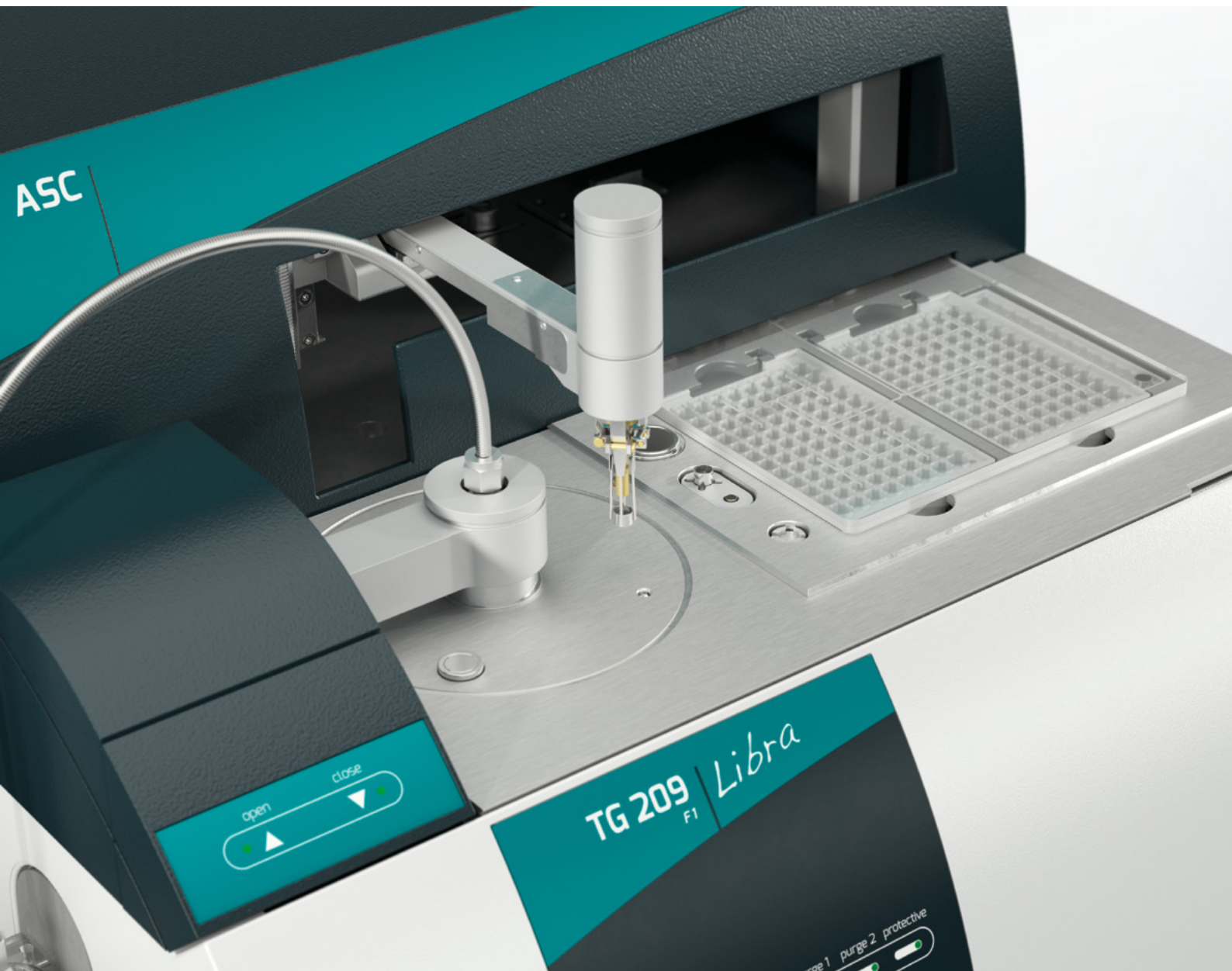


NETZSCH



热重分析仪

TG 209 F1 Libra®

方法，技术，应用

Leading Thermal Analysis ■

TG 209 F1 Libra®

热重分析的前沿技术



 德国制造

安全便捷的操作

真空密闭设计的TG 209 F1 Libra®可自由安全地加载样品、更换坩埚（无需担心损坏吊丝或水平的天平臂），而且炉腔内的样品支架位置是恒定不变的，可以获得均匀的温度分布，保持样品测试之间高度的再现性。

新型陶瓷炉体，升温速率高

配备了耐驰最新研发的特种陶瓷炉体，实现了高性能、高稳定性、耐高温、耐腐蚀的完美结合。特种陶瓷炉体的最高温度达1100°C（样品温度），线性最高升温速率达200k/min，完全胜任快速质量控制检测等的特殊要求。同时循环水浴可快速冷却炉体，提高样品的检测效率。

192位自动进样器，确保日常检测高效有序

可选配的自动进样器（ASC）还具备许多其它功能，可以确保任何日常例行的检测工作安全、可靠地进行（详情见P8和P9）。

智能化 - 自动分析评估和自动识别

耐驰独有的自动分析软件（AutoEvaluation）可以自主检测、分析热重曲线上的所有效应。自动识别（Identify）可以对已经分析好的曲线进行识别和分类。

VERTICAL,
TOP-LOADING DESIGN

PRECISE ULTRA-
MICROBALANCE

VACUUM-TIGHT
BY DESIGN

SMARTMODE

DETACHABLE
SAMPLE CARRIER

AUTOEVALUATION

AUTO-CYCLE
EVACUATION

AUTOMATIC SAMPLE
CHANGER FOR UP
TO 192 SAMPLES

CALCULATED DTA

INTERCHANGEABLE
SAMPLE CARRIERS

OPTIMIZED COUPLING
TO FT-IR, MS, GC-MS

IDENTIFY

ROBUST MICRO-FURNACE
MADE OF ALUMINA

TG 209 F1 Libra®

引领技术潮流



微型炉体, 实现高效实验室工作

耐驰TG 209 F1 Libra®配备小体积炉体, 可以实现整个温度范围的快速加热, 利用水冷系统实现从1100°C到室温的快速自由降温。较低的吹扫气流可以减少对逸出气体的稀释(这对于逸出气体成分的联用分析尤为重要)。较短的气流路径、较小的炉腔体积、以及较小的样品上方死体积可以有效防止分解气体产物在炉腔内的冷凝。

