

NETZSCH

Proven Excellence.



Dynamische Differenzkalorimetrie – DSC 300 Caliris® Classic

Methode, Technik, Applikationen

Analyzing & Testing

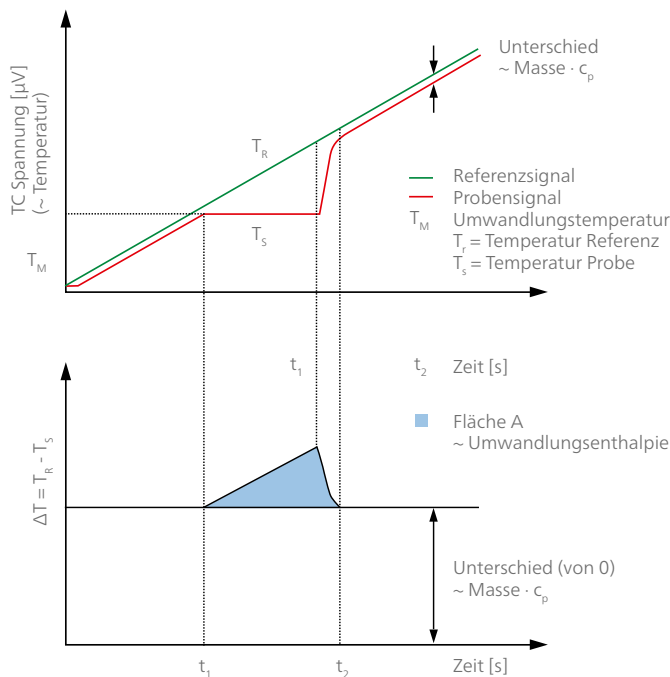
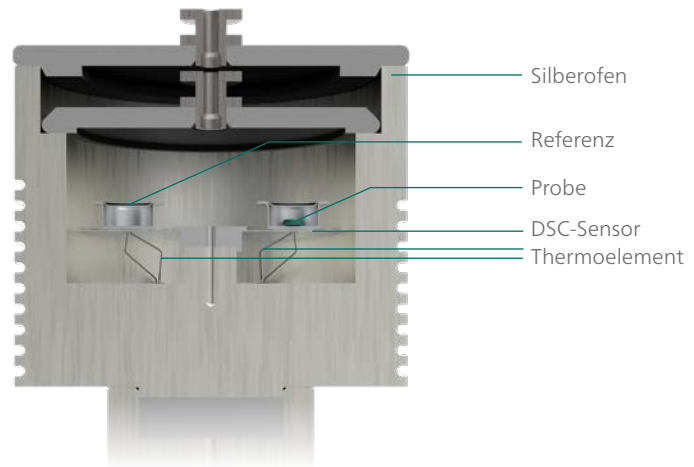
DYNAMISCHE DIFFERENZ-KALORIMETRIE (DSC)

Die DSC 300 *Caliris*[®] arbeitet nach dem Wärmestromprinzip. Bei dieser Methode werden eine Probe und eine Referenz einem kontrollierten Temperaturprogramm (Heizen, Kühlen oder Isothermie) ausgesetzt.

Ein Tiegel mit der Probe wird zusammen mit einem (normalerweise leeren) Referenztiegel auf den Sensor in der Messzelle (Ofen) des DSC-Systems gestellt.

Probe und Referenz werden dem gleichen kontrollierten Temperaturprogramm und der gleichen Atmosphäre unterworfen.

Aufgrund der Wärmekapazität der Probe steigt die Referenztemperatur etwas schneller an als die Proben-temperatur.



Signalzeugung in einer Wärmestrom-DSC

Die beiden Temperaturkurven verlaufen bei konstanter Heizrate parallel, bis eine Reaktion in der Probe eintritt. Zum Zeitpunkt t_1 beginnt die Probe zu schmelzen. Während des Schmelzvorgangs bleibt die Proben-temperatur konstant, während die Referenztemperatur weiterhin linear ansteigt. Sobald der Schmelzvorgang abgeschlossen ist, steigt die Proben-temperatur zum Zeitpunkt t_2 erneut linear an.

Die gemessenen Eigenschaften sind die Proben-temperatur und die Temperaturdifferenz zwischen Probe und Referenz. Aus den Rohdatensignalen wird die Wärmestromdifferenz zwischen Probe und Referenz ermittelt, die den kalorischen Änderungen der Probe entspricht.

Die DSC 300 *Caliris*[®] basiert auf allen relevanten Geräte- und Applikationsstandards wie ISO 11357, ASTM E793, ASTM D3895, ASTM D3418, DIN 51004, DIN 51007, DIN 5376.



DSC 300 Caliris® Classic

Klein im Labor, aber groß in der Qualitätskontrolle

DSC ist eine vielseitige analytische Methode, die zur Qualitätssicherung, Identifizierung, Optimierung von Materialien und Herstellprozessen sowie zur Aufklärung auftretender Fehler genutzt werden kann.

Typische DSC-Ergebnisse

- Schmelztemperatur und -enthalpie
- Kristallisationstemperatur und -enthalpie
- Spezifische Wärmekapazität
- Glasübergang
- Kristallinitätsgrad
- Oxidationsstabilität, Oxidationsinduktionszeit (engl. Oxidative-Induction Time, OIT)
- Fest-Flüssig-Verhältnis (engl. solid-fat content)
- Polymorphie
- Phasenumwandlungen
- Flüssigkristallphasen
- Aushärtung, Aushärtegrad
- Alterung
- Reinheit
- Zersetzungsbeginn

DSC liefert schnell zuverlässige Messergebnisse über die endothermen und exothermen kalorischen Effekte einer Probe!

DSC 300 Caliris® Classic

Ideal für Qualitätskontrolle und Lehre

Perfekte Messbedingungen, auch in nicht ganz perfekten Umgebungen

Die gasdichte Messzelle bietet eine definierte Atmosphäre für präzise Messungen. Der Gasfluss wird durch drei Magnetventile geregelt, die programmgesteuert ein- und ausgeschaltet werden können. Optional sind Massendurchflussregler erhältlich, die insbesondere für die Messung der Oxidationsinduktionszeit/-temperatur (OIT/OOT) von Vorteil sind.

Darüber hinaus sorgt die gasdichte Zelle dafür, dass das DSC-System nicht durch die Feuchtigkeit aus der Umgebung beeinträchtigt wird. Dies ist besonders in Regionen mit hoher Luftfeuchtigkeit von Vorteil, da Kondensationsprobleme auf ein Minimum reduziert werden.

Hervorragende Performance

Der monolithische DSC-Sensor hält rauen Umgebungsbedingungen stand und bietet eine optimale Auflösung. Die lasergeschweißte Sensorscheiben und Thermoelementdrähte sorgen für hohe Empfindlichkeit und Robustheit.

Im Fall unerwünschter Verunreinigungen von Zelle oder Sensor ist aufgrund des Temperaturbereichs bis 600 °C eine einfache Reinigung durch Ausbrennen der Verunreinigungen möglich. Darüber hinaus sorgen handliche Steckverbindungen für eine einfache und schnelle Installation der verschiedenen Kühlsysteme.

Kompaktes Design für mehr Platz im Labor

Das kompakte Design der DSC 300 Caliris® Classic mit Kühlzubehör ist eine ausgezeichnete Wahl bei geringem Platzbedarf. Sie ist perfekt für Atline-Messungen im Labor, kann jedoch auch ganz einfach in einer Produktionsumgebung für QA/QK-Zwecke eingesetzt werden.



*ROBUSTES GERÄT MIT
ATTRAKTIVEM PREIS-
LEISTUNGS-VERHÄLTNIS*



Mehr als nur eine DSC – ein ausgeklügeltes, benutzerfreundliches System zur Qualitätskontrolle

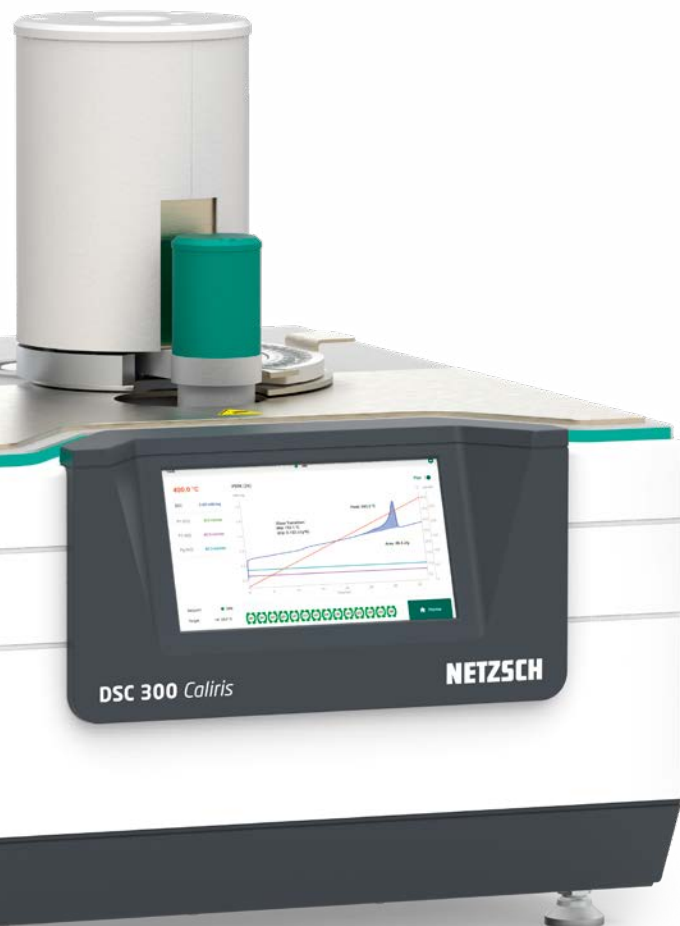
Quickstart-System für DSC-Messungen

Die DSC 300 *Caliris*[®] *Classic* bietet Ihrem Labor den schnellen Einstieg in die dynamische Differenz-Kalorimetrie. Nach dem Aufbau und der Kalibrierung des Geräts führt Sie die vereinfachte und intuitive Benutzeroberfläche des *SmartMode* durch die Definition Ihrer Messparameter.

