

## Modern Instruments

### NEUE THERMOGRAVIMETRISCHE ANALYSEGERÄTE

Sartorius Werke GmbH, Göttingen, B. R. D.

#### THERMOMAT S

Unter der Typenbezeichnung Thermomat S stellen die Sartorius-Werke GmbH, Göttingen, ein neues thermogravimetrisches Analysengerät mit Magnet-Schwebewaage vor.

Der Thermomat kann universell in Forschung und Industrie eingesetzt werden und wurde mit dem Ziel konstruiert, ein kompaktes Meßgerät zur Durchführung thermogravimetrischer Analysen, insbesondere der Simultananalyse (TG, DTG, DTA), zu schaffen.

Die hauptsächlichsten Anwendungsgebiete sind thermogravimetrische Untersuchungen in einem Analysengang, thermochemische Untersuchungen, Erfassung der Reaktionskinetik, Pyrolyse, Dehydrations-Untersuchungen, Korrosions-

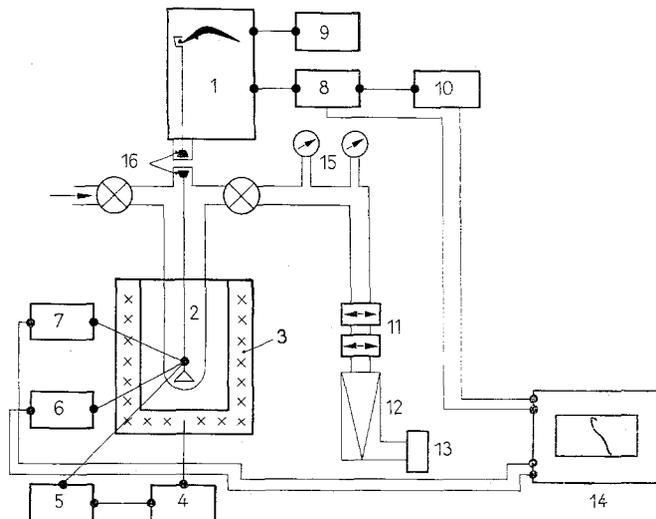


Abb. 1. Prinzipdarstellung des Thermomaten S. 1. Magnetische Schwebewaage. 2. Probenraum. 3. Heizer. 4. Temperaturprogramm-Regler. 5. Temperaturregler. 6. Temperaturmessung. 7. DTA-Meßzusatz. 8. Gewichtsmessung. 9. Thermostat. 10. DTG-Gerät. 11. Kühlfallen. 12. Diffusionspumpe. 13. Wasserstrahlpumpe. 14. Kompensationsschreiber. 15. Vakuumpumpe. 16. Schwebeteil

messungen, Kalzinierung von Mineralien, thermische Zersetzung von Festkörpern, Messung von Verdampfungsgeschwindigkeiten, heterogene Katalyse u.a.

Als ein Anwendungsbeispiel sei die thermische Zersetzung von Silberkarbonat in Silberoxid und anschließend zu Silber genannt.

Der Thermomat besteht aus folgenden Baueinheiten (Abb. 1):

### *1. Magnetische Schwebewaage*

Die Sartorius-Schwebewaage eröffnet neue Möglichkeiten zur gravimetrischen Untersuchung von Proben in verschiedenen Atmosphären, insbesondere in aggressiven Gasen und Dämpfen ( $\text{H}_2\text{O}$ ,  $\text{HCl}$ ,  $\text{NH}_3$ ), da zwischen Waagebalken und Probe keinerlei mechanische Verbindung besteht. Wägesystem und Probenraum sind hermetisch voneinander getrennt, so daß üblicherweise vorhandene Einschränkungen in der Wahl des Arbeitsgases entfallen.

Die Kraftankopplung der Probe an das Wägesystem erfolgt durch eine elektronisch gesteuerte magnetische Aufhängung des Probenhalters mittels Schwebemagnet.

Durch diese Konstruktion werden gravimetrische Messungen nicht nur in bestimmten Atmosphären, sondern auch in strömenden Gasen und bei tiefen und hohen Temperaturen sowie unter verschiedenen Drücken vom Normaldruck bis zum Hochvakuum möglich.

