

Zum Selbstbau einer Apparatur zur Differentialthermoanalyse (DTA)

Autor(en): **Jäger, Emilie / Schilling, Sepp**

Objektyp: **Article**

Zeitschrift: **Schweizerische mineralogische und petrographische Mitteilungen
= Bulletin suisse de minéralogie et pétrographie**

Band (Jahr): **36 (1956)**

Heft 2

PDF erstellt am: **21.07.2024**

Persistenter Link: <https://doi.org/10.5169/seals-28508>

Nutzungsbedingungen

Die ETH-Bibliothek ist Anbieterin der digitalisierten Zeitschriften. Sie besitzt keine Urheberrechte an den Inhalten der Zeitschriften. Die Rechte liegen in der Regel bei den Herausgebern.

Die auf der Plattform e-periodica veröffentlichten Dokumente stehen für nicht-kommerzielle Zwecke in Lehre und Forschung sowie für die private Nutzung frei zur Verfügung. Einzelne Dateien oder Ausdrucke aus diesem Angebot können zusammen mit diesen Nutzungsbedingungen und den korrekten Herkunftsbezeichnungen weitergegeben werden.

Das Veröffentlichen von Bildern in Print- und Online-Publikationen ist nur mit vorheriger Genehmigung der Rechteinhaber erlaubt. Die systematische Speicherung von Teilen des elektronischen Angebots auf anderen Servern bedarf ebenfalls des schriftlichen Einverständnisses der Rechteinhaber.

Haftungsausschluss

Alle Angaben erfolgen ohne Gewähr für Vollständigkeit oder Richtigkeit. Es wird keine Haftung übernommen für Schäden durch die Verwendung von Informationen aus diesem Online-Angebot oder durch das Fehlen von Informationen. Dies gilt auch für Inhalte Dritter, die über dieses Angebot zugänglich sind.

Zum Selbstbau einer Apparatur zur Differentialthermoanalyse (DTA)

Von *Emilie Jäger* und *Sepp Schilling* (Bern)

Unsere Aufgabe war, mit geringem Kostenaufwand eine DTA-Apparatur selbst zusammenzustellen, die zudem grosse Empfindlichkeit aufweisen sollte. Beim Bau dieser Apparatur diente uns in vieler Hinsicht die Arbeit von F. LIPPMANN (1952) als Vorbild.

Die Hauptbestandteile unserer Apparatur sind: Ein Röhrenofen von 3 cm Röhrendurchmesser mit einer Maximaltemperatur von 1300 Grad und mit 220 Volt und 6—8 Ampère aufzuheizen, ein Widerstand zur Regelung der Anheizgeschwindigkeit, auswechselbare Steatitköpfe als Träger der Thermoelemente, ein Spiegelgalvanometer mit photographischer Registriereinrichtung zur Messung der Temperaturdifferenz, ein Galvanometer zur Messung der Temperatur und ein Platintiegel als Probenbehälter. Zur Messung der Temperaturdifferenz und der absoluten Temperatur verwenden wir zwei Paar Differential-Thermoelemente, was im letzteren Falle eine Temperaturangabe, unabhängig von Raumtemperaturschwankungen möglich macht.

Der Ofen ist senkrecht verstellbar montiert, was den Vorteil hat, daß sich die starr befestigten Thermoelemente stets in derselben Lage im Heizraum befinden. Ausserdem werden dadurch mechanische Beschädigungen, die sonst beim Bewegen der Thermoelemente auftreten würden (Knicke in den Thermoelementen), vermieden.

Der mit einer Trennwand versehene Platintiegel besitzt einen Durchmesser von 15 mm und eine Höhe von 17 mm, sein Gewicht ist 5,5 g. Dieser Probenbehälter hat sich mit seiner grossen Wärmeleitfähigkeit und der geringen Wärmekapazität als sehr günstig erwiesen, derart, dass selbst grosse Einwaagen von 1,2—2 g noch sehr gute Trennschärfe für die einzelnen Ausschläge zeigten.

Zur Temperaturregelung ist dem Ofen ein Widerstand vorgeschaltet, der während des Aufheizens von einem, durch einen Motor betriebenen

Schneckengetriebe langsam ausgeschaltet wird. Der Gesamtwiderstand beträgt 190 Ohm; der Draht der vier parallelen Wicklungen weist in Richtung kleineren Widerstandes einen stufenweise kleineren Querschnitt auf. Diese Anordnung ergibt im Temperaturbereich von 250 bis 650 Grad einen linearen Anstieg von 12 Grad/Minute.

