

NETZSCH

Proven Excellence.



Thermische und rheologische Charakterisierung von Polymeren

Thermoplaste, Duromere, Elastomere

Analyzing & Testing

Die Welt der Polymere

Polymerwerkstoffe haben das moderne Leben revolutioniert und tun es noch immer. Aufgrund ihrer Vielseitigkeit, Funktionalität und Kosteneffizienz sind Polymere in Bereichen wie Verpackungen, Elektronik, Mobilität und Medizintechnik unverzichtbar. Heute liegt der Fokus jedoch nicht nur auf Leistungsfähigkeit, sondern auch auf Nachhaltigkeit. Die Fähigkeit, Polymere zu recyceln und biobasierte Alternativen zu entwickeln, ist daher von großer Bedeutung. Ebenso unerlässlich ist die genaue Charakterisierung von Materialeigenschaften nachhaltiger Innovationen.

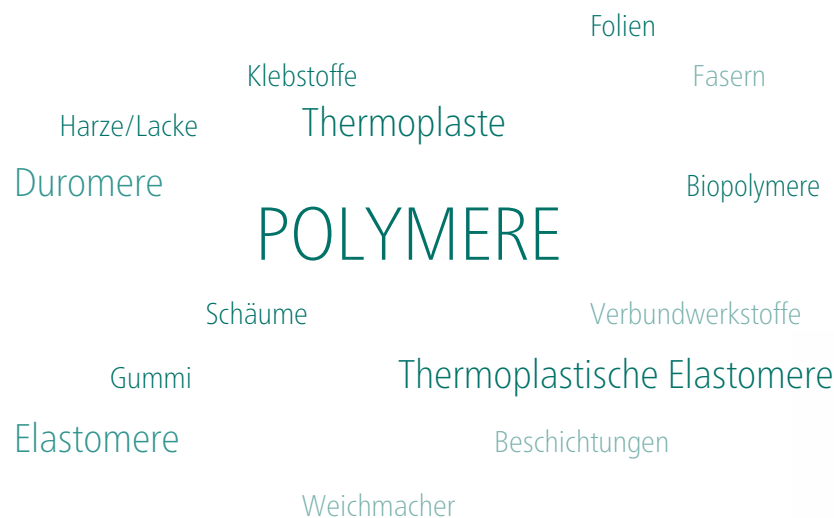
Die Kunststoffindustrie durchläuft derzeit einen tiefgreifenden Wandel. Recyclate, Biokunststoffe und Hochleistungsverbundwerkstoffe kommen zunehmend in anspruchsvollen Anwendungen zum Einsatz. Damit steigt jedoch auch der Bedarf an zuverlässigen Prüfungen und Qualitätssicherung. Es ist wichtiger denn je, das Verhalten eines Materials während der Verarbeitung, seine Performance im Einsatz sowie seine Reaktion auf Brand- oder Umweltbelastungen zu verstehen.

Die Digitalisierung eröffnet hier neue Möglichkeiten. Durch das Aufkommen generativer KI und maschinellen Lernens können Materialdaten aus der thermischen Analyse, Rheologie und Brandprüfung genutzt werden. So lässt sich die Entwicklung neuer Polymere beschleunigen, ihre Leistung vorhersagen und Formulierungen von physikalischen Tests optimieren. Diese datengesteuerten Tools verändern das Polymerdesign und ermöglichen schnellere Innovationszyklen und intelligentere Entscheidungen entlang der gesamten Wertschöpfungskette.

Die weitverbreitete Verwendung von Polymeren ist kein Zufall. Ihr Erfolg beruht auf einer einzigartigen Kombination aus funktionalen, wirtschaftlichen und ökologischen Vorteilen.

Mithilfe moderner Analysewerkzeuge und präziser Testmethoden können wir nicht nur bestehende Materialien verbessern, sondern auch das volle Potenzial der nächsten Generation nachhaltiger, KI-gesteuerter Polymerinnovationen ausschöpfen.

Polymere unterliegen während der Herstellung, Verarbeitung und Anwendung temperatur- und zeitabhängigen Strukturänderungen, die ihr Fließverhalten, ihre Stabilität und somit ihre Gesamtleistung beeinflussen. Um diese Effekte vollständig zu verstehen und zu kontrollieren, sind thermische Analysen, Rheologie- und Brandprüfungen sowohl in der Industrie als auch in der Forschung unverzichtbar geworden.



Mithilfe dieser Analysetechniken können die thermischen, mechanischen und brandtechnischen Eigenschaften von Polymeren und polymerbasierten Produkten tiefgehend untersucht werden. Sie ermöglichen es Anwendern, nicht nur grundlegende Materialeigenschaften zu bewerten, sondern auch den Einfluss von Verarbeitungsbedingungen, das Vorhandensein von Additiven oder Füllstoffen sowie die Einhaltung von Normen (ISO, EN, ASTM, DIN usw.) zu berücksichtigen. Immer mehr Anwendungen werden mittlerweile durch international anerkannte Prüfprotokolle unterstützt.

Thermische Analyse und Rheologie

Die thermische Analyse dient der Bestimmung von Phasenübergängen, thermischer Stabilität und Zusammensetzung. Die Rheologie dagegen gibt Aufschluss darüber, wie sich Materialien unter verschiedenen Scher- und Temperaturbedingungen verformen und fließen. Dies ist entscheidend für die Vorhersage der Verarbeitbarkeit und der Leistung in der Endanwendung.



Brandprüfung

Bei einer Brandprüfung wird die Entflammbarkeit, die Rauchentwicklung und die Wärmeabgabe eines Materials bewertet. So können Hersteller die Sicherheit im Brandfall gewährleisten und anwendungsspezifische Brandschutzvorschriften erfüllen.

Diese Methoden sind weit verbreitet. Sie kommen in der Qualitätskontrolle und -sicherung, der Wareneingangskontrolle und der Materialauswahl zum Einsatz. In Forschung und Entwicklung sind sie unverzichtbar für das Verständnis des Materialverhaltens und zur Entwicklung

innovativer, nachhaltiger und leistungsstarker Polymere.

Dank unseres breiten Geräteportfolios und unserer jahrzehntelangen Anwendungserfahrung sowie eines globalen Support-Netzwerks ist NETZSCH Analysieren & Prüfen Ihr zuverlässiger Partner in der Materialcharakterisierung – von Routinetests bis hin zu innovativen Anwendungen.

Diese Broschüre bietet einen Überblick über unsere wichtigsten Methoden und ausgewählte Anwendungsbeispiele aus den Bereichen Thermoplaste, Elastomere, Duroplaste, Faserverbundwerkstoffe und Rezyklate.

Die Vielseitigkeit thermoanalytischer Prüfmethoden eröffnet einen breiten Anwendungsbereich für Untersuchungen an Polymeren:

Aushärteverhalten	DSC, Rheologie, DEA
Untersuchung des Vernetzungsverhaltens	DEA
Spezifische Wärmekapazität	DSC
Thermische Umwandlungen	DSC, DIL, TMA, LFA, Rheologie
Schmelz-, Kristallisations- und Reaktionsenthalpien	DSC
Glasübergangstemperaturen	DSC, TMA, DMA, DEA, LFA, Rheologie
Kristallinitätsgrad	DSC
Thermische Stabilität	TG, STA
Oxidations-Induktions-Zeit/ Temperatur (OIT, OOT)	DSC
Viskoelastisches Verhalten	DMA, TMA, Rheologie
Elastizitätsmodul	DMA, TMA
Reaktionskinetik	DSC, TG, DIL, TMA, DEA, Rheologie
Analyse der Zusammensetzung	DSC, TG, EGA
Thermischer Längenausdehnungskoeffizient	DIL, TMA, DMA
Füllstoffgehalt	TG, STA
Wärme-/Temperaturleitfähigkeit	LFA, HFM, GHFM
und vieles mehr	

Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DSC)

Die Dynamische Differenz-Kalorimetrie (DDK, engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) ist die am häufigsten eingesetzte Methoden der thermischen Analyse. Sie analysiert nahezu jeden energetischen Effekt, der in einem Feststoff oder einer Flüssigkeit während der Wärmebehandlung auftritt. Die DSC-Analyse nach ISO 11357 liefert folgende wertvolle Informationen für die Entwicklung und Qualitätskontrolle von Polymeren:

Identifizierung und Charakterisierung von Polymeren

- Schmelz-/Kristallisations-temperaturen
- Schmelz-/Kristallisations-enthalpien
- Vernetzungstemperaturen/-enthalpien
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergangstemperaturen
- Spezifische Wärmekapazität

Erweiterte Materialanalyse

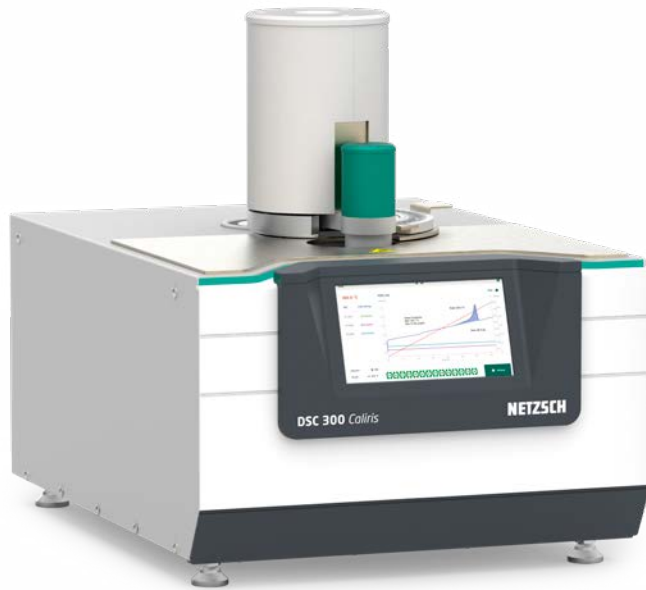
- Zersetzungseffekte
- Oxidationsstabilität (OIT, OOT)
- Reaktionsverhalten und -kinetik
- Vorhersagen
- Aushärtegrad
- Reinheitsbestimmung von Additiven
- Aushärtung mittels UV-Strahlung
- Stabilität unter Druck
- *Peak Separation*
- *Identify*
- *Proteus® Now Quantify*

Produktionsprozess

- Wareneingangskontrolle
- Thermomechanische Vorgeschichte
- Schadensanalyse
- Analyse von Wettbewerbsprodukten
- Prozessoptimierung



DSC 300 Caliris® mit Touch-Display und ASC für bis zu 192 Proben



DSC 300 Caliris® Classic

DSC-Systeme für Polymeranwendungen

Die DSC 300 Caliris® Classic ist ein robustes, wirtschaftliches Einstiegsgerät mit ausgezeichneter Leistung für Qualitätskontrolle und Lehre. Dieses System verfügt optional über einen automatischen Probenwechsler mit 20 Proben und einem Touch-Display.

Die DSC 300 Caliris® Select erlaubt das Wechseln des Sensormoduls mit einem baugleichen Modul, während bei der DSC 300 Caliris® Supreme das Modul frei mit allen verfügbaren Modulen ausgetauscht werden kann. Für DSC 300 Caliris® Select/Supreme stehen ein großer automatischer

Probenwechsler und eine Kopplungsmöglichkeit zur Verfügung. Das P-Modul wurde speziell für die Untersuchung von Polymeren entwickelt.

Thermisch aktivierte Reaktionen können mit der konventionellen DSC untersucht werden, aber auch kationische Polyadditionen und radikalische Polymerisationen können durch UV-Bestrahlung mit ausreichend hoher Energie gestartet werden.

Hierfür bietet NETZSCH die DSC 300 Caliris®-Serie mit UV-Zubehör an.

Hochdruck-DSC

Zahlreiche physikalische Vorgänge und chemische Reaktionen werden durch den Umgebungsgasdruck beeinflusst. In der Praxis ist es daher erforderlich, einen höheren Druck für die Durchführung von DSC-Messungen zu definieren. Mit der Hochdruck-DSC 204 HP Phoenix® können thermische Effekte in einer Probe im Druckbereich von Vakuum bis 15 MPa (150 bar) und bei Temperaturen von -150 °C bis 600 °C, je nach Gasart, analysiert werden.

Das System eignet sich auch ideal für OIT-Messungen (Oxidation Induction Time), die bei niedrigeren Temperaturen und erhöhtem Sauerstoffdruck durchgeführt werden können. Dadurch wird das Risiko einer thermischen Zersetzung minimiert und eine genaue Bewertung der oxidativen Stabilität ermöglicht. Dies ist beispielsweise für Geotextilien relevant.



DSC 204 HP Phoenix®

Thermogravimetrische Analyse (TGA)

Die Thermogravimetrie (TG) oder thermogravimetrische Analyse (TGA) ist eine etablierte thermoanalytische Messmethode zur Ermittlung von Massenänderungen in Abhängigkeit von der Temperatur oder Zeit. Sie wird in der Forschung & Entwicklung verschiedener Materialien und Werkstoffe – fest oder flüssig – eingesetzt, um Informationen über deren thermische Stabilität und Zusammensetzung zu erhalten.

Insbesondere in der kunststoffverarbeitenden Industrie wächst der Stellenwert der TG in der Qualitätskontrolle und -sicherung von Rohmaterialien, in der Wareneingangskontrolle sowie in der Schadensanalyse von Fertigteilen weiter an.

Die TG liefert weitere charakteristische Informationen ergänzend zur DSC.

Verschiedene internationale Normen beschreiben die allgemeinen Prinzipien der Thermogravimetrie für Polymere (ISO 11358) oder beziehen sich auf bestimmte Applikationen, wie z. B. die Analyse der Zusammensetzung von Gummimischungen (ASTM D6370 und ISO9924).

Der vertikale Aufbau mit oberhalbiger Probenanordnung sorgt nicht nur für eine einfache Bedienung, sondern ermöglicht auch, dass Gase ihren natürlichen Weg nehmen und nach oben strömen. Emissionsgasanalysatoren wie Massenspektrometer, FT-IR (Fourier-Transform-Infrarot)-Spektrometer und/oder GC-MS (Gaschromatograph-Massenspektrometer) können direkt am Gasauslass am oberen Ende des Ofens gekoppelt werden.

Für Routinemessungen rund um die Uhr steht Ihnen der automatische Probenwechsler (ASC) zur Verfügung.



TG 309 Libra® Select/Supreme



TG 309 Libra® Classic

Simultane Thermische Analyse (STA)



STA 319 Jupiter®

Simultane Thermische Analyse (STA) bezeichnet die gleichzeitige Anwendung von Thermogravimetrie (TG) und Dynamischer Differenz-Kalorimetrie (DDK, engl. DSC) auf ein und dieselbe Probe in ein und demselben Gerät. Die Vorteile liegen auf der Hand: Die Messbedingungen sind für beide Signale, TG und DSC, vollkommen identisch (gleiche Atmosphäre, Gasflussrate, Heizrate, Dampfdruck der Proben, thermischer Kontakt zu Probentiegel und Sensor, Strahlungseinflüsse usw.) Daraus resultiert, zusätzlich zum erhöhten Informationsgehalt, ein erhöhter Probendurchsatz.

Unsere DSC-, TG- und STA-Systeme arbeiten gemäß aller relevanten Geräte- und Applikationsnormen einschließlich ISO 11357, ISO 11358, ASTM E967, ASTM E968, ASTM E793, ASTM D3895, DIN 51004, DIN 51006, DIN 51007.

Informationen aus TG-Kurven

- Massenänderungen
- Temperaturstabilität
- Einschätzung der Produktlebensdauer
- Oxidations-/Reduktionsverhalten
- Füllstoffgehalt
- Gehalt an Feuchtigkeit und flüchtigen Substanzen
- Zersetzung
- Analyse der Zersetzung des anorganischen und polymeren Anteils
- Daten für kinetische Auswertung mittels Kinetics Neo

Informationen aus DSC-Kurven

- Spezifische Wärmekapazität
- Schmelz-/Kristallisationsverhalten
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergangstemperaturen
- Analyse der Zusammensetzung von Polymerblends
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Reinheitsbestimmung von Additiven
- Daten für kinetische Auswertung mittels Kinetics Neo



Thermische Analyse gekoppelt mit Emissionsgasanalyse (EGA)

Spitzenergebnisse in der Polymerforschung und -charakterisierung werden durch die intelligente Kopplung von thermoanalytischen Methoden wie TG, DSC, STA, TMA und DIL an Massenspektrometer (MS), Gaschromatographen/Massenspektrometer (GC-MS) oder Fourier-Transform-Infrarot (FT-IR)-Spektrometer erzielt. Moderne Kopplungstechniken umfassen zusätzlich die simultane Kopplung von MS und FT-IR oder GC-MS und FT-IR an ein Thermoanalysegerät. Der einzigartige Adapter erlaubt dabei selbst die gleichzeitige Verwendung des automatischen Probenwechslers (ASC).



TG-FT-IR-Kopplung über eine externe FT-IR-Gaszelle

Kopplungsmöglichkeiten

- TG-, DSC- oder STA-MS über Kapillarkopplung
- STA-MS über SKIMMER-Kopplung
- TG- oder STA-GC-MS
- TG-, DSC-, oder STA-FT-IR
- TMA-MS
- DIL-MS

Die freigesetzten Gase werden direkt in den Gasanalysator mittels beheizter Kapillare oder Transferleitung überführt. Neben der Untersuchung der Zersetzung werden diese Systeme auch zur Analyse von Verdampfung und von Feststoff-Gas-Reaktionen herangezogen.

Informationen, erhalten durch Kopplung von Emissionsgasanalyse mit thermischer Analyse

Zusammensetzung

- Polymere
- Weichmacher
- Lösemittel
- Additive
- Treibmittel

Zersetzung

- Entwässerung
- Stabilität
- Restlösemittel
- Pyrolyse

Feststoff-Gas-Reaktionen

- Verbrennung
- Oxidation
- Adsorption/Desorption

Verdampfung

- Dampfdruck
- Sublimation



Massenspektrometer

Gaschromatograph

STA 509 Jupiter®

Thermomechanische Analyse (TMA)/ Dilatometrie (DIL)

Thermomechanische Analyse (TMA) und Dilatometrie (DIL) sind zwei der wichtigsten Charakterisierungsmethoden in der thermischen Analyse. Dilatometrie (DIL) ermittelt die Längenänderung von Proben unter vernachlässigbarer Kraft (DIN 51045). Die eng verwandte TMA-Methode bestimmt außerdem die Dimensionsänderungen von Feststoffen, Flüssigkeiten oder pastösen Materialien als Funktion von Temperatur und/oder Zeit unter definierter Kraft (ISO 11359, DIN 51 005, ASTM E831, ASTM D696, ASTM D3386).

