

# ONset **NETZSCH**

KUNDENMAGAZIN

Ausgabe 29 | Januar 2025



*Potentiale erschließen*

Unsere neuen Produkte für mehr Flexibilität in der Bestimmung der thermischen Eigenschaften!

# Inhalt

- 4 Hochtemperatur-Analyse mit unseren neuen DSC- und STA-Produktlinien
- 8 Thermisches Design für Kühlverfahren – Neue Horizonte
- 12 *KUNDEN FÜR KUNDEN*: Hochleistung durch Präzision: Qualitätssicherung in der technischen Keramikherstellung
- 15 Material Intelligence: Der Schlüssel zu effizienteren und nachhaltigeren Produkten
- 18 Kinetische Analyse druckabhängiger Reaktionen in Festkörpern
- 21 DMA-Messungen unter definierter Feuchte – Eine Erweiterung des neuen DMA 303 *Eplexor*®
- 24 Impressum

8

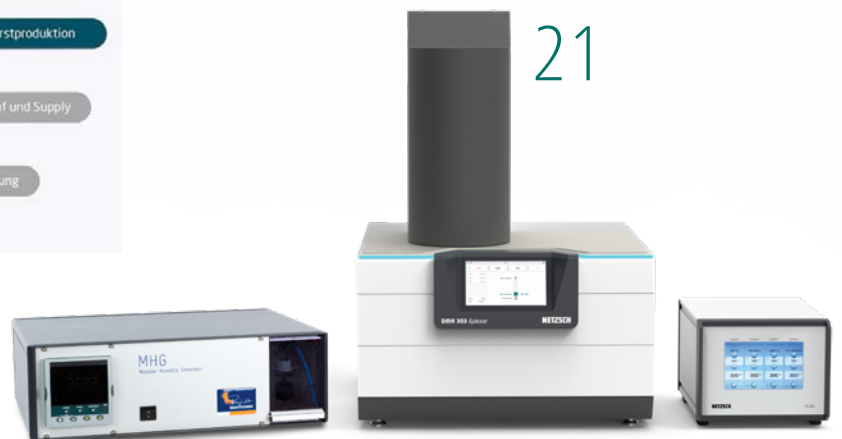


12



15

21



## Liebe Leserin, lieber Leser,

wir leben in herausfordernden Zeiten. An vielen Stellen kriselt es, und die Unsicherheit wächst. Doch auf eine Konstante können Sie sich immer verlassen: NETZSCH ist und bleibt Ihr zuverlässiger Partner für alle Fragen rund um die Thermische Analyse, Rheologie und Brandprüfung – ganz im Sinne des Mottos „Proven Excellence“.

In dieser Ausgabe unserer Kundenzeitschrift können wir Ihnen gleich mehrere neue Produkte bzw. neues, nützliches Zubehör vorstellen. Allen voran unsere Hochtemperatur-Reihe, die nach dem Launch der STA 509 *Jupiter*<sup>®</sup> im Sommer letzten Jahres jetzt mit der DSC 500 *Pegasus*<sup>®</sup> erweitert wurde. Durch ihre Flexibilität sind diese Geräte sowohl für Routinetätigkeiten als auch für anspruchsvolle Aufgaben bestens gerüstet. Denken Sie nur an Arbeiten in korrosiven Gasatmosphären oder in Gloveboxen. Sogar Wasserstoff lässt sich mit unserer TÜV-geprüften Lösung *H<sub>2</sub>Secure* als Gasatmosphäre einsetzen.

Eine weitere Neuerung betrifft Light Flash-Analysatoren zur Bestimmung der Temperaturleitfähigkeit (und damit auch der Wärmeleitfähigkeit und spezifischen Wärmekapazität von Materialien). Die neue LFA 717 *HyperFlash*<sup>®</sup> ist, abhängig vom Temperaturbereich, in zwei Varianten erhältlich: als LFA 717 *HyperFlash*<sup>®</sup> (-100 °C bis 500 °C) und LFA 717 *HyperFlash*<sup>®</sup> HT (RT bis 1250 °C). Sie kombiniert modernste Hardware mit einzigartigen, innovativen Softwarelösungen, wie z.B. einem Berechnungsmodell für orthotrope Werkstoffe, die in drei zueinander senkrechten Richtungen unterschiedliche Eigenschaften aufweisen.

Zwei Parameter, die ebenfalls einen entscheidenden Einfluss auf das Materialverhalten oder den Ablauf von chemischen Reaktionen haben können, sind Luftfeuchtigkeit und Druck. So sind zum einen manche Kunststoffe feuchtigkeitsempfindlich; das aufgenommene Wasser wirkt dabei als Weichmacher. Durch Kopplung des DMA 303 *Eplexor*<sup>®</sup> mit dem neuen Modular Humidity Generator MHG lassen sich nun die mechanischen Eigenschaften von Kunststoffen (aber nicht nur von diesen) unter definierter Feuchte testen.

Zum anderen steht z.B. die Geschwindigkeit von Oxidationsreaktionen mit dem Sauerstoffpartialdruck in Zusammenhang; je höher der Sauerstoffgehalt, desto schneller die Reaktion. Um auch solche Reaktionen (Druck als Umgebungsdruck oder als Konzentration einer Gaskomponente im Gemisch) kinetisch auswerten zu können, bietet Kinetics Neo seit Kurzem die Möglichkeit, Modelle zu erstellen, die nicht nur von der Temperatur, sondern auch vom Druck abhängig sind. Lesen Sie dazu mehr ab Seite 18.

Unter der Rubrik *KUNDEN FÜR KUNDEN* schildert uns diesmal CeramTec, ein führender Hersteller von Hochleistungskeramiken, wie Geräte zur thermischen Analyse und zur Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften eingesetzt werden.

Last but not least nimmt uns Dr. Marc Egelhofer von LabV<sup>®</sup> mit in die spannende Welt von Material-Intelligence-Plattformen und erklärt uns, wie sich damit datenbasierte Entscheidungen in jeder Phase des Lebenszyklusses eines Produktes unterstützen lassen.

Viel Spaß bei der Lektüre der vorliegenden **onset**-Ausgabe wünscht Ihnen



Dr. Gabriele Kaiser  
Standardization, Data Management & Life Sciences Consultant



# Hochtemperatur-Analyse mit unseren neuen STA- und DSC-Produktlinien

Dr. Michael Schöneich, Product Line Manager



Abb. 1. STA 509 Jupiter®

## Einleitung

Thermoanalytische Methoden wie die Thermogravimetrie (TG) und die dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC) sind unverzichtbare Werkzeuge in der Materialwissenschaft und liefern wichtige Informationen über Materialeigenschaften und -verhalten. Die thermogravimetrische Analyse konzentriert sich auf die Detektion von Massenänderungen eines Materials in Abhängigkeit von der Temperatur oder Zeit und deckt so Prozesse wie Zersetzung, Oxidation oder Verdampfung auf. Die DSC hingegen misst den Wärmefluss, um Phasenübergänge, Kristallisation und andere thermische Phänomene sichtbar zu machen. Zusammen ermöglichen diese Methoden ein umfassendes Verständnis der Materialeigenschaften unter unterschiedlichen thermischen Bedingungen.

Die Analyse von Werkstoffen bei hohen Temperaturen stellt jedoch hohe Anforderungen, z. B. an die Regelung der atmosphärischen Bedingungen sowie die genaue Erfassung schneller kinetischer Reaktionen, und das alles unter Beibehaltung der Messgenauigkeit und unter Berücksichtigung möglicher Wechselwirkungen zwischen Werkstoffen. Zur Bewältigung dieser Herausforderungen werden moderne Geräte benötigt, die in der Lage sind, unter extremen Bedingungen präzise und zuverlässig zu arbeiten.

Die neuesten Entwicklungen im Hochtemperatur-Produktportfolio von NETZSCH, die Systeme STA 509 Jupiter® und DSC 500 Pegasus®, stellen einen bedeutenden Fortschritt auf diesem Gebiet dar. Diese innovativen Lösungen wurden entwickelt, um die Herausforderungen von Hochtemperaturanwendungen zu meistern und bieten dem Anwender mehr Vielseitigkeit und Präzision.

## STA 509 Jupiter® – die vielseitige Lösung

Die STA 509 Jupiter® vereint Thermogravimetrie (TG) und dynamische Differenz Kalorimetrie (DSC) in einem Messaufbau. Diese Kombination ermöglicht die gleichzeitige Erfassung von Massenänderung und Wärmefluss, was besonders für die Untersuchung komplexer thermischer Vorgänge wie Zersetzung, Oxidation und Phasenübergänge von Vorteil ist. Der breite Temperaturbereich des Gerätes (-150 °C bis 2400 °C) und das moderne Design der austauschbaren Sensoren erlauben Messungen auch unter schwierigen experimentellen Bedingungen (z.B. extreme Temperaturen, atmosphärische Bedingungen oder Probenformen und -größen).

## Die Vorteile der Hochtemperatur-DSC

Präzision und Reproduzierbarkeit sind das Herzstück eines jeden Analysegerätes und die Hauptgründe für die Existenz unserer NETZSCH DSC 500 Pegasus®. Im Gegensatz zu simultanen Thermoanalyse-Systemen (STA) verfügt die DSC 500 über einen feststehenden Sensoraufbau, dessen Position mikrometergenau eingestellt werden kann (Abbildung 2). Dieser Aufbau minimiert die Variabilität zwischen den Messungen und bietet ein Höchstmaß an Reproduzierbarkeit und Präzision. Dies ist von entscheidender Bedeutung für die Durchführung komplexer Analysen, wie z.B. die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität bei hohen Temperaturen.



Abb. 2.  
Mikrometergenau  
Anpassung der  
Probenträgerposition

# STA 509 & DSC 500

## Die Bedeutung atmosphärischer Bedingungen

Um genaue Ergebnisse in der Thermoanalyse, insbesondere bei hohen Temperaturen, zu erhalten, sind nicht nur Präzision und Reproduzierbarkeit erforderlich. Es ist ebenso wichtig, die Umgebungsatmosphäre streng zu kontrollieren, um optimale Bedingungen für die Analyse aufrechtzuerhalten. Unbeabsichtigte Reaktionen wie Oxidationen können die Zuverlässigkeit der Messungen beeinträchtigen. Unsere Hochtemperatur-Produktlinie ist darauf ausgelegt, solchen Einflussfaktoren vorzubeugen, indem sie u.a. Vakuumdichtigkeit, Gasflusskontrolle und spezielle Konfigurationen für korrosive Gase oder Wasserstoff-Anwendungen bietet. So ist es möglich, die Atmosphäre im Inneren des Geräts zu kontrollieren und verlässliche Ergebnisse auch bei empfindlichen Materialien zu erhalten.

Eines dieser Ausstattungsmerkmale ist unser Oxygen Trap System (OTS®, siehe Abbildung 3). Ein spezieller Sauerstoff-Getter, der in der Lage ist, selbst geringste Spuren von Sauerstoff aus der Atmosphäre zu entfernen und so ultrareine Bedingungen im System zu schaffen. Dies macht die STA 509 *Jupiter*® bzw. die DSC 500 *Pegasus*® zur optimalen Wahl für die Analyse von Proben wie beispielsweise hochreaktiven Titanlegierungen.

## Ausgelegt auf Vielseitigkeit

Unsere Hochtemperatur-STA- und DSC-Systeme sind so ausgelegt, dass sie den unterschiedlichsten Anforderungen der jeweiligen Anwendung gerecht werden. Da keine Analyse der anderen gleicht, sind diese Geräte so konzipiert, dass sie ein Höchstmaß an Flexibilität bieten und es Forschern erlauben, ihr Setup genau auf ihre experimentellen Anforderungen abzustimmen.

Der Schlüssel zu dieser Vielseitigkeit ist die Modularität unserer Hochtemperatur-Produktlinie, die Funktionalitäten wie die Doppelhubvorrichtung umfasst, die einen nahtlosen Übergang zwischen Messkonfigurationen ermöglicht.

Verschiedene Ofentypen erlauben es dem Anwender, die ideale thermische Umgebung für seine spezifischen Messaufgaben zu wählen, seien es schnelles Aufheizen, Hochtemperaturstabilität oder spezielle Atmosphären. Darüber hinaus bieten die Systeme mehr als ein Dutzend Sensoroptionen (Abbildung 4), für eine optimale Empfindlichkeit und Genauigkeit für ein breites Spektrum an Materialien und thermischen Ereignissen.

