

# NETZSCH

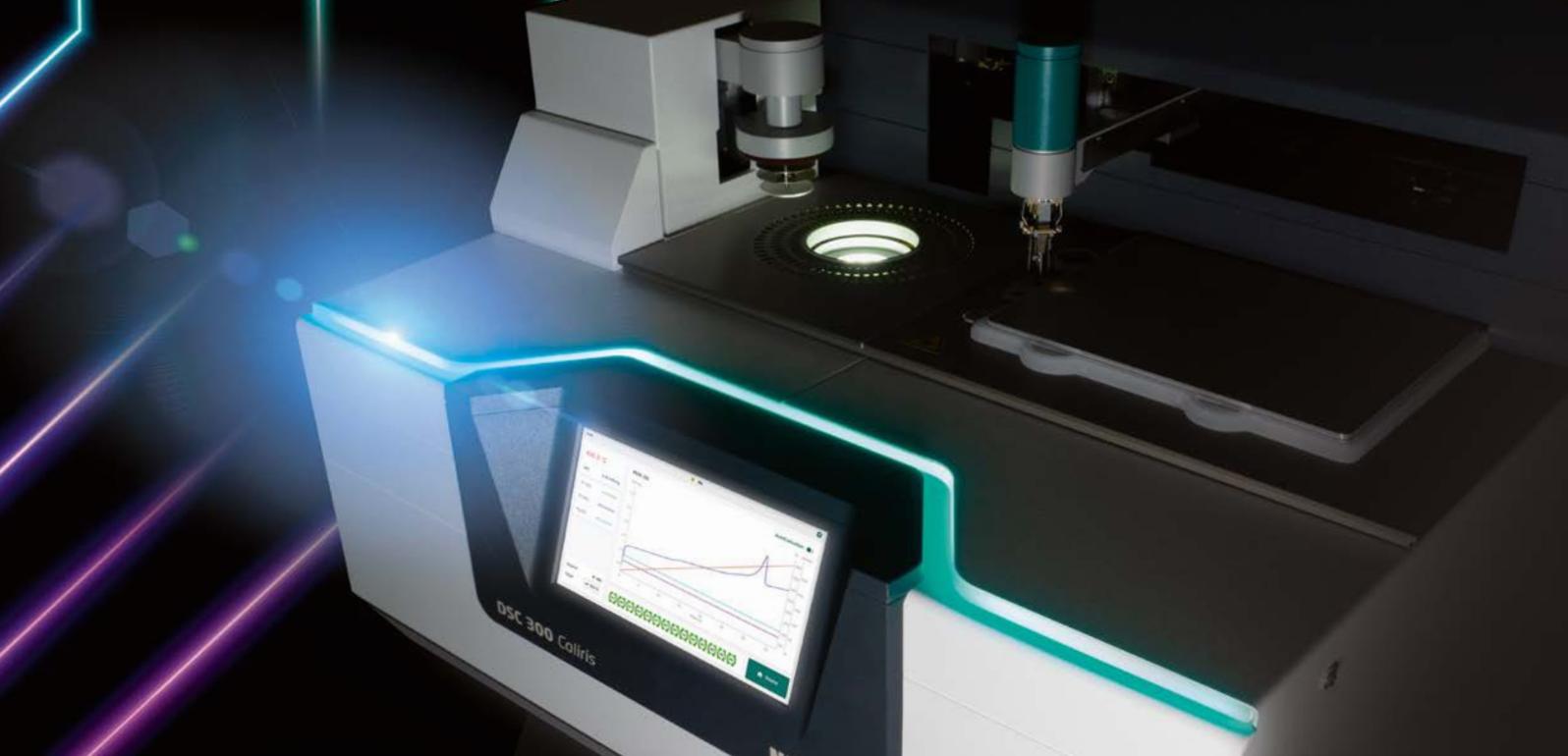
Proven Excellence.



## Dynamische Differenzkalorimetrie – DSC 300 Caliris® Supreme und Select

Methode, Technik, Applikationen

Analyzing & Testing



# DSC 300 Caliris<sup>®</sup> Supreme und Select

Informationen über das Materialverhalten unter sich ändernden Temperaturen und unterschiedlichen Atmosphären sind wichtig – unabhängig davon, ob Sie in Forschung & Entwicklung, Qualitätskontrolle, Auftragsmessungen oder im Bereich Materialcharakterisierung für definierte Applikationen arbeiten.

## Die DSC 300 Caliris<sup>®</sup> unterstützt Sie bei:

- Identifizierung von Materialien
- Prozessoptimierung
- Qualitätskontrolle
- Erstellung von Phasendiagrammen
- Kinetischer Analyse
- Kompatibilitätsstudien
- Schadensanalyse

## Typische DSC-Ergebnisse

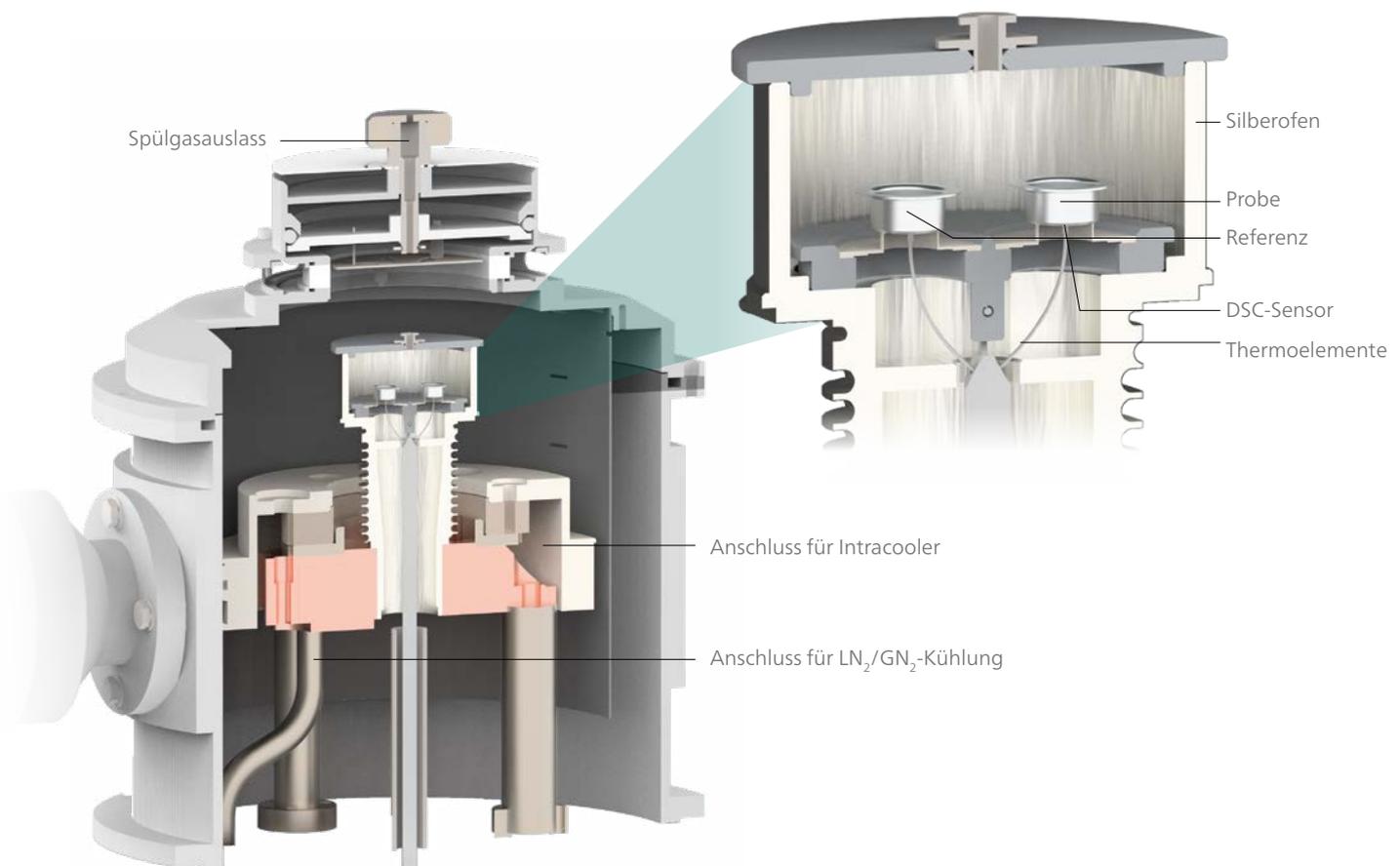
- Schmelztemperatur und -enthalpie
- Kristallisationstemperatur und -enthalpie
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergang
- Spezifische Wärmekapazität
- Fest-flüssig-Verhältnis (solid-fat content)
- Phasenumwandlungen (fest-fest, fest-flüssig, flüssig-kristallin, polymorph)
- Aushärtung, Aushärtegrad
- Oxidationsstabilität
- Alterung
- Reinheit
- Zersetzungsbeginn

*Die DSC 300 Caliris<sup>®</sup> ist die umfangreichste, zuverlässigste und vielseitigste DSC für die Materialcharakterisierung auf dem Markt!*

# DYNAMISCHE DIFFERENZ-KALORIMETRIE (DSC) – *die am häufigsten angewandte thermoanalytische Methode*

Basierend auf DIN EN ISO 11357 ist die Wärmestrom-DSC eine Technik, in der der Unterschied zwischen dem Wärmestrom in einen Probentiegel und dem in einen Referenztiegel in Abhängigkeit von der Temperatur und/oder Zeit gemessen wird. Während einer solchen Messung sind Probe und Referenz demselben kontrollierten Temperaturprogramm und einer definierten Atmosphäre ausgesetzt.

Die DSC 300 *Caliris*® arbeitet gemäß aller relevanten DSC-Normen wie ASTM E793, ASTM E967, ASTM E968, ASTM E794, ASTM E1356, DIN 51007 usw.



