

NETZSCH

Proven Excellence.



Dynamisch-mechanische Analyse – DMA 242 E Artemis

Methode, Technik, Applikationen

Analyzing & Testing

Dynamisch-mechanische Analyse

DMA 242 E Artemis

Die dynamisch-mechanische Analyse (DMA) ist eine unentbehrliche Methode zur Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften von hauptsächlich polymeren Werkstoffen. Die neue DMA 242 E *Artemis* kombiniert einfache Handhabung mit der anwenderfreundlichen *Proteus*®-Mess- und Auswertesoftware. Dies ermöglicht eine schnelle und praxisorientierte Charakterisierung der viskoelastischen Eigenschaften in Abhängigkeit der Frequenz, Temperatur und Zeit.

Aufgrund des modularen Designs, der Vielzahl an Probenhaltern und verschiedenen Kühlsystemen kann mit der DMA 242 E *Artemis* ein großer Bereich an Applikationen und Probenbeschaffheiten abgedeckt werden. Unterschiedliche Erweiterungsmöglichkeiten machen sie zum idealen Gerät für jedes Labor und damit auch langfristig zu einer sicheren Investition.

Erweiterungsmöglichkeiten

- Immersionsbad zur Messung von Proben in einem definierten flüssigen Medium
- Kopplung an den dielektrischen Analysator DEA 288 *Ionic* zur simultanen Messung der viskoelastischen Eigenschaften und dielektrischen Eigenschaftsänderungen, z. B. während der Aushärtung eines Harzsystems
- Kombination mit einer UV-Lampe zur Messung der Aushärtung UV-reaktiver Proben
- Anschluss eines Feuchtgenerators zur Bestimmung des Einflusses von Feuchtigkeit auf die mechanischen Eigenschaften eines Materials

Unkomplizierter Zugang, Handhabung und Austausch der verschiedenen Probenhalter

Geregelter Gasfluss (inert oder oxidierend) mit optimaler Wärmezufuhr zu den Proben für definierte Messbedingungen

Verschiedene Kühloptionen
Flüssigstickstoff-Kühlung bis -170 °C, Intracooler bis -70 °C und Luftkühlung bis 0 °C



Regelbarer Kraftbereich bis 24 N

für Messungen an hochsteifen Proben. Erhöhte Auflösung im Messbereich 8 N

Ein statischer Verfahrensweg von 20 mm

erlaubt die genaue Untersuchung von Materialien, die während der DMA-Messung eine große Längenänderung erfahren. Dies ist besonders wichtig für die verschiedenen statischen Tests, die mit der DMA 242 E Artemis möglich sind, z. B. im Kriech-, Relaxations- und TMA-Modus.

Über 30 verschiedene Probenhalter

zur optimalen Anpassung der Messbedingungen an die mechanischen Eigenschaften

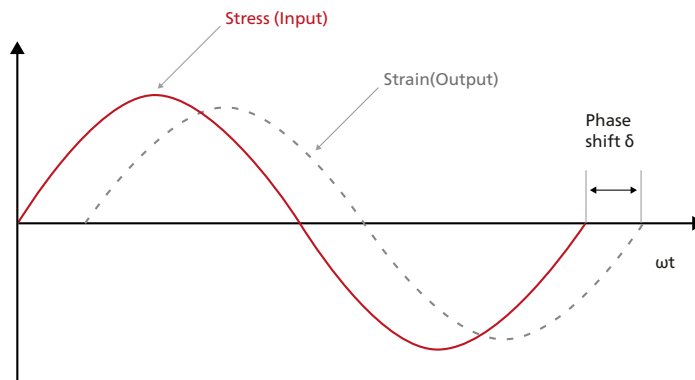
Die vielseitigste DMA der Welt

Die dynamisch-mechanische Analyse misst die viskoelastischen Eigenschaften meist polymerer Werkstoffe während eines kontrollierten Temperatur- und/oder Frequenzprogramms. Während der Messung wird eine sinusförmige Kraft (Spannung σ , engl. stress) auf die Probe (Eingang) aufgebracht, die eine sinusförmige Deformation (Dehnung ϵ , engl. strain) zur Folge (Ausgang) hat.

Bestimmte Materialien wie Polymere zeigen ein viskoelastisches Verhalten, d. h., sie weisen sowohl elastische (entsprechend einer idealen Feder) als auch viskose (entsprechend eines idealen Dämpfers) Eigenschaften auf.

Aufgrund dieses viskoelastischen Verhaltens ist die Deformation (Antwort) gegenüber der Kraft (Anregung) zeitlich verschoben. Diese Abweichung bezeichnet man als Phasenverschiebung δ . Mittels Fourier-Transformation wird das Antwortsignal („in-phase“) in einen „In-Phase-“ und „Außer-Phase“-Anteil aufteilt.

Funktionsprinzip



DMA – Messprinzip

Aus dieser mathematischen Berechnung resultieren der Speichermodul E' (bezieht sich auf den reversiblen, elastischen Anteil „In-Phase“) und der Verlustmodul E'' (bezieht sich auf den irreversiblen, viskosen Anteil „Außer Phase“).

Der Verlustfaktor $\tan\delta$ ergibt sich aus dem Verhältnis von Verlust- und Speichermodul ($\tan\delta = E''/E'$).

Allgemein repräsentiert der Speichermodul (E') die Steifigkeit eines Materials, während der Verlustmodul (E'') ein Maß für die Schwingungsenergie ist, die in Wärme umgewandelt wird. $\tan\delta$ charakterisiert die mechanische Dämpfung oder innere Reibung eines viskoelastischen Systems.

Messdaten

Komplexe DMA-Variable	Realteil	Imaginärteil
Komplexer Modul E^*	Speichermodul E'	Verlustmodul E''
Schermodul G^*	Speichermodul G'	Verlustmodul G''
Nachgiebigkeit D^*	D'	D''
Amplitude A^*	A'	A''
Kraft*	F'	F''
Federkonstante c^*	c'	c''

