

FlexyTSC

Thermische Sicherheits-Analysen mit RADEX V5 / V6 und SEDEX

Das neue SYSTAG Sicherheitskalorimeter FlexyTSC liefert präzise Informationen über das thermische Verhalten von Substanzen bei gleichzeitig einfachster Bedienung. Ob eine grössere Anzahl von Proben, oder eine spezifische Substanz bei unterschiedlichsten Bedingung untersucht werden soll, FlexyTSC passt sich optimal an Ihre Bedürfnisse an.



Applikation

Mess-Methoden

Die Beurteilung der Prozess-Sicherheit und deren Einstufung in die unterschiedlichen Risiko-Gruppen, benötigen nebst reaktionskalorimetrischen Messungen auch fundierte, thermische Sicherheitsuntersuchungen.

FlexyTSC trägt genau diesen Bedürfnissen Rechnung und unterstützt Sie bei der qualitativen und quantitativen, sicherheitstechnischen Untersuchung. FlexyTSC bietet ein Höchstmass an Bedienerfreundlichkeit bei gleichzeitiger Flexibilität für unterschiedlichste Anforderungen.

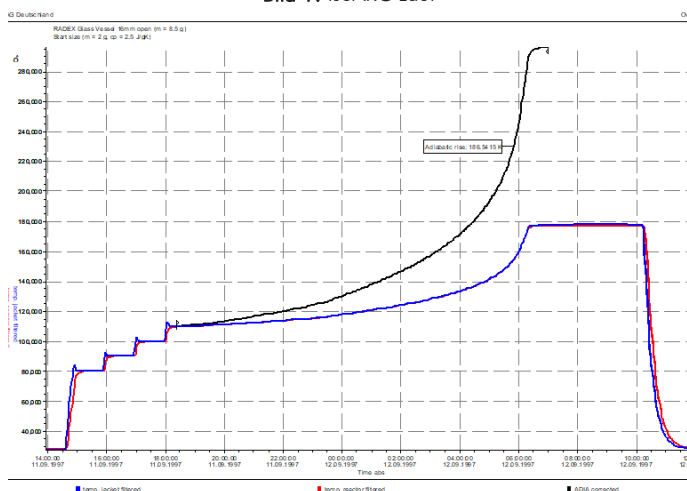
Selbstverständlich stehen im FlexyTSC alle notwendigen Messmethoden zur Verfügung. Für einen möglichst flexiblen Betrieb lassen sich die verschiedenen Messmöglichkeiten individuell anpassen.

Unabhängig der angeschlossenen Messzelle lassen sich die folgenden Messmethoden nutzen:

- Scanning
- Isoperibole Stufen
- Isoperibole Langzeituntersuchung
- Adiabatische Fahrweise, optional
- IsoARC-Methode (heat-wait-search), optional

An einer FlexyTSC Steuereinheit lässt sich eine Messzelle unterschiedlicher Bauart anschliessen. Bis zu 6 dieser Steuereinheiten lassen sich über Daisy-Chain an einem PC anschliessen. Des weiteren können die individuellen Messzellen zusätzlich mit verschiedenen Probemengen und unterschiedlichen Probegefässen betrieben werden.

Bild 1: IsoARC Lauf



Mess-Bedingungen

Mess-Bedingungen

Ein weiterer, grosser Vorteil des FlexyTSC besteht vor allem darin, dass sämtliche zur Verfügung stehenden Mess-Methoden multifunktionell und universell eingesetzt werden können.

Dadurch sparen Sie Zeit, da die einzelnen Proben individuell vorbereitet und per Tastendruck gestartet werden können.

Sind mehr Informationen zum thermischen Verhalten einer einzigen Probe erwünscht, kann diese unter unterschiedlichen Bedingungen untersucht werden. Die Resultate lassen sich anschliessend in einem gemeinsamen Plot vergleichend darstellen.

