

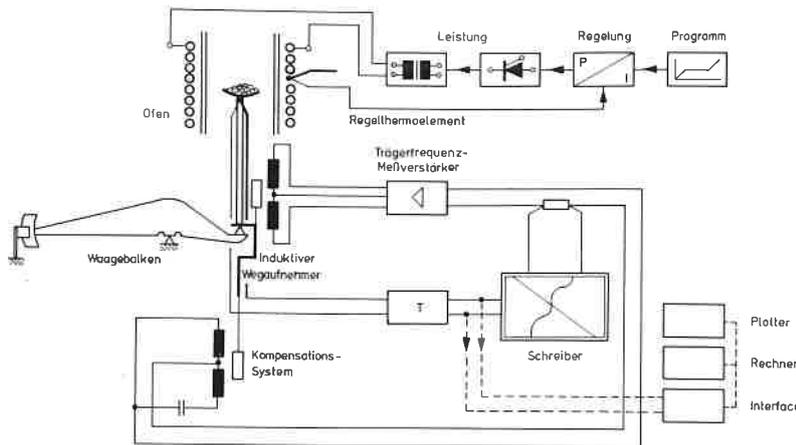
Simultan  
Thermo  
Analyse

STA 429  
-160 . . . +2400° C

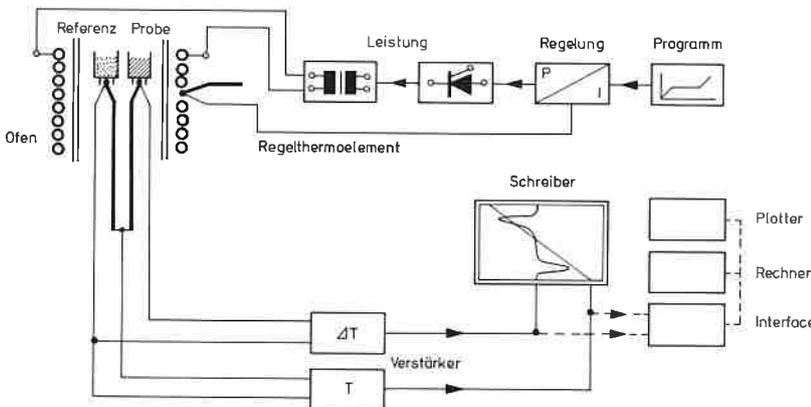
NETZSCH

# Thermoanalyse . . .

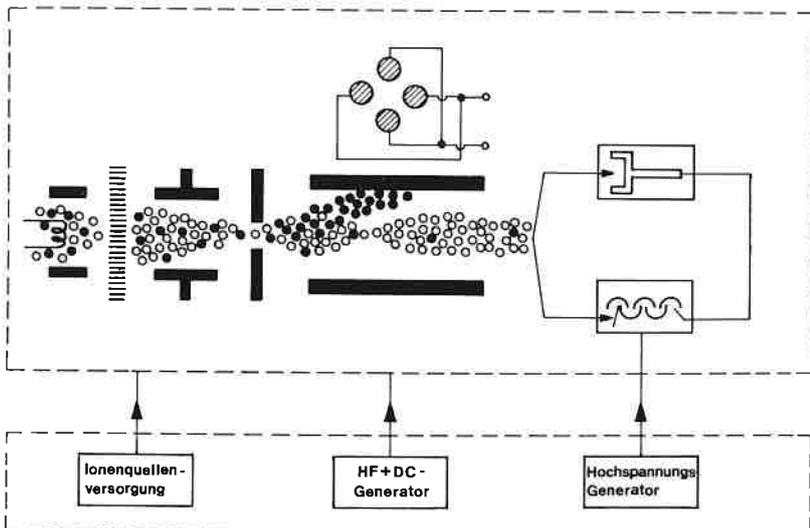
## Thermogravimetrie



## Differenz-Thermo-Analyse



## Quadrupol-Massenspektrometer



Die Untersuchungsmethoden zum Studium von temperaturabhängigen Stoffeigenschaften werden unter dem Begriff

## THERMISCHE ANALYSE

zusammengefaßt. Aus diesem Wissenschaftsbereich haben sich in der Praxis die Differenz-Thermo-Analyse (DTA) und die Thermogravimetrie (TG) durch ihre Anwendbarkeit bei Forschungs- und Kontrollaufgaben an Hochschulen und in der Industrie hervorgerufen.

Die **Thermogravimetrie (TG)** dient der Feststellung von Gewichtsänderungen einer Probe als Funktion der Temperatur verursacht durch die Wechselwirkung der Probe mit ihrer Umgebung.

