

THERMO

MIKRO

WAAGE



TG 439

Thermogravimetrie

ist in den Bereichen Forschung und Entwicklung sowie in der Qualitätskontrolle und Qualitätssicherung seit Jahren eine bewährte Meßmethode.

Dabei wird die zu untersuchende Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm mit wählbaren Heizraten unterworfen.

Alle physikalischen Effekte und chemischen Reaktionen, die mit einer Gewichtsänderung verbunden sind, können damit nachgewiesen und quantitativ erfaßt werden.

Aus der gemessenen Gewichtsänderung als Funktion der Temperatur oder Zeit können weitere Daten bestimmt werden, z.B.:

- Temperaturstabilität
- Zersetzungstemperaturen
- Oxidationsstabilität
- Reaktionsschritte und Kinetik
- Gehalt an Feuchtigkeit, flüchtigen Anteilen, Füllstoffen (Gummi-, Kohlenanalyse)

NETZSCH-Gerätebau GmbH hat durch konsequente Entwicklungsarbeit und langjährige Konstruktionserfahrung eine symmetrische Thermo- waage konzipiert, deren Nachweisgrenze bei 0,1 µg liegt und die sich durch außergewöhnlich gute Langzeitstabilität auszeichnet.

Thermo-Mikrowaage TG 439

Das symmetrische, elektromagnetisch kompen- sierte Wägesystem besitzt zwei identische Ofen und Gasflußsysteme. Die Standardversion erlaubt thermogravimetrische Untersuchungen bis 1000°C. 1500°C werden bei der Hochtemperatur-

version erreicht. Referenz und Probe befinden sich auf gleicher Temperatur und unter gleichen atmo- sphärischen Bedingungen. Die Messung der Pro- bentemperatur erfolgt per Thermoelement.

Kompensation des Auftriebes

Durch das vollständig symmetrische Konstruk- tionsprinzip kann bei den meisten Anwendungen eine zeitaufwendige Messung des Buoyancy- Effektes entfallen. Anstelle der Basislinie kann be- reits eine weitere Probe untersucht werden.

Hohe Auflösung

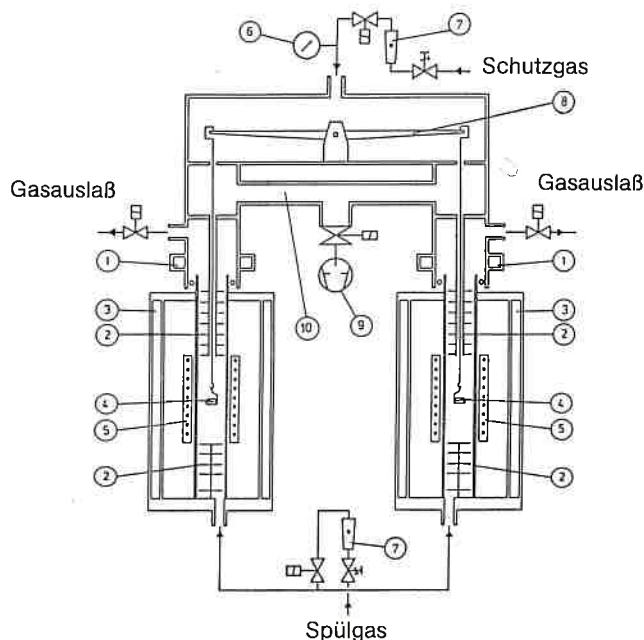
Die digitale Datenerfassung durch den Rechner kombiniert mit der außergewöhnlich hohen Emp- findlichkeit des Wägesystems ermöglichen es, im Experiment Gewichtsänderungen von 0,1 µg nachzuweisen.

Geringe Probeneinwaage

Durch die hohe Auflösung von 0,1 µg und die da- durch mögliche Probeneinwaage im Sub-Milli- gramm-Bereich können Substanzen, die nur in be- grenzten Mengen zur Verfügung stehen, thermo- gravimetrisch untersucht werden (Preisgründe, problematische Herstellung, Verschmutzung, ge- sundheitsgefährdende Substanzen).

Reduzierte Reaktionsintervalle

Durch kleinere Einwaagen ergeben sich geringere Temperaturgradienten in der Probe. Dadurch ver- kleinert sich das Intervall zwischen Start und Ende einer TG-Stufe. Eng aufeinanderfolgende Reak- tionsstufen können besser getrennt werden. Außerdem sind schnelle Heizraten möglich.



