

NETZSCH

Simultane Thermische Analyse



STA 449 *F1*

Jupiter[®]

Leading Thermal Analysis. ■

STA 449 **F1 Jupiter**[®] – Einführung in die Messmethode

Simultane thermische Analyse bezeichnet die gleichzeitige Anwendung von Thermogravimetrie (TG) und Dynamischer Differenz-Kalorimetrie (DSC) auf ein und die selbe Probe in einem Gerät. Die Vorteile liegen auf der Hand: Die Messbedingungen sind vollkommen identisch für die TG- und DSC-Signale (gleiche Atmosphäre, Gasflussrate, Dampfdruck über der Probe, Heizrate, thermischer Kontakt zum Proben Tiegel und Sensor, Strahlungseinflüsse, etc.). Desweiteren wird auch der Proben-durchsatz verbessert, da in einer Messung das TG- und DSC-Signal gleichzeitig detektiert werden können.



Seit Jahrzehnten hat NETZSCH die Entwicklung und stetige Optimierung der Geräte zur Simultanen Thermischen Analyse vorangetrieben, was sich heute in der neuen STA 449 **F1 Jupiter**[®] widerspiegelt. Die Apparatur arbeitet gemäß aller relevanten Geräte- und Applikationsstandards für TG und DSC einschließlich ISO 11357, ISO 11358, ASTM E 967, ASTM E 968, ASTM E 793, ASTM D 3895, DIN 51004, DIN 51006, DIN 51007.

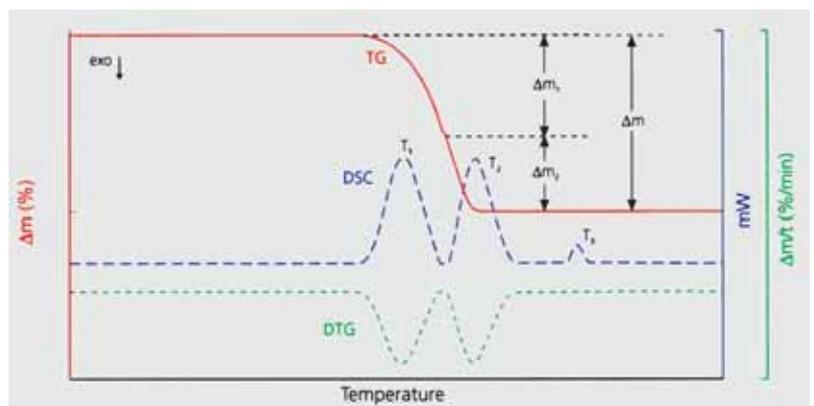
DSC-Analysemöglichkeiten:

- Schmelz-/Kristallisationsverhalten
- Festkörperübergänge
- Polymorphe Umwandlungen
- Kristallinitätsgrad
- Glasübergänge
- Vernetzungsreaktionen
- Oxidationsstabilität
- Reinheitsbestimmung
- Spezifische Wärme
- *Thermokinetics*

TG-Analysemöglichkeiten:

- Masseänderungen
- Temperaturbeständigkeit
- Oxidations-/Reduktionsverhalten
- Zersetzung
- Korrosion
- Zusammensetzung
- *Thermokinetics*

Typische Messsignale in einer STA



Simultane Thermoanalyse-Apparatur STA 449 **F1 Jupiter**[®]

Die STA 449 **F1 Jupiter**[®] ermöglicht die gleichzeitige Bestimmung von kalorischen Effekten (Umwandlungstemperaturen und -enthalpien) und Masseänderungen mit herausragender Zuverlässigkeit, Auflösung und Genauigkeit. Durch Nutzung des optimalen Ofens, Einbau des idealen Sensors und Verwendung des richtigen Zubehörs kann die oberhalbige, simultane Thermoanalyse-Apparatur an fast jede Applikation angepasst werden. Sie vereint eine Hochleistungs-Wärmeleistungs-DSC mit der ersten Thermo-Nanowaage der Welt und bietet somit höchste DSC-Empfindlichkeit und Auflösung kombiniert mit einer langzeitstabilen und hochauflösenden Thermowaage.

Durch Verwendung verschiedener, austauschbarer Sensoren und Öfen, kann ein Temperaturbereich von -150 bis 2000°C abgedeckt werden. Der automatische Probenwechsler (ASC) erhöht den Proben-durchsatz,

da Messungen über Nacht oder am Wochenende automatisch durchgeführt werden können.

Die Waage der STA 449 **F1 Jupiter**[®] bietet höchste Auflösung (0,025 µg, 25 ng) über einen großen Messbereich von 5 g. Die verschiedenen DSC-Sensoren bieten "echte" DSC-Ergebnisse über einen weiten Temperaturbereich (-150...1750°C). Kleinste Phasenübergänge wie auch die spezifische Wärme lassen sich mit hoher Genauigkeit analysieren.

