

NETZSCH

Dynamische Differenz-Kalorimetrie



DSC 204 F1
Phoenix[®]

Die DSC 204 F1 Phoenix®

Die Dynamische Wärmestrom-Differenz-Kalorimetrie (DDK, englisch DSC) bestimmt Umwandelungs-temperaturen und Enthalpieänderungen an Feststoffen und Flüssigkeiten bei kontrollierter Temperaturänderung.

Die DDK/DSC ist die am häufigsten eingesetzte Methode der Thermischen Analyse. Diese Vielseitigkeit gründet

auf Schnelligkeit der Analysen, der hohen Aussagekraft bei Forschungs- und Qualitätskontroll-Aufgaben und der leichten Bedienbarkeit.

Viele Normen (ASTM, DIN, ISO, ...) geben Anleitung für Kalibrierung der Geräte und für spezifische material-, produkt- und eigenschaftsbezogene Applikationen, Ergebnisauswertungen und Interpretationen.

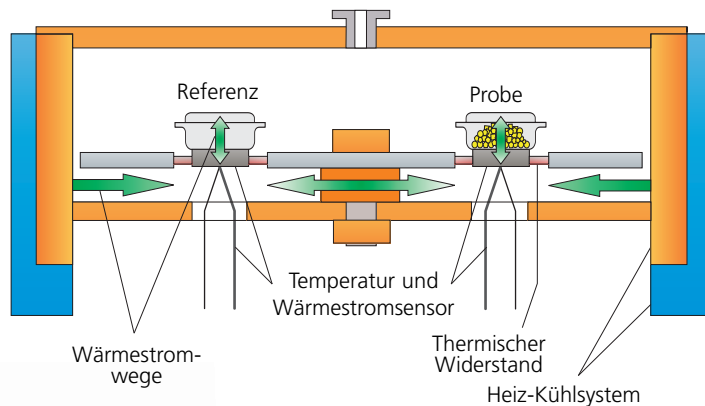
Typische Anwendungsziele der DSC sind:

- Schmelzen-Kristallisation
- Polymorphie
- Phasendiagramme
- Flüssigkristall Umwandlungen
- Eutektische Reinheit
- Kristallinität teilkristalliner Stoffe
- Fest-flüssig Verhältnis
- Fest-fest Umwandlungen
- Glasumwandlung
- Spezifische Wärme
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Zersetzungsbeginn
- Verträglichkeit



DSC 204 **F1** Phoenix®
Die neue DSC-Plattform
von -180 bis 700°C

Prinzip der Wärmestrom DSC



Ausgehend von dem homogenen Temperaturfeld im Ofen der DSC werden entlang des scheibenförmigen Sensors gleiche Wärmeströme an die Proben- und Referenzseite geführt. Liegen unterschiedliche Wärmekapazitäten auf der Proben- und Referenzseite vor, oder

zeigt die Probe veränderte Wärme-Aufnahme oder -Abgabe aufgrund von Umwandlungen oder Reaktionen, führen die folglich unterschiedlichen Wärmeströme zu Temperaturgradienten an den Widerständen des sonst gut leitenden Sensors. Empfindliche Temperatursensoren erfassen diese Gradienten und damit jeden Unterschied in den Wärmeströmen sehr schnell und genau. Die zeitlich begrenzten Abweichungen zeigen sich als exotherme oder endotherme Effekte oder als Stufen in den Wärmestrom-Differenz-Kurven über einer flachen, horizontalen DSC Basislinie.

Verschiedene Sensoren:

Der neue τ -Sensor (Scheibensensor aus Konstantan CuNi) bringt durch die sehr hohe Leitfähigkeit der Silbertragplatte eine enorme Verbesserung der Ansprechzeit auf Wärmestromunterschiede. Dies führt bei der Auftrennung von überlappenden Effekten in der DSC-Kurve zu neuen Spitzenleistungen.



τ -Sensor

Der μ -Sensor basiert auf einem speziell dotierten Siliciumwafer als Sensorscheibe. Zusammen mit den empfindlichen Temperatursensoren bietet der μ -Sensor eine kalorimetrische Empfindlichkeit, die bisher in einer DSC nicht für möglich galt.



