

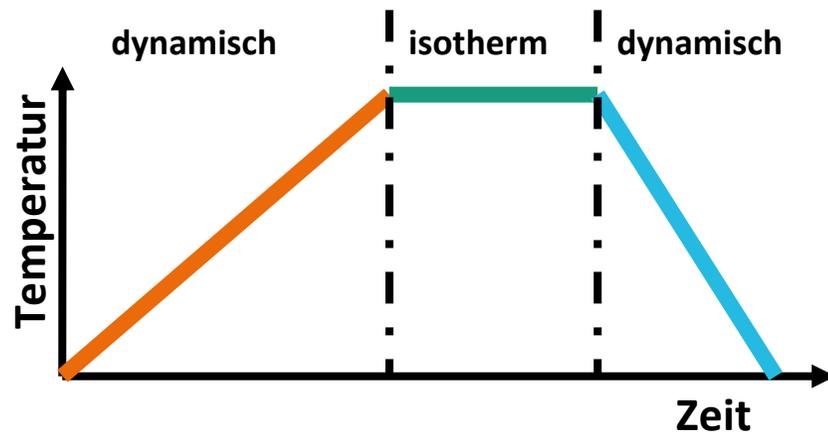
Thomas Hutsch

Möglichkeiten der Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Thermoanalyse - Was ist das?

- Die thermische Analyse umfasst Methoden, bei denen physikalische und chemische Eigenschaften einer Substanz, eines Substanzgemisches und/oder von Reaktionsgemischen als Funktion der Temperatur, Zeit oder des Druckes gemessen werden. Unter definierter Atmosphäre wird die Probe kontrolliert einem Temperatur-Zeit-Programm unterworfen.



Festlegen von einer Vielzahl von Parametern:

Messmethode, Probengeometrie,
Temperatur, Atmosphäre,
Druck, Heiz-, Abkühlrate [K/min],
Isotherme Haltezeit [min],
Zyklusanzahl, Massenzahl, ...

- Wozu?**
- Materialcharakterisierung
 - Übertrag in Herstellungsprozesse, Wärmebehandlung
 - Fehleranalyse

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Thermoanalyse – Grundgedanke, Auswertung

- Die Vergleichsmethode:
 - Vermessen von bekannten Materialien (Referenz) zur Bestimmung des Geräteinflusses → Korrekturfahrt

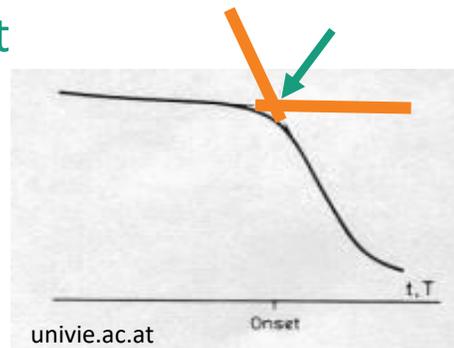
Geräteeinfluss = Messsignal Korrekturfahrt – bekannter Effekt Referenz

- Ermittelten Geräteeinfluss zur Bestimmung der unbekanntem Größe nutzen → Probefahrt

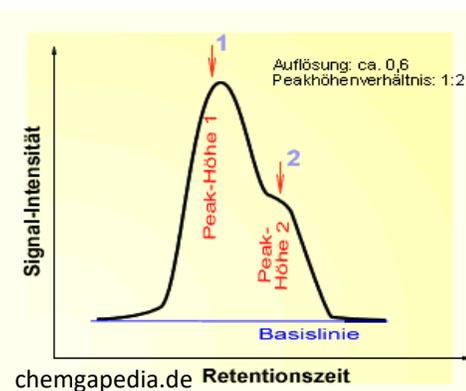
Probeneffekt = Messsignal Probefahrt – Geräteeinfluss

- Auswertung:
 - Ermittlung von spezifischen Punkten im Verlauf der dokumentierten Daten

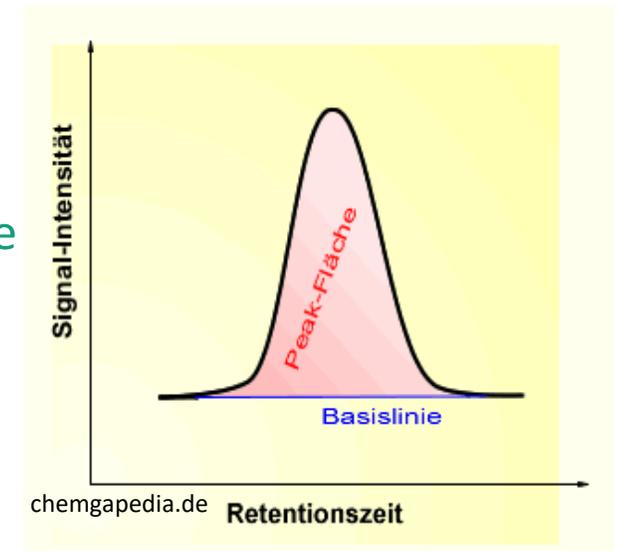
Onset



Peak



Fläche



Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Messprinzip, Geräte, Beispiel

