

TA Instruments Inc.

TGA 951

***Thermogravimetrischer
Analysator***

Bedienerhandbuch

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

Dezember 1992



Bedienerhandbuch TGA 951

(c) Übersetzung des englischsprachigen Originals 1985 E.I. Du Pont de Nemours & Co.

Deutsche Übersetzung von Michael Weise, Usingen 1990.

(c) Deutsche Übersetzung 1991 STA Vertriebsgesellschaft mbH.

Überarbeitung von Norbert Gerhardt, Usingen 1992.

Haftungsausschluß

Die Angaben in diesem Handbuch erachten wir als ausreichend für den bestimmungsgemäßen Gebrauch des TGA 951. Sollen das Gerät oder die Vorschriften anders oder für andere als hier beschriebene Zwecke eingesetzt werden, so muß eine 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

1.	Sicherheitshinweise	5
1.1	Elektrische Sicherheit	5
2.	Einführung	7
2.1	Gerätebeschreibung	8
2.1.1	Der Ofen	9
2.1.2	Die Wägeeinheit	9
2.1.3	Das Elektronikgehäuse	9
2.2	Funktionsweise	10
2.3	Technische Daten	11
3.	Installation	13
3.1	Auspacken	13
3.2	Vorüberlegungen	13
3.3	Installationsanleitung	13
4.	Betrieb	17
4.1	Bedienungselemente	17
4.1.1	Bedienungselemente an der Vorderseite des TGA	18
4.1.2	Kalibrierwiderstände an der Rückseite des TGA	19
4.2	Allgemeine Betriebshinweise	20
4.3	Betriebsanleitung	21
4.3.1	Ausführung eines typischen Probenlaufs	21
4.3.2	Typische thermogravimetrische Analysenkurven	25
4.3.3	Deutung der thermogravimetrischen Analysenkurven	26
4.3.4	Isothermaler Betrieb mit der X-Achse als Zeitbasis	27
4.3.4.1	Normales Verfahren	27
4.3.4.2	Verfahren für "empfindliche Reaktionen"	28

4.4	Spezielle Anwendungen des TGA	29
4.4.1	Thermogravimetrie - Gaschromatographie	29
4.4.2	Thermogravimetrie - Massenspektrographie	29
4.4.3	Betrieb mit korrosiver oder gesättigter Atmosphäre	29
4.4.4	Räumlich getrennter Gebrauch der Wägeeinheit	31
5.	Wartung	33
5.1	Wartungsarbeiten	33
5.1.1	Ersetzen des Probenthermoelementes	33
5.1.2	Ersetzen des Quarzstäbchens	35
5.1.3	Ersetzen der Sicherung	37
5.1.4	Reinigung der beweglichen Teile	37
6.	Kalibrierverfahren	39
6.1	Kalibrieren des Waagebalkens	39
6.1.1	Kalibrieren des Waagebalkens durch Softwarekompensation	39
6.1.2	Kalibrieren des Waagebalkens durch Hardwareeinstellung	40
6.2	Kalibrieren der Tarierelektronik	41
6.3	Kalibrierung der Thermoelemente-Kompensationsschaltungen .	43
6.4	Zweipunkt-Temperaturkalibrierung	44
	Anschriften	37

1. 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, wie auch der weiteren Umwelt führen.

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

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

1.1 Elektrische Sicherheit

Der TGA 951 führt in seinem Inneren Spannungen über 110 V. Ziehen Sie vor Inangriffnahme jeglicher Wartungsarbeit unbedingt den Netzstecker.

Warnung Aus Sicherheitsgründen dürfen Wartungs- und Instandsetzungsarbeiten im Inneren des Elektronikgehäuses nur von hierfür geschulten Fachkräften vorgenommen werden.



2. Einführung

Der Thermogravimetrische Analysator TGA 951 nimmt das Gewicht einer Probe unter kontrollierter Atmosphäre auf; entweder als Funktion ansteigender Temperatur, oder als Zeitfunktion bei konstanter Temperatur. Er kann an allen Systemen für die Thermische Analyse von Du Pont bzw. TA Instruments betrieben werden, aber auch mit z.B. einem Gaschromatographen oder Massenspektrographen zusammenschaltet, oder für andere spezielle Anwendungen umgebaut werden.

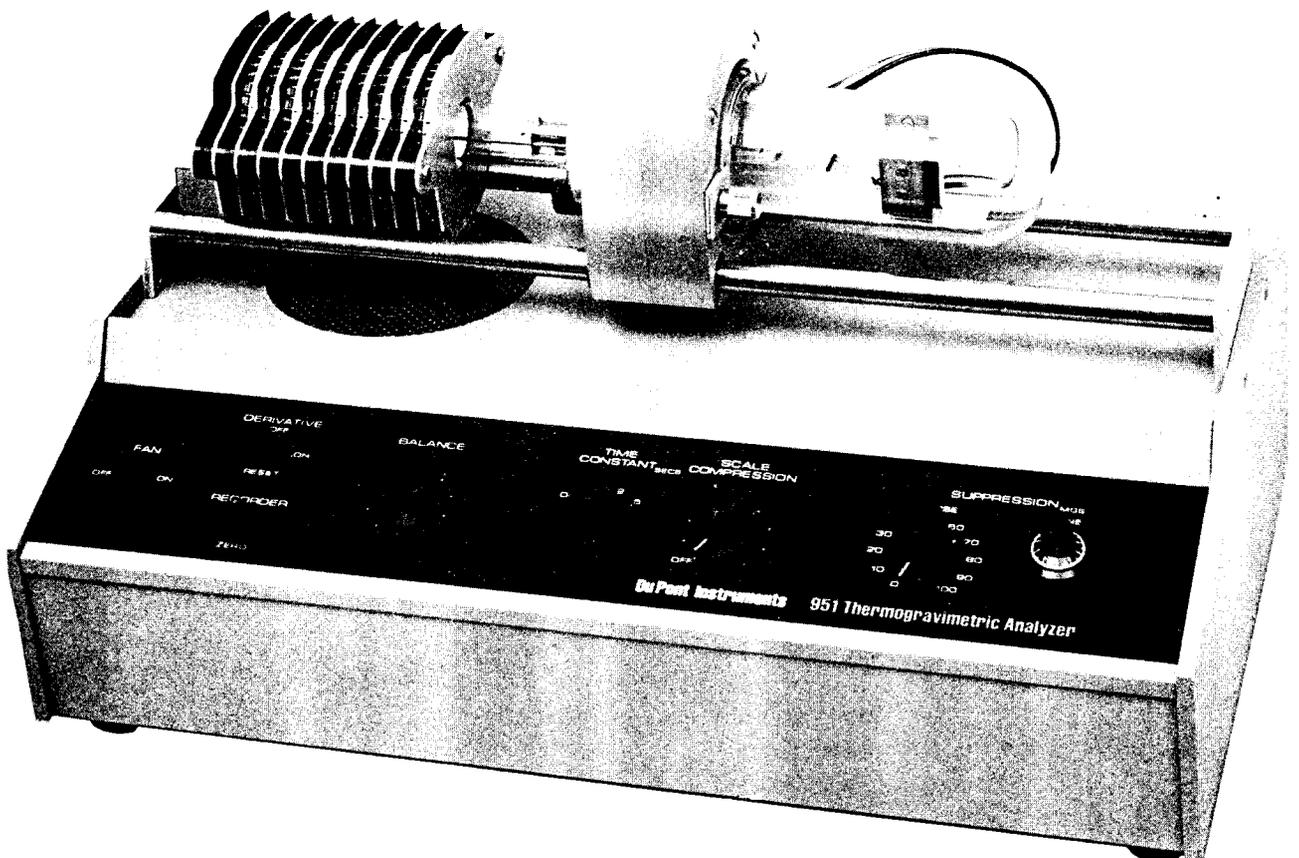


Bild 1 . Thermogravimetrischer Analysator 951

2.1 Gerätebeschreibung

Der Thermogravimetrische Analysator TGA 951 setzt sich aus drei Baugruppen zusammen: dem Ofen, der Wägeeinheit, und dem Gehäuse mit der Elektronik.

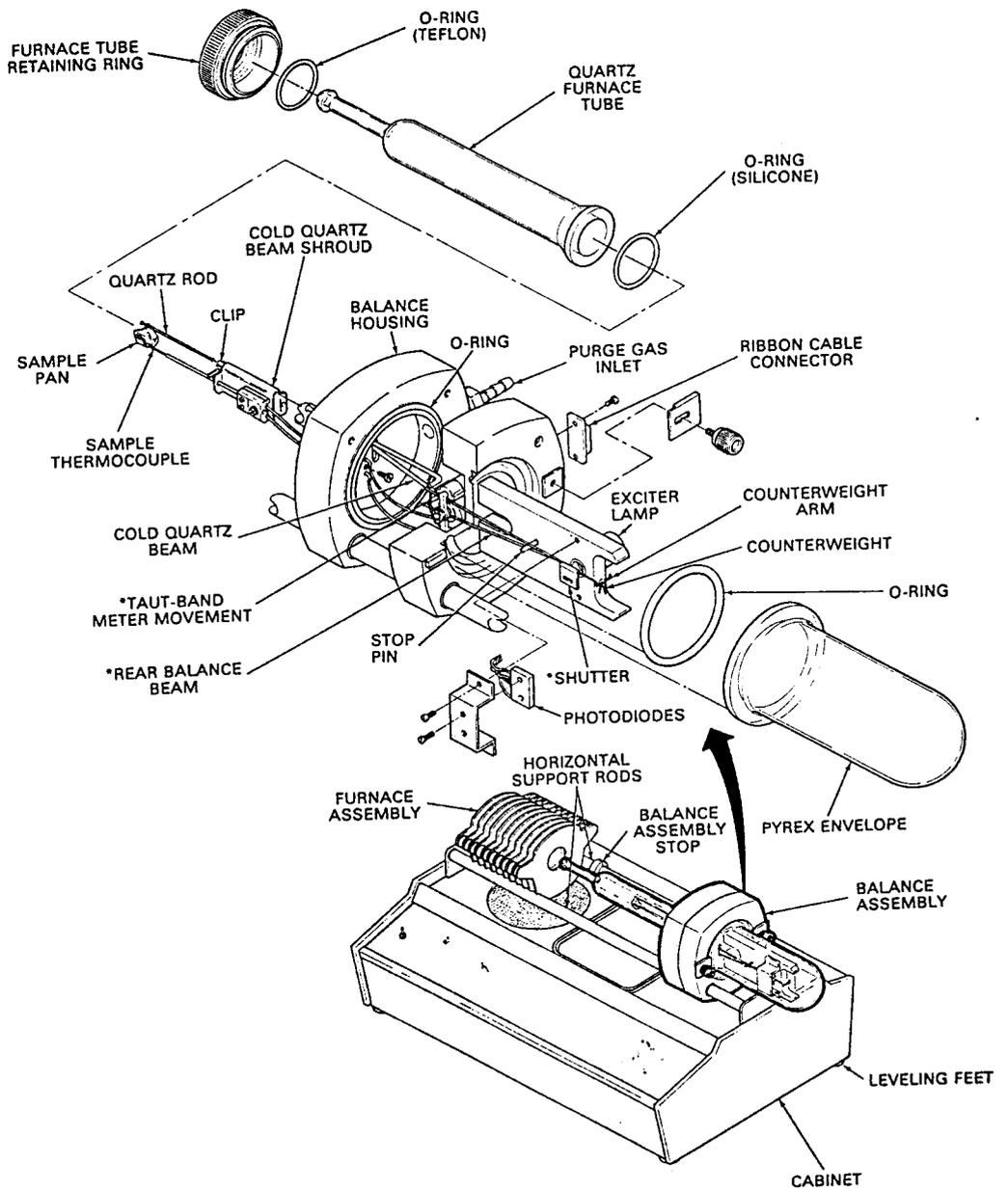


Bild 2 . Die Komponenten des TGA 951

2.1.1 Der Ofen

Der Ofen erreicht dank seiner geringen Wärmekapazität mit einer Leistung von 500 W Heizraten von über 100 °C/min (bis zur Grenze von 1200 °C), und kann mit Hilfe des Gebläses im Inneren des Gehäuses recht schnell abgekühlt werden. Sollte Ihnen das Abkühlen bei ausgedehnten Versuchsreihen zu lange dauern, können Sie zwei Öfen abwechselnd verwenden. Im Ofen befindet sich ein Platinel II - Steuerthermoelement.

