da temperatura e do tempo, enquanto a substância é submetida a uma programação controlada de temperatura.

COMO FUNCIONA UM DSC?



DSC é a técnica que mede temperatura e fluxo de calor associados a transições em materiais como uma função do tempo e da temperatura em uma atmosfera controlada.

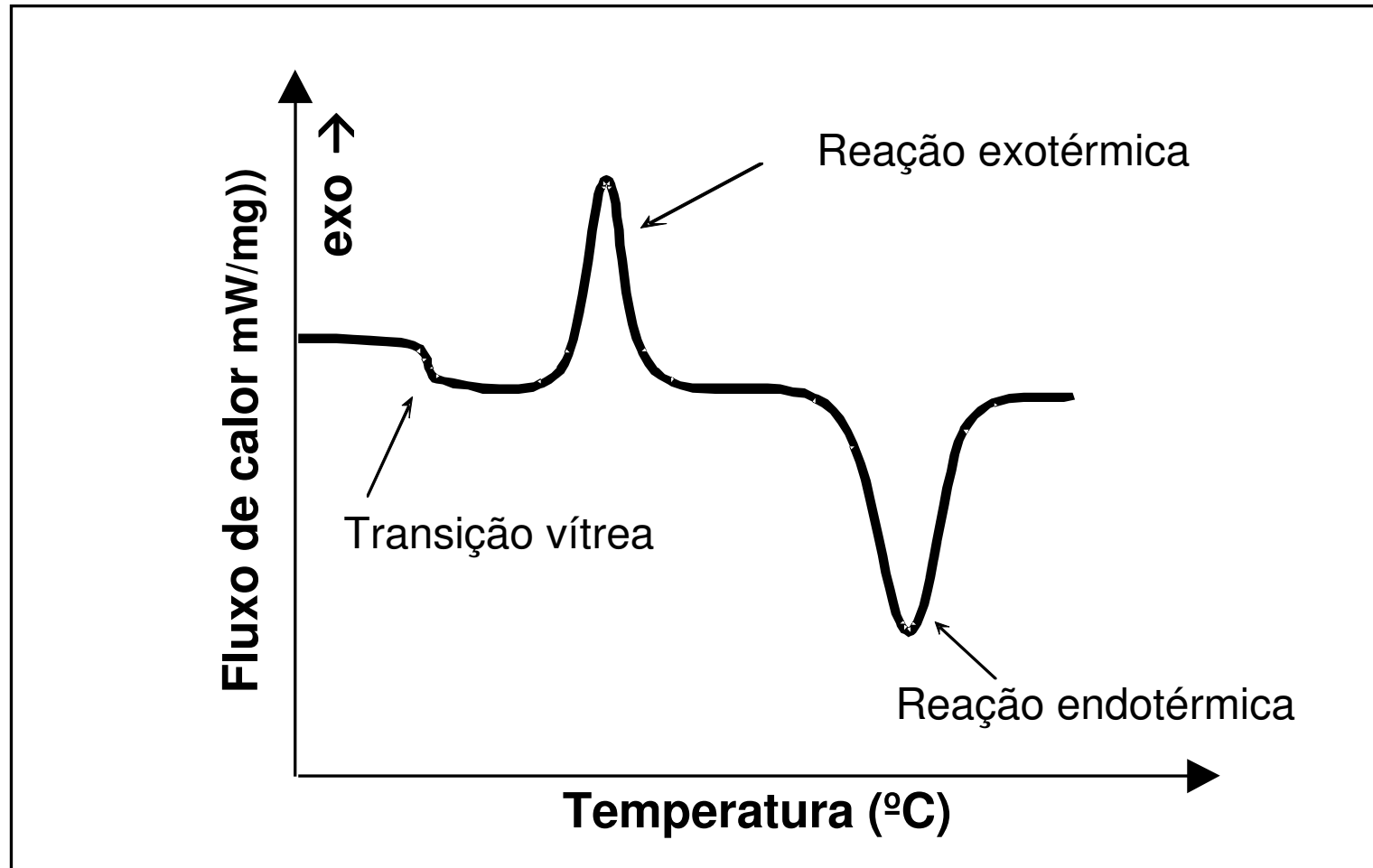
COMO FUNCIONA UM DSC?

$$q = -\frac{\Delta T}{R_r} + \Delta T_0 \left(\frac{R_r - R_a}{R_r R_a} \right) + (C_r - C_a) \frac{dT_a}{dt} - C_r \frac{d\Delta T}{dt}$$

Fluxo de calor

Diferença entre a resistência e
capacidade térmica entre a amostra e a
referência (calor específico)

Diferença entre razão
de aquecimento entre a
amostra e a referência
(fusão)



Exemplo de uma curva obtida por DSC

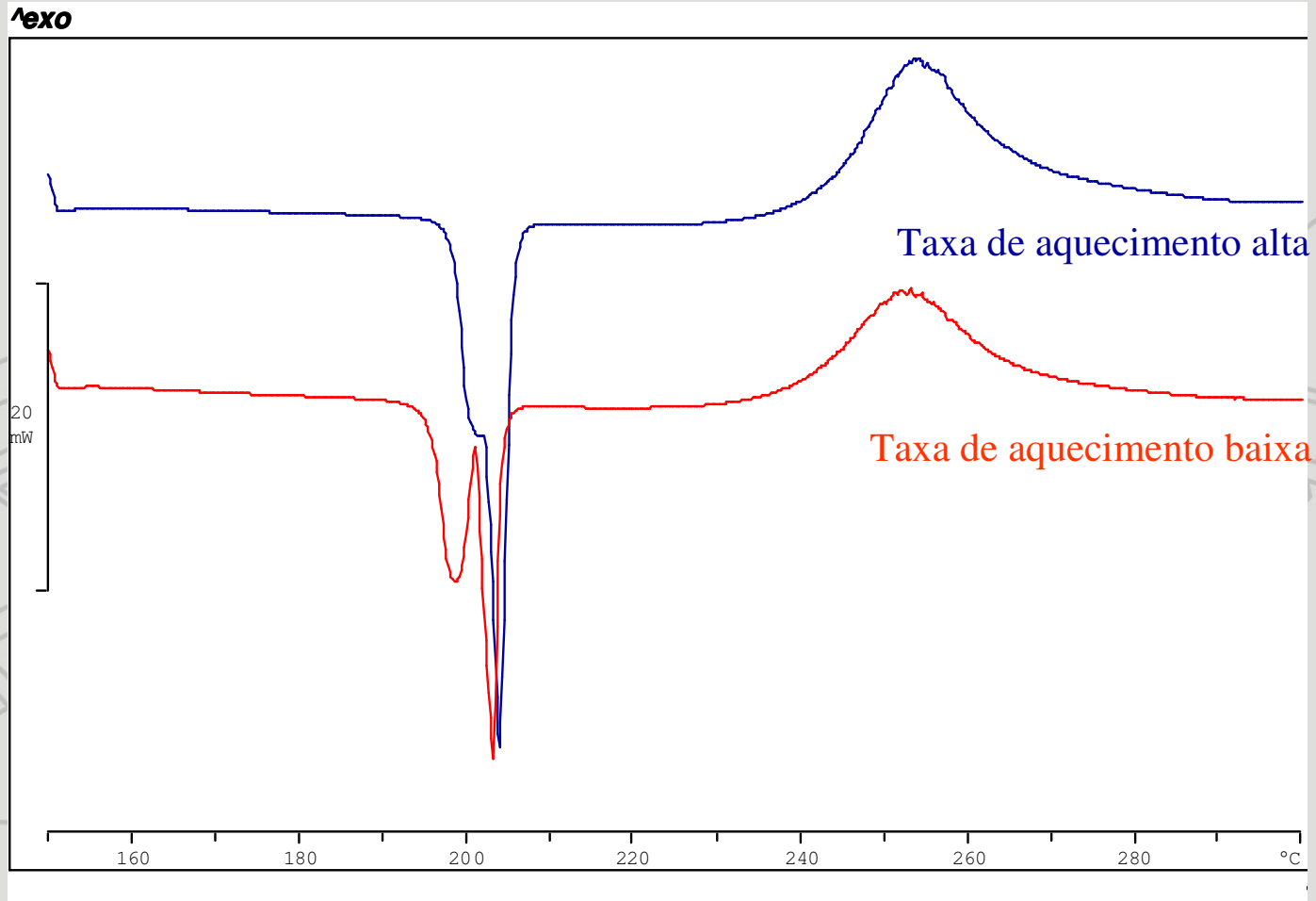
As transições de primeira ordem apresentam variação de entalpia - endotérmica ou exotérmica - e dão origem à formação de picos.

