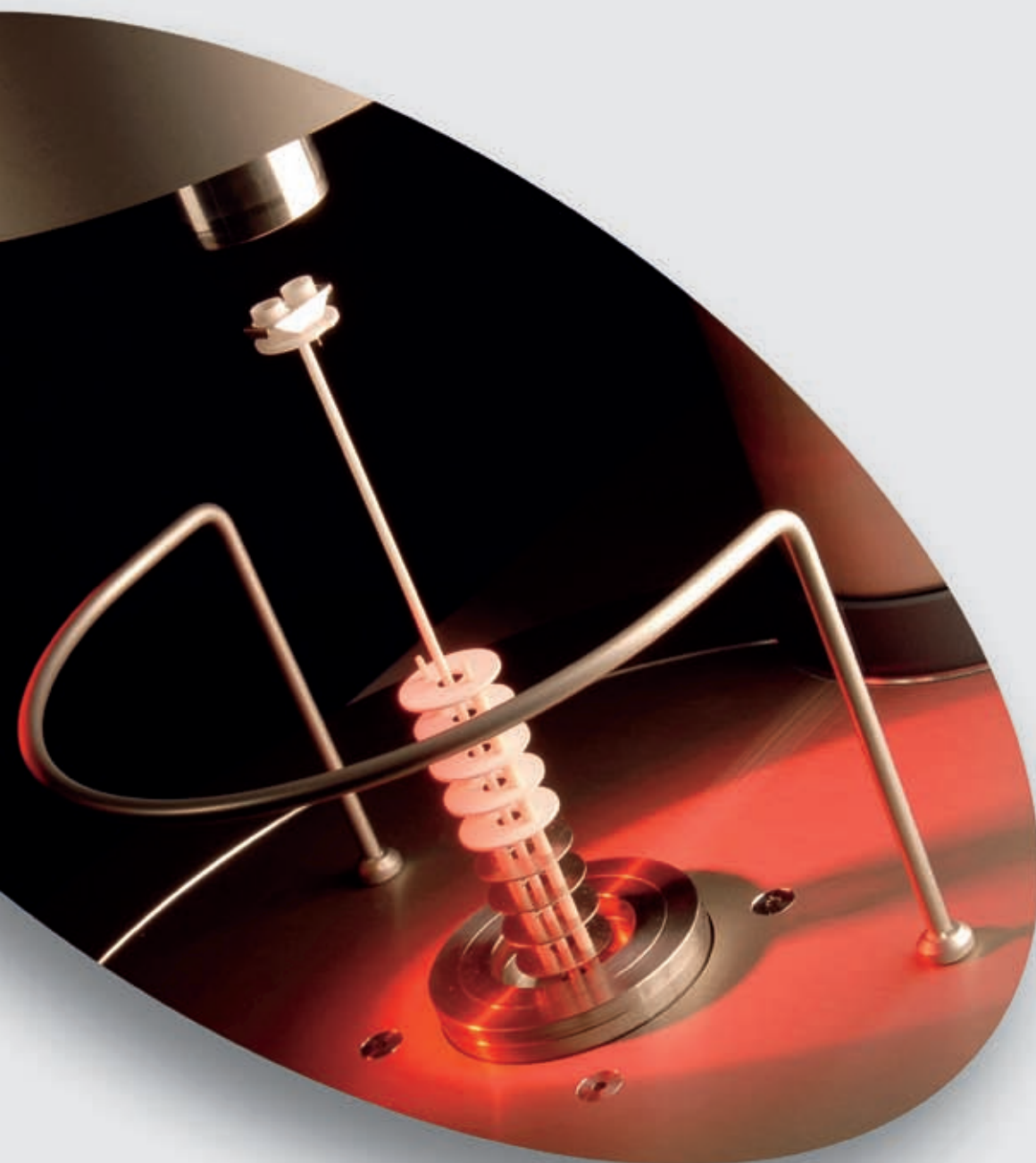


Simultane Thermische Analyse

**NETZSCH**



Leading Thermal Analysis.

STA 449 **F3**  
*Jupiter*<sup>®</sup>

# STA 449 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> – 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 Probenriegel 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 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> 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.

