

Thermoelement und Differenzielle Thermoanalyse

Ein Protokoll muss **alle** Informationen enthalten, die zur Wiederholung des Versuchs unter gleichen Bedingungen notwendig sind! Tragen Sie **alle abgelesenen Werte sofort in Ihr Protokollheft** ein. Geben Sie dazu immer die **Maßeinheit und den Fehler** (Messgenauigkeit) an. Auch Hilfsrechnungen und Zwischenergebnisse sind zum Nachvollziehen Ihrer Analyse wichtig. Notieren Sie also z.B. auch Kennbuchstaben des Versuchsplatzes, Nummer der Legierung ...

I. Aufgabenstellung:

1. Mit Hilfe der vorgegebenen Versuchsanordnung ist die Abkühlkurve eines Stahlkörpers in einem Temperaturbereich von 300°C bis ca. 100°C aufzunehmen. Das Newton'sche Abkühlungsgesetz ist zu bestätigen und die Parameter zu bestimmen.
2. Mit Hilfe der vorgegebenen Versuchsanordnung sind durch differenzielle Thermoanalyse (DTA) Teile des Zustandsdiagramms im Legierungssystem Blei-Zinn anhand von Abkühlungskurven von 4 bis 5 vorgegebenen Schmelzen verschiedener Konzentrationen zu bestimmen.
Die Kalibrierungskonstanten für das Thermoelementes werden Ihnen vom Betreuer vorgegeben!
3. Die ermittelten Umwandlungspunkte werden in ein gegebenes Phasendiagramm eingetragen.

II. Hinweise:

Zu 1.:

1. Der Stahlkörper ist in die Messanordnung „Probenmessstelle“ einzubauen. Die Referenzmessstelle bleibt frei.
2. Der Stahlkörper ist bis zur Messtemperatur aufzuheizen.
Achtung: Langsam aufheizen, um ein überschießen der Temperatur zu verhindern!
3. Die Messung erfolgt mit dem LabView Programm „messen2.exe“.
(siehe Anleitung)
4. Die gespeicherte Abkühlkurve kann in das Auswertungsprogramm „Origin“ eingelesen werden und halblogarithmisch der Abkühlungskoeffizient bestimmt werden.
(siehe Anleitung)

Zu 2.:

1. Die Legierungsproben sind in die Messanordnung „Probenmessstelle“ einzubauen. Die Referenzmessstelle ist der Stahlkörper.
2. Die Legierungsproben sind bis ca. 50 K oberhalb der theoretischen Schmelztemperatur aufzuheizen. Das Erreichen der Schmelze wird qualitativ durch Schwingungen der Flüssigkeitsoberfläche nach leichtem Klopfen am Tiegel angezeigt. Gelegentlich ist die Oxidhaut zu entfernen. Dabei ist darauf zu achten, dass Probe und Referenzkörper wechselseitig so aufgeheizt werden, so dass sie mit Messbeginn etwa die gleiche Ausgangstemperatur haben.

Achtung: Langsam aufheizen, um ein überschießen der Temperatur zu verhindern!

Keine Fremdkörper in die Schmelze tauchen!

3. Die Messung und Auswertung erfolgt mit dem LabView Programm „messen2.exe“.
(siehe Anleitung)

Zu 3.:

1. Im Phasendiagramm sind die vorgegebenen Konzentrationsverhältnisse eingetragen. Das Phasendiagramm wird vom Betreuer ausgegeben.
2. Die Bestimmung der Umwandlungspunkte kann durch das Differenzieren der Abkühlkurve erleichtert werden.
3. Diskutieren Sie die systematische Abweichung ihrer ermittelten Umwandlungspunkte.

