

**NETZSCH**



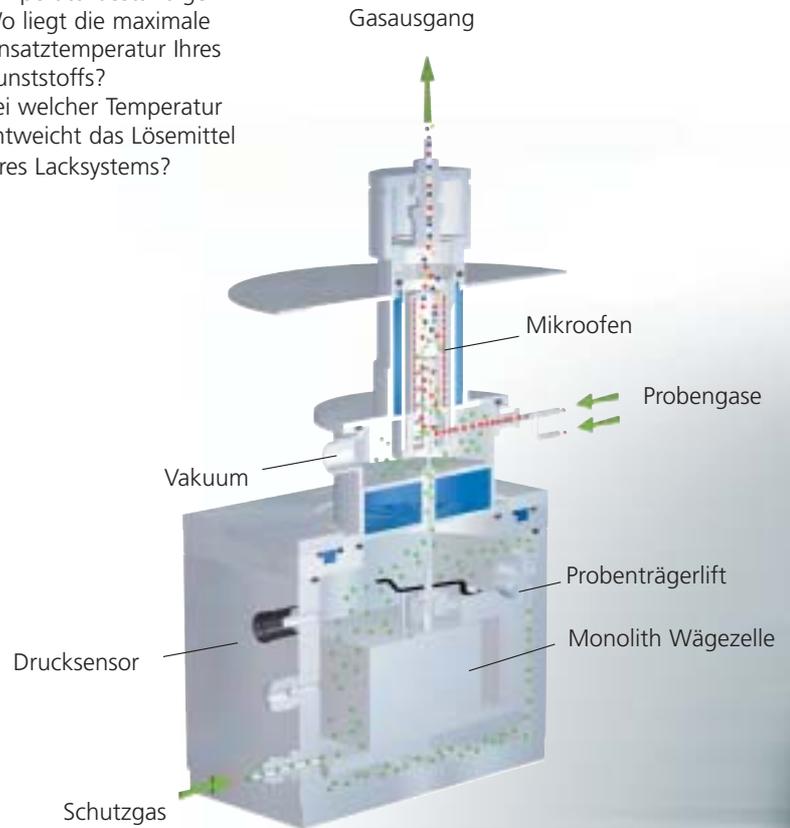
D

TG 209 F1

*Jris*<sup>®</sup>

# Thermo-Mikrowaage TG 209 F1 Iris®

- Wie ist die Zusammensetzung Ihrer Gummimischung?
- Wieviel Glasfaser ist in Ihrem Kunststoff enthalten?
- Wie hoch ist der Massenverlust während der Polykondensation?
- Wieviel Weichmacher enthält Ihr Weich-PVC?
- Wie hoch ist der Aschegehalt?
- Wie verläuft die Massenzunahme während der Oxidation Ihres Metalls?
- Bei welcher Temperatur findet das Ausbrennen des Bindemittels Ihrer technischen Keramikmasse statt?
- Wann gibt die pharmazeutische Probe Wasser ab?
- Welcher Polymertyp ist temperaturbeständiger?
- Wo liegt die maximale Einsatztemperatur Ihres Kunststoffs?
- Bei welcher Temperatur entweicht das Lösemittel Ihres Lacksystems?



Diese oder ähnliche Fragestellungen können mit der Thermogravimetrie (TG) oder Thermogravimetrischen Analyse (TGA) im Rahmen der Forschung & Entwicklung, Qualitätssicherung, Schadensanalyse und Prozessoptimierung untersucht werden.

Mit der TG werden Massenänderungen als Funktion der Temperatur oder Zeit bei einer definierten und kontrollierten

Umgebung (Atmosphäre, Durchflussrate, Tiegelart, etc.) gemessen. Neben der Dynamischen Differenzkalorimetrie (DDK, engl.: DSC, Differential Scanning Calorimetry) wird die TG vor allem in der Polymertechnik sowie in der chemischen und pharmazeutischen Industrie eingesetzt. Aber auch keramische Stoffe, Mineralien und Metalle einerseits sowie Lebensmittel, Klebstoffe und Lacke anderer-

seits können thermogravimetrisch analysiert werden. Für die universitäre und industrielle Forschung ist es erforderlich, eine Thermowaage einzusetzen, die genaue und reproduzierbare Daten zu den Materialeigenschaften liefert. Im industriellen Routine-Alltag soll eine Thermowaage vielseitig und robust sein, wobei der Bedienungskomfort, insbesondere für den automatischen Betrieb, im Vordergrund steht.

