

比热容量的 DSC 测量

——比热容量测量原理和环氧树脂的测量实例

1.前言

即使少量的试样由 DSC 也可以较为简单地测量出比热容量 (Cp)。

本节将说明由 DSC 进行比热容量测量的原理,同时介绍为了检验测量精度对蓝宝石进行的重复试验的结果、及环氧粘结剂和 IC 封装材(环氧树脂+填充剂)的测试应用实例。

2. 测量原理

图 1 所示为由 DSC 测量比热容量的测量实例。测量是对试样、参比物(比热容量值已知的物质)及空容器在相同条件下进行的。根据得到的 DSC 数据(图 1 (a) ,(b),及(c))按照公式(1)可以计算出未知试样的比热容量。

$$C_{ps} = \frac{H}{h} \cdot \frac{m_r}{m_s} \cdot C_{pr} \quad (1)$$

Cps: 未知试样的比热容量

Cpr: 参比物的比热容量

MS: 未知试样的重量

MR: 参比物的重量

H: 未知试样与空容器的差

h: 参比物与空容器的差

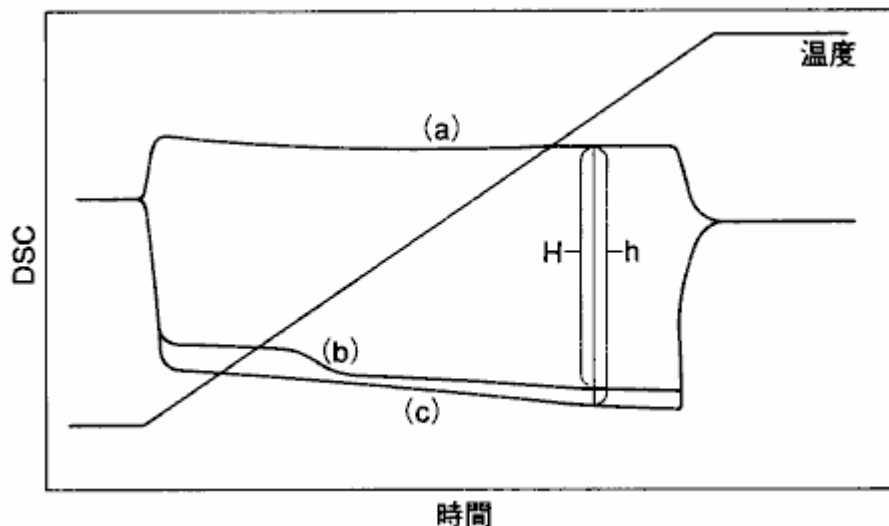


图 1 比热容量的 DSC 测量

(a) 空容器的 DSC 曲线

(b) 未知试样的 DSC 曲线

(c) 参比物的 DSC 曲线

3.测量结果

3-1 比热容量的测量精度

图 2 所示为对重约 30mg 的蓝宝石进行重复测量 (n=4) 的结果。纵坐标为实测值和文献值间的差, 由该测试结果可知, 重复测量的偏差大约在 2% 以内。

表 1 中汇总了图 2 测量结果的平均值、标准偏差、文献值及与文献值间的偏差。与文献值相比, 4 次测量的平均值的比热容量的测量精度在 1% 以内。

用 DSC 进行的比热容量测量中, 试样和参比物的热容量测量值应处于相同水平。为了确认上述事实, 对热容量分别为参比物的 65%、99% 及 175% 的蓝宝石进行了测量, 其测量结果如表 2 所示。根据表 2 结果, 重为 29.68mg 的蓝宝石, 由于其和参比物的热容量几乎相等, 测量精度最高。

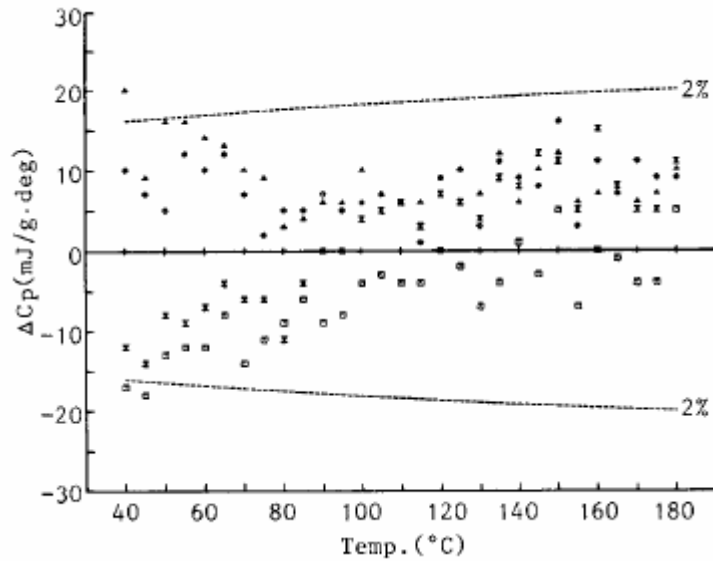


图 2 蓝宝石的重复测量结果

$$\Delta C_p = C_p(\text{文献值}) - C_p(\text{实测值})$$

试样用量: 29.7mg

升温速率: 10°C/min

表 1 蓝宝石比热容量重复测量的结果 (n=4)

