

AutoEvaluation von DSC-Kurven: Die neue Auswertefunktion für UV-Vernetzung

Martin Rosenschon, Dr. Ekkehard Füglein, Dr. Stefan Schmörlzer und Dr. Alexander Schindler

Ab *Proteus*® Version 9.5 steht die neue *AutoEvaluation*-Funktion UV-Vernetzung für DSC-Kurven zur Verfügung, die wie üblich in der Analyse angewählt, aber auch direkt in Messmethoden eingebunden werden kann.

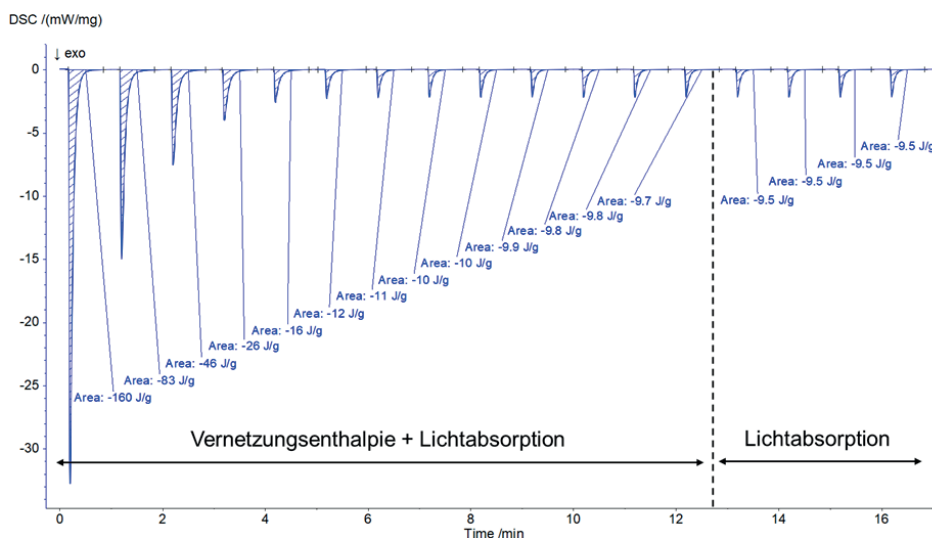
Einleitung

Bei der Licht- oder UV-Aushärtung von Polymeren wird mithilfe einer Lichtquelle eine photochemische Reaktion gestartet, welche zu einer Veränderung der mechanischen und chemischen Eigenschaften führt. Üblicherweise bestehen die lighthärtenden Ausgangssubstanzen aus Monomeren und/oder Oligomeren sowie einem Photoinitiator. Bei einer Bestrahlung mit UV-Licht zerfällt der Photoinitiator und bildet Radikale oder Kationen, welche die Polymerisation beziehungsweise Vernetzung starten [1].

Um einen Aushärtprozess energetisch effizient zu gestalten und gleichzeitig sicherzustellen, dass das System durch die eingebrachte Energie vollständig reagiert, ist es notwendig, die Auswirkung von Lichtintensität, Impulsdauer und gegebenenfalls Impulsanzahl auf die Aushärtung zu charakterisieren. Der Effekt der Vernetzung ist ein exothermer Prozess, welcher mithilfe der dynamischen Differenzkalorimetrie (kurz: DDK, engl.: DSC)

gemessen werden kann. Hierbei erfolgt eine Kopplung des Differenzkalorimeters mit einer kalibrierten Lichtquelle. Eine normalerweise mehrfache pulsartige Belichtung initialisiert die Vernetzung und das Differenzkalorimeter misst die entstehende Reaktionswärme. Diese Methodik ermöglicht es, den Effekt und die genannten Zusammenhänge exakt zu erfassen, erfordert jedoch die Korrektur der durch den Lichtimpuls eingebrachten Wärmetönung aufgrund von Lichtabsorption. Da sich die Wärmeübertragung durch den Lichtimpuls auf den Sensor für einen leeren metallischen Tiegel und einen mit Probe gefüllten Tiegel signifikant unterscheiden, ist es nicht zweckmäßig eine übliche Korrekturmessung mit Leertiegeln durchzuführen.