NETZSCH DIL 402
Expedis Supreme
Glovebox

NETZSCH
DIL 402
Expedis

NETZSCH DSC
204 HP
Phoenix *

NETZSCH DSC
204 F1
Phoenix *

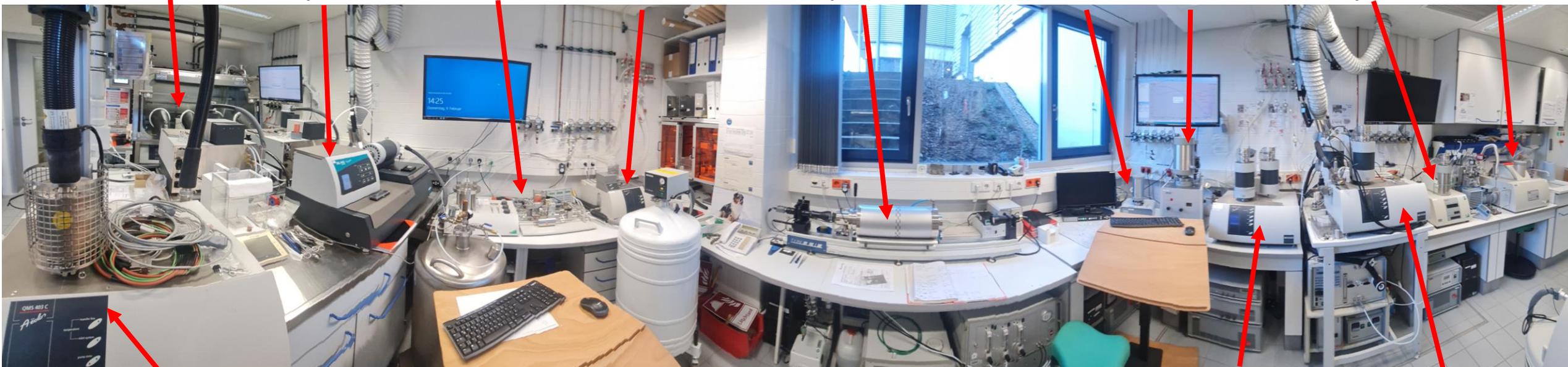
LINSEIS L74
optisch

NETZSCH
DSC 404C

NETZSCH
STA 409C

NETZSCH STA
449C Jupiter *

NETZSCH LFA
447
Nanoflash



NETZSCH Aeolos
QMS
Massenspek-
trometer



RUBOTHERM
MSB



HOT DISK
TPS 2500S

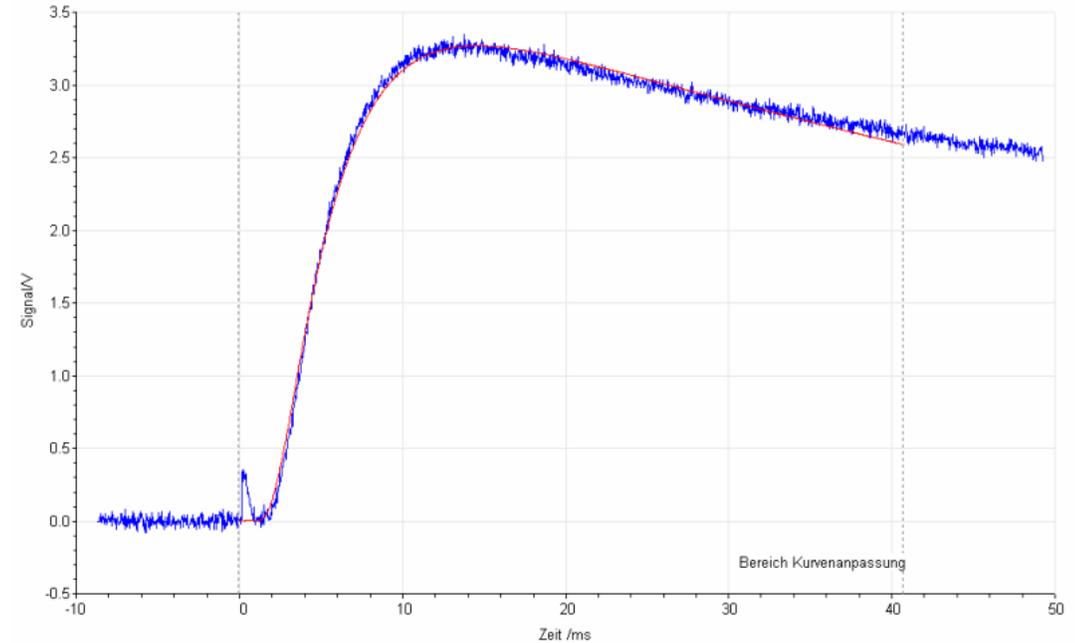
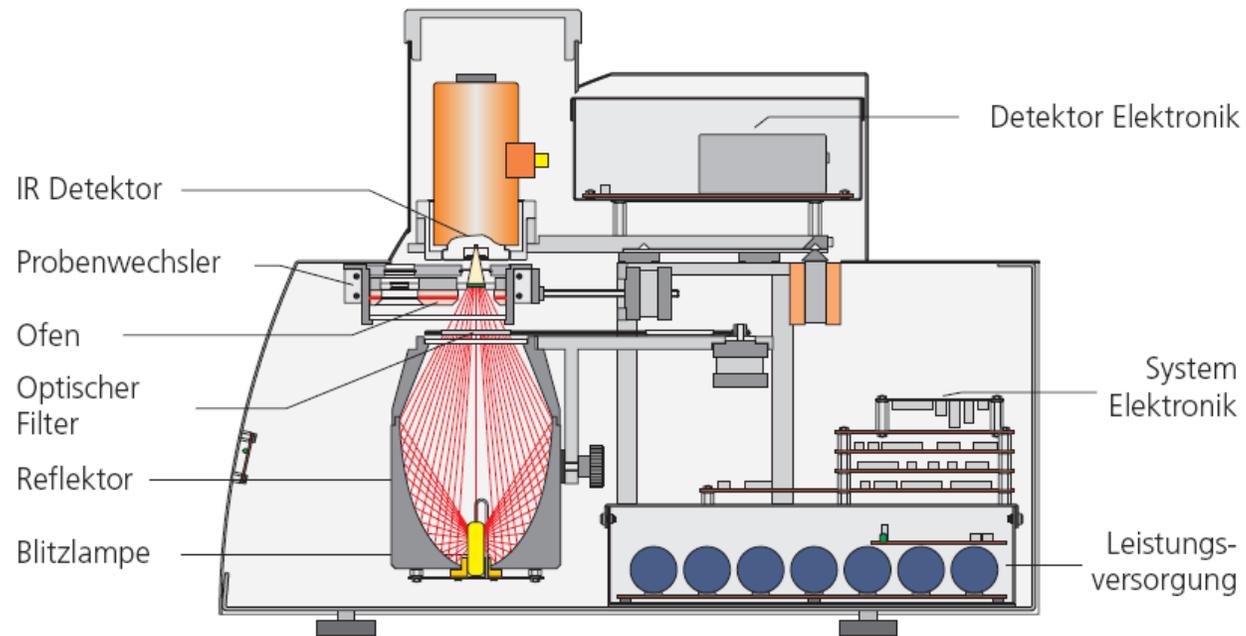
NETZSCH STA
449F3 Jupiter,
High Speed
Ofen *

