

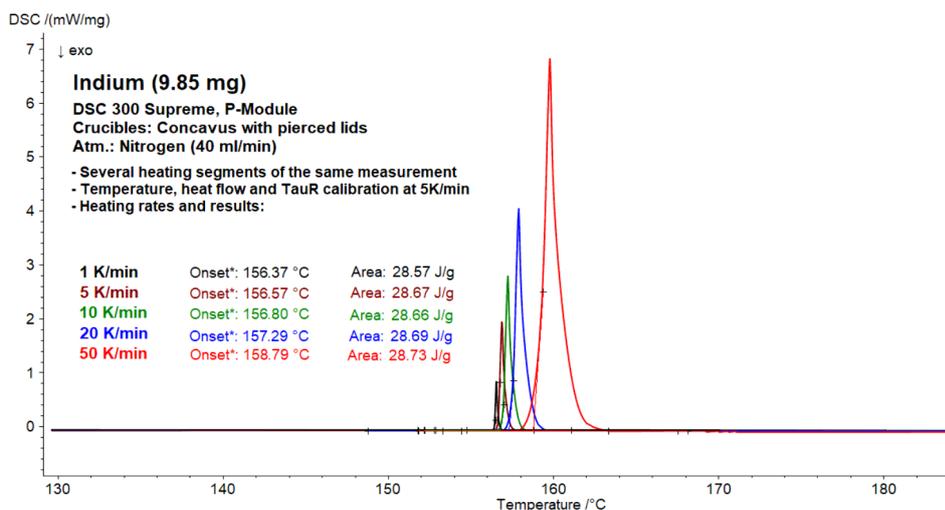
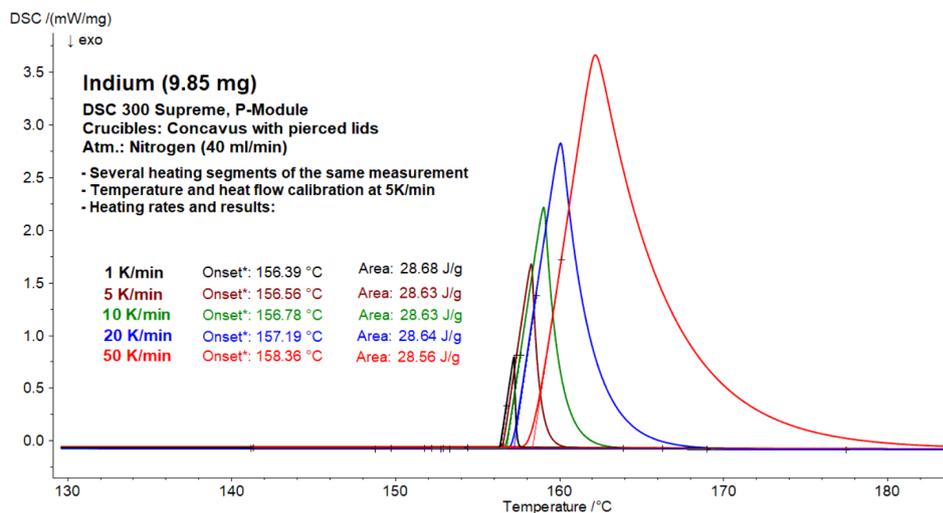
2D Temperature Calibration in Abhängigkeit von Temperatur und Heizrate für DSC- und STA-Geräte

Dr. Alexander Schindler

Die Temperaturkalibrierung von DSC- und STA-Geräten kann in *Proteus*® ab der Version 9.5 nicht nur in Abhängigkeit von der Temperatur, sondern gleichzeitig auch als Funktion der Heizrate durchgeführt werden. Diese sogenannte *2D Temperature Calibration*, die in Einklang mit internationalen Normen ist, bringt Vorteile in der Temperaturgenauigkeit, insbesondere wenn unterschiedliche Heizraten in derselben Messung verwendet werden.

Einführung

Allgemein muss die Proben temperatur bei DSC- und STA-Geräten kalibriert werden unter Verwendung des Schmelzeffektes (oder einer anderen strukturellen Umwandlung) von hinreichend reinen Substanzen wie z.B. Indium, Aluminium oder Gold [1]. Die gemessene Temperatur T_{exp} wird korrigiert durch $T_{korr} = T_{exp} + \Delta T_{korr}$ wobei die



1 a) und b): DSC-Messung an Indium bei verschiedenen Heizraten, wobei eine DSC 300 *Caliris*® *Supreme* zum Einsatz kam. Die Temperatur-, Wärmestrom- und *Tau-R*®-Kalibrierungen (*3in1*-Kalibrierung) wurden bei 5 K/min durchgeführt. Im oberen Diagramm (a) wurde der *Tau-R*®-Modus deaktiviert, im unteren Diagramm (b) aktiviert. Die nominellen Werte der Schmelztemperatur T_m und der Enthalpie ΔH sind 156,6 °C und 28,6 J/g.

Korrektur der Temperatur ΔT_{korrr} aus den Abweichungen der gemessenen extrapolierten Onset-Temperaturen T_{exp}^{kal} des Schmelzvorgangs dieser Substanzen von den nominellen Schmelztemperaturen T_{nom}^{kal} bestimmt wird [2, 3]:

$$\Delta T_{korrr} = T_{nom}^{kal} - T_{exp}^{kal} = f(T) \quad (1)$$

Die Korrektur der Temperatur ΔT_{korrr} wird durch eine lineare oder quadratische Funktion f beschrieben, die üblicherweise nur in Abhängigkeit von der Temperatur T betrachtet wird.

