

# OnSet<sup>3</sup>

News, Facts und professionelle Lösungen für die Thermische Analyse

## NSI - eine neue NETZSCH-Firma in China

### In dieser Ausgabe:

#### Seite 3:

GHP 456 *Titan*<sup>®</sup> - ein innovatives Plattengerät für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Isolationswerkstoffen

#### Seite 6:

Auf den Zahn gefühlt - Thermische Analyse in der Zahnmedizin

#### Seite 9:

Nicht nur sauber, sondern rein!

#### Seite 10:

Thermoanalyse in der Kriminaltechnik

#### Seite 12:

"Professional Polymer Profile" auf der K 2007

#### Seite 13:

STA-MS in der Energieforschung

#### Seite 15:

Auf dem Weg zum papierlosen Labor



Ein Teil der NSI-Familie (aufgenommen während des Shanghai Sales Meetings August 2007)

Bereits 1996 trat der NETZSCH-Geschäftsbereich Analysieren & Prüfen mit einer eigenen Niederlassung in den sehr dynamischen chinesischen Markt ein. Von Anfang an entwickelten sich die Umsatzzahlen äußerst positiv. Darauf aufbauend wurde das Vertriebs- und Service-Netzwerk kontinuierlich ausgebaut; dies führte schließlich - im Juli 2007 - zu der Gründung einer neuen Firma,

der NETZSCH Scientific Instrument (Shanghai) Trading Ltd. (NSI) mit Hauptsitz in Shanghai. In sechs Zweigstellen und einem Applikationslabor, die alle auf dem Gebiet der Volksrepublik China angesiedelt sind, sind im Moment 12 Vertriebs- und 7 Service-Ingenieure, 4 Applikations-spezialisten und 8 Verwaltungsangestellte tätig. Wir wünschen NSI viel Erfolg für die weitere Zukunft.



# Editorial

Einige Neuigkeiten aus dem Hause NETZSCH sowie von unseren Kunden sind in dieser Ausgabe des OnSets zusammengestellt:

In China haben wir den Aufbau unserer Organisation verändert. Unsere neue erweiterte Firma NETZSCH Scientific Instruments in Shanghai ermöglicht es, vor Ort noch schneller und besser auf die dortigen Wünsche reagieren zu können.

Unserer neuesten technischen Entwicklung, der geschützten Plattenapparatur GHP 456 *Titan*<sup>®</sup> sowie deren Besonderheiten und Features, sind ebenfalls einige Seiten gewidmet. Das Gerät, auch wenn es erst seit kurzem auf dem Markt ist, wird heute schon als der neue Meilenstein in der Prüfung von Isolationswerkstoffen angesehen.

Aus unserem Bereich Applikation und Services können wir Ihnen etwas aus dem Gebiet der alternativen Primärenergieträger präsentieren. So konnten wir im Rahmen einer Untersuchung an Ölschiefer umfassende Informationen über die Zersetzungsprodukte dieses Materials gewinnen. Zudem haben wir einige Tipps zur Tiegelreinigung bei STAs und DSCs zusammengestellt und möchten Ihnen unsere neue 21 CFR Part 11-konforme Software *Proteus<sup>®</sup> Pharm<sup>™</sup>* vorstellen.

Nicht zuletzt sind wir froh, dass einige unserer Kunden über den Einsatz von NETZSCH-Geräten zu aktuellen Forschungsschwerpunkten berichten. So konnten wir Martin Rosentritt von der Universität Regensburg gewinnen, über den Einsatz der Thermischen Analyse in der Zahnmedizin zu berichten. Zudem freuen wir uns über den Beitrag von Frau Freckmann vom Landeskriminalamt Niedersachsen, in dem es um den Einsatz einer STA in der forensischen Bodenanalyse geht.

Wir hoffen, dass wir Ihnen damit die nun anstehenden langen Winterabende etwas verkürzen können.

Dr. Jürgen Blumm  
NETZSCH Applications & Services

Liebe Leserin, lieber Leser,

wir können wohl alle auf ein turbulentes Jahr zurückblicken.

Wirtschaftlich erlebten wir einen Boom in Zentraleuropa und Asien. Auf den Finanzmärkten ging es ständig auf und ab. Rohstoff- und Energiepreise erreichen bisher nicht gekannte Höhen. Selbst die Diskussionen um den Klimawandel erreichen nun auch Länder in Asien und Nordamerika.

Der Geschäftsbereich „Analysieren und Prüfen“ der NETZSCH-Gruppe hat sich in diesem sich ständig ändernden Umfeld hervorragend positioniert. Durch Neuentwicklungen im Bereich Gerätetechnik, durch Umstrukturierungen im Unternehmen genauso wie durch Investitionen in Personal und Abläufe konnten wir das verbessern, was uns am wichtigsten war und ist: Ihnen als unsere Kunden und Partner den optimalen Support zu gewährleisten und Sie dabei zu unterstützen, die Zukunft für Sie und Ihr Unternehmen/Ihre Forschungseinrichtung erfolgreich zu gestalten.

# GHP 456 Titan®

Ein innovatives Plattengerät für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Isolationswerkstoffen

Dr. Jürgen Blumm  
NETZSCH Applications & Services

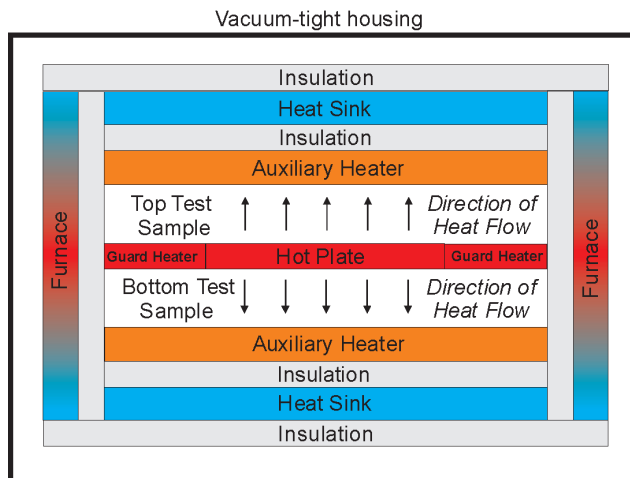


Abb. 2.: Schema der GHP 456 Titan®

Die Senkung des Heiz- und Kühlbedarfs von Privathaushalten und Industrie ist ein entscheidender Faktor zur Reduzierung des Verbrauchs von Primärenergieträgern. Dies wiederum bewirkt einen reduzierten Ausstoß von Treibhausgasen, wie z.B. Kohlendioxid. Ein wichtiger Parameter dabei ist die Verbesserung und Weiterentwicklung von Isolationsmaterialien in Gebäuden, Fahrzeugen sowie im Bereich von Öfen und Kühleinrichtungen. Für industrielle Zwecke, z.B. für Schiffe zum Transport von Flüssiggasen oder dem Design von Industrieöfen, kann der Einsatz von Hochleistungs-Isolationsmaterialien erheblich zur Reduzierung des Energieverbrauchs beitragen. Deshalb spielt die Charakterisierung und Optimierung der Wärmeübertragung eine immer größer werdende Rolle.

Generell gibt es zwei standardisierte Methoden zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit oder des thermischen Widerstandes von Isolationsmaterialien. Wärmeflussmesser sind schnelle und zuverlässige Werkzeuge für Messungen im Bereich um Raumtemperatur. Jedoch wird für das System immer ein Kalibrierstandard

zur Kalibrierung der eingebauten Wärmestromsensoren benötigt. Somit ist dieses Verfahren keine absolute Messmethode und scheidet für einige Anwendungen aus. Mit geschützten Plattenapparaturen (engl. Guarded Hot Plates, GHP) kann dieses Problem gelöst werden. Jedoch war der Einsatz von GHP-Systemen in der Vergangenheit mit

langen Messzeiten (Tagen) und häufig mit schwierigem Probenhandling verbunden. Manchmal wurden zudem Korrekturfaktoren verwendet (zum Beispiel zur Kompensation von Wärmeströmen über die Drähte), wodurch wiederum Kalibriermessungen bedingt waren. Auch erfüllten die meisten Apparaturen nicht alle bestehenden nationalen und internationalen Normen.

Besonders bei sehr niedrigen oder hohen Temperaturen machen es Einschränkungen bei den Komponenten und Materialien oftmals unmöglich, die gängigen Normen zu erfüllen. Desweiteren waren Anwender in der Vergangenheit häufig mit reduzierten Genauigkeiten bei hohen und niedrigen Temperaturen konfrontiert.