NETZSCH STA 449 F3,
H₂O Dampf-, H₂
tauglich SiC-Ofen *

* Koppelbar mit NETZSCH Aeolos QMS Massenspektrometer

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Wärmeleitfähigkeit – Messprinzip Flashmethode



$$\lambda(T) = a(T) \cdot c_p(T) \cdot \rho(T)$$

$\lambda(T)$	Wärmeleitfähigkeit [W/mK]
$a(T)$	Temperaturleitfähigkeit [mm ² /s]
$c_p(T)$	spez. Wärmekapazität [J/gK]
$\rho(T)$	Dichte [g/cm ³]

Probendimensionen, verfügbar:

Rund [mm]: 8; 11; 12,7; 15; 20

Quadratisch [mm]: 11; 15; 20

Dicke [mm]: 0,1 bis 3

→ Anpassung der Probenhalter möglich

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Wärmeleitfähigkeit - Geräte

Netzsch LFA447 Nanoflash



Spezifikationen

Temperaturbereich: RT bis 300°C
Atmosphäre: Luft, Argon, Vakuum
Messbereich:
TLF: 0,01 bis 1000 mm²/s
WLF: <0,1 bis 2000 W/(m*K)

Netzsch LFA 467 HyperFlash



Spezifikationen

Temperaturbereich: -100 bis 500°C
Atmosphäre: Stickstoff, Argon, Luft
Messbereich:
TLF: 0,01 bis 2000 mm²/s
WLF: 0,1 bis 4000 W/(m*K)

Netzsch LFA 467 HT HyperFlash



Spezifikationen

Temperaturbereich: RT bis 1200°C
Atmosphäre: Stickstoff, Argon, Luft
Messbereich:
TLF: 0,1 bis 2000 mm²/s
WLF: 0,1 bis 4000 W/(m*K)

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Wärmeleitfähigkeit - Geräte

Hotdisk TPS 2500S



Spezifikationen

Temperaturbereich: RT

Atmosphäre: Luft

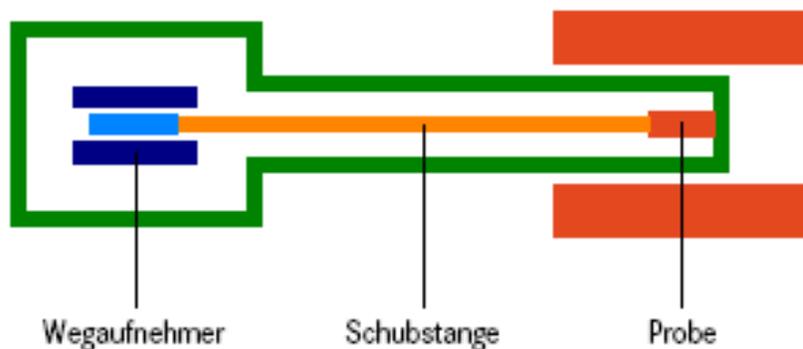
Messbereich:

TLF: 0,1 bis 100 mm²/s

WLF: 0,005 bis 500 W/(m*K)

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Messprinzip Schubstangendilatometrie



Wofür?

- Längenänderung
- Schwindung
- relative Längenänderung
- lin. therm. Ausdehnungskoeffizient
- diff. therm. Ausdehnungskoeffizient
- Erweichungspunkt
- Transformationspunkt
- Quellverhalten
- Penetration
- Schrumpfung
- Dichteänderung

thermischer Effekt	TMA Ausdehnung ↑
Schmelzen	
Rekristallisieren	
Verdampfen Sublimieren	
fest - fest Umwandlung	
Glasumwandlung	
Curie-Umwandlung	
Desorption	

Probengeometrie:

