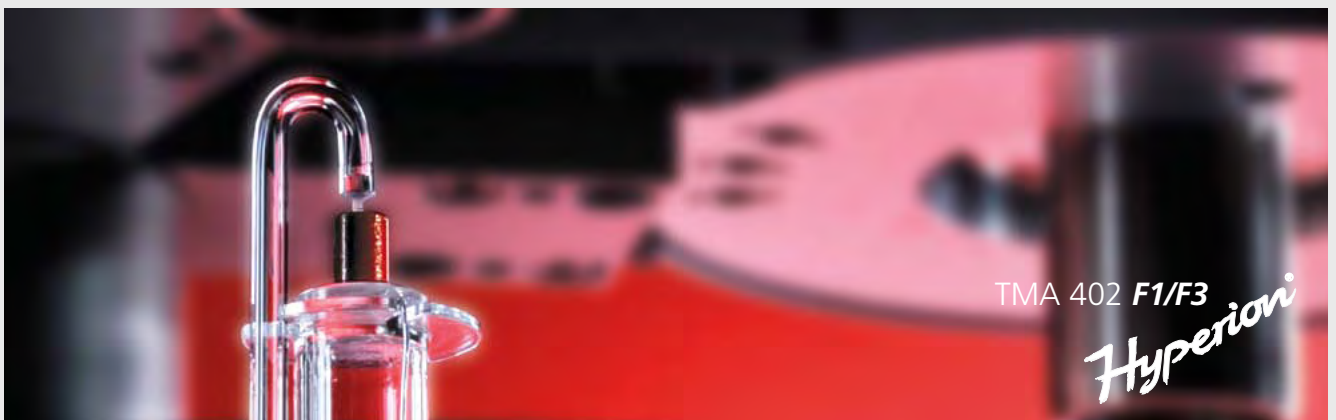


## Термомеханический анализ - ТМА

Метод, техника, применения



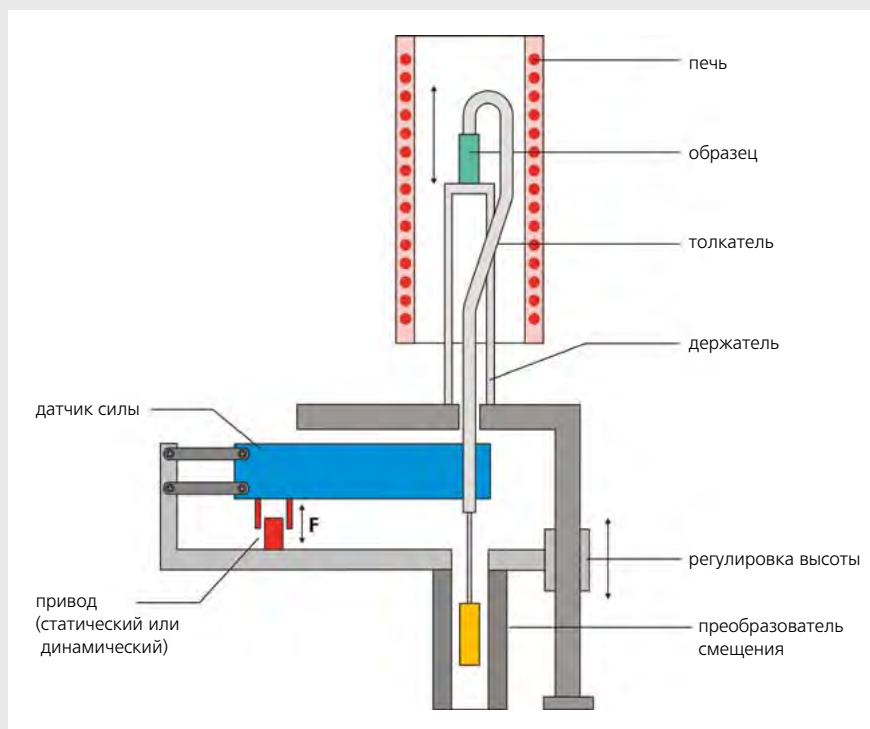
# Термомеханический анализ - ТМА

Термомеханический анализ (ТМА) определяет изменения размера или объема твердых тел, жидкостей или вязких материалов как функции от температуры и/или времени под определенной механической нагрузкой (стандарты DIN 51 005, ASTM E 831, ASTM D 696, ASTM D 3386, ISO 11359). Этот метод близок к методу дилатометрии, когда измеряются изменения размеров твердых тел или жидкостей при приложении незначительной нагрузки (DIN 51 045).

Большинство материалов испытывают изменения своих термомеханических свойств при нагревании или охлаждении. Например, фазовые переходы, спекание или размягчение могут происходить на фоне теплового расширения. Термомеханический анализ предоставляет ценную информацию о составе, структуре, условиях производства и возможностях применения для различных материалов. Диапазон применений для термомеханического анализа – от контроля качества до разработок и исследований новых материалов, таких как пластмассы, эластомеры, краски, композитные материалы, клейкие материалы, пленки и волокна, керамика, стекло, металлы и сплавы.

