



DI
C
Ma
PI

Dipartimento
di Ingegneria Chimica,
dei Materiali e della
Produzione Industriale
Università degli Studi
di Napoli Federico II



Allegato n.1 – ELABORATO TECNICO

Oggetto della fornitura e relative caratteristiche tecniche

Calorimetro a scansione differenziale (DSC) per attività di ricerca su materiali, ad alta sensibilità con tecnologia TZero, dotato di sistema di raffreddamento senza azoto liquido (Temp minima -90°C in cella)

Caratteristiche tecniche:

La strumentazione dovrà avere un DSC a flusso di calore in cui il campione e il riferimento sono misurati nello stesso forno, su fasi separate. Rilevatori di temperatura di area in Chromel/costantana, posti direttamente sotto il campione e il riferimento, non termometri o termocoppie a resistenza al platino o altri metalli nobili.

Forno DSC in argento, con avvolgimenti del riscaldatore in platino. Il vantaggio di questo design è nell'ambiente termico uniforme e nella lunga durata del forno.

Terza termocoppia, isolata termicamente dal campione e dal riferimento, per fungere da punto di riferimento oggettivo per il controllo della temperatura e le misurazioni delle asimmetrie come descritto di seguito (brevetto).

Possibilità di sostituire le celle DSC (sensore, forno ed elettronica associata) semplicemente rimuovendo alcune viti. Ciò consente a vari gruppi di ricerca di avere la propria cella DSC da utilizzare su una singola piattaforma di base. L'utente non manipola né fragili conduttori di termocoppie né molle di tensionamento per sostituire il sensore DSC.

La cella DSC deve includere un'elettronica integrata a temperatura controllata per un'elaborazione stabile del segnale.

Il DSC include un controllo integrato, senza necessità di unità esterne o separate, con cambio automatico del gas di spurgo durante l'esperimento, eseguito tramite software. Il flusso del gas è salvato come segnale nel file di dati. Il gas di spurgo è preriscaldato prima di entrare nella camera del campione e passa sopra il campione per un'interazione ottimale. In base alla progettazione, tutto l'ossigeno viene eliminato dagli "spazi morti" della cella evitando il ristagno del gas di spurgo.

Il DSC deve impiegare la tecnologia Tzero® Heat Flow, definita e conforme come descritto nella sezione seguente. Il DSC deve includere DSC modulato, definito e conforme come descritto nella sezione seguente. Il sistema DSC deve includere un'interfaccia touch screen per un facile accesso e monitoraggio dello strumento. Comunicazione con il computer / controller tramite Ethernet BUS I file contengono la temperatura del sensore misurata, non la temperatura calcolata. Ciò consente all'utente di sapere a quale temperatura si



DI
C
Ma
PI

Dipartimento
di Ingegneria Chimica,
dei Materiali e della
Produzione Industriale
Università degli Studi
di Napoli Federico II



trova effettivamente il campione anche utilizzando diverse velocità di riscaldamento rendendo accurate e precise le temperature di transizione. Deve avere fino a cinque punti per la calibrazione della temperatura.

La caratteristica principale di questo DSC è la tecnologia Tzero® per la misurazione del flusso di calore:

Il DSC deve impiegare la tecnologia Tzero (come descritto nei seguenti brevetti) per la misurazione più accurata del flusso di calore: brevetti statunitensi: 6.488.406, 6.431.747 e 6.561.692;

Brevetto attuale a livello internazionale WO200802445A2

Il DSC deve includere DSC modulato, definito e conforme come descritto nella sezione seguente:

Brevetto: 6.561.692 "Calorimetro a scansione differenziale", 13 maggio 2003.

Il DSC modulato deve essere fornito con i seguenti criteri:

- Capacità di applicare l'onda di temperatura sinusoidale al campione: ampiezza dell'onda sinusoidale $\pm 0,01$ a 3°C ; periodo di frequenza da 10 a 200 secondi.
- Deve includere la capacità di eseguire esperimenti quasi isotermici, cioè di tenere isoterma con una piccola modulazione di temperatura.
- La modulazione della temperatura dovrebbe essere strettamente periodica per garantire il controllo continuo dello stato stazionario e l'esatta riproducibilità dell'esperimento, le perturbazioni casuali della temperatura non sono accettabili.
- Per visualizzare i segnali in tempo reale, la deconvoluzione dei segnali deve essere effettuata in tempo reale, a bordo del modulo utilizzando una trasformazione di Fourier discreta, non dopo la scansione.
- Tutti i segnali di cui sopra devono essere raccolti durante un singolo esperimento e memorizzati in un unico file di dati.
- Deve essere in grado di visualizzare i seguenti segnali in tempo reale durante l'esperimento:
 - ✓ Flusso di calore totale,
 - ✓ Capacità termica totale,
 - ✓ Capacità termica di inversione,
 - ✓ Flusso di calore inverso,



DI
C
Ma
PI

Dipartimento
di Ingegneria Chimica,
dei Materiali e della
Produzione Industriale
Università degli Studi
di Napoli Federico II



✓ Flusso di calore non invertente (cinetico),

✓ Temperatura modulata,

✓ Flusso di calore modulato,

✓ Fase del flusso di calore,

✓ Angolo sinusoidale di riferimento,

✓ Ampiezza della temperatura,

✓ Ampiezza del flusso di calore.

