

# ONset

**NETZSCH**

KUNDENMAGAZIN

Ausgabe 19 | April 2019



# Inhalt

- 4 TITEL | Mehr Sicherheit in der Charakterisierung pharmazeutischer Wirk-/Hilfsstoffe und Formulierungen
- 7 Gemeinsam Lösungen finden – Auftragsmessungen bei NETZSCH
- 8 Übertragung realer Einsatzbedingungen durch den DMA GABO EPLEXOR® aus der Praxis ins Labor
- 10 Epoxidharzhärtung mittels DSC 214 *Polyma* und MMC 274 *Nexus*®
- 12 *Kunden für Kunden*: "Das Uglass-Messgerät von NETZSCH unterstützt .... durch einfache Bedienung"
- 14 *Tipps & Tricks*: Wie man fehlerhafte Ergebnisse durch unsachgemäße Probenvorbereitung vermeidet
- 18 NETZSCH Proven Excellence auf der K 2019!
- 19 Veranstaltungen
- 20 Impressum



7



4



12



17

Liebe Leserin,  
lieber Leser,

das weltweite Klima, die Politik und die Wirtschaftskräfte befinden sich im Wandel und daher freuen wir uns, Ihnen wie gewohnt eine neue Ausgabe unseres Kundenmagazins präsentieren zu dürfen. Ganz im Sinne des neuen NETZSCH-Claims „Proven Excellence“ erwarten Sie auch in diesem **onset** viele spannende Applikationen und interessante Tipps und Tricks, welche Sie in Ihrem beruflichen Alltag anwenden können.

Wir haben diesmal ein breites Spektrum quer durch die thermische Analyse für Sie zusammengestellt. Apropos breites Spektrum: Erfahren Sie in dieser Ausgabe alles über die Möglichkeiten des Commercial Testings bei NETZSCH und das neu erstellte Glossar auf unserer Homepage.

Der Leitartikel geht der Frage nach, warum eine DSC-Messung bei der Charakterisierung pharmazeutischer Wirk- und Hilfsstoffe manchmal nicht ausreicht und auf den Seiten 8 und 9 lernen Sie die Flexibilität des DMA GABO EPLEXOR® kennen. Dieses Messgerät zur dynamisch-mechanischen Analyse ermöglicht es, verschiedene Prüfbedingungen aus der Praxisanwendung im Laborbetrieb zu realisieren.

Der Kundenartikel kommt dieses Mal von Dr. Andreas Kleiner, BSH Haushaltgeräte GmbH, Giengen. Er erklärt, wie unser Ug-Wert-Messgerät Uglass Sie durch kinderleichte Bedienung unterstützen kann, Ihr Isolierglas zu prüfen.

Im Bereich Tipps & Tricks lernen Sie, warum eine sachgemäße Probenvorbereitung unabdingbar für genaue Ergebnisse ist.

Neben den Tipps & Tricks möchte ich Sie auch auf den Veranstaltungskalender hinweisen. Auf allen Messen und Veranstaltungen bieten wir Ihnen als Anwender die Möglichkeit, Ihre Fragestellungen im Bereich der thermischen Charakterisierung von Werkstoffen mit unseren Experten zu diskutieren. Im Zuge dessen geben wir auch einen kleinen Ausblick auf die kommende K 2019, die Leitmesse der Kunststoffindustrie. Wir freuen uns auf Ihren Besuch.

Viel Spaß bei der Lektüre.



Yann Jeschke  
Abteilungsleiter Marketing





# Mehr Sicherheit in der Charakterisierung pharmazeutischer Wirk-/Hilfsstoffe und Formulierungen

Dr. Gabriele Kaiser, Geschäftsfeld Pharmazie, Kosmetik, Lebensmittel

Nach DIN 51007 lassen sich mit der Dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) physikalische oder chemische Vorgänge beschreiben, die mit einer messbaren Wärmeänderung einhergehen. Die Resultate einer solchen Untersuchung sind sowohl charakteristische Temperaturen als auch kalorische Informationen.

## Oft reicht eine DSC-Messung allein nicht aus

Ist das thermische Verhalten des getesteten Materials bereits bekannt oder handelt es sich um ein DSC-Diagramm mit wenigen, gut voneinander getrennten Signalen, ist eine Auswertung und Interpretation in der Regel recht einfach zu bewerkstelligen – vor allem, wenn moderne Hilfsmittel, wie z.B. *Identify*, das Kurvenerkennungs- und Datenbankprogramm von NETZSCH, zum Einsatz kommen (siehe **onset**<sup>18</sup>, Seite 5). Mit zunehmender Komplexität der DSC-Kurven und/oder bei Stoffen mit unbekannter Zusammensetzung wird es anspruchsvoller, eindeutige Aussagen zu treffen. Ein Grund dafür ist, dass DSC-Effekte nicht nur durch Phasenübergänge oder chemische Reaktionen hervorgerufen werden können, sondern auch durch Massenänderungen.

## STA = Anwendung von zwei thermoanalytischen Methoden auf ein und dieselbe Probe

Die Simultane Thermische Analyse (STA) kombiniert DSC und die thermogravimetrische



Abb. 1. STA 449 F3 Nevio mit automatischem Probenwechsler

Analyse (TGA) an derselben Probe und ermöglicht so eine direkte Unterscheidung von z.B. strukturellen Änderungen und Zersetzungsphänomenen.

Der Vorteil eines STA-Experiments gegenüber einer Untersuchung in zwei getrennten Geräten liegt in den identischen Bedingungen, die innerhalb einer einzigen Messung auf die jeweilige Probe einwirken. Bei separaten Einzelmessungen ist dagegen darauf zu achten, dass es sich tatsächlich um dieselben und nicht nur um ähnliche Bedingungen handelt. Welchen Einfluss z.B. eine Variation des Loches im Aluminiumdeckel des Tiegels auf die Verdampfung von Hydratwasser haben kann, beweist das Beispiel Amoxicillin Trihydrat in **onset**<sup>17</sup> auf den Seiten 18 - 19. Je größer der Lochdurchmesser, desto weiter ist die Wasserabgabe zu tieferen Temperaturen hin verschoben.

In den Abbildungen 2 und 3 ist das thermische Verhalten von Diclofenac Natrium dargestellt. Diclofenac Natrium ist ein Schmerzmittel, das auch entzündungshemmende Eigenschaften besitzt.

In der zugehörigen DSC-Kurve (Abb. 2) sind zwei sich überlagernde endotherme Effekte mit Peaktemperaturen von 281 °C und 285 °C zu erkennen, die unmittelbar in zwei exotherme Effekte mit Peaktemperaturen von 295 °C und 336 °C übergehen. Laut Literatur (z.B. [1]) ist dieser Bereich als Schmelzen und Zersetzen von Diclofenac Natrium zu interpretieren.

Es stellt sich jedoch die Frage: Bei welcher Temperatur setzt die Zersetzung ein?

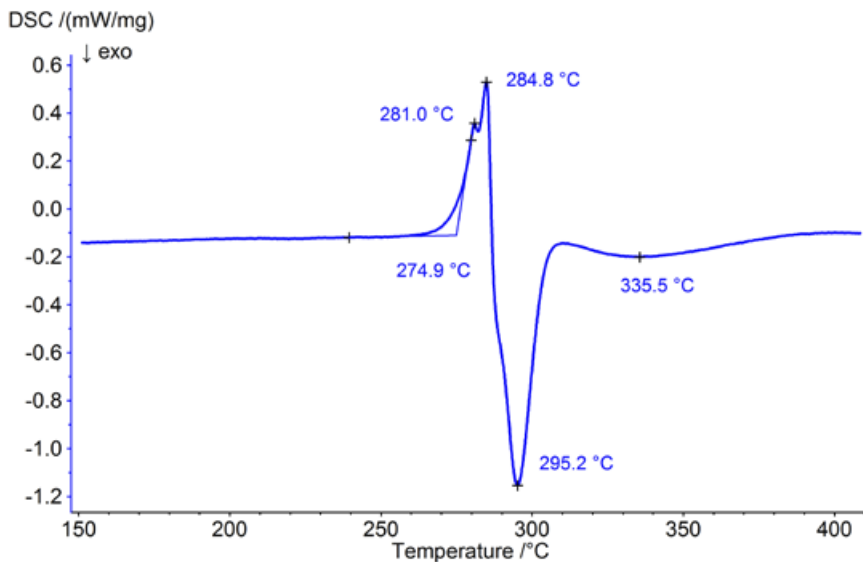


Abb. 2. DSC-Messung an Diclofenac Natrium, Probenmasse: 3,26 mg, Heizrate: 5 K/min, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, N<sub>2</sub>-Atmosphäre

### Kurvenvergleiche setzen identische Messbedingungen voraus

Aufschluss kann die zusätzliche Aufnahme einer TG-Kurve geben.

