

NETZSCH

Proven Excellence.



TG 209 *F1* *Libra*®

Thermogravimetrische Analyse – TG
Methode, Techniken und Applikationen

Analyzing & Testing

TG 209 *F1* *Libra*®

Überzeugende Technologie –
gesteuert durch eine intelligente Software



Made by NETZSCH

Vertikales Design kombiniert mit oberschaliger Thermo-Mikrowaage für einfache und sichere Handhabung

Das Design der vakuumdichten TG 209 **F1 Libra**® gewährt einen freien und sicheren Zugang zur Probe, einfachen Probenwechsel (keine störenden Drähte oder horizontalen Waagebalken) sowie eine konstante und stabile Position des Probenträgers im Ofen. Diese Voraussetzungen resultieren in einer hohen Reproduzierbarkeit.

Robuster Keramik-Ofen für schnelle und zuverlässige Qualitätskontrolle

Die Maximaltemperatur des korrosionsbeständigen Mikro-Ofens beträgt 1100 °C (Probentemperatur). Die hohen Heizraten bis 200 K/min sind bestens für schnelle Qualitätsprüfungen, z. B. zur Materialidentifizierung, geeignet. Die wassergekühlte Ummantelung sorgt für eine schnelle Abkühlung des Ofens und somit für einen hohen Probendurchsatz.

Großer Probenwechsler für 192 Proben – Routine-Arbeit auf höchstem Niveau

Der optionale Probenwechsler (ASC) mit vielen zusätzlichen Eigenschaften übernimmt jede Routinemessung sicher und zuverlässig (mehr auf den Seiten 8 und 9).

Intelligent – *AutoEvaluation* und *Identify*

Das einzigartige Software-Feature *AutoEvaluation* detektiert und wertet alle thermogravimetrischen Effekte selbstständig, unabhängig vom Anwender, aus. Anschließend werden die ausgewerteten Kurven in *Identify* zur Materialerkennung und -klassifizierung herangezogen.

VERTIKALES,
OBERSCHALIGES DESIGN

PRÄZISE ULTRA-
MIKROWAAGE

VAKUUMDICHTER
AUFBAU

SMARTMODE

HERAUSNEHMBARER
PROBENTRÄGER

AUTOEVALUATION

AUTOCYCLE -
EVAKUIERUNG

AUTOMATISCHER
PROBENWECHSLER
FÜR BIS ZU 192 PROBEN

BERECHNETES DTA-SIGNAL
(C-DTA®)

AUSTAUSCHBARE
PROBENTRÄGER

OPTIMIERTE KOPPLUNG
MIT FT-IR, MS, GC-MS

IDENTIFY

SELBSTSTÄNDIGE
AUSWERTUNG

Zukunftsweisende Technologie

Dynamischer Mikro-Ofen für effiziente Laborarbeit



Der kleine Ofen der NETZSCH TG 209 **F1** *Libra*[®] unterstützt schnelle Heizraten über den gesamten Temperaturbereich und eine schnelle ballistische Abkühlung zwischen 1100 °C und Raumtemperatur. Niedrige Spülgasraten tragen zu einer geringen Verdünnung der freigesetzten Gase bei, was insbesondere bei Kopplung mit Emissionsgasanalyse relevant wird. Die kurzen Gaswege, das kleine Volumen des Ofens und das geringe Totvolumen über der Probe minimieren das Risiko einer Kondensation der freigesetzten Gase im Ofen.

Sichere und einfache Handhabung

Der Probenträger wird beim Einbringen der Probe automatisch von der Waage entkoppelt. Somit beeinflusst das Platzieren des Tiegels die Mikrowaage nicht und sichert stets eine problemlose Handhabung.

Präzise Detektion der Probentemperatur

Die Probentemperatur wird durch ein Thermoelement in direktem Kontakt mit dem Probeniegel detektiert. Dies ermöglicht eine genaue Erfassung der Probentemperatur und schließt die Abhängigkeit von Atmosphäre, Gasfluss oder Heizrate nahezu aus.

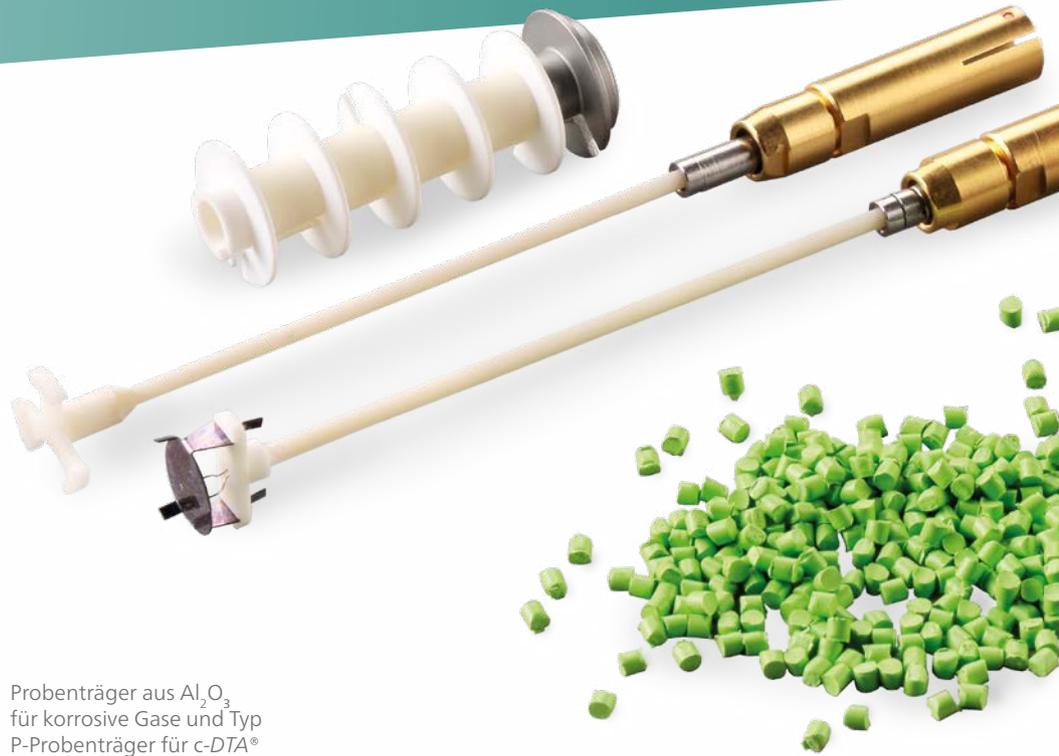
Mehr als nur eine TG! Simultane Aufzeichnung kalorischer Effekte

Das berechnete DTA-Signal, *c-DTA*[®], ist ideal zur Temperaturkalibrierung ohne Magneten oder Demontage der Apparatur. Ebenso erhält man wichtige Informationen über endo- und exotherme Vorgänge (z. B. Schmelzen ohne Massenverlust oder Verdampfen mit Massenverlust).

*Fortschritt in Thermogravimetrie –
für Ihre täglichen TG-Aufgaben*

Für jede Applikation der passende Probenräger

Für unterschiedliche Anforderungen sind verschiedene Probenräger erhältlich. Dazu zählen korrosionsbeständige Sensoren, hochempfindliche *c-DTA*[®]-Sensoren für die verbesserte Aufzeichnung endo- und exothermer Effekte und spezielle Sensoren für große Probenmassen. Alle Probenrägertypen lassen sich innerhalb einer Minute auswechseln.