Probenlänge: bis 25 mm

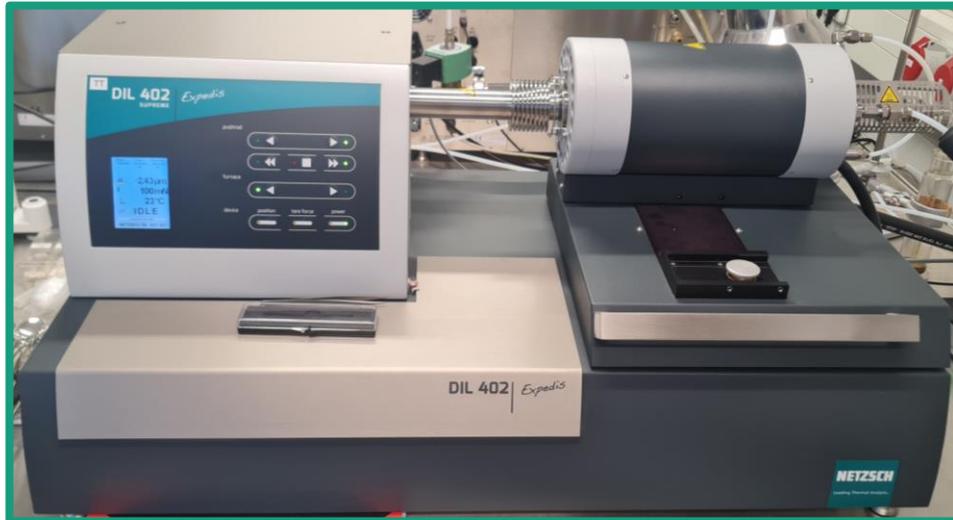
Probenlänge CTE- Proben: 15 – 20 mm

Probendurchmesser: bis 12 mm

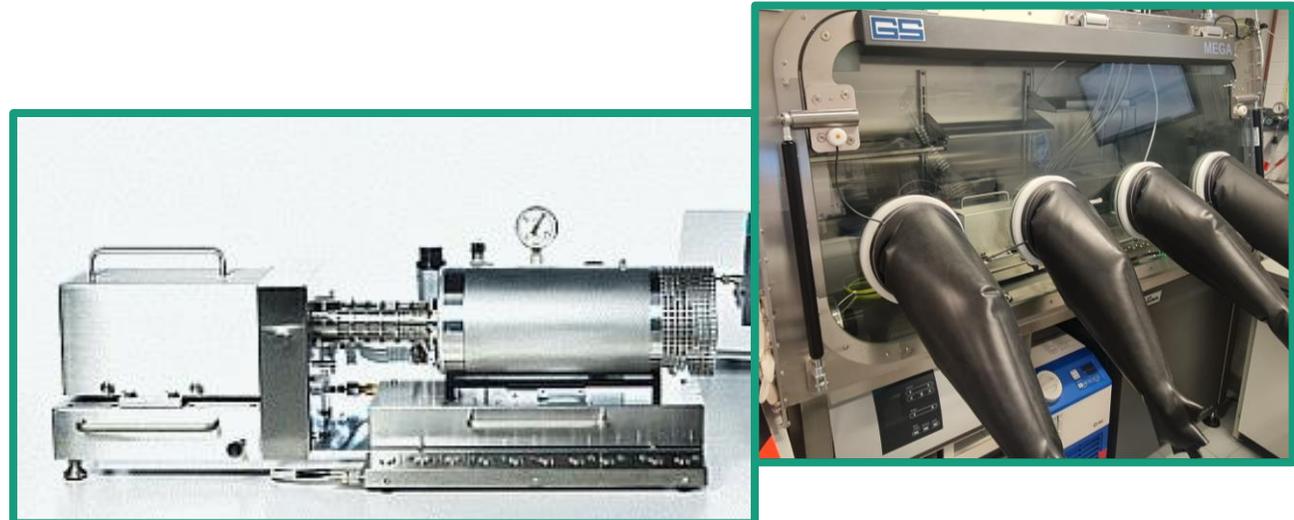
Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Schubstangendilatometrie

NETZSCH DIL 402 Expedis



NETZSCH DIL 402 Expedis Supreme Glovebox

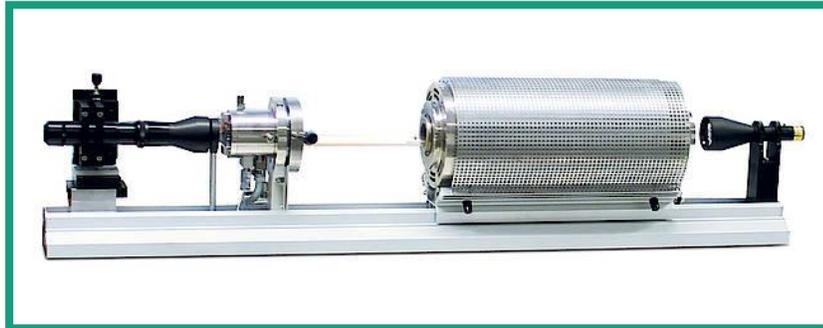


Spezifikationen

Temperaturbereich:	-150°C bis 800°C	RT bis 1600°C
Atmosphäre:	Inert, Reduzierend, Oxidierend, Vakuum	
Auflösung:	0,1 nm	
Kraftbereich:	10 mN bis 3 N	
Heizrate:	bis 50 K/min	

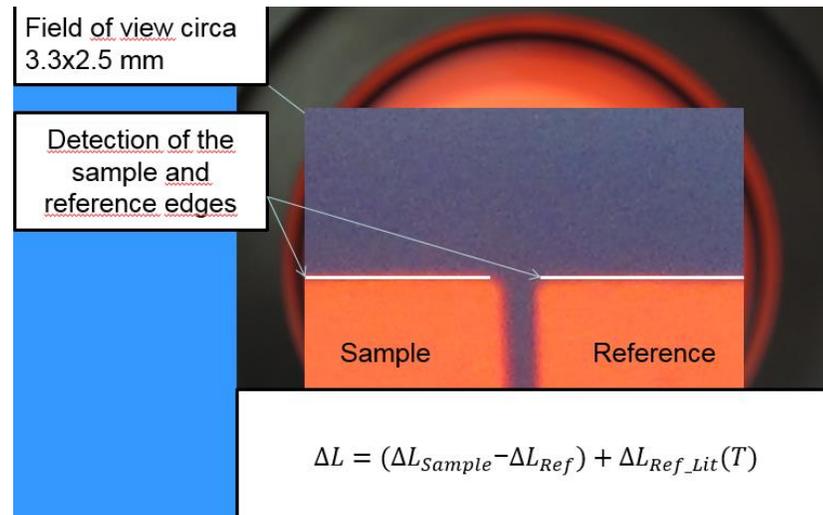
Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Messprinzip, Gerät Optische Dilatometrie



Kamerasystem

Lichtquelle



Wofür?

- Längenänderung
- Schwindung
- relative Längenänderung
- lin. therm. Ausdehnungskoeffizient
- diff. therm. Ausdehnungskoeffizient
- Erweichungspunkt
- Transformationspunkt
- Quellverhalten
- Penetration
- Schrumpfung
- Dichteänderung
- Benetzungs-/ Kontaktwinkel
- Erhitzungsmikroskopie
- Bi-Metall Effekt
- Druckloses Sintern
- Messung von Flüssigkeiten, Pasten, Pulvern, Proben mit ungewöhnlichen Geometrien etc.

