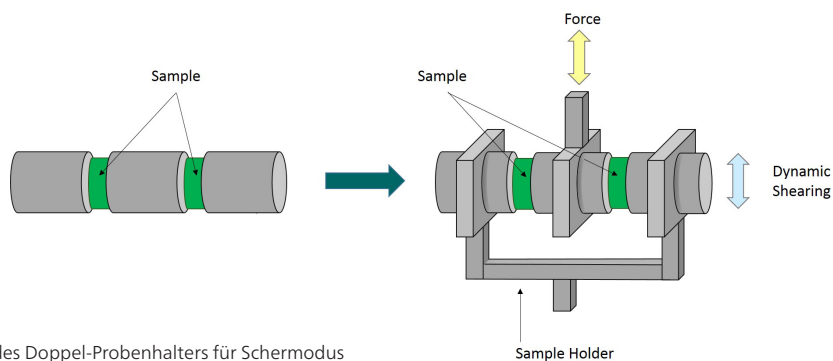


## Vorteile des weggesteuerten Modus für die Untersuchung von Gummimischungen mittels Hochlast-DMTA

Dr. Horst Deckmann, Dr.-Ing. Herbert Mucha und Dr. Gabriele Kaiser



1 Schema des Doppel-Probenhalters für Schermodus

### Einleitung

Die dynamisch-mechanische thermische Analyse (DMTA) ist heute eine etablierte Methode in Labors für die Materialforschung, Entwicklung und Qualitätskontrolle. Sie erlaubt die Aufzeichnung linearer und nicht-linearer mechanischer Eigenschaften abhängig von der Frequenz und Ausdehnung von z.B. gefüllten und ungefüllten Gummimischungen. Für diese Untersuchungen wurde der erfolgreiche EPLEXOR® 500 N von NETZSCH GABO Instruments eingesetzt.

### Applikation

Temperatursweeps im Kompressions-, Zug- oder Schermodus zeigen eindeutig die Temperaturabhängigkeit der mechanischen Eigenschaften von Gummi und Gummimischungen auf.

In den meisten Fällen werden die Proben bis zu einer Anfangstemperatur unterhalb des  $T_g$  (Glasübergangstemperatur) abgekühlt und dann bis zu einer Endtemperatur mit geringer konstanter Heizrate (1 bis 3 K/min) aufgeheizt, um eine homogene Temperaturverteilung innerhalb der Proben zu erzielen.

Die folgenden Untersuchungen wurden in Schergeometrie durchgeführt:

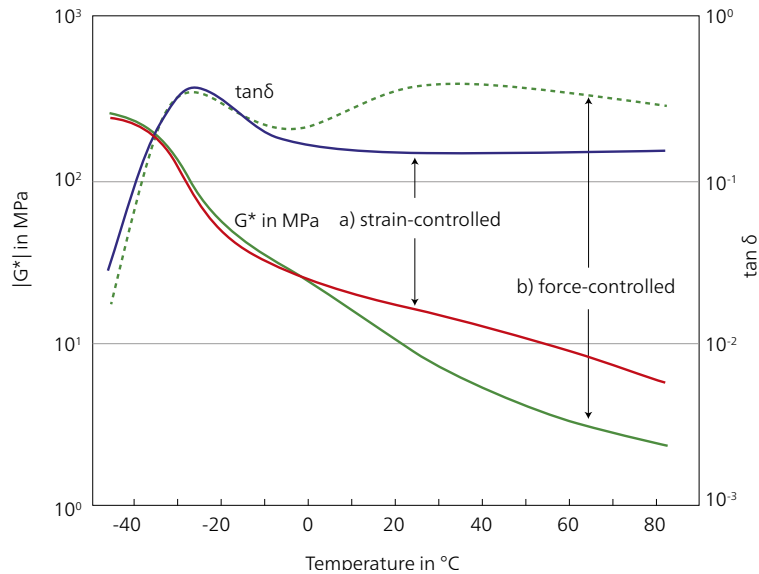
Mit dem Doppelprobenhalter im Schermodus (siehe Abbildung 1) wurden zwei zylinderförmige Gummiprüfproben (Dicke: 2 mm, Durchmesser: 10 mm) zwischen zwei Metallauflagen angebracht und verklebt, die fest mit dem Probenhalter für den Schermodus verbunden sind.

