

NETZSCH

Proven Excellence.



Thermogravimetrische Analyse TG 309 *Libra*®

Methode, Techniken, Applikationen

Analyzing & Testing

TG 309 *Libra*®

NUTZEN SIE DAS POTENZIAL DER THERMOGRAVIMETRIE

Mit Hilfe der Thermogravimetrie können einzelne Komponenten aufgrund ihres unterschiedlichen thermischen Verhaltens unterschieden werden. Durch die Analyse von Gewichtsverlustprofilen kann der Anwender auf die Zusammensetzung komplexer Proben schließen, was zu einem besseren Verständnis ihrer Eigenschaften führt.

Auf den Spuren unbekannter, komplexer Mischungen und Materialübergänge

Die Thermogravimetrie (TG) ist für ihre Genauigkeit und Empfindlichkeit bekannt. Dabei wird eine Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm ausgesetzt, um kontinuierlich Massenänderungen, selbst in geringsten Mengen, zu detektieren. Die Empfindlichkeit lässt nicht nur präzise die Temperaturen bestimmen, bei denen Zersetzung, Verflüchtigung oder Oxidation stattfinden, sondern auch die damit verbundenen Massenverluste bzw. -zunahmen. Somit liefert die TG wertvolle Einblicke in die Materialzusammensetzung und dessen Verhalten unter Temperatureinfluss.

Sicherstellen von Produktqualität und Sicherheit

Die Stabilität von Produkten ist für pharmazeutische, chemische und Lebensmittelindustrie von großer Bedeutung. Indem Proben einer längeren thermischen Zyklisierung unterzogen werden, können Forscher ihre Langzeitstabilität bewerten, erste Informationen über die Haltbarkeit erhalten und potenzielle Abbaupfade identifizieren. Diese Informationen sind entscheidend für die Qualitätskontrolle und die Einhaltung gesetzlicher Bestimmungen.

Grenzenlose Vielseitigkeit: Maßgeschneidert für unterschiedlichste Anwendungen

Eine der herausragenden Eigenschaften der Thermogravimetrie ist ihre Anpassungsfähigkeit an ein breites Spektrum von Anwendungen. Von der Polymerindustrie bis zur Werkstofftechnik über die pharmazeutische Forschung bis hin zu den Umweltwissenschaften – die TG ist eine vielseitige Technik, die disziplinäre Grenzen überwindet. Ihre Fähigkeit, grundlegende Erkenntnisse über Materialien zu liefern, macht sie unverzichtbar für die Materialcharakterisierung – von der Qualitätskontrolle bis hin zur industriellen Forschung und akademischen Anwendungen.

Thermogravimetrische Analyse

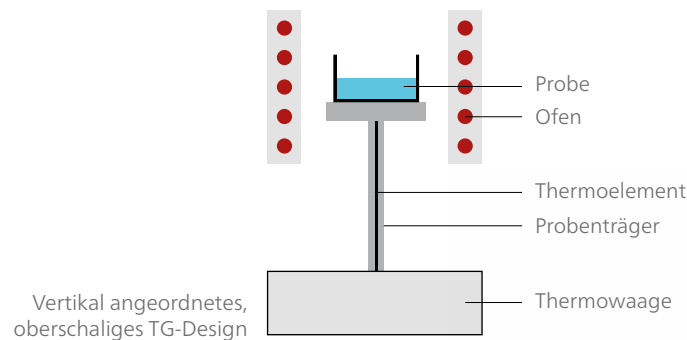
Informationen aus TG-Messungen

- Massenänderungen
- Analyse der Zusammensetzung
- Identifizierung
- Zersetzungsverhalten
- Oxidation
- Thermische Stabilität
- Reduktionsverhalten
- Korrosionsstudien
- Bestimmung von
 - Füllstoffgehalt
 - Weichmachergehalt
 - Feuchtegehalt
 - Rußzusatz
 - Aschegehalt
 - Reinheit
- Einfluss der Alterung
- Curie-Temperaturen
- Reaktionskinetik
- Hydratationszustand
- Restlösungsmittel

Verschiedene internationale Normen beschreiben die allgemeinen Prinzipien der Thermogravimetrie für Polymere (ISO 11358) oder andere spezifischen Applikationen wie die Analyse der Zusammensetzung von Gummimischungen (ASTM D6370) und des Verdampfungsverlusts in Schmierölen (ASTM D6375).

Messprinzip

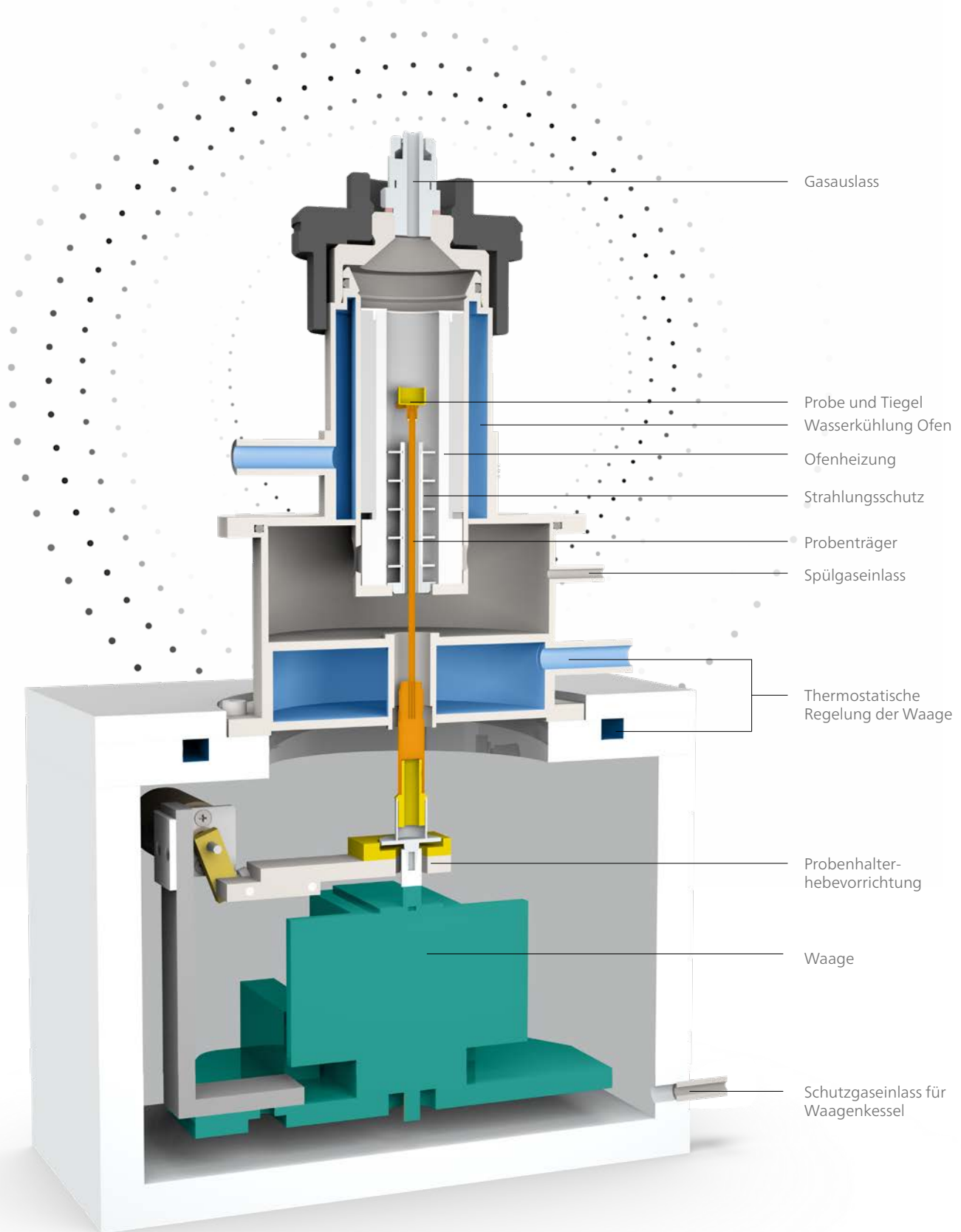
Die thermogravimetrische Analyse (TGA) dient zur Aufzeichnung von Massenänderungen in einer Probe in Abhängigkeit der Zeit und/oder Temperatur in einer definierten und geregelten Umgebung hinsichtlich Heizrate, Gasatmosphäre, Durchflussrate, Tiegeltyp usw. Sie kann Gewichtsänderungen bis auf Bruchteile von Mikrogramm genau detektieren. Diese hohe Empfindlichkeit ermöglicht es, selbst kleinste Änderungen der physikalischen und chemischen Materialeigenschaften zu bestimmen.



Eine TG-Serie – Drei Geräte:

Die TG 309 *Libra*® *Classic*, *Select* und *Supreme*

NETZSCH bietet für jeden Bedarf die richtige TG-Lösung an. Angefangen bei der preisgünstigen TG *Libra*® *Classic*, dem perfekten Gerät für die Qualitätskontrolle, über die TG 309 *Libra*® *Select*, dem Arbeitspferd für Prüflabore oder industrielle Entwicklungslabore, bis hin zur TG 309 *Libra*® *Supreme*, dem Allround-System für Forschungslabore in Hochschule und Industrie.



Die TG 309 *Libra*® entdecken



Vertikales Design kombiniert mit überschalliger Ultra-Mikrowaage für einfache und sichere Handhabung

Das Design der vakuumdichten TG 309 *Libra*® gewährt einen freien und sicheren Zugang zur Probe, einfachen Tiegelwechsel (keine störenden Drähte oder horizontale Waagenbalken) sowie eine konstante und stabile Position des Probenträgers im Ofen. Das sorgt für eine homogene Temperaturverteilung und hohe Reproduzierbarkeit von Probe zu Probe.

