

Temperatur	
Bereich	–150 ... 500 °C
Technische Auflösung	0,003 K
Genauigkeit	0,5 K
Kraft	
Bereich	0,005 ... 40 N (12, 18 or 40 N)
Technische Auflösung	0,15 mN (0 ... 5 N) 1,5 mN (0 ... 50 N)
Empfindlichkeit	1 mN
Weg	
Bereich	± 1.6 mm
Technische Auflösung	0.6 nm
Empfindlichkeit	5 nm
Steifigkeit	
Bereich	10 ... 10 ⁸ N/m
Präzision	0,2 %
Tan delta	
Bereich	0,0001 ... 100
Technische Auflösung	0,00001
Empfindlichkeit	0,0001
Frequenz	
Bereich	0,001 ... 1000 Hz (*)
Technische Auflösung	0,00001
Frequenzstufen (Δf)	0,0001
Frequenzmodi	• Linear oder logarithmisch • Frequenzserien • Multifrequenz
Deformationsmodi	
3-Punkt Biegung	L: 30 ... 90 mm
Dual cantilever	L: 20 ... 80 mm W: < 15 mm T: < 5 mm Max. Probenlänge: 100 mm
Steifigkeitsbereich Biegung	10 ... 10 ⁶ N/m
Scherung	D: ≤ 15 mm T: ≤ 6,5 mm
Steifigkeitsbereich Scherung	10 ... 10 ⁶ N/m
Zug	L: 19,5 mm (19.5, 10.5, 5.5) W: ≤ 7 mm T: ≤ 3 mm
Steifigkeitsbereich Zug	10 ... 10 ⁷ N/m
Kompression	D: ≤ 20 mm T: ≤ 9 mm
Steifigkeitsbereich Kompression	10 ... 10 ⁷ N/m
Zulassungen	
Elektrische Sicherheit	IEC/EN 61010-1:2001, CAN/CSA-C22.2 No. 1010.1-92, UL Std. No. 3101-1:1993
Elektromagnetische Verträglichkeit	EN 61326-1:1997+A1:98 (class B), EN 61326-1: 1997+A1:98 (Industrial environments)

(*) abhängig vom Deformationsmodus und der Probe selber kann die maximale Frequenz tiefer liegen. Die maximalen Frequenzen sind unterschiedlich (Scherung: 1000 Hz, Biegung: 300 Hz, Zug: 300 Hz und Kompression: 300 Hz)

Technische Änderungen vorbehalten
© 07/2002 Mettler-Toledo GmbH
Printed in Switzerland 51725062
MCG MarCom Greifensee



UserCom
Informiert Sie regelmässig über TA-Tips, Neuheiten und Applikationen.



Verlangen Sie unsere Produktinformationen zum Thema Materialcharakterisierung
Zur Bestimmung von thermischen Kennzahlen wie Schmelz-, Siede-, Tropf- und Trübungspunkt bieten wir eine grosse Auswahl von Systemkombinationen. Verschiedene Messmodule (DSC, TGA, TMA, TOA) und Software für die thermische Analyse stehen zur Verfügung.



Qualitätszertifikat. Entwicklung, Produktion und Prüfung nach ISO 9001. Umweltmanagement-System nach ISO 14001.



Service weltweit. Unser dichtes Servicenetz, das zu den besten der Welt gehört, sorgt für die maximale Verfügbarkeit und Lebensdauer Ihres Produktes.



«Conformité Européenne». Dieses Zeichen gibt Ihnen die Gewähr, dass unsere Produkte den neuesten Richtlinien entsprechen.

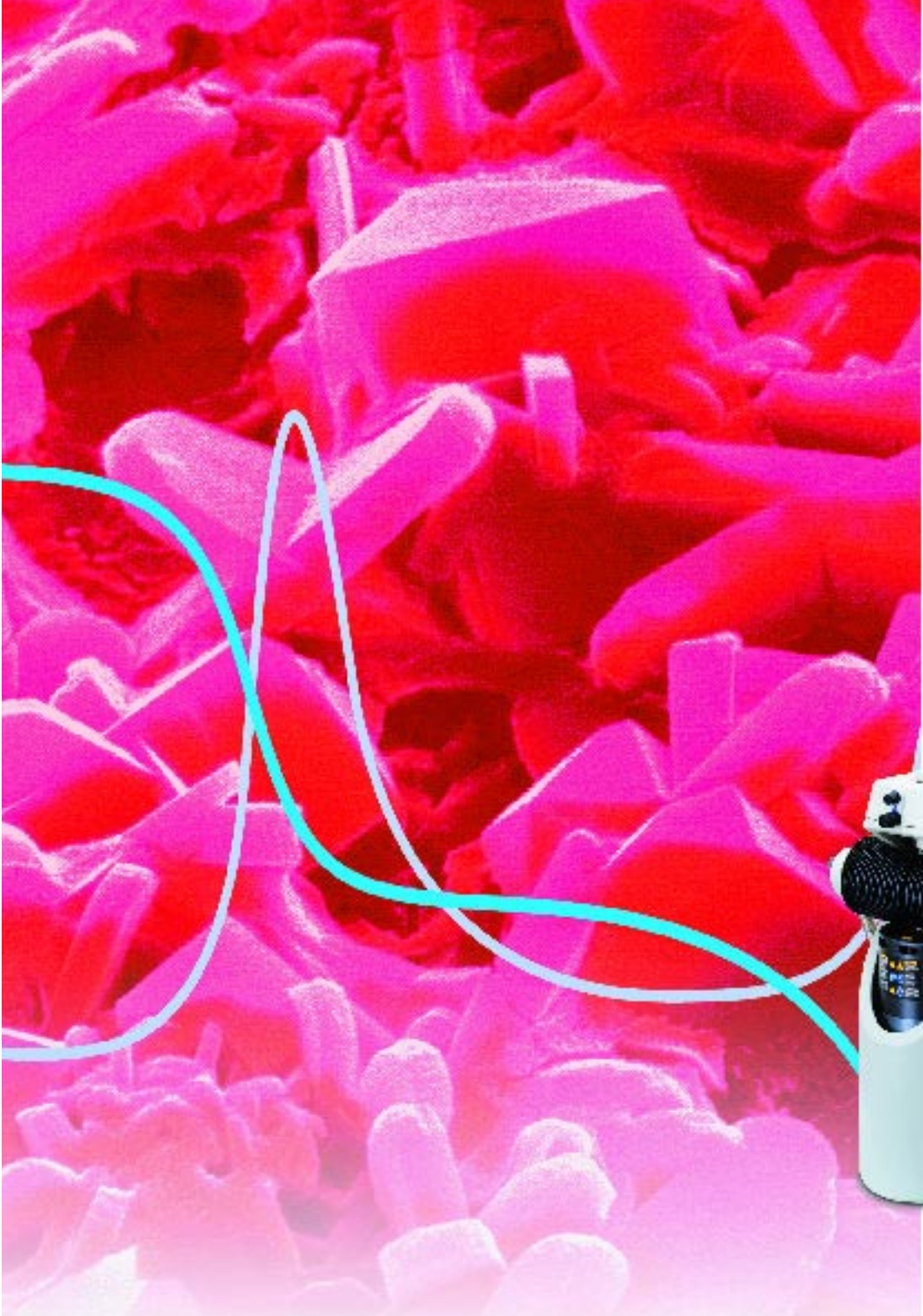


Jetzt auch auf dem Internet. Wichtige Informationen über unsere Produkte und Serviceleistungen sowie über unsere Firma erhalten Sie schnell und übersichtlich auf...
<http://www.mt.com>



Mettler-Toledo GmbH, Analytical
Sonnenbergstrasse 74, CH-8603 Schwerzenbach, Switzerland
Tel. 01 736 77 11, Telefax 01 736 26 26
www.mt.com

DMA/SDTA861^e



Dynamisch Mechanische Analyse für höchste Ansprüche

METTLER TOLEDO

Präzise Messtechnik mit Erweiterungsmöglichkeiten.

Mit der dynamisch-mechanischen Analyse (DMA) können mechanische Eigenschaften qualitativ und quantitativ in Abhängigkeit von Temperatur, Zeit und Frequenz bei einer aufgetragten, oszillierenden Probenbelastung bestimmt werden.