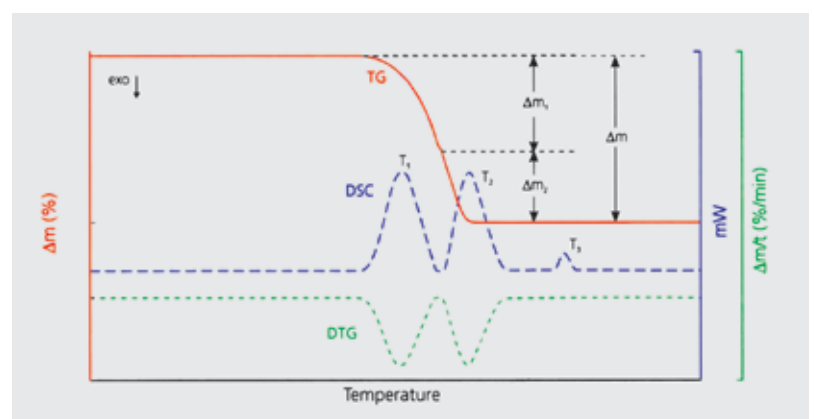


## DSC-Analysemöglichkeiten:

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

## TG-Analysemöglichkeiten:

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



Typische Messsignale in einer STA

# Simultane Thermoanalyse-Apparatur STA 449 *F3 Jupiter*<sup>®</sup>

Die STA 449 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> ist eine flexible und leicht zu bedienende Apparatur zur gleichzeitigen Bestimmung von kalorischen Effekten (Umwandlungstemperaturen und -enthalpien) und Massenänderungen. Durch Nutzung des optimalen Ofens, Einbau des idealen Sensors und Verwendung des richtigen Zubehörs kann die oberhalbige Thermoanalyse-Apparatur an fast jede Applikation angepasst werden. Sie vereint eine Hochleistungs-Wärmefluss-DSC mit einer Thermo- waage mit einer Auflösung im Mikrogramm-Bereich.

Die STA 449 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> ist ein robustes System für hochwertige

TG- und DSC-Messungen. Mit der Thermowaage können Proben bis 35 g (der Messbereich beträgt ebenfalls 35 g) gemessen werden. Die Auflösung dieses stabilen Wägesystems ist 1 µg. Durch Verwendung verschiedener austauschbarer Sensoren und Öfen lässt sich ein Temperaturbereich von -150 °C bis 2000 °C abdecken. Verschiedene Pumpensysteme sowie optionale Massenflussmesser erlauben Messungen unter definierten Atmosphären. Eine Doppelhub- vorrichtung und der automatische Probenwechsler (ASC) sind ebenfalls optional erhältlich; dadurch lässt sich der Probendurchsatz deutlich erhöhen.

Unterschiedliche TG-DSC-Sensoren bieten "echte" DSC-Ergebnisse über einen weiten Temperaturbereich (-150 °C bis 1750 °C). TG- und TG-DTA-Sensoren können für höchste Temperaturen bis zu 2000 °C eingesetzt werden.

Der optimierte Geräteaufbau, die bedienerfreundliche Software und das flexible Design, zusammen mit der großen Auswahl an verschiedenen Optionen, machen die Apparatur zum idealen Werkzeug für die Qualitätskontrolle und Material- charakterisierung in Ihrem Labor.

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 F3 Jupiter® – Zukunftsweisende Technologie

## Oberschalige Anordnung - der Standard für Thermowaagen

Die STA 449 F3 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.

## Hohe Auflösung, geringe Drift

Das Wägesystem der STA 449 F3 Jupiter® erlaubt höchste Probenein-

waagen (bis zu 35 g), hohen Messbereich (35 g) sowie eine hohe Auflösung (1 µg) und geringe Drift (im Mikrogrammbereich über Stunden).

## Vakuumdichte Ausführung - definierte Atmosphärenbedingungen

Die STA 449 F3 Jupiter® ist vakuumdicht. Durch Anschluss von verschiedenen wählbaren Pumpensystemen ist eine Evakuierung bis zu 10<sup>-2</sup> mbar möglich sowie ein Wiederbefüllen mit definierten Atmosphären. Das OTS™-Zubehör ermöglicht eine weitere