Mit der TMA 512 *Hyperion*® können Messungen im Expansions-, Penetrations-, Zug- und Biegemodus durchgeführt werden. Untersucht werden können Kunststoffe und Elastomere, Lacke und Farbstoffe, Verbundwerkstoffe, Klebstoffe, Folien und Fasern. Das NETZSCH-Dilatometer (DIL 502 *Expedis*®) und die TMA 512 *Hyperion*® basieren auf den Geräte- und Applikationsnormen für Polymere und Verbundwerkstoffe.

Informationen aus TMA/DIL-Kurven

- Thermische Ausdehnung
- Thermischer Längenausdehnungskoeffizient
- Volumenausdehnung
- Dichteänderung
- Delaminierung
- Glasübergangstemperaturen
- Erweichungspunkte
- Penetrationsverhalten
- Phasenübergänge
- Kriech-/Relaxationsverhalten
- Spannungs-/Dehnungskurve
- Anisotropes Verhalten
- Elastizitätsmodul
- Daten für kinetische Auswertung mittels Kinetics Neo



TMA Probenhalter



TMA 512 *Hyperion*®



DIL 502 *Expedis*®

Dynamisch-mechanische Analyse (DMA)

Die DMA erlaubt die quantitative Bestimmung der mechanischen Eigenschaften einer Probe unter oszillierender Kraft und in Abhängigkeit von Temperatur, Zeit, Frequenz und Deformation (DIN 53513, DIN EN ISO 6721, DIN 53440, DIN-IEC 1006, ASTM D4065, ASTM D4092, ASTM D4473, ASTM D5023, ASTM D5024, ASTM D5026, ASTM D5418). Die Ergebnisse stellen die linearen viskoelastischen Eigenschaften dar – typischerweise als grafische Darstellung von E' (Speichermodul), E'' (Verlustmodul) und $\tan \delta$ (Verlustfaktor).

DMA-Tests unterstützen Forschung und Qualitätskontrolle von Polymeren

R&D

Die DMA ist eine äußerst empfindliche Methode, um Daten zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften von Polymeren und Verbundwerkstoffen, vor allem im Rahmen der Produktentwicklung, wie z. B. in der Automobilbranche zu generieren.

Qualitätskontrolle

α - und β -Übergänge werden herangezogen, um die Produktion mit eigenen Standards und Wettbewerbsprodukten zu vergleichen. Unsere DMA-Experten unterstützen Sie bei Ihren spezifischen Anwendungen und Interessengebieten.

Informationen aus DMA-Kurven

- Daten hinsichtlich Steifigkeits- und Dämpfungsverhalten (Modulwerte und Dämpfungsfaktor unter den unterschiedlichsten Bedingungen)
- Daten über die Zusammensetzung und Struktur von Polymerblends (Mischbarkeit)
- Glasübergang hoch vernetzter, amorpher oder teilkristalliner Polymere und Verbundwerkstoffe
- Aushärtung/Nachhärtung
- Alterung
- Kriechen und Relaxation
- Stress- und Strain-Sweeps
- Multifrequenztests
- Vorhersage zum Materialverhalten mittels Zeit-Temperatur-Superposition (TTS)-Experimenten
- Immersionstests
- Haltbarkeitstests
- Ermüdungstests
- Hysterese



Hochlast-DMA 503 Eplexor®



DMA 523 Eplexor®



DMA 303 Eplexor®

Dielektrische Analyse (DEA)

Während des Aushärteprozesses reaktiver Harzsysteme können viele Fragen auftreten:

- Bei welcher Temperatur bzw. nach welcher Zeit beginnt das Harz auszuhärten?
- Wie hoch ist die Reaktivität?
- Wann ist die Aushärtung beendet?
- Ist das Aushärteprofil an jeder Position im Werkzeug identisch?
- Wie kann der Aushärtezyklus zur Energie- und Kosteneinsparung optimiert werden?
- Besteht Potential zur Nachhärtung?

Für die Untersuchung des Aushärteverhaltens reaktiver Duroplaste, Verbundwerkstoffe, Klebstoffe, Lack und Beschichtungen hat sich die dielektrische Analyse (DEA) nach ASTM E2038 oder E2039 bewährt.

Messprinzip

Die DEA erlaubt die Messung von Änderungen der dielektrischen Eigenschaften während der Aushärtung. Das flüssige bzw. pastöse Harz wird dabei in direkten Kontakt mit zwei Elektroden gebracht, die den dielektrischen Sensor umgeben. Es wird eine sinusförmige Spannung (Anregung) angelegt und der resultierende Stromfluss (Antwort) sowie die Phasenverschiebung zwischen Spannung und Stromfluss gemessen.

Aus diesen Werten werden die Ionenmobilität (Ionenleitfähigkeit) und die Ausrichtung der Dipole bestimmt. Neben diesen Effekten werden wiederum die dielektrischen Eigenschaften Permittivität ϵ' und Verlustfaktor ϵ'' berechnet. Für die Aushärtung ist die Ionenviskosität, der reziproke Wert der Ionenleitfähigkeit (proportional zum Verlustfaktor), der ausschlaggebende Wert.

Der Einsatz der DEA-Technik beschränkt sich nicht nur auf die Laborumgebung; sie kann auch in-situ bei Aushärtungen im Werkzeug unter realen Bedingungen angewandt werden. Für die Produktionsüberwachung und Prozesssteuerung kann ein bestimmter Ionenviskositätswert programmiert werden, um das Entformen auszulösen, wenn das zu produzierende Teil ausgehärtet ist. Dadurch wird die Zykluszeit verringert und der Probendurchsatz erhöht.

Tragbare Version

Mit bis zu sieben Kanälen ist diese DEA äußerst flexibel, da sie zwischen den verschiedenen Messstandorten transportiert werden kann.

Rack-Version zur Integration in einen industriellen Prozess

Die 19"-Rack-Version ist für den Einbau in einen Schaltschrank ausgelegt. Sie unterstützt 8 simultane Messkanäle, die auf bis zu 16 Module erweitert werden können.

Informationen aus DEA-Messkurven

- Ionenviskosität
- Reaktivität
- Aufzeichnung der Aushärtung
- Aushärtegrad
- Glasübergangstemperatur
- Permittivität
- Prozesskontrolle und -optimierung
- Diffusionseigenschaften
- Alterungs- und Zersetzungseffekte



DEA 288 Ionic

Kapillarrheometrie

Die Kapillarrheometrie ist eine etablierte Technik zur Messung der Scher- und Dehnungsfließeigenschaften von Polymerschmelzen und hochgefüllten Compounds unter verarbeitungsrelevanten Bedingungen. Das Doppel-Kapillarrheometer Rosand steuert Scherraten und Temperaturen präzise. Dadurch lassen sich Viskosität, Wandgleiten, Schmelzebruch und Quellverhalten charakterisieren.

Die Kapillarrheometrie wird häufig in der Polymerforschung und -entwicklung sowie in der Qualitätskontrolle eingesetzt. Sie spielt eine wichtige Rolle bei der Materialentwicklung, der Formulierungsoptimierung und der Fehlerbehebung in Prozessen wie Extrusion, Spritzguss und additiver Fertigung. Sie hilft dabei, Labormessungen mit dem Verarbeitungsverhalten und der Endanwendungsperformance zu korrelieren.

Die Rheometer-Serie Rosand bietet modulare Testkonfigurationen, Antriebe mit hoher Kraft und austauschbare Düsen. Eine Vielzahl von Testbedingungen wird ermöglicht, darunter düsenbetriebener Scherfluss, Dehnungsviskosität und pVT-Messungen. Dank des robusten Designs und der intuitiven Software erhalten Polymeranwender genaue, wiederholbare Daten, die für das Verständnis des Materialverhaltens während der Hochgeschwindigkeitsverarbeitung wichtig sind.



Rosand RH10

Rosand RH2000

Informationen aus Rosand-Messungen

- Verarbeitbarkeit & Fließverhalten
- Scherviskosität vs. Scherrate (Schmelzflusskurven)
- Scherverhalten → Verdünnung & Verdickung
- Bagley- & Rabinowitsch-Korrekturen → Eingangsdruck & tatsächliche Scherrate
- Wandgleiten (Mooney-Methode)
- Strangaufweitung (Extrudatschwellen)
- Schmelzebruch (Extrusionsstabilität)
- Dehnungsrheologie & Elastizität
- Dehnungsviskosität (uniaxial & planar über Abfall des Eingangsdrucks)
- Fließinstabilitäten & elastische Effekte (Schmelzebruch, Ruptur, Haifischhaut, Stick-Slip)
- Schmelzfestigkeit (Haul Off)
- Thermische & Verarbeitungsstabilität
- Thermischer Abbau von Polymerschmelzen
- Verweilzeit & Temperatureffekte
- Anteil flüchtiger Bestandteile auf das Fließen
- pVT-Analyse (Druck-Volumen-Temperatur-Messung)
- Verarbeitungsrelevante Messungen
- pVT-Diagramm von Polymeren (Dichte vs. Druck & Temperatur)
- Volumenausdehnung & Phasenübergänge
- Schrumpf- & thermisches Kontraktionsverhalten
- Spritzgussimulation (Schrumpf- und Verzugsvorhersage)

Rotationsrheometrie

Die Rotationsrheometrie ist eine etablierte Methode zur Charakterisierung des Fließ- und Verformungsverhaltens von Polymeren unter kontrollierten Temperatur- und Scherbedingungen. Das Kinexus-Rotationsrheometer findet in der Forschung und Entwicklung von Thermoplasten, Duroplasten, Elastomeren und Polymerblends Anwendung, um die Verarbeitbarkeit, die viskoelastischen Eigenschaften und die Leistungsfähigkeit der Materialien über verschiedene Temperaturen hinweg besser zu verstehen.

In den letzten Jahrzehnten hat sich die Rotationsrheometrie zu einem unverzichtbaren Werkzeug für die Qualitätskontrolle und -sicherung von Polymerrohstoffen, die Chargenkonsistenz und die Prozessoptimierung entwickelt – vom Compounding und der Extrusion bis zum Spritzgießen und Aushärten. Zudem unterstützt sie die Fehleranalyse von Fertigteilen, indem sie rheologische Fingerabdrücke in Bezug auf das Molekulargewicht, Zersetzung oder Verunreinigungen aufzeigt.

Das Kinexus-Rheometer verfügt über ein präzises Luftlagersystem, eine automatische Werkzeuergenkennung und eine intelligente Testsequenzierung. Es eignet sich somit ideal sowohl für die routinemäßige Qualitätskontrolle als auch für die fortgeschrittene Forschung und Entwicklung. Es unterstützt eine Vielzahl von rheologischen Tests, darunter Scherviskosität, Oszillationsmodul, Fließgrenze und Gelierverhalten. Damit ermöglicht es tiefe Einblicke in das Verhalten von Polymeren während der Lagerung, des Transports und der Verarbeitung.



Kinexus Prime ultra+, ausgestattet mit UV-Aushärtesystem

Informationen aus Kinexus-Messungen

- Scherviskosität vs. Scherrate (Schmelzflusskurve)
- Null-Scherviskosität → Molekulargewichtsschätzung
- Viskoelastische Eigenschaften → Elastitäts-/Viskositätsmodul & dynamische Viskosität
- Komplexer Modul & Phasenwinkel → PDI / MWD (Modalität)
- Relaxationszeiten → Prozesssimulation
- Crossover-Punkt → Gelpunkt, Molekulargewichtsschätzung, Vernetzungskinetik & Dichte
- Scherverhalten → Verdünnung, Verdickung, Rheopaktie
- Zeit-/Temperaturabhängigkeit → Thixotropie, Kriechen, Zersetzung, TTS

Das Kinexus-Rheometer kann mit einem UV-Aushärtesystem ausgestattet werden. Damit lässt sich das rheologische Verhalten von photoreaktiven Polymeren in Echtzeit untersuchen. Mithilfe dieser Konfiguration sind präzise Analysen der Gelierung, der Aushärtekinetik und der endgültigen mechanischen Eigenschaften unter kontrollierter UV-Bestrahlung möglich. Dies ist ideal für Anwendungen wie Klebstoffe, Druckfarben und Beschichtungen.

Messung der Wärme- und Temperaturleitfähigkeit

Wärme- und Temperaturleitfähigkeit sind die wichtigsten thermophysikalischen Materialparameter zur Beschreibung der Wärmetransporteigenschaften eines Materials oder Bauteils.

Für die Beantwortung solcher Fragen hat sich die Laser-Flash-Technik (LFA) als eine absolute, schnelle und zuverlässige Methode etabliert; es lassen sich thermophysikalische Eigenschaften, einschließlich der spezifischen Wärmekapazität, bestimmen. Daten können anschließend wie folgt verwendet werden:

- Vorhersage des Wärmetransports und des Temperaturprofils zur Beschreibung des Verarbeitungsverhaltens
- Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit als Eingangsdaten für die numerische Simulation

Für Polymeranwendungen im Temperaturbereich von -100 °C bis 500 °C steht die kompakte LFA 717 *HyperFlash*® zur Verfügung. Der integrierte automatische Probenwechsler kann bis zu 16 Proben in einer Messreihe testen. Es lassen sich sowohl dünne und hochleitende Materialien als auch 2- und 3-Schichtstrukturen untersuchen und somit der Einfluss von Beschichtungen auf die Wärmeübertragung unter realen Bedingungen analysieren.

Die LFA 717 *HyperFlash*® erfüllt alle relevanten nationalen und internationalen Normen (z. B. ASTM E1461, DIN EN 821).



LFA 717 *HyperFlash*®



LFA-Probenhalter für Flüssigkeiten, Pulver, Fasern und zur Untersuchung des anisotropen Verhaltens

Isolationsprüfung mittels Wärmeflussmesser (HFM)

Die HFM- und GHP-Apparaturen von NETZSCH basieren auf allen relevanten Applikations- und Industrienormen:

- ASTM C177, ASTM C335-05Ae1, ASTM C1363-05, ASTM D5470-06, ASTM E1530-06, ASTM F433-02(2009), ASTM C1363-05
- DIN EN 12667/12939, DIN EN 13163
- ISO 8301, ISO 8302, ISO 8894-1 (EN 993-14), ISO 8894-2 (EN 993-15)
- JIS A 1412



HFM 706 *Lambda Small*

HFM 706 *Lambda Medium*

Wärmeflussmesser

Wärmeflussmesser sind präzise, schnell und einfach zu bedienende Geräte zur Messung der Wärmeleitfähigkeit von Dämmstoffen (z. B. Polystyrol- oder Polyurethanschäume). Mit dem HFM 706 *Lambda* kann der Bediener eine präzise Last auf die Probe aufbringen, wodurch sich die Dicke und damit die Dichte komprimierbarer Materialien kontrollieren lässt.

Die Serie HFM 706 besteht aus drei Geräteversionen, die den Plattentemperaturbereich von -30 °C bis 90 °C und Probengrößen von 203 mm, 305 mm und 611 mm (Länge und Breite) abdecken.

Schließt die Lücke zwischen klassischen Wärmestrommessgeräten und Laser Flash-Analysatoren

Das TCT 716 *Lambda* Guarded Heat Flow Meter

Das TCT 716 *Lambda* ermöglicht die Untersuchung von homogenen und inhomogenen Materialien im niedrigen bis mittleren Wärmeleitfähigkeitsbereich. Mit kleineren Proben im Vergleich zu herkömmlichen HFMs und größeren Proben im Vergleich zu LFAs ermöglichen das TCT 716 *Lambda* die präzise Bestimmung des Wärmewiderstands und der Wärmeleitfähigkeit.



TCT 716 *Lambda*

Brandprüfung von Polymeren

UL 94 und LOI 901 – Wichtige Prüfverfahren für das Flammverhalten

Die Flammhemmung ist ein entscheidender Sicherheitsfaktor für Polymere in der Elektronik-, Automobil- und Bauindustrie sowie bei Konsumgütern. Zur Bewertung der Entflammbarkeit werden zwei weit verbreitete Methoden angewendet: die UL-94-Klassifizierungsprüfung und die Prüfung des niedrigsten Sauerstoffindex (LOI). Beide Verfahren sind für die Materialentwicklung, die Einhaltung gesetzlicher Vorschriften und die Qualitätskontrolle unverzichtbar.

UL 94 – Entflammbarkeitsklassifizierung von Kunststoffen

Das UL 94 legt fest, wie Kunststoffe unter kontrollierten Bedingungen auf eine kleine Flamme reagieren. Es handelt sich um den gängigsten Screening-Test, bei dem Klassifizierungen wie V0, V1, V2 (vertikal) und HB (horizontal) vergeben werden. Diese Klassifizierungen sind weltweit anerkannt und dienen der Einstufung der sicheren Verwendung in Endprodukten. Das UL 94 ist mit einem elektrisch angetriebenem Brennerpositionierungssystem und einem benutzerfreundlichen Touchscreen ausgestattet. Es unterstützt beide Testmodi, erfüllt die Normen UL 94, DIN EN 60695-11 und ISO 9773 und ist ideal für Thermoplaste, Elastomere und verstärkte Compounds in Steckverbindern, Gehäusen, Verkleidungen oder kleinen Bauteilen geeignet. Die schnelle und zuverlässige Klassifizierung beschleunigt die Formulierungsentwicklung und sorgt für die Einhaltung von Sicherheitsvorschriften.



Informationen aus UL 94-Messungen

- Lineare Brenngeschwindigkeit
- Nachbren- und Nachglimmzeit
- Abtropfen brennender Teile
- Flammenfrontposition
- Gesamtnachbrenndauer mit Flamme

LOI 901 – Sauerstoffindex-Analysegerät

Beim LOI-Test wird die minimale Sauerstoffkonzentration gemessen, die erforderlich ist, um eine Verbrennung in einem Stickstoff-Sauerstoff-Gemisch aufrechtzuerhalten. Ein höherer LOI-Wert bedeutet eine bessere Flammwidrigkeit. Der LOI 901 überzeugt mit automatischer Kalibrierung, kompaktem Design und Touchscreen-Bedienung. Er ist ideal für Labor-Screenings sowie die Qualitätssicherung von Thermoplasten, Duroplasten, Kautschuken und faserverstärkten Verbundwerkstoffen. Mithilfe von LOI-Werten können Formulierungen verglichen, flammhemmende Additive validiert und die Konformität zu Zertifizierungsanforderungen sichergestellt werden.