Probenräger aus Al_2O_3 für korrosive Gase und Typ P-Probenräger für *c-DTA*[®]

Austauschbare Probenräger¹

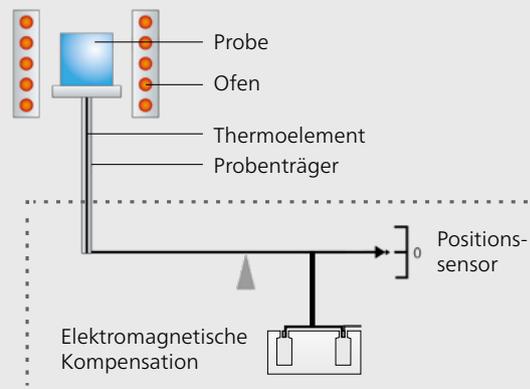
Applikation	Probenrägermaterial	Sensortyp	Mögliche Tiegeltypen
Standard-TG	Al_2O_3	Typ P	Ø 7 mm bis 9 mm, 85 µl bis 350 µl
Ideal für <i>c-DTA</i> [®]	Platinel [®]	Typ P (Scheibe)	Ø 7 mm bis 9 mm, 85 µl bis 350 µl
Für korrosive Medien	Al_2O_3	Typ P, geschützt	Ø 7 mm bis 9 mm, 85 µl bis 350 µl

¹ Für ASC: max. Tiegeldurchmesser beträgt 8 mm



Messprinzip

Eine Thermowaage wird eingesetzt zur Messung von Massenänderungen einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur oder Zeit unter kontrollierten Umgebungsbedingungen wie Heizrate, Gasatmosphäre, Tiegeltyp usw.



Vakuumdichtes Design für reproduzierbare Messbedingungen

Tests unter Vakuum für eine verbesserte Auftrennung von Verdampfung und Zersetzung

Definierte Gasbedingungen für reproduzierbare Messungen

Das vakuumdichte Design ist Voraussetzung für eine definierte und reine Atmosphäre, die die Pyrolyse der Probe – ohne überlagerte Oxidation – zulässt. Die integrierte Gasversorgungseinheit besitzt Massendurchflussregler (MFCs) für bis zu zwei Spülgase und ein Schutzgas. Die Regelung, Aufzeichnung und Auswertung der Gasflüsse erfolgt über die Software.

AutoVac – Reproduzierbare Ergebnisse

Die *AutoVac**-Funktion ermöglicht das softwaregeregelte automatische Evakuieren und Wiederbefüllen mit Gas und sorgt somit für einheitliche Messbedingungen. Beim Messen von Polymermischungen und -blends unter reduziertem Druck kann eine Siedepunktniedrigung der flüchtigen Bestandteile (z. B. Lösemittel, Weichmacher) erreicht werden. Dies führt zu einer verbesserten Auftrennung zwischen Freisetzung der flüchtigen Bestandteile und Zersetzung der Polymerkomponente. Danach ist – um die komplette Zersetzung zu erfassen – ein Wiederbefüllen mit Inertgas und anschließend ein Wechsel zu z. B. oxidierender Atmosphäre möglich.

*Option

Tiegeltypen

Für unterschiedliche Applikationen bieten wir unterschiedliche Tiegeltypen aus verschiedenen Materialien und Volumen an. Die Tabelle zeigt eine kleine Auswahl der erhältlichen Tiegel. Bei der Tiegelwahl sollte die Verträglichkeit Probe/Tiegel berücksichtigt werden (z. B. metallische Tiegel sollten nicht für Metalle verwendet werden).

Tiegelauswahl¹



Applikation	Material	Durchmesser/Höhe	Volumen
Standard-TG-Tests	Al ₂ O ₃	6,8 mm/4 mm	85 µl
Standard-TG-Tests, hohe Einwaage oder großes Volumen	Al ₂ O ₃	8,0 mm/8 mm; 9,0 mm/7 mm	300 µl; 350 µl
Ideal für c-DTA®; hohe Einwaage oder großes Volumen	Pt/Rh (80/20)	6,8 mm/2,7 mm; 6,8 mm/6 mm	85 µl; 190 µl
Ideal für c-DTA®, bis max. 600 °C	Al (99,5 %)	6,7 mm/2,7 mm	85 µl

¹ Für ASC: max. Tiegeldurchmesser beträgt 8 mm



TG 209 F1 Libra®

Design	Oberschalig
Temperaturbereich	(10 °C) RT bis 1100 °C
Heizrate	0,001 K/min bis 200 K/min
Abkühlzeit	In Stickstoff: ≈ 12 min von 1100 °C bis 100 °C In Helium ¹ : ≈ 5 min von 1000 °C bis 100 °C
Max. Probeneinwaage/ Messbereich	2 g (einschließlich Tiegel)
TG-Auflösung	0,1 µg
Motorisierter Sensor	einfache und sichere Handhabung
Austauschbare Probenträger	Für Standard-Applikationen, Proben mit hohem Volumen und großer Masse, hohe Empfindlichkeit für Funktionen wie <i>c-DTA</i> ®, spezielle Beschichtungen für hohen Widerstand gegen korrosive Gase
Vakuumdichtigkeit	10 ⁻² mbar (1 Pa)
Gasatmosphären	Inert, oxidierend, reduzierend, Messungen unter Vakuum (für Untersuchungen wie Gummianalyse)
Gasflussregelung	Drei integrierte Massendurchflussregler für Spül- und Schutzgase
<i>AutoVac</i>	Automatisches Evakuieren und Wiederbefüllen des Schutzgases (Option)
Temperaturkalibrierung	<i>c-DTA</i> ®, auch zur Detektion von endo- und exothermen Effekten; Curie-Standards
Tiegel	Pt, Al ₂ O ₃ , Au, SiO ₂ , Ag, ZrO ₂ , Al usw.; weitere Materialien auf Anfrage
Automatischer Probenwechsler (ASC)	Bis zu 192 Proben (Option); unterschiedliche Tiegeltypen in einem Magazin
Software	<ul style="list-style-type: none"> ■ Umfangreiche Auswerteroutinen einschließlich <i>SmartMode</i>, <i>ExpertMode</i>, <i>AutoCalibration</i> und <i>TGA-BeFlat</i>® ■ <i>AutoEvaluation</i> und <i>Identify</i> ■ Optional: RCM (Rate Control Mass Loss inkl. <i>SuperRes</i>®)
Kopplung an Emissionsgasanalyse (EGA)	Optional: FT-IR und/oder MS oder GC-MS, integriertes FT-IR (<i>PERSEUS</i> TG)

¹ 21 °C Thermostattemperatur, 200 ml/min He (Spül- und Schutzgas); die maximale Temperatur des TG-Systems ist abhängig vom He-Gasfluss: bei 200 ml/min, T_{max} 1020 °C.

Technische Daten



AUTOMATISCHER

Nie zuvor war Thermogravimetrie effizienter – Spezielle Messungen und Routinetests im ASC

Unerreichte Flexibilität

Eine Neuheit in der Thermogravimetrie ist der automatische Probenwechsler, der mit zwei Einweg-Magazinen in Mikroplattenformat für je 96 Proben, die sich bequem einlegen und wieder herausnehmen lassen, ausgestattet ist. Messungen von bis zu 192 Proben sind möglich.

Zusätzlich bietet der fest eingebaute Kalibrierstreifen Platz für bis zu 12 Materialien oder leere Tiegel unterschiedlicher Dimensionen für Kalibrier- und Korrekturzwecke. Leere Tiegel für Korrekturmessungen können selbstverständlich auch aus einem der Magazine entnommen werden.

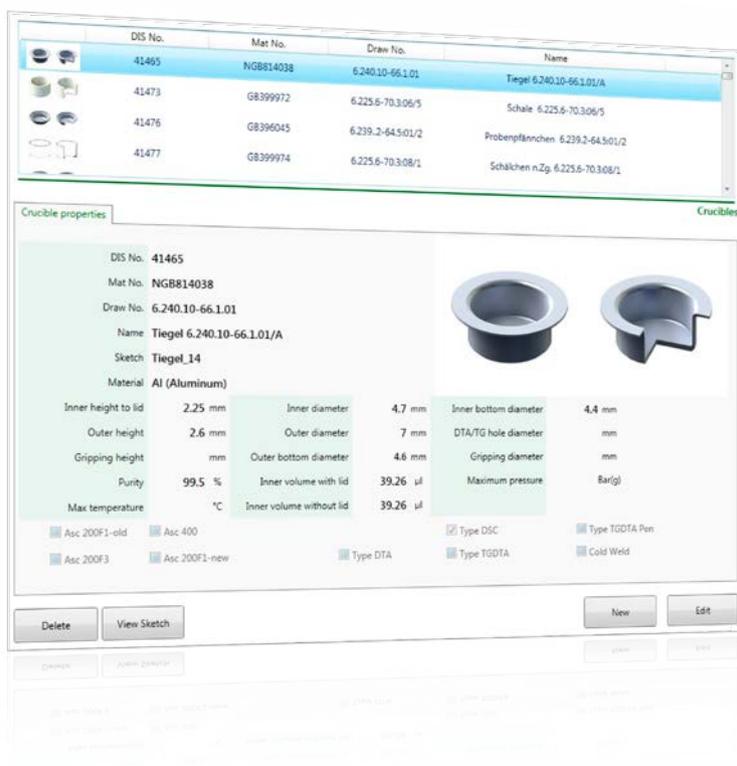
Die große Anzahl an Positionen sorgt für eine hohe Flexibilität und für mehr Freiraum für weitere wichtige Aufgaben.

