

# ONset

**NETZSCH**

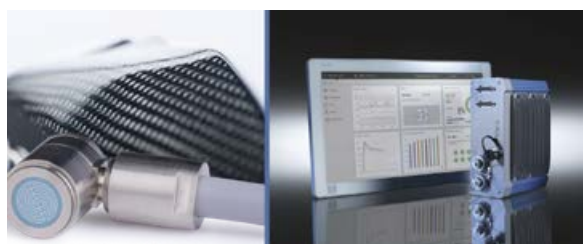
KUNDENMAGAZIN

Ausgabe 20 | Dezember 2019



# Inhalt

- 4 TITEL | Die Bedeutung von Kalorimetrie für die Prozesssicherheit
- 7 Intracooler auf Basis von gekühlter Luft – Eine wirtschaftliche Lösung für DMA-Messungen
- 8 Thermische Analyse in der Glove-Box
- 12 Nakamura-Modell zur Beschreibung der Polymerkristallisation während der Abkühlung
- 15 Sie haben Post ... von Ihrem Messgerät
- 16 Effizienzsteigerung bei Reaktiv-Spritzguss durch Inline-Sensoren
- 20 *TIPPS & Tricks*: Bis zu welcher Temperatur lassen sich hermetisch verschlossene Aluminiumtiegel einsetzen?
- 22 Testen. Analysieren. Optimieren. ... auf der K 2019 in Düsseldorf
- 23 Veranstaltungen
- 24 Impressum



## Liebe Leserin, lieber Leser,

es freut mich sehr, dass Sie sich die Zeit nehmen, in unserer aktuellen Ausgabe des **onset** Neuigkeiten über NETZSCH und die Anwendungsmöglichkeiten der Thermischen Analyse zu erfahren.

Im Mittelpunkt des **onset**<sup>20</sup> stehen Erweiterungen der Messmöglichkeiten im Labor ebenso wie direkt im Produktionsprozess. Dabei wird eine Brücke geschlagen von Untersuchungen zur Thermischen Sicherheit über die Kristallisationskinetik von Polymeren bis hin zur Optimierung von Produktionsprozessen.

In unserem Leitartikel über Accelerated Rate Calorimetry (ARC) beschreiben wir die Messmöglichkeiten, die diese Kalorimeter bieten, um mit Hilfe einer weitgehend adiabatischen Probenumgebung das mögliche Gefahrenpotential von Chemikalien aufzuzeigen.

Auf Seite 7 stellen wir mit dem AIC 80 einen Luft-Intracooler für die DMA 242 *Artemis* vor, der im Temperaturbereich zwischen -70°C und 600°C eine clevere Alternative zum Einsatz von flüssigem Stickstoff als Kühlmedium darstellt.

Aufgrund unserer langjährigen Erfahrung mit Messgeräten in spezieller Laborumgebung geben wir auf den Seite 8 bis 11 interessante Einblicke in die Verwendung von Geräten der Thermischen Analyse in „heißen Zellen“ und Handschuhboxen.

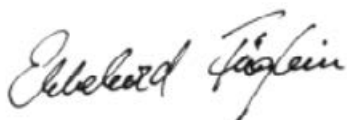
Die Verwendung der Gleichung nach Nakamura innerhalb der Kinetics NEO Software wird für die nicht-isotherme Kristallisation am Beispiel von Polyethylenterephthalat (PET) vorgestellt, dem Material, das eigentlich jeder kennt, da es allgegenwärtig ist und zur Herstellung von transparenten Getränkeflaschen verwendet wird.

Mit der neuesten Software-Generation *Proteus*® 8.0 wird auch ein neues Kapitel in der Messgerätenutzung aufgeschlagen. Sie präsentiert das Bild der modernen Laborumgebung, deren Messgeräte heute schon Statusmeldungen über den Verlauf der Analysen im Labor beispielsweise an den Computer eines Mitarbeiters im Home Office oder an ein mobiles Endgerät verschicken.

Im Rahmen einer Kooperation der Firmen NETZSCH und KISTLER ist ein leistungsstarkes Analysensystem für die on-line-Überwachung von Spritzgussmaschinen entstanden. Dieser Beitrag erläutert, wie Drucksensoren in Verbindung mit der dielektrischen Analyse in der Spritzgussmaschine nicht nur Einblicke in den Prozess selbst liefern, sondern auch genutzt werden können, um den Prozess zu optimieren.

Praktische Hinweise für die Verwendung von kaltverschweißten Aluminiumtiegel in der Differential Scanning Calorimetry (DSC) finden Sie auf den Seiten 20 und 21. Verschiedene Tiegeltypen aus Aluminium wurden hermetisch verschlossen und deren Verformung in Abhängigkeit von der Temperatur untersucht.

Neugierig geworden? Dann wünsche ich Ihnen viel Spaß bei der Lektüre.



Dr. Ekkehard Füglein  
Senior Application Scientist





# Die Bedeutung von Kalorimetrie für die Prozesssicherheit

Peter Ralbovsky, NIB, Burlington, USA



## Einleitung

Ohne die Unterstützung der chemischen Industrie wäre unser modernes Leben kaum denkbar. Was wir uns aber oft nicht bewusst machen ist, wieviel Entwicklungsarbeit und Prüftechnik nötig sind, um chemische Anlagen sicher betreiben zu können und gleichzeitig die Beschäftigten, die Anlieger und die Umwelt zu schützen.

Die Verarbeitung von Chemikalien ist stets mit Risiken verbunden und die Auswirkungen einer Störung steigen mit zunehmendem Umfang des Prozesses an. Aus einer Studie des US Chemical Safety Boards geht hervor, dass es von 1980 bis 2001 alleine in den USA 167 schwere Unfälle bzgl. chemischer Reaktionen mit 108 Todesopfern gab. Davon konnten ca. 37 % auf Thermal-Runaway Reaktionen (Reaktionen des thermischen Durchgehens) zurückgeführt werden. Was ist eine Thermal Runaway-Reaktion und wie kann diese erkannt und verhindert werden?

## Thermisches Durchgehen – Wenn die erzeugte Wärme nicht mehr vollständig abgeführt werden kann

Ein thermisches Durchgehen tritt auf, wenn eine Reaktion mehr Wärme erzeugt, als sie an die

Umgebung abgeben kann. So gibt die Verbrennung in einem Automotor beispielsweise Wärme ab und um eine Überhitzung des Motors zu vermeiden, muss er aktiv gekühlt werden. Ist dies nicht möglich, würde die Wärme der Benzinverbrennung dazu führen, dass die Temperatur bis zu einem Punkt ansteigt, an dem der Motor beschädigt werden würde.

Wärme, die nicht aus einer Reaktion abgeführt werden kann, führt zu einer Erhöhung der Reaktionstemperatur. Bei den meisten Reaktionen hat ein Temperaturanstieg zur Folge, dass deren Geschwindigkeit zunimmt und noch mehr Wärme abgibt.

Eine schnellere Reaktion führt zu mehr Wärme und mehr Wärme zu einer schnelleren Reaktion. Reaktionen des thermischen Durchgehens treten daher immer dann auf, wenn die Reaktionswärme größer ist, als die Wärme, die ihr durch Kühlung entzogen wird. Um zu verstehen, wann ein thermisches Durchgehen auftritt, muss man wissen

(1) wie viel Wärme eine Reaktion bei jeder Temperatur generiert und

(2) wie viel Wärme eine Reaktion an die Umgebung abgibt.

## Kalorimeter bestimmen die Wärme chemischer Reaktionen oder physikalischer Änderungen

Um (1) zu verstehen, verwenden wir Geräte, bekannt als Kalorimeter, die die entstandene Wärmemenge bestimmen können und damit auch die Geschwindigkeit, mit der diese Reaktionswärme gebildet wird. Die Reaktionsgeschwindigkeit und ihre Änderung mit der Temperatur ist eine grundlegende Eigenschaft der Reaktion. Wir können diese nur messen, nicht ändern. Was wir jedoch tun können, ist, die Umgebung der Reaktion und damit die Temperatur der Reaktion zu

kontrollieren, was wiederum deren Geschwindigkeit beeinflusst. In einem chemischen Prozess können wir beispielsweise die Wärmegeneration steuern, indem wir überwachen, wie viel der reaktiven Chemikalien zu jedem Zeitpunkt zugemischt werden. So können wir in einem „Semi-Batch“-Reaktor eine Chemikalie A zu einer Chemikalie B geben; dies muss jedoch langsam erfolgen, damit die Wärme abgeführt werden kann. Chemieingenieuren stehen eine Reihe an unterschiedlichen Werkzeugen (Inhibitoren, Katalysatoren, technische Kontrolle) zur Verfügung, um Wärme und Temperatur im Verlauf einer Reaktion zu steuern; Informationen über Reaktionsgeschwindigkeit (Kinetik) und Wärmeabgabe (Thermodynamik) erhält man jedoch mittels Kalorimetrie.

## Die DSC misst den Unterschied im Wärmefluss

Es gibt drei grundlegende Formen der Kalorimetrie, nämlich Scanning-, isotherme und adiabatische Kalorimetrie. Die bei weitem am häufigsten eingesetzte Technik zur Messung einer chemischen Reaktion ist die dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC). Ein DSC-Gerät misst die Unterschiede im Wärmefluss zwischen der zu untersuchenden Probe und einer bekannten Referenz.

Im Sicherheitsbereich eignet sich die DSC-Methode, um potentielle exothermen Reaktionen, die zum thermischen Durchgehen führen können, aufzuspüren. Die Probengröße ist gering. Sollte es also zu einer unerwarteten Explosion oder Freisetzung von giftigen Stoffen kommen, ist sie schnell einzudämmen. Mittels DSC kann eine Probe relativ schnell (10 bis 20 K/min) aufgeheizt werden, so dass man innerhalb kurzer Zeit eine Übersicht über viele verschiedene Chemikalien erhält. Aus den DSC-Daten lassen sich dann Reaktionsgeschwindigkeiten, Reaktionswärmen und die spezifische Wärmekapazität bestimmen – Daten, die dazu beitragen, das thermische Durchgehen besser verstehen zu können.