Mit der neuen geschützten Plattenapparatur NETZSCH GHP 456 Titan® können die meisten der traditionellen Probleme überwunden werden. Durch Verwendung modernster



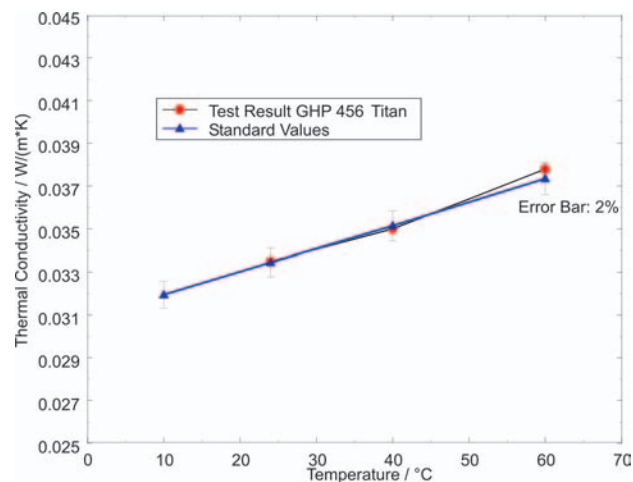
Abb. 1. Tieftemperatur-Ausführung der GHP 456 Titan®

Elektronik und innovativer Materialien erlaubt dieses System Messungen zwischen  $-160^{\circ}\text{C}$  und  $700^{\circ}\text{C}$ . Eine neue Temperatur-Messtechnik, mechanisch hochbelastbare und stabile Plattenmaterialien sowie die speziell entwickelte künstliche Umgebung (siehe\*), in der der Plattenstapel untergebracht ist, sind nur einige der Innovationen des neuen Systems. Die Apparatur ist ausgelegt für die Messung von quadratischen Proben mit Dimensionen von  $300\text{ mm} \times 300\text{ mm}$  und einer Dicke von bis zu  $100\text{ mm}$ .

### Experimentelles

In Abbildung 2 ist eine schematische Darstellung der neuen GHP 456 Titan® gezeigt. Die Heizplatte mit einer Größe von  $150\text{ mm} \times 150\text{ mm}$  ist symmetrisch zwischen zwei Proben untergebracht. Sie ist von einem  $75\text{ mm}$  breiten Schutzring umgeben, der während der Messung auf der gleichen Temperatur gehalten wird wie die Heizplatte. Damit wird ein radialer Wärmefluss von der Heizplatte zur Seite hin reduziert bzw. eliminiert. Oberhalb und unterhalb der Proben befinden sich zwei zusätzliche heiz- bzw. kühlbare Platten (kalte Platten). Diese werden typi-

Abb. 3: Wärmeleitfähigkeit des NIST-Standardrads 1450c (Messergebnisse und Werte des Zertifikats)



scherweise auf eine Temperatur von  $10 - 20\text{ K}$  unterhalb Heizplattentemperatur gebracht. Oberhalb und unterhalb der kalten Platten sind Wärmesenken mit integrierten Kühlleitungen untergebracht. Die Temperaturmessung der Platten erfolgt mit insgesamt 28 abgeschirmten, separat kalibrierten PT100-Widerstandsthermometern. Diese Temperatursensoren besitzen eine Auflösung von  $0,001\text{ K}$  und eine Unsicherheit von  $0,05\text{ K}$ . Der gesamte Plattenstapel ist in einem segmentierten Ofen (\*künstliche Umgebung) unterge-

bracht. Der Ofen generiert ein Temperaturfeld, welches dem im Plattenstapel entspricht. Dies verhindert vor allem bei hohen und tiefen Temperaturen weitere radiale Wärmeverluste des Plattenstapels. Alle Drähte von den Platten (Heizleiter, Temperatursensordrähte) sind über den Ofen geführt. Dadurch werden signifikante Temperaturunterschiede über den Draht hinweg nach außen hin reduziert. Dies wiederum verhindert Wärmeströme über die Drähte (Drahtverluste). Damit sind diesbezügliche Korrekturen nicht notwendig. Für den Temperaturbereich zwischen  $-160^{\circ}\text{C}$  und  $250^{\circ}\text{C}$  (mittlere Proben temperatur) kann das System mit Platten aus einer Aluminiumlegierung ausgestattet werden. Dies ist der optimale Temperaturbereich von Schaumstoffisolationen. Mit hochtemperaturbeständigen Spezialplatten kann von  $-160^{\circ}\text{C}$  bis  $700^{\circ}\text{C}$  (mittlere Proben temperatur) gemessen werden. Für den Temperaturunterschied zwischen Heizplatten und den kalten Platten werden typischerweise Werte im Bereich von  $2\text{ K}$  bis  $40\text{ K}$  gewählt. Der Plattenstapel und der Ofen sind in einem vakuumdichten Gehäuse untergebracht, was Messungen unter

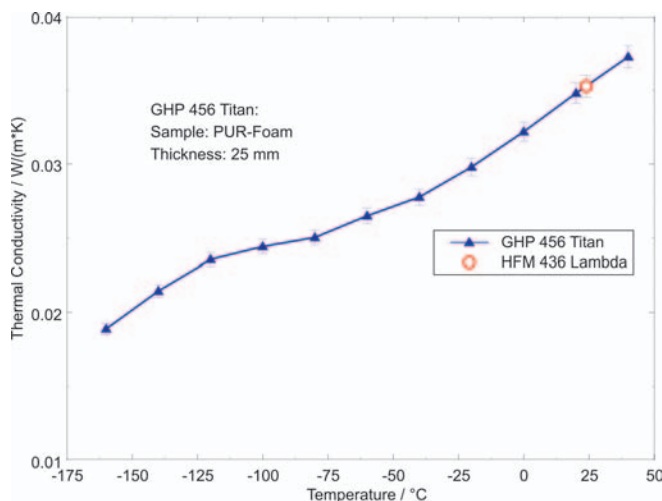


Abb. 4: Wärmeleitfähigkeit des Polyurethanschaums

Vakuum ( $10^{-4}$  mbar oder besser) ermöglicht. Ebenso erlaubt das System Messungen unter exakt definierten Atmosphären (oxidierend oder inert). Die motorische Hubvorrichtung ermöglicht ein einfaches Öffnen des Systems und gewährleistet einen einfachen Probenwechsel. Mittels Hubvorrichtung können das Gehäuse, die Ofensegmente und der Plattenstapel geöffnet werden. In weniger als einer Minute hat der Bediener somit Zugang zur Testsektion und kann neue Proben einlegen.

## Ergebnisse

In Abbildung 3 sind die Wärmeleitfähigkeitsergebnisse am NIST-zertifizierten Standard-Referenzmaterial SRM 1450c (Glasfaserplatte) dargestellt. Das Material ist zwischen 280 K und 340 K (7°C bis 67°C) zertifiziert. Die Messungen mit der geschützten Plattenapparatur wurden zwischen 25°C und 60°C durchgeführt. Es ist klar zu sehen, dass die gemessenen Ergebnisse deutlich innerhalb der angegebenen Unsicherheit des Standardmaterials (2,6 % gemäß des NIST-Zertifikats) liegen.

Die GHP-Messergebnisse (Dreiecke) an einem Polyurethanschaum (PUR) sind in Abbildung 4 dargestellt. Die Untersuchung wurde mit der GHP zwischen 40°C und -160°C in Schritten von 20 K in Stickstoffatmosphäre durchgeführt. Zusätzlich gezeigt ist das Resultat welches mit einem Wärmeflussmesser (NETZSCH-Modell HFM 436 Lambda) am gleichen Material (Kreis) bei Raumtemperatur gemessen wurde. Es ist klar zu erkennen, dass die Messergebnisse der beiden eingesetzten Methoden bei Raumtemperatur gut übereinstimmen. Die Wärmeleitfähigkeit des PU-Schaums nimmt mit abnehmender Temperatur fast linear ab. Zwischen -40°C und -120°C wurden

in den Messergebnissen zwei Stufen detektiert, die wahrscheinlich auf die Kondensation der Zellgase an der Wand der Schaumstruktur zurückzuführen sind. Dies verursacht einen signifikanten Anstieg im Festkörperbeitrag zur effektiven Wärmeleitfähigkeit des Schaummateri- als. Unterhalb von -120°C setzt sich die lineare Abnahme der Wärmeleitfähigkeit fort.

Abbildung 5 zeigt die gemessene Wärmeleitfähigkeit einer Glasfaserisolation zwischen Raumtemperatur und 500°C (zwei Messungen an dem gleichen Probensatz). Die Messungen wurden an 2,1 cm dicken Proben mit einer Dichte von  $144 \text{ kg/m}^3$  durchgeführt. Der Abstand der Platten wurde durch den Einsatz von Spacern aus Kalziumsilikat im Schutzringbereich sichergestellt. Eine Kompression der Proben wird dadurch vermieden. Bei Raumtemperatur beträgt die effektive Wärmeleitfähigkeit  $0,035 \text{ W/m} \cdot \text{K}$ . Bis zu 200°C steigt die Wärmeleitfähigkeit nahezu linear an. Oberhalb dieser Temperatur ist ein größerer Anstieg zu sehen, was durch den ansteigenden Strahlungsbeitrag zur effektiven Wärmeleitfähigkeit bei hohen Temperaturen erklärt werden

kann. Die Streuung zwischen den zwei verschiedenen Versuchsreihen beträgt ca. 1 % und liegt somit innerhalb der in den Normen angegebenen Messunsicherheit für solche Geräte (2 %).

