

GEFTA-Fortbildungskurs „Praxis der Untersuchung von Phasenübergängen“
Ansbach, 30./31.10.2001

Methoden zur Untersuchung von Phasenübergängen

Thermogravimetrie und Thermomagnetometrie

Dr. Steffen Neuenfeld, Zentrale Verfahrensentwicklung



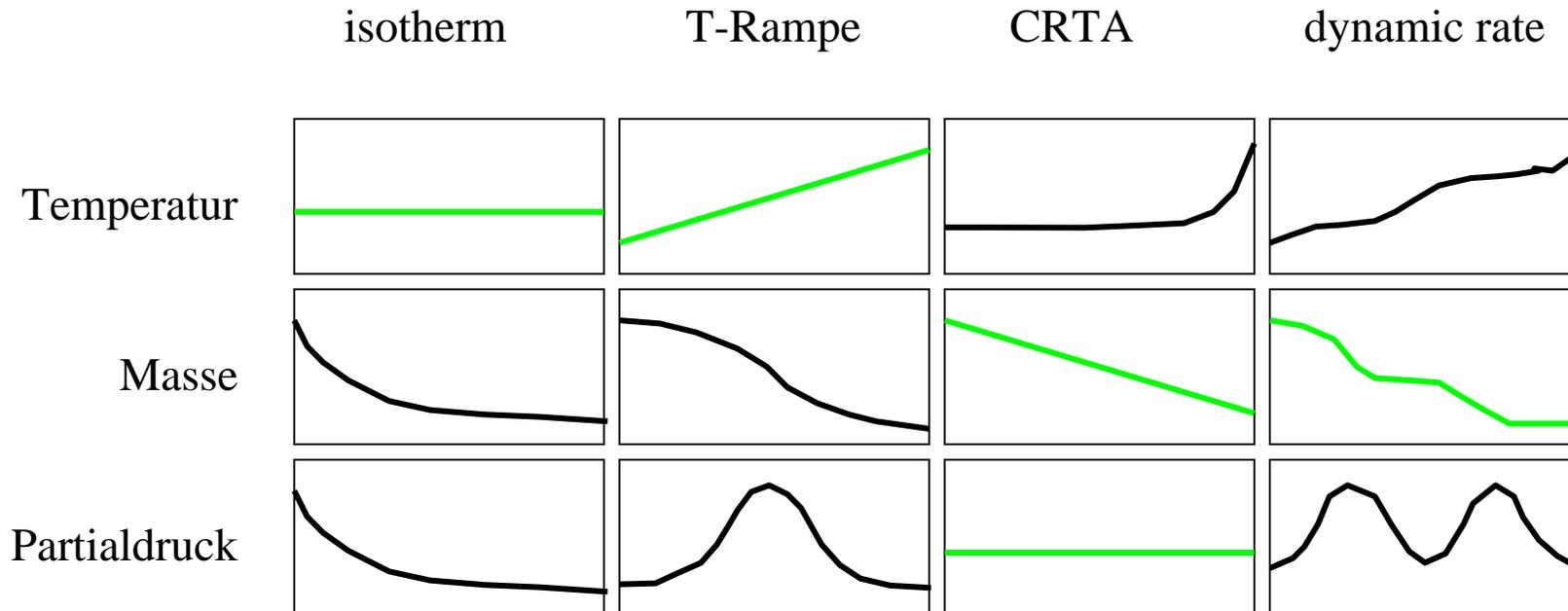
Thermogravimetrie

Methode zur Erfassung der Masse bzw. Masseänderung einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur oder der Zeit (kontrolliertes Temperaturprogramm).

Effekte: Chemische Reaktionen
 Phasenübergänge mit Massenverlust
 (Verdampfung, Dampfdruck,
 Sublimation)