## Принципы измерения

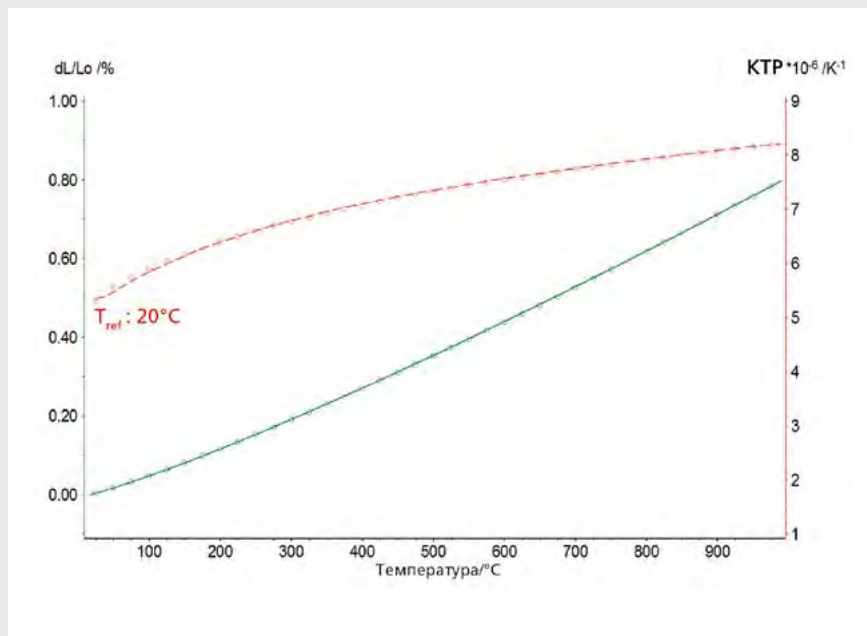
Независимо от выбранного метода измерения (расширение, сжатие, пенетрация, изгиб) каждое изменение длины или объема образца через кварцевый толкатель передается на высокочувствительный индуктивный преобразователь смещения (LVDT). Широкий выбор держателей из различных материалов и для различных методов измерений позволяет оптимизировать конфигурацию прибора для самых различных применений.



Принцип ТМА

## Результаты и точность

Линейное тепловое расширение является очень важной характеристикой поведения материала. На диаграмме показано тепловое расширение сапфира (dL/Lo в %) и результирующая кривая коэффициента теплового расширения (КТР в 1/К). Литературные значения отмечены окружностями на каждой кривой. Результаты демонстрируют очень высокую точность измерений, проведенных с помощью TMA 402 *Hyperion*<sup>®</sup>.

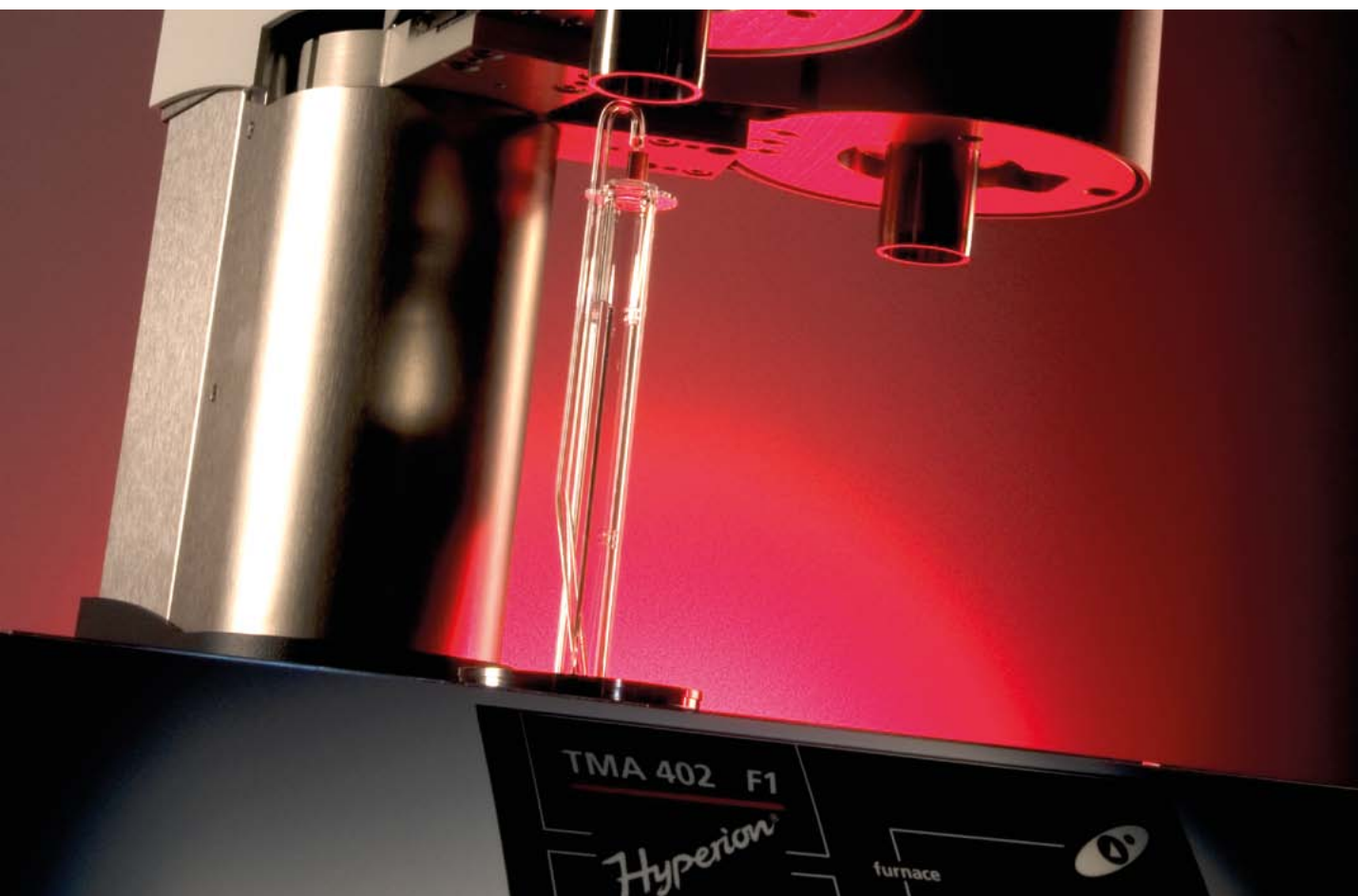


## Коротко:

Что нового в новом приборе TMA 402 *F1/F3 Hyperion*<sup>®</sup>:

- Модульная конструкция: взаимозаменяемые печи для температурных диапазонов от -150 до 1550°C, совместимые с другими приборами NETZSCH.
- Большое количество держателей образца для разнообразных применений позволяет выполнять самые различные измерения.
- Широкий диапазон прилагаемого к образцу усилия управляется программно от -3 Н до 3 Н без использования дополнительной навески.

