

***TA Instruments, Inc.***

***TGA 2950***

***Thermogravimetrischer  
Analysator  
mit  
HI-Res<sup>®</sup> Option***

**Bedienerhandbuch**

*STA Vertriebsgesellschaft mbH  
Systeme für die Thermische Analyse  
Siemensstraße 1  
8755 Alzenau*

Oktober 1992





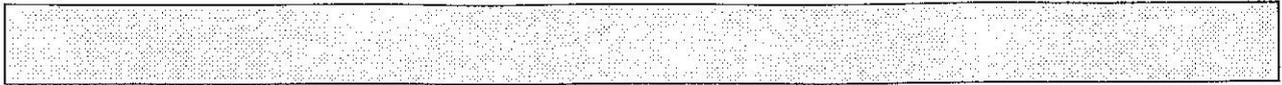
## **Bedienerhandbuch TGA 2950**

(c) 1990 by E.I. du Pont de Nemours & Co.  
1991 sinngemäß in die deutsche Sprache übersetzt von Michael Weise,  
Usingen  
Deutsche Fassung (c) 1991 by STA Vertriebsgesellschaft mbH, Alzenau

### **Haftungsausschluß**

Die Angaben in diesem Handbuch erachten wir als ausreichend für den bestimmungsgemäßen Gebrauch des Gerätes. Sollen das Gerät oder die Verfahrensanleitungen anders oder für andere als die beschriebenen Zwecke eingesetzt werden, so muß eine schriftliche Unbedenklichkeitsbestätigung von TA Instruments, Inc. angefordert werden. Wird dies unterlassen, so übernimmt TA Instruments, Inc. weder eine Garantie für die Ergebnisse noch irgendeine andere Verpflichtung oder Haftung.

Diese Veröffentlichung beinhaltet weder eine Lizenz zur Arbeit mit irgendwelchen Verfahrenspatenten, noch eine Empfehlung bestehende Verfahrenspatente zu verletzen.



# Inhalt

	Sicherheitshinweise .....	7
	Elektrische Sicherheit .....	7
	Gefährliche Stoffe .....	7
	Verbrennungsgefahren .....	8
	Mechanische Sicherheit .....	8
<b>1.</b>	<b>Einführung .....</b>	<b>9</b>
1.1	Komponenten .....	9
1.2	Zubehörgeräte .....	10
1.2.1	Gasumschaltventil .....	10
1.2.2	Weitere Zubehörgeräte .....	10
1.3	Technische Daten .....	11
<b>2.</b>	<b>Installation .....</b>	<b>13</b>
2.1	Auspacken und Überprüfung der Lieferung .....	13
2.2	Wahl des Aufstellungsortes .....	13
2.3	Auffüllen des Wassertanks des Wärmetauschers .....	14
2.4	Anschließen der Kabel und Leitungen .....	16
2.4.1	Anschließen der Leitungen des Wärmetauschers .....	16
2.4.2	Anschließen des GPIB-Kabels .....	18
2.4.3	Anschließen der Spülgasleitungen .....	19
2.4.4	Anschließen der Kühlluftleitung .....	20
2.4.5	Anschließen des Netzkabels .....	20
2.5	Auspacken der Wägeeinheit .....	21
2.6	Installieren der Aufhängedrähte .....	22
2.7	Ausrichten des Proben-Aufhängedrahtes .....	24
2.7.1	Ausrichten des oberen Endes des Proben-Aufhängedrahtes .....	25
2.7.2	Waagrechtstellen des Moduls .....	26
2.8	Justieren der Probenplattform .....	27

## Inhalt

3.	Inbetriebnahme .....	29
3.1	Einschaltreihenfolge der Komponenten des TA-Systems .....	30
3.2	Einschalten des TGA-Moduls .....	30
3.2.1	Der automatische Selbsttest des TGA 2950 .....	31
3.3	Systemstart .....	33
3.4	Die Steuereinheit .....	34
3.4.1	Die Hauptmenüs .....	34
3.4.1.1	Das SYSTEM CONFIGURATION-Menü .....	35
3.4.1.2	Das INSTRUMENT CONTROL-Menü .....	35
3.4.1.3	Das DATA ANALYSIS-Menü .....	36
3.4.2	Die Funktionstasten der Steuereinheit .....	37
3.4.2.1	Die variablen Funktionstasten .....	37
3.4.2.2	Die konstanten Funktionstasten .....	38
3.5	Die Bedienungselemente des TGA-Moduls 2950 .....	39
3.5.1	Die Anzeige des TGA-Moduls 2950 .....	39
3.5.2	Das Tastenfeld des TGA-Moduls 2950 .....	40
3.5.2.1	Der HEATER-Schalter .....	41
3.5.2.2	Der POWER-Schalter .....	41
3.6	Ausschalten des Moduls .....	41
4.	Kalibrieren des TGA 2910 .....	43
4.1	Kalibrieren des Gewichtssignals .....	43
4.2	Kalibrieren des Temperatursignals .....	49
4.2.1	Kalibrierlauf zur Temperaturkalibrierung .....	49
4.2.2	Eingeben der Temperaturkalibrierungstabelle .....	50
5.	Durchführen von TGA-Versuchen .....	53
5.1	Voraussetzungen .....	53
5.2	Programmieren eines Versuchs auf der Steuereinheit .....	54
5.2.1	Auswahl des anzusprechenden Moduls .....	55
5.2.2	Auswahl des Betriebsmodus' des Moduls .....	55
5.2.3	Eingeben der Probenbezeichnung .....	57
5.2.4	Eingeben der Modulparameter .....	58
5.2.5	Erstellen von Methoden .....	60
5.2.6	Auswählen einer Thermoanalytischen Methode .....	63

5.3	Vorbereiten der Zusatzgeräte .....	63
5.3.1	Luftkühlung des Ofens .....	63
5.3.1	Verwendung eines Spülgases .....	64
5.3.3	Verwendung eines Gasumschaltventils (GSA) .....	65
5.4	Vorbereiten der Probe .....	66
5.4.1	Auswahl der geeigneten Probenschiffchen .....	66
5.4.2	Austarieren des Probenschiffchens .....	66
5.4.2.1	Automatisches Austarieren des Probenschiffchens .....	67
5.4.2.2	Manuelles Austarieren des Probenschiffchens .....	67
5.4.3	Laden der Probe .....	67
5.5	Starten eines Versuchs .....	70
5.6	Abbrechen eines Versuchs .....	71
5.7	Überwachen des Verlaufs eines Versuchs .....	71
5.8	Abladen des Probenschiffchens .....	73
5.9	Beispiel: Durchführen eines TGA-Versuchs .....	73
<b>6.</b>	<b>Technische Einzelheiten .....</b>	<b>77</b>
6.1	Thermoanalytische Methoden .....	77
6.1.1	Der Methodeneditor .....	79
6.1.2	Automatische Modul-Testroutine vor dem Start einer Methode .....	81
6.2	Meßdatenspeicherung .....	82
6.2.1	Meßdatenkomprimierung .....	82
6.3	Die Funktionen des SIGNAL CONTROL-Menüs .....	83
6.3.1	Automatisches gleich-null-Setzen von Signal A .....	83
6.3.2	Manuelles gleich-null-Setzen von Signal A .....	83
6.3.3	Ein-/Ausschalten der Luftkühlung .....	84
6.3.4	Temperaturkalibrierung .....	84
6.3.4.1	Löschen der Temperaturkalibrierungsdaten .....	84
6.4	Funktionstasten zur Versuchssteuerung .....	85
6.5	Methoden-Statuscodes .....	87
6.6	Beschreibung des TGA 2950 .....	89
6.6.1	Funktionsweise .....	89
6.6.2	Komponenten .....	90
6.6.2.1	Die Wägeeinheit .....	90
6.6.2.2	Die Probenplattform .....	92

## Inhalt

6.6.2.3	Der Ofen .....	92
6.6.2.4	Der Gehäuseaufbau .....	93
6.6.2.5	Der Wärmetauscher .....	94
6.6.3	Theoretische Funktionsgrundlage .....	95
<b>7.</b>	<b>Wartung und Fehlerdiagnose .....</b>	<b>97</b>
7.1	Wartung .....	97
7.1.1	Reinigen des Moduls .....	97
7.1.2	Reinigen des Ofens .....	97
7.1.3	Ersatzteile .....	97
7.1.4	Kalibrieren des TGA .....	98
7.1.5	Wartung des Wärmetauschers .....	98
7.1.5.1	Wechseln des Kühlwassers .....	98
7.2	Auswechseln des Thermoelementes .....	99
7.3	Aus- und Einbauen des Ofens .....	101
7.3.1	Ausbauen des Ofens .....	101
7.3.2	Einbauen des Ofens .....	103
7.4	Diagnose von Stromversorgungsproblemen .....	104
7.4.1	Auswechseln von Sicherungen .....	104
7.4.2	Probleme mit der Betriebsspannung .....	105
7.5	Der automatische Selbsttest .....	105
<b>Anhang A:</b>	<b>Fehlermeldungen des TGA 2950 .....</b>	<b>107</b>
	Kritische Fehler (Fatal Errors) .....	107
	Nicht-kritische Fehler (Nonfatal Errors) .....	109
	Fehlermeldungen des TGA-Kalibrierprogrammes .....	122
<b>Anhang B:</b>	<b>Laden einer neuen Modul-Software .....</b>	<b>125</b>
	Fehlermeldungen des Modulsoftware-Ladeprogrammes .....	127
<b>Anhang C:</b>	<b>Anschriften und Telefonnummern .....</b>	<b>131</b>

<b>Anhang D: Hochauflösende (Hi-Res) TGA (optionale Erweiterung)</b> .....	<b>133</b>
D-1. Produktbeschreibung .....	133
D-2. Installation des Erweiterungspakets .....	134
D-3. Einführung .....	135
D-3.1 Hintergründe .....	135
D-3.2 Das TA Instruments Hi-Res Verfahren .....	136
D-4. Der Segmenttyp Hochauflösende Rampe (Hi-Res Ramp Segment) .....	136
D-5. Ein Vergleichsbeispiel .....	138
D-6. Fortgeschrittene Verfahren der Hochauflösenden TGA .....	143
D-6.1 Abgrenzung der Fähigkeiten .....	143
D-6.2 Trennbarkeit von Materialübergängen .....	144
D-6.3 Wahl eines geeigneten Verfahrens .....	145
D-6.4 Hochauflösende Rampe mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate ..	146
D-6.5 Hochauflösende Rampe mit konstanter Gewichtsveränderungsrate .....	146
D-6.6 Gewichtszunahme-Analysen .....	148
D-6.7 Qualitative Analysen .....	149
D-6.8 Vorbereiten der Probe .....	150
D-6.9 Position des Thermoelementes .....	152
D-6.10 Besonderheiten bei der Auswertung von Hi-Res Probenläufen .....	153
D-6.10.1 Automatische Fensterbereichswahl .....	153
D-6.10.2 Zeichnen der Ableitung nach der Temperatur .....	153
D-6.11 Wahl der maximalen Heizrate .....	154
D-6.12 Wahl der Auflösungseinstellung .....	156
D-6.13 Temperaturkalibrierung .....	158
D-6.13.1 Temperaturkalibrierungsverfahren für Hochauflösende TGA .....	159
D-6.13.2 Hochauflösende TGA und Transitionstemperaturen .....	162
D-6.14 Der Segmenttyp »Hi-Res Sensitivity« .....	162
D-6.14.1 Zur Bedeutung der Hi-Res -Empfindlichkeit .....	163
D-6.14.2 Wahl der Empfindlichkeit für dynamische Gewichtsveränderungsrate ...	164
D-6.14.3 Wahl der Empfindlichkeit für konstante Gewichtsveränderungsrate .....	165
D-6.15 Der Segmenttyp »Abort Segment« .....	167
D-6.15.1 Schrittweises isothermisches Aufheizen .....	169
D-7. Anwendungsbeispiele zur Hi-Res TGA .....	172
D-7.1 Beispiele an einem Gemisch von Hydrogenkarbonatsalzen .....	172
D-7.1.1 Probenläufe mit Dynamischer Gewichtsveränderungsrate .....	173
D-7.1.2 Probenläufe mit Verschiedenen Auflösungseinstellungen .....	174
D-7.1.3 Probenläufe mit Verschiedenen Empfindlichkeitseinstellungen .....	175
D-7.1.4 Probenläufe mit Konstanter Gewichtsveränderungsrate .....	176
D-7.1.5 Probenläufe mit Schrittweisem Isothermischem Aufheizen .....	177
D-7.2 Beispiel Mononatriumglutamat .....	179
D-7.3 Beispiel Kaubonbon mit Bananengeschmack .....	181

## Inhalt

D-7.4	Beispiel PVC-Schlauch .....	182
D-7.5	Beispiel Kupfersulfat Pentahydrat .....	186
D-8.	Weiterführende Literatur .....	188
D-9.	Eigentumshinweise .....	189
<b>Glossar</b>	.....	<b>191</b>

## Sicherheitshinweise

Beim Lesen dieses Handbuches wird Ihnen auffallen, daß einzelne Absätze mit den Schlagworten **Warnung**, **Achtung**, und **Hinweis** hervorgehoben wurden.

Das Nichtbeachten einer **Warnung** kann zur Gefährdung des Bedienenden und/oder der Umgebung führen.

Wo wir Sie zur **Achtung** ermahnen, folgt ein Hinweis, dessen Nichtbeachtung zu Schäden an Ihrem Gerät oder zum Verlust von Meßdaten führen kann.

Auf wichtige Punkte, denen kein gefährlicher Aspekt anhaftet, erfolgt ein **Hinweis**.

## Elektrische Sicherheit

Das TGA-Modul 2950 führt in seinem Inneren lebensgefährliche Spannungen. Ziehen Sie daher vor Inangriffnahme jeglicher Wartungsarbeit unbedingt den Netzstecker.

**Warnung** Aus Sicherheitsgründen dürfen Wartungs- und Instandsetzungsarbeiten im Inneren des Gerätes nur von hierfür geschulten Fachkräften vorgenommen werden. Öffnen Sie die Gehäuse nur, wenn dies im Bedienungshandbuch ausdrücklich gefordert wird.

**Achtung** Das TGA-Modul 2950 benötigt eine Betriebsspannung von 115 V +/-10% bei 50 oder 60 Hz. Eine zu große Betriebsspannung kann das Gerät beschädigen; eine zu kleine kann zu Funktionsstörungen führen.

## Gefährliche Stoffe

**Warnung** Verwenden Sie als Spülgas für den TGA 2950 nie Wasserstoff oder andere explosive Gase.

**Warnung** An der Innenseite der Keramikumhüllung der Ofeneinheit des TGA 2950 befindet sich eine Isolierschicht aus hitzefester Keramikfaser. Solange die Keramikumhüllung intakt ist, können keine Keramikfasern nach außen gelangen. Versuchen Sie daher nicht, die Ofeneinheit zu öffnen. Sollte die Keramikumhüllung in solcher Weise beschädigt werden, daß Keramikfasern zum Vorschein kommen, entsorgen Sie die Ofeneinheit auf einem geeigneten Weg.

### Verbrennungsgefahren

Lassen Sie nach dem Öffnen des Ofens bei Versuchsende Ofen, Ofensockel, und Thermoelement abkühlen, bevor Sie diese Teile berühren.

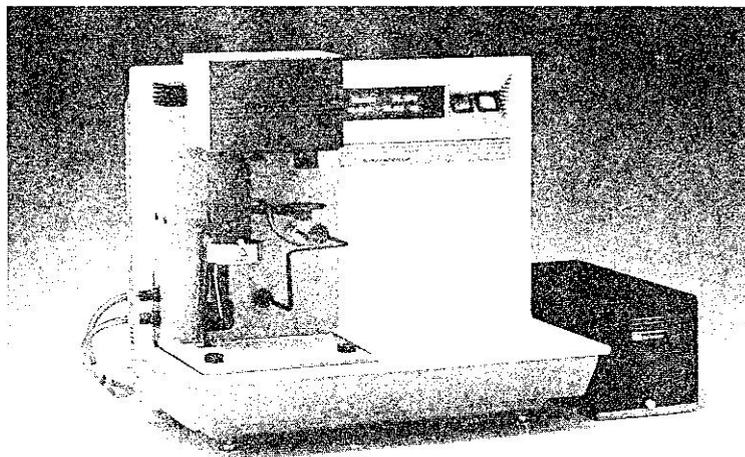
**Warnung** Der Ofensockel (s. Abb. 17) kann während einem Versuch heiß genug sein, um schwere Verbrennungen zu verursachen. Achten Sie darauf, den Ofensockel während und kurz nach einem Versuch nicht zu berühren.

### Mechanische Sicherheit

**Warnung** Bringen Sie keine Gegenstände - vor allem nicht Ihre Finger - in den Weg des Ofens, während dieser sich bewegt. Der Ofen wird sehr fest an seine Dichtfläche gedrückt.

# 1. Einführung

Das TGA-Modul 2950 nimmt Betrag und Geschwindigkeit von thermisch bedingten Gewichtsänderungen auf; wahlweise als Funktion ansteigender Temperatur, oder als Zeitfunktion bei konstanter Temperatur. So können beispielsweise Phasenübergänge ausgemessen werden, die mit Zersetzungs-, Dehydrations- oder Oxydationsvorgängen einhergehen. Auch eignen sich TGA-Kurven zur Charakterisierung mancher Stoffe. Der TGA 2950 kann betrieben werden an einer TA-Steuereinheit Typ 9900, 2000, oder 2100 unter dem Betriebssystem TA OS ab Version 8.0.



*Bild 1*

## 1.1 Komponenten

Der TGA 2950 besteht aus den folgenden fünf Hauptkomponenten (s. Abb. 2):

- Der Wägeeinheit, dem Herz des TGA 2950.
- Der Probenplattform, die Probenschiffchen an den Waagebalken hängt und auch wieder abnimmt.
- Der Ofeneinheit, die Probentemperatur und -atmosphäre kontrolliert.
- Dem Modulgehäuse, das die Elektronik und Mechanik des Moduls beherbergt.

- Dem Wärmetauscher, der nicht mehr benötigte Wärme von der Ofeneinheit abführt.

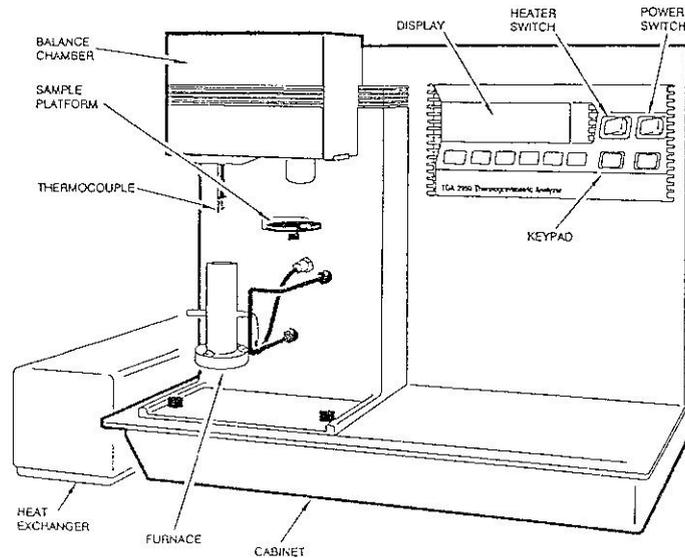


Bild 2

## 1.2 Zubehörgeräte

### 1.2.1 Gasumschaltventil

Das Gasumschaltventil (GSA) ermöglicht es, während eines Versuchs das Spülgas zu wechseln, oder die Spülgaszufuhr ein- und/oder auszuschalten.

### 1.2.2 Weitere Zubehörgeräte

Der TGA 2950 kann in Verbindung mit Gaschromatographen, Massenspektrographen, FTIR-Geräten, Vakuumanlagen, und vielen anderen Analysengeräten verschiedener Hersteller betrieben werden. Beziehen Sie gegebenenfalls weitere Informationen von dem Gerätehersteller Ihrer Wahl.

## 1.3 Technische Daten

Temperaturbereich	25°C bis 1000°C
Thermoelement	Platinel II ®
Heizrate	0,1 bis 100 °C/min
Probenschiffchen (Volumen)	Platin (50 µl, 100 µl) Aluminiumoxid (100 µl, 250 µl, 500 µl)
maximales Probengewicht	1,0 g
Auflösung	0,1 µg
Mindestgenauigkeit	± 0,1 %
Meßbereiche	0,1 µg bis 100 mg und 1 µg bis 1000 mg
zulässige Spülgase	Helium, Stickstoff, Sauerstoff, Luft, Argon
Maximaler Spülgasdurchfluß	100 ccm/min

**Achtung** Die maximale mechanische Belastbarkeit der Waage beträgt 5g. Das Gesamtgewicht von Probe, Probenschiffchen, Tariergewichten, und Aufhängedrähten darf 5g nie überschreiten, da sonst die Wägeinheit beschädigt würde.

Der Wägemechanismus reagiert auf Änderungen der Umgebungstemperatur. Um die bestmögliche Meßgenauigkeit auszunutzen, müssen Sie während der Messungen für eine schwankungsfreie Umgebungstemperatur sorgen.

Betriebsspannung	115 V ±10% bei 50 oder 60 Hz
Leistungsaufnahme	1,5 kVA
zulässige Steuereinheiten	TA 9900, TA 2000, TA 2100
Datenspeicher	256 kB
Meßwertnahmeintervall	0,5 bis 1000 sec
Schnittstelle	GPIB



## 2. Installation

Ihr Analysenmodul wurde vor der Auslieferung auf elektrische wie mechanische Funktionsfähigkeit geprüft. Es ist betriebsbereit, sobald Sie folgende Schritte durchgeführt haben:

- Auspacken des Moduls und seiner separat verpackten Teile
- Prüfen der Lieferung auf Vollständigkeit und auf Transportschäden
- Auffüllen des Wärmetauschers
- Anschließen des Moduls an die Steuereinheit
- Herstellen aller anderen Kabel- und Schlauchverbindungen
- Auspacken der Wägeeinheit
- Installieren der Aufhängedrähte
- Waagrechtstellen des Gerätes und Ausrichten der Aufhängedrähte
- Justieren der Probenplattform

**Hinweis** Sie können diese Installationsarbeiten auch vom Kundendienst durchführen lassen.

**Achtung** Lesen Sie dieses gesamte Kapitel durch, bevor Sie mit den Installationsarbeiten beginnen: Dies setzt die Gefahr von Mißverständnissen herab.

### 2.1 Auspacken und Überprüfung der Lieferung

Packen Sie Ihr Modul gleich nach Erhalt aus, um eventuelle Transportschäden feststellen zu können. Benachrichtigen Sie gegebenenfalls sofort uns (STA GmbH), sowie den Spediteur.

Stellen Sie auch sicher, daß alle auf dem Lieferschein verzeichneten Teile in der Sendung enthalten sind; andernfalls benachrichtigen Sie uns.

Überlegen Sie sich, ob Sie die Verpackungen später noch gebrauchen könnten, bevor Sie sie wegwerfen.

### 2.2 Wahl des Aufstellungsortes

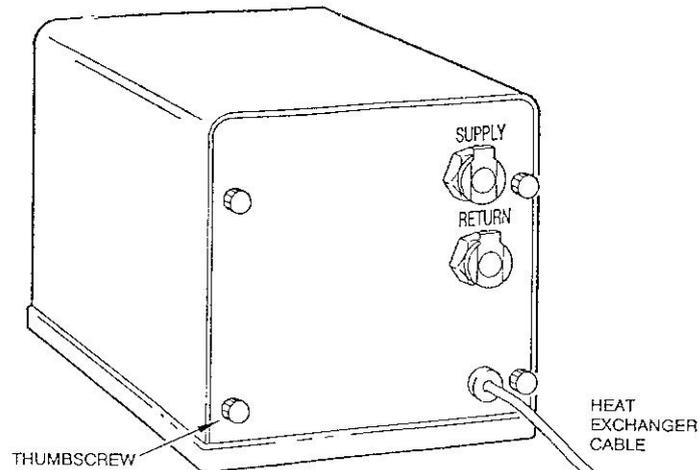
Um später Messungen mit größtmöglicher Genauigkeit durchführen zu können, sollten Sie Ihr TA-System so aufstellen, daß störende Umwelteinflüsse weitgehend ausgeschlossen werden können. Beachten Sie bei der Auswahl und Vorbereitung eines geeigneten Aufstellungsortes folgende Anforderungen:

- Stellen Sie das Modul auf einer ebenen, stabilen, und sauberen Arbeitsfläche auf.
- Denken Sie auch an den Platz, der um die Geräte herum für die Kühlluftzirkulation freibleiben muß, und an den, den Sie später eventuell für verschiedene Hilfsgeräte brauchen werden.
- Die Umgebungstemperatur darf keinen groben Schwankungen unterworfen sein.
- Eine staubige Umgebung eignet sich nicht zum Betrieb eines TA-Systems.
- Der Aufstellungsort sollte keiner direkten Sonneneinstrahlung ausgesetzt sein.
- Analysenmodul und TA-Steuereinheit müssen aufgrund der Kabelreichweite nah beieinander aufgestellt werden.
- Der TGA 2950 benötigt eine Betriebsspannung von nominal 115 V mit 50 oder 60 Hz, die mit 15 A belastet werden kann.
- Das Modul muß mit Druckluft und/oder anderen Spülgasen versorgt werden können.
- Der Aufstellungsort muß ausreichend belüftet sein.
- Der TGA 2950 darf keiner direkten Zugluft und keinen Vibrationen (auch keinem lauten Schall) ausgesetzt sein.
- Gehen Sie mit allen TA-Geräten vorsichtig um.

## 2.3 Auffüllen des Wassertanks des Wärmetauschers

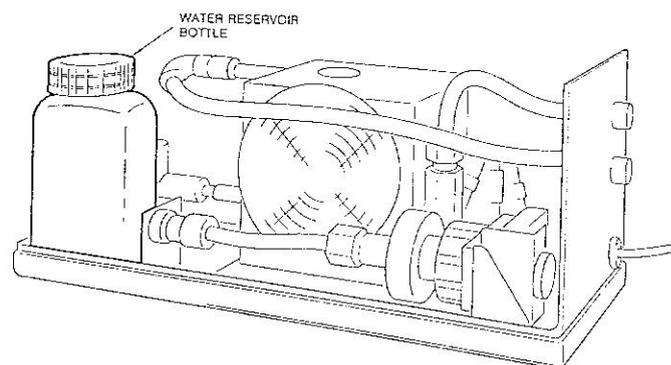
**Warnung** Vergewissern Sie sich, bevor Sie das Gehäuse des Wärmetauschers öffnen, daß dessen elektrisches Anschlußkabel NICHT mit dem Modul verbunden ist.

1. Drehen Sie die Schraube an der Vorderseite des Wärmetauschers heraus.
2. Drehen Sie die vier Schrauben an der Rückseite des Wärmetauschers (s. Abb. 3) heraus.



**Bild 3**

3. Nehmen Sie den Gehäusedeckel ab.
4. Schrauben Sie den Deckel des Wassertanks (s. Abb. 4) ab.



**Bild 4**

5. Füllen Sie den Wassertank mit destilliertem Wasser auf.

**Hinweis** Überprüfen Sie nach dem ersten Betrieb des Wärmetauschers nochmals den Füllstand des Wassertanks und füllen Sie nötigenfalls auf Zweidrittelvoll nach.

**Warnung** Füllen Sie nie eine andere Flüssigkeit als destilliertes Wasser in den Wassertank des Wärmetauschers.

6. Wir empfehlen, zum Schutz vor Algenwuchs 1,5 bis 2 Gramm Kupfersulfat in den Wassertank zu geben und durch Rühren aufzulösen.
7. Setzen Sie den Deckel des Wassertanks wieder auf und drehen Sie ihn fest.

- Schrauben Sie den Gehäusedeckel wieder auf.
- Schrauben Sie die eine Schraube an der Vorderseite, sowie die vier Schrauben an der Rückseite des Gehäuses wieder ein.

## 2.4 Anschließen der Kabel und Leitungen

Die meisten Anschlüsse des TGA 2950 befinden sich an dessen Rückseite. Die folgenden Anleitungen gehen in ihren Richtungsbeschreibungen davon aus, daß Sie sich vor der Rückseite des Moduls befinden.

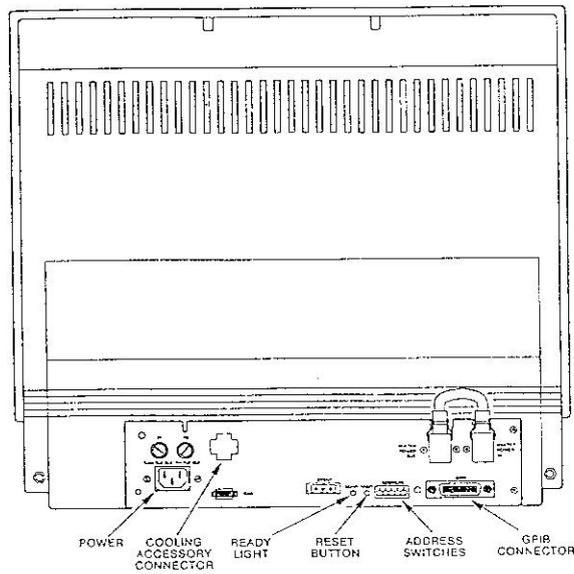
**Hinweis** Schliessen Sie alle anderen Kabel an, bevor Sie die Netzkabel an die Betriebsspannung anschließen.

**Achtung** Ziehen Sie beim Lösen einer Kabelverbindung nie am Kabel, sondern immer am Stecker.

**Warnung** Führen Sie nie ein Kabel so am Boden entlang, daß Menschen darüberlaufen; das Ergebnis wäre eine unnötige Stolpergefahr.

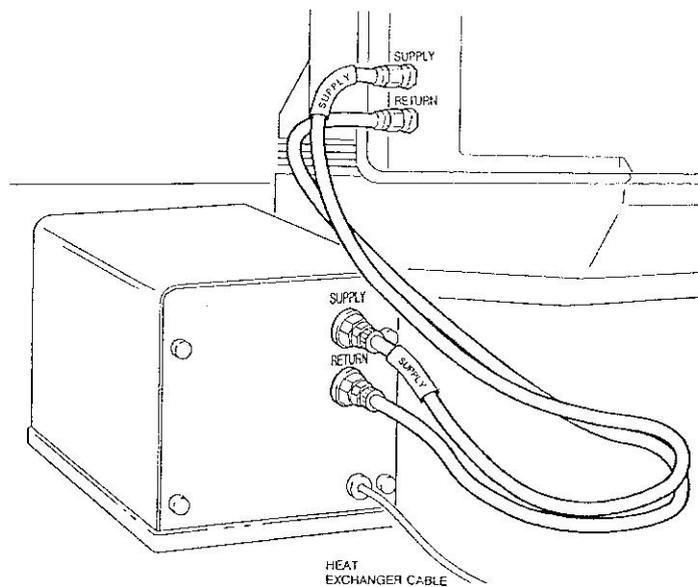
### 2.4.1 Anschließen der Leitungen des Wärmetauschers

- Stecken Sie das Wärmetauscherkabel in den mit COOLING ACCESSORY beschrifteten Anschluß an der Rückseite des Moduls (s. Abb. 5). Das Wärmetauscherkabel ist daran zu erkennen, daß es als einziges in diesen Anschluß paßt.
- Packen Sie die Wasserschläuche des Wärmetauschers aus.
- Schließen Sie ein Ende des Wasserschlauches, der die Aufschrift SUPPLY trägt, an dem mit SUPPLY beschrifteten Anschluß an der rechten Seite des Moduls an (s. Abb. 6).
- Schließen Sie das andere Ende des SUPPLY-Wasserschlauches an den mit SUPPLY beschrifteten Anschluß des Wärmetauschers an (s. Abb. 6).



**Bild 5**

5. Schließen Sie ein Ende des unbeschrifteten Wasserschlauches an dem mit RETURN beschrifteten Anschluß an der rechten Seite des Moduls an (s. Abb. 6).
6. Schließen Sie das andere Ende des unbeschrifteten Wasserschlauches an dem mit RETURN beschrifteten Anschluß des Wärmetauschers an (s. Abb. 6).



**Bild 6**

**Hinweis** Wenn der Wassertank des Wärmetauschers gerade neu gefüllt wurde, kann beim Starten des Moduls die Fehlermeldung Err 119 auftreten; sie weist auf Luft in den Wasserschläuchen hin. Wiederholen Sie den Start des Moduls sooft, bis die Luft aus den Wasserschläuchen verdrängt ist und der Fehler nicht mehr auftritt.

## 2.4.2 Anschließen des GPIB-Kabels

1. Schließen Sie das GPIB-Kabel am GPIB-Anschluß an der Rückseite des Moduls (s. Abb. 5) an. Das GPIB-Kabel ist daran erkennbar, daß es mit seinen Steckern als einziges in diesen Anschluß paßt.
2. Schrauben Sie den Stecker dort fest.
3. Stecken Sie den Stecker am anderen Ende des GPIB-Kabels in den entsprechenden Anschluß an Ihrer TA-Steuereinheit, oder in den GPIB-Anschluß eines bereits an die Steuereinheit angeschlossenen Gerätes, und schrauben Sie ihn dort fest.
4. Stellen Sie am Adressenschalter des Moduls (Abb. 8) eine Geräteadresse zwischen 1 und 9 ein, die in Ihrem TA-System bisher noch nicht vorkommt. Abbildung 7 zeigt, wie die einzelnen Binärschalter für jede zulässige Adresse zu stellen sind.

Address	Switch Pattern				
	1	2	3	4	5
1	0	0	0	0	1
2	0	0	0	1	0
3	0	0	0	1	1
4	0	0	1	0	0
5	0	0	1	0	1
6	0	0	1	1	0
7	0	0	1	1	1
8	0	1	0	0	0
9	0	1	0	0	1

\*0 = OFF; 1 = ON

Bild 7

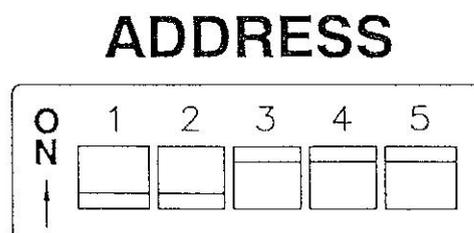


Bild 8

## 2.4.3 Anschließen der Spülgasleitungen

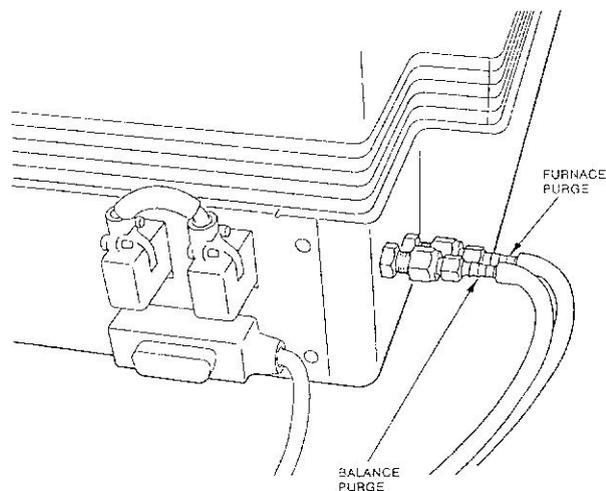
**Warnung** Leiten Sie auf keinen Fall Flüssigkeiten in die Spülgasanschlüsse ein.

1. Vergewissern Sie sich, daß der abgegebene Druck Ihrer Spülgasquelle die zulässigen Betriebsdrücke Ihrer Volumenstromregler (und eventuell anderer zwischengeschalteter Geräte) nicht überschreitet.

**Warnung** Die Verwendung explosiver Gase als Spülgase für den TGA 2950 ist gefährlich und wird von uns ausdrücklich NICHT EMPFOHLEN.

**Achtung** Die Verwendung ätzender Gase kann die Lebensdauer Ihres Moduls herabsetzen. Leiten Sie NIE ein ätzendes Gas in die Wägekammer ein.

**Hinweis** Wenn Sie Druckluft aus einem Kompressor oder aus einer Laborleitung verwenden, müssen Sie ein Trocknungsgerät zwischenschalten.



**Bild 9**

2. Schließen Sie jeden der beiden Spülgasanschlüsse (s. Abb. 9) mit einem ¼-Zoll- Innendurchmesser-Schlauch an einen Volumenstromregler an, und die beiden Volumenstromregler dann an Ihre Spülgasquelle.
3. Der BALANCE PURGE-Anschluß führt in die Wägekammer; der FURNACE PURGE-Anschluß in den Ofen.  
Wir empfehlen einen Spülgasstrom von maximal 100 ccm/min, bei einer Verteilung des Volumenstromes zu 40 % in die Wägekammer und zu 60 % in den Ofen.

## 2.4.4 Anschließen der Kühlluftleitung

1. Vergewissern Sie sich, daß Ihre Druckluftquelle auf einen Druck von zwischen 25 und 120 psi (171 und 824 kPa) eingestellt ist.
2. Schließen Sie Ihre Druckluftquelle mit einem entsprechend druckfesten Schlauch mit einem Innendurchmesser von ¼ Zoll an den Kühlluftanschluß ("COOLING GAS"; s. Abb. 10) Ihres Moduls an.

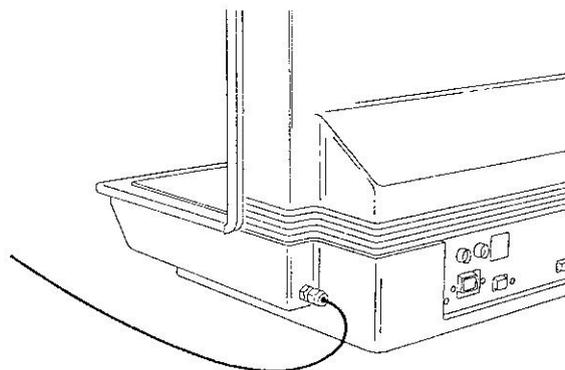


Bild 10

## 2.4.5 Anschließen des Netzkabels

1. Vergewissern Sie sich, daß das Modul ausgeschaltet ist (Schalter "POWER" auf Stellung "0"; s. Abb 11).

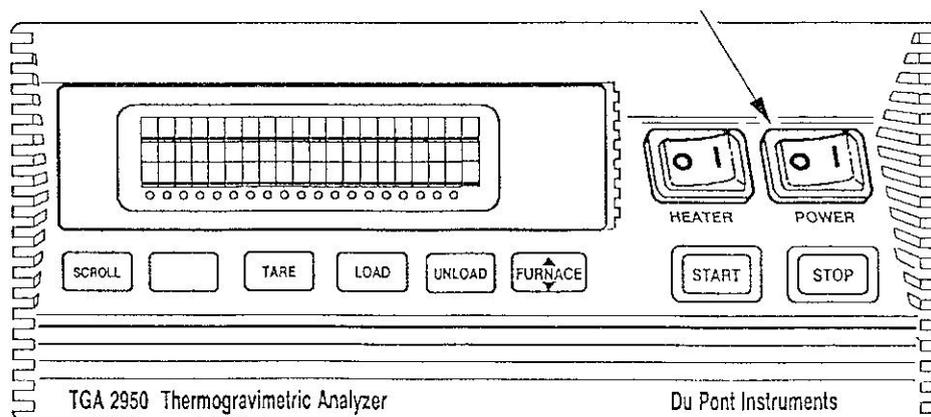


Bild 11

- Schließen Sie das Netzkabel am Modul an.

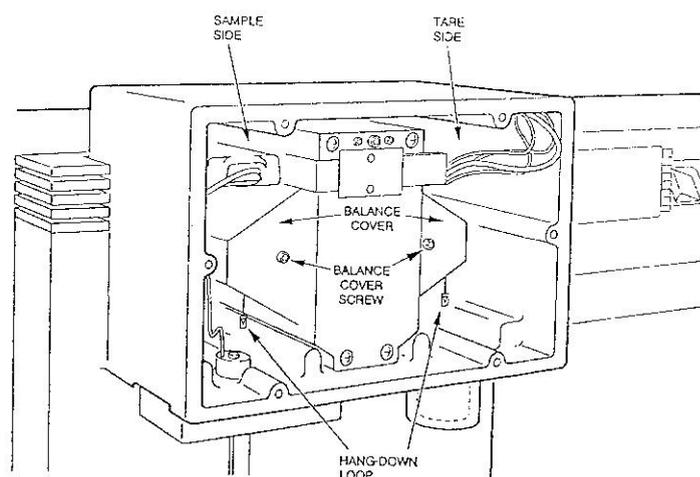
**Achtung** Bevor Sie Ihr Modul an eine Spannungsquelle anschließen, sollten Sie sich vergewissern, daß diese die richtige Spannung führt (nominal 115 V bei 50 oder 60 Hz).

- Schließen Sie das Netzkabel an eine geeignete Spannungsquelle an.

## 2.5 Auspacken der Wägeeinheit

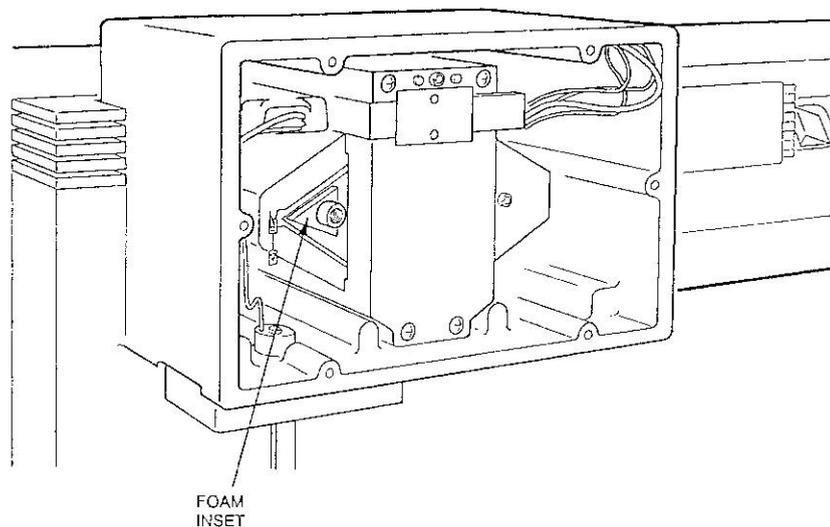
**Achtung** Seien Sie beim Auspacken der Wägeeinheit sehr vorsichtig, um den Waagebalken und die Einhängeösen nicht zu beschädigen.