*Die DSC liefert schnelle und zuverlässige Messergebnisse über die kalorischen Effekte (exotherme und endotherme Vorgänge) einer Probe!*

## Modularer Aufbau – Ändern Sie das Setup je nach Bedarf

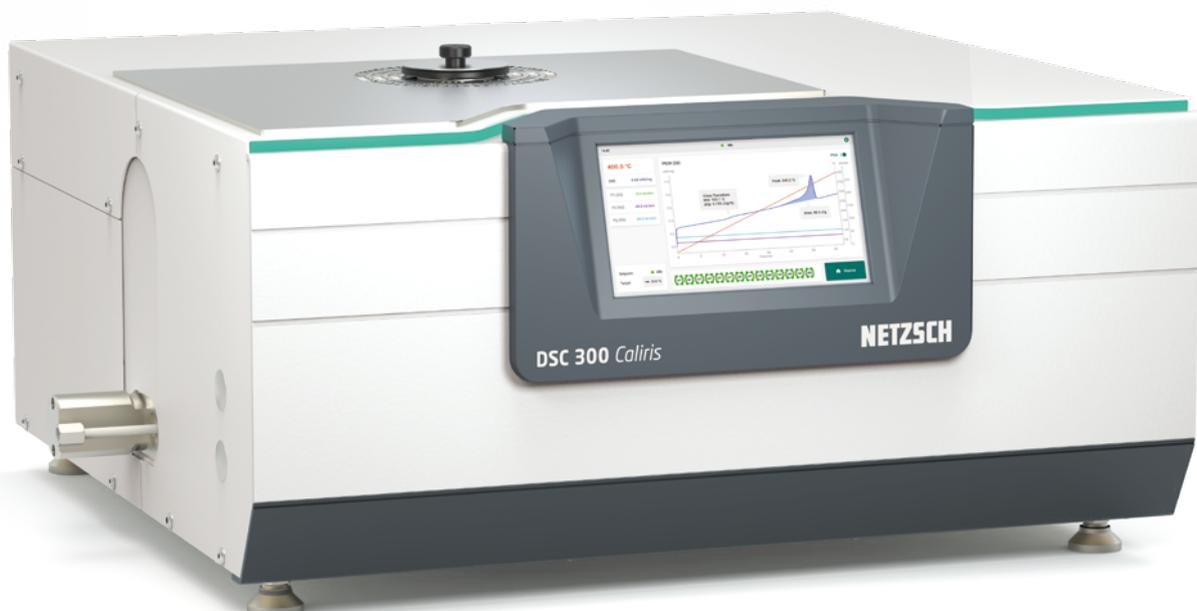
Eine sich immer schneller drehende Welt, in der ein technischer Trend auf den anderen folgt, erfordert ständige Anpassungsfähigkeit. Um dieser Entwicklung Rechnung zu tragen, basiert die neue Generation von NETZSCH-DSCs auf einem Multimodul-Konzept. Die DSC 300 *Caliris*® ist das einzige Gerät seiner Art mit auswechselbaren und austauschbaren Sensor-Ofen-Modulen:

Die *Supreme*-Version der DSC 300 *Caliris*® ermöglicht den Austausch von Modulen, um so aktuellen und zukünftigen Anforderungen gerecht zu werden. Drei einsetzbare Module bieten eine Auswahl zwischen weitem Temperaturbereich, schnellen Heizraten oder hoher Empfindlichkeit – ganz nach Bedarf. Die *Select*-Version der *Caliris*® erlaubt die freie Wahl des Moduls zum Zeitpunkt des Kaufs.

# DSC 300 *Caliris*® *Supreme* und *Select*

Die NETZSCH-DSCs der nächsten Generation –  
Zwei Premiumgeräte für jedes Budget  
und jeden Anspruch

 LabV®-primed



## Die DSC 300 Caliris® Supreme – Die zukunftssichere Entscheidung

Das einzige Multimodul-Gerät auf dem Markt; so wird Ihre Investition zukunftssicher. Die DSC 300 Caliris® Supreme erlaubt die freie Konfiguration von Modulen und ermöglicht einen unübertroffenen maximalen Temperaturbereich von -180 °C bis 750 °C. Neue Module, die weiterhin mit der DSC 300 Caliris® kompatibel sein werden, ermöglichen auch in der Zukunft weitere Updates Ihres Geräts. Profitieren Sie somit von den neuesten technologischen Entwicklungen oder erweitern Sie einfach Ihren Anwendungsbereich. Ein Austausch der Module ist jederzeit möglich.

## Die DSC 300 Caliris® Select – Maßgeschneidert für Ihre Applikationen

Bei der Select-Version der DSC 300 Caliris® haben Sie beim Kauf die freie Wahl zwischen allen Modulen. Der maximale Temperaturbereich liegt bei -170 °C bis 650 °C. Module desselben Typs lassen sich leicht vom Benutzer austauschen, um Stillstandzeiten zu vermeiden.

## Den Gerätestatus immer im Blick – auch aus der Ferne

Mit der DSC 300 Caliris® haben Sie den aktuellen Gerätestatus immer im Blick. Die LED-Statusanzeige des neuen Gerätedesigns ermöglicht die Kontrolle aus der Ferne. Das integrierte farbige Touch-Display zeigt die wichtigsten Informationen und erlaubt

- Messungen mit einem Fingerzeig zu starten
- den Fortschritt Ihrer Messung und die verbleibende Zeit zu prüfen
- Gase, Leerlaufzustände und die aktuelle Temperatur zu kontrollieren
- kürzlich getätigte Messungen noch einmal anzusehen.

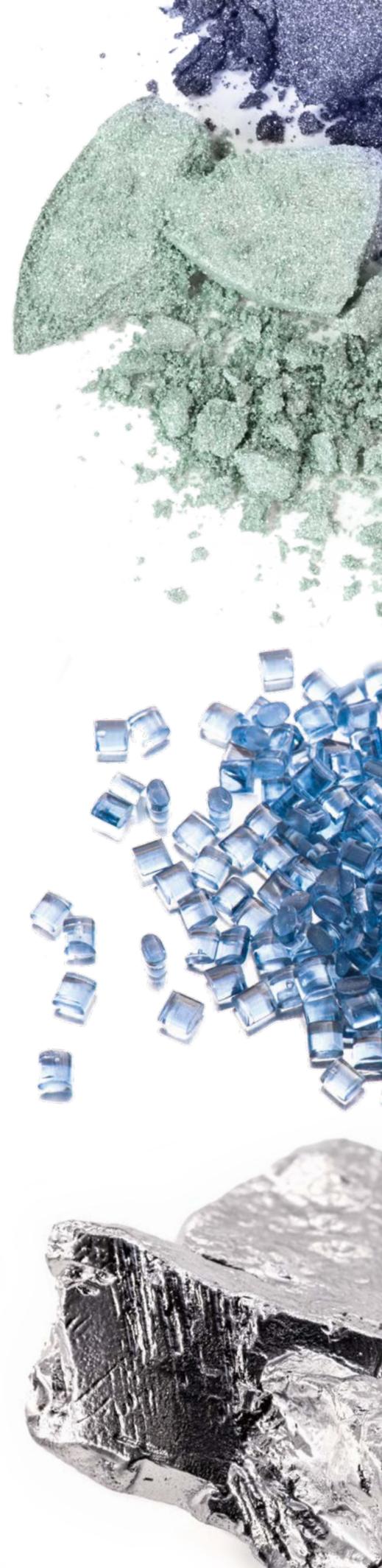
Beide Geräteversionen verfügen über ein integriertes Farb-Touch-Display sowie die LED-Statusleiste und können optional mit einem automatischen Probenwechsler ausgestattet werden.

## Optimierung Ihrer Arbeitsabläufe im Labor

Die im Analytik-Labor erfasste Datenmenge steigt kontinuierlich. Für einen reibungslosen Ablauf im Labor ist es wichtig, den Überblick über die gesammelten Daten zu behalten und diese so zu organisieren, dass sie für künftige Experimente oder Abschlussberichte zur Verfügung stehen. Auswertungen und Vergleiche von Messkurven können komplex sein. NETZSCH bietet leistungsstarke Software-Auswertalgorithmen und datenbasierte Vergleichstools, die Ihre Abläufe effizienter machen. Die DSC 300 Caliris® verfügt über perfekte Konnektivität.

## LabV®-primed – Profitieren Sie vom Vorteil des digitalen Labors

Die NETZSCH-DSC 300 Caliris® wird LabV®-primed geliefert und kann mühelos in die LabV®-Umgebung implementiert werden. In dieser Umgebung befinden sich alle Ihre Labor- und Prüfdaten an einem Ort. Geräte lassen sich herstellerunabhängig verbinden – die Basis für komplexe Analysen und Prognosen. Den Überblick zu behalten und große Datenmengen intelligent zu organisieren sind der Schlüssel für optimierte Arbeitsabläufe. Vorhersagen auf Grundlage der gesammelten Daten verbessern Material- und Produktqualität. LabV® verbindet alle Analysemethoden, macht Projekte flexibler und die Produktqualität vorhersagbar. Der Datenaustausch zwischen mehreren Standorten ist gegeben.



# PASSEN SIE IHRE DSC IM HANDUM- DREHEN AN IHREN BEDARF AN

Aktuell bietet NETZSCH drei unterschiedliche Module für die DSC 300 *Caliris*®, die sowohl mit der *Supreme*- als auch der *Select*-Version kompatibel sind. Somit kann ein Modul (Einheit aus Ofen und Sensor) den Einsatzbereich Ihrer DSC 300 *Caliris*® *Supreme* im Handumdrehen ändern.

Die *Supreme*-Version weist höchste Flexibilität auf. Module lassen sich durch die integrierte Firmware vom Anwender innerhalb weniger Minuten ohne Neukalibrierung tauschen. Zukünftig werden weitere Module erhältlich sein, so dass Sie sicher sein können, dass die DSC 300 *Caliris*® die modernste DSC auf dem Markt ist und bleibt. Auch der Temperaturbereich der *Supreme*-Version mit dem High-Performance-Modul von -180 °C bis 750 °C ist der breiteste auf dem Markt.

Bei der *Select*-Version der *Caliris*® wählen Sie Ihr Modul zum Zeitpunkt der Bestellung, wobei der maximale Temperaturbereich bei -170 °C bis 650 °C liegt.



# Drei Module für unterschiedliche Anforderungen

## H-Modul



### Das High-Performance-Modul

*Supreme:* -180 °C bis 750 °C  
*Select:* - 170 °C bis 650 °C

Das Premium-Modul überzeugt durch eine perfekte Basislinie und hervorragende Reproduzierbarkeit. Das gute Signal-Rauschverhältnis ermöglicht die Detektion selbst kleinster Peaks – der Goldstandard für die meisten DSC-Applikationen. Das Modul weist außerdem eine kurze Zeitkonstante auf und deckt in Kombination mit der *Supreme*-Version den größten Temperaturbereich ab. Eine beleuchtete Messzelle sorgt für eine einfache Positionierung der Tiegel.

Das H-Modul ist die ideale Ergänzung für die moderne Materialforschung und -entwicklung in Industrie und Wissenschaft.

## P-Modul



### Das Polymer-Modul

-170 °C bis 600 °C

Dieses Modul ist für alle Aufgaben im Polymerbereich konzipiert. Sein optimierter Ofen mit geringer Masse erlaubt Heizraten von bis zu 500 K/min über einen weiten Messbereich. So können Temperaturprofile realisiert werden, die den realen Verarbeitungsbedingungen nahekommen. Mit der Umsetzung schneller Messungen lässt sich auch wertvolle Zeit sparen.

Das P-Modul ist perfekt für Forschung & Entwicklung oder Qualitätskontrolle in der polymerverarbeitenden Industrie geeignet.

## S-Modul



### Das Standard-Modul

-170 °C bis 600 °C

Das Standardmodul mit monolithischem DSC-Sensor kombiniert hohe Robustheit mit optimaler Auflösung der thermischen Effekte. Lasergeführte Schweißverfahren für die Sensorscheiben und Thermoelemente sorgen für echte Empfindlichkeit und Langlebigkeit.

Das bedienerfreundliche S-Modul ist das Modul der Wahl für Industrie und Auftragslabore, bei denen Routinemessungen im Vordergrund stehen.





## Im Vorbeigehen umfassend informiert – LED-Statusleiste

Die DSC 300 *Caliris*® ist mit einer LED-Leuchtanzeige ausgestattet, die ihre Farben an den Gerätestatus anpasst. Damit können Sie quasi im Vorbeigehen prüfen, in welchem Zustand sich Ihr Gerät gerade befindet.

