

Das Erhitzungsmikroskop und die Software EMI III



Bestimmen des Ascheschmelzverhaltens nach Norm
mit Hilfe charakteristischer Temperaturen

Berührungslose, quantitative Analyse der
temperaturabhängigen Form- und Größenänderung

Messen, Auswerten, Dokumentieren,
Daten verwalten – alles mit EMI III



Das Erhitzungsmikroskop und die Software EMI III

Das **Erhitzungsmikroskop** von Hesse Instruments ist ein komplettes Prüfsystem zur Ermittlung von Hochtemperatureigenschaften unterschiedlicher Materialien – Basis ist eine thermooptische Analyse. Die Software EMI III steuert sowohl die Hardware als auch die Softwarefunktionen, der Anwender kann sich ganz auf die Proben, ihre Analyse und Auswertung konzentrieren.

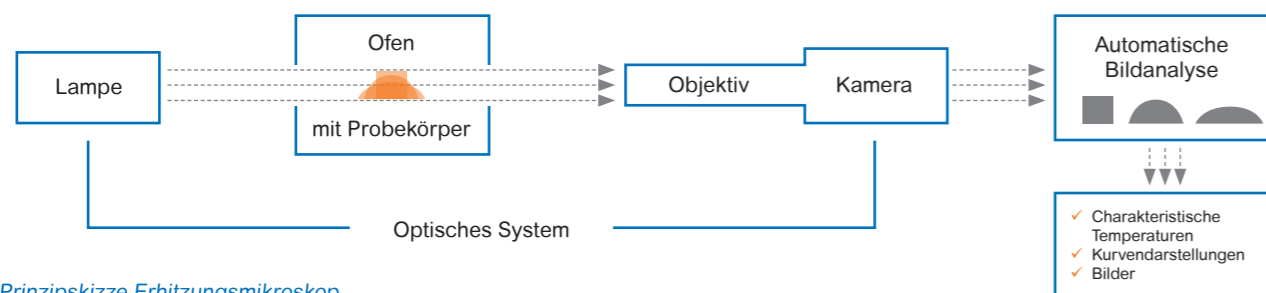
Die Schattenbilder eines Prüfkörpers werden ständig analysiert, während dieser in einem kleinen Rohofen erhitzt wird: Die sogenannten charakteristischen Temperaturen beschreiben das Schmelzverhalten von Aschen

nach Norm anhand von Erweichungs-, Schrumpfungs-, Sphärisch-, Halbkugel- und Fließtemperatur.

Diese charakteristischen Temperaturen beziehen sich auf geometrische Formen, die ein Prüfkörper annimmt, während er erwärmt wird und dabei erweicht und aufschmilzt. Die Erhitzungsmikroskop-Software EMI III berechnet die charakteristischen Temperaturen nach DIN 51730, ISO 540, CEN/TS 15370 und CEN/TR 15404 mithilfe fester Algorithmen. So werden in kurzer Zeit präzise, reproduzierbare und personenunabhängige Ergebnisse erzielt. Basierend auf der quantitativen

Bestimmung von Prüfkörperhöhe und –breite, werden dilatometrische Kurven erstellt. Daraus lassen sich zum Beispiel Informationen zum Sintern, zum Blähen oder sogar zu richtungsabhängig unterschiedlichem Schwindungsverhalten ableiten. Das Benetzungsverhalten von Schmelzen auf verschiedenen Substraten kann über Kontaktwinkelmessungen ebenfalls beschrieben werden.

