

**NETZSCH**

Proven Excellence.



# Thermische Charakterisierung von Polymeren

Thermoplaste, thermoplastische Elastomere, Elastomere und Duromere

Analyzing & Testing

# Die Welt der Polymere

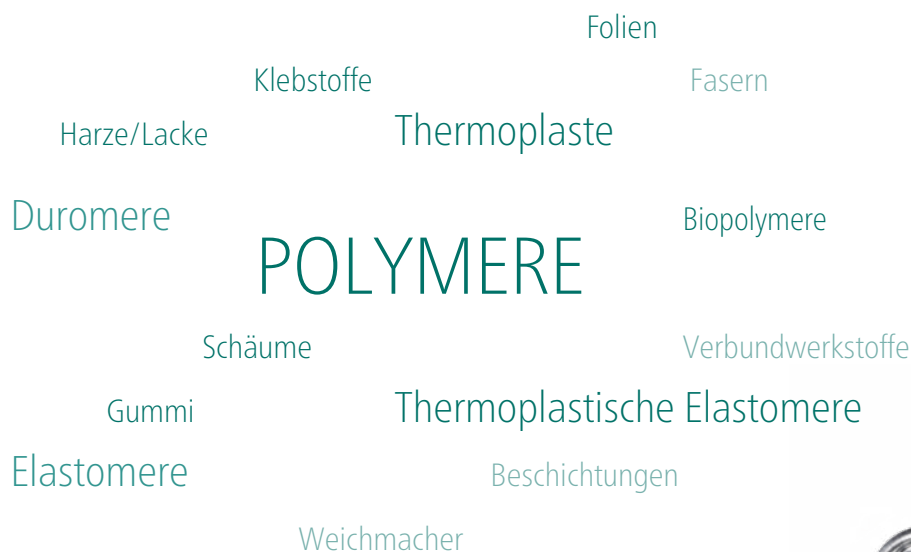
Polymermaterialien haben unsere Welt stark verändert – ohne sie wäre die Welt nicht so, wie wir sie heute kennen. Sie haben etwas Faszinierendes an sich und sind aus unserem Alltag nicht mehr wegzu-denken. Die Möglichkeit, sie zu recyceln, machen sie heute aus ökologischer und ökonomischer Sicht noch interessanter.

Die Forschungsarbeit von Henri Braconnot um 1830 dürfte wohl das erste Beispiel für die moderne Polymerwissenschaft sein. In Zusammenarbeit mit weiteren Wissenschaftlern entwickelte er Derivate des natürlichen Polymers Cellulose, was die Herstellung von neuen, halbsynthetischen Materi-alien wie Zelluloid und Celluloseacetat ermöglichte. Seitdem wurden acht Nobelpreise für Polymerwis-senschaften vergeben.

Noch vor 50 Jahren gab es nicht alle Materialien, die wir heute als selbstverständlich hinnehmen. Mit weiteren Fortschritten in der Polymerforschung und durch ständig neue Anforderungen gibt es keinen Grund zu der Annahme, dass diese Revolution in nächster Zeit enden wird.

**Die Bedeutung von Polymeren in unserem täglichen Leben ist nicht willkürlich entstanden, sondern resultiert aus den sich uns bietenden Vorteilen:**

- niedrige Dichte
- geringes Gewicht
- gutes thermisches und elektrisches Isolationsvermögen
- Korrosionsbeständigkeit
- chemische Reaktionsträgheit
- hohe Festigkeit und Formstabilität
- Abrasionsbeständigkeit
- Beständigkeit gegen Abnutzungseffekte
- gute Farbgebung
- Potential für dekorative Oberflächeneffekte
- niedrige Produktionskosten
- einfache Verarbeitbarkeit
- große Gestaltungsfreiheit



## Thermische Analyse

Polymere unterliegen während der Herstellung, Verarbeitung und Anwendung temperaturabhängigen Strukturänderungen, die den Einsatz der thermischen Analyse zur Charakterisierung in Forschung & Entwicklung sowie in der industriellen Qualitätskontrolle weiter vorantreiben. Mehr und mehr Anwendungen werden durch nationale und internationale Normen unterstützt (ISO, EN, ASTM, DIN etc.).

Thermische Analysetechniken geben Einblick in die thermischen Eigenschaften von Polymermaterialien und -produkten und

liefern Informationen über Produktionsbedingungen oder die Verarbeitungsgeschichte spezifischer Proben im Vergleich zu Referenzproben.

Die thermische Analyse ist prädestiniert für die Qualitätskontrolle und -sicherung. Wareneingangskontrolle und Materialauswahl lassen sich sicher und einfach durchführen. Auch in der Forschung & Entwicklung ist die thermische Analyse für die Untersuchung einer Vielzahl von Materialeigenschaften unverzichtbar.

Mit unserer breiten Produktpalette an thermoanalytischen Geräten zusammen mit unserem über Jahrzehnte erworbenen Applikationswissen zählt NETZSCH Analysieren & Prüfen zu den Marktführern und wird den hohen Anforderungen bei der Herstellung zuverlässiger und modernster Technologien gerecht.

Dieser Prospekt gibt einen Überblick über unsere verschiedenen Methoden und entsprechende Applikationsbeispiele – von Thermoplasten bis hin zu Verbundwerkstoffen.

### Die Vielseitigkeit thermoanalytischer Prüfmethoden eröffnet einen breiten Anwendungsbereich für Untersuchungen an Polymeren:

Spezifische Wärmekapazität	DSC
Thermische Umwandlungen	DSC, DIL, TMA, LFA
Schmelz-, Kristallisations- und Reaktionsenthalpien	DSC
Glasübergangstemperaturen	DSC, TMA, DMA, DEA, LFA
Kristallinitätsgrad	DSC
Thermische Stabilität	TG, STA
Oxidations-Induktions-Zeit/ Temperatur (OIT, OOT)	DSC
Viskoelastisches Verhalten	DMA, TMA
Elastizitätsmodul	DMA, TMA
Reaktionskinetik	DSC, TG, DIL, TMA, DEA
Analyse der Zusammensetzung	DSC, TG, EGA
Thermischer Längenausdehnungskoeffizient	DIL, TMA, DMA
Füllstoffgehalt	TG, STA
Wärme-/ Temperaturleitfähigkeit	LFA, HFM, GHFM
und vieles mehr	



# Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC)

Die Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DDK, engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) ist die am häufigsten eingesetzte Methoden der thermischen Analyse. Sie analysiert nahezu jeden energetischen Effekt, der in einem Feststoff oder einer Flüssigkeit während der Wärmebehandlung auftritt. Die DSC-Analyse nach ISO 11357 liefert folgende wertvolle Informationen für die Entwicklung und Qualitätskontrolle von Polymeren:

## Identifizierung und Charakterisierung von Polymeren

- Schmelz-/Kristallisations-temperaturen
- Schmelz-/Kristallisations-enthalpien
- Vernetzungstemperaturen/-enthalpien
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergangstemperaturen
- Spezifische Wärmekapazität

## Erweiterte Materialanalyse

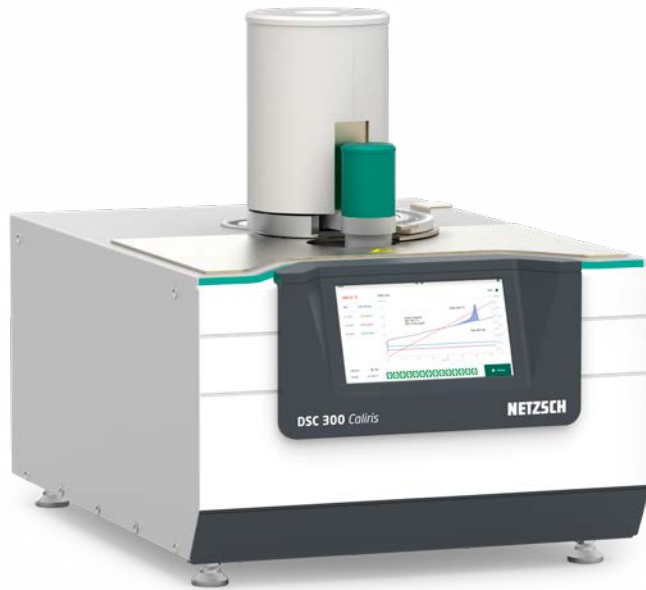
- Zersetzungseffekte
- Oxidationsstabilität (OIT, OOT)
- Reaktionsverhalten und -kinetik
- Vorhersagen
- Aushärtegrad
- Reinheitsbestimmung von Additiven
- Aushärtung mittels UV-Strahlung
- Stabilität unter Druck
- *Peak Separation*

## Produktionsprozess

- Wareneingangskontrolle
- Thermomechanische Vorgeschichte
- Schadensanalyse
- Analyse von Wettbewerbsprodukten
- Prozessoptimierung



DSC 300 Caliris® mit Touch-Display und ASC für bis zu 192 Proben



DSC 300 Caliris® Classic

### DSC-Systeme für Polymeranwendungen

Die DSC 300 Caliris® Classic ist ein robustes, wirtschaftliches Einstiegsgerät mit ausgezeichneter Leistung für Qualitätskontrolle und Lehre. Dieses System verfügt optional über einen automatischen Probenwechsler mit 20 Proben und einem Touch-Display.

Die DSC 300 Caliris® Select erlaubt das Wechseln des Sensormoduls mit einem baugleichen Modul, während bei der DSC 300 Caliris® Supreme das Modul frei mit allen verfügbaren Modulen ausgetauscht werden kann. Für DSC 300 Caliris® Select/ Supreme stehen ein großer automatischer

Probenwechsler und eine Kopplungsmöglichkeit zur Verfügung. Das P-Modul wurde speziell für die Untersuchung von Polymeren entwickelt.

Thermisch aktivierte Reaktionen können mit der konventionellen DSC untersucht werden, aber auch kationische Polyadditionen und radikalische Polymerisationen können durch UV-Bestrahlung mit ausreichend hoher Energie gestartet werden.

Hierfür bietet NETZSCH die DSC 300 Caliris®-Serie mit UV-Zubehör an.

### Hochdruck-DSC

Zahlreiche physikalische Vorgänge und chemische Reaktionen werden durch den Umgebungsgasdruck beeinflusst. In der Praxis ist es daher erforderlich, einen höheren Druck für die Durchführung von DSC-Messungen zu definieren. Mit der Hochdruck- DSC 204 HP Phoenix® können thermische Effekte in einer Probe im Druckbereich von Vakuum bis 15 MPa (150 bar) und bei Temperaturen von -150 °C bis 600 °C, je nach Gasart, analysiert werden.



DSC 204 HP Phoenix®

# Thermogravimetrische Analyse (TGA)

Die Thermogravimetrie (TG) oder thermogravimetrische Analyse (TGA) ist eine etablierte thermoanalytische Messmethode zur Ermittlung von Massenänderungen in Abhängigkeit von der Temperatur oder Zeit. Sie wird in der Forschung & Entwicklung verschiedener Materialien und Werkstoffe – fest oder flüssig – eingesetzt, um Informationen über deren thermische Stabilität und Zusammensetzung zu erhalten.

Insbesondere in der kunststoffverarbeitenden Industrie wächst der Stellenwert der TG in der Qualitätskontrolle und -sicherung von Rohmaterialien, in der Wareneingangskontrolle sowie in der Schadensanalyse von Fertigteilen weiter an.

Die TG liefert weitere charakteristische Informationen ergänzend zur DSC.

Verschiedene internationale Normen beschreiben die allgemeinen Prinzipien der Thermogravimetrie für Polymere (ISO 11358) oder beziehen sich auf bestimmte Applikationen, wie z. B. die Analyse der Zusammensetzung von Gummimischungen (ASTM D6370 und ISO9924).

Der vertikale Aufbau mit oberhalbiger Probenanordnung sorgt nicht nur für eine einfache Bedienung, sondern ermöglicht auch, dass Gase ihren natürlichen Weg nehmen und nach oben strömen. Emissionsgasanalysatoren wie Massenspektrometer, FT-IR (Fourier-Transform-Infrarot)-Spektrometer und/oder GC-MS (Gaschromatograph-Massenspektrometer) können direkt am Gasauslass am oberen Ende des Ofens gekoppelt werden.

Für Routinemessungen rund um die Uhr steht Ihnen der automatische Probenwechsler (ASC) zur Verfügung.



TG 309 Libra® Select/Supreme



TG 309 Libra® Classic

# Simultane Thermische Analyse (STA)



STA 509 Jupiter®

Simultane Thermische Analyse (STA) bezeichnet die gleichzeitige Anwendung von Thermogravimetrie (TG) und Dynamischer Differenz-Kalorimetrie (DDK, engl. DSC) auf ein und dieselbe Probe in ein und demselben Gerät. Die Vorteile liegen auf der Hand: Die Messbedingungen sind für beide Signale, TG und DSC, vollkommen identisch (gleiche Atmosphäre, Gasflussrate, Heizrate, Dampfdruck der Proben, thermischer Kontakt zu Probentiegel und Sensor, Strahlungseinflüsse usw.) Daraus resultiert, zusätzlich zum erhöhten Informationsgehalt, ein erhöhter Probendurchsatz.

Unsere DSC-, TG- und STA-Systeme arbeiten gemäß aller relevanten Geräte- und Applikationsnormen einschließlich ISO 11357, ISO 11358, ASTM E967, ASTM E968, ASTM E793, ASTM D3895, DIN 51004, DIN 51006, DIN 51007.