Das vakuumdichte Design, zusammen mit dem Metall-gekapstelten hochauflösenden MFC-System machen das Gerät zu einem idealen

Werkzeug für Forschung auf höchstem Niveau - sowohl im Hochschulbereich als auch in der Industrie.

Mit diesem komplett ausgestatteten Thermoanalysegerät können sowohl kleine Mengen an neuen pharmazeutischen Wirkstoffen, minimale Kontaminationen auf einem Halbleiter-Substrat, elektronische Komponenten oder medizinische Implantate als auch Abweichungen einer organischen Mischung einfach analysiert werden. Testen Sie die neue STA 449 **F1 Jupiter**[®] und erfahren Sie den Unterschied.

Für eine Analyse der austretenden Gase kann die Apparatur mit einem QMS oder FTIR-System gekoppelt werden - oder gleichzeitig an beide Systeme - selbst wenn das Gerät mit automatischem Probenwechsler ausgestattet ist.



STA 449 **F1** Jupiter® – Zukunftsweisende Technologie

Oberschalige Anordnung - der Standard für Thermowaagen

Die STA 449 **F1** Jupiter® ist eine oberchalige Thermowaage - dieses Prinzip ist seit Jahrzehnten Standard bei vielen Waagenarten, z.B. in Labors, in Ihrer Küche oder in Supermärkten. Die Gründe dafür liegen auf der Hand. Diese Systeme vereinen ideale Leistung mit einfacher Handhabung.

Eine Weltneuheit: Die erste Thermo-Nanowaage

Die Waage der STA 449 **F1** Jupiter®

setzt neue Maßstäbe für Hochleistungs-Thermowaagen. Sie ermöglicht Messungen an Proben mit einem Gewicht bis zu 5 g und Volumen bis zu 5 ml, wodurch Probleme mit Probeninhomogenitäten einfach ausgeschlossen werden können. Sie haben nur kleine Probenmengen zur Verfügung? Kein Problem. Die STA 449 **F1** Jupiter® ist die erste kommerzielle Thermowaage im Nanogrammbereich (0,025 µg). Diese Auflösung ist über den gesamten Messbereich (5 g) verfügbar. Weitere herausragende

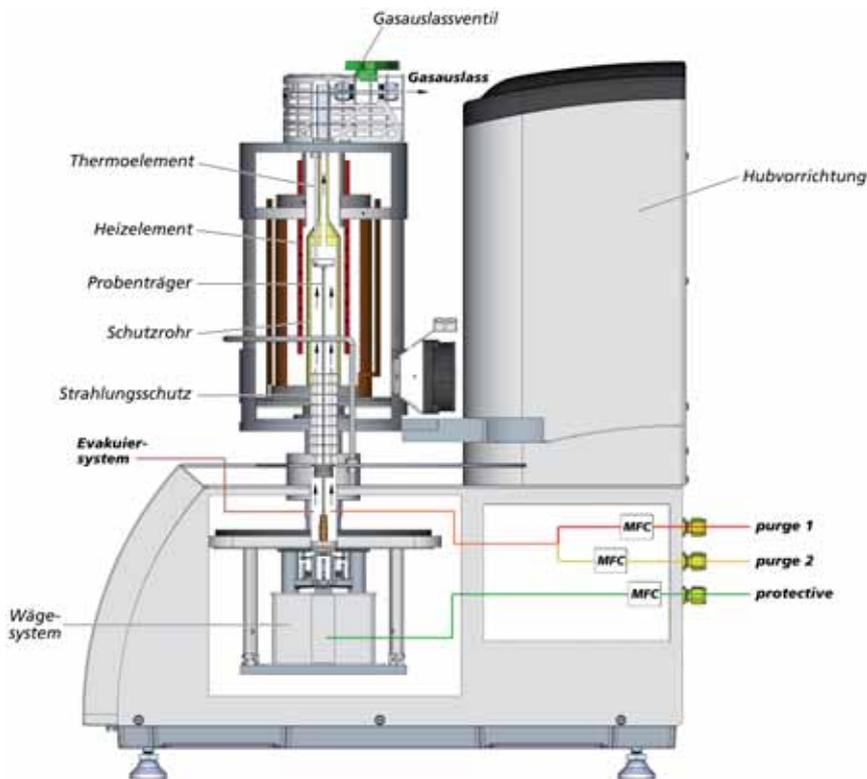
Eigenschaften des STA-Wägesystems sind geringstes Rauschen und eine Mikrogramm-Stabilität über Stunden.

Vakuumdichte Ausführung - optimale Kontrolle der Gasatmosphäre

Die STA 449 **F1** Jupiter® ist vakuumdicht. Nahezu jedes Bauteil wurde konzipiert, um die Anforderungen von Applikationen im Hochvakuum zu erfüllen. Durch Verwendung einer Turbomolekularpumpe, können Drücke kleiner als 10⁻⁴ mbar erreicht werden. Das OTS™-Zubehör ermöglicht die weitere Reduzierung des Sauerstoffgehalts an der Probe auf unter 1 ppm. Zusammen mit den integrierten Massenflussreglern (MFC) für Spül- und Schutzgase bietet dies eine optimale Kontrolle der Gasatmosphäre an der Probe (z.B. reine inerte Bedingungen). Dies ist ausschlaggebend für eine korrekte Interpretation der gemessenen Effekte, z.B. zur Unterscheidung von Oxidations- und Zersetzungsreaktionen.