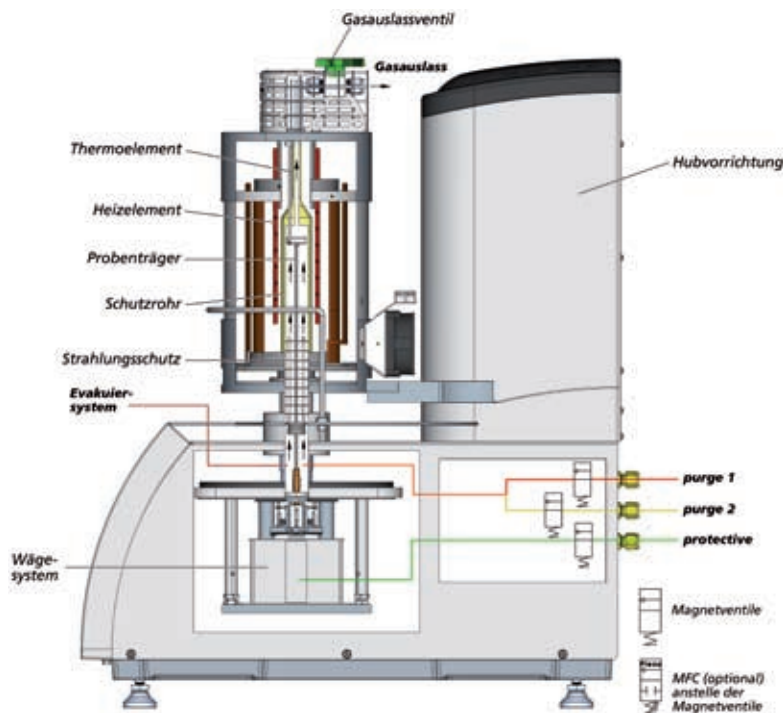
Reduzierung des Sauerstoffgehalts in der Probenatmosphäre.

## Verschiedene Gasflussregelungen

Der Gasfluss wird im Allgemeinen über Fritten, die in den 3 Gasflusskanälen (2 Spülgase, 1 Schutzgas) eingebaut sind, geregelt. Zusammen mit den optionalen Massenflussreglern (MFC) für Spül- und Schutzgase bietet dies eine optimale Kontrolle der Gasatmosphäre an der Probe (z.B. reine inerte Bedingungen, definierte Spülraten). 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 F3 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 °C bis 1000 °C	flüssiger Stickstoff
Platin-Ofen	RT bis 1500°C	Luft
Siliciumcarbid-Ofen	RT bis 1550°C	Luft
Rhodium-Ofen	RT bis 1650°C	Luft
Grafit-Ofen	RT bis 2000°C	Leitungswasser
Wasserdampf-Ofen	RT bis 1250°C	Luft

### Verschiedene Sensoren

Die STA 449 **F3 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 Probestoffen 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

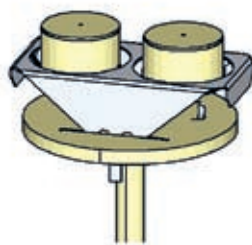
Ein automatischer Probenwechsler für bis zu 20 Proben ist optional erhältlich. Dieser sorgt für eine optimale Tiegelplatzierung und maximalen Probendurchsatz. So sind Messungen über Nacht oder auch am Wochenende möglich. Durch vorher festgelegte Makros kann die Software automatisch Analysen durchführen.

### Innovative Software

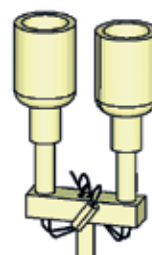
Optional erhältliche Software-Erweiterungen, wie *BeFlat*® und DSC-Correction, erlauben eine automatische Basislinienkorrektur sowie eine Berücksichtigung der Systemzeitkonstanten. Alle Routinen werden von der Software unterstützt und können für Ihre speziellen Messbedingungen optimiert werden. Die Rohdaten sind trotzdem jederzeit verfügbar.



