



THERMAL TRENDS

6

Inhaltsverzeichnis

- L75 PT1600
- STA PT1000
- STA PT1600
- DSC PT1600
- TMA PT100
- Thermo KINETICS



Dilatometer L75 PT1600

Die Linseis Dilatomer Serie, ist in der gewohnten Qualität und Genauigkeit mit hochpräzisen LVDT – Sensoren aufgebaut und ausgestattet.

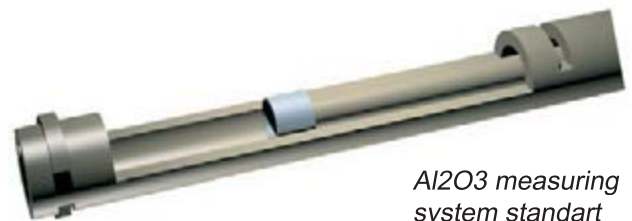
Zur einfachen Bedienung des Dilatomer trägt unter anderem die automatische Nullpunkt Einstellung des LVDT – Sensoren bei, um den gewählten Messbereich sowohl bei geringen Probenlängen (z.B. Folie) als auch bei langen Proben (bis 50mm) voll ausnützen zu können.

In der L75er Serie können Messungen unter Vakuum oder Gas durchgeführt werden, dabei sind jegliche erforderlichen Anschlüsse Serienmäßig vorhanden und bedienerfreundlich leicht zugänglich angeordnet.

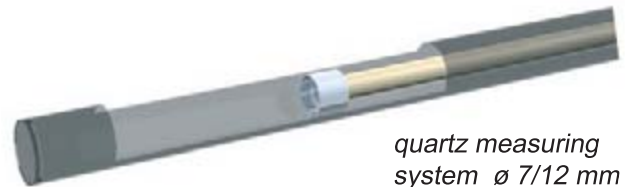
In der Standardausführung kann bis zu einem Vakuum von 10⁻³ mbar gefahren werden.

(Optional bis 10⁻⁵ mbar).

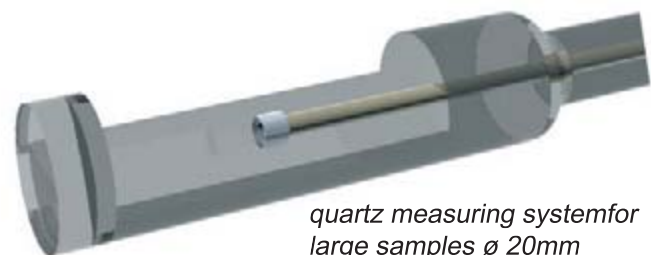
Durch einen Baukasten ähnlichen Aufbau der Dilatomer Anlage können verschiedene Meßsysteme und Öfen zum Einsatz kommen und auch Kombiniert werden.



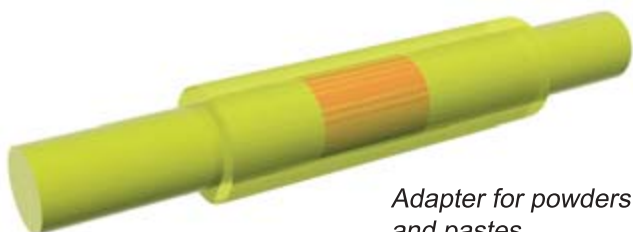
Al₂O₃ measuring system standart



quartz measuring system ø 7/12 mm



quartz measuring system for large samples ø 20mm



Adapter for powders and pastes



Al₂O₃ measuring system contact free

Data Acquisition Setup

Range	2.000 [K]	Duration	50.00 [min]
Sampling Interval	1.0 [sec]	End Temp.	465 [°C]
Sample		Reference	
Name	Zink	Name	empty
Mass [mg]	5.39	Mass [mg]	0.00
Data File	ZN-10-1.DPR	OK	Cancel
Zero File	ZERO-3.DNL	Save	Load
Operator	RR		
Laboratory	Linseis		
Comment	Defaults		
Atmosphere	Air		
Flow Rate	0.00		

Alle thermoanalytische Geräte der Firma Linseis werden über einen PC gesteuert, die einzelnen Software- Pakete sind lauffähig unter Windows 2000 / NT / XP.

Angaben im Setup – Menü

- Alle spezifischen Messparameter
- Individuelle Kommentare
- Sollwerte der Heiz-, Kühlraten
- Programmierung der Haltezeiten
- Wiederholung bis zu 99 mal der bis zu 16 programmierbaren Segmente

Software – Paket allgemein

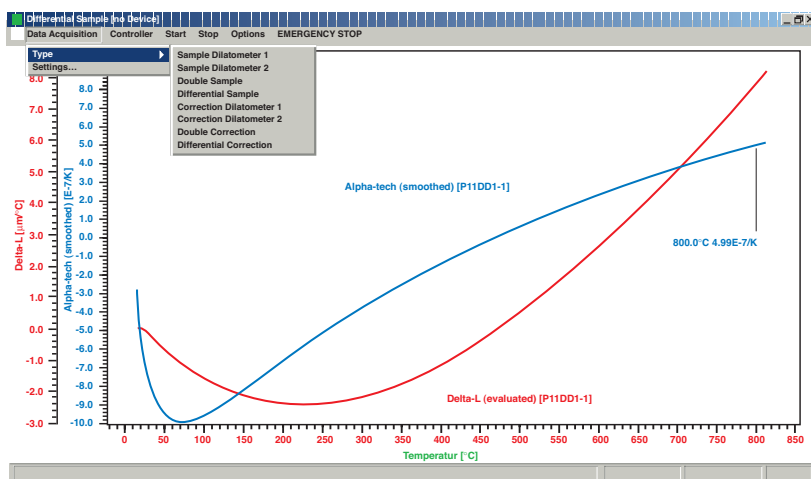
Die Funktionsmenüs der Software – Pakete für alle thermoanalytischen Geräte sind sehr ähnlich und übersichtlich aufgebaut.

Dadurch ergibt sich eine sehr gute Bedienerfreundlichkeit. Das Auswerteprogramm schließt nahtlos an die Erfassungssoftware an und dient zur Auswertung der angefallenen Messwerte.

Auswerte – Software

Dem Anwender wird ein umfangreiches Protokollierungs- und Archivierungssystem der angefallenen Messdaten geboten. Das Linseis Software- Paket ist in der Lage mehrere Programmteile für Thermowaagen-, Dilatometer- oder DSC/DTA Messungen gleichzeitig zu bedienen.

Daher ist es auch möglich, während eine Messung läuft, simultan mehrere Auswertungen im Hintergrund zu bearbeiten und/oder diese unabhängig über ein Ausgabe Gerät, wie zum Beispiel Drucker oder Plotter, auszugeben. Die Messdateien können im ASCII Format beliebig exportiert werden (z.B.EXCEL).