## Informationen aus TG-Kurven

- Massenänderungen
- Temperaturstabilität
- Einschätzung der Produktlebensdauer
- Oxidations-/Reduktionsverhalten
- Füllstoffgehalt
- Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Substanzen
- Zersetzung
- Analyse der Zersetzung von Materialien, die aus mehreren Komponenten bestehen
- Daten für kinetische Auswertung mittels Kinetics Neo

## Informationen aus DSC-Kurven

- Spezifische Wärmekapazität
- Schmelz-/Kristallisationsverhalten
- Fest-Fest-Umwandlungen
- Polymorphe Umwandlungen
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergangstemperaturen
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Reinheitsbestimmung von Additiven
- Daten für kinetische Auswertung mittels Kinetics Neo



# Thermische Analyse gekoppelt mit Emissionsgasanalyse (EGA)

Spitzenergebnisse in der Polymerforschung und -charakterisierung werden durch die intelligente Kopplung von thermoanalytischen Methoden wie TG, DSC, STA, TMA und DIL an Massenspektrometer (MS), Gaschromatographen/Massenspektrometer (GC-MS) oder Fourier-Transform-Infrarot (FT-IR)-Spektrometer erzielt. Moderne Kopplungstechniken umfassen zusätzlich die simultane Kopplung von MS und FT-IR oder GC-MS und FT-IR an ein Thermoanalysegerät. Der einzigartige Adapter erlaubt dabei selbst die gleichzeitige Verwendung des automatischen Probenwechslers (ASC).



TG-FT-IR-Kopplung über eine externe FT-IR-Gaszelle

## Kopplungsmöglichkeiten

- TG-, DSC- oder STA-MS über Kapillarkopplung
- STA-MS über SKIMMER-Kopplung
- TG- oder STA-GC-MS
- TG-, DSC-, oder STA-FT-IR
- TMA-MS
- DIL-MS

Die freigesetzten Gase werden direkt in den Gasanalysator mittels beheizter Kapillare oder Transferleitung überführt. Neben der Untersuchung der Zersetzung werden diese Systeme auch zur Analyse von Verdampfung und von Feststoff-Gas-Reaktionen herangezogen.

## Informationen, erhalten durch Kopplung von Emissionsgasanalyse mit thermischer Analyse

### Zusammensetzung

- Polymere
- Weichmacher
- Lösemittel
- Additive
- Treibmittel

### Zersetzung

- Entwässerung
- Stabilität
- Restlösemittel
- Pyrolyse

### Verdampfung

- Dampfdruck
- Sublimation

### Feststoff-Gas-Reaktionen

- Verbrennung
- Oxidation
- Adsorption/Desorption



Massenspektrometer

Gaschromatograph

STA 509 Jupiter®



# Thermomechanische Analyse (TMA)/ Dilatometrie (DIL)

Thermomechanische Analyse (TMA) und Dilatometrie (DIL) sind zwei der wichtigsten Charakterisierungsmethoden in der thermischen Analyse. Dilatometrie (DIL) ermittelt die Längenänderung von Proben unter vernachlässigbarer Kraft (DIN 51045). Die eng verwandte TMA-Methode bestimmt außerdem die Dimensionsänderungen von Feststoffen, Flüssigkeiten oder pastösen Materialien als Funktion von Temperatur und/oder Zeit unter definierter Kraft (ISO 11359, DIN 51 005, ASTM E831, ASTM D696, ASTM D3386).

Mit der TMA 402 **F3 Hyperion**® *Polymer Edition* können Messungen im Expansions-, Penetrations-, Zug- und Biegemodus durchgeführt werden. Untersucht werden können Kunststoffe und Elastomere, Lacke und Farbstoffe, Verbundwerkstoffe, Klebstoffe, Folien und Fasern. Das NETZSCH-Dilatometer (DIL 402 *Expedis*) und die TMA 402 **F3 Hyperion**® *Polymer Edition* basieren auf den Geräte- und Applikationsnormen für Polymere und Verbundwerkstoffe.

## Informationen aus TMA/DIL-Kurven

- Thermische Ausdehnung
- Thermischer Längenausdehnungskoeffizient
- Volumenausdehnung
- Dichteänderung
- Delaminierung
- Glasübergangstemperaturen
- Erweichungspunkte
- Penetrationsverhalten
- Phasenübergänge
- Kriech-/Relaxationsverhalten
- Spannungs-/Dehnungskurve
- Anisotropes Verhalten
- Elastizitätsmodul
- Daten für kinetische Auswertung mittels Kinetics Neo



TMA 402 **F3 Hyperion**®



TMA 402 *Hyperion*®-  
Probenhalter



DIL 402 *Expedis*® *Supreme*

# Dynamisch-mechanische Analyse (DMA)

Die DMA erlaubt die quantitative Bestimmung der mechanischen Eigenschaften einer Probe unter oszillierender Kraft und in Abhängigkeit von Temperatur, Zeit, Frequenz und Deformation (DIN 53513, DIN EN ISO 6721, DIN 53440, DIN-IEC 1006, ASTM D4065, ASTM D4092, ASTM D4473, ASTM D5023, ASTM D5024, ASTM D5026, ASTM D5418). Die Ergebnisse stellen die linearen viskoelastischen Eigenschaften dar – typischerweise als grafische Darstellung von  $E'$  (Speichermodul),  $E''$  (Verlustmodul) und  $\tan \delta$  (Verlustfaktor).

## DMA-Tests unterstützen Forschung und Qualitätskontrolle von Polymeren

### R&D

Die DMA ist eine äußerst empfindliche Methode, um Daten zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften von Polymeren und Verbundwerkstoffen, vor allem im Rahmen der Produktentwicklung, wie z. B. in der Automobilbranche zu generieren.

### Qualitätskontrolle

$\alpha$ - und  $\beta$ -Übergänge werden herangezogen, um die Produktion mit eigenen Standards und Wettbewerbsprodukten zu vergleichen. Unsere DMA-Experten unterstützen Sie bei Ihren spezifischen Anwendungen und Interessengebieten.

## Informationen aus DMA-Kurven

- Daten hinsichtlich Steifigkeits- und Dämpfungsverhalten (Modulwerte und Dämpfungsfaktor unter den unterschiedlichsten Bedingungen)
- Daten über die Zusammensetzung und Struktur von Polymerblends (Mischbarkeit)
- Glasübergang hoch vernetzter, amorpher oder teilkristalliner Polymere und Verbundwerkstoffe
- Aushärtung/Nachhärtung
- Alterung
- Kriechen und Relaxation
- Stress- und Strain-Sweeps
- Multifrequenztests
- Vorhersage zum Materialverhalten mittels Zeit-Temperatur-Superposition (TTS)-Experimenten
- Immersionstests
- Haltbarkeitstests
- Ermüdungstests
- Hysterese



Hochlast-DMA GABO Eplexor® 500



DMA 523 Eplexor®



DMA 303 Eplexor®

# Dielektrische Analyse (DEA)

Während des Aushärteprozesses reaktiver Harzsysteme können viele Fragen auftreten:

- Bei welcher Temperatur bzw. nach welcher Zeit beginnt das Harz auszuhärten?
- Wie hoch ist die Reaktivität?
- Wann ist die Aushärtung beendet?
- Ist das Aushärteprofil an jeder Position im Werkzeug identisch?
- Wie kann der Aushärtezyklus zur Energie- und Kosteneinsparung optimiert werden?
- Besteht Potential zur Nachhärtung?

Für die Untersuchung des Aushärteverhaltens reaktiver Duroplaste, Verbundwerkstoffe, Klebstoffe, Lack und Beschichtungen hat sich die dielektrische Analyse (DEA) nach ASTM E2038 oder E2039 bewährt.

## Messprinzip

Die DEA erlaubt die Messung von Änderungen der dielektrischen Eigenschaften während der Aushärtung. Das flüssige bzw. pastöse Harz wird dabei in direkten Kontakt mit zwei Elektroden gebracht, die den dielektrischen Sensor umgeben. Es wird eine sinusförmige Spannung (Anregung) angelegt und der resultierende Stromfluss (Antwort) sowie die Phasenverschiebung zwischen Spannung und Stromfluss gemessen.

Aus diesen Werten werden die Ionenmobilität (Ionenleitfähigkeit) und die Ausrichtung der Dipole bestimmt. Neben diesen Effekten werden wiederum die dielektrischen Eigenschaften Permittivität  $\epsilon'$  und Verlustfaktor  $\epsilon''$  berechnet. Für die Aushärtung ist die Ionenviskosität, der reziproke Wert der Ionenleitfähigkeit (proportional zum Verlustfaktor), der ausschlaggebende Wert.

Der Einsatz der DEA-Technik beschränkt sich nicht nur auf die Laborumgebung; sie kann auch in-situ bei Aushärtungen im Werkzeug unter realen Bedingungen angewandt werden. Für die Produktionsüberwachung und Prozesssteuerung kann ein bestimmter Ionenviskositätswert programmiert werden, um das Entformen auszulösen, wenn das zu produzierende Teil ausgehärtet ist. Dadurch wird die Zykluszeit verringert und der Probendurchsatz erhöht.

## Tragbare Version

Mit bis zu sieben Kanälen ist diese DEA äußerst flexibel, da sie zwischen den verschiedenen Messstandorten transportiert werden kann.

## Rack-Version zur Integration in einen industriellen Prozess

Die 19"-Rack-Version ist für den Einbau in einen Schaltschrank ausgelegt. Sie unterstützt 8 simultane Messkanäle, die auf bis zu 16 Module erweitert werden können.

## Informationen aus DEA-Messkurven

- Ionenviskosität
- Reaktivität
- Aufzeichnung der Aushärtung
- Aushärtegrad
- Glasübergangstemperatur
- Prozesskontrolle und -optimierung
- Diffusionseigenschaften
- Alterungs- und Zersetzungseffekte



DEA 288 Ionic

# Messung der Wärme- und Temperaturleitfähigkeit

Wärme- und Temperaturleitfähigkeit sind die wichtigsten thermophysikalischen Materialparameter zur Beschreibung der Wärmetransporteigenschaften eines Materials oder Bauteils.

Für die Beantwortung solcher Fragen hat sich die Laser-Flash-Technik (LFA) als eine absolute, schnelle und zuverlässige Methode etabliert; es lassen sich thermophysikalische Eigenschaften, einschließlich der spezifischen Wärmekapazität, bestimmen. Daten können anschließend wie folgt verwendet werden:

- Vorhersage des Wärmetransports und des Temperaturprofils zur Beschreibung des Verarbeitungsverhaltens
- Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit als Eingangsdaten für die numerische Simulation

Für Polymeranwendungen im Temperaturbereich von  $-100\text{ °C}$  bis  $500\text{ °C}$  steht die kompakte LFA 467 *HyperFlash* zur Verfügung. Der integrierte automatische Probenwechsler kann bis zu 16 Proben in einer Messreihe testen. Es lassen sich sowohl dünne und hochleitende Materialien als auch 2- und 3-Schichtstrukturen untersuchen und somit der Einfluss von Beschichtungen auf die Wärmeübertragung unter realen Bedingungen analysieren.

Die LFA 467 *HyperFlash* erfüllt alle relevanten nationalen und internationalen Normen (z. B. ASTM E1461, DIN EN 821).



LFA 467 HyperFlash



LFA-Probenhalter für Flüssigkeiten, Pulver, Fasern und zur Untersuchung des anisotropen Verhaltens

# Isolationsprüfung mittels Wärmeflussmesser (HFM)

Die HFM- und GHP-Apparaturen von NETZSCH basieren auf allen relevanten Applikations- und Industrienormen:

- ASTM C177, ASTM C335-05Ae1, ASTM C1363-05, ASTM D5470-06, ASTM E1530-06, ASTM F433-02(2009), ASTM C1363-05
- DIN EN 12667/12939, DIN EN 13163
- ISO 8301, ISO 8302, ISO 8894-1 (EN 993-14), ISO 8894-2 (EN 993-15)
- JIS A 1412



HFM 446 *Lambda Small*

HFM 446 *Lambda Medium*

## Wärmeflussmesser

Wärmeflussmesser sind präzise, schnell und einfach zu bedienende Geräte zur Messung der Wärmeleitfähigkeit von Dämmstoffen (z. B. Polystyrol- oder Polyurethanschäume). Mit dem HFM 446 *Lambda* kann der Bediener eine präzise Last auf die Probe aufbringen, wodurch sich die Dicke und damit die Dichte komprimierbarer Materialien kontrollieren lässt.

Die Serie HFM 446 besteht aus drei Geräteversionen, die den Plattentemperaturbereich von -20 °C bis 90 °C und Probengrößen von 203 mm, 305 mm und 611 mm (Länge und Breite) abdecken.

*Schließt die Lücke zwischen klassischen Wärmestrommessgeräten und Laser Flash-Analysatoren*

## Das TCT 716 *Lambda* Guarded Heat Flow Meter

Das TCT 716 *Lambda* ermöglicht die Untersuchung von homogenen und inhomogenen Materialien im niedrigen bis mittleren Wärmeleitfähigkeitsbereich. Mit kleineren Proben im Vergleich zu herkömmlichen HFMs und größeren Proben im Vergleich zu LFAs ermöglichen das TCT 716 *Lambda* die präzise Bestimmung des Wärmewiderstands und der Wärmeleitfähigkeit.



TCT 716 *Lambda*

# Weiterführendes Softwaremodul

## Kinetics Neo

*analysiert alle Prozesse, deren  
Geschwindigkeit temperaturabhängig ist*

Die NETZSCH-Kinetics Neo-Software wird zur kinetischen Analyse temperaturabhängiger chemischer Prozesse mit dem Ziel eingesetzt, ein kinetisches Modell oder Methode zu erstellen, das die experimentellen Daten unter unterschiedlichen Temperaturbedingungen korrekt beschreibt. Die Anwendung der Methode/des Modells erlaubt Vorhersagen über das Verhalten eines chemischen Systems unter anwenderdefinierten Temperaturbedingungen. Alternativ können solche Modelle für die Prozessoptimierung eingesetzt werden.