温度 °C	平均值 J/g.deg	标准偏差	变动率 %	文献值 J/g.deg	与文献值间的偏差%
40	0.806	0.018	2.2	0.806	0.0
60	0.844	0.012	1.4	0.843	-0.1
80	0.874	0.008	0.9	0.877	-0.3
100	0.912	0.006	0.7	0.908	-0.4
120	0.941	0.005	0.5	0.935	-0.6
140	0.965	0.004	0.4	0.959	-0.6
160	0.989	0.006	0.6	0.981	-0.8
180	1.007	0.007	0.7	1.001	-0.6

表 2 改变蓝宝石质量时比热容量的测量结果 (标准物质重量 29.71 mg)

温度℃	参比物质量 19.20mg		参比物质量 29.68mg		参比物质量 50.25mg	
	实测值 J/g.deg	与文献值间的 偏差%	实 测 值 J/g.deg	与文献值间的 偏差%	实 测 值 J/g.deg	与文献值间的 偏差%
40	0.800	-0.7	0.795	-1.4	0.797	-1.1
60	0.851	0.9	0.843	0.0	0.835	-0.9
80	0.888	1.3	0.877	0.0	0.862	-1.7
100	0.929	2.3	0.912	0.4	0.901	-0.8
120	0.966	3.3	0.942	0.7	0.928	-0.7
140	0.989	3.1	0.966	0.7	0.949	-1.0
160	1.017	3.7	0.989	0.8	0.968	-1.2
180	1.035	3.4	1.007	0.6	0.990	-1.1

3-2 环氧粘结剂的比热容量测量

环氧粘结剂的比热容量测量结果如图 3 及表 3 所示。图 3 所示的是比热容量值和温度的关系曲线，由此可知比热容量的变化过程。从 70℃到 90℃比热容量增大的现象是由环氧的玻璃化转变引起的。此外，由表 3，可以读取各温度下的比热容量值。

3-3 IC 封装的比热容量测量

IC 封装的比热容量测量结果如图 4 及表 3 所示。IC 封装除了环氧树脂（约 20%）外，还充填无机物。无机物的比热容量一般较树脂小，因此 IC 封装的比热容量的测量值应该比环氧粘结剂小。

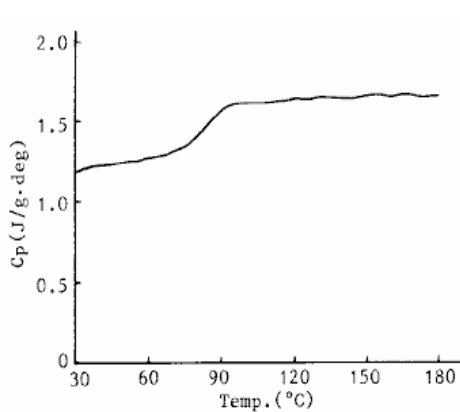


图 3 环氧粘结剂的比热容量测量结果
计算比热容量的温度间隔：5℃

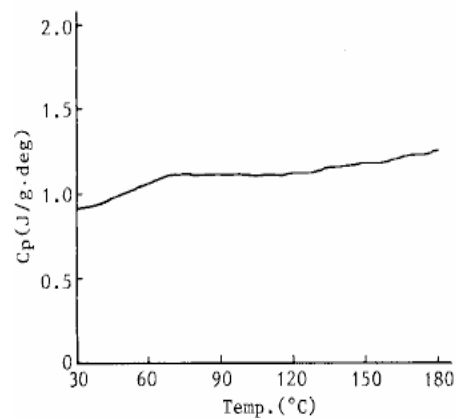


图 4 IC 封装的比热容量测量结果
计算比热容量的温度间隔：5℃

表 3 环氧粘结剂和 IC 封装的比热容量测量结果

温度	比热容量值 J/g.deg	
	环氧树脂	IC 封装
30	1.188	0.910
35	1.210	0.923
40	1.228	0.941
45	1.231	0.968
50	1.245	1.000
55	1.254	1.029
60	1.274	1.058
65	1.282	1.090
70	1.310	1.111
75	1.340	1.112
80	1.408	1.105
85	1.499	1.116
90	1.575	1.112
95	1.609	1.111
100	1.614	1.109
105	1.615	1.102
110	1.621	1.110
115	1.628	1.107
120	1.642	1.118
125	1.633	1.122
130	1.651	1.155
135	1.651	1.155
140	1.645	1.160
145	1.647	1.167
150	1.660	1.181
155	1.665	1.178
160	1.652	1.188
165	1.675	1.207
170	1.660	1.220
175	1.651	1.221
180	1.658	1.247