Die **Differenz-Thermo-Analyse (DTA)** dient zur Untersuchung des Wärmeumsatzes bei physikalischen Zustandsänderungen und chemischen Reaktionen, indem die Temperaturdifferenz zwischen der Probe und einem Referenzmaterial während eines kontrollierten Temperaturprogrammes gemessen wird.

Bei der **Simultan-Thermo-Analyse** mit dem Modell STA 429 werden die beiden Methoden TG und DTA gleichzeitig auf dieselbe Probe angewandt.

Kleine Probenmengen von Feststoffen oder Flüssigkeiten können im Temperaturbereich  $-160 \dots +2400^\circ\text{C}$  bei vollautomatischem Versuchsablauf untersucht werden.

Dabei kann eine Probe im Vakuum, in statischer oder dynamischer Schutz- bzw. Reaktionsgasatmosphäre sowie auch in korrodierenden Gasen geprüft werden.

Die **Gas-Analysen-Methode (EGA)** dient zur Identifizierung und/oder quantitativen Erfassung der aus einer Probe während einer programmierten Temperaturänderung entweichenden Gase und Dämpfe.

In einem **Quadrupol-Massenspektrometer** wird ein Gas auf seine Atom- und Molekülbausteine hin analysiert, indem nach Ionisierung eine Massentrennung bei Durchgang durch ein hochfrequentes Quadrupolfeld erfolgt.

Gekoppelt mit der STA 429 ermöglicht ein Quadrupol-Massenspektrometer eine genaue qualitative und quantitative Bestimmung flüchtiger Reaktionsprodukte der Probe.

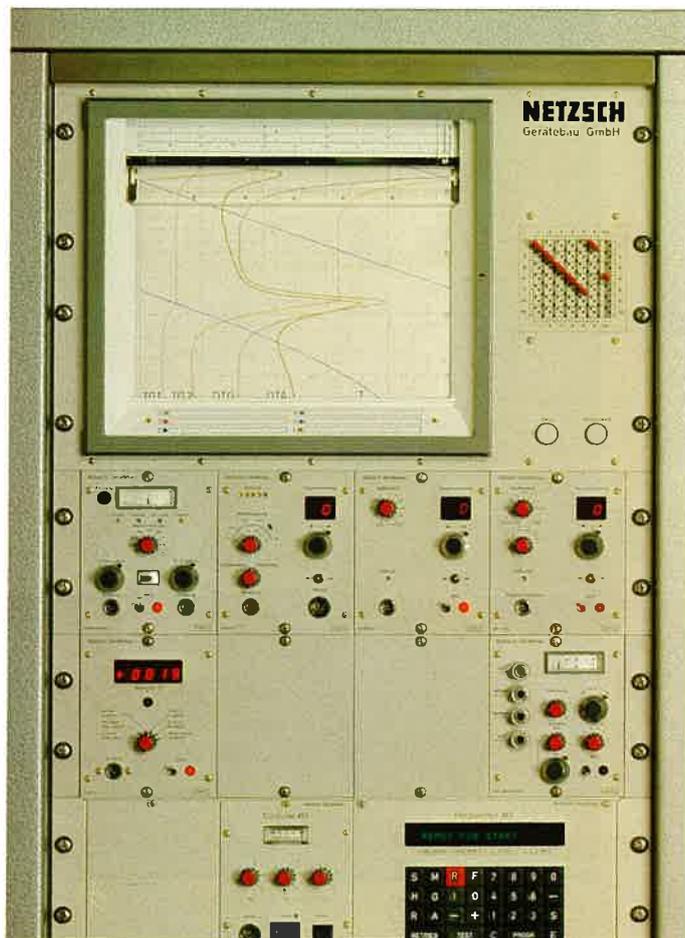
# Simultan-Thermo-Analyse STA 429

Ein Thermoanalytiker, der auch Ihre Meßprobleme löst  
T – TG – DTG – DTA – DDTA – P – EGA – MS simultan an ein und derselben Probe



STA 429/3/6 Temperaturbereich 25 ... 1600°C

# Ein komplettes System . .



STA 429 Grundausstattung für Tief-, Mittel- und Hochtemperatur. Temperaturbereich  $-160 \dots +1700^{\circ}\text{C}$ .

## Meßteil

In einem Standgehäuse ist ein Vakuumbehälter mit einer darin eingebauten Analysenwaage angeordnet. Sämtliche Bedienungselemente für die Waage sind leicht zugänglich an der Frontseite des Gehäuses angebracht.