Informationen aus LOI-Messungen

- Mindestsauerstoffkonzentration, bei der eine Verbrennung des Prüfkörpers gerade noch möglich ist
- Brennstrecke
- Brennzeit
- Verbrennungsverhalten bei reduziertem Sauerstoffgehalt

Erweiterte Brandverhaltensanalyse

Cone Calorimetry mit dem TCC 918

Um das Verhalten von Polymeren unter Brandbedingungen vollständig zu erfassen, liefert das Cone Calorimeter TCC 918 umfassende und realitätsnahe Daten zu Brandausbreitung, Wärmefreisetzung, Rauchentwicklung und Toxizität. Es gilt als Goldstandard bei Brandprüfungen und quantifiziert, wie Materialien zur Brandentwicklung beitragen. Dadurch ist eine präzise Bestimmung der Wärmefreisetzungsrates (HRR) möglich. Die HRR ist ein entscheidender Faktor für die Vorhersage des realen Brandverhaltens.

Um Umgebungen wie Flugzeugkabinen, Fahrzeuge, Gebäude oder Verbrauchergeräte zu simulieren, werden die Proben kontrollierter Strahlungswärme ausgesetzt. Neben Daten zur Entflammbarkeit und Verbrennung zeichnet das System Rauch- und Gasemissionen (CO, CO₂) auf. Damit unterstützt es die Brandmodellierung, die behördliche Zulassung und die Materialoptimierung in verschiedenen Branchen von der Luft- und Raumfahrt bis zum Bauwesen.

Das TCC 918 erfüllt die Normen ISO 5660-1, ASTM E1354 sowie weitere Normen. Dank seines robusten Systemdesigns, der präzisen Gasdurchflussregelung und der integrierten Software liefert es sowohl in der Forschung und Entwicklung als auch bei Konformitätsprüfungen reproduzierbare und zuverlässige Ergebnisse.

Informationen aus TCC-Messungen

Mit dieser erweiterten Prüfmethode erhält man eine große Auswahl an Daten wie

- Zeit bis zur Zündung (TOI)
- Zeit der Verbrennung oder des Erlöschens
- Wärmefreisetzungsrates (HRR) und gesamte Wärmefreisetzung
- Massenverlustrate
- CO- und CO₂-Konzentration
- Gesamte Rauchfreisetzung (TSR) und Rauchgasdichte
- Vorhersage des realen Brandverhaltens
- Gasetektierung durch Kopplung an FT-IR



Über Screening und Kalorimetrie hinaus

Zusätzlich zu den Systemen UL 94, LOI und Cone Calorimeter bietet NETZSCH eine breite Palette spezialisierter Brandprüfungen an. Diese sind für die spezifischen internationalen Normen verschiedener Branchen – darunter Bauwesen, Transportwesen und Elektronik – ausgelegt. Mithilfe dieser Systeme können die Entflammbarkeit, die Wärmefreisetzung, die Rauchentwicklung und die Brandausbreitung sowohl unter realen Bedingungen als auch im Kleinmaßstab umfassend charakterisiert werden.

Ganz gleich, ob Sie Baumaterialien für die Euroklasse-Klassifizierung prüfen, Innenraumteile von Kraftfahrzeugen bewerten oder Kabelisolierungen zertifizieren möchten – wir bieten Ihnen zuverlässige, auf Ihre Anforderungen zugeschnittene Messgeräte.

Weiterführendes Softwaremodul

Kinetics Neo

*analysiert alle Prozesse, deren
Geschwindigkeit temperaturabhängig ist*

Die NETZSCH-Kinetics Neo-Software wird zur kinetischen Analyse temperaturabhängiger chemischer Prozesse mit dem Ziel eingesetzt, ein kinetisches Modell oder Methode zu erstellen, das die experimentellen Daten unter unterschiedlichen Temperaturbedingungen korrekt beschreibt. Die Anwendung der Methode/des Modells erlaubt Vorhersagen über das Verhalten eines chemischen Systems unter anwenderdefinierten Temperaturbedingungen. Alternativ können solche Modelle für die Prozessoptimierung eingesetzt werden.

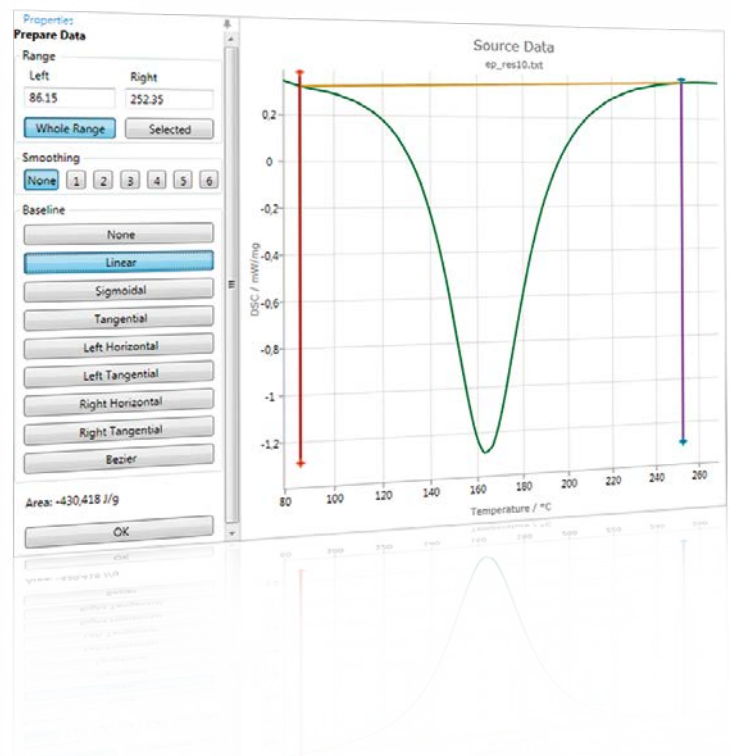
Die Software kann verschiedene Arten von thermischen Kurven analysieren, die die Veränderungen einer bestimmten Materialeigenschaft während eines Prozesses darstellen. Potentielle Datenquellen schließen Untersuchungen mittels Thermogravimetrie, Dilatometrie, dynamischer Differenz-Kalorimetrie, Fourier-Transform-Infrarot-Spektroskopie sowie die Temperaturanalyse während adiabatischer Messungen ein.

Die einzigartige modellbasierte kinetische Analyse kann **die Anzahl der Reaktionsstufen** und für jede Stufe folgende Werte bestimmen:

- Enthalpie (exo-/endotherme DSC-Effekte) oder Massenverlust (TG)
- Reaktionsart
- Aktivierungsenergie
- Präexponential-Faktor
- Reaktionsordnung
- Folge der Autokatalyse
- weitere kinetische Parameter

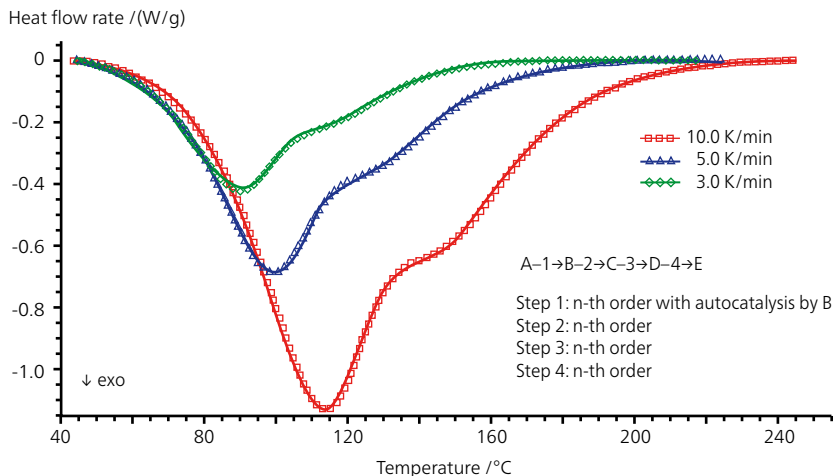
Sämtliche Vorteile

Hauptvorteil von Kinetics Neo ist die Möglichkeit, sowohl heterogene Reaktionen als auch Phasengrenzflächenreaktionen zu analysieren – selbst Reaktionen mit Diffusion und Nukleierung. Ebenso können Reaktionen mit partieller Diffusionskontrolle untersucht werden; zum Beispiel Prozesse, die den Zustand einer Substanz von glasartig zu nicht-glasartig ändern.



Kinetische Analyse

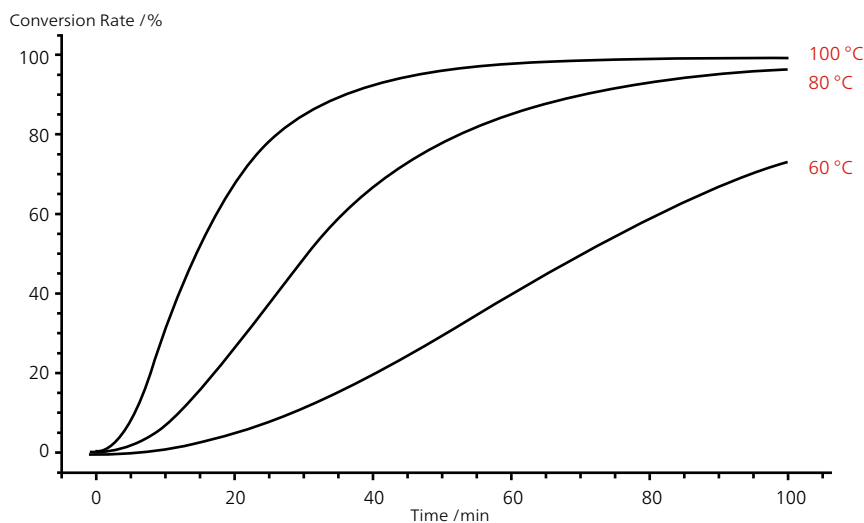
Die kinetische Analyse ermöglicht es, eine Reihe an kinetischen Parametern zu finden – z. B. die Anzahl der Reaktionsstufen, den Beitrag der einzelnen Stufe zum gesamten Effekt, den Reaktionstyp, die Aktivierungsenergie oder die Reaktionsordnung für jede Stufe. Diese Informationen werden dann herangezogen, um Probleme bei der Vorhersage für neue Temperatur-/Zeitprogramme zu lösen oder das Verhalten für ein gegebenes System zu optimieren.



Aushärtung eines Epoxidharzes mit unterschiedlichen Heizraten

Aushärteverhalten eines Epoxidharzes

In diesem Beispiel wurde ein ungehärtetes Epoxidharz mit Raten von 3, 5 und 10 K/min mittels DSC aufgeheizt und anschließend die exotherme Aushärtung mittels Kinetics Neo simuliert. Die nahezu perfekte Anpassung erzielt die Annahme einer formalen 4-stufigen Reaktion n-ter Ordnung, wobei der Beginn der eigentlichen Aushärtung sich durch eine Reaktion erster Ordnung mit Autokatalyse beschreiben lässt.

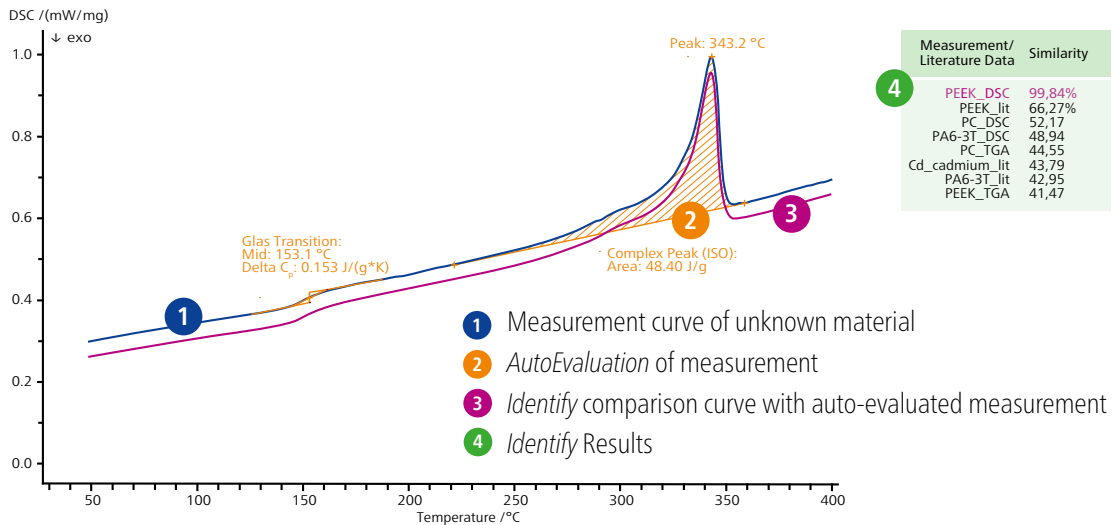


Vorhersage des Aushärteverhaltens bei unterschiedlichen isothermen Temperaturen

Diese Darstellung der kinetischen Analyse sagt das Aushärteverhalten auf Basis der oben stehenden Simulationen vorher. Die Umsatzrate ist für verschiedene isotherme Temperaturen über die Zeit aufgetragen. So war zum Beispiel das hier untersuchte Material bei 100 °C nach 65 min (Aushärtegrad von 100 %) vollständig ausgehärtet.

Proteus[®]-Software

AutoEvaluation und Identify – Schneller zum Ergebnis



Punkte 1 bis 4 zeigen die Ergebnisse von *AutoEvaluation* und *Identify*, angewandt auf eine PEEK-Probe.

AutoEvaluation

Ergebnisse sofort nach Ende der Messung

AutoEvaluation ist die erste selbsttätige Auswertoutine auf dem Markt. Völlig autonom und ohne Zutun des Anwenders wertet sie alle Effekte wie Glasumwandlungstemperaturen, Schmelztemperaturen und -enthalpien unbekannter Substanzen aus. Auch die Oxidations-Induktionszeit/-temperatur (OIT/OOT) wird bei isothermen und dynamischen Versuchen nach der Tangenten- und Offsetmethode normgerecht ausgewertet.

Erfahrene Anwender können das Ergebnis der autonomen Auswertung als zweite Meinung heranziehen – und natürlich auch Werte neu berechnen, falls gewünscht.

Reportgenerator

Jeder Anwender kann ganz einfach persönliche Reports einschließlich Logos, Tabellen, Beschreibungsfelder und Plots erstellen. Mehrere Vorlagen für Reportbeispiele sind bereits in *Proteus*[®] enthalten.

Identify

Die Datenbank für die Identifizierung und den Vergleich von Materialien

Identify ist ein einzigartiges Softwaretool im Bereich der thermischen Analyse zur Identifizierung und Klassifizierung von Materialien über Datenbankvergleiche. Neben 1:1-Vergleichen mit einzelnen Kurven und Literaturdaten kann auch überprüft werden, ob eine bestimmte Kurve zu einer bestimmten Klasse gehört. Diese Klassen können aus Kurven desselben Materialtyps (Materialidentifizierung) oder Referenzkurven für i.O./n.i.O.-Tests (Qualitätskontrolle) bestehen.

Die mitgelieferten NETZSCH-Bibliotheken beinhalten mehr als 1350 Einträge aus den Anwendungsbereichen Polymere, Organika, Pharmazeutika, Anorganika, Metalle/Legierungen und Keramik. Die ebenfalls erhältliche KIMW*-Datenbank enthält DSC-Kurven für weitere 1250 kommerziell verfügbare Polymertypen. Anwender können *Identify* nach Belieben mit einer unbegrenzten Anzahl an eigenen Dateien erweitern. Generell dienen alle Datenbank-einträge als Sammlung von Ergebnissen und Messvorlagen.

* KIMW = Kunststoff-Institut Lüdenscheid, Deutschland



Proteus® Now Quantify

VERWENDUNG PRÄDIKTIVER KI ZUR QUANTITATIVEN ANALYSE VON REZYKLATEN

Sparen Sie Zeit

Nachdem Sie Ihre Probe mit einer NETZSCH DSC analysiert haben, können Sie die Daten ganz einfach in *Proteus® Now Quantify* hochladen. Innerhalb von Sekunden erhalten Sie genaue Ergebnisse – ohne dass eine manuelle Auswertung oder Vorkenntnisse in Datenwissenschaft erforderlich sind.

Steigern Sie das Vertrauen

Analysieren Sie Ihre Rezyklate mit guter Gewissheit. Prüfen Sie die Zusammensetzung, erkennen Sie Abweichungen frühzeitig und reduzieren Sie Qualitätsrisiken – und das alles mit einem transparenten, KI-gesteuerten Workflow.

Greifen Sie auf Expertenwissen zu

Auch wenn Sie kein Experte sind, können Sie jetzt reproduzierbare, qualitativ hochwertige Auswertungen erreichen. Die integrierte KI-Engine übernimmt die komplexen Vorgänge und liefert konsistente Ergebnisse für eine Vielzahl von Polymertypen und -mischungen.

Sicherheit für Hersteller von Rezyklaten

Hersteller können die Materialzusammensetzung überprüfen und so die Qualitätskontrolle verbessern.

Vertrauen für Rezyklat-Kunden

Käufer gewinnen so Vertrauen in die stets gleichbleibende Qualität der Produkte. Das unterstützt die Rückverfolgbarkeit und ermöglicht eine faire Preisgestaltung.



Was steckt hinter der KI?

Proteus® Now Quantify kombiniert klassisches maschinelles Lernen (z. B. Entscheidungsbäume) mit Deep Learning (neuronale Netze). So können selbst schwierige Materialmischungen – einschließlich solcher mit überlappenden Schmelzpeaks – genau interpretiert werden. Jedes Ergebnis enthält einen Unsicherheitswert, der ähnlich einer Standardabweichung ein Maß für die Zuverlässigkeit jeder Vorhersage liefert und dabei hilft, unbekannte oder Grenzfälle zu identifizieren.

