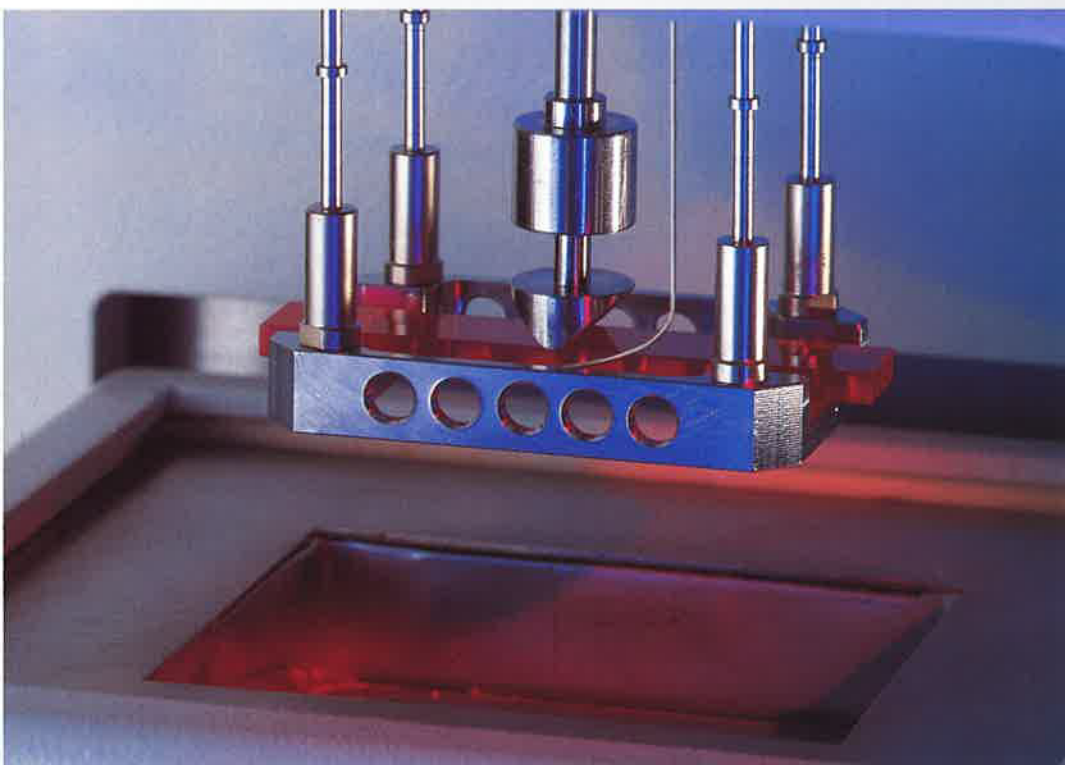


NETZSCH

D



DMA 242 C
-170 ... 600°C

Dynamisch-mechanische Analyse - DMA 242 C

Mit der **dynamisch-mechanischen Analyse (DMA)** werden mechanische Eigenschaften quantitativ in Abhängigkeit von Temperatur, Zeit und Frequenz einer aufgetragenen, oszillierenden Probenbelastung bestimmt (u.a. DIN 51005, DIN 53513, DIN 53440, DIN-IEC 1006, ASTM D 4092, ASTM D 4065). Die meisten Werkstoffe verhalten sich zugleich elastisch (steif) als auch viskos (dämpfend), d.h. **viskoelastisch**. Einer aufgetragenen Belastung geben sie also zum Teil durch viskoses Fließen mit einer bleibenden Verformung nach. Gleichzeitig ist das mechanische Verhalten von Temperatur, Zeit, Höhe und Art der Belastung abhängig. Strukturelle Umwandlungen (z.B.

Glasübergänge, Nebenrelaxationen, Vernetzung) äußern sich in starken thermischen und mechanischen Eigenschaftsänderungen, die mittels DMA aufgezeigt werden. Insbesondere bei der Ermittlung von Relaxationsvorgängen ist die DMA im Vergleich zur DSC (Differential Scanning Calorimetry) empfindlicher.

