

TA-MS- und TA-FTIR-Workshops in Korea

Motiviert durch unsere positiven Erfahrungen mit Workshops zu verschiedenen Schwerpunktthemen der Thermischen Analyse in Europa und USA veranstaltete NETZSCH Korea Co. Ltd. (NKS) erstmals vom 17.10. bis 19.10.2000 drei Seminare in Seoul und Taejon. Die Themenauswahl mit TA-MS- und TA-FTIR-Kopplungen sowie thermophysikalischen Messmethoden, die perfekte Vorbereitung durch NKS und die Beteiligung des Kopplungs-Spezialisten E. Kaisersberger,

Selb, führten zu einer erfreulich hohen Zahl von Teilnehmern. Interessenten und Kunden beteiligten sich rege am Erfahrungsaustausch zu modernen TA-Methoden, zur Gerätetechnik und speziellen Applikationsfragen.

Wir danken allen Teilnehmern und gratulieren NKS zu dieser gelungenen Workshopreihe. Bei Fortsetzung mit weiteren interessanten Themen der Thermischen Analyse sichern wir gerne wieder unsere Unterstützung zu.



Die Teilnehmer des Workshops in Taejon

Neu im Bücherregal: "*Thermoanalytical Characterization of Pharmaceuticals*"

E. Marti, E. Kaisersberger, G. Kaiser, W.-Y. Ma

Die Thermische Analyse spielt für die Qualitätssicherung und die Charakterisierung pharmazeutischer Wirksubstanzen und Hilfsstoffe eine zentrale Rolle. Mit ihr gelingt es, wichtige Informationen über Schmelzpunkte, Schmelzwärmen, polymorphe Umwandlungen, Anteile von Lösungsmitteln oder Wasser in kristallinen Festkörpern, thermische oder oxidative Stabilitäten, eutektische Reinheiten, etc. zu gewinnen.

Der vorliegende Applikationsband "NETZSCH Annual 2000: Thermoanalytical Characterization of Pharmaceuticals" in englischer Sprache gibt einen Einblick in die vielfältigen

Möglichkeiten der Thermischen Analyse auf dem Pharmazie-Sektor. Die Basis bilden DSC-Messungen, jedoch dort, wo es angezeigt erschien, ergänzt durch TG-, TG-FTIR- oder TG/DSC-MS-Untersuchungen. Die Einbeziehung physikalisch-chemischer, kinetischer und thermodynamischer Auswerteverfahren trägt dazu bei, die Aussagekraft der thermoanalytischen Daten noch zu erhöhen.

Insgesamt werden 23 in pharmazeutischen Formulierungen häufig eingesetzte Substanzen diskutiert. Schwerpunkte des experimentellen Teils liegen in der Auswahl der

Messbedingungen sowie in der Vorbehandlung der Proben. Ein eigenes Kapitel widmet sich dem Vergleich zwischen DSC-Ergebnissen und der klassischen Kapillarmethode zur Schmelzpunktbestimmung.

Schriftliche Bestellungen nehmen wir im Internet unter www.ngb.netzsch.com oder telefonisch unter 09287/881-31 (Silke Popp) gerne entgegen.

Der Preis des "NETZSCH Annual 2000" beträgt Euro 49,-- (zzgl. MWSt. und Versand).

Inhalt

- TA-MS- und TA-FTIR-Workshops in Korea
- Neu im Bücherregal: "*Thermoanalytical Characterization of Pharmaceuticals*"
- Citius, altius, fortius ...
- Sicher auf Frankreichs Straßen dank Thermischer Analyse
- Neue Geschäftspartner für Vertrieb unserer Geräte in Griechenland und Spanien
- Proceedings der SKT 2000
- Messen und Symposien
- By the way

NETZSCH

Citius, altius, fortius ...

Diesem olympischen Motto (schneller, höher, stärker) hat sich auch die DSC 204 Phoenix[®] verschrieben: schnelle Heiz- und Kühlraten, eine starke Performance und jetzt neu, eine bestechend hohe Empfindlichkeit.

Das Konzept der DSC 204 Phoenix[®] war von Anfang an modular ausgelegt. Je nachdem, welche Eigenschaften für Sie als Anwender im Vordergrund stehen, sollten auswechselbare Sensoren, zugeschnitten auf die jeweilige Applikation, zum Einsatz kommen können.