Versichern Sie sich aus der Ferne, ohne sich in den PC einloggen zu müssen, ob Ihre Messung reibungslos verläuft und erhalten Sie Statusmeldungen wie:

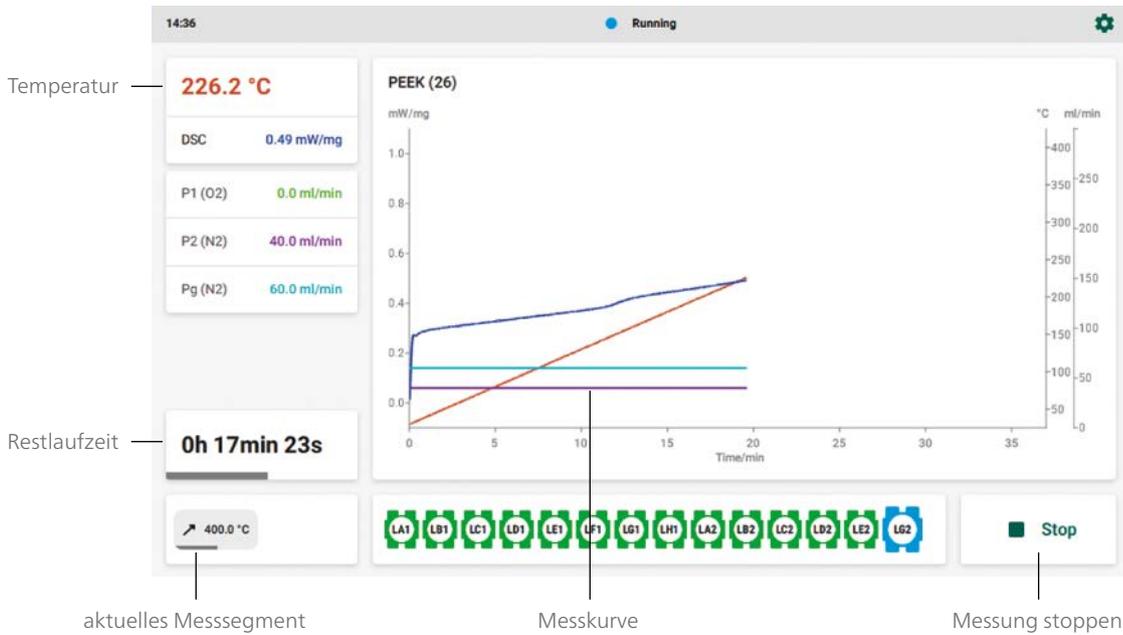
- Gerät ist bereit
- Messung läuft
- Messfortschritt
- Aufheizung/Abkühlung auf Sollwert (Leerlaufmodus)
- Benutzerinteraktion erforderlich

## Erhöhung der Produktivität und Optimierung von Arbeitsabläufen durch neue Benutzeroberfläche

Über das integrierte farbige Touch-Display können Sie eine zuvor in der NETZSCH *Proteus*®-Software vorbereitete Messung direkt am Gerät starten. Berühren Sie dazu einfach das Feld "Prepared Measurement" auf dem Display und Sie erhalten Informationen zur aktuell verfügbaren Messung. Dadurch findet die letzte Kontrolle vor Start einer neuen Messung direkt am Gerät statt.

Das Touch-Display ermöglicht:

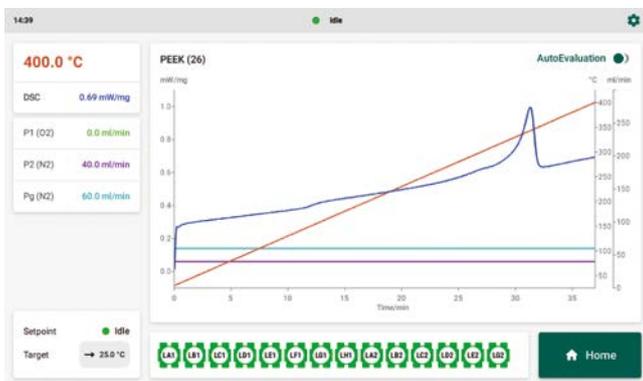
- Start der Messung durch einfache Berührung
- Überprüfen des Messfortschritts
- Ansicht bereits durchgeführter Messungen
- Überblick über Messverlauf und Restlaufzeit
- Überprüfen von Gasen, Leerlaufmodus und der aktuellen Temperatur
- Sofortige Ansicht der ausgewerteten Messung



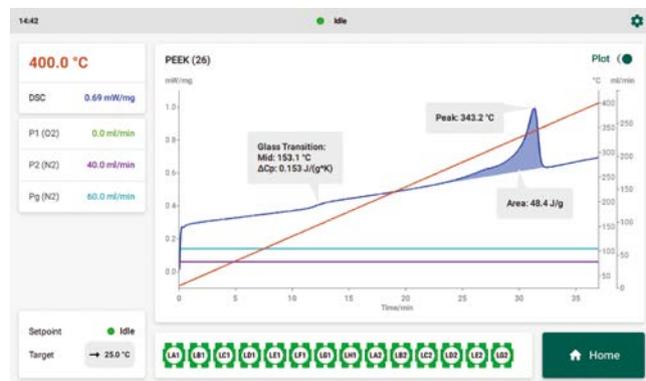
Kontrolle über Ihre Messungen, ohne sich in einen PC einloggen zu müssen

### AutoEvaluation: Objektive Ergebnisse nach Messende

Wurde *AutoEvaluation* in der Messmethode aktiviert, erfolgt die objektive Auswertung der Messdaten per Mausklick und steht sofort nach Beendigung der Messung in einem Analysefenster zur Verfügung. Die ursprüngliche Messkurve ist weiterhin zugänglich.



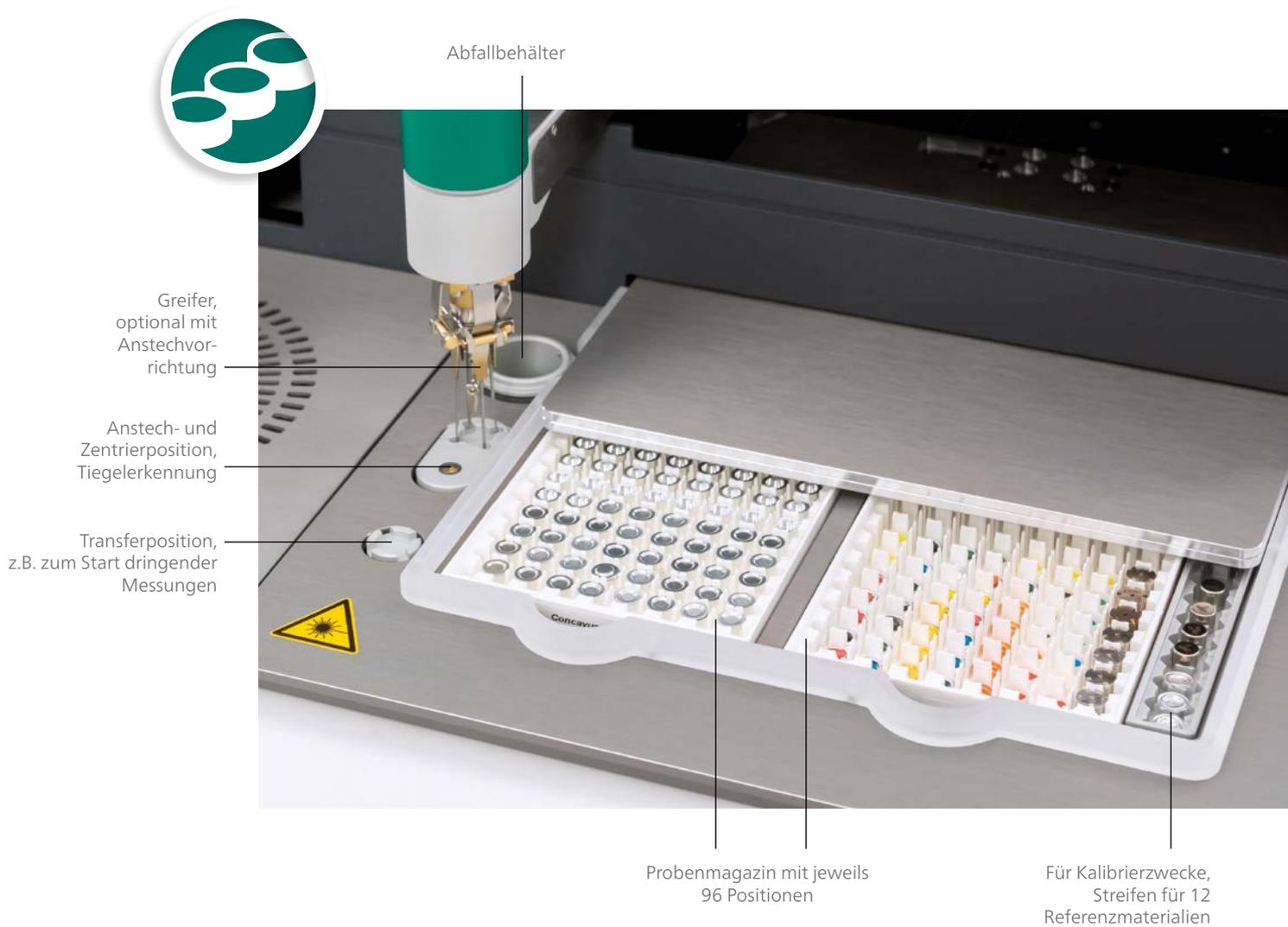
Darstellung des DSC-Signals, der Temperatur und der Gasflüsse während der Messung



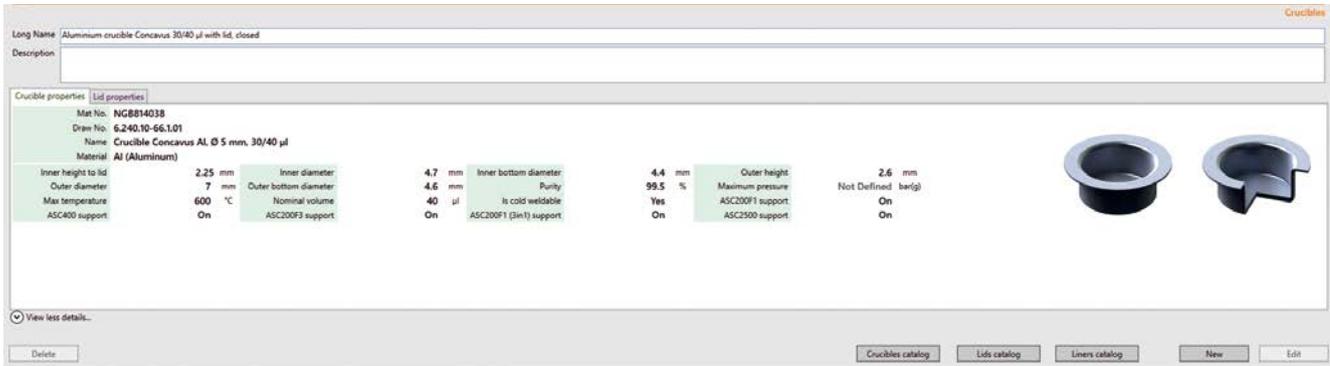
Bei Verwendung von *AutoEvaluation* ist die selbsttätig vorgenommene Auswertung nach der Messung auf dem Display verfügbar.