Aufgrund der „thermischen Verzögerung“ des DSC-Signals [4, 5] hängen die gemessenen Onset-Temperaturen jedoch erheblich von der Heizrate ab. Dies ist in den Abbildungen 1a und 1b dargestellt, die eine Messung an Indium bei den Heizraten zwischen 1 K/min und 50 K/min zeigen.

Vor jeder Aufheizung wurde die Probe jeweils mit -20 K/min bis unterhalb der Kristallisationstemperatur gekühlt. Da die verwendete Temperaturkalibrierung bei 5 K/min durchgeführt wurde, stimmt die Onset-Temperatur bei dieser Heizrate perfekt mit dem nominellen Wert von 156,6 °C überein. Jedoch ist die Onset-Temperatur bei 50 K/min um etwa 2 K höher im Vergleich zu 1 K/min, was die „thermische Verzögerung“ widerspiegelt.

Im Gegensatz dazu hängen die ermittelten Schmelzenthalpien nicht signifikant von der Heizrate ab und stimmen gut mit dem nominellen Wert von 28,6 J/g überein. Dies ist nachvollziehbar, da einerseits die DSC-Peaks über die Zeit und nicht über die Temperatur integriert werden. Andererseits ist die Wärmestrom- bzw. Empfindlichkeits-

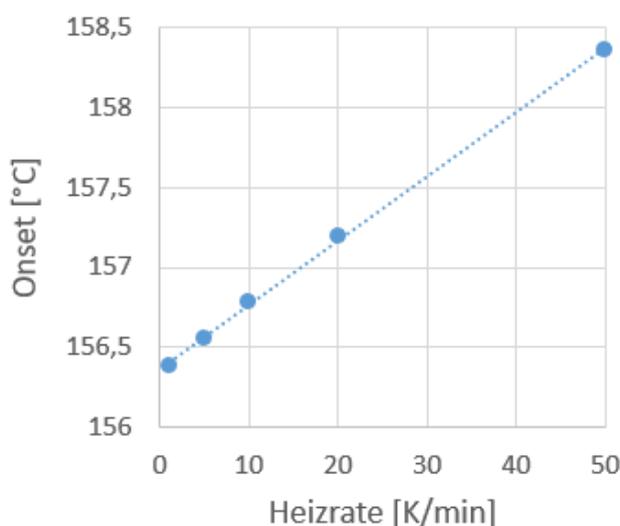
kalibrierung des DSC-Signals temperaturabhängig, so dass die Verschiebung der Schmelzpeaks bei höherer Heizrate hin zu höheren Temperaturen die ermittelten Schmelzenthalpien nicht merklich beeinflusst.

2D Temperature Calibration

Die oben beschriebene Verschiebung der Onset-Temperaturen mit der Heizrate ist noch einmal in Abbildung 2 dargestellt, wobei die Daten aus Abbildung 1a stammen. Man kann einen linearen Zusammenhang zwischen der Onset-Temperatur und der Heizrate erkennen, den man auch theoretisch erwartet. Dieser ist auch in der Literatur beschrieben [3, 5]. Basierend auf diesem linearen Zusammenhang lässt sich eine Temperaturkalibrierung in Abhängigkeit von der Temperatur T und der Heizrate HR einführen, die in Einklang mit den Normen ist [2, 5]:

$$\Delta T_{korrr} = f(T, HR) = \alpha_0 + \alpha_1 \cdot T + \alpha_2 \cdot T^2 + (b_0 + b_1 \cdot T + b_2 \cdot T^2) \cdot HR \quad (2)$$

wobei T und HR den Größen T_{exp}^{kal} und HR^{kal} entsprechen, wenn die Kalibrierung mit den Koeffizienten a_i und b_i erstellt wird. Wird die Kalibrierung angewandt, entsprechen T und HR der aktuellen, nicht korrigierten Temperatur T_{exp} und der aktuellen Heizrate HR_{exp} . Wie man in der Formel (2) sieht, hat die Kalibrierung/Korrektur der Temperatur einen heizratenunabhängigen- und einen heizratenabhängigen Anteil, die beide quadratisch oder linear (dann sind a_2 und b_2 gleich Null) von der Temperatur abhängen können. Die Steigung $\Delta T_{korrr} / \Delta HR$ wird in Referenz [5] als „thermische Verzögerung“ bezeichnet.

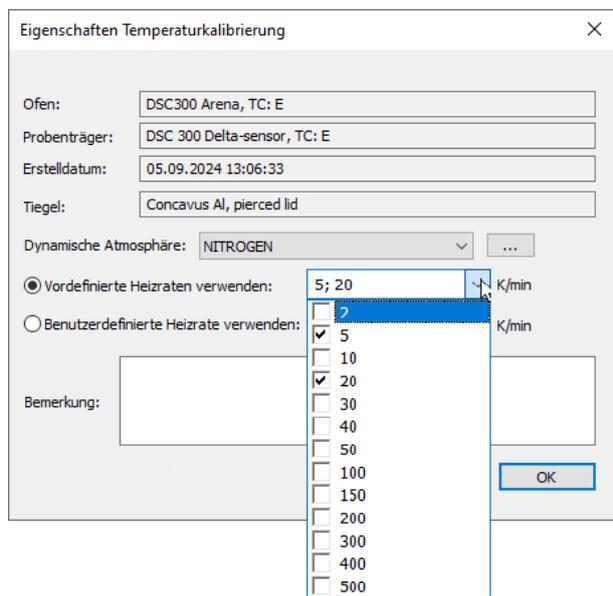


2 Onset-Temperaturen des Schmelzeffektes von Indium in Abhängigkeit von der Heizrate. Die entsprechenden DSC-Kurven sind in Abbildung 1a dargestellt.

