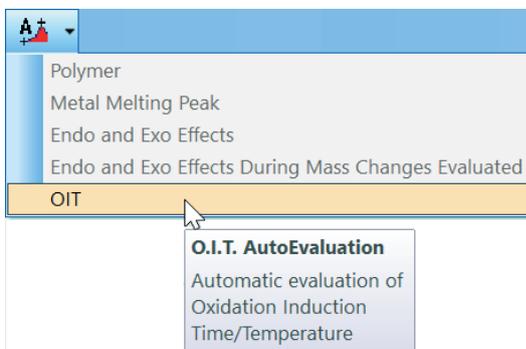


AutoEvaluation von DSC-Kurven: Die neue Funktion OIT

Dr. Alexander Schindler

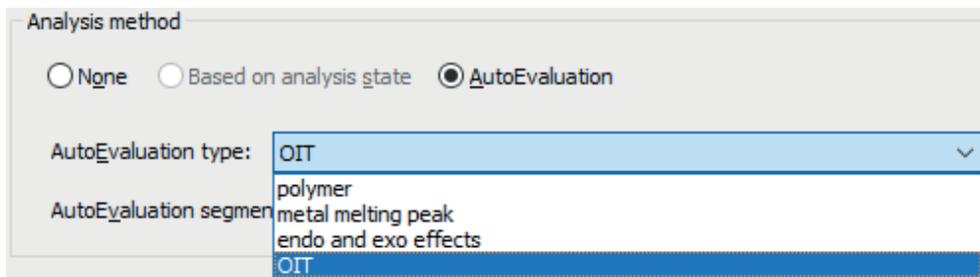
Ab *Proteus*® Version 9.0 steht eine neue *AutoEvaluation*-Funktion für DSC-Signale zur Verfügung: OIT. Die

Abkürzung OIT steht – abhängig vom Temperaturprogramm – für Oxidations-Induktionszeit oder Oxidations-Induktionstemperatur, wie z.B. in der DSC-Norm ASTM D 3895 oder ISO 11357-6 im Detail beschrieben ist. Die Funktion kann über das in Abbildung 1 gezeigte Icon, über einen Klick mit rechter Maustaste auf die DSC-Kurve oder über das Menü „Auswertung“ aufgerufen werden.

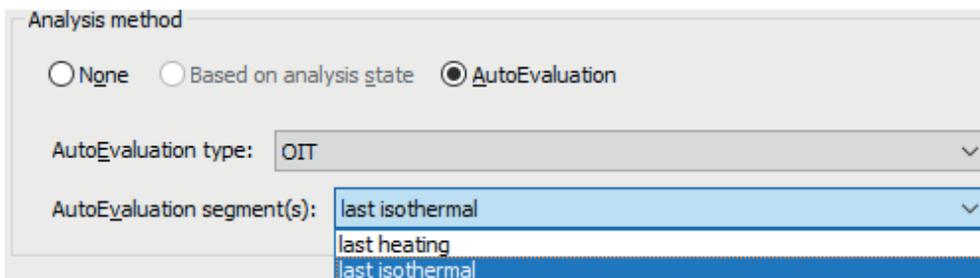


1 Software-Icon "AutoEvaluation von DSC-Kurven" in der *Proteus*® Analyse.

Allgemein lassen sich *AutoEvaluation*-Funktionen auch in Messmethoden einbinden, die entweder in der *Proteus*® Mess- oder in der Analyse-Software erstellt werden können (siehe Abbildungen 2a und 2b). Wenn eine solche Methode angewandt wurde, wird *AutoEvaluation* automatisch nach dem Ende einer Messung ausgeführt oder wenn ein Messfile in die *Proteus*®-Analyse geladen wurde.