## - one fits all

Diesen hohen Ansprüchen wird die neue Thermo-Mikrowaage TG 209 F1 Iris® gerecht:

- leicht zugängliches, vertikales, Oberschaliges System
- weiter Temperaturbereich: (10)20 ... 1000°C
- variable Heiz- und Kühlraten: 0,001 ... 100 K/min
- Kühlzeit: nur 10 min (1000 ... 100°C) durch Wasserkühlung (Kühlthermostat) für hohen Probedurchsatz
- großer Messbereich: 500 mg
- Tarabereich: 1 g
- praxisrelevante Auflösung: 1 µg (intern: 0,1 µg)
- interne Massekalibrierung
- vakuumdichte Ausführung
- vorbereitet für AutoVac®
- integrierte Massendurchflussregler für exakten Gasstrom der zwei Spülgase und des Schutzgases; steuerbar, registrierbar und auswertbar über Software
- automatischer Gaswechsel, programmierbar über Software
- c-DTA® zur Erfassung der Wärmetönungen durch eine berechnete DTA-Kurve und für zuverlässige Temperaturkalibrierung (Option)
- Super-Res® für umsatzraten-gesteuerte Temperaturführung (Option)
- Automatischer Probenwechsler (ASC) für 64 unterschiedliche Tiegel, der auch für die DSC 204 F1 Phoenix® zur Verfügung steht (nachrüstbar)
- verschiedene Proben Tiegel z.B. aus Pt, Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>, Al
- Auch bei ASC-Ausstattung (Option) Kopplung mit FTIR und MS zur Gasanalyse möglich
- ausgereifte Proteus®-Software (32 bit) zur Messung und Auswertung unter MS® Windows®
- kompatibel mit allen weiteren NETZSCH-Thermoanalysegeräten
- Peakseparation-Software für optimierte Peaktrennung (Option)
- Thermokinetics zur kinetischen Analyse der Zersetzungsprozesse (Option)
- konform zu den einschlägigen Normen (z.B. DIN 51006, ASTM E 1131, ASTM E 1868, ISO 7111)



TG 209 F1 Iris®  
neue Plattform  
vakuumdichter Aufbau  
vielseitige Anwendungen

# Proteus® Software - anwenderfreundlich und vielseitig

Mit der erweiterten 32-bit-Software auf Basis von MS® Windows® steht ein Werkzeug zur Verfügung, das äußerst bedienerfreundlich ist und gleichzeitig auch komplexe Analysen zulässt. Eine hohe Akzeptanz bei unseren Anwendern belegt dies. Überzeugen auch Sie sich von der Flexibilität der komfortablen Benutzerführung und dem kontextsensitiven Hilfe-System.

Die Proteus®-Software lässt Ihnen Spielraum für den individuellen Stil Ihrer Auswertungen. Datensicherheit und Unverfälschbarkeit sind Voraussetzung für GLP- und GMP-gerechten Einsatz.

Die Mehrpunkt-Temperaturkalibrierung über c-DTA® oder konventionell über Curie-Punkte wird permanent mit den Rohdaten verknüpft, ebenso wie Messungen zur Korrektur des Auftriebs (Basislinie mit leerem Tiegel). Auswerterroutinen richten sich nach genormten Verfahren und sind damit gut validierbar.