Die dynamisch-mechanische Analyse ist eine Messtechnik, die wertvolle Informationen für den Werkstoffverarbeiter, den Werkstoffanwender und den Werkstoffforscher liefert:

- Elastizitäts-Modul
- Dämpfungsverhalten
- Informationen zum Aufbau und der Struktur von Polymeren
- Fliess- und Relaxationsverhalten

Das DMA/SDTA861® von METTLER TOLEDO zeichnet sich durch folgende Punkte aus:

- Messung von Weg und Kraft – führt zu einer genauen Berechnung des Moduls
- Grosser Kraftbereich von 1 mN bis 40 N – erlaubt die Messung von sehr weichen als auch von sehr harten Proben
- Grosser Frequenzbereich von 0,001 Hz bis 1000 Hz – ermöglicht Messungen bei realen Bedingungen oder zeitlich kürzere Messungen bei höheren Frequenzen



- Neuartige Probenhalter – externe Probenvorbereitung und Probeneinspannung
- Probentemperaturmessung – sehr genaue Temperaturjustierung und Messung von thermischen Effekten mittels SDTA
- Äusserst grosser Steifigkeitsbereich – ermöglicht eine Messung über den ganzen interessierenden Temperaturbereich mit einem einzigen Probenhalter

Dank des modularen Aufbaus kann das DMA/SDTA861® auch zu einem späteren Zeitpunkt erweitert werden.

Grosser Frequenzbereich von 0,001 bis 1000 Hz

Der Frequenzbereich ist bei diesem Gerät erstmalig in den kHz-Bereich erweitert worden. In Scherung stehen 6 Dekaden zur Verfügung. Die Bereiche oberhalb von 1 Hz sind interessant, da dabei die Messzeit kurz gehalten werden kann.

Grosser Steifigkeitsbereich erlaubt genaues Messen

Der Steifigkeitsbereich ist durch den Weg- und Kraftbereich gegeben. Beim DMA/SDTA861® stehen mehr

als 6 Dekaden zur Verfügung. Erstmals ist es also möglich, Proben vom viskoelastischen Bereich bis in den Glaszustand zu messen, ohne dass die Probengeometrie verändert oder der Deformationsmodus gewechselt werden müssen. Dank grossem Steifigkeitsbereich können aber auch weiche Proben genau so gut gemessen werden wie sehr harte.

Noch genauere Wegmessung

Ein spezieller, temperaturresistenter LVDT erlaubt die Messung über einen grossen Messbereich mit einer Auflösung im Nanometerbereich. Der LVDT ist in unmittelbarer Nähe der Probe angebracht, um nur die Deformation der Probe zu messen. Die Deformation des Stativs geht nicht in die Messung ein. Auch die Messung des zeitlichen Verzuges von Kraft zu Weg (= Phasenverschiebung) wird dadurch genauer. Um die Reproduzierbarkeit der Wegmessung zu verbessern, wird die Temperatur des LVDT-Sensors gemessen und die Abweichungen zur Referenztemperatur kompensiert.



Geräteeigenschaften die überzeugen.

- ☐ Direkte Weg- und Kraftmessung
- ☐ Kraftbereich bis 40 N
- ☐ Frequenzbereich von mHz bis kHz
- ☐ Neuartige Probenhalter
- ☐ Temperaturmessung direkt bei der Probe
- ☐ Grosser Steifigkeitsbereich

Kraftmessung mittels Piezokristall

Die Kraft wird nicht wie bei konventionellen DMAs über die Kraft-Stromkennlinie gestellt, sondern mittels Piezokristall echt gemessen. Es wird also nur die Kraft gemessen, die tatsächlich auf die Probe einwirkt. Eine Kompensation der Reibung, der Membrankraft und der Massenträgheit erübrigt sich. Die Kraftmessung ermöglicht auch einen Betriebsmodus, den konventionelle DMAs nicht zur Verfügung

stellen können: Das Gerät kann entweder kraft- oder weggeregelt betrieben werden. Auch eine intelligente, automatische Umschaltung des Betriebsmodus ist möglich.

Grösster verfügbarer Kraftbereich

Der Kraftbereich zusammen mit dem Wegbereich bestimmen den zugänglichen messbaren Steifigkeitsbereich eines DMA-Gerätes. Je nach Temperatur oder Probenbeschaffenheit werden kleine oder grosse Kräfte benötigt. Mit dem DMA/SDTA861[®] stehen Kräfte von 1 mN bis zu 40 N zur Verfügung.

Neuartiges, vereinfachtes Probenhaltersystem

Mit dem Probenhaltersystem geht METTLER TOLEDO ganz neue Wege. Die Proben werden extern vorbereitet und eingespannt. Danach können sie mit wenigen Handgriffen im Gerät fixiert werden. Dieses Konzept erlaubt es, ohne Justierungen von einem Deformationsmodus zum anderen zu wechseln. So kann beispielsweise



während der Messung im Zugmodus schon die nächste Biegemessung vorbereitet werden.

Signalauswertung mit speziellem Algorithmus

Auch bei der Signalauswertung sind neue technische Lösungen realisiert. Ein spezieller Fourier-Algorithmus, der an der Universität in Ulm entwickelt wurde, kommt zum Einsatz. Er zeichnet sich dadurch aus, dass er sehr schnell ist und auch eine Driftkomponente berücksichtigt. Dies ermöglicht eine noch genauere Amplitudenbestimmung von Kraft und Weg, was sich in genaueren Modulwerten niederschlägt.

Automatische Offsetregelung

Für Proben, die vordeformiert werden müssen, ist eine spezielle Auto-Offset-Regelung (= Aufbringen einer statischen Kraft) entwickelt worden: Sie basiert auf der Kraft- und Wegmessung. Sobald in einer Messung eine deformierte Sinusfunktion detektiert wird, ist das ein

Zeichen für ungenügende statische Kraft, was durch den Regler sofort automatisch korrigiert wird.

Neues Messprinzip führt zu grosser Genauigkeit

Das Messprinzip des DMA/SDTA861[®] unterscheidet sich ganz wesentlich von den bisher gekannten, konventionellen DMA-Geräten. Ein massives Stativ sorgt dafür, dass die Eigenresonanz des Systems bei etwa 1500 Hz zu liegen kommt. Die Probe selber ist auf dem Kraftsensor fixiert, so dass dieser die Kraft misst, die auf die Probe aufgebracht wird. Dieses Prinzip wurde am Institut für dynamische Materialprüfung in Ulm seit mehreren Jahren erfolgreich eingesetzt und weiterentwickelt. Der Modul wird aus dem Verhältnis von Kraft zu Weg multipliziert mit einem Geometriefaktor, der durch die Probendimensionen gegeben ist, berechnet. Da die Kraft und der Weg gemessen werden, ist eine sehr genaue Modulbestimmung möglich. Der fixe und der bewegliche Messteil lassen sich über eine Raumwinkelverstellung so einstellen, dass die Kraft absolut genau im 90°-Winkel auf die Probe aufgebracht werden kann und keine Querkraftfehler resultieren.