As transições de segunda ordem caracterizam-se pela variação de capacidade calorífica porém sem variações de entalpia. Não geram picos nas curvas de DSC, apresentando-se como um deslocamento da linha base.

METODOLOGIA DE USO DO DSC

- preparação da amostra;
- panelas;
- calibração do equipamento;
- atmosfera;
- aquecimento e resfriamento.



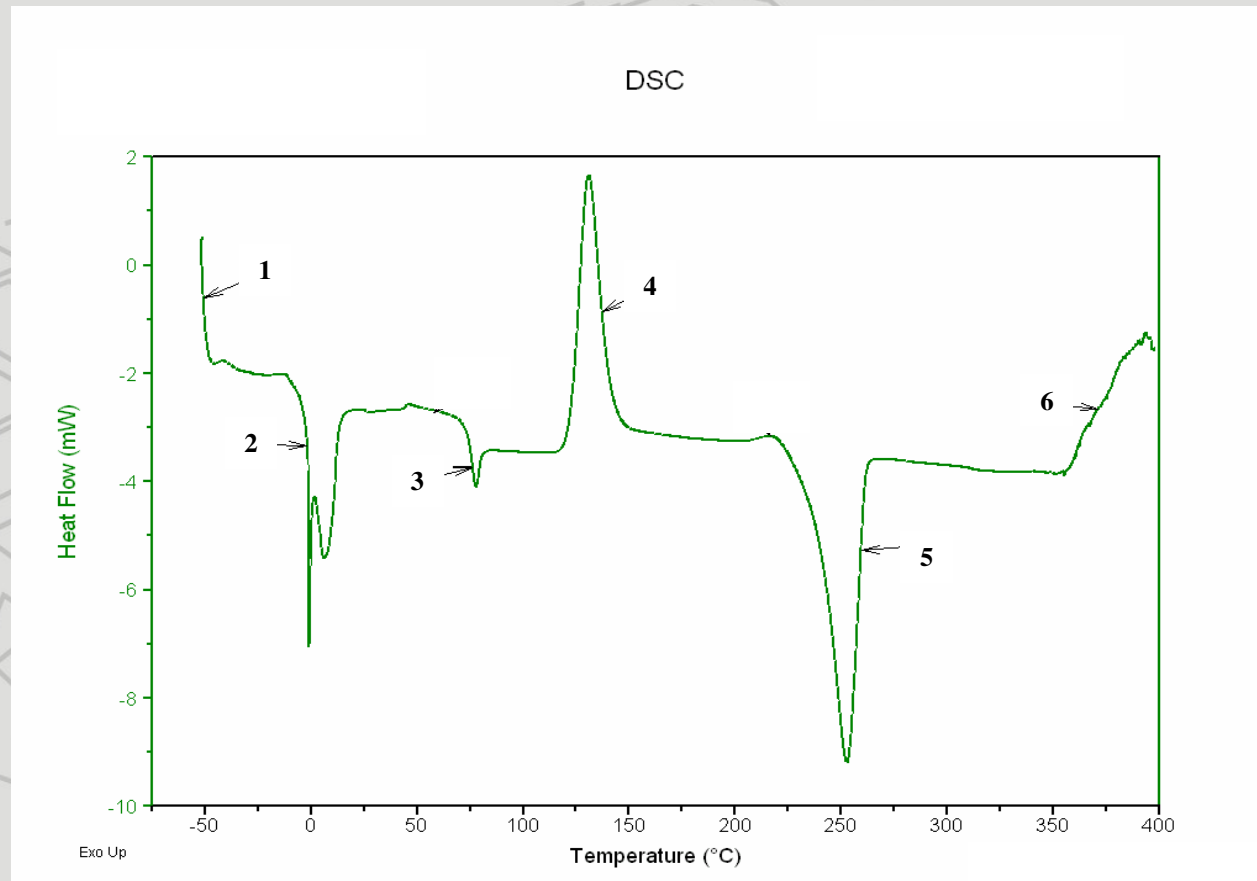


Diferença entre diferentes taxas de aquecimento na análise por DSC

QUAIS AS APLICAÇÕES DO DSC?

- transição vítrea (mudança de linha base)
- calor específico (mudança de linha base)
- fusão (endotérmico)
- cristalização (exotérmico)
- oxidação (exotérmico)
- pureza (endotérmico)
- cinética de reação (endo e exotérmico)
- estabilidade térmica (endo e exotérmico)

