

Möglichkeiten der Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden



Möglichkeiten der Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Kontakt:

Fraunhofer-Institut für Fertigungstechnik
und Angewandte Materialforschung IFAM,
Institutsteil Dresden
Thermoanalyse
Winterbergstraße 28
D-01277 Dresden

Ansprechpartner:

Dipl.-Ing. Thomas Hutsch

Tel.: 0351/2537-396

Fax: 0351/2537-399

E-Mail:

Thomas.Hutsch@ifam-dd.fraunhofer.de

Internet:

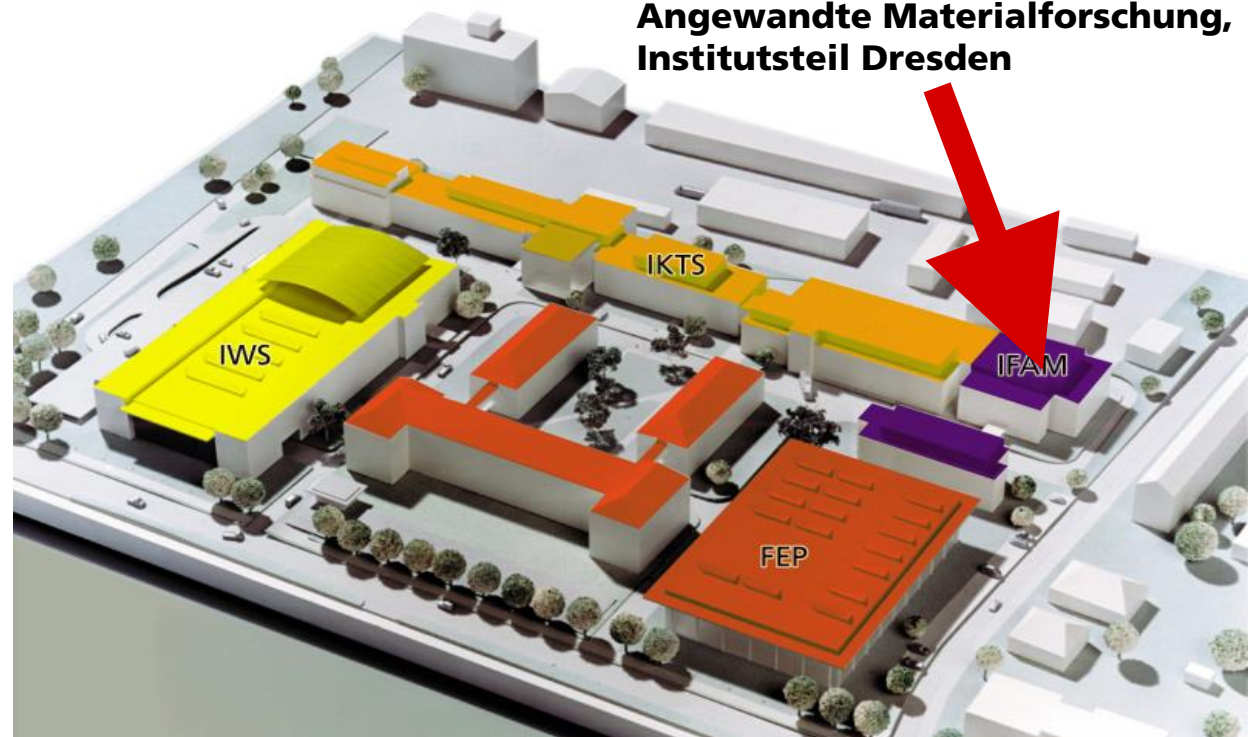
www.ifam-dd.fraunhofer.de

Fraunhofer IKTS
Institut für Keramische
Technologien und Systeme

Fraunhofer IWS
Institut für Werkstoff-
und Strahltechnik

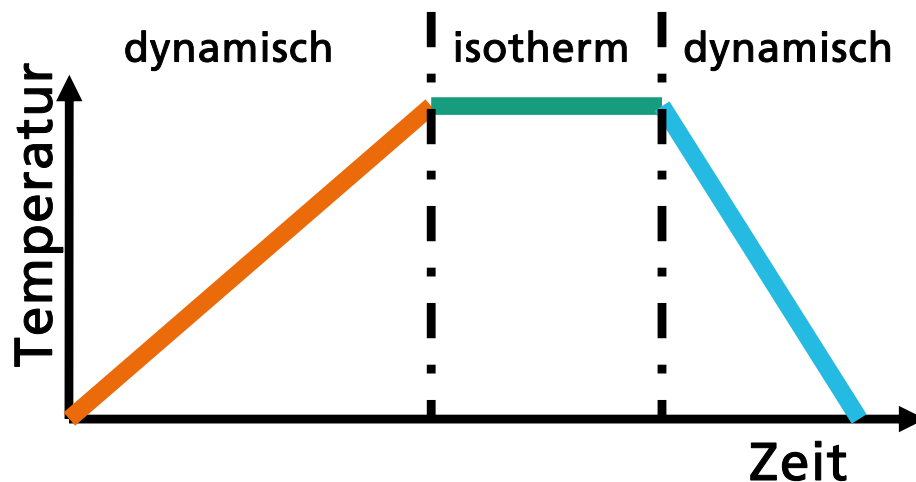
Fraunhofer FEP
Institut für Elektronenstrahl-
und Plasmatechnik

Fraunhofer IFAM
Institut für Fertigungstechnik und