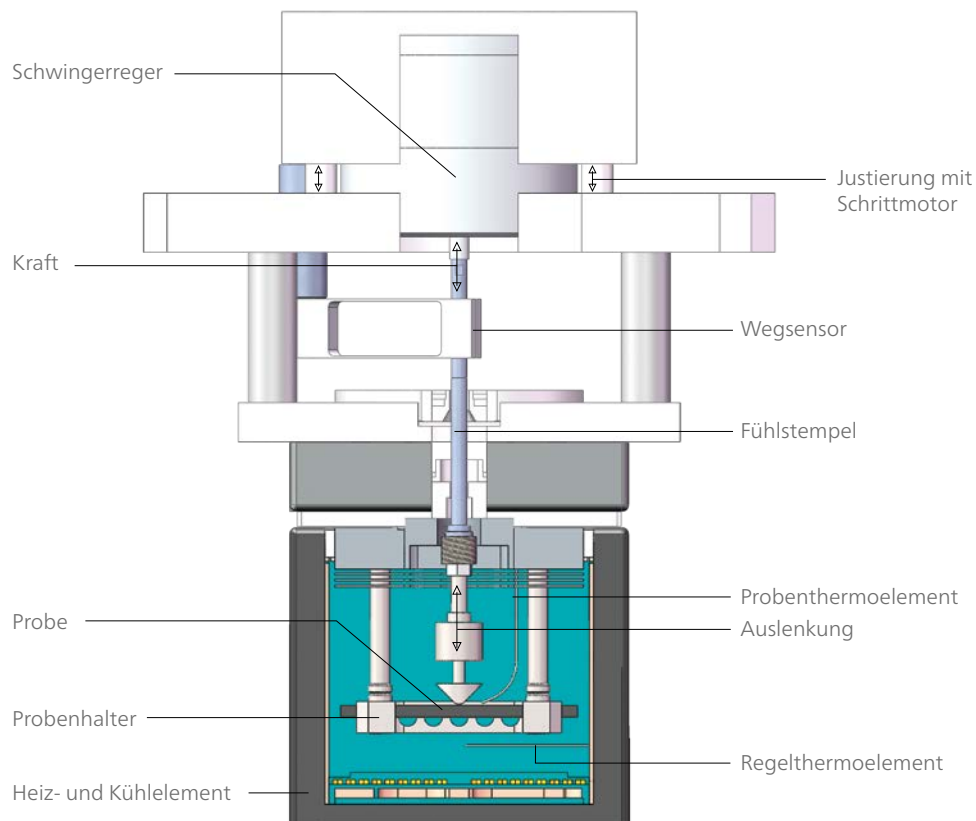
Allgemeine Daten

Statische Längenänderung dL

Offset

Statische Probenkraft F_{stat}

Verlustfaktor $\tan\delta$



DMA 242 E Artemis – Funktionsprinzip

Dynamisch-mechanische Tests unterstützen die Forschung und Qualitätskontrolle von Polymeren

F&E

Die DMA ist eine sehr empfindliche Methode zur Bestimmung mechanischer Eigenschaften von Polymeren und Verbundwerkstoffen. Diese werden vor allem im Rahmen der Produktentwicklung in der Industrie, wie z. B. in der Automobilbranche, genutzt.

Qualitätskontrolle

α - und β -Übergänge können als Kriterien für Vergleiche zwischen eigenen Erzeugnissen und Standard- bzw. Wettbewerbsprodukten herangezogen werden. Unsere DMA-Experten helfen Ihnen, die richtige Herangehensweise an spezifische Applikationen zu finden und stehen Ihnen beratend zur Seite.

Informationen aus DMA-Messungen

- Daten zu Steifigkeits- und Dämpfungsverhalten (Modulwerte und Dämpfungsfaktor unter den verschiedensten Bedingungen)
- Daten über die Zusammensetzung und Struktur von Polymerblends (Verträglichkeit)
- Glasübergangstemperaturen hochvernetzter, amorpher oder teilkristalliner Polymere und Verbundwerkstoffe
- Aushärtung/Nachhärtung
- Alterung
- Kriechen und Relaxation
- Stress und Strain Sweeps
- Multifrequenztests
- Vorhersage des Materialverhaltens mittels Zeit-Temperatur-Superposition (TTS)
- Immersionstests



DMA 242 E Artemis

Temperaturbereich	-170 °C bis 600 °C
Heizrate	0,01 bis 20 K/min
Frequenzbereich	0,01 bis 100 Hz
Kraftbereich mit erhöhter Kraft	24 N (max.)
Kraftbereich mit erhöhter Auflösung	8 N (max.)
Maximale Verformungsamplitude (dynamisch)	± 240 µm
Statische Verformung	Bis 20 mm
Modulbereich	10 ⁻³ bis 10 ⁶ MPa
Dämpfungsbereich (tanδ)	0,005 bis 100
Kühlvorrichtung	<ul style="list-style-type: none">▪ Flüssigstickstoff: -170 °C bis 600 °C▪ Druckluft mit Vortex-Rohr: 0 °C bis 600 °C▪ Luft-Intracooler AIC 80: -70 °C bis 600 °C; Aktivierung des AIC 80 < 300 °C
Deformationsmodi	<ul style="list-style-type: none">▪ 3-Punktbiegung▪ Ein-/zweiarmige Biegung▪ Scherung▪ Zug▪ Kompression/Penetration
Zusätzliche Messmodi	<ul style="list-style-type: none">▪ Iso-strain▪ TMA Modus▪ Kriechen/Relaxation▪ Stress/Strain Sweep
Probengeometrien	Abhängig vom Deformationsmodus, z. B. maximale Probendimensionen für 3-Punktbiegung: Länge: 60 mm, Breite: 12 mm, Dicke: 5 mm
Zubehör	<ul style="list-style-type: none">▪ Immersionsbad▪ Feuchtgenerator▪ UV-Ausstattung▪ Dielektrischer Analysator (DEA)

Technische Daten

Probenhalter für verschiedene Modi

FÜR JEDE APPLIKATION DER GEEIGNETE PROBENHALTER

Probenhalter	Probendimensionen			Applikation
Ein- und Zweiarmlige Biegung	Freie Biegelänge*	Breite (max.)	Höhe (max.)	
Standard	(2x)1 mm (2x)5 mm (2x)16 mm (2x)17 mm	12 mm 12 mm 12 mm 12 mm	5 mm 5 mm 5 mm 5 mm	Thermoplaste, Elastomere
Extra feste Probeneinspannung	17 mm	12 mm	5 mm	Zur Bestimmung des Glasübergangs (T_g) von faserverstärkten Polymeren in der Luftfahrtindustrie
Freier Fühlstempel	20 mm	12 mm	5 mm	Hochsteife Proben, z. B. CFK
3-Punkt-Biegung	Freie Biegelänge*	Breite (max.)	Höhe (max.)	
Runde Auflager	10 mm 20 mm 40 mm 50 mm	12 mm 12 mm 12 mm 12 mm	5 mm 5 mm 5 mm 5 mm	Faserverstärkte oder hochgefüllte Thermoplaste (Metalle, Keramiken)
Scharfkantige Auflager	20 mm 40 mm	12 mm 12 mm	5 mm 5 mm	Steife, faserverstärkte oder hochgefüllte Polymere, Metalle, Keramiken
Zug	Freie Biegelänge*	Ø/Breite/Dicke (max.)		
Standard	15 mm	6,8 mm		Folien, Fasern, dünne Gummistreifen
Kompression/ Penetration	Proben Ø (max.)	Fühlstempel Ø [mm]	Höhe (max.)	
Standard	15 mm 30 mm	0,5; 1; 3; 5; 15 0,5; 1; 3; 5; 15; 30	6 mm 6 mm	Weiche Proben, z. B. Gummi
Scherung	Ø/Breite/ Höhe (max.)	Dicke (max.)	Querschnitt (max.)	
Glatte Oberfläche	15 mm	6 mm	225 mm ²	Klebstoffe, Elastomere
Geriffelte Oberfläche	15 mm	6 mm	225 mm ²	Klebstoffe, Pasten

*Die Proben müssen länger sein als die hier aufgeführten Werte für die freien Biege- und Zuglängen.

Mit der DMA 242 E *Artemis* können Materialien von Flüssigkeiten über hochgefüllte Duomere bis hin zu Metallen und Keramiken gemessen werden. Genaue Ergebnisse setzen eine optimale Anpassung der Testbedingungen an Material und Applikation voraus. Darum hat NETZSCH ein breites Spektrum an Probenhaltern, Zubehör und Messmodi entwickelt. Alle erhältlichen Probenhalter sind in den nachfolgenden Tabellen aufgeführt.



Probenhalter für Messungen in 3-Punkt-Biegung



Probenhalter für Messungen in ein-/zweiarmiger Biegung



Probenhalter für Messungen im Zugmodus



Probenhalter für Messungen im Schermodus

Unterschiedliche Größen für Rahmen und Fühlstempel garantieren eine optimale Anpassung der Probenhalter für Kompressions- und Penetrationsmodus an die Messparameter.

