

Thermomechanische Analyse - TMA

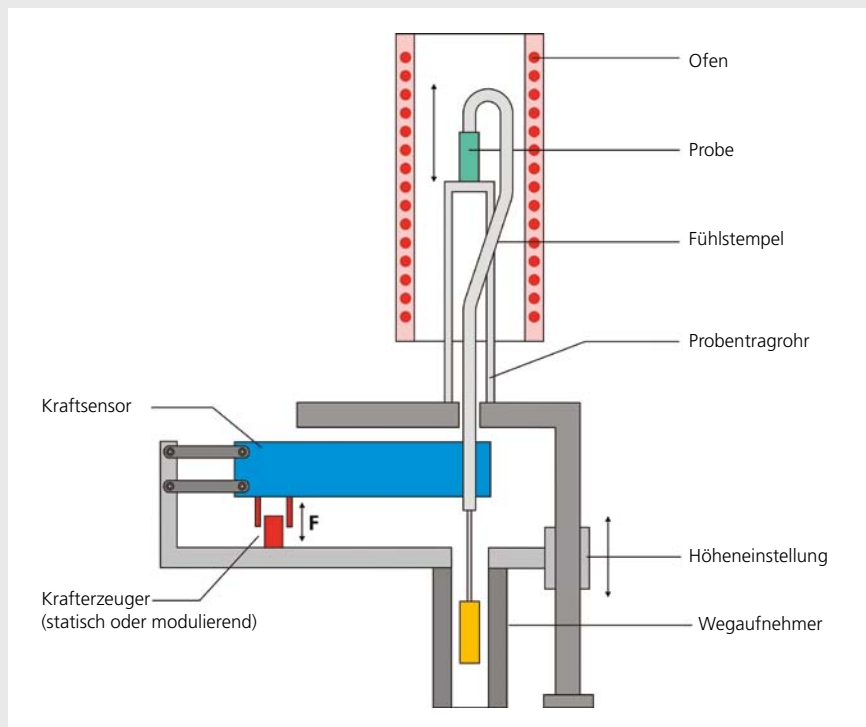
Methode, Technik, Anwendungen



Thermomechanische Analyse – TMA

Die Thermomechanische Analyse (TMA) bestimmt Dimensionsänderungen von Feststoffen, Flüssigkeiten oder pastösen Materialien als Funktion der Temperatur und/oder Zeit unter definierter mechanischer Belastung (DIN 51 005, ASTM E 831, ASTM D 696, ASTM D 3386, ISO 11359 – Teil 1 bis 3). Sie ist eng verwandt mit der Dilatometrie, welche die Längenänderung von Proben unter vernachlässigbarer Kraft ermittelt (DIN 51 045).

Viele Materialien ändern beim Aufheizen oder Abkühlen ihre thermomechanischen Eigenschaften. Neben der thermischen Ausdehnung können z.B. Phasenumwandlungen, Sinterstufen oder Erweichung auftreten. TMA-Untersuchungen geben somit wertvolle Hinweise auf Zusammensetzung, Struktur, Herstellungsbedingungen oder Einsatzmöglichkeiten von Werkstoffen. Der Anwendungsbereich von Geräten zur thermomechanischen Analyse erstreckt sich von der Qualitätskontrolle bis hin zu Forschung und Entwicklung. Typische Einsatzgebiete sind Kunststoffe und Elastomere, Farben und Lacke, Verbundwerkstoffe, Klebstoffe, Folien und Fasern, Keramiken, Gläser, Metalle oder Composite.



Funktionsprinzip

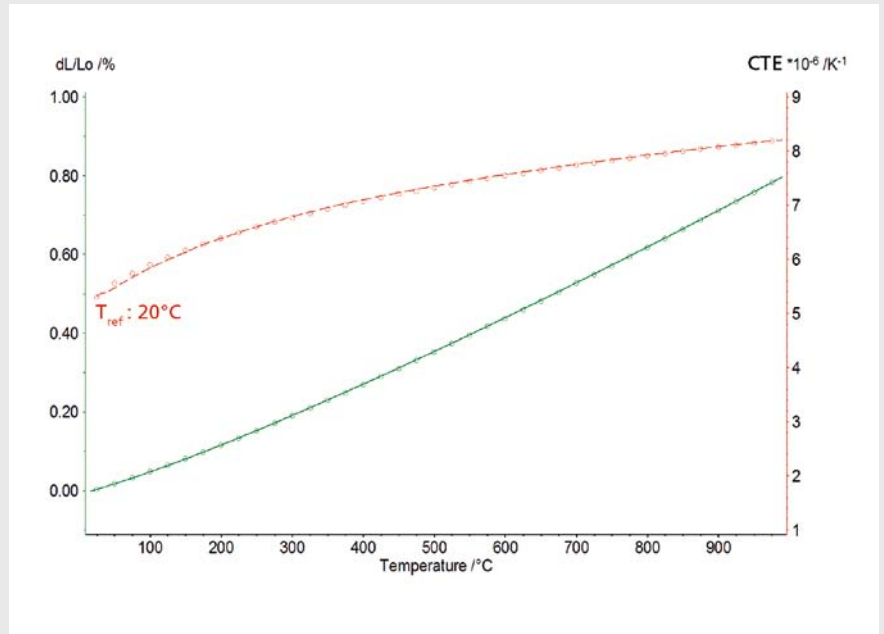
Unabhängig von der gewählten Deformationsart (Expansion, Kompression, Penetration, Zug oder Biegung) wird jede Längenänderung der Probe über einen Fühlstempel auf einen hochempfindlichen induktiven Wegaufnehmer (LVDT) übertragen und in ein digitales Signal umgewandelt. Die auf die jeweilige Anwendung hin optimierten Fühlstempel und zugehörigen Probenhalterungen aus Quarzglas oder Aluminiumoxid sind einfach und schnell austauschbar.