Minimiertes Ofenvolumen

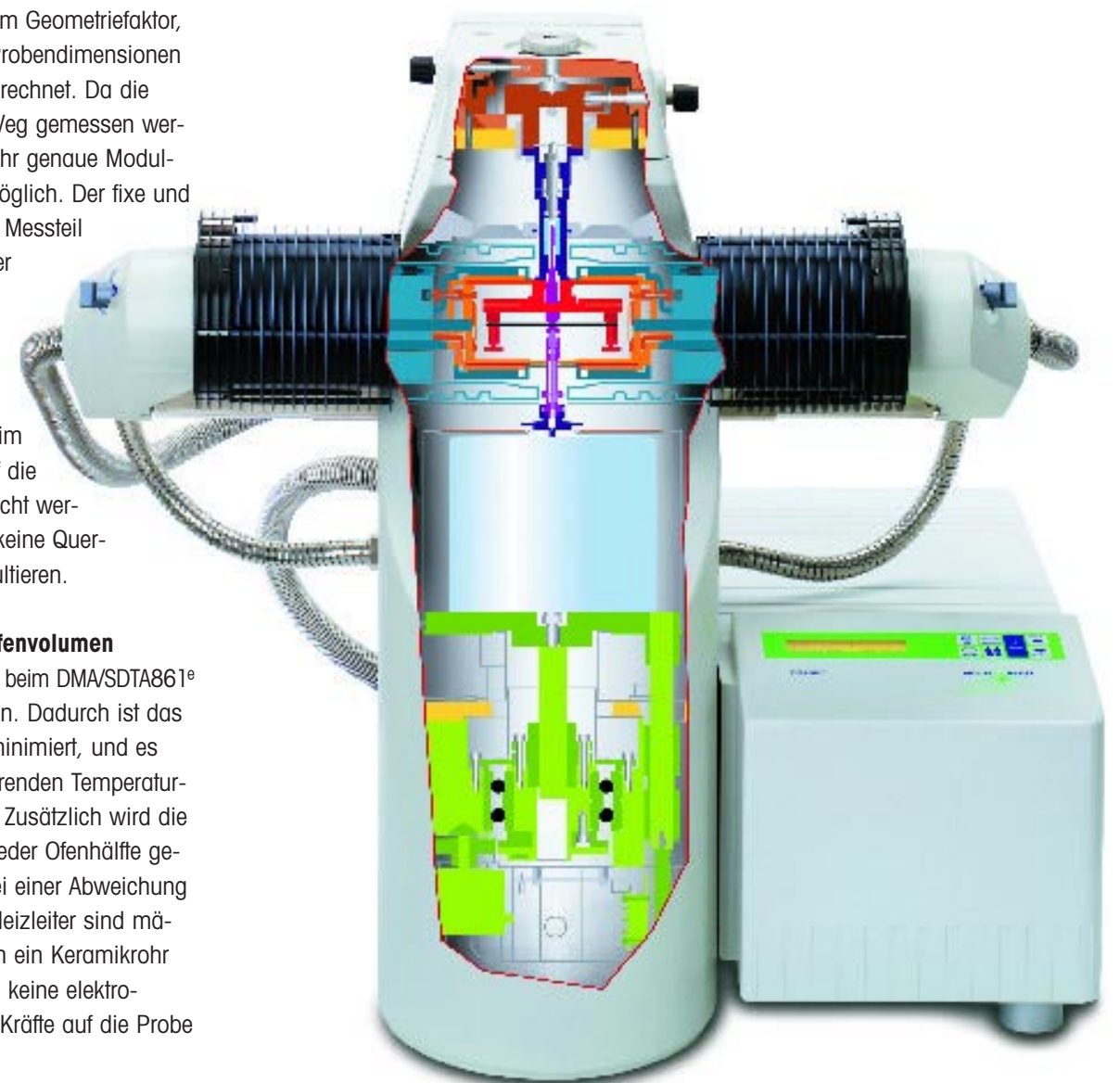
Der Ofen besteht beim DMA/SDTA861[®] aus zwei Hälften. Dadurch ist das Ofenvolumen minimiert, und es treten keine störenden Temperaturgradienten auf. Zusätzlich wird die Temperatur in jeder Ofenhälfte gemessen und bei einer Abweichung korrigiert. Die Heizleiter sind mäanderförmig um ein Keramikrohr gelegt, so dass keine elektromechanischen Kräfte auf die Probe einwirken.

Ausserhalb des Heizleiters befindet sich der Stickstoff-Wärmetauscher, in dem der Flüssigstickstoff verdampft. Während der Messung wird also die Kühlleistung via Ofenatmosphäre auf die Probe übertragen, so dass die Messung nicht durch einströmendes Kaltgas beeinflusst wird. Für das rasche Kühlen kann der verdampfte Flüssigstickstoff als Kaltgas direkt in den Ofenraum geblasen werden. Damit werden sehr hohe Kühlraten erreicht und eine neue Messung kann sehr rasch wieder gestartet werden. Dank eines Gaseinlasses kann die Ofenatmosphäre als weiterer Messparameter variiert werden (Umschaltung von inerter zu oxidativer Atmosphäre). Auf Tastendruck öffnet sich der Ofen. Um vollen Zugriff auf das

DMA-Messsystem zu erhalten, können die zwei Ofenarme nach hinten geklappt werden.

Justierung auf Referenzen zurückzuführen

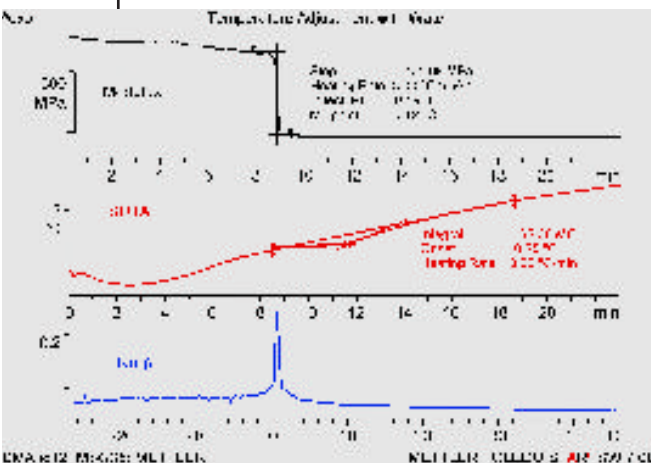
Die Temperatur, die Kraft und die Wegjustierung basieren auf definierten Referenzen. Die Proben-temperaturmessung in der Nähe der Probe ermöglicht eine Kalibrierung aufgrund der Schmelztemperatur von Reinsubstanzen. Der Weg wird über Längenendmasse, die Kraft über eine Feder justiert. Eine hochpräzise Spindel für die



z-Position, die definierte 1-µm-Schritte machen kann, erlaubt eine vollautomatische Längenjustierung, nachdem die Spindel mit Hilfe von Längenendmassen justiert wurde.

Probentemperaturmessung mit zusätzlichem Sensor

Der Temperatur-Justierung gilt ein besonderes Augenmerk. Ein zusätzlicher Temperatursensor wird in die Nähe der Probe gebracht. Dieser Sensor erlaubt auch die simultane Messung von kalorischen Effekten mittels SDTA (Single DTA).



Leistungsfähige Software

Mit der STAR®-Software steht ein mächtiges Werkzeug zur Verfügung. Die DMA-Funktionen sind in die bisherige umfangreiche Software integriert. Zusätzlich sind wichtige, DMA spezifische Funktionen implementiert:

- Precheck bei Raumtemperatur und Starttemperatur zur Überprüfung der Probeneinspannung
- Auswertungen in linearen oder logarithmischen Koordinatensystemen
- Masterkurventechnik (Zeit Temperatur Äquivalenzprinzip)

Der Benutzer kann in der Methode definieren, was vor der Messung

mit der Probe geschehen soll. Wird die Probe bereits vor der Messung angeregt, kann überprüft werden, ob die Probe gut eingespannt ist. Diese Möglichkeit besteht sowohl bei Raumtemperatur als auch bei der Starttemperatur der Messung.

Bei dynamisch-mechanischen Messungen ändert sich der Modul häufig um mehrere Größenordnungen, weshalb eine Darstellung in logarithmischen Koordinatensystemen sinnvoll ist. Auch in solchen Darstellungen kann die Kurve ausgewertet werden.

Bei einigen Proben gilt das Zeit (Frequenz) – Temperatur Äquivalenzprinzip. Das heisst, dass sich ein Material bei hohen Frequenzen analog verhält wie bei tiefen Temperaturen. Dieser Sachverhalt wird bei der Masterkurventechnik verwendet. Sie erlaubt die Extrapolation des Frequenzverhaltens einer Probe in Bereichen, welche messtechnisch nicht zugänglich sind. Diese Technik erlaubt Aussagen darüber zu machen, wie sich das Material bei sehr hohen oder sehr tiefen Frequenzen verhält.

Programmierung verschiedener Messmethoden

Verschiedene Methoden können in der STAR®-Software programmiert werden:

- Isotherme und dynamische Temperatur-Segmente
- Einzel-, Serie- und Multifrequenz-Anregungen
- Frequenz-Sweeps

Das Temperaturprogramm kann aus isothermen und dynamischen Segmenten zusammengesetzt werden.

Eine einzige Frequenz führt zu den qualitativ besten Resultaten. Falls das Frequenzverhalten interessiert, gibt es zwei Möglichkeiten. Entweder der Benutzer entscheidet sich für eine Frequenzserie, die während der Messung dauernd wiederholt wird. Oder er entscheidet sich für die Multifrequenz-Anregung, bei der der Probe gleichzeitig mehrere Frequenzen aufgezwungen werden (4 Frequenzen innerhalb einer Dekade im Verhältnis 1:2:5:10). Damit können frequenzabhängige Effekte (z.B. Glasumwandlung) leicht von frequenzunabhängigen Effekten (z.B. Schmelzen) getrennt werden.