Tiegelerkennung im Vorbeigehen

Ein sicherer Betrieb des Greifers ist durch einen Laserstrahl gegeben; sobald der Greifer seine Zentrierposition ohne Tiegel überschreitet, wird dies mittels Foto-Diode detektiert. Mit Tiegel berührt der Laserstrahl lediglich den Tiegelboden.

Smarter Greifer verlinkt mit Tiegeldatenbank

Der Greifer mit *SafeTouch*-Funktionalität kann verschiedenste Tiegeltypen handhaben. Bei der Programmierung der Messparameter werden die Spezifikationen für Tiegel und Deckel – einschließlich des passenden Anpressdrucks für jeden Tiegeltyp – in der Tiegel/Deckel-Datenbank erfasst. Mit nur einem Klick verfügt das System über alle relevanten Informationen.



PROBENWECHSLER

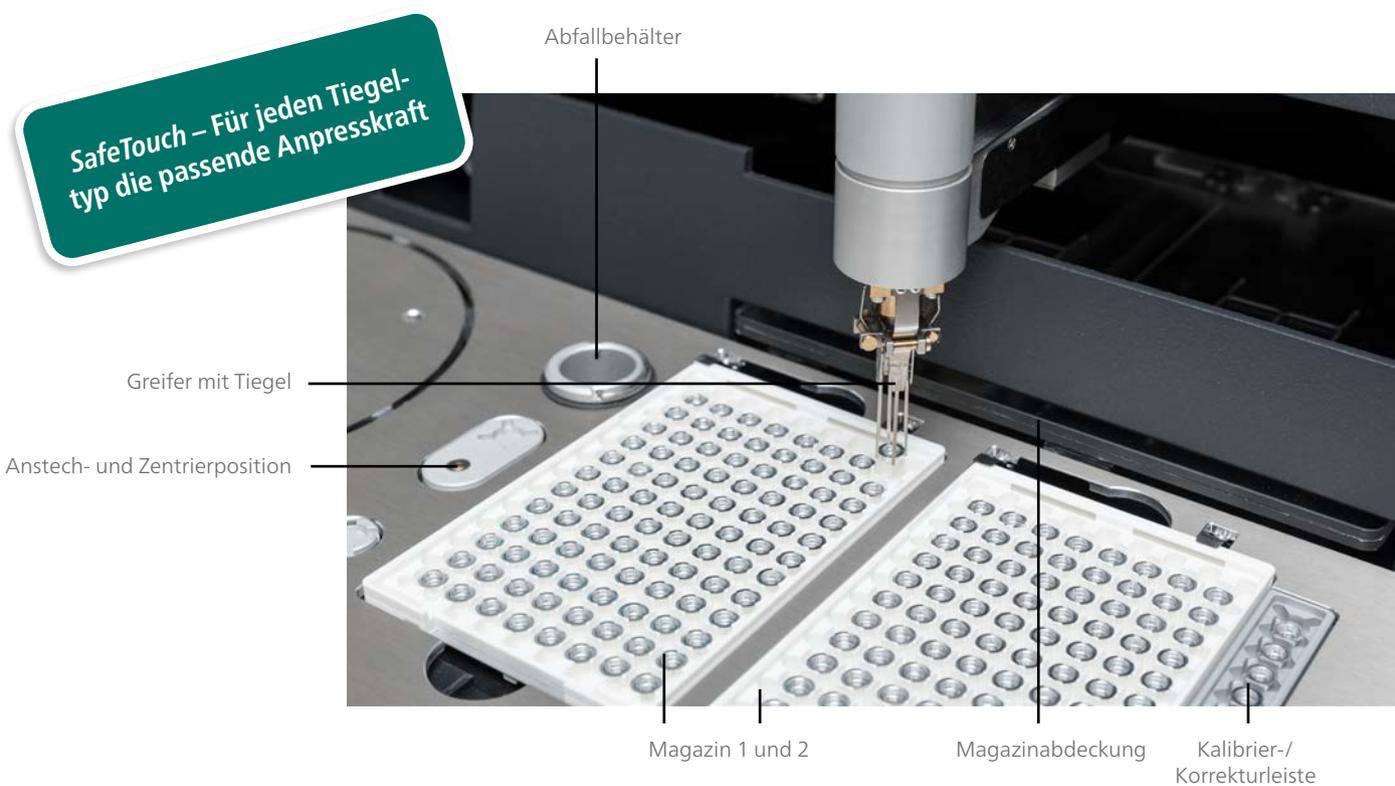
Schutz gegen Staub und Feuchtigkeit durch automatische Magazinabdeckung

Eine Abdeckung schiebt sich über beide Magazine, sobald der Greifer einen Tiegel entfernt oder neu positioniert hat. Durch in der Abdeckung integrierte Kanäle setzt ein erhöhter Gasstrom ein, der sich im geschlossenen Zustand reduziert. Der gesamte Ablauf dauert nur wenige Sekunden.

Die „Deckelabhebe“-Funktion hält die Probe im Tiegel

Zusätzlich ist die Apparatur standardmäßig mit der „Deckelabhebe“-Funktion ausgestattet. Tiegel mit Deckel erweisen sich gerade bei instabilen Proben, die länger im Magazin bleiben müssen, von Vorteil. Das Risiko, dass die Probe bereits vor der Messung verdunstet oder mit Umgebungsfuchte reagiert, ist herabgesetzt. Je nach Vorgaben des Messprogramms entsorgt der Greifer Einweg-Tiegel und Deckel im Abfallbehälter.

Anspruchsvoll bis ins letzte Detail



TG 209 **F1** Libra® mit ASC für 192 Proben und weiteren 12 Positionen für Proben/Tiegel für Kalibrierung/Korrektur



PROTEUS®

Unkomplizierte und schnelle Messstarts

SmartMode – Tests professionell in nur wenigen Minuten starten

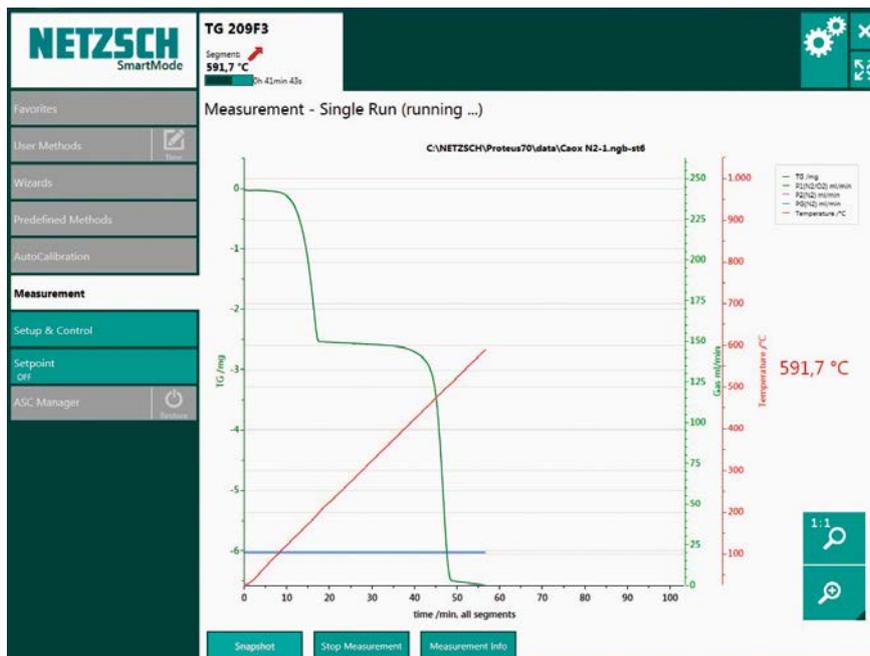
SmartMode besticht durch eine klare Struktur, ein konsistentes Navigationskonzept und leicht zugängliche Schaltflächen. Über Wizards (Messvorlagen) kann eine Messung mit nur wenigen Eingaben gestartet werden. Alternativ können kundenspezifische oder vordefinierte Methoden für eine Messung gewählt werden. Die vordefinierten Methoden basieren auf unterschiedlichen Normen oder Messungen unter reduziertem Druck. Selbst Anwender, die nur wenig Erfahrung mit der Software haben, finden sich sofort zurecht.