Präzise Erfassung von Proben temperatur und *c-DTA*®

Die Probentemperatur wird mit einem Thermoelement in direktem Kontakt mit dem Probentiegel erfasst. Dies erlaubt die genaue Messung der Probentemperatur, die nahezu unabhängig von der Atmosphäre ist.

Das berechnete DTA-Signal, *c-DTA*®, ist ideal für die einfache Temperaturkalibrierung unter Verwendung von Schmelzstandards. Es liefert auch wichtige Informationen über endotherme und exotherme Vorgänge (z.B. Schmelzen oder Verdampfen mit Massenverlust).

Messungen frei von Umgebungseinflüssen durch Magnetschwebetechnik

Mit Hilfe des magnetischen Schwebesystems (Option) kann das Gerät vom Arbeitstisch abgehoben werden und ist somit von diesem getrennt. Äußere Einflüsse wie Vibrationen des Gerätes werden eliminiert. Die Anzahl der für ein zuverlässiges Ergebnis erforderlichen Messungen wird dadurch reduziert.

Vier Massendurchflussregler – Umschalten und Mischen von Gasen leicht gemacht

Ein zusätzlicher vierter Massendurchflussregler erlaubt den gleichzeitigen Anschluss verschiedener Gase wie Stickstoff, Sauerstoff und Kohlendioxid sowie eines Inertgases. Diese Funktion vereinfacht das Umschalten und Mischen von Gasen und macht das Wechseln und Reinigen von Gasanschlüssen überflüssig, was zu einer erheblichen Zeitersparnis führt.

Mikro-Ofen – Ein dynamisches System für effizientes Arbeiten im Labor

Der kleine Ofen unterstützt schnelle Heizrate über den gesamten Temperaturbereich und eine schnelle ballistische Abkühlung von 1100 °C auf Raumtemperatur. Niedrige Spülgasraten tragen zu einer geringen Verdünnung der entstehenden Gase bei (relevant bei Kopplung mit Emissionsgasanalyse). Das kleine Ofenvolumen und der damit verbundene kurze Gasweg sowie das geringe Totvolumen über der Probe sorgen dafür, dass freigesetzte Gase sofort aus dem Ofenraum heraus geführt werden.

Sichere und einfache Probenhandhabung

Der Probenträger wird beim Auflegen der Probe automatisch von der Waage entkoppelt. So wird die Mikrowaage durch den Probenträger nicht beeinflusst und eine problemlose Handhabung ist jederzeit gewährleistet.



TG 309 *Libra*® Select/Supreme

Vakuumdichtes Design für reproduzierbare Messbedingungen

Tests unter Vakuum für
bessere Auftrennung von
Zersetzungsstufen

AutoVac – Reproduzierbare Ergebnisse

Die AutoVac*-Funktion ermöglicht das softwaregeregelte, automatische Evakuieren und Wiederbefüllen mit einem definierten Atmosphärgas und sorgt so für einheitliche Messbedingungen. Bei der Messung von Polymermischungen und -blends unter reduziertem Druck kann eine Siedepunktniedrigung der flüchtigen Bestandteile (z. B. Lösungsmittel, Weichmacher) erreicht werden. Dies führt zu einer früheren Freisetzung der flüchtigen Bestandteile und damit zu einer verbesserten Auftrennung zwischen diesen und der Zersetzung der Polymerkomponente(n). Danach ist – um die vollständige Zersetzung zu erfassen – ein Wieder-befüllen mit Inertgas und anschließend ein Wechsel zu beispielsweise oxidierender Atmosphäre möglich.

*Option

Tiegelauswahl¹



Für diverse Applikationen bieten wir verschiedene Tiegeltypen aus unterschiedlichen 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).

¹ Für ASC: Tiegeldurchmesser max. 8 mm

Applikation	Material	Durchmesser/Höhe	Volumen
Standard-TG-Tests	Al ₂ O ₃	6,8 mm/4 mm	85 µl
Standard-TG-Tests, hohe Probeneinwaage oder Volumen	Al ₂ O ₃	8,0 mm/8 mm; 9,0 mm/7 mm	300 µl; 350 µl
Ideal für c-DTA®; hohe Probeneinwaage oder Volumen	Pt/Rh	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



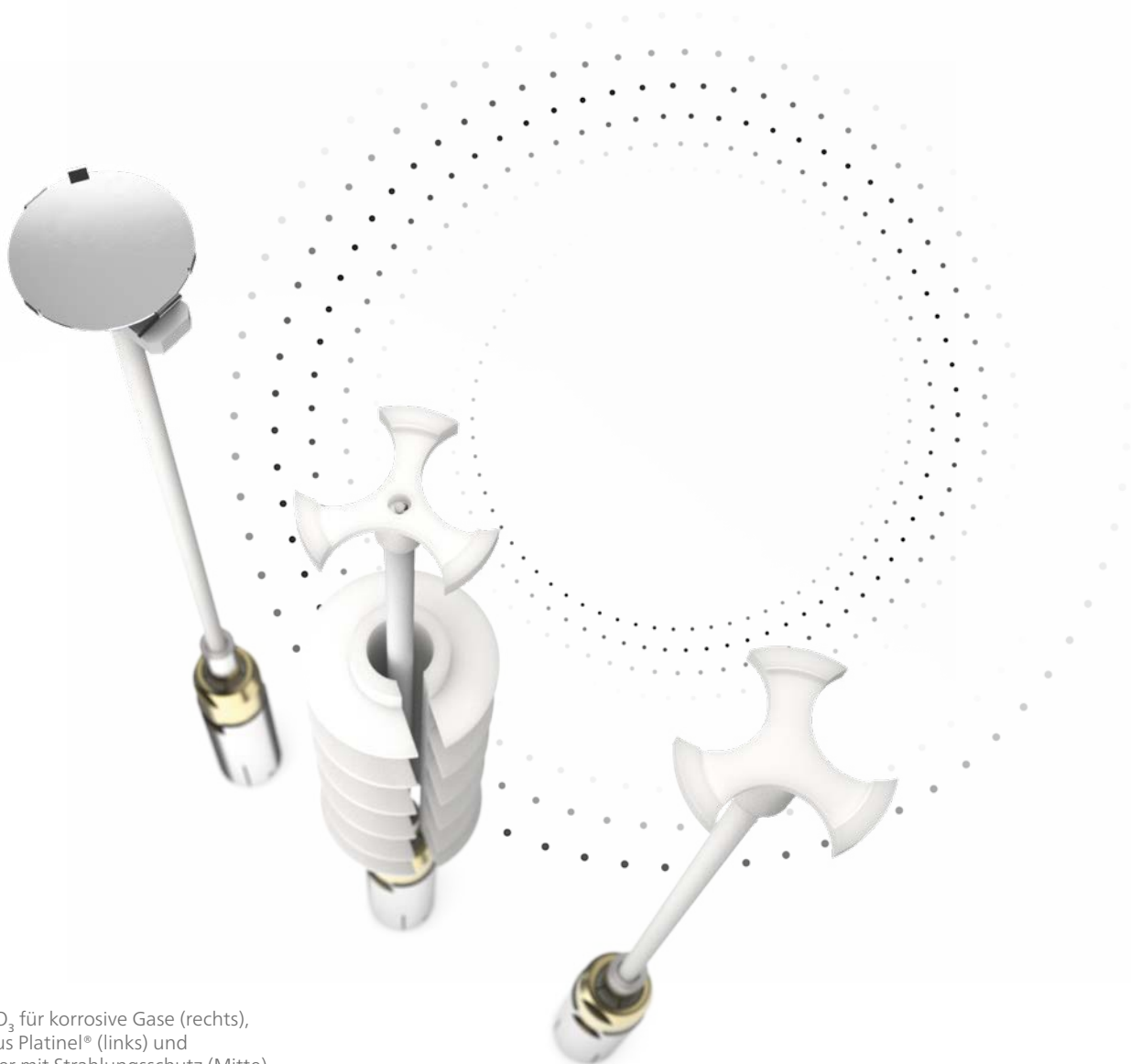
Automatisch erkennbare Probenhalter



Für jede Applikation der richtige Probenhalter¹

Es stehen unterschiedliche Probenhalter zur Verfügung, darunter korrosionsbeständige Sensoren, hochempfindliche c-DTA®-Sensoren für die verbesserte Aufzeichnung endo- und exothermer Effekte und spezielle Sensoren für große Probeneinwaagen. Die Probenhalter können mit wenigen Handgriffen gewechselt werden und werden vom Gerät automatisch erkannt.

¹ Für ASC: Tiegeldurchmesser max. 8 mm



Probenträger aus Al_2O_3 für korrosive Gase (rechts),
Probenträger Typ P aus Platinel® (links) und
Standard-Probenträger mit Strahlungsschutz (Mitte)

Automatischer Probenwechsler

Erhöhte Effizienz, abgestimmt auf Ihre Bedürfnisse

Der ASC (engl. automatic sample changer) lässt sich mit dem *SmartMode* der *Proteus*®-Software einfach programmieren. Jeder Probe auf dem Karussell kann ein spezifisches Messprogramm (Methode) zugewiesen werden. Unterschiedliche Tiegeltypen, verschiedene Gasatmosphären und individuelle Kalibrierkurven können im selben ASC-Lauf verarbeitet werden. Verbrauchte Proben werden auf Wunsch automatisch in den integrierten Abfallbehälter entsorgt. Für den 24/7-Betrieb können bereits gemessene Proben kontinuierlich durch Hinzufügen neuer Tiegel zum Karussell in Kombination mit neuen Messmethoden ersetzt werden.