## Schlussfolgerungen:

Die neue NETZSCH GHP 456 Titan® ermöglicht die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit von Isolationsmaterialien zwischen -160°C und 700°C. Das System erlaubt die Messungen unter definierten Atmosphären wie auch unter Vakuum. Innovatives Design, spezielle Plattenmaterialien und neuartige Temperatursensoren garantieren Messergebnisse mit höchster Genauigkeit und Reproduzierbarkeit, selbst bei hohen/niedrigen Temperaturen oder bei speziellen Atmosphären. Die Messergebnisse an Standardmaterialien und den verschiedenen Schaum- und Fasermaterialien bestätigen die hohe Zuverlässigkeit und Flexibilität des Systems.

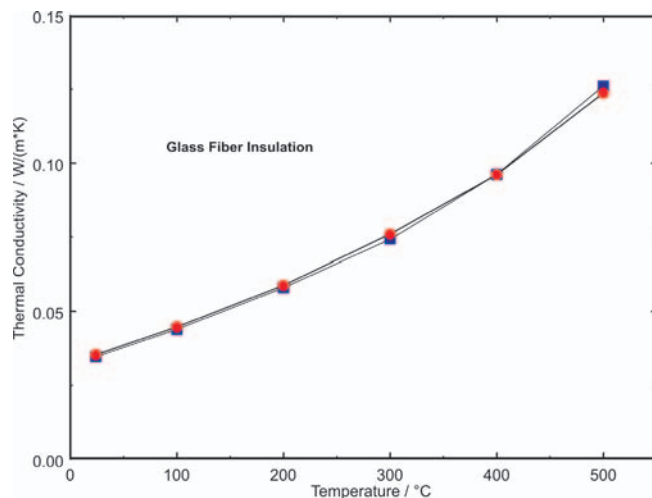


Abb. 5. Wärmeleitfähigkeit Glasfaser-Isolierung (Dichte:  $144 \text{ kg/m}^3$ ), zwei verschiedene Tests

# Auf den Zahn gefühlt - Thermische Analyse in der Zahnmedizin

Martin Rosentritt  
Universität Regensburg



Zahnschmerzen – kaum einer bleibt davon verschont und viele schreckt allein der Gedanke an den Weg zum Zahnarzt. Und wenn es schon sein muss, dann wollen wir alle eine qualitativ hochwertige und dauerhafte Versorgung. Für viele Patienten kommt daher nur eine Füllung des defekten Zahnes mit einem zahnfarbenen plastischen Kunststoffmaterial in Frage, das während der Behandlung mit Licht polymerisiert wird. Seit der Entdeckung der modifizierten Methacrylatwerkstoffe für die Zahnmedizin in den 60-er Jahren wird in Forschungsabteilungen weltweit an Weiterentwicklungen getüftelt und nach neuen Werkstoffen für die klinische Anwendung geforscht. Hierbei helfen - neben anderen - immer häufiger auch thermische Analyseverfahren.

Zahnmedizinische Komposite sind in der Regel aus einer auf Methacrylat basierenden Matrix (z.B. Bisphenol-Glycidylmethacrylat oder Urethan-

dimethacrylat) sowie anorganischen Füllstoffen (Gläser, Silikate) aufgebaut. Füllstoffe und Matrix können durch eine Oberflächenbehandlung der Füller (Silanisierung) einen chemisch festen Verbund miteinander eingehen. Die Polymerisation der Kompositwerkstoffe ist eine chemi-

sche und/oder durch Licht initiierte Reaktion und sorgt für die Aushärtung der Materialien, damit sie ihre gewünschten Eigenschaften erhalten. Einsatzgebiete der thermischen Analyse sind allgemein die Charakterisierung von Werkstoffen und deren Eigenschaften sowie deren Kinetik und Reaktionsverhalten. Damit sind diese Analyseverfahren geeignet, die Zusammensetzungen und Polymerisationsreaktionen von Kompositen zu untersuchen.

## Thermogravimetrie TG

Die Thermogravimetrie wird angewandt, um den anorganischen Füllstoffgehalt von Kompositen zu bestimmen. Hierbei werden die Materialien einer Aufheizung mit Heizraten zwischen 5 - 20 K/min bis zu einer Temperatur von 600°C unterzogen und dann die Temperatur über einen längeren Zeitraum (z.B. 10 Minuten) in Luftatmosphäre konstant gehalten. Hierdurch verbrennen organische Bestandteile des Werkstoffs im offenen Tiegel und

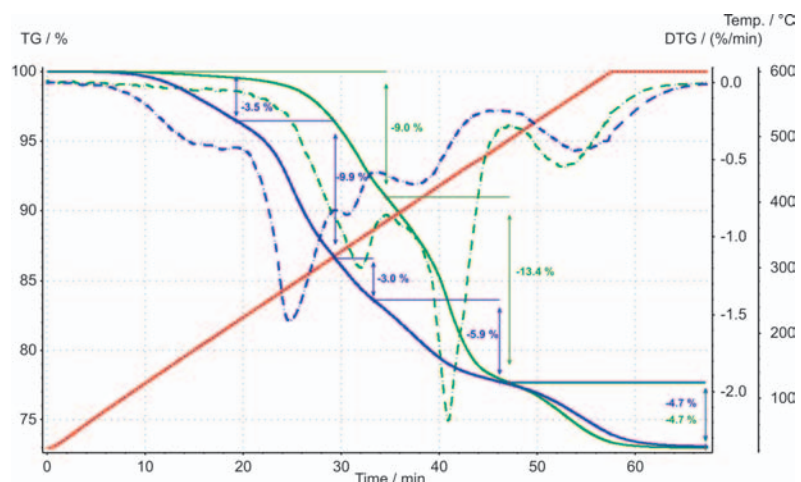


Abb. 1. TG-Kurven der polymerisierten (grün) und unpolymerisierten Probe (blau) zwischen RT und 600°C, Anteil Füllstoff ca. 73 Gew.-%

veraschen. Als Rückstand erhält man den anorganischen Füllstoffgehalt. Die Temperaturen mit den zugehörigen Stufen des prozentualen Massenverlustes sind dabei charakteristisch für die eingesetzten Monomersysteme und deren Mischungen (TG-Kurven für die polymerisierte und unpolymersierte Probe, Abb.1).

### Dielektrische Analyse DEA

Bei der dielektrischen Analyse werden Dentalmaterialien einem hochfrequenten elektrischen Wechselfeld ausgesetzt, und während der Polymerisation wird die Änderung der so genannten Ionenviskosität bestimmt. Die Änderung von Amplitude und Phase des Ausgangssignals (Strom) im Vergleich zum Eingangssignal (Spannung) sind von den Ladungsträgern im Werkstoff und vom Verhalten der Ladungen im Wechselfeld abhängig.

Anhand der Änderung der Ionenviskosität (der reziproken Ionenleitfähigkeit) kann die Reaktion des Materials vom fließfähigen Oligomersystem über die Gelphase bis hin zum festen Werkstoff verfolgt werden. Die Materialien können entweder in dünnen Schichten (z.B. Zemente) oder als Bulkmaterial (z.B. Füllungswerkstoff) auf die Sensoren aufgebracht werden. In Abhängigkeit vom angelegten elektrischen Feld ermöglichen Kammsensoren mit Elektronenabständen von ca. 100  $\mu\text{m}$  die Untersuchung von dünnen Schichten und Monotrod-Sensoren die Tests an Proben bis zu mehreren Gramm.