Eine weitere sehr interessante Anwendung sind die Frequenz-Sweeps bei einer Isotherm-Temperatur. Durch die Isotherm-Temperatur werden Temperaturgradienten innerhalb der Probe vermieden. Bei der Frequenz-Schrittwahl ist der Benutzer völlig frei (lineare Schritte oder logarithmische Schritte). Dieses Verfahren wird meist im Zusammenhang mit der Masterkurventechnik angewendet.



Eine weitere interessante Betriebsart ist der Kraft- oder Weg-Amplitudensweep. Die Kraft- oder Wegamplitude wird dabei bei einer isothermen Temperatur in vordefinierten Schritten verändert. Damit kann der lineare Bereich des Probenverhaltens ermittelt werden.

DMA-Theorie

Aus den Rohdaten, nämlich den gemessenen Kraft- und Wegamplituden, F_a , L_a und deren Phasenverschiebung δ kann der Modul berechnet werden:

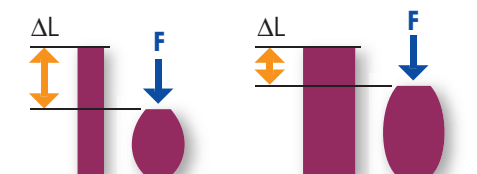
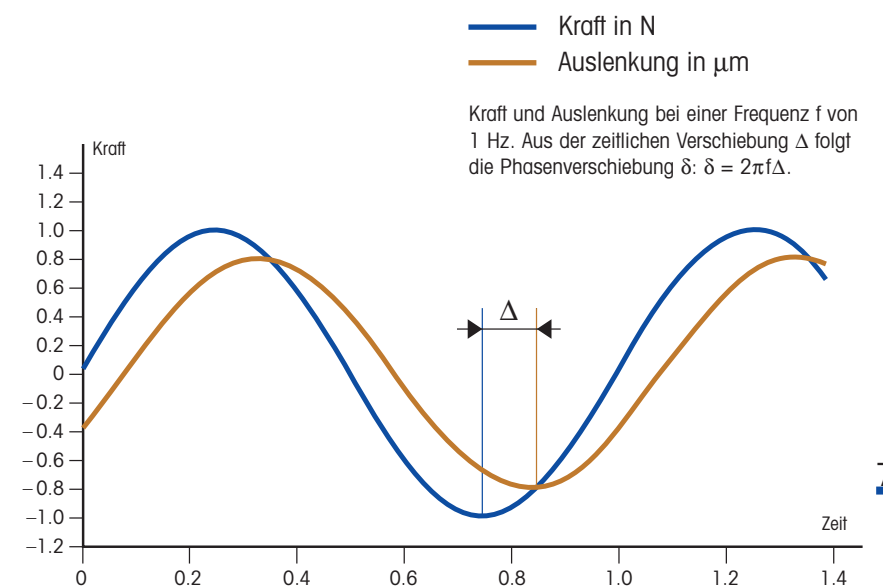
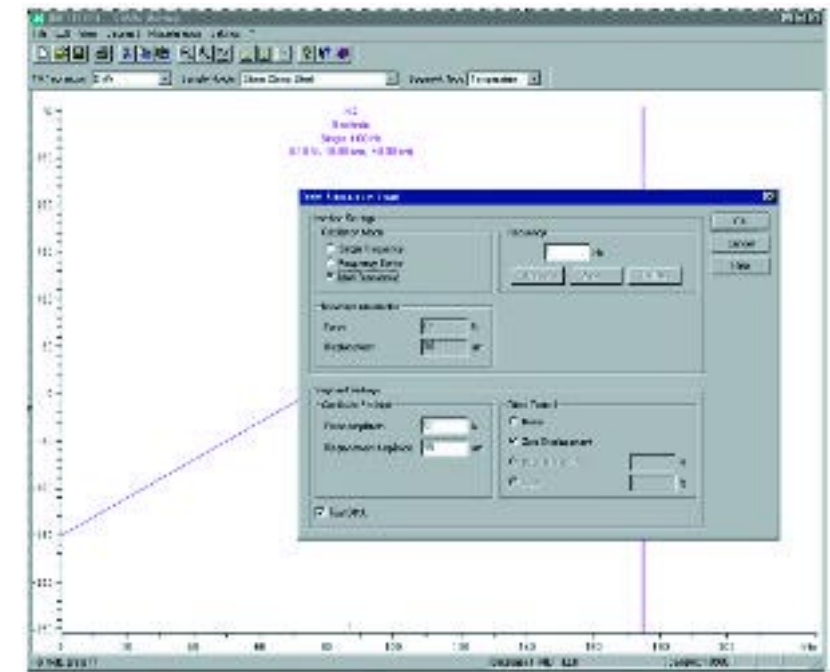
- komplexer Modul M^* , Elastizitätsmodul E^* bei Normalspannung (bzw. Schubmodul G^* bei Schubspannung).
- Speichermodul, M' (proportional zur elastisch reversibel speicherbaren Energie).
- Verlustmodul M'' (proportional zur irreversibel in Wärme umgewandelten Energie).
- Verlustfaktor $\tan \delta$. Bei rein elastischen Stoffen tritt keine Phasenverschiebung δ auf, rein viskose Stoffe zeigen 90° Phasenverschiebung. Der Verlustfaktor viskoelastischer Stoffe liegt zwischen 0 und unendlich ($\delta = 90^\circ$). Der $\tan \delta$ entspricht auch dem Verhältnis M'' zu M' .

Die Moduln werden aus den gemessenen Steifigkeiten nach den folgenden Formeln berechnet:

$$|M^*| = S \cdot g = \frac{F_a}{L_a} \cdot g \quad S = \frac{F_a}{L_a}$$

wobei g den aus den Probenabmessungen berechneten Geometriefaktor bezeichnet. S ist die Steifigkeit der Probe (= tatsächliche Messgrösse). Durch Verändern der Probengeometrie kann also die Steifigkeit der Probe beeinflusst werden.

$$M' = |M^*| \cos \delta \quad M'' = |M^*| \sin \delta \quad \tan \delta = \frac{M''}{M'}$$

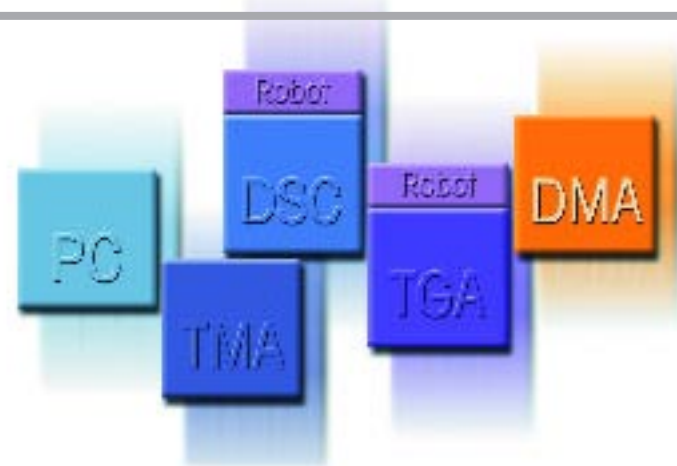


F: Statische Kraft
ΔL: Deformation

Eine dicke Probe ist steifer als eine dünne Probe.

STAR^e System – flexible Lösungen für individuelle Ansprüche.

- ☐ Sichere Investition
- ☐ Modulares System
- ☐ 6 Deformationsmodi

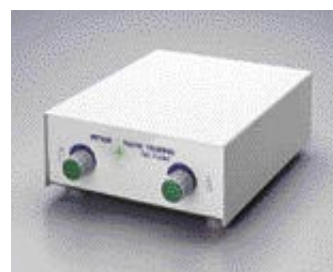


Eine Zukunftssichere Investition

Sie beginnen mit der Gerätekonfiguration, die Ihren momentanen Bedürfnissen entspricht. Die Erweiterung mit einer Option oder anderem Zubehör ist jederzeit möglich. Sie können sich also nicht falsch entscheiden.