Angewandte Materialforschung,
Institutsteil 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:

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

Wozu? → Materialcharakterisierung
→ Übertrag in Herstellungsprozesse, Wärmebehandlung

Möglichkeiten der Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden



BÄHR
DIL 801

NETZSCH
DIL 402E *

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

NETZSCH
Aeolos QMS
Massenspek-
trometer

NETZSCH
DSC 204 F1
Phoenix *

NETZSCH
STA 449F3
Jupiter, *
High Speed
Ofen

NETZSCH
LFA 447
Nanoflash



RUBOTHERM MSB



HOT DISK TPS 2500S



NETZSCH DSC 204 HP Phoenix *

NETZSCH
DSC 404C

NETZSCH
STA 449C
Jupiter *

NETZSCH
STA 409C

NETZSCH



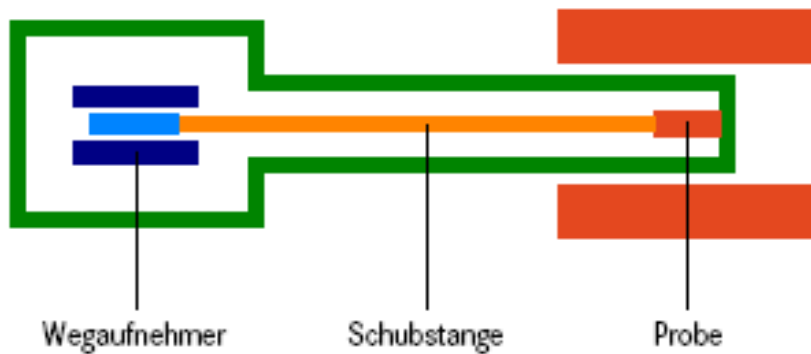
* Koppelbar mit NETZSCH Aeolos QMS
Massenspektrometer

