

NETZSCH

Proven Excellence.

ECO-
REIHE



Simultane Thermische Analyse –
STA 449 **F5** Jupiter®

Analyzing & Testing



Simultane Thermische Analyse – zwei sich ergänzende Methoden

Simultane Thermische Analyse (STA) bezeichnet die gleichzeitige Anwendung von Thermogravimetrie (TG) und Differenz-Thermoanalyse (DTA) oder Dynamischer Differenz-Kalorimetrie (DSC) auf ein und dieselbe Probe in ein und demselben Gerät. Die Messbedingungen in der STA sind vollkommen identisch für die TG- und DTA/ DSC-Signale (gleiche Atmosphäre, Gasflussrate, Heizrate, thermischer Kontakt zum Probentiegel und Sensor usw.). Zusätzlich wird der Probendurchsatz durch das simultane Aufzeichnen von mehreren Informationen erhöht.

DSC-Möglichkeiten

- Schmelz-/Kristallisationsverhalten
- Festkörperübergänge
- Polymorphe Umwandlungen
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergänge
- Oxidationsstabilität
- Reinheitsbestimmung
- Kinetics Neo

TG-Möglichkeiten

- Massenänderungen
- Temperaturbeständigkeit
- Oxidations-/Reduktionsverhalten
- Zersetzung
- Korrosion
- Analyse der Zusammensetzung
- Kinetics Neo

Norm*	Beschreibung
ISO 11358	Kunststoffe – Thermogravimetrie (TG) von Polymeren
ASTM D3895	Standard Test Method for Oxidative-Induction Time of Polyolefins by Differential Scanning Calorimetry
DIN 51004	Bestimmung der Schmelztemperaturen kristalliner Stoffe mit der Differenzthermoanalyse
DIN 51006	Thermische Analyse (TA) – Thermogravimetrie (TG)
DIN 51007	Differenzthermoanalyse (Grundlagen)

* Abhängig von Gerätekonfiguration

Die NETZSCH STA Eco-Reihe

70 % WENIGER ENERGIEVERBRAUCH UND SOMIT KOSTENREDUKTION.
KEINE EXTERNE TEMPERATURREGELUNG ERFORDERLICH.



Um genaue thermogravimetrische Ergebnisse mit geringem Driftverhalten zu erhalten, greifen die meisten kommerziell erhältlichen Systeme auf einen Thermostaten zur Zirkulation des Wasserkreislaufs zurück. Ein ständig laufender Thermostat erfordert nicht nur viel Energie, sondern produziert dabei Abwärme, die von Klimaanlage reguliert werden muss.

NETZSCH kommt gänzlich ohne externen Thermostaten aus. Die Temperatur des Wägeraums wird elektronisch geregelt. Dies sorgt für die notwendige Temperaturstabilität. Durch Wegfall des Thermostaten verringert sich der Energieverbrauch einer STA 449 **F5 Jupiter**® für den Durchschnittsverbraucher um 70 %.*

* Bei täglich 3-maligem Gebrauch des Gerätes an 250 Tagen im Jahr

Weitere Vorteile der STA Eco-Serie sind:

- 30 % weniger Abwärme
- Platzsparend
- Weniger Wartungsaufwand
- Beste Performance



Oberschalige Anordnung – Bewährt bei Thermowaagen

Die STA 449 **F5** *Jupiter*® besteht aus einem oberhalb angeordneten Wägesystem, das bereits seit vielen Jahren Standard in Labors ist. Die Gründe dafür sind einfach: Diese Systeme vereinen höchste Leistung bei einfacher Handhabung.

Maßstäbe durch
Erfahrung und Innovation

Anwenderfreundlich

Die STA 449 **F5** *Jupiter*® ist auf einfachste Bedienbarkeit ausgelegt. Die motorisierte Hubvorrichtung und die oberhalbige Anordnung der Waage garantieren einen sicheren Probenwechsel. Das integrierte Softwaremodul *TG-BeFlat*® sorgt für flache Basislinien; zeitaufwändige Auftriebskorrekturen entfallen somit. Das wissen nicht nur erfahrene Anwender zu schätzen!



Einzigartige Kombination – Echte TG-DSC und TG für große Volumen

Kombinierte TG- und echte DSC-Messungen können zwischen Raumtemperatur und 1600 °C mit hoher Genauigkeit und Reproduzierbarkeit durchgeführt werden. TG-Messungen sind ebenso möglich, selbst an großen Proben. Erhältlich sind Tiegel mit einem Volumen bis zu 5 cm³.