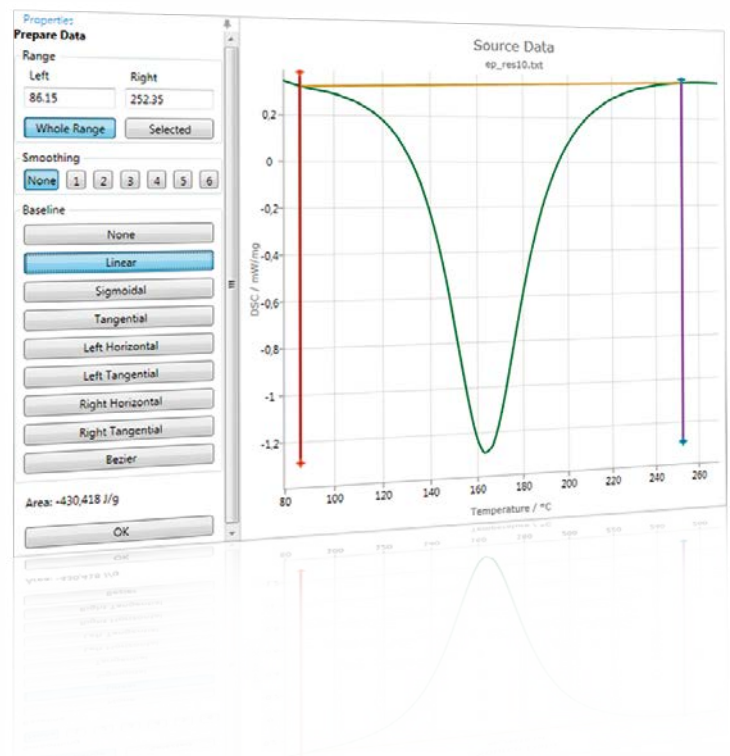
Die Software kann verschiedene Arten von thermischen Kurven analysieren, die die Veränderungen einer bestimmten Materialeigenschaft während eines Prozesses darstellen. Potentielle Datenquellen schließen Untersuchungen mittels Thermogravimetrie, Dilatometrie, dynamischer Differenz-Kalorimetrie, Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie sowie die Temperaturanalyse während adiabatischer Messungen ein.

Die einzigartige modellbasierte kinetische Analyse kann **die Anzahl der Reaktionsstufen** und für jede Stufe folgende Werte bestimmen:

- Enthalpie (exo-/endotherme DSC-Effekte) oder Massenverlust (TG)
- Reaktionsart
- Aktivierungsenergie
- Präexponential-Faktor
- Reaktionsordnung
- Folge der Autokatalyse
- weitere kinetische Parameter

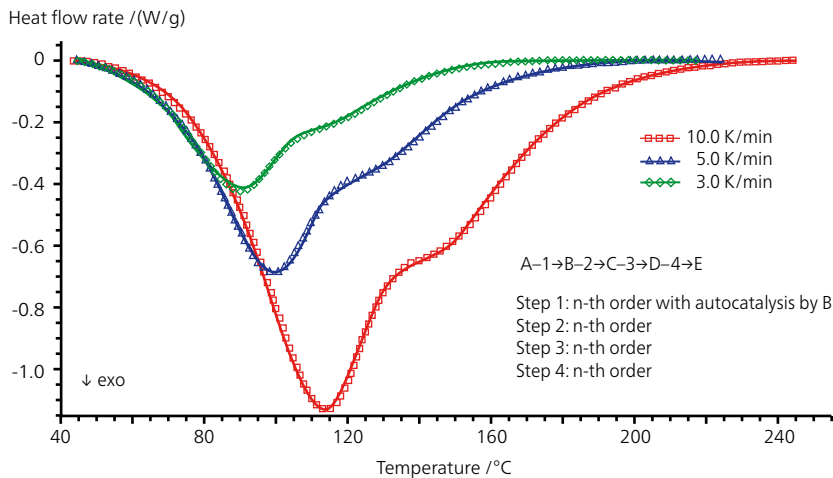
### Sämtliche Vorteile

Hauptvorteil von Kinetics Neo ist die Möglichkeit, sowohl heterogene Reaktionen als auch Phasengrenzflächenreaktionen zu analysieren – selbst Reaktionen mit Diffusion und Nukleierung. Ebenso können Reaktionen mit partieller Diffusionskontrolle untersucht werden; zum Beispiel Prozesse, die den Zustand einer Substanz von glasartig zu nicht-glasartig ändern.



## Kinetische Analyse

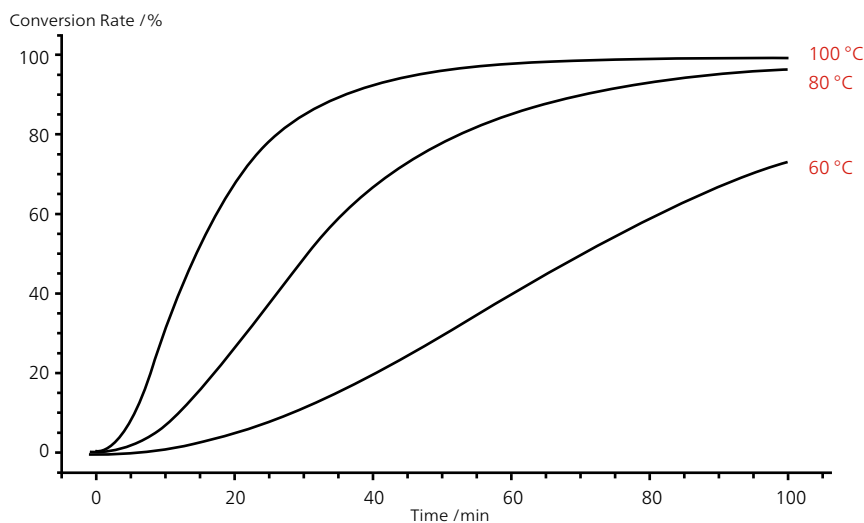
Die kinetische Analyse ermöglicht es, eine Reihe an kinetischen Parametern zu finden – z. B. die Anzahl der Reaktionsstufen, den Beitrag der einzelnen Stufe zum gesamten Effekt, den Reaktionstyp, die Aktivierungsenergie oder die Reaktionsordnung für jede Stufe. Diese Informationen werden dann herangezogen, um Probleme bei der Vorhersage für neue Temperatur-/Zeitprogramme zu lösen oder das Verhalten für ein gegebenes System zu optimieren.



Aushärtung eines Epoxidharzes mit unterschiedlichen Heizraten

## Aushärteverhalten eines Epoxidharzes

In diesem Beispiel wurde ein ungehärtetes Epoxidharz mit Raten von 3, 5 und 10 K/min mittels DSC aufgeheizt und anschließend die exotherme Aushärtung mittels Kinetics Neo simuliert. Die nahezu perfekte Anpassung erzielt die Annahme einer formalen 4-stufigen Reaktion n-ter Ordnung, wobei der Beginn der eigentlichen Aushärtung sich durch eine Reaktion erster Ordnung mit Autokatalyse beschreiben lässt.



Vorhersage des Aushärteverhaltens bei unterschiedlichen isothermen Temperaturen

Diese Darstellung der kinetischen Analyse sagt das Aushärteverhalten auf Basis der oben stehenden Simulationen vorher. Die Umsatzrate ist für verschiedene isotherme Temperaturen über die Zeit aufgetragen. So war zum Beispiel das hier untersuchte Material bei 100 °C nach 65 min (Aushärtegrad von 100 %) vollständig ausgehärtet.

# APPLIKATIONEN

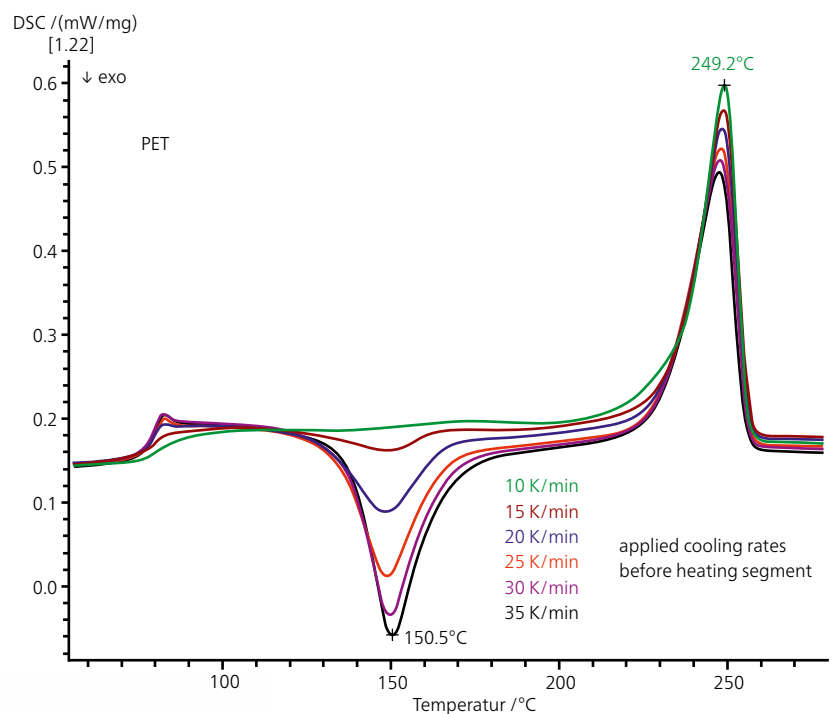
## Thermoplaste

### *Dynamische Differenz-Kalorimetrie*

#### Kristallisationsverhalten von teilkristallinem PET

Polyethylenterephthalat (PET) ist ein teilkristalliner Thermoplast mit relativ langsamer Kristallisationsrate. Hohe Abkühlraten resultieren in einem hohen amorphen Gehalt, hohen Glasübergangstufen ( $T_g$ ) und einer Nachkristallisation während der Aufheizung.

Geringe Abkühlraten führen verstärkt zur Bildung kristalliner Anteile während der Abkühlung, was kleinere Glasübergangstufen und keine Nachkristallisation zur Folge hat. Das Material weist dann eine erhöhte Kristallinität auf und verliert somit seine Transparenz.



PET: Glasübergang, Kaltkristalliation und Schmelzen, gemessen mit einer Heizrate von 10 K/min nach unterschiedlichen Abkühlraten – Änderungen im Kristallinitätsgrad mittels DSC

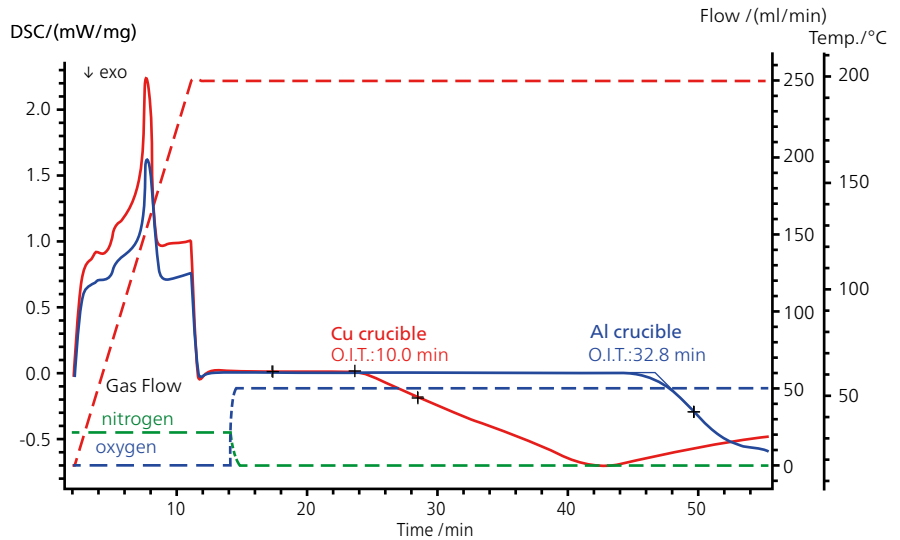




## Oxidations-Induktionszeit (OIT)

Zu den Faktoren, die die OIT beeinflussen, gehören Prüf-temperatur, Probenpräparation, Probengeometrie, Probenmasse, Partikelgröße, Tiegelmaterial usw. Die OIT kann in offenen Standard-Aluminium- oder offenen Kupfertiegeln gemäß ASTM D3895 bestimmt werden.

Der Plot zeigt OIT-Messungen an High-Density Polyethylen (HDPE), die mit einem Kupfer- bzw. einem Al-Tiegel (rote bzw. blaue Kurven) durchgeführt wurden. Klar erkennbar ist, dass die Oxidation von HDPE unter isothermen Bedingungen bei 250 °C unter Sauerstoffatmosphäre im Kupfertiegel etwa 23 Minuten früher als im Al-Tiegel einsetzt. Kupfer wirkt hier als Katalysator für die Oxidation.



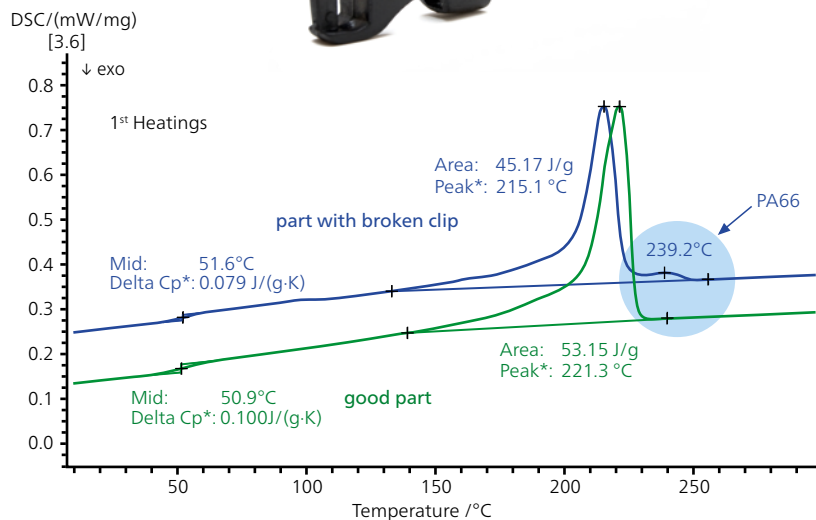
Einfluss des Tiegelmaterials auf die Oxidations-Induktionszeit (OIT) eines Thermoplasten mittels DSC; Probeneinwaage: 12,21 mg und 12,11 mg

## Schadensanalyse an einem PA6-Clip



Ein Versagen kann viele verschiedene Ursachen wie falsche Materialauswahl, Herstellungsfehler im Kunststoffrohmaterial, Produktionsfehler des Formteils oder Degradation des Kunststoffes durch Kontakt mit aggressiven Chemikalien, Verunreinigungen, UV-Strahlung usw. haben. Die DSC ist eine geeignete Methode, um Gutteile mit schlechten Ausfallteilen zu vergleichen.