Fraunhofer

IFAM

Institutsteil Dresden

Dilatometrie (DIL) - Messprinzip



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

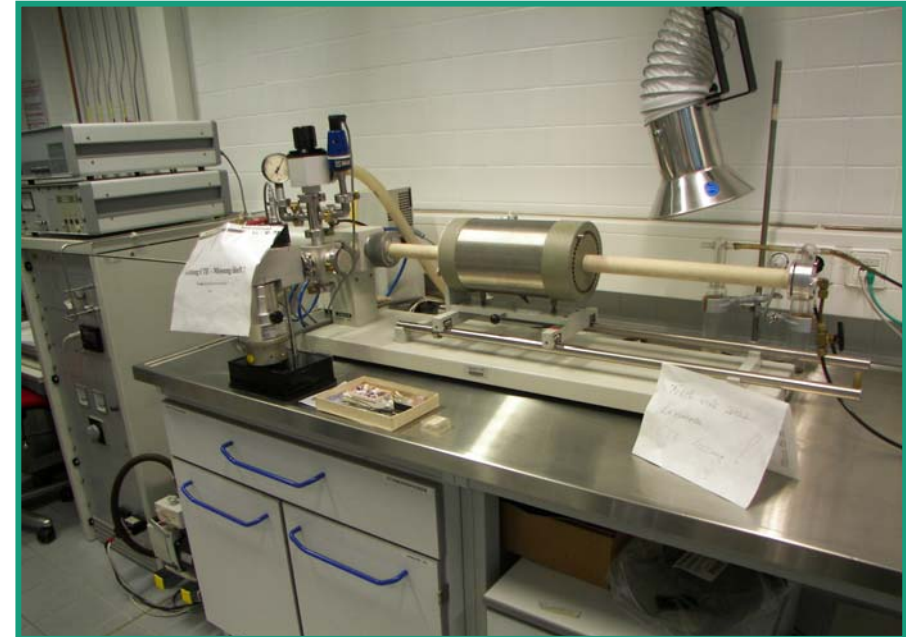
Probendurchmesser: bis 12 mm

Dilatometrie (DIL) – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

Tieftemperaturdilatometer Bähr DIL 801



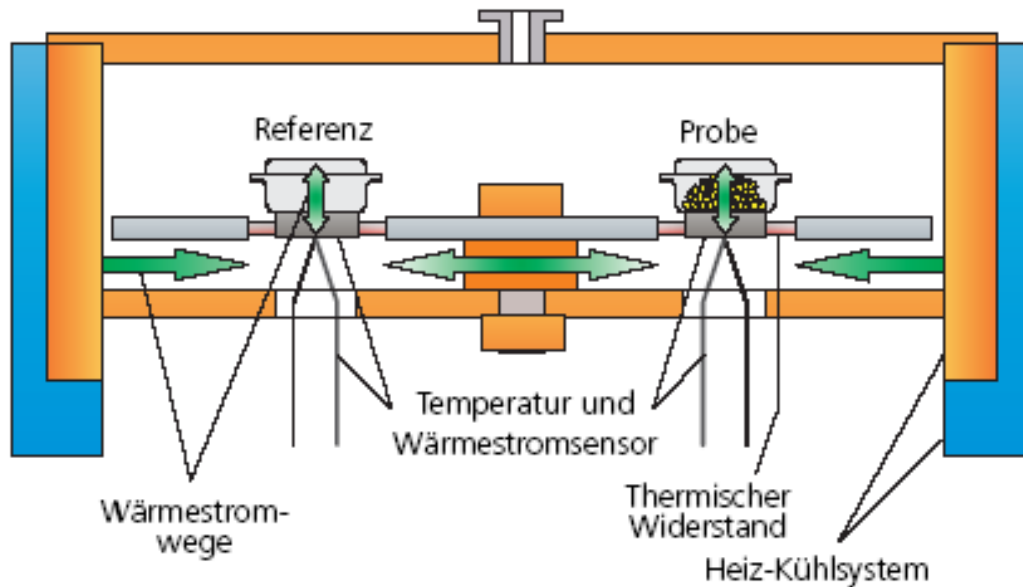
Hochtemperaturdilatometer Netzsch DIL 402E



Spezifikationen

Temperaturbereich:	-150°C bis 1600°C	RT bis 1550°C
Atmosphäre:	Vakuum, Inert, Luft	
Auflösung:	10 nm	
Heizrate:	bis 50 K/min	

Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Messprinzip



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

DSC Wärmetönung
 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	⁴⁾
Rekristallisieren	⁴⁾
Verdampfen Sublimieren	²⁾
fest - fest Umwandlung	⁴⁾
Glasumwandlung	³⁾
Curie-Umwandlung	⁴⁾
Desorption	⁴⁾

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

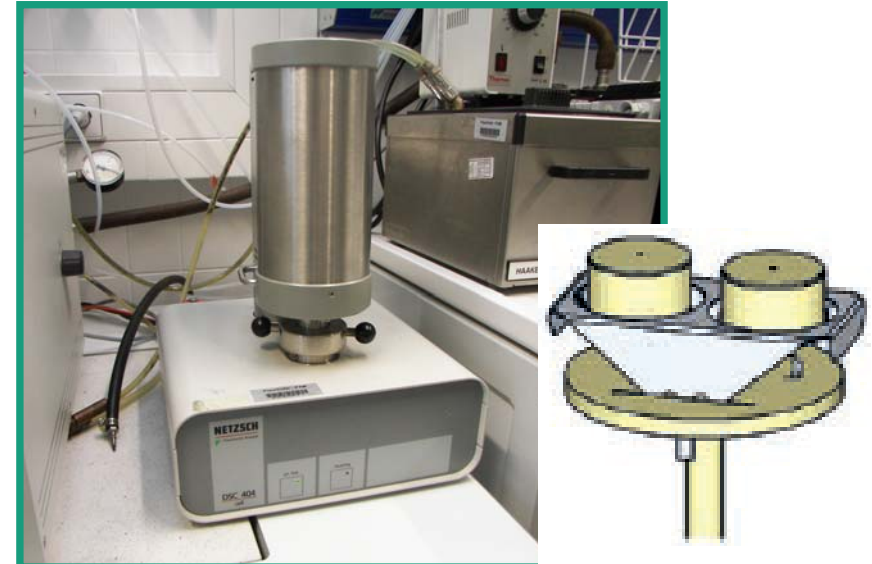
Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

