DIN 51007:2019-04 (D)

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

Inhalt

Seite

Vorwort ... 4

1 Anwendungsbereich ... 5

2 Normative Verweisungen ... 5

3 Begriffe ... 5

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

5 Geräte ... 6
5.1 Allgemeines ... 6
5.2 Ofen ... 7
5.3 Temperatursteuerung ... 7
5.4 Einrichtung zur Erzeugung einer definierten Atmosphäre ... 8
5.5 Steuerungs- und Datenerfassungseinrichtung ... 8

6 Untersuchungen von physikalisch-chemischen Vorgängen ... 8
6.1 Phasenumwandlungen 1. Ordnung ... 8
6.2 Chemische Reaktionen ... 11
6.3 Glasübergang ... 13
6.4 Wärmekapazitäten ... 17
6.5 Weitere Untersuchungsziele ... 18

7 Kalibrierung ... 18
7.1 Allgemeines ... 18
7.2 Kalibriersubstanzen ... 18
7.3 Kalibrierung für Temperaturmessung ... 20
7.4 Kalibrierung für Wärmemessung ... 20
7.5 Kalibrierung für Wärmekapazitätsmessung ... 21

8 Reinheitsbestimmung eutektischer Systeme ... 24

9 Probenahme ... 25

10 Probenvorbereitung ... 26

11 Apparative Vorbereitung der Messung ... 26

12 Darstellung der DTA- und DSC-Kurven ... 27

13 Prüfbericht ... 28

Literaturhinweise ... 29

Bilder

Bild 1 — Endothermer Peak — Charakteristische Temperaturen bzw. Zeiten und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einer Aufheizkurve mit einer Phasenumwandlung 1. Ordnung ... 10

Bild 2 — Exothermer Peak — Charakteristische Temperaturen bzw. Zeiten und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einer Abkühlkurve mit einer Phasenumwandlung 1. Ordnung 11

Bild 3 — Endothermer Peak — Konstruktion einer Basislinie mit Wendepunkt (Möglichkeit 2) 11

Bild 4 — Charakteristische Temperaturen und Möglichkeiten der Basislinienkonstruktion bei einem exothermen Peak einer chemischen Reaktion 12

Bild 5 — DSC-Proben-Messkurve eines Glasübergangs 13

Bild 6 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur T_g aus der Enthalpiefunktion $H = H(T)$ eines Glasübergangs mit Enthalpierelaxation 14

Bild 7 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs mit Enthalpierelaxation 15

Bild 8 — Bestimmung der Glasübergangstemperatur aus der Wärmekapazitätsfunktion $C_p = C_p(T)$ eines Glasübergangs ohne Enthalpierelaxation 16

Bild 9 — Ermittlung der Wärmekapazität über zwei DSC-Messungen 17

Bild 10 — Beispiel für ein VAN'T HOFF Diagramm zur Bestimmung der eutektischen Reinheit 25

Tabellen

Tabelle 1 — Typische Temperaturbereiche 6

Tabelle 2 — Beispiele für Kalibriersubstanzen 18

Tabelle 3 — Spezifische Wärmekapazität c_p von synthetischem Korund (α-Al_2O_3, „Saphir“) [8] [9] 22

Tabelle 4 — Polynomkoeffizienten zur Berechnung der molaren Wärmekapazität Korund (α-Al_2O_3, „Saphir“, Molare Masse M = 101,961 3 g mol^{-1}) [8] [9] 23