

NETZSCH

Proven Excellence.



Thermische Analyse – Massenspektrometerkopplung

Emissionsgasanalyse
Methode, Techniken und Applikationen

Analyzing & Testing

Thermische Analyse und Emissionsgasanalyse

Thermoanalytische Techniken

Thermoanalytische Verfahren sind universelle Werkzeuge zur Charakterisierung des thermischen Verhaltens von Festkörpern und Flüssigkeiten. Besonders die Thermogravimetrie und simultane thermische Analyse (STA, TG-DTA/DSC) finden Anwendung bei der Untersuchung von Massenänderungen von Proben unter definierter Wärmebehandlung. Sie liefern Informationen über Materialeigenschaften, Zusammensetzung und Stabilität.

Häufig fehlen jedoch chemische und analytische Informationen über den Hergang, der die Massenänderung der Probe verursacht. Die Emissionsgasanalyse (EGA) mit Techniken wie der Quadrupol-Massenspektrometrie kann diese zusätzlichen Informationen liefern.



Anwendungsbereich von thermischer Analyse, gekoppelt mit Massenspektrometrie

Zersetzung

- Wasserfreisetzung
- Stabilität
- Restlösemittel
- Pyrolyse

Festkörper-Gas Reaktionen

- Verbrennung
- Oxidation
- Adsorption
- Desorption
- Katalyse

Analyse der Zusammensetzung

- Polymergehalt
- Immediatanalyse
- Binderausbrennen
- Entwachsung
- Aschegehalt

Identifizierung

- Gaszusammensetzung
- Fingerabdruck
- Partialdruck
- Fragmentierung
- Festkörper-Gas-Wechselwirkungen

Verdampfung

- Dampfdruck
- Sublimation

QMS 505 Aëolos®

Gründe für die Kopplung eines Massenspektrometers mit einem Thermoanalysegerät

Ergänzende Informationen

Die Gasanalyse eröffnet die Möglichkeit, die mittels thermischer Analyse aufgezeichneten Effekte zu erklären. Die auftretenden Gase können bis in den ppb-Bereich detektiert werden, was die typische Empfindlichkeit thermoanalytischer Methoden übertrifft. Die Kombination beider Methoden bildet somit die ideale Basis für eine erstklassige Materialcharakterisierung.

Quadrupol-Massenspektrometrie (QMS)

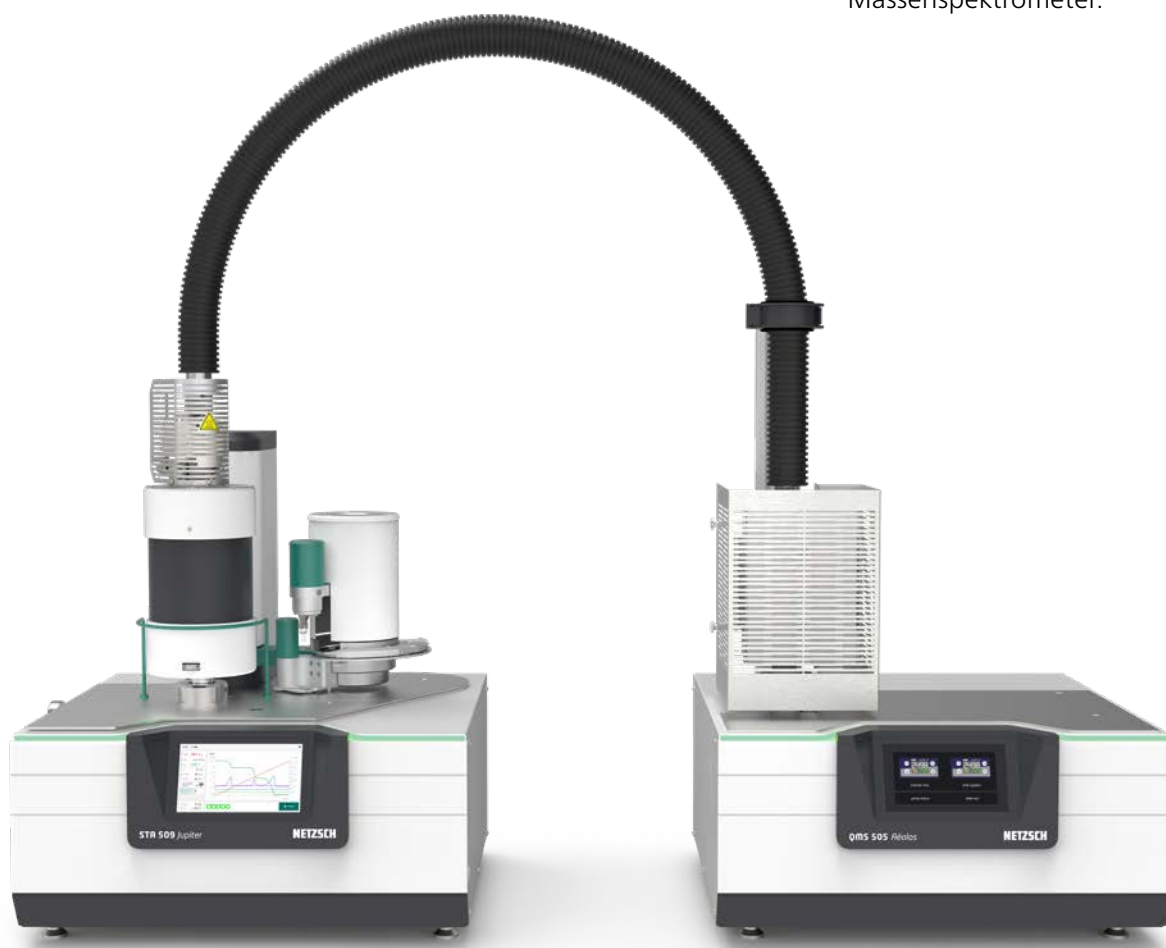
Die Empfindlichkeit, Selektivität, Geschwindigkeit und Kapazität eines Quadrupol-Massenspektrometers machen das System ideal für die Gasanalyse in Kombination mit thermischen Analysatoren, insbesondere Thermogravimetrie (TGA) und Simultane Thermische Analyse (STA, TGA-DTA/DSC).

Durch die effiziente und reproduzierbare Ionisation von Gasen in der Elektronenstoß-Ionenquelle wird eine hohe Nachweisempfindlichkeit von Molekülen, Atomen und Fragmenten ermöglicht.



KOPPLUNG VON THERMISCHER ANALYSE UND EMISSIONSGASANALYSE

NETZSCH bietet Komplettlösungen für die Kopplung der thermischen Analyse mit Massenspektrometrie – sowohl für Hard- als auch Software an. Auswertung und Darstellung der Ergebnisse erfolgt mit der bewährten *Proteus*®-Software. Die Gasflussbedingungen in allen thermischen Analysatoren sind ideal für die Kopplung an ein Massenspektrometer.



STA 509 *Jupiter*®, gekoppelt an das QMS 505 *Aëolos*®;
Kopplung weiterer thermischer Analysegeräte, wie z. B. die TG 309 *Libra*®, ist ebenfalls möglich

Die Kapillarkopplung ist für den universellen Einsatz konzipiert. Für das spezielle Anwendungsfeld von Materialien mit hoher Kondensationsneigung, wie Metalle, Salze und hochsiedende Organika bietet NETZSCH eine komplett integrierte Kopplungslösung: Die STA 449 **F3 Jupiter**[®] mit dem *SKIMMER*-Ofen.

Diese Kombination stellt eine direkte und simultane Kopplung eines Thermoanalysegeräts mit einem Massenspektrometer dar und ermöglicht so Gastransfer-temperaturen von bis zu 1950 °C.

Fragen Sie Ihren Verkaufsberater nach einem Upgrade Ihrer bestehenden STA 449 **F3 Jupiter**[®].



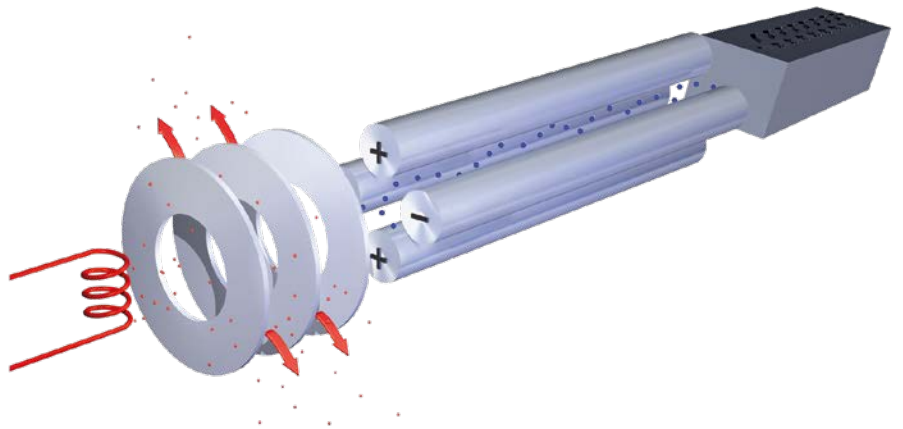
Investitionen,
die sich lohnen –
Kapillar- und
SKIMMER-Kopplungs-
techniken

STA 449 **F3 Jupiter**[®] mit MS-*SKIMMER*-System und einem zweiten Ofen

TA-QMS-Kopplungstechniken

Interface zur Druckanpassung

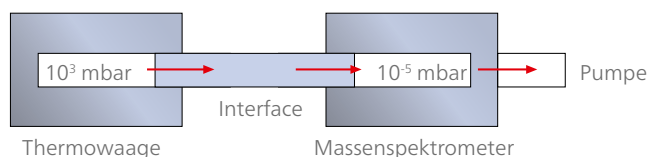
Massenspektrometer, bestehend aus einem Massenfilter, einer Elektronenstoß-Ionenquelle und einem Ionen-detektor, arbeiten im Hochvakuum. Zur Kopplung ist daher ein Interface erforderlich, das die mit einem Spülgas bei Umgebungsdruck arbeitende Thermowaage mit dem Massenspektrometer verbindet. Abhängig von Geräte-ausstattung und Applikation stehen zwei Interface-Lösungen zur Druckreduzierung zur Verfügung.



QMS 505 Aëolos®

Einstufige Druckreduktion

Eine Kapillare mit kleinem Innendurchmesser verbindet den Gasauslass am Ofen der Thermowaage mit dem Gaseinlass am Massenspektrometer. Der Druck fällt vom Umgebungsdruck bis zum Hochvakuum kontinuierlich ab.