TG



TG-DSC- $c_p$



TG-DTA

### Sensoren:

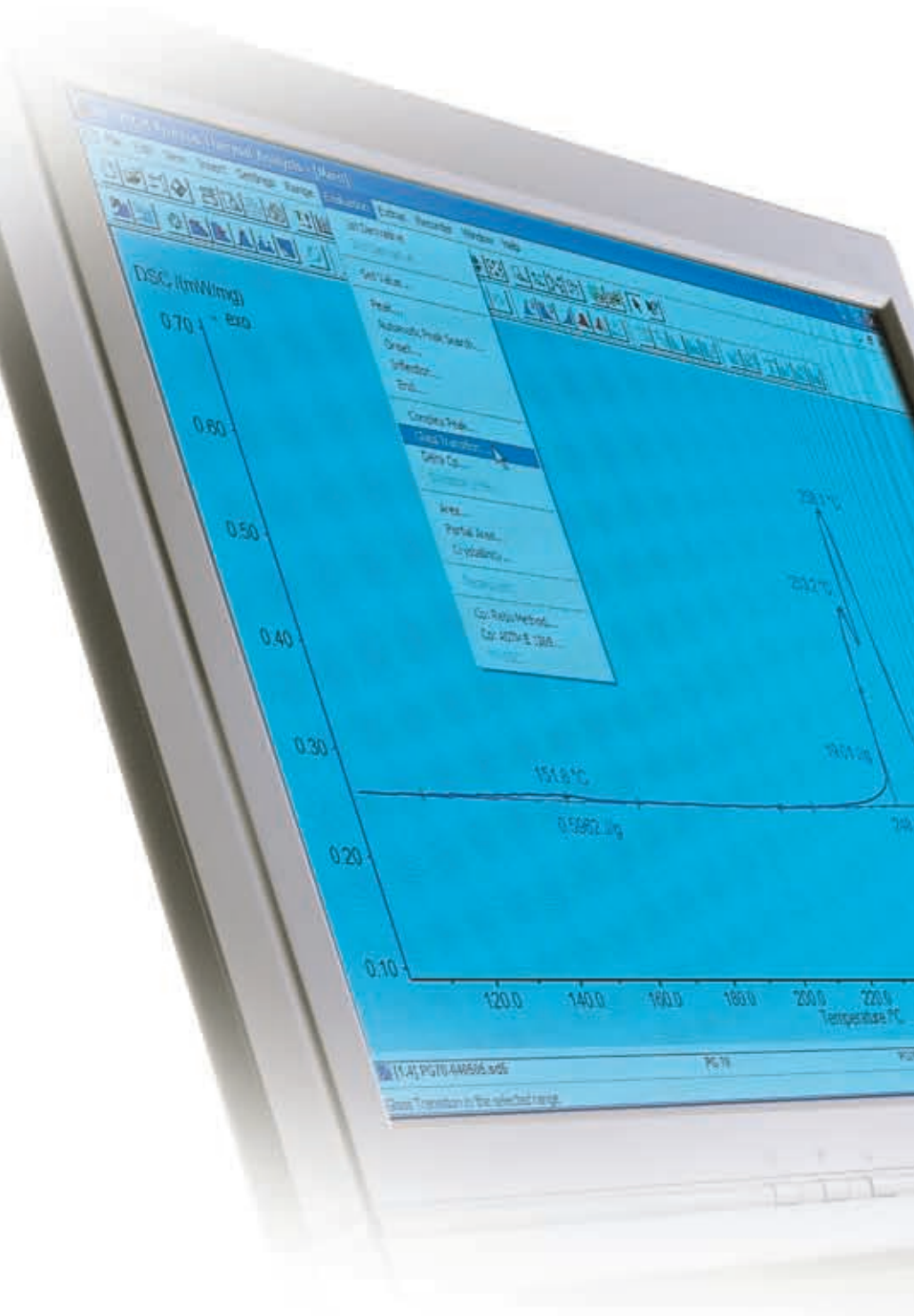
Sensor-Thermoelement	Temperaturbereich	Sensortyp	Atmosphäre
Typ E	-150 °C bis 700 °C	TG, TG-DTA, TG-DSC ( $c_p$ )	inert, oxid., vak.
Typ K	-150 °C bis 800 °C	TG, TG-DTA, TG-DSC ( $c_p$ )	inert, oxid., red., vak.
Typ S	RT bis 1650 °C	TG, TG-DTA, TG-DSC ( $c_p$ )	inert, oxid., red., vak.
Typ B	150 °C bis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

# STA 449 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> – *Proteus*<sup>®</sup>-Software

Die STA 449 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> läuft unter einer 32-bit Windows<sup>®</sup>-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<sup>®</sup> XP und Vista<sup>®</sup>- (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