- Drehen Sie die sechs Befestigungsschrauben der Deckelplatte der Wägeeinheit mit dem im Zubehörkasten enthaltenen 7/64-Zoll-Inbus-schlüssel heraus.
- Nehmen Sie die Deckelplatte der Wägeeinheit ab.
- Drehen Sie die Rändelschraube am linken Wägekammerdeckel (s. Abb. 12) heraus, und nehmen Sie den linken Wägekammerdeckel ab.



*Bild 12*

4. Entfernen Sie das Schaumstoffteil aus der linken Seite der Wägekammer (s. Abb. 13) mit einer Pinzette. Achten Sie hierbei darauf, den Waagenmechanismus mit der Pinzette nicht zu berühren.



*Bild 13*

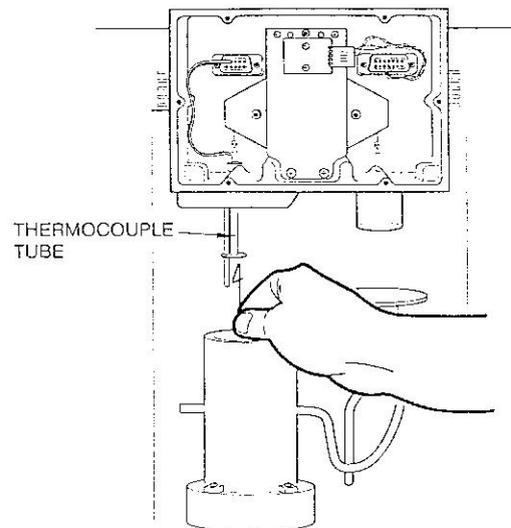
5. Setzen Sie den linken Wägekammerdeckel wieder auf und drehen Sie die Schraube wieder ein.
6. Verfahren Sie an der rechten Seite der Wägekammer entsprechend den Schritten 3. bis 5.

## 2.6 Installieren der Aufhängedrähte

**Achtung** Achten Sie bei der Durchführung der folgenden Schritte darauf, die Aufhängedrähte nicht zu verbiegen und die Aufhängeösen nicht zu beschädigen.

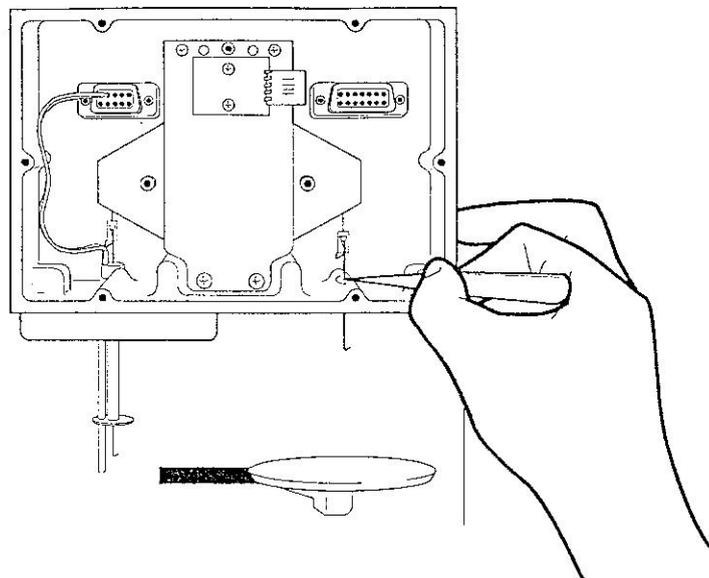
1. Schalten Sie den TGA 2950 ein (s. Kapitel 3).
2. Drücken Sie die Taste FURNACE. Der Ofen bewegt sich in seine untere Position.
3. Finden Sie den Proben-Aufhängedraht im Zubehörkasten.

4. Halten Sie den Proben-Aufhängedraht so in der Hand, daß das obere, zum Dreieck gebogene Ende nach links weist, und das untere, zum Haken gebogene Ende nach rechts.
5. Senken Sie das untere Ende des Aufhängedrahtes soweit in den Ofen hinab, daß Sie das obere Ende des Aufhängedrahtes in das Thermoelementeröhrchen einführen können, ohne den Aufhängedraht zu verbiegen (Abb. 14).



**Bild 14**

6. Führen Sie den Aufhängedraht durch das Thermoelementeröhrchen nach oben, bis sein oberer Haken oben aus dem Röhrchen herauskommt.
7. Fassen Sie den oberen Haken des Aufhängedrahtes mit einer Messingpinzette, und hängen Sie ihn nach links weisend in die Aufhängeöse ein.
8. Schrauben Sie die (zylindrische) Tarierschiffchenabdeckung ab.
9. Finden Sie im Zubehörkasten den Tarierschiffchen-Aufhängedraht.
10. Halten Sie den Tarierschiffchen-Aufhängedraht so in der Hand, daß das obere, zum Dreieck gebogene Ende nach links weist, und das untere, zum Haken gebogene Ende nach rechts.
11. Führen Sie den Aufhängedraht mit einer Messingpinzette von oben her durch das Loch im Boden der Tarierseite der Wägekammer, ohne ihn zu verbiegen (Abb. 15).



*Bild 15*

12. Hängen Sie den oberen Haken des Aufhängerdrahtes nach links weisend in die Aufhängeöse ein.
13. Hängen Sie ein Probenschiffchen von der Art, die Sie bei Ihren Versuchen verwenden werden, (s. Abschn. 5.4.1) an das untere Ende des Gewichte-Aufhängerdrahtes.
14. Schrauben Sie die Tarsierschiffchenabdeckung wieder auf und drehen Sie sie fingerfest gegen ihren Dichtring.

## 2.7 Ausrichten des Proben-Aufhängerdrahtes

Um Störungen des Gewichtssignals zu vermeiden, muß das TGA-Modul erschütterungsfrei auf einer stabilen Arbeitsfläche aufgestellt sein, und das Probenschiffchen muß berührungsfrei hängen. Führen Sie, um letztere Bedingung zu erfüllen, die Anleitungen der Abschnitte 2.7.1 und 2.7.2 aus.

## 2.7.1 Ausrichten des oberen Endes des Proben-Aufhängerdrahtes

1. Stellen Sie ein leeres Probenschiffchen auf die Probenplattform.
2. Drücken Sie die Taste LOAD auf dem Tastenfeld des Moduls. Das Modul hängt selbsttätig das Probenschiffchen an den Proben-Aufhängerdraht.

Sollte das selbsttätige Laden des Probenschiffchens erfolglos verlaufen, hängen Sie das Probenschiffchen mit einer Messingpinzette an den Aufhängerdraht. (Die Probenplattform muß dann später noch eingestellt werden; s. Abschn. 2.8)

3. Prüfen Sie, ob das obere Ende des Proben-Aufhängerdrahtes berührungsfrei und einigermaßen mittig im Thermoelementeröhrchen hängt.
4. Verstellen Sie nötigenfalls die Justierschraube (s. Abb. 16) mit dem 7/64-Zoll-Inbusschlüssel aus dem Zubehörkasten, sodaß der Proben-Aufhängerdraht mittig hängt: Drehen Sie die Justierschraube rechtsherum, um den Aufhängerdraht nach hinten zu bewegen, oder linksherum, um den Aufhängerdraht nach vorne zu bewegen.

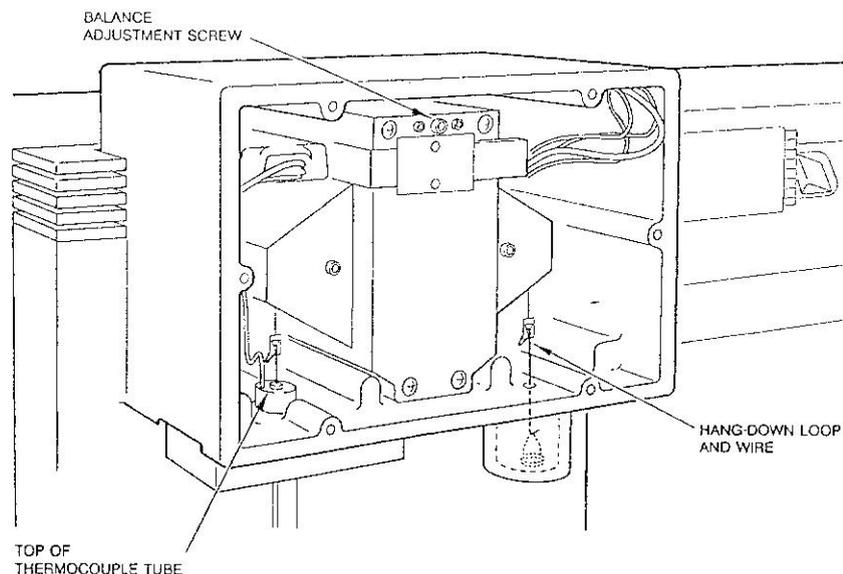
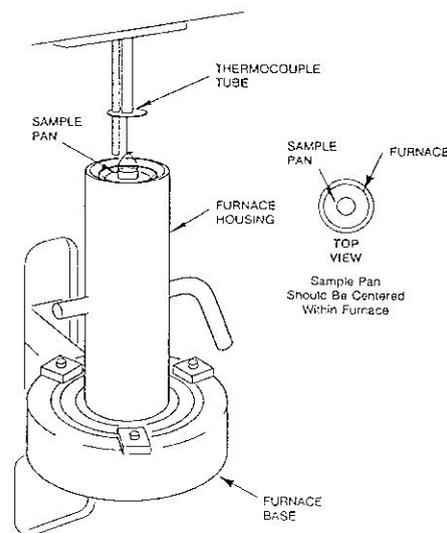


Bild 16

## 2.7.2 Waagrechtstellen des Moduls

1. Drücken Sie die Taste FURNACE, und dann in dem Moment, in dem der Ofen das Probenschiffchen erreicht, die Taste STOP.
2. Prüfen Sie, ob das Probenschiffchen berührungsfrei und einigermaßen mittig im Ofen hängt (s. Abb. 17).



*Bild 17*

3. Stellen Sie nötigenfalls die Füße des Moduls so ein, daß das Probenschiffchen mittig im Ofen hängt.
4. Drücken Sie die Taste FURNACE, um den Ofen wieder nach unten zu bewegen.
5. Drücken Sie die Taste UNLOAD, um das Probenschiffchen wieder abzuladen.
6. Schrauben Sie die Deckelplatte der Wägeinheit mit ihren sechs Schrauben wieder an.

## 2.8 Justieren der Probenplattform

Wenn beim automatischen Ladevorgang der Aufhangedraht das Proben-schiffchen nicht mitnimmt, muß die Probenplattform justiert werden.

**Hinweis** Vor dem Justieren der Probenplattform sollten die Justierungen der Abschnitte 2.7.1 und 2.7.2 durchgeführt worden sein.

1. Wenn sich das TGA-Kalibrierprogramm nicht auf Laufwerk C (Festplatte) befindet, legen Sie die Diskette mit dem TGA- Kalibrierprogramm in Laufwerk A der Steuereinheit ein.
2. Drücken Sie auf der Steuereinheit F11 (Data Analysis). Sollte bereits ein anderes DATA ANALYSIS-Programm laufen, drücken Sie F2 (Stop Program).
3. Drücken Sie F1 (Get New Program).
4. Bewegen Sie den Cursor mit den Pfeiltasten auf den Buchstaben des Laufwerkes, auf dem sich das TGA-Kalibrierprogramm befindet (C oder A), und drücken Sie ENTER.
5. Wählen Sie mit dem Cursor das Programm "TGACal" aus, und drücken Sie F3 (Select File). Das TGA-Kalibrierprogramm wird nun geladen, wonach die Meldung "Ready" erscheint.
6. Starten Sie das TGA-Kalibrierprogramm durch Drücken von F1 (Start Program). Es erscheint dessen Eingangsmenü (Abb. 18).

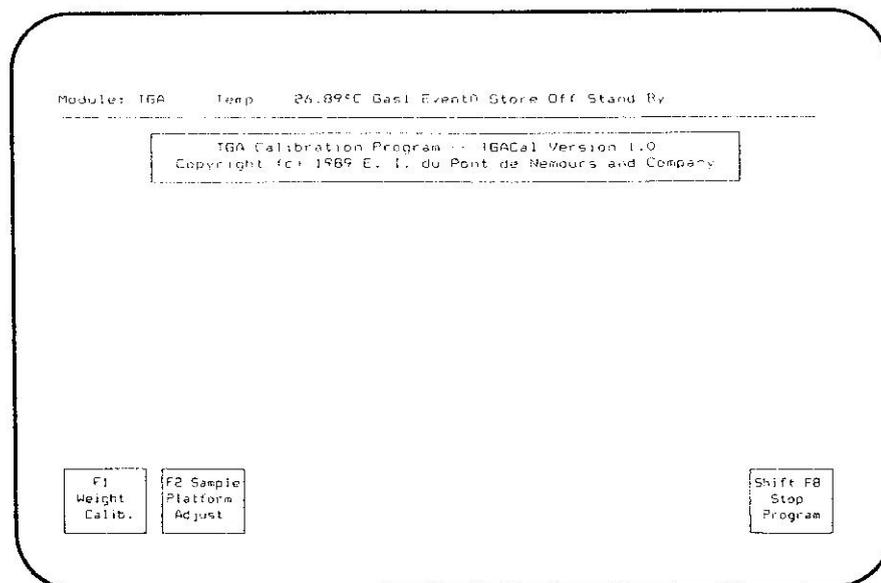
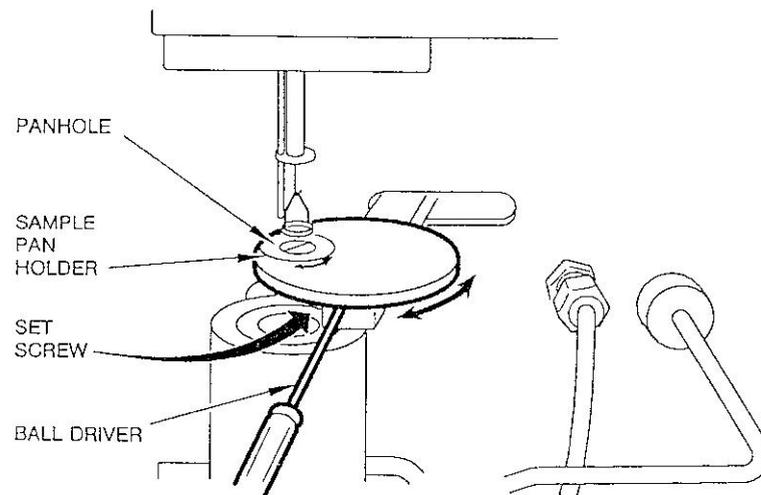


Bild 18

## Installation

7. Drücken Sie F2 (Sample Platform Adjust), und befolgen Sie die dann auf dem Bildschirm erscheinenden Anweisungen. Abbildung 19 zeigt die Probenplattform mit den in diesen Anweisungen vorkommenden Teilen und ihren Bezeichnungen.



*Bild 19*

### 3. Inbetriebnahme

Dieses Kapitel enthält grundlegendes Wissen über Ihr TA-System. Ein TA-System besteht aus einer Steuereinheit und mindestens einem Analysenmodul. Die Steuereinheit (Abb. 20) ist ein Personal-Computer mit einer speziellen Software, die sowohl alle Versuchsparameter, als auch die Meßdaten für Sie verwaltet; Weiterhin können auf der Steuereinheit auch Auswertungsprogramme betrieben werden. Die Steuereinheit steht während des Versuchs mit dem Analysenmodul ständig in bidirektionalem Datenaustausch.

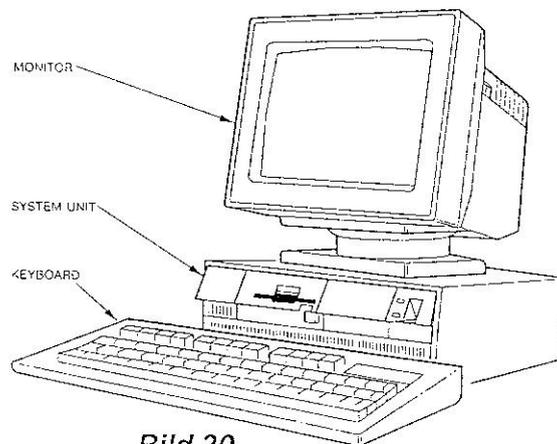


Bild 20

Das Analysenmodul (hier: TGA-Modul 2950; Abb. 21) sorgt für die eigentliche Ausführung Ihrer Versuche.

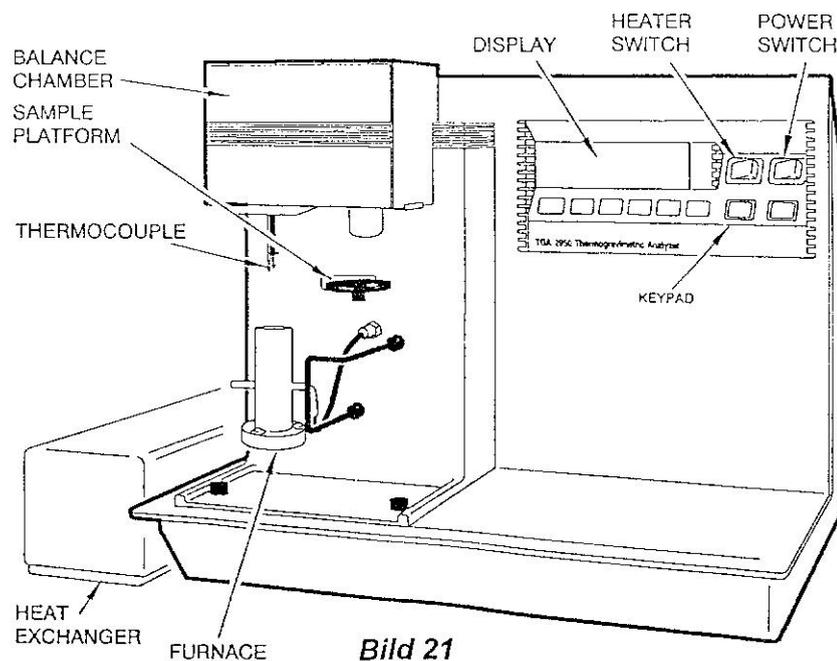


Bild 21

**Hinweis** Zur optimalen Arbeit mit Ihrem TA-System benötigen Sie nicht nur das Wissen dieses Bedienungshandbuches, sondern auch das des Bedienungshandbuches Ihrer Steuereinheit.

### 3.1 Einschaltreihenfolge der Komponenten des TA-Systems

Schalten Sie die einzelnen Geräte Ihres TA-Systems immer in folgender Reihenfolge ein:

1. alle angeschlossenen Analysenmodule und Module Interfaces
2. alle anderen angeschlossenen Geräte (einschließlich des Bildschirms der Steuereinheit)
3. die Steuereinheit selbst.

**Hinweis** Wenn Ihre Steuereinheit ein Festplattenlaufwerk besitzt, vergewissern Sie sich vor dem Einschalten, daß in keines der Diskettenlaufwerke eine Diskette eingelegt ist.

### 3.2 Einschalten des TGA-Moduls

**Hinweis** Lassen Sie Ihr TGA 2950 mindestens eine halbe Stunde lang warmlaufen, bevor Sie damit einen Versuch durchführen.

1. Vergewissern Sie sich, daß alle notwendigen Kabel korrekt angeschlossen sind.
2. Schalten Sie das Modul ein, indem Sie den POWER-Schalter in die Stellung "1" bringen.

**Hinweis** Wenn der POWER-Schalter und/oder der HEATER-Schalter flackernd leuchtet, stellt dies nicht unbedingt einen Grund zu Besorgnis dar.

3. Das Modul führt nun einen automatischen Selbsttest durch; wenn hierbei ein Fehler auftritt, erscheint der entsprechende Fehlercode auf der Anzeige. Die Bedeutungen der einzelnen Fehlercodes werden in Anhang A erklärt.

Wenn die Meldung "Module Loader" auf der Anzeige erscheint, bedeutet dies, daß keine Modulsoftware installiert ist; verfahren Sie gegebenenfalls nach der Anleitung in Anhang B.

Nachdem der automatische Selbsttest abgeschlossen ist, zeigt das Modul nacheinander seinen Status (mit seiner GPIB-Geräteadresse und dem freien Speicherplatz), einen Copyright-Hinweis, und dann die Standby-Meldung (mit Meßsignalen; s. Abb. 22) an.

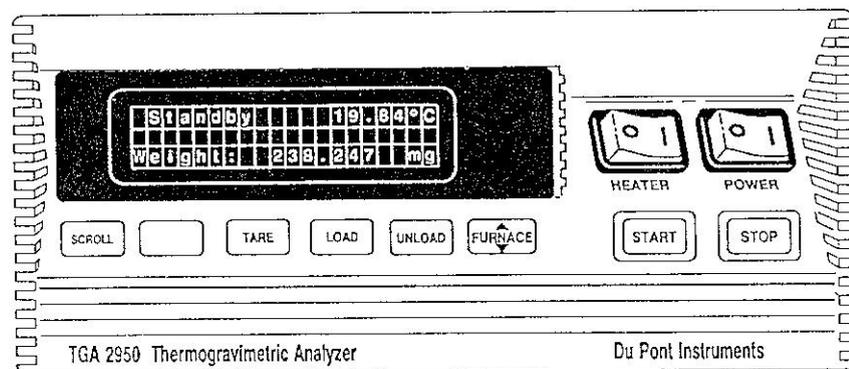


Bild 22

### 3.2.1 Der automatische Selbsttest des TGA 2950

Nachdem es eingeschaltet worden ist, führt das Modul stets einen automatischen Selbsttest seiner logischen Schaltungen durch; dies dauert ca. 15 Sekunden. Hierbei werden die einzelnen Bereiche der Modullogik in der aus Abb. 23 ersichtlichen Reihenfolge geprüft; Die in der Tabelle angegebenen Testnummern erscheinen während des jeweiligen Tests auf der Anzeige des Moduls.

## Inbetriebnahme

Test Number	Area Being Tested
--	CPU logic
30	CMOS RAM
4n	Program memory
5n	CPU board I/O functions
6n	DRAM data storage memory
70	GPIB test
82	Keypad test
An	Analog board tests
Bn	Drive board tests
D0	Saved memory checksum

**Bild 23**

Wenn im Verlauf des automatischen Selbsttests kein Fehler auftritt, verhält sich das Modul danach wie im vorigen Abschnitt beschrieben, wobei das READY-Lämpchen an der Rückseite des Moduls brennt.

Wenn ein Fehler auftritt, erscheint ein Fehlercode auf der Anzeige; weiterhin werden die Nummer des Tests (s. Abb. 23), bei dem der Fehler aufgetreten ist, und ein Hinweis, ob der Fehler als kritisch (fatal) eingeschätzt wird, angezeigt.

Bei einem nichtkritischen Fehler bleibt diese Anzeige drei Sekunden lang bestehen, damit Sie den Fehlercode notieren können, woraufhin der automatische Selbsttest fortgesetzt wird. Sie können dann selbst entscheiden, ob Sie trotz des Fehlers Versuche durchführen wollen, oder ob der Fehler vorher behoben werden soll.

Bei Auftreten eines kritischen Fehlers reagiert das Modul nicht mehr, da ein sinnvoller Betrieb des Gerätes ohnehin nicht möglich ist. Benachrichtigen Sie in diesem Fall den Kundendienst.

### 3.3 Systemstart

1. Stellen Sie sicher daß sich keine Diskette im Diskettenlaufwerk der Steuereinheit befindet.
2. Schalten Sie die einzelnen Geräte Ihres Systems in folgender Reihenfolge ein:
  - Analysenmodul(e)
  - Modul Interface(s)

**Hinweis** Ein Modul oder ein MI sollte mindestens 30 Minuten lang warmlaufen, bevor ein Versuch, an dem es beteiligt ist, gestartet wird.

- andere Geräte, die am GPIB hängen
- Drucker
- Plotter
- externes 5¼ Zoll- Diskettenlaufwerk der Steuereinheit (soweit vorhanden)

**Hinweis** Wenn die Controllerkarte für das externe Laufwerk eingebaut ist, muß das Laufwerk auch angeschlossen sein, und immer vor Einschalten des Computers eingeschaltet werden; ansonsten kommt es zu einem CONFIGURATION ERROR.

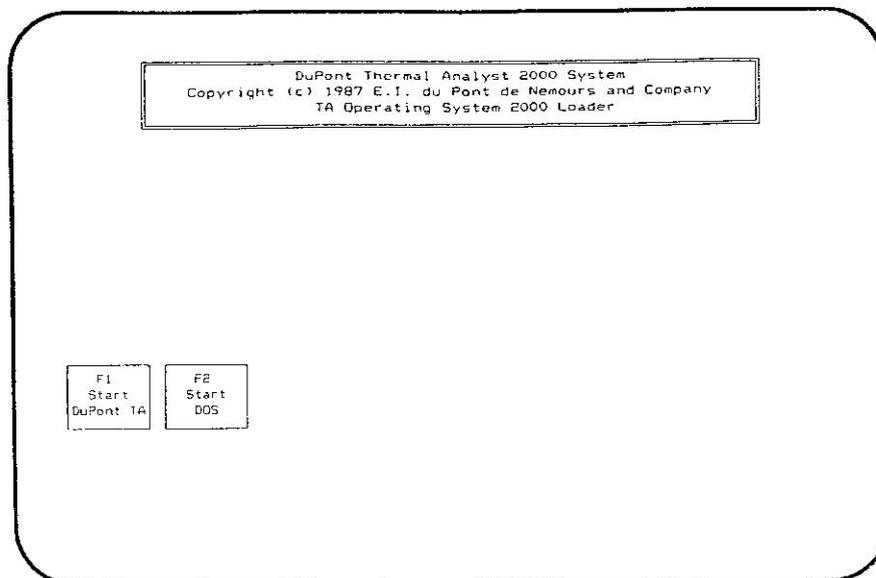
- Bildschirm der Steuereinheit

**Hinweis** Wenn Sie das INTENSITY-Potentiometer des Bildschirms über seine Mittelstellung hinaus aufdrehen, kann dies die Lebensdauer des Bildschirms verkürzen.

- Steuereinheit

Nach dem Einschalten der Steuereinheit gibt diese normalerweise einen einzelnen Ton von sich, und das Einschaltmenü (Abb. 24) erscheint auf dem Bildschirm.

Gibt sie dagegen zwei Töne von sich, so hat sie bei ihrem automatischen Selbsttest einen Fehler diagnostiziert; wenden Sie sich in dem Fall an Kapitel 6 des Bedienungshandbuches der Steuereinheit.



*Bild 24*

3. Drücken Sie F1, um TA OS zu starten. TA OS meldet sich, indem das SYSTEM CONFIGURATION-Menü (Abb. 50) auf dem Bildschirm erscheint.

Entnehmen Sie die weitere Vorgehensweise zur Durchführung von Versuchen Kapitel fünf dieses Handbuches.

## 3.4 Die Steuereinheit

### 3.4.1 Die Hauptmenüs

Das Betriebssystem TA OS ist in drei Hauptmenüs gegliedert: Das SYSTEM CONFIGURATION-Menü, das INSTRUMENTCONTROL-Menü, und das DATA ANALYSIS-Menü. Die Hauptmenüs werden im folgenden jeweils kurz beschrieben; genauere Angaben finden im Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit.

### 3.4.1.1 Das SYSTEM CONFIGURATION-Menü

Nach dem Laden von TA OS (durch Drücken von F1 nach dem Einschalten der Steuereinheit) erscheint als erstes immer das SYSTEM CONFIGURATION-Menü (Abb. 25) auf dem Bildschirm.

Die oberste Zeile auf dem Bildschirm ist die Statuszeile; sie informiert über laufende Versuche. Die Statuszeile erscheint in jedem Menü.

Im mittleren Bereich des Bildschirms befindet sich die Gerätetabelle mit Informationen über alle im System installierten Geräte.

Rechts von der Gerätetabelle befindet sich eine Liste der auf Ihrem System installierten Optionen.

Genauere Angaben finden Sie im Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit.

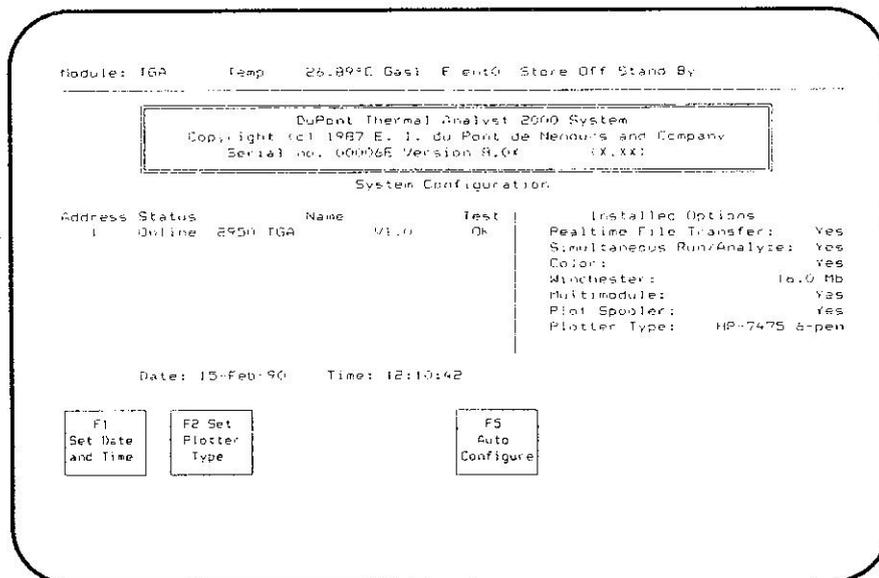


Bild 25

### 3.4.1.2 Das INSTRUMENT CONTROL-Menü

Das INSTRUMENT CONTROL-Menü (Abb. 26) ist eine Benutzeroberfläche für die Eingabe aller Versuchsparameter und für die Analysensteuerung. Es kann bei aktivem TA OS jederzeit durch Drücken von F12 erreicht werden.

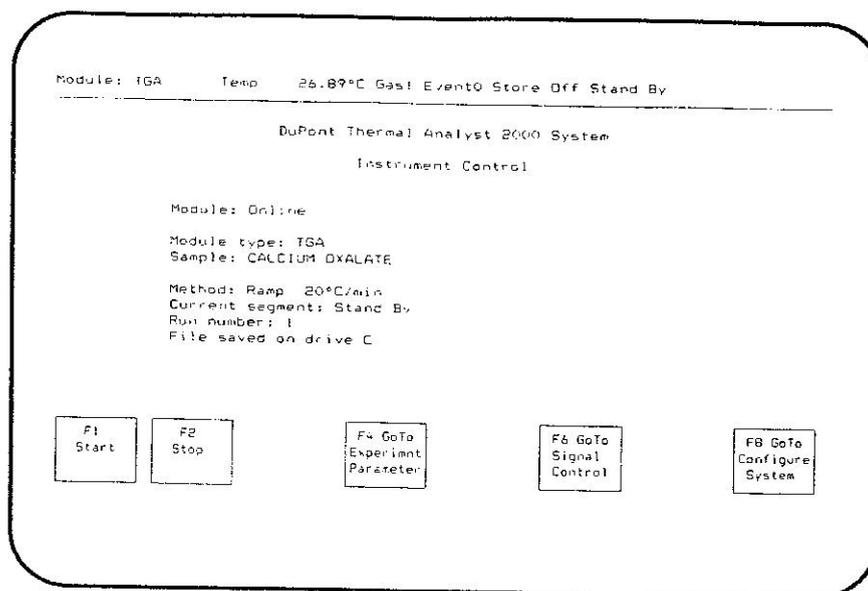


Bild 26

**Hinweis** Die Funktionen des Analysensteuerungsmenüs sind nur verfügbar, wenn mindestens ein Analysenmodul online ist.

Detailliertere Abhandlungen über das INSTRUMENT CONTROL-Menü finden Sie in den Kapiteln fünf und sechs dieses Handbuches.

### 3.4.1.3 Das DATA ANALYSIS-Menü

Das DATA ANALYSIS-Menü (Abb. 27) ist eine Benutzeroberfläche für die Auswertung von TA-Meßdaten mit Hilfe von Auswertungsprogrammen, innerhalb derer auch allgemeine Dateioperationen zur Verfügung stehen. Es kann bei aktivem TA OS jederzeit durch Drücken von F11 erreicht werden. Genauere Angaben finden im Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit.

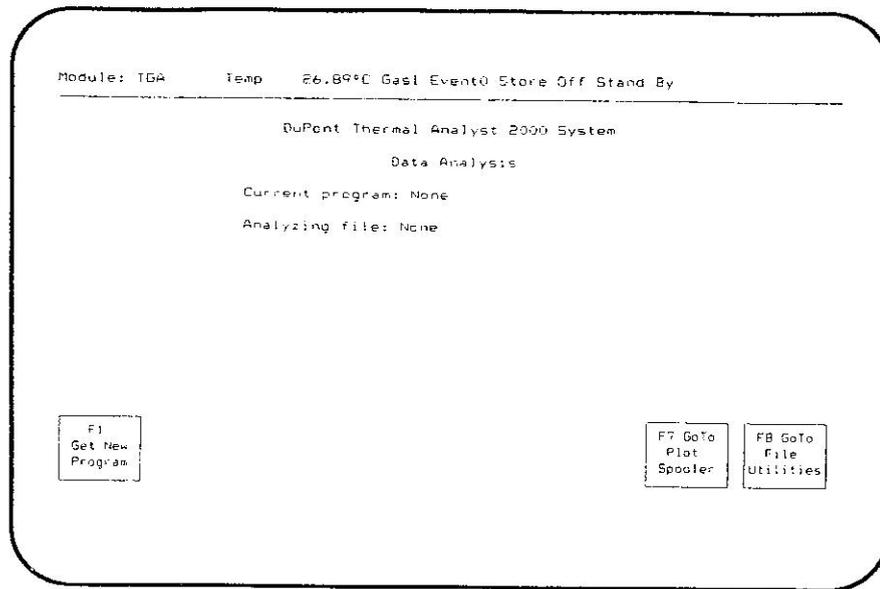


Bild 27

## 3.4.2 Die Funktionstasten der Steuereinheit

Auf der Tastatur Ihrer Steuereinheit befinden sich 12 durchnummerierte Funktionstasten. F1 bis F8 sind variable Funktionstasten, d. h. ihre Funktion ist abhängig davon, welches Menü gerade aktiv ist. F9 hat garkeine Wirkung, und F10 bis F12 sind konstante Funktionstasten, d. h. ihre Funktion ist innerhalb von TA OS immer dieselbe.

### 3.4.2.1 Die variablen Funktionstasten

Die variablen Funktionstasten, die in dem gerade aktiven Menü eine Bewandnis haben, werden immer am unteren Rand des Bildschirms jeweils mit dem Namen der zugeordneten Funktion dargestellt (z. B. wie in Abb. 28).

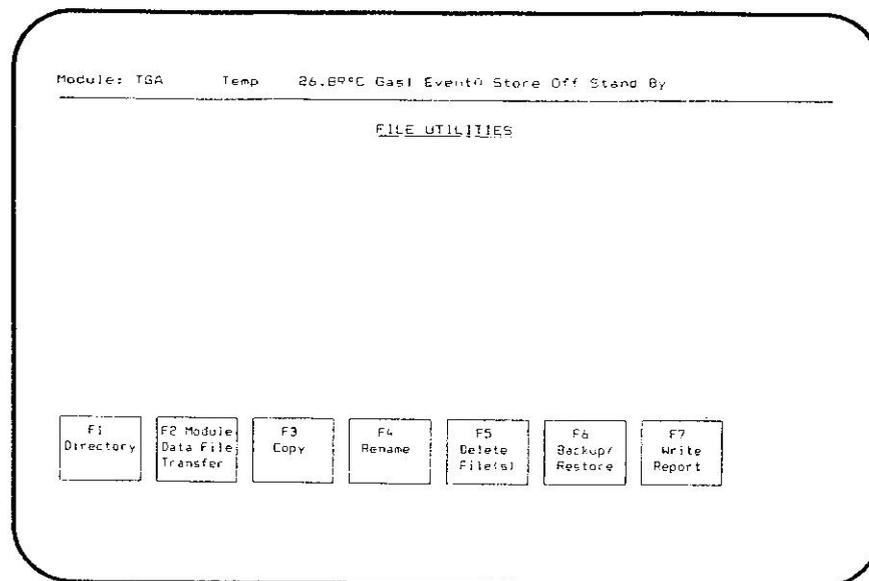


Bild 28

## F8 - ACCEPT THIS FORM

Diese Funktionstaste kommt in vielen Menüs vor, und wird deswegen hier beschrieben. Wenn Sie F8 drücken, bestätigen Sie gleichzeitig die aktuellen Inhalte aller auf dem Bildschirm befindlicher Eingabefelder als von Ihnen gewünschte Eingaben.

### 3.4.2.2 Die konstanten Funktionstasten

#### F10 - HELP (Hilfe)

Immer dann, wenn das System eine Eingabe fordert, können Sie es durch Drücken von F10 um weitere sachbezogene Informationen bitten. Es erscheint dann in der rechten unteren Ecke des Bildschirms ein gelbes Hilfefenster, welches nach einem weiteren Tastendruck wieder verschwindet.

#### F11 - DATA ANALYSIS

Durch Drücken von F11 gelangen Sie in das DATA ANALYSIS-Menü, einer Benutzeroberfläche zur Bearbeitung bereits vorhandenen Meßdaten.

F12 - INSTRUMENT CONTROL Durch Drücken von F12 gelangen Sie in das INSTRUMENT CONTROL-Menü, einer Benutzeroberfläche für die Analysensteuerung.

## 3.5 Die Bedienungselemente des TGA 2950

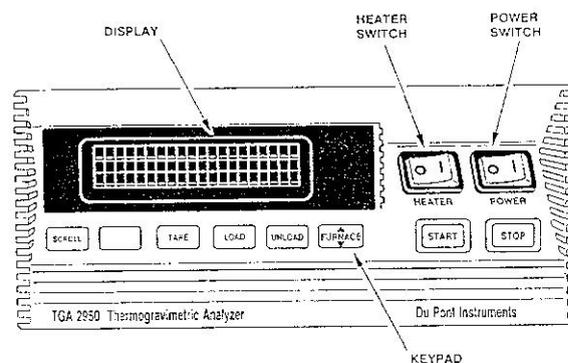


Bild 29

### 3.5.1 Die Anzeige des TGA-Moduls 2950

Die Anzeige des Moduls (s. Abb. 29) zeigt bei normalem Betrieb links oben den Modulstatus, rechts oben die Proben­temperatur, und in der unteren Zeile das Meßsignal (Probengewicht) an.

Ein Doppelkreuz (#) vor der Gewichts­anzeige besagt, daß sich das Meßsignal noch nicht stabilisiert hat.

Die einzelnen möglichen Modul­stati werden in Kapitel sechs dieses Handbuchs erklärt.

### 3.5.2 Das Tastenfeld des TGA-Moduls 2950

Im folgenden werden die einzelnen Tasten des Tastenfeldes des Moduls (s. Abb. 29) erklärt.

SCROLL	Dient zum "Durchblättern" der verschiedenen vom Modul aufgenommenen Meßsignale. (Auf der Anzeige des Moduls hat nur ein Meßsignal auf einmal Platz.) Weitere Einzelheiten über einen laufenden Versuch erhalten Sie, wenn Sie auf der Steuereinheit F12 und dann F6 drücken.
TARE	Bewirkt das Laden, Wiegen, und Abladen eines leeren Probenschiffchens; das Ergebnis dieser Wägung wird als Offset des Probengewichts-Signales gespeichert. Das betreffende Probenschiffchen ist damit austariert.
LOAD	Bewirkt das automatische Laden eines Probenschiffchens von der Probenplattform.
UNLOAD	Bewirkt das automatische Abladen des geladenen Probenschiffchens auf die Probenplattform.
FURNACE	Bewegt den Ofen in seine obere oder untere Position (Schließen bzw. Öffnen des Ofens). Wenn diese Taste gedrückt wird, während sich der Ofen bewegt, kehrt er seine Bewegungsrichtung um.
START	Startet einen vorbereiteten Versuch. Falls noch nicht geschehen, erfolgen das Laden des Probenschiffchens und das Schließen des Ofens automatisch. (Erfüllt dieselbe Funktion wie die Taste F1 (Start) auf der Steuereinheit.)
STOP	Bricht einen laufenden Versuch ab und speichert die bereits aufgenommenen Meßdaten. (Erfüllt dieselbe Funktion wie die Taste F2 (Stop) auf der Steuereinheit.) Wenn kein Versuch läuft, beendet ein Drücken der STOP-Taste jede andere Aktivität des Moduls (z. B. Luftkühlung des Ofens).
REJECT	(Drücken von STOP bei niedergehaltenem SCROLL) Bricht einen laufenden Versuch ab und löscht die bereits aufgenommenen Meßdaten. (Erfüllt dieselbe Funktion wie die Taste F3 (Reject) auf der Steuereinheit.)