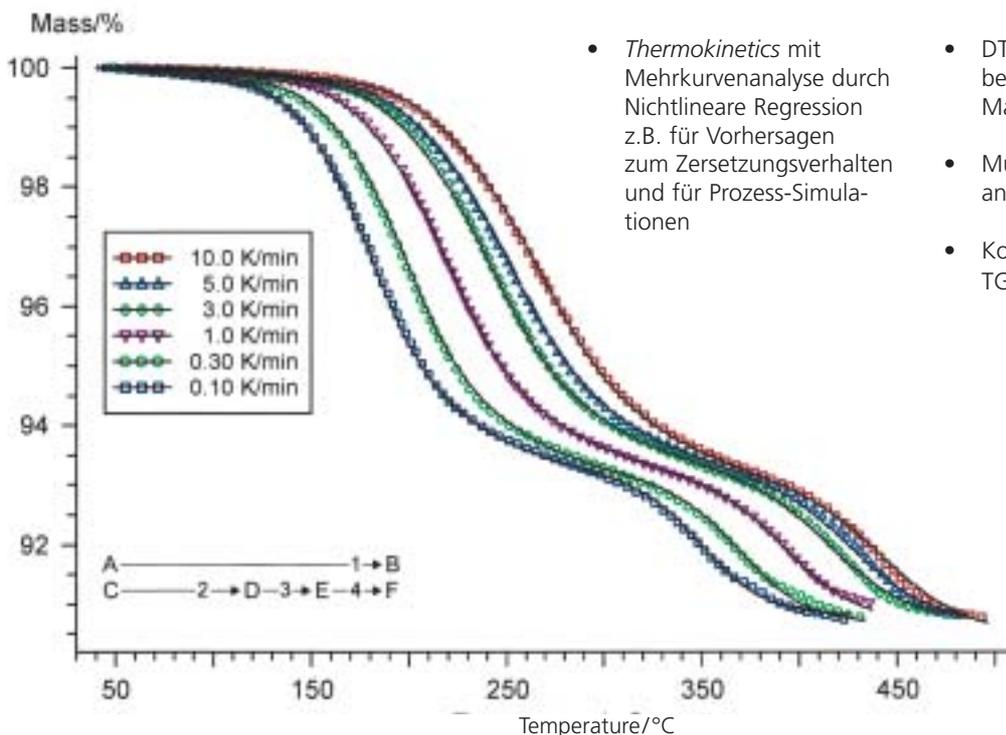
## Proteus®

flexibel, intelligent, komplett

- Multitasking: simultanes Messen und Auswerten
- Multimoduling: Betreiben von bis zu 4 verschiedenen Messgeräten mit einem PC
- Multimethodenanalyse: Vergleich bzw. Auswertung von TG-, DSC-, DIL-, TMA-, DMA-Messungen in einer Darstellung
- editierbares Versuchsprogramm
- Wiederholungsmessungen mit minimaler Parametereingabe
- Nachprogrammierung der laufenden Messung
- Snapshot: Online-Auswertung der laufenden Messung
- Kurvenvergleich von bis zu 32 Kurven
- Kurvensubtraktion
- Bild-in-Bild-Darstellung (PIP und FLIP)
- frei wählbare Skalierungen
- frei wählbare Farben, Linientypen und Strichstärken
- Zoom-Funktion
- 1. und 2. Ableitung
- automatische Auswertungen von charakteristischen Temperaturen und Massenänderungsstufen
- Restmassebestimmung
- Speicherung und Export von Auswertungen
- Export und Import von Daten (ASCII)
- Direkter Datenexport nach MS® EXCEL
- Mehrpunkt-Kalibrierung für die Proben temperatur
- kontextbezogenes Hilfesystem
- automatischer Versand von Statusmeldungen oder kompletten Messergebnissen per E-Mail
- vollautomatische Makroauswertung (Option)
- c-DTA® (Option)
- Super-Res® (Option)

## Advanced Software

NETZSCH Thermokinetics    Burnout of Polymeric Binder



Holen Sie mehr Information aus Ihren TG-Messergebnissen (Optionen):

- *Thermokinetics* mit Mehrkurvenanalyse durch Nichtlineare Regression z.B. für Vorhersagen zum Zersetzungsverhalten und für Prozess-Simulationen
- DTG-Peakseparation für bessere Trennung der Massenänderungsstufen
- Multikomponentenanalyse
- Kombinierte Software TG-FTIR und TG-MS

# TG 209 F1 Iris® – one fits all

Die TG 209 F1 Iris® stellt die dritte Thermowaagen-Generation von NETZSCH-Gerätebau speziell für den Temperaturbereich bis 1000°C dar. Es konnten viele Wünsche und Vorschläge von Anwendern der Thermischen Analyse mit eingebracht werden. Insbesondere die Evakuierereinrichtung AutoVac® ist als Standard bereits vorbereitet. Durch die Siedepunktserniedrigung niedermolekularer Anteile in einer Polymermischung gelingt es, im Vakuum eine wesentlich genauere Auftrennung der einzelnen Massenverluststufen zu erzielen.

Das Evakuieren und Wiederbefüllen, der Gaswechsel sowie die Einstellung der Spül- und

Schutzgasraten lassen sich von der Mess-Software ansteuern. Die gemessenen Signale für die Durchflussraten in ml/min sind in der Analysen-Software auswertbar.

Der robuste Probenträger dient zur Aufnahme der Probe in einem Tiegel aus einem geeigneten Material Ihrer Wahl. Er wird nach Tastendruck für die automatische Deckel-Abhebevorrichtung elektromotorisch aus dem Ofenraum herausgefahren. Damit wird ein leichter und schneller Probenwechsel ermöglicht. Durch erneuten Tastendruck für das Schließen des Deckels fährt der Probenträger in den Ofenraum zurück und die Messung kann gestartet werden.

Direkt am Tiegel, d.h. am Probenort, wird die Probentemperatur mit dem Thermoelement aus *Platine*®, einer PdPtAu/AuPd-Legierung, gemessen. Dieser Temperaturmesswert geht in die Berechnung der kalkulierten DTA (*c-DTA*®) ein, unsere bevorzugte Methode für eine genaue Temperaturkalibrierung.

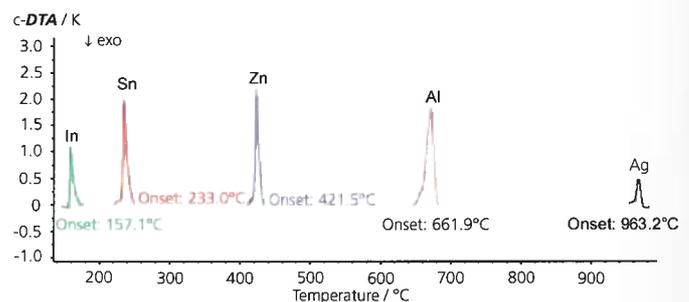
Zukunftsorientiert und nachrüstbar ist die intelligente Kopplungstechnik für TG-FTIR und/oder TG-MS, die auf S. 8/9 vorgestellt wird.



Probenträger mit *Platine*®-Thermoelement



Probenträger mit Al<sub>2</sub>O<sub>3</sub>-Tiegel



Schmelzpeaks (Rohdaten) von Referenzmetallen für die Temperaturkalibrierung mit *c-DTA*®

# ASC - der automatische Probenwechsler

Der automatische Probenwechsler (ASC – Automatic Sample Changer) für 64 Proben wechselt verschiedene Tiegeltypen sicher und zuverlässig. Der ASC erledigt sowohl Routinemessungen in der Qualitätssicherung als auch Serienuntersuchungen bei Forschungs- und Entwicklungsaufgaben.

