

OnSet⁶

News, Facts und professionelle Lösungen für die Thermische Analyse

„From Pellet to Product“

Umfassende Prozess- und Materialcharakterisierung

Stephan Knappe, Head of Applications & Services, NGB

In dieser Ausgabe:

Seite 5:

PRAXIS KONKRET
Einflussfaktoren auf DSC- und TG-Messergebnisse

Seite 6:

Charakterisierung von Salzen für Wärmespeicher

Seite 9:

Verleihung des NETZSCH-GEFTA Förderpreises 2009 an Dr. Heiko Huth

Seite 10:

Der Tau-R-Modus
Mehr Informationen aus DSC-Kurven durch eine weiterentwickelte Analyse

Seite 14:

Tipps und Tricks
Spezifische Wärme mit DSC exakt bestimmen

Seite 16:

NETZSCH-Gruppe trauert um Thomas Netzsch
Veranstaltungshinweise



Die verschiedenen Methoden der Thermischen Analyse und die Rheologie, die Wissenschaft vom Fließverhalten, sind bei der Materialforschung, -entwicklung und -verarbeitung sowie im Rahmen der Qualitätskontrolle und -sicherung etabliert. In der Kunststoffverarbeitung werden DSC (Differential Scanning Calorimetry) und Schmelzerheologie oft als komplementäre Messmethoden eingesetzt, um Schwachstellen beim Spritzgieß- oder Extrusionsprozess zu eliminieren, damit sowohl eine hohe Qualität der Endprodukte als auch eine geringe Ausschussquote erzielt werden können.

Ausgehend von der Konditionierung der Polymer-Rohware, Homogenisierung mittels Extruder oder Mischer bis zur Herstellung eines Formteils, Extrudats oder einer Folie bei unterschiedlichen Prozessbedingungen können die einzelnen Verarbeitungsschritte mit DSC, TG, TMA/DMA und Rheometer begleitet und die thermomechanischen Material- und Teileigenschaften abgebildet werden (Abb. 1).

Abbildung 2 zeigt die rheologischen Eigenschaften eines Formteils aus Polyethylenterephthalat (PET) bei 260 °C, das aus feuchtem Granulat

Leading Thermal Analysis.



Editorial

Liebe Leserin, lieber Leser,

bei NETZSCH haben wir uns im letzten Jahr auf unsere Stärken konzentriert und weiter zielstrebig an Zukunftsprojekten gearbeitet. Mit jährlich zwei Produktneueinführungen im Durchschnitt der letzten fünf Jahre sind wir ein hohes Innovationstempo gegangen. Dieses Tempo behalten wir bei und werden Ihnen zur Analytika 2010 wieder neue Geräte vorstellen können. Lassen Sie sich überraschen!

Die aktuelle OnSet-Ausgabe zeigt Ihnen einen Querschnitt durch die vielfältigen Anwendungen, bei denen unseren Hochleistungsgeräten eine Schlüsselrolle zukommt. So befasst sich z.B. Dr. Thomas Bauer (Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V.) in seinem Beitrag mit der Charakterisierung von Salzen für Wärmespeicher.

Kennen Sie bereits den Tau-R-Modus? Erfahren Sie in einem ausführlichen Beitrag, wie Sie DSC-Kurven noch genauer analysieren können.

Unter dem Motto „From Pellet to Product“ arbeiten NETZSCH und ThermoFisher Scientific seit 2009

im Rahmen einer Vertriebs- und Servicekooperation auf dem Gebiet der Materialcharakterisierung von Polymeren zusammen. Dadurch können Lösungen entlang der gesamten Prozesskette angeboten werden.

In der neuen Serie „PRAXIS KONKRET“ widmen wir uns den wichtigsten Einflussfaktoren auf DSC- und TG-Ergebnisse. In der Reihe „Tipps und Tricks“ geht es diesmal um die Bestimmung der spezifischen Wärme mittels DSC. Die praxiserprobten Tipps helfen Ihnen, die spezifische Wärme mit hoher Genauigkeit zu ermitteln.

Mit welchem Praxistrick haben Sie gute Erfahrungen gemacht? Gerne veröffentlichen wir Ihren Tipp in einer der nächsten Ausgaben. Senden Sie Ihren Beitrag bitte an rolf.preuss@netzsch.com.

Ich freue mich auf Ihre Einsendungen.

Rolf Preuß
Leiter Marketing

Fortsetzung Seite 1

bei 290 °C (Massetemperatur) in ein Werkzeug mit 30 °C gespritzt wurde. Im Vergleich zum konditionierten Granulat (getrocknet bei 150 °C bis 160 °C für 6 h) liefert das feuchte Material eine niedrigere dynamische Viskosität. Es lässt sich also aufgrund der niedrigeren mittleren Molmasse (kürzere Polymerketten) leichter verarbeiten.

In Abbildung 3 sind die 1. Aufheizungen der PET-Formteile mit der DSC (10 K/min, Stickstoffatmosphäre) dargestellt. Das feuchte Granulat liefert am Spritzgießteil eine schnellere Nachkristallisation bei deutlich niedrigerer Temperatur (129 °C versus 148 °C), eine größere Schmelzwärme (40 J/g versus 35 J/g) und einen höheren Kristallinitätsgrad (3,9 % versus 0,1 %). Dies kann auf eine partielle Hydrolyse (Verseifung) und die Bildung mehrerer, kleinerer Kristallite zurückgeführt werden. Diese kürzeren Polymerketten stehen in gutem Einklang zum niedrigeren Viskositätsniveau aus der Rheometermessung. Die Form und Lage des exothermen Nachkristallisationspeaks kann zudem als Qualitätssicherungsmerkmal für eine gute Konditionierung des Granulats dienen (Fingerprint). Nur ein vorgetrocknetes PET-Granulat liefert am Formteil die gewünschten hohen mechanischen Eigenschaften, was durch DMA-Messungen bewiesen werden kann.

Zusammengefasst in Tabelle 1 sind die Polymercharakteristika den einzelnen mechanischen und rheologischen Messmethoden gegenübergestellt. Insbesondere ist die gegenseitige Ergänzung von DSC und Rheologie deutlich zu erkennen.

Mit ThermoFisher Scientific, Inc. und NETZSCH-Gerätebau GmbH haben

sich seit Juli 2009 zwei Partner mit jeweils breitem Produktportfolio auf dem Polymergebiet gefunden, die in Verbindung mit fundiertem Expertenwissen ein enormes Lösungspotenzial für den Kunststoffhersteller, -verarbeiter und -anwender bieten. Die Sparte ThermoFisher Material Characterization (TMC) von Thermo Scientific produziert in Karlsruhe neben hochleistungsfähigen Rheometern u. a. auch Viskosimeter, Laborextruder, Laborcompounder und Thermowaagen für hohe Einwaagen und hohe Drücke. Derzeit konzentrieren sich die beiden Kooperationspartner auf die deutschsprachigen Länder im Polymerbereich. Hierzu werden im März bis Juni 2010 gemeinsame Kompaktseminare durchgeführt, die das umfassende Lösungspaket für die Charakterisierung der Polymerwerkstoffe demonstrieren (siehe Kasten letzte Seite).

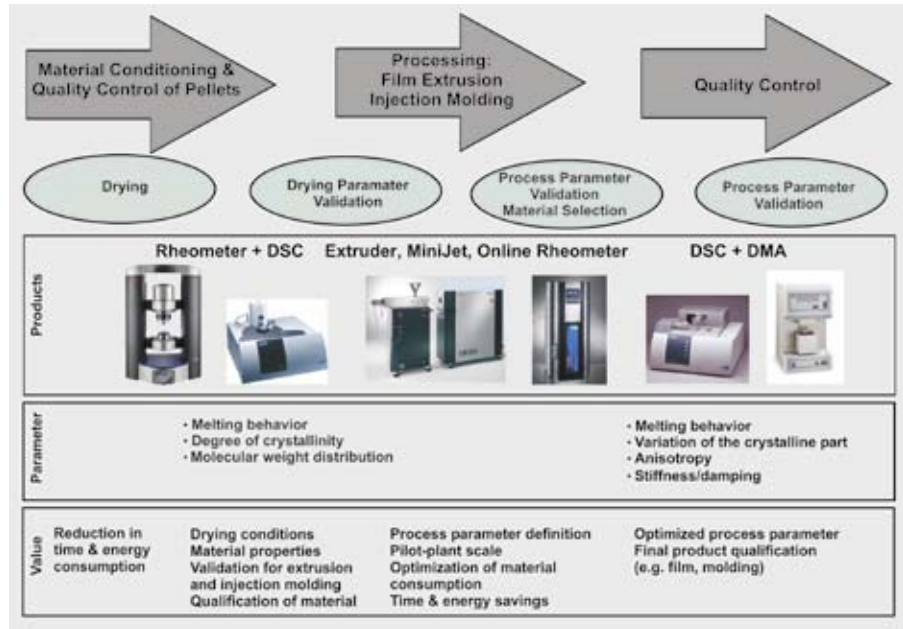


Abb. 1. Workflow für die PET-Verarbeitung am Beispiel der Folienextrusion und des Spritzgießens

Aufgrund der internationalen Präsenz von ThermoFisher und NETZSCH wird die neue Vertriebs- und Service-Kooperation unseren Kunden die umfassende Prozess- und Materialcharakterisierung gemäß dem Leit-

satz „from Pellet to Product“ weltweit zur Verfügung stellen können. Mittelfristig ist eine engere Zusammenarbeit für USA, Indien, China und Frankreich geplant – auch für andere Applikationen.