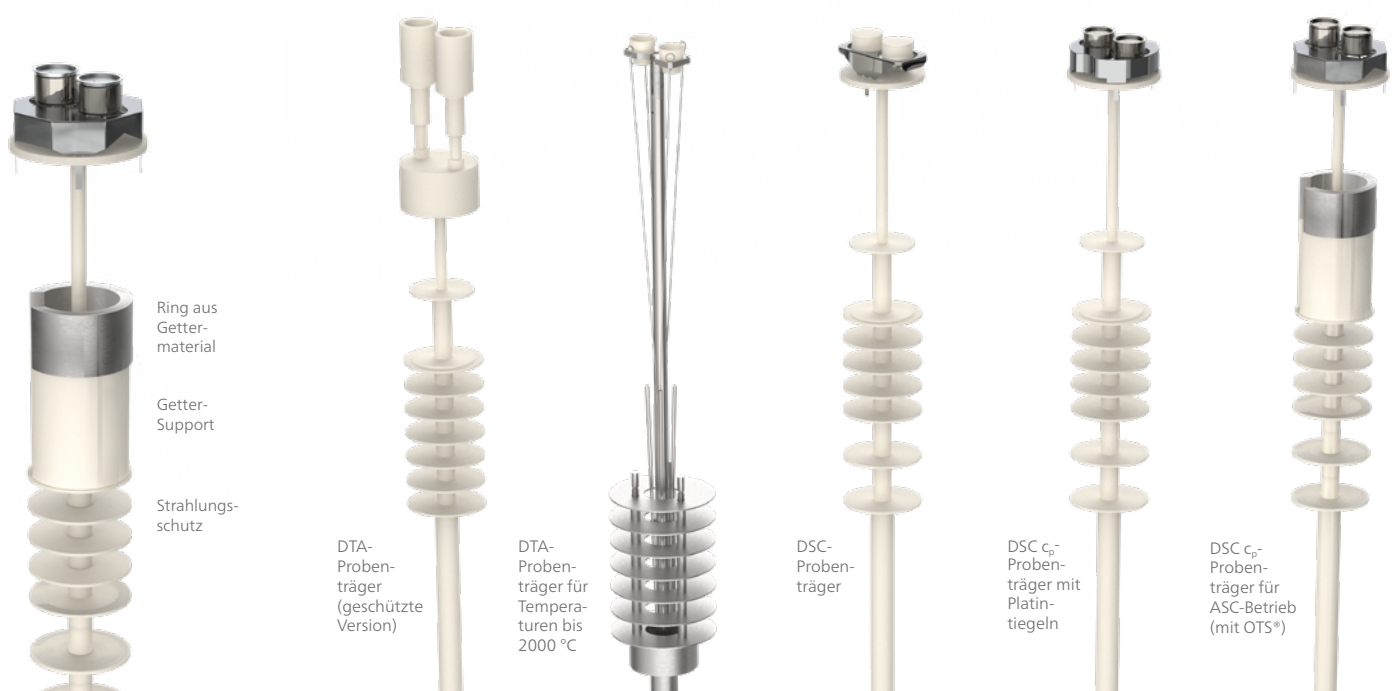


Abb. 3. Oxygen Trap System (OTS®) Abb. 4 STA-Probenhaltermultifalt

# STA 509 & DSC 500

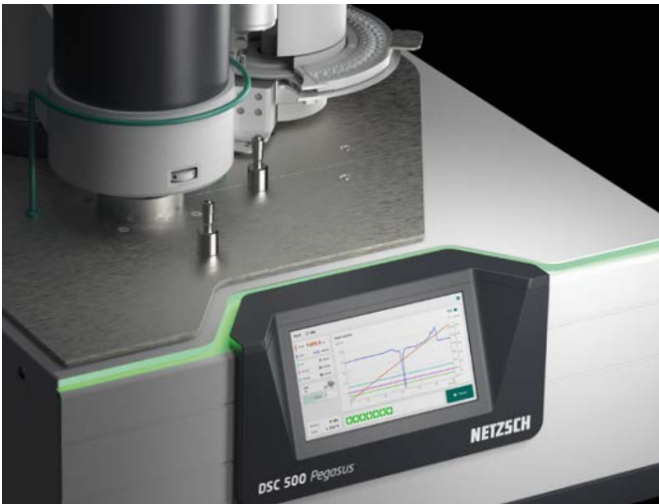


Abb.5. Lichtkommunikationseinheit

## Verbesserte Anwenderinteraktionen durch neues Design

Die STA 509 *Jupiter*<sup>®</sup> und DSC 500 *Pegasus*<sup>®</sup> bestehen mit einem modernen Ansatz der Benutzerinteraktion. Im Mittelpunkt stehen dabei die innovative Lichtkommunikationseinheit (Abbildung 5) und ein intuitives Touch-Display. Die LED-Leuchtanzeige bietet ein visuelles Feedback in Echtzeit, dass dem Anwender einen direkten Eindruck des Gerätestatus vermittelt. In Kombination mit dem reaktionsschnellen Touch-Display, das eine selbsterklärende und benutzerfreundliche Oberfläche für die Einrichtung, Steuerung und Datenvisualisierung bietet, verändern diese Features die Art und Weise, wie Benutzer mit Geräten interagieren.

## Typische Applikationen

### Schmelz- und Kristallisationsverhalten von Legierungen

Die Kenntnis des Schmelz- und Erstarrungsverhaltens von Legierungen ist für die Sicherstellung der Leistungsfähigkeit von Legierungswerkstoffen unerlässlich. Die dynamische Differenz-Kalorimetrie ist ein wertvolles Werkzeug zur Analyse dieser thermischen Eigenschaften.

Die DSC-Kurve (Abbildung 6) stellt die thermischen Eigenschaften einer Nickelbasis-Superlegierung dar, die für ihre Langlebigkeit in extremen Einsatzumgebungen wie Gasturbinen und Düsentriebwerken bekannt ist. Signifikante endotherme Effekte in der Aufheizkurve bei etwa 1244 °C, 1348 °C und 1362 °C deuten auf verschiedene Phasenübergänge während des Schmelzprozesses hin. Die Abkühlkurve zeigt exotherme Ereignisse bei etwa 1170 °C, 1237 °C, 1297 °C und 1345 °C, die das komplexe Kristallisationsverhalten der Legierung widerspiegeln.

### Analyse von Zement mittels STA

Die genaue Kenntnis der Zusammensetzung von Zement ist für die Optimierung seiner Güte und Haltbarkeit von entscheidender Bedeutung. Die simultane thermische Analyse ist ein leistungsstarkes Werkzeug, das durch eine kombinierte Analyse der energetischen und gravimetrischen Eigenschaften von Zement diese detaillierten Einblicke gibt.

Abbildung 7 veranschaulicht sowohl die Ergebnisse der thermogravimetrischen Analyse (TGA) als auch der dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) für eine Zementprobe und hebt die wichtigsten thermischen Ereignisse hervor.

Die TG-Kurve (grün) lässt signifikante Massenverluste in verschiedenen Phasen erkennen, die auf

# STA 509 & DSC 500

Dehydratisierung (7,5 %), Dehydroxylierung (3,5 %), Karbonatzersetzung (5,9 %) und Sulfatzersetzung (17,2 %) hinweisen. Die DSC-Kurve (blau) spiegelt die damit verbundenen energetischen Reaktionen mit Peaktemperaturen bei 153 °C, 455 °C, 783 °C, 1320 °C und 1386 °C wider. Darüber hinaus zeigen sich bei 575 °C ( $\alpha$ - zu  $\beta$ -SiO<sub>2</sub>) und 1217 °C ( $\beta$ - zu  $\alpha$ - CaSO<sub>4</sub>) weitere strukturelle Umwandlungen durch endotherme Effekte.

## Zusammenfassung

STA- und DSC-Techniken sind vielseitige und zuverlässige Werkzeuge, um das Verständnis von Materialien, die in Hochtemperaturumgebungen eingesetzt werden, zu optimieren. Dies gilt insbesondere für die NETZSCH STA 509 *Jupiter*® und die DSC 500 *Pegasus*®, die entscheidende Einblicke in das thermische Verhalten, die Stabilität und die Phasenumwandlungen von Materialien liefern. Dieses Wissen hilft Industrie und Wissenschaft, sicherere, langlebigere und leistungsfähigere Materialien für anspruchsvolle Anwendungen zu entwickeln.

Weitere Information unter:  
<https://netzsch.com/simultane-thermische-analyse>

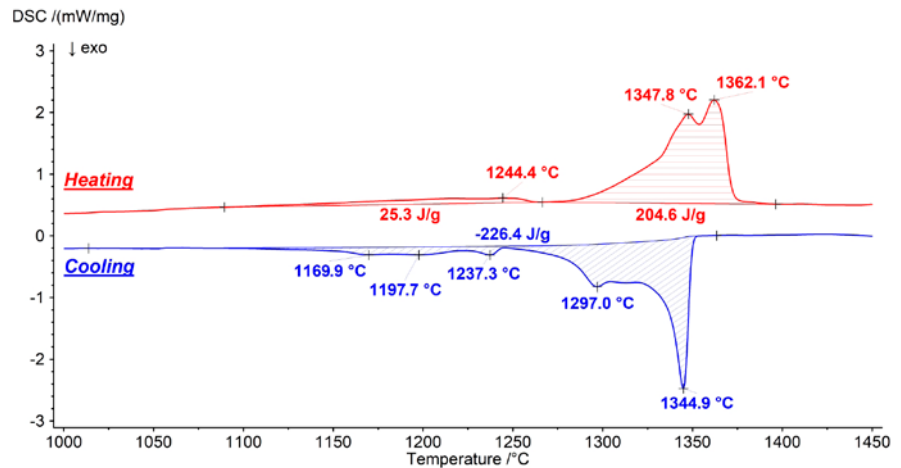


Abb.6. DSC-Messung an einer Superlegierung auf Nickelbasis

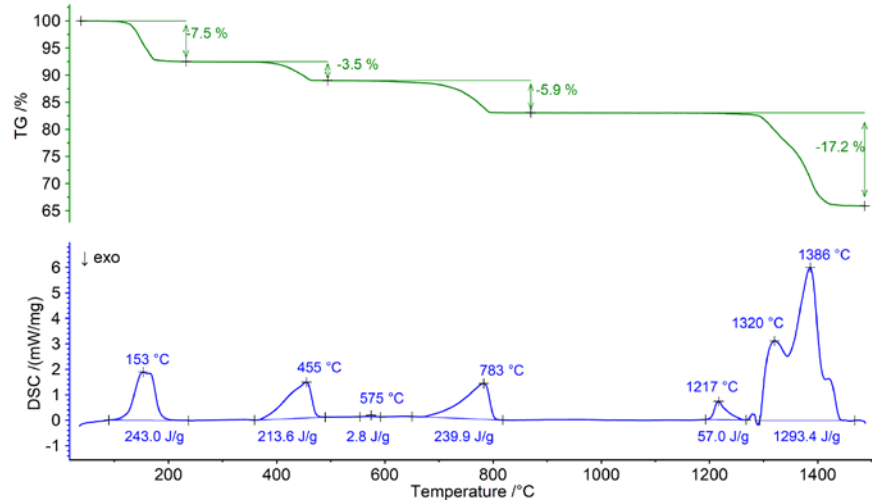


Abb. 7. STA-Messung an Zement

## Bereit für besondere Aufgaben

Die STA 509 *Jupiter*® und die DSC 500 *Pegasus*® sind in verschiedenen Konfigurationen erhältlich, einschließlich spezieller Setups für anspruchsvolle Anwendungen. Dazu gehören der Betrieb in Umgebungen mit korrosiven Gasen, Wasserdampfatosphären, Gloveboxen und sogar Wasserstoffanwendungen mit der Integration unserer TÜV-zertifizierten Wasserstofflösung, dem *H<sub>2</sub>Secure*-System.

Diese Vielseitigkeit macht unsere Hochtemperaturgeräte zu den anpassungsfähigsten und zuverlässigsten Lösungen für die STA- und DSC-Analyse, die den einzigartigen Herausforderungen der modernen Forschung und industriellen Anforderungen gerecht werden.

# Thermisches Design für Kühlverfahren – Neue Horizonte

Dr. Stefan Diez und Nico Dilsch, F&E



Abb.1. Die LFA 717 *HyperFlash*® HT (links) und LFA 717 *HyperFlash*® (rechts)

## Einleitung

Moderne Technik ist ohne leistungsfähige elektronische Bauteile nahezu undenkbar. Batterien, Prozessoren, LEDs etc. sind heute überall im Einsatz – vom Smartphone über das Auto bis hin zu großen technischen Systemen. Solche elektrischen und elektronischen Komponenten erzeugen im Betrieb jedoch Wärme, die kontinuierlich an die Umgebung abgegeben werden muss. Wird diese Wärme nicht richtig abgeführt, kann dies die Alterung dieser Bauteile beschleunigen, ihre Leistung beeinträchtigen oder sogar zum Totalausfall des Systems führen.

Doch auch Kälte beeinflusst die Eigenschaften dieser Systeme. Man denke nur an die nachlassende Leistung von Batterien in Elektroautos im Winter. Daher ist ein geeignetes Wärmemanagement erforderlich. Ein wichtiger Aspekt für das thermische Design ist die Kenntnis der Wärmetransporteigenschaften der verwendeten Materialien.

Die Wärmetransporteigenschaften eines Materials stehen in direktem Zusammenhang mit den Begriffen Wärmeleitfähigkeit und Temperaturleitfähigkeit. Während die Wärmeleitfähigkeit die Fähigkeit eines Materials beschreibt, Wärme zu leiten, ist die Temperaturleitfähigkeit ein Maß dafür, wie schnell ein Material auf eine Temperaturänderung reagiert.

