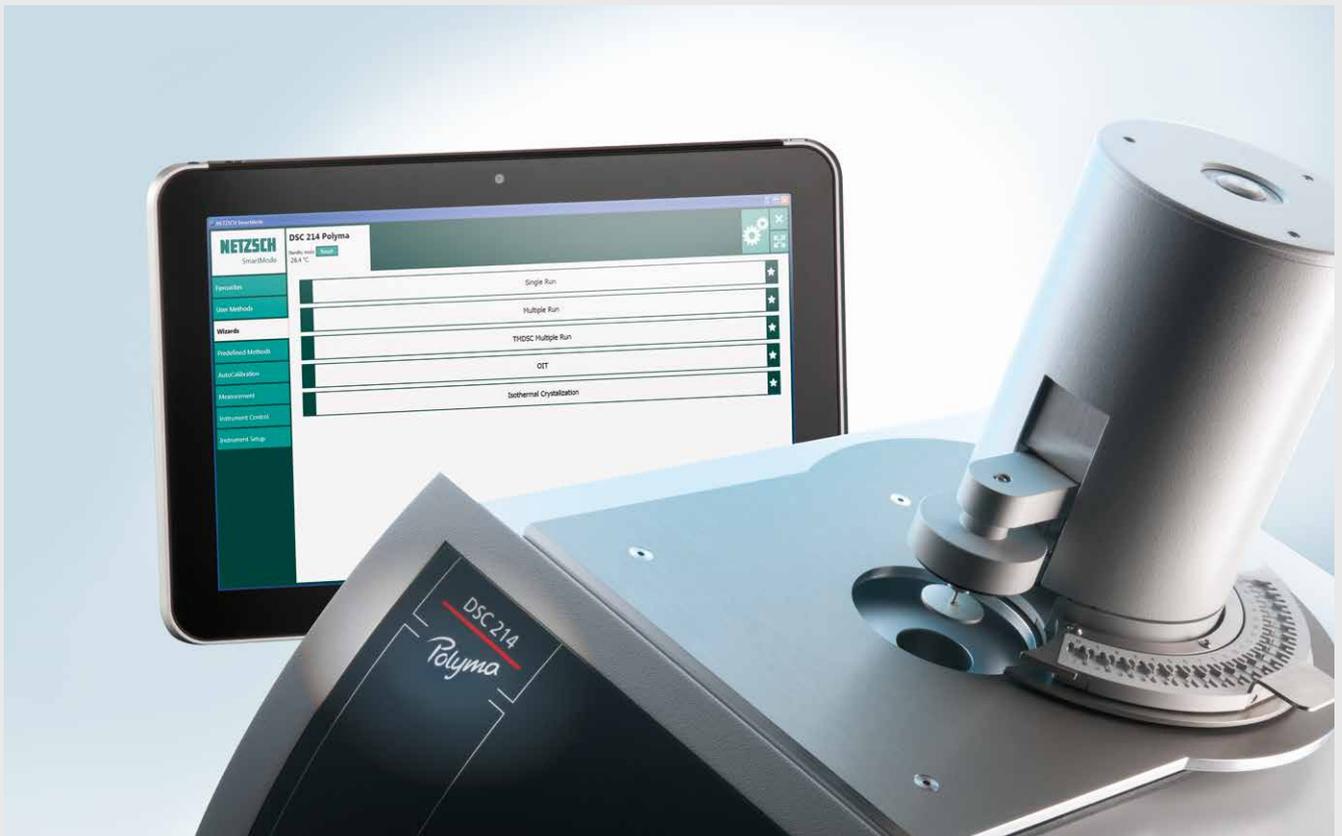


DSC 214 *Polyma*

Die Komplettlösung für die Dynamische Differenzkalorimetrie



DSC 214 *Polyma* – Mehr als nur eine DSC

Eine ausgeklügelte Systemlösung für Polymere

Das Arbeiten mit DSC (dynamische Differenzkalorimetrie, engl. Differential Scanning Calorimetry) beinhaltet nicht nur die Bedienung des Geräts, sondern auch die Probenvorbereitung, Auswertung und Interpretation der Messergebnisse. Die 360°-Komplettlösung von NETZSCH für Polymere bringt all dies in Einklang – die einzelnen Arbeitsschritte sind aufeinander abgestimmt und gleichzeitig vereinfacht.

Die neue DSC 214 *Polyma* nimmt eine Schlüsselposition innerhalb dieses Konzepts ein: Sie bietet alles, was ein Anwender für die DSC-Analyse von Polymeren benötigt.

Thermische Eigenschaften, die typischerweise mittels DSC detektiert werden können

- Schmelztemperaturen und -enthalpien (Schmelzwärmen)
- Kristallisationstemperaturen und -enthalpien
- Glasübergangstemperaturen
- Oxidationsstabilität wie z. B. OIT (Oxidative-Induction Time) und OOT (Oxidative Onset Temperature)
- Kristallinitätsgrad
- Reaktionstemperaturen und -enthalpien
- Vernetzungsreaktionen (Aushärtung)
- Aushärtegrad
- spezifische Wärmekapazität
- Molekulargewichtsverteilung (Peakform) usw.

Leistungsfähige DSC 214 *Polyma*

- Optimierte Kombination von Sensor und Ofen für schnelles Aufheizen/Abkühlen
- Eindrucksvolle Reproduzierbarkeit bei hoher Empfindlichkeit

Einzigartige Concavus-Tiegel

- Neues Tiegeldesign für ausgezeichnete Reproduzierbarkeit
- 3in1-Box für sicheren Transport und Archivierung

Einfache Probenvorbereitung

- *SampleCutter*, besonders für harte Materialien
- Umfangreiches Probenvorbereitungssset

Intelligentes Messen

- Vereinfachte Bedieneroberfläche
- Automatisierte Messroutinen
- *AutoCalibration*

AutoEvaluation

- Benutzerunabhängige Detektion thermischer Effekte
- Eigenständige Analyse unbekannter DSC-Kurven

Innovative Identifizierung

- Interpretation von Messkurven mittels Datenbanksuche
- Erweiterbar durch den Anwender



DSC 214 *Polyma* – Der neue Maßstab für DSC-Messzellen



1 **Arena-Ofen**

Die aufgrund seiner ovalen Geometrie stark reduzierte thermische Masse erlaubt schnelle Aufheiz- und Abkühlraten. Gleichzeitig sorgt das doppelt-symmetrische Design für eine gleichmäßige Temperaturverteilung.

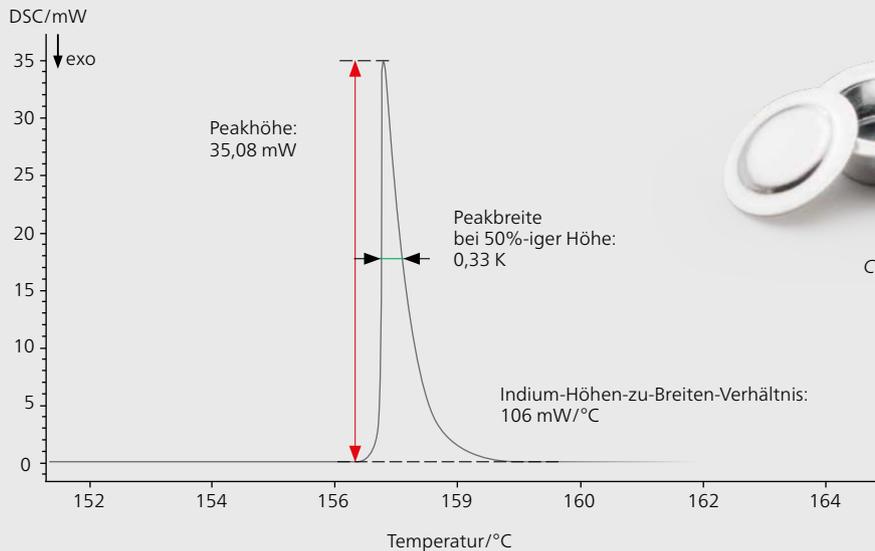
2 **Corona-Sensor**

Dieser schnell ansprechende Sensor bietet eine hohe Reproduzierbarkeit und Beständigkeit. Die beiden Thermoelemente treffen auf der Sensorfläche aufeinander, wodurch ein kreisförmiges, nach oben gerichtetes Thermoelement entsteht. Der Proben Tiegel befindet sich oberhalb dieser Verbindung, berührt sie jedoch nicht. Der kleine Abstand zwischen Proben tiegel und Sensor garantiert einen definierten Kontaktwiderstand, was eine verbesserte Reproduzierbarkeit zur Folge hat.

