

# NETZSCH

Proven Excellence.



## Dynamisch-mechanische Analyse DMA 303 *Eplexor*®

Methode, Technik, Applikationen

Analyzing & Testing

# Dynamisch-mechanische Analyse

## MECHANISCHE MATERIALEIGENSCHAFTEN VERSCHIEDENSTER WERKSTOFFE AUFDECKEN

Die dynamisch-mechanische Analyse (DMA/DMTA) ist unentbehrlich zur Bestimmung der mechanischen Eigenschaften technischer Werkstoffe, insbesondere des für Polymere charakteristischen viskoelastischen Verhaltens.

Änderungen der viskoelastischen Eigenschaften eines Materials können durch Aufbringen von Kräften und Verformungen unter dynamischen Bedingungen gemessen werden, z. B. in Abhängigkeit von der Temperatur, Zeit, Frequenz, Spannung, Atmosphäre oder einer Kombination dieser Parameter.

### Wie trägt die dynamisch-mechanische Analyse dazu bei, Ihr Produktversprechen einzuhalten?

#### Polymere – ein wichtiges Material in der Fertigung

Polymere zeichnen sich durch ihr geringes Gewicht aus und lassen sich durch verschiedene Herstellungsverfahren einfach in unterschiedlichste Formen bringen. Vor allem bei anspruchsvollen Applikationen, wie sie beispielsweise die Automobil-, Elektronik- oder Medizinbranchen bieten, müssen Kunststoffe ihren funktionalen Beitrag wie vorgesehen leisten. Dies setzt ein gutes Verständnis des Materialverhaltens voraus – von der molekularen Ebene bis hin zu den realen mechanischen Eigenschaften.

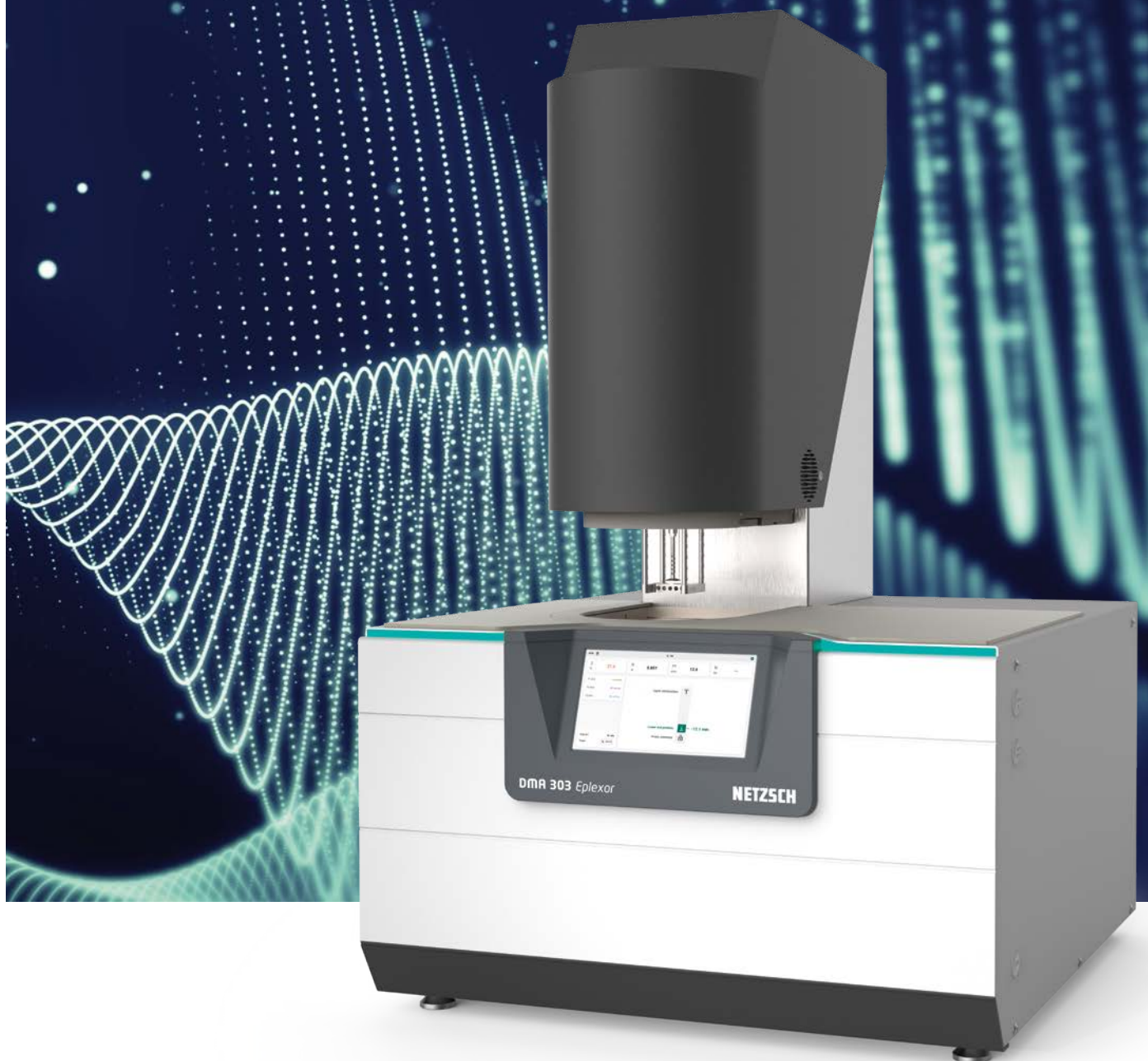
#### Vorhersage des mechanischen Verhaltens – unerlässlich für die Entwicklung neuer Produkte

Die sensitive dynamisch-mechanische Analyse (DMA) dient zur Bewertung der Materialeigenschaften während des Entwicklungs- und Produktionsprozesses. Sie kann zur Bestimmung einer Vielzahl viskoelastischer Eigenschaften wie Steifigkeit, Elastizität, Dämpfung herangezogen werden.

#### Informationen mittels dynamisch-mechanischer Analyse:

- Viskoelastische Materialeigenschaften: Speicher- und Verlustmodul, Verlustfaktor  $\tan \delta$
- Steifigkeits- und Dämpfungsverhalten unter verschiedensten Bedingungen:
  - in Abhängigkeit von der Temperatur und Frequenz
  - unter unterschiedlichen Spannungs-Dehnungsniveaus
  - unter definierten Gasatmosphären und flüssigen Umgebungen
- Glasumwandlungstemperatur hochvernetzter Polymere und Verbundwerkstoffe
- Kompatibilität von Polymermischungen bezüglich Zusammensetzung und Struktur
- Einfluss von Füllstoff- und Additivgehalt
- Aushärtung und Nachhärtung von Harzen
- Analyse von Alterungseinflüssen
- Vorhersage des Materialverhaltens mittels Zeit-Temperatur-Superposition (TTS)
- Kriech- und Relaxationsvorgänge

# DMA 303 *Eplexor*®



# Wodurch sich der DMA 303 Eplexor® auszeichnet

## Hohe statische und dynamische Kräfte mit einem Tischgerät

Mit einer Kraft von 50 N können selbst hochsteife Materialien problemlos in verschiedenen Messmodi geprüft werden.

## Weiter Temperaturbereich von -170 °C bis 800 °C

Prüfen Sie das viskoelastische Verhalten in diesem breiten, für Tischgeräte unübertroffenen Temperaturbereich.

## Viskoelastizität in einem Frequenzbereich von 0,001 Hz bis 200 Hz

Erzielen Sie ein besseres Verständnis der Materialstruktur und -eigenschaften durch einen weiten Bereich an Deformationsgeschwindigkeiten.

## Höchste Empfindlichkeit mit einer Auflösung von 1 nm

Detektieren Sie kleinste Änderungen in den viskoelastischen Eigenschaften einer Probe für präzise Ergebnisse.

## Amplitude von $\pm 2,5$ mm

Nutzen Sie den große Amplitudenbereich jenseits des linear viskoelastischen Bereichs.

## Zubehör für mehrere Messmodi und eine Vielzahl an Probenhaltern

Die verschiedenen Messmodi lassen sich einfach an den zu charakterisierenden Materialtyp anpassen:

- Zug
- 3-Punktbiegung
- Kompression/Penetration
- Ein-/zweiarmige Biegung
- Scherung

## Müheloser Austausch der Probenhalter

Automatische Erkennung von Probenhaltern mittels RFID\*-Technologie

## Modernste Software:

- **Schnellstart** – Initialisieren Sie neue Probenhalter direkt am Startbildschirm und bestimmen Sie automatisch die Probenlänge.
- **Zeit sparen** – für einen ersten Überblick erlaubt der manuelle Modus das Aufbringen von sowohl statischen als auch dynamischen Lasten.
- **Vorbereitet sein** – Starten Sie Vorlagen für alle Arten von Messungen sowie Ihre eigenen vordefinierten Messungen oder Favoriten direkt vom Startbildschirm aus.

