



Hitze und Kälte: Was die Thermoanalytik uns zu sagen hat

Unter den Begriffen „thermische Analyse“ oder „Thermoanalyse“ versteht man Analyseverfahren, mit denen temperaturabhängige physikalische und chemische Eigenschaften von Substanzen untersucht werden können. Im Allgemeinen wird bei der Thermoanalyse eine Probe einem kontrollierten Temperaturprogramm ausgesetzt. Währenddessen werden die thermisch induzierten Phänomene gemessen. Typische Informationen, die durch thermoanalytische Verfahren gemessen bzw. abgeleitet werden können, sind beispielsweise Phasenübergänge (z. B. Schmelz- und Siedepunkt, Kristallisation), Reaktionswärmen, Wärmekapazitäten oder Massenänderungen in Abhängigkeit von Temperatur und Zeit (z. B. thermische Stabilität und Zersetzung, Freisetzung flüchtiger Bestandteile). Bei der AQura GmbH können viele dieser Eigenschaften im Temperaturbereich ab etwa -150 °C bis zu teilweise 1.500 °C gemessen werden.

Thermoanalytische Verfahren

Es gibt eine Vielzahl thermoanalytischer Verfahren wie die Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC), die Thermogravimetrie (TGA), die Thermo-mechanische Analyse (TMA) oder die Emissionsgasanalyse (EGA). Die Wahl der geeigneten Methode ist abhängig von der Fragestellung.

Funktionsweise der DSC

Die Dynamische Differenzkalorimetrie (engl. differential scanning calorimetry, DSC) ist die bekannteste und auch eine der vielseitigsten thermoanalytischen Methoden. Hier befinden sich in der beheizbaren Messzelle (Ofen) ein Tiegel mit der Probe und ein leerer Referenztiegel. Beim Heizen (oder Kühlen) der Messzelle sind beide Tiegel der gleichen Temperaturänderung ausgesetzt (s. Abb. 1 und 2). Durch thermisch bedingte Vorgänge in der Probe (im Probentiegel), wie Phasenänderungen (z. B. Schmelzen, Kristallisieren, Sieden) oder chemische Reaktionen, entsteht eine Temperaturdifferenz zum Referenztiegel. Aus dieser Temperaturdifferenz können Rückschlüsse auf die physikalischen und chemischen Vorgänge in der Probe gezogen werden.

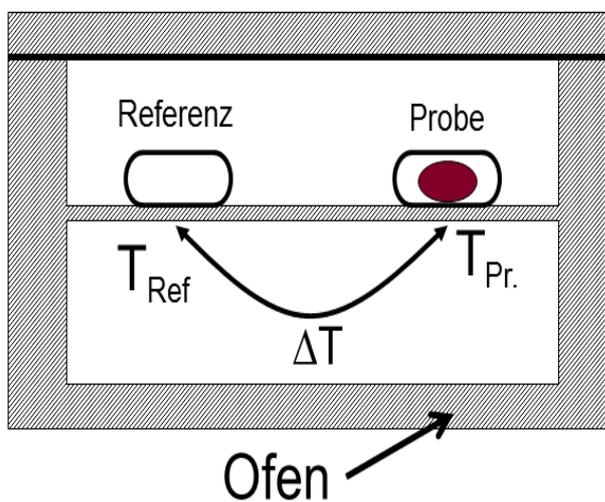


Abbildung. 1: Schematische Darstellung der Funktionsweise der DSC-Methode mit zwei Tiegeln in einem Ofen



Abbildung 2: Ofen eines DSC-Geräts: links Tiegel mit der Probe (S, sample), rechts Referenztiegel (R)

Einsatzmöglichkeiten der DSC

Die DSC kommt bei ganz unterschiedlichen Fragestellungen und bei der Untersuchung von verschiedensten Materialien zum Einsatz.

Bei der Untersuchung und Prüfung von polymeren Werkstoffen spielen DSC-Analysen oft eine zentrale Rolle. Hier sind die Glasübergangstemperatur (die von der Heiz- und Kühlrate beeinflusst wird) und der Schmelzpeak oft entscheidende Größen für die Charakterisierung von thermoplastischen Kunststoffen (s. Abb. 3). Duroplastische Kunststoffe hingegen, wie Epoxidharze, gehen in einer Härtingsreaktion von einer niedermolekularen Flüssigkeit zu einem hochmolekularen glasartigen Festkörper über. Die Glasübergangstemperatur wird hier über den chemischen Umsatz gesteuert (s. Abb. 4). Die in DSC-Analysen gemessenen Reaktionsenthalpien liefern Rückschlüsse auf die Reaktionskinetik bei Härtingsreaktionen von Duroplasten.

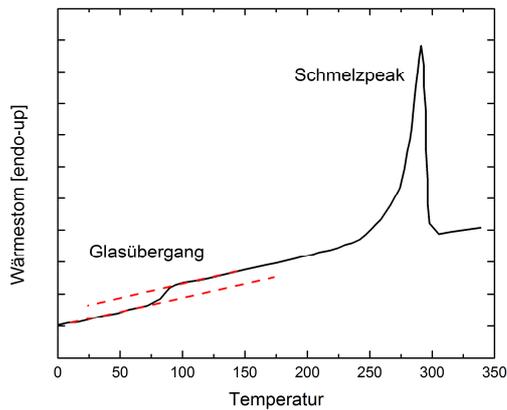


Abbildung 3: DSC-Analyse: Thermisches Verhalten eines Polymers

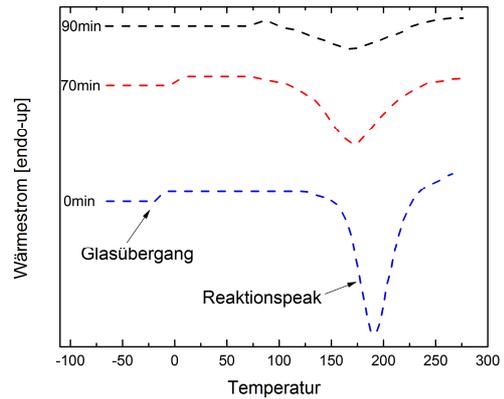


Abbildung 4: Bestimmung der Restreaktionsenthalpie an einem Epoxidharz nach der isothermen Härtung (Messung nach verschiedenen Aushärtezeiten)