Auf einer Einsäulenhubvorrichtung können bis zu drei Öfen aufgebaut werden.

Temperaturbereiche der Öfen:

- $-160 \dots +420^{\circ}\text{C}$  Tieftemperaturofen (Kanthal)
- 25 ... 1000 $^{\circ}\text{C}$  Spezialofen für Dampfatmosphäre (Kanthal)
- 25 ... 1350 $^{\circ}\text{C}$  Mitteltemperaturofen (Kanthal)
- 25 ... 1600 $^{\circ}\text{C}$  Hochtemperaturofen (SiC)
- 25 ... 1700 $^{\circ}\text{C}$  Hochtemperaturofen (Kanthal-Super)

Die Öfen sind für die leichtere Zugänglichkeit zum Proben-trägersystem und zum gegenseitigen Wechsel ausschwenkbar.

Die Proben-trägersysteme mit Behältern für Probe- und Vergleichssubstanz besitzen Patent-Steckverbindungen mit vergoldeten Anschlußstiften und sind bequem auswechselbar.

Ein handlicher, vakuumdichter Schnellverschluss erlaubt eine einwandfreie Handhabung beim Öffnen und Schließen der Apparatur.

Bei Arbeiten unter dynamischer Atmosphäre ist für eine exakte Gasführung gesorgt. Messungen im Hochvakuum  $\geq 5 \cdot 10^{-6}$  mbar werden durch leistungsfähige Pumpsysteme (Öl-Diffusions- oder Turbomolekularpumpe) garantiert.

## Erweiterungen:

Edelstahlausrüstung der Gaswege für korrosive Gase im Probenraum,  
Magnaufsatz zum Studium magnetischer Umwandlungen, Hochvakuum-pumpstand.

## Registrier- und Steuerschrank

Ein 19"-Normschrank enthält als Registriergerät einen 6-Kanal-Punkt-drucker mit angeschlossener, leicht zugänglicher Steckmatrix zur veränderbaren Zuordnung der Meßeingänge zu den einzelnen Punkten des Druckers. In Rahmeneinsätzen sind in der Reihe der Meßeingänge untergebracht: Trägerfrequenz-Verstärker, Gewichtseinschub der Waage mit elektromagnetischer Kraftkompensation, Gleichspannungs-verstärker für DTA, Differenzglied, Temperaturlinearisierung mit digitaler Anzeige der Proben-temperatur.

Der Programmierer, über Mikroprozessor gesteuert, sorgt für exakte Programmierung und Regelung des Verlaufes der Ofentemperatur. Im unteren Teil des Schrankes befinden sich die Thyristor-Leistungseinheit und der Ausgangstransformator für die Ofenheizung.

## Folgende Ergänzungen sind erhältlich:

Einschub EGA (Gas-Detektions-Methode) zum quantitativen Nachweis von Gasen, die während des Aufheizvorganges von der Probe freigesetzt werden.

Einschub ETA (Emanations-Thermo-Analyse) zum Nachweis bzw. zur quantitativen Messung von radioaktiven Edelgasatomen (Emanation), die aus entsprechend dotierten Festkörperproben entweichen.

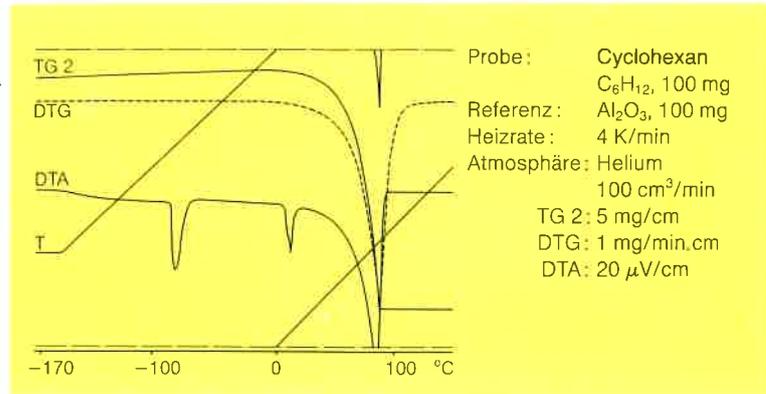
Einschub Schwellwertschalter für quasiisotherme Versuche

Einschub IEC-Interface für Rechneranschluß

Einschub Vakuummessung (mit Registriermöglichkeit)