GROSSE AUSWAHL AN PROBENHALTERN



Probenhalter für Messungen an pastösen Proben im Kompressionsmodus mit Probenaufnahme

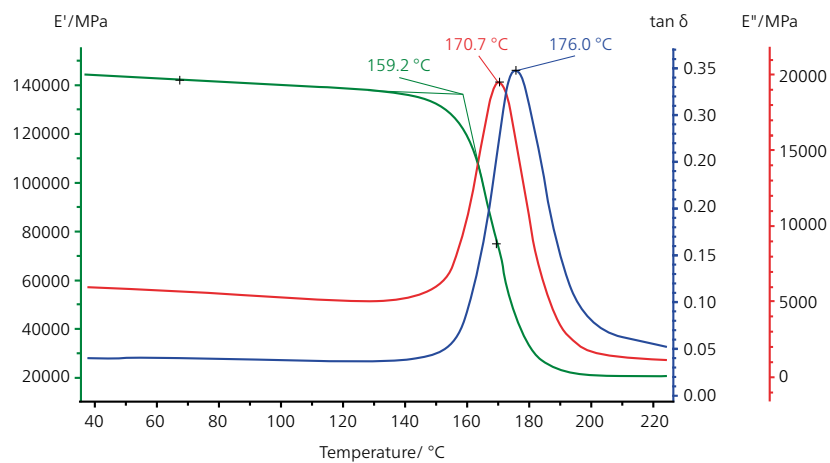


Probenhalter für Messungen in einseitiger Biegung mit freiem Fühlstempel, speziell für steife Materialien

Spezielle Probenhalter	Probendimensionen			Applikation
	Kompression/ Penetration	Proben Ø (max.)	Fühlstempel Ø [mm]	
Fühlstempel aus Quarzglas und freier Scheibe aus Aluminiumoxid	15 mm	5 mm	6 mm	Isolationsschäume
Aufnahme für Probentiegel	7 mm	3 mm	2.5 mm	Aushärtung von pastösen Proben mit höherer Viskosität
Kugelförmiger Fühlstempel	Behälter: Ø 19 mm, Höhe 15 mm Kugel des Fühlstempels: Ø 8 mm			Aushärtung viskoser Proben
Quarzglasfenster für UV-Lampe	15 mm	15 mm	6 mm	Aushärtung UV-empfindlicher Materialien
Simultane DMA-DEA-Messungen	15 mm	15 mm	6 mm	Aushärtung reaktiver Harzsysteme



E-Modul eines CFK-Materials



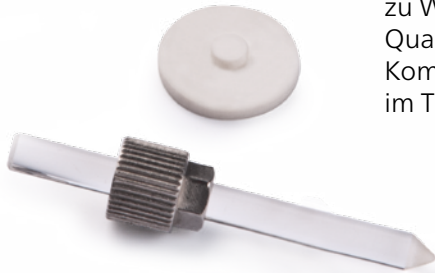
DMA-Messung an einem hochsteifen, kohlefaserverstärkten Epoxidharz
 Probenhalter: einarmige Biegung; 20 mm mit freiem Fühlstempel
 Messparameter: Heizrate 3 K/min, Frequenz: 10 Hz, Amplitude: $\pm 40 \mu\text{m}$

Der Probenhalter für einarmige Biegung mit freiem Fühlstempel wurde speziell für die Messung hochsteifer Materialien entwickelt. Die Probe ist an einem Ende fixiert und am anderen Ende oszilliert ein freier Fühlstempel.

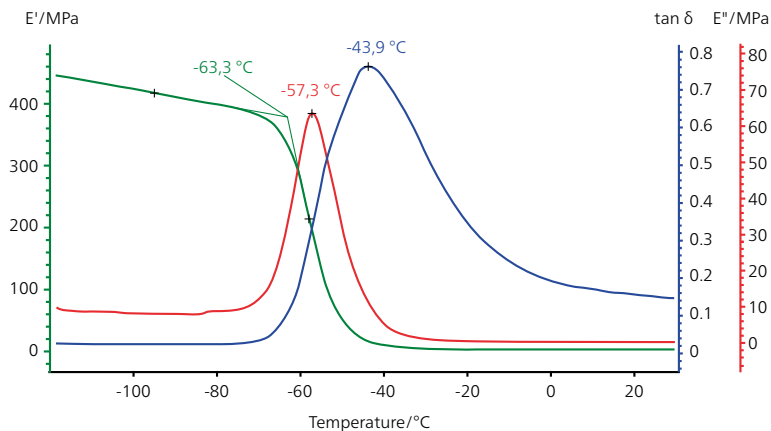
Hier sind die Ergebnisse einer DMA-Messung an einem kohlefaserverstärkten Epoxidharz dargestellt. Der hohe Speichermodul bei 50 °C (ca. 145.000 MPa) lässt erkennen, dass dieses Material steifer ist als Titan. Der Abfall der Kurve bei 159 °C (Onsettemperatur) in Zusammenhang mit den Maxima in den Verlustmodul- und Verlustfaktorkurven bei 171 °C und 176 °C kennzeichnet den Glasübergang der Epoxidmatrix.

Probenhalter für Isolationsschäume

Die sehr geringe Wärmeleitfähigkeit von Schäumen und weiteren Isoliermaterialien führt bei Verwendung eines metallischen Fühlstempels zu Wärmeverlusten. Speziell für diese Proben wurde ein Fühlstempel aus Quarzglas mit einer freien Scheibe aus Aluminiumoxid für Messungen im Kompressionsmodus entwickelt, der auch für Ausdehnungsmessungen im TMA-Modus empfohlen wird.



Fühlstempel aus Quarzglas mit freier Scheibe aus Aluminiumoxid



Kompressionsmessung an einem Isolationsschaum (Höhe: 5 mm)
 Probenhalter: Kompression mit Fühlstempel aus Quarzglas/Scheibe aus Aluminiumoxid
 Messparameter: -120 °C bis 30 °C mit 2 K/min, Frequenz: 10 Hz, Amplitude: ±30 µm

Viskoelastische Eigenschaften eines Isolationsschaums

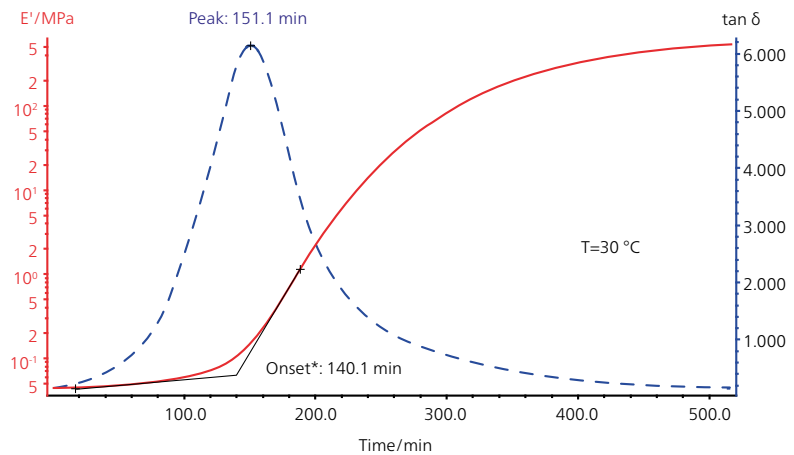
Isolationsschäume gewinnen in der Baustoffindustrie aus ökologischen und ökonomischen Gründen zunehmend an Bedeutung.

Die Abbildung zeigt eine Messung an einem Isolationsschaum zwischen -120 °C und 30 °C, durchgeführt mit einer Frequenz von 10 Hz.

Der bei -63 °C beginnende Abfall in der Speichermodulkurve ist mit den Peaks bei -57 °C (Verlustmodul) und -44 °C ($\tan \delta$) verbunden. Er entspricht dem Glasübergang dieses Dämmmaterials, was den Applikationsbereich einschränkt.