2.1.2 Die Wägeeinheit

Die Wägeeinheit besteht aus dem Waagengehäuse, der Probenkammer und der Tariergewichtekammer. Außen am Waagengehäuse befinden sich ein Stecker für die elektrischen Anschlüsse und ein Anschluß zur Einleitung von Spülgas; innen das Spannbandmeßwerk, an dem der Waagebalken aufgehängt ist. Die Gewichtekammer enthält den am Waagebalken befestigten Gewichtarm, einen Waagebalkenanschlag, und eine Lichtschranke (shutter assembly); eine Glocke aus Pyrex® schließt sie ein. In der Probenkammer wird das Probenschiffchen an das am Waagebalken befestigte Quarzstäbchen gehängt; weiterhin befindet sich dort das Probenthermoelement. Ein Rohr aus Pyrex® (nur bis 500°C) oder Quarz umschließt die Probenkammer. Probenschiffchen gibt es aus Aluminium (bis 500 °C) und aus Platin. Die Wägeeinheit läßt sich auf ihren Gleitschienen verschieben, um die normalerweise im Ofen verborgene Probenkammer freilegen zu können.

Folgende Gewichte werden mit der Wägeeinheit geliefert:

1x	5 mg	
2x	10 mg	
2x	20 mg	
1x	50 mg	
1x	100 mg	
1x	200 mg	sowie ein Kalibriergewicht zu 50 mg.

2.1.3 Elektronikgehäuse

Das Gehäuse enthält neben der Elektronik noch ein Kühlgebläse. Alle Bedienelemente befinden sich vorne am Gehäuse; hinten befinden sich Zugänge zu den Kalibrierwiderständen, der Anschlußstecker zur Steuereinheit und eine Sicherung. Das Gehäuse steht auf verstellbaren Füßen.

2.2 Funktionsweise

Der TGA 951 besitzt einen Regelkreis, der den Wägebalken stets horizontal hält. 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 Spannbandmeßwerk. Der Strom erzeugt ein Drehmoment, das den Balken in Nulllage hält. Dabei ist dieser Kompensationsstrom immer proportional der Gewichtsveränderung; er wird nach seiner Umformung der Steuereinheit zur Verfügung gestellt.

Zwei Potentiometer und ein Stufenschalter ermöglichen das Ausbalancieren der Waage durch Einstellen des Ruhekompensationsstromes.

Um Signalschwankungen auszugleichen, kann statt des Momentanwertes der gewichtete Mittelwert über bis zu 5 Sek. zur Auswertung weitergegeben werden (Filter).

Ein vor den Y-Signalausgang geschaltetes Potentiometer ermöglicht eine stufenlose Meßbereichsanpassung. Diese Einstellung ist nur bei der Verwendung älterer Steuergeräte mit Analogschreiber interessant. Man kann damit das Y-Signal an die Größe des Schreibertableaus anpassen.

Zum Kalibrieren des Meßbereiches ist eine Kalibrierschaltung vorhanden.

Die Spannung des Proben-thermoelementes wird zu einem der Proben-temperatur proportionalen Signal umgeformt und an die Steuereinheit weitergegeben.

Damit keine Zersetzungsprodukte an kritischen Teilen der Waage kondensieren können, wird ein Spülgas durch die Wägeeinheit geleitet.

Heizrate und Endtemperatur werden auf der Steuereinheit gewählt.

2.3 Technische Daten

Max. Probengewicht	500 mg incl. Schiffchen
Linearer Messbereich	+/- 120 mg vom Nullpunkt
Temperaturbereich	Zimmertemperatur bis 1200 °C
Gegengewichte	max. 500 mg mechan. Gewichte 110 mg elektronische Tarierung
Fehlertoleranz der Tarierelektronik	± 0,4 % des eingestellten Wertes
Genauigkeit der Gewichtsmessung	0,4 % des Messbereiches
Fehlertoleranz d. Gewichtsmessung	± 1,0 % des Messbereiches
Wertebereich der Ableitung	0,02 bis 50 mg/min
Zeitkonstante	0, 1, 2, oder 5 Sekunden
Betriebsdruck	100 Pa bis Normaldruck
Spülgasstrom	max. 150 ml/min
Steuerthermoelement	Platinel II
Probenthermoelement	Chromel - Alumel

length = 45 cm
width = 30 cm
width = 30 cm

3. Installation

3.1 Auspacken

Der TGA 951 wurde vor der Auslieferung auf elektrische wie mechanische Funktionsfähigkeit geprüft. Packen Sie das Gerät gleich nach Erhalt aus, um eventuelle Transportschäden feststellen zu können. Benachrichtigen Sie gegebenenfalls sofort STA und das Transportunternehmen. 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.

3.2 Vorüberlegungen

Stellen Sie den TGA 951 auf einen vibrationsfreien Tisch nahe der Steuereinheit.

Hinweis Der TGA 951 reagiert wie jede andere mikroanalytische Waage empfindlich auf mechanische Vibrationen.

Achtung Stellen Sie die elektrischen Anschlüsse zur Steuereinheit nur bei gezogenem Netzstecker her.

Stellen Sie sicher, daß das Gerät genau horizontal steht, bevor Sie es in Betrieb nehmen.

Gehen Sie vorsichtig mit dem Gerät um.

3.3 Installationsanleitung

1. Packen Sie die Wägeeinheit wie folgt aus:
 - 1.1. Ziehen Sie die beiden Stücke Klebeband von der Oberseite der Wägeeinheit ab.
 - 1.2. Lockern Sie die beiden Halteschrauben an der Gewichtekammerglocke, drehen Sie die Halteklammern zur Seite, und nehmen Sie die Kappe ab. Merken Sie sich die Einbaulage des Dichtringes.

- 1.3. Ziehen Sie vorsichtig das Stück Schrumpfschlauch vom Waagebalkenanschlagstift.

Hinweis Das Stück Schrumpfschlauch am Waagebalkenanschlagstift stört die Funktion des Gerätes, wenn es nicht entfernt wird.

- 1.4. Drehen Sie den Haltering des Ofenrohrs los. Schieben Sie das Rohr in den Ofen und lassen es dort liegen, während Sie die Wägeeinheit vom Ofen wegschieben.
- 1.5. Entfernen Sie alles Klebeband und allen Schaumstoff vom Waagebalken und vom Quarzstäbchen. Vergewissern Sie sich, daß der Waagebalken nun frei beweglich ist.
- 1.6. Bauen Sie die Gewichtekammerglocke und das Ofenrohr wieder ein. Achten Sie dabei auf richtigen (luftdichten) Sitz der Dichtringe.

Achtung Drehen Sie die Halteschrauben bzw. den Haltering stets nur fingerfest.

2. Stellen Sie den TGA 951 auf einen vibrationsfreien Tisch nahe der Steuereinheit. Vergewissern Sie sich, daß die Steuereinheit ausgeschaltet ist.
3. Stellen Sie die Füße des Gerätes mit Hilfe einer zuerst längs und dann quer über die Gleitschienen gelegten Wasserwaage so ein, daß es gerade steht.
4. Verbinden Sie das Gerät mit Hilfe des Modulkabels mit der Steuereinheit oder dem Modul-Interface.
5. Vergewissern Sie sich, daß die Steckverbindung an der Rückseite des Waagengehäuses fest sitzt.
6. Vergewissern Sie sich, daß auch der Ofen fest sitzt.
7. Kalibrieren Sie das Gerät entsprechend der Anleitung in diesem Handbuch.

Hinweis Das Gerät wurde bereits im Werk kalibriert und ist damit theoretisch betriebsbereit. Dennoch sei nach dem Transport ein erneutes Kalibrieren angeraten; dies fördert auch das Verständnis des Gerätes.

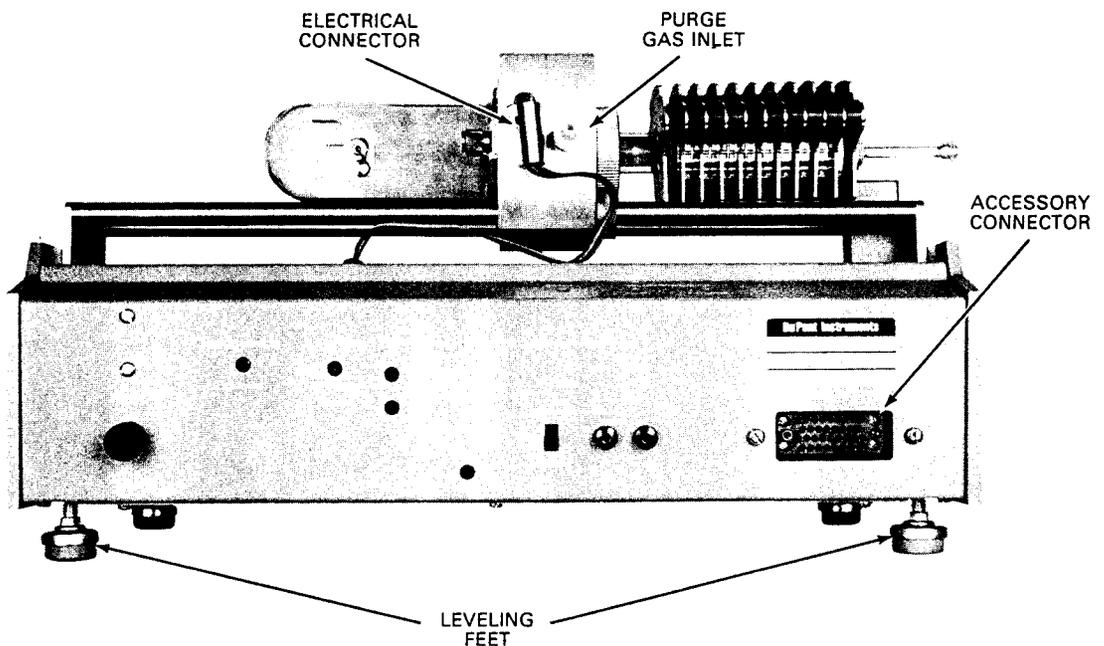


Bild 3 . Details zur Installation

8. Nehmen Sie den Spülgasanschluß bzw. Vakuumanschluß vor:

Spülgasanschluß

8. 1. Schließen Sie die Spülgasquelle Ihrer Wahl am Stutzen an der Rückseite des Waagengehäuses an. Wahlweise können Sie eine Schlauchschelle anlegen.