Thermo-Mikrowaage TG 439

Schema des symmetrischen Wäge- systems mit Anschlüssen für Schutz- gas, Spülgas und Vakuumpumpe.

- 1) Thermostat
- 2) Strahlungsschutz
- 3) Wasserkühlung
- 4) Probenbecher
- 5) Ofen
- 6) Druckmeßgerät
- 7) Durchflußmeßgerät
- 8) Waage
- 9) Vakuumpumpe
- 10) Pumpleitung

—⊗— Magnetventil

—⊕— Regelventil

Geringe Oberflächentemperatur

Die wassergekühlten Öfen ermöglichen den Einsatz auch unter besonderen Bedingungen wie z.B. in einer Glove-Box. Zusätzlich wird wegen der dadurch möglichen hohen Kühlraten ein größerer Probendurchsatz erreicht.

Anwenderfreundlichkeit

Das Heben und Senken der Öfen über Proben- und Referenzhalterung übernimmt ein Elektromotor. Dieser wird, ebenso wie das Evakuieren, der Gaswechsel, der Gasdurchfluß, das Trieren der Waage und die Meßbereichswahl, unkompliziert durch Tastendruck oder das Rechnerprogramm gesteuert.

Über das Datenerfassungssystem gelangen die Meßdaten zum Rechner zur Auswertung oder zur Abspeicherung auf Diskette bzw. Festplatte.

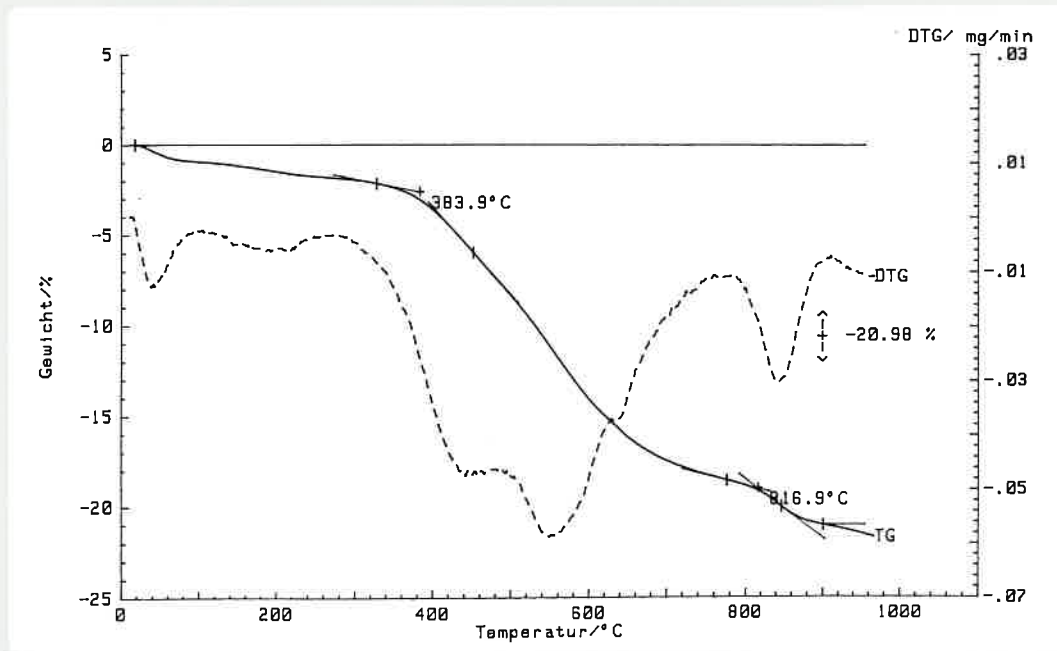
Software

Die speziell für die Thermo-Mikrowaage entwickelte Software bietet ein breites Spektrum für die Auswertungen und Darstellungen der Meßergebnisse

- Massenänderungen von TG-Stufen in % oder μg
- Berechnung charakteristischer Temperaturen
- Differenzierung des TG-Signals (DTG)
- Ausdruck der Meßergebnisse und des Versuchsprotokolls
- Graphische Darstellung auf Bildschirm oder Plotter
- Ausschnittsvergrößerung
- Kurvenvergleiche

Damit steht eine rechnergestützte Thermo-Mikrowaage zur Verfügung, die auch den höchsten Anforderungen an Meßgenauigkeit, Zuverlässigkeit und komfortabler Bedienung gerecht wird.

