



Dynamische Differenz-Kalorimetrie DSC 204 **F1** Phoenix®

Methode, Technik, Applikationen

Analyzing & Testing



Sie sind auf der Suche nach...

- ... einem zuverlässigen Gerät zur thermischen Analyse?
- ... nach einer Apparatur, die genaue Ergebnisse für modernste Forschungsarbeiten an empfindlichen Proben liefert?
- ... nach einem robusten System, das Ihr Arbeitspensum für die Qualitätskontrolle kontinuierlich und ohne Ausfälle abarbeitet?
- ... nach einem Prüfgerät, das Ihnen Dank der Automatisierung von Routinearbeiten viel Zeit spart?

Die DSC 204 F1 Phoenix® ist die Lösung für Sie!

Das ideale Gerät für Forschung & Entwicklung, Materialcharakterisierung, Qualitätskontrolle und Auftragsmessungen!



DYNAMISCHE DIFFERENZ-KALORIMETRIE

Typische DSC-Applikationen

- Schmelzen, Kristallisation
- Glasübergangstemperatur
- Oxidationsstabilität
- Kristallinität teilkristalliner Stoffe
- Fest-flüssig Verhältnis
- Spezifische Wärmekapazität
- Vernetzungsreaktion
- Zersetzungsbeginn
- Fest-fest Umwandlung
- Polymorphie
- Phasendiagramme
- Flüssigkristall-Umwandlung
- Eutektische Reinheit
- Verträglichkeit



Schema einer Wärmestrom-DSC-Zelle

Die Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC) ist die am häufigsten angewandte thermoanalytische Methode.

Basierend auf ISO 11357-1 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.

In der Praxis wird die Probe in einen Tiegel platziert und zusammen mit einem leeren Referenztiegel in der Messzelle der DSC-Apparatur positioniert. Während der Aufheizung oder Abkühlung mit einer konstanten Rate oder während isothermer Schritte lassen sich dann die charakteristischen Änderungen der Probeneigenschaften bestimmen – zum Beispiel im Zusammenhang mit einem Glasübergang, einer polymorphen Umwandlung, dem Auftreten von Schmelzen/Kristallisation oder dem Oxidationsbeginn.

Die DSC liefert schnelle, zuverlässige Messergebnisse bei kalorischen Änderungen in Ihrer Probe!

DSC 204 F1 Phoenix®

Mehr als Sie erwarten



Verschiedene Sensortypen passend für Ihre Applikation

Für die meisten DSC-Applikationen ist der τ-Sensor Standard. Er zeichnet sich durch eine hohe Empfindlichkeit sowie eine extrem kurze Signal-Zeitkonstante aus und deckt den gesamten Temperaturbereich der DSC-Apparatur ab. Der μ-Sensor hingegen liefert ein höheres Ausgangssignal und ist deshalb auch in der Lage, sehr kleine Effekte zu detektieren.

Sensorwechsel ohne Ofenaustausch

Beide Sensoren sind robust und langlebig. Für eine zustandsabhängige Wartung kann jeder Sensor ausgewechselt werden; es ist kein Austausch des gesamten Ofens notwendig. Dies ist besonders vorteilhaft für die Messung von Proben mit unbekannten oder korrosiven Eigenschaften.

Höchster Probendurchsatz – Der weltweit größte automatische Probenwechsler

Zwei individuelle Probenmagazine mit jeweils 96 Positionen für Tiegel jedes NETZSCH-DSC-Typs und ein zusätzlicher Kalibrierstreifen für 12 Materialien-/Referenztiegel: Die neue Generation des automatischen Probenwechslers (Option) verwandelt die DSC 204 **F1** *Phoenix*® in ein vollautomatisches System, das eine komplette Messserie über ein Wochenende hinaus – inklusive Messungen zur Reproduzierbarkeit, Kalibrierung usw. – abarbeiten kann. NETZSCH

DSC 204 *F1 Phoenix*[®] mit automatischem Probenwechsler; jedes handelsübliche Tablet unter Windows kann als mobiler Touch Screen verwendet werden.