## TMA 402 *Hyperion*<sup>®</sup> – технология, устанавливающая тенденцию



**Сердцем прибора TMA 402 *Hyperion*<sup>®</sup> является прецизионный линейный индуктивный датчик изменения длины (LVDT).**

Эта технология выдержала испытание временем и постоянно совершенствуется. Она также используется в дилатометрии для измерений чрезвычайно малых изменений размеров в нанометровом диапазоне (цифровое разрешение 0,125 нм).

### **Вакуумплотная термостатированная система**

Измерительная система прибора TMA 402 *Hyperion*<sup>®</sup> полностью изолирована от колебаний температуры окружающей среды.

Водяной термостат также гарантирует защиту системы от влияния высокой температуры печи.

Все необходимые компоненты измерительной системы выполнены по вакуумплотной технологии. Это позволяет получить сверхчистую атмосферу в зоне образца или высокий вакуум до  $10^{-4}$  мбар с помощью турбомолекулярного насоса. В комбинации со встроенными контроллерами потоков газов (MFC, опция для TMA 402 F3) доступны очистка рабочей камеры образца, измерения в чистом инертном газе или в вакууме. Управление вакуумом и потоками газов, защитного или реакционных, осуществляется программным обеспечением.

Дополнительная информация

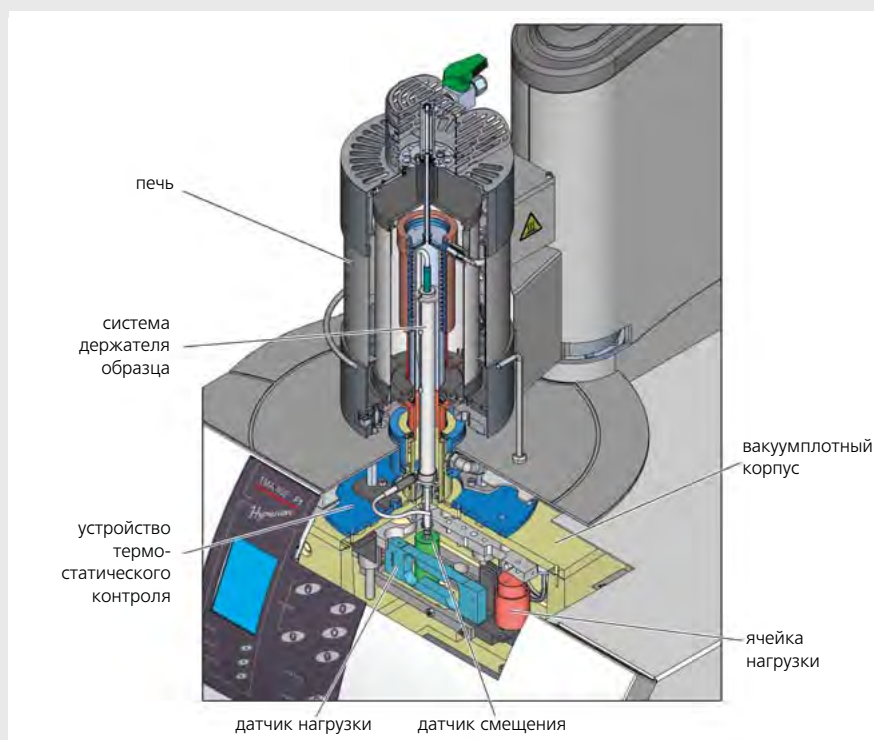
[www.tma402.info](http://www.tma402.info)

## Одновременное измерение нагрузки и сигнала смещения

Нагрузка, воздействующая на образец, контролируется в ТМА 402 *Hyperion*® электромагнитным датчиком. Это гарантирует быстрое время отклика для экспериментов с изменяющейся нагрузкой, например, при экспериментах на ползучесть. Очень чувствительный датчик силы (цифровое разрешение <0,01 мН) непрерывно измеряет усилие, передаваемое через толкатель, и корректирует его автоматически. Это уникальное свойство конструкции ТМА 402 *Hyperion*® отличает его от других приборов, использующих только фиксированную нагрузку.

## Точный контроль нагрузки

Система электронного управления для ТМА 402 *Hyperion*® позволяет устанавливать прикладываемое усилие в диапазоне мН. Такие возможности позволяют применять прибор для измерений тонких волокон или пленок. Усилие, прилагаемое к образцу, контролируется программным обеспечением и может изменяться пошагово или линейно. Это значительно упрощает такие исследования, как ползучесть под нагрузкой. Высокочувствительная версия *Hyperion*®, ТМА 402 *F1*, обеспечивает еще больше возможностей – от одиночного импульса нагрузки прямоугольной или синусоидальной формы до непрерывной модуляции со свободно выбираемой частотой (до 1 Гц). ТМА 402 *F1* является наиболее подходящим для определения вязкоупругих свойств материалов, таких как эластичность и модуль ползучести.



ТМА 402 *Hyperion*®: устройство в разрезе

Технические характеристики	ТМА 402 <i>F1</i>	ТМА 402 <i>F3</i>
Макс. размеры образца	30 мм	30 мм
Диапазон измерений	± 2,5 мм	± 2,5 мм
Цифр. разрешение (длина)	0,125 нм	0,125 нм
Диапазон нагрузки	0,001 Н до 3 Н с шагом 0,2 мН	
Цифровое разрешение (нагрузка)	< 0,01 нм	< 0,01 нм
Частота модуляции	до 1 Гц	-
Конечное давление	< 10 <sup>-4</sup> мбар	< 10 <sup>-2</sup> мбар
Подключаемые газы	защитный газ, 2 продувочных газа	защитный газ, 2 продувочных газа
MFC (контроллер потоков газов)	Есть	Опция

# Высокая точность - максимальное значение

## Модульная конструкция прибора TMA 402 *Hyperion*® создает условия для любых применений

Замена печи для нужного температурного диапазона может быть осуществлена оператором. Использование двойного подъемника печи делает переключение на другой диапазон доступным в течение нескольких минут.

### Дополнительная информация

[www.tma402.info](http://www.tma402.info)

## Взаимозаменяемые печи

Печи, используемые в TMA 402 *Hyperion*®, применяются также в приборах STA 449 *Jupiter*® и DSC 404 *Pegasus*®. Набор доступных для эксплуатации печей непрерывно расширяется. Таким образом, TMA 402 *Hyperion*® может перекрыть широкий температурный диапазон от -150°C до 1550°C.