Funktionsprinzip TMA

Ergebnisse und Messgenauigkeit

Der lineare thermische Ausdehnungskoeffizient ist eine wichtige Größe zur Beurteilung des Verhaltens eines Werkstoffes.

Das Diagramm zeigt die thermische Ausdehnung (dL/L0 in %) sowie die Kurve des technischen Ausdehnungskoeffizienten (T.Alpha in 1/K) von Saphir im Vergleich zu Literaturdaten (Kreissymbole). Das Messergebnis zeigt deutlich, welche hohen Genauigkeiten mit der TMA 402 Hyperion® möglich sind.



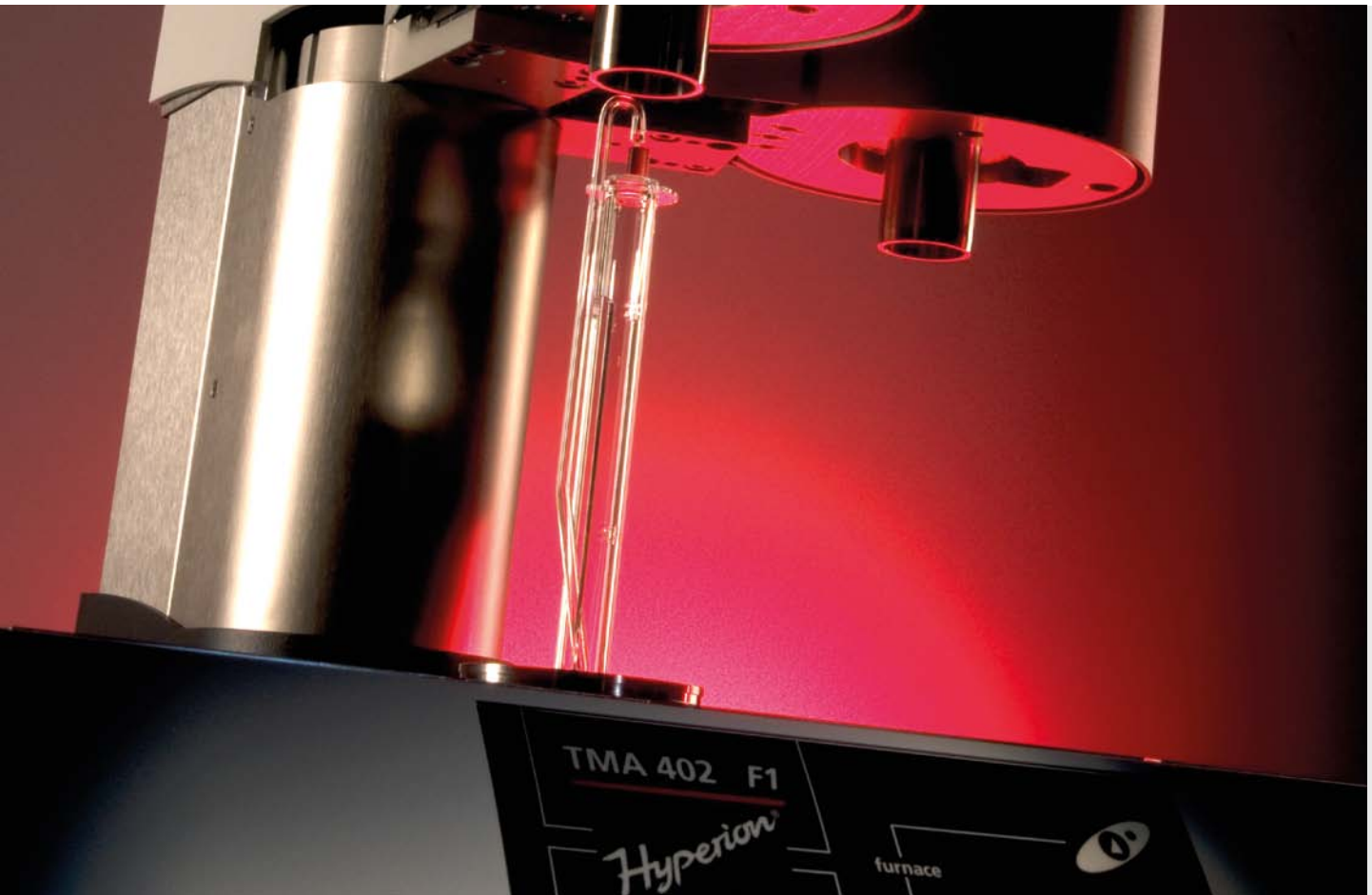
TMA 402 **F1** Hyperion® mit Doppelhubvorrichtung für zwei Öfen

Auf einen Blick

Die neue **TMA 402 F1/F3** zeichnet sich aus durch:

- ein modulares Konzept austauschbarer Öfen im Temperaturbereich von -150 °C bis 1550 °C, die mit anderen NETZSCH-Analysergeräten kompatibel sind
- die große Zahl an Probenhaltertypen und Anpassungsmöglichkeiten
- den großen Kraftbereich, ohne Zusatzgewichte digital programmierbar von -3 N bis 3 N.

TMA 402 *Hyperion*[®] – Zukunftsweisende Technologie



Das Herzstück der TMA 402 *Hyperion*[®] bildet ein hochgenauer induktiver Wegaufnehmer (LVDT)

Diese vielfach bewährte Technologie wird z. B. auch für Dilatometer eingesetzt und ermöglicht die Messung kleinster Längenänderungen im Nanometer-Bereich (digitale Auflösung 0,125 nm).