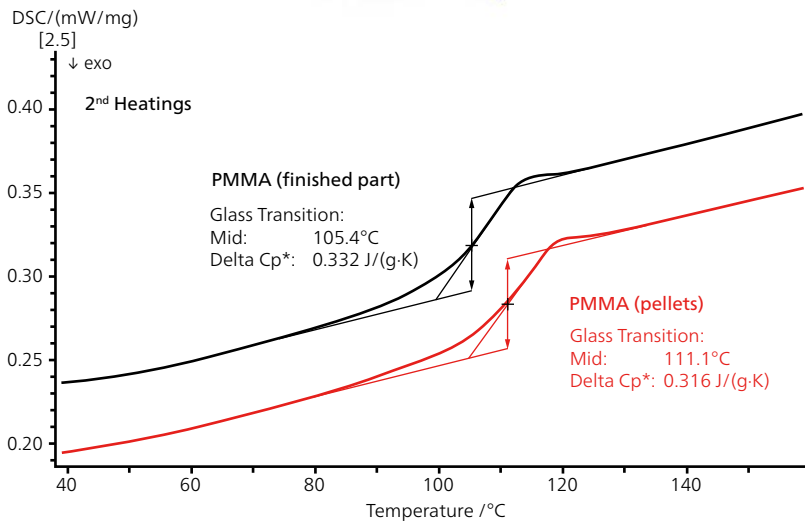
Die ersten Aufheizungen zweier PA6-Clips zeigen bereits, dass der schlechte Clip (blaue Kurve) einen zusätzlichen Schmelzpeak bei 239 °C aufweist, der auf PA66 schließen lässt. PA66 wird oft mit PA6 geblendet. Die Anwesenheit einer zweiten Komponente wurde in einer zweiten Aufheizung bestätigt.



DSC-Vergleich der ersten Aufheizungen zweier glasfaserverstärkter PA6-Clips; Probeneinwaagen: 12,98 mg und 13,13 mg; Heizrate: 10 K/min



## Einfluss der thermomechanischen Vorgeschichte auf amorphes PMMA



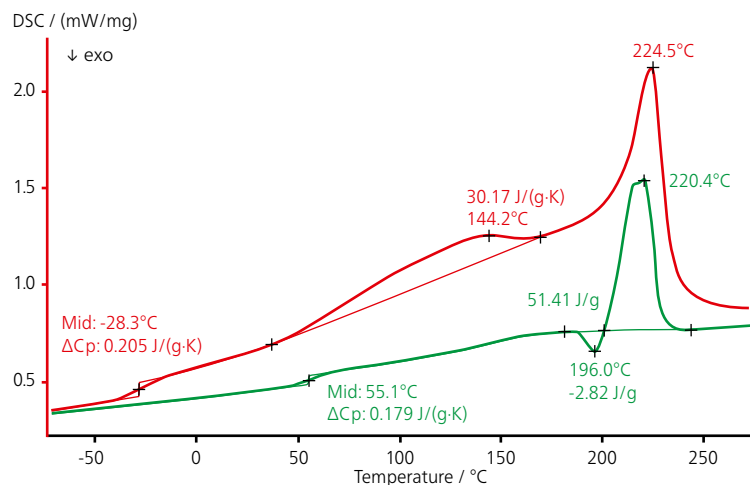
DSC-Messung: Verschiebung der Glasübergangstemperatur zu niedrigeren Werten mit zunehmenden Produktionsschritten; Probeneinwaagen: 11,54 mg und 12,5 mg; Heizrate: 10 K/min

Die thermischen und mechanischen Eigenschaften von Polymeren können in Abhängigkeit der thermomechanischen Vorgeschichte des Materials sehr unterschiedlich ausfallen. Der DSC-Plot zeigt die zweiten Aufheizungen von Polymethyl-Methacrylat (PMMA)-Pellets und einem fertigen PMMA-Bauteil. Es ist deutlich zu erkennen, dass die für die Pellets beobachtete Glasumwandlungstemperatur (Midpoint 111 °C, rote Kurve) im fertigen Bauteil zu niedrigeren Temperaturen verschoben (Midpoint 105 °C, schwarze Kurve) ist. Jede zusätzliche thermische Belastung des Polymers bei der thermoplastischen Verarbeitung kann zum Abbau der Molekularmasse führen, was eine Verringerung der Glasumwandlungstemperatur zur Folge hat.

## Einfluss von Luftfeuchtigkeit

Polyamide absorbieren Luftfeuchtigkeit, was sich auf deren mechanische Eigenschaften auswirkt. Die endotherme Stufe bei -28 °C in der ersten Aufheizung zeigt den Glasübergang ( $T_g$ ) des feuchten PA6 an. Der endotherme Effekt zwischen 20 °C und 180 °C resultiert aus dem Verdampfen des in der Probe enthaltenen Wassers. In der 2. Aufheizung ist die Probe trocken und der  $T_g$  verschiebt sich auf 55 °C.

Wasser wirkt als Weichmacher und erniedrigt den  $T_g$ . Die Peaks bei 225 °C (1. Aufheizung) und 220 °C (2. Aufheizung) repräsentieren das Schmelzen. Die 2. Aufheizung zeigt zudem keine vorgelagerte Kaltkristallisation bei 196 °C.



1. und 2. Aufheizung von feuchtem PA6 mittels DSC; Probeneinwaage: 9,4 mg; Heizrate: 20 K/min

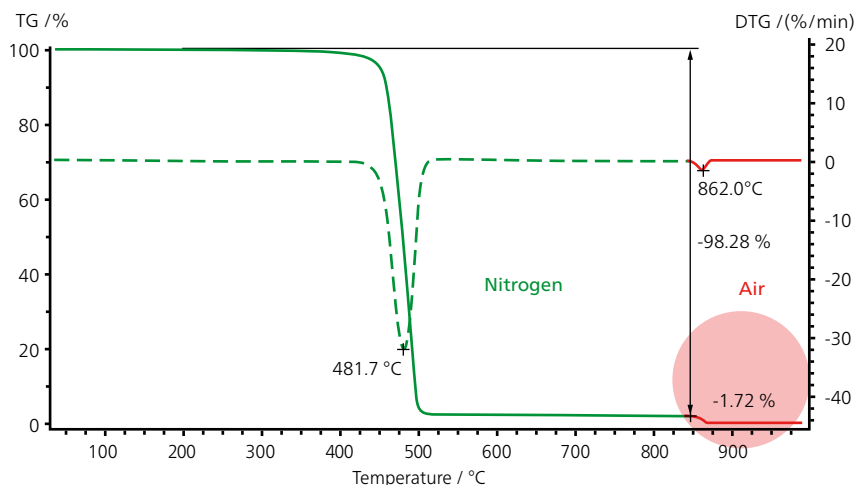
# Thermogravimetrische Analyse



## Detektion von zugesetztem Ruß

Werden in Polyethylenmaterial keine antistatischen Additive verwendet, kann sich dieses stark aufladen. PE-Makromoleküle werden auch durch UV-Licht abgebaut und verbrennen leicht, wenn kein Flamm- schutzmittel eingesetzt wird. Ruß ist einer der besten und kostengünstigsten Stabilisatoren.

Der Anteil des zugesetzten Rußes in PE lässt sich mit einem vakuum- dichten TG-System einfach ermitteln. Nach der vollständigen Zersetzung von PE in hochreiner Stickstoffatmo- sphäre lässt sich die Verbrennung selbst kleinster Rußanteile in oxidie- render Luftatmosphäre beobachten.

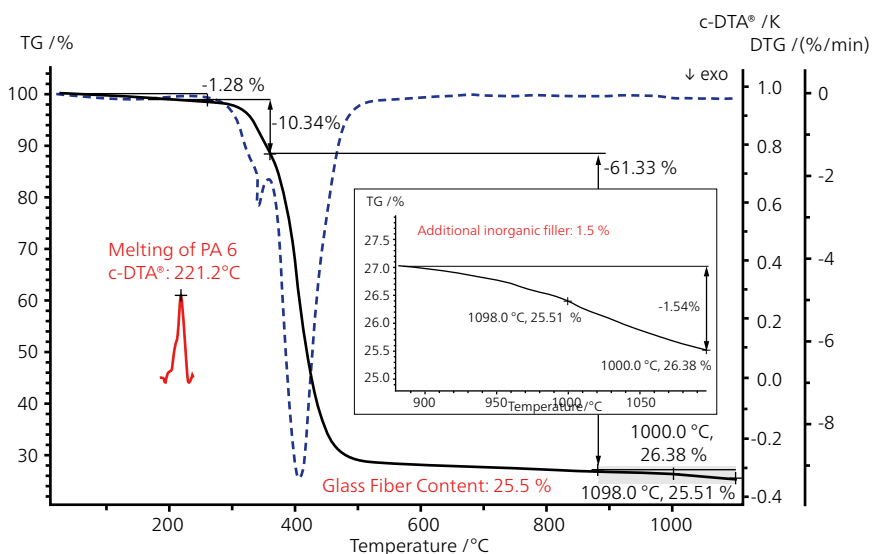


TG-Messung an Polyethylen mit zugesetztem Ruß; Probeneinwaage: 17,39 mg; Tiegel: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; Heizrate: 10 K/min

## Bestimmung verschiedener Füllstoffe

Während Füllstoffe in der Vergangen- heit meist zur Kostenreduzierung von Endprodukten verwendet wurden, werden sie heute hauptsächlich zur Verbesserung der technischen Merk- male von Polymerprodukten einge- setzt.

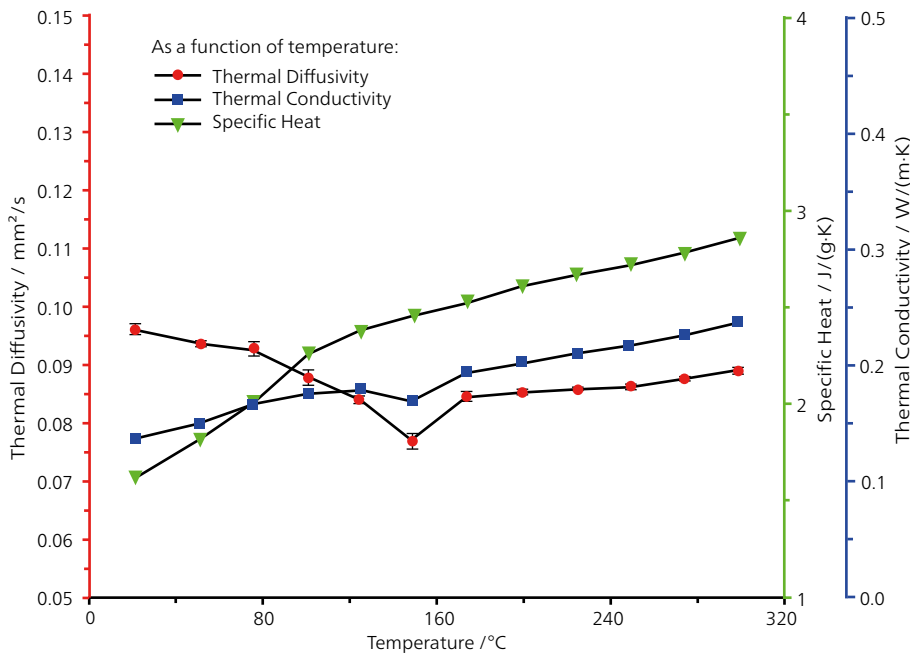
In diesem Beispiel erfolgte die Bestim- mung von anorganischen Füllstoffen (hier Glasfaser) an einer zu 25,5 % mit glasfasergefüllten PA6-Probe mittels TG. Die Zersetzung eines zusätzli- chen anorganischen Füllstoffs findet zwischen 900 °C und 1100 °C (siehe Inset) statt. Die c-DTA®-Funktion der TG 309 Libra® weist vor Beginn der Polymerzersetzung auf einen endo- thermen Peak bei 221 °C hin, der dem Schmelzpeak von PA6 entspricht.



Bestimmung der Schmelztemperatur (Identifizierung) und des Füllstoffgehalts mittels TG mit c-DTA®; Probeneinwaage: 12,45 mg; Tiegel: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>; Heizrate: 10 K/min

# Laser-Flash-Analyse

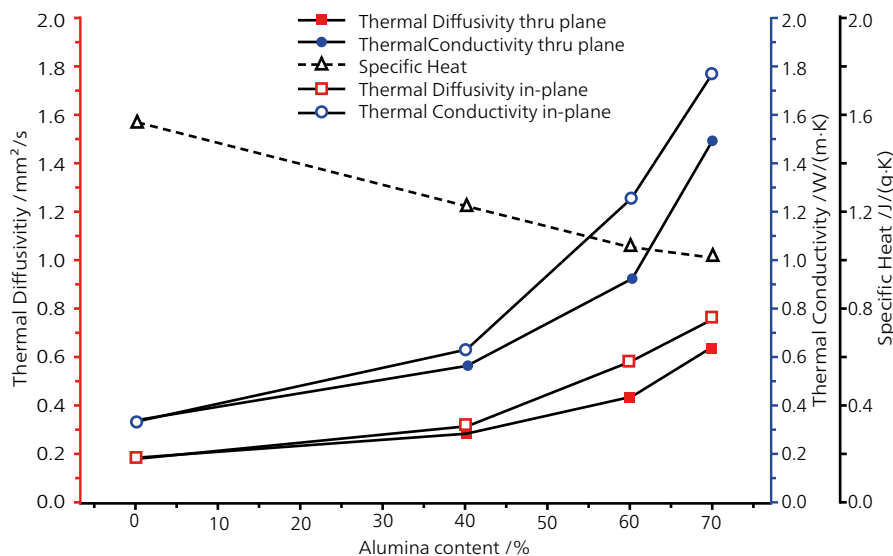
## Bestimmung des thermophysikalischen Verhaltens – sogar bis in die Schmelze



Die Abbildung zeigt, dass bis zum Schmelzbeginn bei 150 °C (extrapolierter Onset des Schmelzpeaks, ermittelt aus einem DSC-Test) die Temperaturleitfähigkeit einer PP-Probe von 0,098 auf 0,075 mm<sup>2</sup>/s deutlich abnimmt. Nach dem Schmelzen erreicht sie einen konstanten Wert von 0,085 mm<sup>2</sup>/s bei 250 °C. Erwartungsgemäß nimmt die spezifische Wärmekapazität während der Aufheizung, von 1,5 J/(g·K) bei RT auf 2,2 J/(g·K) bei 90 °C und nach dem Erweichen und Schmelzen von 2,3 J/(g·K) auf 2,8 J/(g·K) bei 250 °C zu. Unterhalb und oberhalb des Schmelzens zeigt die resultierende Wärmeleitfähigkeit einen Anstieg von 0,14 W/(m·K) auf 0,2 W/(m·K) (250 °C).