Vor diesem Hintergrund empfiehlt es sich, die Probe über das Ende des Vernetzungsprozesses hinaus zu belichten und so viele Belichtungsereignisse durchzuführen, bis sich ein konstanter Enthalpiewert einstellt (siehe Abbildung 1). Dieser Wert entspricht der durch den Lichtimpuls eingebrachten Wärmetönung (Lichtabsorption) und kann anschließend zur Korrektur herangezogen werden. Die hierfür nötige Subtraktion des Wertes musste bis jetzt vergleichsweise umständlich über mehrere Auswerteschritte oder manuell durch ein separates Auswerte-Tool erfolgen.



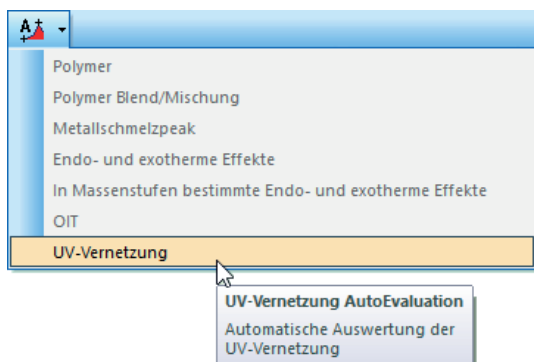
1 DSC-Kurve eines UV-Lackes mit mehrfacher Belichtung

Die neue *AutoEvaluation*-Funktion: UV-Vernetzung

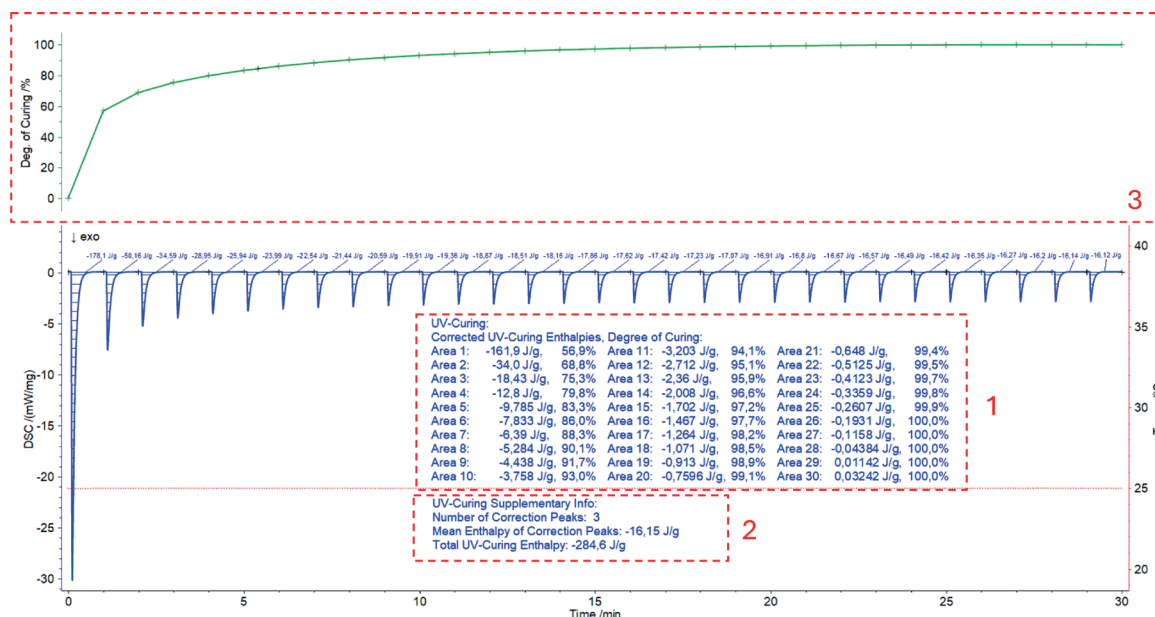
Die Korrektur der durch die UV-Belichtung eingebrachten Wärmetönung sowie eine Auswertung hinsichtlich des Vernetzungsgrades kann nun vollautomatisch mithilfe der neuen *AutoEvaluation*-Funktion UV-Vernetzung in *Proteus*® ab Version 9.5 durchgeführt werden. Diese findet sich als neuer Unterpunkt im Auswahlfenster der *AutoEvaluation* (Abbildung 2).