Atmosphäre – Perfekt kontrolliert dank MFC und *AutoVac**

Drei eingebaute Massendurchflussregler (MFC) für Spül- und Schutzgase sorgen für eine optimale Regelung der Atmosphäre um die Probe. Die Funktion *AutoVac** erlaubt das automatische Evakuieren und Wiederbefüllen des STA-Systems. Dies vereinfacht den Evakuierungsprozess, besonders bei schwierig zu evakuierenden Proben, wie z. B. Pulvern. Das vollkommen softwaregesteuerte *AutoVac** ist mit einer Drehschieberpumpe verbunden.

* Eine Version ohne *AutoVac* ist auf Anfrage erhältlich.

STA 449 **F5** *Jupiter*[®]

Zukunftsweisende Technologie



Bestes Preis-/Leistungsverhältnis

Aufgrund des hohen Wäge- und Lastbereichs der eingebauten Waage (beide bis 35 g), der hohen Auflösung (0,1 µg) und des geringen Driftverhaltens (im µg-Bereich) kombiniert mit der Leistungsfähigkeit einer empfindlichen DSC lassen sich alle typischen Applikationsaufgaben über einen weiten Temperaturbereich realisieren.

Komplette Ausstattung

Das vakuumdichte STA-System beinhaltet alle Hard- und Softwarefunktionen, die unerlässlich für Hochtemperatur-Applikationen in den Bereichen Keramik, Metalle, Anorganika, Baumaterialien usw. sind. Eine Konfiguration Ihrer Apparatur ist nicht notwendig; die STA 449 **F5** *Jupiter*[®] ist bereits genau auf Ihre Applikationen zugeschnitten!



Maßgeschneidertes Zubehör für Ihre

Alles in einem – zwei Messtechniken,
erweiterbares Zubehör, optimal vorbereitet
zum Anschluss an Gasanalysesysteme

Zwei Methoden für mehr Effektivität

Das System ist mit einem TG-DSC-Sensor ausgestattet. Mit dem automatischen Probenwechsler (ASC) lassen sich gleichzeitig echte DSC- oder simultane TG-DSC-Messungen durchführen. Zusätzlich sind ein TG-Proben-träger und ein TG-DTA-Sensor erhältlich, vorteilhaft für die Untersuchung von problematischen oder unbekanntem Proben.

Tiegelvielfalt

Tiegel sind lieferbar aus verschiedenen Materialien und in unterschiedlichen Größen. Standardtiegel bestehen aus Aluminiumoxid oder Platin. Viele Tiegel, z. B. Gold, Zirkonoxid usw., werden mit Deckeln angeboten. Wählen Sie den für Ihre Applikation passenden Typ.



Auswahl von DSC-Tiegeln



Probenbecher für
TG-Untersuchungen an
großen Probenvolumina

Applikation



Freiräume schaffen – automatischer Probenwechsler

Ein automatischer Probenwechsler (ASC) für bis zu 20 Proben ist optional erhältlich, der für TG- oder TG-DSC-Messungen eingesetzt werden kann. Er sorgt bei optimaler Tiegelplatzierung für einen maximalen Probendurchsatz. Durch Vorprogrammierung sind Messungen über Nacht oder am Wochenende möglich. Mittels bereits definierter Anwendermethoden wird die Handhabung nochmals vereinfacht. Effizient und zuverlässig – Sie möchten nicht mehr darauf verzichten.

Bestens vorbereitet zum Anschluss an die Emissionsgasanalyse

Für die Analyse der freigesetzten Gase (EGA) kann das STA-System entweder einzeln an ein QMS und FT-IR oder an eine Kombination aus QMS und FT-IR – selbst bei Ausstattung mit einem automatischen Probenwechsler – und an ein GC-MS oder eine Kombination aus FT-IR und GC-MS gekoppelt werden.



STA 449 *F5 Jupiter*® simultan gekoppelt an QMS 403 *Aëolos*® *Quadro*

Die *Proteus*®-Software ist von einem ISO-zertifizierten Unternehmen erstellt. Sie beinhaltet alle Funktionen zur Durchführung und Auswertung der Messdaten – selbst von komplexen Analysen.

STA 449 *F5 Jupiter*® mit *Proteus*® 8.0

UNSERE LEISTUNGSSTARKE ANALYSESOFTWARE

BeFlat® – Eine intelligente Art, Zeit zu sparen

Das Software-Feature TG-*BeFlat*® berücksichtigt die Einflüsse von Heizraten, verschiedenen Spülgasen oder Gassflussraten auf die Messungen und bietet somit automatisch die entsprechende Korrektur für die gewählten Messbedingungen ohne Blindwertbestimmung in Form von Korrekturmessungen.