3 **Concavus-Tiegel**

Die einzigartige Geometrie dieses zum Patent angemeldeten Proben tiegels weist einen konkaven Boden auf. In Verbindung mit einem flachen Sensor ergibt sich eine eindeutig definierte, ringförmige Kontaktzone.

GERÄT



Die Kombination von Sensor und Probentiegel erzielt ein sehr gutes Indium-Höhen-zu-Breiten-Verhältnis; DSC-Messung an Indium (7,3 mg)

Spitzenleistung durch die optimale Kombination von Ofen, Sensor und Tiegel

Das Zusammenspiel von *Arena*-Ofen und perfekt angepasstem Sensor und Tiegel setzt neue Maßstäbe in der DSC-Analyse. Diese einzigartige Lösung erzielt sowohl eine ausgezeichnete Empfindlichkeit als auch eine sehr gute Auflösung, was sich im Peakhöhen-zu-Breiten-Verhältnis widerspiegelt. So lassen sich kleinste Effekte zuverlässig nachweisen und sich überlagernde Reaktionen voneinander trennen.

Das Peakhöhen-zu-Breiten-Verhältnis, auch Indium Response Ratio genannt, beschreibt das Auflösungsvermögen einer DSC. Die DSC 214 *Polyma* zeichnet sich durch ein Indium Response Ratio von über 100 mW/°C aus, einzigartig für Wärmestrom-DSC-Systeme.

Die ideale Kombination aus *Arena*-Ofen und des zum Patent angemeldeten *Corona*-Sensor ermöglicht Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeiten von bis zu 500 K/min – mit klassischen Wärmestrom-DSCs bisher unerreichte Werte.

Die *Concavus*-Tiegel sind speziell auf den *Corona*-Sensor abgestimmt und ein Garant für eine hohe Reproduzierbarkeit.

Die Premium-*Concavus*-Tiegel werden vor Auslieferung sorgfältig gereinigt, wodurch jegliche Kontamination ausgeschlossen werden kann.

Neuartige Kombination von Ofen, Sensor und Tiegel

- Schnelle Aufheiz- und Abkühlraten
- Ausgezeichnete Reproduzierbarkeit
- Ausgezeichnetes Indium Response Ratio

Technische Gerätedaten finden Sie auf Seite 23.

Clevere Ideen für die Probenvorbereitung

Der *SampleCutter* – Perfekt für Polymere

Ein guter thermischer Kontakt zwischen Probe und Tiegelboden ist unerlässlich für reproduzierbare und zuverlässige DSC-Ergebnisse. Voraussetzung dafür ist eine plane Probenauflagefläche. Mit dem neuen

SampleCutter lassen sich glatte, ebene Probenflächen einfach, sicher und komfortabel zuschneiden – unabhängig davon, ob die Polymerprobe weich, hart oder spröde ist.

Probenvorbereitungsset

Zusätzlich zum *SampleCutter* wird die DSC 214 *Polyma* mit einem Probenvorbereitungsset geliefert, das alle Hilfswerkzeuge wie Schneidbrett, Schere, Pinzette und Spatel etc., die die Probenvorbereitung so einfach und bequem wie möglich machen, enthält.



Die 3in1-Box – Die intelligente Lösung für Transport, Probenentnahme und Archivierung von Probentiegeln

In der 3in1-Box spiegelt sich die Premiumqualität der *Concavus*-Tiegel wider: 96 Tiegel und 96 Deckel sind jeweils in einer antistatischen Box verpackt. So sind Tiegel und Deckel leicht zugänglich und werden bei der Entnahme nicht deformiert; gleichzeitig dient die Box als Archivierungssystem. Das integrierte Proben-

register, in dem Probenname und -masse festgehalten werden können, vereinfacht das Auffinden von Rückstellproben.

Die *Concavus*-Tiegel sind kompatibel mit allen klassischen Wärmestrom-DSCs.



Die Kennzeichnung sorgt für eine definierte Probenposition



Probenvorbereitung

- Einzigartiger *SampleCutter*
- Probenvorbereitungsset
- 3in1-Box zur einfachen Entnahme, Lagerung und praktischen Archivierung von Probentiegeln

DSC 214 *Polyma* – Für mehr Flexibilität



Kompakte Vielseitigkeit

Mit einer Stellfläche von nur 35 cm x 51 cm ist die neue DSC 214 *Polyma* äußerst kompakt und lässt sich einfach an die von Ihnen gewünschte PC-Konfiguration anpassen. Sie kann mit unterschiedlichen Rechnern ausgestattet werden. So ist z. B. eine Kombination mit einem Desktop-PC, Laptop, Touch-PC oder bei

Platzmangel in Ihrem Labor sogar mit einem kompakten Tablet-PC möglich. Sie können wahlweise mit Touch-Interface oder Maus und Tastatur arbeiten. Das System läuft auf den Benutzeroberflächen Windows XP, Windows 7 oder Windows 8.1. Sie haben die Wahl!

GERÄT

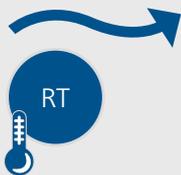
Hoher Probendurchsatz

Dank des automatischen Probenwechslers (ASC) können Messungen von bis zu 20 Proben – entweder im Rahmen einer Serie oder unabhängig voneinander – ohne Beisein des Anwenders durchgeführt werden. Innerhalb desselben Karussells können unterschiedliche Tiegel verwendet werden. Für jede Probe lässt sich ein individuelles Temperaturprogramm mit z. B. verschiedenen Gasatmosphären und Kalibrierkurven wählen.

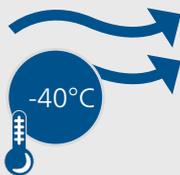


Breiter Temperaturbereich mit kostengünstigen Kühlsystemen

Eine schnelle Abkühlung zurück auf Raumtemperatur oder Tests unterhalb von Raumtemperatur erfordern ein optimiertes Kühlen. NETZSCH bietet hierzu mehrere Optionen an:



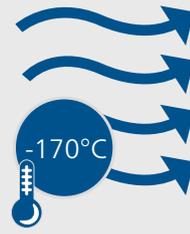
Luftkühlung
(RT bis 600 °C)



Intracooler IC40
(-40 °C bis 600 °C)



Intracooler IC70
(-70 °C to 600 °C)



Flüssigstickstoff-Kühlung
(-170 °C bis 600 °C)

Proteus®-Software – Vorstoß in eine neue Ära

Vollendete Anwenderfreundlichkeit – Die neue Benutzeroberfläche *SmartMode*

Die neue, wesentlich vereinfachte Benutzeroberfläche der *Proteus®*-Messsoftware ist die praktische Umsetzung des Konzepts einer intuitiven Bedienung. Für den Start einer Testreihe, müssen Sie kein DSC-Experte sein!

SmartMode – Auf Tastendruck abrufbar

SmartMode besticht durch eine klare Struktur, ein konsistentes Navigationskonzept und einfachen Zugriff auf alle Funktionen. Selbst Kunden ohne Software-Vorkenntnisse finden sich auf Anhieb zurecht. Mehrere Geräte können parallel betrieben werden. Jede aktive Apparatur ist mit einem farbigen Reiter gekennzeichnet. Mittels *Wizards* (Messvorlagen) ist es möglich, eine Messung mit nur wenigen Eingaben zu starten. Alternativ können kundenspezifische (*User Methods*) oder vorgegebene Methoden (*Predefined Methods*) gewählt werden, um ein DSC-Experiment vorzubereiten. Die vordefinierten Methoden umfassen bereits alle notwendigen Parameter für die Polymermaterialien, die Sie im NETZSCH-Poster „Thermal Properties of Polymers“ finden.

