

Dritter Workshop im Anwenderzentrum Biogene Werkstoffe

10. Dezember 2019 Technische Hochschule Bingen

Farbe, Lacke, Beschichtungen

Dielektrische Analyse (DEA-Methode)

Thorsten Goschler, Lukasz Derwich

Gefördert durch



In Kooperation mit

NETZSCH

WICKERT
hydraulic presses

Dielektrische Analyse (DEA-Metahode)

- Was für eine Methode ist das?
 - Prinzip der DEA
 - Netzsch DEA 288 Epsilon
 - DEA Sensoren
 - Cure Monitoring
- Durchführung der Messung
 - Messbedingungen (Temperaturprogramm, Heizrate, Kühlrate)
- Messung und Analyse

DEA - Dielektrische Analyse

- Eine Methode zur Untersuchung des Vernetzungsverhaltens sowie der physikalischen und chemischen Struktur von Duroplasten, Lacken und anderen Polymeren durch Messung der Änderungen ihrer dielektrischen Eigenschaften

DEA - Dielektrische Analyse / Applikationsbereiche / Informationen aus DEA-Messungen



Wie funktioniert die DEA Methode?

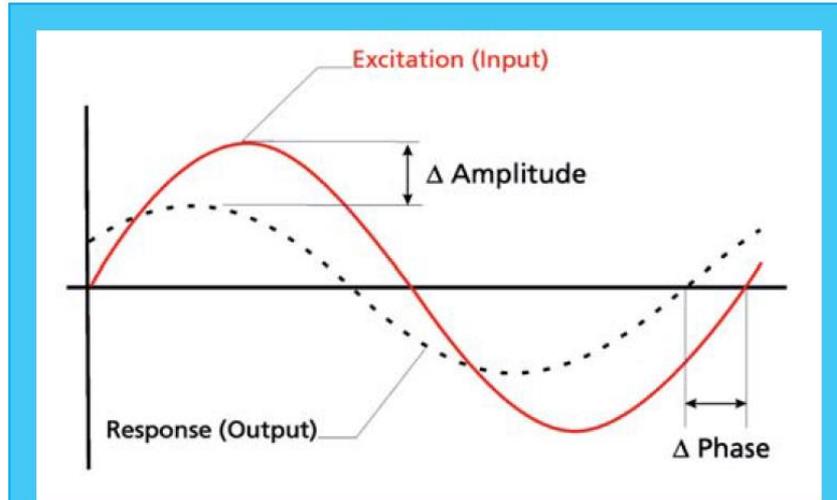


Abb. 1: Messprinzip der Dielektrischen Analyse

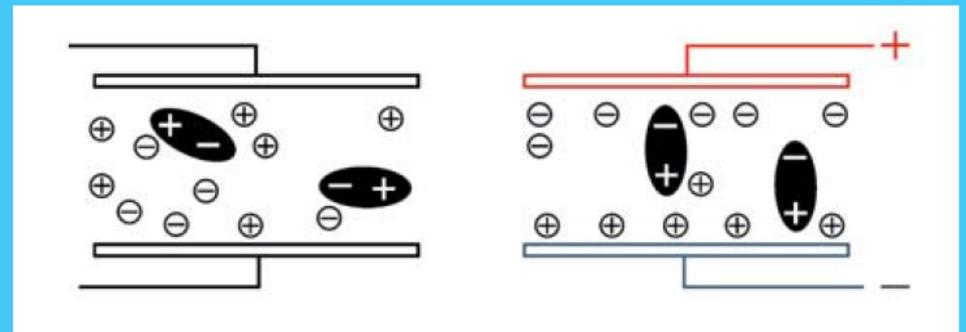


Abb. 2: Verhalten der Dipole und der Ionen vor der Aushärtung (links) und danach (rechts)

Quelle: Vernetzung verfolgen, Optimierte Lackhärtung durch dielektrische und kinetische Analyse, Stephan Knappe, Netzsch Selb

DEA Signal

- Änderung der dielektrischen Eigenschaften
- Ausrichtung der Dipole
- Dielektrizitätszahl (Permittivität)
- Verlustfaktor
- Ionenviskosität
- Ionenleitfähigkeit (Ionenmobilität)

