



# Temperaturmodulierte Dynamische Differenz Kalorimetrie (TDDK)

## Einleitung

Mit der Temperaturmodulierten Dynamischen Differenz Kalorimetrie (TDDK) lassen sich, im Gegensatz zur herkömmlichen DDK, die resultierenden Wärmeströme in ihre reversible (wärmekapazitären) und nicht reversible (kinetischen) Anteile trennen. Das ermöglicht in vielen Fällen eine eindeutige Diskussion von DDK-Messkurven, welche ansonsten nur die Summe aller Effekte darstellen. Gleichzeitig lassen sich auch quasi-isotherme DDK-Messungen durchführen. Hier kann z. B. die zeitliche Veränderung der spezifische Wärmekapazität einer Probe unter quasi isothermen Bedingungen verfolgt werden, wenn sich diese durch physikalische Umwandlungen oder chemischen Reaktionen zeitlich verändert.

## Messprinzip

Das ZAE Bayern verfügt über ein DSC 2920 der Firma TA Instruments GmbH, welches neben herkömmlichen DDK Messungen auch Temperaturmodulierte DDK Messungen erlaubt. Bei der Messung wird der Differenz-Wärmestrom zwischen der Probe und einer Referenz als Funktion der Zeit und Temperatur bestimmt. Probe und Referenz werden in einer Messzelle gleichzeitig einem Temperaturprogramm unterworfen. Bei der modulierten DDK setzt sich die Heizrate aus einem linearen Anteil, welcher bei quasi-isothermen Messungen auch konstant sein kann, und aus einem sinusförmigen oszillierenden Anteil zusammen. Durch eine spezielle Auswertung des Differenz-Wärmestroms erhält man schließlich die reversible Materialeigenschaft Wärmekapazität und zusätzlich Informationen über nicht reversible thermische Effekte.

## Anwendungen

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

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

Die Temperaturmodulierte DDK bietet zusätzlich die Vorteile einer

- Trennung reversibler und nicht reversibler Effekte,
- Durchführung von quasi-isothermen Messungen,
- Messung kleiner Signale und
- Erhöhung der Auflösung.

## Spezifikation

Messgröße:	spezifische Wärmekapazität, Temperatur und Enthalpie von Phasenumwandlungen
Temperaturbereich:	-50°C bis 700°C
Atmosphäre:	Stickstoff (Standard), Helium, Technische Luft
Tiegel:	Aluminium
Proben:	Festkörper und Flüssigkeiten, Durchmesser: bis 4 mm, Masse: einige Milligramm

### **Ansprechpartner:**

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

### **Anschrift:**

ZAE Bayern  
Am Hubland  
97074 Würzburg



# Temperature-Modulated Differential Scanning Calorimetry (TMDSC)

## Introduction

In comparison to conventional DSC, temperature-modulated differential scanning calorimetry (TMDSC) enables heat flow to be separated into its reversible (heat capacity) and irreversible (kinetic) parts. In many cases, this enables DSC curves to be analysed unequivocally, whereas such curves otherwise only present the sum of all effects. Quasi isothermal DSC measurements can also be carried out, whereby the temporal change in a sample's specific heat capacity, for example, can be followed under quasi isothermal conditions (assuming that there is a temporal change in the specific heat capacity caused by physical transformations or chemical reactions).

## Measuring principle

ZAE Bayern has a DSC 2920 manufactured by TA Instruments GmbH, which can be used for conventional DSC measurements as well as temperature-modulated DSC measurements. Here, the differential heat flow between the sample and a reference is determined as a function of time and temperature. The sample and the reference in a measuring cell are simultaneously subjected to a temperature programme. In modulated DSC, the heating rate comprises a linear part (which can also be constant in quasi isothermal measurements) and a sine-like oscillating part. The reversible material property heat capacity as well as further information about irreversible thermal effects can be derived from special evaluation of the differential heat flow.

## 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

Temperature-modulated DSC also has the following advantages:

- separation of reversible and irreversible effects
- quasi isothermal measurements
- measurement of small signals
- increase in resolution

## Specifications

Measurable variables: specific heat capacity, temperature and enthalpy of phase changes

Temperature range: -50 °C to 700 °C

Atmosphere: nitrogen (standard), helium, dehumidified air

Crucible: aluminium

Samples: solids and liquids, diameter: up to 4 mm, mass: several milligrams

### Contact:

S. Vidi

Tel.: ++49-931/70564-50

Fax: ++49-931/70564-60

E-mail: [vidi@zae.uni-wuerzburg.de](mailto:vidi@zae.uni-wuerzburg.de)

<http://www.zae-bayern.de>

### Address:

ZAE Bayern

Am Hubland

D-97074 Würzburg

Germany