

NETZSCH

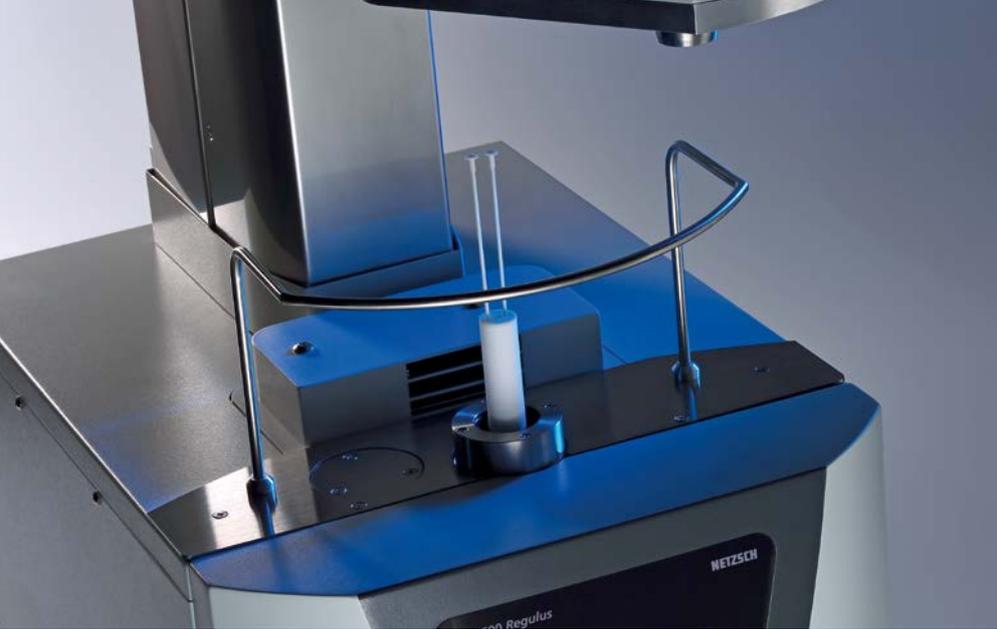
Proven Excellence.



STA 2500 *Regulus* Simultane Thermische Analyse

Technik, Gerät, Applikationen

Analyzing & Testing



Technik

Simultane thermische Analyse bezeichnet die gleichzeitige Anwendung von einer oder mehreren thermoanalytischen Methoden auf ein und dieselbe Probe in ein und demselben Gerät. Dieser Begriff wird jedoch in den meisten Fällen für die simultane Messung von Massenänderungen und kalorischen Effekten einer Probe unter thermischer Behandlung verwendet.

Die Vorteile eines solchen Systems liegen auf der Hand:

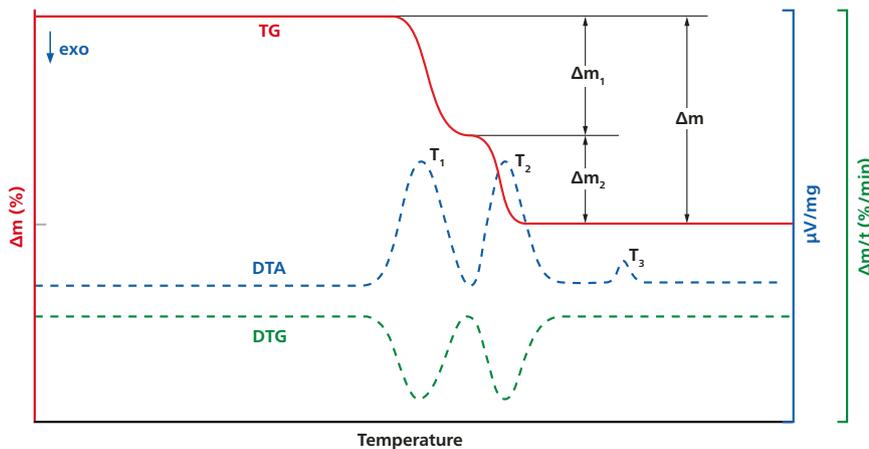
- Oft ist das verfügbare Testmaterial teuer oder schwierig herzustellen. Die Transformationsenergetik und Massenänderung einer Probe werden in nur einem Messdurchlauf erhalten; dabei wird auch die für die Untersuchungen benötigte Zeit halbiert.
- Einflüsse von Messbedingungen und/oder Probenvorbereitung werden eliminiert. Die Vergleichbarkeit der charakteristischen Temperaturen von Massenänderung und kalorischen Effekten ist somit gewährleistet.
- Probleme, die auf unterschiedlicher Zusammensetzung der Proben basieren, werden durch die simultane Messung beseitigt.

