

NETZSCH

Proven Excellence.



Dynamische Differenz-Kalorimetrie – DSC 404 **F1/F3** Pegasus®

Methode, Technik, Applikationen

Analyzing & Testing

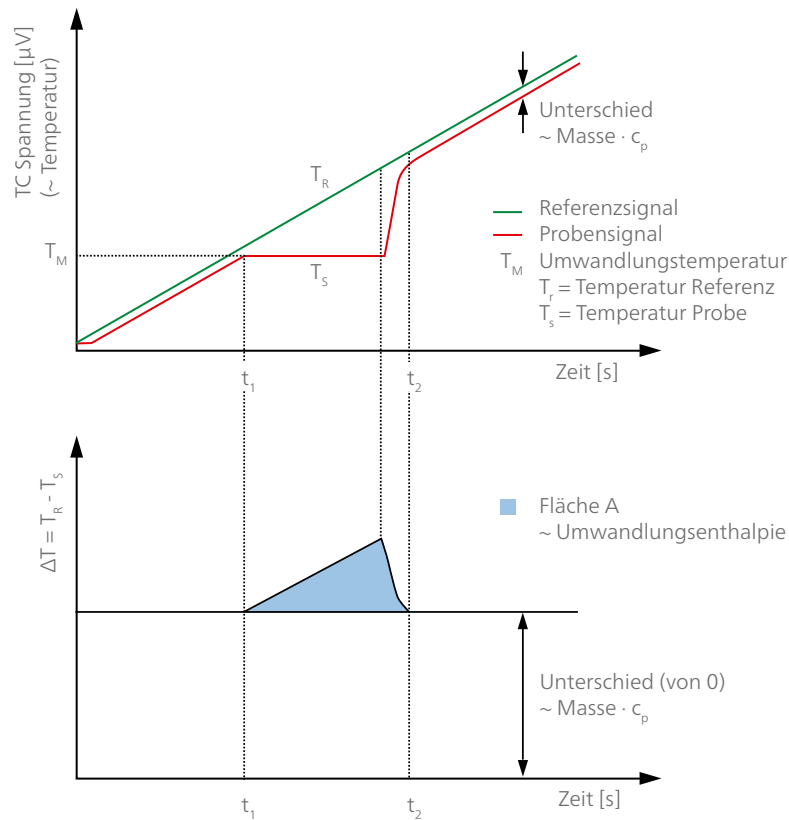
Methode

Die Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC) ist eine der am häufigsten eingesetzten Methoden der Thermischen Analyse. Sie ermöglicht die Analyse nahezu aller energetischen Effekte, die in einem Festkörper oder einer Flüssigkeit während der thermischen Behandlung auftreten.

DSC-Analysemöglichkeiten

- Spezifische Wärme
- Schmelz- und Kristallisationsverhalten
- Festkörperreaktionen
- Polymorphe Umwandlungen
- Phasenumwandlung/-diagramm
- Flüssigkristall-Umwandlungen
- Eutektische Reinheit
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergangstemperaturen
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Zersetzungsbeginn
- Verträglichkeit
- *Reinheitsbestimmung*
- Kinetics Neo





Signalerzeugung in einer Wärmestrom-DSC

Die DSC 404 **F1** und **F3 Pegasus**[®] sind Wärmestrom-Kalorimeter, bei denen Probe und Referenz einem kontrollierten Temperaturprogramm (Aufheizung, Abkühlung oder isotherme Temperaturführung) unterworfen sind. Die tatsächlich gemessenen Eigenschaften sind die Proben- und die Referenztemperatur, die sich zwischen der Probe und der Referenz einstellt. Aus den gemessenen Rohdaten wird die Wärmestromdifferenz zwischen Probe und Referenz bestimmt.

Die DSC 404 **F1/F3 Pegasus**[®]-Systeme basieren auf allen relevanten Geräte- und Applikationsstandards, wie ISO 11357, ASTM E793, ASTM D3895, ASTM D3417, ASTM D3418, DIN 51004, DIN 51007.

DSC 404 **F1/F3 Pegasus**[®]

Highlights

DSC 404 **F1/F3** Pegasus®

Die Herausforderung, die Hochtemperatur-DSC-Messungen mit sich bringen, haben wir bei NETZSCH bereits vor vielen Jahren gemeistert. Genau dieses Streben nach Perfektion erlaubt es uns auch heute, die besten Lösungen auf dem Markt anzubieten.



Ofenvielfalt für unerreicht großen Temperaturbereich

Verschiedene Öfen, einschließlich derer für spezielle Applikationen, erweitern den üblichen Applikationsbereich konventioneller Thermoanalyse-Systeme. Messungen können im Temperaturbereich von -150 °C bis 2000 °C durchgeführt werden.

Effizientes Zeitmanagement

Die Doppelhubvorrichtung ermöglicht den Anschluss zweier Öfen oder eines Ofens in Kombination mit dem automatischen Probenwechsler (ASC) für bis zu 20 Proben. Diese Flexibilität und der hohe Probendurchsatz unterstützen effizientes Zeitmanagement!



Flexibilität pur – Sensoren

Die Flexibilität der DSC 404 Pegasus® wird durch die beeindruckende Anzahl an unterschiedlichen Sensoren erweitert. Die vielen Kombinationsmöglichkeiten von Öfen und Sensoren garantieren eine optimale Anpassung an jede Applikation. Das benutzerfreundliche Design erlaubt einfachste Handhabung.

Ausschluss von Atmosphäreneinflüssen – Vakuumdichtes Design

Massendurchflussregler sind ideal zur optimalen Regelung der Atmosphäre. Das vakuumdichte Design ist die Voraussetzung für Untersuchungen an sauerstoffempfindlichen Proben. Enthalpieänderungen und spezifische Wärmekapazität (c_p) lassen sich mit unübertroffener Genauigkeit bestimmen.

Verschiedene Ofensysteme

Zur Anpassung an die unterschiedlichsten Applikationen im Temperaturbereich zwischen -150 °C und 2000 °C kann die DSC 404 **F1/F3 Pegasus**® mit verschiedenen Ofentypen ausgestattet werden. Für Temperaturen unterhalb Raumtemperatur sind Silber- und Stahlöfen lieferbar. Eine geregelte Abkühlung ist mit der Flüssigstickstoff- oder der Vortex-Kühlung gewährleistet. Für höhere Temperaturen sind SiC-, Pt-, Rh- oder Grafitöfen erhältlich. Die Pt- und Rh-Öfen in Kombination mit den dazugehörigen DSC-Sensoren sind besonders zur Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität im höheren Temperaturbereich geeignet.

Doppelhubvorrichtung

Die elektrische Doppelhubvorrichtung ist bei den DSC 404 **F1/F3 Pegasus**®-Systemen Standard. Sie ermöglicht den gleichzeitigen Einbau von zwei Öfen, z. B. für Untersuchungen im Tief- und Hochtemperaturbereich mit ein und dem selben Gerät. Soll der Probandurchsatz weiter erhöht werden, lässt sich auch ein Ofen mit dem Automatischen Probenwechsler (ASC) kombinieren.

