

Dielektrische Analyse

Methode, Technik, Applikationen



DEA 288 *Epsilon* – Eine neue Welt zur Untersuchung des Vernetzungsverhaltens und mehr...

Eindeutige Bestimmung des Aushärteverhaltens

Die dielektrische Analyse (DEA) oder dielektrische Thermische Analyse (DETA) ist eine Methode zur Untersuchung des Aushärtezustands von Duromeren, Lacken, Klebstoffen, Verbundwerkstoffen und anderen Arten von Polymeren oder organischen Substanzen durch Messung der Änderungen ihrer dielektrischen Eigenschaften.

Vorteile der DEA

Kundenspezifische Testbedingungen

Das flexible Design der DEA 288 *Epsilon* (einschließlich Ofen oder Laborpresse) erlaubt eine Vielzahl unterschiedlicher Testbedingungen. Variable Temperaturführungen, Messungen unter definierter Luftfeuchtigkeit und/oder Untersuchungen von UV-induzierten Aushärtereaktionen sind mit einem System möglich. Dadurch ist der Anwender in der Lage, einfach und bequem optimale Parameter für die Verarbeitung eines Materials zu ermitteln.

Praxisgerechte Probenhandhabung

Ein großer Vorteil der DEA ist die Verwendung der gleichen Probenmengen und -geometrien wie unter realen Verarbeitungsbedingungen. Durch die große Auswahl verschiedener Sensoren lässt sich fast jede praktische Applikation nachvollziehen:

- Sprühbeschichtung
- Auftragung mittels Rakel
- Aufstreichen von Materialien mit niedriger oder mittlerer Viskosität
- Positionierung des Sensors zwischen den Schichten eines Prepregs
- Eintauchen des Sensors in eine Flüssigkeit



Auswahl an Einweg-Sensoren

Weitere Informationen

www.netzsch.com/n23134

Ihr Vorteil

Entwicklung verbesserter Rezepturen

Polymere erreichen ihre volle Leistungsfähigkeit oftmals erst in Verbindung mit aktiven Additiven zur gezielten Einstellung der Morphologie oder Architektur des Polymers. Mit der DEA 288 *Epsilon* lässt sich das richtige Verhältnis zwischen Härter und Harz ermitteln. Zusätzlich bietet sie die schnelle und zuverlässige Untersuchung der Wirksamkeit von Beschleunigern, Inhibitoren oder Antioxidanten. Dies trägt zu einer wesentlichen Verkürzung des Entwicklungsprozesses bei.

Bestimmung der idealen Prozessparameter

Sowohl die Labor- als auch die Slim-Version der 288 *Epsilon* (siehe Seite 6) sind speziell auf die Anforderungen von Laboratorien in Industrie und Academia abgestimmt. Die gleichen Apparaturen und Sensoren können jedoch auch in der Produktion eingesetzt werden. Deshalb lassen sich mit der DEA 288 *Epsilon* im Labor entwickelte Parameter direkt auf den Herstellprozess übertragen.



Labor-Version der DEA 288 *Epsilon* mit bis zu 8 Messkanälen

Dielektrische (Thermische) Analyse – Methode

DEA- (oder DETA-) Technik

Funktionsprinzip

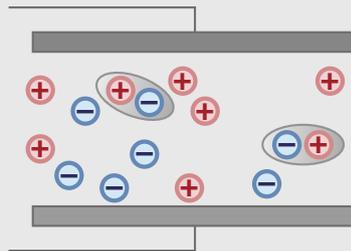
Das Funktionsprinzip entspricht dem einer Impedanz-Messung.

In einer typischen Messung wird eine Probe in direkten Kontakt mit zwei Elektroden (dem dielektrischen Sensor) gebracht. Die Anlegung einer sinusförmigen Spannung (Anregung) erzwingt eine Bewegung der Ladungsträger: Positiv geladene Partikel wandern zum negativen Pol bzw. richten sich daraufhin aus und umgekehrt. Diese Bewegung hat einen sinusförmigen Stromfluss (Antwortsignal) mit einer Phasenverschiebung zur Folge.

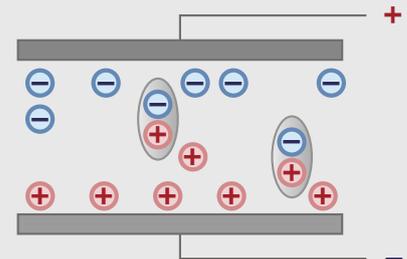
Im Frequenzbereich der DEA 288 *Epsilon* (bis 1 MHz) sind die Ladungsträger hauptsächlich Ionen, die oft in Form von Katalysatoren oder Verunreinigungen auftreten. Es kommt jedoch auch zur Ausrichtung von Dipolen im elektrischen Feld.

Die Amplituden- und Phasenverschiebung des Antwortsignals ist abhängig von der Beweglichkeit der Ionen und Dipole. Das macht die dielektrische (thermische) Analyse zur idealen Methode für die Untersuchung des Vernetzungsverhaltens. Mit fortschreitender Aushärtereaktion wird das Probenmaterial immer viskoser. Die Mobilität der Ladungsträger verringert sich, wodurch die Amplitude im resultierenden Signal abnimmt und die Phasenverschiebung ansteigt.

