

Thomas Hutsch

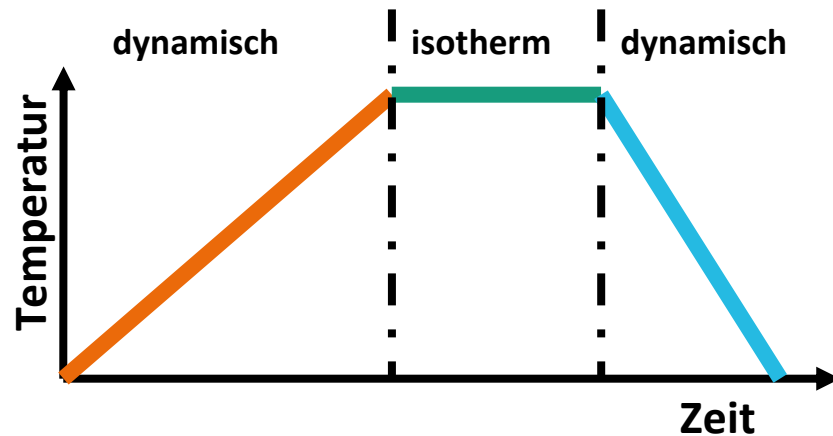
---

# 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

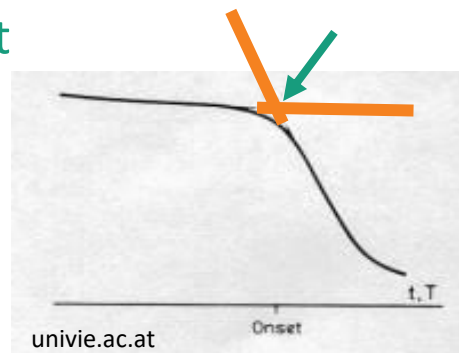
**Geräteeinfluss = Messsignal Korrekturfahrt – bekannter Effekt Referenz**

- Ermittelten Geräteeinfluss zur Bestimmung der unbekanntem Größe nutzen → Probefahrt

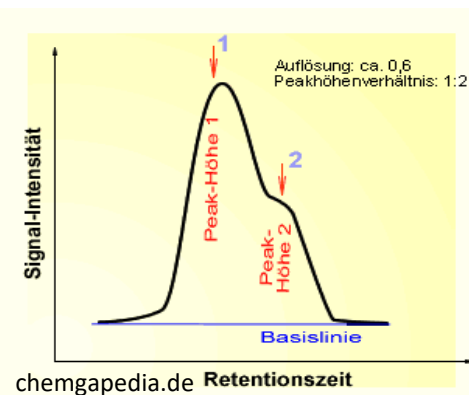
**Probeneffekt = Messsignal Probefahrt – Geräteeinfluss**

