

NETZSCH

Proven Excellence.



Photo-DSC 204 *F1 Phoenix*®

Photokalorimetrie – Methode, Technik und Applikationen

Analyzing & Testing



Photo-DSC 204 *F1 Phoenix*®

Photo-Kalorimetrie als Erweiterung der klassischen Kalorimetrie für die Untersuchung lichtinduzierter Prozesse

Vorteile der Photo-Kalorimetrie

Licht- (meistens UV-) aushärtende Systeme reagieren sehr schnell (innerhalb weniger Sekunden bei niedrigen isothermen Temperaturen) und sind lösemittelfrei. Dies macht sie sehr attraktiv für industrielle Anwendungen.

Es gibt drei unterschiedliche Typen: radikalisch, kationisch und Dual-cure-Materialien. Dual-cure-Materialien sind eine Kombination aus thermischen und lichtinduzierten Reaktionen und finden zum Beispiel bei Harzen oder Lacken Anwendung.

Für die Entwicklung UV-härtender Harze und der Findung optimaler Aushärtezeiten und -bedingungen ist die Messung der Aushärtekinetik und des Aushärtegrades von grundlegender Bedeutung. Die Photo-Dynamische-Differenz-Kalorimetrie (Photo-DSC) ist ein leistungsfähiges Analysewerkzeug zur Durchführung dieser Messungen.

Ihre Vorteile

- Erweiterung der DSC-Technik mit Bestrahlungszusatz
- Analyse photo-induzierter Reaktionen in Materialien
- Messung der Licht- oder UV-Licht-Aushärtung von polymeren Harzen, Lacken, Tinten, Beschichtungen und Klebstoffen
- Untersuchung des Einflusses von UV-Stabilisatoren in Pharmazeutika, Kosmetika und Lebensmitteln (Alterungseffekte)
- Optimierung von Temperatur, Atmosphäre, Lichtintensität, Wellenlänge und Belichtungszeit
- Bestimmung von Reaktivität und Aushärtezeit der Polymermatrix in Verbindungen



Made by NETZSCH

Verschiedene handelsübliche Lampen für optimale Aushärtung

Die Photo-DSC 204 **F1 Phoenix**® kann mit Quecksilber- (Hg) Lampen, Diodenlasersystemen oder leistungsstarken LED-Lampen ausgestattet werden, um optimale Aushärtergebnisse zu erhalten.

Definierter Abstand der Lichtquelle für reproduzierbare Messungen

Verstellbare Lichtleiter sorgen für einen konstanten Abstand zwischen Lichtquelle und Probe sowie Referenz. Dadurch werden reproduzierbare Messbedingungen geschaffen – Grundlage für präzise Messergebnisse. Für eine einfache Handhabung sind die Lichtleiter an der automatischen Abdeckvorrichtung des Ofens angebracht.

Flexibilität und Effizienz über einen weiten Temperaturbereich

Photo-DSC-Messungen sind zwischen -100 °C und 200 °C möglich. Durch einfache Anwendung des zusätzlichen manuellen Ofendeckels – alternativ oder sukzessive – können Standard-DSC-Tests im Temperaturbereich zwischen -180 °C und 700 °C mit entsprechender Kühlvorrichtung durchgeführt werden. Selbst mit dem automatischen Probenwechsler (ASC) sind Photo-DSC-Messungen an bis zu 192 Proben – auch in unterschiedlichen Tiegeln – möglich.

Genauere Regelung der Atmosphäre um die Probe

Die gasdichte DSC-Zelle in Kombination mit den integrierten Massendurchflussreglern erlaubt die Kontrolle der Atmosphärenzusammensetzung.

