

Thermogravimetrie: Überprüfung der Gerätezuverlässigkeit

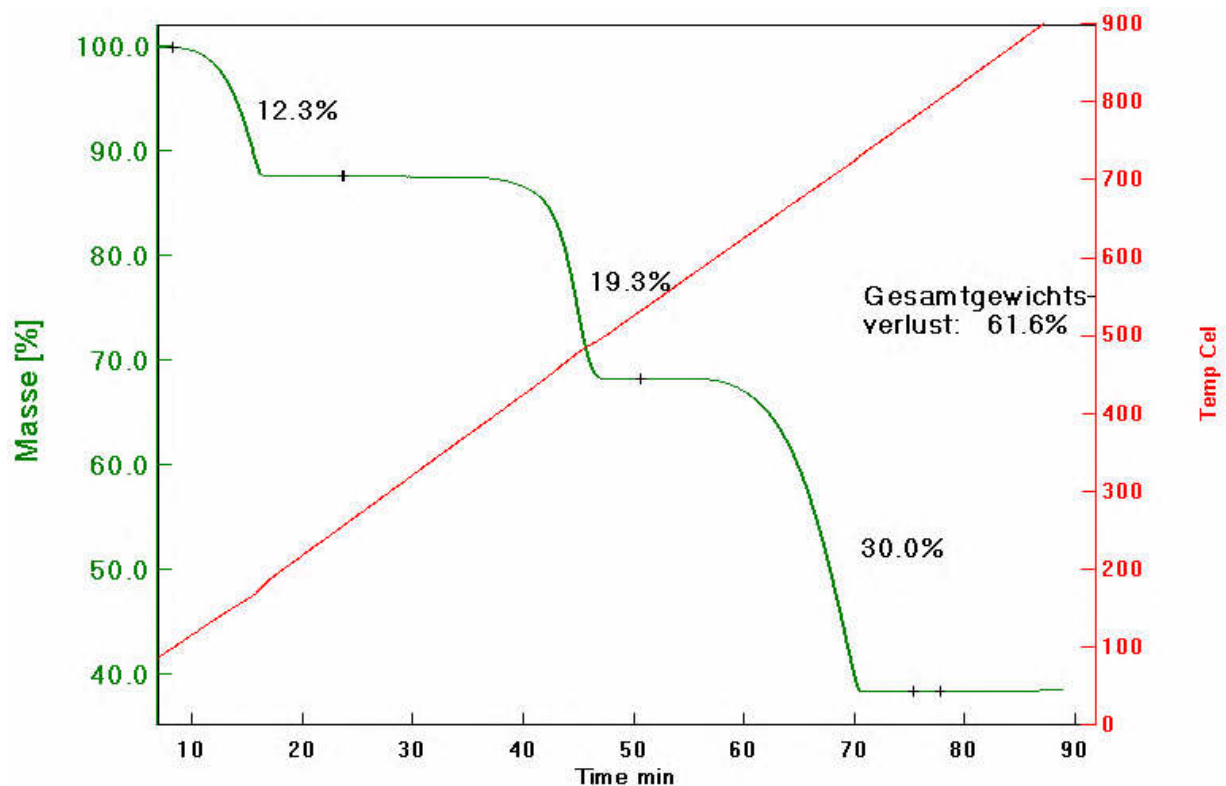
Mit Hilfe der Thermogravimetrischen Analyse (TGA) wird die Masse bzw. Masseänderung einer Probe in Abhängigkeit von Temperatur und/oder Zeit gemessen. Messbare thermische Effekte treten z. B. bei Verdampfung, Zersetzung und chemischer Reaktion eines Werkstoffs auf.

Während der Messung befindet sich die Probe im Ofenraum des TGA-Geräts auf einer Waage, so dass deren Gewicht in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit bestimmt werden kann.

Zur Gewährleistung einwandfreier Messwerte muss sowohl die Genauigkeit der Waage als auch die Genauigkeit der Masseänderung laufend überprüft werden.

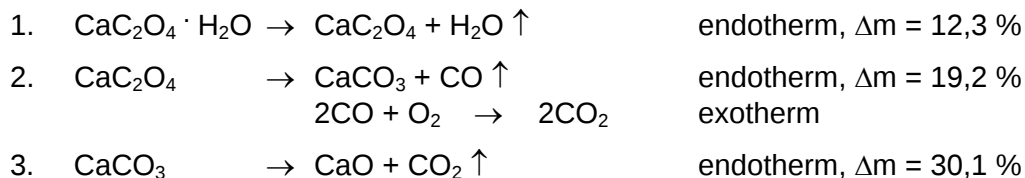
Die Prüfung der **Waagengenauigkeit** erfolgt anhand von geeichten Prüfgewichten, die etwa in der Größenordnung der eingesetzten Probenmengen liegen sollten. In unserem Hause werden 10 mg- sowie 50 mg-Gewichte verwendet.

Die Prüfung der **Genauigkeit der Masseänderung** erfolgt über die Kalibriersubstanz Calciumoxalat (Reinheit 99,9985 %). Bei dieser Verbindung tritt ein dreistufiger Masseverlust auf, sodass im Zuge einer einzigen Messung drei Werte überprüft werden können. Außerdem besitzt Calciumoxalat den Vorteil, dass die Substanz kaum hygroskopisch ist und die TGA-Messung somit sehr gut reproduzierbare Ergebnisse liefert.



TGA-Kurve: Überprüfung unseres EXSTAR600-Geräts im Mai 2009

Die drei Stufen des Masseverlusts von Calciumoxalat (an Luft) werden über folgende Reaktionsgleichungen beschrieben:



Die Messung erfolgt in einem Temperaturbereich von 20°C bis 850°C. In der Summe ergibt sich ein Gesamtgewichtsverlust von 61,6 %.

Im Rahmen unserer Geräteüberprüfung haben wir festgestellt, dass die von uns eingesetzte Kalibriersubstanz über Jahre hinweg ohne qualitative Verschlechterung reproduzierbare Werte liefert. Ein Vergleich von Calciumoxalat aus unterschiedlichen Herstellungschargen beweist ebenfalls die hervorragende Beständigkeit der Verbindung und ihre Eignung als Kalibriermedium. In unserem Hause wird allerdings darauf geachtet, dass die Auswertung der TGA-Kurve erst ab einer Temperatur von 100°C erfolgt, da ansonsten minimale Mengen anhaftenden Wassers das Ergebnis negativ beeinflussen könnten.

Die TGA-Messungen bestätigen nicht nur die hervorragende Eignung von Calciumoxalat als Prüfsubstanz, sondern - und das ist das eigentliche Thema - die hervorragende Genauigkeit unseres TGA-Geräts bezüglich der Masseänderung.

Typische Fragestellungen für die Anwendung der TGA sind beispielsweise:

- Überprüfung der thermischen Stabilität eines Werkstoffs
- Messung der charakteristischen Zersetzungstemperatur
- Analyse des Polymeranteils in Verbundmaterialien und Blends
- Ermittlung des Füllstoffgehalts beispielsweise in Polymeren

Um die gleichbleibend hohe Qualität unserer Analysenergebnisse zu gewährleisten, unterliegen unsere Messgeräte der ständigen Kontrolle. Damit erfüllen wir auch die hohen Anforderungen, die im Rahmen der Akkreditierung an unser Labor gestellt werden.