In einer DSC-Apparatur kann man jedoch keine Chemikalien mischen oder Materialien, die sich in unterschiedlichen Phasen befinden, miteinander verrühren. Viele Chemikalien erzeugen zudem bei ihrer Zersetzung Gase. Der Druck über der Probe kann mittels DSC nicht gemessen werden und robuste Tiegel sind nötig, um unter Druck stehende Proben handzuhaben. Dies kann manchmal zu einer verminderten Empfindlichkeit der Tests führen. Die Folge: kleine exotherme Effekte sind

nicht mehr sichtbar. Aber auch Reaktionen, die nur geringe Energiemengen freisetzen, können unter den richtigen Bedingungen genügend Wärme generieren, um ein thermisches Durchgehen zu verursachen.

## Isotherme und adiabatische Kalorimeter

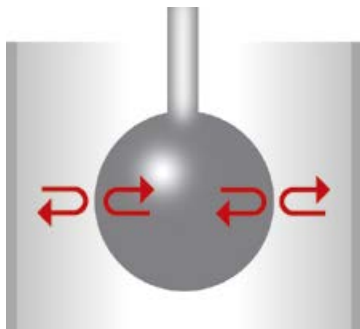
In der chemischen Prozesssicherheit werden häufig sowohl isotherme als auch adiabatische Kalorimeter eingesetzt. Isotherme oder oft als Reaktionskalorimeter bezeichnete Kalorimeter werden typischerweise zur Messung der Wärme für gewünschte Reaktionen verwendet und dienen in erheblichem Maße der Optimierung von Reaktionen. Adiabatische Kalorimeter werden vorrangig zur Messung unerwünschter Reaktionen eingesetzt, sei es eine gewünschte Reaktion mit einer unerwünschten Geschwindigkeit oder eine völlig unerwünschte Reaktion wie der Abbau eines Reaktanden.

## Accelerating Rate Calorimetry simuliert Worst-Case-Szenarien ...

Aus diesem Grund werden adiabatische Kalorimeter, wie Accelerating Rate-Kalorimeter (ARC®), gebaut, um unerwartete Reaktionen mit hohen Temperatur- und Druckraten handhaben zu können. Hierbei handelt es sich um robuste Systeme, die chemischen Explosionen standhalten und den Benutzer schützen. So ist das NETZSCH ARC 254 beispielsweise in der Lage, Drücke über der Probe und Druckraten zu messen und erlaubt auch das Mischen und das Injizieren von Materialien, um Semi-Batch-Vorgänge zu simulieren. Und – was vielleicht am wichtigsten ist – adiabatische Kalorimeter halten die Proben in einer nahezu adiabatischen Umgebung. Diese Art der Prüfung ermöglicht es dem Anwender, den „Worst Case“ für das thermische Durchgehen zu messen, wenn nahezu keine Wärme an die Umgebung abgegeben wird. Das bedeutet, dass ein im Labor durchgeführter ARC 254-Test die nahezu adiabatischen Bedingungen z.B. in einem Eisenbahnwagon, dessen Inhalt sich exotherm zu zersetzen beginnt, nachbilden kann.

## ... durch nahezu adiabatische Bedingungen

Das entscheidende Merkmal eines ARC-Systems ist seine Fähigkeit, eine Probe in einer nahezu adiabatischen Umgebung zu halten. Dies wird als Temperaturnachführung bezeichnet. Dazu muss die ARC-Methode die Proben temperatur messen und die Umgebung so regeln, dass die Umgebungstemperatur mit der Proben temperatur übereinstimmt. Ist die Proben temperatur gleich der Umgebungstemperatur, findet kein Wärmeaustausch und kein Wärmeverlust (oder Wärmegewinn) statt. Jegliche durch die Reaktion entstehende Energie wird von der Probe absorbiert und führt zu einem Temperaturanstieg. Der Trick dabei ist, dass das Kalorimeter die Proben temperatur nachführen muss, während diese mit immer höher werdenden Geschwindigkeiten weiter ansteigt. Die Fähigkeit einer ARC-Apparatur, die Proben temperatur nachzuführen, hängt von vielen Faktoren ab. Ein ARC 254 kann typischerweise bis zu 200 K/min nachführen.



Adiabatische System = keine Wärme geht rein, keine geht raus

In der ARC-Apparatur muss die Probe in einem Probencontainer platziert werden, der dem Temperatur- und Druckanstieg, der während der Reaktion auftritt, standhält. Dies kann beispielsweise bedeuten, dass eine Probe von 5 g in einem 10 g-Titanbehälter platziert wird, der für entsprechende Probendrucke bei erhöhter Temperatur ausgelegt ist. Ein Teil der Wärme aus der Probenreaktion wird genutzt oder geht an den Probenbehälter verloren. Dieser Wärmeverlust an den Behälter wird als thermische Trägheit bezeichnet und ist das Verhältnis der thermischen Masse der Probe zur thermischen

Masse des Behälters. Mathematisch gesehen bedeutet dies, je höher die thermische Trägheit ist, desto mehr Wärme geht verloren; eine thermische Trägheit von 1 bedeutet, dass keine Wärme an den Behälter abgegeben wird. Bei der Prüfung hochenergetischer Reaktionen sind oft Tests mit hohen thermischen Trägheiten erforderlich, da die an den Behälter abgegebene Probenwärme dazu beiträgt, die Proben temperatur zu mäßigen und die Reaktionsgeschwindigkeit innerhalb der Leistungsfähigkeit des Gerätes zu halten.

Häufig können die Messdaten, deren thermische Trägheit nahe 1 ist, mathematisch korrigiert werden. Es ist jedoch möglich, dass Änderungen der thermischen Trägheit die Reaktionskinetik verändern. In solchen Fällen ist die mathematische Lösung nicht zutreffend. Stattdessen können moderne Systeme wie das ARC 254 mit *VariPhi*<sup>TM</sup> eingesetzt werden, um echte Tests mit geringer thermischer Trägheit durchführen zu können. Das hat den Vorteil, dass keine Korrektur erforderlich ist.



Unterschiedliche Probenbehälter

## Zusammenfassung

DSC und ARC sind ausgezeichnete Partner bei der Suche und Charakterisierung potentieller Thermal Runaway-Reaktionen. Die DSC ist in der Lage, viele Proben schnell und sicher zu testen, um festzustellen, ob eine potentielle thermische Gefährdung vorliegt. Für Systeme, die ein Gefährdungspotential aufweisen, kann das ARC verwendet werden, um die Temperatur und den Druck, die beim thermischen Durchgehen auftreten, vollständig zu charakterisieren. Mit diesen Informationen können Systeme so konzipiert werden, dass ein thermisches Durchgehen verhindert werden kann.

# Luft-Intracooler AIC 80

## Intracooler auf Basis von gekühlter Luft – Eine wirtschaftliche Lösung für DMA-Messungen

Dr. Georg Storch, Forschung & Entwicklung

Für Kunststoffe können niedrige Temperaturen schädlicher als hohe sein. Werden bei der Materialauswahl die Tieftemperatureigenschaften von Kunststoffen außer Acht gelassen, kann es zu folgenschweren Ausfällen kommen. Aus diesem Grund erfordern viele Anwendungen, z.B. im Bereich von Polymeren mit geringer Steifigkeit, einen Messstart unterhalb Raumtemperatur.

Als Alternative zu bisherigen Lösungen mit Vortex-Rohr (Luft) und Flüssigstickstoff (LN<sub>2</sub>) bieten wir jetzt den kompakten Luft-Intracooler AIC 80 für DMA-Messungen an – ein hochmodernes Kühlsystem auf Basis eines Wärmetauschers und Kaltluft.

Der AIC 80 ist ein Luft-Intracooler, der völlig ohne den Einsatz von Flüssigstickstoff arbeitet. Damit lassen sich DMA-Messungen im Temperaturbereich zwischen -70 °C und 600 °C mühelos durchführen. Der AIC 80 wird im Abkühlsegment einer DMA-Messung bei 300 °C aktiviert.

Dieser kompakte Kühler mit den Dimensionen 38 cm x 55 cm x 80 cm (B x T x H) und einer langen isolierten Verbindungsleitung von 3 m, lässt sich – je nach Platzbedarf in Ihrem Labor – bequem unter einen Tisch oder an der Seite platzieren.

Das Ventil ist softwaregeregelt und kann in jedem Messsegment im On-/Off-Modus betrieben werden. Ein Einlass für Druckluft erlaubt den Anschluss eines Lufttrockners (Taupunkt des Auslasses: -70 °C).

Dieses wirtschaftliche Kühlsystem kann auch an bestehende DMA 242 Artemis-Systeme angeschlossen werden. Alles, was Sie benötigen, ist ein Druckluftanschluss (min. 7 bar, Verbrauch 115 l/min) oder trockenes Inertgas (min. 1 bar, Verbrauch 50 l/min).

Für weitere Einzelheiten wenden Sie sich bitte an Ihren NETZSCH-Berater oder Servicetechniker.



Das neue Kühlsystem AIC 80

Erweiterung des  
DMA 242  
Artemis-Zubehörs



# Thermische Analyse in der Glovebox

Thomas Rampke, Global Sales Manager General Support & Engineering Projects

## Einleitung

Bei der Untersuchung bestimmter Materialien kann es notwendig sein, das eingesetzte Messgerät in eine sogenannte Handschuhbox (engl. Glovebox) einzubauen. Dies trifft zu, wenn die zu untersuchenden Materialien entweder eine Gefahr für den Bediener des Geräts darstellen oder wenn die Materialien der normalen Umgebungsatmosphäre nicht ausgesetzt werden dürfen. Dazu gehören z.B. radioaktive (z.B. sog. „nukleare“) oder hochgiftige Substanzen sowie Sauerstoff- oder feuchtigkeitsempfindliche Materialien.

## Nukleare und chemische Gloveboxen

Die Hersteller von Gloveboxen unterscheiden daher zwischen Personen- und Materialschutz. In beiden Fällen ist der Innenraum der Glovebox hermetisch gegen die Umgebung abgeschlossen. In der Glovebox wird eine kontrollierte meist inerte und trockene Gasatmosphäre verwendet, welche durch entsprechende Gasversorgungs-, Gasreinigungs- und Umwälzsysteme hergestellt und erhalten wird.

Eine Glovebox für den Personenschutz arbeitet üblicherweise mit einem geringen Unterdruck, während in einer Glovebox für den Materialschutz ein leichter Überdruck herrscht. Aufgrund der weiten Verbreitung entsprechender Applikationen nennen wir Gloveboxen für den Personenschutz oft auch „nukleare“ Gloveboxen und solche für den Materialschutz „chemische“ Gloveboxen.