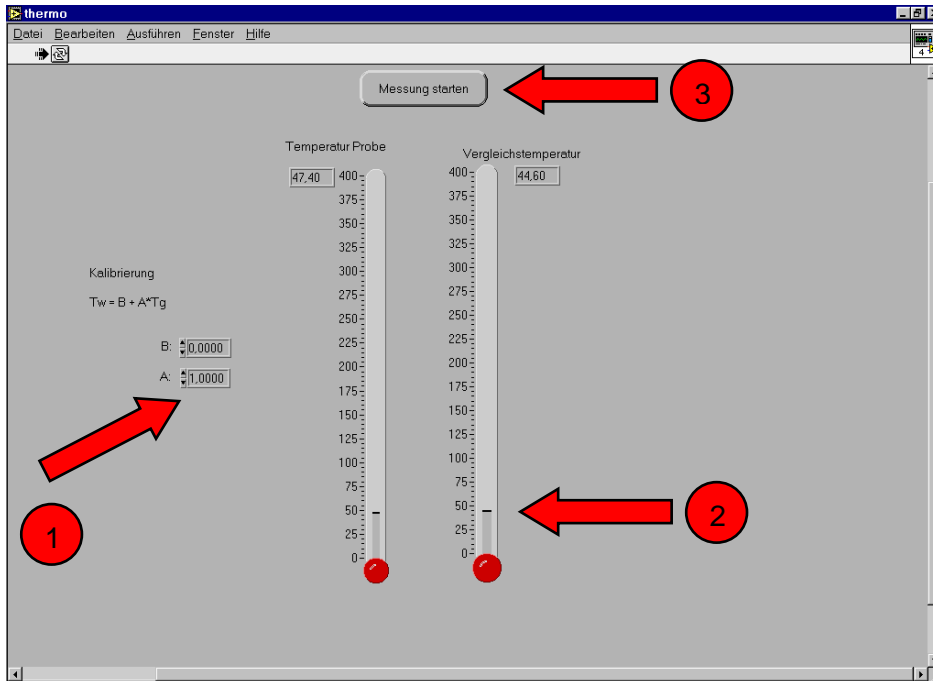
III. Fehlerbetrachtung:

Der absolute Fehler des Thermoelements beträgt bei Messung der absoluten Temperatur ± 5 K.

Der absolute Fehler der Differenztemperatur zweier Thermoelemente beträgt ± 2 K.

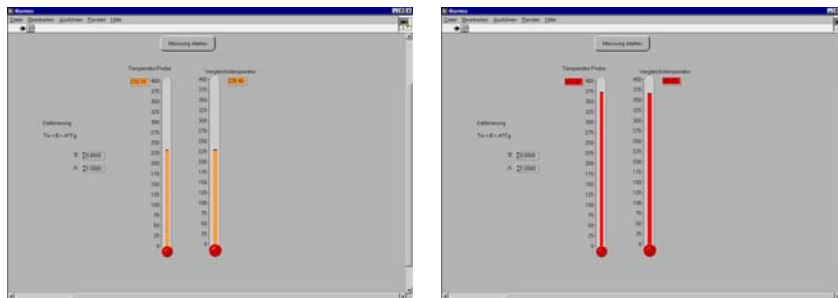
Bedienungsanleitung des LabView Programms „Messen2.exe“