## 717: Eine Zahl, die man sich merken sollte

Die Laser oder Light Flash Analyse (LFA) ist häufig die bevorzugte Methode zur Messung der Temperatur-

leitfähigkeit einer Probe. Die Kombination der gewonnenen Daten ermöglicht zusammen mit der Dichte und der spezifischen Wärmekapazität eine genaue Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit.

Die LFA 717 *HyperFlash*®-Modelle (Abbildung 1) sind neu entwickelte, hochmoderne Geräte zur Messung thermophysikalischer Eigenschaften von Materialien – insbesondere der Temperaturleitfähigkeit, der spezifischen Wärmekapazität sowie der Wärmeleitfähigkeit – ausgestattet mit einem intuitiven und modernen Bedienkonzept. Es stehen zwei Modelle zur Verfügung: die LFA 717 *HyperFlash*® und die LFA 717 *HyperFlash*® HT, die sich im Wesentlichen durch ihre Temperatureinsatzbereiche (-100 °C bis 500 °C und RT bis 1250 °C) unterscheiden. Eine große Auswahl an Zubehör, wie z.B. Probenhalter und Referenzmaterialien, ermöglicht es dem Anwender, sowohl routinemäßige Qualitätsprüfungen als auch spezielle Applikationen an Hochleistungsmaterialien durchzuführen.

## Herausforderungen bei Produktbetriebs- temperaturen

In High-Tech-Bereichen wie der Batterietechnologie ist es unerlässlich, eine Vielzahl von Atmosphären und Temperaturumgebungen zu untersuchen. Vor allem die Automobilindustrie erforscht intensiv das thermische Verhalten von Batterien, insbesondere bei niedrigen Temperaturen, um mehr Sicherheit, Effizienz und Langlebigkeit zu erreichen. Weitere wichtige Bereiche sind die LED-Produktion und die ständige Suche nach Lösungen zur Kühlung von Hochleistungs-LEDs, wie



# LFA 717 HyperFlash® (HT)

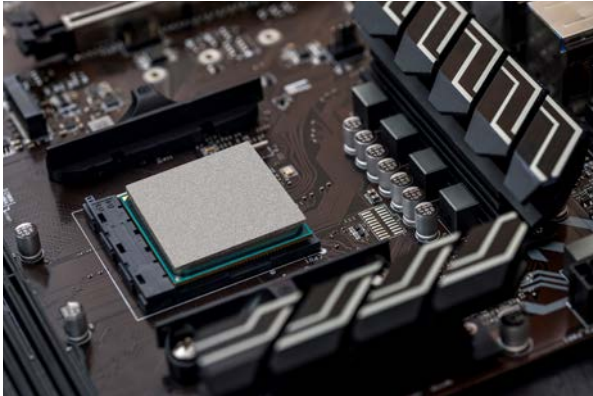


Abb. 2. Graphitverbindungen werden zwischen intelligenter Elektronik wie Prozessoren und Luftkühlern eingesetzt.

z.B. optimalen Betriebstemperaturen zur Verbesserung der Lichtausbeute und Lebensdauer. Ähnliche Kühlanforderungen bestehen auch für Solarmodule, um die Effizienz der Module bei unterschiedlichen Sonneneinstrahlungsbedingungen zu verbessern, sowie für eine breite Palette anderer intelligenter Elektronikbauteile.

Die neue LFA 717 *HyperFlash®* ist für all diese speziellen Anwendungen, die Hochleistungskühlmaterialien erfordern, hervorragend geeignet, da sie Wärmeleitfähigkeiten von bis zu 3000 W/(m·K) und Temperaturleitfähigkeiten von bis zu 2000 mm<sup>2</sup>/s messen kann. Beispielsweise sind 0,1 mm dünne, flexible Graphitfolien (Abb. 2) ein hervorragendes Material zum Abführen von Wärme, da sie unter Umgebungsbedingungen Leitfähigkeiten bis zu 1800 W/(m·K) erreichen. Ein wesentlicher Nachteil dieses Materials ist, dass derart hohe Leitfähigkeiten nur in horizontaler Richtung auftreten können, da Graphit von Natur aus ein schichtförmiges Kohlenstoff-Allotrop ist. Zur Herstellung von Graphitfolien unterschiedlicher Dicke werden polymerbasierte Klebstoffe verwendet, um die einzelnen Graphitschichten zu stapeln. Das Mehrschichtprodukt weist daher unterschiedliche Leitfähigkeiten in vertikaler und horizontaler Richtung auf.

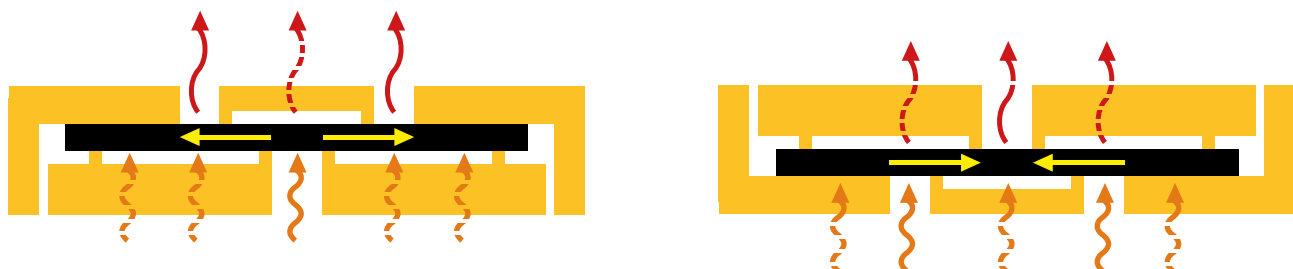


Abb. 3. Schematische Darstellung von zwei typischen Messanordnungen; Wärmefluss nach außen (links), Wärmefluss nach innen (rechts).

\* Wir empfehlen, mit so wenig Energie wie nötig zu beleuchten und die Messgeometrie sorgfältig auszuwählen.

Um die multidirektionalen thermophysikalischen Materialeigenschaften von hochleitfähigen Graphitfolien erfolgreich untersuchen zu können, müssen in der Regel sorgfältig durchdachte Prozesse und Strategien bei der Datenerfassung und -auswertung befolgt werden. Um die Analyse dieser orthotropen Materialien zu erleichtern, wurde in der neuesten NETZSCH *Proteus®*-Software (Version 9) für die LFA 717 *HyperFlash®* ein neues Berechnungsmodell eingeführt: das In-Plane Modell für orthotrope Materialien (IPO).

## Sonderfall anisotroper Materialien: Das In-Plane-Modell für orthotrope Werkstoffe (IPO)

Bei einer Graphitprobe in Folienform sollte man annehmen können, dass es sich um ein Einschicht-Material handelt, das lichtundurchlässig ist. Trotz ihrer Dicke im Submillimeterbereich sind solche Materialien jedoch hinsichtlich ihrer thermophysikalischen Eigenschaften heterogen und weisen an verschiedenen Positionen eine signifikante Anisotropie in vertikaler Richtung auf. Zur Beurteilung der Materialeigenschaften für die oben genannten Anwendungen ist es daher unerlässlich, die Temperaturleitfähigkeitseigenschaften sowohl in horizontaler als auch in vertikaler Richtung zu verstehen.

Das IPO-Modell geht von transversaler Isotropie aus, was bedeutet, dass eine Probe bei konstanter Temperatur eine isotrope Temperaturleitfähigkeit in ihrer horizontalen xy-Ebene aufweist ( $\alpha_{\text{rad}}$  = radiale Wärmediffusion) und die Leitfähigkeit in z-Richtung ( $\alpha_{\text{ax}}$  = axiale Wärmediffusion) davon abweicht. Um die axialen und radialen Komponenten aus den Daten zu isolieren und dann zu analysieren, muss eine LFA-Messung, wie in Abbildung 3 dargestellt, durchgeführt werden. Es gibt zwei häufig verwendete Messanordnungen, die als „Wärmefluss nach außen“ oder „Wärmefluss nach innen“ bezeichnet und für experimentelle Messungen ebenbürtig verwendet werden können.

# LFA 717 HyperFlash® (HT)

Für das folgende Experiment wurde eine Graphitprobe in zwei Orientierungen untersucht, durch die Ebene (senkrecht zur Folienoberfläche, hier nicht abgebildet) und in der Ebene (parallel zur Folienoberfläche). Die Messergebnisse zeigen, dass die Leitfähigkeit der Graphitfolie in der Ebene (ca.  $790 \text{ mm}^2/\text{s}$ ) um zwei Größenordnungen höher ist als die Leitfähigkeit in vertikaler Richtung (Abbildung 4).

Die Aufgabe bestand darin, diese Beobachtung mit Hilfe einer Simulation zu verifizieren und zu verallgemeinern, dass bei Materialien mit signifikant unterschiedlichen Temperaturleitfähigkeiten in axialer und radialer Richtung die Auswirkungen dieser Anisotropie nicht mehr ignoriert werden können. Aufgrund ihrer extremen Anisotropie wurden dazu hochorientierte Graphitfolien ausgewählt, bei denen die radiale Temperaturleitfähigkeit 400-mal höher ist als die axiale Leitfähigkeit. Diese Eigenschaft erfordert Analysemethoden, die diesen Unterschied explizit berücksichtigen. In Tabelle 1 sind die für die Simulation verwendeten Parameter zusammengefasst.

Bewertet wurden zwei verschiedene Ansätze: das traditionelle isotrope Modell, das eine gleichmäßige Temperaturleitfähigkeit in alle Richtungen postuliert, sowie das neue orthotrope Modell (IPO), das die aniso-

## Orthotrope Materialien

Orthotrope Materialien weisen in drei zueinander senkrechten Richtungen unterschiedliche Eigenschaften auf. Das bedeutet, dass sich ihre mechanischen und thermischen Eigenschaften in Abhängigkeit von der Messrichtung ändern.

Diese Richtungsabhängigkeit macht orthotrope Materialien zu einer Untergruppe der anisotropen Werkstoffe.

Tabelle 1. Simulationsparameter

Leitfähigkeit senkrecht zur Folienoberfläche ( $\alpha_{ax}$ ) = $2 \text{ mm}^2/\text{s}$	$2.0 \text{ mm}^2/\text{s}$ (z) Dieser axiale Wert wird durch den Klebstoff auf Polymerbasis, einen eher schlechten Wärmeleiter, und den zusätzlichen Wärmewiderstand innerhalb des Schichtaufbaus dominiert.
Temperaturleitfähigkeit bei Raumtemperatur in radialer Richtung ( $\alpha_{rad}$ ) = $800 \text{ mm}^2/\text{s}$	$800 \text{ mm}^2/\text{s}$ (xy) Die Leitfähigkeit liegt in der Regel um mehrere Größenordnungen höher. Diese hohen Werte kommen denen von natürlichem Diamant sehr nahe und kennzeichnen äußerst effiziente Wärmeleiter.
Probendicke	0,1 mm (= 100 Mikrometer)

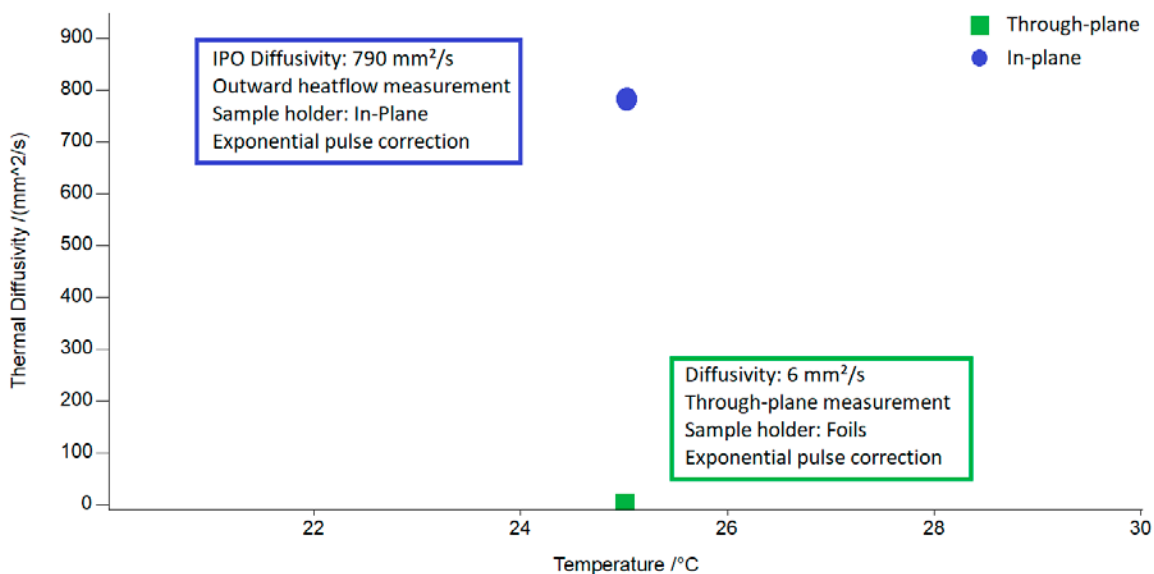


Abb. 4. Die experimentell bestimmte Temperaturleitfähigkeit einer runden Graphitprobe (Durchmesser: 25 mm; Dicke: 100  $\mu\text{m}$ ).

