



(12) 发明专利申请

(10) 申请公布号 CN 117761109 A

(43) 申请公布日 2024. 03. 26

(21) 申请号 202311248377.4

(22) 申请日 2023.09.26

(30) 优先权数据

22197864 2022.09.26 EP

(71) 申请人 梅特勒-托莱多有限公司

地址 瑞士格赖芬塞

(72) 发明人 T·迈尔 T·许特尔

(74) 专利代理机构 永新专利商标代理有限公司

72002

专利代理师 周家新

(51) Int.Cl.

G01N 25/20 (2006.01)

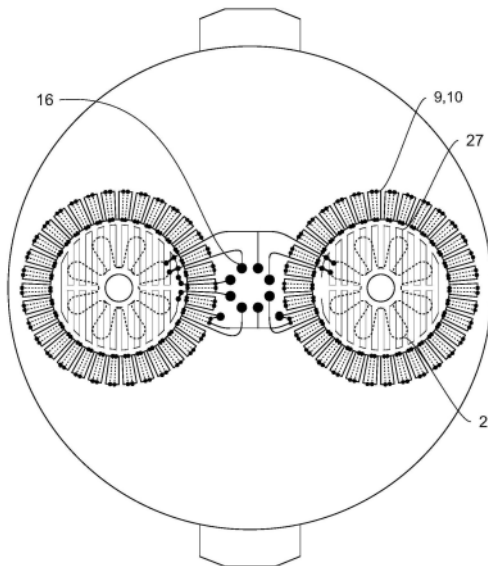
权利要求书3页 说明书13页 附图6页

(54) 发明名称

用于差示扫描量热仪的传感器组件

(57) 摘要

用于差示扫描量热仪的感测单元被配置成包括热电装置的层(9,10)、电加热器装置的层(21)和绝对温度测量装置的层(27)的叠置结构。热电装置、电加热器装置和绝对温度测量装置对称地布置在传感器的样品侧和参比侧。



1. 一种用于差示扫描量热仪的感测单元(1), 包括盘状基底(31), 所述盘状基底(31)适合于与与所述差示扫描量热仪的温控热源导热接触的方式安装, 所述感测单元(1)包括:

- 样品侧和参比侧盘支撑区域(S,R), 其适于在其上相应地接收与其导热接触的样品盘和参比盘(38)的相应的底部;
- 样品侧和参比侧热电装置, 用于在其两个端子部分之间相应地产生样品侧和参比侧电压信号, 所述电压信号相应地指示跨过样品侧和参比侧测量区域的热流;

其特征在于,

- 所述感测单元(1)还包括相应地位于所述样品侧和参比侧盘支撑区域(S,R)下方的样品侧和参比侧电加热器装置。

2. 根据权利要求1所述的感测单元(1), 其中, 所述盘状基底(31)的厚度相应地在所述样品侧和参比侧测量区域下方减小。

3. 根据权利要求1或2所述的感测单元(1), 其中, 所述样品侧和参比侧电加热器装置中的每一个都包括相应地在所述样品侧和参比侧盘支撑区域(S,R)的中心部分与外围部分之间蜿蜒的电阻加热迹线(22)。

4. 根据权利要求1至3中任一项所述的感测单元(1), 其中, 所述感测单元(1)还包括相应地位于所述样品侧和参比侧盘支撑区域(S,R)下方的样品侧和参比侧绝对温度测量装置。

5. 根据权利要求4所述的感测单元(1), 其中, 所述样品侧和参比侧绝对温度测量装置中的每一个都包括温度敏感电阻迹线(28, 29, 30), 所述温度敏感电阻迹线(28, 29, 30)以相对于相应地跨过所述样品侧和参比侧盘支撑区域(S,R)的中心轴线对称的图案蜿蜒。

6. 根据权利要求1至5中任一项所述的感测单元(1), 其中, 所述感测单元(1)还包括多个连接器焊盘(16), 所述连接器焊盘(16)适于使外部布线与其连接。

7. 一种传感器组件, 包括根据权利要求1至6中任一项所述的感测单元(1)和沿纵向轴线延伸的条形构件(32), 其中, 所述条形构件的轴向端部部分(34)包括电接触装置, 从而形成插头构件, 所述插头构件能够与所述差示扫描量热仪的互配地形成的插座构件电接触, 所述电接触装置与所述感测单元(1)的所述连接器焊盘(16)电连接。

8. 根据权利要求7所述的传感器组件, 其中, 所述条形构件(32)具有圆柱形外圆周(33), 所述电接触装置包括条形接触凸耳(35), 所述条形接触凸耳(35)平行于所述纵向轴线延伸并且在圆周方向上相互间隔开, 而且通过布置在形成于所述条形构件(32)中的轴向延伸的中空空间中的连接导线与所述连接器焊盘(16)连接。

9. 根据权利要求1至8中任一项所述的感测单元(1), 其中, 所述感测单元(1)还包括形成于所述盘状基底(31)的外圆周(4)处的至少一个定位片(3), 所述定位片(3)被配置成能够与所述热量仪的互配地形成的定位凹部形成形状配合。

10. 一种生产根据权利要求1至9中任一项所述的感测单元的方法, 包括以下步骤:

- a) 提供盘状基底;
- b) 优选地通过使用厚膜技术、尤其是丝网印刷技术, 在盘状基底上相继地施加以下层:
 - 优选地, 绝对温度测量装置层, 其包括形成绝对温度测量装置的导电迹线以及所述绝对温度测量装置的连接器焊盘, 随后是电绝缘层, 所述电绝缘层是电绝缘的, 唯一的例外是下方的层的连接器焊盘的区域不是电绝缘的,

-电加热器装置层,其包括形成电加热器装置的导电迹线、用于电加热器装置的连接器焊盘以及下方的层的连接器焊盘,随后是电绝缘层,所述电绝缘层是电绝缘的,唯一的例外是下方的层的连接器焊盘的区域不是电绝缘的,

-热电装置的第二层,其包括形成所述感测单元的至少一些热电结的迹线、用于热电装置的第二层的连接器焊盘以及下方的层的连接器焊盘,随后是电绝缘层,所述电绝缘层是电绝缘的,唯一的例外是下方的层的连接器焊盘的区域不是电绝缘的,

-热电装置的第一层,其包括形成感测单元的至少一些热电结的迹线、用于热电装置的第一层的连接器焊盘以及下方的层的连接器焊盘,随后是电绝缘层,所述电绝缘层是电绝缘的,唯一的例外是下方的层的连接器焊盘的区域不是电绝缘的,

-优选地,在样品侧和参比侧支撑区域上局部地施加用于盘支撑结构的材料。

11. 根据权利要求1至9中任一项所述的感测单元在功率补偿操作模式中的使用,其中,样品侧和参比侧电加热器装置均以受控的方式通电而使差分热流信号接近零,

优选地,以受控的方式给电加热器装置通电是通过将差分电压信号施加到比例控制器的输入端来实施的,所述比例控制器从其输出端向加热器装置馈电。

12. 根据权利要求1至9中任一项所述的感测单元在热通量操作模式中的使用,其中,检测作为样品侧与参比侧热电电压之间的差值的差分热电电压。

13. 根据权利要求1至9中任一项所述的感测单元用于同时确定相应地流到第一样品和第二样品的热流的使用,其中,

a) 第一样品被放置在布置于样品侧盘支撑区域上的样品盘中;

b) 第二样品被放置在布置于参比侧盘支撑区域上的参比盘中;并且其中,

c) 通过以下方式确定流到第一样品的热流:

a. 至少使用样品侧电压信号,

b. 优选地,还使用提供给样品侧电加热器装置的功率;并且其中,

d) 通过以下方式确定流到第二样品的热流:

a. 至少使用参比侧电压信号,

b. 优选地,还使用提供给参比侧电加热器装置的功率。

14. 根据权利要求1至9中任一项所述的感测单元用于确定描述样品的复热容的至少一个参数、优选是样品的相位角的使用,其中,

a) 样品放置在布置于样品侧盘支撑区域上的样品盘中;

b) 参比盘布置在参比侧盘支撑区域上;

c) 加热功率作为时间的函数被控制,以遵循缓慢变化或恒定基线,所述缓慢变化或恒定基线通过选定的周期性功率调制进行调制;

d) 感测单元用来测量:

a. 样品侧电压信号,

b. 参比侧电压信号,

c. 优选地,表示与热源相关的温度的温度信号;

e) 评估所述样品侧电压信号、所述参比侧电压信号和所述温度信号之间的函数关系以得出描述复热容的至少一个参数。

15. 根据权利要求1至9中任一项所述的感测单元用于测量样品的温度的使用,包括:

- a) 将感测单元放置在差示扫描量热仪的温控热源内；
- b) 将样品放置在样品侧盘支撑区域上的盘式样品盘中；
- c) 使用样品侧绝对温度测量装置的信号以及优选地使用样品侧热电电压和/或提供给样品侧电加热器装置的功率来确定样品的温度。

用于差示扫描量热仪的传感器组件

技术领域

[0001] 本发明涉及一种用于差示扫描量热仪 (DSC) 的感测单元和一种包括所述感测单元的传感器组件。

背景技术

[0002] 已知的差示扫描量热仪包括热源,所述热源的温度按照预定的温度程序来控制。传感器组件热耦合到热源,从而建立样品侧和参比侧热量流动路径,用于使热量相应地流到传感器组件的样品位置和参比位置。

[0003] 在热通量差示扫描量热仪中,测量信号对应于由热源分别与样品位置和参比位置之间的热流速率所产生的相应的温度差。在功率补偿差示扫描量热仪中,测量信号对应于补偿待测热流所需的电功率。

发明内容

[0004] 本发明的目的是提供一种用于差示扫描量热仪的传感器组件的感测单元,其允许在两种操作模式、即热通量操作模式和功率补偿操作模式下操作,并且具有改进的测量特性。

[0005] 该目的通过用于差示扫描量热仪的感测单元来实现,所述感测单元包括盘状基底。所述盘状基底适合于以与所述差示扫描量热仪的温控热源导热接触的方式安装。附加性地,所述感测单元包括:样品侧盘支撑区域,其适于在其上接收与其导热接触的样品盘的底部;以及参比侧盘支撑区域,其适于在其上接收与其导热接触的参比盘的底部。所述感测单元还包括:样品侧热电装置,其用于在其两个端子部分之间产生样品侧电压信号;以及参比侧热电装置,其用于在其两个端子部分之间产生参比侧电压信号。所述样品侧电压信号指示跨过样品侧测量区域的热流。所述参比侧电压信号指示跨过参比侧测量区域的热流。所述感测单元还包括位于所述样品侧盘支撑区域下方的样品侧电加热器装置和位于所述参比侧盘支撑区域下方的参比侧电加热器装置。

[0006] 优选地,所述感测单元相对于垂直于盘状基底并且穿过盘状基底的中心点的平面形成热力学对称的布置。在这个实施例中,盘状基底的中心点即为感测单元的中心点。

[0007] 优选地,样品侧测量区域和参比侧测量区域布置在盘状基底的外圆周区域处。

[0008] 优选地,热电装置均位于相应的测量区域中。

[0009] 热源可以独立于样品侧和/或参比侧电加热器装置来控制。

[0010] 样品侧盘支撑区域或参比侧盘支撑区域优选地具有等于或大于相应的样品盘或参比盘的底部的尺度范围。

[0011] 样品侧和参比侧电加热器装置的存在允许在差示扫描量热仪中使用功率补偿模式,其中,样品和参比物两者都位于相同容积中,所述容积的温度由相同热源控制,并且所述容积优选地是炉。

[0012] 样品侧和参比侧电加热器装置进一步允许提高包括感测单元的传感器组件的时

间分辨率。

[0013] 在一个实施例中,样品侧测量区域包围样品侧盘支撑区域,参比侧测量区域包围参比侧盘支撑区域。

[0014] 感测单元的不同“区域”由它们相对于感测单元的面积和位置来表征,并在感测单元的厚度范围内延伸。术语“包围”应当被广义地理解为允许重叠。在当前的实施例中,例如,测量区域可以是具有内半径和外半径的中空圆柱体的形状,盘支撑区域可以是具有外半径的圆柱体的形状。测量区域和相应的盘支撑区域可以同心地布置。在这样的实施例中,只要测量区域的外半径大于盘支撑区域的外半径,测量区域就包围盘支撑区域,而与测量区域的内半径无关。

[0015] 由于测量区域包围相应的盘支撑区域,因此根据本发明的感测单元在样品盘的放置和参比盘的放置方面具有更大的容限。因此,包围盘支撑区域的测量区域与电加热器装置的组合允许在宽范围的时间分辨率上进行特别鲁棒和可重复的测量。

[0016] 首先值得注意的是,本说明书中使用的“热源”一词优选地被解释为还包括冷源,使得本说明书既适用于差示扫描量热仪的加热操作模式,也适用于差示扫描量热仪的冷却操作模式。此外,热源的温度控制可以包括:等温操作,其中温度是恒定的;或动态操作,其中温度遵循作为时间的函数的预定温度程序、特别是线性温度斜坡变化,或者温度振荡、特别是以调制的线性温度斜坡的形式振荡。

[0017] 根据傅里叶定律,样品侧和参比侧的热流与沿着相应流动路径的温度梯度成比例,因此由相应的样品侧和参比侧热电装置产生的样品侧和参比侧电压信号相应地指示热源与样品侧和参比侧盘支撑区域之间的热流。

[0018] 在一个实施例中,样品侧热电装置的一个端子部分与具有相同极性的参比侧热电装置的一个端子部分相连接。在下文中,这些在使用期间处于相同电势的端子部分将被称为“第一端子部分”。在这个实施例中,差分电压信号是指示样品侧与参比侧之间的差分热流的速率的电压信号,所述差分电压信号可从样品侧与参比侧热电装置的彼此不连接的两个端子部分之间得到。在下文中,这些在使用期间电势可能不同的端子部分将被称为“第二端子部分”。

[0019] 在一个优选实施例中,样品侧和参比侧热电装置的第一端子部分彼此连接并连接到相同的热电材料,而样品侧和参比侧的热电结包括相同组合的热电材料。

[0020] 感测单元优选地在功率补偿操作模式中使用。在这个实施例中,样品侧和参比侧电加热器装置被通电以在功率补偿操作模式下操作差示扫描量热仪。在这个操作模式下,对通电进行控制而使差分热流信号接近零。这可以例如通过将差分电压信号施加到比例控制器的输入端来实施,所述比例控制器从其输出端向加热器装置馈电。

[0021] 优选地,当具有相同极性的样品侧和参比侧热电装置的第一端子部分彼此连接时,在样品侧和参比侧热电装置的第二端子部分之间测量差分电压信号。在另一个实施例中,差分电压信号从样品侧和参比侧电压信号得出,尤其是通过计算差值得出。

[0022] 在功率补偿模式中,检测提供给样品侧和参比侧电加热器装置的功率并使用所述功率来确定流到或流出样品的热量。在一个优选实施例中,还检测差分热电电压,并且在确定流到或流出样品的热量时也考虑所述差分热电电压。

[0023] 感测单元优选地在热通量操作模式中使用。在这个实施例中,检测作为样品侧与

参比侧热电电压之间的差值的差分热电电压。在热通量操作模式中,样品侧和参比侧电加热器装置要么根本不通电,要么按照预定温度程序通电。

[0024] 感测单元的盘状基底优选为圆盘,优选由氧化铝陶瓷材料制成,所述盘状基底具有优选大于20mm、优选为24mm或更大的直径。

[0025] 优选地,盘状基底具有基本平坦的上侧,在所述上侧上,优选地通过使用多层厚膜技术,设置感测单元的各种结构元件。感测单元的结构元件至少是样品侧和参比侧这两者的热电装置和电加热器装置。

[0026] 优选地,感测单元包括布置在盘状基底上的多层结构。从盘状基底开始,多层结构优选地包括按给定顺序的以下层:电加热器装置层、绝缘层、热电装置的第二层、绝缘层、热电装置的第一层和绝缘层。优选地,使用多层厚膜技术来施加这些层。优选地,绝缘层还包括导电材料,以在热电装置的第一层与第二层之间、在电加热器装置层与感测单元的顶表面上的连接器焊盘之间、以及在热电装置的至少一层与感测单元的顶表面上的连接器焊盘之间建立直通接触连接。

[0027] 根据本发明的另一方面,所述盘状基底的厚度相应地在所述样品侧和参比侧测量区域下方减小。优选地,所述厚度也相应地在样品侧和参比侧盘支撑区域下方类似地减小。

[0028] 厚度的减小、特别是相应地在样品侧和参比侧测量区域下方的厚度的减小,会导致热量沿着限制在盘状基底的上表面与盘状基底的凹陷的下表面之间的测量路径流过测量区域。这使得位于测量区域处的热电装置能够更好地检测热流。

[0029] 尤其是在盘状基底的厚度大于相应地位于样品侧和参比侧测量区域下方的盘状基底的厚度的区域中,盘状基底与温控热源之间的导热接触优选地通过用作热源的炉的上端面与盘状基底之间的接合来建立。

