

DIN EN ISO 11357-1:2023-06 (D)

Kunststoffe - Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Teil 1: Allgemeine Grundlagen (ISO 11357-1:2023); Deutsche Fassung EN ISO 11357-1:2023

| Inhalt | Seite |
|--|--------------|
| Europäisches Vorwort..... | 8 |
| Vorwort..... | 9 |
| Einleitung | 10 |
| 1 Anwendungsbereich..... | 11 |
| 2 Normative Verweisungen | 11 |
| 3 Begriffe | 12 |
| 4 Grundprinzip | 18 |
| 4.1 Allgemeines..... | 18 |
| 4.2 Dynamische Wärmestrom-Differenzkalorimetrie | 18 |
| 4.3 Dynamische Differenzkalorimetrie mit Leistungskompensation | 18 |
| 5 Geräte und Substanzen..... | 19 |
| 6 Probekörper..... | 21 |
| 7 Prüfbedingungen und Konditionieren der Probekörper | 21 |
| 7.1 Prüfbedingungen..... | 21 |
| 7.2 Konditionieren der Probekörper..... | 21 |
| 8 Kalibrierung..... | 22 |
| 8.1 Allgemeines..... | 22 |
| 8.2 Kalibriersubstanzen..... | 23 |
| 8.3 Temperaturkalibrierung | 23 |
| 8.3.1 Allgemeines..... | 23 |
| 8.3.2 Durchführung | 23 |
| 8.3.3 Kalibrierpräzision..... | 24 |
| 8.4 Wärmekalibrierung..... | 25 |
| 8.4.1 Allgemeines..... | 25 |
| 8.4.2 Durchführung | 25 |
| 8.4.3 Kalibrierpräzision..... | 26 |
| 8.5 Wärmestromkalibrierung..... | 26 |
| 8.5.1 Allgemeines..... | 26 |
| 8.5.2 Durchführung | 26 |
| 9 Durchführung | 28 |
| 9.1 Einrichten des Geräts..... | 28 |
| 9.1.1 Einschalten | 28 |
| 9.1.2 Spülgas | 28 |
| 9.1.3 Experimentelle Bedingungen | 28 |
| 9.1.4 Ermittlung der Basislinie..... | 28 |
| 9.2 Einbringen der Probekörper in den Tiegel..... | 29 |
| 9.2.1 Allgemeines..... | 29 |
| 9.2.2 Auswahl der Tiegel | 29 |
| 9.2.3 Wägen des Probekörpertiegels | 29 |
| 9.2.4 Einbringen des Probekörpers | 29 |
| 9.2.5 Bestimmung der Masse des Probekörpers | 29 |
| 9.3 Einsetzen der Tiegel in das Gerät..... | 29 |

| | | |
|--|---|----|
| 9.4 | Durchführung der Messungen | 30 |
| 9.4.1 | Allgemeines..... | 30 |
| 9.4.2 | Dynamischer Modus..... | 30 |
| 9.4.3 | Isothermer Modus..... | 31 |
| 9.5 | Nachprüfungen..... | 32 |
| 9.5.1 | Überprüfung des Masseverlustes..... | 32 |
| 9.5.2 | Prüfung der Probekörper..... | 32 |
| 9.5.3 | Prüfung der Tiegel und der Tiegelhalterung..... | 32 |
| 10 | Prüfbericht | 32 |
| Anhang A (normativ) Erweiterte hochpräzise Temperaturkalibrierung [12] | | 34 |
| Anhang B (normativ) Erweiterte hochpräzise Wärmekalibrierung | | 36 |
| Anhang C (informativ) Empfohlene Kalibriersubstanzen | | 38 |
| C.1 | Temperatur- und Enthalpiekalibrierung | 38 |
| C.2 | Wärmestromkalibrierung [15] [18] [19] | 39 |
| C.2.1 | Allgemeines..... | 39 |
| C.2.2 | α -Aluminiumoxid [15] [18]..... | 40 |
| C.2.3 | Kupfer [15] [19]..... | 42 |
| Anhang D (informativ) Wechselwirkung zwischen Kalibriersubstanzen und verschiedenen Tiegelwerkstoffen | | 44 |
| Anhang E (informativ) Allgemeine Empfehlungen | | 46 |
| Literaturhinweise | | 48 |
| | | |
| Bilder | | |
| Bild 1 — Schematische Darstellung der Basislinien..... | | 14 |
| Bild 2 — Typische DSC-Kurve (schematische Darstellung) | | 17 |
| Bild 3 — Schematische Darstellung des Grundprinzips der Dynamischen Wärmestrom- Differenzkalorimetrie..... | | 18 |
| Bild 4 — Schematische Darstellung des Grundprinzips der Dynamischen Differenzkalorimetrie mit Leistungskompensation..... | | 19 |
| Bild 5 — DSC-Kurven für die Wärmestromkalibrierung | | 27 |
| Bild A.1 — Bestimmung der Temperaturkorrektur aus den gegen die Heizrate aufgetragenen extrapolierten Peakankangstemperaturen unter Verwendung von Zinn als Kalibriersubstanz..... | | 35 |
| Bild A.2 — Temperaturkalibrierfunktion, bestimmt mit Gallium, Indium und Zinn | | 35 |
| Bild B.1 — Wärmekalibrierfunktion, bestimmt mit Gallium, Indium und Zinn..... | | 36 |
| | | |
| Tabellen | | |
| Tabelle C.1 — Umwandlungstemperatur, -wärme und -art für verschiedene empfohlene Kalibriersubstanzen [4] [6] [14] [15] [16] [17] | | 38 |

| | |
|---|-----------|
| Tabelle C.2 — Polynomkoeffizienten für die Berechnung der molaren Wärmekapazität von α-Aluminiumoxid (Korund, synthetischer Saphir), molare Masse $M = 101,961\ 3\ \text{g mol}^{-1}$ [15] [18] | 40 |
| Tabelle C.3 — Spezifische Wärmekapazität c_p von α-Aluminiumoxid (Korund, synthetischer Saphir), berechnet mit Gleichung (C.1) unter Verwendung der Polynomkoeffizienten der Tabelle C.2 | 41 |
| Tabelle C.4 — Polynomkoeffizienten für die Berechnung der molaren Wärmekapazität von Kupfer, molare Masse $M = 63,546\ \text{g mol}^{-1}$ [15] [19] | 42 |
| Tabelle C.5 — Spezifische Wärmekapazität c_p von Kupfer, berechnet mit Gleichung (C.2) unter Verwendung der Polynomkoeffizienten der Tabelle C.4 | 43 |
| Tabelle D.1 — Wechselwirkung zwischen Kalibriersubstanzen und Tiegelwerkstoffen [4] | 44 |