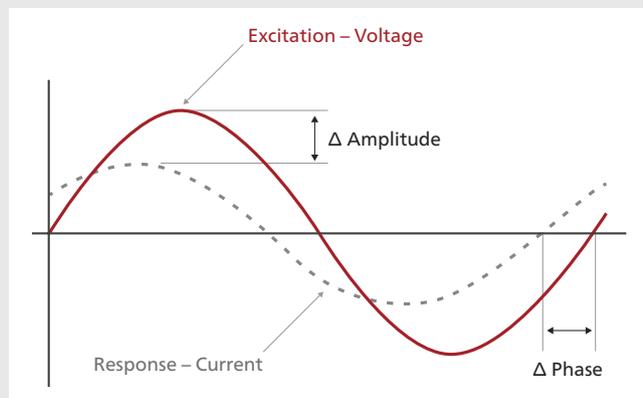
Ohne externes elektrisches Feld



Mit externem elektrischem Feld



Verhalten von Ionen und Dipolen im externen elektrischen Feld



DEA – Messprinzip

Informationen und Ergebnisse aus DEA-Messungen

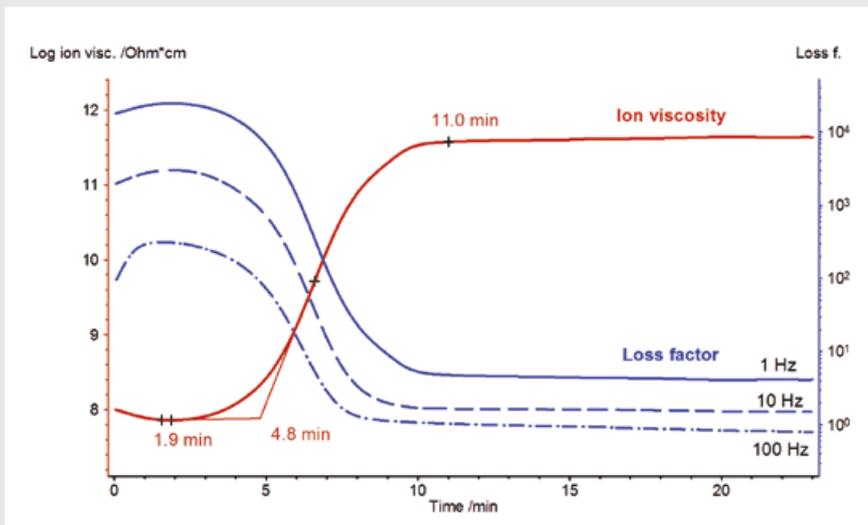
Die gemessene Amplitude steht in Zusammenhang mit der dielektrischen Permittivität ϵ' und spiegelt die Anzahl der dipolaren Gruppen im Harz wider. Der dielektrische Verlustfaktor ϵ'' wird aus der Phasenverschiebung berechnet. Er ist ein Maß für die gesamte, durch Anordnung der Dipole und Bewegung der Ionen im Material verlorene Energie. Desweiteren ist ϵ'' proportional zur Ionenleitfähigkeit σ , dem reziproken Wert der Ionenviskosität ν . Die Ionenviskosität ist der relevanteste Parameter zur Untersuchung des Vernetzungsverhaltens. Sie beschreibt Aushärtvorgänge sehr gut und korreliert mit der dynamischen Viskosität.



Laborversion der DEA 288 mit 8 Kanälen (Ansicht Rückseite) und Adapterbox für den Anschluss von Einweg-Sensoren

Applikationsbereiche

- Forschung
- Prozessentwicklung
- Qualitätskontrolle
- Qualitätssicherung



Grafische Darstellung des Verlustfaktors (logarithmische Darstellung für 1,10 und 100 Hz) und die entsprechende Ionenviskosität eines 2-K-Epoxidklebstoffs in Abhängigkeit von der Zeit bei Raumtemperatur. Nach dem Abfall der Ionenviskosität (rot, logarithmische Darstellung) als Ergebnis des Verlaufs der Probe auf dem Sensor steigt die Kurve mit Beginn der Aushärtung wieder an. Unter Berücksichtigung der extrapolierten Onsettemperatur der Ionenviskosität von 4,8 min kann die maximale klebeoffene Zeit mit ca. 4 min angegeben werden. Insgesamt nimmt die Ionenviskosität im Laufe der Aushärtung um ca. 4 Größenordnungen zu. Nach ca. 11 Minuten ist die Reaktion beendet.

Informationen aus DEA-Messungen

- Ionenviskosität
- Fließverhalten
- Reaktivität
- Vernetzungsverhalten
- Aushärtegrad
- Glasübergangstemperatur
- Prozesskontrolle und -optimierung
- Diffusionseigenschaften
- Alterung
- Zersetzungseffekte

DEA 288 *Epsilon* – Ausgeklügelte Gerätetechnik

Spitzentechnologie – der Maßstab für dielektrische Analysatoren

Ein dielektrischer Analysator besteht aus der DEA-Elektronik und einem Sensor. Der Anschluss der Einweg-Sensoren erfolgt über eine Adapterbox. Für Laboranwendungen sind zwei Modelle der DEA 288 *Epsilon* erhältlich: die Labor-Version und die Slim-Version.

Beide Apparaturen sind mit der gleichen modernen Elektronik ausgestattet und können weiteres Zubehör, wie den Laborofen oder die Laborpresse, steuern. Technische Unterschiede bestehen im Gehäusedesign, der Standfläche und der maximalen Anzahl der Kanäle.



Slim-Version der DEA 288 *Epsilon* mit 2 Kanälen

Labor-Version der DEA 288

Die Labor-Version ist die optimale Ergänzung unserer Geräteserie zur thermischen Analyse und Bestimmung der thermophysikalischen Eigenschaften (siehe Foto unten). Das Design spiegelt optisch die Verbundenheit mit der Serie 200 wider.

Die Standfläche der Laborversion ist identisch mit der eines DSC- oder TG-Systems. Durch die Multikanal-Option können bis zu acht Proben gleichzeitig gemessen werden. Das macht das Gerät ideal für die Prozessentwicklung.

Slim-Version der DEA 288

Dieses Gerät ist speziell für Laborumgebungen konzipiert, in denen nur wenig Platz zur Verfügung steht. Das Gehäuse der tragbaren Slim-Version benötigt nicht mehr Platz als ein Blatt Papier (DIN A3).

Es ist das ideale Gerät für die Forschung im Bereich duromerer Harzsysteme, Verbundwerkstoffe, Lacke, Klebstoffe und Beschichtungen.



Sinnvolle Testanordnung zur Analyse von Aushärtereaktionen: DEA 288 *Epsilon* (Labor-Version, links), Adapterbox, DSC 204 **F1** Phoenix® mit ASC (rechts)

Beide Modelle der DEA 288 *Epsilon* decken einen großen Bereich an Messfrequenzen (von 0,001 Hz bis 1 000 000 Hz) für die genaue Bestimmung der Änderungen der dielektrischen Eigenschaften während einer Reaktion ab. Mit einer minimalen

Datenerfassungszeit von weniger als 5 ms sind die Geräte auch für extrem schnell härtende Systeme, wie z. B. die UV-Aushärtung eines Acrylats, geeignet. Beide Versionen sind für den Anschluss von Thermoelementen (separat oder im DEA-Sensor

integriert) oder RTDs (Resistive Temperature Detectors) vorbereitet, um Temperaturwerte zusammen mit den dielektrischen Daten zu erfassen. Jeder Kanal hat seinen eigenen Eingang.