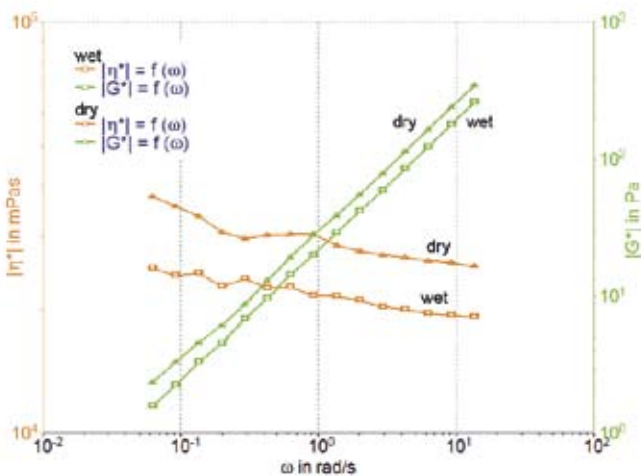


Abb. 2. Vergleich der dynamischen Viskosität (rote Kurven) und des komplexen Schermoduls (grüne Kurven) bei 260 °C für ein PET-Formteil, gespritzt aus feuchtem Granulat (Rechtecke) und getrocknetem Granulat (Dreiecke)

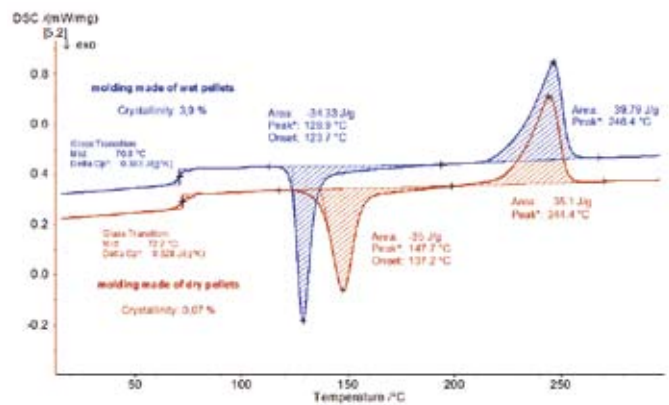


Abb. 3. DSC-Vergleich der 1. Aufheizung des PET-Spritzgießteils aus feuchtem Granulat (blaue Kurve) und getrocknetem Granulat (rote Kurve)

	DSC	TGA	TMA	DMA	Rheologie
Glasübergang	✓		✓	✓	✓
Spezifische Wärme	✓				
Schmelztemperatur	✓				✓
Schmelzwärme	✓				
Kristallinitätsgrad	✓				(✓)
Polymorphismus	✓				
Reinheitsbestimmung	✓				
Oxidationsbeständigkeit	✓	✓			✓
Einfluss der Alterung	✓	✓		✓	✓
Kristallisationswärme	✓				
Thermische Stabilität	(✓)	✓		(✓)	(✓)
Chemische Stabilität	✓	✓			
Zusammensetzungsanalyse	✓	✓			
Zersetzungskinetik	(✓)	✓			
Katalysatoraktivität	✓	✓			
Polymerkompatibilität	✓		(✓)	✓	
Reaktionswärme	✓				
Aushärtegrad	✓			(✓)	(✓)
Aushärtekinetik	✓			(✓)	✓
Gelieren	(✓)			(✓)	✓
Feuchtigkeits-/Wassergehalt		✓			
Weichmacher-/Lösemittelgehalt		✓			
Polymergehalt	(✓)	✓			
Füllstoffgehalt	(✓)	✓			
Aschegehalt		✓			
Korrosionsuntersuchungen		✓			
Thermischer Längenausdehnungs- koeffizient			✓	(✓)	(✓)
Wärmeformbeständigkeit			(✓)	✓	(✓)
Modul (Steifigkeit)			(✓)	✓	(✓)
Viskosität				(✓)	✓
Dehnviskosität					✓
Dämpfungsverhalten ($\tan \delta$)				✓	✓
Molekulargewichtsverteilung	(✓)			(✓)	✓
Anisotropie			✓	✓	(✓)
Thixotropie					✓
Viskoelastische Eigenschaften				✓	✓
Kriechen/Relaxation				✓	✓

Tab 1. Materialeigenschaften-Messmethoden-Matrix

Falls wir Ihr Interesse geweckt haben, zögern Sie nicht, weitere Informationen anzufordern oder Ihren direkten Gesprächspartner vom Vertrieb oder Customer Service zu kontaktieren.



Stephan Knappe

Der Autor:

Stephan Knappe studierte Technische Chemie an der Georg-Simon-Ohm-Fachhochschule in Nürnberg mit dem Abschluss Dipl.-Ing. (FH). Von 1986 bis 1991 war er als Verfahrens- und Anwendungstechniker auf dem Polyurethanschaumgebiet bei der REHAU AG + Co tätig.

1991 trat er bei der NETZSCH-Gerätebau GmbH ein und arbeitete zunächst im Applikationslabor. Bis 2002 war er Leiter des Applikationslabors für Polymere und auch Produktmanager für diverse thermoanalytische Messsysteme. Heute ist er weltweit als Manager für die Vertriebs- und Applikationsunterstützung zuständig und leitet den Fachbereich Applications & Services.

PRAXIS KONKRET

Einflussfaktoren auf DSC- und TG-Messergebnisse

Stephan Knappe, Head of Applications & Services, NGB

Nicht nur bei Ringversuchen verschiedener Labors, sondern insbesondere bei der Schadensanalyse von z.B. Kunststoffteilen werden die DSC- und TG-Messergebnisse von Rohstoffhersteller und Verarbeiter genau verglichen, um dem Fehlerursacher, Unzulänglichkeiten oder Versäumnisse nachzuweisen. Die Gerätebediener von Lieferant und Kunde sprechen selbstverständlich die Messparameter

ab, sind jedoch oft überrascht, dass es zu unterschiedlichen Messergebnissen kommt – von den verschiedenen Interpretationen der Messkurven ganz abgesehen.

Die ab dieser OnSet-Ausgabe neue Serie *PRAXIS KONKRET* soll dazu beitragen, Sie für wichtige Einflussfaktoren zu sensibilisieren, damit eine seriöse Vergleichbarkeit thermoanaly-

tischer Messergebnisse erreicht wird. Die folgende Tabelle zeigt den Überblick über die verschiedensten Einflusskriterien auf das DSC- und TG-Messergebnis mit Beschreibungen bzw. Beispielen.

Ab der nächsten OnSet-Ausgabe werden wichtige Kriterien anhand von Messbeispielen vertieft.

Einflussfaktor	Kriterium	Empfehlungen/Beispiele
Probenvorbereitung	Probenentnahme Probenpräparation Probenvorbehandlung Probenmasse Probendichte Probenform, -oberfläche	Entnahmestelle des Polymer-Formteils, angussnah-angussfern Abschneiden mit Skalpell, Ausstanzen Tempern bei definierter Lagertemperatur, Feuchtigkeit Einwaage von 10 +/-0,1 mg insbesondere bei Pulvern wichtig (Schüttdichte) flache Scheibe für große Auflagefläche auf DSC-Sensor
DSC/TG-Messgerät	Sensortyp Temperaturkalibrierung Empfindlichkeitskalibrierung Spülgasart (Probenumgebungsatmosphäre) Spülgasdurchfluss Schutzgasdurchfluss Kühlungsart Vakuum Driftverhalten der Basislinien Auftriebsverhalten	Typ des Thermoelements und des Probenträgers heizratenabhängig abhängig von der Tiegelart, Atmosphäre und Sensortyp (Thermoelement) Inertgas (z.B. Stickstoff) oder Reaktionsgas (z.B. Sauerstoff) 20 ml/min 50 ml/min Stickstoff, um Kondensationseffekte im Tieftemperaturbereich zu vermeiden Intracooler, flüssiger Stickstoff, Luftkompressor für DSC Siedepunktniedrigung bei TG von Lösemitteln, Weichmachern bei TG bei TG/STA und DSC bei TG/STA
Messparameter	Temperaturbereich Heiz-/Kühlrate erneute Aufheizung Temperatur-/Zeitprogramm Tiegelart (Form, Material, Volumen) Referenztiegel bei DSC/STA Gaswechsel Korrekturmessung	Endtemperatur max. 40 K über den zu erwartenden letzten thermischen Effekten bei DSC 10 K/min bei Polymeren in der DSC ist eine 2. Aufheizung erforderlich, da die 1. Aufheizung auch die thermomechanische Vorgeschichte enthält TM-DSC, isotherme Schritte anstelle linearer Heizrate Aluminiumtiegel mit gelochtem Deckel, Drucktiegel für Polykondensation, Wärmeleitfähigkeit des Tiegelmaterials, Verträglichkeit Probe-Tiegelmaterial leer oder gefüllt mit Inertmaterialien Oxidative Induction Time, OIT, in Sauerstoffatmosphäre Berücksichtigung einer Korrekturmessung (z.B. Auftrieb bei TG)
Kurvenauswertung	Glättung der Messkurven Korrektur der Basislinie Korrektur von Zeitkonstante und thermischem Widerstand Auswertenormen weiterführende Berechnungen	zu hohen Glättungsfaktor vermeiden <i>BeFlat</i> ® bei DSC Tau-R-Modus bei DSC ISO 11357 für Mittelpunktstemperatur des Glasübergangs oder lineare Basislinie für Schmelzwärme bei DSC Kristallinitätsgrad, Solid Fat Content (SFC), kinetische Analyse