Die DEA Messgrößen

NETZSCH

$$\text{Capacity } \mathbf{C} = \epsilon_r * \mathbf{C}_0$$

with $\epsilon_r = \epsilon_r' - i \epsilon_r''$

- ϵ' = Permittivity (Dielectric constant)
A measure of the alignment and number of dipolar groups in a material.
- ϵ'' = Loss factor = $\epsilon''_{\text{Ion}} + \epsilon''_{\text{Dipole}}$
A measure of total energy lost due to the work performed aligning dipoles and moving ions in a material.
- $\tan \delta$ = Dissipation factor = $\epsilon''/\epsilon' = \tan (90^\circ - \varphi)$,
 φ = phase shift

Dielektrische Eigenschaften

NETZSCH

Ionic Conductivity

$$\sigma = \varepsilon'' * \omega * \varepsilon_0$$

$$[\text{S} / \text{m}] = [1 / \Omega\text{m}]$$

Loss Factor

$$\varepsilon'' = \frac{\sigma}{\omega * \varepsilon_0}$$

[-]

Ion Viscosity

$$\rho = \frac{1}{\sigma}$$

$[\Omega * \text{cm}]$

- ω = Angular frequency = $2\pi f$
- f = Frequency [Hz] = [1 / s]
- ε_0 = Permittivity of free space = $8.854 * 10^{-12}$ F/m
- [F / m] = [C / Vm] = [As / ΩAm] = [s / Ωm]