- Le misurazioni della capacità termica non devono richiedere una scansione preventiva della linea di base.

- Deve includere la capacità di misurare la conduttività termica degli isolatori senza modifiche hardware al DSC.

Il DSC deve includere un software operativo, che consenta di calibrare e verificare automaticamente lo strumento, senza la necessità della presenza dell'operatore. Le calibrazioni devono includere la linea di base, la costante della cella e la temperatura. Devono essere presenti capacità di programmazione, in modo che tali tarature e/o verifiche possano essere programmate per essere eseguite durante i normali periodi di quiescenza, come durante la notte o nei fine settimana.

Il software di analisi dei dati dovrebbe essere senza chiave, per consentire installazioni illimitate all'interno di un sito. Il formato del file di dati dovrebbe consentire facilmente la condivisione/trasferimento di file di dati come singoli documenti elettronici, che sono leggibili dallo stesso pacchetto. Il programma di analisi dei dati dovrebbe includere anche un generatore di .pdf, per l'esportazione efficiente dei grafici analizzati.

Range di operabilità:

I valori numerici sono ottenuti senza alcuna deconvoluzione o altra manipolazione post-prova:

Linearità linea di base (-50°-300°C) <10 uW deviazione assoluta media di una regressione lineare su una scansione di base senza alcuna levigatura o sottrazione di spazi vuoti applicata

Ripetibilità linea di base (-50°-300°C) <20 uW

deviazione standard media di almeno 10 scansioni con celle vuote (dati raccolti a intervalli di 1°C), apertura e chiusura del coperchio tra una corsa e l'altra

Accuratezza linea di base (da -50° a 300°C) ±30 uW



DI
C
Ma
PI

Dipartimento
di Ingegneria Chimica,
dei Materiali e della
Produzione Industriale
Università degli Studi
di Napoli Federico II



Definito come l'errore massimo ammissibile dal valore teorico (0 uW) per qualsiasi valore basale misurato nell'intervallo di temperatura indicato

Risoluzione digitale del flusso di calore 0,001 uW

Definita come la più piccola differenza misurabile tra due valori adiacenti

Rumore di base (da -50° a 300°C) <0,2 uW

Definito come il rumore medio rms nell'intervallo di temperatura indicato

Campo di temperatura da -180 a 725C (totale)☒

Ambiente a 725°C (raffreddamento ad aria)

Da -120°C a 550°C (raffreddamento meccanico)

Precisione della temperatura

(deviazione standard su 10 repliche della temperatura di onset dell'indio indio 10°C/min)

- rimuovendo e sostituendo il campione tra ogni corsa $\pm 0.05^\circ\text{C}$
- senza disturbare il campione tra una corsa e l'altra $\pm 0.008^\circ\text{C}$

Accuratezza della temperatura

(deviazione standard dell'errore assoluto su 10 repliche della temperatura di onset dell'indio indio 10°C/min)

- rimuovendo e sostituendo il campione tra ogni corsa $\pm 0.05^\circ\text{C}$

Ripetibilità dell' entalpia

(deviazione standard relativa su 10 misurazioni dell'entalpia di fusione dell'indio)

- rimuovendo e sostituendo il campione tra ogni corsa $\pm 0.3^\circ\text{C}$
- senza disturbare il campione tra ogni corsa $\pm 0,08\%$

Rapporto di risposta all'indio >30

(Rapporto tra altezza e larghezza del picco di fusione di $1\pm 0,02$ mg di indio, 10 °C/min, N2) dati senza misurazione post-prova, deconvoluzione o altra manipolazione

Eventuali opzioni richieste all'affidatario:

La ditta appaltatrice dovrà:



DI
C
Ma
PI

**Dipartimento
di Ingegneria Chimica,
dei Materiali e della
Produzione Industriale**
Università degli Studi
di Napoli Federico II



- ✓ Garantire la fornitura dei manuali di uso e manutenzione del macchinario in lingua italiana e/o inglese, comprensivi di certificato di conformità in accordo alla normativa antinfortunistica europea.
- ✓ Garantire assistenza telefonica, ove necessaria, per la risoluzione tempestiva di problemi tecnici
- ✓ Garantire un programma di addestramento all'uso