

Sicherheit – Verfahrens- und Anlagensicherheit

THERMOANALYTISCHE UNTERSUCHUNGEN



Thermoanalyse

In dem nach ISO 17025 akkreditierten „Sicherheitstechnischen Laboratorium“ der Verfahrens- und Anlagensicherheit werden zur Ermittlung sicherheitstechnischer Kenngrößen u. a. thermoanalytische Untersuchungen von Stoffen und Stoffgemischen qualitätsgesichert, auch nach GLP, durchgeführt.



Die Untersuchungsergebnisse geben Aufschluss über das thermische Verhalten von Einsatzstoffen, Zwischen-, Endprodukten und Rückständen aus chemischen bzw. verfahrenstechnischen Prozessen. Die erhaltenen Daten bilden unter Berücksichtigung der jeweiligen Verfahrens- und Anlagenbedingungen die Grundlage einer sicherheitstechnischen Beurteilung und liefern somit einen erheblichen Beitrag zur Sicherheit in der chemisch / pharmazeutischen Industrie. Ferner sind die thermoanalytischen Messergebnisse von Bedeutung für die Beurteilung der Lagerstabilität von Stoffen und deren Einstufung nach Transportrecht. Hierzu stehen eine Vielzahl thermoanalytischer Messmethoden zur Verfügung.

Differenzthermoanalyse (DTA) und DSC

- Temperaturbereich: -100 bis 800 °C
- verschiedene Gefäßmaterialien (Glas, V4A, Hastelloy, Gold, Aluminium, Korund, etc.)
- variable Heizprogramme: dynamisch (0,05 K/min bis 5 K/min), isotherm, Stufenprogramme
- Messungen unter Gasdruck

Druckmessungen

- Temperaturbereich: -100 bis 500 °C
- Messbereich: 0 bis 500 bar
- variable Heizprogramme: dynamisch (0,1 K / min –1 K / min), isotherm
- verschiedene Gefäßmaterialien (Glas, Stahl, V4A, Hastelloy)

Thermogravimetrie (TG / DSC)

- Temperaturbereich: RT bis 1400 °C
- Atmosphäre: Luft, Stickstoff
- Gefäßmaterialien: Aluminium, Platin, Keramik

Anwendungsgebiete

- Thermisches Verhalten von Stoffen
- Zersetzungsverhalten / -wärme
- Wärmeproduktionsraten bei Zersetzung
- Polymerisationswärme
- Kinetische Modellierung mehrstufiger Reaktionen / Zersetzungen mit anschließender Simulation beliebiger Randbedingungen (z. B. zur Beurteilung einer Lagerung)
- Spezifische Wärmekapazität (c_p)
- Schmelzpunkt / -enthalpie
- Siedetemperatur
- Glasübergangstemperatur (Glasstufe)
- Druckanstiegsverhalten / -geschwindigkeit
- TG zur Bestimmung des Masseverlustes (z. B. Gasabspaltung / Feuchtebestimmung)

Sicherheit – Verfahrens- und Anlagensicherheit

Thermoanalytische Untersuchungen



Mit Sicherheit zum Erfolg

Kalorimetrie

Die genaue Kenntnis der Reaktionswärme und des Reaktionsverlaufs der gewünschten Reaktion wie auch unerwünschter Folge- und Zersetzungsreaktionen ist für eine sichere Reaktionsführung unverzichtbar. Hierzu stehen uns verschiedene Messanordnungen zur Verfügung, um Reaktionen im präparativen Maßstab zu untersuchen. Es können bestimmungsgemäße Reaktionsbedingungen ebenso wie Verfahrensabweichungen oder adiabates Verhalten nachgestellt und ausgewertet werden. Neben der Bestimmung sicherheitstechnischer Kenngrößen ist auch in vielen Fällen eine Verfahrensoptimierung möglich.

Reaktionskalorimetrie

- Messbereich: -80 bis 300 °C
- Druckbereich: 0 bis 60 bar
- Reaktoren aus Glas, V4A, Hastelloy
- Reaktionen unter Rückfluss
- FTIR-Online-Analytik
- Füllstand 100 ml bis 2,5 l

Mikrokalorimetrie

- Messbereich: RT bis 300 °C
- hohe Empfindlichkeit
- nur geringe Substanzmengen erforderlich
- Mischung aus zwei Komponenten möglich
- Verschiedene Gefäßmaterialien (V4A, Hastelloy)

Adiabate Reaktionskalorimetrie

Messung des Temperatur- und Druckverlaufs durchgehender Reaktionen unter (quasi) adiabaten Bedingungen.

- ARC (CSI) Batchansätze in druckfesten 9 ml-Bomben
- Phi-Tec: dünnwandiges Messgefäß (ca. 100 ml) mit kleinem „φ-Faktor“ und Druckkompensation
- Druckwärmestau: Dewar (ca. 100 ml) in einem druckfesten Autoklaven; hohe Empfindlichkeit

Anwendungsgebiete

- Exakte Reaktionswärmebestimmung
- Wärmeproduktionsraten bei Reaktionen
- Akkumulation von Reaktionspotential
- Reaktionen unter Rückfluss
- Reaktionen bei tiefen Temperaturen
- Reaktionen unter Druck
- Nachstellen von Verfahrensabweichungen
- Gasentwicklungsrate
- Kalorimetrie mit geringen Substanzmengen
- Reaktionskalorimetrie unter adiabaten Bedingungen
- Verfahrensentwicklung/-optimierung
- FTIR-Online-Analytik