Charakterisierung von Salzen für Wärmespeicher

Dr. Thomas Bauer, Deutsches Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V., Institut für Technische Thermodynamik



Abb. 1. Solarthermische Parabolrinne (links) und Prototyp eines Hochtemperatur-Latentwärmespeichers basierend auf Nitratsalz, ohne Isolierung (rechts)

Der heutige Stand der Energieversorgung beruht in hohem Maße auf der Verwendung der fossilen Brennstoffe Kohle, Öl und Gas. Die Nachteile dieser Träger, wie beschränkte Versorgungssicherheit, der steigende Energieverbrauch bei begrenzter Verfügbarkeit und die negativen lokalen und globalen Umwelteinflüsse (z.B. saurer Regen, Klimawandel) sind hinlänglich bekannt. Um diese Abhängigkeit zu reduzieren, müssen verstärkt neue Technologien für einen rationelleren Umgang mit Energie eingeführt und die Nutzung erneuerbarer Energien vorangetrieben werden. Die Querschnittstechnologie, Energiespeicher zum Ausgleich der zeitlichen und räumlichen Inkongruenz von Angebot und Nachfrage, hat hierbei eine große Bedeutung.

Die Forschungsgruppe am Institut für Technische Thermodynamik in Stuttgart befasst sich seit einigen Jahren mit thermischen Energiespeichern im Temperaturbereich 120 bis 1000 °C. Die Anwendungsgebiete beziehen sich sowohl auf erneuerbare Energien als auch auf die rationelle Energienutzung. Ein zentrales Forschungsgebiet ist hierbei die Integration von Wärmespeichern in solarthermische

Kraftwerke zur Verbesserung der Wirtschaftlichkeit und der Versorgungssicherheit (Abb. 1). Weitere Anwendungsgebiete sind die Abwärmenutzung bei zyklischen Prozessen in der Industrie und die Kraft-Wärme-Kopplung [1,2].

Charakterisierung von Salzen

Stand der Technik für die Speicherung von Dampf sind Gefällespeicher (Ruthsspeicher). Gefällespeicher nutzen einen Druckbehälter und basieren auf der Speicherung von sensibler Wärme im Wasser. Hierbei ist allerdings eine Bereitstellung von Wärme auf gleichbleibendem Temperatur- bzw. Druckniveau nicht möglich. Der Temperatur- bzw. Druckbereich bei diesen Anwendungen liegt zwischen ca. 120 °C/2 bar und 310 °C/100 bar. Die laufenden Entwicklungen von Latentwärmespeichern (siehe Abb. 1) haben eine verbesserte Technologie zur Speicherung von Dampf zum Ziel. Latentwärmespeicher sind besonders geeignet, da sie eine Phasenumwandlung, üblicherweise fest/flüssig eines Phasenwechselmaterials (engl. Phase Change Material – PCM), ausnutzen und hierdurch große Wärmemengen in einem schmalen Temperatur-

bereich speichern können. Latentwärmespeicher werden bereits kommerziell auf niedrigerem Temperaturniveau genutzt. Beispiele sind Wärmekissen und Transportbehälter sowie Eisspeicher zur Klimatisierung. Aus Gründen der Speichereffizienz ist eine Minimierung der Temperaturunterschiede zwischen dem Arbeitsmedium und dem Speichermedium erforderlich. Diese Forderung wird durch die Wärmespeicherung auf nahezu konstantem Temperaturniveau durch einen Phasenwechsel sowohl im Arbeitsmedium Wasser/Dampf (flüssig/gasförmig) als auch im PCM (fest/flüssig) erfüllt.

Bei der Materialentwicklung für Latentwärmespeicher stehen verschiedene Aktivitäten im Fokus. Abhängig vom Dampfdruckniveau ist es erforderlich, verschiedene PCMs mit einer Schmelztemperatur im Bereich von 120 bis 350 °C zu identifizieren. Neben einer geeigneten Schmelztemperatur und einer hohen Schmelzenthalpie gibt es hierbei weitere Anforderung, wie zum Beispiel eine geeignete Handhabung, zweckmäßige Stoffeigenschaften, hohe thermische Stabilität und niedrige Materialkosten. Die momentanen Arbeiten fokussieren sich auf Nitrat- und Nitratsalze der Alkalimetalle, wie zum Beispiel Kaliumnitrat, Natriumnitrat und Natriumnitrit. Ein Vorteil dieser Salze ist deren Mischbarkeit. Eutektische Gemische dieser Salze können daher ebenfalls als PCM verwendet werden. Für die Modellierung und Auslegung von Latentwärmespeichern sind die Stoffeigenschaften Dichte, Wärmeleitfähigkeit und Wärmekapazität in der festen und flüssigen Phase sowie die Schmelzenthalpie erforderlich. Die verwendeten Salze sind jedoch lediglich zum Teil schlüssig charakterisiert bezüglich ihrer Stoffeigenschaften.

Zur Bestimmung der Wärmekapazität wurden Untersuchungen mit einem Dynamischen Wärmestrom-Differenz-Kalorimeter (DSC 404) durchgeführt. Abb. 2 zeigt beispielhaft den Mittelwert von eigenen Messungen und Literaturwerte für das gut charakterisierte Salz Natriumnitrat (NaNO_3), an dem die Messmethode optimiert wurde. Tests am DLR wurden mit hochreinem NaNO_3 (Reinheit größer 99,99 % von Merck) durchgeführt. Das leicht hygroskopische NaNO_3 wurde zuvor mindestens 24 Stunden im Trockenschrank gelagert. Die Messparameter wurden wie folgt gewählt: Saphirkalibrierung, Argonatmosphäre mit 100 ml/min, Heizrate 10 K/min, Probenmasse ca. 20 mg und Aluminium als Tiegelmateriale. Abb. 2 zeigt den Mittelwert von sechs neu kalibrierten und präparierten Messungen. Die maximale Abweichung der Einzelmessung zum Mittelwert betrug $\pm 4\%$ im flüssigen Bereich. Aufgrund der momentanen Messungen kann von einer konstanten Wärmekapazität in der flüssigen Phase ausgegangen werden. Ältere Werte in der flüssigen Phase, die mit einem Fallkalorimeter bestimmt wurden, sind hierbei deutlich höher im Vergleich zu neuen DSC-Bestimmungen. Messungen bei höheren Temperaturen sind aus zwei Gründen schwierig. Zum einen benetzt NaNO_3 übliche Tiegelmateriale sehr stark. Dies führt zum Kriechen des Salzes aus dem Behälter. Zum anderen zerfällt NaNO_3 bei höheren Temperaturen geringfügig zu Nitrit, sodass eine Mischung von NaNO_3 - NaNO_2 vorliegt [3]. Die Temperaturleitfähigkeit von flüssigem NaNO_3 wurde bereits mit einer Reihe von Methoden, wie isoliertem Heißdrahtverfahren, optischen Messtechniken und dem Mehrschicht-Laserflashverfahren, bestimmt. Für feste Salze gibt es aber sehr wenige Daten. Am DLR wurde die Tempera-

tureitfähigkeit mit dem Dreischicht-Laserflashverfahren (LFA 457) an flüssigem und festem NaNO_3 untersucht (Abb. 3). Die Messungen wurden in einem Platintiegel (oben und unten mit Grafit spray beschichtet) in Stickstoff (100 ml/min) durchgeführt. Für die Untersuchungen wurde das Salzpulver zunächst in den Tiegel gepresst und anschließend in der Apparatur

verflüssigt. Durch die Methode war es möglich, nicht nur in der flüssigen Phase, sondern auch anschließend in der festen Phase zu messen. Insgesamt wurden drei Messserien mit neu präpariertem Salz durchgeführt. Die Reproduzierbarkeit in der festen Phase war niedrig. Es konnten jedoch erste Werte für die Festkörperlittfähigkeit ermittelt werden.

