

	DIN 51006	
ICS 71.040.40	Ersatz für DIN 51006:2005-07	
Thermische Analyse (TA) – Thermogravimetrie (TG) – Grundlagen Thermal analysis (TA) – Thermogravimetry (TG) – Principles Analyse thermique (AT) – Thermogravimétrie (TG) – Fondements		
		Gesamtumfang 20 Seiten
DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP)		

Inhalt

	Seite
Vorwort	3
1 Anwendungsbereich	4
2 Normative Verweisungen	4
3 Begriffe	5
4 Geräte	6
4.1 Allgemeines	6
4.2 Wägeeinheit	6
4.3 Lastträger	7
4.4 Ofen	7
4.5 Temperatursteuering	8
4.6 Temperaturmessung	8
4.7 Bereitstellung einer definierten Atmosphäre	8
5 Kalibrierung	8
5.1 Allgemeines	8
5.2 Temperatur	8
5.3 Masse	11
6 Vorbereitung der Probe	11
7 Apparative Vorbereitung der Messung und Versuchsdurchführung	12
8 Darstellung der TG-Kurve	13
9 Auswertung und Korrektur	13
9.1 Bestimmung der Massenänderung	13
9.1.1 Allgemeines	13
9.1.2 Einstufige Massenänderung	13
9.1.3 Mehrstufige Massenänderung	14
9.1.4 Bestimmung des Rückstandes	17
9.2 Bestimmung charakteristischer Temperaturen und Zeiten	17
10 Prüfbericht	17
Anhang A (informativ) Kopplung der Thermogravimetrie (TG) oder der simultanen Thermogravimetrie-Differenzthermoanalyse (TG-DTA) mit weiteren Geräten	19
Literaturhinweise	20

Bilder

Bild 1 — Beispiel für eine TG-Kurve, die eine einstufige Massenabnahme zeigt	14
Bild 2 — Beispiel für eine TG-Kurve, Auswertung bei mehrstufiger Massenabnahme mit Hilfe des DTG-Signals	16

Tabellen

Tabelle 1 — Gängige Einteilung von Thermowaagen hinsichtlich der Wägeeinheit	6
Tabelle 2 — Gängige Einteilung von Thermowaagen hinsichtlich der Temperatur	7
Tabelle 3 — Empfohlene Substanzen für die Kalibrierung mittels Schmelztemperatur nach DIN 51007	9
Tabelle 4 — Empfohlene Substanzen für die Kalibrierung mittels magnetischer Phasenumwandlung und deren veröffentlichten Phasenumwandlungstemperaturen	10

Vorwort

Dieses Dokument wurde vom Arbeitsausschuss NA 062-08-14 AA „Thermische Analyse“ im DIN-Normenausschuss Materialprüfung (NMP) erstellt.

Es wird auf die Möglichkeit hingewiesen, dass einige Elemente dieses Dokuments Patentrechte berühren können. DIN ist nicht dafür verantwortlich, einige oder alle diesbezüglichen Patentrechte zu identifizieren.

Aktuelle Informationen zu diesem Dokument können über die Internetseiten von DIN (www.din.de) durch eine Suche nach der Dokumentennummer aufgerufen werden.

Änderungen

Gegenüber DIN 51006:2005-07 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) der Abschnitt „Normative Verweisungen“ wurde aktualisiert;
- b) Anpassung an die Begriffe in DIN 51005 und Erweiterung des Abschnitts „Begriffe“;
- c) die Abschnitte „Einleitung“ und „Einheit“ wurden entfernt;
- d) der Abschnitt „Geräte“ wurde neu gegliedert und inhaltlich überarbeitet;
- e) der Abschnitt „Kalibrierung“ wurde neu strukturiert, die Verfahren A und B zusammengefasst und die Anzahl der mindestens notwendigen Kalibriermaterialien von 3 auf 2 reduziert;
- f) Tabelle 3 „Empfohlene Substanzen für die Kalibrierung mittels Schmelztemperatur nach DIN 51007“ und Tabelle 4 „Empfohlene Substanzen für die Kalibrierung mittels magnetischer Phasenumwandlung und deren veröffentlichten Phasenumwandlungstemperaturen“ wurden eingefügt;
- g) Abschnitte „Probenahme“ und „Probenvorbereitung“ wurden inhaltlich überarbeitet und zu Abschnitt 6 „Vorbereitung der Probe“ zusammengeführt;
- h) „Apparative Vorbereitung der Messung und Versuchsdurchführung“ wurde als Abschnitt 7 ergänzt;
- i) 9.1 „Bestimmung der Massenänderung“ wurde geändert und redaktionell überarbeitet;
- j) Prüfbericht wurde angepasst;
- k) Anhang A zu Kopplungen und simultaner Thermogravimetrie wurde eingefügt;
- l) das Literaturverzeichnis wurde eingefügt;
- m) das Dokument wurde redaktionell überarbeitet.