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

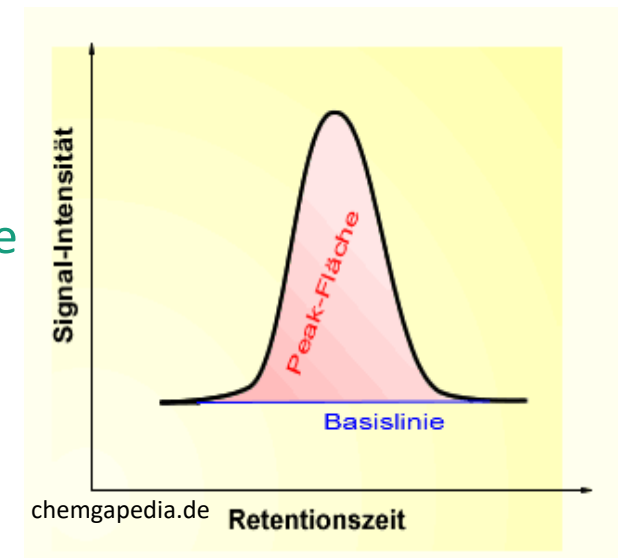
Onset



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 \*

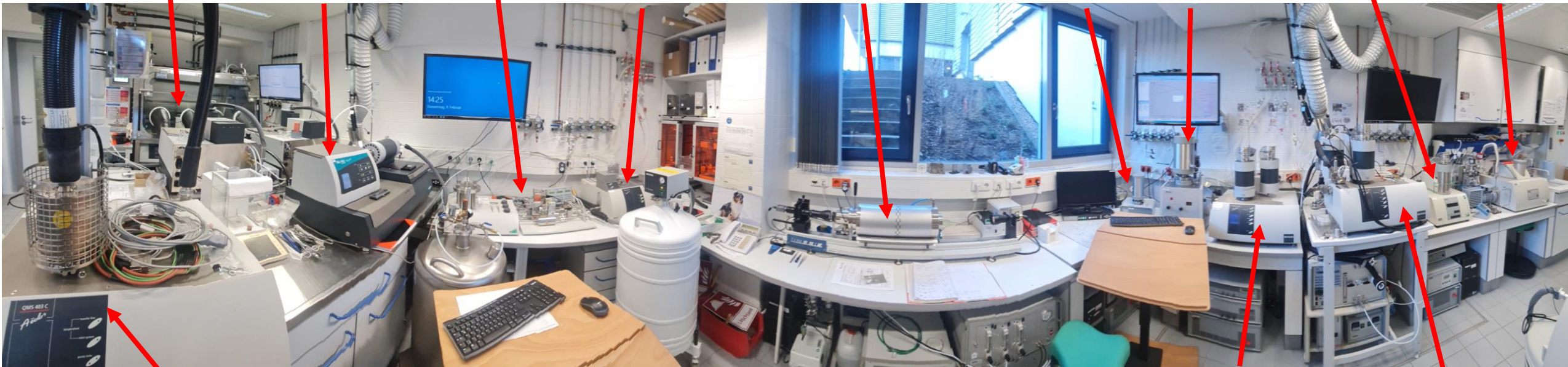
LINSEIS L74  
optisch

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 \*

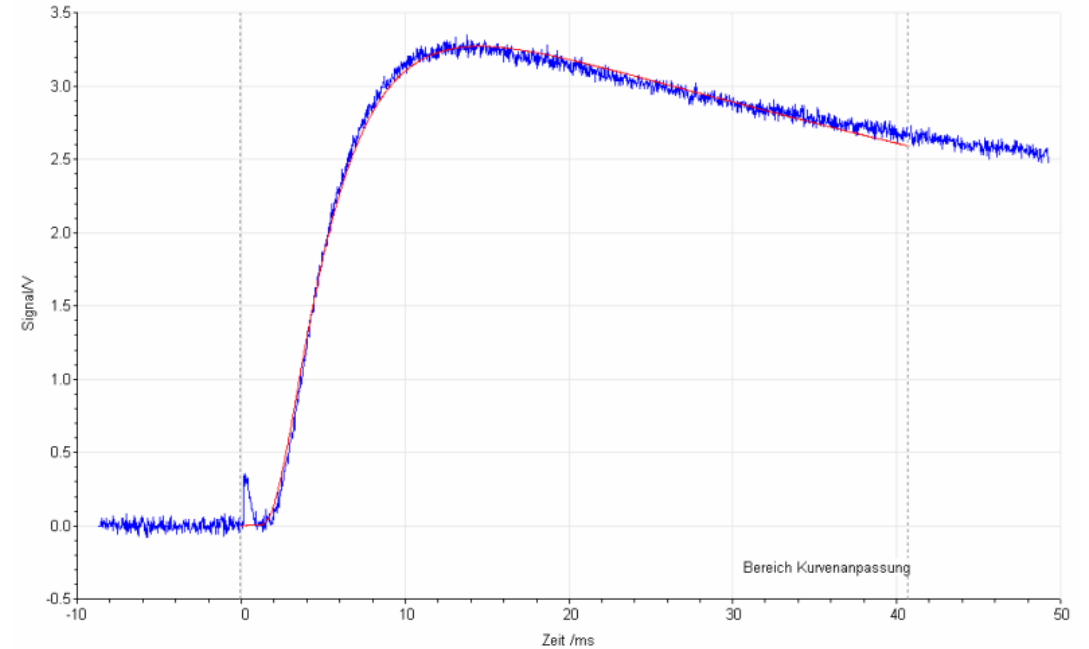
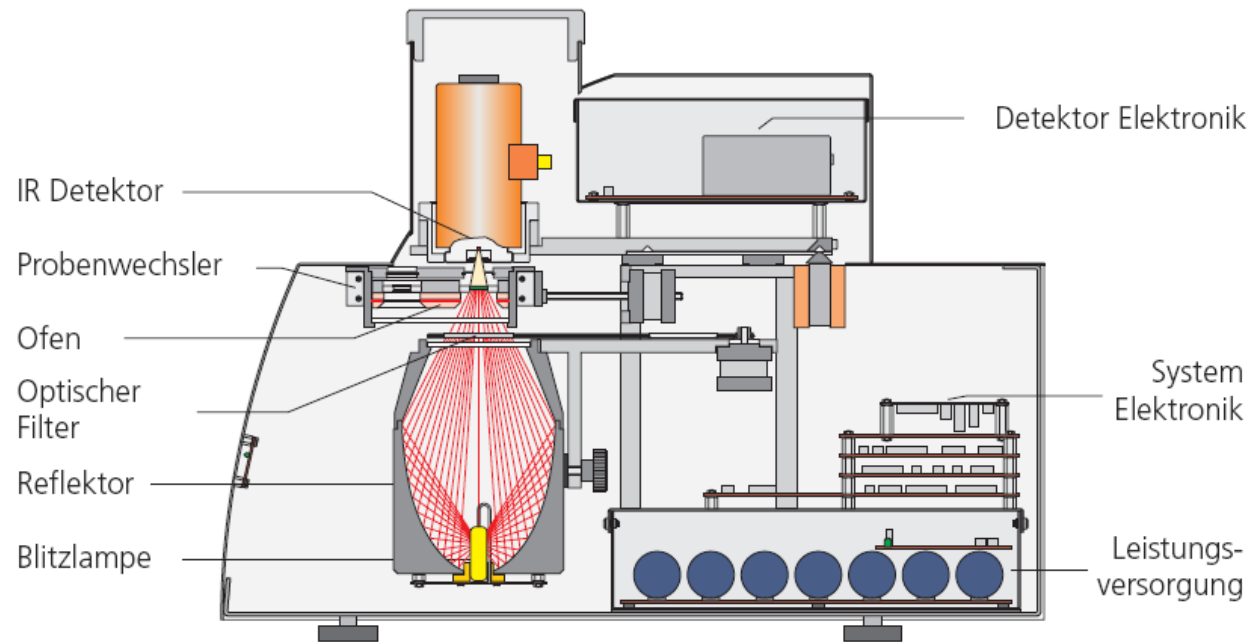
NETZSCH STA 449 F3,  
H<sub>2</sub>O Dampf-, H<sub>2</sub>  
tauglich SiC-Ofen \*