Größte Flexibilität durch



Austauschbare Öfen

Ofentyp	Temperaturbereich ¹	Kühlsystem	Atmosphären
Stahl	-150 °C bis 1000 °C	Flüssigstickstoff/ Vortex	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum, korrosiv
Silber ²	-120 °C bis 675 °C	Flüssigstickstoff/ Vortex	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum, korrosiv
Siliciumcarbid	RT bis 1600 °C	Luft	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum, korrosiv
Platin ²	RT bis 1500 °C	Luft	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum
Rhodium ²	RT bis 1650 °C	Luft	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum
Grafit	RT bis 2000 °C	Leitungswasser ³ (bzw. Kühl- thermostat)	Inert, oxidierend (mit Schutzrohr bis 1750 °C), reduzierend

¹ Entspricht dem maximalen Proben-temperaturbereich

² Optimal für c_p -Bestimmungen

³ Anschluss von Kühlwasser erforderlich



Verschiedene Sensoren

Meist werden die DSC 404 **F1/F3 Pegasus**®-Apparaturen für die genaue Messung der spezifischen Wärmekapazität (c_p) eingesetzt. Jedoch lassen sich jedoch auch "einfache" DTA- sowie konventionelle DSC-Messungen durchführen. DTA-Sensoren werden beispielsweise für Routineuntersuchungen an aggressiven Probensubstanzen verwendet. Verschiedene Thermoelementtypen sorgen für optimale Empfindlichkeit und Zeitkonstanten über alle Temperaturbereiche hinweg. Die Sensoren können vom Anwender in weniger als einer Minute problemlos ausgetauscht werden.

Einzigartiges Sensor-Justiersystem

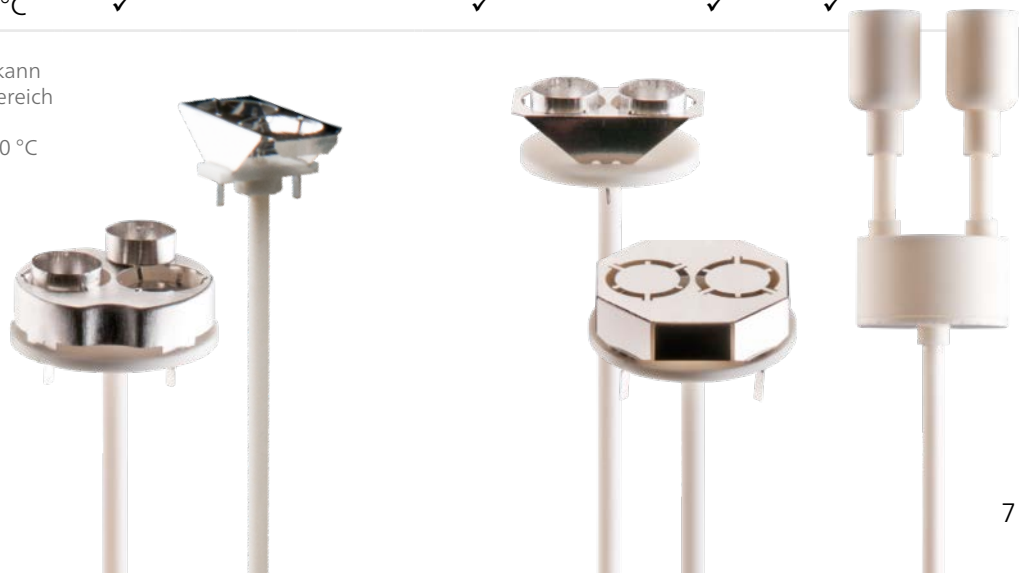
Zur Optimierung der Basislinie ist im Messteil ein Mikrometer-Justiersystem integriert, welches eine sehr gute Zentrierung des Sensors innerhalb des Ofens ermöglicht. Damit lässt sich im Handumdrehen eine reproduzierbare Basislinie erzeugen.

Auswahl an Öfen und Sensoren für optimale Messbedingungen

Austauschbare Sensoren

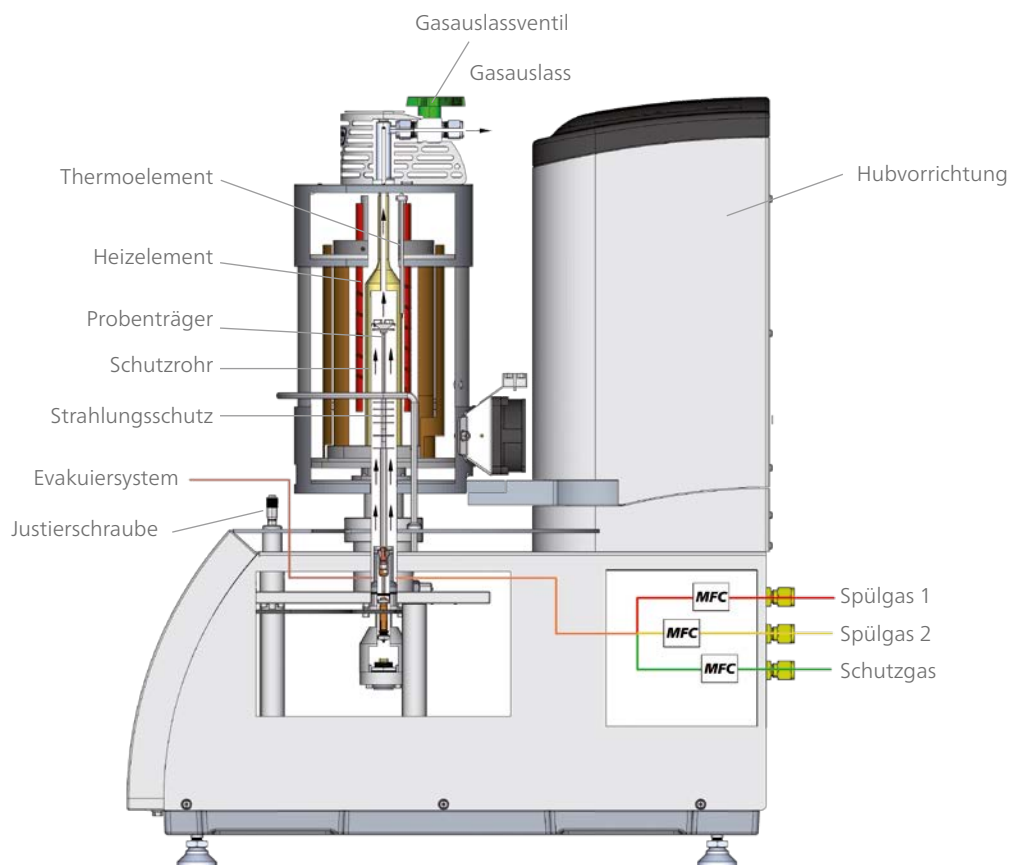
Thermo- element	Temperatur- bereich	Sensortypen			Atmosphären				
		DTA	DSC	DSC- c_p	Inert	Oxidierend	Redu- zierend ¹	Vakuum	Korrosiv
E	-150 °C bis 700 °C	✓	✓	✓	✓	✓ ⁴	✓	✓	
K	-160 °C bis 800 °C	✓	✓	✓	✓	✓ ⁴	✓	✓	
P	-150 °C bis 1000 °C		✓	✓	✓	✓	✓	✓	
S	RT bis 1650 °C	✓	✓	✓ ²	✓	✓	✓	✓	
S _{geschützt}	RT bis 1650 °C	✓			✓	✓	✓	✓	
B	RT bis 1750 °C	✓	✓	✓ ³	✓		✓	✓	✓
W/Re	RT bis 2000 °C	✓			✓		✓	✓	

- 1 Die obere Temperaturgrenze kann vom maximalen Temperaturbereich des Sensors abweichen
- 2 Optimale Genauigkeit bis 1500 °C
- 3 > 300 °C bis max. 1200 °C
- 4 bis 500 °C



Technologie, die Maßstäbe setzt

Umfangreiches Zubehör steht zur Erweiterung des Anwendungsbereichs der DSC 404 **F1/F3 Pegasus**® zur Verfügung – *AutoVac* für automatisches Evakuieren und Wiederbefüllen des Probenraums, Evakuiersysteme sowie die Sauerstofffalle *OTS*® (Oxygen Trap System).



Atmosphäre – Massendurchflussregler

In der DSC 404 **F3 Pegasus**[®] wird der Spül- oder Reaktionsgasfluss mittels Fritten, manuellen Reglern oder maßgeschneiderten Massendurchflussreglern (MFC) gesteuert. Die Standardausführung der DSC 404 **F1 Pegasus**[®] ist mit im Gerätegehäuse integrierten Massendurchflussreglern für drei Gase ausgestattet. In beiden Geräteversionen erlauben die MFC-Systeme einen softwaregesteuerten Wechsel von Gasart und Durchfluss sowie das Aufzeichnen des tatsächlichen Gasflusses durch die Software.