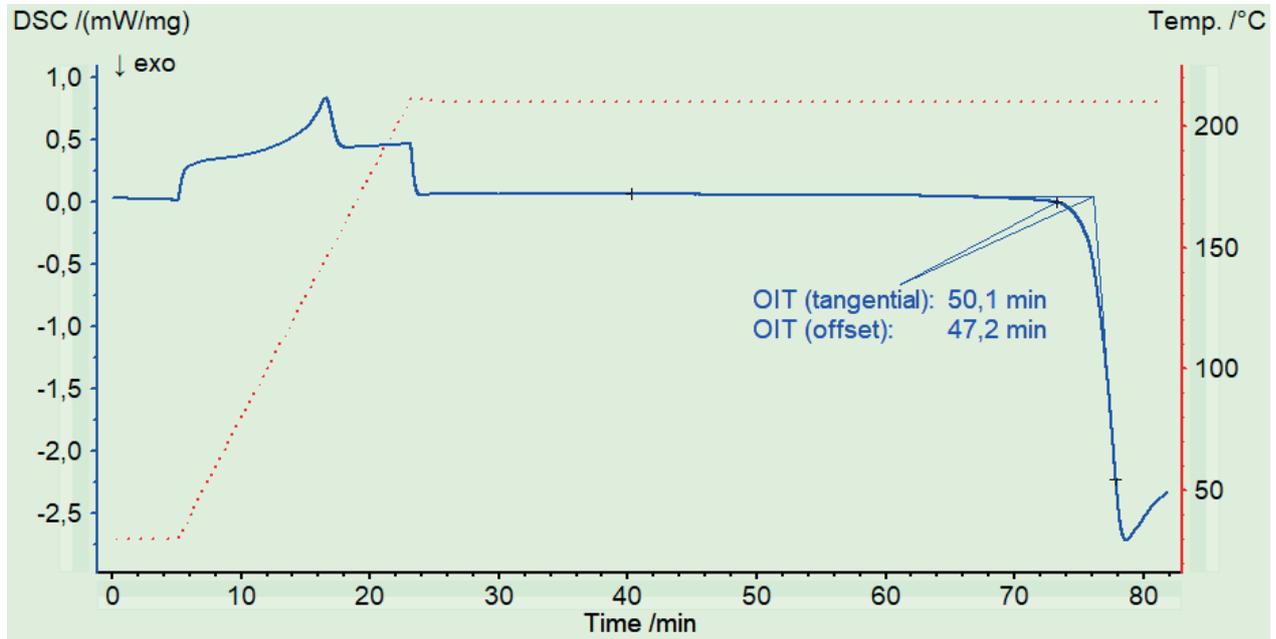
2a Wenn man eine Methode erzeugt, kann ein *AutoEvaluation*-Typ ausgewählt werden.



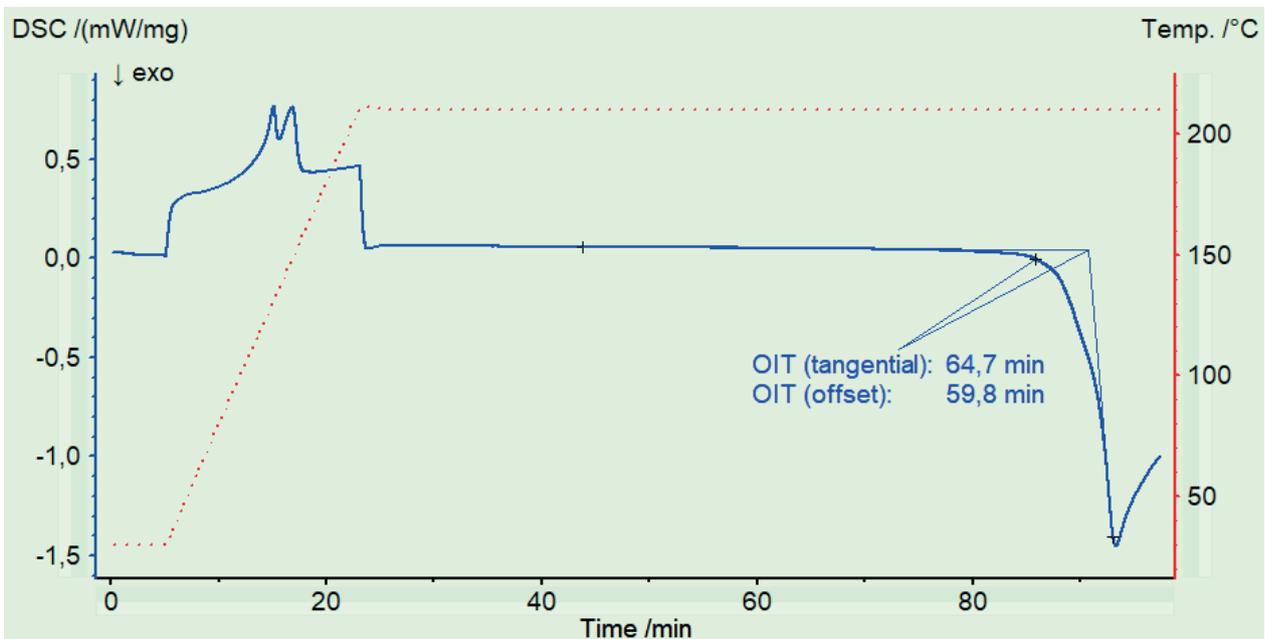
2b Für jeden gewählten *AutoEvaluation*-Typ müssen die auszuwertenden Segmente definiert werden.