Tag und Nacht hält er Ihnen den Rücken frei für andere Auf-

gaben und ermöglicht die optimale Nutzung Ihrer TG 209 F1 Iris®, auch an Wochenenden. Selbstverständlich können Sie jeder Probe ihr individuelles Mess- und Auswertemakro zuordnen. Das Einschieben neuer Analysenaufgaben in eine bereits programmierte Messreihe ist jederzeit möglich. Aufgrund des gleichen Plattformkonzepts kann der ASC auch auf die DSC 204 F1 Phoenix® umgesetzt werden.

Die optionale Anstechautomatik erlaubt es, dicht verschlossene Aluminium-Tiegel erst unmittelbar vor Messbeginn zu öffnen, um instabile Proben oder Proben mit flüchtigen Anteilen sinnvoll untersuchen zu können.



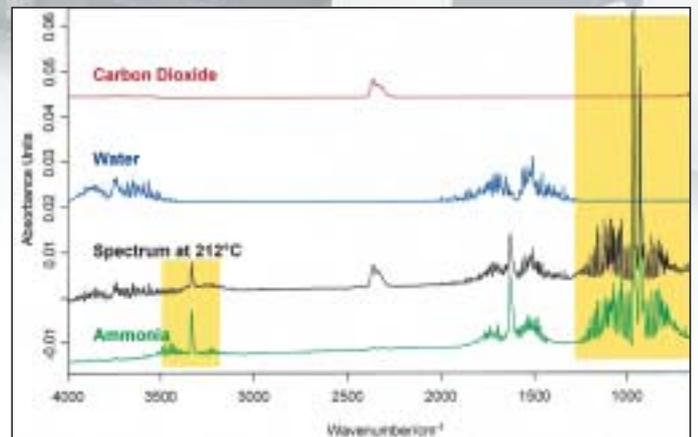
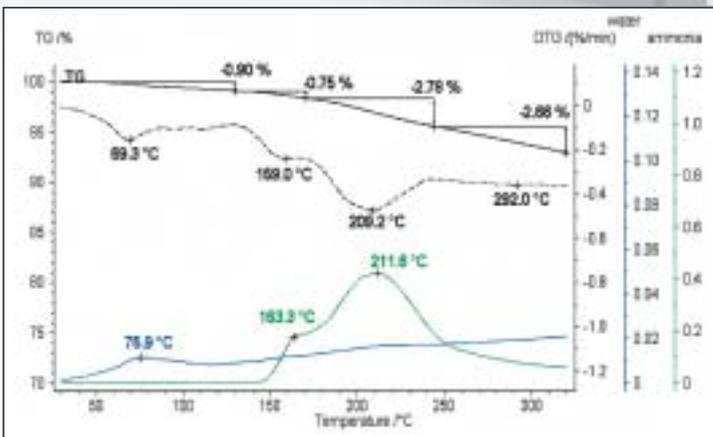
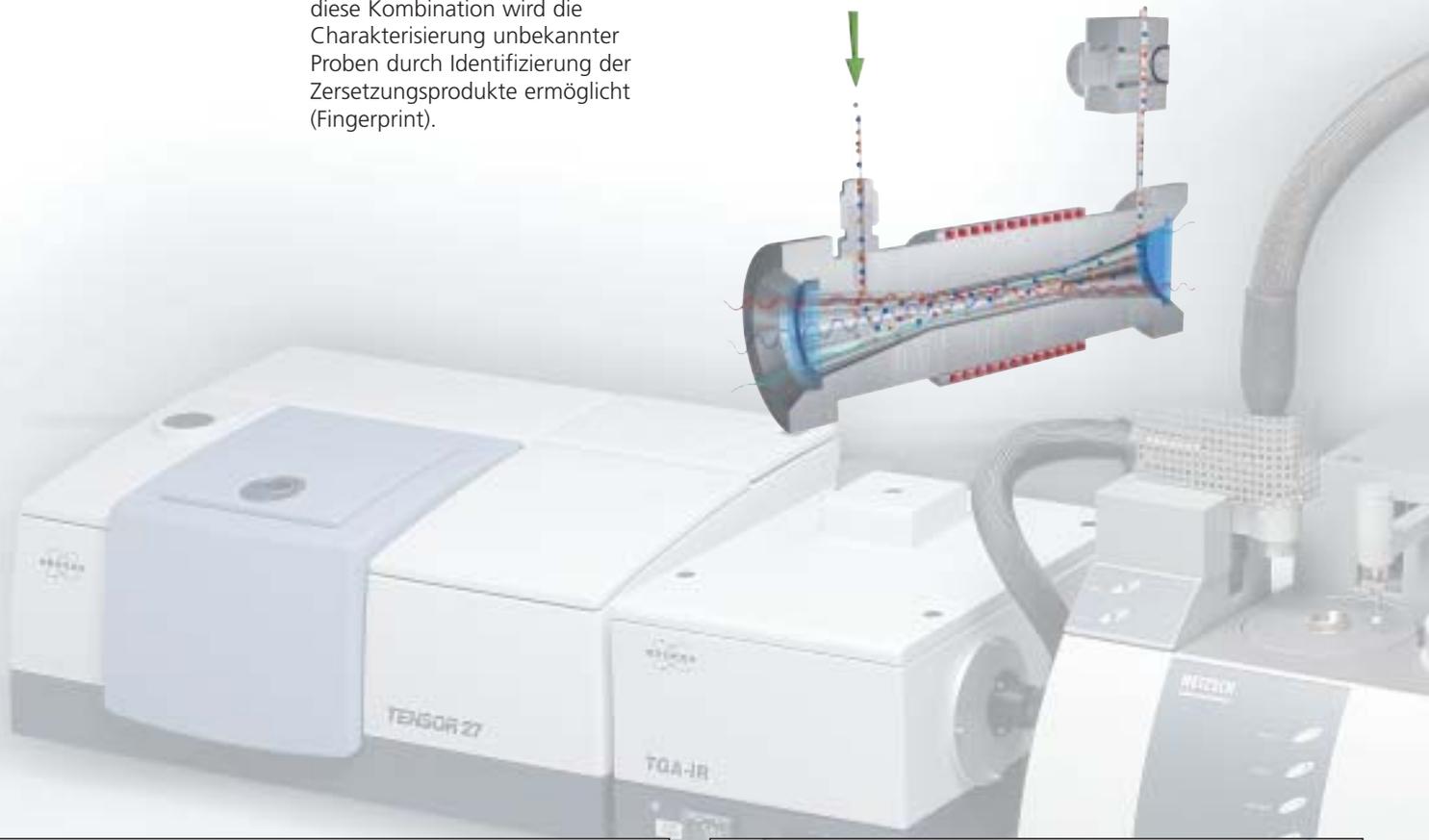
TG 209 F1 Iris® ASC für 64 Proben

