

Die Wasserdampf-Sorptionsisotherme:

Die Darstellung der Änderung des Wasser-Gehalt einer Probe in Abhängigkeit von der relativen Luftfeuchtigkeit bei konstanter Temperatur wird als Wasserdampf Sorptionsisotherme bezeichnet und ist der einfachste und zugleich aussagekräftigste Weg, die Wechselwirkungen eines Materials mit Feuchtigkeit zu dokumentieren. Diese Änderungen lassen sich am genauesten über die Messänderung der Probe bei wechselnden Feuchtebedingungen aufzeichnen. Aus der Quantität und dem Verlauf der Isothermen lassen sich wichtige Materialeigenschaften und Informationen hinsichtlich ihrer Handhabung ableiten. Die Vorgänge bei der Sorption und Desorption sind meist sehr komplexe physikalisch-chemische Prozesse, weshalb die Isothermen nur experimentell bestimmt und nicht vorhergesagt werden können.

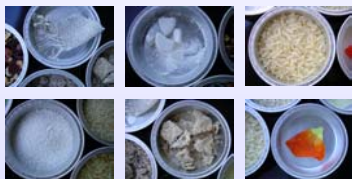


Abb. 1: Beispiele möglicher Applikationen für das SPS11; Lebensmittel, Pharmazie, Mineralogie, Verbundstoffe, Polymere, Fasern usw.



Abb. 2: Das Prüfsystem SPS11

Die Proben liegen in Probenschalen aus Aluminium von 5 cm Durchmesser. Diese werden in einen runden Probenteller mit 12 Probenpositionen eingesetzt. Die Probenschale der ersten Position dient als Referenz. Die relativ große Dimension dieser Probenschalen erlaubt die Untersuchung von repräsentativen Probenmengen (z.B. zur Untersuchung von Pulvern und Schüttwerken, mehreren Tabletten), voluminösen und leichten Proben wie z.B. Textilfasern (z.B. Wolle) und Daunen sowie sperrigen Proben (Gestein und Betonschnitte, Kunststoffe etc.).



Abb. 3: Feuchtesorptionsprüfergerät SPS11. B: offener Probenraum mit Probenteller mit Probenschalen aus Aluminium (Wägeposition, außerer Kreis) und kleineren Schalen aus Kunststoff (innerer Kreis des Probentellers) für nicht gewogene, während des Messzyklus entfernbare Proben; C: Probenteller ohne Kunststoffschälchen; D und E: Beladene Probenschalen.

Aufbau:

Der kompakte Aufbau des Geräts ist vor allem bei beschränktem Laborraum von Vorteil. Alle Proben befinden sich im selben Atmosphärenraum (Abb. 3), der nach oben von einem Deckel mit Isolierglas begrenzt wird. Die Atmosphäre kann präzise und programmgesteuert zwischen 0 und 95% rel. Luftfeuchtigkeit (r.F.) ein-gestellt werden. Ebenso kann auch die Temperatur zwischen +5 und +60 °C variiert werden. Die Abdeckung aus Sichtglas ermöglicht eine Beobachtung der Probe während eines gesamten Messzyklus. Veränderungen wie Verfärbungen, Verflüssigung u.a. können so laufend visuell kontrolliert und dokumentiert werden.



Abb. 4: Der Probenteller kann zur einfacheren Handhabung komplett entnommen werden. Der Innenraum der Prüfkammer ist glattflächig und leicht zu reinigen

Arbeitsweise

Die Proben werden nacheinander durch eine Drehbewegung in die jeweilige Probenposition gebracht und auf einer Halbmikrowaage mit einer Ablesbarkeit von 10 µg und einer Maximallast von 200 g abgestellt und gewogen (top loading Prinzip). Die Waagenspezifikation ermöglicht sowohl die Untersuchung von kleinsten Mengen (wenige Milligramm) als auch von schweren und sperrigen Proben (z.B. Baumaterialien, Gesteine). Eine hohe Präzision und Reproduzierbarkeit wird durch eine im Programmablauf integrierte automatische Waagenkalibrierung und über eine Referenzprobe hergestellt. Die atmosphären bedingten Massenänderungen während eines Messzyklus werden laufend über die Referenzprobe ausgeglichen (Driftkorrektur).

Ablauf

Durch die dynamische Atmosphäre im Probenraum (kontinuierliche Luftumwälzung) und eine kontinuierliche Drehung des Probentellers werden eine rasche Gleichgewichtseinstellung und exakt gleiche Bedingungen für jede Probe gewährleistet. Die Programmabläufe, Klimabedingungen und Gleichgewichtsbedingungen können individuell über eine Software vorprogrammiert werden und laufen dann vollautomatisch ab.

