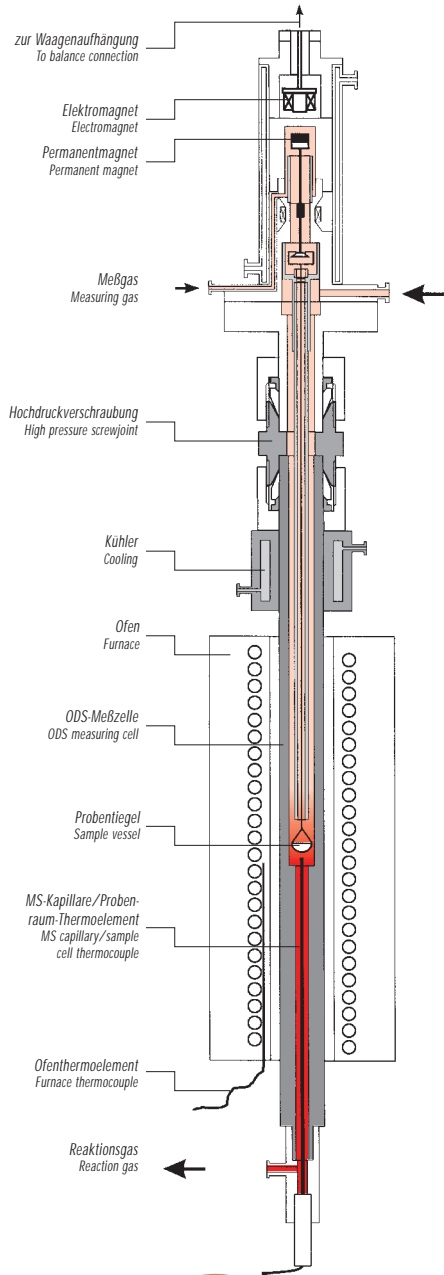


Magnetschwebewaage mit Hochdruck-Thermogravimetriemesszelle

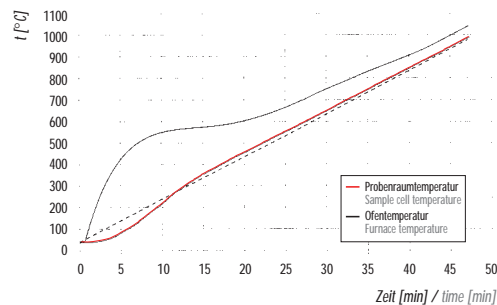
Magnetic Suspension Balance with High Pressure Thermogravimetry Measuring Cell



Für die Thermogravimetrie unter höheren Drücken wird eine spezielle Hochdruck-Meßzelle an die Schwebewaage angeflanscht, die aus einer ODS-Superlegierung (Oxid-dispersionsverfestigter Werkstoff für Hochtemperaturanwendungen) gefertigt ist. Neben dem Thermoelement kann auch eine Kapillarleitung druckdicht von unten in die Meßzelle eingeführt werden. Diese Schnüffelkapillare ermöglicht es, das Reaktionsgas direkt unter der Probe abzuziehen und einem Probensammler oder On-Line-Analysegerät (Massenspektrometer) zuzuführen. Mit Hilfe einer Kaskadenregelung wird die gewünschte Probenraumtemperatur durch die Nachführung der Ofentemperatur exakt angefahren. Auf diese Weise kann selbst in der thermisch eher trägen und mit hohen Verlusten behafteten Hochdruckmeßzelle ein genaues Temperaturprogramm gefahren werden. Der Verlauf von Ofen- und Probenraumtemperatur für eine Aufheizung bis 1000°C mit 20 °C/min ist in dem Diagramm wiedergegeben.

For high pressure thermogravimetry the measuring cell connected to the suspension balance is made of an ODS-super alloy (Oxide Dispersion Strengthened alloy for high temperature application). Beside the thermocouple a capillary tube can be installed from underneath into the measuring cell. Using this detection capillary reaction gas is discharged directly under the sample and lead to a sampler or an online gas analysis (mass spectrometer). By means of a cascade control the required sample cell temperature is exactly reached by adaptation of the furnace temperature. Therefore an accurate temperature program can be realized even in the high pressure cell in spite of its larger thermal delay and losses. The furnace and sample cell temperature curve for heating up to 1000°C with 20°C/min are shown in the diagram.

