

Dynamische Differenz Kalorimetrie (DDK)

Einleitung

Mit der Dynamischen Differenz Kalorimetrie (DDK) können physikalische oder chemische Vorgänge erfasst werden, die mit einem Wärmeeffekt verbunden sind. Dabei erhält man sowohl charakteristische Temperaturen (z.B. Schmelzpunkt) als auch kalorische Informationen wie die spezifische Wärmekapazität c_p oder Übergangsenthalpie H . Weitere Erkenntnisse kann man durch Messungen in verschiedenen Atmosphären (Gasart und Druck) erhalten.

Messprinzip

Das am ZAE Bayern verwendete Hochtemperatur-Kalorimeter ist ein DDK 404 C der Firma Netzsch Gerätebau GmbH. Bei einer Messung wird zunächst die Probe und anschließend ein Referenzmaterial einem kontrollierten Temperaturprogramm mit konstanten Heiz- und Kühlraten unterworfen. Aufgrund der unterschiedlichen Wärmekapazitäten entsteht bei konstanter Heizrate eine Temperaturdifferenz zwischen Probe (bzw. Referenzmaterial) und Umgebung, die als Funktion der Zeit gemessen wird.

Durch die Kalibrierung der DDK mit dem Referenzmaterial (Saphir-Einkristalle) können den Temperaturdifferenzen direkt Wärmeströme zugeordnet werden. Die Ermittlung von Wärmekapazitäten und kalorischen Werten des Probenmaterials ist somit genau und reproduzierbar möglich.

Anwendung

Die Bestimmung von charakteristischen Temperaturen und Enthalpien führt zu einer breiten Anwendungspalette zur Untersuchung wichtiger und charakteristischer Materialeigenschaften:

- Schmelzpunkte und Schmelzenthalpien,
- Kristallisationsverhalten,
- Phasenbildung und -umwandlung,
- spezifische Wärmekapazität.

Untersucht wurden in der Vergangenheit u.a. Wärmedämmstoffe für die Raumfahrt, SiC-Einkristalle und Magmen. Das Kalorimeter wird weiterhin begleitend zu Laserflash-Messungen eingesetzt um die Wärmeleitfähigkeit zu bestimmen. Beim Laserflash-Verfahren wird die thermische Diffusivität a gemessen. Aus der Beziehung $\lambda = a \rho c_p$ kann somit bei bekannter Dichte ρ und Wärmekapazität c_p (aus DDK Messungen) die Wärmeleitfähigkeit λ bestimmt werden.

Spezifikationen

Messgröße:	spezifische Wärmekapazität, Temperatur und Enthalpie von Phasenumwandlungen
Temperaturbereich:	30 °C bis 1500 °C
Atmosphäre:	reduzierend, oxidierend, inert oder Vakuum
Tiegel:	Platin, Al ₂ O ₃ , Graphit, Platin mit Keramikeinsatz
Proben:	Festkörper und Flüssigkeiten, Durchmesser bis 5 mm, Masse: 20 - 80 mg

Ansprechpartner:

S. Vidi
Tel.: ++49-931/70564-50
Fax: ++49-931/70564-60
e-mail: vidi@zae.uni-wuerzburg.de
<http://www.zae-bayern.de>

Anschrift:

ZAE Bayern
Am Hubland
97074 Würzburg



Differential Scanning Calorimetry (DSC)

Introduction

Differential Scanning Calorimetry (DSC) is used to detect physical or chemical processes which are accompanied by a heat effect. Not only characteristic temperatures (e.g. melting points), but also caloric information such as the specific heat capacity c_p or transition enthalpy H can be determined. Further information can be gained by carrying out measurements in various atmospheres (with different gas types and pressures).

Measuring Principle

The high-temperature calorimeter used at ZAE Bayern is a DDK 404 C manufactured by Netzsch Gerätebau GmbH. During a measurement a sample and subsequently a reference material are subjected to a controlled temperature programme with constant heating and cooling rates. At a constant heating rate, a temperature difference between the probe (or reference material) and its surroundings is caused due to their different heat capacities; the temperature difference is measured as a function of time. By calibrating the DSC with the reference material (sapphire monocrystals), heat flows can be directly allocated to the temperature differences. Heat capacities and caloric values of samples can therefore be precisely and repeatedly determined.

Applications

Being able to determine characteristic temperatures and enthalpies means a wide range of important characteristic material properties can be investigated:

- melting points and melting enthalpies
- crystallization behaviour
- phase formation and transformation
- specific heat capacity

To date, investigations have included insulation materials for use in space, SiC monocrystals and magmas. The calorimeter is furthermore implemented in conjunction with laserflash measurements to determine thermal conductivity. The thermal diffusivity a is measured using the laserflash method, the density ρ and heat capacity c_p are measuring using the DSC; therefore, the heat conductivity λ can be determined using the relation: $\lambda = a \rho c_p$

Specifications

Measurable variable:	specific heat capacity, temperature and enthalpy of phase changes
Temperature range:	30 °C to 1500 °C
Atmosphere:	reducing, oxidizing, inert or in a vacuum
Crucible:	platinum, Al ₂ O ₃ , graphite, platinum with ceramic insert
Samples:	solids and liquids, diameter up to 5 mm, mass: 20 - 80 mg

Contact:

S. Vidi
Tel.: ++49-931/70564-50
Fax: ++49-931/70564-60
e-mail: vidi@zae.uni-wuerzburg.de
<http://www.zae-bayern.de>

Address:

ZAE Bayern
Am Hubland
97074 Würzburg