**GASDICHTE
WÄRMESTROMZELLE**

**KALIBRIERUNG MIT
OMNICURE S2000**

**PRÄZISE REGELUNG DER
ATMOSPHÄREN-
ZUSAMMENSETZUNG (MFC)**

**SOFTWARE GETRIGGERT
UND KONTROLLIERT**

**EINSTELLBARE LICHTLEITER
FÜR PROBE UND REFERENZ**

**AUTOMATISCHE DECKELHUB-
VORRICHTUNG FÜR EINFACHE
HANDHABUNG UND REPRODU-
ZIERBARE MESSERGEBNISSE**

**VERWENDUNG VON
KOMMERZIELL
ERHÄLTlichen LAMPEN**

**VERSTELLBARE LICHTLEITER
MIT DEFINIERTEM ABSTAND
ZUR DSC-ZELLE**

**AUTOMATISCHER PROBEN-
WECHSLER FÜR BIS ZU 192
PROBENPOSITIONEN**

**KONTROLLE DER
BELICHTUNGSZEIT**

**GROBER TEMPERATUR-
BEREICH**

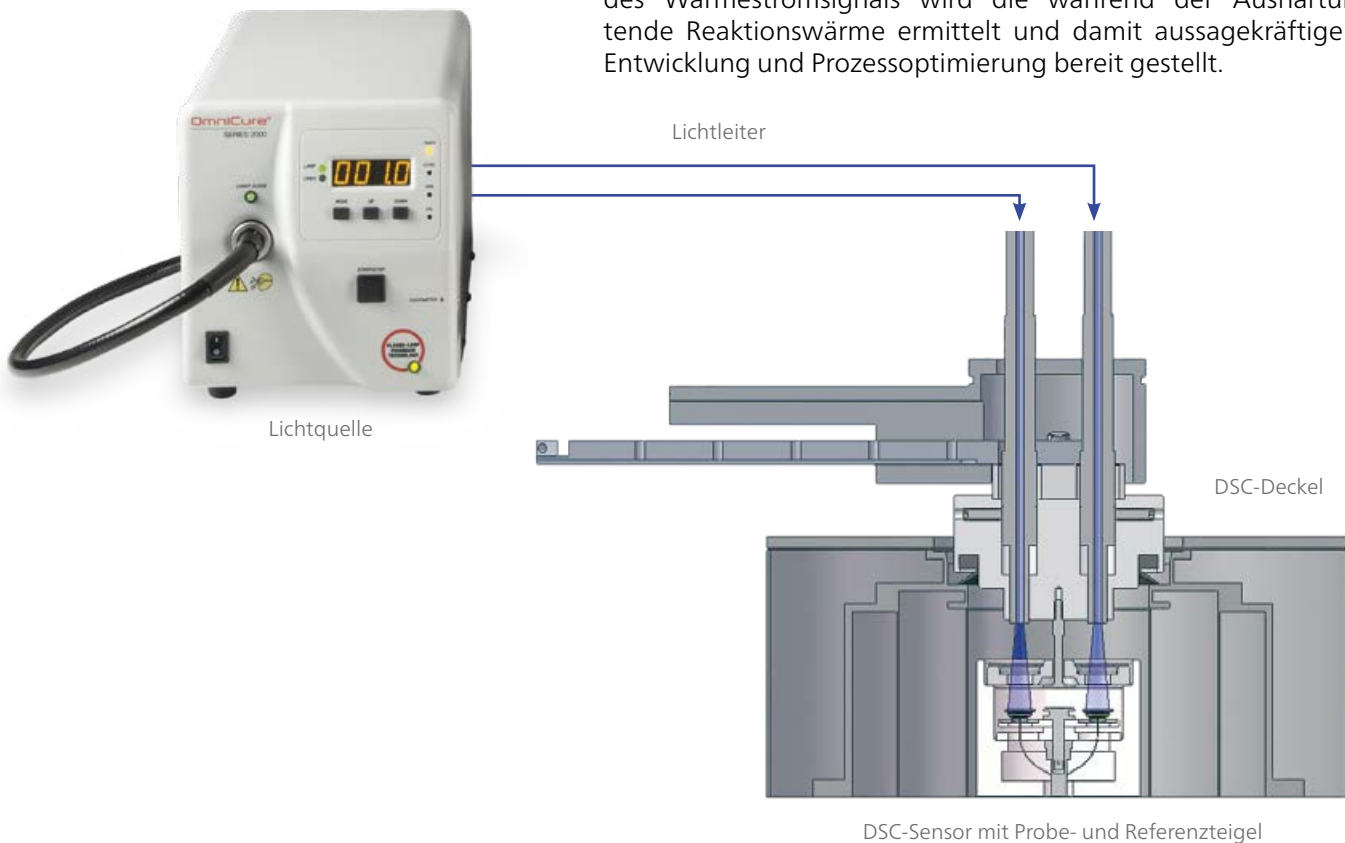
ZUKUNFTSWEISENDE TECHNOLOGIE

Betrieb der Photo-DSC

Die Dynamische Differenzkalorimetrie (engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) ist eine thermoanalytische Methode, bei der die Wärmestromdifferenz zwischen einer Probe und einer Referenz während eines kontrollierten Temperaturprogramms quantitativ erfasst wird (Definition basierend auf DIN 51 007, ISO 11357-1 oder ASTM E 472).