# DSC 300 Caliris® – ansprechendes Design mit Fokus auf Anwenderfreundlichkeit

# Einzigartiger automatischer Probenwechsler ASC, erhältlich für die DSC 300 *Caliris*<sup>®</sup> *Supreme* und *Select*



Steigern Sie die Effizienz Ihres Labors mit Unterstützung eines zuverlässigen Probenroboters



Tiegeldatenbank zur Definition der Kontaktkraft für den Greifer. Kundenspezifische Tiegel können hinzugefügt werden.

## Herausnehmbare Magazine für einfache Probenvorbereitung und -lagerung

Die DSC 300 *Caliris*® mit ASC ist so konzipiert, dass sie mit zwei austauschbaren Probenmagazinen in Mikroplattenformat mit jeweils 96 Proben bestückt werden kann. Dies ermöglicht eine klare Zuordnung der Proben, wenn die Probenvorbereitung nicht in der Nähe des Geräts erfolgt. Auf einer Seite jedes standardisierten Probenmagazins befindet sich ein 2D-Code, der das Magazin eindeutig identifiziert. Dies ist besonders hilfreich, wenn mehrere Personen an ein und derselben DSC mit unterschiedlichen Probenmagazinen arbeiten.

## SafeTouch ASC-Greifer – Immer in guten Händen

Mit der Funktionalität *SafeTouch* wird sichergestellt, dass die Anpresskraft an jeden Tiegeltyp angepasst ist. Die geeignete Anpresskraft leitet sich automatisch aus den Eigenschaften aller Tiegel (Abmessungen, Material, kaltverschweißt, offen, usw.) ab. Diese sind in einer umfassenden Datenbank hinterlegt. Die gewählte Anpresskraft ist somit immer die geringstmögliche Kraft, die unter den gegebenen Umständen erforderlich ist. Selbst dünnwandige Tiegel aus Metall können schonend und ohne Gefahr einer Verformung gehandhabt werden. Der ASC-Greifer ist in der Lage, jeden in der Tiegeldatenbank definierten Tiegeltyp ordnungsgemäß zu greifen. Für instabile Proben oder Proben mit flüchtigen Bestandteilen ist optional eine automatische Anstechvorrichtung am Greifer erhältlich, die die Tiegeldeckel erst vor Beginn der Messung öffnet.

## Verringerung von Umwelteinflüssen während der Wartezeit

Um zu verhindern, dass das Probenmaterial in der Warteschlange durch Umgebungsbedingungen wie z.B. Feuchtigkeit beeinträchtigt wird, ist das Probenmagazin des ASC mit einem Deckel ausgestattet. Der Zwischenraum zwischen Probenmagazin und Deckel wird mit Gas gespült, um den Kontakt mit unerwünschten Atmosphären zu minimieren.



## Vielzahl an Proben Tiegel

Der Proben Tiegel kann einen erheblichen Einfluss auf das Messergebnis haben und sollte daher für die jeweilige Applikation geeignet sein. Entscheidend hierbei sind Material und Form. Aus diesem Grund bietet NETZSCH eine Vielzahl unterschiedlicher Tiegel in verschiedenen Dimensionen an. Diese können aus Metall, Graphit, Glas oder Oxidkeramik bestehen; je nach Tiegel können sie offen, mit aufgelegtem Deckel oder hermetisch verschlossen sein.

NETZSCH bietet darüber hinaus auch spezielle Deckel für Messungen an Folien und ein Formwerkzeug für die Vorbereitung von SFI\*-Tiegeln an, die speziell für Flüssigkeiten (z.B. Öl oder Wachs) mit hohem Benetzungsvermögen verwendet werden.

Für Applikationen in den Bereichen Polymere und Organik sind die einzigartigen *Concavus*®-Aluminiumtiegel empfehlenswert, deren Design zu einer weiteren Verbesserung der Reproduzierbarkeit führt.

\* SFI = Solid Fat Index



Verschleißpresse für unterschiedliche Tiegeltypen aus Aluminium



*Concavus*®-Tiegel und Deckel, kaltverschweißbar



einschiebbarer Deckel für *Concavus*® -Tiegel; für Demonstrationszwecke sind die Deckel farbig dargestellt



Mitteldrucktiegel



Hochdrucktiegel



Tiegel und Deckel aus Platin



Tiegel aus Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>



# Effektive und höchst wirtschaftliche Kühlsysteme

Abgestimmt auf spezifische Temperaturbereiche sind vier unterschiedliche Kühloptionen erhältlich, die von einem Luftkühlssystem bis hin zur Flüssigstickstoffkühlung reichen. Die Flüssigstickstoffkühloption kann sowohl im LN<sub>2</sub>- (Flüssigstickstoff) als auch im GN<sub>2</sub>- (gasförmiger Stickstoff) Modus betrieben werden, was Kühlmittel spart.

Falls gewünscht, kann an die DSC gleichzeitig ein Intracooler angeschlossen werden. Dies senkt den Flüssigstickstoffverbrauch weiter ab, da in diesem Fall die Flüssigstickstoffkühlung erst bei Temperaturen unterhalb von -90 °C aktiviert wird.

Durch Anschluss des Standard-DSC-Dewars (60 l) an einen großen LN<sub>2</sub>-Tank (z.B. mit einem Fassungsvermögen von 300 l) kann der Dewar während langer Messserien oder sogar bei laufender Messung automatisch wieder befüllt werden. Damit können viele Messungen mit dem ASC problemlos ohne Unterbrechung durchgeführt werden.

Die mechanische Kühlung erlaubt einen maximalen Temperaturbereich von -90 °C bis 600 °C. Die Flüssigstickstoffkühlung bietet den weitesten Temperaturbereich von -180 °C bis 750 °C ohne Änderung des Setups (z.B. Ofen, Deckel usw.) in der Premiumversion der DSC 300 *Caliris® Supreme*.

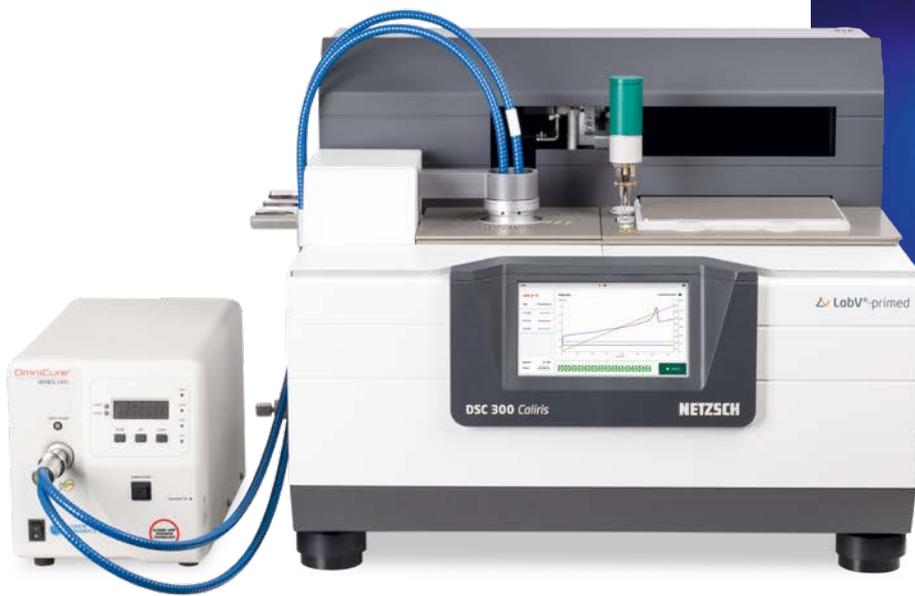
Die Funktion *AutoCooling* der NETZSCH *Proteus®*-Software erkennt das angeschlossene Kühlsystem automatisch und aktiviert die Kühlung nur dann, wenn sie zum Erreichen eines vorgegebenen Temperaturbereichs notwendig ist.

## Temperaturbereiche der Module DSC 300 *Caliris® Supreme* und *Select*

Modul	LN <sub>2</sub> /GN <sub>2</sub> *-Kühlung		Intracooler	
	Supreme	Select	Supreme	Select
H	-180 °C bis 750 °C	-170 °C bis 650 °C	-90 °C bis 600 °C	-90 °C bis 600 °C
P	-170 °C bis 600 °C	-170 °C bis 600 °C	-70 °C/-40 °C** bis 600 °C	-70 °C/-40 °C** bis 600 °C
S	-170 °C bis 600 °C	-170 °C bis 600 °C	-70 °C/-40 °C** bis 600 °C	-70 °C/-40 °C** bis 600 °C

\* Kühlung mittels GN<sub>2</sub> eingeschränkt

\*\* je nach Intracooler-Version



DSC 300 Caliris® mit UV-Option und ASC



## Photo-Kalorimetrie mit automatischem Probenwechsler – Perfekte UV-Aushärtung reaktiver Polymere

Photokalorimetrie oder UV-DSC ist eine geeignete Methode zur Untersuchung von Aushärtereaktionen, die mittels Belichtung (UV- oder sichtbares Licht) initiiert werden. Bei Ausstattung der DSC 300 Caliris® mit UV-Zubehör sind die Lichtleiterwellen im Ofendeckel, der über einen automatischen Schließbetrieb verfügt, fest positioniert. Durch einfaches Auswechseln des Deckels kann wieder auf konventionelle DSC-Messungen im gesamten zur Verfügung stehenden Temperaturbereich umgeschaltet werden. Das Photo-DSC-System erlaubt die Einstellung der 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

\*Andere handelsübliche Lampen können ebenfalls verwendet werden.

### Ihr Nutzen

- Analyse lichtinduzierter Reaktionen an einer Vielzahl von Materialien
- UV- und lichtinduzierte Aushärtung von Polymerharzen, Lacken, Tinten, Beschichtungen und Klebstoffen
- Die einzige Photo-DSC mit automatischem Probenwechsler (ASC)

Ziel von DSC-Messungen ist die Untersuchung von Phasenübergängen oder Schmelz-/Kristallisationsphänomene und selten Zersetzungen, Ausnahme sind Oxidationstests. Jedoch können gelegentlich auch Effekte auftreten, bei denen die Probe stabil bleibt. Da eine direkte Zuordnung der Effekte schwierig ist, kann in diesem Fall die Identifizierung der dabei frei gesetzten Gase die Charakterisierung erleichtern. FT-IR (Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie) und QMS (Quadrupol-Massenspektrometrie) eignen sich besonders für den Nachweis von Feuchtigkeit, freigesetzten Lösungsmitteln oder anderen flüchtigen Stoffen.

Die Kopplung einer der beiden Gasanalysen mit DSC eignet sich besonders zur Untersuchung und den Nachweis entstehender Gase, die bereits vor der Zersetzung auftreten können (z.B. Freisetzung von Lösungsmitteln beim Schmelzen). Insbesondere kann die DSC 300 *Caliris*<sup>®</sup>-Kopplung für Proben eingesetzt werden, die Substanzen mit einem Siedepunkt unter 120 °C freisetzen.