Aus dem zeitlichen Verlauf und der Steigung der Ionenviskosität lässt sich dann die Reaktionsgeschwindigkeit

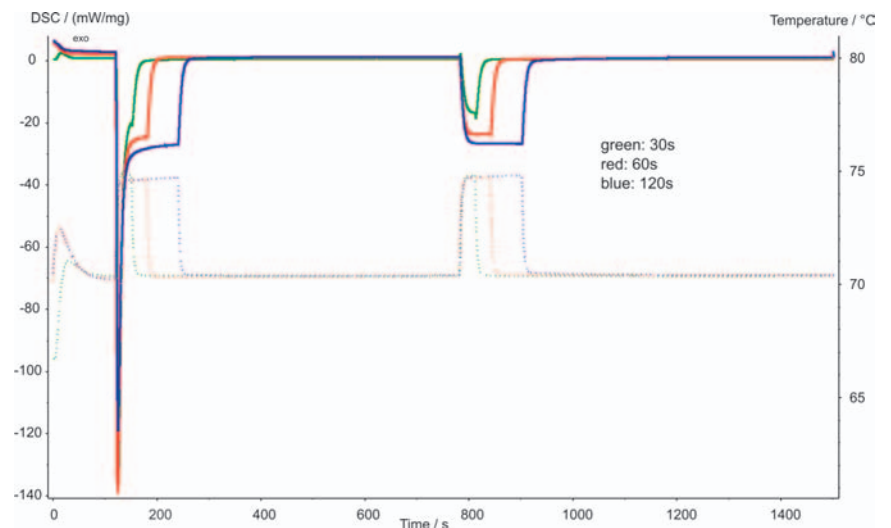


Abb. 2. Photo-DSC: Reaktion eines Komposits bei unterschiedlichen Belichtungszeiten

auch schneller lichtinitiiert Polymerisationsreaktionen ableiten. Aus der Differenz der Ionenviskosität beim Start der Reaktion und beim Erreichen eines Plateaus lassen sich Rückschlüsse auf die Umsetzung des jeweiligen Matrixsystems ziehen. Weiterführende Untersuchungen zeigen die Einflüsse verschiedener Polymerisationszeiten und -verfahren, Materialschichtdicken oder auch der Polymerisationstemperaturen auf die Reaktionskinetik dentaler Komposite [1].

### Dynamische Differenzkalorimetrie DDK oder DSC (Differential Scanning Calorimetry)

Ein Einsatzgebiet der DSC in der Zahnmedizin können z.B. vergleichende Untersuchungen von Füllungs- und Verblendmaterialien anhand des Glasübergangs und der Zersetzungstemperaturen sein. Anhand eines dynamischen Temperatur-

programms, z.B. zwischen  $-100^{\circ}\text{C}$  bis hin zu Zersetzungstemperaturen der Methacrylate ab etwa  $350^{\circ}\text{C}$  mit Heizraten zwischen 10 K/min und 20 K/min unter Luft oder Stickstoffatmosphäre, können Werkstoffe charakterisiert werden.

Vergleicht man desweiteren unreaktierte und polymerisierte Dentalmassen miteinander, lassen sich anhand der Verschiebung der Glasübergangstemperatur und der Veränderung der Reaktionswärmen zwischen etwa  $150^{\circ}\text{C}$  und  $300^{\circ}\text{C}$  Rückschlüsse auf Reaktionsumsatz und Polymerisationstemperatur ziehen.

### Photo-DSC

Durch eine Photo-DSC, die es erlaubt, kommerzielle Lampen zur UV- oder Lichtpolymerisation an das Gerät zu koppeln, lassen sich weitere Aspekte der Lichtpolymerisation untersuchen. Derartige Messungen

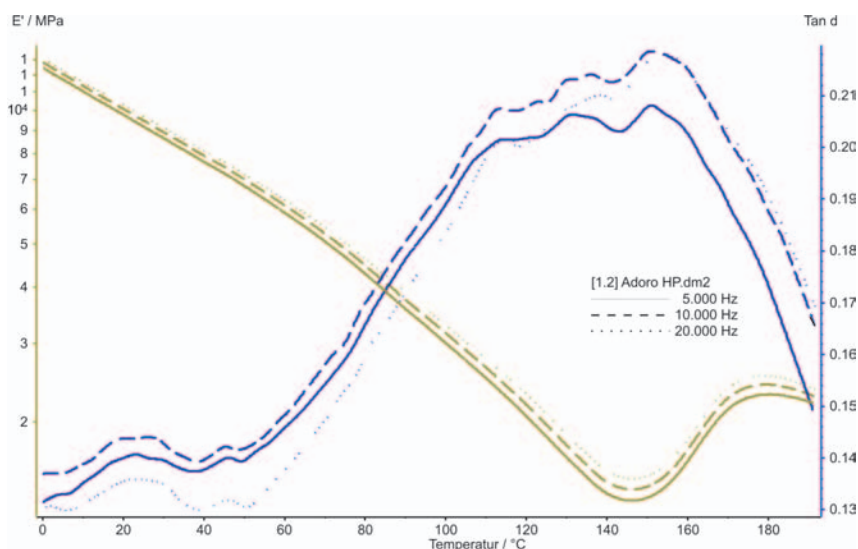


Abb. 3 DMA an einem Verblendmaterial: Änderung von  $E'$  und  $\tan \delta$  (Frequenzen: 5, 10 und 20 Hz)

werden mit konstanter Temperatur (z.B. Raumtemperatur oder „Mundtemperatur“ von 37°C) durchgeführt, wobei entweder beide Teile der Probenkammer - Referenz und Probe - oder nur die Probe ohne Tiegeldeckel mit Hilfe eines Lichtleiters direkt belichtet werden. Durch mehrmalige Belichtung des Materials erhält man sägezahnähnliche Kurven mit abnehmender Intensität des Wärmestroms. Aus mehreren derartigen Kurven lässt sich die Polymerisationswärme bestimmen. Hier können nicht nur die Umsetzungsenergien und Reaktionsgeschwindigkeiten von Reaktionsharzen untersucht werden, sondern z.B. auch Einflüsse der Polymerisationsgeräte wie Lichtleistung, Durchmesser des Lichtleiters oder der Abstand zwischen Energiequelle und Probe überprüft werden. Zudem besteht die Möglichkeit, Auswirkungen von individuellen Kompositkomponenten (z.B. Beschleuniger oder Inhibitor) und deren Konzentration auf die Reaktivität der Harze detailliert zu testen (Abb. 2).

### Dynamisch-mechanische Analyse DMA

Die Eigenschaften der dentalen Materialien werden stark von den Umgebungsbedingungen der Mundhöhle, wie Kaukraft oder Feuchtigkeit, beeinflusst. Daher ist die Untersuchung der mechanischen Werkstoffeigenschaften, wie Verlust- oder Speichermodul, gerade in dental-relevanten Temperaturbereichen zwischen ca. 3°C und etwa 80°C von besonderem Interesse. Die Werkstoffe sollten im geforderten Einsatzbereich ihre Eigenschaften nur geringfügig ändern. Bei der DMA werden hierzu Biegebalken (2 mm x 2 mm x 20 mm) im Biegemodus einer sinusförmigen Belastung unterzogen. Die eingesetzten Frequenzen werden dabei zwischen klinisch relevanten Werten von ca. 1 Hz bis 20 Hz variiert (Abb. 3). Multifrequente Messungen mit drei oder vier verschiedenen Frequenzen erlauben dabei die Erstellung so genannter Master-

kurven bei definierten Temperaturen (z.B. 37°C).

Auch die Reaktivität der lichtaktiven oder chemisch reagierenden Systeme können in der DMA untersucht werden. So werden z.B. unreaktierte Massen im Kompressionsmodus eingebracht. Lichthärtende Materialien können durch speziell gestaltete, durchstrahlbare Öfen mit Quarzglasfenster direkt im Gerät polymerisiert und dabei das Reaktionsverhalten untersucht werden.

Die Ergebnisse der Analysen ergänzen sich oder können in kombinierten Geräten wie DSC-TG oder DMA-DEA ebenfalls simultan untersucht werden. Somit ermöglichen diese Verfahren weiterführende Informationen zu herkömmlichen werkstoffkundlichen Untersuchungen.

#### Literatur

[1] M. Rosentritt, M. Behr, S. Knappe, G. Handel: *Dielectric analysis of light-curing dental restorative materials - a pilot study*. Journal of Materials Science 41 (2006).



#### Der Autor:

Martin Rosentritt hat an der Fachhochschule Würzburg-Schweinfurt das Diplom im Fachbereich Kunststofftechnik

erhalten. Seit 1994 ist er für die wissenschaftlichen Bereiche der Poliklinik für Zahnärztliche Prothetik am Klinikum der Universität Regensburg verantwortlich.

# Nicht nur sauber, sondern rein!

## Tipps zur Reinigung von Platin- und Aluminiumoxid-Tiegeln

Dr. Gabriele Kaiser  
NETZSCH-Schulung

Für TG-Messungen ist es meist ausreichend, wenn die Probencontainer bis zur Gewichtskonstanz gegläht wurden. Etwaige inerte Rückstände beeinflussen das Messergebnis in der Regel nicht negativ. Anders ist die Situation dagegen für DTA- oder DSC-Untersuchungen. Im Sinne einer guten Basislinienstabilität ist die Verwendung von sauberen, ausgeheizten Tiegeln mit annähernd gleichen Massen wichtig. Nur wenn sich die Wärmekapazitäten von Proben- und Referenzseite in etwa entsprechen, wird die Basisliniendrift bei Korrekturmessungen entsprechend klein ausfallen.