AutoEvaluation – Die weltweit einzige wahre selbsttätige Auswertung

Die einzigartige Funktion *AutoEvaluation* detektiert und wertet thermische Effekte aus – d.h. Peaks, Glasübergänge oder Massenänderungen – ohne Eingreifen des Anwenders. Intelligente Algorithmen sind in der Lage, DSC- und TG-Kurven vollautomatisch abzuarbeiten, so dass dem Anwender vollkommen objektive Messergebnisse vorliegen.

Dieses Tool ist nicht nur hilfreich für Anfänger, auch erfahrene Anwender können diese Ergebnisse als „zweite Meinung“ heranziehen. Der Benutzer hat jederzeit die vollständige Kontrolle: Werte können neu berechnet oder weitere manuelle Auswertungen hinzugefügt werden.

*Identify** – Mit einem Klick zum Ergebnis

Identify markiert einen echten Wendepunkt in der thermischen Analyse. Dieses Softwarepaket erlaubt die Materialidentifizierung und -klassifizierung über Datenbankvergleich mit nur einem Klick.

Im Fall von DSC und TG ist der Kurvenvergleich effektbasiert, was für einen schnellen und effizienten Abgleich sorgt. Das Ergebnis ist eine Ähnlichkeits-Trefferliste.

Neben 1-zu-1-Vergleichen mit individuellen Kurven ist es auch möglich zu überprüfen, ob eine bestimmte Kurve zu einer bestimmten Klasse gehört.

Der Datenbank (mehr als 2000 Einträge, von denen 1200 in *Identify* bereits enthalten sind) können eigene Bibliotheken und Klassen zugefügt werden; auf diese Weise lässt sie sich auch mit eigenen Experimenten und Wissen einfach erweitern.



* Option

OPTIMIERUNG DER ENTBINDERUNG DURCH SIMULATION

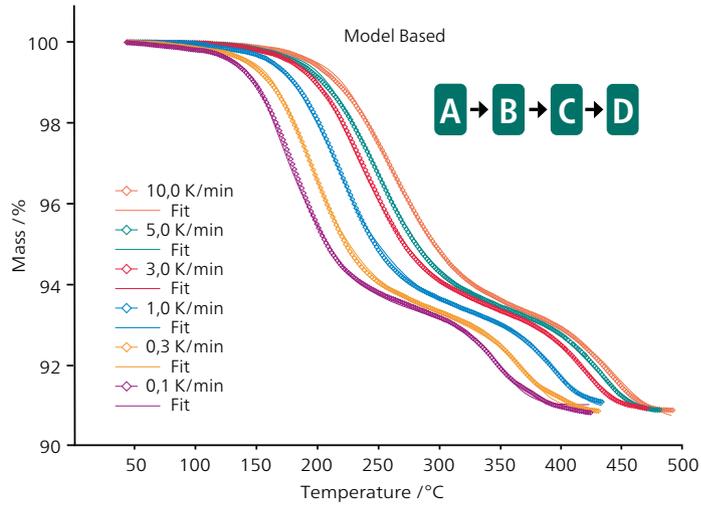


Abb. 1: Die experimentellen TG-Daten (Symbole) stimmen gut mit den Ergebnissen der Simulation (durchgezogene Linien) auf der Basis eines 3-stufigen Kinetik-Modells für Heizraten von 0,1; 0,3; 1; 5 und 10 K/min überein.

Ausbrennen eines polymeren Binders

In der Sintermetallurgie sorgt der dem Metallpulver zugesetzte polymere Binder für eine verbesserte Haftung. Während des Sinterprozesses wird der Binder vorsichtig entfernt, um Mikrorisse durch die Freisetzung von Gasen zu verhindern. Eine langsame Aufheizung führt zu Zeitverlusten in der Produktion, während eine schnelle Aufheizung Qualitätsverluste aufgrund intensiver Gasentwicklung während der Polymerzerersetzung zur Folge hat.

Unter Berücksichtigung dieser Bedingungen ist es im vorliegenden Fall das Ziel, das optimale Temperaturprogramm für einen Tunnelofen zu ermitteln. Die Simulation des Produktionsprozesses geschieht anhand von sechs mit verschiedenen Heizraten geführten TG-Messungen (Abbildung 1) und einem darauf basierenden Kinetikmodell. Eine optimale Materialqualität wird hier bei einer Massenverlustrate von 0,05 %/min erzielt – unter Laborbedingungen z. B. durch das Temperaturprogramm in Abbildung 2. Abbildung 3 zeigt die Vorhersage für das Ausbrennverhalten für gegebene Zonentemperaturen.

