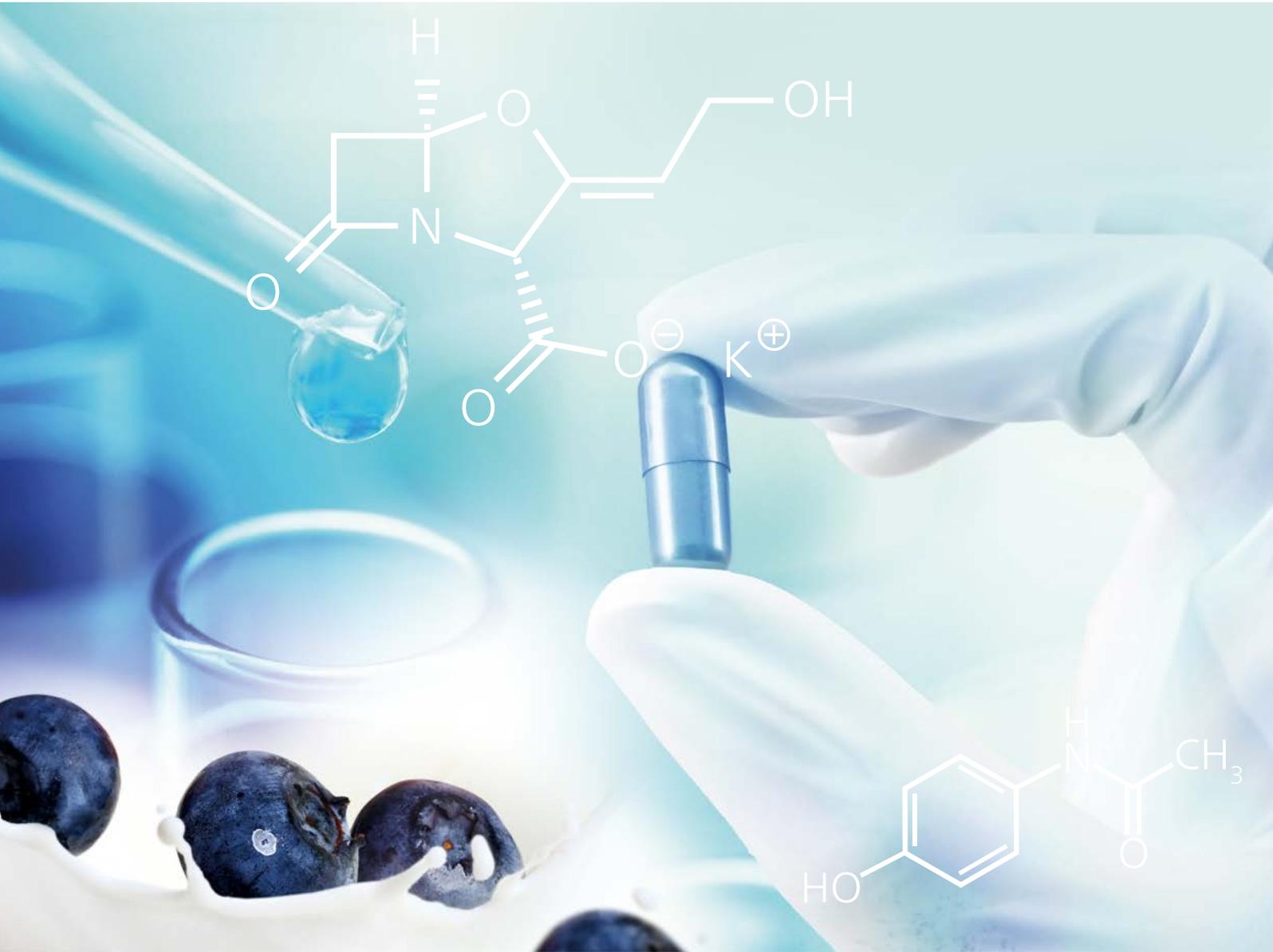


# NETZSCH

Proven Excellence.



Untersuchung von Pharmazeutika,  
Lebensmitteln und Kosmetika mit  
der NETZSCH *Nevio*-Geräteserie

mit  
Proteus® Protect

Analyzing & Testing



**Nevio**  
DSC-, TG- und STA-  
Geräte der Spitzenklasse

# THERMISCHE ANALYSE

*Unverzichtbar für jedes Labor ...*

Zur thermischen Analyse zählen verschiedene Techniken, die weltweit in unzähligen Labors zur Analyse und Charakterisierung organischer und anorganischer Substanzen – ob fest oder flüssig – eingesetzt werden. Mit der klassischen thermischen Analyse lassen sich Änderungen der Materialeigenschaften während des Aufheizens oder Abkühlens im Hinblick auf Massenverlust, Dimensionsänderungen oder Phasenübergänge bestimmen. Die am häufigsten angewandten Methoden sind:

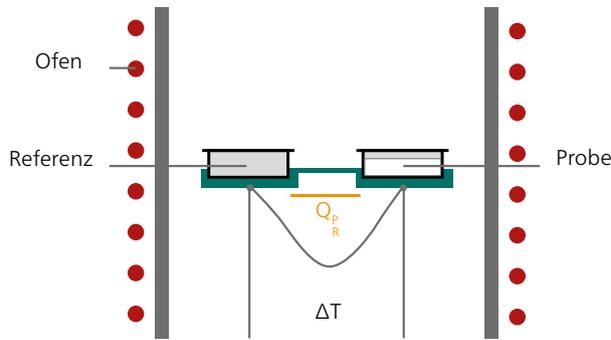
- Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC)
- Thermogravimetrie (TG) oder thermogravimetrische Analyse (TGA)
- Simultane thermische Analyse (STA, eine Kombination aus DSC und TG)

Die dynamische Differenz-Kalorimetrie wird mit Abstand am häufigsten eingesetzt, gefolgt von der thermogravimetrischen Analyse. Beide Techniken sind auch in verschiedenen Pharmakopöen enthalten (Europäisch – EP, Japanisch – JP, Amerikanisch – USP, Chinesisch – ChP usw.).

Die NETZSCH-*Nevio*-Geräteserie ist speziell auf die Bedürfnisse der Chemie-, Pharma-, Kosmetik- und Lebensmittelbranche abgestimmt. Sie ist daher in diesen Bereichen bestens geeignet für Forschung & Entwicklung, Qualitätskontrolle und Auftragsmessungen.

Die Geräte sind einfach zu bedienen, präzise und zuverlässig und bieten viele intelligente Lösungen, darunter auch etliche Möglichkeiten, Ihre tägliche Arbeit zu automatisieren.

*... in der Chemie-, Pharmazie- und Lebensmittelindustrie*



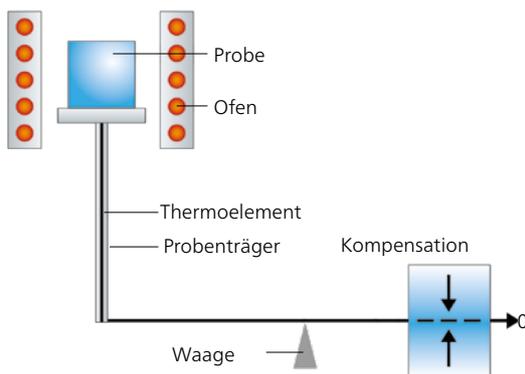
Zelle der DSC 204 F1/214 Nevio

Die DSC misst die Änderungen der Wärmestromdifferenz zwischen einer Probe und einem Referenzmaterial, während diese einem kontrollierten Temperaturprogramm unterzogen werden. In einer Wärmestrom-DSC ergibt sich die Wärmestromdifferenz zwischen Probe und Referenz aus der Temperaturdifferenz zwischen Probe und Ofen sowie Referenz und Ofen oder zwischen Probe und Referenz.

## DSC-Ergebnisse

- Schmelztemperaturen und -enthalpien (Schmelzwärmen)
- Polymorphie
- Kristallisationstemperaturen und -enthalpien
- Glasübergänge (z. B. amorpher Anteil)
- Fest-Fest-Übergänge
- Kompatibilität
- Phasendiagramme
- Eutektische Reinheit
- Fest-Flüssig-Anteil (solid-fat-content)
- Reaktionstemperaturen und -enthalpien
- Vernetzungsreaktionen (Aushärtung)
- Spezifische Wärmekapazität ( $c_p$ )
- Oxidationsinduktionszeit und -temperatur (OIT, dynamisch und isotherm)

# Informationen mittels DSC und TG



Prinzip der oberhalb angeordneten TG 209 F1/F3 Nevio

Die thermogravimetrische Analyse (TGA) – auch Thermogravimetrie (TG) genannt – misst die Massenänderungen einer Substanz, während sie einem kontrollierten Temperaturprogramm ausgesetzt ist.

„Oberschalige Anordnung“ bedeutet nichts anderes, als dass sich die Probe oberhalb der Waage befindet. Dies erlaubt eine sichere und einfache Handhabung.