Technische Spezifikationen der DEA 288 *Epsilon*

Allgemein		Modellspezifisch	
Frequenzbereich	1 mHz bis 1 MHz, frei wählbare Werte	Slim-Version	Labor-Version
Datenerfassung multipler DEA-Module	Echter simultaner Betrieb aller Kanäle	Standfläche (ohne Kabel)	(B x T) 25 cm x 45 cm
Minimale Datenerfassungszeit	< 5 ms	Anzahl der DEA-Module/Kanäle	(B x T) 57 cm x 53 cm
Sensorverbindung	Geschützte, 4-Leitertechnik (Kompensation des elektrischen Widerstands und der Kapazität des Drahts als Voraussetzung für präzise Messungen)	Bis zu 2	Bis zu 8



Kalibrierstecker für den automatischen Abgleich der Elektronik



Adapterbox – schnelle, einfache und zuverlässige Verbindung aller Einweg-Sensoren, Thermoelemente oder RTD-Sensoren

Merkmale der NETZSCH DEA 288 *Epsilon*

- Modulares Konzept
- Simultane Mehrkanal-Messungen
- Hohe Datenerfassungsrate
- Modernste Technologie

Hohe Flexibilität durch unterschiedliche Sensoren

Hochauflösende und vielseitige Sensoren für jede Applikation

Für die unterschiedlichen Anwendungsbereiche in der Polymertechnik bietet NETZSCH eine große Auswahl dielektrischer Sensoren, die in Einweg- und wiederverwendbare Sensoren unterteilt werden. Letztere können zum Beispiel fest in die Presse, ins Werkzeug oder sogar in einen DMA- oder Rheometer-Probenhalter eingebaut werden.

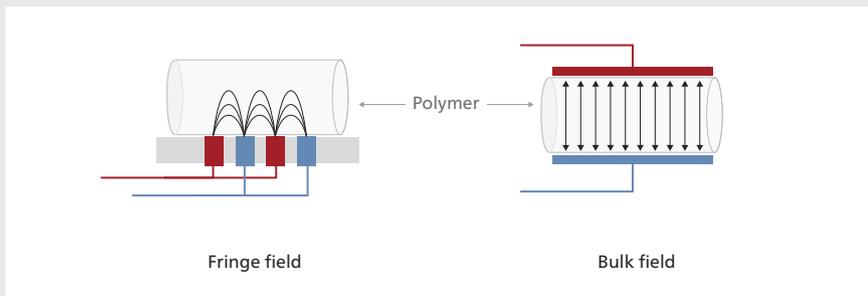
Einweg-Sensoren sind für den einmaligen Gebrauch bestimmt und werden an die gewünschten Stellen in einem

Werkzeug gesetzt oder einfach mit dem Probenmaterial beschichtet. Ein typisches Beispiel hierfür ist der Standard-IDEX- (interdigitated electrode) Sensor.

Die meisten Sensoren bestehen aus zwei ineinandergreifende Kamm-Elektroden auf einem inerten Substrat. Durch das in die Probe eindringende elektrische Feld sind sie zur lokalen Messung der dielektrischen Eigenschaften von Probenbereichen und -schichten

geeignet, die in direktem Kontakt mit dem Sensor stehen. Die Eindringtiefe der elektrischen Feldlinien entspricht ungefähr dem Elektrodenabstand.

Bei Kammelektroden ist darauf zu achten, dass die Probenpartikel in den Zwischenraum zwischen den Elektroden eindringen können. Für inhomogene Proben oder Probenmaterialien, die größere Partikel enthalten, wird daher ein größerer Elektrodenabstand empfohlen.



Verlauf der Feldlinien in Kammsensoren (links) und Sensoren mit parallelen Plattenelektroden (rechts)

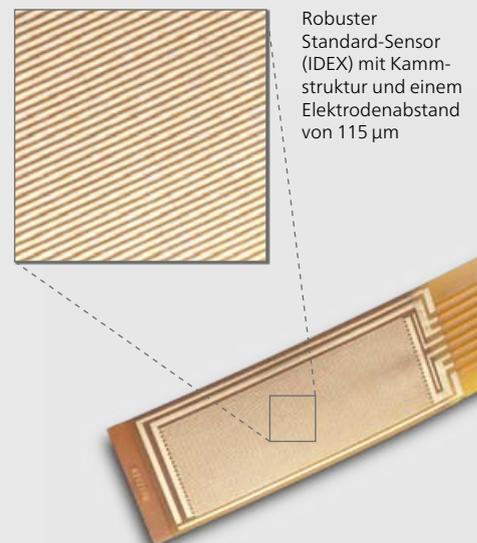
Brandneu für Einweg-Sensoren ist die integrierte RTD-Technologie (resistive temperature detection). Die Notwendigkeit separater Thermoelemente für die Temperaturbestimmung gehört somit der Vergangenheit an.

Daneben sind wiederverwendbare Sensoren mit planparalleler Plattenelektrodenanordnung erhältlich, mit

denen sich die Eigenschaften voluminöser Proben messen lassen (Bulk-Messungen). Der Monotrode-Sensor kann als einer dieser Plattenelektroden fungieren. Das Gegenstück ist z. B. das entsprechend geerdete Werkzeug für ein Formteil. Ist kein Formteil vorhanden oder ist die Probe zu dick, agiert das Sensorgehäuse als zweite Elektrode.



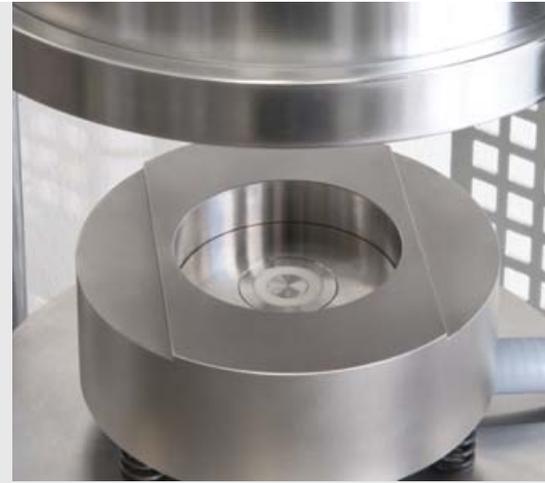
Wiederverwendbarer TMS™-Sensor



Robuster Standard-Sensor (IDEX) mit Kammelektrodenstruktur und einem Elektrodenabstand von 115 µm

Zur optimalen Anpassung an unterschiedlichste Formteilgeometrien bietet NETZSCH sowohl Monotrode- als auch Tool Mount-Sensoren mit verschiedenen Durchmessern an. Die Sensoren haben ein integriertes Thermoelement, sind druckbeständig und halten Temperaturen bis 220 °C stand.