Ihnen als Anwender liefert die dynamisch-mechanische Analyse umfangreiche praxisrelevante Informationen:

- Temperatureinsatzgrenzen für die Anwendung und die Verarbeitung (u.a. Glasumwandlungstemperatur, Erweichungs- und Versprödungsbeginn)

- Konstruktionsdaten über Steifigkeit und Dämpfung (Modulwerte, Dämpfungsfaktor)
- Fließ- und Relaxationsverhalten
- Aussagen zu Aufbau und Struktur von Polymeren und Polymermischungen (Verträglichkeit)
- Aushärtung, Vulkanisation
- Alterung

DMA 242 C - aussagekräftige und zuverlässige Informationen für die Bereiche:

**Forschung/Entwicklung
Qualitätskontrolle
Qualitätssicherung
Schadensanalyse**



DMA 242 C

DMA 242 C - Ihr vielseitiges Prüfgerät

Die Vielseitigkeit der DMA 242 C äußert sich in der **Vielfalt der Probenhalterungen**. So können Sie je nach Art und Konsistenz Ihrer Proben die viskoelastischen Eigenschaften präzise untersuchen und einen **weiten Modulbereich von 10^3 MPa bis 10^6 MPa** abdecken.

- **Polymere**
Thermoplaste
Duroplaste
Elastomere
Verbundwerkstoffe
Lacke und Beschichtungen
Fasern und Folien
pastöse Stoffe
Biopolymere
- **Pharmazeutika**
- **Lebensmittel**
- **Keramische Materialien**
- **Gläser**
- **Metalle**

Zwischen **-170°C** und **600°C** erhalten Sie die für Sie wichtigen Aussagen über Ihren Werkstoff. Dynamische, isotherme und stufenförmige Temperaturführungen ermöglichen Ihnen eine der Problemstellung angepasste flexible Temperaturprogrammgestaltung.

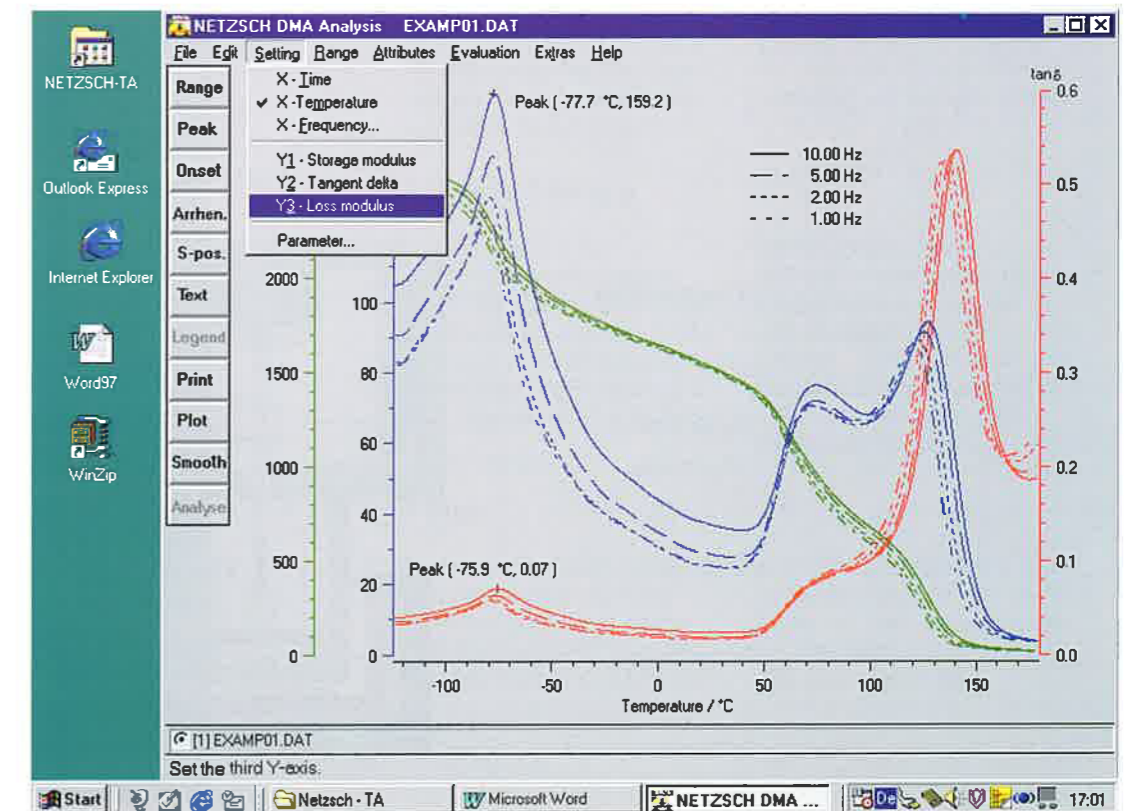
Die Probe wird einer **definierten, erzwungenen Schwingung** ausgesetzt. Eine sinusförmige Kraft (Eingangsfunktion) bewirkt eine resultierende Verformung der viskoelastischen Probe (Ausgangsfunktion), die ebenfalls eine sinusförmige Schwingung jedoch mit Phasenverschiebung darstellt und messtechnisch erfasst wird. Diese Schwingungen werden im DMA-Controller durch eine **FOURIER Analyse** zu einem äußerst rauscharmen Signal ausgewertet.