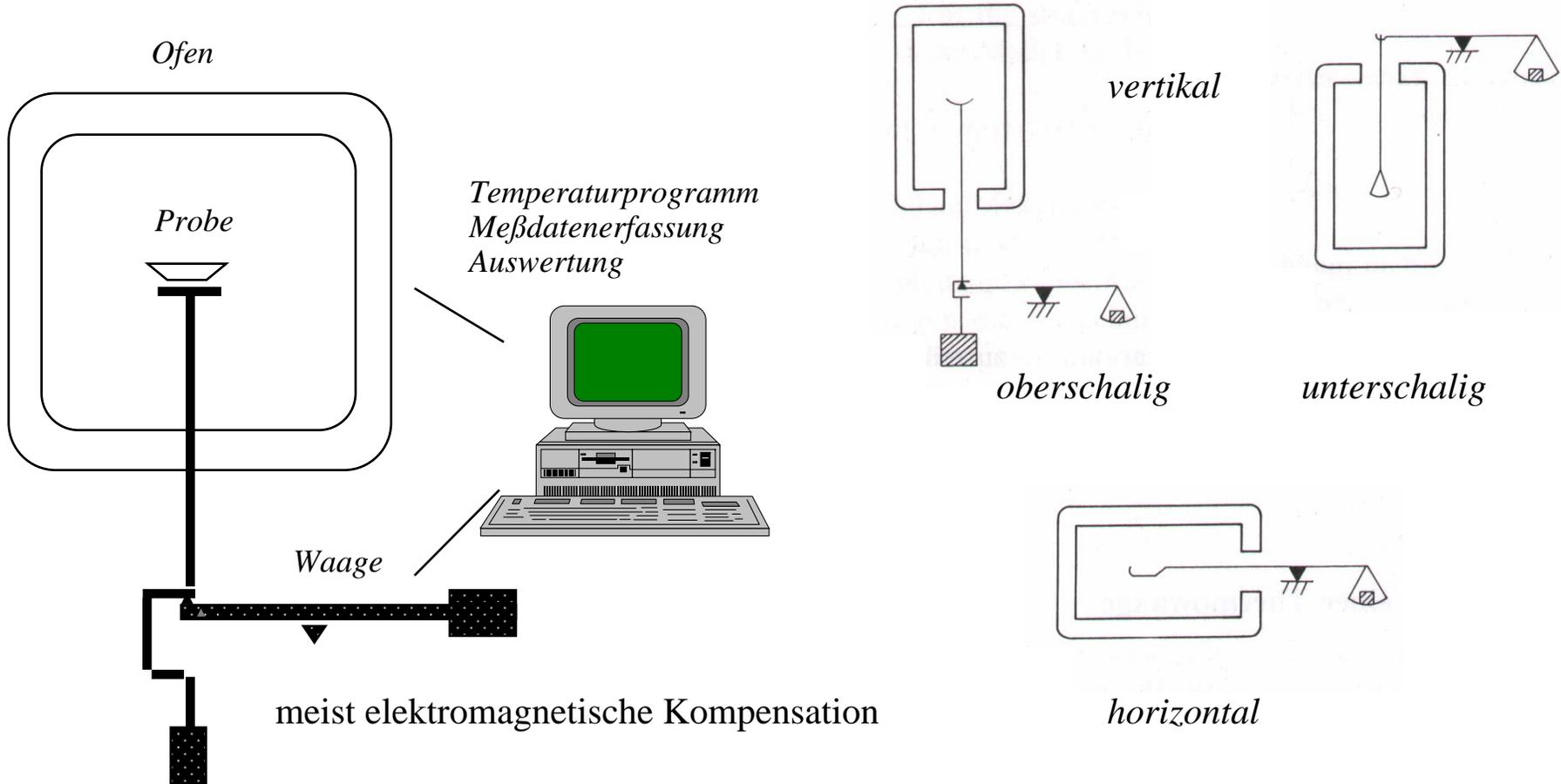
Temperaturprogramme: lineares Aufheizen
 isotherm
 stufenweise
 „constant rate“ (CRTA) - konstantes dm/dt
 „dynamic rate“ - umsatzgeschwindigkeitskontrolliert

Profile von Temperatur, Masse und Partialdruck



Quelle: Reading, M. in Handbook of Thermal Analysis and Calorimetry. Vol.1: Principles and Practice, 1998, 423 - 441

Thermowaagen



Quelle: Hemminger, W.F.; Cammenga, H.K.: Methoden der Thermischen Analyse, Springer-Verlag 1989

Kalibrierung

Temperaturkalibrierung

- magnetische Umwandlungen (---> Thermomagnetometrie)
- Schmelzdrahtmethode
- Schmelzpunkte bei Kombination mit DTA