## Anforderungen an Thermoanalysegeräte für den Einbau in eine Glovebox

Unsere thermischen Analysegeräte können durch verschiedene Maßnahmen für den Einbau in eine Glovebox vorbereitet werden. Dabei hängt der zu betreibende Aufwand in hohem Maße von der Art der Glovebox und dem Einsatzzweck ab.

Bei nuklearen Gloveboxen, welche in der Regel nach der Inbetriebnahme nicht wieder geöffnet werden können,

sollten das Messteil und die Elektronik voneinander getrennt werden. Die Wartung und Instandhaltung der außerhalb der Glovebox befindlichen Elektronik wird damit vereinfacht. In einigen Fällen lässt sich durch diese Trennung auch die benötigte Fläche für das Messteil in der Glovebox verringern („Footprint“).

Weiterhin sollte man beachten, dass die in der Glovebox befindlichen Messteile mit den oftmals recht dicken Handschuhen gewartet werden müssen. Zusätzlich sollte zum Schutz der Handschuhe ein Austausch von Bauteilen möglichst ohne spitze und scharfe Werkzeuge zu bewerkstelligen sein. Bei nuklearen Applikationen sollte das Gehäuse weder aus Aluminium noch Plastikteilen bestehen und nicht lackiert sein.

Periphere Zubehörteile wie Pumpen, Kühlvorrichtungen, Thermostate etc. werden in der Regel außerhalb der Glovebox aufgestellt. Die dafür erforderlichen hermetisch dichten Durchführungen für die Verbindungen von Peripherieteilen zum Messgerät kann NETZSCH ebenfalls liefern. Besonders bei Steuerkabeln und anderen elektrischen Verbindungen ist es wichtig, dass für eine vollumfängliche Funktionalität des Geräts sowie dessen Garantie diese Durchführungen bereits bei der Produktion in unserem Werk eingebaut und ggf. entsprechend längere Kabel vorgesehen werden.

## Gasatmosphäre – Kundenspezifische Lösungen

In Gloveboxen kommt in der Regel eine inerte, trockene Gasatmosphäre – meistens Argon – zum Einsatz. Dieses stellt für einige Komponenten wie z.B. Öfen und Vakuumröhren eine besondere Herausforderung dar. Durch Ionisation von Argon können sich unerwünschte elektrische Lichtbögen ausbilden und manchen Ofen-Heizelementen fehlt der zur Passivierung der Oberfläche nötige Sauerstoff. Beides kann zur Zerstörung des betreffenden Bauteiles führen.

NETZSCH berücksichtigt das bei der Spezifizierung der Glovebox-Geräte und bietet in Absprache mit dem Kunden alternative Bauteile an.



# Glovebox

## Kopplung an Gasanalyse-Geräte

Darüber hinaus ist es auch möglich, Gasanalyse-Geräte wie Massenspektrometer, FT-IR- oder GC-MS-Geräte, welche sich außerhalb der Glovebox befinden, mit dem thermischen Analysegerät in der Glovebox zu koppeln. Dafür bieten wir eine für die Glovebox-Atmosphäre hermetisch dichte, beheizte Kopplungsdurchführung an. Diese erlaubt es, die im thermischen Analysator aus der Probe entweichenden Gase mittels einer beheizten Transferleitung zur Glovebox-Wand zu überführen, wo der Gasanalysator auf die gleiche Art und Weise angekoppelt wird, wie es normalerweise am Ofen des Thermoanalyse-Gerätes geschieht (Abbildung 1).



Abb. 1. STA 449 **F1** Jupiter® Glovebox-Ausführung mit beheizter Durchführung zur Kopplung des QMS 403 Aëolos®

## Gerätevarianten zum Glovebox-Einbau

NETZSCH hat für verschiedene Thermoanalyse-Geräteserien und thermophysikalischen Messtechniken speziell modifizierte Varianten im Angebot, welche vor allem in Personenschutz-Gloveboxen zum Einsatz kommen. So werden dafür die STA 449 **F1/F3** Jupiter® sowie die DSC 404 **F1** Pegasus® mit einem speziellen verkleinerten Messteilgehäuse aus nicht lackiertem Edelstahl angeboten; die Elektronik ist weitgehend in ein separates Gehäuse außerhalb der Glovebox ausgelagert (in Abbildung 2 ist die STA 449 **F3** Jupiter® stellvertretend für diese drei Geräte abgebildet).

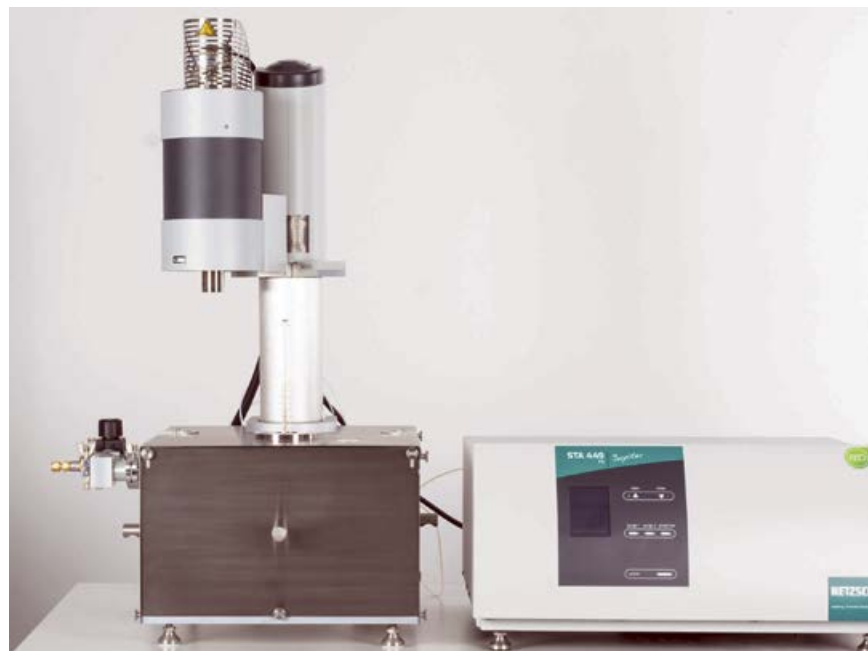


Abb. 2. STA 449 **F3** Jupiter® Glovebox-Ausführung mit externer Elektronik

# Glovebox

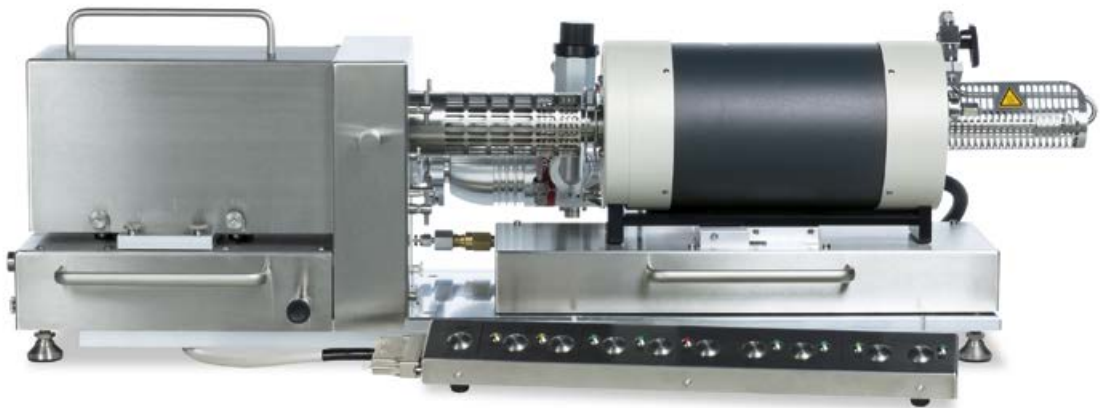
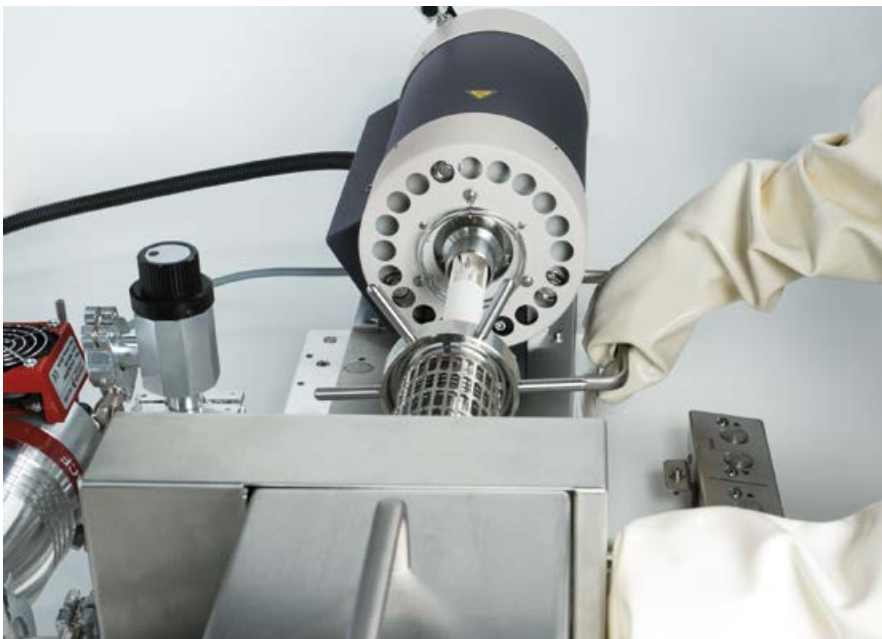


Abb. 3. Dilatometer DIL 402 *Expedis Supreme* Glovebox (Messteil und Fernbedienung)

Die Gehäuseteile des Messteils können für Wartungsarbeiten mittels Rändelschrauben leicht entfernt werden. Im Messteil verbleibende Elektronikbauteile sind steckbar ausgeführt und können so ebenfalls einfach und ohne Werkzeug gewechselt werden.

Auch das Dilatometer DIL 402 *Expedis Supreme* ist als Glovebox-Ausführung mit externer Elektronik und Edelstahlgehäuse am Messteil erhältlich (Abbildung 3).



Gut erreichbare Griffe und Sterngriffschrauben erleichtern die Bedienung mit Handschuhen (Abbildung 4). Eine selbst mit Handschuhen einfach bedienbare „Fernbedienung“ erlaubt die Steuerung der Ofenbewegung und des Fühlstempels, ohne dass die Hände des Bediener aus den Handschuhen genommen werden müssen.