Horizontale - Dilatometer Öfen:

Temperatur	Type	Element	Atmosphäre	TC-Type
-150 – 500°C	L75/264	Thermo coax	inert, oxid., red., vac.	Type K
RT – 1000°C	L75/220	Kanthal	inert, oxid., red., vac.	Type K
RT – 1400°C	L75/230	Kanthal	inert, oxid., red., vac.	Type S
RT – 1600°C	L75/240	SiC	inert, oxid., red., vac.	Type S
RT – 2000°C	L75/260	Graphite	inert, red., vac.	Type C

Vertikale - Dilatometer Öfen:

Temperatur	Type	Element	Atmosphäre	TC-Type
-150 – 500°C	L75/264	Thermo coax	inert, oxid., red., vac.	Type K
RT – 1000°C	L75/220	Kanthal	inert, oxid., red., vac.	Type K
RT – 1400°C	L75/230	Kanthal	inert, oxid., red., vac.	Type S
RT – 1600°C	L75/240	SiC	inert, oxid., red., vac.	Type S
RT – 1750°C	L75/250	Pyrox/MoSi2	inert, oxid., red., vac.	Type B
RT – 2000°C	L75/260	Graphite	inert, red., vac.	Type C
RT – 2400°C	L75/270	Graphite	N2/Vac.	Pyrometer

Modelle	L 75 Horizontal	L 75 Vertikal
Temperatur Bereich	L75H x LT (-150 – 700)	L75V x LT (-150 – 700)
	L75H x 1000	L75V x 1000
	L75H x 1400	L75V x 1400
	L75H x 1600	L75V x 1600
	-----	L75V x 1750
	L75H x 2000	L75V x 2000
		L75V x 2400

x = S = single Dilatometer
x = D = doppel Dilatometer

Technische Daten:

• Temperatur Bereich	-150°C up to +2400°C
• Proben länge	up to 50 mm
• Proben Ø	7 or 12 mm
• Messbereich	100 µm up to 5000 µm
• Auflösung	0,125 nm/digit
• Gas	possible, oxid., red.
• Vakuum	10E-5 mbar
• Automat. Anpressdruck	0 - 1000 mN
• Kalibration Standarts	Al2O3, Sapphire, etc.

Bei der Thermogravimetrie (TG) wird die Masseänderung einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen.

Die dazu verwendete Waage mit allem zur Messung notwendigen Zubehör nennt man „Thermowaage“.

Die völlig neu entwickelte Platinium - Thermowaage PT1000 ist ein sehr kompaktes Messgerät zur simultanen Messung von TG/DSC- Messkurven.

Es gibt zwei Ausführungen, einmal für TG - Messungen und einmal für simultane TG – DSC/DTA Messungen.

Bei der Entwicklung dieses Gerätes wurde besonderer Wert auf die Robustheit und Vielseitigkeit gelegt.

Typische Anwender

- Kunststoffindustrie
- Kautschukindustrie
- Pharmaindustrie
- Lebensmittelindustrie
- Farben- und Lackindustrie



Bild: STA PT1000

Durch die Kombination von TG mit DTA oder DSC erhält man ein breites Spektrum an Informationen.

TG

- Masseänderung
- Absolute Probertemperatur



DSC

- Enthalpie, Schmelzpunkt
- Spezifische Wärme
- Glasspunkt
- Kristallinität
- Reaktionsenthalpie
- Wärmebeständigkeit
- Oxidation Stabilität
- Alterung
- Reinheit
- Phase Umwandlung
- Solidus / Liquidus - Verhältnis
- Eutecticum
- Polymorphie
- Produkterkennung



Software

Alle LINSEIS Instrumente sind PC gesteuert.

Die Individuellen Softwaremodule laufen ausschließlich unter dem Microsoft® Windows® Betriebssystem.

Die komplette Software besteht aus 3 Modulen:

- Temperaturüberwachung
- Datenerfassung
- Datenauswertung

Die 32 Bit Software enthält alle wesentlichen Eigenschaften für Messvorbereitung, -durchführung und -auswertung einer Thermogravimetrischen Applikation.

Dank der Anregung unserer Kunden und Applikationsexperten war LINSEIS in der Lage, eine äußerst bedienerfreundliche und verständliche Software zu entwickeln.

Features Software

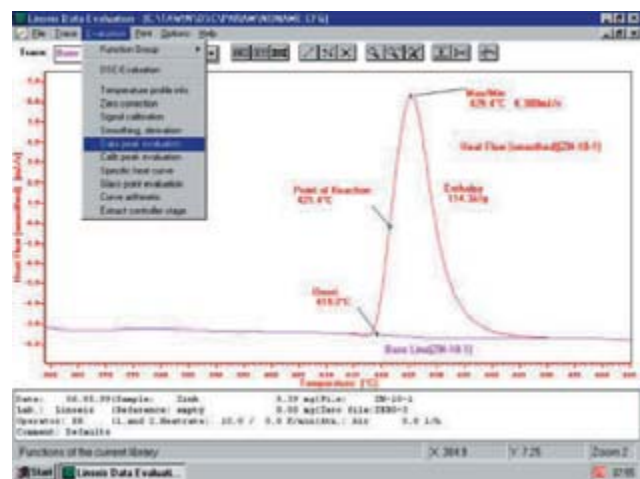
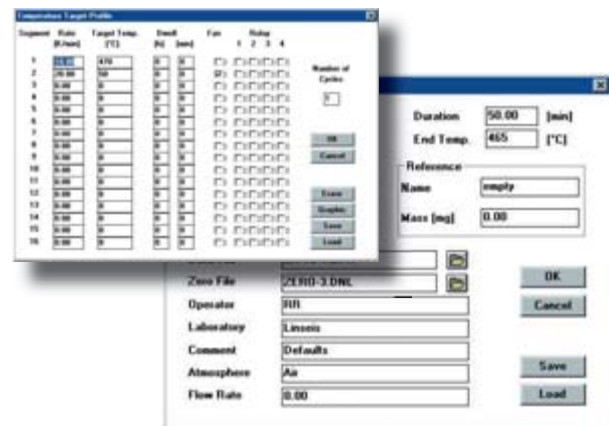
- Texteditierung möglich
- Datensicherheit im Falle des Stromausfalls
- Thermoelement Bruchschutz
- Messwiederholung mit minimaler Parametereingabe
- Auswertung der gegenwärtigen Messung
- Kurvenvergleich von bis zu 32 Kurven
- Ablage und Export von Auswertungen
- Export und Import von Daten ASCII
- Daten exportieren in MS Excel
- Multi-Methoden Analyse (DSC, TG, TMA, DIL, etc.)
- Zoomfunktion
- 1 und 2Ableitung
- Programmierbare Gassteuerung
- Statistisches Auswertungspaket
- Freie Skalierung

TG - Eigenschaften

- Masseänderung als % und mg
- Rate Controlled Mass Loss
- Auswertung des Masseverlustes
- Verbleibende Masse

DSC- Eigenschaften

- Glasübergangstemperatur
- Kurven Subtraktion
- Komplexe Peak Auswertung
- Mehrpunktkalibrierung für Probenentemperatur
- Mehrpunktkalibrierung für Enthalpieänderung
- Cp - Kalibrierung für Wärmefluß
- Cp - Auswertung
- Enthalpie Auswertung



Folgende Features zeichnen die LINSEIS TG/STA PT1000 aus:

- Hochgeschwindigkeits- 1000°C-Ofen
- Übertreffende Aufheiz- und Abkühlgeschwindigkeit
- Auflösung von 0.5 µg (Mikrogramm)
- Messbereiche von 2,5 mg, 25 mg, 250 mg und 2500 mg
- Simultane Messung von TG – DSC/DTA
- Voll automatisches Tara zum Abgleich der Einwaage
- Max. Probengewicht: 10 g
- Standardmäßig dynamische Gasatmosphären
- Kein Kühlwasser notwendig
- Computeranschluß über Standard USB-port
- Integriertes Control panel mit digitaler Temperatur- und Gewichtsanzeige
- Optionale Aufrüstung mit automatischem Probenwechsler
- Optionale Kopplung für FTIR und MS vorgesehen

Spezifikation	Platinum 1000	Platinum 1600
<i>Temperature features</i>		
Temperature range	RT – 1000°C	-150 ... 1750°C
Temperature accuracy	+/- 0.25°C	+/- 0.3°C
Temperature reproducibility	+/- 0.2°C	+/- 0.3°C
Heating rate	100K/min	50K/min
Cooling rate 1000 – 50°C	< 15 min	< 35 min
<i>Balance</i>		
Sample weight (max.)	10g	25g
Resolution	0.5 µg	0.5 µg
RMS noise	< 1µg	< 1µg
Accessories		
<i>DSC</i>		
DSC resolution	0.3, 0.4, 1µW	0.3, 0.4, 1µW
DSC RMS noise	4, 6, 17.5µW	4, 6, 17.5µW
DSC sensor type	E, K, S	E, K, S, B
<i>DTA</i>		
DTA Sensitivity	0.05µV	0.05µV
Coupling	MS/FTIR	MS/FTIR

Bei der Thermogravimetrie (TG) wird die Masseänderung einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen.