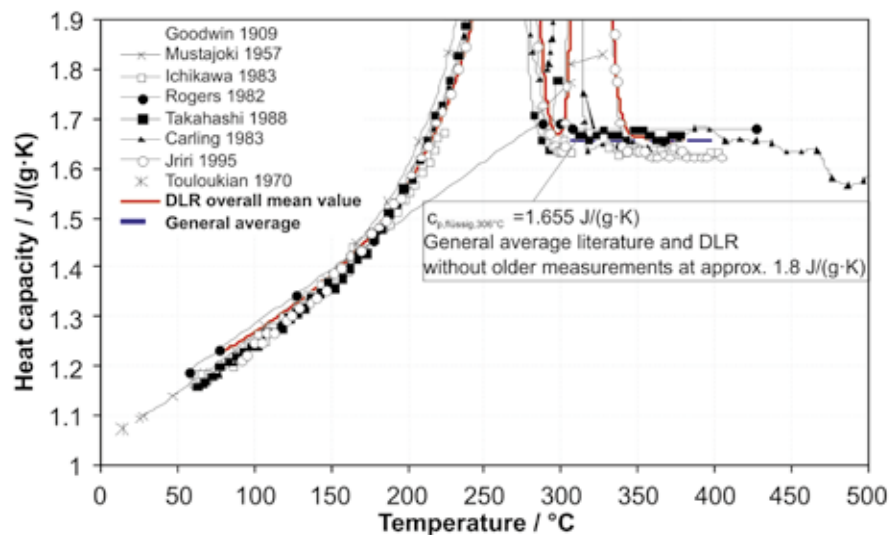


Abb. 2. Wärmekapazität von Natriumnitrat (Dynamisches Wärmestrom-Differenz-Kalorimeter)

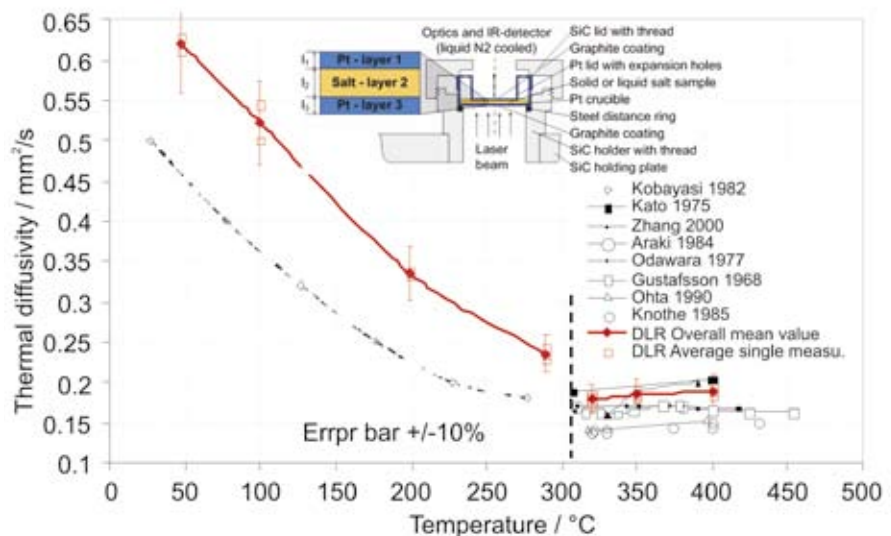


Abb. 3. Temperaturleitfähigkeit von Natriumnitrat (Laserflash-Verfahren)

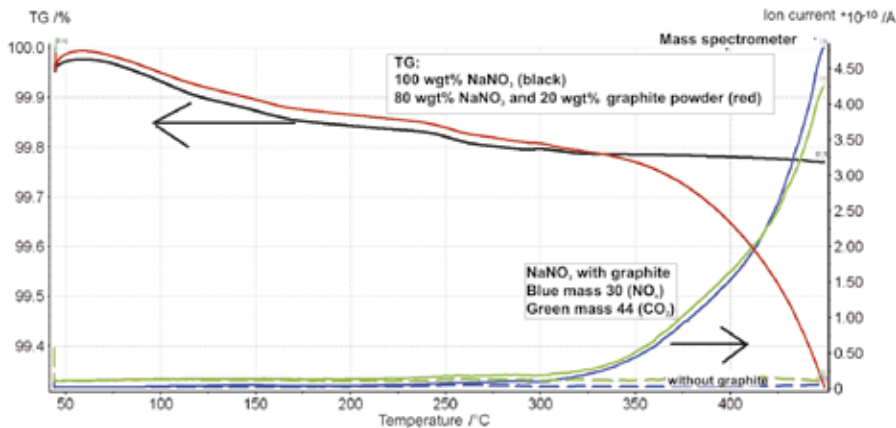


Abb. 4. Kompatibilität von flüssigem Natriumnitrat und Graphit (Thermogravimetrie mit gekoppeltem Massenspektrometer)

Für das flüssige Salz wurde eine gute Reproduzierbarkeit und Übereinstimmung mit der Literatur erzielt. Für die Messunsicherheit erwies sich insbesondere die Dicke der Salzschrift als kritisch. Deshalb wurden zunächst Referenzmessungen an Wasser bei Raumtemperatur vorgenommen.

Neben der Bestimmung der Stoffdaten ist die Kompatibilität von vor allem flüssigen PCMs im Direktkontakt mit weiteren Materialien ein wichtiger Aspekt. Die Wärmeleitfähigkeit der eingesetzten Alkalimetallnitratre und -nitrite erfüllt mit Werten von ca. 0,5 W/mK in der flüssigen Phase die Anforderungen an den Wärmetransport nicht. Aus diesem Grund werden Materialien mit hoher Wärmeleitfähigkeit im PCM zur Verbesserung des Wärmetransports eingesetzt. Hierbei weist unter anderem Graphitfolie günstige Eigenschaften auf. Die Kompatibilität von NaNO_3 und Graphitpulver wurde mittels Thermogravimetrie und einem über eine Quarzglas Kapillare gekoppelten Quadrupol-Massenspektrometer untersucht (STA 449 mit QMS 403 C). Die Messparameter wurden wie folgt gewählt: Heizrate 5 K/min, Argonatmosphäre (70 ml/min), Einwaage 550 - 850 mg,

Tiegelmaterial Al_2O_3 . Referenzmessungen der Einzelmaterialien (Graphitpulver und NaNO_3) führen zu keinen signifikanten Massenverlusten und gasförmigen Zeretzungsprodukten. Das Messergebnis einer Mischung, bestehend aus 80 Gew% NaNO_3 und 20 Gew% Graphitpulver, zeigt, dass es im Thermogravimetriesignal (Abb. 4) bereits ab ca. 350 °C zu einer geringen Massenabnahme kommt. Mit dem Massenspektrometer (Abb. 4) wurde ab ca. 320 °C eine Gasentwicklung detektiert. Die Massen 30 und 44 lassen sich hierbei Stickoxiden und Kohlenstoffdioxid zuordnen. Begleitende Langzeitversuche im Ofen zeigten ebenfalls eine kontinuierliche Massenabnahme von NaNO_3 -Graphit-Mischungen bereits bei 310 °C. Aus den Ergebnissen lässt sich ableiten, dass Graphit mit flüssigem NaNO_3 bereits knapp über der Schmelztemperatur von 306 °C reagiert.

Fazit

Die Thermoanalyse und Apparaturen zur Bestimmung von thermophysikalischen Stoffeigenschaften sind und werden auch weiterhin überzeugende Werkzeuge für die Identifikation (Screening), Qualifizierung und



Dr. Thomas Bauer

Der Autor:

Dr. Thomas Bauer ist seit 2005 als wissenschaftlicher Mitarbeiter im Deutschen Zentrum für Luft- und Raumfahrt e.V. im Institut für Technische Thermodynamik in der Abteilung Thermische Prozesstechnik beschäftigt. Im Fachgebiet Thermische Energiespeicher ist er für die Entwicklung und Charakterisierung von Materialien zur sensiblen und latenten Wärmespeicherung verantwortlich.

Charakterisierung von Materialien zur Wärmespeicherung sein.

Literatur

- [1] D. Laing, W.-D. Steinmann, M. FiB, R. Tamme, T. Brand, C. Bahl (2008) Solid Media Thermal Storage Development and Analysis of Modular Storage Operation Concepts for Parabolic Trough Power Plants, Journal of Solar Energy Engineering, Vol. 130, S. 011006-1/5.
- [2] R. Tamme, T. Bauer, J. Buschle, D. Laing, H. Müller-Steinhagen, W.-D. Steinmann (2008) Latent heat storage above 120 °C for applications in the industrial process heat sector and solar power generation, International Journal of energy research, Vol. 32, S. 264-271.
- [3] T. Bauer, D. Laing, U. Kröner, R. Tamme (2009) Sodium Nitrate for high temperature latent heat storage, 11th International Conference on Thermal Energy Storage – Effstock 14-17 June in Stockholm, Sweden.

Verleihung des NETZSCH-GEFTA-Förderpreises 2009 an Dr. Heiko Huth

Anlässlich der Jahrestagung 2009 der Gesellschaft für Thermische Analyse e.V. (GEFTA) wurde der NETZSCH-GEFTA-Förderpreis an Herrn Dr. Heiko Huth von der Universität Rostock verliehen.

Damit wird eine Reihe von grundlegenden Arbeiten gewürdigt, die unter der wissenschaftlichen Leitung von Professor Christoph Schick entstanden sind und experimentell und theoretisch zu dem sich rasch entwickelnden Gebiet der AC-Kalorimetrie beigetragen haben. Die ausgezeichneten experimentellen Fähigkeiten des Preisträgers haben die AC-Kalorimetrie (Wechselstrom-Kalorimetrie) von Proben im Nanogramm-Bereich ermöglicht, was entscheidend von der Entwicklung eines differenziellen AC-Chip-Kalorimeters abhing. Dieses Gerät wird inzwischen kommerziell durch den Verein Funktionale Materialien Rostock e.V. vertrieben. Etwa 10 Geräte wurden inzwischen in Europa, den USA und in China verkauft. Die Arbeiten des Preisträgers haben entscheidenden Anteil am Gelingen dieser Entwicklungsarbeiten.