安全轻松地设备操作

在样品支架上放置坩埚时, 样品支架可自动提升, 因此不会对支架下方的微量天平产生任何影响。样品放置过程不会损伤天平或样品支架。

精确检测样品温度

样品温度是通过与样品坩埚直接接触的热电偶测得。这样可以保证对样品温度的精确读取, 不受任何气氛、气体流速和加热速率的影响。

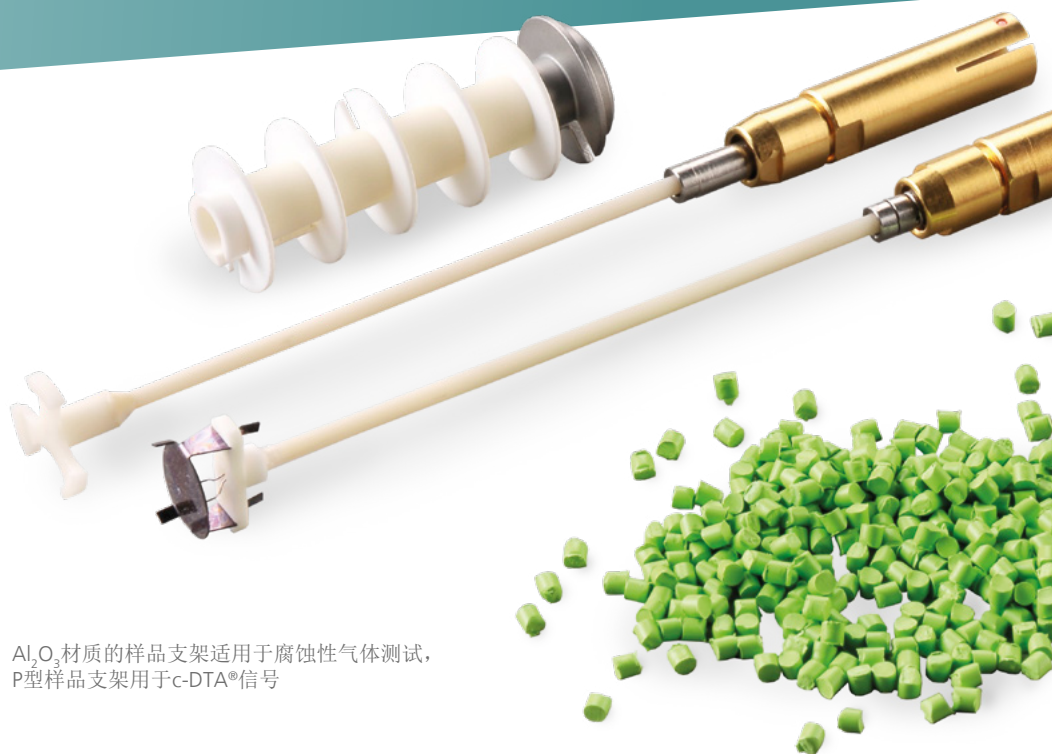
可同步检测热效应

计算型DTA, 即c-DTA®, 是理想温度校正工具, 无需额外磁铁以及对仪器的拆卸操作。它也可得到吸热和放热过程的重要信息(如可以区分没有质量变化的熔融效应和伴有失重的蒸发过程等)。

为您的日常工作保驾护航

适合不同应用的样品支架

仪器提供多种类型的样品支架，包括耐腐蚀型传感器、用于检测吸热/放热效应的高灵敏度c-DTA®传感器，还有用于大样品量测试的特殊传感器。更换样品支架的时间非常短，不到1分钟。



Al₂O₃材质的样品支架适用于腐蚀性气体测试，P型样品支架用于c-DTA®信号

可自由更换的样品支架类型*

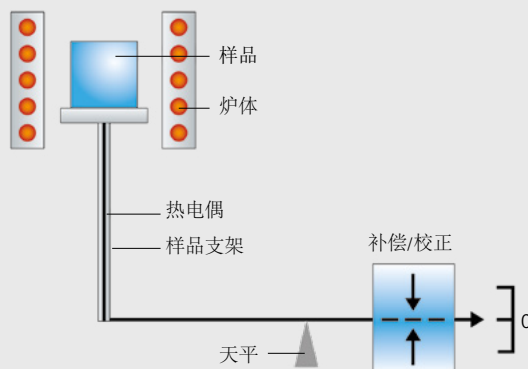
应用	支架材质	传感器类型	坩埚类型
标准TGA	Al ₂ O ₃	P型	Ø 7 mm ... 9 mm, 85 µl ... 350 µl
c-DTA®	Platinel®	P型（圆盘状）	Ø 7 mm ... 9 mm, 85 µl ... 350 µl
耐腐蚀	Al ₂ O ₃	P型，带保护	Ø 7 mm ... 9 mm, 85 µl ... 350 µl

*对于自动进样器：坩埚最大直径是8mm



测试原理

热重分析仪是指在可控的测试条件（如升温速率、测试气氛、气体流量、坩埚类型等）下，测量记录样品的重量随着温度或时间的变化关系。



真空密闭设计 提高测量重现性

真空条件下测试，能够提高分解失重台阶的分离效果。

确定的气氛条件有利于重复性测试

仪器的真空密闭设计能够得到纯净的、确定的惰性气氛环境以研究样品的热裂解，确保样品不会因为残余氧的存在而发生氧化。包含质量流量计（MFCs）在内的内置气路提供两路吹扫气和一路保护气，可由软件调节、记录和分析。

自动抽真空（AutoVac*），实现可重复的测试结果

自动抽真空功能可通过软件控制自动抽气、填充，可提供统一的测量条件。

在低压下测试聚合物或共混物，能够有效改变易挥发物（如溶剂、增塑剂）的沸点，从而提高聚合物分解失重台阶的分离效果。当溶剂挥发结束后，可以回填惰性气氛，再转换成氧化性气氛持续测量，直到材料完全分解。

* 选配功能

坩埚类型

多种不同材质、不同尺寸的坩埚类型可以满足您的应用测试需求。表格中列举一些常用类型，在测试前，样品与坩埚的兼容性是必须要考虑的因素（比如金属坩埚不能用于测试金属样品）。

坩埚的选择*



应用	材质	直径/高度	体积
常规TGA测试	Al ₂ O ₃	6.8 mm/4 mm	85 µl
常规TGA测试： 大样品量或体积	Al ₂ O ₃	8.0 mm/8 mm； 9.0 mm/7 mm	300 µl； 350 µl
c-DTA®测试： 大样品量或体积	Pt/Rh (80/20)	6.8 mm/2.7 mm； 6.8 mm/6 mm	85 µl； 190 µl
c-DTA®测试： 最高温度600°C	Al (99.5%)	6.7 mm/2.7 mm	85 µl