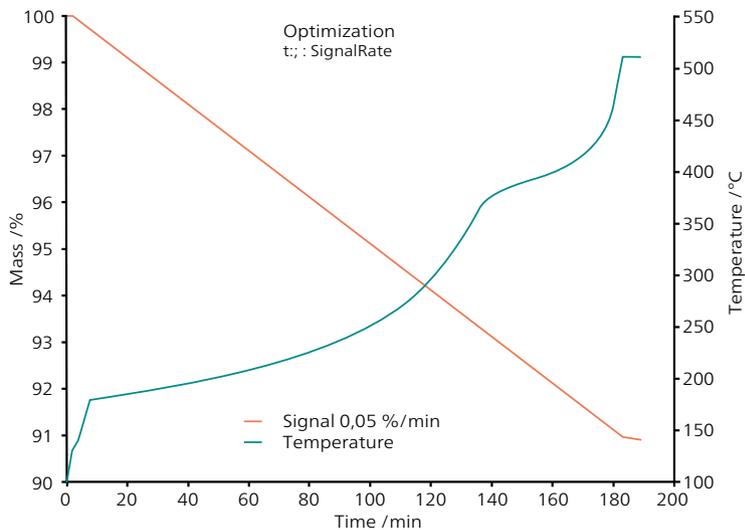


Abb. 2: Optimiertes Temperaturprogramm für das Ausbrennen des Polymerbinders unter Laborbedingungen

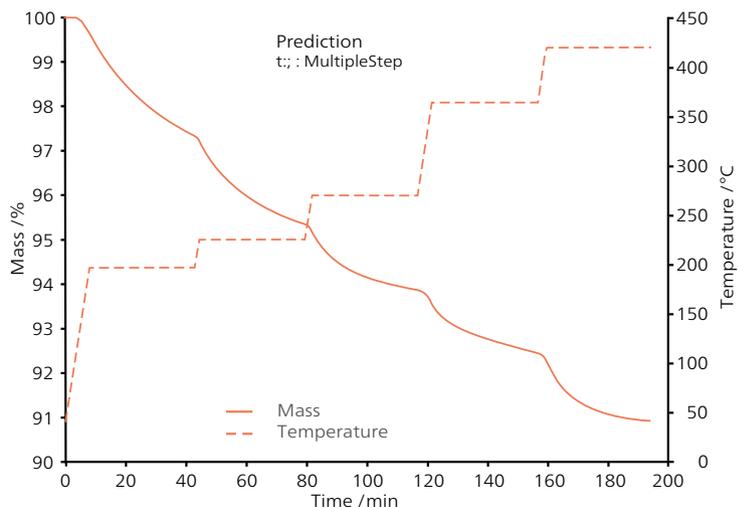
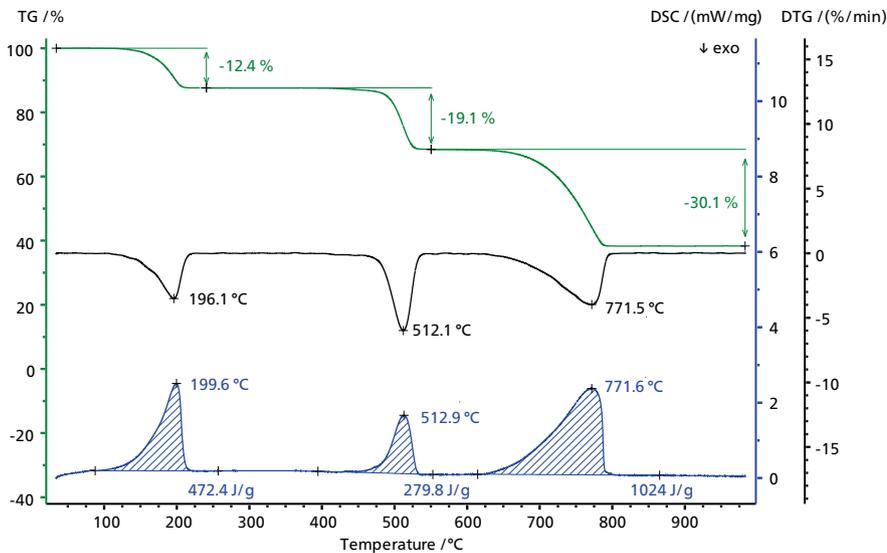