Robuste Verkabelungen (> 20 m; theoretisch von unbegrenzter Länge) ermöglichen auch die Messung von Proben, die sich weiter entfernt vom DEA-Gerät befinden, z. B. für prozessbegleitende Prüfungen.



Im Werkzeug eingebauter Monotrode-Sensor

Spezifikation erhältlicher Sensortypen

Sensortyp	Sensorfläche	Max. Temperatur	Elektrodenabstand	Anwendungsbereich
Micron-Sensor (MS)	2,5; 26 oder 70 mm ²	200 °C oder 350 °C (abhängig von der Verkabelung des Sensors)	1, 5 oder 25 µm	Lacke, Tinten, Klebstoffe
Mini-IDEX (Interdigitated Electrode)	33 mm ²	375 °C	100 µm	Alle Harze (kleine Kavitäten)
IDEX (Interdigitated Electrode)	20, 233 oder 40 mm ²	200 °C oder 375 °C (abhängig von der Verkabelung des Sensors)	17,5; 115 oder 1600 µm	Alle Harze (Epoxid, Polyester PES, Polyurethan PUR, etc.)
IDEX, gefiltert	233 mm ²	200 °C oder 375 °C (abhängig von der Verkabelung des Sensors)	115 µm	Kohlefaser-verstärkte Polymere (CFK)
Monotrode	Ø 4, 10 oder 30 mm	220 °C	-	Speziell für SMC/ BMC, PUR-Schäume
Tool Mount Sensor (TMS™)	Ø 18 oder 38 mm	220 °C	500 µm	Alle Harze (EP, PES, PUR, etc.)

Intelligentes Zubehör für prozessorientierte Applikationen

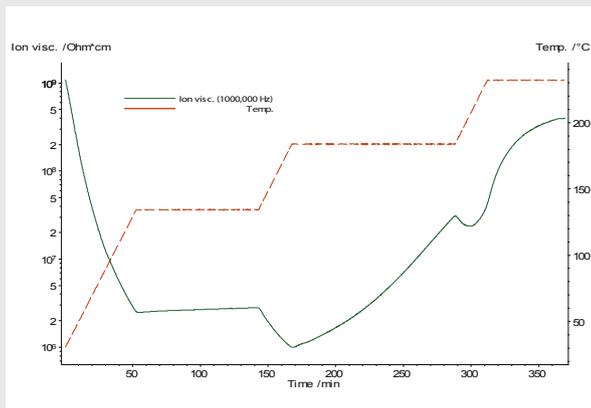
Zubehör für maßgeschneiderte Testbedingungen

Zur Durchführung von Testreihen im Labormaßstab unter realistischen Verarbeitungsbedingungen bietet NETZSCH eine Reihe von Erweiterungen für die DEA an, wie z. B. den Laborofen, die Laborpresse, die UV-Lampe für schnelle Aushärtungen und den Feuchtegenerator. Durch diese Vielseitigkeit lässt sich eine Brücke zwischen Forschung, Prozessentwicklung und Produktion schlagen.

Multifunktionaler Laborofen

Mit dem einfach zu bedienenden Klappofen sind Aufheiz-, Isotherm- oder Abkühlsegmente im Temperaturbereich von -150 °C bis 400 °C bei Verwendung von bis zu zwei IDEX- (oder MS-) Sensoren oder eines TMS™ - (oder Monotrode-) Sensors möglich. Die Abkühlung erfolgt mit Druckluft, Vortex-Rohr (ebenfalls Luftkühlung), Intracooler oder flüssigem Stickstoff LN₂.

Zur Erzeugung einer definierten Gasatmosphäre können zwei Spülgase (über magnetische Ventile) zugeführt werden. An den Ofen lässt sich der Lichtleiter einer UV-Lampe und/oder der Feuchtegenerator anschließen.



Mit dem DEA-Ofen können mehrstufige Temperatursegmente realisiert werden



DEA 288 Epsilon mit Zubehör

Pneumatische Laborpresse

Mit der Tischpresse ist die Untersuchung von Sheet Molding Compounds (SMCs), Bulk Molding Compounds (BMCs) und Prepregs unter Prozessbedingungen – gleichzeitige Wärme- und Druckeinwirkung auf die Probe – möglich. Die Probe befindet sich entweder direkt zwischen den Platten (einschließlich DEA-Sensor) oder optional in einem separaten Formwerkzeug, ausgestattet mit einem Montrode- oder TMS™-Sensor. Das Temperaturprogramm wird über die NETZSCH *Proteus*®-Software gesteuert.

Technische Daten der Laborpresse:

- Temperaturbereich: RT bis 300 °C
- Maximale Kraft: 20 kN (bei 10 bar)
- Plattendurchmesser: 165 mm
- Kraftsensor

UV-Lampe

Das DEA 288 *Epsilon*-System unterstützt die OmniCure S2000 UV-Lampe zur Untersuchung von lichtinduzierten Reaktionen, wie die Aushärtung von Klebstoffen, Tinten oder Lacken. Dauer und Intensität der UV-Bestrahlung wird durch die NETZSCH *Proteus*®-Software gesteuert. Mehrfachbelichtungen während jedes Segments sind möglich.

Der Lichtleiter der UV-Lampe ist mit dem Laborofen verbunden.

Feuchtgenerator

Die Erweiterung mit dem Feuchtgenerator dient zur Untersuchung der Wasseraufnahme von gehärteten Proben oder organischen Stoffen. Mit dem hier abgebildeten Feuchtgenerator ist es möglich, relative Feuchtwerte zwischen 5 % und 90 % im Temperaturbereich von RT bis 70 °C zu realisieren.



