

NETZSCH

Proven Excellence.



Thermomechanische Analyse – TMA 512 *Hyperion*®-Serie

Methode, Technik und Applikationen

Analyzing & Testing



Thermomechanische Analyse (TMA)

Für Forschung & Entwicklung,
Simulation und Qualitätskontrolle

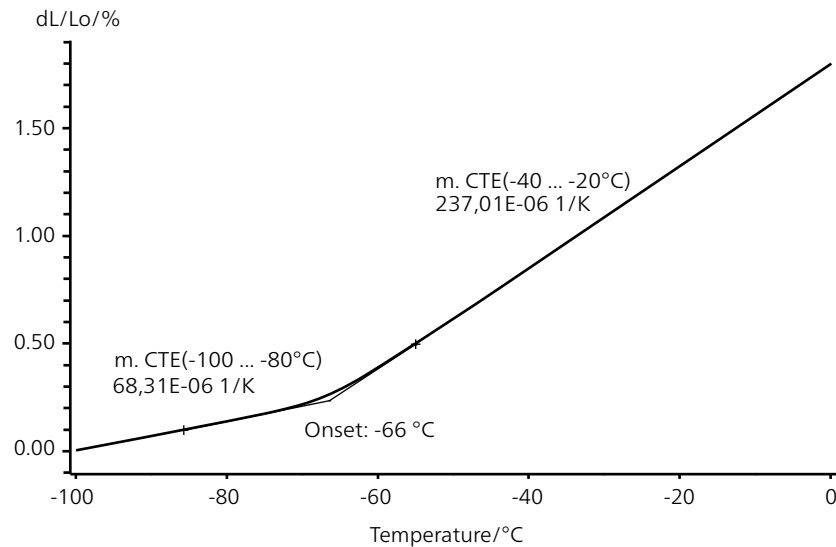
TMA-Analyseergebnisse

- Lineare thermische Ausdehnung
- Thermischer Ausdehnungskoeffizient
- Glasübergangstemperaturen
- Delamination
- Isostrain
- Kriechen
- Relaxation
- Spannungs-/Dehnungskurve
- Phasenübergangstemperatur
- Sintertemperatur
- Schrumpfen
- Sinterkinetik
- Erweichungspunkte
- Dichteänderungen
- Volumetrische Ausdehnung

Die thermomechanische Analyse (TMA) ist eine Methode zur Bestimmung von Dimensionsänderungen von festen, flüssigen oder pastösen Materialien in Abhängigkeit von der Temperatur und/oder der Zeit unter definierter mechanischer Belastung (DIN 51005, ASTM E831, ASTM D696, ASTM D3386, ISO 11359 – Teil 1 bis 3). Diese Methode ist eng verwandt mit der Dilatometrie, bei der die Längenänderung von Proben unter vernachlässigbarer Kraft ermittelt wird.

Viele Materialien ändern beim Aufheizen oder Abkühlen ihre thermomechanischen Eigenschaften. Neben der thermischen Ausdehnung können auch Phasenumwandlungen, Sinterstufen oder Erweichungen untersucht werden. TMA-Messungen können in verschiedenen Modi wie Deformation, Kompression, Penetration, Zug oder Biegung durchgeführt werden.

Das Anwendungsgebiet der TMA ist breit gefächert und deckt alle Aspekte der Forschung und Entwicklung sowie der Qualitätskontrolle ab. Die in diesem Bereich verwendeten Materialien sind in der Regel Kunststoffe und Elastomere, Duroplaste, Verbundwerkstoffe, Klebstoffe, Folien und Fasern. Keramik, Glas und Metalle können ebenfalls zum Einsatz kommen.



TMA-Messung im Expansionsmodus an einer Elastomerprobe (NR50): Quarzglas-probenhalter, 2 mm Probendicke, Heizrate 5 K/min, Heliumatmosphäre.

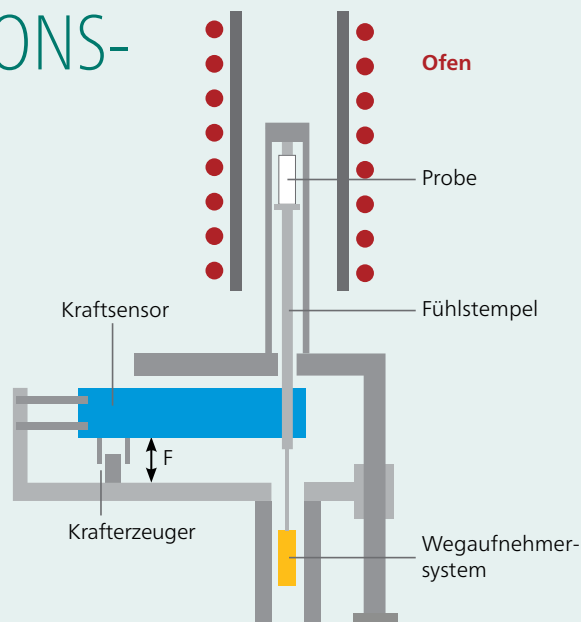
Thermische Ausdehnung

Die lineare thermische Ausdehnung gibt an, wie stark ein Material bei der Verarbeitung schrumpft oder sich ausdehnt, ob ungleiche Materialien miteinander kombiniert werden können oder bei welcher Temperatur die Phasenumwandlung einsetzt und sich der CTE ändert.

Die Abbildung zeigt die thermische Ausdehnung (dL/L_0 in %) einer Elastomerprobe (NR50) im Temperaturbereich von -100 °C bis 0 °C. Der Glasübergang (T_g) wurde bei -66 °C bestimmt. Dieser kennzeichnet den reversiblen Übergang von einem harten, relativ spröden Zustand zu einem weicheren, gummiartigen Zustand.

TMA – DIE METHODE ZUR PRÄZISEN BESTIMMUNG VON DIMENSIONSÄNDERUNGEN

FUNKTIONS-PRINZIP



Unabhängig von der gewählten Deformationsart (Expansion, Kompression, Penetration, Zug oder Biegung) wird die Längenänderung der Probe über einen Fühlstempel auf einen hochempfindlichen induktiven Wegaufnehmer (LVDT) übertragen und in ein digitales Signal umgewandelt.

Die Fühlstempel und die zugehörigen Probenhalter aus Quarzglas oder Aluminiumoxid sind für die unterschiedlichsten Anwendungen optimiert und lassen sich schnell und einfach austauschen.

TMA 512 *Hyperion*® *Select* und *Supreme*

Wichtige Einblicke in Produktleistung und Verarbeitungsverhalten

Select

Erfassung kleinster Dimensionsänderungen

Das Herzstück der NETZSCH TMA 512 *Hyperion*® ist der LVDT. Die dahinterstehende Technologie ist bewährt: Selbst kleinste Längenänderungen bis in den Nanometerbereich (digitale Auflösung von 0,125 nm) können erfasst und ausgewertet werden.

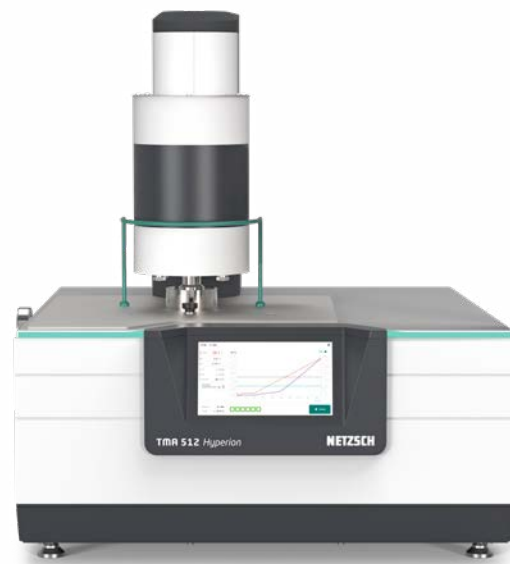
Innovatives Display und LED-Streifen für eine einfache Überwachung

Die TMA 512 *Hyperion*®-Serie verfügt über eine LED-Leiste zur Fernanzeige des Gerätestatus. Das Touch-Display bietet eine komfortable Möglichkeit, eine in der *Proteus*®-Software vorbereitete Messung zu starten und zu überwachen.

Kompatibilität zu anderen NETZSCH-Geräten

Die Öfen für die TMA 512 *Hyperion*® sind mit anderen NETZSCH-Thermoanalysegeräten kompatibel und umgekehrt (z. B. STA 509 *Jupiter*®, DSC 500 *Pegasus*®).