INTERPRETAÇÃO DAS CURVAS DE DSC



Curva de DSC da análise de um polímero hipotético

Metodologia de obtenção das curvas

1. Escolher as condições experimentais de acordo com os fenômenos esperados;

2. Verificar os resultados comprovando o peso e com uma inspeção visual;

3. Considerar a influência da atmosfera, taxa de aquecimento, material do cadinho e pressão sobre a reação ou transição.



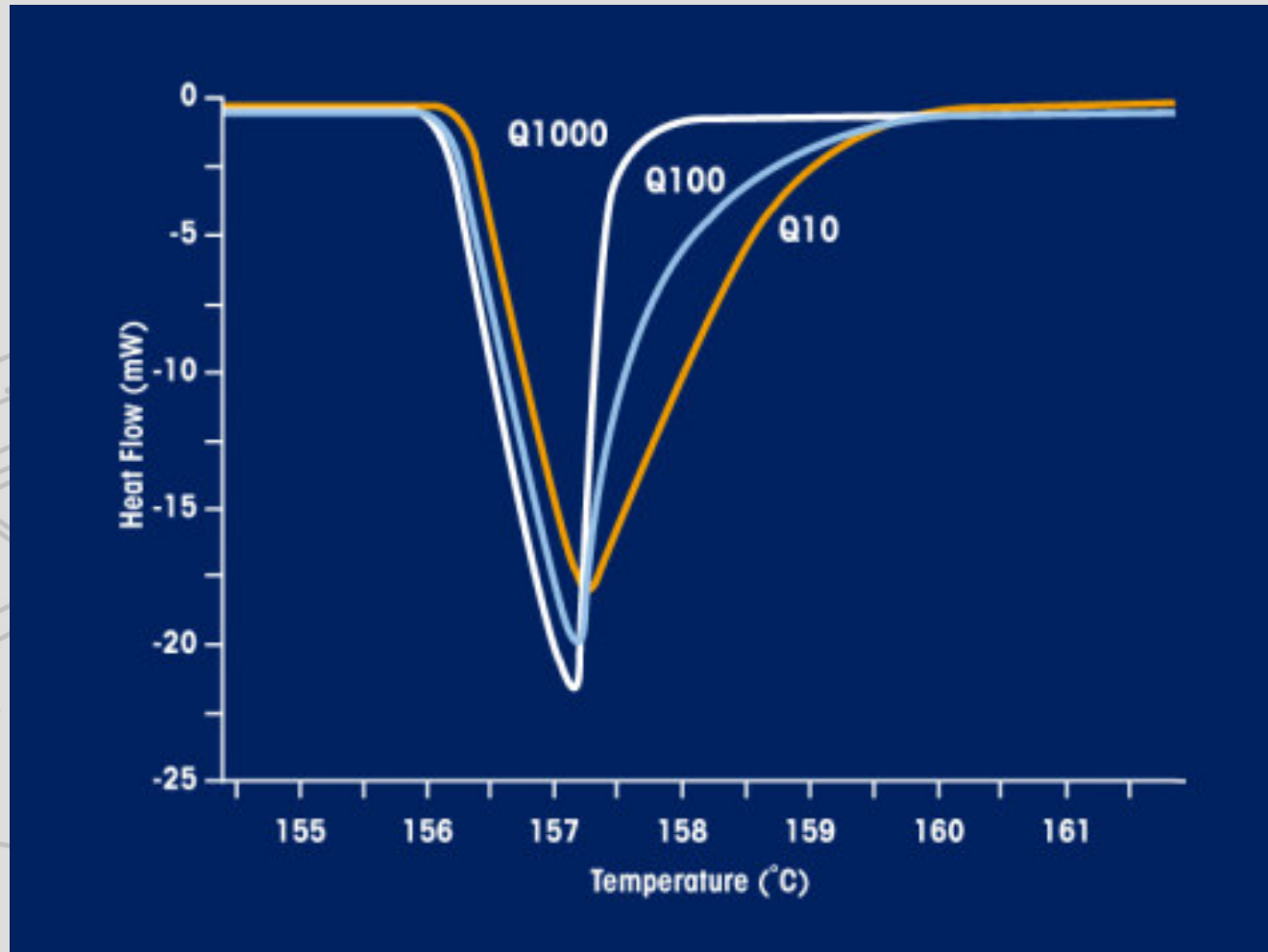
Tzero™ e MDSC®

Autosampler/Autolid

Mass Flow

Touch Screen Display





Sensibilidade dos DSC linha Q



Ministério do Desenvolvimento