Aushärtung eines flüssigen Epoxidklebstoffs

Die Abbildung zeigt die DMA-Messung an einem zunächst noch flüssigen Epoxidklebstoff. Zur Untersuchung der Aushärtung wurde der spezielle Probenhalter mit Behälter und kugelförmigem Fühlstempel verwendet. Der steile Anstieg im Speichermodul nach 140 min (Onset) ist auf die Aushärtereaktion zurückzuführen. Er ist verbunden mit einem Peak bei 151 min in der $\tan\delta$ -Kurve. Der weitere Anstieg des Speichermodulwerts weist darauf hin, dass die Aushärtung selbst nach 500 min noch nicht vollständig beendet ist.



DMA-Messung mit dem Probenhalter für viskose Proben
Probe: Epoxidklebstoff
Probenhalter: Kompressions-Probenhalter mit Behälter und kugelförmigem Fühlstempel
Messparameter: isotherm $30\text{ }^\circ\text{C}$, Frequenz: 1 Hz, Amplitude: $\pm 20\text{ }\mu\text{m}$



Spezieller Probenhalter mit kugelförmigem Fühlstempel zur Aushärtung viskoser Proben

GROSSE AUSWAHL AN ZUBEHÖR



Luft-Intracooler – Eine wirtschaftliche Lösung für typische DMA-Messungen

Viele Anwendungen, z. B. im Bereich von Polymeren mit geringer Steifigkeit, erfordern einen Start der Messung unterhalb von Raumtemperatur. Der AIC 80 ist ein kompakter Luft-Intracooler, der völlig ohne Verwendung von Flüssigstickstoff arbeitet. Dieses kompakte Kühlsystem auf Basis eines Wärmetauschers mit langer, isolierter Verbindungsleitung kann – je nach Platzbedarf in Ihrem Labor – bequem unter einem Tisch oder seitlich platziert werden kann.

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

Technische Daten des Luft-Intracoolers AIC 80

Temperaturbereich $-70\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $600\text{ }^{\circ}\text{C}$, Aktivierung des AIC $< 300\text{ }^{\circ}\text{C}$

Max. Eingangsdruck 2 bar

Luftdurchsatz Max. 50 slm (Standardliter/min)

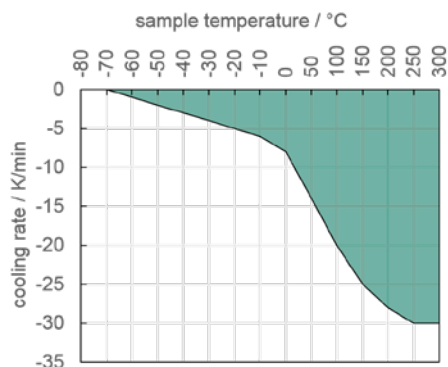
Abmessungen (B x T x H) 0,38 m x 0,55 m x 0,8 m

Länge des Messfühlers 3 m

Gewicht 65 kg

Länge des Auslassrohrs 3 m

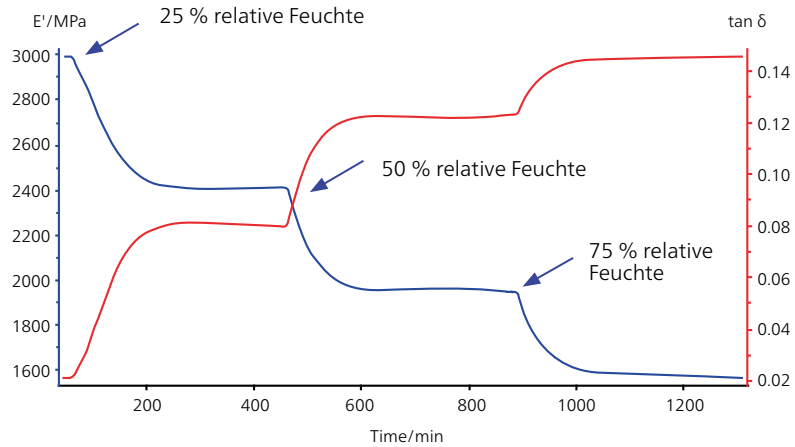
Max. Umgebungs- $5\text{ }^{\circ}\text{C}$ bis $35\text{ }^{\circ}\text{C}$
temperatur (Spezifikationen bezogen auf $25\text{ }^{\circ}\text{C}$)



Kühlleistung des AIC 80

Einfluss von Feuchtigkeit auf die mechanischen Eigenschaften eines Polyamidfilms*

In diesem Beispiel wurde ein getrockneter Polyamidfilm im Zugmodus gemessen. Zu Beginn der Messung, ohne Feuchteinfluss, lag der Speichermodul konstant bei ca. 3000 MPa. Nach Zuschalten des Feuchtegenerators (25 % relative Feuchte) nahm der Speichermodul auf ca. 2400 MPa ab. Die Erhöhung des Feuchtegehalts auf 50 % und 75 % (nach 7 h bzw. 14 Stunden) führte jeweils zu einer weiteren Abnahme des Speichermoduls. Diese Ergebnisse belegen sehr anschaulich, dass Feuchte einen großen Einfluss auf die Elastizität von Polyamid hat. Wasser wirkt somit als Weichmacher.



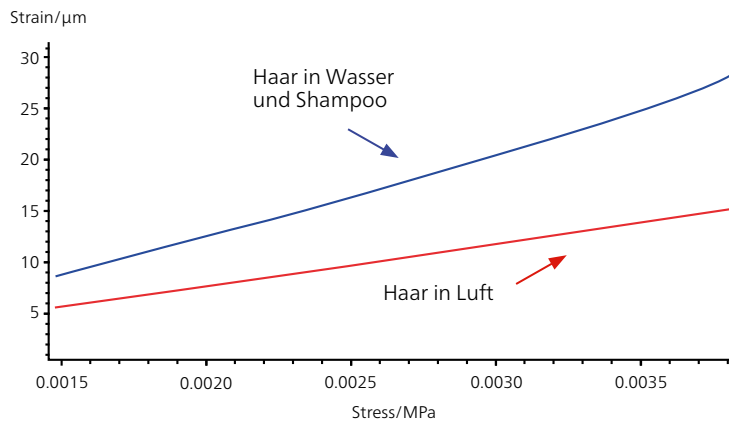
Behälter für Immersionstests

Einfach durchführbare Messungen in Flüssigkeiten: Immersionsbad

Das Immersionsbad kann in Verbindung mit jedem beliebigen Probenhalter verwendet werden, um den Einfluss einer vorgegebenen Flüssigkeit auf die viskoelastischen Eigenschaften der Probe zu untersuchen. Die Temperatur kann während der Messung nach Belieben variiert werden.

Einfluss von Shampoo auf menschliches Haar

Stress-Sweep-Tests an menschlichem Haar wurden in Luftatmosphäre und in einer Mischung aus Wasser und Shampoo durchgeführt. Die Kraft an der Probe wurde von 0,1 N bis 1 N variiert und die Deformation (Dehnung) wurde gemessen. Der Stress-Strain-Plot für beide Messungen zeigt unterschiedliche Kurvenanstiege auf: Das Haar in Kontakt mit dem Wasser-Shampoo-Gemisch weist einen geringeren Speichermodul, d.h., es ist weicher als in Kontakt mit Luft.