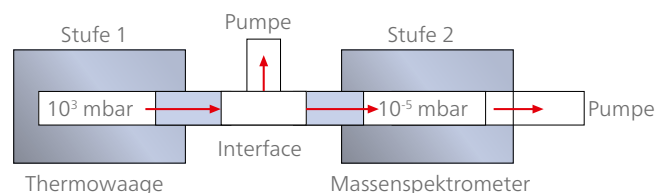


Kapillarkopplung

STA 449 F3 Jupiter® mit SKIMMER-Ofen

Zweistufige Druckreduktion

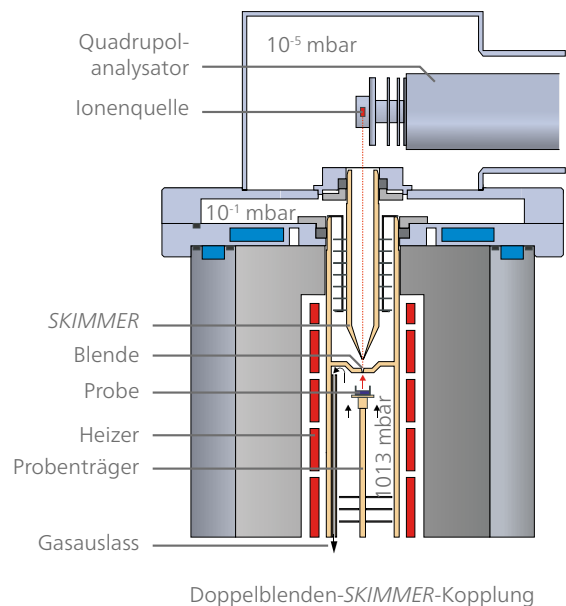
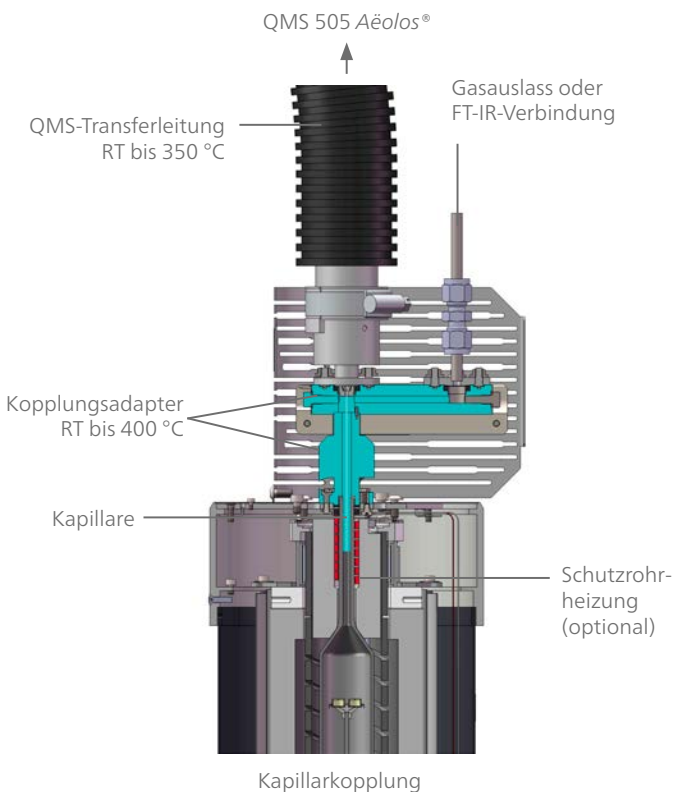
Bei diesem einzigartigen Aufbau ist die erste Druckreduktionsstufe im Ofen angeordnet, nur wenige Millimeter über der Probe. Die zweite Druckreduktionsstufe ist im SKIMMER im Bereich der sich ausbildenden Verdichtungszone hinter der Blende angebracht. Beim SKIMMER-Ofen wird für die erste Druckreduktionsstufe für die Bereiche von 10^{-1} mbar bis 10 mbar ein Blendensystem eingesetzt. Als zweite Stufe wird ein SKIMMER als Molekularleck für den Gaseinlass in den Hochvakuumrezipienten des Massenspektrometers genutzt.



SKIMMER-Blendenkopplung

Ideale Gasströmungsbedingungen für den Transport aller relevanten Gase

Ziel der Kopplung ist es, alle relevanten Gase aus dem Probenraum in die Ionenquelle des Massenspektrometers zur qualitativen und quantitativen Analyse zu transportieren. Dies erfordert ideale Gasströmungsbedingungen im thermischen Analysator, Kopplungsinterface sowie im Gaseinlass des Massenspektrometers. Da die Analyse nur geringe Gasmengen benötigt, wird das überschüssige Spülgas über einen Bypass abgeleitet. Es kann für einen zweiten Gasanalysator, z. B. FT-IR, genutzt werden, der optional am identischen thermischen Analysegerät angeschlossen sein kann.



Perfekt gekoppelt für präzise Ergebnisse

TA-QMS 505 Aëolos®-Kopplung

Moderne Kapillarkopplung – Durchgängige Beheizung und einstufige Druckreduzierung

Das Quadrupol-Massenspektrometer QMS 505 Aëolos® verfügt über ein ausgeklügeltes Design zur Kapillarkopplung an NETZSCH Thermoanalytoren (z. B. TG oder STA). Unter geregelter Temperaturführung werden flüchtige Probenmaterialien über eine Quarzglas-Kapillare (optional Edeldahl-Kapillare) direkt in die Elektro-nenstoß-Ionenquelle des MS überführt.

Optimierte Kapillarkopplung für größtmögliche Flexibilität

- Minimierung von kalten Stellen im Transferweg
- Geringe Wahrscheinlichkeit von Kondensation aufgrund durchgängiger Temperierung von 300 °C (optional 350 °C) des gesamten Gaswegs – vom Ofenauslass zur Kapillare bis hin zum MS-Einlass
- Flexible Kombination mit Standardmethoden der Thermischen Analyse (TG, DSC, STA, DIL, ...) sowie Möglichkeit zur simultanen Kopplung, z. B. MS-FT-IR.
- Robustes und gleichzeitig empfindliches System mit Nachweisgrenze im ppb-Bereich
- TG-MS-Messungen unter feuchten Atmosphären möglich
- Nachrüstmöglichkeit für bestehende Thermoanalysegeräte

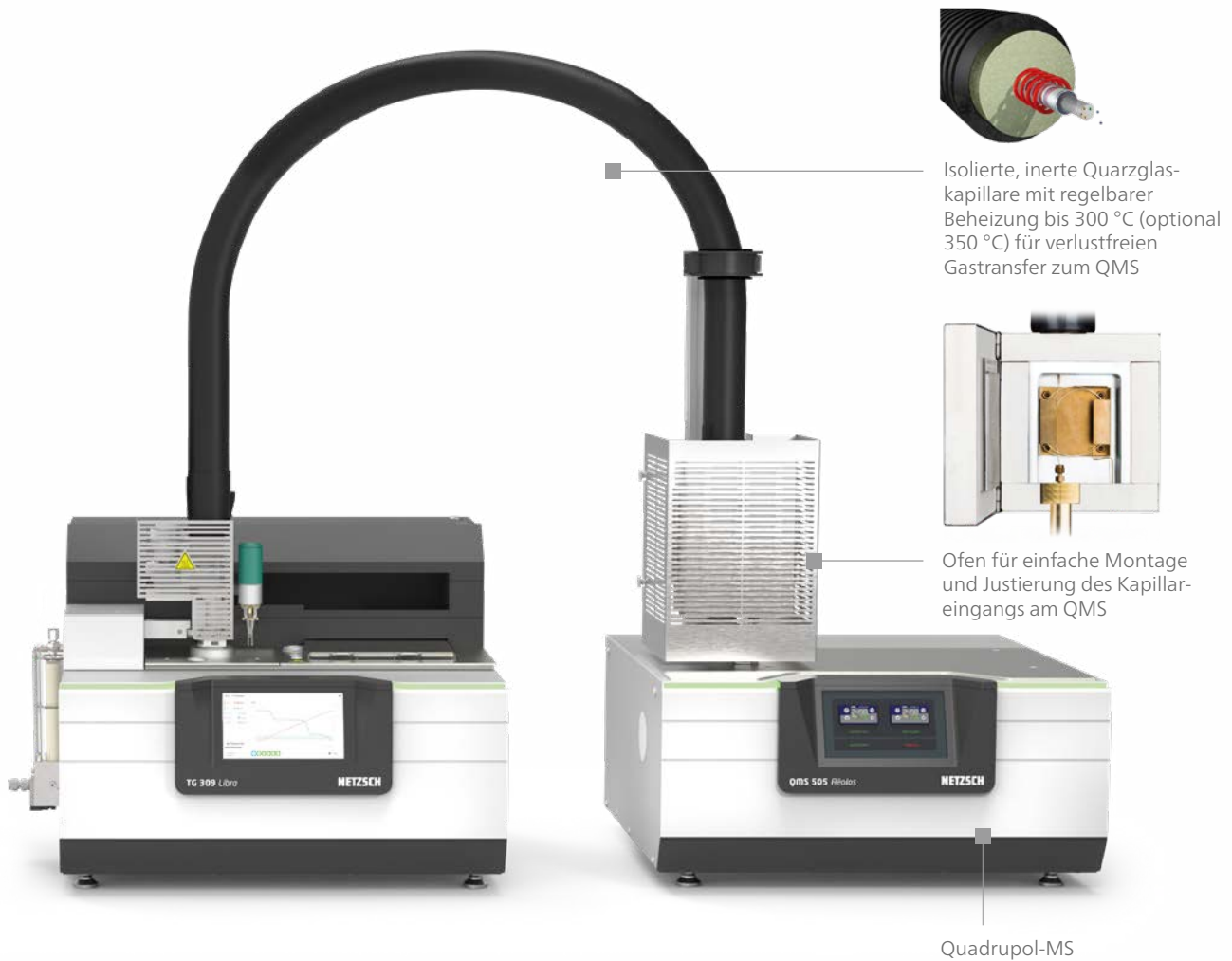
Hyperbolisches Stabsystem

Das hyperbolische Stabsystem sorgt für eine verbesserte Transmission und Peakseparation und entspricht den theoretischen Berechnungen (Bewegungsgleichungen) des Quadrupols.

- Hohe Transmission im hohen Massenbereich
- Verbesserte Empfindlichkeit im niedrigen Massenbereich (H₂, He)
- Reduzierung der Quadrupol-Kontamination durch optimierten Ionenstrahlfilter

QMS 505 Aëolos® – das perfekte QMS für die Gasdetektion bis 300 u (optional 512 u)

- Hohe Peakstabilität über den gesamten Massenbereich
- Quadrupol mit hyperbolisch geformten Stäben und Vorfilter
- SEM mit separater Dynode und integriertem Faraday-Becher für hohen dynamischen Bereich und lange Lebensdauer
- EI-Quelle mit zwei Y₂O₃-beschichteten Filamenten
- 3-D-Präsentation von MS- und Thermoanalyse-Daten
- Temperatur des gesamten Transfersystems (inkl. Adapter) 300 °C/350 °C
- Interne Referenz zur einfachen und schnellen Kalibrierung des gesamten Messsystems (Massenachse, Empfindlichkeit etc.) für unterschiedliche Messbedingungen
- Bedienung und Datenauswertung mit der Proteus®-Software
- Das Aëolos® kann auch unabhängig für die Analyse anderer Gasquellen eingesetzt werden



Möglichkeiten der Kapillarkopplung für das QMS 505 Aeolos®

TG-DSC/DTA-Systeme

- STA 509 Jupiter® Supreme*: -150 °C bis 2000 °C
- STA 509 Jupiter® Select*: -150 °C bis 2000 °C
- STA 509 Jupiter® Classic: RT bis 1600 °C

TG-Systeme

- TG 309 Libra® Select/Supreme: RT bis 1100 °C

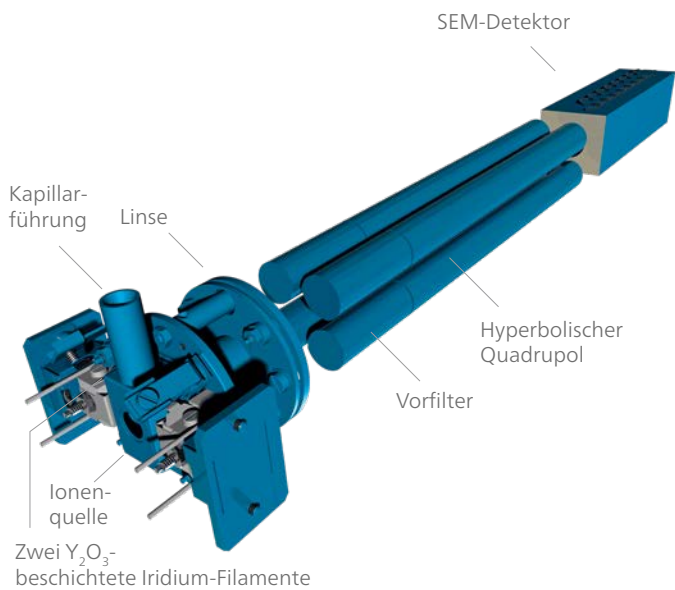
Dilatometer/Thermomechanischer Analysator

- DIL 402 Expedis Supreme*: RT bis 1600 °C
- DIL 402 Expedis Select: RT bis 1600 °C
- TMA 402 **F1/F3** Hyperion®: -150 °C bis 1550 °C

DSC-Systeme

- DSC 404 **F1/F3** Pegasus®: -150 °C bis 2000 °C
- DSC 300 Caliris® Supreme

* Der gesamte Temperaturbereich ist abhängig vom Ofen

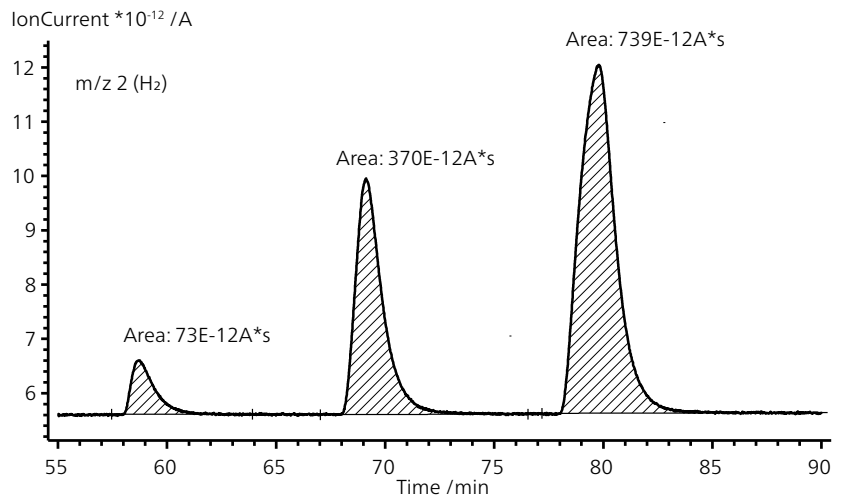


Eine Kopplung zu bestehenden NETZSCH-Geräten der Geräteserien TG, DSC, STA, DIL und TMA ist möglich. Bitte kontaktieren Sie für Details Ihren zuständigen NETZSCH-Vertriebskontakt.

