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