- -70 °C bis 1500 °C, optional 1600 °C
- Öfen: Intracooler, SiC
- Kraftbereich: 0,001 N bis 3 N
- Software: *AutoEvaluation*, *StrainControl*



Ofentyp	Temperaturbereich
Stahl*	-150 °C bis 1000 °C
Kompatibel mit Intracooler	-70 °C bis 450 °C
Siliziumkarbid (SiC)	RT bis 1500 °C/1600 °C
Kupfer*	-150 °C bis 500 °C (unter Feuchte: 0 ° bis 100 °C)
Wasserdampf*	RT bis 1250 °C

* nur *Supreme*

Supreme

- -150 °C bis 1600 °C
- Öfen: Intracooler, Stahl, Kupfer, SiC, Wasserdampf
- Kraftbereich: 0,001 N bis 4 N
- Software: *c-DTA*, *Identify*, *AutoEvaluation*, Temperatur- und Kraftmodulation, StrainControl



Flexibler Temperaturbereich und Atmosphären

Leicht austauschbare Öfen passen das Gerät an verschiedene Temperaturbereiche an und ermöglichen Messungen in unterschiedlichen Atmosphären. Bei der Version mit zwei Öfen erfolgt der Wechsel zum zweiten Ofen schnell in nur wenigen Minuten. Die TMA 512 *Hyperion® Supreme* deckt den gesamten Temperaturbereich von -150 °C bis 1600 °C ab und kann für Messungen unter verschiedenen Gasen, Feuchten und sogar Wasserdampf eingesetzt werden.

Kontrollierte Atmosphären im vakuumdichten TMA-System

Beide Versionen der TMA 512 *Hyperion®* sind mit vakuumdichten Anschlüssen ausgestattet, die Messungen in hochreinen Atmosphären oder unter Vakuum ermöglichen. Die TMA 512 *Hyperion® Supreme* ist mit einem aufrüstbaren Massendurchflussregler (MFC) für bis zu vier Gase ausgelegt und bietet damit optimale Flexibilität bei der Gasregelung sowie die Möglichkeit, Spülgase und Atmosphären einfach zu wechseln.

H₂Secure-Konzept von NETZSCH

Ausgestattet mit dem SiC-Ofen und der H₂Secure Box bietet die TMA 512 *Hyperion®* eine umfassende Lösung für die Prüfung in Umgebungen mit wechselnden Wasserstoffkonzentrationen bis zu 100 % und gewährleistet maximale Sicherheit durch ein robustes Sicherheitsprotokoll (siehe Seite 9).

Kühlsystem	Atmosphären
Luft, passiv (Lüfter)/ Druckluft, LN ₂	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum
Intracooler	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum
Luft, passiv (Lüfter)	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum, Wasserstoff
Luft, passiv (Lüfter)/ Druckluft, LN ₂	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum
Luft, passiv (Lüfter)	Inert, oxidierend, reduzierend, Vakuum, Wasserdampf



Umfassend informiert im Vorbeigehen – LED-Statusleiste

Die TMA 512 *Hyperion*®-Serie ist mit einer LED-Statusanzeige ausgestattet, die je nach Gerätestatus die Farbe wechselt. So können Sie quasi im Vorbeigehen den Status Ihres Gerätes überprüfen. Vergewissern Sie sich aus der Ferne, ohne sich in den PC einloggen zu müssen, ob Ihre Messung reibungslos verläuft und erhalten Sie Statusmeldungen wie:

- Gerät ist bereit
- Messung läuft
- Messfortschritt
- Aufheizung/Abkühlung auf Sollwert
- Benutzereingriff erforderlich
- Ein Problem ist aufgetreten

Steigern Sie Ihre Produktivität und Ihren Workflow mit der innovativen Benutzeroberfläche

Über das integrierte Farbdisplay kann eine in der NETZSCH *Proteus*®-Software vorbereitete Messung gestartet werden. Berühren Sie dazu einfach die entsprechende Schaltfläche der vorbereiteten Messung auf dem Display, und Sie erhalten Informationen zum Messaufbau. Die letzte Kontrolle vor dem Start einer neuen Messung wird somit direkt auf das Gerät verlagert. Der Touchscreen bietet:

- Start der Messung durch einfaches Antippen
- Überprüfung kürzlich durchgeführter Messungen
- Anzeige des Messfortschritts und der verbleibenden Messzeit
- Überprüfung und Änderung von Gas, Ruhezustand
- Sofortiger Überblick über die ausgewertete Messung
- Starten von *AutoVac*
- Auswahl von Messmodus und Probenhalter
- Tarasignal direkt auf dem Display
- Erfassung der Probenlänge
- Änderung der statischen Kraft

Zubehör

Große Auswahl an Probenhaltern zeichnen die TMA 512 *Hyperion*® aus

Vorbereitet für zukünftige Anwendungen – Große Auswahl an leicht austauschbaren Probenhaltern

Je nach Fragestellung und Proben-geometrie kann der Anwender aus einer Vielzahl von Probehaltern wählen. Probenhalter für Ausdehnungs-, Penetrations- und Zugmes-sungen sind erhältlich, ebenso wie Fühlstempel und Auflagen für 3-Punkt-Biegeversuche. Das Zubehör für den Temperaturbereich bis 1100 °C besteht aus Quarzglas. Für den Hochtempera-turbereich stehen Ausführungen aus Aluminiumoxid zur Verfügung.

Sie möchten Flüssigkeiten Salzschnmelzen oder Metalle untersuchen

Mit unseren speziellen Probenbehältern können Sie das Ausdehnungs-verhalten von Pulvern, Pasten und Flüssigkeiten sowie von Metallen bis zum Schmelzpunkt untersucht werden. Zubehör für Immersionsquell-versuche steht genauso zur Verfügung wie Behälter für Versuche an Salzschnmelzen.



Probenbehälter aus Aluminiumoxid, Saphir, Quarzglas und Grafit für Messungen an Pulvern, Pasten und Flüssigkeiten



Spezialprobenbehälter für Salzschnmelzen

Typ	Probendimension (max.)
Ausdehnung/Kompression, Penetration	Ø: 8 mm, Länge: 30 mm, Ø: 10 mm, Länge: 30 mm, Ø: 12 mm, Länge: 30 mm
3-Punkt-Biegung	Länge: 24 mm, Breite: 5 mm, freie Biegelänge: 5, 10, 20 mm
Zug	Länge: 30 mm, Breite: 6/8 mm, Dicke: 1 mm



Messungen in feuchten Atmosphären

Simulation von Umgebungseinflüssen

Für TMA-Messungen in feuchten Atmosphären stehen zwei Öfen zur Verfügung.

Der **Wasserdampfofen** deckt einen Temperaturbereich von Raumtemperatur bis 1250 °C ab. Der Ofen kann an einen Feuchtgenerator oder einen Wasserdampfgenerator angeschlossen werden, der Dampf durch Verdampfen von Wasser erzeugt.

Der **Kupferofen** kann für konventionelle TMA-Messungen von -150 °C bis 500 °C eingesetzt werden. Er lässt sich einfach an einen Feuchtgenerator anschließen, der eine in-situ-Trocknung bis 500 °C und eine kontrollierte Feuchteumgebung zwischen 0 °C und 100 °C ermöglicht. Für maximalen Bedienkomfort ist in der TMA-Proteus®-Software ein Feuchterechner integriert.

Feuchtgenerator

Kupfer- oder Wasserdampföfen

- Definierte relative Feuchte durch Mischen von feuchtem und trockenem Gasfluss
- Maximaler Taupunkt von 80 °C, entsprechend 47 % molarer Konzentration
- Mindestens 5 % relative Feuchte bei 20 °C, entsprechend 0,1 % molarer Konzentration (oder trocken)
- Programmierbare Feuchterampen/-stufen
- Einfache Befüllung, auch während des Betriebs
- Integrierte Software für Feuchtemessungen

Wasserdampfgenerator

Wasserdampföfen

- Dampf durch Verdampfung von flüssigem Wasser
- Maximale molare Konzentration von 100 %
- Verdünnung durch Inertgas möglich
- Die minimale molare Konzentration beträgt 5% (oder trocken)
- Gasdichter Wasserbehälter



Wasserdampfgenerator



Feuchtgenerator, angeschlossen an die TMA 512 Hyperion®

Wasserstoffforschung *mittels H_2 Secure*



Das von NETZSCH entwickelte H_2 Secure-Konzept bietet eine Komplettlösung für die Durchführung von Tests in Umgebungen mit unterschiedlichen Wasserstoffkonzentrationen bei maximaler Sicherheit. Diese Flexibilität wird durch ein umfassendes, in das System integriertes Sicherheitsprotokoll ermöglicht, das eine nahtlose Durchführung komplexer Oxidations-Reduktionszyklen und die präzise Analyse der Reaktionskinetik und des Materialverhaltens unter verschiedenen Bedingungen erlaubt.



Aufbau

- 1 Wasserstoff-Gas-Versorgung**
Wasserstoff kann über einen H_2 -Generator oder eine H_2 -Flasche an den mit dem speziellen H_2 -Gasausslass an der Rückseite der TMA über integrierte Sicherheitsventile angeschlossen werden.
- 2 Optimierter Gasweg**
Sorgt für präzise Gas-konzentrationen, z.B. bis zu 100 % Wasserstoff bei gleichzeitiger Schutzgasatmosphäre.
- 3 Kontinuierliche Überwachung der Gaskonzentration**
Der TMA-Ausgangsstrom wird kontinuierlich auf H_2 - und O_2 -Konzentrationen überwacht.
- 4 H_2 Secure Box**
Die zentrale Kommunikations-box steuert die Signale und die Freigabe oder Sperrung der Gasströme in Abhängigkeit von den eingestellten H_2 - oder O_2 -Grenzwerten.