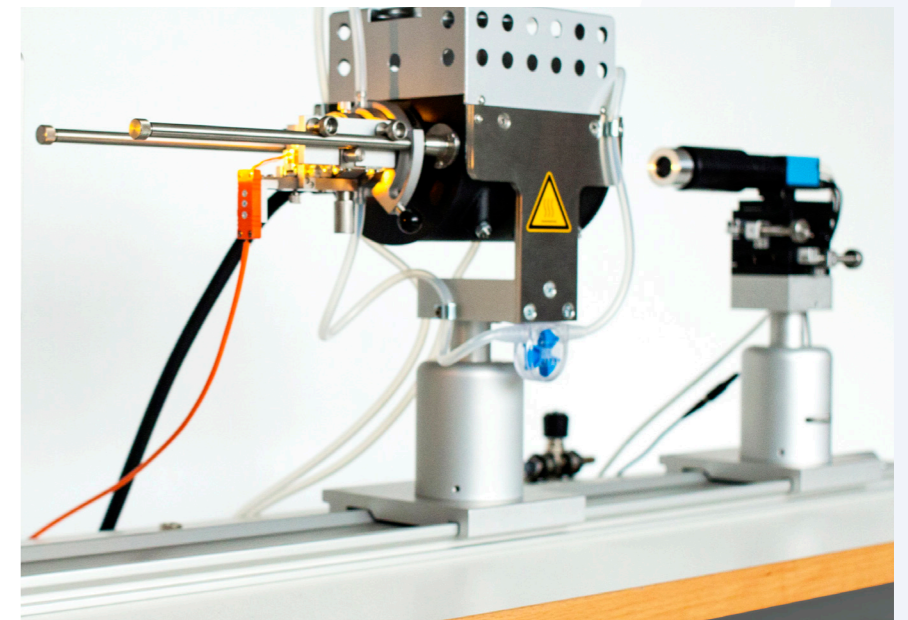
Alle Effekte, die mit einer Größen- und/oder Formänderung der Probekörper einhergehen, können im Erhitzungsmikroskop nachgewiesen werden.



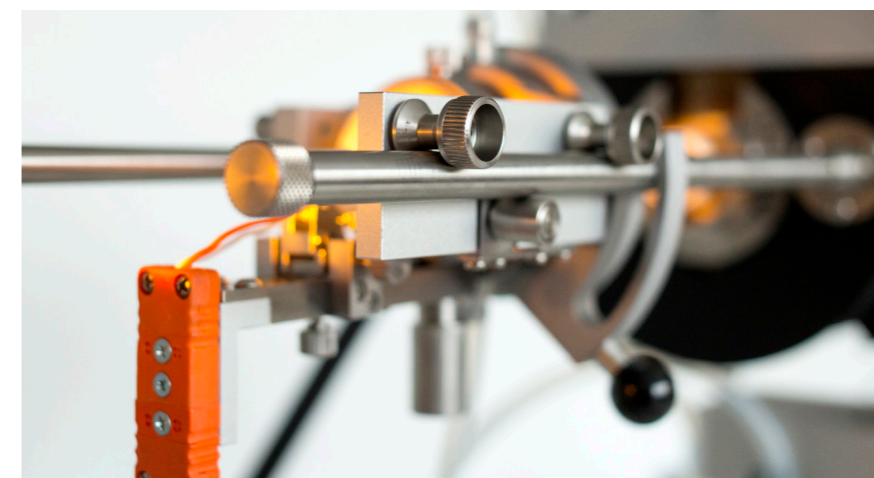
Prinzipskizze Erhitzungsmikroskop

Eine optische Bank als Basis

Alle Komponenten des Erhitzungsmikroskops sind auf einer **optischen Bank** angeordnet: Die für die Bildanalyse wichtige exakte Ausrichtung von Lampe, Ofen und Kamera ist somit zuverlässig gewährleistet. Eine einmal eingestellte optimale Position wird stabil beibehalten, kann aber im Bedarfsfall auch einfach nachjustiert werden. Da die Analyse des Schattenbildes im direkten Strahlengang erfolgt, müssen keine aufwendigen optischen Komponenten eingesetzt werden; das Gesamtsystem ist somit robust und servicefreundlich.