Abb. 3: Optimierte Zonentemperaturen für das Ausbrennen des Polymerbinders im Tunnelofen während des Herstellprozesses

Informieren Sie sich auch über „Kinetics as a Service“ unter www.kinetics.netzsch.com

Genauigkeit des TG-Signals

In der thermischen Analyse wird Calciumoxalat-Monohydrat ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$) zur Genauigkeitsbestimmung des TG-Signals eingesetzt, da die Substanz eine hohe Stabilität aufweist und nur wenig Feuchtigkeit von der Umgebung aufnimmt. Hier sind die TG- und DSC-Kurven von $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ zwischen Raumtemperatur und 1000°C dargestellt. Die 1. Massenverluststufe zeigt die Freisetzung von Wasser und somit den Übergang der Probe zu Calciumoxalat (CaC_2O_4). Die 2. Massenverluststufe ist auf die Abgabe von CO zurückzuführen und entspricht dem Übergang von Calciumoxalat zu Calciumcarbonat (CaCO_3). Oberhalb 700°C zersetzt sich das Carbonat unter CO_2 -Freisetzung; die Restmasse besteht aus CaO. Die detektierten Massenverluste stimmen sehr gut mit den Literaturdaten ($<1\%$) überein, was die hohe Genauigkeit dieser Thermowaage widerspiegelt.



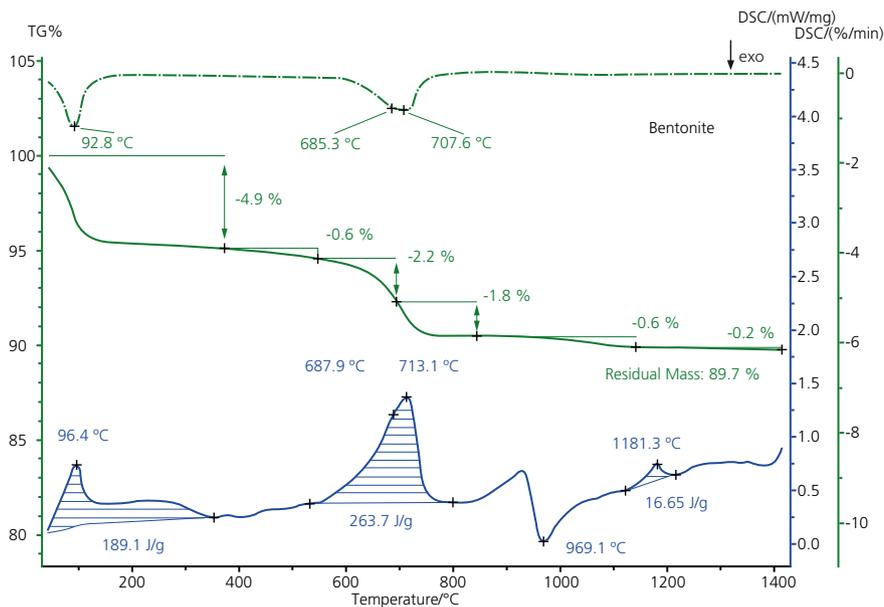
STA-Messung an Calciumoxalat-Monohydrat (Probeneinwaage 12,79 mg) in Pt-Tiegeln mit einer Heizrate von 10 K/min in Stickstoffatmosphäre (70 ml/min).

GENAUIGKEIT



Keramische Masse

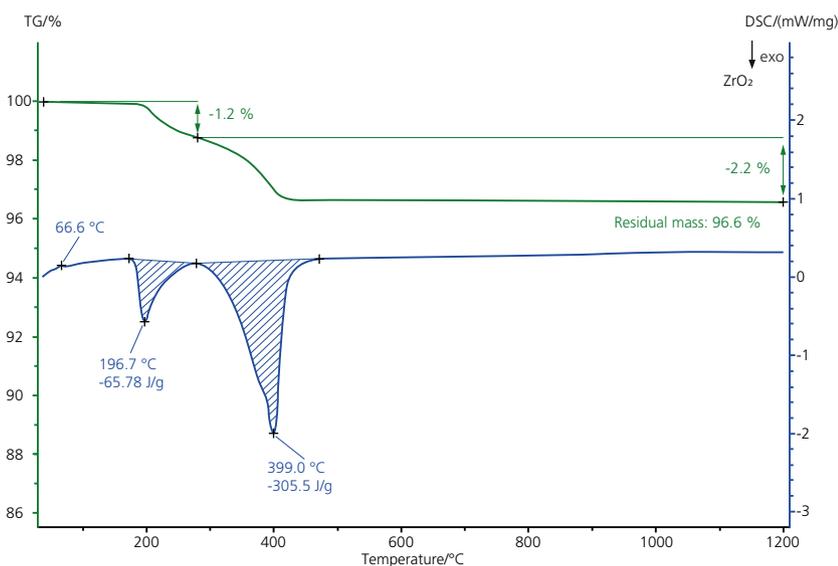
Bentonit ist ein überwiegend aus Montmorillonit bestehender Ton mit ausgezeichnetem Absorptionsvermögen. Die 1. Massenverluststufe (DSC-Peaktemperatur 96 °C) der hier gezeigten Messung geht auf die Freisetzung von Wasser zurück, gefolgt von einer kleinen Massenverluststufe von 0,6 %. Dies weist auf eine SO₂-Abgabe und damit auf eine Pyrit-Kontamination hin. Oberhalb 600 °C wird Wasser aus der Bentonit-Struktur (DTG bei 685 °C und 707 °C) freigesetzt. Der exotherme DSC-Peak bei 969 °C spiegelt den Phasenübergang des Minerals wider. Der endotherme Peak bei 1181 °C ist höchstwahrscheinlich auf ein Teilschmelzen oder eine weitere SO₂-Abgabe zurückzuführen.