Die dazu verwendete Waage mit allem zur Messung notwendigen Zubehör nennt man „Thermowaage“.

Die völlig neu entwickelte Platinum - Thermowaage PT1600 ist ein sehr kompaktes Messgerät zur simultanen Messung von TG - DSC/DTA Messkurven.

Es gibt zwei Ausführungen, einmal für TG - Messungen und einmal für simultane TG – DSC/DTA Messungen.

Bei der Entwicklung dieses Gerätes wurde besonderer Wert auf die Robustheit und Vielseitigkeit gelegt.

Aufgrund seiner überragenden Leistung, Benutzerfreundlichkeit und Modularität ist die STA PT1600 ein unentbehrliches Werkzeug für jeden thermoanalytischen Benutzer.



Typische Anwender

- Kunststoffindustrie
- Kautschukindustrie
- Pharmaindustrie
- Lebensmittelindustrie
- Farben- und Lackindustrie



Bild: STA PT1600

Durch die Kombination von TG mit DTA oder DSC erhält man ein breites Spektrum an Informationen.

TG

- Masseänderung
- Absolute Probenentemperatur



DSC

- Enthalpie, Schmelzpunkt
- Spezifische Wärme
- Glasspunkt
- Kristallinität
- Reaktionsenthalpie
- Wärmebeständigkeit
- Oxidation Stabilität
- Alterung
- Reinheit
- Phase Umwandlung
- Solidus / Liquidus - Verhältnis
- Eutecticum
- Polymorphie
- Produkterkennung



Software

Alle LINSEIS Instrumente sind PC gesteuert.

Die Individuellen Softwaremodule laufen ausschließlich unter dem Microsoft® Windows® Betriebssystem.

Die komplette Software besteht aus 3 Modulen:

- Temperaturüberwachung
- Datenerfassung
- Datenauswertung

Die 32 Bit Software enthält alle wesentlichen Eigenschaften für Messvorbereitung, -durchführung und -auswertung einer Thermogravimetrischen Applikation.

Dank der Anregung unserer Kunden und Applikationsexperten war LINSEIS in der Lage, eine äußerst bedienerfreundliche und verständliche Software zu entwickeln.

Features Software

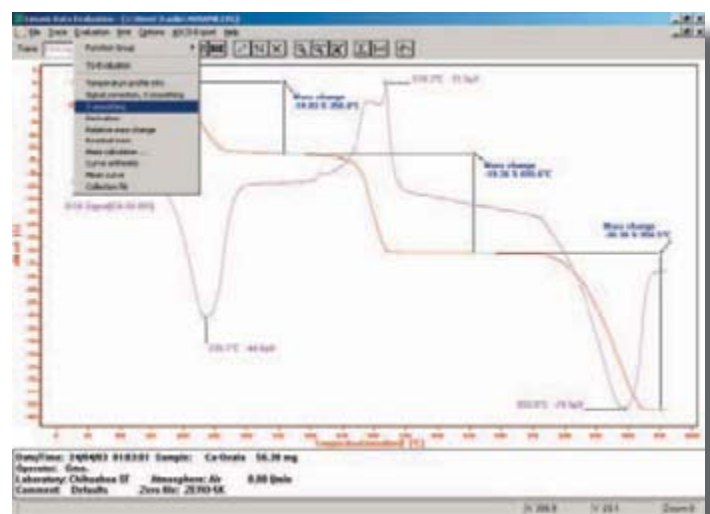
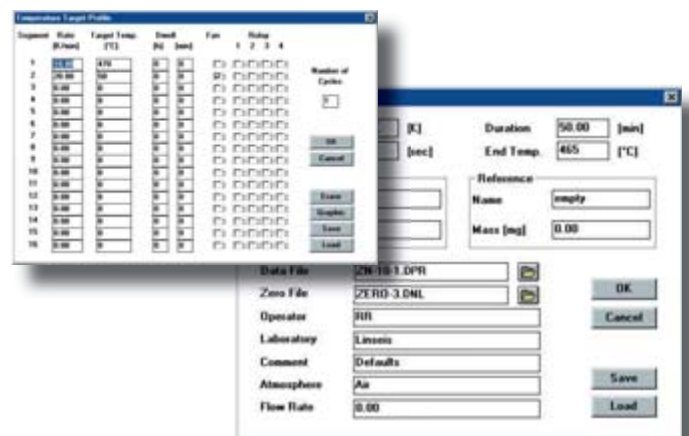
- Texteditierung möglich
- Datensicherheit im Falle des Stromausfalls
- Thermoelement Bruchschutz
- Messwiederholung mit minimaler Parametereingabe
- Auswertung der gegenwärtigen Messung
- Kurvenvergleich von bis zu 32 Kurven
- Ablage und Export von Auswertungen
- Export und Import von Daten ASCII
- Daten exportieren in MS Excel
- Multi-Methoden Analyse (DSC, TG, TMA, DIL, etc.)
- Zoomfunktion
- 1 und 2 Ableitung
- Programmierbare Gassteuerung
- Statistisches Auswertungspaket
- Freie Skalierung

TG - Eigenschaften

- Masseänderung als % und mg
- Rate Controlled Mass Loss
- Auswertung des Masseverlustes
- Verbleibende Masse

DSC - Eigenschaften

- Glasübergangstemperatur
- Kurven Subtraktion
- Komplexe Peak Auswertung
- Mehrpunktkalibrierung für Proben temperatur
- Mehrpunktkalibrierung für Enthalpieänderung
- Cp - Kalibrierung für Wärmefluß
- Cp - Auswertung
- Enthalpie Auswertung



Messsystem

Alle Messsysteme sind leicht austauschbar um benutzerfreundliche und schnelle Messsystemwechsel sicherzustellen.

Vakuum und kontrollierte Atmosphären:

Die Konstruktion der LINSEIS PT1600 gewährleistet Messungen unter Vakuum ($10E-5$ mbar) und statischen oder dynamischen Gasatmosphären im gesamten Temperaturbereich.

Ofenprogramm

Die TG/STA - PT1600 kann mit vier vom Benutzer austauschbaren Öfen ausgerüstet werden.

Dieses erlaubt Messungen im Temperaturbereich von -150 bis 1750 °C.