Nach Abschluss der Messungen übernehmen die Softwarefunktionen *AutoEvaluation* und *Identify* für Sie den zeitaufwendigen Vergleich der Ergebnisse mit bekannten Referenz- oder Literaturdaten. Diese Routinen dienen nicht nur als Unterstützung bei der Auswertung, sondern können auch als Zweitmeinung bei der Beurteilung unbekannter Proben herangezogen werden. Das Datenbanksystem *Identify* eignet sich zur Qualitätssicherung sowie zur Materialverifizierung.

Routine leicht gemacht

Die gasdichte DSC 300 *Caliris*[®] *Classic* ist die bevorzugte Wahl für Routinemessungen in Industrie sowie Vertragslaboren und ist ideal für Projekte im Rahmen der Ausbildung. Sie verbindet die Vorteile eines hochempfindlichen Hightech-Analysegeräts mit einem robusten, einfach zu bedienenden Arbeitstier.



Smart Lab

Proteus[®] *Search Engine* und *LabV*[®] behalten die Materialqualität im Auge – auch in dezentralen Laboren

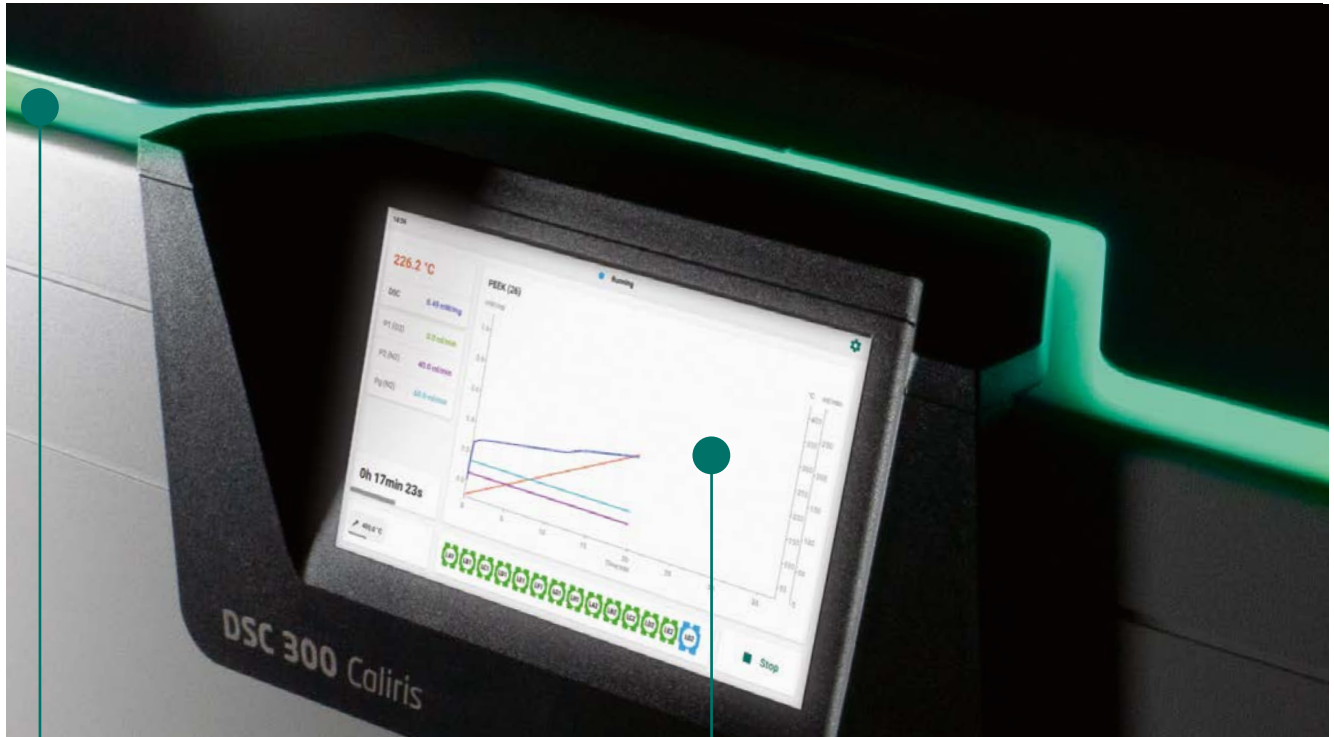
Die Nachverfolgung und Organisation der gesammelten Daten für zukünftige Experimente oder Abschlussberichte ist der Schlüssel für einen reibungslosen Laborablauf. Mit der *LabV*[®]-Cloud-Lösung haben Sie alle Prüfdaten an einem Ort, verbinden die Daten aller eingesetzten Geräte von unterschiedlichen Herstellern und schaffen die Basis für Analysen und Vorhersagen.

Proteus[®] *Search Engine* synchronisiert und filtert Messdaten schnell nach vordefinierten Verzeichnissen. Es bietet Zugriff auf die Vorschau von Kurven und Analysestatus mit einem Klick.

Die NETZSCH DSC 300 *Caliris*[®] *Classic* ist bereits *LabV*[®]-primed, was den Datenaustausch zwischen mehreren Standorten erleichtert und eine mühelose Implementierung in die *LabV*[®]-Umgebung ermöglicht.

Die DSC 300 *Caliris*[®] *Classic*

Behalten Sie Ihre Messungen im Auge



Alles im Blick im Vorbeigehen – LED-Statusleiste

Die DSC 300 *Caliris*[®] *Classic* ist mit einer LED-Leuchtanzeige ausgestattet, mit der Sie den Gerätestatus im Vorbeigehen prüfen können, wobei verschiedene Farben unterschiedliche Status anzeigen. Es ist zeitsparend, bereits aus der Ferne Statusmeldungen zu vernennen, ob die Messung ordnungsgemäß verläuft, ohne dass es einer vorherigen Anmeldung am PC bedarf. Die Meldungen beziehen sich auf:

- Gerät ist bereit
- Messung läuft
- Aufheizung/Abkühlung auf Sollwert
- Benutzerinteraktion erforderlich
- Auftreten einer Störung

Steigerung Ihrer Produktivität und Arbeitsabläufe durch das Display

Über das optional integrierte Touchscreen-Display der DSC 300 *Caliris*[®] *Classic* erhalten Sie detaillierte Geräte- und Messinformationen.

Sobald die Messvorbereitung in der *Proteus*[®]-Software abgeschlossen ist, kann die Messung direkt über das Display gestartet werden. Durch die Möglichkeit, den Messablauf auf dem Display noch einmal überprüfen zu können, wird die letzte Kontrolle vor Beginn einer neuen Messung direkt am Gerät durchgeführt.

Touch-Display:

- Start der Messung durch einfaches Berühren
- Auswahl der Gasart und Einstellung des Gasflusses
- Überprüfen von Leerlaufmodus und Temperatur
- Übersicht über den Fortschritt der Messung und die verbleibende Restzeit
- Überprüfung der letzten abgeschlossenen Messungen und sofortiger Erhalt der Auswertung bei Aktivierung von *AutoEvaluation*



Messdaten in Echtzeit – zu Ihrer Information und Kontrolle

Das integrierte Display zeigt einen klaren, übersichtlichen und leicht verständlichen Aufbau. Aktuelle Messinformationen werden ohne Zugriff auf den angeschlossenen PC angezeigt. Status der Messung und Position des automatischen Probenwechslers werden deutlich dargestellt.



Messplot, aktuelle Temperatur und Gase werden während der Messung angezeigt



Ist *AutoEvaluation* definiert, ist die autonome Auswertung nach der Messung auf dem Display verfügbar.

AutoEvaluation: Objektive Ergebnisse sofort verfügbar nach der Messung

Wird bei der Programmierung der Messung *AutoEvaluation* aktiviert, werden die Messdaten unmittelbar nach Abschluss der Messung in Sekundenschnelle objektiv ausgewertet. Die objektive Auswertung der Messkurve steht am Ende der Messung in einem Analysefenster zur Verfügung. Der Originalplot ist weiterhin zugänglich.

Zubehör

Einfach anpassbare Kühloptionen für wirtschaftliches Kühlen



Druckluftkühlung

Intracooler IC40 mit geschlossenem Regelkreis

Intracooler IC70 mit geschlossenem Regelkreis

Flüssigstickstoffkühlung

Abgestimmt auf spezifische Temperaturbereiche stehen für die DSC 300 *Caliris*[®] *Classic* verschiedene Kühloptionen zur Verfügung, darunter Luft- und Flüssigstickstoffkühlung. Die Flüssigstickstoffoption kann entweder im LN₂- (Flüssigstickstoff) oder GN₂-Modus (gasförmiger Stickstoff) betrieben werden, was zur Einsparung des Kühlmittels beiträgt.