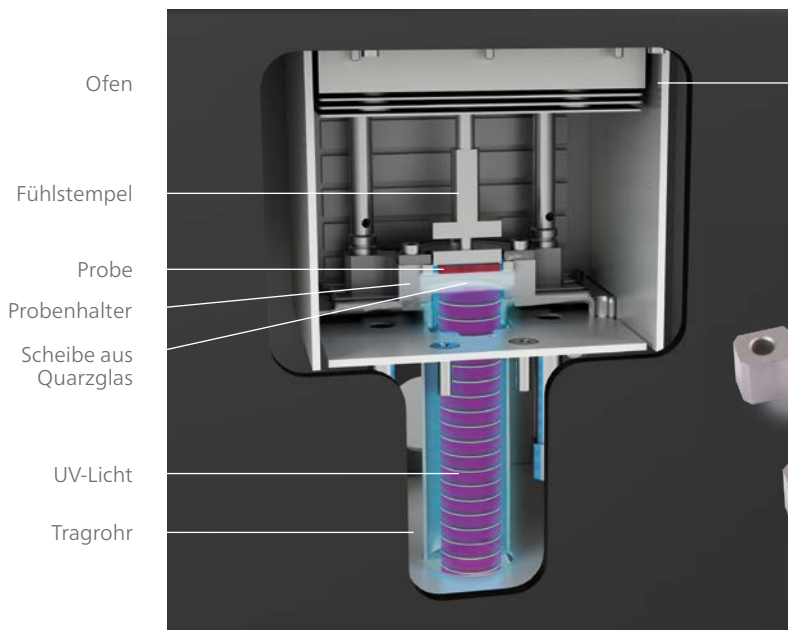


Geschwindigkeit von menschlichem Haar (Dicke zwischen 70 µm und 80 µm), gemessen im Zugmodus bei 25 °C mit einer Frequenz von 1 Hz; die Kraft variiert zwischen 0,1 und 1 N.

* Für die Messung und Diskussionen danken wir Prof. Dr. T. Rödel und M. Wendt von der Technischen Hochschule Merseburg.

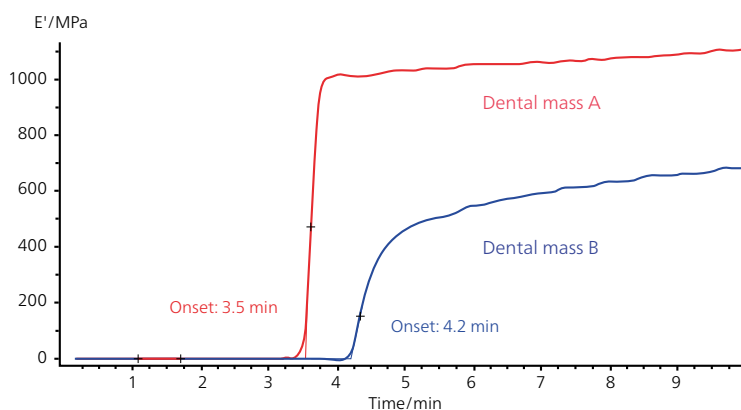
Lichthärtung: UV-Zusatz

Zur Untersuchung des Aushärteverhaltens UV-reaktiver Materialien kann an den Ofen der DMA 242 E *Artemis* eine UV-Lampe über einen Lichtwellenleiter angeschlossen werden. Über das Quarzglas-Fenster eines speziellen Kompressions-Probenhalters kann das UV-Licht mit der Probe in Wechselwirkung treten.



Spezieller Probenhalter mit Fenster aus Quarzglas für DMA-Messungen unter dem Einfluss von UV-Licht

Gerätekonfiguration für den Anschluss einer Lichtquelle an die DMA 242 E *Artemis*



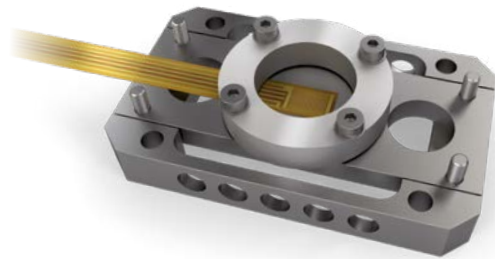
Vergleich des Aushärteverhaltens zweier Dentalmassen
Messparameter: Kompressionsmodus, Temperatur 30 °C,
Frequenz: 10 Hz, Amplitude: $\pm 15 \mu\text{m}$

Lichthärtung zweier Dentalmassen

Diese Messungen vergleichen das Aushärteverhalten zweier Dentalmassen. Der Speichermodul von Dentalmasse A (rot) steigt nach 3,5 Minuten (Onset) steil an, was auf eine schnelle Aushärtereaktion des Materials hinweist. Die Reaktion von Dentalmasse B (blau) setzt fast eine Minute später ein und verläuft langsamer. Der Unterschied im E' -Modul (1100 MPa für Dentalmasse A und 700 MPa für Dentalmasse B) am Ende der Messung ist auf eine unterschiedliche Vernetzung der beiden Dentalmassen zurückzuführen.

Simultane DMA-DEA: Zwei Messungen in einem Lauf

Die dielektrische Analyse (DEA) ist eine Methode zur Aufzeichnung des Aushärteverhaltens reaktiver Harzsysteme durch Messung ihrer Ionenviskosität. Im DMA-DEA-Kopplungstest wird ein modifizierter Kompressions-Probenhalter mit DEA-Sensor verwendet. Beide Messungen, DMA und DEA, können somit unter den gleichen Messbedingungen durchgeführt werden.

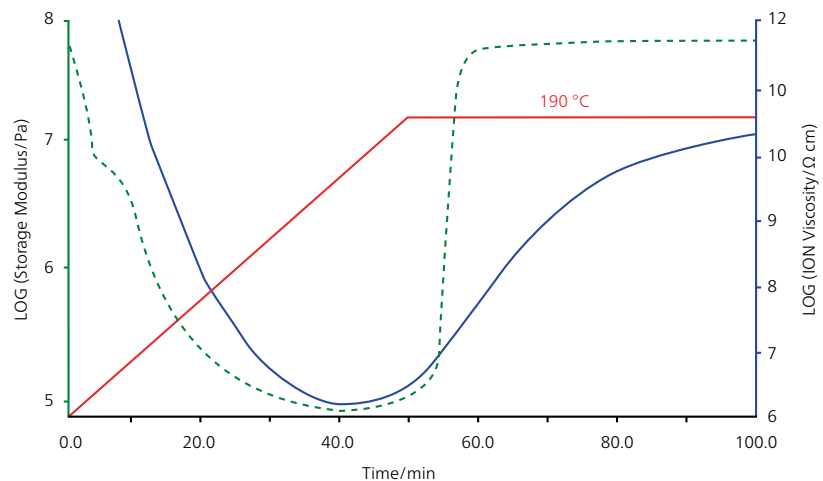


Probenhalter für
simultane DMA-DEA

DMA-DEA-Messung an einem Epoxidharz

In diesem Beispiel wurde ein ungehärtetes Epoxidharz bis 190 °C aufgeheizt und die Temperatur anschließend konstant gehalten. Der anfängliche Abfall im Speichermodul und der Ionenviskosität während der Aufheizung ist auf das Erweichen der Probe zurückzuführen. Im darauffolgenden steilen Anstieg des Speichermoduls zeigt sich die Empfindlichkeit der DEA bezüglich des Beginns der Aushärtereaktion.