μ -Sensor

Proteus® Software

DSC Anwendungen ohne Rechnerunterstützung sind heute nicht denkbar. Die *Proteus®* Software, eine echte 32-bit-Software auf Basis von Windows®, übernimmt alle Aufgaben der Versuchsvorbereitung, Durchführung und Auswertung bei einer DSC Untersuchung, ebenso wie bei anderen thermoanalytischen Experimenten. *Proteus®*, eine der komplet-

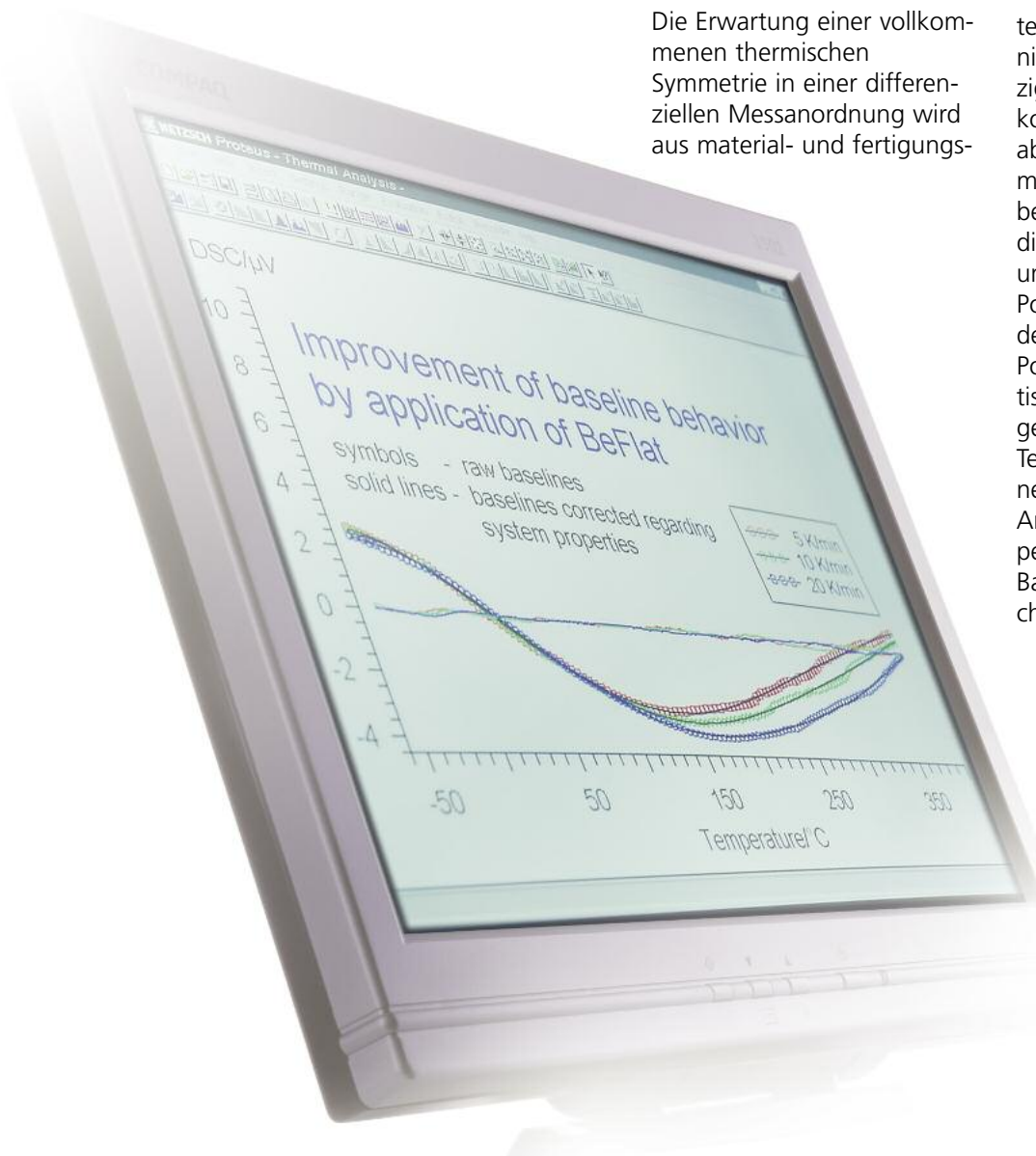
testen Software Lösungen in der Thermischen Analyse, von unseren Software-Spezialisten und Applikationsexperten im Hause entwickelt und erprobt, unterstützt Sie durch praxisgerechten Aufbau, leicht verständliche Benutzerführung und ein beispielhaftes, umfassendes Hilfesystem. Sie lässt Ihnen Spielraum für individuellen Stil in Auswertung und Dokumentation.

