DIN 51007-2:2021-10 (D)

Thermische Analyse (TA) - Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Teil 2: Schnelle Dynamische Differenzkalorimetrie (f-DSC); Chip Kalorimetrie

Inhalt

Seite

Vorwort 5

Einleitung 6

1 Anwendungsbereich 8

2 Normative Verweisungen 9

3 Begriffe 9

4 Kurzbeschreibung des Verfahrens 10

5 Geräte 11
5.1 Chip-Kalorimeter 11
5.2 Mikroskop 12
5.3 Geräte zur Vorbereitung der Proben 12
5.4 Kalibriersubstanzen 12
5.5 Einrichtung zur Erzeugung einer definierten Atmosphäre 12

6 Proben 13

7 Prüfbedingungen und Konditionierung von Proben 13
7.1 Prüfbedingungen 13
7.2 Konditionierung von Proben 13

8 Kalibrierung 14
8.1 Leistungsvermögen des Chip-Kalorimeters 14
8.2 Temperaturkalibrierung [14], [17] 16
8.2.1 Allgemeines 16
8.2.2 Korrektur der thermischen Verzögerung aufgrund der Heizrate 18
8.2.3 Korrektur der thermischen Verzögerung aufgrund der Probenmasse 18
8.2.4 Korrektur der auf die Heizrate Null extrapolierten gemessenen Temperatur 19
8.3 Symmetrie der Temperaturkalibrierung [14], [17], [21], [22] 20
8.3.1 Allgemeines 20
8.3.2 Verfahren 21

9 Messverfahren 22
9.1 Vorbereitung des Gerätes 22
9.1.1 Starten des Gerätes 22
9.1.2 Spülgas 23
9.1.3 Bestimmung der Grundlinie des Sensors 23
9.1.4 Basislinienkorrektur [23] 23
9.2 Einbringen der Proben auf den Sensor 25
9.3 Durchführung von Messungen 25
9.3.1 Allgemeines 25
9.3.2 Starten des Kalorimeters 26
9.3.3 Wiederbenutzung des Sensors 26
9.3.4 Auswertung der Ergebnisse 26

10 Untersuchungen von physikalisch-chemischen Vorgängen 26
10.1 Allgemeines 26
10.2 Phasenumwandlungen 1. Ordnung 26

10.3 Chemische Reaktionen ... 27
10.4 Glasübergänge ... 27
10.5 Bestimmung der Wärmekapazitäten [24] ... 27
10.6 Weitere Untersuchungsziele ... 30
11 Bestimmung der Probenmasse [14], [23] ... 30
11.1 Allgemeines ... 30
11.2 Bestimmung der Probenmasse über die spezifische Wärmekapazität des Materials ... 31
11.3 Bestimmung der Probenmasse über die Änderung der spezifischen Wärmekapazität beim Glasübergang ... 31
11.4 Bestimmung der Probenmasse über die spezifische Schmelzwärme ... 32
11.5 Bestimmung der Probenmasse über Abmessungen und Dichte ... 32
11.6 Verwendung von f-DSC-Referenzproben ... 33
11.7 Kriterien für die Auswahl korrekter Probenmassen ... 33
11.7.1 Hohe Probenmasse ... 33
11.7.2 Niedrige Probenmasse ... 33
12 Prüfbericht ... 34
Literaturhinweise ... 36

Bilder

Bild 1 — Beispiel für den Aufbau eines Chip-Sensors [15] ... 11
Bild 2 — Erreichte Heiz- bzw. Kühlraten eines handelsüblichen f-DSC-Gerätes von 1 000 K/s bis 20 000 K/s als Funktion der Programmtemperatur, gemessen mit leerem Sensor und gespült mit 20 ml/min N_2 [14] ... 15
Bild 3 — Erreichte Heiz- bzw. Kühlraten eines handelsüblichen f-DSC-Gerätes von 1 000 K/s bis 20 000 K/s als Funktion der Programmtemperatur, gemessen mit leerem Sensor und gespült mit 20 ml/min He [14] ... 16
Bild 4 — Schmelzkurven, gemessen bei unterschiedlichen Heizraten mit einer Probe von 1 µg Indium, platziert in unterschiedlichen Positionen des aktiven Sensorbereichs [14] ... 17
Bild 5 — Extrapolierte Peakanfangstemperaturen von Indium als Funktion der Heizrate und der Probenmasse [14], [17] ... 19
Bild 6 — Beispiel für die Prüfung der Symmetrie der Temperaturkalibrierung mittels Peaktemperaturen der N–I-Umwandlung von 8OCB aus Heiz- und Kühlmessungen [21] ... 22
Bild 7 — Heizkurven von amorphem PBT als Funktion der Heizrate. Die Basislinie entspricht der geglätteten bei 1 K/s gemessenen Kurve [23] ... 24
Bild 8 — Symmetriekorrektur der Wärmestromkurven von Seidenfibroin gemessen bei einer Temperaturänderungsrate von ±2 000 K/s [24] ... 29
Bild 9 — Korrigierte Wärmekapazität von Seidenfibroin berechnet aus den Daten von Bild 8 [24] ... 30
Bild 10 — Vergleich der Masse zweier unterschiedlicher Polypropylen-Proben (a) und (b), abgeschätzt über Geometrie und Enthalpie; angenommene Dichte von Polypropylen: 900 kg/m³ [14] ... 33
Bild 11 — Abhängigkeit der isothermen Kristallisation von PBT bei 100 °C von der Probenmasse [23] ... 34

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Kennwerte einiger Chip-Kalorimeter, siehe auch [16] 7

Tabelle 2 — Korrekturmatrix für auf Heizrate Null extrapolierte Peakanfangstemperaturen von Indium als Funktion der Heizrate und der Probenmasse [14], [17] 20