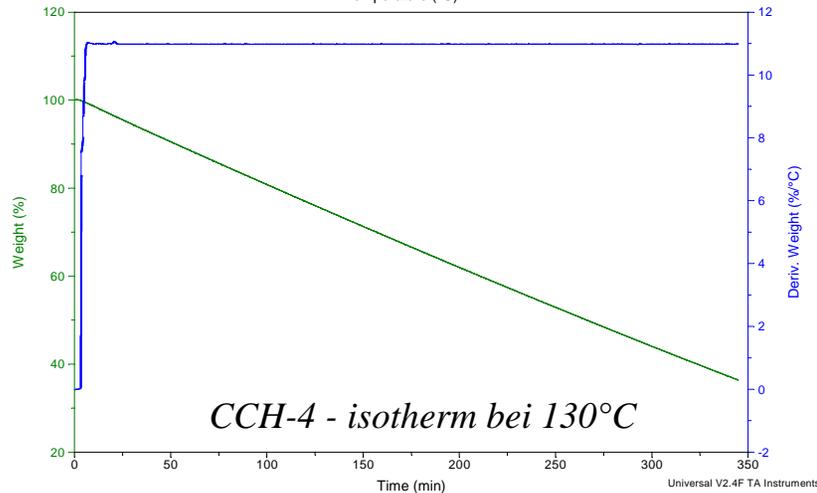
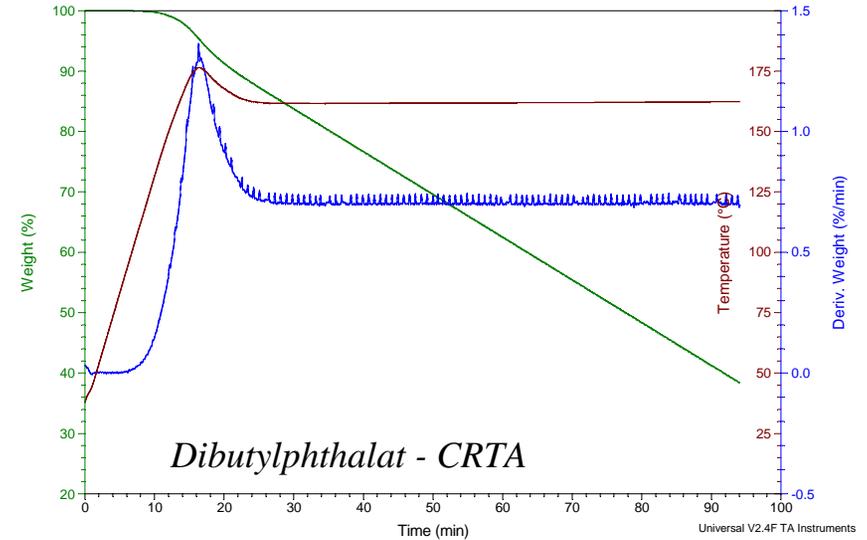
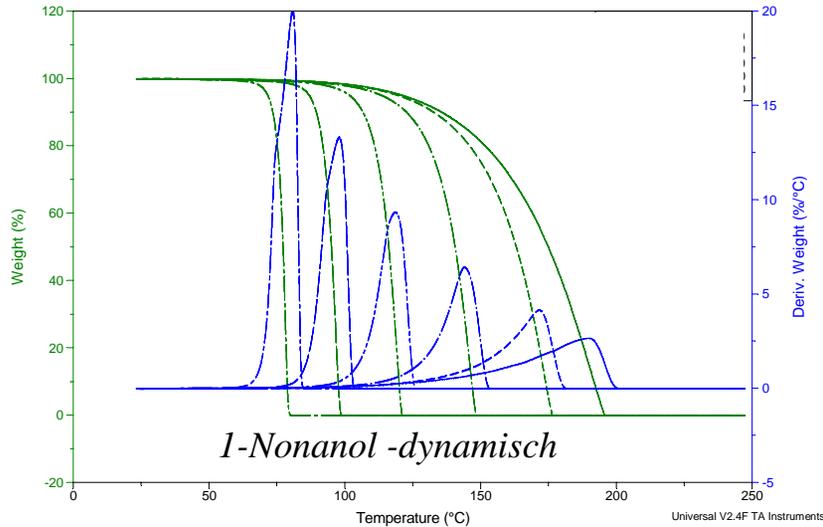
Massenkalibrierung