ASC für die TG 309 *Libra*® *Supreme* und *Select*

Premium-ASC für 204 Proben und herausnehmbaren Probenmagazinen

Der ASC der TG 309 *Libra*® *Select* und *Supreme* ist auf zwei austauschbare Probenmagazine in Mikroplattenformat ausgelegt, die jeweils mit 96 Proben bestückt werden können. Dies ermöglicht eine eindeutige Zuordnung der Proben, wenn die Probenvorbereitung nicht in der Nähe des Geräts erfolgt. Ein zusätzlicher fester Streifen ist für bis zu 12 Kalibriermaterialien oder leere Tiegel unterschiedlicher Größe und Materialien für Kalibrier- und Korrekturzwecke reserviert. Selbstverständlich können auch Korrekturmessungen mit leeren Tiegeln auf den Magazinen definiert werden. Die große Anzahl von Positionen bietet volle Flexibilität, und es bleibt mehr Zeit für andere wichtige tägliche Aufgaben.



Verringerung von Umgebungseinflüssen während der Wartezeit

Um zu vermeiden, dass das Probenmaterial in der Warteschlange durch Umgebungsbedingungen wie z.B. Feuchtigkeit beeinträchtigt wird, ist das Probenmagazin des ASC mit einem Deckel ausgestattet. Der Zwischenraum zwischen Probenmagazin und Deckel wird mit Gas gespült, um den Kontakt mit unerwünschten Atmosphären zu minimieren.

Zum Schutz instabiler oder flüchtiger Proben ist zusätzlich ein "RemoveCap" oder eine Anstechvorrichtung erhältlich. Ein Abdecken des Tiegels bei instabilen Proben, während diese darauf warten, im Ofen platziert zu werden, minimiert das Risiko, dass sie verdampfen. Optional ist auch eine automatische Anstechvorrichtung am Greifer erhältlich, die die Deckel von Aluminiumtiegeln kurz vor Messbeginn öffnet.

ASC für die TG 309 *Libra*® Classic

Kompakter ASC für 20 Proben auf herausnehmbarem Probenkarussell

Die kostengünstige TG 309 *Libra*® Classic kann optional mit einem Probenwechsler (ASC) für bis zu 20 Proben und Referenzen ausgestattet werden. Der Greifer entnimmt den Tiegel sicher aus dem Magazin und setzt ihn sanft auf dem Sensor ab. Die Proben werden in einem herausnehmbaren ASC-Einsatz platziert, sodass die Probenvorbereitung nicht in der Nähe des Geräts erfolgen muss.

Eine optionale automatische Anstechvorrichtung kann am Greifer angebracht werden und öffnet versiegelte Aluminiumtiegeldeckel unmittelbar vor der Messung.



Herausnehmbares
Probenkarussell



TG 309 *Libra*® Classic



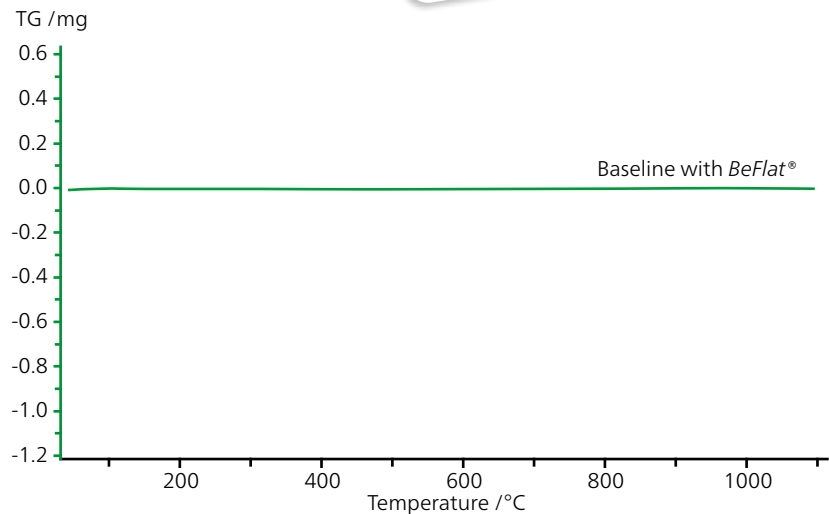
PROTEUS®-SOFTWARE

BeFlat® – Messergebnisse schnell erhalten

Schneller zum Ergebnis – Ohne Basislinienmessung

Für den Erhalt korrekter Massenänderungswerte wird im Allgemeinen eine Basislinienmessung unter identischen Prüfbedingungen wie Heizrate, Gasart, Gasflussrate, Tiegeltyp und -geometrie usw. durchgeführt und von der Probenmessungen abgezogen. Die Basislinie berücksichtigt Einflüsse von Apparatur und Auftrieb.

Mit der integrierten *BeFlat*®-Basislinienmessung ist bei der TG 309 *Libra*® für typische Temperaturprofile in der Regel keine Basislinienkorrektur mehr notwendig. Dies vereinfacht die Routinearbeit, insbesondere bei der Qualitätskontrolle in der Industrie.



Stabile Basislinie (grün) dank der automatischen Korrektur von äußeren Einflüssen: TGA-*BeFlat*®

Einfacheres Arbeiten –
Modernste Korrektur

AutoCalibration – Volle Konzentration auf die Messaufgabe

Kalibriervorgänge sollten einfach und schnell und idealerweise ganz nebenbei möglich sein. *AutoCalibration* ist eine automatische Routine zur Erstellung von Temperaturkalibrierkurven. Die aktuelle Kalibrierung (unter Einbeziehen der gewählten Messbedingungen) wird automatisch geladen und auf ihre Gültigkeitsdauer überprüft (Watchdog-Funktion).

SmartMode für Routineaufgaben – Nicht mehr und nicht weniger

SmartMode, mit intuitiver Benutzeroberfläche, wurde speziell für Routinemessungen entwickelt, wie sie häufig in der Qualitätskontrolle vorkommen. So können Sie Messungen für Aufgaben mit klar definierten Messverfahren schnell und einfach starten. Wizards (Schnellstart-Routinen), benutzerdefinierte oder vordefinierte Messmethoden sind dabei nützliche Helfer.

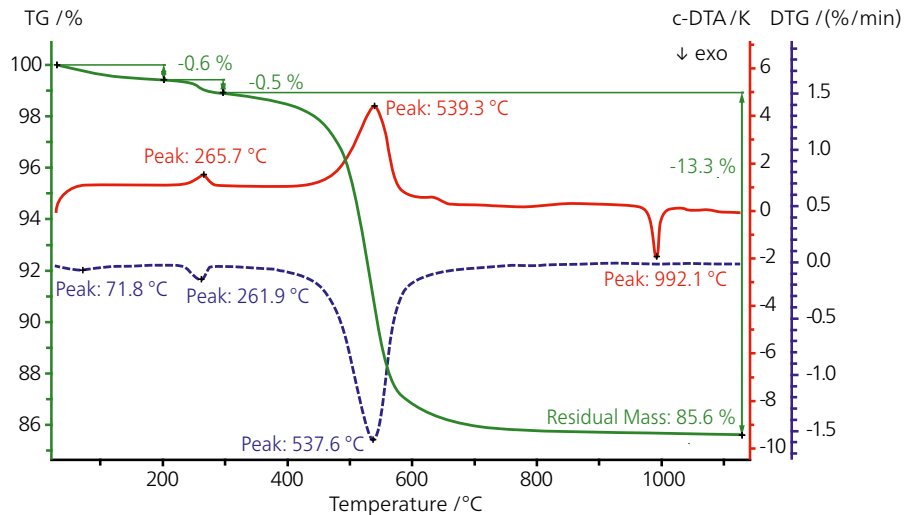
ExpertMode – Grenzenlose Möglichkeiten

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

Kalorische Effekte mittels c-DTA® erkennen

Mehr Informationen durch kalorische Effekte – c-DTA®

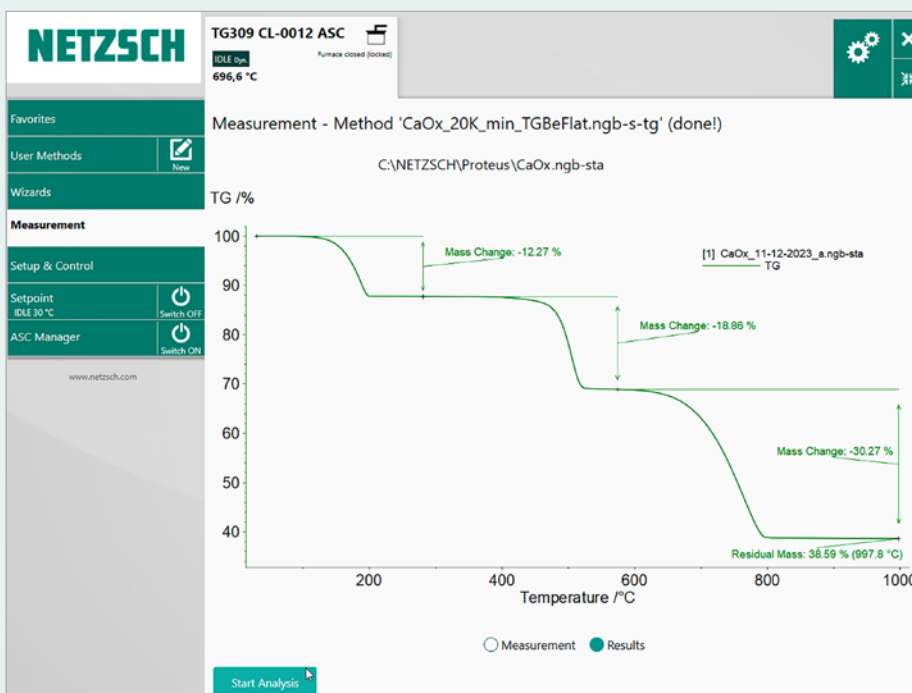
Das Thermoelement des Proben-trägers erfasst jederzeit die Temperatur der Probe. Dies erlaubt auch bei thermogravimetrischen Messungen, endotherme (z.B. Schmelzen) und exotherme (z.B. Oxidation) Effekte zu bestimmen. Damit werden nicht nur die Materialeigenschaften umfassender charakterisiert, sondern dies ermöglicht auch eine präzise Temperaturkalibrierung. Die c-DTA®-Kurve ist hier in Rot dargestellt.



