



Nachweis schwacher thermischer Effekte mittels dynamischer Differenzkalorimetrie

Claire Strasser und Dr. Stefan Schmölder

Einleitung

Die dynamische Differenz-Kalorimetrie (engl. Differential Scanning Calorimetry, DSC) ist eine beliebte Methode zur Charakterisierung thermischer Effekte wie Schmelzen, Kristallisieren oder Glasübergang und mehr.

Das DSC-Signal ist proportional zur spezifischen Wärmekapazität des zu untersuchenden Materials sowie zur Heizrate und der Probeneinwaage. Die spezifische Wärmekapazität ist eine Materialgröße und kann daher nicht verändert werden. Der Glasübergang stellt eine Änderung der spezifischen Wärmekapazität dar und ist typischerweise als ein kleiner Effekt in der DSC-Kurve zu

erkennen. Eine Möglichkeit, diesen oder andere kleine Effekte zu vergrößern, besteht darin, die Probeneinwaage zu erhöhen. Steht nur eine begrenzte Menge an Probenmaterial zur Verfügung, können mit einer empfindlichen DSC, eine stabile Basislinie vorausgesetzt, kleine Effekte auch mit einer nur geringen Probenmenge nachgewiesen werden.

Messbedingungen

Im Folgenden wird der Glasübergang von Polystyrol mit unterschiedlicher Probeneinwaage mittels DSC bestimmt. Tabelle 1 fasst die Messbedingungen zusammen.

Tabelle 1 Messbedingungen

Gerät	DSC 300 Caliris® mit H-Modul			
Probeneinwaagen	10,38 mg	1,07 mg	131 µg	80 µg
Tiegel	Concavus® (Aluminium) mit gelochtem Deckel			
Temperaturbereich	25 °C bis 180 °C			
Heizrate	10 K/min			
Atmosphäre	Stickstoff (20 ml/min)			

APPLICATIONNOTE Nachweis von schwachen thermischen Effekten mittels dynamischer Differenzkalorimetrie

Messergebnisse

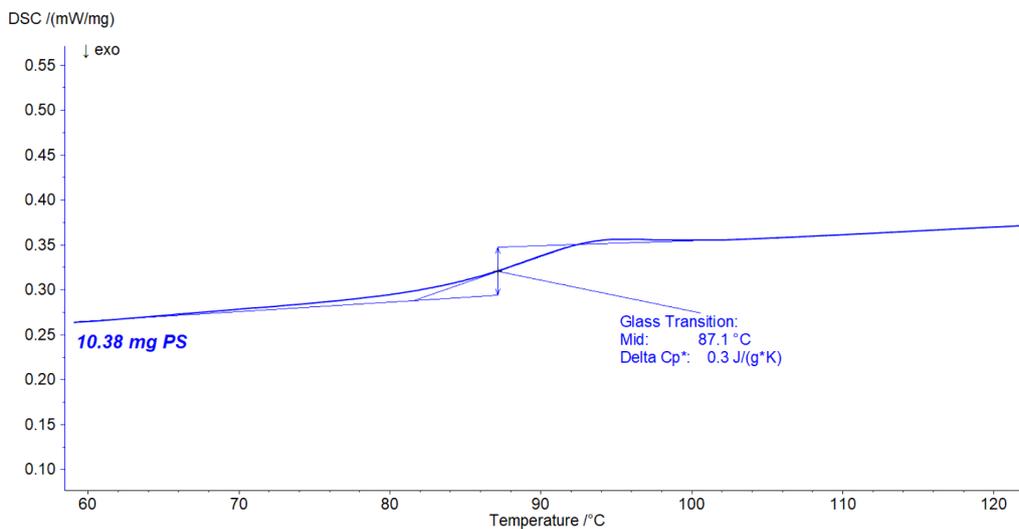
Abbildung 1 zeigt die DSC-Ergebniskurve der Probe mit einer Einwaage von 10,38 mg. Der Glasübergang wird als endotherme Stufe bei 87,1 °C (Midpoint) detektiert. Er ist mit einer Änderung der spezifischen Wärmekapazität von 0,3 J/(g·K) verbunden.

In Abbildung 2 wird die vorangegangene Messung (blaue Kurve) mit den Untersuchungen an den Proben mit geringeren Einwaagen verglichen. Je geringer die Probenmasse, desto kleiner scheint der Glasübergang

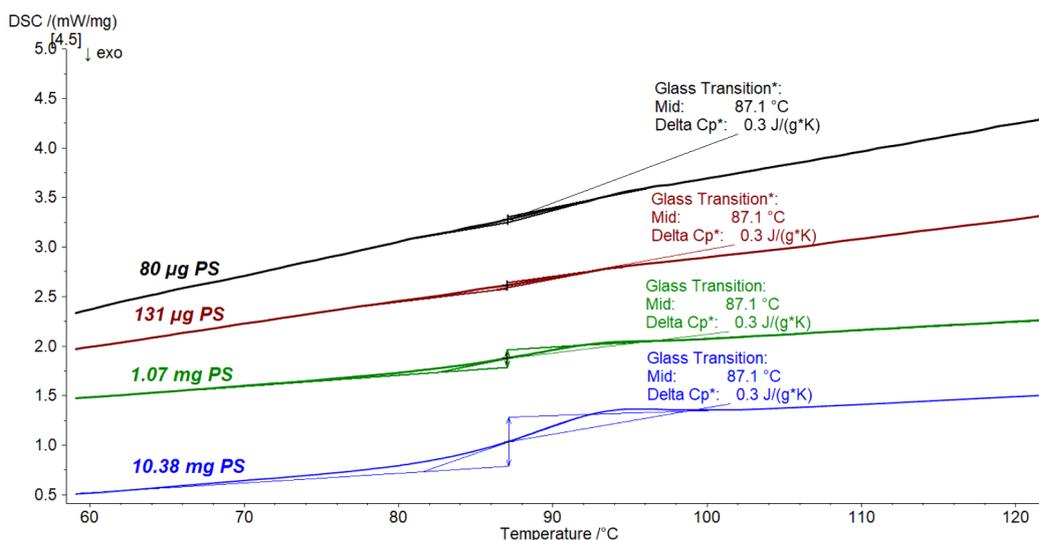
zu sein. Daher bleibt natürlich die Änderung der spezifischen Wärmekapazität gleich, da diese nicht von der Probeneinwaage abhängig ist.

Zusammenfassung

Der empfindliche Sensor der DSC 300 *Caliris*® ermöglicht die Detektion kleinerer Effekte auch bei kleinen Probeneinwaagen. Durch eine größere Probenmasse ist der Glasübergangseffekt in der DSC-Kurve besser erkennbar. Dies führt zu einer verbesserten Auswertung und Genauigkeit der Glasumwandlungstemperatur.



1 DSC-Kurve während der Aufheizung. Die stufenförmige Änderung in der DSC-Kurve stellt den Glasübergang des Polymers dar.



2 Bestimmung des Glasübergangs von Polystyrol für unterschiedliche Probeneinwaagen