Während der Messung kann der Kurvenverlauf beobachtet werden – sogar auf einem Tablet-Computer. Diese Funktion gibt dem Anwender einen zusätzlichen Freiraum und steigert somit erheblich seine Effizienz.



Neue vereinfachte Benutzeroberfläche zur Messdefinition – hier sind die vorgegebenen Methoden (Predefined Methods) aktiviert

ExpertMode – Nicht nur für Profis

Diejenigen, die tiefer in die Software eintauchen möchten, können mit der Benutzeroberfläche *ExpertMode* erweiterte Einstellungsoptionen wahrnehmen oder auch neue Methoden definieren. Im *ExpertMode* hat der Anwender zudem Zugriff auf alle Funktionen und Einstellungen der bewährten *Proteus®*-Software.

AutoCalibration – Volle Konzentration auf die Messaufgaben

Die DSC-Kalibrierung stellt sicher, dass sich das Gerät immer in einem definierten Zustand befindet. Kalibriervorgänge sollten jedoch einfach und schnell sein und sich idealerweise ohne Aufwand durchführen lassen.

Die Lösung ist *AutoCalibration*. Diese Funktion bietet automatische Routinen für die Erstellung aller relevanten Kalibrierkurven. Aktuelle Kalibrierungen werden unter Berücksichtigung der ausgewählten Messbedingungen automatisch geladen und auf ihre Gültigkeitsdauer überprüft.

SmartMode und ExpertMode

- *SmartMode* für effizientes und unkompliziertes Arbeiten
- *ExpertMode* für umfassenden Zugriff auf die Software
- *AutoCalibration*



AutoEvaluation – Die erste vollautomatische DSC-Analyse

Selbstständiges Erkennen und Auswerten von DSC-Effekten

AutoEvaluation ist die erste und einzige Softwarefunktion, die unbekannte Kurven amorpher oder teilkristalliner Polymerproben wie thermoplastische Materialien, Kautschuke, thermoplastische Elastomere oder gehärtete Harze automatisch und selbstständig auswertet.

Dem Anwender steht somit ein Softwarepaket zur Verfügung, das Glasumwandlungstemperaturen, Schmelzenthalpien oder Peaktemperaturen eigenständig erkennt und auch auswertet. So werden zum Beispiel für Schmelzeffekte sowohl die Peaktemperatur als auch die Enthalpie bestimmt; im Falle eines Glasübergangs berechnet die Software die Glasübergangstemperatur (T_g) und die Stufenhöhe (Δc_p).

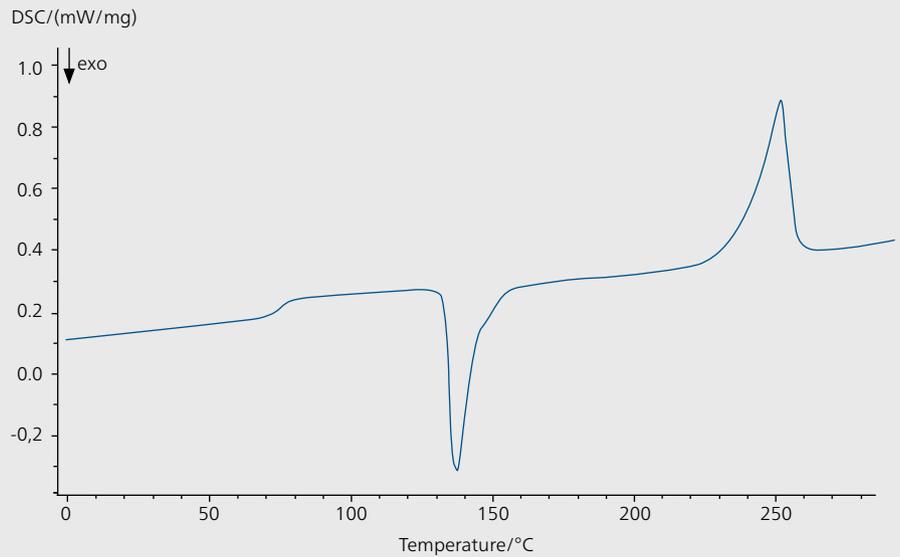
Die rechte Abbildung zeigt eine Messung an einem unbekanntem Polymer. In der Kurve sind drei Effekte zu sehen: eine endotherme Stufe und zwei Peaks – ein exothermer und ein endothermer. Anwender, die mit dem thermischen Verhalten solcher teilkristalliner Polymere vertraut sind, wissen, dass der exotherme Effekt bei ca. 140 °C auf die Nachkristallisation des Materials zurückzuführen ist; der endotherme Effekt bei ca. 250 °C ist dem Schmelzbereich zuzuordnen und die Stufe bei ca. 70 °C spiegelt den Glasübergang des Polymers wider. Für alle, die eine solche Messung zum ersten Mal sehen, übernimmt *AutoEvaluation* die Auswertung der Messkurve ohne weiteren Einfluss des Anwenders.

Diese wegweisende Technologie ermöglicht erstmals Testauswertungen, die vollkommen unabhängig vom Benutzer und somit vollkommen objektiv sind.

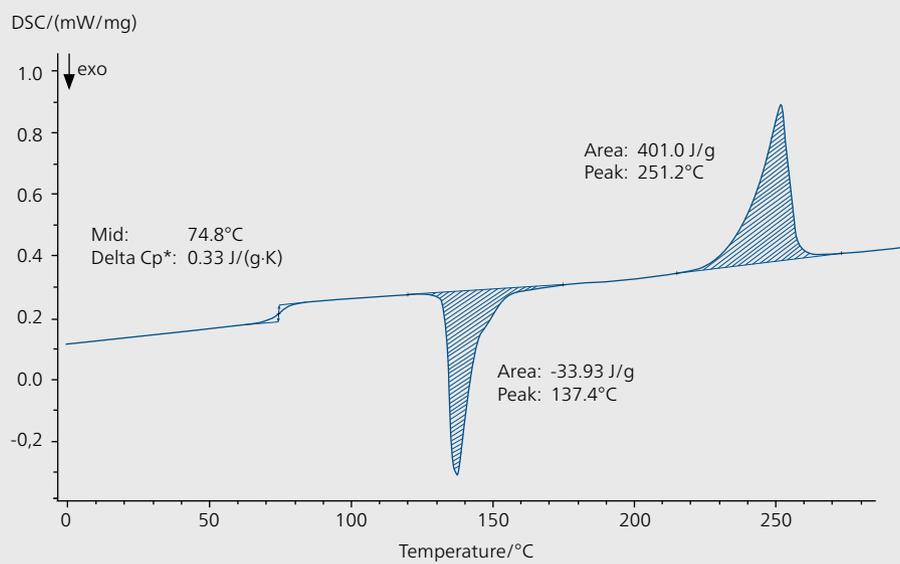
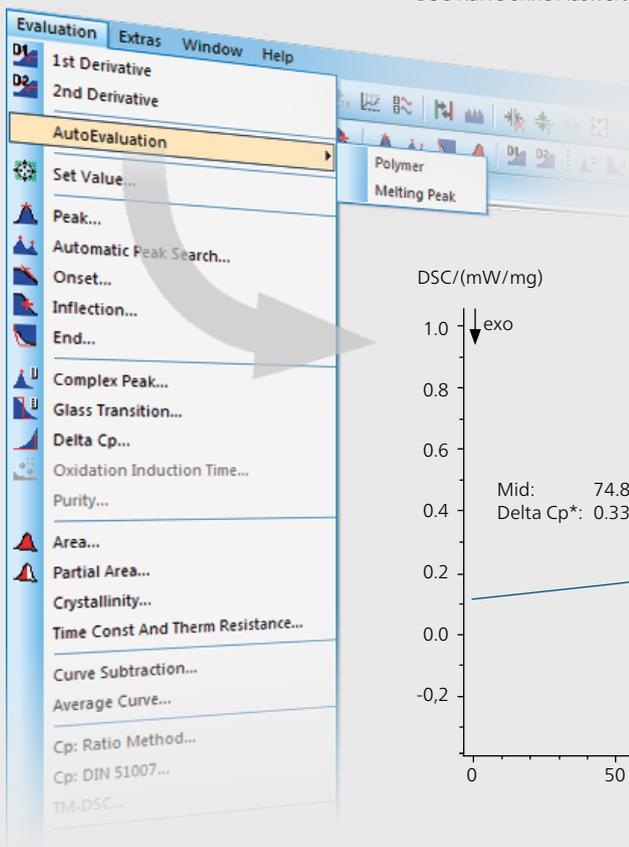
Die Auswertung kann auch weiterhin natürlich auch weiterhin manuell durchgeführt werden.