Die beiden endothermen c-DTA®-Peaks (198 °C und 535 °C) während der TG-Messung an einer Kaolinitprobe stehen in direktem Zusammenhang mit den auftretenden Massenverlusten und werden durch Dehydratation und Dehydroxylierung verursacht:

TG-Messung an einer Kaolinitprobe (41,75 mg); gemeinsame Darstellung der TG-Kurve (grün), der DTG-Kurve (blau gestrichelte Linie) und der c-DTA®-Kurve (rot), bei Aufheizung auf 1100 °C in Stickstoffatmosphäre mit 10 K/min.

Verlust von an der Oberfläche adsorbiertem Wasser (0,3 %) und Wasserverlust aus den Zwischenschichten (10,6 %). Der exotherme c-DTA®-Peak bei 999 °C spiegelt die Bildung von Mullit wider.



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

AutoEvaluation und Identify – schneller zum Ergebnis

AutoEvaluation – Objektive Ergebnisse direkt nach der Messung

AutoEvaluation ist die erste selbsttätige Auswertoutine auf dem Markt und wurde kontinuierlich weiterentwickelt. Diese Funktion wertet selbstständig und sofort alle signifikanten Massenänderungen thermogravimetrischer Messungen aus. Sie übernimmt auch die Erstellung der Ableitungskurve und wertet automatisch die entsprechenden Peaktemperaturen aus. Ist *AutoEvaluation* in eine Messmethode integriert, werden die ausgewerteten TG- und DTG-Kurven unmittelbar nach Messende angezeigt. Der Anwender kann die Größe der von *AutoEvaluation* zu detektierenden Massenänderungen und die anzuzeigenden Auswerteergebnisse definieren.

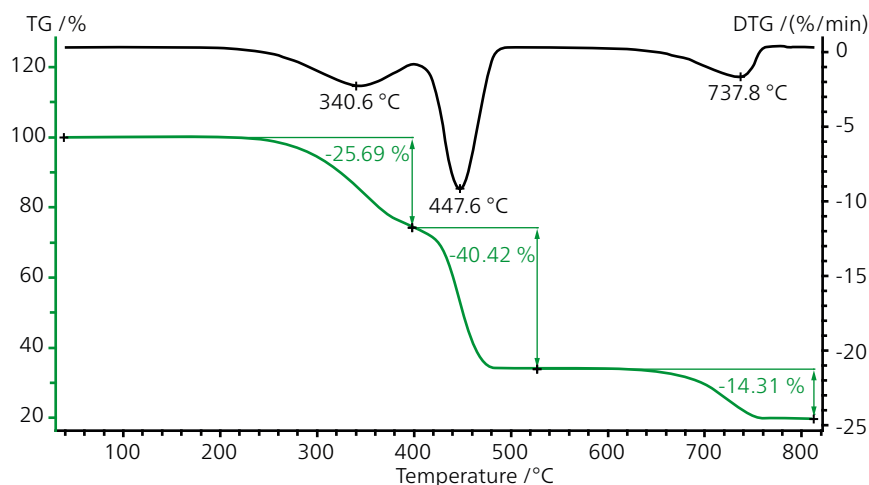
In der Regel sind die mittels *AutoEvaluation* erhaltenen Ergebnisse objektiv, da sie unabhängig vom Anwender sind. Eine große Hilfe und Zeitersparnis sowohl für Einsteiger als auch für Experten.

Die Abbildung zeigt die *AutoEvaluation*-Ergebnisse einer Messung an einem gefüllten thermoplastischen Elastomer (TPS) auf Styrolbasis. Der Massenverlust im Bereich von ca. 250 °C bis 400 °C ist wahrscheinlich auf die Verdampfung eines Weichmachers zurückzuführen, während der Massenverlust im Bereich von ca. 400 °C bis 500 °C von der Zersetzung des Polymeranteils herrührt. Die Massenverluststufe bei ca. 650 °C bis 750 °C resultiert aus der Karbonatzersetzung (Füllstoff).

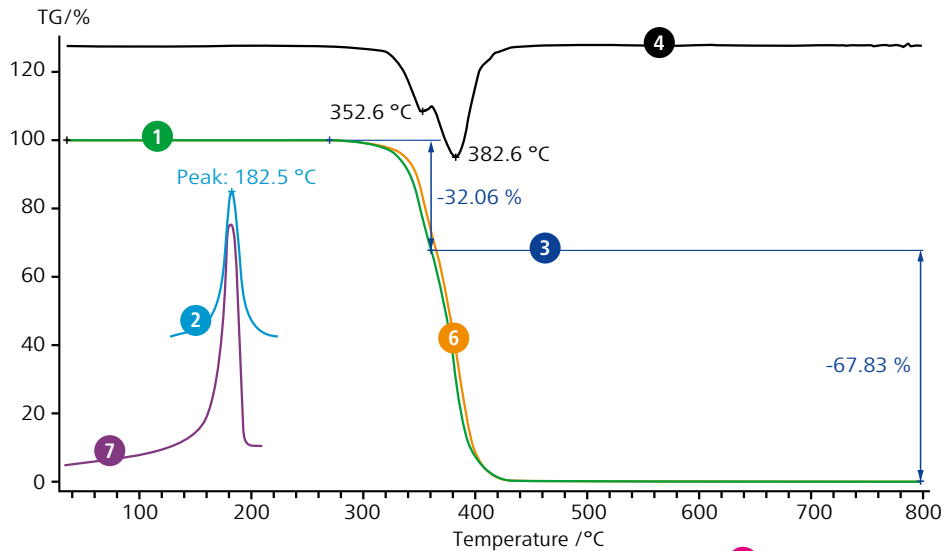
Identify – Die Datenbank für die Materialidentifizierung und Qualitätskontrolle

Identify ist ein einzigartiges Werkzeug auf dem Gebiet der thermischen Analyse für die Materialidentifizierung und -klassifizierung. Neben Eins-zu-Eins-Vergleichen mit einzelnen Datenbankmessungen oder Literaturdaten kann eine Messung auch mit Klassen (Gruppen von Messungen) verglichen werden. Diese Klassen können aus Daten desselben Materialtyps bestehen und erlauben so eine Materialidentifizierung. Eine Klasse kann auch Referenzkurven für die Pass/Fail-Prüfung im Rahmen der Qualitätskontrolle enthalten.

Die mitgelieferten NETZSCH-Bibliotheken beinhalten mehr als 1300 Einträge aus den Anwendungsbereichen Polymere, Organik, Pharmazie, Lebensmittel, Kosmetik, Anorganik, Keramiken, Metalle und Legierungen. Zu den derzeit unterstützten Signaltypen gehören DSC, DSC c_p , TG, STA, DIL/TMA und DMA. Anwender können die Datenbank mit Bibliotheken erweitern, die eine unbegrenzte Anzahl eigener Daten enthalten. Alle Datenbankseinträge dienen als Sammlung von Ergebnissen und Messbedingungen, die bei der Vorbereitung zukünftiger Untersuchungen hilfreich sind.



TG-Messung an einem gefüllten, thermoplastischen Elastomer auf Styrolbasis (TPS, 9,92 mg), Heizrate 10 K/min, unter Stickstoffatmosphäre (40 ml/min) in einem offenen Al₂O₃-Tiegel. Die DTG-Kurve und alle Auswertungen wurden von *AutoEvaluation* erstellt.



- 1 TG-Messkurve des unbekannten Materials
- 2 c-DTA® des unbekannten Materials
- 3 AutoEvaluation der TG-Messung
- 4 Automatische Erstellung und Auswertung der DTG-Kurve
- 5 Identify-Ergebnisse
- 6 TG-Vergleichskurve der Identify-Datenbank
- 7 DSC-Vergleichskurve der Identify-Datenbank

Messung/ Literaturwerte	Ähnlichkeit [%]
POM-H_TGA	97.81
POM-H_DSC	62.21
PVDF_DSC	52.49
POM-C_DSC	48.21
PMMA_TGA	43.41
PP_DSC	42.95
PC-PBT_TGA	42.67
PLA_TGA	42.08
TPU_DSC	39.56
ACM_TGA	26.54

Ein großer Vorteil von *Identify* besteht darin, dass zwei Messtechniken, wie TG und DSC oder c-DTA® gleichzeitig in eine Identifizierung einbezogen werden können, um Mehrfachinterpretationen deutlich zu reduzieren und so die Chancen einer korrekten Materialidentifizierung zu erhöhen¹. Wie im Beispiel dargestellt, liefert die kombinierte Verwendung der ausgewerteten TG- und c-DTA®-Kurven durch *Identify* ein sehr ähnliches TG-Zersetzungsergebnis bei dem in der Datenbank gefundenen Polymer POM-H, aber auch eine DSC-Kurve an POM-H, die gut den Schmelzeffekt widerspiegelt, der auch in der c-DTA®-Kurve der Eingangsmessung bei einer Peaktemperatur von 183°C zu erkennen ist. Das bedeutet, dass der Werkstoff POM-H mit hoher Sicherheit identifiziert wird und alle anderen in der Datenbank vorhandenen Polymer-typen ausgeschlossen werden können.