Allerdings ist zu berücksichtigen, dass der Vergleich einer in Aluminiumtiegeln mit gelochten Deckeln durchgeführten DSC-Messung mit einer in typischerweise offenen Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegeln durchgeführten TG-Messung aufgrund des vorher Gesagten wenig zur Beantwortung

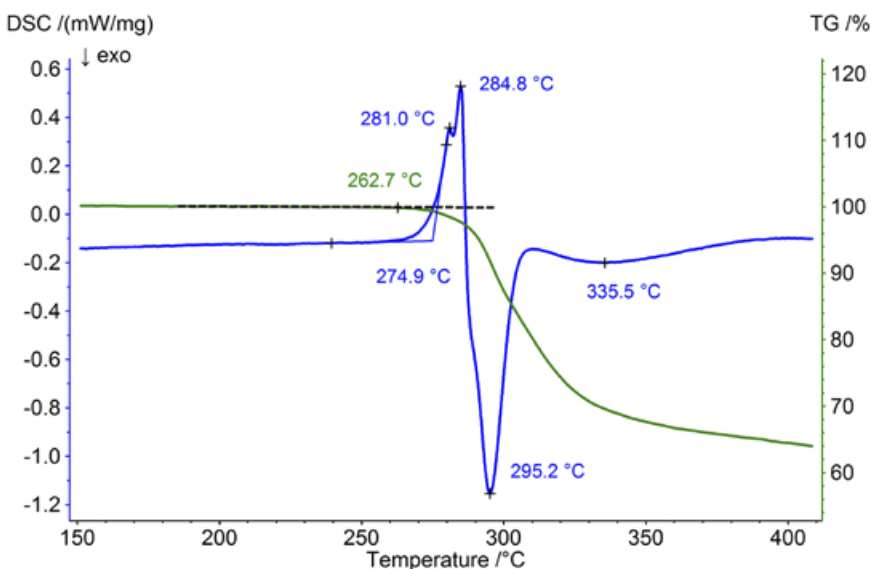


Abb. 3. DSC- und TG-Signale der STA-Messung an Diclofenac Natrium aus Abb. 2

dieses Sachverhalts beitragen würde. Die Kontaktflächen zwischen Probe und umgebender Gasatmosphäre weichen voneinander ab; in offenen Tiegeln treten Zersetzungsprodukte oft eher in die Gasphase über als in verschlossenen Tiegeln mit gelochten Deckeln. Zielführend ist hier nur ein Vergleich von DSC- und TG-Signalen, die das Probenverhalten unter exakt gleichen Bedingungen widerspiegeln – so wie es eine STA-Untersuchung vermag.

### Simultane Thermische Analyse heißt identische Bedingungen für DSC- und TG-Messung

Abb. 3 enthält neben dem DSC-Profil (blau) auch die gleichzeitig aufgenommene TG-Kurve (grün). Deutlich zeigt sich, dass die Probenmasse bereits bei ca. 263 °C beginnt abzunehmen. Zur Verdeutlichung dieses Zusammenhangs wurde zusätzlich eine schwarz gestrichelte Linie eingezeichnet, die dem theoretischen TG-Kurvenverlauf ohne Massenänderung entspricht. Auf die DSC-Kurve bezogen bedeutet dies, dass die Massenänderung kurz nach dem Einsetzen des ersten endothermen Effektes einsetzt, oder mit anderen Worten, dass im vorliegenden Fall ein Teil der Probe sich bereits beim Schmelzen zersetzt.



Eine Verringerung der Heizrate auf 2 K/min (Abbildung 4) führt dazu, dass der Massenverlust wesentlich früher beginnt und auch die DSC-Effekte sich zu tieferen Temperaturen verschieben. Zudem ändert sich die Form des DSC-Signals. Die Massenänderung im Bereich der endothermen DSC-Effekte fällt in der Messung mit 2 K/min mit fast 10 % wesentlich größer aus als in der Messung mit 5 K/min (ca. 2,9 %). Das heißt, dass das DSC-Signal der Messung mit 2 K/min stärker von der gleichzeitig stattfindenden Massenänderung beeinflusst wird als bei der Messung mit 5 K/min.

In der Messung mit 2 K/min ist der erste endotherme Peak kleiner als der zweite (in der Messung mit 5 K/min ist es genau anders herum) und beide Effekte sind deutlicher voneinander getrennt. Die zugehörigen Peaktemperaturen unterscheiden sich um etwa 10 K. Dieser Wert ist größer als für die Verschiebung eines Schmelzpeaks aufgrund der Variation der Heizrate von 5 K/min auf 2 K/min erwartet.

### Einfluss der Heizrate auf den Zersetzungsmechanismus

All diese Indizien weisen darauf hin, dass sich mit der Änderung der Heizrate auch der Zersetzungsmechanismus ändert. Da – laut Literatur [2] – beim Aufheizen von Diclofenac Natrium eine intramolekulare Zyklisierung stattfindet (und auf diese Weise eine neue Verbindung entsteht – 1-(2,6-dichlorphenyl)-indolin-2-on) setzt sich das komplexe

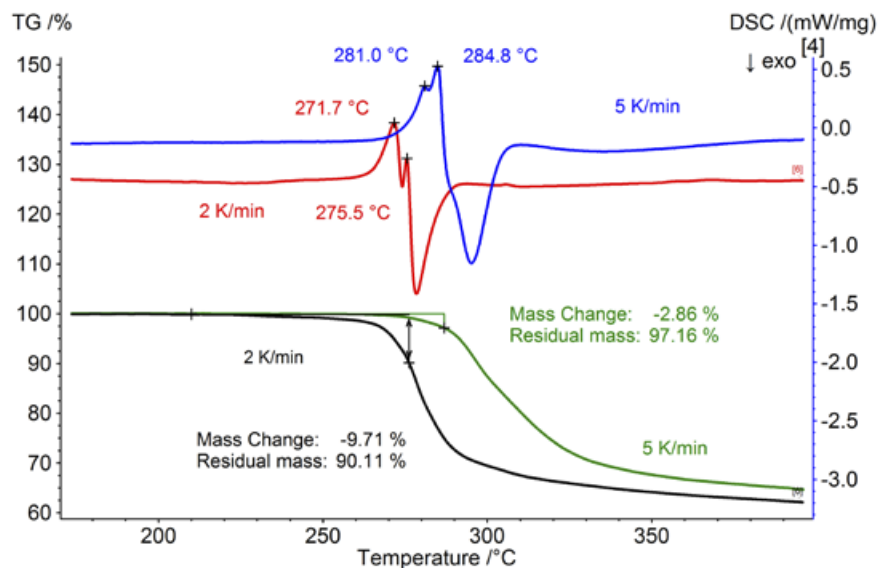


Abb. 4. STA-Messung an Diclofenac Natrium aus Abb. 3 im Vergleich zu einer Messung an der gleichen Substanz, die mit 2 K/min durchgeführt wurde; Probenmasse: 3,18 mg, N<sub>2</sub>-Atmosphäre, Al-Tiegel mit gelochtem Deckel, TG: grün und schwarz, DSC: rot und blau

Reaktionsgeschehen oberhalb von ca. 230 °C vermutlich aus Schmelzen, Zyklisierung und Zersetzung zusammen.

### Fazit

Die Simultane Thermische Analyse (STA) eröffnet die Chance, den Aufwand zur thermischen Charakterisierung eines Stoffes zu reduzieren und durch die Anwendung identischer Bedingungen auf ein und dieselbe Probe die Aussagekraft der Kurven zu erhöhen. Die neue STA 449 **F3 Nevio** ist dabei speziell für Anwendungen in den Bereichen Pharmazie, Kosmetik und Lebensmittel konzipiert und bietet zur Anpassung an unterschiedlichste Applikationen eine Reihe

sinnvoller Ergänzungen wie z.B. unterschiedlichste Tiegelmaterialien oder einen Feuchtegenerator für Untersuchungen in definierter Feuchte.

Kontaktieren Sie Ihren zuständigen Kundenberater für weitere Information.

### Referenzen

- [1] B. Tita, A. Fulas, E. Marian and D. Tita, Rev. Chim (București), 60, Nr. 5, 2009, pp 524 – 528
- [2] P. Tudja, M.Z.I. Khan, E. Meštrović, M. Horvat and P. Golja, Chem. Pharm. Bull, 49 (10), 2001, pp 1245 - 1250

## Gemeinsam Lösungen finden – Auftragsmessungen bei NETZSCH-Gerätebau

Markus Dollinger, Marketing



Abb. 1. Blick in eines unserer Fachlabore in Selb

Wenn Sie diese Ausgabe des **onset** lesen, wissen Sie natürlich, dass wir ein führender Anbieter von Lösungen im Bereich der Thermischen Analyse sind.