- Wägesatz
- Testlauf mit Calciumoxalat*Monohydrat

Auftriebskalibrierung

- Basislinie

Thermogravimetrie - Verdampfungsprozesse

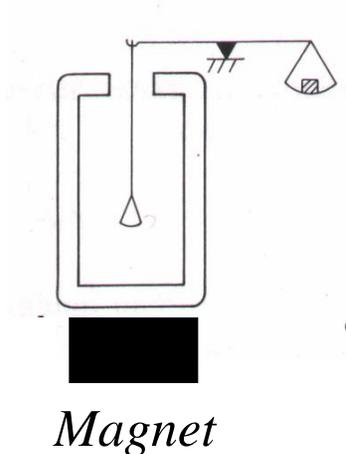


Variablen:
Temperaturprofil, Heizrate
Druck, Spülgasrate,
Probemasse, -oberfläche

Thermomagnetometrie

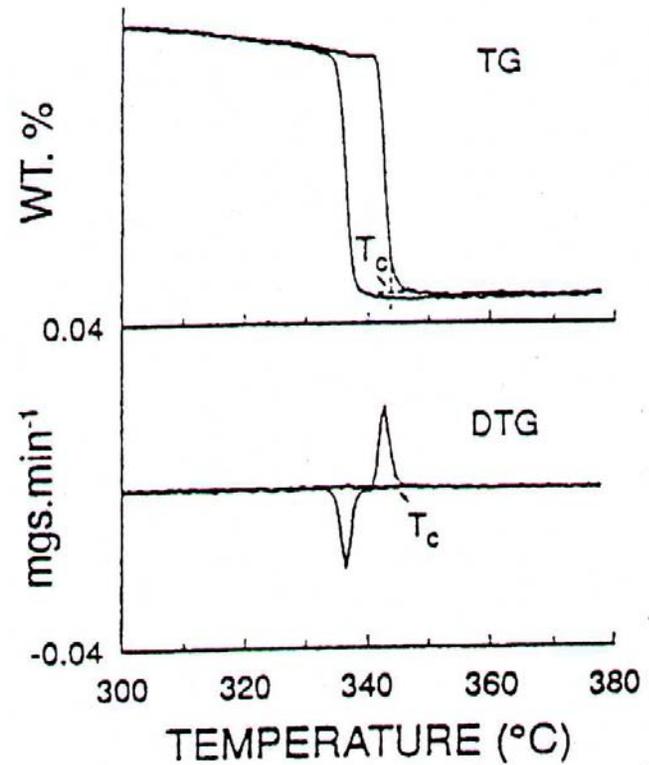
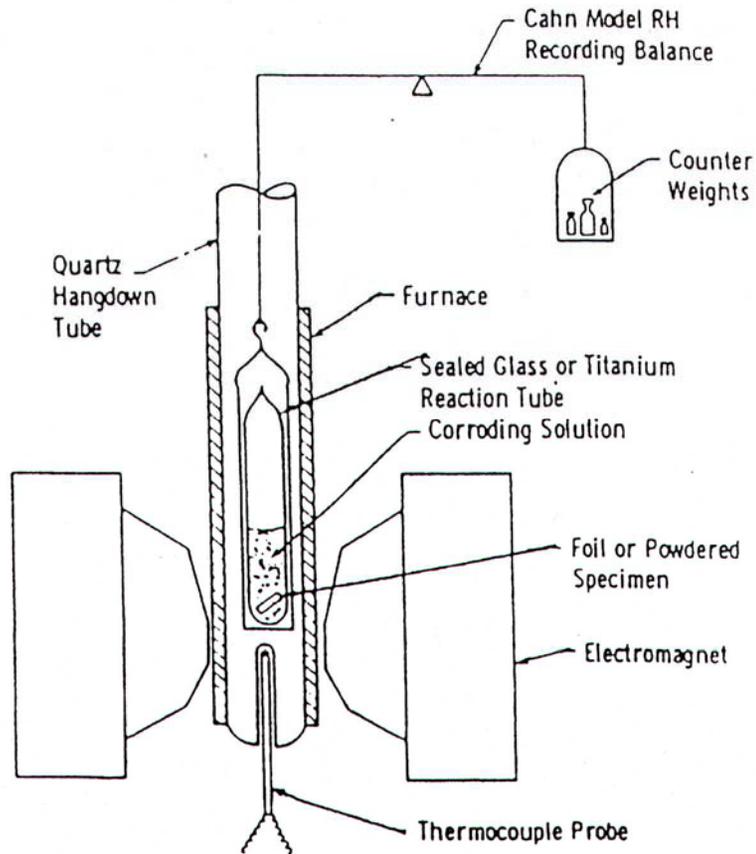
Methode zur Erfassung magnetischer Eigenschaften einer Probe in Abhängigkeit von der Temperatur oder der Zeit (kontrolliertes Temperaturprogramm).