## Tieftemperatur

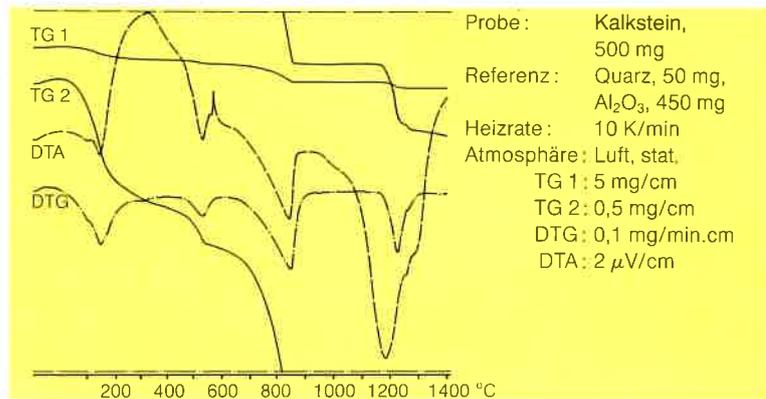
Das ICTA-Temperatur-Standard-Material zeigt in Übereinstimmung mit Literaturdaten in der Aufheizphase die Kristallumwandlung bei  $-86^{\circ}\text{C}$ , den Schmelzbeginn bei  $+7,5^{\circ}\text{C}$  und den Verdampfungsvorgang mit Abschluß bei  $+86^{\circ}\text{C}$  (TG 2).



# Anwendungsbereiche

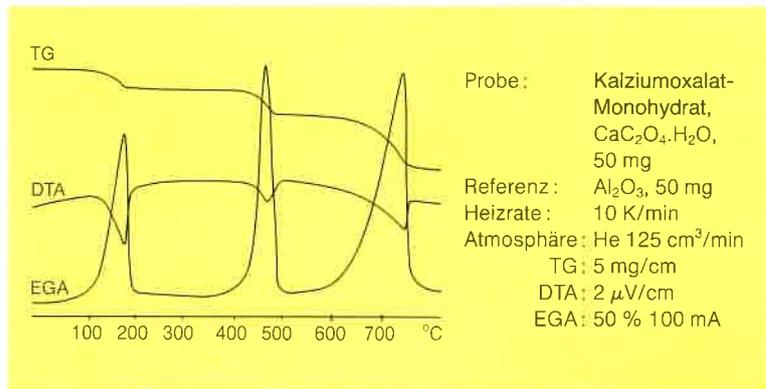
## Hochtemperatur

Die Kalksteinprobe (natürliches Vorkommen) zeigt ein sehr komplexes Reaktionsverhalten. TG, DTA und DTG-Kurven lassen folgende reaktive Komponenten erkennen:  $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$  ( $200^{\circ}\text{C}$ ),  $\text{Ca}(\text{OH})_2$  ( $500^{\circ}\text{C}$ ),  $\text{SiO}_2$  ( $573^{\circ}\text{C}$ -Referenz),  $\text{CaCO}_3$  ( $800^{\circ}\text{C}$ ) und  $\text{CaSO}_4$  ( $1200^{\circ}\text{C}$ ). Der exotherme DTA-Verlauf ( $200 \dots 500^{\circ}\text{C}$ ) zeigt organische Verunreinigungen an.



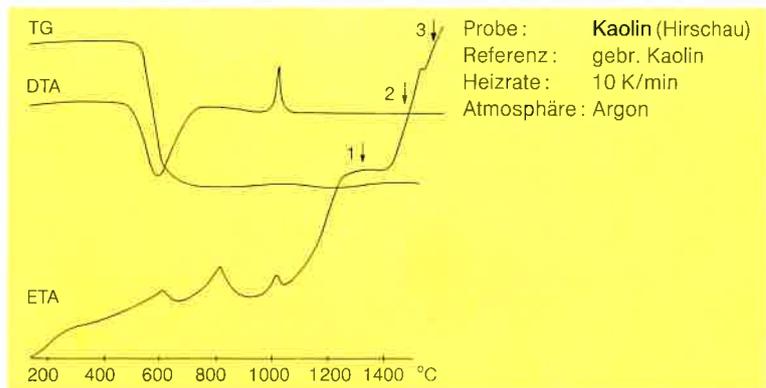
## Simultane EGA

In nichtoxidierender Atmosphäre spaltet Kalziumoxalat-Monohydrat  $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{CO}$  und  $\text{CO}_2$  ab; diese Gase zeigen geringere Wärmeleitfähigkeit als das Trägergas Helium, somit EGA-Peaks in dieselbe Richtung. EGA Peakfläche und Probenmengen stehen in linearem Zusammenhang ( $\pm 2\%$ ).