A. Starten des Programms „messen2.exe“ auf dem Desktop durch Doppelklick



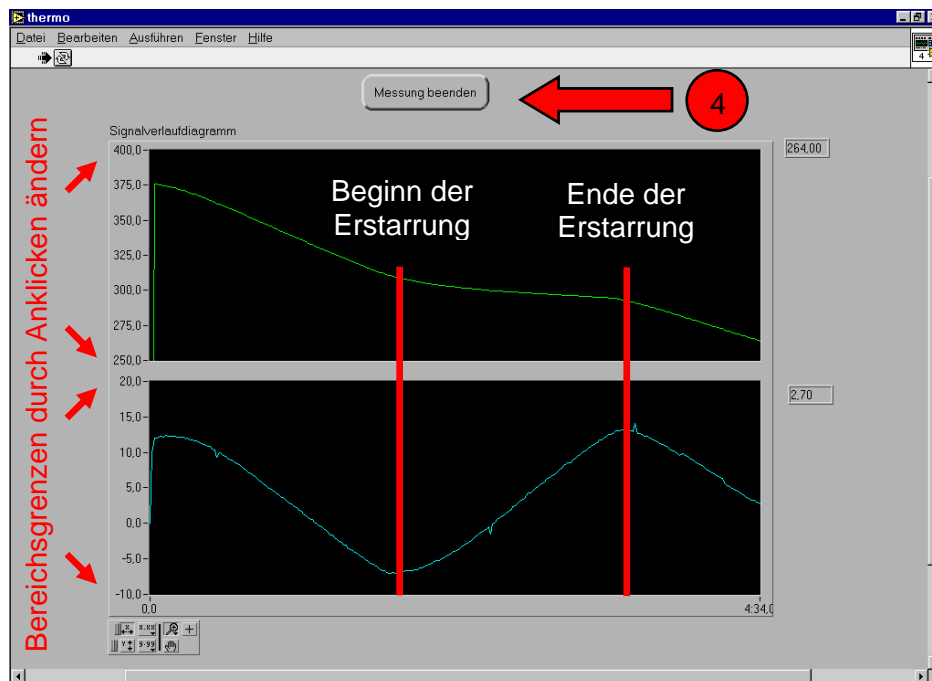
1. Eingabe der Kalibrierungsparameter (wird vom Betreuer vorgegeben) $B=0$, $A=1$
2. Wechselseitiges Aufheizen von Probe und Vergleichskörper (etwa gleiche Temperatur)
3. Nach Erreichen der Solltemperatur: „Messung starten“

B. Vermeidung eines „Überschießens“ der Temperatur (T_{\max} : 380°C)



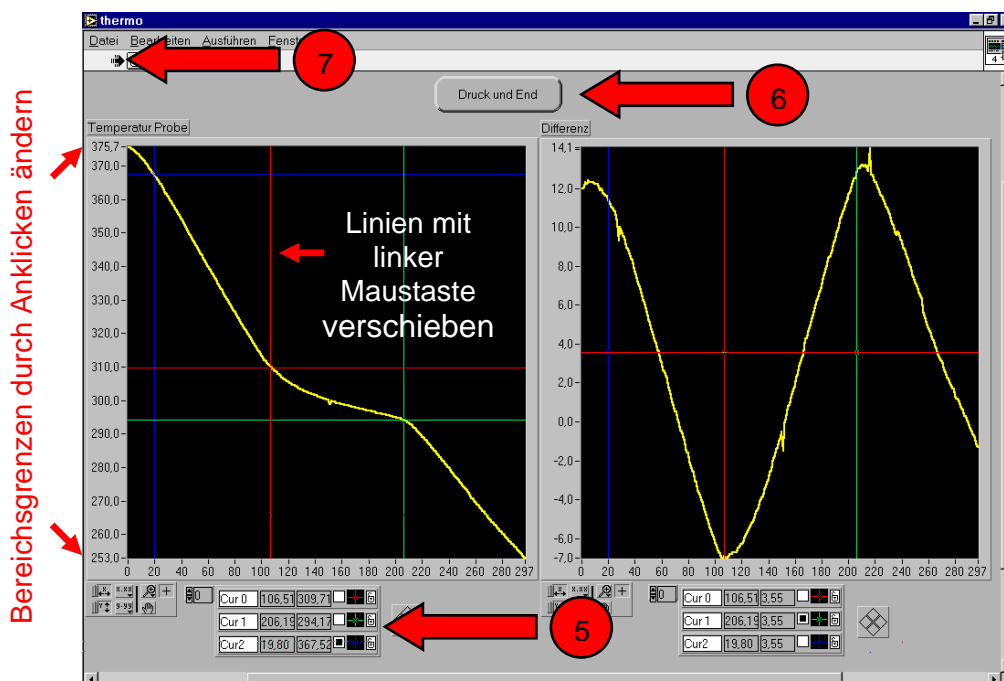
Temperaturwarnung durch farbige Markierung!