Vakuumdichtes, thermostatisiertes Messsystem

Das gesamte Messsystem der TMA 402 *Hyperion*[®] ist über eine Wasserkühlung thermisch stabilisiert. Auf diese Weise wird eine Beeinflussung der Messung durch Wärmeeintrag vom Ofen her oder

infolge schwankender Umgebungstemperaturen unterbunden. Sämtliche Verbindungen sind vakuumdicht konzipiert, so dass Messungen in hochreiner Atmosphäre oder im Vakuum möglich sind. Durch Verwendung einer Turbomolekularpumpe können mit der TMA 402 **F1** Drücke von kleiner als 10^{-4} mbar erreicht werden.

In Verbindung mit den integrierten Massenflussreglern (MFC) für Spül- und Schutzgase (optional bei der TMA 402 **F3**) können z. B. Messungen unter hochreinem Intergas oder in oxidierender Atmosphäre optimal kontrolliert werden.

Weiterführende Informationen

www.tma402.info

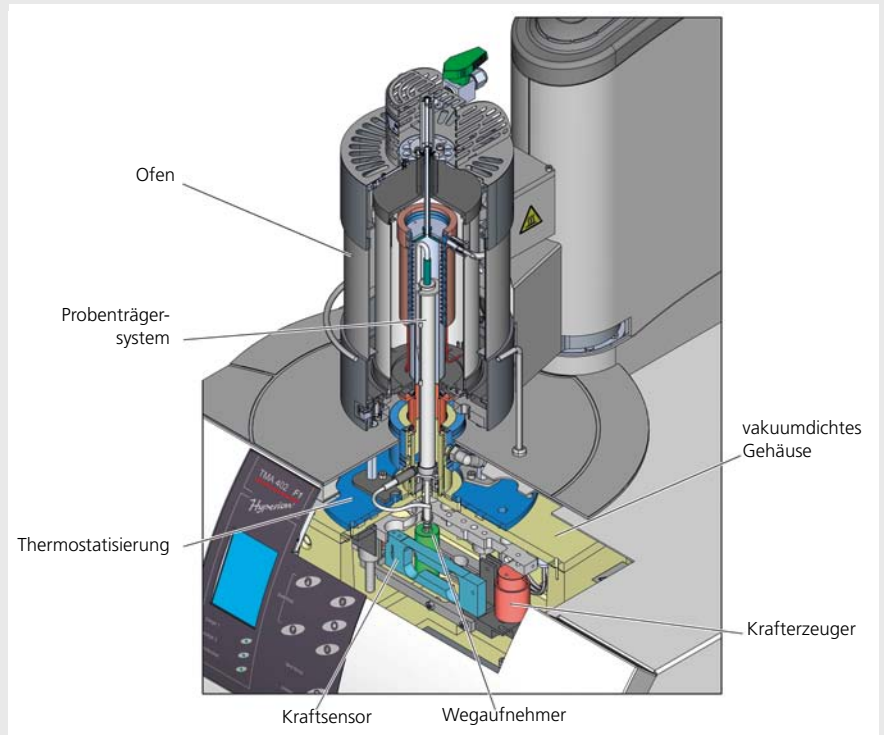
Gleichzeitige Messung von Kraft und Wegsignal

Die auf die Probe einwirkende Kraft wird in der TMA 402 *Hyperion*[®] elektromagnetisch erzeugt. Dies garantiert eine schnelle Ansprechzeit bei Experimenten mit wechselnder Last, z. B. Untersuchungen zum Kriechverhalten (digitale Auflösung (< 0,01 mN)). Ein hochempfindlicher Kraftsensor misst fortlaufend die über den Fühlstempel ausgeübte Kraft und regelt diese automatisch nach. Dies zeichnet die TMA 402 *Hyperion*[®] gegenüber anderen Geräten aus, bei denen lediglich auf vordefinierte Einstellwerte zurückgegriffen wird.

Präzise Kraftregelung

Die elektronische Regelung der TMA 402 *Hyperion*[®] erlaubt die Einstellung von Kräften im mN-Bereich. Damit sind auch Untersuchungen an empfindlichen Materialien, wie z. B. dünnen Fasern oder Folien möglich. Die auf die Probe einwirkende Kraft lässt sich softwaregesteuert sprunghaft oder linear variieren. Auf diese Weise lassen sich z. B. Creep- und Stress-Sweep-Versuche besonders einfach durchführen.

Die Premium-Version der *Hyperion*[®], die TMA 402 **F1**, eröffnet dem Nutzer noch weitere vielfältige Möglichkeiten: Von Einzelpulsen in Rechteck- oder Rampenform bis hin zur kontinuierlichen Modulation bei frei wählbarer Frequenz (bis 1 Hz) bleiben keine Wünsche offen. Diese Geräteversion ist insbesondere für die Ermittlung viskoelastischer Materialeigenschaften wie Elastizitäts- und Kriechmodul konzipiert.



Schnittbild der TMA 402 *Hyperion*[®]

Technische Daten	TMA 402 F1	TMA 402 F3
Max. Probenlänge	30 mm	30 mm
Messbereich	± 2,5 mm	± 2,5 mm
Dig. Auflösung (Länge)	0,125 nm	0,125 nm
Kraftbereich	0,001 N bis 3 N in 0,2 mN Schritten (Zug oder Druck)	
Dig. Auflösung (Kraft)	< 0,01 mN	< 0,01 mN
Kraftmodulation	Bis 1 Hz	-
Enddruck Vakuum	< 10 ⁻⁴ mbar	< 10 ⁻² mbar
Gasanschlüsse	Schutzgas 2 Spülgase	Schutzgas 2 Spülgase
MFC	Standard	Option

Höchste Präzision – maximale Flexibilität

Ausstattungsvarianten

Die TMA 402 *Hyperion*® zeichnet sich durch einen modularen Aufbau aus

Zur Anpassung des Messinstruments an verschiedene Temperaturbereiche genügt es, den Ofen auszuwechseln. Dies kann vom Anwender selbst durchgeführt werden. Bei Verwendung der optional erhältlichen Doppelhubvorrichtung ist kein Umbau erforderlich.