Empfindliches und lineares Detektorsystem

Nachweisempfindlichkeit für Wasserstoff

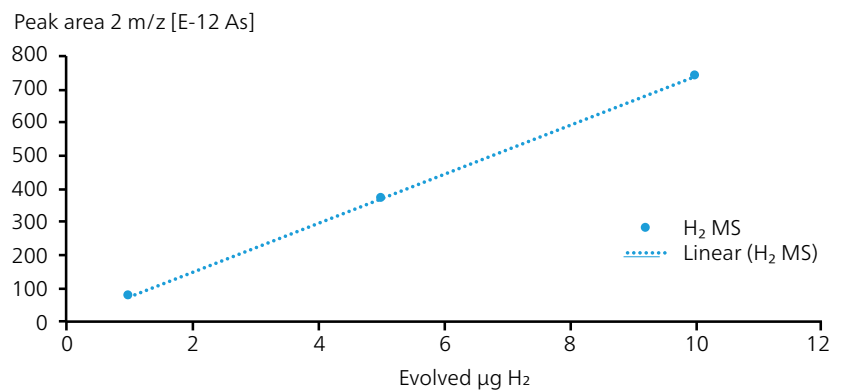
Die Nachweisempfindlichkeit im niedrigen Massenbereich wird anhand von H₂-Pulsen, die in das Argonspülgas mit Hilfe der PulseTA® eingeleitet wurden, dargestellt. Das Pulsvolumen entsprach 1 µg, 5 µg und 10 µg H₂ (m/z 2); die Integrationszeit betrug 1 s. Die hohe Leistungsfähigkeit des MS zeigt sich bereits mit hoher Genauigkeit bei niedrigen Mengen an Wasserstoff.



STA-MS-Messung von Wasserstoffpulsen bei konstanter Temperatur

Linearität von Wasserstoff

Da die Pulsfläche linear mit dem Pulsvolumen steigt, ist eine Quantifizierung über einen großen Konzentrationsbereich möglich. Die rechts dargestellte Auftragung der Pulsflächen im Verhältnis der Gasmenge verdeutlicht diesen linearen Zusammenhang.



Darstellung des linearen Zusammenhangs von Pulsfläche und Gasmenge an Wasserstoff (H₂)

QMS 505 Aëolos®-Kopplung

QMS-Daten

Massenbereich*	1 u bis 300 u (optional bis 512 u); mit automatischer Einstellung mittels PFTBA zur Kalibrierung der Massenskala
Massenfilter	Quadrupol mit hyperbolisch geformten Stäben und Vorfilter (patentiert)
Ionenquelle	Cross-Beam-EI-Ionenquelle
Kathoden/Filamente	Zwei Iridium-Kathoden mit Y ₂ O ₃ -Beschichtung
Elektronenenergie	25 eV bis 150 eV
Emissionsstrom	0,1 mA bis 2 mA
Detektor	SEM mit separaten Dynoden und integriertem Faraday-Becher
Dynamischer Bereich (Elektronik)	9 Dekaden
Detektionsgrenze	< 100 ppb (gasabhängig)
Auflösung	0,5 u bis 1,5 u
Vakuumsystem	Turbomolekularpumpe mit 4-stufiger Diaphragmapumpe (ölfrei)
RF-Generator	Hochstabiler vollkommen digitaler RF-Generator
Messmodi	Scan-Analog, Scan-Bargraph, MID
Scanrate (elektronisch)	> 100 u/s (Scan-Bargraph) → möglich mit reduzierter Dynamik (10 u bis 100 u, fester Messbereich von 1E-7, kurze Einstell- und Integrationszeit; jedoch ausreichende Empfindlichkeit für eine Bibliothekssuche)
Leistung	115 - 230 VAC / 50 - 60 Hz
Leistungsversorgung	≈ 800 W

Transfersystem vom Thermoanalysator zum MS

Adaptersysteme (STA/TG/DSC/DIL zur Kapillare und Kapillare zum MS-Gaseinlasssystem)	<ul style="list-style-type: none"> ■ Beheizbarer Adapter und Transferleitung ■ Temperatur einstellbar auf T_{max} 400 °C ■ Einstufige Druckreduzierung, keine Blende
Vollständig isolierte Kapillare	<ul style="list-style-type: none"> ■ Aus Quarzglas, max. 300 °C, Länge ≈ 3 m, Ø 60 µm (optional aus isoliertem Edelstahl, max. 350 °C, Länge » 2,5 m) ■ Ersatzschleife im Ofen über MS-Gehäuse ■ Servicefrei austauschbar
Vakuumdichte Verbindung zwischen Thermoanalysator und MS	Ja
Druckreduzierung vom Thermoanalysator zum MS	Einstufige Druckreduzierung von 10 ³ mbar bis ca. 5x10 ⁻⁶ mbar

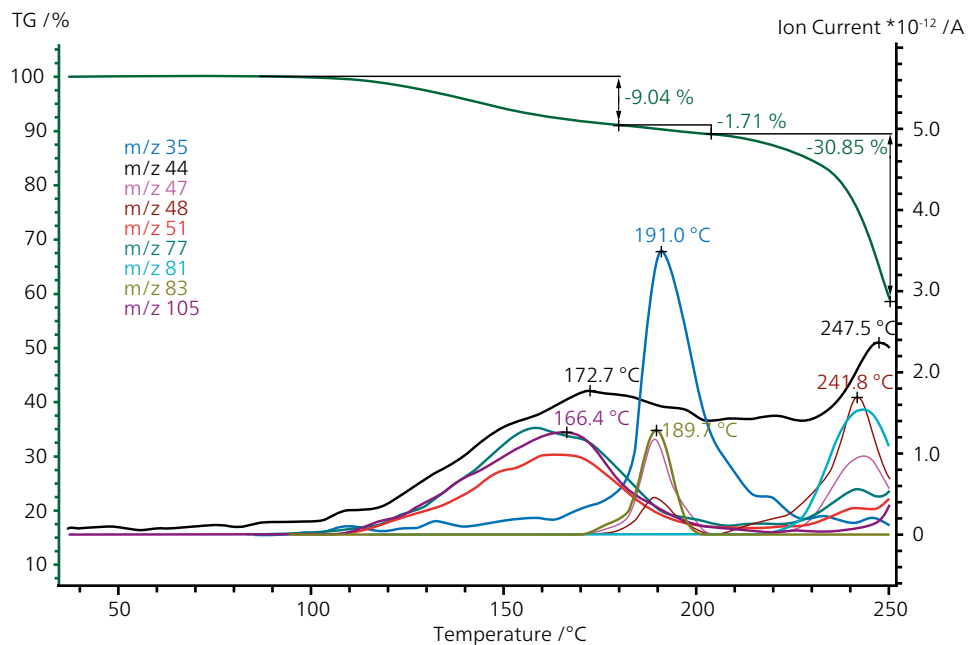
Technische Daten

TA-QMS 505 Aëolos® Applikation

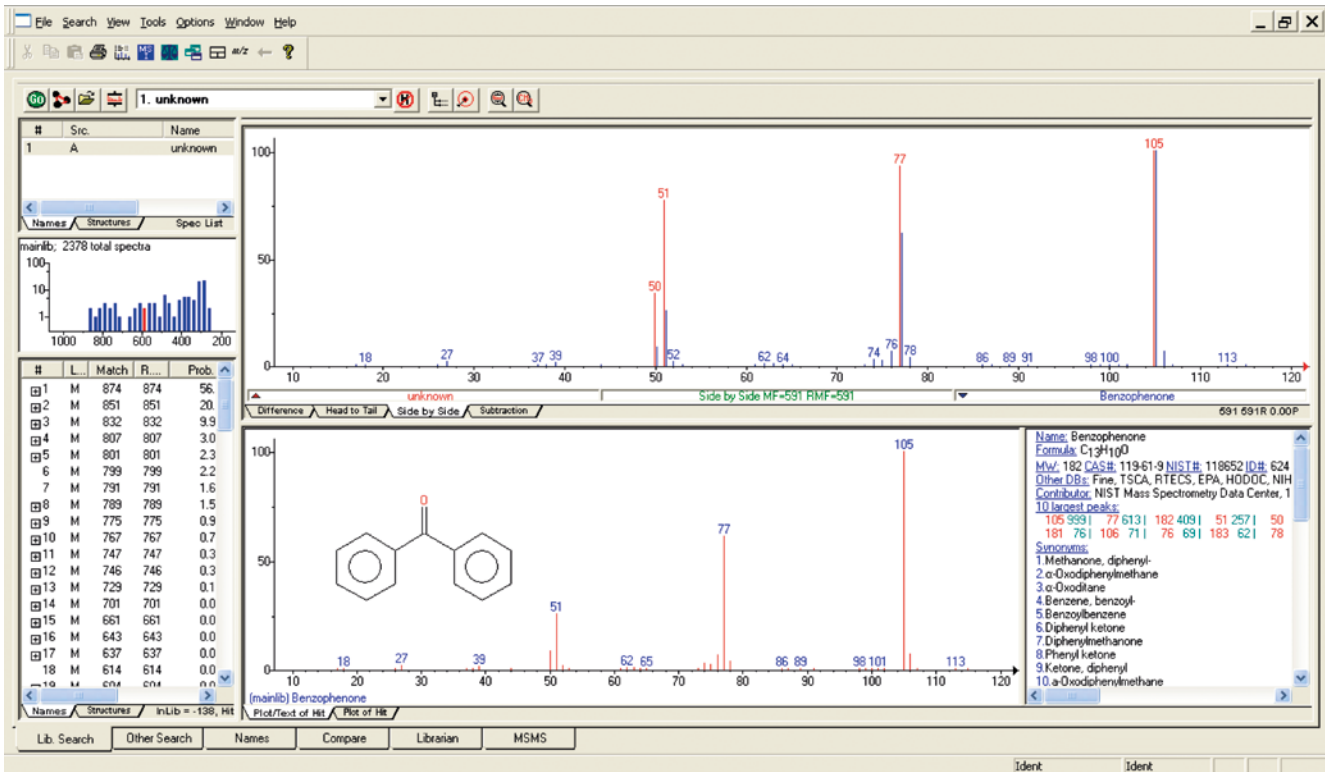
Messung an einem unbekanntem Polymer

Diese TG-MS-Messung an einem unbekanntem Polymer (7,52 mg) wurde in Heliumatmosphäre im Temperaturbereich zwischen Raumtemperatur und 250 °C durchgeführt. Der 3D-Plot unten rechts zeigt die TG-Messungen zusammen mit den MS-Ergebnissen; der Plot unten die TG-Kurve mit unterschiedlichen MS-Spuren von m/z 35, 47, 48, 51, 77, 83 und 105.