Sollen auch Gase untersucht werden, die oberhalb des Schmelzen und während der Zersetzung auftreten, eignet sich besonders die Kopplung einer der beiden Gasanalysen FT-IR und/oder MS an eine Thermowaage (TG).

Im Fall von FT-IR ist das Interface (Adapter plus Transferleitung) optimiert für Bruker FT-IR-Spektrometer, aber nicht auf diese beschränkt. Bitte kontaktieren Sie Ihren zuständigen NETZSCH-Verkaufsberater für weitere Informationen.

## Kopplung an FT-IR zur Detektion und Identifizierung freigesetzter Gase



DSC 300 *Caliris*<sup>®</sup> mit ASC, gekoppelt an das Bruker FT-IR-Spektrometer

# ZUBEHÖR

*Erweitert den Applikationsbereich*



# Proteus®-Software

PASST SICH IHREN BEDÜRFNISSEN AN

## UNTERSCHIEDLICHE MESSAUFGABEN – UNTERSCHIEDLICHE HERANGEHENSWEISE

Um auf individuelle Präferenzen von Gerätebedienern einzugehen, bietet NETZSCH unterschiedliche Darstellungen der Softwareoberfläche an.

### *SmartMode* für Routineaufgaben – Nicht mehr und nicht weniger

Mit einem intuitiven Interface wurde *SmartMode* speziell für Routinemessungen entwickelt, wie sie häufig in der Qualitätskontrolle durchgeführt werden. Er steht für schnelle und einfache Vorbereitung sowie den Start von Messungen im Rahmen von Aufgaben mit klar definierten Messverfahren. Wizards (Schnellstartroutinen), benutzerdefinierte oder vordefinierte Messmethoden sind hier nützliche Helfer.

### *ExpertMode* – grenzenlose Möglichkeiten

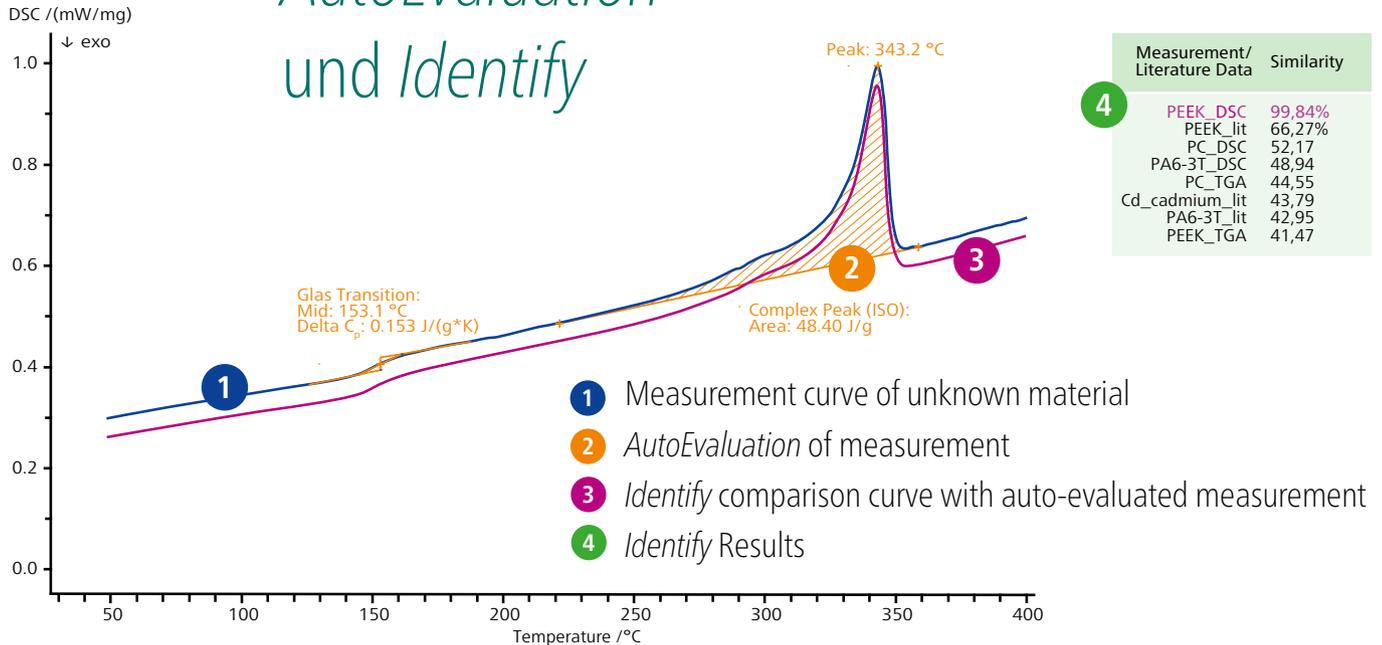
Dieser Modus ist für Anwender gedacht, die den vollen Zugriff auf die vielfältigen Funktionen von *Proteus®* bevorzugen. Der *ExpertMode* ist perfekt für fortgeschrittene Messaufgaben und bietet grenzenloses Potential.

### *Workspaces* – der volle Zugang zu *Proteus®*, so wie Sie es bevorzugen

Bei regelmäßiger Anwendung der *Proteus®*-Analyse kann die Fülle der verfügbaren Funktionalitäten überwältigend sein. Profitieren Sie von den *Proteus® Workspaces*, um Menü und Symbolleisten der *Proteus®*-Analyse an Ihre tägliche Routine anzupassen. Bringen Sie alle häufig verwendeten Elemente in den Vordergrund, blenden Sie Optionen aus, die Sie selten oder nie anwenden und speichern Sie bevorzugte Einstellungen als Ihre persönliche Arbeitsoberfläche. Dies ist besonders hilfreich für Arbeitsplätze, die von mehr als einer Person genutzt werden. Anwender können so einfach zwischen individuell eingestellten und gemeinschaftlich genutzten Arbeitsoberflächen wechseln.



# AutoEvaluation und Identify



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

## AutoEvaluation

### Objektive Ergebnisse, gleich nach Messende

*AutoEvaluation* ist die erste selbsttätige Auswerterroutine auf dem Markt. Völlig autonom und ohne Zutun des Anwenders wertet sie alle Effekte wie Glas-umwandlungstemperaturen, Schmelztemperaturen und -enthalpien unbekannter Substanzen aus. Auch die Oxidations-Induktionszeit/-temperatur (OIT) wird bei isothermen und dynamischen Versuchen nach der Tangenten- und Offsetmethode normgerecht ausgewertet.

Erfahrene Anwender können das Ergebnis der automatischen Auswertung als zweite Meinung heranziehen – und natürlich auch Werte neu berechnen, falls gewünscht. Wurde *AutoEvaluation* in die ausgewählte Methode integriert, wird die ausgewertete Kurve automatisch nach Beendigung der Messung angezeigt.

### Reportgenerator

Jeder Anwender kann ganz einfach persönliche Reports einschließlich Logos, Tabellen, Beschreibungsfelder und Plots erstellen. Mehrere Vorlagen für Reportbeispiele sind bereits in *Proteus*® enthalten.

## Identify

### Die Datenbank für die Identifizierung und den Vergleich von Materialien

*Identify* ist ein einzigartiges Softwaretool im Bereich der thermischen Analyse zur Identifizierung und Klassifizierung von Materialien über Datenbankvergleiche. 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. Die ebenfalls erhältliche KIMW\*-Datenbank beinhaltet DSC-Kurven für weitere 1150 kommerziell verfügbare Polymertypen. Anwender können *Identify* nach Belieben mit einer unbegrenzten Anzahl an eigenen Dateien erweitern. Generell dienen alle Datenbank-einträge als Sammlung von Ergebnissen und Messvorlagen.

\* KIMW = Kunststoff-Institut Lüdenschied, Deutschland

# ZUSÄTZLICHE SOFTWARE-FUNKTIONEN

## Temperaturmodulierte DSC

In der TM-DSC ist die zugrundeliegende lineare Heizrate von einer sinusförmigen Temperaturänderung überlagert. Vorteil dieser Methode ist die Möglichkeit, überlappende DSC-Effekte durch Berechnung der reversierenden und nicht-reversierenden Signale aufzutrennen. Der reversierende Wärmestrom bezieht sich auf die Änderung der spezifischen Wärmekapazität ( $\rightarrow$  Glasübergang); der nicht reversierende Wärmestrom auf temperaturabhängige Phänomene wie Aushärtung, Wasserabgabe oder Relaxation.

## PeakSeparation

*PeakSeparation* dient zur genaueren Bestimmung von Einzelpeakflächen und der Temperaturen überlappender kalorischer Effekte auf Basis wählbarer mathematischer Algorithmen. Dieses Programm erlaubt die Trennung sich überlappender Peaks unter Verwendung der Profile folgender Peaktypen: Gauß, Cauchy, Pseudo-Voigt (additive Mischung aus Gauß und Cauchy), Fraser-Suzuki (asymmetrischer Gauß), modifizierter Laplace (beidseitig abgerundet) und Pearson.

## Reinheitsbestimmung

Die *Reinheitsbestimmung* dient bei kristallinen Substanzen bekannter Molmasse zur Ermittlung des prozentualen Anteils an eutektischen Verunreinigungen auf Basis der Van't Hoff-Gleichung. Auswertet wird jeweils der DSC-Schmelzpeak.

## Kinetics NEO

Die NETZSCH Kinetics Neo-Software wird zur Analyse von temperaturabhängigen Prozessen herangezogen. Das Ergebnis einer solchen Analyse ist ein Kinetikmodell, das die experimentellen Daten unter verschiedenen Temperaturbedingungen korrekt beschreibt. Das Modell ermöglicht Vorhersagen des Verhaltens eines chemischen Systems unter benutzerdefinierten Temperaturbedingungen. Alternativ können solche Modelle auch zur Prozessoptimierung eingesetzt werden.

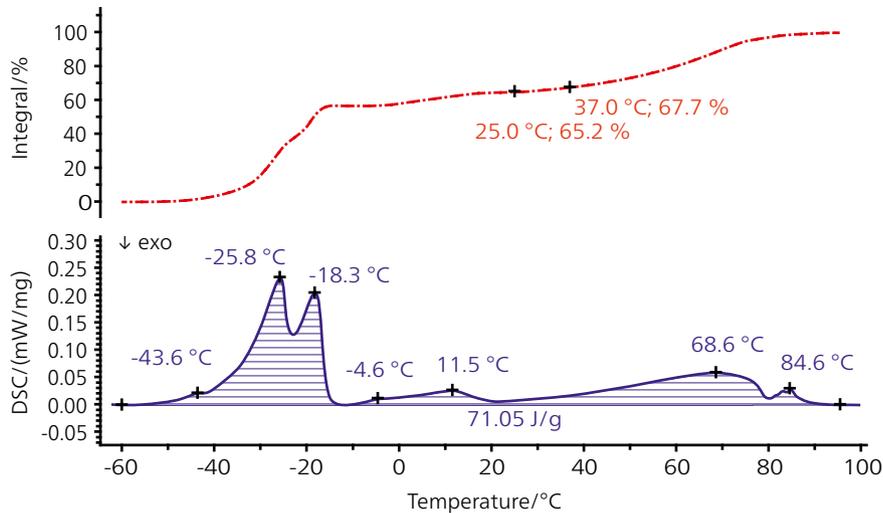
- *AutoCooling*
- *AutoCalibration*
- Reportgenerator
- *AutoEvaluation*
- *Identify*
- Externe Polymer-Datenbank
- OIT/OOT
- Temperaturmodulierte DSC (TM-DSC)
- Spezifische Wärmekapazität ( $c_p$ )
- *PeakSeparation*
- *Search Engine*
- LIMS-Unterstützung
- Reinheit
- Kinetics Neo

# Was die *Proteus*<sup>®</sup>- Software ausmacht!

- inklusive
- inklusive (nur DSC 300 *Caliris*<sup>®</sup> *Supreme*)
- optional

# APPLIKATIONEN

## DSC-Messung an einem kommerziellen Lippenstift



DSC-Messung an einem kommerziellen Lippenstift mit dem S-Modul.  
Probeneinwaage: 10,28 mg; Heizrate: 5 K/min; geschlossener Al-Tiegel,  
Stickstoffatmosphäre; dargestellt ist die 2. Aufheizstufe (blau) zusammen  
mit dem Integral der DSC-Kurve (rot).