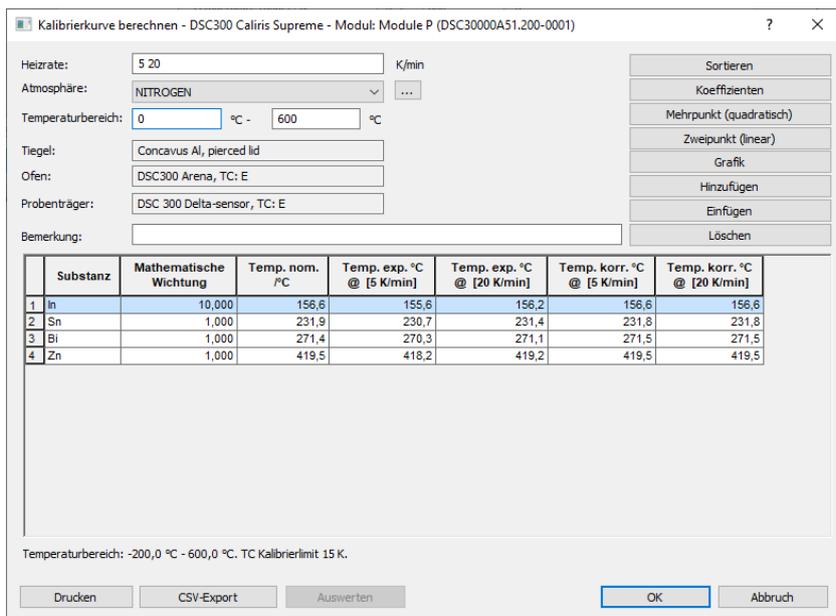
Die Erstellung und Anwendung einer 2DTemperatureCalibration gemäß der Formel (2) ist in der Proteus®-Software ab Version 9.5 möglich. Die Erstellung funktioniert wie folgt: Im ersten Schritt kann man vordefinierte Heizraten auswählen, mit denen die Messungen zur Kalibrierung durchgeführt wurden (siehe Abbildung 3), wobei nur eine Heizrate zur Folge hätte, dass keine Heizratenabhängigkeit in der Kalibrierung enthalten wäre. Man kann selbstverständlich auch mehr als zwei Heizraten auswählen, wenn entsprechende Kalibriermessungen vorhanden sind.

Mögliche Heizraten von bis zu 500 K/min (siehe Abbildung 3) sind eine Besonderheit des P-Moduls der DSC 300 Caliris®. Für die meisten Experimente reichen jedoch, wie weiter unten gezeigt wird, die zwei Heizraten 5 K/min und 20 K/min aus, die auch für die 2DTemperatureCalibration in dieser Arbeit verwendet wurden.

Der zweite Schritt besteht aus der Eingabe der experimentell bestimmten Onset-Werte für die entsprechenden Heizraten (siehe Abbildung 4). Diese Daten können von mehreren, mit AutoCalibration durchgeführten Temperaturkalibrierungen stammen.