Tieftemperatur- DSC
Netzsch DSC 204F1 Phoenix



τ -Sensor

Hochtemperatur- DSC
Netzsch DSC 404cell



DSC-c₁

Spezifikationen

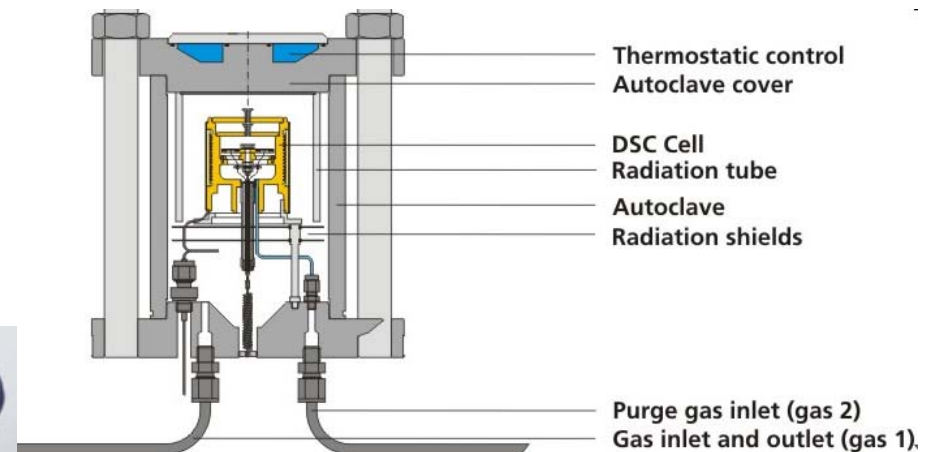
Temperaturbereich:	-150°C bis 700°C	RT bis 1450°C
Atmosphäre:	Inert (Ar, N ₂ , He), Luft, (Ar/H ₂)	
Heizrate:	bis 200 K/min	bis 50 K/min

Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

Hochdruck- DSC, Netzsch DSC 204 HP Phoenix



τ -Sensor



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:

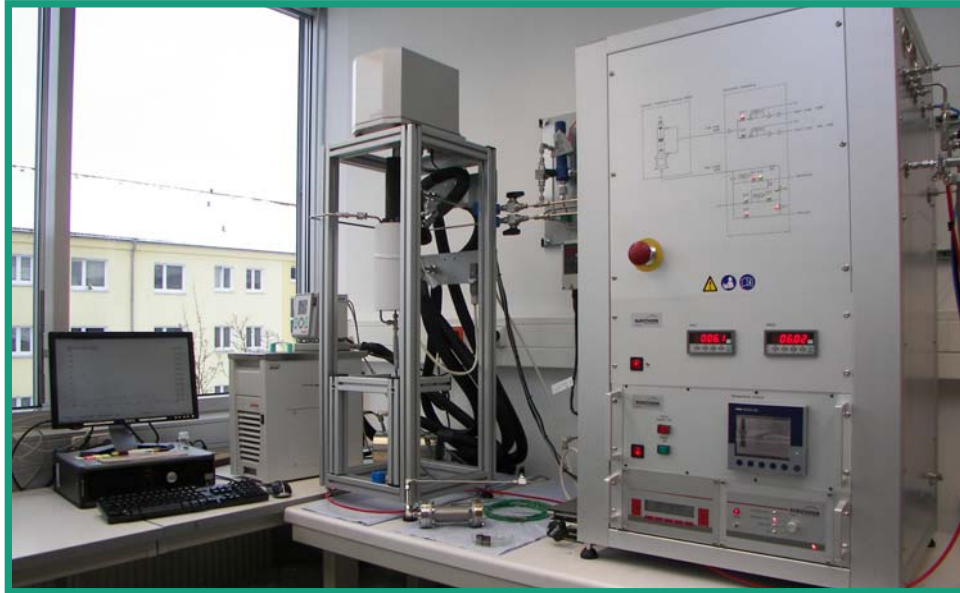
Ar, H₂

Heizrate:

bis 50 K/min

Magnetic Suspension Balance (MSB) – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

RUBOTHERM Magnetic Suspension Balance (MSB)