Effekte: Magnetische Umwandlungen und magnetische Eigenschaften
 (magnetische Suszeptibilität)
 Chemische Reaktionen z.B. Korrosion



Magnetische Polarisierung der Probe im Magnetfeld,
scheinbare Masseänderung bei Änderung
magnetischer Eigenschaften

Thermomagnetometrie - Versuchsaufbau



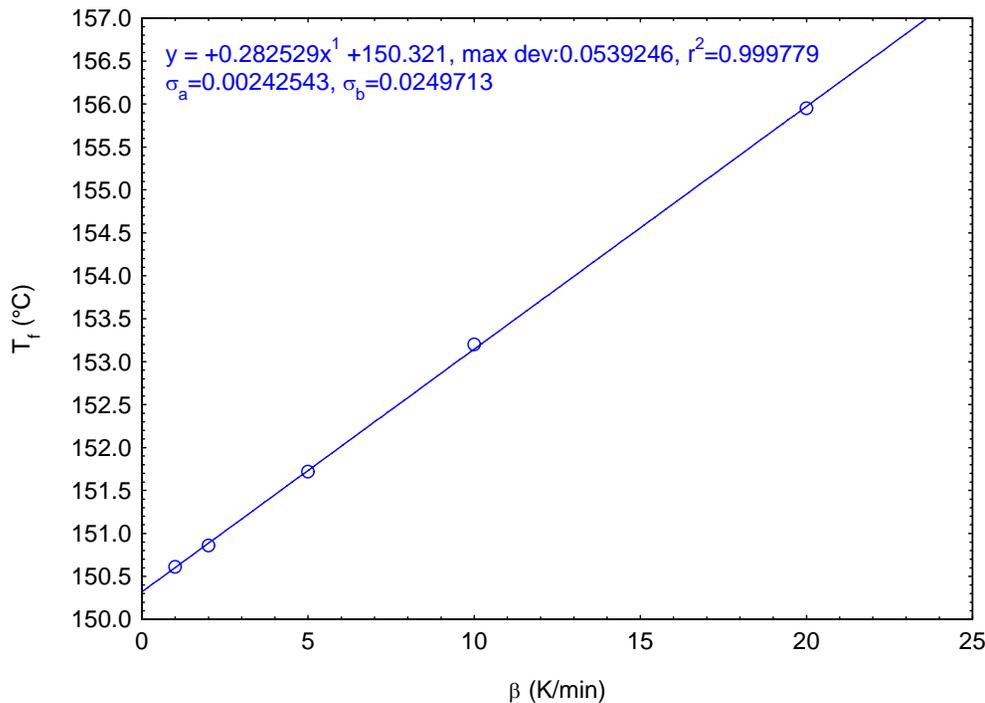
Quelle: Gallagher, P.K.: *J. Therm. Anal.* 49 (1997) 33-44