Verschiedene Ofensysteme

Zur Anpassung an unterschiedliche Temperatur- und Anwendungsbereiche kann die STA 449 **F1** Jupiter® mit einer großen Auswahl an verschiedenen Öfen ausgestattet werden. Die Doppelhubvorrichtung ermöglicht den gleichzeitigen Einbau von zwei verschiedenen Öfen für einen verbesserten Probendurchsatz oder eine Erweiterung des Temperaturbereichs. Die Öfen sind durch den Anwender leicht austauschbar.



Öfen:

Ofentyp	Temperaturbereich	Kühlsystem
Stahl-Ofen	-150 ... 1000°C	flüssiger Stickstoff
Platin-Ofen	RT ... 1500°C	Luft
Siliziumkarbid-Ofen	RT ... 1550°C	Luft
Rhodium-Ofen	RT ... 1650°C	Luft
Grafit-Ofen	RT ... 2000°C	Leitungswasser
Wasserdampf-Ofen	RT ... 1300°C	Luft

Verschiedene Sensoren

Die STA 449 **F1 Jupiter**® kann mit verschiedenen Sensortypen ausgestattet werden. Mit TG-Sensoren mit Platte oder großen Tiegeln (bis zu 5 ml) lassen sich Messungen an großen Probenmengen durchführen. TG-DTA-Sensoren werden oft für Routineuntersuchungen oder Messungen an aggressiven Probesubstanzen eingesetzt. Die am häufigsten verwendeten TG-DSC- und TG-DSC- c_p -Sensoren erlauben quantitative DSC-Untersuchungen, simultan zu den TG-Resultaten. Die c_p -Versionen ermöglichen zusätzlich die Bestimmung der spezifischen Wärme mit hoher Genauigkeit. Durch die Fast-Fix-Verbindung zum Gerät können die Sensoren innerhalb weniger Sekunden ausgetauscht werden, was eine schnelle Anpassung der Apparatur an die jeweils gewünschte Applikation ermöglicht.

Automatischer Probenwechsler

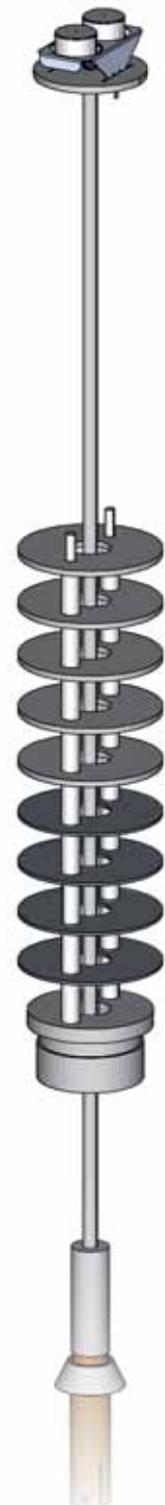
Ein automatischer Probenwechsler für bis zu 20 Proben ist optional erhältlich. Dieser sorgt für einen effektiven Einsatz der Apparatur. So sind Messungen über Nacht oder auch am Wochenende möglich.

Innovative Software

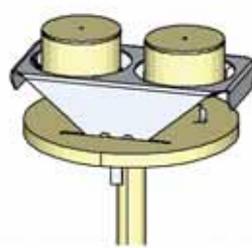
BeFlat® und DSC-Correction erlauben eine automatische Basislinienkorrektur sowie eine Berücksichtigung der System-Zeitkonstanten. Alle Routinen werden von der Software unterstützt und können für Ihre speziellen Messbedingungen optimiert werden. Die Rohdaten sind trotzdem jederzeit verfügbar.

Temperaturmodulierte DSC

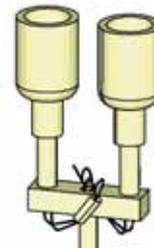
Die STA 449 **F1 Jupiter**® ist die erste simultane Thermoanalyse-Apparatur, mit der auch modulierte DSC-Messungen bei hohen Temperaturen durchgeführt werden können.