Kalorische Effekte

- Phasenumwandlungstemperaturen
- Schmelz-/Kristallisationsverhalten
- Phasendiagramme
- Reaktivität
- Modifikationsänderungen

Thermogravimetrische Effekte

- Massenänderungen
- Temperaturstabilität
- Oxidations-/Reduktionsverhalten
- Zersetzung
- Korrosionsuntersuchungen
- Analyse der Zusammensetzung
- *Thermokinetics*



Messsignale in einer TG-DTA

Schlüsselmerkmale auf einen Blick

Einzigartige oberhalbige Anordnung der Differenz-Waage

Der natürliche, nach oben gerichtete Gasfluss im oberhalbigen System garantiert automatischen Schutz der Waage gegen Kondensation und Kontamination. Das maßgeschneiderte Differenz-Wägesystem eliminiert Einflüsse von Auftrieb und Konvektion über einen weiten Temperaturbereich. Dies gewährleistet einfache Handhabung; zeitaufwändige Basislinienmessungen entfallen.

Ausgezeichnetes Preis-/Leistungsverhältnis

Die STA 2500 *Regulus* ist ein sehr zuverlässiges, komplett ausgestattetes Gerätepaket für simultane thermische Analyse-messungen bis 1600 °C zu einem attraktiven Preis.

Verschiedene Atmosphären

Messungen können in inerten und oxidierenden Atmosphären, aber auch unter Vakuum durchgeführt werden. Dynamische oder statische Atmosphären sind erlaubt. Die integrierten Massendurchflussmesser (MFCs) sind softwaregesteuert und sichern zu jedem Zeitpunkt der Messung einen Gaswechsel.

Automatischer Probenwechsler für einen zuverlässigen Betrieb ohne Eingreifen des Benutzers

Ein automatischer Probenwechsler (ASC) für bis zu 20 Proben ist optional erhältlich. Der ASC sorgt für eine optimale Tiegelpositionierung und maximalen Probendurchsatz. Die Vorprogrammierung ermöglicht Messungen während der Nacht oder am Wochenende. Durch den Einsatz von vordefinierten Methoden wird die Handhabung zusätzlich vereinfacht. Effizient und zuverlässig – darauf sollten Sie nicht verzichten.



