

## Thermomechanische Analyse Dilatometer TMA 600

- **Ausdehnungskoeffizient fester Stoffe**
- **Phasenübergang kristalliner Substanzen**
- **Sinterverhalten von Pulvern**
- **Glasübergang von Kunststoffen und Gläsern**
- **Spannungen in Kunststoffen durch Vorbehandlung (Memory-Effekte)**
- **Erweichungstemperaturen**
- **Verhalten bei Zug- und Biegespannung unter Wärmeeinfluß**
- **Kaltfließen und plastisches Verhalten**
- **dynamische Elastizitätsmessungen**



Für eine Vielzahl von Materialien wird eine genaue Kenntnis des Ausdehnungsverhaltens benötigt. Wichtig ist dies u.a. bei keramischen Werkstoffen, deren Komponenten beim Sintern ein kompatibles Verhalten zeigen müssen, oder bei Verbundmaterialien, die aufeinander abgestimmte Ausdehnungskoeffizienten besitzen müssen.

Der Glasübergang von Kunststoffen ist mit einem Dilatometer teilweise deutlicher zu erkennen, als mit einem Kalorimeter.

Bei einer nur wenige Mikrometer dünnen Kunststoffschicht auf einer Unterlage aus Metall oder Papier lässt sich mit dem Kalorimeter keine Aussage über die Beschichtung mehr treffen. Mit einem Dilatometer hoher Empfindlichkeit ist dies jedoch problemlos möglich.

Praktisch jeder Phasenübergang bei Festkörpern lässt sich mit einem Dilatometer untersuchen, da sich neben der spezifischen Wärme immer auch Gitterkonstanten, Gitterstrukturen oder Härte und Zugfestigkeit ändern.

Unser vertikal arbeitendes Gerät bietet gegenüber einem mit horizontalem Aufbau entscheidende Vorteile: Die Probe muss nicht eingespannt werden, sondern steht selbständig, daher sind die Anforderungen an die Probengeometrie gering. Es entstehen keine Nachteile bei schrumpfenden Proben. Die Messung erfolgt last- und reibungsarm, es tritt also keine Gleitreibung von Lagern auf, die bei der horizontalen Methode höher sein kann als die für die mechanische Ausdehnung der Probe benötigte Kraft.

## Bestimmung der thermomechanischen Eigenschaften

Mit der thermomechanischen Analyse werden Längen- oder Dickenänderungen von Materialien unter Temperatureinfluß aufgenommen. Die Auflösung dieses Verfahrens ist extrem hoch, so daß auch kleinste Proben und dünne Folien untersucht werden können.

Der praktische Ablauf der Messung ist einfach. Die Probe wird in einen Probenhalter aus Quarzglas eingesetzt. Ein Stempel aus Quarzglas ist in praktisch lastfreien Kontakt mit der Probenoberfläche. Ein Ofen sorgt für eine genau einstellbare und reproduzierbare Temperatur der Probe, die während der Messung meist kontinuierlich verändert wird.

Die Position des Stempels und die Temperatur der Probe werden fortlaufend vermessen und aufgezeichnet.

Durch die hohe Anzahl der möglichen Probenhalter und Stempelformen ist fast jede Anwendung denkbar, mit der man die mechanische Reaktion der Probe auf eine beliebig einwirkende Kraft messen kann. Mit einem optionalen Aufsatz kann die Elastizität der Probe unter Temperaturänderung bestimmt werden. Die Zugfestigkeit läßt sich mit einer speziellen Kombination aus Probenhalter und Stempel messen

## Das TMA 600 - ein Gerät mit erfolgreicher Geschichte

Das TMA 600 basiert auf dem Dilatometer TMA 500 der Firma Heraeus. Die Firma wsk übernahm vor über 15 Jahren die Gerätefamilie TA 500 von Heraeus.