DEA Messkurve

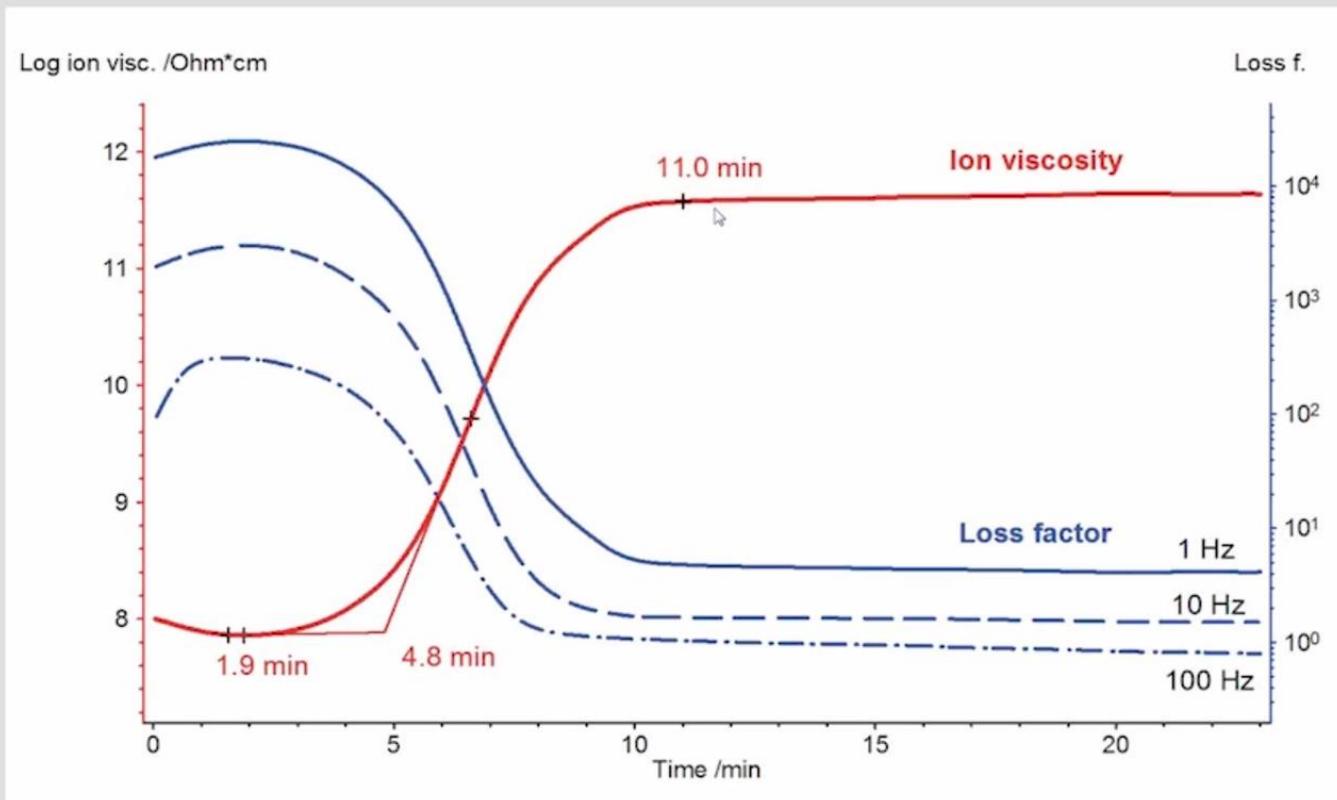
Principle of DEA

Loss Factor & Ion Viscosity at Isothermal Curing Temperature

NETZSCH

Ion Viscosity ρ

Loss Factor ϵ''