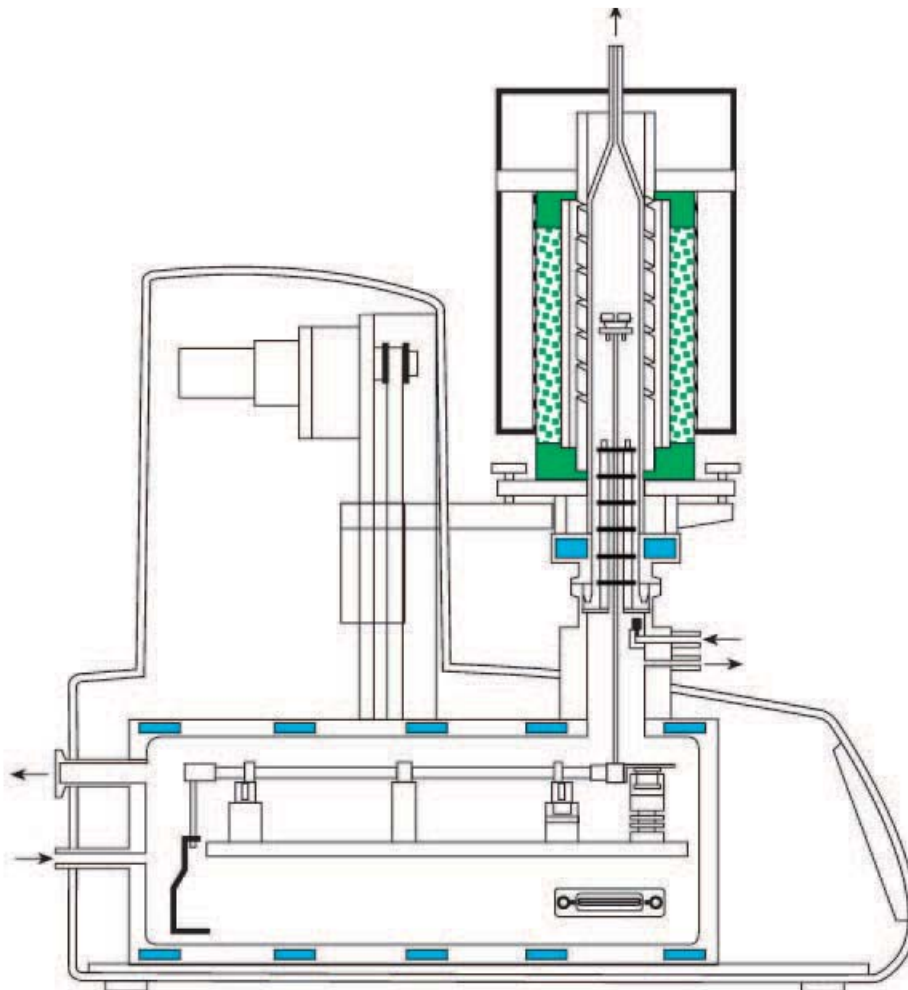
Beim Design der Öfen wurde Wert auf schnelle Heiz- und Kühlraten sowie eine äußerst stabile und reproduzierbare Basislinie gelegt.

Probenhalter

Eine Vielzahl von Probenhaltern in den unterschiedlichsten Konfigurationen ist vorhanden. Aufgrund der hohen Einwaage (bis zu 25g) bietet dieses System gerade bei heterogenen Proben einen unschätzbaren Vorteil.

Optionen für die PT1600

(KREG) Flüssigstickstoff – Kühlsystem, Turbomolekularpumpe für die Messung unter Hochvakuum und reinsten Gasatmosphären



Specifikation	Platinum 1000	Platinum 1600
<i>Temperature features</i>		
Temperature range	RT – 1000°C	-150 ... 1750°C
Temperature accuracy	+/- 0.25°C	+/- 0.3°C
Temperature reproducibility	+/- 0.2°C	+/- 0.3°C
Heating rate	100K/min	50K/min
Cooling rate 1000 – 50°C	< 15 min	< 35 min
<i>Balance</i>		
Sample weight (max.)	10g	25g
Resolution	0.5 µg	0.5 µg
RMS noise	< 1µg	< 1µg
Accessories		
<i>DSC</i>		
DSC resolution	0.3, 0.4, 1µW	0.3, 0.4, 1µW
DSC RMS noise	4, 6, 17.5µW	4, 6, 17.5µW
DSC sensor type	E, K, S	E, K, S, B
<i>DTA</i>		
DTA Sensitivity	0.05µV	0.05µV
Coupling	MS/FTIR	MS/FTIR

Die Dynamische Wärmestrom – Differenz – Kalorimetrie (DDK, englisch DSC) ist eine sehr weit verbreitete Methode zur Bestimmung von Umwandlungstemperaturen und Enthalpieänderungen an Feststoffen und Flüssigkeiten bei kontrollierter Temperaturänderung.

Das Funktionsprinzip ist die Messung des Wärmeflusses zwischen der Probe und einer Referenz. Dies geschieht über eine definierte Wärmeleitstrecke.

Der Wärmefluß wird in Abhängigkeit von einer äußeren Temperaturänderung aufgezeichnet.

Mit der DSC PT1600 können annähernd alle kalorischen Effekte, die in Werkstoffen auftreten, erfasst und quantifiziert werden.

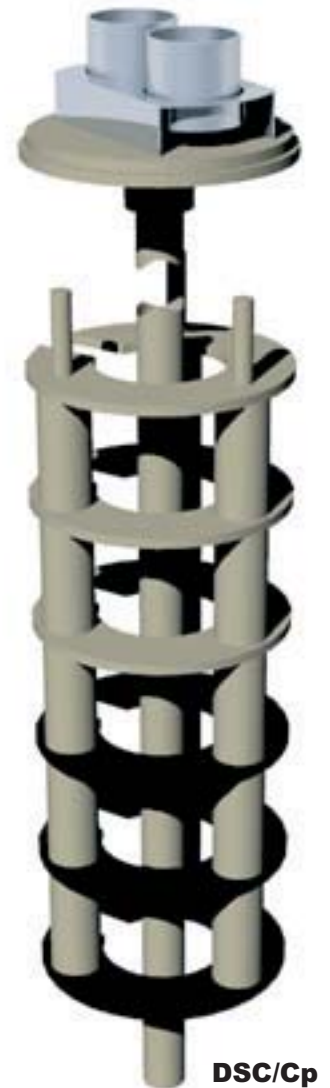


Bild: DSC PT1600

Applikationen

- Enthalpie
- Schmelztemperatur
- Reinheitsbestimmung
- Phasendiagramme
- Phasenumwandlungen
- Phasenbildungen
- Glasübergänge
- Kristallisationsverhalten

Software

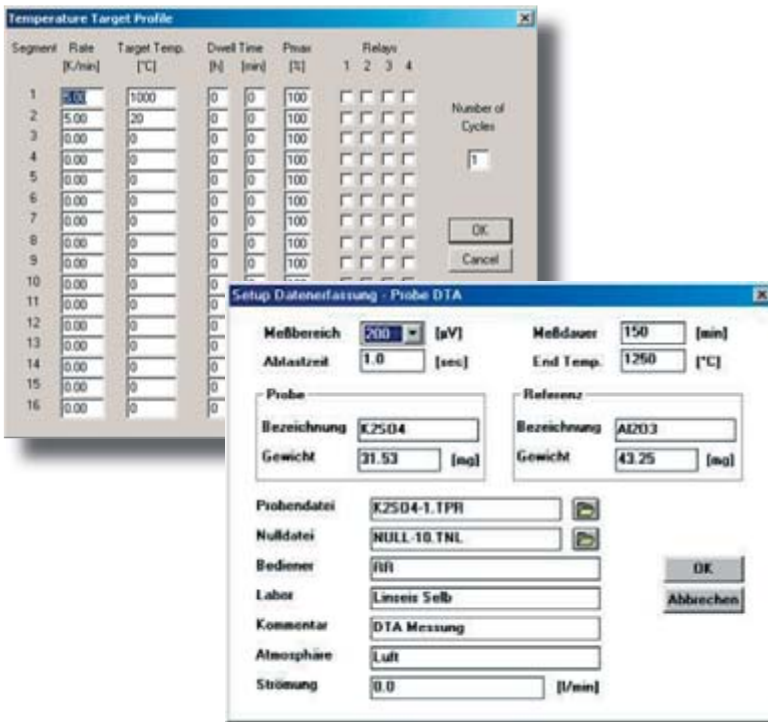
Alle LINSEIS Instrumente sind PC-gesteuert. Die Individuellen Softwaremodule laufen ausschließlich unter dem Microsoft® Windows® Betriebssystem.