# Kopplung der TG 209 F1 Iris® mit FTIR und MS

Mit der Thermogravimetrie allein erhalten Sie Informationen über Eigenschaften, Zusammensetzung und Stabilität der untersuchten Materialprobe, die einer kontrollierten Wärmebehandlung unterworfen wird. Detaillierte Aussagen über die Materialveränderungen, die mit den Massenänderungen der Probe verbunden sind, werden jedoch erst durch die Kopplung der Thermowaage an eine Gasanalysetechnik erreicht. Durch diese Kombination wird die Charakterisierung unbekannter Proben durch Identifizierung der Zersetzungsprodukte ermöglicht (Fingerprint).

Die unten stehenden Abbildungen zeigen den Einsatz der TG 209 F1 Iris®, gekoppelt über eine beheizte Transferleitung mit dem FTIR Spektrometer, bei der Untersuchung der Aushärtung eines Phenolharzes. Während

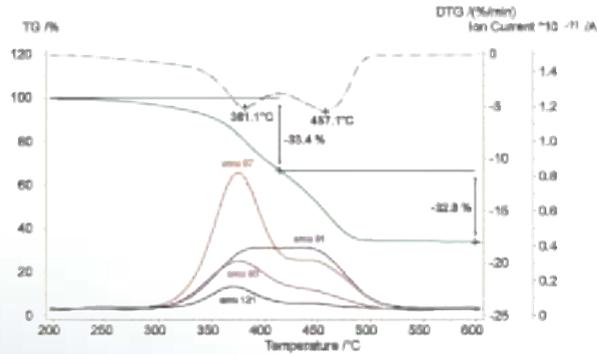
der Polykondensation des Phenolharzes wird bei höherer Temperatur neben Wasser auch Ammoniak detektiert. Dies weist auf ein Amin als Härterkomponente hin.



TG- und DTG-Kurven sowie Traces für Wasser (blaue Kurve) und Ammoniak (grüne Kurve) für die Polykondensation des Phenolharzes.

FTIR-Absorptionsspektrum bei 212°C im Vergleich zu Spektren aus der Datenbank.