Auch heute arbeiten noch sehr viele Unternehmen und Institute mit dem TMA 500 und sind von seiner Präzision und Vielseitigkeit überzeugt – nach mittlerweile fast 25-jähriger Betriebszeit. Daher stellten wir uns der Aufgabe, das Gerät den modernen Anforderungen entsprechend zu modifizieren und neu auf den Markt zu bringen.

**Dabei waren wir nicht bereit, Kompromisse in Bezug auf die Messgenauigkeit einzugehen.**

Die Verbesserungen betrafen vor allem die Elektronik und das Handling. Das Gerät ist in allen Schnittstellen zu seinem Vorgänger identisch, Probenhalter, Stempel und die Öfen sind austauschbar.

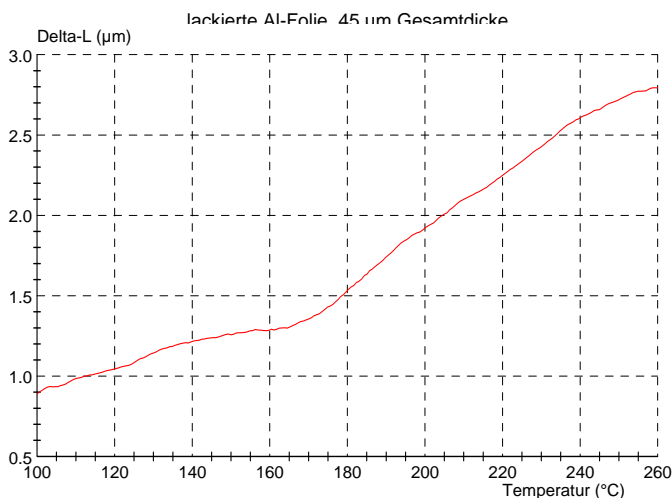
## Eine Vielzahl von Materialeigenschaften können so untersucht werden:

- Ausdehnungskoeffizienten fester Stoffe
- Ausdehnungsverhalten geschichteter Materialien und Laminaten
- Phasenübergänge kristalliner Substanzen
- Sinterverhalten von Pulvern
- Umkristallisation in Kunststoffen
- Glasübergang von Kunststoffen und Gläsern
- Kaltfließen und plastisches Verhalten
- Spannungen in Kunststoffen durch die Vorbehandlung
- Erweichungs- und Quellverhalten von Deckschichten
- Nicht abgeschlossene Polymerisationsprozesse
- Erweichungstemperaturen
- Verhalten bei Zugspannung unter Wärmeeinfluß

## Messungen mit dem TMA600

Natürlich können wir hier nur eine kleine Auswahl der Messmöglichkeiten zeigen, die Ihnen das TMA 600 bietet. Falls Sie eine spezielle Anforderung haben, sind wir gerne bereit, für Sie eine Applikationsmessung durchzuführen.

### Untersuchung von Lackschichten



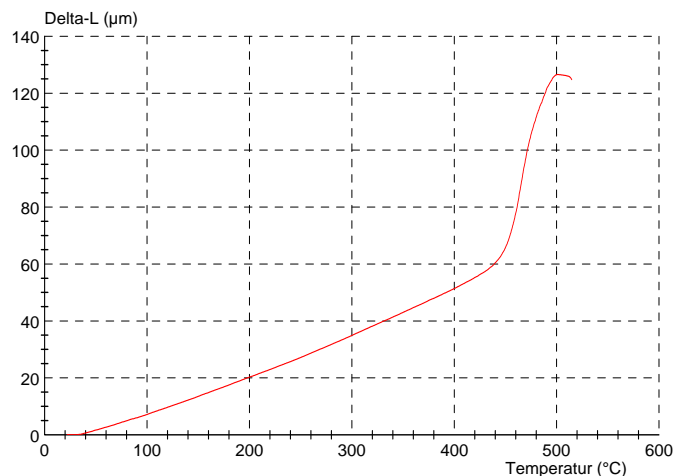
Das nebenstehende Diagramm zeigt eine Messung an einer lackierten Al-Folie an welcher eine Aussage über das Aushärten der Lackschicht gemacht werden. Die Glasübergangstemperatur ist ein Indiz für die Aushärtung der einzelnen Proben.