Wie die übrigen elektronischen Sartorius-Waagen arbeitet auch dieses Modell nach dem Prinzip der automatischen elektromagnetischen Kraftkompensation mit dem bekannten Merkmal einer verschwindend geringen Balkenauslenkung und bietet den Vorteil der elektrischen Meßwertausgabe, die das Registrieren veränderlicher Gewichtsgrößen mittels Kompensationsschreiber ermöglicht.

Die magnetische Sartorius-Schwebewaage ist eine Substitutionswaage. Schaltgewichte, elektrische Gewichtskompensation und ein elektrischer Tarausgleich erlauben eine Gewichtsbestimmung bis zu einer Höchstlast von 30 g. Die kleinste erfaßbare Gewichtsgröße ist  $10\ \mu\text{g}$ .

### *2. Vakuumanlage*

Die Vakuumanlage besteht aus mehreren Komponenten. Alle Bauelemente des Vakuumsystems sind auf die Verwendungsfähigkeit in aggressiven Medien abgestimmt.

Das eigentliche Pumpsystem besteht aus einer Diffusionspumpe in Verbindung mit einer Wasserstrahlpumpe als Vorpumpe und einer Quecksilberdiffusionspumpe als Hochvakuumpumpe. Um eine Dampfdruckdiffusion in dem Wägeraum zu verhindern, sind zwei Kühlfallen eingebaut. Die Vakuumanlage gestattet es, ein Hochvakuum von  $10^{-6}$  Torr zu erzeugen. Gleichzeitig ist es möglich, bei beliebigem Grob- und Feinvakuum zu arbeiten. Eingebaute Druckmeßgeräte erlauben die Druckmessung im gewünschten Druckmeßbereich. Über ein Dosierventil ist die Gaszufuhr regelbar.

### 3. Heizeinrichtung

Für den Thermomat S sind zwei Typen von Rohröfen vorgesehen. Ein Nieder-temperaturofen bis zu 1100° und ein Hochtemperaturofen bis zu 1700°. Die Öfen besitzen induktionsfreie Heizelemente. Der Temperaturprogrammregler erlaubt die programmierte Steuerung der Temperatur: Aufheizgeschwindigkeiten von 0.5 bis 25°/min sind wählbar. Ein linearer Temperaturanstieg gewährleistet die reproduzierbare Messung der gleichen Probe. Die automatische Regeleinheit erlaubt das isotherme Arbeiten bei jeder vorwählbaren Temperatur innerhalb des Temperaturbereiches der Ofenanlage.

### 4. Differentialthermogravimetrischer Meßzusatz

Mit Hilfe eines elektronisch arbeitenden Differenziergerätes wird aktiv die differentielle Gewichtsabnahme bestimmt. Neben der laufenden Registrierung der Gewichtsänderung gibt der Differentialquotient eine Aussage über Ausmaß und Geschwindigkeit von chemischen Reaktionen (DTG-Kurve). Die Messung kalorischer Größen wird über Thermolemente im Probenraum ermöglicht. Die erfaßbaren Meßgrößen sind Reaktionswärmen zur Berechnung von Umwandlungsenthalpien (DTA-Kurve).

### 5. Registriergerät

Ein eingebauter 4-Linien-Kompensationsschreiber registriert kontinuierlich simultan die Gewichtsänderung, die Temperatur, die DTG-Kurve und die DTA-Kurve.

## THERMO-GRAVIMAT

Der Thermo-Gravimat der Sartorius-Werke GmbH ist das erste Gerät, mit dem sich alle thermogravimetrischen Arbeitsmethoden in einem weiten Temperatur- und Druckbereich durchführen lassen. Als kompaktes Meßgerät ist es universell in Forschung und Industrie einsetzbar.