APPLIKATIONEN

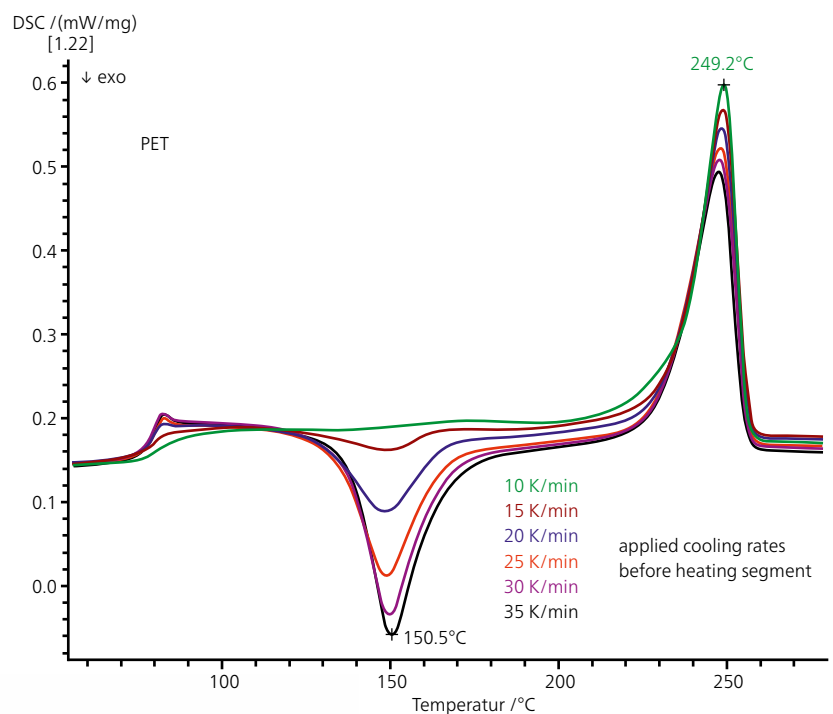
Thermoplaste

Dynamische Differenz-Kalorimetrie

Kristallisationsverhalten von teilkristallinem PET

Polyethylenterephthalat (PET) ist ein teilkristalliner Thermoplast mit relativ langsamer Kristallisationsrate. Hohe Abkühlraten resultieren in einem hohen amorphen Gehalt, hohen Glasübergangsstufen (T_g) und einer Nachkristallisation während der Aufheizung.

Geringe Abkühlraten führen verstärkt zur Bildung kristalliner Anteile während der Abkühlung, was kleinere Glasübergangsstufen und keine Nachkristallisation zur Folge hat. Das Material weist dann eine erhöhte Kristallinität auf und verliert somit seine Transparenz.



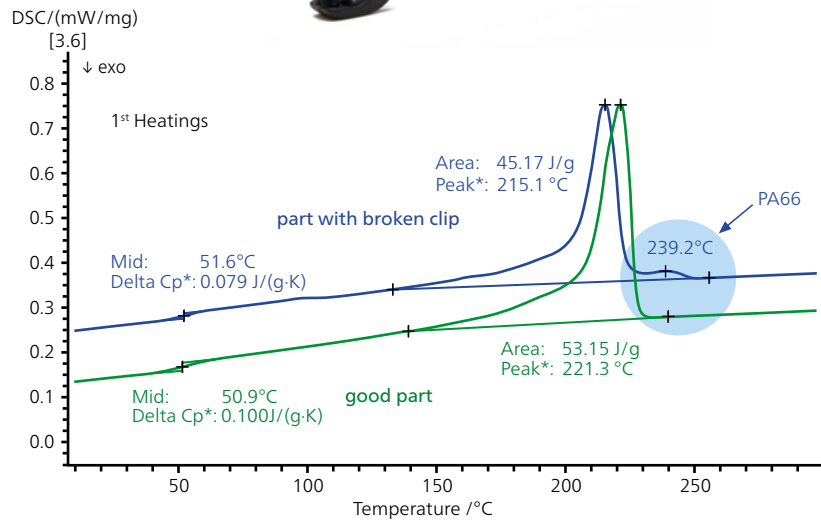
PET: Glasübergang, Kaltkristalliation und Schmelzen, gemessen mit einer Heizrate von 10 K/min nach unterschiedlichen Abkühlraten – Änderungen im Kristallinitätsgrad mittels DSC



Schadensanalyse an einem PA6-Clip

Ein Versagen kann viele verschiedene Ursachen wie falsche Materialauswahl, Herstellungsfehler im Kunststoffrohmaterial, Produktionsfehler des Formteils oder Degradation des Kunststoffes durch Kontakt mit aggressiven Chemikalien, Verunreinigungen, UV-Strahlung usw. haben. Die DSC ist eine geeignete Methode, um Gutteile mit schlechten Ausfallteilen zu vergleichen.

Die ersten Aufheizungen zweier PA6-Clips zeigen bereits, dass der schlechte Clip (blaue Kurve) einen zusätzlichen Schmelzpeak bei 239 °C aufweist, der auf PA66 schließen lässt. PA66 wird oft mit PA6 geblendet. Die Anwesenheit einer zweiten Komponente wurde in einer zweiten Aufheizung bestätigt.

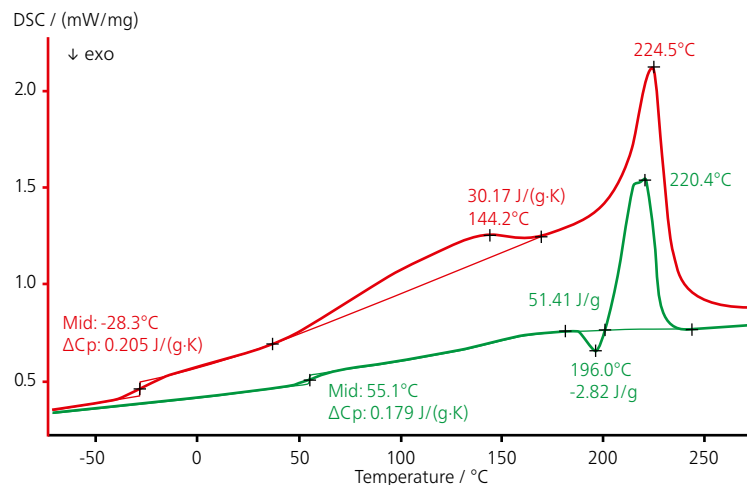


DSC-Vergleich der ersten Aufheizungen zweier glasfaserverstärkter PA6-Clips; Probeneinwaagen: 12,98 mg und 13,13 mg; Heizrate: 10 K/min

Einfluss von Luftfeuchtigkeit

Polyamide absorbieren Luftfeuchtigkeit, was sich auf deren mechanische Eigenschaften auswirkt. Die endotherme Stufe bei -28 °C in der ersten Aufheizung zeigt den Glasübergang (T_g) des feuchten PA6 an. Der endotherme Effekt zwischen 20 °C und 180 °C resultiert aus dem Verdampfen des in der Probe enthaltenen Wassers. In der 2. Aufheizung ist die Probe trocken und der T_g verschiebt sich auf 55 °C.

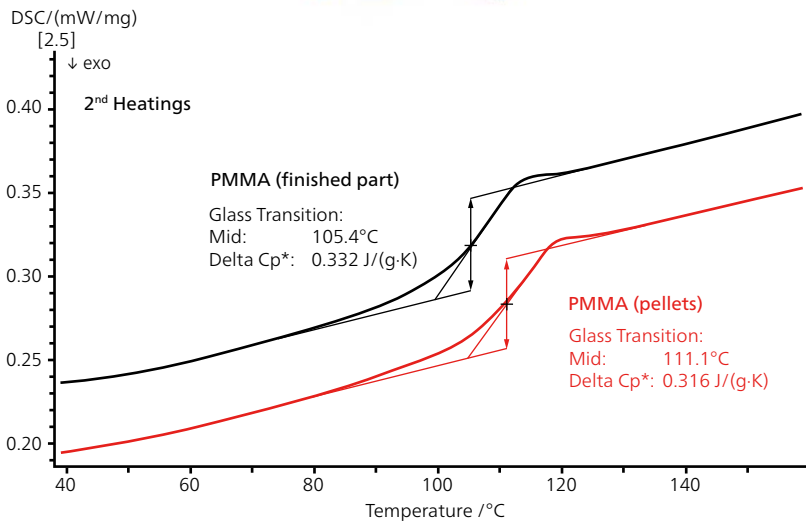
Wasser wirkt als Weichmacher und erniedrigt den T_g. Die Peaks bei 225 °C (1. Aufheizung) und 220 °C (2. Aufheizung) repräsentieren das Schmelzen. Die 2. Aufheizung zeigt zudem keine vorgelagerte Kaltkristallisation bei 196 °C.



1. und 2. Aufheizung von feuchtem PA6 mittels DSC; Probeneinwaage: 9,4 mg; Heizrate: 20 K/min



Einfluss der thermomechanischen Vorgeschichte auf amorphes PMMA



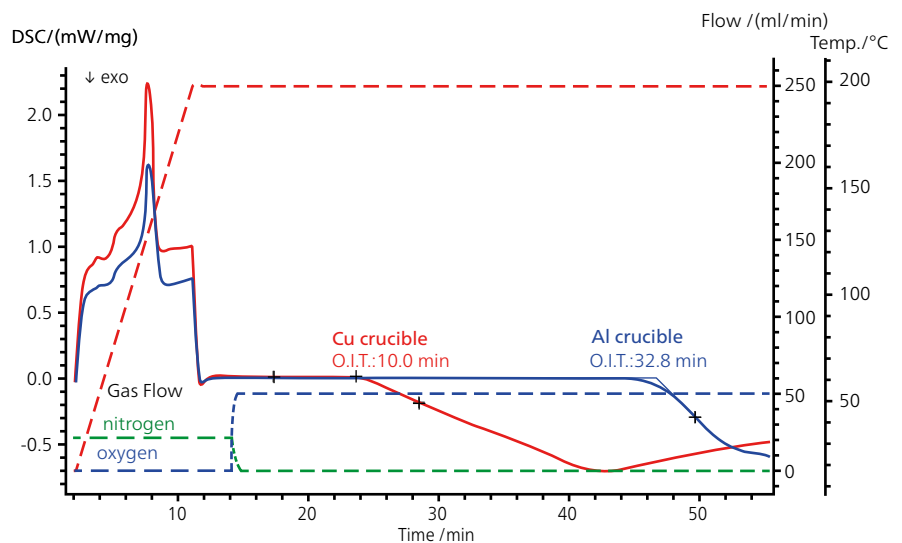
DSC-Messung: Verschiebung der Glasübergangstemperatur zu niedrigeren Werten mit zunehmenden Produktionsschritten; Probeneinwaagen: 11,54 mg und 12,5 mg; Heizrate: 10 K/min

Die thermischen und mechanischen Eigenschaften von Polymeren können in Abhängigkeit der thermomechanischen Vorgeschichte des Materials sehr unterschiedlich ausfallen. Der DSC-Plot zeigt die zweiten Aufheizungen von Polymethyl-Methacrylat (PMMA)-Pellets und einem fertigen PMMA-Bauteil. Es ist deutlich zu erkennen, dass die für die Pellets beobachtete Glasumwandlungstemperatur (Midpoint 111 °C, rote Kurve) im fertigen Bauteil zu niedrigeren Temperaturen verschoben (Midpoint 105 °C, schwarze Kurve) ist. Jede zusätzliche thermische Belastung des Polymers bei der thermoplastischen Verarbeitung kann zum Abbau der Molekularmasse führen, was eine Verringerung der Glasumwandlungstemperatur zur Folge hat.

Oxidations-Induktionszeit (OIT)

Zu den Faktoren, die die OIT beeinflussen, gehören Prüf-temperatur, Probenpräparation, Probengeometrie, Probenmasse, Partikelgröße, Tiegelmaterial usw. Die OIT kann in offenen Standard-Aluminium- oder offenen Kupfertiegeln gemäß ASTM D3895 bestimmt werden.

Der Plot zeigt OIT-Messungen an High-Density Polyethylen (HDPE), die mit einem Kupfer- bzw. einem Al-Tiegel (rote bzw. blaue Kurven) durchgeführt wurden. Klar erkennbar ist, dass die Oxidation von HDPE unter isothermen Bedingungen bei 250 °C unter Sauerstoffatmosphäre im Kupfertiegel etwa 23 Minuten früher als im Al-Tiegel einsetzt. Kupfer wirkt hier als Katalysator für die Oxidation.



Einfluss des Tiegelmaterials auf die Oxidations-Induktionszeit (OIT) eines Thermoplasten mittels DSC; Probeneinwaage: 12,21 mg und 12,11 mg

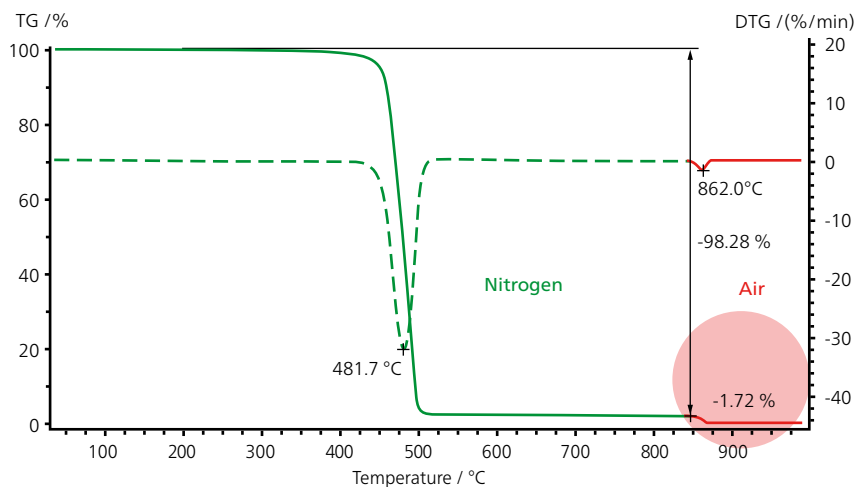
Thermogravimetrische Analyse



Detektion von zugesetztem Ruß

Werden in Polyethylenmaterial keine antistatischen Additive verwendet, kann sich dieses stark aufladen. PE-Makromoleküle werden auch durch UV-Licht abgebaut und verbrennen leicht, wenn kein Flamm- schutzmittel eingesetzt wird. Ruß ist einer der besten und kostengünstigsten Stabilisatoren.

Der Anteil des zugesetzten Rußes in PE lässt sich mit einem vakuum- dichten TG-System einfach ermitteln. Nach der vollständigen Zersetzung von PE in hochreiner Stickstoffatmo- sphäre lässt sich die Verbrennung selbst kleinster Rußanteile in oxidier- ender Luftatmosphäre beobachten.

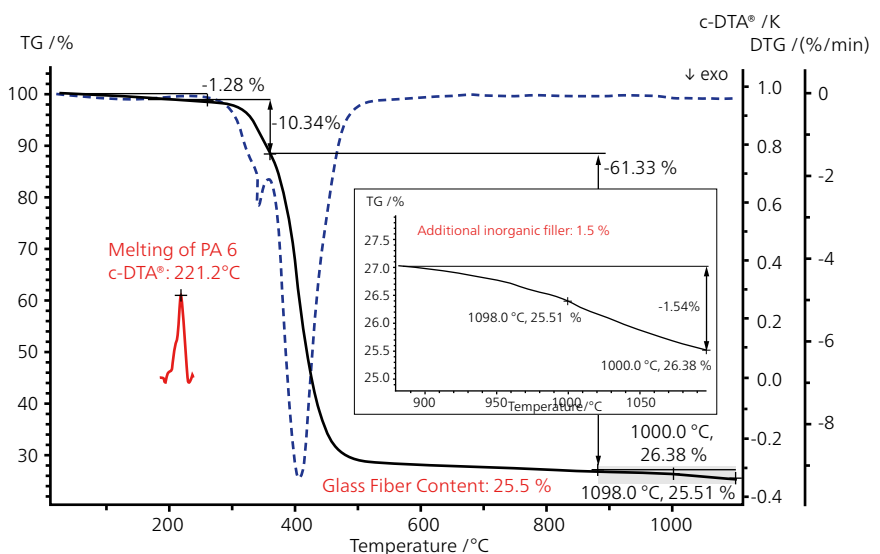


TG-Messung an Polyethylen mit zugesetztem Ruß; Probeneinwaage: 17,39 mg; Tiegel: Al₂O₃; Heizrate: 10 K/min

Bestimmung verschiedener Füllstoffe

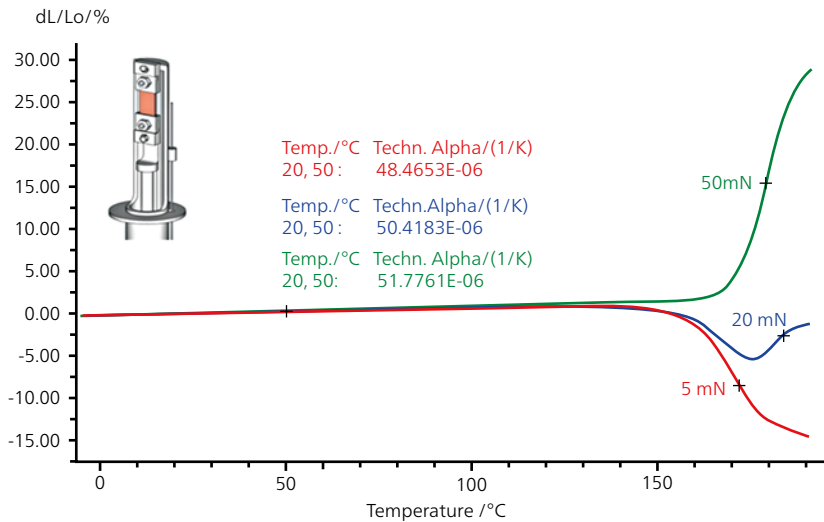
Während Füllstoffe in der Vergangen- heit meist zur Kostenreduzierung von Endprodukten verwendet wurden, werden sie heute hauptsächlich zur Verbesserung der technischen Merk- male von Polymerprodukten einge- setzt.

In diesem Beispiel erfolgte die Bestim- mung von anorganischen Füllstoffen (hier Glasfaser) an einer zu 25,5 % mit glasfasergefüllten PA6-Probe mittels TG. Die Zersetzung eines zusätzli- chen anorganischen Füllstoffs findet zwischen 900 °C und 1100 °C (siehe Inset) statt. Die c-DTA®-Funktion der TG 309 Libra® weist vor Beginn der Polymerzersetzung auf einen endo- thermen Peak bei 221 °C hin, der dem Schmelzpeak von PA6 entspricht.