¹ A. Schindler, M. Doedt, S. Gezgin, J. Menzel, S. Schmölder, J Therm Anal Calorim (2017) 129:833–842, DOI 10.1007/s10973-017-6208-5



Die LED-Statusleiste: Sogar im Vorbeigehen alles im Blick

Die TG 309 *Libra*® ist mit einer LED-Leuchtanzeige ausgestattet. Unterschiedliche Farben geben den Messstatus wieder. Sparen Sie Zeit, indem Sie bereits aus der Ferne und ohne sich in den PC einloggen zu müssen sehen, ob die Messung problemlos verläuft. Die Statusmeldungen umfassen z. B.:

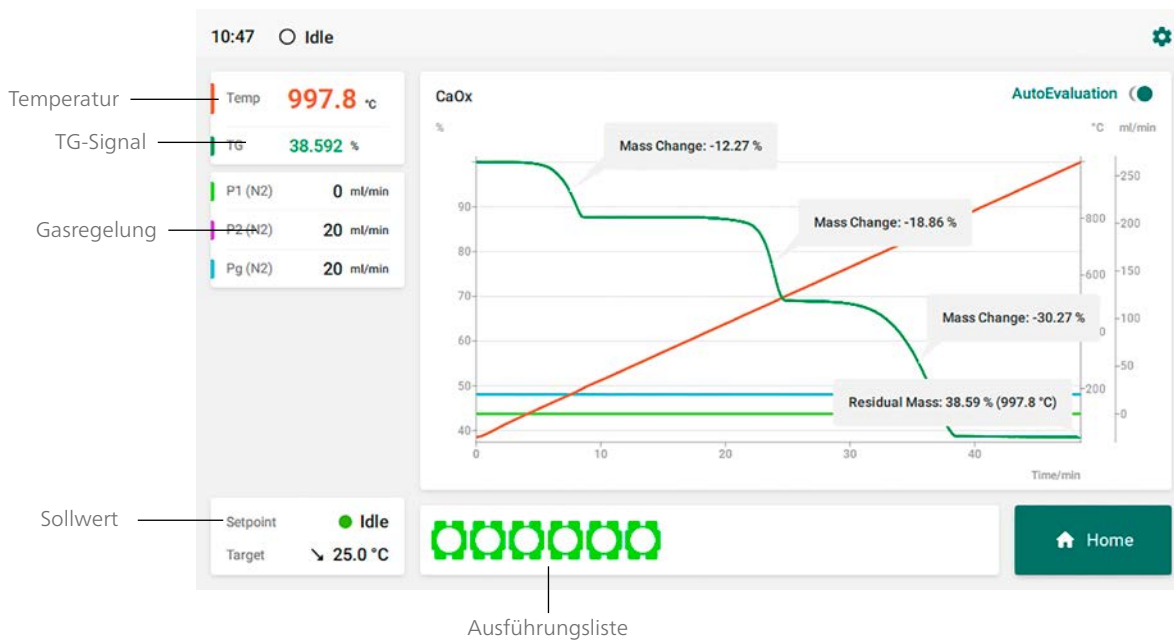
- Das Gerät ist betriebsbereit
- Die Messung läuft
- Fortschritt der Messung
- Aufheizen/Abkühlen auf Sollwert
- Benutzereingriff erforderlich
- Auftreten einer Störung

Das Display: Steigerung der Produktivität und Arbeitsabläufe

Über das integrierte Farbdisplay können Sie eine Messung starten, die zuvor in der NETZSCH *Proteus*®-Software vorbereitet wurde. Berühren Sie einfach die Schaltfläche der vorbereiteten Messung auf dem Display und Sie werden über den Aufbau der Messung informiert. Damit wird die letzte Kontrolle vor Start der Messung direkt auf das Gerät übertragen.

Das Farb-Touch-Display bietet:

- Start der Messung durch einfaches Berühren
- Überprüfen zuletzt durchgeführter Messungen
- Übersicht über den Messfortschritt und die verbleibende Zeit
- Überprüfen der aktuellen Temperatur
- Überprüfen und Ändern von Gaseinlass und Gaseinlasspunkten
- Tarasignal der Waage direkt auf dem Display
- Starten und Kontrolle von *AutoVac*-Zyklen
- Überwachen des Druckniveaus des Waagenbehälters



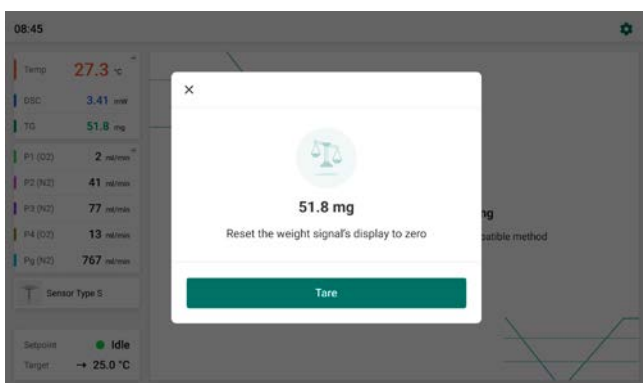
Überprüfung Ihrer Messung leicht gemacht: Sehen Sie den Messverlauf ein, kontrollieren und konfigurieren Sie Setpoint und Gasfluss.

Vereinfachte Überwachung der Messung

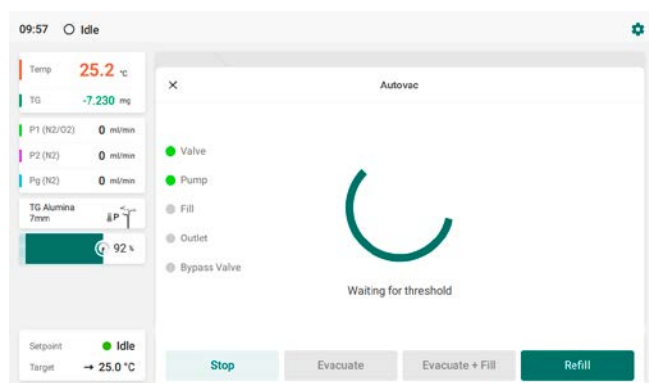
ÜBERTRAGEN SIE SYSTEMKONTROLLE UND INFORMATIONEN DIREKT AUF DAS GERÄT

Anzeige des Messfortschritts in Echtzeit

- Überwachen Sie ganz einfach den Fortschritt Ihrer Messungen und bleiben Sie informiert über aktuelle Temperatur und Gasfluss
- Tarieren Sie das TG-Waagensignal, ohne sich in den Computer einloggen zu müssen
- Übersichtliche Anzeige der Informationen über das Evakuieren am Gerät



Tarieren des TG-Waagensignals



Informationen über den Evakuierungsvorgang

FOKUS AUF EFFIZIENZ UND EIN NACHHALTIGERES LABOR

Eco-Modus – Verbraucht nur Energie, wenn es nötig ist

Um thermogravimetrische Ergebnisse mit geringer Drift zu erhalten, wird zur Klimatisierung des Gerätes ein Thermostat verwendet, der Energie verbraucht und Abwärme erzeugt, die häufig durch eine Klimaanlage geregelt wird.

Beispiel für eine Sollwert-/Eco-Idle-Konfiguration

	Mon	Tue	Wed	Thu	Fri	Sat	Sun
00:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
01:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
02:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
03:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
04:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
05:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
06:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
07:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
08:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
09:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
10:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
11:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
12:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
13:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
14:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
15:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
16:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
17:00	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	IDLE	ECO	ECO
18:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
19:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
20:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
21:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
22:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO
23:00	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO	ECO

- Gerät im Idle-Modus
- Gerät im Eco-Modus

An einem arbeitsreichen Labortag ist ein TG-Gerät etwa 10 bis 12 Stunden in Betrieb. Sind über Nacht oder am Wochenende keine Messungen geplant, muss das Gerät entweder ausgeschaltet werden – was eine Stabilisierungszeit beim nächsten Einschalten zur Folge hat – oder es bleibt eingeschaltet und verbraucht unnötigerweise Energie.

Nachhaltigkeit spielt im Laborumfeld eine immer größere Rolle¹. Die TG 309 *Libra*® verfügt über einen energiesparenden Eco-Modus, mit dem der Thermostat, automatisch über die Software abgeschaltet werden kann, wodurch das System deutlich sparsamer betrieben wird.

Die Software bietet einen benutzerdefinierten Zeitplan für die Aktivierung des Idle- oder Eco-Modus. Eine Wartezeit bis zum nächstmöglichen Messstart, die beim völligen Ausschalten des Geräts, gegeben wäre, kann vermieden werden, indem Gasfluss und Thermostat bei Bedarf reaktiviert werden. Die Thermowaage steht wie geplant für die neue Messung bereit.

Das Umschalten auf den Eco-Modus spart 700 W Strom, was sich auf über 1700 kWh pro Jahr summieren kann. Das macht den Betrieb des Gerätes günstiger und verkleinert ganz nebenbei Ihren ökologischen Fußabdruck.

¹ <https://www.rsc.org/globalassets/22-new-perspectives/sustainability/sustainable-labs/sustainable-laboratories-report.pdf>



NETZSCH-Gräte sind kompatibel mit der Datenmanagement-Plattform LabV®, einer benutzerfreundlichen Software, die eine nahtlose und einfache Integration in bestehende Systeme, Prozesse und Geräte ermöglicht. Sie automatisiert die Datenerfassung, unabhängig von Methode oder Gerät, und bietet eine zentrale Ansicht zur Organisation, Analyse

und Erkundung Ihrer Daten. Der KI-gestützte digitale Assistent erleichtert die Datenanalyse und ermöglicht es Laboren, mühelos Insights zu generieren. Dank natürlicher Sprachverarbeitung, vergleichbar mit ChatGPT, ermöglicht LabV® das Erstellen von Visualisierungen, das Erkennen von Trends sowie das Aufdecken komplexer Korrelationen mit einfachen Befehlen.