Hinweis Das Spülgas entweicht aus dem Ende des Ofenrohrs; wahlweise kann es von dort durch einen Schlauch weitergeleitet werden.

8. 2. Befestigen Sie den Schlauch so, daß er keine Vibrationen übertragen kann.
8. 3. Wir empfehlen einen Spülgas-Volumenstrom von 50 ml/min.

Vakuumschluß

8. 1. Bestreichen Sie die Dichtringe von der Gewichtekammerglocke und dem Ofenrohr dünn mit Vakuurfett.
8. 2. Verschließen Sie den Stutzen an der Rückseite des Waagengehäuses mit einem geeigneten Stopfen.
8. 3. Schließen Sie den Vakuumschlauch an das Ende des Ofenrohrs an.
8. 4. Befestigen Sie den Vakuumschlauch so, daß er keine Vibrationen übertragen kann.
8. 5. Setzen Sie die Vakuumpumpe erst nach dem Laden der Probe in Betrieb.

4. Betrieb

Hinweis Zum Betrieb des Thermogravimetrischen Analysators 951 sollte vorher auch das Bedienungshandbuch der verwendeten Steuereinheit studiert worden sein.

4.1 Bedienungselemente

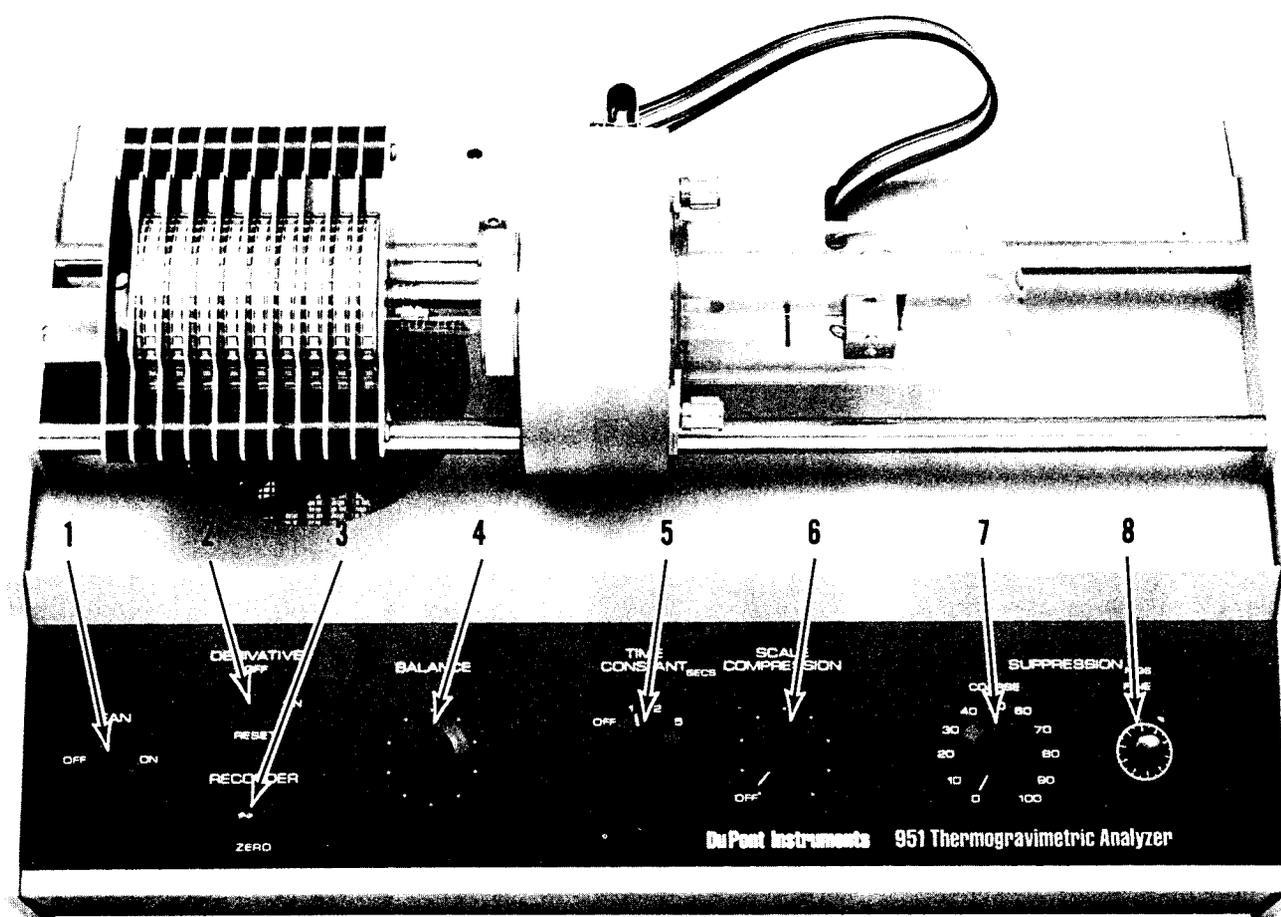


Bild 4 . Bedienelemente des TGA 951

4.1.1 Bedienungselemente an der Vorderseite des TGA 951:

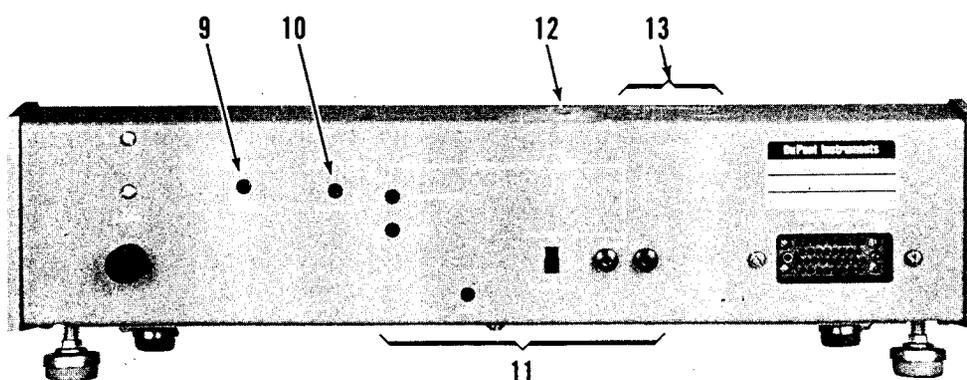
- | | |
|-----------------------------|--|
| (1) "FAN" | Schalter des Gebläses zur Kühlung des Ofens und des Waagengehäuses. |
| (2) "DERIVATIVE"* | Schalter für die Aktivierung der ersten mathematischen Ableitung des Gewichtsverlustsignals. Wenn er auf "OFF" oder auf "RESET" steht, wird null Volt als Ableitungssignal ausgegeben. Aus der Stellung "RESET" springt er beim Loslassen wieder auf "ON" zurück; die (stabile) Stellung "OFF" ist vor allem zum Laden der Probe vorgesehen. |
| (3) "RECORDER ZERO"*** | Tastschalter zum Kurzschließen des analogen Signal-Ausganges. |
| (4) "BALANCE" | Potentiometer zum Nullabgleich des Gewichtssignales bei einer Gewichts Differenz von maximal 5 mg. |
| (5) "TIME CONSTANT" | Schalter zur Wahl der Zeitkonstante (in Sekunden) des Ausgangssignalfilters. |
| (6) "SCALE COMPRESSION"*** | Potentiometer zum Komprimieren des Ausgangssignales von bis zu 40 % seiner Größe bei relativer Ablesung (Ablesung in Gew. %). Zur Auswertung in mg muß es auf "OFF" stehen. |
| (7) "SUPPRESSION COARSE"*** | Stufenschalter mit elf Stellungen zum Einstellen des elektronischen Tariergewichtes in Schritten von 10 mg. |
| (8) "SUPPRESSION FINE"*** | Potentiometer zur stufenlosen Feineinstellung des elektronischen Tariergewichtes. |

4.1.2 Kalibrierwiderstände an der Rückseite des TGA 951:

- (9) "REFERENCE - CONTROL" Kalibrierwiderstand zum Einkalibrieren der Kompensationsschaltung für das Steuerthermoelement.
- (10) "REFERENCE - SAMPLE" Kalibrierwiderstand zum Einkalibrieren der Kompensationsschaltung für das Proben-thermoelement.
- (11) "DERIVATIVE CONTROLS"*** Jeweils ein Kalibrierwiderstand zum Nullabgleich des Rampensignals und der Ableitung, ein Schalter zum Umschalten: Kalibrierung/Betrieb, sowie Buchsen zur Entnahme des Rampensignals zwecks Kalibrierung.
- (12) "SPAN" Kalibrierwiderstand zum Kalibrieren des Meßbereiches.
- (13) "SUPPRESSION FINE und COARSE" Kalibrierwiderstände zum Kalibrieren der elektronischen Tarierschaltungen.

Hinweis * Nur wirksam bei Verwendung einer älteren Steuereinheit älter als das Modell 9000.

** Bei Verwendung einer Steuereinheit ab 1090 werden diese Bedienungselemente nicht benötigt, da diese Steuereinheiten die entsprechenden Funktionen selbst übernehmen.



4.2 Allgemeine Betriebshinweise

Durch Beachtung der folgenden Hinweise können Sie den nötigen Wartungsaufwand auf ein Minimum beschränken.

1. Stellen Sie beim Laden der Probe stets die Auffangschale unter; ganz besonders wenn es sich um einen ätzenden Stoff handelt.
2. Stellen Sie auch beim Auflegen und Abnehmen von Gewichten stets die Auffangschale unter; versehentlich heruntergefallene Gewichte können sonst an schwer zugängliche Stellen gelangen.
3. Halten Sie die Gleitschienen der Wägeeinheit stets sauber; ihre Oberflächenbeschichtung ist sehr empfindlich gegenüber ätzenden Stoffen.
4. Reinigen Sie verschmutzte Ofenrohre zunächst über einer offenen Flamme und dann mit Alkohol. Ofenrohre aus Pyrex® dürfen dabei jedoch keinen Temperaturen von über 500 °C ausgesetzt werden.
5. Reinigen Sie das Probenthermoelement, indem Sie es ganz kurz mit einer Gasflamme abbrennen (geeignete Miniaturgasbrenner erhalten Sie von der STA Vertriebsgesellschaft mbH).
6. Schalten Sie den TGA 951 eine Stunde vor einem Probenlauf an. Schalten Sie die Steuereinheit hierbei auf STANDBY.
7. Betreiben Sie den TGA 951 stets entweder mit Spülgasdurchfluß oder unter Vakuum, um seine empfindlichen Teile vor Kondensatz zu schützen.
8. Gönnen Sie Ihrem Ofen ein langes Leben, indem Sie:
 - nie auf mehr als 1200 °C Probertemperatur aufheizen.
 - isotherme Läufe über 1000 °C auf ein Minimum beschränken.
 - über 1000 °C die kleinste zweckmäßige Heizrate wählen.