Der Frequenzbereich von **0,01 Hz bis 100 Hz** wird über 25 Festfrequenzen erschlossen, die einzeln oder in beliebiger Kombination wählbar sind (Multifrequenz). Die dynamische Kraft sowie die statische Vorkraft (Zug oder Druck) betragen jeweils maximal 8 N, d.h. es stehen **maximal 16 N** zur Verfügung.

Die Verformungsamplitude (**ca. 0,1 µm bis 240 µm**) als auch die mittlere Position der Probe werden unabhängig voneinander geregelt. Dadurch wird selbst bei starkem Erweichen des Materials ein ständiger Kontakt des Fühlstempels zur Probe gewährleistet. Dies ist unerlässlich für die Untersuchung von Polymeren, da sich deren Speichermodul während eines Messdurchgangs häufig um mehrere Größenordnungen ändert.

Das **patentierte Wegaufnehmersystem** (DE 4309530C2) gewährleistet die optimale Auflösung bis zu 0,5 nm.

NETZSCH Thermische Analyse Software unter MS® Windows™



Dynamisch

Der Schwingererregter setzt ein elektrisches Signal in eine Kraft um, die über den Fühlstempel auf die Probe übertragen wird. Die hohe Eigensteifigkeit und Stabilität des Gerätes erlauben den **weiten Schwingungsfrequenzbereich** von 0,01 Hz bis 100 Hz. Die vom Wegsensor registrierte Position des Fühlstempels stellt die resultierende Verformung dar. Der speziell für die DMA 242 C entwickelte Wegsensor gibt die Deformation sehr empfindlich und selbst bei höheren Frequenzen unverzerrt und ohne Zeitverzögerung wieder.

Das anschließende digitale Filtern mittels **FOURIER Analyse** liefert ein **exzellentes Signal/Rausch Verhältnis**, sodass selbst kleine $\tan \delta$ Werte aufgelöst werden.

Mechanisch

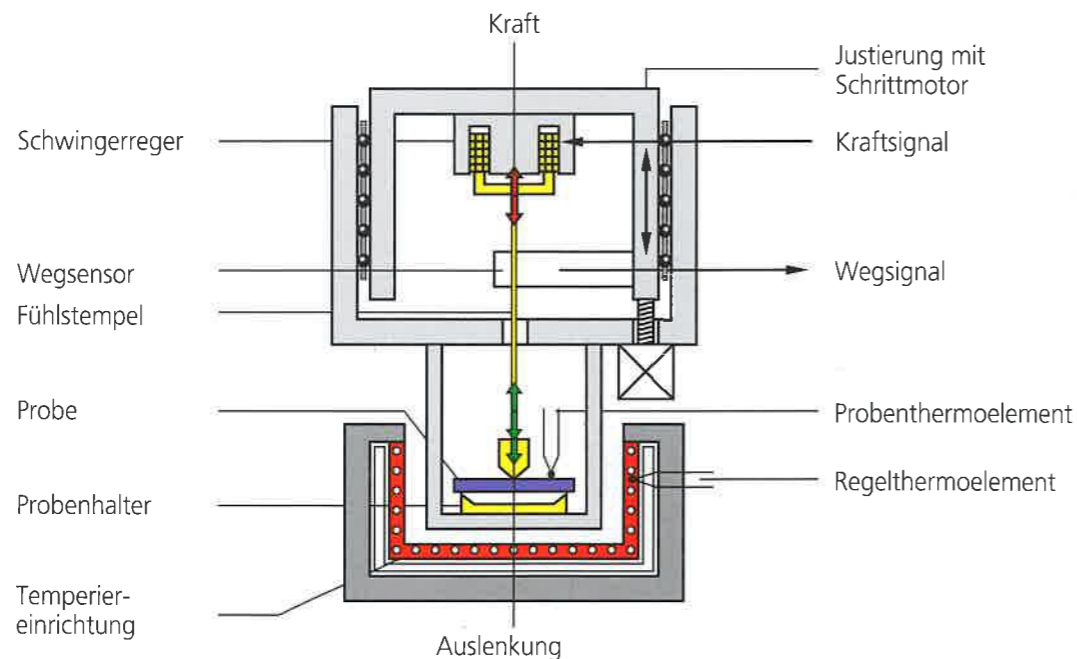
Der vertikale Aufbau und die Versenkbarkeit des Ofens ermöglichen Ihnen freie Zugänglichkeit sowohl beim Probenwechsel als auch beim Austausch der vielfältigen Probenhalterungen (Dreipunktbiegung, ein-/zweiarmige Biegung, Kompression/Penetration, Scherung, Zug). Auftretende Dimensionsänderungen während der Messung (Ausdehnen, Schrumpfen, Kriechen) werden ausgeglichen, indem der Schwingererregter und der Wegsensor mit Hilfe einer **Schrittmotorsteuerung** gegen die Probenhalterung verschoben werden. Im Zugmodus, bei Kompression, Penetration und Dreipunktbiegung wird der dynamischen Kraft eine statische Vorkraft überlagert, sodass auch bei großen Moduländerungen eine sichere Position der Probe gewährleistet ist. Die statische Vorkraft wird der Aufgabenstellung entsprechend geregelt:

- I. fester Wert (Zug oder Druck)
- II. proportional (die Vorspannung der Probe ist dem aktuellen Modulwert angepasst)
- III. Kombination aus I. und II.

Selbstverständlich ist auch die konstante, statische Kraftbeaufschlagung möglich (TMA-Modus).

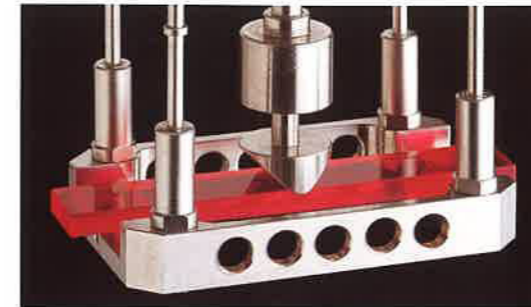
Thermisch

Der rechteckige Querschnitt des Ofens ist an die Probengeometrie angepasst, sodass die Probe gleichmäßig und **homogen erwärmt** wird. Der Temperaturgradient wird über eine Probenlänge von 60 mm auf $\pm 1^\circ\text{C}$ minimiert. Die Probentemperatur wird über ein Proben-Thermoelement und über STC-Funktion (Sample Temperature Control) exakt geregelt. Mit einer geregelten Kühlung mittels flüssigem Stickstoff erzielen Sie bei geringstem Verbrauch Temperaturen bis zu -170°C .



Die DMA 242 C deckt einen sehr weiten Probengeometriebereich ab. Durch den Einsatz von relativ großen Proben (max. Probenlänge 60 mm in

Biegung) ist eine gute Extrapolation der Ergebnisse zu Bauteilen gegeben. Wählen Sie für Ihre Aufgabenstellung die ideale Probenhalterung*:



1. Dreipunktbiegung

Die Probe liegt auf zwei abgerundeten Schneiden auf, während der Fühlstempel die Probe von oben belastet. Der Schneidenabstand entspricht DIN 53457. Sie können unter vier verschiedenen Haltern

wählen. Dieser Verformungsmodus ist ideal für Materialien mit hohem Speichermodul wie z.B. gefüllte oder verstärkte Thermo- und Duroplaste (Verbundwerkstoffe) oder Metalle und Metalllegierungen.



2. Zweiarmige Biegung

Die Probenenden sind fest eingespannt. Diese Anordnung ist besonders günstig für die Proben des hohen und mittleren Modulbereiches (Gummi und Thermoplaste).

Es sind Halterungen für drei verschiedene Biegelängen lieferbar. Durch Freilassen eines Probenendes kann auch in **einarmiger Biegung** gearbeitet werden.