**Hinweis** Die Funktionen TARE, LOAD und UNLOAD öffnen automatisch den Ofen, falls er geschlossen ist.

### 3.5.2.1 Der HEATER-Schalter

Der HEATER-Schalter (s. Abb. 29) schaltet die Betriebsspannung des Ofens ein oder aus. Er sollte vor dem Start eines Versuches in die Stellung "1" gebracht werden.

**Hinweis** Der HEATER-Schalter leuchtet nur, während ein Versuch läuft.

### 3.5.2.2 Der POWER-Schalter

Der POWER-Schalter (s. Abb. 29) dient zum Ein- und Ausschalten des Moduls.

## 3.6 Ausschalten des Moduls

Schalten Sie den TGA 2950 aus, indem Sie die Schalter POWER und HEATER jeweils in die Stellung "0" bringen.

**Hinweis** Schalten Sie Ihr TA-System möglichst nicht aus, wenn Sie es an demselben Tag noch einmal benötigen: Sie werden zuverlässigere Meßwerte erhalten, wenn die Elektronik nicht abkühlt und dann wieder warmläuft.  
Alle Komponenten Ihres TA-Systems sind für lange Einschaltzeiten ausgelegt.

## Inbetriebnahme

## 4. Kalibrieren des TGA 2910

Wir empfehlen Ihnen, das Gewichtssignal und das Temperatursignal Ihres TGA 2950 mindestens einmal monatlich zu kalibrieren.

**Hinweis** Das Justieren der Probenplattform ist in Abschnitt 2.8 beschrieben.

### 4.1 Kalibrieren des Gewichtssignals

**Hinweis** Das Kalibrieren des Gewichtssignals sollte unter denselben Spülgasbedingungen erfolgen, die Sie bei Ihren späteren Versuchen herstellen werden.

1. Wenn sich das TGA-Kalibrierprogramm nicht auf Laufwerk C (Festplatte) befindet, legen Sie die Diskette mit dem TGA-Kalibrierprogramm in Laufwerk A der Steuereinheit ein.
2. Drücken Sie auf der Steuereinheit F11 (Data Analysis). Sollte noch ein anderes DATA ANALYSIS-Programm aktiv sein, drücken Sie F2 (Stop Program).
3. Drücken Sie F1 (Get New Program).
4. Bewegen Sie den Cursor mit den Pfeiltasten auf den Buchstaben des Laufwerkes, auf dem sich das TGA-Kalibrierprogramm befindet (C oder A), und drücken Sie ENTER.
5. Wählen Sie mit dem Cursor das Programm "TGACal" aus, und drücken Sie F3 (Select File). Das TGA-Kalibrierprogramm wird nun geladen, wonach die Meldung "Ready" erscheint.
6. Starten Sie das TGA-Kalibrierprogramm durch Drücken von F1 (Start Program). Es erscheint dessen Eingangsmenü (Abb. 30).

## Kalibrieren der TGA

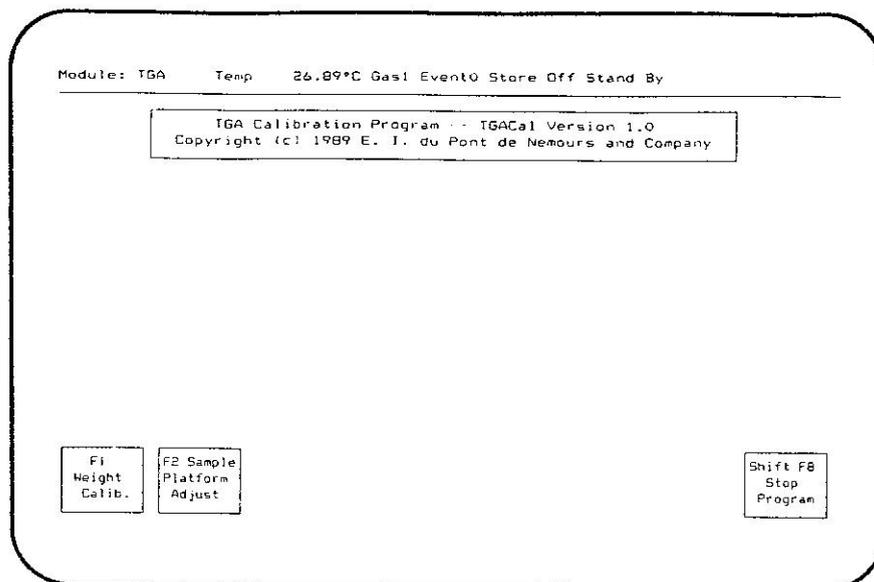


Bild 30

7. Drücken Sie F1 (Weight Calibration). Auf dem Bildschirm erscheint die erste Anweisung (Abb. 31).

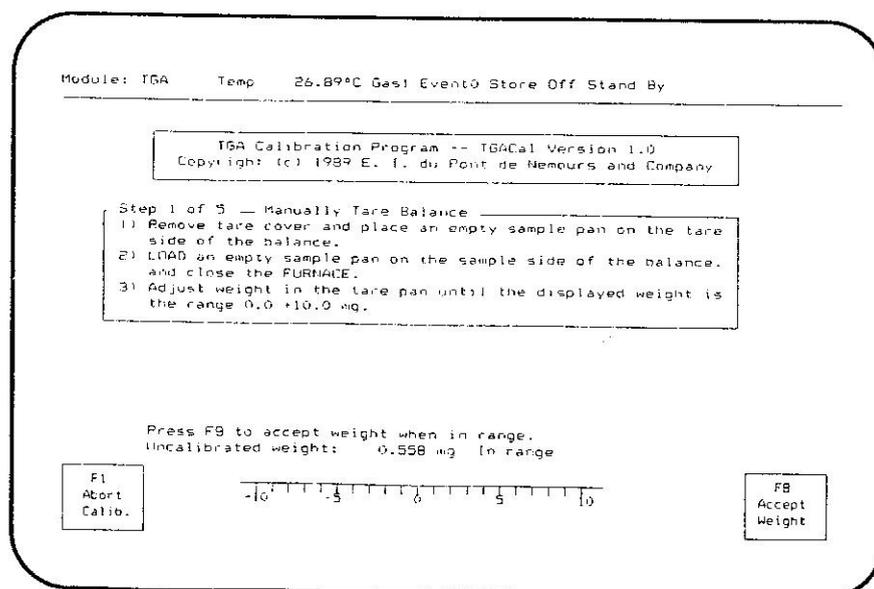
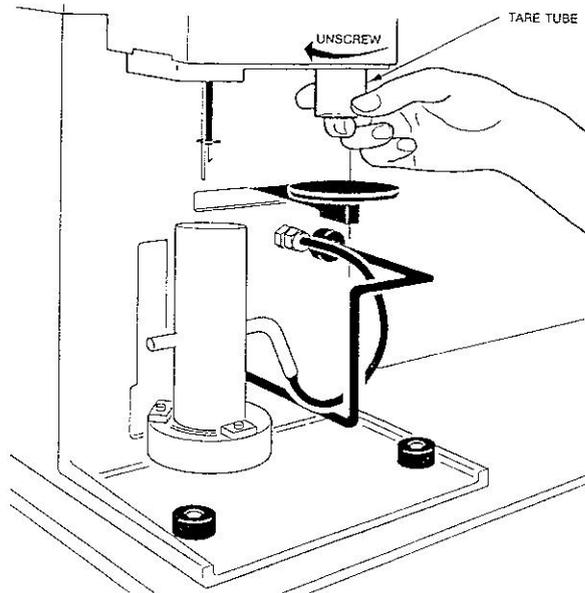


Bild 31

- Schrauben Sie die Tarierschiffchenabdeckung ab (Abb. 32), und hängen Sie ein Probenschiffchen von derselben Art, die Sie bei Ihren Versuchen verwenden werden, an das untere Ende des Tarierschiffchen-Aufhängerdrahtes.



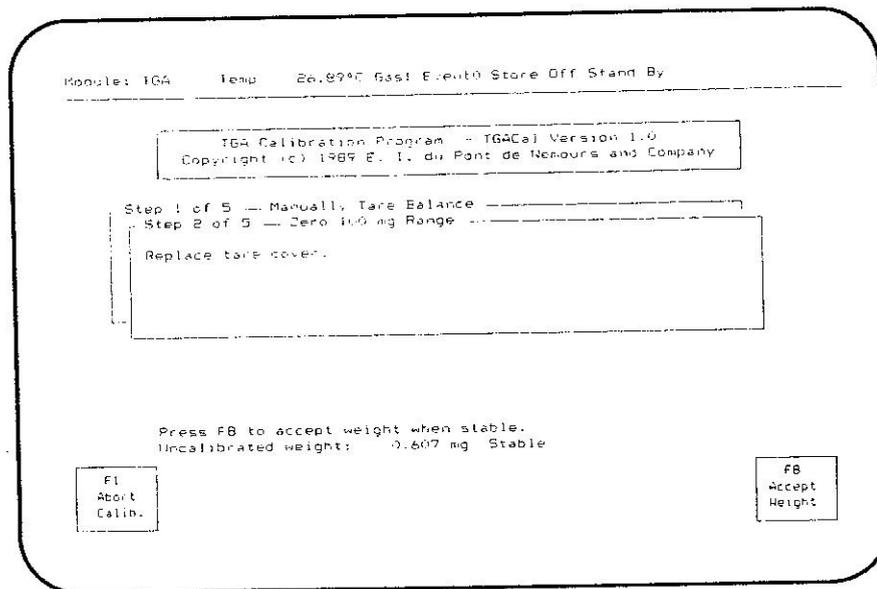
*Bild 32*

- Stellen Sie das Probenschiffchen, das Sie in Ihrem nächsten Versuch verwenden werden, auf die Probenplattform.
- Drücken Sie die Taste LOAD, um das Probenschiffchen an seinen Aufhängerdraht zu hängen, und dann die Taste FURNACE, um den Ofen zu schließen. (Der Ofen sollte geschlossen werden, um Zuglufteinflüsse auszuschalten.)
- Betrachten Sie die Anzeige des Gewichtssignals auf dem Bildschirm der Steuereinheit: Die Anzeige erscheint in roter Farbe, wenn das Gewichtssignal außerhalb des zulässigen Bereichs liegt; in gelb, wenn es innerhalb des zulässigen, aber außerhalb des optimalen Bereichs liegt; und in grün, wenn es innerhalb des optimalen Bereichs liegt.
- Bringen Sie das Gewichtssignal mit Hilfe der Kalibriergewichte aus dem Zubehörkasten möglichst nahe an Null heran: Wenn das Gewichtssignal positiv ist, legen Sie weitere Kalibriergewichte in das Tarierschiffchen; Wenn das Gewichtssignal negativ ist, nehmen Sie Gewichte aus dem Tarierschiffchen heraus.

## Kalibrieren der TGA

**Hinweis** Berühren Sie die Kalibriergewichte nicht mit Ihren Fingern, sondern nur mit einer Messingpinzette. Die von der Haut abgegebenen Öle und Salze können die Gewichte der Kalibriergewichte verändern.

13. Drücken Sie F8 (Accept Weight). Auf dem Bildschirm erscheint die zweite Anweisung (Abb. 33).



*Bild 33*

14. Schrauben Sie die Tarserschiffchenabdeckung wieder an, um Zugluftefflüsse auszuschalten.
15. Warten Sie, bis sich das Gewichtssignal stabilisiert hat (erkennbar an dem Erscheinen der Meldung "Stable" neben der Gewichtsanzeige), und drücken Sie F8 (Accept Weight). Es erscheint die dritte Anweisung (Abb. 34).
16. Das System schaltet nun um in den 1000-mg-Meßbereich, um auch hier den Signaloffset zu messen. Warten Sie, bis sich das Signal stabilisiert hat, und drücken Sie wieder F8 (Accept Weight). Es erscheint die vierte Anweisung (Abb. 35).
17. Drücken Sie die Taste UNLOAD, und legen Sie das 100 mg-Kalibriergewicht ("class M") aus dem Zubehörkasten in das Probenschiffchen. Drücken Sie die Taste LOAD, und danach die Taste FURNACE.

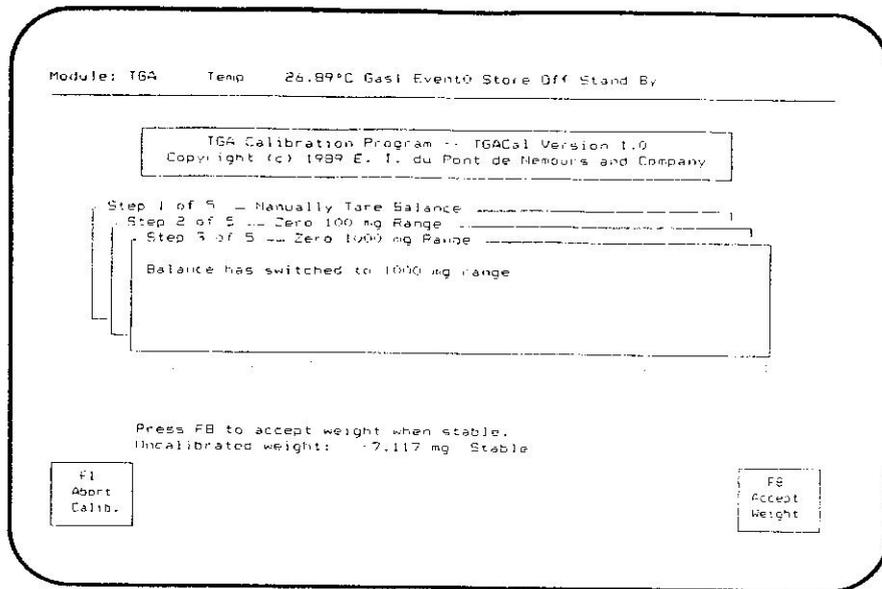


Bild 34

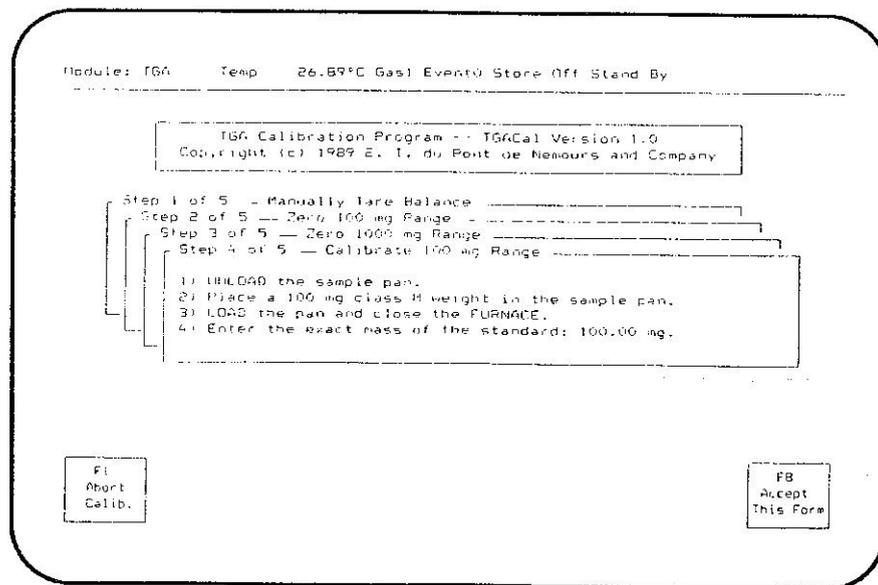
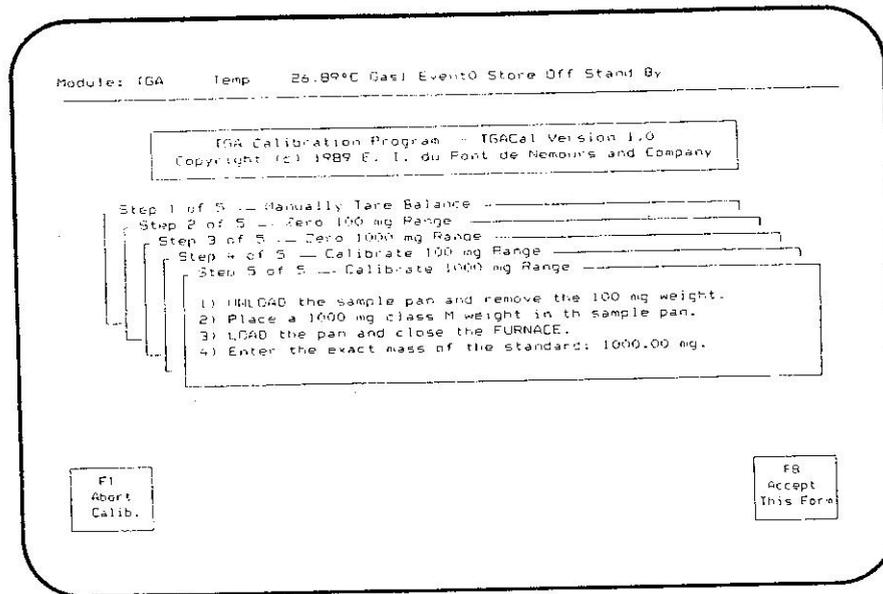


Bild 35

## Kalibrieren der TGA

18. Geben Sie auf der Tastatur die Masse des Kalibriergewichts ein: 100.00 mg.
19. Warten Sie, bis sich das Gewichtssignal stabilisiert hat, und drücken Sie wiederum F8 (Accept Weight). Es erscheint die fünfte und letzte Anweisung (Abb. 36).



**Bild 36**

20. Drücken Sie die Taste UNLOAD, entnehmen Sie dem Probenschiffchen das 100 mg-Kalibriergewicht, und legen Sie das 1000 mg- Kalibriergewicht aus dem Zubehörkasten hinein. Drücken Sie die Taste LOAD, und danach die Taste FURNACE.
21. Geben Sie auf der Tastatur die Masse des Kalibriergewichts ein: 1000.00 mg.
22. Warten Sie, bis sich das Gewichtssignal stabilisiert hat, und drücken Sie wiederum F8 (Accept Weight).

## 4.2 Kalibrieren des Temperatursignals

Wenn Sie Versuche durchführen wollen, bei denen es auf genaue Temperaturergebnisse ankommt, empfiehlt es sich, vorher das Temperatursignal zu kalibrieren. Dies geschieht, indem Sie einen Kalibrierlauf mit einer hochreinen Metallprobe durchführen, und dann den hierbei gemessenen Schmelzpunkt zusammen mit dem tatsächlichen Schmelzpunkt in die Temperaturkalibrierungstabelle eingeben.

### 4.2.1 Kalibrierlauf zur Temperaturkalibrierung

1. Geben Sie ca. 10 mg eines hochreinen Metalls in ein austariertes Probenschiffchen, und stellen Sie dieses auf die Probenplattform.
2. Drücken Sie die Taste LOAD, um das Probenschiffchen zu laden, und die Taste FURNACE, um den Ofen zu schließen.
3. Erstellen Sie eine Methode, die:
  - die Probentemperatur ca. 100 K unterhalb des Schmelzpunktes der Kalibrierprobe stabilisiert,
  - und dann mit der Heizrate, die Sie in Ihren Versuchen zu verwenden gedenken, bis über den Schmelzpunkt der Kalibrierprobe hinaus aufheizt.

(Das Erstellen von Methoden ist in Kapitel 5 genauer beschrieben.)

4. Selektieren und starten Sie diese Methode.
5. Warten Sie, bis die Methode abgelaufen ist, und laden Sie dann ein geeignetes Auswertungsprogramm (entweder das General Analysis Program, oder das TGA Standard Data Analysis Program). Ermitteln Sie den Schmelzpunkt als Maximalwert der zeitlichen Ableitung der Temperatur (s. Abb. 37). (Verwenden Sie hierzu die Funktion "Curve Value"; Detailliertere Angaben finden Sie im Bedienungshandbuch des Auswertungsprogrammes.)

## Kalibrieren der TGA

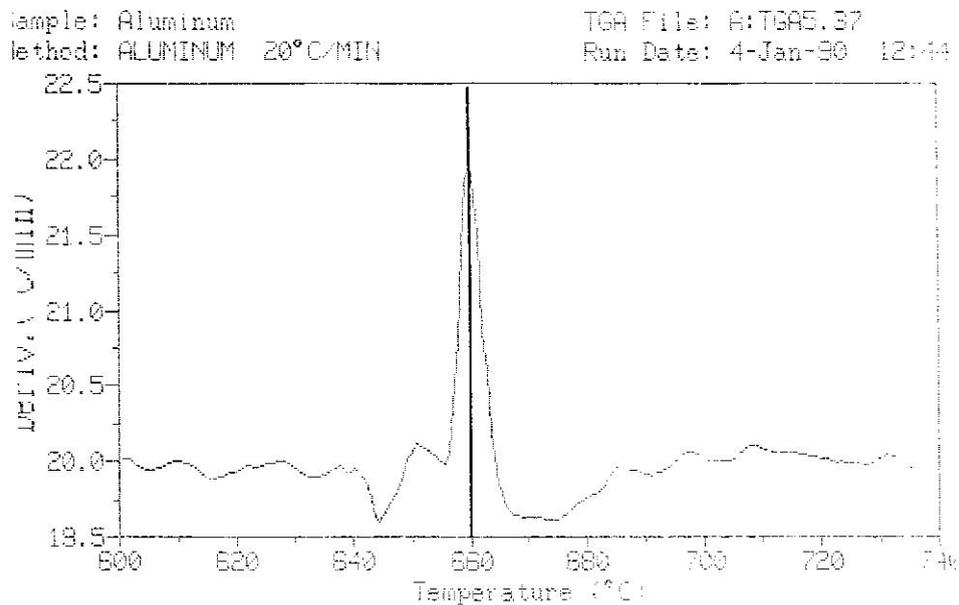


Bild 37

### 4.2.2 Eingeben der Temperaturkalibrierungstabelle

Die Funktion F5 (Temperature Calibrate) im Signal Control-Menü erlaubt die Eingabe von bis zu fünf Paaren von jeweils gemessener und tatsächlicher Temperatur, die dann zur Kalibrierung des Proben temperatursignals verwendet werden. Je mehr Paare eingegeben werden, desto genauer wird die Temperaturkalibrierung. Wenn Sie nur ein Temperaturpaar eingeben, besteht die Temperaturkalibrierung lediglich in einer linearen Verschiebung. Paare von zweimal 0.00 °C werden von dem Kalibrieralgorithmus ignoriert.

1. Drücken Sie nacheinander F12 (Instrument Control), F6 (GoTo Signal Control), und F5 (Temperature Calibrate). Die Temperaturkalibrierungstabelle erscheint auf dem Bildschirm.
2. Geben Sie in der linken Spalte den gemessenen Schmelzpunkt aus Abschnitt 4.2.1 ein, und in der rechten Spalte den tatsächlichen Schmelzpunkt der Kalibriersubstanz.

3. Wiederholen Sie Schritt 2 gegebenenfalls für bis zu vier weitere Kalibrierläufe mit verschiedenen Kalibriersubstanzen. (Hierdurch wird die Temperaturkalibrierung genauer.)

**Hinweis** Wenn die Temperaturkalibrierung wirksam ist, können Sie dies daran erkennen, daß die Temperaturanzeige in der Statuszeile mit "TEMP\*" gekennzeichnet ist. (Bei inaktiver Temperaturkalibrierung ist die Temperaturanzeige mit "TEMP °C" gekennzeichnet.)



## 5. Durchführen von TGA-Versuchen

In diesem Kapitel finden Sie Schritt-für-Schritt-Anleitungen zur Durchführung von TGA-Versuchen mit Ihrem TGA-Modul 2950. Weitere Informationen über die Funktionsweise des TGA 2950 finden Sie in Kapitel 6 dieses Handbuchs.

Die Durchführung eines TGA-Versuchs läßt sich in folgende Arbeitsgänge gliedern:

- Eingeben aller Versuchsparameter auf der Steuereinheit
- Erstellen und Auswählen einer Methode auf der Steuereinheit
- Einstellen des Spülgasstromes
- Auswählen und Austarieren des Probenschiffchens
- Laden der Probe
- Starten des Versuchs
- Abladen der Probe nach Beendigung des Versuchs

Im Interesse genauer Meßergebnisse empfehlen wir erstens, die Kalibrierungen einmal monatlich zu überprüfen, und zweitens, grundsätzlich sorgfältig zu arbeiten.

### 5.1 Voraussetzungen

Bevor Sie mit Ihrem Modul Versuche durchführen, sollten Sie:

- Das Modul installiert haben, d. h., auch alle Kabel, Wasser- und Gasleitungen angeschlossen haben (s. Kapitel 2).
- Ihr TA-System gestartet haben (s. Kapitel 3).
- Das Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit studiert haben.

### 5.2 Programmieren eines Versuchs auf der Steuereinheit

Der erste Schritt in der Vorbereitung eines TGA-Versuchs besteht darin, alle notwendigen Informationen auf der Steuereinheit einzugeben.

Alle Anleitungen in diesem Abschnitt gehen von dem INSTRUMENT CONTROL-Menü (Abb. 38) aus, in das Sie jederzeit durch Drücken von F12 gelangen können.

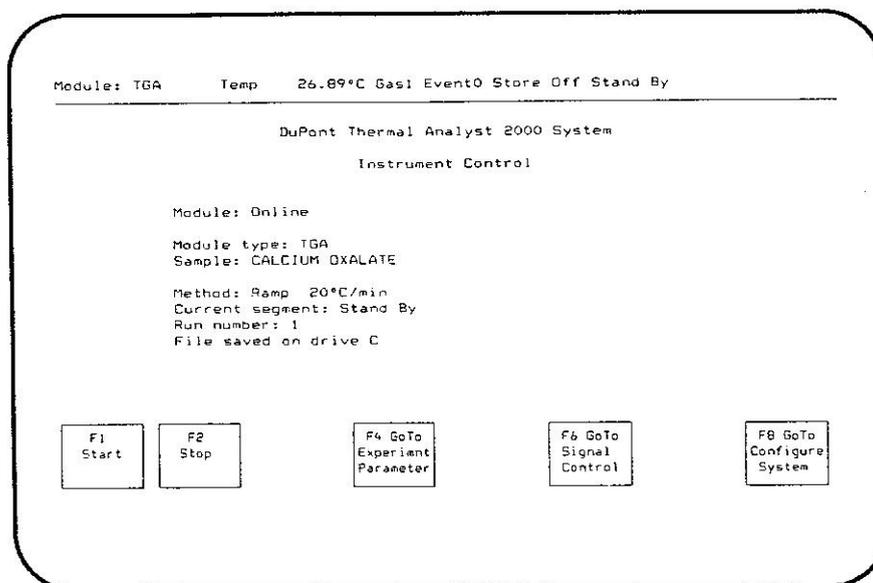


Bild 38

## 5.2.1 Auswahl des anzusprechenden Moduls

Wenn Sie ein Multimodulsystem mit mehr als einem online-geschalteten Modul haben, müssen Sie beachten, daß alle im folgenden beschriebenen Funktionen immer nur das gerade ausgewählte Modul betreffen.

Wählen Sie gegebenenfalls ein Modul als anzusprechend aus, indem Sie im INSTRUMENT CONTROL-Menü den Cursor am unteren Bildschirmrand mit der linken oder rechten Pfeiltaste auf die Nummer dieses Moduls (1 bis 4) bewegen.

**Hinweis** Wenn das Modul, das Sie verwenden wollen, nicht in der Liste erscheint, befindet es sich nicht online. Schalten Sie es in dem Fall ein, und drücken Sie F8 (GoTo Configure System), und dann F5 (Auto Configure).

## 5.2.2 Auswahl des Betriebsmodus' des Moduls

1. Drücken Sie F4 (GoTo Experimental Parameters), um in das EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü (Abb. 39) zu gelangen.

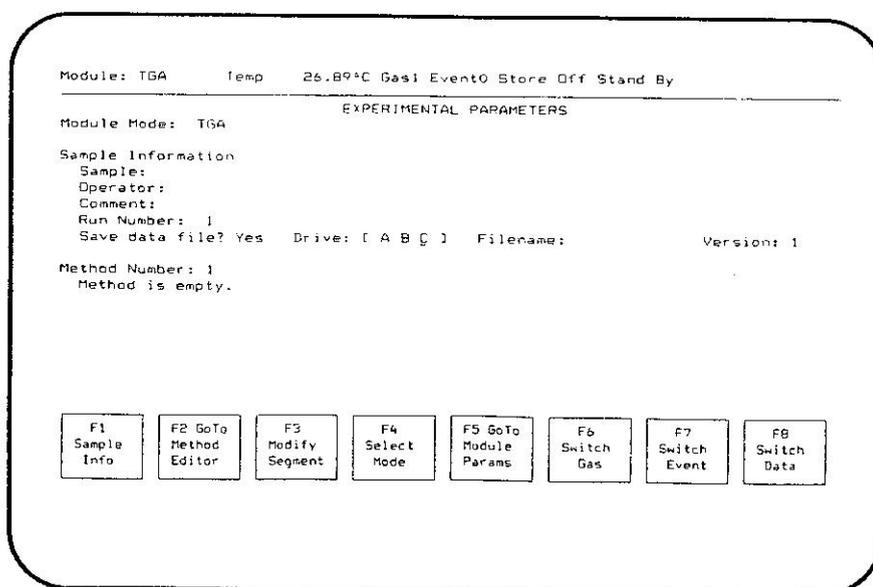
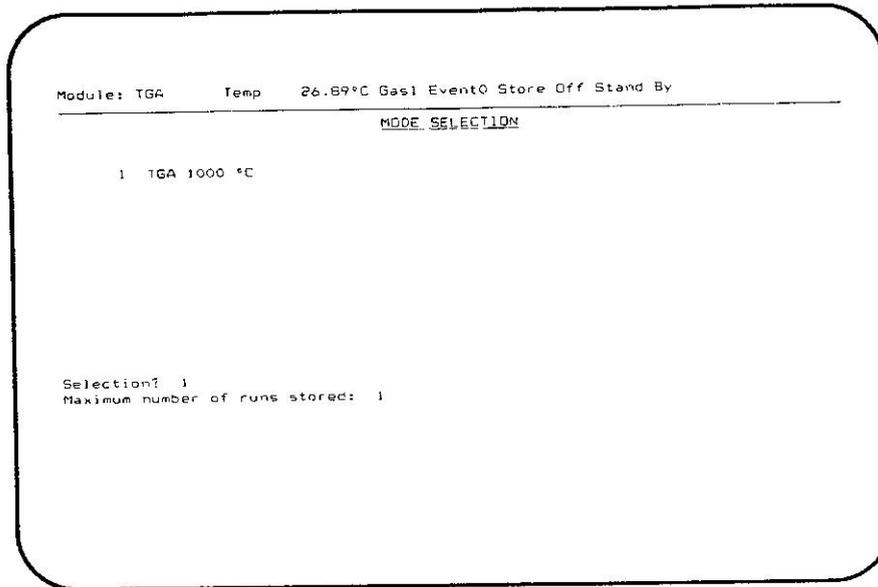


Bild 39

## Durchführung von TGA-Versuchen

2. Drücken Sie F4 (Select Mode). Eine Liste der verfügbaren Betriebsmodi (Abb. 40) erscheint auf dem Bildschirm.



*Bild 40*

3. Geben Sie eine "1" ein, um den Betriebsmodus "TGA 1000°C" zu wählen.
4. Geben Sie ein, wieviele Probenläufe im Modul gespeichert werden sollen (max. 4). Nach Durchführung der hier eingegebenen Anzahl von Probenläufen wird jeder weitere Probenlauf zur Löschung des ältesten im Modul gespeicherten Probenlaufes führen. Zur dauerhaften Speicherung muß ein Probenlauf auf Festplatte oder Diskette kopiert werden; dies kann geschehen:
  - unmittelbar während des Probenlaufes mit der Option REALTIME FILE TRANSFER (s. nächsten Abschnitt), oder
  - nach Beendigung des Probenlaufes mit F2 (Module Data File Transfer).

### 5.2.3 Eingeben der Probenbezeichnung

1. Drücken Sie im INSTRUMENT CONTROL-Menü F4, um in das EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü zu gelangen.
2. Drücken Sie F1 (Sample Information).
3. Geben Sie alle angeforderten Informationen ein; im Folgenden werden die Bedeutungen der einzelnen Eingaben erklärt:

<b>Sample</b>	Bezeichnung der Probe (max. 32 Zeichen lang).
<b>Operator</b>	Ihr Name (max. 25 Zeichen).
<b>Comment</b>	Jegliche Bemerkungen, die Sie im Zusammenhang mit dem geplanten Versuch festhalten möchten (max. 64 Zeichen).
<b>Save data file?</b>	Wenn Sie hier mit YES antworten, werden die Meßdaten bereits während des Versuches auf Festplatte oder Diskette gespeichert. Es findet dann während des Versuches alle 30 sec (Festplatte), bzw. alle 5 min (Diskette), ein Schreibvorgang statt. Wenn Sie hier mit NO antworten, werden die Meßdaten im Modul gespeichert, und können später von dort mit F2 (Module Data File Transfer) auf ein Laufwerk kopiert werden (s. Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit).
<b>Drive</b>	Wenn Sie "Save data file?" mit YES beantwortet haben, müssen Sie hier angeben, auf welches Laufwerk die Meßdaten geschrieben werden sollen. (s. Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit)
<b>Filename</b>	Wenn Sie "Save data file?" mit YES beantwortet haben, müssen Sie hier einen Dateinamen für die entstehende Meßdatendatei angeben (max. 10 Zeichen).
<b>Version</b>	Die Erweiterung des Dateinamens (eine ganze Zahl von 1 bis 99). Jedesmal, wenn ein Probenlauf gestartet wird, wird sie automatisch um 1 hochgezählt.

## Durchführung von TGA-Versuchen

Die Angaben zu "Run Number", "Method Number", und "Module Mode" können in diesem Menü nicht verändert werden. Die Probenlaufnummer (Run Number) wird automatisch immer weitergezählt, die Methodennummer (Method Number) wird wie in Abschnitt 5.2.6 beschrieben eingegeben, und der Betriebsmodus des Moduls wie in Abschnitt 5.2.2 beschrieben.

### 5.2.4 Eingeben der Modulparameter

1. Drücken Sie F4 (GoTo Experimental Parameters), um in das EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü zu gelangen.
2. Drücken Sie F5 (GoTo Module Params), um in das MODULE PARAMETERS-Menü (Abb. 41) zu gelangen.

```
Module: TGA      Temp  26.89°C Gas1 Event0 Store Off Stand By
-----
                                MODULE PARAMETERS
Module Mode: TGA
Data Sampling Interval: 2.0      sec/point
Data Compression Threshold for
  Temperature: 0.05      °C Signal A: 0.000 mg
Method End Conditions
Furnace: Open and unload Closed (leave loaded or vacuum operation)
Air Cool (if opened): Yes for 12.00 min

F1 GoTo
Module
Reset

F8
Accept
This Form
```

**Bild 41**

3. Geben Sie für alle zu ändernden Parameter die jeweils benötigten Werte ein. Drücken Sie hierbei die ENTER-Taste, um in das jeweils nächste Eingabefeld zu gelangen; verwenden Sie die Pfeiltasten, um den Cursor innerhalb eines Eingabefeldes zu bewegen. Die Bedeutung der einzelnen Parameter wird im folgenden erklärt.

<b>Module Mode</b>	Der derzeit eingestellte Betriebsmodus Ihres Moduls (s. Abschnitt 5.2.2).
<b>Data Sampling Interval</b>	Das Meßwertnahmeintervall in Sekunden.
<b>Data Compression Threshold</b>	Der Schwellwert, um den sich ein Meßdatenpunkt vom dem vorhergehenden Meßdatenpunkt unterscheiden muß, um aufgenommen zu werden. (Dies hat den Sinn, daß in weitgehend linearen Kurvenbereichen weniger Meßdatenpunkte aufgenommen werden als in solchen mit starken Veränderungen.)
<b>Method End Conditions</b>	<p>Furnace: Wenn Sie hier "open" wählen, wird der Ofen nach Beendigung des Versuchs automatisch geöffnet; wenn Sie "closed" wählen, bleibt er geschlossen.</p> <p><b>Achtung</b> Wählen Sie bei Vakuumbetrieb unbedingt "Furnace: closed", da ein Öffnen des Ofens bei noch bestehendem Vakuum zu Schäden am Modul führen könnte.</p> <p>Air Cool: Wenn Sie "Furnace: open" gewählt haben und hier YES eingeben, wird nach Beendigung des Versuchs die Luftkühlung für die angegebene Dauer eingeschaltet.</p>

Um alle Modulparameter auf ihre Vorgabewerte zurückzusetzen, können Sie F1 (GoTo Module Reset) drücken. Die Vorgabewerte der einzelnen Modulparameter werden im folgenden angegeben.

**Achtung** Die Funktion MODULE RESET setzt alle Modul-Parameter zurück; hierbei werden auch alle im Modul gespeicherten Methoden und Probenläufe gelöscht.

<b>Module Mode</b>	TGA
<b>Data Sampling Interval</b>	2.0 sec/Meßdatenpunkt

## Durchführung von TGA-Versuchen

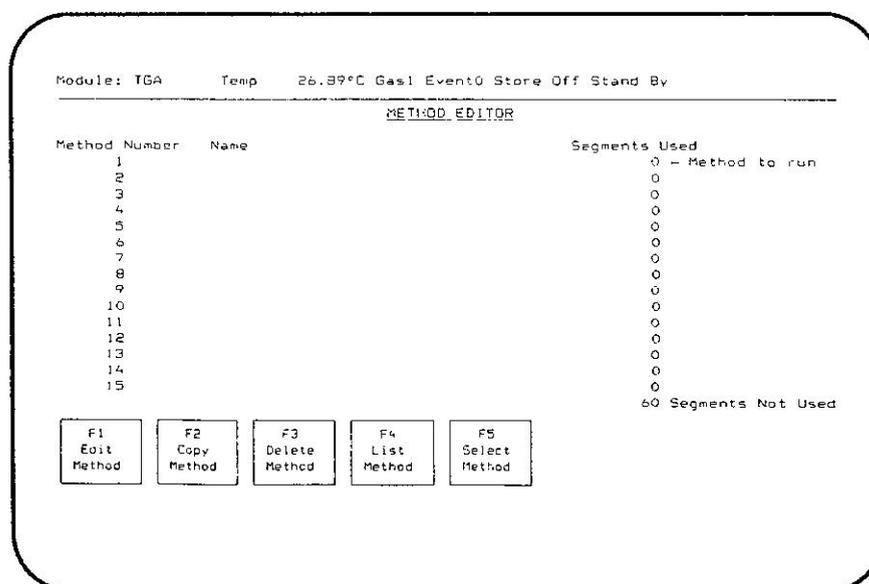
Data Compression Threshold    Temperatur: 0.05 °C  
Signal A: 0.000 mg

Method End Conditions            Furnace: Open and unload  
Air Cool: Yes for 12 min.

### 5.2.5 Erstellen von Methoden

Bevor Sie einen Versuch durchführen können, müssen Sie mindestens eine METHODE für Ihr Modul erstellt haben. Eine METHODE ist aus Steuerbefehlen zusammengesetzt; jeder einzelne Steuerbefehl wird als SEGMENT bezeichnet. Eine Beschreibung aller für den TGA 2950 verfügbaren Segmenttypen finden Sie in Abschnitt 6.1. Erstellte Methoden werden im nicht-flüchtigen Speicher Ihres Moduls gespeichert; es haben dort bis zu 15 Methoden mit zusammen maximal 60 Segmenten Platz.

1. Drücken Sie F4 (GoTo Experimental Parameters).
2. Drücken Sie F2 (GoTo Method Editor), um in das Hauptmenü des Methodeneditors (s. Abb. 42) zu gelangen.



**Bild 42**

3. Drücken Sie F1 (Edit Method). Auf dem Bildschirm erscheint die Anforderung:

**Edit Method:**

4. Geben Sie eine leere Methodennummer ein. Eine leere Nummer ist in der auf dem Bildschirm befindlichen Methodenliste daran zu erkennen, daß ihr kein Name und null Segmente zugeordnet sind. Der eigentliche Methodeneditor (Abb. 43) erscheint auf dem Bildschirm.

Module: TGA Temp 26.89°C Gas1 Event0 Store Off Stand By

---

METHOD EDITOR

Method Name: Method Number: 1

Segment Description

1 Equilibrate at 0.00 °C

60 Segments not used

F8  
Accept  
This Form

**Bild 43**

5. Geben Sie einen Namen für die neue Methode ein; er darf bis zu 25 Zeichen lang sein. Das erste Vorgabesegment und einige zusätzliche Funktionstasten erscheinen auf dem Bildschirm (Abb. 44).

Module: TGA Temp 26.89°C Gas1 Event0 Store Off Stand By

---

METHOD EDITOR

Method Name: 20°C/rain Ramp Method Number: 1

Segment Description

1 Equilibrate at 0.00 °C  
Add another segment? Yes

F1 Change Seg Type F2 Insert Segment F3 Delete Segment F4 Restore Segment

F8  
Accept  
This Form

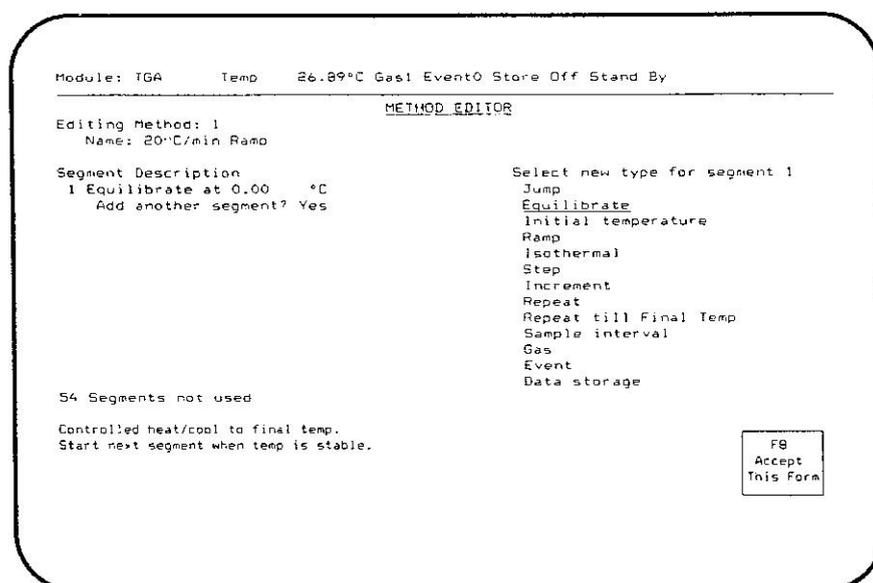
**Bild 44**

## Durchführung von TGA-Versuchen

Die Funktionstasten des Methodeneditors sind im Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit beschrieben.

