

Das Porträt



Abb. 1:
Dr. J. Henderson während der Vorbereitung einer Messung an einer NETZSCH-STA 409

In der September Ausgabe '91 berichteten wir vom Weggang von Dr. J. Henderson, des Leiters unseres Applikationslabors. Er verließ im Oktober '91 NETZSCH-Gerätebau, um seine neue Position als Direktor des Thermophysical Properties Research Laboratory aufzunehmen. Von dort aus gibt er uns jetzt einen Einblick in seine Arbeit.

Das TPRL gehört zur School of Mechanical Engineering an der Purdue Universität, West Lafayette, Indiana, USA. Zu seinen Mitarbeitern zählen zwei leitende Wissenschaftler, ein Lehrbeauftragter, ein Elektroingenieur und mehrere Programmierer. Auf einer Fläche von 409 m² garantiert die vollständig auf Computerbasis aufgebaute Laborausrüstung (Datenanalyse und Dokumentation) ein Maximum an Leistungsfähigkeit und Genauigkeit. Das Arbeitsgebiet des TPRL ist die Untersuchung thermophysikalischer

Stoffeigenschaften (mit Schwerpunkt Festkörper) über einen weiten Temperaturbereich und kann in zwei klar voneinander abgegrenzte Kategorien eingeteilt werden:

- Grundlagenstudien über Verhalten und Eigenschaften von Materialien mit den entsprechenden Meßtechniken
- die Erforschung von praxisrelevanten Materialeigenschaften in Zusammenarbeit mit verschiedenen Organisationen.

Für diese Aufgaben werden neben kommerziell erhältlichen Geräten zur thermogravimetrischen Analyse (TG), dynamischen Differenzkalorimetrie (DSC) und Dilatometrie auch mehrere Eigenentwicklungen verwendet, so z. B. eine Multifunktionsanlage zur Messung von 12 verschiedenen thermischen Eigenschaften elektrisch leitender Materialien oder eine Laserflashapparatur, bei deren Entwicklung TPRL eine führende Position in der Welt einnahm.

Das Ziel der bereits angesprochenen Grundlagenforschung ist das bessere Verständnis der Wirkungsbeziehung zwischen Mikrostruktur und thermophysikalischen Eigenschaften makroskopischer Probenkörper und damit auch der Wärmeleitmechanismen bei einer Vielzahl von derzeit interessantesten Materialien.

Dr. J. Henderson

Analytica '92

Zum 13. Mal fand vom 5. - 8. Mai 1992 die Internationale Fachmesse für Biochemische und Instrumentelle Analytik in München statt.

Trotz der zu diesem Zeitpunkt stattfindenden Streiks im Flug- und Nahverkehr kamen 36000 Fachbesucher aus 75 Staaten zu diesem Weltmarkt der Analytenteknik. Mit dem Produktangebot von 945 Ausstellern und 65 zusätzlichen Firmen konstatierte man die in der Geschichte der Analytica bislang größte Ausdehnung auf 56200 m² Ausstellungsfläche. Der Verlauf der Messe zeigte die besonders dynamische Entwicklung der Analytik in Forschung und Industrie mit den Schwerpunkten Umweltanalytik und Qualitätskontrolle.

NETZSCH-Gerätebau war auch dieses Mal auf 48 m² Standfläche vertreten. Neben Verbesserungen und Weiterentwicklungen bewährter TA-Instrumente wurden erstmalig die neuentwickelte NETZSCH-DMA 242 (Dynamisch-mechanische Analyse-Apparatur) sowie die Dampfdruckapparatur VPA 434 vorgestellt. Die nächste Analytica wird vom 19. - 22. April 1994 wieder in München stattfinden.

Inhalt

- Das Porträt
- Analytica '92
- Wir stellen vor:
NETZSCH-DMA 242
NETZSCH-VPA 434
- Kunststoffrecycling – ein Anwendungsgebiet für DSC?
- Rund um TA
- Messen, Symposien
- by the way

NETZSCH

Thermische Analyse

Wir stellen vor: NETZSCH-DMA 242: Dynamisch-mechanische Analyse für Qualitätssicherung, Forschung und Entwicklung

Ideal-elastisches Verhalten, d. h., die vollständige und verzögerungsfreie Rückkehr in die Ausgangsgestalt nach Beendigung der Einwirkung einer Kraft, gibt es streng genommen nur in der Theorie. In der Praxis zeigen alle Materialien auf Grund der inneren Reibung eine mehr oder minder ausgeprägte Abhängigkeit der Materialkennwerte, wie z. B. der Moduln, von der Beanspruchungszeit oder bei oszillierender Krafteinwirkung (dynamisches Verfahren) von der Frequenz. Dieses Verhalten bezeichnet man als viskoelastisch.