Anwendungsbeispiele

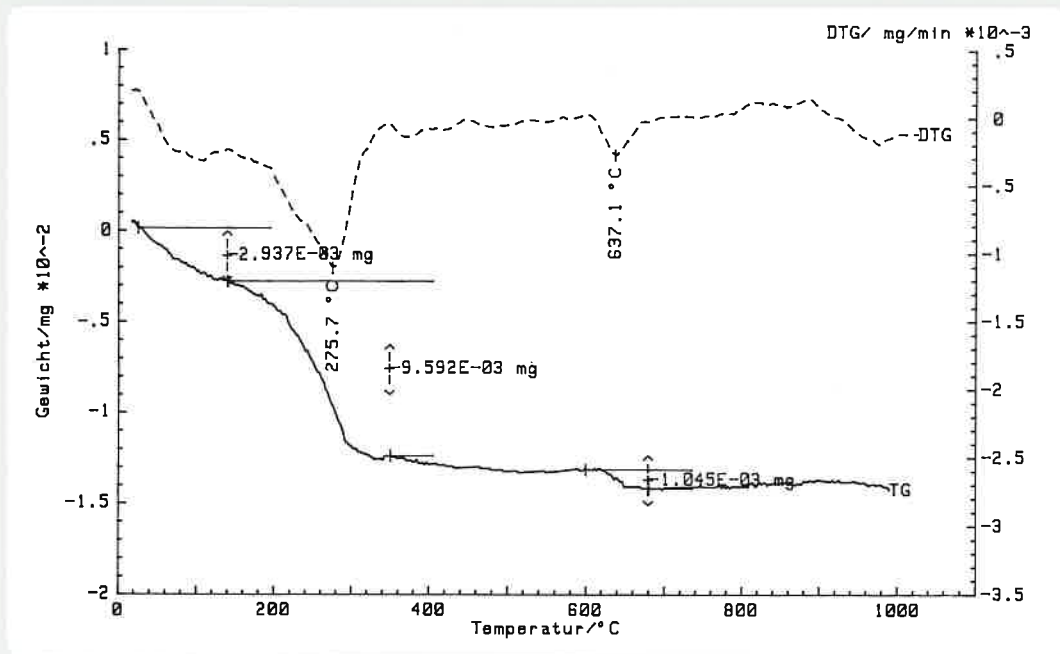


Phenol-Harz

Pyrolyse eines mit Glas und Talk gefüllten Phenol-Harzes (Argon 20 ml/min, Heizrate 50 K/min, Probeneinwaage 4,44 mg).

Beim Aufheizen zeigt sich zunächst ein Gewichtsverlust, der auf eine weitere Aushärtung des Poly-

mers zurückzuführen ist. Die thermische Zersetzung startet bei 384°C. Ein getrennter Reaktionsschritt ist bei 817°C zu erkennen, mit dem die Pyrolyse endet. Als Rückstand bleiben Glas, Talk und Restkohlenstoff.