Komplexes thermisches Verhalten von Bentonit in Pt-Tiegeln mit einer Heizrate von 10 K/min in Stickstoffatmosphäre (70 ml/min); dargestellt sind die TG- (grün), DTG- (grün gestrichelt) und DSC-Kurven (blau).

Binderausbrennen von Zirkonoxid

Während der Aufheizung treten störende Phasenumwandlungen auf, die sich durch geringe Yttriumoxidzusätze eliminieren lassen. Das entstehende Material weist ausgezeichnete thermische, mechanische und elektrische Eigenschaften auf. Die aktuelle Messung zeigt zwei kleine Massenverluste bis 450 °C (insgesamt 3,4 %; grüne Kurve), die sehr gut mit den beiden exothermen Peaks in der blauen Kurve bei 197 °C und 399 °C übereinstimmen. Diese Effekte (Massenverlust bis 500 °C, exotherme Peaks mit hohen Enthalpien) werden durch das Binderausbrennen hervorgerufen. Der kleine endotherme DSC-Peak bei 67 °C wird durch das Schmelzen des Bindemittels verursacht.

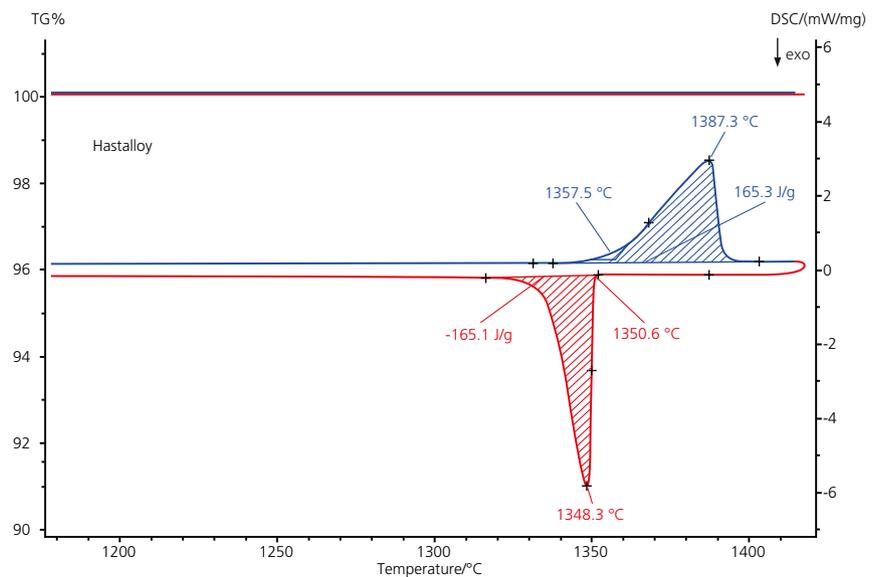


STA-Messung an stabilisiertem ZrO₂ (26,2 mg) in Platintiegeln zwischen Raumtemperatur und 1200 °C bei einer Heizrate von 20 K/min



Korrosionsbeständige Legierung

Hastelloy® ist eine Nickel-Chrom-Molybdän-Wolfram-Legierung mit hervorragender Temperaturstabilität, Duktilität und Korrosionsbeständigkeit. Ein ausgezeichneter Widerstand gegen Spannungsrisskorrosion und Oxidation besteht bis 1038 °C. Das Material wird z. B. in Rauchgasentschwefelungsanlagen verwendet. Die blaue Kurve stellt das Schmelzen einer Hastelloy®-Probe bei 1358 °C (extrapolierter Onset) mit einer Enthalpie von 165 J/g dar. Während der Abkühlung tritt bei 1351 °C (extrapoliertes Ende) die Kristallisation mit nahezu gleicher Enthalpieänderung (rote DSC-Kurve) auf. Es wurde keine Massenänderung aufgrund von Oxidation detektiert.