3 Dialog "Eigenschaften Temperaturkalibrierung" in der Proteus®-Software.

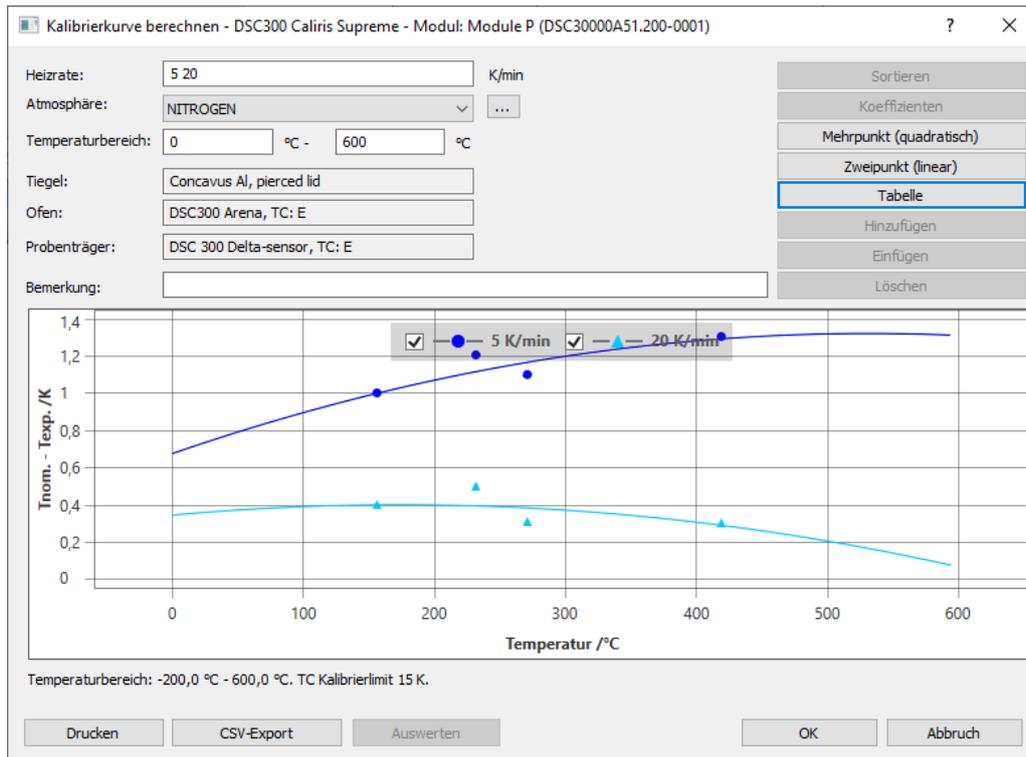


4 Dialog "Kalibrierkurve berechnen" (Tabelle) in der Proteus®-Software.

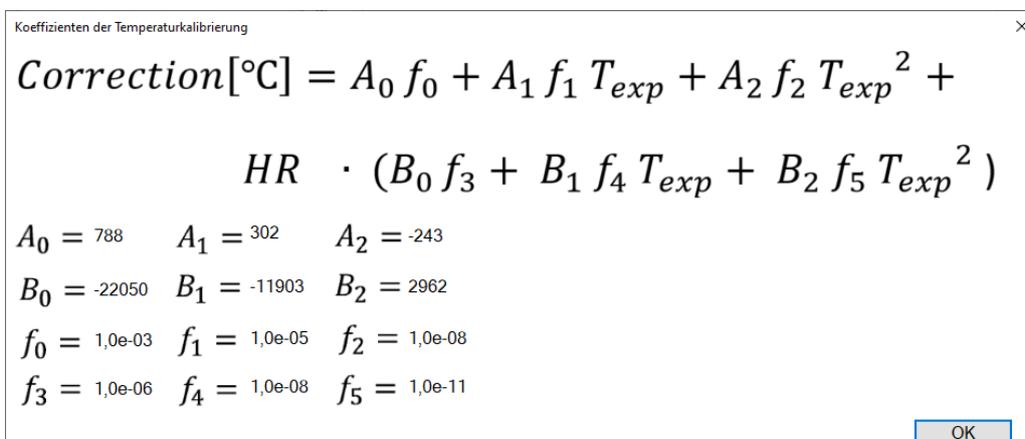
SOFTWARE INNOVATION 2D Temperature Calibration in Abhängigkeit von Temperatur und Heizrate für DSC- und STA-Geräte

Nachdem man die quadratische oder lineare Anpassung berechnet hat, erscheinen die berechneten korrigierten Onset-Temperaturen in der Tabelle. Eine graphische Darstellung der Temperatur-Korrektur $\Delta T_{korr} = T_{nom}^{kal} - T_{exp}^{kal}$ ist in Abbildung 5 für die beiden Heizraten zu sehen.

Die Koeffizienten der Temperaturkalibrierung $a_i = A_i \cdot f_i$ und $b_i = B_i \cdot f_i$ können auch angezeigt werden (siehe Abbildung 6).



5 Dialog "Kalibrierkurve berechnen" (Grafik) in der Proteus®-Software.

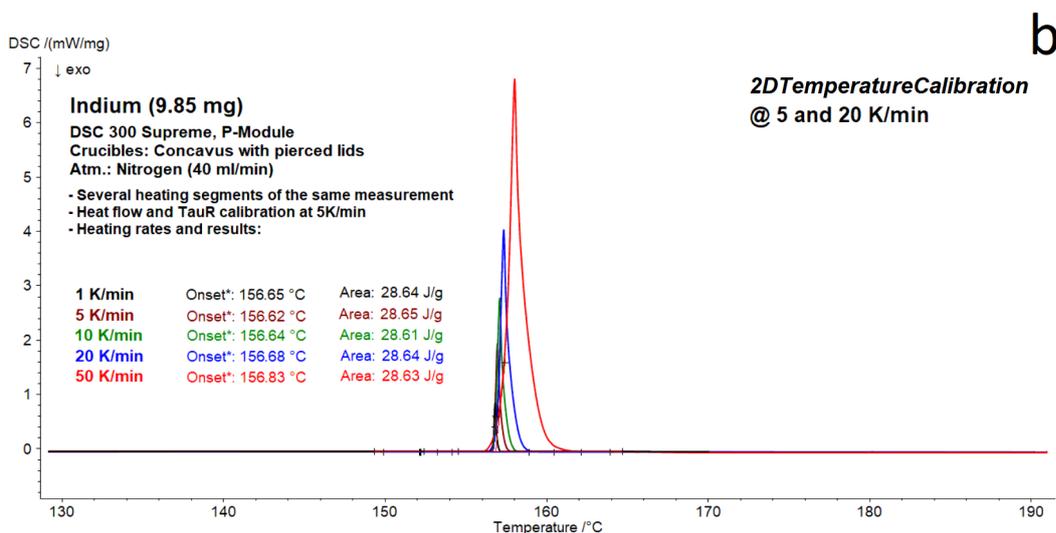
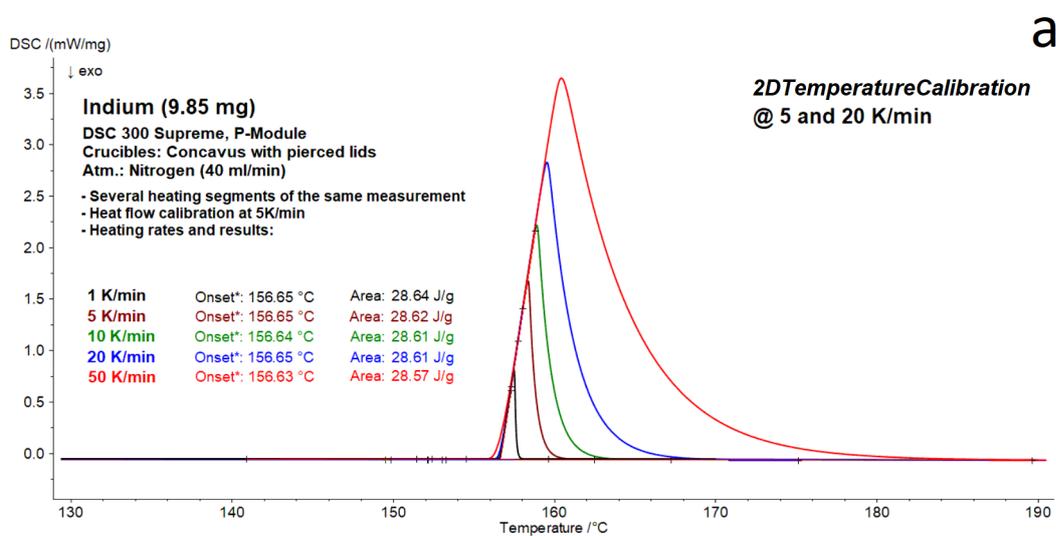