# Komplettes Analysesystem – auch simultan ASC und MS



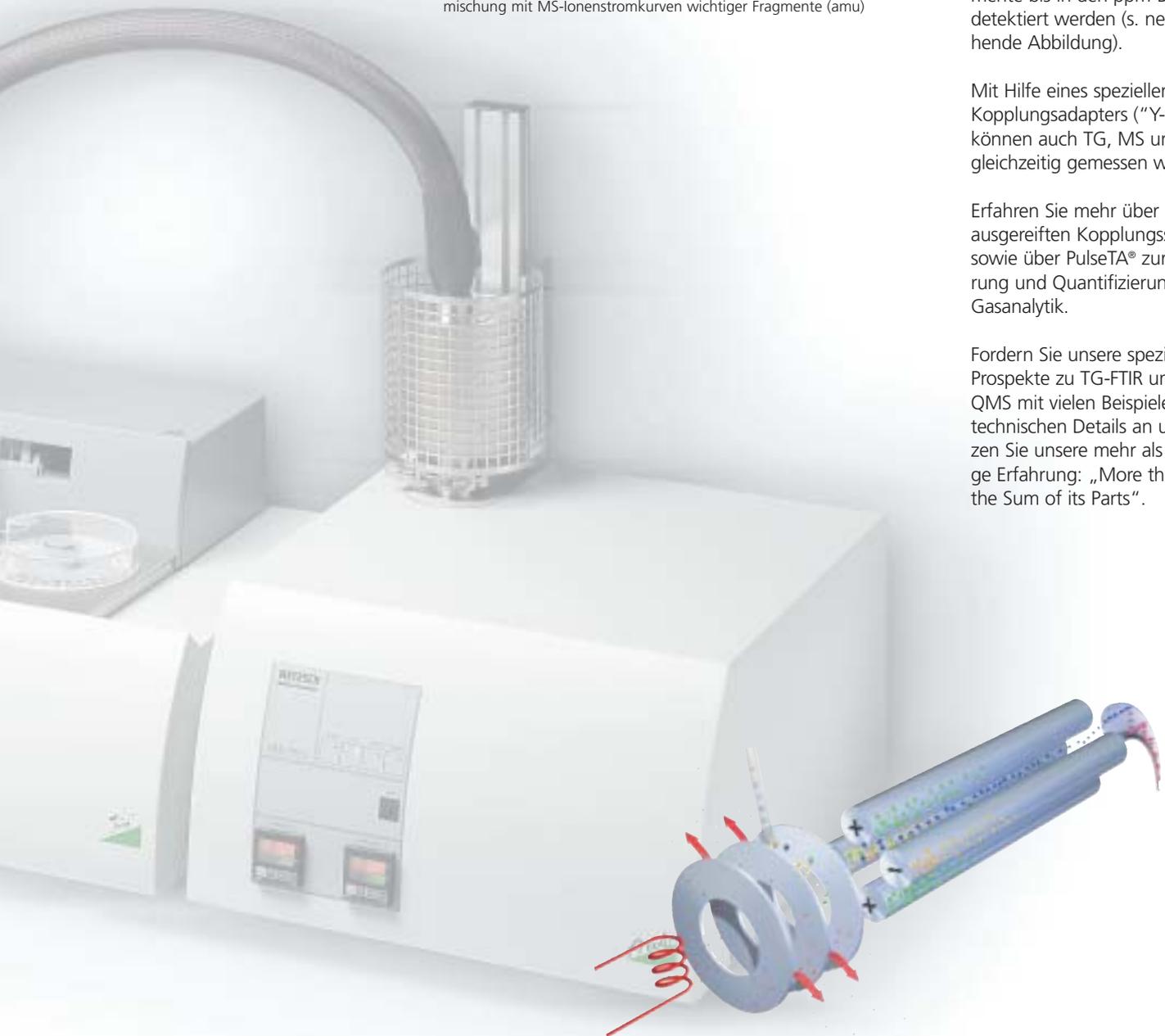
TG- und DTG-Kurven für die pyrolytische Zersetzung einer Gummimischung mit MS-Ionenstromkurven wichtiger Fragmente (amu)

Materialforschung und -charakterisierung auf höchstem Niveau wird durch die Kopplung der TG 209 F1 Iris<sup>®</sup> an unser Quadrupol-Massenspektrometer QMS 403 C Aëolos<sup>®</sup> ermöglicht. Freigesetzte Gase werden über eine auf 300°C beheizte Quarzglaskapillare direkt in die Elektronenstoß-Ionenquelle des MS geleitet. So können während der Zersetzung einer Gummimischung verschiedene Kohlenwasserstoff-Fragmente bis in den ppm-Bereich detektiert werden (s. nebenstehende Abbildung).

Mit Hilfe eines speziellen Kopplungsadapters ("Y-Adapter") können auch TG, MS und FTIR gleichzeitig gemessen werden.

Erfahren Sie mehr über unsere ausgereiften Kopplungssysteme sowie über PulseTA<sup>®</sup> zur Kalibrierung und Quantifizierung bei der Gasanalytik.

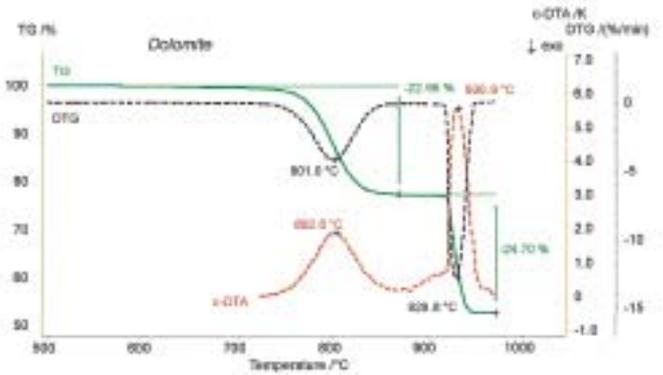
Fordern Sie unsere speziellen Prospekte zu TG-FTIR und TA-QMS mit vielen Beispielen und technischen Details an und nutzen Sie unsere mehr als 30-jährige Erfahrung: „More than Just the Sum of its Parts“.