Klimastabilität und Wägenauigkeit

Abb. 5 demonstriert die Massen- und Temperaturkonstanz einer leeren Probenschale während eines isothermen Messzyklus mit steigenden und fallenden Feuchtigkeitsstufen. Die Abweichungen der Feuchtigkeitswerte vom Sollwert liegen innerhalb von ± 0,5% (Abb. 5, oberes Diagramm, Stufenkurve) und die Temperatur schwankung bei isothermer Einstellung liegen innerhalb von ± 0,1°C (Abb. 5, unteres Diagramm).

Die Masse der Referenzprobe (leere Aluminiumschale) nimmt mit steigender Feuchtigkeit zu. Die Maximale Massendifferenz über den gesamten Feuchtebereich beträgt bei dieser Messung 0,15 mg. Diese Drift betrifft alle Proben und wird daher bei jeder Wägung einer Probe über die Referenzprobe korrigiert. Die Massenschwankungen (Wiederholbarkeit der Wägungen) liegen im Mittel bei ± 20 µg. Bei den höchsten Feuchten (90% r.F.) wird diese etwas größer, was mit etwas größeren Schwankungen der Feuchte in diesem Bereich zusammenhängt.

Messergebnisse und Anwendungsbeispiele:

Ein kompletter isothermer Messzyklus (25°C) verschiedener Proben (Lebensmittel, Fasern) ist in Abb. 6 dargestellt und Abb. 7 zeigt die aus den Gleichgewichtswerten bzw. dem letzten Messwert einer Feuchtestufe erstellte Sorptionsisotherme. Die Darstellung in Abb. 6 soll zu erkennen geben, dass einige Proben (Reissorten) Equilibrierzeiten von mehreren Tagen benötigen während andere Proben (z.B. die Faserproben) bereits innerhalb einiger Stunden im Gleichgewicht sind. Die Gleichgewichtsbedingung wurde auf $\pm 0,005\%$ Massenänderung in 30 Minuten eingestellt. Der Messzyklus pro Feuchtestufe wurde mit zwei Tagen begrenzt. Bei einigen Proben (Reis) ist dieser Zeitraum nicht ausreichend für eine Equilibrierung. Insbesondere die erste Stufe vom Startwert bei 40% r.F. auf 0% r.F. und bei 90% r.F. Daher decken sich die 0% r.F. Werte des Sorptions und Desorptionszyklus bei den Reisproben (Abb. 7) nicht genau.

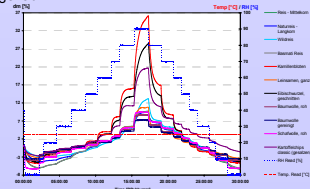


Abb. 6: Darstellung eines gesamten Messzyklus von 11 Proben (Lebensmittel, Fasern) mit 10% rel. Feuchtestufen.

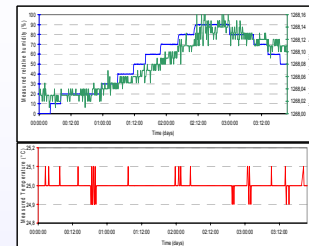


Abb. 5: Massendrift und Massenschwankungen der Referenzprobe (oberes Diagramm) während eines Messzyklus (Schritte von 10%, 0 bis 90% relative Feuchte und zurück auf 60%, stufenförmige Kurve) und gemessene Temperaturschwankungen (unteres Diagramm) bei isothermer Programmtemperatur (25°C).

Auswertung

Die Messwerte werden laufend gesichert und über einen dynamischen Link kontinuierlich in ein geöffnetes MS Excel Arbeitsblatt geschrieben, in dem die Daten in tabellarischer und grafischer Form dargestellt werden. Dies ermöglicht dem Anwender die grafischen Darstellungen und Datenblätter frei zu gestalten und beliebig nachzubearbeiten. Die Aufbereitung der Daten kann über Makros programmiert und für die jeweilige Fragestellung angepasst werden.

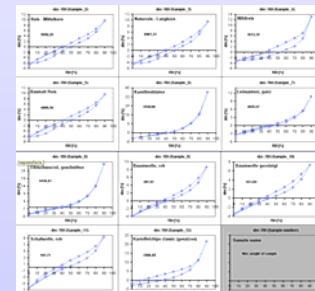


Abb. 7: Isothermen des in Abb. 6 dargestellten Messzyklus von 11 Proben (Lebensmittel, Fasern). Die mittlere im Diagramm dargestellten Zahlenwerte geben die Einwaage der Probe in mg an.

Das Prüfsystem:

Mit dem Sorptionsprüfsystem SPS11 steht ein Feuchtesorptionsprüfsystem für die simultane Messung von 11 Proben zur Verfügung. Der hohe Probendurchsatz zusammen mit der Möglichkeit, auch relativ große und schwere Proben zu prüfen qualifizieren dieses Gerät sowohl für die Qualitätskontrolle als auch für die Forschung und Entwicklung einer sehr breiten Palette von Materialien und Produkte aus sämtlichen Industrie und Wissenschaftsdisziplinen.