Detailliertere Einblicke durch Kraftmodulation

Simultane Messung von Kraft- und Wegsignal

Die auf die Probe wirkende Kraft wird elektromagnetisch erzeugt. Dies gewährleistet eine schnelle Reaktionszeit bei Experimenten mit wechselnden Lasten. Ein hochempfindlicher Kraftsensor (digitale Auflösung $< 0,01 \text{ mN}$, max. Kraft $\pm 4 \text{ N}^*$) misst kontinuierlich die über die Schubstange ausgeübte Kraft und regelt diese automatisch nach. Damit unterscheidet sich die NETZSCH TMA 512 *Hyperion*® von anderen Geräten, die nur mit voreingestellten Werten arbeiten.

Von empfindlichen bis zu steifen Materialien

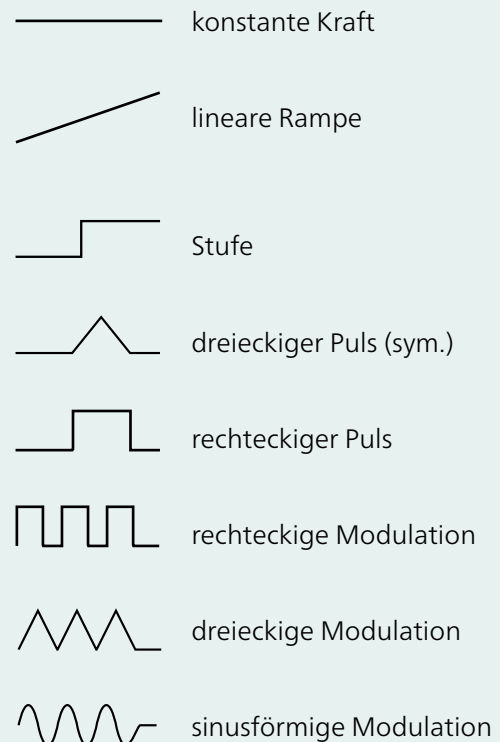
Mit der elektronischen Steuerung kann der Anwender den Kraftwert im mN-Bereich einstellen. So können auch empfindliche Materialien wie dünne Fasern oder Folien geprüft werden. Bei größeren Geometrien kann mit der TMA 512 *Hyperion*® *Supreme* eine Kraft von bis zu 4 N^* aufgebracht werden. Die Kraft, die auf die Probe ausgeübt wird, kann über die Software verändert werden. Dadurch können Versuche, wie z.B. Kriechversuche, mit minimalem Aufwand durchgeführt werden.

Bestimmung viskoelastischer Eigenschaften wie Kriechen und Spannung/Dehnung

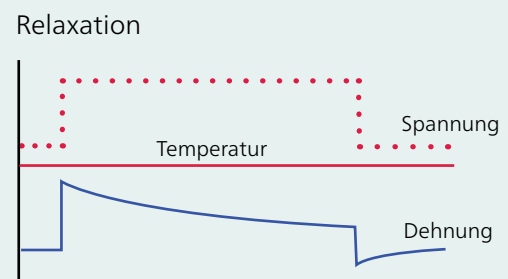
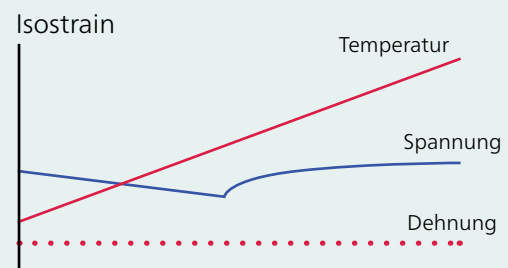
Die TMA 512 *Hyperion*® bietet die Möglichkeit, die dL-Verschiebung zu begrenzen und die entsprechende Kraft zu messen. Dies kann z.B. in einem Spannungs-Relaxations-Test verwendet werden, bei dem eine Probe bei einer definierten Temperatur um einen bestimmten Betrag gedehnt wird. Während der Untersuchung wird die Verformung konstant gehalten und der Verlauf der Kraft aufgezeichnet. Die Kraft nimmt aufgrund der Materialrelaxation kontinuierlich ab. Die Spannungsrelaxation wird schließlich durch die nach einer definierten Einwirkungszeit gemessene Eigenspannung definiert, so dass aus dem Spannungs-Zeit-Diagramm sowohl das Spannungs-Relaxations-Verhalten als auch die Werte für die Relaxationsrate und -zeit abgelesen werden können.

* nur *Supreme*

Kraftregelung



Regelung des Wegsignals



Softwareeigenschaften für bessere Ergebnisse

Density Determination

Diese Softwareoption ermöglicht die Bestimmung der Dichte- und Volumenänderung von Proben auf der Grundlage der gemessenen Wärmeausdehnung. Sie kann unter anderem für Feststoffe, Flüssigkeiten oder Fest-Flüssig-Übergänge eingesetzt werden.

Ratenkontrolliertes Sintern (RCS)

Mit RCS können Sie die Sintergeschwindigkeit während einer TMA-Messung durch präzise, nichtlineare Heizprofile steuern. Diese optimieren die Mikrostruktur und Verdichtung Ihrer Materialien. Das Temperaturprogramm des Ofens wird so gesteuert, dass die für die Probe vordefinierte Sintergeschwindigkeit erreicht wird. Je nach gewähltem RCS-Modus wird der Ofen möglicherweise nicht mehr mit konstanter Geschwindigkeit beheizt. Der Heizvorgang kann je nach Sinterverhalten der Probe gestoppt, gestartet oder kontinuierlich angepasst werden. Das gemessene Temperaturprofil kann anschließend zur Optimierung des Produktionsprozesses verwendet werden.

Temperaturmodulierte TMA

Die Temperaturmodulation in der TMA trennt reversible Effekte wie Glasübergänge von nicht reversiblen Prozessen wie Relaxation oder Verdampfung. Bei Sinteruntersuchungen ist es möglich, Schrumpfung und Ausdehnung zu trennen. Bei temperaturmodulierten TMA-Messungen kann die Modulationsamplitude und -periode segmentweise bestimmt werden. Die Auswertesoftware ermöglicht die Bestimmung von

- Gesamt-dL
 - Reversierenden und nicht reversierenden dL
 - Gesamter CTE
 - Reversierender und nicht reversierender CTE
 - Amplitude und Phase
- mit grafischer Darstellung der Ergebniskurve in Mehrfenstertechnik. *Proteus*® bietet auch die Möglichkeit, Diagramme zu exportieren und Daten auszudrucken oder als ASCII-Dateien zu exportieren.

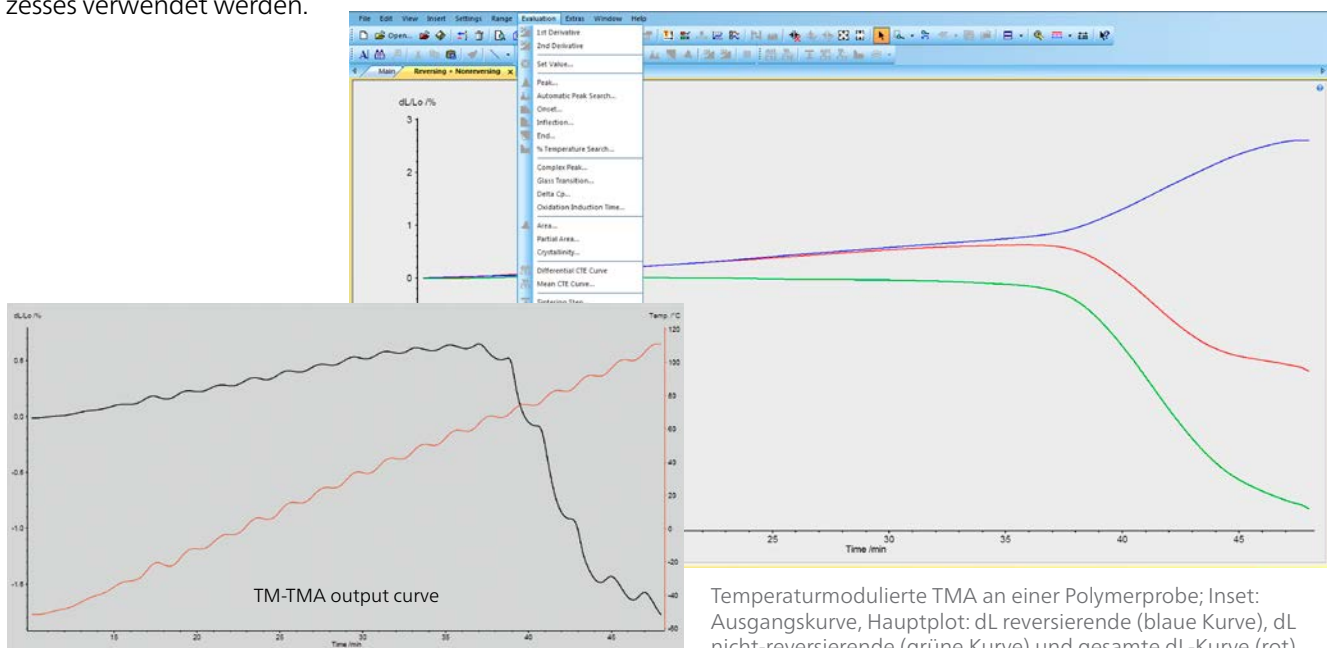
Patentierter* c-DTA®

Das c-DTA®-Signal ermöglicht die gleichzeitige Analyse von Längenänderungen und endothermen/exothermen Effekten. Es kann auch zur Temperaturkalibrierung verwendet werden.