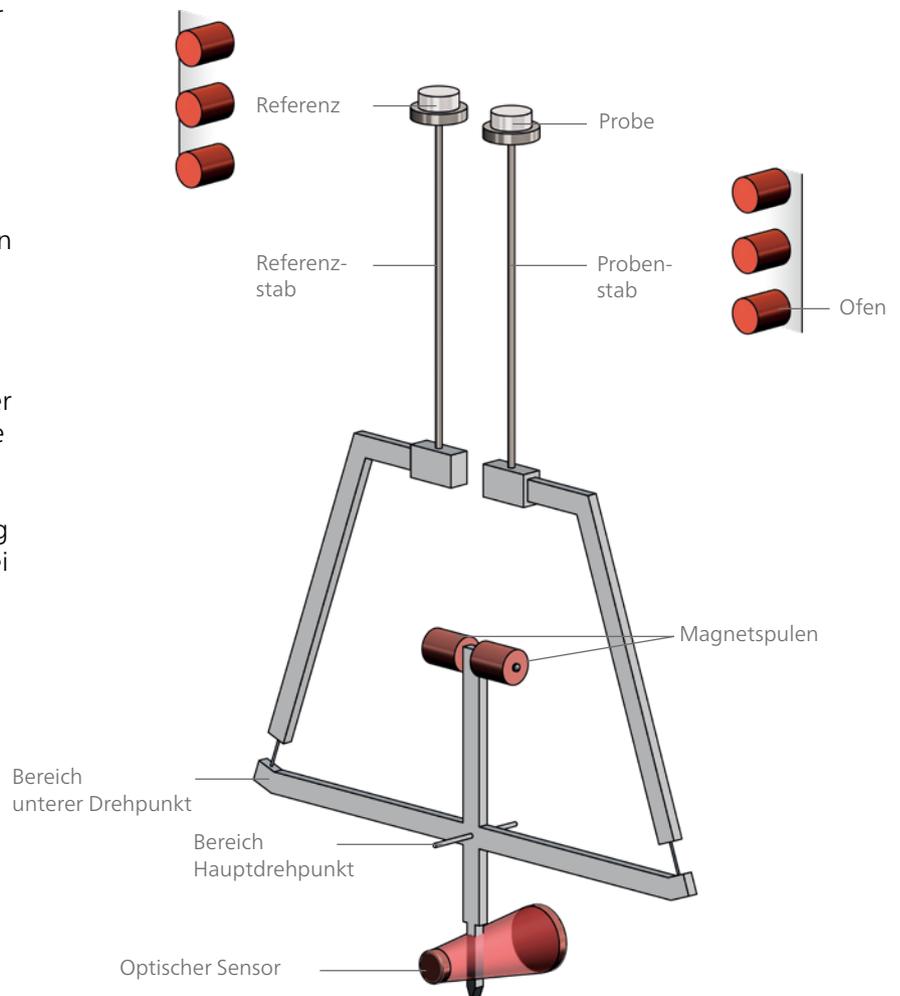
Ideal für Emissionsgasanalyse

Dank des oberhalbigen Designs der STA ist eine komfortable Kopplung an Gasanalyse-systeme wie FT-IR (Fourier Transform Infrarot) Spektrometer, MS (Massenspektrometer) oder GC-MS (Gaschromatograf – Massenspektrometer) gegeben. Dies gestattet die simultane Aufzeichnung der während der thermischen Behandlung freigesetzten Gase, was die Materialanalyse weiter vertieft.

Standardlösung mit zukunftsweisender Technologie

Vorteile der einzigartigen Differenz-Waage in oberhalbiger Anordnung

Die STA 2500 *Regulus* ist mit einer maßgeschneiderten Ultra-Mikrowaage mit einer Auflösung von $0,03 \mu\text{g}$ ausgestattet. Die selbst-kompensierende Differenzwaage arbeitet mit zwei symmetrischen Wägearmen, die mit dem Referenz- und Probenstab im Ofen verbunden sind. Das Kompensationssystem (Magnetspulen) wird durch einen hoch auflösenden optischen Sensor gesteuert. Dadurch werden Bewegungen der beiden Stäbe verhindert, was eine stabile hochauflösende Wägung (Wägebereich von $\pm 250 \text{ mg}$) zur Folge hat. Durch diese Anordnung werden Auftriebseffekte selbst bei Änderungen im Gasfluss kompensiert.



Schema der oberhalbigen Differenz-Waage der STA 2500 *Regulus*

STA 2500 Regulus

Design Oberschalige, vertikale Differenzwaage

Ofen

Temperaturbereich RT bis 1100 °C/1600 °C (2 leicht austauschbare Öfen)

Heizrate 0,001 bis 100 K/min (abhängig vom Ofen)

Temperaturgenauigkeit (Wiederholbarkeit) 0,3 K

Motorisierte Ofenhubvorrichtung Einzelhubvorrichtung

Wägesystem und Sensor

Design Differenz-Wägesystem

Wägebereich ± 250 mg, max. Probenlast 1 g

Thermogravimetrische Auflösung 0,03 µg

Thermoelement Typ S

Atmosphäre

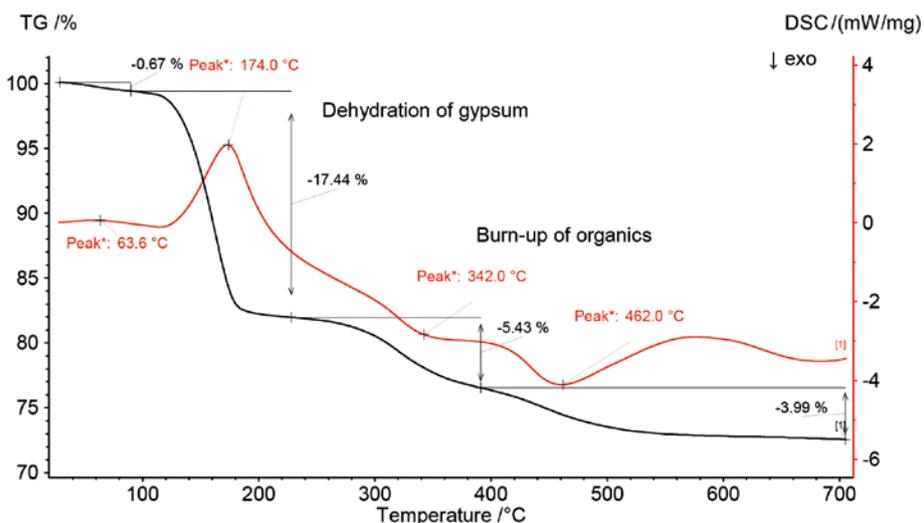
Vakuumdicht Ja, abhängig vom Evakuiersystem