\* Radio Frequency Identification

### Statischer Antrieb (Schrittmotor)

- Reagiert auf die Ausdehnung der Probe
- Besonders wichtig für Untersuchungen wie Zug
- Verfahrbereich: 30 mm

### Kontaktloser optischer Positionssensor

- Keine Reibung
- Auflösung: 1 nm

### Maßgeschneidertes Antriebssystem

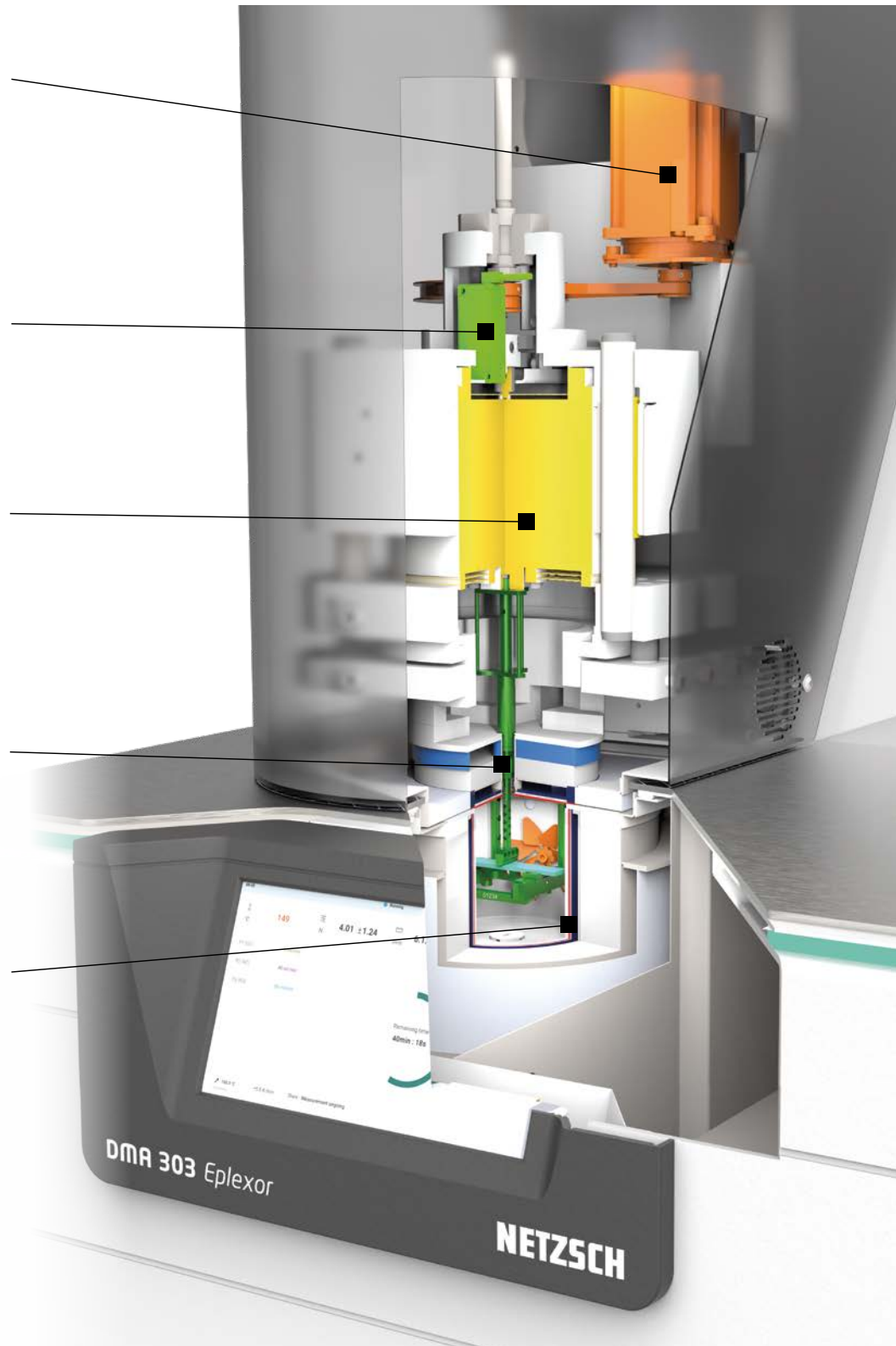
- Temperaturregelter, leichtgewichtiger elektromagnetischer Antrieb
- Für die präzise Anwendung von Kräften bis zu 50 N

### RFID\*-Kennzeichnung von Fühlstempel und Rahmen

- Erkennen des Probenhaltertyps
- Automatisches Anwählen der richtigen Kalibrierung

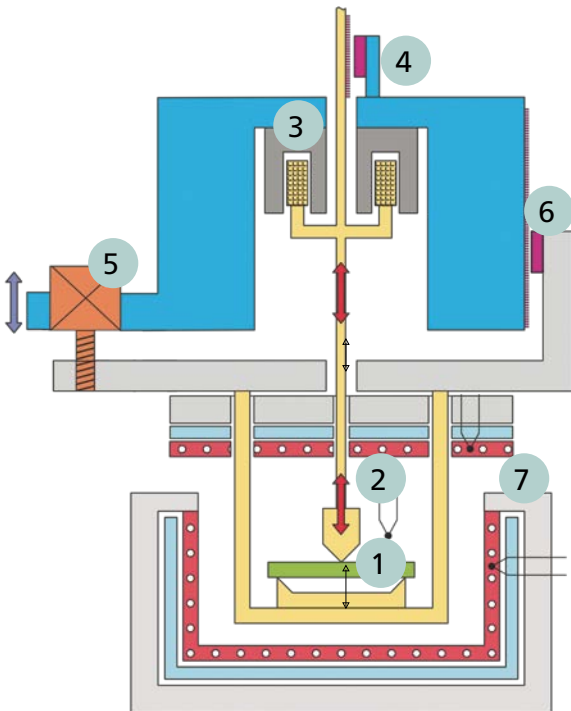
### 3D-gedruckte Ofenauskleidung aus Siliziumcarbid

- Dünnwandig, aber robust
- Einzigartige Wärmeübertragung
- Zeitsparend – schnelle Aufheiz- und Abkühlraten
- Temperaturen an der Probe von -170 °C bis 800 °C



*Von Materialexperten für Materialkompetenz*

## Messaufbau



Schematischer Aufbau der DMA

- 1 Proben mit definierter Geometrie, geschnitten aus Blechen, Platten oder Formteilen, werden in einem geeigneten Probenträger befestigt.
- 2 Der bewegliche Fühlstempel der DMA bringt eine statische und/oder dynamische sinusförmige Kraft, erzeugt durch ...
- 3 ... einen Elektromagneten, auf die Probe auf.
- 4 Ein kontaktloser Sensor erfasst die dynamische Verformung der Probe.
- 5 Der zusätzliche Schrittmotorantrieb des Systems passt sich einer Längenänderung ( z. B. durch thermische Ausdehnung) der Probe an.
- 6 Diese statische Verschiebung wird von einem zweiten kontaktlosen Sensor aufgezeichnet.
- 7 Der Ofen des DMA 303 *Eplexor*® zeichnet sich durch zwei unabhängige Temperaturregelschleifen aus, die homogene Bedingungen an der Probe einstellen. Unterstützt wird dies durch einen Lüfter, der durch erzwungene Konvektion eine bessere Wärmeübertragung herbeiführt.



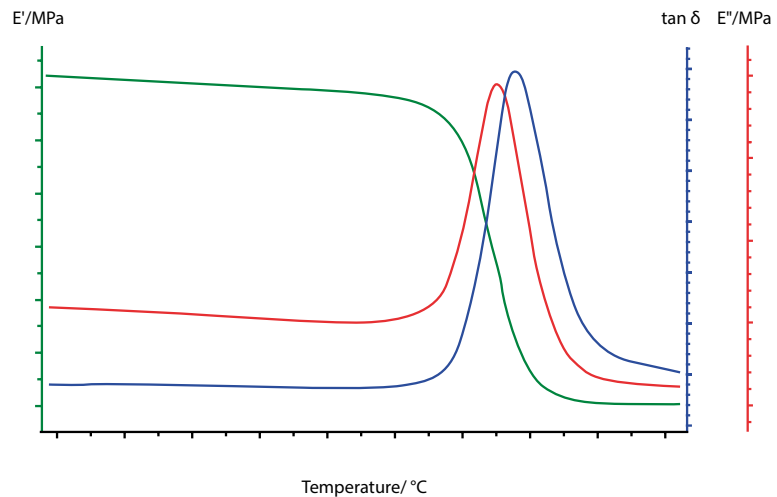
## Speichermodul $E'$ , Verlustmodul $E''$ und $\tan \delta$

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

Die Messkurve weist ein typisches Messergebnis für ein Polymer auf, das die Glasumwandlungstemperatur durchläuft.

Die grüne Kurve stellt den Speichermodul  $E'$ , die rote Kurve den dynamischen Verlustmodul  $E''$  und die blaue Kurve die abgeleitete Phasenverschiebung und den resultierenden Verlustfaktor  $\tan \delta$  dar.

Die DMA ist äußerst empfindlich und eignet sich daher zur Aufzeichnung des Glasübergangs.  $E'$  zeigt einen deutlichen Abfall, während  $E''$  und  $\tan \delta$  ein Maximum in diesem Bereich aufweisen.



Eine typische DMA-Messung



Blick in den DMA-Ofen mit Lüfter

## Funktionsweise des DMA 303 *Eplexor*®

### Verfügbare Messmodi

- Zeitsweep
- Temperatursweep
- Frequenzsweep
- Temperatur-Frequenz-Sweep
- Statischer/dynamischer Lastsweep
- Kriechen/Relaxation
- Universalprüfung
- Immersion für alle Geometrien und Testarten

# Modernstes Gerätedesign für Flexibilität und Komfort

Der einzigartige, unterhalb des Messsystems hängende und höhenverstellbare Probenhalter des DMA 303 *Eplexor*® verhindert eine Kontamination durch herabfallende Probenfragmente und sorgt für einfache und sichere Handhabung der Proben.

## Designed für jeden Anwender Alles im Blick

Der höhenverstellbare Messkopf passt sich an die unterschiedlichen Körpergrößen der Anwender oder Präferenzen für stehende oder sitzende Arbeit an und erlaubt optimalen Bedienkomfort.