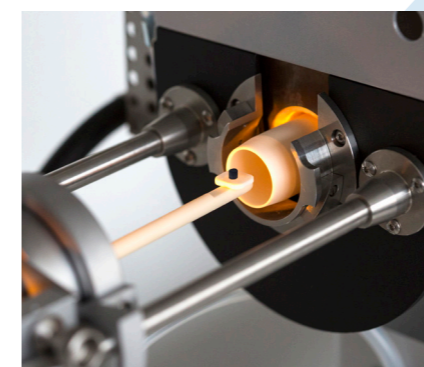


Optische Bank



Präparatwagen

Ein unverwechselbares Element des Erhitzungsmikroskops ist der **Präparatwagen**, der auf mit der Ofenwanne fest verbundenen Schienen bewegt wird. Diese Konstruktion ermöglicht es, die auf dem Probenhalter außerhalb des (heißen) Ofens platzierte Probe gleichmäßig und akkurat an ihre Messposition im Ofen zu fahren. Gleichzeitig wird dabei der Ofen verschlossen. Das Probenhandling ist also denkbar einfach.

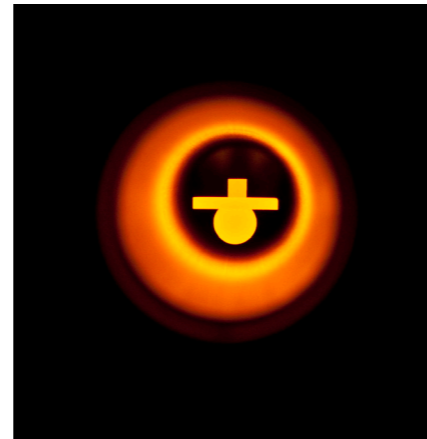


Probenhalter

Ein wichtiges Merkmal zur genauen und repräsentativen Bestimmung der Probentemperatur ist die Anordnung des Thermoelementes. Das Thermoelement befindet sich im **Probenhalter** unmittelbar unterhalb der Probe. Durch die geschlossene Bauweise des Probenhalters ist das Thermoelement optimal geschützt: gegenüber mechanischen Beschädigungen, gegenüber Einflüssen aus der Ofenatmosphäre und vor allem auch gegen Kontamination durch die Probe selbst. Durch diese Konstruktion ist der Messfehler bei der Temperaturerfassung der Probe – und damit der Fehler bei der Bestimmung der charakteristischen Temperaturen – langfristig auf ein Minimum reduziert.