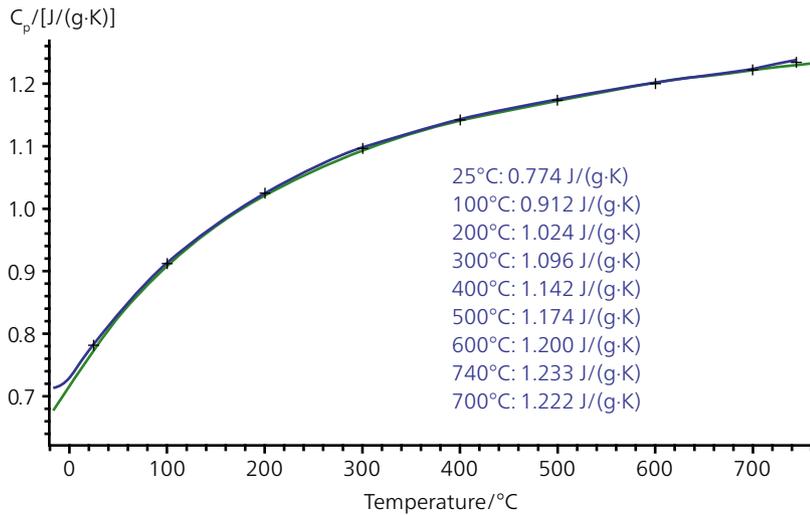
Lippenstifte bestehen aus verschiedenen Fetten, Wachsen und Ölen wie Rizinusöl, Kokosnussöl, Carnaubawachs oder Bienenwachs sowie aus einigen kosmetischen Zusatzstoffen wie Weichmachern oder Farbpigmenten. Inhaltsstoffe mit hohen Schmelzbereichen wie beispielsweise Carnaubawachs, das oberhalb von 80 °C schmilzt, sind verantwortlich, dass der Lippenstift lange hält. Inhaltsstoffe mit niedrigeren Schmelzbereichen tragen zur Geschmeidigkeit und einem gleichmäßigen Auftragen bei.

Hier ist das thermische Verhalten eines kommerziellen Lippenstifts zwischen -60 °C und 100 °C während der zweiten Aufheizung gezeigt. Die mindestens sieben sich überlagernden endothermen Effekte verdeutlichen die komplexe Formulierung.

Der Schmelzverlauf wird durch die zusätzlich dargestellte Integralkurve (rot) beschrieben. Bei 25 °C sind bereits 65 % der Mischung geschmolzen (flüssiger Anteil) und 35 % (100 % minus 65 %) sind noch fest. Dies entspricht im vorliegenden Fall einem SFC (Solid-Fat)-Gehalt von 35 % bei 25 °C und ca. 42 % bei 37 °C (Körpertemperatur) – bezogen auf die Gesamtmenge der Öle, Fette und Wachse, die im dargestellten Temperaturbereich schmelzen.



## C<sub>p</sub>-Bestimmung von Saphir



Spezifische Wärmekapazität einer Saphirscheibe (84 mg); Messungen mit Heizraten von 20 K/min in N<sub>2</sub>-Atmosphäre (20 ml/min); die Messung wurde mit dem H-Modul durchgeführt.

Die spezifische Wärmekapazität ( $c_p$ ) ist ein entscheidender Parameter innerhalb der thermophysikalischen Eigenschaften eines Materials. Ist  $c_p$  bekannt, lässt sich die Menge an Energie, die zur Aufheizung eines Materials benötigt wird, berechnen. Sie ist ein wesentlicher Parameter für viele thermische Simulationen.

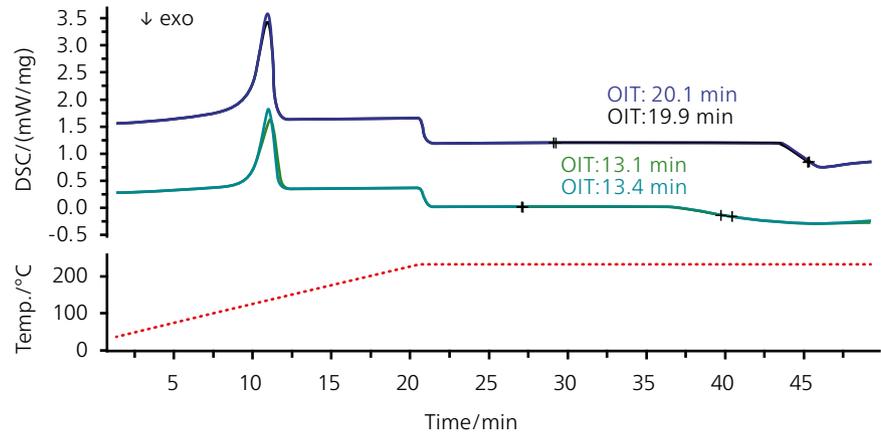
Dieses Beispiel zeigt die  $c_p$ -Bestimmung an einer Saphirscheibe gemäß DIN EN ISO 11357-4 bestimmt. Die blaue Kurve stellt die gemessenen Daten, die grüne Kurve die Literaturwerte dar. Die Daten zeigen eine gute Übereinstimmung zwischen Messung und Literaturdaten. Selbst oberhalb von 700 °C ist die Abweichung kleiner 1 %.

## Oxidationsinduktionszeit von PE



Die Oxidationsinduktionszeit wird durch Messung der Probe über die Schmelze hinaus mit konstanter Heizrate in Inertgasatmosphäre bestimmt. Bei Erreichen der definierten Temperatur wird die Atmosphäre von Stickstoff auf Sauerstoff oder Luft unter Beibehaltung der Durchflussrate umgeschaltet. Anschließend wird unter isothermer Temperaturführung die Oxidationsreaktion herbeigeführt, die sich durch eine exotherme Abweichung in der DSC-Kurve zeigt. Die isotherme OIT ist das Zeitintervall zwischen Beginn des Sauerstoff- oder Luftstroms und Beginn der Oxidationsreaktion (z.B. DIN EN ISO 11357-6).

Die Abbildung zeigt je zwei Messungen (zur Reproduzierbarkeit) an zwei verschiedenen PE-HD-



OIT-Messungen an zwei PE-Proben, durchgeführt mit dem S-Modul der DSC 300 Caliris®. Probeneinwaage: ca. 13 mg; Aluminiumtiegel: Concavus®, offen; Atmosphäre: N<sub>2</sub>/Luft

Proben. Die hier durchgeführten Messungen lassen deutliche Unterschiede in der Oxidationsstabilität erkennen. Die blaue Kurve weist auf eine höhere Oxidationsstabilität hin. Diese Daten können für die Qualitätskontrolle von Materialien und Produkten herangezogen werden.

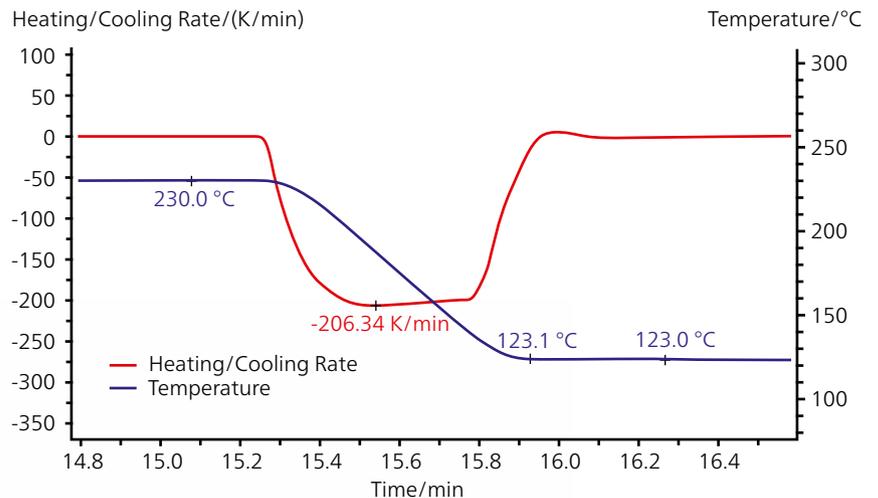
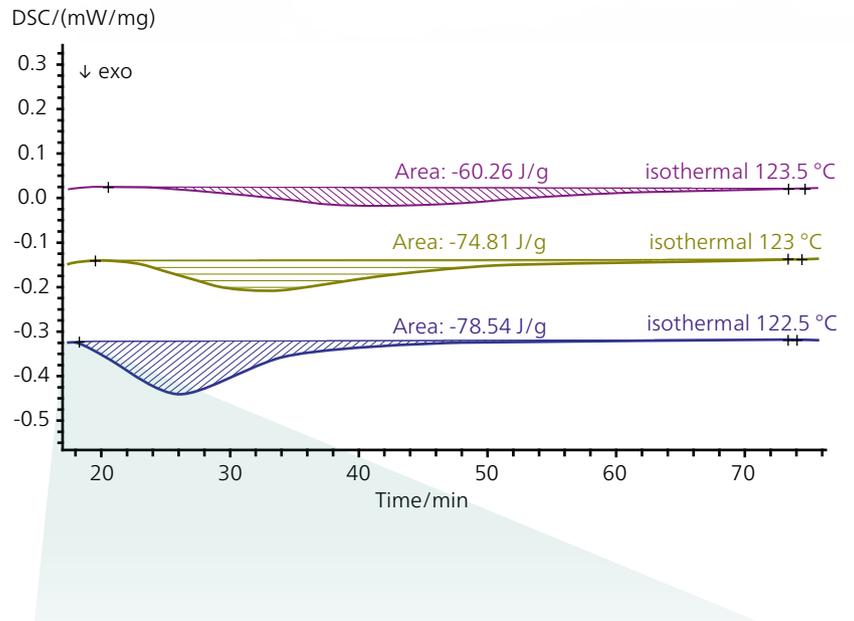
## Isotherme Kristallisation von PE-HD



Mittels isothermer Kristallisationsmessungen erhält man tiefe Einblicke in das Kristallisationsverhalten thermoplastischer Materialien. Diese Informationen dienen zur Bestimmung geeigneter Verarbeitungsbedingungen.