Glove-Box und korrosionsbeständige Geräteversionen

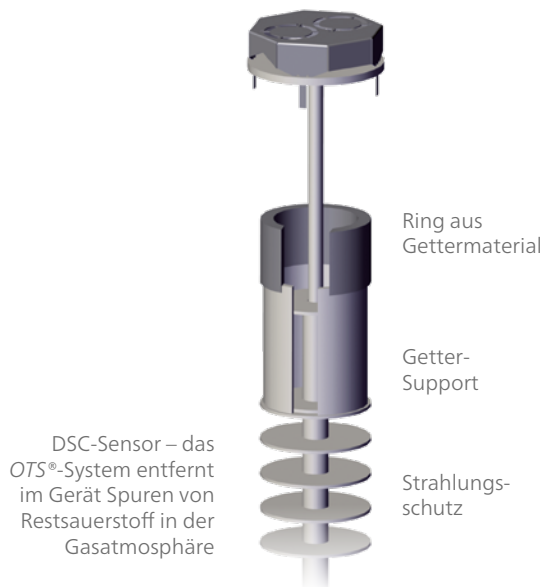
Für den Betrieb in einer Glove-Box oder für Messungen in korrosiven Atmosphären sind spezielle DSC-Versionen lieferbar. Durch diese Flexibilität können die DSC 404 **F1/F3 Pegasus**[®]-Systeme optimal an Ihre Anforderungen angepasst werden – heute und in der Zukunft.

Vakuumdichtes Design – Optimale Regelung der Atmosphäre

Die DSC 404 **F1/F3 Pegasus**[®]-Geräte sind erstklassige Hochtemperatur-DSC-Systeme. Nahezu jedes Bauteil wurde so konzipiert, die Anforderungen im Hochvakuum oder in reinen Gasatmosphären zu erfüllen. Verschiedene Vakuumpumpen (von Rotations- über Membran- bis zu Turbomolekularpumpen) sind zur Evakuierung bis 10^{-4} mbar² für beide DSC-Systeme erhältlich. Eine automatische Evakuierung (*AutoVac*) ist ebenso möglich wie das Wiederbefüllen mit verschiedenen Spülgasen.

Oxygen Trap System *OTS*[®]

Das *OTS*[®]-Zubehör ermöglicht die weitere Reduzierung des Sauerstoffgehalts der Probenatmosphäre auf unter 1 ppm.



2 Tatsächlich erreichbares Vakuum abhängig vom gewählten Evakuiersystem

Unvergleichliches Sortiment an Zubehör



Umformwerkzeug für PtRh/Keramik-Tiegelsystem

Verschiedene DSC-Tiegel

Tiegelvielfalt

Die DSC 404 **F1/F3 Pegasus**[®]-Systeme bestehen nicht nur durch ihre Flexibilität in der Ofen- und Sensorauswahl, sondern auch durch die große Vielfalt an lieferbaren Tiegeln. Um den großen Temperaturbereich von -150 °C bis 2000 °C abzudecken, sind Tiegel aus Metall (Al, Ag, Au etc.) über Keramik (Al_2O_3 , MgO, ZrO_2 , Y_2O_3 , BN etc.) bis hin zu Graphit erhältlich. Für inhomogene Proben und solche mit geringer Dichte stehen größere Tiegel zur Verfügung.

Sollen Proben von atmosphärischen Einflüssen abgeschirmt oder Gasemissionen der Probe erhalten bleiben, können Aluminiumtiegel mit der handlichen Verschleißpresse gasdicht verschlossen werden.

Für Messungen unter erhöhten Drücken bis 100 bar stehen wiederverwendbare Edelstahl- sowie Autoklav-Tiegel aus Titan zur Verfügung.

Ein PtRh/Keramiktiegelsystem mit herausnehmbarem Einsatz aus dünnwandigem Al_2O_3 , MgO oder Y_2O_3 ist für Messungen an Metallschmelzen oder anderen reaktiven Testmaterialien erhältlich.

Kalibriermaterialien

Zur Kalibrierung von Temperatur, Enthalpie und spezifischer Wärmekapazität sowohl im Tief- als auch im Hochtemperaturbereich stehen zahlreiche Kalibriersets mit unterschiedlichsten Materialien für die verschiedenen Tiegel (einschließlich Hochdruck-Autoklavtiegel) zur Verfügung. Die Kalibriermaterialien sind ausgewählt und vorbereitet für Messungen gemäß den Empfehlungen der entsprechenden ASTM-CEI-IEC-Normen.



Automatischer Probenwechsler (ASC)

Der automatische Probenwechsler kann sowohl bei der DSC 404 **F1** als auch bei der **F3** installiert werden. Das Probenkarussell für bis zu 20 Proben ist für eine einfache Bestückung abnehmbar. Jeder Probe kann ihr individuelles Mess- und Auswertemakro zugeordnet werden. Diese Vorprogrammierung erlaubt Messungen über Nacht oder am Wochenende, wodurch ein erhöhter Probendurchsatz und somit ein effizienter Geräteeinsatz sichergestellt sind. Der ASC gewährt eine optimale Tiegelplatzierung. Der Greifer und das Karussell ermöglichen die Verwendung von nahezu allen Tiegeln einschließlich Mittel- und Hochdrucktiegel.

Deckelabhebefunktion des ASC

Für instabile Proben – z. B. sauerstoffempfindliche Proben oder allgemein Proben, die sich unter Raumluftbedingungen im Magazin verändern – ist eine Deckelabhebefunktion lieferbar. Das Verschließen der Tiegel mit einem Deckel verringert das Risiko, dass sich kritische Proben verflüchtigen oder vor der Messung mit der Raumluft/-feuchtigkeit reagieren.