LFA-Messung an PP zwischen 20 °C und 300 °C; Probendicke: 1,05 mm, Ø 11,0 mm

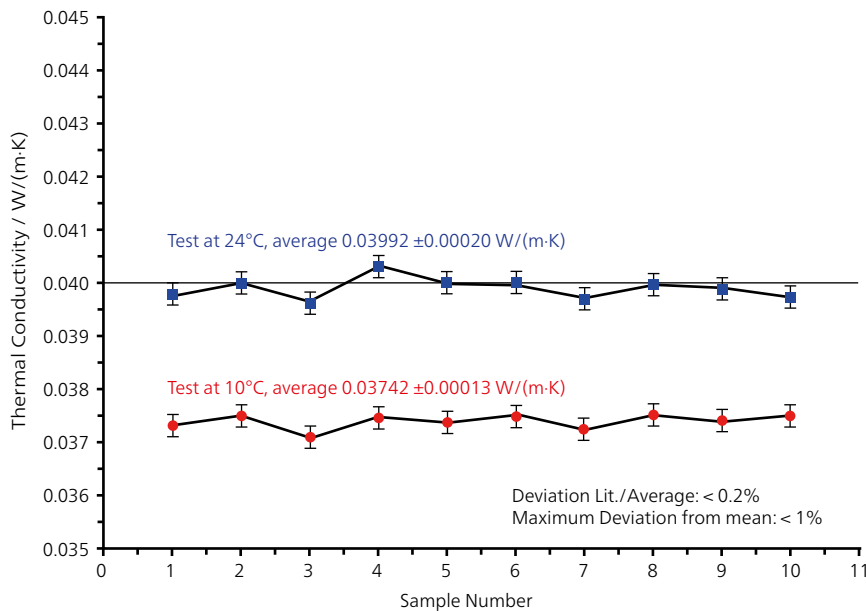
## Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-gefülltem PA46 mittels LFA



Thermophysikalische Eigenschaften von gefülltem PA46, abhängig vom Aluminiumoxidgehalt bei Raumtemperatur

Der Einsatz von z. B. Glasfasern und Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub> in hochkristallinen PA-Typen verbessert die mechanischen Eigenschaften (Modul, Festigkeit). Diese Füllstoffe beeinflussen auch die thermophysikalischen Eigenschaften (TPP, Temperatur-/Wärmeleitfähigkeit, spezifische Wärmekapazität), die mittels LFA getestet werden können. Untersuchungen sind in „through-plane“- und „in-plane“-Richtung möglich. Für „in-plane“-Tests steht ein spezieller Probenhalter für Lamine zur Verfügung. Im Fall von Nylon hat nur PA46 eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit. Mit steigendem Füllstoffgehalt (hier Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>) nimmt die spezifische Wärmekapazität ab, während Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit zunehmen.

# Wärmeleitfähigkeit mittels Wärmeflussmesser



Qualitätskontrolle an 10 EPS-Proben aus der gleichen Charge zwischen 10 °C und 24 °C; Dicke: 50 mm, HFM  $\lambda$ -Messungen; Kalibrierstandard: NIST 1450c

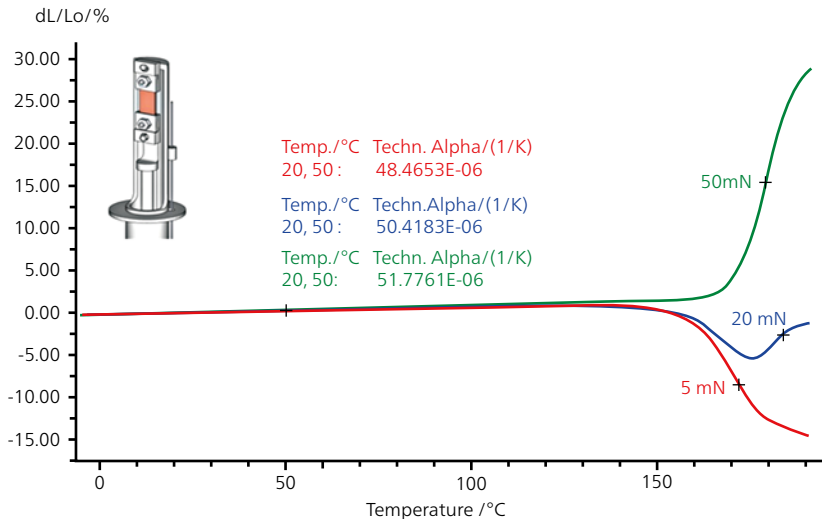
## Wärmeleitfähigkeit von expandiertem Polystyrolschaum (EPS)

Die hier gezeigten Untersuchungen entsprechen dem typischen Vorgehen im Rahmen einer Qualitätskontrolle, durchgeführt an zehn EPS-Proben aus der gleichen Charge, zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit gemäß DIN EN12667.

Es zeigt sich, dass keine signifikanten Abweichungen in der Wärmeleitfähigkeit von Probe zu Probe auftreten. Die gemessenen Werte liegen bei ca. 0,04 W/(m·K), was exakt dem für Dämmstoffe angegebenen Datenblatt entspricht.

Die hohe Prüfgeschwindigkeit des HFM erlaubt die Untersuchung eines hohen Probendurchsatzes. Das ist wichtig für die Analyse von Isolierschäumen gemäß DIN EN13163. Bei diesem Vorgehen beeinflusst die Anzahl der Proben den  $\lambda_{90/90}$ -Wert, der aus den Testergebnissen bestimmt wird.

# Thermomechanische und dynamisch-mechanische Analyse



Orientierungseffekte einer PC-Schrumpffolie, gemessen mit der TMA 402 **F1** Hyperion®; Probendicke: 40 µm; Länge ≈ 5 mm; Heizrate: 5 K/min

## Zugtest an einer PC-Schrumpffolie

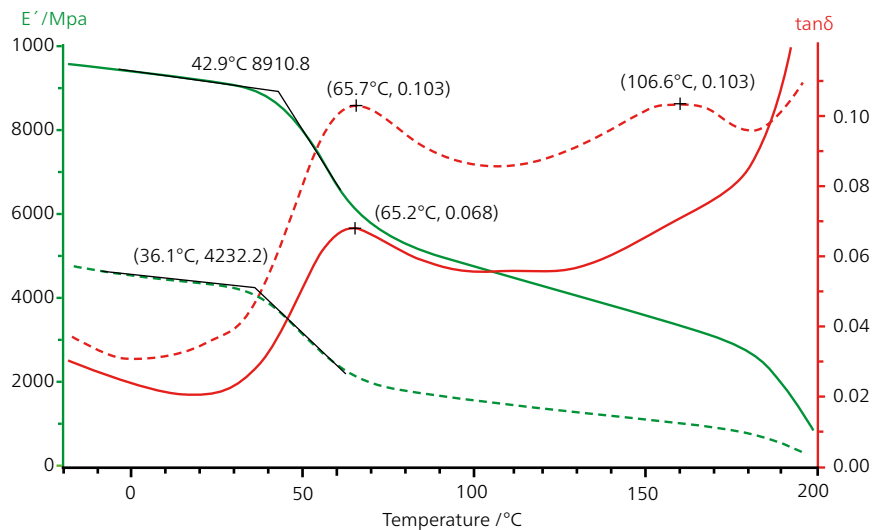
Mit der TMA 402 **F1** Hyperion® lassen sich Orientierungseffekte, Ausdehnung und Schrumpfen unter Kräfteinwirkung bestimmen. In diesen Beispielen werden die Ausdehnung und Kontraktion einer 40 µm-dicken Polycarbonatfolie (PC) unter verschiedenen Zugkräften gemessen. Die Ergebnisse variieren je nach Belastung stark: Bei geringen Kräften (5 mN) zieht sich die Folie bei höheren Temperaturen zusammen, dehnt sich jedoch bei hohen Kräften (50 mN) aus.

## Anisotropes Verhalten von glasfaserverstärktem PBT mittels DMA

Hohe mechanische Steifigkeit durch Glasfaserverstärkung

Die DMA-Messungen erfolgten an einem fertigen Bauteil aus glasfaserverstärktem PBT. Zur Untersuchung des anisotropen Verhaltens wurden die Messungen parallel und senkrecht zur Faserrichtung durchgeführt.

Die viskoelastischen Eigenschaften parallel zur Faserrichtung (durchgezogene Linien) weisen auf eine wesentlich höhere Steifigkeit ( $E'$ ) und eine geringere Dämpfung ( $\tan \delta$ -Niveau) hin. Andererseits ist senkrecht zur Faserrichtung (gestrichelte Linien) die Dämpfung höher und die Steifigkeit entsprechend geringer.

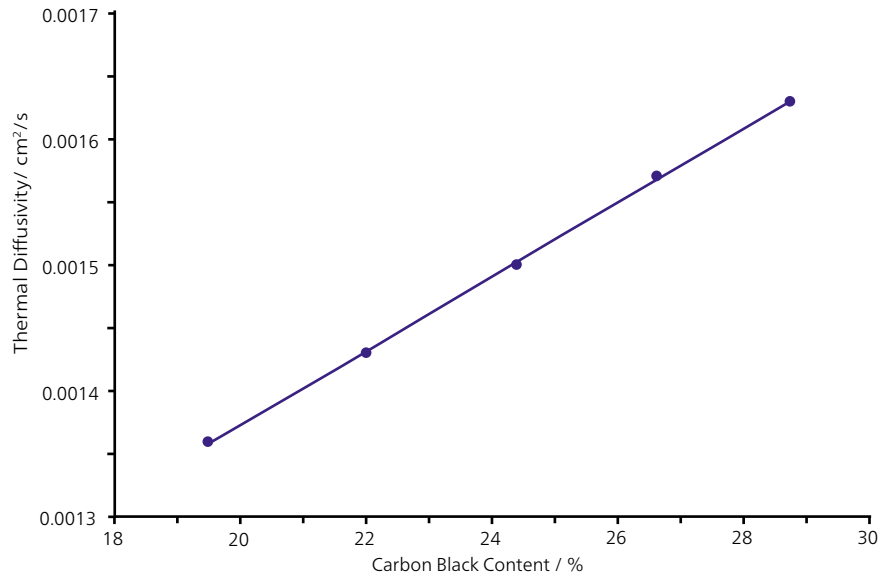


Polybutylenterephthalat: DMA-Messungen an PBT/30%GF parallel zur Faserrichtung (durchgezogene Kurven) und senkrecht dazu (gestrichelte Kurven); 3-Punkt-Biegung, Heizrate: 2 K/min; Frequenz: 1 Hz

## Laser-Flash-Analyse

### Einfluss von Ruß auf die Temperaturleitfähigkeit einer Gummimischung

Die Flash-Methode bietet sich als schnelle Lösung an, um die Auswirkung des Füllstoffgehalts auf die Wärmeleitfähigkeit eines Polymers zu bestimmen. Dieses bei Raumtemperatur gemessene Beispiel an NR zeigt den Zusammenhang zwischen Temperaturleitfähigkeit und Rußanteil einer Gummimischung. Mit zunehmendem Rußanteil steigt die Temperaturleitfähigkeit linear an.

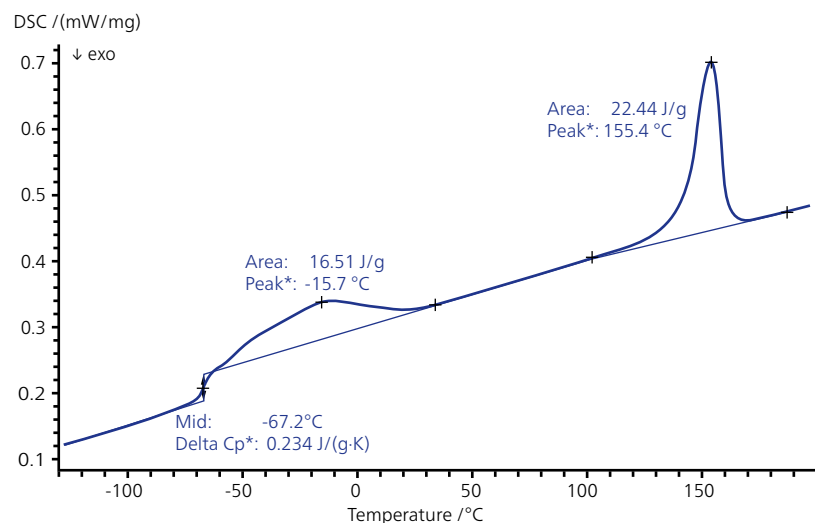


LFA-Messung: Temperaturleitfähigkeit von gefüllten Gummimischungen mit unterschiedlichen Rußanteilen bei Raumtemperatur

## Dynamische Differenz-Kalorimetrie

### Versprödungstemperatur

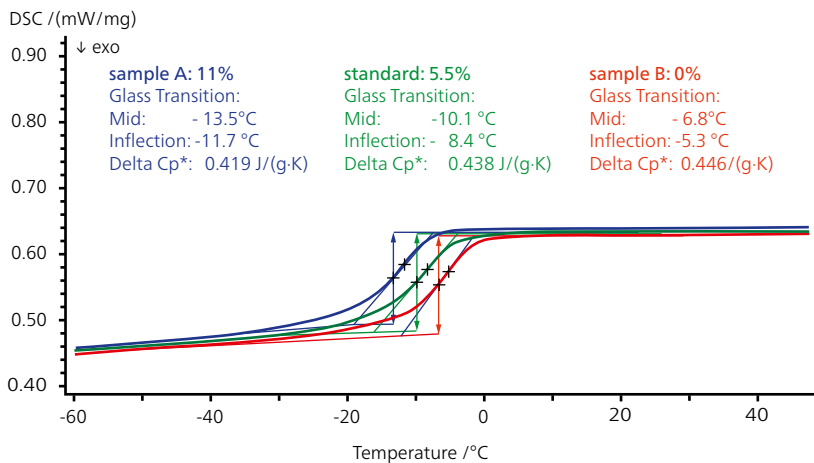
Diese DSC-Messung wurde an einem SEBS+PP-Blend mit einer Heizrate von 10 K/min durchgeführt. Die SEBS-Komponente zeigt die Glasübergangstemperatur der Weichsegmente bei -67 °C. Das Schmelzen der Hartsegmente tritt bei -16 °C auf. Diesen Effekten folgt das Schmelzen der PP-Komponente bei 155 °C. Die Glasübergangstemperatur stimmt gut mit der Versprödungstemperatur überein (DIN EN ISO 11357). Dies ist eine von der Automobilindustrie geforderte Materialeigenschaft.