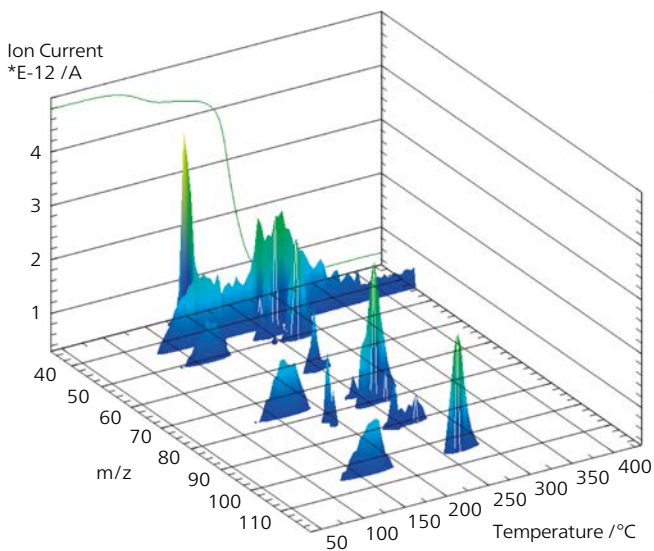
Durch den direkten Export des 2-dimensionalen Scan-Bargraphs in die NIST-Datenbank (siehe Bild rechts oben als Beispiel bei 166 °C) wird die Interpretation der individuellen Massenverluststufen möglich.



Korrelation der Massenverluststufen und der verschiedenen im MS detektierten und identifizierten Gase; m/z 35 entspricht höchstwahrscheinlich HCl.

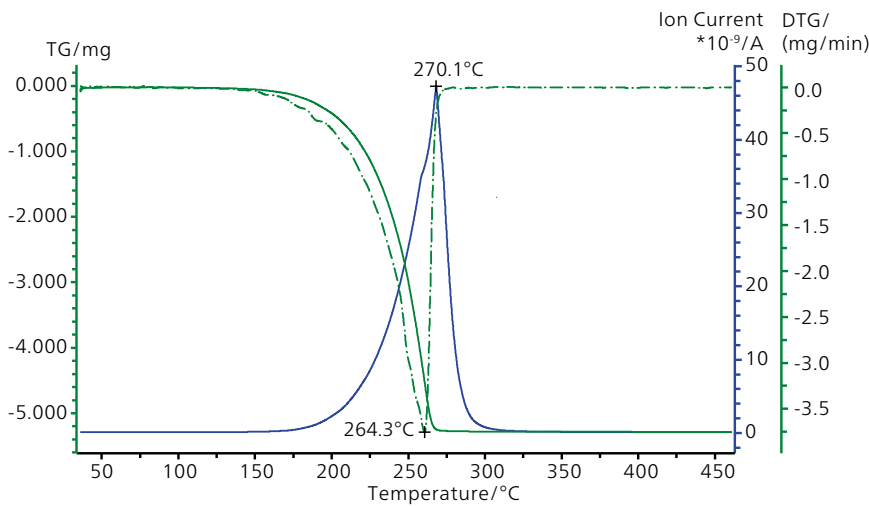
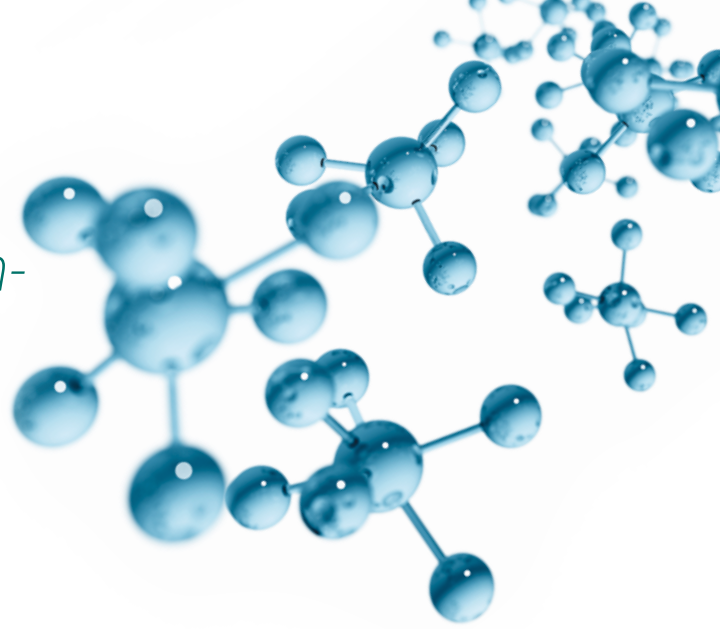


Direkter Export der MS-Ergebnisse bei 166 °C in die NIST-Datenbank zur Identifizierung der freigesetzten Gase

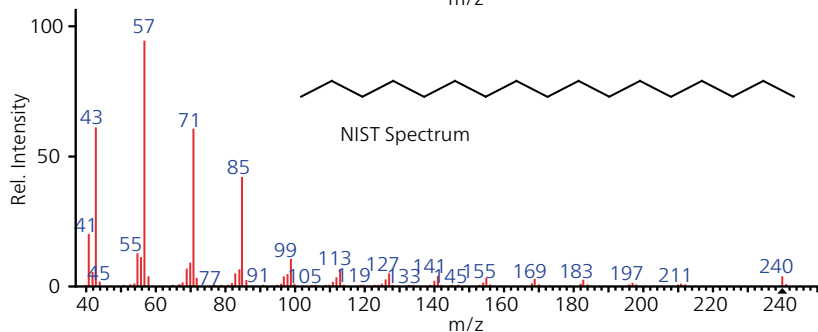
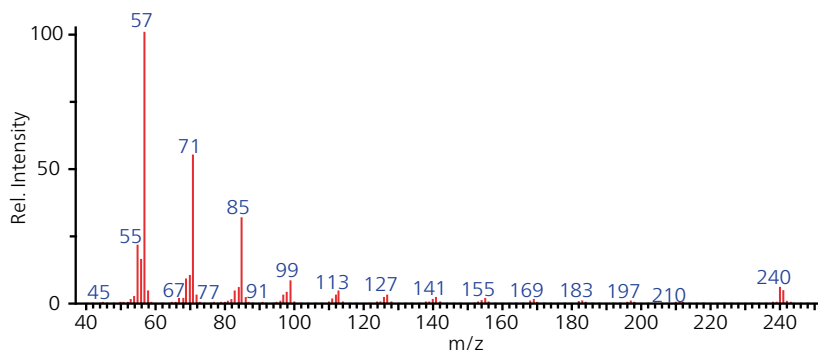


3D-Darstellung einer TG-MS-Messung an einer unbekanntem Polymerprobe in Abhängigkeit von der Temperatur

Beheizen des gesamten Gaswegs reduziert das Kondensationsrisiko, so dass auch größere Moleküle nachgewiesen werden können.



Temperaturabhängiger Massenverlust, Massenverlustrate und Totalionenstrom für die Verdampfung von Heptadecan



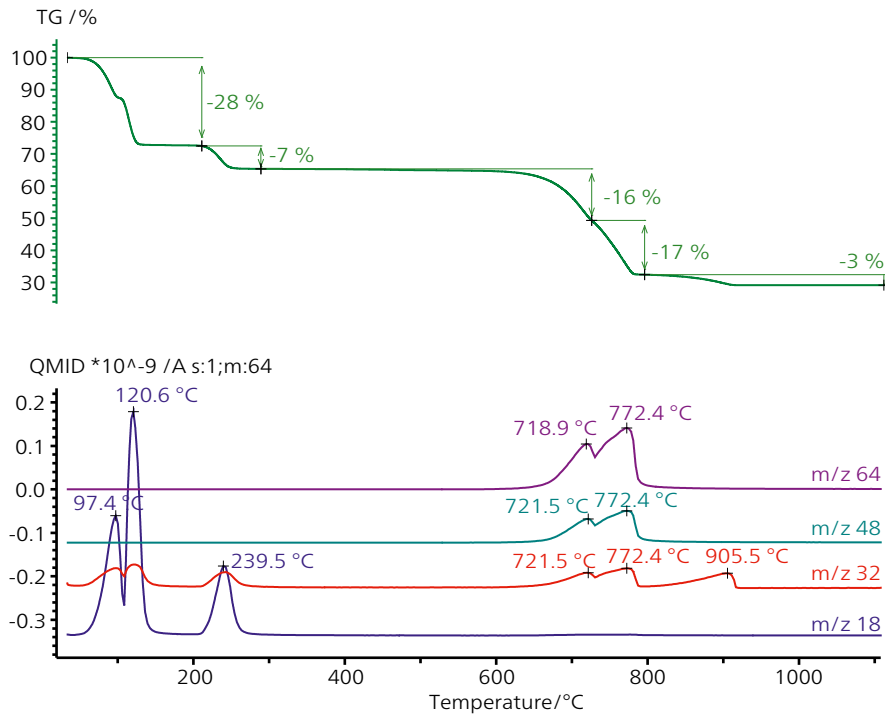
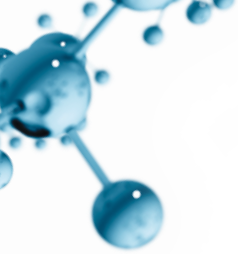
Gegenüberstellung des gemessenen Massenspektrums bei 270 °C (Bild oben) mit dem Spektrum der NIST-MS-Bibliothek (Bild unten)

Analyse von Organika mit hohem Siedepunkt – Heptadecan

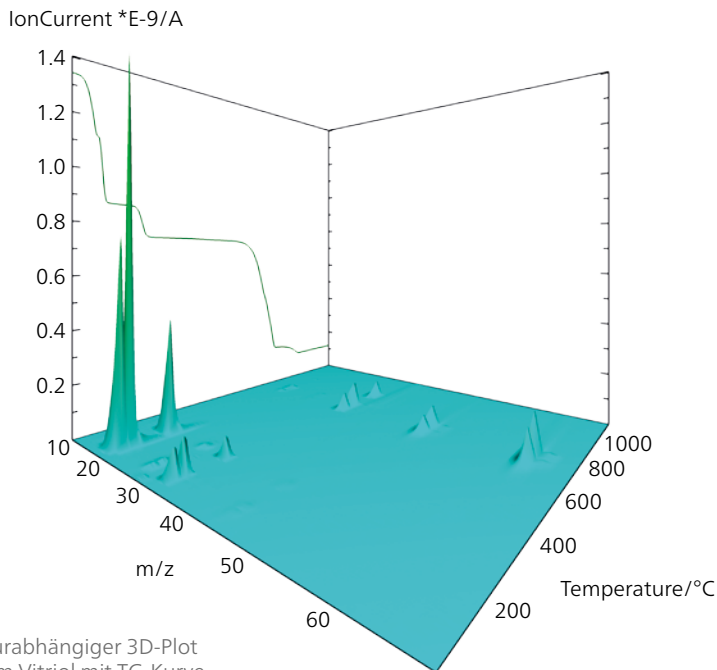
Diese Messung wurde mit einer STA, gekoppelt mit dem QMS Aëolos®, durchgeführt. Temperaturadapter, Transferleitung und MS-Einlass wurden auf 300 °C eingestellt.

Das Verdampfen des Heptadecans ($\text{CH}_3(\text{CH}_2)_{15}\text{CH}_3$; bp. 302 °C) setzt bei ca. 170 °C (blaue Kurve) ein. Mit einer Heizrate von 20 K/min ist die maximale Zersetzungsrate bei 264,3 °C (DTG-Peak, gestrichelte Linie) erreicht. Nach einer kurzen Verzögerung erreicht der Ionenstrom bei 270,1 °C das Maximum (dunkelblaue Kurve). Nach der Detektion von Heptadecan im MS geht der Ionenstrom ohne signifikanten Tailing-Effekt auf die Nulllinie zurück.

Ein Vergleich zwischen dem detektierten MS-Spektrum für Heptadecan und dem entsprechenden NIST-Bibliotheksspektrum belegt, dass selbst größere Moleküle (z. B. m/z 240) den Adapter, die Transferleitung und den MS-Einlass ohne Kondensation passieren.