Achtung Wird der TGA 951 bei geringer Luftfeuchtigkeit betrieben, so kann es durch statische Aufladung des Ofenrohrs zur Anzeige einer nicht vorhandenen Gewichtszunahme kommen. In dem Fall sollten Sie das Ofenrohr durch Abwaschen mit Wasser neutralisieren.

4.3 Betriebsanleitung

Vor der Inbetriebnahme des TGA sollten Sie die Beschreibung der Bedienungselemente auf Seite 18 und die allgemeinen Betriebshinweise auf Seite 20 studiert haben.

Wenn Sie die Daten eines Probenlaufs gespeichert haben, können Sie den Probenlauf neu plotten, wobei Sie auf der Y-Achse wahlweise absolutes (mg) oder relatives (Gewichts- %) Probengewicht auftragen lassen können; die Skalierung der Y-Achse beim eigentlichen Probenlauf spielt dabei keine Rolle.

4.3.1 Ausführung eines typischen Probenlaufs

Nach den Schritten des nachfolgenden Beispiels kann mit jeder Probe verfahren werden, solange das Probengewicht das maximale Gewicht von 110 mg nicht überschreitet.

1. Schalten Sie die Steuereinheit ein und stellen Sie sie auf STANDBY. Geben Sie ihr eine Stunde um thermisch zu stabilisieren.
2. Wenn Sie die Daten des Probenlaufs speichern wollen, bereiten Sie die Steuereinheit dafür vor. Wenn Sie in Echtzeit plotten wollen, bereiten Sie bei neueren Steuergeräten die "Real-Time-Plot"-Funktion vor (ab Steuereinheit 9900) oder legen Sie bei älteren Steuereinheiten Papier und Stift in den Plotter ein und wählen Sie auf der Steuereinheit die Funktion PEN UP.
3. Geben Sie auf der Steuereinheit die Probenbezeichnung, etc., ein.
4. Geben Sie auf der Steuereinheit folgende Parameter ein:

EQUILIBRATE TEMP = 30 °C (Starttemperatur)
HEAT RAMP = 10 °C/min TO 1000 °C (Heizrate, Endtemperatur)

5. Wenn Sie in Echtzeit plotten oder anzeigen wollen, legen Sie den gewünschten Temperaturbereich auf die X-Achse: START = 0 und STOP = 1050 °C. Legen Sie SIGNAL A auf die Y-Achse, und stellen Sie relative Skalierung ein mit START = -10 % und STOP = 100 %. Wenn Sie eine Steuereinheit 1090 verwenden, können Sie nun mit der Funktion LABEL das Papier beschriften.

6. Stellen Sie am TGA ein:
FAN-Schalter auf ON (Gebläse ein),
BALANCE-Potentiometer vom linken Anschlag aus fünf
Umdrehungen nach rechts (=Mittelstellung),
TIME CONSTANT-Schalter auf 1 sec.
7. Stellen Sie den gewünschten Spülgas-Volumenstrom ein (typischerweise 50 ml/min).
8. Überprüfen Sie das Quarzstäbchen auf richtige Position (siehe Kapitel 5).
9. Hängen Sie ein Platin-Probenschiffchen in die Kerbe des Quarzstäbchens und schrauben Sie das Ofenrohr fest.

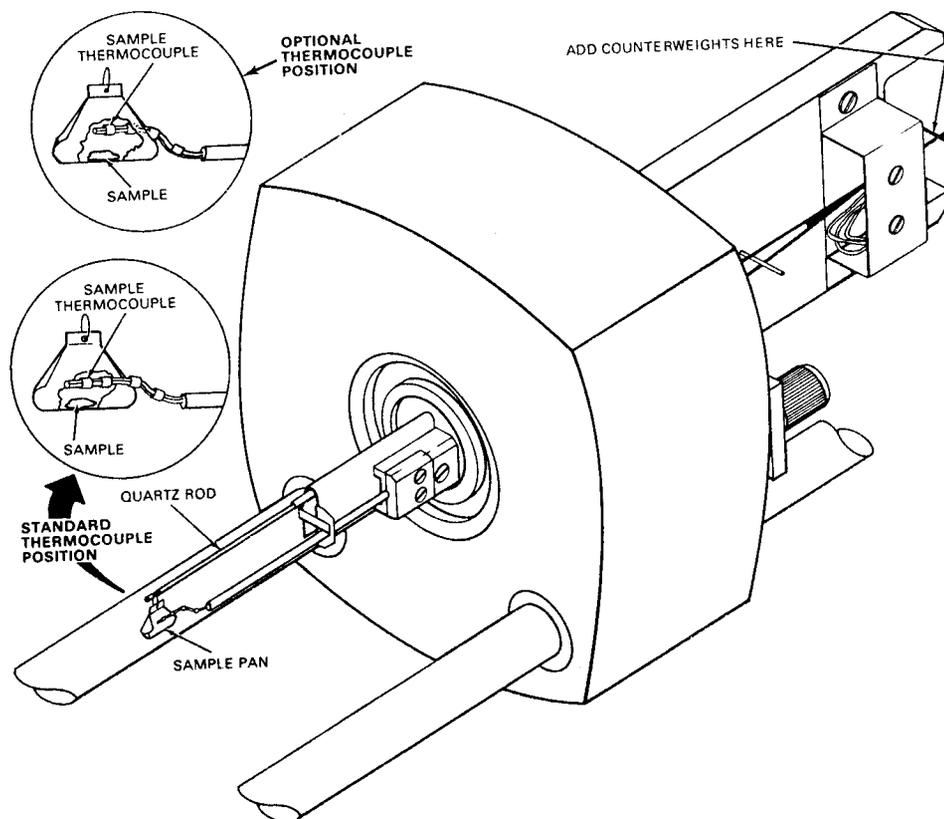


Bild 5 . Installation des Probenschiffchens und der Tariergewichte

10. Verfahren Sie wie folgt, um Quarzstäbchen und Probenschiffchen auszubalancieren:
 - a. Legen Sie 180 mg Gegengewichte auf den Gegengewichtarm.

- b. Geben Sie auf der Steuereinheit mittels der Funktion Manual SIGNAL ZERO 0,0 als Offset für Signal A ein.
- c. Legen Sie weitere Gewichte dazu bzw. nehmen Sie Gewichte weg, bis Signal A $0,0 \pm 200$ mV mißt. (20 mV entsprechen 1 mg; mit dem BALANCE-Potentiometer kann um 5 mg bzw um 100 mV nachgestellt werden.)
- d. Setzen Sie die Gewichtekammerglocke auf, um Zuglufteinflüsse auszuschließen.
- e. Schieben Sie die Wägeeinheit bis zum Anschlag zum Ofen hin.
- f. Rufen Sie auf der Steuereinheit SIGNAL ZERO — AUTO ZERO auf, um Signal A auf genau 0,0 mV zu bringen.

11. Laden Sie die Probe wie folgt:

- a. Drehen Sie den Haltering des Ofenrohres ab, und schieben Sie die Wägeeinheit vom Ofen weg. Das Ofenrohr bleibt dabei im Ofen liegen.
- b. Geben Sie die Probe mit einem geeigneten Spatel in das Probenschiffchen.

Hinweis Mit der Funktion STATUS bzw. Signal-Controll der Steuereinheit kann Signal A in mg auf den Bildschirm geholt werden; so können Sie direkt beim Laden der Probe beobachten, wieviel sich bereits im Schiffchen befindet. (Die Probengröße beträgt typischerweise zwischen 10 und 50 mg).

- c. Bringen Sie das Proben-thermoelement in seine Position an der Außenseite des Schiffchens (siehe Abb. 5).

Hinweis Zur genaueren Aufnahme der Proben-temperatur kann das Proben-thermoelement auch in das Schiffchen hineingesteckt werden, wobei es die Probe aber auf keinen Fall berühren darf. In dieser Position ist es jedoch wesentlich stärker der Verschmutzung durch Kondensate ausgesetzt.

12. Beginnen Sie den Probenlauf mit der Funktion START der Steuereinheit.

Warnung Obwohl die Außenseite des Ofens nach einem Probenlauf kühl genug ist, um ohne Verbrennungsgefahr berührt zu werden, kann durch den Ofen hindurchgeblasene Luft sehr heiß werden. Bringen Sie also keine brennbaren Stoffe in die Nähe der Öffnungen des Ofens.

13. Stellen Sie die Steuereinheit nach Beendigung des Probenlaufs wieder auf STANDBY.
14. Schieben Sie die Wägeeinheit vom Ofen weg und lassen sie so abkühlen.
15. Wenn Sie sofort einen weiteren Probenlauf fahren wollen, können Sie wie folgt den heißen Ofen gegen einen kalten auswechseln:
 - a. Ziehen Sie den Ofen heraus und legen Sie ihn zum Kühlen beiseite.

Warnung Prüfen Sie zunächst vorsichtig, ob Ihre Hand die Temperatur der Außenseite des Ofens verträgt, bevor Sie den Ofen herausziehen.

- b. Halten Sie das dünne Ende des Ofenrohrs fest, während Sie den Haltering vorsichtig abschrauben. Legen Sie das Ofenrohr zum Kühlen in den Luftstrom des Gebläses.
 - c. Nehmen Sie das Probenschiffchen vom Quarzstäbchen und reinigen Sie es.
 - d. Bauen Sie die Wägeeinheit wieder zusammen und stecken Sie den neuen Ofen ein.
16. Wenn die Daten des Probenlaufs zum späteren Plotten gespeichert wurden, können Sie die Wartezeit zum Abkühlen für die Auswertung nutzen.

4.3.2 Typische thermogravimetrische Analysenkurven

Ein typischer Probenlauf, wie er im vorigen Abschnitt beschrieben wurde, kann z.B. mit einer Probe Kalziumoxalat-Monohydrat ($\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$; Molekulargewicht 146) aus dem Zubehörkasten gefahren werden. In Abb. 6 sehen Sie das graphische Ergebnis eines Probenlaufs mit 14,2 mg $\text{CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ in Stickstoffatmosphäre.