Die besondere wissenschaftliche Qualität der damit verbundenen Publikationen wurde z.B. gewürdigt mit dem *Outstanding Paper Award 2006*, einer Auszeichnung, die von der Zeitschrift *Measurement Science and Technology Journal* vergeben wird.

Seinen wissenschaftlichen Werdegang hat Herr Dr. Huth an der Martin-Luther-Universität Halle-Wittenberg begonnen, wo er sein Studium der Physik im Jahr 1997 mit einer Diplomarbeit beendete. Im Jahr 2001 promovierte er an derselben Universität unter der Betreuung von Professor Donth mit einer Arbeit in Experimentalphysik unter dem Titel „Breitbandige Wärmekapazitätsspektroskopie – Temperaturabhängige Kooperativität



Von links nach rechts: Dr. Jürgen Blumm, Geschäftsführer NGB, Preisträger Dr. Heiko Huth und Dr. Michael Feist, GEFTA-Vorsitzender

im Crossoverbereich und im Verlauf des dynamischen Glasübergangs“.

Er war anschließend in mehreren Postdoc-Anstellungen, darunter an der Universität Eindhoven, einem weltweit führenden Zentrum der Forschung und Entwicklung auf diesem von Herrn Dr. Huth bearbeiteten Gebiet.

Der Vorstand der GEFTA und der Preistifter gratulieren Herrn Dr. Huth herzlich zu dieser Auszeichnung und wünschen ihm und den Seinen Gesundheit und gutes Ergehen sowie auch künftig besten Erfolg für seine wissenschaftlichen und beruflichen Aktivitäten.

Für den Vorstand der GEFTA
Dr. Michael Feist, Vorsitzender

Der Tau-R-Modus

Mehr Informationen aus DSC-Kurven durch eine weiterentwickelte Analyse

Dr. Stephan Schmölzer, NGB-Applikationslabor

Warum ist eine Korrektur von DSC-Messungen überhaupt sinnvoll?

Bei der dynamischen Differenzkalorimetrie wird die Temperaturänderung von einer Referenz (leerer Tiegel) zu einer Probe (Probe im Tiegel) beim Aufheizen gemessen. Der Wärmestrom wird aus dieser Temperaturdifferenzkurve berechnet. Für den Fall, dass Probe und Referenz gleich sind, fließen gleich große Wärmeströme durch die Referenz und die Probe, somit ist die Wärmestromdifferenz gleich Null. Kommt es nun in Folge einer Aufheizung (oder auch Abkühlung) zu einer Veränderung der Probe (z.B. Schmelzen, Verdampfen, Kristallisieren etc.) wird dies als Unterschied in der Temperatur detektiert und die DSC-Kurve zeigt eine Differenz im Wärmestrom. Ein Beispiel für ein solches DSC-Signal ist das Schmelzen einer Probe, welches in Abbildung 1 dargestellt ist. Für das Schmelzen kann ein endothermer Effekt gemessen werden.

Bei genauer Betrachtung der gemessenen DSC-Daten kann man erkennen, dass der Kurvenverlauf nicht exakt den Wärmefluss widerspiegelt, welcher bei einer Phasenumwandlung der Probe auftritt. Die Onset-Temperatur stellt den Beginn des Schmelzens der Probe dar; bei der Peak-

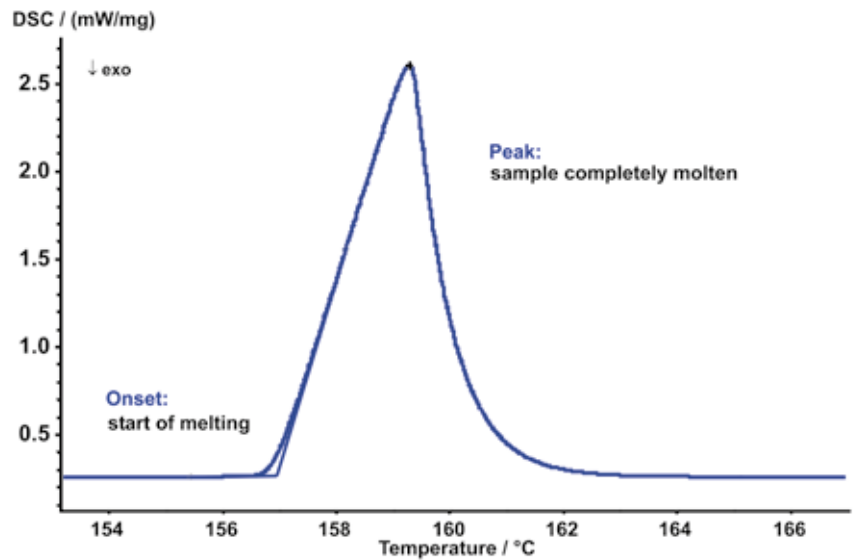


Abb. 1. Beispiel für einen endothermen Schmelzprozess

Temperatur ist die Probe vollständig geschmolzen. Die Peak-Temperatur entspricht nicht der Schmelztemperatur der Probe, obwohl die Proben temperatur gleich der Schmelztemperatur sein sollte. Eine weitere Diskrepanz zwischen dem Kurvenverlauf und der Realität ist, dass nach dem Erreichen der Peakposition das Signal nicht unverzüglich wieder auf Null abfällt. Dies sollte jedoch der Fall sein, da an dieser Stelle die Probe bereits komplett geschmolzen ist und keine weitere Energie mehr benötigt wird. Daher enthält die DSC-Kurve offensichtlich nicht nur Informationen

über die Probe, sondern auch Informationen über die Apparatur. Um diese Diskrepanz zu beheben, wurde der Tau-R-Modus entwickelt. Diese Korrekturmethode basiert auf den zwei essentiellen Korrekturfaktoren, dem thermischen Widerstand R und der Zeitkonstante τ (tau). Abbildung 2 verdeutlicht den Einfluss des thermischen Widerstandes R auf das DSC-Signal.

Im Falle eines schlechten thermischen Kontaktes (Abbildung 2a) wird eine längere Zeit für das Schmelzen benötigt. Daraus resultierend zeigt die DSC-Kurve gegen die Referenztemperatur aufgetragen einen breiten und in der Höhe niedrigen Peak. Bei einem guten thermischen Kontakt (Abbildung 2b) hingegen liefert die dynamische Differenzkalorimetrie einen scharfen Peak. Somit hängt die Steigung der gemessenen Signale vom thermischen Widerstand ab. Die Fläche unter den Kurven ist dagegen in beiden Fällen gleich und entspricht der Schmelzenthalpie.

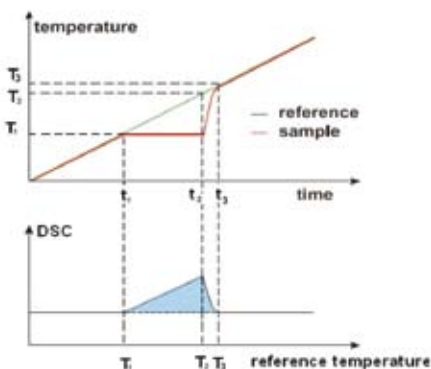


Abb. 2a. Schlechter thermischer Kontakt

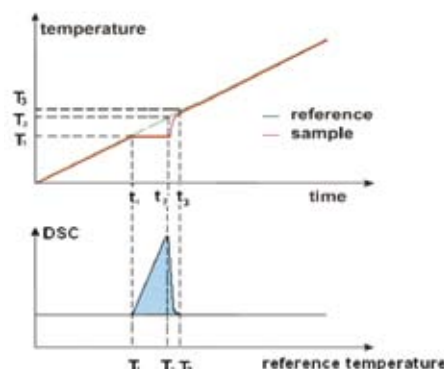


Abb. 2b. Guter thermischer Kontakt

Für die DSC-Korrektur wird berücksichtigt, dass während des Schmelz-

vorgangs die Probentemperatur konstant bleibt. Betrachtet man nun das korrigierte DSC-Signal aufgetragen gegen die Probentemperatur, so zeigt sich z.B. für das Schmelzen ein vertikaler Anstieg des DSC-Signals, welches dem erwarteten Verlauf für einen Schmelzvorgang entspricht. Der zweite Parameter für den Tau-R-Modus ist die Korrektur nach der Zeitkonstanten τ . Auch hierbei handelt es sich um eine gerätespezifische Korrekturgröße. Der theoretische Hintergrund stellt sich wie folgt dar: Das mit der DSC gemessene Wärmestromsignal zeigt nicht nur die von der Probe freigesetzte (oder verbrauchte) Wärme. Der Wärmestrom ist daneben auch noch von der Wärmeübertragung als Funktion der Apparatur abhängig. Als mathematische Funktion kann man das gemessene Signal $F(t)$ folgendermaßen darstellen:

$$F(t) = \int_0^t f(t') \cdot g(t-t') dt'$$

wobei $f(t)$ den Anteil an freigesetzter Wärme der Probe liefert.

$g(t)$ ist der Wärmefluss als Funktion des Geräts und kann mit Hilfe einer Exponentialfunktion der Form $g(t) = \exp(-t/\tau)$ beschrieben werden. Zur Veranschaulichung des Einflusses der Zeitkonstanten τ auf ein DSC-Signal einer Probe zeigt die Abbildung 3 gemessene DSC-Signale mit unterschiedlich großen Zeitkonstanten τ .