Proteus[®]-Software – Zukunftsweisend in Benutzerorientierung und Intelligenz

Gestalten Sie Ihre Laborarbeit einfacher als je zuvor mit SmartMode, AutoEvaluation und Identify. Eine intuitiv gestaltete Bedienoberfläche, selbst agierende Auswerteroutinen, die Ihnen bei der Analyse unbekannter Proben als zweite Meinung dienen können, sowie ein Datenbanksystem zur Materialidentifizierung und -klassifizierung stehen Ihnen jederzeit zur Seite. AutoCalibration führt Kalibrierungen ganz nebenbei durch

AutoCalibration führt Kalibrierungen ganz nebendel durch und lässt Ihnen Freiraum für wichtigere Aufgaben. Die umfassende Flexibilität der *Proteus®-*Software lässt sich im *ExpertMode* voll ausschöpfen. GASDICHTER AUFBAU GASDICHTER AUFBAU EMISSIONSGASANALYSE EMISSIONSGASANALYSE ZUKUNFTSSICHERES DESIGN ZUKUNFTSSICHERES DESIGN SMARTMODE SM

AUSTAUSCHBARE SENSOREN

ANWENDERFREUNDLICH

IDENTIFY

Robustes system

AUTOSAMPLER MIT 204 POSITIONEN

OPTIMIERT FÜR KOPPLUNG MIT FT-IR ODER MS PHOTOKALORIMETRIE

Ausgeklügelte Technologie für

τ-Sensor – Hervorragende Empfindlichkeit bei gleichzeitig hoher Auflösung

Das Verhältnis von Höhe zu Breite eines Indiumschmelzpeaks – auch Indium Response Ratio genannt – spiegelt sowohl die Empfindlichkeit als auch die Auflösung eines Sensor-Tiegel-Paares wider und ist dadurch ein ideales Kriterium zur Beurteilung der Leistungsfähigkeit eines Sensors. Je höher der Wert, desto besser ist die Fähigkeit, schwache Effekte zu detektieren, aber auch überlappende Effekte aufzutrennen.

Im vorliegenden Fall ergibt sich für eine DSC 204 **F1** *Phoenix*[®], ausgestattet mit einem τ-Sensor, ein Indium Höhen-zu-Breiten-Verhältnis von 202 mW/°C^{*}, was für die hohe Leistungsfähigkeit dieser Apparatur spricht.

^{*} Die Korrektur der Peakform basiert auf der Gleichung von B. Wunderlich, publiziert in Thermal Analysis of Polymeric Materials, Springer-Verlag (2005), Seite 346



DSC-Messungen an Indium, $\tau\text{-}Sensor,$ Probeneinwaage: 13,6 mg, Heizrate: 10 K/min, Al-Tiegel, $N_{y}\text{-}Atmosphäre$



Obwohl der Sensor das Herzstück eines DSC-Systems ist, macht er alleine noch kein komplettes DSC-System aus. Vielmehr müssen alle wichtigen Komponenten – vorrangig Sensor, Ofen, Kühlsystem und die verwendeten Tiegel – entsprechend aufeinander abgestimmt werden.

optimale DSC-Performance

Überlegenes Zellendesign

Jeder Sensor der DSC 204 **F1** Phoenix[®] kann entfernt und gegen einen anderen Sensor ausgetauscht werden. Der Sensor befindet sich in einem zylindrischen Silberofen mit eingebetteten Heizspiralen. Die hohe Temperaturleitfähigkeit von Silber sorgt für eine ausgezeichnete Wärmeverteilung im Inneren und somit für ein homogenes Aufheizen des Sensors – ein Muss für stabile Basislinien.