Abb. 4. Verschiedene Bedienungshilfen für Handschuhe am DIL 402 *Expedis Supreme* GB

# Glovebox

Im Bereich LFA wird die bereits in mehreren Laboratorien erfolgreich eingesetzte Desktop-Version der LFA 427 mit Glovebox-spezifischen Anpassungen verwendet: Minimalistisches Gehäuse aus Edelstahl, steckbare Elektronik-Verbindungen und -Bauteile, Greifhilfen, ein spezieller Schutz der Probenhalterungsbasis vor herabfallenden Probenteilen, ein außerhalb der Glovebox betriebener Laser usw. (Abbildung 5).

## Standardgeräte in der Materialschutz-Glovebox

Bei chemischen Gloveboxen sind solche Maßnahmen oftmals nicht erforderlich. Hier kommen geringfügig angepasste Standard-Geräte zum Einsatz, da solche Gloveboxen nach dem Ausschleusen der empfindlichen Materialien relativ problemlos für Wartungs- und Reparaturarbeiten am Gerät geöffnet werden können. Da Peripheriegeräte sowie der das Gerät steuernde PC auch für diesen Einsatzzweck bereits aus Platzgründen außerhalb der Glovebox betrieben werden, bieten wir Ihnen dafür ebenfalls angepasste Durchführungen an.

## Zusammenfassung

Besondere Applikationen bedürfen besonderer Anpassungen, wie beispielsweise beim Einsatz unserer Geräte in einer Glovebox. Bereits seit mehr als 15 Jahren helfen wir unseren Kunden mit angepassten Geräten und auch bei der Kommunikation mit Glovebox-Herstellern wie z.B. M. Braun Inertgas-Systeme GmbH, Garching, zur Auslegung der Gloveboxen (Abbildung 6).

Der Einbau von thermischen Analysegeräten in Gloveboxen erfordert verschiedene Vorkehrungen und Modifizierungen der Geräte sowie spezielle gas- bzw. vakuumdichte Durchführungen. NETZSCH erarbeitet mit seinen Kunden spezielle Lösungen dafür – dank der langjährigen Erfahrung seiner Mitarbeiter in Entwicklung, Vertrieb und Service.

Für nähere Einzelheiten steht Ihnen unser für Sie zuständige Vertriebsmitarbeiter zur Verfügung.



Abb. 5. Messteil der LFA 427 Glovebox-Version



Abb. 6. STA 449 C Jupiter\* in einer Materialschutz-Glovebox am Max-Planck-Institut CPFS Dresden (Foto aus "Picturebook 5", © M. Braun Inertgas-Systeme GmbH, Garching, Deutschland)

# Nakamura-Modell zur Beschreibung der Polymerkristallisation während der Abkühlung

Dr. Elena Moukhina, Forschung & Entwicklung, und Dr. Stefan Schmölzer, Applikationslabor

## Einleitung

Thermoplastische Polymere sind Materialien, die bei einer bestimmten erhöhten Temperatur formbar werden; beim Abkühlen erstarrt das Polymer und bleibt in der gewünschten Form.

So wird beispielsweise bei der Herstellung von PET-Flaschen zunächst der PET-Rohling in einem Spritzgießverfahren hergestellt und anschließend in einem zweiten Schritt mit Druckluft zur Flaschenform geweitet. Während des Spritzgießverfahrens werden thermoplastische Polymere schnell von der Schmelztemperatur bis auf Werkzeugtemperatur abgekühlt, die typischerweise zwischen 20 °C und 120 °C liegt. Bei teilkristallinen Polymeren setzt die Kristallisation bei Temperaturen unterhalb der Schmelztemperatur ein; die Kristallisationsrate hängt vom Unterkühlungsgrad ab. Teilkristalline Polymere zeigen andererseits auch Glasübergänge bei niedrigeren Temperaturen. Sobald die Glasumwandlungstemperatur erreicht ist, befindet sich das Polymer im glasartigen Zustand. Dann tritt selbst bei hoher Unterkühlung keine Kristallisation mehr auf.

## Kristallisation mit hohen Abkühlraten

Daher ist die Kenntnis der Kristallisationsrate, d.h. die Kenntnis darüber, welcher Anteil des Polymers kristallin und welcher Anteil sich bei niedrigen Temperaturen im glasartigen Zustand befindet, sehr wichtig. Während des Spritzgießverfahrens ist es möglich, dass die Abkühlraten so hoch sind, dass die Kristallisation mit einer herkömmlichen DSC nicht gemessen werden kann. In solchen Fällen kann die Software Kinetics Neo zur Vorhersage des Kristallisationsprozesses eingesetzt werden.

Die Kristallisationsrate von Polymeren hängt von zwei Parametern ab: dem aktuellen Kristallisationsgrad  $\alpha$  und der Temperatur  $T$ .

$$\text{Kristallisationsrate} = f(\alpha) \cdot K(T) \quad (1)$$

Der erste Teil der Gleichung 1,  $f(\alpha)$ , ist abhängig vom Kristallisationsgrad. In diesem Fall wurde die Avrami-Gleichung (Keimbildungstyp mit Dimension  $n$ ) in Betracht gezogen:

$$f(\alpha) = n \cdot (1 - \alpha) \cdot [-\ln(1 - \alpha)]^{\frac{n-1}{n}} \quad (2)$$

Der zweite Teil der Gleichung (1),  $K(T)$ , ist die Reaktionskonstante bei der Temperatur  $T$ . Sie weist keine Abhängigkeit von der Arrhenius-Gleichung auf.

Im einfachsten Fall der isothermen Kristallisation ist die Funktion  $K(T)$  ein konstanter Wert, und die Kristallisation wird nur mittels der Avrami-Gleichung beschrieben. Während der Kristallisation bei der Abkühlung muss man jedoch berücksichtigen, dass die Kristallisationsrate von der jeweils aktuellen isothermen Temperatur in Hinblick auf Schmelz- und Glasübergangstemperatur abhängt. Oberhalb der Schmelztemperatur befindet sich das Material in flüssiger Phase, und es findet keine Kristallisation statt. Liegt die Materialtemperatur unterhalb der Glasumwandlungstemperatur, befindet sich das Material im glasartigen Zustand, in dem die Bewegung der Polymerkette so langsam ist, dass keine weitere Kristallisation mehr auftritt.

Ist die Reaktionskonstante  $K(T)$  bei der Temperatur  $T$  bekannt, dann ist es auf Basis von (1) und (2) für die Abkühlrate  $\beta$  einfach, die Nakamura-Gleichung für den Kristallisationsgrad  $\alpha$  zu erhalten:

$$\alpha(T) = 1 - \exp \left\{ - \left[ \frac{1}{\beta} \int_{T(0)}^{T(t)} K(T) dT \right]^n \right\} \quad (3)$$

DIN EN ISO 11357-7:2015-12 verwendet die Nakamura-Gleichung für die kinetische Analyse der nicht-isothermen Kristallisation während der Abkühlung.

Für die analytische Abhängigkeit von  $K(T)$  kann die Hoffman-Lauritzen-Theorie verwendet werden:

$$K(T) = A \cdot \exp \left( \frac{-U}{R(T-T_\infty)} \right) \exp \left( \frac{K_G}{T \Delta T f} \right) \quad (4)$$

mit

A: Präexponential-Faktor

U: Aktivierungsenergie des Segmentsprungs in Polymeren; dieser Parameter hat einen universellen Wert von 6,3 kJ/mol

$T_\infty = T_g - 30$ : Temperatur, bei der der Kristallisationstransport beendet ist; diese Temperatur liegt 30 K unterhalb der Glasübergangstemperatur  $T_g$ .

$K_G$ : kinetischer Parameter für die Keimbildung

$\Delta T = T_m - T$ : Unterkühlung aus dem Gleichgewichts-Schmelzpunkt  $T_m$

$f = 2T / (T_m + T)$ : Korrekturfaktor.

Schmelztemperatur  $T_m$  und Glasübergangstemperatur  $T_g$  sind in der Regel bekannt, können jedoch während der Optimierung noch etwas angepasst werden. Weitere Parameter wie  $K_G$ , A, und n werden von der Kinetics Neo Software gefunden.



## Vorhersage der Kristallisation an Polyethylen- terephthalat (PET)

Im Rahmen eines Kristallisationsexperiments an Polyethylen-terephthalat wurden alle Messungen mit einer DSC 204 **F1 Phoenix**® mit Kühlraten von 1 K/min bis 10 K/min durchgeführt. Die Kristallisationspeaks weisen aufgrund der unvollständigen Kristallisation für höhere Abkühlraten unterschiedliche Kristallisationsenthalpien mit Werten zwischen 2,5 J/g mit 10 K/min und 38,4 J/g mit 1 K/min auf.

Für die Analyse wurden folgende bekannte Werte für die Glasübergangs- und Schmelztemperatur herangezogen:  $T_g = 70\text{ °C}$  bis  $80\text{ °C}$ ;  $T_m = 240\text{ °C}$  bis  $260\text{ °C}$ .

Abbildung 2 zeigt den Vergleich zwischen Experiment und Berechnung; die experimentellen Daten sind als Rhomben und die simulierten Kurven als durchgezogene Linien dargestellt. Die Berechnung der simulierten Kurven erfolgte nach dem Nakamura-Modell.

