

W 1 Thermische Analyse

1 Aufgabenstellung

- 1.1 Die **Abkühlungskurven** reinen Zinns und zweier Blei-Zinn-Legierungen gleicher Masse sind unter gleichen Bedingungen aufzunehmen, die Temperatur-Zeit-Diagramme sind graphisch darzustellen.
- 1.2 Aus den Abkühlungskurven der Schmelzen und der festen Phasen sind die Abkühlungskonstanten λ , die Zeitkonstanten τ und die Halbwertszeiten des Temperaturausgleichs zu bestimmen. Aus der Zeitkonstante τ der Abkühlung der Zinnschmelze ist der Wärmeübergangskoeffizient α abzuschätzen.
- 1.3 Aus der Abkühlungskurve der Zinnschmelze sind Schmelztemperatur und spezifische Schmelzwärme von Zinn zu bestimmen.
- 1.4 Aus den Abkühlungskurven der Legierungen sind deren Bleigehalte (in Masseprozent) und die Schmelztemperatur des Eutektikums zu bestimmen. Das Abkühlungsverhalten von Legierungen mit unter- und über-eutektischem Bleigehalt ist zu diskutieren.

2 Literatur

- 2.1 Ilberg, W.,
Krötzsch, M.,
Geschke, D. Physikalisches Praktikum
 B. G. Teubner Verlagsgesellschaft Stuttgart, Leipzig
 10. Auflage 1994, S. 130 - 131, 133 - 134
- 2.2 Kohlrausch, F. Praktische Physik Band 1
 B. G. Teubner Stuttgart
 23. Auflage 1985, S. 390, 394 - 396
- 2.3 Mende, D.,
Kretschmar, W.,
Wollmann, H. Physik-Praktikum
 Verlag Harri Deutsch Thun, Frankfurt/M.
 Fachbuchverlag Leipzig
 1. Auflage 1987, S. 92 - 94

3 Hinweise zum Versuch

- 3.1 Die zu untersuchenden Proben gleicher Masse $m = 20 \text{ g}$, aber unterschiedlicher Zusammensetzung befinden sich in 3 Schmelztiegeln mit je einem Temperatur-Eintauchfühler. Letztere sind im Zentrum der Schmelze zu platzieren und dürfen nicht entnommen werden. Der linke Tiegel Nr. 1 enthält reines Zinn, die Tiegel Nr. 2 und 3 enthalten Blei-Zinn-Legierungen, deren Bleigehalt (in Masseprozent) zu bestimmen ist.

Zur Aufnahme der **Abkühlungskurve** einer Probe wird der Tiegel mit dem Butangas-Bunsenbrenner auf wenig über 350°C (maximal 400°C !) aufgeheizt. Nach Erreichen der genannten Temperatur und Schmelzen der Probe ist der Bunsenbrenner zu löschen. Es empfiehlt sich, die Schmelze durch vorsichtiges Schwenken des Temperaturfühlers leicht zu durchmischen.

Das Temperatur-Zeit-Diagramm ist während der Abkühlungsphase im Temperaturbereich $350^\circ\text{C} \geq T \geq 130^\circ\text{C}$ durch Temperaturmessung in Zeitintervallen von 15 s und/oder Registrierung auf einem y-t-Schreiber aufzunehmen. Zu diesem Zwecke wird der Analogausgang an der Vorderseite des Digital-Thermometers an den Schreibereingang angeschlossen. Der Messbereich des Schreibers ist so zu wählen, dass die Papierbreite weitgehend ausgenutzt wird (z. B. 20 mV/cm, Papierbreite entspricht 500°C), als Papiervorschub-Geschwindigkeit sind 24 mm/min zu benutzen, so dass die Aufzeichnungslänge 30 cm nicht übersteigt. Die T-t-Diagramme aller Proben sind (nach Rückdrehen der Schreibrolle) ca. 3 cm versetzt auf dem gleichen Papierstreifen aufzuzeichnen. Bei alleiniger Schreiber-Registrierung sind zumindest die Haltepunkte der Temperatur (Plateautemperaturen) zusätzlich am Temperaturmessgerät abzulesen.

- 3.2 Die Abkühlungskonstanten λ , Zeitkonstanten τ und die Halbwertszeiten des Temperaturausgleichs sind für die Schmelzen und die erstarrten Substanzen separat aus je einem möglichst weit auseinander liegenden T-t-Wertepaar oder aus dem Anstieg des entsprechenden Teils der Abkühlungskurve zu bestimmen. Bei punkt-

weiser Aufnahme der Abkühlungskurve ist das Temperatur-Zeit-Diagramm auch halblogarithmisch darzustellen; die gesuchten Größen sind durch lineare Regression zu berechnen.

Der Wärmeübergangskoeffizient α wird aus der Zeitkonstante τ der Abkühlung der Zinnschmelze (Masse $m = 20$ g, spezifische Wärmekapazität $c_{sn} = 0,244$ J/g·K bei ca. 230°C) bestimmt. Die Masse m_T des leeren Edelstahl-Tiegels ($c_T = 0,53$ J/g·K bei 230°C) kann nebenstehender Tabelle entnommen werden, die wärmeabgebende Oberfläche wurde zu $A = (57 \pm 2)$ cm² abgeschätzt.

Tiegel Nr.	m_T /g
1	14,97
2	15,10
3	14,85

- 3.3 Die spezifische **Schmelzwärme** von Zinn wird aus der Erstarrungstemperatur T_E und der Erstarrungszeit t_E der Schmelze (Plateaubreite) sowie der in 1.2 bestimmten Zeitkonstante τ der Abkühlung des erstarrten Zinns bestimmt. Bzgl. der Massen und spezifischen Wärmekapazitäten des Zinns und des Tiegels wird auf die Angaben in 3.2 verwiesen.
- 3.4 Der Bleigehalt der Legierung ist einerseits mit Hilfe des **Schmelzpunkt-Diagramms** in der Literatur 2.1, S. 131 (Abb. W.4.0.7.) bzw. am Arbeitsplatz, andererseits aus der Erstarrungszeit t_E des Eutektikums (Plateaubreite) zu bestimmen. Der Maximalwert von t_E wird durch Extrapolation der Abkühlungskurve der Schmelze ermittelt, die vom Maximum bei 38% Pb nach 5% Pb und 80,5% Pb abfallenden Kurven werden durch Geraden angenähert (siehe Lit. 2.1, S. 133, Abb. W.4.3.1. und W.4.3.2.).
Hinweis: Eine der Legierungen hat übereutektischen, die andere untereutektischen Bleigehalt.

4 Zugeordnete Themenkomplexe

Gibbssche Phasenregel

Legierungen: Schmelzpunktdiagramme, Abkühlungsverhalten, Bestimmung der Zusammensetzung

Newtonsches Abkühlungsgesetz, Abkühlungs-, Zeitkonstante

Differential-Thermoanalyse (DTA)