In Abbildungen 3a und 3b sind Messungen der Oxidations-Induktionszeit (OIT) zweier unterschiedlicher Polymere gezeigt. Es wurde jeweils *AutoEvaluation* angewandt. Die OIT-Zeiten, die auch manuell ausgewertet

werden können, zählen von Beginn des letzten (isothermen) Segments an, bei dem die Gasatmosphäre von inert auf oxidativ umgeschaltet wurde.



3a Exemplarisches Ergebnis von *AutoEvaluation* der Oxidations-Induktionszeit (OIT) an einer Messung eines Polymers. Die Kurve zeigt einen typischen Verlauf, sodass die tangentielle Auswertung zu bevorzugen ist (siehe Text).

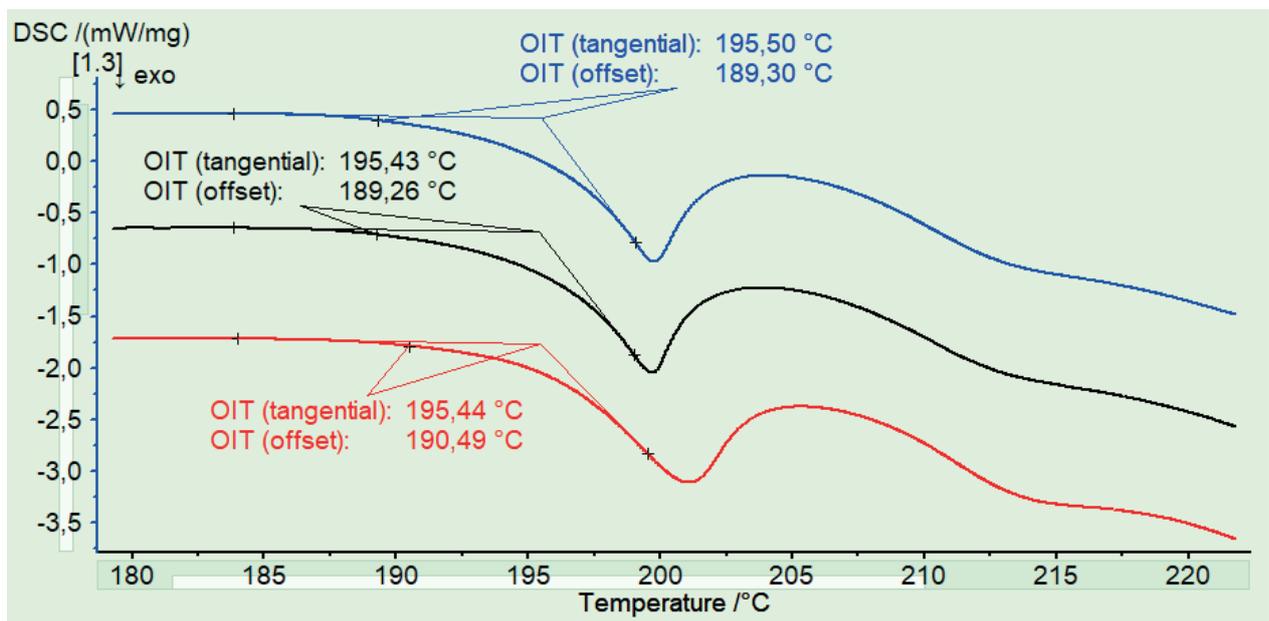


3b Auswertung der Oxidations-Induktionszeit (OIT) an einer Polymermessung durch Anwendung von *AutoEvaluation*. Der abfallende Kurventeil zeigt einen "Vor-Effekt", weshalb die Offset-Auswertung zu bevorzugen ist (siehe Text).