Für die ständige Weiterentwicklung unserer Geräte sowie die Entwicklung neuer Produkte spielen unsere firmeneigenen Labore eine zentrale Rolle. So betreiben wir an mehreren Standorten weltweit eigene Labore mit umfangreicher Ausstattung für praktisch alle Methoden der Thermischen Analyse.

Was Sie vielleicht nicht wissen: Unsere Labore und das Knowhow unserer Labor-Teams stehen Ihnen auch für Auftragsmessungen zur Verfügung! Unser größtes Labor befindet sich an unserem Hauptsitz in Selb. Sieben nach Methoden unterteilte Fachlabore mit über 55 Geräten und mehr als 20 Laborspezialisten führen nicht nur Auftragsmessung für Sie durch, sondern unsere Wissenschaftler aus den Fachbereichen Physik, Chemie und Materialwissenschaften sind auch kompetente Ansprechpartner für die Aus-

wertung und Interpretation von Messergebnissen.

Wenn Sie nur selten Messungen mit einer bestimmten Methode benötigen, ist die Auftragsmessung eine kostengünstige Alternative, zumal Sie hier auch kein eigenes Personal mit entsprechenden Kenntnissen bei der Durchführung und Auswertung von Messungen vorhalten müssen. Aber auch hohe Auslastung und Engpässe im eigenen Labor können Sie mit dem Outsourcing von Messungen an uns kompensieren und vermeiden damit Ausfallzeiten in der Produktion oder hohe Ausschussquoten.

Wir finden mit Ihnen zusammen die geeignete Analysemethode, identifizieren mögliche Gründe für Produktionsprobleme, erstellen Fehleranalysen und erarbeiten mit Ihnen maßgeschneiderte Lösungen. Darauf vertrauen bereits schon jetzt viele namhafte Firmen aus den Bereichen Automotive, Luft- und Raumfahrtstechnik, Elektronik, Motorsport, Chemie, Polymer und Keramik.

Gerne informieren wir Sie über unsere Leistungen (siehe auch Glossar auf unserer Homepage).

Kontaktieren Sie uns:  
[ngb\\_laboratory@netzsch.com](mailto:ngb_laboratory@netzsch.com)

**NETZSCH**  
Proven Excellence.

Products  
& Solutions

[Home](#) Commercial Testing > [Glossary](#)

### Glossary

- Accelerating Rate Calorimetry (ARC)
- Added Carbon Black
- Adiabatic
- Adiabatic temperature rise
- ARC Module
- Ash Content
- Carbon Black
- Coefficient of Linear thermal expansion (CLTE)
- Coin Cell Module
- Complex modulus  $E^*$
- Contact Resistance
- Creep
- Crystallinity (Degree of Crystallinity)
- Crystallization
- Crystallization Temperatures and Enthalpies
- Curie temperature
- Curing (Crosslinking Reactions)
- Debinding
- Decomposition reaction
- Degree of Cure
- Delamination
- Delta T(ad)
- Delta T(obs)
- Density
- Drug-Excipient Compatibility
- Elasticity and Modulus of Elasticity
- Electrical Conductivity (SBA)
- Electrical Resistivity

# Übertragung realer Einsatzbedingungen durch den DMA GABO EPLEXOR® aus der Praxis ins Labor

Dr. Sahbi Aloui, Applikationslabor, NETZSCH-Betriebsstätte Ahlden

## Technische Elastomere

Technische Elastomere sind durch ihr ausgezeichnet elastisches Verhalten geprägt. Sie können wiederholt verformt werden und kehren nach mechanischer Entlastung annähernd auf ihre ursprüngliche Länge zurück. Technische Elastomere können je nach Typ mechanische Energie effektiv speichern oder dissipieren, d.h. umwandeln, weshalb sie in vielen schwingungstechnischen Anwendungen zum Einsatz kommen, wie z.B. in Reifen, Schwingungstilgern in Kraft- und Schienenfahrzeugen, Transportbändern, Dichtungen, Schläuchen usw.

## Viskoelastisches Verhalten

Technische Elastomere können entweder statisch oder dynamisch oder durch beides gleichzeitig belastet werden. Bei einer statischen Belastung ist die Last zeitlich konstant und entspricht oft dem Eigengewicht. Bei einer dynamischen Belastung ist die Last hingegen zeitabhängig und entweder von außen aufgeprägt (passiv) oder durch einen Antrieb vorgegeben (aktiv). Dynamische Belastungen entstehen beispielsweise durch äußere Einflüsse wie Erdbeben, Meereswellen oder starke Winde. Sie treten auch in einer Vielzahl von technischen Systemen als Folgen periodisch bewegter Massen auf.

Die Erfassung der viskoelastischen Eigenschaften der Elastomerkomposite bei verschiedenen Temperaturen und Frequenzen erfolgt durch die dynamisch-mechanische Analyse (DMA).

### Sweep Parameter: Static Load

Load Type

Start Strain  %    Step Width  %

End Strain  %    Distribution

Allow Alternating Load

### Sweep Parameter: Dynamic Load

Load Type

Start Strain  %    Steps/Dec.

End Strain  %    Distribution

Abb. 1. Voneinander unabhängige Einstellung der statischen und dynamische Last im Parameter „Allow Alternating Load“. Bei einer statischen Verformung von 0 % darf die dynamische Deformation von 0,05 % auf 10 % zunehmen.

DMA-Systeme sind für Qualitätskontrolle, Material- und Produktfreigabe sowie Materialentwicklung bestimmt. Bei statisch-dynamischer Belastung werden zunächst die statischen Lasten eingestellt und anschließend für jede statische Last die dynamische Last variiert. Dabei wird die Testprobe einer sinusförmig wechselnden mechanischen Beanspruchung konstanter Frequenz und konstanter Amplitude ausgesetzt.

## DMA GABO EPLEXOR® – 2 unabhängige Antriebe

Das Hauptmerkmal der DMA GABO EPLEXOR®-Systeme ist die unabhängige Erzeugung/Einstellung der statischen und dynamischen Last. Die statische Vorlast wird durch einen Servomotor erzeugt und über den Kraftaufnehmer und den Probenhalter in die Probe eingeleitet.

Die dynamische Last wird durch einen elektrodynamischen Schwinger erzeugt und ebenfalls auf die Probe übertragen. Die Verwendung zweier unabhängiger Antriebe ist zwar mit erhöhtem technischen Aufwand verbunden, führt aber zu deutlich mehr experimenteller Flexibilität im Einsatz.

## Statische und dynamische Last

Anders als bei Scherexperimenten erfordert eine Zug-, Druck- und Biegebeanspruchung zwingend, dass die statische Vorlast größer als die dynamische Belastung sein muss. Diese Einschränkung liegt darin begründet, dass eine Zugprobe unter Zugwechselbelastung ausknicken kann, falls die dynamische Lastamplitude die statische Lastkomponente übersteigt. Unter Druckwechselbelastung ist ein zeitweiser Verlust des Probenkontaktes mit dem Prüfstempel die



Folge. Eine korrekte, artefaktfreie Prüfung ist dann nicht möglich.

## "Allowing Altering Load"

Für manche Anwendungen wie Gummi-Förderbänder, Antriebsriemen oder Gummi-Metall-Lager kann es in der Praxis zur Abweichung von der o.g. Regel kommen, dass die statische Vorlast größer als die tatsächliche dynamische Belastung sein muss, wenn Knicken oder Abheben durch technische Maßnahmen verhindert ist. Mit dem Parameter „Allow Alternating Load“ wird bei Bedarf die Einschränkung einer kleineren dynamischen Amplitude im Vergleich zur angelegten statischen Last aufgehoben. In diesem Modus ist es also möglich, exakt die Lastsituation der jeweiligen Anwendung nachzustellen (siehe Abbildung 1).

Für derartige Lastbedingungen empfehlen sich generell kurze und dicke Proben, da sie im Vergleich mit langen, schlanken Prüfkörpern nicht zum „Ausbauchen“ neigen.

## Payne-Effekt rußgefüllter SBR-Vulkanisate

Abbildung 2 zeigt das Beispiel eines dynamischen Last Sweeps unter Zugbeanspruchung für eine rußgefüllte SBR-Probe. Die Untersuchungen sind bei Raumtemperatur und einer Frequenz von 10 Hz ausgeführt worden. Im ersten Test wird die dynamische Verformungsamplitude schrittweise von 0,05 % bis auf 10 % erhöht (blaue Kurve) – für den zweiten Test wurde der umgekehrte Weg beschritten und die dynamische Amplitude schrittweise von 10 % wieder auf die Anfangsamplitude von 0,05 %

zurückgefahren (rote Kurve). Eine statische Vordehnung wurde hier nicht angelegt.