Das Design ermöglicht die Verwendung von Immersionszubehör mit allen verfügbaren Probenhaltern. Auch für spezielle Analysen erhalten Sie maximale Flexibilität und Benutzerfreundlichkeit.

Das Einrichten von Probe und Probenhalter wird durch dessen Beleuchtung erleichtert. In Kombination mit der Höhenverstellbarkeit bietet diese einzigartige Anwenderfreundlichkeit, die auf dem Markt ihresgleichen sucht.



Hängendes Design mit beleuchtetem Probenhalterbereich



Immersionsbad, kompatibel mit allen Geometrien



### Höhenverstellbare Arbeitsposition

Unterschied zwischen geschlossenem und vollständig offenem Gerät: 80 cm.



## STATUSINFORMATION – SOGAR AUS DER FERNE

Erhalten Sie umfassende Einblicke in Ihre Messungen mit dem DMA 303 *Eplexor*®. Unser Gerätedesign bietet einen aussagekräftigen Überblick über Ihre Messungen auf dem modernen integrierten Display.

Die innovative LED-Statusleiste gestattet Ihnen, den allgemeinen Gerätestatus auch aus der Ferne zu überprüfen.

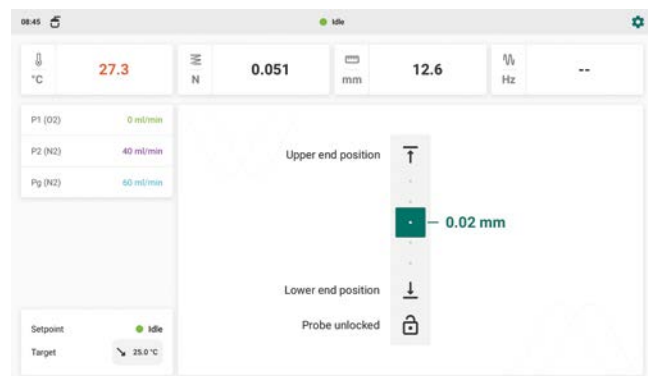
Das Farbdisplay informiert Sie in Echtzeit über wichtige Informationen:

- Fortschritt der Messung
- Temperatur
- Kraft
- Frequenz

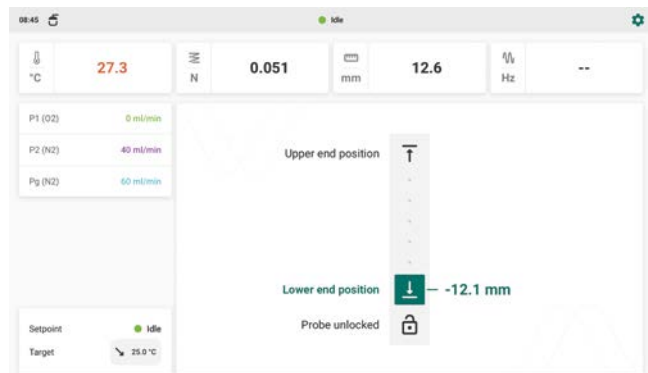
Kein mühsames Einloggen in den PC – die Informationen sind direkt verfügbar.

Das Display des DMA 303 *Eplexor*® bietet zur Vereinfachung des Probenhalterwechsels eine visuelle Unterstützung.

So liefert der DMA 303 *Eplexor*® umfangreiche, lückenlose Informationen und zeichnet sich durch einfache Bedienung aus, die Ihre Forschungsarbeiten auf ein neues Niveau heben.



Visuelle Unterstützung beim Probenhalterwechsel



# AUSWAHL AN EFFEKTIVEN KÜHLSYSTEMEN

## Intelligente und wirtschaftliche Kühllösungen für Ihre Experimente im Tieftemperaturbereich

Viele Anwendungen, wie beispielsweise Polymere, erfordern einen Start der Messung unterhalb Raumtemperatur.

### Luftkühlungssystem

Das Kühlsystem AIC 80 ist ein kompakter Luft-Intracooler, der vollständig ohne Flüssigstickstoff auskommt. Dieses kompakte Kühlsystem auf Basis eines Wärmetauschers mit langer, isolierter Verbindungsleitung lässt sich – je nach Platzbedarf in Ihrem Labor – bequem unter einem Tisch oder seitlich des Geräts platzieren.

Das Ventil ist softwaregesteuert und schaltet sich je nach Kühlleistungsbedarf automatisch ein oder aus. Ein Einlass für Druckluft erlaubt den Anschluss eines Lufttrockners (Taupunkt des Auslasses:  $-70^{\circ}\text{C}$ ).

### Flüssigstickstoffkühlung

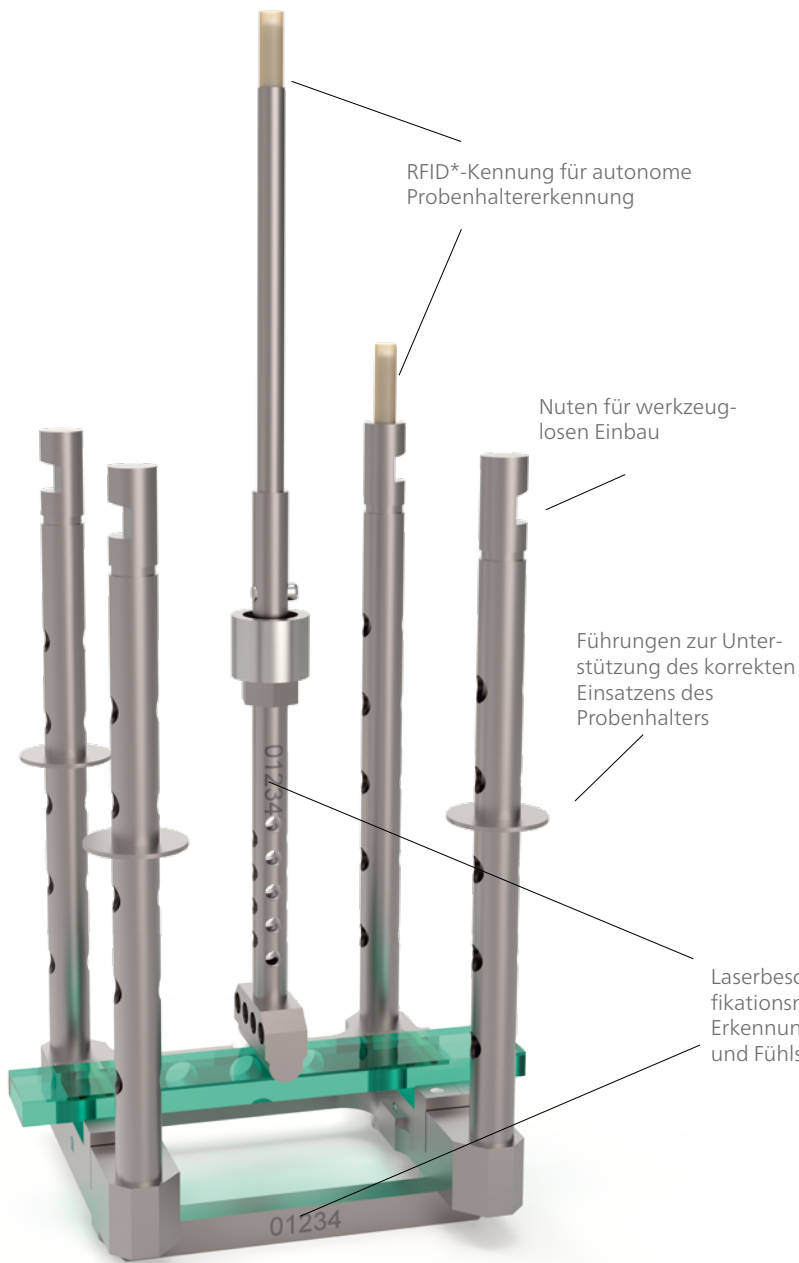
Um Temperaturen bis zu  $-170^{\circ}\text{C}$  zu erreichen, ist ein Flüssigstickstoff-Kühlsystem als zuverlässige und kosteneffiziente Lösung erhältlich. Dies sorgt für kontrollierte Abkühlraten über den gesamten Temperaturbereich der DMA-Apparatur. Ein  $\text{LN}_2$ -Nachfüllsystem ermöglicht den kontinuierlichen Betrieb des DMA durch automatische Befüllung.



### Temperaturbereich gemäß Kühloption

Flüssigstickstoff  $-170^{\circ}\text{C}$  bis  $800^{\circ}\text{C}$

Luft-Intracooler AIC 80  $-70^{\circ}\text{C}$  bis  $800^{\circ}\text{C}$



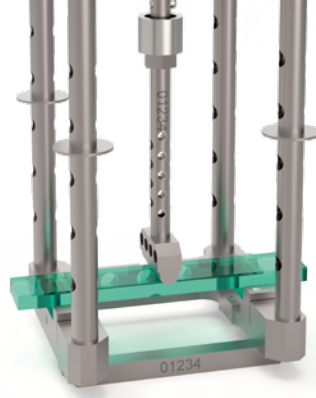
Die Ausstattung des DMA 303 *Eplexor*® sieht eine große Auswahl an Probenhaltern vor. Dies erlaubt eine optimale Anpassung der Prüfbedingungen an Probengröße und -steifigkeit sowie an die Applikation. So steht beispielsweise für Messungen an dünnen Polymerfolien ein Probenhalter für den Zugmodus zur Verfügung und für steife Verbundwerkstoffe Probenhalter zur 3-Punkt-Biegung.