Gasatmosphären Inert, oxidierend, Vakuum

Gasregelung Eingebaute Massendurchflussregler

Roboter

Automatischer Probenwechsler (ASC) Optional erhältlich für 20 Tiegel

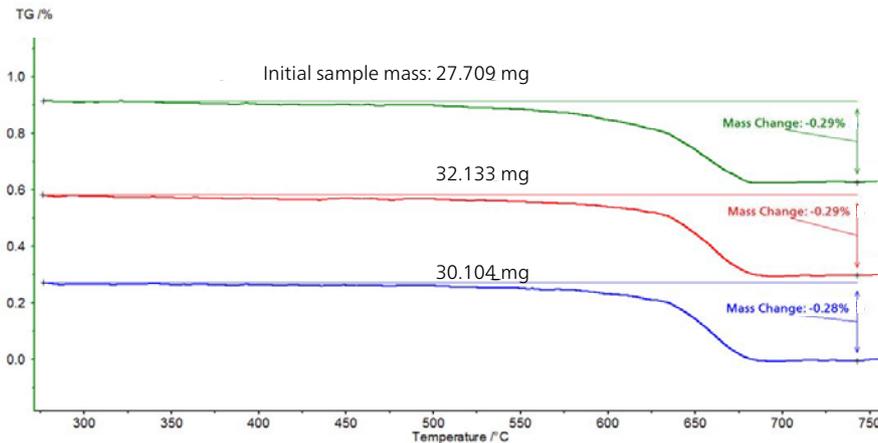


STA-Messung an einer gealterten Gipsplatte (8,32 mg) in Luft (80 ml/min) mit einer Heizrate von 40 K/min in offenen Aluminiumoxidtiegel. Hier wurde das DTA-Signal in mW/mg (DSC) umgewandelt.

Gipsplattenabfall

Gipsplatten werden speziell für hohe Brandschutzanforderungen hergestellt. In der Gipsstruktur ist Wasser enthalten, das im Falle eines Brandes verdampft. Gips ist vollständig recycelbar und kann daher wie nur wenige andere Baumaterialien einem geschlossenen Recyclingkreislauf unterworfen werden. Zur Simulation des Verhaltens unter Brandeinwirkung und während des Recyclingprozesses wurde hier eine zu Pulver zerstoßene Gipsplatte gemessen. Bis 250 °C konnte die endotherme Dehydrierung von Gips (rote Kurve) mit einem Massenverlust von ca. 17 % (schwarze Kurve) beobachtet werden, gefolgt vom exothermen Ausbrennen der Organika, das vermutlich die Phasenumwandlung von Anhydrat III in II überlappt. Oberhalb von 600 °C wird eine nahezu konstante Masse erreicht.