Frühere Ausgaben

DIN 51006: 1990-10, 2005-07

1 Anwendungsbereich

Dieses Dokument legt allgemeine Grundlagen für Anwendungen der thermogravimetrischen Analyse (TGA) an festen und flüssigen Stoffen fest.

Zur Bezeichnung der Messung ist der Begriff „Thermogravimetrie“ (TG) üblich.

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

Simultane Verfahren ermöglichen die gleichzeitige Messung weiterer Kenngrößen als Funktion der Temperatur oder der Zeit.

ANMERKUNG 1 Beispielsweise werden bei Thermogravimetrie-Differenzkalorimetrie-Messungen (TG-DSC) gleichzeitig zu Massenänderungen Enthalpieänderungen ermittelt. Weitere simultane Verfahren sind in Anhang A aufgeführt.

Gekoppelte TG-Verfahren ermöglichen die anschließende Messung weiterer Kenngrößen durch Analyse des Abgasstromes.

ANMERKUNG 2 Beispielsweise wird bei der Emissionsgasanalyse (EGA) der Abgasstrom mittels Fourier-Transform-Infrarotspektroskopie (TG-FTIR), Gaschromatographie (TG-GC) oder Massenspektrometrie (TG-MS) untersucht.

Thermomagnetische TG-Verfahren erlauben Messungen der Änderung der Krafteinwirkung auf eine ferromagnetische Probe in einem konstanten magnetischen oder elektrischen Feld in Abhängigkeit von der Temperatur (Ermittlung der Curie-Temperatur).

Dampfdrücke sind thermogravimetrisch, z. B. mittels Effusionsmethoden, bestimmbar. Das Sorptionsverhalten kann ebenfalls thermogravimetrisch untersucht werden.

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

ANMERKUNG 3 Thermogravimetrisch wird der Wägewert und/oder die Änderung des Wägewertes einer Probe bestimmt. Üblicherweise wird im Zusammenhang mit thermogravimetrischen Messungen von der Bestimmung der Masse bzw. der Massenänderung gesprochen. Nähere Informationen finden sich in DIN 1305.

WARNUNG — Die Anwendung dieses Dokuments kann die Verwendung gefährlicher Stoffe, Vorgänge und Prüfeinrichtungen vorsehen. Es wird nicht der Anspruch erhoben, dass in dieser Norm alle mit ihrer Anwendung verbundenen Sicherheits- und Umweltrisiken angemessen behandelt werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden Dokumente werden im Text in solcher Weise in Bezug genommen, dass einige Teile davon oder ihr gesamter Inhalt Anforderungen des vorliegenden Dokuments darstellen. 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 51005, *Thermische Analyse (TA) — Begriffe*

DIN 51007, *Thermische Analyse (TA) — Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) — Allgemeine Grundlagen*¹

¹ In Überarbeitung als DIN 51007-1 (zurzeit Entwurf).