# LFA 717 HyperFlash® (HT)

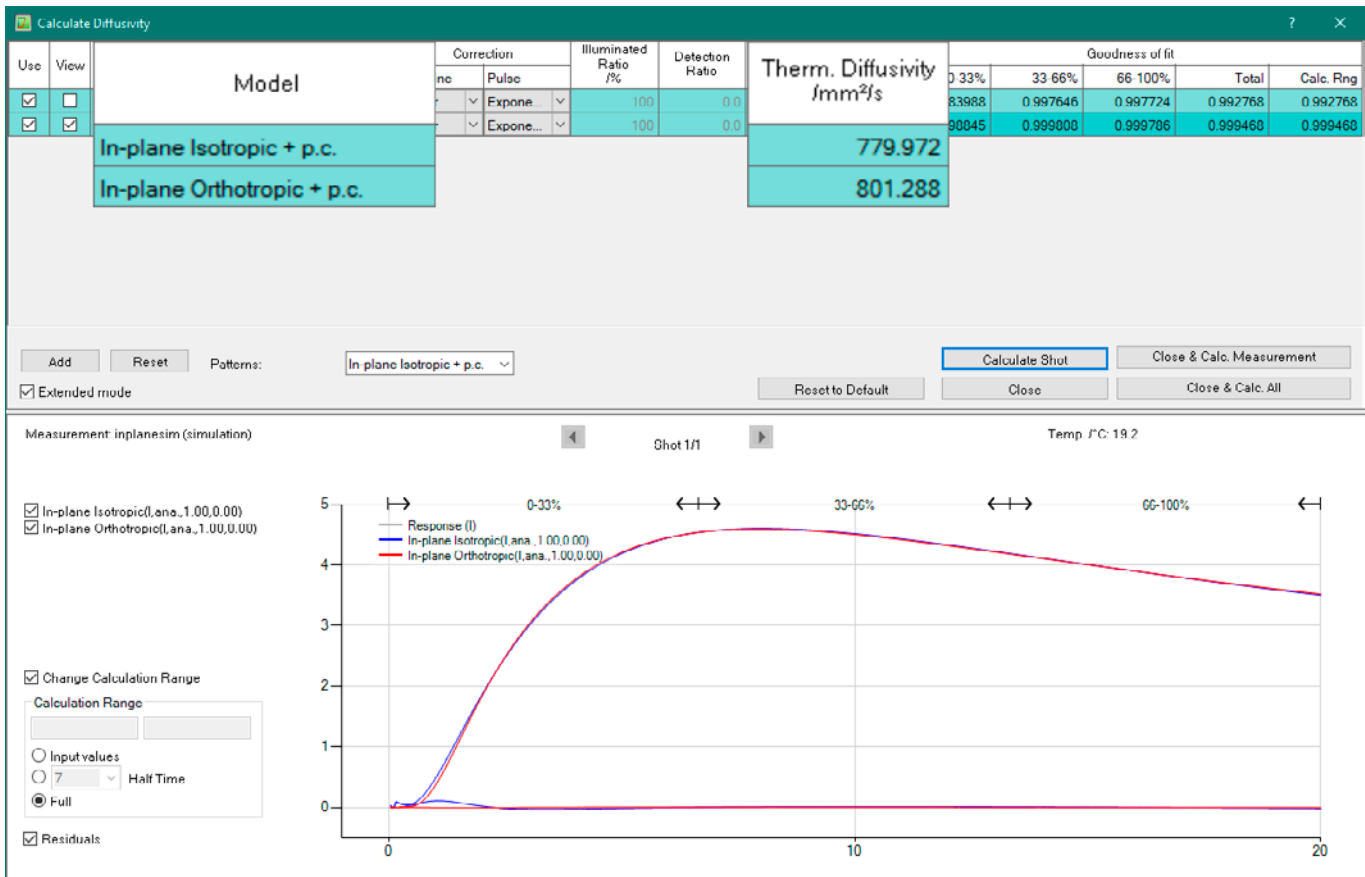


Abb. 5. Datensimulation mit bekannten Leitfähigkeitsparametern (Tab.1), eingegeben in den Analyseprozess der neuesten LFA-Analysesoftware.

tropen Eigenschaften des Materials berücksichtigt. Das isotrope Modell ergab eine radiale Temperaturleitfähigkeit von  $779,872 \text{ mm}^2/\text{s}$ , ein Wert, der 2,5 % unter dem tatsächlichen Eingabewert von  $800 \text{ mm}^2/\text{s}$  liegt (Abbildung 5). Diese Diskrepanz verdeutlicht die Ungenauigkeit des isotropen Modells bei der Anwendung auf anisotrope Proben. Im Gegensatz dazu zeigt das orthotrope Modell bei der Berechnung der radialen Temperaturleitfähigkeit bei anisotropen Materialien mit einem Fehler von weniger als 0,2 % eine hohe Genauigkeit.

## Zusammenfassung

Die LFA 717 HyperFlash®, ein Gerät der nächsten Generation zur Untersuchung thermischer Eigenschaften, kombiniert nahtlos modernste Hardware mit innovativen Softwarelösungen. Ziel ist es, den Kunden

eine beispiellose Flexibilität zu bieten und neue Möglichkeiten aufzuzeigen, indem die Einschränkungen früherer LFA-Modelle beseitigt werden.

Die Ergebnisse verdeutlichen, dass selbst bei dünnen Proben mit stark unterschiedlich ausgeprägter axialer bzw. radialer Temperaturleitfähigkeit die Einbeziehung der Anisotropie nicht vernachlässigt werden darf. Die Annahme isotroper Eigenschaften führt zu erheblichen Ungenauigkeiten, während das orthotrope Modell eine genaue Beschreibung des tatsächlichen Materialverhaltens liefert. Diese Erkenntnis ist von großer praktischer Bedeutung, da eine genaue Modellierung anisotroper Materialien dazu beiträgt, die Effizienz von Wärmemanagementsystemen in High-Tech-Anwendungen zu verbessern.

Weitere Informationen finden Sie auf unserer Website [https://netzs.ch/lfa-717-hyperflash\\_de](https://netzs.ch/lfa-717-hyperflash_de)

# Hochleistung durch Präzision: Qualitätssicherung in der technischen Keramikherstellung

CeramTec GmbH, Marktrechwitz



Abb. 1. CeramTec entwickelt und produziert technische Keramik für verschiedenste Branchen

## Über die CeramTec GmbH

Technische Keramik bietet viele Vorteile. Damit diese verlässlich genutzt werden können, müssen die Werkstoffe auf ihre Qualität geprüft werden. Dabei setzt CeramTec seit vielen Jahren auf die Expertise von NETZSCH: Ob bei Entwicklungsprojekten, im Herstellungsprozess oder der Serienfreigabe, die Analysegeräte von NETZSCH sind durchgängig im Einsatz.

Der Bereich Innovation and Technology von CeramTec erforscht und entwickelt kontinuierlich Materialien und Herstellungsverfahren für neue Produkte (Abbildung 1). Dabei konzentriert sich die Abteilung Tape and Substrate Applications auf die Entwicklung neuer keramischer Substrate und auf deren Optimierung.

## Aluminiumnitrid High Performance

Ein Erfolgsbeispiel: Das neue AlN HP (Aluminiumnitrid High Performance) bietet eine deutlich höhere Biegebruchfestigkeit im Vergleich zu anderen Substratmaterialien und behält gleichzeitig seine thermischen Eigenschaften. Es ist besonders gut für die Dauerbelastung in Leistungsmodulen geeignet und findet Anwendung in der Energie-Erzeugung und -Verteilung, der Fahrzeugelektrifizierung sowie in Leistungswandlern im Schienenfahrzeugbau.

## Laboreinblick: Thermische Analysen von AlN

Bei den Messungen der thermischen Eigenschaften setzt CeramTec auf NETZSCH-Produkte. Stets gute Erfahrungen, die räumliche Nähe der Standorte und ein exzellenter Service haben dazu geführt, dass immer mehr Messtechnik von NETZSCH zum Einsatz kommt. Ein Überblick der verwendeten Technik für die thermische Analyse zeigt Abbildung 2.



Abb. 2. Übersicht der NETZSCH-Analysegeräte und verbundener Messaufgaben bei CeramTec GmbH

# KUNDEN FÜR KUNDEN

## LFA-Untersuchungen

Die Temperaturleitfähigkeit gibt an, wie schnell ein Material auf eine Temperaturänderung reagiert und ist eine materialabhängige Eigenschaft. CeramTec testet sie bei keramischen Substraten wie AlN (Abbildung 3) im Labor mit der LFA 447 *NanoFlash* von NETZSCH. Dafür präpariert das Laborteam den Prüfkörper auf das vom Prüfgerät vorgeschriebene Format und beschichtet es mit Graphit. Anschließend kann die Wärmeleitfähigkeit in einem Temperaturbereich von 20 °C bis 300 °C bestimmt werden.

Die Abbildungen 4a und 4b zeigen einen Vergleich des Temperaturanstiegs mit der Zeit nach Energieeintrag einer Oxidkeramik (Abb. 4a) und einer Nitridkeramik (Abb. 4b). Der Temperaturanstieg bei der Nitridkeramik ist höher.

Die Wärmeleitfähigkeit ( $\lambda$ ) lässt sich anhand der aus dem Temperaturanstieg berechneten Temperaturleitfähigkeit ( $\alpha$ ) sowie der spezifischen Wärmekapazität ( $c_p$ ) und der Dichte ( $\rho$ ) des Werkstoffs ermitteln:

$$\lambda(T) = \rho(T) \cdot c_p(T) \cdot \alpha(T)$$

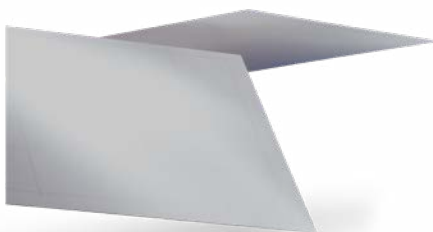


Abb. 3. Aluminiumnitrid

Für Aluminiumnitridkeramiken ergeben sich so – abhängig vom Werkstofftyp – Wärmeleitfähigkeiten von wenigen W/(m·K) bis über 170 W/(m·K). Je nach Anwendung, bedarf die Keramik einer niedrigen oder hohen Wärmeleitfähigkeit. Gerade bei Leistungs-Halbleitern, die hohe Temperaturen entwickeln, muss die Wärme rasch und zuverlässig abgeführt werden.

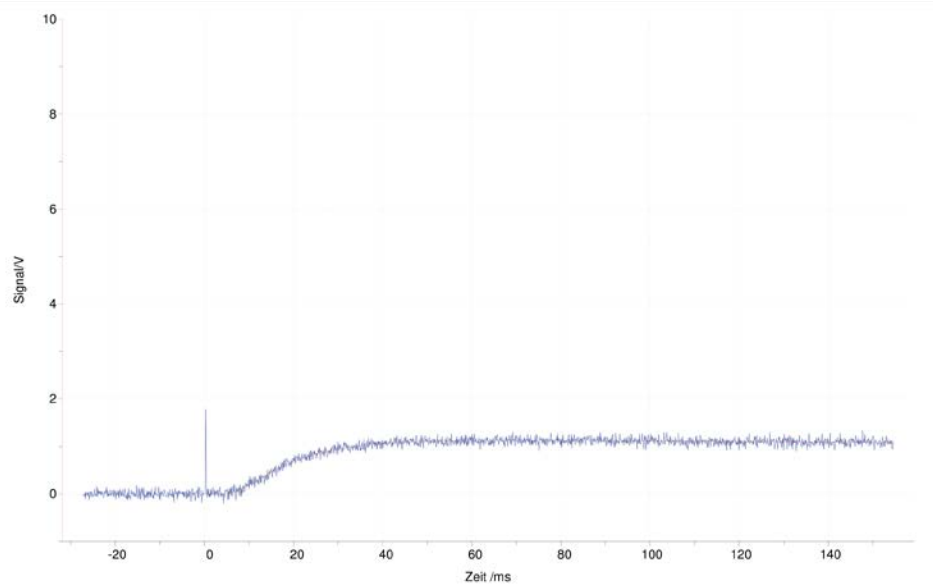


Abb. 4a. Verlauf des Temperaturanstiegs mit der Zeit nach Energieeintrag in einer Oxidkeramik

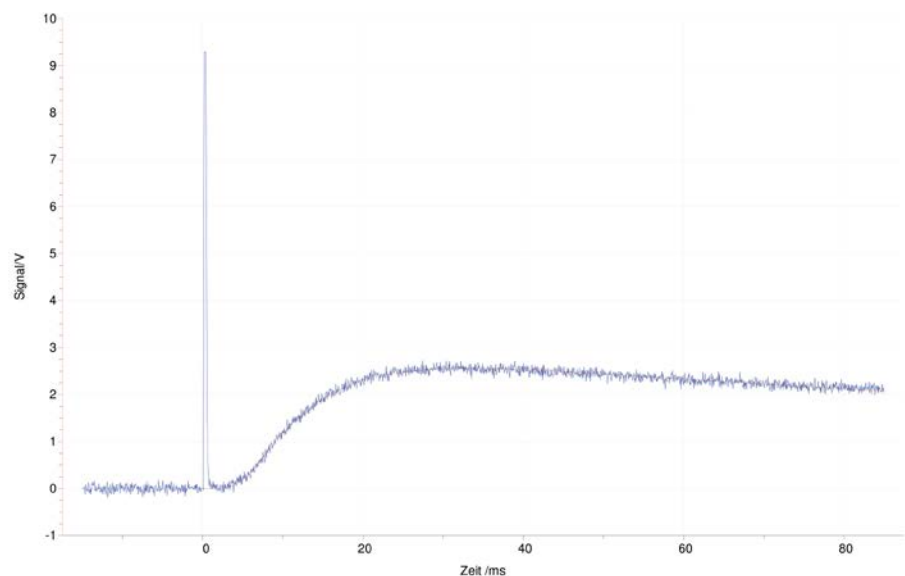


Abb. 4b. Verlauf des Temperaturanstiegs mit der Zeit nach Energieeintrag in einer Nitridkeramik

## Thermischer Ausdehnungskoeffizient (CTE)

Zur thermischen Analyse gehört auch die Betrachtung des thermischen Ausdehnungskoeffizienten (CTE). Die thermische Ausdehnung gibt an, wie sich die geometrischen Abmessungen eines Körpers bei einer Temperaturänderung entwickeln. Kenntnis darüber ist wichtig, um beispielsweise die thermische Fehlanpassung bei Materialkombinationen zu berechnen.