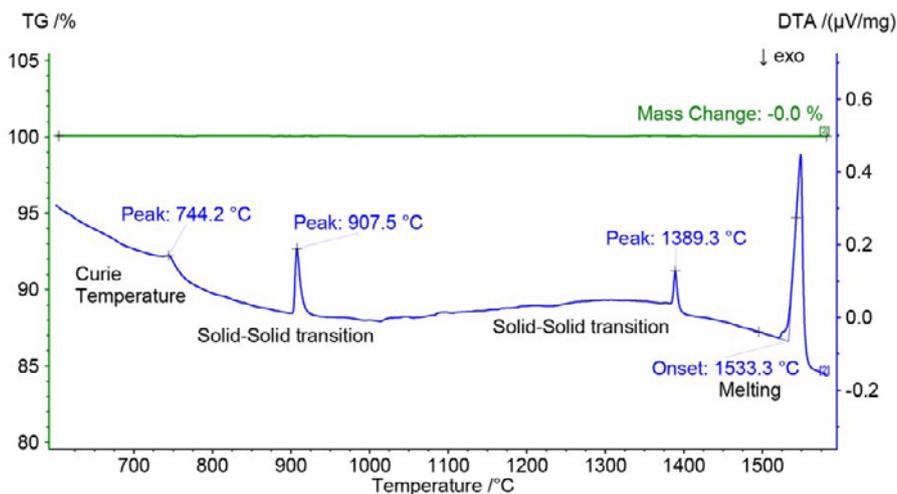
Ausgezeichnete Reproduzierbarkeit



Drei Gummiprüfungen derselben Charge nach Wechsel der Atmosphäre von Stickstoff zu Luft. Heizrate 20 K/min, Pt-Tiegel

Der Rußgehalt von Gummimaterialien unterliegt meist auch der Qualitätskontrolle. In diesem Beispiel wurden verschiedene Gummimischungen derselben Charge hinsichtlich ihres Rußgehalts untersucht. Daher wurde nach Aufzeichnung des Zersetzungsverhaltens unter inerter Atmosphäre (hier nicht dargestellt) auf Luft umgeschaltet. Die Massenänderung wurde mit $0,282 \pm 0.006\%$ bestimmt. Die hohe Reproduzierbarkeit spiegelt die ausgezeichnete Verlässlichkeit der STA 2500 *Regulus* wider.

Phasenübergänge von Eisen



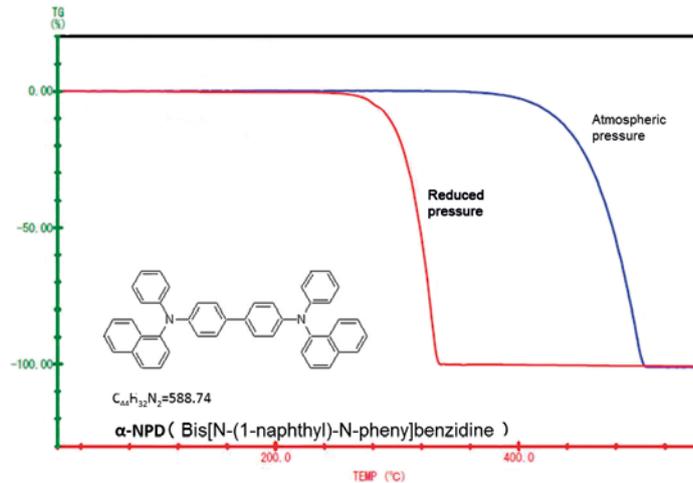
STA-Messung an reinem Eisen mit einer Heizrate von 20 K/min. Die Phasenübergänge (blaue Kurve) traten ohne Massenänderung – ein Anzeichen für die hohe Reinheit von Eisen – und ohne Oxidation (aufgrund des vakuumdichten Designs der Apparatur) auf.

Die DTA-Empfindlichkeit der STA 2500 *Regulus* erlaubt sogar die Detektion von schwächeren Phasenübergängen. Die *AutoVac*-Option für automatisches Evakuieren und Wiederbefüllen des Systems erzielt zusätzlich eine definierte Atmosphäre. Hier ist die STA-Messung an einer Eisenprobe zwischen RT und 1600 °C dargestellt. Der kalorische Effekt bei 744 °C zeigt die Änderung der magnetischen Eigenschaften des Materials. Bei Peaktemperaturen von 908 °C und 1389 °C traten zwei weitere Änderungen in der Kristallstruktur auf. Der endotherme Peak bei 1533 °C (extrapolierter Onset) ist auf das Schmelzen zurückzuführen^[1]. Im TG-Signal konnte keine Massenänderung detektiert werden, was sowohl die Vakuumdichtigkeit des Systems als auch die hohe Reinheit der Probe belegt.