Ihre Steuereinheit kennt für Ihr TGA-Modul 2950 eine Reihe von Vorgabesegmenten, aus der sie Ihnen jedesmal, wenn Sie ENTER drücken, das jeweils nächste anbietet.

6. Wenn Sie das vorgegebene Segment verwenden wollen, gehen Sie zu Schritt 7. Wenn Sie einen anderen Segmenttyp für Ihr erstes Segment brauchen, drücken Sie F1 (Change Segment Type). Auf dem Bildschirm erscheint eine Liste der verfügbaren Segmenttypen (Abb. 45).



**Bild 45**

Bewegen Sie den Cursor mit den Pfeiltasten auf den gewünschten Segmenttyp, und drücken Sie F8 (Accept This Form).

7. Geben Sie den, bzw. die, Parameter des Segmentes ein. Es erscheint die Anforderung:  
**Add another segment?**
8. Geben Sie Y ein, um ein weiteres Segment an die Methode anzufügen, oder N, um dem System mitzuteilen, daß die Methode fertig eingegeben ist.
9. Wiederholen Sie Schritte 6 bis 8 für jedes weitere einzugebende Segment. In den Speicher des Modules passen maximal 60 Segmente, die auf bis zu 15 Methoden verteilt sein dürfen.

10. Wenn Sie Ihre Methode fertig eingegeben haben, und in Schritt 8 mit N geantwortet haben, wird die Methode im Modul abgespeichert, und es erscheint wieder das METHOD EDITOR-Menü auf dem Bildschirm.

### 5.2.6 Auswählen einer Methode

Verfahren Sie folgendermaßen, um eine Methode auswählen, damit diese einem dann gestarteten Probenlauf zugrundegelegt wird:

1. Drücken Sie im METHOD EDITOR-Menü F5 (Select Method). Auf dem Bildschirm erscheint die Anforderung:

**Select Method to run:**

2. Geben Sie die Nummer der gewünschten Methode ein. Diese Methode wird nun in der Liste in Grün dargestellt, und mit dem Hinweis "Method to run" versehen.

## 5.3 Vorbereiten der Zusatzgeräte

Wenn Ihr Versuch Zusatzgeräte erfordert, vergewissern Sie sich vor dem Starten, daß sie wie benötigt eingestellt und eingeschaltet sind. Vergewissern Sie sich auch, daß Ihr System so wie es konfiguriert ist in der Lage ist, alle Segmente der Methode in die Tat umzusetzen.

### 5.3.1 Luftkühlung des Ofens

Sie können Ihr Modul programmieren, den Ofen nach Beendigung des Versuchs mit Druckluft zu kühlen (s. Abschn. 5.2.4).

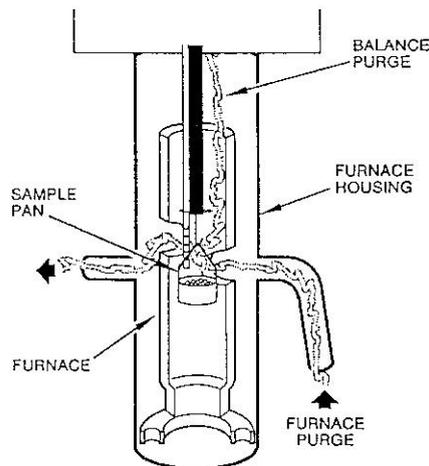
Wenn Sie dies tun, vergewissern Sie sich vor dem Starten eines Versuchs, daß der Hahn von der Druckluftquelle geöffnet ist, und daß diese auf zwischen 172 und 827 kPa (25 und 120 psig) eingestellt ist.

### 5.3.1 Verwendung eines Spülgases

Sie können die Atmosphäre, der Ihre Probe während eines TGA-Versuchs ausgesetzt ist, kontrollieren, indem Sie eine Spülgasquelle an Ihr TGA-Modul anschließen. Beim TGA 2950 ist die separate Einleitung zweier Spülgasströme vorgesehen: einen in die Wägekammer, und einen in den Ofen.

Der Spülgasstrom in die Wägekammer verhindert ein Aufsteigen von Zersetzungsprodukten aus dem Ofen, die sich sonst an dem empfindlichen Wägemechanismus niederschlagen könnten. Er verläßt die Wägekammer zum Teil durch ein Loch rechts neben dem Thermoelementeröhrchen, und zum Teil durch das Thermoelementeröhrchen, um zusammen mit dem zweiten Spülgasstrom aus dem Ofen auszutreten.

Der in den Ofen eingeleitete Spülgasstrom fließt horizontal über die Probe hinweg (s. Abb. 46), um deren Zersetzungsprodukte schnellstmöglich fortzuspülen.



*Bild 46*

Als Spülgase für den TGA 2950 kommen ausschließlich Stickstoff, Sauerstoff, Helium, Luft und Argon in Frage.

**Warnung** Leiten Sie nie Wasserstoff oder ein anderes explosives Gas in den Ofen Ihres TGA ein.

**Warnung** Leiten Sie nie Flüssigkeiten in die Spülgasleitungen Ihres TGA ein.

Spülgas kann einer Druckflasche oder einer Laborleitung entnommen werden. Gas aus einer Laborleitung sollte vor der Einleitung in den TGA einen Trockner passiert haben.

Wir empfehlen einen Durchfluß von maximal 100 ccm/min, der zu 40 % in die Wägekammer, und zu 60 % in den Ofen eingeleitet werden sollte. Es ist wichtig, dieses Verteilverhältnis zu wahren, damit keine Zersetzungsprodukte in die Wägekammer gelangen.

Um dieses Verteilverhältnis einstellen zu können, muß an jeden der beiden Spülgaseingänge an der Rückseite des Moduls ein Volumenstromregler angeschlossen werden. (Der BALANCE PURGE-Anschluß führt in die Wägekammer; der PURGE-Anschluß in den Ofen.)

Vergewissern Sie sich vor dem Starten jedes Versuchs, daß das richtige Spülgas angeschlossen ist und daß der angeschlossene Spülgasvorrat für den geplanten Versuch ausreicht. Halten Sie die Spülgasströme stets über den gesamten Versuch konstant, da andernfalls die Meßergebnisse beeinflußt würden.

### 5.3.3 Verwendung eines Gasumschaltventils (GSA)

Mit einem Gasumschaltventil können Sie sowohl von der Methode aus, als auch direkt über die Funktion SWITCH GAS, während eines Versuchs den Spülgasstrom ein-/ausschalten, oder die Spülgasquelle wechseln.

Vergewissern Sie sich vor dem Starten eines Versuchs, der ein Gasumschaltventil verwendet, daß es eingeschaltet ist, und daß alle erforderlichen Gasleitungen wie benötigt angeschlossen sind.

Entnehmen Sie alles weitere dem Bedienungshandbuch Ihres GSA.

## 5.4 Vorbereiten der Probe

### 5.4.1 Auswahl der geeigneten Probenschiffchen

Für den TGA 2950 stehen Probenschiffchen aus Platin und aus Keramik zur Verfügung. Platinschiffchen gibt es mit 50 und mit 100 µl Fassungsvermögen; Keramikschiiffchen mit 100, mit 250, und mit 500 µl Fassungsvermögen. Beachten Sie bei der Auswahl geeigneter Probenschiffchen folgende Punkte:

- Für die meisten Versuche werden sich Platinschiffchen am besten eignen, da sie leichter zu reinigen sind als die poröseren Keramikschiiffchen.
- Für Proben, die mit Platin verschmelzen oder reagieren könnten (anorganische oder ätzende Stoffe), sollten Keramikschiiffchen verwendet werden.
- Verwenden Sie, sofern Ihre Probe während des Versuchs schmelzen wird, ein Schiffchen, das groß genug ist, um ein Überlaufen der Probe beim Schmelzen auszuschließen.

Alle Arten von Probenschiffchen sind nach einer Reinigung durch große Hitze grundsätzlich wiederverwendbar. Dies kann mit einem Propangas- oder Bunsenbrenner geschehen, oder mit dem Ofen Ihres TGA durch Abfahren einer entsprechenden Methode.

Hängen Sie, sobald Sie sich bezüglich Probenschiffchenart und -größe entschieden haben, ein ebensolches Schiffchen mit einer Messingpinzette an den Tariergewichte-Aufhängedraht.

### 5.4.2 Austarieren des Probenschiffchens

Um stets genaue Meßergebnisse zu erhalten, sollten Sie das Probenschiffchen vor jedem Versuch austarieren, auch, wenn Sie wieder dasselbe Probenschiffchen verwenden. Dies kann entweder automatisch oder manuell geschehen.

### 5.4.2.1 Automatisches Austarieren des Probenschiffchens

1. Stellen Sie das leere Probenschiffchen auf die Probenplattform.
2. Drücken Sie die Taste TARE auf dem Tastenfeld des Moduls. Das Modul lädt nun automatisch das Probenschiffchen, wiegt es in jedem der beiden Meßbereiche, speichert jeweils das gemessene Gewicht als Offset, und lädt es wieder ab.  
Das Modul wartet vor dem Abspeichern des Offset, bis das Gewichtssignal ausreichend stabil ist.

### 5.4.2.2 Manuelles Austarieren des Probenschiffchens

Beim manuellen Austarieren wird nur für den aktuellen Meßbereich der Offset gemessen; der Offset für den anderen Meßbereich wird dann hieraus geschätzt. Wenn die Gewichtskalibrierung des TGA genau stimmt, wird die Schätzung des zweiten Offset genau sein.

1. Stellen Sie das leere Probenschiffchen auf die Probenplattform.
2. Drücken Sie die Taste LOAD auf dem Tastenfeld des Moduls.
3. Drücken Sie die Taste FURNACE, um den Ofen zu schließen, und somit Zuglufteinflüsse am Probenschiffchen auszuschließen.
4. Drücken Sie auf der Steuereinheit F12 (Instrument Control), und dann F6 (GoTo Signal Control).
5. Warten Sie, bis sich das Gewichtssignal (Signal A) stabilisiert hat, und drücken Sie dann F1 (Auto Zero). Das Gewichtssignal dieses Zeitpunktes wird nun als Gewichtssignal-Offset gespeichert.

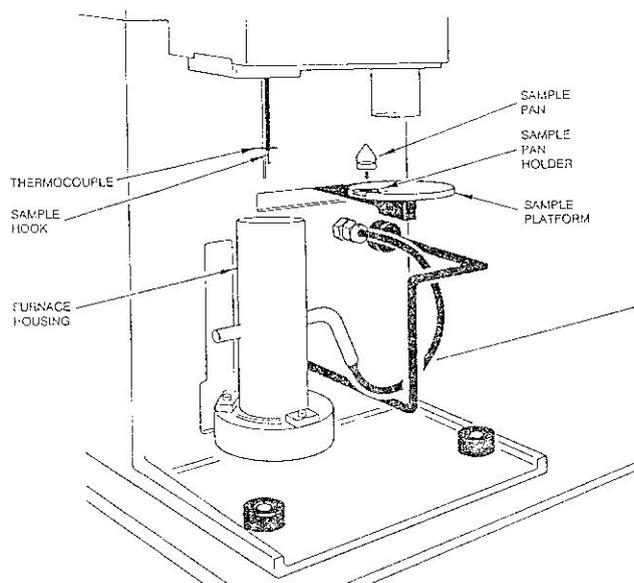
### 5.4.3 Laden der Probe

1. Geben Sie die Probe in das Probenschiffchen, und stellen Sie das Probenschiffchen auf die Probenplattform (s. Abb. 47). Der Draht an der Unterseite des Probenschiffchen muß in der Kerbe auf der Probenplattform liegen, damit das Probenschiffchen automatisch geladen werden kann.

## Durchführung von TGA-Versuchen

**Hinweis** Berühren Sie Probenschiffchen grundsätzlich nicht mit den Händen, sondern verwenden Sie eine Messingpinzette.

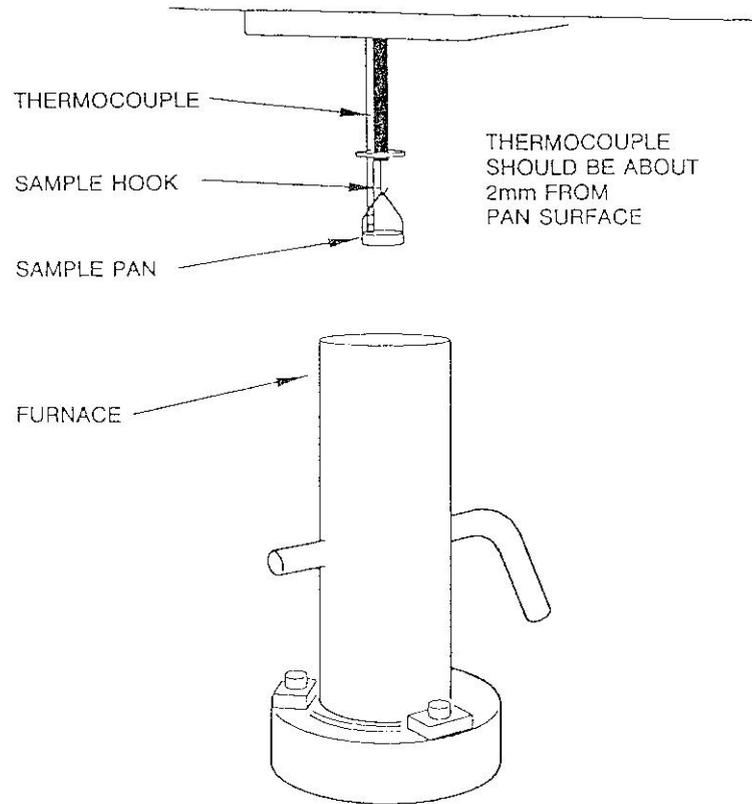
**Achtung** Wenn Sie das Probenschiffchen selbst an den Proben-Aufhängedraht hängen, kann der Wägemechanismus hierbei Schaden nehmen.



*Bild 47*

2. Drücken Sie die Taste LOAD. Das Probenschiffchen wird nun automatisch an seinen Aufhängedraht gehängt.
3. Korrigieren Sie nötigenfalls die Position des Thermoelementes: es sollte nahe dem Außenrand des Probenschiffchens ca. 2 mm über dessen oberem Rand enden (s. Abb. 48).

**Hinweis** Wenn Sie die Position des Thermoelementes verändern, sollten Sie danach eine neue Temperaturkalibrierung durchführen.



*Bild 48*

4. Drücken Sie die Taste FURNACE, um den Ofen zu schließen (s. Abb. 49).

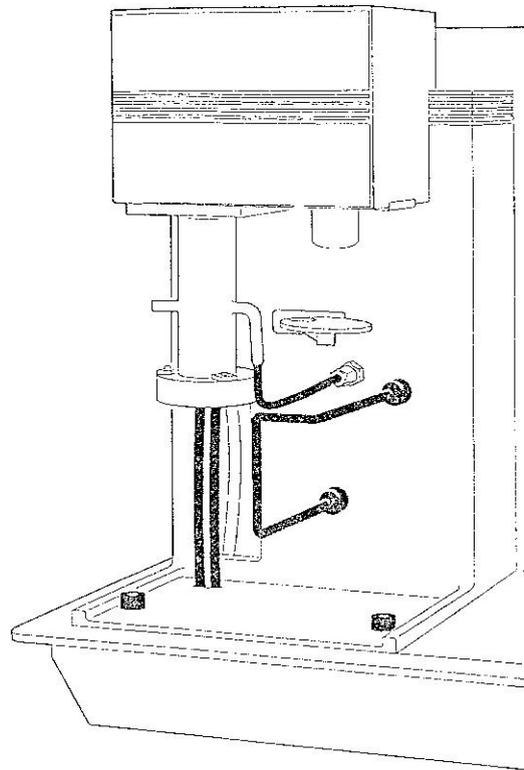


Bild 49

### 5.5 Starten eines Versuchs

Vergewissern Sie sich vor dem Starten eines Versuchs, daß Sie alle Versuchsparameter eingegeben haben, und daß das Modul online ist.

1. Drücken Sie entweder F1 (Start) im INSTRUMENT CONTROL-Menü der Steuereinheit, oder drücken Sie die START-Taste auf dem Tastenfeld des Moduls.
2. Um den Verlauf der Signale während des Versuchs verfolgen zu können, drücken Sie entweder F6 (GoTo Signal Control) im INSTRUMENT CONTROL-Menü der Steuereinheit, oder drücken Sie die SCROLL-Taste auf dem Tastenfeld des Moduls solange, bis das gewünschte Signal auf der Anzeige erscheint.

Wenn auf Ihrem System die Option REALTIME PLOT installiert ist, können Sie auch F5 (GoTo Realtime Plot) drücken, um die Meßsignale in Echtzeit auf dem Bildschirm graphisch darstellen zu lassen.

## 5.6 Abbrechen eines Versuchs

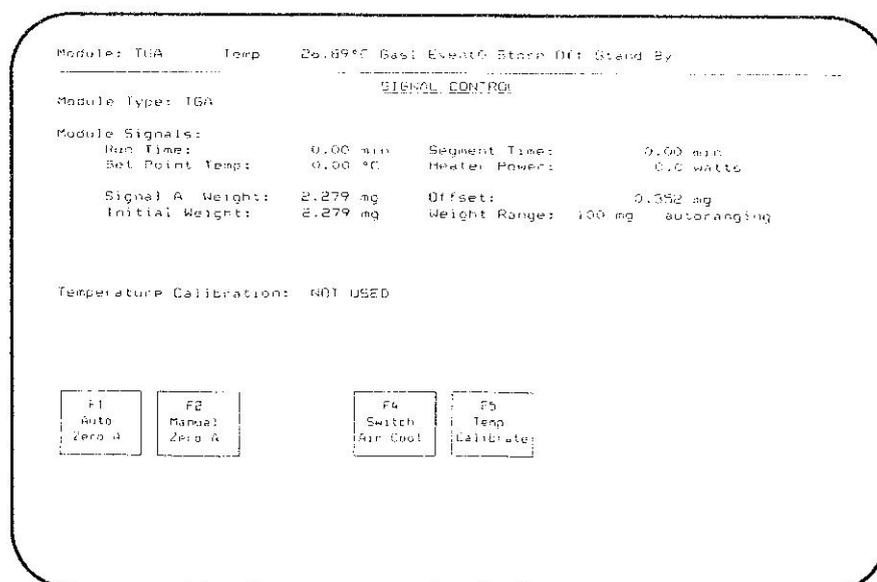
Wenn Sie aus irgendeinem Grund einen Versuch abbrechen wollen, drücken Sie entweder F2 (Stop) auf der Steuereinheit, oder die STOP-Taste auf dem Tastenfeld des Moduls. Die bereits aufgenommenen Meßdaten eines mit der STOP-Funktion abgebrochenen Versuchs bleiben gespeichert; um einen Versuch abzubrechen und gleichzeitig alle Meßdaten dieses Versuchs zu löschen, drücken Sie entweder F3 (Reject) auf der Steuereinheit, oder drücken Sie auf dem Tastenfeld des Moduls die STOP-Taste zusammen mit der SCROLL-Taste.

**Achtung** Alle Meßdaten eines mit der REJECT-Funktion oder mit der Tastenkombination SCROLL-STOP abgebrochenen Versuchs gehen verloren.

**Hinweis** Der Wärmetauscher läuft nach dem Ende eines Versuchs noch weiter, bis die Proben temperatur 50 °C unterschritten hat, und die Luftkühlung -sofern überhaupt eingeschaltet- beendet ist.

## 5.7 Überwachen des Verlaufs eines Versuchs

Um den Verlauf der Signalwerte eines laufenden Versuchs mitverfolgen zu können, drücken Sie F6 (GoTo Signal Control), um in das SIGNAL CONTROL-Menü (Abb. 50) zu gelangen.



## Durchführung von TGA-Versuchen

Die im SIGNAL CONTROL-Menü verfügbaren Funktionen werden in Abschnitt 6.3 erklärt; die dort angezeigten Parameter im folgender Tabelle:

<b>Module Type</b>	Der Typ des Moduls, auf dem der Versuch läuft (TGA).
<b>Run Time</b>	Die seit Beginn des Versuchs vergangene Zeit in Minuten.
<b>Segment Time</b>	Die seit Beginn des aktuellen Segmentes vergangene Zeit.
<b>Set Point Temp</b>	Die Solltemperatur, die der Ofen zu erreichen versucht.
<b>Heater Power</b>	Die momentane Heizleistung in Watt.
<b>Signal A</b>	Das aktuelle Probengewicht in mg. Es wird nur angezeigt, während eine Methode läuft.
<b>Offset</b>	Die Gewichtsdivergenz zwischen Proben-schiffchen und Tarsierschiffchen. Jeder der Meßbereiche hat seinen eigenen Offset.
<b>Initial Weight</b>	Das zu Beginn des Versuchs gemessene Probengewicht in mg.
<b>Weight Range</b>	Der zur Zeit gewählte Meßbereich. Der TGA 2950 wählt für jede Probe automatisch den günstigsten Meßbereich. Der TGA 2950 verfügt über einen Meßbereich bis 100 und über einen bis 1000 mg. In dem kleineren Meßbereich sind genauere Messungen möglich.
<b>Temperature Calibration</b>	Eine Tabelle von bis zu fünf Paaren jeweils einer tatsächlichen und der hierbei gemessenen Temperatur, die zur Kalibrierung des Temperatursignals verwandt wird. Wenn hier keine Tabelle erscheint, ist die Temperaturkalibrierung ausgeschaltet. (Näheres über die Temperaturkalibrierung finden Sie in Abschnitt 4.2)

## 5.8 Abladen des Probenschiffchens

Wenn Sie bei der Eingabe der Modulparameter "Furnace: Open and Unload" gewählt haben, lädt der TGA 2950 das Probenschiffchen nach Beendigung des Versuchs automatisch ab.

Ansonsten lädt das Modul die Probe automatisch ab, wenn Sie die Taste UNLOAD auf dem Modul-Tastenfeld drücken.

## 5.9 Durchführen eines TGA-Versuchs

In diesem Beispiel wird der prozentuale Gewichtsverlust von Kalziumoxalat als Funktion linear ansteigender Temperatur bei kontrollierter Probenatmosphäre ermittelt.

1. Stellen Sie ein sauberes 100 µl-Platin-Probenschiffchen auf die Probenplattform, und drücken Sie die Taste TARE. Das Probenschiffchen wird nun automatisch austariert.
2. Messen Sie mit dem Spatel aus dem Zubehörkasten ungefähr 20 mg Kalziumoxalat ab, und geben Sie es in das Probenschiffchen. Stellen Sie das Probenschiffchen auf die Probenplattform.
3. Drücken Sie die Taste LOAD. Das Probenschiffchen wird automatisch an seinen Platz gehängt.
4. Betrachten Sie das auf dem Anzeigefeld des Moduls angezeigte Probengewicht (Drücken Sie nötigenfalls die Taste SCROLL, bis das Probengewicht auf der Anzeige erscheint).  
Wenn das Probengewicht akzeptabel ist, gehen Sie zu Schritt 5.  
Wenn Sie das Probengewicht ändern möchten, drücken Sie die Taste UNLOAD, und wiederholen Sie die Schritte 2, 3, und 4.
5. Drücken Sie F12 (Instrument Control) auf der Steuereinheit.
6. Drücken Sie F4 (GoTo Experimental Parameters).
7. Drücken Sie F4 (Select Mode), und wählen Sie Betriebsmodus 1 ("TGA 1000°C").
8. Geben Sie als Anzahl der zu speichernden Probenläufe "1" ein.

## Durchführung von TGA-Versuchen

- Drücken Sie F2 (GoTo Method Editor).
- Drücken Sie F1 (Edit Method). Auf dem Bildschirm erscheint die Anforderung:

### Edit Method:

- Geben Sie eine leere Methodennummer ein. Eine leere Nummer ist in der auf dem Bildschirm befindlichen Methodenliste daran zu erkennen, daß ihr kein Name zugeordnet ist, und sie null Segmente hat.
- Geben Sie als Methodenname TGA-X ein.
- Geben Sie folgende Segmente ein:

Equilibrate at 50.00°C  
Ramp at 20°C per minute to 900°C

(Näheres über das Erstellen von Methoden finden Sie in Abschnitt 5.2.5.)

- Drücken Sie F5 (Select Method), und geben Sie die Methodennummer aus Schritt 11 ein.
- Drücken Sie die ESCAPE-Taste.
- Drücken Sie F1 (Sample Information), und machen Sie folgende Eingaben:

Sample:	Kalziumoxalat
Operator:	<Ihr Name>
Comment:	20 K/min
Save data file?	YES
Drive:	A B <u>C</u>
Filename:	TGA_BSPL
Version:	1

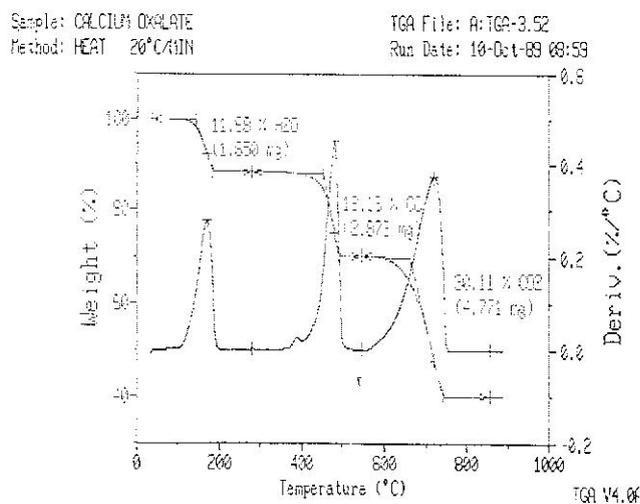
- Drücken Sie F5 (GoTo Module Parameters), und ändern Sie nötigenfalls die einzelnen Modulparameter. Stellen Sie für dieses Beispiel folgende Parameter ein:

Data Sampling Interval: 2.0 sec/pt

Data Compression Threshold for Temperature: 0.05  
Signal A: 0.0

Method End Conditions Furnace: Open and unload  
Air Cool: Yes for 12 min

18. Drücken Sie F12 (Instrument Control).
19. Drücken Sie wahlweise F1 (Start), oder drücken Sie die START-Taste auf dem Tastenfeld des Moduls.
20. Werten Sie die Meßdaten nach Beendigung des Versuchs mit einem geeigneten Auswertungsprogramm (entweder General Analysis Program oder TGA Standard Data Analysis Program) aus. Abbildung 51 zeigt eine graphische Auswertung, wie sie für diesen Versuch beispielsweise aussehen könnte.



**Bild 51**

## Durchführung von TGA-Versuchen

## 6. Technische Einzelheiten

### 6.1 Thermoanalytische Methoden

Eine Thermoanalytische Methode ist ein Programm zur Steuerung eines Versuchs; sie besteht aus einzelnen Steuerbefehlen, die SEGMENTe genannt werden. Methoden werden im METHOD EDITOR der Steuereinheit erstellt, und im batteriegespeisten Speicher des Moduls gespeichert, wo bis zu 15 Methoden mit insgesamt bis zu 60 Segmenten Platz haben.

Auf Ihrem TGA-Modul 2950 stehen folgende Segmenttypen zur Verfügung:

Segmenttyp	Bedeutung
Jump	Bewirkt eine sprunghafte Änderung der Solltemperatur, wonach sofort mit der Ausführung des nächsten Segments begonnen wird. Bei der Ausführung eines Jump-Segments schießt die Proben­temperatur meist weit über die angegebene Solltemperatur hinaus.
Equilibrate	Bewirkt das Aufheizen oder Abkühlen der Probe auf die angegebene Solltemperatur. Mit der Ausführung des nächsten Segments wird erst begonnen, nachdem die Solltemperatur erreicht und stabilisiert wurde.
Initial Temperature	Bewirkt das Aufheizen oder Abkühlen der Probe auf die angegebene Starttemperatur. Nachdem die Solltemperatur erreicht und stabilisiert wurde, wird gewartet, bis Sie den Versuch starten.
*Ramp	Stellt die angegebene Heiz- oder Kühlrate ein, und behält sie bei, bis die angegebene Endtemperatur erreicht ist.
*Isothermal	Hält die Proben­temperatur für die angegebene Dauer konstant.

## Technische Einzelheiten

*Step	Bewirkt Temperatursprünge um die angegebene Temperaturdifferenz in dem angegebenen zeitlichen Abstand, bis die angegebene Endtemperatur erreicht ist.
Increment	Ändert die Temperatur um die angegebene Temperaturdifferenz. Mit der Ausführung des nächsten Segments wird erst begonnen, nachdem die neue Temperatur erreicht und stabilisiert wurde.
Repeat Segment	Bewirkt die Wiederholung eines oder mehrerer Segmente der Methode.
Repeat till Final Temp	Bewirkt die Wiederholung eines oder mehrerer Segmente der Methode bis die angegebene Endtemperatur erreicht oder überschritten wird.
Sample Interval	Legt das zeitliche Intervall der aufzunehmenden Meßwerte (Meßwertnahmeintervall) fest.
Gas	Steuert die Schaltstellung des Gasumschaltventils.
Event	Steuert die Schaltstellung des EVENT-Relais', mit dem ein externes Gerät von der Methode aus geschaltet werden kann.
Data Storage	Schaltet die Meßdatenspeicherung ein oder aus.

Die mit \* gekennzeichneten Segmenttypen schalten die Meßdatenspeicherung automatisch ein, wenn sie nicht unmittelbar auf ein DATA STORAGE: OFF -Segment folgen.

Die Folgende Tabelle führt die Maximalwerte und die Vorgabewerte der einzelnen Segmentparameter auf. Beachten Sie, daß die hier gezeigten Maximalwerte sich auf den Methodeneditor beziehen; die technischen Daten des TGA 2950 finden Sie in Abschnitt 1.3.

Segmenttyp (Maximalwert(e) eingesetzt)	Vorgabewert
Jump to 2000.00 °C	0.00 °C
Equilibrate at 2000.00 °C	0.00 °C
Initial Temperature 2000.00 °C	0.00 °C
*Ramp 200.00 °C/min to 2000.00 °C	1 °C/min to 0.00 °C
*Isothermal for 100000.00 min	1.00 min
*Step 200.00 °C / 100000.00 min to 2000.00 °C	1.00 °C / 1.00 min to 0.00 °C
Increment 200.00 °C	1.00 °C
Repeat Segment 60 for 9999 times	1, 1
Repeat Segment 60 til 2000.00 °C	1, til 0.00 °C
Sampling Interval 50 sec	0.5 sec/pt
Gas: 2	Gas 1
Event: 1	0 (=aus)
Data Storage: On	Off

Die mit \* gekennzeichneten Segmenttypen schalten die Meßdatenspeicherung automatisch ein, wenn sie nicht unmittelbar auf ein DATA STORAGE: OFF -Segment folgen.

### 6.1.1 Der Methodeneditor

Indem Sie im EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü die Taste F2 (GoTo Method Editor) drücken, gelangen Sie in das METHOD EDITOR- Menü, in dem Sie Thermoanalytische Methoden erstellen, ändern und ausdrucken können.

Folgende Funktionen sind innerhalb des METHOD EDITOR-Menüs verfügbar; sie sind im Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit ausführlich erklärt:

## Technische Einzelheiten

<b>F1 - Edit Method</b>	Startet den eigentlichen Methodeneditor, mit dem Sie eine neue Methode eingeben, oder eine bereits bestehende abändern können.
<b>F2 - Copy Method</b>	Erstellt eine Kopie einer bestehenden Methode. Sie können dann unter wahrung der bestehenden Methode an der Kopie Änderungen vornehmen.
<b>F3 - Delete Method</b>	Löscht eine gespeicherte Methode, um deren Speicherplatz freizugeben.
<b>F4 - List Method</b>	Druckt eine Methode auf Drucker oder Plotter aus.
<b>F5 - Select Method</b>	Läßt Sie eine der gespeicherten Methoden zum Ablauf auswählen.

Um eine neue Methode einzugeben, oder um eine bestehende abzuändern, drücken Sie F1 (Edit Method). Sie gelangen damit in den Methodeneditor, in dem folgende Funktionen zur Verfügung stehen:

<b>F1 - Change Seg Type</b>	Erlaubt die Änderung des Segmentes, auf dem der Cursor steht. Positionieren Sie nach dem Drücken von F1 den Cursor mithilfe der Pfeiltasten auf dem gewünschten Segmenttyp, und drücken Sie ENTER. Geben Sie dann alle benötigten Segmentparameter ein.
<b>F2 - Insert Segment</b>	Fügt oberhalb des Segmentes, auf dem der Cursor steht, ein Segment ein, das mit diesem identisch ist; es kann dann mit F1 wie gewünscht verändert werden.
<b>F3 - Delete Segment</b>	Löscht das Segment, auf dem der Cursor steht; alle nachfolgenden Segmente werden hierbei aufgerückt.
<b>F4 - Restore Segment</b>	Fügt das zuletzt gelöschte Segment oberhalb des Cursors wieder ein. Ein Segment kann innerhalb einer Methode bewegt werden, indem Sie es zunächst mit F3 löschen, dann den Cursor an die gewünschte Position des Segmentes bewegen, und F4 drücken.

### F5 - Edit Name

Erlaubt das Ändern des Methodennamens. Zweckmäßigerweise sollten Sie jeder Methode einen Namen geben, der ihren Zweck beschreibt.

In einer laufenden Methode können Sie Segmentparameter ändern, nicht aber Segmenttypen ändern, oder Segmente löschen oder hinzufügen.

Die Handhabung des Methodeneditors ist im Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit ausführlich erklärt.

## 6.1.2 Automatische Testroutine des Moduls vor dem Start einer Methode

Ihr TGA-Modul 2950 überprüft vor dem Start einer Methode stets, daß:

- es selbst funktionsfähig ist.
- alle Temperaturvorgaben der gewählten Methode für den TGA 2950 zulässig sind.
- der Ofen betriebsbereit ist. (Eine häufige Ursache dafür, daß der Ofen nicht betriebsbereit ist, ist der ausgeschaltete HEATER- Schalter am Modul)
- das Anfangs-Probengewicht zulässig ist.
- der Ofen geschlossen ist, und die Probenplattform sich in ihrer Ruheposition befindet.
- kein Kalibrier-, Tarier- oder Abladevorgang im Gang ist.
- der Wärmetauscher betriebsbereit ist.

Wenn eine dieser Bedingungen nicht zutrifft, wird der Versuch nicht gestartet, und eine Fehlermeldung wird angezeigt.

## 6.2 Meßdatenspeicherung

Die Meßdatenspeicherung während eines Versuchs wird gesteuert durch:

- Das Meßwertnahmeintervall (Data Sampling Interval; s. Abschn. 6.1.1)
- Die Ausführung von Segmenten bestimmter Typen (s. Abschn. 6.1.1)
- Die Taste F8 (Switch Data) (s. Abschn. 6.3)
- Die Meßdatenschwellwerte (Data Collection Thresholds; s. Abschn. 6.2.1)

### 6.2.1 Meßdatenkomprimierung

Da ein längerer TGA-Versuch durchaus einige MByte an Meßdaten liefern kann, verwendet Ihr TGA-Modul 2950 einen Algorithmus, der die Anzahl der aufzunehmenden Meßdatenpunkte in den linearen Teilen der Kurve stark reduziert: Wenn ein Meßdatenpunkt um weniger als den von Ihnen eingegebenen Meßdatenschwellwert von einer Geraden durch die letzten beiden aufgenommenen Meßdatenpunkte abweicht, wird er nicht aufgenommen. In größeren Bereichen ohne Schwellwertüberschreitung wird trotzdem jeder einhundertste Meßdatenpunkt aufgenommen.

Es gibt für jedes Meßsignal einen eigenen Meßdatenschwellwert, und ein Meßdatenpunkt muß alle Schwellwertbedingungen unterschreiten, um nicht aufgenommen zu werden.

Die Meßdatenschwellwerte werden im MODULE PARAMETERS-Menü eingegeben; der für die Temperatur in Kelvin, und der für Signal A (Probengewicht) in mg. So kann die gesamte TGA-Kurve einschließlich aller Phasenübergänge der Probe mit einem konstanten Signal-Rauschabstand aufgenommen werden; d. h., in linearen Kurvenbereichen werden nur wenige Meßdatenpunkte aufgenommen, in Peakbereichen dagegen viele.

Die Eingabe eines Meßdatenschwellwertes von null schaltet die Meßdatenkomprimierung aus.

## 6.3 Die Funktionen des SIGNAL CONTROL-Menüs

Indem Sie im INSTRUMENT CONTROL-Menü F6 (GoTo Signal Control) drücken, gelangen Sie in das SIGNAL CONTROL-Menü, in dem folgende Funktionen zur Verfügung stehen:

### 6.3.1 Automatisches gleich-null-Setzen von Signal A

Wenn Sie F1 (Auto Zero A) drücken, wird das momentane Gewichtssignal mit geändertem Vorzeichen als Offset für den aktuellen Meßbereich gespeichert; es wird danach stets zu der jeweils aktuellen Signalspannung von Signal A addiert.

Der Offset für den anderen Meßbereich wird dann hieraus geschätzt. Wenn die Gewichtskalibrierung des TGA genau stimmt, wird die Schätzung des zweiten Offset genau sein.

Das gleich-null-Setzen von Signal A kann auch als elektronisches Austarieren des Waagebalkens bezeichnet werden.

### 6.3.2 Manuelles gleich-null-Setzen von Signal A

Drücken Sie F2 (Manual Zero A). Der Cursor springt in das Eingabefeld

Offset:

Geben Sie hier den gewünschten Signaloffset in mg ein. (Wenn beispielsweise ein Gewichtssignal von 0,2 mg angezeigt wird, können Sie einen Offset von -0,2 mg eingeben, um diesen Zustand gleich null mg zu setzen.)

### 6.3.3 Ein-/Ausschalten der Luftkühlung

F4 (Switch Air Cool) schaltet die Kühlluftzufuhr zum Ofen ein, bzw. aus. Diese Funktion ist nur dann verfügbar, wenn der Ofen geöffnet ist. Wannimmer die Luftkühlung eingeschaltet ist, läuft auch der Wärmetauscher.

### 6.3.4 Temperaturkalibrierung

Die Funktion F5 (Temperature Calibrate) im Signal Control-Menü erlaubt die Eingabe von bis zu fünf Paaren von jeweils gemessener und tatsächlicher Temperatur, die dann zur Kalibrierung der Probestemperatur verwandt werden. Je mehr Paare eingegeben werden, desto genauer wird die Temperaturkalibrierung. Wenn Sie nur ein Temperaturpaar eingeben, besteht die Temperaturkalibrierung lediglich in einer linearen Verschiebung. Paare von zweimal 0.00 °C werden von dem Kalibrieralgorithmus ignoriert.

Eine Anleitung zur Durchführung von Temperaturkalibrierungen finden Sie in Abschnitt 4.2.

**Hinweis** Wenn die Temperaturkalibrierung wirksam ist, können Sie dies daran erkennen, daß die Temperaturanzeige in der Statuszeile mit "TEMP\*" gekennzeichnet ist. (Bei inaktiver Temperaturkalibrierung ist die Temperaturanzeige mit "TEMP °C" gekennzeichnet.)

#### 6.3.4.1 Löschen der Temperaturkalibrierungsdaten

Wenn Sie F6 (Reset Temperature Calibration) drücken, setzen Sie damit alle Temperaturpaare auf jeweils zweimal 0.00 °C zurück.

## 6.4 Funktionstasten zur Versuchssteuerung

Die Funktionen zur Steuerung von Versuchen befinden sich in den Menüs INSTRUMENT CONTROL und EXPERIMENTAL PARAMETERS; teilweise sind sie auch über das Tastenfeld des Moduls erreichbar.

**Start** Drücken von F1 (Start) im INSTRUMENT CONTROL-Menü, oder von START auf dem Tastenfeld des Moduls, startet einen Versuch. Dies trifft auch auf unterbrochene und auf nach dem Erreichen der Initialtemperatur wartende Versuche zu.

**Hold** Drücken von F1 (Hold) im INSTRUMENT CONTROL-Menü unterbricht den Versuch und hält die Methode an, wobei die Versuchsbedingungen aufrechterhalten werden, bis der Versuch entweder mit STOP abgebrochen, oder mit RESUME wiederaufgenommen wird.

**Resume** Die Funktion F1 (Resume) im INSTRUMENT CONTROL-Menü nimmt eine mit F1 (Hold) unterbrochene Methode mit dem Segment, in dem die Unterbrechung erfolgte, wieder auf.

**Stop** Diese Funktion ist über F2 (Stop) im INSTRUMENT CONTROL-Menü, sowie über die STOP-Taste auf dem Tastenfeld des Moduls erreichbar; sie bricht den laufenden Versuch ab und schaltet die Heizung aus. Alle bereits aufgenommenen Meßdaten bleiben gespeichert.