Steuerung externer Geräte

Sie können einen Gaskontroller an das DMA/SDTA861^e anschliessen, so dass auch Messungen unter sich ändernder Atmosphäre möglich sind.



Einfache Computersteuerung

Der ganze Messablauf kann mit wenigen Befehlen auf dem Rechner erstellt werden. Ergänzungen und Änderungen sind dort sehr einfach einzugeben. Gleichzeitig prüft das Programm die Eingaben auf ihre Richtigkeit. Alle erzeugten Daten werden automatisch in einer relationalen Datenbank gespeichert und stehen zu Dokumentationszwecken immer zur Verfügung, auch noch nach Jahren. Eine grosse Anzahl von SW-Optionen wird Ihnen die Arbeit erleichtern oder zum Teil sogar abnehmen.

Lokale Modulbedienung

Das Modul kann sowohl vom PC aus als auch über die Tastatur bedient werden. Gerade beim DMA sind Sie froh, wenn Sie einige Eingaben direkt am Modul selber vornehmen können oder wenn Sie gewisse Messgrössen direkt am Moduldisplay ablesen können.

Modulares System

Das DMA/SDTA861^e ist modular aufgebaut, so dass Sie die Konfiguration wählen können, die Ihrem heutigen Bedürfnis entspricht. Sie können das Gerät aber zu jedem späteren Zeitpunkt aufrüsten. Als Optionen stehen zur Verfügung:

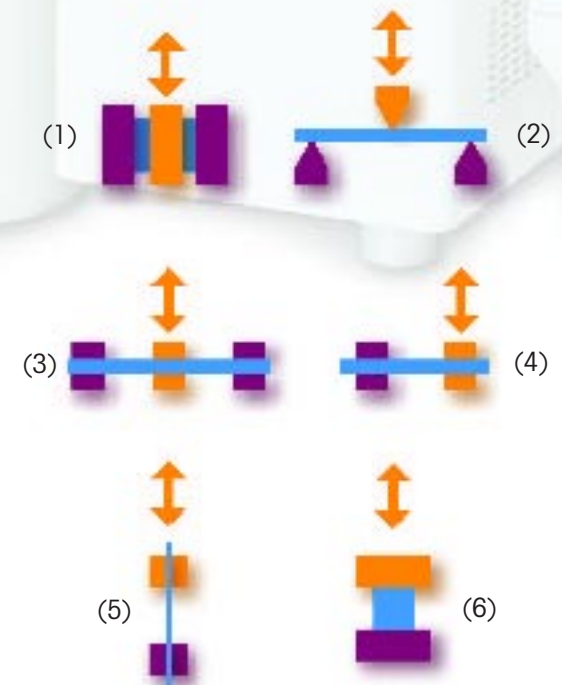
- Maximale Kraft: 12, 18 oder 40 N
- Maximale Frequenz: 200 oder 1000 Hz
- Steifigkeitsbereich: 4 oder ≥ 6 Dekaden



Sechs verschiedene Deformationsmodi

Beim DMA/SDTA861^e stehen 6 verschiedene Deformations-Modi zur Verfügung. Je nach Probenbeschaffenheit und Probengrösse kann der ideale Deformationsmodus gewählt werden:

- Scherung (1)
- 3-Punkt-Biegung (2)
- Dual Cantilever (3)
- Single Cantilever (4)
- Zug (5)
- Kompression (6)



Probenhalter – einfach, genial und zeitsparend.



Scherung

Scherung ist ein Modus, der in der Vergangenheit etwas stiefmütterlich behandelt wurde, da die Geräte dafür nicht ausgelegt waren. Zwei identische Proben werden zwischen zwei fixen und einem beweglichen Teil symmetrisch eingeklemmt. Der grosse Vorteil dieser Messanordnung liegt darin, dass von zähflüssigen bis harten Proben alles gemessen werden kann. Dieser Modus eignet sich also für Elastomere ebenso wie für Thermoplaste und Duroplaste. Gleichzeitig garantieren die Scherbacken eine homogene Temperaturumgebung. Zusätzlich kann in der Scherbacke ein Thermoelement angebracht werden, dass die Probentemperatur so genau misst, dass auch simultan kalorische Effekte der Probe gemessen werden können (SDTA).

Durchmesser: ≤ 14 mm
Dicke: $\leq 6,5$ mm



3-Punkt-Biegung

In diesem Beanspruchungs-Modus liegt die Probe auf zwei Schneiden auf und wird in der Mitte durch eine bewegliche Schneide angeregt. Die Fixierung der Probe geschieht in diesem Modus durch eine statische Vorspannung. Diese Proben-Einspannung stört die Messung am wenigsten («reinsten» Modus). Diese Art der Messung eignet sich besonders für harte Proben wie verstärkte Thermoplaste, Verbundwerkstoffe, Metalle und Legierungen. Max. Probenlänge: 100 mm
Freie Probenlänge: 30 – 90 mm in 5 mm Schritten frei wählbar



Dual Cantilever

Bei dieser Art der Deformation ist die Probe an beiden Enden fixiert. Auch das Probenmittelfeil ist fest mit dem beweglichen Anregungsteil verbunden. Dieser Biege-Modus eignet sich besonders für Proben, die sich unter einer statischen Vorspannung zu stark verbiegen würden. Das können sowohl thermoplastische als auch duroplastische Proben sein. Max. Probenlänge: 100 mm
Freie Probenlänge: 20 – 80 mm in 5 mm Schritten frei wählbar



Single Cantilever

Der Single Cantilever-Modus ist dem Dual Cantilever-Modus sehr ähnlich. Die Probe wird aber nur auf einer Seite fixiert. Auch in diesem Fall ist das Probenmittelfeil fest mit dem beweglichen Anregungsteil verbunden. Dieser Biegemodus eignet sich für Proben, die sich während der Messung in Längsrichtung stark ausdehnen oder schrumpfen. Das trifft vor allem auf thermoplastische Proben zu. Max. Probenlänge: 100 mm
Freie Probenlänge: 10 – 40 mm in 2,5 mm Schritten frei wählbar



Zug

Bei diesem Beanspruchungs-Modus wird das eine Ende der Probe fixiert und das andere angeregt. Die Probe muss also vorgespannt werden, damit sie nicht bei der Oszillation geknickt wird (buckelt). Dieser Modus eignet sich für Folien, Fasern und dünne Stäbe. Der Vorteil liegt darin, dass die Klemmung die Deformation praktisch nicht beeinflusst. Freie Probenlängen: 5,5, 10,5 und 19,5 mm



Kompression

Bei dieser Probenbeanspruchung wird die Probe zwischen einem fixen Teil und einem beweglichen Teil eingeklemmt. Die Probe wird statisch zusammen gedrückt und dann mit einer Wechsellast beansprucht. Die Probe ändert durch die Beanspruchung dauernd ihre Geometrie. Es kann zu Reibung an den Kontaktflächen zur Probe kommen. An den Seiten kann die Probe der Beanspruchung ausweichen, so dass das Volumen «arbeitet» (uniaxiale Kompression). Diese Art der Messung eignet sich also nicht so sehr für absolute Modul-Bestimmungen. Relative Aussagen bei weichen Materialien (pastöse Materialien, Elastomere und Schäumen) sind aber möglich. Durchmesser: ≤ 20 mm
Dicke: ≤ 9 mm

Charakterisierung von Materialien mittels dynamisch-mechanischer Analyse



Materialien werden einem ganzen Spektrum von unterschiedlichen mechanischen Beanspruchungen ausgesetzt. Entscheidend sind die Frequenz und die Intensität der Beanspruchung sowie die Temperatur.

Das bedeutet am Beispiel eines Pulverlackes, dass er zunächst gleichmässig auf die Oberfläche aufgebracht wird. Beim Erwärmen bildet sich ein homogener Flüssigkeitsfilm, der nicht von der Oberfläche tropft und dann aushärtet. Die fertige Beschichtung muss ohne zu reissen Spannungen aufgrund der thermischen Ausdehnung des Substrats aushalten, aber auch bei tiefen Temperaturen ohne abzuplatzen einen Schlag überstehen.