\* 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 <sup>2</sup> /s]
$c_p(T)$	spez. Wärmekapazität [J/gK]
$\rho(T)$	Dichte [g/cm <sup>3</sup> ]

**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 mm<sup>2</sup>/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 mm<sup>2</sup>/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 mm<sup>2</sup>/s  
WLF: 0,1 bis 4000 W/(m\*K)

# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

## Wärmeleitfähigkeit - Geräte

### Hotdisk TPS 2500S



### Spezifikationen

Temperaturbereich: RT

Atmosphäre: Luft

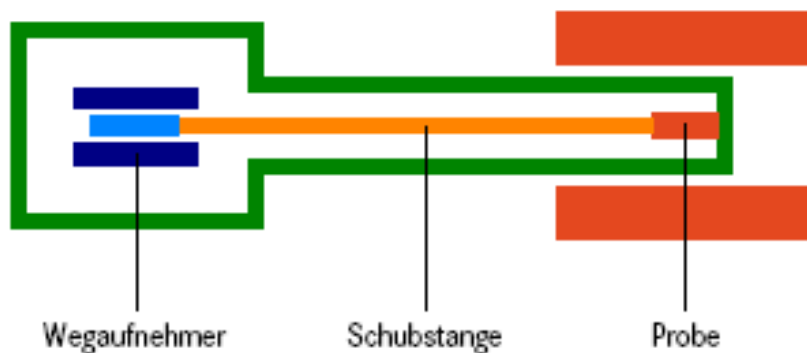
Messbereich:

TLF: 0,1 bis 100 mm<sup>2</sup>/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

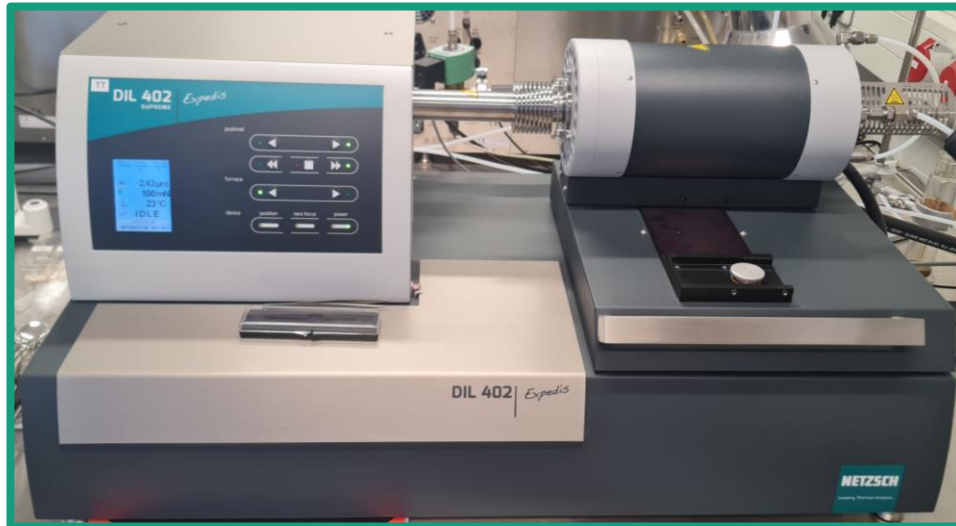
Probendurchmesser: bis 12 mm



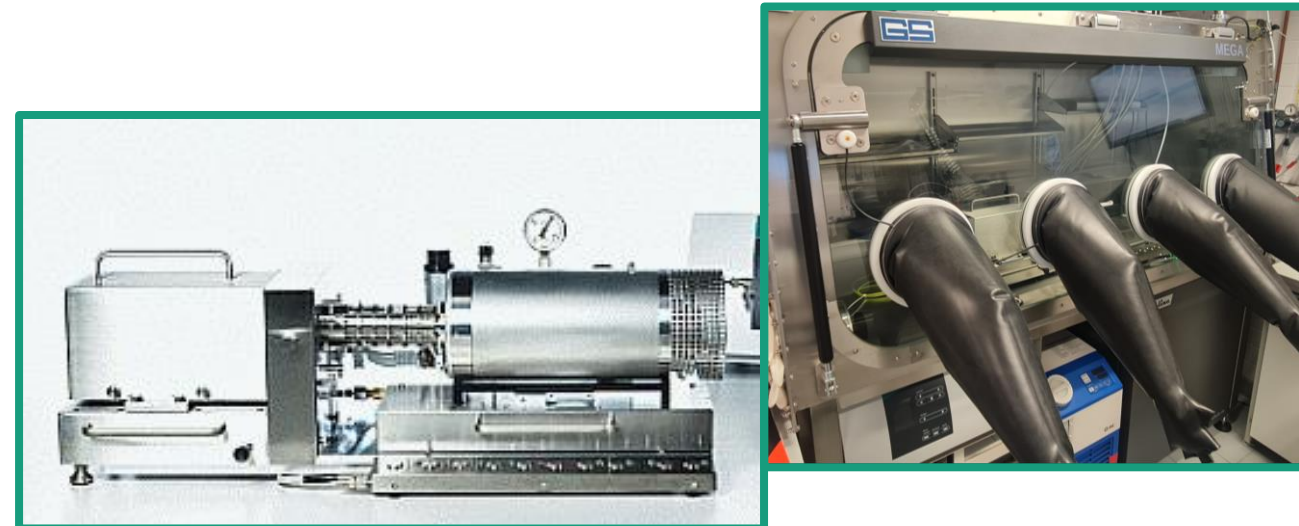
# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