Der Versuch kann dann mit F1 (Start) neu gestartet werden. Wenn kein Versuch läuft, hält STOP jede andere Aktivität des Moduls an, wie z. B. einen Lade- oder Abladevorgang, ein Schließen oder Öffnen des Ofens, oder die Luftkühlung.

**Reject** Diese Funktion ist über F3 (Reject) im INSTRUMENT CONTROL-Menü, sowie durch Drücken der STOP-Taste bei niedergehaltener SCROLL-Taste über das Tastenfeld des Moduls erreichbar; sie bricht den laufenden Versuch ab, und schaltet die Heizung aus. Alle aus diesem Versuch gewonnenen Meßdaten werden gelöscht, und die Versuchs-Nummer wird beim Starten des nächsten Versuchs nicht hochgezählt.

### Modify Segment (F3 im EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü)

Nachdem Sie F3 (Modify Segment) gedrückt haben, können Sie zwischen zwei Funktionen wählen:

Drücken Sie F1 (Goto Next Segment), um das momentan aktive Segment zu überspringen, oder F2 (Change Parameters), um es abzuändern.

Wenn Sie F2 drücken, erscheint eine Liste der verfügbaren Segmenttypen; Wählen Sie mit den Pfeiltasten den gewünschten Segmenttyp aus, und drücken Sie Enter. Geben Sie dann wie verlangt die gewünschten Segmentparameter ein. Wenn Sie mit dieser Funktion ein Segment ändern, ändern Sie es nur für den gerade laufenden Versuch; d.h., beim nächsten Starten der Methode erscheint diese wieder in ihrer ursprünglichen Form.

### Switch Data (F8 im EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü)

Einige Segmenttypen schalten die Meßdatenspeicherung automatisch ein. Außerdem kann die Meßdatenspeicherung auch gezielt durch den Segmenttyp DATA STORAGE ON/OFF, sowie bei laufendem Versuch manuell durch Drücken von F8 (Switch Data) ein-/ausgeschaltet werden.

**Achtung** Wenn Sie die Meßdatenspeicherung durch Drücken von F8 (Switch Data) ausschalten, kann sie danach nur durch eine weitere Betätigung von F8, oder durch ein DATA STORAGE ON-Segment wieder eingeschaltet werden. Nach Beendigung einer Methode geht der manuelle Meßdatenspeicherungsschalter stets wieder auf ON.

### Switch Gas (F6 im EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü)

Wenn Sie F6 (Switch Gas) drücken, schließt das Gasumschaltventil (GSA) die momentan geöffnete seiner beiden Gasleitungen, und öffnet die andere. Beachten Sie, daß dies nur dann eine Umschaltung der Gasquelle bedeutet, wenn das GSA eingeschaltet ist, und entsprechende Gasleitungsverbindungen bestehen.

Das GSA kann auch von der Methode aus automatisch gesteuert werden.

### Switch Event (F7 im EXPERIMENTAL PARAMETERS-Menü)

Mit dem EVENT-Relais können zusätzliche Geräte vom TA-System aus ein-/ausgeschaltet werden. Dies kann sowohl automatisiert von der Methode aus, als auch manuell durch Drücken von F7 (Switch Event) geschehen.

## 6.5 Methoden-Statuscodes

Nachdem Sie eine Methode gestartet haben, wird deren Status fortlaufend sowohl in der Statuszeile Ihrer Steuereinheit, als auch in der linken Hälfte der oberen Zeile der Modulanzeige angezeigt. Genauere Statusinformationen erhalten Sie jederzeit im INSTRUMENT CONTROL-Menü Ihrer Steuereinheit (erreichbar durch Drücken von F12). Folgende Tabelle erklärt die Bedeutungen der einzelnen Methoden-Statuscodes des TGA 2950.

Air Cool	Die Luftkühlung des Ofens ist aktiv.
Calib	Das TGA-Kalibrierprogramm ist aktiv.
Closing	Der Ofen wird gerade geschlossen.
Cold	Der Ofen der Zelle kann zur Zeit die von der Methode verlangte Temperatur nicht liefern. Mögliche Ursachen sind ein JUMP-Segment in der Methode, ein schadhafter Ofen, oder ein falsches Signal vom Steuerthermoelement.
Complete	Die Methode wurde bis zu ihrem Ende ausgeführt.
Cooling	Das Modul folgt zur Zeit einem RAMP-Segment mit negativer Heizrate.
Equilib	Das Modul folgt zur Zeit einem EQUILIBRATE-Segment, indem es versucht, die Proben temperatur auf einem bestimmten Wert zu stabilisieren.
Err ...	Ein Fehler ist aufgetreten. Der angezeigte Fehlercode beschreibt den Fehler genauer (s. Anhang A).

## Technische Einzelheiten

Heating	Das Modul folgt einem RAMP-Segment mit positiver Heizrate.
Holding	Die Methode wurde unterbrochen; die Zellenbedingungen werden gehalten. Drücken Sie START, um mit der Methode fortzufahren.
Hot	Das Modul kann die Zelle zur Zeit nicht schnell genug kühlen, um der Methode folge zu leisten. Dies bedeutet meist, daß ein RAMP-Segment eine zu große negative Heizrate hat, oder daß ein JUMP-Segment auf eine zu tiefe Temperatur springt.
Initial	Das Modul folgt zur Zeit einem INITIAL TEMPERATURE-Segment und versucht, die Proben temperatur auf dem dort angegebenen Anfangswert zu stabilisieren. Sobald dies geschehen ist, wechselt der Status zu READY.
Iso	Das Modul hält die Proben temperatur zur Zeit isothermisch.
Jumping	Das Modul folgt gerade einem JUMP-Segment, indem es sprunghaft eine bestimmte Proben temperatur zu erreichen versucht.
Load	Das Modul führt gerade einen Ladevorgang aus.
No Power	Dem Modul ist es nicht gelungen, einen Heizstrom durch den Ofen zu schicken. Überprüfen Sie den HEATER-Schalter, sowie die Sicherung.
Opening	Der Ofen wird gerade geöffnet.
Ready	Das Modul hat die in einem INITIAL TEMPERATURE-Segment angegebene Anfangstemperatur stabilisiert, und wartet nun auf Ihr Drücken von START, um den Versuch fortzusetzen.
Reject	Der Versuch wurde abgebrochen, und seine Daten wurden gelöscht.
Repeat	Das Modul führt eine REPEAT-Schleife aus, in der keine Temperatursteuerungs-Segmente enthalten sind.
Stand by	Methode und METHOD END-Operationen wurden abgeschlossen.

<b>Tare</b>	Das Modul führt einen Tariervorgang aus.
<b>Temp °C</b>	Der Ofen ist im STANDBY-Modus, und der Versuch wurde beendet. Die Temperaturkalibrierung ist nicht aktiv.
<b>Temp *</b>	Der Ofen ist im STANDBY-Modus, und der Versuch wurde beendet. Die Temperaturkalibrierung ist aktiv.
<b>Unload</b>	Das Modul führt einen Abladevorgang aus.
<b>Weight #</b>	Das Gewichtssignal ist zur Zeit nicht stabil.

## **6.6 Beschreibung des TGA 2950**

### **6.6.1 Funktionsweise**

Der TGA 2950 besitzt einen Regelkreis, der den Waagebalkenausschlag stets zu null regelt:

Ein konstanter Lichtstrom fällt durch einen Spalt, der sich mit dem Balken bewegt, zwischen zwei Photodioden. Bewegt sich der Balken aufgrund einer Veränderung des Probengewichtes, werden die beiden Photodioden ungleich stark beleuchtet, und eine Komparatorschaltung, die die Photospannungen miteinander vergleicht, gibt einen Strom durch das Spannbandstellwerk, sodaß es auf den Balken ein Drehmoment in Richtung seiner Nulllage ausübt. Dabei ist dieser Kompensationsstrom immer proportional der Gewichtsveränderung; Nach seiner Umformung in eine geeignete Spannung wird er als Gewichtssignal an die Steuereinheit weitergeleitet.

Der TGA 2950 verfügt über zwei Meßbereiche: einen zu 1 g (bis 0 µg), und einen zu 100 mg (bis 0,0 µg). Die Bereichsumschaltung erfolgt automatisch und führt zu keiner Unstetigkeitsstelle des Meßsignals.

Negatives Gewicht (aus Ungleichgewicht zwischen Proben- und Tarierschiffchen) darf im 1 g-Meßbereich 150 mg, und im 100 mg-Meßbereich 15 mg nicht überschreiten.

Während eines Versuchs wird die Wägekammer von einem Inertgas durchspült, um gasförmige Zersetzungsprodukte der Probe von dem Wägemechanismus fernzuhalten.

Ein unmittelbar über der Probe befindliches Thermoelement nimmt die Proben temperatur auf.

### 6.6.2 Komponenten

Der Thermogravimetrische Analysator 2950 setzt sich aus fünf Baugruppen zusammen (s. Abb. 52): der Wägeeinheit, der Probenplattform, dem Ofen, dem Gehäuseaufbau, und dem Wärmetauscher.

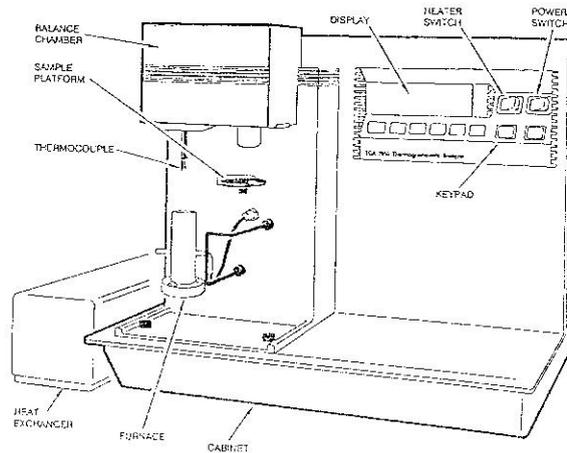


Bild 52

#### 6.6.2.1 Die Wägeeinheit

Die Wägeeinheit (s. Abb. 53) ist das Herz des TGA 2950. Der Rhombisch geformte Waagebalken besteht aus Aluminium, und ist an dem Spannbandstellwerk aufgehängt. Oben am Waagebalken befindet sich der Lichtschranke sensor, der zusammen mit dem Spannbandstellwerk und einer analogen Schaltung den Regelkreis bildet, der den Waagebalken stets in seiner Nullposition hält.

Rechts und links am Waagebalken befinden sich Aufhängeösen zum Einhängen der Aufhängedrähte für die beiden Schiffchen. Links hängt der längere Aufhängedraht mit dem Probenschiffchen; rechts der kürzere mit dem Tarierschiffchen.

Es stehen Probenschiffchen aus Platin (mit 50 und mit 100 µl Fassungsvermögen) und aus Keramik (mit 100, mit 250, und mit 500 µl Fassungsvermögen) zur Verfügung. Alle Probenschiffchen haben einen Durchmesser von 0,4 Zoll.

In das Tarierschiffchen können mechanische Gegengewichte eingelegt werden.

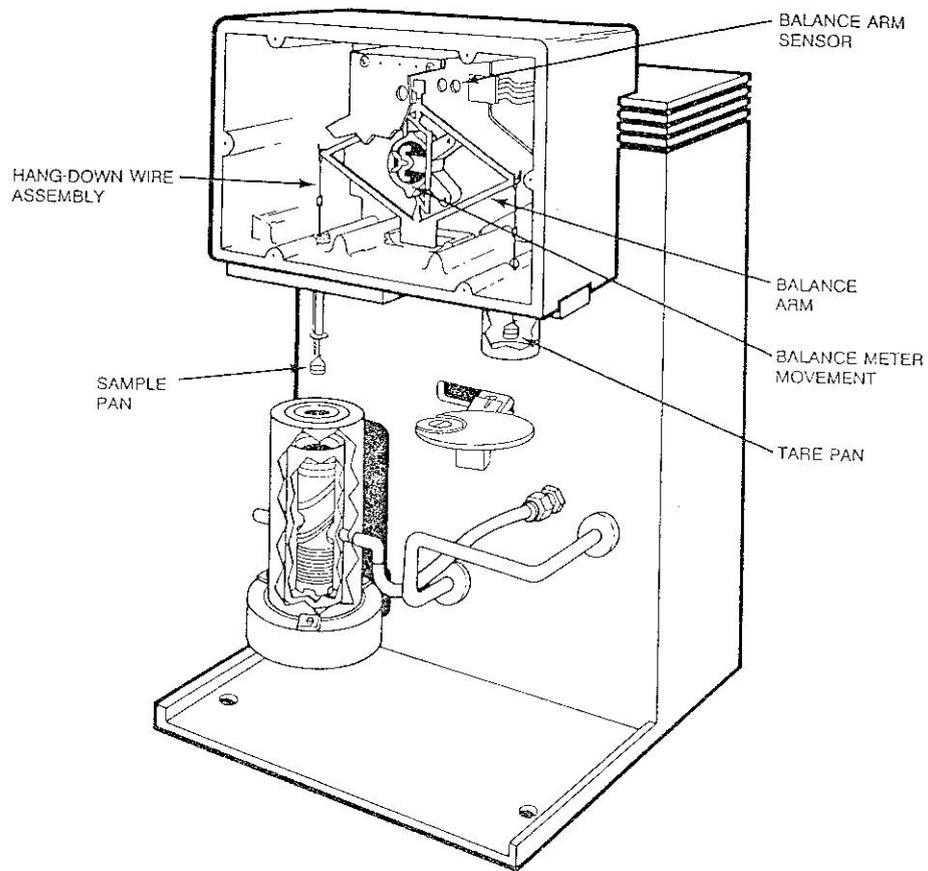


Bild 53

### 6.6.2.2 Die Probenplattform

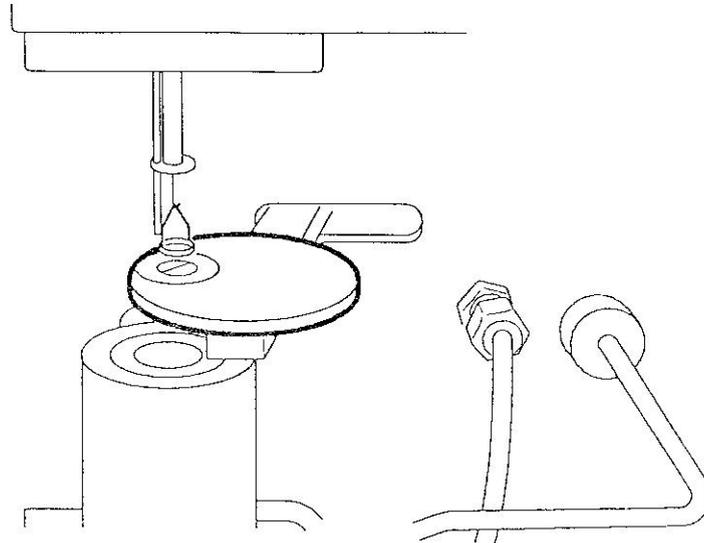


Bild 54

Die Probenplattform (s. Abb. 54) hängt das Probenschiffchen auf Knopfdruck automatisch an seinen Aufhänger, und nimmt es auch wieder dort ab.

### 6.6.2.3 Der Ofen

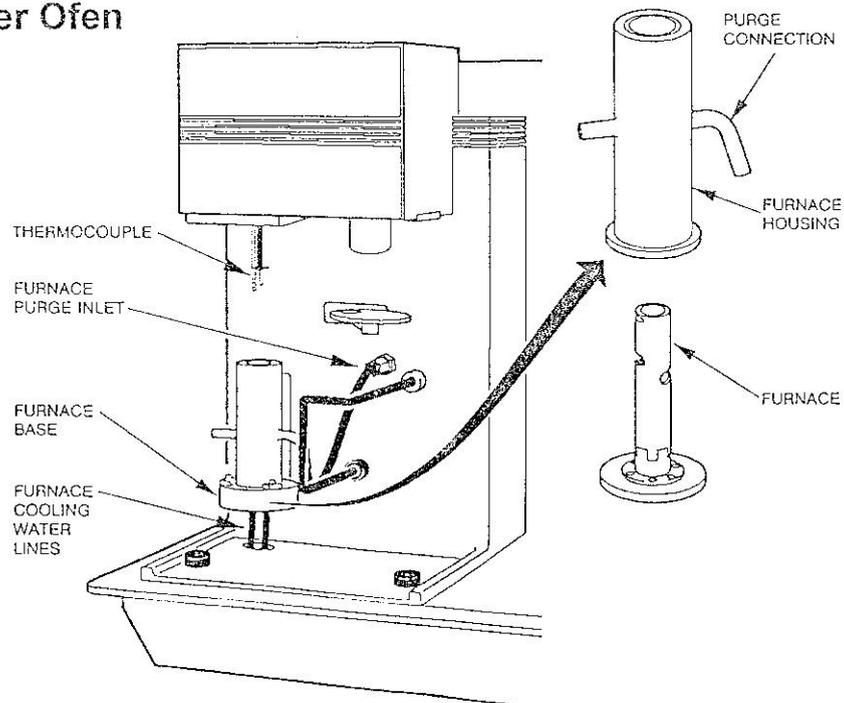


Bild 55

Der Ofen ist ein mit Widerstandsdraht bewickelter Keramikkörper, der dank seiner geringen Wärmekapazität Heizraten von bis zu 100 K/min erreicht (bis zur Obergrenze von 1000 °C). Nach Beendigung eines Versuchs kann er zur schnelleren Abkühlung mit Druckluft beschickt werden.

Das Ofengehäuse besitzt in Höhe des Probenschiffchens rechts und links jeweils einen Spülgasanschluß, sodaß ein Spülgas unmittelbar über die Probe hinweggeleitet werden kann, um deren gasförmige Zersetzungsprodukte wegzuspülen. Das austretende Spülgas mit den Zersetzungsprodukten kann bei Bedarf zur weiteren Analyse einem anderen Gerät zugeführt werden.

Der Ofen sitzt auf einem Sockel, der auf Knopfdruck auf- und abbewegt werden kann, um den Ofen zu schließen, bzw. zu öffnen.

### 6.6.2.4 Der Gehäuseaufbau

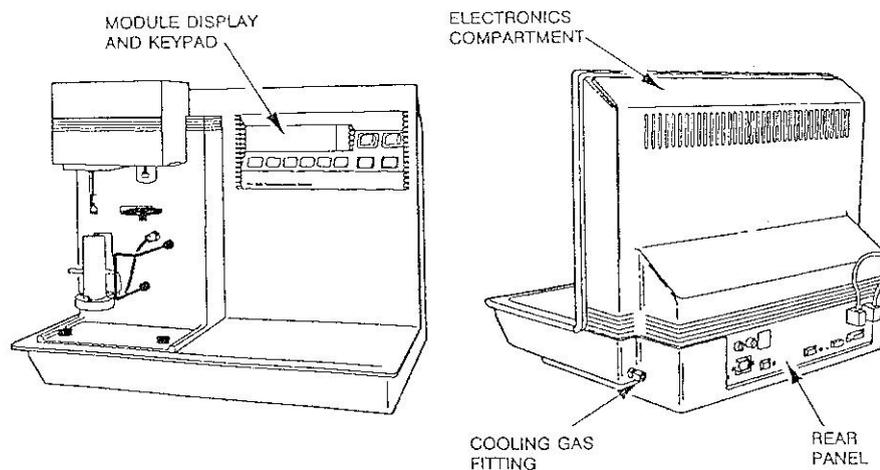
Das Modulgehäuse enthält im wesentlichen die Elektronik mit dem Anzeigefeld und dem Tastenfeld.

Die Gehäusebasis besteht aus gegossenem Aluminium; dies soll einen stabilen Stand für die vibrationsempfindliche Wägeeinheit gewährleisten.

Rechts am Modul befindet sich ein abnehmbares Tablett, das eventuell verschüttete Proben daran hindern soll, in das Innere des Moduls zu gelangen.

Der Kühlluftanschluß befindet sich an der rechten Seite des Moduls.

Die beiden Spülgasanschlüsse befinden sich an der linken Seite des Moduls. Alle übrigen Anschlüsse befinden sich an der Rückwand des Moduls (s. Abb.57).



**Bild 56**

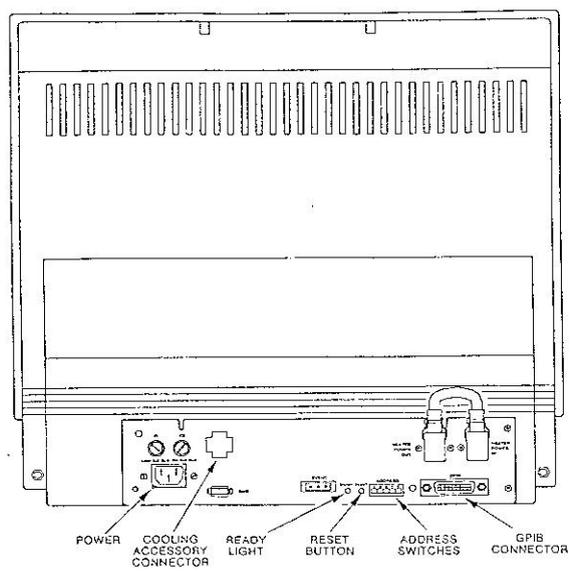


Bild 57

## 6.6.2.5 Der Wärmetauscher

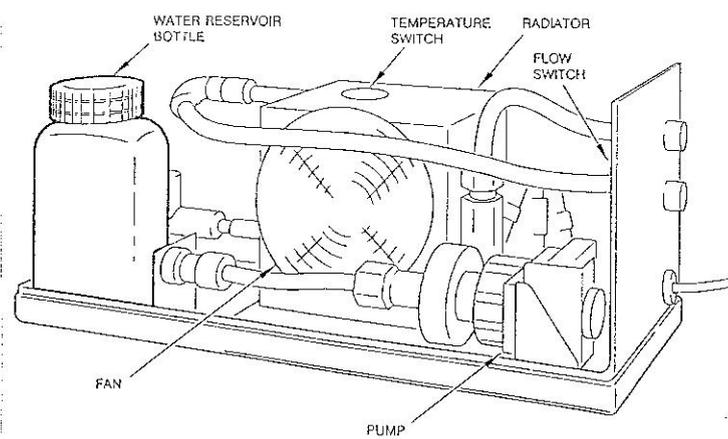


Bild 58

Der Wärmetauscher (Abb. 58) besteht im wesentlichen aus einem gebläsegekühlten Kühler, einer Pumpe und einem Kühlwasser-Vorratstank. Er ist ausgestattet mit einem Überhitzungs-Sensor, und mit einem Kühlmittelumlaufsensor.

### 6.6.3 Theoretische Funktionsgrundlage

Die Thermogravimetrische Analyse (TGA) ist ein Thermoanalytisches Verfahren, in dem die Änderung der Masse einer Probe als Funktion von Temperatur und Zeit aufgenommen wird.

Sie eignet sich zur Charakterisierung von Stoffen, die Zersetzungs-, Dehydrations- oder Oxydationsvorgänge aufweisen, die mit Massenänderungen einhergehen.

Die Probe kann entweder einer linear ansteigenden Temperatur ausgesetzt werden (dynamische TGA), oder sie kann längere Zeit einer konstanten Temperatur ausgesetzt werden (isothermische TGA).

## Technische Einzelheiten

# 7. **Wartung und Fehlerdiagnose**

Wir empfehlen Ihnen, alle in diesem Kapitel nicht beschriebenen Wartungs- und Instandsetzungsarbeiten nicht selbst in Angriff zu nehmen, sondern gegebenenfalls unseren Kundendienst herbeizurufen.

**Warnung** Aus Sicherheitsgründen dürfen Wartungs- und Instandsetzungsarbeiten an den Elektrischen Schaltungen des TGA 2950 nur von hierfür geschulten Fachkräften vorgenommen werden.

## 7.1 **Wartung**

### 7.1.1 **Reinigen des Moduls**

Halten Sie Ihren TGA stets sauber; wischen Sie eventuell verschüttete Proben stets sogleich auf.

Bei Bedarf können Sie das Tastenfeld mit einem Fensterreiniger abwischen; sprühen Sie den Fensterreiniger jedoch nicht direkt auf das Tastenfeld, sondern auf das Tuch, mit dem Sie es abwischen.

### 7.1.2 **Reinigen des Ofens**

Wir empfehlen Ihnen, den Ofen Ihres TGA alle zehn Versuche zu reinigen, indem Sie ihn bei Luftspülung mit 20 K/min auf 900 °C aufheizen.

### 7.1.3 **Ersatzteile**

Ersatzteile für Ihr TGA 2950 können Sie bei Bedarf über den STA-Kundendienst bestellen. (Anschrift und Telefon s. Anhang C)

### 7.1.4 Kalibrieren des TGA

Am TGA 2950 sollten einmal monatlich das Gewichts- und das Temperatursignal kalibriert werden. Beide Arbeiten sind in Kapitel 4 dieses Handbuchs beschrieben.

### 7.1.5 Wartung des Wärmetauschers

**Warnung** Vergewissern Sie sich, bevor Sie das Gehäuse des Wärmetauschers öffnen, stets, daß dessen elektrisches Anschlußkabel NICHT mit dem Modul verbunden ist.

**Warnung** Füllen Sie nie eine andere Flüssigkeit als destilliertes Wasser in den Wassertank des Wärmetauschers.

Ungefähr alle 3 Monate sollten Sie den Füllstand des Wassertanks des Wärmetauschers überprüfen, und gegebenenfalls mit destilliertem Wasser auf zweidrittelvoll auffüllen.

Bei jeder Überprüfung des Wassertanks sollten Sie auch den Kühler, sofern er verschmutzt erscheint, reinigen.

Wenn sich im Wassertank Algenwuchs zeigt, wechseln Sie das Kühlwasser wie in Abschnitt 7.1.5.1 beschrieben.

#### 7.1.5.1 Wechseln des Kühlwassers

1. Schalten Sie den HEATER-Schalter am Modul aus. Lösen Sie das Wärmetauscher-Kabel und die beiden Kühlwasserleitungen vom Modul.
2. Drehen Sie die Schraube an der Vorderseite, sowie die vier Schrauben an der Rückseite des Wärmetauschers heraus.
3. Nehmen Sie den Gehäusedeckel ab.
4. Schrauben Sie den Deckel des Wassertanks ab.
5. Schütten Sie den Inhalt des Wassertanks aus, indem Sie den Wärmetauscher umdrehen.
6. Füllen Sie den Wassertank mit destilliertem Wasser zweidrittelvoll, und schrauben Sie seinen Deckel wieder auf.
7. Schließen Sie das Kabel und die beiden Kühlwasserleitungen wieder am

Modul an. (Setzen Sie jedoch den Gehäusedeckel des Wärmetauschers noch nicht wieder auf.)

8. Schalten Sie den HEATER-Schalter ein.
9. Aktivieren Sie die Pumpe des Wärmetauschers durch Drücken von F4 (Switch Air Cool) im SIGNAL CONTROL-Menü. Lassen Sie das Kühlwasser einige Minuten lang zirkulieren.
10. Schalten Sie die Pumpe aus, indem Sie noch einmal F4 (Switch Air Cool) drücken.
11. Schauen Sie in den Wassertank: Wenn sein Inhalt noch immer zu trüb ist, lösen Sie das Wärmetauscher-Kabel und die beiden Kühlwasserleitungen vom Modul, und gehen Sie zurück zu Schritt 4.
12. Füllen Sie den Wassertank nötigenfalls auf zweidrittelvoll auf.
13. Wir empfehlen, zum Schutz vor Algenwuchs 1,5 bis 2 Gramm Kupfersulfat in den Wassertank zu geben und durch Rühren aufzulösen.
14. Schalten Sie die Pumpe wieder ein, indem Sie F4 (Switch Air Cool) drücken, und lassen Sie sie laufen, bis sich keine Luftblasen mehr in den Wasserschläuchen zeigen. (Möglicherweise erscheint die Fehlermeldung "Err 119"; sie weist jedoch nur auf die Luft im Kühlwasser hin, und wird wieder verschwinden.)
15. Schrauben Sie den Deckel des Wassertanks wieder auf.
16. Setzen Sie den Gehäusedeckel wieder auf, und drehen Sie seine Schrauben ein.

## 7.2 Auswechseln des Thermoelementes

1. Öffnen Sie den Ofen, und laden Sie das Probenschiffchen ab.
2. Drehen Sie die sechs Befestigungsschrauben der Deckelplatte der Wägeeinheit mit dem im Zubehörfallen enthaltenen 7/64-Zoll-Inbus-schlüssel heraus.
3. Nehmen Sie die Deckelplatte der Wägeeinheit ab.

4. Schieben Sie das Thermoelement von unten her in die Wägekammer hinein (s. Abb. 59).

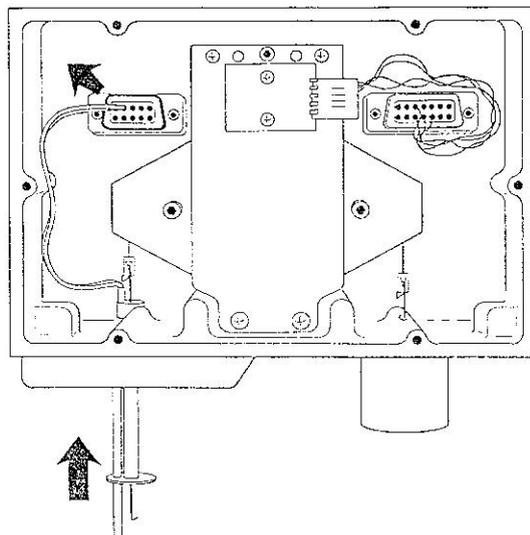


Bild 59

5. Ziehen Sie den Stecker des Thermoelementes heraus und nehmen Sie das Thermoelement heraus.
6. Stecken Sie den Stecker des neuen Thermoelementes ein.
7. Führen Sie das neue Thermoelement von oben her durch sein Loch im Boden der Wägekammer.
8. Führen Sie das Ende des Thermoelementes in das Loch in der Keramikplatte am Ende des Thermoelementeröhrchens ein.
9. Laden Sie ein Probenschiffchen, und schieben Sie das Thermoelement soweit nach unten, daß sein Ende 2 mm vom oberen Rand des Probenschiffchens entfernt ist (s. Abb. 60).
10. Vergewissern Sie sich, daß sich die oberen Enden von Thermoelement und Aufhängedraht nicht berühren.
11. Setzen Sie die Deckelplatte der Wägeeinheit wieder auf und schrauben Sie sie fest.

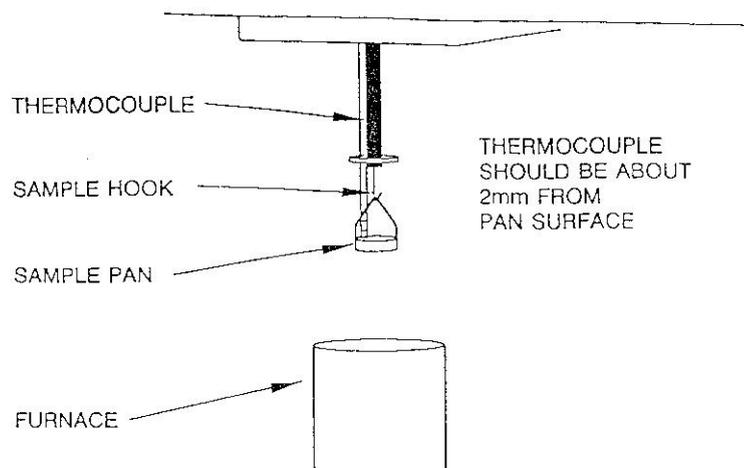


Bild 60

## 7.3 Aus- und Einbauen des Ofens

### 7.3.1 Ausbauen des Ofens

1. Drücken Sie die Taste FURNACE, um den Ofen ganz nach unten zu bewegen.
2. Drehen Sie die vier Schrauben rechts und links vom Ofensockel-Arm mit dem Inbusschlüssel aus dem Zubehörkasten lose.

**Hinweis** Um an die linke obere Schraube heranzukommen, müssen Sie eventuell die drei Klemmschrauben auf dem Ofensockel lockern, und das Ofengehäuse vorsichtig ein wenig nach links drehen.

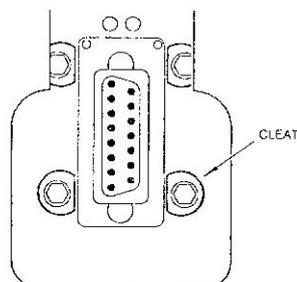
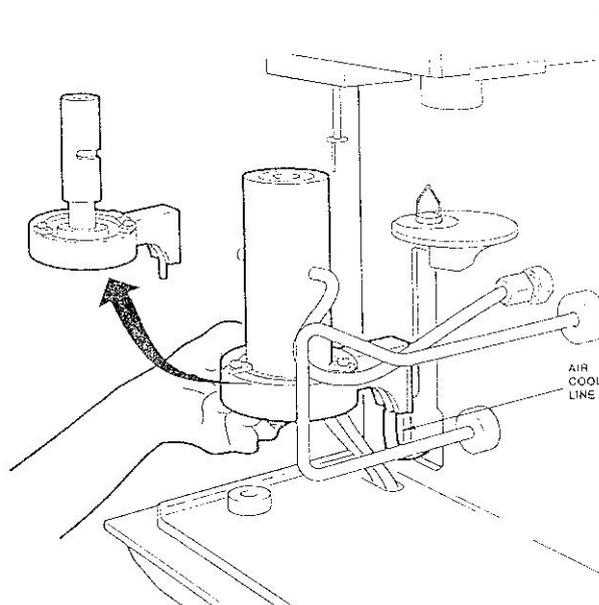


Bild 61

## Wartung und Fehlerdiagnose

3. Drehen Sie die D-förmigen Scheiben unter den Schrauben so, wie in Abbildung 61 gezeigt.
4. Halten Sie den Ofensockel in einer Hand, während Sie die Taste FURNACE drücken, den Ofen sich um ca. ein Viertel seines Weges nach oben bewegen lassen, und dann die Taste STOP drücken.
5. Ziehen Sie den Ofensockel vom Modul ab (s. Abb. 62).



*Bild 62*

6. Lockern Sie die drei Klemmschrauben auf dem Ofensockel, und nehmen Sie das Ofengehäuse vom Ofensockel ab, ohne dabei die Spülgasleitungen zu lösen. Stellen Sie das Ofengehäuse auf dem Modul ab.
7. Ziehen Sie den Kühlluftschlauch von der Unterseite des Ofensockels ab (s. Abb. 62).

**Hinweis** Achten Sie beim Lösen des Kühlluftschlauches darauf, sein Ende nicht in das Modulgehäuse hineinrutschen zu lassen.

## 7.3.2 Einbauen des Ofens

1. Stecken Sie den Kühlluftschlauch an der Unterseite des Ofensockels auf.
2. Setzen Sie das Ofengehäuse auf den Ofensockel, und drehen Sie die drei Klemmschrauben gerade so fest, daß das Ofengehäuse gehalten wird.

**Hinweis** Um den Ofensockel-Arm leichter wieder am Modul einstecken zu können, können Sie die vier Schrauben am Steckplatz jeweils um eine ganze Umdrehung weiter herausdrehen. Drücken Sie dazu die Taste FURNACE, um den Steckplatz ganz nach unten zu bewegen, drehen Sie die Schrauben um eine Umdrehung heraus, und stellen Sie die D-förmigen Scheiben wieder wie in Abbildung 61 gezeigt. Drücken Sie dann die Taste FURNACE, lassen den Sockel sich um ca. ein viertel seines Weges nach oben bewegen, und drücken die Taste STOP.

3. Stecken Sie den Ofensockel-Arm in seinen Steckplatz ein.
4. Halten Sie den Ofensockel weiter mit einer Hand fest, während Sie die Taste FURNACE drücken, um den Ofen ganz nach unten zu bewegen.
5. Verdrehen Sie die D-Scheiben so, daß ihre Bögen den Ofensockel-Arm erfassen, und drehen Sie die vier Schrauben fest.

**Hinweis** Um an die linke obere Schraube heranzukommen, müssen Sie eventuell das Ofengehäuse vorsichtig ein wenig nach links drehen.

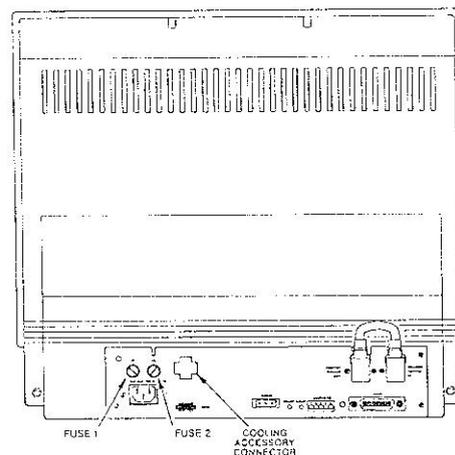
6. Drehen Sie das Ofengehäuse vorsichtig in seine richtige Position, und drehen Sie die drei Klemmschrauben auf dem Ofensockel fest.

## 7.4 Diagnose von Stromversorgungsproblemen

### 7.4.1 Auswechseln von Sicherungen

**Warnung** Das Durchbrennen einer der Sicherungen im Inneren des Moduls könnte auf einen gefährlichen Defekt am Gerät hindeuten. Überlassen Sie das Prüfen und Auswechseln der Sicherungen im Inneren des Moduls daher unbedingt dem Kundendienst.

Das Modul besitzt zwei von außen zugängliche Sicherungen, deren Halterungen mit "F1" und "F2" beschriftet sind (s. Abb.63).



*Bild 63*

**Warnung** Ziehen Sie immer den Netzstecker des Moduls, bevor Sie eine Sicherung entnehmen.

Die Sicherung F1 sichert alle vom Modul aufgenommenen Ströme ab, mit Ausnahme des Heizstromes. Wenn diese Sicherung durchgebrannt ist, reagiert das Gerät nicht mehr.

Die Sicherung F2 sichert den Strom für den Ofen ab. Eine durchgebrannte Sicherung F2 wird vom automatischen Selbsttest nicht erkannt, erzeugt jedoch beim Starten einer Methode einen Fehler.

## 7.4.2 Probleme mit der Betriebsspannung

Ein erheblicher Abfall der Betriebsspannung, der 20 ms oder länger andauert, führt dazu, daß das Gerät nach der Wiederkehr der Betriebsspannung einen RESET (Warmstart) durchführt.

Auf einen geringfügigen oder kürzer als 20 ms andauernden Abfall der Betriebsspannung kann das Gerät mit der Fehlermeldung ERR F02 reagieren, wobei es den laufenden Prozeß abbricht. In diesem Fall müssen Sie durch Drücken der RESET-Taste einen Warmstart durchführen. Wenn die Fehlermeldung ERR F02 nach dem Warmstart wieder auftritt, versuchen Sie es ein zweites mal; hilft auch dies nicht, so ist das Gerät defekt, und Sie sollten den Kundendienst benachrichtigen.

**Achtung** Der TGA 2950 benötigt eine Betriebsspannung von 115 V (+/-) 10% bei 50 oder 60 Hz. Eine zu große Betriebsspannung kann das Gerät beschädigen; eine zu kleine kann zu Funktionsstörungen führen.

## 7.5 Der automatische Selbsttest

Der TGA 2950 führt jedesmal, wenn er eingeschaltet oder warmgestartet wird, einen automatischen Selbsttest durch, um seine Funktionsfähigkeit zu prüfen. Während des automatischen Selbsttests, der ungefähr 12 Sekunden in Anspruch nimmt, gibt eine zweistellige Hexadezimalzahl auf der Anzeige des Moduls an, welcher Funktionsbereich gerade getestet wird (s. Abb. 64).

Test Number	Area Being Tested
--	CPU logic
30	CMOS RAM
4n	Program memory
5n	CPU board I/O functions
6n	DRAM data storage memory
70	GPIB test
82	Keypad test
An	Analog board tests
Bn	Drive board tests
D0	Saved memory checksum

Bild 64

## Wartung und Fehlerdiagnose

Wenn der automatische Selbsttest einen Fehler findet, erscheint eine Fehlermeldung in der unteren Zeile der Anzeige des Moduls.

Wenn es sich um einen nicht-kritischen Fehler handelt, bleibt die Fehlermeldung drei Sekunden lang stehen, wonach der automatische Selbsttest fortgesetzt wird.

Wenn es sich um einen kritischen Fehler handelt, bricht der automatische Selbsttest ab, da ohnehin keinerlei Betrieb des Moduls möglich ist.

In Anhang A dieses Handbuches sind alle Fehlermeldungen des automatischen Selbsttests aufgeführt und erklärt.

# Anhang A: Fehlermeldungen des TGA 2950

## Kritische Fehler (Fatal Errors)

Ein Fehler wird dann als kritisch bezeichnet, wenn er das Modul völlig funktionsunfähig macht; die Kontrollleuchte READY bleibt ausgeschaltet, bis der Fehler behoben worden ist. Wenn an Ihrem Modul ein kritischer Fehler auftritt, benachrichtigen Sie den Kundendienst.

Eine elektrostatische Entladung kann einen kritischen Fehler verursachen. Führen Sie gegebenenfalls einen Warmstart durch; wenn die Fehlermeldung danach wieder auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

**Err F00 Invalid system state. Halt.**

**Problem:** Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

**Abhilfe:** Reparatur durch den Kundendienst.

**Err F02 Power Fail.**

**Problem:** Diese Fehlermeldung deutet auf Fluktuationen der Betriebsspannung hin.

**Abhilfe:** Nehmen Sie Abschnitt 7.4.2 zur Kenntnis. Wenn Sie die Ursache des Fehlers nicht erkennen können, rufen Sie den Kundendienst.