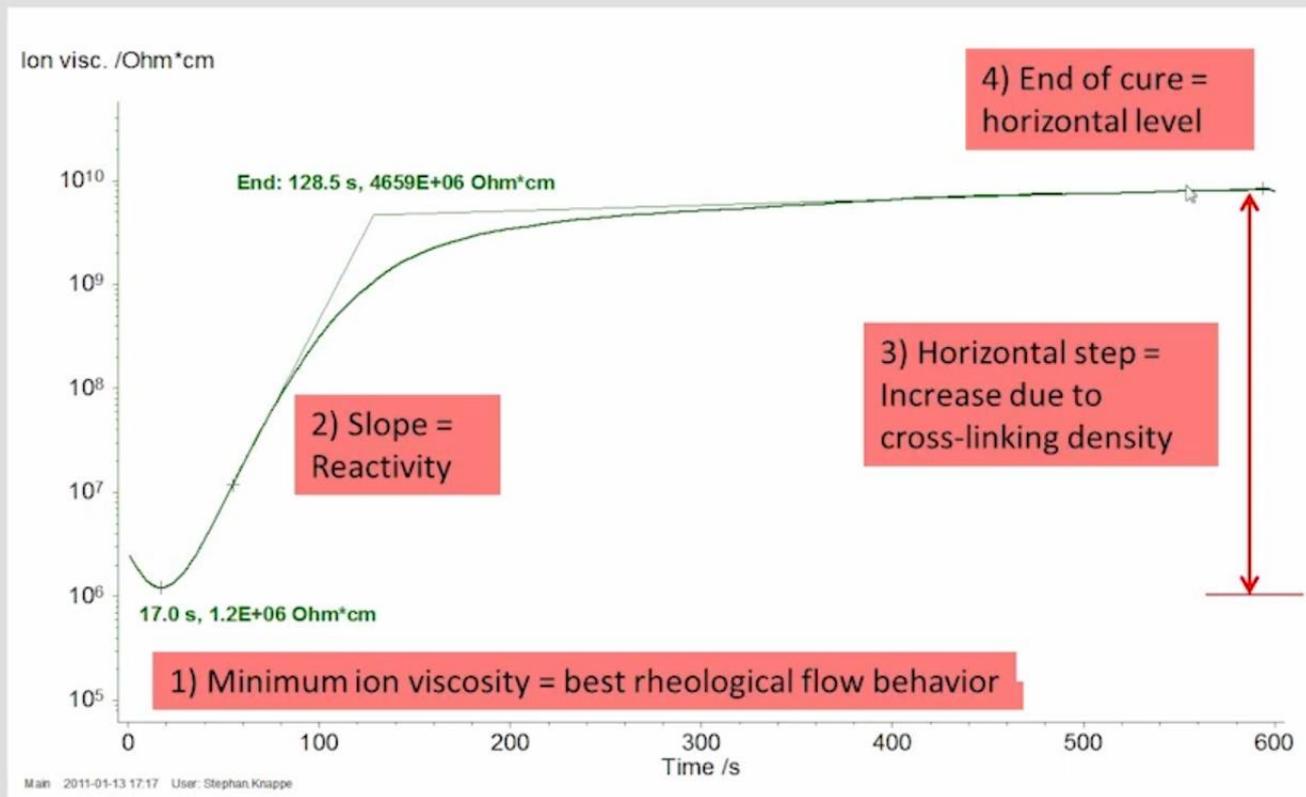
DEA Ionenviskosität

Principle of DEA

Characteristic Points of the Ion Viscosity Curve

NETZSCH

- Ion viscosity increases over 4 orders of magnitude



DEA 288 Epsilon Labor-Version



Technische Spezifikationen der DEA 288 Epsilon

Technische Spezifikationen der DEA 288 Epsilon

Frequenzbereich 1 MHz bis 1 MHz, frei wählbare Werte

Datenerfassung multipler DEA-Module Echter simultaner Betrieb aller Kanäle

Minimale Datenerfassungszeit < 5 ms

Sensorverbindung Abgeschirmte 4-Leitertechnik (Kompensation des elektrischen Widerstands und der Kapazität des Drahts als Voraussetzung für präzise Messungen)

Anzahl der DEA-Module/
Kanäle

- Slim-Version: bis zu 2
- Labor-Version: bis zu 8
- Industrie-Versionen: bis zu 8 (Erweiterung auf bis zu 16 Kanäle möglich)



Kalibrierstecker für den automatischen Abgleich der Elektronik



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

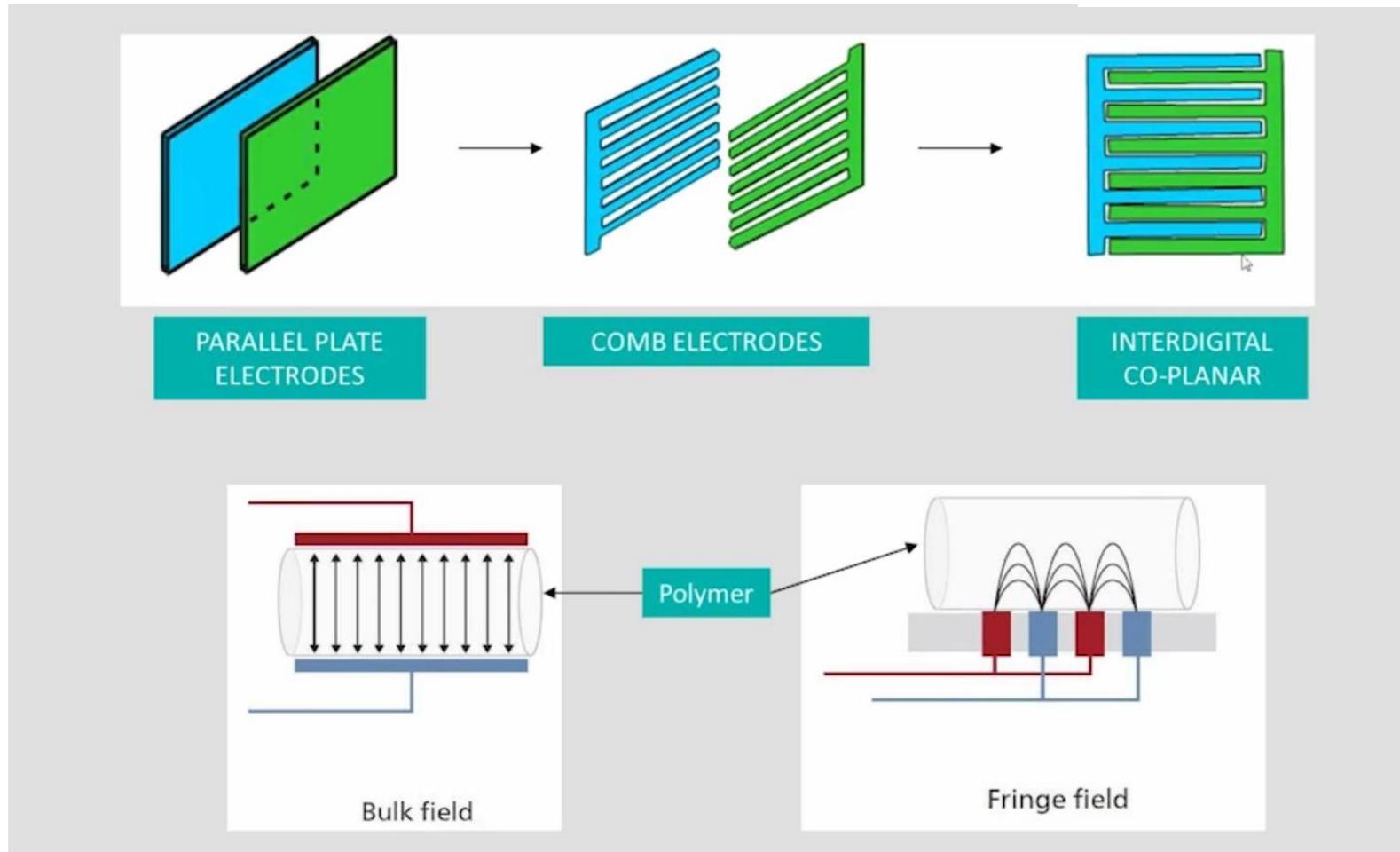
Spezifikation erhältlichlicher Sensortypen