Bestimmung der Schmelztemperatur (Identifizierung) und des Füllstoffgehalts mittels TG mit c-DTA®; Probeneinwaage: 12,45 mg; Tiegel: Al₂O₃; Heizrate: 10 K/min

Thermomechanische und dynamisch-mechanische Analyse



Orientierungseffekte einer PC-Schrumpffolie, gemessen mit der TMA; Probendicke: 40 µm; Länge ≈ 5 mm; Heizrate: 5 K/min

Zugtest an einer PC-Schrumpffolie

Mit der TMA lassen sich Orientierungseffekte, Ausdehnung und Schrumpfen unter Krafteinwirkung bestimmen.

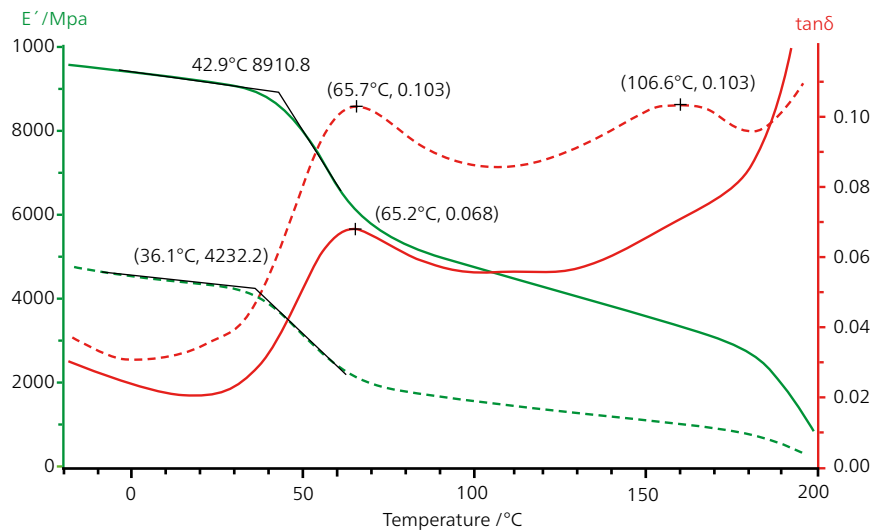
In diesen Beispielen werden die Ausdehnung und Kontraktion einer 40 µm-dicken Polycarbonatfolie (PC) unter verschiedenen Zugkräften gemessen. Die Ergebnisse variieren je nach Belastung stark: Bei geringen Kräften (5 mN) zieht sich die Folie bei höheren Temperaturen zusammen, dehnt sich jedoch bei hohen Kräften (50 mN) aus.

Anisotropes Verhalten von glasfaserverstärktem PBT mittels DMA

Hohe mechanische Steifigkeit durch Glasfaserverstärkung

Die DMA-Messungen erfolgten an einem fertigen Bauteil aus glasfaserverstärktem PBT. Zur Untersuchung des anisotropen Verhaltens wurden die Messungen parallel und senkrecht zur Faserrichtung durchgeführt.

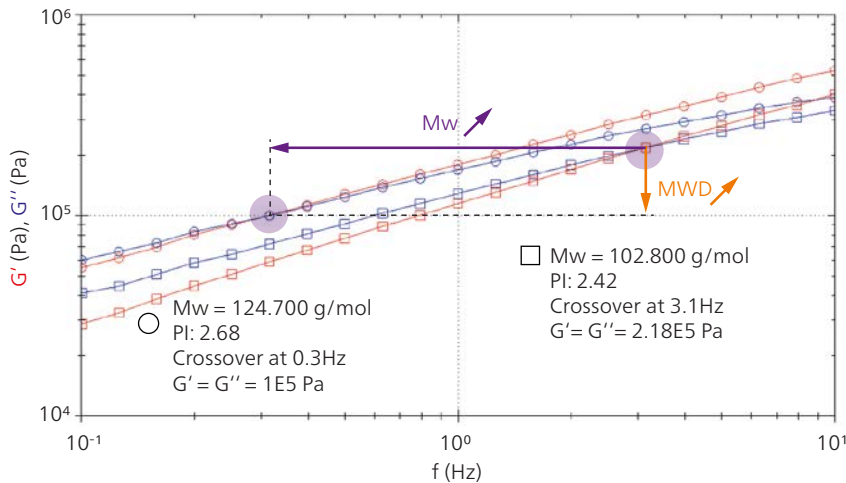
Die viskoelastischen Eigenschaften parallel zur Faserrichtung (durchgezogene Linien) weisen auf eine wesentlich höhere Steifigkeit (E') und eine geringere Dämpfung ($\tan \delta$ -Niveau) hin. Andererseits ist senkrecht zur Faserrichtung (gestrichelte Linien) die Dämpfung höher und die Steifigkeit entsprechend geringer.



Polybutylenterephthalat: DMA-Messungen an PBT/30%GF parallel zur Faserrichtung (durchgezogene Kurven) und senkrecht dazu (gestrichelte Kurven); 3-Punkt-Biegung, Heizrate: 2 K/min; Frequenz: 1 Hz

Rheologie

Rheologie und Molekulargewicht

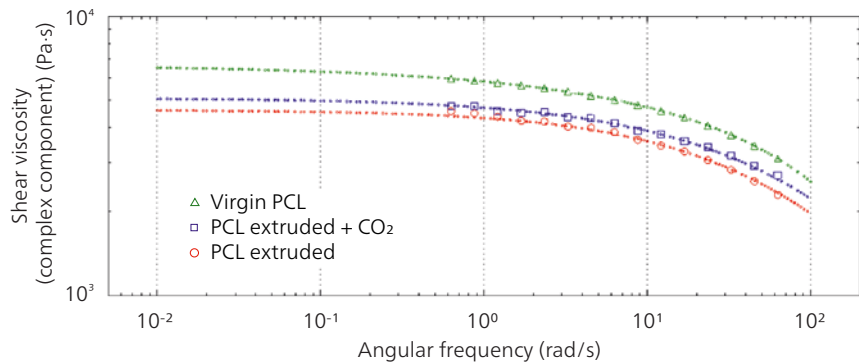


Oszillation: Frequenzsweep an zwei glasfasergefüllten Polyamidschmelzen mit unterschiedlichem Molekulargewicht: Elastischer Schubmodul G' (rot); viskoser Schubmodul G'' (blau) gegen die Frequenz (Hz)

Das Molekulargewicht eines Polymers hat Einfluss auf die Verarbeitung und die mechanischen Eigenschaften des Endprodukts. Der in einem Frequenzsweep erhaltene Schnittpunkt zwischen G' und G'' ist ein Indikator für das Molekulargewicht und die Molekulargewichtsverteilung eines Polymers. Die hier dargestellten Messungen zeigen zwei Frequenzsweeps, die an glasfasergefüllten PA12-Materialien mit unterschiedlichem Molekulargewicht durchgeführt wurden. Eine Erhöhung des Molekulargewichts um 20 % führt zu einer Abnahme der Crossoverfrequenz um eine Dekade! Darüber hinaus führt eine geringe Erhöhung des Polydispersitätsindex ($PI = M_w/M_n$) zu einer Verringerung des am Crossover detektierten Modulswertes.

Schmelzviskositätsmessungen

Schmelzviskositätsmessungen sind eine wertvolle indirekte Methode, um das Molekulargewicht von Polymeren abzuschätzen. Insbesondere das Nullscherviskositätsplateau, das durch Anpassung rheologischer Daten an Modelle wie das Cross-Modell erhalten wird, korreliert stark mit dem Molekulargewicht – insbesondere bei linearen Polymeren wie Polycaprolacton (PCL). Diese Beziehung entsteht, da Polymere mit höherem Molekulargewicht eine stärkere Kettenverflechtung aufweisen. Dies erhöht den Widerstand gegen das Fließen unter Bedingungen mit geringer Scherung. Durch die Analyse des Schmelzviskositätsverhaltens lassen sich somit relative Unterschiede im Molekulargewicht zwischen Proben ableiten, ohne

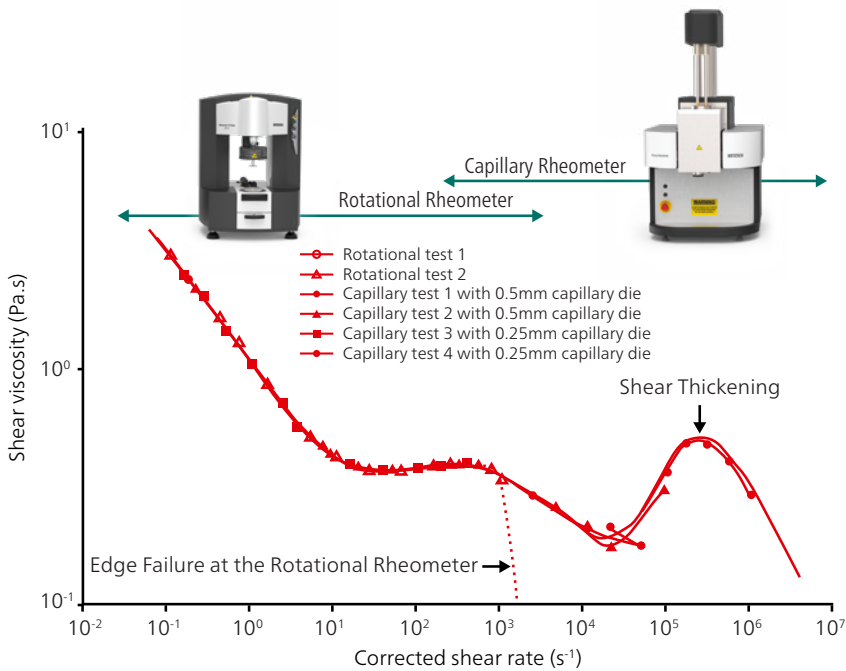


Die Schmelzviskositätskurven von drei Polycaprolacton-(PCL)-Proben wurden mittels Rotationsrheometrie gemessen und mithilfe der Software rSpace an das Cross-Modell angepasst, um das Nullscherviskositätsplateau zu ermitteln.

dass direkte Techniken wie die Gelpermeationschromatographie erforderlich sind.

In diesem Fall beeinflussen die Verarbeitungsbedingungen das Molekulargewicht und der Grad der Degradation, der sich in einer Verringerung des Molekulargewichts und der Viskosität widerspiegelt, kann durch eine rheologische Analyse beobachtet werden.

Unübertroffener Scherratenbereich mit jahrzehntelanger Erfahrung



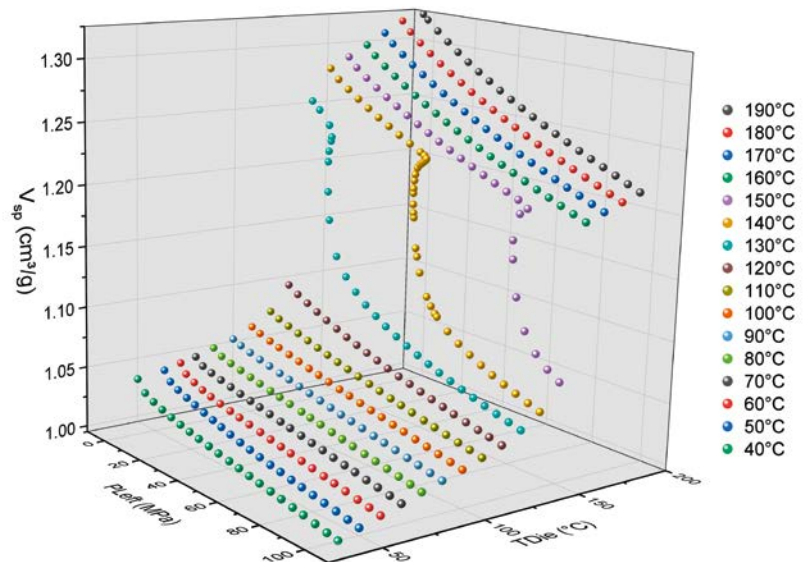
In einem Rotationsrheometer wird die maximale Scherrate erreicht, wenn die Probe aus dem Spalt gedrückt wird. Wie erhält man Informationen über das Fließverhalten, wenn die Verarbeitung höhere Scherraten erfordert, wie beispielsweise beim Sprühen? Die Lösung ist die Hochdruck-Kapillarrheometer-Serie Rosand, mit der Scherraten von bis zu 10^8 s^{-1} erreicht werden können.

Das Beispiel zeigt eine Sprühbeschichtungssubstanz, gemessen sowohl mit dem Rheometer Kinexus als auch dem Kapillarrheometer Rosand RH2000. Bei niedrigen Scherraten ist das Material scherverdünnend. Je schneller das Produkt gegossen oder gemischt wird, desto geringer ist die Viskosität. Bei den für Sprühprozesse typischen Scherraten ($\sim 10^6 \text{ s}^{-1}$) zeigt es einen scherverdickenden Übergang, ein Anzeichen dafür, dass dieses Produkt für Sprühanwendungen nicht geeignet ist!

Simulationsdaten für beschleunigte Entwicklung und verbesserte Teilequalität

Der Einsatz von Simulationssoftware zur Untersuchung der Füll- und Kühlsegmente des Spritzgießprozesses gewinnt zunehmend an Bedeutung. Während für die Vorhersage der Formfüllung Fließkurven (siehe Seite 14) benötigt werden, lässt sich das Abkühlverhalten und die damit einhergehende Schrumpfung nur mit hochwertigen Druck-Volumen-Temperatur-Daten (pVT) modellieren.

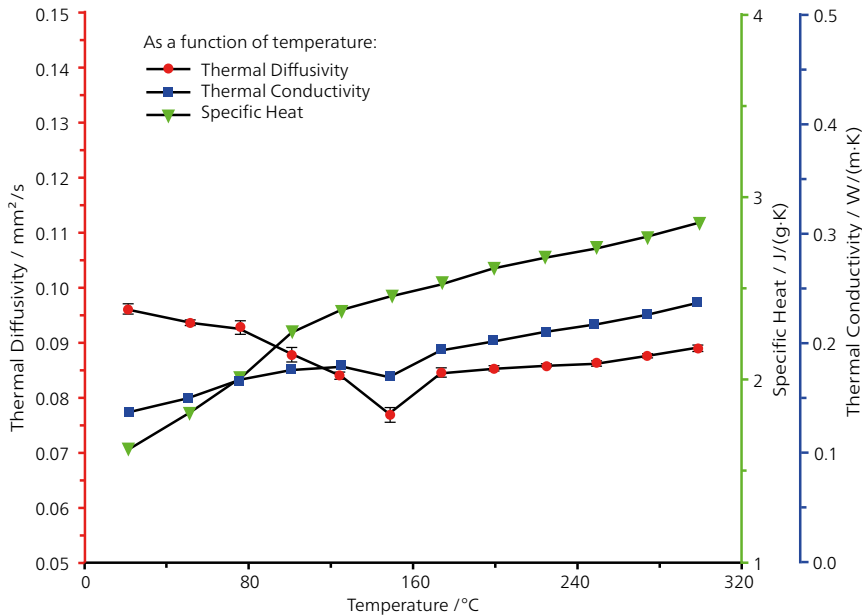
Die Grafik rechts zeigt die pVT-Daten von HDPE, gemessen mit einem Rosand RH10. Diese Daten ermöglichen eine Vorhersage des Schmelzvolumens während der Abfüllung. Zusätzlich lassen sich auch die Abkühlung unter wechselnden Druckbedingungen sowie die Formabdichtung und der Ausstoß bestimmen. Auch die isotherme Komprimierbarkeit des Materials bei unterschiedlichen Temperaturen lässt sich aus solchen Messungen ableiten.



Druck-Volumen-Temperatur-Diagramm (pVT) von HDPE, gemessen mittels isothermer Kompression, wodurch man Informationen über die Schrumpfung, aber auch die Komprimierbarkeit in Abhängigkeit von Druck und Temperatur erhält.

Laser-Flash-Analyse

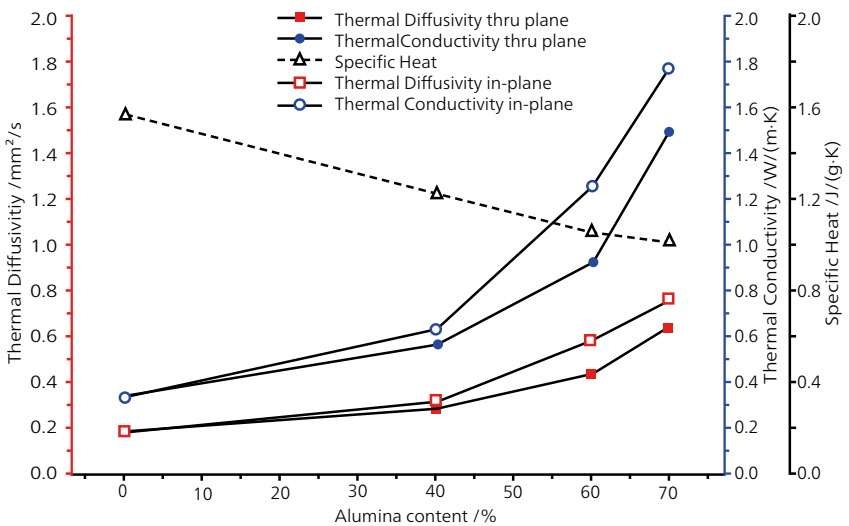
Bestimmung des thermophysikalischen Verhaltens – sogar bis in die Schmelze



Die Abbildung zeigt, dass bis zum Schmelzbeginn bei 150 °C (extrapolierter Onset des Schmelzpeaks, ermittelt aus einem DSC-Test) die Temperaturleitfähigkeit einer PP-Probe von 0,098 auf 0,075 mm²/s deutlich abnimmt. Nach dem Schmelzen erreicht sie einen konstanten Wert von 0,085 mm²/s bei 250 °C. Erwartungsgemäß nimmt die spezifische Wärmekapazität während der Aufheizung, von 1,5 J/(g·K) bei RT auf 2,2 J/(g·K) bei 90 °C und nach dem Erweichen und Schmelzen von 2,3 J/(g·K) auf 2,8 J/(g·K) bei 250 °C zu. Unterhalb und oberhalb des Schmelzens zeigt die resultierende Wärmeleitfähigkeit einen Anstieg von 0,14 W/(m·K) auf 0,2 W/(m·K) (250 °C).