* 对于自动进样器，坩埚最大直径是8mm



技术参数

TG 209 F1 Libra®	
设计	垂直顶部装样
温度范围	(10°C) 室温 ... 1100°C
加热速率	0.001 K/min ... 200 K/min
冷却时间	氮气: 约12min, 从1100°C到100°C 氦气*: 约5min, 从1000°C到100°C
最大样品量	2g (含坩埚)
测量范围	2g
TGA分辨率	0.1 µg
样品支架提升	马达自动提升, 便于轻松安全操作
可自由更换的样品支架	针对常规应用的支架; 大体积或大样品量支架; 高灵敏度的c-DTA®支架; 耐腐蚀性气体的特殊涂层支架
真空度	10 ⁻² mbar (1 Pa)
气氛	惰性、氧化、还原、真空 (比如橡胶分析)
气流控制	三路集成的质量流量控制
自动真空	自动抽真空, 回填纯净气氛 (可选)
温度校正	c-DTA®, 也可用于吸热和放热效应检测; 居里点标样 (可选)
坩埚	Pt, Al ₂ O ₃ , Au, SiO ₂ , Ag, ZrO ₂ , Al等
自动进样器	高达192位 (可选); 同一托盘可存放各种不同类型坩埚
软件	• 功能广泛, 包括智能模式、专家模式、自动校正和TGA-Beflat® • AutoEvaluation和Identify • 速率控制失重SuperRes® (可选)
逸出气体联用分析 (EGA)	可选: FT-IR、MS、GC-MS、集成一体化的FT-IR (PERSEUS TG)

* 水浴温度21°C, 200ml/min He (吹扫气+保护气); TGA系统的最高温度取决于He气流量: 在200ml/min时, 最高温度1020°C

自动进样器



热重分析从未像今天这样高效，例行检测与突击测试可同时进行

史无前例的灵活性

耐驰TG 209 F1 Libra®的一个新亮点就是高效灵活的自动进样器（ASC），它含有两个可更换的样品盒，每个样品盒有96个样品位，总计192个样品位。样品盒可以快速插入或移除。

ASC额外自带一个12位的固定样品条，在进行仪器校正和修正测试时，用于存放校正样品和不同尺寸、材质的坩埚。当然，修正测试时的空坩埚也可以存放在此处。

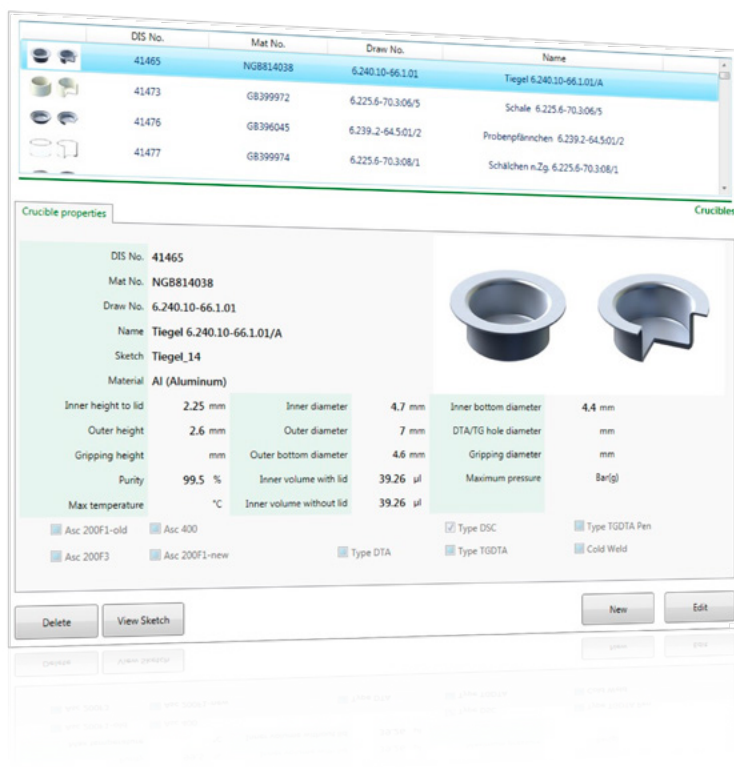
数量众多的样品位确保了测试整体的灵活性，可以预留出更多时间用来处理其他日常重要的工作。

识别坩埚

四针夹持器的安全操作是由激光束来控制的。当没有抓取坩埚的夹持器越过它的定位位置时，光电二极管感知到激光光束，说明此时未能抓到坩埚。当抓取坩埚后，激光束则只是打在坩埚的底部，说明此时已抓到坩埚。

与数据库相关联的夹持器

拥有安全触碰（SafeTouch）功能的夹持器用于所有类型的坩埚抓取。当编辑测量参数时，坩埚和盖子的性能指标，包括每种类型坩埚的适当抓取力，均来自坩埚和盖子数据库。只要轻松点选所需的坩埚和盖子，系统会自动获取所有必要信息。



样品盒盖可自动开关，使得样品免受灰尘、湿气以及气氛的影响

当四针夹持器移走或重新放置坩埚后，两个样品盒都会被迅速地盖上盖子。样品盒盖好后，内部空间由集成在盖子中的分路气体进行吹扫。盖子保持关闭状态时，气体流量会自行调节大小。整个过程只需花费几秒钟的时间。

ASC的“去盖”功能确保坩埚内样品的稳定性

此外，ASC还具有“去盖”功能。可以给装有不稳定样品的坩埚加上盖子，以降低样品在测试前、等待进入炉体过程中发生挥发或吸湿的风险。基于测试程序中的相关设定，夹持器可以将坩埚盖和不可回收的坩埚丢弃于回收槽中。