## Verfügbare Methoden – Geräte Schubstangendilatometrie

NETZSCH DIL 402 Expedis



NETZSCH DIL 402 Expedis Supreme Glovebox

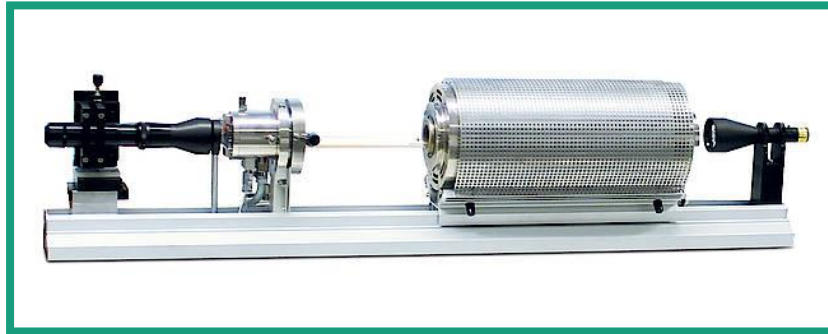


### Spezifikationen

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	

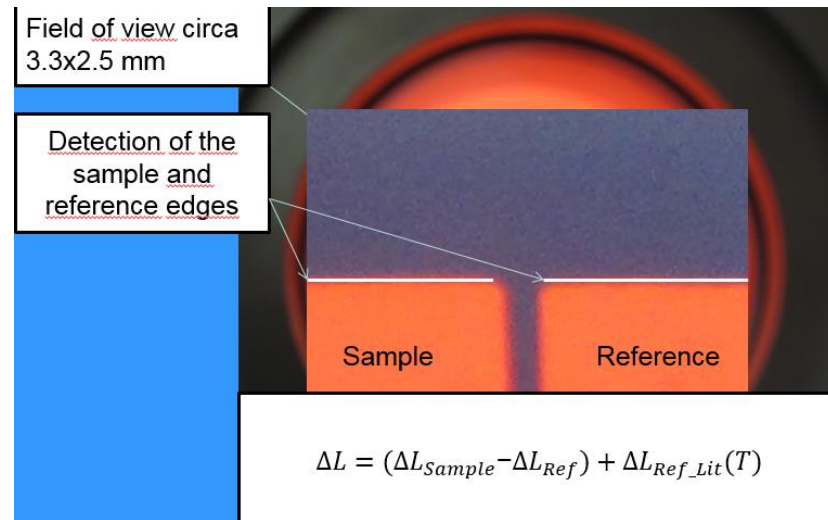
# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

## 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

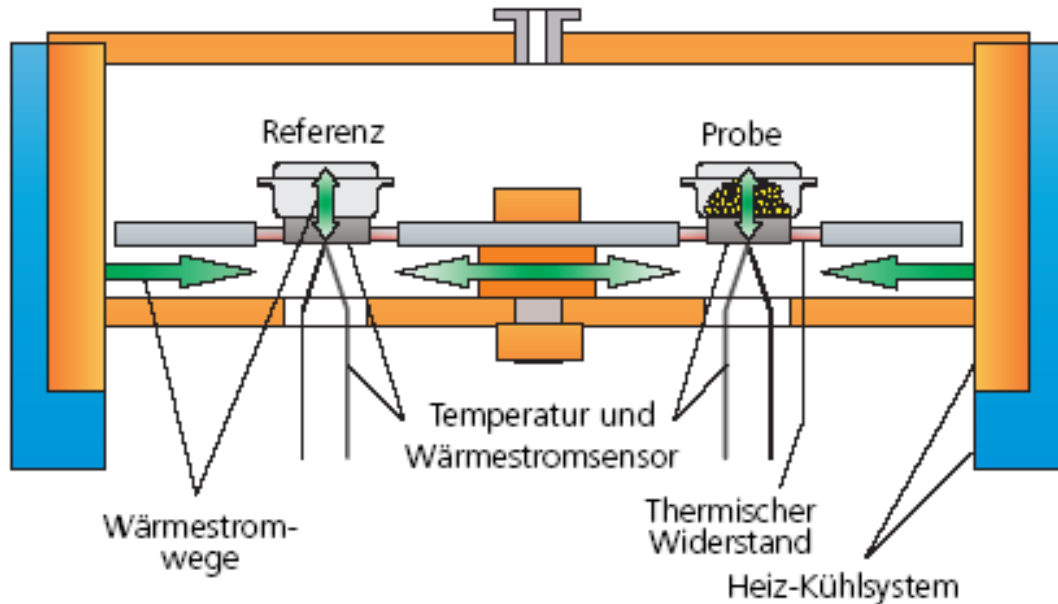
**Atmosphären:**

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)