Die komplette Software besteht aus 3 Modulen:

- Temperaturüberwachung
- Datenerfassung
- Datenauswertung

Die 32 Bit Software enthält alle wesentlichen Eigenschaften für Messvorbereitung, -durchführung und -auswertung einer DSC Applikation.

Dank der Anregung unserer Kunden und Applikationsexperten war LINSEIS in der Lage, eine äußerst bedienerfreundliche und verständliche Software zu entwickeln.

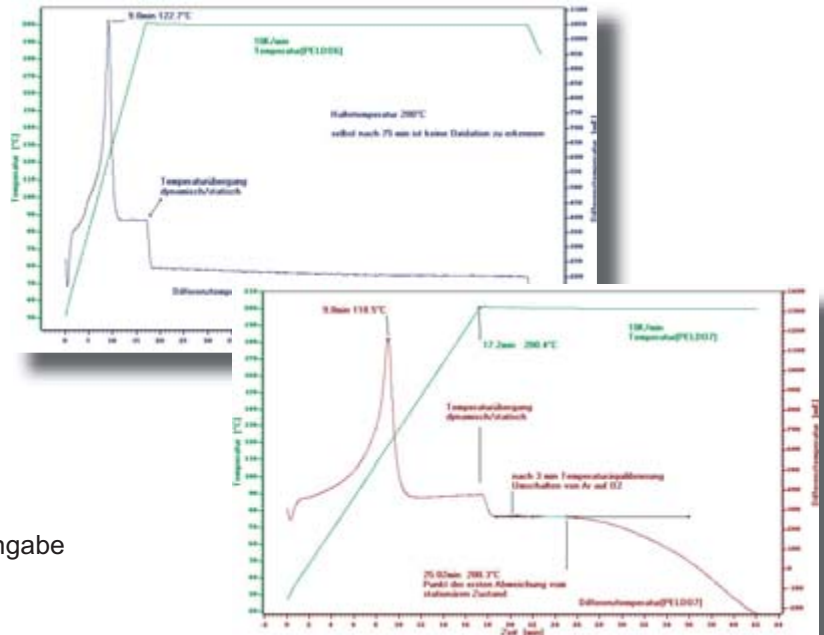


DSC - Eigenschaften :

- Glasübergangstemperatur
- Kurven Subtraktion
- Komplexe Peak Auswertung
- Mehrpunktkalibrierung für Proben temperatur
- Mehrpunktkalibrierung für Enthalpieänderung
- Cp - Kalibrierung für Wärmefluß
- Cp - Auswertung
- Enthalpie Auswertung

Features Software

- Texteditierung möglich
- Datensicherheit im Falle des Stromausfalls
- Thermoelement Bruchschutz
- Messwiederholung mit minimaler Parametereingabe
- Auswertung der gegenwärtigen Messung
- Kurvenvergleich von bis zu 32 Kurven
- Ablage und Export von Auswertungen
- Export und Import von Daten ASCII
- Daten exportieren in MS Excel
- Multi-Methoden Analyse (DSC, TG, TMA, DIL, etc.)
- Zoomfunktion
- 1 und 2 Ableitung
- Programmierbare Gassteuerung
- Statistisches Auswertungspaket
- Freie Skalierung



Öfen

Unterschiedliche Öfen im Temperaturbereich von -170°C bis 1750°C.

Technische Daten

Temperature range	-150 ... 1750°C
Heating/Cooling rates	0,1 up to 50°C/min
Temperature accuracy	+/-0,5°C (substance calibration)
Time constant	7 s
Resolution	0.3, 0.4, 1µW*
RMS Noise	4, 6, 17.5µW*
Data acquisition rate	0,1 s up to 3600 s / data point
Atmospheres	N2, Argon, O2 etc., reducing and oxidizing
Measuring range	+/-250 ... +/-5000mW
Calibrations material included	
Calibration: recommended 6 month interval	

* Depends on Sensor

TMA / DTMA

Die Thermo Mechanische Analyse ist eine ausgezeichnete Methode, um die physikalischen Eigenschaften von Polymeren zu bestimmen.

Es gibt vielfältige Anwendungsbeispiele, wo es notwendig ist, die mechanischen Eigenschaften eines Materials zum Zwecke der Qualitätskontrolle zu bestimmen.

In vielen Fällen ist es notwendig, durch eine standardisierte Testprozedur festzustellen, ob ein Material den Ansprüchen genügt oder nicht.

Zusätzlich zu diesen Möglichkeiten ist es mit der TDMA möglich, durch Alterungsstudien das Langzeitverhalten von Materialien zu charakterisieren.



Bild: TMA PT100

Die TMA liefert unter den zu Verfügung stehenden Thermoanalytischen Testmethoden die höchste Auflösung, um schwache Veränderungen an Materialien zu beschreiben.

Zudem erhält man nützliche Informationen über die Steifheit oder das Dämpfungsverhalten, bzw. die energieaufnehmenden Eigenschaften eines Materials, sowohl als Funktion der Temperatur, als auch der Frequenz. Bei der Dynamisch Mechanischen Analyse wird ein sinusförmige Kraft (Rechteck- oder Dreiecksignal) auf die Probe ausgeübt. Anschließend wird die resultierende Antwort des Materials gemessen.

Die Antwort auf das angelegte Signal kommt zeitlich verzögert vom Material zurück und die Verzögerung wird beschrieben durch die Phasenverschiebung .



Das Verhältnis aus der dynamischen Deformationskomponente zu der elastischen Spannung beinhaltet eine komplexe Größe E^* , die sich in einen Realteil E' (Speichermodul) und einen Imaginärteil E'' (Verlustmodul) aufspaltet.

Der Speichermodul beschreibt das Vermögen des Materials Energie zu speichern und steht in Beziehung zu seiner Steifheit.

Der Verlustmodul beschreibt den Anteil der zugeführten mechanischen Energie, die in der Probe in Wärme umgewandelt wird.

Alle viscoelastischen Materialien, einschl. aller Polymere zeigen ein Zeit- und Temperaturabhängiges Verhalten.

Dies läßt sich sehr gut durch DTMA-Untersuchungen darstellen.

Die DTMA mißt die Temperatur des Glasüberganges bei der ein Material vom harten und brüchigen Zustand in den weichen und flexiblen Zustand übergeht.

Diese Messungen sind nützlich, um die Auswirkung von Rezepturveränderungen auf die Steifheit des Materials als Funktion der Temperatur oder Zeit zu beeinflussen.

Meßsysteme



Die komplette Anlage besteht aus Grundgerät mit Meßkopf und Ofen, Verstärker sowie Steckkartenregler für den PC.

Das Grundgerät ist immer für statische und Wechsellast ausgelegt. Vacuumanschluss und entsprechende Ein- und Auslässe für Spül- bzw. Schutzgas sind vorhanden.

Die automatische Nullpunkteinstellung ist serienmäßig.

Automatische Probenlängenmessung ist als Option erhältlich.

Ausserdem ist eine geregelte Abkühlung bis -150°C möglich (Option).