Weiterführende Informationen

www.tma402.info

Austauschbare Öfen

Die Öfen sind zwischen verschiedenen thermischen Analysegeräten der Hochtemperatur-Geräteserie (STA 449 *Jupiter*®, DSC 404 *Pegasus*®) problemlos austauschbar. Die Auswahl verfügbarer Ofen-Ausführungen wird ständig erweitert. So deckt die TMA 402 *Hyperion*® den gesamten Temperaturbereich von -150 °C bis 1550 °C ab und ist für Temperaturerweiterungen vorbereitet.

An die Messaufgabe angepasste Probenhaltersysteme

Je nach Fragestellung und Geometrie der Probe kann der Nutzer aus einer Vielzahl von Probenhaltern auswählen. Es stehen Haltevorrichtungen für Expansions-, Penetrations- und Zugmessungen zur Verfügung, sowie Fühlstempel und Auflager für Untersuchungen in 3-Punkt-Biegung. Die Zubehörteile für den Temperaturbereich bis 1000 °C sind aus Quarzglas ausgeführt. Für den Hochtemperaturbereich kann auf Varianten aus Aluminiumoxid

zurückgegriffen werden. Bei der TMA 402 *Hyperion*® kann das Thermoelement schnell und problemlos gewechselt werden. Neben Typ K sind die Varianten S und E verfügbar; die Elektronik des Instruments erkennt den installierten Sensor automatisch. Damit sind die Erweiterungsmöglichkeiten jedoch bei weitem nicht erschöpft.

Sonderprobenhalter

Mit Hilfe von speziellen Probencontainern kann das Ausdehnungsverhalten von Pulvern, Pasten und Flüssigkeiten oder auch von Metallen bis in die Schmelze untersucht werden. Zubehör für Experimente zum Quellverhalten bei Immersion steht ebenfalls zur Verfügung.

Kopplung mit MS / FTIR

Zur Untersuchung der beim Aufheizvorgang frei werdenden Gase (EGA) kann die TMA 402 *Hyperion*® wahlweise mit einem Massenspektrometer und/oder FTIR-Spektrometer gekoppelt werden.

Standard-Systemkonfiguration nach Temperaturbereich

-150 °C bis 1000 °C	Stahl-Ofen mit LN ₂ -Kühlung, Probenhaltersystem aus Quarzglas, Thermoelement Typ K
RT bis 1550 °C	SiC-Ofen, Probenhaltersystem aus Al ₂ O ₃ , Thermoelement Typ S

andere Zusammenstellungen sind jederzeit möglich

Merkmal	Vorteil	Nutzen
Modulares Konzept	Öfen austauschbar und kompatibel mit anderen Analysegeräten von NETZSCH	Synergien bei Anschaffung und Betrieb, leichte und kostengünstige Erweiterung und Nachrüstung
Über Software kontrollierbare Gasströme	Programmierbare Atmosphärenwechsel	Untersuchungen z.B. zum Oxidationsverhalten ohne manuelle Ventilbedienung
Digital programmierbare Kraftregelung bis 3 N	Kraftwechsel (linear/Stufen), kontinuierliche Modulation (TMA 402 F1)	Ermittlung viskoelastischer Eigenschaften
Vielfältiges Zubehör, z.B. spezielle Probenhalter, Immersionsbad	Erweiterung des Applikationsbereiches	Messung von Pulvern, Flüssigkeiten, Pasten oder z.B. Metallen bis in die Schmelze, Immersionsmessungen

Probenhalter und Fühlstempel aus Quarzglas und Aluminiumoxid



Proteus[®]-Software für die TMA 402 **F1/F3** Hyperion[®]

Benutzerfreundlich und vielseitig

Die Software der TMA 402 *Hyperion*[®] beinhaltet alles, was für die Durchführung von Messungen sowie für die Auswertung der Ergebnisse erforderlich ist. Durch die Kombination von einfacher Menüführung und automatisierten Routinen konnte ein Werkzeug geschaffen werden, das einfach zu bedienen ist und gleichzeitig auch komplexe Analysen zulässt.

Allgemeine Software-Eigenschaften:

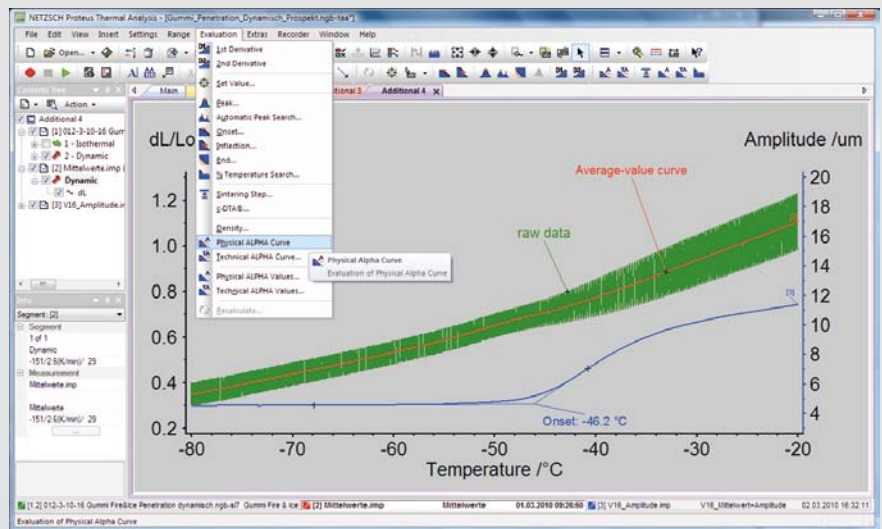
- Für Windows[®] XP, Vista und Windows[®] 7 Betriebssysteme
- Multitasking: Simultanes Messen und Auswerten
- Multimoduling: Betrieb von mehreren Apparaturen mit einem PC
- kombinierte Analyse: Vergleich und/oder Auswertung von TMA-, DMA-, DEA-, DIL-, DSC-, TGA- und STA-Messungen in einer Darstellung
- Beschriftung: Eingabe und freies Verschieben von Textelementen
- Berechnung von 1. und 2. Ableitung
- Grafik- und Datenexport
- Wählbare Farben und Linientypen
- Abspeichern und Wiederherstellung des Analysezustands
- Makrorekorder (Option)
- Kontextbezogenes Hilfesystem
- Temperaturkalibrierung
- Software erstellt von ISO-zertifiziertem Unternehmen der NETZSCH-Gruppe