* DE102013100686

Prozessoptimierung durch Vorhersage: Kinetics Neo

Angesichts steigender Energiekosten und wachsender Anforderungen an die Qualität keramischer Produkte ist die Optimierung von Produktionsprozessen wichtiger denn je. Kinetics Neo bietet eine hochmoderne Lösung, die Präzision und Effizienz vereint, um die Keramikherstellung zu revolutionieren und sowohl Zeit und Ressourcen zu sparen, ohne die Qualität zu beeinträchtigen.



Mit nur einem Klick zu verlässlichen Ergebnissen!

Eingabeassistent für einen schnellen Messstart und automatische methodenbasierte Auswertung

Die *Proteus*®-Software ermöglicht die Anwendung von Methoden aus bereits durchgeführten Messdateien auf neue Messungen mit einem Mausklick und vereinfacht so den Prozess. So können z.B. die Auswerteschritte eines Referenztests in einer Methode gespeichert und nach Beendigung automatisch auf eine Probenmessung angewendet werden.

Darüber hinaus ist die Software in der Lage, alle Ergebnisse zu identifizieren, die von den benutzerdefinierten Qualitätskriterien abweichen.

AutoEvaluation – Auswertung auf Knopfdruck

AutoEvaluation ist eine Softwarefunktion, die sich durch Intelligenz made by NETZSCH auszeichnet. Die Auswertung thermoanalytischer Messkurven ist ein eigenständiger Prozess, der unabhängig von vordefinierten Makros arbeitet, was eine enorme Unterstützung und Zeitersparnis bedeutet.

AutoEvaluation bietet spezielle Funktionen für die Auswertung verschiedenster Materialien. Bei der Messung von Polymeren findet *AutoEvaluation* den Beginn des Glasübergangs sowie die Peaks der Erweichungspunkte und wertet diese mit nur einem Klick aus.

Identify – Identifizierung und Klassifizierung von TMA-Kurven

Die *Identify*-Datenbank ist ein hochmodernes Werkzeug für die Materialprüfung, das den Vergleich einer bestimmten Kurve mit anderen individuellen Kurven (z.B. Kurvengruppen in der Qualitätskontrolle) oder mit Literaturdaten aus ausgewählten Bibliotheken ermöglicht. Alle vom Anwender erstellten Bibliotheken und Klassen können in *Identify* bearbeitet oder erweitert werden.

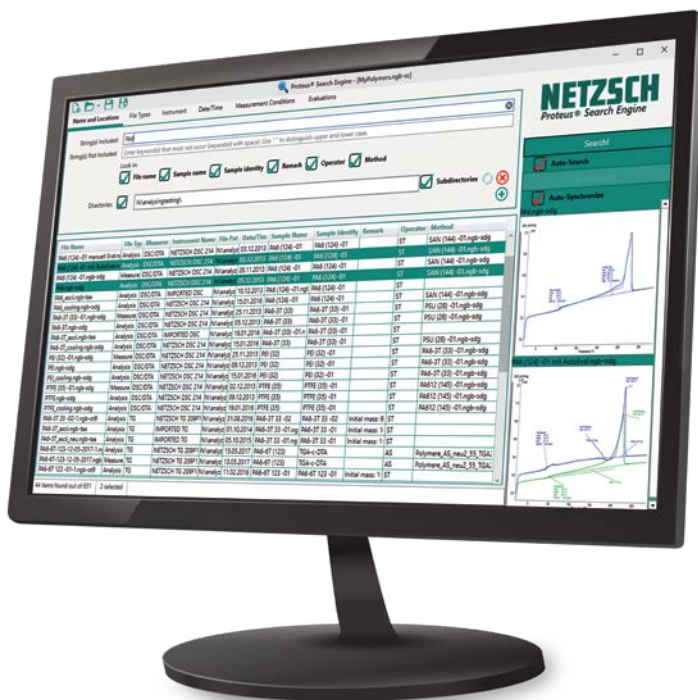
Die Standardbibliotheken mit mehr als 1100 Einträgen umfassen Messungen und Literaturdaten für DSC, c_p , TG, und DIL/TMA aus den Anwendungsbereichen Polymere, Organika, Lebensmittel, Pharmazeutika, Metalle/Legierungen, Keramik, Anorganika und chemische Elemente.

Die Datenbankeinträge können nach verschiedenen Kriterien gefiltert werden und Messkurven – auch verschiedener Typen – können zu Vergleichszwecken überlagert werden.

LabV®*

- **Digitale Arbeitsabläufe**
Optimieren Sie Ihre Prozesse mit automatisierten Workflows und einer intuitiver Benutzeroberfläche.
- **Datenplattform**
Verbinden Sie alle Ihre Prüfgeräte und IT-Systeme für eine umfassende End-to-End-Prozessintegration.
- **KI-gestützter digitaler Assistent**
Die erste Datenplattform, die Laboren den Zugang zu KI über natürliche Sprache ermöglicht.

* LabV® Intelligent Solutions GmbH ist ein Mitglied der NETZSCH Gruppe
www.LabV.io



Proteus® Search Engine

- Effizientes Datenmanagement
- Direkter Zugriff und Sortieren der Daten nach Kriterien
- Schnelle Anzeige und Analysevorschaue ohne Öffnen von Dateien
- Schnelles und einfaches Auffinden von Daten
- Suche z.B. nach Gerätenamen, Methode, Anwender, Datei- und Signaltyp, Datum, Messbedingungen oder ausgewerteten Effekten

Auf einen Blick – die Highlights der TMA Proteus®-Software

Select

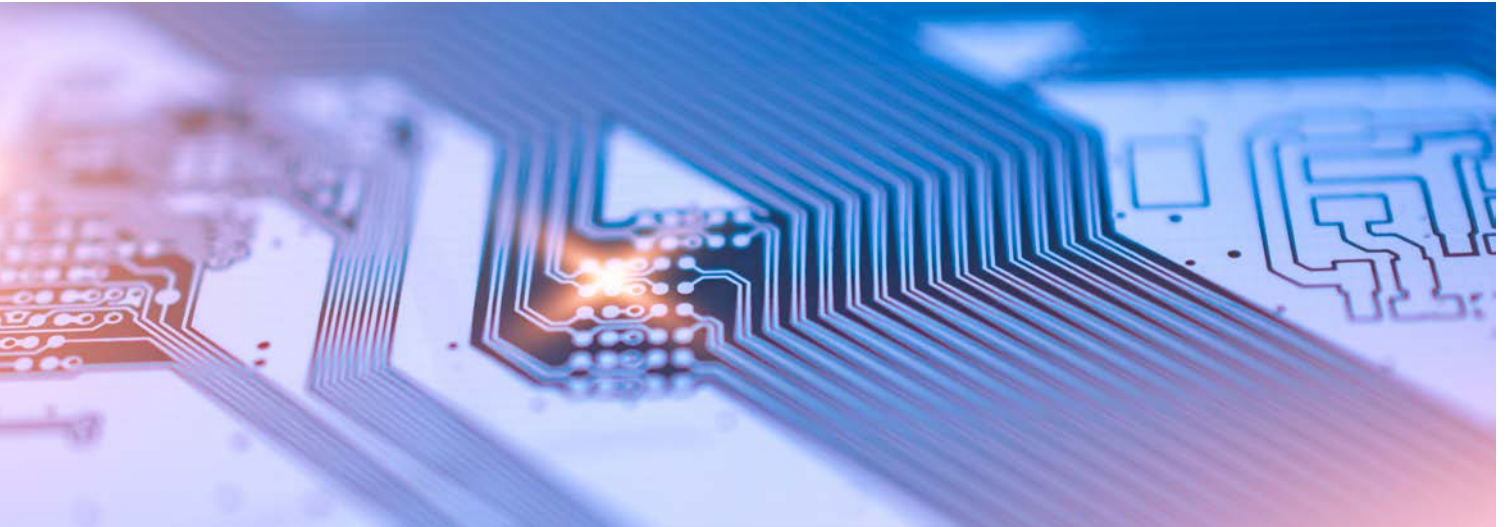
Supreme

Reportgenerator	■	■
Erweichungspunktbestimmung	■	■
Automatische Erfassung der Probenlänge	■	■
Wegregelung	■	■
Krafteinstellung/-segment	■	■
Eco-Modus	■	■
AutoEvaluation	■	■
Identify	□	■
c-DTA® (kalorische Effekte oder Kalibrierung)	□	■
Kraftmodulation	□	■
Temperaturmodulation	□	■
Dichtebestimmung	□	□
Ratenkontrolliertes Sintern (RCS)	□	□
Kinetics Neo	□	□
Proteus® Search Engine	□	□