LINSEIS L74

Auflösung:

~1 µm

Sichtfeld:

3,3 x 2,5 mm

Temperaturbereich:

-100 - 1700°C

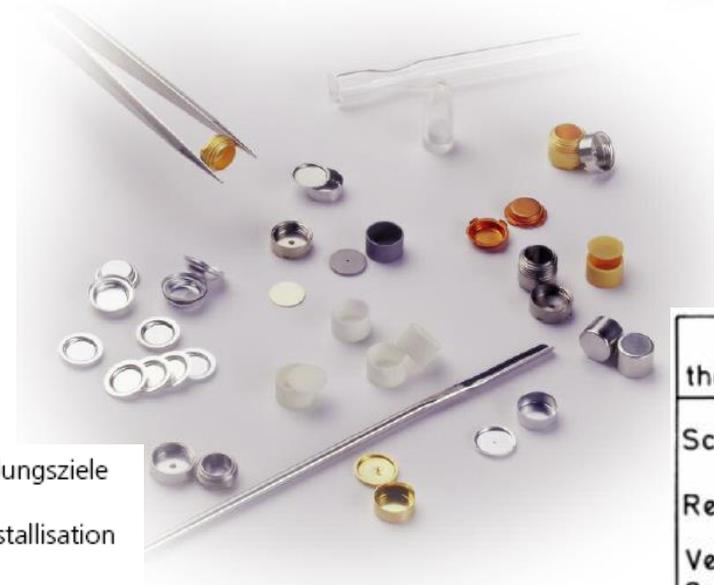
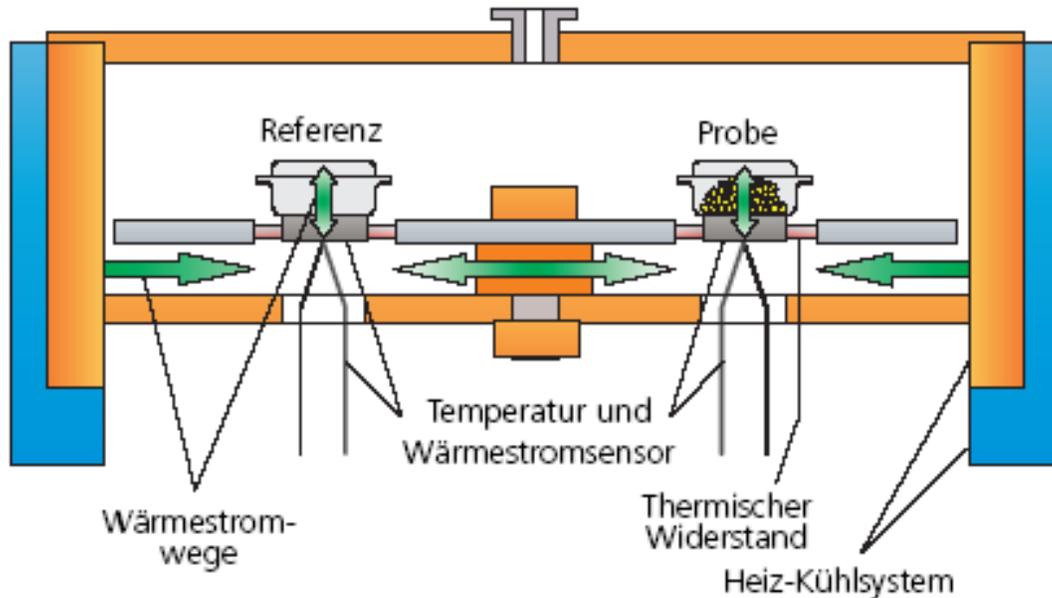
Atmosphären:

Vakuum, Luft, Inertgas, Reduzierend

thermischer Effekt	TMA Ausdehnung ↑
Schmelzen	
Rekristallisieren	
Verdampfen Sublimieren	
fest - fest Umwandlung	
Glasumwandlung	
Curie-Umwandlung	
Desorption	

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Messprinzip Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)



Typische Anwendungsziele der DSC sind:

- Schmelzen-Kristallisation
- Polymorphie
- Phasendiagramme
- Flüssigkristall Umwandlungen
- Eutektische Reinheit
- Kristallinität teilkristalliner Stoffe
- Fest-flüssig Verhältnis
- Fest-fest Umwandlungen
- Glasumwandlung
- Spezifische Wärme
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Zersetzungsbeginn
- Verträglichkeit

$$DSC = V_{Ref} - V_{Pr}$$

DSC Wärmetonung
 V_{Ref} Thermospannung Referenz
 V_{Pr} Thermospannung Probe

$DSC > 0 \rightarrow V_{Ref} > V_{Pr} \rightarrow$ **endotherm**

$DSC < 0 \rightarrow V_{Ref} < V_{Pr} \rightarrow$ **exotherm**

thermischer Effekt	DSC ↑ exotherm
Schmelzen	
Rekristallisieren	
Verdampfen Sublimieren	
fest - fest Umwandlung	
Glasumwandlung	
Curie-Umwandlung	
Desorption	

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Tieftemperatur- DSC Netzsch DSC 204F1 Phoenix



τ -Sensor

Hochtemperatur NETZSCH DSC 404 cell



DSC-c₁

Spezifikationen

Temperaturbereich:

-150°C bis 500°C (700°C)

RT bis 1450°C

Atmosphäre:

Inert (Ar, N₂, He), Luft, (Ar/H₂)

Heizrate:

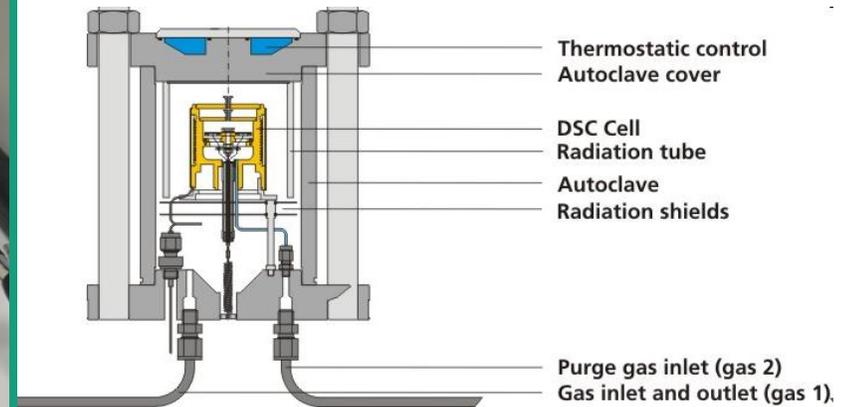
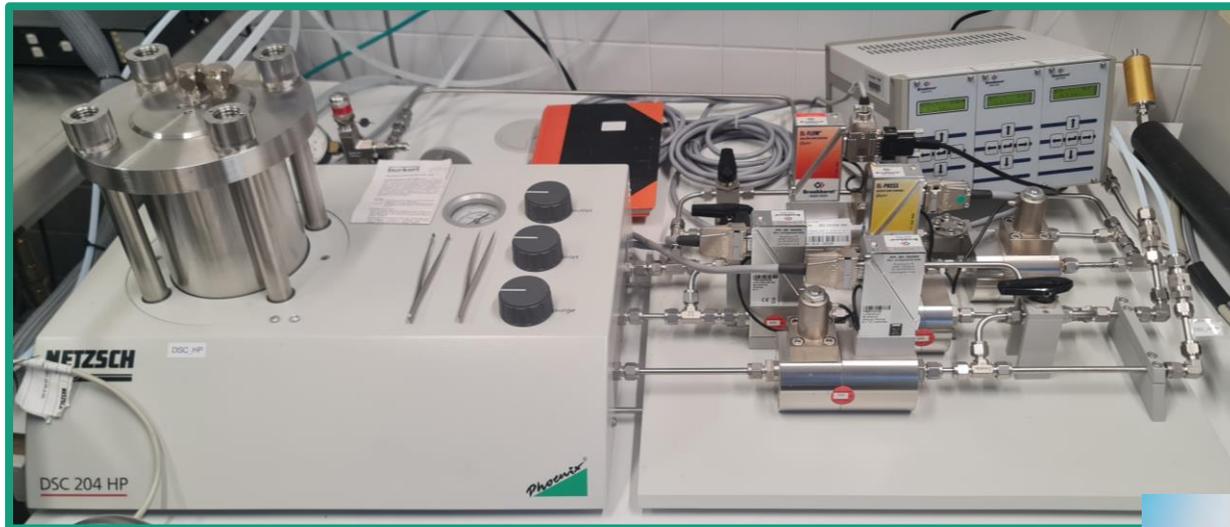
bis 200 K/min

bis 50 K/min

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Hochdruck- DSC Netzsch DSC 204 HP Phoenix



Spezifikationen

Temperaturbereich (Druck):
-150°C ... 600°C (bei 1 bar)
-90°C ... 600°C (bei 50 bar)
-50°C ... 450°C (bei 150 bar)

Atmosphäre: Ar, H₂, synth. Luft

Heizrate: bis 10 K/min

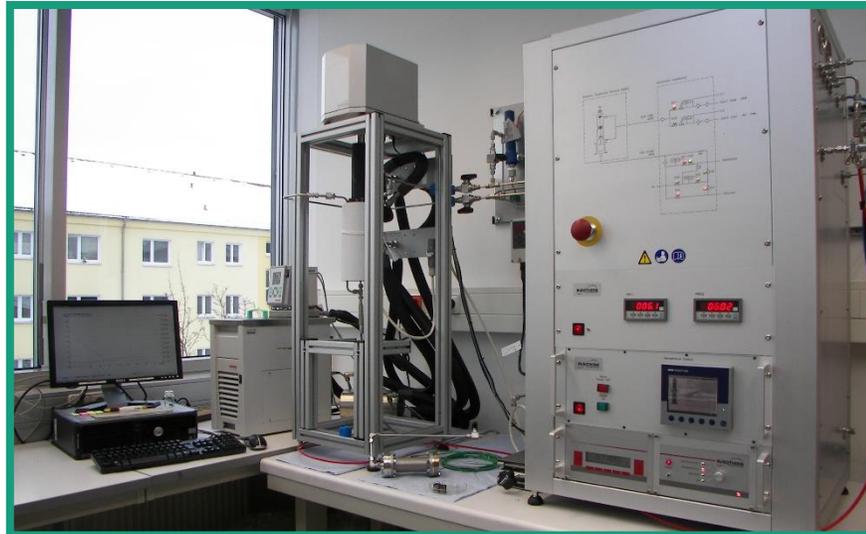


τ-Sensor

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Magnetschwebewaage

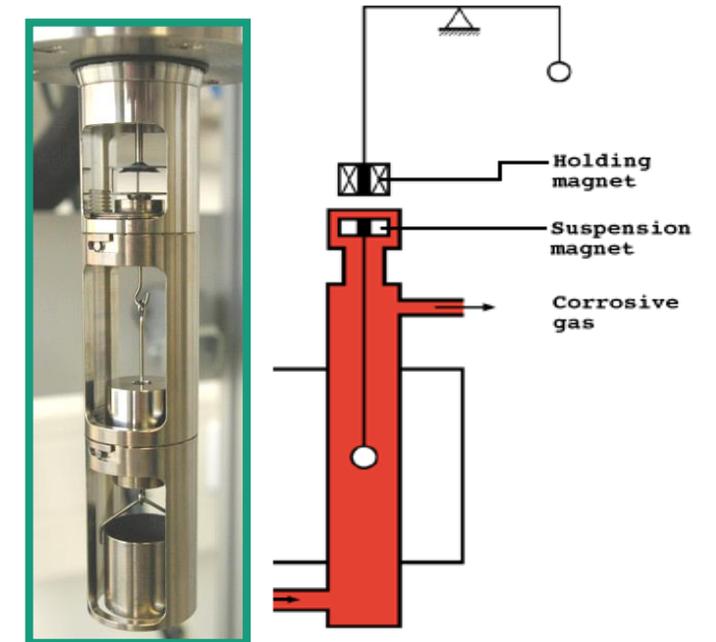
RUBOTHERM Magnetic Suspension Balance (MSB)