[1] Das Techniker Handbuch, Grundlagen und Anwendungen der Maschinenbau-Technik, 15. Auflage, Herausgeber Alfred Böge, Vieweg Verlag, 1999

Sublimation an einer OEL-Schicht

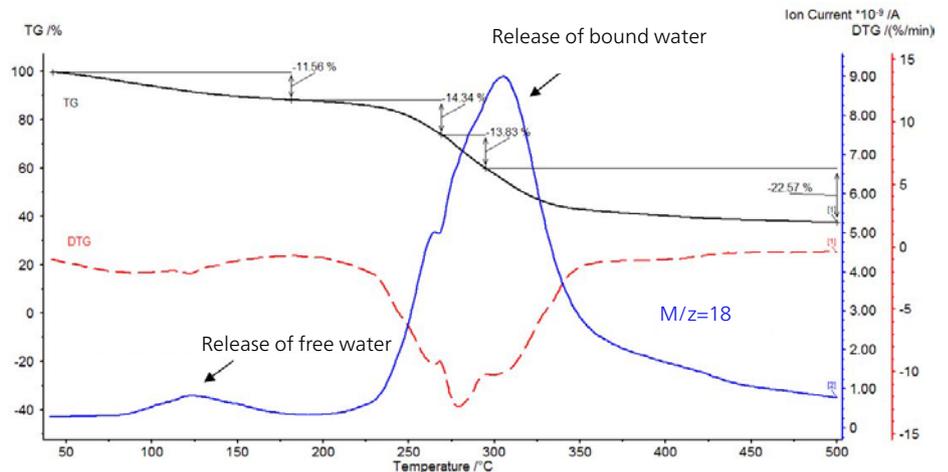
Organische Mehrschichtsysteme, die neue Möglichkeiten für optoelektronische Geräte, wie z.B. organische Leuchtdioden (OLEDs) bieten, können ungewöhnliche optische und physikalische Eigenschaften aufweisen. Die vakuumdichte STA 2500 *Regulus* erlaubt Messungen unter reduziertem Druck. Hier wurde ein α -NPD unter reduziertem Druck gemessen, was zu einer Abnahme der Sublimationstemperatur von 380 °C bei Atmosphärendruck (blaue Kurve) auf 240 °C unter reduziertem Druck (rote Kurve) führte.



α -NPD unter atmosphärischem und reduziertem Druck

Kapsel im Tabakfilter

Kürzlich hat die Tabakindustrie Zigaretten mit einer neuen Technologie eingeführt. Durch im Filter eingebettete Aromastoffe sollen Zigaretten attraktiver gemacht werden. Zum Beispiel können Kapseln den Tabakgeschmack verändern oder feucht halten. Hier ist eine TG-MS-Messung an einer wassergefüllten Kapsel zwischen Raumtemperatur und 500 °C dargestellt. Die Freisetzung von Wasser mit mehreren Massenverluststufen (schwarze TG-Kurve und rot gestrichelte DTG-Kurve) wird durch das MS-Signal für die Massenzahl 18 bestätigt. Die schnelle Stabilisierung der STA 2500 *Regulus* vor Messbeginn erlaubt die Detektion der Verdampfung von freiem Wasser vor Abgabe des gebundenen Wassers.