■ In der Standardkonfiguration enthalten

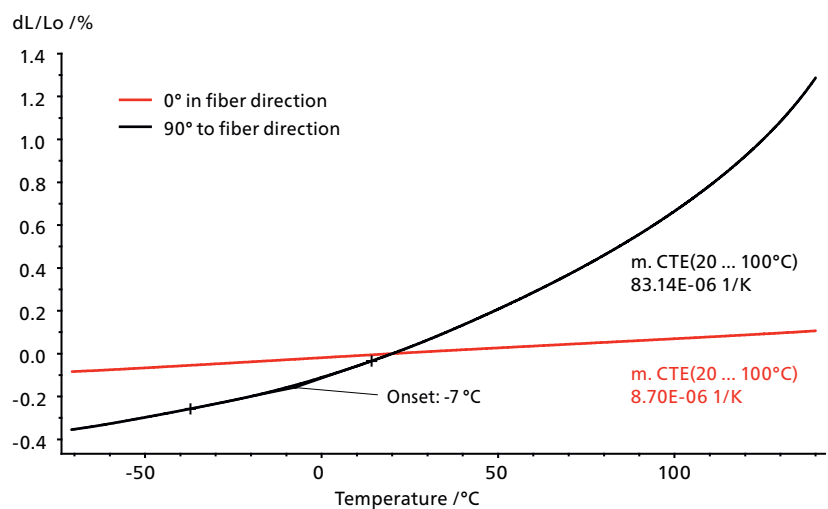
□ Option

APPLIKATIONEN



Anisotropes Verhalten in Verbundwerkstoffen

Mit der TMA lässt sich die Glasübergangstemperatur (T_g) duro- und thermoplastischer Matrixverbundwerkstoffe bestimmen. Für thermoplastische Matrixverbundwerkstoffe wie PP-GF signalisiert der Glasübergang den Bereich, in dem das Material zu erweichen beginnt. Fasern und andere Füllstoffe verringern die thermische Ausdehnung beträchtlich. Der Grad der Anisotropie des Füllstoffs und die Füllstofforientierung haben großen Einfluss auf den linearen thermischen Ausdehnungskoeffizienten (CTE). So weisen unidirektionale Verbundwerkstoffe den CTE von Fasern in Faserrichtung auf. Sie zeigen auch eine Mischung des CTE von Matrix und Faser in Abhängigkeit des Faservolumenanteils senkrecht zur Faserrichtung. Die rote Kurve zeigt die Messung in Faserrichtung; der CTE wird von der geringen thermischen

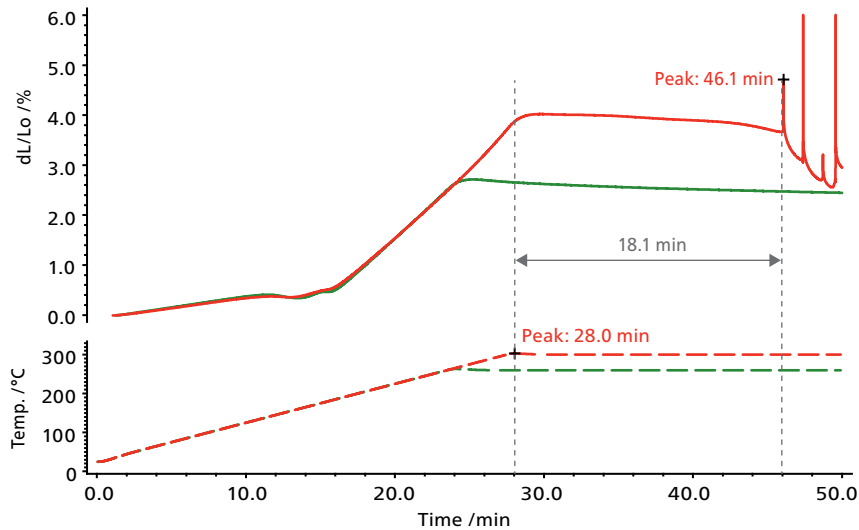


Komposit gemessen in zwei Richtungen; Probenlänge 25 mm, Heizrate 5 K/min von -70 °C bis 140 °C, N₂-Atmosphäre, Probenhalter aus Quarzglas für den Expansionsmodus

Ausdehnung der Glasfaser dominiert. Die Probe, die 90° zur Faserrichtung gemessen wurde, wird von der Polypropylenmatrix

dominiert und weist einen viel höheren Wert auf. Daher lässt sich der T_g von PP nur in dieser Richtung gemessen beobachten.

Das richtige Material für die Funktionselektronik spezifizieren



Bestimmung der Zeit bis zur Delamination an einer FR4-Verbundleiterplatte. Probengröße 6,35 mm² gemäß IPC-Norm, 2-stündige Trocknung vor der Messung bei 105 °C, Heizrate 10 K/min, N₂-Atmosphäre, Probenhalter aus Quarzglas; Isothermsegment bei 260 °C bzw. 300 °C.

Die Elektronikfertigung fordert die Messung der thermischen Ausdehnung, des Glasübergangs und des Erweichungspunktes nach IPC-Norm (siehe IPC-TM-650 2.4.24.1 Zeit bis zur Delamination (TMA-Methode)). Nach der Umstellung auf bleifreie Lötverfahren in der Leiterplattenproduktion stieg die Schmelztemperatur des Lötmaterials an. Dies führte aufgrund der höheren thermischen Belastung zur Delamination von Leiterplatten und Baugruppen. Die Hersteller reagierten darauf mit der Umstellung auf FR4-Substrate mit einem höheren T_g. Dennoch werden auch heute die meisten FR4-Substrate mit allgemeinen Materialspezifikationen bestellt, die in ihren Materialeigenschaften variieren können.

Beim Glasübergang nimmt die Ausdehnungsrate der Epoxidmatrix zu, was zur Delamination zwischen Fasern und Matrix und somit Produktversagen führen kann.

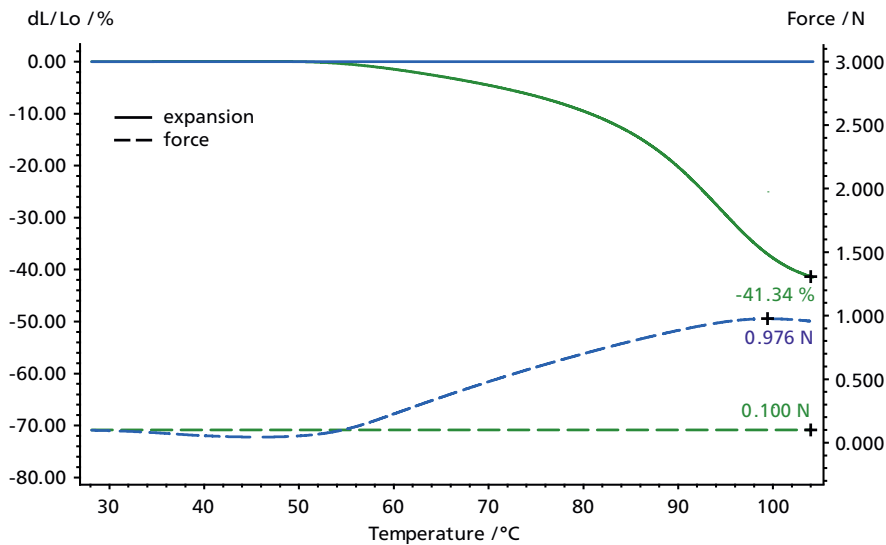
Die Abbildung zeigt eine Messung an einem FR4-Verbundwerkstoff, bei der die Zeit bis zur Delamination aufgezeichnet wurde. Es wurden zwei Messungen durchgeführt; eine nach IPC-Norm mit einer isothermen Temperatur von 260 °C (grüne Kurve) und eine zweite mit einer isothermen Temperatur von 300 °C (rote Kurve). In der 260 °C-Messung ist keine Delamination zu beobachten, wohingegen bei der 300 °C-Messung die Zeit bis zur Delamination nach 18,1 (Zeitpunkt nach Start des Isothermsegmentes) eintritt.