**Err F06 Invalid instruction. Halt.**

**Problem:** Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

**Abhilfe:** Reparatur durch den Kundendienst.

## Anhang A - Fehlermeldungen

**Err F07 CPU watchdog time-out. Halt.**

Problem: Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err F08 Stack underflow. Halt.**

Problem: Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err F09 Stack overflow. Halt.**

Problem: Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err F10 Invalid interrupt. Halt.**

Problem: Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err F12 Invalid software state. Halt.**

Problem: Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err F13 Illegal math function. Halt.**

Problem: Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

### **Err F14 Hung interrupt line. Halt.**

**Problem:** Defekt an der Hardware oder Software; nicht vom Benutzer verursacht.

**Abhilfe:** Führen Sie einen Reset durch. Wenn dieselbe Fehlermeldung danach wieder auftritt, ist eine Reparatur durch den Kundendienst erforderlich.

### **Err F15 Memory write failure. Halt.**

**Problem:** Das Modul kann die Kalibrierparameter nicht im Speicher ablegen.

**Abhilfe:** Reparatur durch den Kundendienst.

## **Nicht-kritische Fehler (Nonfatal Errors)**

Bei einem nicht-kritischen Fehler ist das Modul in seinen Hauptfunktionen noch funktionsfähig. Die Kontrollleuchte READY blinkt, und der Fehlercode wird angezeigt. Je nachdem, ob ein nicht-kritischer Fehler eine von Ihnen benötigte Funktion betrifft, können Sie trotz des Fehlers mit dem Modul weiterarbeiten, oder müssen Sie die Reparatur durch den Kundendienst abwarten.

### **Err 10 Confidence test error during startup. Contact Field Service.**

**Problem:** Beim automatischen Selbsttest wurde ein Fehler gefunden, der jedoch nicht als schwerwiegend eingestuft wurde.

**Abhilfe:** Reparatur durch den Kundendienst. Wenn Sie der Fehler nicht behindert, können Sie weiterarbeiten, und später den Kundendienst rufen.

### **Err 12 GPIB Bus Error. Bus Controller not listening.**

**Problem:** Fehler an der Steuerleitung des GPIB. Das Modul hat SRQ gesetzt, erhält aber keine Bestätigung von BUS-Controller.

**Abhilfe:** Reparatur durch den Kundendienst. Wenn Sie der Fehler nicht behindert, können Sie weiterarbeiten, und später den Kundendienst rufen.

## Anhang A - Fehlermeldungen

### Err 15 CMOS RAM checksum error. Stored parameters lost.

**Problem:** Es besteht ein Problem mit dem akkubetriebenen RAM-Speicher des Moduls: er hat die Modulparameter verloren. Die Modulparameter wurden auf ihre jeweiligen Vorgabewerte zurückgesetzt.

**Abhilfe:** Schalten Sie das Modul aus und wieder ein. Wenn derselbe Fehler wieder auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

**Hinweis** Err 15 tritt immer einmal auf, nachdem Sie eine neue Modul-Software geladen haben. Auch, wenn Ihr Modul solange ausgeschaltet gewesen ist, daß sich der Akkumulator entladen hat, tritt diese Fehlermeldung auf.

### Err 20 Run not found. No run in memory for this run Number.

**Problem:** Sie haben nach dem Drücken von F2 (Module Data File Transfer) eine Probenlauf-Identifikationsnummer eingegeben, unter der kein Probenlauf gespeichert ist.

**Abhilfe:** Geben Sie die richtige Identifikationsnummer ein.

### Err 21 Run number already exists. Delete previous run or change number.

**Problem:** Sie haben bei der Probenbezeichnung eine Probenlauf-Identifikationsnummer eingegeben, die bereits belegt ist.

**Abhilfe:** Benachrichtigen Sie den Kundendienst. Dieser Fehler dürfte eigentlich gar nicht auftreten.  
Wenn im Modul noch Meßdaten gespeichert sind, die Sie benötigen, kopieren Sie diese mit F2 (Module Data File Transfer) auf ein Laufwerk der Steuereinheit.

### Err 39 <...>

**Problem:** Eine Fehlfunktion des Systems außerhalb des Moduls wurde registriert.

**Abhilfe:** Verfahren Sie entsprechend der Erklärung der angezeigten Fehlermeldung im Bedienungshandbuch Ihrer Steuereinheit.

**Err 40 GPIB invalid command.**

Problem: Es liegt ein Fehler in der Hardware oder Software des BUS-Systems vor.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 41 GPIB Input value too large.**

Problem: Es liegt ein Fehler in der Hardware oder Software des BUS-Systems vor.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 42 GPIB Input value too small.**

Problem: Es liegt ein Fehler in der Hardware oder Software des BUS-Systems vor.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 43 GPIB Bad numeric input string.**

Problem: Es liegt ein Fehler in der Hardware oder Software des BUS-Systems vor.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 44 GPIB String too long or no ETX.**

Problem: Es liegt ein Fehler in der Hardware oder Software des BUS-Systems vor.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 45 GPIB Realtime or playback data buffer overflow. Too many points.**

Problem: Es liegt ein Fehler in der Software des BUS-Systems vor. Das Problem wurde nicht von Benutzer verursacht.

Abhilfe: Das Problem wird vom System automatisch gelöst.

## Anhang A - Fehlermeldungen

**Err 46**     **Cannot modify or delete the running method.**

Problem: Sie haben versucht, eine laufende Methode mit dem METHOD EDITOR zu bearbeiten.

Abhilfe: Verwenden Sie F3 (Modify Segment), um die laufende Methode zu beeinflussen, oder editieren Sie die Methode, nachdem sie abgelaufen ist.

**Err 47**     **GPIB Insufficient room in memory for method. Delete an existing method.**

Problem: Für die gerade erstellte Methode ist nicht ausreichend Speicherplatz vorhanden.

Abhilfe: Löschen Sie eine nicht mehr benötigte Methode.

**Err 48**     **GPIB Method segment out of order.**

Problem: Es liegt ein Fehler in der Hardware oder Software des BUS-Systems vor.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst

**Err 49**     **GPIB Cannot delete an active run.**

Problem: Sie haben versucht, einen laufenden Versuch mit DELETE zu löschen.

Abhilfe: Verwenden Sie die Funktion REJECT, um einen laufenden Versuch zu löschen.

**Err 51**     **GPIB Cannot change segment type while method is running.**

Problem: Sie haben versucht, innerhalb einer laufenden Methode einen Segmenttyp zu verändern.

Abhilfe: Warten Sie bis nach Ablauf der Methode.

**Err 52**     **GPIB Cannot insert new segment while method is running.**

Problem: Sie haben versucht, in eine laufende Methode ein neues Segment einzufügen.

Abhilfe: Warten Sie bis nach Ablauf der Methode.

**Err 53 GPIB Cannot delete segment while method is running.**

Problem: Sie haben versucht, aus einer laufenden Methode ein Segment zu löschen.

Abhilfe: Warten Sie bis nach Ablauf der Methode.

**Err 60 Run method empty. Cannot start run.**

Problem: Sie haben versucht, eine leere Methode zu starten.

Abhilfe: Erstellen Sie eine Methode, oder verwenden Sie eine bereits bestehende.

**Err 62 Segment Final Temp greater than upper limit. Cannot start run.**

Problem: Die Endtemperatur eines Segmentes übersteigt die für das Modul zulässige Höchsttemperatur.

Abhilfe: Ändern Sie die betreffende Endtemperatur auf einen zulässigen Wert.

**Err 63 Segment Final Temp less than lower limit. Cannot start run.**

Problem: Die Endtemperatur eines Segmentes unterschreitet die für das Modul zulässige Tiefsttemperatur.

Abhilfe: Ändern Sie die betreffende Endtemperatur auf einen zulässigen Wert.

**Err 66 Module upper temperature limit is exceeded. Run terminated.**

Problem: Der Probenlauf wurde abgebrochen, weil die zulässige Höchsttemperatur des Moduls überschritten wurde.

Abhilfe: Versuchen Sie nicht, Ihr Modul außerhalb seines zulässigen Temperaturbereichs zu betreiben. Ändern Sie das verantwortliche Segment.

## Anhang A - Fehlermeldungen

**Err 73** No heater power at method start. Cannot start run. Check fuse & switch.

**Problem:** Das Modul hat keinen Heizstrom zur Verfügung, und kann daher den Probenlauf nicht starten.

**Abhilfe:** 1. Vergewissern Sie sich, daß der Schalter HEATER am Modul eingeschaltet ist.

2. Prüfen Sie Sicherung F2, und ersetzen Sie sie gegebenenfalls.

3. Wenn dieselbe Fehlermeldung wieder auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 74** Analog board is not operational. Failed diagnostic. Cannot start run.

**Problem:** Beim automatischen Selbsttest wurde eine Fehlfunktion der Analog-Platine festgestellt.

**Abhilfe:** Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 75** Drive board is not operational. Failed diagnostic. Cannot start run.

**Problem:** Beim automatischen Selbsttest wurde eine Fehlfunktion der Drive-Platine festgestellt.

**Abhilfe:** Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 78** Cannot Change while module active.

**Problem:** Sie haben versucht, den Betriebsmodus des Moduls, die Anzahl der zu speichernden Probenläufe, oder ein Versuchsparameter während eines Probenlaufs zu ändern.

**Abhilfe:** Warten Sie das Ende des Probenlaufs ab, oder brechen Sie ihn mit STOP ab.

**Err 79** GPIB input message too long "<...>"

**Problem:** Es liegt ein Fehler in der Hardware oder Software des BUS-Systems vor.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 80 Data input buffer overrun. Data point lost. Software error.**

Problem: Es ist ein Fehler in der Software aufgetreten. Dieser wurde nicht vom Benutzer verursacht.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 81 Bad temperature reading. Hardware error. Method terminated.**

Problem: Defekt an der Hardware oder Software.

Abhilfe: Reparatur durch den Kundendienst.

**Err 87 Run already exists in memory. Cannot start run.**

Problem: Die Software des Moduls, oder die der Steuereinheit hat ein Problem.

Abhilfe: Führen Sie am Modul einen RESET durch. Wenn derselbe Fehler wieder auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 91 Run data storage area full. Module data storage terminated.**

Problem: Im Meßdatenspeicher des Moduls ist kein freier Speicherplatz mehr vorhanden. Von nun an entstehende Meßdaten werden nicht mehr gespeichert.

Abhilfe: Stellen Sie eine geringere Anzahl von Meßwerten ein, indem Sie z. B. den Meßdatenschwellwert heraufsetzen, oder das Meßdatenintervall vergrößern, und starten Sie den Versuch neu.

**Err 92 Module data storage full. Realtime disk storage continuing.**

Problem: Im Datenspeicher des Moduls ist kein freier Speicherplatz mehr vorhanden; da die REALTIME DATA TRANSFER-Option jedoch eingeschaltet ist, werden die Meßdaten weiterhin in einer Meßdatendatei auf einem Laufwerk der Steuereinheit gespeichert.

Abhilfe: Lassen Sie den Probenlauf weiterlaufen. Verwenden Sie nicht die im Modul gespeicherten Meßdaten, sondern die Meßdatendatei auf der Steuereinheit zur Auswertung.

## Anhang A - Fehlermeldungen

**Err 96**      **Temperature correction out of range. Correction point deleted.**

**Problem:** Sie haben für die Temperaturkalibrierung eine Temperatur eingegeben, die außerhalb des zulässigen Temperaturbereiches des Moduls liegt.

**Abhilfe:** Verwenden Sie für die Temperaturkalibrierung nur Temperaturen, die innerhalb des zulässigen Temperaturbereiches des Moduls liegen.

**Err 97**      **Two temperature corrections within 10°C. Correction deleted.**

**Problem:** Sie haben für die Temperaturkalibrierung zwei Kalibriersubstanzen verwendet, deren Schmelzpunkte 10 K oder weniger auseinanderliegen.

**Abhilfe:** Verwenden Sie Kalibriersubstanzen, deren Schmelzpunkte mehr als 10 K auseinanderliegen.

**Err 98**      **Temperature corrections with opposite slopes. Correction deleted.**

**Problem:** Zwei Temperaturpaare in der Temperaturkalibrierungstabelle überlappen sich, d. h., Paar X hat eine kleinere tatsächliche Temperatur als Paar Y, aber die gemessene Temperatur in Paar X ist größer oder gleich der in Paar Y.  
Entweder haben Sie bei der Temperaturkalibrierung fehlerhafte Eingaben gemacht, oder das Modul ist defekt.

**Abhilfe:** Überprüfen Sie die Temperaturkalibrierungstabelle. Wenn Sie dort keinen Fehler finden, benachrichtigen Sie den Kundendienst.

**Err 99**      **Temperature correction greater than 50°C. Correction deleted.**

**Problem:** Eine der gemessenen Temperaturen in der Tabelle für die Temperaturkalibrierung weicht um mehr als 50 K von der zu ihr gehörenden korrekten Temperatur ab.

**Abhilfe:** Führen Sie eine neue Temperaturkalibrierung durch.

**Err 100**     **Furnace did not reach destination.**

**Problem:** Der Ofen ist in seiner Bewegung auf Widerstand gestoßen.

**Abhilfe:** Wenn sich irgendetwas im Weg des Ofens befindet, entfernen Sie es. Wenn der Ofen nicht in seiner Bewegung behindert wurde, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 101 Sample platform did not reach destination.**

**Problem:** Die Probenplattform ist in ihrer Bewegung auf Widerstand gestoßen.

**Abhilfe:** Wenn sich irgendetwas im Weg der Probenplattform befindet, entfernen Sie es. Wenn die Probenplattform nicht in ihrer Bewegung behindert wurde, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 102 Furnace at incorrect position.**

**Problem:** Die Sensoren, mit denen das Modul die Ofenposition wahrnimmt, geben an, daß der Ofen sich in der falschen Position befindet.

**Abhilfe:** Drücken Sie die Taste FURNACE. Wenn der Fehler wieder auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 103 Sample platform at incorrect position.**

**Problem:** Die Probenplattform befindet sich nicht in ihrer Ruheposition.

**Abhilfe:** Drücken Sie die Taste FURNACE. Wenn dies nicht hilft, versuchen Sie die Probenplattform OHNE GEWALTANWENDUNG von Hand in ihre Ruheposition zu bringen. Wenn auch dies nicht geht, oder wenn der Fehler wiederholt auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 104 Furnace position unknown.**

**Problem:** Beide Ofenpositions-Sensoren sprechen an.

**Abhilfe:** Versuchen Sie den Ofen durch Drücken der Taste FURNACE zu bewegen. Wenn dies nicht geht, oder wenn der Fehler wiederholt auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 105 Tare in progress. Cannot load/unload sample or move furnace.**

**Problem:** Sie haben während eines Tariervorganges eine der Tasten LOAD, UNLOAD, oder FURNACE gedrückt.

## Anhang A - Fehlermeldungen

**Abhilfe:** Warten Sie das Ende des Tariervorganges ab, oder drücken Sie die Taste STOP, um ihn abubrechen.

**Err 106** **Sample load in progress. Cannot tare, unload sample, or move furnace.**

**Problem:** Sie haben während eines Probenladevorganges eine der Tasten TARE, UNLOAD, oder FURNACE gedrückt.

**Abhilfe:** Warten Sie, bis das Probenschiffchen geladen ist, oder drücken Sie die Taste STOP, um den Vorgang abubrechen.

**Err 107** **Sample unload in progress. Cannot tare, load sample, or move furnace.**

**Problem:** Sie haben während eines Probenabladevorganges eine der Tasten TARE, LOAD, oder FURNACE gedrückt.

**Abhilfe:** Warten Sie, bis das Probenschiffchen abgeladen ist, oder drücken Sie die Taste STOP, um den Vorgang abubrechen.

**Err 108** **Tare or Sample Unload in progress. Cannot start run.**

**Problem:** Sie haben versucht, während eines Tarier- oder Abladevorganges einen Probenlauf zu starten.

**Abhilfe:** Warten Sie das Ende des laufenden Vorganges ab, oder drücken Sie die Taste STOP, um ihn abubrechen.

**Err 109** **Furnace must be in closed position. Cannot start run.**

**Problem:** Sie haben versucht, einen Probenlauf zu starten, aber der TGA konnte den Ofen nicht schließen.

**Abhilfe:** Wenn sich irgendetwas im Weg des Ofens befindet, entfernen Sie es. Wenn der Ofen nicht in seiner Bewegung behindert wurde, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 110** **Sample platform at incorrect position. cannot start run.**

**Problem:** Sie haben versucht, einen Probenlauf zu starten, aber der TGA konnte die Probenplattform nicht in ihre Ruheposition bewegen.

**Abhilfe:** Wenn sich irgendetwas im Weg der Probenplattform befindet, entfernen Sie es, und versuchen Sie nochmals zu starten. Wenn dies nicht hilft, versuchen Sie die Probenplattform OHNE GEWALTANWENDUNG von Hand in ihre Ruheposition zu bringen. Wenn die Probenplattform nicht in ihrer Bewegung behindert wurde, rufen Sie den Kundendienst.

**Err 111 Analog board is not operational. Cannot tare, load, or unload.**

**Problem:** Beim automatischen Selbsttest wurde eine Fehlfunktion der Analog-Platine diagnostiziert.

**Abhilfe:** Benachrichtigen Sie den Kundendienst.

**Err 112 Drive board is not operational. Cannot tare, load, or move furnace.**

**Problem:** Beim automatischen Selbsttest wurde eine Fehlfunktion der Drive-Platine festgestellt.

**Abhilfe:** Benachrichtigen Sie den Kundendienst.

**Err 113 Cannot tare, load, unload, or move furnace while method is running.**

**Problem:** Sie haben während eines Probenlaufs eine der Tasten TARE, LOAD, UNLOAD, oder FURNACE gedrückt.

**Abhilfe:** Warten Sie das Ende des Probenlaufs ab, oder drücken Sie die Taste STOP, um ihn abubrechen.

**Err 114 Cannot air cool. Furnace must be in the open position.**

**Problem:** Sie haben F4 (Switch Air Cool) gedrückt, während der Ofen geschlossen war. Die Luftkühlung kann jedoch nur bei offenem Ofen eingeschaltet werden, da sonst der Wägemechanismus beschädigt würde.

**Abhilfe:** Öffnen Sie den Ofen durch Drücken der Taste FURNACE, und drücken Sie dann erneut F4 (Switch Air Cool).

## Anhang A - Fehlermeldungen

**Err 115 Calibration in progress. Cannot tare or start run.**

**Problem:** Sie haben während eines Kalibriervorganges eine der Tasten TARE oder START gedrückt.

**Abhilfe:** Warten Sie das Ende des Kalibriervorganges ab, oder drücken Sie F11 (Data Analysis) und dann F2 (Stop Program), um ihn abzubrechen.

**Err 116 Incorrect furnace and thermocouple combination. Cannot start run.**

**Problem:** Am Modul ist ein Hardwarefehler aufgetreten.

**Abhilfe:** Benachrichtigen Sie den Kundendienst.

**Err 117 Sample pan is already loaded. Cannot load another pan.**

**Problem:** Sie haben die Taste LOAD gedrückt, während bereits ein Probenschiffchen geladen war.

**Abhilfe:** Drücken Sie zunächst UNLOAD, um das geladene Probenschiffchen abzuladen, und laden Sie dann das andere Probenschiffchen.

**Err 118 Weight out of range. Cannot start run, unload sample, or tare.**

**Problem:** (1) Es ist kein Probenschiffchen geladen, oder  
(2) Das Probengewicht ist außerhalb des zulässigen Bereichs, oder  
(3) Die Wägeeinheit ist defekt.

**Abhilfe:** (1) Laden Sie ein Probenschiffchen.  
(2) Trieren Sie die Probe teilweise aus, indem Sie mechanische Tariergewichte in das Tarierschiffchen legen, oder verwenden Sie eine kleinere Probe.

(3) Rufen Sie den Kundendienst.

### **Err 119 Heat exchanger, no flow or over temperature. Run stopped.**

**Problem:** (1) Es befinden sich Luftblasen in den Kühlwasserschläuchen, oder  
(2) der Wärmetauscher hat keine Betriebsspannung, oder  
(3) der Wärmetauscher hat zuwenig Kühlwasser, oder  
(4) der Wärmetauscher arbeitet fehlerhaft.

**Abhilfe:** (1) Drücken Sie sooft START, bis sich keine Luft mehr in den Kühlwasserleitungen befindet, und die Fehlermeldung nichtmehr auftritt.  
(2) Schließen Sie den Wärmetauscher an der Rückseite des TGA an.  
(3) Füllen Sie den Wassertank des Wärmetauschers mit destilliertem Wasser zweidrittelvoll.  
(4) Rufen Sie den Kundendienst.

### **Err 190 Sample pan load or unload error.**

**Problem:** Beim Laden oder Abladen eines Probenschiffchens trat eines der folgenden Probleme auf:

- (1) Auf dem markierten Platz auf der Probenplattform befand sich kein Probenschiffchen.
- (2) Es wurde versucht, den zulässigen Gewichtsbereich des Waagebalkens zu überschreiten.
- (3) Der Draht des Probenschiffchens wurde vom Haken des Aufhängedrahtes nicht erfaßt.
- (4) Der TGA arbeitet fehlerhaft.

**Abhilfe:** (1) Stellen Sie das zu ladende Probenschiffchen auf den dafür vorgesehenen Platz auf der Probenplattform.  
(2) Beachten Sie, daß Probengewicht + Probenschiffchengewicht - Tariergewicht - Tarierschiffchengewicht zwischen -100 mg und 1200 mg liegen muß.  
(3) Überprüfen Sie die Position des Aufhängedrahtes und die Justierung der Probenplattform.

(4) Rufen Sie den Kundendienst.

### Fehlermeldungen des TGA-Kalibrierprogrammes

#### **Calibration error, analog board failure.**

Problem: Die Analog-Platine arbeitet fehlerhaft.

Abhilfe: Rufen Sie den Kundendienst.

#### **Calibration error, digital board failure.**

Problem: Die Digital-Platine arbeitet fehlerhaft.

Abhilfe: Rufen Sie den Kundendienst.

#### **Calibration error, method running.**

Problem: Sie haben versucht, einen Kalibriervorgang zu starten, während ein Versuch lief.

Abhilfe: Warten Sie bis nach Beendigung des Versuchs, oder brechen Sie ihn ab.

#### **Calibration value out of range.**

Problem: Die Ergebnisse des aktuellen Kalibrierschrittes liegen außerhalb des zulässigen Bereichs.

Abhilfe: Vergewissern Sie sich, daß Sie das richtige Gewicht eingelegt haben, und wiederholen Sie den Kalibrierschritt.  
Wenn der Fehler wiederholt auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

#### **Manual taring out of range.**

Problem: Sie haben beim manuellen Austarieren das Gewichtssignal nicht in den Bereich von (0,0 +/- 10,0) mg gebracht.

Abhilfe: Wiederholen Sie den Kalibrierschritt.

### **Module not a TGA 2950.**

**Problem:** Das auf der Steuereinheit als aktuelles selektierte Modul ist kein TGA 2950.

**Abhilfe:** Wählen Sie auf Ihrer Steuereinheit Ihr TGA 2950 als aktuelles Modul aus.

### **Module not responding.**

**Problem:** Das Modul reagiert nicht mehr auf die an es gerichteten Kommunikationen.

**Abhilfe:** Überprüfen Sie die GPIB-Kabelverbindungen, und bringen Sie das Modul dann wieder online.  
Wenn derselbe Fehler wiederholt auftritt, benachrichtigen Sie den Kundendienst.

### **Module offline.**

**Problem:** (1) Ihr TGA ist auf Ihrer Steuereinheit nicht als aktuelles Modul selektiert, oder  
(2) Ihr TGA ist offline.

**Abhilfe:** (1) Wählen Sie auf Ihrer Steuereinheit Ihr TGA 2950 als aktuelles Modul aus.  
(2) Bringen Sie Ihr TGA online.

### **Platform arm at limit.**

**Problem:** Sie haben beim Justieren der Probenplattform den zulässigen Justierbereich verlassen.

**Abhilfe:** Benachrichtigen Sie den Kundendienst.

## Anhang A - Fehlermeldungen

# Laden einer neuen Modul-Software

**Achtung** Beim Laden einer neuen Modulsoftware gehen alle im Modul gespeicherten Methoden verloren.

1. Halten Sie die STOP-Taste gedrückt, und drücken Sie die RESET-Taste an der Rückseite des Moduls. Halten Sie die STOP-Taste weiter gedrückt, bis auf der Anzeige die Meldung MODULE LOADER Vx.x erscheint. Das Modul geht hierbei offline.
2. Bringen Sie das Modul im Lademodus online, indem Sie auf der Steuereinheit nacheinander F12 (Instrument Control), F8 (GoTo Configure System), und F5 (Auto Configure) drücken.
3. Wenn Sie ein Multimodul-System haben, vergewissern Sie sich, daß das richtige Modul als anzusprechend ausgewählt ist.
4. Drücken Sie F11 (Data Analysis). Wenn ein Auswertungsprogramm geladen ist, brechen Sie es durch Drücken von F2 (Stop Program) ab.
5. Legen Sie die Diskette mit der neuen Version der Modulsoftware in Laufwerk A ein.

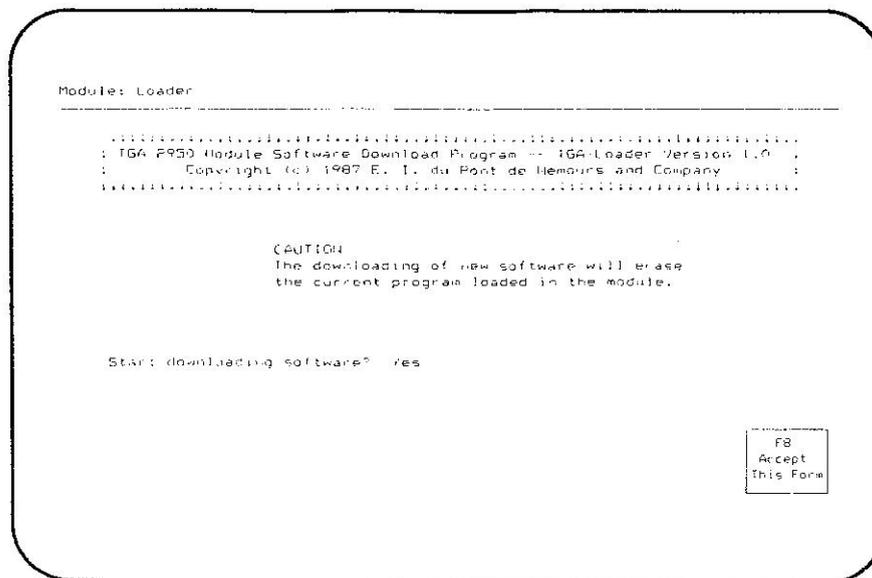
**Hinweis** Auf der Modulsoftware-Diskette befinden sich Dateien, die mit der Funktion COPY nicht kopiert werden können. Verwenden Sie daher unbedingt die Originaldiskette.

6. Drücken Sie F1 (Get New Program). Auf dem Bildschirm erscheint die Zeile:

**Select drive: [ A B C ]**

7. Bewegen Sie den Cursor mit den Pfeiltasten auf den Buchstaben A, und drücken Sie die ENTER-Taste.
8. Bewegen Sie den Cursor mit den Pfeiltasten auf den Programmnamen TGA-LOADER-x.x, und drücken Sie F3 (Select File). Das Modulsoftware-Ladeprogramm wird geladen.
9. Warten Sie, bis die Meldung READY erscheint, und drücken Sie dann F1 (Start Program). Folgender Bildschirm erscheint:

## Anhang B - Laden einer neuen Modul-Software



*Bild 79*

10. Drücken Sie F8 (Accept This Form), um die neue Modulsoftware in das Modul zu laden.
11. Wenn eine Fehlermeldung erscheint, verfahren Sie entsprechend den unter dieser Fehlermeldung gegebenen Hinweisen. (s. Liste der Fehlermeldungen des Modulsoftware-Ladeprogrammes auf den folgenden Seiten)
12. Wenn die Meldung MODULE SOFTWARE DOWNLOAD COMPLETE erscheint, drücken Sie die RESET-Taste an der Rückseite des Moduls. Das Modul führt einen automatischen Selbsttest durch und meldet dann ERR D0; dies ist kein Grund zur Beunruhigung. Drücken Sie noch zweimal die RESET-Taste, um die Fehlermeldung von der Anzeige zu entfernen.
13. Bringen Sie das Modul mit F5 (Auto Configure) wieder online.

## **Fehlermeldungen des Modulsoftware Ladeprogrammes**

**Configuration file error:**            **Argument out of range, "..."**  
   **Invalid argument, "..."**  
   **Missing command "..."**

**Problem:** Ein interner Softwarefehler ist aufgetreten. Dies dürfte eigentlich gar nicht geschehen.

**Abhilfe:** Rufen Sie den Kundendienst.

### **Device is offline.**

**Problem:** Laufwerk A ist nicht betriebsbereit. Meist bedeutet dies, daß das Laufwerk während des Lesens geöffnet wurde.

**Abhilfe:** Wenn Sie das Laufwerk geöffnet hatten, schliessen Sie es wieder, und wiederholen Sie den Vorgang, ohne dabei das Laufwerk zu öffnen. Andernfalls überprüfen Sie das Laufwerk, bzw. rufen Sie den Kundendienst.

### **File not found.**

**Problem:** Auf der Diskette in Laufwerk A befinden sich nicht alle benötigten Dateien.

**Abhilfe:** Legen Sie das Original der Modulsoftware-Diskette in Laufwerk A ein.

### **Hard or soft I/O error (nH).**

**Problem:** Es wurde versucht, auf ein defektes Laufwerk oder auf eine defekte Diskette zuzugreifen.

**Abhilfe:** Geben Sie Ihren Befehl ein zweites mal ein. Wenn der Fehler wiederauftritt, legen Sie eine andere Diskette ein, und versuchen Sie es noch einmal. Tritt der Fehler wieder auf, so ist vermutlich Ihr Laufwerk defekt; rufen Sie den Kundendienst.

## Anhang B - Laden einer neuen Modul-Software

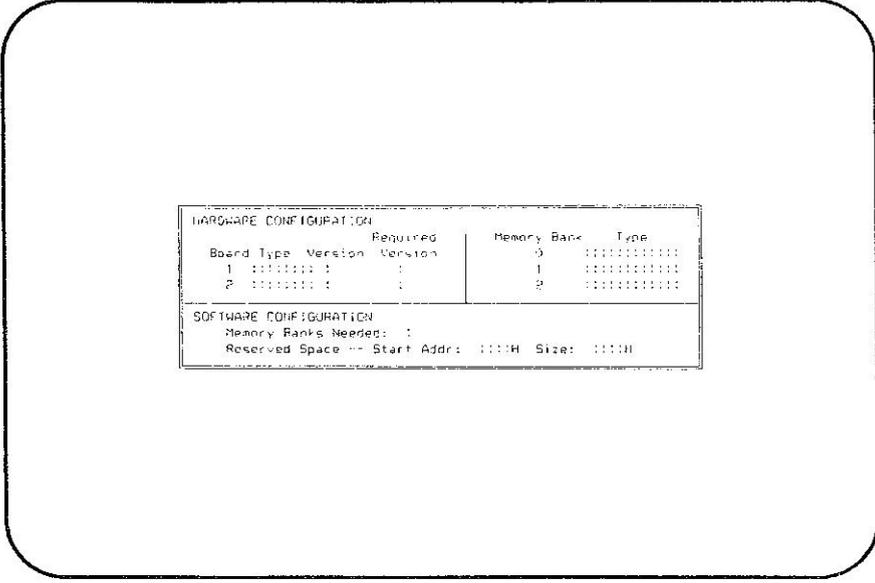
### I/O Error (nH).

**Problem:** Ein Zugriff auf ein Laufwerk ist nicht gelungen.

**Abhilfe:** Geben Sie Ihren Befehl ein zweites mal ein. Wenn der Fehler wieder auftritt, notieren Sie die Hexadezimalzahl aus der Fehlermeldung, und benachrichtigen Sie den Kundendienst.

### Module hardware configuration error.

**Problem:** Die Modulsoftware, die Sie zu laden versuchen, ist inkompatibel mit der Hardwarekonfiguration Ihres Moduls. Die Hardwarekonfiguration des Moduls wird auf dem Bildschirm dargestellt (wie in Abb. 80), wobei die die Inkompatibilität verursachende Hardware hervorgehoben wird.



The screenshot shows a terminal window with two sections: 'HARDWARE CONFIGURATION' and 'SOFTWARE CONFIGURATION'. The hardware section is a table with columns for Board Type, Version, Required Version, Memory Bank, and Type. The software section shows Memory Banks Needed, Reserved Space, Start Addr, and Size.

HARDWARE CONFIGURATION				
Board Type	Version	Required Version	Memory Bank	Type
1	00000000	1	0	000000000000
2	00000000	2	1	000000000000
			2	000000000000

SOFTWARE CONFIGURATION			
Memory Banks Needed:	1		
Reserved Space -- Start Addr:	0000H	Size:	0000H

**Bild 80**

**Abhilfe:** Vergewissern Sie sich, daß sich die korrekte Modulsoftware in Laufwerk A befindet. Überprüfen Sie die problematische Hardware:

- Board Type: Der Typ des im Modul eingebauten Logik-Platine entspricht nicht dem Modultyp.
- Board Version: Die in Ihrem Modul eingebaute Logik-Platine wird von der neuen Softwareversion nicht mehr unterstützt.
- Memory Type: Die neue Modulsoftware benötigt mehr Speicher, als in Ihrem Modul eingebaut ist.

Rufen Sie gegebenenfalls den Kundendienst, um Ihre Modulhardware aufzurüsten

### **Module memory write error.**

**Problem:** Die neue Modulsoftware konnte nicht in den Speicher des Moduls geschrieben werden.

**Abhilfe:** Versuchen Sie es nocheinmal. Wenn der Fehler wieder auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

### **Module not in loader mode.**

**Problem:** Das derzeit als anzusprechend ausgewählte Modul befindet sich nicht im Lademodus.

**Abhilfe:** Schritt 1, 2 oder 3 der Anleitung wurde nicht korrekt ausgeführt; beginnen Sie von vorne.

### **Module not responding.**

**Problem:** Das Modul reagiert nicht auf Kommunikationen der Steuereinheit.

**Abhilfe:** Überprüfen Sie die Verbindungen des GPIB-Kabels, und bringen Sie das Modul durch Drücken von F5 (Auto Configure) wieder online. Wenn der Fehler wieder auftritt, rufen Sie den Kundendienst.

### **Module offline.**

**Problem:** Das Modul ist offline.

**Abhilfe:** Vergewissern Sie sich, daß das richtige Modul als anzusprechend ausgewählt ist, und drücken Sie F5 (Auto Configure).

### **Unable to read file.**

**Problem:** Beim Lesen einer der Dateien von der Modulsoftware-Diskette ist ein Fehler aufgetreten.

**Abhilfe:** Vergewissern Sie sich, daß sich das Original der Modulsoftware-Diskette in Laufwerk A befindet, und versuchen Sie es nocheinmal.

## Anhang B - Laden einer neuen Modul-Software

## Anhang D

# Hochauflösende (Hi-Res)-TGA (optionale Erweiterung)

### D-1. Produktbeschreibung

Dieser Anhang beschreibt die Verwendung der für Ihr TGA 2950-Modul erhältlichen optionalen Erweiterung für Hochauflösende TGA. Sie bietet vor allem folgende Vorteile:

- höhere Auflösung in Übergangsbereichen
- schnellere Grobabtastung
- bessere Erfassung charakteristischer Signalverläufe
- gemessene Übergangstemperaturen nähern sich ihren isothermischen Werten
- allgemein mehr Flexibilität und mehr Möglichkeiten beim Programmieren von Methoden

Das Erweiterungspaket für hochauflösende TGA (Hi-Res option) besteht aus Erweiterungen für die Software des TGA 2950 Moduls und für die der Steuereinheit 2000/2100. Nach der Installation dieser Erweiterungen stehen Ihnen beim Programmieren von Methoden drei zusätzliche Segmenttypen zur Verfügung:

- High Resolution Ramp (hochauflösende Temperaturrempe)
- High Resolution Sensitivity (Hi-Res Empfindlichkeit einstellen)
- Abort Next Segment (übergehe das nächste Segment)

Unter Verwendung dieser zusätzlichen Segmenttypen können Sie bei der Methodenprogrammierung sehr viel flexibler vorgehen und wesentlich leistungsfähigere Methoden erstellen. Beispielsweise bildet eine einzelne hochauflösende Rampe für viele Anwendungen eine optimale Methode; aber auch in Kombination mit bekannten Segmenttypen ergeben sich viele neue Möglichkeiten.

Die folgenden Abschnitte beschreiben die neuen Segmenttypen und ihre Verwendungsmöglichkeiten im Detail.

## D-2. Installation des Erweiterungspakets

Die Installation des Erweiterungspakets für hochauflösende TGA kann von qualifiziertem Personal vor Ort durchgeführt werden. Dazu werden benötigt:

- auf einer Steuereinheit der 2000/2100er Serie installiertes TA-Betriebssystem, Version mind. 8.2
- Modulsoftware für das TGA-Modul 2950, Version mind. 2.0 (im Erweiterungspaket enthalten)
- Modul-Erweiterungsplatine für Software-Option ("Software option circuit board") (im Erweiterungspaket enthalten)
- Schlüssel für die Hi-Res TGA Softwareoption (im Erweiterungspaket enthalten)

Das Erweiterungspaket enthält eine Installationsanleitung, die die Vorgehensweise im einzelnen beschreibt.

Ein TGA-Modul mit korrekt installierter Erweiterung für hochauflösende TGA zeigt nach jedem automatischen Selbsttest die Meldung "Hi-Res TGA Installed" auf seiner Anzeige; Auf dem Konfigurationsbildschirm der Steuereinheit wird es dann als "TGA 2950 HR" anstatt als "TGA 2950" aufgelistet.

**Hinweis** Das Erweiterungspaket für hochauflösende TGA ist nicht kompatibel mit den TGA-Modulen 951 oder 50 oder mit den Steuereinheiten 1090 oder 9900.

## D-3. Einführung

### D-3.1 Hintergründe

Eines der wichtigsten Einsatzgebiete der TGA ist das Untersuchen von thermischen Zersetzungsprozessen organischer Verbindungen. Solange dabei die einzelnen Zersetzungsreaktionen bei völlig unterschiedlichen Temperaturen auftreten, lassen sich aus den einzelnen Gewichtsveränderungen mühelos quantitative Schlüsse auf die Materialzusammensetzung ziehen. Leider liegen einzelne Reaktionstemperaturen oft recht dicht beieinander, sodaß sich die Reaktionsverläufe in ihrer zeitlichen Ausdehnung überlappen.

Aus einem solchen Versuch können dann keine befriedigend genauen Daten über die einzelnen Reaktionstemperaturen und Gewichtsveränderungen gewonnen werden.

Um in solchen Fällen eine höhere thermische Auflösung - und damit eine bessere Trennung einzelner Zersetzungsprozesse - zu erwirken, gibt es drei herkömmliche Verfahren:

- Verwendung einer sehr geringen konstanten Heizrate
- Isothermisches Halten der Temperatur ab Eintreten jeder Reaktion bis zu deren Abschluß
- Regelung der Gewichtsabnahmerate: Die Proben temperatur wird so gesteuert, daß alle Zersetzungsprozesse mit einer voreingestellten konstanten prozentualen Gewichtsabnahmerate ablaufen. (Dabei kann es während manchen Vorgängen sogar zu negativen Heizraten kommen.)

Diese Verfahrensweisen haben allesamt den Nachteil gemein, daß die Messungen sehr viel Zeit in Anspruch nehmen. Zum Einen birgt dies die Gefahr von Ergebnisverfälschungen durch langsame temperaturabhängige Vorgänge wie Oxydation und Absorption in sich, da ja die Probe auf lange Zeit hohen Temperaturen und wechselnden Druck- und Feuchtigkeitsbedingungen ausgesetzt wird. Und zum Anderen wird natürlich die Produktivität teurer Anlagen herabgesetzt.

### D-3.2 Das TA Instruments Hi-Res Verfahren

Das TA Instruments Hi-Res Verfahren der dynamischen Gewichtsveränderungsrate (DRTGA = Dynamic Rate TGA) verwendet einen ausgefeilten Algorithmus zur Steuerung der Proben temperatur durch die Zersetzungsrates. Ein zeitkontinuierliches dynamisches Nachregeln der Heizrate gewährleistet eine ständig optimale Meßauflösung.

Während einer hochauflösenden Rampe treten zeitweilig sehr hohe Heizraten auf, ohne daß jedoch Reaktionstemperaturen überschossen würden. In der Regel läuft eine hochauflösende Rampe mindestens genauso schnell ab wie eine vergleichbare heizratenkonstante Rampe, wobei sie eine wesentlich bessere Meßauflösung liefert.

### D-4. Der Segmenttyp Hochauflösende Rampe (Hi-Res Ramp Segment)

Der neue Segmenttyp Hochauflösende Rampe verändert die Heiz-, bzw. Kühlrate des Ofens ständig entsprechend der Gewichtsabnahme der Probe, um zu jeder Zeit die größtmögliche Meßauflösung zu liefern.

Das Segment hat die Syntax:

```
Ramp <Heizrate>°C/mn res <Auflösung> to <Endwert>°C
```

Dabei sind:

<Heizrate>	die größte zu verwendende Heizrate (0.01 bis 200 K/min)
<Auflösung>	die zu liefernde Auflösung (-8.0 bis +8.0)
<Endwert>	die Temperatur mit der das Segment abschließen soll (-200 bis 1000 °C)

Beispiel:

```
Ramp 50.0°C/mn res 4.0 to 800.00°C
```

Abgesehen davon, daß das Hi-Res Rampensegment die Heizrate während der Temperaturrampe dynamisch in Reaktion auf die zeitliche Ableitung der Gewichtsveränderung steuert, gleicht es dem gewöhnlichen Rampensegment. Jede Zunahme der Gewichtsveränderungsrate (gemessen in Prozent pro Minute) führt zu einer automatischen Verringerung der Heizrate und umgekehrt. Dabei bewegt sich die Heizrate innerhalb des Bereichs von 0.001 K/min bis zu der als Segmentparameter angegeben maximalen Heizrate.

