



Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität während einer isothermen Messung mit der temperaturmodulierten DSC 214 *Polyma*

Claire Strasser

Einleitung

Die spezifische Wärmekapazität eines Materials lässt sich nur mittels dynamischer Differenzkalorimetrie in dynamischen Messungen bestimmen. Eine temperaturmodulierte Messung, in der die Probe nicht nur einer linearen Heizrate, sondern auch sinusförmigen Temperaturänderungen unterworfen ist, ermöglicht die Bestimmung der Wärmekapazität der Probe während isothermer Segmente. Während einer als "quasi-isotherm" modulierten bekannten DSC-Messung wird ein sinusförmig variierendes Temperaturprogramm auf den Probekörper bei einer zugrundeliegenden isothermen Temperatur (Definition aus ASTM E2716-09) aufgebracht.

Hier wurde die Wärmekapazität einer Saphirprobe mit der DSC 214 *Polyma* mittels quasi-isothermer temperaturmodulierter Messungen bei unterschiedlichen Temperaturen untersucht. Die Tests wurden auf Basis der Methode B aus ASTM E2716-09 durchgeführt.

Messergebnisse

Die Wärmebestimmung mittels DSC erfordert drei Messungen: eine Leermessung mit zwei leeren Tiegel, eine Kalbrier- und die Probenmessung.

Die Messungen wurden mit *Concavus*[®]-Tiegeln mit gelochten Deckeln durchgeführt. Als Kalibriermaterial wurde eine Saphirscheibe (49,88 mg) verwendet. Die Probenwaage betrug 50,41 mg.

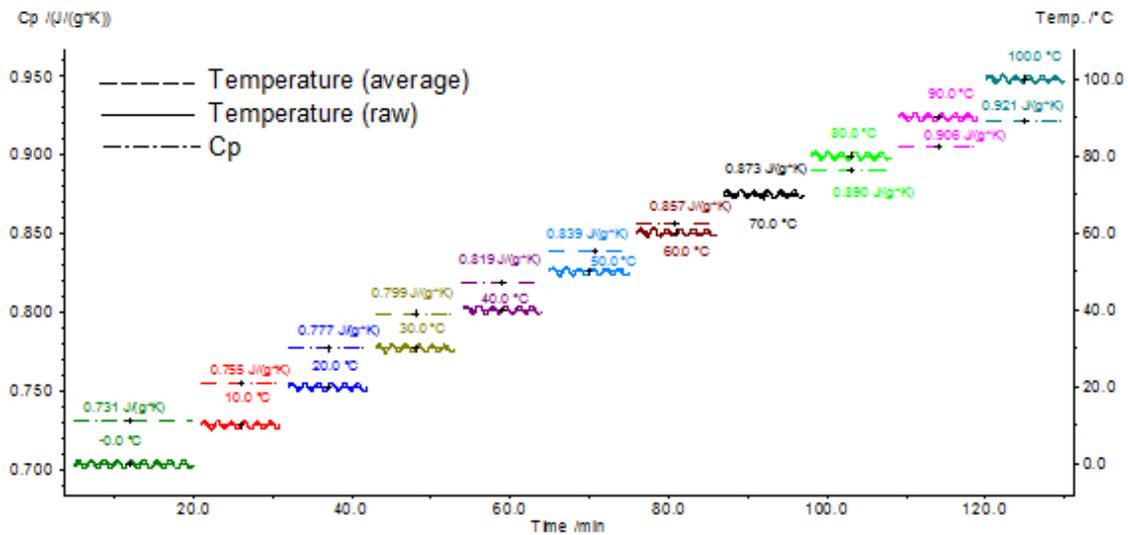
Um präzise Ergebnisse für die Wärmeleitkapazität zu erhalten, wurden alle drei Messungen unter identischen Bedingungen durchgeführt. Das Temperaturprogramm beinhaltete Abkühlen und Aufheizen mit geregelten Raten von 10 K/m bis zur gewünschten Temperatur. Während des 10-minütigen isothermen Segments bei dieser spezifischen Temperatur wurden – wie in ASTM E2716-09 empfohlen – Oszillationen in Perioden von 100 s oder einer Amplitude von 1 K für die Modulation angewandt. Diese Vorgang wurde 11 mal zwischen 0 °C und 100 °C wiederholt mit einem Anstieg von 10 °C für jede Stufe (d.h., isotherme Temperaturen von 0 °C, 10 °C, usw. bis 100 °C).

Die Wärmekapazitätsergebnisse für die Probe für alle 11 quasi-isothermen Segmente zwischen 0 °C und 100 °C sind in Abbildung 1 dargestellt.

Die Ergebnisse der spezifischen Wärmekapazität von Saphir wurden mit den Literaturdaten für Saphir (siehe Tabelle 1) verglichen .

Die mit der DSC 214 *Polyma* bestimmten Wärmekapazitätswerte sind in guter Übereinstimmung mit den Literaturwerten (Abweichung: 1,82 %).

APPLICATIONNOTE Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität während einer isothermen Messungen mit der temperaturmodulierten DSC 204 Polyma



1 Ergebnisse der spezifischen Wärmekapazität an Saphir während der quasi-isothermen Messung

Tab. 1 Vergleich der Wärmekapazitätsergebnisse von Saphir im Vergleich mit Literaturdaten

Temperatur (°C)	Spezifische Wärmekapazität von Saphir [J·g ⁻¹ ·K ⁻¹]	Spezifische Wärmekapazität, bestimmt mit der DSC 214 Polyma [J·g ⁻¹ ·K ⁻¹]	Unterschied zwischen Literatur- und Messwerten [%]
0	0,718	0,731	1,82
10	0,742	0,755	1,80
20	0,764	0,777	1,68
30	0,785	0,799	1,72
40	0,806	0,819	1,66
50	0,825	0,839	1,72
60	0,860	0,857	-0,36
70	0,876	0,873	-0,39
80	0,892	0,890	-0,21
90	0,907	0,906	-0,06
100	0,920	0,921	0,06