Bei der dynamisch-mechanischen Analyse werden die mechanischen Eigenschaften von Proben unterschiedlichster Art und Konsistenz quantitativ erfaßt. Veränderungen im viskoelastischen Verhalten eines Stoffes zeigen mit hoher Empfindlichkeit Übergänge wie Glasübergangsbereiche und sekundäre Relaxationsvorgänge auf, die mit DSC nicht sichtbar gemacht werden können, d. h., die DMA liefert dem Benutzer Informationen über Aufbau und Struktur von Polymeren.

In der NETZSCH-DMA 242 (Abb. 2) ist diese Meßmethode mit hoher Präzision für ein weites Anwendungsfeld umgesetzt worden. Abhängig vom Deformationsmodus der Probe (ein- und zweiarmige Biegung, Dreipunktbiegung, Zug, Scherung, Kompression und Penetration), läßt sich in 25 Frequenzstufen, wählbar zwischen 0,01 und 100 Hz, ein Modulbereich (E') von 10^{-3} bis 10^6 MPa erschließen.

Weitere technische Charakteristika sind u. a.:

- Arbeitsbereich von -150°C bis 600°C
- Einsatz von Proben mit bis zu 60 mm Länge
- minimaler Temperaturgradient im Probenraum
- Schwingungsanalyse durch FOURIER-Transformation; dadurch hohes Signal-Rausch Verhältnis

Einen wesentlichen Beitrag zur Bedienerfreundlichkeit des Gerätes leistet auch die unter der Benutzeroberfläche MS-Windows® völlig neu konzipierte multitaskingfähige Software.

Neben einer temperatur-, zeit- und frequenzabhängigen Darstellung der Ergebnisgrößen Speichermodul E' , Verlustmodul E'' und Verlustfaktor $\tan \delta$ lassen sich mehrere frequenzabhängige Meßkurven zu einer sogenannten Masterkurve überlagern. Dies ist die Voraussetzung für die Anwendung der Williams-Landel-Ferry-Gleichung (WLF-Beziehung),

Anknüpfend an die bereits angesprochenen Anwendungsmöglichkeiten der DMA auf dem Polymersektor, zeigt Abbildung 3 eine Messung an einer weichen NR-Gummimischung der Shore A-Härte 35 (Heizrate: 5 K/min, einarmiger Biegemodus, Frequenz: 1 Hz). Da bis jetzt noch keine verbindlichen Normen zur Auswertung der Glasumwandlungstemperatur exi-

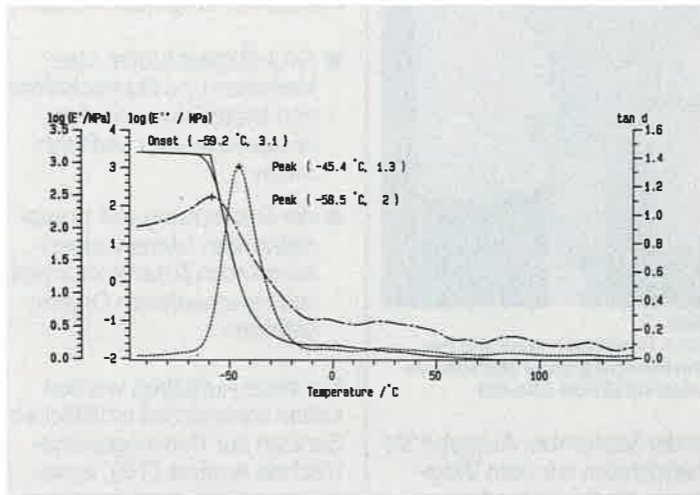


Abb. 3: DMA-Messung an einer NR-Gummimischung in statischer Luftatmosphäre

mit der zu Frequenzen weit außerhalb des Meßbereiches extrapoliert werden kann.

