

# NETZSCH

Proven Excellence.



## DSC 204 HP Phoenix®

Hochdruck-Wärme­strom­kalo­rimetrie bis 15 MPa  
Methode, Technik und Applikationen

Analyzing & Testing

# DSC 204 HP *Phoenix*®

*Die Möglichkeit, unter Druck zu messen, erhöht die Leistungsfähigkeit der dynamischen Differenz-Kalorimetrie (DSC).*

## Hochdruck-DSC

Die dynamische Differenz-Kalorimetrie (engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) erlaubt nicht nur die Bestimmung von Phasenübergängen, sondern auch die Quantifizierung von Umwandlungsenthalpien. Im Tieftemperaturbereich werden Proben generell in Aluminiumtiegel mit gelochtem Deckel unter Atmosphärendruck im konstanten Spülgasfluss analysiert. Mit einer modifizierten DSC – wo die Messzelle in einem Autoklaven untergebracht ist (eine „Druck-DSC“) – besteht die Möglichkeit, Messungen unter Drücken von 5 kPa bis 15 MPa (Hochdruck-DSC) durchzuführen.

## Messungen in inerten oder Reaktionsgasatmosphären

Hochdruck-Messungen können in inerten oder reaktiver Gasatmosphäre durchgeführt werden. Bei Verwendung eines inerten Gases kann die Druckabhängigkeit untersucht werden, wenn bei der Probenumwandlung (üblicherweise ein kalorischer Effekt) auch eine Volumenänderung auftritt. Dies erlaubt die Untersuchung von Entwässerung und Zersetzungsreaktionen mit Freisetzung des Gases mittels Druck-DSC.

Wird ein reaktives Gas verwendet, wird das Gas zu einem der Reaktanden und der Druck ist somit ein Maß seiner Konzentration. Mit dieser Methode lassen sich Alterungstests an Organika (wie Ölen, Fetten, Wachsen, Schmierstoffen usw.) und Polymeren realisieren.

## Kalibrierung

Innerhalb des zugänglichen Druckbereichs ist das Schmelzen nur geringfügig druckabhängig. Es besteht deshalb die Möglichkeit, für DSC-Messungen üblicherweise verwendete metallische Referenzmaterialien für die Temperatur- und Enthalpiekalibrierung einzusetzen.

## Anwendungsbereich der HP-DSC

- Bestimmung von Dampfdruck und Verdampfungswärme (ASTM E1782)
- Auftrennen von Reaktionen mit überlagerter Verdampfung
- Adsorption- und Desorptionsmessungen, z. B. an Metallverbindungen
- Oxidationsstabilität von Ölen, Fetten und Schmierstoffen (ASTM E1858, ASTM D6186, ASTM E2009, ASTM D5483)
- Aushärtung von Duroplasten, z. B. Phenolharz
- Vulkanisation von Elastomeren
- Hydrierung ungesättigter Fettsäuren
- Anfälligkeit von Materialien beim Schmelzpunktrückgang in reaktiver Gasatmosphäre
- DSC-Messungen bei Umgebungsdruck sind mit der DSC 204 HP *Phoenix*® natürlich auch – sogar bei reduziertem Druck – möglich.