Unterschiedliche Bedingungen:

- Im Glasgefäss offen
- Im Glasgefäss unter Inertgas
- Im Glasgefäss mit Katalysator
- Im Glasgefäss & Messung der Gasentwicklung
- Im Druckautoklav mit oder ohne Druckmessung
- Im Druckautoklav mit Glasinliner

Damit erhalten Sie eine Vielzahl an Informationen über Ihren Prozess oder die zu untersuchende Substanz, um diese anschliessend auch entsprechend zu charakterisieren.

Bild 2: RADEX Glas offen / Inertisierung / Gasmessung / Autoklav



Messzellen

RADEX V5

Die RADEX V5 Messzelle erlaubt preiswerte und sichere Untersuchungen von Raumtemperatur bis 400° C dank niedrigem Probevolumen (typ. 2.5 ccm; Bereich 1.5 bis 3ccm, je nach Gefäss). Der grösste Vorteil von RADEX liegt in den preisgünstigen Gefässen, die auch einmal das Wegwerfen erlauben wenn ein Reinigen des Gefässes nicht möglich ist. Die Empfindlichkeit zur Detektion der on-set Temperatur ist niedriger als in einem DSC.

Mit der RADEX-Messzelle V5 wird typischer Weise eine Probenmenge von ca. 2.5 ccm untersucht, was auch die Untersuchung von inhomogenen Proben erlaubt.

Probenvorbereitung

Dank der relativ grossen Probenmenge und der grossen Öffnung der Probegefässe spielt die Probenvorbereitung keinen essentiell wichtigen Schritt mehr dar. Selbst grobkörnige Proben können ohne spezielle physikalische Bearbeitung wie Mörsern oder Malen schnell und unkompliziert verarbeitet werden.

Stahl als Katalysator

Für sämtliche Stahlgefässe (SS316/HC22) für RADEX V5 wie auch für SEDEX, sind Glas-Inliner erhältlich, um den katalytischen Einfluss auf die zu untersuchende Probe zu vermeiden. Nebst dem unterdrücken des katalytischen Effektes schützt der Inliner auch das Stahlgefäss gegen stark oxidierende Substanzen. Je nach Wunsch kann mit oder ohne Glas-Inliner analysiert werden.

Bild 3: RADEX Messzelle V5



Unterschiedliche Probengefässe

Eine Vielfalt an unterschiedlichen Probegefässen und Zubehör steht zur Auswahl, für RADEX wie auch für SEDEX:

- Glas Probengefäss offen/zu
- Einheit für die Gaseinleitung
- Gas-Mengenmessung
- SS316 / HC22 Druckautoklav bis 200bar
- Druckmessung
- Glasinliner für Druckgefässe
- Drahtkorb (nur SEDEX)

SEDEX

SEDEX ist die vielseitigste Messzelle. Nebst eingebauter Beleuchtung zum Verfolgen von Reaktionen ist auch ein Röhren mit dem eingebauten Magnetrührer möglich. Dank dem Prinzip des Heissluftofens können feste Proben im Drahtkorb auf Stabilität (z.B. für Transporte etc.) untersucht werden.

Durch den grossen Ofenraum sind eigene Einbauten für spezielle Gefässe - auch mit Dosierungen - möglich. Kühlschlangen erlauben das Abkühlen des Ofenraumes mittels eines optionalen Thermostaten. Dadurch verschiebt sich der Temperaturbereich von +35°...+400°C auf -10°C... +150°C.

Bild 4: SEDEX



Versuchsführung

Methoden-Wahl

Die intuitive Versuchsführung erlaubt die Wahl der gewünschten Messmethode (Scanning, Isoperibol, Adiabatisch) mittels eines einzelnen Mausclicks. Um den Bedienkomfort zu erhöhen, können die Startwerte und gewünschten Aufheizgeschwindigkeiten als Default-Parameter abgespeichert werden.