Indústria e Comércio Exterior



Autosampler



Controlador mass flow



Ministério do Desenvolvimento
Indústria e Comércio Exterior



LNCS



Ministério do Desenvolvimento
Indústria e Comércio Exterior



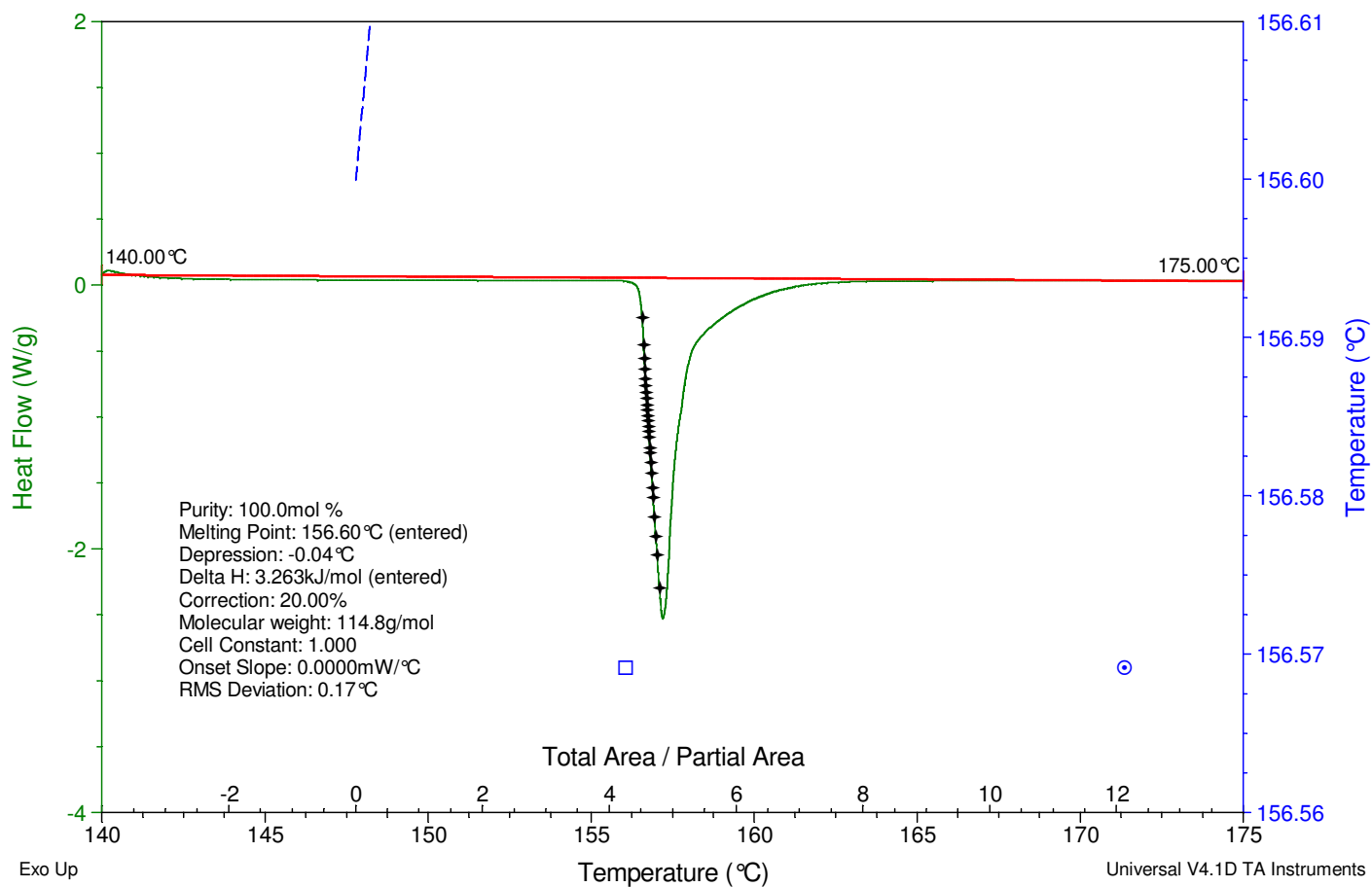
RCS

Análise de pureza por DSC

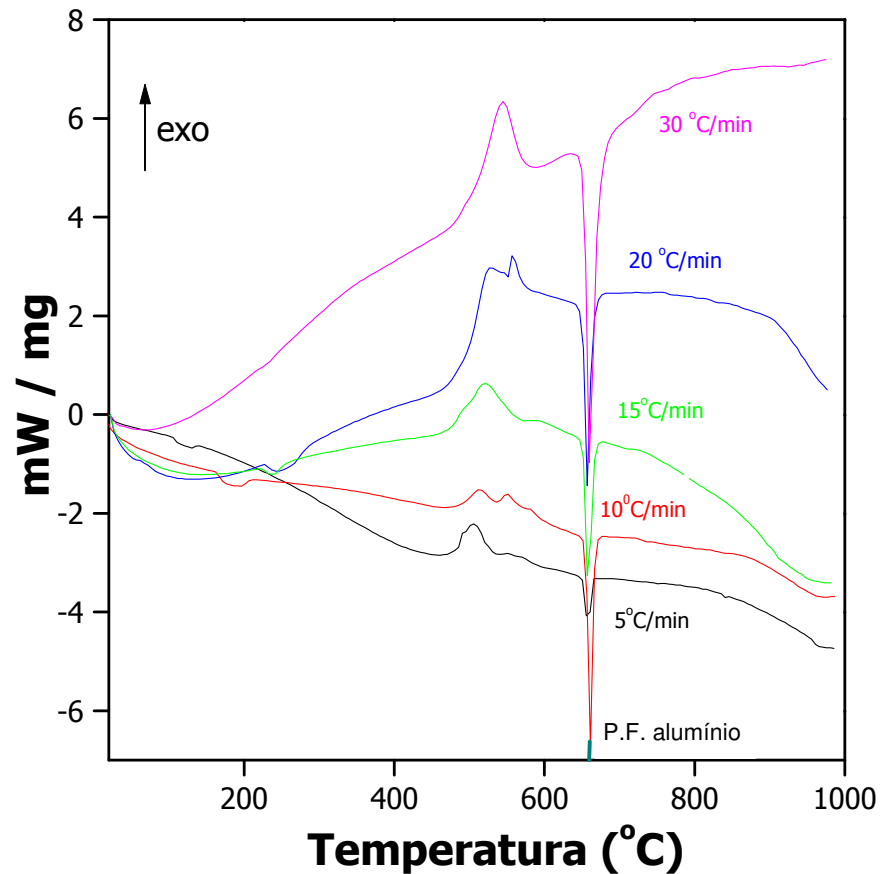
Sample: indio
Size: 9.3810 mg
Method: Ramp
Comment: DSC - teste de repetibilidade (10X)

DSC

File: Repetição 01 indio - DSC - LNCS - H m...
Operator: Eduardo e Toseli
Run Date: 2005-05-10 14:49
Instrument: DSC Q1000 V9.0 Build 275

