



*Lehrstuhl für Materialwissenschaft*  
Institut für Materialwissenschaft und Werkstofftechnologie (IMT)  
FSU Jena

## **Versuch GW3**

# **Thermische Analyse im Zweistoffsystem**

Dr. Thomas Keller, 01/2008

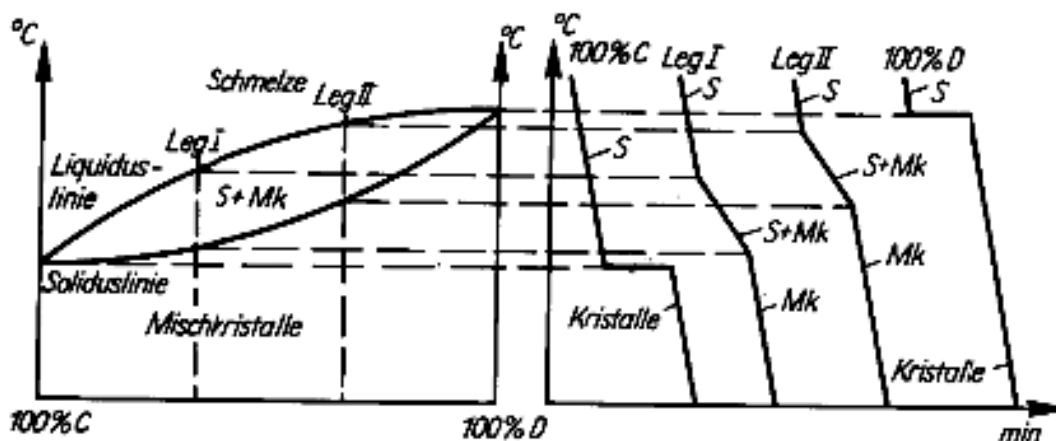
### **1. Versuchsziel:**

In vielen Fällen kann eine wesentliche Verbesserung bestimmter Eigenschaften durch die Zugabe von Fremdelementen zu reinen Elementen oder Verbindungen für den praktischen Einsatz erreicht werden. Reine Stoffe finden häufig nur für Sondergebiete eine Anwendung. Die Zustandsänderungen von zwei Stoffen werden in Zweistoff-Zustandsdiagrammen dargestellt, auf deren Ordinate die Temperatur und deren Abszisse die Konzentration der beteiligten Stoffe dargestellt werden. Graphisch lassen sich auch die Phasendiagramme aus einer Kombination von 3 Komponenten in einem Dreistoffsystem darstellen. Für jede beliebige Legierung kann das Verhalten bei steigender oder fallender Temperatur und die dabei auftretenden Kristallarten, Phasen und Schmelzen für den Gleichgewichtszustand durch thermische Analyse bestimmt werden. An einer niedrigschmelzenden, metallischen Zweistofflegierung sollen für 4 Legierungen unbekannter Konzentration die Abkühlkurven (Schmelze bis Raumtemperatur) aufgenommen werden. Die jeweiligen Konzentrationen sollen mit Hilfe des gegebenen Zustandsdiagramms ermittelt werden.



## 2.2. System mit völliger Löslichkeit im flüssigen und festen Zustand

Die beiden Stoffe C und D bilden im festen Zustand bei allen Konzentrationen Mischkristalle. Es existiert kein Eutektikum und damit keine Eutektikale. Zwischen der Liquiduslinie und der Soliduslinie kristallisieren die Mischkristalle aus der Schmelze aus, so dass hier neben den Mischkristallen eine Restschmelze vorhanden ist.



Die charakteristischen Verläufe der Abkühlkurven sind:

- Ein Haltepunkt bei den Komponenten C und D (Schmelztemperaturen  $T_{s,C}$ ,  $T_{s,D}$ ).
- Zwei Knickpunkte bei allen Legierungen zwischen C und D (Schnittpunkte mit der Liquidus bzw. der Soliduslinie).

Der obere Knickpunkt entsteht durch eine Energiefreisetzung bei der allmählichen Kristallisation, der untere (gegenläufige) durch die nicht mehr vorhandene Energiefreisetzung.

## 2.3. System mit völliger Löslichkeit im flüssigen und teilweiser Löslichkeit im festen Zustand

Die für diesen Praktikumsversuch ausgewählten Legierungen gehören diesem Grundsystem an. Die Komponenten E und F können nur bis zu einem bestimmten Anteil die jeweils andere Komponente lösen, d. h. Mischkristalle bilden. Dadurch entstehen die Felder der  $\alpha$ - bzw.  $\beta$ - Mischkristalle. Dieses Zustandsdiagramm hat ebenfalls ein Eutektikum. Die eutektische Reaktion lautet hier Schmelze  $S \leftrightarrow \alpha + \beta$ . Die  $\alpha$ -Mischkristalle weisen die Grundstruktur der reinen Komponente E und die  $\beta$ -Mischkristalle die der reinen Komponente F auf. In Abhängigkeit von der Atomgröße

ßenrelation von E und F entstehen Substitutionsmischkristalle oder Einlagerungsmischkristalle.