Die vor allem im höheren Temperaturbereich zum Einsatz kommenden Tiegel aus Platin (oder genauer gesagt aus Platin/Iridium im DTA-Fall und aus Platin/Rhodium für DSC-Messungen) oder Aluminiumoxid sind wieder verwendbar und für den längerfristigen Gebrauch ausgelegt. Doch leider hinterlassen Messungen immer wieder Spuren in den Tiegeln, die anschließend entfernt werden müssen. Welche Reinigungsprozedur empfehlenswert ist, hängt sehr stark von der Art der Verunreinigungen ab.

### Organische Rückstände und Ruße:

Handelt es sich um Rückstände organischer Natur oder um Rußablagerungen, z.B. um Pyrolyseruß als Zersetzungsprodukt von Kunststoffen oder Elastomeren in Stickstoff-Atmosphäre, lassen sich diese durch Aufheizen in einem Luftstrom verbrennen. Vorzugsweise geschieht dies im Gerät selbst oder in einem separaten (elektrischen) Ofen bei moderaten Temperaturen, typischerweise zwischen 600 und 800°C. Das Ausheizen sollte bei Temperaturen oberhalb der geplanten Einsatztemperatur durchgeführt werden. Steht kein Ofen (Muffelofen o.ä.) zur

Verfügung, kann bei Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegeln das Ausglühen alternativ auch mit einem Bunsenbrenner im oxidierenden Bereich der Flamme (außen) erfolgen.

Die Temperaturen im Mantel und Saum der Bunsenbrennerflamme erreichen Werte bis zu ca. 1400 - 1500°C. In Platin können beim Glühen in diesem Temperaturbereich Verunreinigungen in das Metall hinein diffundieren. Aus diesem Grund ist die Bunsenbrennermethode für Platintiegel weniger geeignet.

### Stärkere Verunreinigungen:

Die klassische Reinigung von Platintiegeln erfolgt durch Kochen der Probencontainer in geeigneten Lösemitteln, wie z.B. Wasser oder Säuren. (Bitte beachten Sie dazu die Verträglichkeitstabellen in Onset, Ausgabe 1). Anhaftende Verkrustungen und oberflächliche Ablagerungen lassen sich im Ultraschallbad oder durch mechanische Behandlung (Scheuern) mit einem feinkörnigen Pulver (z.B. Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Pulver oder Seesand) entfernen. Anschließend in 10%-ige Salzsäure einlegen (viele Oxide bilden in Salzsäure wasserlösliche Chloride), gut wässern und ausglühen.

### Hartnäckige Verunreinigungen in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegeln:

Zur Reinigung sehr stark verschmutzter Aluminiumoxidtiegel hat sich folgende Prozedur bewährt: Die Tiegel mindestens 24 Stunden lang in Königswasser (3 Teile konzentrierte Salzsäure und 1 Teil konzentrierte Salpetersäure) einlegen und anschließend in dieser Lösung 3 Stunden lang kochen (Königswasser-aufschluss). Nach dem Abkühlen sorgfältig wässern und – falls erforderlich – mechanisch im Ultraschall-

bad nachreinigen. Zur Neutralisation die Tiegel anschließend in 2 – 5%-iger Ammoniaklösung auskochen, nochmals wässern und abschließend in destilliertem Wasser bis zum Kochen erhitzen. Vor erneutem Einsatz eine Stunde bei 1500°C ausglühen.

### Hartnäckige Verunreinigungen in Platin-Tiegeln:

Neben dem Ausschmelzen mit Kaliumpyrophosphat (bei dem die Tiegel damit befüllt und langsam zur



Rotglut erhitzt werden) eignet sich bei hartnäckig verschmutzten Platintiegeln folgendes Reinigungsverfahren:

Die Tiegel mindestens 24 Stunden lang in Flusssäure einlegen und anschließend darin 3 Stunden lang kochen. Nach dem Abkühlen sorgfältig wässern und – falls erforderlich – mechanisch im Ultraschallbad nach-

reinigen. Nochmals gut wässern und abschließend in destilliertem Wasser nochmals auskochen, um die Flusssäure restlos zu entfernen. Vor erneutem Einsatz eine Stunde bei 900°C ausglühen. Da Flusssäure Glas angreift, ist es empfehlenswert Gefäße aus PTFE zu verwenden.

**Bitte beachten Sie, dass sowohl Königswasser als auch Flusssäure**

**extrem stark ätzend, äußerst aggressiv und giftig sind. Flusssäure ist ein Kontaktgift, das sofort von der Haut resorbiert wird und ist deshalb in die Gefahrenklasse „sehr giftig“ eingestuft worden. Bitte ergreifen Sie beim Arbeiten mit diesen Stoffen geeignete Schutzmaßnahmen, wie die Verwendung von Schutzbrille, Schutzkleidung und Handschuhen.**

## Thermoanalyse in der Kriminaltechnik

Monika Freckmann  
Landeskriminalamt Niedersachsen

Die Thermische Analyse ist seit 1984 ein fester Bestandteil der forensischen Bodenanalyse des Kriminaltechnischen Instituts im Landeskriminalamt Niedersachsen. Die Auswertung und Kurveninterpretation liegt dabei schwerpunktmäßig auf dem summarischen Vergleich der Proben (gleiche Charakteristik/gleiche Merkmale). Eine direkte Peakauswertung ist nicht immer ausschlaggebend.

Ein Beispiel für einen konkret verwertbaren Effekt ist der Zerfall von Carbonaten unter Abspaltung von CO<sub>2</sub>; in der DTA-Kurve nachweisbar durch eine - infolge des Gitterzerfalls - stark endotherme Reaktion. Bei Vorhandensein von Dolomit sind – je nach Probenmenge – zwei Reaktionspeaks erkennbar.

Das Hauptaugenmerk gilt jedoch den organischen Bestandteilen von Bodenproben. Diese verbrennen im Temperaturbereich zwischen 200 und 500 °C in sauerstoffhaltiger Atmosphäre, wie z.B. in Luft (exotherme Oxidation).

Das Arbeiten mit/unter Stickstoff (exotherme Reaktionen werden unterdrückt) bietet sich nur an, wenn das Probenmaterial einen hohen

Tonanteil aufweist. Tonminerale zeigen im Allgemeinen eine eher schwächer exotherme Reaktion; diese Effekte würden in sauerstoffhaltiger Atmosphäre durch die weit größeren Reaktionspeaks der organischen Bestandteile überdeckt werden.

Die forensische Bodenanalyse mit ihren meist zerstörungsfreien Untersuchungsverfahren sieht ihre Aufgabe darin, in einem vergleichenden Untersuchungsgang festzustellen, ob die Herkunft von Bodenantragungen von Beweismitteln identisch mit infrage kommenden Vergleichsbodenproben ist. Der Beweiswert hängt dabei von der Anzahl der durchgeführten, verschiedenen Einzelbestimmungen ab. Allgemeine Aussagen wie Farbe und Aussehen reichen nicht aus. Erst wenn alle/mehrere Parameter, wie der mikroskopische Befund, die Korngrößenverteilung, die ionenselektiven Bestimmungen usw. Übereinstimmungen aufweisen, ist das geforderte Maß der Wahrscheinlichkeit gegeben.

Die Bodenproben sind in ihrer Art des Auftretens sehr unterschiedlich: Sie reichen von massiven bis zu mikrofein-

nen Anhaftungen. Spureträger sind u.a. Leichen, Bekleidungsstücke aller Art, Schuhe, PKW/Reifen, Werkzeuge (wie z.B. Schaufeln/Hacken), Steine, Pflanzen (wie z.B. Kartoffeln/Rüben) oder weitere Gegenstände aus dem täglichen Leben.

### Messbedingungen (DTA/TG-Messungen):

Bodenproben sind mitunter recht inhomogen. Um trotzdem einen repräsentativen Probenausschnitt zu vermessen ist die DTA-Methode mit ihren größeren Tiegeln der DSC-Messung vorzuziehen. Mehrfachbestimmungen sind aufgrund der geringen, zur Verfügung stehenden Probenmengen der Beweismittel nicht möglich.

Die Untersuchungen werden zwischen Raumtemperatur und 1000°C vorgenommen. Daher ist die Tiegelwahl begrenzt. In der Regel wird auf Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> als Tiegelmaterial zurückgegriffen. Die Probenmasse beträgt typischerweise 50 mg (in besonderen Fällen auch etwas weniger – 30 mg); die Proben werden nach der Siebung der Korngrößenfraktion < 0,050 mm entnommen.