ExpertMode – Perfekt für Anfänger und Profis

Für diejenigen, die sich eingehender mit der Software beschäftigen möchten, z. B. für spezifische Einstellungen oder der Definition von Methoden, ist das Wechseln von *SmartMode* in den *ExpertMode* die Lösung. Hier hat der Anwender Zugriff auf die bewährte Funktionalität der *Proteus®*-Software einschließlich Dutzender Eigenschaften und Einstellmöglichkeiten.

AutoCalibration – Volle Konzentration auf die Messaufgaben

Kalibriervorgänge sollten einfach und schnell und – idealerweise – ganz nebenbei möglich sein. *AutoCalibration* ist eine automatische Erstellungsroutine für die Temperaturkalibrierkurve, automatisches Laden der aktuellen Kalibrierung (unter Einbeziehung der gewählten Messbedingungen) und Überprüfung ihrer Gültigkeitsdauer (Watchdog-Funktion).



SmartMode –
Sie müssen
kein TG-Experte
sein, um eine
Messung zu
starten!

bis hin zur selbstständigen Auswertung

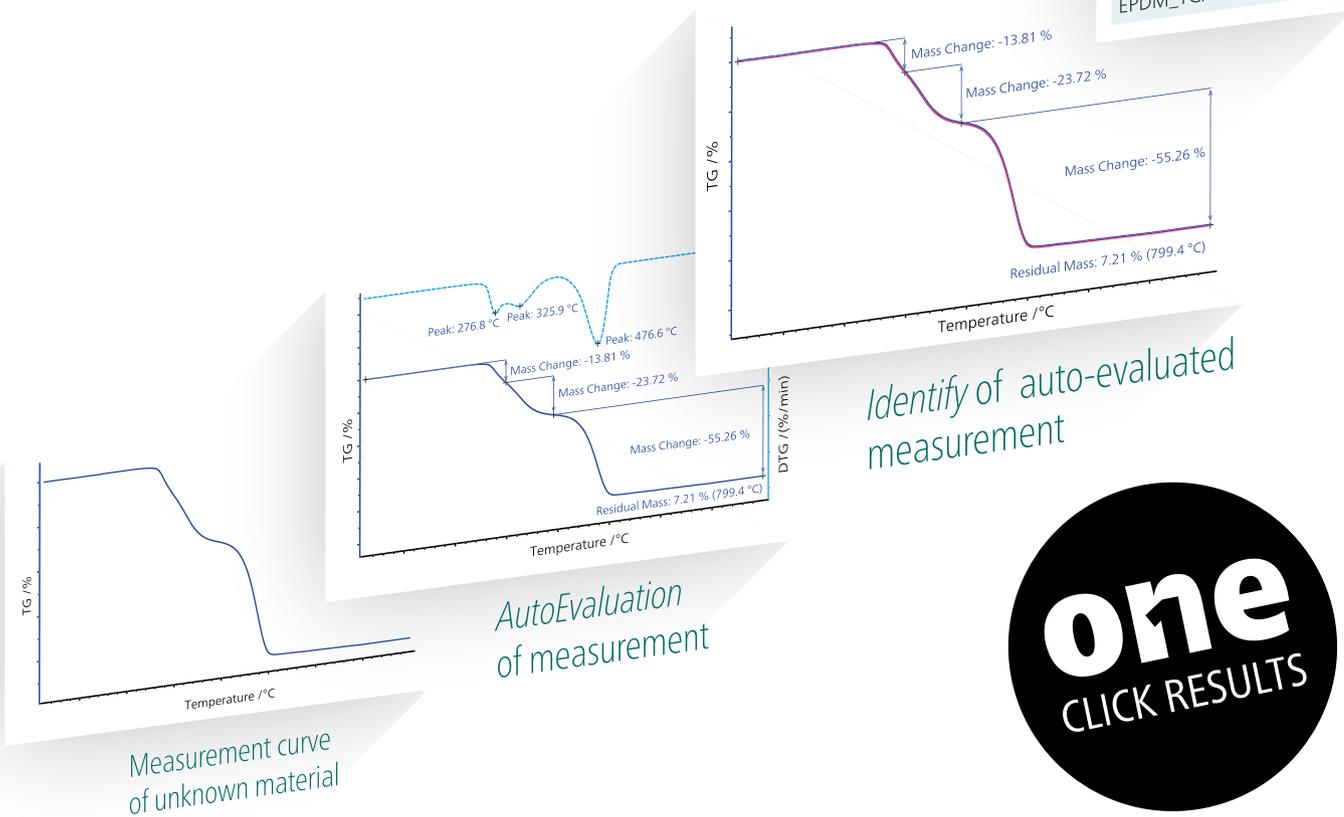
AutoEvaluation – Selbstständige Auswertung

AutoEvaluation ist ein selbstständig agierendes Softwarepaket, das thermogravimetrische Effekte wie Massenänderungen (Zersetzungsreaktionen) ohne Verwendung gespeicherter Auswertemakros auswertet. Selbst bei der Untersuchung unbekannter Materialien arbeitet *AutoEvaluation* die Kurven unabhängig ab – ohne Mitwirkung des Anwenders. Diese zukunftsweisende Methode erlaubt erstmals anwenderunabhängige und somit objektive Testanalysen. Falls gewünscht, kann die Auswertung auch manuell durchgeführt werden.

Identify – mit der Datenbank einen Schritt voraus

Die Software *Identify* sucht nach ähnlichen, in Bibliotheken gespeicherten Ergebnissen und liefert somit unmittelbar eine Interpretation der vorliegenden Messkurve. Mit dem Softwarepaket *Identify* sind 1:1-Vergleiche mit individuellen Kurven oder Literaturdaten aus ausgewählten Bibliotheken möglich. Ebenso kann geprüft werden, ob eine bestimmte Kurve zu einer gewissen Klasse gehört. Diese Klassen können Datensätze unterschiedlichen Typs des gleichen Materials beinhalten

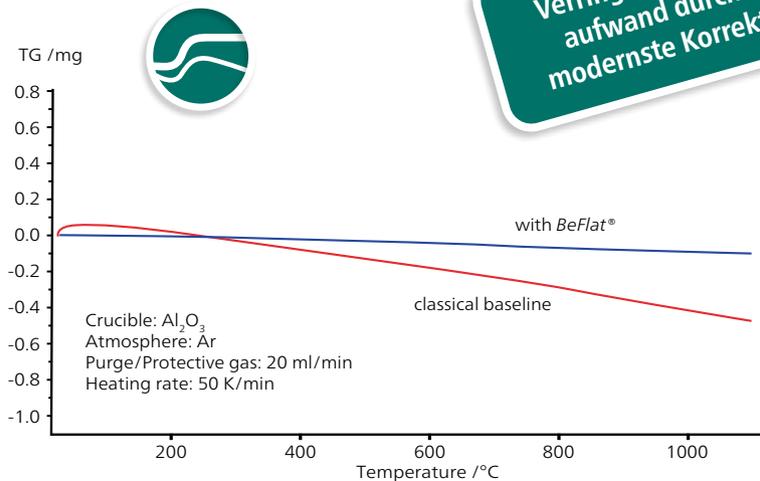
(z. B. mehrere PE-Typen für Polymere), aber auch Kurven, die im Rahmen der Qualitätskontrolle als PASS oder FAIL eingestuft wurden. Sowohl die Bibliotheken als auch die Klassen sind in ihrem Umfang unbegrenzt und können vom Anwender mit eigenen Messungen und eigenem Wissen erweitert werden.