Hauptsächliche Anwendungsgebiete sind unter anderem:

*Simultane thermogravimetrische Analysen* als Standardmethode für Kunststoffe, metallische und keramische Werkstoffe

*Isotherme Gravimetrie* zur Erfassung reaktionskinetischer Daten und katalytischer Vorgänge

*Isotherme/isobare Gravimetrie* zur Oberflächen- und Porenbestimmung von Festkörpern (BET-Methode) durch Aufnahme der Sorptionsisothermen

*Bestimmung von Ad- und Absorptionenthalpien und Aufnahme von Phasendiagrammen*

*Lösung von Gasen* in Festkörpern und Flüssigkeiten

*Untersuchung* von Trocknungs- und Zersetzungsprozessen

Durch die Automatisierung der Meßvorgänge wird die Bedienung des Gerätes wesentlich vereinfacht bei gleichzeitiger hoher Empfindlichkeit und Genauigkeit. Alle Apparaturteile sind in einem Geräteschrank eingebaut. Alle thermogravimetrischen Arbeiten lassen sich ohne Umbauten und Zusätze direkt durchführen.

Der Thermo-Gravimat besteht aus folgenden Baueinheiten:

### *1. Vakuum-Mikrowaage*

Die elektronische Vakuum-Mikrowaage erlaubt die Wägung von Substanzen bei beliebiger Änderung des Druckes, der Atmosphäre und der Temperatur des Wägegutes.

Durch Verwendung eines thermisch hochstabilen metallisierten Quarzrohres als Waagebalken werden physikalisch optimale Meßbedingungen geschaffen.

Da die Waage streng symmetrisch aufgebaut ist, können Auftriebsfehler auf ein Mindestmaß beschränkt werden.

Das Wägesystem ist in einem Spezialstahlgehäuse untergebracht. Hierdurch werden Störeinflüsse, die durch Temperaturschwankungen und mechanische Schwingungen hervorgerufen werden, weitgehend herabgesetzt.

Die Vakuum-Mikrowaage arbeitet nach dem Prinzip der selbsttätigen Kraftkompensation. Das von der zu wägenden Masse oder Massendifferenz erzeugte mechanische Drehmoment ruft ein elektromagnetisches Gegendrehmoment hervor, wodurch der Waagebalken in Gleichgewicht gehalten wird. Der hierzu notwendige Kompensationsstrom stellt sich automatisch ein und ist ein Maß für die gesuchte Gewichtsgröße.

Es stehen 9 Meßbereiche zur Verfügung. Mittels einer automatisch arbeitenden elektrischen Gewichtskompensation stehen Wägebereiche von 20 mg bis 2 g zur Verfügung. Je nach zu erwartender Gewichtsveränderung und benötigter Meßgenauigkeit wird der gewünschte Meßbereich eingestellt. Die Registrierung der Gewichtsgrößen bzw. die Veränderung des Gewichtes erfolgt mit einem Kompensationsschuber. Die Höchstlast beträgt 25 g und die kleinste erfassbare Gewichtsgröße 1  $\mu\text{g}$ .

### *2. Vakuum-Anlage und Meßgaszufuhr (Abb. 2)*

Das Gerät enthält einen Vakuumpumpstand mit einer Turbomolekularpumpe und einer rotierenden Vorpumpe. Der bedeutende Vorteil eines Pumpstandes dieser Bauart ist die Erzeugung eines "trockenen" Vakuums im Probenraum. Eine Gasrückströmung des Treibmittels in den Rezipienten wird durch die Verwendung der Turbomolekularpumpe vermieden, die besonders bei Sorptionsmessungen von Wichtigkeit ist.

Bestandteil der Vakuum-Anlage ist ein programmgesteuerter Manostat. Dazu wurde das Gerät mit einer zweiten elektronischen Waage als wägetechnisches Auftriebsmanometer ausgerüstet. Geeignete Auftriebskörper gestatten eine Druckmessung und -regelung im Bereich von  $10^{-2}$  bis 800 Torr. Der Vorteil

dieses Druckmeßgerätes besteht darin, daß das bei modernen Waagen große Verhältnis von Gesamtmeßbereich zu Empfindlichkeit von  $10^6$  voll genutzt werden kann. Die Empfindlichkeit des Auftriebsmanometers beträgt bis zu 1 Skalenteil/ $10^{-3}$  Torr. Die Druckkonstanzregelung erfolgt mit einem fotoelektrisch arbeitenden Meßwerkregler. Die Druckregelung hat zwei Aufgaben: Die Konstanzhaltung des Druckwertes für eine vorgegebene Zeit und danach die automatische Einstellung eines neuen Druckwertes, so daß ein großer Druckbereich durchlaufen werden kann. Dieser kann in maximal 100 Stufen aufwärts und ebenso abwärts diskontinuierlich-isobar durchlaufen werden.