## Типовые держатели образца для различных задач

В зависимости от поставленных задач и геометрии образца оператор может использовать самые различные держатели. Доступны держатели для измерений в режиме расширения, пенетрации, натяжения, трехточечного изгиба. Держатели для диапазона температур до 1000°C выполнены из кварцевого стекла. Для более высоких температур используются держатели из оксида алюминия.

В приборе TMA 402 *Hyperion*® возможно применение различных термопар типа K, S и E для разных температурных диапазонов. Замена термопар производится оператором, термопара автоматически определяется электроникой системы.

## Держатели образца для специальных применений

С помощью специальных держателей и контейнеров образца могут быть проанализированы пасты, жидкости, порошки, а также металлы полностью до точки плавления. Доступны специальные держатели для изучения расширения материалов в процессе погружения в жидкость.

## Подключение к масс-спектрометру и/или Фурье-ИК спектрометру

Для анализа выделяющихся при нагревании газов (АВГ) прибор TMA 402 *Hyperion*® может быть подключен к масс-спектрометру и/или Фурье-ИК спектрометру.

### Стандартная конфигурация системы для различных температурных диапазонов

-150 ... 1000°C	Стальная печь с охлаждением жидким азотом LN <sub>2</sub> , система держателя образца из кварцевого стекла, термопара типа K.
комн.... 1550°C	Печь с нагревателем из карбида кремния SiC, система держателя образца из Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub> , термопара типа S.

В любой момент может быть настроена другая конфигурация.

Особенности	Преимущества	Эффект
Модульная концепция.	Печи взаимозаменяются с другими NETZSCH приборами.	Совместное использование нескольких различных приборов, легкое и недорогое расширение возможностей.
Газовые потоки, управляемые программным обеспечением.	Программируемая смена атмосферы.	Анализ поведения материала, например, при окислении, без ручного управления клапанами газа.
Программно управляемая нагрузка до 3 Н.	Изменение прикладываемой нагрузки (пошаговое или линейное), непрерывная модуляция (TMA 402 <b>F1</b> ).	Определение вязкоупругих свойств.
Большой выбор специальных принадлежностей, держателей, иммерсионных ванн.	Расширение возможностей прибора для специальных применений.	Измерение порошков, паст, жидкостей или металлов вплоть до точки плавления, иммерсионные измерения.

Держатели образца и толкатели  
(кварцевое стекло, оксид алюминия)



Программное обеспечение включает все необходимое для выполнения измерений и оценки результатов. Простой интерфейс меню и автоматизированные подпрограммы делают программное обеспечение легким в работе, в том числе и при сложных исследованиях.

## **Общие характеристики программного обеспечения:**

- Разработано для операционных систем Windows<sup>®</sup> XP, Vista and Windows<sup>®</sup> 7.
- Многозадачность: одновременные измерения и оценка.
- Одновременное управление несколькими ТА системами с одного компьютера.
- Комбинированный анализ: сравнение и/или оценка ТМА, ДМА, ДЭА, ДИЛ, ДСК, ТГА и СТА измерений в одном представлении.
- Маркеры: текстовые элементы могут быть свободно размещены в необходимых местах.
- Расчет первой и второй производной.
- Экспорт графиков и данных.
- Выбор цвета и типа линии на графике.
- Сохранение и восстановление результатов и расчетов.
- Запись макросов (опция).
- Контекстно-зависимая система помощи Help.
- Температурная калибровка.
- Программное обеспечение сертифицировано по ISO-9001.

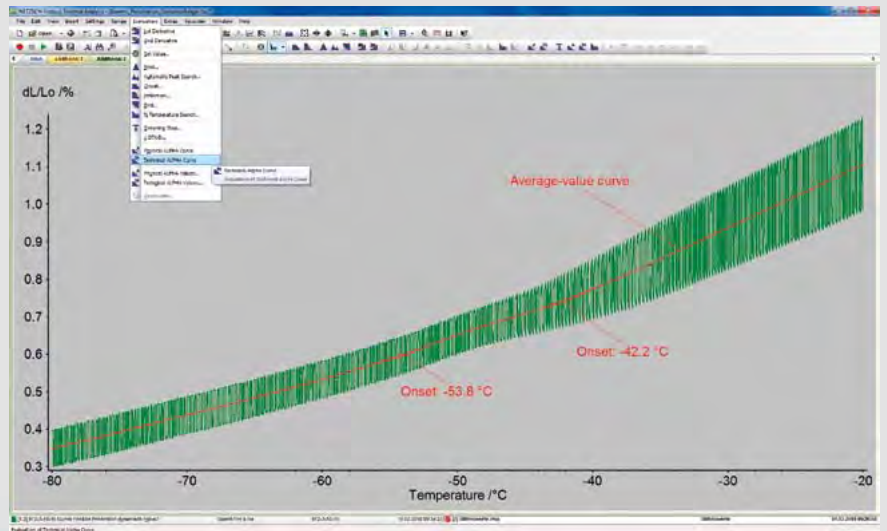
## Специфические особенности для приборов ТМА:

- Различные возможности для коррекции: расширение прободержателя корректируется проведением калибровки или коррекцией прободержателя.
  - Автоматическое регулирование прилагаемого усилия и смещения корректируются в соответствии с используемой конфигурацией прибора.
  - Автоматические рутинные подпрограммы для определения температур начала, конца и пиков эффектов.
  - Переход стеклования и точки размягчения, расчеты в соответствии с DIN.
  - Автоматическое отключение в точке размягчения.
  - Коэффициенты расширения: расчет и графическое или табличное представление технического и физического коэффициентов расширения.
  - Автоматическое определение сжатия в течение стадии спекания.
  - Спекание с контролируемой скоростью (RCS).
- Программно: спекание с постоянной контролируемой скоростью (опция).
  - Измерения с переменной нагрузкой: определение вязкоупругих свойств.