Durch Anwählen der Messkurve und anschließendes Anklicken der UV-Curing-Funktion startet die vollautomatische Analyse. Hierbei werden die Flächen der einzelnen Belichtungsereignisse ausgewertet und ein Mittelwert aus einer vom Benutzer festgelegten Anzahl der letzten Peakflächen berechnet, welcher der Korrektur der eingebrachten Wärmetönung durch den Lichtimpuls dient.

In Abbildung 3 ist das Ergebnis einer automatischen Auswertung eines UV-Lackes dargestellt. Dieser wurde bei einer isothermen Temperatur von 25 °C mit 30 Lichtimpulsen für jeweils 1 s mit einer definierten Intensität belichtet. Wie ersichtlich, wird eine tabellarische Auflistung der korrigierten Reaktionsenthalpien und des jeweils erreichten prozentualen Vernetzungsgrades der einzelnen Belichtungen erstellt (1). Ferner werden dem Benutzer wichtige Informationen bezüglich der Gesamtenthalpie des UV-Härtungsprozesses (Summe der korrigierten Reaktionsenthalpien) sowie der Anzahl der genutzten Korrekturpeaks und deren Mittelwert aufgelistet (2). Des Weiteren kann der Verlauf des prozentualen Vernetzungsgrades als Kurve dargestellt werden (3).



2 *AutoEvaluation*-Symbol in der *Proteus*®-Analyse Version 9.5 mit der Funktion UV-Vernetzung