Nach Einführung der Phoenix[®] im Jahre 1997 wurde der sogenannte τ -Sensor rasch zum Standard. Ein Sensor mit einer extrem kurzen Zeitkonstante, der eine sehr gute Auflösung nahe beieinander liegender Peaks garantiert.

Wir freuen uns, Ihnen nun einen Halbleiter-Sensor vorstellen zu können (siehe auch ONSET, Ausgabe September 2000), der sich im Vergleich zu konventionellen Systemen

durch eine ca. 15-fach höhere Empfindlichkeit auszeichnet. Diese sensationelle Steigerung schien bis vor kurzem noch unerreichbar, zumal physikalische Zusammenhänge gegen eine Steigerung der Empfindlichkeit bei nahezu gleichbleibend kurzer Zeitkonstante sprechen. Der Durchbruch gelang schließlich in Zusammenarbeit mit einem renommierten deutschen Institut für Luft- und Raumfahrt.

Aufgrund seines Arbeitsbereiches zwischen -150°C und 400°C eignet sich dieser Sensor hervorragend für die Bearbeitung von Fragestellungen auf dem Pharma-, Lebensmittel-, Chemie- und Polymer-Sektor. Voll entfalten kann er seine Qualitäten bei der Detektion geringster Verunreinigungen, in der Spurenanalytik sowie in der Messung schwacher oder sekundärer Umwandlungen, besonders im Tieftemperaturbereich.

Die Empfindlichkeitsunterschiede der einzelnen Sensor-Systeme zeigen sich vor allem

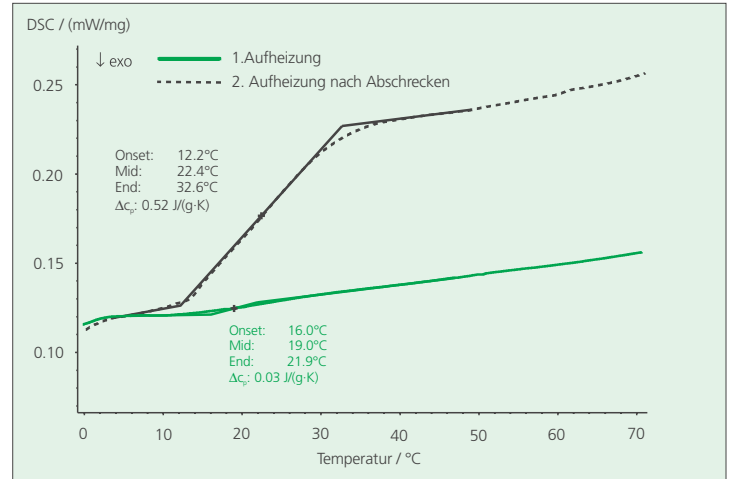


Abbildung 2. α -Lactose-Monohydrat, Bestimmung des amorphen Anteils (1. Aufheizung und 2. Aufheizung nach Abschrecken der Probe)

in der $\mu\text{V}/\text{mg}$ -Darstellung, d.h. in der Auftragung des auf die Einwaage bezogenen, direkten Messsignals. Durch die Einbeziehung einer Enthalpie-Kalibrierung (Umwandlung von $\mu\text{V}/\text{mg}$ in mW/mg) wären alle Signale auf die gleiche Größe normiert. Abbildung 1 demonstriert die wesentlich höhere Empfindlichkeit des neuen Sensors eindrucksvoll an endo- und exothermen Effekten eines amorphen PET (Polyethylenterephthalat).

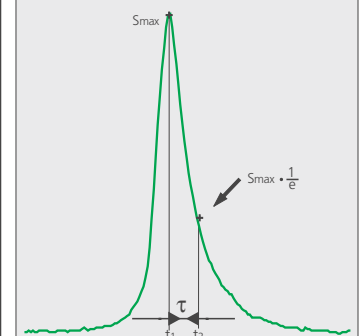
Durch die Optimierung des Signal-/Rausch-Verhältnisses in Kombination mit der hochauflösenden Elektronik TASC 414/4 lassen sich mit dem neuen Sensor selbst kleinste Effekte detektieren.

Kommerzielles α -Lactose-Monohydrat (Milchzucker) besitzt in der Regel geringe amorphe Anteile, die sich üblicherweise in DSC-Messungen nicht erfassen lassen. Mit dem neuen Sensor gelingt der Nachweis des vorhandenen amorphen Anteils problemlos, sogar in Hochdrucktiegel. Die T_g wird bei 19,0°C (Midpoint) mit

einer Δc_p -Stufe von nur 0,03 J/g·K detektiert.