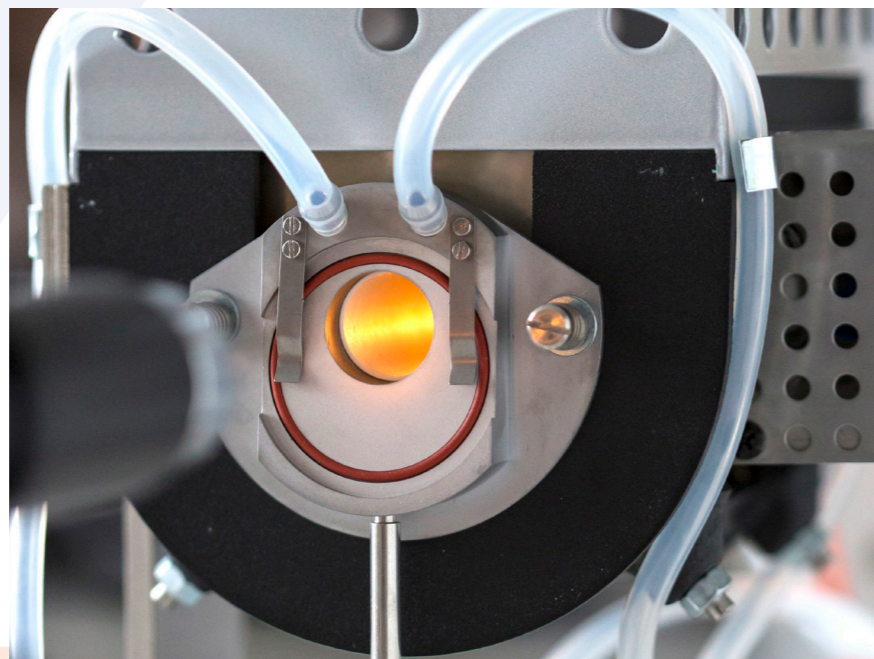
Technisch ausgefeilte Ofensysteme

Speziell für den Einsatz im Hesse Instruments Erhitzungsmikroskop sind kleine, technisch ausgefeilte und kompakte **Rohröfen** entwickelt worden. Aufgrund ihrer sehr effektiven keramischen Faserisolierung sowie der modernen Heizelemente aus Molybdändisilizid (MoSi_2) können hohe Heizraten gefahren werden. Dies ermöglicht bei größeren Versuchsreihen und hohem Probenaufkommen eine schnelle Abfolge einzelner Messungen und damit einen hohen Probendurchsatz. Durch die exakte Positionierung der Proben in dem räumlich begrenzten Rohröfen sind die Probekörper jeweils exakt demselben Temperaturfeld ausgesetzt – damit ist die Wiederholbarkeit von Messergebnissen einer Versuchsreihe besser als in größeren Öfen und besser als in den entsprechenden Normen gefordert.



Blick in den Rohröfen

Um geeignete Lösungen für unterschiedliche Applikationen bezüglich Aufheizrate und Arbeitstemperatur anbieten zu können, sind verschiedene **Ofenmodelle** in das Gesamtsystem integrierbar. Das Einstellen definierter Ofenatmosphären, wie in den Normen zur Bestimmung des Ascheschmelzverhaltens gefordert, ist selbstverständlich möglich; auch ein einfaches Vakuum kann erzeugt werden. Darüberhinausgehende Anforderungen können als kundenspezifische Lösung realisiert werden.