TG



TG-DSC- c_p



TG-DTA

Sensoren:

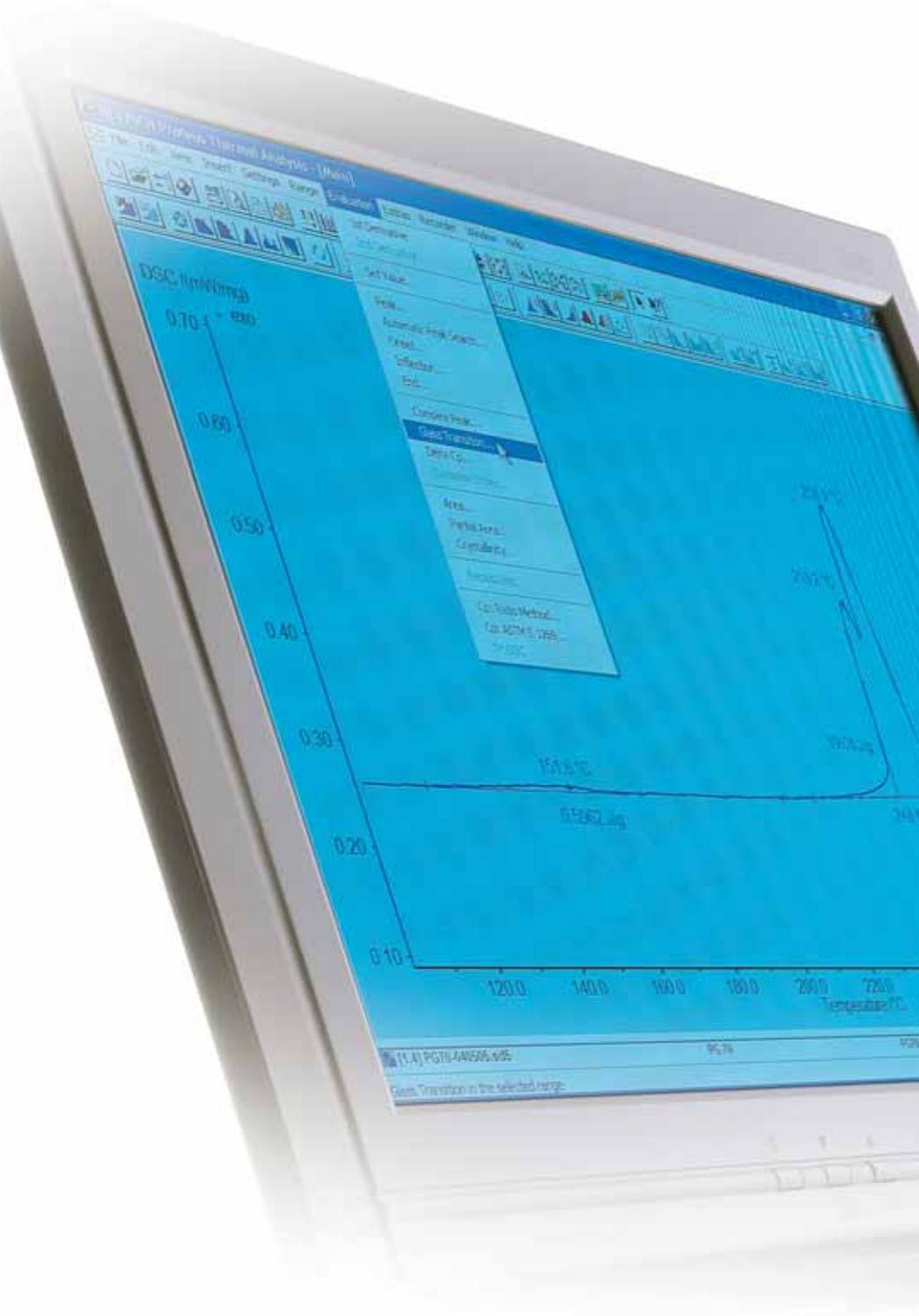
Sensor-Thermoelement	Temperaturbereich	Sensortyp	Atmosphäre
Typ E	-150 ... 700°C	TG, TG-DTA, TG-DSC (c_p)	inert, oxid., vak.
Typ K	-150 ... 800°C	TG, TG-DTA, TG-DSC (c_p)	inert, oxid., red., vak.
Typ S	RT ... 1650°C	TG, TG-DTA, TG-DSC (c_p)	inert, oxid., red., vak.
Typ B	150 ... 1750°C	TG, TG-DTA, TG-DSC	inert, oxid., red., vak.
Typ W	RT ... 2000°C	TG, TG-DTA	inert, red., vak.
Typ S geschützt	RT ... 1600°C	TG, TG-DTA	inert, oxid., red., vak., korr.

STA 449 **F1 Jupiter**[®] – **Proteus**[®]-Software

Die STA 449 **F1 Jupiter**[®] läuft unter einer 32-bit Windows[®]-Software, die alles beinhaltet, was für die Durchführung von Messungen und für die Auswertung der Ergebnisse erforderlich ist. Durch die Kombination von einfacher Menüführung und automatisierten Routinen konnte ein Werkzeug geschaffen werden, das einfach zu bedienen ist und gleichzeitig auch komplizierte Analysen zulässt.