HERMOKINETISCHE  
AUSWERTUNG

MESSUNGEN ZWISCHEN  
-150 °C UND 600 °C

ANZEIGE DES DRUCKSIGNALS

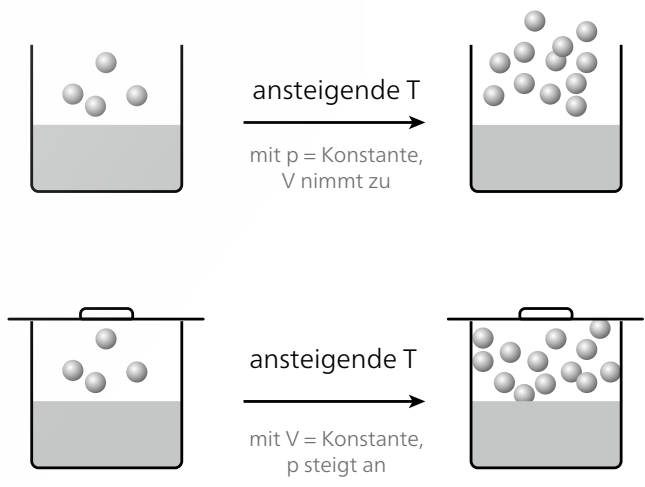
PRÄZISE DRUCKREGELUNG  
ÜBER DEN GESAMTEN  
TEMPERATURBEREICH

OXIDIERENDE,  
REDUZIERENDE UND  
INERTE ATMOSPHÄREN

PRÄZISE REGELUNG  
DES GASFLUSSES BIS  
ZU 500 ML/MIN

TIEGELVIELFALT

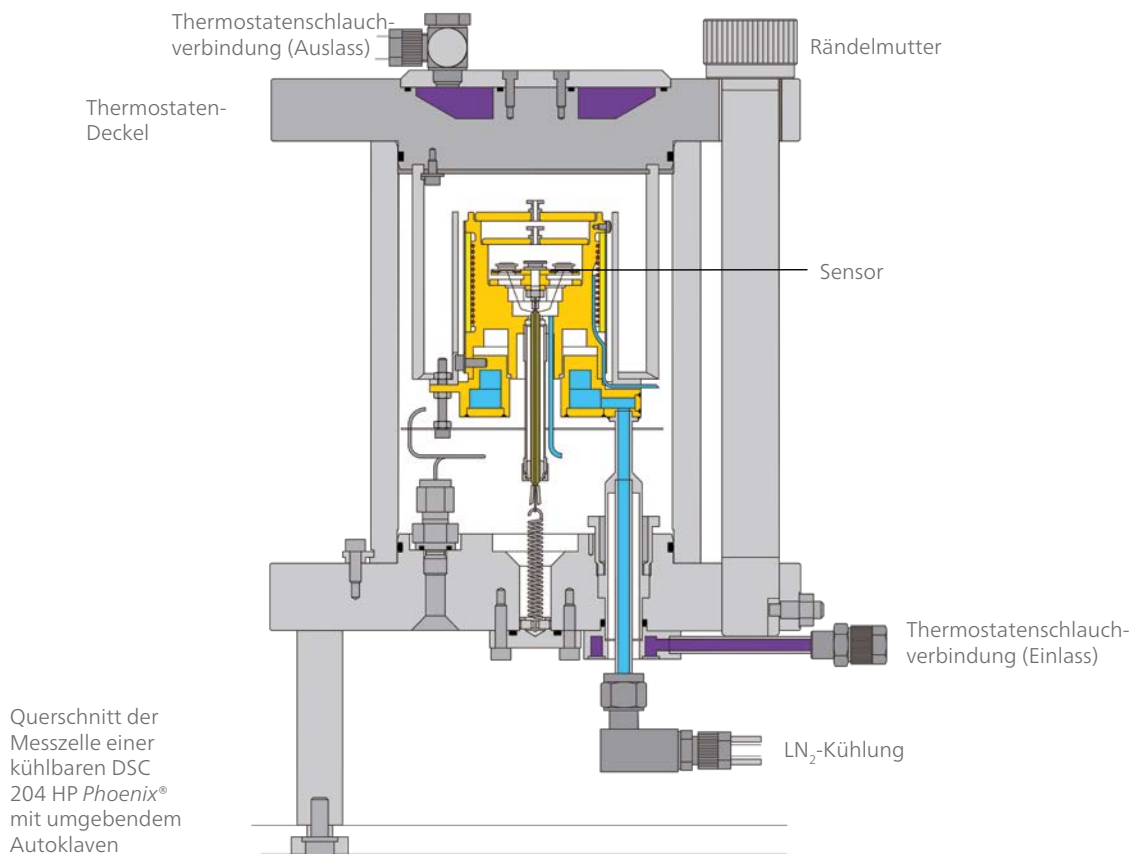
MESSUNGEN VON VAKUUM  
BIS 15 MPA



# Zukunftsweisende Technologie

## Hochdruck-DSC-Messungen sogar bei Temperaturen unterhalb Raumtemperatur

Im Gegensatz zum Aufbau einer regulären DSC ist die Messzelle einer Hochdruck-DSC (HP-DSC) von einem Autoklaven umgeben, der durch Druck- und Gasflussregelsysteme unterstützt wird. Die Anpassung von Druck und Spülgasfluss erfolgt über eine separate Steuerplatine (siehe auch nächste Seite). Mit Hilfe einer Flüssigstickstoffkühlung ist es sogar möglich, Temperaturprogramme unterhalb von Raumtemperatur zu realisieren. Die erzielten Heiz- und Kühlraten (0,01 K/min bis 100 K/min bzw. 50 K/min) sowie die maximalen und minimalen Temperaturen werden wesentlich von der angewandten Atmosphäre und Druck (so ist z. B. in einer Heliumatmosphäre eine Abkühlung bis -70 °C bei 10 MPa möglich) beeinflusst.