Software

Das Linseis Erfassungs- und Auswertungsprogramm unter MS-WINDOWS bietet dem Anwender ein umfangreiches Protokollierungs- und Archivierungssystem der durchgeführten Messungen an.

Das Linseis Softwarepaket unter MS-WINDOWS ist in der Lage mehrere Programmteile für TMA/TDMA-, Thermowagen-, Dilatometer- oder DSC Messungen gleichzeitig zu bedienen.

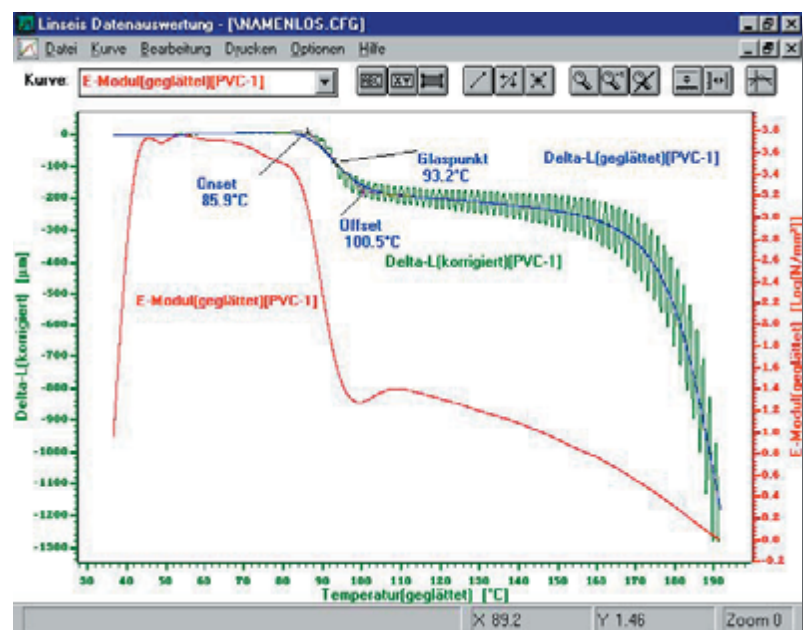
Daher ist es möglich, während eine Messung läuft, Auswertungen im Hintergrund zu bearbeiten und/oder diese unabhängig über den WINDOWS-Druckmanager drucken oder zu plotten.

Die Meßdateien können im ASCII Format beliebig exportiert werden (z.B. Excel).

Die TMA/TDMA kann mit der Option der automatischen Probenlängenmessung ausgestattet werden

TMA / DTMA Software Features

- Alle spezifischen Messparameter der Datenerfassung
- Protokollangaben mit individuellen Kommentaren
- Sollwerte der Heiz- und Kühlraten mit entsprechenden Haltezeiten
- Wiederholung bis zu 99 mal der bis zu 16 programmierbaren Segmente
- Die Funktionsmenüs für alle Linseis Thermoanalytischen Geräte sind sehr ähnlich aufgebaut
- Bedienerfreundlichkeit des Linseis Software Paketes erfordert vom Anwender keine langen Lernzeiten um komplexe Messungen mit den dazugehörigen Auswertungen durchführen zu können

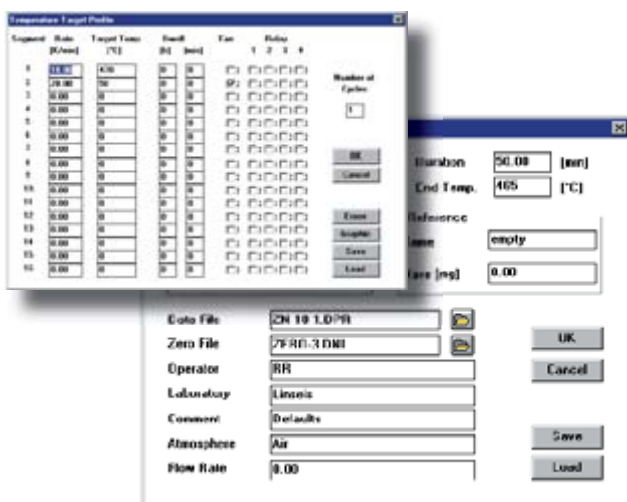


Programmierung der Erfassung

In diesem Menü werden alle Parameter einer Messung festgehalten wie z.B.: Probenname, Bediener, Empfindlichkeit, Abtastrate, autom. Kriterien zum Beenden einer Messung etc.

Ofenprogrammierung

In diesem Menü werden die Aufheizgeschwindigkeit, die Zieltemperatur, und die Haltezeit eingegeben. Es können bis zu 16 Segmente programmiert werden, die bis zu 99 Zyklen durchlaufen. Außerdem können 4 Relaisausgänge geschaltet werden, die z.B. zur Gassteuerung benutzt werden.

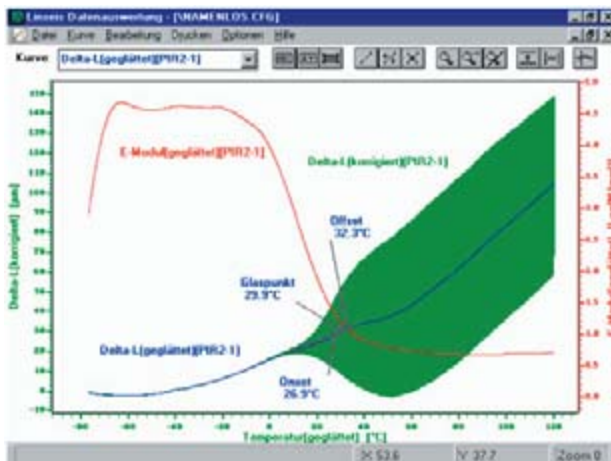


Elastomer

Elastomer der speziell für den Einsatz bei Temperaturen über den Nullpunkt entwickelt wurde.

Der Glaspunkt liegt bei 29,9 °C.

Bei weiterer Temperaturerhöhung ist eine weitere Ausdehnung des Materials im elastischen Bereich zu sehen. Der plastische Bereich wird hierbei nicht erreicht.

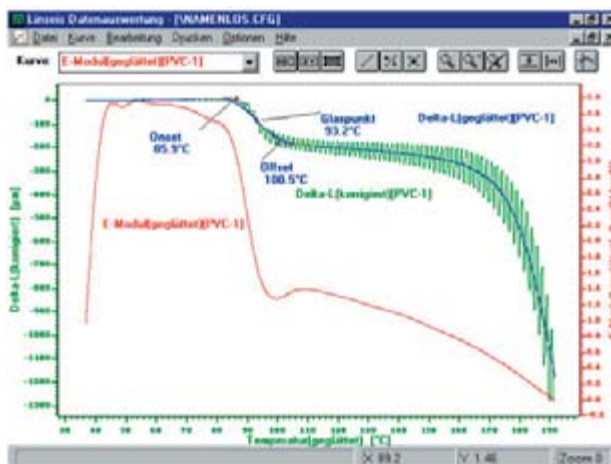


Hart PVC

Die Auswertung einer Hart - PVC Probe ab Raumtemperatur gezeigt.

Der Glaspunkt liegt bei 93,2 °C.