SafeTouch –对不同的坩埚类型，施加合适的接触力



带192个样品位和12个校正/修正位的TG 209 F1 Libra®

PROTEUS®

简明快速的测量设定以及自动分析



智能模式

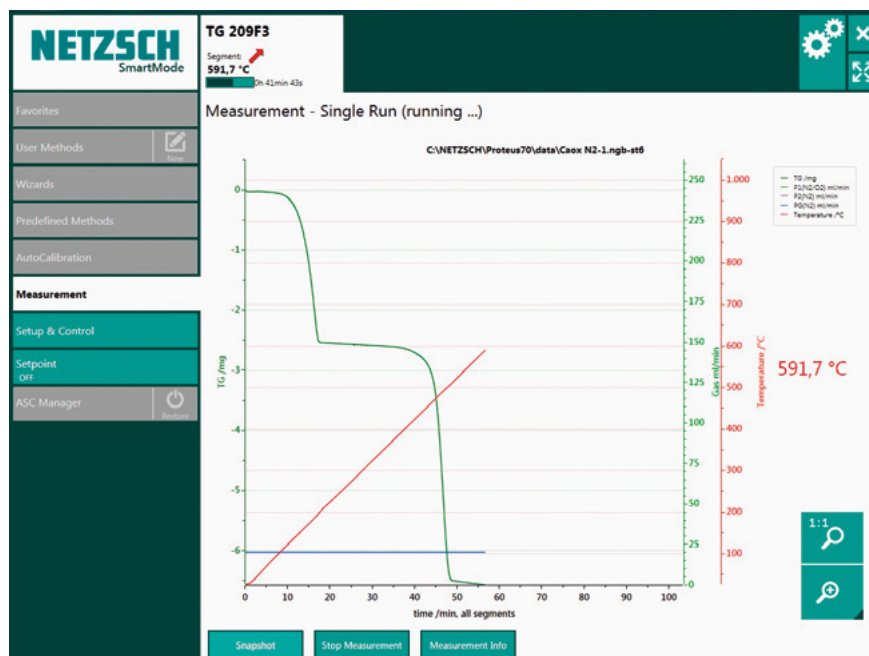
智能模式具备清晰的结构、导航界面及易于操作的按钮。使用wizards(测试模板)，在简单的输入设定之后就能进行测试。或者，也可以通过选择自定义的或者预定义的方法进行测试。即使是不熟悉软件的用户，都可以快速上手进行测试。

专家模式

对于希望更深入地了解软件、获得更多的设置选择或者方法定义的用户，从智能模式切换到专家模式是更好的选择。在这里，用户可以自由使用Proteus®软件所拥有的全部功能，包括为数众多的特色功能以及所有可自由调节的设置。

自动校正功能

校正过程应该是简单快速的。自动校正为所有校准曲线自动创建程序，它会自动加载当前温度校准文件（根据选定的测量条件）并验证其有效期。



智能模式——使每一位操作者都成为专家

自动分析

自动分析是一个智能软件包，可自动对热重效应，即质量变化（分解反应）进行分析，无需使用传统的宏记录功能。

对于缺乏分析经验的初学者，自动分析可以代为处理曲线，无需实验员的任何人工操作。

测试分析实现完全客观化，避免了操作者的人为主观因素，这种开创性的技术在热分析史上尚属首创。

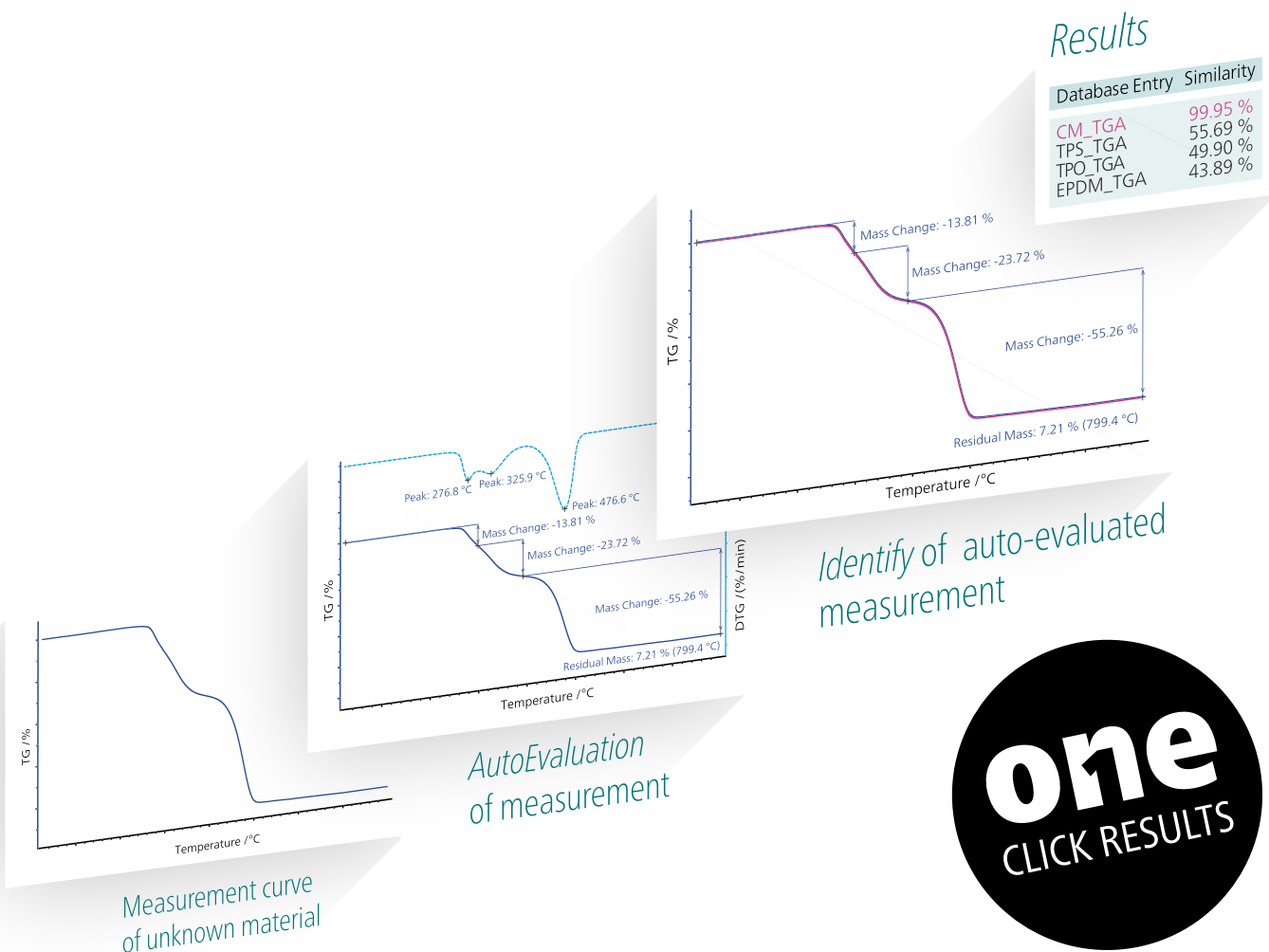
当然，有需要的话，用户仍然可以进行手动分析。

曲线识别

曲线识别软件搜索存储于库中的类似结果，为现行的测试提供即时解析。

使用Identify软件包，可以将测试曲线与数据库中的单个曲线或文献数据进行一对一比对，也可以对特定曲线是否属于某一类别进行判断。这些类别可以包含同种材料不同类型物质（例如，聚合物中的几种类型的PE）的系列数据，也可以包括诸如在质量控制方面被分类为PASS或FAIL的曲线。