Thermische Ausdehnung – ein Grund für das Versagen elektronischer Produkte



Typische Verfärbung als Zeichen der beginnenden Degradation: links: vor der Messung, Mitte: nach der Messung bis 260 °C, rechts: nach der Messung bis 300 °C. Beide gemessenen Proben zeigen keine sichtbare Delamination, jedoch ist die TMA-Methode empfindlich genug, diese bei 300 °C nachzuweisen.

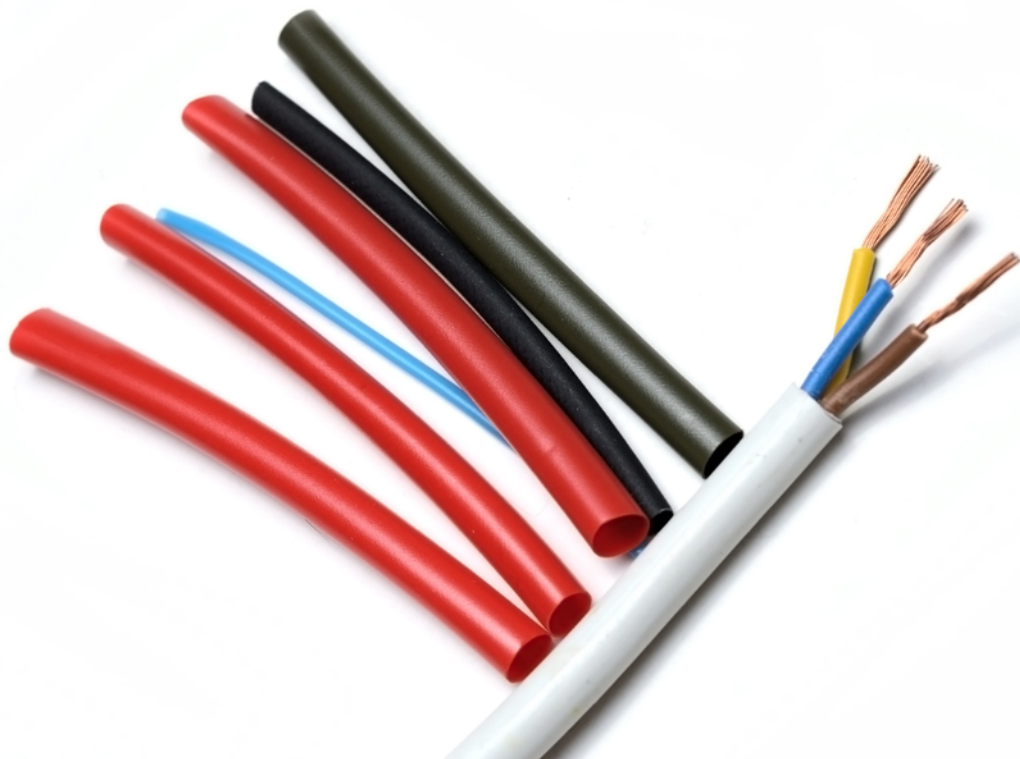
Untersuchung eines Schrumpfschlauchs



Messungen an einem Schrumpfschlauch unter konstanter Kraft (grüne Kurven) und unter konstanter Auslenkung (blaue Kurven). Aufheizung von RT bis 120 $^{\circ}\text{C}$, N_2 -Atmosphäre, Probenlänge 25 mm (blau) bzw. 10 mm (grün).

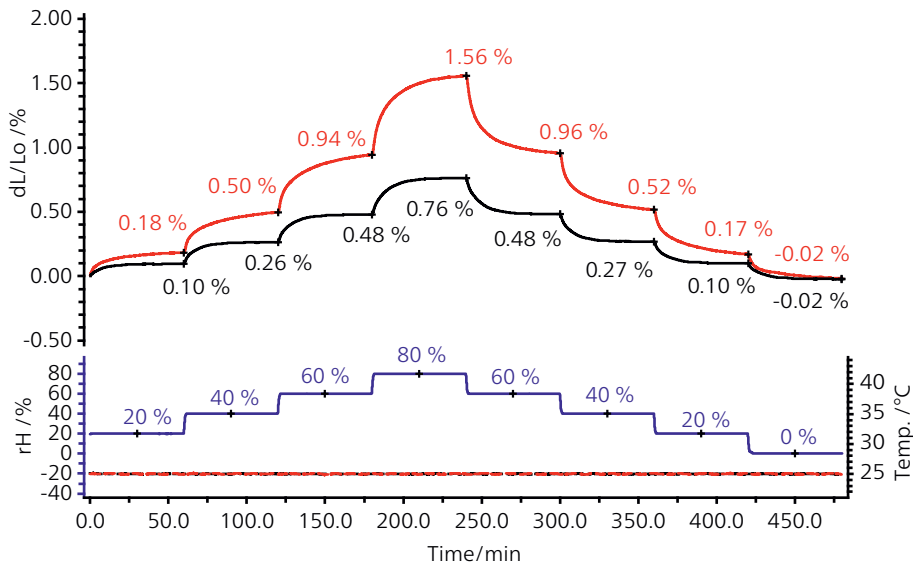
Schrumpfschläuche, auch als Schrumpfmuffen bekannt, werden zur Reparatur und Isolierung von Drähten und Kabeln verwendet. Nach dem Aufziehen des Schlauchs auf das Kabel wird zur Schrumpfung eine Wärmequelle eingesetzt.

TMA-Messungen liefern Informationen, bei welcher Temperatur das Schrumpfen des Materials einsetzt und wie stark und mit welcher Kraft es schrumpft. Wird die Kraft konstant gehalten, beginnt die Probe bei ca. 60 $^{\circ}\text{C}$ zu schrumpfen und erreicht bei Messende einen Schrumpf um ca. 40 % (grüne Kurven). In der zweiten Messung wird die Wegamplitude konstant gehalten und die entsprechende Kraft gemessen (Maximum bei 0,98 N, blaue Kurven).



Definition idealer Produktions- und Einsatzbedingungen für Polymermaterialien

Feuchtaufnahme bei Biopolymeren – sichtbar gemacht mit TMA



TMA Messungen an zwei Biopolymeren unter definierter Feuchte.
Biopolymer 1 ohne Stärke (schwarze Kurve) und Biopolymer 2 mit 20 %
thermoplastischer Stärke, TPS, (rote Kurve)

Stärke ist ein weit verbreiteter, nachwachsender Rohstoff in Biopolymer-Blends. Sie dient nicht nur der Kostenreduktion, sondern beeinflusst gezielt mechanische und ökologische Eigenschaften. Aufgrund ihrer hydrophilen Natur reagieren stärkehaltige Materialien jedoch besonders empfindlich auf Umgebungsfeuchte. Daher ist es wichtig, den Einfluss der Feuchtaufnahme auf die Längen- bzw. Volumenänderung solcher Materialien besser zu verstehen.

In der gezeigten TMA-Messung wurde die Längenänderung zweier Biopolymere – Biopolymer 1 (ohne Stärke) und Biopolymer 2 (mit 20 % thermoplastischer

Stärke, TPS) – über die Zeit unter definierten Feuchtebedingungen analysiert. Deutlich zu erkennen ist: Die Zugabe von TPS führt zu erhöhter Feuchtaufnahme und somit zu starker Quellung und Längenzunahme.

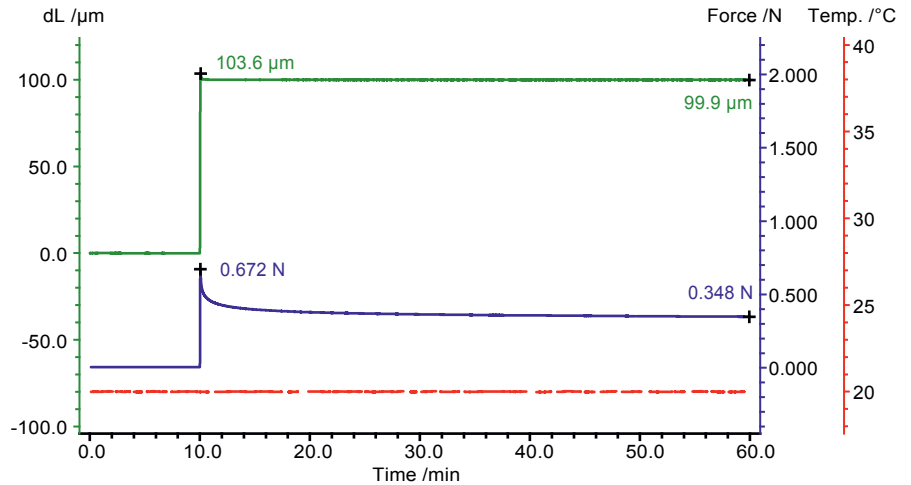
Besonders anspruchsvoll bei solchen Analysen ist die Probenvorbereitung. Biopolymere sind im vollständig trockenen Zustand meist spröde und schwer zu handhaben. Gleichzeitig wäre der Start der Messung im trockenen Zustand ideal. Für eine zuverlässige Analyse ist daher ein definierter Ausgangsfeuchtegehalt entscheidend – sowohl für das Handling als auch für reproduzierbare Ergebnisse.