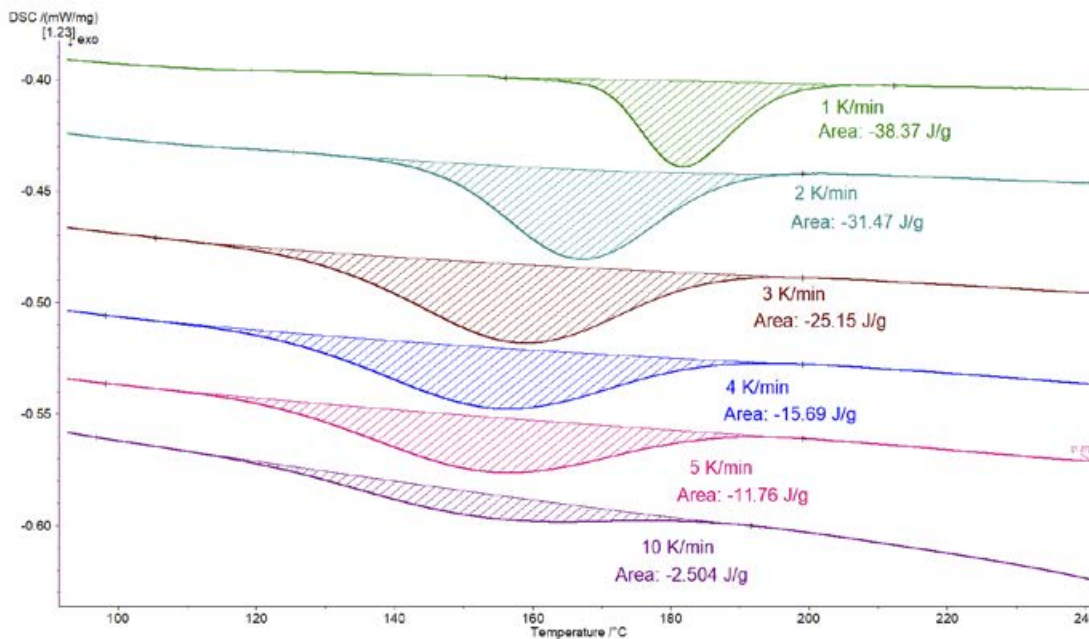


Abb. 1. Kristallisationskurven für Polyethylen-terephthalat (PET), gemessen mit Abkühlraten von 1 bis 10 K/min

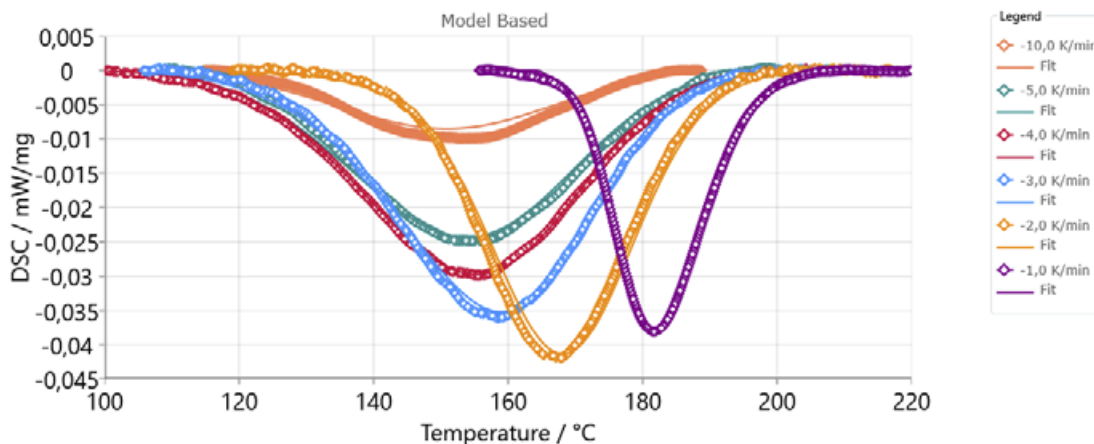


Abb. 2. Experiment und Modell nach Nakamura für die nicht-isotherme Kristallisation während der Abkühlung

# Kristallisations- Kinetik

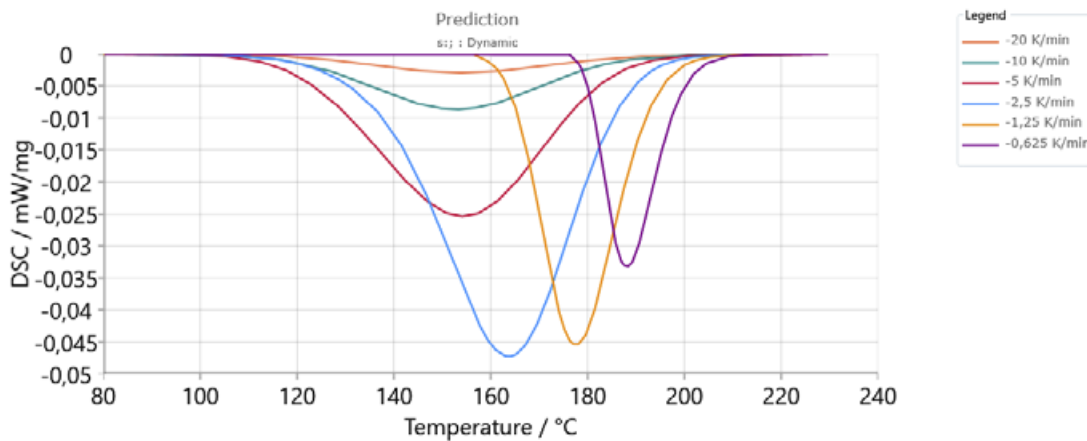


Abb. 3. Vorhersage der Kristallisation mit schnellen Abkühlraten bis zu 20 K/min. Aufgrund der unvollständigen Kristallisation sind Peakformen und -flächen unterschiedlich.

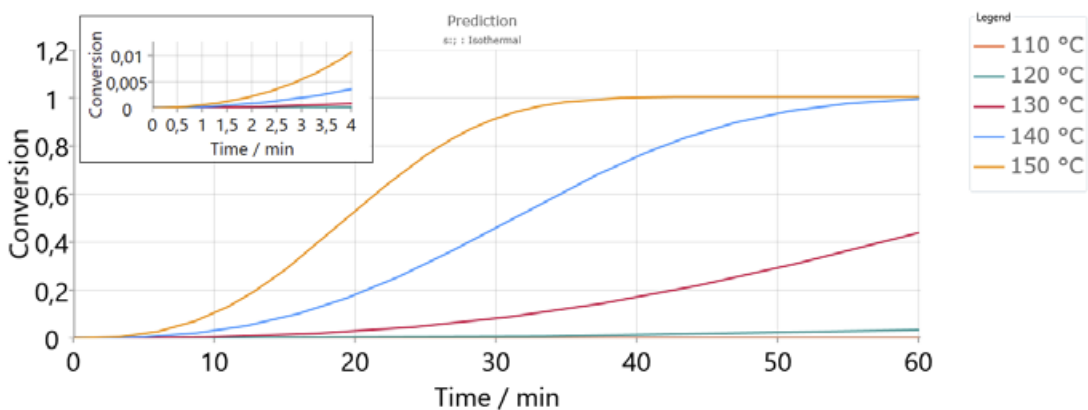


Abb. 4. Isotherme Kristallisation bei Temperaturen von 110 bis 140 °C

Abbildung 3 zeigt die Vorhersage des Kristallisationsprozesses. Aufgrund des Glasübergangs ist die Kristallisation für eine schnelle Abkühlung nicht vollständig. Das Polymer bleibt teilweise amorph. Beim Spritzgießen erfährt der PET-Rohling eine schnelle Abkühlung auf 110 °C und im glasartigen Zustand tritt keine Kristallisation mehr auf.

Für die Herstellung von PET-Flaschen werden die Rohlinge aufgeheizt und mit Druckluft bis zur gewünschten Flaschenform geweitet (Streckblasen, engl. Stretch Blow Molding). Abbildung 4 zeigt die Simulation des Kristallisationsfortgangs während dieses Prozesses bei unterschiedlichen isothermen Temperaturen. Bei Temperaturen von 110 °C bis 120 °C tritt keine Kristallisation auf; die Flaschen bleiben im glasartigen Zustand und transparent. Ist die Produktionstemperatur zu hoch – z.B.

140 °C – findet eine Kristallisation statt und die Flaschen werden trüb.

## Zusammenfassung

Kinetics Neo ist ein sehr hilfreiches Werkzeug, um komplexe Produktionsschritte bei der Polymerverarbeitung verstehen zu können. Kennt man die Kinetik der Prozesse, wie hier anhand des Kristallisationsprozesses veranschaulicht, kann man die Produktionsschritte simulieren. Anstatt zeitaufwändige Experimente durchzuführen, lassen sich unterschiedliche Verarbeitungsbedingungen nachstellen, was zu einer effizienteren Herstellung von Polymerteilen führt.

# Software

## Sie haben Post ... von Ihrem Messgerät

Dr. Gabriele Kaiser, Geschäftsfeld Pharmazie, Kosmetik & Lebensmittel

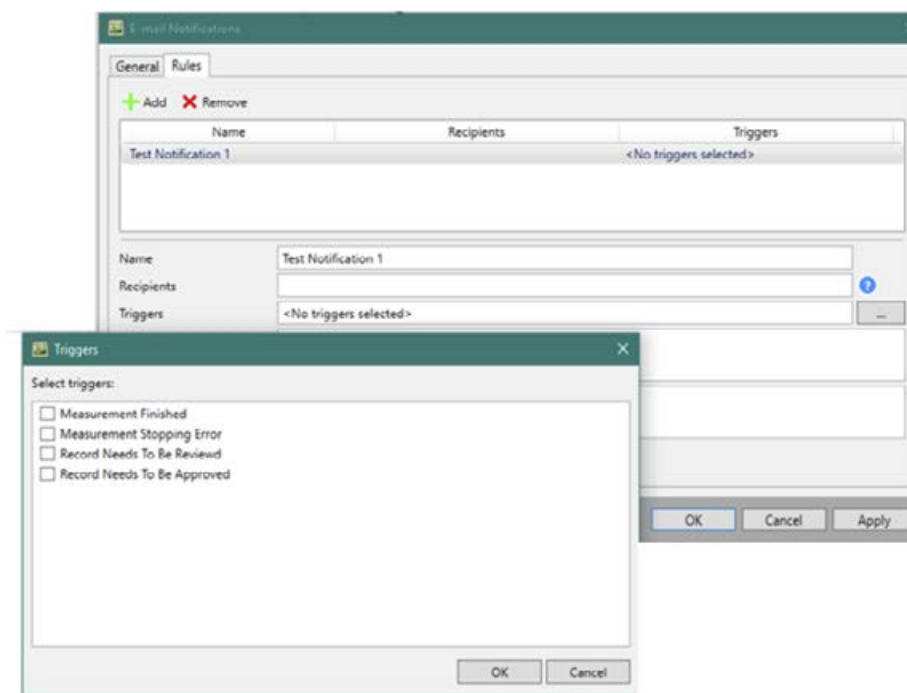


Abb. 1. Definition einer E-Mail-Benachrichtigung; Freitext für Kopf- und Fußzeile der Benachrichtigung

Ab der SW-Version 8.0 gibt es in *Proteus*<sup>®</sup> (sowohl für *Proteus*<sup>®</sup> in der Standardausführung als auch für *Proteus*<sup>®</sup> *Protect*) die Möglichkeit, sich von seinem Thermischen Analyse-Gerät Mitteilungen per E-Mail auf den Bürorechner, den Rechner zu Hause (Home Office) oder auf das Handy schicken zu lassen. Dabei handelt es sich um Statusmeldungen, wie z.B. „Die Messung wurde beendet“ oder – exklusiv für *Proteus*<sup>®</sup> *Protect* – „Auswertungen stehen zur Unterschrift bereit“.