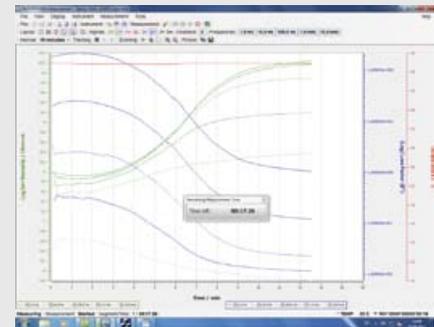
Proteus®-Software – Leistungsstark und einfach zu bedienen

Umfassend und zuverlässig

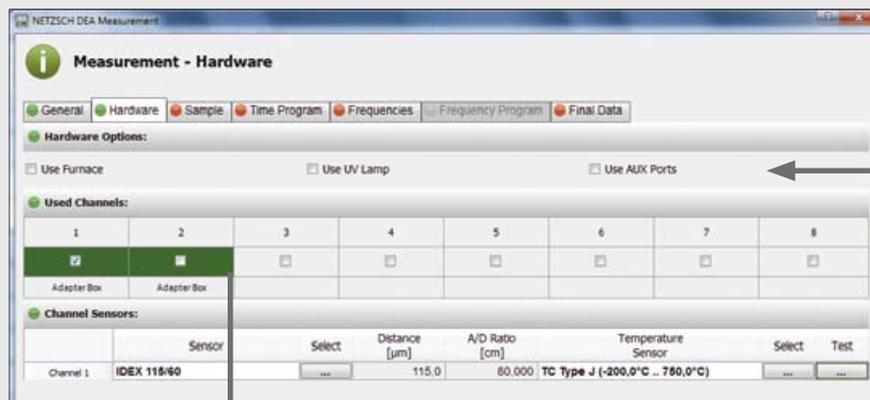
Der Messteil der Software bietet dem Anwender eine moderne, benutzerfreundliche Bedienoberfläche. Proteus® ist hierzu mit einem Eingabeassistenten zur schnellen und bequemen Programmierung aller relevanten Messparameter ausgestattet. Farblich gekennzeichnete Reiter erleichtern die Dateneingabe und stellen sicher, dass kein wichtiger Parameter vergessen wird – unab-

hängig davon, ob es sich um Informationen über die Probe, das Temperatur-/Zeitprogramm oder die gewünschten Frequenzen handelt.

Hilfreich sind auch die Möglichkeit der Nachprogrammierung (Frequenzen oder Messdauer) während einer laufenden Messung sowie die On-line-Auswertung (SNAPSHOT) der Messergebnisse.



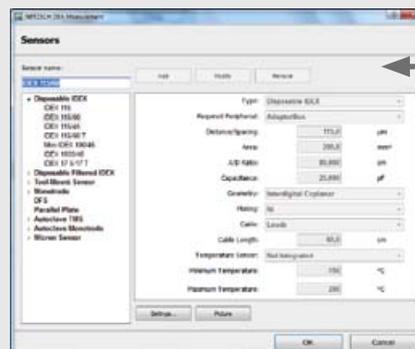
Screenshot der Benutzeroberfläche während einer laufenden Messung



Benutzeroberfläche zur Programmierung einer Testreihe

Die Kommunikation mit Erweiterungen kann durch einfachen Klick aktiviert werden. Die NETZSCH Proteus®-Software steuert die Temperaturprofile des Laborofens und die Triggerung der UV-Lampe.

Die gewünschten Kanäle lassen sich durch Anklicken des entsprechenden Kontrollkästchens einfach auswählen. Aktive Kanäle werden in grün dargestellt.

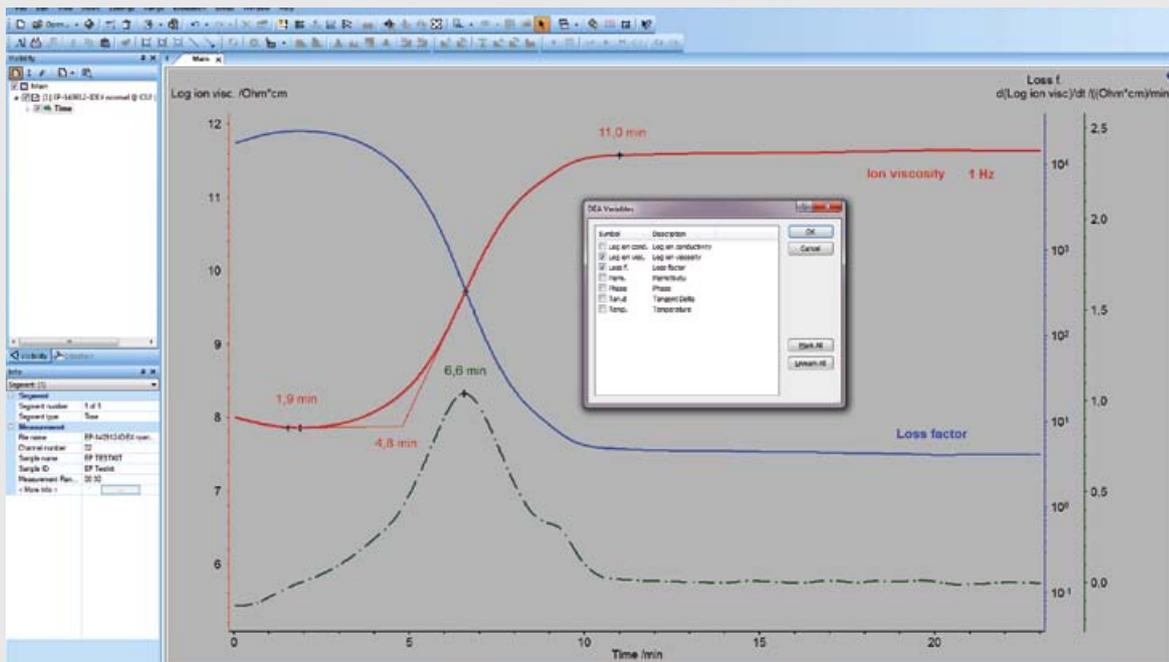


Bequeme Wahl des passenden Sensors; die Software enthält eine vollständige Liste aller erhältlichen Sensoren mit der jeweiligen technischen Spezifikation. Wichtige Parameter, wie Elektrodenabstand oder A/D-Verhältnis (Verhältnis zwischen Fläche und Abstand), werden automatisch mit der Auswahl des Sensortyps angepasst. Auch benutzerdefinierte Sensoren sind möglich.