Datensicherheit und Unverfälschbarkeit sind Voraussetzung für GLP, GMP und 21 CFR Teil 11 gerechten Einsatz. Die Mehrpunkt (6-12) Temperatur- und Enthalpie-Kalibrierungen werden permanent mit den Rohdaten verknüpft, ebenso wie online Basislinienkorrekturen. Auswertoroutinen richten sich nach genormten Verfahren und sind damit gut validierbar.

BeFlat® - Die Revolution in Basislinienoptimierung

Die Erwartung einer vollkommenen thermischen Symmetrie in einer differenziellen Messanordnung wird aus material- und fertigungs-

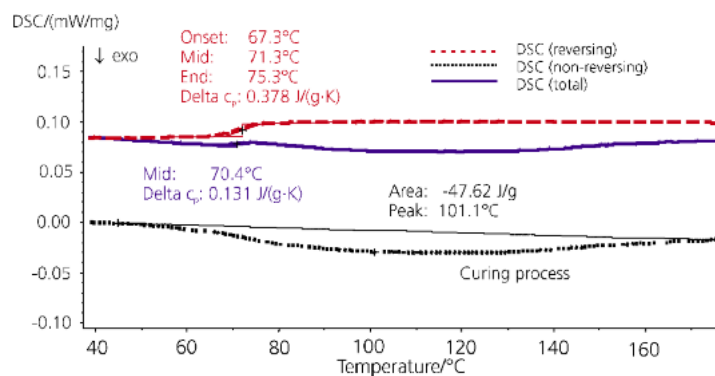
technischen Gründen häufig nicht erfüllt. Die neue, einzigartige Software *BeFlat®* korrigiert DSC Basislinienabweichungen, die auf thermischen Unsymmetrien beruhen, über ein mehrdimensionales, temperatur- und heizratenabhängiges Polynom. Die Koeffizienten des mehrdimensionalen Polynoms werden automatisch aus Basislinienmessungen in dem geforderten Temperaturbereich gewonnen. Als Resultat der *BeFlat®* Anwendung ergeben sich perfekt horizontale DSC Basislinien mit Abweichungen im μW Bereich.



Temperaturmodulierte DSC - TM-DSC Software

Bei der temperaturmodulierten DSC wird in einem Versuch der zugrunde liegenden linearen Heizrate eine sinusförmige Temperaturmodulation überlagert. Dadurch wird die zu untersuchende Probe mit einer meist niedrigen linearen Rate in nahezu Gleichgewichtsbedingungen analysiert, um thermodynamische Eigenschaften und Übergänge genau zu erfassen, und gleichzeitig durch die Modulation einer verhältnismäßig schnellen, nichtlinearen Temperaturänderung unterworfen, um auch die zeitabhängigen (kinetischen) Vorgänge in der Probe mit ausreichender

Empfindlichkeit zu detektieren. Diese gute Trennung von thermodynamischen Übergängen und kinetischen Prozessen bietet ein breites Anwendungsfeld für das Studium von vernetzenden Systemen, wo Glasübergang, Relaxation, Schmelzen und thermisch induzierte Vernetzung häufig überlappen. Die Härtung eines Epoxidharzes zeigt, wie die Überlagerung der endothermen Glasübergangsstufe durch die bereits ablaufende exotherme Aushärtung in dem TM-DSC Versuch auf-trennbar ist und die Auswertung der separierten Vorgänge ermöglicht wird.



Advanced Software

Steigern Sie die Informationsausbeute aus DSC Messungen durch Anwendung von weiterführenden, teils einzigartigen Softwarelösungen für:

- Thermokinetik mit Mehrkurvenanalyse durch Nichtlineare Regression (NLR)
- Thermische Simulation zur Vorhersage von Prozessen im Produktionsmaßstab
- *ChemRheo*[®], Kinetik mit Verknüpfung thermischer und rheologischer Daten
- Reinheitsauswertung
- Peaktrennung

Proteus[®]