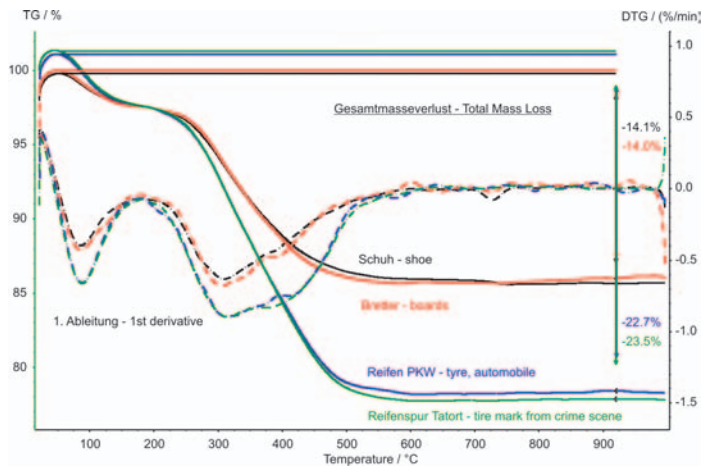


Abb. 1. Vergleich der Gesamtmasseverluste (Kurven nicht korrigiert, bei 200°C aufeinander geschoben) und der dazugehörigen Kurven der 1. Ableitungen

**Fallbeispiel:**

Von einer Großbaustelle wurden 13 Gerüstbretter entwendet. Ein Tatverdächtiger konnte ermittelt werden. Zur bodenkundlichen Vergleichsuntersuchung waren insgesamt 19 Bodenproben eingesandt worden: 8 Vergleichsbodenproben vom Tatort (Großbaustelle) sowie 11 Bodenproben vom PKW und den Schuhen des Tatverdächtigen.

Im Einzelnen ließen sich die Proben folgendermaßen nach ihrer Herkunft klassifizieren:

Großbaustelle: 6 Bodenproben - "Reifenspuren", 1 Bodenprobe - "Antrag verbliebenes Gerüstbrett" 1 Bodenprobe - "Lageplatz der gestohlenen Bretter"

Tatverdächtiger: 9 Bodenproben - "Antrag PKW", hier PKW-Reifen, Kofferraum u.a. 2 Bodenproben - "Antrag, Schuh rechts und Schuh links"

Zusätzlich zur mikroskopischen Untersuchung, der Bestimmung der Korngrößenverteilung etc. wurden die Proben

- Lageplatz der gestohlenen Bretter und die Reifenspur A vom Tatort  
 - Antrag Schuh rechts und Antrag PKW-Reifen rechts des Beschuldigten der thermischen Analyse unterzogen.

**Ergebnisse:**

Bereits die TG-Kurven ohne Auftriebskorrektur (Abb. 1) weisen eine gute Übereinstimmung sowohl in der Form als auch in den Gesamtmasseverlusten auf. Die auftretenden Unterschiede von max. 1 % liegen im Toleranzbereich für Bodenproben (Erfahrungswerte).

Die Kurven der 1. Ableitungen der jeweils übereinstimmenden "Bodenpaare" sind nahezu kongruent. Nur zwischen 300 und 500°C zeigen sich kleine Abweichungen im Verbrennungsverhalten (Feinstruktur der Kurven).

Im Falle der DTA-Kurven (Abb. 2) ist für die Bewertung allein die Kurvencharakteristik maßgebend, die Peakauswertung tritt in den Hintergrund.

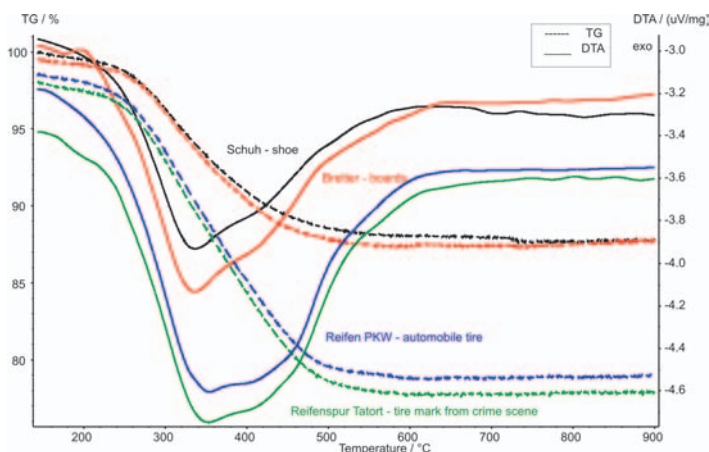


Abb. 2. Vergleich der TG- und DTA-Kurven (TG-Kurven nicht korrigiert), Ausschnitt

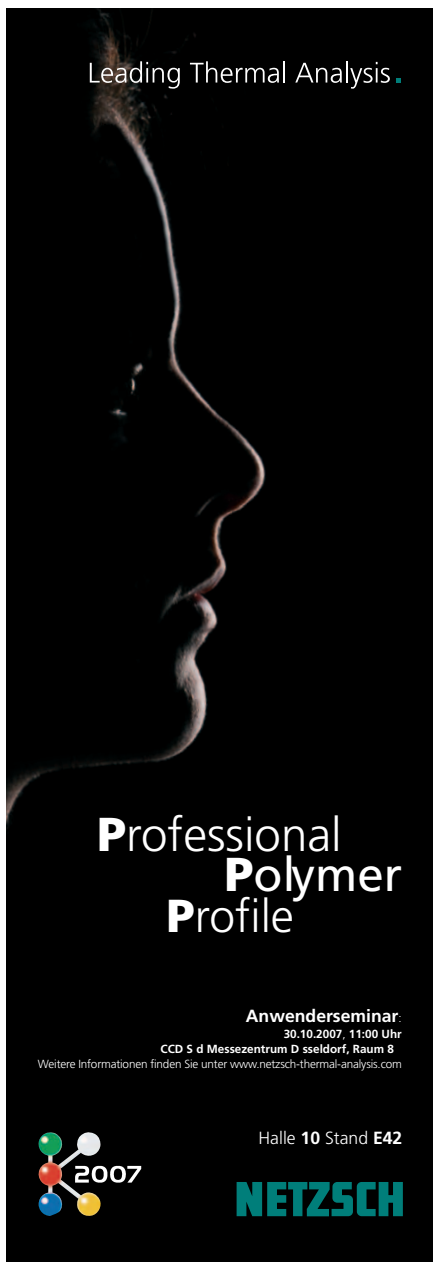
**Die Autorin:**



Monika Freckmann, Jahrgang 1953, ist seit 1981 als Sachbearbeiterin für Bodenuntersuchungen in der forensischen Biologie im kriminaltechnischen Institut des Landeskriminalamtes Niedersachsen tätig. Seit 1984 betreut sie dort die Thermische Analyse (STA 409).

# „Professional Polymer Profile“ auf der K 2007

Stephan Knappe  
NETZSCH Sales & Applications Support



Leading Thermal Analysis.

**Professional  
Polymer  
Profile**

Anwenderseminar:  
30.10.2007, 11:00 Uhr  
CCD 5 d Messezentrum Düsseldorf, Raum 8  
Weitere Informationen finden Sie unter [www.netzsch-thermal-analysis.com](http://www.netzsch-thermal-analysis.com)

Halle 10 Stand E42

2007

**NETZSCH**

sondern auch aus dem europäischen Ausland. Aus Asien, Amerika und vor allem Gäste aus dem Nahen und Mittleren Osten fanden den Weg zum „Professional Polymer Profile“ von NETZSCH Analysieren & Prüfen.

Die in Halle 10 präsentierten thermoanalytischen Messtechniken - vor allem die auf die Qualitätskontrolle und Schadensanalyse polymerer Werkstoffe zugeschnittene F3-Serie mit automatischen Probenwechslern - erweckten bei den Besuchern großes Interesse. Die DSC 200 F3 Maia® und die TG 209 F3 Tarsus vereinen die Vorteile modernster Technologie und hoher Empfindlichkeit in robusten, einfach zu bedienenden Messsystemen. Darüberhinaus wurden die neue Photo-DSC 204 F1 Phoenix® für UV-Härtungen, die vakuumdichte Thermomikrowaage TG 209 F1 Iris® mit gekoppeltem FTIR Tensor 27 der Firma Bruker Optik, die bewährte DMA 242 C mit diversen Probenhaltern zur Messung viskoelastischer Eigenschaften, die LFA 447 NanoFlash™ für die Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit sowie verschiedene DEA-Sensoren zur Messung des

Aushärteverhaltens reaktiver Harzsysteme präsentiert.

## Das Anwenderseminar

Unser Anwenderseminar am 30. Oktober 2007 platzte geradezu aus allen Nähten! Die vier Gastredner aus unserem Kundenkreis, zwei Kooperationspartner sowie zwei Vortragende aus eigenem Hause fesselten die mehr als 60 Teilnehmer bis zum Ende.