Auch bei der Metallisierung und dem Packaging ist ein exakt bestimmter CTE wichtig, um etwa die Toleranzen der äußeren Abmessung eines Substrats zu kennen. CeramTec bestimmt den thermischen Ausdehnungskoeffizienten gesinterter Werkstoffe im Labor mit Hilfe der Dilatometer DIL 402 E und DIL 402 *Expedis*® (Abbildung 5). Die Wärmeausdehnung eines keramischen Körpers kann in einem Temperaturbereich bis zu 2000 °C untersucht werden.

Zusätzlich bieten die Dilatometer die Möglichkeit, über eine Gasregelung die Messungen in verschiedenen Atmosphären vorzunehmen – etwa unter Luft, Stickstoff oder Argon. Das ist wichtig, um beispielsweise Messungen im Hochtemperaturbereich vornehmen zu können. Bei der Auswertung der Messkurve und der Bestimmung der Wärmeausdehnung in verschiedenen Temperatursegmenten unterstützt die Analysesoftware *Proteus*®.

## STA- und DSC-Messungen

Ebenfalls Teil der thermischen Analyse ist die Simultane Thermi-

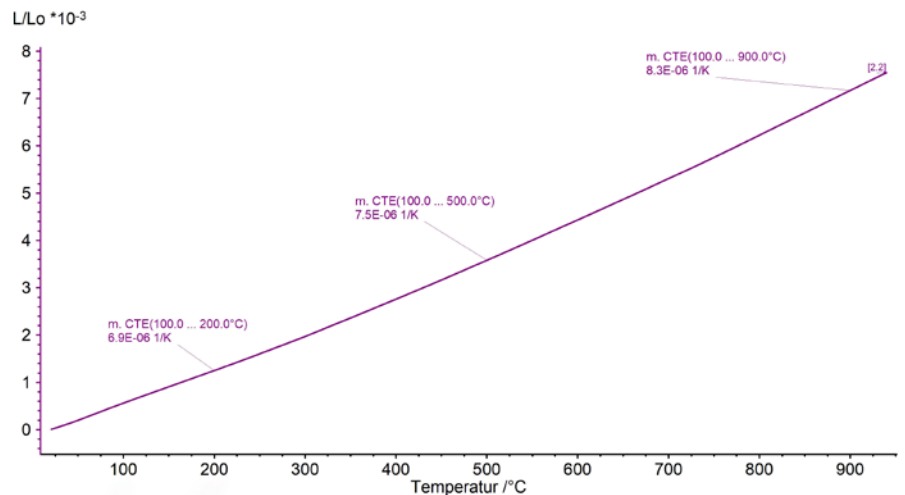


Abb. 5. Ausdehnungsänderung einer Oxidkeramik in Abhängigkeit von der Temperatur. Der mittlere thermische Ausdehnungskoeffizient entspricht der Steigung der Verbindungslinie zwischen den in Klammern angegebenen Temperaturpunkten. Mit Werten von 6,9 bis 8,3 [ $10^{-6}/\text{K}$ ] ist er typisch für Keramiken.

sche Analyse (dynamische Differenzkalorimetrie in Kombination mit Thermogravimetrie). Diese dient vor allem der Untersuchung von exothermen und endothermen Reaktionen sowie von Gewichtsänderungen bei Rohstoffen (Pulver, Binder und Organik) unter Luft und bei Grünfolien unter Luft oder Stickstoff. Diese Messungen werden bei CeramTec mit verschiedenen NETZSCH-STA-Geräten durchgeführt.

Wie sich die gemessene Temperatur eines Körpers im Verhältnis zu der Menge an ihm zugefügter Wärme ändert, beschreibt die Wärmekapazität. CeramTec bestimmt sie bei gesinterten Werkstoffen mit Hilfe der NETZSCH DSC 300 *Caliris*®.

Eine weitere Laboraufgabe im Zusammenhang mit den thermischen Parametern ist die Überwachung des Produktionsprozesses, indem der Temperaturverlauf im Sinterofen mit dem Dilatometer nachgestellt wird. So können beispielsweise Sinterstufen bestimmt werden.

## Bereit für Höchstleistungen

Verlässt ein Substrat die Produktion bei CeramTec, ist es ausgiebig getestet: Es ist bereit für den Einsatz in Hightech-Elektroanwendungen und für die Nutzung seiner materialspezifischen Vorteile. Laboranalysen sind nicht nur für die Qualitätskontrolle, sondern auch für die Entwicklung neuer innovativer Produkte unerlässlich. NETZSCH ist dabei ein wichtiger Partner für CeramTec.

# Material Intelligence: Der Schlüssel zu effizienteren und nachhaltigeren Produkten

Dr. Marc Egelhofer, Senior Marketing Manager, LabV®

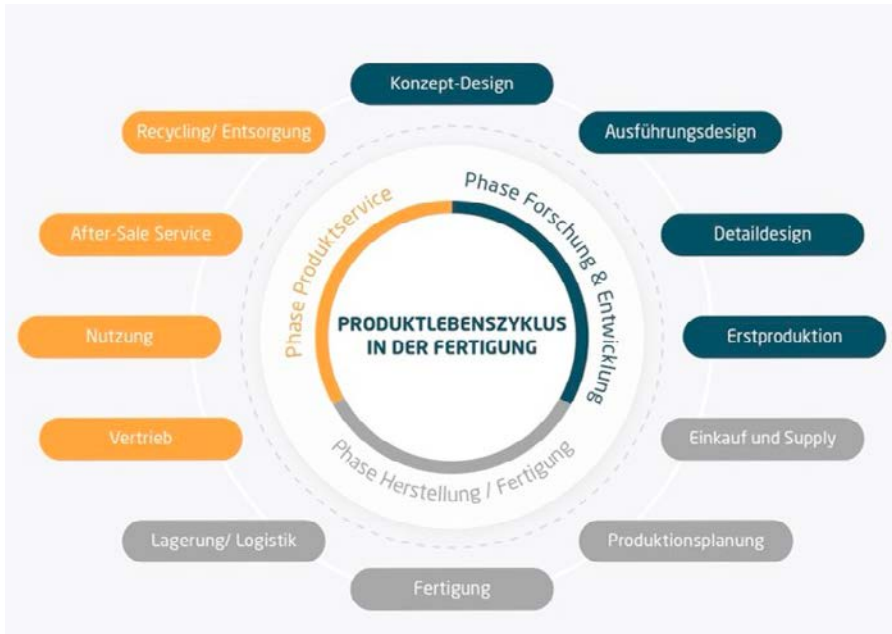


Abb. 1. Materialdaten beeinflussen Entscheidungen über den gesamten Produktlebenszyklus – von der Konzeptphase über die Produktion bis hin zur Weiterentwicklung (angepasst nach [1]).

## Was macht eine Material Intelligence-Plattform aus?

Eine Material-Intelligence-Plattform, oder kurz MIP, geht weit über die Funktionen herkömmlicher Systeme hinaus: Sie sammelt, integriert und analysiert diverse Materialdaten mithilfe von künstlicher Intelligenz (KI) und maschinellem Lernen (ML). So entsteht eine zentrale, durchgängige Plattform, die datenbasierte Entscheidungen in jeder Phase des Produktlebenszyklus unterstützt. Dies führt zu einer präziseren Materialauswahl sowie einer gezielten Steuerung von Entwicklungs- und Herstellungsprozessen, wodurch Entwicklungszeiten verkürzt und Ressourcen optimal genutzt werden können.

## Materialdaten: Mehr als nur Zahlen

Materialdaten bestehen aus vielfältigen Informationen wie beispielsweise Rohstoffdaten, Rezepturen, Mischungsverhältnissen, Messergebnissen sowie Verarbeitungsparametern aus Technikum oder der Produktion. Sie bieten einen umfassenden Überblick über das Verhalten und die Eigenschaften eines Produkts – von der ersten Formulierung bis hin zur Produktion. LabV strukturiert und kontextualisiert diese Daten, sodass Unternehmen jederzeit präzise Einblicke in ihre Materialien erhalten. So lassen sich konsistente Materialeigenschaften sicherstellen und gezielt für die Produktentwicklung und Einhaltung regulatorischer Standards nutzen.

## Einleitung

Klimawandel, Ressourcenknappheit und der schonende Umgang mit natürlichen Rohstoffen stellen die Welt vor große Herausforderungen. Besonders in der industriellen Entwicklung und Produktion sind innovative Ansätze gefragt, um zukunftsfähige Lösungen zu schaffen. Materialdaten spielen dabei eine zentrale Rolle, da sie fundierte Entscheidungen ermöglichen und Innovationsprozesse beschleunigen können. Sie sind der Schlüssel zu besseren Produkten und effizienteren Abläufen.

## Die Rolle von Materialdaten im Produktlebenszyklus

Denn Materialdaten haben Einfluss auf den gesamten Produktlebenszyklus – von der ersten Idee bis zur Qualitätskontrolle (Abbildung 1). Herkömmliche Systeme wie LIMS (Laborinformations- und Managementsysteme) stoßen hier mitunter an ihre Grenzen: Sie speichern Daten isoliert und bieten keine vollständige Vernetzung oder fortschrittliche Analysen, was zu einer eingeschränkten Nutzung der Daten führt. LabV bietet als Material Intelligence-Plattform eine umfassende Lösung: Sie integriert Daten aus verschiedenen Quellen, zentralisiert sie und macht sie durch intelligente, KI-gestützte Analysen sowohl für die Produktentwicklung als auch für die Qualitätssicherung zugänglich und nutzbar.

Abbildung 2 zeigt, wie intuitive Dashboards in der Material Intelligence-Plattform LabV® vielfältige Daten und komplexe Informationen auf einen Blick zugänglich machen. Diese Darstellungen erleichtern die Analyse und ermöglichen es, Erkenntnisse schnell in der Praxis zu nutzen. Der KI-gestützte digitale Assistent hilft zusätzlich bei der Datenanalyse und -visualisierung komplexer Datensätze, sodass Nutzer schnell Trends erkennen oder Abweichungen identifizieren können (Abbildung 3).

## Material Intelligence – Die Vorteile

Eine Material Intelligence-Plattform vereint KI und maschinelles Lernen (ML) mit einer nutzerfreundlichen Oberfläche und einer vollständigen Datenvernetzung und schafft damit entscheidende Vorteile entlang der gesamten Wertschöpfungskette:

### 1. Beschleunigte Produktentwicklung

Ein MIP ermöglicht es, neue Produkte und Rezepturen schnell und effizient zu entwickeln und direkt anzupassen. Bei der Entwicklung neuer Polymerprodukte beispielsweise erlaubt die Plattform eine sofortige Analyse und Optimierung von Rezepturen, sodass die Formulierungen in kürzester Zeit angepasst werden können. Der schnelle Zugang zu relevanten Daten und die sofortige Anpassungsmöglichkeit beschleunigen den Entwicklungsprozess erheblich und helfen Unternehmen, auf Marktveränderungen umgehend zu reagieren.