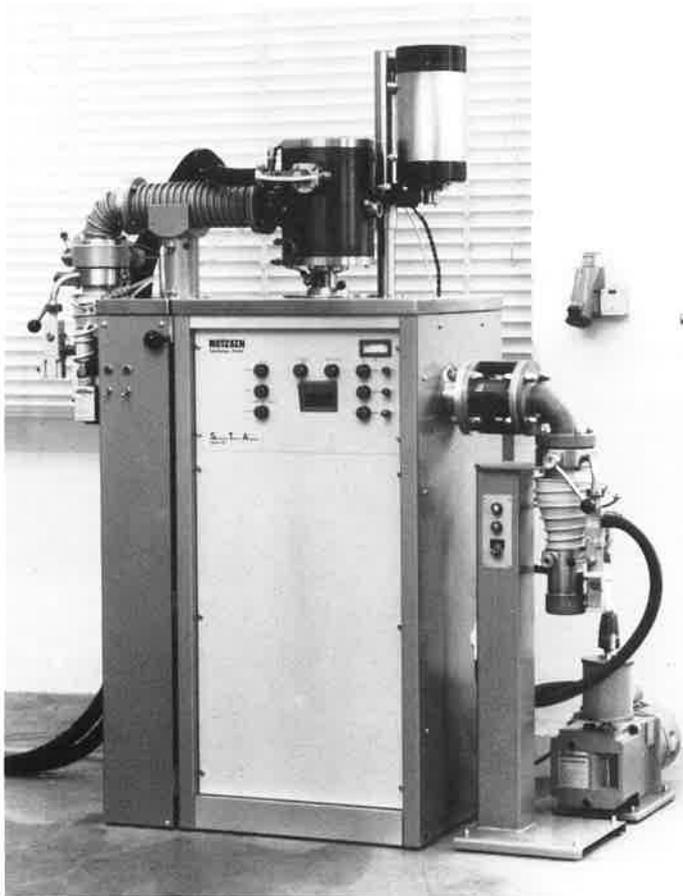


## Simultane Emanations-Thermo-Analyse (ETA)

Die ETA zeigt vorwiegend Veränderungen der spezifischen Oberfläche und Gitterdurchlässigkeit bei Feststoffen an. Zusätzliche Informationen ergeben sich bei der Kaolin-Messung über Sinterung des Metakaolins ( $750 \dots 800^{\circ}\text{C}$ ), Mullitbildung ( $950 \dots 1000^{\circ}\text{C}$ ) sowie 3 Stufen von Kristallisationen (Mullit, Cristobalit) und stöchiometrischer Gitterumordnung ( $1480^{\circ}\text{C}$ ).



## ... auch für schrittweisen Ausbau



### STA 429 mit Höchsttemperatur-Zusatzeinrichtung bis maximal 2400°C

Das Interesse an thermoanalytischen Untersuchungen von Werkstoffen und allgemein an Materialeigenschaften bis hinauf zu 2400°C hat stark zugenommen. Aus diesem Grunde hat NETZSCH eine Höchsttemperatur-Zusatzeinrichtung für den Bereich 400°C bis maximal 2400°C für die bewährte simultane TG-DTA-Apparatur Modell STA 429 entwickelt.

Als Werkstoffe für das Heizelement, die Strahlungsschutzeinrichtungen und die Probenträgersysteme werden die Metalle Wolfram und Molybdän verwendet.

Diese Werkstoffe setzen voraus, daß im Temperaturbereich oberhalb 350°C nur im Hochvakuum oder unter sauerstofffreier inerter Gasatmosphäre gearbeitet wird.

Die Anlage ist mit zwei Hochvakuum-Pumpsystemen ausgerüstet, welche das gewünschte Vakuum von mindestens  $1 \cdot 10^{-5}$  mbar im genannten Temperaturbereich garantieren.

Der Höchsttemperaturofen wird bevorzugt in Helium-, Wasserstoff- oder Argonatmosphäre betrieben.

Für die kontinuierliche, qualitative Entnahme von Gasen, die während der thermischen Behandlung aus der Probe entweichen, wurde ein spezielles Gasentnahmesystem entwickelt. Dynamischer Spülgasbetrieb ist bei dieser Anwendung besonders angebracht.

Mit der dargestellten Höchsttemperaturversion werden qualitative und quantitative TG-, DTA-, DTG-Untersuchungen simultan bis 2400°C ermöglicht.