3. Kompression

Die Probe (Gummi, Schaumstoffe, Biopolymere, pastöse Stoffe, etc.) liegt auf einer planen Fläche im Probenhalter und wird über das plattenförmige Ende des Fühlstempels von oben belastet. Verschiedene Durchmesser bis

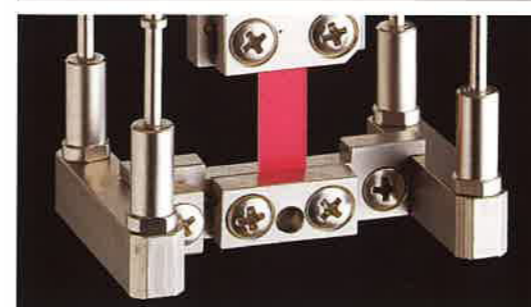
max. 30 mm sind erhältlich. Führt man den Probenstempel als Spitze aus, spricht man von **Penetration**. Diese Beanspruchung eignet sich z.B. für die Untersuchung von Lackschichten.



4. Lineare Scherung

Zwei Proben werden in Sandwich-Geometrie zwischen die planen Flächen des Probenhalters und des Fühlstempels eingepresst oder eingeklebt. Die Belastung wird über die plattenförmige

Verlängerung des Fühlstempels eingebracht. Diese Probenhalterung eignet sich insbesondere für weiche Materialien wie Kautschuk oder Klebstoffe. Zwei Probenhaltertypen stehen zur Auswahl.



5. Zug

Für Messungen von Folien und Fasern oder dünnen Gummiprüfungen wird bevorzugt die Zughalterung eingesetzt. Während die Probe

an ihrem unteren Ende festgehalten wird, ist das obere Ende mit dem beweglichen Teil der Zughalterung (Fühlstempel) verbunden.

* spezielle Probenhalter z.B. für viskose Flüssigkeiten oder sehr steife Proben auf Anfrage

DMA 242 C - Umfangreiche Software

Die multitaskingfähige **NETZSCH Thermische Analyse Software unter MS® Windows™** bietet Ihnen:

- die Verwendung eines Computers industriellen Standards
- eine vertraute Benutzeroberfläche
- einfachste Bedienung
- normgerechte DMA Auswerterroutinen
- schnelles Berichtswesen mit Grafikeinbindung und Text

Mit übersichtlichen Eingabemaschinen werden Sie durch die **Programmierung** einer Messung geführt. Hier wählen Sie das Temperaturprogramm, Messfrequenzen sowie die Verformungskraft und die Zielamplitude. Auch die **Kalibrierung** des Gerätes führen Sie softwareunterstützt und weitestgehend automatisiert durch:

- Dynamische Massekalibrierung
- Leeres System-Kalibrierung
- Systemsteifigkeitskalibrierung
- Phasendrehung (empfohlen für steife Proben)
- Temperaturkalibrierung

Grafikausgabe mit vollständiger Dokumentation

Neben den in der Praxis am häufigsten verwendeten Angaben von Speicher- und Verlustmodul sowie Verlustfaktor

Multitaskingbetrieb (gleichzeitiges Messen und Auswerten) sowie **Multimodulbetrieb** innerhalb der kompletten Serie 200 (gleichzeitiger Betrieb mehrerer Module) sind selbstverständlich.

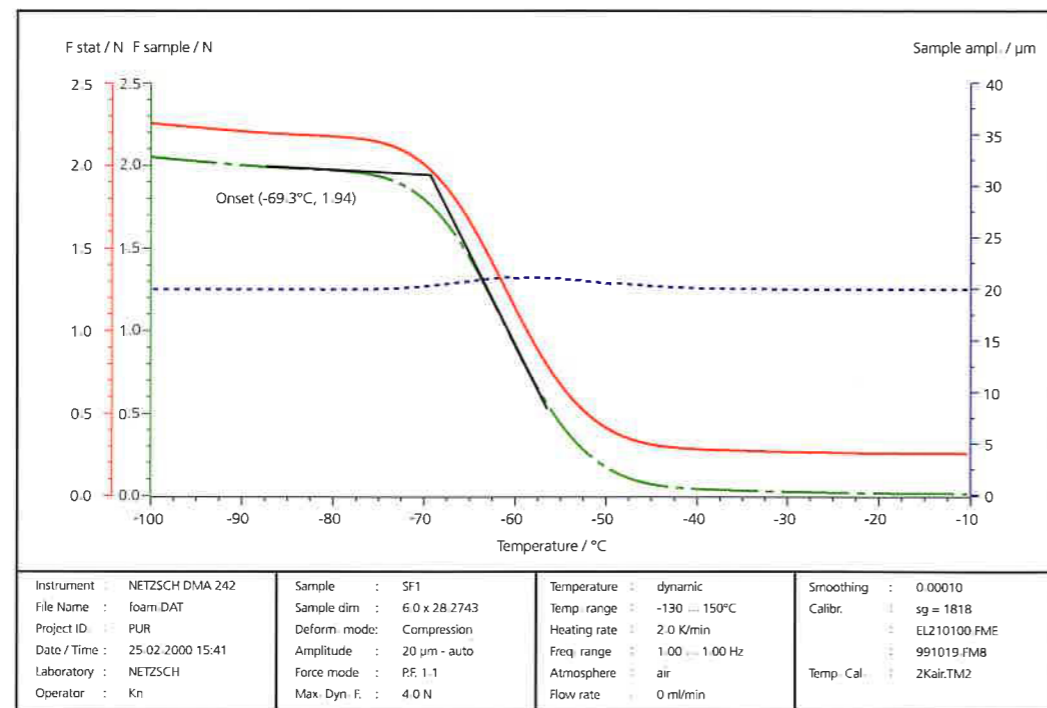
Umfangreiche **Auswerterroutinen** stehen Ihnen zur Verfügung:

- logarithmische oder lineare Skalierung der Ergebnisgrößen (z.B. Speichermodul E' , Verlustmodul E'' , Verlustfaktor $\tan \delta$)
- Darstellung des Verlaufs der statischen und dynamischen Kraft, der Verformungsamplitude, des Offsets, der Viskosität und der Nachgiebigkeit jeweils als Funktion von der Temperatur/Zeit und Frequenz
- **TMA-Modus** (Längenänderung bei statischer Kraftbeaufschlagung) für Kriechversuche
- Ableitung jedes Reportparameters

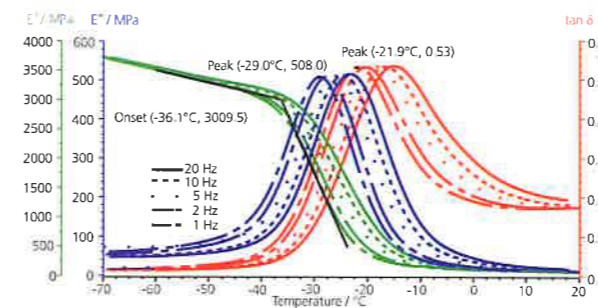
- Wertebestimmung in jeder Ergebniskurve
- Superposition mehrerer Messkurven in frequenzabhängiger Darstellung (Masterkurve). Extrapolation zu einer beliebigen Temperatur und einer Frequenz außerhalb des Messbereiches nach der Williams-Landel-Ferry-Beziehung (**WLF**)
- Bestimmung der Aktivierungsenergie aus der Verschiebung des Maximums des Verlustfaktors in Abhängigkeit von Frequenz und Temperatur sowie Extrapolation (**ARRHENIUS-Analyse**)
- **Cole-Cole Diagramm**
- Bestimmung charakteristischer Temperaturen wie Peakmaximum, T_{onset} , T_{endset}
- **Kurvenvergleich** von bis zu 10 Messdateien
- Ausgabe der Ergebnisse auf Printer oder Plotter
- Datenexport (ASCII, HPGL, Zwischenablage).

$\tan \delta$ lässt die Software auch z.B. die Darstellung von Probenamplitude, statischer und dynamischer Probenkraft zu.

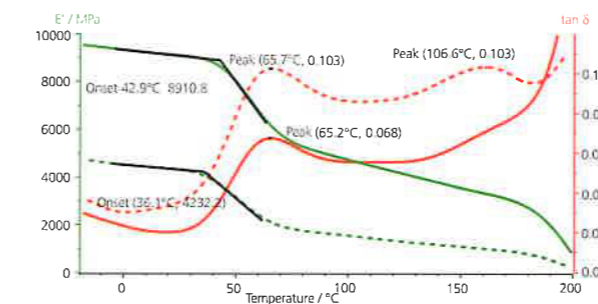
Der Plot zeigt einen in Kompression gemessenen Polyurethan-Weichschaum.