### 2. Optimierte Qualitätssicherung

Die Qualitätskontrolle ist entscheidend für die Produktsicherheit und die Markenreputation, besonders in stark regulierten Branchen wie der Automobilindustrie. Hier

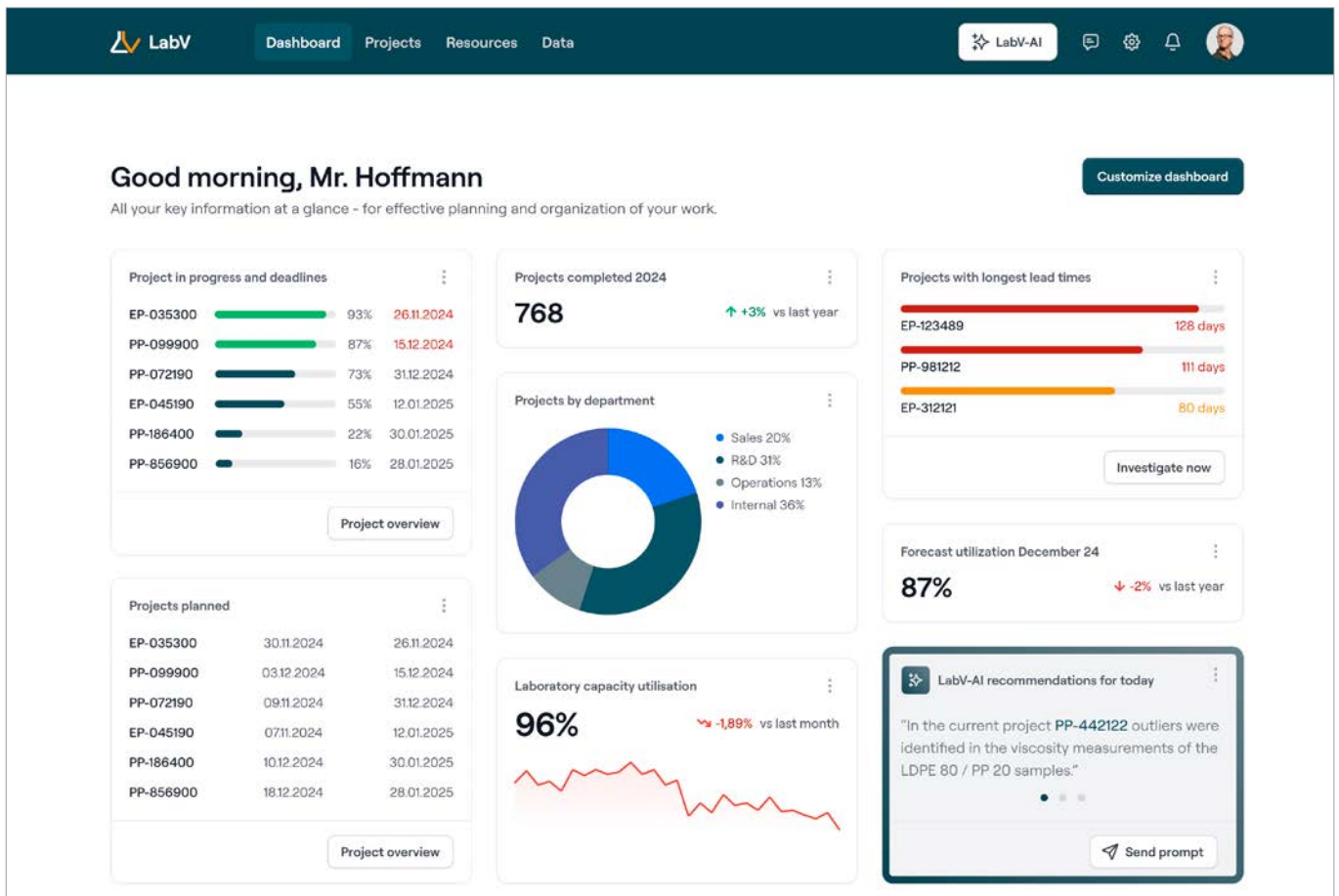


Abb. 2. Dashboard von LabV® – alle wesentlichen Daten auf einen Blick.



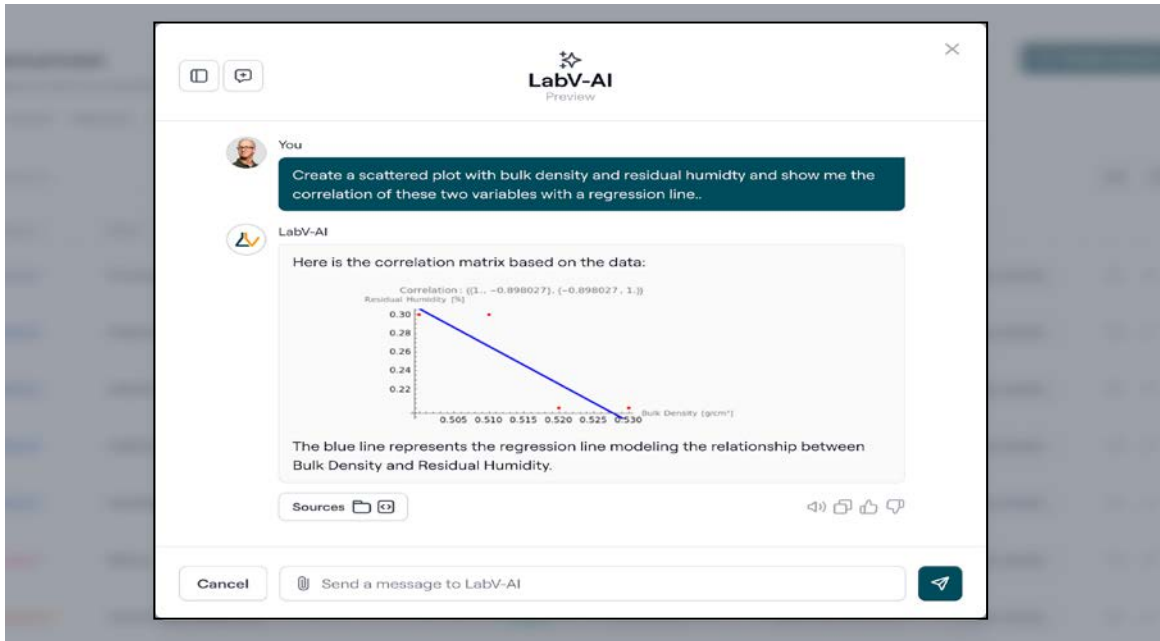


Abb. 3. Der KI-gestützte digitale Assistent hilft bei der Datenanalyse und -visualisierung komplexer Datensätze.

dient LabV® als Frühwarnsystem, mit der Qualitätsabweichungen in Echtzeit erkannt und daher frühzeitig behoben werden können. Die kontinuierliche Überwachung und Analyse der vollständigen Materialeigenschaften ermöglicht es, die Konsistenz der Produkte zu sichern, das Vertrauen der Kunden zu stärken und langfristig die Qualität sicherzustellen.

### 3. Ressourceneffizienz und Nachhaltigkeit

Ein MIP unterstützt Unternehmen dabei, ihre Nachhaltigkeitsziele zu erreichen, indem Rohstoffe effizienter genutzt und Abfälle reduziert werden. So können Unternehmen mit LabV® Ineffizienzen frühzeitig erkennen und gezielte Optimierungen vornehmen, beispielsweise durch Anpassungen bei Temperatur oder Materialfluss in der Produktion. Ressourcen werden gespart und gleichzeitig Kosten gesenkt.

### 4. Abteilungsübergreifende Zusammenarbeit und Transparenz

Material Intelligence verbessert nicht nur die Effizienz in einzelnen Abteilungen, sondern auch die Zusammenarbeit über Abteilungsgrenzen hinweg. Forschung, Entwicklung, Produktion und Qualitätskontrolle greifen auf eine gemeinsame Datenbasis zu, die Transparenz

schafft und fundierte Entscheidungen unterstützt. Durch den nahtlosen Informationsfluss und die abteilungsübergreifende Nutzung von LabV® lassen sich Silos auflösen und Prozesse harmonisieren.

### Fazit

Material Intelligence und eine leistungsfähige Plattform wie LabV® sind der Schlüssel für wettbewerbsfähige und nachhaltige Produkte. Durch die zentrale Erfassung, Integration und Analyse von Materialdaten ermöglicht ein MIP fundierte Entscheidungen und beschleunigt Innovationsprozesse. Damit ebnet Material Intelligence den Weg von Daten zu besseren Produkten.

### Referenz

[1] Wang, L., Liu, Z., Liu, A., & Tao, F. (2021). Artificial intelligence in product lifecycle management. The International Journal of Advanced Manufacturing Technology, 114, 771–796.

Weitere Information dazu auf: <https://netzs.ch/labV>

# Kinetische Analyse druckabhängiger Reaktionen in Festkörpern

Dr. Elena Moukhina, Software Neo Business Field, und Dr. Jan Hanss, Head of Applications Laboratory Ryoichi Kinoshita, R&D, und Yoshio Shinoda, Managing Director, beide NETZSCH Japan

## Einleitung

Mit chemischen Reaktionen, deren Geschwindigkeit von der Temperatur abhängt, kommt jeder von uns täglich in Berührung. Wir erhöhen die Temperatur beim Backen, um den Prozess zu beschleunigen. Wir stellen Lebensmittel in den Kühlschrank, um Zersetzungsprozesse zu verlangsamen. Auch bei industriellen Prozessen wie der Herstellung von Polymeren oder Keramik spielt die Temperatur eine wichtige Rolle.

Unsere Software Kinetics Neo wurde entwickelt, um Reaktionsgeschwindigkeiten in Abhängigkeit von Temperaturbedingungen zu analysieren. Sie ermöglicht die Erstellung kinetischer Modelle auf der Grundlage von Labormessungen und die anschließende Simulation des Reaktionsverlaufs bei niedrigeren Temperaturen, um Vorhersagen zur Lebensdauer zu treffen oder das Temperaturprofil in industriellen Anwendungen wie der Polymer-, Lebensmittel-, Pharma- oder Keramikindustrie zu optimieren. Ziel ist es, die Kosten zu senken und gleichzeitig die Qualität der Endprodukte zu verbessern.

Viele Reaktionen hängen nicht nur von der Temperatur, sondern auch von weiteren Parametern ab. Der Abbau von Polymeren ist beeinflusst von der Luftfeuchtigkeit

und der Lichtexposition; die Aushärtung von Photopolymeren von der Intensität des UV-Lichts. Die Geschwindigkeit vieler Prozesse richtet sich nach dem Auftreten und der Konzentration der aktiven Komponente in der Atmosphäre. So erhöht sich beispielsweise mit steigendem Sauerstoffgehalt die Geschwindigkeit von Oxidationsreaktionen und mit zunehmender Wasserstoffkonzentration die Geschwindigkeit von Reduktionsreaktionen. Die Gesamtgeschwindigkeit der Zersetzung ist von der Produktkonzentration in der umgebenden Atmosphäre abhängig, z.B. bei einer Zersetzung mit Wasserfreisetzung in feuchter Atmosphäre. Auch unter Inertgas zeigen einige Reaktionen ein druckabhängiges Verhalten.

Kinetics Neo 3.0 ermöglicht dem Anwender, ein kinetisches Modell zu erstellen, welches sowohl von der Temperatur als auch vom Druck abhängig sein kann.

## Einfluss der $\text{CO}_2$ -Konzentration auf die Gleichgewichtsreaktion zwischen $\text{CaCO}_3$ , $\text{CaO}$ und $\text{CO}_2$

Die Zersetzung von Calciumcarbonat in Gegenwart von Kohlendioxid kann durch die reversible Reaktion:

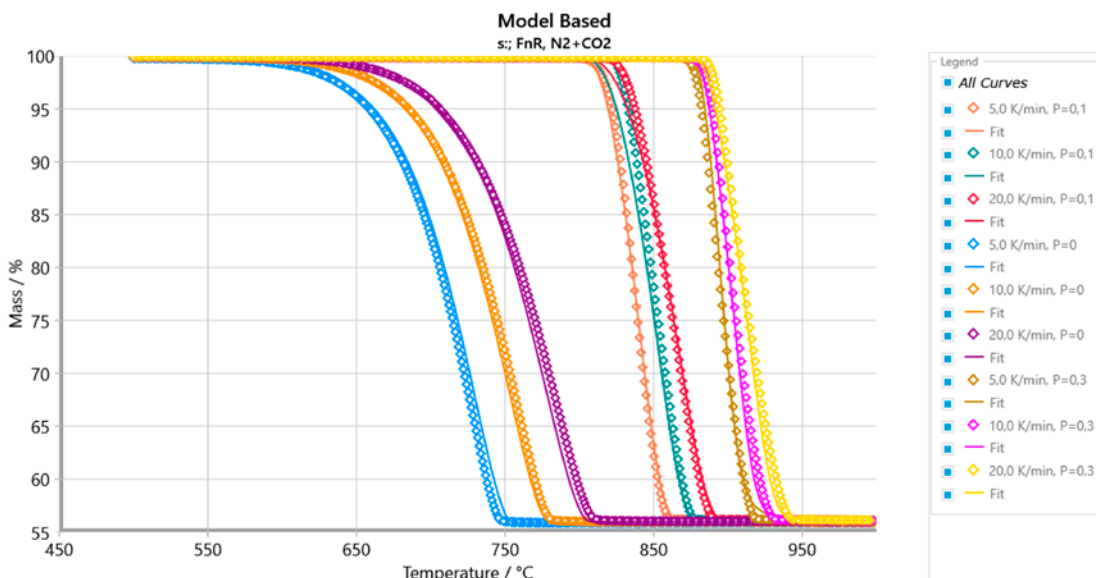
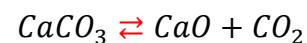


Abb. 1. Vom  $\text{CO}_2$ -Partialdruck abhängige  $\text{CaCO}_3$ -Zersetzung bei Heizraten von 5, 10 und 20 K/min unter einem  $\text{CO}_2$ -Partialdruck von 0 %, 10 % und 30 % in einem Gasgemisch aus  $\text{CO}_2$  und  $\text{N}_2$ . Vergleich der berechneten Kurven (Linien) mit den experimentellen Daten (Symbole) der TG-Messungen.