Die neueste Generation der NETZSCH-DMA-Probenhalter zeichnet sich durch ihre Leichtbauweise aus. Für perfekte Ergebnisse stehen Probenhalter aus unterschiedlichen Materialien zur Verfügung: Stahlprobenhalter mit hoher Steifigkeit selbst bei höchsten Temperaturen (bis 800 °C); Probenhalter aus einer speziellen Titanlegierung (bis 400 °C) mit minimaler Wärmeausdehnung sowie -leitung und damit für sehr geringe Trägheit. Integrierte Führungen am Probenrahmen verhindern ein falsches Einsetzen. Das Design ermöglicht eine zeitsparende, werkzeuglose Montage. Die RFID\*-Technologie erkennt den verwendeten Rahmen und Fühlstempel automatisch und wählt in der Software die korrekte Kalibrierung aus.

\* Radio Frequency Identification

# Probenhandhabung par Excellence!

# Klemmsysteme für Ihren Bedarf



## 3-Punktbiegung

Dieser Probenhalter ist perfekt für feste Materialien. Die Probe erfährt keine Klemmeffekte, die die Ergebnisse verfälschen könnten. Das Dreipunkt-Biegewerkzeug ist mit selbsteinstellenden äußeren Probenaufgaben ausgestattet. So lassen sich auch bei leicht verzogenen Proben gute Ergebnisse erzielen.



## Zugprobenhalter

Zugklemmen werden üblicherweise für Folien und Fasern verwendet. Mit einer Kraft von bis zu 50 N können selbst Streifen aus mäßig steifen Materialien gemessen werden. Die Proben werden mit nur einer Schraube fixiert, was für eine gleichmäßige Verteilung des Spanndrucks sorgt. Lasergravierte, rutschfeste Auflageflächen bieten perfekten Halt auf der Probe.



Zubehör für Flüssigimmersion für alle verfügbaren Probenhalter

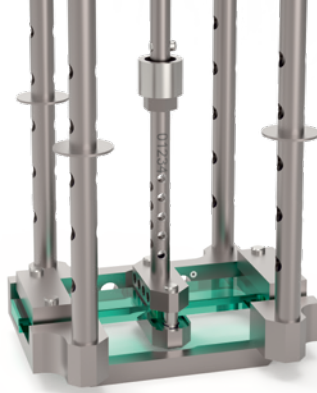


Probenhalter für simultane DMA-DEA



## Kompressions-/Penetrations- Probenhalter

Weiche bis mittelweiche Proben wie Schaumstoffe oder Elastomere können unter Kompression geprüft werden. Um eine gewünschte Penetration zu erzielen, kann unter verschiedenen Fühlstempeln eine Auswahl getroffen werden. Für Proben mit leicht unparallelen Oberflächen ist auch eine selbstausrichtende Version erhältlich.



## Probenhalter für ein-/ zweiarmige Biegung

Nähert sich der Temperaturbereich der Erweichung, ist die Biegung im freitragenden Zustand die Methode der Wahl zur Beurteilung von Polymeren.



## Scherprobenhalter

Der Scherprobenhalter kommt typischerweise bei Elastomeren, Gelen und anderen Materialien mit einer Konsistenz zwischen Pasten und hochviskosen Flüssigkeiten zum Einsatz. Die Dual-Sandwich-Probe kann bequem außerhalb des Gerätes vorbereitet und kurz vor der Messung einfach in den Probenhalter eingespannt werden.



Probenhalter für Messungen an pastösen Proben in Kompression mit Auflage



Fühlstempel für Penetration/Kompression  
(1 mm, 3 mm und 15 mm)



Der Fühlstempel mit freier Scheibe aus Glaskeramik ist besonders geeignet für Kompressionsmessungen an Proben mit unebener Oberfläche wie Schäume

# Erweitern Sie Ihren Anwendungsbereich durch unser Zubehör

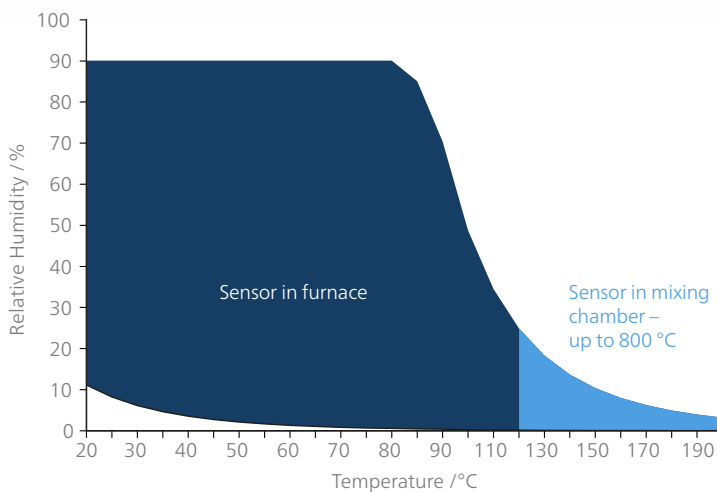


## Messung unter definierter Feuchte

Für Messungen in feuchter Atmosphäre steht ein einfach zu installierender Adapter mit angeschlossener Gasmischkammer zur Verfügung. In dieser Kammer wird mit dem bewährten Zubehör MHG (Modular Humidity Generator) feuchte Luft erzeugt und durch den temperaturgeregelten Adapter in den Ofen geleitet. Die gewünschte relative Feuchte kann direkt in der Software definiert und ausgewertet werden.

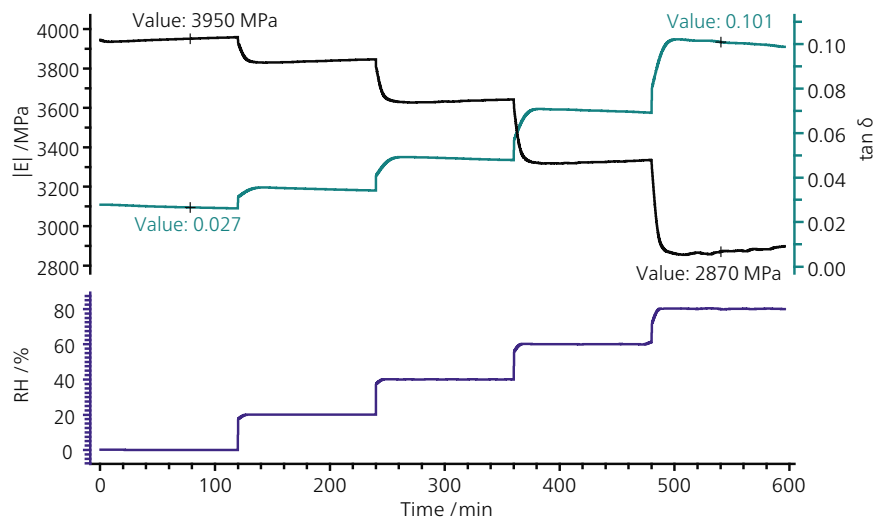
Für den Feuchtesensor stehen zwei Positionen zur Verfügung:

- Bis zu einer Temperatur von ca. 85 °C wird eine relative Feuchte von 90 % erreicht, die mit dem Sensor im Ofen gemessen werden kann.
- Bei höheren Temperaturen sinkt die relative Feuchte in der Regel. Bei Temperaturen über 120 °C kommt der Sensor in der Mischkammer zum Einsatz. Damit können Trocknungsprozesse bei höheren Temperaturen untersucht werden.



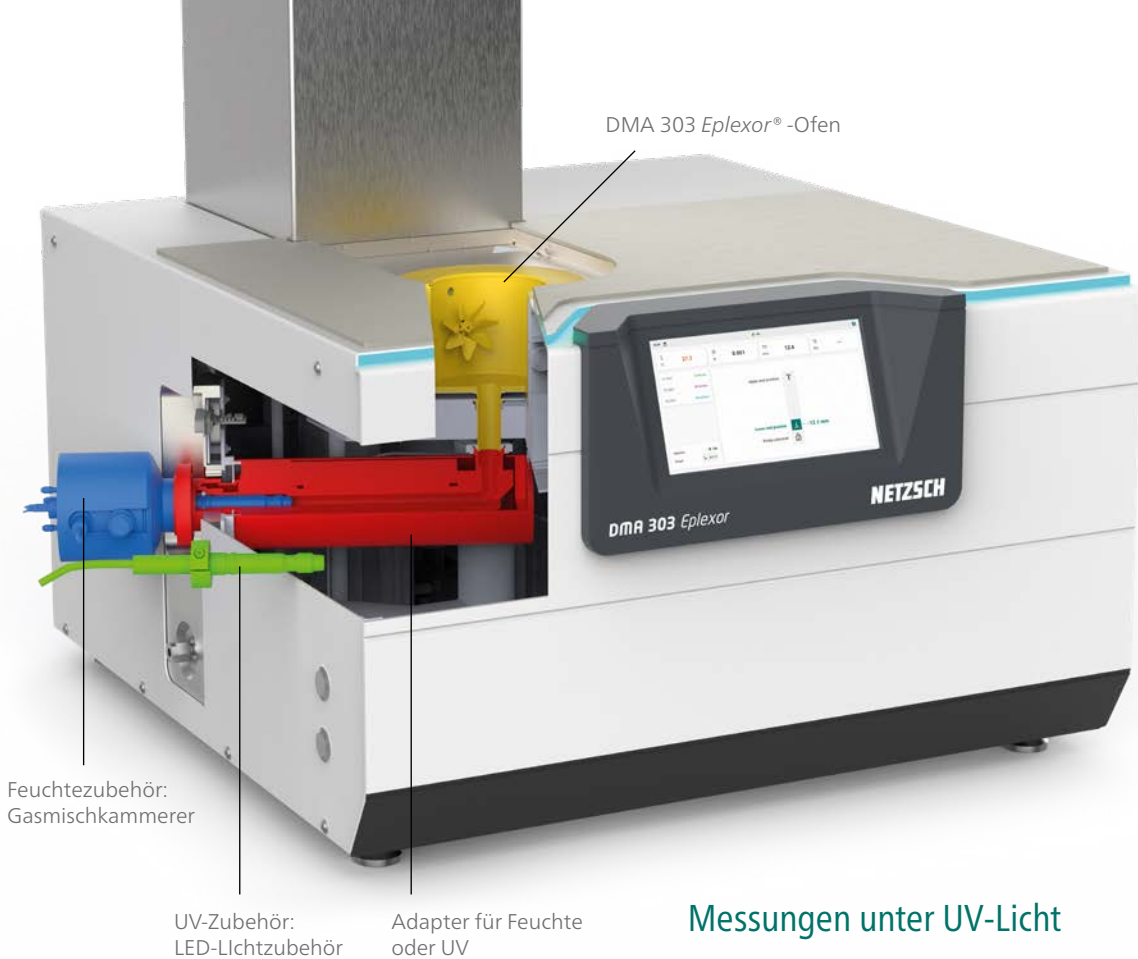
## Einfluss einer feuchten Umgebung auf PET-Folien