Auch im pharmazeutischen Umfeld sind thermische Analysen oft von großer Bedeutung. So können Verunreinigungen von Substanzen unter Umständen durch eine Schmelzpunktänderung erkannt werden. Von großem Interesse ist die Bestimmung amorpher Anteile in Zubereitungen, da diese Anteile oft Auswirkungen auf die Feuchtigkeitsaufnahme einer Substanz haben. Ein wichtiges Feld ist auch die Polymorphie. Unter Polymorphie versteht man die Eigenschaft einer Substanz, in verschiedenen kristallinen Formen zu existieren. Da der polymorphe Zustand entscheidenden Einfluss auf die Löslichkeit von Wirkstoffen haben kann, ist die Analyse auf Polymorphismus oft notwendig (s. Abb. 5).

Darüber hinaus liefert die DSC-Messtechnik wichtige Informationen bei der Untersuchung von Katalysatoren, Metalllegierungen, Baumaterialien, Flüssigkristallen oder im Bereich der Lebensmitteltechnik.

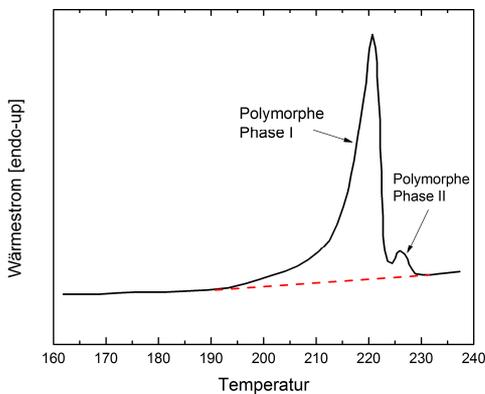


Abbildung 5: DSC-Analyse: Ein Wirkstoff liegt in zwei kristallinen Strukturen vor.

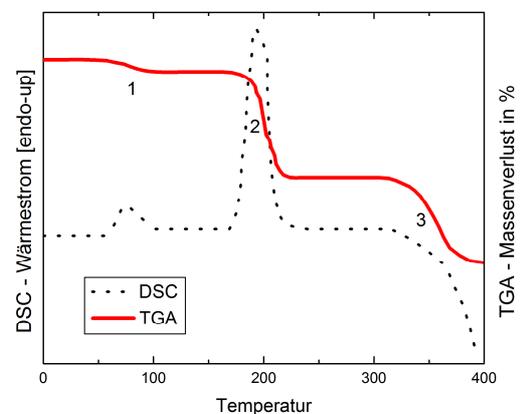


Abbildung 6: Kombination von DSC und TGA: 1. Verdunstung von Feuchtigkeit, 2. Kristallwasserverlust, 3. Zersetzung

Die Thermogravimetrie

Die thermogravimetrische Analyse (TGA) kann oft als wertvolle Ergänzung zur Differenzkalorimetrie hinzugezogen werden.

Mit der Thermogravimetrie wird die Massenänderung einer Probe als Funktion der Temperatur und der Zeit untersucht. Vom Messprinzip entspricht die TGA einer Mikrowaage mit einer heizbaren Messzelle. Die Mikrowaage zeichnet die Massenänderungen während eines Aufheizevorgangs auf. Dadurch lässt sich erkennen, in welchen Temperaturbereichen flüchtige Anteile der Probe entweichen oder thermisch induzierte Zersetzungen stattfinden. Bei Feststoffen kann sogar die „normale“ Feuchte von Kristallwasser unterschieden werden (s. Abb. 6). Diese zeit- und temperaturabhängigen Massenänderungen können sehr typisch für die Zusammensetzung von Stoffen sein. Durch die geeignete Wahl von Spülgasen können zusätzliche „Effekte“ erzwungen werden. Bei Messungen unter Sauerstoff werden Oxidationsvorgänge induziert und können anhand von Massenänderungen untersucht und nachgewiesen werden.

Fazit

Die Thermoanalyse bietet mehr als Schmelz- und Siedepunkte. Neben den Eigenschaften bei der jeweiligen Temperatur liefern diese Verfahren auch Informationen über den Aufbau und die Zusammensetzung einer bestimmten Probe (Kristallwasser, amorphe und kristalline Strukturen etc.). Durch die Wahl von geschickten Analysenparametern, die auf Ihre konkrete Fragestellung hin ausgerichtet sind, erhalten Sie bei der AQura GmbH mehr als ein einfaches DSC-Diagramm.

Wir sichern Ihnen somit ein hohes Qualitätsniveau aller Untersuchungen zu. Mit der Erfahrung aus einer langen Konzerntradition werden Ihre Aufgaben von unseren Spezialisten ideenreich und zielstrebig gelöst.

Gerne erstellen wir Ihnen für Ihre speziellen Fragen ein individuelles Angebot. Bitte sprechen Sie uns an!

AQura GmbH

Standort Marl

Paul-Baumann-Str. 1
45772 Marl

Standort Hanau

Rodenbacher Chaussee 4
63457 Hanau

www.aqura.de

Stand der Information: September 2014