<sup>1</sup> Photopolymerharz ist ein Polymer, das seine Eigenschaften ändert, wenn es Licht, meist ultraviolettem Licht, ausgesetzt wird.

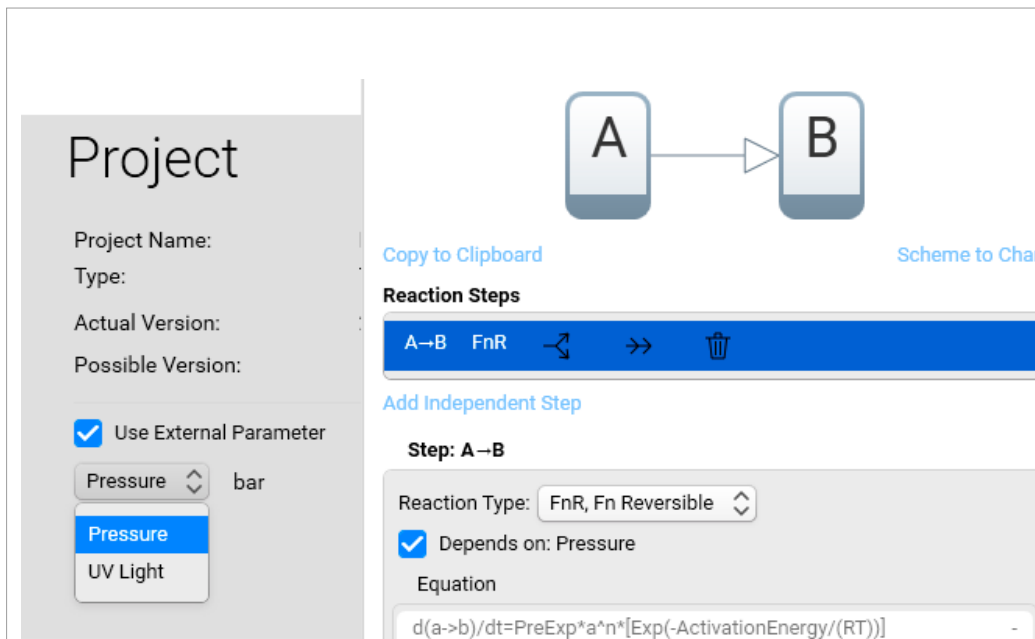


Abb. 2. Die Berücksichtigung der Druckabhängigkeit einer Reaktion könnte nicht einfacher sein.

beschrieben werden, wobei zwei chemische Reaktionen gleichzeitig ablaufen. Die Hinreaktion mit  $\text{CO}_2$  als Produkt ist unabhängig von der  $\text{CO}_2$ -Konzentration. Die Rückreaktion mit  $\text{CO}_2$  als Reaktant hängt dagegen von seiner Konzentration ab.

Die Geschwindigkeit der Rückreaktion ist umso höher, je höher der Partialdruck von  $\text{CO}_2$  ist. Die kumulative Reaktionsrate ist die Differenz zwischen Hin- und Rückreaktion und wird bei höherer  $\text{CO}_2$ -Konzentration langsamer

$$\frac{d\alpha}{dt} = A_1 \exp\left(\frac{-E_1}{RT}\right) f_1(\alpha) - P^{n_p} A_2 \exp\left(\frac{-E_2}{RT}\right) f_2(\alpha)$$

wobei  $P$  der Partialdruck von Kohlendioxid und  $n_p$  der Druckparameter ist.

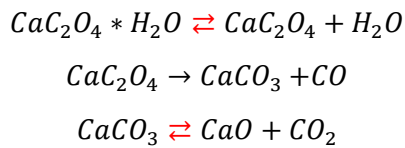
Abbildung 1 zeigt das Ergebnis des kinetischen Modells für 9 experimentelle Kurven, die mit verschiedenen Heizraten und  $\text{CO}_2$ -Partialdrücken in einem Zweikomponenten-Gasgemisch aus  $\text{CO}_2$  und Stickstoff bei einem Gesamtdruck von 1 bar in der Thermowaage gemessen wurden.

Eine steigende  $\text{CO}_2$ -Konzentration führt zu einer Verschiebung der Massenverlustkurven zu höheren Temperaturen. Des Weiteren kann bei einer konstanten  $\text{CO}_2$ -Konzentration eine Verschiebung mit der Heizrate beobachtet werden, wenngleich diese geringer ausfällt als zuvor.

## Druckabhängige Reaktionen unter Inertgas

Ist das gasförmige Zersetzungsprodukt eines Feststoffes nicht reaktiv, hat sein Auftreten oder Fehlen keinen Einfluss auf die Hauptzersetzungsrate. Es kann jedoch vorkommen, dass das gasförmige Produkt mit einem anderen Produkt reagiert, wie dies bei reversiblen Zersetzungen der Fall ist. Bei reversiblen Reaktionen führt eine Druckerhöhung des Inertgases zu einer Verringerung des Diffusionskoeffizienten und zu einer Erhöhung der lokalen Konzentration des gasförmigen Produkts, das nicht ohne weiteres aus der Reaktionszone entfernt werden kann. Daher erhöht ein hoher Druck des Inertgases die Geschwindigkeit der Rückreaktion.

Das folgende Beispiel zeigt die dreistufige kinetische Analyse von Calciumoxalat-Monohydrat unter erhöhtem Stickstoffdruck, wobei die erste und die letzte Stufe reversible Reaktionen und daher druckabhängig sind. Die zweite Stufe ist eine nicht reversible Reaktion und unabhängig vom Druck.



In geschlossenen Systemen befinden sich die Endkonzentrationen aller Reaktanten im Gleichgewicht, die Geschwindigkeiten der Hin- und Rückreaktion sind gleich. Bei den Methoden der thermischen Analyse wie DSC oder TG ist das System jedoch offen; alle gasförmigen Produkte werden durch das Spülgas entfernt – es stellt sich kein Gleichgewicht ein.

TG-Messungen werden in Stickstoffatmosphäre unter verschiedenen Drücken durchgeführt. Ein höherer Druck erschwert die Diffusion der Produkte  $\text{H}_2\text{O}$  und  $\text{CO}_2$ ; diese Reaktionsschritte werden langsamer und verlagern sich zu höheren Temperaturen. Je höher der Druck des Inertgases, desto langsamer sind die reversiblen Reaktionen und desto höher ist die Zersetzungstemperatur.

Abbildung 3 zeigt das Ergebnis der kinetischen Modellierung von acht experimentelle Kurven, die in Stickstoff mit verschiedenen Heizraten und Drücken gemessen wurden. Das dreistufige Modell ist in der Software Kinetics Neo erstellt und hat zwei druckabhängige Stufen: die Wasserfreisetzung in der ersten Stufe und die Kohlendioxidfreisetzung in der letzten Stufe. Die kinetischen Gleichungen für diese Stufen enthalten den Druck  $P$  und seine Ordnung  $n_p$ . Die zweite Stufe ist eine irreversible Reaktion und daher unabhängig vom Stickstoffdruck.

In der ersten und dritten Reaktionsstufe ist eine Verschiebung der TG-Kurven zu höheren Temperaturen mit steigender Aufheizrate und steigendem Stickstoffdruck zu beobachten. Erwartungsgemäß wird die zweite Reaktion durch die Druckerhöhung praktisch nicht beeinflusst. Auch der Einfluss der Heizrate ist wesentlich geringer.

## Zusammenfassung

Die neuen Modelle in Kinetics Neo 3.0 erlauben die Modellierung des Einflusses von Temperatur, Heizrate und Druck auf die Reaktionsgeschwindigkeit. Somit können mit Hilfe von Kinetics Neo Vorhersagen über die Reaktionsgeschwindigkeit bei einem gegebenen Temperaturprofil, einem gegebenen Partialdruck des gasförmigen Reaktionspartners oder einem gegebenen Gesamtdruck getroffen werden.

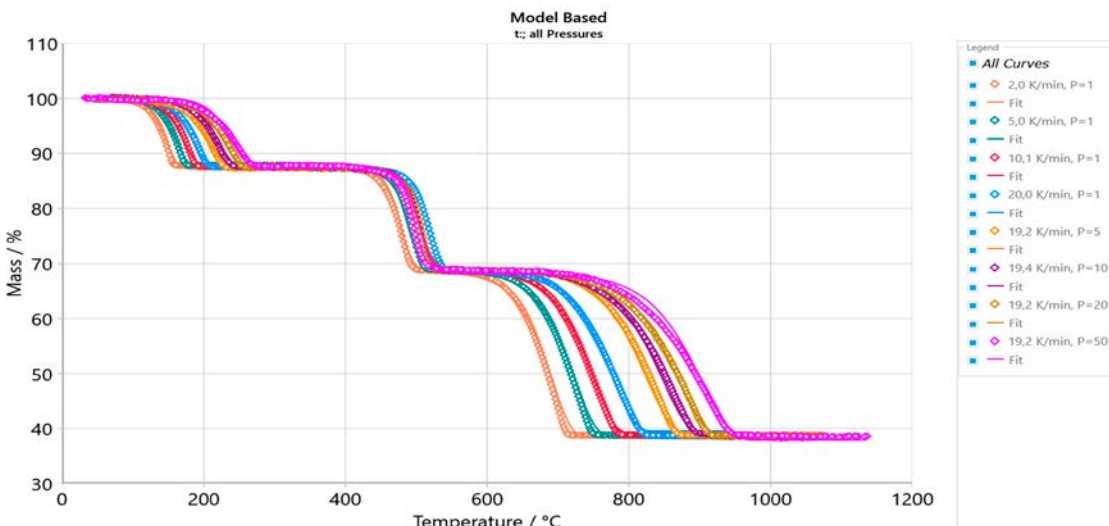


Abb. 3. Vom Gesamtdruck abhängige Zersetzung von Calciumoxalat-Monohydrat in  $\text{N}_2$ -Atmosphäre, gemessen mit den Heizarten 2, 5, 10, 20 K/min unter Normaldruck, 5, 10, 20 und 50 bar. Vergleich zwischen berechneten Kurven (Linien) und experimentellen Daten (Symbole) gemessen in einer Thermowaage.

# DMA-Messungen in definierter Feuchte – Eine Erweiterung des neuen DMA 303 *Eplexor*®

Martin Rosenschon, Customer Training, Sascha Sebastian Riegler, Applications Laboratory,  
und Dr. Georg Storch, Head Experimental Workshop

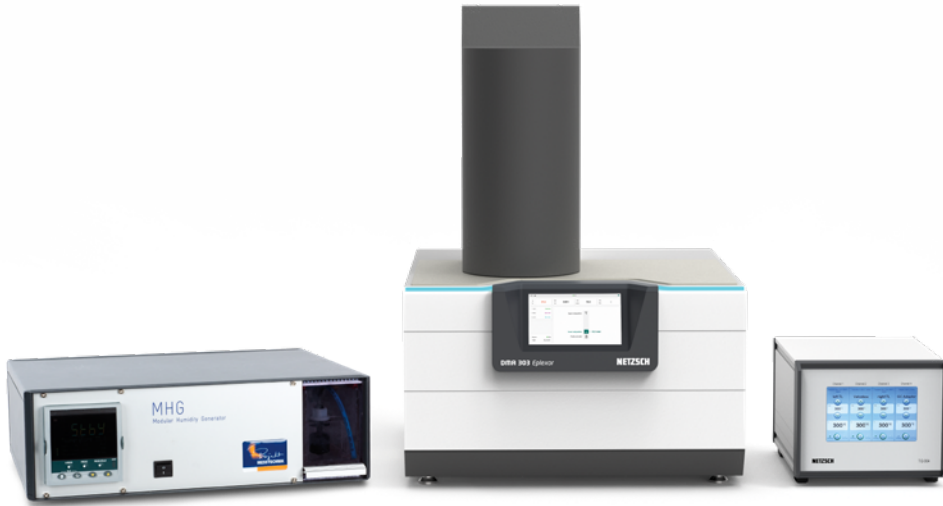


Abb. 1. DMA 303 *Eplexor*® mit Feuchtgenerator (links) sowie Temperaturregler TRG 004 (rechts)

## Einleitung

Luftfeuchtigkeit und Temperatur sind entscheidende Faktoren bei der Analyse der Betriebs- und Einsatzbedingungen von Bauteilen und Produkten. Je nach Material und dessen chemischer Zusammensetzung kann Feuchtigkeit die Materialeigenschaften unterschiedlich stark beeinflussen. Die relative Feuchte beschreibt dabei den Wasserdampfgehalt einer Atmosphäre im Verhältnis zum maximal möglichen Wasserdampfgehalt bei einer bestimmten Temperatur [1]. Je nach Region, geografischer Lage und Jahreszeit schwankt die relative Luftfeuchtigkeit erheblich.