Des weiteren hat der Nutzer die Möglichkeit, über die Auftragung des Maximums der $\tan \delta$ -Kurven in Abhängigkeit von der reziproken, absoluten Temperatur, die Aktivierungsenergie eines Prozesses zu bestimmen.

stieren, kann dies über die extrapolierte Onset-Temperatur des Speichermoduls E' oder über die Peakmaxima von Verlustmodul E'' bzw. $\tan \delta$ erfolgen.

Wie in vergleichenden DSC-Messungen festgestellt werden konnte, lassen sich in den meisten Fällen Korrelationen für die extrapolierte Onset-Temperatur des Speichermoduls leicht ableiten.

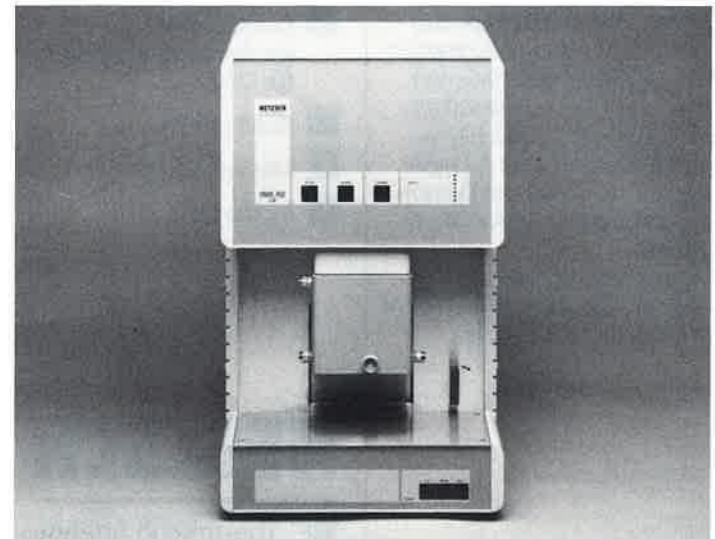


Abb. 2: NETZSCH-DMA 242

Vollautomatische Dampfdruckbestimmung im Bereich zwischen 10^{-6} und 10^4 Pascal mit dem VPA 434

Zur Abschätzung des Gefährdungspotentials eines chemischen Stoffes für Mensch und Umwelt wird nach dem deutschen Chemikaliengesetz die Charakterisierung seines Umweltverhaltens vorgeschrieben. Eine Schlüsselgröße in diesem Zusammenhang ist der Dampfdruck, mit dessen Hilfe sich Konzentrationen einer Substanz in der Raumluft sowie deren Verteilung in Boden, Wasser und Luft angeben lassen.

Bei den bisher angewandten Dampfdruckmethoden konnten meist nur Reinstsubstanzen untersucht werden. In ökologischer Hinsicht interessanter sind jedoch Messungen von Gemischen und Verbindungen in unterschiedlichen Matrices.

Gerade in diesem Bereich eröffnet die Dampfdruckbestimmung nach der Strömungsmethode, auch als Gassättigungsmethode be-

zeichnet, die in dem von NETZSCH in Zusammenarbeit mit dem Forschungszentrum für Umwelt und Gesundheit gebauten Vapour Pressure Analyzer 434 (Lizenz Ciba Geigy) verwirklicht ist, neue Möglichkeiten.

Ein Inertgasstrom, in der Regel Stickstoff, wird in einem Ofen mit konstantem Temperaturprofil langsam mit dem Probenmaterial angereichert und nach dem Passieren einer

zwischen geschalteten Sammelstufe mit einem Gaschromatographen quantitativ analysiert.

Auf Grund der geringen Substanzmengen (0,2 bis 500 mg) können auch toxische Verbindungen relativ einfach vermessen werden. Die Aufnahme einer kompletten Dampfdruckkurve, die vollautomatisch erfolgt, dauert ca. 1 bis 2 Tage.

Kunststoffrecycling – ein Anwendungsgebiet für DSC?

Ausgehend von der seit einigen Jahren geführten Umweltdiskussion werden von der kunststoffherstellenden und -verarbeitenden Industrie verstärkt Anstrengungen unternommen, Neuware durch Regranulat zu ersetzen. Besonders im Falle von Kunststoff-Spezialteilen, wie sie z. B. in der Automobilindustrie eingesetzt werden, stellt sich dabei die Frage, welchen Einfluß derartige Recyclingzusätze auf die Leistungsparameter des Materials haben

und mit welchen Methoden dies überprüft werden kann.