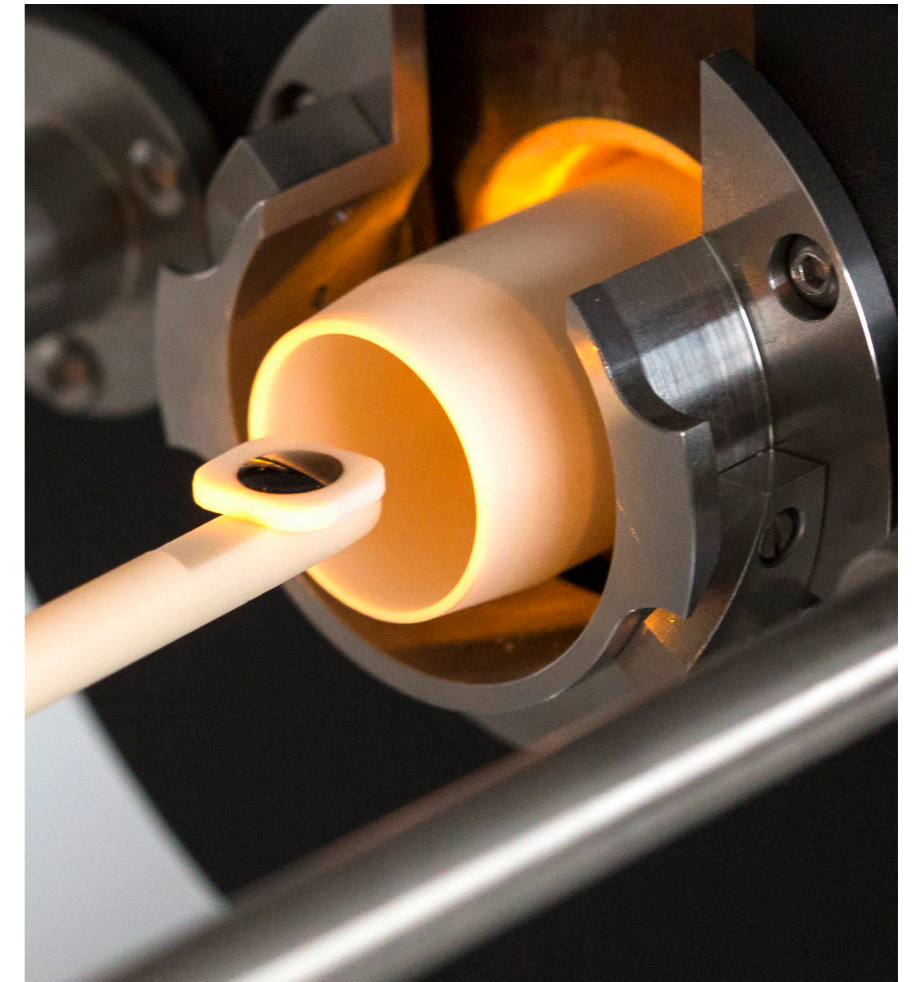
Blick von der Kamera zum Rohröfen



Ofensteuerung

Die technisch ausgefeilten **Ofensteuerungen** umfassen ein aufwendiges Sicherheitskonzept: Heizleiter, Temperatur, Heizstrom sowie die Wasserkühlung der Ofenverschlüsse werden ständig überwacht.

Das **Arbeitsrohr** aus dichtgesintertem Aluminiumoxid kann mit wenigen Handgriffen ausgetauscht werden. Dank des ausgeklügelten Sicherheitskonzepts, des einfach austauschbaren Arbeitsrohrs und dank der MoSi_2 -Heizleiter haben die Öfen von Hesse Instruments eine sehr hohe Lebensdauer.



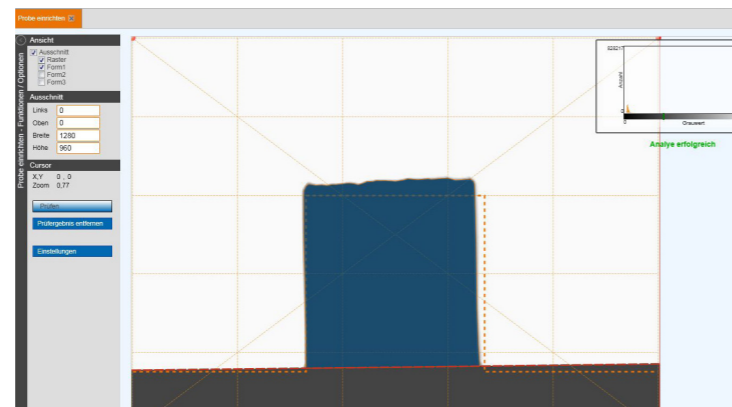
Arbeitsrohr mit aufgeschmolzener Probe

Der Kern des Erhitzungsmikroskops – die EMI III Software

Die Bedienung der EMI III Software orientiert sich am Arbeitsablauf im Labor, d. h. die Software ist einfach und intuitiv zu bedienen, die Einarbeitungszeit ist denkbar kurz. Routineanwendungen werden schnell und sicher erledigt.

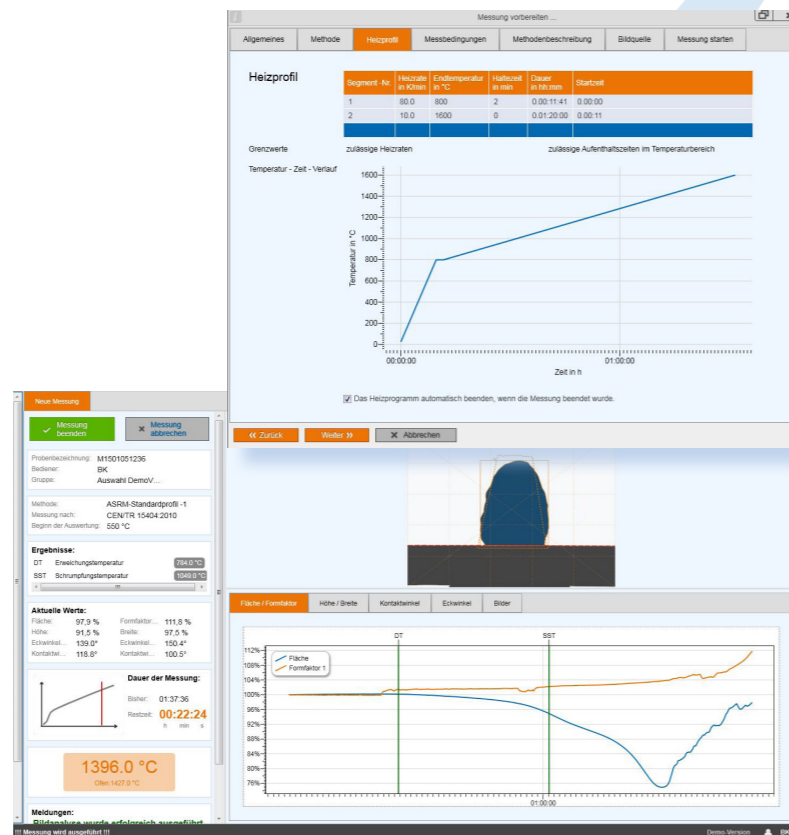
Sobald der Probekörper präpariert und samt Substrat auf dem Probehalter im Ofen platziert ist, unterstützt EMI III alle weiteren Arbeiten mit dem Erhitzungsmikroskop:

Probe einrichten: Für die Ausrichtung von Kamera und Objektiv bietet EMI III Hilfsfunktionen an, mit denen die Bildeinstellungen für die Analyse optimiert werden können. Ein erfolgreicher Analysetest bestätigt dann die für die Bildanalyse geeignete Einstellung.



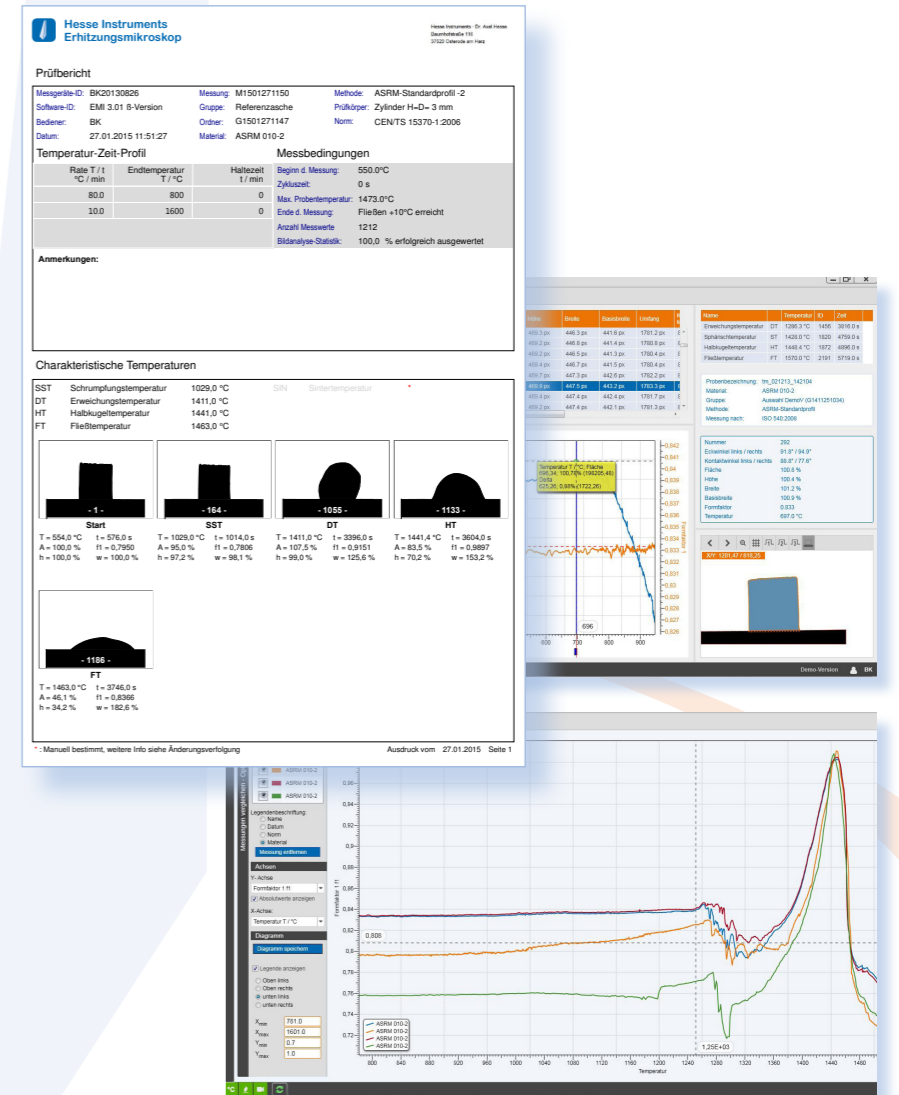
Messen: Schritt für Schritt werden alle für die Messung und ihre Dokumentation erforderlichen Angaben festgelegt, so z. B. das Temperatur-Zeit-Profil, die Starttemperatur oder das Kriterium zum Beenden der Messung. Abfragen sorgen dafür, dass nichts vergessen wird. Routinebedingungen werden im Methodenspeicher festgehalten, die Messbedingungen stehen so jederzeit schnell zur Verfügung.