Die Mitteilung kann auch an mehrere E-Mail-Adressen gleichzeitig versandt werden. Dazu müssen in der Konfigurationsbox (siehe Abbildung 1) in der Zeile Recipients/Empfänger lediglich die verschiedenen Adressen mit einem Strichpunkt getrennt voneinander angegeben werden. Als Trigger wird die gewünschte Aktion bezeichnet, die in einem separaten Fenster (siehe ebenfalls Abbildung 1) aktiviert werden kann.

Die Funktion der E-Mail-Benachrichtigung ist für DSC-, TG-, STA-, DIL-, TMA- und LFA-Geräte erhältlich und jeweils Bestandteil der Basis-Software. Nutzbar ist die Funktion sowohl im manuellen Betrieb als auch im

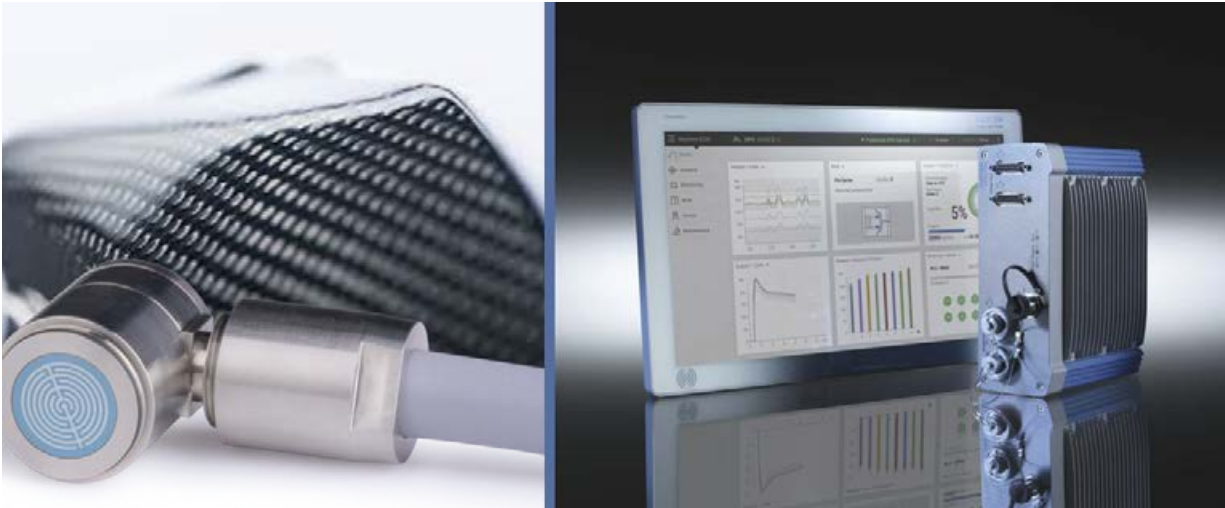
Zusammenspiel mit einem automatischen Probenwechsler.

Hat man z.B. Freitagnachmittag eine umfangreiche Messserie mittels Probenwechsler gestartet und bekommt man während des Wochenendes keine Rückmeldung von seinem Messgerät, kann man sicher sein, dass alle Messungen ordnungsgemäß durchgeführt wurden. Eine Mitteilung erfolgt im Probenwechsler-Modus erst am Ende der Messserie oder wenn eine Störung des Betriebsablaufs eingetreten ist.

Im manuellen Modus entfällt bei Benutzung der E-Mail-Benachrichtigung die Notwendigkeit nachzusehen, wie weit fortgeschritten die gestartete Messung schon ist. Das ist besonders vorteilhaft, wenn das Büro weit vom Labor entfernt liegt. Im manuellen Modus kann die Statusmeldung „Die Messung wurde beendet“ sogar die Messdatei beinhalten. Das heißt, der Benutzer muss selbst zur Auswertung der Messung das Labor nicht betreten, sondern kann dies dank der Multi-User-Lizenz der *Proteus*<sup>®</sup> Software auch an seinem Bürorechner oder Rechner zu Hause (Home Office) erledigen.

# Effizienzsteigerung bei Reaktiv-Spritzguss durch Inline-Sensoren

Dr. Alexander Chaloupka, Geschäftsfeld Prozessanalytik



## Einleitung

Das Spritzgießen mit thermoplastischen Kunststoffen wird seit vielen Jahrzehnten durchgeführt und liefert uns neben industriell eingesetzten Bauteilen zudem Gegenstände, die wir aus dem täglichen Leben kennen. Duroplaste eröffnen ein neues Kapitel in Sachen mechanischer Festigkeit, stellen jedoch hohe Anforderungen an die Fertigung dieser Hochleistungsbauteile!

Werkzeugintegrierbare Sensoren (Inline-Sensoren) sind der Schlüssel für eine reibungslose und zuverlässige Produktion. NETZSCH und KISTLER haben sich zusammengeschlossen, um die Produktion auf ein Niveau zu bringen, das eine robuste Fertigung bei gleichzeitiger maximaler Zykluszeitreduzierung ermöglicht. Dies lässt sich durch die Betrachtung von Werkzeuginnendruck und Materialverhalten mit einer gleichzeitig integrierten Temperaturmessung realisieren. Damit ist die Erfassung sämtlicher, die Qualität des Bauteils bestimmende Parameter möglich. Auf Abweichungen kann schnell reagiert werden.

## Prozessbeeinflussende Faktoren

Spritzgießer sind in der Lage, schnelle Fertigungszyklen mit einer hohen Prozessstabilität zu verbinden.

Es gibt jedoch viele Einflüsse, die eine Produktion durcheinander geraten lassen können:

- Veränderungen im Materialverhalten durch unterschiedliche Transportumgebungen bis zum Eintreffen beim Kunden
- Die Lagerung des Materials auf dem Gelände des Kunden
- Maschinenausfälle wie z.B. Druckverlust
- Temperaturschwankungen innerhalb der Form zwischen der ersten und der letzten Komponente einer Charge oder aufgrund von Defekten in der Beheizung des Werkzeugs
- Schwankungen in den Einzelkomponenten eines Harzsystems

Um trotz der genannten Herausforderungen Gut-Teile herzustellen, muss bei der Produktionsplanung zur Sicherheit ein entsprechender Zeitpuffer einbezogen werden. Durch dieses In-die-Länge-Ziehen kann das volle Potential der Fertigungsprozesse oft nicht ausgeschöpft werden. Der heutige Druck nach kommerziellen Produkten, die schnelle Aushärtezyklen für maximalen Durchsatz und ausschussfreier Produktion gewährleisten können, wird durch die hohe Komplexität der Fertigungsprozesse erschwert und stellt Unternehmen vor neue Hürden in der Wettbewerbsfähigkeit.



## NETZSCH-KISTLER-Synergie

Die Partnerschaft von NETZSCH und KISTLER bietet eine Sensorsystemlösung, die den Werkzeuginnen- und den Aushärteverhalten während des gesamten Spritzgießprozesses überwacht.

### Kistler-Sensoren

In diesem System erfassen KISTLER-Drucksensoren das Druckverhalten in der Form, um zu entscheiden, ob die Formfüllung erfolgreich war. Sie detektieren Leckage und Blasenbildung im Material.

### NETZSCH-Sensoren

Dielektrische Sensoren von NETZSCH überwachen das Aushärteverhalten und können die Echtzeit-Qualitätskontrolle sowie die Zykluszeitverkürzung je nach Materialzustand übernehmen.

## ComoNeo

Im KISTLER ComoNeo-System werden alle Sensorsignale zusammengeführt: der Druck, die Aushärtung und die Temperaturen der dielektrischen und der Drucksensoren. Das ComoNeo-System ist ein Überwachungssystem, das mit dem ComoDataCenter kombiniert werden kann, einem browserbasierten Speichersystem, welches die gleichen Funktionalitäten der Qualitätsdatenanalyse wie der ComoNeo selbst bietet.

## Der Prozess auf einen Blick – Druck- und Aushärteverhalten in der Form

### Beispiel Electronic Packaging

Das reaktive Spritzgießen mit Epoxid-Formmassen (Epoxy Molding Compounds – EMC) ist ein weit

Referenzkurve unter normalen Prozessbedingungen:

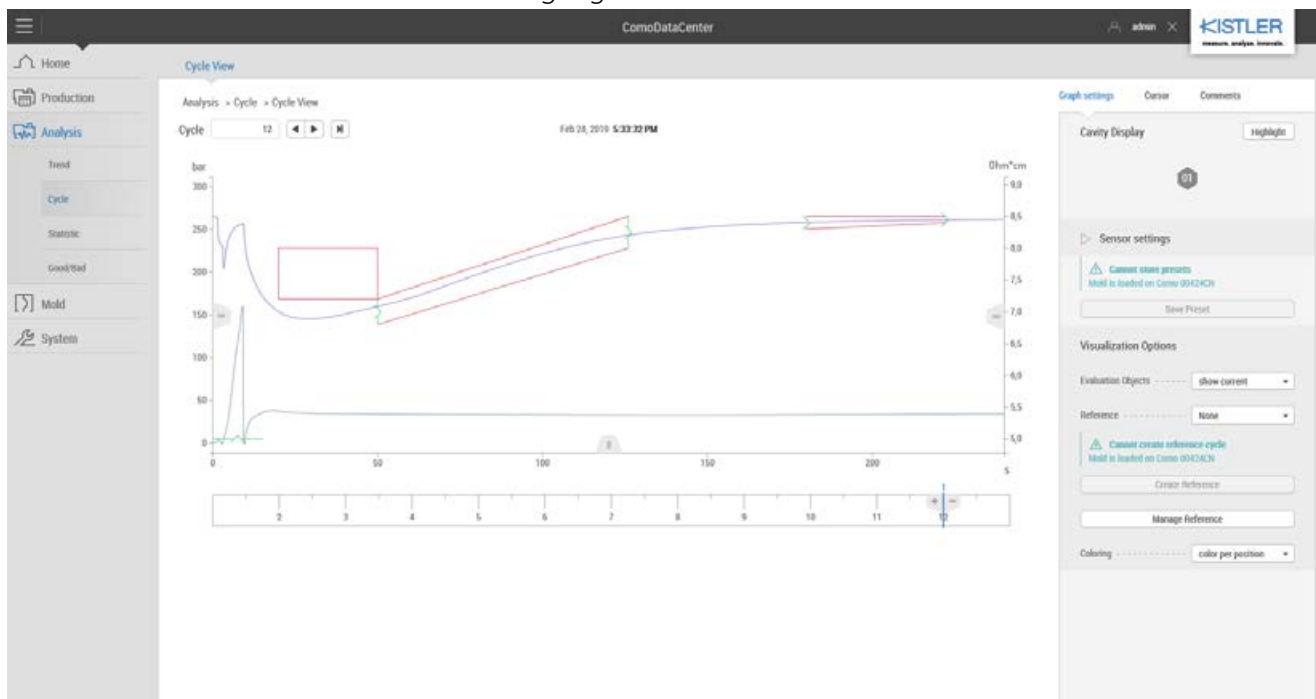


Abb. 1. Referenz-Zyklus eines Reaktiv-Spritzguss-Prozesses für Electronic Packaging aufgezeichnet von NETZSCH- und Kistler-Sensoren