Mit *BeFlat*[®] schneller zum Ergebnis

Keine Basislinienmessung notwendig – Schneller zu Ihren Ergebnissen

Um korrekte Massenänderungswerte zu erhalten, wird typischerweise eine Basislinie unter identischen Messbedingungen wie Heizrate, Gasart, Gasflussrate, Tiegeltyp und -geometrie durchgeführt und dann von der Probenmessung subtrahiert. Die Basislinie berücksichtigt Einflüsse von Apparatur und Auftrieb. Im Gegensatz dazu sind bei der TG 209 *F1 Libra*[®] im Allgemeinen keine weiteren Basislinienmessungen erforderlich. Dies vereinfacht besonders Routinemessungen in der industriellen Qualitätskontrolle.



Stabile Basislinie (blau) dank der automatischen Korrektur externer Einflüsse, TG-*BeFlat*[®]

Intelligente Software-Tools

Erweiterungen für umfangreiche Auswertungen

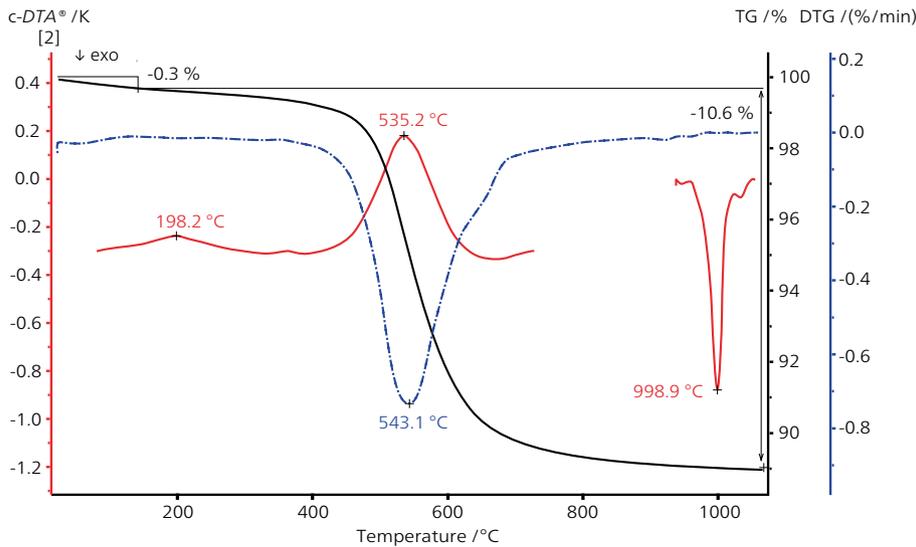
Kinetics Neo – Prozessoptimierung durch Vorhersagen

Kinetics Neo erstellt kinetische Modelle von Zersetzungs- und Verdampfungsprozessen auf Basis von Messungen, die unter unterschiedlichen Temperaturbedingungen aufgenommen wurden. Mit der einzigartigen NETZSCH Kinetics Neo-Software lassen sich mehrstufige Prozesse genau modellieren. Kinetische Parameter wie Aktivierungsenergie, Präexponentialfaktor und Reaktionsordnung können bestimmt werden. Kinetics Neo liefert Vorhersagen für das Verhalten chemischer Systeme unter anwenderdefinierten Bedingungen für die Prozessoptimierung.

Peak Separation – verbesserte Bestimmung überlappender Massenverluststufen

Die Auftrennung überlappender Peaks im DTG- und DTA-Signal erfolgt durch Anwendung der Peak-Profile von Gaussian, Cauchy, pseudo-Voigt, Fraser-Suzuki, modifizierte Laplace und Pearson. Damit werden die Analysedaten als additive Superposition der Peaks angepasst.

Berechnetes DTA-Signal (c-DTA®) für endo- und exotherme Effekte unter Anwendung der Proben-temperatur

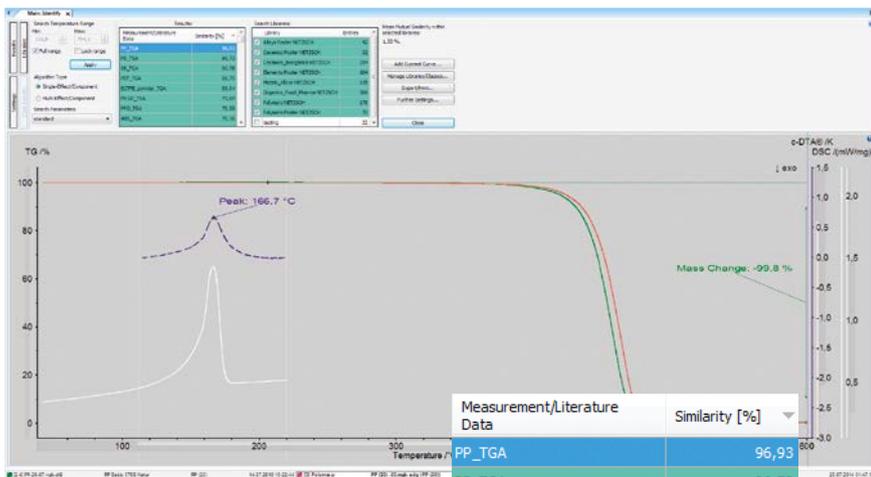


TG-Messung an einer Kaolinit-Probe (37,17 mg); gemeinsame Darstellung der TG-Kurve (schwarz), der DTG-Kurve (blau gestrichelt) und der c-DTA®-Kurven (rot)

Mehr Informationen durch kalendarische Effekte – c-DTA®

Zusätzlich zu den TG- und DTG-Kurven zeigt dieser Plot die mittels des berechneten DTA-Signals, c-DTA®, detektierten endo- und exothermen Effekte. Kaolinit wurde bis 1100 °C in Stickstoffatmosphäre mit 10 K/min aufgeheizt. Die beiden endothermen c-DTA®-Peaks (198 °C und 535 °C) stehen in direktem Bezug zu den auftretenden Massenverluststufen, die aus der Abgabe des Oberflächenwassers (0,3 %) und der Abgabe der Hydroxyl-Gruppen (10,6 %) aus den Zwischenschichten resultieren. Der exotherme c-DTA®-Peak bei 990 °C weist auf die Mullit-Bildung hin.

KLUG ANGEWANDT IST HALB GEWONNEN!



Messung an PP (9,11 mg), Heizrate von 10 K/min (grün), N₂-Atmosphäre; TG-Kurve aus Identify (rot); c-DTA®-Signal (blau) im Vergleich mit der DSC-Kurve (weiß) aus Identify

Kombination von c-DTA® und Identify

Dieser Plot zeigt die Zersetzung eines thermoplastischen Materials bis 600 °C. Mittels Identify kann die TG-Kurve (grün) mit einer Ähnlichkeit von 96,3 % PP (rote Kurve) zugeordnet werden. Bei 167 °C zeigt das c-DTA®-Signal (blau gestrichelte Kurve) einen endothermen Effekt, in der TG-Kurve jedoch keinen Massenverlust. Identify bietet auch einen Vergleich von verschiedenen Kurventypen. Durch Einblenden einer PP-DSC-Kurve (weiß) lässt sich der über c-DTA® ermittelte Peak eindeutig dem Schmelzen von PP zuordnen.



Die TG 209 **F1 Libra**® dient zur Charakterisierung von einer Vielzahl an Materialien und Applikationen einschließlich Polymere, Pharmazeutika, Textilien, Lebensmittel, Kosmetika und weiteren organischen und anorganischen Stoffen. Für Wissenschaftler, die diese Methode einsetzen, stellt diese Thermowaage ein schnelles und zuverlässiges Untersuchungs-werkzeug dar. Die einfache Anwendung, kurze Analysezeiten und standardisierte Auswerteprozesse machen die TG 209 **F1 Libra**® zum idealen Gerät für Anwendungen in der Qualitätskontrolle, Schadensanalyse und Forschung & Entwicklung.