## TG-Ergebnisse

- Thermische Stabilität
- Analyse der Zusammensetzung
- Massenänderungen
- Zersetzungsverhalten
- Pyrolyse
- Wasseranteil
- Identifizieren von (eingelagerten) Lösemitteln
- Oxidation
- Haltbarkeit, Lagerbeständigkeit
- Thermische Kinetik (in Kombination mit Kinetics Neo)
- Identifizierung der freigesetzten Gase (bei Kopplung an einen Gasanalysator wie FT-IR, MS oder GC-MS)

## DSC und TG – sich ergänzende Techniken

Die Stärke der DSC liegt darin, Phasenübergänge eines Materials zu erkennen und aufzuzeichnen. Der Grund für einen DSC-Effekt ist jedoch nicht immer offensichtlich; es könnte sich dabei um

- einen polymorphen Übergang
- einen Schmelzeffekt oder
- einen durch einen Massenverlust verursachten Effekt

handeln. Deshalb werden DSC und TG häufig als sich ergänzende Techniken eingesetzt. Kombiniert man sie, ist es möglich zu unterscheiden, ob ein Effekt auf strukturelle Änderungen zurückzuführen ist bzw. in welchem Temperaturbereichen Massenänderungen auftreten. Diese Informationen erleichtern die Interpretation der detektierten Effekte – insbesondere, wenn die Zusammensetzung einer Probe nicht bekannt ist.

## Bessere Interpretation durch Kopplung an Emissionsgasanalysatoren

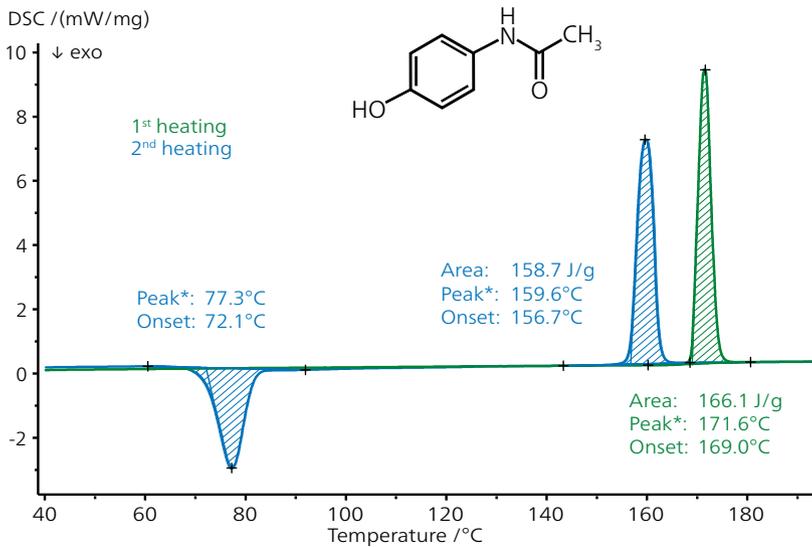
Um ein tieferes Verständnis der Vorgänge bei Verdampfungs- und Zersetzungsprozessen zu erhalten, lässt sich der thermoanalytische Analysator mit einem Emissionsgasanalysator (z. B. ein FT-IR-Infrarot-Spektrometer), Massenspektrometer (MS) oder Gaschromatograph-Spektrometer (GC-MS) koppeln.

Viele Labore verwenden bereits FT-IR; für sie ist eine Kopplung mit einem Thermoanalysegerät eine logische Schlussfolgerung. Jedoch ist das FT-IR nicht fähig, homonukleare, zweiatomige Moleküle, wie  $N_2$  und  $O_2$ , zu detektieren. In solchen Fällen ist die Massenspektrometrie die Methode der Wahl – wie auch unter anderen spezifischen Umständen. GC-MS wird oft mit Thermoanalysegeräten wie TG und STA gekoppelt, wenn komplexe Gasmischungen vorliegen, z. B. bei der Zersetzung großer organischer Moleküle.



Aussagekräftige Schlussfolgerungen aus thermoanalytischen Kurven

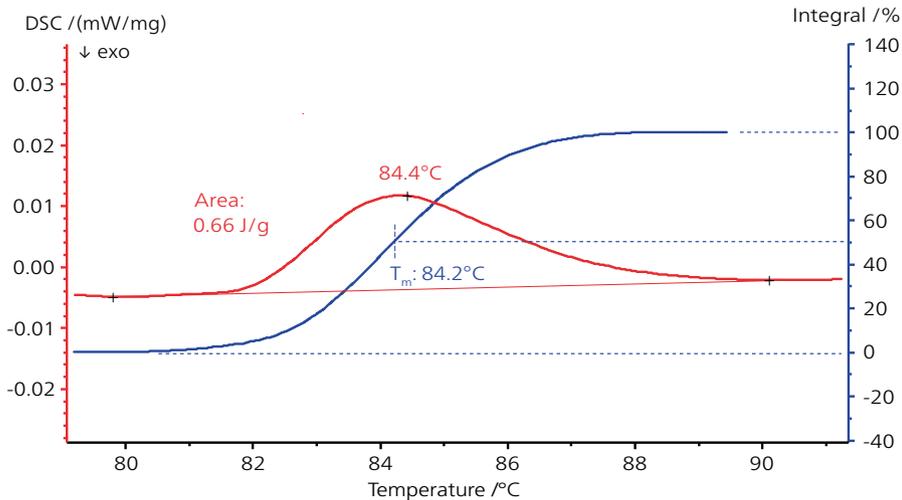
## Polymorphie von Paracetamol



DSC-Messung an Paracetamol (4-Acetaminophenol); Probeneinwaage: 2,6 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizrate: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre

Während des Aufheiz-Abkühlzyklus zeigt diese Probe nur einen DSC-Peak innerhalb der ersten Aufheizung (grün). Die extrapolierte Onsettemperatur (gemäß DIN 51004) bei 169 °C stimmt gut mit dem Schmelzpunkt der kristallinen Form I überein.

Bei der anschließenden Abkühlung findet keine Kristallisation statt (hier nicht dargestellt) – anders in der 2. Aufheizung (blau), hier zeigt sich eine exotherme Nachkristallisation bei 77 °C. Die dabei entstehende Modifikation weist mit ihrer extrapolierten Onsettemperatur <157 °C auf die Form II hin, deren theoretischer Schmelzpunkt bei 156 °C liegt.



DSC-Messung (rot) an einer wässrigen Proteinlösung; Probeneinwaagen: 1,38 mg (Protein)/4,16 mg (Wasser), Drucktiegel aus Edelstahl, Heizrate 5 K/min, Stickstoffatmosphäre; Integral der DSC-Kurve (blau).

## Denaturierung einer doppelsträngigen DNS

Während der thermischen Behandlung von Desoxyribonukleinsäure (DNS) geht die Doppelhelix in isolierte Einzelstränge über. Dieser Übergang wird als endothermer Effekt im DSC-Thermogramm (rot) sichtbar. An der Integralkurve des Wärmefflusses über der Zeit während des Übergangs (blau) kann die Temperatur bestimmt werden, bei der 50 % der spiralförmigen Struktur denaturiert sind. Diese Temperatur ist ein Maß für die Stabilität der Helix und wird auch als Schmelztemperatur (T<sub>m</sub>) der DNS bezeichnet.



# Materialcharakterisierung ...

## Erhalt der Streichfähigkeit eines Lippenpflegestifts über einen weiten Temperaturbereich

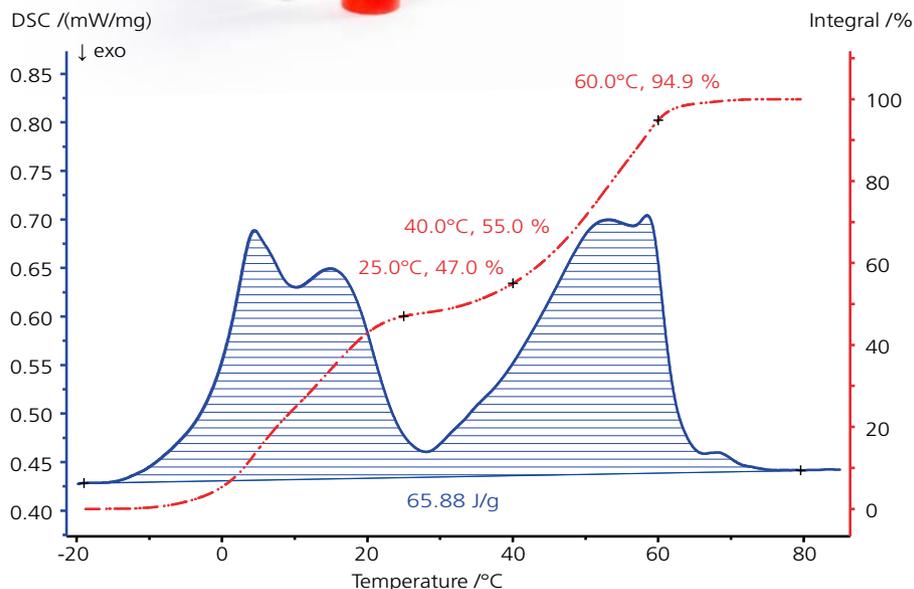
Lippenpflegestifte bestehen in der Regel aus verschiedenen Wachsen oder Fetten sowie kosmetischen Zusatzstoffen. Hier ist das Schmelzverhalten eines handelsüblichen Lippenpflegestifts zwischen -20 °C und 85 °C gezeigt, aufgezeichnet mittels DSC. Es sind insgesamt fünf überlagerte Peaks zu erkennen.

Die Integralkurve (rot) gibt den Schmelzverlauf wieder. Bei 25 °C sind bereits 47 % der Mischung geschmolzen (Flüssiganteil) und 53 % (= 100 % – 47 %) sind noch fest. Somit beträgt der Fest-Flüssig-Anteil im vorliegenden Fall 53 % bei 25 °C, 45 % bei 40 °C und nur 5,1 % bei 60 °C.

Der bereits bei Raumtemperatur geschmolzene Anteil sorgt für Geschmeidigkeit und ein gleichmäßiges Auftragen.