### STA 429 mit Hochtemperatur-Kopplungssystem und Massenspektrometer

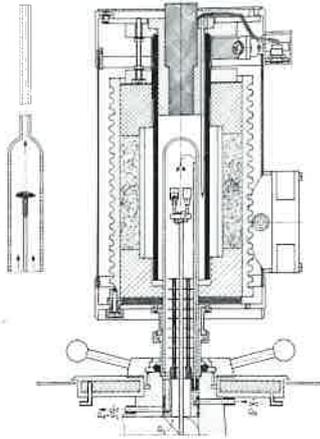
Die Deutungsmöglichkeit der Ergebnisse von thermoanalytischen Untersuchungen mit TG und DTA wird durch die gleichzeitige Information über die Art und Menge abgespaltener Reaktionsgase deutlich erhöht. Unter den gebräuchlichen Gasanalyseverfahren (EGA) bringt die Massenspektrometrie optimale Ergebnisse in quantitativer und qualitativer Hinsicht.

Das entwickelte Kopplungssystem 403/3 erlaubt den gleichzeitigen Betrieb eines Quadrupol-Massenspektrometers (QMG 511, Massenbereich 1 – 511), wobei die zu analysierende Probe bei Atmosphärendruck oder Hochvakuum und Temperaturen von 25 ... 1500°C zersetzt werden kann.

Das QMG 511 erlaubt die Einstellung aller Parameter für den Massendurchlauf als auch die Vorprogrammierung durch 12 verfügbare Kanäle für die Speicherung unabhängiger Programme. In der Stellung on-line ist das Massenspektrometer unter Rechnerkontrolle.

Zahlreiche Anwendungsfälle aus dem Bereich der Werkstoffwissenschaften, der angewandten Chemie und der Umweltforschung wurden zwischenzeitlich erfolgreich bearbeitet.

### Meßkopfanordnung Hochtemperaturofen



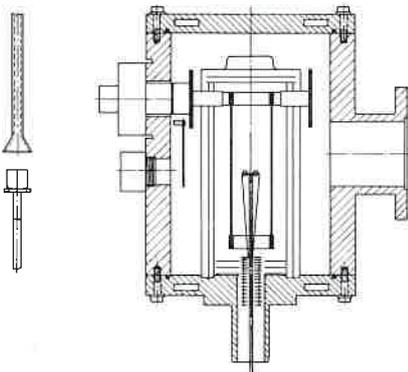
# Anwendungsbereiche

TG  
DTA  
DTG

100 300 500 700 900 1100 °C

Probe: Polyurethan-Gummi, PUR, mit Füllstoffen Fe<sub>2</sub>O<sub>3</sub> und CaCO<sub>3</sub>, 43,1 mg  
Referenz: gebr. Kaolin, 23,9 mg  
Heizrate: 10 K/min  
Atmosphäre: bis 900°C N<sub>2</sub>, dann O<sub>2</sub>  
TG: 2 mg/cm  
DTG: 0,2 mg/min.cm  
DTA: 4 µV/cm

### Meßkopfanordnung Höchsttemperaturofen

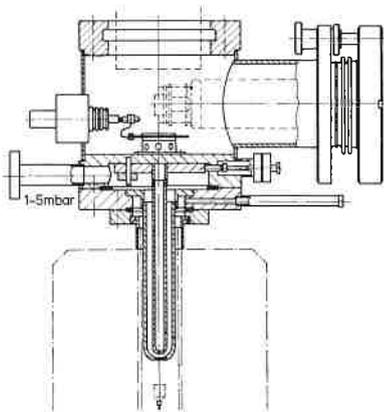


TG 2  
DTA

2000 2200 2000 1750 °C

Probe: technischer Korund (Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>), 81,9 mg  
Referenz: leerer Wolfram-Becher  
Heizrate: 50 K/min  
Atmosphäre: Helium, reinst, stat.  
TG 2: 0,2 mg/cm  
DTA: 4 µV/cm

### Gasentnahmesystem



①  
②  
③  
④  
⑤  
⑥  
⑦  
⑧

200 400 600 °C

200 400 600 °C

Probe: Pflanzenschutzmittel, 60 mg  
Referenz: Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, 60 mg  
Heizrate: 5 K/min  
Atmosphäre: Luft  
① TG 1: 5 mg/cm  
② DTG: 0,25 mg/min.cm  
③ DTA: 2 µV/cm

④ m/e: = 44 (CO<sub>2</sub>)<sup>+</sup>  
10<sup>-11</sup> A f.s.  
⑤ m/e: = 38 (CS<sub>2</sub>)<sup>+</sup>  
10<sup>-12</sup> A f.s.  
⑥ m/e: = 64 (SO<sub>2</sub>)<sup>+</sup>  
10<sup>-12</sup> A f.s.  
⑦ m/e: = 34 (H<sub>2</sub>S)<sup>+</sup>  
10<sup>-11</sup> A f.s.  
⑧ m/e: = 76 (CS<sub>2</sub>)<sup>+</sup>  
10<sup>-12</sup> A f.s.