Für eine korrigierte Messkurve sollte das Signal rechts von der Peakposition gleich Null sein, d. h. es wird keine Wärme mehr freigesetzt oder verbraucht. Das Ergebnis einer derartigen Korrektur ist, dass der Einfluss des Messgerätes auf die Peakform entfernt wird und man somit nur noch Informationen über die Probe und die am Phasenübergang ablaufenden Prozesse erhält.

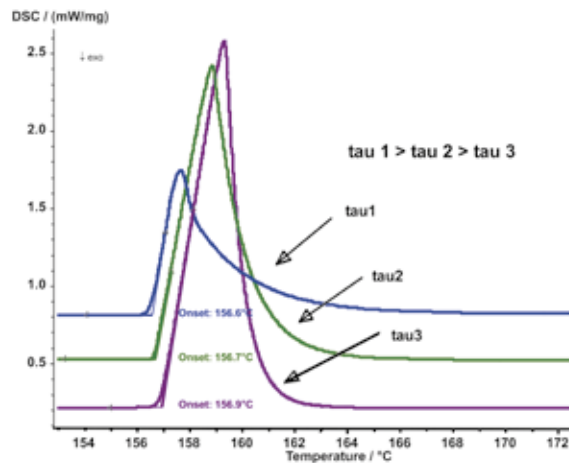


Abb. 3. Einfluss der Zeitkonstanten τ auf DSC-Signale

Anwendung des Tau-R-Modus

Die rote Kurve in Abbildung 4 stellt eine unkorrigierte DSC-Messkurve für einen Schmelzvorgang an Indium dar. Der Kurvenverlauf zeigt ab Beginn des Schmelzens einen langsamen Anstieg im Wärmeflussignal. Das Maximum ist dann erreicht, wenn die Probe vollständig geschmolzen ist. Danach fällt das DSC Signal exponentiell wieder langsam auf Null ab, abhängig von der Zeitkonstanten der Apparatur.

Korrigiert man nun dieses DSC-Signal nach der Zeitkonstante τ , so erhält man ein Signal, welches unmittelbar nach Erreichen des Peaks wieder auf Null abfällt (lila Kurve). Zieht man nun noch die Korrektur nach dem thermischen Widerstand R mit in Betracht (blaue Kurve), so erhält man für den Schmelzvorgang einen scharfen Peak, welcher an der linken Flanke einen steilen Anstieg und an der rechten Flanke einen steilen Abfall aufweist. Somit sind die Einflüsse der Apparatur auf die Form des Schmelzpeaks entfernt worden.

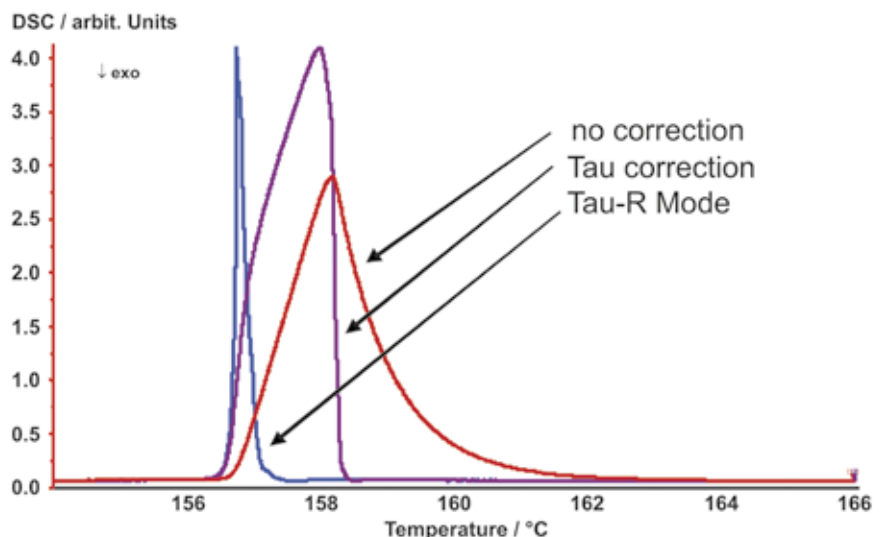


Abb. 4. Anwendung des Tau-R-Modus, unabhängig voneinander skaliert

Durchführung einer Tau-R-Kalibrierung

Zur Anwendung des Tau-R-Modus muss einmalig eine Kalibrierung mit den Parametern τ (Zeitkonstante) und R (thermischer Widerstand) erstellt werden. Für die Bestimmung dieser Parameter ist es notwendig, den Schmelzvorgang von Reinstoffen zu messen. Aus der erhaltenen Messkurve können ab SW-Version 5.1 in der Analyse mit der NETZSCH Proteus® Software unter „Auswertung“ → „Zeitkonstante und thermischer Widerstand“ die Parameter berechnet werden. Diese Parameter werden über den gesamten Temperaturbereich anhand von Referenzmaterialien bestimmt und gespeichert. Entsprechend der Temperatur- und Empfindlichkeitskalibrierung können die dort verwendeten Kalibriersets auch für die Tau-R-Kalibrierung benutzt werden. Unter dem Menüpunkt „Extras“ → „Tau-R Kalibrierung“ wird nun eine Tabelle geöffnet, in welche diese Parameter eingetragen und als Korrekturdatei gespeichert werden. Mit Hilfe dieser Korrekturdatei können Messungen korrigiert werden, die unter den

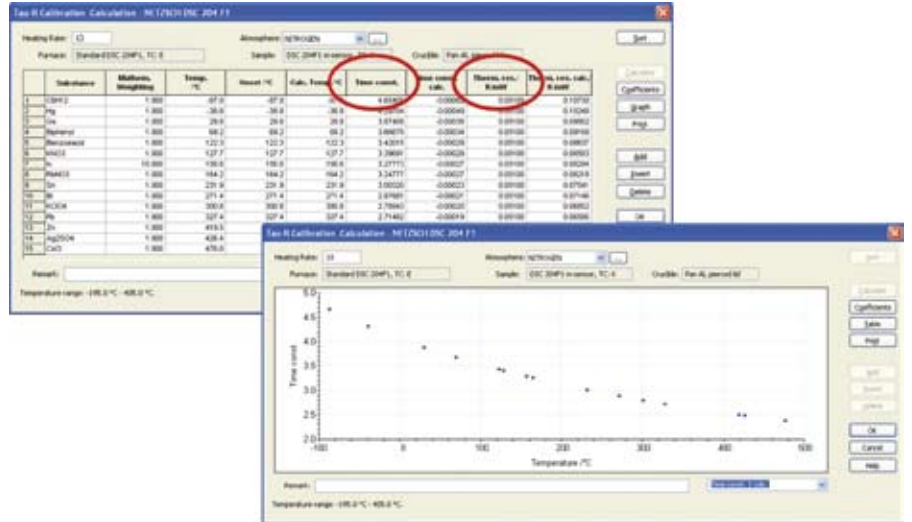


Abb. 5. Erstellung einer Tau-R-Kalibrierung

gleichen Bedingungen durchgeführt wurden. Diese Bedingungen sind z.B. Gerätetyp, Ofentyp, Sensortyp, Tiegelart, Atmosphäre und Spülgas. Die Bestimmung und Erstellung einer Korrekturdatei ist nur einmal für das verwendete Instrument notwendig, sofern die oben genannten Parameter konstant gehalten werden.

Ein beträchtlicher Vorteil des Tau-R-Modus liegt darin, dass die Korrektur

der Messdaten auch noch nachträglich erfolgen kann. Somit besteht die Möglichkeit, noch zusätzliche Informationen aus DSC-Kurven zu gewinnen.

Beispiele für die Anwendung des Tau-R-Modus

Charakterisierung von pharmazeutischen Wirkstoffen

In der pharmazeutischen Industrie stellt die dynamische Differenzkalorimetrie eine zuverlässige Methode zur Charakterisierung von Arzneimitteln dar. Ein wichtiger Kennwert ist dabei der Schmelzpunkt des Wirkstoffes. Dies soll anhand des folgenden Beispiels dargestellt werden. Abbildung 6 zeigt die DSC-Kurven des Wirkstoffes Ibuprofen.