Relaxation – eine wichtige Materialeigenschaft für Polymerfolien

Kunststoffverpackungen müssen flexibel, leicht und stabil sein. Außerdem sollten sie undurchlässig und bei Bedarf leicht zu sterilisieren sein. Die daraus resultierenden Eigenschaften werden durch das Material und die Verarbeitungsbedingungen bestimmt. Es ist auch wichtig, die Relaxationseigenschaften des Materials zu kennen. So lassen sich Vorhersagen über seine Ermüdungs- und Verschleißfestigkeit während des Gebrauchs treffen.

Polymerfolien zeigen die Tendenz, bei erhöhten Temperaturen zu entspannen, nachdem sie während der Verarbeitung vorgedehnt wurden. Aufgrund der Kriech- und Spannungs-Relaxation nimmt die Stabilität von Schrumpffolienverpackung im Laufe der Zeit ab. Im gezeigten Test wird die Probe unter konstanter Verformung gehalten, und der Verlauf der Zugkraft aufgezeichnet.



Relaxationsmessung einer LDPE-Folie, Quarzglasprobenhalter, gemessen bei Raumtemperatur und in Stickstoffatmosphäre, Probenlänge 10 mm, Probenbreite 5 mm

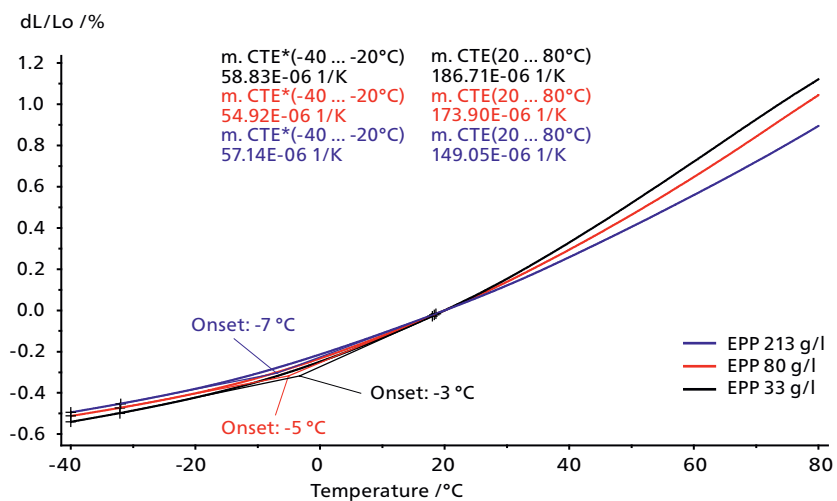




Thermische Ausdehnung von Isoliermaterial

Polymerschäume werden eingesetzt, wo geringes Gewicht, ein ausgezeichnetes Gewichts-/ Stabilitätsverhältnis sowie ein hervorragendes thermisches und akustisches Isolations- und Energieabsorptionsverhalten erforderlich sind.

Die Verwendung von Schaumstoffen wie EPS und EPP nimmt in der Bau- und Automobilindustrie zu. Materialien verschiedener Dichte zeigen ein unterschiedliches Ausdehnungsverhalten. Deshalb ist die thermische Ausdehnung ein wichtiges Qualitätskriterium bei der Auswahl von Dämmstoffen. Der Schaumstoff mit der geringsten Dichte (schwarze Kurve) weist hier im Beispiel rechts den höchsten CTE bei ähnlichem T_g auf.

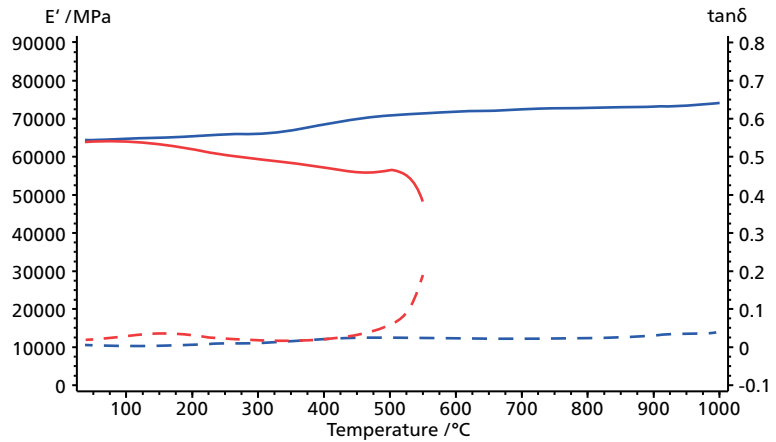


Ausdehnungsmessungen an drei verschiedenen EPP-Schäumen mit unterschiedlicher Dichte. Probenlänge 20 mm, Heizrate 5 K/min von -40 °C bis 80 °C unter N_2 -Atmosphäre, Probenhalter für Expansion aus Quarzglas, Probenbelastung von 50 mN

Vergleich der viskoelastischen Eigenschaften von Quarzglas und Flachglas

Diese TMA-Messungen an Quarzglas und Flachglas wurden in 3-Punkt-Biegung mit einer Heizrate von 5 K/min zwischen Raumtemperatur und 1000 °C bzw. 550 °C durchgeführt.

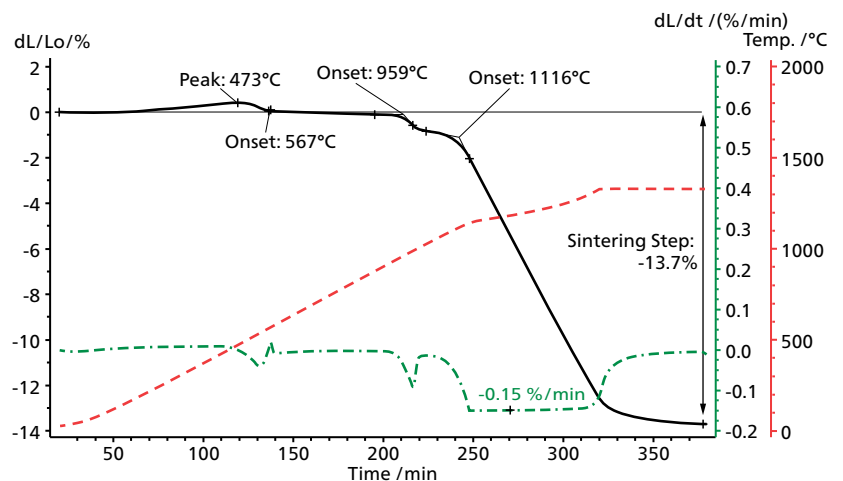
Wie für die meisten Materialien erwartet, nimmt der Modul für Flachglas (rote Kurve) mit zunehmender Temperatur bis zum Erweichungspunkt des Materials bei ca. 520 °C ab, was einen steilen Abfall der Steifigkeit und ansteigenden $\tan\delta$ (rote gestrichelte Linie) zur Folge hat. Im Gegensatz dazu zeigt das Quarzglas (blaue Kurve) mit zunehmender Temperatur eine erhöhte Steifigkeit.



Viskoelastisches Verhalten von Quarzglas (blau) und Flachglas (rot)
Kraftmodulation 0,5 Hz; statische Kraft 1,5 N; Amplitude 1,45 N;
Biege­länge 20 mm; Probendicke ca. 1 mm; Probenbreite ca. 4,8 mm.
E-Modul (durchgezogene Kurve) und $\tan\delta$ (gestrichelte Kurve)

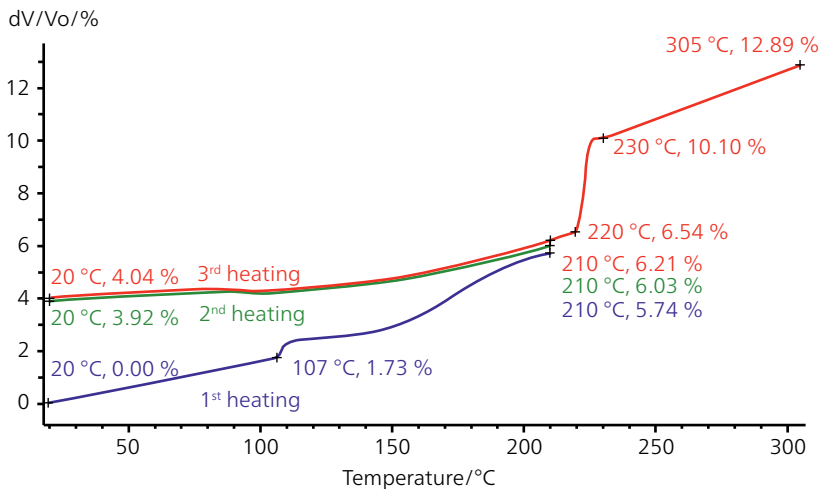
Verdichtung eines keramischen Grünkörpers mittels ratenkontrolliertem Sintern

Im ratenkontrollierten Sintermodus (RCS) wird das normalerweise linear geführte Temperaturprofil (rot) dem Sinterverhalten eines keramischen Grünkörpers angepasst. In der Längenänderungskurve (schwarz) ist die Dehydroxylierung von Kaolinit bei 473 °C durch die Quarzumwandlung bei 567 °C (Onset) überlagert. Bei 959 °C (Onset) findet eine zusätzliche Phasenumwandlung statt, bestätigt durch den Peak bei 215 min in der 1. Ableitungskurve (grün). Bei 250 min setzt das Sintern ein und der RCS-Modus hält die Sinterrate konstant bei 0,15 %/min. Die gesamte Sinterschwindung beträgt 13,7 % (schwarze Kurve).