ZUSÄTZLICHE SOFTWARE-FUNKTIONEN

Proteus® Search Engine

Bei Mess- und Auswertedaten verschiedener Materialien mit unterschiedlichem Messaufbau ist die Möglichkeit, nach bestimmten Kriterien filtern zu können, von immensem Vorteil.

Proteus® Search Engine bietet eine schnelle und ausgefeilte Filterung Ihrer Messdaten in Sekunden-schnelle und ist ein leistungsstarkes Werkzeug im Datenmanagement. Nach der Auswahl werden automatisch Vorschaubilder von Messungen oder des Analysestatus angezeigt. Dies vereinfacht auch das Öffnen von Ordnern im Dateisystem mit nur einem Klick. Anwender können personalisierte Suchanfragen erstellen, wie z.B. „MyPolymers“, und bei Bedarf ganz einfach zwischen bestehenden Suchen wechseln.

TG-Schwellwert- und TG-Stabilitätserkennung

Die TG-Schwellwerterkennung beendet eine Messung, sobald ein benutzerdefinierter Grenzwert der Massenänderung überschritten wird. Die TG-Stabilitätserkennung fährt entweder mit dem nächsten Temperatursegment fort oder beendet die Messung, wenn eine vom Benutzer festgelegte Bedingung für die Massenstabilität erfüllt ist.

Peak Separation zur verbesserten Bestimmung überlappender Massenverluststufen

Bei komplexen experimentellen Kurven mit überlappenden Massenverluststufen können Sie sich darauf verlassen, dass unsere Software die Trennung dieser Peaks unterstützt. Dies ermöglicht die Darstellung der experimentellen Daten als Summe der einzelnen möglichen Peaks und erlaubt die separate Analyse jedes einzelnen Peaks.

Kinetics Neo – Prozessoptimierung durch Vorhersagen

Kinetics Neo erstellt kinetische Modelle von Zersetzungs- und Verdampfungsvorgängen auf Basis von Messreihen, die unter verschiedenen Temperaturbedingungen aufgenommen wurden. Mit der leistungsstarken NETZSCH Kinetics Neo-Software lassen sich selbst mehrstufige Prozesse genau modellieren. Kinetische Parameter wie Aktivierungsenergie, Prä-exponentialfaktor und Reaktionsordnung können bestimmt werden. Kinetics Neo liefert Vorhersagen über das Verhalten chemischer Systeme unter benutzerdefinierten Bedingungen für die Prozessoptimierung.

Software-Funktionen

	Classic	Select	Supreme
ExpertMode	■	■	■
SmartMode	■	■	■
AutoCalibration	■	■	■
AutoEvaluation	■	■	■
Vordefinierte Methoden	■	■	■
TGA-BeFlat®*	■	■	■
c-DTA®	■	■	■
Reportgenerator	■	■	■
TG-Stabilitäts-erkennung	■	■	■
Eco Mode	■	■	■
Identify	□	■	■
Proteus® Search Engine	□	□	■
Peak Separation	□	□	■
Temperatur-modulierte TG (TM-TG)	□	□	■
SuperRes®	□	□	■
LabV®	□	□	□
LIMS-Support	□	□	□
Proteus® Protect (CFR 21 part 11)	□	□	□
Kinetics Neo	□	□	□
Termica Neo**	□	□	□

■ inklusive

□ optional

* enthalten, wenn MFC ausgewählt ist

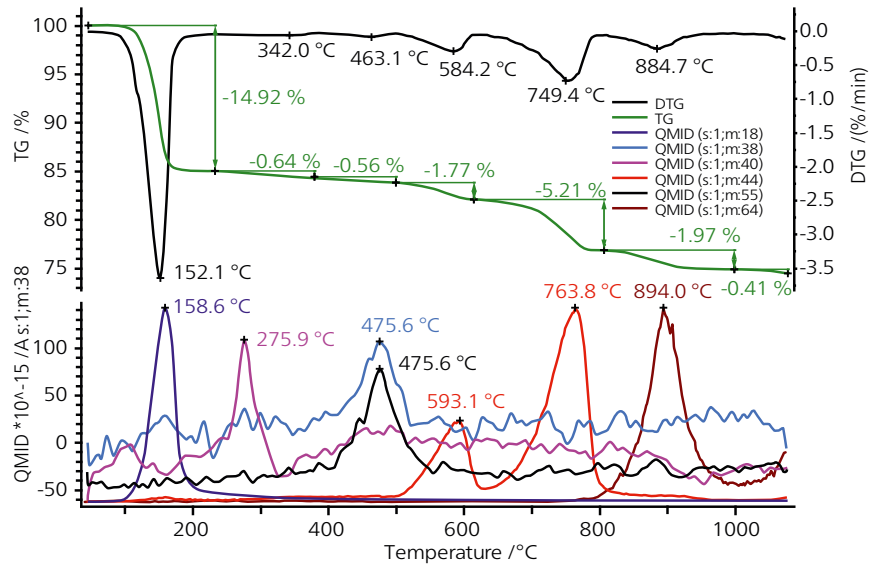
** erfordert Kinetics Neo

weitere Funktionen auf Anfrage

ANWENDUNGSBEREICHE

Gips mit Brandschutzeigenschaften

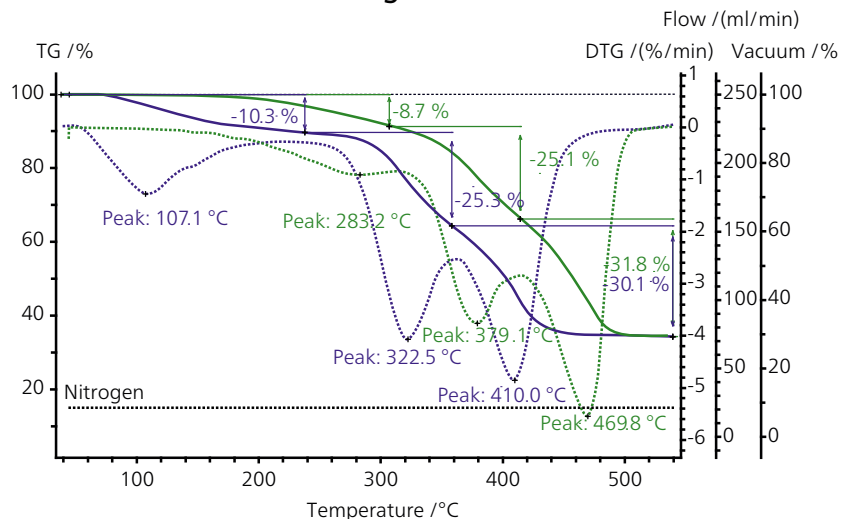
Die TG-Analyse von Gips mit Brandschutzeigenschaften zeigt sieben Zersetzungsstufen während der Aufheizung. Mit Hilfe der Massenspektrometerkopplung wurden die während der Zersetzung entstehenden Gase identifiziert. Die erste Massenverluststufe wurde durch die Freisetzung von Wasser (m/z 18) verursacht, die zweite und dritte durch die Zersetzung organischer Verbindungen (m/z 38, 40 und 55). Zwischen 500 °C und 800 °C wird in der Gasphase CO_2 (m/z 44) beobachtet, was wahrscheinlich auf die Zersetzung von Karbonaten zurückgeht. Die letzte Massenverluststufe deutet mit SO_2 (m/z 64) die Zersetzung von Sulfaten an.



TG-MS-Messung an Gips in inerter Atmosphäre, Heizrate 10 K/min, Probeneinwaage 40 mg, TG-Kurve (grün), DTG (schwarz), Massenzahlen des Ionenstroms der Massen m/z 18, 38, 40, 44, 54 und 64

Zusammensetzung von Gummi – Vorteile der Vakuummessung

Die TGA ist eine weit verbreitete Anwendung für die Zusammensetzungsanalyse von Gummi (ISO 9924 oder ASTM E1131). In diesem Beispiel wurde eine Fahrradreifenhülle unter Vakuumbedingungen gemessen. Messungen unter Vakuum ermöglichen eine klare Unterscheidung zwischen Ausgasung und Zersetzung. Bei einer Messung unter Vakuum kann der anfängliche Massenverlust auf physikalische Desorptions- und Diffusionsprozesse zurückgeführt werden, wodurch er klar von den nachfolgenden Zersetzungsschritten getrennt werden kann. Spätere Stufen mit höheren Temperaturen können dann mit der tatsächlichen thermischen Zersetzung des Polymernetzwerks in Verbindung gebracht werden. Der erste Massenverlust bezieht sich auf den Weichmachergehalt, der bei