Der Kristallisationspeak wird mit abnehmender isothermer Temperatur steiler, sodass das Peakmaximum schneller erreicht wird. Dies deutet auf eine schnellere Kristallisation hin. Auch die Kristallisationsenthalpie (Peakfläche) nimmt mit abnehmender Temperatur des isothermen Abschnitts zu, was auf einen höheren Kristallinitätsgrad des Endprodukts hinweist.

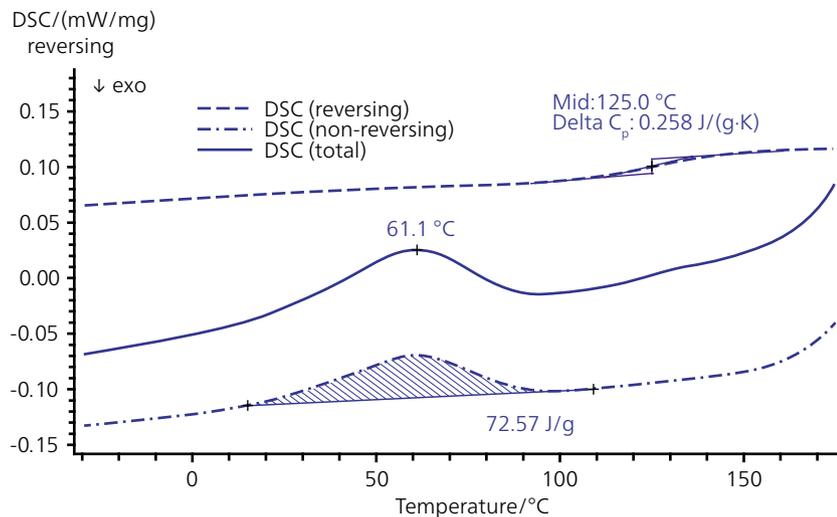
Derartige Messungen erfordern eine DSC, die eine sehr schnelle Abkühlung ermöglicht (siehe Abbildung unten), was sich mit der DSC 300 *Caliris*® mit P-Modul realisieren lässt.



Kristallisation bei unterschiedlichen Temperaturen, gemessen mit dem P-Modul; Probeneinwaage: ca. 5.5 mg, Aluminiumtiegel: *Concavus*® mit gelochtem Deckel, Atmosphäre: N<sub>2</sub>



## Temperaturmodulierte DSC-Messung an Eudragit® L100-55



Probeneinwaage: 3,02 mg, zugrundeliegende Heizrate: 3 K/min, Amplitude:  $\pm 0,5$  K, Periode: 60 s, Tiegel: Al-Tiegel mit gelochtem Deckel; die Messung wurde mit dem S-Modul durchgeführt.

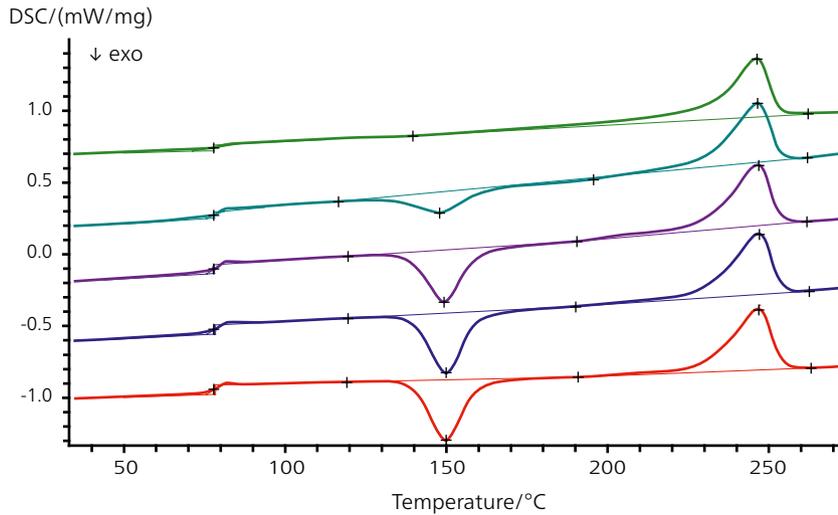
Eudragit® ist der Markenname für amorphe Copolymere auf Basis von Estern oder Derivaten der Acryl- und Methacrylsäure. Sie werden hauptsächlich als Überzüge für orale Darreichungsformen wie Tabletten, Kapseln oder Granulate, aber auch als Bindemittel oder Gerüstbildner eingesetzt. Die funktionellen und physikalischen Eigenschaften von Copolymeren hängen wesentlich vom ausgewählten Monomer und dessen Polymeranteil ab. Dies wirkt sich auch auf die Lage der Glasumwandlungstemperatur aus. Die im vorliegenden Fall verwendete Probe ist Eudragit® L100-55, das in der Praxis als magensaftresistenter Überzug eingesetzt wird.

Während der Aufheizung treten mehrere Effekte auf. TG-FT-IR-Untersuchungen (hier nicht dargestellt) ergaben, dass der breite endotherme Effekt mit einer Peaktemperatur von 61 °C auf die Freisetzung von Wasser zurückzuführen ist, während die Zersetzung des Materials oberhalb von 150 °C einsetzt. Es bleibt die Frage, ob der dazwischenliegende Effekt den Glasübergang des Polymers darstellt.

Um dies zu beantworten, wurde eine temperaturmodulierte Messung durchgeführt. Durch eine sinusförmige, der linearen Heizrate überlagerten Modulation lässt sich das gesamte DSC-Signal (das dem einer Standard-DSC-Kurve entspricht) in ein reversierendes Signal (gestrichelte Linie) und ein nicht-reversierendes DSC-Signal (Strichpunktlinie) aufteilen.

Zeitabhängige Vorgänge wie die Freisetzung von Wasser werden in der nicht-reversierenden DSC-Kurve detektiert. Das reversierende Signal enthält nur Informationen, die mit der Änderung der Wärmekapazität – d.h. mit dem Glasübergang von Eudragit® – zusammenhängen und erlauben so eine akkurate Auswertung.

## Einfluss der Abkühlung auf die Kristallinität von PET



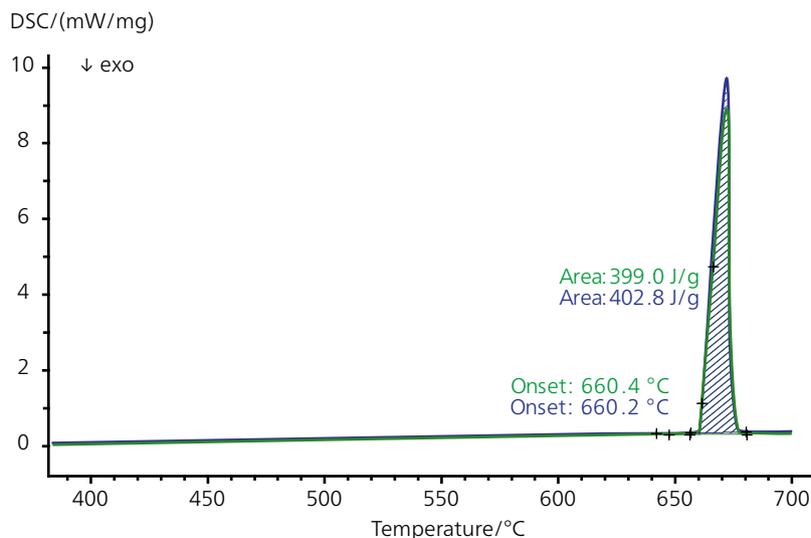
PET-Messungen mit dem P-Modul; Probeneinwaage: ca. 5,5 mg, Aluminiumtiegel: Concavus mit gelochtem Deckel, Atmosphäre: N<sub>2</sub>; 2. Aufheizung mit 10 K/min

Kühlrate (vor Aufheizung) [K/min]	Glasübergang		Nachkristallisation		Schmelzen		Kristallinität [%]
	$\Delta c_p$ [J/(g·K)]	Midpoint [°C]	Enthalpie [J/g]	Temperatur [°C]	Enthalpie [J/g]	Temperatur [°C]	
10	0,240	77,7			42,49	246,4	30,35
20	0,253	77,8	-18,11	147,7	38,44	246,7	14,53
50	0,368	77,9	-32,68	149,5	38,61	246,8	4,24
100	0,379	78,1	-34,15	150,1	38,42	247,0	3,05
200	0,394	78,2	-34,48	150,0	38,38	246,9	2,79

PET ist ein teilkristallines thermoplastisches Polymer, dessen Kristallinität durch die Kristallisationsgeschwindigkeit beeinflusst wird. Das bedeutet, dass sich bei ausreichend schneller Abkühlung in der anschließenden Aufheizung eine Nachkristallisation bemerkbar macht.

In den hier gezeigten DSC-Experimenten sind verschiedene Effekte erkennbar: Endotherme DSC-Stufen, die den Glasübergang darstellen (ca. 80 °C), exotherme Effekte für die Nachkristallisation (Peaktemperatur bei ca. 150 °C) und endotherme Schmelzeffekte (Peaktemperatur bei ca. 247 °C). Die Kristallinität des Materials wird anhand der Schmelz- und Nachkristallisationsenthalpien bestimmt. Der amorphe Anteil des Materials wird durch den Glasübergang repräsentiert. Am Glasübergang der Probe ändert sich die spezifische Wärmekapazität: Je größer die Änderung, desto größer ist der amorphe Anteil.

## Schmelzen von Aluminium



DSC-Messungen an Aluminium mit dem H-Modul; Probeneinwaage: ca. 12 mg; Atmosphäre: N<sub>2</sub>

Messungen über 600 °C setzen andere Tiegelmaterialien als Aluminium voraus, das bei 660 °C schmilzt.

In diesem Beispiel wurde eine Metallprobe in einem Platintiegel untersucht. Um jegliche Reaktionen zwischen den beiden Metallen auszuschließen, wurde im Pt-Tiegel ein Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Einsatz verwendet. Trotz des Einflusses auf die Zeitkonstante und die kalorische Empfindlichkeit weisen beide Messungen eine sehr gute Reproduzierbarkeit unter 1 % bezüglich Schmelzbeginn und -enthalpie auf.



## Aushärtung von UV-Druckfarbe bei unterschiedlichen Temperaturen

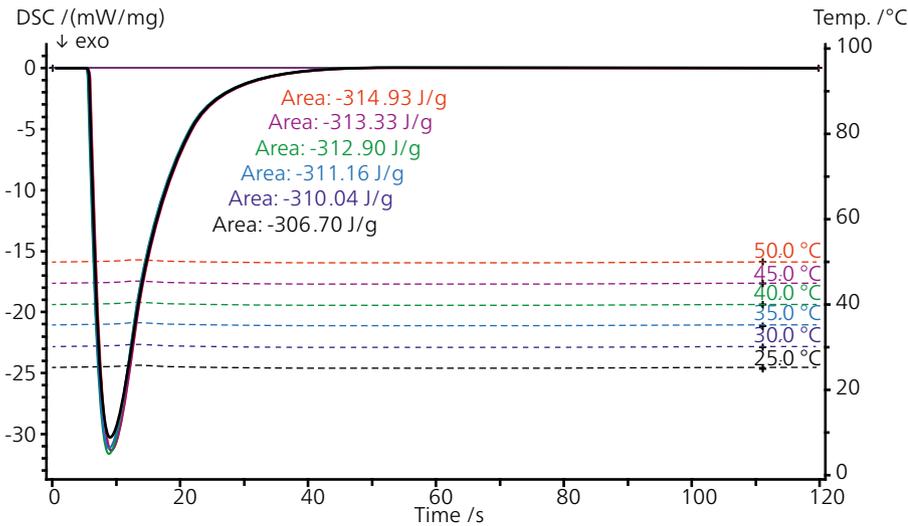


Abb. 1: UV-Druckfarbe, für 10 Sekunden bei unterschiedlichen isothermen Temperaturen UV-Licht ausgesetzt

Im Gegensatz zu herkömmlichen Druckfarben vernetzt sich lösungsmittelfreie UV-Farbe bei Bestrahlung mit ultraviolettem Licht und geht von einer flüssigen in eine feste Beschichtung über.