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

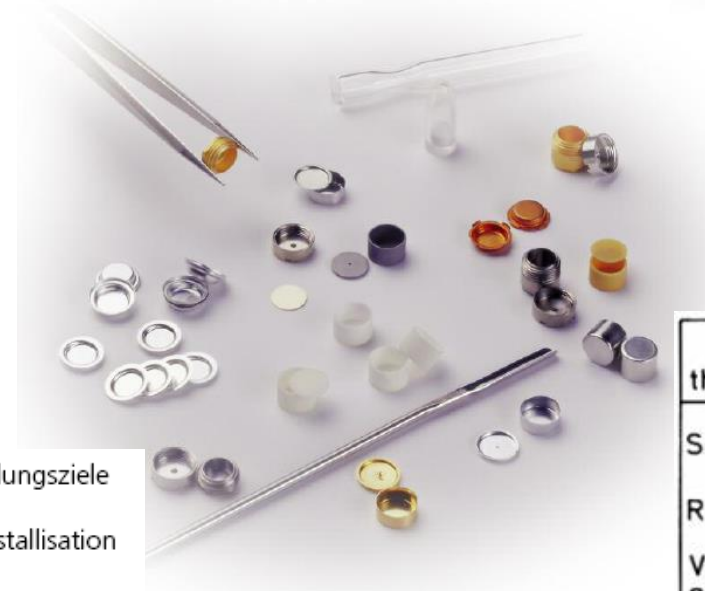
DSC     Wärmetonung  
 $V_{Ref}$     Thermospannung Referenz  
 $V_{Pr}$      Thermospannung Probe

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

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

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



thermischer Effekt	DSC ↑ exotherm
Schmelzen	<sup>4)</sup>
Rekristallisieren	<sup>4)</sup>
Verdampfen Sublimieren	<sup>2)</sup>
fest - fest Umwandlung	<sup>4)</sup>
Glasumwandlung	<sup>9)</sup> <sup>4)</sup>
Curie-Umwandlung	<sup>4)</sup>
Desorption	<sup>4)</sup>

# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

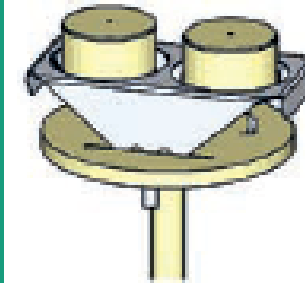
Verfügbare Methoden – Geräte Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Tieftemperatur- DSC Netzsch DSC 204F1 Phoenix



$\tau$ -Sensor

Hochtemperatur NETZSCH DSC 404 cell



DSC-c<sub>1</sub>

## Spezifikationen

Temperaturbereich:

-150°C bis 500°C (700°C)

RT bis 1450°C

Atmosphäre:

Inert (Ar, N<sub>2</sub>, He), Luft, (Ar/H<sub>2</sub>)

Heizrate:

bis 200 K/min

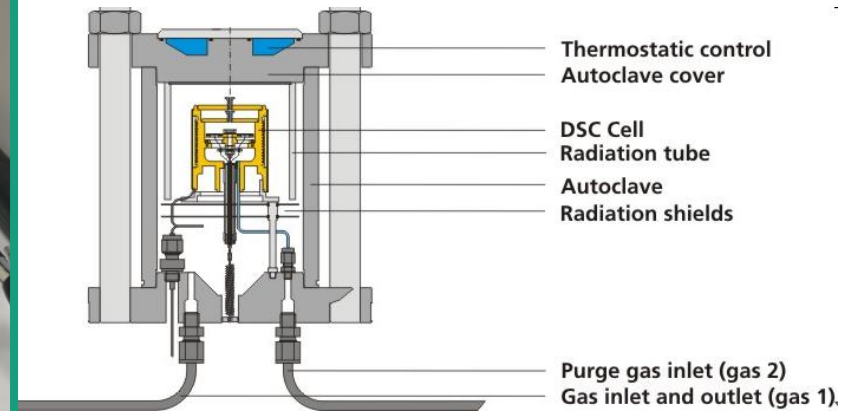
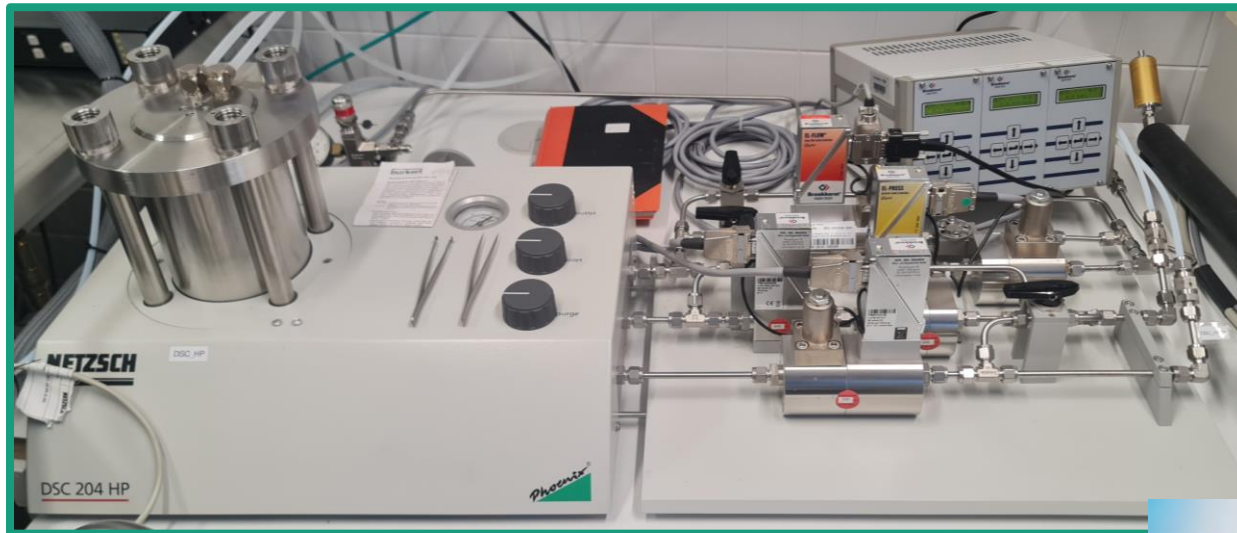
bis 50 K/min



# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Verfügbare Methoden – Geräte Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC)

Hochdruck- DSC Netzsch DSC 204 HP Phoenix

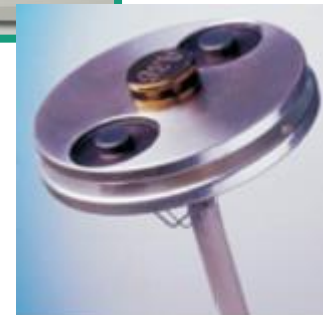


## Spezifikationen

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, H<sub>2</sub>, synth. Luft

Heizrate: bis 10 K/min

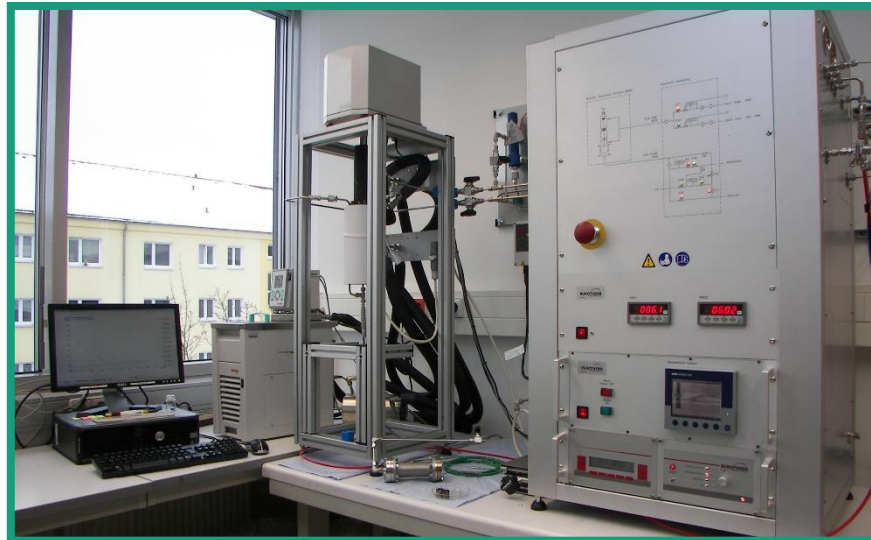


τ-Sensor

# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

## Verfügbare Methoden – Geräte Magnetschwebewaage

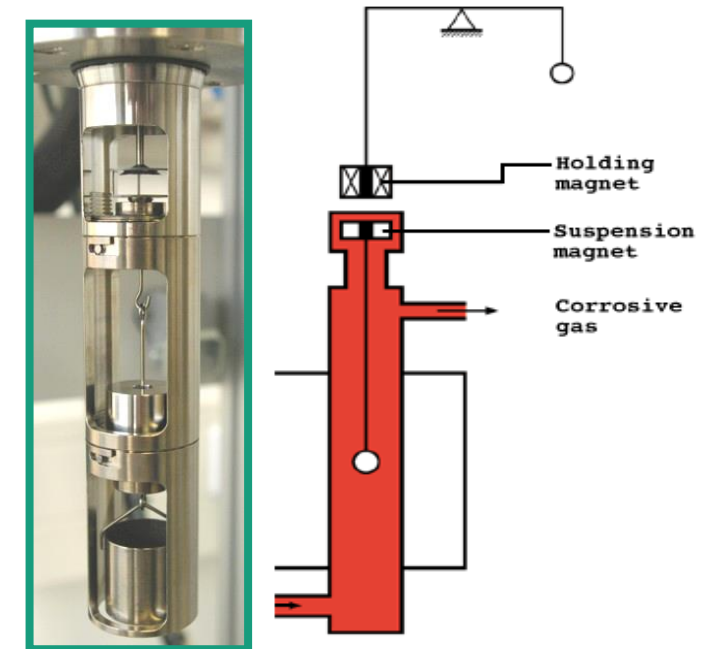
### RUBOTHERM Magnetic Suspension Balance (MSB)