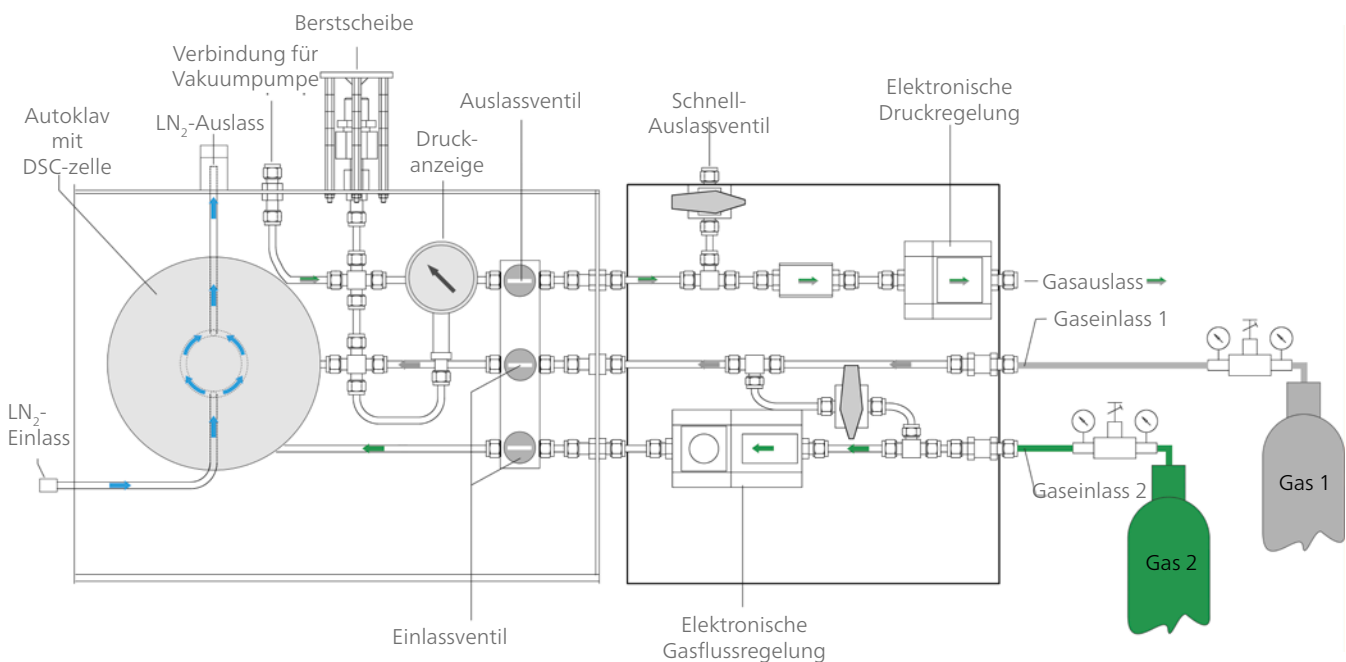


Bei einigen Reaktionen dient die Atmosphäre nicht nur der Druckerzeugung, sondern ist auch Reaktionspartner der erwarteten Festkörper-Gas-Reaktion. Die Regelung von Druck und Gasfluss muss besonders präzise erfolgen.

## Präzise Regelung von Druck und Gasfluss

Messungen in unterschiedlichen Gasatmosphären wie  $O_2$ ,  $N_2$ , Ar, He,  $H_2$ ,  $CO_2$  und  $CH_4$  stellen in der robusten Messzelle kein Problem dar. Die Probenatmosphäre kann entweder statisch oder dynamisch sein. Das optionale elektronische Gasregelsystem zusammen mit der Möglichkeit der präzisen Regelung des Spülgasflusses sind die Haupteigenschaften für eine ausgezeichnete Genauigkeit und Reproduzierbarkeit der Messungen. Das System erlaubt auch Messungen unter regulierbarem reduzierten Druck. Selbstverständlich entspricht die DSC 204 HP Phoenix® allen Sicherheitsvorschriften für Messungen unter Druck.