**Untersuchung des Fest-Flüssig-Anteile für perfekte Streichfähigkeit von Lippenpflegestiften**

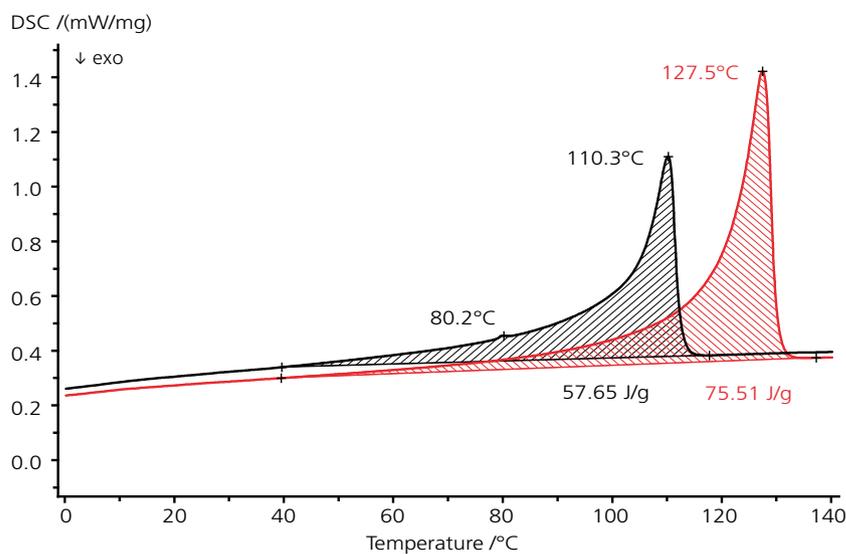


DSC-Messung (blau; Integral der DSC-Kurve, rot) an einem Lippenpflegestift; Probeneinwaage: 9,68 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizrate: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre.

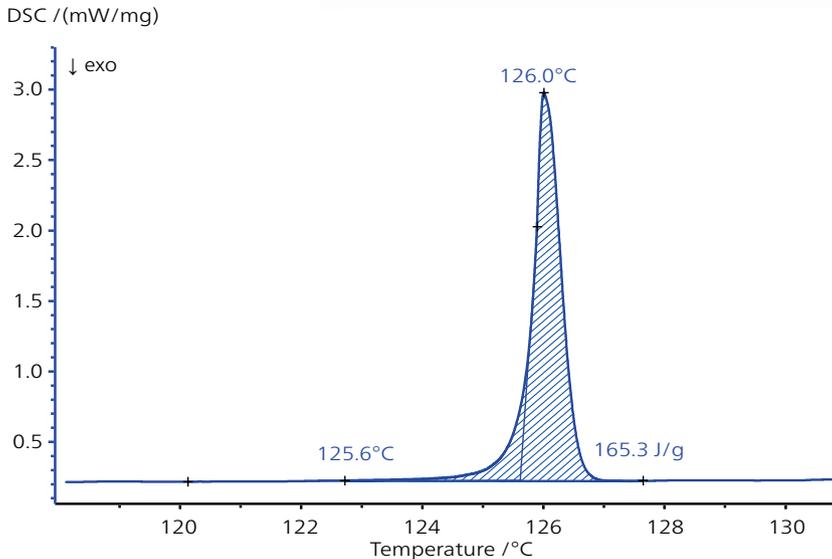
## Charakterisierung von Verpackungsmaterialien für die Qualitätskontrolle

Die Abbildung zeigt die DSC-Profile zweier unterschiedlicher Verbundfolien auf Polyethylen (PE)-Basis. Die Peaktemperaturen der endothermen Schmelzeffekte deuten darauf hin, dass die rote Kurve auf ein PE-HD (High-Density Polyethylen), die schwarze jedoch wahrscheinlich auf ein Polyethylen niedriger Dichte (PE-LD) zurückzuführen ist.

Der kleine Effekt bei 80 °C in der schwarzen Kurve weist auf weitere Additive hin.



DSC-Messungen an zwei Folien auf PE-Basis, jeweils 2. Aufheizung; Probeneinwaagen: 5,08 mg und 5,12 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizrate: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre



DSC-Messung an Nipagin (chemischer Name: 4-Hydroxybenzoesäuremethylester);  
 Probeneinwaage: 2,12 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizrate: 0,7 K/min,  
 Stickstoffatmosphäre

## Reinheit von Nipagin

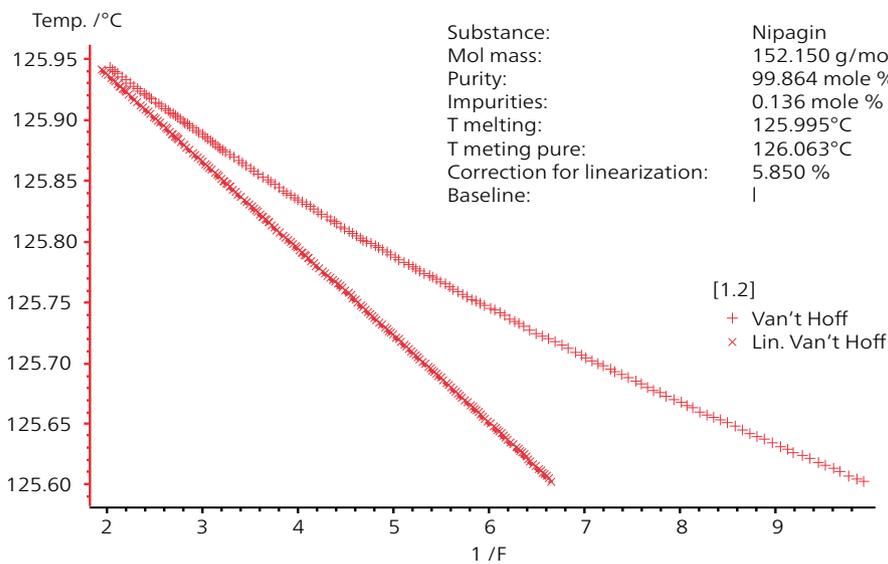
### DSC zur Ermittlung der polymorphen Form

Nipagin oder Methylparaben liegt in unterschiedlichen polymorphen Formen vor. Die hier untersuchte Modifikation weist einen Schmelzpunkt von 126 °C auf und entspricht damit der monoklinen Form I.

### Reinheitsbestimmung

Die eutektische Reinheit einer Substanz kann aus dem Schmelzpeak mittels der Van't-Hoff-Gleichung (ASTM E928) bestimmt werden.

Der Van't-Hoff-Plot zeigt neben der linearisierten auch die nicht-lineare Kurve, die das reale Probenverhalten darstellt. Die Temperatur ist gegen  $1/F$  aufgetragen, dem reziproken Wert des Peakteils, der dem bereits geschmolzenen Anteil des Materials bei einer bestimmten Temperatur entspricht. Die Reinheit kann aus der Steigung der korrigierten linearen Kurve berechnet werden. Bei  $1/F = 0$  wird die theoretische Schmelztemperatur von 100 % reinem Nigapin zu 126,063 °C ermittelt; die Schmelztemperatur der vorliegenden Nipagin-Probe zu 125,995 °C. Die Reinheit errechnet sich zu 99,864 %.



Reinheitsauswertung, basierend auf obiger Messung

Die NETZSCH-Software führt alle Berechnungen selbstständig durch.

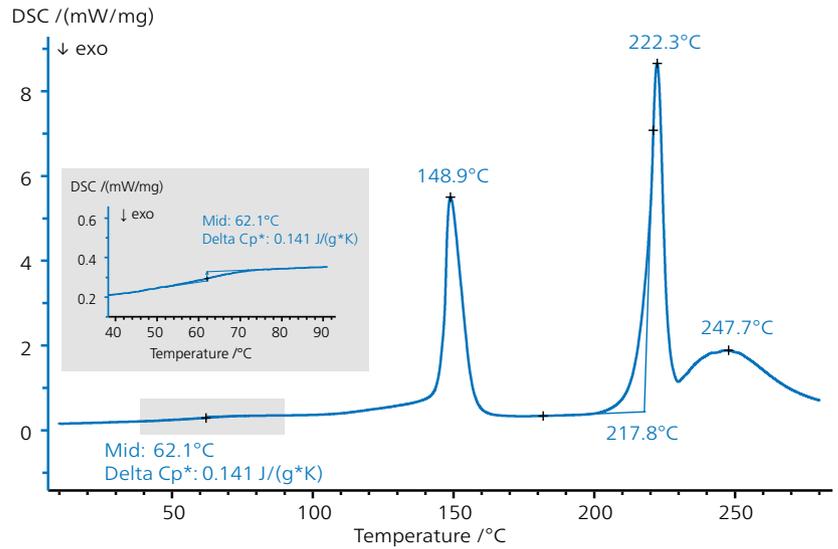
# ... bezüglich Verarbeitung

## Glasübergang von sprühtrockneter Laktose

Laktose (Zweifachzucker, Disaccharid) wird häufig in der Lebensmitteltechnologie oder als Hilfsstoff in pharmazeutischen Produkten eingesetzt. Je nach Produktionsprozess können amorphe Bereiche vorhanden sein. Sie werden als Glasübergänge in der DSC-Kurve erfasst. Hier wurde sprühtrocknetes  $\alpha$ -Laktose-Monohydrat (FlowLac 90) mit einem amorphen Anteil zwischen 10 % und 15 % untersucht.