Der Tiegel ruht in einem Steatitzylinder (siehe Fig. 1); der Thermo-elemententräger besteht ebenfalls aus Steatit. So wird eine allseitig gleichmäßige Erwärmung erreicht, ausserdem werden Einflüsse durch Luftströmungen möglichst klein gehalten.

Zur Temperaturmessung wird stets ein Differentialthermoelement aus Pt/PtRh verwendet, dessen eine Lötstelle sich in Wasser mit bekannter Temperatur, die andere in inertem Material, meist Al_2O_3 , be-

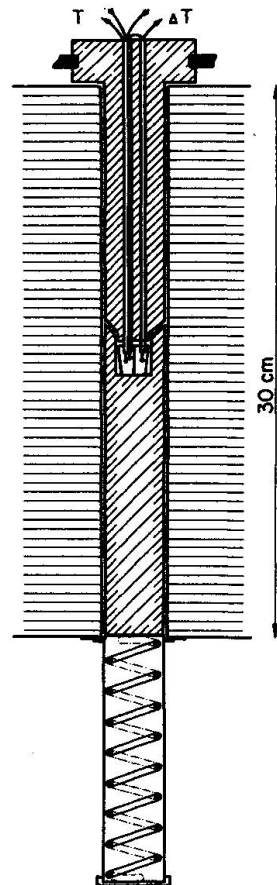


Fig. 1. Schema der Probenanordnung im Ofen. Querschnitt Innenteil des Ofens, Schrägschraffur Steatitkörper, angedeutet Thermoelemente, Platintiegel und Spiralfeder

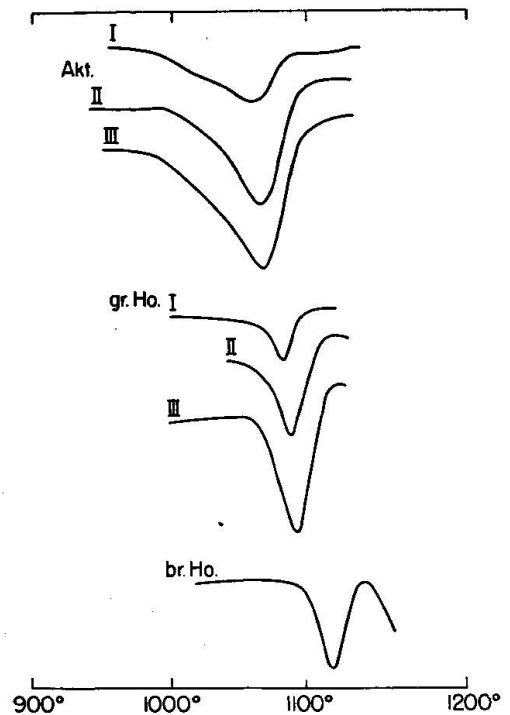


Fig. 2. DTA-Kurven dreier Hornblenden bei verschiedenen Einwaagen I, II und III. Aktinolith Binnental, grüne Hornblende Finero, braune Hornblende Mt. Capio

findet. Aus dieser Schaltung resultiert eine weitgehend fehlerfreie Temperaturanzeige. Die Thermospannung wird mit einem gewöhnlichen Drehspulinstrument gemessen. Die Temperaturdifferenz wird auf einem Spiegelgalvanometer „Lange MG1“ mit einer Skalenempfindlichkeit von $1,2 \cdot 10^{-6}$ Volt/mm abgelesen und gleichzeitig mit einer photographischen Registriereinrichtung aufgezeichnet. Hier verwenden wir je nach Bedarf verschiedene Thermolemente: Pallaplat, Ni/NiCr, oft auch Pt/PtRh, wobei aber nicht die Thermolemente selber, sondern der gesamte Thermolementträger ausgewechselt wird, was sehr einfach ist, da er in einem Metallring nur durch vier Zentrierschrauben befestigt ist. Der Steatitkopf trägt ausserdem, durch Pertinax vor Erwärmung geschützt, die Buchsen für die Thermolementanschlüsse.

Der untere Steatitzylinder mit dem Platintiegel steht auf einer Feder (vgl. Fig. 1), die beim Abwärtsbewegen des Ofens Steatitkörper und Platintiegel nach oben drückt. Diese Anordnung und der vertikal verschiebbare Ofen erlauben es, auch noch nach dem Einstellen der Proben die Lage der Thermolemente in Probe und Ofen festzustellen.