TG-Temperaturkalibrierung - Curie-Umwandlungen von Isatherm und Nickel -

Isatherm

$$T_c = 145.4^\circ\text{C}$$

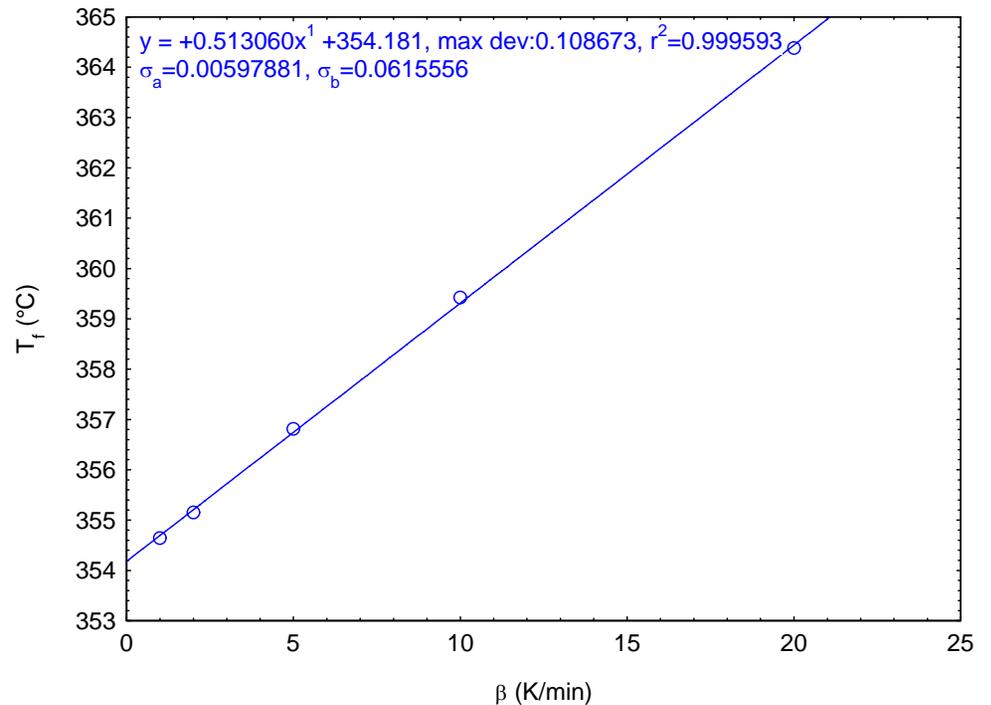
$$\Delta T = 4.9 + 0.283 \cdot \beta$$



Nickel

$$T_c = 357.98^\circ\text{C}$$

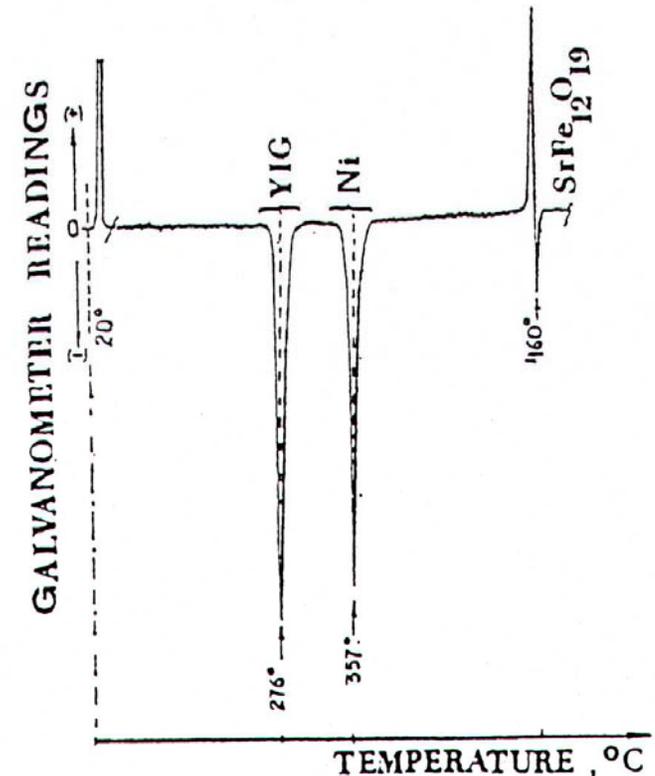
$$\Delta T = -3.80 + 0.513 \cdot \beta$$



Thermomagnetometrie - Anwendungen

Untersuchung magnetischer Intermediate und Produkte

- Bildung von Metallen aus $\text{MeC}_2\text{O}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ (Me = Ni, Co) unter inerten Bedingungen
- Bildung und Untersuchung Legierungsphasen
- Reduktion von Metalloxiden (z.B. Fe_2O_3) oder Mineralen (z.B. FeCO_3 Siderit)
- Bildung und Untersuchung von magnetischen Keramiken (Spineltyp $\text{M}_3\text{Fe}_5\text{O}_{12}$, $\text{MFe}_{12}\text{O}_{19}$)