Kaskadenregelung der Probenraumtemperatur (20°C/min)
Cascade control of sample cell temperature (20°C/min)



THERMOGRAVIMETRIE

THERMOGRAVIMETRY

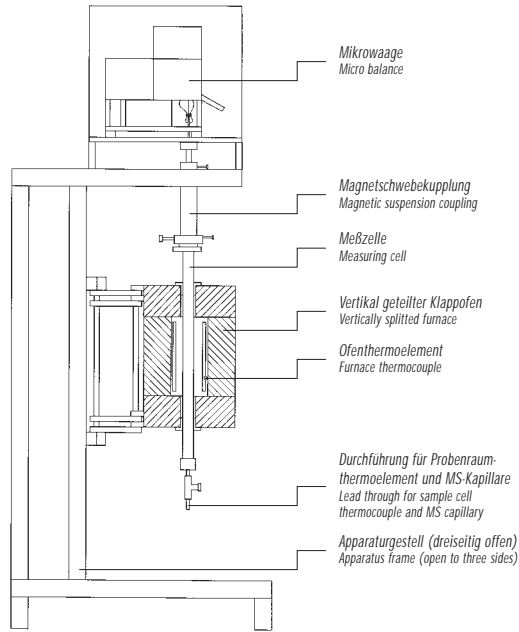
Probenraumtemperatur Sample temperature	+25 °C	...	+1100 °C
Heizrata Heating rate	0	...	60 K/min
Volumenstrom Flow rate	0	...	200 ml/min
Niederdruck Low pressure	10 ⁻² mbar	...	1,2 bar
Hochdruck High pressure	10 ⁴ mbar	...	100 bar (800 °C), 50 bar (1000 °C)
Probenmasse Sample mass	10g / 30g		
Auflösung Resolution	1 µg / 10 µg		
Reproduzierbarkeit Reproducibility	±3µg / ±20µg		
Sonderversionen: Special constructions:			
Temperatur Temperature	-180 °C	...	+2000 °C
Druck Pressure	UHV	...	600 bar
Volumenstrom Flow rate	0	...	1000 ml/min
Heizrata Heating rate	0	...	150 K/min

Thermogravimetrie mit Magnetschwebewaagen

Thermogravimetry with Magnetic Suspension Balances

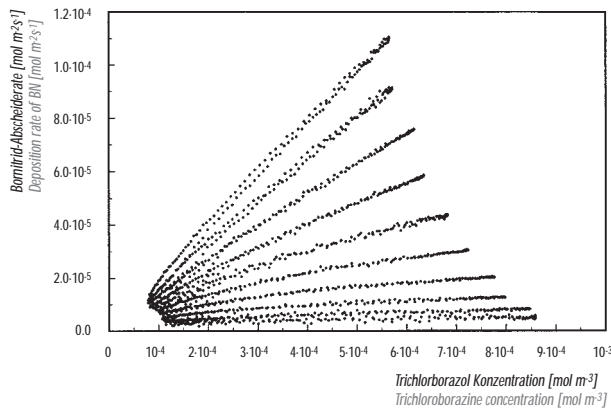
Die Besonderheit dieser Thermogravimetrieapparatur liegt in der berührungsfreien Wägung der Probe durch die Wand der Meßzelle hindurch mit Hilfe einer Magnetschwebekupplung. Das Prinzip ist in dem RUBOTHERM-Prospekt „Magnetschwebewaagen“ auf den Seiten 6-15 und 26-29 erläutert.

The exceptional feature of these TG measuring instruments lies in the contactless weighing of the sample through the wall of the measuring cell by means of a Magnetic Suspension Balance. The principle is explained in the RUBOTHERM brochure "Magnetic Suspension Balances" on pages 6-15 and 26-29.

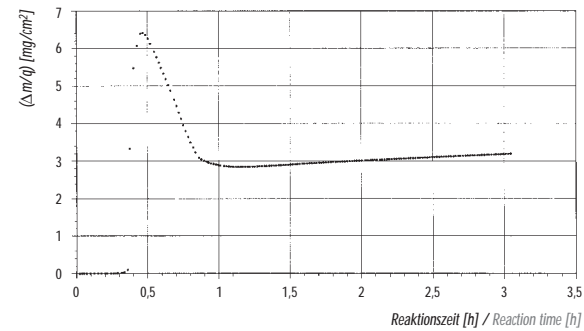


Die Untersuchung dieses Beschichtungs Vorgangs erfolgte am Institut für Oberflächentechnik und Plasmatechnische Werkstoffentwicklung der Technischen Universität Braunschweig. Dabei wurde die Verdampfung von Trichlorborazol bei 40°C - 70°C und 10 mbar sowie die nach Zersetzung erfolgte Abscheidung von Bornitrid auf Silizium-Substraten bei 780°C - 960°C mit Hilfe zweier Schwebewaagen (Auflösung 0,01 mg) gravimetrisch erfaßt.