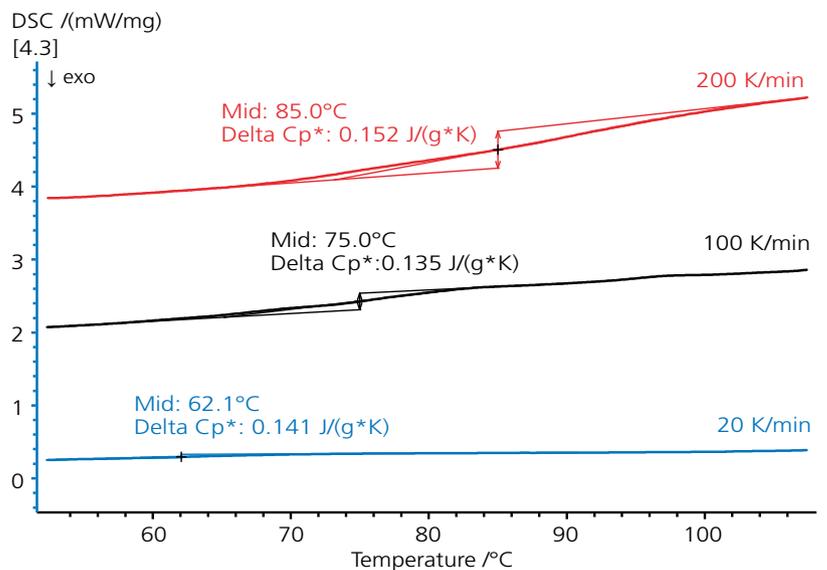
Die obere DSC-Kurve zeigt das thermische Verhalten einschließlich der Entwässerung bei ca. 149 °C (Peaktemperatur) und Schmelzen der wasserfreien  $\alpha$ -Laktose bei 222 °C (Peak). Der relative breite Effekt bei 248 °C (Peaktemperatur) ist oft eine Überlagerung des Schmelzens von  $\beta$ -Laktose mit dem Beginn der Materialzersetzung. Ein kleiner Glasübergang, bezogen auf den amorphen Anteil, tritt bei 64 °C (Midpoint, Inset) auf.

Bei Erhöhung der Heizrate steigt auch die Stufenhöhe des Glasübergangs ( $\Delta C_p$ ) sichtlich an (unterer Plot). Dies vereinfacht die Auswertung. Mit steigender Heizrate werden jedoch auch alle Effekte zu höheren Temperaturen verschoben. Hier verschiebt sich  $T_g$  durch Verzehnfachung der Heizrate von 62.1 °C auf 85 °C (Midpoints).



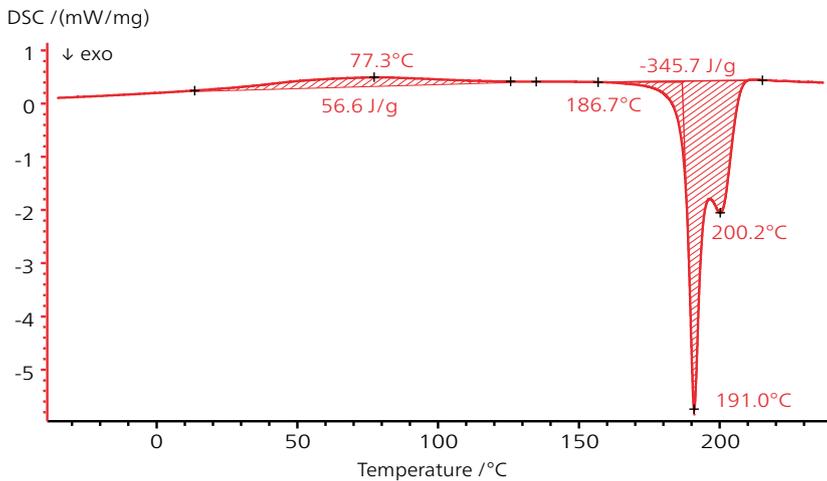
DSC-Messung an  $\alpha$ -Laktose-Monohydrat; Probeneinwaage: 4,5 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizrate: 20 K/min, Stickstoffatmosphäre

**Der amorphe Anteil einer Substanz steht in direktem Zusammenhang mit ihrer Klebrigkeit und Fließfähigkeit, was die Verarbeitung milchpulverhaltiger Produkte beeinflusst.**

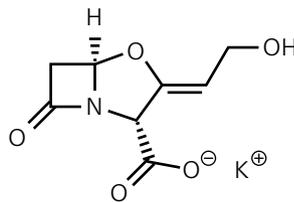


DSC-Messungen an  $\alpha$ -Laktose-Monohydrat; Probeneinwaage: 4,2 mg - 4,7 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizraten: 20 bis 200 K/min, Stickstoffatmosphäre

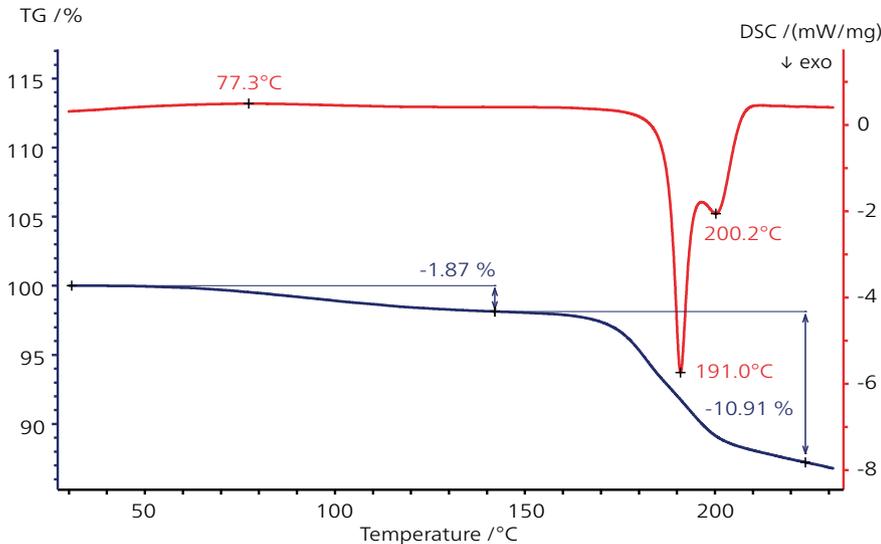
# und Lagerung ...



DSC-Messung an Kaliumclavulanat; Probeneinwaage: 2,3 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizrate: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre



Struktur von Kaliumclavulanat ( $C_8H_8KNO_5$ )



Gemeinsame Darstellung der DSC- (rot) und TG-Ergebnisse (blau) an Kaliumclavulanat; das TG-Experiment wurde unter den gleichen Bedingungen wie der DSC-Test durchgeführt.

## Thermische Stabilität von Kaliumclavulanat

**Hygroskopizität: Eine Herausforderung an die Lagerbeständigkeit**  
Kaliumclavulanat wird als hygroskopisch eingestuft. Daher ist der Zustand des Lieferguts entscheidend für seine Lagerbeständigkeit. Hier dienen sowohl DSC- als auch TG-FT-IR-Messungen zur Ermittlung der Substanzeigenschaften.

### DSC-Messung

Während der Aufheizung in Stickstoffatmosphäre zeigt die DSC-Kurve (obere Abbildung) einen ausgedehnten endothermen Effekt mit Peaktemperatur bei 77 °C und einen exothermen Doppelpeak, der bei 187 °C (extrapolierter Onset) einsetzt.

### TG-FT-IR-Messung

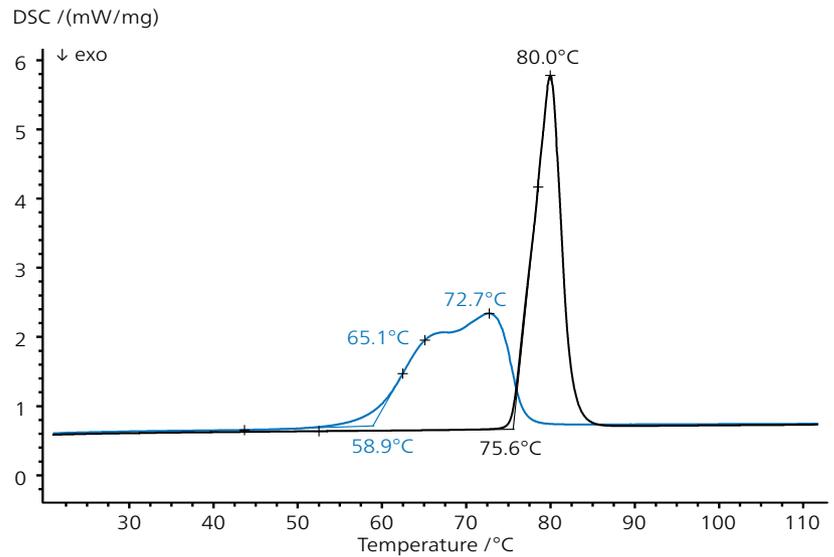
Die in der DSC beobachteten Effekte werden durch die Massenverluste von 1,9 % und nahezu 11 % (untere Abbildung) hervorgerufen. Die Ergebnisse der gekoppelten FT-IR-Messung (hier nicht dargestellt) bestätigen, dass der erste Massenverlust auf die Freisetzung von Wasser und der zweite hauptsächlich auf die Freisetzung von  $CO_2$  zurückzuführen sind. Dies deutet auf einen Zersetzungsbeginn bereits kurz oberhalb von 150 °C hin.