Abbildung 4 zeigt Messungen der Oxidations-Induktionstemperatur (OIT). Es wurden drei Proben des gleichen Polymers mit 5 K/min auf 230 °C aufgeheizt, und *AutoEvaluation* wurde auf alle drei Messungen gleichzeitig angewandt. Als Ergebnisse erscheinen die Oxidations-Induktionstemperaturen.

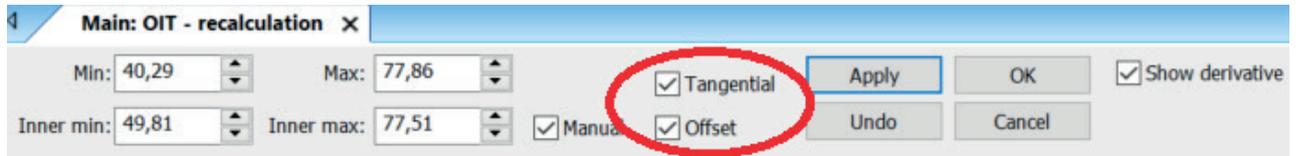
Eine weitere Innovation bzgl. OIT ist generell die Auswahlmöglichkeit zwischen zwei Ergebnissen (siehe Abbildungen 3 und 4): OIT-Werte können aus der tangentiellen

und/oder der Offset-Auswertung resultieren (siehe DSC-Norm ASTM D 3895 oder ISO 11357-6). Der übliche Wert „OIT (tangentiell)“, der aus dem Schnittpunkt der linken und rechten Tangente entsteht, ist zu bevorzugen, wenn kein Vor-Effekt auftritt. Der Wert „OIT (Offset)“, der im Fall von Vor-Effekten bevorzugt werden soll, ist die Temperatur, ab der die DSC-Kurve 0,05 mW/mg unterhalb der linken Tangente liegt. Selbstverständlich lassen sich alle Tangenten nicht nur durch *AutoEvaluation*, sondern auch manuell festlegen.