6 Dialog "Koeffizienten der Temperaturkalibrierung" in der Proteus®-Software.

Experimentelle Ergebnisse

Die Indium-Probe, welche auch für die in Abbildung 1 gezeigte Messung Verwendung fand, wurde erneut mit der DSC 300 *Caliris*[®] *Supreme* gemessen unter Anwendung der oben erläuterten *2D Temperature Calibration* bei 5 K/min und 20 K/min. Die Ergebnisse sind in Abbildung 7 dargestellt. Man erkennt eine nahezu perfekte Temperaturkalibrierung bei allen Heizraten im Bereich 1...50 K/min. Es soll nochmal betont werden, dass die in den Abbildungen

1 und 7 gezeigten Kurven jeweils verschiedene Aufheizsegmente derselben Messung sind. Die ausgezeichnete Übereinstimmung der bestimmten Onsets bzw. Schmelztemperaturen und -enthalpien mit den nominellen Werten belegt auch eine sehr gute Wiederholbarkeit, da die Indium-Probe nach der in Abbildung 1 gezeigten Messung aus dem DSC-Gerät entfernt wurde und erst nach mehreren Tagen erneut gemessen wurde, was in den in Abbildung 7 dargestellten Kurven resultierte.



7 a und b: DSC-Messung an Indium bei verschiedenen Heizraten, wobei eine DSC 300 *Caliris*[®] *Supreme* zum Einsatz kam. Die Temperatur-, Wärmestrom- und *Tau-R*[®]-Kalibrierungen (*3in1*-Kalibrierung) wurden bei 5 K/min durchgeführt. Die angewendete *2D Temperature Calibration* wurde bei 5 K/min und 20 K/min durchgeführt. Im oberen Diagramm (a) wurde der *Tau-R*[®]-Modus deaktiviert, im unteren Diagramm (b) wurde er aktiviert. Die nominellen Werte der Schmelztemperatur T_m und der Enthalpie ΔH betragen 156,6 °C und 28,6 J/g.

SOFTWARE INNOVATION 2D_{TemperatureCalibration} in Abhängigkeit von Temperatur und Heizrate für DSC- und STA-Geräte

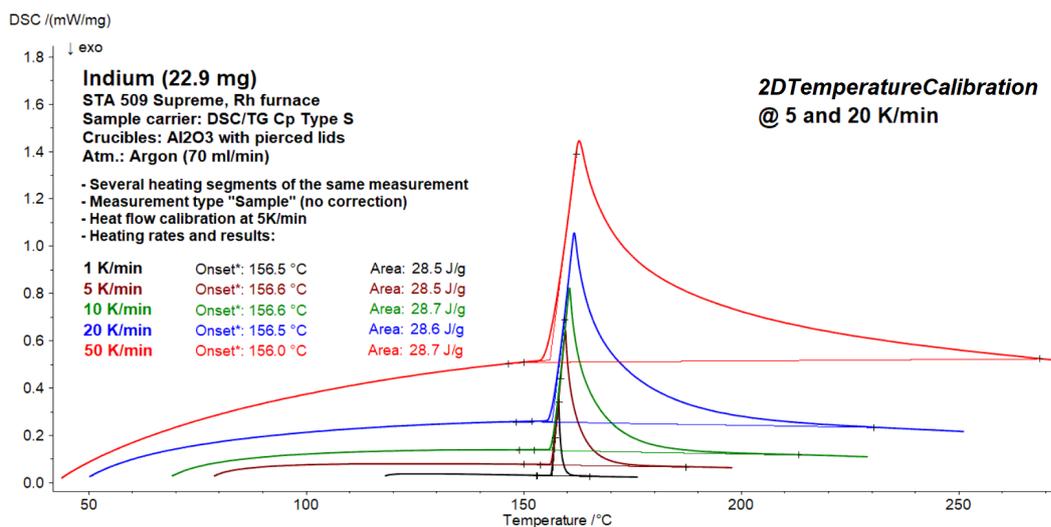
Die Proben Zinn, Bismut und Zink, die auch für die Kalibrierungen verwendet wurden, wurden ebenfalls noch einmal unter Anwendung der 2D_{TemperatureCalibration} bei 5 K/min und 20 K/min gemessen. Diese Tests ergaben ebenfalls eine sehr gute Übereinstimmung der Onsets bzw. Schmelztemperaturen und -enthalpien mit den nominellen Werten für alle Heizraten im Bereich 1...50 K/min. Alle Ergebnisse die für Indium, Zinn, Bismut und Zink mit der DSC 300 *Caliris*[®] *Supreme* erzielt wurden, sind in Tabelle 1 zusammengefasst. Es soll erwähnt werden, dass die Ergebnisse geringfügig von der Position der Auswerte-Cursoren abhängen. Dieser Einfluss ist jedoch vernachlässigbar. Während die Schmelztemperaturen T_m für Indium und Zink nahezu perfekt stimmen, gibt es für Zinn und Bismut