TMA-spezifische Merkmale:

- Verschiedene Korrekturmöglichkeiten zur Berücksichtigung des systemeigenen Dehnungsverhaltens, sowie Off-set- und Probenlängenkorrektur
- Automatische Vorzeichenanpassung für Kraft- und Wegsignal an die verwendete Messkonfiguration
- Routinen zur Bestimmung charakteristischer Temperaturen wie Onset-, Peak- und Endtemperaturen
- Auswertung von Glasübergängen und Erweichungspunkten nach DIN
- Automatische Erweichungspunkt-abschaltung
- Ausdehnungskoeffizienten: Berechnung und Darstellung der technischen und physikalischen Ausdehnungskoeffizienten
- Automatische Sinterstufenauswertung
- Rate Controlled Sintering (RCS) Software: Sintern mit konstanter Schwindungsrate (Option)
- Messungen mit variabler Kraft: Bestimmung viskoelastischer Eigenschaften

Erweiterungen:

- c-DTA® Funktion: Auswertung des Temperatursignals auf endo- oder exotherme Effekte
- Thermokinetik: Weiterführende Charakterisierung und Optimierung von Sintervorgängen
- Dichte-Software: Bestimmung von Volumen- und Dichteänderungen bis in den flüssigen Bereich
- Peakseparation: Trennung überlappender Effekte

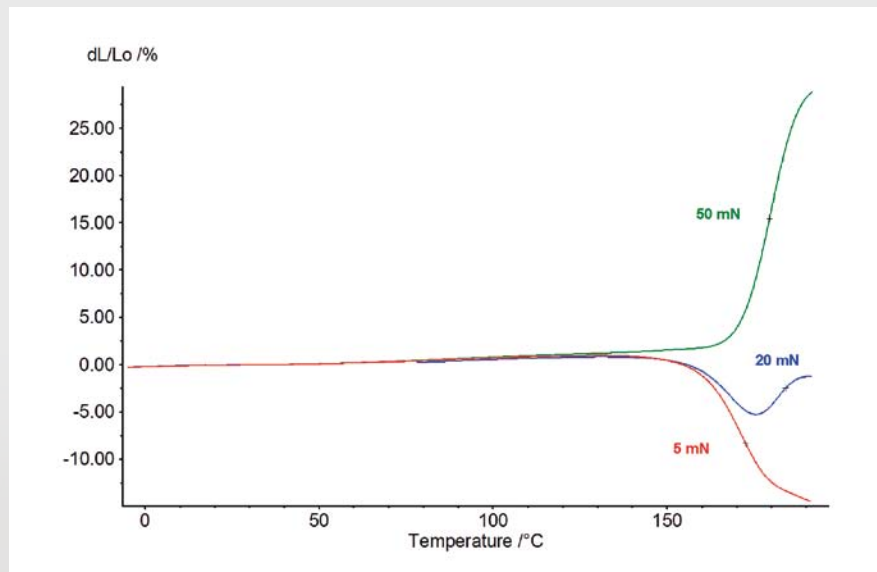


Aussagekräftige Materialcharakterisierung bei tiefen Temperaturen

Applikationsbeispiele

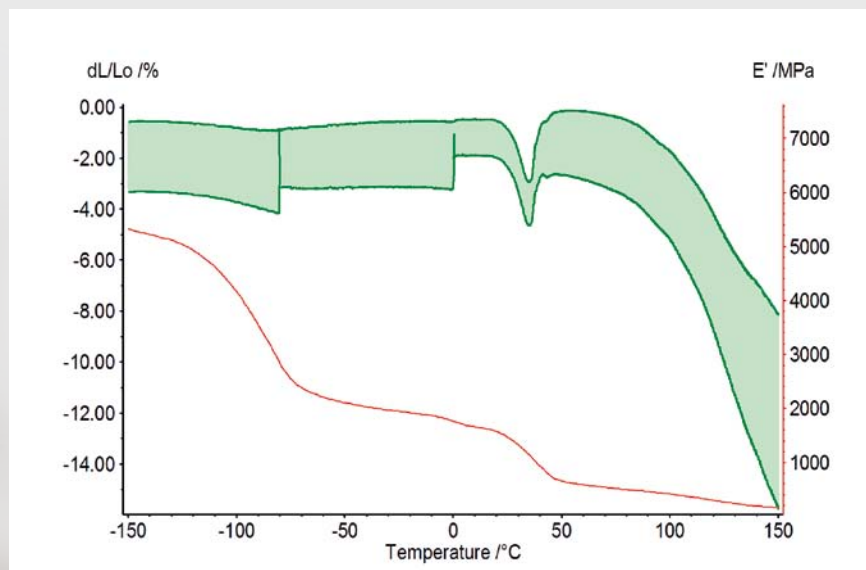
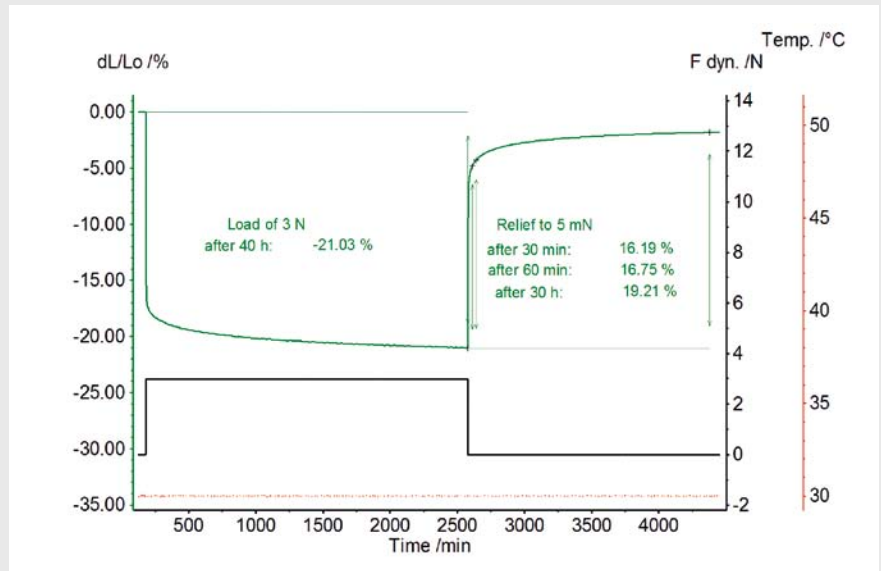
Zugversuch an dünner Folie