DSC-Messung an einem thermoplastischen Elastomer SEBS+PP

# Dynamische Differenz-Kalorimetrie, Thermogravimetrie und Gasanalyse

## Einfluss des Weichmachers auf die Kälteflexibilität



DSC-Messungen an NBR: Mit zunehmendem Weichmachergehalt verschiebt sich die Glastemperatur zu niedrigeren Temperaturen; Probeneinwaagen:  $\approx 10$  mg; Heizrate: 20 K/min

Weichmacher oder Dispergiermittel sind Additive, die die Plastizität oder das Fließvermögen eines Materials erhöhen. Beim Kühlen unterhalb der Glasübergangstemperatur „frieren“ die viskosen Kettensegmente zu festen Geometrien und der Gummi verliert schlagartig seine hohe Elastizität; dieser Prozess ist reversibel. Die DSC ist eine schnelle und zuverlässige Methode zur Untersuchung des Einflusses des Weichmachergehalts auf den Glasübergang in Gummimaterialien.

Diese Messungen wurden an drei verschiedenen NBR-Proben mit unterschiedlichem Weichmachergehalt durchgeführt. Es ist zu beobachten, dass die Änderung des NBR-Weichmachergehalts unterschiedliche Glasübergangstemperaturen zur Folge hat. Die Kälteflexibilität lässt sich also durch Erhöhung des Weichmachergehalts verbessern.

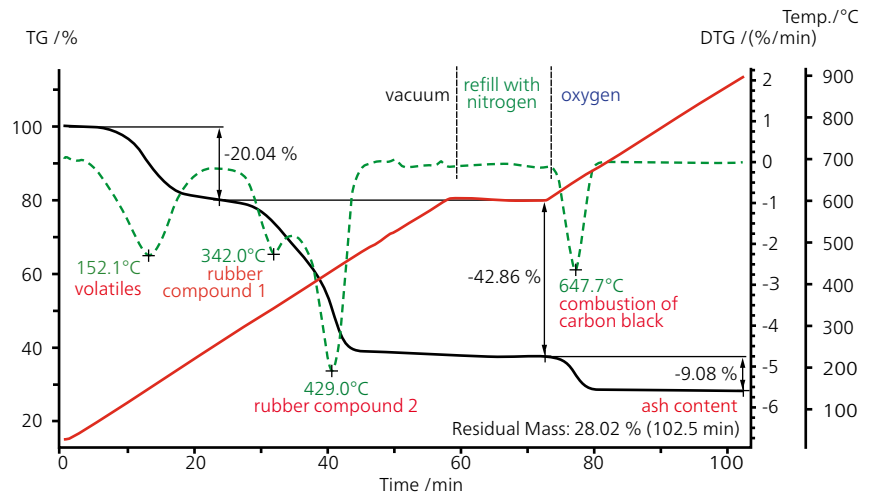




## Umfassende Gummianalyse

Eine klare Auftrennung und genaue Identifizierung der Komponenten von Gummimischungen werden durch eine Messung im Vakuum mit der TG 309 *Libra*® erzielt. Unter reduziertem Druck wird der Siedepunkt flüchtiger Anteile erniedrigt, was zu deren Freisetzung bei niedrigen Temperaturen führt. Die Zersetzung von Gummikomponenten dagegen bleibt davon weitgehend unbeeinflusst.

Im ersten Messsegment wird die Freisetzung des Weichmachers (152 °C, DTG-Peak) deutlich von der Zersetzung der beiden Gummikomponenten bei 342 °C und 429 °C (DTG-Peaks) getrennt. Nach der Zersetzung der Gummikomponenten bei 600 °C, wird das TG-System unter isothermen Bedingungen bei 600 °C wieder mit Stickstoff befüllt. Im nächsten Schritt wird bei erneutem Temperaturanstieg auf Sauerstoff umgeschaltet, was zur sofortigen Verbrennung des Rußes (9 %). Der verbleibende Aschegehalt beträgt 28 %.

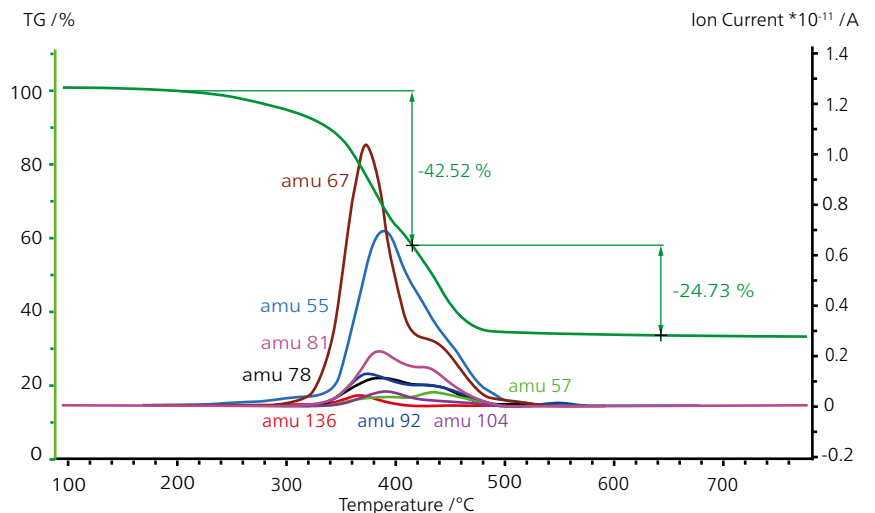


TG-Messung an einer Gummimischung unter Vakuum und Wiederbefüllen mit Stickstoff, gefolgt von der Verbrennung des Rußes in Sauerstoff; Proben-einwaage: 10,05 mg; Heizrate 10 K/min; Tiegel: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>

## Klassifizierung der während der Gummizersetzung entweichenden Gase: Weichmacher und PAHs mittels Gasanalyse, gekoppelt an TG

Die Kopplung eines Gasanalysators, wie Massenspektrometer an TA-Methoden erlaubt die Identifizierung der freigesetzten Gase. So werden z. B. Fragen beantwortet, ob während der Aufheizung krebserzeugende polyzyklische hocharomatische Kohlenwasserstoffe (PAHs) entstehen.

Während der Aufheizung der Probe bis 800 °C werden zwei Massenverluststufen von 42,5 % und 24,7 % beobachtet. Aus den MS-Signalen (hier nur einige exemplarische Massenzahlen) lässt sich ableiten, welche organischen Moleküle sich bei welcher Temperatur freisetzen: z. B. Massenzahl 67 (vermutlich C<sub>5</sub>H<sub>7</sub>), die bei 350 °C auf die Freisetzung des Weichmachers hinweist.



Zersetzung einer Reifenprobe und die dabei freigesetzten Gase, detektiert mittels STA-MS-Messung



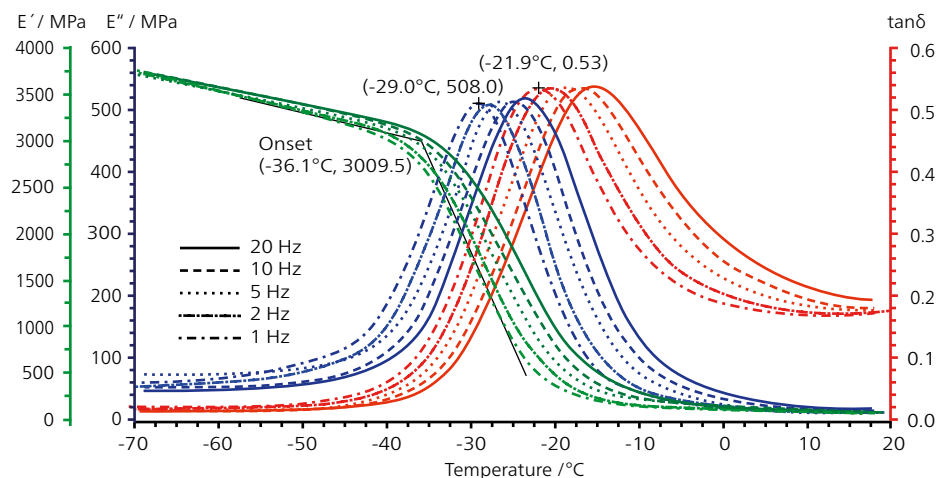
## Dynamisch-Mechanische Analyse

### Einfluss der Frequenz auf die Glasübergangstemperatur einer SBR-Gummimischung mittels DMA

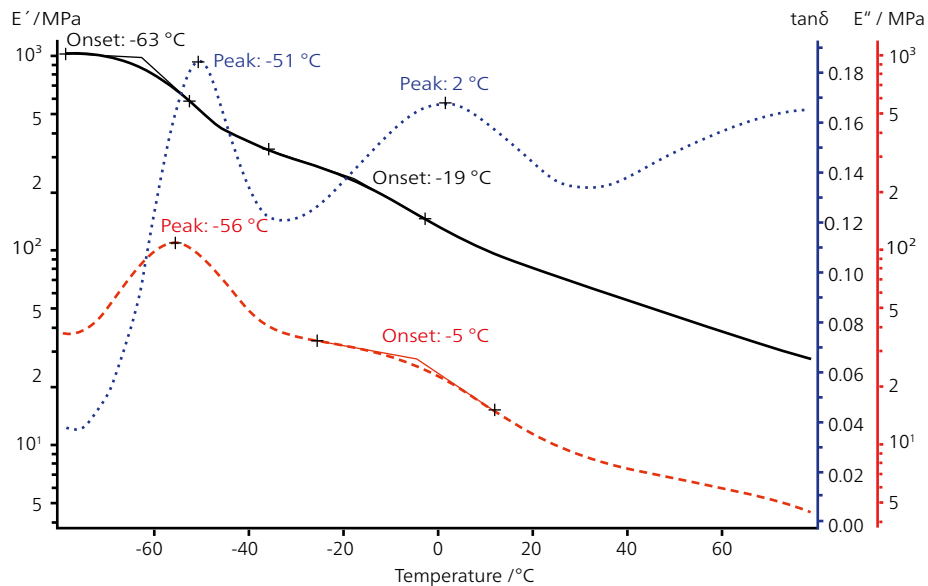
Der Modul und der Dämpfungsfaktor sind die wichtigsten viskoelastischen Eigenschaften von Polymeren, die mittels DMA gemessen werden. Der Speichermodul  $E'$  ist temperaturabhängig und ein Maß für die Steifigkeit. Die mechanische Dämpfung ( $\tan \delta$ , innere Reibung) von gefüllten Gummimaterialien ist von erheblicher Bedeutung für das Nassrutschverhalten oder das Dichtungsverhalten eines O-Rings.

Dieses Beispiel einer SBR (Styrol-Butadien-Kautschuk)-Mischung zeigt, dass der Verlustfaktor  $\tan \delta$  bei niedrigen Temperaturen (-70 °C bis -45 °C) auch sehr gering ist. Da das vorhandene freie Volumen im Polymer so gering ist, wird eine Bewegung der Polymersegmente verhindert. Das führt zu einer geringen Energieabgabe und das Polymer geht in den glasartigen Zustand über, erkennbar am hohen Speichermodul (hohe Elastizität und hohe Steifigkeit).

Steigt die Temperatur an, weisen auch die Polymersegmente eine erhöhte Bewegung auf und ergeben somit hohe Werte für den Verlustfaktor ( $E''$ ) und  $\tan \delta$  mit einem Maximum im Glasübergang. Zunehmende Frequenzen verschieben diese Peaktemperaturen zu höheren Werten. Auch werden mit zunehmender Frequenz höhere  $E'$ -Werte erreicht.



DMA-Messung der viskoelastischen Eigenschaften einer SBR-Gummimischung: Speichermodul ( $E'$ , grün), Verlustmodul ( $E''$ , blau) und Dämpfungsfaktor ( $\tan \delta$ , rot) in Abhängigkeit von der Frequenz; Heizrate: 2 K/min



DMA-Messung an dem thermoplastischen Elastomer EPDM+PP

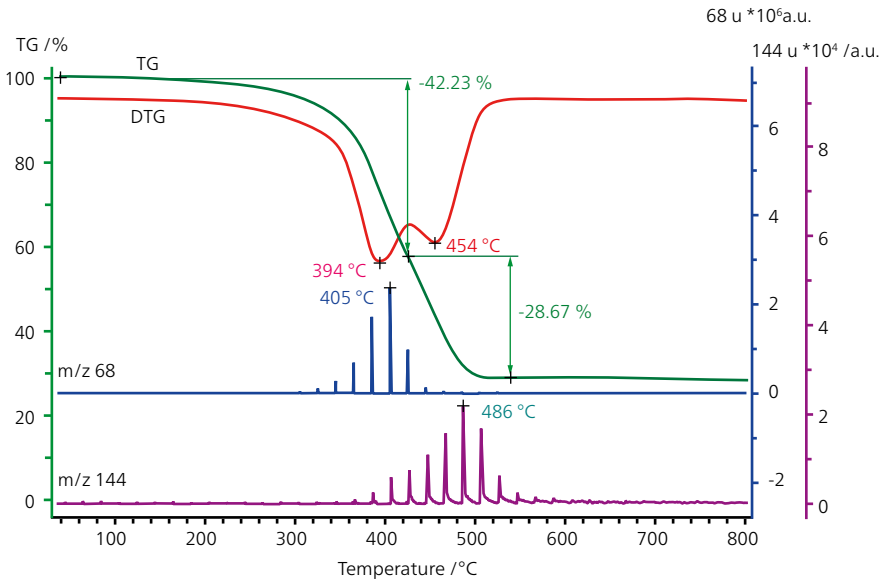
## Viskoelastische Eigenschaften von TPE

Zur Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften von TPE-Materialien bietet sich die DMA als wertvolles Werkzeug an. Der Plot zeigt eine DMA-Messung an Santoprene®.