Die quantitative Auswertung des amorphen Anteils erfolgt durch einen Vergleich der T_g -Stufenhöhen des Ausgangsmaterials mit einer abgeschreckten Probe.

Die Zeitkonstante τ ist ein Maß für die Auflösung. Je kleiner die Zeitkonstante, desto schlanker der jeweilige Peak; Peaküberlagerungen treten seltener auf.



Die Empfindlichkeit ist ein Maß für die Signalintensität. Je empfindlicher das System, desto größer die Effekte.

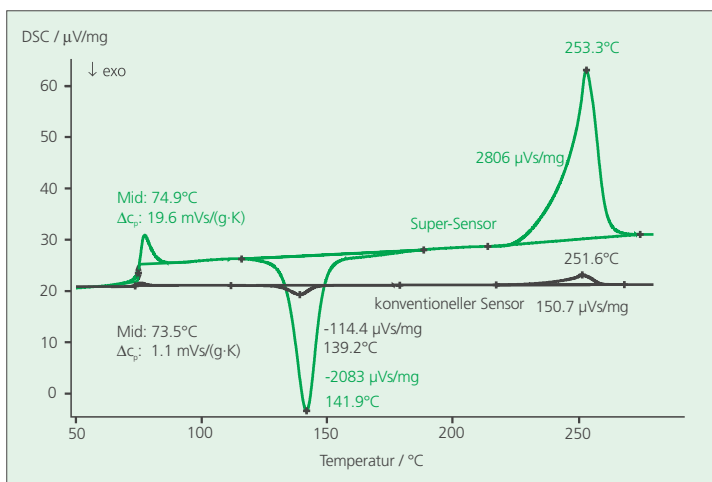
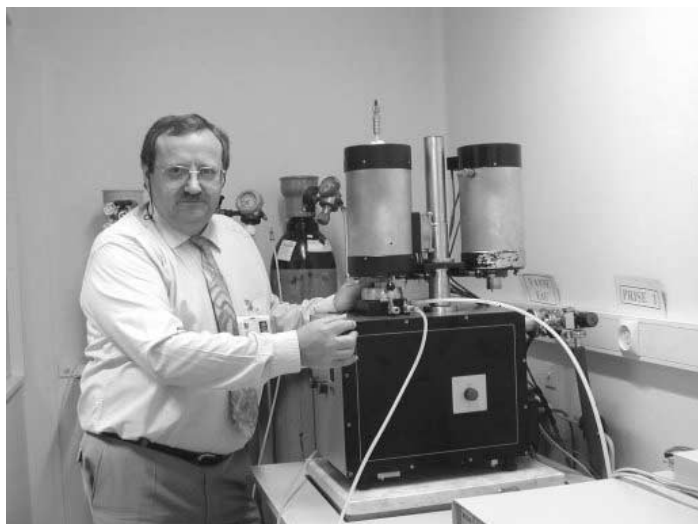


Abbildung 1. Empfindlichkeitsvergleich der thermischen Effekte von PET (grün: neuer DSC-Sensor, schwarz: konventioneller Sensor)

Sicher auf Frankreichs Straßen dank Thermischer Analyse



Herr Platret mit der NETZSCH-STA 409 E

LCPC (**L**aboratoire **C**entral des **P**onts et **C**haussées) ist der Name des französischen Instituts für angewandte Forschung im Baubereich. In vier Zentren, die in Nantes, Marne-la-Vallée, Satory-Versailles und Paris beheimatet sind, arbeiten insgesamt 600 Personen, davon 250 Wissenschaftler und 220 Techniker. Die Forschungsaktivitäten konzentrieren sich u.a. auf Straßen, Brücken, Geotechnik und Umweltaspekte.

Das Ziel von LCPC ist es, Wissenschaft und Praxis miteinander zu verzahnen. In diesem Zusammenhang kooperiert das Institut mit zahlreichen staatlichen Laboratorien (z.B. CNRS = **C**entre **N**ational de la **R**echerche **S**cientifique), Universitäten, Bauunternehmen und mit AFNOR (**A**ssociation **F**rançaise de **N**ormalisation), der französischen Gesellschaft für Standardisierung. LCPC zählt daher zu den Referenzlaboratorien.