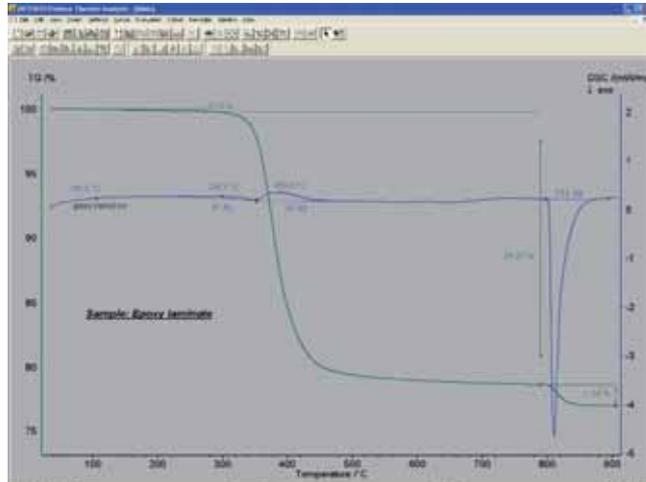
Allgemeine Software-Eigenschaften:

- Für Windows[®] XP und Vista[®]- (Enterprise, Business) Betriebssysteme
- Multitasking: Simultanes Messen und Auswerten
- Multimoduling: Betrieb von mehreren Apparaturen mit einem Computer
- Kombinierte Analyse: Vergleich und/oder Auswertung von STA-, DSC-, TGA-, DIL-, TMA- und DMA-Messungen in einer Darstellung
- Beschriftung: Eingabe und freies Verschieben von Textelementen
- Berechnung von 1. und 2. Ableitung
- frei wählbare Skalierung
- Grafik- und Datenexport
- Wählbare Farben und Linientypen
- Abspeichern und Wiederherstellung des Analysezustands
- Makrorekorder (Option)
- Kontext-bezogenes Hilfesystem
- Temperaturkalibrierung
- Kompatibel mit den Advanced Software-Paketen (Peakseparation, *Thermokinetics*)
- Software erstellt von ISO-zertifiziertem Unternehmen der NETZSCH-Gruppe



DSC-spezifische Merkmale:

- Bestimmung von Onset-, Peak-, Wendepunkt- und Endtemperaturen
- Automatische Peaksuche
- Umwandlungsenthalpien: Analyse von Peakflächen (Enthalpien) mit wählbarer Basislinie und Teilpeakflächenanalyse
- umfassende Analyse von Glasübergängen
- Automatische Basislinienkorrektur
- Bestimmung des Kristallinitätsgrads
- O.I.T. (oxidative induction time)-Auswertung
- Bestimmung der spezifischen Wärme
- *BeFlat*® zur automatischen Basislinienkorrektur
- DSC-Correction: Auswertung von exo- und endothermen Effekten unter Berücksichtigung von Systemzeitkonstanten und thermischen Widerständen



TG-spezifische Merkmale

- Massenänderungen in % oder mg
- Automatische Auswertung der Massenänderungsstufen
- Bestimmung der Restmasse
- Extrapolierter Onset und Endset
- Peaktemperaturen der 1. und 2. Ableitung der Massenänderungskurve
- Automatische Basislinienkorrektur
- *c-DTA*® für das berechnete DTA-Signal mit Auswertung der charakteristischen Temperaturen und Peakflächen (optional für TG-Messungen)

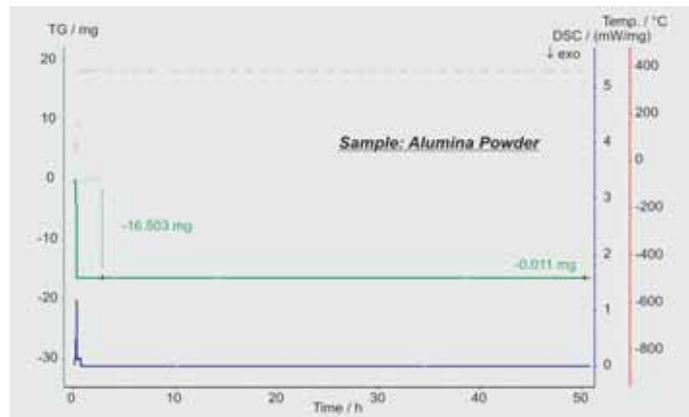
Advanced Software (optional):

- TM-DSC-Modul: Softwareerweiterung für temperaturmodulierte DSC-Tests
- Peakseparation-Software: Erlaubt die Auftrennung und Auswertung von überlappenden Phasenumwandlungen
- NETZSCH *Thermokinetics*®: Erlaubt, basierend auf der mehrstufigen kinetischen Analyse von bis zu 16 Kurven, die erweiterte Charakterisierung von Reaktionen und die Bestimmung von kinetischen Parametern bis hin zu Prozessvorhersagen
- Reinheitsbestimmung
- Peak Separation
- *Proteus*®*Pharm*™: Erlaubt Messungen und Auswertungen gemäß 21 CFR Part 11