Dieses TPE ist ein Polymerblend, bestehend aus einer EPDM-Gummikomponente und dem teilkristallinen Thermoplast Polypropylen (PP). Die DMA-Messung wurde zwischen -80 °C und 80 °C bei einer Frequenz von 1 Hz durchgeführt. Im Plot dargestellt sind der Speichermodul ( $E'$ ), Verlustmodul ( $E''$ ) und Verlustfaktor ( $\tan \delta$ ). Der Glasübergang der EPDM-Komponente kann bei -63 °C ( $E'$ , Onset), dann bei -56 °C ( $E''$ , Peak) und schließlich bei -51 °C ( $\tan \delta$ , Peak) beobachtet werden. Anschließend kann der Glasübergang der PP-Komponente auch in  $E'$  bei 19 °C, in  $E''$  wiederum bei -5 °C (Onset) und in  $\tan \delta$  schließlich bei 2 °C (Peak) beobachtet werden.

# Emissionsgasanalyse

## TG-GC-MS-Messungen zur deutlich verbesserten Interpretation organischer Dämpfe



Identifizierung der während der Zersetzung der Gummimischung freigesetzten Gase; Probeneinwaage: 5,28 mg; Heizrate: 20 K/min; 1 min-Injektionsintervalle

Die hoch empfindliche TG-GC-MS-Kopplung liefert Informationen über die Zusammensetzung der freigesetzten Gase. Die Trennung der flüchtigen Anteile wird durch die Anwendung der GC-Säule realisiert.

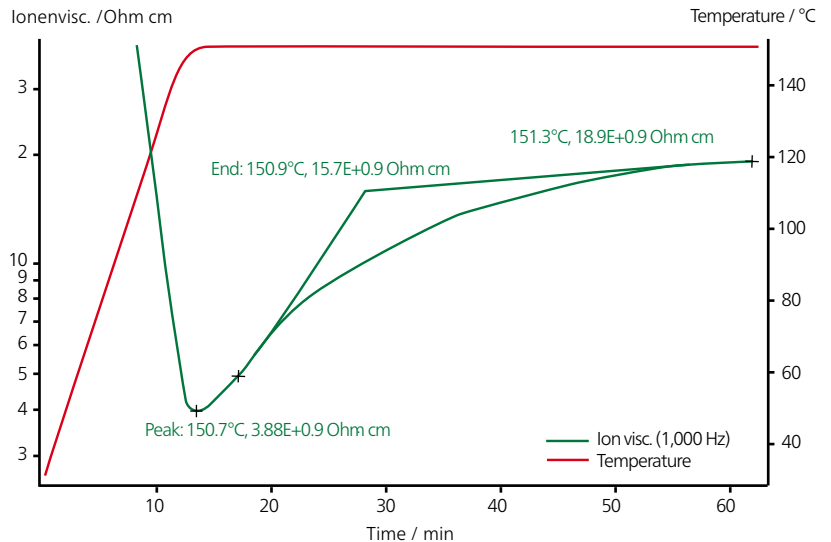
Für diese Messung an einem NR/SBR-Gummi wurde das GC-MS auf eine definierte Säulentemperatur (250 °C) mit kurzen Injektionsintervallen von 1 min betrieben. Die TG- und DSC-Kurven zeigen eine überlagernde Zersetzung der einzelnen Gummikomponenten. Die freigesetzten Gase lassen sich jedoch in guter Temperatur- und Zeitkorrelation mit den TG- und DSC-Ergebnissen identifizieren. Der DTG-Peak bei 394 °C korreliert mit der für NR typische Freisetzung von Isopren (1,3-Butadien, 2-methyl, m/z 68). Der DTG-Peak bei 454 °C entspricht der Freisetzung von C<sub>11</sub>H<sub>12</sub> (1-Cyclopenten-1-yl-benzol, m/z 144), repräsentativ für SBR.

# Dielektrische Analyse

## Aufzeichnung der EVA-Aushärtung

Das Copolymer EVA wird zur Verkapselung elektrischer Geräte eingesetzt. Da die Polymerisationsreaktion irreversibel ist, ist die thermische Behandlung entscheidend für den Verkapselungsprozess.

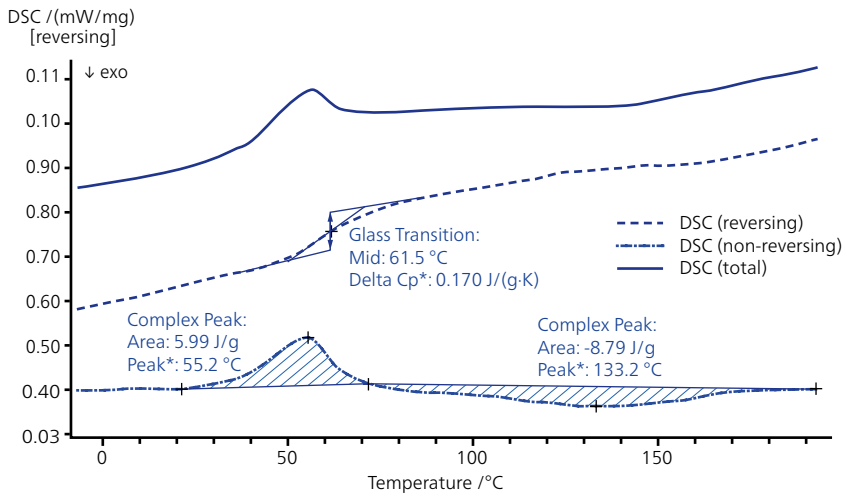
Die Abbildung zeigt die Vernetzungsreaktion der Probe bei 1 Hz mittels der Ionenviskosität unter Verwendung von Peroxid und isothermen Bedingungen bei 50 °C. Die zunehmende Ionenviskosität entspricht dem Anstieg des Aushärtungsgrads. Nach 60 min bleibt die Ionenviskosität nahezu konstant, was auf eine abgeschlossene Vernetzungsreaktion hinweist.



Auszug aus einer Multifrequenzmessung an EVA mit Frequenzen zwischen 1 Hz und 10000 Hz; hier dargestellt ist die Ionenviskosität (Ωcm) bei 1 Hz und 150 °C.

# Duroplaste und Verbundwerkstoffe

## Dynamische Differenz-Kalorimetrie

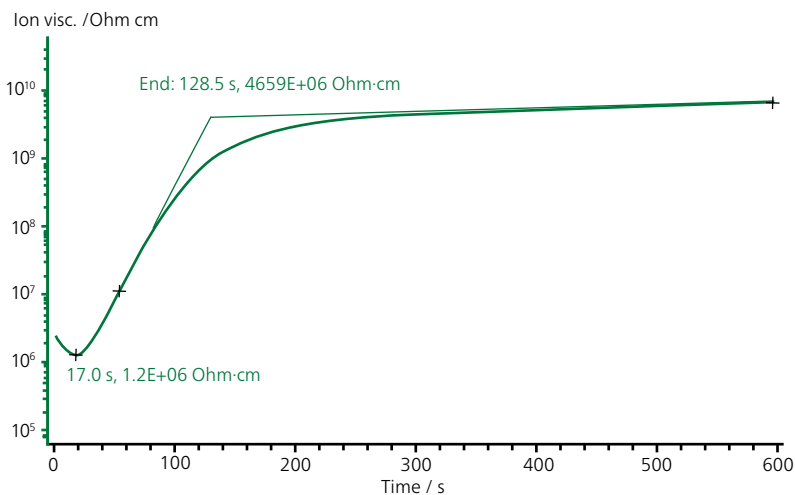


TM-DSC-Messung an Polyurethanharz

### Glasübergang und Aushärtung eines PUR-Harzes

Bei der temperaturmodulierten dynamischen Differenz-Kalorimetrie (TM-DSC) werden Probe und Referenz zusätzlich zur linearen Aufheizung durch eine Temperaturmodulation angeregt. Mittels TM-DSC ist es möglich, überlagernde DSC-Signale durch Berechnung des reversierenden und des nicht-reversierenden Anteils aufzutrennen. Glasübergänge lassen sich daher gut von anderen Effekten wie Relaxation, Aushärtung, Zersetzung, Verdampfung oder Kaltkristalliation trennen.

Die überlagernde Relaxation in der gesamten DSC-Kurve kann von dem endothermen Glasübergang (reversierend) und der exothermen Aushärtung (nicht-reversierend) in einer TM-DSC-Testreihe getrennt werden.



UV-Härtung eines kationischen Epoxidharzes bei Raumtemperatur mit der DEA bei 1000 Hz

### Schnelle UV-Härtung eines Epoxidharzes

Die schnelle Aushärtung dieses Epoxidklebers kann mit der DEA unter Verwendung des IDEX-Sensors und einer Frequenz von 1000 Hz beobachtet werden. Eine ca. 200  $\mu\text{m}$  dicke Probenschicht wurde für 60 s der UV-Strahlung (Intensität 55  $\text{mW}/\text{cm}^2$  bis 60  $\text{mW}/\text{cm}^2$ ) bei Raumtemperatur ausgesetzt. Nach einer Belichtungsdauer von 17 s setzt die Aushärtung ein, was durch den Anstieg der Ionenviskosität bestätigt wird. Nach ca. 350 s war der Klebstoff vollständig ausgehärtet.

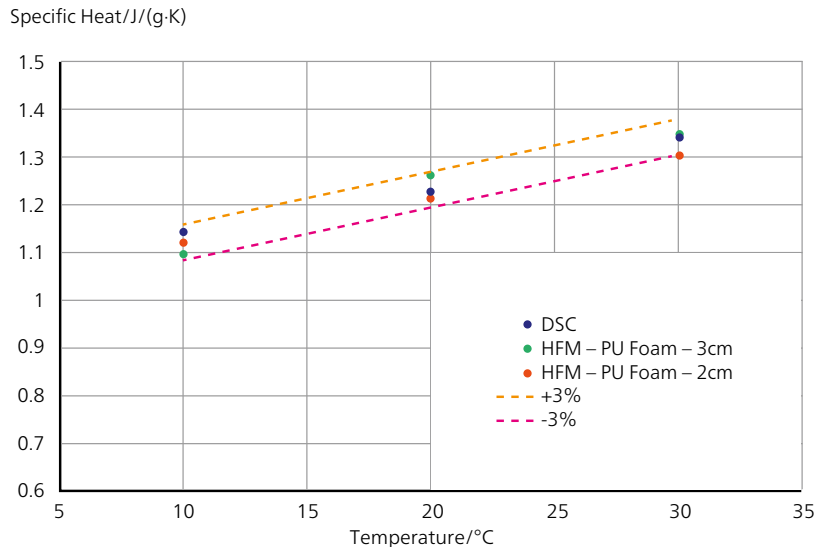
# Wärmeflussmesser

## Spezifische Wärmekapazität von PU-Schaum

Hier sind die Ergebnisse der spezifischen Wärmekapazität eines mittels DSC (Einwaage: 10 g) und HFM (Einwaage: 38 g bzw. 51 g) gemessenen PU-Schaums zwischen 10 °C und 30 °C (in Schritten von 10 K) dargestellt.

Die Unterschiede zwischen den DSC- und HFM-Ergebnissen betragen < 3 % und liegen innerhalb der angegebenen Unsicherheit für die Geräte und Homogenität des Materials.

Diese Untersuchungen belegen, dass mittels HFM 446 *Lambda* die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von großvolumigen und inhomogenen Materialien für typische Anwendungen in der Bau- und Dämmstoffindustrie möglich ist.



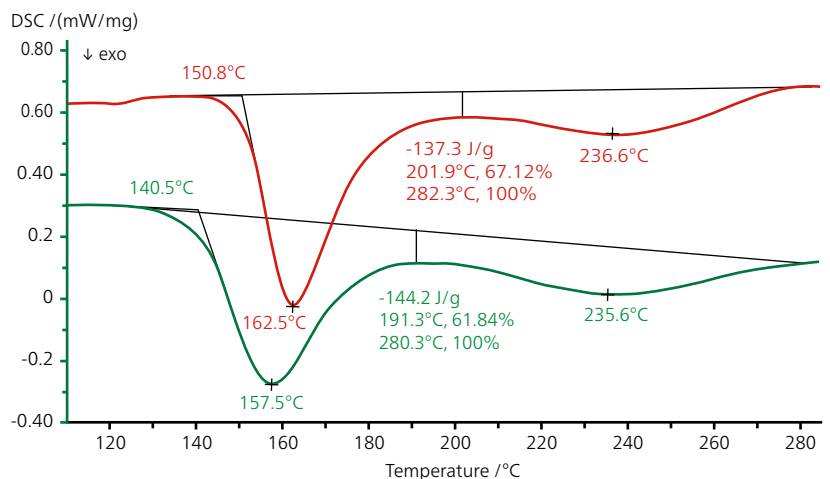
Vergleich der  $c_p$ -Messergebnisse an PU-Schaum durch DSC- und HFM-Messungen. Die Probendicken für die HFM-Tests betragen 2 cm bzw. 3 cm.