Sample: CALCIUM OXALATE
Size: 14.24 mg

TGA

TGA File: CA0TGA.01
Operator: RLB 50 ML/MIN/N₂
Run date: 28-Dec-81 9: 59: 02

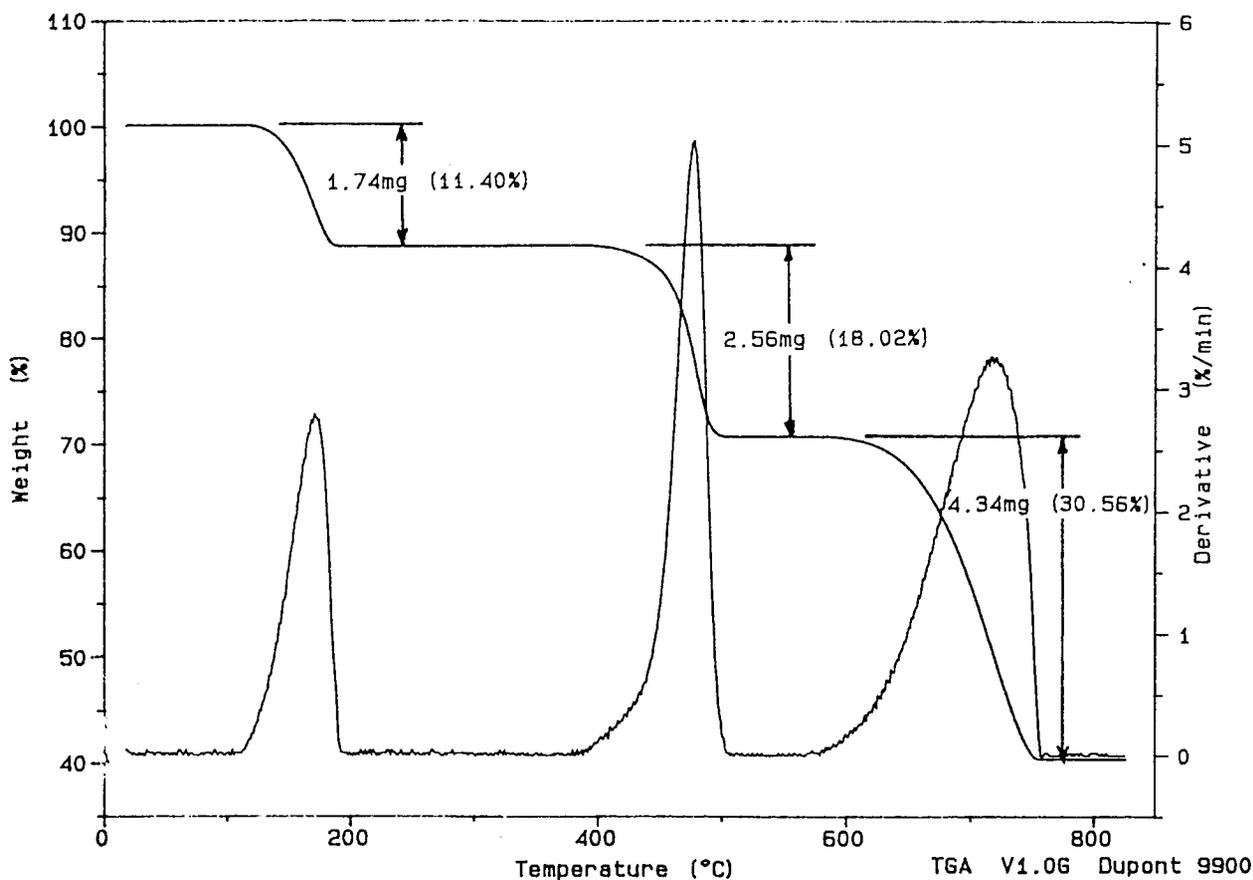


Bild 6 . Beispiel eines TGA - Laufes mit Kalziumoxalat - Monohydrat

Hinweis Je nach Probengröße und Heizrate können die gemessenen Übergangstemperaturen auch geringfügig von denen in diesem Beispiel abweichen.

4.3.3 Deutung der thermogravimetrischen Analysenkurven

Abb. 6 zeigt zwei Kurven über der Proben­temperatur:

Die stetig fallende Kurve des Probengewichts mit ihren vier Plateaus (deren Werte am linken Rand abgelesen werden können), und die der mathematischen ersten Ableitung des Probengewichtssignales mit ihren drei Peaks (deren Werte am rechten Rand abgelesen werden können).

Betrachten wir zunächst die erste:

Die Gewichtsabnahme zwischen ihrem ersten und zweiten Plateau beträgt 11,4 % oder 1,62 mg; sie kommt zustande durch das Verdunsten des Kristallwassers nach der Formel:



Theoretisch beträgt der Gewichtsverlust ein Mol H₂O pro Mol CaC₂O₄·H₂O und berechnet sich als:

$$\frac{\text{Molargewicht von H}_2\text{O}}{\text{Molargewicht von (CaC}_2\text{O}_4 \cdot \text{H}_2\text{O)}} \cdot 10 \cdot \frac{18}{146} \cdot 100 = 12,3\% = 1,74\text{mg}$$

Der gemessene Gewichtsverlust ist etwas geringer als der berechnete Erwartungswert, da die Probe etwas trockener war als bei der Berechnung zugrundegelegt.

Die Gewichtsabnahme zwischen dem zweiten und dritten Plateau beträgt 18,02% oder 2,56 mg; sie kommt zustande durch die Zersetzung des Kalziumoxalat zu Kalziumkarbonat unter Abgabe von Kohlenmonoxyd nach der Formel:



Die Gewichtsabnahme zwischen dem dritten und vierten Plateau beträgt 30,56% oder 4,34 mg; sie kommt zustande durch die Zersetzung des Kalziumkarbonat zu Kalziumoxyd unter Abgabe von Kohlendioxyd:



Der gesamte Gewichtsverlust beträgt also:

- (1) 11,40 % oder 1,62 mg
- (2) 18,02 % oder 2,56 mg
- (3) 30,56 % oder 4,34 mg

gesamt 59,98 % oder 8,64 mg

Hinweis Die Temperaturverläufe der Reaktionen sind abhängig von Probengröße, Probenreinheit, Heizrate, Atmosphäre, etc.

Die drei Peaks (Ausschläge) der Ableitungskurve repräsentieren die jeweiligen Zersetzungsraten der Zersetzungsprodukte aus (1), (2) und (3).

4.3.4 Isothermaler Betrieb mit der X-Achse als Zeitbasis

4.3.4.1 Normales Verfahren

1. Bereiten Sie den TGA für den Betrieb vor und stellen Sie auf der Steuereinheit die gewünschte isothermische Temperatur und deren gewünschte Dauer ein.
2. a) Wenn Sie in Echtzeit plotten lassen wollen: Stellen Sie auf der Steuereinheit das Auftragen von Zeit auf der X-Achse ein. Versorgen Sie den Plotter mit Papier und Stift und aktivieren Sie ihn mit der Funktion PEN UP. Wahlweise können Sie das Papier jetzt mit der Funktion LABEL beschriften (Steuergerät 1090).

Hinweis (nur für Steuergerät 1090) Sie können wählen zwischen einmaligem und kontinuierlichem Betrieb des Plotters. Im kontinuierlichen Betriebsmodus fährt der Plotter jedesmal, wenn er am rechten Rand angelangt ist, wieder zum linken Rand zurück und zeichnet von dort aus weiter; im einmaligen bleibt er am rechten Rand stehen.

2. b) Wenn Sie die Daten des Probenlaufs zunächst nur speichern wollen: Stellen Sie die Steuereinheit zum Speichern der Daten ein.

3. Beginnen Sie den Probenlauf mit der Funktion START. (Wenn beim Steuergerät 1090 der Plotter noch nicht aktiviert ist, muß dies durch zweimaliges Aufrufen der Funktion PEN DOWN geschehen.)

4.3.4.2 Verfahren für "empfindliche" Reaktionen

Wenn die Probe möglichst plötzlich aufgeheizt werden muß, um nicht die zu beobachtende Reaktion vorzeitig auszulösen, kann folgendes Verfahren angewandt werden:

1. Bereiten Sie alles für den Probenlauf vor, aber schieben Sie die Wägeeinheit nicht in den Ofen hinein.
2. Heizen Sie den Ofen auf die gewünschte Temperatur auf und warten Sie 3 bis 5 Minuten, bis sich diese stabilisiert hat.
3. Stellen Sie die Steuereinheit zum Speichern der Daten ein, oder bereiten Sie alles zum Plotten in Echtzeit vor.
4. Drücken Sie START und warten Sie auf die Anzeige READY (Diese bedeutet, daß der Ofen die gewünschte Temperatur erreicht hat.
5. Drücken Sie ein zweites mal START und schieben Sie unverzüglich die Wägeeinheit in den Ofen hinein. (Wenn der Plotter noch nicht aktiviert ist, muß dies durch zweimaliges Aufrufen der Funktion PEN DOWN geschehen.)

4.4 Spezielle Anwendungen des TGA

4.4.1 Thermogravimetrie - Gaschromatographie

Der TGA kann mit einem Gaschromatographen zusammenschaltet werden, um die gasförmigen Zersetzungsprodukte näher zu untersuchen. Ein entsprechendes Verfahren wurde von Jen Chiu unter dem Titel "Polymer Characterization by Coupled Thermogravimetry - Gas Chromatography" in "Analytical Chemistry, Annual Reviews, Vol. 40 (August 1968)" auf Seite 1516-1520 veröffentlicht.

4.4.2 Thermogravimetrie- Massenspektrographie

Der TGA kann mit einem Massenspektrometer zusammenschaltet werden, um gasförmige Zersetzungsprodukte zu identifizieren und die Reihenfolge ihres Entstehens zu bestimmen, um leicht flüchtige Verunreinigungen in hochsiedenden Stoffen auszumessen oder um Daten für die Lösung eines "Strukturrätsels" zu sammeln. Informationen über betriebsfertige Kombinationen inclusive Interface können Sie von der STA Vertriebsgesellschaft mbH erhalten.

4.4.3 Betrieb mit korrosiver oder gesättigter Atmosphäre

Der TGA 951 kann auch mit korrosiver oder gesättigter Atmosphäre betrieben werden; allerdings müssen dann ein besonderes Ofenrohr, Bestellnr. 950160.000, und eine besondere Gewichtekammerglocke, Bestellnr. 950161.000, verwandt werden (s. Abb. 7).

Bereiten Sie den TGA wie folgt auf den Betrieb mit korrosiver oder gesättigter Atmosphäre vor:

1. Drehen Sie den Haltering des Ofenrohrs los und nehmen Sie das Ofenrohr ab.
2. Bauen Sie das andere Ofenrohr (Bestellnr. 950160.000) ein. Achten Sie darauf, daß es dicht sitzt.