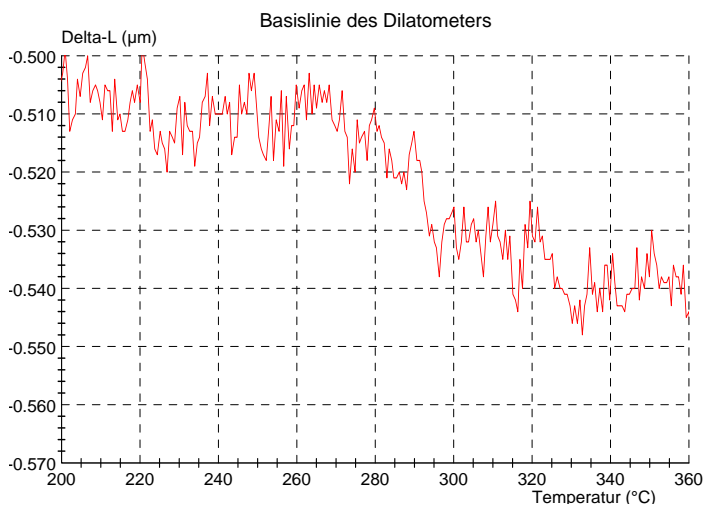
Bei diesen Messungen war das Problem das große Untergrundsignal von der Al-Trägerfolie. Es wurde eine unlackierte Folie gemessen und deren Ausdehnung von der beschichteten Proben subtrahiert. Als Ergebnis lag dann das Ausdehnungsverhalten der Lackschicht vor.

### Klassifikation von Gläsern und Kunststoffen

Das Diagramm zeigt eine klassische Anwendung des Dilatometers: Bestimmen der mechanischen Eigenschaften eines Glases. Die Probenlänge ist hier mit rund 30 mm etwa um Faktor 1000 größer als beim letzten Diagramm, trotzdem wird der lineare Bereich nur zu 5 % ausgenutzt.

Deutlich zu erkennen ist der Glasübergang bei ca. 450 °C und das beginnende Erweichen der Probe bei knapp 500 °C.





### Hohe Messpräzision dank geringem Rauschen

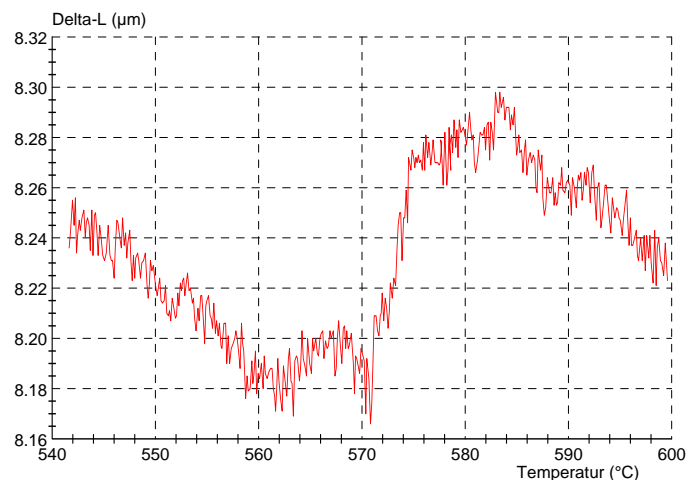
Das Bild zeigt einen Ausschnitt aus der Basislinie des Dilatometers, aufgenommen mit dem Dreizonenofen und einem ca. 50 mm langen Quarzglaszylinder als Probenkörper. Das überlagerte Rauschen markiert mit einer Amplitude von 10 nm die Auflösungsgrenze des Gerätes.