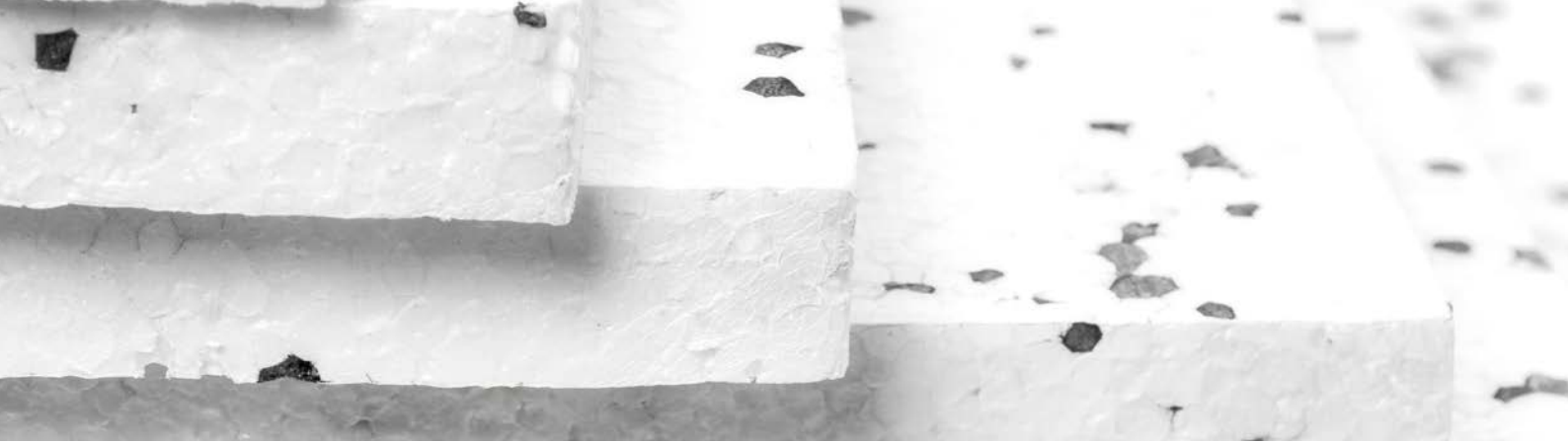
LFA-Messung an PP zwischen 20 °C und 300 °C; Probendicke: 1,05 mm, Ø 11,0 mm

Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit von mit Al₂O₃-gefülltem PA46 mittels LFA

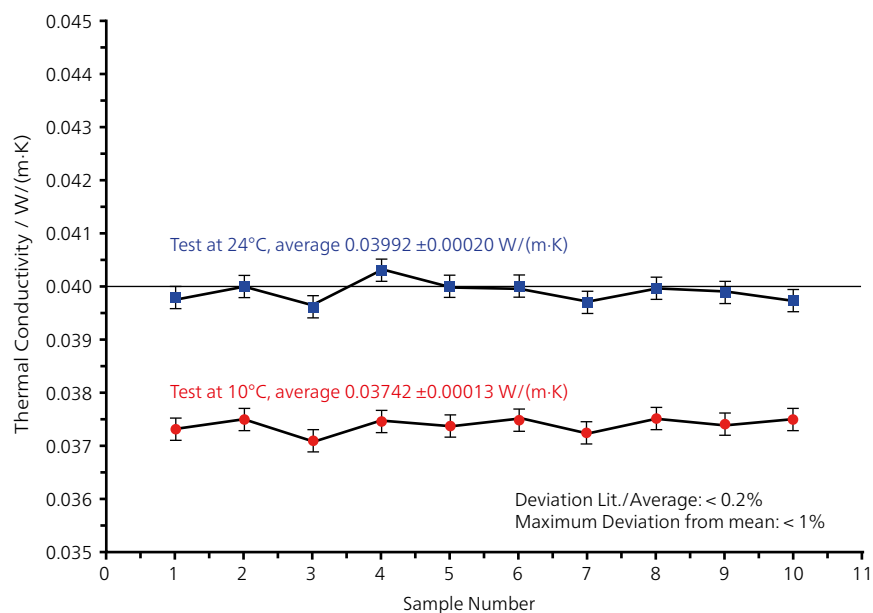


Thermophysikalische Eigenschaften von gefülltem PA46, abhängig vom Aluminiumoxidgehalt bei Raumtemperatur

Der Einsatz von z. B. Glasfasern und Al₂O₃ in hochkristallinen PA-Typen verbessert die mechanischen Eigenschaften (Modul, Festigkeit). Diese Füllstoffe beeinflussen auch die thermophysikalischen Eigenschaften (TPP, Temperatur-/Wärmeleitfähigkeit, spezifische Wärmekapazität), die mittels LFA getestet werden können. Untersuchungen sind in „thru-plane“- und „in-plane“-Richtung möglich. Für „in-plane“-Tests steht ein spezieller Probenhalter für Laminare zur Verfügung. Im Fall von Nylon hat nur PA46 eine sehr geringe Wärmeleitfähigkeit. Mit steigendem Füllstoffgehalt (hier Al₂O₃) nimmt die spezifische Wärmekapazität ab, während Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit zunehmen.



Wärmeleitfähigkeit mittels Wärmeflussmesser



Qualitätskontrolle an 10 EPS-Proben aus der gleichen Charge zwischen 10 °C und 24 °C; Dicke: 50 mm, HFM *Lambda*-Messungen; Kalibrierstandard: NIST 1450c

Wärmeleitfähigkeit von expandiertem Polystyrolschaum (EPS)

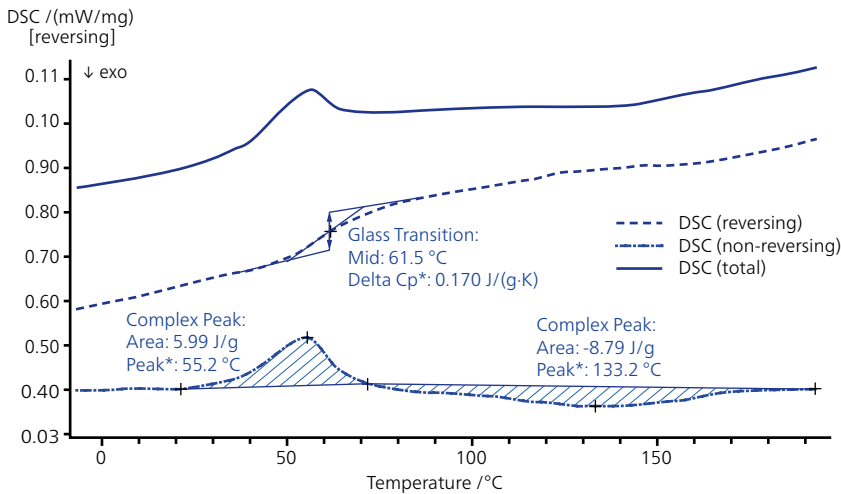
Die hier gezeigten Untersuchungen entsprechen dem typischen Vorgehen im Rahmen einer Qualitätskontrolle, durchgeführt an zehn EPS-Proben aus der gleichen Charge, zur Bestimmung der Wärmeleitfähigkeit gemäß DIN EN12667.

Es zeigt sich, dass keine signifikanten Abweichungen in der Wärmeleitfähigkeit von Probe zu Probe auftreten. Die gemessenen Werte liegen bei ca. 0,04 W/(m·K), was exakt dem für Dämmstoffe angegebenen Datenblatt entspricht.

Die hohe Prüfgeschwindigkeit des HFM erlaubt die Untersuchung eines hohen Probendurchsatzes. Das ist wichtig für die Analyse von Isolierschäumen gemäß DIN EN13163. Bei diesem Vorgehen beeinflusst die Anzahl der Proben den $\lambda_{90/90}$ -Wert, der aus den Testergebnissen bestimmt wird.

Duroplaste und Verbundwerkstoffe

Dynamische Differenz-Kalorimetrie

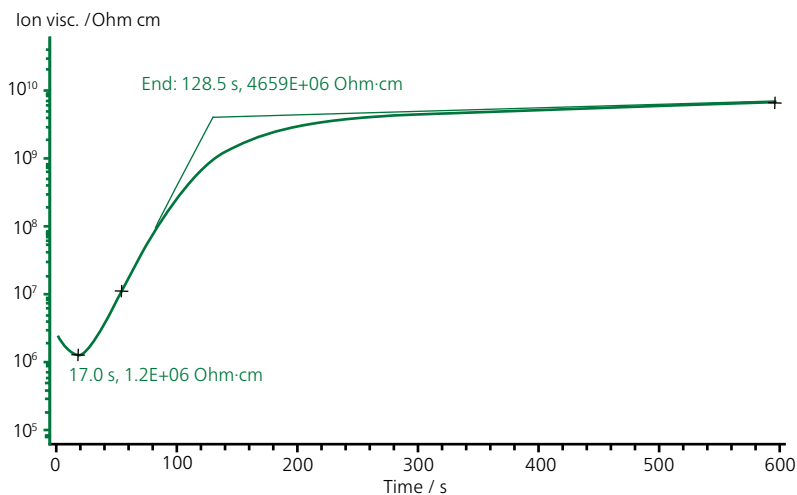


TM-DSC-Messung an Polyurethanharz

Glasübergang und Aushärtung eines PUR-Harzes

Bei der temperaturmodulierten dynamischen Differenz-Kalorimetrie (TM-DSC) werden Probe und Referenz zusätzlich zur linearen Aufheizung durch eine Temperaturmodulation angeregt. Mittels TM-DSC ist es möglich, überlagernde DSC-Signale durch Berechnung des reversierenden und des nicht-reversierenden Anteils aufzutrennen. Glasübergänge lassen sich daher gut von anderen Effekten wie Relaxation, Aushärtung, Zersetzung, Verdampfung oder Kalkkristallation trennen.

Die überlagernde Relaxation in der gesamten DSC-Kurve kann von dem endothermen Glasübergang (reversierend) und der exothermen Aushärtung (nicht-reversierend) in einer TM-DSC-Testreihe getrennt werden.



UV-Härtung eines kationischen Epoxidharzes bei Raumtemperatur mit der DEA bei 1000 Hz

Schnelle UV-Härtung eines Epoxidharzes

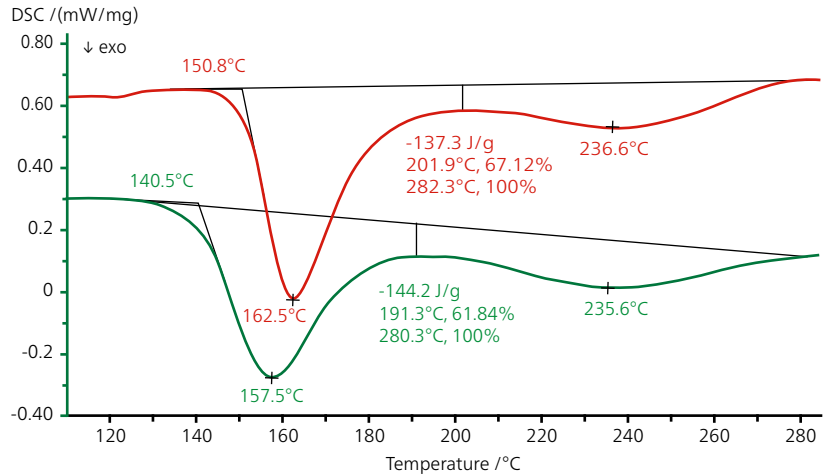
Die schnelle Aushärtung dieses Epoxidklebers kann mit der DEA unter Verwendung des IDEX-Sensors und einer Frequenz von 1000 Hz beobachtet werden. Eine ca. 200 µm dicke Probenschicht wurde für 60 s der UV-Strahlung (Intensität 55 mW/cm² bis 60 mW/cm²) bei Raumtemperatur ausgesetzt. Nach einer Belichtungsdauer von 17 s setzt die Aushärtung ein, was durch den Anstieg der Ionenviskosität bestätigt wird. Nach ca. 350 s war der Klebstoff vollständig ausgehärtet.

Hochdruck-DSC

Polykondensation von Phenolharzen

Die exotherme Aushärtereaktion von Phenolharzen resultiert aus einer Polykondensation. Da diese die endotherme Freisetzung der Polykondensationsprodukte überlagert, können in solchen Fällen Standard-DSC-Messungen nur unter Verwendung von Autoklavtiegeln oder in einer Hochdruck-DSC durchgeführt werden.

Zwei Phenolharze wurden mit der Hochdruck-DSC unter einem in der Praxis üblichen Druck von 9 MPa (90 bar) gemessen. Die Unterschiede zeigen sich im Beginn der Aushärtung (extrapolierter Onset bei 141 °C bzw. 151 °C) sowie im Ergebnis der Teilflächenauswertung.



DSC 204 HP Phoenix®: exothermes Aushärteverhalten zweier Phenolharze unter hohem Druck; Probeneinwaage: 10,5 mg; Heizrate: 10 K/min; Druck 9 MPa; Atmosphäre: inert

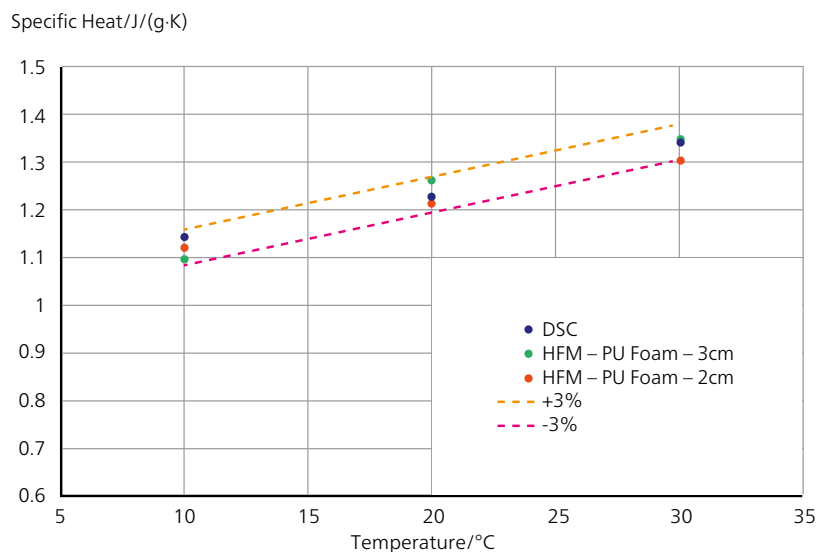
Wärmeflussmesser

Spezifische Wärmekapazität von PU-Schaum

Hier sind die Ergebnisse der spezifischen Wärmekapazität eines mittels DSC (Einwaage: 10 g) und HFM (Einwaage: 38 g bzw. 51 g) gemessenen PU-Schaums zwischen 10 °C und 30 °C (in Schritten von 10 K) dargestellt.

Die Unterschiede zwischen den DSC- und HFM-Ergebnissen betragen < 3 % und liegen innerhalb der angegebenen Unsicherheit für die Geräte und Homogenität des Materials.

Diese Untersuchungen belegen, dass mittels HFM die Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität von großvolumigen und inhomogenen Materialien für typische Anwendungen in der Bau- und Dämmstoffindustrie möglich ist.



Vergleich der c_p -Messergebnisse an PU-Schaum durch DSC- und HFM-Messungen. Die Probendicken für die HFM-Tests betragen 2 cm bzw. 3 cm.

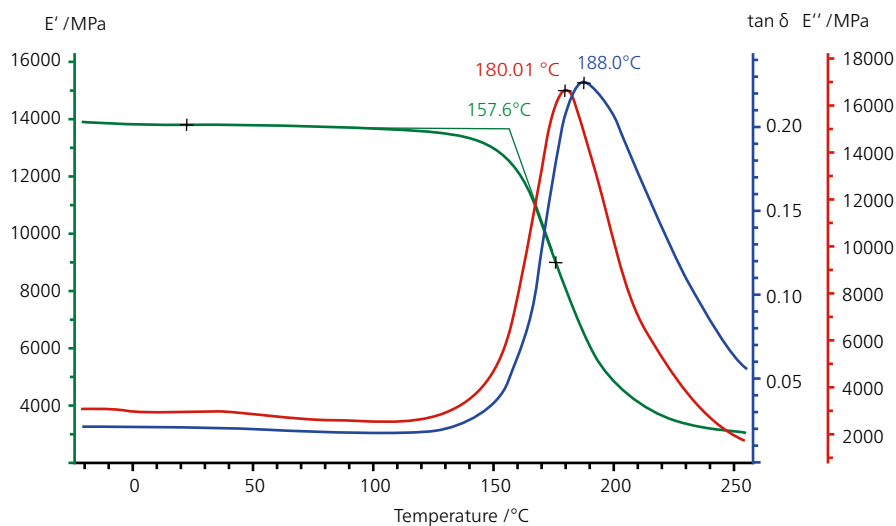


Dynamisch-Mechanische Analyse

Steifigkeitsbestimmung

Dieses Beispiel zeigt den Speichermodul E' (grün), Verlustmodul E'' (rot) und Verlustfaktor $\tan \delta$ (blau) eines kohlenstofffaserverstärkten Epoxidharzes. Die Probe wurde im Biegemodus bei einer Frequenz von 10 Hz und mit einer Heizrate von 3 K/min mit der DMA untersucht. Bis zu einer Temperatur von 120 °C ist das Material mit einem Wert von 140.000 MPa sogar steifer als Titan.

Bei 158 °C (extrapolierte Onsettemperatur von E') sinkt der Modul aufgrund der Epoxidmatrix ab. Die entsprechenden Peaks für E'' und $\tan \delta$ treten bei 180 °C bzw. 188 °C auf.