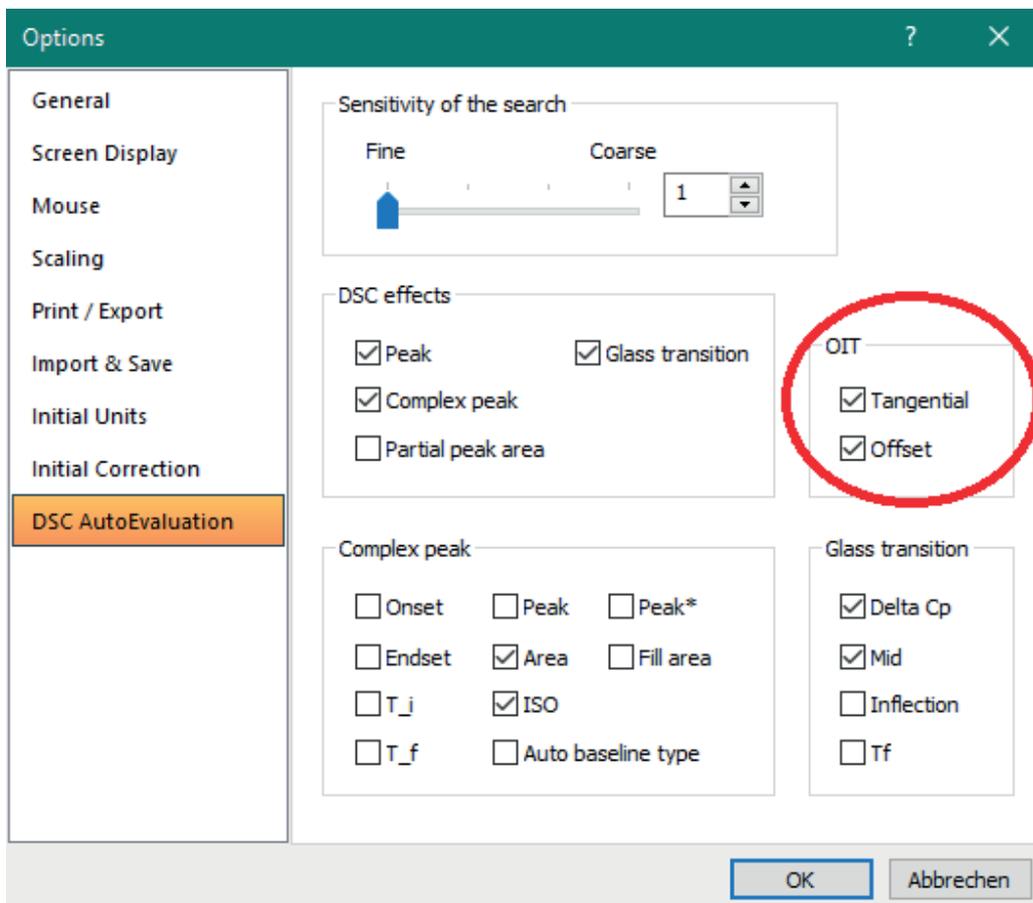


4 Exemplarische Ergebnisse von *AutoEvaluation* der Oxidations-Induktionstemperatur (OIT) dreier Messungen an einem Polymer. Die Kurven sind zur besseren Übersicht in y-Richtung verschoben.

Welche OIT-Ergebnisse angezeigt werden, lässt sich im Menü Auswertung/AutoEvaluation/Einstellungen (siehe Abbildung 5) und auch im OIT-Auswertedialog (siehe Abbildung 6) der *Proteus*®-Analyse festlegen.



5 Dialog zur OIT-Auswertung

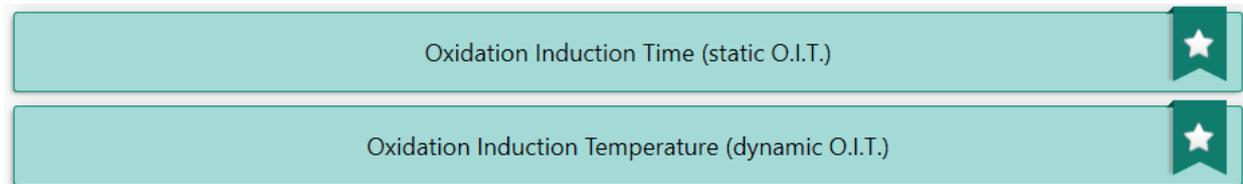


6 Einstellmöglichkeiten zu *AutoEvaluation* im Menü Auswertung/AutoEvaluation/Einstellungen der *Proteus*®-Analyse.

SOFTWARE INNOVATION *AutoEvaluation* von DSC-Kurven: Die neue Funktion OIT

Abschließend soll erwähnt werden, dass die *SmartMode*-Messsoftware für die Bestimmung der Oxidations-Induktionszeit oder Induktionstemperatur OIT-Wizards

bietet (siehe Abbildung 7). Auch die Anwahl von *AutoEvaluation* OIT ist im *SmartMode* möglich (siehe Abbildung 8).



7 OIT-Wizards in der *SmartMode*-Messsoftware.

DSC 204 F1
ECO 100
31.1 °C
Furnace closed (unlocked)

Oxidation Induction Time (static O.I.T.)

Oxidation Time 20 min
[1...5999]

Nr	Type	°C	K/min	Duration	pts/min	pts/K	STC	AIR(80/20)	NITROGEN
0	●	30					<input type="checkbox"/>	0 ml/min	50 ml/min
1	↑	200	10	00:17:00	150	15	<input checked="" type="checkbox"/>	0 ml/min	50 ml/min
2	→	200		00:05:00	150		<input checked="" type="checkbox"/>	0 ml/min	50 ml/min
3	→	200		00:20:00	150		<input checked="" type="checkbox"/>	50 ml/min	0 ml/min
4	↓	210					<input type="checkbox"/>	0 ml/min	50 ml/min

■ Purge 1 MFC ■ Purge 2 MFC ■ Protective MFC

Temperature Program

Automatic Evaluation
OIT
 Print to PDF

Additional Info
OIT settings

Start Insert Sample Start criteria

8 OIT-Wizards in der *SmartMode*-Messsoftware mit Anwahl von *AutoEvaluation*.