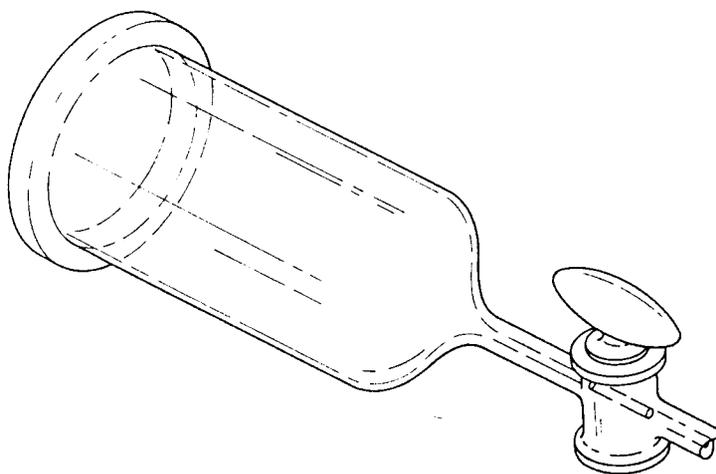
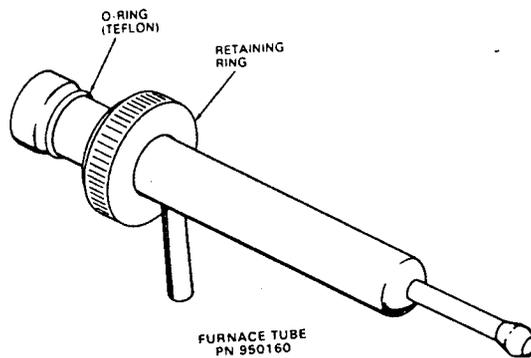


Bild 7 . Ofenrohr und Tariergewichtsglocke für korrosive oder gesättigte Atmosphäre

3. Lockern Sie die beiden Halteschrauben an der Gewichtekammerglocke, drehen Sie die Halteklammern zur Seite, und nehmen Sie die Kappe ab.
4. Bauen Sie die andere Gewichtekammerglocke (Bestellnr. 950161.000) ein. Achten Sie auf richtigen, luftdichten Sitz der Dichtringe.

Achtung Drehen Sie die Halteschrauben der Gewichtekammerglocke nur fingerfest.

5. Leiten Sie ein Inertgas mit 5 ml/min durch den Anschluß an der Gewichtekammerglocke und durch den Gaseinlaßstutzen am Waagengehäuse ein.
6. Leiten Sie das gewünschte reaktive Gas mit 50 ml/min durch den Stutzen an der Seite des Ofenrohrs ein. Es strömt dann von dort über die Probe und tritt am Ende des Ofenrohrs aus; Sie können es von dort aus wie gewünscht zur Entsorgung weiterleiten.

Achtung Leiten Sie nie reaktives Gas ein, ohne gleichzeitig Inertgas einzuleiten, da das reaktive Gas sonst in das Waagengehäuse diffundieren und dort Schäden anrichten würde.

4.4.4 Räumlich getrennter Gebrauch der Wägeeinheit

Für spezielle Anwendungen kann die Wägeeinheit ausgebaut und ohne das TGA-Gehäuse als Mikropräzisionswaage verwandt werden; insbesondere in Verbindung mit anderen Analysegeräten oder Geräten, die bestimmte Umweltbedingungen erzeugen.

Die hierbei für die elektrischen Anschlüsse benötigten Kleinteile können über den STA-Kundendienst bezogen werden.

5. Wartung

Eine regelmäßig am TGA 951 durchzuführende Wartungsarbeit besteht im Reinigen der Probenkammer; insbesondere des Ofenrohrs. Auf das Gerät verschüttete Substanzen sollten stets unverzüglich aufgewischt werden.

Setzen Sie sich bei fehlerhafter Funktion des Gerätes mit unserem Kundendienst in Verbindung.

Warnung Aus Sicherheitsgründen dürfen Wartungs- und Instandsetzungsarbeiten im Inneren des Elektronikgehäuses nur von hierfür geschulten Fachkräften vorgenommen werden.

5.1 Wartungsarbeiten

5.1.1 Ersetzen des Probenthermoelementes

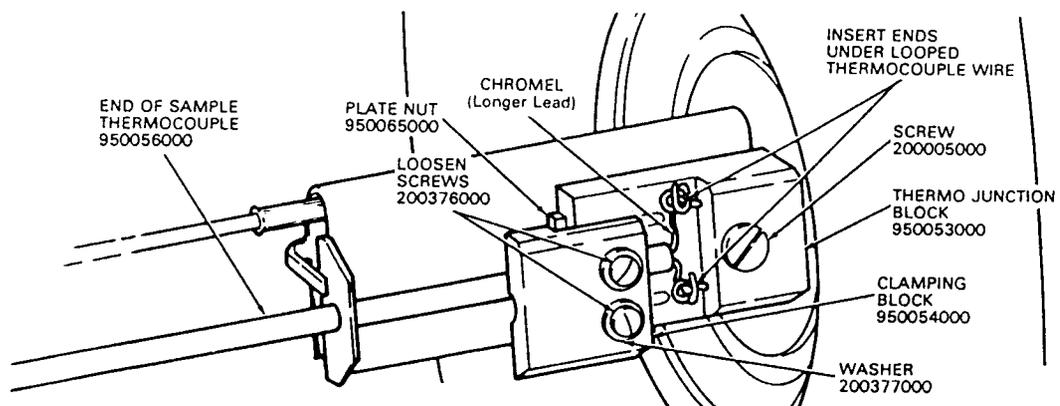


Bild 8 . Ersetzen des Probenthermoelementes

Wartung

1. Drehen Sie die beiden Schrauben an der Halterung des Probenthermoelementes los, ohne sie jedoch herauszunehmen.
2. Schieben Sie die Halterung nach links hinüber.
3. Entfernen Sie das alte Thermoelement.
4. Führen Sie die Anschlüsse des neuen Probenthermoelementes durch das Loch im Blech am Ende der Waagebalkenverkleidung. Befestigen Sie den längeren Anschluß (+) in der oberen Drahtschlaufe und den kürzeren (-) in der unteren.

Achtung Stellen Sie sicher, daß die Thermoelementeanschlüsse weder sich gegenseitig, noch die Waagebalkenverkleidung berühren.

5. Schieben Sie die Thermoelementehalterung wieder in ihre Position zurück und schrauben Sie sie fest.

Hinweis Durch zu festes Anziehen der Schrauben der Thermoelementehalterung kann die Waage träge erscheinen, da die Schraubenenden den Wägebalken berühren. Wenn Sie einen derartigen Effekt beobachten, sollten Sie die Schrauben ein wenig lockern, und prüfen ob er dann behoben ist.

6. Erhitzen Sie das Probenthermoelement und verfolgen Sie die von der Steuereinheit angezeigte Probentemperatur. Nimmt die angezeigte Temperatur ab, so sind die Anschlüsse des Thermoelementes vertauscht.
7. Fehlerhafte Temperaturdaten nach dem Auswechseln des Thermoelementes können auf versehentlichen Erdschluß des Thermoelementes an der Waagebalkenverkleidung zurückzuführen sein. Klemmen Sie in dem Fall das Bandkabel an der Rückseite des Waagengehäuses ab, und stellen Sie mit einem Ohmmeter fest, ob dies zutrifft (messen Sie von Pin 6 und 7 jeweils nach Masse).

5.1.2 Ersetzen des Quarzstäbchens

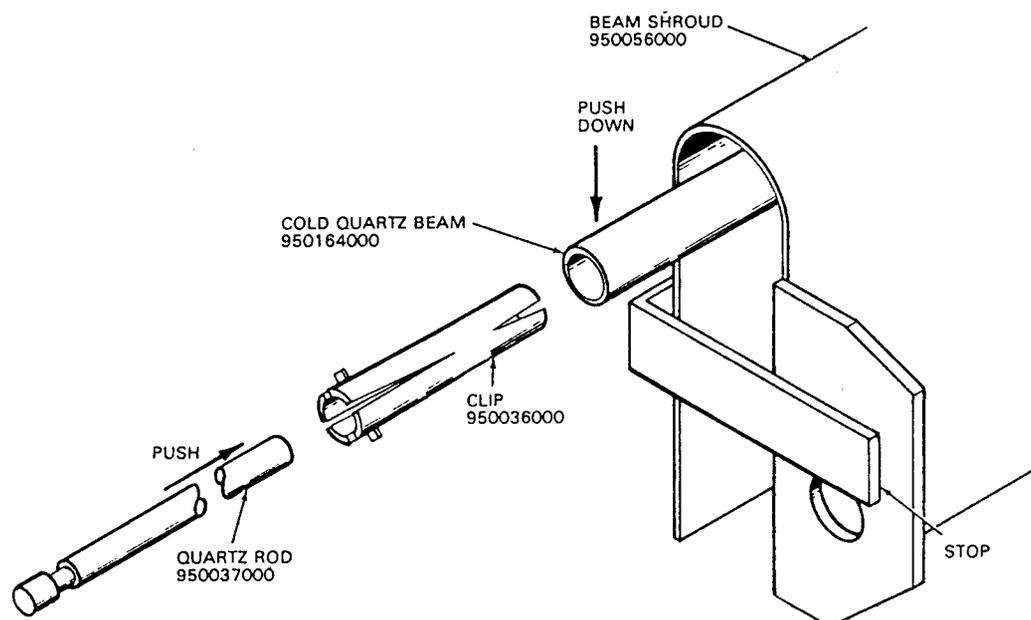


Bild 9 . Einstecken des Quarzwägebalkens

Das Quarzstäbchen ist mit einer kleinen, leicht konischen Edelstahlklammer am Waagebalken befestigt. Diese Klammer ist so ausgelegt, daß ihre thermisch bedingte Längenveränderung die des Quarzstäbchens bei jeder Temperatur zu Null kompensiert, sodaß die wirksame Länge des Wägebalkens temperaturunabhängig ist.

Wechseln Sie das Quarzstäbchen nötigenfalls wie folgt:

1. Drücken Sie den Waagebalken auf seinen unteren Anschlag und ziehen Sie das Quarzstäbchen horizontal heraus. Falls die Klammer dabei steckenbleibt, ziehen Sie sie mit einer Pinzette heraus.

Achtung Der Waagebalken besteht aus Quarz und ist unmittelbar am Spannbandmesswerk befestigt; beide Teile sind leicht zerbrechlich. Daher sollte der Waagebalken beim Wechseln des Quarzstäbchens unbedingt festgehalten werden, sodaß er kräftefrei bleibt.

2. Stellen Sie sicher, daß keine Quarzsplinter im Waagebalken oder in der Klammer verbleiben.

3. Schieben Sie die Klammer mit dem weiteren Ende voran über das Ende des neuen Quarzstäbchens. Schieben Sie sie so weit darauf, daß sie fest sitzt; ziehen Sie sie nötigenfalls noch einmal ab, um ihr engeres Ende mit einer Pinzette oder Spitzzange vorsichtig ein wenig zusammenzudrücken.

Hinweis Die Klammer muß unbedingt fest auf dem Quarzstäbchen sitzen, um bezüglich der Längenkompensation richtig zu funktionieren. Tut sie es nicht, so wird bei Erwärmung fälschlicherweise eine Gewichtszunahme gemessen.