Sensortyp	Sensorfläche	Max. Temperatur	Elektroden-abstand	Anwendungs-bereich	
Micron-Sensor (MS)	2,5; 26 oder 70 mm ²	200 °C oder 350 °C*	1, 5 oder 25 µm	Lacke, Tinten, Klebstoffe	
Mini-IDEX (Interdigitated Electrode)	33 mm ²	275 °C	100 µm	Alle Harze (kleine Kavitäten)	
IDEX (Interdigitated Electrode)	233 mm ²	200 °C oder 275 °C*	115 µm	Alle Harze (Epoxid, Polyester PES, Polyurethan PUR, etc.)	
IDEX, gefiltert	233 mm ²	200 °C oder 275 °C *	115 µm	Kohlefaser-verstärkte Polymere (CFK)	
Monotrode	Ø 4; 10 oder 30 mm	220 °C	–	Speziell für SMC/BMC, PUR-Schäume	
Tool Mount Sensor (TMST TM)	Ø 16,5 mm	220 °C	500 µm	Alle Harze (EP, PES, PUR, etc.)	

DEA Sensor

Comb Geometry

NETZSCH



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

Hochauflösende und vielseitige Sensoren für jede Applikation

▪ Re-usable sensors

- For molding processes (RTM, SMC, BMC, PUR) or for autoclave processes
- Up to 220°C
- Pressure resistant
- Integrated thermocouple (Standard)



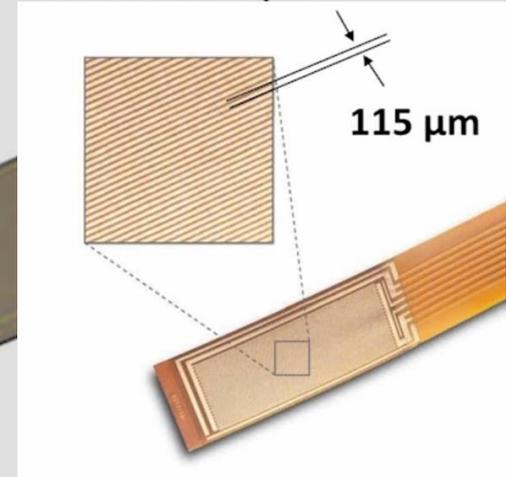
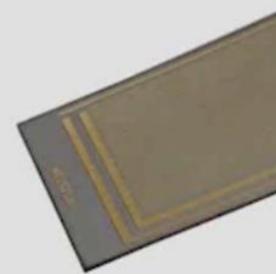
Tool Mount Sensor (TMS)