Druckregelsysteme für Betrieb unter:	Applikation
Statische Gasatmosphäre	Konstanter (definierter) Gasdruck bis zu 15 MPa während der Aufheizung
Dynamische Gasatmosphäre	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Konstanter (definierter) Gasdruck während der Aufheizung und konstanter (definierter) Gasfluss an der Probe</li> <li>▪ Messung in statischer oder dynamischer Gasmischung</li> <li>▪ Verwendung eines Inertgases (z. B. Ar) zur Erzeugung eines definierten Gasdrucks und Messung unter dynamischer Reaktionsgasatmosphäre (z. B. <math>O_2</math> bei 100 ml/min)</li> </ul>

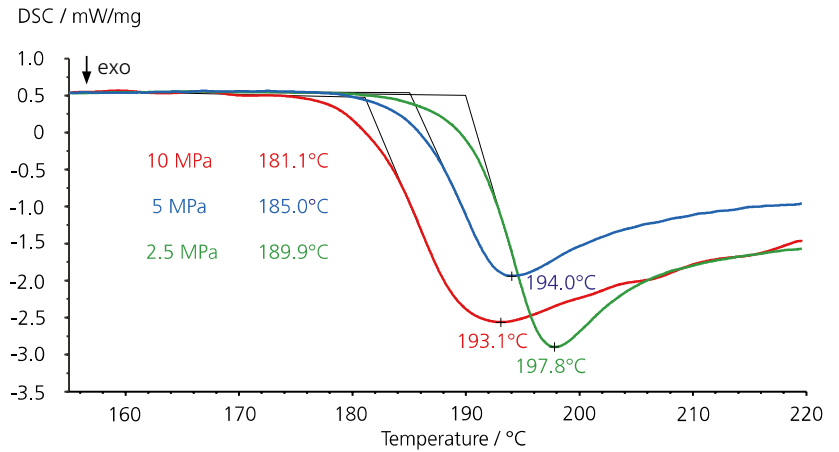


Optionales Druckregulierungssystem für die hochpräzise Regelung von Druck und Gasfluss

# Vielseitige Applikationen

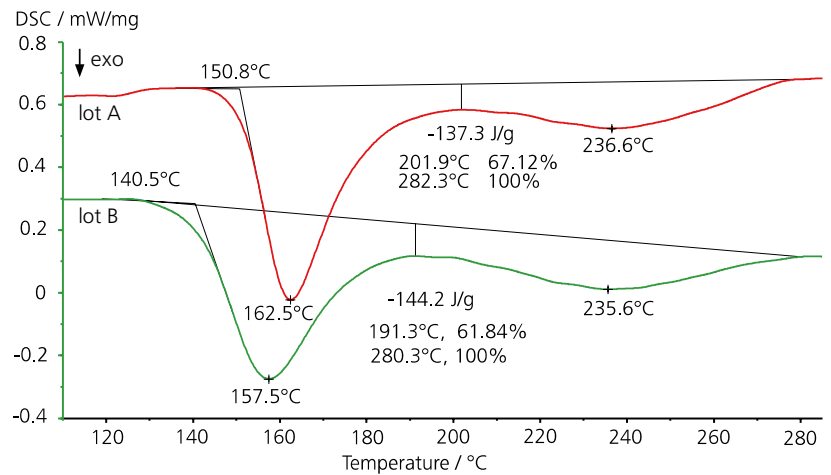
## Synthetisches Öl – steigender Sauerstoffdruck sorgt für eine Oxidation bei niedrigeren Temperaturen

Diese Grafik zeigt das Oxidationsverhalten eines stabilisierten synthetischen Öls (Probeneinwaage von 3,0 mg ± 0,1 mg) in Aluminiumtiegeln mit 2 K/min in Sauerstoff (100 ml/min) unter definierten Drücken. Mit steigendem Sauerstoffdruck setzt die Oxidation bei niedrigeren Temperaturen ein (niedrigere extrapolierte Onset-Temperatur).