Durch den Anschluss des Standard-60-Liter Dewars an einen großen LN₂-Tank (z.B. 300 Liter) ist ein automatisches Nachfüllen bei längeren Messreihen oder auch während laufender Messung möglich. Damit können viele Messungen mit dem automatischen Probenwechsler (ASC) ohne Unterbrechung durchgeführt werden.

Die Funktion *AutoCooling* der NETZSCH *Proteus*[®]-Software erkennt das angeschlossene Kühlgerät und wählt automatisch die optimalen Kühlparameter aus, z.B. LN₂ oder GN₂ für den Fall, dass die CC300-Kühlung verwendet wird.

Der mechanische Kühler arbeitet im Temperaturbereich von -70 °C bzw. -40 °C bis 600 °C, während die Flüssigstickstoffkühlung in einem größeren Temperaturbereich zwischen -170 °C und 600 °C ohne Anpassung des Geräteaufbaus (z.B. Ofen, Deckel usw.) betrieben werden kann.

Die Flüssigstickstoffkühlung kann gleichzeitig mit dem Intracooler an die DSC angeschlossen werden. Da diese Kühlung erst bei Temperaturen unterhalb von -70 °C oder -40 °C, je nach Intracooler, benötigt wird, ergibt sich daraus eine Reduzierung des Flüssigstickstoffverbrauchs.

UV-Aushärtung reaktiver Polymere mit UV-Zusatz

Für die Untersuchung von Aushärtereaktionen, die durch Bestrahlung (UV oder Licht) ausgelöst werden, ist ein Photo-Kalorimeter das geeignete Gerät.

Bei Ausstattung der *Caliris® Classic* mit UV-Zubehör sind die Lichtleiter fest im automatisch anhebbaren Ofendeckel installiert, so dass die DSC sofort für die UV-Messung zur Verfügung steht.

Durch einfaches Austauschen des Deckels kann wieder auf konventionelle DSC-Messungen im gesamten zur Verfügung stehenden Temperaturbereich umgeschaltet werden.

Das Photo-DSC-System bietet die Einstellung von Temperatur, Atmosphäre, Lichtintensität und Belichtungszeit.



| Empfohlene UV-Lampen* | Wellenlängenbereich |
|-----------------------|--------------------------------|
| OmniCure® S2000 | 320 nm bis 500 nm |
| LX500 | 365 nm, 385 nm, 395 nm, 405 nm |

* Weitere handelsübliche Lampen können angepasst werden.

Vorteile von Photo-DSC-Tests

- Erweiterung der DSC-Technik um die Möglichkeit der Lichtbestrahlung
- Analyse photoinduzierter Reaktionen für eine Vielzahl an Materialien
- Messung der Lichtaushärtung von Polymerharzen, Farben, Beschichtungen und Klebstoffen (Vernetzungsgrad)
- Untersuchung des Einflusses von UV-Stabilisatoren in Coatings von Pharmazeutika, Kosmetika und Lebensmittelverpackungen (Alterungseffekte)
- Analyse des Aushärteverhaltens dualhärtender Systeme, wie UV-Aushärtung und thermische Nachhärtung in einer Messung
- Bestimmung der Reaktivität und Aushärtezeit von Materialien wie Lacken, Klebstoffen, Beschichtungen, Dentalkompositen, Nagellack usw.

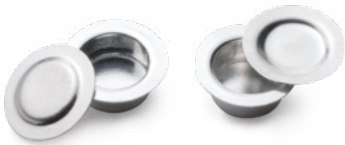
Vereinfachte Probenvorbereitung



Der *SampleCutter* – Perfekt für Polymere

Ein guter thermischer Kontakt zwischen Probe und Tiegelboden ist unerlässlich für reproduzierbare und zuverlässige DSC-Ergebnisse. Voraussetzung dafür ist eine plane Probenauflagefläche. Mit dem *SampleCutter* lassen sich ebene Probenflächen einfach und komfortabel zuschneiden – unabhängig davon, ob die Probe weich, hart oder spröde ist.

Große Auswahl an Tiegeln



Concavus®-Tiegel und Deckel, kalt verschweißbar, 30/40 µl



Einschiebedeckel für Concavus®-Tiegel, speziell für Folien; eingefärbte Deckel zu Demonstrationszwecken



Mitteldrucktiegel bis 20 bar



100 µl-Aluminiumtiegel, kalt verschweißbar



Hochdrucktiegel bis 100 bar



Probenvorbereitungset

Dieses Set enthält mehrere kleine Werkzeuge einschließlich Schneidebrett, Schere, Pinzette, Spatel usw. und ist darauf ausgerichtet, die Probenvorbereitung so einfach und komfortabel wie möglich zu gestalten.



Automatischer Probenwechsler – Optimieren Sie die Effizienz Ihrer alltäglichen Messaufgaben



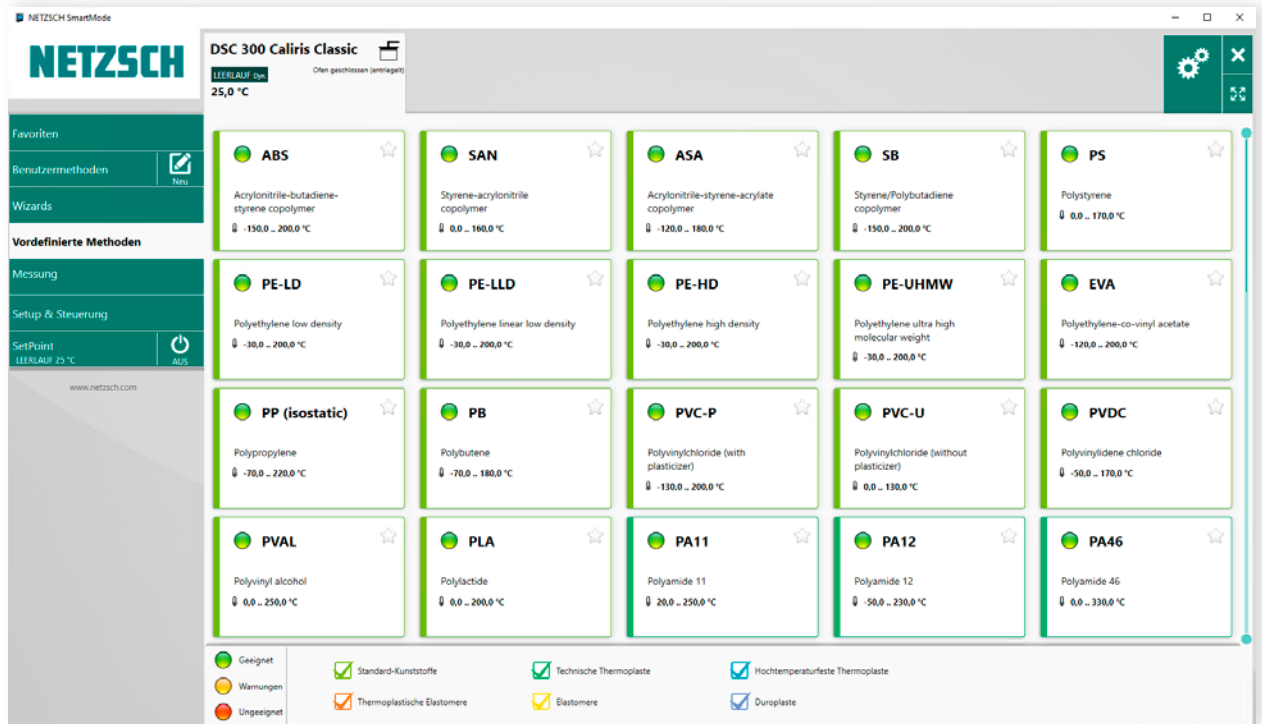
Für Anwendungen mit hohem Probendurchsatz und Routinarbeiten steht ein automatischer Probenwechsler (ASC) für bis zu 20 Proben und Referenzen zur Verfügung. Der Greifer entnimmt den Tiegel sicher aus dem Magazin und setzt ihn sanft auf dem Sensor ab. Auch der Referenztiegel kann so oft gewechselt werden, wie es die Anwendung erfordert.

Der ASC lässt sich über den *SmartMode* der *Proteus*[®]-Software einfach programmieren. Jeder Probe auf dem Magazin kann ein spezifisches Messprogramm (Methode) zugeordnet werden. Verschiedene Tiegeltypen, unterschiedliche Gasatmosphären und individuelle Kalibrierkurven können innerhalb desselben Karusselllauf abgearbeitet werden.

Abgearbeitete Proben werden automatisch in den integrierten Auffangbehälter entsorgt. Für einen Betrieb rund um die Uhr können bereits gemessene Proben kontinuierlich ausgetauscht werden, indem neue Tiegel in Kombination mit neuen Messmethoden dem Karussell hinzugefügt werden.

Proteus[®]-Software

MIT SMARTMODE IMMER EINEN SCHRITT VORAUS



Vordefinierte Methoden in der Proteus[®]-Software

Bedienoberfläche SmartMode Wizards und Methoden – Verbesserte Arbeitsabläufe

SmartMode bietet eine klar strukturierte Oberfläche für einen schnellen Messaufbau und wurde speziell für Routineuntersuchungen entwickelt, wie sie häufig in der Qualitätskontrolle erforderlich sind.