Monotrode Sensor

▪ Disposable sensors

- For adhesives, paints, inks, coating, resins and thermoset composites (RTM, VARI, ...)
- Up to 375°C
- Thin & flexible
- Integrated thermocouple (option)

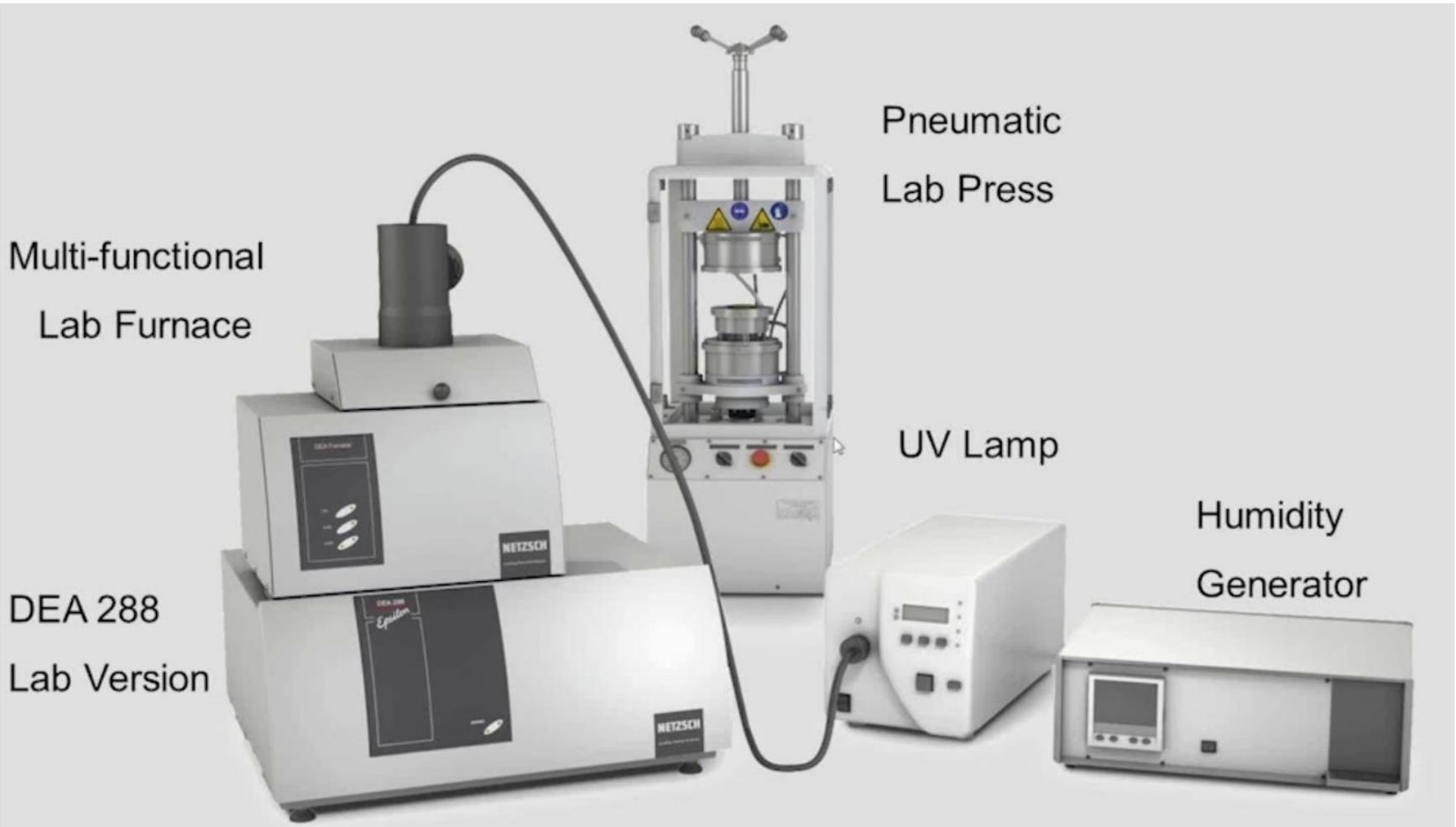


Interdigitated Electrode (IDEX-Sensor)