3 Begriffe

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

DIN und DKE stellen terminologische Datenbanken für die Verwendung in der Normung unter den folgenden Adressen bereit:

- DIN-TERMinologieportal: verfügbar unter <https://www.din.de/go/din-term>
- DKE-IEV: verfügbar unter <https://www.dke.de/DKE-IEV>

3.1

Thermowaage

Gerät, das die Masse einer Probe als Funktion der Temperatur und/oder der Zeit erfasst

3.2

Masse

m

Eigenschaft eines Körpers, die sich sowohl in Trägheitswirkungen gegenüber einer Änderung seines Bewegungszustandes als auch in der Anziehung auf andere Körper äußert

3.3

Massenänderung

Δm

Differenz der Masse einer Probe innerhalb eines Zeit- und/oder Temperaturfensters

3.4

relative Massenänderung

Δm_{rel}

Massenänderung einer Probe innerhalb eines Zeit- und/oder Temperaturfensters bezogen auf eine definierte Ausgangsmasse

Anmerkung 1 zum Begriff: Diese Ausgangsmasse ist vorzugsweise die Masse bei der Starttemperatur oder -zeit.

3.5

Gewichtskraft

F_G

Produkt aus Masse m und Fallbeschleunigung g

3.6

Wägeeinheit

Teil einer Waage, der alle mechanischen und elektronischen Einrichtungen umfasst

Anmerkung 1 zum Begriff: Das können Lastträger, Kraftübertragung, Wägezelle und Messwertanzeige sein.

3.7

Atmosphäre

Gas oder Gasgemisch sowie der im Probenraum herrschende Druck

3.8

TG-Kurve

thermogravimetrische Messkurve

Auftragung der Masse m bzw. der Massenänderung Δm einer Probe auf der Ordinate als Funktion der Temperatur T oder der Zeit t auf der Abszisse

3.9
Auftriebskurve

Messkurve des Messsystems ohne Probe, aber mit Probenhalter bzw. Tiegel, unter Verwendung der gleichen Atmosphäre wie bei der zu korrigierenden Messung

Anmerkung 1 zum Begriff: Der Begriff „Auftriebskurve“ in der Thermogravimetrie entspricht dem in DIN 51005 für allgemeine Anwendungen definierten Begriff „Nulllinie“.

3.10
Curie-Temperatur

T_C
Temperatur des reversiblen Phasenübergangs zwischen dem ferromagnetischen und dem paramagnetischen Zustand

4 Geräte

4.1 Allgemeines

Thermowaagen bestehen aus den im Folgenden beschriebenen Komponenten:

- Wägeeinheit (siehe 4.2);
- Lastträger mit oder ohne Tiegel (siehe 4.3);
- Ofen (siehe 4.4);
- Einrichtung zur Temperatursteu­erung und -messung (siehe 4.5 und 4.6);
- Einrichtung zur Erzeugung einer definierten Atmosphäre (siehe 4.7);
- Einrichtung zur Messwerterfassung und Weiterverarbeitung von Temperatur, Zeit und Masse.

4.2 Wägeeinheit

Thermowaagen arbeiten im Allgemeinen nach dem Prinzip der elektromagnetischen Kraftkompensation. Dabei wird der Waagebalken durch zwei auf beiden Seiten der Waagearme angebrachten elektromagnetischen Spulen in immer derselben Position gehalten. Apparaturen mit horizontal oder vertikal angebrachtem Lastträger werden verwendet. Jede Auslenkung der Waage aus ihrer Ruheposition wird von einem Sensor erfasst und der Strom durch die Magnetspulen so geregelt, dass die Waage in der Anfangsposition gehalten wird. Der Strom ist dann ein Maß für die Massenänderung.

Bei Magnetschwebewaagen ist der Probenkörper räumlich vollständig von der Wägeeinheit getrennt. Die Kraftübertragung von der Probe auf die Wägeeinheit erfolgt über ein Magnetfeld.

Andere Bauarten von Thermowaagen sind zulässig, soweit sie die Anforderungen dieses Dokuments erfüllen.

Übliche Einteilungen von Thermowaagen hinsichtlich ihrer Wägeeinheit basieren auf der kleinsten Massenänderung, die bei der höchsten Empfindlichkeitsstufe angezeigt werden kann ($\Delta m_{\min}$), siehe Tabelle 1.

Tabelle 1 — Gängige Einteilung von Thermowaagen hinsichtlich der Wägeeinheit

Thermowaage	$\Delta m_{\min}$
Makro	0,1 mg
Halbmikro	10 µg