AUSWERTUNG

IDEN



DSC-Kurve ohne Auswertung



Mittels AutoEvaluation ausgewertete DSC-Kurve

Identify – Jeder Anwender wird zum Experten

Identify: Datenbankgestützte Identifizierung und Verifizierung von Polymeren

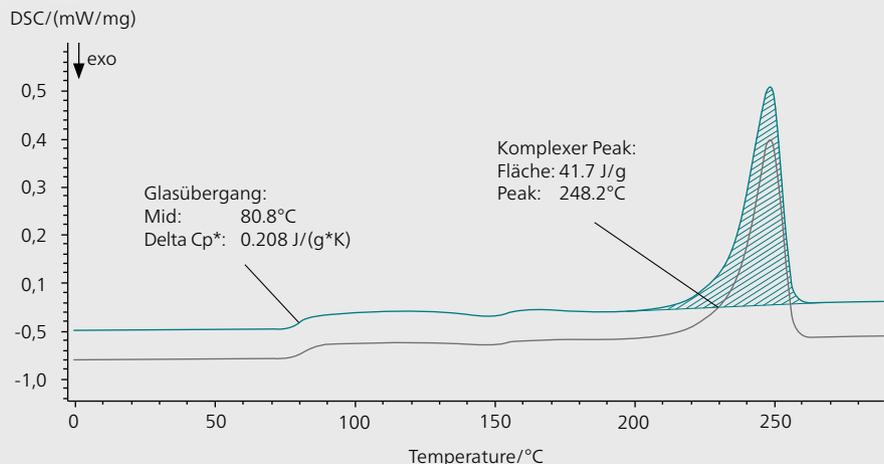
Für eine automatische, software-gesteuerte Datenanalyse ist *AutoEvaluation* der erste Schritt. NETZSCH geht jedoch noch einen Schritt weiter und bietet zusätzlich eine Software-Funktion an, die nach ähnlichen Ergebnissen in Polymer-Bibliotheken sucht. Damit ist eine unverzügliche Interpretation der Messergebnisse möglich.

Mit der *Identify*-Software können eins-zu-eins-Vergleiche mit individuellen Kurven oder Literaturdaten ausgewählter Bibliotheken durchgeführt werden. Außerdem kann überprüft werden, ob eine bestimmte Kurve zu einer bestimmten Klasse gehört. Diese Klassen können Datensätze für verschiedene Typen desselben Polymers beinhalten – z. B. verschiedene PE-Typen – aber auch Kurven, die im Rahmen der Qualitätskontrolle als „bestanden“ oder „nicht bestanden“ klassifiziert wurden.

Sowohl die Bibliotheken als auch die Klassen sind unbegrenzt erweiterbar und editierbar, d. h. der Anwender kann sie mit seinen Experimenten und seinem eigenen Wissen ergänzen. Die Standardbibliotheken umfassen alle Daten und exemplarischen Messungen des NETZSCH-Posters „Thermal Properties of Polymers“. Die *Identify*-Ergebnisse sind in Form von Trefferlisten nach Ähnlichkeitsgrad in Prozent dargestellt.

Der nachfolgende Plot veranschaulicht die Ergebnisse einer Suche nach einem unbekanntem Probenmaterial. Die DSC-Kurve für den besten Treffer ist im direkten Vergleich mit der unbekanntem Probe gezeigt. Die Ähnlichkeit ist offensichtlich: Bei der unbekanntem Probe handelt es sich um PET.

Measurement/Literature Data	Similarity [%]	Class	Similarity [%]
PET 1	95.93 ✓	PET	86.30
PET 2	76.67	PA	11.20
PVAL	64.48	PA6_GF30_parts_passed	7.03
PA66	58.36	PVC	3.38
ETFE	57.32	POM	0.00
ETFE	49.98	PE	0.00
PA66-GF30	39.33		
PVA	26.97		



Ansicht der *Identify*-Ergebnisse nach einem Mausklick. Die unbekanntem Kurve ist grün dargestellt; die ähnlichste Datenbank-Kurve schwarz.

Identify...

- ist ein einzigartiges System zur Erkennung und Interpretation von DSC-Kurven, das Ergebnisse nach nur einem Mausklick liefert!
- ist nützlich für die Materialerkennung und Qualitätskontrolle!
- ist einfach anzuwenden und erfüllt trotzdem hohe Ansprüche!
- beinhaltet eine Datenbank mit NETZSCH-Bibliotheken für Polymere und Bibliotheken, die vom Benutzer selbst angelegt werden können!
- verwendet Messungen, Literaturdaten und Klassen, die auch das Wissen des Anwenders mit einbeziehen!



PVAL

64.48%

PET 2

76.67%

PET 1

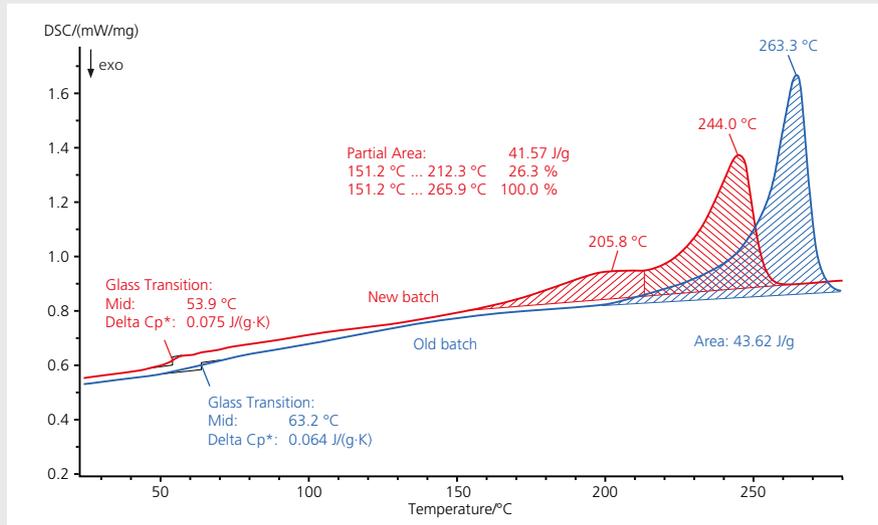
95.93%



DSC 214 *Polyma* – Ideal für die Qualitätskontrolle von Polymeren

Wareneingangskontrolle

Der Plot zeigt die DSC-Ergebnisse der 2. Aufheizung (nach kontrollierter Abkühlung mit 20 K/min) zweier angeblich identischer, als PA66 bezeichneter Granulatchargen, die zu unterschiedlichen Zeitpunkten angeliefert wurden. In der blauen Kurve (alte Charge) ist der Glasübergang bei 63 °C (Midpoint) und der Schmelzpeak bei 263 °C (Peaktemperatur) zu sehen, beides typische Werte für PA66. Die neue Charge (rote Kurve) zeigt jedoch einen Doppelpeak mit Peaktemperaturen bei 206 °C und 244 °C. Dies weist darauf hin, dass das neue Granulat wahrscheinlich ein zweites Polymer beinhaltet, das mit dem PA66 vermischt ist.