geringe systematische Abweichungen von den nominellen Werten von etwa 0,2 K. Dies liegt daran, dass die Kalibrierdaten für Zinn und Bismut etwas vom quadratischen Fit der Temperaturabhängigkeit abweichen (siehe Abbildung 5).

Abbildung 8 zeigt eine Messung an Indium, wobei eine STA 509 *Jupiter*[®] *Supreme* und Heizraten im Bereich 1...50 K/min verwendet wurden. Die angewandte 2D_{TemperatureCalibration} basiert auf den Kalibrierstandards Indium, Aluminium und Gold, gemessen jeweils mit den Heizraten 5 K/min und 20 K/min. Weitere experimentelle Details können der Abbildung 8 entnommen werden.

Tabelle 1 Schmelztemperaturen T_m und -enthalpien ΔH von Indium, Zinn, Bismut und Zink bestimmt durch Messungen mit einer DSC 300 *Caliris*[®] *Supreme* mit angewandten Wärmestrom- und τ -R-Kalibrierungen (aus einer 3in1-Kalibrierung) erstellt bei 5 K/min, sowie mit angewandter 2D_{TemperatureCalibration} bei 5 K/min und 20 K/min. Die Werte in Klammern beziehen sich auf Auswertungen der Messkurven mit aktiviertem τ -R-Modus. Es wurden *Concavus*[®]-Tiegel mit gelochten Deckeln (beides aus Aluminium) und Stickstoff als Spülgas (Flussrate: 40 ml/min) verwendet. Weitere experimentelle Details können der Abbildung 7 entnommen werden.

HR [K/min]	T_m [°C] Indium	ΔH [J/g] Indium	T_m [°C] Zinn	ΔH [J/g] Zinn	T_m [°C] Bismut	ΔH [J/g] Bismut	T_m [°C] Zink	ΔH [J/g] Zink
1	156,65 (156,65)	28,64 (28,64)	231,83 (231,83)	60,89 (60,73)	271,42 (271,42)	52,88 (52,77)	419,43 (419,48)	107,5 (107,6)
5	156,65 (156,62)	28,62 (28,65)	231,79 (231,83)	60,89 (60,98)	271,44 (271,43)	52,74 (52,74)	419,46 (419,47)	107,3 (107,3)
10	156,64 (156,64)	28,61 (28,61)	231,74 (231,83)	60,86 (60,09)	271,48 (271,44)	52,76 (52,72)	419,46 (419,45)	107,3 (107,4)
20	156,65 (156,68)	28,61 (28,64)	231,68 (231,80)	60,83 (60,04)	271,56 (271,47)	52,74 (52,86)	419,50 (419,40)	107,4 (107,5)
50	156,63 (156,83)	28,57 (28,63)	231,46 (231,74)	60,65 (60,02)	271,60 (271,52)	52,76 (53,08)	-	-
Nominelle Werte	156,6	28,6	231,9	60,5	271,4	53,1	419,5	107,5



8 DSC-Messung an Indium bei verschiedenen Heizraten unter Verwendung einer STA 509 *Jupiter*[®] *Supreme*. Die Wärmestromkalibrierung wurde mit 5 K/min durchgeführt. Die angewandte 2D_{TemperatureCalibration} erfolgte mit 5 K/min und 20 K/min. Die nominellen Werte der Schmelztemperatur T_m und der Enthalpie ΔH betragen 156,6 °C und 28,6 J/g.

Tabelle 2 Schmelztemperaturen T_m und -enthalpien ΔH von Indium, Aluminium und Gold bestimmt durch Messungen mit einer STA 509 *Jupiter® Supreme* mit angewandter Wärmestromkalibrierung erstellt bei 5 K/min, sowie mit angewandter *2DTemperatureCalibration* bei 5 K/min und 20 K/min. Es wurden Aluminiumoxid-Tiegel mit gelochten Deckeln und Argon als Spülgas (Flussrate: 70 ml/min) verwendet. Weitere experimentelle Details können der Abbildung 8 entnommen werden.