Protokollierung

Die lückenlose Protokollfunktion speichert sämtliche Eingaben wie Einwaage, Probenbezeichnung, Gefäßstyp etc. unwiderruflich ab. Probenverwechslungen können daher weitgehend ausgeschlossen werden. Selbstverständlich lässt sich die Rapportsdokumentvorlage auf individuelle Bedürfnisse anpassen.

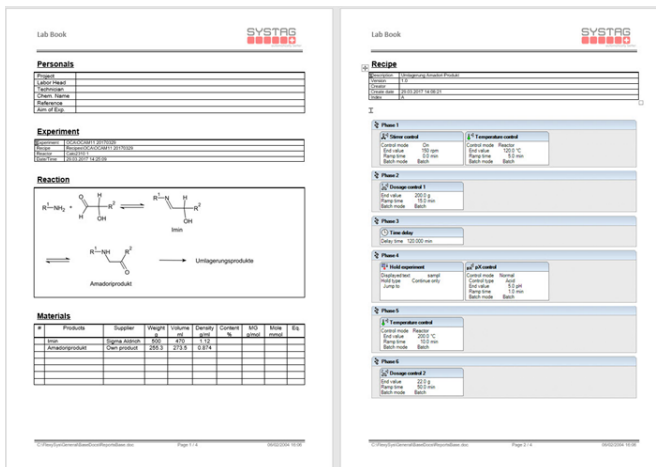
Kalibrierung

Jede Messzelle und Gefäßstyp kann kalibriert werden. Es stehen die Methoden für SCANNING und ISOPERIBOL zur Verfügung.

Die Kalibrierung mit inerter Substanz dient dazu, den Fühlergleichlauf zu korrigieren.

Mit entsprechenden Referenzsubstanzen erfolgt die Kalibrierung der Gefäße für die quantitative Auswertung (mW/g) der Messung.

Bild 5: FlexyTSC Rapport File



Bedienungsführung

On-line Anzeigen

Auf Grund der vorgängig erläuterten Kalibrierungen, liefert FlexyTSC - basierend auf der Wahl des Gefäßstyp - direkt und on-line die Leistung einer allfälligen Reaktion. Somit können unter Umständen bereits während der Messung - ohne weitergehende Auswertung - erste Aussagen über das Potential einer Substanz abgegeben werden. Dies ist vor allem dann hilfreich, wenn eine Probe eines in der Produktion laufenden Prozesses beurteilt werden muss.

Bild 6: Eingabemaske für IsoARC-Methode (heat-wait-search) auch für mehrstufige Zersetzungen geeignet (blaue Kurve)

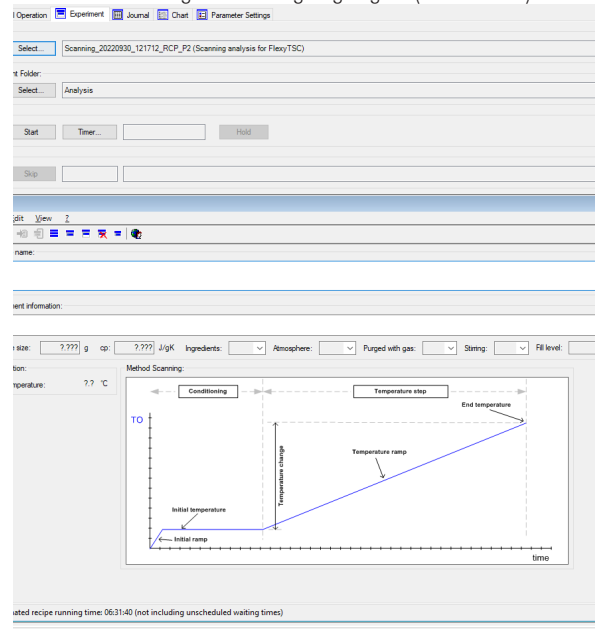
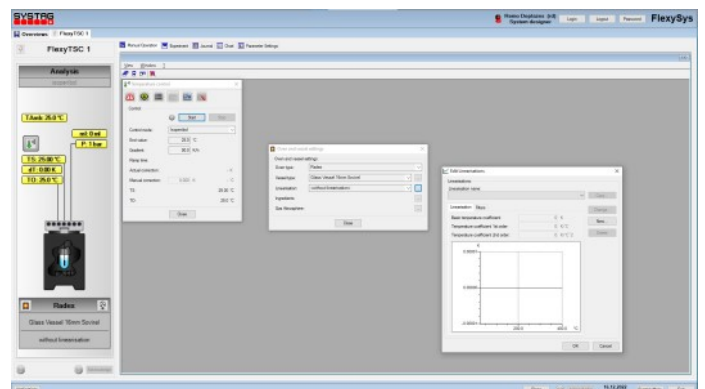