Thermogramm von blauem Vitriol in Kombination mit den Ionenstromkurven von m/z 18, 32, 48 und 64



Temperaturabhängiger 3D-Plot von blauem Vitriol mit TG-Kurve im Hintergrund

TG-MS-Messung an blauem Vitriol ($\text{CuSO}_4 \cdot 5 \text{H}_2\text{O}$)

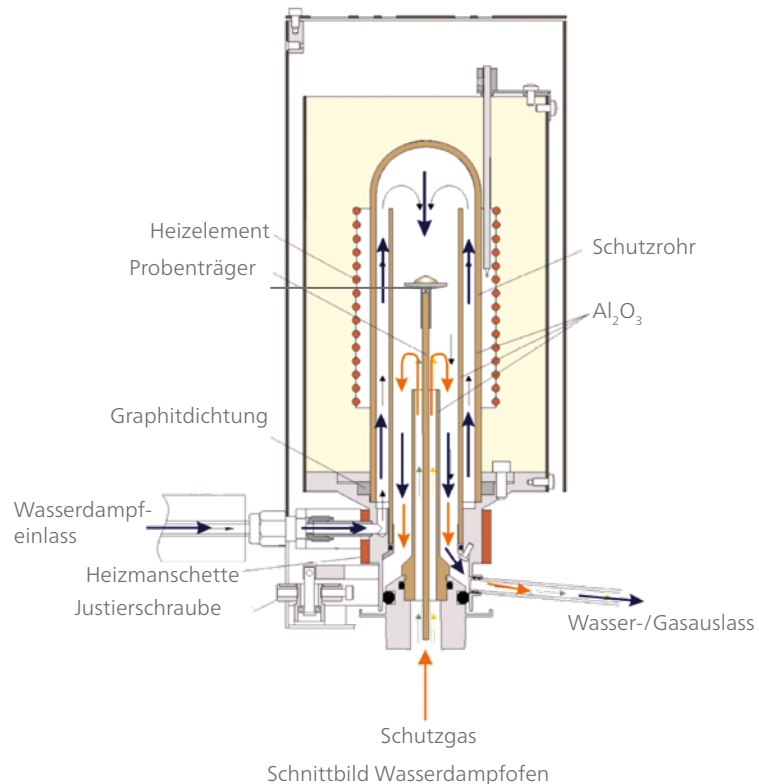
Die mineralische Probe des blauen Vitriol (21,0 mg) zeigt eine stufenweise Freisetzung seines kristallinen Wassergehalts ($5 \cdot \text{H}_2\text{O}$) im Temperaturbereich unterhalb 400 °C. Die Peaks (97 °C, 120 °C, 240 °C) im Ionenstrom von m/z 18 verdeutlichen diese einzelnen Stufen. Im höheren Temperaturbereich zersetzt sich die wasserfreie Probe weiter zu Kupfer-(I)-Oxid unter Freisetzung von Schwefeldioxid (m/z 32, 48, 64) und Sauerstoff (m/z 32).

DAS ZUBEHÖR MACHT DEN UNTERSCHIED

Ofen für hohe Wasserdampfkonzentrationen

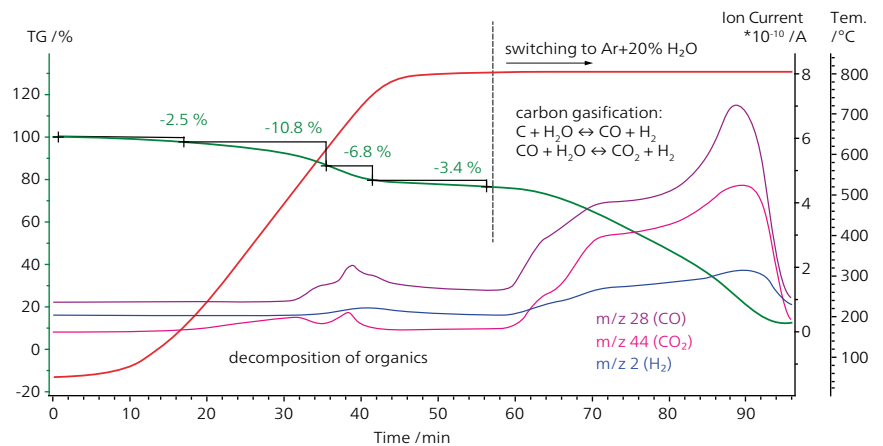
STA-MS-Messungen unter Wasserdampf-Atmosphäre

Neben einer Vielzahl von Öfen für die STA-Systeme bietet NETZSCH auch einen Wasserdampf-ofen, der wasserhaltige Atmosphären bis hin zu Reindampf an der Probe zwischen Raumtemperatur und 1250 °C erlaubt. Er kann an einen Feuchte- oder Wasserdampf-generator angeschlossen werden. Dank des speziellen Gasströmungssystems bietet er einen Überlaufschutz und minimale Verdünnung.



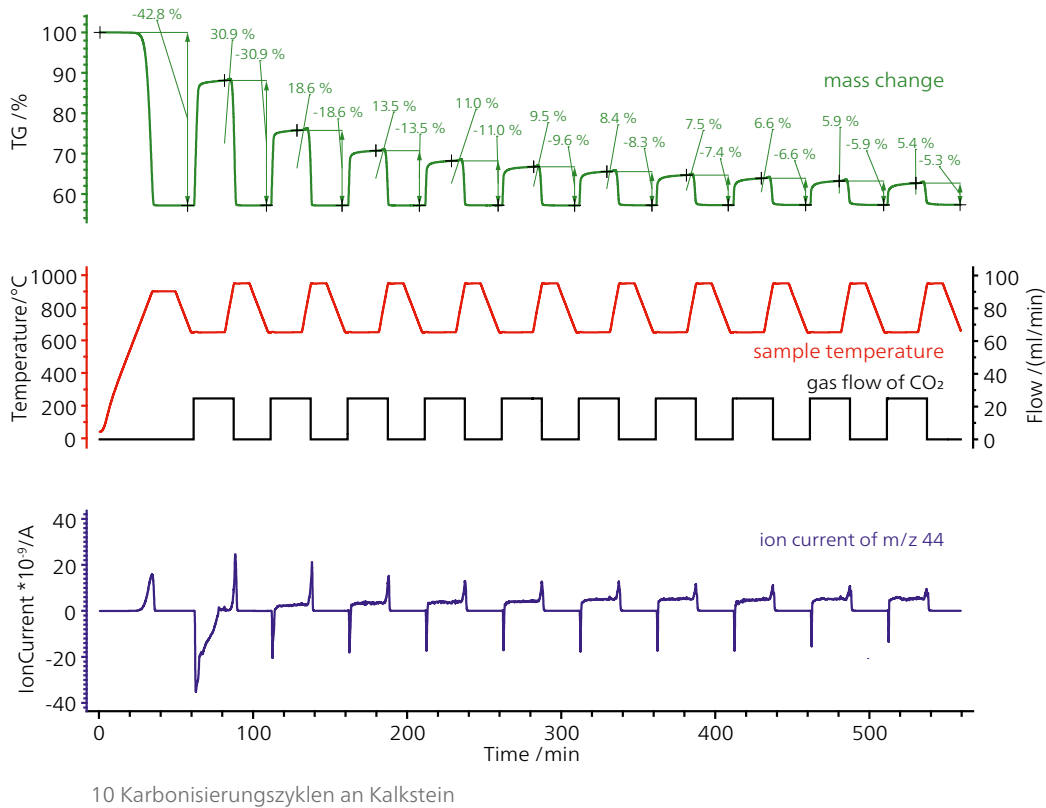
Aufzeichnung der Reaktionsschritte während des Kohlenstoffvergassungsprozesses

Diese Abbildung zeigt ein typisches Beispiel für die Konfiguration mit dem Wasserdampf-ofen: Hier dient der Wasserdampf als Reaktant für die Umsetzung mit Kohlenstoff. Die mit dem Massenspektrometer gekoppelte STA kann einerseits die temperaturabhängigen Massenverluststufen quantifizieren und andererseits die bei der Reaktion gebildeten Gase identifizieren.



Zeitabhängige Darstellung der Freisetzung von CO, CO₂ und H₂ bei der Kohlevergasung in wasserhaltiger Atmosphäre (TG-Kurve in grün, Temperaturkurve in rot)

Untersuchung der Sorptionsaktivität von Kalkstein durch Karbonisierungs-Kalzinierungszyklen



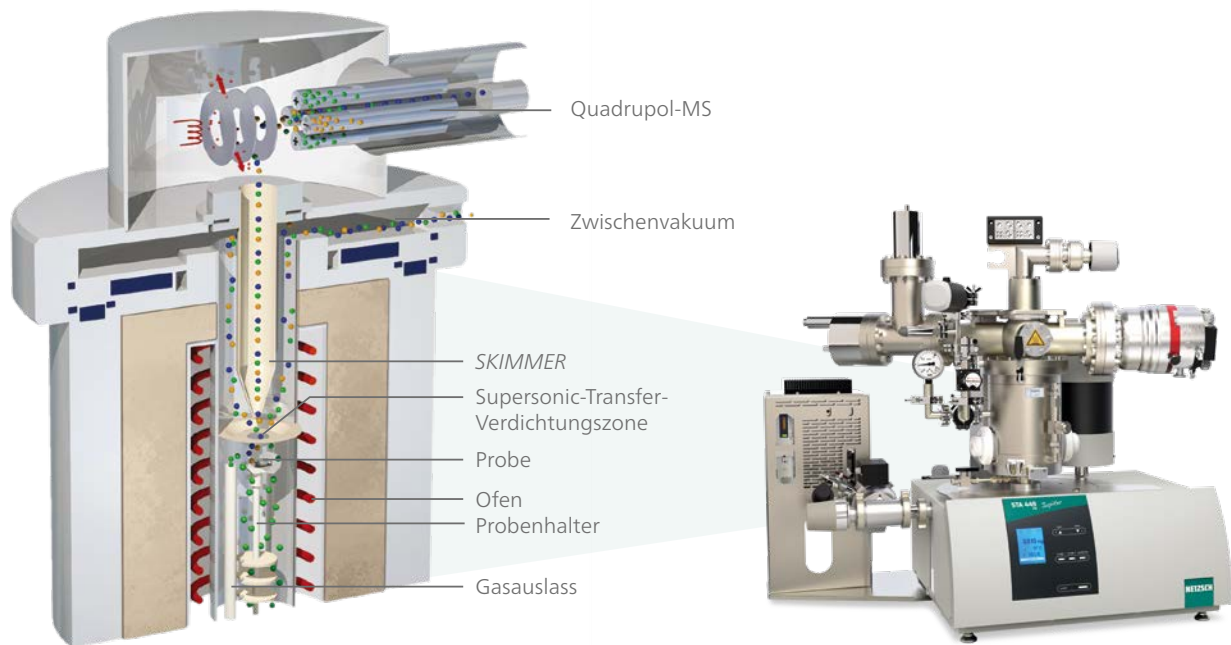
Die unbeständige Natur einiger erneuerbarer Energieformen wie Sonnen- und Windenergie führt zu einem verstärkten Interesse an thermochemischen Energiespeichern (TES).

Die TG ist geeignet zur Untersuchung der Zyklusstabilität dieser TES-Systeme. In diesem Beispiel wurde eine natürliche Kalksteinprobe (61,9 mg) mittels 10 aufeinanderfolgender Karbonisierungs-Kalzinierungszyklen behandelt. Die beobachteten Massenänderungen innerhalb der TG-Kurve zeigen die Stabilität der Sorptionsaktivität des Kalksteins, die im Laufe der einzelnen Zyklen stattfindet. Darüber hinaus kann mittels MS-Analyse das Probenverhalten ausgewertet werden, da der Verbrauch bzw. die Freisetzung von CO₂ in jedem Reaktionsschritt aufgezeichnet wird.



SKIMMER

DOPPELBLENDEN-LÖSUNG FÜR HOCHSIEDENDE MATERIALIEN



Kürzester Transportweg mittels besonderem Supersonic-Gastransfer

Vertikal – Oberschaliges STA-System mit integriertem SKIMMER

Die SKIMMER-Kopplung (realisiert mit der STA 449 **F3 Jupiter**®) verwirklicht den kürzesten Gastransportweg zwischen Probe und QMS. Nach der ersten Blende, die wie eine divergente Düse wirkt, wird eine zylindrische Expansionszone von Molekülen gebildet. Der nachgeschaltete SKIMMER erzeugt einen Molekularstrahl, der auf die Ionenquelle des QMS ausgelegt ist.