Daraus ergibt sich, dass das vorliegende Kaliumclavulanat einen Wassergehalt von nahezu 2 % (vermutlich Oberflächenwasser) aufweist. Eine Veränderung der Substanz durch warme und trockene Lagerung kann – bedingt durch den frühen Wasserverlust – bereits oberhalb von Raumtemperatur auftreten. Bei höheren Temperaturen zeigt die Substanz nur Zersetzung, jedoch kein Schmelzen.

## Verträglichkeit von Materialien in einer physikalischen Mischung

Hier ist das thermische Verhalten von reinem Ibuprofen (schwarz) mit dem einer Mischung aus Ibuprofen und Magnesiumstearat (Hilfsstoff bei der Tablettenherstellung, blau) verglichen.

Reines Ibuprofen (schwarz) zeigt einen DSC-Peak mit einer extrapolierten Onsettemperatur bei ca. 76 °C. Besteht Verträglichkeit (Kompatibilität), sollten für die Mischung (blaue Kurve) zwei Peaks detektiert werden: ein Peak für den Wirkstoff und ein weiterer Peak für den Hilfsstoff. Stattdessen entsteht ein Doppelpack (65 °C und 73 °C), der auf eine Wechselwirkung zwischen beiden Substanzen schließen lässt.



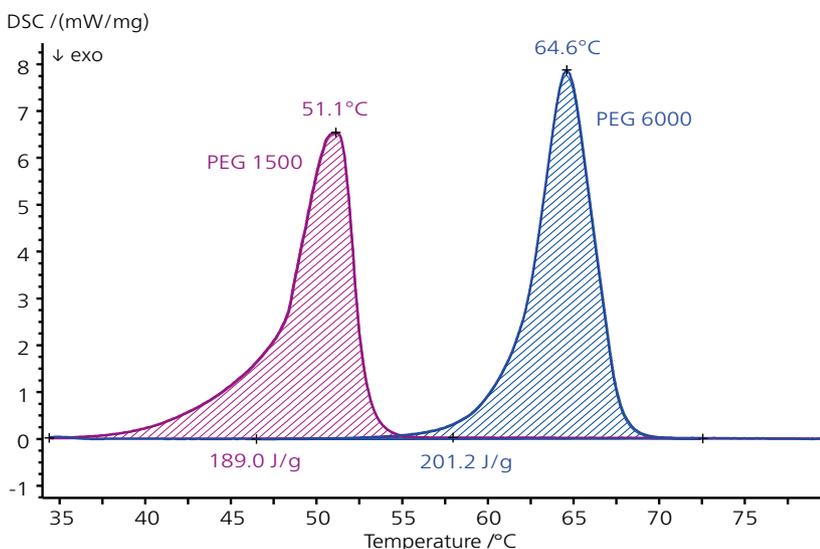
DSC-Messung an Ibuprofen und einer Mischung aus Ibuprofen und Magnesiumstearat im Verhältnis 90:10; Probeneinwaagen: 5,36 und 5,17 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizrate: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre; bis 200 °C sind keine weiteren Effekte sichtbar.

## Identifizieren von Substanzen über ihre Schmelzbereiche

Polyethylenglykol, PEG, bezeichnet eine Gruppe von wasserlöslichen Polymeren unterschiedlicher Kettenlängen. Sie werden beispielsweise als Emulgatoren in Cremes und Salben eingesetzt.

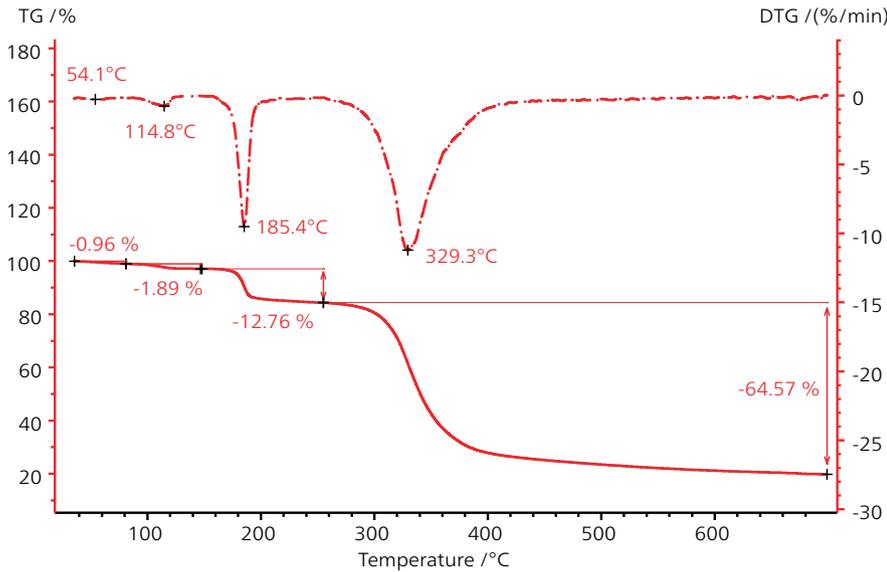
Die hinzugefügte Zahl repräsentiert die durchschnittliche Molmasse des Polymers und steht mit seinem Schmelzbereich in Beziehung. PEGs mit mittleren Molmassen von mehr als 1000 sind Festkörper mit wachsartigem Aussehen.

Die DSC ermöglicht eine mühelose Unterscheidung der einzelnen PEG-Typen anhand ihres Schmelzverhaltens.



DSC-Messungen an Polyethylenglykol 1500 und 6000; Probeneinwaagen: 2,13 mg und 1,22 mg, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, Heizraten: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre

# ... und mehr

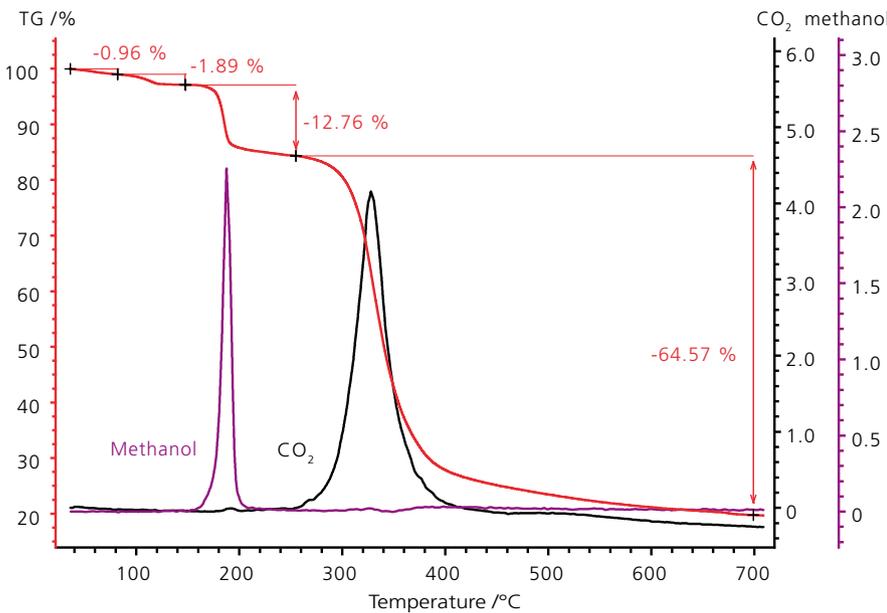


TG-Messung an Aspartam; Probeneinwaage: 7,46 mg, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegel, Heizrate: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre

## Warum verliert Aspartam seine Süßkraft während der Aufheizung?

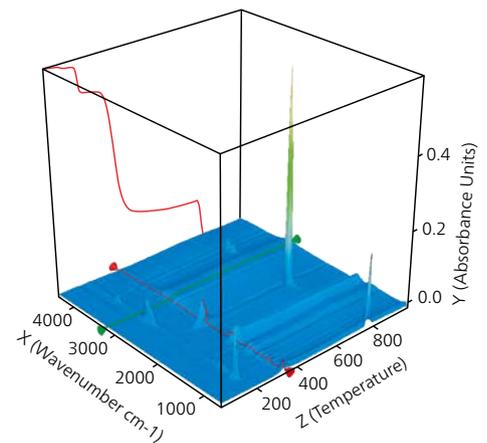
Aspartam eignet sich nicht zum Backen und Kochen, weil es bereits unterhalb von 250 °C zerfällt.

Abgeleitet vom zugehörigen TG-FT-IR-Experiment ergibt sich eine zweistufige Massenänderung bei 54 °C und 115 °C (DTG-Peaks), verursacht durch die Freisetzung von Oberflächenwasser (1. Stufe und Dehydratisierung. Die Massenstufe von 12,8 % bei 185 °C (DTG-Peak) ist mit der Freisetzung von Methanol verbunden (siehe untere Abbildung) und entspricht dem Zersetzungsbeginn des Süßstoffes. Im darauffolgenden Schritt kommt u.a. CO<sub>2</sub> hinzu, was auf eine fortschreitende Zersetzung hinweist.



Darstellung der TG-Kurve (rot) und dem entsprechenden zeitabhängigen Verlauf der Absorptionsintensitäten für Methanol und CO<sub>2</sub> (beispielhaft für die FT-IR-Ergebnisse).

Durch Vergleich der TG-Kurven mit dem jeweiligen zeitlichen/ temperaturabhängigen Verlauf der Absorptionsintensitäten ist sofort erkennbar, welches Gas während welcher Massenänderung freigesetzt wird.