Bild 7: Haupt-Bild mit interaktiver Bedieneroberfläche



Resultate

Wärmefluss

Die Auswertesoftware ThermoGraph ermittelt die Zersetzungsleistung und die daraus resultierende Wärme. Sind mehrere Messung mit derselben Substanz, jedoch mit unterschiedlichen Bedingungen, durchgeführt, so kann ThermoGraph ein Diagramm für jeden einzelnen Ofen, oder mehrere Messungen in einem einzigen Diagramm vergleichend darstellen. Die Resultate können wahlweise als absolut oder normiert (z.B. J/g) berechnet und dargestellt werden.

Sämtliche Resultate und Darstellungen lassen sich direkt ausdrucken oder via Zwischenablage schnell und einfach in andere Applikationen transferieren. Mit wenigen Klicks erstellen Sie so Ihre aussagekräftigen Analysen.

Adiabatische Untersuchung

Nachdem eine Substanz unter adiabatischen Bedingungen gemessen wurde, liefert ThermoGraph auf Knopfdruck folgende Resultate:

- Effektive adiabatische Temperaturerhöhung
- Arrhenius-Plot
- Aktivierungsenergie
- Self Heating Rate (SHR)
- Time to Maximum Rate (TMR)

Bild 8: On-set Vergleich

Probe	On-set Temperature [°C]		
	ARC	RADEX	DSC/DTA
t-Butyl-Peroxybenzoat	86	90	122 (A)
Benzoylperoxid	86	98	105 (B)
4-Chlor-2-Nitrobenzoesäure	241	253	240 (A)
di-t-Butyl-Peroxid (DTBP)	115	124	125 (A)
2-Nitrophenol		261	258 (A)
Hydroxylaminsulfat	131	159	185 (A)
Acodicarbonamid		168	196 (A)

(A)DSC (B) DTA

On-set Temperatur

Aus dem Standard-Diagramm 'Temperaturdifferenz gegen Messzellentemperatur' lässt sich die on-set Temperatur sehr einfach ablesen.

Prozess-Sicherheit

Die durch FlexyTSC gelieferten Messwerte und Resultate sind Voraussetzung, um eine seriöse Charakterisierung von Substanzen oder Substanzgemischen, bezüglich Ihrer Eignung für den Produktionsprozess, durch zu führen.

Ferner unterstützt FlexyTSC den Sicherheits-experten bei der Identifikation von Einflüssen durch Qualitätsabweichungen auf die Sicherheit.