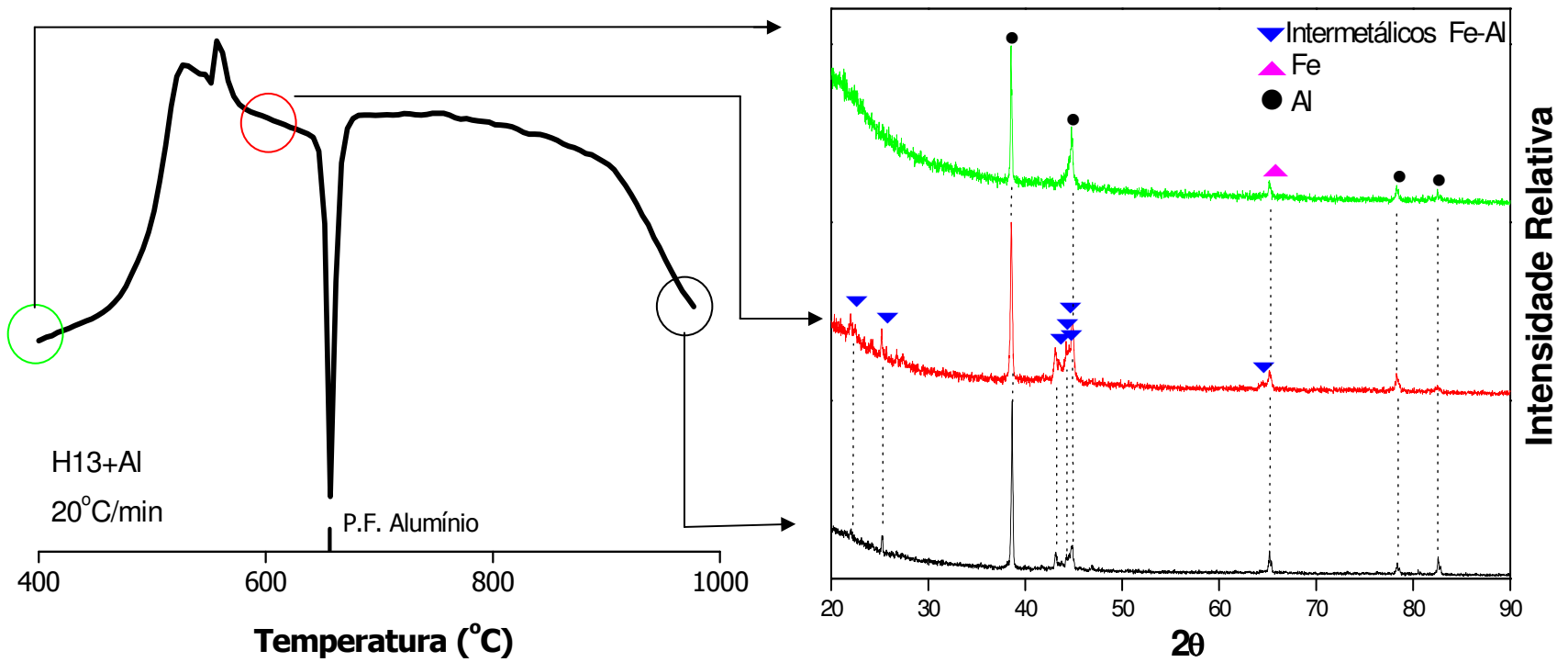


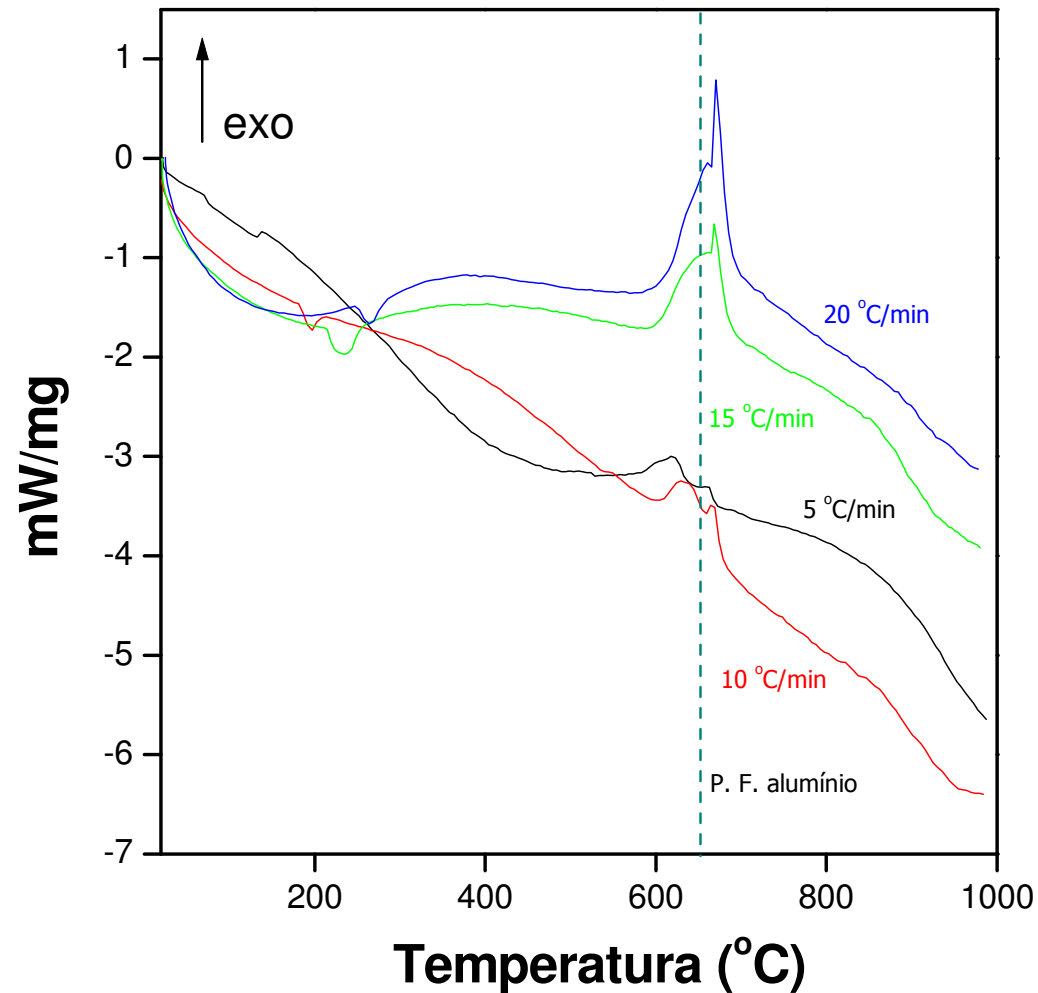
Formação de intermetálicos



Al+H13

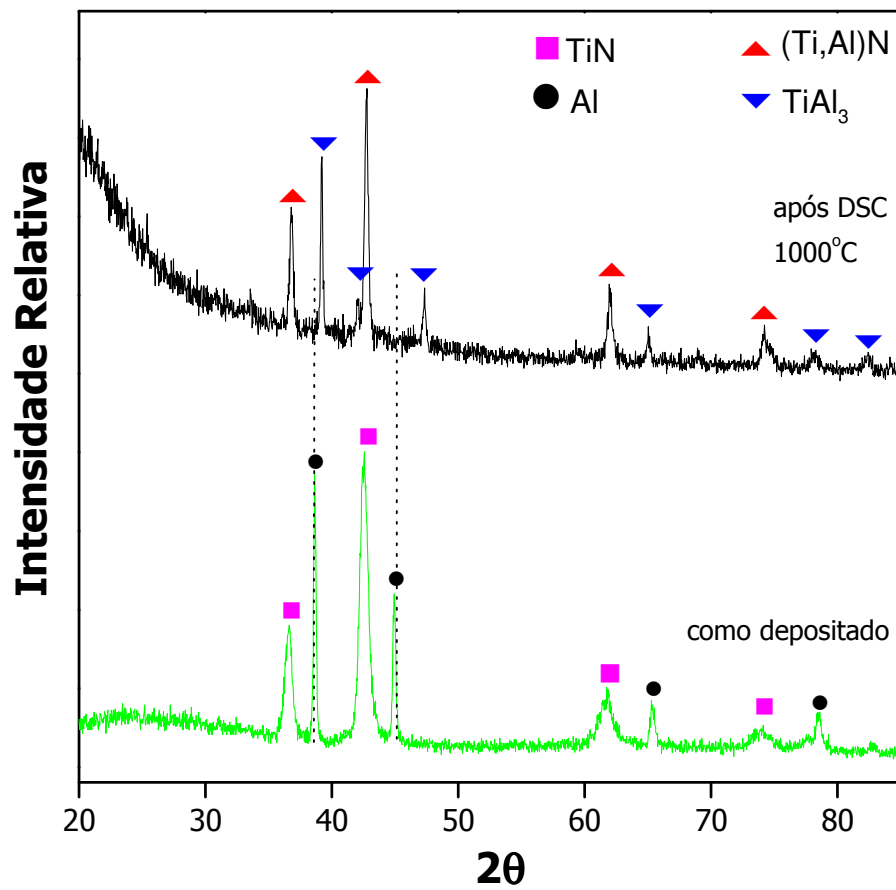
- reações começam em temperaturas abaixo de 500°C.
- reações ocorrem muito perto uma da outra, o que dificulta parar o processo entre aos picos.
- em altas taxas de aquecimento a reação inicial provavelmente inicia as reações subsequentes, produzindo um pico único.