Dies ermöglicht einen schnellen und einfachen Start der Messungen. Auch wenn Sie mit der Methode nicht vertraut sind, können Sie in kürzester Zeit die Parameter erstellen und die Messung starten.

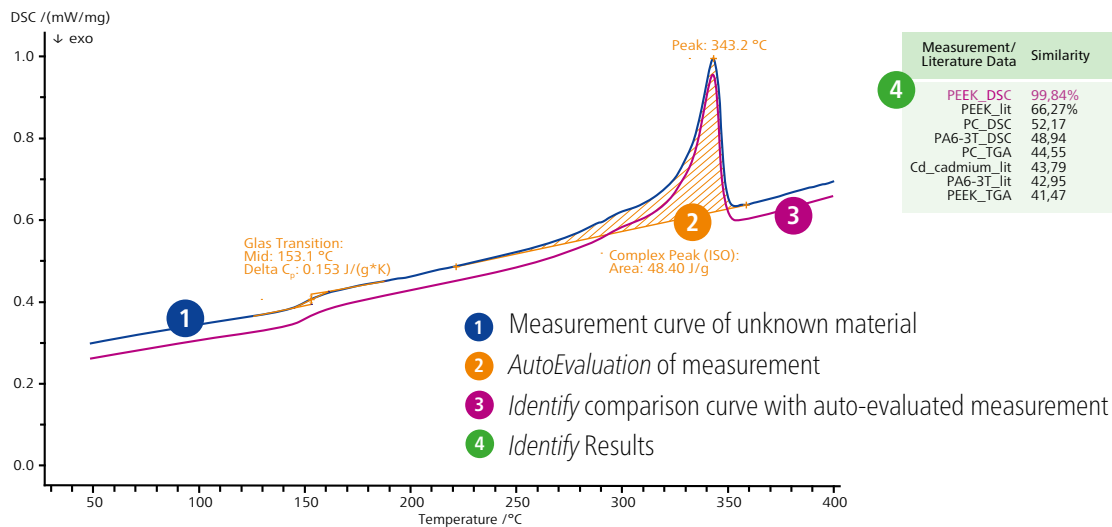
Die SmartMode-Benutzeroberfläche lässt eine intuitive Führung zu. Sie ist klar und einheitlich strukturiert, so dass das Navigieren sowohl für Einsteiger als auch für Experten einfach und benutzerfreundlich ist. Die intuitive Oberfläche ermöglicht es dem Anwender, schnell zu finden, wonach er sucht.

Das Wizards-Menü enthält eine Sammlung vordefinierter Messvorlagen, die nur minimale Eingaben erfordern und auf Knopfdruck die Messung sofort starten.

Zu den Predefined Methods gehören alle Materialien, die auf dem NETZSCH-Poster "Thermal Properties of Polymers" enthalten sind sowie die entsprechenden Methoden, die für Messungen verwendet werden können.

Darüber hinaus bietet das Menü User Methods die Möglichkeit, bereits durchgeführte Methoden als Vorlage für nachfolgende Messungen zu speichern, womit Messparameter nicht erneut definiert werden müssen.

AutoEvaluation und Identify – Schneller zum Ergebnis



Punkte 1 bis 4 zeigen die Ergebnisse von AutoEvaluation und Identify, angewandt auf eine PEEK-Probe.

AutoEvaluation

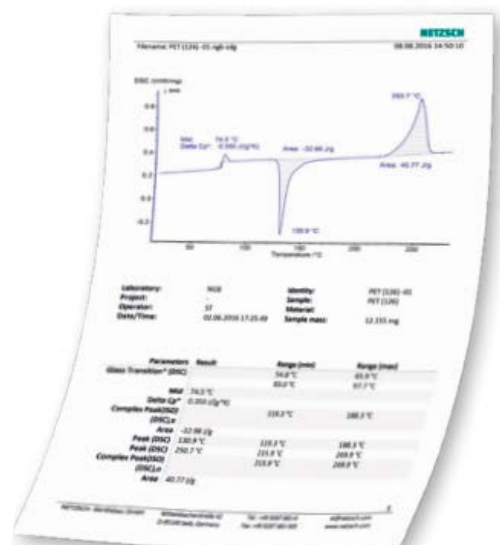
Objektive Ergebnisse sofort nach Messende

AutoEvaluation ist die erste selbsttätige Auswerterroutine auf dem Markt. Völlig autonom und ohne Eingriff des Anwenders wertet sie alle Effekte wie Glasumwandlungstemperaturen, Schmelztemperaturen und -enthalpien unbekannter Substanzen aus. Auch die Oxidationsinduktionszeit/-temperatur (OIT) wird bei isothermen und dynamischen Versuchen nach der Tangenten- und Offsetmethode normgerecht (DIN EN ISO 11357-6, ASTM D3895) ausgewertet.

Erfahrene Anwender können das Ergebnis der automatischen Auswertung als zweite Meinung heranziehen – und natürlich wird AutoEvaluation in die ausgewählte Messmethode integriert. So wird automatisch nach Ende der Messung die Kurve ausgewertet angezeigt.

Report-Generator

Jeder Anwender kann mühelos eigene Reports einschließlich Logos, Tabellen, Beschreibungsfelder und Plots erstellen. Mehrere Vorlagen für Reportbeispiele sind in der Proteus®-Software enthalten.



Identify – Ideal für die Qualitätskontrolle

MATERIALVERGLEICH UND DATENBANK ZUR IDENTIFIZIERUNG

Was ist Identify?

Identify ist das einzigartige Softwaretool von NETZSCH im Bereich der thermischen Analyse zur Identifizierung und Klassifizierung von Materialien durch Kurvenvergleiche. Es ist nicht notwendig, Werte zu vergleichen (z.B. Peaktemperatur); dies erledigt *Identify* automatisch. Laden Sie einfach eine Kurve, aktivieren Sie *AutoEvaluation* und *Identify* und Sie erhalten das Ergebnis.

Neben 1:1-Vergleichen mit einzelnen Kurven und Literaturdaten kann auch überprüft werden, ob eine bestimmte Kurve zu einer bestimmten Klasse gehört. Diese Klassen können aus Kurven desselben Materialtyps (Materialidentifizierung) oder Referenzkurven für i.O./n.i.O.-Tests (Qualitätskontrolle) bestehen.

Die mitgelieferten NETZSCH-Bibliotheken beinhalten mehr als 1300 Einträge aus den Anwendungsbereichen Polymere, Organika, Pharmazeutika, Anorganika, Metalle/Legierungen und Keramik.

Qualitätskontrolle von Polypropylen-Copolymer mittels *Identify*

Vergleich unterschiedlicher Materialchargen

Abbildungen 1 bis 6 zeigen DSC-Messungen an Polypropylen-Copolymer (PPC) für die Qualitätskontrolle. Zum Vergleich wurden die zweiten Aufheizkurven herangezogen. Die Proben mit einer Einwaage von $10,0 \pm 0,1$ mg wurden mit 10 K/min (Aufheizung und Abkühlung) gemessen.

Klassen zur Einhaltung der vorgegebenen Qualitätsschwelle

Fünf von sechs Messungen stimmen bis zu 98 % mit dem erstellten "PASS"-Kriterium überein. Charge 1 in Abbildung 1 weist eine mittlere Übereinstimmung von 99,29 % im Vergleich zur gesamten Klasse auf, die zwischen 98,6 und 99,8 % liegt. Damit fällt die Charge in die Kategorie "PASS".

Identify zur Identifizierung unbekannter Materialien

Für Charge 6 in Abbildung 6 wurde jedoch eine Ähnlichkeit von weniger als 98 % im Vergleich zur Qualitätsklasse festgestellt, was außerhalb der "PASS"-Kriterien liegt und somit die Fehlermeldung "FAIL" erzeugt.

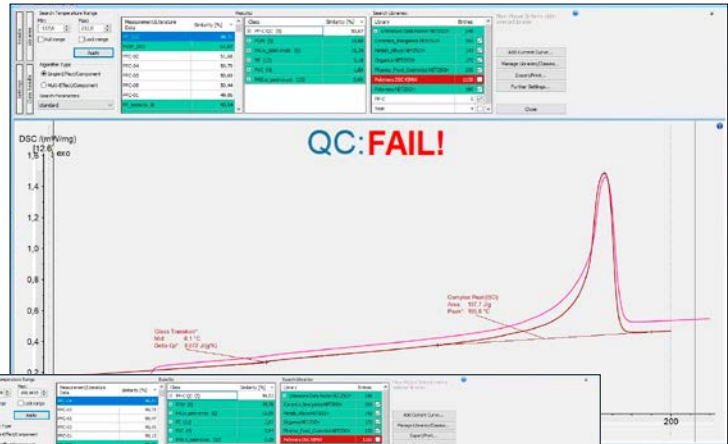
Mittels *Identify* konnte bestimmt werden, dass die Qualität nicht ausreichend ist. Darüber hinaus identifiziert der Vergleich mit Hilfe der Datenbank das fehlerhafte Material als PP-H mit einer Ähnlichkeit von 99,31 %.