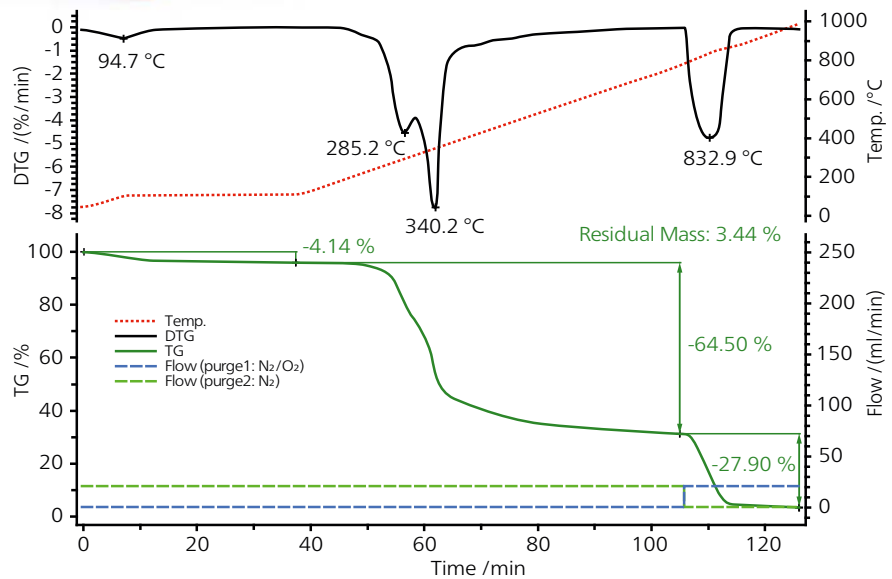
TG-Messung an einer Fahrradreifenkarkasse; Aufheizrate 10 K/min; Messungen unter Stickstoff (grüne Kurven) und Vakuum (blaue Kurven); die TG-Kurven sind als durchgezogene Linien und die DTG-Kurven als gestrichelte Linien dargestellt.

der Messung unter Stickstoff 8,7 % beträgt (grüne Kurven). Im Vergleich dazu zeigt die Messung unter Vakuumbedingungen einen Massenverlust von 10,3 %, da dieser Schritt nicht mehr durch nachfolgende Abbauzustufen überlagert wird und zeigt daher den genauen Weichmachergehalt an (blaue Kurven). Die beiden nachfolgenden Abbauzustufen zeigen nahezu identische Massenverluste. Die Massenverluststufen verschieben sich zu niedrigeren Temperaturen (DTG-Peaks).



Walnussschale

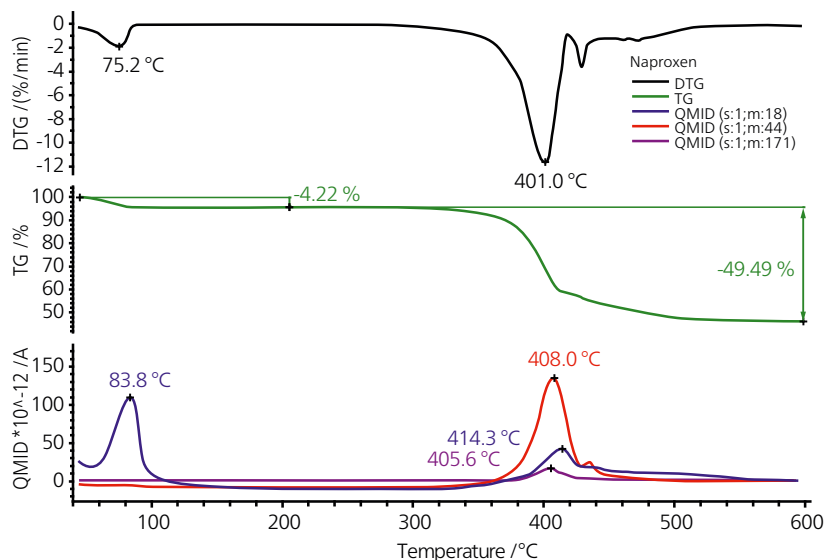
Biomasse kann als erneuerbare Energiequelle zur Erzeugung von Synthesegas oder als chemischer Precursor für die Herstellung von reinem Kohlenstoff verwendet werden. Hier ist Immediatanalyse einer Walnussschalenprobe gezeigt. Während der Trocknungsstufe bei 110 °C wurden 4,1 % der Feuchtigkeit freigesetzt. Die Aufheizung auf 800 °C in inerter Atmosphäre führte zu zwei sich überlappenden Pyrolysestufen von 64,5 %. Dabei wurden die organischen Bestandteile zersetzt. Nach dem Wechsel zu Luftatmosphäre wurde der Kohlenstoffgehalt von 27,9 % zu CO₂ verbrannt. Der Aschegehalt wurde aus der Restmasse von 3,4 % bestimmt.



Immediatanalyse von Walnussschale, TG-Kurve (grün), DTG-Kurve (schwarz), Temperaturprofil (rot gestrichelt)

Verschiedene Hydratformen von Naproxen-Natrium

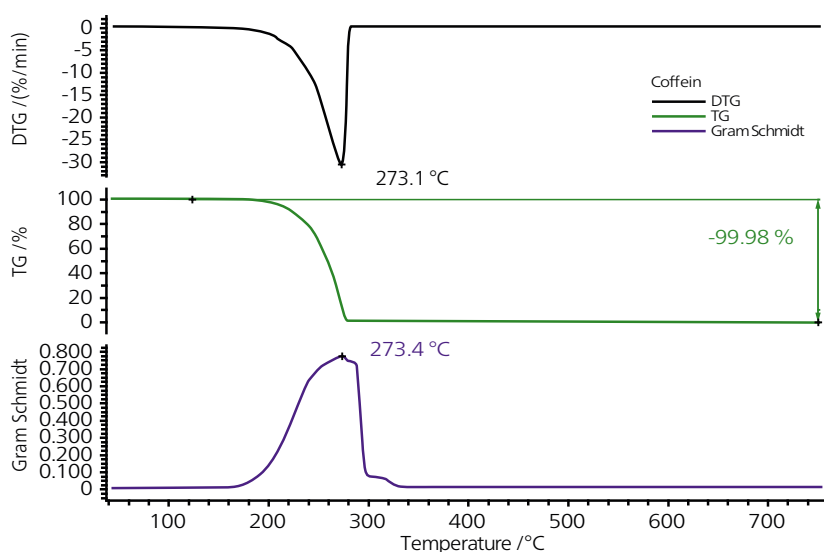
Naproxen-Natrium ist ein aktiver pharmazeutischer Wirkstoff (API), der zur Behandlung unterschiedlicher Schmerzen und Entzündungen eingesetzt wird. Er liegt als Anhydrat, Monohydrat, zwei Arten des Dihydrats und Tetrahydrats, vor. Beim Aufheizen mit 10 K/min tritt zunächst ein Massenverlust von 4,22 % bei 75 °C (DTG-Peak) auf, der durch die Freisetzung von Wasser verursacht wird ($m/z = 18$ mit einem Peak bei 84 °C, blaue Kurve). Dies liegt unter dem theoretischen Massenverlust einer Monohydratprobe (6,7%), der aus der Stöchiometrie berechnet wurde. Knapp oberhalb von 300 °C beginnt die Zersetzung von Naproxen-Natrium, wobei Wasser ($m/z = 18$), CO₂ ($m/z = 44$) und ein Kohlenwasserstofffragment mit $m/z = 171$ entstehen, was zu einem weiteren Massenverlust von fast 50 % bis 600 °C führt.



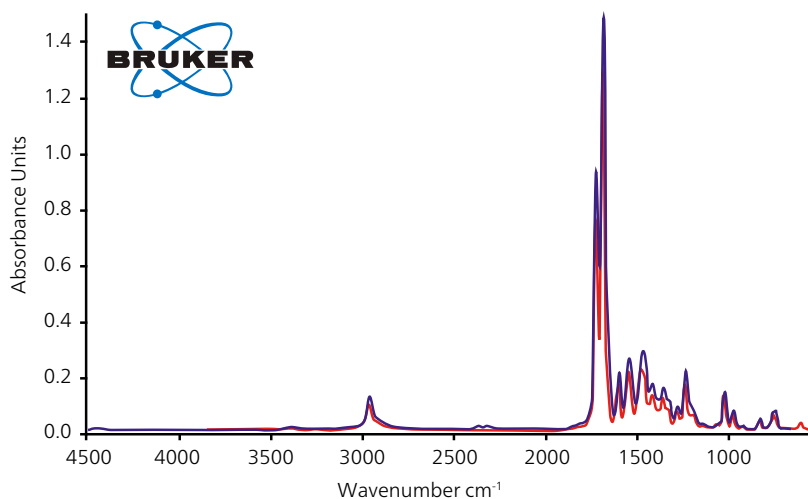
TG-MS-Messung an Naproxen in inerter Atmosphäre, Heizrate 10 K/min, Probeneinwaage 10 mg, TG-Kurve (grün), DTG (schwarz), Ionenstrom der Massen m/z 18, 44 und 171

Erweiterung der thermischen Analyse mit Kopplungstechniken

Die Thermogravimetrie ist ein universelles Werkzeug zur Charakterisierung von Festkörpern und Flüssigkeiten. Es fehlen jedoch chemische und analytische Informationen über die Vorgänge, die die Massenänderungen in der Probe verursachen. Die Emissionsgasanalyse (EGA) in Kombination mit Techniken wie der Quadrupol-Massenspektrometrie kann diese zusätzlichen Informationen liefern.



TG-FT-IR-Messung: TG-Kurve (grün), DTG-Kurve (schwarz) und Gram-Schmidt-Kurve (lila) in Stickstoffatmosphäre von RT bis 750 °C mit 10 K/min



Bei 285 °C gemessenes Spektrum (blau) und Bibliotheksspektrum von Koffein (rot)

Verdampfung von Koffein, gemessen mit TG-FT-IR

Die hohen Grenzflächentemperaturen der Transferleitung, des Kopplungsadapters und der FT-IR-Gaszelle von 370 °C ermöglichen den Nachweis der Koffeinverdampfung ohne Zersetzung oder Tailingeffekte.