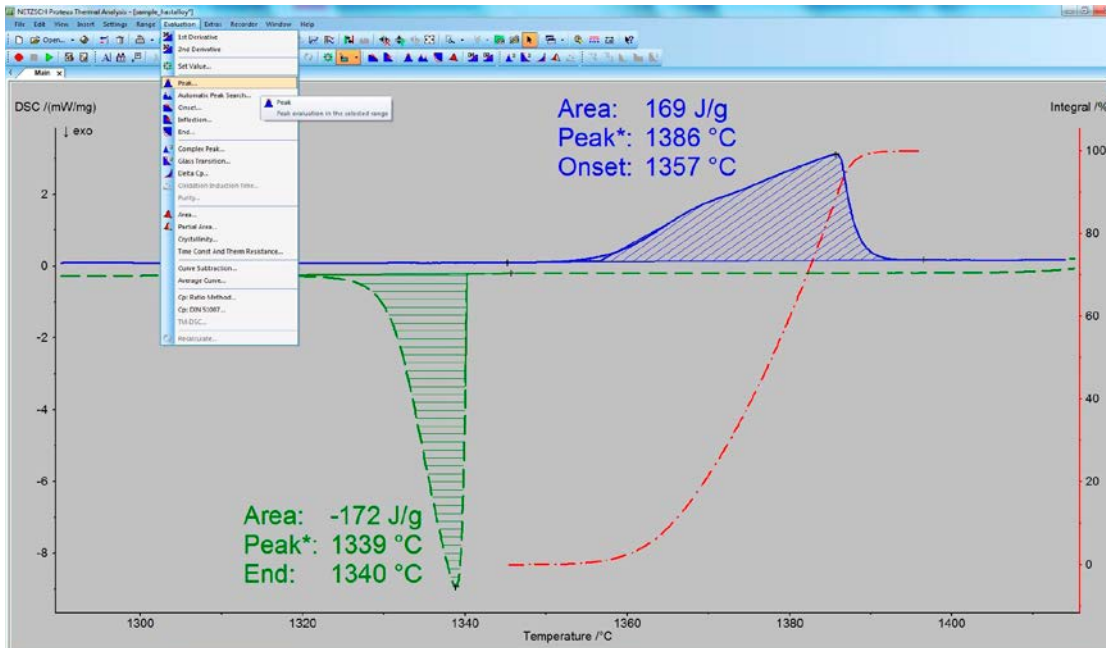
Proteus® Software

für die DSC 404 **F1/F3** Pegasus®

Software-Merkmale

Betriebssysteme	Windows®
Allgemeine Software-Merkmale	<ul style="list-style-type: none">▪ Multitasking: Simultanes Messen und Auswerten▪ Multimoduling: Betrieb von mehreren Apparaturen mit einem Computer▪ Vergleich und/oder Auswertung von STA-, DSC-, TG-, DIL-, TMA- und DMA-Messungen in einem Plot▪ Berechnung der 1. und 2. Ableitung einschließlich Peaktemperaturen▪ Kontrolle und Steuerung der Gaszufuhr▪ Kalibrier- und Korrekturroutinen für Temperatur, Empfindlichkeit, Basislinie▪ PIP-Grafikfunktion (Bild-in-Bild)▪ Kontextbezogenes Hilfesystem▪ Bis zu 256 programmierbare Temperatursegmente▪ Snapshot für Online-Auswertung der noch laufenden Messung▪ Änderung des folgenden Segments während der Messung
DSC-spezifische Merkmale	<ul style="list-style-type: none">▪ Vergleichende Analyse von bis zu 64 Kurven/ Temperaturabschnitten aus der gleichen oder verschiedenen Messungen▪ Laden einzelner Dateien oder simultanes Laden multipler Dateien▪ Bestimmung von Onset- Peak-, Wende und End-Temperaturen, inkl. automatischer Peaksuche▪ Integration der $c_p(T)$-Kurve für die Bestimmung der Enthalpie einer Reaktion▪ Kurvensubtraktion von Basislinien und Probenmessungen; Subtraktion physikalisch identischer Kurven▪ DSC-Integralkurve▪ TM-DSC (nur DSC 404 F1 Pegasus®)▪ Umfassende Analyse des Glasübergangs▪ Kristallinitätsgrad▪ OIT (Oxidative-Induction Time)▪ Verbindung von Segmenten durch Splineinterpolation: Dynamische Segmente mit gleicher Heizrichtung und Isothermsegmenten können zusammenhängend ausgewertet und temperaturskaliert dargestellt werden

Beide DSC-Systeme laufen mit der *Proteus*[®]-Software unter den Betriebssystemen Windows[®] XP Professional, Enterprise oder Ultimate. Die *Proteus*[®]-Software beinhaltet alles, was für die Durchführung von Messungen und für die Auswertung der Ergebnisse erforderlich ist. Durch die Kombination von einfacher Menüführung und automatisierten Routinen wurde ein Werkzeug geschaffen, das selbst bei komplizierten Analysen eine einfache und übersichtliche Bedienung zulässt. Die *Proteus*[®]-Software wird mit einer Gerätelizenz geliefert und kann selbstverständlich auch auf weiteren Rechnersystemen installiert werden.



Advanced Software (Option)

- *Peak Separation*: Auftrennung und Auswertung von überlappenden Phasenumwandlungen
- NETZSCH Kinetics Neo: Basierend auf der mehrstufigen kinetischen Analyse von bis zu sechs Reaktionsstufen wird die erweiterte Charakterisierung von Reaktionen und die Bestimmung von kinetischen Parametern bis hin zu Prozessvorhersagen ermöglicht
- *Purity Determination* durch Analyse des DSC-Schmelzpeaks
- *Bestimmung der spezifischen*

Wärmekapazität

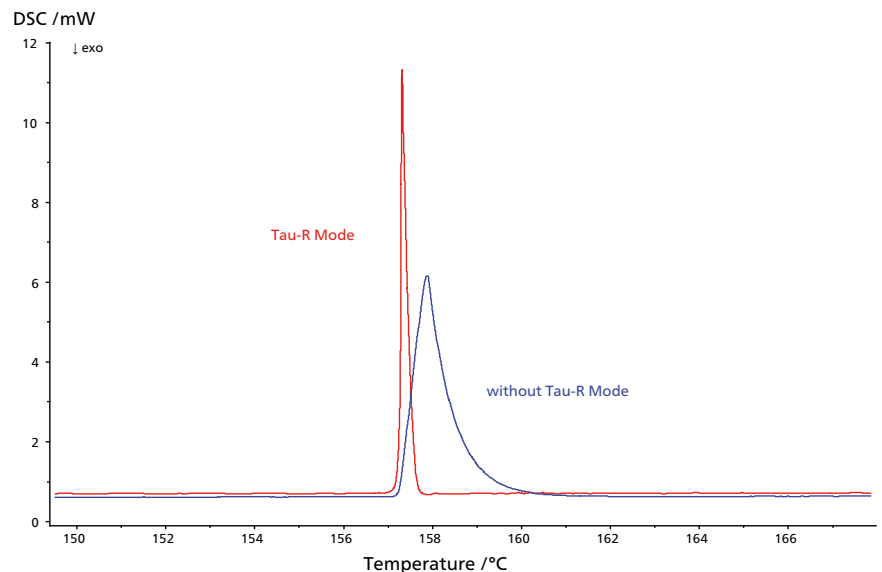
Die DSC-Methode erlaubt eine komfortable und zuverlässige Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität. Die Kenntnis der spezifischen Wärmekapazität ermöglicht die Verbesserung/Entwicklung technischer und technologischer Prozesse sowie die Entwicklung von Materialien. Dieses Software-Modul basiert auf genormten Methoden, wie z. B. in ASTM E1269, ISO 11357 oder DIN 51007 beschrieben. Es ist Standard für die DSC 404 **F1 Pegasus**[®] und optional für die DSC 404 **F3 Pegasus**[®].

SOFTWARELÖSUNGEN VON EXPERTEN

Durch die *Proteus*®-Module und professionellen Softwarelösungen lässt sich der Informationsgewinn aus thermoanalytischen Messungen für anspruchsvolle Analysen noch steigern. Die Softwarepakete *Peak Separation*, *Purity Determination* und *Kinetics Neo* sind für beide DSC-Versionen optional erhältlich. Die *Proteus*®-Software-Erweiterungen *Tau-R*®-Modus, *BeFlat*® and *Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität* sind für die DSC 404 *F3 Pegasus*® optional lieferbar. TM-DSC steht ausschließlich für die DSC 404 *F1 Pegasus*® zur Verfügung.

Tau-R®-Modus

Der *Tau-R*®-Modus korrigiert in der DSC-Kurve die Messeinflüsse von Probe und Gerät. Diese Methode basiert auf zwei grundlegenden Korrekturfaktoren: dem thermischen Widerstand (R) und der Zeitkonstante (τ). Für identische Messparameter muss die Bestimmung und Erstellung von Korrekturdateien nur einmal durchgeführt werden. Die echten Rohdaten bleiben immer über einen einzigen Mausklick zugänglich.



Durch die *Tau-R*®-Korrektur (thermischer Widerstand und Zeitkonstante) erhält man scharfe und definierte Peaks.

BeFlat®

Perfekte thermische Symmetrie, wie von einem differentiellen Messaufbau erwartet, ist in der Praxis nicht realisierbar. Die einzigartige *BeFlat*®-Software korrigiert Abweichungen der DSC-Basislinie, die auf thermischer Asymmetrie beruhen, über ein mehrdimensionales, temperatur- und heizratenunabhängiges Polynom. Als Resultat der *BeFlat*®-Anwendung ergeben sich perfekt horizontale DSC-Basislinien mit minimalen Abweichungen im μ W-Bereich. Durch einfachen Mausklick sind die Rohdaten jederzeit wieder zugänglich.