Der Schutzgasstrom um den Ofen bildet einen effektiven Schutz gegen Eisablagerungen in der Zelle und erlaubt ein kontinuierliches Arbeiten bei tiefen Temperaturen.

Durch die gasdichte Konstruktion der Zelle sind Messungen unter reiner, definierter Gasatmosphäre möglich. Die Regelung des Gasflusses übernehmen drei eingebaute und kalibrierte Massendurchflussregler.



Schematischer Aufbau der DSC 204 F1 Phoenix®

ZUBEHÖR Unerreichte Vielseitigkeit

Große Vielfalt an Probentiegeln

Der Probentiegel 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, Grafit, Glas oder Oxidkeramik bestehen; je nach Tiegel können sie offen, mit einem aufgelegten Deckel oder hermetisch verschlossen sein.

NETZSCH bietet darüber hinaus auch spezielle Deckel für Folien und ein Formwerkzeug für die Vorbereitung von SFI*-Tiegeln an, die speziell für Flüssigkeiten 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



Hochdrucktiegel



Concavus®-Tiegel





Effektive und höchst wirtschaftliche Kühlsysteme

Abgestimmt auf spezifische Temperaturbereiche sind vier unterschiedliche Kühloptionen erhältlich, die von Luftkühlsystemen bis hin zur Flüssigstickstoffkühlung reichen. Die Flüssigstickstoffkühloption kann sowohl im LN₂-(Flüssigstickstoff) als auch im GN₂- (gasförmiger Stickstoff) Modus betrieben werden. Dies spart nicht nur Kühlmittel, sondern ermöglicht auch eine präzisere Regelung der Kühlung.

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

Falls gewünscht, kann an die DSC 204 **F1** Phoenix[®] gleichzeitig das Flüssigstickstoffkühlsystem und ein Intracooler angeschlossen werden. Dies senkt den Flüssigstickstoffverbrauch weiter ab, da in diesem Fall die Flüssigstickstoffkühlung erst bei Temperaturen unterhalb von -85 °C aktiviert wird.

Durch Anschluss des Standard-DSC-Dewars (60 l) an einen großen LN_2 -Tank (z. B. mit einem Fassungsvermögen von 300 l) kann der Dewar während langer Messserien oder sogar bei laufender Messung automatisch wiederbefüllt werden.

Alle Kühlsysteme können bis 600/700 °C betrieben werden.



Um die gewünschte Kühlgeschwindigkeit innerhalb eines gegebenen Temperaturbereiches zu realisieren, stehen unterschiedliche Kühlsysteme zu Ihrer Verfügung. So lässt sich zum Beispiel durch Anwendung einer Flüssigstickstoffkühlung eine lineare Kühlrate von 100 K/min von z. B. 600 °C bis hinunter zu ca. 180 °C verwirklichen.



Luftkühlung (RT bis 700 °C)



Druckluftkühlung (<0 °C bis 700 °C)



Intracooler mit geschlossenem Kreislauf (-85 °C bis 600 °C)



Flüssigstickstoffkühlung (-180 °C bis 700 °C)

Automatischer Probenwechsler (ASC)

Maximale Leistungsfähigkeit

Zwei auswechselbare Probenmagazine in Mikroplattenformat mit insgesamt 192 Positionen (jeweils 96) können schnell be- oder entladen werden. Jedes Probenmagazin kann dabei mit DSC-Tiegeln unterschiedlichen Typs bestückt werden. Der ASC-Greifer ist in der Lage, alle Tiegeltypen zu handhaben. *SafeTouch* stellt sicher, dass jeder Tiegeltyp mit der idealen Anpresskraft aufgenommen wird.

Die passende Anpresskraft wird automatisch aus einer umfangreichen Datenbank, die alle Tiegel und ihre Eigenschaften (Dimensionen, Material, gelochte oder hermetisch verschlossene Deckel usw.) beinhaltet, abgeleitet. Damit ist die Anpresskraft stets auf den aktuellen Tiegeltyp optimiert. Selbst dünnwandige Tiegel werden so schonend behandelt, dass keine Gefahr der Deformation besteht.