Die bewährte *Proteus*®-Software garantiert eine umfassende Auswertung der Messergebnisse.

Unter anderem bietet die Software:

- Darstellung aller relevanten DEA-Variablen: Ionenviskosität, Ionenleitfähigkeit, Verlustfaktor, Permittivität, $\tan\delta$ als Funktion der Zeit/Temperatur
- Mehrfenstertechnik – zur übersichtlichen Darstellung und Auswertung von Messdaten und Grafikausschnitten in verschiedenen Fenstern
- Multimethoden-Plot – gemeinsame Darstellung und Auswertung von z. B. DEA-, DSC- und DMA-Kurven in einer einzigen Grafik
- Wertebestimmung, wie Peak, extrapolierter Onset oder Endset, in einer einzigen Kurve oder in Kurvenscharen
- Vergleichende Analyse von bis zu 64 Kurven oder Segmenten aus der gleichen oder verschiedenen Messungen
- Speicherung der Analyseergebnisse und des Analysezustands sowie „Vorschau-Grafik“ zur späteren Wiederherstellung und Fortsetzung der Analyse
- Erhaltung der Rohdaten – Zugriff auf die Originalmessdaten ist immer gewährleistet
- Glättung der Messkurven mit einstellbaren Filterfaktoren
- Daten- (ANSI, ASCII, CSV) und Grafik-Export (JPEG, BMP, EMF, PNG, TIFF)



Screenshot der Analyse-Software

Verschiedene Applikationen – Sheet Molding Compound



Sheet Molding Compound (SMC)

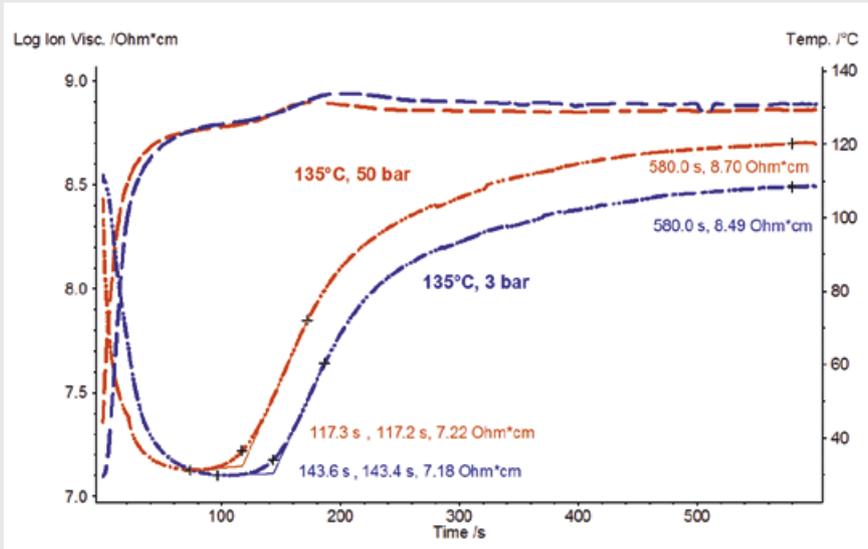
Als SMC (Sheet Molding Compound) bezeichnet man sowohl einen Prozess als auch einen verstärkten Verbundwerkstoff. Ein "Faser-Matrix-Halbwerkzeug", bestehend aus einem Harz (meist Polyester- oder Vinylesterharze), Kurzglasfasern, mineralischen Füllstoffen und Additiven, unterliegt einem Formpressverfahren und härtet unter erhöhter Temperatur und Druck aus. Die Eigenschaften von SMCs sind in der Europäischen Norm EN 14598 beschrieben.

SMC-Teile werden in großen Mengen in der Autoindustrie, z. B. als Spoiler oder Heckklappen, eingesetzt, sind jedoch auch in der Luftfahrt, auf dem Elektro-/Elektronik-Sektor, in der Bauindustrie und im Hobby- und Freizeitbereich (z. B. Sportgeräte) zu finden.

Die Vorteile von SMC-Materialien sind:

- Elektrisch nicht leitend
- Entwicklung komplexer Designs möglich (ähnliche thermische Ausdehnung wie Stahl)
- Korrosionsbeständig
- Lackierfähig
- Ökonomisch
- Geringes Gewicht

Für Autohersteller ist ein geringes Gewicht von großem Interesse, da SMC-Teile 20 % bis 30 % leichter sind als ihre Pendanten aus Stahlblech, was für Leichtbaulösungen unerlässlich ist.



Vergleich der DEA-Ergebnisse zweier SMC-Proben bei unterschiedlichen Drücken im Werkzeug; Darstellung der log Ionviskosität (Strich-Punkt-Linien) und der Temperatur (gestrichelte Linien). Der Temperaturanstieg nach ca. 200 s kann auf die während der Aushärtung erzeugte Wärme zurückgeführt werden. Die gekennzeichneten Ionviskositäten betragen in linearer Skalierung $0,15E+08$ und $3,1E+08$ Ohm*cm für die Messung bei 3 bar und $0,17E+08$ bzw. $5,0E+08$ Ohm*cm für die Messung bei 50 bar.

In diesem Beispiel wurden zwei SMC-Teile in einer Presse in einem Versuchswerkzeug mit Monotrode-Sensor bei 135 °C bei zwei verschiedenen Drücken untersucht: 3 bar (blaue Kurven) und 50 bar (rote Kurven). Die Probendicken betragen ca. 5 mm und die Messfrequenz für jeden Test 1000 Hz.

Es ist deutlich zu sehen, dass die Aushärtung bei höherem Druck schneller erfolgt. Die extrapolierte Onsettemperatur, die ein Hinweis für die Bearbeitungszeit vor Beginn des Aushärteprozesses ist, tritt in der Messung bei 50 bar (rote Kurve) 27 Sekunden (ca. 20 %) früher auf. Verglichen mit dem Test bei 5 bar weist die rote Kurve eine höhere Ionviskosität (ca. 60 %) nach 580 s auf. Diese Ergebnisse sind wichtig für die Prozessoptimierung.