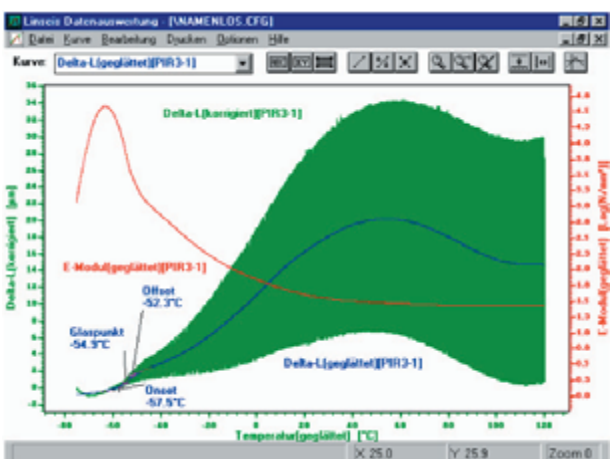
Der elastische Bereich geht bis ca. 150 °C, danach sieht man sehr deutlich den Übergang in den plastischen Bereich.



Silikon Kautschuk

Die Auswertung eines Silikonkautschuks zeigt, der speziell für den Einsatz bei tiefen Temperaturen entwickelt wurde. Der Glasübergang liegt bei - 54,9 °C. Desweiteren ersichtlich ist das E-Modul über den gesamten Temperaturbereich und die gemittelte Längenänderung.

Die Längenänderung zeigt bis ca. 50 °C eine Ausdehnung (elastischer Bereich), danach den Übergang in den plastischen Bereich.



	TMA-PT10	TMA-PT100	TMA-PT1600
Temperature Range	-30 up to +70°C	-150 up to 1000°C	RT up to 1600°C
Max. Sample size	50mm	30mm	50mm
Measurement precision	+/- 0,1%	+/- 0,1%	+/- 0,1%
Resolution	0,2nm	0,2nm	0,2nm
RMS Noise	3,5nm	3,5nm	3,5nm
Dynamic baseline drift	<1um	<1um	<1um
Force range	0,001 to 1 N	0,001 to 1N	0,001 to 1N
Force resolution	0,001 N	0,001 N	0,001 N
Frequency		0,01 to 1 Hz	Optional
Mass Flow Control	Optional	Optional	Optional
Atmosphere	Air	Inert, oxid. red.,vac.	Inert, oxid. red.,vac.

Operation Modes

Standard	Included	Included	Included
Stress/Strain		Included	Optional
Creep		Included	Optional
Stress Relaxation		Included	Optional
Dynamic TMA		Included	Optional

Optional

Dta feature	Optional	Optional	Optional
-------------	----------	----------	----------

ADVANCED TOOLS FOR THERMAL AGEING AND SAFETY ANALYSIS

B. Roduit⁽¹⁾, Ch. Borgeat⁽¹⁾, B. Berger⁽²⁾, P. Folly⁽²⁾, J.N. Aebischer⁽³⁾, H. Fierz⁽⁴⁾ and F. Stoessel⁽⁴⁻⁵⁾

⁽¹⁾ Advanced Kinetics and Technology Solutions (AKTS AG) TECHNO-Pôle, CH-3960 Siders - <http://www.akts.com>

⁽²⁾ armasuisse, Science and Technology Centre, CH-3602 Thun - <http://www.armasuisse.ch>

⁽³⁾ University of Applied Sciences of Western Switzerland, CH-1705 Fribourg - <http://www.eif.ch>

⁽⁴⁾ Swiss Institute for the Promotion of Safety & Security (SWISSI), CH-4002 Basel - <http://www.swissi.ch>

⁽⁵⁾ Swiss Federal Institute of Technology (EPFL), Institute of Process Sciences, CH-1015 Lausanne - <http://www.epfl.ch>

INTRODUCTION

Generally, all energetic materials evolve heat during decomposition. Processing, design, quality control, and operational applications all require an understanding of thermal hazards and an ability to predict safety limits and decomposition process in extended temperature ranges [1,2].

Several methods have been presented for predictions of the reaction progress of exothermic reactions under heat accumulation conditions [3]. However, because decomposition reactions usually have a multi-step nature, the accurate determination of the kinetic characteristics strongly influences the ability to correctly describe the progress of the reaction [4,5]. The use of simplified and conservative kinetic models for the assessment of runaway reactions leads to economic drawbacks, since they result in unnecessary large safety margins.

Applying the results obtained by :

- DTA (Differential Thermal Analysis)
- DSC (Differential Scanning Calorimetry)
- TG (Thermogravimetry)
- EGA (Evolved Gas Analysis MS or FTIR)

advanced numerical techniques such as AKTS-Thermokinetics and AKTS-Thermal Safety Software enable prediction of the reaction progress of materials in broad temperature range. In fact, numerical simulations are used to replace experiments in situations, which are not directly accessible to the experiment for timing or safety reasons.

ANALYSIS PROCESS

As a general rule, solid state reactions demonstrate profound multi-step characteristics as presented in figure 1. The assumption that the decomposition of an energetic material will obey a simple rate law is not often true. Using for example DSC data, the analysis process requires determination of the kinetic characteristics of the reaction.

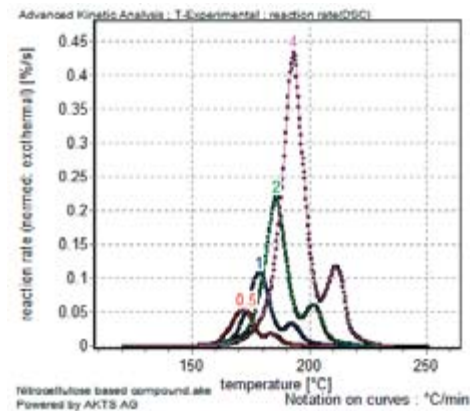


Figure 1: Analysis process. Normalized DSC-signals of a nitrocellulose based compound as a function of the temperature for a reaction involving at least two exothermic events. Experimental data are represented as symbols, solid lines represent the calculated signals. The values of the heating rate in °C/min are marked on the curves.

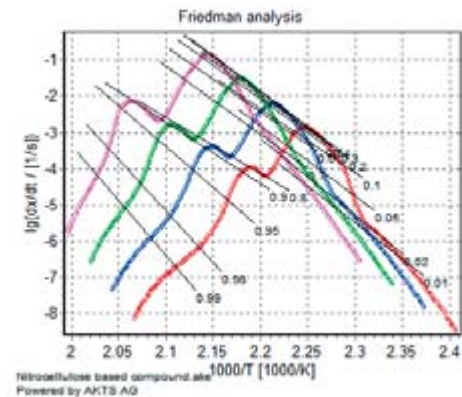


Figure 2: Friedman analysis of the examined material.

Friedman analysis, based on the Arrhenius equation, applies the logarithm of the conversion rate dx/dt as a function of the reciprocal temperature at different degrees of the conversion.

$$\ln \frac{dx}{dt} = \ln(A) - \frac{E}{RT_{i,j}} + \ln(f(x_i))$$

with i : index of conversion, j : index of heating rate, $f(x)$ the function dependent on the decomposition mechanism. As $f(x)$ is constant at each conversion degree x_i , the method is so-called 'isoconversional'.

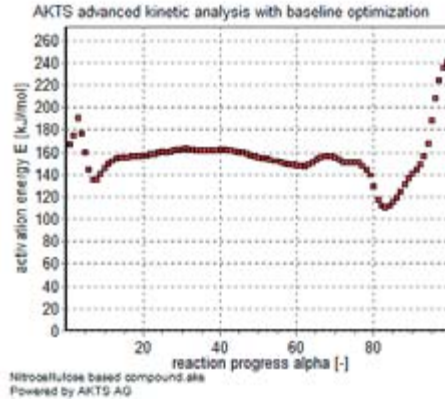


Figure 3: Activation energy as a function of the reaction progress for decomposition of the high energetic material (DSC closed crucibles).

The accurate determination of the kinetic parameters and optimization of the baseline which enable the correct fit of the experimental data is a prerequisite for prediction of the reaction progress under any new temperature profile (see figure 4).