Ibuprofen ist ein Arzneistoff aus der Gruppe der nichtsteroidalen Antirheumatika, der zur Behandlung von Schmerzen, Entzündungen und Fieber eingesetzt wird. Die Reinheit von pharmazeutischen Stoffen ist essentiell für deren Anwendung und Wirkung. Für eine Charakterisierung

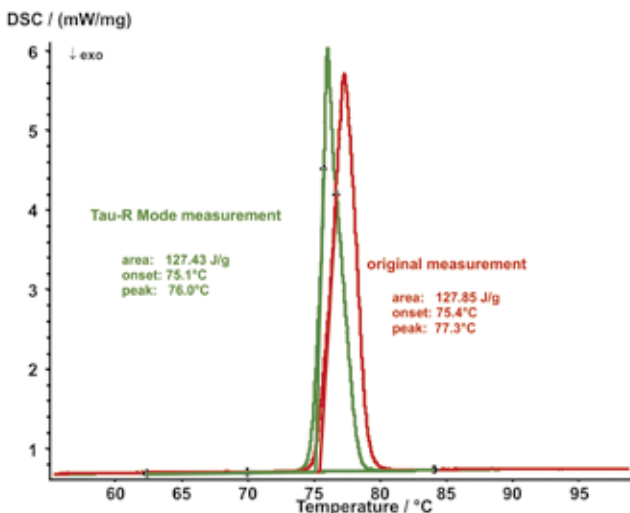


Abb. 6. DSC-Kurve von Ibuprofen

spielen somit die richtigen Kennwerte eine entscheidende Rolle. Mit Hilfe des Tau-R-Modus kann aus einer DSC-Messung unter anderem der exakte Schmelzpunkt bestimmt werden (siehe grüne Kurve in Abbildung 6). Diese Daten sind notwendig, um weiterführende Analysen, wie die Reinheitsbestimmung des Wirkstoffes nach der van't Hoff'schen Gleichung korrekt durchzuführen.

Komplexe Systeme besser verstehen

In Falle von Polymerwerkstoffen zeigen schon DSC-Kurven einer Komponente Schmelzeffekte, welche sich über einen größeren Temperaturbereich erstrecken. Noch komplexer wird dann die Untersuchung von Verbundwerkstoffen, wie z. B. von mehrschichtig aufgebauten Folien. Um optimale Produkteigenschaften zu erhalten, werden bei der Herstellung von Folien z.B. Systeme aus verschiedenen PE-Typen verwendet. Die Analyse dieser Verbundmaterialien erweist sich als schwierig, da die Einzelkomponenten ähnliche Schmelz-

bereiche haben und in DSC-Kurven überlagerte Effekte zeigen. Eine eindeutige Zuordnung von Schmelzpeaks ist somit oft nicht möglich. Abbildung 7 zeigt hier anschaulich den Nutzen des Tau-R-Modus. Im Falle der Analyse einer mehrschichtigen PE-Folie kann ein weiterer Schmelzbereich mit überlagerten endothermen Effekten festgestellt werden. Nur mit Hilfe des Tau-R-Modus ist es möglich, die Schulter bei 122,1 °C (rote Kurve in Abb. 7) als Peak mit einer Peaktemperatur von 120 °C (grüne Kurve in Abb. 7) zu identifizieren. Somit handelt es sich um eine weitere Komponente in diesem komplexen Verbundsystem.

Fazit

Mit Hilfe des Tau-R-Modus können DSC-Kurven noch genauer analysiert und exakte Materialkennwerte bestimmt werden. Darüber hinaus ist es möglich, selbst komplexe Systeme detailliert zu analysieren. Aussagekräftige und zuverlässige Ergebnisse liefern einen Beitrag zu einem besseren Verständnis von Fragestellungen

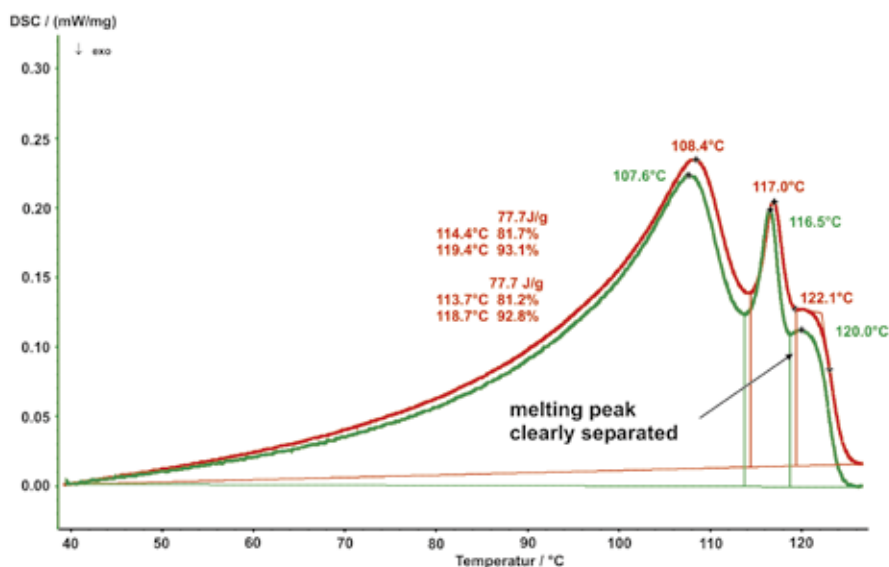


Abb. 7. DSC-Kurve einer mehrschichtigen PE-Folie (rote Kurve: ohne Tau-R-Modus, grüne Kurve: mit Tau-R-Modus)



Dr. Stefan Schmölder

Der Autor:

Dr. Stefan Schmölder wurde 1973 in Naila, Oberfranken, geboren. Nach dem Studium der Chemie promovierte er im Fach Physikalische Chemie im Bereich Kolloidchemie zum Thema „Kinetik der Vesikelbildung in kationischen Tensidsystemen“. Nach der Promotion war der Autor in der Materialentwicklung in der Automobilzulieferindustrie tätig.

Seit Juli 2008 ist Dr. Stefan Schmölder bei NGB im Applikationslabor als Section Manager für den Bereich thermische Analyse von Polymeren verantwortlich.

in vielen Bereichen. Nicht nur Forschung und Entwicklung können von den Möglichkeiten des Tau-R-Modus profitieren, sondern auch Qualitätssicherung und Schadensanalyse.

Tipps und Tricks

Spezifische Wärme mit DSC exakt bestimmen

Dr. Gabriele Kaiser, Leiterin NGB-Applikationslabor

In der letzten OnSet-Ausgabe wurden die Grundlagen und Anwendungsmöglichkeiten der spezifischen Wärme behandelt. Materialien mit hoher spezifischer Wärme ändern ihre Temperatur bei Zuführung einer bestimmten Wärmemenge nur wenig. Im Folgenden wird aufgezeigt, wie sich die spezifische Wärme mit Dynamischer Differenz-Kalorimetrie erfolgreich mit hoher Genauigkeit ermitteln lässt. Das Verfahren wird in verschiedenen Normen beschrieben, u.a. in ASTM E 1269, DIN 51 007 oder ISO 11357-4 (speziell auf Kunststoffe bezogen).

Anzahl der Messungen

Jede Bestimmung der spezifischen Wärme mit DSC – auch mit temperaturmodulierter DSC (TM-DSC) – setzt sich aus drei Messungen zusammen: Basislinie, Standard- und Probenmessung. Der Tiegel auf der Referenzseite bleibt dabei immer leer. Als Standard wird meist Saphir (α - Al_2O_3 -Einkristall) vorgeschlagen, es können jedoch auch andere Materialien mit bekannten c_p -Werten eingesetzt werden. Für spezielle Anwendungen, wie z.B. im Luftfahrtbereich, sind in Normen auch Daten weiterer Materialien (z.B. n-Heptan in ASTM D 4816 oder Diphenylether in ASTM D 3947) angegeben.

Alle drei Messungen sollten unter identischen Bedingungen erfolgen. Wichtige Punkte dabei sind:

1. Tiegel

Um möglichst große Signale zu erhalten ist es empfehlenswert, auf Tiegel- und Deckelmaterialien mit einer hohen Wärmeleitfähigkeit (wie z.B. Aluminium, Platin oder auch Graphit) sowie auf eine relativ hohe Heizrate von 10 oder 20 K/min zurückzugreifen. Aluminiumoxidtiegel eignen sich

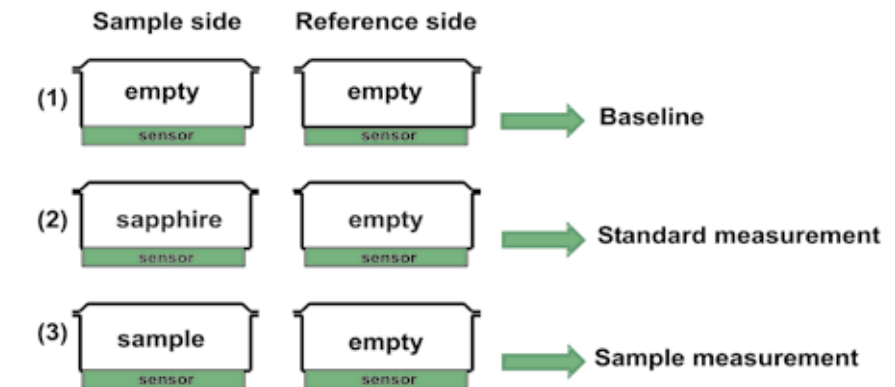


Abb. 1. Aufbau einer Messserie zur Bestimmung der spezifischen Wärme

für c_p -Bestimmungen nur bedingt, da Al_2O_3 bei höheren Temperaturen transparent für Wärmestrahlung wird.

2. Proben

Wichtig ist eine gute Wärmeankopplung von Probe, Tiegelboden und Sensor. Dies setzt einen planen Tiegelboden zusammen mit einer möglichst großen Kontaktfläche zwischen Probe und Tiegel voraus. Ideal sind scheibenförmige Proben mit einem Durchmesser von z.B. 5 bis 6 mm und einer Höhe von ca. 1 mm. Besteht die Gefahr einer Kontaktreaktion zwischen Probe und Metalltiegel, können als Alternative z.B. Platinbecher mit Al_2O_3 -Innentiegel eingesetzt werden. Die gegenüber herkömmlichen Al_2O_3 -Tiegeln wesentlich dünnwandigeren Innentiegel beeinflussen die Empfindlichkeit des Systems nur unwesentlich.