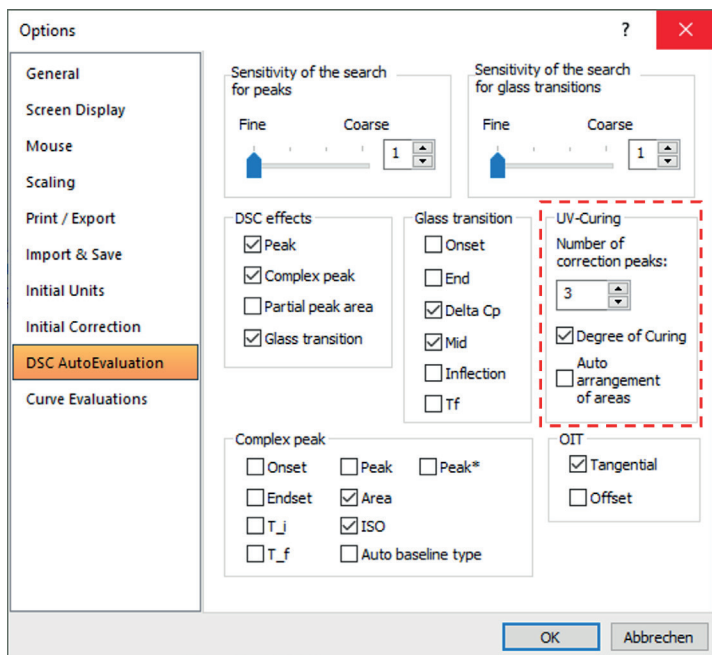


3 Vollautomatische Auswertung eines UV-Lackes mithilfe der neuen *AutoEvaluation*-Funktion UV-Vernetzung

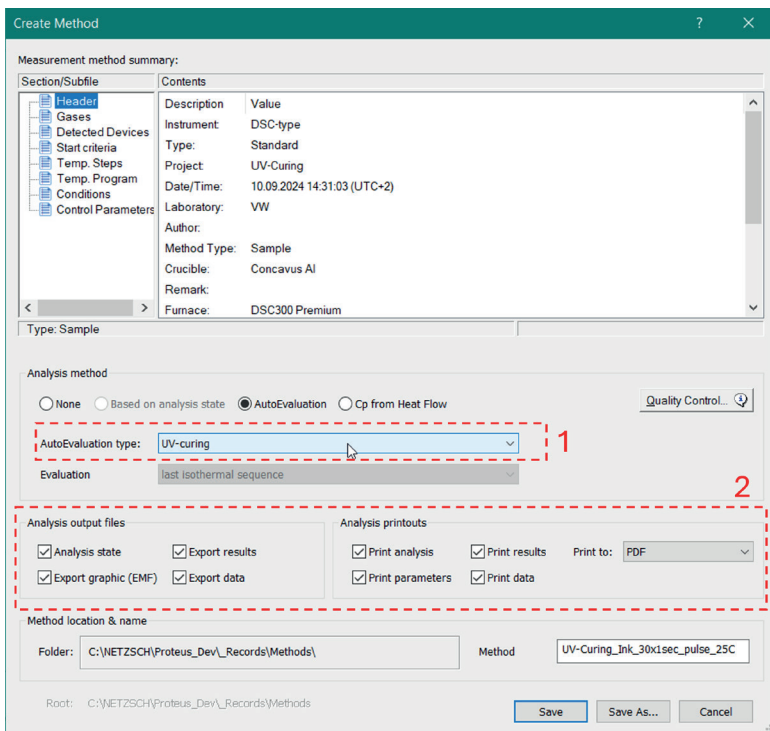
Der Benutzer kann in den Einstellungen der *AutoEvaluation* festlegen, wie viele Flächen zur Mittelung des Korrekturwertes herangezogen werden sollen und ob eine Auswertung des Vernetzungsgrades erfolgen soll (siehe Abbildung 4). Diese Einstellungen finden sich in den Optionen der *Proteus*®-Software.

der Methodenerstellung ausgewählt wird (siehe Abbildung 5 (1)). Zudem werden die bekannten Funktionen zur direkten Ergebnisausgabe, wie das Erstellen von Text- und Bilddateien, unterstützt (2). Besonders für Nutzer mit einer hohen Anzahl an Messaufgaben kann dies zu einer erheblichen Reduzierung des Auswerteaufwands beitragen, da die erläuterten Auswerteergebnisse am Ende der Messung vollautomatisch erzeugt und ggfs. exportiert werden.

Die Funktion UV-Vernetzung lässt sich in Methoden integrieren, indem sie im abschließenden Übersichtsfenster bei



4 Einstellungen der *AutoEvaluation*-Funktion UV-Vernetzung



5 Übersichtsfenster Methodenerstellung

Zusammenfassung

Durch die Erweiterung der NETZSCH *Proteus*®-Software in Version 9.5 hinsichtlich der *AutoEvaluation*-Funktion UV-Vernetzung wird die Auswertung von Messungen optisch härtender Materialien deutlich vereinfacht. Weder müssen Teile der Rechenschritte in andere Programme übertragen werden, noch muss der Anwender selbst die Werte der Teilflächen addieren.

Durch Starten der Funktion UV-Vernetzung erfolgt eine automatische Korrektur, der durch den Lichtimpuls eingebrachten Wärmemenge, eine Auswertung der Teilenthalpien, die Darstellung der Gesamtreaktionsenthalpie und des prozentualen Vernetzungsgrades. Die *AutoEvaluation*-Funktion UV-Vernetzung kann dabei direkt in Methoden integriert werden, was den Analysenaufwand zusätzlich reduziert.

Quellen

[1] E. Reichmanis, J. Crivello: Photopolymer Materials and Processes for Advanced Technologies. In: Chem. Mater. Band 26, 2014, S. 533–548.