Nach der Begrüßung durch die beiden Geschäftsführer von NETZSCH Analysieren & Prüfen, Dr. Otto-Max Schaefer und Dr. Thomas Denner, referierte Prof. Dr. Bernhard Möglinger von der Fachhochschule Bonn-Rhein-Sieg über den Einsatz der beiden häufigsten thermoanalytischen Methoden DSC und TG. Claire Straßer vom Applikationslabor in Selb präsentierte die Neuigkeiten für das Polymergebiet aus dem Hause NETZSCH. Uwe Schiffer, Vorwerk Elektrowerke Wuppertal, stellte sehr anschaulich die vielfältigen Einsatzmöglichkeiten der DSC im Rahmen der Schadensanalyse dar. Der Schwer-

Das Messe-Highlight im Polymerbereich, die K 2007 in Düsseldorf, übertraf unsere Erwartungen bei Weitem: Sogar mehr Besucher als 2004!

Die nahezu 400 Standbesucher kamen nicht nur aus Deutschland,



Unser Messesstand auf der K 2007

punkt des Vortrags von Dr. Rolf Galle-Gutbrecht, Trelleborg Sealing Solutions in Stuttgart, lag auf der dynamisch-mechanischen Charakterisierung von Polyurethandichtungen. Nach der Mittagspause mit Gesprächen am Buffet zeigte Dr. Jörg Läger von Anton Paar Germany, Ostfildern, neue Rheometer-Entwicklungen wie beispielsweise die vollständige Automatisierung auf. Die Vorteile der TG-FTIR-Kopplung wurden durch Dr. Albrecht Rager, Bruker Optik in Ettlingen, beispielhaft erklärt. Anja Klein von Porsche in Weissach stellte bauteilbezogene Prüfungen in der Fahrzeugentwicklung vor, die vor allem mit der DMA durchgeführt wurden. Abschließend referierte Stephan Knappe vom NETZSCH Sales & Applications Support über die verschiedensten praxisrelevanten Einflussfaktoren auf



Die interessierten Teilnehmer unseres Anwenderseminars am 30.10.2007

thermoanalytische Messergebnisse.

Das Seminar wurde durch interessante Fragestellungen vor allem aus der Industrie mit weiteren Diskussionen an unserem Messestand abgerundet.

Schon jetzt steht fest: Wir sind auf der nächsten K im Jahr 2010 wieder live dabei. Wir freuen uns schon heute, Sie an unserem Messestand mit Neuigkeiten überraschen zu können!

## STA-MS in der Energieforschung

Dr. Alexander Schindler,  
NETZSCH-Applikationslabor



Durch steigende Heizkosten und steigende Benzinpreise bekommen wir immer deutlicher zu spüren: Erdöl und Gas sind knappe Güter!

Paradoxerweise nahmen die mit heutiger Technik (z.B. NETZSCH Oil Field Products, NOP) wirtschaftlich gewinnbaren Ölressourcen trotz steigender Förderung sogar leicht zu und reichen daher vermutlich noch ein paar Jahrzehnte. Obgleich das Ende dieser Frist scheinbar immer in konstanter Ferne bleibt („Erdölkonstante“), sind wir leider mit steil anwachsenden Energiepreisen sowie mit zunehmenden ökologischen Problemen, wie der globalen Klimaerwärmung, konfrontiert.

Deshalb sind neben besseren Technologien zur Gewinnung und effizienteren Nutzung fossiler Brennstoffe auch alternative Energiequellen gefragt. So werden z.B. Sonnen- und Windenergie, Wasserkraft, Brennstoffzellen und CO<sub>2</sub>-neutrale Biomasse bereits heute eingesetzt. Diese Alternativen müssen allerdings noch weiter vorangetrieben werden. Als Forschungsinstrument ist hierzu eine NETZSCH STA-MS-Apparatur nützlich, die simultane thermische Analyse (TG+DSC) und MS-Analyse der entweichenden Gase ermöglicht.

Im Folgenden wird eine exemplarische STA-MS Messung an einem Ölschiefer diskutiert. Ölschiefer ent-

Leading Thermal Analysis.

hält schwerflüchtige Kohlenwasserstoffe (Kerogene), woraus sich durch Pyrolyse Treibstoff gewinnen lässt; er wird aber z.B. zur Betreibung eines Kraftwerks auch direkt verbrannt. Obwohl Ölschiefer weltweit in großen Mengen vorhanden ist, gilt er momentan noch nicht als die Energiequelle der Zukunft, da die Treibstoffgewinnung aufwändig und die direkte Verbrennung wegen der Rückstände und des hohen Schwefelanteils sehr umweltschädlich ist.

Die Messung unter  $N_2$ -Atmosphäre (siehe Abb. 1) zeigt einige Massenverluststufen, die auf die Abgabe von Wasser bei tiefen Temperaturen, die Zersetzung der Kerogene im Bereich um etwa  $400^\circ\text{C}$ , den Abbau schwefelhaltiger Verbindungen sowie die Carbonatzerersetzung zwischen etwa  $600^\circ\text{C}$  und  $800^\circ\text{C}$  zurückzuführen sind. Der Übersichtlichkeit halber sind nur die MS-Kurven für die Massenzahlen 34, 64, 33 und 48 abgebildet, die von  $H_2S$ ,  $SO_2$  und den Fragmenten HS und SO herrühren. Aus diesen Messergebnissen lässt sich also die Zusammensetzung des Ölschiefers ableiten.

Weiterhin wurde das Experiment auch unter oxidativer Gasatmosphäre durchgeführt, um die Verbrennung des Ölschiefers zu simulieren (siehe Abbildung 2). Im Gegensatz zur Pyrolyse beobachtet man zwischen etwa  $200^\circ\text{C}$  und  $600^\circ\text{C}$  ein exothermes DSC-Signal, das die Verbrennungsenergie widerspiegelt. Neben den gezeigten MS-Kurven für  $H_2O$  und  $CO_2$  mit den Massenzahlen 18 und 44 wurde bei der Verbrennung ebenfalls wieder das umweltschädliche  $SO_2$  detektiert.

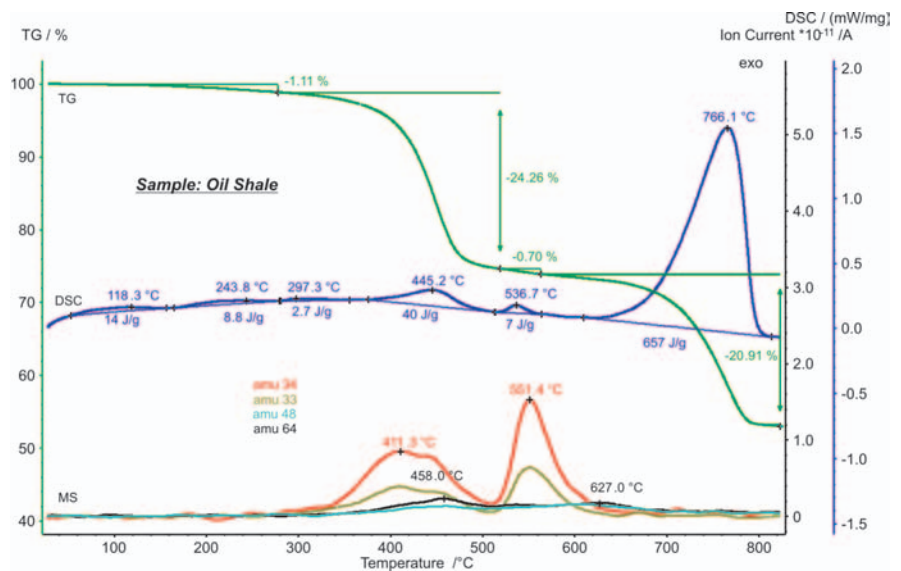


Abb. 1: STA-MS-Messung an einem Ölschiefer in  $N_2$ -Atmosphäre (Pyrolyse). Vergleichende Darstellung von TG-, DSC- und MS-Kurven (Massenzahlen: 34 -  $H_2S^+$ , 33 -  $HS^+$ , 48 -  $SO^+$ , 64 -  $SO_2^+$ )

