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 Peakanfangstemperaturen 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 $M = 101{,}961\ 3\ \mathrm{g\ mol^{-1}}$ [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 $M = 63{,}546\ \mathrm{g\ mol^{-1}}$ [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