Verschiedene internationale Normen beschreiben die allgemeinen Prinzipien der Thermogravimetrie für Polymere (ISO 11358) oder beinhalten andere spezifische Applikationen wie z. B. die Analyse der Zusammensetzung von Gummimischungen (ASTM D6370) oder die Analyse des Verdampfungsverlustes von Schmierstoffen (ASTM D6375).

APPLIKATIONEN

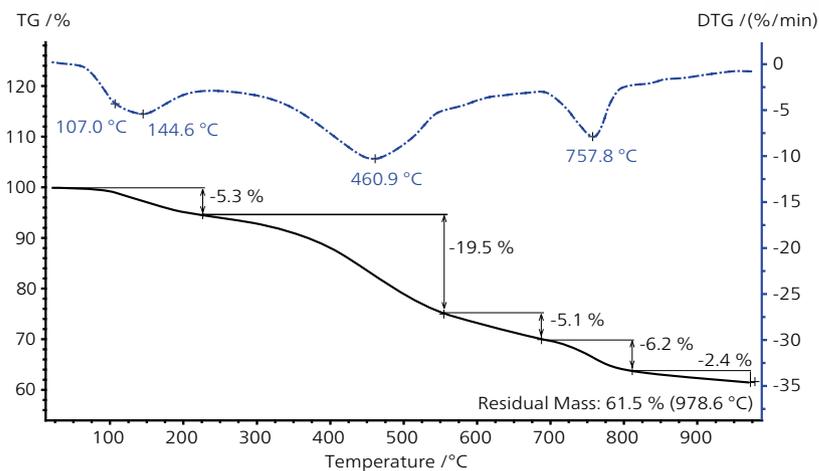
Informationen aus TG-Messungen

- Massenänderungen
- Identifizierung
- Analyse der Zusammen-
setzung
- Zersetzung
- Oxidation
- Thermische Stabilität
- Abbauverhalten
- Korrosionsstudien
- Bestimmung des Füllgehalts
- Alterungseinfluss
- Bestimmung des Weich-
machergehalts und anderer
Additive
- Bestimmung des Feuchte-
gehalts
- Bestimmung des Aschegehalts
- Bestimmung von
zugesetztem Ruß
- Curie-Temperaturen
- Reaktionskinetik
- *Purity Determination*





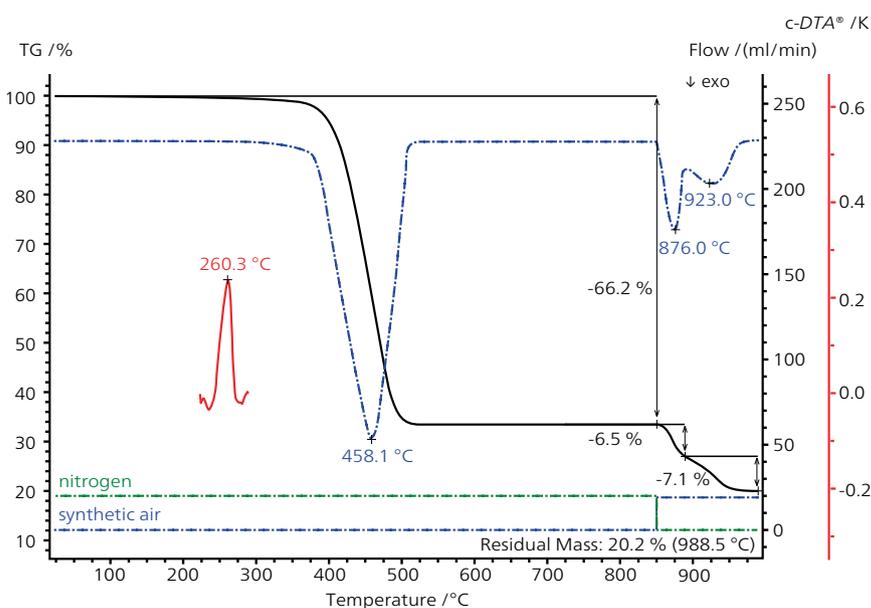
Verfolgung komplexer Prozesse – Pyrolyse von Kohle



TG-Kurve (schwarz) und DTG-Kurve (blau gestrichelt) einer Kohleprobe

Die Pyrolyse von Kohle ist ein komplexer Prozess und beinhaltet eine große Anzahl chemischer Reaktionen. Während der Aufheizung werden hauptsächlich flüchtige Bestandteile (Gas und Teere) und fester Kohlenstoff (Koks) generiert. Hier wurden 10 mg Kohle in Stickstoffatmosphäre mit einer Heizrate von 100 K/min gemessen. Der erste Massenverlust (unterhalb von 210 °C) ist vermutlich auf die Freisetzung von Feuchtigkeit zurückzuführen, während die anderen Stufen hauptsächlich auf flüchtige organische Verbindungen zurückgehen.

Bestimmung des Glasfasergehalts in PA66

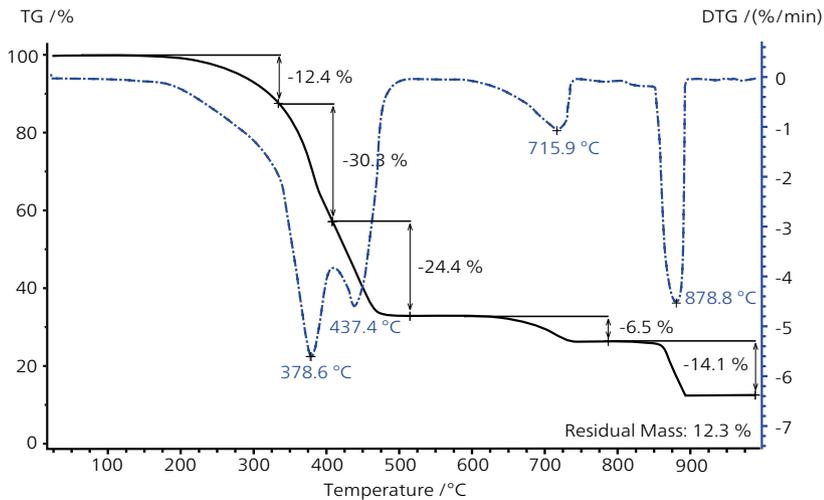


PA 66-Messung (15,2 mg) mit einer Heizrate von 10 K/min; TG-Kurve (schwarz), DTG-Kurve (blau gestrichelt, c-DTA®-Peak (rot))

Die Steifigkeit des Polyamids PA66 lässt sich durch entsprechende Füllstoffe wie Glasfasern erhöhen. Die TG erlaubt nicht nur die Bestimmung der Polymerzersetzung, sondern auch des genauen Glasfasergehalts (Restmasse 20,2 % bei 989 °C). Nach Umschalten von Stickstoff auf synthetische Luft zeigt die TG-Kurve neben dem Pyrolyse ruß auch den zugesetzten Rußanteil. Der c-DTA®-Peak stellt den Schmelzpeak von PA66 bei 260 °C (rote Kurve) dar.