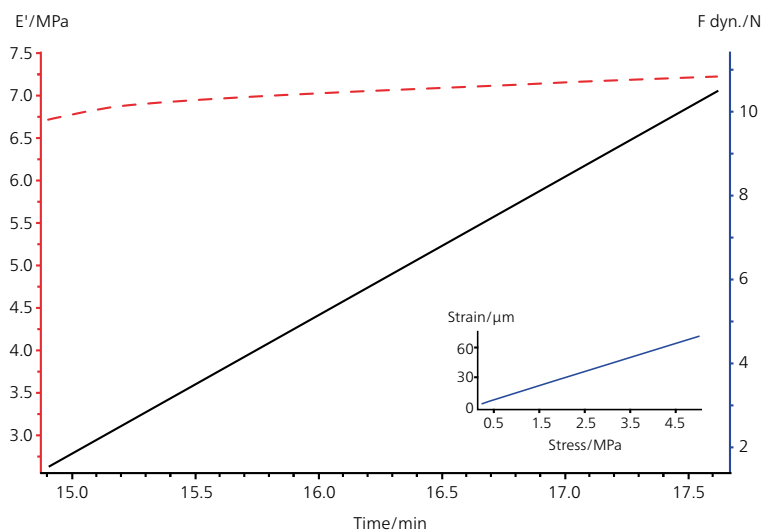
Während der isothermen Phase bei 190 °C stabilisiert sich der in Kompression gemessene Speichermodul. Die Ionenviskosität steigt jedoch weiter an. Mit der DEA-Methode wird deutlich, dass die Aushärtung nach 100 Minuten noch nicht vollständig abgeschlossen ist.



Aushärtung eines Epoxidharzes
Probenhalter: spezieller Kompressions-Probenhalter für DMA-DEA
Messparameter: Raumtemperatur bis 190 °C mit 3 K/min und
isotherm bei 190 °C, Frequenz: 10 Hz

VERSCHIEDENE MESSMODI FÜR EIN BREITES ANWENDUNGSSPEKTRUM

Hohe Kräfte für mehr Informationen



Stress-Sweep-Test an einem Naturkautschuk mit einer Dicke von 2,01 mm
Probenhalter: Kompression, Durchmesser 15 mm
Messparameter: Raumtemperatur, Frequenz: 10 Hz



Probenhalter für Messungen im Kompressionsmodus

Die neue DMA 242 E *Artemis* arbeitet mit Kräften bis 24 N. Dank dieses großen Bereichs können sehr dicke und steife Proben, speziell im Kompressions- und Zugmodus, untersucht werden. In diesem Beispiel wurde eine Messung im Stress-Sweep-Modus an einem Naturkautschuk durchgeführt. Dabei wurde die maximale statische Kraft auf 12 N festgesetzt und die dynamische Kraft zwischen 0,5 N und 10,5 N variiert. Die resultierende Deformation wurde gemessen. In der Abbildung sind die dynamische Kraft und der sich ergebende Speichermodul wiedergegeben. Zusätzlich dargestellt ist die Strain-Stress-Grafik. Diese zeigt, dass der Test im Hook'schen Bereich durchgeführt wurde (Linearität der Kurve).



Statische Modi: Kriechen, Relaxation, TMA

Neben dynamischen Messungen erlaubt die DMA 242 E *Artemis* auch Untersuchungen in den drei statischen Messmodi Kriechen, Relaxation und TMA.

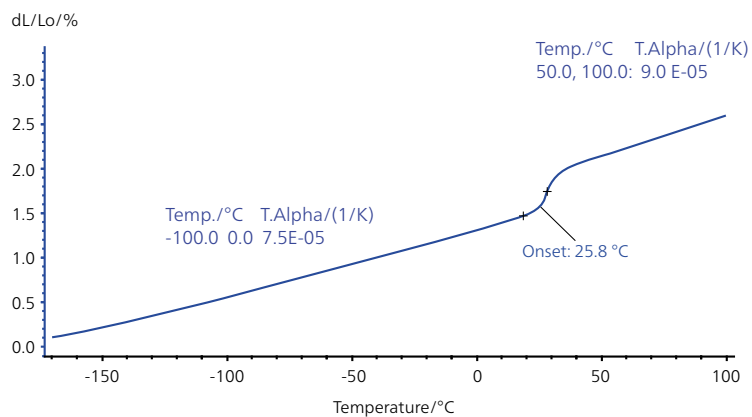
Im Kriechmodus wird eine konstante statische Kraft auf die Probe aufgebracht und die resultierende Deformation gemessen. Der Relaxationstest bestimmt die statische Kraft, die benötigt wird, um eine definierte konstante Deformation zu erhalten.

Im TMA-Modus wird die thermische Ausdehnung von Materialien bestimmt. Eine kleine statische Kraft wird auf die Probe aufgebracht und die resultierende Längenänderung in Abhängigkeit von der Temperatur gemessen.

TMA-Modus Thermische Ausdehnung von PTFE

In diesem Beispiel wurde die Längenänderung von PTFE zwischen -170 °C und 100 °C mit der DMA 242 E *Artemis* im TMA-Modus gemessen.

Am Anfang der Untersuchung nimmt die Probenlänge linear zu. Die Stufe in der Ausdehnung bei 26 °C kann dem Übergang von der geordneten zur ungeordneten Phase zugeschrieben werden.



TMA-Messung an PTFE
 Probenhalter: Kompression im TMA-Modus
 Messparameter: -170 °C bis 100 °C mit 2 K/min, statische Kraft: 0,1 N

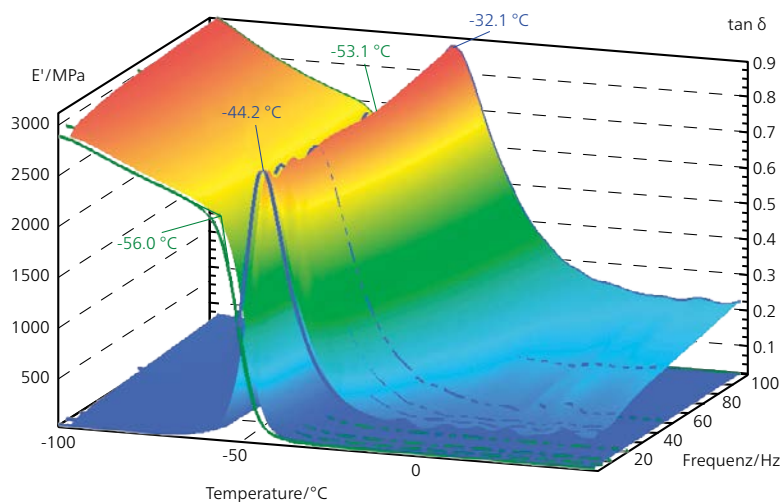
3D-Plot, Multifrequenz



Probenhalter für
zweiarmige Biegung

Multifrequenz-Messung an einem Elastomer

Zusätzlich zu Multifrequenz-Messungen hat der Anwender die Möglichkeit, die Ergebnisse in einem dreidimensionalen Plot darzustellen: Die viskoelastischen Eigenschaften des untersuchten Materials in Abhängigkeit von der Temperatur und Frequenz sind hier auf einen Blick zu erkennen.