Certified ISO 9001 by

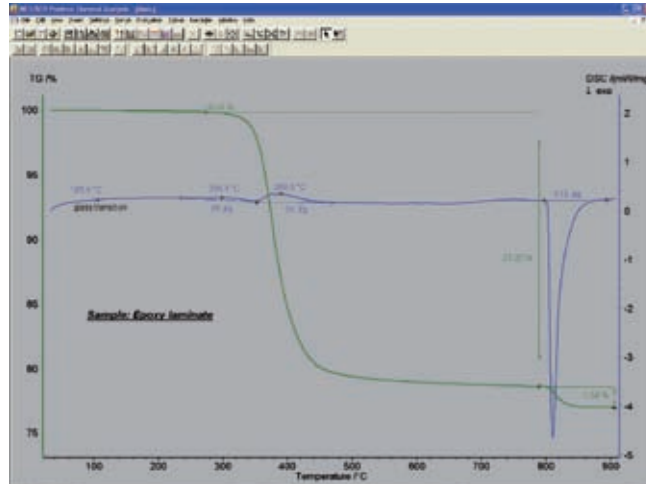


### DSC-spezifische Merkmale:

- Bestimmung von Onset-, Peak-, Wendepunkt- und Endtemperaturen
- Automatische Peaksuche
- Umwandlungsenthalpien: Analyse von Peakflächen (Enthalpien) mit wählbarer Basislinie und Teilpeakflächenanalyse unter Berücksichtigung von Massenänderungen
- Umfassende Analyse von Glasübergängen
- Automatische Basislinienkorrektur
- Bestimmung des Kristallinitätsgrads
- O.I.T. (oxidative induction time)-Auswertung
- Bestimmung der spezifischen Wärme (optional)
- *BeFlat*® zur automatischen Basislinienkorrektur (optional)
- DSC-Correction (optional): Auswertung von exo- und endothermen Effekten unter Berücksichtigung von System-Zeitkonstanten 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)
- *Super-Res*® für umsatzratengesteuerte Temperaturführung (optional)



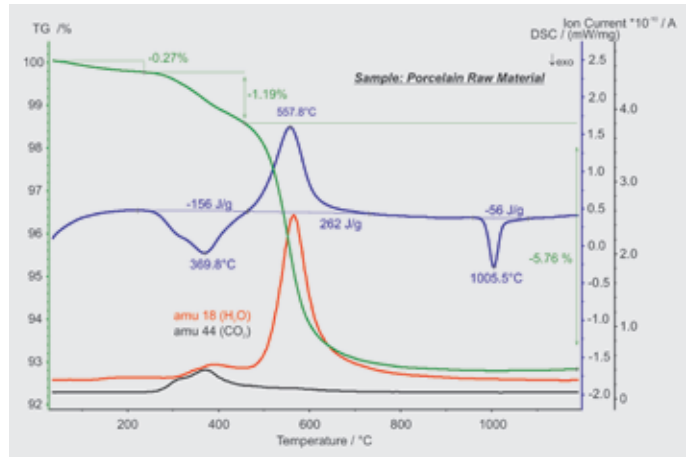
### Advanced Software (optional):

- Peakseparation-Software: Auftrennung und Auswertung von überlappenden Phasenumwandlungen
- *NETZSCH Thermokinetics*: Basierend auf der mehrstufigen kinetischen Analyse von bis zu 16 Kurven wird die erweiterte Charakterisierung von Reaktionen und die Bestimmung von kinetischen Parametern bis hin zu Prozessvorhersagen ermöglicht
- Reinheitsbestimmung

# STA 449 F3 Jupiter® – Applikationen

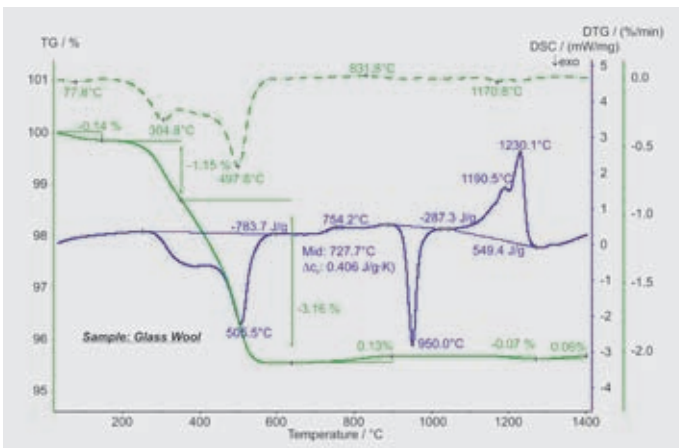
## Charakterisierung von Porzellanrohmaterial