C. Beobachtung der Abkühlung im Signalverlaufdiagramm



4. Nach Abschluss aller Umwandlungen Messung beenden

D. Bestimmung der Umwandlungspunkte



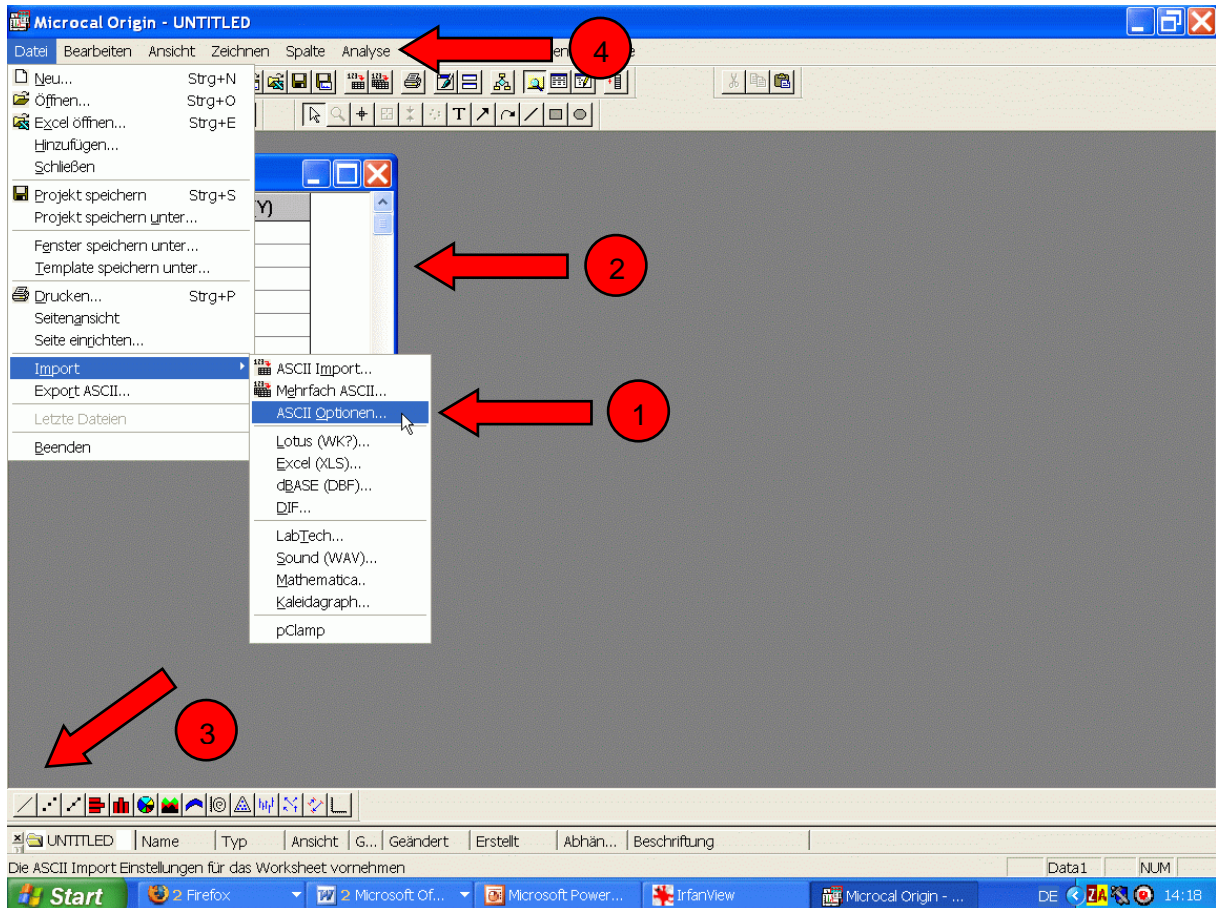
5. Programm ermöglicht die Darstellung von 3 Umwandlungspunkten (Werte abschreiben!)