Adapter und Transferleitung, je nach Kopplungslösung aufheizbar bis 400 °C

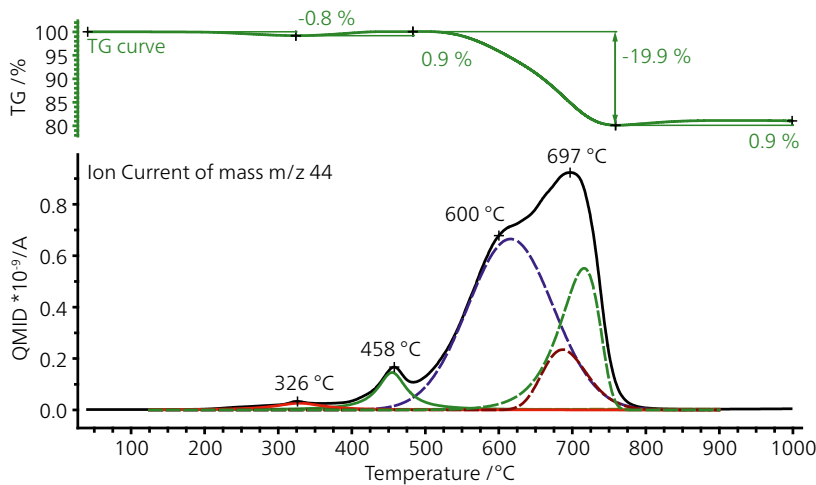


Bruker INVENIO
FT-IR-Spektrometer

externe TG-IR-
Box bis zu 370 °C

Massenspektroskopie zur Optimierung der Batterieleistung

Bestimmung der verschiedenen Kohlenstoffarten in einem Batterieanodenmaterial



Messung eines Anodenmaterials auf Kupferfolie (26 mg), Heizrate 10 K/min, unter synthetischer Luftatmosphäre; TG-Kurve (grün), Ionenstrom der Masse m/z 44 (schwarz)



Die Kenntnis der Kohlenstoffzusammensetzung von Anodenmaterialien ist entscheidend für die Optimierung der Batterieleistung. Dieses Beispiel zeigt die Analyse eines für Batterien geeigneten Anodenmaterials, das auf einer Kupferfolie aufgebracht ist. Durch die Kombination von thermischer Analyse und Massenspektrometrie konnte die Oxidation der Kupferfolie zusammen mit der Zusammensetzung verschiedener Kohlenstoffstrukturen wie Graphit, Ruß, Graphen und Kohlenstoff-Nanoröhren aufgezeichnet werden. Die damit verbundene CO₂-Emission dient als wertvoller Indikator, der Aufschluss über die verschiedenen Arten von Kohlenstoffstrukturen im Anodenmaterial gibt.

Anwendung der Peak Separation

Die in die Proteus®-Analyse integrierte Funktionalität Peak Separation bietet eine einzigartige Lösung zur Auflösung komplexer und sich überlagernder Peakformen. Die Anwendung dieses innovativen Tools auf die Emissionsdaten von CO₂ m/z 44 ermöglicht die Unterscheidung verschiedener Kohlenstoffarten auf Grundlage ihrer Partikelgrößenänderungen und der damit verbundenen Zersetzungstemperaturen. Diese Softwarefunktion erleichtert die genaue Identifizierung und Unterscheidung von Kohlenstoffarten und verbessert unser Verständnis ihrer Rolle in der Materialzusammensetzung.



TG 309 Libra®
Supreme

QMS 403 Aeolos® Quadro
bis zu 350 °C

Übersicht der Erweiterungen für Emissionsgasanalyse (EGA)

TG 309 *Libra*®

Durch Kopplung der TG 309 *Libra*® mit einer Gasanalysetechnik wie FT-IR (Fourier Transform-Infrarot), MS (Massenspektrometer) oder GC-MS (Gaschromatograph-Massenspektrometer) können zeit- und temperaturabhängige Informationen über die Art der freigesetzten Gase gewonnen werden, die als Fingerabdruck des untersuchten Materials dienen.

Kopplung FT-IR

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

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 änderndem Dipolmoment werden anhand ihres typischen Absorptionsspektrums identi- fiziert, wodurch komplexe Gasmi- schungen spektroskopisch aufge- trennt werden können.

PERSEUS TG 309 *Libra*®

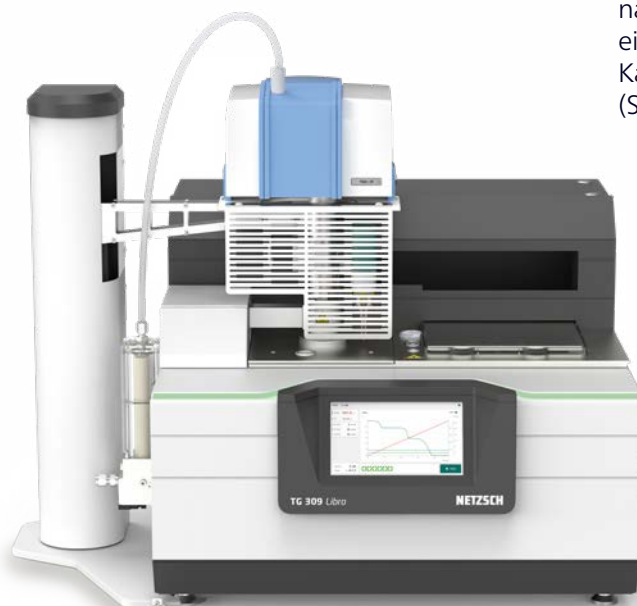
Mit der *PERSEUS* TG 309 *Libra*® wurde ein TG-FT-IR-System konzi- piert, das die perfekte Kopplung einer Thermowaage und eines kompakten FT-IR-Spektrometers von Bruker Optik darstellt. Das System integriert beide Systeme und setzt neue Maßstäbe in modernen Kopplungstechniken. Die eingebaute, beheizbare Gaszelle ist direkt mit dem Gasausslass des TG-Ofens verbunden. Das kleine Volumen des kurzen Gastransferwegs sorgt für einen schnellen Transport bei gleichzeitig geringem Platzbedarf des Gerätes.

Kopplung mit MS

Materialforschung und -charakteri- sierung auf höchstem Niveau lassen sich durch die Kopplung der TG 309 *Libra*® mit dem Quadrupol-Massen- spektrometer QMS 403 *Aëolos*® Quadro realisieren. Sämtliche freigesetzten Gase werden über eine bis zu 300 °C beheizbare Quarzglaskapillare direkt in die Elektronenstoß-Ionenquelle des MS geleitet.

Kopplung an GC-MS

Die GC ist eine hochauflösende Technik für flüchtige und halb- flüchtige Verbindungen. Die Gasmischungen werden aufgrund der Unterschiede in der Kompen- tenverteilung zwischen einer statio- nären Phase (z.B. Innenbeschichtung einer Kapillare und einer mobilen Kapillare) und einer mobilen Phase (Spülgas; z.B. Helium) aufgetrennt.



PERSEUS TG 309 *Libra*®

Technische Eckdaten

TG 309 Libra®			
	Classic	Select	Supreme
Temperaturbereich	(10 °C) RT bis 1025 °C	(10 °C) RT bis 1025 °C/1100 °C	(10 °C) RT bis 1100 °C
Heizrate	0,001 K/min bis 300 K/min	0,001 K/min bis 300 K/min	0,001 K/min bis 300 K/min
Auflösung der Waage	50 ng	20 ng	10 ng
Kühlzeit ¹	In Stickstoff: ≈ 12 min von 1100 °C bis 100 °C In Helium: ≈ 5 min von 1100 °C bis 100 °C, ≈ 10 min bis 25 °C		
Max. Probeneinwaage/ Messbereich	2 g (einschließlich Tiegel)	2 g (einschließlich Tiegel)	2 g (einschließlich Tiegel)
AutoVac	Automatisches Evakuieren und Wiederbefüllen des Spülgases; optional erhältlich bei Auswahl des MFC		
Temperaturauflösung	0,001 K	0,001 K	0,001 K
Temperaturgenauigkeit ²	± 0,3 K (nach Kalibrierung mittels c-DTA®, Indium)		
Temperaturkalibrierung	c-DTA®, auch zur Erfassung endo- und endothermer Effekte; Curie-Standards		
Temperaturstabilität ³	Peak-zu-Peak: 0,03 K RMS: 0,005 K	Peak-zu-Peak: 0,03 K RMS: 0,005 K	Peak-zu-Peak: 0,03 K RMS: 0,005 K
Temperaturpräzision ⁴	0,15 K	0,15 K	0,15 K
Vakuumdichtigkeit	1 mbar	<< 10 ⁻¹ mbar	<< 10 ⁻¹ mbar
Integrierter 4-fach MFC	□	□	■
Integrierter 3-fach MFC	□	□	-
Emissionsgasanalyse	□	□	□
ASC mit 192+12-Positionen	-	□	□
ASC mit 20-Positionen	□	-	-
Anstechvorrichtung	-	□	□
Farb-Touch-Display	□	■	■
Unbegrenzte Garantie ⁵	□	□	□

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

2 Maximale Abweichung zwischen Mess- und Literaturwert (Indium)

3 Messungen bei unterschiedlichen isothermen Temperaturen

4 Standardabweichung auf Basis von 10 Messungen

5 In Zusammenhang mit einem Wartungsvertrag

■ beinhaltet

□ optional

Die inhabergeführte NETZSCH Gruppe ist ein weltweit führendes Technologieunternehmen, das sich auf den Maschinen-, Anlagen- und Gerätebau spezialisiert hat.

Unter der Führung der Erich NETZSCH B.V. & Co. Holding KG besteht das Unternehmen aus den drei Geschäftsbereichen Analysieren & Prüfen, Mahlen & Dispergieren sowie Pumpen & Systeme, die branchen- und produktorientiert ausgerichtet sind. Ein weltweites Vertriebs- und Servicenetz gewährleistet Kundennähe und kompetenten Service 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@netsch.com
<https://analyzing-testing.netsch.com>



NETZSCH®

www.netsch.com