Temperaturmodulierte DSC bis 1650 °C

Die temperaturmodulierte DSC (TM-DSC) ist eine DSC-Methode, bei der die Probe einer Überlagerung aus einem linearen und einem periodischen Temperaturprogramm ausgesetzt wird. Mit dieser Methode werden überlappende DSC-Signale durch Berechnung des reversierenden und nicht reversierenden Anteils aufgetrennt. Glasübergänge können somit sehr gut von weiteren Effekten wie z. B. exotherme Aushärtung, Zersetzung, Verdampfung, Relaxation oder Kaltkristallisation in nur einem einzigen TM-DSC-Test separiert werden.

Die DSC 404 **F1 Pegasus**® ist die einzige DSC, mit der TM-DSC-Tests bis 1650 °C möglich sind. Nahezu alle erhältlichen Öfen in Kombination mit den verschiedenen DSC-Sensoren sind dafür geeignet. Unsere TM-DSC basiert auf einer Softwarelösung und verbessert die Auftrennung zeitabhängiger

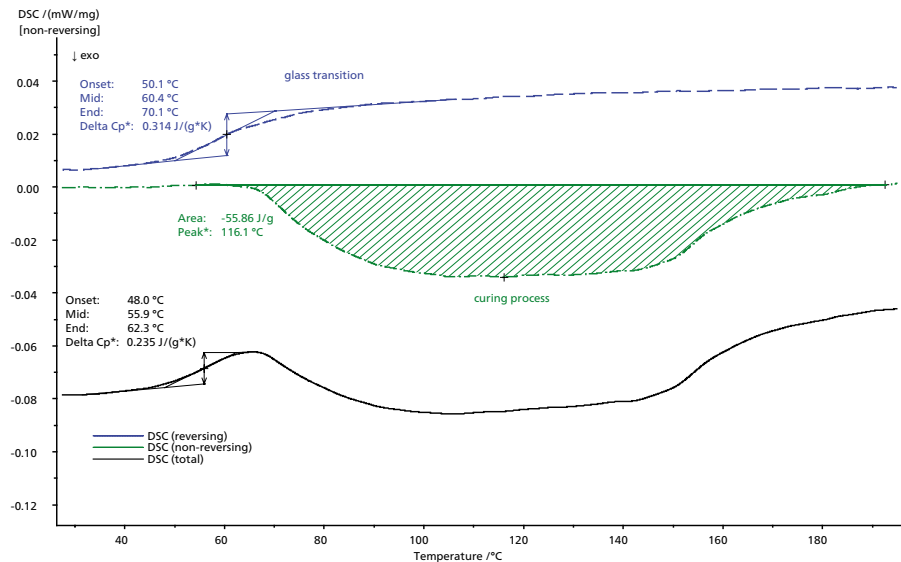
Vorgänge vom gesamten Wärmefluss. Sie bietet folgende Vorteile:

- Offline-Auswertung nach der Messung. Dadurch entsteht keine für Online-Auswertungen übliche Zeitverzögerung
- FRC*-Methode, bei der die Abhängigkeit des Kalibrierkoeffizienten von der Frequenz, vom thermischen Widerstand zwischen Probe und Tiegel und von der spezifischen Wärmekapazität berücksichtigt wird.

* Frequenz – Widerstand – Kapazität

Es resultieren folgende Merkmale, die nur bedingt eine c_p -Standardkalibrierung voraussetzen:

- Einzigartiger Algorithmus der Basislinienkorrektur für Mittelwert, Amplitude und Phase der DSC-Kurve
- Standard-DSC-Kalibrierungen (mittels Schmelzpunkte gemäß z. B. DIN 51007)
- Einzigartige Methode zur Bestimmung der Kalibrierkoeffizienten für die Berechnung der reversierenden Wärmekapazität (setzt c_p -Standard voraus).

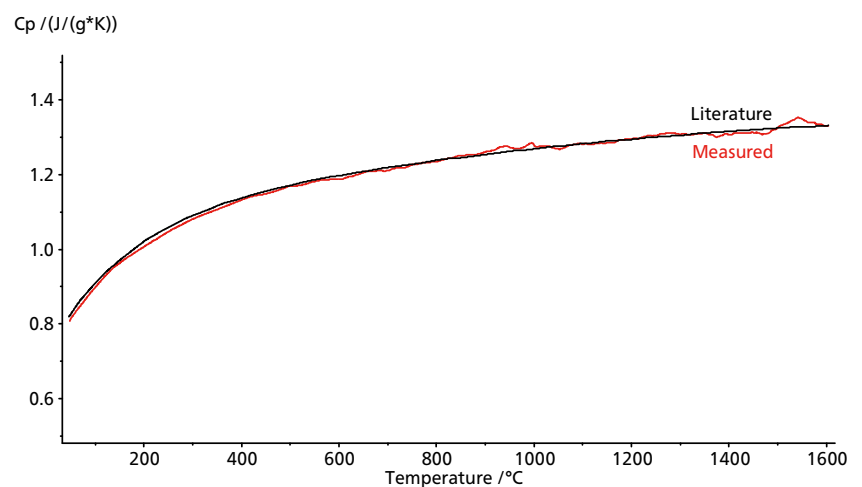


Überlagerung zwischen endothermen Glasübergang und Aushärtung eines endothermen Glasübergangs wird in nur einem einzigen TM-DSC-Test aufgetrennt.

Leistungsfähigkeit und Applikationen

Hohe c_p -Genauigkeit auch bei hohen Temperaturen

In der Abbildung sind die Messergebnisse der spezifischen Wärmekapazität für eine polykristalline Aluminiumoxidprobe zwischen Raumtemperatur und 1600 °C dargestellt. Zusätzlich gezeigt sind die Literaturwerte für reines Aluminiumoxid. Es ist deutlich erkennbar, dass es keine signifikanten Unterschiede zwischen den Literaturwerten und den Messergebnissen gibt. Die maximalen Abweichungen liegen im Bereich von 2 %, was die hervorragende Leistungsfähigkeit der DSC 404 **F1 Pegasus**® widerspiegelt.

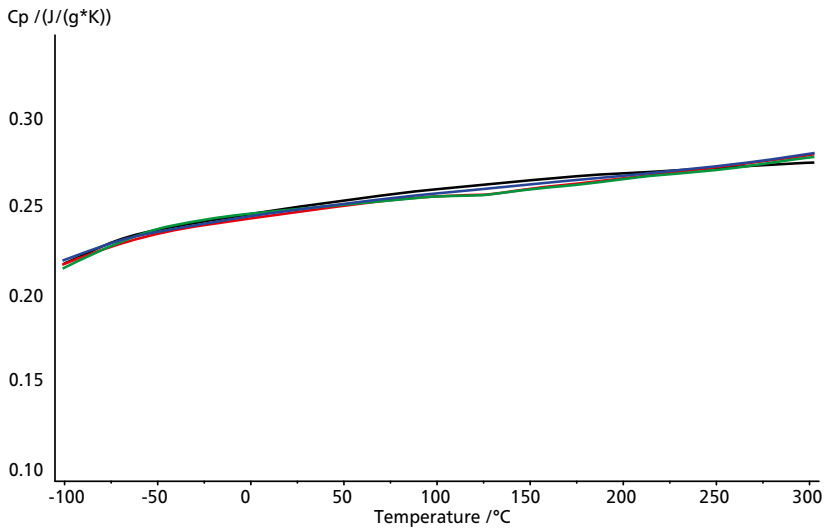


Präzise Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität über einen weiten Temperaturbereich. Für diese Messungen wurden der Rhodiumofen und der DSC- c_p -Sensor Typ S verwendet.