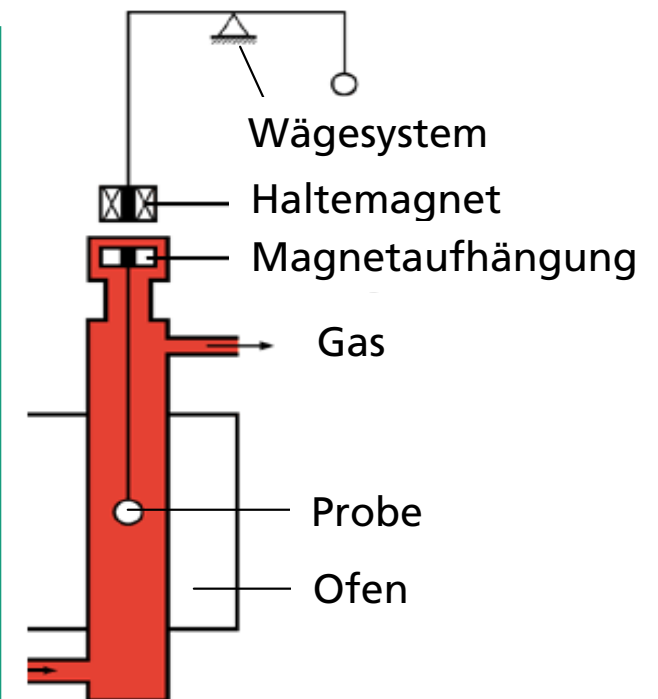


Spezifikationen

Temperaturbereich: RT bis 400°C
Atmosphäre: H₂, Ar, He
Druck: Vakuum bis 350 bar
Heizrate: 1 bis 10 K/min
max. Probenmasse: 10 g
Auflösung: 10 µg

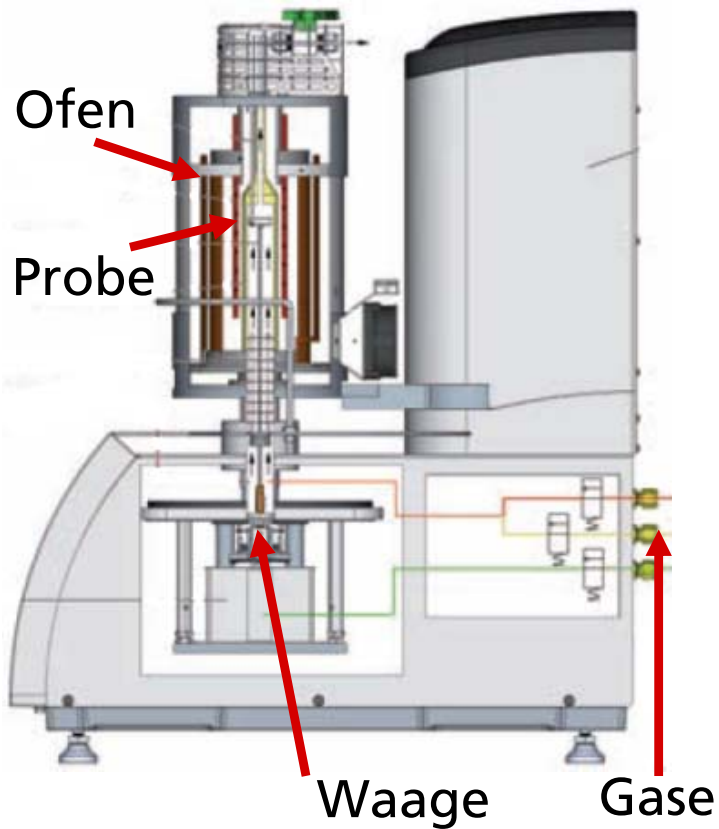


Messprinzip

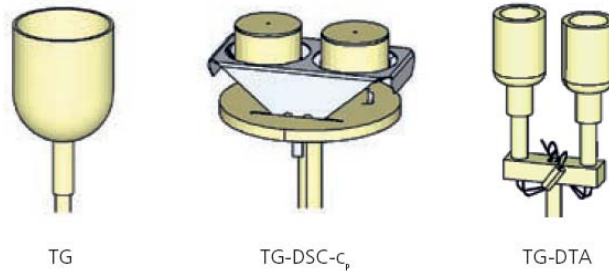


**Reaktor und Waage
voneinander getrennt**

Simultane Thermo-Analyse (STA) - Messprinzip



Probengeometrie:
 Pulver
 Scheiben



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

DSC-Analysemöglichkeiten:

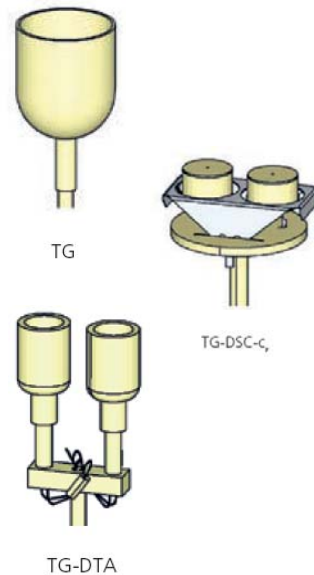
- Schmelz-/Kristallisationsverhalten
- Festkörperübergänge
- Polymorphe Umwandlungen
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergänge
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Reinheitsbestimmung
- Spezifische Wärme
- *Thermokinetics*

TG-Analysemöglichkeiten:

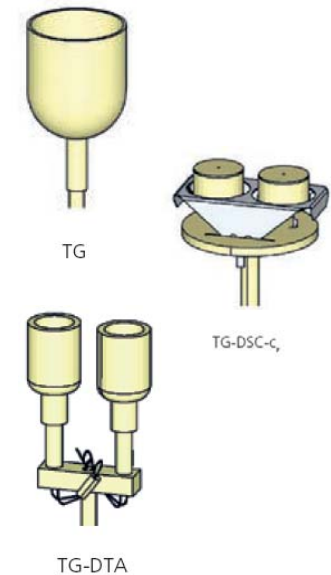
- Massenänderungen
- Temperaturbeständigkeit
- Oxidations-/Reduktionsverhalten
- Zersetzung
- Korrosion
- Zusammensetzung
- *Thermokinetics*

Simultane Thermo-Analyse (STA) – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

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

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

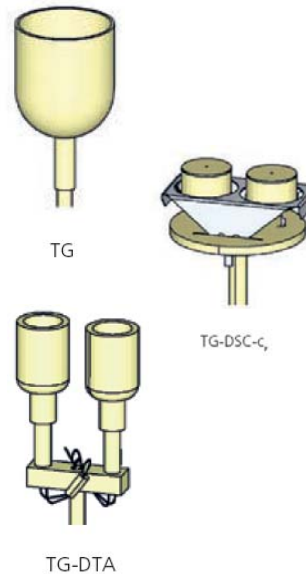
bis 50 K/min

0,5 µg

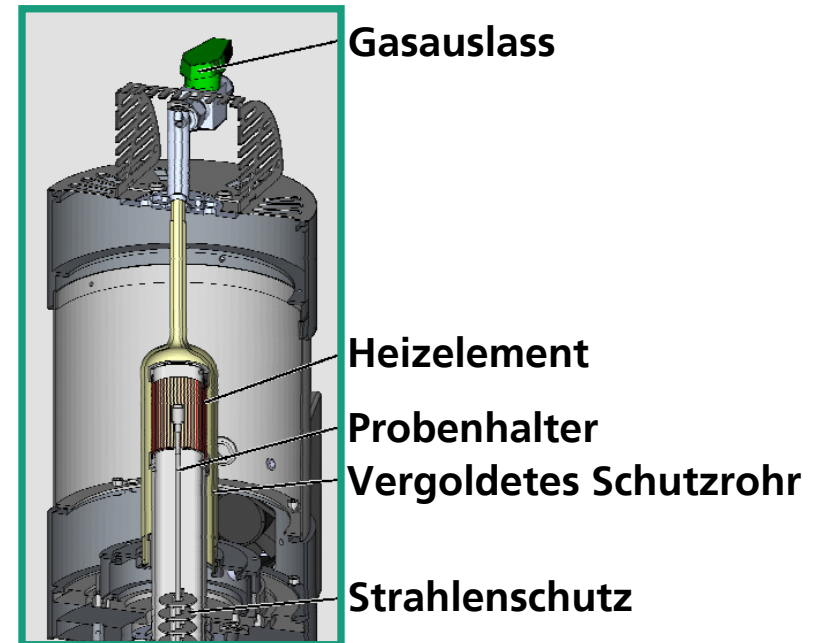
< 1 µW

Simultane Thermo-Analyse (STA) – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