In Abbildung 1 werden Probe und Referenz bei unterschiedlichen isothermen Temperaturen bis zur Aushärtung mit UV-Licht bestrahlt. Hier wird die Aushärtung durch unterschiedliche Temperaturen kaum beeinflusst. Die Reaktivität hängt also lediglich von der Bestrahlung ab. Solche Photo-DSC-Untersuchungen sind auch mit unterschiedlicher Bestrahlungsintensität möglich.

## Aushärtung und Nachhärtung eines UV-Klebstoffs

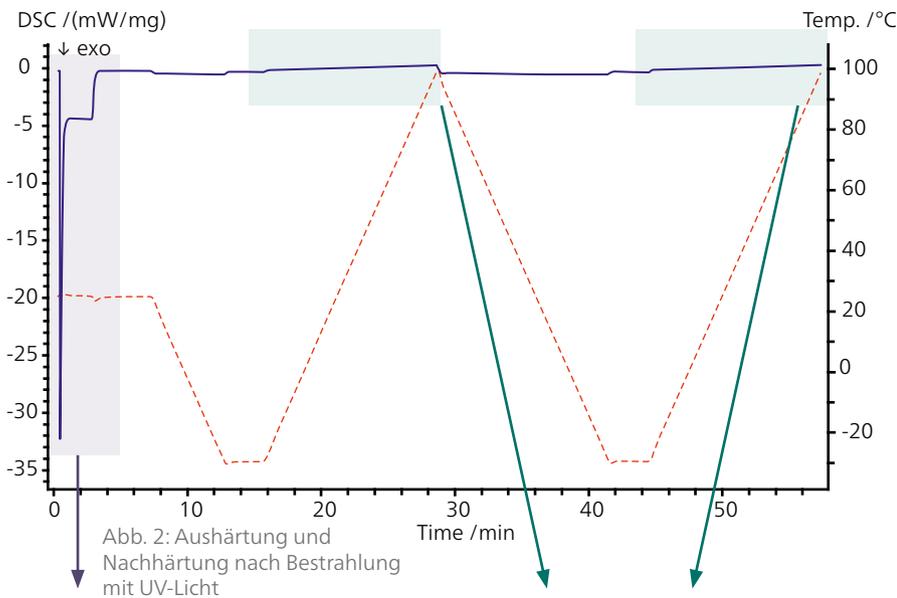


Abb. 2: Aushärtung und Nachhärtung nach Bestrahlung mit UV-Licht

UV-Klebstoffe sind Harze auf Acrylat- oder Epoxidbasis, die in Medizin und Elektronik eingesetzt werden. Sie polymerisieren und härten durch Bestrahlung mit einer speziellen UV-Lichtquelle aus. Optimierte Materialeigenschaften lassen sich durch Nachhärtungsprozesse erzielen, um für die Fertigungsprozesse wichtige Funktionalitäten zu bieten, wie beispielsweise Beständigkeit gegen Chemikalien (z.B. Lösungsmittel), einen weiten Betriebstemperaturbereich, geringe Schrumpfung und eine feste, klebefreie Oberflächen.

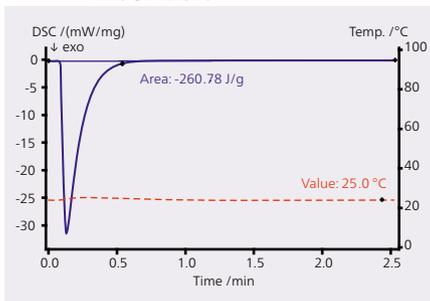


Abb. 3: Bestrahlung der Probe mit UV-Licht bei Raumtemperatur

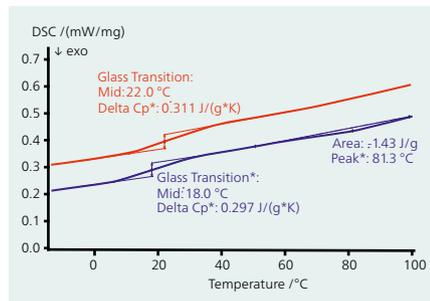


Abb. 4: Glasübergang und Nachhärteneffekt während der ersten Aufheizung (blaue Kurve) und dem finalen Glasübergang (bestimmt in der 2. Aufheizung, rote Kurve)

Mit der NETZSCH Photo-DSC 300 Caliris® ist die Überwachung solcher Aushärtungsprozesse mit nur einer einzigen Messung möglich. Zunächst wird die Probe für 2 1/2 min bei Raumtemperatur ausgehärtet (siehe Abb. 3). Die anschließende 1. Aufheizung auf 100 °C (blaue Kurve in Abb. 4) zeigt einen Glasübergang bei 18 °C und eine Nachhärtung bei 60 °C. In der 2. Aufheizung (rote Kurve in Abb. 4) tritt keine Nachhärtung mehr auf und der Glasübergang verschiebt sich auf 22 °C.

DSC 300 Caliris®						
	Supreme			Select		
Farb-Touch-Display	■			■		
Module	frei wählbar und nachrüstbar			feste Auswahl		
Modultyp	H	P	S	H	P	S
Max. T/°C	750	600	600	650	600	600
Temperaturgenauigkeit/K	± 0,05 (Indium)	± 0,1 (Indium)	± 0,1 (Indium)	± 0,05 (Indium)	± 0,1 (Indium)	± 0,1 (Indium)
Heiz-/Kühlraten K/min*	0,001 bis 200	0,001 bis 500	0,001 bis 100	0,001 bis 200	0,001 bis 500	0,001 bis 100
Kühlung mit LN <sub>2</sub> , min. T/°C	-180	-170	-170	-180	-170	-170
Kühlung mit Intra-cooler, min. T/°C	-90	-70/-40	-70/-40	-90	-70/-40	-70/-40
Kühlung mit Druckluft, min. T/°C	<0	<0	<0	<0	<0	<0
Gasdichtes Design	■	■	■	■	■	■
Gasatmosphären	inert/oxidierend, statisch/dynamisch					
Integrierter 3-facher MFC	■	■	■	■	■	■
4. MFC**	□	□	□	-	-	-
192+12-Positionen ASC	□	□	□	□	□	□
Anstechvorrichtung	□	□	□	□	□	□
100 Hz Datenerfassung	■	■	■	□	□	□
Enthalpiegenauigkeit/%	< 1 für Adamantan, Indium, Zink; < 2 für die meisten Materialien					
Messbereich/mW	± 750	± 750	± 650	± 750	± 750	± 650
Emissionsgasanalyse***	ja	ja	ja	ja	ja	ja

\* je nach Kühleinrichtung

\*\* für Gasmischungen

\*\*\* Die Kopplung der DSC mit FT-IR wird nur für Proben empfohlen, bei denen die Siedetemperatur der freigesetzten Substanzen bei unter 120 °C liegt.

■ enthalten

□ Option

# Technische Daten



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 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-Service



Umzugs-Service

## SCHULUNG



Grundlagen-seminare



NETZSCH Online Academy

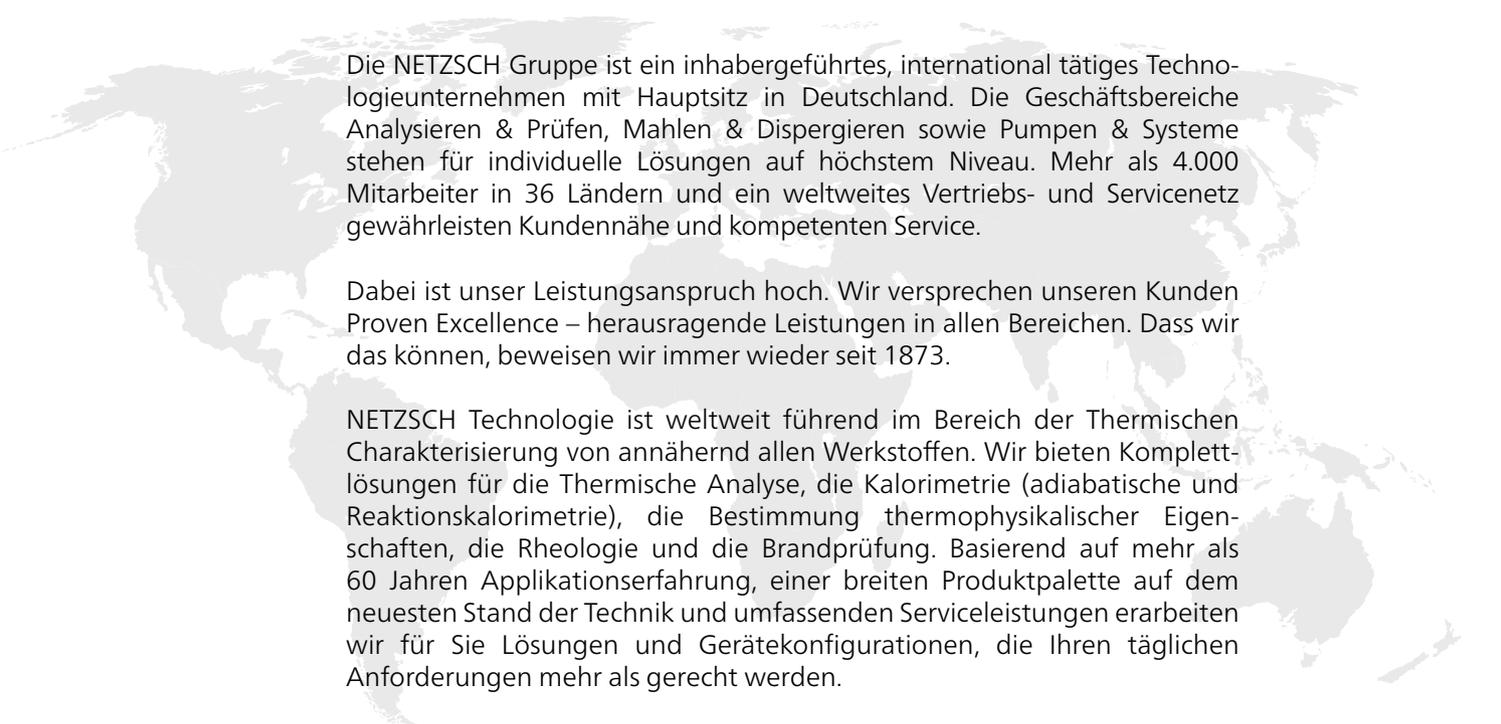


Individualschulung und Anwenderseminare

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

**NETZSCH**®

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