

# Thermische Analyse

## Allgemeines Wirkprinzip

Oberbegriff für Methoden, bei denen physikalische/chemische Eigenschaften eines Stoffes, Stoffgemisches und/oder von Reaktionsgemischen in Abhängigkeit von der Temperatur oder der Zeit gemessen werden. Die Probe wird dabei einem kontrollierten Temperaturprogramm unterworfen. Zur Ermittlung bestimmter Stoffeigenschaften werden spezielle Techniken eingesetzt.

## Techniken

- Differenz(ial)thermoanalyse, Differenz(ial)thermische Analyse (*DTA*)
- Differential Scanning Calorimetry (*DSC*)
- Thermogravimetrie (*TG*), Thermogravimetrische Analyse (*TGA*)
- Thermomechanische Analyse (*TMA*)
- Dynamisch-Mechanische Analyse (*DMA*), Dynamisch-Thermomechanische Analyse (*DTMA*)

## Spezielle Wirkprinzipien

*DTA:*

Messung der Temperatur-Differenz zwischen Probe und Referenz bei gemeinsamer Aufheizung oder Abkühlung

*DSC:*

Messung der Wärmeströme zur Probe und zur Referenz bei gemeinsamer Aufheizung oder Abkühlung

*TG/TGA:*

Messung der Änderung der Probemasse während eines Zeit-Temperatur-Programms in definierter Atmosphäre

*TMA [/DTMA]:*

Messung von Dimensionsänderungen bzw. Deformationen der Probe während eines Zeit-Temperatur-Programmes bei gleichzeitiger nichtoszillierender (/oszillierender) Probenbelastung [/unter wählbarer Lastenfrequenz]

*Gekoppelte Techniken (beispielsweise):*

- TG-DTA*: Simultane TG und DTA
- TG-DSC*: Simultane TG und DSC
- TG-EGA*: Simultane TG und Gasanalytik (z.B. FTIR, MS)

## Anwendungsgebiete

*Physikalische Eigenschaften:*

- Wärmekapazität
- Linearer Ausdehnungskoeffizient, relative Ausdehnung
- Viskoelastisches Verhalten

*Physikalische Umwandlungen:*

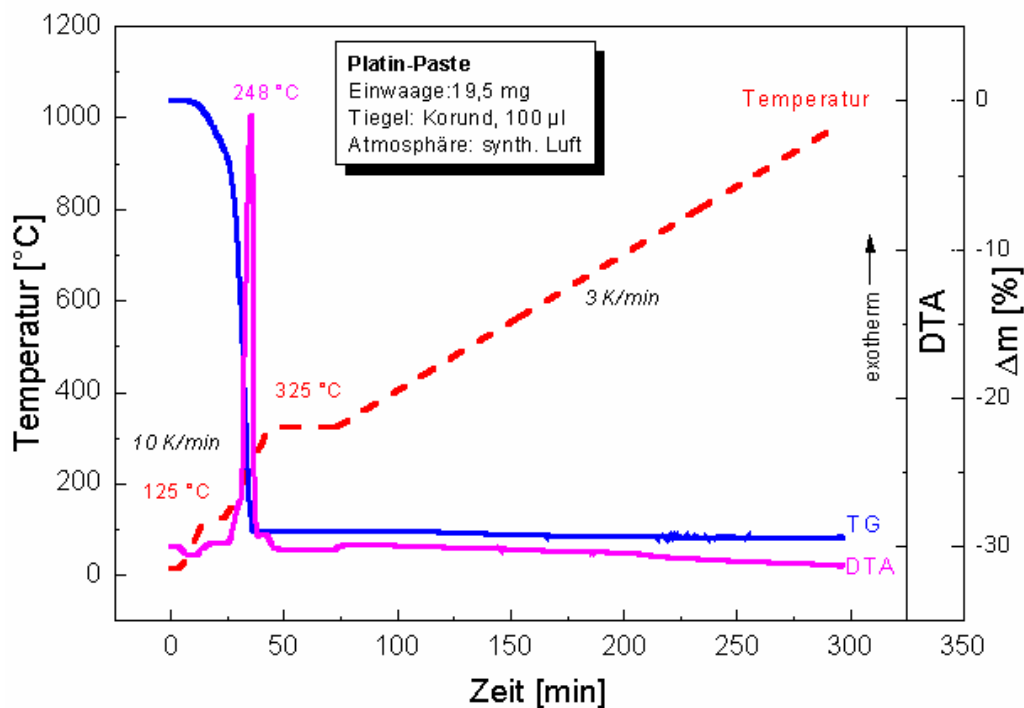
- Schmelztemperatur, Schmelzverhalten
- Schmelzenthalpie, Flüssiganteil
- Kristallinität von Polymeren
- Reinheit von kristallinen Nichtpolymeren

- Enantiomerenreinheit
- Mischschmelzpunkt
- Kunststoffcharakterisierung (fingerprint)
- Verdampfung, Sublimation, Desorption
- Polymorphie
- Phasendiagramme
- Mesophasen in Flüssigkristallen
- Glasübergang, Erweichen, Sinterverhalten von Pulvern
- Curietemperatur

#### Chemische Reaktionen:

- Reaktionsenthalpie
- Thermische Zersetzung, Pyrolyse, Depolymerisation, Temperaturbeständigkeit
- Oxidativer Abbau, Oxidationsstabilität
- Polymerisation, Vernetzung, Härtung
- Reaktionskinetische Untersuchungen, kinetische Vorhersagen
- Sicherheitsuntersuchungen
- Analyse der Zusammensetzung: (z.B. Feuchte, Asche, flüchtige Bestandteile)

#### Messbeispiel



Untersuchung des Ausbrandverhaltens einer Platinpaste für Dickschichtsensoren in synthetischer Luft mittels simultaner DTA-TG.

#### Technische Ausstattung des KSI

##### Simultane DTA/DSC-TG (SETSYS-12, Fa. Setaram):

- Untersuchungstemperatur (ca.) 20 bis 1200 °C
- Masseänderung der Probe < ± 200 mg
- Heizrate 0,01 bis 50 K/min

-Gasatmosphäre variabel (nichtkorrosive Gase)  
-Tiegelmaterial Platin, Sinterkorund

*DSC (DSC 131, Fa. Setaram):*

-Sensor Wärmeflussensor, planar  
-Untersuchungstemperatur (ca.) -50 bis 700 (500) °C  
-Heizrate 0,01 bis 100 K/min  
-Gasatmosphäre variabel (nichtkorrosive Gase)  
-Tiegelmaterial Aluminium (bis 500 °C), Nickel

*Dilatometer (Dilatometermessplatz L76/11C, Fa. Linseis:)*

-Anordnung waagrecht  
-Untersuchungstemperatur (ca.) 20 bis 1500 °C