STEP 1

Erstellung von Klassen

Results:

| Database Entry | Similarity | Class | Similarity |
|------------------|------------|------------------|------------|
| PPC-04 | 99.84 % | PP-C QC | 99.29 % |
| PPC-03 | 99.71 % | POM | 25.99 % |
| PPC-02 | 99.13 % | PA1x_semi-cryst. | 15.27 % |
| PPC-05 | 99.12 % | PE | 2.89 % |
| PPC-01 | 98.62 % | PVC | 0.87 % |
| PP_DSC | 50.99 % | PA6x_semi-cryst. | 0.33 % |
| POM-C_DSC | 46.47 % | | |
| PVDF_DSC | 45.59 % | | |
| POM-H_DSC | 30.48 % | | |
| PP_isotactic_lit | 25.60 % | | |



STEP 2

Festlegung der Qualitätsschwelle

Quality Control (QC): **PASS!**
 Selected class for Quality Control: PP-C QC
 Similarity threshold: 98.00 %

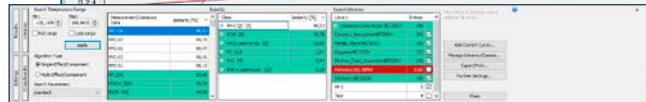


Abb. 6: Charge 6 PPC

STEP 3

Identify-Kurvenvergleich



Abb. 5: Charge 5 PPC

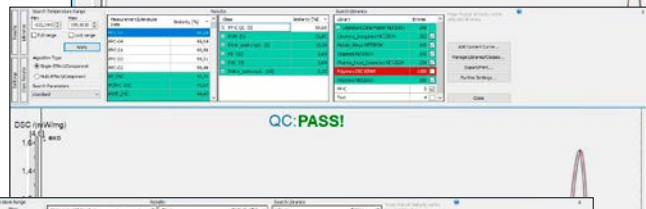


Abb. 4: Charge 4 PPC

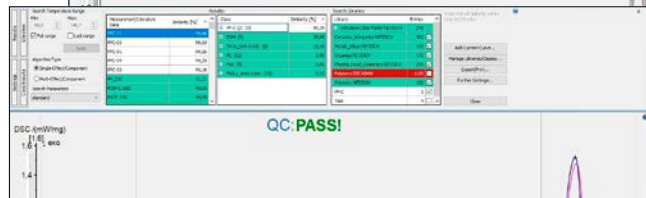


Abb. 3: Charge 3 PPC

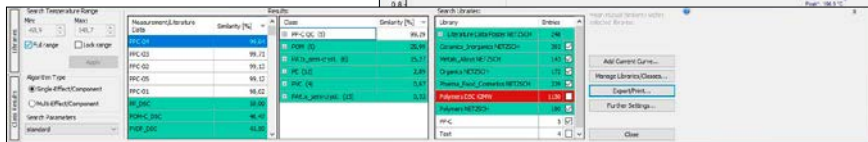


Abb. 2: Charge 2 PPC

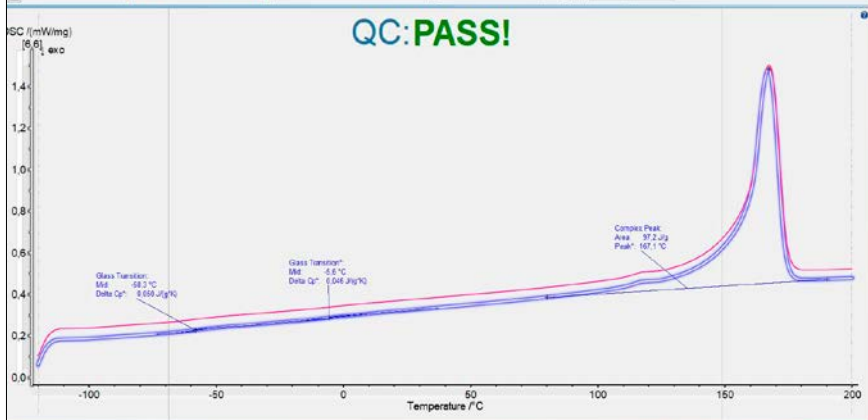


Abb 1.: Charge 1 PPC

Proteus® Search Engine – Smartes Datenmanagement

Bei der Arbeit mit Mess- und Auswertedaten für unterschiedliche Materialien und unterschiedliche Messaufbauten ist es eine große Hilfe, wenn man direkt auf die Daten zugreifen und sie nach bestimmten Kriterien sortieren kann. *Proteus® Search Engine* synchronisiert Ihre Messdaten automatisch mit vordefinierten Verzeichnissen und filtert sie in Sekundenschnelle. Vorschaubilder von Messkurven oder Analysestatus sind mit nur einem Klick verfügbar.

Anwender können eigene Suchanfragen erstellen, wie beispielsweise "MyPolymers", und einfach zwischen verschiedenen Suchen wechseln. Das macht *Proteus® Search Engine* zu einem sehr leistungsfähigen Werkzeug im Datenmanagement.



Vorteile von Proteus® Search Engine

- Effizientes Datenmanagement
- Direkter Zugriff und Sortierung der Daten nach Kriterien
- Vorschau Ihrer gespeicherten Daten
- Schnelle Ansicht von Mess- und Analysevorschaue ohne Öffnen von Dateien
- Schnelles und einfaches Abrufen von Daten
- Suche, z.B. nach Gerätenamen, Methode, Anwender, Datei- und Signaltyp, Datum, Messbedingungen oder ausgewerteten Effekten

Proteus® Search Engine und LabV®



LabV® – Profitieren Sie vom digitalen Labor

Mit der Cloud-Lösung von LabV® haben Sie alle Ihre Labor- und Prüfdaten an einem Ort, verbinden herstellerunabhängig alle Ihre Geräte und schaffen die Basis für Analysen und Vorhersagen mit höchster Datensicherheit. LabV® lässt sich nahtlos in verschiedene AWS*-Dienste integrieren und stellt so die Einhaltung der EU GDPR**-Richtlinien sicher. Organisieren Sie Ihre Projekte und analysieren Sie Ihre Daten, Trends und Berichte. Entdecken Sie den Vorteil historischer Daten und vergleichen Sie gesammelte Daten, um Materialqualität und Teileperformance zu verbessern. LabV® verbindet alle Analysemethoden, macht Projekte flexibler und die Produktqualität vorhersehbar. Die NETZSCH DSC 300 *Caliris® Classic* ist für eine einfache Implementierung in die LabV®-Umgebung vorbereitet.

* Amazon Web Services

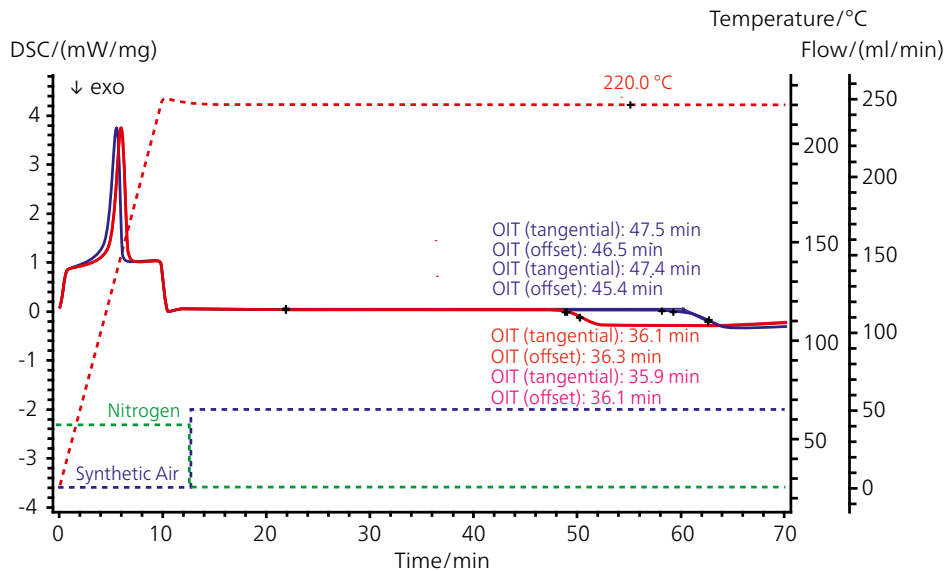
** Allgemeine Datenschutzverordnung

Vorteile von LabV®

- **Automatisierung im Labor**
Optimieren Sie Ihren Prüfprozess und vernetzen Sie alle Prüfgeräte.
- **Cloud-Lösung**
- **Bessere Qualitätskontrolle**
Verbessern Sie die Qualität Ihrer Materialien durch Einblicke, intelligente Warnmeldungen und intuitives Datenmanagement
- **Schnellere Entwicklung**
Nutzen Sie Ihre Labordaten für eine schnellere Materialentwicklung

APPLIKATIONEN

OIT-Messung an zwei PE-HD-Güteklassen



PE-HD Proben von unterschiedlicher Qualität;
Probeneinwaage: 10,5 mg ± 0,2 mg; Heizrate: 20 K/min; offene Al-Tiegel; Stickstoffatmosphäre mit Umschaltung auf synthetische Luft bei 220 °C.