*Bestimmung der
spezifischen
Wärmekapazität*

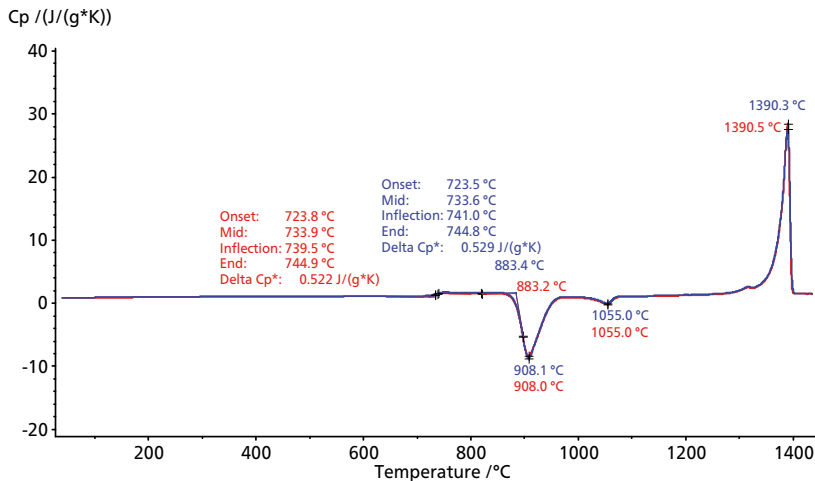
Reproduzierbarkeit ...

... im Tieftemperaturbereich



Die spezifische Wärmekapazität von Molybdän wurde drei Mal zwischen -100 °C und 300 °C mit dem Tieftemperaturofen gemessen. Die drei Ergebnisse (farbige Linien) zeigen eine geringe Streuung von lediglich 2 %. Zusätzlich dargestellt sind die Literaturwerte für reines Molybdän (schwarze Linie). Die Unterschiede zwischen den Messergebnissen und den Literaturwerten sind generell geringer als 2 %. Dies bestätigt die ausgezeichnete spezifische Wärmeperformance des Systems im Tieftemperaturbereich.

... im Hochtemperaturbereich



Durch Kombination des richtigen Ofens mit dem richtigen Sensor ist eine hohe Reproduzierbarkeit und Detektion von schwachen Phasenumwandlungen (Glasübergang) möglich. Diese DSC-Tests wurden mit dem Pt-Ofen und dem DSC-c_p-Sensor Typ S durchgeführt.

Dieser Messplot zeigt die Glasumwandlungstemperatur der beiden Diopsidglaspulver bei 734 °C (Midpoint). Die Kristallisation wurde bei 883 °C (extrapolierter Onset) detektiert; das Schmelzen bei 1390 °C (Hauptpeaktemperatur). Die charakteristischen Temperaturen und entsprechenden Enthalpieänderungen stimmen bei den zwei verschiedenen Proben gut überein. Auch die spezifische Wärmekapazität selbst zeigt keine relevanten Unterschiede: Ein deutliches Indiz für die ausgezeichnete Stabilität des DSC-Systems.

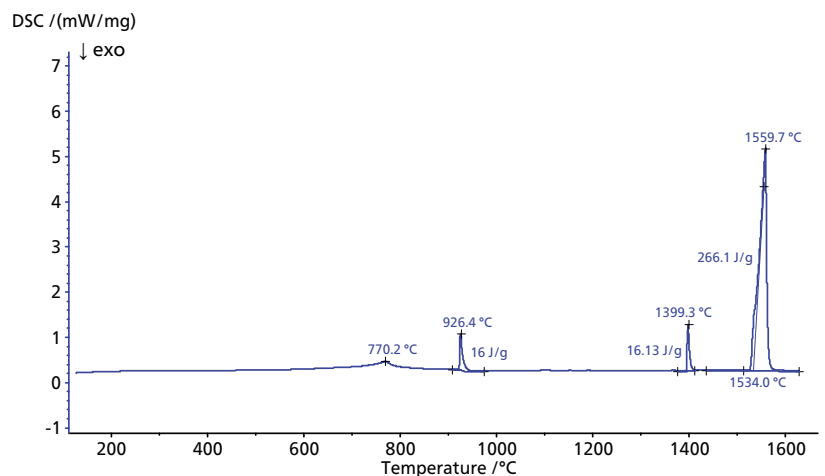
Phasenübergänge und Trennung von Effekten



Eisen

Der Wärmefluss von Eisen wurde zwischen 25 °C und 1620 °C gemessen. Der Peak bei 770 °C zeigt die Änderung der magnetischen Eigenschaften des Materials (Curie-Punkt). Danach folgen zwei endotherme Modifikationswechsel in der Kristallstruktur bei den Peaktemperaturen 926 °C und 1399 °C. Höchstwahrscheinlich durch Verunreinigungen im Material sind diese Temperaturen gegenüber Literaturwerten [1] für reines Eisen leicht verschoben. Der Schmelzpunkt wurde bei 1534 °C (extrapolierter Onset) detektiert, die Schmelzwärme beträgt 266 J/g (Übereinstimmung mit Literaturwerten innerhalb von 1,5 %).

[1] Das Techniker Handbuch, Grundlagen und Anwendungen der Maschinenbau-Technik, 15. Auflage, Herausgeber Alfred Böge, Vieweg Verlag, 1999



Scharfe Peaks, zuverlässige Peakflächen und eine stabile Basislinie über einen weiten Temperaturbereich sind die Hauptattribute der mit der DSC 404 **F1/F3** Pegasus® erzielten Ergebnisse.

Temperaturmodulierte DSC (TM-DSC)-Messung an einem Keramikglas

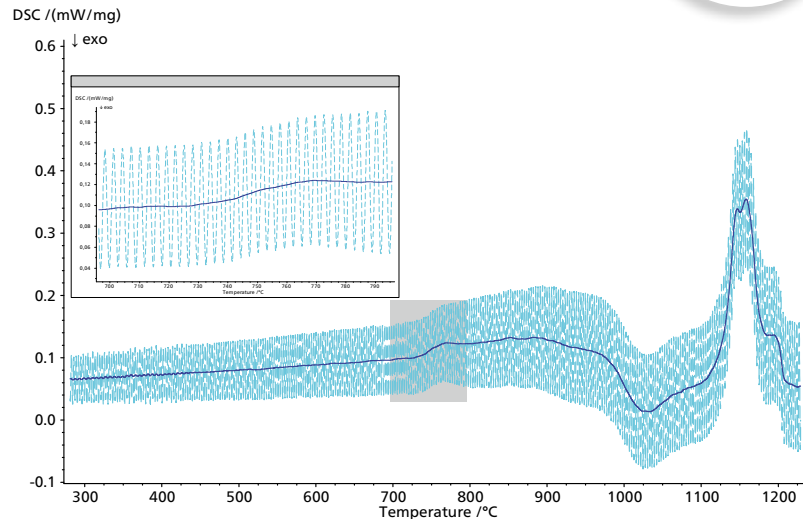


Bei TM-DSC-Tests variieren die Heizraten durch Überlagerung der zugrundeliegenden Heizraten mit einer sinusförmigen Temperturmodulation. Daher wird die Probe einer nicht linearen Temperaturänderung unterworfen, die im Vergleich zur linearen Rate relativ schnell ist. Daraus ergibt sich der Vorteil temperaturmodulierter DSC-Messungen: die Auftrennung von reversierenden (thermodynamischen) und nicht reversierenden (kinetischen) thermischen Effekten.