## Technische Daten

### Temperaturbereiche (Grenztemperaturen):

-160 ... + 420°C	Tieftemperatur-Rohröfen mit Kanthal-Heizwicklung und Kühltülle für Kühlflüssigkeit
25 ... 1000°C	Spezial-Ofen für Versuche in Dampfatmosfera
25 ... 1350°C	Mitteltemperatur-Rohröfen mit Kanthal-Heizwicklung
25 ... 1600°C	Hochtemperatur-Rohröfen mit gewendeltm SiC-Heizrohr
25 ... 1700°C	Hochtemperatur-Rohröfen mit Kanthal-Super-33-Heizelementen
25 ... 400 ... 2400°C	Höchsttemperatur-Vakuum-Rohröfen mit netzartigem Wolfram-Heizelement

### Wägetechnik:

Substitutionswaage mit elektromagnetischer Kompensation und Schaltgewichtseinrichtung. Max. Probengewicht 15 g einschließlich Probenbehälter (Sonderausstattung 20 g) Gesamtwägebereich 0,1 – 14,9 g. Bereich der kontinuierlichen Tara > 100 mg. Wägebereich mit elektromagnetischer Kompensation: 0 ... 50, ... 125, ... 250, ... 500, ... 1250 mg. Reproduzierbarkeit (Standardabweichung) ± 0,03 mg. Ablesbarkeit 20 µg/mm.

### TG Gewichtsregistrierung:

Registrierung in zwei Meßbereichsgruppen im Empfindlichkeitsverhältnis 1:10.  
 Meßbereiche I: 0 ... 50, ... 125, ... 250, ... 500, ... 1250 mg/Schreibbreite  
 Meßbereiche II: 0 ... 5, ... 12,5, ... 25, ... 50, ... 125 mg/Schreibbreite  
 Nullpunkt über eine Schreibbreite verstellbar.

Elektronische Gegenspannung für zusätzliche 10 Schreibbreiten für Meßbereiche II. Ausgangsspannung 0 ... 5 mV.

### DTG Registrierung der differenzierten Gewichtskurve:

Meßbereiche umschaltbar von 0,25 bis 250 mg/min/Schreibbreite, 5 Filterstufen. Elektronische Gegenspannung: 5 Schreibbreiten nach jeder Seite (2750 mm Schreibbreite). Alternative Verwendung als µV-Verstärker möglich mit den Meßbereichen: 0,05 – 0,1 – 0,2 – 0,5 – 1,0 – 2,0 mV/Schreibbreite (z.B. DTA-Verstärker), zusätzlicher Eingang 5 mV, Ausgangsspannung 0 ... 5 mV.

### DTA Temperatur-Differenz-Registrierung:

Meßbereich über Verstärker umschaltbar: 0,025, 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2 mV/Schreibbreite. Automatische Gegenspannung: 5 Schreibbreiten nach jeder Seite (2750 mm gesamt Schreibbreite). Weitere Eingangsempfindlichkeiten ohne Verstärker: 5, 10, 20, 50, 100 mV. Ausgangsspannung 0 ... 5 mV.  
 Kalorimetrische Empfindlichkeit bei DTA im Bereich 0,4 – 4 µV/mW, je nach Ausstattung.

### DDTA Differenzierte DTA:

Zehn Meßbereiche umschaltbar, 5 Filterstufen. Automatische Gegenspannung: 5 Schreibbreiten nach jeder Seite (2750 mm Schreibbreite). Als Millivolt-Eingang Meßbereiche: 0,05, 0,1, 0,2, 0,5, 1, 2, 5 mV/Schreibbreite.