Es sind eine Vielzahl von mechanischen Eigenschaften für die Herstellung, Lagerung, Verarbeitung und Anwendung wesentlich. Die Kenntnis des visko-elastischen Verhaltens in einem grossen Frequenz- und Temperaturbereich ermöglicht sowohl Aussagen über die anwendungsrelevanten mechanischen Eigenschaften als auch über molekularen Bewegungen und Strukturen. Damit

eröffnet sich der Dynamisch-Mechanischen Analyse (DMA) ein grosser Anwendungsbereich bei:

- der Bestimmung von Materialeigenschaften
- der Material- und Prozessoptimierung aber auch
- der Überwachung der Qualität und
- der Analyse von Materialversagen.

Aufgrund des grossen dynamischen Bereichs der direkt gemessenen Grössen und der grossen Varianz von Probengrösse und Probengeometrie kann das DMA/SDTA861[®] bei der Untersuchung von praktisch allen festen Materialien und hoch- bis mittelvviskosen Flüssigkeiten eingesetzt werden. Wichtige Einsatzgebiete sind die Untersuchung von:

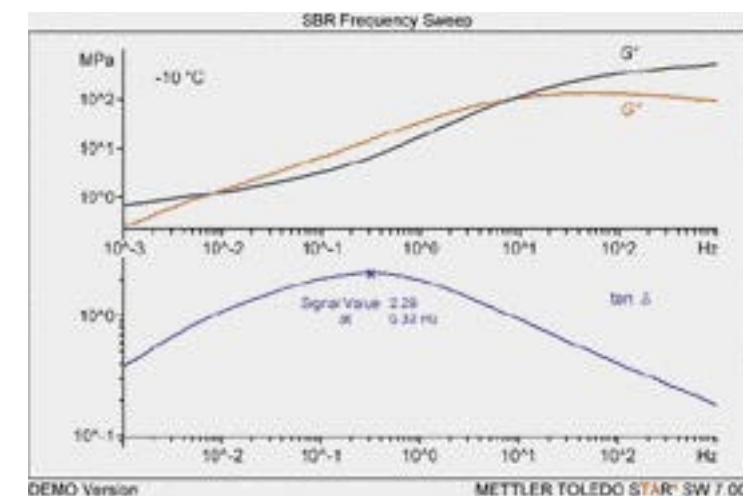
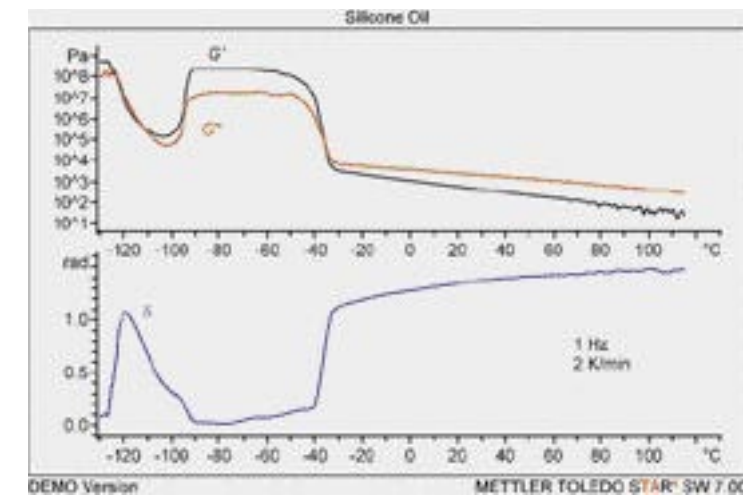
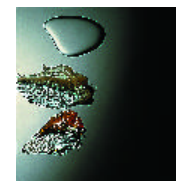
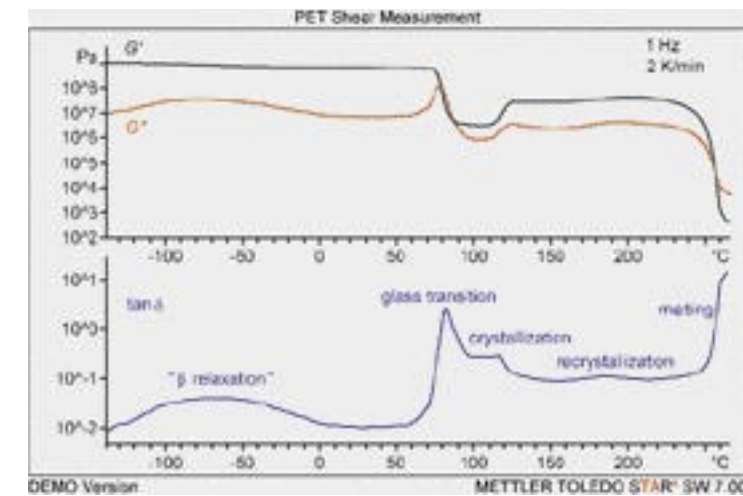
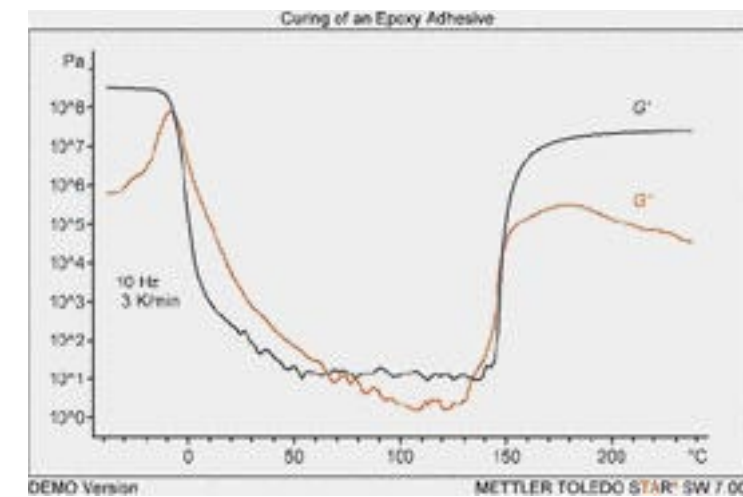
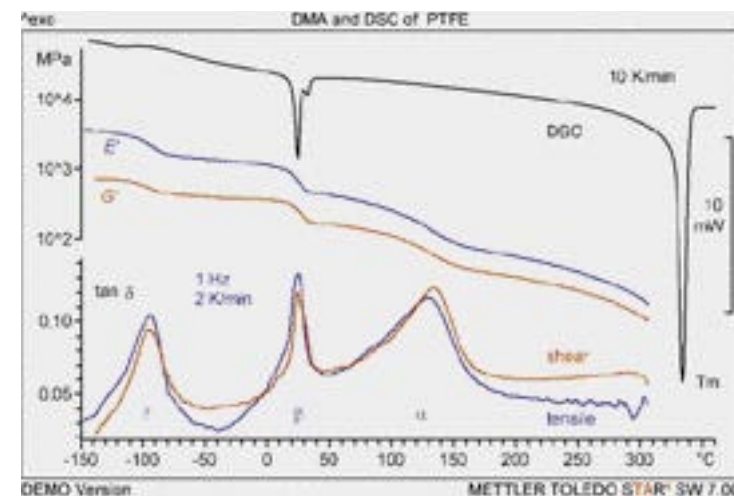
- Thermoplasten
- Duroplasten
- Elastomeren
- Klebstoffen
- Farben und Lacken
- Folien und Fasern
- Verbundwerkstoffen
- Lebensmitteln
- Pharmazeutika
- Fetten und Ölen
- Keramiken
- Baustoffen und
- Metallen

Zur Demonstration der hervorragenden Eigenschaften des DMA/SDTA861[®] finden Sie im Folgenden eine Auswahl von Messungen, die jedoch nur einen kleinen Ausschnitt der mannigfaltigen Möglichkeiten dieses Gerätes aufzeigen können.

In der folgenden Liste sind Effekte und Eigenschaften aufgezählt, die mittels DMA untersucht werden können:

- Visko-elastisches Verhalten
- Relaxationsverhalten
- Glasumwandlung
- Mechanische Module
- Dämpfungsverhalten
- Erweichung
- Viskoses Fliesen
- Kristallisation und Schmelzen
- Phasenseparation
- Gelierung
- Gefügeänderung
- Zusammensetzung von Blends
- Füllstoffaktivität
- Materialdefekte
- Härtungsreaktion
- Vernetzungsreaktion
- Vulkanisationssystem

Bei DSC-Messungen von PTFE werden die **Phasenumwandlungen** bei ca. -100°C und 30°C sowie das Schmelzen bei 327°C ermittelt. Diese Umwandlungen können auch im DMA gemessen werden, wobei diejenige bei -100°C besser zu erkennen ist. Scher- und Zugmessungen liefern zusätzlich den Glasübergang bei 130°C. Die unterschiedlichen Messmethoden stimmen sehr gut in der Temperatur überein. Wegen der Querkontraktion ist prinzipiell E' grösser als G' .