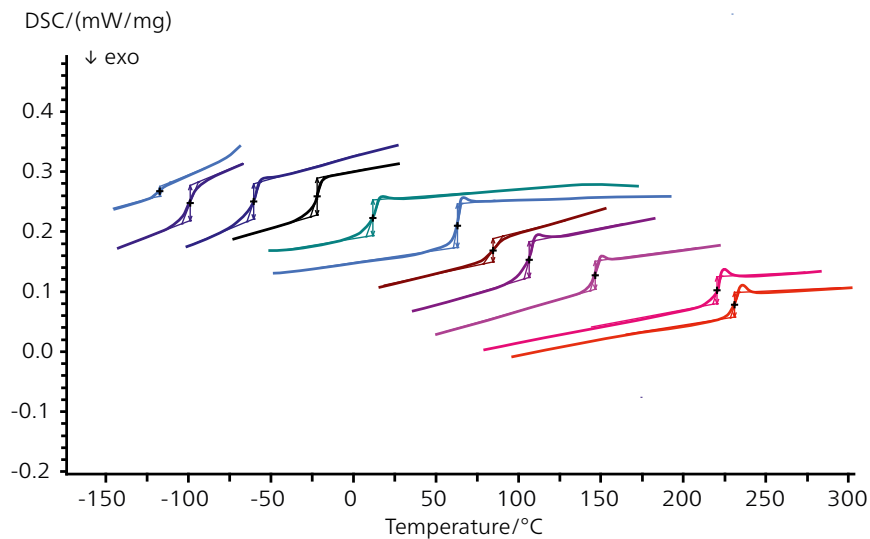
Polyethylen hoher Dichte (PE-HD) ist zwar wesentlich härter, steifer und weniger flexibel als Polyethylen niedriger Dichte, dafür ist es abriebfester und hochbeständig gegenüber aggressiven Substanzen und äußeren Einflüssen, selbst unter extremen klimatischen Bedingungen.

Die Oxidationsinduktionszeit (OIT) ist ein relatives Maß für die Beständigkeit eines (stabilisierten) Materials gegen oxidativen Abbau. Sie ist die Zeitspanne vom ersten Kontakt mit Sauerstoff oder Luft bis zum Einsetzen der Oxidation (DIN EN ISO 11357-6 oder ASTM D 3895). Dabei wird die Probe mit konstanter Rate in Inertgasatmosphäre über die Schmelze aufgeheizt. Beim Erreichen der definierten Temperatur wird bei gleicher Durchflussrate von Stickstoffatmosphäre auf Sauerstoff oder Luft umgeschaltet. Danach wird die Probe isotherm gehalten, bis die oxidative Reaktion durch die exotherme Abweichung der DSC-Kurve angezeigt wird.

Die Messung zeigt die OIT-Ergebnisse zweier Proben. Unter Luftatmosphäre bis 220 °C weisen sie signifikante Unterschiede in der Oxidationsbeständigkeit auf, woraus sich schließen lässt, dass die blaue Probe die höhere Oxidationsbeständigkeit aufweist – eine hilfreiche Information für die Qualitätsbeurteilung von organischen Materialien oder Polymeren wie PE-Rohren.



Glasübergangstemperaturen verschiedener Polymere



Glass Transition:

Mid: -120.6 °C
 Delta Cp*: 0.079 J/(g*K)
 Mid: -102.2 °C
 Delta Cp*: 0.294 J/(g*K)
 Mid: -63.6 °C
 Delta Cp*: 0.354 J/(g*K)
 Mid: -25.1 °C
 Delta Cp*: 0.306 J/(g*K)
 Mid: 8.4 °C
 Delta Cp*: 0.298 J/(g*K)
 Mid: 59.7 °C
 Delta Cp*: 0.535 J/(g*K)
 Mid: 81.3 °C
 Delta Cp*: 0.192 J/(g*K)
 Mid: 103.2 °C
 Delta Cp*: 0.299 J/(g*K)
 Mid: 143.3 °C
 Delta Cp*: 0.231 J/(g*K)
 Mid: 217.1 °C
 Delta Cp*: 0.224 J/(g*K)
 Mid: 227.7 °C
 Delta Cp*: 0.205 J/(g*K)

Verschiedene Polymere beim Übergang von einem harten, glasartigen in einen weichen, plastischen Zustand in der 2. Aufheizung; für eine übersichtlichere Darstellung wurden die Kurven entlang der Y-Achse verschoben; Probeneinwaage: ca. 10 mg; Heizrate: 10 K/min. Von links nach rechts: Q (Silikon), BR (Butadienkautschuk), PIB (Polyisobuten), NBR (Nitrilbutadienkautschuk), PVDC (Polyvinylidenchlorid), PLA (Polylactid), PET (Polyethylenterephthalat), PS (Polystyrol), PC (Polycarbonat), PEI (Polyetherimid), PESU (Polyethersulfon)

Der Glasübergang (oder Glasumwandlungstemperatur T_g) eines Polymers bezeichnet den Temperaturbereich, in dem es von einem starren "glasartigen" Zustand in einen flexiblen "gummiartigen" Zustand übergeht. Damit grenzt T_g den Temperaturbereich für eine Anwendung, z. B. eines Elastomers, ein. Ihre Kenntnis ist wichtig für die Qualitätskontrolle, da sie zur Optimierung der Verarbeitungsbedingungen, zur Aufrechterhaltung der Produktleistung und der Erhaltung der Konsistenz der Materialeigenschaften beiträgt und somit insgesamt Qualität und Zuverlässigkeit des Endprodukts verbessert.

Je nach Polymertyp (z.B. Elastomer, Thermoplast oder Duroplast) kann der Glasübergang in einem breiten Temperaturbereich beobachtet werden. Neben anderen Eigenschaften ändert sich die spezifische Wärmekapazität beim Glasübergang, so dass T_g mittels DSC einfach gemessen werden kann.

Mit der Möglichkeit, unterschiedliche Kühlvorrichtungen (auch gleichzeitig) anzuschließen, lassen sich mit der DSC 300 *Caliris® Classic* die Glasumwandlungstemperatur von einer Vielzahl an Polymeren ohne weitere Änderung in der Hardware untersuchen.

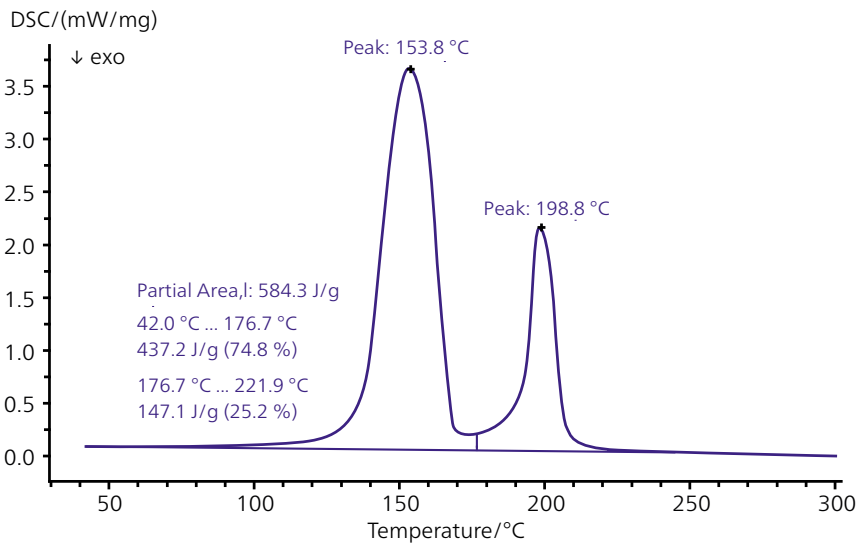


Dehydratisierung von Gips (Calciumsulfat-Dihydrat)

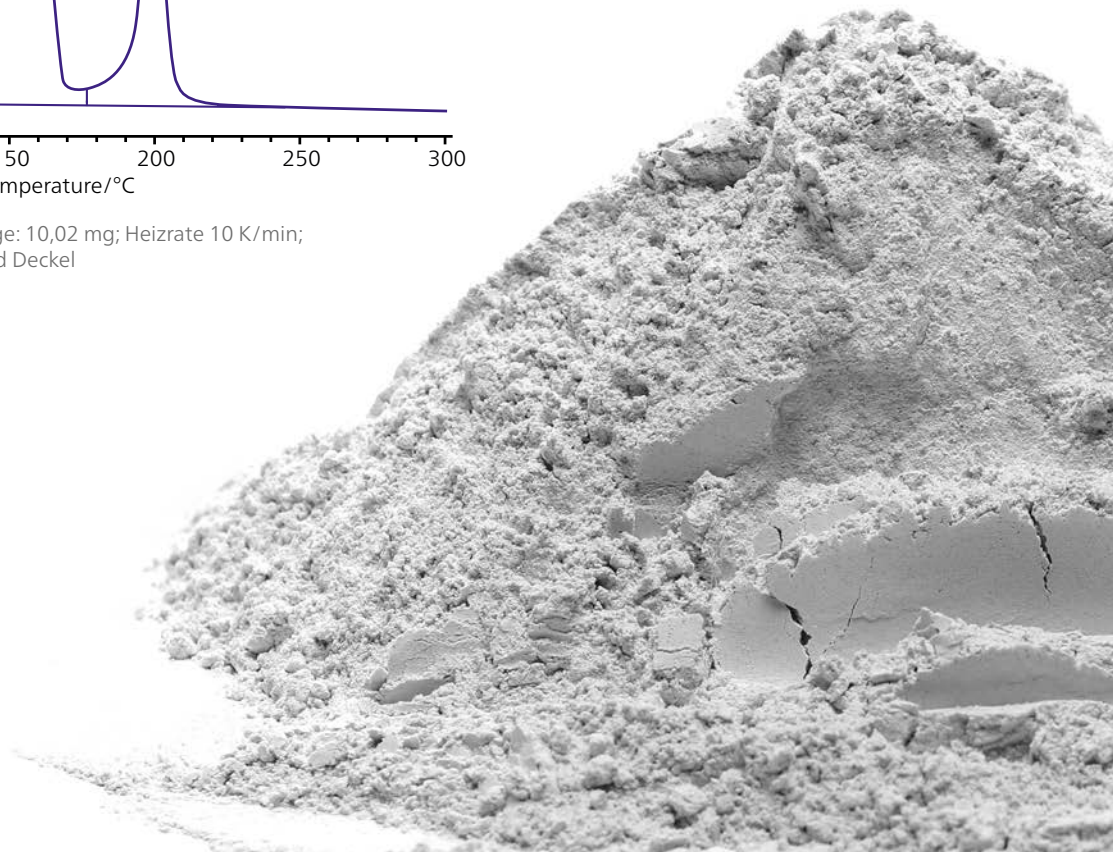
In der Gipsindustrie unterscheidet man zwischen den vier $\text{CaSO}_4 \cdot x\text{H}_2\text{O}$ -Phasen, die je nach Brennverfahren erhalten werden: Das Dihydrat $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ entwässert zum Halbhydrat $\text{CaSO}_4 \cdot \frac{1}{2}\text{H}_2\text{O}$, das in einer weiteren Entwässerungsstufe zu Anhydrit III oder Anhydrit II übergeht.