Eine PET-Folie mit einer Dicke von 100 µm wurde in Zugrichtung gemessen. Bei einer konstanten Temperatur von 80 °C wurde die relative Luftfeuchtigkeit schrittweise von 0 % r.F. auf 80 % r.F. erhöht und jeweils für 2 Stunden gehalten. Es ist deutlich zu erkennen, dass der Elastizitätsmodul von 3950 MPa auf 2870 MPa (ca. 27 %) abnimmt (schwarze Kurven) und gleichzeitig der Verlustfaktor von 0,027 auf 0,101 ansteigt (grüne Kurven). Feuchtigkeit hat also einen signifikanten Einfluss auf die viskoelastischen Eigenschaften hygroskopischer Materialien.



PET-Folie im Zugmodus

Messparameter: 80 °C, Feuchtigkeitsstufen von 0 %rF bis 80 %rF, 30 µm dynamische Amplitude bei 1 Hz, Probenlänge: 30 mm, Querschnitt: 0,1 mm x 7,5 mm



## Messungen unter UV-Licht

Über einen einfach zu installierenden Adapter kann eine UV-Lichtquelle an das Gerät angeschlossen werden. Ein Spiegel im Adapter fokussiert das UV-Licht auf die Probe. Auf diese Weise kann die mechanische Reaktion einer Probe bei Bestrahlung mit UV-Licht beobachtet werden.

Mehrere Sicherheitsfunktionen sorgen dafür, dass die Lichtquelle nur bei geschlossenem Ofen aktiv ist, so dass UV-Aushärtereaktionen gefahrlos untersucht werden können.



## Kamera im Ofen liefert wertvolle Informationen über die Probe

Die Kamera wird direkt in den Ofen eingebaut. Sie ist durch eine Quarzglasscheibe gegen die Ofentemperatur geschützt. LED-Leuchten über dem Probenhalter ermöglichen die Aufnahme der Probe während der Messung. So kann beobachtet werden, wie sich die Probe verformt oder reagiert.

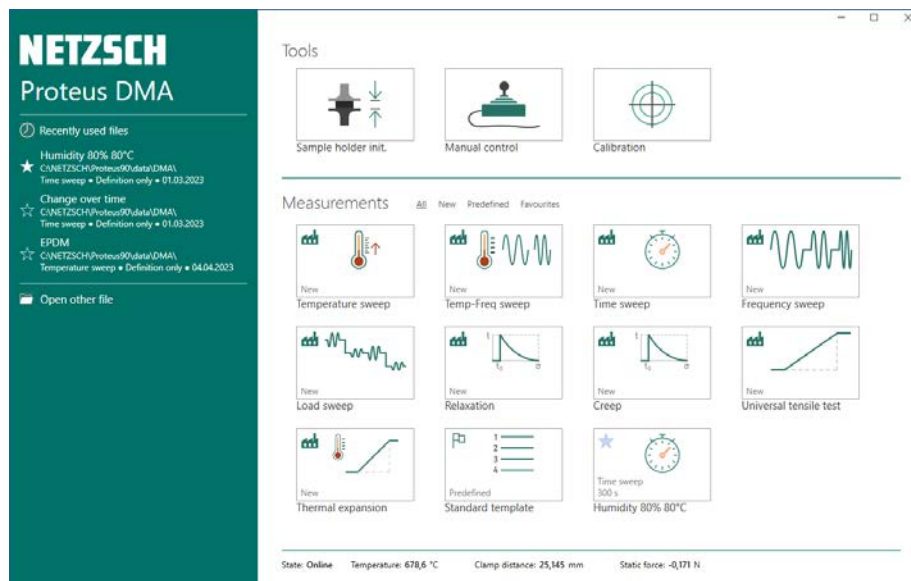
# Nützliche Erweiterungen

# Proteus®-Software

Die neueste Version der Proteus®-Messsoftware wartet mit vielen nützlichen Funktionen für die DMA 303 Eplexor® auf.

## Merkmale der Messsoftware

- Kalibrier Routinen: Kraft, leeres System, Systemsteifigkeit, Phasen- und Temperaturkalibrierung
- Manuelle Steuerung von statischer und dynamischer Last, Temperatur und Gasen
- Kombination von multiplen programmierbaren Sweeps in einem Segmentprogramm
- Online-Steuerung der Messung mit frei konfigurierbarer Grafik oder zusätzlicher Signalliste
- Neue Probengreifer können jetzt direkt vom Startbildschirm aus initialisiert werden und bestimmen automatisch die Probenlänge.



## Merkmale der Analysesoftware

- Simultane Messung und Auswertung
- Kombinierte Analyse: Vergleich und/oder Auswertung von DSC-, TG-, STA-, DIL-, TMA-, DMA- und DEA-Messungen in einem einzigen Plot
- Speichern der Analyseergebnisse und Auswertestatus mit allen Analysefenstern und Vorschau grafik in einer Datei zur späteren Wiederherstellung und Fortsetzung der Analyse
- Export von Grafiken mit Auswerteergebnissen in die Zwischenablage oder in gängige Formate wie EMF, PNG, BMP, JPG, TIF or PDF
- Export von Dateien
- Spezielle Plots wie Cole-Cole, Arrhenius oder Spannung-Dehnung
- Beliebige Definition der X- und Y-Achse in einem Plot
- Bestimmung der WLF-Masterkurve
- Allgemeine Analyse von Kurven, Erkennung von Peaks, Onset und Wendepunkt sowie lineare Regression

# INTELLIGENTE SOFTWARE UND QUALITÄTSKONTROLLE

## Identify – Materialidentifikation

*Identify* ist ein einzigartiges Softwaretool in der thermischen Analyse zur Identifizierung und Materialklassifizierung über Datenbankabgleiche. Es ermöglicht den direkten Vergleich mit individuellen Kurven und Literaturdaten, um zu prüfen, ob eine Kurve zu einer bestimmten Klasse gehört, z.B. zur Materialidentifikation oder Qualitätskontrolle.

Die NETZSCH-Bibliotheken umfassen ca. 1.300 Einträge für verschiedene Anwendungen wie Polymere, Pharmazeutika und Metalle. Die meisten Datentypen umfassen DSC, TGA, STA, DIL/TMA und  $c_p$ , die sich auch überlagern lassen. Die Benutzer können *Identify* auch durch das Hinzufügen einer beliebigen Anzahl von eigenen Daten erweitern.

## AutoEvaluation – Ergebnisse objektiv und schnell erhalten

*AutoEvaluation* ist eine selbsttätige Auswerteroutine. Ohne Benutzereingriff werden Onsettemperaturen in  $E'$ - und Peaktemperaturen in  $E''$  sowie  $\tan \delta$  an Glasübergängen ausgewertet – eine Zeitersparnis für jeden Anwender.

## Der DMA Calculator – Passende Eingabewerte schnell finden

Der DMA Calculator ist ein flexibles und einzigartiges Werkzeug zur schnellen Berechnung relevanter DMA-Messparameter wie Modul-, Verformungs- oder Kraftwerte. Dies ist sowohl für eine bessere Interpretation der Ergebnisse als auch für die Suche nach den besten Messparametern für das Material äußerst hilfreich.

## Leistungsstarkes Datenmanagement

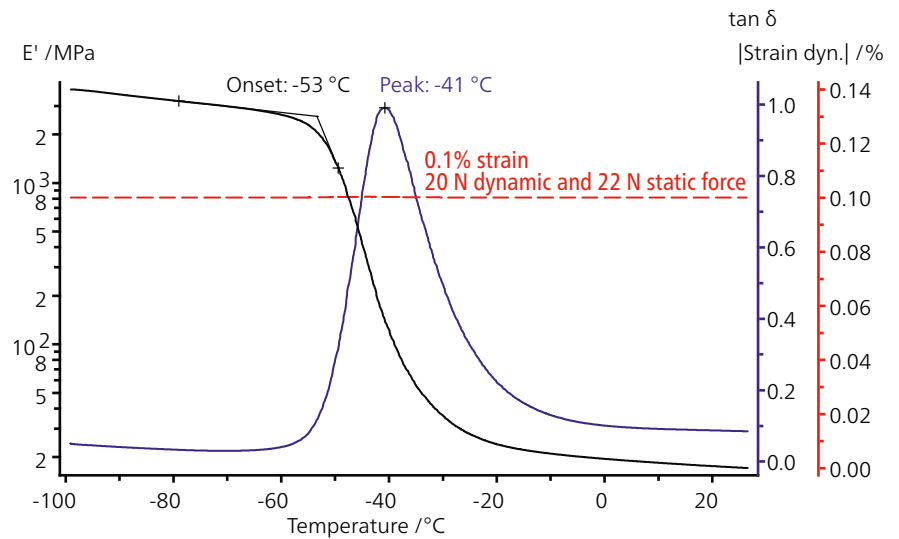
*Proteus® Search Engine* ist ein sehr leistungsstarkes Werkzeug zur Datensammlung. Bei der Arbeit mit Mess- und Auswertedaten für unterschiedliche Materialien und Messparameter ist es äußerst hilfreich, die Daten nach bestimmten Kriterien, wie beispielsweise Datei- oder Probenname, Bediener oder ausgewerteten Effekten wie z.B. Peaktemperaturen, zu sortieren. *Proteus® Search Engine* gleicht Ihre Messdaten automatisch mit vordefinierten Verzeichnissen ab und filtert sie in Sekundenschnelle. Vorschau von Messkurven oder Analysezuständen sind mit nur einem Klick verfügbar.