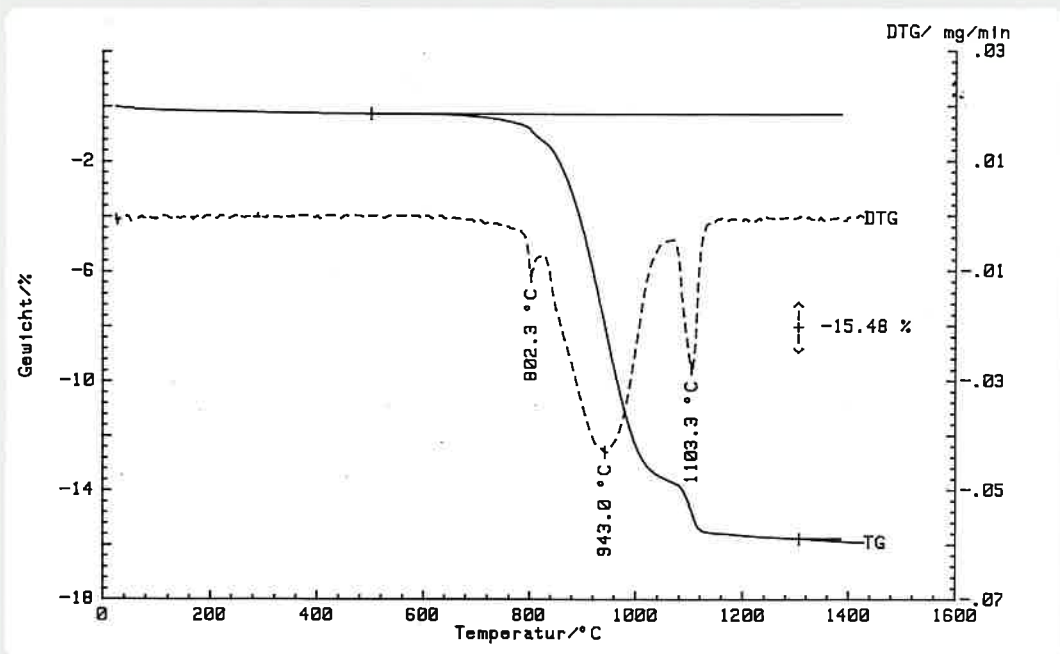


Gold mit Polymerbeschichtung

Thermogravimetrische Untersuchung einer mit Polymerüberzug beschichteten Probe aus Gold (Luft statisch, Heizrate 10 K/min, Probeneinwaage 9,55 mg).

Mit Beginn des Aufheizens zeigt sich ein

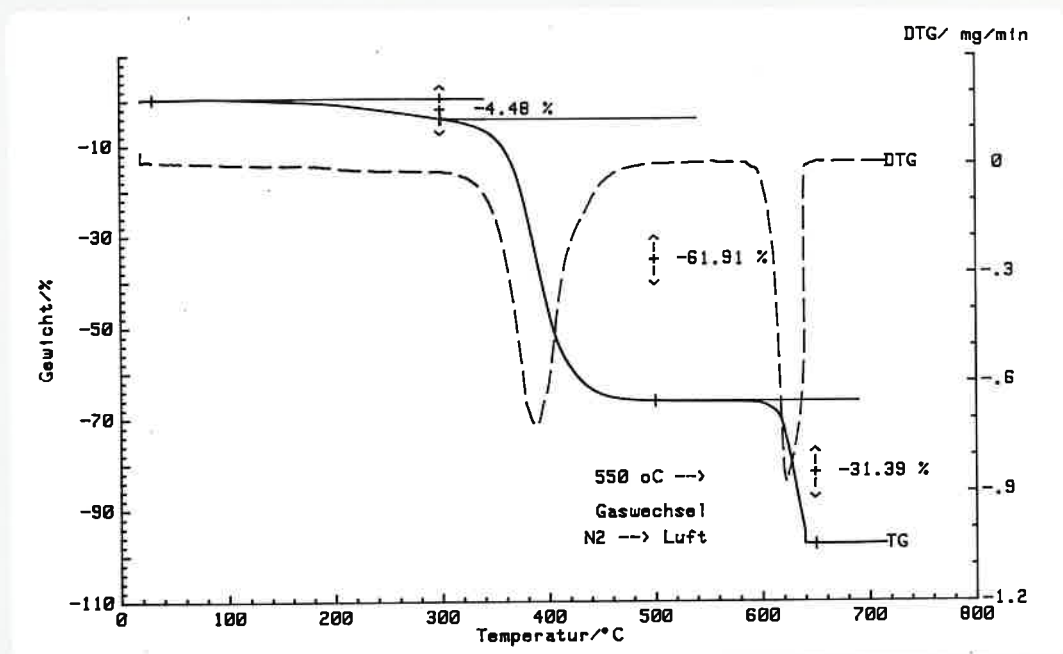
Lösungsmittelverlust. Anschließend erfolgt die Zersetzung des Polymers mit einem Gewichtsverlust von 0,11 % der Einwaage. Als letzter Schritt oxidiert der Restkohlenstoff. Der gesamte Gewichtsverlust von Raumtemperatur bis 660°C beträgt 13,6 µg.



Darstellung von Bariumtitanat

Eine stöchiometrische Mischung aus Bariumcarbonat und Titandioxid mit Überschuß an TiO_2 (1 mol%) wird auf 1500°C aufgeheizt und mittels Thermogravimetrie untersucht.