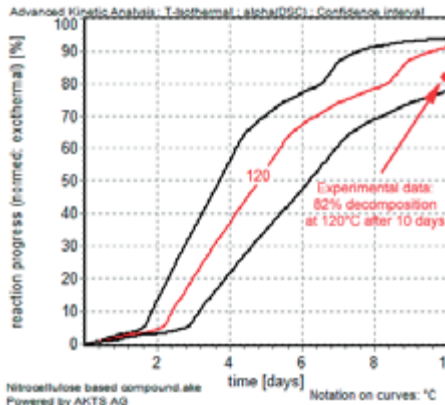


Figure 4: Prediction of the reaction extent (DSC, normalized signals) and confidence interval of a nitrocellulose based substance as a function of time under isothermal conditions ($T = 120^\circ\text{C}$). These values indicate that there is a 95% probability that the reaction progress after 10 days exposure at 120°C is greater than 77 and lower than 93%. These values are in good agreement with a subsequent measurement under isothermal conditions (82% decomposition at 120°C after 10 days).

TMR_{ad} SAFETY MARGINS & HEAT ACCUMULATION CONDITIONS

The calculated kinetic parameters can be subsequently employed to predict the reaction progress of the investigated samples under any given temperature mode. For chemical process safety adiabatic conditions are used for the prediction of the Time to Maximum Rate under adiabatic conditions (TMR_{ad}).

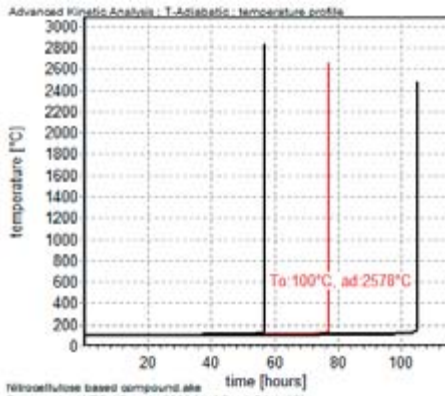


Figure 5: Adiabatic runaway curves showing the confidence interval for the prediction ($T_{\text{beg}}=100^\circ\text{C}$ and $\Delta T_{\text{ad}}=\Delta H/c_p=2578\pm 173^\circ\text{C}$).

The second field of application for numerical simulation techniques in process safety is the solution of partial differential equations as they are encountered in heat conduction problems. These problems arise when heat accumulation situations are to be analyzed [6].

$$\frac{dT}{dt} = \frac{\lambda}{c_p \rho} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 T}{\partial y^2} \right) \quad (\text{cartesian}) \quad \frac{dT}{dt} = \frac{\lambda}{c_p \rho} \left(\frac{\partial^2 T}{\partial r^2} + \frac{1}{r} \frac{\partial T}{\partial r} \right) \quad (\text{cylindrical})$$

Applications of Finite Element Methods (FEM) and accurate kinetic description enable the determination of the effect of scale, geometry, heat transfer (isolation), thermal conductivity and ambient temperature on the heat accumulation conditions. In fact, the assumption that it is safe to handle an energetic material at any temperature below the first appearance of an exothermic signal on the DSC curve can be often false. The highest safe temperature for handling any energetic material depends on several factors such as its size, shape, and previous thermal history. Due to insufficient thermal convection and limited thermal conductivity, a progressive temperature increase in the sample can easily take place, resulting in a thermal explosion. Safe operating conditions with tailored safety margins can be defined using numerical simulation. Presented examples illustrate a slow cook-off experiment and the calculations performed on pressed PBX.

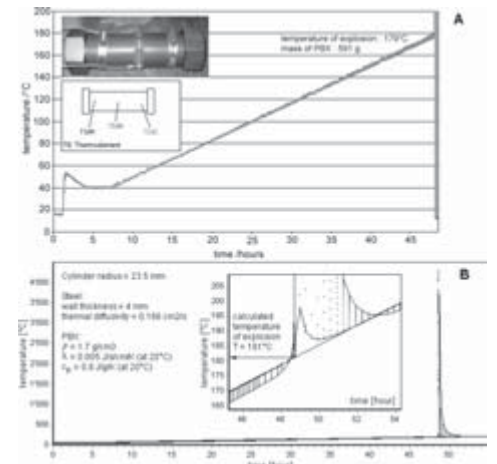


Figure 6: Slow cook-off experiments of pressed PBX based on 94% RDX (A) and simulation (B). As presented in the inset, the predicted temperature of explosion was 181°C . It is in good agreement with the slow cook-off experiments (179°C).

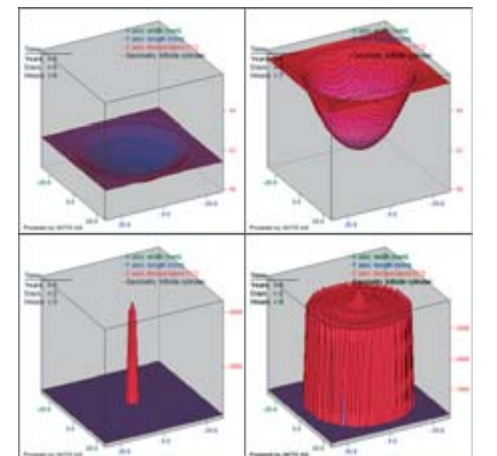


Figure 7: 3D calculations representing the different stages of the slow cook-off performed on pressed PBX.

CONCLUSIONS

Employing effective and efficient mathematical modeling, advanced kinetic analysis enables the calculations of the progress of decomposition reactions under temperature conditions different from those at which the original examinations were carried out. Applications of Finite Element Methods (FEM) and accurate kinetic description enable determination of the effect of scale, geometry, heat transfer, thermal conductivity and ambient temperature on the heat accumulation conditions.

REFERENCES

- [1] Stoessel F, Steinbach J, Eberz A: Plant and process safety, exothermic and pressure inducing chemical reactions. In: Ullmann's encyclopedia of industrial chemistry. Weise E (Eds), VCH, Weinheim (1995):343-354.
- [2] Keller A, Stark D, Fierz H, Heinze E, Hungerbuehler K: Estimation of the TMR using dynamic DSC experiments. Journal of Loss Prevention in the Process Industries (1997) 10(1):31-41.
- [3] D.A. Frank-Kamenetskii, Diffusion and Heat Transfer in Chemical Kinetics, Plenum Press, New York, London, 1969.
- [4] B. Roduit, Prediction of the progress of solid state reaction under different temperature modes, Thermochim. Acta, 388 (2002) 377.
- [5] B. Roduit, Computational aspects of kinetic analysis. Part E: The ICTAC Kinetics Project - Numerical techniques and kinetics of solid state processes, Thermochim. Acta 355, 171-180, 2000.
- [6] Gygax, R., Thermal Process Safety, Data Assessment, criteria, measures, ed. ESCIS. Vol. 8, 1993, Lucerne: ESCIS.
- [7] <http://www.akts.com> (AKTS-Thermokinetics and AKTS-Thermal Safety Software)

LINSEIS

LINSEIS GmbH	LINSEIS Inc.
Vielitzerstr. 43	20 Washington Road
95100 Selb	P.O.Box 666
Germany	Princeton-Jct. NJ 08550
Tel.: (+49) 9287-880 - 0	Tel.: (609) 799-6282
Fax: (+49) 9287-70488	Fax: (609) 799-7739
E-mail: info@linseis.de	E-mail: info@linseis.com

Products: DIL, TG, STA, DSC, HDSC, DTA, TMA, MS/FTIR, Laser Flash
Services: Service Lab, Calibration Service

www.linseis.com