Der Segmentparameter <Auflösung> steuert die Stärke der Abhängigkeit der Heizrate von der Gewichtsveränderungsrate: Je größer der Betrag des für die Auflösung angegebenen Wertes, desto stärker die Abhängigkeit; dies führt in der Regel zu einer größeren Meßauflösung und zu einer längeren Ausführungsdauer. Dieser dimensionslose Parameter kann zwischen -8.0 und +8.0 betragen. Hat er ein positives Vorzeichen, wird die Stärke der Abhängigkeit ständig dynamisch angepaßt; ist er negativ, bleibt die Stärke der Abhängigkeit konstant. Die speziellen Eigenschaften dieser beiden Betriebsmodi werden in den Abschnitten D-6.4 und D-6.5 detailliert behandelt.

Im Allgemeinen sind positive Auflösungsparameterwerte nützlicher, und sie bringen in den seltensten Fällen störende Nebenwirkungen mit sich. Es gibt zwar keine allgemeingültige Bestimmungsformel für den günstigsten Auflösungsparameterwert für einen Probenlauf, aber es haben sich einige allgemeine Richtlinien als nützlich erwiesen.

Wie bereits gesagt, liefern betragsmäßig größere Parameterwerte meist höhere Auflösungen, und kleinere niedrigere Auflösungen. Je näher der angegebene Auflösungsparameter bei Null ist, desto größer muß die Gewichtsveränderungsrate werden, damit die Heizrate zurückgenommen wird. Wird der Auflösungsparameter mit genau Null angegeben, führt das Segment eine Rampe mit durchgehend konstanter Heizrate durch und verhält sich damit genauso wie ein herkömmliches Rampensegment.

Bei einem Auflösungsparameter von +1.0 und einer maximalen Heizrate von 50 K/min liefert ein Hi-Res Rampensegment ungefähr dieselbe Meßauflösung wie ein gewöhnliches Rampensegment bei 20 K/min. Dieses Verhältnis können Sie auf andere Heizraten einfach übertragen. Im Prinzip ist es so, daß Sie die Basislinienabschnitte Ihres Probenlaufs schnell durchlaufen, in den Übergangsbereichen jedoch abbremsen um hier die höhere Auflösung einer geringeren Heizrate zu erhalten. Bei Probenläufen, die zu einem großen Teil aus Basislinienabschnitten bestehen, kommt es so zu einer erheblichen Zeitersparnis ohne Auflösungsverlust.

Größere Auflösungsparameterwerte führen zu einer konsequenteren Anwendung dieses Prinzips. Hier einige Faustregeln für die Wahl der Parameter:

1. Wenn Sie überhaupt keine Ahnung haben, welche Werte Sie einstellen sollen, verwenden Sie zunächst +3.0 für die Auflösung und 50 K/min für die maximale Heizrate.

2. Probieren Sie dann bei gleicher Heizrate in Schritten von 1.0 größere Werte aus und vergleichen Sie die Ergebnisse. Negative Werte für den Auflösungsparameter sind in Abschnitt 6.5 beschrieben.)
3. Für einigermaßen typische Probenläufe eignen sich Auflösungswerte zwischen 3.0 und 5.0. Wenn explosionsartige Vorgänge (mit Gewichtsabnahmeraten ab 50 %/min) zu erwarten sind, oder wenn Sie die Versuchsdauer reduzieren möchten, empfehlen sich Werte unter 3.0. Werte über 5.0 sind dann anzuraten, wenn sehr langsame Vorgänge (unter 0.5 %/min) zu erwarten sind, oder wenn die Zersetzungsraten klein gehalten werden soll.

Bei positiven Auflösungswerten sind in der Regel maximale Heizraten zwischen 10 und 50 K/min am günstigsten. Dies gilt, wie gesagt, in der Regel; Spezialfälle können durchaus gute Gründe für völlig andere Werte liefern. Wenn Ihre Probe sehr dicht beieinanderliegende oder sehr plötzliche Reaktionen aufweist, sollten Sie mit kleineren Heizraten operieren. Unter 5 K/min brauchen Sie dabei gemäß unserer Erfahrung jedoch auf keinen Fall zu gehen, da das dynamische Hi-Res Verfahren die Heizrate automatisch reduziert, sobald etwas passiert. Temperaturbereiche, von denen Sie ohnehin wissen, daß keine Reaktionen darinliegen, können Sie natürlich mit größeren Heizraten durchfahren. Der Einsatz von Hi-Res Rampensegmenten unterliegt keinen besonderen Beschränkungen; Sie dürfen überall dort in einer Methode stehen, wo auch ein herkömmliches Rampensegment stehen dürfte. Alle drei Parameter eines Hi-Res Rampensegments können auch während dessen Ausführung über den MODIFY SEGMENT-Befehl Ihrer Steuereinheit verändert werden (s. Handbuch Ihrer Steuereinheit).

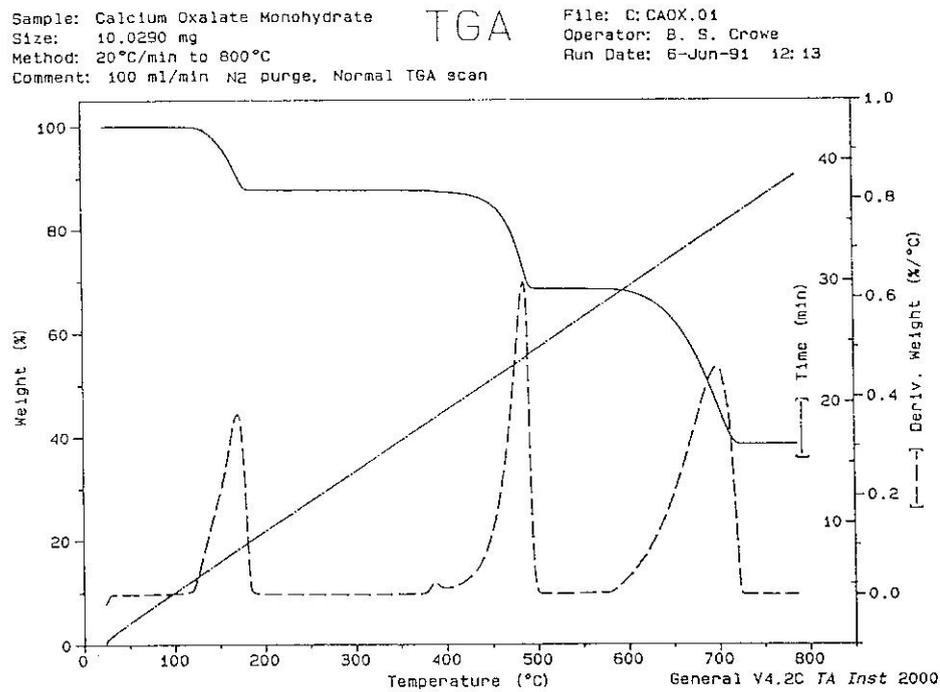
Mehr Hinweise zur Wahl des Auflösungsparameters finden Sie in Abschnitt 6. dieses Anhangs.

Das Erstellen von Methoden im Allgemeinen ist beschrieben in den Kapiteln 5 und 6 dieses Handbuchs, sowie in Kapitel 4 des Handbuchs Ihrer Steuereinheit.

## D-5. Ein Vergleichsbeispiel

Zum Vergleich der Ergebnisse der hochauflösenden TGA mit denen der herkömmlichen haben wir einige Probenläufe durchgeführt und bilden hier die Ergebnisse ab. Es wurde jeweils eine Probe Kalziumoxalat Monohydrat ( $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ ) in einer einzelnen Rampe bzw. hochauflösenden Rampe von Umgebungstemperatur bis auf 800°C aufgeheizt.

Die Abbildungen D-1 und D-2 zeigen konstante Heizraten von 20 K/min und von 1 K/min. Bilder D-3, D-4 und D-5 sind unter Verwendung von hochauflösenden Rampen mit einer maximalen Heizrate von 50 K/min entstanden, und zwar mit Auflösungsparametern von 3.0, 4.0 und 5.0. In Bild D-6 sind die Verläufe der Ableitungen der Gewichtsabnahmen nach der Temperatur aller fünf Probenläufe übereinander eingezeichnet (wozu jeweils ein Glättungsfenster von 5 Kelvin eingestellt wurde).



**Bild D-1**

# Hochauflösende (Hi-Res) TGA

Sample: Calcium Oxalate Monohydrate TGA File: C:CAOX.05  
Size: 10.0010 mg Operator: B. S. Crowe  
Method: 1°C/min to 800°C Run Date: 6-Jun-91 18:02  
Comment: 100 ml/min N2 purge, Normal TGA scan

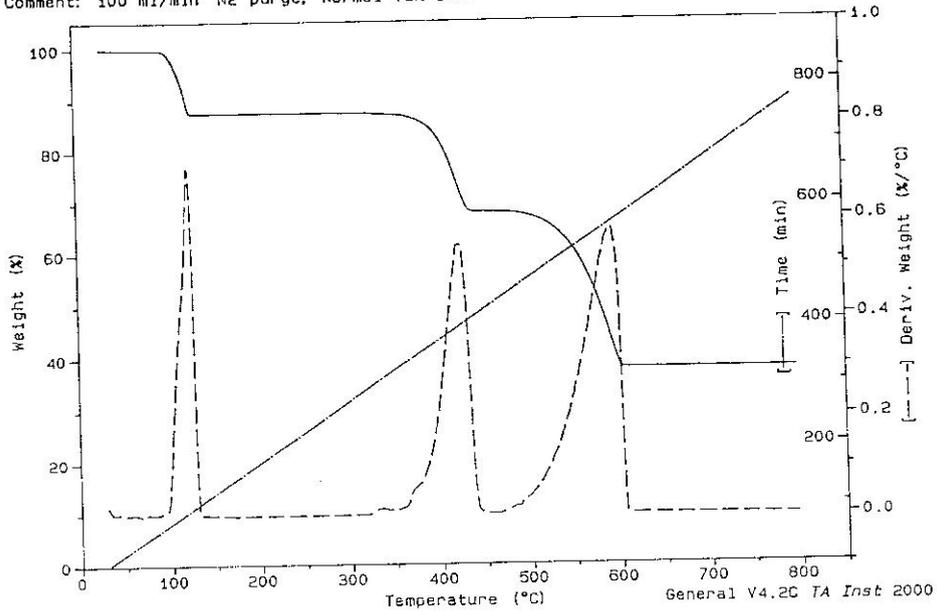


Bild D-2

Sample: Calcium Oxalate Monohydrate TGA File: C:CAOX.02  
Size: 10.0910 mg Operator: B. S. Crowe  
Method: 50°C/min Res 3.0 to 800°C Run Date: 6-Jun-91 14:07  
Comment: 100 ml/min N2 purge, HI-Res(tm) TGA scan

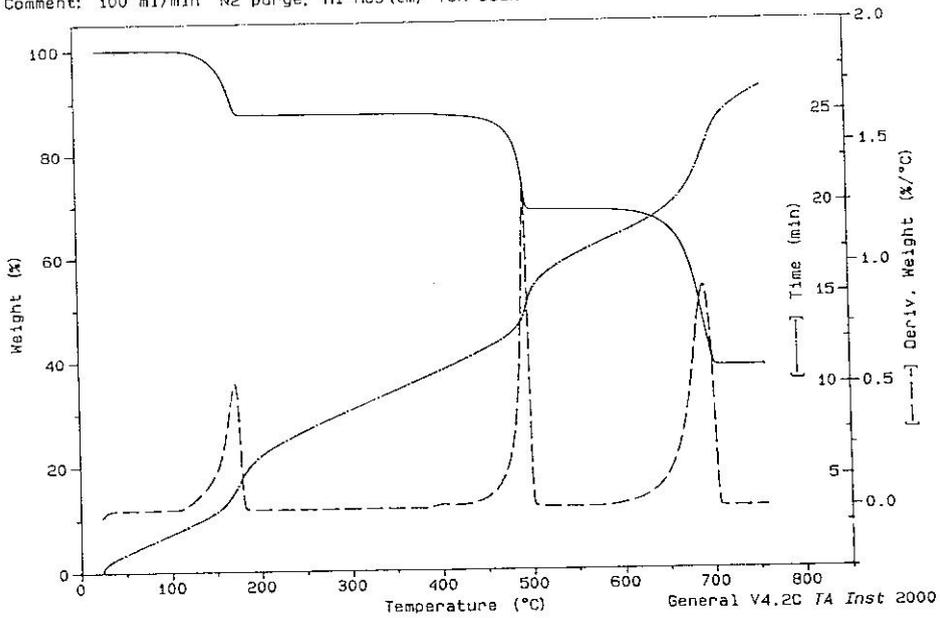


Bild D-3

# Hochauflösende (Hi-Res) TGA

Sample: Calcium Oxalate Monohydrate  
Size: 10.0140 mg  
Method: 50°C/min Res 4.0 to 800°C  
Comment: 100 ml/min N2 purge, Hi-Res (tm) TGA scan

TGA

File: C:\CAOX.03  
Operator: B. S. Crowe  
Run Date: 6-Jun-91 14:55

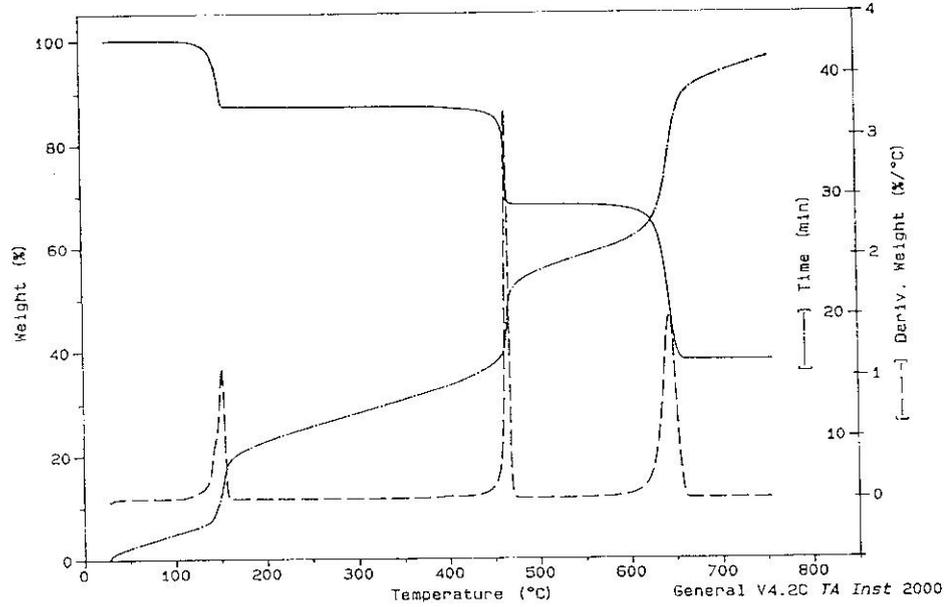


Bild D-4

Sample: Calcium Oxalate Monohydrate  
Size: 10.0540 mg  
Method: 50°C/min Res 5.0 to 800°C  
Comment: 100 ml/min N2 purge, Hi-Res (tm) TGA scan

TGA

File: C:\CAOX.04  
Operator: B. S. Crowe  
Run Date: 6-Jun-91 16:24

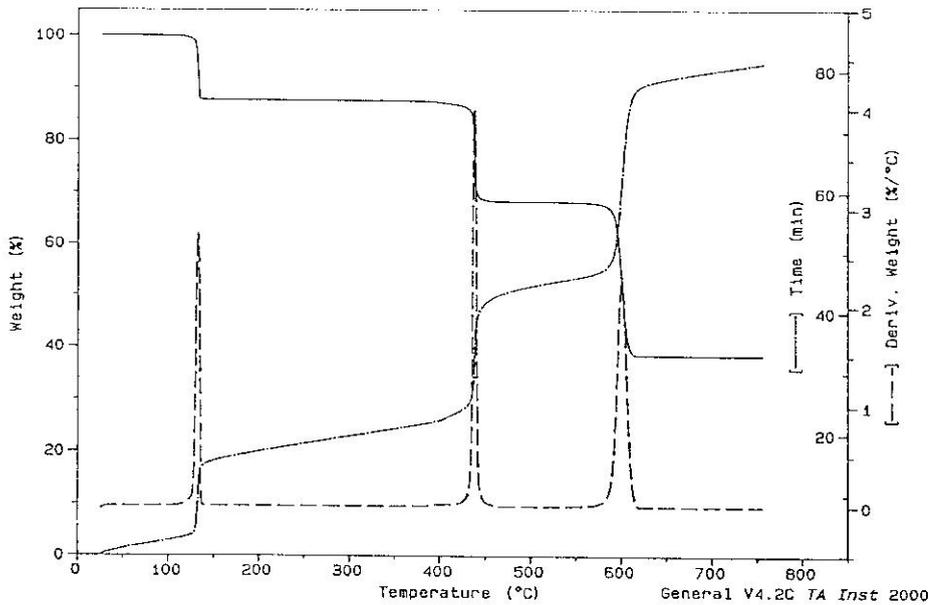


Bild D-5

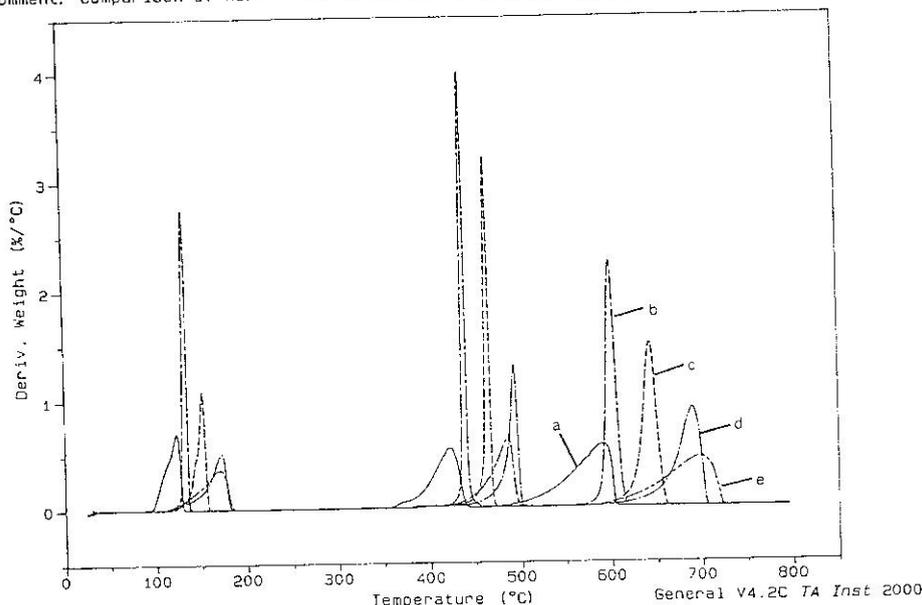
## Hochauflösende (Hi-Res) TGA

Sample: Calcium Oxalate Monohydrate

TGA

Method: Ramp to 800°C

Comment: Comparison of normal and Hi-Res (tm) TGA weight % derivatives



(a) 1°C/min, Normal Ramp; (b) Res 5.0, 50°C/min; (c) Res 4.0, 50°C/min;  
(d) Res 3.0, 50°C/min; (e) 20°C/min, Normal Ramp

**Bild D-6**

Wie aus den Graphen zu ersehen ist, erfährt das Kalziumoxalat im Verlauf der Versuche drei Gewichtsverluste, und zwar indem es (1) Wasser, (2) Kohlenmonoxid und (3) Kohlendioxid abgibt. Wenn wir die 1 K/min-Rampe (Bild D-2) mit der 20 K/min-Rampe (Bild D-1) vergleichen, erkennen wir, daß der erste Gewichtsverlust (Wasser) deutlich besser, die anderen beiden aber kaum besser aufgelöst sind. Desweiteren sehen wir, daß erwartungsgemäß niedrigere Reaktionstemperaturen gemessen wurden. Die 1 K/min-Rampe nahm 39 Minuten in Anspruch; die 20 K/min-Rampe knapp dreizehn Stunden.

Kommen wir zu den hochauflösenden Rampen: Bei einem Auflösungsparameter von 3.0 (Bild D-3) entstand in nur zwei Dritteln der Zeit ein von der Auflösung her mit der konventionellen 20 K/min-Rampe vergleichbares Ergebnis. Ein Auflösungsparameter von 4.0 (Bild D-4) lieferte in ca. derselben Zeit ein deutlich besseres Ergebnis, und einer von 5.0 (Bild D-5) in der doppelten Zeit ein sehr viel besseres.

Vergleichen Sie anhand Bild D-6, wieviel schlanker und höher die Peaks bei hochauflösenden Rampen sind. Beachten Sie auch, wie mit zunehmendem Auflösungsparameter geringere Reaktionstemperaturen verzeichnet werden.

Dies rührt daher, da zur Beibehaltung der gewünschten Gewichtsverlustrate auf den von dem jeweiligen Auflösungsparameter diktierten Wert während der Reaktionen immer geringere Temperaturen notwendig sind.

Insgesamt werden Sie zustimmen, daß das hochauflösende Rampensegment bei einfacher Handhabung erheblich bessere Auflösungen bringt, ohne mehr Zeit als ein herkömmliches Rampensegment zu benötigen. In dem Folgenden Abschnitt lernen Sie Spezielle Verfahren zur noch besseren Ausnutzung der durch die drei neuen Segmenttypen gebotenen Möglichkeiten kennen.

## D-6. Fortgeschrittene Verfahren der Hochauflösenden TGA

In diesem Abschnitt finden Sie detaillierte Anleitungen zu Verfahren, mit denen Sie die Fähigkeiten Ihres Hi-Res Erweiterungspaketes voll ausschöpfen können. Desweiteren finden Sie hier eingehende Informationen, die Ihnen helfen sollen, die Verfahren auf Ihre speziellen Anwendungen anzupassen.

Wie das mit Neuerungen nun mal ist, werden Sie sich auch an diese zunächst einmal gewöhnen müssen. Sie sollten sich die Zeit gönnen, ein wenig herumzuprobieren, um dann genau zu wissen, was Sie mit hochauflösender TGA unter Einsatz welcher Verfahren erreichen können, und was nicht.

### D-6.1 Abgrenzung der Fähigkeiten

Die oft gestellte Frage "Wird mir hochauflösende TGA in meiner Anwendung eine erheblich bessere Auflösung bringen?" kann nicht pauschal mit einem bedingungslosen "Ja" beantwortet werden, so gern wir das auch täten. Leider gibt es Anwendungsbereiche, in denen mit hochauflösender TGA nur eine unwesentlich bessere Auflösung erzielt werden kann. Im folgenden finden Sie einige Abgrenzungskriterien, die festzustellen helfen, welche Auflösungsgewinne für eine gegebene Versuchsstellung von der hochauflösenden TGA zu erwarten sind.

Anmerkung: Auch wenn die hochauflösende TGA in bestimmten Fällen kaum bessere Auflösungen bringt, so spart sie doch immer Maschinenzeit ein und vergrößert so das Produktivitätspotential Ihres Labors.

### D-6.2 Trennbarkeit von Materialübergängen

In aller Regel bringen die Verfahren der hochauflösenden TGA ganz erhebliche Auflösungsgewinne mit sich. Dies trifft jedoch nicht zu auf Materialübergänge, die nicht allein anhand von Zeit und Temperatur getrennt werden können. Das ist der Fall, wenn mehrere Zersetzungsreaktionen bei sehr dicht beieinander liegenden Temperaturen eintreten und deren Zersetzungsraten sehr ähnlich sind. In solchen Fällen ist eine Trennung der einzelnen Reaktionen voneinander nur unter Hinzuziehung weiterer Maßnahmen wie Änderung des Drucks oder der Zusammensetzung der Probenatmosphäre, Analyse der abgegebenen Gase usw. möglich.

Wenn Sie von einer bestimmten Probensubstanz wissen wollen, ob die hochauflösende TGA ihre Einzelreaktionen aufzulösen vermag, gehen Sie wie folgt vor: Fahren Sie je einen Probenlauf mit 20 K/min und mit 1 K/min unter ansonsten gleichen Bedingungen.

Wenn der langsamere Probenlauf die Einzelvorgänge nicht merklich besser trennt als der mit 20 K/min, ist es einigermaßen wahrscheinlich, daß in diesem Fall auch die hochauflösende TGA keine ausreichende Trennung bringen würde.

Die Zusammensetzung des verwendeten Spülgases ist ein wichtiger Faktor. Luft, Stickstoff und Argon sind hier am gängigsten; manche Probensubstanzen oxydieren am Luftsauerstoff, andere reagieren mit Stickstoff. Manchmal vermag eine chemische Reaktion mit dem Spülgas einzelne, sich ansonsten überlappende Zersetzungs Vorgänge zu trennen; manchmal ist es umgekehrt. Wenn das Verhalten der Probensubstanz nicht vorherzusagen ist, empfiehlt es sich, Testläufe in Luft und in Stickstoff durchzuführen und auf Unterschiede im Verhalten zu vergleichen. Bedenken Sie auch, daß Feuchtigkeitsgehalt und Verunreinigungen des Spülgases sich auf einzelne Zersetzungs Vorgänge auswirken können.

Wenn die sich überlappenden Einzelvorgänge sich in ihren Zersetzungsraten stark unterscheiden, kann eventuell durch schrittweises isothermisches Aufheizen oder durch Aufheizen mit konstantem Heizratenreaktionsfaktor (Hi-Res Rampe mit negativem Auflösungsparameter) Auflösung gewonnen werden. Fahren Sie, um dies herauszufinden, ein gewöhnliches Rampensegment bis zur Reaktionstemperatur und halten Sie diese dann isotherm bis nach Beendigung des Vorganges. Erstellen Sie dann einen Graphen von der zeitlichen Gewichtsveränderungsrate über der Zeit und betrachten Sie die Form der Kurve: Wenn alle Einzelvorgänge ähnliche Zersetzungsraten aufweisen, erkennen Sie dies an einer gleichmäßig exponentiell abfallenden Kurve. Wenn aber ein anfänglich steiler exponentieller Abfall zu einem flachen exponentiellen, fast linearen Verlauf abknickt, liegen unterschiedliche Zersetzungsraten vor, und die Anwendung des obigen Verfahrens ist erfolgversprechend (s. Abschn. D-6.15.1).

Eine dritte Möglichkeit der Trennung von Einzelvorgängen besteht in der Veränderung des atmosphärischen Drucks während des Probenlaufs. Dazu verkapseln Sie die Probe am einfachsten in einem hermetischen DDK-Tiegel (hermetic DSC pan), in den Sie dann ein Loch von bis zu 0,1 mm stechen. Bei einem Zersetzungsvorgang baut sich dann durch die Gasentwicklung ein Druck auf, der einen oder mehrere der sich überlappenden Einzelvorgänge verzögern kann. Um festzustellen, ob dieses Verfahren an einer bestimmten Probe etwas nützt, müssen Sie es einfach ausprobieren. Wenden Sie dieses Verfahren grundsätzlich mit einem hochauflösenden Rampensegment an; meist führen konstante Heizratenreaktionsraten (negative Auflösungsparameter) zu den besten Ergebnissen.

Anmerkung: Der während der Zersetzungsvorgänge auf die Probe einwirkende Druck führt auf jeden Fall dazu, daß mit diesem Verfahren etwas höhere Reaktionstemperaturen als sonst gemessen werden.

### D-6.3 Wahl eines geeigneten Verfahrens

Das optionale Erweiterungspaket für hochauflösende TGA stellt mehrere Techniken der Versuchssteuerung in Abhängigkeit von Probengewichtsveränderungen zur Verfügung. Dabei kann wahlweise nach absolutem Betrag der Gewichtsveränderung oder nach zeitlicher Gewichtsveränderungsrate gesteuert werden. Insgesamt ermöglichen diese neuen Verfahren eine ganz neue Dimension der Versuchsprogrammierung.

In den vorigen Abschnitten haben wir die neuen Verfahren, deren Eigenschaften und Einsatzmöglichkeiten grob skizziert; In den folgenden präsentieren wir jedes nocheinmal eingehender, zusammen mit weiteren Hinweisen zur optimalen Wahl der Segmentparameter.

### D-6.4 Hochauflösende Rampe mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate

Eine hochauflösende Rampe mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate programmieren Sie, indem Sie ein Hi-Res Rampensegment mit einem positiven Auflösungsparameter versehen. Während der Segmentausführung wird die Heizrate des Ofens ständig im Bereich zwischen einem festen Minimum und der im Segment angegebenen maximalen Heizrate angepaßt; sie bleibt während der gesamten Rampe positiv. In die mathematische Formel zur Bestimmung der jeweils angemessenen Heizrate gehen sowohl die vorgegebenen Größen Auflösungsparameter, Empfindlichkeitseinstellung und maximale Heizrate, als auch die jeweils aktuellen Werte für momentane relative Gewichtsveränderungsrate (Differenzialquotient), in einem Zeitfenster gemittelte relative Gewichtsveränderungsrate (Differenzenquotient), Temperatur und Zeit ein.

Die hochauflösende Rampe mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate ist das schnellste und zuverlässigste der neuen Verfahren, da sie die Heizrate nur dort wo nötig zurücknimmt, und auch dann einen glatten Heizratenverlauf gewährleistet. In der Regel können aufgrund ihrer Eintrittstemperaturen unterscheidbare Vorgänge voneinander getrennt werden, und das Verfahren eignet sich vorzüglich zur Grobabtastung völlig unbekannter Substanzen in großen Temperaturintervallen. Wenn kein besonderer Grund vorliegt, ein anderes Verfahren der hochauflösenden TGA einzusetzen, sollte auf die hochauflösende Rampe mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate stets die erste Wahl fallen.

### D-6.5 Hochauflösende Rampe mit konstanter Gewichtsveränderungsrate

Eine hochauflösende Rampe mit konstanter Gewichtsveränderungsrate programmieren Sie, indem Sie ein Hi-Res Rampensegment mit einem negativen Auflösungsparameter versehen. Wannimmer während der Ausführung einer solchen Rampe die vorgegebene relative Gewichtsveränderungsrate überschritten wird, wird die Heizrate reduziert; dies kann zu einem zeitweiligen Kühlen der Probe führen. Wannimmer die Gewichtsveränderungsrate unterschritten wird, wird die Heizrate erhöht, jedoch nie über die vorgegebene maximale Heizrate hinaus. Die Folge ist eine bessere Auflösung der Vorgänge, da jeder Einzelvorgang auf das vorgegebene Maß abgebremst wird, selbst

wenn dies eine Abkühlung erfordert: Auf diese Weise wird sichergestellt, daß der Vorgang abgeschlossen ist, bevor durch weitere Temperaturerhöhung der nächste ausgelöst wird. Bild D-13 in Abschnitt D-6.14.3 zeigt ein gutes Beispiel für eine hochauflösende Rampe mit fester Gewichtsveränderungsrate. Sie wurde an einer Natriumhydrogenkarbonatprobe mit einer maximalen Heizrate von 10 K/min und einem Auflösungsparameter von -4.0 gefahren.

Besonders sinnvoll ist die hochauflösende Rampe mit fester Gewichtsveränderungsrate bei druckhaltender Verkapselung der Probe. Dann bremst sich die Reaktion über den sich im druckhaltenden Probenriegel aufbauenden Gasdruck selbst; Die Reaktion läuft mit beinahe konstanter Reaktionsrate und bei annähernd konstanter Temperatur ab. Desweiteren treten entlang des Probenquerschnitts nur wesentlich geringere Druckunterschiede auf; Die Reaktion verläuft auch in räumlicher Hinsicht sehr viel gleichmäßiger. Der Eintritt weiterer, bei höheren Temperaturen stattfindender Reaktionen wird bis zum Abschluß bereits laufender Reaktionen effektiv verhindert.

Woimmer die Reaktionsrate begrenzt oder kontrolliert werden muß, empfiehlt es sich, mit konstanter Gewichtsveränderungsrate zu arbeiten. Dies ist beispielsweise bei pyrotechnischen, stark exothermen oder selbskatalysierenden Reaktionen, sowie bei Gasdiffusionsreaktionen der Fall. Ebenso, wenn zu einer vorgegebenen Reaktionsrate die Übergangstemperatur bestimmt werden soll.

Ein weiterer Anwendungsfall ist der, wo einem vergleichsweise geringfügigen Übergang eine erhebliche Hintergrundreaktion mit einigermaßen konstanter Gewichtsveränderungsrate überlagert ist. Wenn ein Schwellwert in der Nähe der bei der maximalen Heizrate von der Hintergrundreaktion verursachten Gewichtsveränderungsrate angesetzt wird, wird ein merklicher Rückgang der Heizrate nur bei Eintritt des kleineren Übergangs stattfinden.

Die Ableitung der Gewichtsveränderung nach der Temperatur kann zyklisch aussehen und sowohl positive als auch negative Peaks aufweisen. Der Grund hierfür ist, daß die Probe bei Überschreitung der vorgegebenen zeitlichen Gewichtsveränderungsrate automatisch gekühlt wird. Meist kann die Erscheinung der Kurve der thermischen Ableitung durch Einstellen eines größeren Glättungsfensters im Auswertungsprogramm deutlich verbessert werden.

Für den Betrieb mit fester Gewichtsveränderungsrate empfehlen sich im Allgemeinen niedrige Heizraten (zwischen 1 und 10 K/min), da so das Überschießen der Reaktionsraten und Übergangstemperaturen auf ein unerhebliches Maß begrenzt wird. Meist müssen mehrere Probenläufe gefahren werden, um den günstigsten Gewichtsveränderungsrateschwellwert für eine Probensubstanz zu bestimmen. Bei sehr reaktiven Substanzen, oder wenn jede Überschreitung des Voreingestellten Schwellwertes unbedingt vermieden werden muß, sollte eine noch geringere maximale Heizrate gewählt werden. Dies gilt insbesondere bei sehr geringen Reaktionsraten (unter 0.1 %/min).

Da die Heizratensteuerung den Verlauf der Gewichtsveränderungsrate auf einen sehr engen Bereich beschränkt, kann es vorkommen, daß sich zwei Materialübergänge im Meßergebnis völlig unterschiedlich darstellen, obwohl ihre Gewichtsveränderungsraten sich nur geringfügig voneinander unterscheiden. Ein Vorgang, der nicht ganz an den eingestellten Gewichtsveränderungsratenschwellwert herankommt, wird mit hoher Heizrate passiert - er stellt sich ähnlich dar wie in der herkömmlichen TGA. Ein ähnlicher Vorgang, der den Schwellwert nur knapp überschreitet, kann jedoch ein starkes Zurücknehmen oder sogar eine zeitweise Umkehr der Heizrate bewirken. Bild D-13 zeigt einen solchen Fall: Der Kristallwasserverlust bei 85 °C und der Hydrogenkarbonatübergang bei 100 °C nehmen in der Kurve des relativen Probengewichts über der Proben temperatur völlig unterschiedliche Gestalt an. Solche Effekte gehen mit steigender Empfindlichkeitseinstellung zunehmend zurück (s. Abschn. 6.14.3). Auch können sie durch den Einsatz mehrerer aufeinanderfolgender Rampensegmente vermieden werden, wenn jeder Materialübergang mit einer speziell dafür konfigurierten Rampe passiert wird.

### D-6.6 Gewichtszunahme-Analysen

Wenn auch der größte Teil aller TGA-Analysen zur Untersuchung von Zersetzungs Vorgängen dient, so gibt es doch Anwendungen wo Gewichtszunahmen untersucht werden - wie etwa Oxydationsvorgänge. Die Verfahren der hochauflösenden TGA lassen sich auf Gewichtszunahmen ebensogut anwenden; Es wird der absolute Betrag des Gewichtsveränderungssignals zur Heizratensteuerung herangezogen. Der Signalbereich läßt Gewichtszunahmen von bis zu 200 % zu. Die Bedeutung der Gewichtsveränderungsrate und ihre Abhängigkeiten von der maximalen Heizrate, von dem eingestellten Auflösungsparameter und von der Empfindlichkeitseinstellung sind exakt dieselben wie bei Zersetzungsanalysen.

Auch wenn innerhalb eines Probenlaufs sowohl Gewichtsverluste als auch Gewichtszunahmen auftreten, werden beide korrekt aufgenommen. Wenn sich jedoch ein Gewichtsabnahmevorgang und ein Gewichtszunahmevorgang überlappen, kann natürlich nur die Gesamtgewichtsveränderung aufgenommen werden; Eine Trennung der beiden Vorgänge ist nicht unbedingt möglich.

## D-6.7 Qualitative Analysen

Bei vielen Probensubstanzen ist es gar nicht möglich, sich überlappende Einzelvorgänge gut genug voneinander zu trennen um Ergebnisse von quantitativer Aussagekraft zu erhalten. Das bedeutet jedoch nicht, daß keine brauchbaren Informationen aus einem TGA-Probenlauf zu gewinnen wären: Oft wird eine exakte Zusammensetzungsanalyse überhaupt nicht benötigt, sondern lediglich eine Zuordnung zu einer von mehreren bekannten Materialgruppen. In der Qualitätssicherung muß oft kontrolliert werden, inwieweit eine Charge von vorgegebenen ideal-Eigenschaften abweicht.

Position, Höhe und Form der einzelnen Peaks in der Kurve des abgeleiteten Probengewichts aus einem TGA-Probenlauf ergeben ein für die Probensubstanz charakteristisches Bild. Indem die Kurve aus einem zu klassifizierenden Probenlauf mit darübergerlegten Referenzkurven verglichen wird, kann leicht eine Ja/Nein-Entscheidung gefällt werden. (Der Verlauf der Probengewichtskurve ergibt ebenfalls ein charakteristisches Bild, und kann ebenfalls verwendet werden).

Da jeder Einzelbestandteil einer Probe, für sich alleine einem Probenlauf unterzogen, sich reproduzierbar in einem bestimmten Temperaturbereich mit einer bestimmten Gewichtsveränderungsrate zersetzt bzw. verflüchtigt, könnte man meinen, daß die genaue Zusammensetzung einer unbekanntten Probe bestimmt werden könnte, indem jede enthaltene Substanz durch Vergleich der Peaks aus einer Bibliothek von TGA-Kurven herausgesucht würde. Leider muß eine derartige Vorgehensweise in aller Regel fehlschlagen, da Wechselwirkungen zwischen einzelnen Bestandteilen oft zu thermischem Verhalten führen, in dem keine der Bestandteile (wie sie sich für sich alleine verhalten würden) erkennbar sind. Die Wechselwirkungen können chemischer oder physikalischer Art sein:

- Beispielsweise kann ein in einer Reaktion freiwerdendes Gas eine andere Reaktion hemmen oder beschleunigen (z.B. Kohlendioxid).
- Molekulare Anziehungskräfte (z.B. in vernetzten Mischpolymeren) können das Austreten einer flüchtigen Komponente bis zu einer höheren Temperatur verzögern, wobei das Freiwerden einer weniger flüchtigen, aber von der Vernetzung nicht berührten Komponente sogar beschleunigt werden kann.
- Eine gitterartige Struktur (wie z.B. die von Gummi) kann gelöste Moleküle (z.B. Öl) in ihrer Bewegungsfreiheit derart hemmen, daß sie sich erst weit über ihrem normalen Siedepunkt und langsamer als gewohnt verflüchtigen können.

- Mehrere Einzelkomponenten einer Substanz können während des Erhitzens chemisch miteinander zu Verbindungen reagieren, die sich im weiteren Verlauf des Heizens völlig anders verhalten, als es die ursprünglichen Komponenten getan hätten.

### D-6.8 Vorbereiten der Probe

Wie schon in der herkömmlichen TGA können die Größe der Probe und ihre Lage im Tiegel bedeutende Auswirkungen auf das Meßergebnis haben, besonders bei stark inhomogenen (z.B. oberflächenbeschichteten) Proben. In solchen Fällen sollten Sie möglichst mehrere Probenläufe mit auf verschiedene Seiten gelegten Proben fahren. Ein Zerkleinern der Probe wäre eigentlich sehr naheliegend; beachten Sie jedoch, daß die Probe in zerkleinerter Form ganz andere physikalische und/oder chemische Eigenschaften haben - und ein entsprechend unbrauchbares Meßergebnis liefern - kann.