用户可通过添加实验数据等扩展数据库。

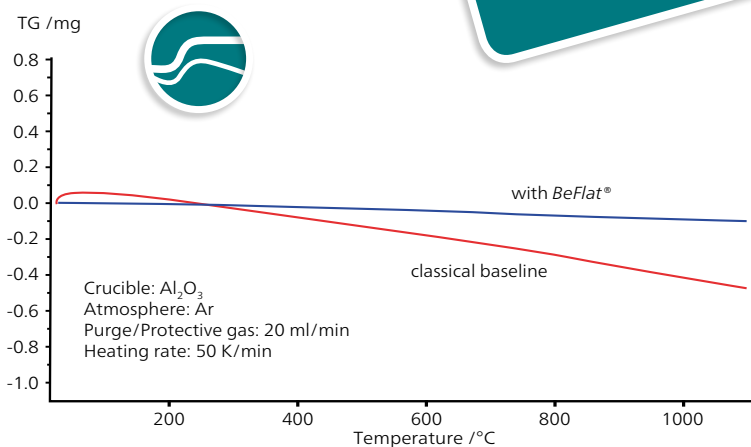


BeFlat® – 快速获取测试结果

无需基线校正，更快获得测试结果

传统TG测试中，为了保证测试结果的准确性，通常需要测试一条基线。基线的测试条件与实际样品测试条件相同，如：升温速率、气体种类、气氛流量、坩埚种类和形状等，在测试样品时扣除基线。基线可以消除仪器本身的误差和浮力效应。

区别于传统模式，TG 209 F1 Libra®无需专门做基线，极大地简化了常规测试，特别适用于工业领域的质量控制。



归功于TG-Beflat®功能，对外界影响进行自动修正

智能软件工具——用于深入分析的扩展工具

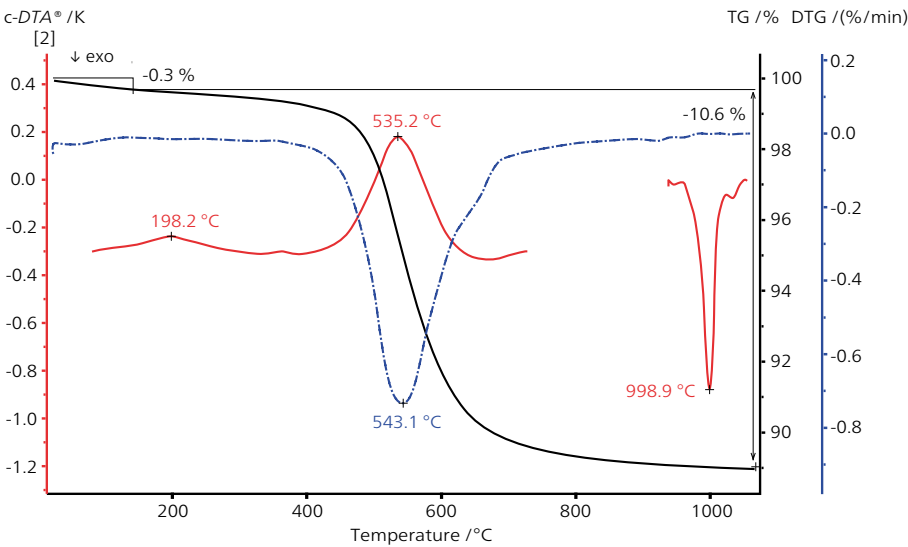
热动力学—通过预测优化工艺过程

基于一系列不同温度条件下的测试，热动力学建立分解或蒸发过程的动力学模型。借助独特的耐驰Kinetics Neo软件，即使是多步骤过程也可以精确建模。可以确定动力学参数，例如活化能，指前因子和反应级数。热动力学软件可用于预测反应体系在用户定义的条件下的反应行为，用于过程优化。

峰分离—对重叠的失重步骤进行深入分析

基于Gaussian, Cauchy, pseudo-Voigt, Fraser-Suzuki, 改进的Laplace以及Pearson等峰形的特征分布进行拟合，可以实现DTG/DTA信号中重叠峰的分离。通过峰分离，分析数据被拟合为多个单峰的叠加。

计算型DTA – 通过样品温度计算吸放热效应

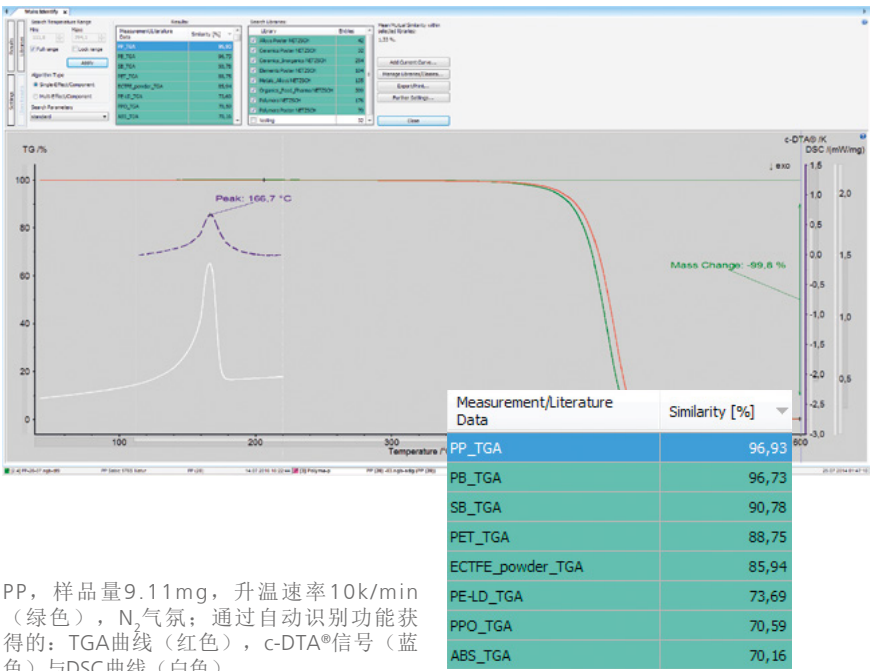


高岭土，样品量37.17mg，TGA曲线（黑线），DTG曲线（蓝线，点划线）与c-DTA®曲线（红线）

c-DTA® - 获取额外的量热信息

除了TGA和DTG曲线之外，图中还显示了通过计算型DTA信号（c-DTA®）测得的吸热和放热效应。

N₂气氛下，以10K/min的升温速率将高岭土加热至1100°C。两个吸热c-DTA®峰（198°C和535°C）与脱水和脱羟基的失重步骤相关：即表面吸附水的损失（0.3%）和层间水的损失（10.6%）。在999°C的c-DTA®放热峰对应于莫来石结构的形成。