Der Elastizitätsmodul  $|E^*|$  fällt mit steigender Dehnungsamplitude ab (Abbildung 2, blaue Kurve). Die Abhängigkeit des Speichermoduls von der Dehnungsamplitude bei gefüllten Elastomeren wird auch als Payne-Effekt bezeichnet.

## Der Mullins-Effekt

Mit abnehmender Dehnungsamplitude (Abbildung 2, rote Kurve) steigt  $|E^*|$  an, erreicht aber nicht die Steigung der „jungfräulichen“ Kurve (blaue Kurve). Dieser Effekt der Spannungserweichung wird als Mullins-Effekt bezeichnet. Reversible und irreversible Veränderungen in der Polymermatrix, der Vernetzungsstruktur und im Füllstoffnetzwerk während der Belastung sind für dieses Verhalten verantwortlich. Ursachen sind beispielsweise die Desorption adsorbierter Kettenabschnitte von der Füllstoffoberfläche, das Brechen der Vernetzungsstellen und/oder der Zusammenbruch von Füllstoffagglomeraten unter dem Einfluss der mechanischen Belastung.

## Fazit

Die Flexibilität des DMA GABO EPLEXOR® aufgrund seiner unabhängigen Antriebe ermöglicht es, verschiedenste Prüfbedingungen aus der Praxisanwendung im Laborbetrieb zu realisieren, wie das obige Beispiel der dynamischen Verformungsvariation zeigt.

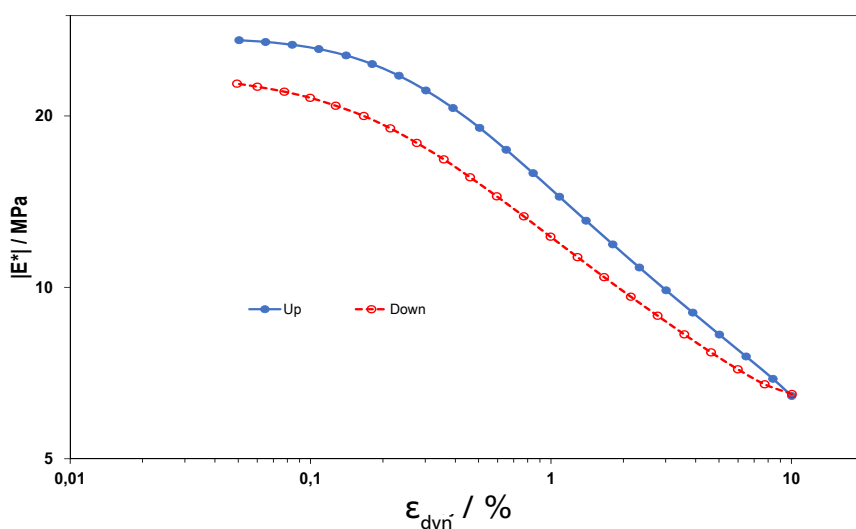


Abb. 2. Abhängigkeit des Elastizitätsmoduls von der Dehnungsamplitude für SBR mit 70 phr N 234 bei Raumtemperatur und einer Frequenz von 10 Hz. Die statische Verformung beträgt 0 %, während die dynamischen Verformung von 0,05 % auf 10 % zunimmt.

# Epoxidharzhärtung mittels DSC 214 Polyma und MMC 274 Nexus®

Dr. Ekkehard Füglein und Dr. Stefan Schmölder, Applikationslabor

## Einleitung

Epoxidharze kommen bei vielen Anwendungen zum Einsatz, wie zum Beispiel bei der Beschichtung und Markierung von Fahrradwegen, der Oberflächenbeschichtung von Böden in Parkhäusern sowie in der Elektronik. Heute werden Epoxidharze auch als Leichtbaumaterialien für Rotorblätter von Windkraftanlagen verwendet. Besonders diese Anwendung veranschaulicht, weshalb die Kenntnis der Aushärtereaktion und ihrer Kinetik ausschlaggebend für die Optimierung des Aushärteprozesses in Bezug auf Temperatur, Zeit und Effizienz ist.

In diesem Artikel werden die Gemeinsamkeiten und Unterschiede hinsichtlich der Probenvorbereitung, der Messmodi und der Ergebnisse der Aushärtereaktion von Epoxidharz aufgezeigt, gemessen mit der NETZSCH DSC 214 Polyma im Vergleich zum Scanning-Modul des MMC.

## Probenvorbereitung und Messbedingungen MMC

Um eine vorzeitige Reaktion der Epoxidharzprobe zu verhindern, wird sie bei -20 °C im Kühlschrank gelagert und erst vor der eigentlichen Probenpräparation für etwa eine Stunde bei Umgebungstemperatur gelagert.

Aufgrund der spezifischen Wärmekapazität und Masse des Probenbehälters sowie der spezifischen Wärmekapazität und Masse der Probe ist die Aufheizrate im konstanten Leistungsmodus nicht exakt konstant. Das Verhältnis von Massen und spezifischen Wärmekapazitäten wird als  $\Phi$ -Faktor (oder

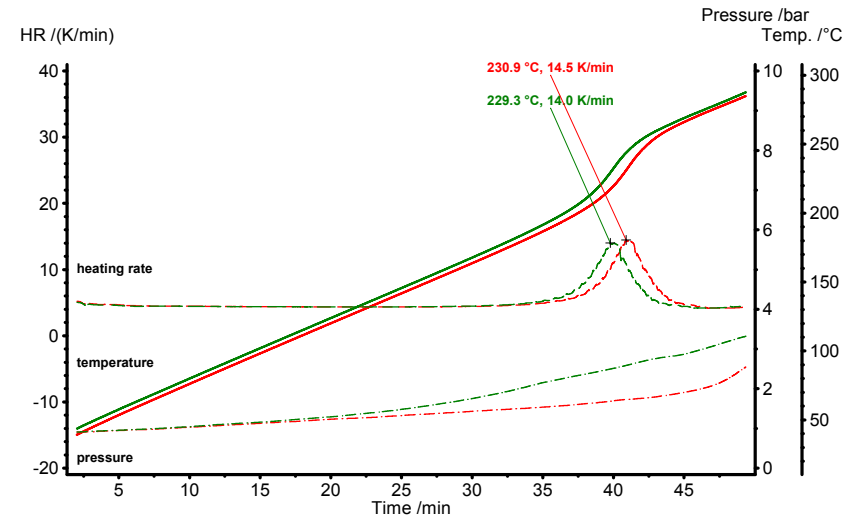


Abb. 1. MMC-Ergebnisse zweier unter identischen Bedingungen durchgeführten Messungen der Epoxidharzhärtung mit Anzeige der gemessenen Probentemperatur, der Aufheizrate und des Drucks

thermische Trägheit) bezeichnet. Gemäß ASTM E1981 [1] kann dies in folgender Gleichung ausgedrückt werden:

$$\Phi = \frac{\Delta T_{ad}}{\Delta T_{obs}} = 1 + \frac{m_V \cdot C_{p,V}}{m_S \cdot C_{p,S}}$$

T:	Temperatur
ad:	adiabatisch
obs:	beobachtet
m:	Masse
V:	Behälter
$c_p$ :	spezifische Wärmekapazität
S:	Probe

Letztendlich wird die Heizrate durch das resultierende thermische Verhalten der Probe selbst beeinflusst. Da die Aushärtung eines Epoxidharzes eine exotherme Reaktion ist, erhöht die Reaktionswärme die Heizrate vorübergehend. Wärmeverluste an die Umgebung werden durch die seitlich oben und unten am Kalorimeter angebrachten Schutzheizer vermieden. Diese Heizer folgen der Probentemperatur, unabhängig

vom konstanten Leistungsmodus des externen Heizers.

## Ergebnisse und Diskussion

Abbildung 1 zeigt den Aushärteverlauf zweier mit dem MMC 274 Nexus® unter gleichen Bedingungen durchgeführten Messungen an einem Epoxidharz. Eine Probeneinwaage von ca. 1000 mg und eine konstante Heizleistung von 1000 mW führt zu einer Temperaturanstiegsrate von ca. 4,5 K/min bis 150 °C. Mit Beginn der Aushärtereaktion erhöht die Reaktionswärme die Temperaturanstiegsrate auf maximal 14,0 K/min bzw. 14,5 K/min. Dadurch steigt die gemessene Probentemperatur während des Aushärteprozesses deutlich schneller an.

Der Wärmestrom der Probe kann durch Anwendung eines konstanten Leistungssignals des externen Heizers und der daraus resultierenden Heizrate der Probe berechnet werden.