STA 449 **F1 Jupiter**[®] – Applikationen

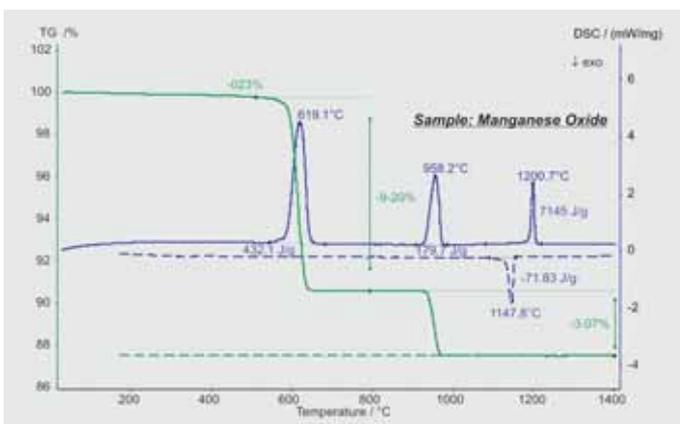
Ausgezeichnete Langzeit-Stabilität

Während des Aufheizens auf etwa 400°C zeigte die Aluminiumoxid-Pulverprobe (120,0 mg Einwaage) einen Massenverlust von 16,50 mg begleitet von einem endothermen DSC-Peak, was auf das Entweichen von Feuchte zurückzuführen ist. Während der 50-stündigen Isothermphase änderte sich das Gewicht nur um etwa 11 Mikrogramm. Dies unterstreicht die ausgezeichnete Langzeitstabilität des Wägesystems.



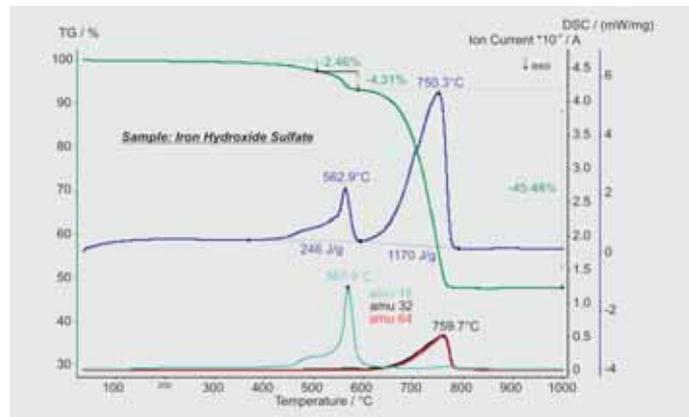
Reduktion von Mangandioxid

Mangandioxid (MnO_2 , Braunstein) wird in der Chemie häufig als Oxidationsmittel, aber z.B. auch als Kathodenmaterial in Batterien eingesetzt. Die STA-Messung zeigt bei etwa 600°C und 950°C Massenverluststufen, die auf Reduktion von MnO_2 zu Mn_2O_3 und schließlich zu Mn_3O_4 zurückzuführen sind. Die Zahlenwerte 9,20 % und 3,07 % stimmen exakt mit den stöchiometrischen Werten überein. Während der Reduktionsstufen treten endotherme DSC-Peaks mit Enthalpien von 432 J/g und 180 J/g auf. Der endotherme DSC-Peak bei 1200°C ist auf eine reversible, strukturelle Umwandlung in Mn_3O_4 zurückzuführen, die während der Abkühlung (gestrichelte Kurven) ebenfalls wieder auftritt.



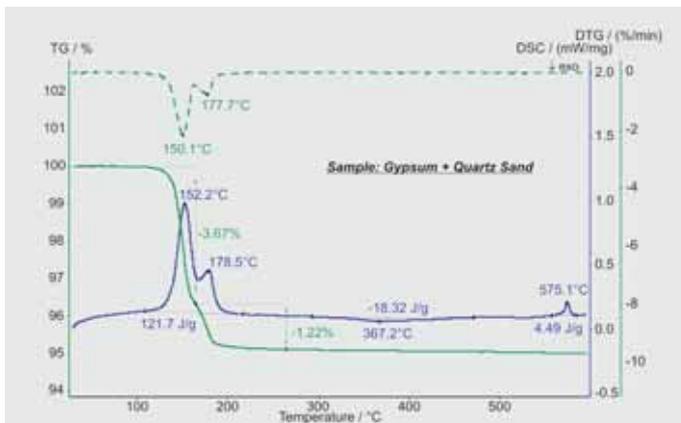
Zersetzung von Eisenhydroxydsulfat

Eisenhydroxydsulfat $\text{Fe}(\text{OH})\text{SO}_4$ ist ein mögliches Ausgangsmaterial zur Herstellung von Eisenoxidpartikeln. Eisenoxid findet z.B. Anwendung als Farbpigment oder als magnetisches Speichermedium. Ferrofluide beinhalten superparamagnetische Eisenoxid-Nanopartikel, die z.B. als Kontrastmittel für die bildgebende Magnetenresonanztomographie dienen. Die STA-MS-Messung zeigt unterhalb etwa 600°C eine zweistufige Abspaltung von H_2O mit Massenzahl 18 sowie zwischen 600°C und 800°C die Abspaltung von SO_2 mit Massenzahl 64 und O_2 mit Massenzahl 32. Das Endprodukt ist Fe_2O_3 (Hämatit).