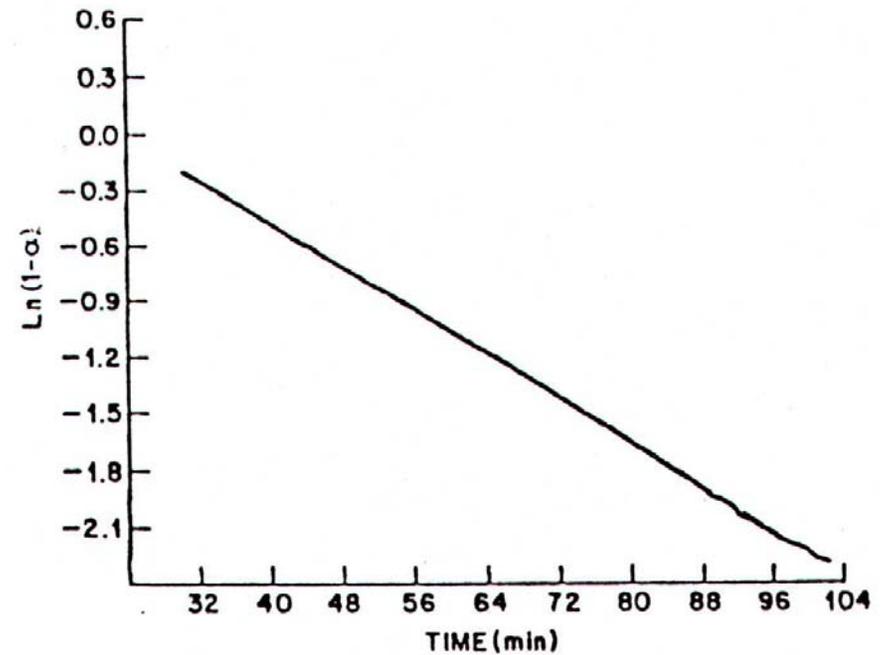
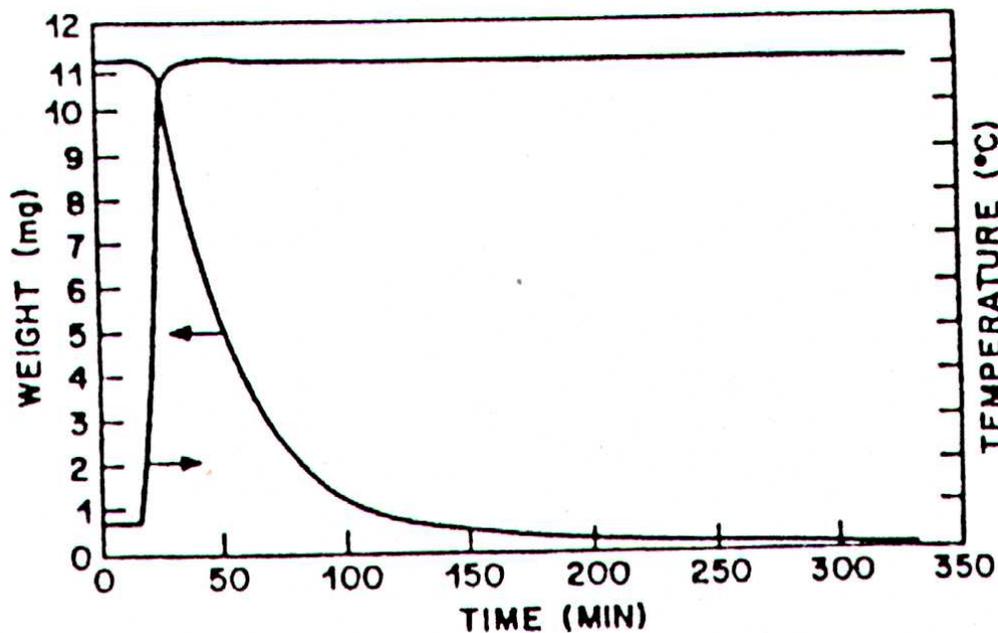


Quelle: Gallagher, P.K.: *J. Therm. Anal.* 49 (1997) 33-44

Thermomagnetometrie - Anwendungen

Untersuchung von Reaktionsverläufen und- kinetik

- Beispiel: Bildung von Cobaltsilicid aus Cobalt und Silizium



Quelle: Gallagher, P.K.; Gyorgy, E.M.: *Thermochim. Acta* 31 (1979) 380