## Дополнительно:

- *c-DTA*<sup>®</sup> функция: оценка температурного сигнала для эндотермического или экзотермического эффектов.

- Термокинетика (Thermokinetics): общая характеристика, прогнозирование и оптимизация процессов спекания.
- Программное обеспечение изменения плотности: определение изменений в объеме и плотности от твердого до жидкого состояния.
- Разделение пиков (Peak Separation): разделение перекрывающихся пиков эффектов.



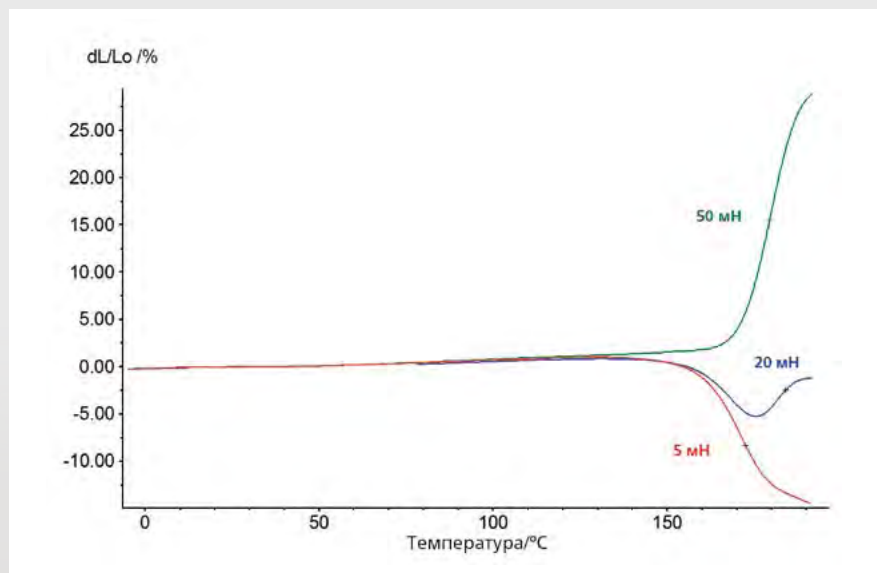
# Точные характеристики материалов в низкотемпературной области

## Примеры применений

### Измерения упругости полимерной пленки

Исследованы эффекты ориентации, условия сжатия и растяжения под изменяемой нагрузкой для полимерной пленки толщиной 40 мкм (поликарбонат).

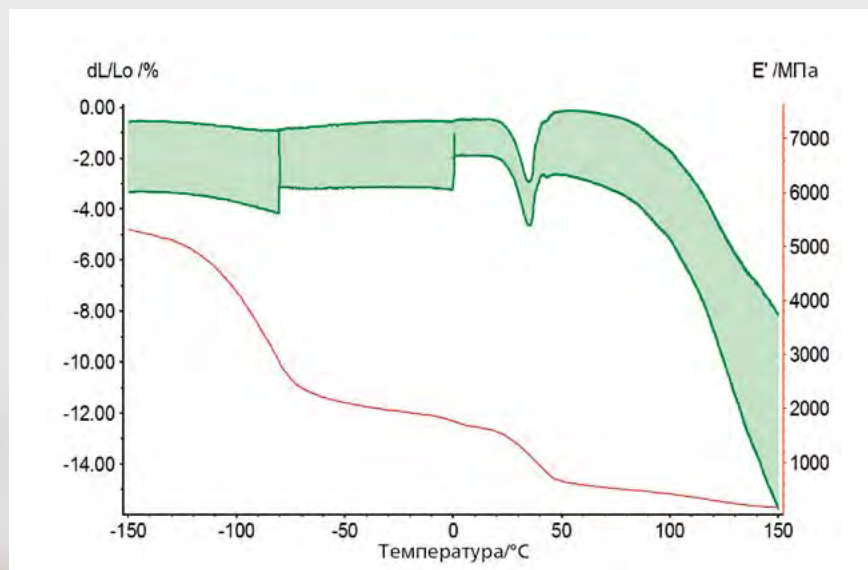
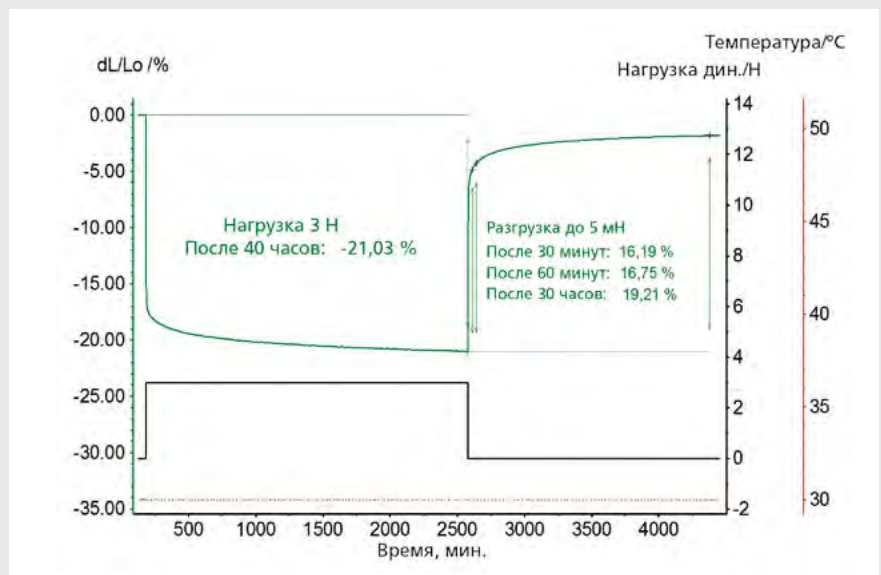
Результаты измерений значительно отличаются в зависимости от прикладываемого усилия. При низкой нагрузке (5 мН) пленка сокращается при более высоких температурах, однако при большем усилии (50 мН) наблюдается расширение.