#### Spezifikationen

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

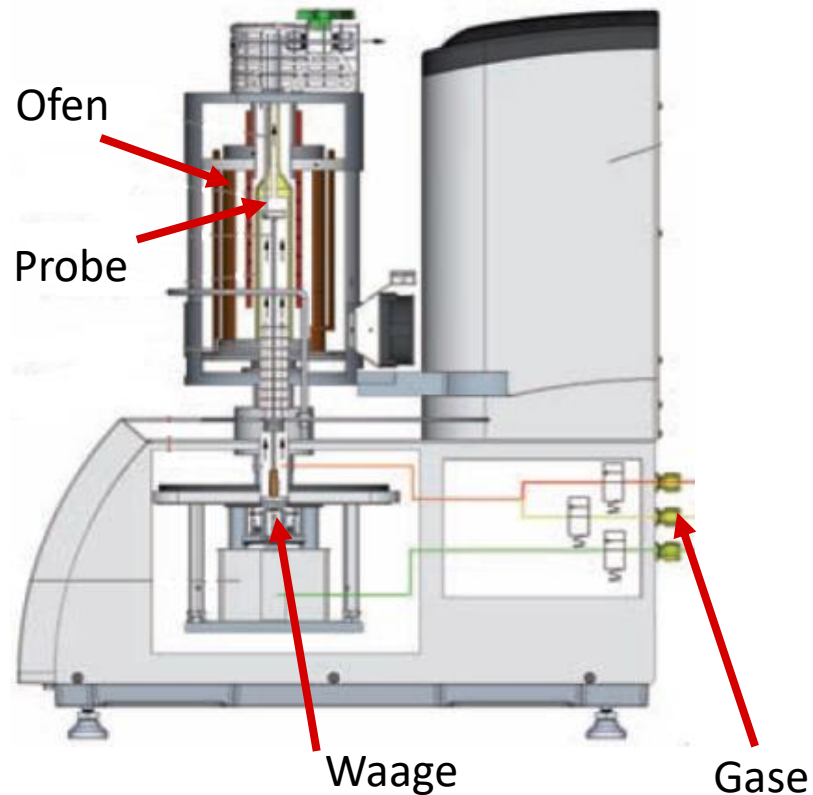
#### Messprinzip



**Reaktor und Waage  
voneinander getrennt**

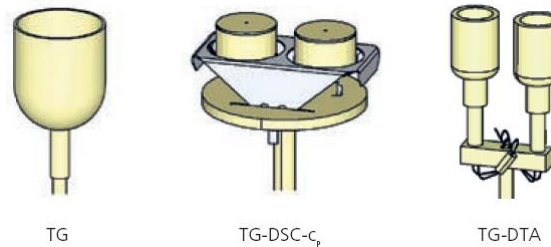
# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

## 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*

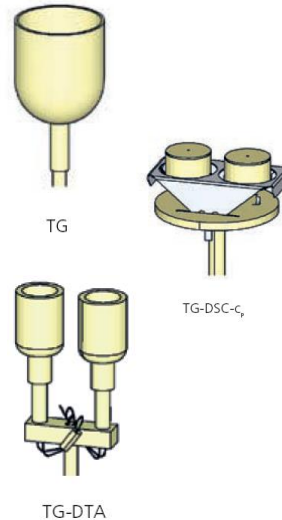
### TG-Analysemöglichkeiten:

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

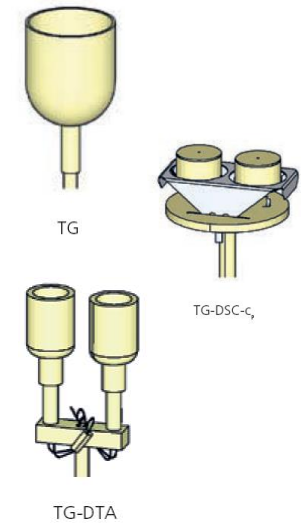
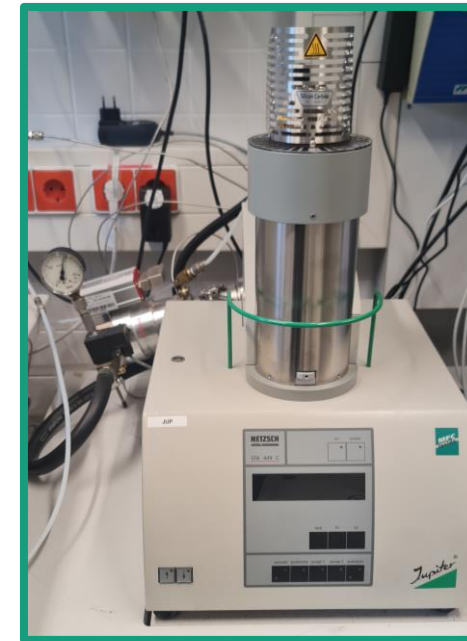
# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