DEA 288 Epsilon

Zubehör für maßgeschneiderte Testbedingungen

NETZSCH



DEA 288 Epsilon

DEA Multifunktionaler Laborofen

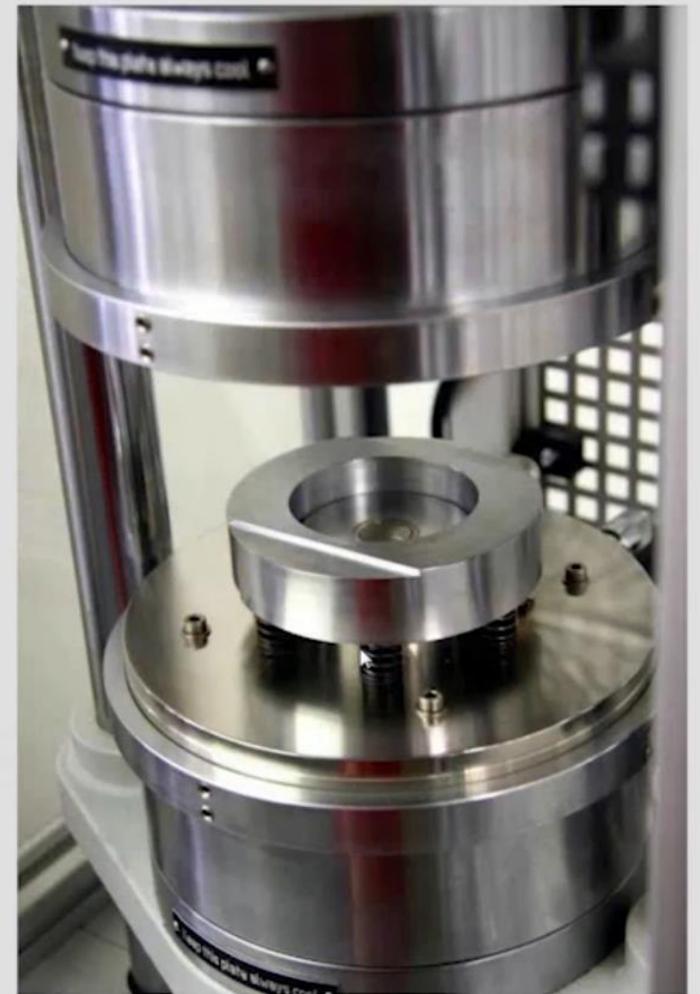
- Homogeneous temperature distribution
- 2 x purge gases via magnetic valve
- Temperature range: -140...400 °C
- Max. Heating rate: 40 K/min
- Max. Cooling rate: 15 K/min
- Cooling options:
 - Liquid nitrogen
 - Intracooler
 - Pressurized air or Vortex
- Parallel sensor options:
 - 2 x IDEX-Sensors
 - 1 x Tool Mount Sensor
 - 1 x Monotrode Sensor