Aufgrund seiner umfassenden technischen Ausstattung und der großen Anzahl von Prüfmöglichkeiten gelang es LCPC in der Vergangenheit, seine Tätigkeitsbereiche immer

weiter auszudehnen. Thermische Analyse mit NETZSCH-Geräten spielt dabei eine Schlüsselrolle. Herr G. Platret, bei LCPC verantwortlich für die Thermische Analyse (siehe Foto), führt in der Regel mehr als 250 Experimente pro Jahr mit seiner STA 409 E und seiner DSC 200 durch. Getestet wird eine breite Palette verschiedenster Materialien: Ton, Bodenproben, Zement, Schlacke, Flugasche, Beton, Farbe, Asphalt, Geomembrane (aus Polymeren, z.B. aus Polyethylen oder Polypropylen).

Dank der Vielseitigkeit der Thermischen Analyse ist es möglich, neben der klassischen Bestimmung von Temperaturen (z.B. Schmelztemperaturen, Glasübergangstemperaturen) auch komplexe Studien von Polymeradditiven in Asphalt oder Bitumen (Analyse des kristallinen Anteils, Alterung der Polymere) durchzuführen oder der Vorschichte von Betonen (Klinker, Alkali-Silikat-Reaktionen etc.) auf die Spur zu kommen.

Die folgenden Beispiele zeigen zwei typische Anwendungsfälle aus den Bereichen Schadensanalyse und Baustoff-

charakterisierung. Abbildung 1 zeigt eine TG/DSC-Messung an einem calcium- und silikat-haltigen Beton. Deutlich zu erkennen sind die DSC-Peaks für Quarz und Calcit bei 578°C bzw. 793°C. Während der Aufheizung treten drei aufeinander folgende Entwässerungsstufen auf:

- bei 117°C (Peaktemperatur der Ableitungskurve, DTG): Wasserabspaltung aus C-S-H Phasen ($\text{CaO-SiO}_2\text{-H}_2\text{O}$)
- bei 179°C: Dehydration von $\text{Ca}_4\text{Al}_2\text{O}_6\text{CO}_2\cdot 11\text{H}_2\text{O}$
- bei 402°C: Wasserabspaltung aufgrund einer Alkali-Silikat-Reaktion

Ein Produkt dieser Wasserabspaltung ist Portlandit, identifizierbar durch den DSC-Peak bei 498°C. Ein weiteres Phänomen zeigt sich bei

901°C (DSC-Peaktemperatur): Die Bildung (exotherme Reaktion) von Wollastonit aus den bei 117°C entwässerten C-S-H-Phasen.

Abbildung 2 zeigt eine Gegenüberstellung zweier DSC-Messungen an Bitumen. Während die Kurve der polymermodifizierten Probe (Nr. 2) zwei deutliche endotherme Effekte bei 115°C und 118°C (Peaktemperaturen) aufweist, verläuft die Kurve der nicht modifizierten Bitumenprobe (Nr. 1) in diesem Bereich völlig glatt. Die zugehörigen Schmelztemperaturen lassen auf eine Beimischung von Polyethylen schließen.

Wir danken Herrn Platret für diesen Beitrag.

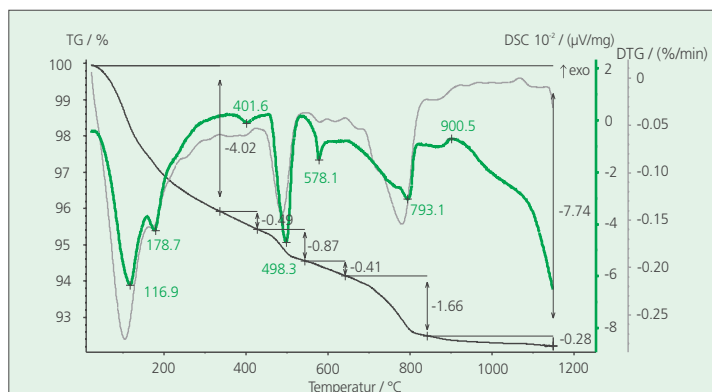


Abbildung 1. STA-Untersuchung an einem Beton

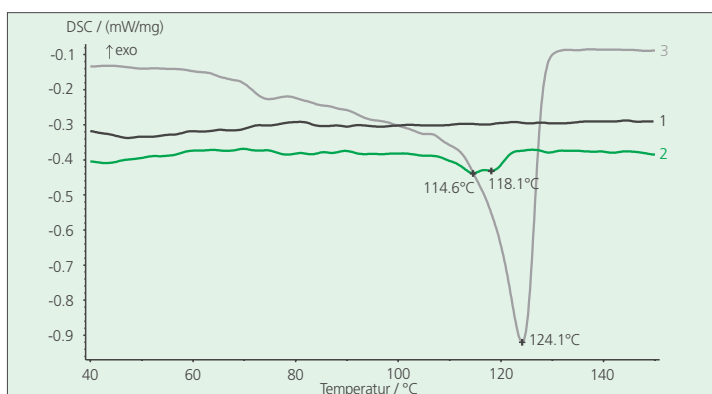


Abbildung 2. Vergleich zweier DSC-Messungen an Bitumen (1 und 2) DSC-Messung an Polyethylen (3)