Verschiedene Applikationen – UV-Aushärtung



UV-Aushärtung

Die lichtinduzierte Aushärtung von Lacken, Tinten, Klebstoffen, Vergussmassen und Verbundwerkstoffen ist zwar eine noch relativ neue Technologie, sie gewinnt jedoch immer mehr an Bedeutung. Sie wird zunehmend in der Automobilindustrie, in der Elektronik, in der Medizintechnik, in der metallverarbeitenden Industrie sowie im Maschinen- und Anlagenbau eingesetzt.

Charakteristisch für die UV-Aushärtung ist, dass die Reaktion innerhalb kürzester Zeit – üblicherweise in Sekunden – verläuft. Somit kann zum Beispiel die Weiterverarbeitung und Qualitätskontrolle von beschichteten Teilen unmittelbar erfolgen.

Zusätzlich sind UV-Lacke, Druckfarben und Klebstoffe lösemittelfrei und daher umweltfreundlich.

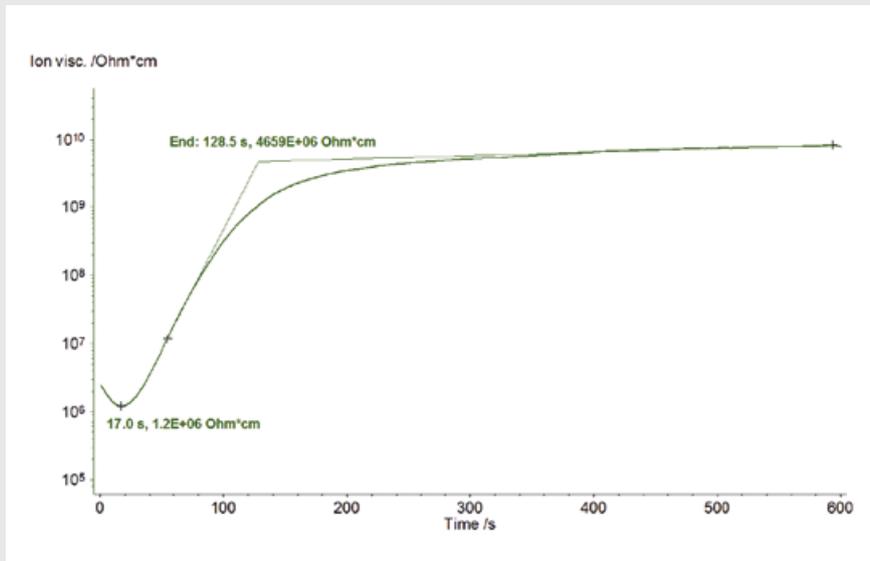
Insgesamt gibt es drei unterschiedliche Typen von aushärtenden Systemen:

- Radikal härtende Systeme
- Kationisch härtende Systeme
- Dual härtende Systeme (thermische und UV-Aushärtung in einem System)

Die Grafik zeigt die UV-Aushärtung einer flexiblen Dichtung, die zum Schutz organischer LEDs (OLEDs) und Solarzellen eingesetzt wird. Es handelt sich um ein Ein-Komponenten-Harz, das als dünne Schicht mit einer Dicke von 200 μm auf den IDEX-Sensor aufgebracht wurde. Der Sensor wurde im Laborofen platziert, an den wiederum der Lichtleiter der UV-Lampe angeschlossen wurde.

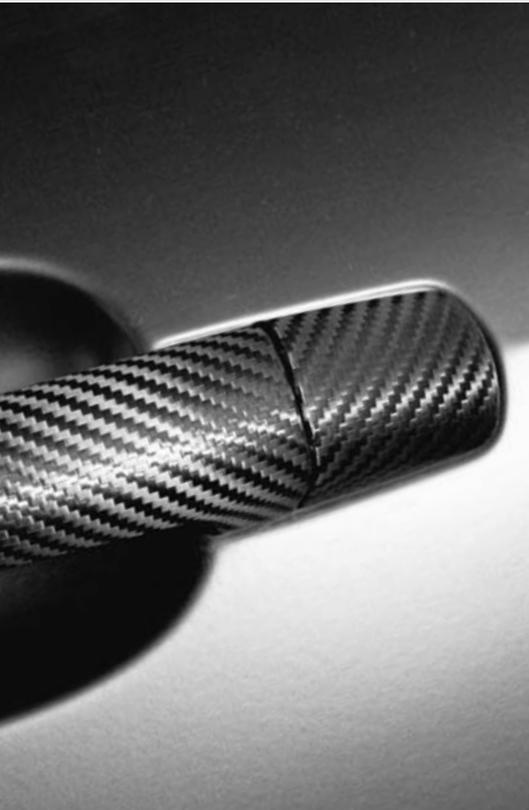
Die Belichtung wurde mit einer Belichtungszeit von 60 s und einer Intensität von 55 bis 60 mW/cm^2 UVA bei Raumtemperatur durchgeführt. Die Frequenz betrug 1000 Hz. Während der UV-Untersuchung stieg die Ionenviskosität nach nur 17 s an; der Gesamtanstieg nach ca. 400 s (= 6,7 min) betrug ca. 4 Größenordnungen.

Dieses Ergebnis veranschaulicht, dass mittels DEA auch die Beschreibung schneller Reaktionen gelingt.



DEA-Messung an einem UV-härtenden Klebstoff auf Basis eines modifizierten Epoxidharzes

Unterschiedliche Applikationen – Simultane DEA-DMA und DEA-Rheologie



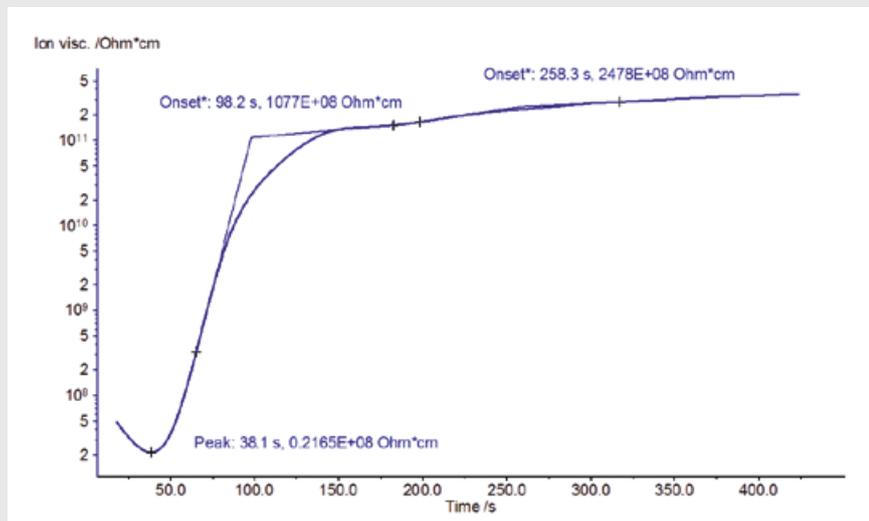
Harzinjektionsverfahren (engl. Resin Transfer Molding, RTM)

Das Harzinjektionsverfahren (RTM) ist ein weiteres geschlossenes Formgebungsverfahren zur Herstellung dreidimensionaler komplexer Formen oder Sandwich-Strukturen (mit z. B. Schaum als Kernmaterial).