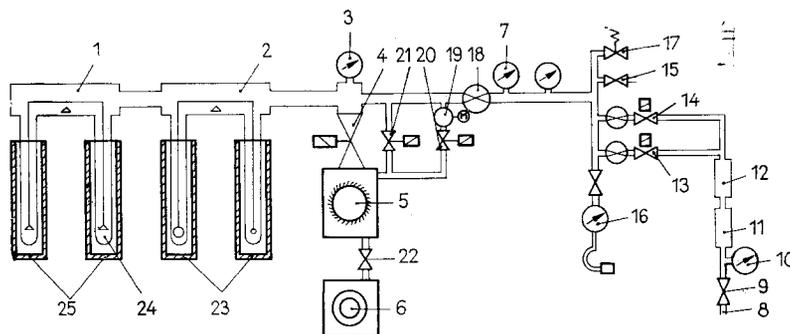


Abb. 2. Vakuumschema des Thermo-Gravimaten. 1. Gewichtsmessung. 2. Auftriebsmanometer. 3. Ionisationsmanometer. 4. Hauptventil. 5. Turbomolekularpumpe. 6. Vorpumpe. 7. Wärmeleitungsmanometer. 8. Meßgaseinlaß. 9. Membranventil. 10. Druckminderventil. 11. Absorptionsturm. 12. Trockenturm. 13. Einlaßventil 1. 14. Einlaßventil 2. 15. Einlaßventil 3. 16. Dampfdruckthermometer. 17. Überdrucksicherheitsventil. 18. Verbindungsventil. 19. Varioventil. 20. Evakuierventil 1. 21. Evakuierventil 2. 22. Absperrventil. 23. Thermostat. 24. Temperaturmessung. 25. Heizeinrichtung. 26. Röhrenfedermanometer

Über eine Kombination von Nadel- und Magnetventil können verschiedenste Meßgase in den Rezipienten definiert eingelassen werden. Über ein zusätzliches Einlaßventil können Gas- oder Dampf-mischungen eingestellt werden. Ein Sicherheitsventil schützt den Meßraum vor Überdruck.

Der Druckbereich beträgt  $10^{-6}$  bis 800 Torr. Eingebaute Druckmeßgeräte erlauben die Erfassung der Druckwerte im gesamten Arbeitsbereich.

### 3. Heizeinrichtung

Zwei Typen von Rohröfen stehen zur Verfügung:

Ein Niedertemperatur-Doppel-Rohröfen, mit dem sowohl die Probe als auch das Gegengewicht in gleicher Weise geheizt werden, so daß Fehler durch Auftrieb, Ausdehnung des Waagebalkens und Konvektion kleingehalten werden; und ein Hochtemperatur-Rohröfen bis zu  $1700^{\circ}$ .

Die Öfen sind induktionsfrei gewickelt. Mit einem neuentwickelten quasistetig arbeitenden Temperaturregler lassen sich beliebige Konstanttemperaturen einstellen, falls isotherme Messungen durchgeführt werden. Durch einen Programmgeber kann man beliebige Aufheizkurven vorwählen, die reproduzierbar wiederholt werden können.

#### *4. Differential-thermogravimetrischer Zusatz*

Die differential-thermogravimetrische Messung (DTG) erfolgt durch ein aktives elektrisches Differenziergerät. Die Temperaturmessung wird in der Waagschale vorgenommen. Ein DTA-Meßgerät ist eingebaut.

#### *5. Registriergerät*

Ein 12-Kanal-Punkt-Drucker registriert alle erforderlichen Meßwerte, d. h. die Gewichtsgröße, den Druck, die Temperatur, die DTG-Kurve und die DTA-Kurve. Die Registrierung weiterer Meßgrößen ist möglich.