Spezifikationen

Temperaturbereich:	RT bis 400°C
Atmosphäre:	H ₂ , Ar, He
Druck:	Vakuum bis 350 bar
Heizrate:	1 bis 10 K/min
max. Probenmasse:	10 g
Auflösung:	10 µg

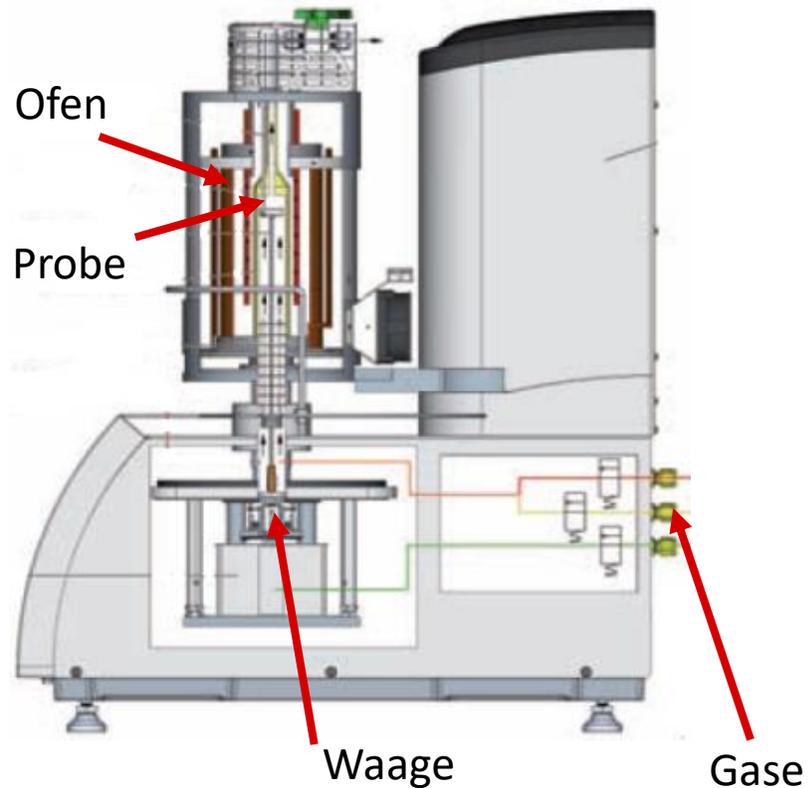
Messprinzip



**Reaktor und Waage
voneinander getrennt**

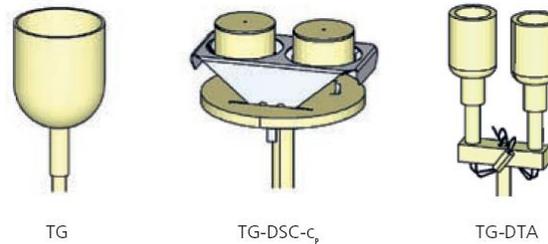
Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Messprinzip Simultane Thermoanalyse (STA)



Probengeometrie:

**Pulver
Scheiben**



thermischer Effekt	DSC ↑ exotherm	TG ↑ Gewichts- zunahme
Schmelzen		
Rekristallisieren		
Verdampfen Sublimieren		
fest - fest Umwandlung		
Glasumwandlung		
Curie-Umwandlung		
Desorption		

DSC-Analysemöglichkeiten:

- Schmelz-/Kristallisationsverhalten
- Festkörperübergänge
- Polymorphe Umwandlungen
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergänge
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Reinheitsbestimmung
- Spezifische Wärme
- *Thermokinetics*

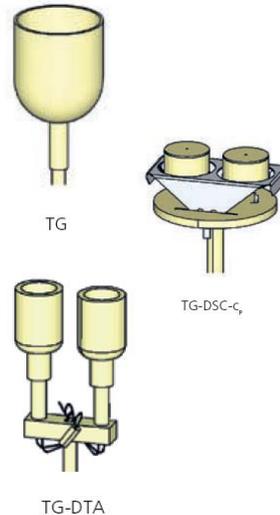
TG-Analysemöglichkeiten:

- Massenänderungen
- Temperaturbeständigkeit
- Oxidations-/Reduktionsverhalten
- Zersetzung
- Korrosion
- Zusammensetzung
- *Thermokinetics*

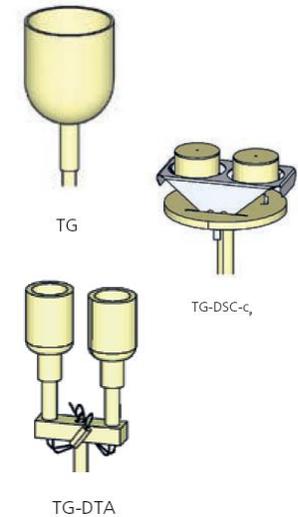
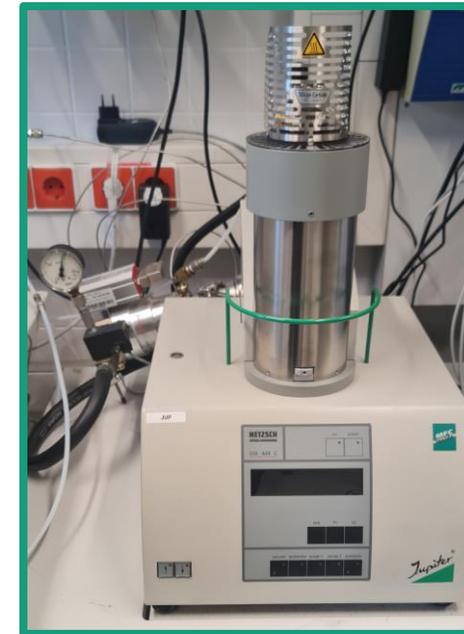
Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Simultane Thermoanalyse (STA)