Bild 9: Time to Maximum Rate Plot, indiziert die Zeit zum Run-Away in

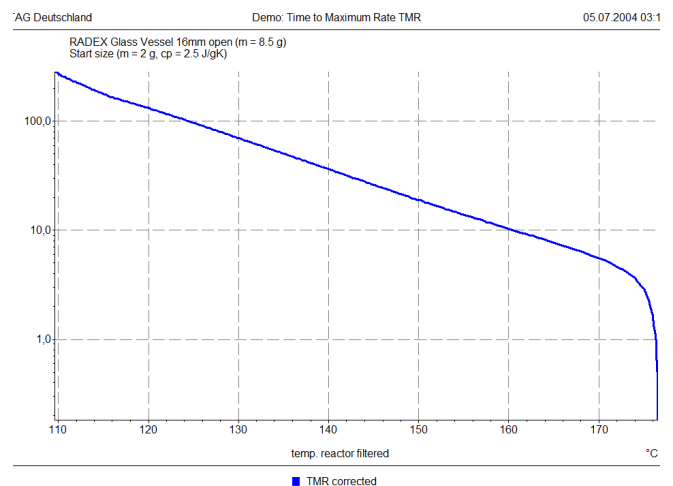
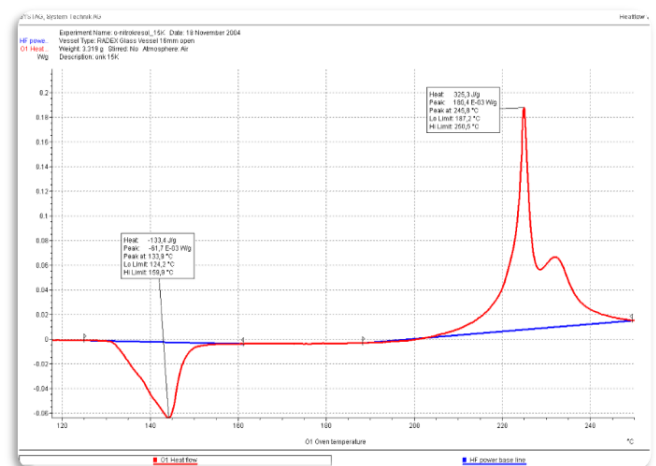


Bild 10: On-set ermitteln



Zubehör

Gasflussmessung

Optional kann eine handelsübliche Gas-Uhr mittels analoger Schnittstelle an das FlexyTSC angeschlossen werden. Je nach verwendetem Signal wird der Gasfluss oder der Integrator aufgezeichnet. Dieser Wert steht selbstverständlich auch im on-line / off-line Diagramm zur Verfügung.

Spezifische Gas-Atmosphäre

Um Proben unter verschiedenen Gas-Atmosphären zu untersuchen, bietet RADEX u.A. die Möglichkeit eines Begasungs-Set. Mit diesem optionalen Zubehör kann eine Probe z.B. unter inerten Bedingungen (N₂) oder unter Luft-Sauerstoff, oder einem x-beliebigen anderen Gas untersucht werden.

Dadurch erhält der Chemiker zusätzliche Informationen über das Verhalten einer Substanz unter unterschiedlichen Bedingungen, was für die Einstufung der thermischen Stabilität eines Stoffes mitunter sehr wichtig sein kann.

Begasungs-Set Autoklav

Wenn Sie Ihre Probe unter einer Gasatmosphäre (N₂, O₂, He, ...) untersuchen müssen, liefern wir Ihnen die entsprechenden Armaturen. Unten sehen Sie ein Beispiel für eine solche Anwendung.

Bild 11: Begasungs-Set Glas



Assembling Tool Kit

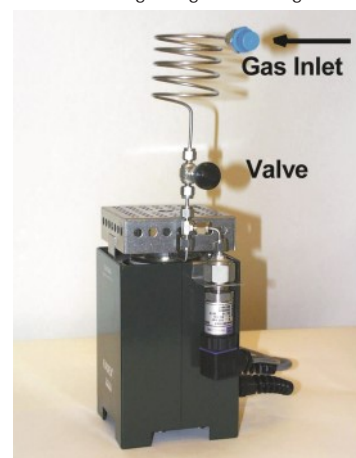
Die Montage Werkzeuge helfen beim sachgemässen Zusammenbau der RADEX Druckgefässe. Wichtig ist die Spannzangenhalterung für das sichere Festhalten des Druckgefäss-Unterteils und der Drehmomentschlüssel für das richtige Anzugsmoment. Im Bild ist für die Anwendung Druckmessung der Gesamtaufbau (Druckgefäss, Kapillare und Drucksensor) abgebildet.