Probenmagazin mit jeweils 96 Positionen Kalibrier- und Referenzstreifen mit 12 Positionen



Greifer mit Anstechvorrichtung und Fotodiode (links) für eine Tiegelerkennung "im Flug"



Zwei austauchbare Probenmagazine plus fest eingebauter Streifen ergeben insgesamt 204 Positionen für Proben- und Referenztiegel; Darstellung zusammen mit der teilweise geöffneten Magazinabdeckung.

Jedes Magazin kann Proben- und Referenztiegel unterschiedlichen Typs aufnehmen.



204 Positionen für die DSC 204 **F1** Phoenix®-ASC

Kalibriermaterialien und Referenztiegel jederzeit einsatzbereit

Ein zusätzlicher, fest eingebauter Streifen mit 12 Positionen ist reserviert für Kalibriermaterialien oder Referenztiegel. Kalibriermaterialien können hier bis zum nächsten Kalibrierlauf geschützt aufbewahrt werden.

Eindeutige Identifizierung des Probenmagazins

Der auf den standardisierten Probenmagazinen aufgedruckte 2-D-Code enthält die Seriennummer zur eindeutigen Identifizierung des Magazins. Zusätzlich sind zu jeder Position Informationen über den Tiegel hinterlegt. Dies bewährt sich besonders, wenn mehrere Personen dieselbe DSC benutzen, aber verschiedene Probenmagazine in Gebrauch haben.

Keine Einflüsse aus der Umgebung

Besonders bei längeren Verweilzeiten schützt die Magazinabdeckung Proben vor Umgebungseinflüssen (z. B. Feuchtigkeit). Über die in die Abdeckung integrierten Kanäle wird der Raum zwischen den Probenmagazinen und der Abdeckung mit Gas gespült.

Für instabile Proben oder Proben mit flüchtigen Anteilen ist optional eine automatische Anstechvorrichtung erhältlich, die den Aluminiumtiegeldeckel erst kurz vor Messbeginn öffnet.



Photo-Kalorimetrie – Perfekte UV-Aushärtung reaktiver Polymere

Ein Photo-Kalorimeter oder eine UV-DSC ist das richtige System zur Untersuchung von Aushärtereaktionen, die mittels Belichtung (UVoder sichtbares Licht) initiiert werden. In der Photo-DSC 204 **F1** *Phoenix®* sind die Lichtwellenleiter im automatischen Ofendeckel fest positioniert. Das sorgt für die richtige Ausrichtung der Lichtwellenleiter und einen definierten Abstand zu Probe und Referenz – die Voraussetzung für reproduzierbare Ergebnisse.

Als UV-Lampen werden DELOLUX 04 oder OmniCure® S 2000 (beides Quecksilberlampen) mit Wellenlängenbereichen zwischen 315/320 nm und 500 nm empfohlen. Die OmniCure-Lampe ist vollständig software-gesteuert. Eine damit ausgestattete Photo-DSC erlaubt die Auswahl von Temperatur, Lichtintensität, Wellenlägen und Belichtungszeit Die Anpassung anderer handelsüblicher Lampen ist ebenfalls möglich.

Die gasdichte Konstruktion der DSC 204 **F1** Phoenix[®] ermöglicht auch die Messung von sauerstoffempfindlichen Aushärteprozessen (Sauerstoff kann als Inhibitor wirken), wie z. B. die Vernetzung von Lacken.

Ihr Nutzen

- Analyse lichtinduzierter Reaktionen an einer Vielzahl von Materialien
- Messung der (UV-) lichtinduzierten Aushärtung von Harzen, Lacken, Tinten, Beschichtungen und von Klebstoffen
- Untersuchung des Einflusses von UV-Stabilisatoren in Pharmazeutika, Kosmetika und Lebensmitteln (Alterungseffekte)

Fragen Sie nach Ihrem persönlichen Exemplar des Photo-DSC 204 **F1** *Phoenix*[®]-Prospekts.