Zum Vergleich: Die Wellenlänge des sichtbaren Lichtes beträgt 350 bis 700 nm! Die Wellenlänge des roten Lichtes ist also im gezeigten Maßstab 10fach größer als die Höhe des Diagramms.

### $\alpha$ - $\beta$ -Umwandlung von kristallinem Quarz

Die nebenstehende Kurve zeigt, daß die Auflösungsgrenze tatsächlich bei wenigen Nanometern liegt. Bei der Probe handelt es sich um kristallines Quarzpulver, zwischen zwei Quarzglasplättchen in einem Standardprobenhalter platziert.

Quarz zeigt bei 573 °C einen  $\alpha$ - $\beta$ -Übergang, dessen Gitterstrukturverlagerung zu einer Längenänderung führt. Bei dieser Messung bestand die Schicht aus einer dünnen Pulverlage von ca. 50 µm. Trotzdem läßt sich der Übergang deutlich erkennen. Die Kurve zeigt die unbearbeiteten Messdaten.



## Technische Daten TMA 600

**Messkopf:** Messsignal: 5 mV/ $\mu$ m  
Auflösung: 20 nm  
Linearer Messbereich :  $\pm 1,25$  mm  
Probenbelastung: 0,1 cN .... 2 N

**Temperaturbereich:**

**Dreizonenofen 20-1000**

Temperaturbereich RT ... 1000°C  
Temperaturprofil besser  $\pm 3$  K über 50 mm  
nutzbare Probenlänge 50 mm  
Heizrate 0.1 ... 10 K / min  
Ofeninnendurchmesser 20 mm  
wassergekühlt



**Tieftemperaturofen 20-500**

Temperaturbereich  $-150^{\circ}\text{C}$  ...  $500^{\circ}\text{C}$   
incl. Dewar-Ofenmantel  
nutzbare Probenlänge 50 mm  
Heizrate 0.1 ... 20 K / min  
Ofeninnendurchmesser 20 mm

**Hochtemperaturofen 20-1400**

Temperaturbereich RT ...  $1400^{\circ}\text{C}$   
*Betrieb nur mit Probenhalter und  
Zubehör aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$*   
Heizrate 0.1 ... 10 K / min (RT bis  $1200^{\circ}\text{C}$ )  
Heizrate 0.1 ... 5 K / min ( $> 1200^{\circ}\text{C}$ )  
Ofeninnendurchmesser ca. 20 mm  
wassergekühlt

**Probenhalter:**

Probenhalter für Ausdehnungs- und Penetrationsmessungen  
(Quarzglas, max. Probenlänge 50 mm, max.  $\varnothing$  9 mm)  
Probenhalter für Zugspannungsmessungen an Fasern und Folien  
(Quarzglas, Probenlänge 16 mm oder 30 mm)  
Probenhalter für Biegespannungsmessungen  
(Quarzglas, max. Probenlänge 16mm)  
Probenhalter für Ausdehnungs- und Penetrationsmessungen  
(Hochtemperatureinsatz bis  $1400^{\circ}\text{C}$  aus  $\text{Al}_2\text{O}_3$ )

**Temperatur-Messfühler:**

Thermoelement NiCr-Ni, oder PtRh-Pt

**Atmosphäre:**

Luft, Vakuum oder Schutzgas

**Gas-Druckbereich:**

1 .... 100.000 Pa

**Spülgasdurchfluß:**

max 50 ml/min

**Geräteabmessungen:**

B 280 / H 730 / T 300 mm

**Gewicht:**

ca. 25 kg

**Elektrische Leistung:**

Elektronik max. 10 W, Ofen bis zu 600 W

**Anforderungen an Thermostat:**

$\pm 0,02$  K für Auflösung  $< 1$   $\mu$ m  
 $\pm 0,1$  K für Auflösung  $> 1$   $\mu$ m

**Temperaturabhängigkeit:**

$-2,3$  ...  $-1,9$   $\mu$ m/K Thermostattemperatur

Bei Betrieb des TMA 600 mit TT-Ofen wird die Verwendung eines Thermostaten empfohlen;  
bei Betrieb mit 3-Zonen-Ofen ist sie zwingend erforderlich (nicht im Lieferumfang enthalten).

