

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 (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 $M = 101,961\ 3\ \text{g mol}^{-1}$) [3] [4] | 16 |