Bei Endtemperaturen in der Nähe von 1400 °C oder darüber ist es ratsam, Al_2O_3 -Scheiben als Unterlage für Pt/Rh-Tiegel zu verwenden, um ein Ankleben der Tiegel mit den Auflageflächen der Probenträger zu verhindern. Nähere Informationen über die Hintergründe dieses Phänomens finden Sie in der OnSet-Ausgabe 1 unter www.netzsch-thermal-analysis.com/data/uploads/File/Onset_DIN_A4_d.pdf ab Seite 12.

Bei pulverförmigen Proben empfiehlt es sich, das Pulver mit einem Stempel zu verdichten. Hinsichtlich der Probenmasse ist es von Vorteil, wenn die sogenannten „thermischen Massen“ von Saphir und Probe ähnlich sind, d.h.

$$(m \cdot c_p)_{\text{Standard}} \approx (m \cdot c_p)_{\text{Sample}}$$

(mit m = Masse)

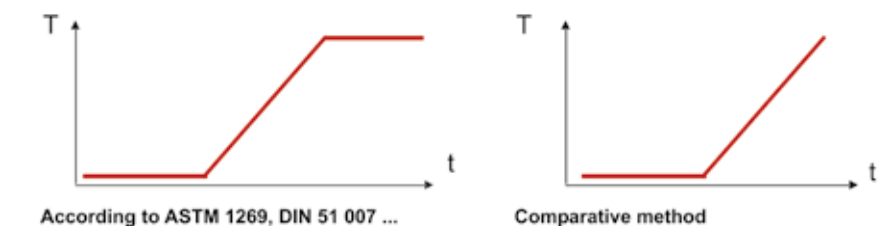


Abb. 2. Klassische Temperaturprogramme für die c_p -Bestimmung

Laut ASTM E 1269 sollte sich beim Rückwiegen der Probe nach Beendigung des Experimentes die Probenmasse um nicht mehr als 0,3 % geändert haben. Andernfalls ist die Messung zu verwerfen. Diese Aussage ist darauf zurückzuführen, dass nur die Ausgangsmasse der Probe in die Berechnungsformel eingeht. Treten größere Massenänderungen auf, müsste die spezifische Wärme im anschließenden Kurventeil streng genommen mit einer veränderten Ausgangsmasse neu berechnet werden.

3. Tiegelposition

Es ist vorteilhaft, eine möglichst reproduzierbare Tiegelposition zwischen Basislinie, Saphirmessungen und den Probemessungen sicherzustellen.

4. Temperaturprofil des Ofens

Für c_p -Bestimmungen werden hohe Anforderungen an das Temperaturprofil des Ofens gestellt, um möglichst homogene Temperaturverhältnisse im Inneren zu gewährleisten. Neben dem kompakten, schnellen Ofen der DSC 204 **F1 Phoenix**[®] eignen sich für DSC 404/STA 449 vor allem der Pt/Rh-Ofen bis 1500 °C, der Rh-Ofen bis 1650 °C, der Tieftemperaturofen bis 675 °C (Silber-Heizelement) sowie der Tieftemperaturofen bis 1000 °C (Edelstahl-Heizelement).

5. Temperaturprogramm

a) dynamisch

Für die klassische c_p -Bestimmung stehen zwei unterschiedliche Temperaturprogramme zur Verfügung (Abb. 2). Beiden Temperaturprogrammen gemeinsam ist – vor der interessierenden Aufheizung – eine jeweils 10- bis 15-minütige Isothermphase zur Stabilisierung der Starttemperatur.

b) isotherm

Im Moment arbeitet das ASTM International Technical Committee an der Erstellung einer neuen Norm (ASTM E 37, der 3. Entwurf wurde im August 2008 veröffentlicht) zur Bestimmung der spezifischen Wärme mittels temperaturmodulierter DSC. Der Temperaturbereich ist dabei auf -100 bis 600 °C begrenzt. Die Auswertung erfolgt jeweils in den Isothermsegmenten (Beispiel eines Temperaturprogramms in Abb. 3).

Sowohl im dynamischen als auch im isothermen Modus ist es in den meisten Fällen vorteilhaft, STC (sample temperature controller) während der Messung auszuschalten.

6. Kalibrierung des Gerätes

Über die Basislinien- und Saphirmessung innerhalb eines c_p -Tripletts wird eine neue Empfindlichkeitskalibrierung erzeugt. Aus diesem Grund ist es nicht notwendig, in die Messungen eine Empfindlichkeitskurve einzubinden, die Aktivierung der jeweils gültigen Temperaturkalibrierung genügt.

Bis zu einer Temperatur von ca. 1200 °C liegt die Genauigkeit der ermittelten c_p -Daten in der Regel bei etwa +/- 2,5 %. Bei noch höheren Temperaturen etwas darüber. Zur Verifizierung der Messwerte hat es sich als günstig erwiesen, zwei Saphire unterschiedlicher Masse gegeneinander zu messen, d.h. einen Saphir als Standard und den zweiten Saphir als Probe zu verwenden. Das Ergebnis muss den theoretischen c_p -Werten von Saphir entsprechen.

In der nächsten OnSet-Ausgabe werden wir Tipps für die Ermittlung der spezifischen Wärme aus LFA (Laser- oder Light-Flash-Analyse)-Untersuchungen geben.

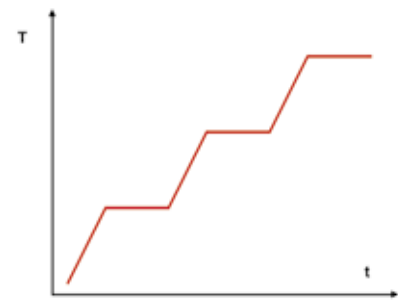


Abb. 3. Beispiel eines Stufenprogramms für die isotherme Bestimmung der spezifischen Wärme mittels TM-DSC



Dr. Gabriele Kaiser

Die Autorin:

Dr. Gabriele Kaiser hat in Erlangen Chemie studiert und begann nach Abschluss ihrer Promotion in physikalischer Chemie im September 1991 ihre Tätigkeit bei NETZSCH-Gerätebau. Als Leiterin der Schulungsabteilung war sie zuständig für die applikationstechnische Schulung und Beratung von Kunden, Vertriebspartnern und Mitarbeitern. Seit Juli 2008 hat sie die Leitung des Applikationslabors in Selb inne.

NETZSCH-Gruppe trauert um Thomas Netzsch

Thomas Netzsch, geschäftsführender Gesellschafter der NETZSCH-Gruppe und einer der Unternehmerpersönlichkeiten Hochfrankens, ist für uns alle plötzlich und überraschend am 12. Januar 2010 im Alter von 63 Jahren verstorben.



Thomas Netzsch hat das Familienunternehmen zuletzt zusammen mit Dr. Otto Max Schaefer und Dr. Hanns-Peter Ohl geleitet. Thomas Netzsch hinterlässt als Unternehmer und Mensch eine schmerzhaft Lücke. Wir werden ihn sehr vermissen.

Gemeinsame Deutschsprachige Seminare mit ThermoFisher

Datum	Ort	Applikationsfokus
02.03.	Dreieich (Frankfurt/M.)	Polymere
04.03.	Leipzig	Polymere
24.03.	München (während der analytica)	Polymere, Lacke, Pharmazeutika, Kosmetika, etc.
04.05.	Köln	Polymere, Lacke, Pharmazeutika, Kosmetika, etc.
06.05.	Hannover	Polymere, Lacke, Pharmazeutika, Kosmetika, etc.
09.06.	Graz, Österreich	Polymere, Lacke, Pharmazeutika, Kosmetika, etc.
28.10.	Düsseldorf (während der K 2010)	Polymere

Eine Gesamtübersicht unserer Veranstaltungen finden Sie unter:

www.netzsch-thermal-analysis.com/en/news/events

Veranstaltung	Datum	Ort
Praxistag: Thermische Analyse für Höchsttemperaturanwendungen	04.02.	TU Ilmenau, Institut für Werkstofftechnik
Pittcon 2010	01. - 04.03.	Orlando
analytica	23. - 26.03.	München
Thermal Methods Group (TMG) TAC-2010 Thermal Analysis and Calorimetry	30. - 31.03.	Aldermaston
Congress CBRATEC	25. - 28.04.	Sao Pedro
A-TESTex/Analitika	26. - 29.04.	Moskau
Forum LABO	01. - 04.06.	Paris
NATAS	15. - 18.08.	Philadelphia
Bondexpo	13. - 16.09	Stuttgart
analytica China	15. - 17.09.	Shanghai
K 2010	27.10. - 03.11.	Düsseldorf

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-thermal-analysis.com

Redaktion:
Dr. Gabriele Kaiser, Dr. Jürgen Blumm,
Stephan Knappe, Rolf Preuß, Doris Steidl
Konzept & Gestaltung:
Dagmar Dittmann
Copyright:
NETZSCH-Gerätebau GmbH, 01/10

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