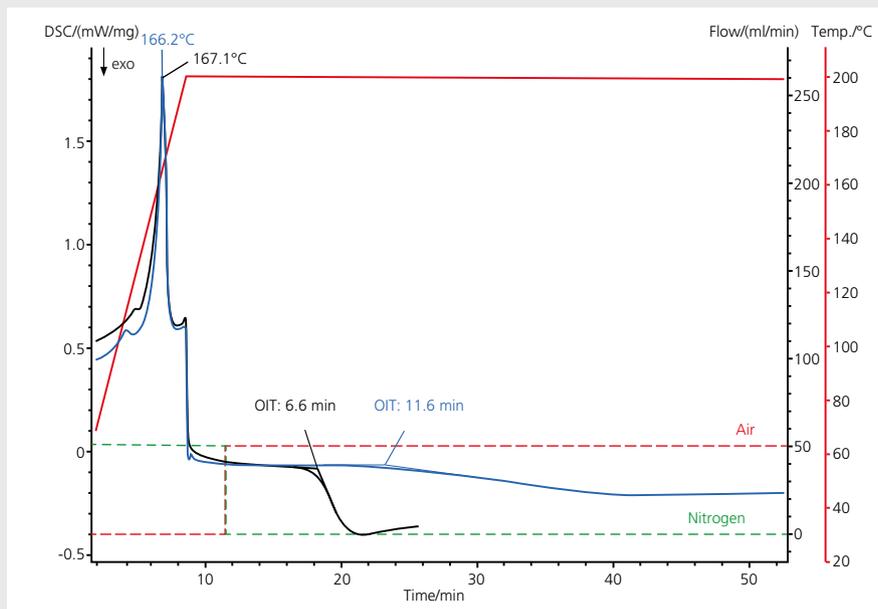
Vergleich zweier PA66-Chargen
 Probeneinwaage: 11,96 mg (blau) und 11,85 mg (rot); Aufheizung bis 330 °C mit 20 K/min nach Abkühlung mit 20 K/min; dynamische N₂-Atmosphäre.

Oxidationsstabilität

OIT-Tests (Oxidative-Induction Time) sind etablierte Verfahren zur Auswertung der Oxidationsbeständigkeit von Polymeren, insbesondere von Polyolefinen.

In diesem Beispiel wurden zwei PP-Proben in dynamischer Stickstoffatmosphäre bis 200 °C aufgeheizt. Die während der Aufheizung detektierten endothermen Effekte stellen das Schmelzen des Polypropylens dar. Nach 3 min bei 200 °C wurde auf Luft umgeschaltet. Die resultierende exothermen Effekte zeigen die Polymerzerersetzung an.

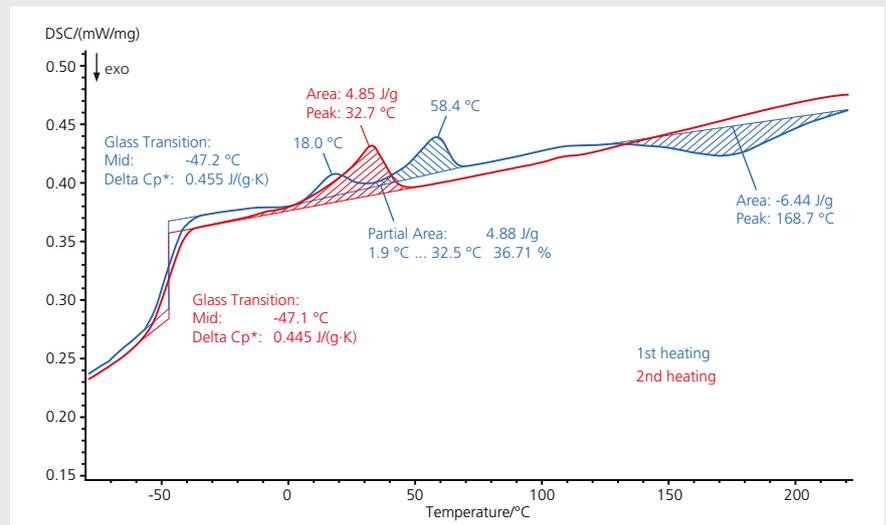
Im vorliegenden Fall tritt die Oxidation bei Probe A im Vergleich zu Probe B (OIT 6,6 min gegenüber 11,6 min) früher ein.



OIT-Test an PP
 Probeneinwaage: 9,48 mg (Probe A) und 9,55 mg (Probe B); Aufheizung bis 200 °C mit 20 K/min unter N₂-Atmosphäre (50 ml/min), 3 min isotherm unter N₂-Atmosphäre, isotherm unter Luft (50 ml/min) bis zum Ende der Messung.

Tieftemperatur-Verhalten von Elastomeren

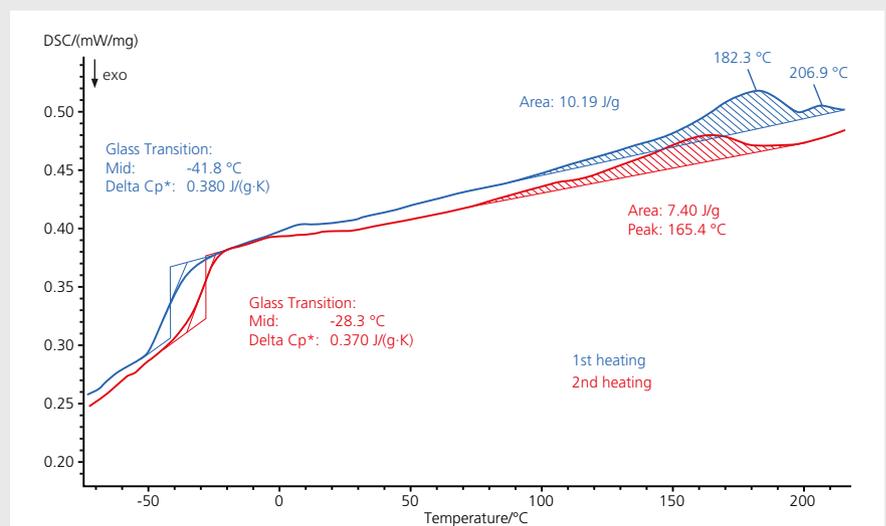
DSC-Messungen liefern aussagekräftige Informationen über Gummimischungen, die in Reifen Verwendung finden. Der Temperatureinsatzbereich der Reifen wird durch deren Glasübergangstemperatur begrenzt. Hier wurde eine SBR-Probe zwei Mal zwischen -100 °C und 220 °C gemessen. Die in beiden Aufheizungen bei -47 °C (Midpoint) detektierte Stufe ist dem Glasübergang von SBR zuzuordnen. Zwischen 0 °C und 70 °C wurden zwei endotherme Effekte aufgezeichnet, die vermutlich auf das Schmelzen von Additiven zurückzuführen sind. Der exotherme Peak bei 169 °C (Peaktemperatur) ist der Nachvulkanisation des Elastomers zuzuschreiben, da er nur in der ersten Aufheizung auftritt.



Thermisches Verhalten eines SBR-Gummi
 Probeneinwaage: 15,41 mg; zweifache Aufheizung von -100 °C bis 220 °C mit 10 K/min, dynamische N₂-Atmosphäre

Thermisches Verhalten von thermoplastischem Polyurethan

Dieser Plot zeigt eine Messung an TPU. Die endotherme Stufe während der ersten Aufheizung bei -42 °C (Midpoint) spiegelt den Glasübergang der Weichsegmente in der Probe wider. Zusätzlich zeigt die Kurve einen endothermen Doppelleffekt zwischen 100 °C und 210 °C. Der reversible Anteil davon, der in der 2. Aufheizung (7,40 J/g) erneut detektiert werden konnte, ist auf das Schmelzen der (thermoplastischen) Hartsegmente zurückzuführen. Der irreversible Anteil ist wahrscheinlich dem Entweichen flüchtiger Anteile oder von Additiven in der Polymermatrix zuzuschreiben. Dadurch lässt sich der höhere Glasübergang bei -28 °C (Midpoint) in der zweiten Aufheizung erklären.