PP，样品量9.11mg，升温速率10k/min（绿色），N₂气氛；通过自动识别功能获得的：TGA曲线（红色），c-DTA®信号（蓝色）与DSC曲线（白色）。

c-DTA®与Identify相结合

图中显示了塑料样品在600°C前的分解过程。通过识别功能，TGA曲线（绿色）匹配为PP（红色曲线），相似度96.3%。在167°C时，c-DTA®曲线（蓝色）出现吸热峰，没有对应的失重过程。Identify同样支持对c-DTA®曲线进行匹配比较。通过叠加比较PP的DSC曲线（图中白线），可以清楚地将c-DTA®峰解释为PP的熔融。

应用案例

TG 209 F1 Libra®可用于表征多种材料，包括聚合物，药物，纺织品，食品，化妆品以及其他有机和无机材料。对于研究人员来说，该仪器采用的技术是一种快速可靠的工具。其易操作性，快速分析和标准化的分析程序使TG 209 F1 Libra®成为质量控制，失效分析和研究开发领域的理想选择。



存在众多的国际标准，描述了关于聚合物热重分析的一般原理（ISO 11358），或其他特定应用，例如橡胶的组成分析（ASTM D6370）和润滑油中成分的蒸发失重（ASTM D6375）。

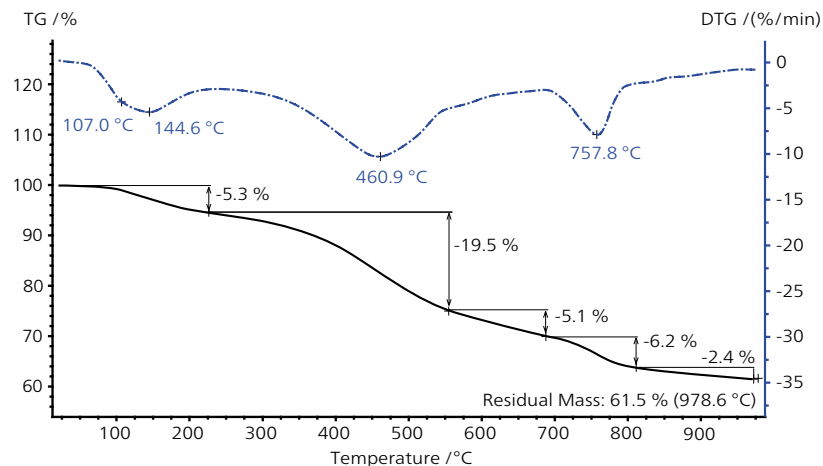
TGA可应用于

- 质量变化
- 材料识别
- 成份分析
- 分解
- 氧化
- 热稳定性
- 还原性
- 腐蚀研究
- 填料含量的测定
- 老化的影响
- 增塑剂含量和其他添加剂的测定
- 含水量的测定
- 灰分含量的测定
- 炭黑含量的测定
- 居里温度
- 反应动力学
- 纯度测定





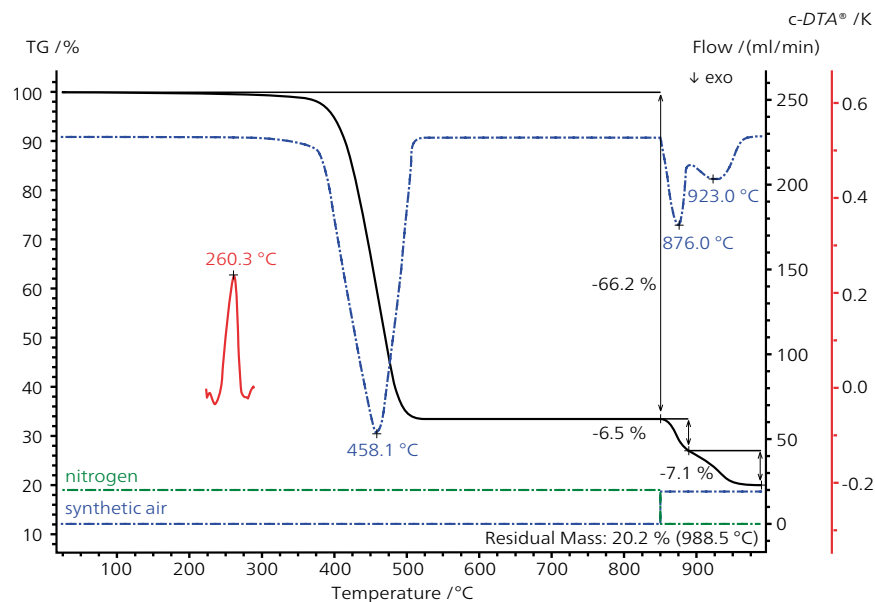
煤炭的热裂解—对复杂过程的跟踪



煤炭，TGA曲线（黑线）和DTG曲线（蓝色点划线）

煤热解是一个复杂的过程，涉及到大量化学反应。加热过程中主要生成挥发性物质（气体和焦油）和固体碳（焦）。此处氮气气氛下，以100K/min的升温速率测定质量为10mg的煤。对应的TGA曲线显示出几个失重变化，第一个失重台阶（ $\leq 210^\circ\text{C}$ ）很可能是水分的释放；其他台阶则主要来源于有机挥发物。