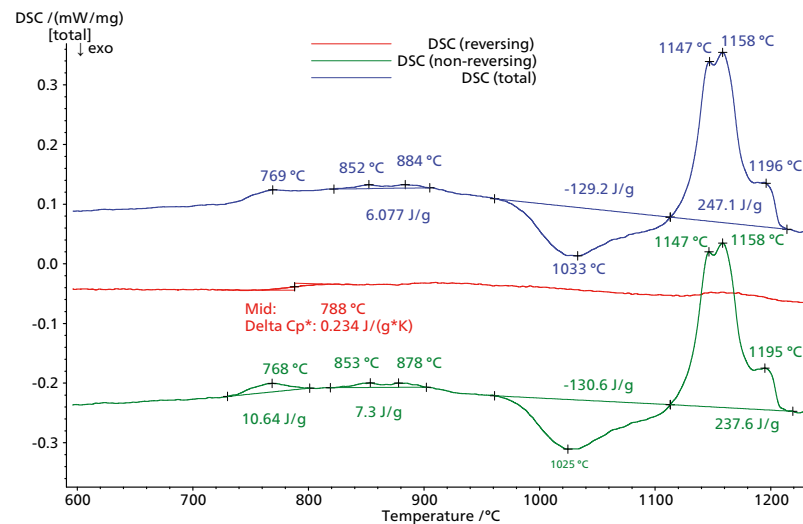
Wie am Beispiel eines Keramikglases gezeigt, wird das modulierte Signal (oberer Plot, blaue Kurve, total heat flow) in ein reversierendes (unterer Plot, rote Kurve) und ein nicht-reversierendes Signal (unterer Plot, grüne Kurve) aufgetrennt. Der Glasübergang kann in der reversierenden Kurve bei 788 °C, der Relaxationspeak bei 769 °C im gesamten Signal (unterer Plot, blaue Kurve) und besonders in der nicht-reversierenden Kurve (grün) detektiert werden. Rekristallisation bei 1030 °C und Schmelzen zwischen 1120 °C und 1200 °C wurden als nicht-reversierende Signale beobachtet.

Diese Ergebnisse zeigen, dass überlagerte, reversierende und nicht-reversierende Effekte, wie im Fall von Glasübergängen und Relaxationseffekten, mittels TM-DSC gut aufgetrennt werden können.

Das nicht-reversierende Signal ist im vorliegenden Fall dem Gesamtwärmefluss sehr ähnlich und kann für kinetische Untersuchungen und die Auswertung von Relaxationsenthalpie und Peaktemperatur herangezogen werden.



Die einfachste Auswertung einer typischen TM-DSC-Messung ist die Bestimmung der gesamten Wärmeflusskurve als Durchschnittswert der modulierten Wärmeflussdifferenzkurve. Modulierte Signale (hellblau) und Durchschnittswerte (dunkelblau Kurve: gesamter Wärmefluss).

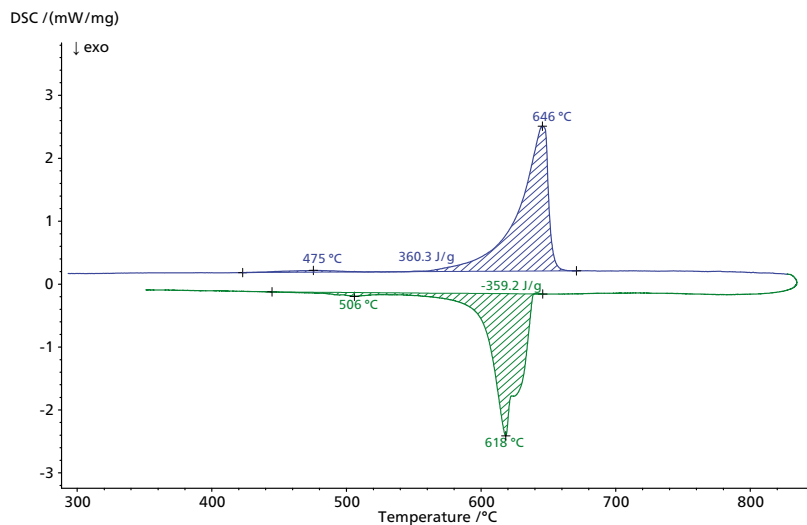


Die TM-DSC-Messung wurde in synthetischer Luft mit einer Heizrate von 3 K/min und einer Amplitude von 0,5 K/min über eine Periode von 60 s durchgeführt. Als Tiegel wurden hochwertige Platintiegel mit gelochtem Deckel verwendet; die Probenmasse betrug 45 mg.

Schmelzen und Kristallisieren

AlCuMg

Mit den DSC 404/**F3** Pegasus®-Systemen lassen sich auch kontrollierte Abkühlungen durchführen. Der Messplot zeigt die Aufheizung (blaue Kurve) und Abkühlung (grüne Kurve) einer AlCuMg-Legierung. Bei 646 °C (Peak) schmilzt die Probe. Bis 800 °C treten keine weiteren thermischen Effekte auf. Die darauffolgende Abkühlung führt zur Kristallisation der Legierung. Nach einem geringen Unterkühlungseffekt erreicht die Kristallisation ihr Maximum bei 618 °C. Schmelz- und Kristallisationsenthalpien sind nahezu identisch. Die Schulter im Erstarrungspeak weist auf die Kristallisation von mehr als einer Struktur hin.



Um Reaktionen zwischen der Schmelze und dem Tiegelmaterial während der DSC-Messung zu verhindern, wurden Pt-Tiegel mit Al_2O_3 -Einsätzen verwendet. Eine Oxidation wurde durch Einsatz von Argonatmosphäre vermieden.



23	vanadium	50.94
0.489 J/(g·K)	V	1902 °C
30.7 W/(m·K)		422.0 J/g
8.3 ·10 ⁻⁶ /K		3409 °C
[Ar]3d ³ 4s ²		6.11 g/cm ³
		6.75 eV

NETZSCH
Proven Excellence.

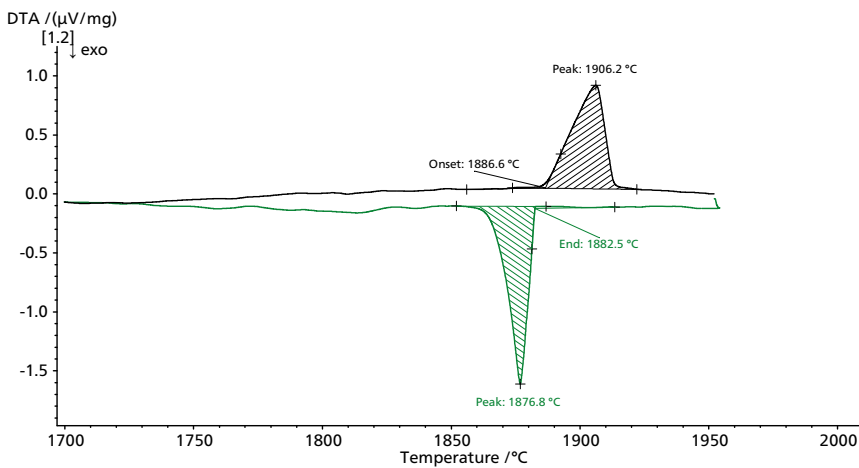
Thermal Properties of Elements

Element	Name	Atomic Mass
Element	Hydrogen	1.008
Thermal Conductivity	0.181 W/m·K	
Specific Heat	14.304 J/g·K	
Expansion Coefficient	0.0000143 /K	
Electron Specificity	1.0000000000000000	
Melting Point	13.81 K	
Boiling Point	20.28 K	
Heat of Fusion	0.075 kJ/mol	
Heat of Vaporization	0.910 kJ/mol	
Ionization Energy	13.12 eV	

Follow us on LinkedIn:
NETZSCH Analyzing & Testing

NETZSCH Analyzing & Testing
© 2016-2017, alle Rechte vorbehalten

Vanadium im ZrO₂-Tiegel



DTA-Messung an Vanadium in Tiegeln aus Zirkonoxid (ZrO₂); Heizrate 20 K/min, Abkühlung 75 K/min in Heliumatmosphäre.