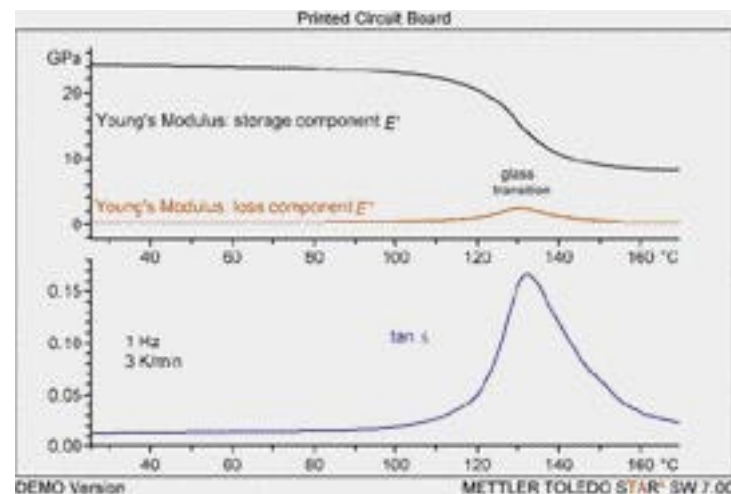
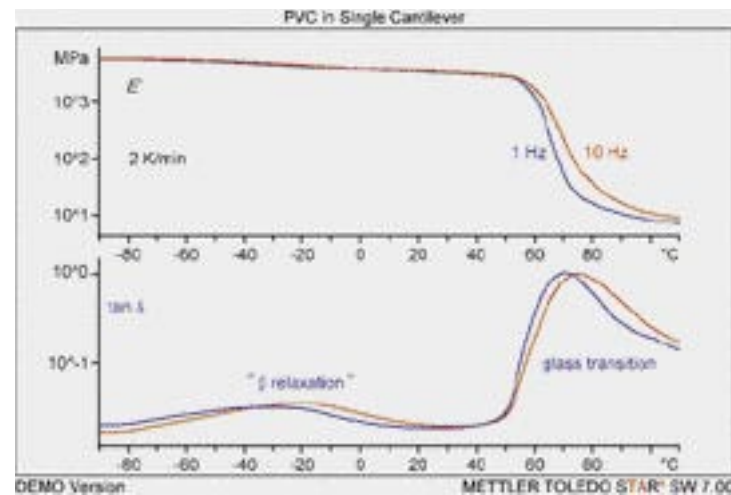
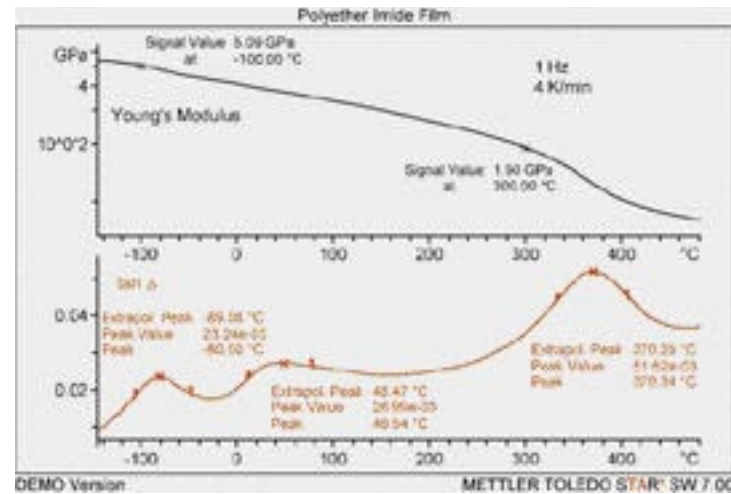
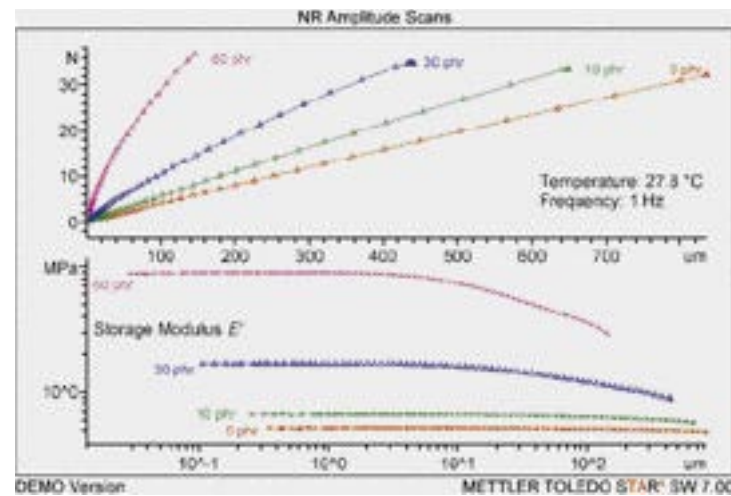


Das **Härten eines Epoxid-Amin-Systems** ist bei 10 Hz mittels Scherprobenhalter für Flüssigkeiten gemessen worden. Die Probe wurde in eine auf -50 °C gekühlte Probenkammer eingesetzt und dann aufgeheizt. Bei 0 °C geht das Harz vom harten Glaszustand in den flüssigen Zustand über. Der Speichermodul verringert sich dabei um 7,5 Dekaden. Ab 130 °C vergrössert sich der Modul durch die Vernetzungsreaktion. Der Gelpunkt ist bei 150 °C am Schnittpunkt von G' und G'' . Die Probe wird dabei hart.

Mittels **Schermessung** kann das gesamte mechanische Verhalten von **Thermoplasten** in einer Messung bestimmt werden. Das ist am Beispiel von abgeschrecktem PET gezeigt. Bei -70 °C findet die Sekundärrelaxation (β -Relaxation) statt. Die Hauptrelaxation (Glasübergang) ist bei 80 °C zu erkennen. Danach erhöht sich der Modul durch die Kaltkristallisation (110 °C). Beim weiteren Heizen kommt es zur Reorganisation und Schmelzen der Kristallite. G' ändert sich von 10^9 auf $5 \cdot 10^2$ Pa.

Ein **Silikonöl** wurde im Scherprobenhalter für Flüssigkeiten präpariert und dann in das auf -150 °C abgekühlte DMA eingesetzt. Das so abgeschreckte Material zeigt den Glasübergang (-115 °C), die Kristallisation (-100 °C) und das Schmelzen (-40 °C). Danach ist es flüssig ($G'' > G'$). Der Verlustwinkel erreicht bei 120 °C fast den Grenzwert $\pi/2$ rad für eine Newtonsche Flüssigkeit. Der Speichermodul ändert sich um 7,5 Dekaden.

In der Praxis werden Materialien in einem breiten **Frequenzbereich** beansprucht, wobei sich die Eigenschaften mit der Frequenz ändern. Wie am Beispiel eines SBR-Elastomer gezeigt wird, ermöglicht das DMA/SDTA861[®] die direkte Messung in einem grossen Frequenzbereich. Für -10 °C zeigt die Abbildung das Hauptrelaxationsgebiet. Es verändert sich G' zwischen 1 mHz und 1 kHz um etwa 3 Dekaden. Bei 0,32 Hz wird der maximale Verlustfaktor von 2,29 erreicht.