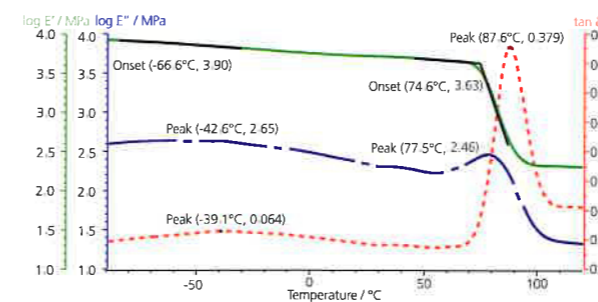
DMA 242 C - Vielfältige Applikationen



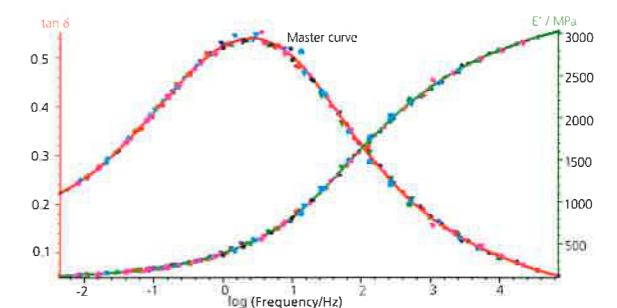
Der Einfluss der Frequenz wird anhand einer SBR-Gummimischung demonstriert. Wie erwartet verschiebt sich die Glasumwandlungstemperatur T_g (hier ausgewertet bei 1 Hz) mit zunehmender Frequenz zu höherer Temperatur. Die Probe weist mit ansteigender Frequenz höhere E' -Werte auf (Multifrequenzmessung in 2-armiger Biegung bei 2 K/min).



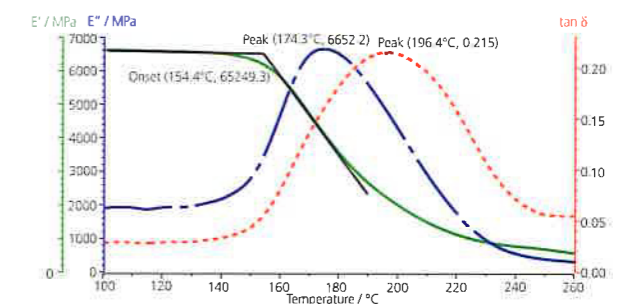
Ein mit 30% Glasfaser (parallel und senkrecht orientiert) verstärktes PBT wurde in 3-Punkt-Biegung bei 1 Hz und 2 K/min geprüft. Deutlich sind die wesentlich höheren Steifigkeitswerte und die höhere Temperatur beim E' -Abfall (43°C) bei der parallel orientierten Faservariante (durchgezogene Kurve) festzustellen. Entsprechend liegen die $\tan \delta$ -Werte niedriger. Die $\tan \delta$ -Peaktemperaturen sind jedoch gleich.



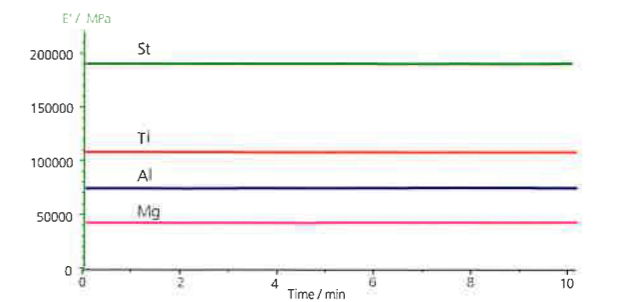
Die im Zugmodus untersuchte Polyesterfaser zeigt auch im Tieftemperaturbereich Relaxationen, die als E' -Onset, E'' -Peak oder $\tan \delta$ -Peak ausgewertet werden können. Die Glasumwandlung beginnt bei 75°C. Der Speichermodul fällt hier von ca. 4.200 MPa auf 200 MPa ab.



Aus der Multifrequenzmessung lassen sich mit Hilfe des Superpositionsverfahrens Frequenzen erschließen, die außerhalb des Messbereichs der DMA liegen. Unter Verwendung der Gleichung nach Williams-Landel-Ferry (WLF) können z.B. die E' - und $\tan \delta$ -Werte bei einer bestimmten Referenztemperatur (hier -20°C) frequenzabhängig bis 100.000 Hz extrapoliert werden.



Ein in 3-Punkt-Biegung bei 1 Hz und 3 K/min untersuchtes kohlefaserverstärktes Epoxidharz liefert selbst bei Temperaturen von 140°C Steifigkeitswerte wie sie von Aluminium bekannt sind. Erst ab 154°C (extrapolierter E' -Onset) beginnt der Glasübergang. Charakteristische Werte für die Glasumwandlungstemperatur sind auch die Peaks von E'' (174°C) und von $\tan \delta$ (196°C).