Flexibel, intelligent, komplett

- Versuchsprogramm editierbar
- Wiederholungsmessungen mit minimaler Parametereingabe
- Auswertung laufender Messung
- Kurvenvergleich von bis zu 32 Kurven
- Kurvensubtraktion
- Multimethodenanalyse (DSC, TG, DMA, TMA, etc.)
- Zoom und Bild in Bild Darstellung
- 1. und 2. Ableitung
- automatische Auswertungen von charakteristischen Temperaturen
- komplexe Peakauswertung
- Wahlmöglichkeit zwischen 5 Basislinientypen
- Mehrpunktkalibrierung für Probertemperatur
- Mehrpunktkalibrierung für Enthalpieänderungen
- c_p Kalibrierung für Wärmestrom
- Speicherung und Export von Auswertungen
- Export und Import von Daten (ASCII)
- direkter Daten Export zu MS[®] Excel
- integrales Signal für festflüssig Darstellungen bei Schmelzen
- signalgesteuerte Messverfahren (z.B. OIT Schwellwert-Abschaltung)
- automatischer Versand von Statusmeldungen oder kompletter Messungen per E-Mail
- Option: vollautomatische Auswertung
- Option: TM-DSC

DSC 204 F1 Phoenix® - one fits all

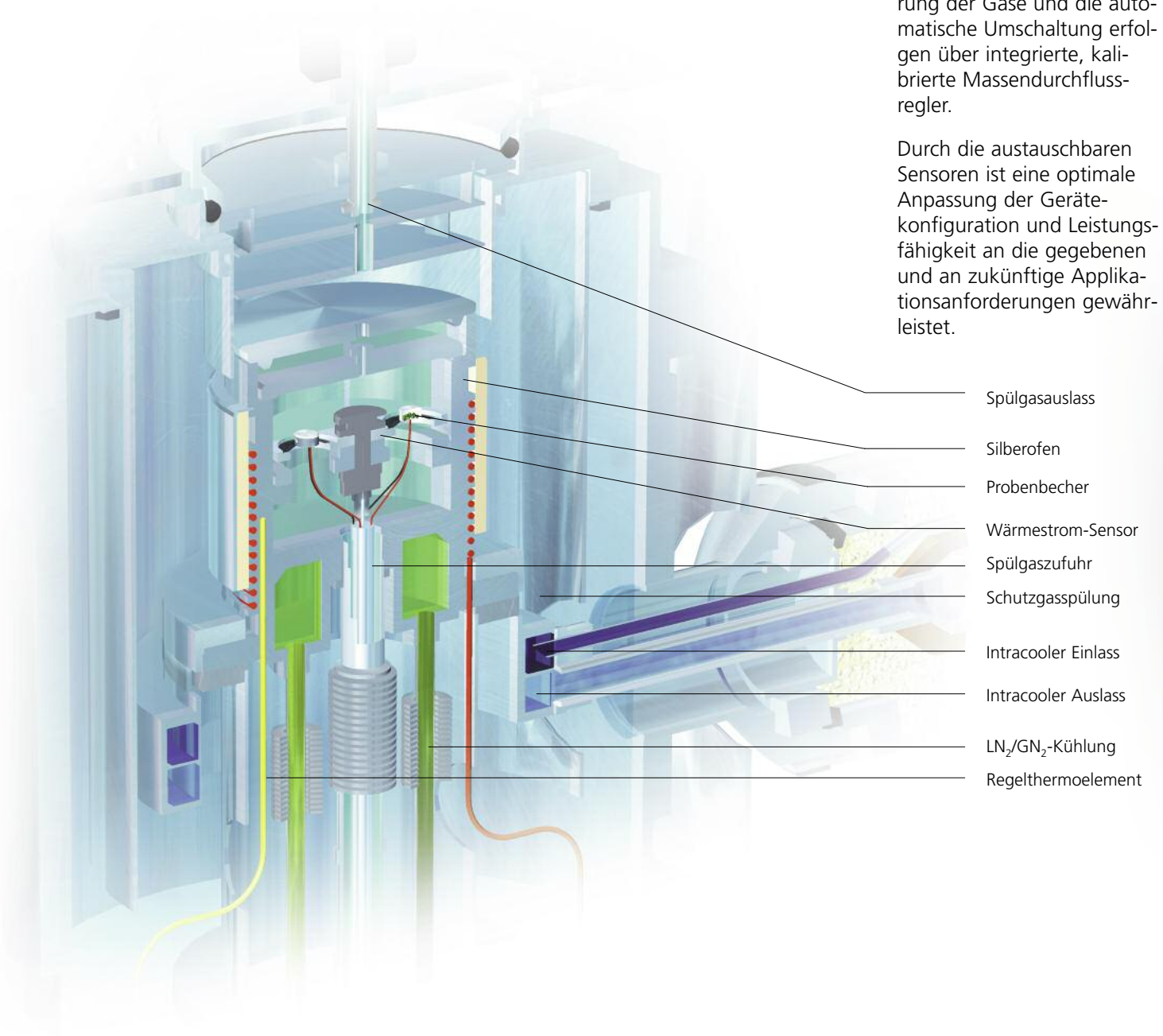
Die DSC 204 **F1** Messzelle wurde konzipiert unter der Zielstellung einer homogenen Beheizung des Scheibenmesssystems für stabile, reproduzierbare Basislinien, einer effektiven und verbrauchsarmen Kühlung und einer hohen mechanischen und chemischen Resistenz für lange Lebensdauer. Dies wird erreicht durch den zylindrischen Silberofen mit ein-