Die Schwierigkeit bei der Bestimmung des Dihydrats bzw. Halbhydrats mittels Thermoanalyse besteht im Wesentlichen in der Auftrennung der beiden Dehydratisierungsstufen. Gelingt dies, können beide Anteile anhand der Enthalpiewerte der DSC-Kurve oder der Massenverluststufe in der TG-Kurve ermittelt werden. Durch Messung unter einem höheren Wasserpartialdruck kann die Dehydratisierung des Halbhydrats zu höherer Temperatur verschoben werden, wodurch eine Trennung der DSC-Peaks erzielt wird.

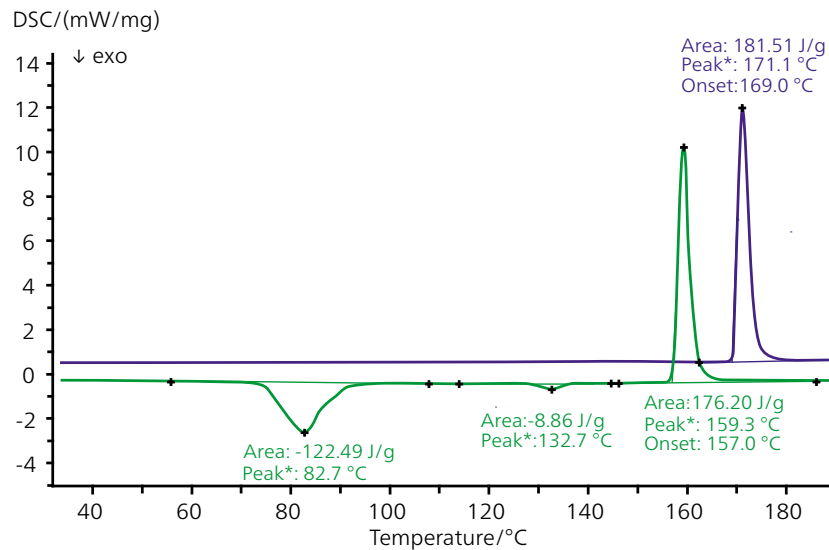
Das Beispiel zeigt eine DSC-Kurve, die mit einem kaltverschweißten Tiegel mit gelochtem Deckel (50 μm -Loch, gelasert) aufgezeichnet wurde. Die beiden Dehydratisierungspeaks lassen sich einfach voneinander trennen. Der Vergleich der Enthalpiewerte mit Literaturwerten zeigt, dass die Probe etwa 94 % Dihydrat, 5 % Halbhydrat und einen kleinen Anteil (1 %) an Verunreinigungen, wahrscheinlich Anhydrit III, enthält.



DSC-Ergebnisse für Gips. Probeneinwaage: 10,02 mg; Heizrate 10 K/min;
Atmosphäre: N_2 ; Concavus®-Al-Tiegel und Deckel



Polymorphie von Paracetamol



DSC-Messung an Paracetamol (blau: 1. Aufheizung; grün: 2. Aufheizung).
Einwaage: 1,54 mg; 1. und 2. Aufheizung von 25 bis 190 °C mit 10 K/min, Abkühlung auf 25 °C mit 10 K/min, Atmosphäre: N₂, Concavus®-Al-Tiegel verschlossen mit gelochtem Deckel.



Paracetamol, auch bekannt als Acetaminophen, ist ein häufig verwendetes rezeptfreies Analgetikum (Schmerzmittel) und Antipyretikum (Fiebersenker), das polymorphe Formen ausbildet. Polymorphie ist die Fähigkeit einer Substanz, bei gleicher chemischer Zusammensetzung in verschiedenen Kristallstrukturen vorzukommen.

Paracetamol besitzt drei bekannte polymorphe Formen, bezeichnet als Formen I, II, und III, wobei Form I die stabilste und am häufigsten vorkommende Form mit guter Löslichkeit und Auflösungsgeschwindigkeit ist.

Im obigen Beispiel wurde Paracetamol zweimal aufgeheizt und dazwischen kontrolliert abgekühlt. Beim ersten Aufheizen zeigt sich ein endothermer Effekt mit einer extrapolierten Onsettemperatur von 169 °C. Diese Temperatur stimmt gut mit der Schmelztemperatur von Form I überein.

Während der anschließenden kontrollierten Abkühlung (hier nicht dargestellt) findet keine Kristallisation statt. Dies bedeutet, dass Paracetamol zu Beginn der 2. Aufheizstufe noch amorph ist.

Bei der 2. Aufheizung tritt zunächst ein exothermer Effekt (mit einer Peaktemperatur von 82,7 °C) auf, der auf einen Kalt- oder Nachkristallisationsprozess zurückzuführen ist. Parallele XRD-Studien zeigten, dass hierbei die Form III gebildet wird. Diese Form III geht bei weiterer Aufheizung (ebenfalls durch XRD-Untersuchungen bestätigt) in Form II (exothermer Effekt bei 132,7 °C) über, die schließlich bei 157 °C (extrapolierte Onsettemperatur) schmilzt. Die extrapolierte Onsettemperatur ist charakteristisch für Form II.

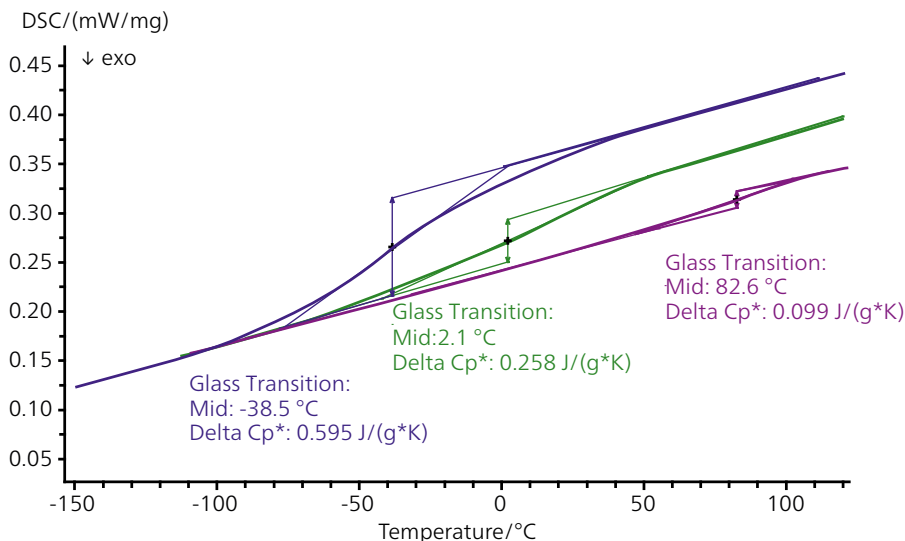
Geeignete Lagerbedingungen für Gewürze finden

Kurkuma ist ein anderer Name für Gelbwurz, ein Gewürz, das aus dem Rhizom einer Pflanze aus der Familie der Ingwergewächse gewonnen wird. Das gelbe Pigment besitzt entzündungshemmende und antioxidative Eigenschaften und findet auch Verwendung als Lebensmittelzusatzstoff E 100.

Handelsübliches Kurkumapulver weist eine Glasumwandlungstemperatur (grüne Kurve) von $-2,1\text{ °C}$ (Midpoint) auf, was seine amorphe Natur widerspiegelt. Der Glasübergang eines Pulvers beeinflusst sowohl seine Qualität als auch seine Haltbarkeit. Oberhalb des T_g kann das Pulver weich und klebrig werden, und die Partikel können zusammenbacken. Nach Roos und Karel* steht dieser Klebrigkeitspunkt (engl. sticky point) in direktem Zusammenhang mit der Glasumwandlungstemperatur (konstanter Temperaturunterschied z.B. ca. 20 K für Milchpulver). Daher ist die Kenntnis von T_g auch bei der Verarbeitung (z.B. Trocknen und Mahlen) solcher Gewürzpulver wichtig, um Verklumpungen zu vermeiden.