NETZSCH STA 449 F3 Jupiter



High Speed Ofen



Spezifikationen

Temperaturbereich: RT bis 1550°C

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

Heizrate: bis 50 K/min

TG-Auflösung: 0,5 µg

DSC-Auflösung: < 1 µW

SiC Ofen

High Speed Ofen

RT bis 1250°C

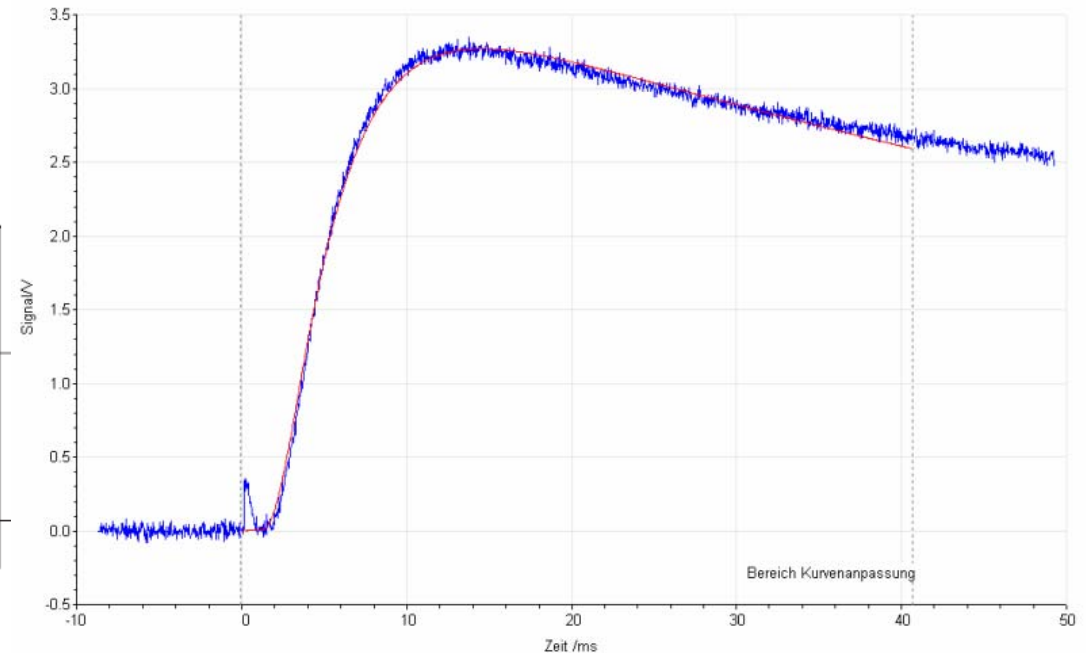
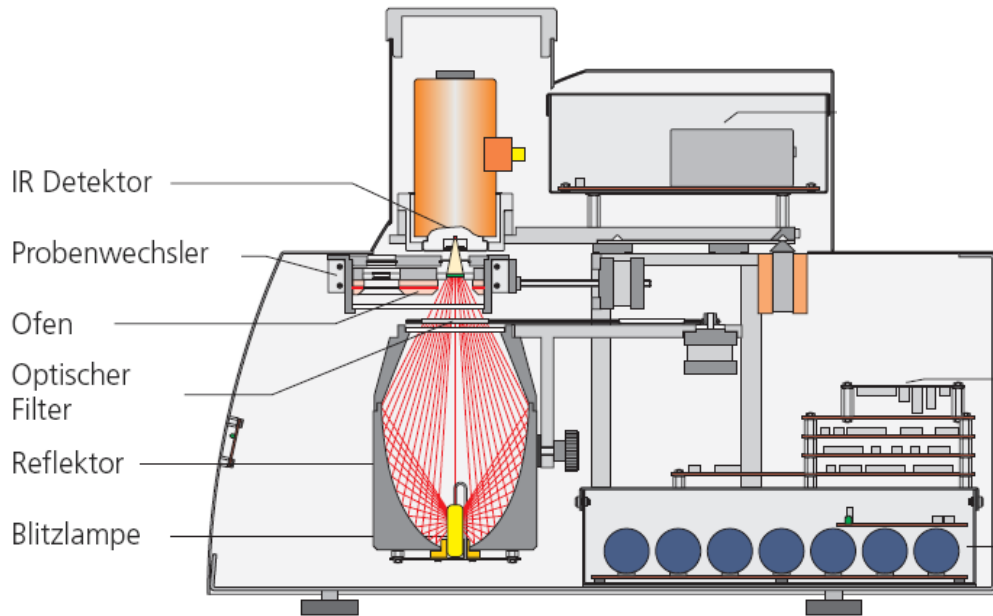
Ar, Luft

