

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 Enthalpierrelexation	22
Bild 7 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs mit Enthalpierrelexation	23
Bild 8 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs ohne Enthalpierrelexation	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 ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, „Saphir“) [3] [4]	14
Tabelle 4 — Polynomkoeffizienten zur Berechnung der molaren Wärmekapazität von Korund ($\alpha\text{-Al}_2\text{O}_3$, „Saphir“, Molare Masse $M = 101,961\ 3\ \text{g mol}^{-1}$) [3] [4]	16