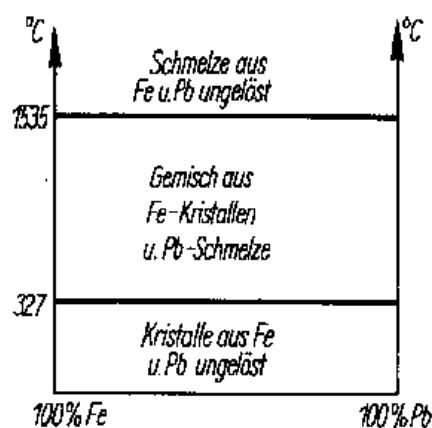
Die charakteristischen Verläufe der Abkühlkurven sind:

- Ein Haltepunkt bei den Komponenten E und F (Schmelztemp.  $T_{S,E}$ ,  $T_{S,F}$ ).
- Ein Knickpunkt und ein Haltepunkt der Legierungen innerhalb der Konode, außer die eutektische Legierung, Leg. I.
- Drei Knickpunkte der Legierungen mit Zusammensetzungen außerhalb der horizontalen Geraden (der Konode), Leg. II.
- Ein Haltepunkt bei dem Eutektikum.

Im Bereich außerhalb der Konode (z.B. die Legierung II) wird beim Abkühlen die Löslichkeitsgrenze der Komponenten A im  $\beta$ -Mischkristall überschritten. Es erfolgt eine Ausscheidung der  $\alpha$ -Mischkristalle aus der festen  $\beta$ -Phase. Dies ist durch eine Änderung der Steigung im Temperatur-Zeit-Schaubild zu beobachten.

## 2.4. System mit völliger Unlöslichkeit im flüssigen und im festen Zustand

Dieser Fall tritt relativ selten auf, z. B. im binären System Fe und Pb.



Die charakteristischen Verläufe der Abkühlkurven sind:

- Ein Haltepunkt bei den Komponenten Fe und Pb (Schmelztemperaturen  $T_{S,Fe}$ ,  $T_{S,Pb}$ ) und entsprechend zwei Haltepunkte beim Vorliegen beider Komponenten.

### **3. Versuchsaufbau:**

Die Legierungen unterschiedlicher und unbekannter Konzentration bzw. die reinen Metalle befinden sich in jeweils 4 keramischen Tiegeln. In einem Ofen werden die Tiegel auf eine Temperatur oberhalb der Liquidustemperatur aufgeheizt. Über eine Temperatur-Zeit-Messung (mit Hilfe eines Digitalthermometers und einer Stoppuhr) werden die Abkühlkurven aufgenommen.

### **4. Versuchsdurchführung:**

Da die verwendeten Temperaturen nicht sehr hoch sein sollen, wird ein binäres System aus Zinn, Sn ( $T_{S,Sn} = 232 \text{ °C}$ ) und Wismut Bi ( $T_{S,Bi} = 271,4 \text{ °C}$ ) mit unterschiedlichen Mischungsverhältnissen verwendet. Um sicher oberhalb der Liquidustemperatur zu liegen, werden die Tiegel bis  $400 \text{ °C}$  im Ofen aufgeheizt. Mit einem in die Schmelze eintauchenden Thermoelement und einem digitalen Anzeigegerät wird die jeweilige Temperatur abgelesen. Bei manueller Messung wird die Temperatur in Abständen von 10 Sekunden registriert und in ein Temperatur-Zeit-Diagramm übertragen.

### **5. Auswertung:**

Mit den tabellarisch erfassten Temperatur-Zeit-Messwerten werden die Temperatur-Zeit-Kurven graphisch dargestellt. Beschreiben Sie den Verlauf dieser Kurven und entnehmen Sie die Halte- und Knickpunkte. Die Legierungskonzentrationen sollen in das beiliegende Zustandsdiagramm eingetragen werden.

### **6. Weiterführende Literatur:**

[1] Schatt, W.: Einführung in die Werkstoffwissenschaft. Deutscher Verlag für Grundstoffindustrie, Leipzig

[2] Bargel, H.-J. und Schulze, G.: Werkstoffkunde. VDI-Verlag Düsseldorf

# **Prüfprotokoll**

GW3: Thermische Analyse

Datum:

Praktikumsgruppe (Namen, Nummer):

Legierung:

Temperaturmeßgerät:

Maximaltemperatur:

**Messergebnisse:**

	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4
Zeit (s)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)
10				
20				
30				
40				
50				
60				
70				
80				
90				
100				
110				
120				
130				
140				
150				
160				
170				
180				
190				
200				
210				
220				
230				
240				
250				
260				
270				
280				
290				
300				
310				
320				
330				
340				
350				
360				
370				
380				
390				
400				
410				
420				
430				
440				
450				
460				
470				
480				
490				
500				

	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4
Zeit (s)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)
510				
520				
530				
540				
550				
560				
570				
580				
590				
600				
610				
620				
630				
640				
650				
660				
670				
680				
690				
700				
710				
720				
730				
740				
750				
760				
770				
780				
790				
800				
810				
820				
830				
840				
850				
860				
870				
880				
890				
900				
910				
920				
930				
940				
950				
960				
970				
980				
990				
1000				



	Probe 1	Probe 2	Probe 3	Probe 4
Zeit (s)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)	Temperatur (°C)
1010				
1020				
1030				
1040				
1050				
1060				
1070				
1080				
1090				
1100				
1110				
1120				
1130				
1140				
1150				
1160				
1170				
1180				
1190				
1200				
1210				
1220				
1230				
1240				
1250				
1260				
1270				
1280				
1290				
1300				
1310				
1320				
1330				
1340				
1350				
1360				
1370				
1380				
1390				
1400				
1410				
1420				
1430				
1440				
1450				
1460				
1470				
1480				
1490				
1500				