Die STA-Messung an Porzellanrohmaterial zeigt drei Massenverluststufen: Unterhalb etwa 250 °C erfolgte die Abgabe von Feuchte und zwischen etwa 250 °C und 450 °C die Verbrennung von organischem Binder (Entbinderung), bei der 156 J/g an Energie frei wurde. Oberhalb 450 °C fand die Entwässerung von Kaolin mit einem Energieaufwand von 262 J/g statt. Die Massenspektrometersignale der Massenzahlen 18 und 44 spiegeln die entsprechende Freisetzung von H<sub>2</sub>O und CO<sub>2</sub> wider. Der exotherme DSC-Peak bei 1006 °C mit einer Enthalpie von -56 J/g ist auf eine Festkörperrumwandlung zurückzuführen.



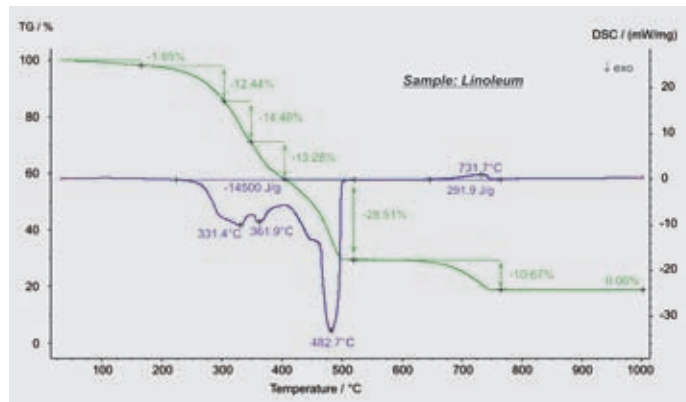
## Baustoff: Glaswolle

Glaswolle wird häufig zur Isolierung, z.B. von Wohngebäuden oder Heizungsrohren, verwendet. Die STA-Messung zeigt unterhalb etwa 600 °C drei Massenverluststufen, die auf die Abgabe von Feuchte sowie auf die Verbrennung von organischem Binder zurückzuführen sind. Letzteres erkennt man an dem stark exothermen DSC-Signal in diesem Bereich. Die Stufe im DSC-Signal bei 728 °C aufgrund eines  $c_p$ -Anstiegs um 0,41 J/(g·K) rührt vom Glasübergang her. Der exotherme DSC-Peak bei 950 °C mit einer Enthalpie von -287 J/g ist auf Kristallisation, die endothermen Effekte zwischen etwa 1050 °C und 1250 °C mit einer Gesamtenthalpie von 549 J/g auf Schmelzen zurückzuführen. Die leichten Massenanstiege bzw. Massenverluste oberhalb 700 °C rühren höchstwahrscheinlich von Oxidation bzw. Verdampfen von Verunreinigungen her.