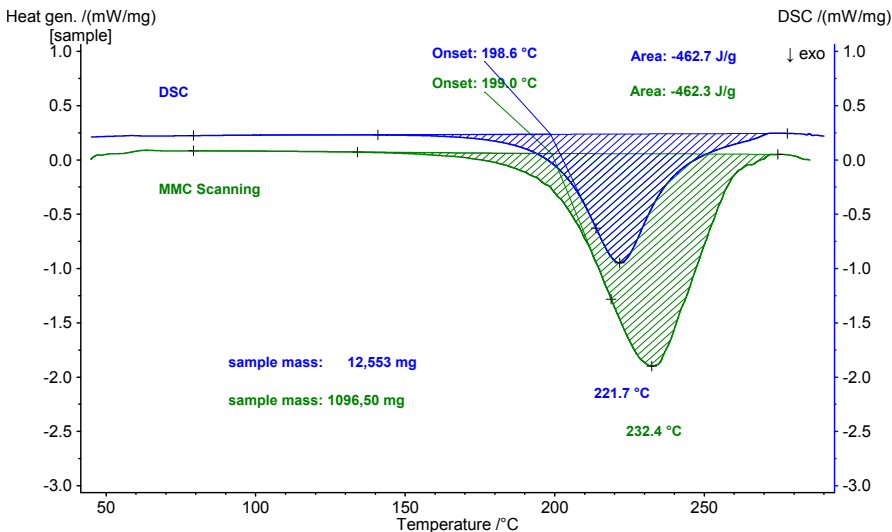


Abb. 2. Vergleich der Aushärtereaktion des Epoxidharzes mit Anzeige der DSC-Ergebnisse in Blau sowie der MMC-Ergebnisse in Grün

## Vergleich der Aushärtereaktionen

Eine Messung mit der DSC 214 Polyma liefert vergleichbare Ergebnisse, obwohl sich sowohl Messmodi als auch Probeneinwaagen deutlich unterscheiden. In Abbildung 2 werden die Ergebnisse mit der DSC 214 Polyma mit denen des MMC 274 Nexus® verglichen.

Die ausgewerteten Ergebnisse für die Enthalpie der Aushärtung und für den extrapolierten Onset, der den Anfang der Aushärtereaktion kennzeichnet, sind für beide Methoden innerhalb der Messunsicherheit identisch. Die maximale Peaktemperatur unterscheidet sich jedoch um mehr als 10 K, was auf den enormen Unterschied in der Probenmasse zurückzuführen ist: 12,553 mg (DSC) gegenüber 1096,5 mg (MMC). Wenn die Probenmasse etwa 80-fach größer ist, dauert es dementsprechend länger, bis die Reaktion abgeschlossen ist.

## Vergleich der Reaktionsenthalpien

Obwohl der Wärmefluss sowohl für die DSC- als auch die MMC-Technik identisch skaliert ist (DSC rechte Skala, MMC linke Skala), ist der visuelle Eindruck der Peakflächen unterschiedlich. Die ausgewerteten Ergebnisse für den extrapolierten Onset und die Reaktionsenthalpie sind jedoch innerhalb der Messunsicherheit identisch. Temperaturskalierte Ergebnisse von dynamischen Aufheiz- oder Abkühlkurven beinhalten stets die Heizrate, die Integration der Peakfläche erfolgt jedoch über der Zeit, nicht über der Temperatur. Von DSC-Untersuchen erwartet man, dass die Heizrate konstant ist (hier 5 K/min). Für das MMC wurde eine konstante Leistungsaufnahme verwendet, deshalb ist die Aufheizrate abhängig vom Probenverhalten. Die Reaktionswärme verdreifacht während der MMC-Messung die gemessene Aufheizrate von

4,5 K/min vor der Reaktion auf 14,5 K/min während der Aushärtereaktion. Dieser Anstieg der Heizrate lässt die Peakfläche der MMC-Ergebnisse im Vergleich zu den DSC-Ergebnissen (mit einer konstanten Rate von 5 K/min) viel größer erscheinen. Da die Enthalpieauswertung die Heizrate berücksichtigt, sind die ausgewerteten Ergebnisse nahezu identisch, obwohl der optische Eindruck der Peakflächen unterschiedlich ist [2].

## Zusammenfassung

Die Aushärtereaktion von Epoxidharzen kann mit unterschiedlichen Messtechniken untersucht werden. Aufgrund der großen Reaktionswärmen ist die DSC sicherlich die am weitesten verbreitete Technik für die Untersuchung von Aushärtereaktionen. Diese Arbeit zeigt, dass neben der Dynamischen Differenz-Kalorimetrie auch eine weitere kalorische Methode der Untersuchung von Aushärtereaktionen dienen kann. Das Scanning-Modul des NETZSCH Multi-Modul-Kalorimeters MMC 274 Nexus® liefert vergleichbare Ergebnisse, kann jedoch im Gegensatz zur DSC Proben im Gramm-Maßstab untersuchen.

## Referenzen

- [1] ASTM E1981 Reapproved (2012), "Standard Guide for Assessing Thermal Stability of Materials by Methods of Accelerating Rate Calorimetry", ASTM International, 100 Barr Harbor Drive, PO Box C700, West Conshohocken, PA 19428-2959.
- [2] E. Füglein, S. Schmölder, „Untersuchung der Epoxidharzhärtung mittels DSC 214 Polyma und MMC 274 Nexus®“, NETZSCH Application Note 130, 2019

# "Das Uglass-Messgerät von NETZSCH unterstützt ... durch einfache Bedienung"

Dr. Andreas Kleiner, BSH Hausgeräte GmbH, Produktbereich Kälte, Giengen



Abb. 1. Uglass – das mobile U<sub>g</sub>-Wert Messgerät

## Europas führender Hausgerätehersteller

Die BSH Hausgeräte GmbH ist Europas führender Hausgerätehersteller und vor allem durch die Marken Bosch und Siemens bekannt. Zuverlässigkeit, Langlebigkeit und Qualität sind wesentliche Merkmale unserer Geräte, und so stellt die Qualitätskontrolle einen wichtigen Faktor in Entwicklung und Produktion dar. Das "Uglass" Messgerät von NETZSCH (Abb. 1) unterstützt bei der Bestimmung des Wärmedurchgangskoeffizienten\* der verbauten Verglasung an Kühlgeräten durch seine einfache Bedienung und die Möglichkeit, schnell Ergebnisse zu erzielen.

Bei Kühltheken in Supermärkten sind in großem Umfang Glastüren im Einsatz. Dadurch wird der Energieverbrauch reduziert und die Qualität der Lebensmittel bleibt erhalten. Meist wird Einfachglas verwendet, selten Mehrscheiben-Isolierglas. Die BSH Hausgeräte GmbH hat auch Vakuumisolierglas in der Erprobung.

## Isolierglas prüfen

Im Bereich Hausgeräte ist Isolierglas bei Wein- oder Getränke-Kühlschränken im Einsatz. Mit dem Gerät "Uglass" ist es möglich, sowohl den U<sub>g</sub>-Wert bei Anlieferung des Isolierglases zu messen (Wareneingangskontrolle) als auch im weiteren Ablauf am fertigen Gerät, bevor die Geräte verpackt und ausgeliefert werden.

Isolierglas ist ein Massenprodukt mit zuverlässigen Fertigungsprozessen, dennoch kann es vorkommen, dass beispielsweise bei einer Charge eine andere oder keine low-e-Beschichtung verwendet wurde.

Dies kann mittels stichprobenartiger Messung mit dem "Uglass" nachgewiesen werden. Die low-e-Beschichtungen tragen wesentlich zu einem niedrigen U-Wert bei, da sie idealerweise nur sichtbares Licht durchlassen und die übrige Strahlung blockieren.

## Vakuumisolierglas – Leichtes Glas für eine gesteigerte Effizienz

Da Kühlgeräte ständig in Betrieb sind, ist es nötig, den Energieverbrauch durch Verwendung von Hochleistungsdämmstoffen soweit wie möglich zu reduzieren. Eine neue und vielversprechende Entwicklung ist Vakuum-Isolierglas, kurz VIG. Dieses besteht ähnlich wie herkömmliches Isolierglas aus zwei Glasscheiben mit einem Abstand von bis zu 0,5 mm. Im Zwischenraum befindet sich jedoch kein Gas, sondern Vakuum.

Im Vakuum-Isolierglas wird die Wärme durch Strahlung übertragen, Konvektion findet nicht statt!

Durch das Vakuum wird die Konvektion im Scheibenzwischenraum (SZR) ausgeschaltet und der Wärmedurchgang deutlich reduziert. Mit low-e-Beschichtungen auf beiden Scheiben sind U-Werte unter 0,5 W/(m<sup>2</sup>·K) möglich. Zu beachten ist, dass diese niedrigen Werte nur zu erreichen sind, wenn thermisch vorgespannte Gläser (ESG – Einscheiben-Sicherheitsglas) eingesetzt werden. Die höhere Festigkeit erlaubt es, die im Vakuum-Zwischenraum nötigen, kaum sichtbaren Abstandshalter in größerem Abstand voneinander zu platzieren und so den Wärmeübertrag dieser Abstandshalter möglichst gering zu halten. Die Abstandshalter verhindern, dass der äußere Luftdruck die Scheiben zusammendrückt. Durch den SZR von <1 mm liegt die Gesamtdicke von Vakuumglas – je nach Glasdicke – bei 6 bis 10 mm und ist somit deutlich dünner als übliches Isolierglas. Bei Kühlgeräten ermöglicht dies ein höheres Nutzvolumen bei gleichzeitig geringerem Energieverbrauch.

