

DIN 51007:2019-04 (D)

Thermische Analyse (TA) - Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Allgemeine Grundlagen

Inhalt	Seite
Vorwort	4
1 Anwendungsbereich.....	5
2 Normative Verweisungen	5
3 Begriffe	5
4 Kurzbeschreibung der Verfahren	6
4.1 Allgemeines	6
4.2 Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Wärmestrom-Differenzkalorimetrie (hf-DSC).....	6
4.3 Dynamische Leistungskompensations-Differenzkalorimetrie (pc-DSC)	6
5 Geräte.....	6
5.1 Allgemeines	6
5.2 Ofen.....	7
5.3 Temperatursteuerung	7
5.4 Einrichtung zur Erzeugung einer definierten Atmosphäre	8
5.5 Steuerungs- und Datenerfassungseinrichtung	8
6 Untersuchungen von physikalisch-chemischen Vorgängen.....	8
6.1 Phasenumwandlungen 1. Ordnung	8
6.2 Chemische Reaktionen	11
6.3 Glasübergang	13
6.4 Wärmekapazitäten	17
6.5 Weitere Untersuchungsziele	18
7 Kalibrierung.....	18
7.1 Allgemeines	18
7.2 Kalibriersubstanzen.....	18
7.3 Kalibrierung für Temperaturmessung.....	20
7.4 Kalibrierung für Wärmemessung	20
7.5 Kalibrierung für Wärmekapazitätsmessung.....	21
8 Reinheitsbestimmung eutektischer Systeme.....	24
9 Probenahme.....	25
10 Probenvorbereitung.....	26
11 Apparative Vorbereitung der Messung	26
12 Darstellung der DTA- und DSC-Kurven	27
13 Prüfbericht	28
Literaturhinweise	29

Bilder

Bild 1 — Endothermer Peak — Charakteristische Temperaturen bzw. Zeiten und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einer Aufheizkurve mit einer Phasenumwandlung 1. Ordnung

Bild 2 — Exothermer Peak — Charakteristische Temperaturen bzw. Zeiten und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einer Abkühlkurve mit einer Phasenumwandlung 1. Ordnung.....	11
Bild 3 — Endothermer Peak — Konstruktion einer Basislinie mit Wendepunkt (Möglichkeit 2).....	11
Bild 4 — Charakteristische Temperaturen und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einem exothermen Peak einer chemischen Reaktion	12
Bild 5 — DSC-Proben-Messkurve eines Glasübergangs.....	13
Bild 6 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur T_g aus der Enthalpiefunktion $H = H(T)$ eines Glasübergangs mit Enthalpierelaxation	14
Bild 7 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs mit Enthalpierelaxation.....	15
Bild 8 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs ohne Enthalpierelaxation.....	16
Bild 9 — Ermittlung der Wärmekapazität über zwei DSC-Messungen.....	17
Bild 10 — Beispiel für ein VAN'T HOFF Diagramm zur Bestimmung der eutektischen Reinheit.....	25

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Temperaturbereiche.....	6
Tabelle 2 — Beispiele für Kalibriersubstanzen	18
Tabelle 3 — Spezifische Wärmekapazität c_p von synthetischem Korund ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, „Saphir“) [8] [9].....	22
Tabelle 4 — Polynomkoeffizienten zur Berechnung der molaren Wärmekapazität Korund ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, „Saphir“, Molare Masse $M = 101,9613 \text{ g mol}^{-1}$) [8] [9].....	23