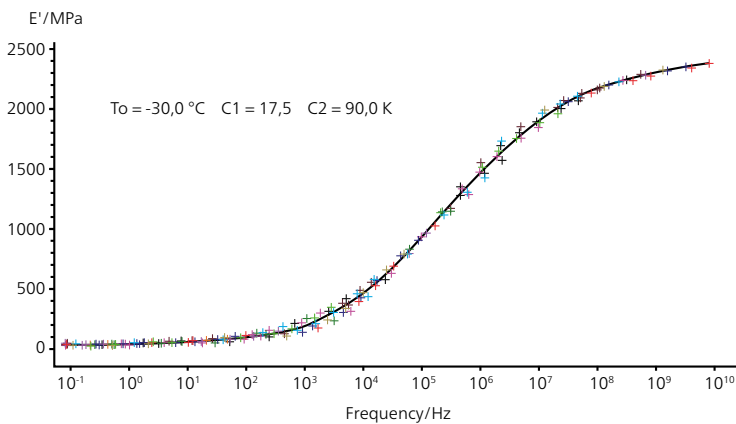
3D-Plot der viskoelastischen Eigenschaften eines Elastomers
(Höhe: 2,66 mm, Breite: 7,77 mm)
Probenhalter: zweiarmige Biegung 2x16 mm
Messparameter: Aufheizen von -100 °C bis 50 °C mit 2 K/min,
Frequenzen: 1, 5, 10, 20, 50 und 100 Hz,
Amplitude: $\pm 40 \mu\text{m}$

Dieses Beispiel zeigt die viskoelastischen Eigenschaften einer Elastomerprobe zwischen -100 °C und 50 °C, gemessen bei Frequenzen von 1 Hz bis 100 Hz.

Der Plot stellt die Kurven des Speichermoduls und des Verlustfaktors in Abhängigkeit von der Temperatur und Frequenz dar. Für jede Frequenz korreliert der Abfall in der E' -Kurve mit einem Peak in der $\tan\delta$ -Kurve. Dieser Effekt kann auf den Glasübergang der Probe zurückgeführt werden. Erwartungsgemäß verschiebt sich der Glasübergang mit steigender Frequenz zu höheren Temperaturen. In der Grafik sind die Onsettemperaturen der Speichermodulkurve und die Peaktemperaturen der Verlustfaktorkurve für 1 Hz und 100 Hz angegeben.

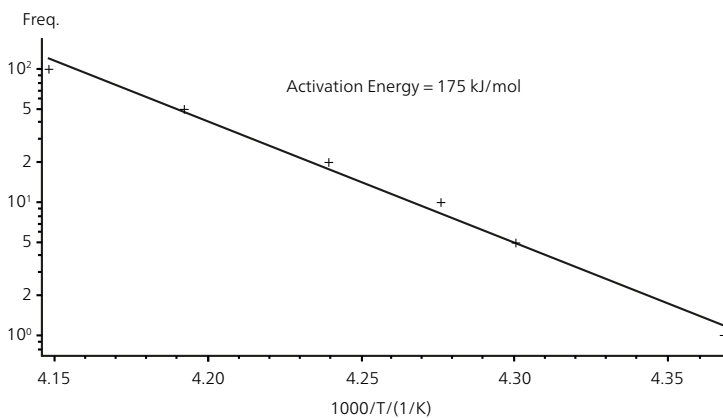
Masterkurve und Arrheniusplot eines Elastomers

Die viskoelastischen Eigenschaften eines Polymers als Funktion der Frequenz können einfach und schnell durch die Berechnung der Masterkurve aus einer einzigen Multifrequenz-Messung ermittelt werden. Dafür wird das Superpositionsprinzip angewandt. Das Verhalten der Probe kann somit zu Frequenzen extrapoliert werden, die außerhalb des Messbereichs des Geräts liegen. Mit der WLF (Williams-Landel-Ferry)-Gleichung wird der Verschiebungsfaktor berechnet und eine Masterkurve bei gegebener Referenztemperatur erstellt.



In diesem Beispiel wurde die Masterkurve des Speichermoduls bei einer Referenztemperatur von -30 °C berechnet. Mit der DMA-Software wurden die Koeffizienten C_1 und C_2 des Verschiebungsfaktors nach der WLF-Gleichung ausgewertet. Im nebenstehenden Plot kann auf Frequenzen bis 10^{10} Hz extrapoliert und somit der Anstieg von E' über die Frequenz gezeigt werden.

Masterkurve eines Elastomers bei einer Referenztemperatur von -30 °C



Arrheniusplot eines Elastomers

Zusätzlich erlaubt die *Proteus*[®]-Software die Berechnung der Aktivierungsenergie für den Glasübergang. Dafür wird das Maximum des Verlustfaktors ($\tan\delta$) für verschiedene Frequenzen über der inversen Temperatur aufgetragen. Die Aktivierungsenergie ergibt sich aus der Steigung der Anpassungsgeraden durch die Datenpunkte. Für den Glasübergang des gemessenen Elastomers wurde eine Aktivierungsenergie von 175 kJ/mol bestimmt.

Proteus[®]-Software

für die DMA 242 E *Artemis*

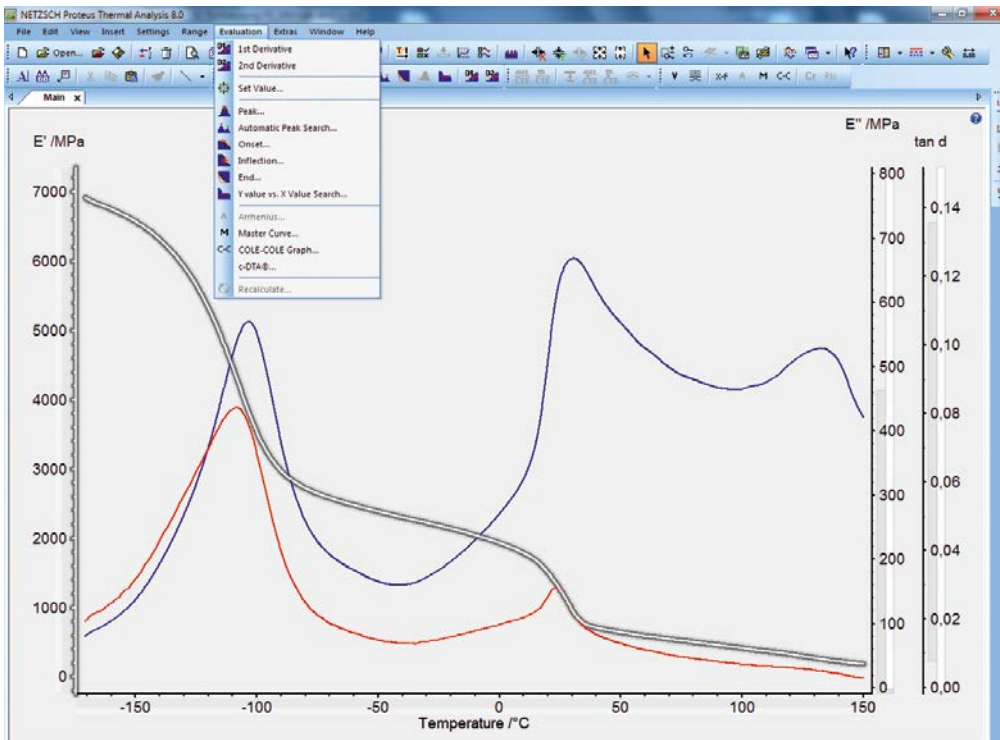
Die DMA 242 E *Artemis* läuft unter einem 32- und 64-bit Windows®-Betriebssystem. Die Software beinhaltet alle Funktionen, die für die Durchführung von Messungen und für die Auswertung der Messdaten erforderlich sind. Durch die Kombination von einfacher Menüführung und automatisierten Routinen konnte eine Benutzeroberfläche geschaffen werden, die leicht zu bedienen ist, aber gleichzeitig auch anspruchsvolle Auswertungen zulässt.