\*auch U-Wert, früher k-Wert, gibt den Wärmestrom durch ein Bauteil (z.B. Wand, Fenster oder Dach) mit einer Fläche von einem Quadratmeter an, wenn der Temperaturunterschied zwischen den beiden Seiten 1 K beträgt. Die SI-Einheit des U-Werts ist daher W/(m<sup>2</sup>·K).





Abb. 2. Uglass in Aktion

## Uglass erkennt Beschädigungen innerhalb kürzester Zeit

Sollte durch mechanische Beschädigung oder etwaige Produktionsfehler und hohe Temperaturdifferenzen der Randverbund undicht werden und Luft eindringen, ist durch den sehr geringen Scheibenabstand der Anstieg des U-Wertes weitaus dramatischer als bei üblichem Isolierglas. Problematisch ist jedoch, dass diese Defekte optisch meist nicht erkennbar sind.

Hier kommt das Uglass-Messgerät zum Einsatz (Abb. 2): innerhalb weniger Minuten ist ersichtlich, ob der U-Wert wie erwartet deutlich unter  $1 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$  liegt oder ob ein Defekt vorliegt und ein U-Wert von  $>5 \text{ W}/(\text{m}^2 \cdot \text{K})$  gemessen wird.

Bei der Messung von Vakuumglas werden wie bei 2-fach-Isolierglas vorab die Glasdicken mit dem Glass-Buddy der Firma BOHLE gemessen, in der Einstellung „kein ISO“ (Verbundglas) aufgrund des geringen Scheibenabstands von  $<1 \text{ mm}$ . In der Software des "Uglass" wird der Reiter „Vakuumglas“ ausgewählt und die Glasparameter eingegeben. Diese Anpassung der Software ist gerade erst umgesetzt worden und wird derzeit erprobt.

## Überprüfen der Ergebnisse mit der GHP-Methode

Um die Genauigkeit des "Uglass" auch im sehr niedrigen U-Wert-Bereich zu prüfen, wurden verschiedene Vakuumgläser sowohl mit dem "Uglass" als auch mit einer Guarded Hot Plate (GHP)-Apparatur gemessen. Die erhaltenen Werte sind sehr gut vergleichbar, so dass das "Uglass" für alle Arten von gasgefüllten oder evakuierten Isoliergläsern einsetzbar ist. Aufgrund der fehlenden Konvektion im SZR ist bei Vakuumglas die Orientierung für den U-Wert nicht relevant. Bei gasgefülltem Isolierglas ergibt die Messung mittels GHP im horizontalen Zustand aufgrund der Konvektion im SZR erhöhte U-Werte, so dass hier die Vergleichbarkeit nicht direkt gegeben ist. Zudem sind Größe und Gewicht von Isolierglas für viele Platten-Messgeräte ein Problem, da diese oft in den Probengrößen limitiert sind. Das "Uglass"-Messgerät hingegen kann an jedes Isolierglas angebracht werden und ist somit flexibler einsetzbar.

## Der Autor

### Dr. Andreas Kleiner

Im Anschluss an sein Studium der Physik erwarb Dr. Andreas Kleiner bei IBM

Research, Zürich (Rüschlikon), den Dokortitel mit dem Thema "Datenspeichern auf der Nanoskala".



Seit 2012 ist er bei der BSH Hausgeräte GmbH in Giengen, Produktbereich Kälte, in der Vorentwicklung tätig. Dort ist er zuständig für neue und alternative Isolationstechnologien und Hochleistungsdämmstoffe, vorrangig für Kühlgeräte, aber auch in Zusammenarbeit mit den anderen Produktbereichen der BSH (Kochen, Waschen, Spülen, Kleingeräte) sowie mit den Produktbereichen des gesamten Bosch-Konzerns (seit 2015 ist BSH eine 100% Bosch-Tochter).

# Wie man fehlerhafte Ergebnisse aufgrund unsachgemäßer Probenvorbereitung vermeidet

Claire Strasser, Geschäftsfeld Pharmazie, Kosmetik & Lebensmittel



Mittels Thermogravimetrie lassen sich Massenänderungen in einer Probe während eines Temperatur-/Zeitprogramms (DIN 51005) bestimmen. Dadurch können die Temperaturen der chemischen und physikalischen Vorgänge, die die Massenänderung verursachen, ermittelt werden. Dazu gehören unter anderem Verdampfung, Sublimation, Desolvatisierung sowie thermische und oxidative Zersetzung.

Die thermogravimetrische Kurve wird bekanntermaßen durch folgende Faktoren beeinflusst:

- Heizrate
- Probengeometrie
- Probenmasse

Erhöht man beispielsweise Heizrate und Probenmasse, verschieben sich die detektierten TG-Effekte zu höheren Temperaturen. Es ist jedoch auch möglich, mit den Faktoren Heizrate und Probenmasse zu spielen, um möglichst viele Informationen aus der Messkurve zu erhalten: Bessere Auftrennung überlappender Effekte durch Variation der Heizrate und/oder Probenmasse, Vergrößerung kleinerer Effekte, indem man diese Parameter erhöht usw.

Eine unsachgemäße Probenvorbereitung kann nicht nur zu einer Verschiebung der mittels TG aufgezeichneten Massenverluste, sondern auch zu stark unterschiedlichen Ergebnissen führen. Mittels Thermogravimetrie lassen sich feste Probenkörper in Pulverform oder als kompakte Stücke, aber auch Flüssigkeiten untersuchen. Man sollte sich jedoch bewusst sein, dass reproduzierbare TG-Kurven nur durch Beibehaltung der identischen Probenvorbereitung (Probenform) und Messbedingungen erhalten werden. Insbesondere die Probenoberflächen beeinflussen Prozesse, wie die Verdampfung von Lösemitteln oder die oxidative

Zersetzung (Verbrennung) von Materialien. Deshalb treten diese Effekte bei unterschiedlichen Temperaturen auf, je nachdem, ob die untersuchte Probe in Pulver- oder in Stückform vorliegt.

Im Folgenden werden thermogravimetrische Messungen für die kinetische Analyse einer Reaktion eingesetzt. An diesem Beispiel ist ersichtlich, wie entscheidend eine sachgemäße Probenvorbereitung ist, um die richtigen Schlüsse ziehen zu können.

## TG-FT-IR-Messungen an einer Ibuprofen-Tablette

Die Messungen wurden an Ibu 400 akut, einer von 1A Pharma® vermarkteten Schmerztablette mit dem Wirkstoff Ibuprofen (Wirkstoff, engl. Active Pharmaceutical Ingredient = API) durchgeführt. Es ist eines der am häufigsten verwendeten nicht-steroidalen entzündungshemmenden Medikamente (NSAIDs). Darüber hinaus beinhaltet die Tablette auch Hilfsstoffe, die z.B. als Füll- oder Schmierstoffe dienen oder die Löslichkeit positiv beeinflussen.

Die Messungen wurden in dynamischer Stickstoffatmosphäre mit unterschiedlichen Heizraten zwischen 5 und 20 K/min mit der Thermowaage TG 209 **F1** Nevio mit Aluminiumoxid-Tiegeln durchgeführt. Die Probenmassen betragen zwischen 9,93 mg und 10,09 mg. Die während der Aufheizung freigesetzten Gase wurden direkt in die Gaszelle des FT-IR-Spektrometers der Bruker Optik GmbH überführt.