gebetteter Heizwicklung und Silberdeckeln ober- und unterhalb des Sensors, durch gute Ankopplung der mechanischen Kühlung (Intracooler) und der alternativen Kühlung mittels flüssigem Stickstoff oder Luft, durch Reduzierung der Ofenmasse, und durch Wahl beständiger Metalle für Ofenkörper und Wärmestromsensoren. Die perfekte Isolierung zusammen mit

der Schutzgasspülung erlaubt bereits in der Grundausstattung der Messzelle fortlaufendes Arbeiten bei tiefen Temperaturen ohne Reifbildung oder Vereisung.

Die gasdichte Konstruktion der DSC Zelle ermöglicht Messungen unter sehr reinen, definierten Gasatmosphären. Die präzise Steuerung der Gase und die automatische Umschaltung erfolgen über integrierte, kalibrierte Massendurchflussregler.

Durch die austauschbaren Sensoren ist eine optimale Anpassung der Gerätekonfiguration und Leistungsfähigkeit an die gegebenen und an zukünftige Applikationsanforderungen gewährleistet.



- Spülgasauslass
- Silberofen
- Probenbecher
- Wärmestrom-Sensor
- Spülgaszufuhr
- Schutzgasspülung
- Intracooler Einlass
- Intracooler Auslass
- LN₂/GN₂-Kühlung
- Regelthermoelement

DSC 204 F1 Phoenix® - one fits all

Alternative Kühlungen

Durch den großen Temperaturbereich und die hervorragende Kühlleistung ist die DSC 204 **F1** mit Intracooler für fast alle Applikationen optimal ausgestattet. Das Gerät ist damit vollkommen unabhängig von eventuellen Versorgungsengpässen bei flüssigen Kühlmitteln und jederzeit einsatzbereit.

Erfordert die Applikation Temperaturen unter -85°C ,

bietet die DSC 204 **F1** mit der Ausstattung für Flüssig-Stickstoff-Kühlung mit einer Starttemperatur von -180°C jedem Nutzer beste Voraussetzungen für exakte DSC Versuche im Tieftemperaturbereich.

Reicht der Arbeitsbereich der DSC ab Raumtemperatur für die gestellten Applikationsanforderungen aus, bietet die Kühlung mit komprimierter Luft (Druckluftversorgung im Labor, Gasflasche, Mem-

brankompressor) eine preisgünstige Lösung für effektives Arbeiten. Alle Kühlsysteme sind softwaregesteuert und mit dem jeweiligen Temperaturprogramm des DSC-Experiments verknüpft.



DSC 204 **F1** Phoenix® ASC

Der automatische Probenwechsler für 64 Proben wechselt verschiedene Becher auf Proben- und Referenzseite sicher und zuverlässig und kann auch auf TG 209 **F1** Iris® umgesetzt werden. Ein Anstechzusatz für Aluminiumbecher ist optional erhältlich.