TG-MS-Messung an einer Kapsel

STA 2500 *Regulus*

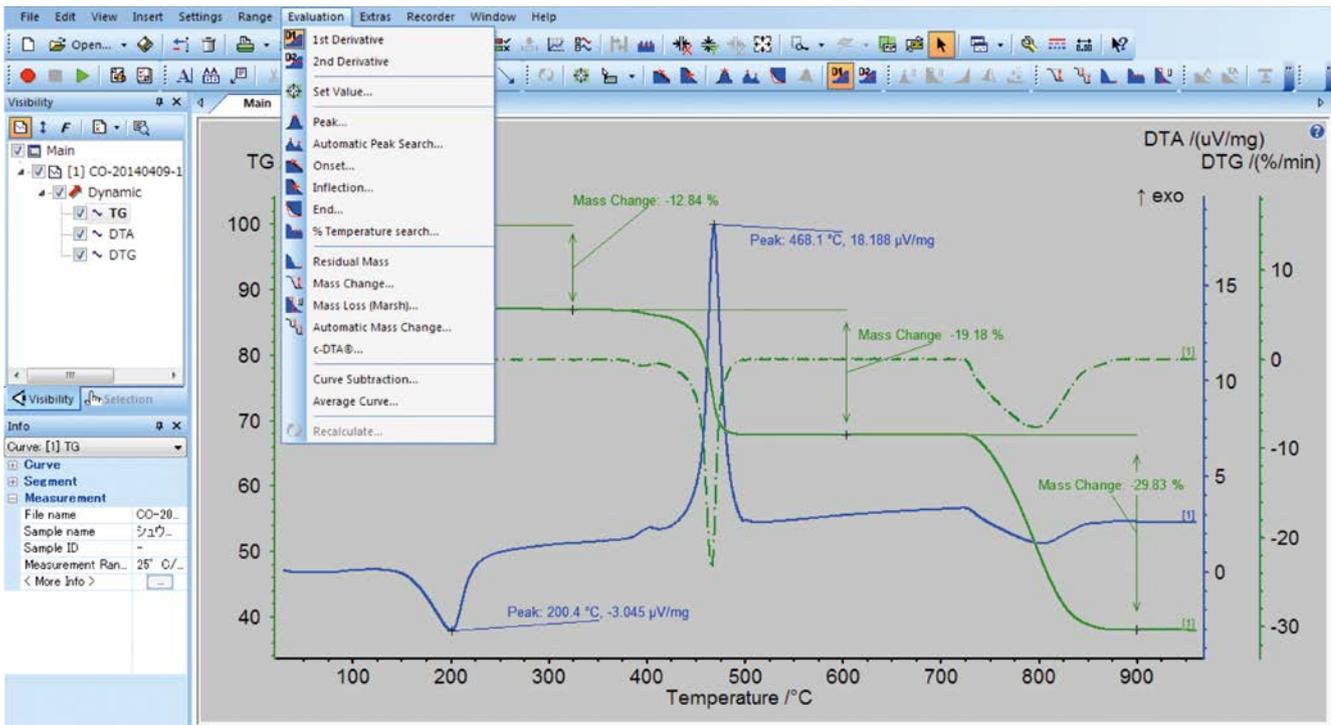
VIELFÄLTIG EINSETZBAR

Hocheffizient und anwenderfreundlich

Die STA 2500 *Regulus* läuft unter dem Betriebssystem Windows® und beinhaltet alle Funktionen, die für die Durchführung von Messungen und für die Auswertung der Messdaten erforderlich sind. Durch die Kombination von einfacher Menüführung und automatisierten Routinen wurde ein Werkzeug geschaffen, das einfach zu bedienen ist und gleichzeitig auch komplizierte Analysen zulässt

Hauptmerkmale der allgemeinen Software

- Software erstellt von ISO-zertifiziertem NETZSCH-Unternehmen; für Windows®-Betriebssysteme 7/8.1
- Simultanes Messen und Auswerten
- Betrieb von mehreren Apparaturen mit einem Computer
- Kombinierte Analyse: Vergleich und/oder Auswertung von STA-, DSC-, TG-, DIL-, TMA- und DMA-Messungen in einer Darstellung
- Eingabe und freies Verschieben von Textelementen
- Berechnung von 1. und 2. Ableitung
- Wählbare Farben und Linientypen
- Abspeichern und Wiederherstellen des Analysezustands
- Kontextbezogenes Hilfesystem
- Ergebnisse per E-Mail
- Automatisches Erkennen der Geräteeinstellungen (z.B. Ofen, Sensor usw.)
- Datenexport in Excel®-kompatibles CSV-Format
- Kalibrierung und Korrekturroutinen für Temperatur, Empfindlichkeit und Basislinie
- Bild-in-Bild Darstellung (PIP/FLIP)
- Snapshot zur Online-Auswertung einer laufenden Messung



Benutzeroberfläche der Proteus®-Software während der Auswertung

STA-spezifische Eigenschaften

- TG-Kurven in absoluter Massenänderung (mg) oder relativer Masse (%)
- Automatische Auswertung von Massenänderungsstufen und charakteristischen Temperaturen
- Extrapolierter Onset und Endset
- Peaktemperaturen und -werte der 1. und 2. Ableitung
- TG-Stabilitätsprüfung für eine vorzeitige Beendigung der Messung
- Super-Res® (Option)
- DTA-Kurven in absoluten (μV) oder relativen ($\mu\text{V}/\text{mg}$) Einheiten
- Bestimmung von Onset-, Peak-, Wendepunkt- und Endtemperaturen
- Automatische Peaksuche
- Exotherme Darstellung gemäß DIN oder ASTM (wählbar)
- Berechnung zur Konvertierung von DTA- in DSC-Signale

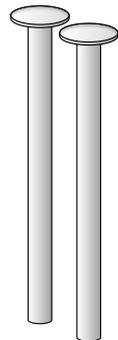
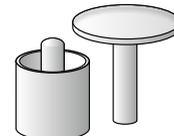
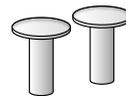
Advanced Software (Option)