In Abbildung 1 ist die TG-Messung an einer handelsüblichen Ibuprofen-Tablette mit einer Heizrate von 10 K/min zusammen mit der DTG-Kurve (erste Ableitung der TG-Kurve) dargestellt. Zusätzlich ist das berechnete DTA-Signal (c-DTA®, der Unterschied

# Tipps & Tricks

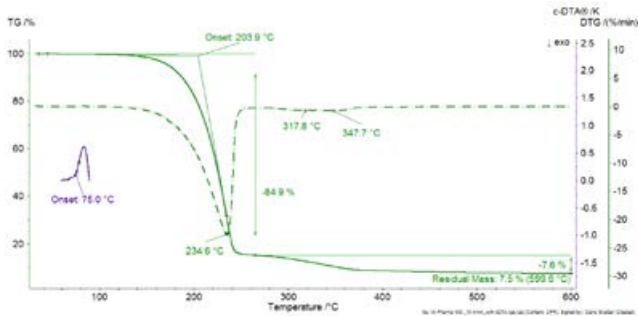


Abb. 1. TG-Messung an einer handelsüblichen Ibuprofen-Tablette mit 10 K/min (grüne durchgezogene Kurve), DTG-Kurve (grün, Strichpunkt-Linie) und c-DTA®-Signal (blaue Kurve)

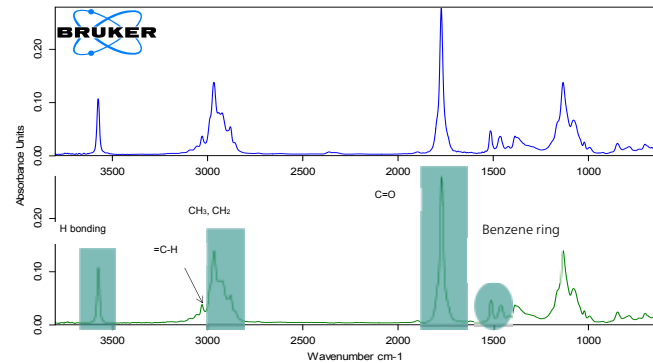


Abb. 2. FT-IR-Spektren der bei 231 °C freigesetzten Gase von reinem Ibuprofen (oben) sowie der freigesetzten Gase der untersuchten Ibuprofen-Tablette Ibu 400 akut

zwischen Ofen- und Proben temperatur) zwischen 70 °C und 100 °C (blaue Kurve) gezeigt. Für eine übersichtlichere Darstellung ist das c-DTA®-Signal nur im Temperaturbereich des Schmelzens von Ibuprofen abgebildet. Da der bei 75 °C (extrapolierte Onsettemperatur) detektierte Peak nicht mit einem Massenverlust verbunden ist, handelt es sich weder um eine Zersetzung noch um eine Verdampfung, sondern tatsächlich um das Schmelzen von Ibuprofen.

Der erste Massenverlust mit einer extrapolierten Onset-Temperatur von 204 °C beträgt 85 %. Er zeigt die Zersetzung oder Verdampfung einer in der Tablette vorhandenen Komponente an, höchstwahrscheinlich die Verdampfung des Wirkstoffes Ibuprofen [1]. Um

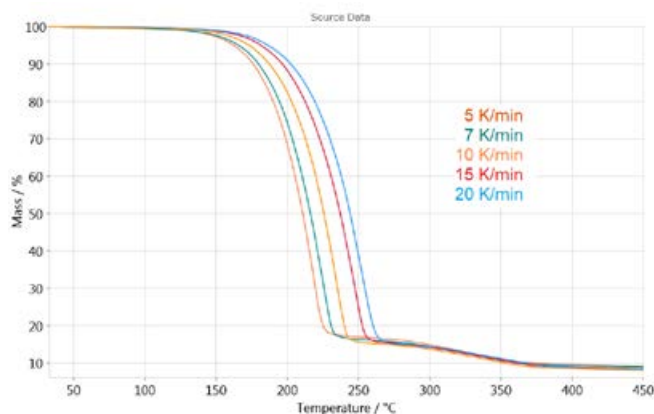


Abb. 3. TG-Messungen an einer handelsüblichen Ibuprofen-Tablette mit unterschiedlichen Heizraten (Plot wurde mit der NETZSCH-Kinetics Neo-Software erstellt)

dies zu verifizieren, wurde reines Ibuprofen ebenfalls mittels TG-FT-IR (Abbildung 2) gemessen. Die Spektren der bei 232 °C freigesetzten Gase sind für beide Substanzen sehr ähnlich. Dies bestätigt, dass der bei 235 °C (DTG-Peak, Abbildung 1) detektierte Massenverlust in Ibu 400 akut tatsächlich auf der Verdampfung des Wirkstoffes (Ibuprofen) und nicht auf der Zersetzung eines Hilfsstoffes beruht.

In Abbildung 1 weist Ibu 400 akut zwei weitere Massenverluststufen zwischen 250 °C und 400 °C auf, die sich teilweise überlagern. Sie resultieren höchstwahrscheinlich von der thermischen Zersetzung der in der Tablette vorhandenen Hilfsstoffe, wie mikrokristalline Cellulose oder Magnesiumstearat [2].

Abbildung 3 gibt einen Überblick über die TG-Messungen, die mit unterschiedlichen Heizraten durchgeführt wurden. Mit Erhöhung der Heizrate verschieben sich die Effekte zu höheren Temperaturen. Diese Abhängigkeit der TG-Kurve von der Heizrate erlaubt die Bestimmung der Reaktionskinetik.

## Bestimmung der Reaktionskinetik mit Kinetics Neo

Die erhaltenen TG-Kurven können als Eingangsdaten für die kinetische Auswertung der im gemessenen Temperaturbereich auftretenden Reaktionen mit der NETZSCH-Kinetics Neo-Software verwendet werden. Kinetics Neo erlaubt die Modellierung der Kinetik von ein- bis hin zu mehrstufigen Reaktionen.

Diese Software kann jeder einzelnen Stufe unterschiedliche Reaktionstypen mit eigenen kinetischen Parametern wie Aktivierungsenergie, Reaktionsordnung, Präexponentialfaktor zuordnen. Auf Basis dieser Ergebnisse ist Kinetics Neo dann in der Lage, die Reaktion(en) für anwenderspezifische Temperaturprogramme zu simulieren.

Zur Implementierung werden die thermogravimetrischen Kurven zunächst in die Kinetics Neo-Software importiert. Dann wird für jede Stufe ein Reaktionsmodell (zum Beispiel: Reaktion n-ter Ordnung) gewählt. Basierend auf dem gewählten Reaktionsmodell berechnet die Software die thermogravimetrischen Kurven. Als Maß für die Relevanz des Modells dient der Korrelationskoeffizient zwischen den gemessenen und berechneten Kurven.

Die beste Anpassung ergibt sich im aktuellen Fall mit einem einstufigen Reaktionsmodell (A → B) für die erste Massenverluststufe und drei weiteren unabhängigen Stufen (C → D, E → F und G → H) im Temperaturbereich von 250°C bis 450°C.

Abbildung 4 zeigt einen Vergleich der gemessenen und berechneten Kurven für dieses Modell. Mit einem Korrelationskoeffizienten größer 0,999 beschreibt das kinetische Modell den Reaktionsprozess sehr gut.

Kinetics Neo berechnet die kinetischen Parameter für jede Reaktionsstufe: Aktivierungsenergie, Reaktionsordnung, Beitrag der Stufe zum globalen Prozess usw. In Tabelle 1 sind alle vier Stufen aufgelistet.

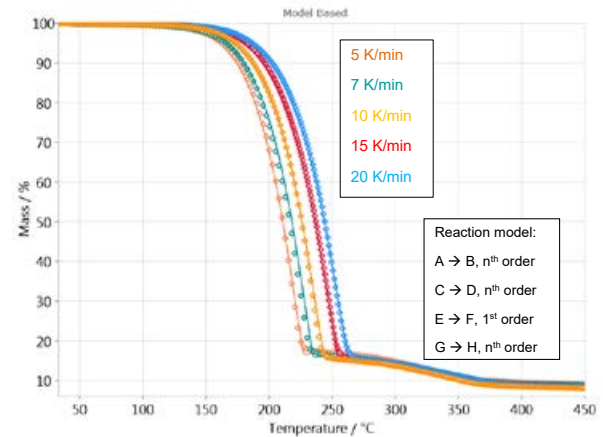


Abb. 4. Vergleich der gemessenen Kurven (Punkte) und berechneten Kurven (durchgezogene Linien) für ein unabhängiges, 4-stufiges Reaktionsmodell

## Validierung des Kinetikmodells

Selbst wenn die Übereinstimmung zwischen gemessenen und berechneten Kurven sehr gut ist, sollte die Verlässlichkeit des Modells immer durch einen Vergleich der Kinetik-Ergebnisse mittels einer weiteren TG-Messung überprüft werden. Diese sollte unter unterschiedlichen Bedingungen, z.B. während eines isothermen Segments, durchgeführt werden.