Es wurden zwei unterschiedliche Lastmodi aufgebracht:

- kraftgeregelte dynamische Last (dies bedeutet, unter konstanter Kraft)
- weggesteuerte dynamische Last (dies bedeutet, unter konstanter Last)

Im ersten Fall ist die Probe einer festen dynamischen Kraft ausgesetzt. Bei Temperaturen unterhalb des  $T_g$  ist die Probendeformation aufgrund der hohen Steifigkeit der Gummimaterialien und Gummimischungen im glasartigen Zustand klein. Mit zunehmender Temperatur erweicht die Probe und ihre Deformation nimmt mit konstanter Kraft zu.

## APPLICATIONNOTE Vorteile des weggesteuerten Modus für die Untersuchung von Gummimischungen mittels Hochlast-DMTA



**2** Temperatursweeps an Gummiprüfungen unter Scherbedingungen (10 Hz)  
a. Lastkonstante  $\pm 0,25\%$   
b. Kraftkonstante  $\pm 15\text{ N}$

Im zweiten Fall ist die Probe über den gesamten Messbereich einer konstanten Deformation ausgesetzt. Die Anwendung der konstanten Last erfordert hohe Kräfte bei Temperaturen unterhalb des Glasübergangs. Mit steigender Temperatur nimmt die aufgebrachte Kraft aufgrund der Erweichung der Probe ab.

Abbildung 2 zeigt die Unterschiede zwischen dem weggesteuerten und dem kraftgesteuerten Durchlauf.

Die aufgewandte Kraft von  $0,25\%$  – bezogen auf die Probendicke – entspricht einer realen Deformation von ca.  $5\ \mu\text{m}$ . Bei dieser relativ kleinen Deformation müssen bei niedrigen Temperaturen ca.  $25\text{ N}$  aufgebracht werden.

Dieser Test zeigt eindeutig, dass auch für Schermessungen ohne Vorkraft eine ausreichende Kraftreserve zur Verfügung stehen muss. Der Kurvenverlauf im kraftgeregelten Modus unterscheidet sich signifikant von den Ergebnissen mit weggesteuerter Kraft. Beide Modi generieren unterschiedliche physikalische Testbedingungen und rufen eine unterschiedliche Werkstoffantwort hervor.

Die hohe Last durch den konstanten Kraftmodus spiegelt die Abhängigkeit der Amplitude von den mechanischen Eigenschaften des Gummis eindeutig wider. Im kraftgesteuerten Modus sind die resultierenden Lasten um einen Faktor von 10 höher als im weggesteuerten Modus.

### Ergebnisse

Um die lastabhängigen mechanischen Eigenschaften mit entsprechender Genauigkeit und Auflösung zu untersuchen, bedarf es Analysatoren mit genügender Kraftreserve, wie den EPLEXOR® 500 N von NETZSCH GABO Instruments. Desweiteren sind geeignete Regelsysteme zur Generierung und Regelung der Last mit hoher Genauigkeit im  $\mu\text{m}$ -Bereich von großer Bedeutung.

Während die Ergebnisse der kraftgesteuerten Messungen eine zusätzliche Struktur oberhalb der  $T_g$  aufweisen, fehlt diese fast vollkommen in den weggesteuerten Messungen. Hier ist zu bedenken, dass die Deformation bei konstanter Kraft zunehmen kann. Weitere zusätzliche Deformationsmechanismen und thermische Effekte werden einbezogen, die die Interpretation des Materialverhaltens erschweren können. Die weggesteuerte Messung ist klarer definiert, da die Deformation während des gesamten Experiments immer auf der gleichen Amplitude gehalten wird. Es ist offensichtlich, dass dieser Messmodus für die Untersuchung der Eigenschaften von Gummi und Gummimischungen vorteilhafter ist.

Um zuverlässige Informationen über den Schermodus (und  $\tan\delta$ ) oberhalb des Glasübergangs zu erhalten, sollte die Deformation während Temperatursweeps konstant sein.