- *Peak Separation* zur genauen Auftrennung und Auswertung überlappender Übergänge
- NETZSCH *Thermokinetics* für die erweiterte Charakterisierung von Reaktionen und die Bestimmung von kinetischen Parametern bis hin zu Prozessvorhersagen

ZUBEHÖR

Probentiegel und -teller

Eine große Auswahl an Tiegeln aus Aluminiumoxid, Platin, Aluminium und Quarz ist erhältlich in verschiedenen Formen und Größen. Die STA 2500 *Regulus* wird mit einem Aufsteckteller für fast alle Arten von Probentiegeln (siehe Tabelle unten) geliefert. Der Tiegel für große Probenvolumina ist in Verbindung mit dem großen Aufsteckteller erhältlich.



Aufsteckteller

Standard für große Volumina korrosionsgeschützt
Verschiedene Aufsteckteller

Tiegelarten für verschiedene Applikationen

Material (Reinheit)	Durchmesser/Höhe	Volumen	Maximale Temperatur
Al (99,5)	Ø 5,2/2,6 mm	45 µl	600 °C
Al (99,5)	Ø 5,2/5,1 mm	95 µl	600 °C
Al ₂ O ₃ (99,7)	Ø 5,2/2,6 mm	40 µl	1700 °C
Al ₂ O ₃ (99,7)	Ø 5,2/5,1 mm	80 µl	1700 °C
Pt/Rh (90/10)	Ø 5,2/2,6 mm	45 µl	1600 °C
Pt/Rh (90/10)	Ø 5,2/5,1 mm	95 µl	1600 °C
Quarzglas	Ø 5,0/2,6 mm	25 µl	1000 °C
Quarzglas	Ø 5,0/5,1 mm	55 µl	1000 °C
Großes Volumen Al ₂ O ₃ (99,7)*	Ø 8,0/10,0 mm	400 µl	1700 °C

* Großer Aufsteckteller ist Voraussetzung

Kopplung an Emissionsgasanalyse (EGA)

Durch Kopplung der STA 2500 *Regulus* an ein Gasanalyse-System wie FT-IR (Fourier Transform Infrarot)-Spektrometer, QMS (Quadrupol-Massenspektrometer) oder GC-MS (Gaschromatograf-Massenspektrometer) können Informationen über die Art der freigesetzten Gase in Abhängigkeit von der Zeit oder Temperatur erhalten werden. Dadurch sind detaillierte Angaben über das zu untersuchende Material möglich, die oftmals einem „Fingerabdruck“ gleichgesetzt werden können.

- Kopplung an ein FT-IR über eine Transferleitung
- Kopplung an ein QMS über eine Kapillare
- Kopplung an ein GC-MS über eine Transferleitung



Kopplung von STA 2500 *Regulus* und GC-MS

Die inhabergeführte NETZSCH Gruppe ist ein weltweit führendes Technologieunternehmen, das sich auf den Maschinen-, Anlagen- und Gerätebau spezialisiert hat.

Unter der Führung der Erich NETZSCH B.V. & Co. Holding KG besteht das Unternehmen aus den drei Geschäftsbereichen Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme, die branchen- und produktorientiert ausgerichtet sind. Ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleistet Kundennähe und kompetenten Service seit 1873.

NETZSCH Technologie ist weltweit führend im Bereich der Thermischen Charakterisierung von annähernd allen Werkstoffen. Wir bieten Komplettlösungen für die Thermische Analyse, die Kalorimetrie (adiabatische und Reaktionskalorimetrie), die Bestimmung thermophysikalischer Eigenschaften, die Rheologie und die Brandprüfung. Basierend auf mehr als 60 Jahren Applikationserfahrung, einer breiten Produktpalette auf dem neuesten Stand der Technik und umfassenden Serviceleistungen erarbeiten wir für Sie Lösungen und Gerätekonfigurationen, die Ihren täglichen Anforderungen mehr als gerecht werden.

Proven Excellence.■

NETZSCH-Gerätebau GmbH
Wittelsbacherstraße 42
95100 Selb, Deutschland
Tel.: +49 9287 881-0
Fax: +49 9287 881-505
at@netzsch.com
<https://analyzing-testing.netzsch.com>



NETZSCH®

www.netzsch.com