Die Höhe der Luftfeuchtigkeit ist im Wesentlichen von der Temperatur abhängig [1], wobei auch der Druck [2] und die Menge des vorhandenen Wasserdampfes eine Rolle spielen. Während in trockenen Regionen, wie in Teilen Ägyptens, eine relative Luftfeuchtigkeit von unter 20 % herrschen kann, erreicht sie in tropischen Klimazonen Werte von 90 % und mehr [3].

Typische Beispiele für feuchteempfindliche Materialien sind Polyamide, die als stark hygroskopisch gelten und Wasser vorwiegend an den Amidgruppen in ihren amorphen Bereichen aufnehmen. Das aufgenommene Wasser verändert die intermolekularen Kräfte im Polyamid und wirkt dadurch wie ein Weichmacher.

Wie für PA 6 gezeigt [4], kann eine relative Luftfeuchtigkeit von 50 % den Speichermodul  $E'$ , der Elastizität

bzw. vereinfacht ausgedrückt die Steifigkeit eines Materials beschreibt, im Vergleich zu den Werten in nahezu trockener Umgebung um über 70 % verringern. Vor diesem Hintergrund wird deutlich, wie wichtig es ist, den Einfluss von Feuchtigkeit auf Materialien zu untersuchen, um deren Funktionsweise in der späteren Anwendung sicherzustellen.

## Neues Zubehör für den DMA 303 *Eplexor*® – Feuchtgenerator MHG und TRG 004

Der DMA 303 *Eplexor*® ermöglicht jetzt Messungen bei definierter relativer Feuchte. Dazu wird das Gerät mit dem Modular Humidity Generator (MHG) (Abbildung 1, links) gekoppelt. Die externe Heizeinheit TRG 004 (Abbildung 1, rechts) regelt dabei die Temperatur des Gasbefeuchters und der Transferleitung.

Der feuchte Gasstrom wird in einer Mischkammer erzeugt, die unkompliziert über einen Adapter mit einem Schnellverschluss an das DMA-Gerät angeschlossen wird (siehe Abbildung 2 links). Die kondensationsfreie Weiterleitung des feuchten Gasstroms ins Innere der Probenkammer ist durch eine fest installierte, beheizte Transferleitung innerhalb des DMA-Gehäuses sichergestellt. Wie in Abbildung 2 rechts dargestellt, lassen sich abhängig von der Messtemperatur relative Feuchtigkeitswerte zwischen 0 % und 90 % realisieren.

# Erweiterung des DMA 303 Eplexor®

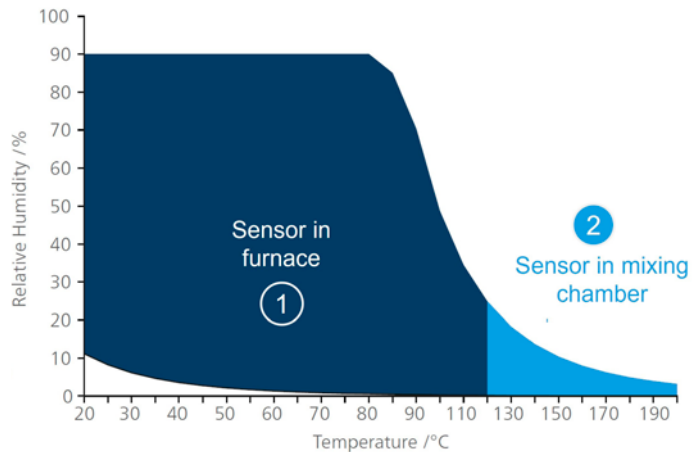
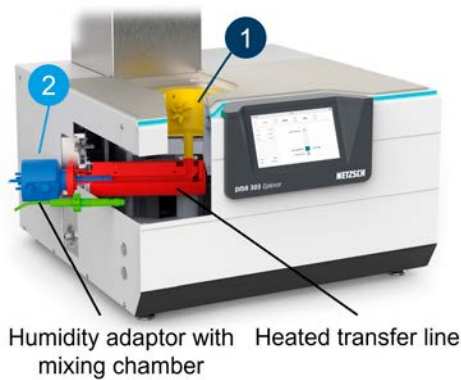


Abb. 2. Schnittansicht des DMA 303 Eplexor® mit Feuchteadapter (links) und erzielbare relative Feuchtigkeitsgehalte (rechts)

Ein direkt im Ofen installierter Feuchtesensor dient zur präzisen Überwachung und Regelung der relativen Feuchte in Probennähe bis zu Temperaturen von 120 °C. Darüber kann der Feuchtegehalt des Gasstroms direkt nach der Mischkammer geregelt werden. Dadurch können beispielsweise Analysen des Trocknungsverhaltens von Werkstoffen bei hohen Temperaturen durchgeführt werden.

Eine Neuerung ist die vollintegrierte Steuerung der relativen Feuchte innerhalb der Messsoftware des DMA 303 Eplexor®, wodurch für den Feuchtegenerator keine zusätzliche Software mehr benötigt wird. Der manuelle Betrieb ermöglicht es, direkt Feuchtwerte in der Messzelle einzustellen und die Funktionsweise zu

überprüfen (Abbildung 3 links). Bei der Erstellung von Messprogrammen hat der Benutzer nun die Möglichkeit, für jedes Segment definierte Feuchtwerte sowie ein Toleranzintervall festzulegen (siehe Abbildung 3 rechts).

## Das viskoelastische Verhalten einer PET-Folie unter Feuchte

Abbildung 4 zeigt die Messergebnisse einer 100-µm-Folie aus Polyethylenterephthalat (PET), welche dynamisch im Zugmodus unter relativen Feuchtwerten zwischen 0 % und 80 % bei einer Temperatur von 80 °C

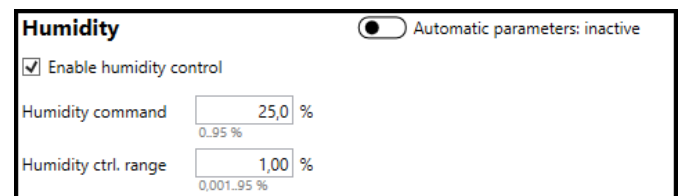
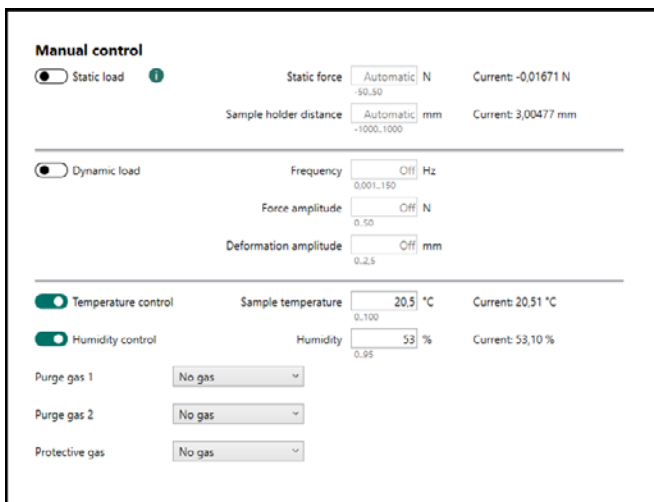


Abb. 3. Schneller und übersichtlicher Zugriff auf die wesentlichen Einstellungen in der NETZSCH Proteus®-DMA-Messsoftware. Links: Ansicht im Modus „Manuelle Bedienung“; Rechts: Einstellung der Feuchte im Messprogramm

# Erweiterung des DMA 303 *Eplexor*<sup>®</sup>

getestet wurde. Die PET-Probe wurde in Isothermsegmenten von jeweils 120 Minuten nacheinander relativen Luftfeuchtigkeiten von 0 %, 20 %, 40 %, 60 % und 80 % ausgesetzt. Wie in der Abbildung zu sehen ist, regelt der DMA 303 *Eplexor*<sup>®</sup> die relativen Feuchtwerte schnell und präzise ein. Die vom Sensor gemessenen Feuchtwerte sind direkt in die Ergebnisdatei der Messung integriert und können ohne zusätzlichen Datenimport in der *Proteus*<sup>®</sup>-Analysesoftware angezeigt werden.

Mit einem Anteil von 6 % an der Gesamtmenge der technisch verarbeiteten Kunststoffe zählt PET zu den wichtigsten thermoplastischen Polymerwerkstoffen [5]. Im Vergleich zu den zuvor genannten Polyamiden weist PET typischerweise eine geringere Feuchtesensitivität auf. Allerdings fördern die Messtemperatur von 80 °C sowie das hohe Oberflächen-zu-Volumen-Verhältnis der Folie die Wasserabsorption.

In trockener Atmosphäre weist die PET-Folie einen Speichermodul  $E'$  von circa 4,0 GPa auf. Der Speichermodul beschreibt die elastischen Eigenschaften des Materials. Mit steigender relativer Luftfeuchtigkeit wird das Material weicher:  $E'$  nimmt schrittweise ab und erreicht bei 80 % einen Wert von circa 2,9 GPa, was einer Reduktion von fast 30 % entspricht. Der Verlustfaktor  $\tan \delta$ , welcher dem Verhältnis zwischen viskosen zu elastischen Eigenschaften entspricht und die Dämpfungseigenschaften des Materials beschreibt, nimmt mit steigender relativer Feuchte zu. Ausgehend von einem Wert von 0,03 in einer trockenen Umgebung steigt  $\tan \delta$  auf etwa 0,10 bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 80 % an. Die PET-Folie verhält sich dementsprechend zunehmend viskoser.

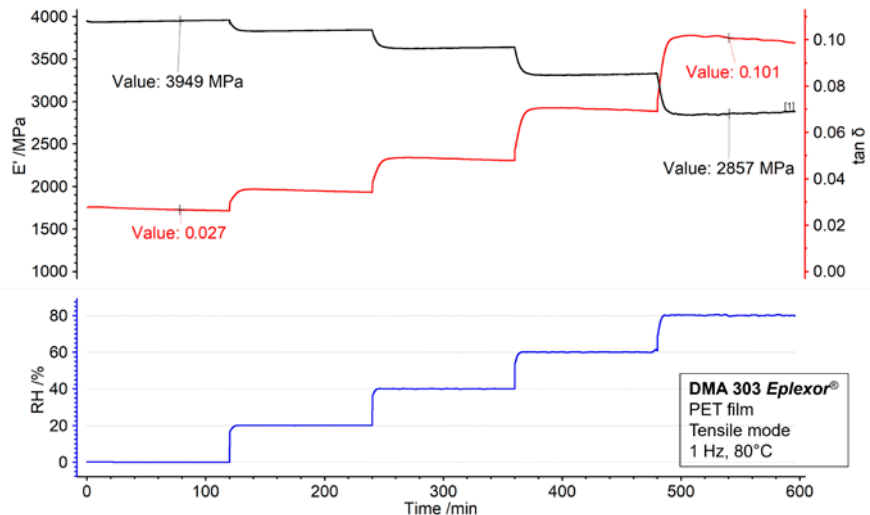


Abb.4. Entwicklung des Speichermoduls  $E'$  (schwarz) und Verlustfaktors  $\tan \delta$  (rot) einer PET-Folie in Abhängigkeit der relativen Luftfeuchte (blau) bei 80 °C

## Zusammenfassung

Die neue Erweiterung des DMA 303 *Eplexor*<sup>®</sup> ermöglicht die benutzerfreundliche Analyse der Feuchtesensitivität von Materialien und den Einfluss auf deren viskoelastische Eigenschaften. In Kombination mit dem Feuchtegenerator lassen sich relative Feuchtwerte von bis zu 90 % präzise und zuverlässig einstellen. Dank eines Adapters mit Schnellkupplung ist die Installation einfach und innerhalb kürzester Zeit durchgeführt. Die Steuerung und Anpassung der Feuchtwerte erfolgt nahtlos über die integrierte Messsoftware – für maximale Effizienz und maximalen Bedienkomfort.

## Referenzen

- [1] K. Myer: Handbook of Measurement in Science and Engineering, Volume 2. John Wiley & Sons, 2013.
- [2] S. A. Bell, S. J. Boyes: An Assessment of Experimental Data that Underpin Formulae for Water Vapour Enhancement Factor. National Physical Laboratory, UK, 2001.
- [3] Homepage der United Nations Statistics Division: <https://data.un.org/Data.aspx?d=CLINO&f=ElementCode%3a1>; abgerufen 07/2024
- [4] Homepage der NETZSCH-Gerätebau GmbH: <https://analyzing-testing.netzsch.com/de/blog/2020/how-water-influences-the-mechanical-properties-of-polymers>; abgerufen 07/2024
- [5] Homepage der Zeitschrift Kunststoffe: <https://www.kunststoffe.de/a/grundlagenartikel/polyethylenterephthalat-pet-285552>, abgerufen am 18.11.2024

# 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, Doris Forst,  
Dr. Ekkehard Füglein, Dr. Elisabeth  
Kapsch, Philipp Köppe, Aileen Sammler,  
Dr. Ligia Elena de Souza

**Layout**  
Doris Forst

**Übersetzungen**  
Doris Forst, Nicole Unnasch

**Copyright**  
NETZSCH-Gerätebau GmbH, 01/25