

## Einflussfaktoren auf das TG-Messergebnis

Dr. Stefan Schmöler

### Einleitung

In Application Note 032 wurde der Einfluss von Atmosphäre und Probenform auf das TG-Messergebnis anhand von Beispielen aus dem Bereich der thermoplastischen Elastomere eingehend dargestellt. Eine weitere Einflussgröße auf das Messergebnis ist nicht nur die Art des Spülgases (z.B. inert oder oxidativ), sondern auch die Spülgasrate, der Einfluss des Tiegels, das Verhältnis Oberfläche zu Masse und ob im offenen oder geschlossenen Tiegel gemessen wurde.

### Messergebnisse

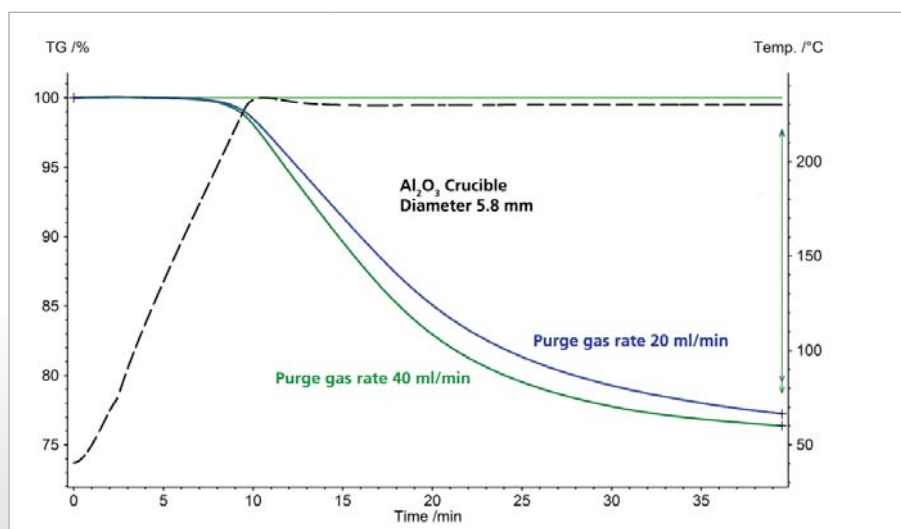
#### Einfluss der Spülgasrate

Abbildung 1 zeigt die TG-Kurven für eine Polymeradditivformulierung bei zwei verschiedenen Spülgasraten. Die feste Probe wurde dabei unter Stickstoff auf 230 °C aufgeheizt; diese Temperatur wurde konstant gehalten. Während des Aufheizvorgangs schmilzt die Probe bei 75 °C auf und liegt dann im flüssigen Aggregatzustand vor.

Für beide Messungen wurde eine Einwaage von 10,50 mg verwendet; die Aufheizrate betrug 20 K/min. Der zu beobachtende Massenverlust hängt stark von der verwendeten Spülgasrate ab. Im Falle einer Spülgasrate von 40 ml/min (grüne TG-Kurve) kann man einen Massenverlust von 23,6 % beobachten; für die reduzierte Spülgasrate von 20 ml/min (blaue TG-Kurve) liegt ein Massenverlust von nur 22,8 % nach gleicher Zeit vor. Die Massenverluststufe resultiert bei diesem Beispiel nicht aus der Zersetzung der Probe, sondern stellt vielmehr die Verdampfung der flüchtigen Bestandteile dar. Durch hohe Spülgasraten kann somit der Prozess der Verdampfung beschleunigt werden.

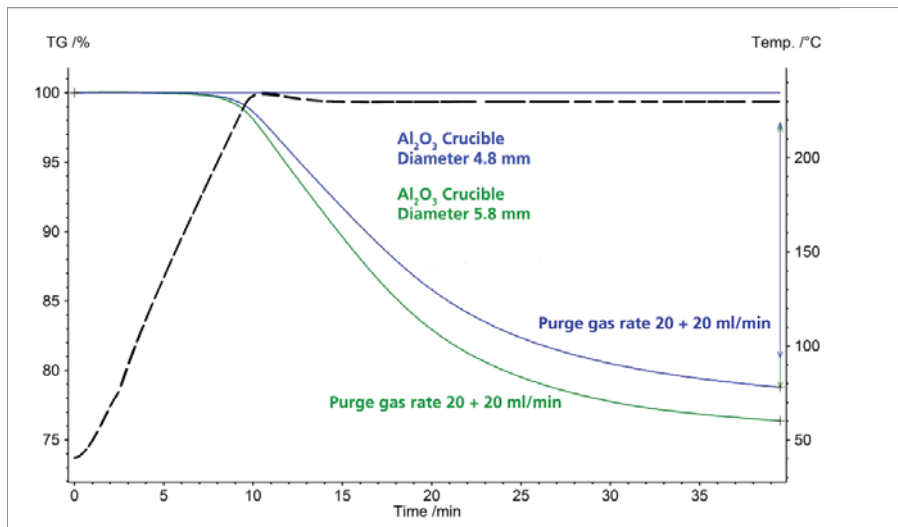
#### Einfluss des Tiegels, Verhältnis Oberfläche zu Masse