bis 1000 K/min

0,5 µg

< 1 µW

Wärmeleitfähigkeit – Messprinzip Flashmethode



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

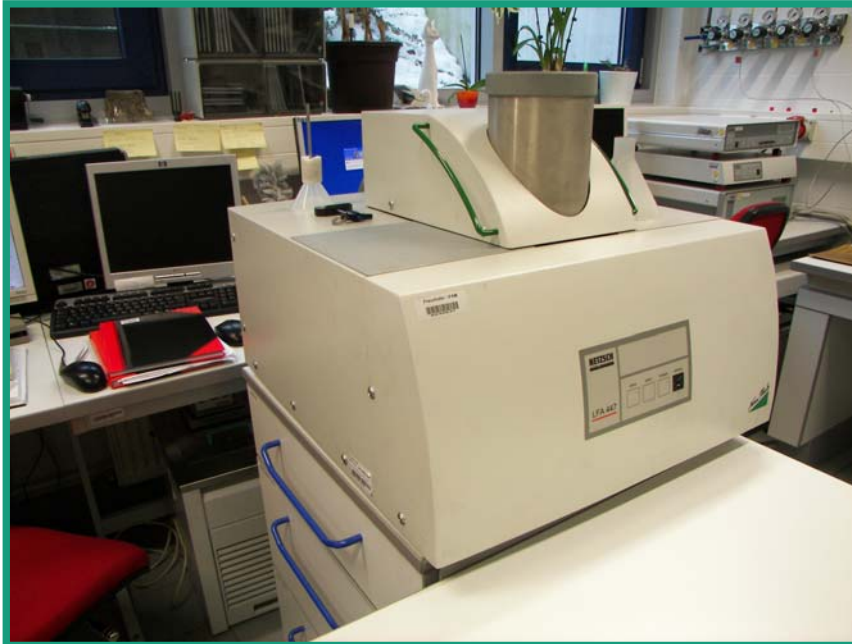
$\lambda(T)$	Wärmeleitfähigkeit [W/mK]
$a(T)$	Temperaturleitfähigkeit [mm ² /s]
$c_p(T)$	spez. Wärmekapazität [J/gK]
$\rho(T)$	Dichte [g/cm ³]

Probendimensionen, verfügbar:

Rund [mm]:	8; 11; 12,7; 15
Quadratisch [mm]:	11; 15
Dicke [mm]:	0,1 bis 3

Wärmeleitfähigkeit – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

Netzsch LFA447 Nanoflash



Spezifikationen

Temperaturbereich: RT bis 300°C

Atmosphäre: Luft

Messbereich:

TLF: 0,01mm²/s bis 1000mm²/s

WLF: <0,1 W/mK bis 2000 W/mK

Hotdisk TPS 2500S



Spezifikationen

Temperaturbereich: RT

Atmosphäre: Luft

Messbereich:

TLF: 0,1 mm²/s bis 100 mm²/s

WLF: 0,005 W/mK bis 500 W/mK

Massenspektrometer (MS) – Thermoanalyse Fraunhofer IFAM Dresden

Netzsch QMS 403 C Aeolos



Kopplung möglich mit:



NETZSCH DSC 204 F1
Phoenix

NETZSCH STA 449C
Jupiter



NETZSCH
DIL 402E



NETZSCH DSC 204
HP Phoenix

NETZSCH STA
449F3 Jupiter



Spezifikationen

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

Möglichkeiten der Thermoanalyse am Fraunhofer IFAM Dresden

Kontakt: Thomas.Hutsch@ifam-dd.fraunhofer.de

VIELEN DANK für die AUFMERKSAMKEIT



BÄHR
DIL 801



NETZSCH
DIL 402E *

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

RUBOTHERM MSB



HOT DISK TPS 2500S

NETZSCH
Aeolos QMS
Massenspek-
trometer



NETZSCH
DSC 204 F1
Phoenix *

NETZSCH DSC 204 HP Phoenix *

NETZSCH
DSC 404C

NETZSCH
STA 449F3
Jupiter, *
High Speed
Ofen

NETZSCH
STA 449C
Jupiter *

NETZSCH
LFA 447
Nanoflash

NETZSCH
STA 409C

NETZSCH



© Fraunhofer IFAM Dresden

* Koppelbar mit NETZSCH Aeolos QMS
Massenspektrometer

Fraunhofer
IFAM

Folie 17

Institutsteil Dresden