DEA 288 Epsilon

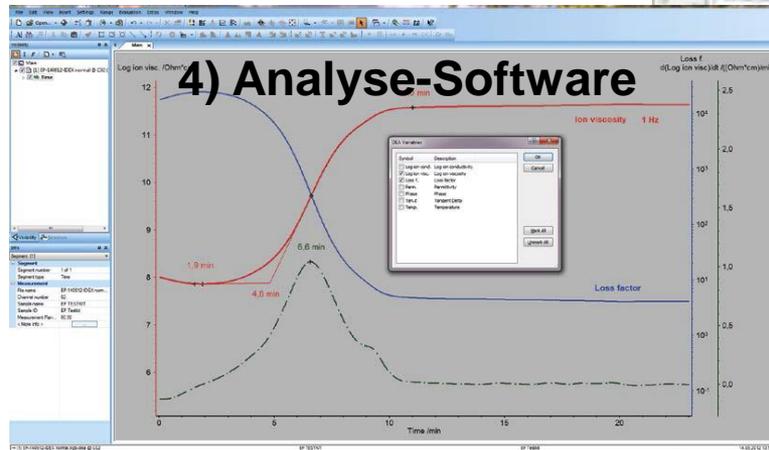
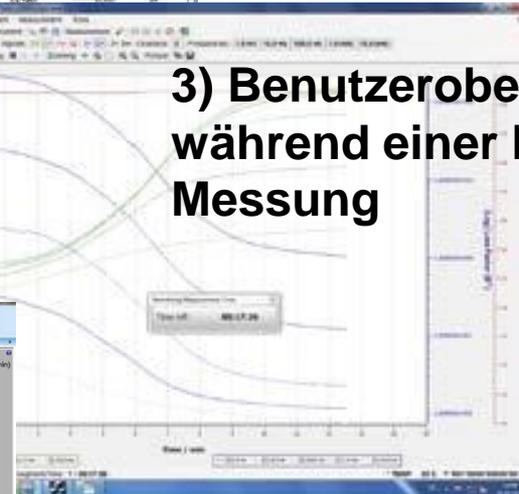
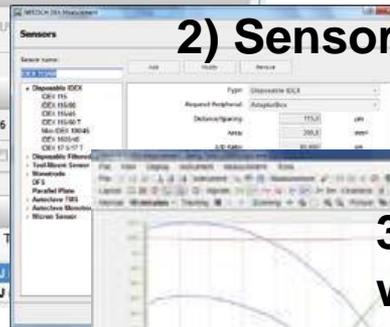
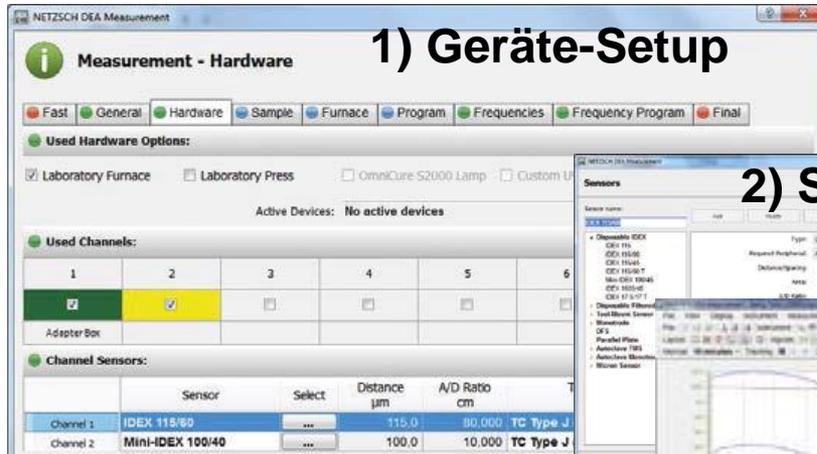
Pneumatische Laborpresse mit eingebauten wiederverwendbaren TMS™ - Sensor

- Pneumatic press with $F_{\max} = 20 \text{ kN}$
- Circular Mold: 16,5 cm @ 2,5 bar
- Temperature: 300 °C
- Sensors:
 - TMS
 - Monotrode
- Suitable materials:
 - SMC
 - BMC
 - Prepregs
 - Bench-top design
- Temperature profile via DEA Software



Messbedingungen

(Temperaturprogramm, Heizrate, Kühlrate, Sensor)



Live-Versuch an der DEA 288 Epsilon



Zusammenfassung

- Pressverfahren



- Materialien



- DEA – Dielektrische Analyse

- Eine Methode zur Untersuchung des Verarbeitungs- und Vernetzungsverhaltens von Duroplasten Messung der Änderungen ihrer dielektrischen Eigenschaften
- Ionenviskosität
- Ausrichtung der Dipole
- Dielektrizitätszahl (Permittivität)
- Verlustfaktor
- Ionenleitfähigkeit (Ionenmobilität)



Bingen am Rhein

Vielen Dank für Ihre Aufmerksamkeit!



Campus TH Bingen