## Поведение полимеров под давлением

Степень релаксации для эластомеров характеризует способность к восстановлению после приложения длительной нагрузки. Для определения этого важного параметра образец эластомера подвергался нагрузке в 3 Н в течение 40 часов, и затем нагрузка уменьшалась до 5 мН. При этом наблюдалось 21%-е сжатие. После 30-ти минутной выдержки при низкой нагрузке наблюдалось сжатие еще на 16,2%, после 60-ти минутной выдержки – на 16,8%.

Вязкоупругие свойства эластомера оказались таковы, что образец не смог восстановить свои оригинальные размеры после 30-ти часовой выдержки.



## Вязкоупругие свойства политетрафторэтилена (PTFE)

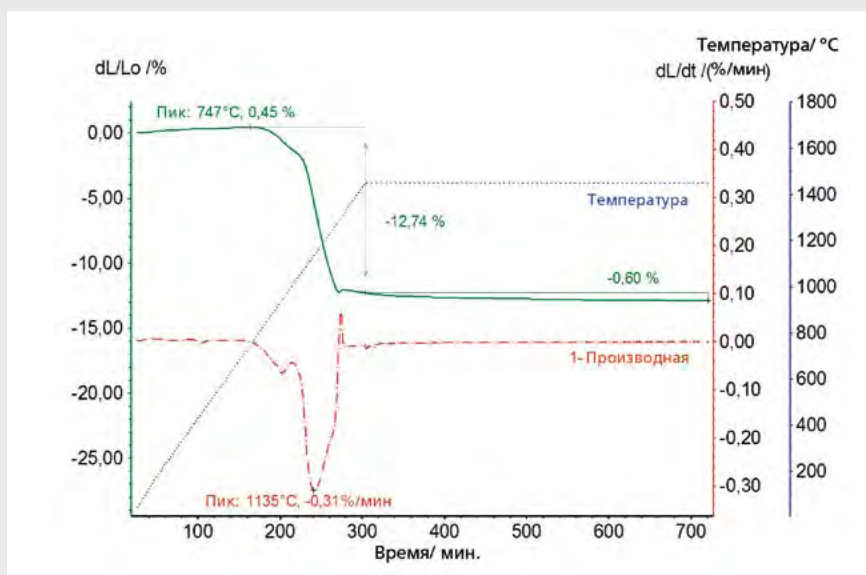
Комбинация 3-точечного изгиба с модулированной нагрузкой позволяет определить вязкоупругие свойства образца фторопласта. Образец PTFE измерен в диапазоне температур от  $-150^{\circ}C$  до  $150^{\circ}C$  под модулированной нагрузкой (прямоугольная форма импульсов модуляции), фиксированной нагрузке 0,2 Н и трех различных динамических нагрузок. Модуль  $E'$  может быть рассчитан как функция от температуры на основании данных расширения и изменения размеров. Три типичных трансформации образца PTFE ясно наблюдаются в пределах ниже  $-100^{\circ}C$  ( $\beta$ -переход), между  $0^{\circ}C$  и  $50^{\circ}C$  (переход кристалл – кондис - кристалл) и выше  $100^{\circ}C$  (переход стеклования).

# Важные характеристики материалов в высокотемпературных областях

## Примеры применений

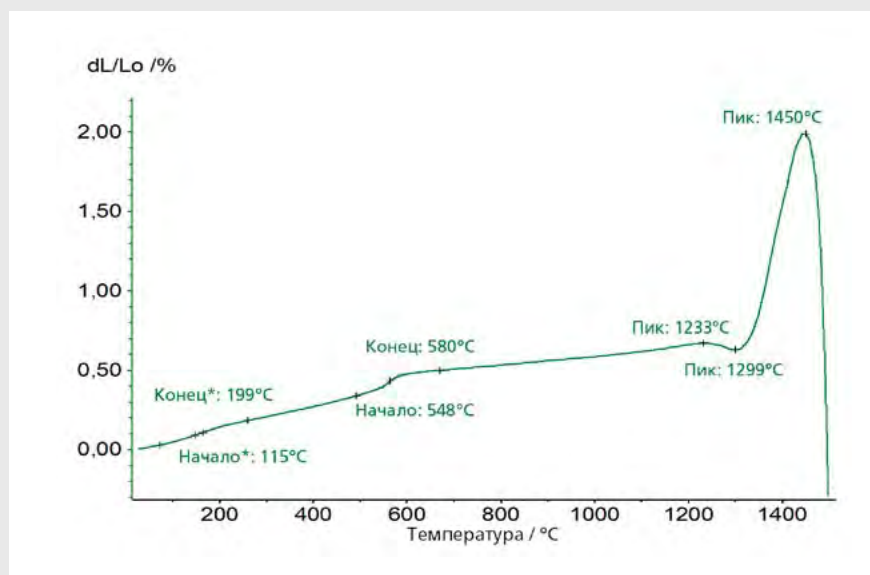
### Спекание титаната алюминия

Одно из применений титаната алюминия – использование в катализаторах в автомобильной индустрии. На приведенном графике показано поведение титаната алюминия в процессе спекания с последующей изотермической выдержкой при 1450°C в течение 7 часов (зеленая кривая). Во время нагревания наблюдается сжатие 12,7%, спекание происходит в два этапа, максимальное сжатие во время спекания 0,31%. В последующей изотермической фазе происходит дальнейшее сжатие 0,6%. Процесс спекания может быть оптимизирован, а также может быть осуществлен контролируемый процесс спекания (RCS - Rate Controlled Sintering; опция).