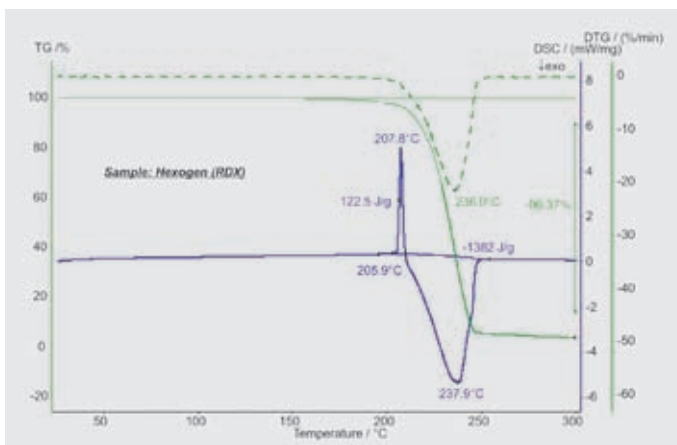
## Verbrennung von Linoleum

Der Baustoff Linoleum wurde bereits 1863 entwickelt und findet meist als Fußbodenbelag Verwendung. Linoleum gilt als sehr robust und hat auch bei geringer Dicke bereits eine dämmende Wirkung. Die STA-Messung spiegelt die natürlichen Inhaltsstoffe des Linoleums wider: Nach dem Entweichen von Feuchte unterhalb etwa 150 °C erfolgte zwischen etwa 200 °C und 500 °C die schrittweise stark exotherme Verbrennung von Leinöl, natürlichen Harzen, Kork- und Holzmehl und dem Trägermaterial Jute; die gesamte Verbrennungsenergie betrug 14,5 kJ/g. Zwischen 600 °C und 750 °C fand die endotherme Zersetzung des Füllstoffs  $\text{CaCO}_3$  (Kreide) statt. Oberhalb 750 °C blieb die Masse der Probe konstant.



## Charakterisierung von Sprengstoff

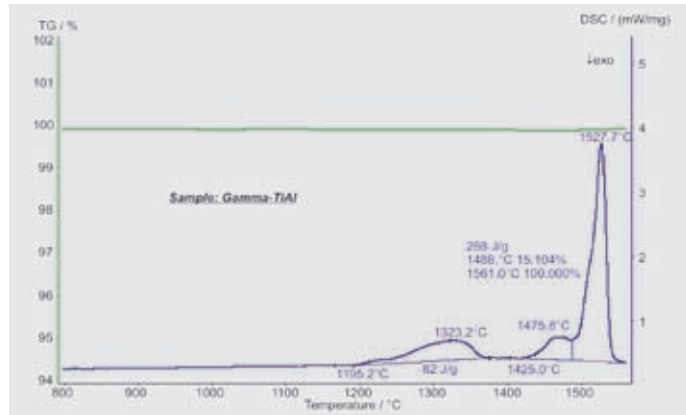
Der hochbrisante Sprengstoff Hexogen (auch als RDX, T4 etc. benannt) beginnt bereits ab etwa 150 °C zu sublimieren, wie an der TG-Kurve zu erkennen ist. Der endotherme DSC-Peak bei einer Onsettemperatur von 206 °C mit einer Enthalpie von 123 J/g ist auf Schmelzen der Probe zurückzuführen. Zwischen etwa 200 °C und 250 °C verläuft bereits die stark exotherme Zersetzung, bei der die Energie 1,38 kJ/g frei wird. Das Experiment wurde mit einer Einwage von nur 2,32 mg mit einer Heizrate von 5 K/min in synthetischer Luftatmosphäre durchgeführt.



# STA 449 F3 Jupiter® – Applikationen

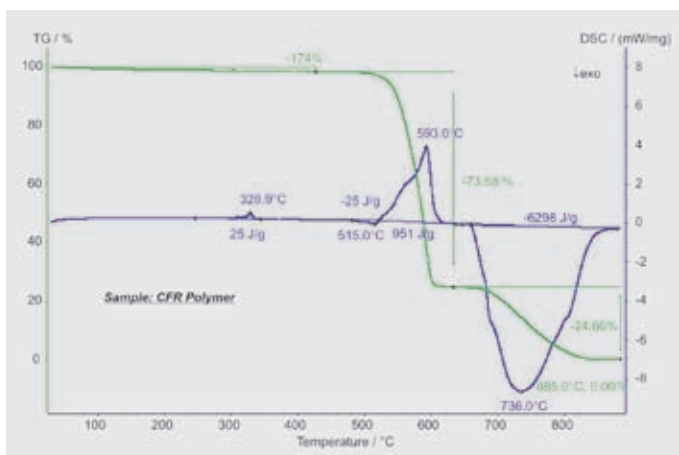
## Phasenumwandlungen von $\gamma$ -TiAl

Der Hochleistungswerkstoff  $\gamma$ -TiAl zeichnet sich vor allem durch hohe Temperatur- und Korrosionsbeständigkeit bei geringem Gewicht aus. Er wird z.B. in Turboladern, Turbinen, Motoren und in der Luft- und Raumfahrttechnik eingesetzt. Ab einer extrapolierten Onsettemperatur von 1195 °C zeigt das DSC-Signal einen endothermen Effekt (Peaktemperatur 1323 °C), der auf die strukturelle  $\alpha_2 \rightarrow \alpha$ -Umwandlung zurückzuführen ist. Bei 1476 °C (DSC-Peaktemperatur) findet die  $\alpha \rightarrow \beta$ -Umwandlung statt. Der DSC-Peak bei 1528 °C rührt vom Schmelzen der Probe her (Onset etwa bei 1490 °C, Liquidustemperatur etwa bei 1560 °C). Während der Messung wurden keine signifikanten Massenänderungen beobachtet.