Für diesen Test wurde eine handelsübliche Ibuprofen-Tablette zerstoßen und in einem offenen Aluminium-

Tab. 1. Kinetische Parameter für alle vier Stufen

Reaktion	A → B	C → D	E → F	G → H
Reaktionstyp	n-ter Ordnung	n-ter Ordnung	1. Ordnung	n-ter Ordnung
Aktivierungsenergie [kJ/mol]	77,823	181,866	148,941	460,643
Log(PreExp) [Log(1/s)]	6,814	14,911	10,511	38,543
Reaktionsordnung	0,286	1,332	1	13,410
Beitrag	0,912	0,022	0,034	0,033



# Tipps & Tricks

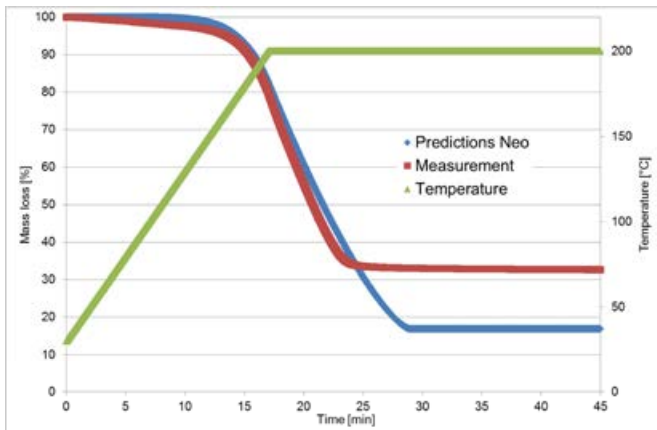


Abb. 5. TG-Messung an einer handelsüblichen Ibuprofen-Tablette (zerstoßen) während der Aufheizung bis 200 °C, gefolgt von einer isothermen Stufe (rote Kurve); Vergleich mit den von Kinetics Neo berechneten Daten für dasselbe Temperaturprogramm (blaue Kurve)

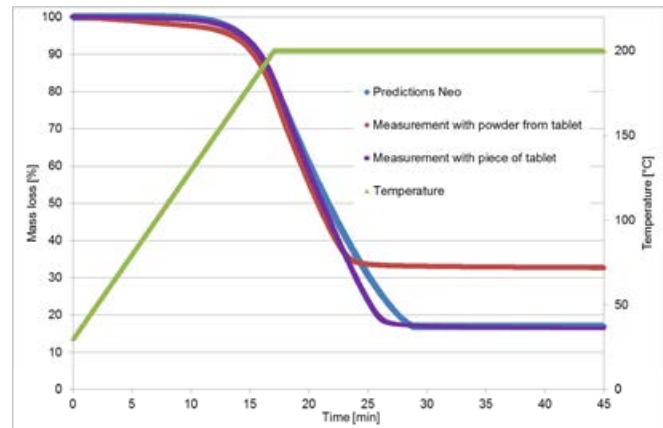


Abb. 6. TG-Messung an einer handelsüblichen Ibuprofen-Tablette während der Aufheizung bis 200 °C und isotherm (Tablette in Pulverform: rote Kurve; Tablettenstück: violette Kurve); Vergleich mit den von Kinetics Neo berechneten Daten für dasselbe Temperaturprogramm (blaue Kurve)

oxidtiegel mit 10 K/min bis 200 °C aufgeheizt. Danach wurde die Temperatur für 25 Minuten isotherm gehalten. Die Ergebnisse sind in Abbildung 5 wiedergegeben. Es ist sofort ersichtlich, dass diese TG-Messung mit der von Kinetics Neo berechneten Kurve nicht übereinstimmt, was die Frage aufkommen lässt: Ist die Berechnung falsch?

## Was ist der Grund für den beobachteten Unterschied?

Die thermogravimetrischen Messungen, die für die Berechnung in Kinetics Neo herangezogen wurden, wurden an einem Tablettenstück durchgeführt. Im Gegensatz dazu erfolgte die Validierungsmessung der Tablette in Pulverform.

Wie bereits erwähnt, ist die erste Massenverluststufe auf die Verdampfung von Ibuprofen zurückzuführen [1]. Da dieser Prozess von der Probenoberfläche abhängt, ist zu erwarten, dass eine größere Probenoberfläche des zerstoßenen Materials erheblichen Einfluss auf die TG-Kurve hat.

In einem zweiten Experiment wurde die vorherige Messung (Aufheizung bis 200 °C und isotherm) ein weiteres Mal durchgeführt, dieses Mal jedoch an einem aus einer Tablette herausgebrochenem Stück. Die neue thermogravimetrische Kurve stimmt jetzt sehr gut mit

der von Kinetics Neo berechneten Kurve überein (siehe Abbildung 6)!

## Zusammenfassung

TG-Messungen wurden an einer Ibuprofen-Tablette (Handelsname: Ibu 400 akut) durchgeführt: eine Probe lag in Stückform, die andere in Pulverform vor. Mittels TG-FT-IR-Messungen konnte aufgezeigt werden, dass die erste Massenverluststufe aus der Verdampfung des Wirkstoffes resultiert. Dieser Vorgang hängt stark von der Probenoberfläche ab, sodass sich die Ergebnisse der Messungen der Tablette in Stückform stark von den Messungen an der pulverförmigen Probe unterscheiden. Dies hat auch erheblichen Einfluss auf die kinetische Analyse. Diese ist besonders hilfreich, wenn es um die thermische Stabilität eines Medikaments geht.

## Referenzen

- [1] A thermal analysis study of ibuprofen, S. Lerd-kanchanaporn and D. Dollimore, Journal of Thermal Analysis, Vol. 49 (1997), Issue 2, pp 879-886
- [2] NETZSCH Application Note 120: Verträglichkeitsstudie an Diclofenac-Natrium – Schnell und einfach mittels thermischer Analyse, Abbildungen 5 and 9

## NETZSCH Proven Excellence auf der der K 2019!



Auf der K 2019 vom 16. bis 23. Oktober in Düsseldorf wollen wir Sie mit einem neuen Konzept überraschen, ausgelegt auf die drei Geschäftsfelder:

**Polymere:** Aspekte bei der Verarbeitung von thermoplastischen Materialien, Additive in der Fertigung und Themen aus dem Bereich Recycling

**Gummi & Reifen:** Vorstellung des DMA EPLEXOR® für die produktionsbegleitende Qualitätskontrolle von Gummimaterialien

**Prozessanalytik:** Demonstration der einzigartigen In-mold-Sensortechnologie für die zuverlässige Optimierung Ihres Prozesses

Versäumen Sie nicht unsere Live-Präsentationen zu aktuellen Herausforderungen in der Polymerverarbeitung.

Wir würden uns freuen, Sie auf unserem Messestand **D 49** in **Halle 11** begrüßen zu dürfen!

## Messen

	Datum	Ort
Ceramics Expo	30.04. - 01.05.2019	Cleveland, OH, USA
Making Pharmaceuticals	30.04. - 01.05.2019	Coventry, Großbritannien
Compounding World EXPO	08. - 09.05.2019	Cleveland, OH, USA
PCI Days	15. - 16.05.2019	Warschau, Polen
SAMPE	20. - 23.05.2019	Charlotte, NC, USA
Chinaplas	21. - 24.05.2019	Guangzhou, China
Plastic 2019	22. - 24.05.2019	Osaka, Japan
Plastpol	28. - 31.05.2019	Kielce, Polen
Asean Ceramics	28. - 30.08.2019	Thailand, Bangkok
Composites Europe 2019	10. - 12.09.2019	Stuttgart, Deutschland
Foam Expo Europe 2019	10. - 12.09.2019	Stuttgart, Deutschland
Analitika Latin America	24. - 26.09.2019	Sao Paulo, Brasilien
K 2019	16. - 23.10.2019	Düsseldorf, Deutschland

# Events



## Konferenzen

	Datum	Ort
28. Kunststoffkolloquium Leoben	25. - 26.04.2019	Leoben, Österreich
DKG-Tagung Leoben 2019	05. - 09.05.2019	Leoben, Österreich
10. Duroplasttagung	08. - 09.05.2019	Iserlohn, Deutschland
11 <sup>th</sup> International Heat Flow Calorimetry Symposium on Energetic Materials	13. - 16.05.2019	Pfintzal-Berghausen, Deutschland
23. Kalorimetrietage	12. - 14.06.2019	Braunschweig, Deutschland
ECerS	16. - 20.06.2019	Turin, Italien
ITCC and ITES 2019	17. - 20.06.2019	Wilmington, NC, USA
ICT 2019	30.06. - 04.07.2019	Gyeongju, Korea
Ceramitec Conference	19. - 20.09.2019	München, Deutschland

... mehr unter <https://www.netzsch-thermal-analysis.com/de/veranstaltungen-seminare/#!/de/veranstaltungen-seminare/>

# NETZSCH

Proven Excellence.

## Impressum

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

**Redaktion**  
Dr. Gabriele Kaiser, Dr. Ekkehard  
Füglein, Yann Jeschke, Dr. Elisabeth  
Kapsch, Doris Steidl  
**Übersetzungen**  
Doris Steidl, Nicole Huss  
**Copyright**  
NETZSCH-Gerätebau GmbH, 04/19

**Druck**  
NETZSCH Werbe- und Service- GmbH  
Gebrüder-Netzsch-Straße 19  
95100 Selb  
Deutschland  
Tel.: +49 9287 75-160  
Fax: +49 9287 75-166  
promotion@netzsch.com  
www.netzsch.com