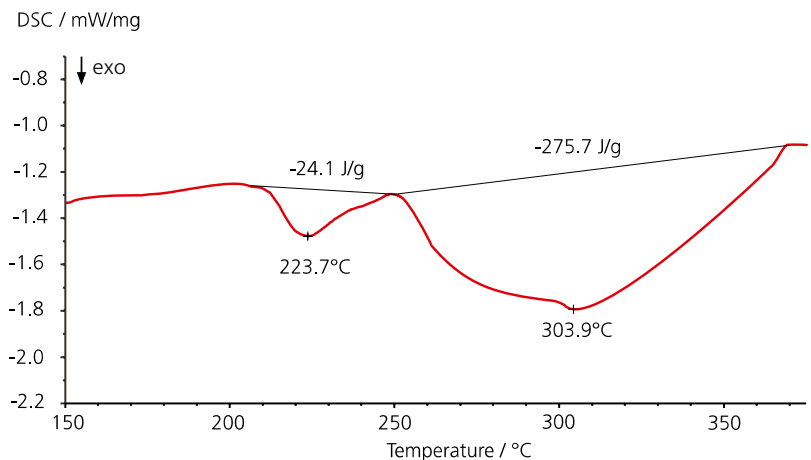
## Polykondensation – Aushärteverhalten von Phenolharzen

Dieser Plot zeigt die Teilflächenauswertung des Aushärteeffekts zweier Phenolharzchargen (A, B) unter einem angewandten Druck von 9 MPa in inerter Gasatmosphäre mit 10 K/min (Probeneinwaage 10,5 mg).

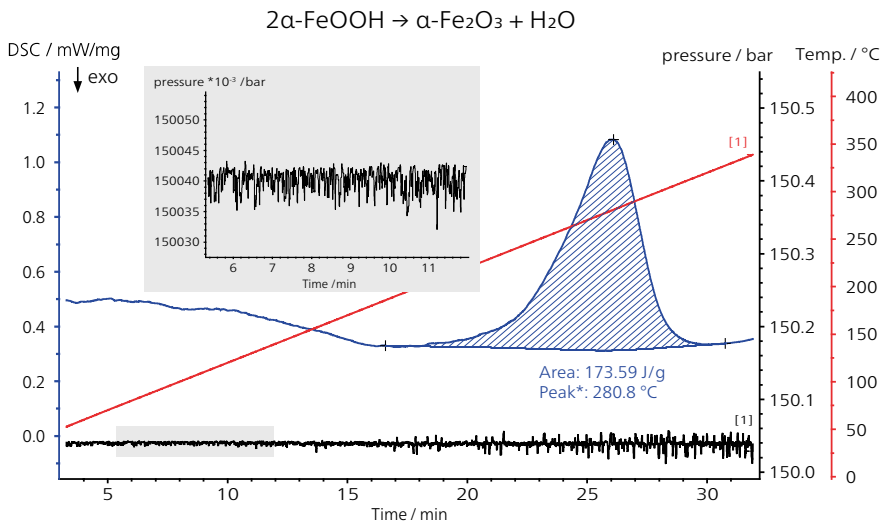


## Hydrogenierung eines Metallkatalysators

Hier ist die exotherme Hydrogenierung eines Metallkatalysators unter 7 MPa in reiner Wasserstoffatmosphäre (Probeneinwaage 6,09 mg; Heizrate 10 K/min) dargestellt.