[0030] 由于炉体和盘状基底的材料具有高热导率,样品或参比物主要由流过测量区域的热流来加热。流过测量区域的热流可以由热电装置检测。

[0031] 在一个优选实施例中,炉的上端面包括热导率介于0.5与5W/(m·K)之间、优选地介于1与2W/(m·K)之间的材料层、例如玻璃陶瓷层。这样的层保护感测单元免受非期望的快速温度变化的影响,同时层的导电性确保了流过测量区域的热流是主导的热流路径。

[0032] 感测单元和包括所述感测单元的传感器组件的总体几何特征被配置为热力学对称的,使得在理想情况下,热量在热源分别与样品侧和参比侧盘支撑区域之间流动的条件是相同的。

[0033] 在感测单元的一个优选实施例中,所述样品侧和参比侧热电装置中的每一个都包括多个热电结,每个热电结都由与第二热电材料接触的第一热电材料形成。任一热电装置的热电结都是串联连接的并且交替地位于与相应的盘支撑区域互相间隔不同的位置处。

[0034] 当所述样品侧和参比侧盘支撑区域这两者都具有外圆边界并且所述间隔不同的位置位于内圆和外圆上时,这可以具体地来实施。内圆与外圆边界同心地定位并且紧邻外圆边界,而且径向地位于外圆边界的径向外侧。外圆与内圆同心地定位。外圆的半径大于内圆的半径。内圆上的热电结优选地在圆周方向上等距间隔。类似地,在这个实施例中,外圆上的热电结在圆周方向上等距间隔。

[0035] 优选使用金(Au)作为第一热电材料,并且优选使用金-钯合金(AuPd)作为第二热电材料。在热电装置的给定层中的内圆和外圆中的每一个上的热电结的数量优选地大于

30、特别是等于34。

[0036] 将成对的结布置在同心圆上、优选地总是一个结布置在另一个结的径向外侧,并且将它们串联连接,这会产生改进的测量信号。使用金和金-钼合金的热电结可以通过厚膜技术以可靠的方式生产。在每个圆上布置30至34个结允许可靠的生产。

[0037] 进一步优选的是,所述结的串联连接中的相继的结相应地通过交替的所述第一和第二热电材料的迹线而成对互连。

[0038] 优选地,外圆中的每个热电结都位于内圆中的热电结中的一个的径向外侧。这些热电结对中的每一对都相应地通过所述第一和第二热电材料中的一种热电材料的径向延伸迹线连接。所述热电材料中的另一种热电材料的迹线建立了到相邻内结之间的周向中间位置、然后径向向外直到相邻外结之间的中间位置、然后周向直到相邻外结的连接。对于串联连接的端子结来说,所述热电材料中的另一种热电材料的迹线没有建立周向直到相邻外结的连接,而是所述第一和第二热电材料的迹线均在外圆处是端部开放的,以连接到用于分接电压信号的端子部分。

[0039] 该实施例最小化了形成优选的热电装置所需的迹线的长度,因此更加可靠。

[0040] 优选地,测量区域是内圆与外圆之间的区域。

[0041] 优选地,所述样品侧和参比侧热电装置中的每一个都具有其分布到至少两层的热电结,所述至少两层中的一层布置在另一层之上,层间具有电绝缘层,并且所述串联连接通过所述绝缘层来直通过接触。

[0042] 由此,整体串联连接的热电结的数量可以增加成为每个单独的层中的结的总和,并且感测单元的灵敏度以及包括所述感测单元的传感器组件的灵敏度也相应地增加。

[0043] 因此,优选地,热电结的总数在60与68之间。

[0044] 在一个有利的实施例中,所述样品侧和参比侧电加热器装置中的每一个都包括电阻加热迹线,所述电阻加热迹线相应地在所述样品侧和参比侧盘支撑区域的中心部分与外围部分之间蜿蜒。

[0045] 具体地,蜿蜒的迹线在外限制圆与内限制圆之间延伸,所述外限制圆同心地位于相应样品侧和参比侧盘支撑区域的外圆边界内并且邻近所述外圆边界,所述内限制圆位于所述外限制圆的径向内侧并与之同心。蜿蜒迹线的转弯区域相应地与外限制圆和内限制圆在这些圆的圆周方向上彼此等距离的位置处接触。利用这种蜿蜒的图案,有利地实现了盘支撑区域的均匀加热。

[0046] 另一个有利的实施例还包括相应地位于所述样品侧和参比侧盘支撑区域下方的样品侧和参比侧绝对温度测量装置。

[0047] 这些绝对温度测量装置允许相应地在紧邻样品盘和参比盘处进行绝对温度测量。

[0048] 温度测量结果可用于估计传感器组件中的热阻。

[0049] 包括样品侧和参比侧绝对温度测量装置的感测单元可用于测量样品的温度。为了测量样品的温度,感测单元被放置在差示扫描量热仪的温控热源内。将样品放置在样品侧盘支撑区域上的盘式样品盘中。样品侧绝对温度测量装置的信号用于确定样品的温度。优选地,样品侧热电电压和/或提供给样品侧电加热器装置的功率也用于确定样品的温度。

[0050] 绝对温度测量装置布置在非常紧邻样品的位置。因此,由绝对温度测量装置产生的信号可以很好地估计样品的真实温度,尤其是在接近稳态的条件下。在瞬态条件下,由样

品、热源和/或电加热器装置产生的热流可以直接地加热或冷却所述绝对温度测量装置,并导致样品温度与由绝对温度测量装置产生的信号之间出现偏差。所述偏差可以通过考虑样品侧热电电压和/或提供给样品侧电加热器装置的功率来校正。

[0051] 在一个有利的实施例中,所述样品侧和参比侧绝对温度测量装置中的每一个都包括温度敏感电阻迹线,所述温度敏感电阻迹线以相对于相应地跨过所述样品侧和参比侧盘支撑区域的中心轴线对称的图案蜿蜒。

[0052] 具体地,盘支撑区域具有圆形圆周,并且对称轴线限定了其直径。蜿蜒迹线的在转弯区域之间延伸的腿垂直于对称轴线,所述转弯区域位于相应地邻近圆周并且邻近对称轴线的位置。例如,电阻迹线的尺寸可以设计为具有在-150℃时的20Ω与700℃时的175Ω之间变化的电阻值。

[0053] 优选地,样品侧和参比侧绝对温度测量装置都是感测单元的另外的结构元件,都是通过使用多层厚膜技术设置的。

[0054] 优选地,样品侧和参比侧绝对温度测量装置包含在多层结构中。根据这个实施例的感测单元的多层结构包括附加电绝缘层和绝对温度测量装置层。绝对温度测量装置层布置在盘状基底的上侧与电加热器装置层之间。附加电绝缘层布置在电加热器装置层与绝对温度测量装置层之间。

[0055] 从盘状基底开始,这个实施例的多层结构优选地包括按给定顺序的以下层:绝对温度测量装置层、绝缘层、电加热器装置层、绝缘层、热电装置的第二层、绝缘层、热电装置的第一层和绝缘层。

[0056] 优选地,绝缘层还包括导电材料,以在热电装置的第一层与第二层之间、在电加热器装置层与感测单元的顶表面上的连接器焊盘之间、在热电装置的至少一层与感测单元的顶表面上的连接器焊盘之间以及在绝对温度测量装置层与感测单元的顶表面之间建立直通接触连接。

[0057] 在另一个实施例中,感测单元包括盘支撑结构。盘支撑结构是施加在最顶部的电绝缘层的顶部上、但仅局部地施加在样品侧和参比侧盘支撑区域上的薄层。在一个优选实施例中,样品侧和参比侧盘支撑区域的和/或在样品侧或参比侧盘支撑区域处的盘支撑结构的直径稍微大于盘的底部的直径。

[0058] 设置在盘支撑结构和/或多层结构的部件中的小凹部可以布置在样品侧和参比侧盘支撑区域的中心点处。与包括定心销的盘一起,这样的凹部可以便于将盘手动放置在感测单元上。

[0059] 优选地,盘支撑结构补偿局部表面波纹,所述局部表面波纹可以例如由下层结构引起。所述盘支撑结构提供了特别平坦的表面并由此允许减少盘与感测单元之间的热接触。

[0060] 一种生产感测单元的方法,包括以下步骤:提供盘状基底以及在盘状基底上相继地施加以下层:

[0061] -电加热器装置层,

[0062] -电绝缘层,

[0063] -热电装置的第二层,

[0064] -电绝缘层,

[0065] -热电装置的第一层,以及

[0066] -电绝缘层。

[0067] 优选地,使用厚膜技术、尤其是丝网印刷技术来施加这些层。

[0068] 电加热器装置层的层包括形成电加热器装置的导电迹线、用于电加热器装置的连接器焊盘、以及如果存在下方的层则还包括所述下方的层的连接器焊盘。

[0069] 电绝缘层是电绝缘的,唯一的例外是其下方的层的连接器焊盘的区域不是电绝缘的。

[0070] 热电装置的第二层包括形成感测单元的至少一些热电结的迹线、用于热电装置的第二层的连接器焊盘以及下方的层的连接器焊盘。

[0071] 热电装置的第一层包括形成感测单元的至少一些热电结的迹线、用于热电装置的第一层的连接器焊盘以及下方的层的连接器焊盘。

[0072] 在一个优选实施例中,绝对温度测量装置层和电绝缘层布置在盘状基底与电加热器装置层之间。

[0073] 绝对温度测量装置层包括形成绝对温度测量装置的导电迹线及其连接器焊盘。

[0074] 在一个优选实施例中,用于盘支撑结构的材料局部地施加在样品侧和参比侧支撑区域上。

[0075] 通过施加所述层来生产感测单元允许高效且可靠的生产,尤其是如果使用例如丝网印刷这样的厚膜技术。

[0076] 在一个优选实施例中,感测单元还包括多个连接器焊盘,其适于使外部布线与其连接。

[0077] 优选地,连接器焊盘位于中心圆上,所述中心圆的中心点即感测单元的中心点,并且所述中心圆的直径小于样品侧盘支撑区域的中心点与参比侧盘支撑区域的中心点之间的距离与外圆之一的直径之间的差。

[0078] 这些连接器焊盘用于在从感测单元发射的或施加到感测单元的电信号与用于感测单元的外部电路之间建立电通信。

[0079] 具体地,所述连接器焊盘中的第一连接器焊盘相应地具有共同与之连接的所述样品侧和所述参比侧热电装置的端子部分中的一个端子部分,端子部分中的所述连接的端子部分具有相同极性,而所述样品侧和参比侧热电装置的端子部分中的其他端子部分相应地分别地连接至所述连接器焊盘中的第二和第三连接器焊盘。

[0080] 因此,相应地来自所述样品侧和参比侧热电装置的电压信号之间的差值可从所述第二与第三连接器焊盘之间得到,而来自样品侧和参比侧热电装置的单独的电压信号可相应地从第一与第二连接器焊盘之间以及从第一与第三连接器焊盘之间得到。

[0081] 此外,有利地,所述连接器焊盘中的第四连接器焊盘相应地具有共同与之连接的所述样品侧和所述参比侧加热器装置的电源端子中的一个电源端子,而所述样品侧和参比侧加热器装置的电源端子中的其他电源端子相应地分别地连接到所述连接器焊盘中的第五和第六连接器焊盘。

[0082] 由此,可以通过相应地向第四和第五连接器焊盘或者向第四和第六连接器焊盘施加功率来单独地对样品侧和参比侧加热器装置通电。

[0083] 同样有利的是,所述连接器焊盘中的第七和第八连接器焊盘相应地连接到所述样

品侧绝对温度测量装置的所述电阻迹线的相对的端部。

[0084] 由此,可以通过将相应的电路结构连接到所述第七和第八连接器焊盘来测量样品侧盘支撑区域处的绝对温度。

[0085] 在一个有利的实施例中,在参比侧处没有设置类似的连接结构和焊盘。这个实施例的参比侧绝对温度测量装置实际上只是为了热对称的目的而设置的,而并不用于温度测量。

[0086] 根据本发明的另一方面,传感器组件包括感测单元和沿纵向轴线延伸的条形构件。条形构件的轴向端部部分之一包括电接触装置,从而形成插头构件,所述插头构件与所述差扫描量热仪的互配地形成的插座构件电接触。所述电接触装置与所述感测单元的所述连接器焊盘电连接。

[0087] 优选地,外部布线在电接触装置与所述感测单元的连接器的焊盘之间建立电连接。

[0088] 具体地,插头构件可以被配置成以互锁和/或力配合的方式与插座构件连接,从而以特别简单的方式同时与所有连接器焊盘接触。在一个优选实施例中,电接触装置位于尖端部分上方,所述尖端部分包括引导表面。所述引导表面在圆周方向上是不对称的并且确保了插头构件相对于插座的预定方位。另外,所述尖端部分在插头构件的插入期间保护接触装置。

[0089] 优选地,传感器组件还包括张紧线,所述张紧线用于通过机械张力将感测单元固定在量热仪中,并确保炉与感测单元(优选其盘状基底)之间明确的热接触。所述张紧线优选地以打环的形式穿过并排布置在中心圆内的两个小开口。所述张紧线穿过条形构件,在其尖端部分离开条形构件并以环结束。量热仪的锚固元件可以与所述环接合。优选地,所述锚固元件在张紧元件上施加弹簧力,并由此确保感测单元的盘状基底被恒定的力推到炉的上端面上。

[0090] 在一个优选实施例中,一旦安装了传感器组件,则条形构件和传感器组件的感测单元就不会相互接触。优选地,张紧线被选择为具有小于或等于0.2mm的直径,以最小化感测单元与锚固元件之间的热传递。

[0091] 优选地,纵向轴线是整个传感器组件的中心对称轴线,使得特别地,样品侧和参比侧盘支撑区域对称地位于所述轴线的两侧,而多个连接器焊盘位于以这个轴线为中心的圆上。

[0092] 优选地,所述条形构件具有圆柱形外圆周,所述电接触装置包括条形接触凸耳,所述条形接触凸耳平行于所述纵向轴线延伸并且在圆周方向上相互间隔开,而且通过布置在形成于所述条形构件中的轴向延伸的中空空间中的连接导线与所述连接器焊盘连接。

[0093] 优选地,连接导线形成外部布线。

[0094] 最后,感测单元的一个优选实施例还包括形成于盘状基底的外圆周处的至少一个定位片。定位片被配置成能够与所述量热仪的互配地形成的定位凹部形状配合。

[0095] 由此,精确地限定了感测单元相对于量热仪主体的角度方位。优选地,设置两个沿直径方向相对的定位片。

[0096] 在一个实施例中,感测单元用于同时确定流到第一和第二样品的热流。由此,第一样品被放置在布置于样品侧盘支撑区域上的样品盘中,第二样品被放置在布置于参比侧盘支撑区域上的参比盘中。至少使用样品侧电压信号来确定流到第一样品的热量。至少使用

参比侧电压信号来确定流到第二样品的热量。

[0097] 优选地,附加使用提供给样品侧电加热器装置的功率来确定流到第一样品的热流。

[0098] 优选地,附加使用提供给参比侧电加热器装置的功率来确定流到第二样品的热流。

[0099] 感测单元既能确定样品侧电压信号又能确定参比侧电压信号,因此允许区分流到和流出样品侧及参比侧的热量。将第二样品放置在参比侧上提高了吞吐量,这在需要对大量样品进行相互比较时尤其有用。

[0100] 在一个实施例中,感测单元用于确定描述样品的复热容(complex heat capacity)的参数中的至少一个、优选是复热容的相位角。在这个实施例中,样品放置在布置于样品侧盘支撑区域上的样品盘中,参比盘布置在参比侧盘支撑区域上。加热功率作为时间的函数被控制,以遵循缓慢变化或恒定基线,所述缓慢变化或恒定基线利用选定的周期性功率调制进行调制。测量样品侧电压信号、参比侧电压信号和温度信号。评估所述样品侧电压信号、所述参比侧电压信号和所述温度信号之间的函数关系以确定所需参数。

[0101] 在没有相变的情况下,加热功率的周期性功率调制导致流到或流出样品的周期性热流。可以通过类比DC电路来描述这种情况并得出函数关系,其中部件对交变电流或电压的反应由阻抗来表征。复热容是描述样品温度对交变热流的反应的复变函数。复热容可能与平均温度和功率调制的频率有关。相位角描述了对正弦加热功率调制的反应中,流到和流出样品的热流与样品温度之间的相位差。复热容的参数是复热容的实部和虚部、相位角和绝对值。

[0102] 优选地,参比盘是空的。然而,在另一个实施例中,已知参比物被放置在参比盘中。

[0103] 优选地,在这里以及在每个其他公开的实施例中,样品盘和参比盘具有相同的盘类型并且因此具有相同的尺寸、形状和材料。

[0104] 评估样品侧和参比侧电压信号这两者允许与样品侧上的感测单元部件和包括样品的样品盘分开地确定参比侧上的感测单元部件和盘类型的盘的复热容。因此,可以通过减去感测单元和盘的影响来评估样品的复热容。

[0105] 在一个优选实施例中,加热功率的缓慢变化或恒定基线至少部分地由热源提供,而周期性功率调制由样品侧和参比侧电加热器装置提供。优选地,由样品侧和参比侧绝对温度测量装置检测温度信号。样品侧电压信号和参比侧电压信号检测流到和流出样品及参比物的热量。