Die Druckreduzierung von Atmosphärendruck bis zum Hochvakuum hinter der SKIMMER-Blende erfolgt in zwei Schritten auf einer Distanz von weniger als 20 mm im Ofen. Dadurch wird das Kondensationsrisiko erheblich reduziert und eine hohe Nachweisempfindlichkeit erzielt – selbst Metalldämpfe können mit diesem speziellen Kopplungssystem detektiert werden.

Die erste Blende und der SKIMMER sind präzise gefertigte Bauteile, hergestellt wahlweise aus Aluminiumoxid oder Glaskohlenstoff, was Einsatztemperaturen im jeweiligen Ofen von 1450 °C oder 1950 °C ermöglicht. Das Quadrupol-Massenspektrometer ist standardmäßig für die Detektion von Massenzahlen bis 512 u ausgerichtet.

Gerne unterstützt Sie Ihr lokaler Verkaufsberater beim Upgrade einer vorhandenen STA 449 **F3 Jupiter**®; kontaktieren Sie uns für weitere Informationen.

STA 449 F3 Jupiter® – SKIMMER-Kopplung

STA 449 F3 Jupiter®-Daten

Temperaturbereich	RT bis 2000 °C
Position von Öfen und Doppelhubvorrichtungen (links und rechts)	<p>SKIMMER-Ofen linke Position:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ SiC: RT bis 1450 °C mit SKIMMER-Blende aus Aluminiumoxid ▪ Grafit: RT bis 1950 °C mit SKIMMER-Blende aus Glaskohlenstoff <p>Rechte Position: für einen auswechselbaren 2. Ofen (Temperaturbereich -150 °C bis 1650 °C)</p>
Wägebereich	35 g
Sensortypen	<p>Schnell austauschbare Sensoren für unterschiedliche Messmethoden:</p> <ul style="list-style-type: none"> ▪ TG ▪ TG-DTA ▪ TG-DSC
Gasflussmessung	3 Massendurchflussregler (MFC), optional 4 MFCs
Vakuumdicht	10 ⁻⁴ mbar (10 ⁻² Pa)
Oxygen Trap System OTS™	optional erhältliche Gasreinigung, O ₂ Partialdruck < 1ppm
Tiegel in verschiedenen Dimensionen	Pt, Al ₂ O ₃ , Grafit, Au, SiO ₂ , Cu, W, Ag, BN, ZrO ₂ , Pt mit Al ₂ O ₃ -Auflage, Al inkl. gelochter Deckel (50 µm-Loch) etc.; weitere auf Anfrage

QMS-Daten

Massenbereich	1 u ... 512 u
Massenfilter	Quadrupol
Ionenquelle	Elektronenstoß, Energie bis zu...125 eV, einstellbar in Stufen von 1 eV, für „weiche“ und „harte“ Ionisierung
Kathoden/Filamente	Iridium Kathoden mit Yttrium
Detektor	Faraday; SEM
Druckbereich	< 10 ⁻⁵ mbar (Faraday); < 5x10 ⁻⁶ mbar (SEM)
Nachweisgrenze	<100 ppb (abhängig vom Gas, gemessen mit Toluol)
Vakuum	5x10 ⁻⁶ mbar
Messmodi/Scanraten	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Analoger Scan: 10 ms/u ... 60 s/u ▪ Scan Bargraph: 2 ms/u ... 60 s/u ▪ Multiionenendetektion (MID): 0.5 ms/u ... 60 s/u; bis zu 64 wählbare Massenzahlen und -bereiche

SKIMMER-Kopplungsdaten

Anordnung	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Vertikal ▪ Beheizen des gesamten Gaswegs
1. Druckreduktionsstufe	Blende
Materialien	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Polykristallines Aluminiumoxid (1450 °C) ▪ Glaskohlenstoff (1950 °C)
Vakuumsystem	Pumpsystem und Druckregelung für konstante Empfindlichkeit in MS
2. Druckreduktionsstufe	SKIMMER-Spitze
Materialien	<ul style="list-style-type: none"> ▪ Polykristallines Aluminiumoxid (1450 °C) ▪ Glaskohlenstoff (1950 °C)

Technische Spezifikation

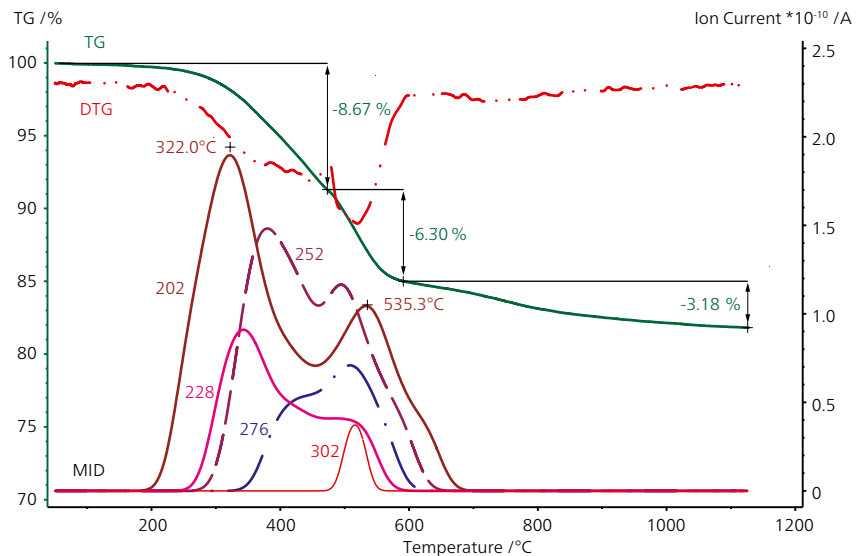
SKIMMER-Applikationen

Anspruchsvolle Applikationen setzen das richtige Handwerkszeug voraus

Zeretzungsprodukte von Steinkohlenteerpech

Steinkohlenteerpech ist das Hauptprodukt bei der Destillation von Steinkohlenteer. Es wird als Bindemittel in der Herstellung von Kohlenstoff-Anoden für Aluminiumhütten und Grafitelktroden für Hersteller von Elektrolichtbogenöfen eingesetzt.

Bei der thermischen Behandlung von Steinkohlenteerpech (55,2 mg) werden im Stickstoffstrom (50 ml/min) unterhalb 600 °C hauptsächlich aromatische Komponenten mit hohem Molekulargewicht frei. In der rechten Darstellung sind beispielhaft die MID-Kurven für Pyren (m/z = 202), Triphenylen (m/z = 228), Benzo(a)-pyren (m/z = 252), Benzo(ghi)-perylen (m/z = 276) und Dibenzopyren (m/z = 302) gezeigt.

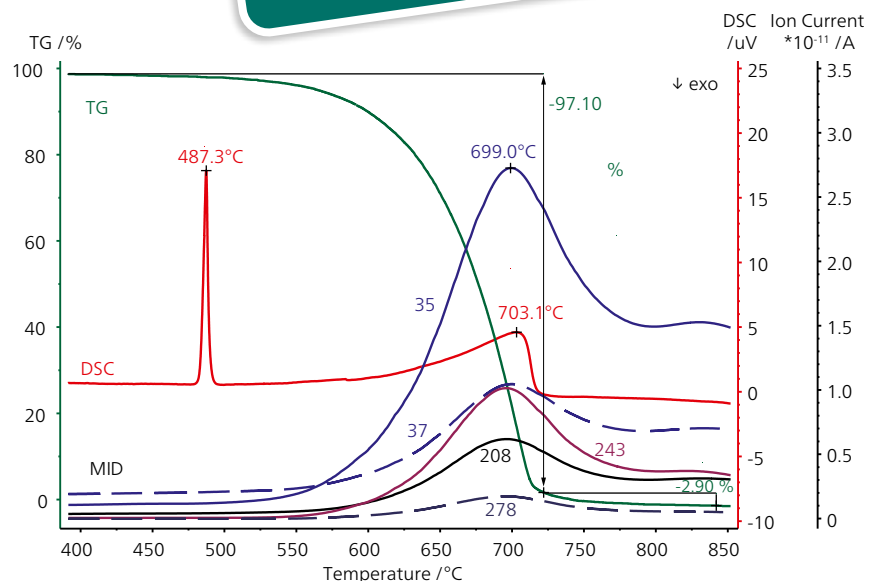


Vergleich des temperaturabhängigen Verlaufs des Massenverlustes und der Massenverlustrate von Steinkohlenteerpech mit Ionenstromkurven von typischen Massenzahlen aromatischer Verbindungen

Detektion aromatischer Kohlenwasserstoffe mit hohem Molekulargewicht

Detektion von Salzdämpfen

Die Messung an Blei-(II)-chlorid (7,92 mg) im Argonfluss von 150 ml/min zeigt, dass das Verdampfen bereits im Schmelzbereich (478 °C) beginnt. Das Molekülion (PbCl_2 m/z 278) und die Fragmentionen, verursacht durch Dissoziation und Ionisierung (PbCl m/z = 243, Pb m/z = 208, Cl m/z 37, Cl m/z = 35), können schon deutlich unter der Siedetemperatur des Ausgangsmaterials (950 °C) detektiert werden.



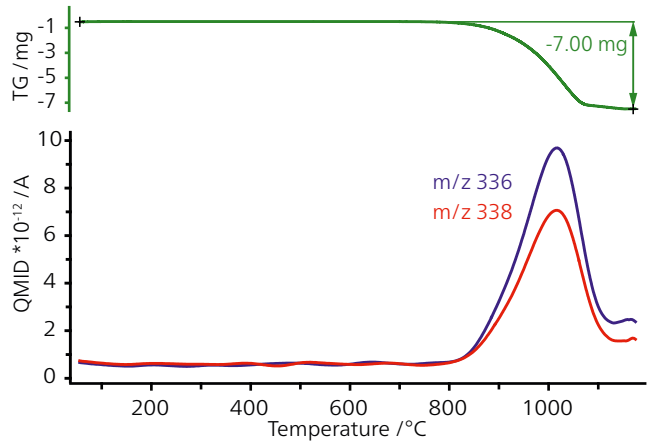
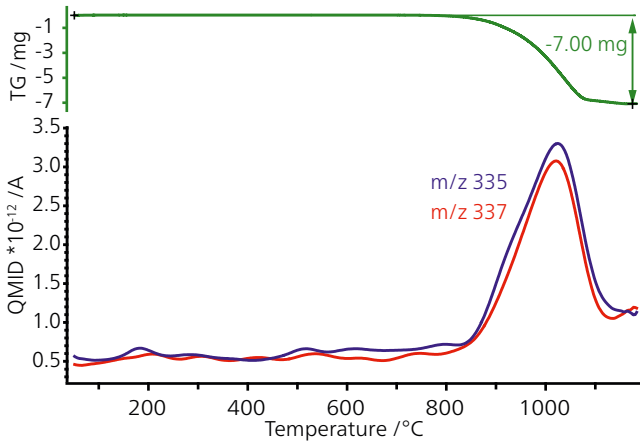
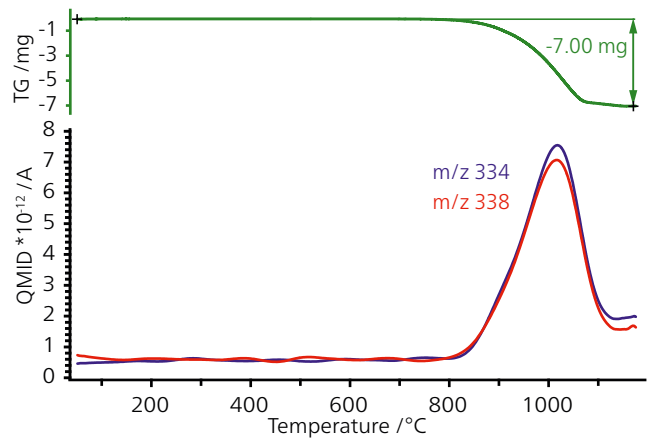
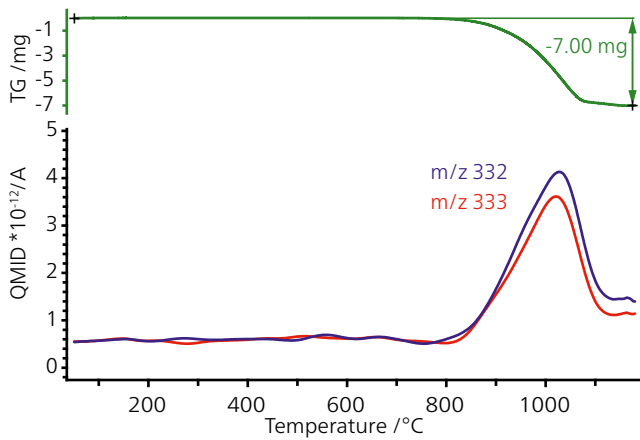
Gegenüberstellung der Massenverlust- und DSC-Kurve von PbCl_2 mit den Ionenstromkurven der Fragmentionen

Thermische Stabilität des thermoelektrischen Materials Bleitellurid (PbTe)

Die Kenntnis über thermischen Stabilitätseigenschaften, wie Phasenänderungen und die bei höheren Temperaturen freisetzenen Gase, ist entscheidend für die Entwicklung thermoelektrischer Materialien. In diesem Beispiel wurde die thermische Stabilität von PbTe mit der STA 449 **F3 Jupiter**[®], gekoppelt an ein Massenspektrometer mittels **SKIMMER**-System, analysiert.