Der Biegemodul von Metallen wird bevorzugt in einarmiger, fester Einspannung mit freiem Probenstempel ermittelt. Beispielhaft ist hier die Modulreihe von Blechstreifen aus Stahl, Titan, Aluminium und Magnesium bei Raumtemperatur und 1 Hz dargestellt.

DMA 242 C - Technische Daten und weltweiter Service

Deformationsmodi

- Dreipunktbiegung
- Ein-/zweiarmige Biegung
- Scherung
- Kompression/Penetration
- Zug
- Spezielle Deformationsmodi auf Anfrage

Probenabmessungen

z.B. für Biegung
Länge: max. 60 mm
Breite: max. 12 mm
Dicke: max. 6 mm
(abhängig vom Deformationsmodus, Details auf Anfrage)

Modulbereich (E')

10^{-3} ... 10^6 MPa
(abhängig vom Deformationsmodus)

Frequenzbereich

0,01 Hz ... 100 Hz

Messbereich $\tan \delta$

0.00006 ... 10

geregelter Kraftbereich

max. 16 N
statisch (Zug oder Druck): 8 N
dynamisch: ± 8 N

geregelter dynamischer Weg (Amplitudenbereiche)

min. 7,5 μ m, max. 240 μ m
automatische Bereichsumschaltung mit höchster Auflösung (nm-Bereich)

TMA-Modus

Heiz- und Kühlsystem

Temperaturbereich: -170°C ... 600°C
Abkühlzeit: 20°C ... -150°C in 10 min
(Kühlmedium flüssiger Stickstoff)
Heizraten: 0,1 ... 20 K/min
Temperaturhomogenität: ± 1 K (bei 60 mm Probenlänge)
Thermostatisierung (Option)

Atmosphäre

inerte und reaktive Spülgase
(ungiftig, nicht brennbar oder explosibel)

einzigartige Gassperre

Temperatursteuerung

TA-System-Controller TASC 414 zur Temperatursteuerung und Regelung (PID und STC), sowie Datenerfassung, Rechnerschnittstelle IEEE, Steuerfunktionen für Kühlung

Fourier Analyse

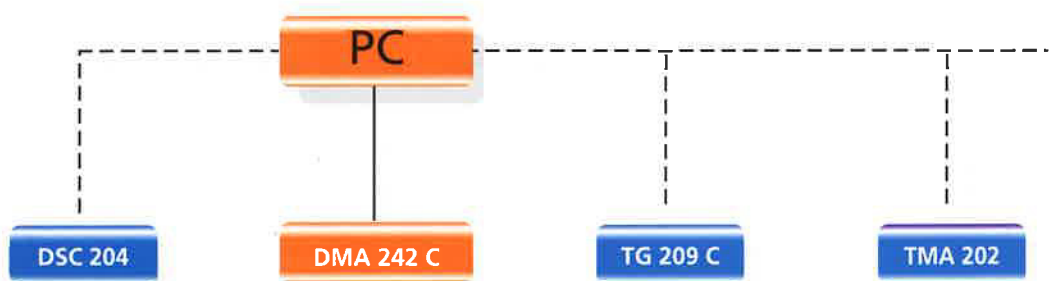
verbessertes Signal/
Rauschverhältnis

automatische Kalibrier-routinen

anwenderorientiertes Hilfe-System

NETZSCH Thermische Analyse Software unter MS® Windows™

Technische Änderungen vorbehalten.



NETZSCH-Gerätebau GmbH
Vertriebsbüro Hanau
Rodenbacher Chaussee 1
D-63457 Hanau
Tel: 49/6181/506-401/-402
Fax: 49/6181/506-400

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Vertriebsbüro Dülmen
Eschstraße 3
D-48249 Dülmen-Merfeld
Tel: 49/2594/896763
Fax: 49/2594/896764

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Vertriebsbüro Hallwang
Einleitenweg 5 c / 1
A-5300 Hallwang b. Salzburg
Tel: +43/662/66 58 51
Fax: +43/662/66 58 51
Mobil: +43/664/3 36 44 92
e-mail: rosalz@ngb.netzsch.com



NETZSCH-Gerätebau GmbH

D-95100 Selb/Bayern · Wittelsbacherstraße 42
Telefon: 092 87/8 81-0 · Telefax: 092 87/8 81 44 · e-mail: at@ngb.netzsch.com · www.ngb.netzsch.com