测定PA66中的玻璃纤维成分

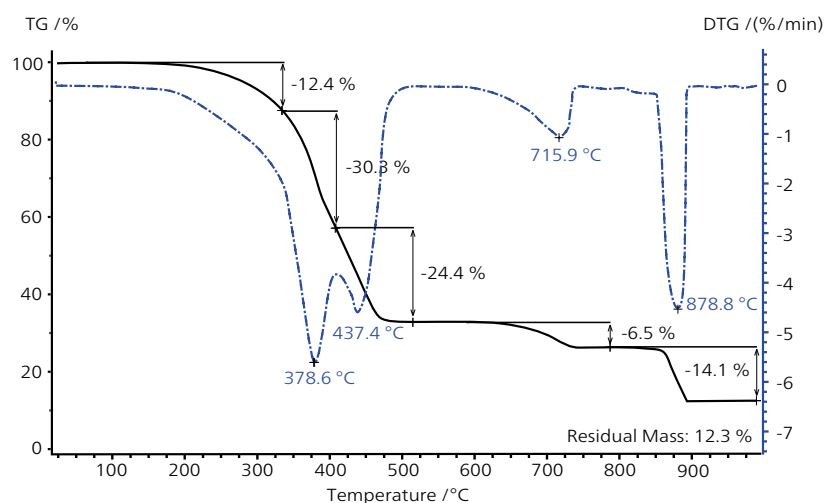


PA 66，样品量15.2 mg，加热速率10 K/min；TGA曲线（黑色），DTG曲线（蓝色点划线），c-DTA®信号（红色）

PA66是一种常见的工程塑料，有着广泛的应用。通过添加玻璃纤维等合适的填料，可以提高PA66塑料的刚性。TGA测试不仅可得到聚合物的分解过程，也可获取精确的玻璃纤维含量（此处测得989°C的残余质量为20.2%）。在850°C从氮气切换为合成空气后，从TGA曲线上也可计算得到热解烟灰的含量，以及添加的炭黑的含量。红色的c-DTA®曲线则显示了PA66的熔融峰在260°C。

对橡胶成分的综合分析必须使用TGA

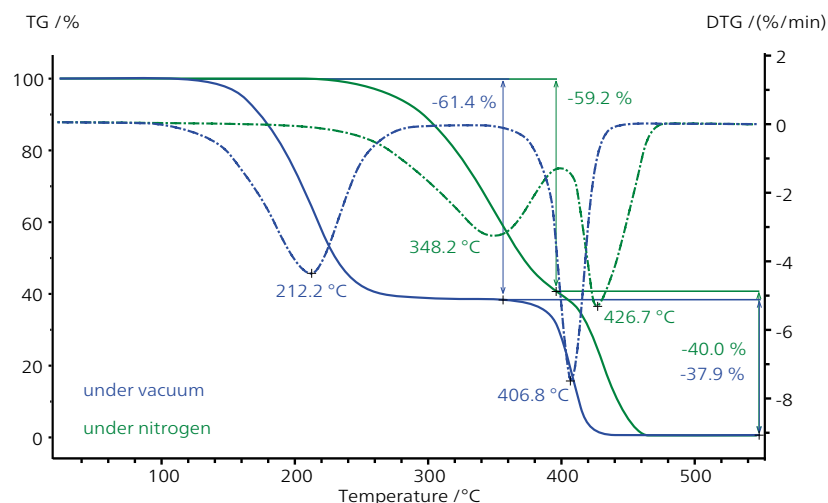
含无机填料的NR/SBR橡胶



橡胶，样品量12.2mg，升温速率10K/min，TGA曲线（黑线），DTG曲线（蓝色点划线）

TGA是用于测定橡胶制品中增塑剂与橡胶组分含量的标准的分析方法。此处显示对某一NR/SBR橡胶混合物的测试，该混合物在升温过程中释放出12.4%含量的增塑剂。图中可以准确地区分两个不同橡胶成分（NR与SBR）的分解过程。716°C下的DTG峰与相应的6.5%失重是由于无机填料白垩（ CaCO_3 ）的分解所致，该分解过程释放出 CO_2 。在850°C下切换为氧化性气氛，可以观察到炭黑的烧失，失重14.1%。残余质量12.3%包含了 CaCO_3 的分解产物 CaO ，及其他无机惰性填充物或灰分。

在真空下测试，提高增塑剂与SEBS+PP的分离效果



SEBS+PP，样品量10.4mg，常压测试（绿线）与减压测试（蓝线）的对比结果，升温速率10K/min

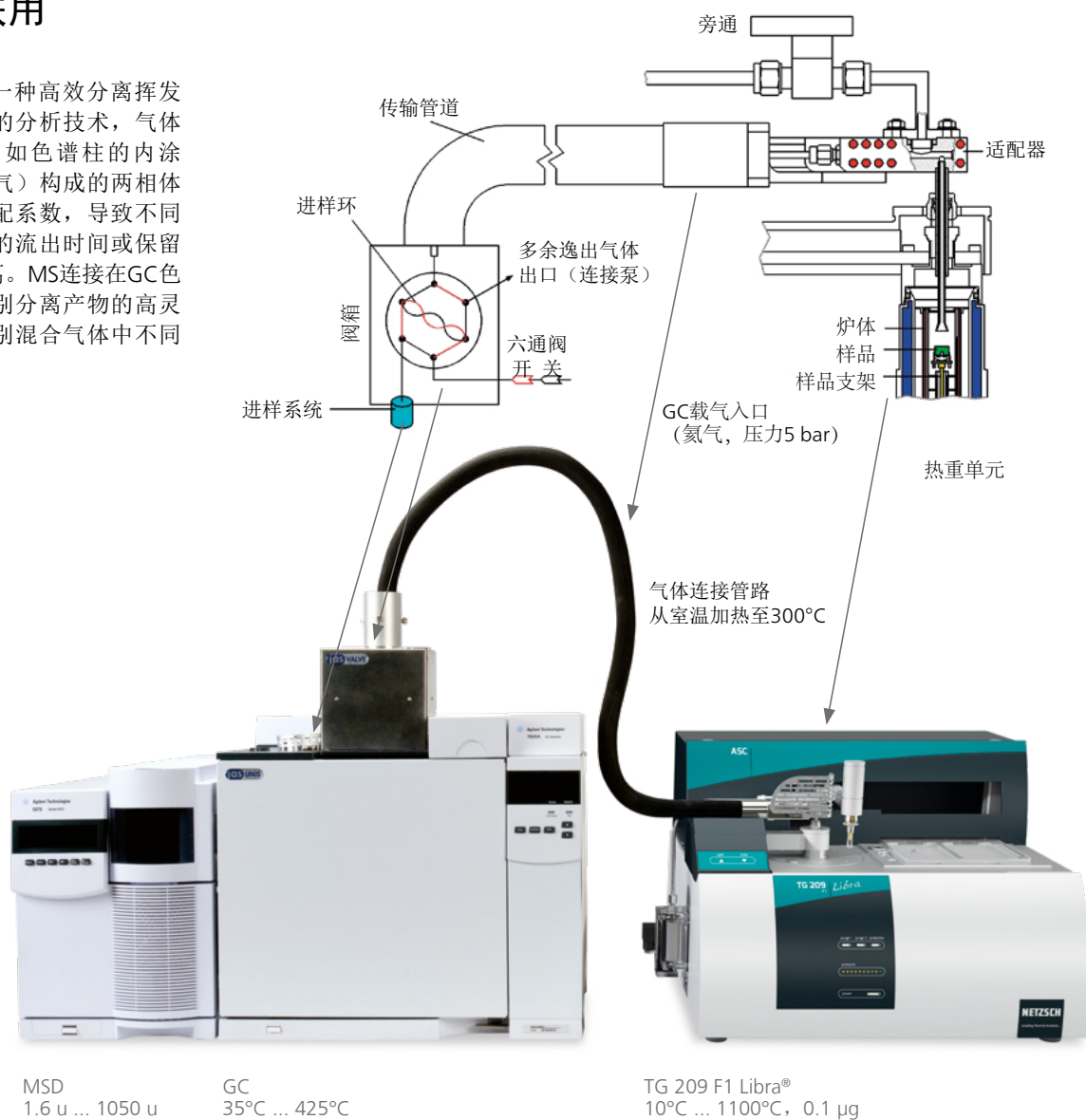
热塑性弹性体是一类共聚物或聚合物混合物，同时包含热塑性与弹性特性。它们在制造工艺（例如注模）中易于使用。对于增塑剂含量的测试，在真空下进行TGA测试具有明显的优点（图中蓝色曲线），由于减压环境下增塑剂沸点的降低，两个失重台阶（增塑剂挥发，聚合物分解）得到了有效的分离。