Bei Photo-DSC-Messungen befinden sich Probe und Referenz zusammen in einem Ofen und werden gemeinsam belichtet. Die Lichtwellenleiter sind fest im Deckel montiert, um einen reproduzierbaren Abstand der Lichtwellenleiter zu Probe und Referenz zu erhalten.

Die Ansteuerung der UV-Lampe erfolgt über die Mess-Software und regelt – für bestimmte Modelle (siehe nächste Seite) – die Pulslänge und -intensität automatisch. Im Laufe einer Messung werden als primäre Signale die Probentemperatur und die Temperaturdifferenz zwischen Proben- und Referenzseite aufgezeichnet. Durch Integration des Wärmestromsignals wird die während der Aushärtung auftretende Reaktionswärme ermittelt und damit aussagekräftige Daten für Entwicklung und Prozessoptimierung bereit gestellt.



UV-Lichtquellen – Sie wählen aus!

Empfohlen werden Quecksilberlampen wie OmniCure® S 2000, deren Wellenlängenbereiche mit spezifischen Filtern variabel und erweiterbar sind. Die Filter sollten für einen UV-A-Bereich zwischen 280 nm und 315 nm und für einen UV-B-Bereich zwischen 315 nm und 500 nm ausgestattet sein. Zusätzlich eignen sich weitere, handelsübliche Lampen. Je nach auszuhärtendem Harzsystem können eine definierte Wellenlänge (z.B. 447 nm) mit einem Dioden-Lasersystem oder leistungsstarkem LED (z.B. 365 nm, 400 nm oder 460 nm) für eine optimierte Aushärtung verwendet werden.

Die OmniCure®-Lampe ist vollständig softwaregeregelt; die Auswahl von Temperatur, Lichtintensität, Wellenlänge und Belichtungszeit erfolgt über die DSC-Proteus®-Software.

Die gasdichte Konstruktion der DSC-Apparatur erlaubt auch die Untersuchung von Lacken, bei deren Aushärteprozess oftmals Sauerstoff als Inhibitor wirken kann.

Software-Eigenschaften

- Lichtquelle über DSC-Messsoftware ansteuer- oder regelbar (Zeit und Intensität)
- Belichtungsimpuls segmentweise, entweder mittels Aktivierung/Deaktivierung über Auswahlbox im Temperaturprogramm wählbar
- Wählbare Verzögerungszeit für Belichtung
- Auswertung der tatsächlichen Reaktionswärmen über Zeit-Offset und Kurvensubtraktion
- Bestimmung des relativen oder absoluten Integrals (Konversionsgrad)

Technische Daten

Photo-DSC 204 F1 Phoenix®

Temperaturbereich	<ul style="list-style-type: none"> ▪ -100 °C bis 200 °C mit Belichtungsmodul ▪ Standard-DSC-Messungen: -180 °C bis 700 °C
Tiegel	Offen, Aluminium
Automatic Sample Changer (ASC)	bis zu 204 Proben (Option)
Empfohlene Hg-Lampentypen	OmniCure® S 2000
Max. Leistung	>10 W/cm ²
Wellenlängenbereich	320 nm bis 500 nm*
Belichtungszeit	0,2 s bis 1000 s
Blendendurchmesser	8 mm, 4 mm, 2 mm
Lebensdauer (Lampe)	2000 h

