

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