3D-Darstellung aller gemessenen FT-IR-Spektren, inkl. TG-Kurve und TG-Probentemperatur



# Die NETZSCH Nevio-Serie

## *EIN NEUES KONZEPT FÜR BEISPIELLOSE BENUTZERFREUNDLICHKEIT*

Sie führen Untersuchungen in den Bereichen Pharmazie, Kosmetika oder Lebensmittel durch? Dann ist Ihre erste Wahl die neue NETZSCH Nevio-Geräteserie.



### **TG 209 F3 Nevio**

Das Arbeitstier für Qualitätssicherung und Prozessoptimierung

- Robust und extrem zuverlässig
- Auswahl an Probenträgern für höchste Flexibilität
- Gasdichtes Design
- Zahlreiche Optionen:
  - Aufzeichnung kalorischer Effekte
  - Großes Filtersystem zum Auffangen von Zersetzungsprodukten
  - Hoher Probendurchsatz dank automatischem Probenwechsler mit bis zu 20 Positionen

### **DSC 214 Nevio**

Wärmefluss-DSC mit den schnellsten Aufheiz- und Abkühlraten auf dem Markt

- Platzsparendes Design
- Perfekt aufeinander abgestimmtes Sensor-/Tiegelkonzept für ausgezeichnete Reproduzierbarkeit
- Hoher Probendurchsatz durch automatischen Probenwechsler mit bis zu 20 Positionen



**Made in Germany**

*NETZSCH – MEHR ALS 60 JAHRE ERFAHRUNG IN DER  
HERSTELLUNG HOCHKLASSIGER THERMOANALYSEGERÄTE.*

	TG 209 F3 Nevio	DSC 214 Nevio
Temperaturbereich (max.)	RT bis 1000 °C	-170 °C bis 600 °C
Heiz-/Kühlrate (max.)	100 K/min / 200 K/min	500 K/min
Messbereich/Wägebereich (max.)	2000 mg*	± 750 mW
Enthalpiegenauigkeit	n/a	± 1 %**
TG-Auflösung	0,1 µg	n/a
Indium-Höhen-zu-Breiten-Verhältnis (engl. Indium Response Ratio)	n/a	> 100
Austauschbare Sensoren	Ja	n/a
Kühloptionen	n/a	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Luftkühlung: RT bis 600 °C</li> <li>▪ Druckluft: &lt; 0 °C bis 600 °C</li> <li>▪ Intracooler: -70 °C bis 600 °C</li> <li>▪ Flüssigstickstoff: -170 °C bis 600 °C</li> </ul>
Gasatmosphären	Inert, oxidierend, statisch und dynamisch	Inert, oxidierende, statisch und dynamisch
Massendurchflussregler (MFC) für Spül-/Schutzgas	Optional (3; 0 bis 250 ml/min)	Integriert (3; 0 bis 250 ml/min)
Regulierung des Gasflusses	Mit MFCs: Software-gesteuert	Software-gesteuert
Automatischer Probenwechsler (ASC)	Option	Option
Software	ab Proteus® 8	ab Proteus® 8
Proteus®-Software, einschließlich	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ SmartMode</li> <li>▪ ExpertMode</li> <li>▪ AutoCalibration</li> <li>▪ c-DTA®</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ SmartMode</li> <li>▪ ExpertMode</li> <li>▪ AutoCalibration</li> <li>▪ (Advanced) BeFlat®</li> <li>▪ AutoEvaluation</li> <li>▪ Identify</li> </ul>
Software-Erweiterungen (Option)	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ AutoEvaluation</li> <li>▪ Temperaturmodulation</li> <li>▪ Proteus® Protect</li> <li>▪ Identify</li> <li>▪ Peak Separation</li> <li>▪ Kinetics Neo</li> <li>▪ Thermal Simulations</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>▪ Temperaturmodulation</li> <li>▪ Spezifische Wärmekapazität (c<sub>p</sub>)</li> <li>▪ Proteus® Protect</li> <li>▪ Reinheitsbestimmung (Purity)</li> <li>▪ Peak Separation</li> <li>▪ Kinetics Neo</li> <li>▪ Thermal Simulations</li> </ul>
Abmessungen (B x H x T) – inkl. ASC, ohne physikalische Anschlüsse	575 mm x 460 mm x 560 mm	350 mm x 445 mm x 560 mm

\* abzüglich Probengewicht

\*\* für Indium

## Technische Eckdaten

# NETZSCH Nevio-Serie – Alles, was



## TG 209 *F1* Nevio

Hochqualitative Ultra-Mikrowaage für Forschung & Entwicklung

- Vakuumdicht
- Korrosionsbeständiger Keramik-Ofen
- Aufzeichnung kalorischer Effekte (*c-DTA*®)
- Großes Filtersystem zum direkten Auffangen von Zersetzungsprodukten
- Vorkonfiguriert für die Kopplung an Gasanalysensysteme (FT-IR, MS oder GC-MS)
- Hoher Probendurchsatz für den Betrieb über Nacht oder über das Wochenende – automatischer Probenwechsler für bis zu 192 Proben, inkl. Anstechvorrichtung (Option)

## DSC 204 *F1* Nevio

Premium-Wärmestrom-Kalorimeter

- Austauschbare Sensoren, optimiert für unterschiedliche Applikationen
- Extrem effizient – automatischer Probenwechsler für bis zu 192 Proben und automatische Anstechvorrichtung (Option)
- Unübertroffenes Indium-Höhen-zu-Breiten-Verhältnis (engl. Indium-Response-Ratio, hervorragende Empfindlichkeit bei gleichzeitig hoher Auflösung)



## STA 449 *F3* Nevio

Speziell für anspruchsvolle Aufgaben

- Modularer Aufbau, anpassbar an unterschiedlichste Erfordernisse, z. B. für Messungen unter relativer Feuchte
- Vakuumdicht
- Vorkonfiguriert für die Kopplung an Gasanalysensysteme (FT-IR, MS oder GC-MS)
- Automatisches Abarbeiten von Messserien mit automatischem Probenwechsler mit bis zu 20 Positionen

# Sie benötigen, in einem Paket

	TG 209 F1 Nevio	DSC 204 F1 Nevio	STA 449 F3 Nevio
Temperaturbereich	(10 °C) ... RT bis 1100 °C	-180 °C bis 700 °C	-150 °C bis 1000 °C <sup>3)</sup>
Max. Heiz- und Kühlrate	200 K/min	200 K/min	50 K/min
Wäge-/Messbereich (max.)	2000 mg <sup>1)</sup>	± 750 mW	35000 mg <sup>1)</sup> / ± 250 mW <sup>4)</sup>
Enthalpiegenauigkeit	n/a	< 1 % <sup>2)</sup>	± 1 ... 3 %
TG-Auflösung	0,1 µg	n/a	0,1 µg
Indium-Höhen-zu-Breiten-Verhältnis (engl. Indium Response Ratio)	n/a	> 160 mW/K <sup>5)</sup>	> 85 mW/K <sup>2)6)</sup>
Sensoren	Wechselbar	Austauschbar	Wechselbar
Kühloptionen	n/a	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Luftkühlung bis 700 °C</li> <li>■ Druckluft: &lt; 0 °C bis 700 °C</li> <li>■ Intracooler: -85 °C bis 600 °C</li> <li>■ Flüssigstickstoff: -180 °C bis 700 °C</li> </ul>	<ul style="list-style-type: none"> <li>■ Druckluft: &lt; 0 °C bis 1000 °C<sup>3)</sup></li> <li>■ Flüssigstickstoff: -150 °C bis 1000 °C<sup>3)</sup></li> </ul>
Gasatmosphären	Inert, oxidierend, statisch und dynamisch	Inert, oxidierend, statisch und dynamisch	Inert, oxid., reduz. (Formiergas), Feuchte, Vakuum, stat., dynam.
Design	Vakuumdicht	Gasdicht	Vakuumdicht
Regulierung des Gasflusses	3, integriert (0 bis 250 ml/min)	3, integriert (0 bis 250 ml/min)	Option (3; 0 bis 250 ml/min)
Automatischer Probenwechsler (ASC, Option)	192 Positionen	192 Positionen	20 Positionen
Proteus®-Software, einschließlich	SmartMode, ExpertMode, AutoCalibration, BeFlat®, c-DTA®, AutoEvaluation, Identify	SmartMode, ExpertMode, AutoCalibration, BeFlat®, spez. Wärmekapazität, AutoEvaluation, Identify	c-DTA®, AutoEvaluation, Identify
Software-Erweiterungen (Option)	Temperaturmodulation, Proteus® Protect, Peak Separation, Kinetics Neo, Thermal Simulations	Temperaturmodulation, Proteus® Protect, Peak Separation, Kinetics Neo, Thermal Simulations	Temperaturmodulation, Proteus® Protect, Peak Separation, Kinetics Neo, Thermal Simulations

<sup>1)</sup> abzüglich Tiegelgewicht

<sup>2)</sup> für Indium

<sup>3)</sup> optimierter Temperaturbereich für Pharmazie, Kosmetik und Lebensmittel, ofenabhängig, gesamter Temperaturbereich: -150 °C bis 2400 °C

<sup>4)</sup> für Typ E-Thermoelement

<sup>5)</sup> Verwendung der Gleichung, B. Wunderlich, Thermal Analysis of Polymeric Materials, Springer (2005), S. 346

<sup>6)</sup> in Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegeln

## Technische Eckdaten

# EMISSIONSGASANALYSE

## *Beleuchtet die Vorgänge hinter Massenverlusten*

Die Kopplung eines Gasanalysesystems an die TG 209 **F1 Nevio** oder die STA 449 **F3 Nevio** ermöglicht einen tieferen Einblick in das Materialverhalten und erleichtert die Identifizierung und Quantifizierung der freigesetzten Gase.