[0106] 进一步的特征、优点和细节由以下描述得出,其中将参照附图更详细地解释本发明。

附图说明

[0107] 在附图中:

[0108] 图1a是根据本发明的传感器组件的一个示例性实施例的整体透视图;

[0109] 图1b是由图1a所示实施例的传感器组件的条形元件的轴向端部部分形成的插头构件的局部放大图;

[0110] 图2a是图1a的实施例的俯视图;

- [0111] 图2b是对应于图2a的视图,示出了图2a中所示的最顶层下方的叠置层;
- [0112] 图3a是位于图2a所示的最顶层下方的热电装置的第一层的俯视图;
- [0113] 图3b是位于图3a所示的热电装置的第一层下方的热电装置的第二层的俯视图;
- [0114] 图4是位于图3b所示的热电装置的第二层下方的包括电阻加热器的电加热器装置层的俯视图;
- [0115] 图5是位于图4所示的电加热器装置层下方的绝对温度测量装置层的俯视图;
- [0116] 图6是在垂直于图2至图5的层平面的平面中的测量区域之一的示意性局部截面图;以及
- [0117] 图7是在垂直于图2至图5的层平面的平面中的传感器组件的示意性局部截面图。

具体实施方式

[0118] 如图1a中所示,根据本发明的传感器组件的实施例包括感测单元1,感测单元1具有基本平坦的顶表面2,当传感器组件被安装成与差示扫描量热仪的温控热源导热接触以用于测量操作时,顶表面2水平对准。感测单元1的形状基本上是圆盘,其具有从盘的圆形圆周4径向伸出的两个定位片3。这些定位片3与炉的管状壁中的互配的凹部形状接合。炉形成量热仪的热源。同时,感测单元1的底表面的围绕着样品侧和参比侧测量区域的环形区域(其中盘状基底是凹陷的)与热源的管状炉壁的上端面保持导热接触。

[0119] 从图2a中可以更详细地看到,用于样品侧盘支撑区域S和参比侧盘支撑区域R的弧形指示物5均设置在感测单元1的顶表面2上,所述盘支撑区域S,R相对于感测单元1的圆形圆周4的中心点沿直径对称地定位。样品侧盘支撑区域S和参比侧盘支撑区域R都具有带有相应中心点的圆形形状。样品侧和参比侧盘支撑区域的中心点都位于通过感测单元1的中心点的直线上,并且与感测单元1的中心点等距。在感测单元1的最顶层中设置位于相应的盘支撑区域S,R的中心点处的小凹部7,8。用户可以使用包括位于其底部上的定心销的盘,所述定心销与小凹部7,8中的一个相对应。如果使用这样的盘,则凹部7,8便于将盘正确地放置在感测单元上。

[0120] 顶表面2是薄电绝缘层的暴露侧,所述薄电绝缘层的与顶表面2相反的下表面与其他层的叠置结构相邻,为了说明的目的,这些层在图2b中显示为半透明的,以便展示它们的结构之间的空间关系。薄电绝缘层和其他层形成多层结构。

[0121] 该多层结构的最上层是如图3a中所示的热电装置的第一层9,并且图3b中所示的热电装置的类似的第二层10位于图3a的第一层下方,这两层之间具有薄绝缘层。在热电装置的第一层9和第二层10中,多个热电结11a,11b相应地位于以样品侧盘支撑区域S的和参比侧盘支撑区域R的中心点为中心的一对内圆14和外圆15上,每个热电结11a,11b都由第一热电材料12与第二热电材料13之间的接触件形成。在每对内圆14和外圆15中,热电结11a,b在圆周方向上分布并且在内圆14与外圆15之间成对地径向间隔开。热电结11a,b形成为通过厚膜技术施加的第一和第二热电材料12,13的迹线的重叠部分。第一热电材料12的迹线在内圆14和外圆15的径向相对的热电结11a,11b之间径向延伸,而第二热电材料13的迹线中的每个迹线都从内圆14上的结11a沿内圆14的圆周方向延伸到与结11a相邻的热电结11a'之间的中间处,然后径向向外到达外圆15上的相对的热电结11b与11b'之间的中间处,然后沿着外圆15的圆周到达外圆15上相应的相邻热电结11b'处延伸。由此,热电材料12,13

的迹线的布置形成并连接交替串联布置在内圆14和外圆15上的热电结11b,11a,11b',11a'。串联连接的第一和第二端子部分由端子迹线18,19形成,端子迹线18,19在接近感测单元1的中心点6的区域中从周向相邻的热电结11b向外延伸。连接迹线18a,19a和一组直通接触结构20用于延续热电装置的第一层9和第二层10之间的串联连接。

[0122] 在位于样品侧测量区域的外圆15与参比侧测量区域的外圆15之间的中心区域中,多个连接器焊盘16等距地位于以感测单元1的中心点6为中心的圆17上。连接器焊盘16中的第一连接器焊盘16与来自具有相同电极性且位于热电装置的第一层9中的样品侧和参比侧热电串联连接的端子迹线18共同连接,从而形成整个串联连接的中心片。在第一层9和第二层10这两层中,连接迹线18a,19a相应地在样品侧和参比侧从相应的热电材料12,13的迹线延伸到相应的样品侧或参比侧直通接触结构20。样品侧和参比侧端子迹线19位于热电装置的第二层10中,并且它们相应地连接到所述连接器焊盘16中的第二和第三连接器焊盘16。

[0123] 图4所示的电加热器装置层21位于热电装置的第二层10下方并且通过电绝缘层与热电装置的第二层10隔开。电加热器装置层21包括通过厚膜技术形成的电阻加热迹线22的对称配置的样品侧图案和参比侧图案。加热图案相应地限制在参比侧和样品侧外加热圆与相应的样品侧和参比侧内加热圆之间。样品侧和参比侧外加热圆的直径接近但小于热电装置的第一层9和第二层10中的热电结11a的内圆14的直径。每个电阻加热迹线都在相应的内加热圆和外加热圆之间蜿蜒,内转弯部分和外转弯部分在周向等距点处与内加热圆和外加热圆接触,而转弯部分的相应端部则由基本上径向延伸的、基本上直的部分连接。在样品侧图案和参比侧图案中的每一个中,外转弯部分中的那个靠近连接器焊盘16的中心布置的外转弯部分被中断以形成两个电源端子23,24。样品侧和参比侧电源端子23中的一个相应地通过迹线25共同连接到第四连接器焊盘16,而另一个样品侧和参比侧电源端子24相应地通过样品侧和参比侧迹线26分别连接到第五和第六连接器焊盘16。

[0124] 图5所示的绝对温度测量装置层27位于电加热器装置层21下方并且通过电绝缘层与电加热器装置层21隔开。在样品侧和参比侧盘支撑区域的中心点周围相应地形成了等同配置的温度依赖性电阻迹线的样品侧图案和参比侧图案。样品侧图案的和参比侧图案的迹线相应地按照相对于通过样品侧盘支撑区域的中心点、参比侧盘支撑区域的中心点和感测单元的中心点的直线对称的构造方式蜿蜒。蜿蜒迹线由等距线性区段28组成,这些等距线性区段28相应地通过内转弯区段29和外转弯区段30成对地连接。外转弯区段30沿着热电结11a的内圆14延伸,而内转弯区段29沿着这样的线延伸:所述线具有相应地以样品侧或参比侧盘支撑区域的中心点为中心的部分地跟随内加热圆的近似半圆形部分,还有两个线性区段,这两个线性区段与半圆形部分相连并从半圆形部分平行于穿过样品侧盘支撑区域的中心点、参比侧盘支撑区域的中心点和感测单元的中心点的中心线径向向外延伸。背离中心点6的径向最外侧线性区段28'延伸跨过线性对称线,从而连接所述蜿蜒的最外侧转弯区段30',30"。面向中心点6的相反的最外侧转弯区段30a,30b通过样品侧上相应配置的迹线连接到连接器焊盘16中的第七和第八连接器焊盘16,而参比侧上的相应转弯区段30a,30b则是盲端。

[0125] 层9,10,21和27的上述叠置结构形成在(图1a中的)盘状基底31的上侧上,使得每层的样品侧盘支撑区域的中心点、参比侧盘支撑区域的中心点以及感测单元的中心点均相

应地位于垂直于上侧的轴线上。在这些轴线中,通过感测单元的中心点的轴线是感测单元1的主对称轴线。相应地通过样品侧中心点和参比侧中心点的样品侧轴线和参比侧轴线相应地是位于内圆14内的圆形样品侧盘支撑区域和参比侧盘支撑区域的对称轴线。相应地通过样品侧中心点和参比侧中心点的样品侧轴线和参比侧轴线也相应地是位于内圆14与外圆15之间的样品侧测量区域和参比侧测量区域的对称轴线。