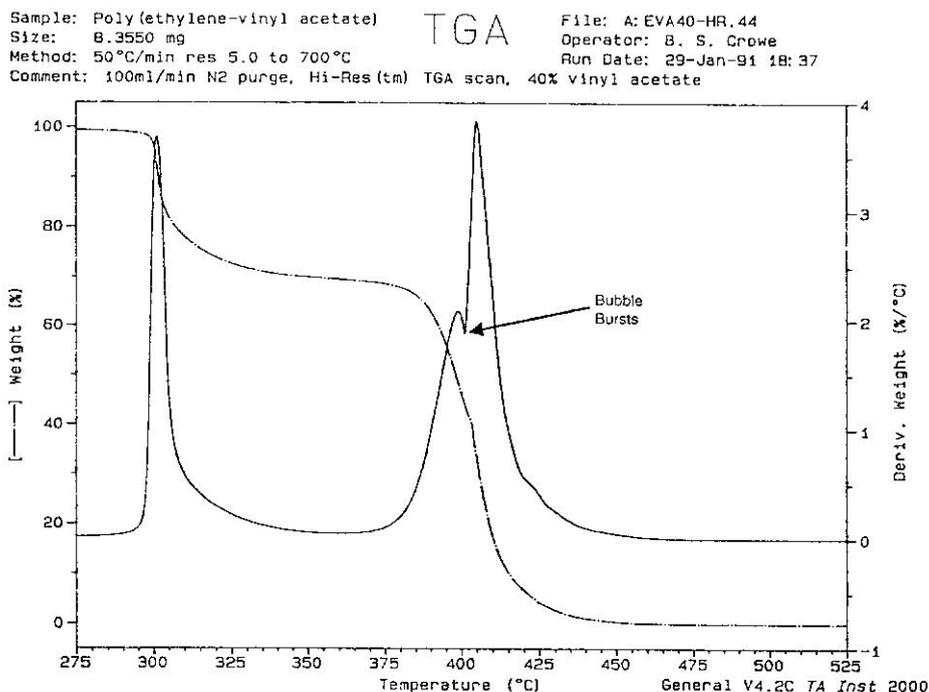
Die Größe der der Atmosphäre ausgesetzten Oberfläche der Probe ist oft ein wichtiger Faktor. Wenn eine Probe schmilzt, nimmt sie in der Regel die Form einer flachen Scheibe mit dem Durchmesser des Tiegelbodens an. Dies bedeutet für Granulate und Pulver meist eine starke Abnahme der ausgesetzten Oberfläche; für festkörperige Proben in der Regel eine Zunahme. Bei der Arbeit mit offenen Probentiegeln ist es meist wünschenswert, das Verhältnis von freier Probenoberfläche zu Probenmasse über den gesamten Probenlauf hinweg zu maximieren, damit Zersetzungsprodukte schneller austreten und Reaktionen mit Atmosphäregasen gleichmäßiger ablaufen können. Dies spricht für kleine Proben und für eine möglichst gleichmäßige Verteilung über den Tiegelboden. Bei Verwendung von druckhaltenden Tiegeln ist der Einfluß der freien Probenoberfläche in aller Regel vernachlässigbar.

Im Allgemeinen empfehlen sich Proben von 5 bis 15 mg. Bei selbsterwärmenden oder autokatalytischen Probensubstanzen können noch kleinere Proben angebracht sein, um einem Überschießen der Temperatursteuerung entgegenzuwirken. (Dies ist vor Allem bei Hi-Res TGA mit fester Gewichtsveränderungsrate von großer Bedeutung.) Wenn nur geringfügige Gewichtsveränderungen zu erwarten sind (unter einem Prozent), sollten Proben von 50 bis 100 mg gefahren werden. Die größtmögliche Gewichtsauflösung kann knapp unterhalb der Meßbereichsgrenze des TGA 2950 von 100 mg erzielt werden.

Bei großen Proben, die sich innerhalb kurzer Zeit zu einem großen Teil zersetzen, können die Zersetzungsprodukte zum Problem werden: Der Spülgasstrom trägt sie möglicherweise nicht schnell genug aus der Probenkammer heraus, um ein Verunreinigen des Ofens und des Kühlmantels zu verhindern. Solche Verunreinigungen werden natürlich den Rest des Probenlaufs mehr oder weniger stark verfälschen; wenn sie danach nicht entfernt werden, auch zukünftige Probenläufe.

Einige Substanzen - insbesondere Polymere - bilden während des Erwärmens eine "Haut" an ihrer Oberfläche, die freiwerdende Zersetzungsgase am sofortigen Austritt hindert. Vielmehr entstehen Blasen, und es besteht die Gefahr, daß diese mit dem Probenthermoelement in Kontakt kommen - und damit den Probenlauf und möglicherweise auch das Probenthermoelement unbrauchbar machen. Wahrscheinlich haben Sie in Ihrer Kindheit einmal die Erkenntnis gewonnen, daß eine Kaugummiblaste nur dann so richtig groß werden kann, wenn man sie ganz langsam aufbläst. Entsprechend werden in der TGA Blasen um so mehr zur Gefahr, je geringer die Reaktionsrate ist. Daher werden Blasen in der hochauflösenden TGA (wo die Reaktionsraten absichtlich begrenzt werden) zu einem ungleich größeren Problem als in der gewöhnlichen TGA. Achten Sie also bei mittleren und großen blasenbildenden Proben auf einen ausreichenden Sicherheitsabstand zum Probenthermoelement.

Platzende Blasen in der Probe schlagen sich natürlich auch in den gewonnenen TGA-Kurven als sehr plötzliche geringfügige Gewichtsveränderungen nieder. Die Bilder D-7 und D-8 veranschaulichen dies an Beispielen mit Poly-Ethylen-Vinyl-Azetat: In Bild D-7 sehen Sie bei etwa 400 °C einen plötzlichen Gewichtsverlust durch eine platzende Blase, der in der Ableitungskurve als kleiner Störpeak sichtbar ist. In Bild D-8 sieht man sehr deutlich, wie sich in der Zeit zwischen 65 und 85 Minuten nacheinander mehrere Blasen bilden und platzen. Aus den oben erwähnten Gründen treten diese Erscheinungen in der hochauflösenden TGA weit stärker auf als in der herkömmlichen. Sie können ihnen durch Verringern der Auflösungseinstellung, durch Erhöhen der maximalen Heizrate und/oder indem Sie eine kleinere Probe verwenden, entgegenwirken.



## Hochauflösende (Hi-Res) TGA

Sample: Poly(ethylene-vinyl acetate) TGA File: A:EVA40-HR.44  
Size: 8.3550 mg Operator: B. S. Crowe  
Method: 50°C/min res 5.0 to 700°C Run Date: 29-Jan-91 18:37  
Comment: 100ml/min N2 purge, Hi-Res(tm) TGA scan, 40% vinyl acetate

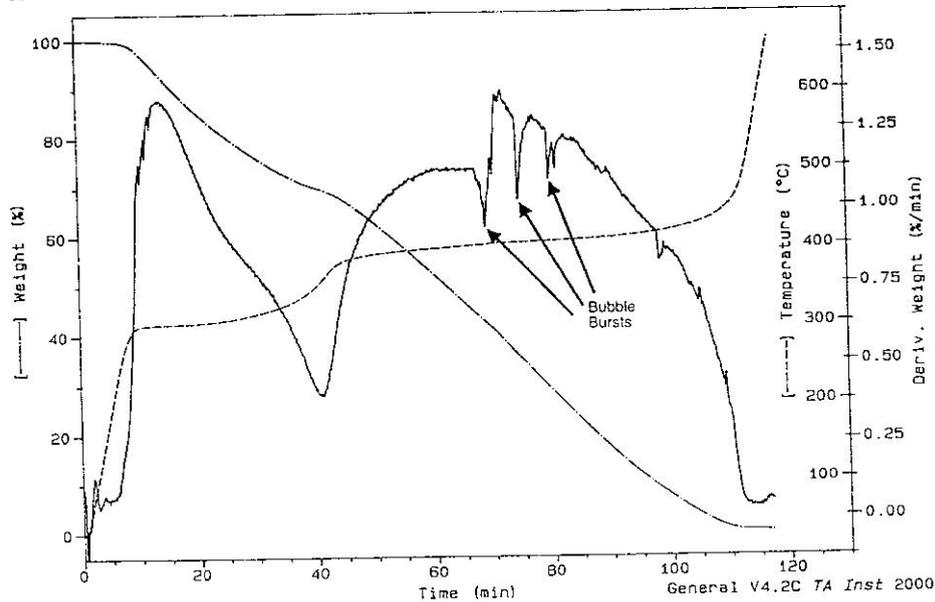


Bild D-8

### D-6.9 Position des Thermoelementes

Im Allgemeinen sollte das Thermoelement 2 mm über dem Boden des Probenriegels (= 1 mm über dem Tiegelrand) positioniert werden. Eine Entfernung zum Tiegelboden von bis zu 5 mm wirkt sich nicht nachteilig auf die Ofensteuerung aus und kann bei selbsterwärmenden oder blasenbildenden Proben helfen, den Einfluß dieser Phänomene auf das Meßergebnis zu verringern.

## **D-6.10 Besonderheiten bei der Auswertung von Hi-Res Probenläufen**

### **D-6.10.1 Automatische Fensterbereichswahl**

Da in der hochauflösenden TGA die Heizrate fortlaufend dynamisch angepaßt wird, kommt es in den Übergangsbereichen zu ganz erheblichen Temperatur-Nichtlinearitäten unter den aufgenommenen Meßpunkten. Beim Zeichnen von Kurven führt dies nicht zu Problemen, wohl aber wenn beim Erstellen einer Auswertung die automatische Bereichswahl verwendet wird: Die automatische Bereichswahl kann dann in Verwirrung geraten. Wenn dies eintritt, werden Sie es daran erkennen können, daß z.B. Tangenten eindeutig falsch (evtl. sogar fernab der Kurve) angelegt werden, u.ä.

Das Problem kommt dadurch zustande, daß das Auswertungsprogramm - in der Annahme, daß die Meßpunkte äquidistant über das Auswertungsintervall verteilt sind - ein Übergangseinsatz-Fenster über die ersten 12,5% und ein Übergangsausklang-Fenster über die letzten 12,5% des Auswertungsintervalles legt. Wenn nun - und das ist in der hochauflösenden TGA meistens der Fall - der Flankenabschnitt eines Auswertungsfensters sehr viel dichter mit Meßpunkten besetzt ist als der Basislinienabschnitt, wird die errechnete Tangente von der Flanke übermäßig "angezogen" und wird zu steil.

In solchen Fällen sollten Sie, um sinnvolle Auswertungsergebnisse zu erhalten, die Übergangsgrenzen manuell weiter nach Außen verschieben, sodaß Übergangseinsatz- und Übergangsausklang-Fenster nur noch Basislinienabschnitte enthalten. Kann so keine Abhilfe geschaffen werden, können Sie die Übergangsmarkierungen manuell auf der Kurve platzieren.

### **D-6.10.2 Zeichnen der Ableitung nach der Temperatur**

Ein weiteres Problem zu dem die ungleichmäßig verteilten Meßpunkte führen, ist das von verzerrten Ableitungskurven. Das Auswertungsprogramm bestimmt Ableitungen nach der Temperatur (erste und zweite) unter Verwendung eines größtmäßig einstellbaren Glättungsfensters. Bei zu großen Glättungsfenstern erscheinen die Peaks der Ableitungen abgeflacht und mit geringerer Auflösung. Bei zu kleinen Glättungsfenstern werden die Peaks der Ableitungen nadeldünn und verrauschen.

## Hochauflösende (Hi-Res) TGA

Die Voreinstellung für das Temperatur-Glättungsfenster beträgt 10 K. Bei einer typischen Hi-Res TGA-Kurve führt ein Glättungsfenster von 5 K zu guten Ableitungsdarstellungen; wenn Sie eine schärfere als die so erzielte Darstellung wünschen, können Sie das Temperatur-Glättungsfenster weiter verkleinern. Ein kleineres Fenster als 1 K bringt erfahrungsgemäß keine brauchbaren Ergebnisse.

Die Voreinstellung für das Zeit-Glättungsfenster beträgt 0,2 min und braucht normalerweise nicht verändert zu werden. Wenn die so erzielte Darstellung der zeitlichen Ableitung übermäßig verrauscht ist, können Sie das zeitliche Glättungsfenster bis auf 1 min vergrößern.

In der gewöhnlichen TGA besteht über die konstante Heizrate ein unmittelbarer linearer Zusammenhang zwischen Zeit und Temperatur; die Ableitung der Probengewichtskurve nach der Zeit ist von der Form her identisch mit der Ableitung nach der Temperatur. Es spielt also keine Rolle, ob nach der Zeit oder nach der Temperatur abgeleitet wird.

Anders in der hochauflösenden TGA: Hier besteht mitnichten ein linearer Zusammenhang zwischen Zeit und Temperatur, da sich die Heizrate ja kontinuierlich verändert. Folglich müssen Sie, um wie gewohnt Temperaturabhängigkeiten zu sehen, auch nach der Temperatur ableiten. Um geringfügige Übergänge auszumachen und um zeitliche Reaktionsraten zu bestimmen, kann es dennoch nützlich sein, die zeitliche Ableitung des Probengewichts über einer Temperaturabszisse abzutragen.

### D-6.11 Wahl der maximalen Heizrate

In der gewöhnlichen TGA muß die Heizrate verändert werden, wenn eine bessere Auflösung benötigt wird. Der typische Anwender fährt die meisten seiner Probenläufe mit 20 K/min und bremst dort, wo schwer aufzulösende Übergänge stattfinden oder wo er interessante Vorgänge vermutet auf 5 oder 1 K/min ab. Dabei hält sich die Verwendung kleiner Heizraten wegen des damit verbundenen riesigen Zeitaufwandes im Allgemeinen in sehr engen Grenzen.

In der hochauflösenden TGA wird die Heizrate automatisch gesteuert, sodaß in den Basislinienbereichen Zeit gespart wird, während Übergänge aber mit niedrigen Heizraten eine bessere Auflösung gewonnen wird. Die maximale zu verwendende Heizrate muß jedoch nach wie vor vom Anwender vorgegeben werden. Auch in der hochauflösenden TGA wirkt sich die eingestellte maximale Heizrate auf die Meßergebnisse aus, und stellt daher eine wichtige Parametergröße dar.

Die eingestellte maximale Heizrate ist insbesondere dann ein kritischer Faktor, wenn mehrere sich überlappende Übergänge thermisch eng benachbart sind. Bei 50 K/min kann die Verzögerung, mit der die Proben-temperatur der Ofentemperatur folgt, genügen um die erste Reaktion zu überschießen und damit deren Trennung von den folgenden Übergängen zu verschlechtern. Dies ist am auffälligsten, wenn der einem plötzlichen Übergang vorausgehende Basislinienabschnitt relativ konstant und um mehrere Größenordnungen kleiner als die Peakrate ist. Bei positiven Auflösungseinstellungen ist im Normalfall eine maximale Heizrate von 20 K/min günstiger als eine von 50 K/min; besonders, wenn es um unbekannte Substanzen geht und nur ein Probenlauf pro Probe gefahren werden kann oder soll. Tiefer als 10 K/min zu gehen ist so gut wie nie erforderlich.

Bei negativen Auflösungseinstellungen sind kleinere maximale Heizraten nötig, um das Überschießen der Reaktionsrate in Grenzen zu halten. In den meisten Fällen liegt die beste Wahl zwischen 1 und 10 K/min; Verwenden Sie für's Erste am besten 5 K/min.

Ein wichtiger Unterschied zwischen Hi-Res TGA mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate (positive Auflösungseinstellungen) und Hi-Res TGA mit konstanter Gewichtsveränderungsrate (negative Auflösungseinstellungen) besteht darin, daß die maximale Heizrate in letzterem Fall lediglich eine Obergrenze darstellt, während sie im erstgenannten Fall auch als Verstärkungsfaktor wirkt. Bei positiver Auflösungseinstellung wirkt sich die eingestellte maximale Heizrate während des gesamten Probenlaufs aus; bei negativer Auflösungseinstellung dagegen nur, wenn die Reaktionsrate soweit abfällt, daß die Heizrate über das Maximum hinaus erhöht werden müßte, um die Gewichtsveränderungsrate weiterhin konstant zu halten.

Bei negativer Auflösungseinstellung werden Übergänge bei der maximalen Heizrate, die nicht zu einem Überschießen der Gewichtsveränderungsrate führt und andererseits die Beibehaltung der vorgegebenen Gewichtsveränderungsrate während der gesamten Übergang erlaubt, gleichgut aufgelöst. Allerdings erhöht sich mit der maximalen Heizrate stets auch die Gewichtsveränderungsrate der Basislinie, die so dem Auflösungsschwellwert näher kommt. Damit besteht die Gefahr, daß Störsignale von dem Steuerungsalgorithmus als Übergangsbeginn aufgefaßt werden und so zu einer unerwünschten Rücknahme der Heizrate führen. Bei hoher Auflösungseinstellung kann es sogar passieren, daß die Heizrate schwingt (wie in Bild D-14). Diesen Problemen kann sowohl mit einer kleineren Heizrate als auch mit einem kleineren Auflösungsparameter abgeholfen werden.

## D-6.12 Wahl der Auflösungseinstellung

Der Auflösungsparameter, der in einem Hi-Res Rampensegment spezifiziert wird, bestimmt den Sollwert der relativen Gewichtsveränderungsrate. Bei Betrieb mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate (positive Auflösungseinstellungen) wird die Gewichtsveränderungsrate von dem Regelalgorithmus innerhalb eines Toleranzbandes um den Sollwert gehalten. Dieses Toleranzband umfaßt standardmäßig zwei Größenordnungen; seine Größe ist aber einstellbar (s. D-6.14).

Bei Betrieb mit konstanter Gewichtsveränderungsrate (negative Auflösungseinstellungen) reagiert der Regelalgorithmus sehr abrupt auf jede Abweichung vom Sollwert; die Gewichtsveränderungsrate wird soweit irgend möglich konstant gehalten. Bild D-9 zeigt eine Zuordnungstabelle von negativen Auflösungsparameterwerten zu den entsprechenden Sollwerten der relativen Gewichtsveränderungsrate.

Res	%/min	Res	%/min	Res	%/min	Res	%/min
-0.1	28.2	-2.1	2.82	-4.1	0.282	-6.1	0.0282
-0.2	25.1	-2.2	2.51	-4.2	0.251	-6.2	0.0251
-0.3	22.4	-2.3	2.24	-4.3	0.224	-6.3	0.0224
-0.4	20.0	-2.4	2.00	-4.4	0.200	-6.4	0.0200
-0.5	17.8	-2.5	1.78	-4.5	0.178	-6.5	0.0178
-0.6	15.8	-2.6	1.58	-4.6	0.158	-6.6	0.0158
-0.7	14.1	-2.7	1.41	-4.7	0.141	-6.7	0.0141
-0.8	12.6	-2.8	1.26	-4.8	0.126	-6.8	0.0126
-0.9	11.2	-2.9	1.12	-4.9	0.112	-6.9	0.0112
-1.0	10.0	-3.0	1.00	-5.0	0.100	-7.0	0.0100
-1.1	8.91	-3.1	0.891	-5.1	0.089	-7.1	0.0089
-1.2	7.94	-3.2	0.794	-5.2	0.079	-7.2	0.0079
-1.3	7.08	-3.3	0.708	-5.3	0.071	-7.3	0.0071
-1.4	6.31	-3.4	0.631	-5.4	0.063	-7.4	0.0063
-1.5	5.62	-3.5	0.562	-5.5	0.056	-7.5	0.0056
-1.6	5.01	-3.6	0.501	-5.6	0.050	-7.6	0.0050
-1.7	4.47	-3.7	0.447	-5.7	0.045	-7.7	0.0045
-1.8	3.98	-3.8	0.398	-5.8	0.040	-7.8	0.0040
-1.9	3.55	-3.9	0.355	-5.9	0.036	-7.9	0.0036
-2.0	3.16	-4.0	0.316	-6.0	0.032	-8.0	0.0032

Bild D-9

Es gibt keine exakte Regel oder Formel zur Bestimmung der günstigsten Auflösungseinstellung. Die Wahl einer Auflösungseinstellung und deren Nachbesserung sind in erster Linie Erfahrungssache, wobei einige Richtlinien helfen können. Grundsätzlich ist es so, daß sich die Meßergebnisse bei schrittweiser Änderung der Auflösungseinstellung ebenfalls nur allmählich ändern. Andererseits reagieren unterschiedliche Proben verschieden auf Änderungen der Auflösungseinstellung, da die Gewichtsveränderungsraten einzelner Übergänge auf unterschiedliche, oft sehr komplexe Weise von Zeit und Temperatur abhängig sind. Aufgrund der gegenseitigen Abhängigkeit von Gewichtsveränderungsrate und Heizrate läßt sich keine Formel angeben, mit der man aus einem durchgeführten Probenlauf die optimale Auflösungseinstellung direkt bestimmen könnte; dahingehende Versuche verlaufen in der Regel frustrierend.

Folgende Faustregeln haben sich dagegen als nützlich erwiesen:

- Wenn Sie überhaupt keine Ahnung haben, welche Werte Sie einstellen sollen, verwenden Sie zunächst +3.0 für die Auflösung und 50 K/min für die maximale Heizrate. Dies führt zu einer mäßig starken Regelung der Heizrate durch die Gewichtsveränderungsrate und in der Regel zu merklich besseren Ergebnissen gegenüber einem konventionellen Rampensegment mit 20 K/min, bei wesentlich kürzerer Ausführungszeit. (Zur Veranschaulichung können Sie diesen Vergleich ruhig einmal durchführen.)
- Die Erfahrung lehrt, daß die nützlichsten Auflösungswerte zwischen 3.0 und 5.0 (und zwischen -3.0 und -5.0) liegen, und daß bei der Suche nach optimalen Werten in aller Regel Schritte von 0.5 klein genug sind. Damit reduziert sich die Anzahl von 2 • 80 möglichen Auflösungswerten auf 2 bis 5 vorwiegend zu berücksichtigende.
- Auch bei der maximalen Heizrate macht eine Ausnutzung der feinstufigen Wählbarkeit nur in besonderen Fällen einen Sinn. In der Regel genügen die Werte 1, 5, 10, 20 und 50 K/min, da die Zwischenwerte nur geringfügige Ergebnisänderungen bringen.
- Für die Entscheidung, ob ein einmal durchgeführter Probenlauf nocheinmal mit einer anderen Auflösungseinstellung zu wiederholen ist, muß zwischen dem weiteren Auflösungsgewinn und dem zusätzlichen Zeitaufwand (Ausführungszeit plus Vorbereitungszeit) abgewogen werden. Gegebenenfalls empfiehlt es sich, die Auflösungseinstellung in Schritten von 1.0 zu steigern. Dabei erhöht sich die Ausführungszeit für den Probenlauf im Allgemeinen auf das zwei-bis fünffache. Vergessen Sie nicht, daß neben der Auflösungseinstellung auch die eingestellte maximale Heizrate einen bedeutenden Einfluß auf die gewonnene Auflösung ausübt.

- Der große Stellbereich und die kleine Stellschrittweite der Auflösungseinstellung wurden vorgesehen, weil hin und wieder eben doch eine Proben-substanz des Weges kommt, die eine außergewöhnliche Behandlung oder eine sehr genaue Wahl der Auflösung erfordert. Ein Beispiel sind die ersten vier Kristallwasserverluste von Kupfervitriol (Das Beispiel wird in Abschnitt D-7.5 ausführlich beschrieben.). Es wurde empirisch festgestellt, daß mit einer Auflösungseinstellung von 4.3, einer Empfindlichkeit von 8.0 und einer maximalen Heizrate von 5 K/min die beste Auflösung der Einzelverluste erzielt wurde. Bei ansonsten gleichen Bedingungen brachten Auflösungseinstellungen von 4.1 und von 4.5 wesentlich schlechtere Ergebnisse, während Werte bis 4.0 und ab 4.6 gar keine brauchbare Trennung der Einzelstufen lieferten.
- Kleinere Auflösungseinstellungen eignen sich in Verbindung mit extrem hohen Heizraten (z.B. 200 K/min) für Proben, deren Übergänge ohnehin schon gut getrennt sind. Dabei wird eine vorzügliche Auflösung gewonnen, und zwar in nur einem Bruchteil der Ausführungszeit eines Probenlaufs mit einer konstanten Heizrate von 20 K/min. Auflösungseinstellungen über 5.0 sind sehr nützlich bei explosionsartigen Vorgängen, wenn Übergangstemperaturen extrem genau bestimmt werden sollen, und wenn sich überlap-pende Übergänge bei hoher thermischer Selektivität sehr nah beieinander liegen.
- Bild D-16 veranschaulicht die Auswirkungen der Variation der Auflö-sungseinstellung einer Hi-Res Rampe bei ansonsten gleichen Versuchs-bedingungen an einem Beispiel.

### D-6.13 Temperaturkalibrierung

Wenn Sie exakte Übergangstemperaturen aus TGA-Probenläufen gewinnen wollen, ist zu beachten, daß die zwischen Probe und Probenthermoelement liegenden Temperaturgradienten naturgemäß zu Ungenauigkeiten bei der Temperaturmessung führen. Die Größenordnung dieser thermischen Gradienten ist proportional zu der Heizrate; daher fallen die Temperaturfehler in der Hi-Res TGA - wo die Heizrate während Übergänge automatisch reduziert wird - geringer aus.

Zur Berücksichtigung der dennoch vorhandenen Temperaturgradienten in den Meßergebnissen empfiehlt sich die Temperaturkalibrierung Ihres TGA 2950. Bei Einsatz der Hi-Res-Option ist nicht die Temperaturkalibrierungsanleitung in Kapitel 4 dieses Handbuchs zu verwenden, sondern die im folgenden Abschnitt wiedergegebene.

### D-6.13.1 Temperaturkalibrierungsverfahren für Hochauflösende TGA

1. Beim Kalibrieren sollten dieselbe Thermoelementposition, dieselbe Tiegelart und derselbe Spülgas-Volumenstrom wie bei den späteren Probenläufen verwendet werden.
2. Verwenden Sie für den Kalibrierlauf eine kleine Probe eines hochreinen Metalls, um eine geringe Schmelzzeit und eine möglichst präzise Kalibrierung zu erhalten. Die empfohlene Probengröße beträgt 10 mg. Legen Sie die Kalibrierprobe in die Mitte des Tiegels. Verwenden Sie Stickstoff als Spülgas, um Oxydationsvorgänge zu verhindern.
3. Positionieren Sie das Proben thermoelement so, wie Sie es auch später für Ihre Probenläufe positionieren wollen. Empfohlen sind 1 bis 4 mm über dem obersten Tiegelrand, wobei eine Position 1 mm über dem Tiegelrand im Allgemeinen zu den besten Ergebnissen führt.
4. Erstellen Sie eine Methode, die auf ca. 100 K unterhalb des Literatur-Schmelzpunktes der Kalibriersubstanz aufheizt, und dann eine Temperaturrampe mit konstanter Heizrate bis ca. 20 K oberhalb des Literatur-Schmelzpunktes fährt. Wenn die Temperaturkalibrierung für Hi-Res TGA-Versuche (Rampen mit konstanter Gewichtsveränderungsrate, Rampen mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate oder schrittweises isothermisches aufheizen) optimale Gültigkeit besitzen soll, verwenden Sie im Kalibrierlauf eine Heizrate von 5 K/min. Kalibrierungen mit größeren Heizraten treffen auf die Hi-Res Techniken nur schlecht zu, da all diese Techniken in Übergangsbereichen mit verminderter Heizrate arbeiten.

**Achtung** Viele Metalle versintern mit Platin, wenn sie weit über ihren Schmelzpunkt hinaus aufgeheizt werden. Achten Sie deshalb darauf, die Kalibrierprobe nur knapp über ihren Schmelzpunkt hinaus aufzuheizen. Wenn die Probe mit dem Platintiegel versintert, ist der Tiegel nicht mehr verwendbar.

5. Das Schmelzen der Kalibrierprobe kann in der Kurve der Ableitung der Temperatur nach der Zeit (= Heizrate) beobachtet werden, wenn sie über einer Temperaturabszisse abgetragen wird. Bild D-10 zeigt in solchen Kurven das Schmelzen einer Indiumprobe von 10 mg bei 4 verschiedenen Heizraten. In jeder der Kurven kennzeichnet das Peakmaximum den Abschluß des Schmelzvorganges. Als gemessener Schmelzpunkt ist

## Hochauflösende (Hi-Res) TGA

jeweils der Wendepunkt zwischen Schmelzbeginn (onset) und Schmelzkurvenminimum eingezeichnet.

Bild D-11 zeigt die Abweichungen der gemessenen Schmelzpunkte vom Literaturwert (151,61 °C) in Abhängigkeit von der verwendeten Heizrate. Der lineare Zusammenhang zwischen Heizrate und Temperaturfehler (bzw. Temperaturgradienten) ist deutlich zu erkennen.

Der Schnittpunkt der Geraden mit der vertikalen Achse (Heizrate = 0) liefert einen Schätzwert für die bei isothermischen Messungen nötige Temperaturkorrektur. Für die Notwendigkeit einer Temperaturkorrektur bei isothermischen Messungen ist die Kühlung des Proben-thermoelementes durch den Spülgasstrom verantwortlich.

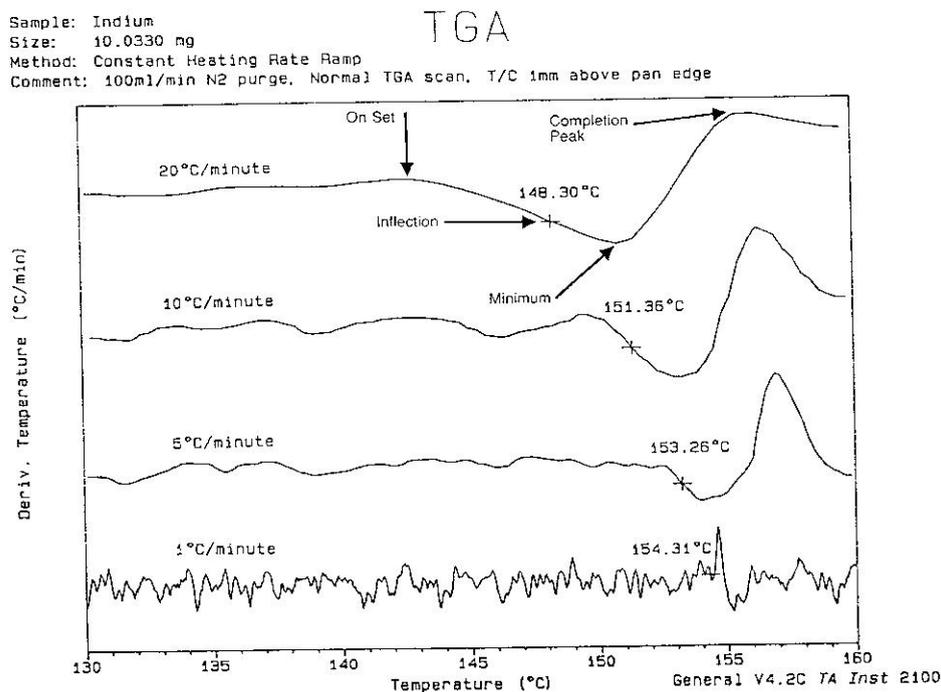
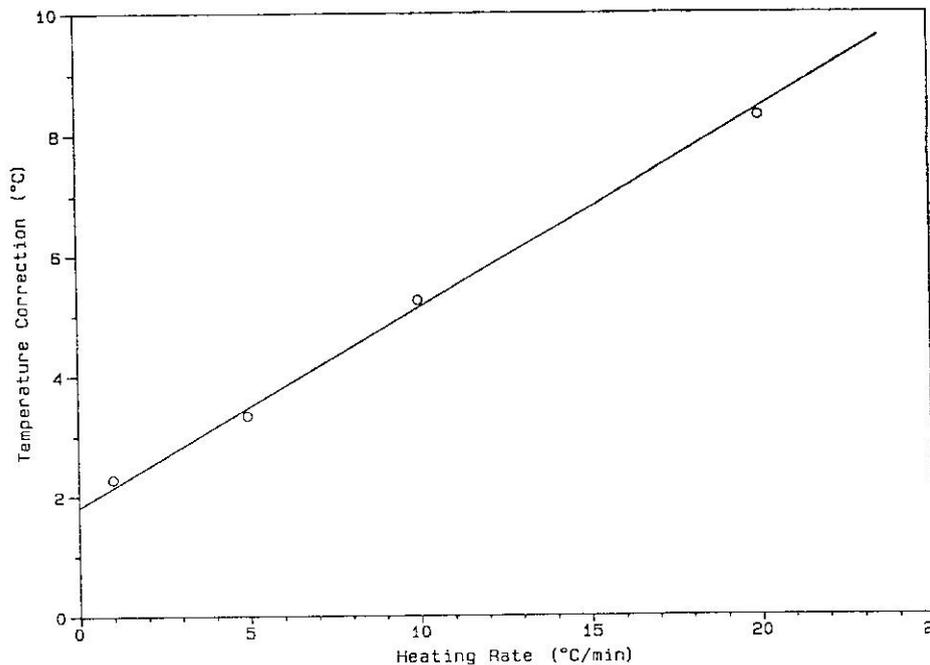


Bild D-10



**Bild D-11**

6. Für die Temperaturkalibrierung für Hi-Res TGA kann entweder der extrapolierte isothermische Schmelzpunkt oder der bei einer möglichst niedrigen Heizrate beobachtete Schmelzpunkt (Wendepunkt in der Heizratenkurve) verwendet werden. Wie aus Bild D-11 ersichtlich, unterscheiden sich die Werte bei geringen Heizraten nur unerheblich. Daher, und weil so nur ein Kalibrierlauf nötig ist, wird die Verwendung des beobachteten Schmelzpunktes bei einer geringen Heizrate empfohlen.
  
7. Drücken Sie im SIGNAL CONTROL -Menü auf der Steuereinheit die Taste F5 (TEMPERATURE CALIBRATE), und geben Sie den beobachteten Schmelzpunkt (observed melting point) und den Literaturwert (correct melting point) ein. Die Differenz dieser beiden Werte wird fortan als Korrektur-Offset automatisch auf alle Temperaturergebnisse des Moduls angewandt.
  
8. Zur genaueren Temperaturkalibrierung können bis zu fünf Temperaturpaare eingegeben werden; die Temperaturkorrektur erfolgt dann nicht mehr mit einem konstanten Offset, sondern mit einem Polynom. Bei Bedarf nach größerer Genauigkeit empfehlen wir als Kalibrierungstemperaturen die Schmelzpunkte von Indium, Blei, Zink und Aluminium, sowie die Zimmertemperatur (hier ist natürlich kein Literaturwert zu verwenden!).

## Hochauflösende (Hi-Res) TGA

Wenn der Schmelzpeak in der Kurve schlecht aufzufinden ist, kann er durch Verwendung einer größeren Probe, durch Erhöhen der Heizrate, oder durch Absenken des Probenthermoelementes vergrößert werden.

Wenn die Meßwerte aus Ihren Kalibrierläufen nicht reproduzierbar oder offensichtlich falsch sind, ist möglicherweise Ihr Probenthermoelement verunreinigt oder beschädigt. Wechseln Sie gegebenenfalls das Probenthermoelement aus.

### D-6.13.2 Hochauflösende TGA und Übergangstemperaturen

Die aus TGA-Probenläufen gewonnenen Gewichtsdaten sind sehr exakt; die mit diesen verbundenen Temperaturdaten sind jedoch grundsätzlich relativ. Die Auflösungseinstellung einer Hi-Res Rampe bestimmt die Reaktionsraten, mit denen Übergänge durchlaufen werden. Die Reaktionsrate, mit der ein Übergang stattfindet, bestimmt aber maßgeblich die Übergangstemperatur, die gemessen wird.

Eine Änderung der Auflösungseinstellung kann sich ohne weiteres um eine ganze Größenordnung stärker auf die gemessene Übergangstemperatur auswirken, als der Unterschied zwischen Proben- und Probenthermoelement-Temperatur, den die Temperaturkalibrierung ausgleichen soll. (Ein veranschaulichendes Beispiel hierfür sehen Sie in Bild D-16 in Abschnitt D-7.1.2.) Daher kann die Temperaturkalibrierung für viele Anwendungen der hochauflösenden TGA als belanglos und damit überflüssig angesehen werden.

### D-6.14 Der Segmenttyp »Hi-Res Sensitivity«

Das Hi-Res Sensitivity-Segment dient zur Einstellung der Hi-Res-Empfindlichkeit; das ist die Empfindlichkeit der Temperatursteuerung in Hi-Res Ramp-Segmenten. Dies ist oftmals nötig, da die Zersetzungsvorgänge typischer Probensubstanzen bezüglich des Charakters der Reaktionsverläufe sehr stark gestreut sind. Das Hi-Res Sensitivity-Segment hat die folgende Syntax:

**Hi-Res sensitivity <Empfindlichkeit>**

Dabei ist <Empfindlichkeit> ein dimensionsloser Parameter mit dem Wertebereich von 1.0 (geringste Empfindlichkeit) bis 8.0 (größte Empfindlichkeit).

Beispiel:

**Hi-Res sensitivity 2.0**

Wenn ein Hi-Res Sensitivity-Segment in einer Methode zur Ausführung kommt, wird die Empfindlichkeit sofort auf den angegebenen Wert geändert; danach wird mit der Ausführung des nächsten Segmentes begonnen. Zu Beginn einer Methode ist die Hi-Res-Empfindlichkeit stets auf 1.0 voreingestellt, und sie wird ausschließlich durch die Ausführung von Hi-Res Sensitivity-Segmenten geändert, was im Verlauf einer Methode beliebig oft geschehen kann. Die eingestellte Empfindlichkeit gilt für jedes Hi-Res Ramp-Segment, egal ob der Auflösungsparameter positiv (dynamische Gewichtsveränderungsrate) oder negativ (konstante Gewichtsveränderungsrate) ist. Im Allgemeinen nimmt die Ausführungszeit einer Hi-Res Rampe mit der eingestellten Empfindlichkeit zu.

### D-6.14.1 Zur Bedeutung der Hi-Res -Empfindlichkeit

Wie Sie sich erinnern werden, bestimmt die Auflösungseinstellung, bei welcher Gewichtsveränderungsrate der Regelalgorithmus mit Rücknahme der Heizrate reagiert. Damit wird effektiv festgelegt, bei welcher Temperatur (d.h. mit welcher Differenz zur theoretischen isothermischen Übergangstemperatur) jeder Übergang stattfinden wird. Bei Änderung der Auflösungseinstellung verschieben sich also die gemessenen Übergangstemperaturen (s. Bild D-16).

Die Empfindlichkeitseinstellung hingegen bestimmt, wie stark der Algorithmus bei Überschreitung des durch die Auflösungseinstellung festgelegten Schwellwertes für die Gewichtsveränderungsrate reagiert. Je größer die Empfindlichkeitseinstellung, desto stärker (bzw. empfindlicher) wird auf eine bestimmte Schwellwertüberschreitung reagiert.

Die Regelalgorithmen der Hi-Res-TGA sind so abgestimmt, daß sie mit der voreingestellten Empfindlichkeit von 1.0 auf die meisten Übergänge richtig reagieren. Das heißt, daß Sie sich in den meisten Anwendungsfällen nicht um die Auflösungseinstellung kümmern müssen. Im Folgenden wird beschrieben, in welchen Fällen es angebracht ist, die Empfindlichkeit zu ändern, und auf welche Weise dies geschehen sollte.

Grundsätzlich empfiehlt es sich, zunächst bei geringer Empfindlichkeit die optimale Auflösungseinstellung zu finden, und erst dann auszuprobieren, ob durch Steigerung der Empfindlichkeit ein Auflösungsgewinn erzielt werden kann.

**Hinweis** Bei zu hohen Empfindlichkeitseinstellungen kann die Heizrate schwingen, oder es kann zu Anomalien in der Kurve von Probengewicht über Temperatur kommen.

### D-6.14.2 Wahl der Empfindlichkeitseinstellung für TGA mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate

In der hochauflösenden TGA mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate (positive Auflösungseinstellungen) können manche Übergänge, nachdem die optimale Auflösungseinstellung gefunden wurde, durch Variation der Empfindlichkeit besser aufgelöst werden.

Indem die Empfindlichkeitseinstellung erhöht wird, wird der Gewichtsveränderungsbereich jenseits des Schwellwertes, innerhalb dessen die Auswirkung einer Überschreitung auf die Heizrate proportional ihrem Betrag ist, verkleinert. Dies führt in der Regel zu einer besseren Übergangsauflösung, da die Heizrate schneller ausgleichend auf jede Schwellwertüberschreitung reagiert.

Bei TGA mit dynamischer Gewichtsveränderungsrate bestimmt die Auflösungseinstellung die Größenordnung des Gewichtsveränderungsraten-sollwertes. Zum Beispiel liegt der Sollwert bei einer Auflösungseinstellung von 3.0 in der Größenordnung von 1.0 bis 20.0 %/min; bei 4.5 in der von 0.1 bis 2.0 %/min. Die Empfindlichkeitseinstellung bestimmt die Breite des Gewichtsveränderungsratenbandes, innerhalb dessen die Heizratensteuerung erfolgt. Bei einer Empfindlichkeit von 1.0 erstreckt sich das Steuerband über den gesamten Größenordnungsbereich, bei 2.0 ist es halb so groß, bei 3.0 ein Drittel, und so weiter bis 8.0. Je größer die Empfindlichkeitseinstellung, desto schneller nähert sich der Ofen einer Übergangstemperatur, desto länger verweilt er aber auch bei dieser. Grob gesagt: Je größer die Empfindlichkeitseinstellung, desto näher kommt die Hi-Res Rampe dem schrittweisen isothermischen Aufheizen (s. D-6.15.1).

Bis Sie die optimale Auflösungseinstellung für einen Versuch gefunden haben, sollten Sie die Empfindlichkeitseinstellung bei 1.0 belassen. Dann können Sie weitere Probenläufe mit Empfindlichkeitseinstellungen von 2.0, 4.0 und 8.0 fahren, um zu sehen, ob dies zu relevanten Auflösungsgewinnen führt.

Manchmal läßt sich keine bessere Auflösung erzielen. Dies liegt dann meist an sich überlappenden Übergängen, die nur schwach temperaturabhängig und stark zeitabhängig sind. In solchen Fällen hilft natürlich eine präzisere Temperatursteuerung nichts; wir können allenfalls durch Variation der Auflösungseinstellung die Gesamt-Zersetzungszeit verlängern oder verkürzen.

Das in Bild D-17 gezeigte Beispiel veranschaulicht die Auswirkungen von Änderungen an der Empfindlichkeitseinstellung bei dynamischer Gewichtsveränderungsrate.