DMA-Messung an einem hochsteifen, kohlenstofffaserverstärkten Epoxidharz

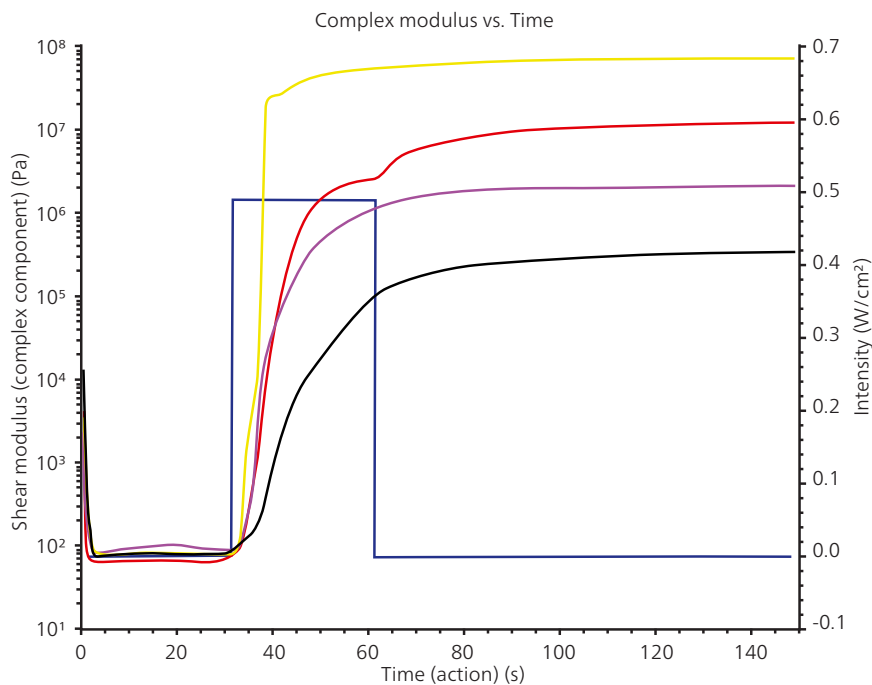
Rheologie

UV-Aushärteverhalten pigmentierter Harze analysiert mittels Rheologie

Zur Untersuchung des Vernetzungsverhaltens von pigmentierten, UV-härtenden Harzen wurde das Rotationsrheometer Kinexus, ausgestattet mit UV-Aushärtezubehör, eingesetzt. Unter konstanter UV-Bestrahlung für 30 Sekunden überwachte das System die Entwicklung der Steifigkeit im Laufe der Zeit durch Aufzeichnung des Schermodul des Materials.

Dies liefert direkte Einblicke in die Vernetzungskinetik, also die Bildung kovalenter Bindungen, durch die Polymerketten zu dreidimensionalen Netzwerken verbunden werden. Es wurden signifikante Unterschiede in den Aushärtungsprofilen zwischen Formulierungen mit unterschiedlichen Pigmenten beobachtet. Einige Proben erreichten schnell einen hohen Modul, was auf eine effiziente Netzwerkbildung hindeutet. Andere wiesen aufgrund des Einflusses der Pigmentart und -konzentration auf die Lichtdurchlässigkeit und Aushärtungseffizienz eine langsamere Vernetzung und niedrigere Endsteifigkeitswerte auf.

Solche rheologischen Messungen sind ideal für die Optimierung von UV-härtenden Formulierungen, insbesondere in Anwendungen, bei denen eine präzise Steuerung der Aushärtegeschwindigkeit und der mechanischen Eigenschaften entscheidend ist.



Aushärteprofile unterschiedlich pigmentierter UV-aushärtender Harze mit der Zeit

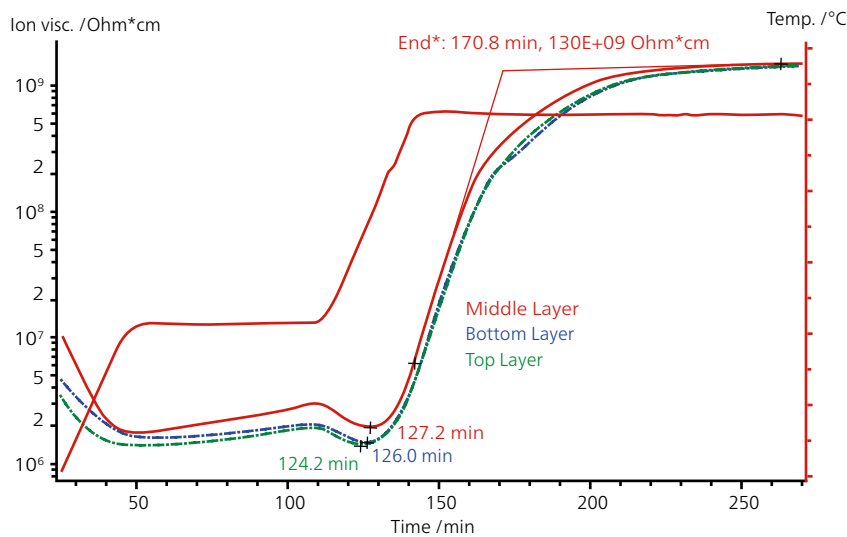
Dielektrische Analyse

Aufzeichnung des Aushärteverhalten eines CF-verstärkten Epoxidharzes

Nach welcher Zeit oder bei welcher Temperatur beginnt die Aushärtereaktion? Ist das Duromer bereits vollständig ausgehärtet? Auf diese oder ähnliche Fragen möchten Hersteller von Harzen und Duromerverarbeiter eine umfassende Antwort.

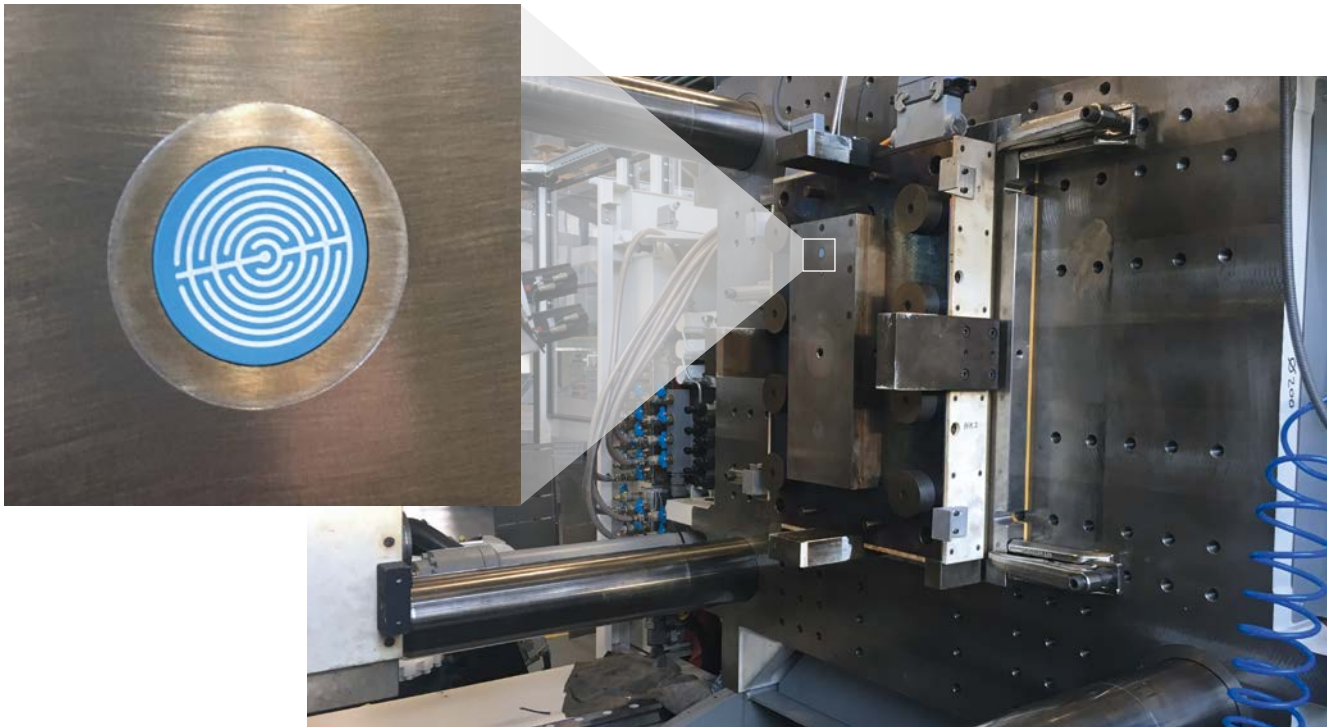
Die Abbildung zeigt die DEA-Messung der Aushärtung eines kohlenstofffaserverstärkten Epoxidharzes für Anwendungen in der Luftfahrt beim Resin Transfer Molding (RTM). Während eines für die Aushärtung vorgegebenen zweistufigen Temperaturprogramms

nimmt die Ionenviskosität zunächst mit Anstieg der Temperatur ab, steigt aber dann während der ersten Isothermsegment – bedingt durch den Beginn der Aushärtung – wieder an. Während des Aufheizens auf 180 °C wirkt der Temperaturanstieg der Aushärtung entgegen, sodass die Ionenviskosität erst abnimmt, bevor die Aushärtung zu dominieren beginnt. Danach wird die Ionenviskosität mit steigendem Aushärtegrad erfasst. Sobald die Aushärtung abgeschlossen ist, erreicht die Ionenviskosität einen konstanten Wert (extrapolierter Beginn bei $1,3 \times 10^9 \Omega\text{cm}$).



Dielektrische Analyse (DEA) mit verschiedenen IDEX-Sensorpositionen

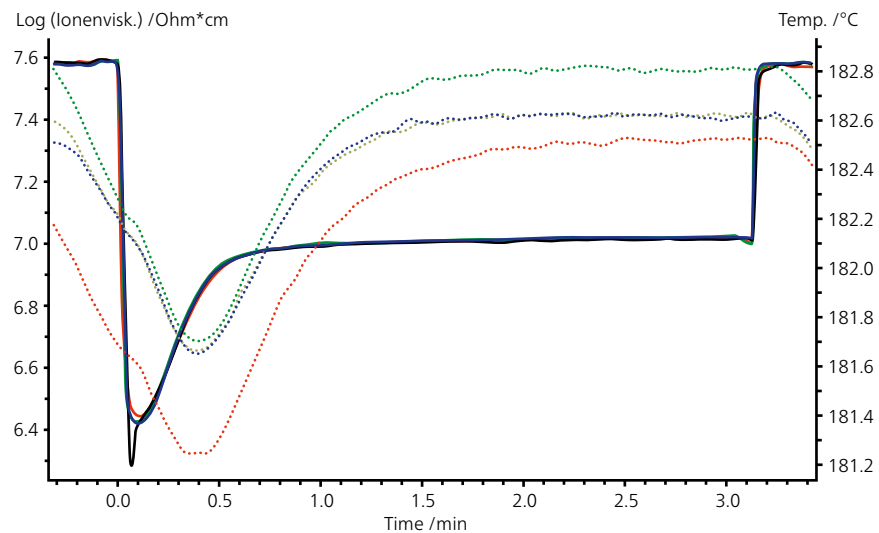




Überwachung der prozessbegleitenden Aushärtung

Die NETZSCH DEA 288 *Ionic* kann als Sensor zur Online-Überwachung der Aushärtung beim Duroplastspritzgießen eingesetzt werden. Die obere Abbildung zeigt den DEA-Sensor (blaue Fläche), integriert in das Versuchswerkzeug einer Spritzgussmaschine.

Die untere Abbildung zeigt die Signale der Ionenviskosität für die aufeinanderfolgenden Schüsse in Abhängigkeit von der Zeit. Alle Schüsse liegen in ausgezeichneter Übereinstimmung und weisen somit eine perfekte Reproduzierbarkeit der verwendeten Prozessbedingungen auf.



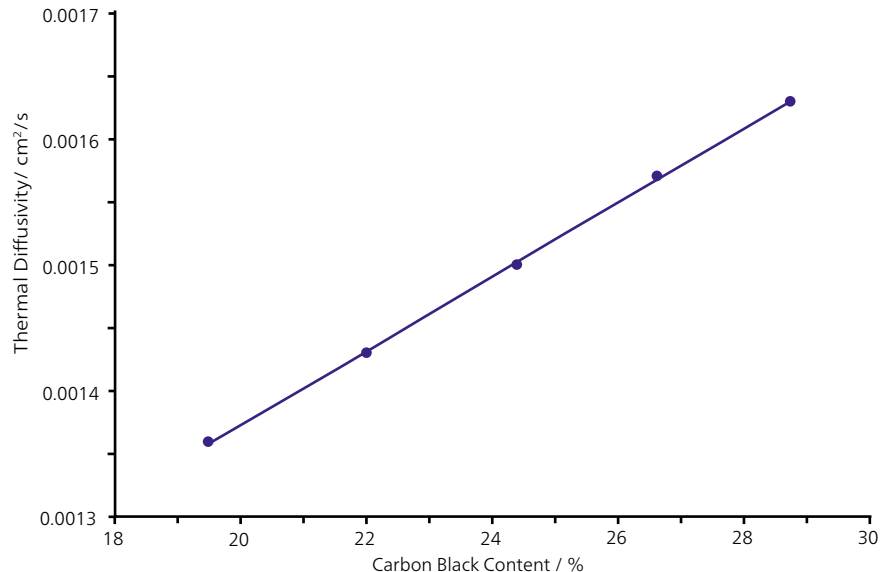
Aushärteverhalten eines Duroplasts während des Formprozesses; die Formtemperaturen sind mit durchgezogenen Linien, die Ionenviskosität mit gestrichelten Linien dargestellt.

Elastomere

Laser-Flash-Analyse

Einfluss von Ruß auf die Temperaturleitfähigkeit einer Gummimischung

Die Flash-Methode bietet sich als schnelle Lösung an, um die Auswirkung des Füllstoffgehalts auf die Wärmeleitfähigkeit eines Polymers zu bestimmen. Dieses bei Raumtemperatur gemessene Beispiel an NR zeigt den Zusammenhang zwischen Temperaturleitfähigkeit und Rußanteil einer Gummimischung. Mit zunehmendem Rußanteil steigt die Temperaturleitfähigkeit linear an.

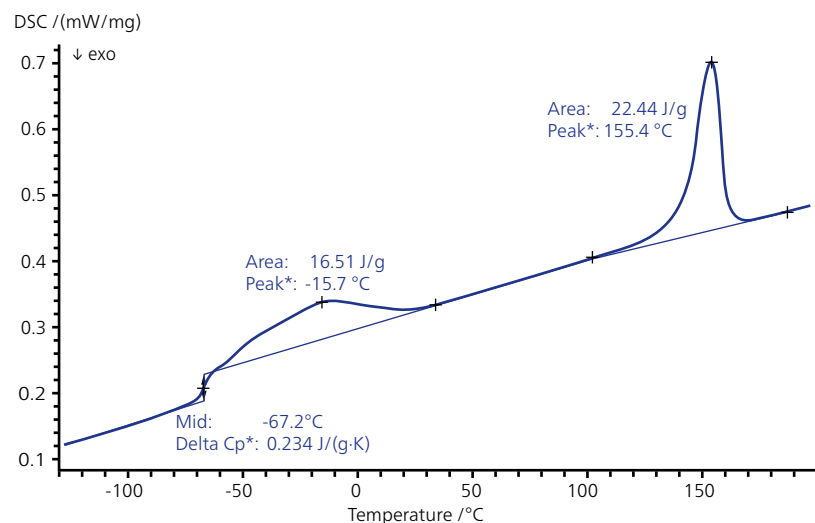


LFA-Messung: Temperaturleitfähigkeit von gefüllten Gummimischungen mit unterschiedlichen Rußanteilen bei Raumtemperatur

Dynamische Differenz-Kalorimetrie

Versprödungstemperatur

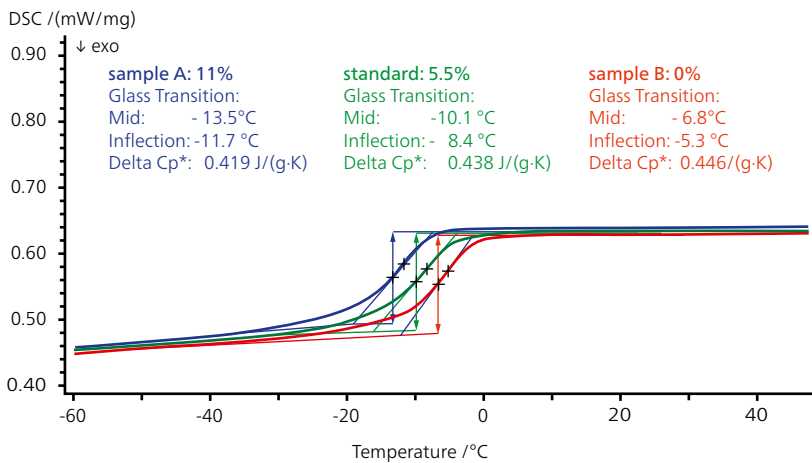
Diese DSC-Messung wurde an einem SEBS+PP-Blend mit einer Heizrate von 10 K/min durchgeführt. Die SEBS-Komponente zeigt die Glasübergangstemperatur der Weichsegmente bei -67 °C. Das Schmelzen der Hartsegmente tritt bei -16 °C auf. Diesen Effekten folgt das Schmelzen der PP-Komponente bei 155 °C. Die Glasübergangstemperatur stimmt gut mit der Versprödungstemperatur überein (DIN EN ISO 11357). Dies ist eine von der Automobilindustrie geforderte Materialeigenschaft.



DSC-Messung an einem thermoplastischen Elastomer SEBS+PP

Dynamische Differenz-Kalorimetrie, Thermogravimetrie und Gasanalyse

Einfluss des Weichmachers auf die Kälteflexibilität



DSC-Messungen an NBR: Mit zunehmendem Weichmachergehalt verschiebt sich die Glastemperatur zu niedrigeren Temperaturen; Probeneinwaagen: ≈ 10 mg; Heizrate: 20 K/min

Weichmacher oder Dispergiermittel sind Additive, die die Plastizität oder das Fließvermögen eines Materials erhöhen. Beim Kühlen unterhalb der Glasübergangstemperatur „frieren“ die viskosen Kettensegmente zu festen Geometrien und der Gummi verliert schlagartig seine hohe Elastizität; dieser Prozess ist reversibel. Die DSC ist eine schnelle und zuverlässige Methode zur Untersuchung des Einflusses des Weichmachergehalts auf den Glasübergang in Gummimaterialien.

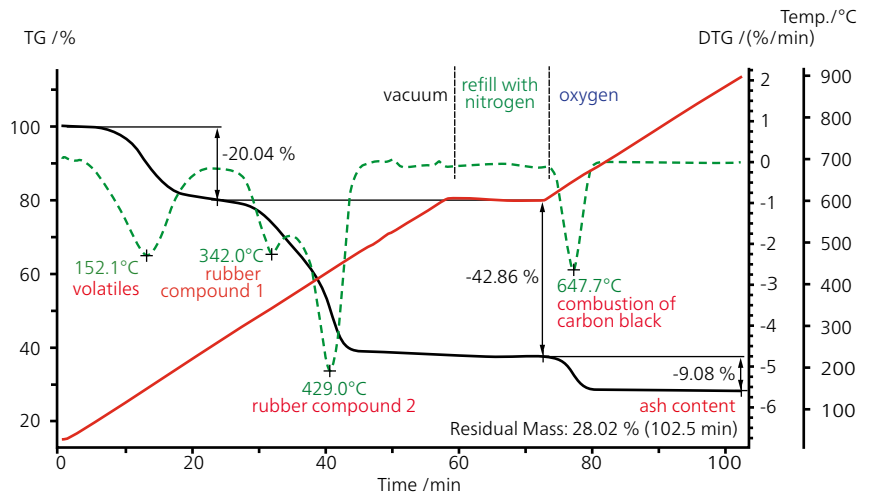
Diese Messungen wurden an drei verschiedenen NBR-Proben mit unterschiedlichem Weichmachergehalt durchgeführt. Es ist zu beobachten, dass die Änderung des NBR-Weichmachergehalts unterschiedliche Glasübergangstemperaturen zur Folge hat. Die Kälteflexibilität lässt sich also durch Erhöhung des Weichmachergehalts verbessern.