Aufheizung und Abkühlung von Hastelloy® (39,02 mg; alloy 22) bei Aufheiz- und Abkühlraten von 20 K/min in 70ml/min Ar-Atmosphäre; es wurden Platintiegel mit Aluminiumoxideinsätzen verwendet.

STA 449 F5 Jupiter®

Design	Oberschalige Anordnung des Wägesystems
Temperaturbereich	RT... 1600 °C (Probentemperatur)
Ofen	SiC-Ofen auf motorisierter Hubvorrichtung für sicheren, einfachen Betrieb
Heizrate	0,001 bis 50 K/min
Sensoren	<ul style="list-style-type: none"> ▪ TG-DSC (Standard in Systemversion I) ▪ TG-DSC_{ASC} (Standard für Systemversion II mit ASC) ▪ TG (Option für hohe Probeneinwaage und voluminöse Proben) ▪ TG-DTA (Option) Alle Sensoren sind innerhalb von Sekunden leicht austauschbar
Vakuumdicht	10 ⁻² mbar
AutoVac	Integriertes System für software-gesteuerte Evakuierung
Evakuierungssystem	Ja
Atmosphären	Inert, oxidierend, statisch, dynamisch, Vakuum
Automatischer Probenwechsler (ASC)	20 Probenpositionen (Standard für Systemversion II)
Gasflussregelung	3 integrierte Massendurchflussregler für 1 Schutz- und 2 Spülgase
Temperaturauflösung	0,001 K
Auflösung der Waage	0,1 µg (über den gesamten Wägebereich)
DSC-Auflösung	1 µW für DSC-Sensor Typ S
TG-BeFlat®	Integriertes Software-Modul zur Korrektur der Einflüsse von Tiegel, Atmosphäre, Heizrate etc. (automatische Auftriebskorrektur)
Drift der Waage	< 5 µg/Stunde unter konstanten Umgebungsbedingungen
Maximale Probenlast	35000 mg (einschl. Tiegel, entspricht dem TG-Messbereich)
Probenvolumen	Bis 10 ml (für TG-Tiegel)
DSC-Enthalpiegenauigkeit	1% (für Indium)
Emissionsgasanalyse	QMS-, GC-MS- und/oder FT-IR-Kopplungen (optional)
Abmessungen	600 x 700 x 650 (900) mm
Gewicht	83 kg (exklusive Rechnersystem)

Technische Daten

Software Features

STA 449 F5 Jupiter®

Betriebssysteme Windows Betriebssystem

Allgemeine
Software-Eigenschaften

- Multitasking: simultanes Messen und Auswerten
- Multimoduling: Betrieb von mehreren Apparaturen mit einem Computer
- Kombinierte Analyse: Vergleich und/oder Auswertung von STA-, DSC-, TG-, DIL-, TMA- und DMA-Messungen in einem Plot
- Wählbare Beschriftung
- Grafik- und Datenexport
- Berechnung von 1. und 2. Ableitung einschließlich der Peaktemperaturen
- Abspeichern und Wiederherstellen des Analysezustands
- Kontextbezogenes Hilfesystem
- Software erstellt von ISO-zertifiziertem Unternehmen

DSC-spezifische
Eigenschaften

- Bestimmung von Onset-, Peak-, Wendepunkt- und Endtemperaturen einschl. automatischer Peaksuche
- Analyse exothermer und endothermer Peakflächen (Enthalpien) mit wählbarer Basislinie und Teilpeakflächenanalyse
- Umfassende Analyse des Glasübergangs
- Kristallinitätsgrad
- OIT (Oxidative-Induction Time)

TG-spezifische
Eigenschaften

- Massenänderungen in % oder mg
- Automatische Auswertung von Massenänderungsstufen einschl. Bestimmung der Restmasse
- Extrapolierte Onset- und Endset-Temperatur
- Automatische Basislinienkorrektur TG-*BeFlat*® zur automatischen Korrektur von Messeinflüssen
- c-DTA® zur Berechnung des DTA-Signals bei TG-Messungen mit Auswertung charakteristischer Temperaturen und Peakfläche (optional)