TG 209 F1 Libra®与气体检测设备如：FTIR（傅立叶红外变换光谱）、MS（质谱）或GC-MS（气质联用）相联用，可获得逸出气体种类随时间或温度的动态变化关系，由此获得关于所分析的材料特征信息。

与GC-MS联用

GC（气相色谱）是一种高效分离挥发物和半挥发物组分的分析技术，气体混合物在固定相（如色谱柱的内涂层）与流动相（载气）构成的两相体系中具有不同的分配系数，导致不同气体组分具有不同的流出时间或保留时间，从而实现分离。MS连接在GC色谱柱的出口，是鉴别分离产物的高灵敏度检测器，可鉴别混合气体中不同时间流出的组分。



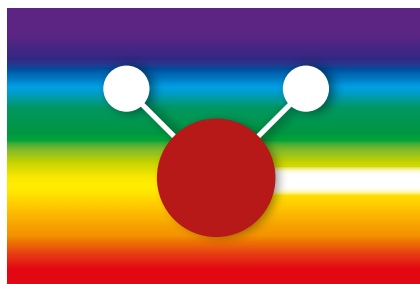
TG 209 F1 Libra®

随时准备与逸出气体分析（EGA）相联用

与FT-IR联用

遵循“1+1>2”的宗旨，耐驰公司的热重分析仪可与FT-IR（傅立叶红外变换光谱）组合成联用系统。

TGA吹扫气携带挥发物通过一根加热传输管进入红外的真空气体室，由红外分析仪根据逸出气体各组分的偶极子特征吸收峰进行鉴别，复杂的气体混合物也可以以此方式得到光谱上的分离鉴定。



带偶极子振动的分子可以使用FT-IR进行鉴定

Perseus TG 209 F1 Libra®

Perseus TG209F1 Libra®是另一种热红联用方式，由TGA与小巧的Bruker Optics FT-IR光谱仪直接相连。两个系统之间紧凑的连接设计为联用技术创立了新的标准。带内置加热功能的气体室直接连接到TGA炉体的气体出口。由于气体传输通路较短，容积小，确保气态产物快速传送，特别有利于易冷凝的气态产物。

与MS联用

TG 209 F1 Libra®与QMS 403 Aeolos®（四极杆质谱仪）联用系统能够实现材料的深入研究与表征。逸出气体穿过加热到300°C的石英毛细管，直接进入MS的电子碰撞离子源中，从而避免气体出现冷凝，保证了可靠的测试结果。



PERSEUS TG 209 F1 Libra®



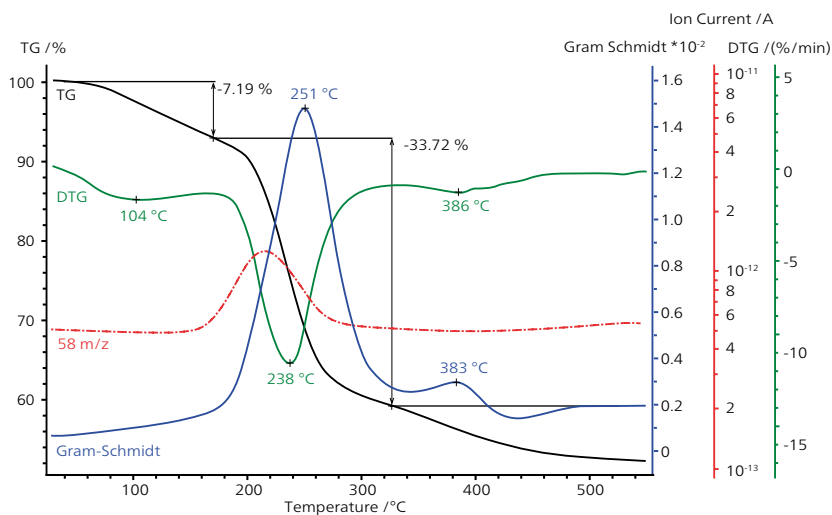
TG 209 F1 Libra®与FT-IR（Bruker TENSOR II）、MS（Aeolos®）的同步联用

TG-MS-FTIR同步联用仪及PulseTA®技术

耐驰公司采用设计独特的三通加热适配器实现TG-MS-FTIR的联用功能，配备自动进样器（ASC）可实现不间断分析。

整套TGA-MS-FT-IR系统只需通过一台装有操作软件包的电脑控制，在同一图谱中可同时显示TG、MS和FTIR曲线并进行分析。该同步联用综合了MS与FTIR的分析特色，实现“鱼与熊掌兼得”。

耐驰公司独特的PulseTA®技术可以实现对逸出气体精确的标定和定量分析。在联用领域，耐驰拥有超过40年的丰富经验积累，欢迎垂询。



温度坐标下对TGA，DTGA，FT-IR（Gram-Schmidt），QMS（m/z）信号的综合分析