Bei Folien können Orientierungseffekte, Reckbedingungen und das Schrumpfen unter Belastung gemessen werden. Eine 40 μm dicke Polycarbonatfolie wurde unter Zugbelastung auf ihr Dehnungs-/Schwindungsverhalten getestet. In Abhängigkeit von der gewählten Last zeigen sich hier deutliche Unterschiede. Bei niedrigen Kräften (5 mN) wird im oberen Temperaturbereich eine Schrumpfung der Folie beobachtet, wohingegen sich die Probe bei hohen Kräften (50 mN) nur ausdehnt.



Verhalten von Polymeren unter Druck

Vor allem beim Einsatz von Dichtungen ist es wichtig zu wissen, in welchem Maße die elastischen Eigenschaften des Materials nach einer lang andauernden konstanten Belastung erhalten bleiben. Um dies zu testen wurde eine Elastomerdichtung mit einer Kraft von 3 N belastet und anschließend auf 5 mN entlastet. Nach einer Belastungszeit von 40 h ergab sich eine Kompression von 21 %. Nach 30 minütiger Entlastung war die Kompression um 16,2 % zurückgegangen, nach 60 min um 16,8 %. Aufgrund des viskoelastischen Verhaltens des Elastomers kann auch nach 30 h keine Rückkehr zur ursprünglichen Probenlänge beobachtet werden.



Viskoelastische Eigenschaften

Die Verwendung eines Biegeprobenhalters (3-Punkt-Biegung) in Kombination mit einer modulierten Probenkraft ermöglicht die Bestimmung viskoelastischer Eigenschaften. Ein PTFE-Streifen wurde im Temperaturbereich von -150 °C bis 150 °C unter Kraftmodulation (Rechteck) untersucht (feste statische Kraft von 0,2 N und drei unterschiedliche dynamische Kräfte). Aus den Ausdehnungsdaten lässt sich in Verbindung mit der Probengeometrie der Speichermodul E' als Funktion der Temperatur berechnen. Deutlich sind die drei typischen Übergänge von PTFE im Bereich von -100 °C (β -Übergang), zwischen 0 °C und 50 °C (Kristall-zu-Cond-Kristall-Umwandlung) und oberhalb von 100 °C (Glasübergang) zu erkennen.

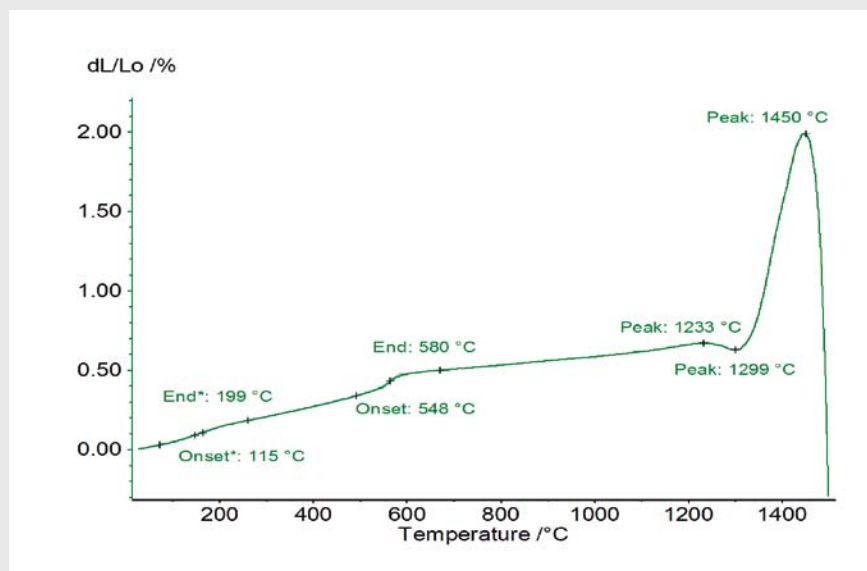
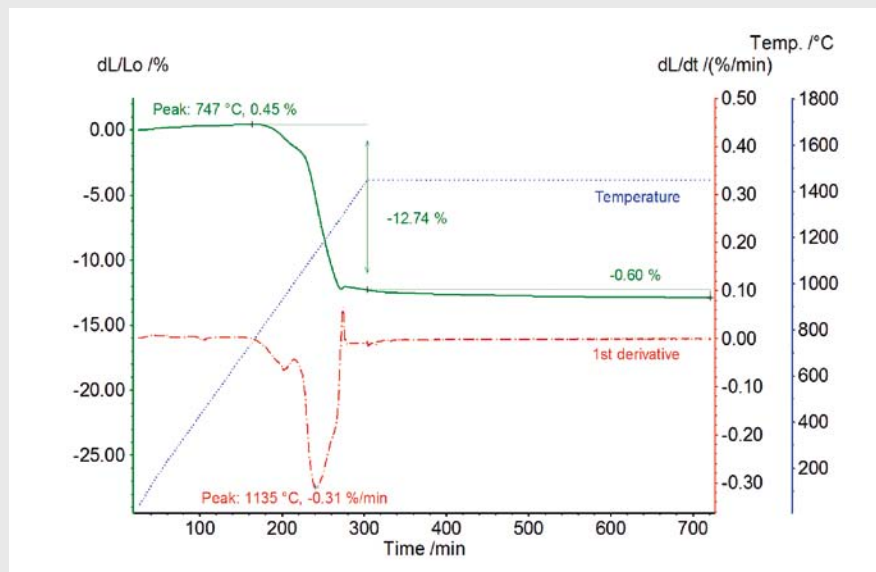
Aussagekräftige Materialcharakterisierung bei hohen Temperaturen