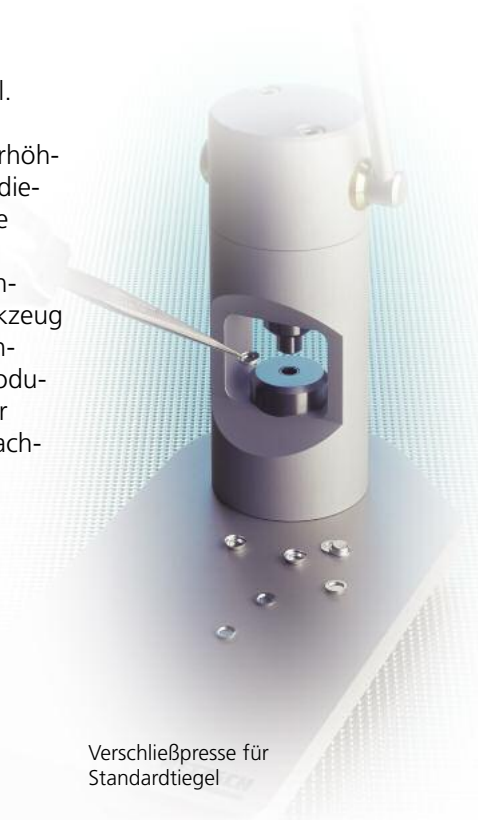
DSC 204 F1 Phoenix® - komplett

Die Vielseitigkeit der DSC 204 **F1** wird durch die große Auswahl an Probenbechern unterstützt. Wählen Sie für ihre Anwendung und ihre Proben das ideale Bechermaterial, die optimale Becherform und Verschleißart.

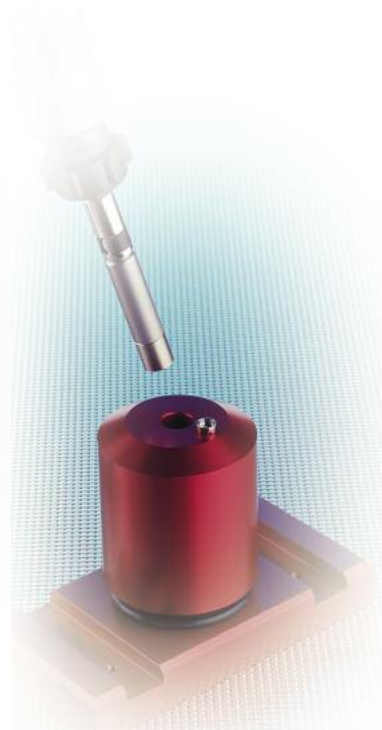
Metall, Edelmetall, Graphit, Glas und Oxidkeramik stehen in unterschiedlichen Abmessungen als Probenbehälter zur Verfügung. Die Aluminiumbecher werden in einer handlichen Verschleißpresse gasdicht verschweißt, falls Proben vom Einfluss der Umgebungsluft abzu- schließen sind oder die Gas-

absplattung aus Proben unterdrückt werden soll.

Für Messungen unter erhöhtem Druck bis 100 bar dienen wiederverwendbare Edelstahl- und Titan-Autoklavtiegel. Ein Drehmoment-Verschleißwerkzeug und austauschbare Dichtungen sorgen für reproduzierbare Dichtheit dieser Becher auch bei Mehrfachverwendung.



Verschleißpresse für Standardtiegel

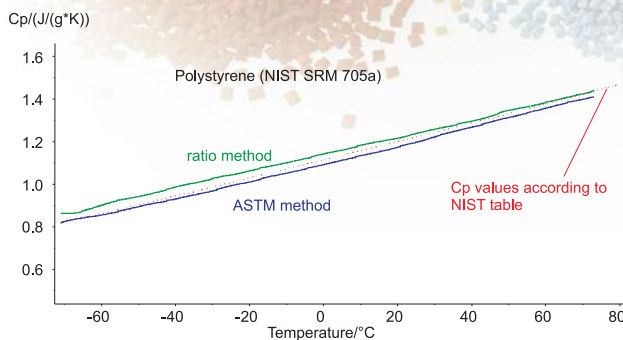
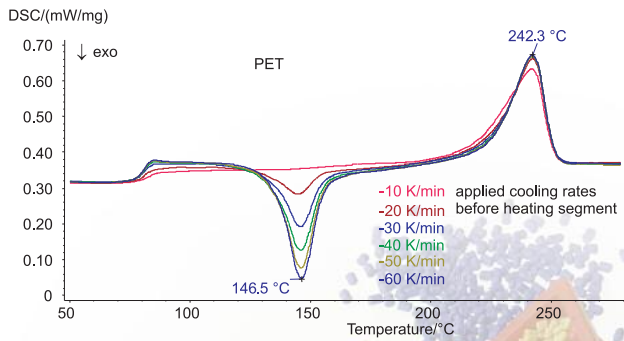