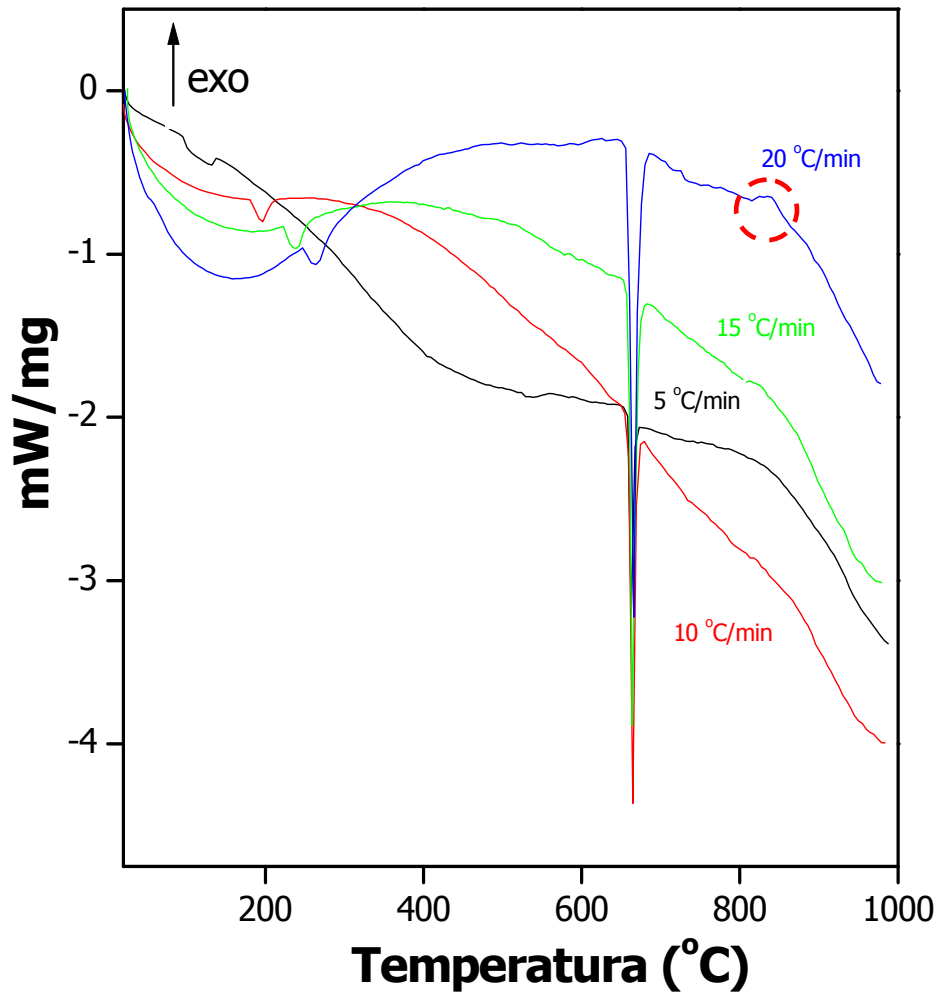


Al+TiN

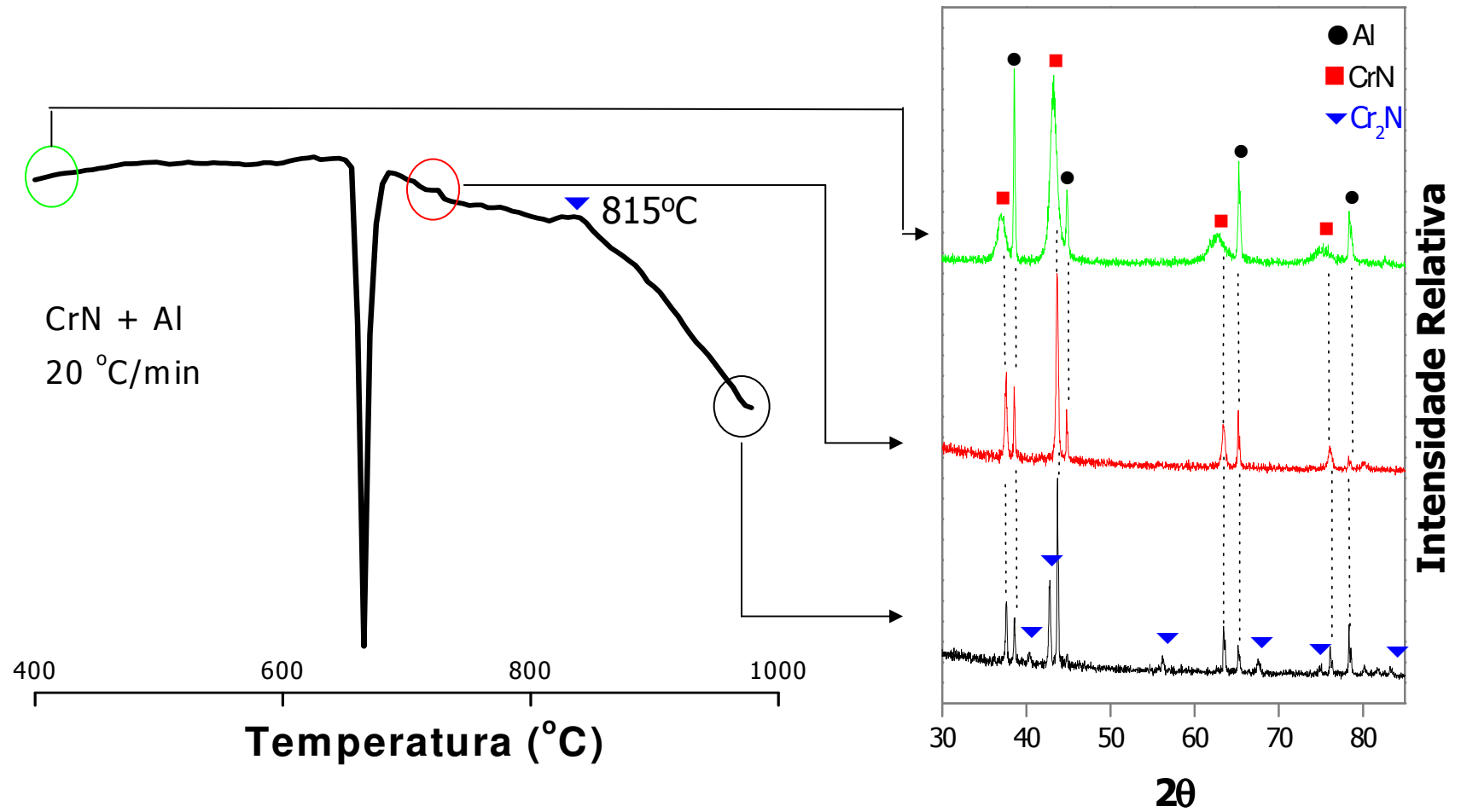
- reações ocorrendo em 587° C e 660°C.
- reações ocorrem muito perto uma da outra, o que dificulta parar o processo entre os picos.
- sem indícios de fusão de alumínio.