6. Nach Beendigung der Auswertung „Druck und End“ drücken - Bild wird ausgedruckt

7. Durch Drücken auf den Pfeil neue Messung starten.

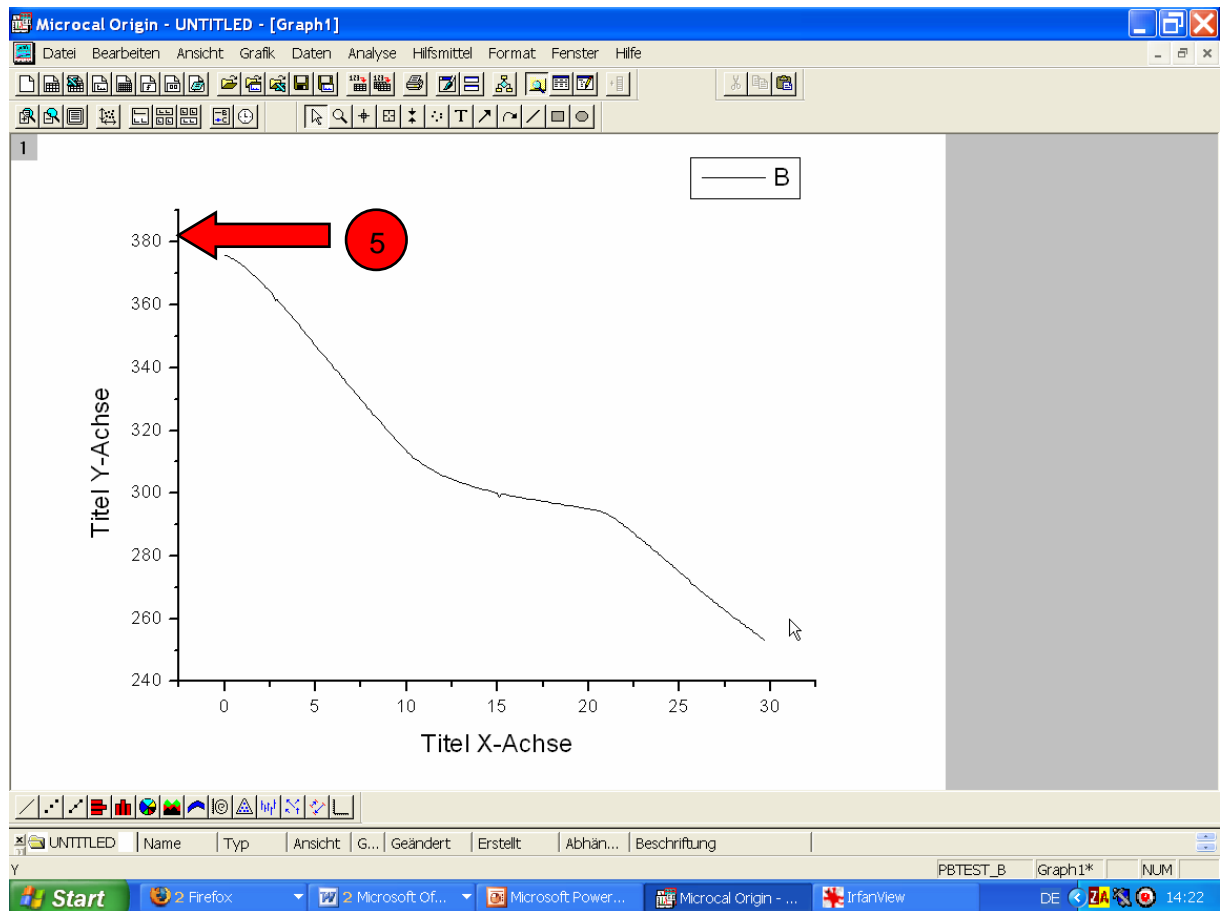
Bedienungsanleitung des Programms Origin

E. Starten des Programms „Origin“ auf dem Desktop durch Doppelklick



1. Import einer gespeicherten Messung über „Datei – Import – ASCII Optionen“
In Worksheet: A(X) – Zeit, B(Y) – Proben temperatur, C(Y) - Differenztemperatur
2. Oder Eingabe von Messpunkten in die Worksheet (z.B. für Kalibrierungskurve)
3. Button für Strich- oder Punktdiagramm
4. Lineare Regression unter „Analyse – Linear Fit“

F. Bearbeitung der Messkurven



5. Achsenskalierungen und Beschriftungen lassen sich durch „Doppelklick“ bearbeiten (Achsen lassen sich auch logarithmisch skalieren)