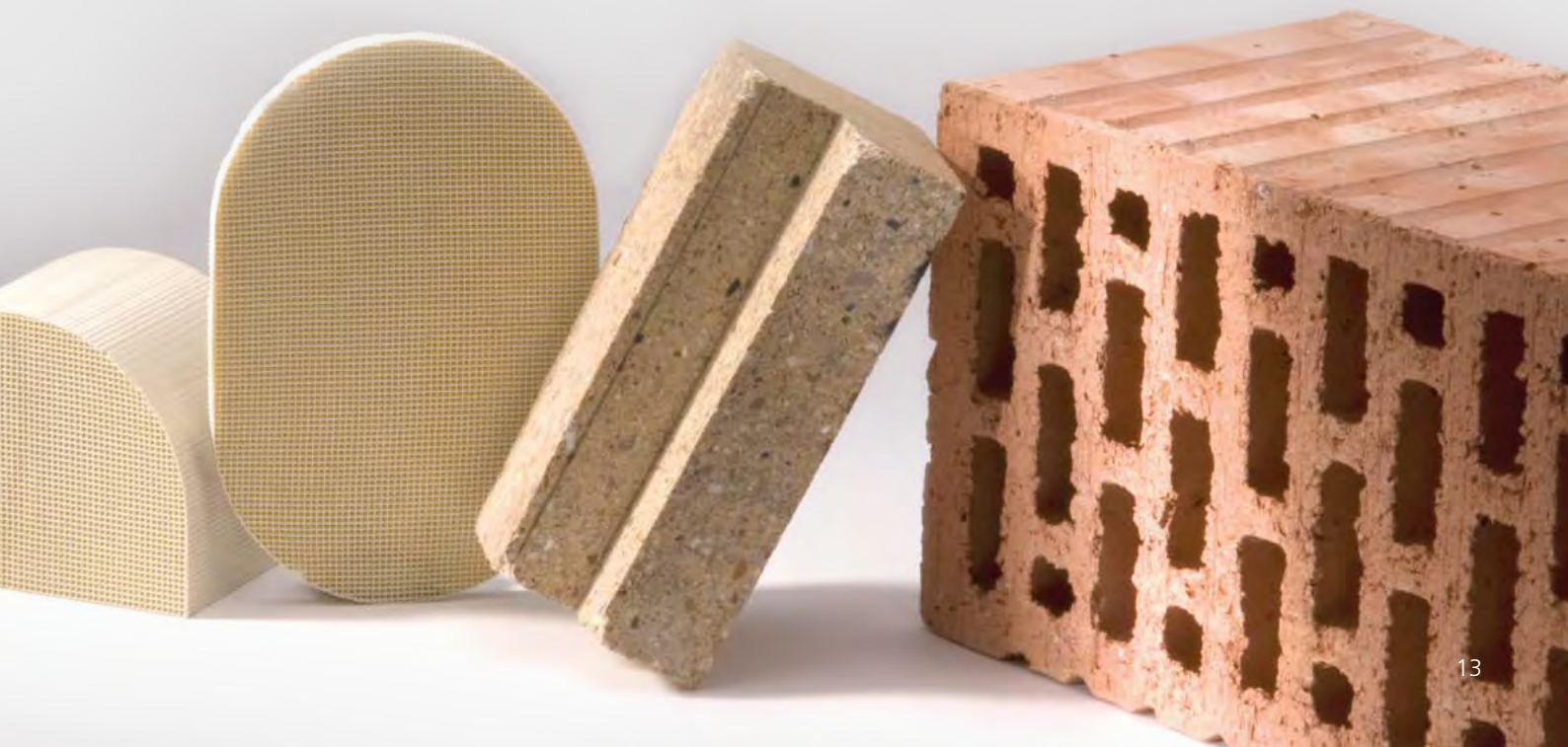
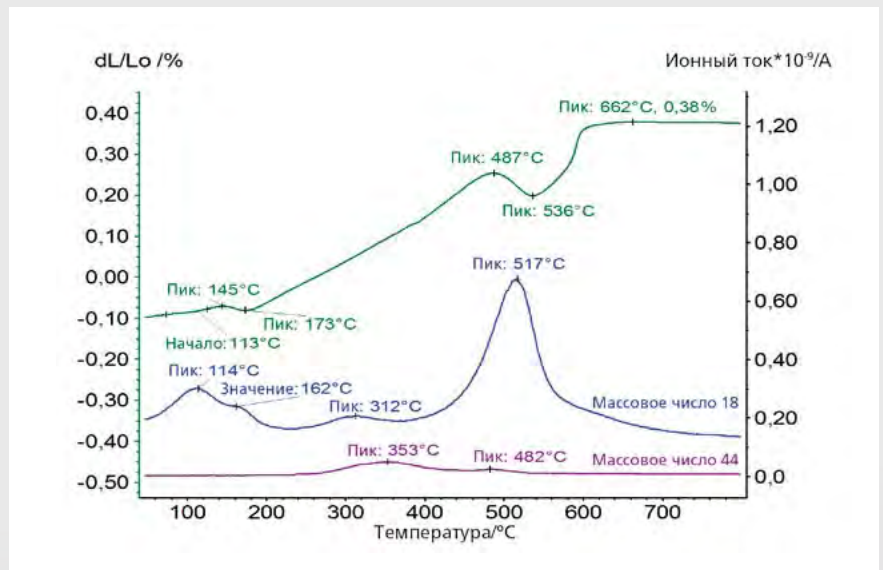
### Огнеупорные материалы

Продолжительность жизни и надежность работы любой технической печи зависит от качества применяемых материалов. Одним из важнейших параметров таких материалов является тепловое расширение. На графике показано типичное поведение огнеупорного крупнозернистого материала. В начале измерения наблюдается первый  $\alpha$ - $\beta$  переход кварца (tridymite), следующий  $\alpha$ - $\beta$  переход, сопровождающий преобразование свободного кварца, наблюдается между 548°C и 580°C. После последнего перехода между 1233°C и 1299°C, материал начинает размягчаться при 1450°C.