* Variabel und erweiterbar mit verschiedenen Filtern

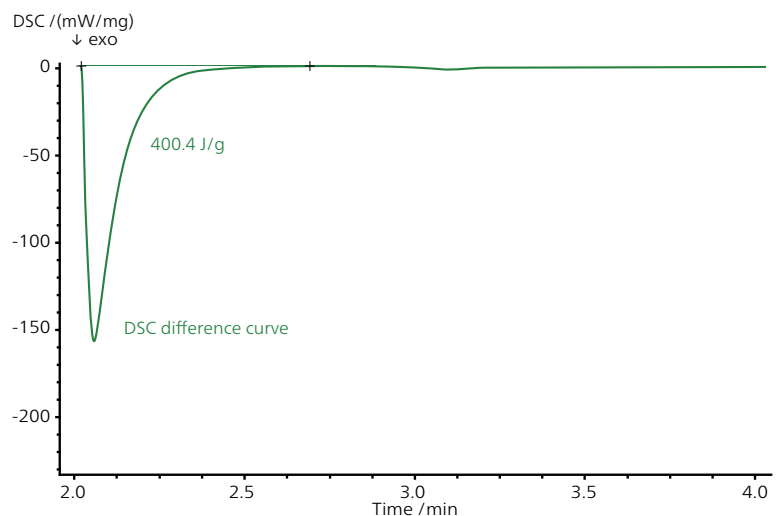
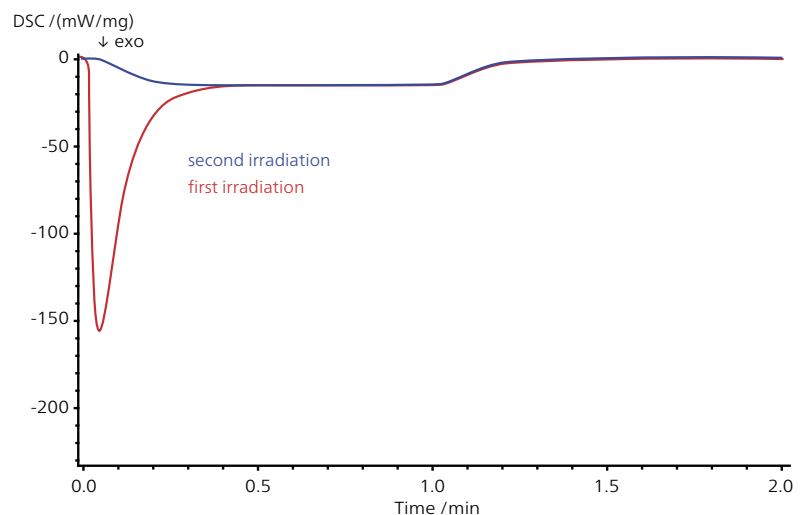


APPLIKATIONEN

- Farben/Beschichtungen
- Klebstoffe/Tinten
- Dentalkomposite
- Pharma/Kosmetik
- Lebensmittel/Chemikalien

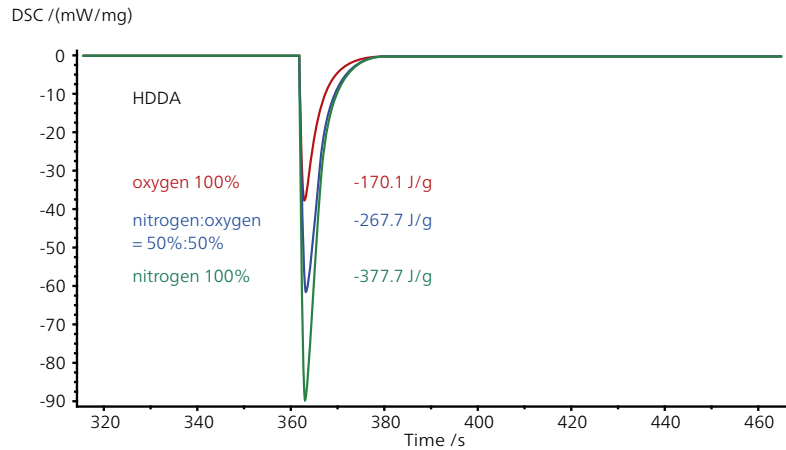
Photo-DSC-Messung und Auswertung

Probe und Referenz wurden mit UV-Licht bis zur vollständigen Aushärtung bestrahlt. Anschließend wurden die ausgehärtete Probe und die Referenz ein zweites Mal für die gleiche Dauer und bei gleicher Temperatur belichtet. Danach wurde der Unterschied zwischen 1. und 2. Belichtung für die Bestimmung der reinen Reaktionswärme (Kurvensubtraktion) berechnet.