# Applikationen

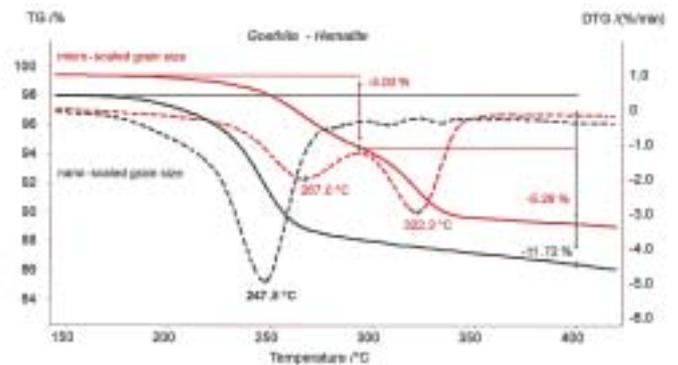
## Thermischer Abbau von Dolomit in CO<sub>2</sub>-Atmosphäre

Die in Stickstoffatmosphäre überlagerten Massenverluststufen beim thermischen Abbau von Dolomit [CaMg(CO<sub>3</sub>)<sub>2</sub>], lassen sich durch die Verwendung von CO<sub>2</sub> als Spülgas deutlich separieren. Das berechnete DTA-Signal (c-DTA®) liefert zusätzlich die Information, dass beide Effekte endotherm sind.



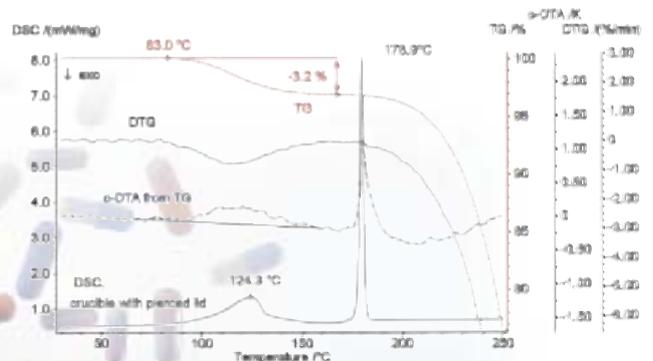
## Anorganische Pigmente

Der Mechanismus der thermischen Umwandlung von Goethit in Hämatit ( $2\alpha\text{-FeOOH} \Rightarrow \alpha\text{-Fe}_2\text{O}_3 + \text{H}_2\text{O}$ ) hängt von der Größe der mikrokristallinen Goethit-Nadeln ab. Mit abnehmender Teilchengröße ist eine Abnahme der Komplexität der Umwandlung zu beobachten.



## Dehydratisierung von Estradiol Hemihydrat

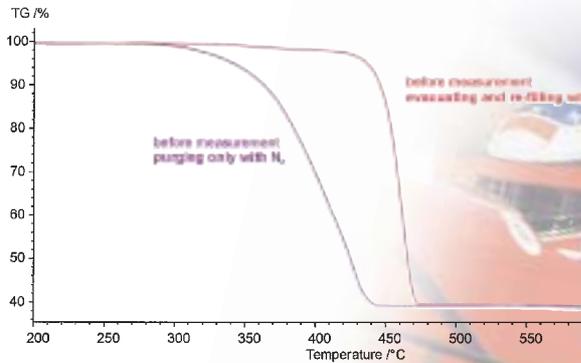
Die Dehydratisierung des Ersatzstoffes für Östrogen beginnt bei 83°C und liefert einen Massenverlust von 3,2%, der exakt dem stöchiometrischen Wassergehalt entspricht. Mit der c-DTA®-Kurve ist nicht nur der zugehörige endotherme Effekt bei 120°C, sondern auch das Schmelzen bei 179°C auswertbar. Die separat durchgeführte DSC-Messung verifiziert das c-DTA®-Ergebnis.



# Applikationen

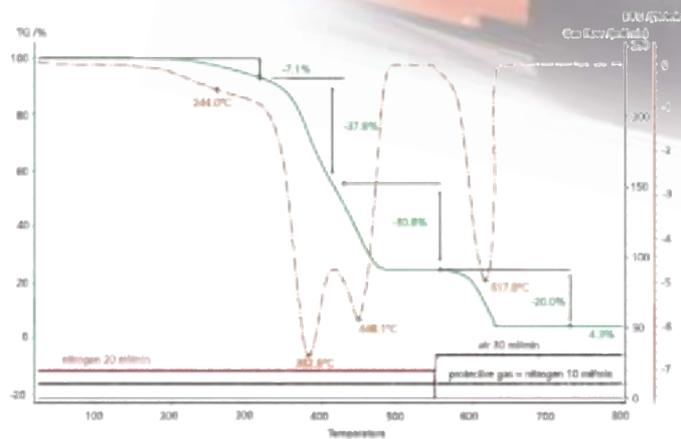
## Zersetzung eines Talkumgefüllten Polypropylens

Um eine definierte inerte Gasatmosphäre für die Pyrolyse zu erzeugen, wird die Thermo- waage vor der Messung evaku- iert und wieder mit Stickstoffgas befüllt. Selbst längeres Spülen mit Inertgas vor Beginn der Messung kann Evakuieren nicht ersetzen und schließt nicht aus, dass Reste von Sauerstoff im System verbleiben. Diese führen zu einem früheren Zersetzungs- beginn oxidationsempfindlicher Stoffe.