[0126] 如图1a和图1b所示,条形构件32布置在盘状基底31的底侧,但不与盘状基底31的底侧直接附接。条形构件32具有主要为圆柱形的外表面,条形构件32的纵向轴线与感测单元1的中心对称轴线重合。条形构件32的与感测单元1相反的轴向端部部分34形成插头构件,其具有轴向延伸的接触凸耳35,接触凸耳35位于形成于外表面33中的周向等距凹部中。最外端部形成有轴向延伸的平坦引导表面36,以便于以正确的角度位置引入到量热仪的互配地形成的插座构件中。

[0127] 在形成于条形构件32内的轴向延伸的中空空间内容纳有连接导线,连接导线将插头构件的接触凸耳35连接到感测单元1的相应连接器焊盘16。应当注意的是,多层结构的各个叠置层上的连接器焊盘16的重复图案是通过接触连接的。

[0128] 张紧线37用于将感测单元1安装到条形构件32并允许与量热仪内的锚固位置轴向张紧接合。张紧线37以打环的形式穿过邻近感测单元1的中心点的两个小开口6a,6b。两个小开口6a,6b均布置在其上布置有连接器焊盘16的中心圆17内。张紧线37容纳在条形构件32的轴向延伸的中空空间中。张紧线37在轴向端部部分34的尖端上离开条形构件32。在所示实施例中,张紧线37形成环,量热仪的锚固元件可以钩入该环中。在使用期间,锚固元件将感测单元1拉靠在炉的上端面上,从而确保热源(在本实施例中为炉)与感测单元1之间恒定且可靠的热接触。

[0129] 图6以垂直于感测单元1的顶表面2的截面示意性地示出了盘支撑区域R,S中的一个,其上放置有空盘38。该实施例中所示的感测单元1包括盘支撑结构41,但不包括绝对温度测量装置27。盘支撑结构41是附加层,其仅局部地施加在盘支撑区域R,S中并且其降低了盘的底部与多层结构的最上侧电绝缘层之间的热阻。在这个高度示意性的附图中,径向内小圆和外小圆相应地象征了内圆14和外圆15的热电结11a和11b,内圆14和外圆15限定了它们之间的测量区域的径向范围。此外,仅以高度示意性的方式示出了位于盘38的底部下方的电阻加热图案22。弯曲箭头39示出了从炉到盘38的热流路径,而直箭头40示出了从电加热器装置到盘38并进一步到盘内的任何样品物质(未示出)的热流,所述电加热器装置由电阻加热迹线22实现。

[0130] 图7示出了包括感测单元1和条形构件32的传感器组件,感测单元1和条形构件32在垂直于感测单元1的顶表面2的截面中与张紧线37连接。感测单元1包括盘状基底31,其厚度是变化的:盘状基底31在样品侧和参比侧测量区域下方以及在样品侧和支撑区域下方具有减小的厚度31b,而在测量区域及盘支撑区域之外具有更大的厚度31a。电阻加热迹线22布置在样品侧和参比侧盘支撑区域下方以及盘状基底31上方。具有结11a,11b的热电装置布置在电阻加热迹线22上方并且布置在测量区域中。盘支撑结构41布置在包括热电装置的层的顶部上,但布置在相应的盘支撑区域中。

[0131] 感测单元1包括样品侧和参比侧盘支撑区域S,R,并且它们都配备有盘支撑结构41。在图7所示的实施例中,样品盘38a和参比盘38b布置在相应的盘支撑结构41上。

[0132] 两个开口中的一个开口6a如图7所示。张紧线37和连接导线穿过条形构件32的内部,连接导线将连接器焊盘16与条形构件32的轴向端部部分34处的相应接触凸耳35连接。张紧线37以环结束,未示出的锚固元件可以钩入该环中并将感测单元1拉向炉的上端。

[0133] 图7示出了传感器组件相对于穿过感测单元的中心点的平面的对称性,该平面垂直于穿过样品侧盘支撑区域的中心点、参比侧盘支撑区域的中心点和感测单元的中心点的直线。相对于该平面的对称性仅被连接器焊盘16与样品侧和参比侧上相应的结构元件之间的布线中的一些细节破坏。

[0134] 附图标记列表

- [0135] 1 感测单元
- [0136] 2 顶表面
- [0137] 3 定位片
- [0138] 4 圆形圆周
- [0139] 5 弧形指示物
- [0140] S,R 样品侧、参比侧盘支撑区域
- [0141] 6 感测单元的中心点
- [0142] 6a,6b 开口(用于张紧线)
- [0143] 7,8 样品侧/参比侧的中心点
- [0144] 9 热电装置的第一层
- [0145] 10 热电装置的第二层
- [0146] 11a,11a',11b,11b' 热电结
- [0147] 12 第一热电材料
- [0148] 13 第二热电材料
- [0149] 14,15 内/外圆(测量区域)
- [0150] 16 连接器焊盘
- [0151] 17 中心圆
- [0152] 18,19 端子迹线
- [0153] 18a,19a 连接迹线
- [0154] 20 直通接触结构(热电装置层之间的连接)
- [0155] 21 电加热器装置层
- [0156] 22 电阻加热迹线
- [0157] 23,24 电源端子
- [0158] 25 迹线
- [0159] 26 迹线
- [0160] 27 绝对温度测量装置层
- [0161] 28,28' 线性区段
- [0162] 29 内转弯区段
- [0163] 30,30',30'',30a,30b外转弯区段
- [0164] 31 盘状基底
- [0165] 32 条形构件

- [0166] 33 外表面
- [0167] 34 轴向端部部分
- [0168] 35 接触凸耳
- [0169] 36 引导表面
- [0170] 37 张紧线
- [0171] 38 盘
- [0172] 39 弯曲箭头
- [0173] 40 直箭头
- [0174] 41 盘支撑结构。

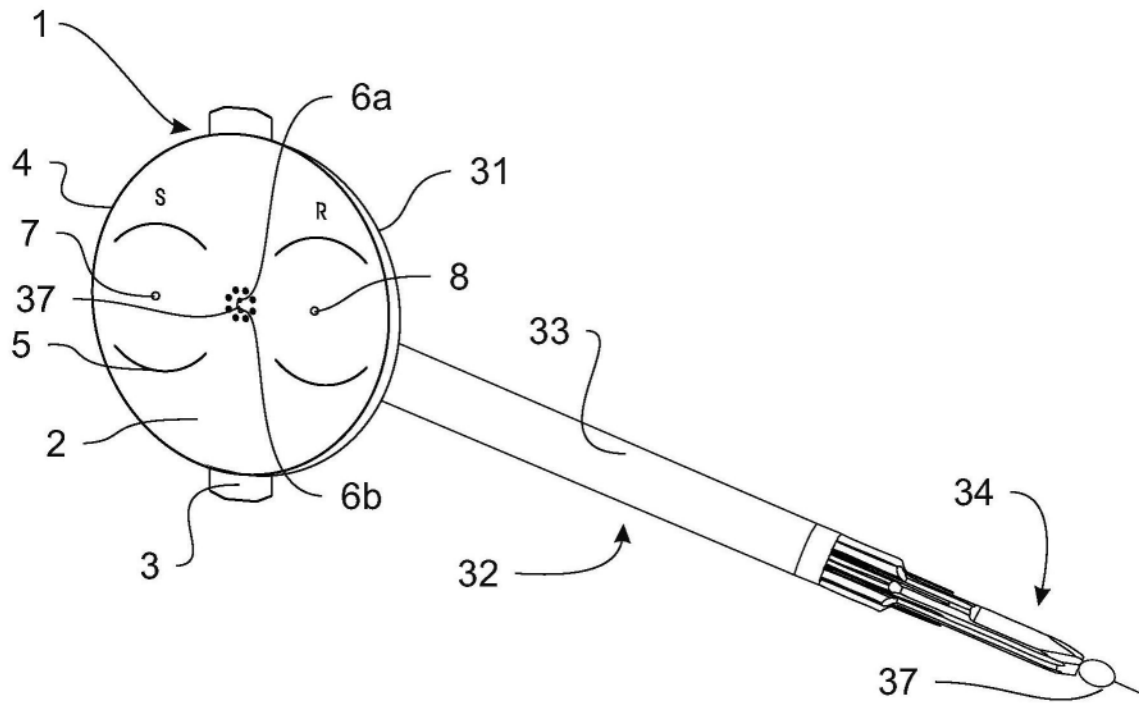


图1(a)