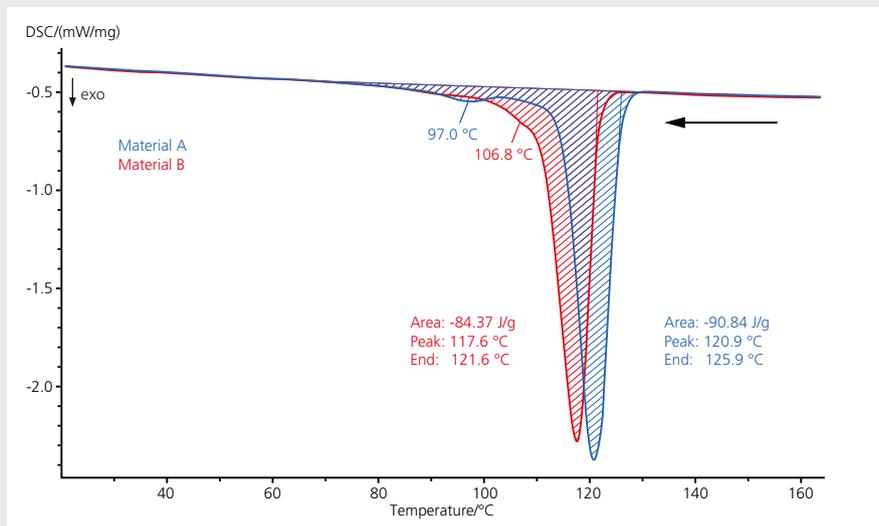
Weich- und Hartsegmente eines thermoplastischen Polyurethans (TPU).
 Probeneinwaage: 10,47 mg; zweifache Aufheizung von -100 °C bis 250 °C mit 10 K/min; dynamische N₂-Atmosphäre.

DSC 214 *Polyma* – Unerlässlich für die Prozessoptimierung

Schadensanalyse – Einfluss von recyceltem Material

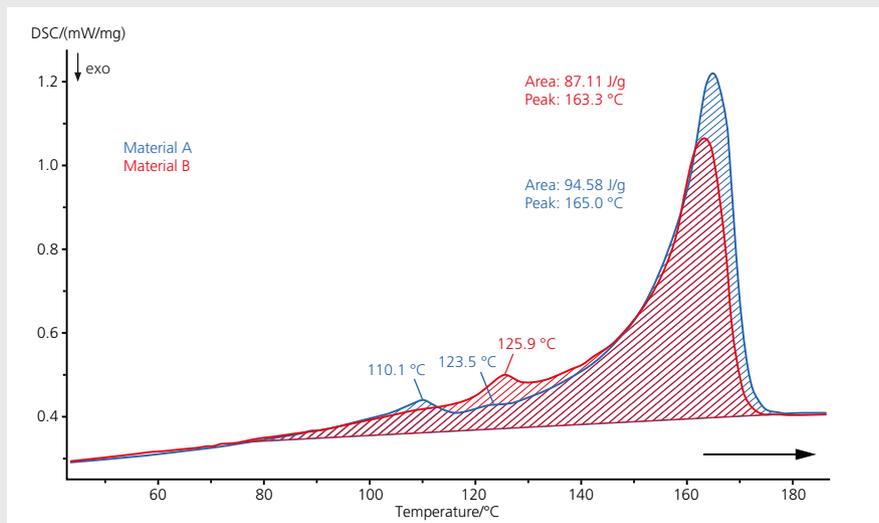
In diesem Beispiel wurden zwei recycelte Polypropylenproben für das Spritzgießverfahren eingesetzt. Während Material A nach dem Formgebungsprozess gänzlich kristallisiert war, lag Material B noch im geschmolzenen Zustand vor. Um die Gründe für das unterschiedliche Verhalten herauszufinden, wurden DSC-Messungen durchgeführt.

Die während der Abkühlung aufgetretenen exothermen Effekte können der Kristallisation des Polymers zugeordnet werden. Die Kristallisation des recycelten Materials A setzt bei 126 °C (Endset) ein und liegt damit um ca. 4 °C höher als bei Material B (rote Kurve). Neben dem Kristallisationspeak bei 121 °C (blaue Kurve) und 122 °C (rote Kurve) traten in Material A ein Peak bei 97 °C und in Material B eine Schulter bei 107 °C auf. Damit liegen in beiden Materialien klare Anzeichen für eine zweite Komponente vor. Die zusätzlichen Komponenten verursachen in Material A die frühere Nukleierung.



Unterschiedliche Erstarrung zweier recycelter PP-Proben
 Probenmasse: ca. 13 mg; Abkühlung mit 10 K/min nach Aufheizung bis 200 °C;
 dynamische N₂-Atmosphäre.

Die zweite Aufheizung liefert weitere Informationen. Neben den Peaks bei 165 °C und 163 °C, typisch für das Schmelzen von Polypropylen, zeigt die blaue Kurve zwei weitere Peaks bei 110 °C und 124 °C, die auf LDPE, LLDPE oder HDPE hindeuten. Im Gegensatz dazu zeigt Material B nur einen weiteren Peak bei 126 °C.

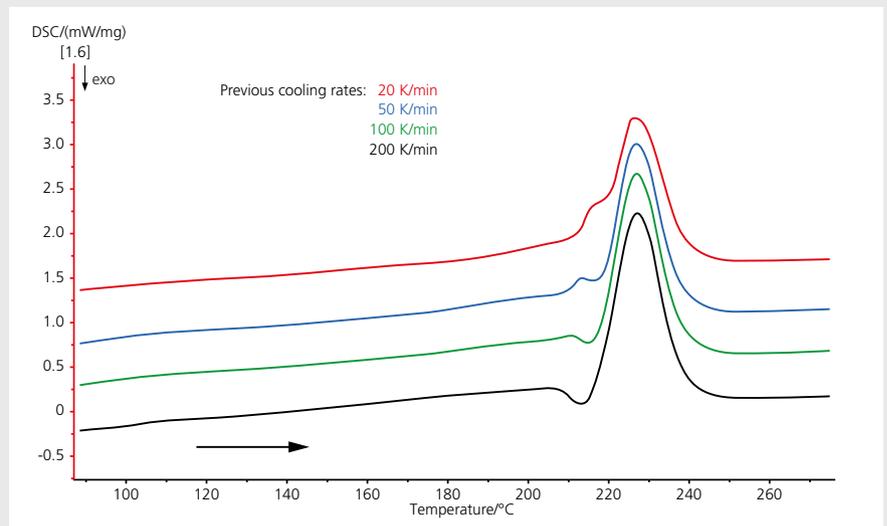


Schmelzen von recyceltem PP mit unterschiedlicher Kontamination von PE
 Probenmasse: ca. 13 mg; Aufheizung bis 200 °C mit 10 K/min nach Abkühlung mit 10 K/min;
 dynamische N₂-Atmosphäre.

Entwicklung von Prozessparametern für Spritzgießverfahren

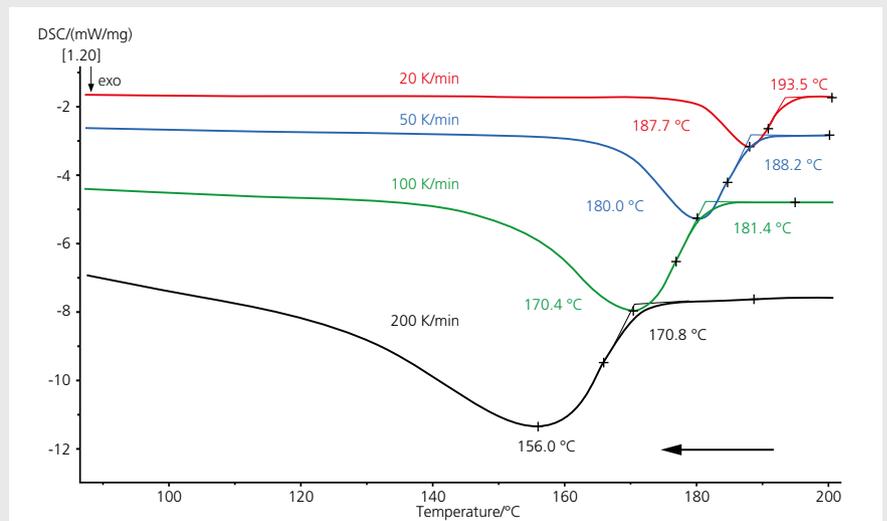
Teilkristalline Polymere, wie Polybutylenterephthalat (PBT) zeigen einen Zusammenhang zwischen Kristallisation und Abkühlgeschwindigkeit. Dieser Faktor ist wichtig zur Abschätzung der Temperatur, bei der das Formwerkzeug zur Entnahme des Fertigteils in der Praxis geöffnet werden kann. In diesem Beispiel wurde PBT mit einem Glasfaseranteil von 30 Gew.-% einem Temperaturprogramm mit unterschiedlichen Abkühlsegmenten mit Abkühlraten zwischen 20 K/min und 200 K/min unterworfen.