Verschleißwerkzeug für Autoklavtiegel

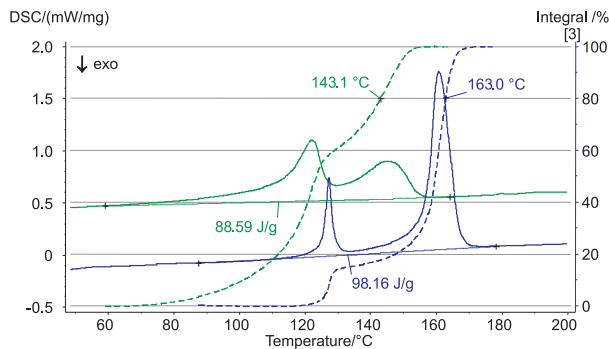
Applikationen

Polymere

Polyethylenterephthalat (PET) ist ein teilkristallines thermoplastisches Polymer mit relativ langsamer Kristallisationsgeschwindigkeit. In den DSC Experimenten zeigt sich die verschiedene Amorphizität (Glasübergang 75-85°C), und Kristallinität (Rekristallisation 146°C, Schmelzen 242°C), erzeugt durch unterschiedliche Abkühlraten in der DSC 204 **F1** mit Intracooler.



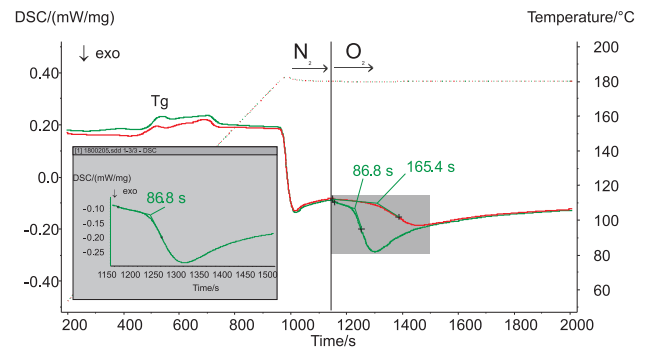
Die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität an den verschiedensten Materialien ist eine wichtige Aufgabenstellung für die DSC. An dem NIST Standard Referenzmaterial 705a, einem Polystyrol mit enger Molmassenverteilung, wurde bei Aufheizung mit 10 K/min und Anwendung verschiedener Auswertemethoden ein mittlerer Fehler von < 2% erzielt.



Für thermische Verarbeitungsprozesse ist die Information aus einer Flächenauswertung von DSC Schmelzpeaks oft nicht direkt umsetzbar. Die integrale Auswertung in der *Proteus*® Software gibt ein genaues Maß für das festflüssig Verhältnis bei jeder Temperatur. Der Vergleich zweier PE-PP Blends zeigt 80 % geschmolzenen Anteil bei einem Muster schon bei 143°C, beim anderen erst bei 163°C.

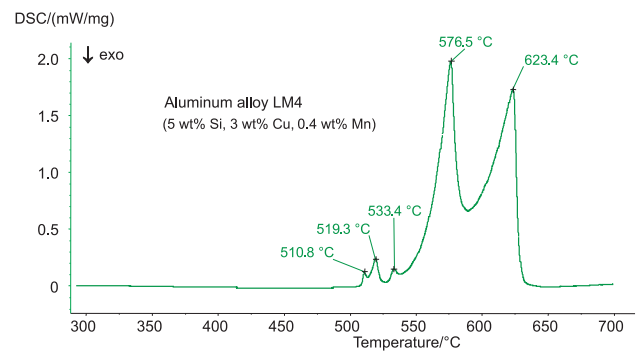
Applikationen

Die Alterungsbeständigkeit von Kunststoffen lässt sich in der DSC durch standardisierte Untersuchungen in Sauerstoffatmosphäre ermitteln (O.I.T.). Im gezeigten Beispiel von zwei ABS Proben ist die Oxidationsinduktionszeit der reklamierten Probe mit 86,8 s nur etwa halb so groß wie bei dem einwandfreien Vergleichsmuster (165,4 s).



