DIN 51007-1:2024-08 (D)

Thermische Analyse (TA) - Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) - Teil 1: Allgemeine Grundlagen

Inhalt

Seite

Vorwort ... 4

1 Anwendungsbereich ... 6

2 Normative Verweisungen ... 6

3 Begriffe ... 6

4 Kurzbeschreibung der Verfahren ... 6
4.1 Allgemeines ... 6
4.2 Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Wärmestrom-Differenzkalorimetrie (hf-DSC) ... 7
4.3 Dynamische Leistungskompensations-Differenzkalorimetrie (pc-DSC) ... 7

5 Geräte ... 7
5.1 Allgemeines ... 7
5.2 Ofen ... 8
5.3 Temperatursteuerung ... 8
5.4 Einrichtung zur Erzeugung einer definierten Atmosphäre ... 8
5.5 Steuerungs-, Datenerfassungs- und Datenauswertungseinrichtung ... 9
5.6 Analysen- oder Mikrowaage ... 9
5.7 Probenbehälter ... 9

6 Kalibrierung ... 9
6.1 Allgemeines ... 9
6.2 Kalibriersubstanzen ... 10
6.3 Kalibrierung für Temperaturmessung ... 11
6.4 Kalibrierung für Wärmemessung ... 12
6.5 Kalibrierung für Wärmekapazitätsmessung ... 12

7 Untersuchungsziele ... 16
7.1 Bestimmung charakteristischer Temperaturen und Umwandlungswärmen ... 16
7.1.1 Phasenumwandlungen 1. Ordnung ... 16
7.1.2 Chemische Reaktionen ... 20
7.1.3 Glasübergang ... 21
7.2 Bestimmung von Wärmekapazitäten ... 24
7.3 Bestimmung der Reinheit eutektischer Systeme ... 25
7.4 Weitere Untersuchungsziele ... 27

8 Probenahme ... 27

9 Probenvorbereitung ... 28

10 Apparative Vorbereitung der Messung ... 28

11 Prüfbericht ... 29

Literaturhinweise ... 31

Bilder

Bild 1 — Endothermer Peak — Charakteristische Temperaturen bzw. Zeiten und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einer Aufheizkurve mit einer Phasenumwandlung 1. Ordnung 18

Bild 2 — Exothermer Peak — Charakteristische Temperaturen bzw. Zeiten und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einer Abkühlkurve mit einer Phasenumwandlung 1. Ordnung 19

Bild 3 — Endothermer Peak — Konstruktion einer Basislinie mit Wendepunkt (Möglichkeit b) 19

Bild 4 — Charakteristische Temperaturen und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einem exothermen Peak einer chemischen Reaktion 21

Bild 5 — DSC-Proben-Messkurve eines Glasübergangs 21

Bild 6 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur T_g aus der Enthalpiefunktion $H = H(T)$ eines Glasübergangs mit Enthalpierelaxation 22

Bild 7 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs mit Enthalpierelaxation 23

Bild 8 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs ohne Enthalpierelaxation 24

Bild 9 — Ermittlung der Wärmekapazität über zwei DSC-Messungen 25

Bild 10 — Beispiel für ein VAN'T HOFF Diagramm zur Bestimmung der eutektischen Reinheit 27

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Temperaturbereiche 8

Tabelle 2 — Empfohlene Kalibriersubstanzen 10

Tabelle 3 — Spezifische Wärmekapazität c_p von synthetischem Korund (α-Al_2O_3, „Saphir“) [3] [4] 14

Tabelle 4 — Polynomkoeffizienten zur Berechnung der molaren Wärmekapazität von Korund (α-Al_2O_3, „Saphir“, Molare Masse M = 101,961 3 g mol^{-1}) [3] [4] 16