Während der verschiedenen Aufheizstufen (alle bei 50 K/min), ist die für PBT typische Schulter der β -Phase für die Probe, die mit 20 K/min (rote Kurve) abekühlt wurde, klar ersichtlich. Dieser Effekt ist für die Probe, bei der die Abkühlung mit 50 K/min (blaue Kurve) erfolgte, zu niedrigeren Temperaturen verschoben. Damit kann eine bessere Auftrennung vom Hauptpeak erreicht werden. Mit zuvor durchgeführten Abkühlraten von 100 K/min und 200 K/min (grün und schwarz) kann der endotherme Effekt nicht mehr detektiert werden. Man erkennt stattdessen, dass die β -Phase der exothermen Nachkristallisation weicht.



Aufheizkurven von PBT GF30 nach unterschiedlichen Abkühlraten
Probenmasse: 10,1 mg; Aufheizung mit 50 K/min.

Bei der Abkühlung mit 20 K/min (rot), setzt die Erstarrung bei ca. 194 °C ein mit einem Maximum bei 188 °C (Peaktemperatur), während bei der Abkühlung mit 200 K/min (schwarz) die Temperaturen auf 171 °C bzw. 156 °C verschoben sind. Hier ist die exotherme Kristallisation nicht vor ca. 120 °C abgeschlossen, sichtbar durch eine leichte Krümmung in der Kurve.



Verschiedene Abkühlkurven von PBT als Ergebnis von unterschiedlichen Abkühlgeschwindigkeiten
Probenmasse: 10,1 mg; Abkühlung mit 20 K/min, 50 K/min, 100 K/min und 200 K/min;
dynamische N₂-Atmosphäre.

DSC 214 Polyma – Anspruchsvolles Messen und Analysieren

Kinetische Analyse eines Epoxidklebers

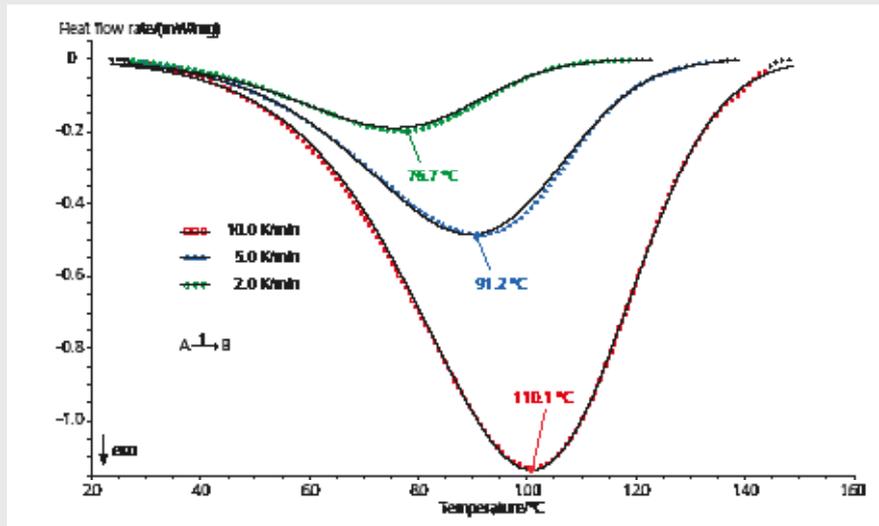
Das NETZSCH *Thermokinetics*-Software-Modul dient zur Erstellung kinetischer Modelle für chemische Prozesse. Darüberhinaus kann es zur Vorhersage des Verhaltens chemischer Systeme für anwenderbestimmte Temperaturbedingungen und zur Prozessoptimierung eingesetzt werden.

In diesem Beispiel wurde ein 2-Komponenten-Epoxidharz untersucht. Es wurden drei Proben vorbereitet und bis 200 °C mit unterschiedlichen Heizraten (2 K/min, 5 K/min, 10 K/min) aufgeheizt. Erwartungsgemäß verschiebt sich die Peaktemperatur des Aushärteeffekts mit zunehmenden Heizraten zu höheren Temperaturen.

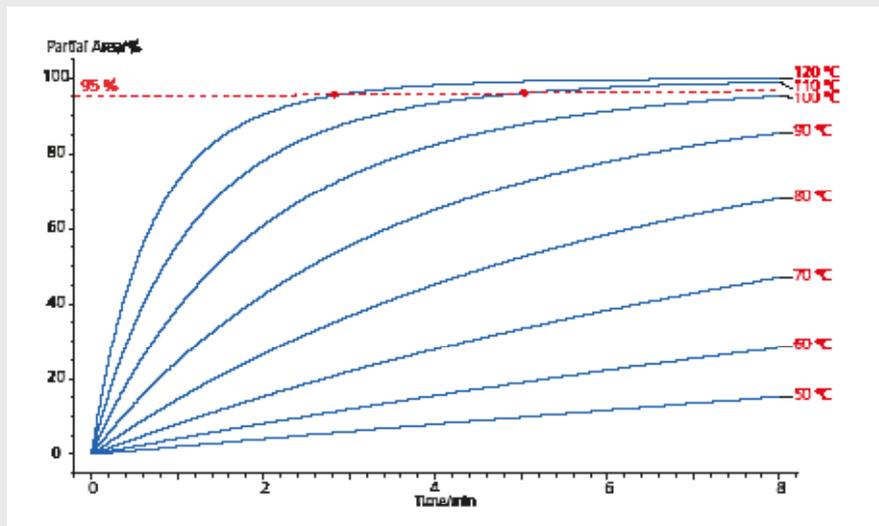
Das kinetische Modell einer einstufigen Reaktion stimmt gut mit den experimentellen Daten überein; der Korrelationskoeffizient ist größer als 0,999 (oberer Plot).

Daher eignet sich dieses Modell bestens für eine Vorhersage unter isothermen Bedingungen. Die Vorhersage ist auch für ein vom Anwender definiertes Temperaturprogramm möglich.

Der untere Plot zeigt den Aushärtegrad für verschiedene isotherme Temperaturen. Bei 120 °C wurde nach fast 3 Minuten ein Aushärtegrad von 95 % erzielt. Den gleichen Aushärtegrad bei einer Temperatur von 110 °C zu erreichen, nimmt bereits fünf Minuten in Anspruch.