Die Festkörperreaktion erfolgt in mehreren Stufen. Der Gesamtverlust von 15,5 % entspricht der Abgabe von Kohlendioxid bei der Titanatbildung.



Naturkautschuk

Gehaltsbestimmung in der Gummianalyse (Heizrate 30 K/min, Einwaage 2,10 mg). Nach dem Entweichen leichtflüchtiger Bestandteile, z.B. Weichmachern, erfolgt bei 330°C die Pyrolyse des Naturkautschucks in Stickstoffatmosphäre.

Der vollautomatische Gaswechsel bei 550°C nach Luft erfolgt rechnergesteuert. Durch die nachfolgende Oxidation wird der Restgehalt an Kohlenstoff bestimmt. Als Rückstand bleiben Asche und nichtoxidierbare Füllstoffe.



Thermo-Mikrowaage TG 439 mit Kontrollmodul und Rechner

Thermo-Mikrowaage TG 439

- symmetrische, elektromagnetisch kompen-sierte Thermo-Mikrowaage mit zwei iden-tischen Öfen und Gasflußsystemen
- Kompensation des Auftriebs (Buoyancy-Effekt)
- außergewöhnlich hohe Auflösung (0,1 µg)
- Trennung eng benachbarter Reaktionsstufen
- geringer Langzeitdrift über den gesamten Tem-peraturbereich (+/- 0,2 µg bei 1000°C)
- Hochtemperatureinsatz (RT ... 1500°C)
- Temperaturmessung durch Thermoelemente
- geringe Oberflächentemperatur (max. 35°C)
- hohe Heiz- und Kühlraten (bis 100 K/min)
- höherer Probendurchsatz
- separates µP-Kontrollmodul mit digitaler An-zeige des Gewichtsverlustes
- Tarierung, Meßbereichswahl, Gasfluß und Vakuum per Knopfdruck oder Rechnerpro-gramm, ebenso Gaswechsel
- voll thermostatisiertes Wägesystem
- vollautomatischer Versuchsablauf
- Rechnerauswertung
- umfangreiche, ausgereifte Software

Technische Daten

Waage

Auflösung	: 0,1 µg
Probeneinwaage	: max. 1 g
Wägebereich	: 10 mg, 100 mg
Tarierung	: 100 mg elektrisch 1 g mechanisch

Probenatmosphäre

statisch	: Luft, O ₂ , N ₂ , einige korrosive Gase
dynamisch	: 10, 20, 50, 100 ml/min
Vakuum	: 10 ⁻³ bar

Standardöfen

Temperaturbereich	: RT ... 1000°C
Heizraten	: 0,1 ... 100 K/min
Kühlzeiten	: 1000 - 100°C, 10 min 1000 - 25°C, 25 min
Thermoelement	: Typ S (Pt10%Rh-Pt)

Hochtemperaturöfen

Temperaturbereich	: RT ... 1500°C
Heizraten	: 0,1 ... 50 K/min
Kühlzeiten	: 1500 - 100°C, 14 min 1500 - 25°C, 30 min
Thermoelement	: Typ S (Pt10%Rh-Pt)

Datenerfassung

Datenerfassungssystem 414/1 mit µP-Zentralein-heit, 16-KByte-Datenzwischenspeicher, Steuerung externer Geräte über digitale Ein-/Ausgänge (Option)

Computersystem und Software

16/32-bit-Rechnersystem mit Color-/SW-Bild-schirm, Doppel-Diskettenlaufwerk und einge-schränkt grafikfähigem Drucker

Mehrfarben-Plotter (Option)

Software für TG 439

Datenspeicherung auf Diskette (630 KByte) oder Festplatte (20 MByte) als Option

Analoge Registrierung

Auf Wunsch kann die Registrierung mit einem Mehr-Kanal-Schreiber erfolgen

Maße und Gewicht (BxHxT, G)

Waage	: 410x580x320 mm ³ , 35 kg
Kontrollmodul	: 500x250x470 mm ³ , 15 kg
Steuerschrank	: 500x340x470 mm ³ , 25 kg



Netzsch-Gerätebau GmbH · D-8672 Selb

Wittelsbacherstr. 42 · Postfach 1460 · Telefon (09287) 881-0 · Telex 643510 · BRD