Applikationsbeispiele

Sintern von Aluminiumtitanat

Aluminiumtitanat wird z.B. als Trägermaterial für Katalysatoren in der Automobilbranche eingesetzt.

Gezeigt ist die Messung eines Aluminiumtitanat-Grünkörpers im Temperaturbereich von RT bis 1450 °C mit einer anschließenden Isotherme von 7 Stunden bei 1450 °C. Während der Aufheizung schrumpft das Material um 12,7 %. Die Sinterung erfolgt in 2 Stufen mit einer maximalen Sintertrate von 0,31 %/min. In der anschließenden Isothermphase tritt eine weitere Schrumpfung um 0,6 % auf. Zur Optimierung des Sinterungsprozesses ist es zudem möglich, zusätzlich eine RCS-Messung (rate controlled sintering; optional erhältlich) durchzuführen.

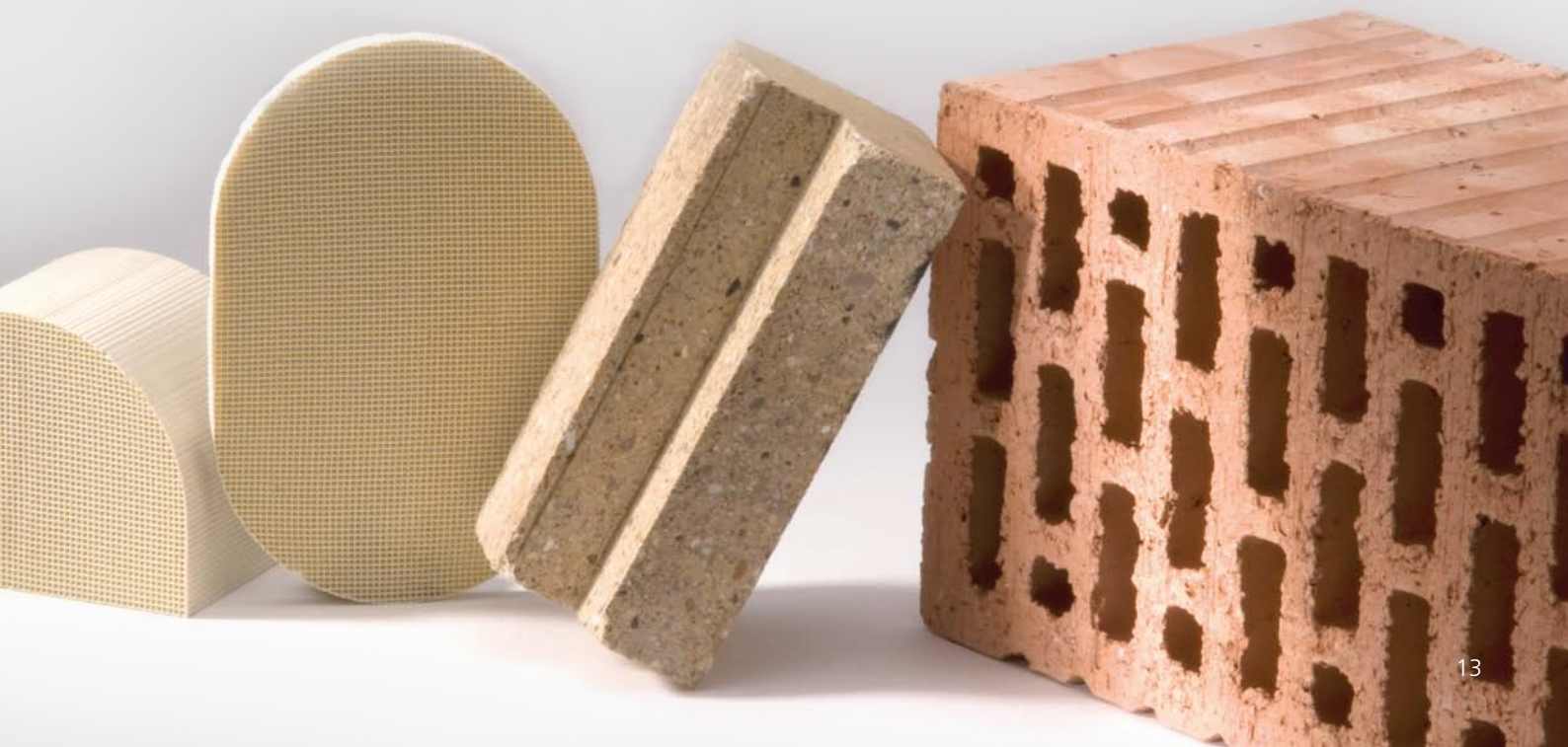
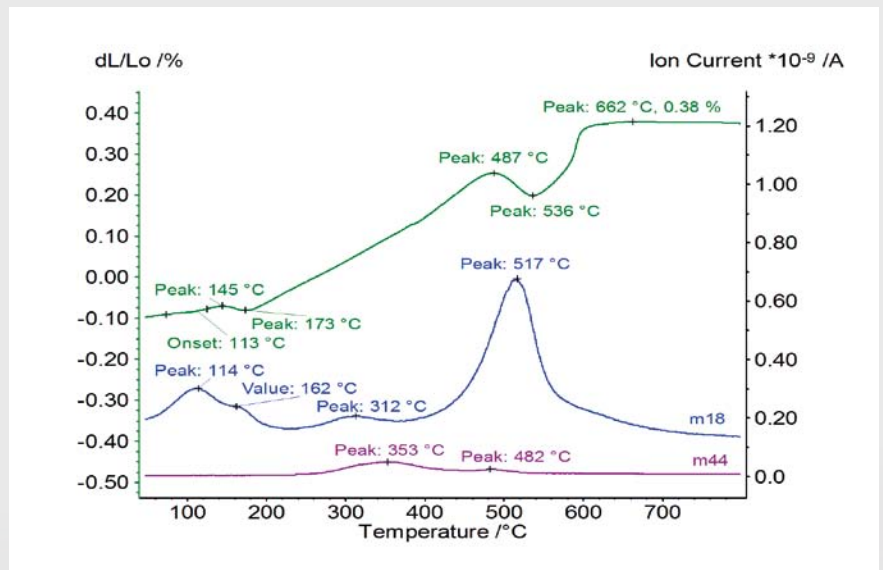