Allgemeine Softwaremerkmale

- Betriebssysteme: Windows XP Professional®, Vista® (Enterprise, Business), Windows 7 (Professional®, Enterprise®, Ultimate®)
- Simultanes Messen und Auswerten
- Kombinierte Analyse: Vergleich und/oder Auswerten von TG-, STA-, DIL-, TMA-, DMA- und DEA-Messungen in einem Plot mit bis zu 64 Kurven/Temperatursegmenten aus gleichen oder verschiedenen Messungen
- Speichern der Analyseergebnisse und des Analysezustands mit allen Auswertefenstern und Vorschau-Grafik zur späteren Wiederherstellung und Fortsetzung der Analyse
- Ausdruckmöglichkeit in 9 verschiedenen Sprachen
- Export der Grafiken mit Auswertergebnissen in die Zwischenablage oder in häufig verwendete Formate wie EMF, PNG, BMP, JPG, TIF oder PDF
- ASCII-Export der Messdaten
- E-Mail-Unterstützung: Automatisches Versenden von Statusmeldungen oder von Messdateien nach der Messung oder Fehlermeldung
- Online-Auswertung der noch laufenden Messung (Snapshot)

Hauptmerkmale der Messsoftware

- Programmierbare Temperatursegmente (isotherm), dynamisch sowie Temperaturrampen zusammen mit Einzel- oder Mehrfachfrequenzen, frei wählbaren Kräften und Deformationsamplituden für jedes Segment
- Online-Grafiken mit bis zu acht frei wählbaren Signalen und Achsen, mit Online-Zoom, zeit- oder temperaturskaliert, Einzelsegment- oder Gesamtkurvendarstellung
- Kalibrierrouninen: Dynamische Masse; Leersystem, Steifigkeit, Phasendrehung, Temperatur
- Regelung der Oszillation: Einfache Handhabung der Regelung von Spannung, Dehnung und gemischtem Modus (Spannungsregelung mit zusätzlichem Kraftlimit) für Materialien mit beträchtlichen Änderungen der viskoelastischen Eigenschaften



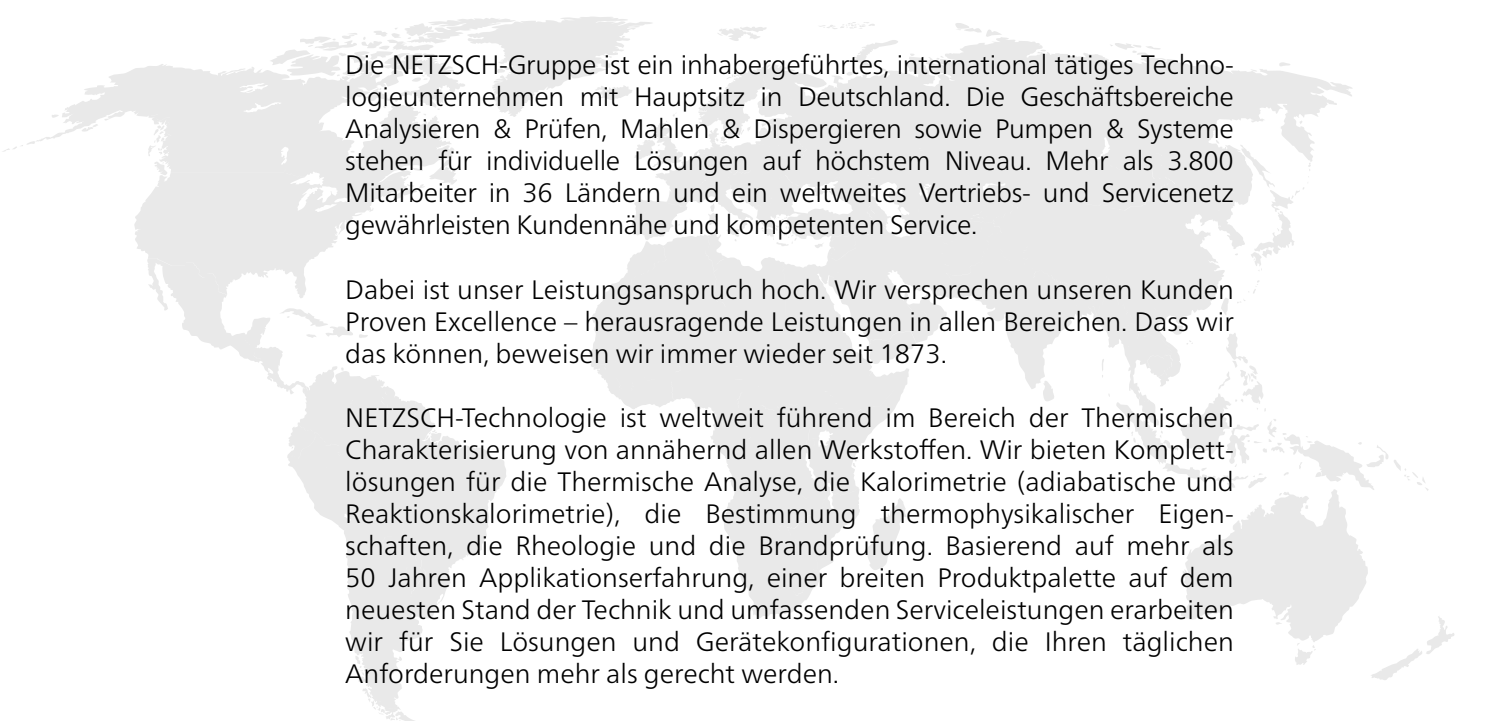
Typische DMA-Messung mit grafischer Darstellung von E' , E'' und $\tan\delta$

Integrierte spezielle Messmodi

- Kriechmodus --Relaxationsmodus mit Deformation bis 20 mm (abhängig von der Probengröße und der gewählten Probenhaltergeometrie)
- Stress-Sweep-Modus
- Strain-Sweep-Modus
- ISO Strain
- TMA-Modus
- Kraftmodi: Kraftbereich mit erhöhter Kraft (24 N), Kraftbereich mit erhöhter Auflösung (8 N)

Hauptmerkmale der Analysesoftware

- Bestimmung von Speichermodul E' , Verlustmodul E'' und Verlustfaktor $\tan\delta$
- 1. und 2. Ableitung
- Superposition frequenzskalierter Kurven (Masterkurven)
- 3-D-Plot-Funktionalität für Multifrequenz-DMA-Daten (z. B. zur Visualisierung der frequenzabhängigen Verschiebung der Glasübergangstemperatur)
- Bestimmung der Aktivierungsenergie (Arrhenius-Plot)
- Bestimmung des Cole-Cole-Plots (grafische Präsentation von $\log(E'')$ oder $\log(\tan\delta)$ in Abhängigkeit von (E'))
- Grafische Darstellung der statischen Längenänderung sowohl in absoluten Einheiten (dL in μm) für alle Probenhalter als auch in relativen Einheiten (dL/L_0 , dL/L_0 in %) für alle Probenhalter des Typs 'Kompression' bzw. 'Zug'
- TMA-Modus: Grafische Darstellung der statischen Längenänderung, 'dL' (TMA-Modus) mit der Möglichkeit zur Kalibrierkorrektur und Berechnung des Ausdehnungskoeffizienten (CTE) in dynamischen Segmenten
- Grafische Darstellung des Kriech- und Relaxationsverhaltens
- Grafische Darstellung des Stress- und Strain-Sweep-Verhaltens, Stress-Strain-Grafik



Die NETZSCH-Gruppe ist ein inhabergeführtes, international tätiges Technologieunternehmen mit Hauptsitz in Deutschland. Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Mehr als 3.800 Mitarbeiter in 36 Ländern und ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

Dabei ist unser Leistungsanspruch hoch. Wir versprechen unseren Kunden Proven Excellence – herausragende Leistungen in allen Bereichen. Dass wir das können, beweisen wir immer wieder seit 1873.

NETZSCH-Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 50 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

Proven Excellence.

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

NETZSCH[®]

www.netsch.com