HR [K/min]	T_m [°C] Indium	ΔH [J/g] Indium	T_m [°C] Aluminium	ΔH [J/g] Aluminium	T_m [°C] Gold	ΔH [J/g] Gold
1	156,5	28,5	660,2	407	1064,1	64,9
5	156,6	28,5	660,3	402	1064,2	64,9
10	156,6	28,7	660,5	401	1064,3	64,9
20	156,5	28,6	660,4	397	1064,3	64,1
50	156,0	28,7	659,7	395	1064,2	62,8
Nominelle Werte	156,6	28,6	660,3	397	1064,2	63,7

Die in Abbildung 8 gezeigten Onset-Temperaturen für Indium stimmen für alle Heizraten im Bereich 1...20 K/min innerhalb 0,1 K mit dem nominellen Wert von 156,6 °C überein. Das ist ein sehr gutes Ergebnis im Vergleich zur Messung ohne Temperaturkalibrierung (die Daten sind nicht dargestellt), bei der die Onset-Temperatur bei 20 K/min um 1,4 K höher war im Vergleich zu 5 K/min. Bei 50 K/min, trat mit angewandter *2DTemperatureCalibration* eine Abweichung von 0,6 K vom nominellen Wert auf (siehe Abbildung 8). Dies liegt an der endlichen Linearität der Heizratenabhängigkeit der Onset-Temperaturen insbesondere für STA-Geräte und an der Tatsache, dass die Heizrate 50 K/min nicht in den Daten zur Erstellung der *2DTemperatureCalibration* enthalten war. Weiterhin erkennt man in Abbildung 8 auch eine exzellente Übereinstimmung der Enthalpien mit dem nominellen Wert für Indium für alle Heizraten im Bereich 1...50 K/min. Es soll jedoch bemerkt werden, dass die bestimmten Enthalpiewerte bei 20 K/min und 50 K/min signifikant von der Position der Auswerte-Cursoren abhängen, hauptsächlich weil keine Korrekturmessung subtrahiert wurde (die Enthalpie-Bestimmung ist nicht im Fokus dieser Arbeit).

Die Ergebnisse für Aluminium und Gold sind in Tabelle 2 zusammen mit den Resultaten für Indium aufgeführt. Alle Schmelztemperaturen stimmen innerhalb von etwa 0.1 K mit den nominellen Werten überein mit Ausnahme der Messung an Aluminium bei 50 K/min, bei der die Abweichung 0,7 K beträgt. Die Gründe sind dieselben wie oben für Indium diskutiert. Alle Enthalpiewerte für Aluminium und Gold stimmen innerhalb etwa 2 % mit den nominellen Werten überein. Es soll auch bemerkt werden, dass für die Bestimmung der Flächen der Schmelzpeaks in allen Fällen (auch für die in Tabelle 1 gezeigten Ergebnisse) eine lineare DSC-Basislinie verwendet wurde – mit Ausnahme von Aluminium. Die dieser Probe wurde jeweils eine sigmoide Basislinie verwendet, weil die DSC-Basislinie während des Schmelzens einen signifikanten Abfall zeigte.

Zusammenfassung und weiterführende Diskussion

In dieser Arbeit wurde die neue *2DTemperatureCalibration* für DSC- und STA-Geräte vorgestellt, die in *Proteus®* ab der Version 9.5 verfügbar und in Einklang mit internationalen Normen ist [2, 5]. Sie ist vorteilhaft im Hinblick auf die Temperaturgenauigkeit, insbesondere wenn mehrere Heizraten in einer Messung verwendet werden, da die *2DTemperatureCalibration* nicht nur temperaturabhängig, sondern auch heizratenabhängig ist.

Experimente mit Heizraten im Bereich 1...50 K/min, die in unterschiedlichen Segmenten in jeweils derselben Messung verwendet wurden, wurden mit einigen Kalibrierstandards unter Verwendung der Geräte DSC 300 *Caliris®* and STA 509 *Jupiter® Supreme* durchgeführt. Die Tests ergaben in den meisten Fällen eine Übereinstimmung der bestimmten Schmelztemperaturen mit den nominellen Werten innerhalb von 0,1 ... 0,2 K. Dies zeigt den Vorteil der *2DTemperatureCalibration* gegenüber der herkömmlichen Kalibrierung ohne Berücksichtigung der Heizratenabhängigkeit. Die mit einer Heizrate von 5 K/min erhaltenen Schmelztemperaturen würden sonst um mehrere Grad von denen bei 50 K/min abweichen.

Die bei Heizraten im Bereich 1...50 K/min bestimmten Schmelzenthalpien der Kalibrierstandards stimmten im Falle der DSC 300 innerhalb etwa 1 % mit den nominellen Werten überein, im Falle der STA 509 betrug die Übereinstimmung etwa 2 %. Dies zeigt, dass eine akurate Wärmestromkalibrierung bei einer eher kleinen Heizrate (in dieser Arbeit jeweils bei 5 K/min) zu korrekten Ergebnissen auch bei niedrigen und höheren Heizraten führt.