Umfassende Gummianalyse

Eine klare Auftrennung und genaue Identifizierung der Komponenten von Gummimischungen werden durch eine Messung im Vakuum mit der TG 309 *Libra*® erzielt. Unter reduziertem Druck wird der Siedepunkt flüchtiger Anteile erniedrigt, was zu deren Freisetzung bei niedrigen Temperaturen führt. Die Zersetzung von Gummikomponenten dagegen bleibt davon weitgehend unbeeinflusst.

Im ersten Messsegment wird die Freisetzung des Weichmachers (152 °C, DTG-Peak) deutlich von der Zersetzung der beiden Gummikomponenten bei 342 °C und 429 °C (DTG-Peaks) getrennt. Nach der Zersetzung der Gummikomponenten bei 600 °C, wird das TG-System unter isothermen Bedingungen bei 600 °C wieder mit Stickstoff befüllt. Im nächsten Schritt wird bei erneutem Temperaturanstieg auf Sauerstoff umgeschaltet, was zur sofortigen Verbrennung des Rußes (9 %). Der verbleibende Aschegehalt beträgt 28 %.

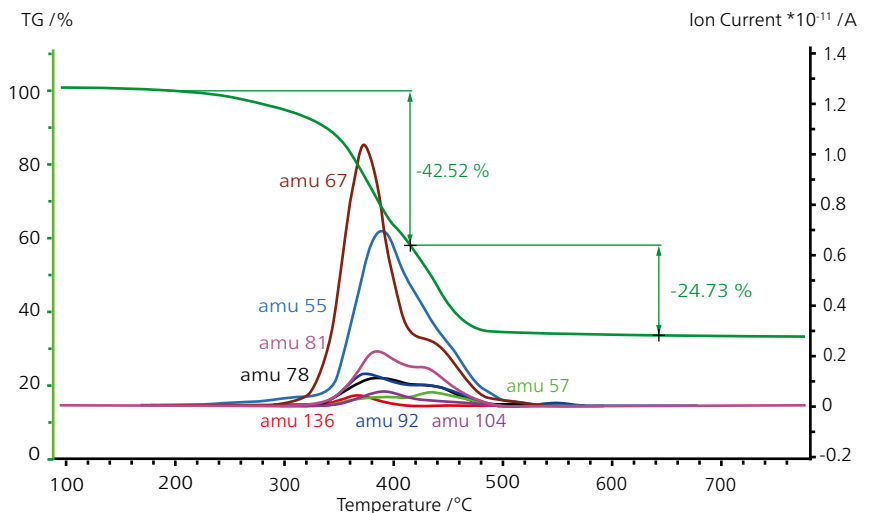


TG-Messung an einer Gummimischung unter Vakuum und Wiederbefüllen mit Stickstoff, gefolgt von der Verbrennung des Rußes in Sauerstoff; Proben-einwaage: 10,05 mg; Heizrate 10 K/min; Tiegel: Al₂O₃

Klassifizierung der während der Gummizersetzung entweichenden Gase: Weichmacher und PAHs mittels Gasanalyse, gekoppelt an TG

Die Kopplung eines Gasanalysators, wie Massenspektrometer an TA-Methoden erlaubt die Identifizierung der freigesetzten Gase. So werden z. B. Fragen beantwortet, ob während der Aufheizung krebserzeugende polyzyklische hocharomatische Kohlenwasserstoffe (PAHs) entstehen.

Während der Aufheizung der Probe bis 800 °C werden zwei Massenverluststufen von 42,5 % und 24,7 % beobachtet. Aus den MS-Signalen (hier nur einige exemplarische Massenzahlen) lässt sich ableiten, welche organischen Moleküle sich bei welcher Temperatur freisetzen: z. B. Massenzahl 67 (vermutlich C₅H₇), die bei 350 °C auf die Freisetzung des Weichmachers hinweist.



Zersetzung einer Reifenprobe und die dabei freigesetzten Gase, detektiert mittels STA-MS-Messung



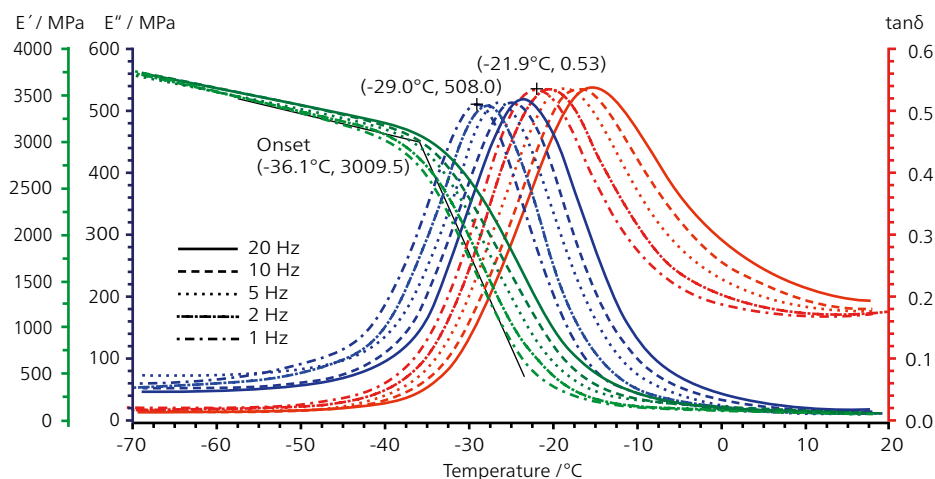
Dynamisch-Mechanische Analyse

Einfluss der Frequenz auf die Glasübergangstemperatur einer SBR-Gummimischung mittels DMA

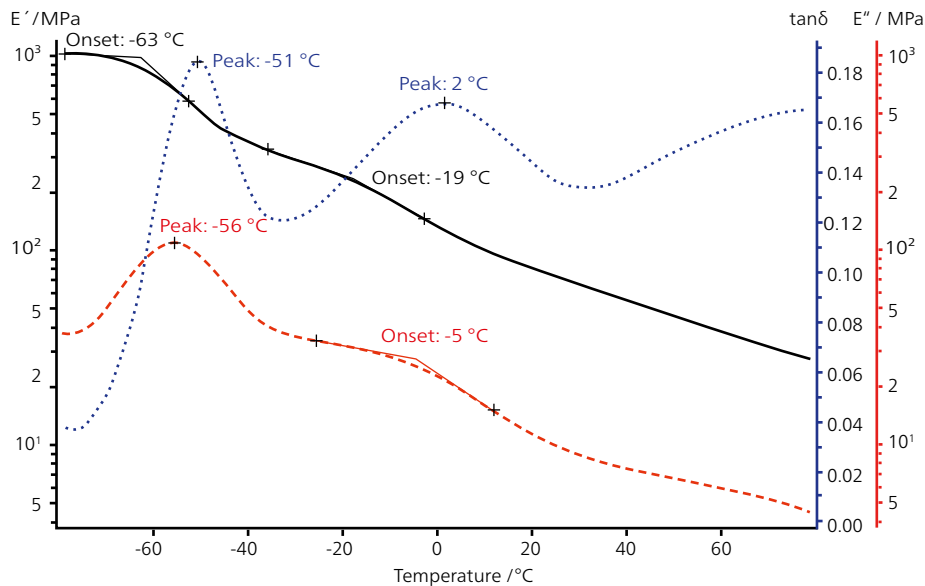
Der Modul und der Dämpfungsfaktor sind die wichtigsten viskoelastischen Eigenschaften von Polymeren, die mittels DMA gemessen werden. Der Speichermodul E' ist temperaturabhängig und ein Maß für die Steifigkeit. Die mechanische Dämpfung ($\tan \delta$, innere Reibung) von gefüllten Gummimaterialien ist von erheblicher Bedeutung für das Nassrutschverhalten oder das Dichtungsverhalten eines O-Rings.

Dieses Beispiel einer SBR (Styrol-Butadien-Kautschuk)-Mischung zeigt, dass der Verlustfaktor $\tan \delta$ bei niedrigen Temperaturen (-70 °C bis -45 °C) auch sehr gering ist. Da das vorhandene freie Volumen im Polymer so gering ist, wird eine Bewegung der Polymersegmente verhindert. Das führt zu einer geringen Energieabgabe und das Polymer geht in den glasartigen Zustand über, erkennbar am hohen Speichermodul (hohe Elastizität und hohe Steifigkeit).

Steigt die Temperatur an, weisen auch die Polymersegmente eine erhöhte Bewegung auf und ergeben somit hohe Werte für den Verlustfaktor (E'') und $\tan \delta$ mit einem Maximum im Glasübergang. Zunehmende Frequenzen verschieben diese Peaktemperaturen zu höheren Werten. Auch werden mit zunehmender Frequenz höhere E' -Werte erreicht.



DMA-Messung der viskoelastischen Eigenschaften einer SBR-Gummimischung: Speichermodul (E' , grün), Verlustmodul (E'' , blau) und Dämpfungsfaktor ($\tan \delta$, rot) in Abhängigkeit von der Frequenz; Heizrate: 2 K/min



DMA-Messung an dem thermoplastischen Elastomer EPDM+PP

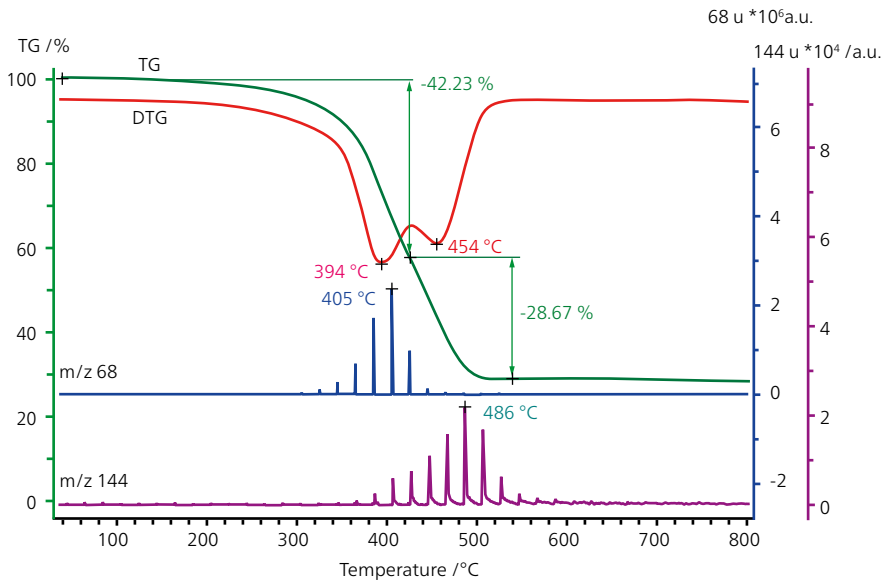
Viskoelastische Eigenschaften von TPE

Zur Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften von TPE-Materialien bietet sich die DMA als wertvolles Werkzeug an. Der Plot zeigt eine DMA-Messung an Santoprene®.

Dieses TPE ist ein Polymerblend, bestehend aus einer EPDM-Gummikomponente und dem teilkristallinen Thermoplast Polypropylen (PP). Die DMA-Messung wurde zwischen -80°C und 80°C bei einer Frequenz von 1 Hz durchgeführt. Im Plot dargestellt sind der Speichermodul (E'), Verlustmodul (E'') und Verlustfaktor ($\tan \delta$). Der Glasübergang der EPDM-Komponente kann bei -63°C (E' , Onset), dann bei -56°C (E'' , Peak) und schließlich bei -51°C ($\tan \delta$, Peak) beobachtet werden. Anschließend kann der Glasübergang der PP-Komponente auch in E' bei 19°C , in E'' wiederum bei -5°C (Onset) und in $\tan \delta$ schließlich bei 2°C (Peak) beobachtet werden.

Emissionsgasanalyse

TG-GC-MS-Messungen zur deutlich verbesserten Interpretation organischer Dämpfe



Identifizierung der während der Zersetzung der Gummimischung freigesetzten Gase; Probeneinwaage: 5,28 mg; Heizrate: 20 K/min; 1 min-Injektionsintervalle

Die hoch empfindliche TG-GC-MS-Kopplung liefert Informationen über die Zusammensetzung der freigesetzten Gase. Die Trennung der flüchtigen Anteile wird durch die Anwendung der GC-Säule realisiert.

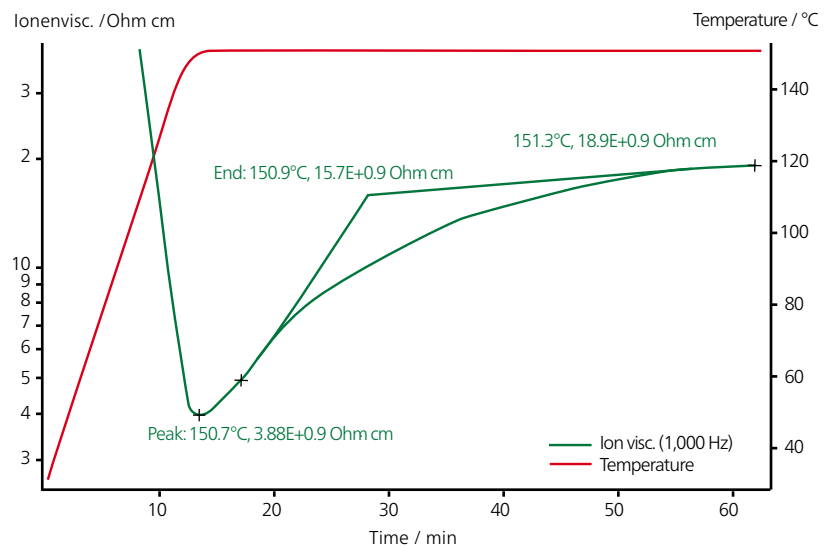
Für diese Messung an einem NR/SBR-Gummi wurde das GC-MS auf eine definierte Säulentemperatur (250 °C) mit kurzen Injektionsintervallen von 1 min betrieben. Die TG- und DSC-Kurven zeigen eine überlagernde Zersetzung der einzelnen Gummi-komponenten. Die freigesetzten Gase lassen sich jedoch in guter Temperatur- und Zeitkorrelation mit den TG- und DSC-Ergebnissen identifizieren. Der DTG-Peak bei 394 °C korreliert mit der für NR typische Freisetzung von Isopren (1,3-Butadien, 2-methyl, m/z 68). Der DTG-Peak bei 454 °C entspricht der Freisetzung von C₁₁H₁₂ (1-Cyclopenten-1-yl-benzol, m/z 144), repräsentativ für SBR.

Dielektrische Analyse

Aufzeichnung der EVA-Aushärtung

Das Copolymer EVA wird zur Verkapselung elektrischer Geräte eingesetzt. Da die Polymerisationsreaktion irreversibel ist, ist die thermische Behandlung entscheidend für den Verkapselungsprozess.

Die Abbildung zeigt die Vernetzungsreaktion der Probe bei 1 Hz mittels der Ionenviskosität unter Verwendung von Peroxid und isothermen Bedingungen bei 50 °C. Die zunehmende Ionenviskosität entspricht dem Anstieg des Aushärtungsgrads. Nach 60 min bleibt die Ionenviskosität nahezu konstant, was auf eine abgeschlossene Vernetzungsreaktion hinweist.



Auszug aus einer Multifrequenzmessung an EVA mit Frequenzen zwischen 1 Hz und 10000 Hz; hier dargestellt ist die Ionenviskosität (Ωcm) bei 1 Hz und 150 °C.

Unlimited Warranty



Das Engagement für Qualität geht bei NETZSCH weit über die Analysegeräte selbst hinaus. Wir wissen, dass Ihre Investition in Spitzentechnologie eine langfristige ist. Deshalb bieten wir Ihnen etwas Einzigartiges – unsere unbegrenzte Garantie.

Was bedeutet „Unlimited Warranty“?

Im Gegensatz zu anderen Garantien, die versteckte Einschränkungen haben können, ist die unbegrenzte Garantie von NETZSCH ein Beweis unseres Engagements für Ihren Erfolg. Solange es technisch möglich ist, stehen wir hinter unseren Analysegeräten und unterstützen Sie durch:

- **Attraktive Vertragspreise:** Nutzen Sie unser außergewöhnliches Preis-Leistungs-Verhältnis für die unbegrenzte NETZSCH Garantie.
- **Umfassenden Schutz:** Vom ersten Tag an und während der gesamten Lebensdauer Ihres Gerätes.

- **Kompetenten Service:** Erhalten Sie hochwertigen Service direkt von NETZSCH oder unseren autorisierten Händlern.
- **Kalkulierbare Kosten:** Mit unseren Wartungsverträgen können Sie Ihre Ausgaben sicherer planen.
- **Langfristige Zuverlässigkeit:** Unsere unbegrenzte Garantie stellt sicher, dass Ihr Gerät seinen Wert und seine Leistung behält.

Nutzen Sie dieses einzigartige Angebot für Ihre Bedürfnisse in der Thermischen Analyse, Rheologie und Brandprüfung.



<https://nets.ch/unlimited-warranty>

Die inhabergeführte NETZSCH Gruppe ist ein weltweit führendes Technologieunternehmen, das sich auf den Maschinen-, Anlagen- und Gerätebau spezialisiert hat.

Unter der Führung der Erich NETZSCH B.V. & Co. Holding KG besteht das Unternehmen aus den drei Geschäftsbereichen Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme, die branchen- und produktorientiert ausgerichtet sind. Ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleistet Kundennähe und kompetenten Service seit 1873.

NETZSCH Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 60 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

Proven Excellence. ■

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42
95100 Selb, Deutschland
Tel.: +49 9287 881-0
Fax: +49 9287 881-505
at@netzsch.com
<https://analyzing-testing.netzsch.com>



NETZSCH®

www.netzsch.com