Darüber hinaus neigen amorphe Materialien dazu, Feuchtigkeit aus der Umgebung aufzunehmen, was ihre Anfälligkeit für mikrobiellen Befall erhöhen und die Glasumwandlungstemperatur beeinflussen kann. Wasser hat eine weichmachende Wirkung und verschiebt die Glasumwandlungstemperatur zu niedrigeren Werten. In diesem Beispiel verschiebt sich der Glasübergang nach 20-minütiger Lagerung bei 100 % Luftfeuchtigkeit zu -39 °C (blaue Kurve). Andererseits liegt die Glasumwandlungstemperatur bei 93 °C (violette Kurve), wenn das Gewürz zuvor in einem Trockenschrank getrocknet wurde.

* Roos, Y. und Karel, M. 1991a, 1991b, 1993



DSC-Ergebnisse an Kurkuma mit unterschiedlichem Wasseranteil, Probeneinwaage: 10,71 mg, 10,05 mg und 11,03 mg; *Concavus* Al-Tiegel, hermetisch verschlossen: Aufheizung von -170 bis 120 °C mit 10 K/min ; grüne Kurve: Pulver (wie erhalten); violette Kurve: Pulver für 45 min bei 80 °C getrocknet, blaue Kurve: feuchtes Pulver (für 20 min bei RT bei 100%-Luftfeuchtigkeit gelagert)

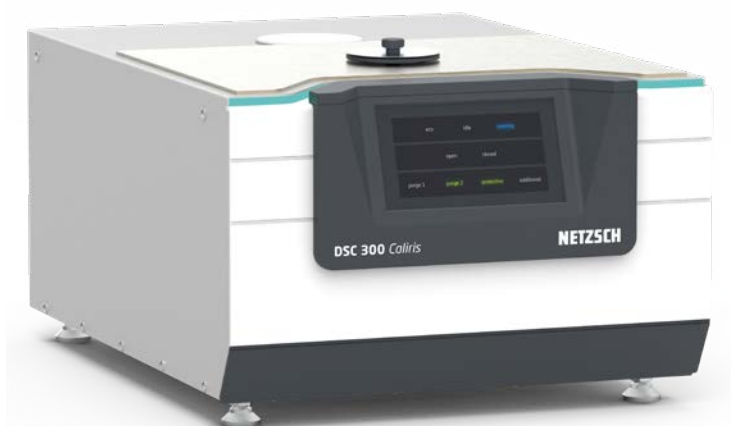
Technische Daten

DSC 300 Caliris® Classic

| | |
|----------------------------|---|
| Temperaturbereich | -170 °C bis 600 °C |
| Aufheiz-/Abkühlrate | 0,001 K/min bis 100 K/min* |
| Temperaturgenauigkeit | ± 0,1 K (Indium)** |
| Enthalpiegenauigkeit | ± 0,1 % für Indium |
| Enthalpiegenauigkeit | < 1 % für Adamantan, Indium, Zink; < 2 % für die meisten Materialien** |
| Spezifische Wärmekapazität | Optional |
| Temperaturmodulation | Optional |
| Kühlvorrichtungsoptionen | <ul style="list-style-type: none"> ▪ Druckluftkühlung (RT bis 600 °C) ▪ IC40 (-40 °C bis 600 °C) ▪ IC70 (-70 °C bis 600 °C) ▪ LN-Kühlung, automatisch geregelt (-170 °C bis 600 °C) |
| Gasatmosphäre | Inert, oxidierend, statisch und dynamisch |
| Gasregelung | <ul style="list-style-type: none"> ▪ einschließlich Schalter für 3 Gase ▪ MFC für 3 Gase, optional |
| ASC | Bis zu 20 Proben und Referenzen, optional |

* Maximale Raten abhängig von der Endtemperatur der Messung

** Abweichung Messwert vom Literaturwert



Software Features

- SmartMode
- ExpertMode
- AutoCalibration
- AutoCooling
- Report-Generator
- OIT
- Predefined Methods
- AutoEvaluation
- Identify
- TM-DSC (temperaturmodulierte DSC)
- Unterstützung ASC (Automatischer Probenwechsler)
- Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität (c_p)
- Proteus® Search Engine

weitere Eigenschaften auf Anfrage

■ beinhaltet □ optional



Der Name NETZSCH steht weltweit für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service – vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierte Mitarbeiter aus den Bereichen Applikation, Technischer Service und Beratung freuen sich darauf, Ihre Fragen im direkten Gespräch persönlich zu beantworten. In speziellen auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Gerätes auszuschöpfen. Wählen Sie Ihre bevorzugte Schulungsmethode: Online, vor Ort oder in unserem NETZSCH-Schulungszentrum.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser sachverständiges Serviceteam während des gesamten Lebenszyklus Ihres Analysengerätes.

Expertise in SERVICE

TECHNISCHER SERVICE



Wartung und Reparatur



Software-Updates



Austausch-Service



IQ/OQ-Dokumente



Kalibrier-Service



Ersatzteil-Assistenz



Umzugs-Service

SCHULUNG



Grundlagen-Seminare



NETZSCH Online-Academy

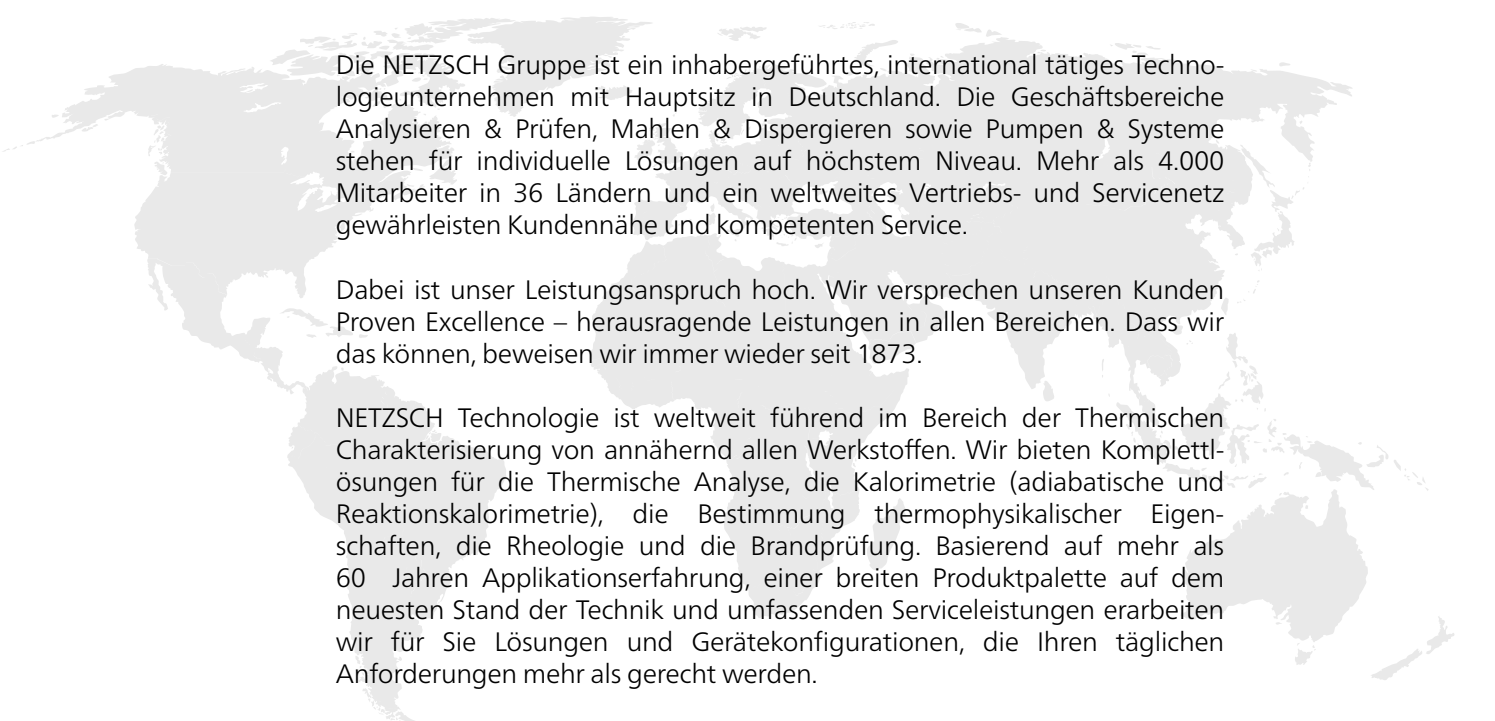


Individualschulung und Anwenderseminare

LABOR



Applikationsservice und Auftragsmessungen



Die NETZSCH Gruppe ist ein inhabergeführtes, international tätiges Technologieunternehmen mit Hauptsitz in Deutschland. Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Mehr als 4.000 Mitarbeiter in 36 Ländern und ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

Dabei ist unser Leistungsanspruch hoch. Wir versprechen unseren Kunden Proven Excellence – herausragende Leistungen in allen Bereichen. Dass wir das können, beweisen wir immer wieder seit 1873.

NETZSCH Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 60 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

Proven Excellence.

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42
95100 Selb
Germany
Tel.: +49 9287 881-0
Fax: +49 9287 881 505
at@netsch.com

Prager
Elektronik

Traunstraße 21, A-2120 Wolkersdorf
T: +43 2245 6725 F: +43 2245 559633
office@prager-elektronik.at
www.prager-elektronik.at

NETZSCH[®]

www.netsch.com