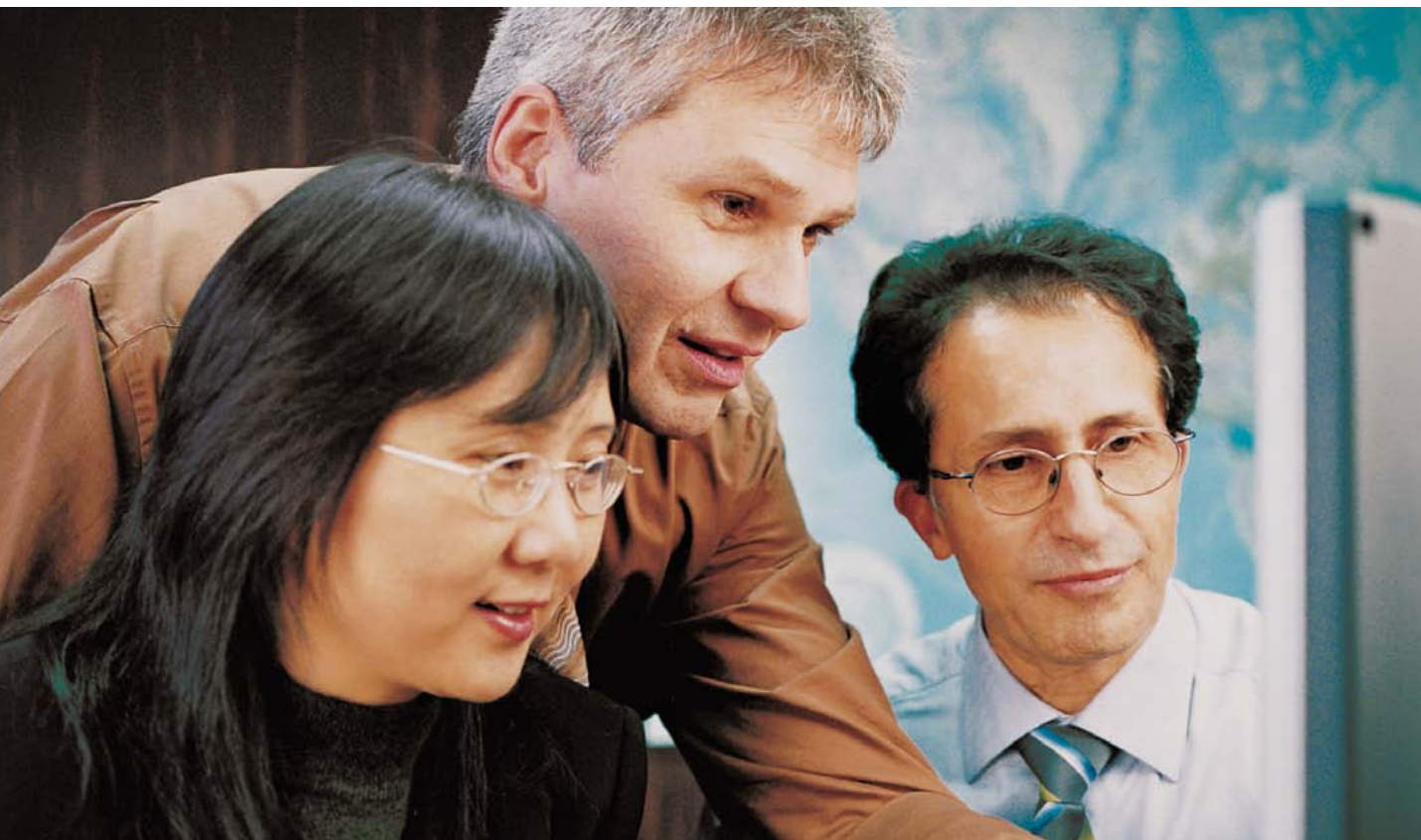


## Измерения с анализом выделяющихся газов (АВГ)

Образец глины (порошок) был прогрет в атмосфере воздуха в диапазоне температур от комнатной до 800°C. Анализ выделяющихся газов проводился на квадрупольном масс-спектрометре QMS 403 *Aëolos*® с помощью подключаемой нагреваемой линии транспортировки газов ТМА-МС. В начале измерения наблюдается выделение связанной межслойной воды и сжатие 0,01%. Выше 300°C наблюдается выгорание органических включений (максимумы в кривых для массовых чисел m18 - вода и m44 – углекислый газ CO<sub>2</sub>). При этом не наблюдается видимых изменений на кривой расширения из-за низких пропорций выгорающих органических включений. Между 487°C и 536°C происходит окончательное испарение воды, оставшейся в гидроксильных группах. Связанное с этим сжатие образца составляет 0,05%.



## Экспертиза и сервис



### Наша поддержка и сервис

Во всем мире имя NETZSCH обозначает всестороннюю поддержку, надежное обслуживание опытными специалистами, гарантийное и послегарантийное обслуживание. Наш компетентный обученный технический персонал и лаборатории всегда доступны для проведения консультаций.

Специально составленные программы обучения и повышения квалификации позволят вам максимально раскрыть потенциал вашего прибора. Ваши инвестиции в оборудование всегда будут защищены нашей опытной командой обслуживания на протяжении всего срока эксплуатации вашего прибора.

### Возможности нашего сервиса

- Установка и запуск приборов.
- Экстренные консультации.
- Профилактическое обслуживание.
- Калибровка приборов.
- IQ/OQ/PQ.
- Ремонт на месте и замена компонентов NETZSCH.
- Выезд специалистов.
- Предоставление технической информации.
- Поставки запасных частей.

## Наши эксперты – лаборатория по применениям

Лаборатория по применениям NETZSCH – опытный партнер для практически любой области термического анализа. Наша помощь в вашем проекте начинается с тщательной подготовки к эксперименту, его высококвалифицированное проведение и всестороннюю интерпретацию результатов. Разнообразные методы исследований материалов, лаборатории в более чем 30 странах обеспечат быстрое и качественное решение ваших проблем в области термического анализа материалов, в том числе твердых, жидких и порошкообразных материалов. Измерения могут быть выполнены на самых различных конфигурациях оборудования для получения

всесторонней характеристики материала.

Вы получите высокоточные результаты измерений и их интерпретацию. Это поможет вам избежать проблемы в развертывании производства материалов, минимизирует риски и предоставит вам конкурентные преимущества.

Для промышленности мы предлагаем свою помощь в оптимизации производства. Минимальные инвестиции в измерения, проведенные с нашей помощью, позволят вам сэкономить время и средства на отработку максимально эффективных производственных процессов



## Ведущие позиции в термическом анализе

Если Вам необходим термический анализ или адиабатическая реакционная калориметрия или определение теплофизических свойств – обращайтесь в NETZSCH. Более 50 лет опыта в прикладных исследованиях, современное высокотехнологичное собственное производство гарантируют, что наши технические решения не только смогут соответствовать вашим требованиям, но и превзойдут ваши ожидания.

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

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