Umfassende Gummianalysen sind ohne TG nicht vorstellbar

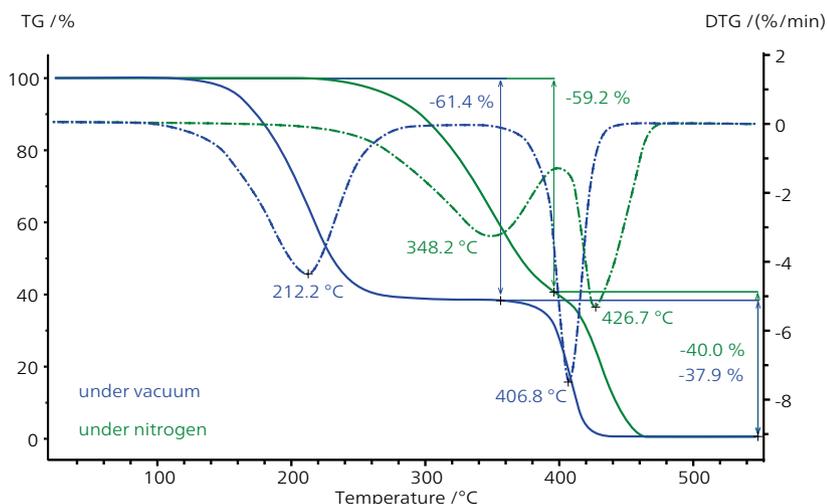
NR/SBR-Kautschuk mit anorganischem Füllstoff



Kautschuk-Messung (12,2 mg) mit einer Heizrate von 10 K/min;
TG-Kurve (schwarz), DTG-Kurve (blau gestrichelt)

TG an Kautschukmaterialien ist eine Standard-Analysemethode zur Bestimmung von Weichmachergehalt und Kautschukkomponenten. Dieses Beispiel zeigt eine NR/SBR-Kautschukmischung, die einen Weichmachergehalt von 12,4 % freisetzt. Die zweistufige Zersetzung (NR und SBR) ist präzise aufgetrennt. Zusätzlich beinhaltet die Mischung Kalk (CaCO_3). Dies erschließt sich aus der Zersetzungsstufe bei 716 °C (DTG-Peak) mit einem Massenverlust von 6,5 %, der auf der Freisetzung von CO_2 beruht. Durch Umschalten auf oxidierende Atmosphäre bei 850 °C verbrennt der zugesetzte Ruß (14 %).

Vakuum-Methode für eine verbesserte Auftrennung des Weichmachers und SEBS+PP



Vergleich eines Standardtests (grüne Kurven) und Messungen unter reduziertem Druck (blaue Kurve) an SEBS+PP (10,4 mg); Heizrate von 10 K/min

Thermoplastische Elastomer sind eine Klasse von Copolymeren oder Polymermischungen mit sowohl thermoplastischen als auch elastomeren Eigenschaften. Sie können sehr leicht in Fertigungsprozessen (z. B. Spritzgießen) verwendet werden. Zur Untersuchung des Weichmachergehalts eignet sich eine TG-Messung unter Vakuumbedingungen, die eine Siedepunktserniedrigung des Weichmachers erzielt. Dadurch lässt sich die Freisetzung des Weichmachers eindeutig von der Zersetzung der beiden Komponenten SEBS und PP trennen.

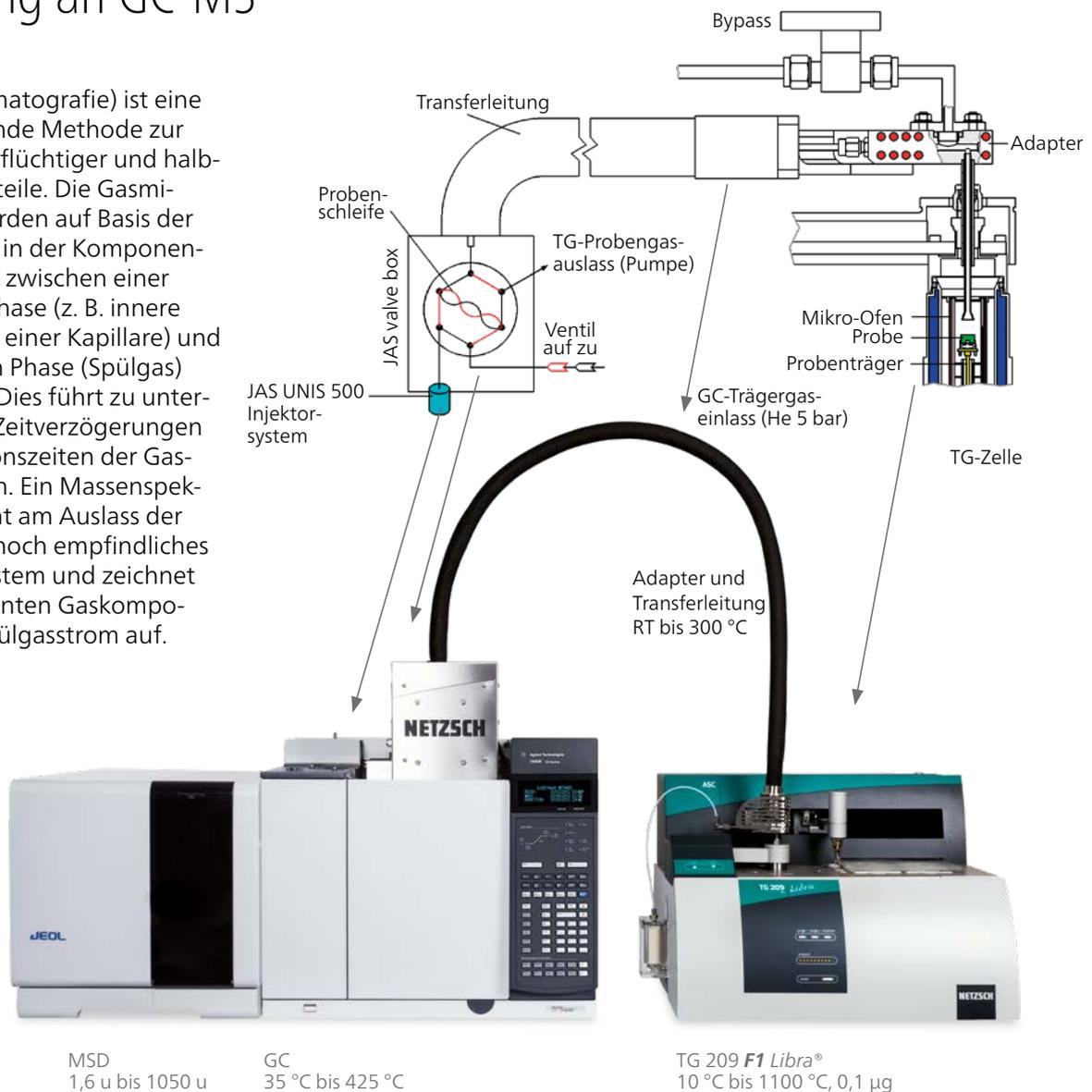
Durch Kopplung der TG 209 **F1** *Libra*® an eine Gasanalysetechnik wie z. B. ein FT-IR (Fourier Transform Infrarot) Spektrometer, MS (Massenspektrometer) oder GC-MS (Gaschromatograf–Massenspektrometer) können Informationen – ähnlich eines Fingerabdrucks – über die freigesetzten Gase in Abhängigkeit von der Zeit oder Temperatur erhalten werden.



KOPPLUNGS- TECHNIKEN

Kopplung an GC-MS

GC (Gaschromatografie) ist eine hoch auflösende Methode zur Auftrennung flüchtiger und halbflüchtiger Anteile. Die Gasmischungen werden auf Basis der Unterschiede in der Komponentenverteilung zwischen einer stationären Phase (z. B. innere Beschichtung einer Kapillare) und einer mobilen Phase (Spülgas) aufgetrennt. Dies führt zu unterschiedlichen Zeitverzögerungen oder Retentionszeiten der Gaskomponenten. Ein Massenspektrometer dient am Auslass der GC-Säule als hoch empfindliches Detektionssystem und zeichnet die aufgetrennten Gaskomponenten im Spülgasstrom auf.



TG 209 **F1** Libra®

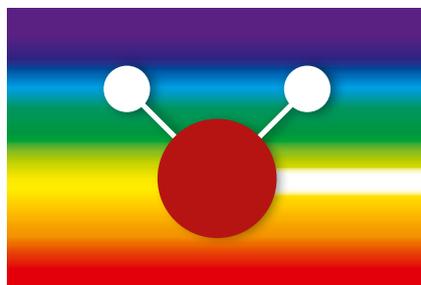
Jederzeit einsatzbereit für die Kopplung mit Emissionsgasanalyse (EGA)

Kopplung mit FT-IR

“Mehr als nur die Summe der einzelnen Komponenten“ ist das Motto unserer Kopplungssysteme, die ein FT-IR (Fourier Transform Infrarot)-Spektrometer unseres Kooperationspartners Bruker enthalten.