### T Temperaturregistrierung:

Temperaturanzeige durch Leuchtziffern direkt in °C. Auflösung 1°C, Genauigkeit ± 1°C. Elektronische Raumtemperaturkompensation. Übergang auf verschiedene Thermoelementarten durch Steckkartentausch. Lineare Registrierung in Stufen von 250°C auf jeweils 250 mm Schreibbreite, d. h. 1°C ± 1 mm Ausschlag. 15fache automatische Gegenspannung. Analogausgang 0 ... 5 mV. Digitalausgang (BCD) auf Wunsch. Alternativ:

Temperatureinschub mit umschaltbaren Meßbereichen: Geeichte Bereiche: PtRh10%-Pt (20 ... 1600°C) oder NiCr-Konst (-180 ... +420°C). 0 ... 5 mV mit automatischer Gegenspannung in 11 Stufen, d. h. 55 mV auf 2750 mm. Elektronische Raumtemperaturkompensation umschaltbar für PtRh10%-Pt und NiCr-Konst, abschaltbar für Spannungsmessungen. Andere Ausführungen auf Anfrage.

### Registriergerät:

6-Farben-Kompensations-Punktdrucker mit 250 mm Schreibbreite, Klasse 0,25, Punktfolge 1 s. Kreuzschienenverteiler (Matrix) für die freie Zuordnung der Meßeingänge zu den 6 Kanälen des Druckers. 8 Papiervorschubgeschwindigkeiten umschaltbar: 6, 12, 24, 60, 120, 240, 600, 1200 mm/h. Mit Registrierfeder als Einlinienschreiber verwendbar. Zusätzliche Schreiber (z. B. XY, X<sub>1</sub>, X<sub>2</sub>, t, usw.) können parallel an der Matrix angeschlossen werden.

### Microprozessor-Temperatur-Steuersystem 413

20stellige, alphanumerische Anzeige des Dialogs (Programmierung und Bedienung) und der Programmdatei (Betrieb). Sollwertvorgabe von -200 ... +2400°C für sieben (7) Thermofühler und einen Linearbereich in 32768 Einzelschritten. Linearisierung für folgende Thermofühler im Grundgerät eingebaut: Thermoelemente Typ J, E, K, S, B und W3%Re-W25%Re sowie Thermowiderstand Pt 100. Heiz- und Kühlraten 0,1 ... 99,9 K/min in Schritten von 0,1 K/min. Konstanthaltezeiten 0 ... 99 h 59 min in Schritten von 1 min. Eingabe eines Temperaturprogramms in max. 13 Abschnitten (Segmente). Zusätzliche Speicherkarten ermöglichen Eingabe von 9 Programmblöcken (zu je 13 Segmenten). Bei Netzausfall ist das Programm gespeichert. Genauigkeit: 0,02 % vom Endwert. Reproduzierbarkeit: 0,01 %. Unabhängig einstellbarer PID-Regler mit Anzeige der Regelabweichung. Thermoelementbruchsicherung, drei frei wählbare Relaisausgänge (getrennte Ansteuerung in jedem Segment möglich).

Es können auch die Temperatur-Steuergereäte 400, 406 und 411 eingesetzt werden.

### Abmessungen und Gewichte:

	H	B	T	
	mm			kg
Meßteil mit Ofen	1480	565	544	120
Registrier- und Steuerschrank	1620	565	452	120
Vakuum-Pumpstand	1070	275	275	35
Vorpumpe	350	300	500	40

Elektrische Anschlüsse: 220 V (10 A) und 220 V (20 A), 50 Hz (bei Bestellung angeben), andere Spannungen und 60 Hz auf Anfrage.

### Zubehör und Ergänzungen

Thermostat für das Meßteil zur Ausnutzung der empfindlichen Meßbereiche. Temperaturkonstanz ≤ 0,1 K, Anschluß 220 V/50 Hz.

Vakuumpumpstand Hochvakuumumpumpstand mit Öldiffusionspumpe und zweistufiger Rotationspumpe, Anschluß 220 V/50 Hz.

Probenträger, -behälter und -schalen liefern wir aus verschiedensten Materialien und in unterschiedlichen Formen, angepaßt an den jeweiligen Bedarfsfall.

IEC-Interface für Kopplung der Registrier- und Steuerzentrale mit Rechensystemen über IEC-Bus-Schnittstelle. A/D-Wandler für max. 6 Eingänge über Meßstellenumschalter, 4 1/2stellige Ziffernanzeige, Meßumfang ± 19999 Meßpunkte, Auflösung 0,005 %.

Ersatz- und Verschleißteile für 1- oder 2-Jahresbetrieb.

– technische Änderungen vorbehalten –

# Netzsch-Gerätebau GmbH D-8672 Selb

Wittelsbacherstr. 42 · Postfach 1460 · Telefon (0 92 87) 7 82 01 · Telex 6 43 510 · Telegramm Netzschgeraete