## Präzision der Druckregelung, Dehydration von Eisenoxidhydroxid



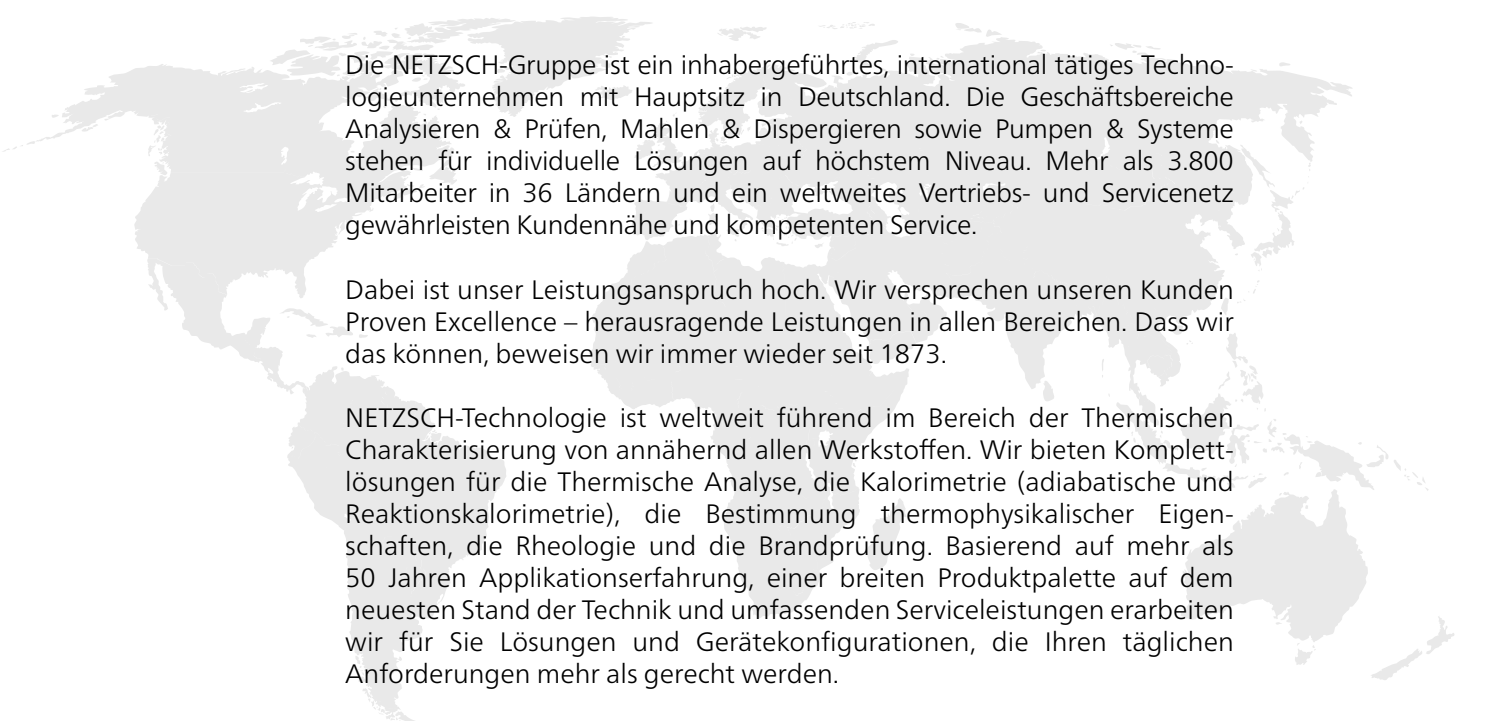
Wie bei der Zersetzung werden Dehydrationsreaktionen wesentlich beeinflusst vom angewandten Druck. Dieses Beispiel zeigt eine Messung an einem nanokristallinen Goethit mit einer Heizrate von 10 K/min. Mit zunehmendem Druck verschiebt sich die Freisetzung der gasförmigen Reaktionsprodukte zu höheren Temperaturen: von 251 °C bei Umgebungsdruck (hier nicht dargestellt) zu 281 °C bei 150 bar. Die während des dynamischen Aufheizsegments detektierten Druckänderungen übersteigen 150 bar  $\pm$  0,01 bar nicht (hundert Mal schneller als von der ASTM D6186 vorge-schrieben). Einflüsse des Drucks auf das DSC-Signal (z. B. Rauschen) sind deshalb vernachlässigbar.

# Technische Daten

## DSC 204 HP Phoenix®

Temperaturbereich	-150 °C bis 600 °C, abhängig von Gasdruck und -art
Heizrate	0,01 K/min bis 100 K/min, abhängig von Gasdruck und -art
Kühlvorrichtung	Flüssigstickstoff; Temperaturbereich abhängig von Gasdruck und -art
Druckbereich	Vakuum bis 150 bar (15 MPa, $\approx$ 2175 psi)
Druckmessung	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Präzision: <math>\pm</math> 0,15 bar</li> <li>■ Genauigkeit: <math>\pm</math> 0,75 bar</li> </ul>
Atmosphäre	Statisch und/oder dynamisch, inert ( $\text{N}_2$ , Edelgase), reduzierend ( $\text{H}_2$ )*, oxidierend ( $\text{O}_2$ , Luft, $\text{CO}_2$ bis 57 bar); andere Gase auf Anfrage
Gasfluss	Bis 500 ml/min, Genauigkeit $\pm$ 1 ml/min
Betriebsmodi	Verschiedene statische und dynamische Atmosphären und Druckbedingungen

\* Der Anwender ist verantwortlich für einen zuverlässigen Betrieb unter Wasserstoff in Übereinstimmung mit den relevanten Sicherheitsvorschriften.



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 3.800 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 50 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  
Deutschland  
Tel.: +49 9287 881-0  
Fax: +49 9287 881 505  
at@netsch.com

**NETZSCH**<sup>®</sup>

[www.netsch.com](http://www.netsch.com)