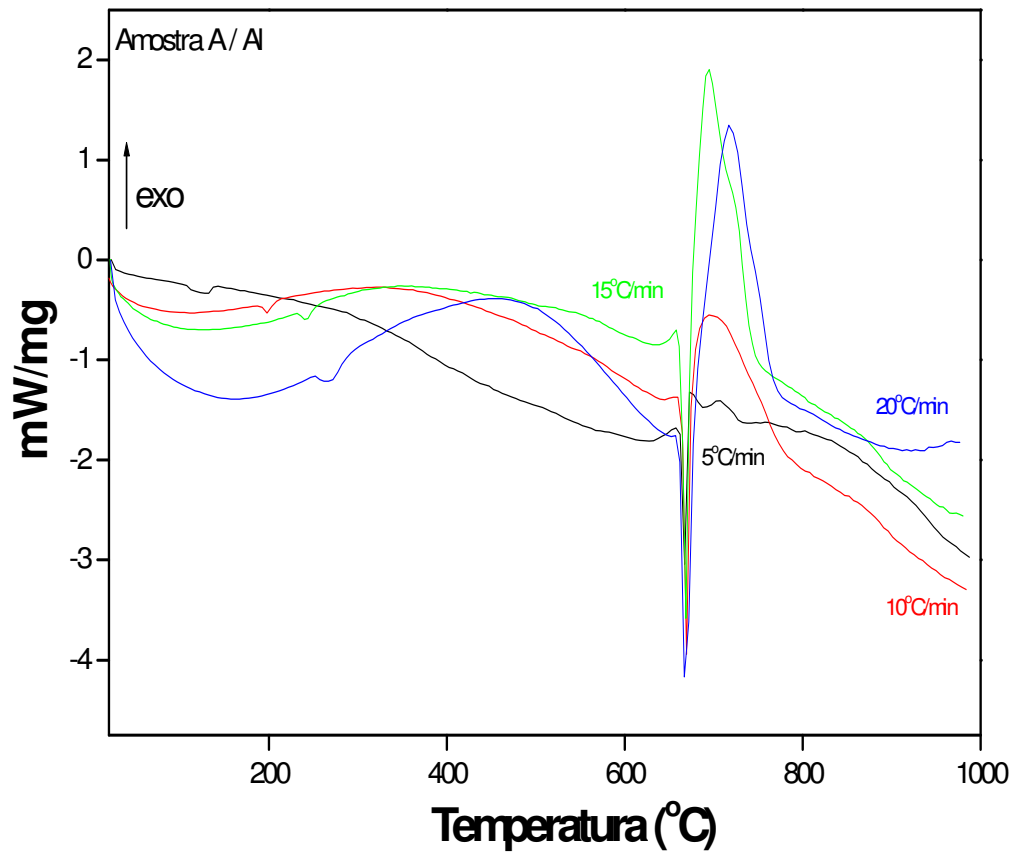


Al+TiN

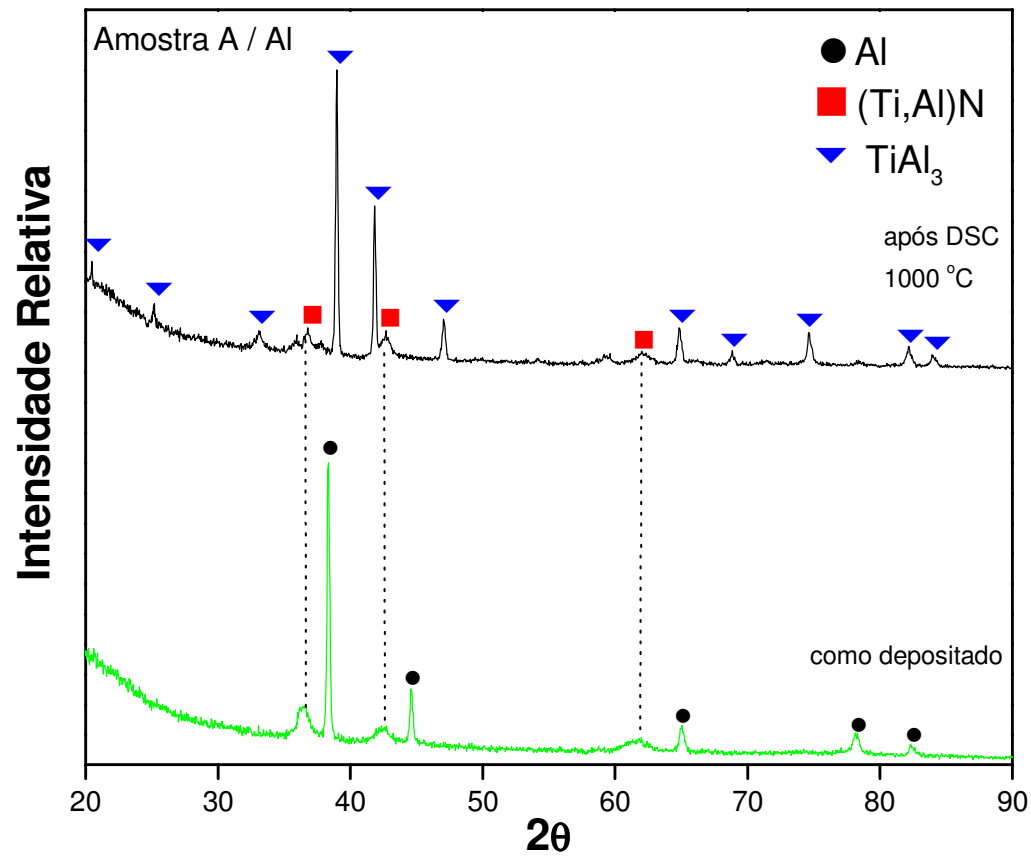


CrN + Al
- reação exotérmica em 810°C.

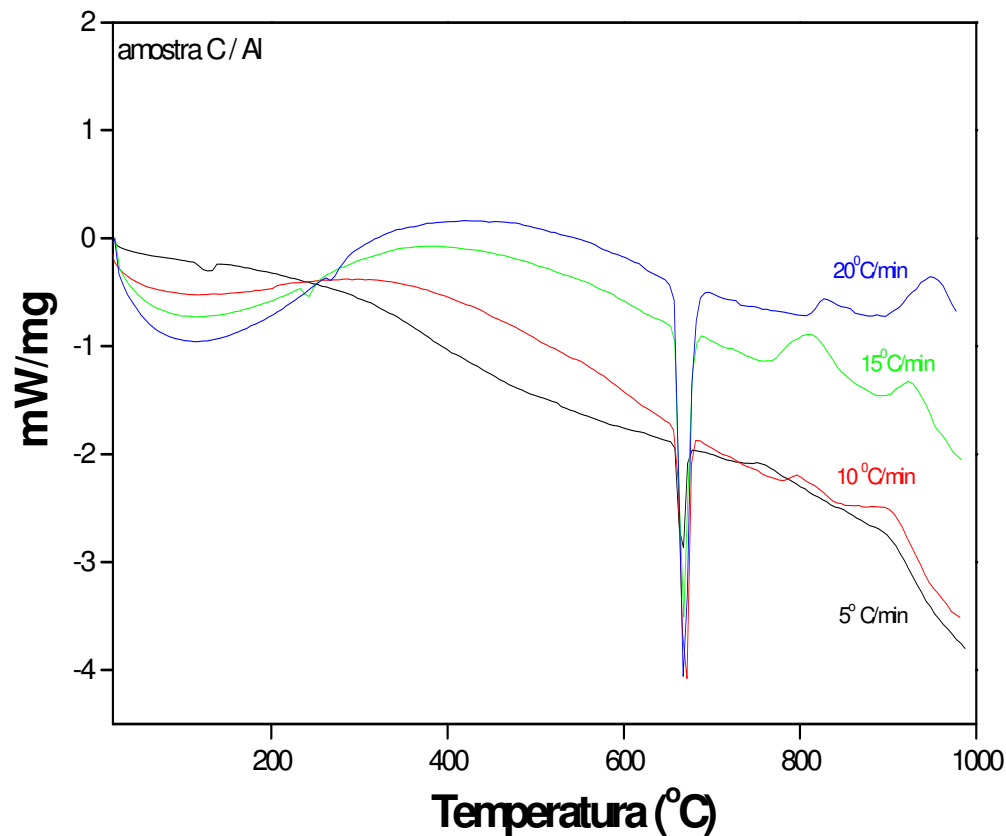




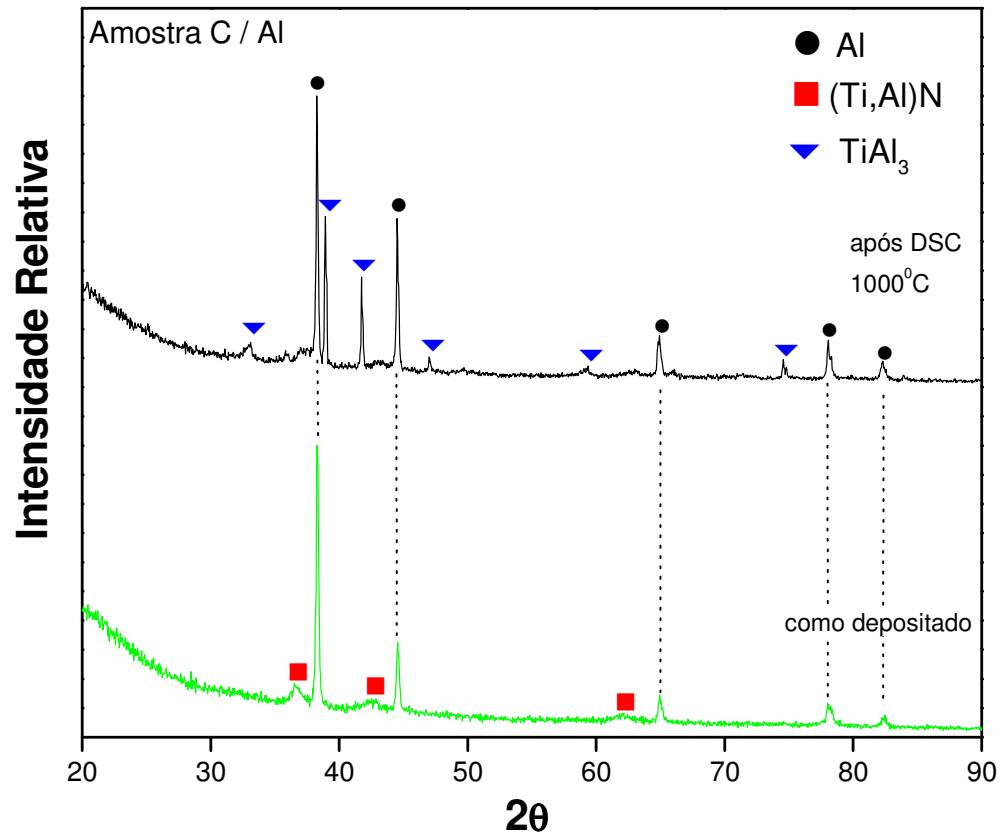
(Ti,Al)N (70/30) + Al
- reação exotérmica
em 700°C.