Der richtige Umgang mit den Verbindungen sichert eine lange Lebensdauer. Montageanleitung hierfür liegen vor.

Bild 12: Assembling Tool Kit für RADEX Druckgefäss



Bild 13: Begasungs-Set Stahlgefäss



Technische Daten

RADEX V5	Temperaturbereich	RT... +400°C
	Temperaturmessung	mit Pt-100-Fühlern für Innen-, Aussentemperatur
	Empfindlichkeit	0,05°C bzw. 2 mW/g Testsubstanz
	Lieferbare Probengefäße	- Glas, Einsätze zur Begasung erhältlich - V4A-Stahl für Messungen unter Druck, mit Berstfolie; mit Druckmessung
	Nutzvolumen	2.5 ccm (1.5 bis 3 ccm)
	Aufbau	4A-Stahlmantel mit zylindrischem, beheiztem Metallblock
	Kühlung	Ventilator zum Abkühlen am Schluss der Versuche
	Abmessungen	250 x 150 x 150 mm (Höhe x Breite x Tiefe)
	Gewicht	ca. 3.5kg
	Standard-Gefäß	Glasgefäß offen Optional: Druckgefäße bis 200bar (mit/ohne Glas-Inliner), Glasgefäß geschlossen
SEDEX	Temperaturbereich	RT ... 400°C, mit Kühlung -10°C ... +150°C
	Temperaturmessung	mit Pt-100-Fühlern für Innen-, Aussentemperatur
	Empfindlichkeit	0,05°C bzw. 0.5mW/g Testsubstanz
	Lieferbare Probengefäße	- Glas, optional Gasflussmessung - V4A-Stahl für Messungen unter Druck, mit Berstscheibe; mit Druckmessung - Drahtkorb für Lagerungs- und Transportversuche - Adiabatic-Einsatz für Regelung sehr langsamer Anstiege
	Nutzvolumen	20 ccm (je nach Gefäß von 2 bis 100 ccm oder mehr)
	Aufbau	Umluftofen mit Druckentlastung und Inertisierungsmöglichkeit
	Kühlung	Kühlschlange für Versuche bis ca. -10°C
	Rührer	Antrieb magnetisch
	Abmessungen	530 x 420 x 500 mm (Höhe x Breite x Tiefe)
	Gewicht	ca. 54kg
	Standard-Gefäß	Glasgefäß offen Optional: Druckgefäße bis 150bar

Konfigurationen/ Optionen	FlexyTSC
Einsatz mit RADEX V5 SEDEX	● ●
Kalibrierung Scanning Isoperibol	● ●
Messmethoden Scanning Isoperibol Adiabatic IsoARC-Methode	● ● ○ ○
On-Line Anzeige Temperaturen Leistung Druck* Gasmenge*	● ● ● ●
Auswertung Leistung Wärme TMR SHR Arrhenius Aktiv. Energy	● ● ○ ○ ○ ○
Diverses Max. Einheiten pro PC Temperaturauflösung Delta-T Auflösung +/-	6 0.01K 0.01K
● standard ○ optional	

* nur entweder/oder, kann um-
konfiguriert werden

Notizen

SYSTAG, System Technik AG

Bahnhofstr 76 CH-8803 Rüslikon
Tel: +41 44 704 54 54 Fax: +41 44 704 54 55
Email: infos@systag.ch www.systag.ch

System Technik Deutschland GmbH

Rodheimerstr 63 D-61191 Rosbach
Tel: +49 6003 93 50 50 Fax: +49 6003 93 50 52
Email: infos@systag-deutschland.de www.systag.ch