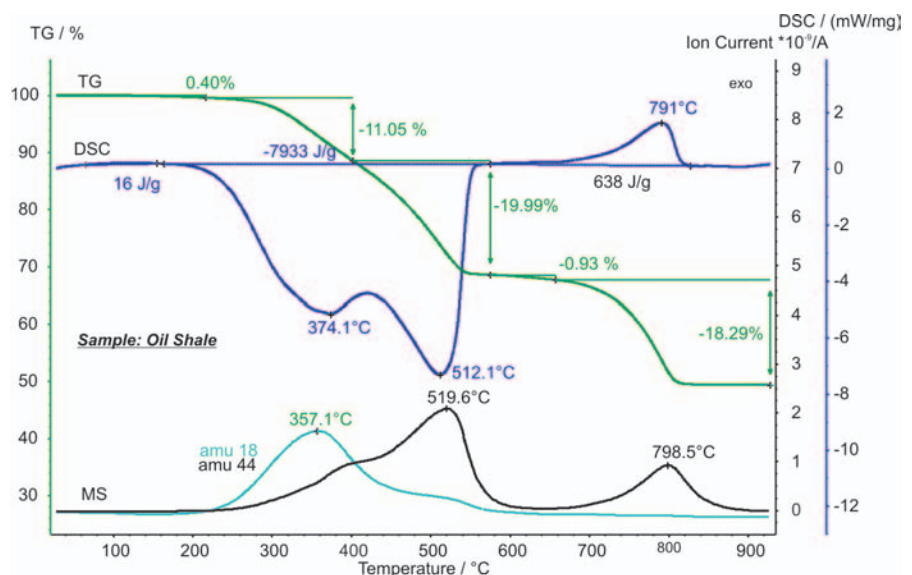


Abb. 2: STA-MS-Messung an einem Ölschiefer unter oxidierenden Bedingungen

# Auf dem Weg zum papierlosen Labor

Elektronische Aufzeichnungen und elektronische Unterschriften zur Protokollierung von thermoanalytischen Messungen

Dr. Gabriele Kaiser  
NETZSCH-Schulung

Obwohl sich in analytischen Labors die elektronische Messdatenerfassung und –auswertung schon seit geraumer Zeit als Standard etabliert hat, werden doch in den meisten Fällen immer noch alle Kurven ausgedruckt und in Papierform abgeheftet. Eine Form der Messdaten-Archivierung, die eine Menge Platz und einen erheblichen manuellen Aufwand erfordert. Erstrebenswert wäre ein System, in dem sich Daten sicher speichern lassen und das trotzdem die Möglichkeit eines schnellen Zugriffes von verschiedenen Stellen innerhalb eines Unternehmens bietet.

Doch wie lassen sich in einem solchen System die Echtheit und Integrität von elektronischen Daten gewährleisten?

Bereits 1997 wurde von der US-amerikanischen Gesundheitsbehörde (FDA, Food and Drug Administration) eine Vorschrift veröffentlicht, die Anforderungen an elektronische Aufzeichnungen („electronic records“) und Kriterien für die Verwendung elektronischer Unterschriften („electronic signatures“) definiert. Ziel dieser Richtlinie, nach dem Ort ihrer Veröffentlichung kurz 21 CFR Part 11 (Teil 11 des 21. Code of Federal Regulations) genannt, ist die lückenlose Nachvollziehbarkeit von Prozessen bei der Entwicklung, Zulassung und Herstellung von Medikamenten und Medizinprodukten. 21 CFR Part 11 besitzt in den USA Gesetzescharakter und betrifft Unternehmen der pharmazeutischen Industrie und verwandter Branchen, die in den USA produzieren oder den US-amerikanischen Markt mit ihren Produkten beliefern.

Damit wurden die Grundlagen für die Einführung moderner, IT-gestützter Archivierungskonzepte in Laboratorien gelegt.

## **Proteus® Pharm™**

NETZSCH hat die Zeichen der Zeit erkannt und in enger Kooperation mit Anwendern ein eigenständiges Programmpaket entwickelt, das auf die F1-Serie, die F3-Serie und auf die STA 449 C *Jupiter®* zugeschnitten ist und alle genannten regulatorischen Anforderungen erfüllt (sogenannte „technical compliance“).

## **Welche Merkmale zeichnen Proteus® Pharm™ aus?**

Trotz aller eingebauten Sicherheitsmechanismen ist eine Anpassung der Software an nahezu jede Labororganisation möglich. Der Anwender spürt beim Messen und Auswerten der thermoanalytischen Daten keinen Unterschied zu einem Programm, das die FDA-Vorschriften nicht berücksichtigt. Einzig die Aufforderung, beim Öffnen des Programms einen Benutzernamen und ein Kennwort einzugeben, erinnert ihn daran.

Zur Identifizierung autorisierter Personen dient eine Kombination aus einem einmaligen Benutzernamen und einem Passwort. Unerlaubte Zugriffe werden zuverlässig erkannt, was – nach einer frei definierbaren Anzahl von Versuchen – die Sperrung des jeweiligen Benutzerkontos (ähnlich wie bei Bankautomaten) zur Folge hat. Diese Sperrung kann durch den zuständigen Sicherheitsadministrator, einem Mitglied des Laborteams, wieder aufgehoben werden.

Zur Dokumentation führt *Proteus® Pharm™* zwei Protokolle, Audit-Trail genannt, in denen alle relevanten Aktionen aufgezeichnet werden (wer was wann und warum getan hat).

Die Software ist datenbankorientiert. Als Datenbanksysteme werden *Microsoft®* SQL Server und Oracle unterstützt. Dadurch besteht die

Möglichkeit, nicht mehr nur nach dem Dateinamen zu suchen, sondern nach allen Eintragungen, die Sie während der Parameterdefinition getätigt haben.

Für alle diejenigen, die ohne elektronische Unterschriften arbeiten möchten, lässt sich diese Option durch nur einen Mouse-Klick deaktivieren.

Mit dem Methodeneditor lassen sich Messvorschriften (sogenannte SOPs = standard operation procedures) unabhängig von Gerät, Rechner oder Gerätekonfiguration gestalten. Sind in Kooperationslabors gleichartige Geräte vorhanden, bietet *Proteus® Pharm™* u.a. die Möglichkeit, auf dieselben Messmethoden zurückzugreifen.

Für weitere Einzelheiten kontaktieren Sie bitte Ihren zuständigen Gebietsberater.



Eine Gesamtübersicht unserer Veranstaltungen finden Sie unter:  
[www.netzsch-thermal-analysis.com/de/aktuelles/veranstaltungen](http://www.netzsch-thermal-analysis.com/de/aktuelles/veranstaltungen)

U.a. nehmen wir teil an:

Veranstaltung	Datum	Ort
32 <sup>nd</sup> International Conference & Exposition on Advanced Ceramics and Composites	27.01. - 01.02.	Hilton Dayotona Beach Resorts & Ocean Center, Florida, USA
Thermans 2008	04. - 08.02	Kalpakkam, Indien
Arablab 2008	10. - 13.02.	Dubai, VAE
PittCon 2008	01. - 07.03.	New Orleans, Louisiana, USA
Laborama 2008	13. - 14.03.	Brüssel, Belgien
Analytica 2008	01. - 04.04.	München, Deutschland

## Und die Gewinner sind...



Erinnern Sie sich noch? Vor einigen Monaten hatten wir eine Online-Umfrage initiiert, in der wir Sie u.a. fragten, welche Eigenschaften Sie mit dem Namen NETZSCH verbinden und

wie Sie die Qualität unserer Dienstleistungen beurteilen. Die Rücklaufquote betrug 42% und lag damit weit höher als dies bei derartigen Umfragen üblicherweise der Fall ist. Dafür möchten wir uns herzlich bei Ihnen bedanken.

Über Ihr Lob haben wir uns sehr gefreut; Ihre Anregungen werden wir gerne aufnehmen, um Sie anschließend noch besser unterstützen zu können. Kundenorientierung ist für uns nicht nur ein Wort, sondern ein Anliegen.

Als Dankeschön für die Teilnahme haben wir unter den Einsendern drei

Navigationssysteme der Marke TomTom ONE Regional verlost. Die glücklichen Gewinner sind:

- Dirk Kirberg (Boehringer Ingelheim Pharma GmbH & Co.KG, Biberach)
- Thomas Krziwanek (Teufelberger GesmbH, Wels/Österreich)
- Paul-Gerhard Schullerus (W.C. Heraeus GmbH, Hanau)

Herzlichen Glückwunsch!  
 Alle Gewinner haben ihren Preis bereits erhalten. Wir hoffen, dass sie damit ihre Ziele immer auf direktem Wege erreichen.

### Impressum

Herausgeber:  
 NETZSCH-Gerätebau GmbH  
 Wittelsbacherstraße 42  
 95100 Selb

Tel.: +49 9287 881-0  
 Fax: +49 9287 881-505  
 E-Mail: [at@netzsch.com](mailto:at@netzsch.com)  
[www.netzsch-thermal-analysis.com](http://www.netzsch-thermal-analysis.com)

Redaktion:  
 Dr. Gabriele Kaiser,  
 Dr. Jürgen Blumm, Stephan Knappe,  
 Doris Steidl, Andreas Strobel

Konzept & Gestaltung:  
 Dagmar Dittmann

Druck:  
 NETZSCH Werbe- und Service-GmbH  
 Gebrüder-Netzsch-Straße 19  
 95100 Selb

Tel.: +49 9287 75-160  
 Fax: +49 9287 75-166  
 E-Mail: [promotion@netzsch.com](mailto:promotion@netzsch.com)

Copyright:  
 NETZSCH-Gerätebau GmbH  
 12 / 07