Um abzuklären, inwieweit die Thermische Analyse eine Entscheidungshilfe bietet, wurden im Applikationslabor von NETZSCH-Gerätebau verschiedene DSC-Messungen durchgeführt. Zwei Beispiele davon zeigen die Abbildungen 4 und 5. Ein Spritzgußteil aus PA 6/30% Glasfaser (teilkristalliner Thermoplast) ohne, mit 25 % und mit 45 % Recyclinganteil

wurde hinsichtlich seines Kristallinitätsgrades und seiner Oxidationsstabilität untersucht. Deutlich ist zu erkennen, daß mit zunehmendem Recyclinganteil die extrapolierte Onset-Temperatur des Kristallisationspeaks zu höheren Temperaturen hin verschoben wird. Gleichzeitig nimmt die Kristallisationswärme ab.

Ähnliche Unterscheidungsmöglichkeiten ergeben sich auch im Oxidationsexperiment. Die Tangentensteigung und

damit die Oxidationsgeschwindigkeit nimmt im gewählten Beispiel mit steigendem Recyclinganteil zu.

Mit diesem Ergebnis kann die in der Überschrift gestellte Frage eindeutig mit "Ja" beantwortet werden.

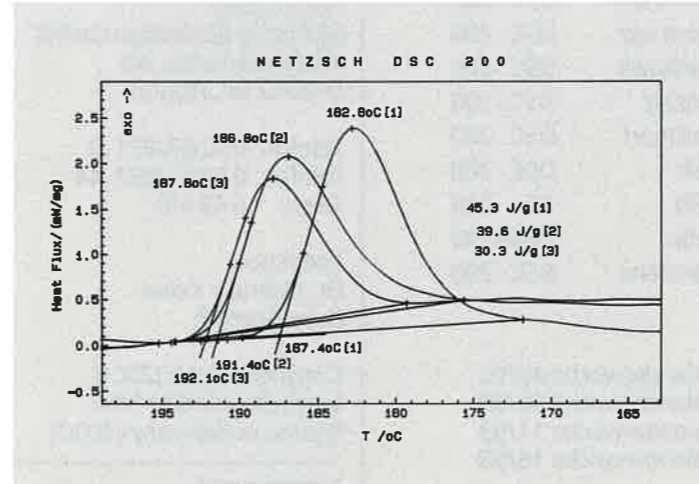


Abb. 4: Vergleich der Kristallisationspeaks von teilkristallinen Polymeren (PA 6/30 % Glasfaser) mit unterschiedlichem Recyclinganteil

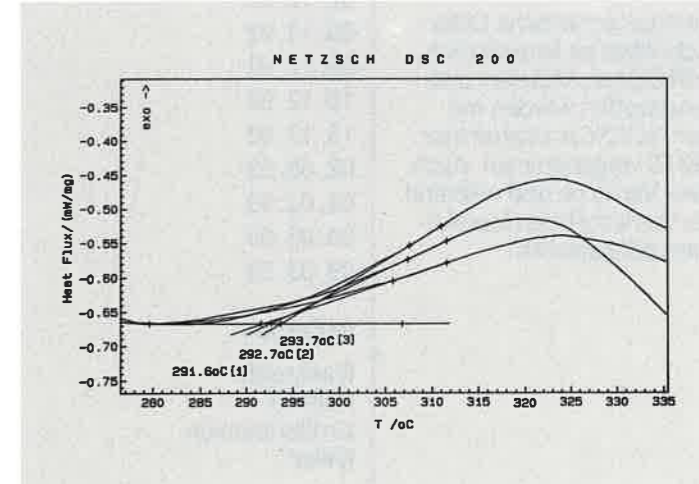


Abb. 5: Vergleich der Oxidationsbeständigkeiten (verwendet wurden dieselben Proben wie in Abb. 4)

Rund um TA

Im WS 1988/89 startete als neugegründete Abteilung der Fachhochschule Furtwangen der Fachbereich Werkstoff- und Oberflächentechnik in Villingen-Schwenningen. Der Lehrstuhlinhaber ist Herr Prof. Dr. Briehl, von September '85 bis Februar '88 Leiter der Abteilung "Schulung" bei NETZSCH-Gerätebau in Selb.