Die vorgestellten experimentellen Ergebnisse dieser Arbeit decken sicher nicht alle Facetten des Themas "Temperaturkalibrierung von DSC- und STA-Geräten" ab. Einige Aspekte sollen im Folgenden diskutiert werden:

- Es ist selbstverständlich, dass genaue Temperatur- und Wärmestromkalibrierungen individuell für jede verwendete STA-Proben-träger/-Ofen-Kombination bzw. jedes DSC-Modul durchgeführt werden sollten. Nachdem ein Proben-träger/Modul wieder in ein Gerät eingebaut wurde, sollten existierende Kalibrierungen zumindest überprüft werden.
- Wärmestromkalibrierungen hängen stark von der Tiegelart und von der Art des Spülgases ab. Deshalb sollten für die verwendeten Tiegelarten und Spülgase individuelle Wärmestromkalibrierungen durchgeführt werden. Die Temperaturkalibrierung hängt ebenfalls von der Tiegel- und der Gasart ab, weshalb für eine hohe Temperaturgenauigkeit auch individuelle Temperaturkalibrierungen empfohlen werden.
- Die Probenmasse kann auch einen Einfluss auf die bestimmten Onset-Temperaturen haben, wobei dieser Effekt für Indium mit Massen im Bereich zwischen 1 mg und 20 mg kleiner als 0,1 K ist, wenn man Heizraten bis zu 50 K/min und „Tiefemperatur“-DSC-Geräte betrachtet.
- Die Wiederholbarkeit und Reproduzierbarkeit von Messungen ist ein wichtiges Thema. In dieser Arbeit wurden dieselben Proben für die Erstellung und Überprüfung der Kalibrierungen verwendet. Da die Proben nach jeder Kalibrierung aus dem Gerät entfernt und zur Überprüfung wieder eingesetzt wurden, beinhalten die oben beschriebenen Ergebnisse bereits die Wiederholbarkeit. Mit verschiedenen Proben desselben Typs könnte man die Reproduzierbarkeit überprüfen, was in dieser Arbeit nicht getan wurde. Die Erfahrung zeigt jedoch, dass die verwendeten Kalibrierstandards eine Reproduzierbarkeit bezüglich der Onsets von etwa $\pm 0,1$ K aufweisen, wobei Indium kleinere- und Bismut deutlich größere Abweichungen von bis zu ± 1 K zeigen kann.
- Die Genauigkeit der Ergebnisse, also die Abweichung von den nominellen Werten, hängt auch von der Auswahl der Kalibrierstandards und der daraus resultierenden Qualität der Anpassung des Modells an die Daten ab. Im Falle der Temperaturkalibrierung ist das Modell in Gleichung 2 beschrieben, welche sechs Parameter enthält. Das bedeutet, dass eine Temperaturkalibrierung aus sechs Punkten, die von drei Kalibrierstandards gemessen mit jeweils zwei Heizraten herrührt, perfekt

durch das Modell beschrieben wird; d.h. man hat keinen Genauigkeitsverlust bei den Temperaturen und Heizraten der Kalibrierung zu erwarten. Genau auf diese Weise wurde die oben beschriebene *2D Temperature Calibration* der STA 509 durchgeführt, was zu ausgezeichneten Ergebnissen führte. Bei der DSC 300 wurde gezeigt, dass die Temperaturabhängigkeit der Onsets von mehr als drei Kalibrierstandards nicht ideal durch das quadratische Polynom angepasst werden kann (siehe Abbildung 5), was zu einer Verringerung der Genauigkeit bei den Temperaturen der Kalibrierung führt. Für eine genaue Thermometrie wird empfohlen, eine ausreichende Anzahl von Kalibrierstandards zu verwenden, die den gesamten Temperaturbereich von Interesse abdecken. Was die Heizraten betrifft, kann man optimale Ergebnisse erwarten, wenn nur zwei Heizraten zur Temperaturkalibrierung und Überprüfung verwendet werden, weil in diesem Fall die Anpassung des Modells bzgl. der Heizrate perfekt ist (siehe Gleichung 2). Die Messungen mit der STA 509 an Indium und Aluminium bei 50 K/min (siehe Tabelle 2) waren bzgl. der Heizrate nicht durch die verwendete *2D Temperature Calibration* bei 5 K/min und 20 K/min abgedeckt, was zu größeren Abweichungen von den nominellen Werten von 0,6 K und 0,7 K führte. Die Genauigkeit bei 50 K/min könnte verbessert werden, indem man Messungen bei 50 K/min in die Kalibrierung einbezieht. Dies würde allerdings zu einem Kompromiss führen, weil sich die Genauigkeit bei kleineren Heizraten dadurch etwas verschlechtern würde.

Abschließend soll betont werden, dass die offiziell für die in dieser Anwendung verwendeten Gerätekonfigurationen spezifizierte, für Indium ermittelte Temperaturgenauigkeit der DSC 300 *Caliris*[®] bzw. der STA 509 *Jupiter*[®] bei $\pm 0,1$ K bzw. $\pm 0,7$ K liegt, wenn die Geräte über den gesamten Temperaturbereich kalibriert wurden.

Literatur

- [1] DIN 51007:2019-04: Thermische Analyse (TA) – Differenz-Thermoanalyse (DTA) und Dynamische Differenzkalorimetrie (DSC) – Allgemeine Grundlagen.
- [2] DIN EN ISO 11357-1:2017-02: Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 1: General principles.
- [3] ASTM E967-18: Standard Test Method for Temperature Calibration of Differential Scanning Calorimeters and Differential Thermal Analyzers.
- [4] G.W.H. Höhne, W.F. Hemminger, H.-J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*, 2nd edition, 2003, Springer Verlag Berlin Heidelberg New York.
- [5] ASTM E3142–18a: Standard Test Method for Thermal Lag of Thermal Analysis Apparatus