# Applikationen

## Kräfte bis zu 50 N

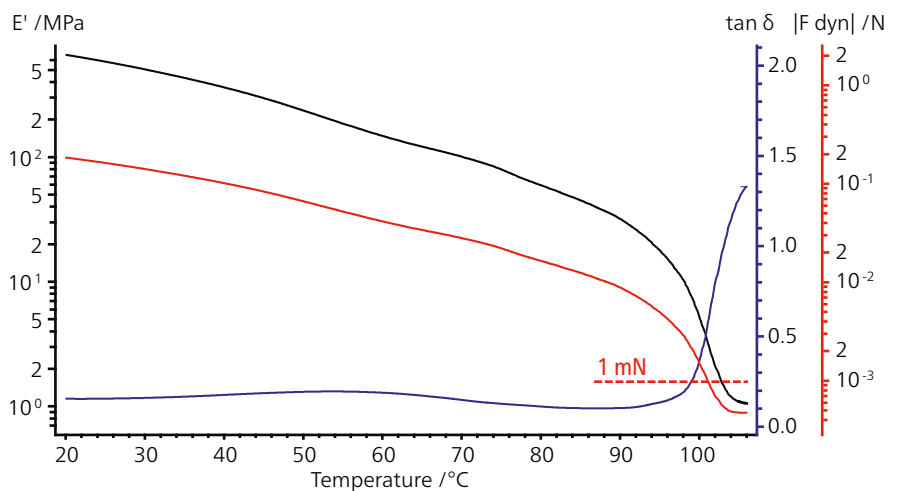
Durch Prüfkkräfte von bis zu 50 N eröffnet sich bei der Versuchsplanung ein größerer Handlungsspielraum im Vergleich zu den meisten Tisch-DMAs. Diese Probe einer EPDM-Dichtung wurde im Zugmodus mit konstanter Dehnung von 0,1 % über den gesamten Temperaturbereich von -80 °C bis 20 °C gemessen. Vor dem Glasübergang (Onset  $|E|$ : -53 °C) werden Modulwerte ab etwa 3 GPa beobachtet, während sie bei Temperaturen über -20 °C auf unter 30 MPa sinken. Dank des Kraftbereichs von 50 N kann ein gleichbleibendes Dehnungsniveau realisiert werden. Eine Amplituden- oder Kraftregelung, wie sie üblicherweise bei Tischgeräten eingesetzt wird, ist nicht erforderlich.



Das Kraftspektrum erlaubt konstante Prüfbedingungen sowie neben anwendungsfallorientierten Lasten auch die Analyse hochsteifer Materialien in verschiedenen Messmodi.

## Kleine Kräfte bis zu 1 mN

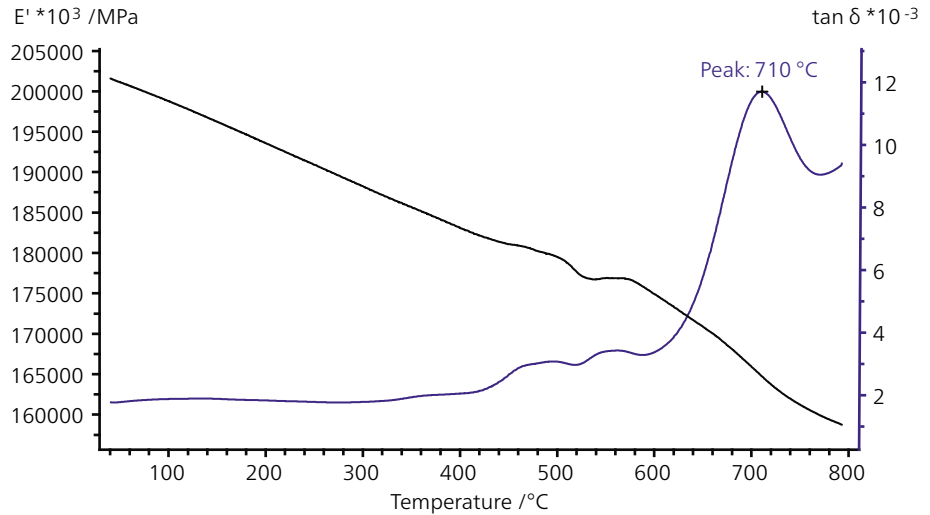
Bestimmung der viskoelastischen Eigenschaften über den gesamten Temperaturbereich mit nur einem einzigen Messaufbau ist eine Herausforderung insbesondere dann, wenn ein Material von einem eher festen in einen weichen, viskosen Zustand übergeht. In diesem Fall spielt neben der maximalen Kraft auch das kleinste detektierbare Signal eine Rolle. Diese Messung an einer PE-Folie zeigt beim Erreichen der Schmelztemperatur ein Erweichen, wobei Modulwerte unter 2 MPa zu dynamischen Kräften von weniger als 1 mN führen.



## Hohe Temperaturen bis 800 °C

Mit einem Temperaturbereich bis 800 °C können auch Materialien wie Stahl und Keramik gemessen werden. Inconel 625, eine Nickel-Superlegierung, ist besonders für ihre Korrosionsbeständigkeit bei hohen Temperaturen bekannt und kommt aufgrund ihrer Steifigkeit unter anderem in Abgasanlage und Gasturbinenschaufeln zum Einsatz.

Der unter 3-Punkt-Biegung gemessene Speichermodul der untersuchten Inconel-Probe stimmt sehr gut mit den Literaturwerten aus Zugversuchen überein. Ein deutlicher Effekt in  $\tan \delta$  ist bei 710 °C zu beobachten, begleitet von zwei kleineren Effekten zwischen 450 °C und 600 °C. Diese sind höchstwahrscheinlich auf das Phänomen der Ausscheidungshärtung in der Ni-Legierung zurückzuführen.



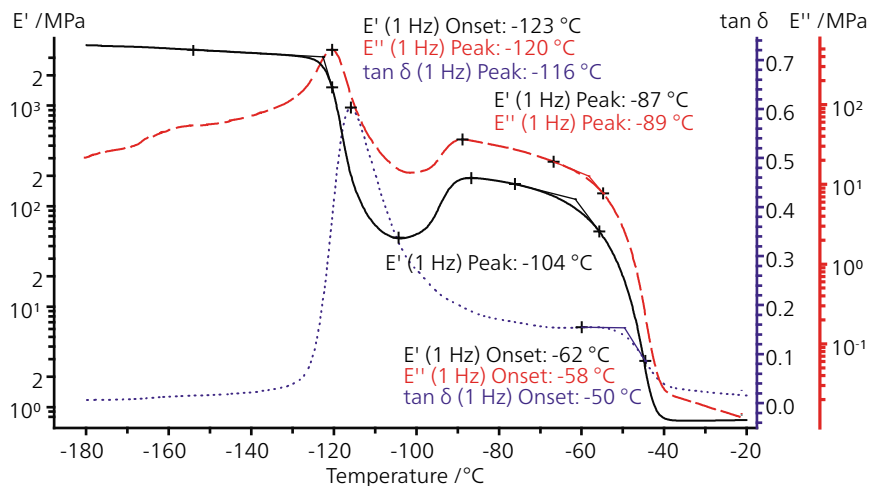
Inconel 625 in 3-Punkt-Biegung

Messparameter: 25 °C bis 800 °C mit 5 K/min, 40 µm dynamische Amplitude bei 1 Hz; Biegelänge: 40 mm, Querschnitt: 1 mm x 9 mm

## Niedrige Temperaturen bis -170 °C

Die genaue Kenntnis der Glasübergangstemperatur von Dichtungsmaterialien ist für deren Applikation von essentieller Wichtigkeit, da sie den Einsatzbereich bestimmt.

Diese Silikonprobe weist einen deutlichen Übergang bei -120 °C auf, gefolgt von einer Nachkristallisation ab -104 °C, die zu einer Erhöhung beider Modulwerte führt. Bei -62 °C (Onset  $E'$ ), beginnen die kristallinen Anteile zu schmelzen, und das Material zeigt sein bekanntes pastöses Verhalten.



