

Präzise Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität in einem großen Temperaturbereich mittels DSC

Claire Strasser und Dr. Stefan Schmölzer

Einleitung

Die spezifische Wärmekapazität eines Materials ist die Wärmemenge, die nötig ist, um die Temperatur der Masseneinheit eines Materials um 1 K zu erhöhen [1]. Für die Bestimmung der Wärmekapazität nach DIN ISO 11357-4 eines Materials mittels DSC sind drei Messungen erforderlich: eine Leermessung mit zwei leeren Tiegel, eine Kalibriermessung, z.B. mit einer Saphirscheibe, und die Probenmessung. Genaue Ergebnisse der spezifischen Wärmekapazität werden nur dann erzielt, wenn alle drei Messungen unter exakt denselben Bedingungen durchgeführt werden. Dies ist nur möglich, wenn die von dem DSC-Gerät gelieferten Kurven gut reproduzierbar sind.

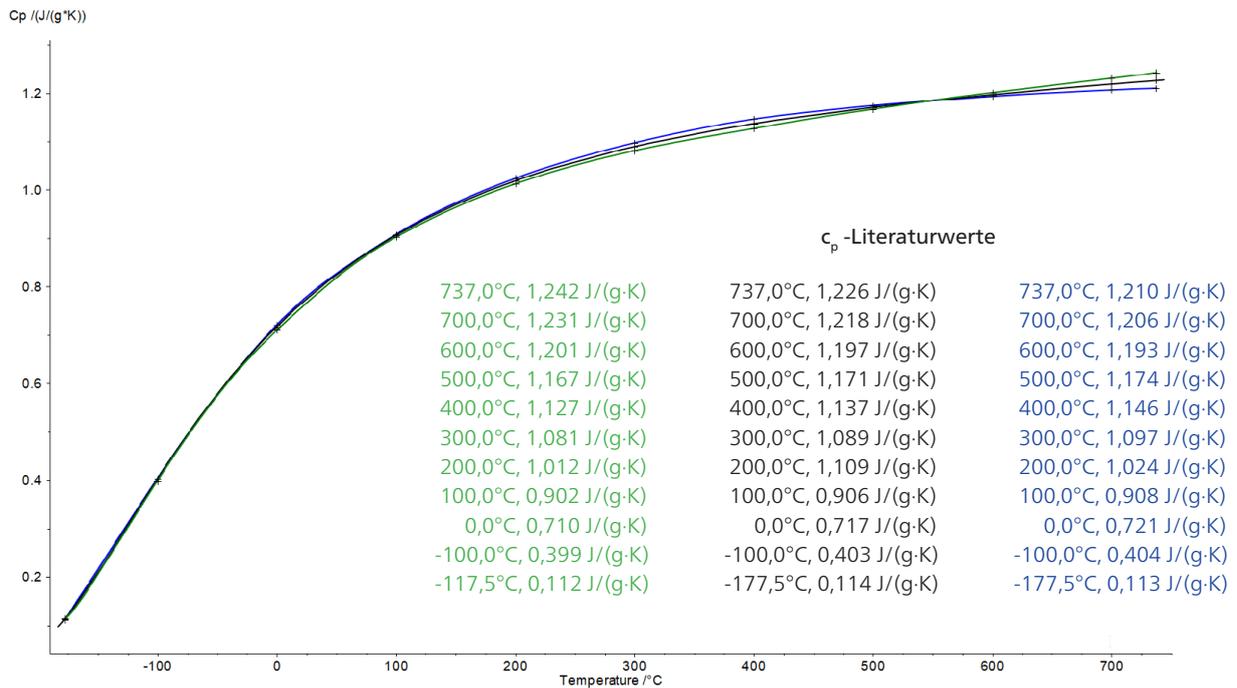
Messbedingungen

Die spezifische Wärmekapazität zweier unterschiedlicher Saphirscheiben wurde zwischen $-177,5\text{ °C}$ und 737 °C bestimmt, d.h. über einen Temperaturbereich von nahezu 915 °C . Beide Saphirscheiben wurden unter den gleichen Bedingungen gemessen. Die spezifische Wärmekapazität jeder Probe wurde ermittelt, indem die jeweils andere Probe als Standard verwendet wurde. Ein solch breiter Temperaturbereich in der Tieftemperaturanwendung kann nur mit der DSC 300 Caliris®, ausgestattet mit dem sogenannten H-Modul, erreicht werden. Tabelle 1 fasst die Messbedingungen zusammen.

Tabelle 1 Messbedingungen

Probe	Saphir 1	Saphir 2
Gerät	DSC 300 Caliris® mit H-Modul	
Probeneinwaage	63,81 mg	84,53 mg
Tiegel	Platinum mit Liner	
Temperaturbereich	-180 °C bis 750 °C , 20 K/min	
Atmosphäre	Argon, 100 ml/min	

APPLICATIONNOTE Präzise Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität in einem großen Temperaturbereich mittels DSC



1 Spezifische Wärmekapazitätskurven, erhalten mit der DSC 300 Caliris®

Tabelle 2 Vergleich der gemessenen Wärmekapazitätsdaten von Saphir mit den Literaturwerten [2]

Temperatur [°C]	Unterschied zwischen der Literatur und den gemessenen Werten [%]	
	Probe 1	Probe 2
737	1,31	-1,31
700	1,07	-0,99
600	0,33	-0,33
500	-0,34	0,26
400	-0,88	0,79
300	-0,73	0,73
200	-0,69	0,49
100	-0,44	0,22
0	-0,98	0,56
-100	-0,99	0,25
-177,5	-1,75	-0,88

Messergebnisse

In Abbildung 1 sind die Kurven der spezifischen Wärme für beide Saphirproben (Probe 1: grün und Probe 2: blau) im Vergleich zu den Kurven aus der Literatur [2] (schwarz) dargestellt. Dies spiegelt nicht nur die gute Reproduzierbarkeit der Messungen, sondern auch deren Genauigkeit wider. Für den Temperaturbereich von -177 °C bis 737°C stimmen die mit der DSC 300 Caliris® erhaltenen Werte sehr gut mit den Literaturdaten

(maximaler Fehler: 1,75 %, siehe Tabelle 2) überein. Dieses ausgezeichnete Ergebnis kann nur Dank der guten Reproduzierbarkeit der DSC-Messungen erzielt werden.

Quellen

- [1] Norm ISO 11357-4:2005(E) Plastics – Differential scanning calorimetry (DSC) – Part 4: Determination of specific heat capacity
- [2] NBS Certificate, Standard Reference Material 720, Synthetic Sapphire