Die Abbildungen zeigen die TG-Kurve der PbTe-Probe, jedoch mit unterschiedlichen Massenzahlen. PbTe zersetzt sich bei ca. 600 °C. Die geplotteten Massenzahlen repräsentieren die Kombination der Pb- und Te-Isotope. Es wurden folgende gasförmigen Produkte detektiert:

Fragmentmasse (m/z)	Isotopenzusammensetzung von PbTe
332	²⁰⁷ Pb + ¹²⁵ Te ²⁰⁶ Pb + ¹²⁶ Te
333	²⁰⁸ Pb + ¹²⁵ Te ²⁰⁷ Pb + ¹²⁶ Te
334	²⁰⁸ Pb + ¹²⁶ Te ²⁰⁶ Pb + ¹²⁸ Te
335	²⁰⁷ Pb + ¹²⁸ Te
336	²⁰⁸ Pb + ¹²⁸ Te
337	²⁰⁷ Pb + ¹³⁰ Te
338	²⁰⁸ Pb + ¹³⁰ Te



Korrelation des Ionenstroms (QMID) der Fragmentmassen m/z 332 bis 338 mit der Massenverlustkurve (TG) von PbTe

Proteus®

Die Software zur gleichzeitigen Durchführung von gekoppelten Messungen mittels Massenspektrometer und thermischer Analyse

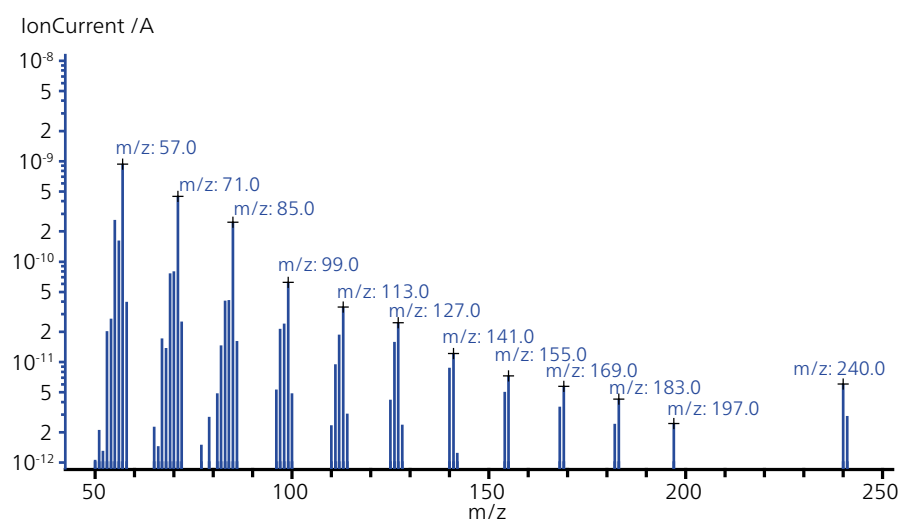
Messungen mit STA/TGA/DSC/DIL-Geräten, an denen ein QMS 505 Aëolos® gekoppelt ist, können vollständig über die Proteus®-Software* gesteuert werden, die die Mess- und Analysesoftware der beiden gekoppelten Methoden in einer einzigen Softwareanwendung für die Steuerung und Datenerfassung vereint. Proteus® ermöglicht die individuelle Definition aller für die thermische Analyse relevanten Parameter (z. B. Temperaturprogramm, Aufheizrate usw.) sowie aller für das Massenspektrometer relevanten Parameter (z. B. Massenbereiche, Scans, etc.). Für gekoppelte Messungen werden die beiden Systeme (STA/TG/DSC/DIL und QMS 505 Aëolos®) gleichzeitig gestartet und gestoppt.

Während der Messung werden die thermoanalytischen und MS-Daten in einem gemeinsamen Plot dargestellt und in einer Messdatei gespeichert. Diese wird dann in der Analysesoftware Proteus® zur gemeinsamen Darstellung und Auswertung verwendet. Ein komplizierter Datenimport oder das Umschalten zwischen verschiedenen Auswertprogrammen entfällt.

*Erhältlich für Kapillar-Massenspektrometer (QMS 505 Aëolos®)

Umfassende Informationen mittels Scan-Bargraph

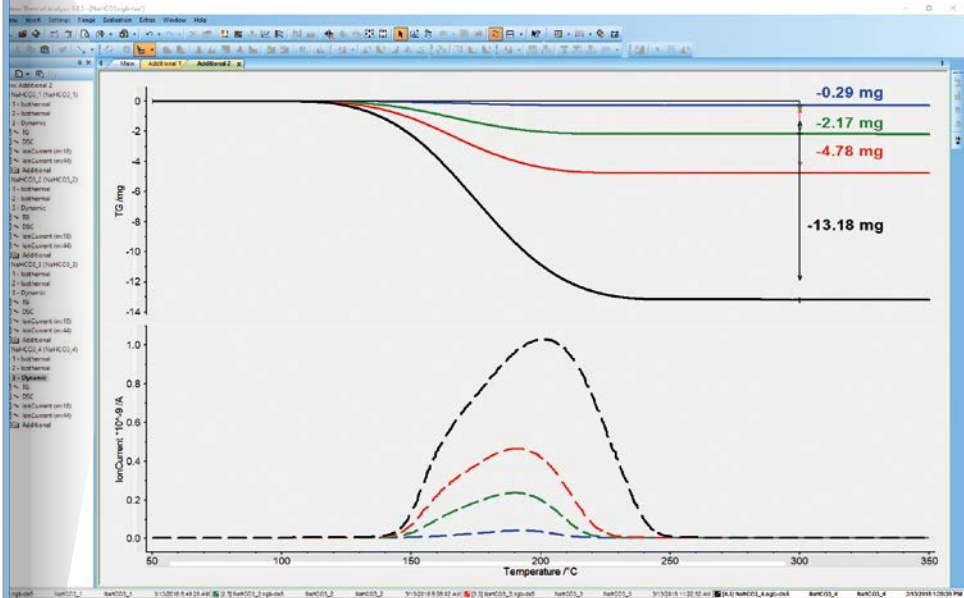
Ein Scan-Bargraph dient zur ausführlichen Darstellung aller aus der Probe freigesetzten Gase; er ermöglicht es, die Auswahl aller Massenzahlen oder nur einzelner interessanter Massenzahlen als kontinuierliche MID-Kurven in der Proteus®-Software abzubilden. In diesem Beispiel ist einer der Scans für Heptadekan, gemessen in Argon, dargestellt.



Signifikantes Fragmentierungsmuster von Heptadekan bei 250 °C

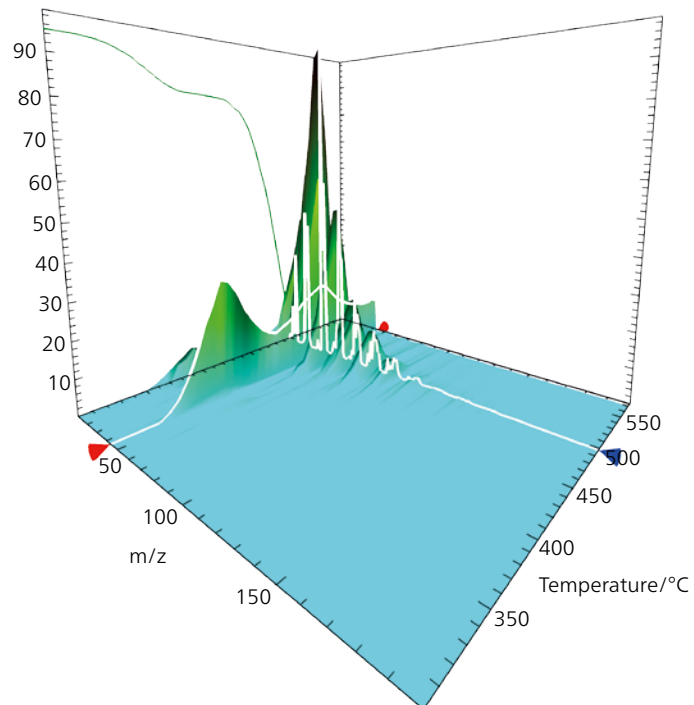
Visibility

- Window: Additional 2
 - [1] NaHCO₃_1 (NaHCO₃_1)
 - 1 - Isothermal
 - 2 - Isothermal
 - 3 - Dynamic
 - TG
 - DSC
 - IonCurrent (m:18)
 - IonCurrent (m:44)
 - Additional
 - [2] NaHCO₃_2 (NaHCO₃_2)
 - 1 - Isothermal
 - 2 - Isothermal
 - 3 - Dynamic
 - TG
 - DSC
 - IonCurrent (m:18)
 - IonCurrent (m:44)
 - Additional
 - [3] NaHCO₃_3 (NaHCO₃_3)
 - 1 - Isothermal
 - 2 - Isothermal
 - 3 - Dynamic
 - TG
 - DSC
 - IonCurrent (m:18)
 - IonCurrent (m:44)
 - Additional
 - [4] NaHCO₃_4 (NaHCO₃_4)
 - 1 - Isothermal
 - 2 - Isothermal
 - 3 - Dynamic
 - TG
 - DSC
 - IonCurrent (m:18)
 - IonCurrent (m:44)
 - Additional



Ausgezeichnete Korrelation zwischen der Fläche des MS-Signals und der abnehmenden Probenmasse

IonCurrent *E-9/A



Die 3D-Darstellung von Temperatur, m/z-Verhältnis und Ionenstrom zeigt alle MS-Daten in einer Grafik und verdeutlicht die Beziehung zwischen Massenverlust und Signalanstieg in den einzelnen m/z-Zahlen.