Zur Untersuchung der Schmelz- und Kristallisationstemperaturen bis 2000 °C eignet sich die Kombination aus DTA-Sensor Typ W/Re und Grafitofen. Dieses Beispiel zeigt die Aufheizung (schwarze Kurve) und Abkühlung (grüne Kurve) an einer Vanadium-Probe (99,7 %) in den für Höchsttemperaturen geeigneten ZrO₂-Tiegeln. Das Schmelzen tritt bei einer extrapolierten Onset-Temperatur von 1887 °C auf. Während der Abkühlung beginnt die Probe mit einem kleinen Unterkühlungseffekt bei 1883 °C (ausgewertet als extrapolierte End-Temperatur) zu rekristallisieren.

	DSC 404 F1 Pegasus®	DSC 404 F3 Pegasus®
Temperaturbereich	-150 °C bis 2000 °C	-150 °C bis 2000 °C
Öfen	Standard- und spezielle Öfen	Standard- und spezielle Öfen
Heiz-/Kühlrate	0,001 K/min bis 50 K/min (abhängig vom Ofentyp)	0,001 K/min bis 50 K/min (abhängig vom Ofentyp)
Doppelhubvorrichtung	Motorisiert, für zwei Öfen oder einen Ofen mit ASC	Motorisiert, für zwei Öfen oder einen Ofen mit ASC
Sensortypen	DTA, DSC, DSC-c _p (schnellerer, sicherer Sensortausch)	DTA, DSC, DSC-c _p (schnellerer, sicherer Sensortausch)
c _p -Messbereich ¹	bis 5 J/(g·K)	bis 5 J/(g·K)
c _p -Bestimmung ¹	Ja	Optional
TM-DSC	Ja	Nein
BeFlat® (DSC)	Ja	Optional
Tau-R®-Modus	Ja	Optional
Reinheitsbestimmung	Optional	Optional
Gasatmosphären	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum
Vakuumdichtigkeit ²	10 ⁻⁴ mbar (10 ⁻² Pa)	10 ⁻⁴ mbar (10 ⁻² Pa)
Gasregelung	3 integrierte Massenflussregler (MFC)	3 integrierte Fritten, optional 3 Massenflussregler (MFC)
Automatischer Proben- wechsler (ASC)	20 Proben, abnehmbares Karussell (optional)	20 Proben, abnehmbares Karussell (optional)
Automatische Evakuierung	Software-gesteuert	Software-gesteuert (optional)
Kopplung an Emissionsgasanalyse	FT-IR, MS, FT-IR-MS, GC-MS, GC-MS-FT-IR	FT-IR, MS, FT-IR-MS, GC-MS, GC-MS-FT-IR
PulseTA®	Optional	Optional

1 c_p, spezifische Wärmekapazität

2 Tatsächlich erreichbares Vakuum abhängig vom gewählten Evakuiersystem

Technische Daten



Kompetenz in Service

Unsere Kompetenz – Service

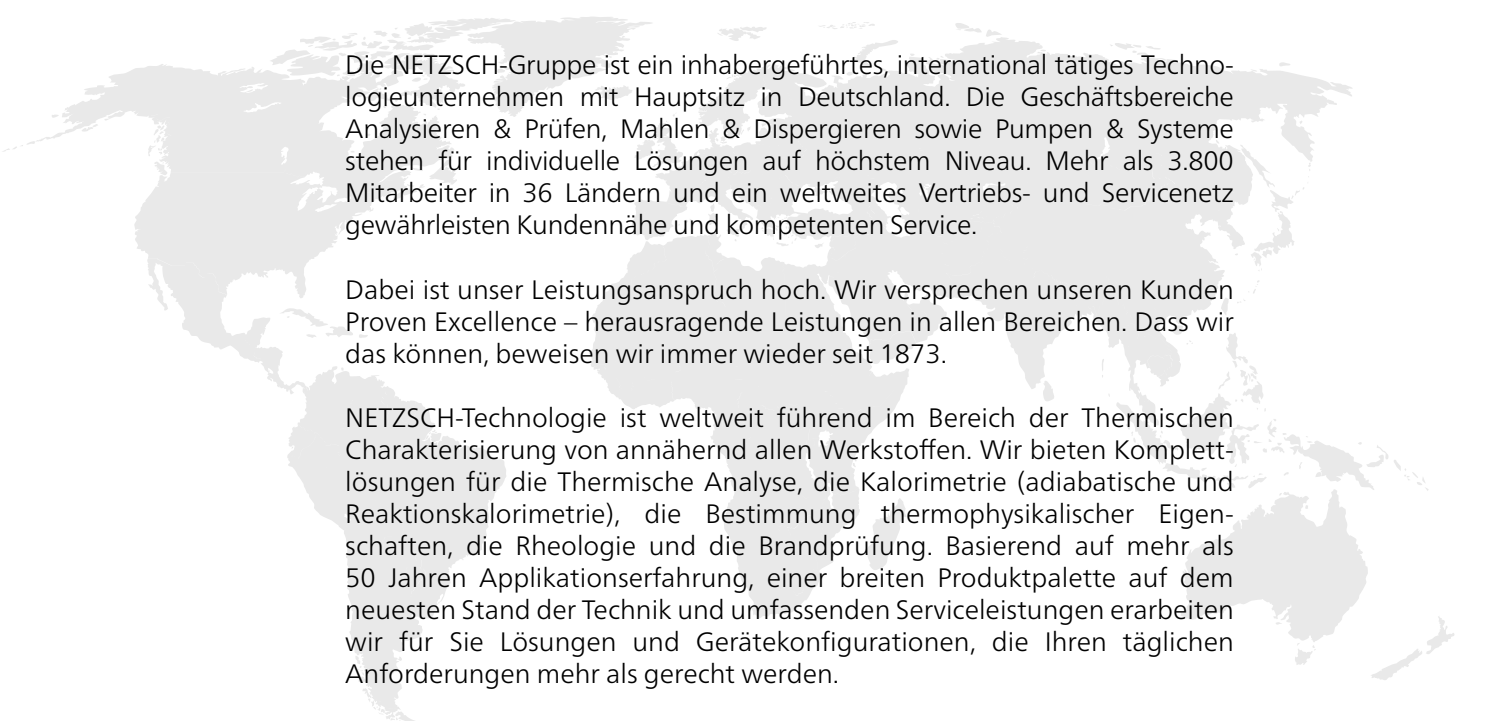
Der Name NETZSCH steht überall auf der Welt für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service – vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Technischer Service und Applikation stehen Ihnen jederzeit gerne für eine Beratung zur Verfügung. In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Geräts voll auszuschöpfen. Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser kompetentes Serviceteam zur Sicherstellung gleichbleibend hoher Performance über Jahrzehnte hinweg.

Unsere Dienstleistungen für Sie

- Aufstellung und Inbetriebnahme
- Hotline-Service
- Wartungsvereinbarungen
- Kalibrierservice
- Vor-Ort-Reparaturen mit Notfall-Service für NETZSCH-Komponenten
- Umzugs-/Austauschservice
- Technischer Informationsservice
- Definition und Lieferung von Ersatzteilen

Unsere Kompetenz – Applikationslabore

Die Applikationslaboratorien von NETZSCH Analysieren & Prüfen sind ein kompetenter Partner bei annähernd allen Fragestellungen in der thermischen Analyse. Das beinhaltet sorgfältigste Probenvorbereitung sowie die Prüfung und die Interpretation Ihrer Messergebnisse. Unsere unterschiedlichen Messverfahren und über 30 verschiedene Messstationen entsprechen dem neuesten Stand der Technik. Auch für spezielle Fragestellungen haben wir Lösungen parat.



Die NETZSCH-Gruppe ist ein inhabergeführtes, international tätiges Technologieunternehmen mit Hauptsitz in Deutschland. Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Mehr als 3.800 Mitarbeiter in 36 Ländern und ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

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

NETZSCH-Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 50 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

Proven Excellence.

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

NETZSCH[®]

www.netsch.com