Baustoffe: Gips und Quarzsand

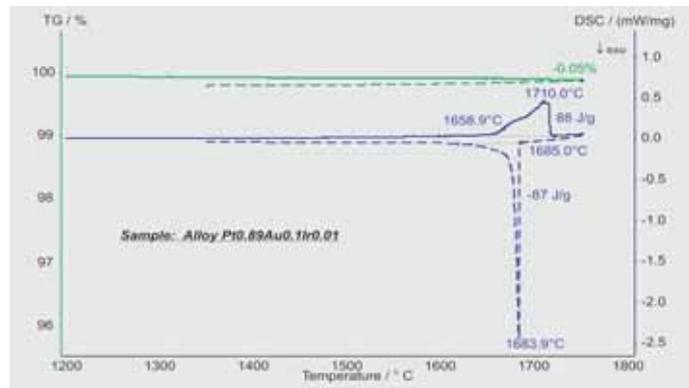
Gips und Quarzsand finden z.B. im Baustoffbereich häufig Anwendung. Der Gipsanteil zeigt unterhalb etwa 250°C eine zweistufige Wasserabspaltung von $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Dihydrat) in $\text{CaSO}_4 \cdot 1/2\text{H}_2\text{O}$ (Halb-hydrat) und schließlich in CaSO_4 (Anhydrit). Hierzu ist eine Gesamtenergie von 122 J/g erforderlich. Die quantitative Betrachtung ergibt, dass es sich bei dem Gips um reines Dihydrat mit einem Massenanteil von etwa $23,4 \%$ in der Probe handelt. Zwischen etwa 300°C und 450°C findet die exotherme Bildung von $\beta\text{-CaSO}_4$ mit einer frei werdenden Energie von $18,3 \text{ J/g}$ statt. Der endotherme Effekt bei einer extrapolierten Onset-Temperatur von 573°C ist auf den strukturellen $\alpha\text{-}\beta$ -Übergang von Quarz (kristallines SiO_2) zurückzuführen.



STA 449 **F1 Jupiter**[®] – Applikationen

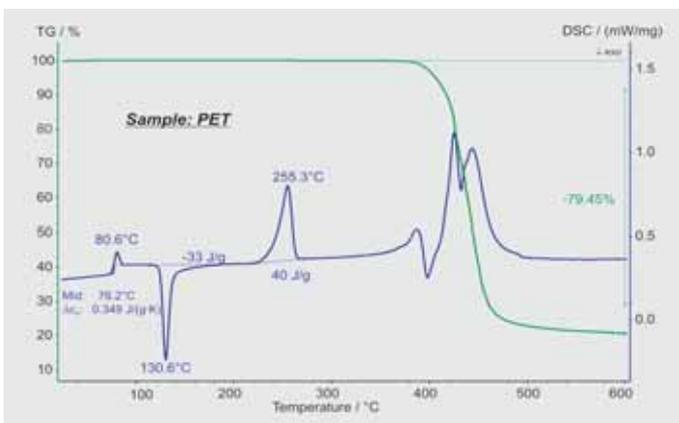
Phasendiagramme von Legierungen

Dentallegierungen wie $Pt_{0,89}Au_{0,10}Ir_{0,01}$ werden für Inlays, Kronen und Brücken verwendet. Sie müssen aber auch korrosions-resistent, formbar, gleichzeitig sehr stabil und bio-kompatibel sein. Die Messung zeigt beim Aufheizen (durchgezogene Linien) ab einer extrapolierten Onsettemperatur von 1659°C einen endothermen DSC-Effekt mit einer Enthalpie von 88 J/g, der auf das Schmelzen zurückzuführen ist. Beim Abkühlen (gestrichelte Linien) tritt ab 1685°C ein exothermer DSC-Peak (Peaktemperatur 1684°C) mit -87 J/g auf, der vom Erstarren der Legierung her-rührt. Der Massenverlust von 0,05 % bei höchsten Temperaturen könnte auf Verdampfungseffekte zurückzuführen sein.



Kunststoffe

Die bekannteste Verwendung des Kunststoffs Polyethylenterephthalat (PET) sind Kunststoffflaschen, Textilfasern und Folien (z.B. Lebensmittelverpackungen). Die STA-Messung zeigt bei 76°C eine Stufe im DSC-Signal, die vom Glasübergang her-rührt. Der damit verbundene Anstieg der Wärmekapazität beträgt 0,35 J/(g·K). Der endotherme DSC-Peak bei 81°C ist auf Relaxation zurückzuführen; der exotherme Peak bei 131°C auf Kristallisation und der endotherme Peak bei 255°C auf Schmelzen. Oberhalb etwa 360°C erfolgt die pyrolytische Zersetzung der Probe mit einem Massenverlust von 79,5 %.