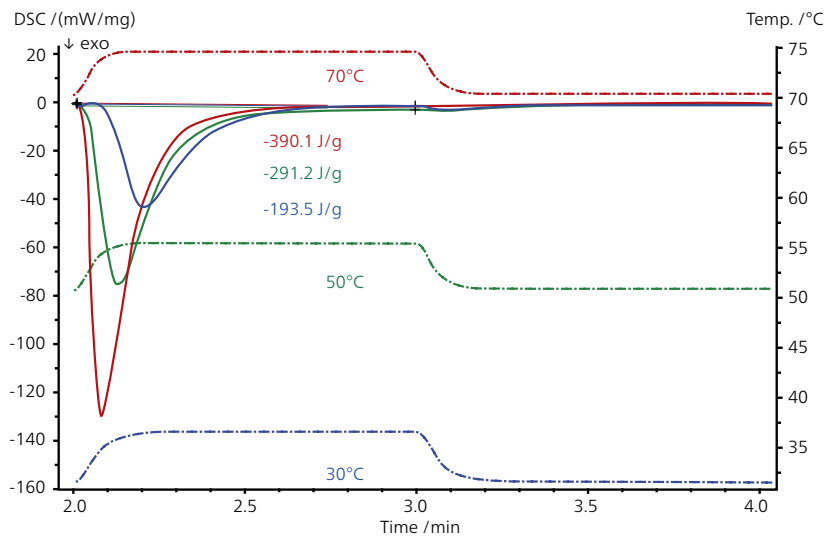
Lacke unter unterschiedlichen Atmosphären

Die einsekündige Belichtung von Hexandioldiacrylat (HDDA) wurde unter drei unterschiedlichen Atmosphären durchgeführt. Unter Inertatmosphäre (100% Stickstoff) ist die Vernetzungswärme mit 378 J/g am höchsten. Sie verringert sich auf 268 J/g bei einer Mischung aus 50 % Stickstoff und 50 % Sauerstoff (blaue Kurve). In reinem Sauerstoff beträgt sie nur noch 170 J/g (rote Kurve).



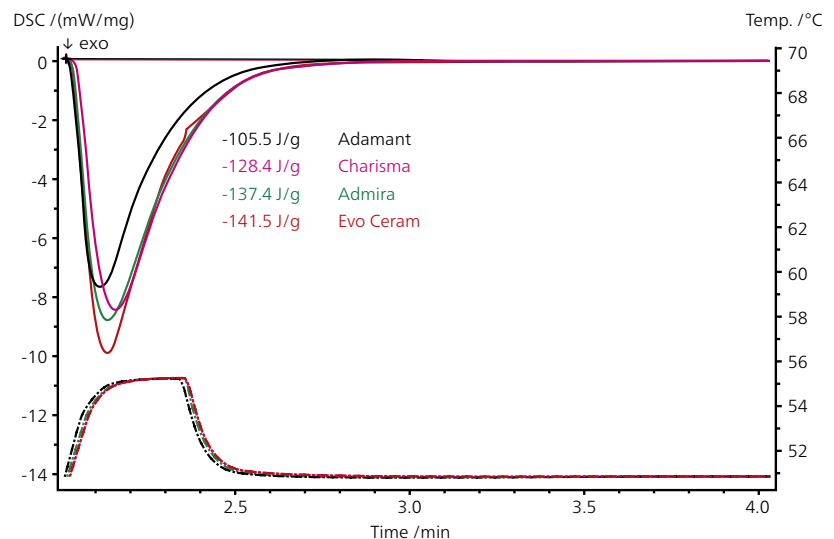
Klebstoffe bei verschiedenen Temperaturen