NETZSCH STA 409cell



NETZSCH STA 449C Jupiter



Spezifikationen

Temperaturbereich:

RT bis 1600°C

Atmosphäre:

Vakuum, Inert (Ar, N₂, He), Luft, Ar/H₂, N₂/H₂

Heizrate:

bis 20 K/min

TG-Auflösung:

2 µg

DSC-Auflösung:

< 1 µW

RT bis 1450°C

bis 50 K/min

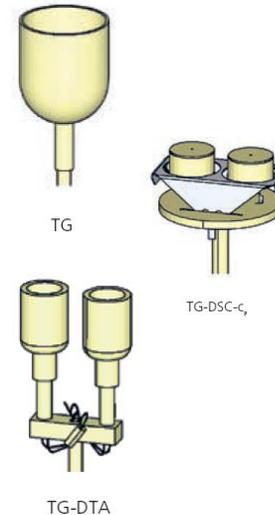
0,5 µg

< 1 µW

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Simultane Thermoanalyse (STA)

NETZSCH STA 449 F3 Jupiter



Wasserdampfgenerator



Spezifikationen

Temperaturbereich:

Atmosphäre:

Heizrate:

TG-Auflösung:

DSC-Auflösung:

SiC Ofen

RT bis 1550°C

Vak., Ar, N₂, He, Luft, Ar/H₂, N₂/H₂, H₂

bis 50 K/min

0,5 µg

< 1 µW

Wasserdampf Ofen

RT bis 1250°C

Ar, Luft, H₂ befeuchtet

bis 10 K/min

0,5 µg

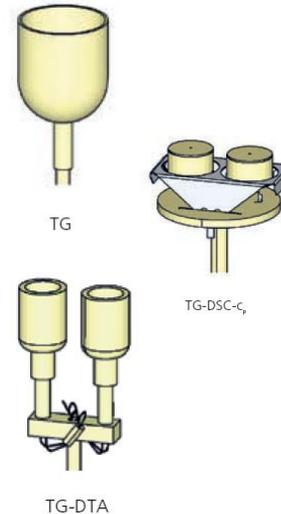
< 1 µW

Aufzeichnung der
Feuchte vor und nach
dem Ofen möglich

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Simultane Thermoanalyse (STA)

NETZSCH STA 449 F3 Jupiter



Spezifikationen

Temperaturbereich:

Atmosphäre:

Heizrate:

TG-Auflösung:

DSC-Auflösung:

SiC Ofen

RT bis 1550°C

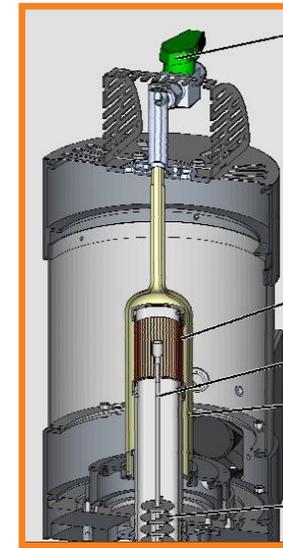
Vak., Ar, N₂, He, Luft, Ar/H₂, N₂/H₂

bis 50 K/min

0,5 µg

< 1 µW

High Speed Ofen



High Speed Ofen

RT bis 1250°C

Ar, Luft

bis 1000 K/min

0,5 µg

< 1 µW

Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Massenspektrometer (MS)

Netzsch QMS 403 C Aeolos



Spezifikationen

Kathode:

Massenbereich:

Kopplung:

2 Iridium Kathoden, Y_2O_3 beschichtet

1 amu bis 300 amu

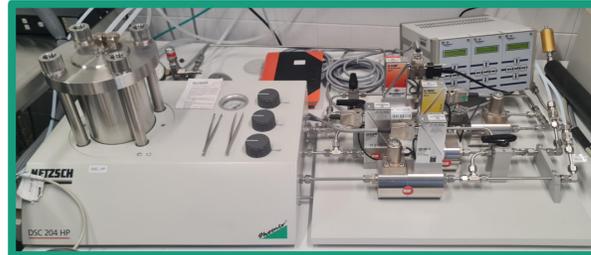
Quarzglaskapillare, beheizbar bis 300°C

Kopplung möglich mit:

**NETZSCH DSC 204 F1
Phoenix**

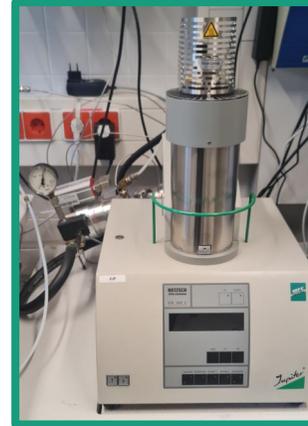


**NETZSCH DSC 204 HP
Phoenix**



NETZSCH STA 449C

Jupiter



... auch andre Geräte
außerhalb der
Thermoanalyse auf
Anfrage möglich



NETZSCH STA 449F3 Jupiter



Kontakt

Dipl.-Ing. Thomas Hutsch
Sinter- und Verbundwerkstoffe
Thermoanalyse

Tel. +49 351 2537 396

Fax +49 351 2537 399

Thomas.Hutsch@ifam-dd.fraunhofer.de

Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik und Angewandte Materialforschung IFAM

Institutsteil Dresden

Winterbergstraße 28

01277 Dresden

www.ifam-dd.fraunhofer.de