Im RTM-Prozess wird eine Mischung aus flüssigem Harz und Katalysator in ein geschlossenes Formwerkzeug eingespritzt, das bereits die trockenen verstärkenden Fasern, wie Matten oder Preforms, enthält. Nach der Aushärtung (bei erhöhter Temperatur und moderatem Druck) wird das Werkzeug wieder geöffnet und das fertige Bauteil entnommen.

Je nach Applikation kann die Verstärkung aus Naturfasern oder Fasern aus Glas, Kohlenstoff oder Aramid bestehen. Typische Harzarten sind Polyester, Vinylester, Epoxid oder Phenol. Die Auswahl von Polymer und Verstärkung bestimmt die mechanischen Eigenschaften und die Oberflächenbeschaffenheit des Formteils.

RTM wird unter anderem häufig in der Automobilindustrie, in Windkraftanlagen, auf dem Bausektor, in der Luftfahrt und im Motorsport eingesetzt. Primäres Ziel hier ist die Leichtbauweise.



DEA-Ergebnisse einer Messung an einem CFK-Werkstoff auf Epoxidharz-Basis

Ein kohlefaserverstärktes Epoxidharz wurde in einem Werkzeug unter Verwendung eines Tool Mount-Sensors (TMS™) bei 80 °C und einer Frequenz von 10 Hz untersucht.

Der Sensor war mit Glas beschichtet, um einen Kurzschluss durch die Kohlefasern (Überbrückung der Elektroden) auszuschließen.

Wie im links stehenden Plot dargestellt findet die Aushärtung in zwei Stufen statt. Die erste Stufe durchläuft mehr als drei Größenordnungen in der Ionenviskosität und erreicht bei ca. 170 s ein erstes Plateau; die zweite, viel kleinere Stufe folgt unmittelbar darauf.

Umfassende Materialcharakterisierung durch Kopplung mit DMA oder Rheologie

Da sich die Konsistenz von Duromeren während der Aushärtung vollkommen ändern kann (z. B. von einer Flüssigkeit zu einem steifen Festkörper), ist es oftmals schwierig, alle interessanten Details mit nur einer einzigen analytischen Methode zu untersuchen.

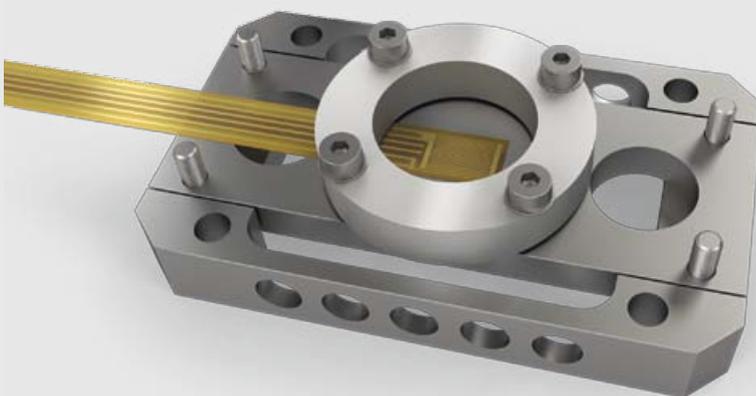
Deshalb kann die DEA 288 *Epsilon* entweder an den dynamisch-mechanischen Analysator DMA 242 E *Artemis* oder an ein Rheometer, wie dem Mars III von Thermo Fisher Scientific, zur Durchführung simultaner DEA-DMA- oder DEA-Rheologie-Messungen, gekoppelt werden. Für eine weiterführende Analyse erhält man somit Ergebnisse zweier sich ergänzender Methoden in einer einzigen Messung.

Für DMA-DEA-Messungen wird ein spezieller Kompressions-Probenhalter mit Mini-IDEX-Sensor und DMA-Behälter für flüssige Proben ausgestattet. Während mittels DMA Gelierung und Glasübergang in einem Harz bestimmt werden können, ist die DEA im Bereich der minimalen Viskosität und gegen Ende der Aushärtung empfindlicher.

Durch Verknüpfung von dielektrischer (thermischer) Analyse mit Rheologie lassen sich die zugänglichen Frequenzen auf den Bereich von 10^{-6} Hz bis 10^6 Hz erweitern. Dadurch sind Einblicke in die Fließeigenschaften von Harzen, z. B. für das Harzinjektionsverfahren, möglich.



DEA 288 *Epsilon* mit wiederverwendbarem TMS™-Sensor (Kammsensor mit 0,5 mm Elektrodenabstand), integriert in ein MARS III Rheometer (Platte-Platte, Abstand >0,6 mm)



Probenhalter für simultane DMA-DEA-Messungen

Kombinierte Analyse von DEA-DMA und DEA-Rheologie liefert Informationen über

- Harzfluss (Rheologie)
- Minimale Viskosität (DEA/Rheologie)
- Gelierung (DMA/Rheologie)
- Verglasung (T_g) (DMA)
- Reaktivität (Anstieg der DEA-Kurve)
- Ende der Aushärtung (DEA)

Die NETZSCH-Gruppe ist ein deutsches mittelständisches Unternehmen des Maschinen- und Gerätebaus in Familienbesitz mit weltweiten Produktions-, Vertriebs- und Servicegesellschaften.

Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Mehr als 2.700 Mitarbeiter in weltweit 140 Vertriebs- und Produktionszentren in 27 Ländern gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

NETZSCH-Technologie ist weltweit führend im Bereich der thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die adiabatische Reaktionskalorimetrie und die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften. 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.

www.netzsch.com/n23134



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

www.netzsch.com