Die Fachhochschule hat sich zum Ziel gesetzt, in den Fertigungs-, Elektrotechnik-, Elektronik- und Werkstoffprüflabors Werkstoffe aus den Bereichen Metalle, Kunststoffe, Keramiken, Gläser und Verbundwerkstoffe zu untersuchen.

Bei der Qualitätskontrolle von Roh- und Werkstoffen kommt den thermischen Analyseverfahren eine besondere Bedeutung zu.

Erste grundsätzliche Anwendungsmöglichkeiten der Differenzthermoanalyse (DTA) erfahren die Studenten bereits im Werkstoffchemiepraktikum, in dem die zu Schulungszwecken geeignete NETZSCH DTA 404 P eingesetzt wird.

Thermomechanische Untersuchungen an keramischen Prüfkörpern, Metallen und Kunststoffen werden mit dem NETZSCH-Dilatometer 402 ES vorgenommen. Auch diese Versuche sind während des Werkstoffchemiepraktikums obligatorisch.

Vertiefende Experimente an Werkstoffen mittels Thermogravimetrie (TG) und Dynamischer Differenzkalorimetrie, (DSC) können in Kleingruppen in Form von Projektstudien oder natürlich auch im Rahmen von Diplomarbeiten durchgeführt werden.

Hier hat sich die hochempfindliche Simultan-Thermo-Analyseapparatur NETZSCH STA 409 bestens bewährt.

Prof. Dr. Briehl

Messen, Symposien

INSA LABO	20. 10. - 22. 10. 1992 Villeurbanne/Frankreich
K'92	29. 10. - 05. 11. 1992 Düsseldorf/Deutschland
8th SIMCER - Internationales Keramiksposium	10. 11. - 12. 11. 1992 Rimini/Italien
MAC	24. 11. - 28. 11. 1992 Mailand/Italien
PITTCO '93	08. 03. - 12. 03. 1993 Atlanta/USA

NETZSCH-Gerätebau GmbH ist auf diesen Veranstaltungen mit Exponaten der neuesten Geräteentwicklungen vertreten. Die oben aufgeführten Messen und Symposien sind nur eine Auswahl.

NETZSCH-TA-Workshops

in Deutschland:

25. 11. 92	Hanau	DSC 200
26. 11. 92	Köln	DSC 200
01. 12. 92	Regensburg	DSC 200
02. 12. 92	München	DSC 200
08. 12. 92	Hannover	DSC 200
09. 12. 92	Hannover	DSC 200
10. 12. 92	Leipzig	DSC 200
15. 12. 92	Stuttgart	DSC 200
02. 03. 93	Selb	DSC 200
03. 03. 93	Selb	TG 209
04. 03. 93	Selb	DMA 242
09. 03. 93	Konstanz	DSC 200

in Europa:

Frankreich	Kalenderwoche 49/92
Holland	Kalenderwoche 06/93
Großbritannien	Kalenderwoche 11/93
Italien	Kalenderwoche 16/93

Für Details wenden Sie sich bitte direkt an uns.

by the way

Wir gratulieren!

Herr Stefan Winkler hat mit dem Thema "Charakterisierung des temperaturabhängigen Verhaltens magnetischer Domänen in amorphen TbFeCo-Schichten" an der Friedrich-Alexander-Universität Erlangen-Nürnberg im Fach Ingenieurwissenschaften promoviert.
Herzlichen Glückwunsch! Herr Dr. Winkler kam im September 1991 zu NETZSCH-Gerätebau GmbH und übernahm im Applikationslabor das Ressort "Anorganische Industrie"; er kümmert sich auf diesem Gebiet auch um Ihre spezifischen Probleme.

Impressum

9/92

Herausgeber:
NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstr. 42
D-8672 Selb/Bayern

Telefon: 0 92 87/881-0
Telefax: 0 92 87/881-44
Telex: 6 43 510

Redaktion:
Dr. Gabriele Kaiser
Liane Sperlich

Copyright by NETZSCH-Gerätebau GmbH 9/92
Printed in Germany (3000)

NETZSCH-
die präzise Lösung