Sobald eine Messung gestartet wurde, werden Informationen zum Fortschritt der laufenden Messung auf dem Bildschirm angezeigt, tabellarisch, in Kurvenform und natürlich das Bild des Prüfkörpers in Echtzeit. Während einer laufenden Messung sind die meisten Funktionen der Software blockiert, so dass die Messung ungestört beendet werden kann.



Auswerten: Sobald eine Messung abgeschlossen wurde, wird die Ergebnis-Seite mit Messwerten, charakteristischen Temperaturen, grafischer Darstellung der Ergebnisse und Bildern angezeigt. Ein standardisiertes einseitiges Kurzprotokoll kann als übersichtlicher Prüfbericht verwendet werden. Alle wichtigen Messbedingungen und Ergebnisse werden dokumentiert, Bilder von Probekörper-Silhouetten und ein Kommentar in Textform können ergänzt werden.

Alternativ kann ein umfangreicher Prüfbericht individuell zusammengestellt werden; dieser kann beliebig viele Bilder, Diagramme, Text und Datentabellen enthalten. Falls Änderungen manuell vorgenommen wurden, z. B. die Sinter oder Erweichungstemperatur manuell festgelegt wurde, wird dies als Änderungen im Prüfbericht dokumentiert. Die Auswertung und Dokumentation der Messbedingungen und Ergebnisse erfüllt alle gängigen Qualitätsmanagement-Anforderungen.



Daten verwalten: Die Datenverwaltung ermöglicht einfaches Archivieren sowie bei Bedarf die Wiederherstellung von Messdaten (einschließlich vorhandener Auswertungen) – auch auf einem zweiten PC. So kann auch unabhängig von Datenfiltern die Anzahl der angezeigten Messungen kontrolliert werden. Außerdem ist es möglich, die Arbeitsschritte Messen und Auswerten an verschiedenen Arbeitsplätzen vorzunehmen.

Konfigurieren: Ein Anwender mit Administrator-Rechten kann Methoden und Benutzer verwalten, einige Programmeinstellungen ändern und ein Firmenlogo in die Prüfberichte einfügen. Für ganz spezielle Anwendungen können Parameter der Bildanalyse geändert werden, so dass die Bildauswertung empfindlicher (z.B. für Kontaktwinkelmessungen) oder unempfindlicher eingestellt werden kann (z.B. um aktuelle Ergebnisse einfacher mit alten Ergebnissen aus Emi 2.x vergleichen zu können).