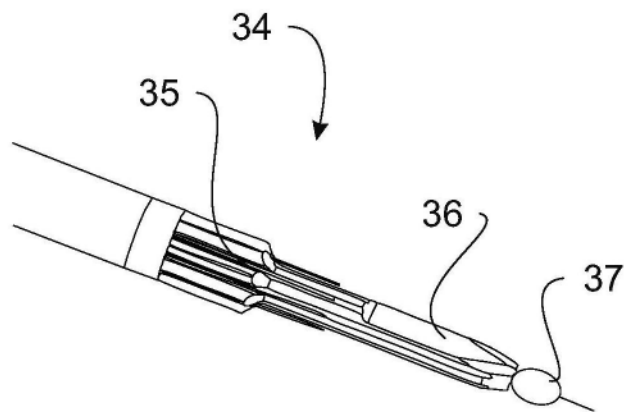


图1(b)

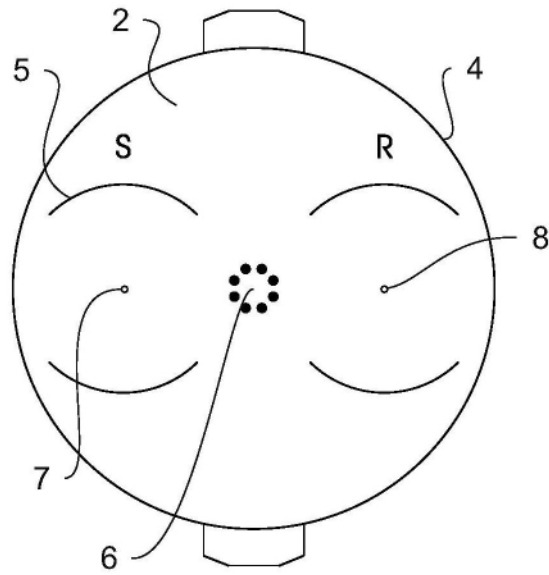


图2(a)

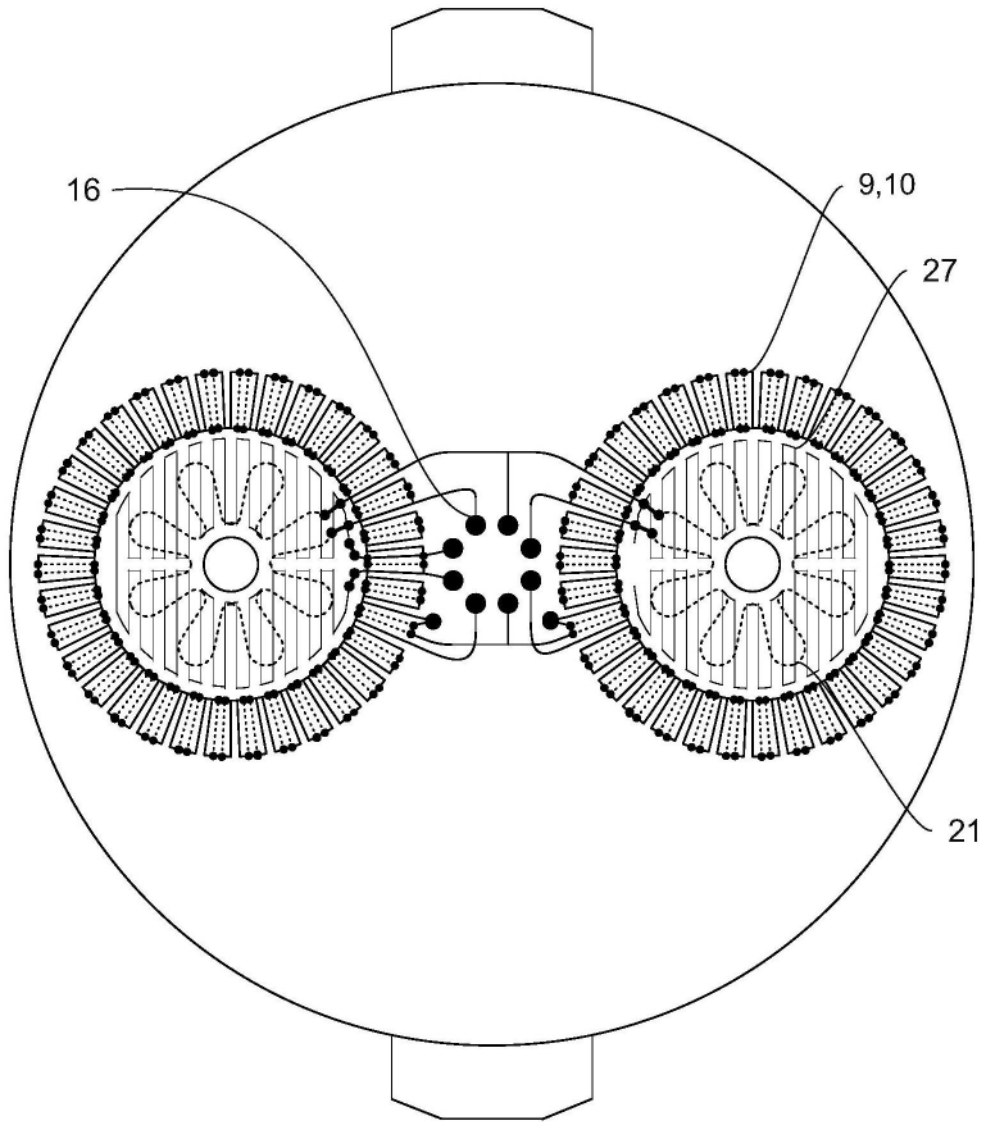
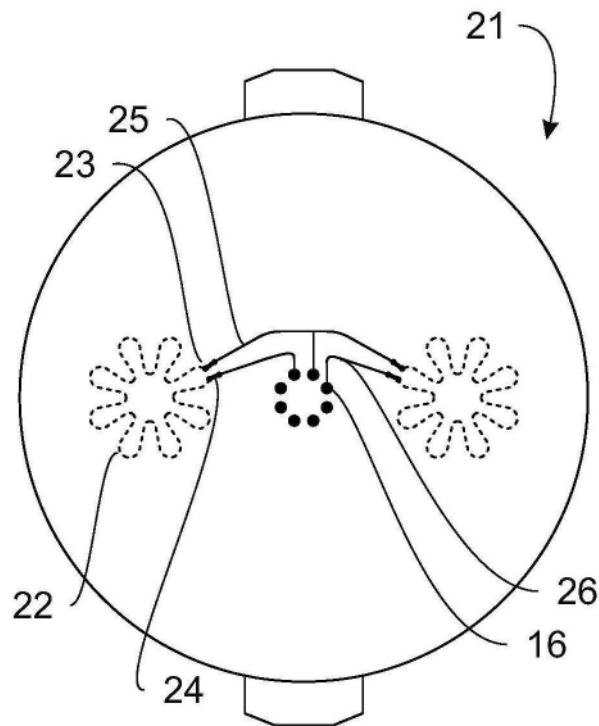
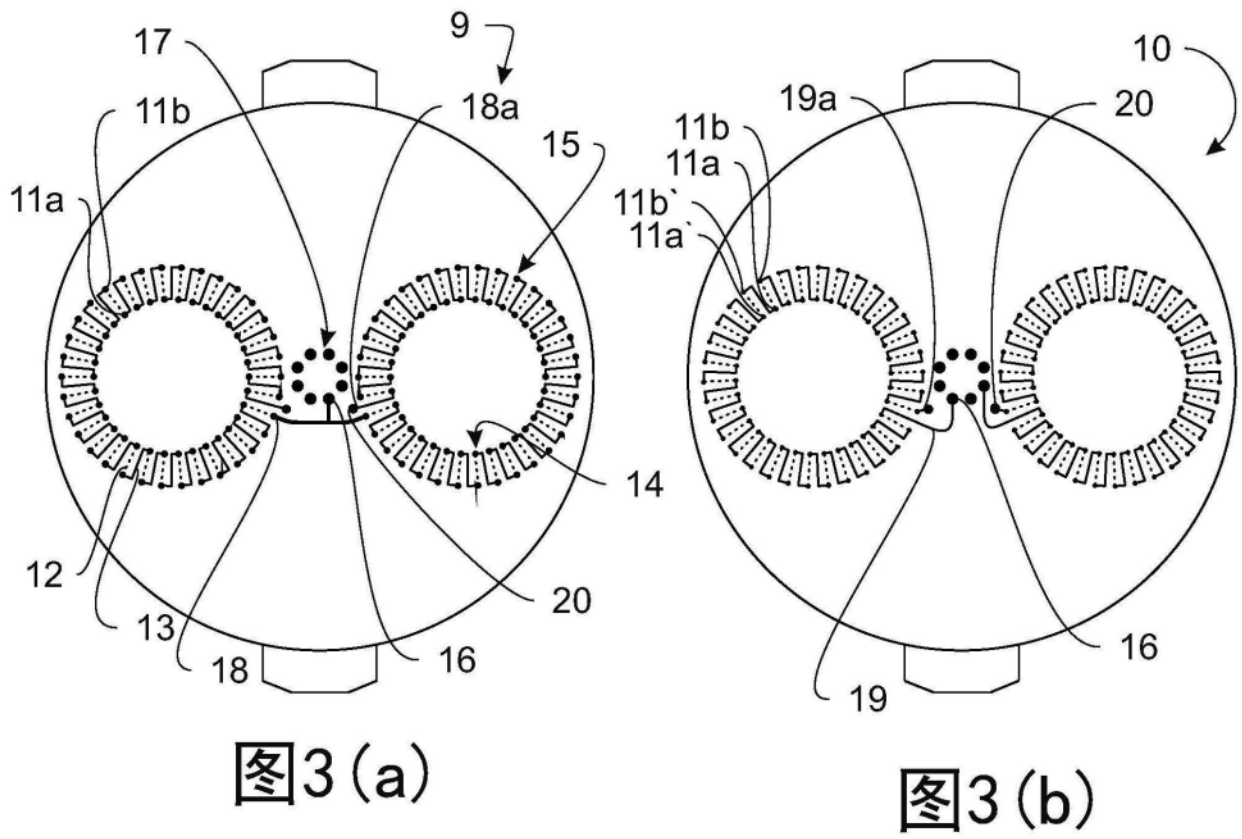