verbreitetes Verfahren für Elektronikverkapselung für die Automobil- oder Luftfahrtindustrie. Eine oder mehrere elektrische Leiterplatten werden in eine geschlossene Form eingelegt und von der bei erhöhter Temperatur, in der Regel 80 °C, erweichten Epoxidformmasse, die anschließend ins Werkzeug eingespritzt wird und bei 140 °C - 180 °C aushärtet, umschlossen. Bei diesem Massenartikel erhöht jeder eingesparte Cent durch reduzierte Ausschussquote und reduzierte Zykluszeiten die Wettbewerbsfähigkeit. Mit dem NETZSCH-KISTLER-Paket wird eine Lösung geboten, die die Effizienz beim Spritzgießen deutlich steigern kann.

Im Folgenden werden Beispielabbildungen zu einem Reaktivspritzguss-Prozess von EMCs dargestellt. Hierbei wird ein Sollverlauf mit Verläufen bei Prozessabweichungen gegenübergestellt

## Qualitätsfelder definieren

Abbildung 1 zeigt einen Referenzzyklus eines Electronic Packaging Prozesses: In der unteren Hälfte der Grafik ist das Drucksignal der KISTLER-Sensoren, in der oberen Hälfte das Aushärtesignal der NETZSCH-

Sensoren zu sehen. Die roten Qualitätsfelder definieren Bereiche, die – unter normalen Bedingungen – vom Kurvensignal durchquert werden müssen (grüne Ein- und Ausgangsbereiche) bzw. nicht überschritten werden dürfen (rote Begrenzungslinien). Der grüne Eintrag, der mit dem Drucksignal angezeigt wird, beschreibt das normale Eindringen des Materials in die Form an. Für das dielektrische Signal wurden drei Bereiche von links nach rechts definiert:

- Das Viskositätsminimum des Materials, das sich im vorgesehenen Verarbeitungsfenster befinden muss, um das Werkzeug vollständig füllen zu können
- Die Reaktivität des Materials, die weder zu schnell noch zu langsam sein darf (Infiltration ↔ Zykluszeit)
- Vernetzungsgrad bei Prozessende

## Kein Material in der Form

Abbildung 2 stellt den Fall dar, bei dem kein Material in die Form gelangt. Ursache dafür könnte sein, dass der Tank leer ist oder die Schnecke nicht funktioniert.

### Prozessfehler – kein Material im Werkzeug:

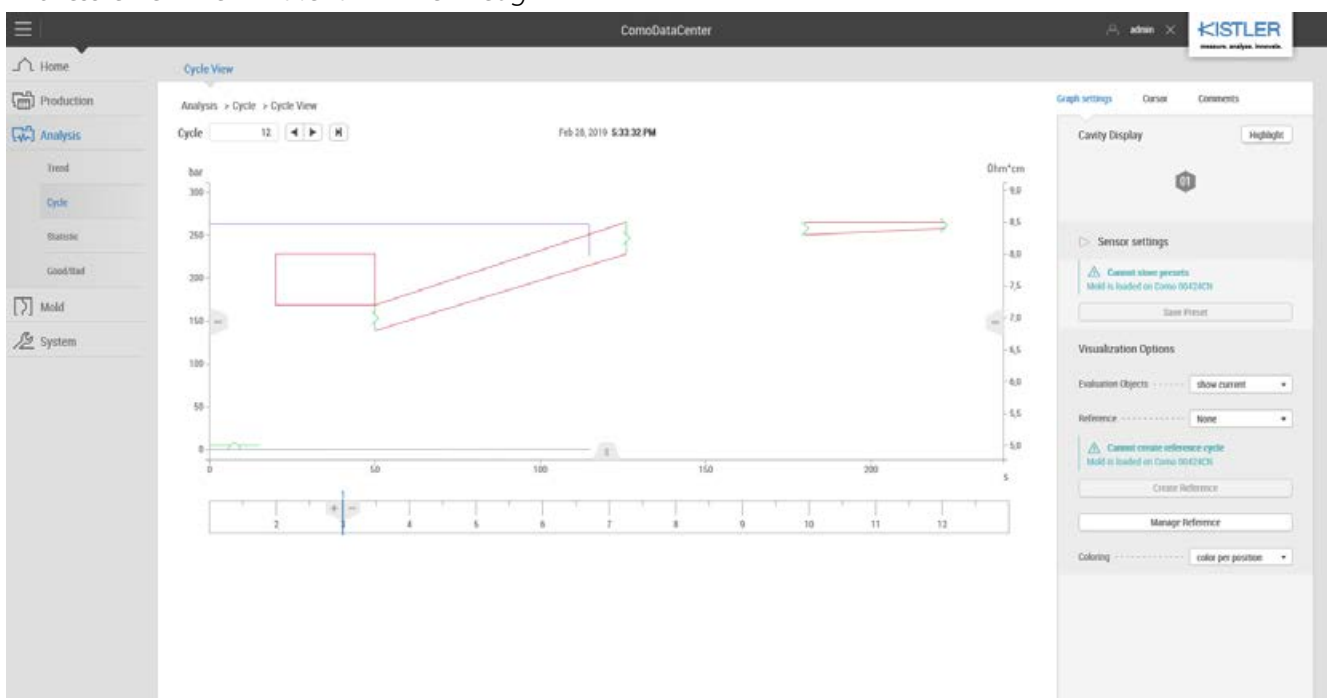


Abb. 2. Im Werkzeug kommt kein Material an

# Kooperation mit KISTLER

## Prozessfehler – Werkzeugtemperatur zu gering

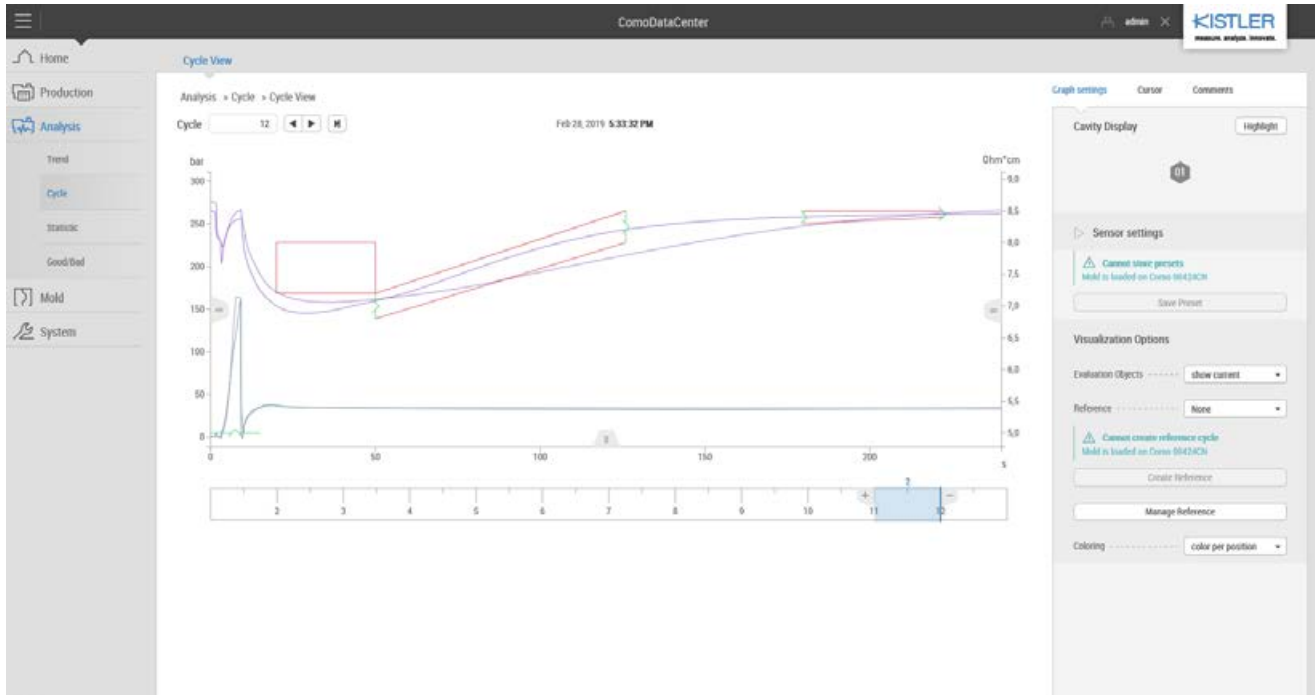


Abb.3. Temperaturverlust im Werkzeug und Abweichung des Materialverhaltens im Vergleich zum Referenzzyklus

Anhand der Sensorreaktion kann die Maschinensteuerung über das fehlende Material informiert und der aktuelle Zyklus gestoppt werden.