Folgende Kopplungsmöglichkeiten stehen zur Verfügung:

	PERSEUS® FT-IR <sup>2)</sup>	Aeolos® Quadro MS <sup>3)</sup>	FT-IR <sup>3)</sup>	GC-MS <sup>3)</sup>	PERSEUS® <sup>2)</sup> FT-IR + MS	PERSEUS® <sup>2)</sup> FT-IR + GC-MS	FT-IR <sup>3)</sup>
TG 209 <b>F1 Nevio</b> bis 1100 °C	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓
STA 449 <b>F3 Nevio</b> bis 1000 °C <sup>1)</sup>	✓	✓	✓	✓	✓	✓	✓

<sup>1)</sup> je nach gewähltem Ofen

<sup>2)</sup> PERSEUS® entspricht einer direkten Kopplung, ohne Transferleitung

<sup>3)</sup> MS über Kapillare bzw. FT-IR über Kapillare

Jede dieser Gerätekombinationen kann zusätzlich mit einem automatischen Probenwechsler (ASC) ausgestattet werden. Auch in diesem Fall kann das Thermoanalysegerät und der Gasanalysator mit der *Proteus*®-Software gesteuert werden.



FT-IR (Bruker INVENIO mit externer Gaszelle) und MS (QMS 403 Aeolos® Quadro), simultan gekoppelt an die TG 209 **F1 Nevio**



GC-MS gekoppelt an eine STA 449 **F3** Nevio

## 50 % weniger Stellfläche mit der PERSEUS®- FT-IR-Kopplung

### Optimaler Schutz der Waage durch oberhalbige Anordnung der NETZSCH-TGs

Warme Gase haben die Tendenz aufzusteigen. Dieser Kamineffekt bewirkt bei oberhalbigen Waagen, dass das von unten nach oben geführte Spülgas die von der Probe freigesetzten Gase zum Gasauslass am oberen Ofenteil transportiert. Dadurch verringert sich das Kontaminationsrisiko der unterhalb der Probe angeordneten Waage. Eine oberhalbige Anordnung der Waage ist somit ideal zur Kopplung an Emissionsgasanalysatoren.

### Reine Inertgasatmosphäre für die Emissionsgasanalyse (EGA)

Zur Detektion minimaler Konzentrationen der in der Gasphase freigesetzten Produkte muss der Untergrund in einem Gasanalyse-System, insbesondere für  $H_2O$  und  $CO_2$  aus der Umgebung, so gering wie möglich sein. Zusätzlich sind Massenspektrometer, die als GC-Detektoren eingesetzt werden, sehr empfindlich gegenüber größeren Mengen an Restsauerstoff. Voraussetzung für die erfolgreiche Gasanalytik ist daher die Vakuumdichtigkeit oder zumindest die Gasdichtigkeit, wie sie bei jedem NETZSCH-TG/STA-Gerät gegeben ist.



# Proteus®-Software

## Eine neue Dimension von Effizienz

Das NETZSCH-*Proteus*®-Softwarepaket bietet weit mehr als eine herkömmliche Software zur Steuerung der Geräte und Auswertung von Messdaten. Sie ist intuitiv und einfach zu bedienen (besonders bei Anwendung der Benutzeroberfläche *SmartMode*), sie unterstützt den Anwender mit einer Vielzahl von intelligenten und nützlichen Features (z. B. die einzigartige *AutoEvaluation*) und sie beinhaltet ein Expertensystem, das sogenannte *Identify* (siehe Seite 20).

### *Proteus*®-Software – All-in-One

Die Philosophie hinter der *Proteus*®-Software ist es, alles Notwendige für die Durchführung und Auswertung der Messungen in einem Paket anzubieten. Die einzigen Funktionalitäten, die nicht Teil des Basispakets sind, sind spezielle, optionale Features wie z. B.  $c_p$ -Bestimmung oder *Proteus*® *Protect* (Seite 19).

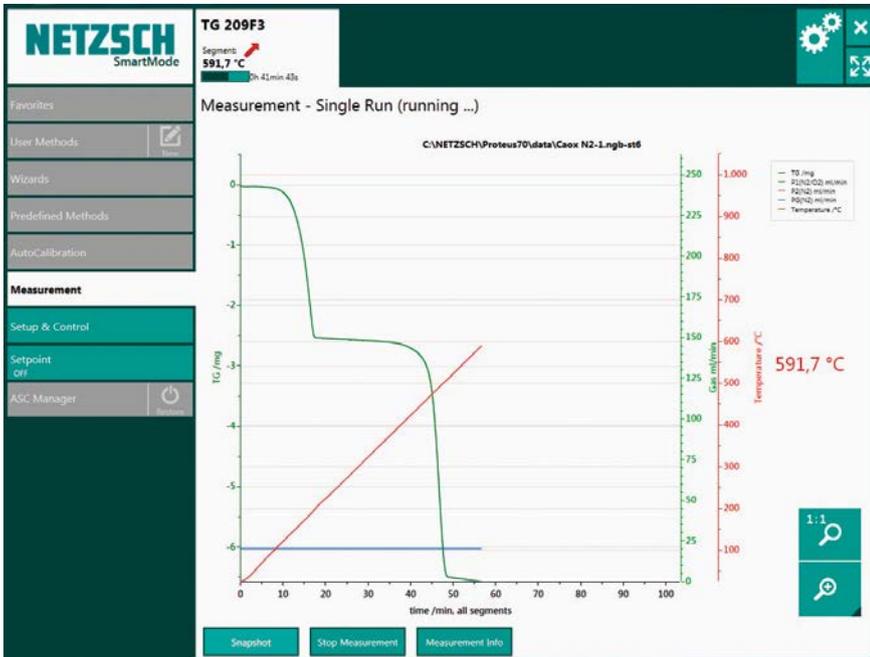
### Geräteunabhängige Methoden

*Proteus*® basiert auf Messmethoden, die beides können: das definierte Temperaturprogramm verarbeiten und – falls gewünscht – die aufgezeichneten Kurven auswerten. Die Methoden können für alle Geräte des gleichen Typs (z. B. DSC 204 **F1** *Nevio* und DSC 214 *Nevio*) und vergleichbarer Konfiguration in einem Labor verwendet werden.

### *SmartMode* und *ExpertMode*

Zwei Benutzeroberflächen stehen zur Wahl für DSC- und TG-Geräte: der vereinfachende *SmartMode* (Seite 19 oben) – besonders vorteilhaft in Zusammenhang mit einem Touch-Monitor – und der *ExpertMode* mit seiner klassischen Benutzeroberfläche. Der Anwender kann zwischen den beiden Darstellungen frei wählen – auch bei angeschlossenem ASC.

	DSC 204 <b>F1</b> <i>Nevio</i>	DSC 214 <i>Nevio</i>	TG 209 <b>F1</b> <i>Nevio</i>	TG 209 <b>F3</b> <i>Nevio</i>
<i>SmartMode</i>	✓	✓	✓	✓
<i>ExpertMode</i>	✓	✓	✓	✓
<i>AutoCalibration</i>	✓	✓	✓	✓
(Advanced) <i>BeFlat</i> ®	✓	✓	✓	n/a
<i>c-DTA</i> ®	n/a	n/a	✓	✓
<i>AutoEvaluation</i>	✓	✓	✓	✓
Temperaturmodulation	Option	Option	Option	Option
Spezifische Wärmekapazität ( $c_p$ )	✓	Option	n/a	n/a
<i>Proteus</i> ® <i>Protect</i>	Option	Option	Option	Option
<i>Purity Determination</i>	Option	Option	n/a	n/a
<i>Identify</i>	✓	✓	✓	Option



SmartMode – man muss kein Experte sein, um eine TG-Messung zu starten!

Proteus® Protect erfüllt die Anforderungen von 21 CFR Part 11

## Proteus® Protect – Immer auf der sicheren Seite



Proteus® mit Proteus Protect gewährleistet Datenintegrität auf höchstem Niveau und entspricht den Anforderungen von 21 CFR Part 11 oder EU Annex 11.

- Messdaten können nicht verändert werden.
- Jede Aktion wird in einem Audit Trail dokumentiert, der ausgedruckt und exportiert werden kann.
- Aus Datenschutzgründen haben nur autorisierte Personen Zugang zu diesem Audit Trail.
- Benutzermanagement für die Vergabe von Berechtigungen an Anwender.
- Passwortverwaltung für eine effektive Zugangskontrolle.
- Watchdog-Funktion, die den Benutzer nach einer definierten Zeit der Inaktivität automatisch abmeldet.
- Unterschrift-Modul zur Sicherstellung, dass nur genehmigte Kalibrierungen oder Methoden als Grundlage für neue Messungen verwendet und nur genehmigte Auswertungen veröffentlicht werden.