## Hochdruck-DSC

### Polykondensation von Phenolharzen

Die exotherme Aushärtereaktion von Phenolharzen resultiert aus einer Polykondensation. Da diese die endotherme Freisetzung der Polykondensationsprodukte überlagert, können in solchen Fällen Standard-DSC-Messungen nur unter Verwendung von Autoklavtiegeln oder in einer Hochdruck-DSC durchgeführt werden.

Zwei Phenolharze wurden mit der Hochdruck-DSC unter einem in der Praxis üblichen Druck von 9 MPa (90 bar) gemessen. Die Unterschiede zeigen sich im Beginn der Aushärtung (extrapolierter Onset bei 141 °C bzw. 151 °C) sowie im Ergebnis der Teilflächenauswertung.



DSC 204 HP *Phoenix*®: exothermes Aushärteverhalten zweier Phenolharze unter hohem Druck; Probeneinwaage: 10,5 mg; Heizrate: 10 K/min; Druck 9 MPa; Atmosphäre: inert

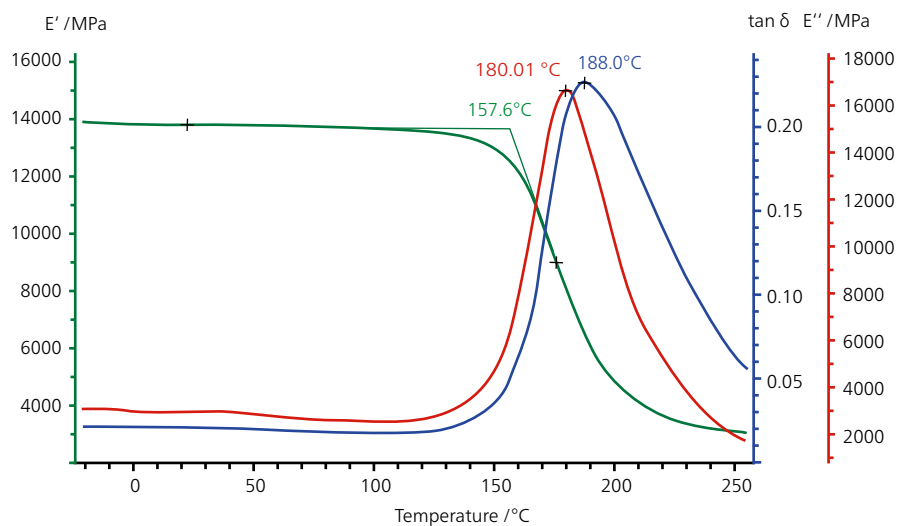


# Dynamisch-Mechanische Analyse

## Steifigkeitsbestimmung

Dieses Beispiel zeigt den Speichermodul  $E'$  (grün), Verlustmodul  $E''$  (rot) und Verlustfaktor  $\tan \delta$  (blau) eines kohlenstofffaserverstärkten Epoxidharzes. Die Probe wurde im Biegemodus bei einer Frequenz von 10 Hz und mit einer Heizrate von 3 K/min mit der DMA untersucht. Bis zu einer Temperatur von 120 °C ist das Material mit einem Wert von 140.000 MPa sogar steifer als Titan.

Bei 158 °C (extrapolierte Onsettemperatur von  $E'$ ) sinkt der Modul aufgrund der Epoxidmatrix ab. Die entsprechenden Peaks für  $E''$  und  $\tan \delta$  treten bei 180 °C bzw. 188 °C auf.



DMA-Messung an einem hochsteifen, kohlenstofffaserverstärkten Epoxidharz

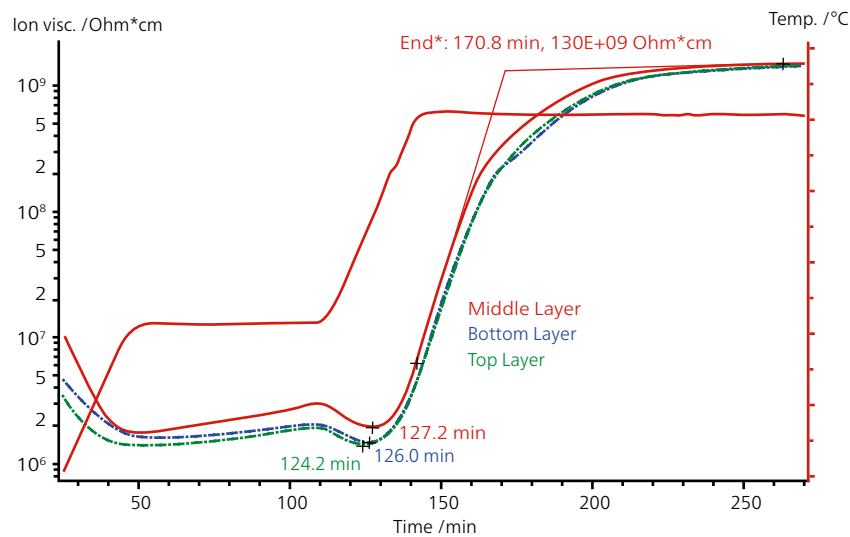
# Dielektrische Analyse

## Aufzeichnung des Aushärteverhalten eines CF-verstärkten Epoxidharzes

Nach welcher Zeit oder bei welcher Temperatur beginnt die Aushärtereaktion? Ist das Duromer bereits vollständig ausgehärtet? Auf diese oder ähnliche Fragen möchten Hersteller von Harzen und Duromerverarbeiter eine umfassende Antwort.

Die Abbildung zeigt die DEA-Messung der Aushärtung eines kohlenstoffaserverstärkten Epoxidharzes für Anwendungen in der Luftfahrt beim Resin Transfer Molding (RTM). Während eines für die Aushärtung vorgegebenen zweistufigen Temperaturprogramms

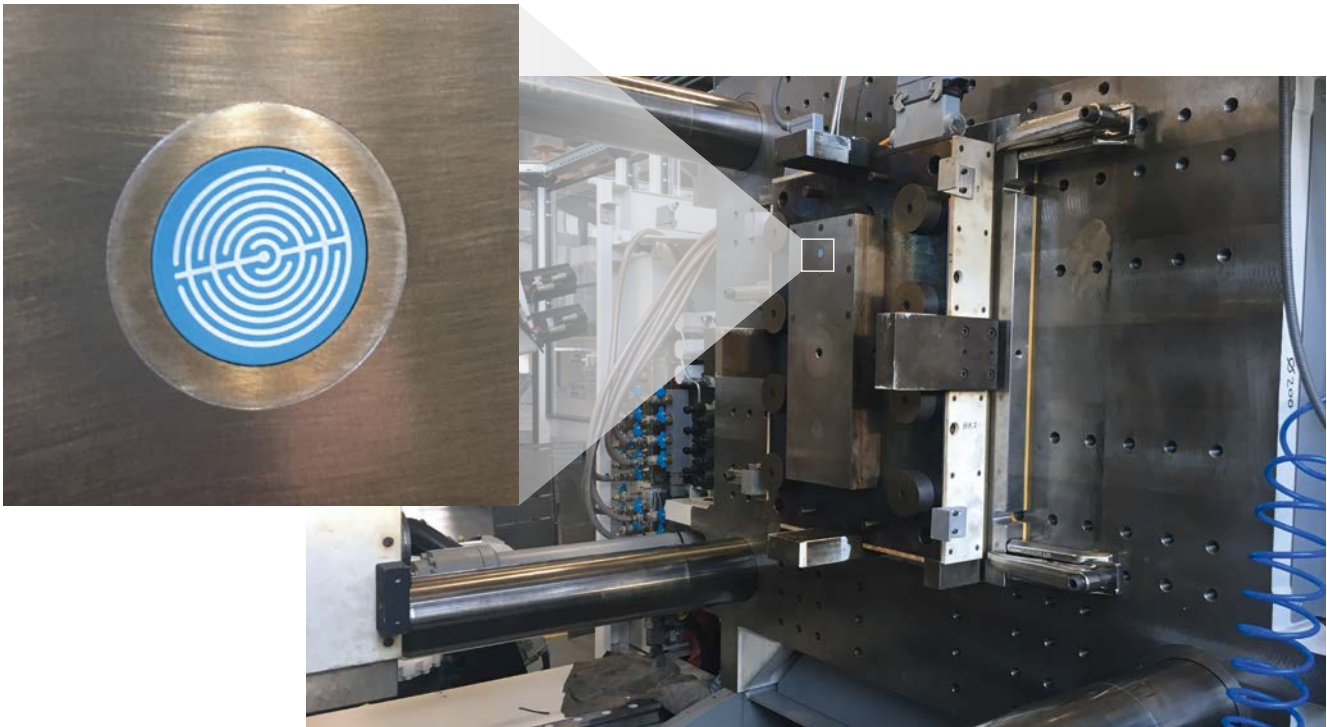
nimmt die Ionenviskosität zunächst mit Anstieg der Temperatur ab, steigt aber dann während der ersten Isothermsegment – bedingt durch den Beginn der Aushärtung – wieder an. Während des Aufheizens auf 180 °C wirkt der Temperaturanstieg der Aushärtung entgegen, sodass die Ionenviskosität erst abnimmt, bevor die Aushärtung zu dominieren beginnt. Danach wird die Ionenviskosität mit steigendem Aushärtegrad erfasst. Sobald die Aushärtung abgeschlossen ist, erreicht die Ionenviskosität einen konstanten Wert (extrapolierter Beginn bei  $1,3 \times 10^9 \Omega\text{cm}$ ).



Dielektrische Analyse (DEA) mit verschiedenen IDEX-Sensorpositionen



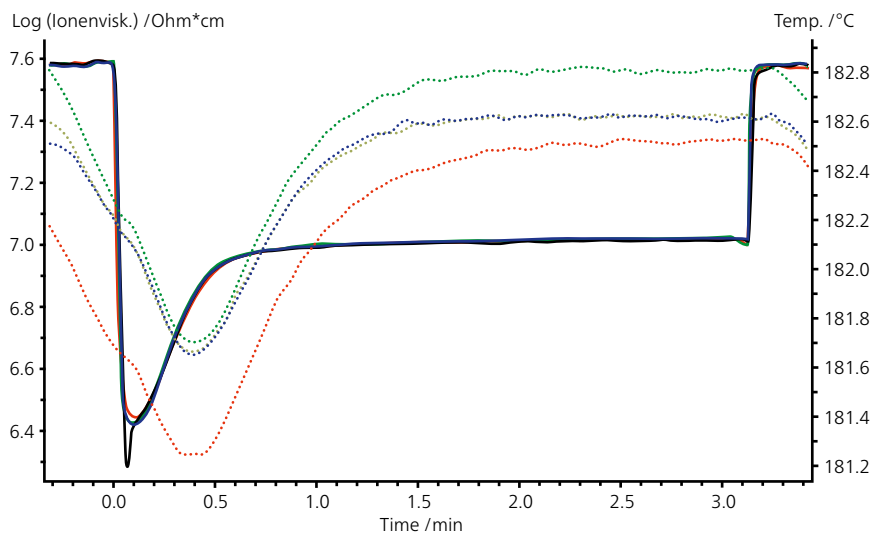




## Überwachung der prozessbegleitenden Aushärtung

Die NETZSCH DEA 288 *Ionic* kann als Sensor zur Online-Überwachung der Aushärtung beim Duroplastspritzgießen eingesetzt werden. Die obere Abbildung zeigt den DEA-Sensor (blaue Fläche), integriert in das Versuchswerkzeug einer Spritzgussmaschine.

Die untere Abbildung zeigt die Signale der Ionenviskosität für die aufeinanderfolgenden Schüsse in Abhängigkeit von der Zeit. Alle Schüsse liegen in ausgezeichneter Übereinstimmung und weisen somit eine perfekte Reproduzierbarkeit der verwendeten Prozessbedingungen auf.



Aushärteverhalten eines Duroplasts während des Formprozesses; die Formtemperaturen sind mit durchgezogenen Linien, die Ionenviskosität mit gestrichelten Linien dargestellt.



# Expertise in Service

## Unsere Kompetenz – Service

Der Name NETZSCH steht weltweit für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service – vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Applikation, Technischer Service und Beratung freuen sich darauf, Ihre Fragen im direkten Gespräch persönlich zu beantworten. In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Gerätes auszuschöpfen.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser sachverständiges Serviceteam während des gesamten Lebenszyklus' Ihres Analysengerätes.

## Unsere Kompetenz – Applikationslabore

Die Applikationslabore von NETZSCH Analysieren & Prüfen sind ein kompetenter Partner bei annähernd allen Fragestellungen in der thermischen Analyse. Das beinhaltet sorgfältigste Probenvorbereitung sowie die Prüfung und Interpretation Ihrer Messergebnisse. Unsere Messmethoden entsprechen dem neuesten Stand der Technik.

Zu den Kunden unserer Labordienstleistungen gehören eine Vielzahl von Großunternehmen aus den Bereichen Chemie, Automobil, Elektronik, Luft- und Raumfahrt, Rennsport sowie Polymer und Keramik.

## Übersicht unserer Dienstleistungen

- Aufstellung und Inbetriebnahme
- Hotline-Service
- Präventivwartung
- Vor-Ort-Reparaturen mit Notfall-Service für NETZSCH-Komponenten
- Umzugs-/Austausch-Service
- Technischer Informationsservice
- Ersatzteil-Service

## Auftragsmessungen

Im Rahmen der thermischen Analyse und der Messung thermophysikalischer Eigenschaften bieten wir Ihnen ein umfassendes Programm von verschiedensten Analyseverfahren zur Charakterisierung von Werkstoffen (Festkörper, Pulver und Flüssigkeiten). Messungen sind an unterschiedlichsten Geometrien und Konfigurationen möglich.

Dabei können Sie mit Experten der Applikationslabor die am besten geeignete Messmethode für Ihre konkreten Fragestellungen wählen.

Sie arbeiten nur mit Wissenschaftlern (Physiker, Chemiker, Materialwissenschaftler) zusammen, die ein fundiertes Wissen über die verschiedenen Messmethoden und Werkstoffspektren mitbringen.

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

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

NETZSCH Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 60 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

# Proven Excellence. ■

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



**NETZSCH**®

[www.netzsch.com](http://www.netzsch.com)