by the way

... ist ONSET auch in elektro-
nischer Form erhältlich.

Sie finden die neueste
Onset-Ausgabe, die Sie in
Händen halten, sowie die
beiden zurückliegenden von
April und September 2000
unter den Rubriken
AKTUELLES und *ARCHIV* auf
unserer Homepage

www.ngb.netzsch.com

Die entsprechenden pdf-
Dateien können Sie mit allen
Versionen des Adobe
Acrobat® Reader öffnen.
Sollte dieses Programm noch
nicht auf Ihrem Rechner
installiert sein, besteht unter
dem Hinweis "Get Acrobat®
Reader" die Möglichkeit, die
genannte Software
kostenlos herunterzuladen.

Viel Spaß beim "down-
loading" wünscht Ihnen

Ihr ONSET-Team

Neue Geschäftspartner für Vertrieb unserer Geräte in Griechenland und Spanien

Seit kurzem arbeiten wir für
Vertrieb und Service in
Griechenland exklusiv mit
**Alfa Analytical Instru-
ments**, Athen, unter Leitung
von Herrn D. Haloulos
zusammen. Wir erhoffen uns,
rechtzeitig zum Beitritt
Griechenlands zur
Europäischen Währungs-
union, eine erfolgreiche
Fortsetzung bestehender
Kundenkontakte und eine
Intensivierung neuer
Kundenakquisitionen.

Außerdem starteten wir eine
Kooperation mit **Bruker
Espanola**, Madrid, unter
Leitung von Herrn Victor
Pidal, für Vertrieb und Service
unserer gesamten Produk-
palette in Spanien. Speziell für
den Vertrieb unseres Pro-
gramms wurde Herr Angel



Angel Sanz, Bruker Espanola

Sanz als Produktspezialist in
Selb ausgebildet.

In intensiven Trainingsver-
anstaltungen wurde der
technische Service in beiden
Ländern mit der Installation,
Wartung und Bedienung
unserer Thermischen
Analysengeräte vertraut
gemacht.

Proceedings der SKT 2000

Unter dem Titel
"Hyphenated Techniques in
Thermal Analysis - 3rd SKT
2000" stehen seit kurzem
die Proceedings der 3. SKT-
Tagung in Bad Orb (28. -
30. Mai 2000) zur
Verfügung.

Sichern Sie sich Ihr
Exemplar zu einem Preis
von Euro 39,- (zzgl. MWSt
und Versand) rechtzeitig!

Das Bestellformular finden
Sie im Internet unter
[www.skt2000.com/
skt2000/proceedings.htm](http://www.skt2000.com/skt2000/proceedings.htm)
oder rufen Sie Frau Silke
Popp (Tel.-Nr. 09287/881-
31) an.

Impressum

03/01

Herausgeber:
NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstr. 42
D-95100 Selb/Bayern

Telefon: 09287/881-0
Telefax: 09287/88144
e-mail: at@ngb.netzsch.com
<http://www.ngb.netzsch.com>

Redaktion:
Dr. Gabriele Kaiser
Doris Steidl

Copyright by NETZSCH-
Gerätebau GmbH 02/01
Printed in Germany (6500)

Messen, Symposien

Wir nehmen teil und stellen aus:

PittCon USA	04. - 09.03.01, New Orleans, LA
Salon du Laboratoire Frankreich	13. - 16.03.01, Paris
POWTECH 2001 Deutschland	27. - 29.03.01, Nürnberg
EUROPEAN COATINGS SHOW 2001 Deutschland	03. - 05.04.01, Nürnberg
Kunststoffe im Automobilbau Deutschland	04. - 05.04.01, Mannheim
ACerS USA	22. - 25.04.01, Indianapolis, IN
Hannover Messe 2001 Deutschland	23. - 28.04.01, Hannover
4. Selber Kopplungstage Deutschland	26. - 27.06.01, Selb