Kopplung an FT-IR oder MS zur Detektierung und Identifizerung freigesetzter Gase

Treten während der DSC-Messung unerklärliche Effekte auf, können diese mittels Emissionsgasanalyse näher untersucht werden. Ideal zur Detektion und Identifizierung gasförmiger Produkte, wie z. B. Feuchtigkeit, Lösemittel oder anderer flüchtiger Bestandteile, sind sowohl FT-IR (Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie) als auch MS (Massenspektrometrie) geeignet.

Voraussetzung für diese Untersuchungen ist eine gasdichte Zelle, wie die der DSC 204 **F1** *Phoenix*[®]. Dadurch wird sichergestellt, dass die Zusammensetzung des im FT-IR oder MS analysierten Gases identisch mit der des von der Probe freigesetzten Gases ist.

Im Fall von FT-IR wurde das Interface für Bruker-FT-IR-Spektrometer optimiert, es ist jedoch nicht auf diese beschränkt. Bitte kontaktieren Sie Ihren Verkaufsberater für weitere Informationen.



DSC 204 F1 Phoenix® mit ASC, gekoppelt mit dem Bruker FT-IR Spektrometer

ZUBEHÖR Erweitert den Applikationsbereich

Proteus®-Software IMMER EINEN SCHRITT VORAUS



Der Anwender im Fokus

Die NETZSCH-Proteus®-Software bietet bei weitem mehr als eine herkömmliche Mess- und Analysesoftware für DSC-Geräte. Die zahlreichen Features können von großem Nutzen bei der täglichen Arbeit sein. Der Anwender behält stets die Kontrolle und kann wählen, ob er den traditionellen Weg, den software-unterstützten Weg oder eine Kombination aus beiden einschlagen will.

Benutzeroberfläche SmartMode während der Messung

SW-Features

- SmartMode
- ExpertMode
- AutoCalibration
- AutoCooling
- Advanced DSC-BeFlat®
- AutoEvaluation (Seite 16)
- Identify (siehe Seite 17)
- TM-DSC (temperaturmodulierte DSC)
- Unterstützung des ASC (automatischer Probenwechsler)
- Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität (c_n)
- Berichterstellung
- Reinheit
- Peak Separation
- Kinetics Neo

SmartMode und *ExpertMode* – Geben Ihnen die Flexibilität, die Sie benötigen

Aufgrund der rasanten Entwicklungen im Elektronikbereich ist die Zeitspanne, in der eingebaute Displays aktuell sind, oftmals sehr kurz. Durch Anwendung von *SmartMode* besteht jedoch die Möglichkeit, die gleiche intuitive Benutzeroberfläche auf einem Tablet, einem größeren Touch-Monitor oder einem herkömmlichen Rechner zur Verfügung zu haben – ganz nach Ihrem Belieben.

Für alle, die eine klassische Benutzeroberfläche oder Zugang zur gesamten Funktionalität der *Proteus*®-Software bevorzugen, ist der *ExpertMode* die Lösung. In beiden Modi erlaubt der Echtzeitbetrieb der Software die Anzeige von laufenden Messungen und stellt – falls gewünscht – die Auswertung sofort nach Beendigung der Messung dar. Zum Start einer Testserie können entweder Wizards (Quickstart-Routinen im *SmartMode*), vordefinierte Methoden (z. B. bezogen auf Polymertypen im *SmartMode*) oder anwenderdefinierte Methoden (sowohl im SmartMode als auch im ExpertMode) geöffnet werden.

[■] inklusive □ optional





Berichterstellung für unterschiedliche Anforderungen

Auf Basis verschiedener Vorlagen kann jeder Anwender seine eigenen Berichte – einschließlich Logos, Tabellen, Textfelder und Plots – erstellen.