STA 449 **F1 Jupiter**[®] – Ihre speziellen Wünsche - unsere Herausforderung

Zubehör

Eine große Auswahl an Tiegeln (Aluminium, Silber, Gold, Kupfer, Platin, Aluminiumoxid, Zirkonoxid, Grafit, Edelstahl, etc.) ist für diverse Applikationen und Materialien erhältlich.

Zum Arbeiten in kritischen Atmosphären ist eine "CO-Version" der STA 449 **F1 Jupiter**[®] lieferbar. Diese Version ist optimiert für Messungen unter korrosiven oder reduzierenden Atmosphären. Externe Gasfluss-Regelungssysteme und spezielle Sensoren mit geschützten Thermoelementdrähten sind dabei Standard. Für Messungen an schwierigen Pro-

ben oder radioaktiven Substanzen kann die STA 449 **F1 Jupiter**[®] in eine Glove-Box oder heiße Zelle eingebaut werden. Die Elektronik wird dazu vom Messteil getrennt und alle Kabel und Anschlüsse sind zur Anbindung an eine vorhandene Durchführung vorbereitet.

Fragen Sie uns, falls Sie spezielle Applikationen oder Versuchsbedingungen planen. Unsere Ingenieure entwickeln auf Wunsch spezielle, maßgeschneiderte Geräteausführungen oder Software-Versionen.



Weltweites Vertriebs- und Service-Netzwerk

Modernste Technologie und optimaler Kundenservice sind die Markenzeichen von NETZSCH. Unsere Schulungsabteilung bietet eine umfassende Auswahl an Dienstleistungen, zugeschnitten auf die Bedürfnisse unserer Kunden aus Forschung,

Ausbildung und Industrie. Verschiedene Seminare, Anwendertreffen oder individuelle Kundens Schulungen helfen Ihnen dabei, den größtmöglichen Nutzen und optimale Ergebnisse mit Ihrem Thermoanalyse-System zu erzielen.

NETZSCH ist das weltweit am schnellsten wachsende Unternehmen im Bereich der Thermischen Analyse und für die Prüfung thermophysikalischer Eigenschaften. Dies ist nicht nur auf unsere überlegene Technologie und Qualität zurückzuführen, sondern auch auf unsere exzellenten Vertriebs- und Serviceleistungen. Geschulte NETZSCH-Mitarbeiter in weltweit über 45 Service-Stützpunkten sorgen für schnelle und zuverlässige Kundenunterstützung einschließlich Aufstellung und Inbetriebnahme, Kalibrierservice und der Durchführung von Wartungsarbeiten. Unsere Applikationslabors bieten Ihnen umfassende Auftragsmessungen und Unterstützung, selbst für spezielle Fragestellungen.



Jupiter®

Ihr Vorteil bei STA-Tests

Die neue STA 449 **F1 Jupiter**® ist das ideale Werkzeug für die tägliche Arbeit in Ihrem Labor. Generell wird sie in folgenden Bereichen eingesetzt:

- Forschung
- Materialentwicklung
- Qualitätskontrolle
- Schadensanalyse

Die STA 449 **F1 Jupiter**® ist Teil der NETZSCH-Hochtemperatur-Geräteserie. Zusammen mit dem DIL 402 PC/C (Dilatometer), der TMA 202/402 (thermomechanischer Analysator), der DMA 242 C (dynamisch-mechanischer Analysator), der DSC 404 *Pegasus*® (dynamisches Wärmestrom-Differenz-Kalorimeter), der DEA-Serie 230/231 (dielektrische Analysatoren) für das Aushärteverhalten und anderen DSC- und TGA-Systemen ist eine umfassende thermische Charakterisierung Ihrer Materialien und Komponenten möglich.

Die Hauptmerkmale der STA 449 **F1 Jupiter**® sind:

- Maximale Flexibilität
- Spitzenqualität
- Optimale Leistung
- große Auswahl an Zubehör
- niedrige Betriebskosten

NETZSCH bietet eine vollständige Palette an Tief- und Hochtemperatur-Analysegeräten für den Temperaturbereich zwischen -260 und 2800°C, einschließlich aller konventionellen Thermoanalyse-systeme an.

Zur Charakterisierung thermophysikalischer Eigenschaften (Messung von Temperatur- und Wärmeleitfähigkeit) bietet Ihnen NETZSCH ein umfangreiches Produktprogramm von Wärmeflussmessern (HFM), geschützten Plattenapparaturen (GHP), Flash-Apparaturen (LFA) und anderen TCT -Systemen.

Technische Änderungen vorbehalten

Leading Thermal Analysis.

NETZSCH

NETZSCH-Gerätebau GmbH

Wittelsbacherstraße 42 · 95100 Selb/Germany
Phone: +49 9287 881-0 · Fax: +49 9287 881-505
e-mail: at@netsch.com

www.netsch.com