

DIN 51006

ICS 71.040.40

Ersatz für
DIN 51006:1990-10**Thermische Analyse (TA) –
Thermogravimetrie (TG) –
Grundlagen**Thermal analysis (TA) –
Thermogravimetry (TG) –
PrinciplesAnalyse thermique (TA) –
Thermogravimétrie (TG) –
Fondements

Gesamtumfang 11 Seiten

Normenausschuss Materialprüfung (NMP) im DIN

Vorwort

Diese Norm wurde vom Arbeitsausschuss NMP 814 „Thermische Analyse“ im Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erstellt.

Änderungen

Gegenüber DIN 51006:1990-10 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Die Abschnitte zur Datenerfassung, Kalibrierung, Bestimmung der Massenänderung wurden neu formuliert;
- b) der Text wurde redaktionell überarbeitet und die Verweisungen aktualisiert.

Frühere Ausgaben

DIN 51006: 1990-10

Einleitung

Thermogravimetrisch kann die Masse und/oder die Massenänderung einer Probe als Funktion der Temperatur und/oder der Zeit gemessen werden. Bei simultanen Verfahren werden Signale weiterer Kenngrößen als Funktion der Temperatur oder der Zeit gemessen. Beispielsweise werden bei simultanen Thermogravimetrie-Differenzthermoanalyse-Messungen (TG-DTA-Messungen) zusätzlich Enthalpieänderungen als Funktion der Temperatur ermittelt.

Die Thermogravimetrie dient zur Untersuchung von physikalischen Vorgängen und chemischen Reaktionen, die mit Massenänderungen verbunden sind.

Weitere Erkenntnisse können durch Messungen in verschiedenen Atmosphären und/oder bei unterschiedlichen Drücken erhalten werden.

Dampfdrücke sind thermogravimetrisch, z. B. mittels Effusionsmethoden bestimmbar. Das Sorptionsverhalten (siehe DIN ISO 9277) kann thermogravimetrisch untersucht werden.

Thermogravimetrische Messungen (TG-Messungen) können zu Untersuchungen der Reaktionskinetik herangezogen werden.

Befindet sich die Probe in einem konstanten magnetischen oder elektrischen Feld, so sind gegebenenfalls Änderungen der Krafteinwirkung auf die Probe in Abhängigkeit von der Temperatur messbar.

1 Anwendungsbereich

Diese Norm gilt für die Durchführung thermogravimetrischer Messungen an festen und flüssigen Stoffen.

Die Ermittlung der Curie-Temperatur ist thermogravimetrisch möglich.

ANMERKUNG Bei thermogravimetrischen Untersuchungen sind Gleichgewichtsbedingungen möglich. Im Allgemeinen liegen bei den Messungen stationäre Bedingungen vor.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden zitierten Dokumente sind für die Anwendung dieses Dokuments erforderlich. Bei datierten Verweisungen gilt nur die in Bezug genommene Ausgabe. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe des in Bezug genommenen Dokuments (einschließlich aller Änderungen).

DIN 1319-3, *Grundlagen der Messtechnik — Teil 3: Auswertung von Messungen einer einzelnen Messgröße, Messunsicherheit*

DIN 43762, *Messen, Steuern, Regeln — Elektrische Temperaturlaufnehmer — Messeinsätze für Widerstandsthermometer*

DIN 50014, *Klimate und ihre technische Anwendung — Normalklimate*

DIN 51005, *Thermische Analyse (TA) — Begriffe*

DIN EN 60584-2, *Thermopaare — Teil 2: Grenزابweichungen der Thermospannungen*

DIN ISO 9277, *Bestimmung der spezifischen Oberfläche von Feststoffen durch Gasadsorption nach dem BET-Verfahren*

3 Begriffe

Für die Anwendung dieses Dokuments gelten die Begriffe nach DIN 51005.

4 Einheit

Angaben zur prozentualen Massenänderung beziehen sich in dieser Norm immer auf die Probenmasse zum Beginn der Messung.

5 Geräte

5.1 Allgemeines

Thermogravimetrische Messungen werden mit einer Thermowaage ausgeführt.

Eine Thermowaage besteht aus einem Wägesystem, einer Probenhalterung, einer Einrichtung zur Temperaturmessung, einem Ofen, einer Temperaturregelung, einer Datenerfassungseinrichtung und im Regelfall einer Einrichtung zur Erzeugung einer definierten Atmosphäre.

Die Reproduzierbarkeit von thermogravimetrischen Messungen muss jeweils besser sein als 3 %, bezogen auf die auszuwertende Massenänderung. Dies gilt nur für Massenänderungen, die größer sind als das

500fache der kleinsten Massenänderung $\Delta m_{\min}$ (siehe Tabelle 1), die bei der höchsten Empfindlichkeitsstufe des Wägesystems gemessen werden kann. Die Reproduzierbarkeit ist durch den Variationskoeffizienten unter Wiederholbedingungen (siehe auch DIN 1319-3) von mindestens fünf Messungen, gegebenenfalls unter Berücksichtigung des Einflusses von Auftriebsänderungen, anzugeben.

Die Anforderungen an die Geräte gelten nur nach der vorgeschriebenen und notwendigen Einlaufzeit der Geräte.

5.2 Wägesystem

Im Regelfall sind elektromechanische Systeme im Gebrauch.

Die bei der höchsten Empfindlichkeitsstufe messbare kleinste Massenänderung $\Delta m_{\min}$ darf 1 % des Wertes des jeweiligen Messbereiches nicht überschreiten.

Die Kurzzeitabweichungen (Signalrauschen) als Differenz der Extremwerte darf im Mitteltemperaturbereich bei isothermen Programmteilen den 5fachen Wert von $\Delta m_{\min}$ während 1 min nicht überschreiten. Die Reproduzierbarkeit der Grundlinie (Blindversuch) muss besser sein als das 10fache von $\Delta m_{\min}$.

Tabelle 1

Thermowaagen-Typ	$\Delta m_{\min}^a$	Faktor	Drift
Makro	0,1 mg	50	5 mg/h
Halbmikro	10 µg	50	0,5 mg/h
Mikro	1 µg	50	50 µg/h
Ultra-Mikro	0,1 µg	50	5 µg/h
^a Kleinste Massenänderung, die bei der höchsten Empfindlichkeitsstufe gemessen werden kann.			

5.3 Probenhalterung

Die Probenhalterung dient zur Aufnahme der Probe mit oder ohne Probenbehälter.

Die Probenhalterung kann außerdem einen Temperatursensor zur Messung der Probentemperatur tragen.

Simultan-TG-DTA-DDK-Probenhalterungen tragen zusätzlich das Differenzthermoelement und die Referenzsubstanz.

5.4 Einrichtung zur Temperaturmessung

Für die Temperaturmessung sind Thermoelemente nach DIN EN 60584-2 und Widerstandsthermometer nach DIN 43762 zu verwenden.

Zur Messung der Probentemperatur wird ein Temperatursensor verwendet, der möglichst nahe der Probe angeordnet ist. Alternativ kann aus der kontinuierlich mit einem Temperatursensor gemessenen Ofentemperatur die Probentemperatur entweder bei stationären Bedingungen oder durch Kalibrierung mit Proben bekannter Umwandlungstemperatur ermittelt werden.