Ideale, flache Basislinien dank Advanced *BeFlat*®

Aufgrund von Beschränkungen in Material und Technik weist jeder DSC-Sensor thermische Unsymmetrien auf, die Einfluss auf die Form der jeweiligen DSC-Basislinie haben können.

Advanced *BeFlat*[®] ist eine Methode, die all diese Einflüsse in der DSC 204 **F1** *Phoenix*[®] mit nur zwei Messungen (eine mit einem Tiegel auf der Referenzseite und eine zweite mit je einem leeren Tiegel auf Proben- und Referenzseite) kompensiert. Das Ergebnis sind horizontale DSC-Basislinien – gleichgültig, bei welcher Heizrate.



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 Änderungen der spezifischen Wärmekapazität (→ Glasübergang); der nicht-reversierende Wärmestrom auf temperaturabhängige Phänomene wie Aushärtung, Wasserabgabe oder Relaxation (siehe Applikation Seite 19).



Geräteunabhängige Datenbank für Messdefinitionen

Im ASC-Modus ist jede Probe definiert und mit dem dazugehörigen Messprogramm eindeutig einer Position im Magazin zugeordnet. Bereits bestückte Magazine mit definiertem Messprogramm je Position können daher in jeder freien DSC im internen Netzwerk ohne weiteren Programmieraufwand verwendet werden.

Wie von Zauberhand AutoEvaluation

AutoEvaluation ist die erste auf dem Markt erhältliche selbsttätige Auswerteroutine für DSC-Kurven. Ohne Zutun des Anwenders werden damit Glasübergangstemperaturen, Schmelztemperaturen oder Schmelzenthalpien unbekannter Polymere oder reiner Metalle selbstständig detektiert und vollautomatisch ausgewertet. Erfahrene Anwender können das automatische Auswerteergebnis als zweite Meinung heranziehen. Falls gewünscht, ist selbstverständlich auch eine Neuberechnung der Werte möglich.



Identify

- ist ein einzigartiges Kurvenerkennungs- und Interpretationssystem
- enthält eine Datenbank mit NETZSCH-Bibliotheken und vom Anwender erstellbaren Bibliotheken
- verwaltet Messungen, Literaturdaten und Klassen



Die Datenbank für Kurvenerkennung und -vergleiche

Identify

Identify ist ein auf dem Gebiet der Thermischen Analyse einzigartiges Softwarepaket zur Identifizierung und Klassifizierung von Materialien über Datenbankvergleich. Neben 1:1-Vergleichen mit individuellen Kurven oder Literaturdaten ist es auch möglich, zu prüfen, ob eine bestimmte Kurve zu einer bestimmten Klasse gehört. Diese Klassen können aus Kurven des gleichen Materialtyps (Materialerkennung) oder auch aus Referenzkurven für die Qualitätskontrolle (Pass/Fail-Tests) bestehen.

Die mitgelieferten NETZSCH-Bibliotheken beinhalten mehr als 1.100 Einträge, bezogen auf unterschiedliche Applikationsgebiete wie Polymere, Organika, Anorganika, Metalle/Legierungen oder Keramiken.

Die gezeigte Ähnlichkeitstrefferliste ist das Ergebnis der Anwendung von *Identify* auf das oben dargestellte Messbeispiel. PA12 (Polyamid 12) führt die Rangliste an. Der Ähnlichkeitswert von 99,5 % spiegelt die hohe Übereinstimmung der experimentellen Kurve mit der Referenzkurve (pink) wider.