Das Wichtigste auf einen Blick

Das Hesse Instruments Erhitzungsmikroskop

Modell	EM301-M16	EM301-M17	EM301-R175
max. Ofentemperatur	1600 °C	1700 °C	1750 °C
max. Proben temperatur	1500 °C	1600 °C	1650 °C
Proben-Thermoelement	Typ S	Typ B	Typ B
Maximale Heizrate	80 K/min bis 1400 °C 50 K/min bis 1600 °C	80 K/min bis 1400 °C 50 K/min bis 1600 °C 10 K/min bis 1700 °C	30 K/min bis 1000 °C 15 K/min bis 1600 °C 10 K/min bis 1750 °C
Heizelement	Molybdändisilizid (MoSi ₂)	Molybdändisilizid (MoSi ₂)	Rhodium (Rh)
Arbeitsrohr 99,7 % Al₂O₃	Ohne Werkzeug austauschbar	Ohne Werkzeug austauschbar	Fest montiert, Heizelement und Arbeitsrohr sind unlösbar verbunden.
Proben-Thermoelement	Geschützt vor mechanischen und chemischen Einflüssen in einem Aluminiumoxid-Schutzrohr, unmittelbar unterhalb der Probe positioniert.		
Atmosphären	Oxidierend und reduzierend, Inertgas		
Ofensteuerung	Programmregler, Temperaturmessverstärker, Grenztemperaturüberwachung, Strombegrenzung		
Präparatwagen	Geführter Schlitten; Platzieren und Ausrichten der Proben außerhalb des Ofens		
Optische Komponenten	Halogenrichtleuchte, CCD-Kamera (Auflösung: 1280 x 960 Format: 1/3"), Makro-Objektiv, abgestimmt auf Kamera und Leuchte		

Die Software für das Erhitzungsmikroskop – EMI III

Software	Bedienung und Steuerung aller Funktionen des Erhitzungsmikroskops.
Probe einrichten	Optimieren der Bildeinstellung für die automatische Bildanalyse.
Messen	Durchführen der Messungen nach vom Anwender definierten Kriterien, Methodenspeicher, charakteristische Temperaturen nach DIN 51730, ISO 540, CEN/TS 15370 und CEN/TR 15404.
Auswerten und Dokumentieren	Einseitiges Kurzprotokoll, standardisiert und kurz oder ausführlicher Prüfbericht individuell zusammengestellt mit Methodenbeschreibung, Bildern, Diagrammen (Darstellung von mehreren Parametern einer Messung oder einem Parameter für mehrere Messungen), Datentabellen, Kommentaren sowie Änderungsverfolgung.
Daten verwalten	Archivieren und Wiederherstellen von Daten, ermöglicht Auswerten an zweitem PC, unabhängig vom Messplatz im Labor.
Konfigurieren	Benutzer mit Administrator-Rechten können einzelne Software-Einstellungen ändern und das Firmenlogo einfügen.

Auflösung, Messunsicherheit, Probengröße...

Proben temperatur	Auflösung 1 K, interne Auflösung 0,01 K, Standardmessunsicherheit ≤ 5 K
Länge	Abhängig von Systemeinstellungen bei Hardware und Software, Erreichbare Längenauflösung < 0,1 µm, relative Auflösung besser als 0,01%
Probenmaterial	Pulverpresslinge, Bohrkerne, aus dem Vollen gesägte Probekörper
Probekörper-Form	Zylinder, Würfel oder Kegelstumpf nach DIN 51730, ISO 540, CEN/TS 15370 und CEN/TR 15404
Probengröße	Mögliche Probenhöhen ca. 1... 6 mm, mögliche Durchmesser oder Breiten ca. 1... 8 mm
Probemenge	Abhängig von Materialeigenschaften (Schwindung, Dehnung, Benetzung)
Substratgröße (Plättchen)	Maximal 14 mm x 16 mm, typisch 10 mm x 12 mm; Dicke ca. 1 mm

Technische Änderungen vorbehalten, Stand der Information Juni 2016



Hesse Instruments Dr. Axel Hesse
 Baumhofstraße 116 • D-37520 Osterode am Harz
 Tel. +49 (0) 55 22/75 75 0 • Fax +49 (0) 55 22/76 07 3
sales@hesse-instruments.de • www.hesse-instruments.de