Software Features

Messung

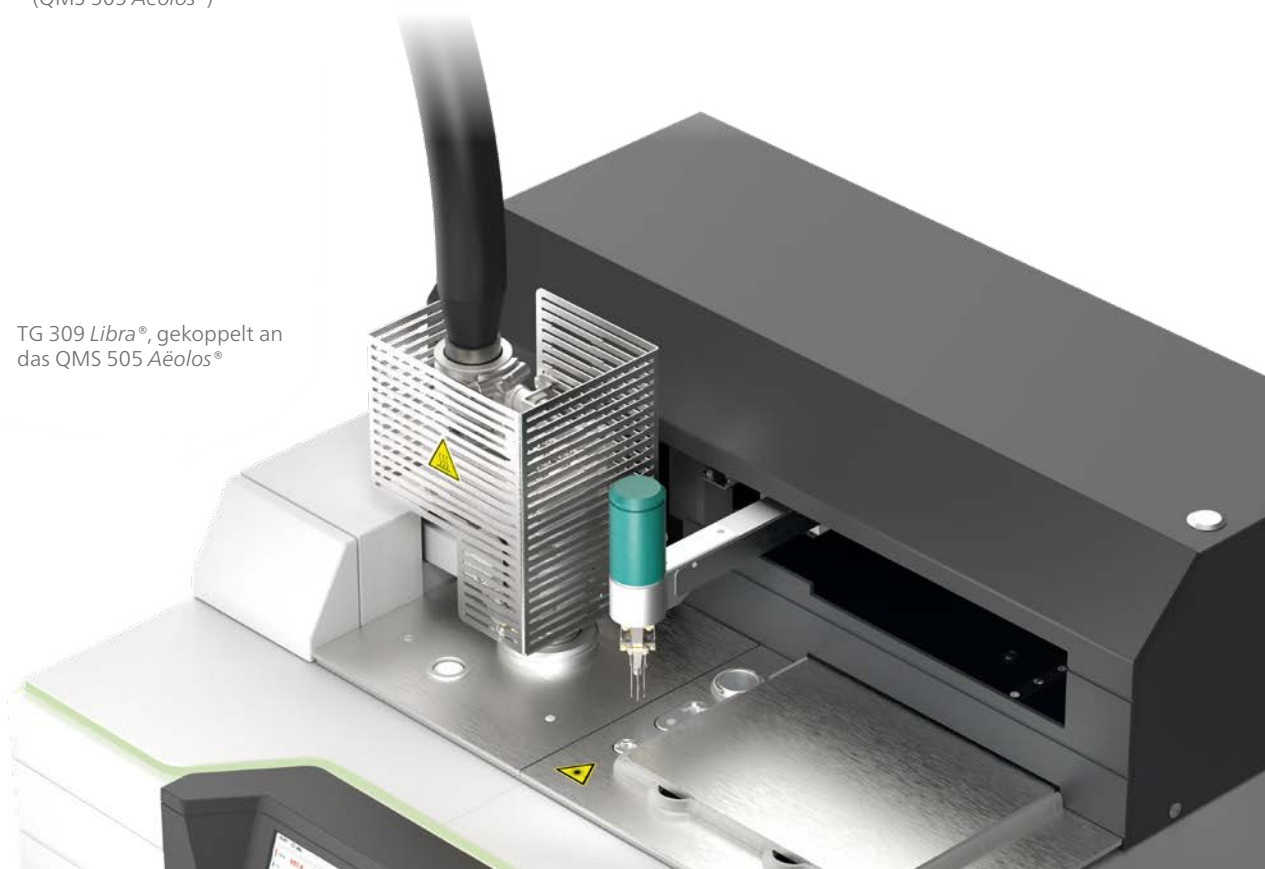
- Vollständige Integration von thermischer Analyse- und QMS-Software in *Proteus*^{®*}
- Methodenbasierte Messung und Auswertung*
- Simultaner Start/Stopp der gekoppelten Messungen
- Drei unterschiedliche Scan-Modi: Scan-Analog, Scan-Bargraph, MID
- Auswahl unterschiedlicher Scan-Bargraph-Bereiche zur selben Zeit
- Auswahl von Scan-Bargraph oder Scan-Analog mit optimierter Rate und Empfindlichkeit in unterschiedlichen Kanälen
- Individuelle MS-Parameter für jede Position des automatischen Probenwechslers*

* Erhältlich für Kapillar-Massenspektrometer (QMS 505 *Aëolos*[®])

Analyse

- Auswertung der MS-Ergebnisse innerhalb *Proteus*[®]
- Auswertung der Ergebnisse zeit- und/oder temperaturbasiert
- Darstellung von MS-Signalen (TIC und individuelle Massenzahlen) zusammen mit thermoanalytischen Kurven
- 3D-Darstellung der Spektrendaten zusammen mit Temperatur, TG- und/oder DSC-Kurven sowie einzelner Massenzahlspuren einschließlich Peakbestimmung; unterschiedlicher Farbschemata und Oberflächenansichten
- Einfache Extraktion von 2D-MS-Daten des 3D-Plots für einen Datenbankabgleich
- Spektrenexport in NIST-Format zur Identifizierung in der NIST-Datenbank

TG 309 *Libra*[®], gekoppelt an das QMS 505 *Aëolos*[®]





Der Name NETZSCH steht weltweit für umfassende Betreuung und kompetenten, zuverlässigen Service – vor und nach dem Gerätekauf. Unsere qualifizierten Mitarbeiter aus den Bereichen Applikation, Technischer Service und Beratung freuen sich darauf, Ihre Fragen im direkten Gespräch persönlich zu beantworten. In speziellen, auf Sie und Ihre Mitarbeiter zugeschnittenen Trainingsprogrammen lernen Sie, die Möglichkeiten Ihres Gerätes auszuschöpfen. Wählen Sie Ihre bevorzugte Schulungsmethode: Online, vor Ort oder in unserem NETZSCH-Schulungszentrum.

Zur Erhaltung Ihrer Investition begleitet Sie unser sachverständiges Serviceteam während des gesamten Lebenszyklus' Ihres Analysengerätes.

Expertise in SERVICE

TECHNISCHER SERVICE



Wartung und
Reparatur



Software-
Updates



Austausch-
Service



IQ/OQ-
Dokumente



Kalibrier-
Service



Ersatzteil-
Service



Umzugs-
Service

SCHULUNG



Grundlagen-
seminare



NETZSCH
Online
Academy



Individu-
alschulung
und Anwenderseminare

LABOR

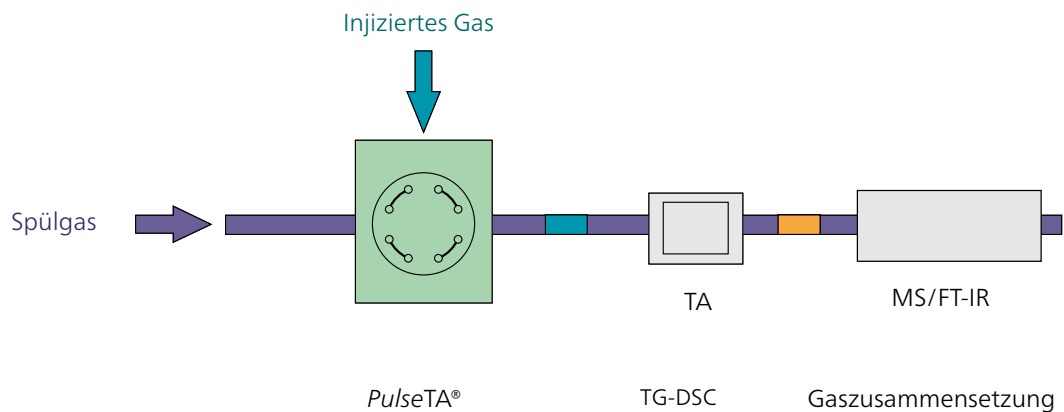


Applikationsservice
und Auftragsmessungen

PulseTA®

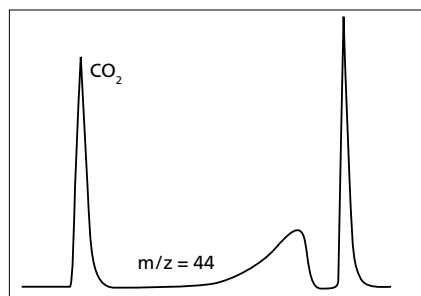
Kalibrierung/Quantifizierung

Die Quantifizierung von MS-Signalen erfordert die Kalibrierung des gesamten gekoppelten Systems mit einer bekannten Art und Menge an Gas oder Lösungsmittel, um die temperaturabhängigen Gasflusseigenschaften zu überwachen. Die *PulseTA*® ist ein perfektes Werkzeug zur quantitativen Gasetektion in separaten Kalibrierläufen oder sogar online während einer Probenmessung. Eine bekannte Gasmenge wird in den Messgasstrom eingespeist und das registrierte Signal des resultierenden Impulses integriert. Die Anwendung der *PulseTA*® ermöglicht auch die Untersuchung von Gas-/Feststoffreaktionen mit schrittweiser Steuerung des Prozesses über die Injektion eines reaktiven Gases und vereinfacht Adsorptions-/Desorptionsexperimente sowie Untersuchungen von katalytischen Reaktionen. Das Ventil wird ohne manuellen Eingriff komplett über die NETZSCH-*Proteus*® Software gesteuert.



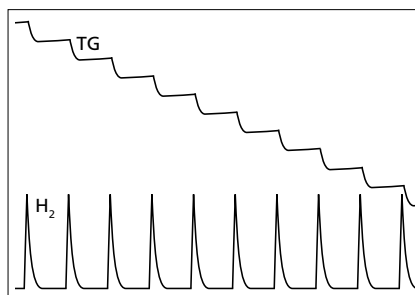
Inertgas

CO₂-Pulse zur Kalibrierung der Carbonatzerersetzung



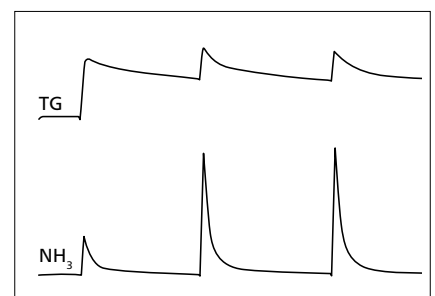
Reaktives Gas

(Gas-Festkörper-Reaktion)
Reduktion eines Metalloxids
mittels H₂-Pulse



Reaktives Gas (Adsorption)

NH₃-Adsorption einer
Zeolith-Probe

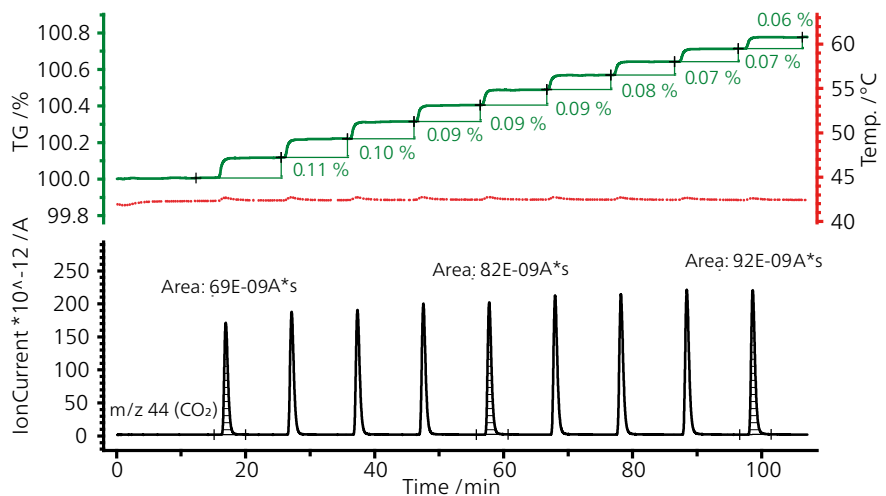




NETZSCH PulseTA® 300

Festkörper-Gas-Reaktion von gebranntem Kalk mit Kohlendioxid

In diesem Beispiel wurde Calciumoxid (CaO, gebrannter Kalk) mit definierten CO₂-Injektionen bei 43 °C behandelt. Das Pulsvolumen aller Injektionen betrug 250 µl. Jede Gasinjektion bewirkt eine Reaktion von festem CaO mit dem reaktiven CO₂-Gas, erkennbar an der stufenweisen Erhöhung der Probenmasse. Mit jeder weiteren Gasaufnahme verringert sich jedoch die Höhe der neuen Stufe. Diese Reaktion kann so lange fortgesetzt werden, bis ein Plateau im TG-Signal erreicht ist. Gleichzeitig kann der Peakbereich unterhalb des MS-Signals für m/z 44 (CO₂) ausgewertet werden. Die Peakfläche nimmt mit abnehmender CaO-Konversion zu. Je höher der Grad der Sättigung mit CO₂, desto geringer ist der Verbrauch des Pulsgases.



Isotherme Behandlung von CaO (177.8 mg) auf einem Probenträger mit Pt-Gitter bei 43 °C in trockener Argonatmosphäre mit Pulsen von 250 µl von CO₂

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. 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@netzsch.com
www.analyzing-testing.netzsch.com



NETZSCH®

www.netzsch.com