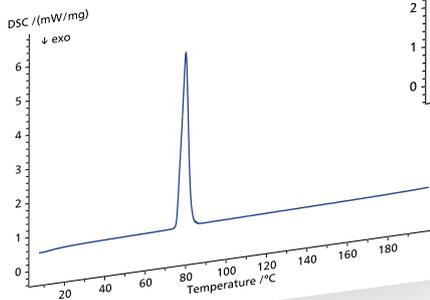
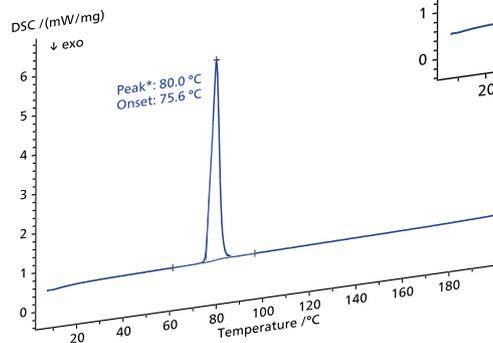
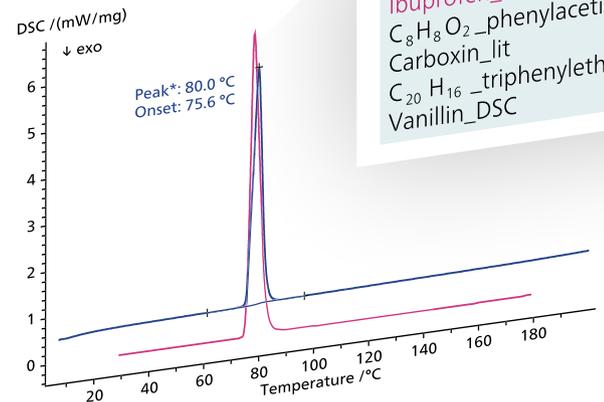
# Proteus®

DIE EINZIGE SOFTWARE,  
DIE SIE AKTIV BEI IHRER  
TÄGLICHEN ARBEIT  
UNTERSTÜTZT!

## Results

Database Entry

Ibuprofen\_DSC  
C8H8O2\_phenylacetic\_acid  
Carboxin\_lit  
C20H16\_triphenylethene\_li  
Vanillin\_DSC



Measurement curve  
of unknown material

AutoEvaluation  
of measurement

Identify of auto-evaluated  
measurement

### AutoEvaluation – Die erste selbst-tätige Auswerterroutine

Die einzigartige *AutoEvaluation*-Funktion erkennt thermische Effekte – d. h. Peaks oder Massenänderungen – und wertet diese ohne Zutun des Anwenders aus. Intelligente Algorithmen sind in der Lage, DSC- und TG-Daten vollautomatisch auszuwerten und damit völlig objektive Ergebnisse zu erzeugen.

Erfahrene Anwender können diese Ergebnisse als zweite Meinung heranziehen. Der Bediener hat jederzeit die volle Kontrolle und kann – falls gewünscht – Werte neu berechnen oder manuelle Auswertungen durchführen.

### Identify – Das Kurvenerkennungs- und Datenbanksystem

*Identify* markiert einen echten Wendepunkt im Bereich der thermischen Analyse. Dieses Softwarepaket ermöglicht die Identifizierung und Klassifizierung von Materialien durch Datenbankabgleich mit nur einem Klick.

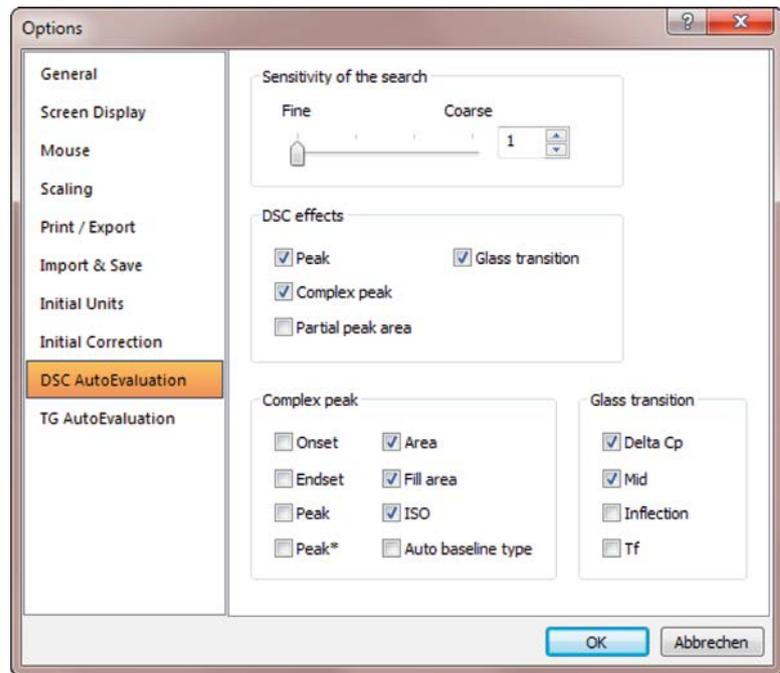
Bei DSC- und TG-Kurven ist der Vergleich **effektbasiert**, was eine schnelle und effiziente Auswertung ermöglicht. Das Ergebnis ist eine Trefferliste (s.o. unter Results).

Neben Eins-zu-Eins-Vergleichen mit individuellen Kurven oder Literaturdaten kann auch geprüft werden, ob eine bestimmte Kurve zu einer bestimmten Klasse gehört. Diese Klassen können aus Datensätzen für unterschiedliche Typen desselben Materials oder aus Referenzkurven für die Pass/Fail-Prüfung im Rahmen der Qualitätskontrolle bestehen.

Sowohl die Bibliotheken als auch die Klassen sind unbeschränkt und können einfach vom Anwender mit eigenen Experimenten und Kenntnissen erweitert werden. Die von NETZSCH gelieferten Bibliotheken beinhalten mehr als 1.200 Einträge zu verschiedenen Anwendungsgebieten einschl. Pharmazeutika und Organika.

Similarity

97.69 %  
95.05 %  
82.20 %  
71.09 %  
67.83 %



## WEITERE HILFREICHE SOFTWARE-EIGENSCHAFTEN



### Kundenspezifische Anpassung mittels *AutoEvaluation*

Für maximalen Komfort kann jeder Anwender individuell festlegen, welche Werte bei Anwendung von *AutoEvaluation* angezeigt werden sollen. Die resultierende Grafik kann an die Bedürfnisse eines jeden Benutzers angepasst werden.

### *SuperPosition* von Kurven

Dieses Simulationstool eignet sich besonders für die Qualitätskontrolle oder bei Studien zur Deformierung. Es berechnet Überlagerungskurven, die sich aus DSC- oder TG-Kurven der Einzelkomponenten additiv zusammensetzen. Dies ermöglicht die Simulation des thermischen Verhaltens verträglicher physikalischer Mischungen (Kompatibilität).

Für die Berechnung mit *SuperPosition* kann der Anwender die Massenanteile der einzelnen Komponenten (in %) frei wählen.

### Kurvenmittelung auf Basis von absoluten oder relativen Werten

Die Mittelung der absoluten Werte (mW oder  $\Delta m$  in mg) berücksichtigt die Probenmasse, die den Messkurven zugrundeliegen. Die Mittelung der relativen Werte (mW/mg oder  $\Delta m$  in %) verwendet nur die Anzahl der Messungen.



Der Name NETZSCH steht weltweit für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service – vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Applikation, Technischer Service und Beratung freuen sich darauf, Ihre Fragen im direkten Gespräch zu beantworten.

In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Gerätes auszuschöpfen.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser sachverständiges Serviceteam während des gesamten Zyklus' Ihres Analysegerätes.

**IQ/OQ**

### Aufstellung und Inbetriebnahme, Gerätequalifizierung

Wir nehmen Ihr Analysegerät in Betrieb, führen eine komplette Konfiguration und Parametrisierung durch und geben Ihren Mitarbeitern eine umfassende Grundeinweisung. Gerne führen unsere Serviceingenieure die Installations- (IQ) und Funktionsqualifizierung (OQ) auf der Basis von USP <1085> oder GAMP 5 vor Ort durch, um eine ordnungsgemäße Installation und einen reibungslosen Betrieb zu gewährleisten. Bei Bedarf unterstützen unsere Ingenieure den Anwender auch bei der Leistungsqualifizierung (PQ).

### Kalibrierservice

Neben einer Vor-Ort-Kalibrierung im Anschluss an die Installation eines Neugerätes gehören regelmäßige Rekalibrierungen zu unserem Servicespektrum.

... und vieles mehr

IMMER  
AN IHRER  
SEITE –  
WO IMMER  
SIE SIND



# Unsere Kompetenz in Applikationen

Die Applikationslabore von NETZSCH Analysieren & Prüfen sind ein kompetenter Partner bei annähernd allen Fragestellungen in der thermischen Analyse. Das beinhaltet sorgfältigste Probenvorbereitung sowie die Prüfung und Interpretation Ihrer Messergebnisse. Unsere unterschiedlichen Messverfahren und Messstationen entsprechen dem neuesten Stand der Technik. Auch für spezielle Fragestellungen haben wir Lösungen parat.

Im Rahmen der thermischen Analyse und der Messung thermophysikalischer Eigenschaften bieten wir Ihnen ein umfassendes Programm verschiedenster Analyseverfahren zur Charakterisierung von Werkstoffen.

Standorte der NETZSCH-Applikationslabors:

- Deutschland (Selb — Hauptsitz)
- USA (Burlington, MA)
- China (Shanghai)

Demonstrationsmessungen werden jedoch auch an anderen Standorten rund um den Erdball angeboten. Für Einzelheiten wenden Sie sich bitte an Ihren NETZSCH-Vertreter.

## TECHNISCHER SERVICE



Wartung und Reparatur



Software-Updates



Austausch-service



IQ/OQ-Geräte-qualifikationen



Kalibrier-service



Ersatzteil-service



Umzugs-service

## SCHULUNG



Schulung



Umfangreiche Geräte- und Methodenschulungen

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

**NETZSCH**<sup>®</sup>

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