图2(b)



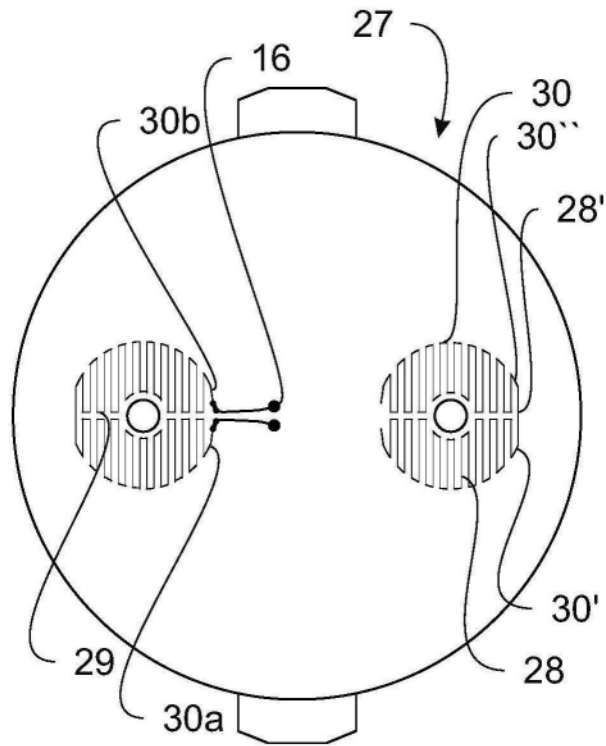


图5

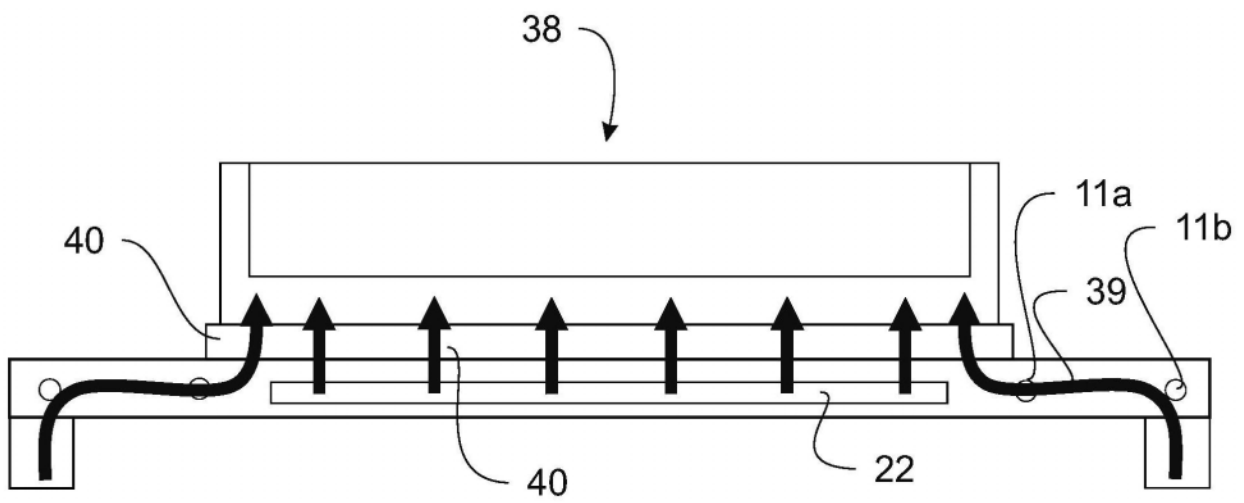


图6

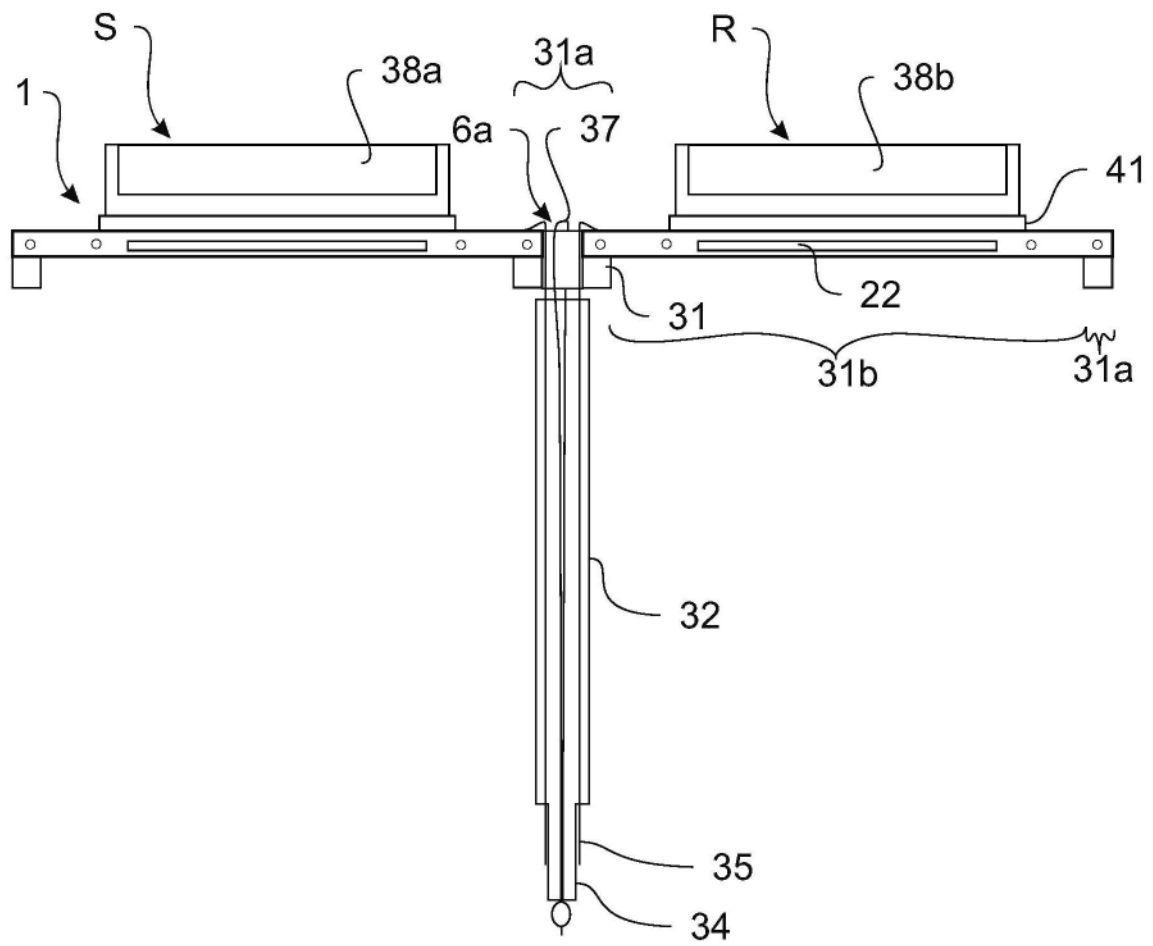


图7