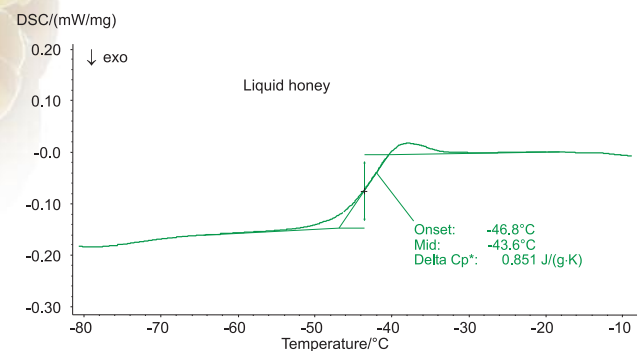
Metalle

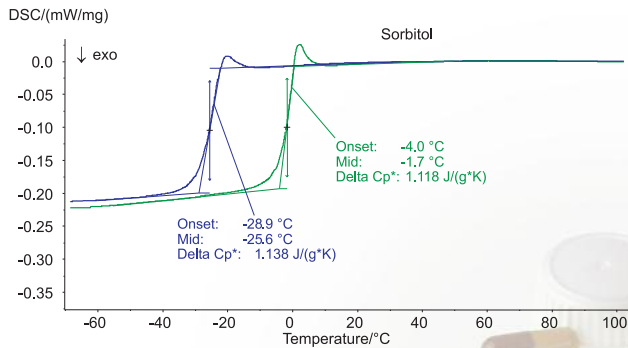
Bei der Untersuchung von modernen Metalllegierungen ist eine gute Trennung der Schmelzpeaks einzelner Legierungsanteile wichtig. Die DSC 204 **F1** mit τ -Sensor liefert eine hervorragende Peakauftrennung im Schmelzbereich von 510 bis 650°C der hier gemessenen Aluminiumlegierung.



Lebensmittel

Das System Zucker-Wasser ist für den Lebensmittel- und Pharmabereich von großer Bedeutung. Natürlicher Honig enthält neben dem Hauptbestandteil aus verschiedenen Zuckerarten auch bis zu 17 % Wasser. Die amorphe Struktur des Zucker-Wasser Systems zeigt sich im Tieftemperaturglasübergang bei -44°C.





Pharma

Sorbitol wird als Zuckeraustauschstoff in vielen Süßigkeiten, Diätprodukten und als Arzneimittelträgerstoff eingesetzt. Der Glasübergang von wasserfreiem Sorbitol bei $-1,7^{\circ}\text{C}$ wird durch einen Wasseranteil von 5,5 % auf $-25,6^{\circ}\text{C}$ verschoben. Beide Proben bleiben nach dem raschen Abkühlen aus der Schmelze (erfolgte vor obiger Aufheizung) komplett amorph.



Applikationsliteratur



- "Im Visier: Thermische Analyse für Polymerwerkstoffe"
- "Im Visier: Thermische Analyse für die Lacktechnik"
- NETZSCH Jahrbücher I, II und III für Wissenschaft und Industrie "TA für die Polymertechnik"
- NETZSCH Jahrbuch 2000 "Thermoanalytical Characterization of Pharmaceuticals"

DSC 204 F1 Phoenix® Technische Daten

Temperaturbereich:
25 ... 700°C
mit Luftkühlung
-85 ... 600°C
mit Intracooler
-180 ... 700°C
mit Flüssig-Stickstoff-
Kühlung

Heizraten: 0,001 bis 200 K/min
Kühlraten: 0,001 bis 200 K/min
(abhängig vom Kühlsystem
und Temperaturbereich)

Gassteuerung und Registrie-
rung für zwei Probengase und
Schutzgas über integrierte
Massendurchflussregler und
Software. Integrierte Steuer-
elektronik mit 24-bit-AD-
Wandler

DSC Nachweisgrenze
< 0,1 μ W (sensorabhängig)
Systemzeitkonstante 0,6 bis
3 s (sensorabhängig)
Automatischer Probenwechs-
ler für 64 Proben und
Referenzbecher (auf einem
Karussell, auch unterschiedli-
che Becher möglich)

Optional:
Kopplung mit Massen-
spektrometer und/oder FTIR
zur online Gasanalyse

Belichtungsaufsatz zur Ana-
lyse von optisch induzierten
Reaktionen (Photo-DSC)

Perfekte Plattformlösung für DSC und TG



TG 209 **F1 Iris**® ASC

gleiche Bauform, gleiche
Elektronik, gleicher
Probenwechsler wie
DSC 204 **F1 Phoenix**®

NETZSCH

NETZSCH-Gerätebau GmbH

Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb/Deutschland
Telefon: +49 9287 881-0 · Telefax: +49 9287 881-505
e-mail: at@netzsch.com

www.netzsch.com