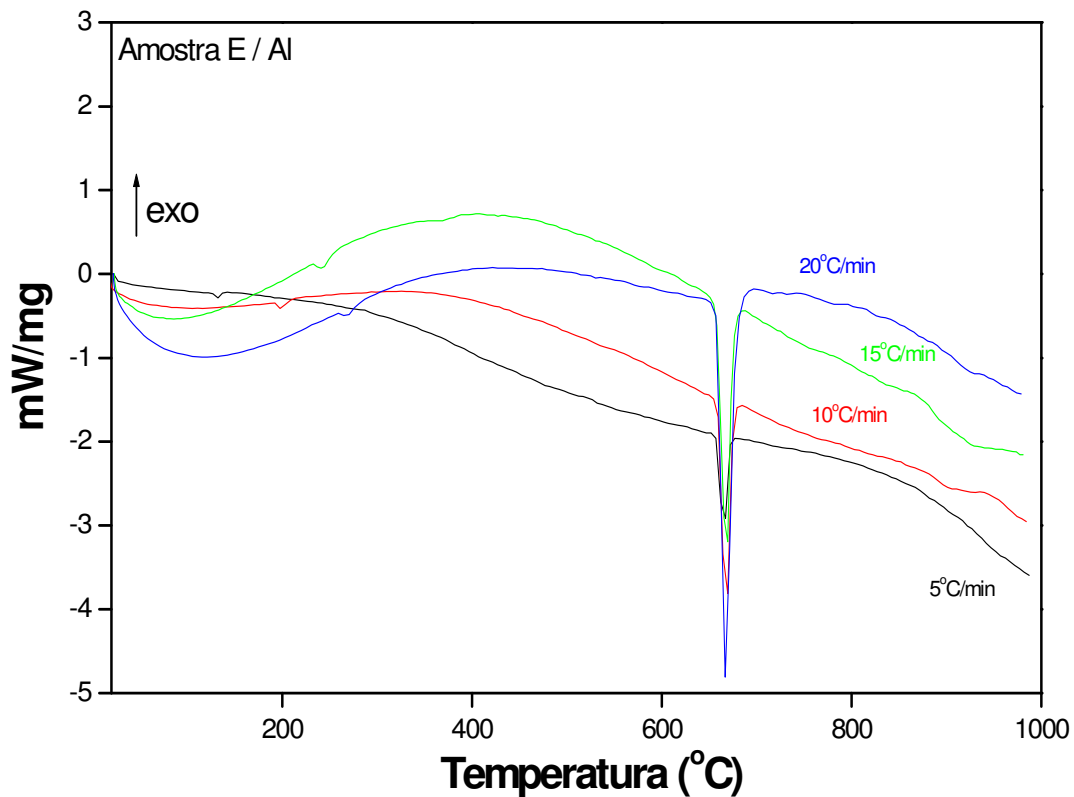
(Ti,Al)N (70/30) + Al



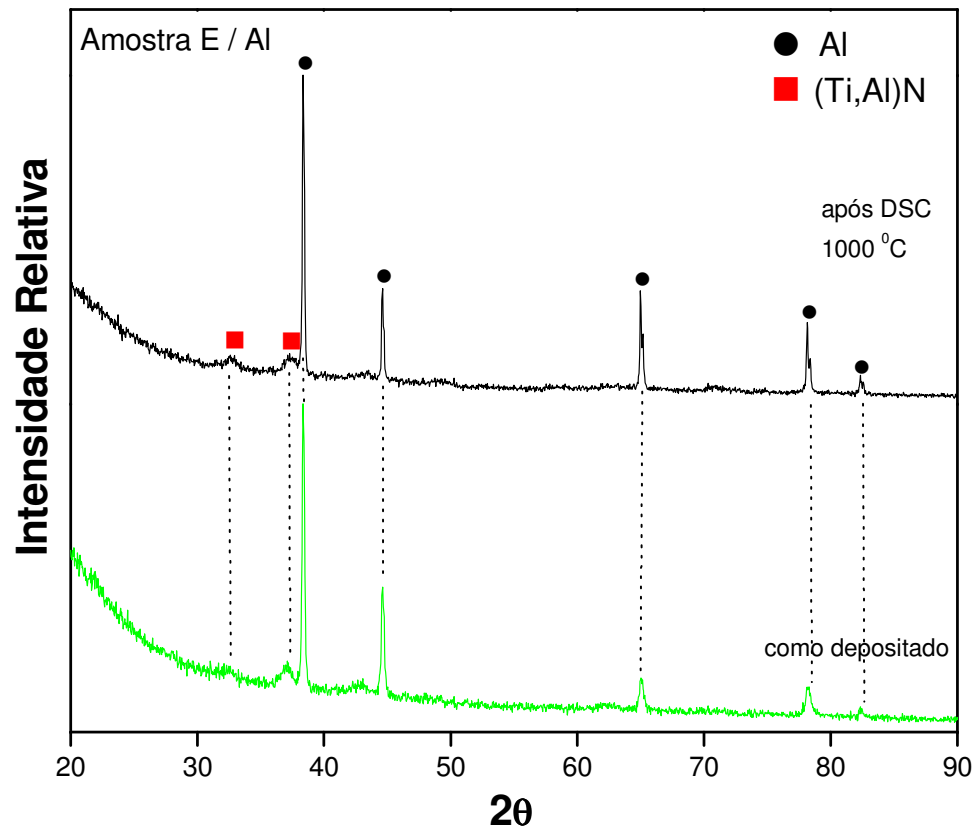
- (Ti,Al)N (50/50) +Al**
- picos exotérmicos acima de 800°C.
 - reações ocorrem muito perto uma da outra, o que dificulta parar o processo entre aos picos.



**(Ti,Al)N (50/50)
+Al**



**(Ti,Al)N (30/70)
+Al**
-sem presença de
picos exotérmicos,
sendo o único pico
visível o da fusão
do alumínio.



(Ti,Al)N (30/70) +Al



Projetos DSC INMETRO

- análises de óleos lubrificantes;
- pureza de etanol;
- análise de polímeros a temperaturas subzero;
- testes proficiência;
- produção de material de referência;
- parcerias com laboratórios que possuam DSC;