## Zusammensetzung von Verbundwerkstoffen

Kohlefaserverstärkte Kunststoffe sind Verbundwerkstoffe, die aus einer Kunststoffmatrix und eingebetteten Kohlefasern bestehen. Sie sind sehr leicht und besitzen dennoch eine hohe Festigkeit und Steifigkeit. Daher eignen sie sich sehr gut für den Einsatz im Automobilbau und für die Luft- und Raumfahrt. Die STA-Messung zeigt bei 329 °C einen endothermen DSC-Peak mit einer Enthalpie von 25 J/g, der auf Schmelzen der Polymermatrix zurückzuführen ist. Zwischen etwa 480 °C und 620 °C findet die pyrolytische Zersetzung des Polymers statt. Bei 650 °C wurde die Gasatmosphäre von  $N_2$  auf  $O_2$  umgeschaltet, was die stark exotherme Verbrennung des Kohlefasersanteils (24,7 %) zur Folge hat. Die Restmasse von 0,0 % am Ende des Experiments zeigt an, dass keine weiteren anorganischen Füllstoffe oder Glasfasern in der Probe waren.



# STA 449 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> – 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 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> 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 *F3 Jupiter*<sup>®</sup> 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.

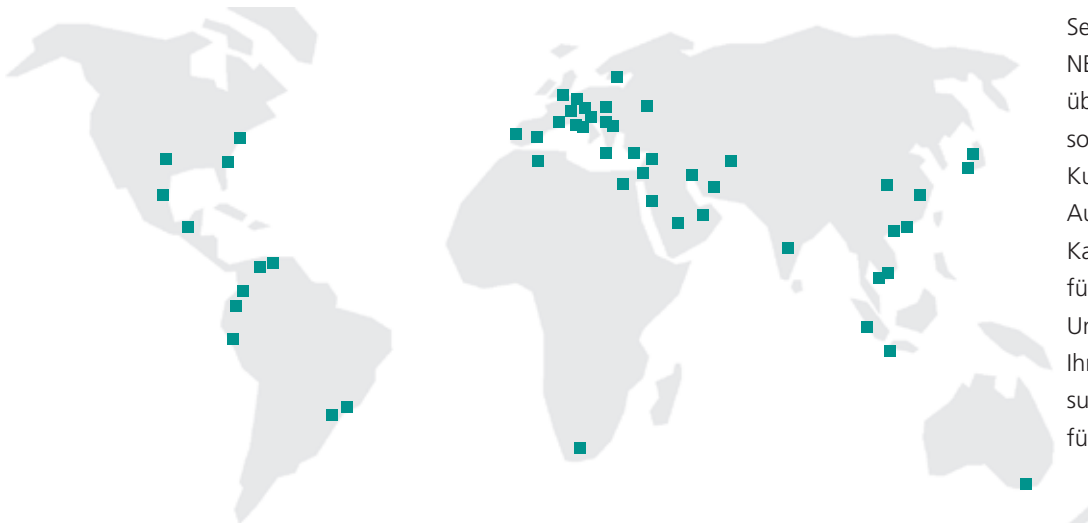


## Weltweites Vertriebs- und Service-Netzwerk

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 **F3 Jupiter**® ist das ideale Werkzeug für die tägliche Arbeit in Ihrem Labor. Generell wird sie in folgenden Bereichen eingesetzt:

- Produktentwicklung
- Qualitätssicherung
- Schadensanalyse

Die STA 449 **F3 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 **Epsilon** (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 **F3 Jupiter**® sind:

- Maximale Flexibilität
- Spitzenqualität
- Einfache Handhabung
- Große Auswahl an Zubehör
- Niedrige Betriebskosten

NETZSCH bietet eine vollständige Palette an Tief- und Hochtemperatur-Analysegeräten für den Temperaturbereich von -260 °C bis 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/Deutschland  
Telefon: +49 9287 881-0 · Telefax: +49 9287 881-505  
E-mail: at@netzsch.com

www.netzsch.com