APPLIKATIONEN

Kristallinität und/oder Amorphizität von Polyethylenterephthalat (PET)

PET ist ein häufig verwendetes teilkristallines thermoplastisches Polymer. Ist die Abkühlung schnell genug erfolgt, zeigt sich in der nachfolgenden Aufheizung eine Nachkristallisation. In den hier dargestellten DSC-Experimenten sind verschiedene Effekte ersichtlich: Glasübergangsstufen mit unterschiedlichen Höhen und Mitteltemperaturen (von 80 °C bis 84 °C) sowie verschiedene Nachkristallisations- (Peaktemperatur z. B. bei 147 °C) und Schmelzeffekte (Peaktemperatur von 242 °C). Die Flächen der Schmelz- und Nachkristallisationspeaks stehen mit der Kristallinität des Materials in Zusammenhang; die Höhe der Glasübergangsstufen ist ein Maß für den amorphen Anteil. Deutlich zeigt sich der Einfluss der vorangegangenen Abkühlgeschwindigkeit.



DSC-Messung an PET; Probeneinwaage: 5,49 mg, Stickstoffatmosphäre Dargestellt sind mehrere Aufheizungen mit einer Heizrate von 10 K/min, nachdem die Probe mit Kühlrate zwischen 10 K/min und 60 K/min abgekühlt wurde.

Einfluss der Kühlrate auf die Trübung/Transparenz von PET-Flaschen

Die Auftragung der Stufenhöhe (Δc_p) des Glasübergangs sowie der Enthalpie des Nachkristallisationspeak gegen die Kühlrate liefert nahezu lineare Zusammenhänge. Je höher die Glasübergangsstufe (und damit auch je höher die Fläche des Nachkristallisationspeaks), desto größer ist der amorphe Anteil und die Transparenz bei RT.











Nachhärtung eines CFKs (kohlefaserverstärkter Kunststoff) mittels TM-DSC; resultierendes moduliertes DSC-Signal (gestrichelte Linie) plus total heat flow Kurve (Durchschnitt, entspricht einer konventionellen DSC-Messung, durchgezogene Linie)

Probeneinwaage: 13,45 mg, mittlere Heizrate: 3 K/min, Periode: 60 s, Amplitude: 1 K, Atmosphäre: Stickstoff



TM-DSC-Messung, 1. Aufheizung: Trennung von Glasübergang (reversing Kurve) und Aushärtung (non-reversing Kurve); Messparameter siehe oben

Die Mittelwertskurve (total heat flow, durchgezogene blaue Linie in beiden Grafiken) illustriert die Überlappung zwischen der Glasübergangsstufe und dem breiten exothermen Nachhärtungspeak, wie sie auch bei konventionellen DSC-Messungen beobachtet werden kann. Durch Anwendung von TM-DSC können jedoch beide Effekte voneinander aufgetrennt werden. Der Glasübergang ist im reversierenden DSC-Signal (Grafik unten, rot) ersichtlich; die Aushärtung im nicht-reversierenden DSC-Signal (schwarz).



Visualisierung des komplexen Schmelzverhalten von Legierungen mit hoher Auflösung

Eine gute Auftrennung der Schmelzpeaks der einzelnen Komponenten einer Legierung ist bei der Analyse von Metallen sehr wichtig. Mit der DSC 204 **F1** Phoenix[®], ausgestattet mit τ-Sensor, ergibt sich für die hier gezeigte Messung an einer Aluminiumlegierung im Bereich von 510 °C bis 650 °C (Peaktemperaturen bei 511 °C, 519 °C, 533 °C, 577 °C und 623 °C) eine ausgezeichnete Peakauftrennung. Zum Vergleich: Reines Aluminium besitzt einen Schmelzpunkt bei ca. 660 °C.



DSC-Messung an einer Aluminiumlegierung



Untersuchung des Einflusses von Feuchtigkeit auf die Glasübergangstemperatur von Sorbitol





DSC-Messung an Sorbitol Probeneinwaage: 12,0 ± 1 mg, Heizrate: 10 K/min, Atmosphäre: Stickstoff



Genaue Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von Polystyrol

Zu den wichtigsten DSC-Aufgaben zählt die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität. Mit der DSC 204 **F1** Phoenix[®] konnte eine mittlere Messabweichung von < 2 % an dem NIST-Standard-Referenzmaterial 705a, Polystyrol (PS) mit enger Molmassenverteilung, erzielt werden. Die Heizrate betrug 10 K/min.



