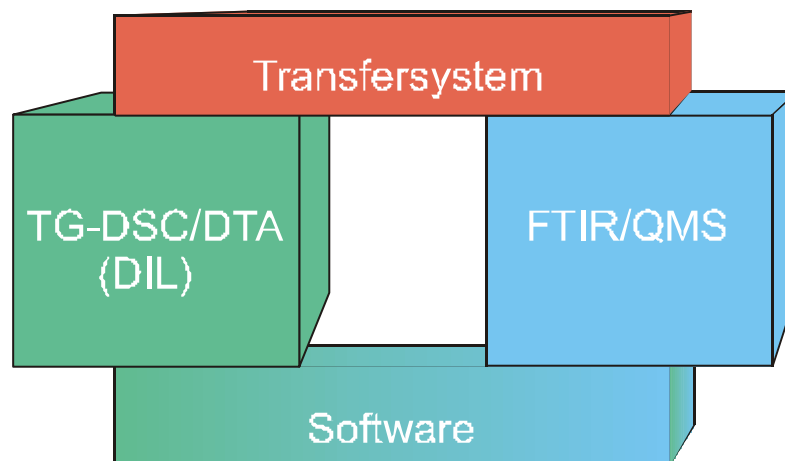


Grundlagen der Online-Kopplung von Thermoanalysegeräten mit Massenspektrometern und Fourier-Transform Infrarotspektrometern



*Erwin Kaisersberger
NETZSCH-Gerätebau GmbH,
Wittelsbacher Str. 42, 95100 Selb*

Der Informationsgewinn durch Kombination von verschiedenen Thermoanalyse-Techniken mit gasanalytischen Messmethoden ist heute in vielen Anwendungsbereichen unverzichtbar. Das Ziel einer Kopplung von Analysemethoden muss aber im Gegensatz zu einer schlichten Aneinanderreihung von Geräten die Schaffung einer neuen Funktionseinheit aus den verschiedenen Hardware- und Softwarekomponenten sein.



Dabei soll unter Beibehaltung der methodenspezifischen Eigenschaften der Einzelsysteme eine Optimierung im Hinblick auf die Gesamtfunktion der gekoppelten Systeme als Einheit angestrebt werden. Zur vorliegenden Themenstellung werden die einzelnen Baugruppen

- Thermoanalyse
- Gas-Transfersystem
- Gasanalyse

sowie die Software systematisch bezüglich relevanter Einflussfaktoren auf die Funktion und die Leistungsmerkmale bei einer online Kopplung analysiert.

In dem Thermoanalysegerät haben die erzielbare Konzentration der nachzuweisenden Gase in dem gewählten Trägergasstrom und die Gas-Strömungs-

verhältnisse besonders in Richtung des gekoppelten Transfersystems sowie Temperaturgradienten und Konvektionsströmungen Bedeutung für Nachweisgrenzen und Vermischungsfänomene.

Länge, Durchmesser, Druckverhältnisse und Temperatur bestimmen bei dem Gas-Transfersystem die Funktionalität für eine verlustfreie und unverfälschte Überführung des Gasstroms zum Gasanalysestystem bei online Kopplung.

Für die Gasanalyse bestimmen Methode, Funktionsprinzip, Geometriefaktoren mit Einfluss auf Gasströmungsverhältnisse und Druck die Effektivität und Nachweisgrenzen.

Die Korrelation von Resultaten bezüglich Temperatur und Zeit wird durch eine weitgehende Verflechtung der Software der Einzelkomponenten einer Kopplung gewährleistet.

Die für diese Betrachtung ausgewählten Gasanalysemethoden, nämlich Quadrupol-Massenspektrometrie und Fourier-Transform Infrarot-Spektrometrie erfüllen weitest gehende Wünsche bezüglich ihrer analytischen Möglichkeiten auch bei einer online Kopplung. Verschiedene Lösungswege für den Gas-transfer mit flexiblen Transferleitungen, Kapillaren, Blenden und der Skimmer[®] Kopplung werden im Hinblick auf die eingangs skizzierten Kriterien vorgestellt und diskutiert.

Für die Quantifizierung von abgespaltenen Gasen aus der thermoanalytisch zu untersuchenden Probe steht mit der PULSETA[®] eine vielseitige Kalibrieremethode zur Verfügung.

Literatur:

- [1] E. Kaisersberger, E. Post, Practical aspects for the coupling of gas analytical methods with thermal-analysis instruments, *Thermochim. Acta*, 295 (1997) 73-93
- [2] W.-D. Emmerich, E. Post, Simultaneous Thermal Analysis-Mass Spectrometer Skimmer Coupling System, *J. Thermal Anal.*, 49 (1997) 1007-1012
- [3] M. Maciejewski, A. Baiker, Quantitative calibration of mass spectrometric signals measured in coupled TA-MS system, *Thermochim. Acta*, 295 (1997) 95-105