Silikon im Zugmodus

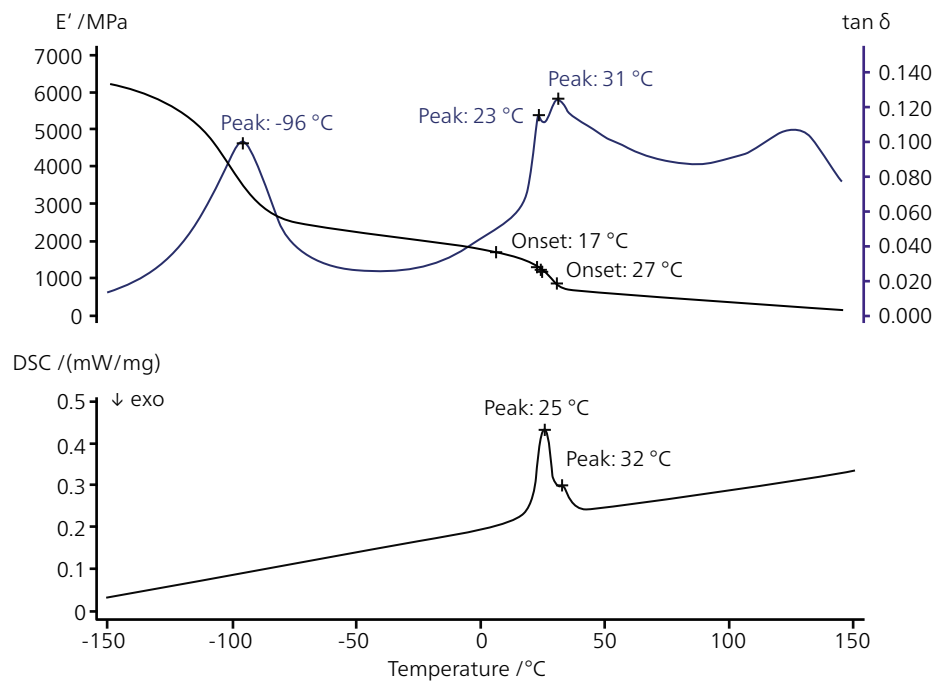
Messparameter: -180 °C bis 0 °C mit 2 K/min, 80 µm dynamische Amplitude bei 1 Hz; freie Länge: 11,5 mm, Querschnitt: 0,96 mm x 6,4 mm

## Homogene Temperaturverteilung

Die Auflösung einer DMA hängt von Sensorpräzision, Homogenität der Temperaturverteilung im Ofen und Temperaturregelgenauigkeit ab. Ein Vergleich von DSC- und DMA-Messungen an PTFE-Proben zeigt, wie in der *Proteus*®-Software unterschiedliche Charakterisierungsmethoden kombiniert werden können.

Die DMA-Messung weist einen eindeutigen Glasübergang bei -96 °C (Peak  $\tan \delta$ ) auf, während dieser als Änderung der Wärmekapazität ( $\Delta c_p$ ) in der DSC-Kurve für eine Detektion zu gering ist. Beide Methoden zeigen jedoch Fest-Fest-Übergänge zwischen 23 °C und 32 °C.

Eine gleichmäßige Temperaturverteilung im Ofen des DMA 303 *Eplexor*® ermöglicht eine eindeutige Trennung der Peaks in der  $\tan \delta$ -Kurve bei 23 °C und 31 °C.

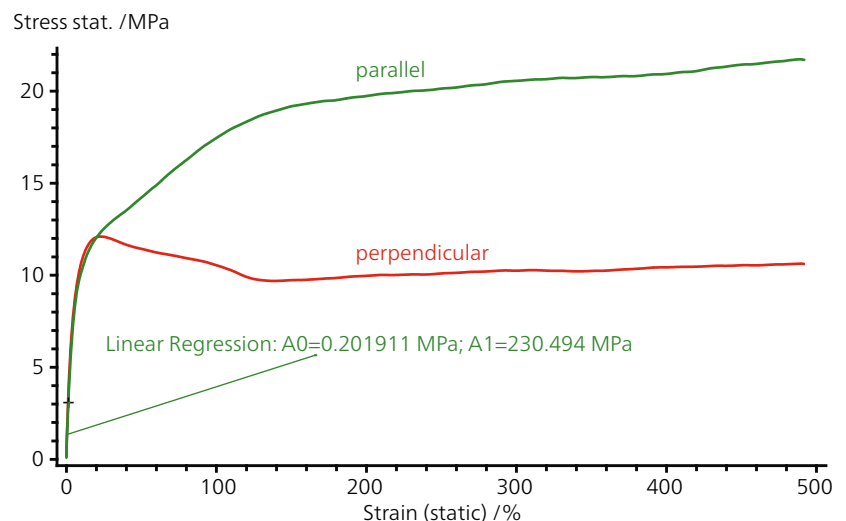


PTFE in 3-Punkt-Biegung

Messparameter: -150 °C bis +150 °C mit 2 K/min, 60  $\mu$ m dynamische Amplitude bei 1 Hz; Biegelänge: 40 mm, Querschnitt: 1 mm x 8 mm

## Universal Testing

Mit dem Messprogramm „Universal Tensile Testing“ werden temperierte uniaxiale Zugversuche realisiert. Zwei Proben einer PE-Folie wurden zur Analyse des richtungsabhängigen Materialverhaltens (parallel und senkrecht zur Fertigungsrichtung) bis zu einer Dehnung von 500 % getestet. Bei Dehnungen von unter 10 % besitzen beide Proben ein nahezu lineares Verhalten zwischen Spannung und Dehnung, wobei streng genommen zwischen linearem und nichtlinearem viskoelastischen Verhalten differenziert werden müsste. Im anschließenden nichtlinearen Fließbereich tritt ein plastisches Fließen sowie eine Verstreckung des Materials auf. Die maximalen Festigkeitswerte sind höher für Polymerketten, die parallel zur Belastungsrichtung ausgerichtet sind.



PE-Folie im Zugmodus

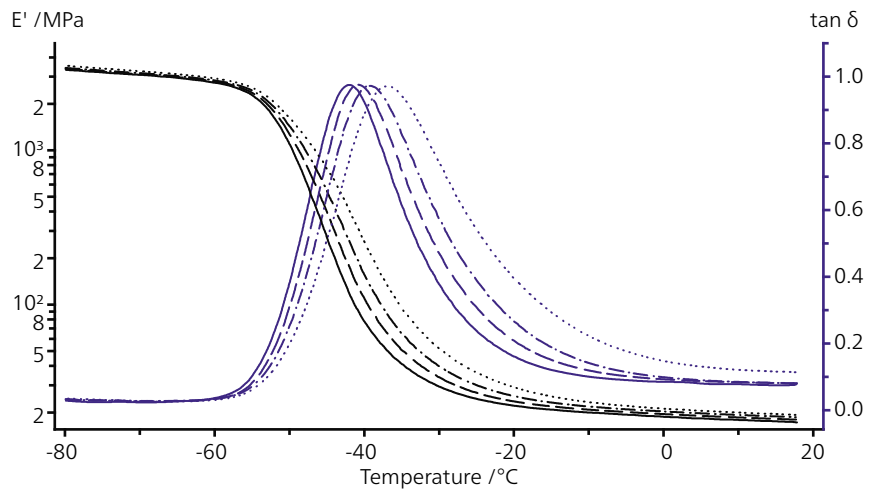
Messparameter: Universaler Zugtest bis 500 % mit einer Dehnungsrate von 20 %/s; freie Biegelänge: 5 mm, Querschnitt: 0,05 mm x 7 mm



## Erstellung einer Masterkurve

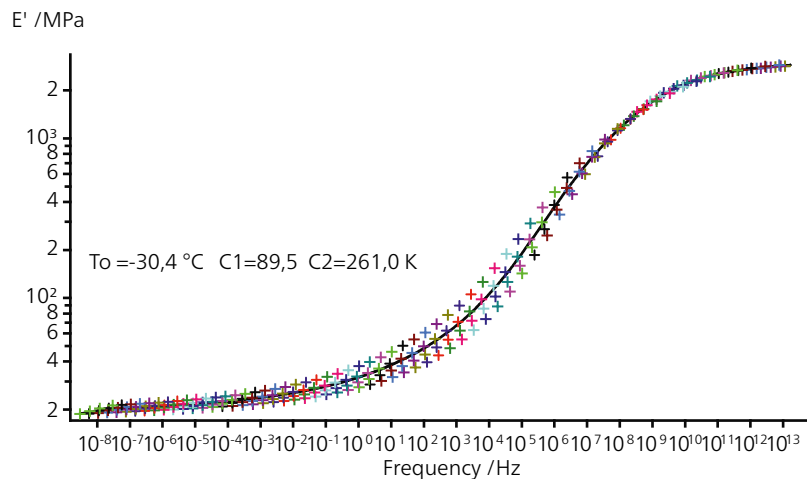
Die Erstellung einer Masterkurve mittels Zeit-Temperatur-Superposition ermöglicht die Charakterisierung der viskoelastischen Eigenschaften bei Frequenzen, die weit außerhalb des messbaren Bereichs liegen. Mit Hilfe dieses Verfahrens können viskoelastische Werte bei extrem hohen oder niedrigen Frequenzen vorhergesagt werden.

Mit zunehmenden Frequenzen wird das Material steifer und der Glasübergang verschiebt sich zu höheren Temperaturen. Die *Proteus*®-Software berechnet auf Basis dieser Multi-Frequenzmessung (siehe oben) eine verschobene Masterkurve und WLF-Koeffizienten (siehe unten), um das Materialverhalten unter Langzeitbelastung oder bei Anwendungen mit hohen Frequenzen wie bei der Schalldämmung vorherzusagen. Im Diagramm ist  $E'$  von  $10^{-8}$  bis  $10^{13}$  Hz bei einer Referenztemperatur von  $-30\text{ °C}$  dargestellt.