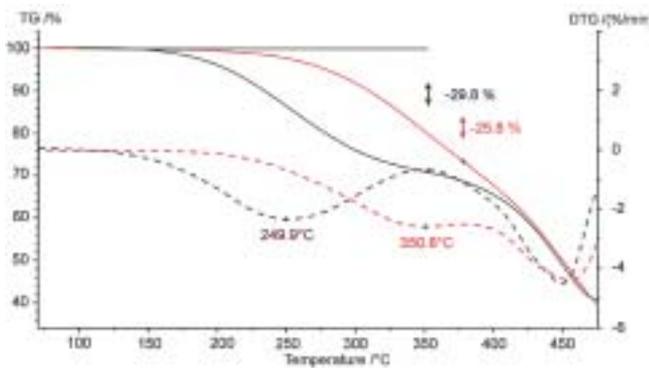
## Bestandteile einer Reifengummimischung

Bei der Zersetzung einer Gummi- mischung für Reifen erhält man neben dem Weichmacheranteil (ca. 7%) die erste Elastomer- komponente bei 383°C (38%) und die zweite bei 448°C (31%). Der Rußanteil wird mit 20%, der Aschegehalt mit 4% ermittelt. Aufgrund der Lage der Peaktemperaturen der differenzierten TG-Kurve (DTG) handelt es sich um eine rußgefüllte NR/SBR-Mischung.



## Weichmacheranteil in einer Gummimischung

Bei einer Standardmessung ist das Abdampfen eines nieder- molekularen Weichmachers häufig mit der Zersetzung der Elastomerkomponente überla- gert. Durch die Siedepunkt- erniedrigung im Vakuum be- ginnt die Abspaltung des Weichmachers früher. Der Weichmachergehalt kann hier- mit wesentlich genauer be- stimmt werden.



# TG 209 F1 Iris® - Technische Daten

## Wägesystem:

- großer Messbereich:  
500 mg
- Tarabereich: 1 g
- praxisrelevante Auflösung:  
1 µg (intern: 0,1 µg)

## Heizsystem:

- Temperaturbereich:  
(10) 20 ... 1000°C
- Heiz- und Kühlraten:  
0,001 ... 100 K/min
- Kühlzeit: ca.  
10 min (1000 ... 100°C)

## Probenatmosphäre:

- vorbereitet für AutoVac®
- Vakuum bis 10<sup>-2</sup> mbar
- Statisch/dynamisch:  
inerte, reaktive Gase (ungiftig,  
nicht brennbar oder explosibel),  
Formiergas (≤3% H<sub>2</sub>)
- Gassteuerung für zwei  
Spülgase und Schutzgas  
über integrierte Massen-  
durchflussregler und  
Software, automatischer  
Gaswechsel

## Probentiegel:

- Aluminiumoxid, Platin,  
Aluminium, Grafit, Quarz-  
glas, etc.
- Standardtiegel mit 6,8 mm  
Außendurchmesser und  
0,085 ml Volumen
- Weitere Tiegelmaterialien  
sowie Volumina bis  
0,350 ml auf Anfrage

## Proteus®-Software (32-bit) unter MS® Windows®

### Optionen:

- Automatischer Proben-  
wechsler für 64 unter-  
schiedliche Tiegelarten  
(nachrüstbar)
- Kopplung mit FTIR  
und/oder MS
- c-DTA® (kalkulierte DTA-  
Kurve)
- Super-Res® (umsatzratenge-  
steuerte Temperatur-  
führung)
- Makrorecorder
- Peakseparation (DTG)
- *Thermokinetics*  
(Zersetzungskinetik)
- Multikomponentenanalyse

## Perfekte Plattformlösung für DSC und TG



DSC 204 F1 Phoenix®  
mit automatischem  
Probenwechsler (ASC)

gleiche Bauform,  
gleiche Elektronik,  
gleicher Probenwechsler  
wie TG 209 F1 Iris®

**NETZSCH-Gerätebau GmbH**  
Kolpingstraße 31 E  
D-63500 Seligenstadt  
Telefon: +49 6182 820844  
Telefax: +49 6182 820845  
e-mail: j.zoeller@ngb.netzsch.com

**NETZSCH-Gerätebau GmbH**  
Franz-Hitze-Straße 70  
D-48301 Nottuln  
Telefon: +49 2502 226611  
Telefax: +49 2502 226612  
e-mail: g.steinlage@ngb.netzsch.com

**NETZSCH-Gerätebau GmbH**  
Stammheimer Straße 23  
D-63674 Albstadt  
Telefon: +49 6047 986510  
Telefax: +49 6047 986511  
e-mail: a.rahmani@ngb.netzsch.com

**NETZSCH-Gerätebau GmbH**  
Hartertraße 1  
A-8053 Graz  
Postfach 364MBE  
Leonhardstraße 36  
A-8010 Graz  
Telefon: +43 316 262662  
Telefax: +43 316 262671  
Mobil: +43 664 3364492  
e-mail: rograz.ngb@netzsch.com



**NETZSCH-Gerätebau GmbH**  
Wittelsbacherstraße 42 · D-95100 Selb/Bayern  
Telefon: +49 9287 881-0 · Telefax: +49 9287 881144  
e-mail: at@ngb.netzsch.com

[www.ngb.netzsch.com](http://www.ngb.netzsch.com)