RCS-Messung im Expansionsmodus (Al_2O_3 -Probenträger) mit SiC-Ofen zwischen RT und 1350 °C; Probenlänge: ca. 5,5 mm; Ø 6-7 mm; RT bis 1350 °C; Heizrate 5 K/min; Isothermsegment 60 min bei 1350 °C; RCS-Start bei 1040 °C, Start-/Stop-Modus, Schwellwert: 0,15 %.

Salzschmelzen – Analyse der thermophysikalischen Eigenschaften eines NaNO_3 - KNO_3 -Gemisches mit metastabilen Phasen



Temperaturabhängigkeit der Volumenänderung einer Salzmischung aus 50 mol% NaNO_3 und 50 mol% KNO_3 innerhalb von drei Heizzyklen. [*]



Probenbehälter für Salzschmelzen

Salzsysteme sind vor allem wegen ihrer Verwendung als Wärmeträger oder chemischer Reaktant in Schlüsselbereichen der Industrie wie Metallurgie, Kernenergie und Solarenergie von Bedeutung. Das NaNO_3 - KNO_3 -System ist Gegenstand umfangreicher Forschungsarbeiten aufgrund seiner potenziellen Verwendung als Wärmeträgerflüssigkeit und als Material zur Speicherung thermischer Energie (TES) in solarthermischen Kraftwerken (CSP). Das SolarSalt-Gemisch (bestehend aus 60% NaNO_3 und 40% KNO_3) wird aufgrund seiner vorteilhaften thermophysikalischen Eigenschaften in den meisten CSP-Anlagen eingesetzt.

In dieser Studie wurde die Volumenänderung einer Mischung aus 50 mol% NaNO_3 und 50 mol% KNO_3 (24 Stunden mit 20 kN gepresst) in einem speziell für die Untersuchung von Salzschmelzen

entwickeltem Grafitbehälter gemessen. Messungen an Salzschmelzen sind aufgrund ihrer hohen Korrosivität, des Kriecheffekts und der möglichen Dampfbildung eine Herausforderung.

Zwischen dem ersten und zweiten Aufheizzyklus wurden signifikante Unterschiede in den Phasenübergangstemperaturen und Volumenänderungen festgestellt (siehe Abbildung oben). Im dritten Aufheizzyklus wurde das Schmelzen der Mischung bei 220 °C beobachtet.

Diese Ergebnisse zeigen, dass die TMA zur genauen Bestimmung der Volumenänderung sowohl der festen als auch der flüssigen Phase eingesetzt werden kann. Darüber hinaus findet sie Anwendung für in-situ Beobachtungen des Sinterverhaltens von gepressten Salzpellets [*].

* Weitere Details dieser Studie und ein Vergleich dieses Materials mit anderen Analysemethoden (LFA, DSC, XRD) finden sich in dem Open Access Artikel, der unter der Creative Commons CC-BY Lizenz im Journal of Materials Research and Technology, Volume 36, Mai-Juni 2025 veröffentlicht wurde ([https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025\).03.128](https://doi.org/10.1016/j.jmrt.2025).03.128)): „Comprehensive analysis of thermal-physical properties of the NaNO_3 - KNO_3 mixture with metastable phases“, D. Sergeev, G. Nénert, D. Rapp, F. Beckstein, M. Schöneich, M. Müller, J. Gertenbach.

Unlimited Warranty



Das Engagement für Qualität geht bei NETZSCH weit über die Analysegeräte selbst hinaus. Wir wissen, dass Ihre Investition in Spitzentechnologie eine langfristige ist. Deshalb bieten wir Ihnen etwas Einzigartiges – unsere unbegrenzte Garantie.

Was bedeutet „Unlimited Warranty“?

Im Gegensatz zu anderen Garantien, die versteckte Einschränkungen haben können, ist die unbegrenzte Garantie von NETZSCH ein Beweis unseres Engagements für Ihren Erfolg. Solange es technisch möglich ist, stehen wir hinter unseren Analysegeräten und unterstützen Sie durch:

- **Attraktive Vertragspreise:** Nutzen Sie unser außergewöhnliches Preis-Leistungs-Verhältnis für die unbegrenzte NETZSCH Garantie.
- **Umfassenden Schutz:** Vom ersten Tag an und während der gesamten Lebensdauer Ihres Gerätes.

- **Kompetenten Service:** Erhalten Sie hochwertigen Service direkt von NETZSCH oder unseren autorisierten Händlern.
- **Kalkulierbare Kosten:** Mit unseren Wartungsverträgen können Sie Ihre Ausgaben sicherer planen.
- **Langfristige Zuverlässigkeit:** Unsere unbegrenzte Garantie stellt sicher, dass Ihr Gerät seinen Wert und seine Leistung behält.

Nutzen Sie dieses einzigartige Angebot für Ihre Bedürfnisse in der Thermischen Analyse, Rheologie und Brandprüfung.



<https://netzs.ch/unlimited-warranty>

TMA 512 Hyperion®

Select

Supreme

Design	Oberschalige Anordnung	Oberschalige Anordnung
Geräteinterface	Touch-Display	Touch-Display
Temperaturbereich	-70 °C bis 1500 °C/1600 °C*	-150 °C bis 1600 °C
Messbereiche/ Δl -Auflösung	500 μm ($\pm 250 \mu\text{m}$)/0,125 nm 5000 μm ($\pm 2500 \mu\text{m}$)/1,25 nm	500 μm ($\pm 250 \mu\text{m}$)/0,125 nm 5000 μm ($\pm 2500 \mu\text{m}$)/1,25 nm
Ofenhubvorrichtung	Einfach, motorisiert (Doppel optional)	Doppelt, motorisiert
Ofen	- IC-Ofen kompatibel mit Intracooler - SiC-Ofen	- SiC-Ofen - Stahlofen - IC-Ofen kompatibel mit Intracooler - Kupferofen - Wasserdampfofen
Aufheiz-/Abkühlrate	0,001 K/min bis 50 K/min	0,001 K/min bis 50 K/min
Kühlsysteme	- Intracooler für IC-Ofen - Lüfter für SiC-Ofen	- Intracooler für IC-Ofen - Lüfter für SiC-Ofen Für Stahl- und Kupferofen: - Flüssigstickstoff-Kühlung - Vortex-Rohr
Atmosphären	Inert, oxidierend, statisch, dynamisch, Vakuum, reduzierend	Inert, oxidierend, statisch, dynamisch, Vakuum, reduzierend
Feuchte Atmosphären*	nein	Feuchte, Wasserdampf
Wasserstoffatmosphäre*	Ja	Ja
Gasflussregelung	3-fach-Schalter oder 1-/3-/4-fach MFC*	1-fach MFC oder 3-/4-fach MFC*
Messmodi	Ausdehnung, Penetration, 3-Punkt-Biegung, Zug	
Kraft und Deformation	Simultane Messung von Kraft- und Wegsignal	
Kraftbereich (an der Probe)	0,001 N bis 3 N ohne zusätzliche Gewichte	0,001 N bis 4 N ohne zusätzliche Gewichte
Kraftauflösung	< 0,01 mN	< 0,01 mN
Auswechselbare Probenhaltersysteme	- Quarzglas: bis 1100 °C - Aluminiumoxid: bis 1600 °C	- Quarzglas: bis 1100 °C - Aluminiumoxid: bis 1600 °C
Spezielle Probenbehälter	Für Untersuchungen an Pasten, Pulvern, Flüssigkeiten, Metallschmelzen, Salzschnmelzen, Wachsen und in Immersion	
Kopplung*	Ja	Ja

* optional

Technische Daten

Die inhabergeführte NETZSCH Gruppe ist ein weltweit führendes Technologieunternehmen, das sich auf den Maschinen-, Anlagen- und Gerätebau spezialisiert hat.

Unter der Führung der Erich NETZSCH B.V. & Co. Holding KG besteht das Unternehmen aus den drei Geschäftsbereichen Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme, die branchen- und produktorientiert ausgerichtet sind. Ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleistet Kundennähe und kompetenten Service seit 1873.

NETZSCH Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 60 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.

Proven Excellence. ■

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42
95100 Selb, Deutschland
Tel.: +49 9287 881-0
Fax: +49 9287 881-505
at@netsch.com
<https://analyzing-testing.netsch.com>



NETZSCH®

www.netsch.com