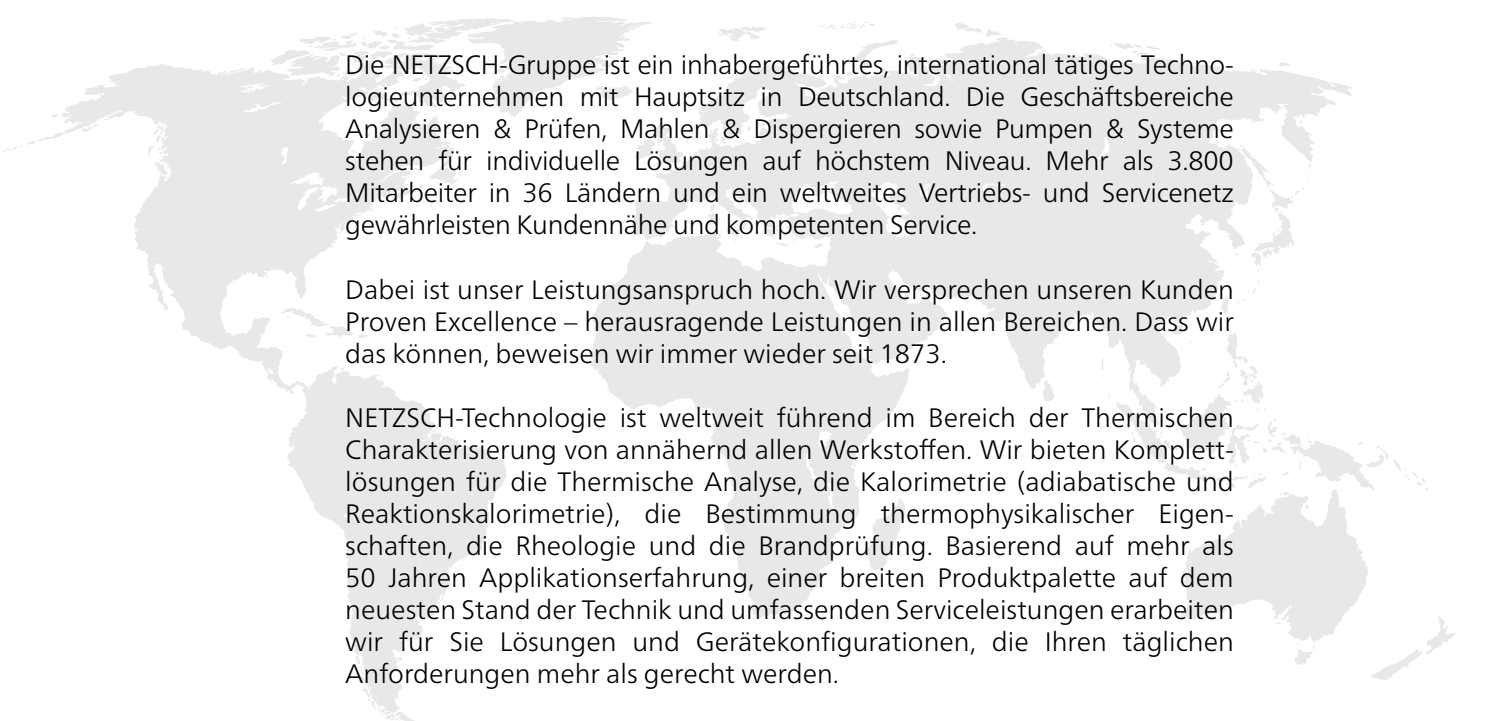
Das modifizierte fluoreszierende 1-Komponenten-Epoxidharz wird mittels sichtbarem Licht von 400 nm bis 500 nm aktiviert. Ein kationisch aushärtender Mechanismus ermöglicht nach Zusammenstellung der unterschiedlichen Komponenten die Aushärtung des Harzes. Eine höhere Temperatur beschleunigt diese Reaktion. Der Klebstoff wird bei der Verklebung von Metallen, Gläsern oder Kunststoffen, hier besonders stressausgleichende Verklebung, oder Dichtungsprodukten eingesetzt.



Unterschiedliche Dentalkomposite

Im Dentalbereich finden lichthärtende Dentalkomposite Anwendung als Restaurationsmaterialien oder Verblendkunststoffe. Die Materialien bestehen allgemein aus Methacrylat-Systemen wie Bisphenol-A-(di)-methacrylat (BisGMA) oder Urethan-di-methacrylat (UDMA). Anorganische Füllstoffe bis zu 80 Gew.-% verbessern die mechanischen Eigenschaften und reduzieren die Schrumpfung während der Vernetzung.





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. Mehr als 3.800 Mitarbeiter in 36 Ländern und 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 50 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@netsch.com

NETZSCH[®]

www.netsch.com