Überprüfung der Streichfähigkeit von Speisefetten

Der obere Plot zeigt das Schmelzverhalten von Margarine (rot), Butter (blau) und Kakaobutter (schwarz). Das Schmelzen der Margarine setzt im Vergleich zu den beiden anderen Proben bei niedrigeren Temperaturen ein. Dies spiegelt sich auch in der untenstehenden Grafik wider, in der die Integrale der unterschiedlichen Schmelzflächen gegen die Temperatur aufgetragen sind.

Bei ca. 5 °C (Kühlschranktemperatur, senkrechte schwarze Linie) beträgt der bereits geschmolzene Anteil im Fall von Margarine 79 %, jedoch nur 46 % für Butter und lediglich 5 % für Kakaobutter. Dies erklärt die bessere Streichfähigkeit von Margarine im Vergleich zu frisch aus dem Kühlschrank entnommener Butter.

Folglich beträgt der sogenannte Solid Fat Content (SFC) bei 5 °C 21 % (100 % - 79 %) für Margarine, 54 % für Butter und 95 % für Kakaobutter.





DSC-Messung an Margarine, Butter und Kakaobutter Probeneinwaagen: 9,5 mg, 10,3 mg und 9,8 mg; Heizrate: 10 K/min, Stickstoffatmosphäre, *Concavus*-Tiegel



Integral der verschiedenen Schmelzflächen (Konversionsgrad) von Margarine, Butter und Kakaobutter (siehe Grafik oben) in Abhängigkeit von der Temperatur

DSC 204 F1 Phoenix®

Ofenmaterial	Silber
Temperaturbereich (max.)	-180 °C bis 700 °C
Abkühlrate / Aufheizrate	0,001 bis 200 K/min
Messbereich (max.)	± 750 mW (τ-Sensor)
Enthalpiegenauigkeit	<1%*
Genauigkeit der Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität	< 2 bis 3 % (für Saphir, RT bis 500 °C)
Sensortypen	= τ-Sensor, austauschbar (-180 °C bis 700 °C) = μ-Sensor, austauschbar (-150 °C bis 400 °C)
Kühloptionen	 Luftkühlung: RT bis 700 °C Druckluft: <0 °C bis 700 °C (Vortex) Intracooler: -85 °C bis 600 °C Flüssigstickstoff: -180 °C bis 700 °C
Gasatmosphären	Inert, oxidierend, statisch, dynamisch
Gasdicht	Ja
Gaskontrolle	3 integrierte Massendurchflussregler für Schutz- und Spülgase; 0 250 ml/min
Gasflussregelung	Softwaregesteuert
Automatischer Probenwechsler (ASC)	für bis zu 192 Proben + bis zu 12 Kalibrierproben (optional)
Emissionsgasanalyse	MS und/oder FT-IR, möglich mit ASC (optional)
Photo-Kalorimetrie	UV-Erweiterung für verschiedene kommerzielle Lampen, möglich mit ASC (optional)
<i>Proteus®</i> -Software (eingeschlossene Features)	 SmartMode ExpertMode AutoCalibration AutoCooling AutoEvaluation Identify Advanced BeFlat®
Proteus®-Softwareerweiterungen (Option)	Temperaturmodulation, TM-DSC<i>Purity</i>
Weitergehende Softwareerweiterungen	Optional: = Peak Separation = Kinetics Neo = Thermische Simulation = Komponentonkinotik

* für Metalle

Das System arbeitet auf der Basis aller relevanten DSC-Normen, u.a. von DIN 51 007, ISO 11 357 (Teile 1 bis 7), ASTM E793, ASTM E794, ASTM E1356, ASTM D3895

Technische Eckdaten

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@netzsch.com