Einen vergleichbaren Einfluss hat auch die Wahl des Tiegels auf das TG-Messergebnis. Abbildung 2 zeigt die Messergebnisse an der identischen Probe aus Abbildung 1. Hier wurden alle Messparameter (Temperaturprogramm, Einwaage, Atmosphäre) identisch gewählt. Der einzige Unterschied war die Tiegelgeometrie. Zur Aufnahme der blauen Kurve wurde ein Tiegel mit kleinerem Durchmesser gewählt als zur Aufnahme der grünen Kurve. Auch hier zeigt sich ein deutlicher Unterschied in der Massenverluststufe. Im Falle des großen Tiegels (grüne Kurve) kann ein Massenverlust von 23,6 %, für den kleineren Tiegel (blaue Kurve) bei identischen Messbedingungen ein Massenverlust von 21,2 % beobachtet werden. Das Verhältnis Oberfläche zu Masse spielt in der thermogravimetrischen Analyse für die Reproduzierbarkeit der Messergebnisse immer eine entscheidende Rolle.



1 Einfluss der Spülgasrate auf das TG-Messergebnis

## APPLICATIONNOTE Einflussfaktoren auf das TG-Messergebnis

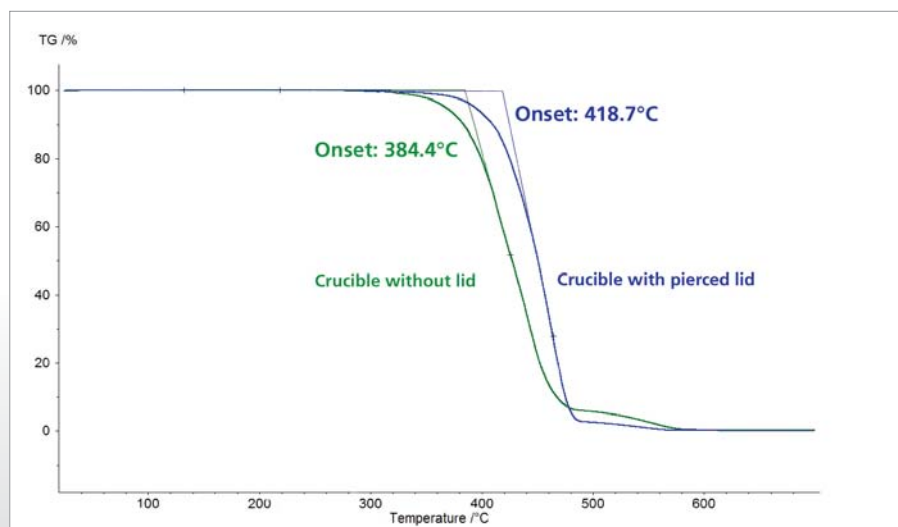


2 Einfluss des Tiegeldurchmessers auf das TG-Messergebnis

### Messung mit und ohne Tiegeldeckel

Neben der Geometrie des Tiegels ist auch bei dem Vergleich von Ergebnissen entscheidend, ob für die Messung ein Deckel verwendet wurde. Für gewöhnlich werden TG-Untersuchungen ohne Deckel durchgeführt. Ausnahmen bestehen bei kriechenden oder aus dem Tiegel herauslaufenden Proben. In solchen Fällen werden üblicherweise geschlossene Tiegel verwendet. Abbildung 3 zeigt hierzu das unterschiedliche Zersetzungsverhalten einer HDPE Probe, gemessen im  $\text{Al}_2\text{O}_3$  Tiegel ohne Deckel und im Tiegel mit gelochtem Deckel. Die Einwaage betrug für beide Messungen 10 mg, die Heizrate 10 K/min. Die Messungen wurden unter synthetischer Luftatmosphäre durchgeführt. Unter diesen

Messbedingungen ist von einem thermooxidativen Abbau des Polyolefins auszugehen. Der im Spülgas (synthetische Luft) enthaltene Sauerstoff ist auch gleichzeitig ein Reaktionspartner für die Probe. Daher beeinflusst die Sauerstoffkonzentration an der Probe direkt den Abbau bzw. dessen Beginn. Dies kann man anhand der extrapolierten Onset-Temperaturen in Abbildung 3 auswerten. Bei der Messung ohne Deckel beginnt der Abbau bereits bei 384 °C; bei der Messung mit gelochtem Deckel hingegen ist ein Abbau erst ab 419 °C zu beobachten. Für die Messung mit gelochtem Deckel kommt die Probe erst verzögert mit dem Sauerstoff in Kontakt, sodass eine Oxidation erst bei höherer Temperatur eintritt. Die verbleibende Restmasse ist davon jedoch unbeeinflusst und daher bei beiden Messbedingungen identisch.



3 Zersetzungsverhalten einer HDPE-Probe; Messung im  $\text{Al}_2\text{O}_3$ -Tiegel ohne Deckel und Tiegel mit gelochtem Deckel