4. Drücken Sie den Waagebalken an seinen unteren Anschlag und schieben Sie das Quarzstäbchen mit der Klammer bis zum Anschlag hinein.
5. Lassen Sie den Waagebalken los.
6. Falls die Klammer keinen festen Sitz im Waagebalken hat: Ziehen Sie die Klammer aus dem Waagebalken heraus und vom Quarzstäbchen ab, und biegen Sie ihr weites Ende vorsichtig ein wenig auseinander. Bauen Sie sie wieder ein und wiederholen Sie alles noch einmal, falls sie immer noch nicht fest sitzt.

Hinweis Beim Zurechtbiegen der Klammer müssen Sie unter Umständen mehrmals das weite Ende auseinander- und das enge Ende zusammenbiegen, bis sie beiderseits fest sitzt.

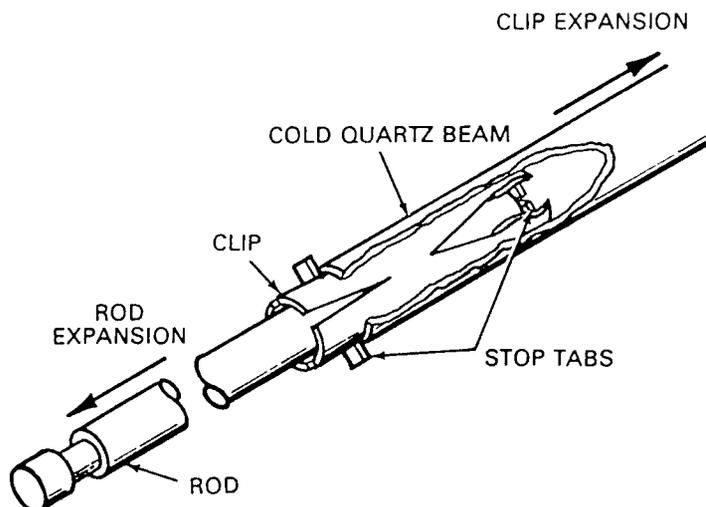


Bild 10 . Installation des Waagebalkens und der Klammer

7. Stellen Sie sicher, daß das Quarzstäbchen bis zum Anschlag in der Klammer und die Klammer bis zum Anschlag im Waagebalken steckt (s. Abb. 10).
8. Kalibrieren Sie die Waage wie in Kapitel 6 beschrieben.

5.1.3 Ersetzen der Sicherung

An der Rückseite des Gehäuses des TGA 951 befindet sich eine Schmelzsicherung (1 A / 250 V / Typ 3AG); um sie zu prüfen oder zu wechseln muß der Deckel der Sicherungshalterung abgeschraubt werden.

Wenn die Sicherung nach dem Wechseln sofort wieder durchschmilzt, sollten Sie sich mit unserem Kundendienst in Verbindung setzen.

5.1.4 Reinigung der beweglichen Teile

Folgende Reinigungsarbeiten sollten gelegentlich durchgeführt werden:

1. Wischen Sie die Gleitschienen der Wägeeinheit mit einem alkoholgetränkten Tuch ab.

Achtung Die Gleitschienen dürfen nicht geölt werden, da das Öl von den faserverstärkten Gleitlagern in Gehäuse der Wägeeinheit aufgesaugt wird, wobei diese aufquellen.

2. Brennen Sie mit einem kleinen Brenner eventuelle Verunreinigungen am Ende des Waagebalkens ab.

6. Kalibrierverfahren

6.1 Kalibrieren des Waagebalkens

Bei ausschließlich relativer Darstellung von Gewichtsabnahmen, d.h. wenn die Y-Achse stets in Gewichts-% skaliert wird, ist ein Kalibrieren des Waagebalkens nicht erforderlich.

Wenn aber Gewichtsabnahmen auch absolut dargestellt werden sollen, d.h. wenn die Y-Achse auch in absoluten Gewichtseinheiten skaliert werden soll, sollte nach dem Zusammenbau und nach jeder Reparatur der Wägeeinheit (insbesondere auch nach einem Wechsel des Quarzstäbchens) kalibriert werden. Hierfür gibt es zwei dem Ergebnis nach gleichwertige Methoden, die im Folgenden beschrieben werden. Die Softwaremethode ist von der Durchführung her die einfachere.

6.1.1 Kalibrieren des Waagebalkens auf Software-Ebene

Mit softwaremäßiger Kalibrierung ist gemeint, daß Sie entsprechend folgender Anleitung einen Kalibrierkoeffizienten E bestimmen und diesen in die Steuereinheit eingeben; die Steuereinheit benutzt ihn dann um die Ergebnisse umzurechnen.

1. Stellen Sie den SCALE COMPRESSION-Schalter auf OFF.
2. Nehmen Sie das Probenschiffchen vom Quarzstäbchen, und stellen Sie sicher, daß sich keine Gewichte auf dem Gewichtarm befinden. Bauen Sie das Ofenrohr und die Gewichtekammerglocke ein.
3. Rufen Sie auf der Steuereinheit die Funktion AUTO ZERO für Signal A auf.
4. Nehmen Sie das Ofenrohr ab und hängen Sie ein bekanntes Gewicht in die Kerbe des Quarzstäbchens.
5. Bauen Sie das Ofenrohr wieder ein, und notieren Sie den von der Steuereinheit angezeigten Gewichtswert von Signal A.
6. Teilen Sie das bekannte tatsächliche Gewicht durch den notierten Anzeigewert: dies ist der Kalibrierkoeffizient E.

6.1.2 Kalibrieren des Waagebalkens durch Hardware-Einstellung

Machen Sie sich zunächst mit den Bedienungselementen des TGA vertraut und verfahren Sie dann wie folgt:

1. Bringen Sie das BALANCE -Potentiometer in seine Mittelstellung, fünf volle Umdrehungen von einem der beiden Anschläge, und stellen Sie den SCALE COMPRESSION-Schalter auf OFF. Nehmen Sie ein eventuell noch am Quarzstäbchen hängendes Probenschiffchen ab.
2. Wählen Sie an der Steuereinheit die Funktion STATUS oder SIGNAL-CONTROL um Signal A in mg anzuzeigen.
3. Stellen Sie den COARSE SUPPRESSION -Stufenschalter auf 50 mg, und das FINE SUPPRESSION -Potentiometer auf Null.
4. Stellen Sie den TIME CONSTANT -Schalter auf 1.
5. Trieren Sie das Quarzstäbchen wie folgt :
 - a. Nehmen Sie die Gewichtekammerglocke ab.
 - b. Legen Sie ein 100 mg -Gewicht auf den Gegengewichtarm.

Hinweis Die im Zubehörkasten mitgelieferten Gewichte sind so geformt, daß sie einen sicheren Sitz auf dem Gegengewichtarm haben, und während des Betriebes nicht verrutschen.

- c. Betrachten Sie die Signal A -Anzeige: Ist sie positiven Vorzeichens, legen Sie weitere Gewichte auf; Ist sie negativ, nehmen Sie Gewichte ab.
 - d. Wiederholen Sie (c.), bis der Betrag des angezeigten Wertes von Signal A geringer als 5 mg ist.
6. Bauen Sie die Gewichtekammerglocke wieder ein. Entfernen Sie das Ofenrohr, und legen Sie an seiner Stelle ein 400 ml - Becherglas (oder ein ähnlich geformtes Gefäß) auf die Gleitschienen, mit dem Rand in Berührung mit dem Waagengehäuse (Dies geschieht zum Schutz vor Zuglufteinflüssen).
7. Stellen Sie die Signal A -Anzeige auf 0,0 mg: entweder durch Verdrehen des BALANCE -Potentiometers, oder mittels der SIGNAL ZERO -Funktion der Steuereinheit.

Hinweis Während der noch folgenden Schritte, und auch während dem Kalibrieren der Gegengewichtsschaltung (elektronische Gegengewichte) dürfen **BALANCE -Potentiometer** und **SIGNAL ZERO - Funktion** nicht verstellt, bzw. aufgerufen werden.

8. Wählen Sie an der Steuereinheit die Funktion **STATUS** bzw. **SIGNAL-CONTROL**, um wieder **Signal A** in mg anzuzeigen. Beträgt die Anzeige nicht 0,0 mg, wiederholen Sie Schritt 7.
9. Nehmen Sie das Becherglas weg und hängen das 50 mg -Kalibriergewicht in die Kerbe des Quarzstäbchens. Stülpen Sie das Becherglas wieder über den Wägebalken.

Hinweis Die **Edelstahlklammer** zwischen **Waagebalken** und **Quarzstäbchen** muß sowohl auf dem **Quarzstäbchen**, als auch in dem **Waagebalken**, fest sitzen, damit sich das **Quarzstäbchen** beim **Auflegen** und beim **Abnehmen** von **Gewichten** nicht **verschieben** kann.

10. **Signal A** sollte jetzt mit **50,0 mg** angezeigt werden. Ist dem nicht so, korrigieren Sie den Wert mit dem mit **SPAN** beschrifteten **Kalibrierwiderstand**.

Hinweis Die **Genauigkeit** aller folgenden weiteren **Kalibrationen** hängen von der **genauen Einstellung** der **Anzeige** von **50,0 mg** ab. **Versuchen Sie daher unbedingt** eine **Anzeige** von **50,0** zu bekommen; allenfalls **duldbar** ist eine **Abweichung** von maximal **0,05 mg**.

6.2 Kalibrieren der Tarierelektronik

Tarier-Stufenschalter (COARSE SUPPRESSION)

1. Lassen Sie das 50 mg -Kalibriergewicht am Quarzstäbchen hängen, und die Steuereinheit weiterhin **Signal A** in mg anzeigen. Stellen Sie den **Tarier-Stufenschalter (COARSE SUPPRESSION)** auf **100 mg**. Die Steuereinheit sollte **Signal A** jetzt mit **0,0 mg** anzeigen; tut sie es nicht, stellen Sie mit dem mit **SUPPRESSION-COARSE** beschrifteten **Kalibrierwiderstand** eine **Anzeige** von **0,0** ein.
2. Nehmen Sie das Becherglas weg, um das 50 mg -Kalibriergewicht vom Quarzstäbchen zu nehmen, und legen Sie es wieder genauso hin. Stellen Sie den **COARSE SUPPRESSION -Schalter** auf **50 mg**:

Kalibrierung

Signal A sollte jetzt wieder mit $0,0 \pm 0,05$ mg angezeigt werden. Ist dem nicht so, wiederholen Sie das Kalibrieren des Waagebalkens.

Tarier-Potentiometer (Feineinstellung) (FINE SUPPRESSION)

1. Stellen Sie den COARSE SUPPRESSION -Schalter auf 40 mg und das FINE SUPPRESSION -Potentiometer auf 10 mg (zehn volle Umdrehungen).

Hinweis Das Kalibriergewicht hängt hierbei nicht mehr am Quarzstäbchen.

2. Stellen Sie mit dem BALANCE -Potentiometer Signal A auf Null.

Hinweis Das BALANCE -Potentiometer darf an dieser Stelle (entgegen dem früheren Hinweis, es während des gesamten Kalibriervorganges nicht zu verstellen) verstellt werden.