EPDM im Zugmodus

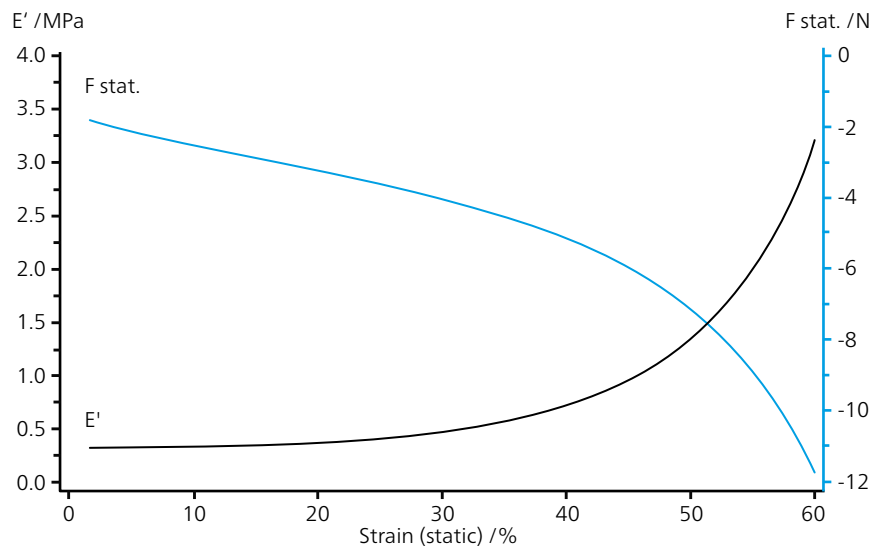
Messparameter:  $-80\text{ °C}$  bis  $20\text{ °C}$  mit  $1\text{ K/min}$ ,  $0,1\%$  dynamische Dehnung mit 5, 10, 20 und 50 Hz; freie Biegelänge: 24 mm, Querschnitt:  $1,85\text{ mm} \times 3,28\text{ mm}$



Masterkurve an einer EPDM-Proben bei einer Referenztemperatur von  $-30\text{ °C}$

## Einfluss unterschiedlicher Belastungsgrade

Der Verformungsgrad von Schaumstoffen hat erheblichen Einfluss auf ihre Steifigkeit und Energieaufnahmevermögen. Eine Probe eines openporigen Schaums wurde im Kompressionsmodus bei unterschiedlichen statischen Dehnungen gemessen. Bis zu einer Dehnung von ca. 30 % ändert sich die statische Kraft nur langsam, aber mit zunehmender Dehnung beginnen die Zellen zu kollabieren. Die statische Kraft und der dynamische Modul steigen deutlich an. Durch Einführung eines neuen Messmodus, Load Sweep, lassen sich nun dynamische Messungen mit zunehmender statischer Kraft und damit zunehmender Gesamtverformung durchführen.



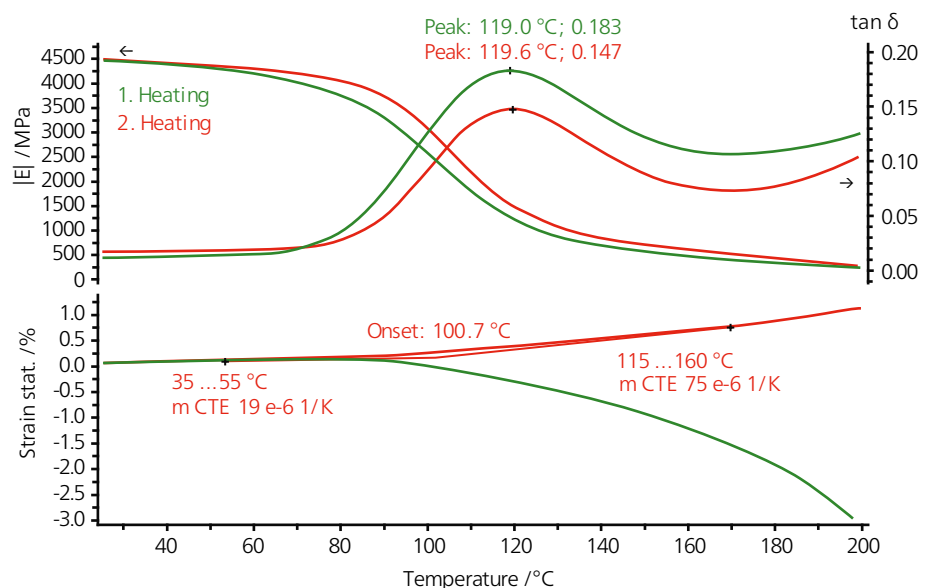
PUR-Schaum in Kompression

Messparameter: statischer Lastsweep bis 60 % Dehnung, 30  $\mu\text{m}$  dynamische Amplitude bei 1 Hz; Probengeometrien: 7 mm x 7 mm x 9 mm

## Schrumpfen einer PET-Folie

Für die genaue Messung der thermischen Ausdehnung wird eine Referenzprobe mit bekanntem Ausdehnungsverhalten gemessen und von der Probenmessung subtrahiert. Im klassischen TMA-Modus werden nur statische mechanische Belastungen aufgebracht, während in diesem Beispiel die Korrektur bei gleichzeitiger dynamischer Belastung angewendet wird.

Eine gedehnte PET-Folie mit Eigenspannungen wurde zweimal in Verarbeitungsrichtung gemessen. Das DMA-Dämpfungssignal zeigt eine etwas geringere Dämpfung während der zweiten Aufheizung. Nur bei korrekter Messung der Probenlänge kann die Änderung der viskoelastischen Eigenschaften mit der Schrumpfung der Folie in Verbindung gebracht werden.



PET-Folie im Zugmodus

Temperaturbereich: 25 °C bis 200 °C, Heizrate: 2 K/min, dynamische Kraft: 0,1 N mit 1 Hz; statische Kraft: 0,3 N, freie Länge: 25 mm, Querschnitt: 65  $\mu\text{m}$  x 5 mm

# Technische Daten

## DMA 303 Eplexor®

|                              |                                                                                                                                                                                            |
|------------------------------|--------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------------|
| Temperaturbereich            | -170 °C bis 800 °C                                                                                                                                                                         |
| Heizrate                     | 0,01 K/min bis 40 K/min                                                                                                                                                                    |
| Frequenzbereich              | 0,001 Hz bis 200 Hz                                                                                                                                                                        |
| Kraftbereich                 | von 1 mN bis 50 N                                                                                                                                                                          |
| Maximale geregelte Amplitude | ± 2,5 mm                                                                                                                                                                                   |
| Statische Verformung         | bis 30 mm                                                                                                                                                                                  |
| Kühlvorrichtung              | <ul style="list-style-type: none"> <li>Flüssigstickstoff: -170 °C bis 800 °C</li> <li>Luft-Intracooler AIC 80: -30°C / -70 °C bis 800 °C</li> <li>Druckluft: RT / 15°C to 800°C</li> </ul> |
| Deformationsmodi             | 3-Punktbiegung, ein-/zweiarmige Biegung, Scherung, Zug, Kompression/ Penetration                                                                                                           |
| Zusätzliche Messmodi         | Universal test, Kriechen/Relaxation, Load Sweep, TMA Modus                                                                                                                                 |
| Probengeometrien             | Abhängig vom Deformationsmodus, z. B. für 3-Punkt-Biegung<br>Probendimensionen: Länge: 60 mm, Breite: 13 mm, Dicke: 10 mm                                                                  |
| Optionales Zubehör           | Feuchte, Immersionsbad, UV-Licht, Kamera, Dielektrischer Analysator (DEA)                                                                                                                  |

## Probenhalter für verschiedene Modi

| Probenhalter                       | Probendimensionen                             |                           |                     | Applikation                                                                |
|------------------------------------|-----------------------------------------------|---------------------------|---------------------|----------------------------------------------------------------------------|
| <b>Ein- und zweiarmige Biegung</b> | <b>Freie Biegelänge*</b>                      | <b>Breite (max.)</b>      | <b>Höhe (max.)</b>  |                                                                            |
| Standard                           | (2x)5 mm<br>(2x)17 mm                         | 13 mm<br>13 mm            | 10 mm<br>10 mm      | Thermoplaste, Elastomere                                                   |
| <b>3-Punkt-Biegung</b>             | <b>Freie Biegelänge*</b>                      | <b>Breite (max.)</b>      |                     |                                                                            |
| Runde Auflager                     | 10 mm, 20 mm,<br>30 mm, 40 mm<br>50 mm, 60 mm | 13 mm                     |                     | Faserverstärkte oder hochgefüllte Thermoplaste                             |
| <b>Zug</b>                         | <b>Länge*</b>                                 | <b>Breite</b>             | <b>Dicke</b>        |                                                                            |
| Standard                           | 30 mm                                         | 13 mm                     | 5 mm                | Folien, Fasern, dünne Gummistreifen                                        |
| Verstärkt                          | 30 mm                                         | 13 mm                     | 5 mm                | Muster werden mit zwei Schrauben befestigt, perfekt für steiferes Material |
| <b>Kompression/ Penetration</b>    | <b>Probe Ø (max.)</b>                         | <b>Fühlstempel Ø [mm]</b> | <b>Höhe (max.)</b>  |                                                                            |
| Standard                           | 15 mm                                         | 1, 3, 15                  | 25 mm               | Weiche Proben, z. B. Gummi                                                 |
| <b>Scherung</b>                    | <b>Ø/Breite/Höhe (max.)</b>                   |                           | <b>Dicke (max.)</b> |                                                                            |
| Glatte Oberfläche                  | 15 mm                                         |                           | 5 mm                | Klebstoffe, Elastomere                                                     |

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

Die inhabergeführte NETZSCH Gruppe ist ein weltweit führendes Technologieunternehmen, das sich auf den Maschinen-, Anlagen- und Gerätebau spezialisiert hat.

Unter der Führung der Erich NETZSCH B.V. & Co. Holding KG besteht das Unternehmen aus den drei Geschäftsbereichen Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme, die branchen- und produktorientiert ausgerichtet sind. Ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleistet Kundennähe und kompetenten Service 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 60 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  
<https://analyzing-testing.netsch.com>



**NETZSCH®**

[www.netsch.com](http://www.netsch.com)