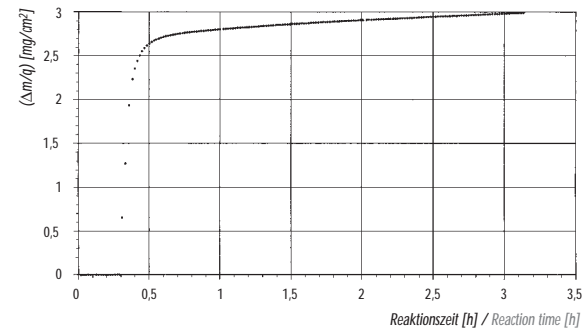
The study of this coating process was carried out at the Institut für Oberflächentechnik und Plasmatechnische Werkstoffentwicklung, Technische Universität Braunschweig. The evaporation of trichloroborazine at 40°C up to 70°C and 10 mbar as well as the following deposition of boron nitride on silicon substrates were recorded gravimetrically with two suspension balances (resolution 0.01 mg).



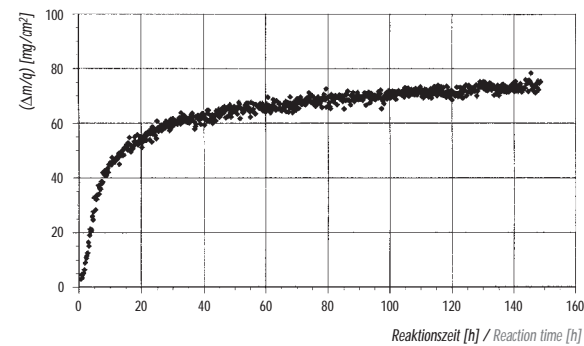
Aufkohlung an Reintitan bei 850°C; 1000 mbar; 385 ml/min H₂; 15 ml/min CH₄
Carbonisation on pure titanium at 850°C; 1000 mbar; 385 ml/min H₂; 15 ml/min CH₄



Aufkohlung an Reintitan bei 850°C; Aufheizen bis 350°C in He Gasstrom
Carbonisation on pure titanium at 850°C; heating up to 350°C in He Gasstrom



Oxidation einer diamantbeschichteten Titanprobe; 2 cm²; 400°C; 1000 mbar; 100 ml/min O₂/N₂
Oxidation of a diamond coated titanium sample; 2 cm²; 400°C; 1000 mbar; 100 ml/min O₂/N₂



Die Aufkohlungsversuche an Reintitan und die Korrosionsuntersuchung an einer diamantbeschichteten Titanprobe wurden am Institut für Werkstoffwissenschaften der Universität Erlangen mit einer Mikrogrammauflösenden Schwebewaage durchgeführt.

Bei Aufkohlung in einem H₂/CH₄ Gasstrom erhält man durch die Bildung der bis 330°C stabilen γ-Phase (Ti H_{0,4}) zunächst eine hohe Löslichkeit für Wasserstoff, der oberhalb von 330°C wieder desorbiert wird. Bei der Aufheizung unter Helium bis ca. 350°C ergibt sich das reine Aufkohlungsverhalten der Titanprobe in einem Methan-Wasserstoff-Gasgemisch. Die Langzeit-Korrosionsuntersuchung über mehr als 6 Tage zeigt die extrem hohe Genauigkeit, die bei Thermogravimetrie mit Schwebewaagen erreicht wird.

The carbonisation experiments on pure titanium and the corrosion investigation on diamond coated titanium were realized at the Institut für Werkstoffwissenschaft, Universität Erlangen using a suspension balance with microgram resolution.

Carbonisation in an H₂/CH₄ flow results first in a high solubility for hydrogen caused by the production of γ-Phase (Ti H_{0,4}) which is stable up to 330°C. Above this temperature hydrogen is desorbed again. If heated up under helium flow to 350°C the pure carbonisation behaviour of titanium in methane-hydrogen-gas mixture results. The long term corrosion measurement over more than 6 days shows the extremely high accuracy which can be achieved by using suspension balances for thermogravimetry.