Der Spülgasfluss durch die Thermo- waage transportiert die flüchtigen Anteile durch eine kurze, beheiz- bare Transferleitung in die vakuum- dichte Gaszelle des FT-IR.

Alle freigesetzten Gase mit einem sich ändernden Dipolmoment werden anhand ihres typischen Absorptionsspektrums identi- fiziert, wodurch komplexe Gasmi- schungen spektroskopisch aufge- trennt werden können.



Moleküle mit einem sich ändernden Dipolmoment können mittels FT-IR identifiziert werden.

PERSEUS TG 209 **F1** Libra®

Mit der *PERSEUS* TG 209 **F1** Libra® wurde ein TG-FT-IR- System geschaffen, das eine perfekte Kopplung zwischen Thermo- waage und kompakten FT-IR- Spektrom- eter von Bruker Optik darstellt. Das Design integriert beide Systeme und setzt einen neuen Standard für moderne Kopplungs- techniken. Die eingebaute, be- heizte Gaszelle ist direkt mit dem Gasauslass des TG-Ofens verbun- den. Das kleine Volumen des kurzen Transferwegs sorgt für einen schnellen Transport und er- weist sich vorteilhaft bei Gasen mit Kondensationsrisiko.

Kopplung mit MS

Materialforschung und -charakte- risierung auf höchstem Niveau wird durch die Kopplung der TG 209 **F1** Libra® an unser Quadrupol-Massenspektrometer QMS 403 *Aëolos*® erzielt. Sämtliche freigesetzten Gase werden über eine bis zu 300 °C beheizbare Quarzglas-Kapillare direkt in die Ionenquelle (Elektro- nenstoßionisation) des Massen- spektrometers geführt.



PERSEUS TG 209 **F1** Libra®

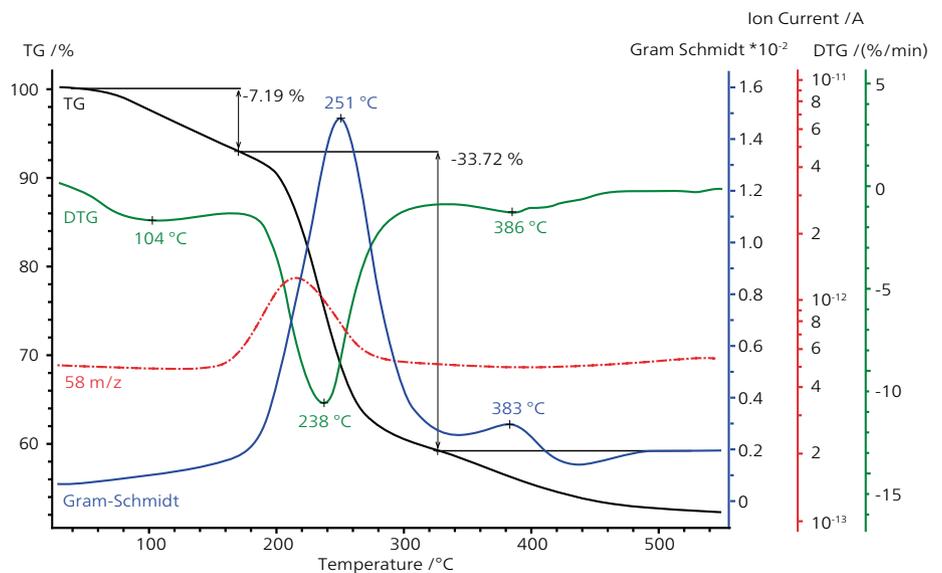


Simultane Kopplung der TG 209 *F1 Libra*® mit dem FT-IR INVENIO (Bruker) und QMS Aëolos® (NETZSCH)

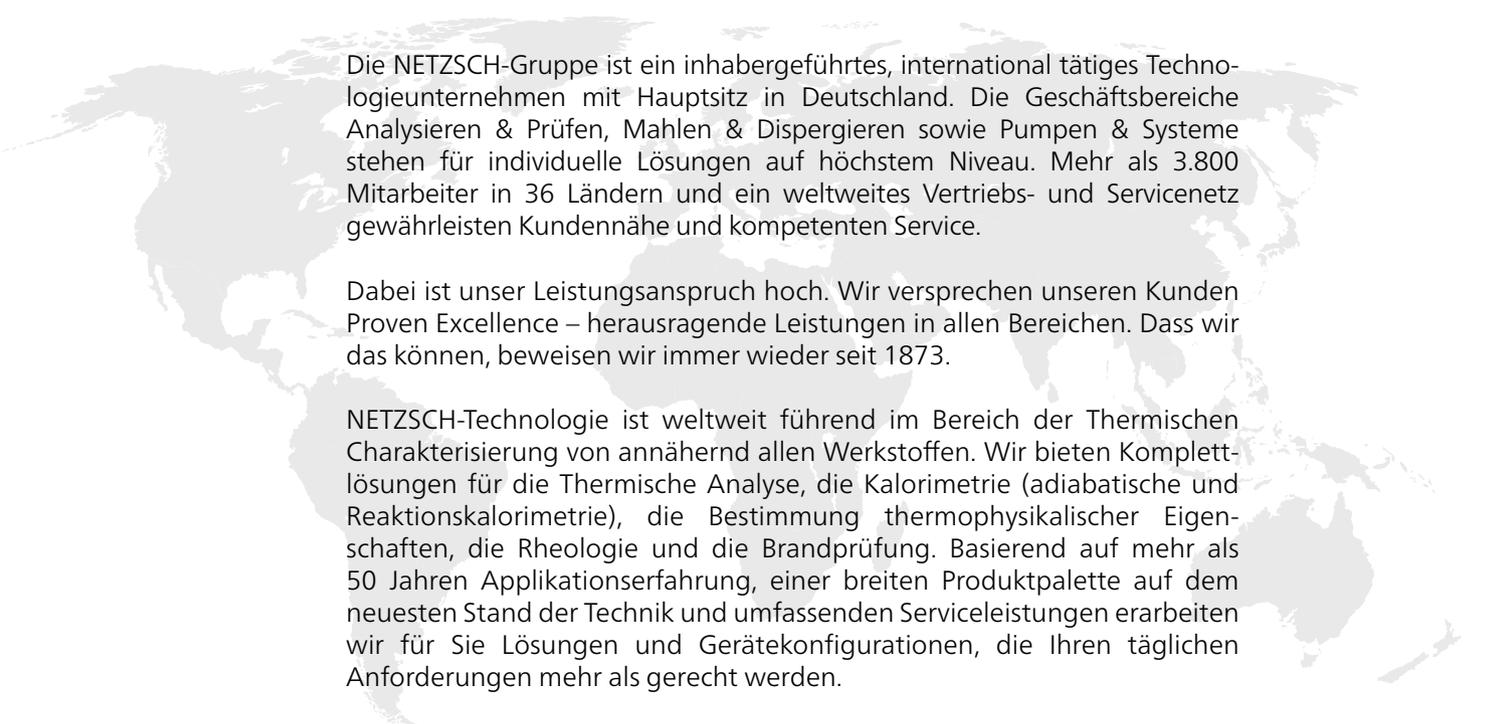
Simultane TG-MS-FT-IR-Kopplung und *PulseTA*®

Der einzigartige, beheizbare Kopplungsadapter erlaubt simultane TG-MS-FT-IR-Messungen – sogar mit automatischem Probenwechsler (ASC). Dafür ist nur eine Betriebssoftware auf einem Rechner notwendig. Umfangreiche Auswertungen können in einem Plot dargestellt werden.

Kalibrierung und Quantifizierung der freigesetzten Gaskomponenten werden mit der *PulseTA*®-Technik erreicht. Profitieren Sie von über 40 Jahren Kopplungserfahrung und fragen Sie nach unseren speziellen Kopplungsbroschüren.



Umfangreiche Auswertung von TG-, DTG-, FT-IR- (Gram-Schmidt) und QMS-Kurven (m/z), aufgetragen gegen die Temperatur



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 3.800 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 50 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