## Verfügbare Methoden – Geräte Simultane Thermoanalyse (STA)

NETZSCH STA 409cell



NETZSCH STA 449C Jupiter



### Spezifikationen

Temperaturbereich:

RT bis 1600°C

Atmosphäre:

Vakuum, Inert (Ar, N<sub>2</sub>, He), Luft, Ar/H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>

Heizrate:

bis 20 K/min

TG-Auflösung:

2 µg

DSC-Auflösung:

< 1 µW

RT bis 1450°C

bis 50 K/min

0,5 µg

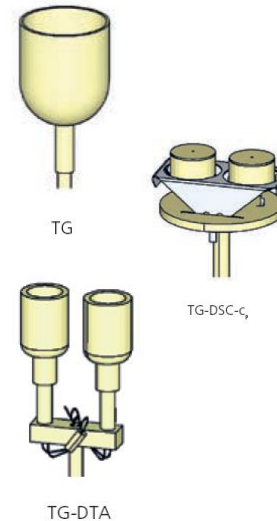
< 1 µW



# 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, N<sub>2</sub>, He, Luft, Ar/H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>, H<sub>2</sub>

bis 50 K/min

0,5 µg

< 1 µW

### Wasserdampf Ofen

RT bis 1250°C

Ar, Luft, H<sub>2</sub> befeuchtet

bis 10 K/min

0,5 µg

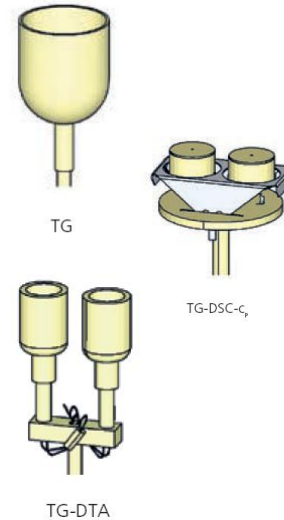
< 1 µW

Aufzeichnung der  
Feuchte vor und nach  
dem Ofen möglich

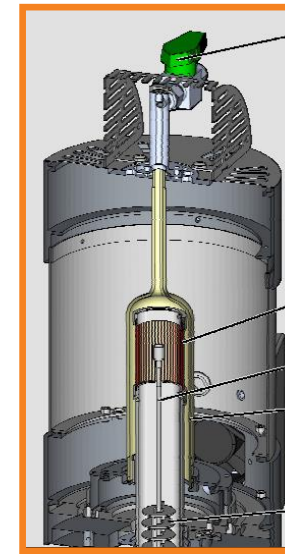
# Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

## Verfügbare Methoden – Geräte Simultane Thermoanalyse (STA)

### NETZSCH STA 449 F3 Jupiter



### High Speed Ofen



Gasauslass

Heizelement

Probenhalter

Vergoldetes Schutzrohr

Strahlenschutz

### Spezifikationen

Temperaturbereich:

Atmosphäre:

Heizrate:

TG-Auflösung:

DSC-Auflösung:

### SiC Ofen

RT bis 1550°C

Vak., Ar, N<sub>2</sub>, He, Luft, Ar/H<sub>2</sub>, N<sub>2</sub>/H<sub>2</sub>

bis 50 K/min

0,5 µg

< 1 µW

### 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

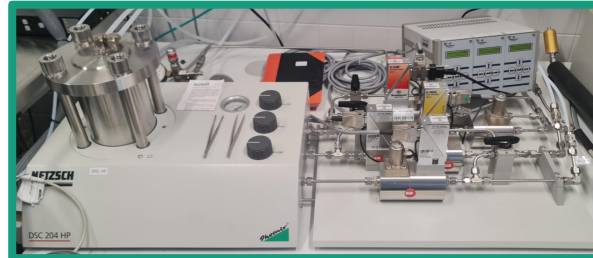
Kathode: 2 Iridium Kathoden,  $Y_2O_3$  beschichtet  
Massenbereich: 1 amu bis 300 amu  
Kopplung: Quarzglaskapillare, beheizbar bis 300°C

Kopplung möglich mit:

**NETZSCH DSC 204 F1**  
Phoenix

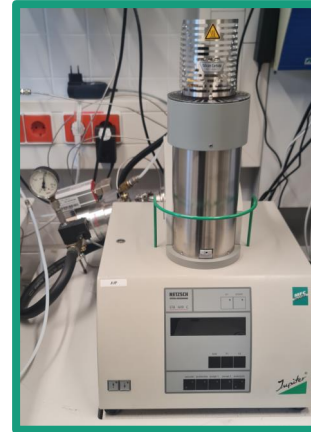


**NETZSCH DSC 204 HP**  
Phoenix



**NETZSCH STA 449C**

Jupiter



**NETZSCH STA 449F3 Jupiter**

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





# 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](mailto: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](http://www.ifam-dd.fraunhofer.de)