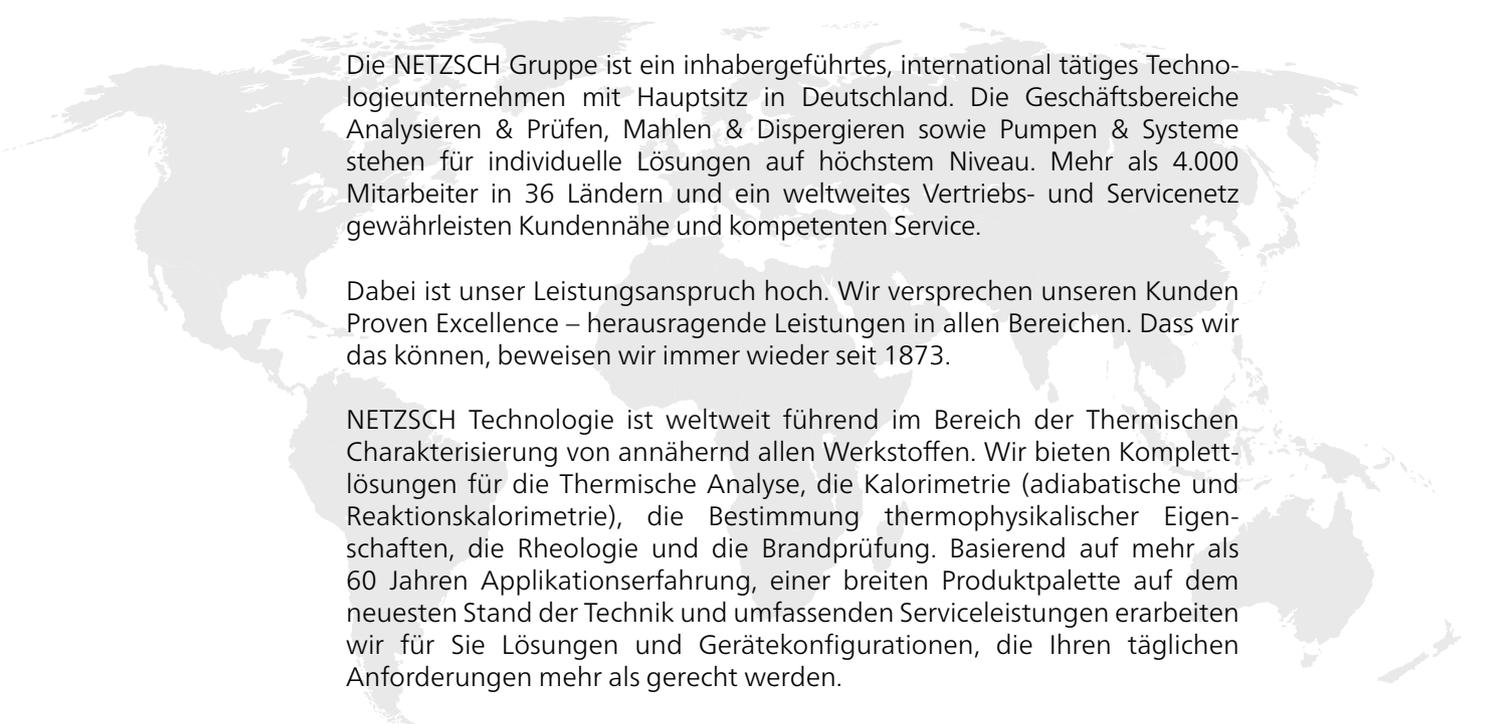
Optionale Software

Features

- *Super-Res* für umsatzgeführte Temperaturführung
- c-DTA®
- DSC-*BeFlat*®
- Spezifische Wärmekapazität
- *Tau-R*®

Pakete

- Reinheit
- *Peak Separation*
- Kinetics Neo
- *AutoEvaluation*
- *Identify*



Die NETZSCH Gruppe ist ein inhabergeführtes, international tätiges Technologieunternehmen mit Hauptsitz in Deutschland. Die Geschäftsbereiche Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme stehen für individuelle Lösungen auf höchstem Niveau. Mehr als 4.000 Mitarbeiter in 36 Ländern und ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleisten Kundennähe und kompetenten Service.

Dabei ist unser Leistungsanspruch hoch. Wir versprechen unseren Kunden Proven Excellence – herausragende Leistungen in allen Bereichen. Dass wir das können, beweisen wir immer wieder 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@netsch.com

NETZSCH[®]

www.netsch.com