3. Stellen Sie den COARSE SUPPRESSION -Schalter auf 50 mg und das FINE SUPPRESSION -Potentiometer auf Null (linker Anschlag). Stellen Sie nun Signal A mit dem mit SUPPRESSION-FINE beschrifteten Kalibrierwiderstand auf 0,0 mg.
4. Nehmen Sie das Becherglas weg und bauen Sie das Ofenrohr wieder ein.

6.3 Kalibrieren der Thermoelemente-Kompensationsschaltungen

1. Stellen Sie sicher, daß der TGA und die Steuereinheit die Temperatur der Umgebung haben, und messen Sie die Umgebungstemperatur mit einem Thermometer.
2. Bauen Sie den Ofen in den TGA ein und stellen Sie die Steuereinheit auf STANDBY. Warten Sie ab, bis sich die Temperaturanzeige auf der Steuereinheit nicht mehr ändert, und stellen Sie sie nötigenfalls mit dem mit SAMPLE REFERENCE JUNCTION beschrifteten Kalibrierwiderstand auf Umgebungstemperatur $\pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ein.
3. Geben Sie ein Temperaturprogramm mit einer isothermalen Temperatur von 100°C ein und drücken Sie START. Warten Sie, bis die angezeigte Temperatur stabil geworden ist. Stellen Sie den mit CONTROL REFERENCE JUNCTION beschrifteten Kalibrierwiderstand zunächst so ein, daß die angezeigte Temperatur mit der programmierten isothermalen Temperatur übereinstimmt.

Hinweis Es dauert in der Regel ein paar Minuten, bis der Ofen die Temperatur stabilisiert hat. Drehen Sie nicht voreilig am Potentiometer bevor der Anzeigewert stabil ist.

4. Ändern Sie die isothermale Temperatur auf 900°C und warten Sie, bis die Anzeige einen stabilen Temperaturwert anzeigt. Stimmt der angezeigte Wert nicht mit der programmierten Temperatur überein, ist das SPAN-Potentiometer solange zu verstellen, bis der Wert erreicht wird.

Hinweis Das SPAN-Potentiometer zur Kalibrierung des oberen Ofen-Regelbereiches an der Rückseite des TGA ist nicht mit dem SPAN-Potentiometer zur Gewichtskalibrierung zu verwechseln.

5. Prüfen Sie nun, indem Sie Schritt 3 wiederholen, ob sich die 100°C -Regeltemperatureinstellung durch die Einstellung in Schritt 4 nicht verändert hat. Ist dies der Fall, wiederholen Sie Schritt 3 und 4 bis beide Werte zu Ihrer Zufriedenheit ausfallen.

6.4 Zweipunkt-Temperaturkalibrierung

Zur dynamischen Temperaturkalibrierung des TGA eignen sich Kalibrieranordnungen mit Schmelzstandardmaterialien aus Metall. Im Anhang beschreibt ein STA-Arbeitsblatt die Durchführung der Kalibrierung. Zweipunktkalibrierkits sind mit den Materialien Zinn/Aluminium und Zinn/Silber bei der STA Vertriebsgesellschaft mbH erhältlich.

Anschriften

Die Produkte der TA Instruments, Inc. werden in Deutschland ausschließlich vertrieben von:

**STA Vertriebsgesellschaft mbH
Siemensstraße 1
D-8755 Alzenau
tel.: 06023-30044
Fax.: 06023-30823**

Der Hersteller:

**TA Instruments, Inc.
P.O. Box 311
109 Lukens Drive
Riveredge Park
New Castle, DE 19720
USA
tel.: 001-302-427-4010**

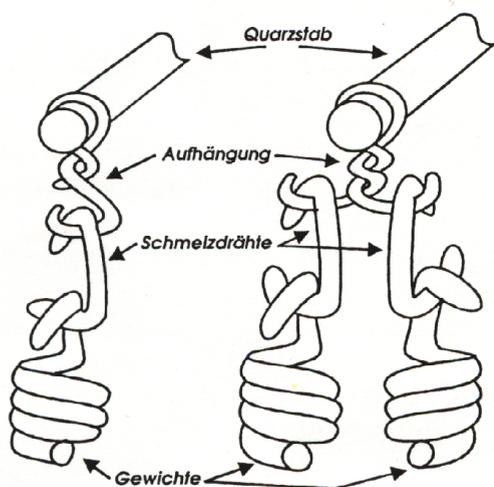
Temperaturkalibrierung des Thermogravimetrischen Analysators TGA 951/ TGA 50

Zur Temperaturkalibrierung des Thermogravimetrischen Analysators TGA 951 bzw. TGA 50 bieten sich zwei Methoden an:

- Die Kalibrierung mit Hilfe des Curie-Punktes magnetischer Metallegierungen,
- Die Kalibrierung mit Hilfe des Schmelzpunktes von Reinstmetallen.

Hier soll die Temperaturkalibrierung mit Hilfe des Schmelzpunktes von Metallen behandelt werden.

Dazu wird am Wägebalken ein Häkchen und daran ein durch ein Gewicht belastetes Stück eines geeigneten Reinstmetalles befestigt. Die Anordnung wird dann einem thermischen Programm unterworfen. Wird die Temperatur des Schmelzpunktes der Kalibriersubstanz erreicht, reißt ein Teil der durch das Gewicht belasteten Substanz ab und fällt nach unten. Der extrapolierte Schnittpunkt von zwei an die Gewichtskurve angelegten Tangenten wird als Schmelzpunkt ausgewertet und in die Eichung als Sollwert einbezogen.



Kalibrieranordnung mit einem bzw. zwei Schmelzdrähten.

Im Gegensatz zu Thermogravimetrischen Analysatoren mit vertikaler Meßanordnung kann beim horizontalen Aufbau der Wägeanordnung der bei der Schmelze der Kalibriersubstanz herabtropfende Teil leicht entfernt werden. Somit bietet sich dieses Verfahren als leicht durchzuführen und sehr präzise an.

Die Aufhängung der Kalibriersubstanz - hier Drähte von 0,25 mm Durchmesser - geschieht, wie in der Abbildung gezeigt, an Häkchen aus z.B. Stahldraht. Das Material der Häkchen soll so gewählt werden, daß es mit der Kalibriersubstanz während des Heizens keine Legierung eingeht. Es lassen sich auch zwei Kalibriersubstanzen in einem Heizprogramm erfassen, dazu müssen lediglich zwei Kalibrierdrähtchen gleichzeitig aufgehängt werden. Als Heizrate empfiehlt sich diejenige, die auch in den anschließenden Probenläufen zur Anwendung kommt.

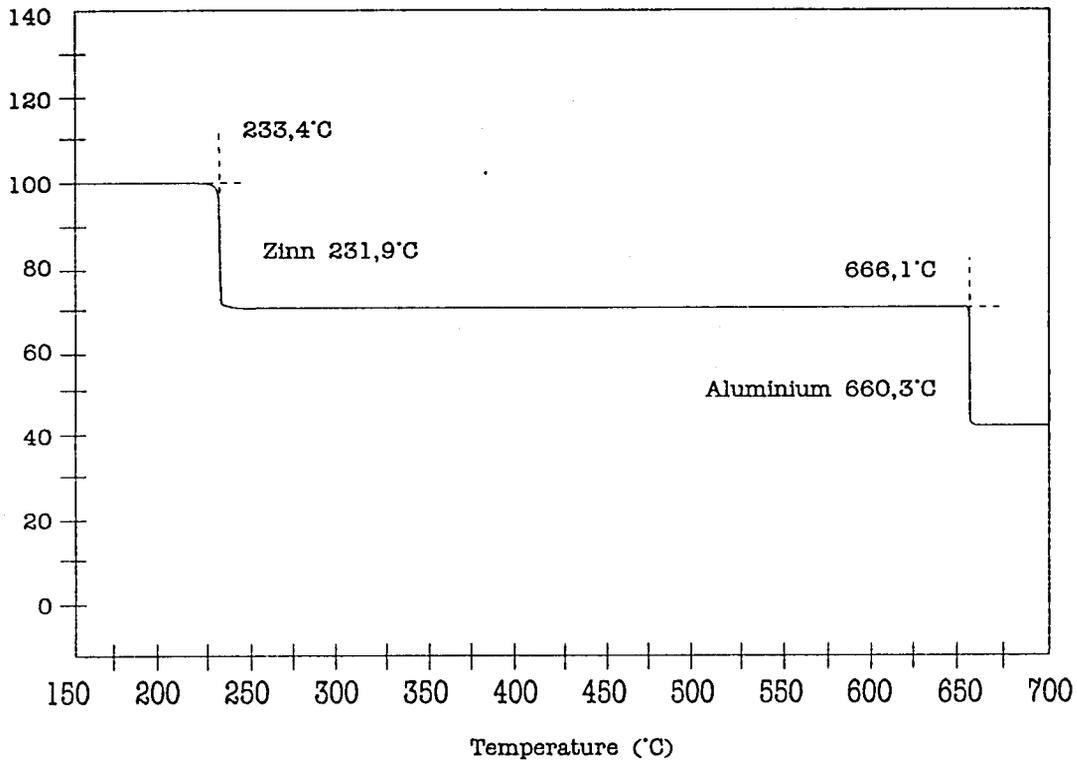
Das die Schmelzdrähte belastende Gewicht muß groß genug sein um die Oberflächenspannung der geschmolzenen Metalldrähte zu überwinden und auch die sich bildende Zunderhaut abzureißen. Je nach Metall hat sich eine Last von > 50mg bewährt.

Abb.3 zeigt die Auswertung eines Laufes mit zwei Gewichtsverluststufen durch abtropfendes Kalibriermaterial. In diesem Falle wurde Zinn und Aluminium verwendet. Andere Materialien wie z.B. Indium, Blei, Zink, Silber usw. ergeben gleiche Effekte.

Sample: Zinn - Aluminium
 Size:
 Rate: 10 K/min

TGA

Date: 5-Nov-91
 Time: 10:01:59
 Operator: NG



	Observed Temperature	Correct Temperature
Temp. 1	233,4	231,9
Temp. 2	666,1	660,3

Tabelle 1

	Observed Temperature	Correct Temperature
Temp. 1	1,5	0
Temp. 2	233,4	231,9

Tabelle 2

Der Eintrag der Resultate in die Tabelle zur Zweipunktkalibrierung geschieht wie in Tabelle 1.

Sollte nur ein Kalibriermaterial zur Überprüfung der Temperaturanzeige des TGA benutzt werden, so ist unbedingt darauf zu achten, daß in die Tabelle zur Zweipunktkalibrierung auch ein zweiter Wert eingetragen wird. In diesem Falle der Differenzwert zwischen "Correct" und "Observed Temperature" des Kalibriermaterials mit der Temperatur 1. Siehe Tabelle 2 für den Fall, daß nur Zinn vermessen wurde. Man geht dabei von einer Parallelverschiebung zwischen der Ist- und Solltemperaturcharakteristik aus.