Vergleich der gemessenen (gepunktete Linien) und theoretischen Kurven (durchgezogene Linien) unter Annahme einer einstufigen Reaktion

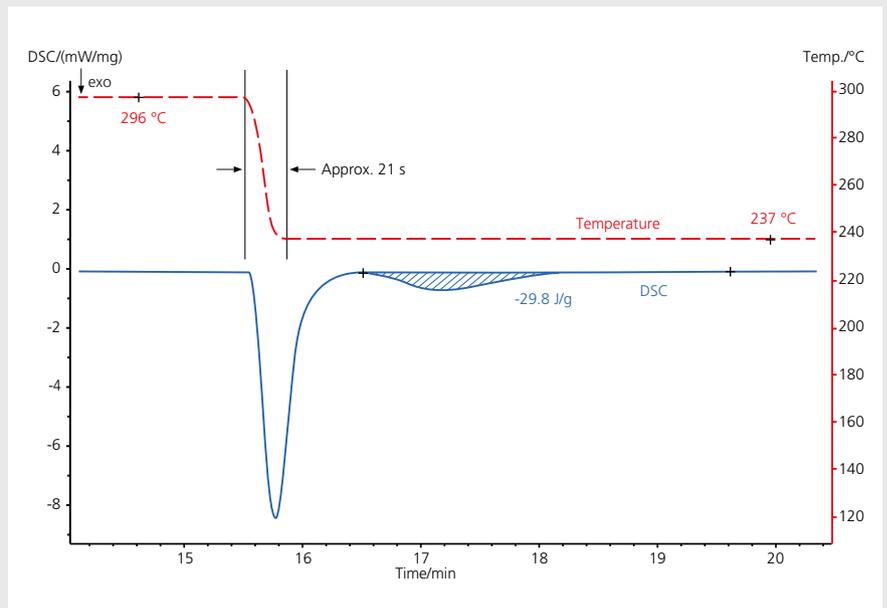


Vorhersage der Aushärtereaktion für verschiedene isotherme Temperaturen

Isotherme Kristallisation eines teilkristallinen Thermoplasten

Isotherme Kristallisationstest werden oftmals eingesetzt, um die schnelle Abkühlung eines Polymers während der Produktion (z. B. im Spritzgießverfahren) zu simulieren.

Die Grafik veranschaulicht einen isothermen Kristallisationstest an PA66 GF30 (mit 30 Gew.-% Glasfaser) unter Verwendung einer DSC 214 *Polyma* mit dem Intracooler IC70. Aufgrund der geringen thermischen Masse des *Arena*-Ofens gelingt es, ein Temperaturintervall von fast 60 K innerhalb von Sekunden zu überbrücken. Dieses dynamische Verhalten ermöglicht, die Erstarrung des PA66 von der Anfangsphase des isothermen Temperatursegments zu trennen und spiegelt damit die ausgezeichnete Kühlleistung der Wärmestrom-DSC 214 *Polyma* wider.



Isotherme Kristallisation eines teilkristallinen Thermoplasten
11,4 mg PA66 GF30 in dynamischer Stickstoffatmosphäre, Intracooler für den Temperaturbereich -70 °C bis 600 °C. Die Temperaturkurve ist rot markiert, die DSC-Kurve blau. Die gesamte Kristallisationsenthalpie bei 237 °C beträgt ca. 30 J/g. Wichtig bei Kristallisationsexperimenten ist die Vermeidung einer Unterschwingung der Temperatur beim Übergang von der raschen Abkühlung in die isotherme Phase.



Anhang

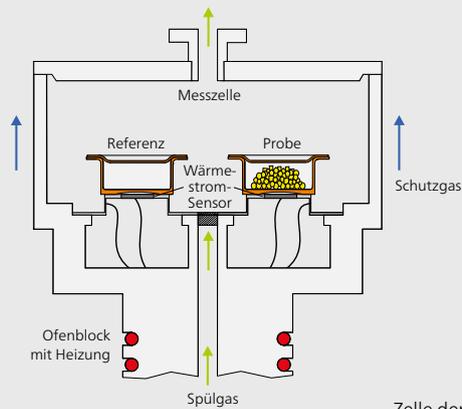
Wichtige Normen für die Polymer-Untersuchung

Es gibt mehrere relevante Normen für die Applikation, Auswertung und Interpretation von DSC-Daten im Polymerbereich, auf deren Basis die DSC 214 *Polyma* arbeitet. Eine Auswahl davon finden Sie in folgender Tabelle:

Kategorie	Standard	Beschreibung
Allgemein		
	ISO 11357, Part 1 to 7	Plastics — Differential Scanning Calorimetry (DSC)
	ASTM D3417	Heats of Fusion and Crystallization of Polymers by Thermal Analysis
	ASTM D3418	Transition Temperatures and Enthalpy of Fusion and Crystallization by DSC
	ASTM D4591	Temperatures and Heats of Transitions of Fluoropolymers by DSC
	ASTM E793	Heats of Fusion and Crystallization by DSC
	ASTM E794	Melting and Crystallization Temperatures by Thermal Analysis
	ASTM E1356	Glass Transition Temperatures by DSC
	ASTM F2625	Enthalpy of Fusion, Percent Crystallinity, and Melting Point of Ultra-High Molecular Weight Polyethylene by DSC
	DIN 50007	Differential Thermal Analysis (DTA): Basics (in German)
	DIN 53545	Low-Temperature Performance of Rubbers (in German)
	EN 61074 (IEC 1074)	Heats and Temperatures of Melting and Crystallization by DSC of Electrical Insulation Materials
	IEC 1006	Glass Transition Temperature of Electrical Insulation Materials
OIT		
	ASTM D3350	Polyethylene Plastics Pipe and Fittings Materials – Oxidative-Induction Time
	ASTM D3895	Polyolefins by DSC – Oxidative-Induction Time
	DS 2131.2	Pipes, Fittings and Joints of Polyethylene-Type – PEM and PEH for Buried Gas Pipelines
	DIN EN 728	Polyolefins Pipes and Fittings – Oxidative-Induction Time
	ISO TR 10837	Thermal Stability of Polyethylene for Use in Gas Pipes and Fittings
Resins/Curing		
	ISO 11409	Phenolic Resins – Heats and Temperatures of Reaction by DSC
	DIN 65467	Aircraft/Spacecraft: Testing of Thermosetting Resins with and without Reinforcement, DSC Method (in German)

DSC-Methode

Gemäß ISO 11357-1 ist DSC eine Technik, in der der Unterschied zwischen der Wärmeflussrate in einen Probenziegel und der Wärmeflussrate in einen Referenzziegel in Abhängigkeit von der Temperatur und/oder Zeit ermittelt wird. Während dieser Messung werden Probe und Referenz dem gleichen geregelten Temperaturprogramm und einer spezifischen Atmosphäre unterworfen.



Zelle der Wärmestrom-DSC 214 Polyma

Technische Daten der DSC 214 Polyma

Temperaturbereich	-170 °C bis 600 °C
Aufheiz-/Abkühlraten	0,001 K/min bis 500 K/min*
Indium Response Ratio	> 100 mW/K **
Auflösung (technisch)	0,1 µW
Enthalpiegenauigkeit	< 1 %
Enthalpiepräzision	< 0,05 %
Bestimmung der spezifischen Wärme	Optional
Temperaturmodulation	Optional
Kühlsysteme	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Luftkühlung (RT bis 600 °C) ▪ IC40 (-40 °C bis 600 °C) ▪ IC70 (-70°C to 600°C) ▪ LN₂ automatisch geregelt (-170 °C bis 600 °C)
Gasatmosphären	Inert, oxidierend, statisch und dynamisch
Gasregelung	<ul style="list-style-type: none"> ▪ inklusive Schalter für 3 Gase ▪ MFC für 3 Gase, optional
Automatischer Probenwechsler	bis zu 20 Proben und Referenzen, optional
Software	<p><i>Proteus</i>®</p> <p>Die Software läuft unter den Betriebssystemen Windows XP, Windows 7 und Windows 8.1.</p>

* die maximale Rate ist abhängig von der Temperatur

** Indium als Standardmaterial unter den für Polymeruntersuchungen typischen Messbedingungen (Probenmasse: 10 mg; Aufheizrate: 10 K/min, Atmosphäre: Stickstoff)

Die NETZSCH-Gruppe ist ein deutsches mittelständisches Unternehmen des Maschinen- und Gerätebaus in Familienbesitz mit weltweiten Produktions-, Vertriebs- und Servicegesellschaften.

Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Mehr als 3.000 Mitarbeiter in weltweit 163 Vertriebs- und Produktionszentren in 28 Ländern gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

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) und die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften. 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.

www.netzsch.com/n38805



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

www.netzsch.com