Feuerfestmaterial

Die Lebensdauer und Effizienz jeder technischen Ofenanlage hängt stark von der passenden Zusammenstellung und der Qualität der Innenauskleidung aus Feuerfestmaterialien ab. Ein wichtiges Kriterium für die Beurteilung ist dabei die thermische Ausdehnung. Im Beispiel gezeigt ist das Ausdehnungsverhalten eines typischen, grobkörnigen Feuerfestmaterials. Zu Beginn der Messung zeigt sich die α - β -Umwandlung des Tridymits, gefolgt von der α - β -Umwandlung des freien Quarzes zwischen 548 °C und 580 °C. Nach einer weiteren Umwandlung zwischen 1233 °C und 1299 °C beginnt das Material bei 1450 °C zu erweichen.

Messung mit EGA (Evolved Gas Analysis)

Eine Tonprobe (Pulver) wurde mit TMA-MS (Aëolos®) im Temperaturbereich von RT bis 800 °C in Luft untersucht. Zunächst wird das adsorptiv gebundene Wasser sowie das Zwischenschichtwasser abgegeben (Schrumpfung um 0,01%). Oberhalb von 300 °C findet die Verbrennung organischer Bestandteile der Probe statt (Maxima in den Kurven von m18 (Wasser) und m44 (CO₂)). Aufgrund ihres geringen Anteils ist kein Einfluss auf die Ausdehnungskurve zu erkennen. Zwischen 487 °C und 536 °C tritt die Dehydroxilierung der in der Probe enthaltenen Tonminerale auf; damit verbunden ist eine Schrumpfung der Probe um 0,05 %.



Kompetenz in Service



Unsere Kompetenz - Service

Der Name NETZSCH steht überall auf der Welt für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service - vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Technischer Service und Applikation stehen Ihnen jederzeit gerne für eine Beratung zur Verfügung. In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Geräts voll auszuschöpfen.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser kompetentes Serviceteam über Jahrzehnte hinweg zur Sicherstellung gleichbleibend hoher Performance.

Unsere Dienstleistungen für Sie

- Aufstellung und Inbetriebnahme
- Hotline-Service
- Wartungsvereinbarungen
- Kalibrierservice
- IQ/OQ/PQ
- Vor-Ort-Reparaturen mit Notfall-Service für NETZSCH-Komponenten
- Umzugs-/Austauschservice
- Technischer Informationsservice
- Definition und Lieferung von Ersatzteilen

Unsere Kompetenz – Applikationslabors

Die Applikationslabors von NETZSCH Analysieren & Prüfen sind ein kompetenter Partner bei annähernd allen Fragestellungen in der thermischen Analyse. Das beinhaltet sorgfältigste Probenvorbereitung sowie die Prüfung und die Interpretation Ihrer Messergebnisse. Unsere unterschiedlichen Messverfahren und über 30 verschiedene Messstationen entsprechen dem neuesten Stand der Technik. Auch für spezielle Fragestellungen haben wir Lösungen parat.

Im Rahmen der thermischen Analyse und der Messung thermophysikalischer Eigenschaften bieten wir Ihnen ein umfassendes Programm an Analyseverfahren zur Charakterisierung von Werkstoffen (Festkörper, Pulver und Flüssigkeiten). Es sind Messungen an unterschiedlichsten Geometrien und

Konfigurationen möglich. Sie erhalten von uns Resultate mit hoher Genauigkeit und weiterführende Interpretationen. Dadurch ist es Ihnen möglich, neue Werkstoffe und Bauteile vor dem eigentlichen Einsatz genau zu spezifizieren, Ausfallrisiken zu minimieren oder entscheidende Vorteile gegenüber ihren Mitbewerbern zu erarbeiten.

Bei Produktionsproblemen können wir die Ursachen analysieren und mit Ihnen Lösungskonzepte erarbeiten. Die für Sie vergleichsweise geringen Investitionen in unsere Auftragsmessungen und Dienstleistungen reduzieren bei Ihnen Ausfallzeiten und Ausschussraten. Zudem ermöglichen sie Ihnen, die Zufriedenheit Ihrer Kunden zu erhöhen und neue Kunden zu gewinnen.



Die NETZSCH-Gruppe ist ein inhabergeführtes, international tätiges Technologieunternehmen mit Hauptsitz in Deutschland.

Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren und Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. 2.500 Mitarbeiter in weltweit 130 Vertriebs- und Produktionszentren in 23 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.

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

www.netsch.com