Der relativ gross dimensionierte Platintiegel macht es möglich, in Flüssigkeiten, beispielsweise Salzschnmelzen, zu arbeiten, was die Trennschärfe der Apparatur für benachbarte peaks wesentlich erhöht.

Testuntersuchungen zeigten, dass bei dieser einfachen Einrichtung die Reproduzierbarkeit der thermischen Effekte bei geeichten Thermolementen bis auf einige Prozent möglich ist; dabei ist zu sagen, dass die Ausschlagshöhe für ein Gemisch von 0,43 Prozent Pyrit in Korund 18 cm beträgt. Es zeigte sich ausserdem, dass die Grösse der Effekte in weitem Bereich praktisch linear mit der Einwaage geht.

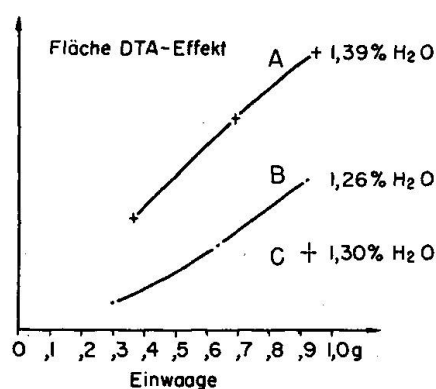


Fig. 3. Beziehung zwischen Grösse des DTA-Effektes und Einwaage bei drei Hornblenden, A Aktinolith Binnental, B grüne Hornblende Finero, C braune Hornblende Mt. Capio.

Als Beispiel seien hier die relativ schwierigen Entwässerungsmessungen an verschiedenen Amphibolen angeführt. Fig. 2 zeigt Kurven dreier Amphibole, Aktinolith von Binnental, grüne Hornblende von Finero und braune Hornblende von Mt. Capiro, beide letzteren Ivrea-Zone. Als inertes Material wurde geglühter Biotit verwendet. In Fig. 2 sind I Kurven mit kleinster Einwaage (0,3688 g Aktinolith, 0,3024 g grüne Hornblende), II Kurven mittlerer Einwaage (0,6933 g Akt., 0,6387 g gr. Ho.), III sind Kurven grösster Einwaage (0,9542 g Akt., 0,9256 g gr. Ho.). Obwohl sich die Form der Kurve etwas ändert und die Minima deutlich bei grösseren Einwaagen nach höheren Temperaturen verlagert werden, resultiert im Diagramm Einwaage zu Grösse des thermischen Effektes, d. h. Flächeninhalt der Kurve, nahezu eine Gerade, wie Fig. 3 zeigt.

Wir machten nun bei der Entwässerungstemperatur Entwässerungsversuche und fanden für die drei Amphibole folgende Werte: 1,39 Prozent Wasser für den Aktinolith vom Binnental, 1,26 Prozent Wasser bei der grünen Hornblende von Finero, 1,30 Prozent Wasser bei der braunen Hornblende vom Mt. Capiro. Die FeO-Werte sind: Aktinolith 3,55 Prozent, grüne Hornblende 4,33 und braune Hornblende 10,63 Prozent.

Es ergibt sich hieraus, dass der Entwässerungseffekt nicht proportional der Menge des freiwerdenden Wassers ist. Wie M. WITTELS (1952) zeigte, beeinflusst der FeO-Gehalt die Grösse des Entwässerungseffektes auf der DTA. Eine wesentliche Rolle spielt hier ausserdem noch die Bindungsfestigkeit der (OH)-Gruppen, also die Art der Hornblende. Ein Mass für die Bindungsfestigkeit ist der Beginn der Entwässerungsreaktion auf der DTA.

Der Schweizerische Nationalfonds zur Förderung der wissenschaftlichen Forschung stellte uns in grosszügiger Weise die finanziellen Mittel zum Bau und zum Arbeiten mit der DTA-Apparatur zur Verfügung, wir möchten hierfür bestens danken. Herrn Prof. E. NIGGLI danken wir für die tatkräftige Förderung unserer DTA-Arbeiten.

Literatur

- LEHMANN, H. (1954): Die Differentialthermoanalyse, Tonindustrie-Zeitung, 1. Beiheft, H.-Hübener-Verlag, Wilhelmshaven.
- LIPPMANN, F. (1952): Mineralogische Untersuchungen an einigen niederhessischen Tertiärtonen, Heidelb. Beitr. Min. Petr., 3, 1952, 219.
- WITTELS, A. (1952): The structural disintegration of some amphiboles, Amer. Min., 37, 1952, 28.
- Ausführliches Literaturverzeichnis siehe LEHMANN (1954).