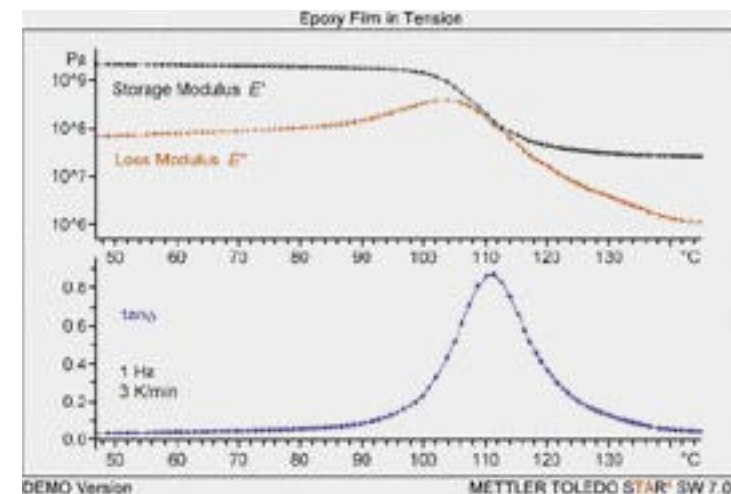
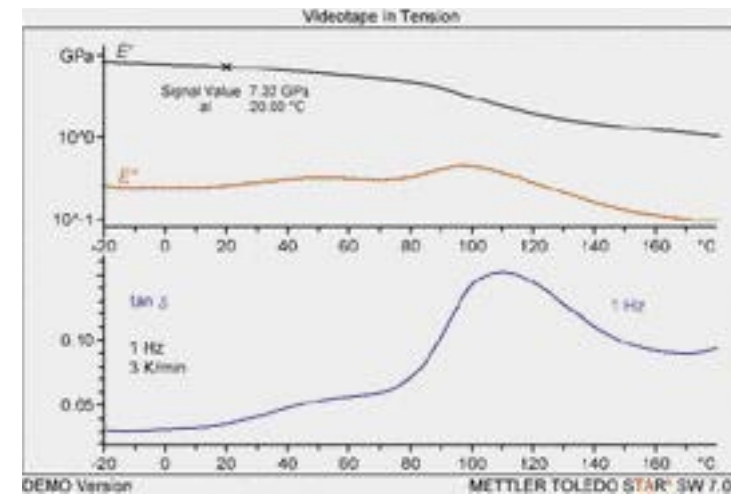
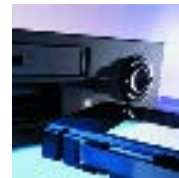
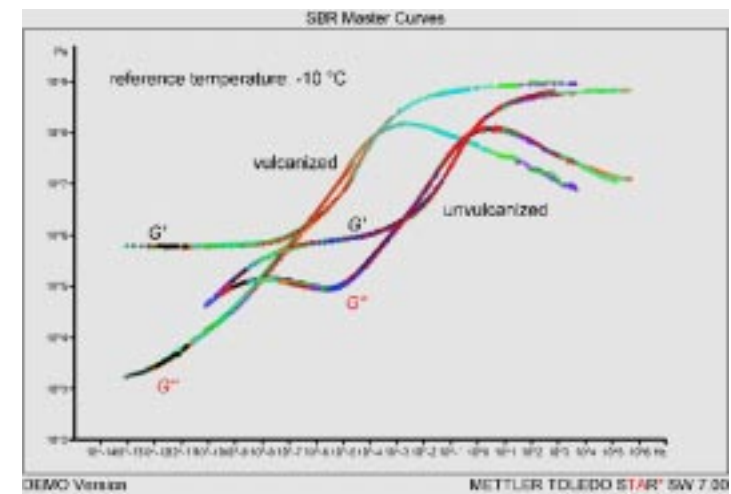
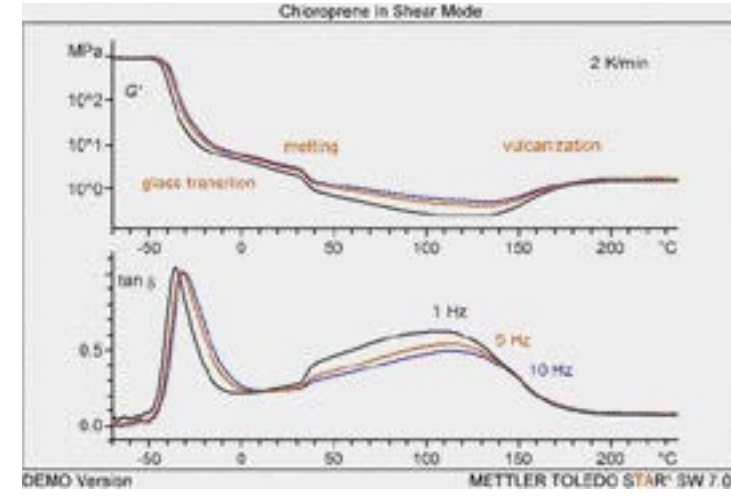


Bei **gefüllten Polymeren** vergrößert sich der Modul mit dem Füllgrad, verringert sich jedoch mit wachsender **Verformungsamplitude**. Diese Einflüsse sind für vier unterschiedliche Russanteile in einem gefüllten NR-Elastomer dargestellt. Die Messungen wurden bei Scheramplituden von 30 nm bis 1 mm durchgeführt. Aus den Messkurven können Aussagen über den linearen (Hook'schen) Bereich und die Wechselwirkung zwischen Polymer und Füllstoff erhalten werden.

Eine 22 µm dicke **Polyetherimid-Folie** wurde in einem grossen Temperaturbereich zwischen -150 °C und 480 °C unter Zugbeanspruchung gemessen. Bei -100 °C beträgt der Elastizitätsmodul etwa 5,1 GPa. Er fällt bis 300 °C auf 1,9 GPa ab. Der Glasübergang liegt bei einer relativ hohen Temperatur (370 °C). In der Verlustfaktorkurve sind die drei Relaxationsgebiete bei -82, 42 und 370 °C zu erkennen, deren Lage zur Charakterisierung des Materials genutzt werden kann.

PVC wurde mit **Single Cantilever** zwischen -90 und 110 °C gemessen. Es treten zwei frequenzabhängige Relaxationsgebiete auf. Die Sekundärrelaxation mit einem tan δ-Peak bei -30 °C ist breit und zeigt eine kleine Stufe im E'-Modul. Sie bestimmt das mechanische Verhalten bei tiefen Temperaturen. Die Hauptrelaxation entspricht dem Glasübergang. Die Probe wird dabei weich und der Modul verringert sich um drei Dekaden auf etwa 10 MPa.

Verbundwerkstoffe aus gefüllten vernetzten Polymeren haben bei der Anwendungstemperatur einen hohen Speichermodul, der durch Dreipunkt-Biegemessungen bestimmt wird. Bei der untersuchten Leiterplatte beträgt er 24,2 GPa. Neben dem absoluten Modul wird die Erweichung beim Glasübergang gemessen. Der Modul fällt auf 8,3 GPa. Die Stufe im Speichermodul ist mit einem Peak im Verlustmodul und im Verlustfaktor verbunden.



Schermessungen an Elastomeren ermöglichen neben der Messung der mechanischen Eigenschaften eine Analyse der thermischen Ereignisse. Ein Chloropren-Elastomer zeigt eine Glasumwandlung, das Schmelzen und die Verfestigung aufgrund der Vulkanisation. Die Untersuchung der Vulkanisation ist für Qualitätssicherung und Schadensanalyse interessant, da Materialversagen oft auf mangelnde Vernetzung zurückgeführt werden kann.

Mechanische Spektroskopie in einem grossen Frequenzbereich liefert detaillierte Aussagen über das Material. Die gute Temperaturstabilität und -genauigkeit sowie Messungen bei hohen Frequenzen erlauben eine präzise und schnelle Ermittlung von Masterkurven. In der Abbildung sind Masterkurven von un- und hochvulkanisierten SBR-Elastomeren dargestellt. Neben einer Beschreibung des dynamischen Verhaltens können Rückschlüsse auf die molekulare Struktur und das Netzwerk gezogen werden.

Ein **Videoband** basiert auf verstrecktem PET mit einem hohen Elastizitätsmodul von 7,3 GPa bei Raumtemperatur. In den Zugmessungen werden zwei Relaxationsgebiete erkannt, wobei das grössere bei 100 °C dem Glasübergang vom PET entspricht. Die Oberflächenbeschichtung bedingt das kleinere Relaxationsgebiet bei 50 °C. Die hohe Kristallinität ist Ursache für die geringe E'-Änderung beim Glasübergang.

Filme und Fasern können mit Zugmessungen untersucht werden. Im Beispiel ist eine 35 µm dicke Folie auf Epoxidharzbasis untersucht. Beim Glasübergang zwischen 90 und 120 °C fällt E' von 2 GPa auf 30 MPa. Der Glasübergang ist mit einem Peak im Verlustmodul E'' und im Verlustfaktor tan δ verbunden.