## Lieferbares Zubehör:

### Dilatations- und Penetrationsmessung

### Art.-Nr.:

Probenhalter für Dilatations- und Penetrationsmessung, max. Probenlänge 50 mm, max. $\varnothing$ 9 mm	80 491 037
Stempel halbrund, Probenlänge 0 - 10mm	80 491 135
Stempel halbrund, Probenlänge 10 - 30mm	80 491 133
Stempel halbrund, Probenlänge 30 - 50mm	80 491 031
Stempel mit ebener Auflagefläche $\varnothing$ 1mm (für Penetrationsmessungen 0 – 10 mm)	80 491 362
Stempel mit Platin- Auflagefläche $\varnothing$ 1mm	80 491 935
Stempel mit Kugelauflagefläche $\varnothing$ 0,39 mm	80 491 936
Quarzglasscheibe 1mm, $\varnothing$ 9mm	80 491 150
Quarzglasscheibe 1mm, $\varnothing$ 5mm	80 500 171
Quarzglasscheibe 3mm, $\varnothing$ 5mm	80 491 141
Quarzglaszylinder 10mm, $\varnothing$ 7mm	80 491 140
Quarzglaszylinder 20mm, $\varnothing$ 7mm	80 500 170
Quarzglaszylinder 30mm, $\varnothing$ 7mm	80 500 196
Quarzzylinder mit Kolben (für Pulver- und Sintermessungen)	80 500 189

### Zugspannungsmessung:

Probenhalter für Zugspannungsmessung (Probenlängen 16 mm oder 30 mm)	80 491 356
Stempel mit Haken	80 491 357
Hakeneinsatz	80 491 139
Einspannvorrichtung für Fasern und Folien (max. Probenlänge 16mm)	80 491 360
Einspannvorrichtung für Fasern und Folien (max. Probenlänge 30mm)	80 491 359

### Biegespannungsmessung:

Probenhalter für Biegespannungsmessung (Probenlänge max. 16 mm)	80 491 354
Stempel mit Schneide	80 491 149
Schneidewerkzeug kpl. (zum Ausstanzen von Proben)	80 490 990
Ersatzmesser für Schneidewerkzeug	80 490 991

allgemeines Zubehör:

Schutzrohr (Quarzglas) mit seitlicher Absaugöffnung	80 491 131
Schutzrohr (Quarzglas) ohne Absaugöffnung	00 491 058
Glasglocke mit Metallflansch	80 491 049
Dewar–Ofenmantel für Tieftemperaturofen	80 491 911
Gewichtsaufлагeteller aus Al	80 491 030

Dichtringe:

Dichtring 80 x 3 mm für Messkopf	03 654 548
Dichtring 6 x 1.5 mm (2 Stück) für Kühlwasserflansch am Probenhalter	03 654 610
Dichtring 34 x 2,3 mm Ansatz Probenhalter an Messkopf	03 654 632
Dichtring 18 x 2 mm Probenaufnahme / Schutzrohr oben	03 654 536
Dichtring 15 x 2 mm Probenaufnahme / Schutzrohr oben	03 654 543
Dichtring 17.3 x 2.4 mm Messkopf / Vakuumflansch	03 654 605

Hochtemperaturzubehör:

Probenhalter für Dilatations- und Penetrationsmessungen aus Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	auf Anfrage
Probenstempel aus Al <sub>2</sub> O <sub>3</sub>	auf Anfrage

*Weiteres Zubehör (Stempel, Quarzscheiben etc..) oder Apparaturen aus Quarzglas für kundenspezifische Anwendungen fertigen wir nach Ihren Angaben.*

*Kalibrierstäbe aus Platin, Gold, Silber, Alu oder anderen Materialien in verschiedenen Abmessungen auf Anfrage.*