### Temperaturschwankung im Werkzeug

Ein Temperaturverlust im Werkzeug führt zu einer langsameren Aushärtung der Masse, sodass die Zykluszeit verlängert werden muss. Abbildung 3 zeigt die Sensorreaktionen der NETZSCH- und KISTLER-Sensoren im Falle eines Temperaturverlustes im Vergleich zum Referenzzyklus. Das Drucksignal wird nicht durch den Temperaturverlust beeinflusst, so dass die Referenz- und Anomalie-Aufnahme das gleiche Verhalten zeigen. Der NETZSCH-Sensor erkennt aber die langsamere Aushärtung aufgrund des Temperaturverlustes im Werkzeug und kann somit zur Anpassung des Prozesses und damit auch zur Vermeidung von Ausschuss herangezogen werden. Aufgrund der Detektion des Materialverhaltens kann der Prozess dynamisch gesteuert werden und wird erst bei Erreichen des Endniveaus von dem Sensorpaket beendet.

## Zusammenfassung

Das vorliegende Beispiel vermittelt eindrucksvoll, weshalb eine Kombination aus Druck- und dielektrischen Sensoren einen vollständigen Einblick in den Fertigungsprozess und damit eine Steigerung der Prozesseffizienz ermöglicht.

## Ausblick

Die NETZSCH-KISTLER-Kombination bietet das derzeit leistungsfähigste Sensorpaket, das in der Lage ist, Gut- und Schlechtteile während der Fertigung zu sortieren und darüber hinaus Prozesse effizienter zu gestalten, Ausschussproduktion zu vermeiden und Zykluszeiten zu verkürzen.

# Bis zu welcher Temperatur lassen sich hermetisch verschlossene Aluminiumtiegel einsetzen?

Dr. Gabriele Kaiser, Geschäftsfeld Pharmazie, Kosmetik & Lebensmittel, Dr. Markus Hollering, Forschung & Entwicklung



3in1 Box mit Concavus®-Tiegeln

## Einleitung

Aluminium ist das Standardmaterial für DSC-Tiegel bis 600 °C. Für Messungen werden Tiegel und Deckel typischerweise in einer Presse kaltverschweißt. Oft sind die Deckel (meist manuell) gelocht, so dass es bei Abdampfungen aus der Probe zu keinem Druckaufbau im Innern des Tiegels kommt. Doch ist auch auf der Referenzseite ein gelochter Deckel notwendig? Und kommt es dabei auf den Tiegeltyp an? Diesen Fragen möchten wir im Folgenden nachgehen.

## Das Experiment

Zwei verschiedene Sorten kalt-verschweißter Aluminiumtiegel werden in Stickstoffatmosphäre bis 600 °C aufgeheizt und anschließend optisch auf Verformungen überprüft.

Miteinander verglichen werden Standard-Tiegel aus Aluminium mit 6 mm Durchmesser und bis zu 40 µl Volumen sowie Concavus®-Tiegel mit 5 mm Durchmesser und einem Volumen von ebenfalls maximal 40 µl.

## Das Ergebnis

Abbildung 1 zeigt hermetisch verschlossene Standard-Aluminiumtiegel bei RT sowie nach Aufheizung zu Temperaturen zwischen 250 °C und 600 °C. Ab etwa 300 °C beginnt sich der Boden des Tiegels zu verformen und weist bei 600 °C nur noch einen punktförmigen Kontakt (in der Mitte) mit der Unterlage auf. Der Deckel bleibt von der Temperatur weitgehend unbeeinflusst.

Anders sieht es bei den Concavus®-Tiegeln aus (Abbildung 2). Hier beult sich der Deckel aus, während der Tiegelboden bei 600 °C keine optischen Veränderungen aufweist.



Abb. 1. Hermetisch verschlossene Standard-Aluminiumtiegel bei verschiedenen Temperaturen



# Tipps & Tricks



Abb. 2. Hermetisch verschlossene *Concavus*® Tiegel bei RT und 600 °C

In Abbildung 3 werden beide Tiegelarten nach einer Temperaturbehandlung bei 600 °C noch einmal direkt miteinander verglichen.

Der Grund für das unterschiedliche Verhalten liegt in den verschiedenen Herstellungsverfahren und den damit verbundenen Materialstärken. Bei den *Concavus*®-Tiegeln ist der Boden wesentlich dicker als der Deckel. Daher verformt sich bei Druckerhöhung im Inneren (die eingeschlossene Luft dehnt sich beim Aufheizen aus) der Deckel eher als der Boden. Ein stabiler Boden und vor allem der kleine Hohlraum, der sich durch die konkave Form des Bodens ausbildet, haben einen positiven Effekt auf die Wiederholbarkeit der Messkurven.

Bei den Standard-Tiegeln besitzen die Aluminiumfolien für Boden und Deckel in etwa gleiche Stärke und sind etwa so dick wie die *Concavus*®-Deckel. Aufgrund der Geometrie wird bei höheren Temperaturen der Boden (und nicht der Deckel) des Standard-Tiegels deformiert. Im Prinzip hat ein dünnerer Boden aber auch einen kleineren thermischen Widerstand zwischen Tiegel und Sensor und damit eine höhere Empfindlichkeit zur Folge.

## Fazit

Variationen in der Kontaktfläche zwischen Tiegelboden und Sensor während einer Messung führen in der Regel zu Effekten in der zugehörigen DSC-Kurve und sind daher zu vermeiden. Dies bezieht sich sowohl auf den Proben Tiegel als auch auf den Referenz Tiegel.

Arbeitet man mit Standard-Tiegeln ist es ab ca. 250 °C ratsam, auf Proben- und Referenzseite einen gelochten Deckel zu verwenden, um eine Deformation der Tiegelböden zu verhindern.

*Concavus*®-Tiegel sind wesentlich druckstabiler und könnten – ohne Probe – auch bis 600 °C in hermetisch verschlossenem Zustand aufgeheizt werden. In der Regel kommen in der Praxis jedoch bei Proben Tiegeln mit gelochten Deckeln auch auf der Referenzseite gelochte Deckel zum Einsatz – häufig hat der Deckel auf der Referenzseite sogar zwei Löcher, um den Referenz Tiegel vom Proben Tiegel unterscheidbar werden zu lassen.



Abb. 3. Vergleich der beiden Tiegelarten nach dem Aufheizen auf 600 °C

## Testen. Analysieren. Optimieren.

## ... auf der K 2019 in Düsseldorf

Milena Riedl, Content Marketing Manager, Geschäftsfeld Polymere



ren und Elastomeren, Additiven und Verstärkungsmaterialien gemessen und ausgewertet, bevor es gelagert, konditioniert oder weiterverarbeitet wird. So werden beispielsweise beim reaktiven Spritzgießen charakteristische Kennwerte gesammelt, die es erlauben, die Zykluszeiten zu reduzieren oder den Ausschuss zu verringern. Mit der Messung der viskoelastischen Eigenschaften am produzierten Fertigteile kann die erforderliche Qualität überprüft und sichergestellt werden.

Im Rahmen von stündlichen Vorträgen wurden am Stand von NETZSCH Analysieren & Prüfen den Zuhörern die vielfältigen Anwendungsmöglichkeiten der thermischen Analyse vermittelt. Themen waren unter anderem die

Kunststoffe sind nach wie vor innovative, unverzichtbare und zukunftsweisende Materialien. 225.000 Besucher aus 165 Ländern informierten sich auf der K 2019 in Düsseldorf über Recyclingsysteme, nachhaltige Rohstoffe und ressourcenschonende Prozesse.

Nachhaltigkeit, Recycling und Automatisierungstechnik waren auch die Leitthemen der größten Messe für Kunststoffe und Kautschuke. Im Konferenzprogramm des VDMA referierten mehrere Recyclingexperten über Marktpotentiale, Herausforderungen und Anwendungen recycelbarer Materialien. Darüber hinaus wurde während der gesamten Messe ein breites Spektrum an verschiedenen Lösungen für die Industrie 4.0 und Automatisierung vorgestellt.

Unser Standdesign spiegelte die vielfältigen Methoden der Thermischen Analyse wider, mit denen NETZSCH Sie entlang der kompletten Prozesskette der Kunststoff verarbeitenden Industrie begleitet. Schon bei der Wareneingangskontrolle des Rohmaterials werden wichtige Materialeigenschaften zu Thermoplasten, Durome-

Schadensanalyse mittels DSC, die Identifizierung und Quantifizierung von Regranulatmischungen sowie die Analyse gefährlicher Verbrennungsgase. Ein herzliches Dankeschön an unsere kompetenten Gastredner, die sich die Zeit genommen haben, unseren Stand zu besuchen und ihr Wissen über die Thermoanalyse in praktischen Fallstudien zu teilen.

Sie haben unsere Vorträge verpasst? Kein Problem, Sie finden sie unter

<http://www.ta-netzsch.com/polymer-talks>



## Messen und Konferenzen 2020

	Datum	Ort
ICACC	26. - 31.01.	Daytona Beach, FL, USA
Tire Technology Expo 2020	25. - 27.02.	Hannover, Deutschland
Pittcon 2020	01. - 05.03	Chicago, IL, USA
JEC World 2020	03. - 05.03	Paris, Frankreich
ARABLAB 2020	16. - 18.03	Dubai, VAE
Chinaplas 2020	21. - 23.03	Shanghai, China
analytica 2020	31.03. - 03.04.	München, Deutschland
Composite-Expo 2020	21. - 23.04	Moskau, Russland
INTERPHEX 2020	28. - 30.04	New York, NY, USA
SAMPE 2020	04. - 07.05	Seattle, WA, USA
Plastic Expo Osaka	13. - 15.05	Osaka, Japan
Plastpol 2020	18. - 22.05	Kielce, Polen
Polymer Testing World Expo 2020	04. - 05.11	Cleveland, OH, USA
analytica China 2020	16. - 18.11	Shanghai, China

... mehr unter

[www.netzsch.com/ngb-veranstaltungen](http://www.netzsch.com/ngb-veranstaltungen)

# NETZSCH

Proven Excellence.

## Impressum

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

**Redaktion**  
Dr. Gabriele Kaiser, Dr. Ekkehard  
Füglein, Dr. Elisabeth Kapsch,  
Milena Riedl, Doris Steidl

**Übersetzungen**  
Doris Steidl, Nicole Huss

**Copyright**  
NETZSCH-Gerätebau GmbH, 12/19

**Druck**  
NETZSCH Werbe- und Service- GmbH  
Gebrüder-Netzsch-Straße 19  
95100 Selb  
Deutschland  
Tel.: +49 9287 75-160  
Fax: +49 9287 75-166  
promotion@netzsch.com  
www.netzsch.com