

EINE THERMOWAAGE FÜR DEN UNTERRICHT

E. Wiederholt, V. Fahrney und R. Skrozki

DIDAKTIK DER CHEMIE, BERGISCHE UNIVERSITÄT GH WUPPERTAL,
GAUSS-STR. 20, D-5600 WUPPERTAL 1, WEST GERMANY

A thermobalance for teaching purposes was constructed which is able to measure simultaneously mass and temperature in a sample. The effectiveness of the device is discussed by the TGA curves of the evaporation of acetone, the dehydration of copper sulphate pentahydrate, the decomposition of magnesium oxalate dihydrate, and the pyrolysis of wood.

Die Thermowaage erfaßt gleichzeitig Temperatur und Massenänderung einer beheizten Probe. Kommerzielle Thermowaagen messen meist die Probentemperatur indirekt und die Massenänderung mit empfindlichen Drehspulmeßwerken. Der Preis schränkt einen allgemeinen Einsatz der Thermowaage ein, so daß Thermogravimetrie bisher im Unterricht kaum eingesetzt wird. Das Entwicklungsziel war eine Thermowaage mit den paradoxen Eigenschaften: präzise - preiswert - robust

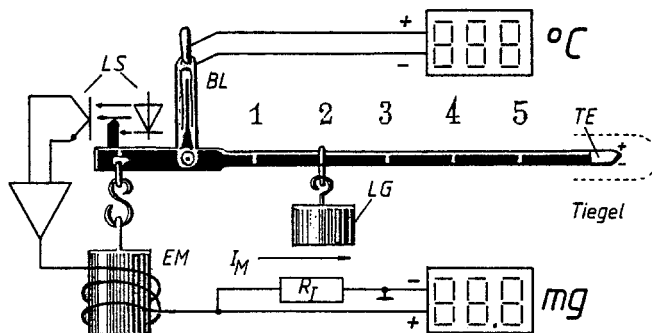


Abb. 1 Prinzip der Thermowaage

Geräte und Chemikalien

Die Waage

Die altbekannte Balkenwaage wurde um ein Thermoelement (TE) in der Lastarmspitze und einen geregelten Elektromagneten im Kraftarm ergänzt. Zur Aufhängung des Balkens dient eine Metallbandlagerung. Die reibungsfreien, aber robusten Metallbändchen übertragen auch noch die Thermospannung des Temperaturfühlers TE in der Probe.

Nachdem der Wägebalken mechanisch mit dem Laufgewicht LG ausbalanciert wurde, kompensiert der Elektromagnet EM am Kraftarm die Massenänderung der Probe. Der Magnetstrom I_M ist der Massenänderung proportional. Der Regelkreis hält über den Elektromagneten den Lichtstrom durch die Schattenblende der Lichtschranke LS am Kraftarm konstant. Dadurch bleibt der Wägebalken waagrecht.

Die Waage arbeitet im mg-Bereich und ermöglicht sogar die Untersuchung von explosiven Substanzen.

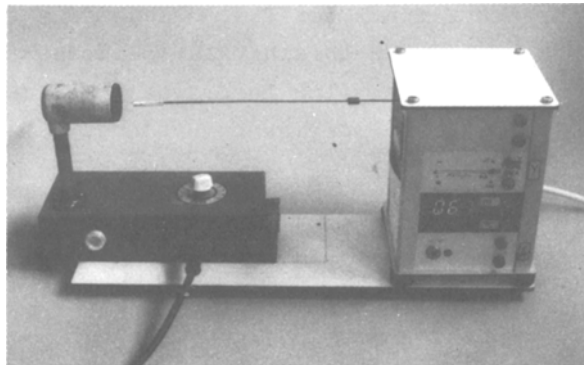


Abb. 2 Thermogravimetrischer Versuchsaufbau

Der Ofen

Zum Beheizen der Proben dient als Röhrenofen ein Löttauchbad (220 V / 180 W). Der Ofen erreicht eine Endtemperatur von ca. 550 °C.

Der Tiegel

Als Tiegel werden einseitig verschlossene Glasröhrchen (3 cm lang, 5 mm \varnothing_a) verwendet.

Der Schreiber

Zur Registrierung der Massen- und Temperaturänderungen dienen ein Zweikanal-x/t- bzw. ein x/y-Schreiber. Bei Messungen bei Raumtemperatur werden Masse bzw. Temperatur gegen die Zeit aufgetragen, bei den übrigen Messungen Masse gegenüber der Temperatur.

Chemikalien

Aceton, $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, $\text{Mg}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$, Weichholz

Versuchsdurchführung

Verdunstung von Lösungsmitteln am Beispiel Aceton

Auf die Thermoelementspitze wird ein Wattebausch (Q-Tip Spitze) gesteckt und mit Aceton getränkt (3 Tropfen $\hat{=}$ ca. 40 mg).

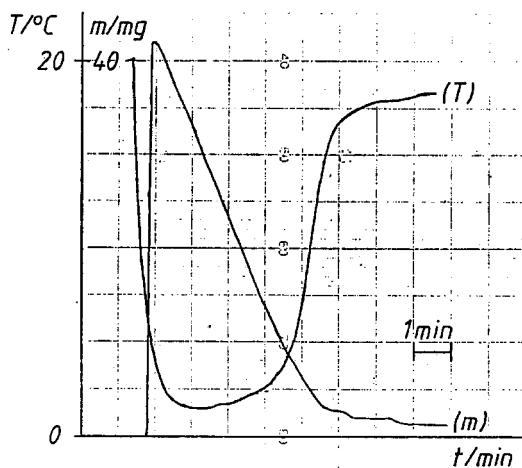


Abb. 3 Verdunstung von Aceton bei Raumtemperatur

Auswertung

Abb. 3 zeigt den Massen- und Temperaturverlauf beim Verdunsten von Aceton. Das Aceton verdunstet bei Raumtemperatur in ca. 5 min, dabei tritt durch Verdunstungskälte eine vorübergehende Abkühlung bis auf 0°C ein.

Versuchsdurchführung

1. Entwässerung von Kupfersulfat-pentahydrat

Auf die Thermoelements Spitze wird ein mit 79 mg $\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ gefüllter Probentiegel geschoben und bis auf 300°C aufgeheizt.

2. Zersetzung von Magnesiumoxalat-dihydrat

entsprechend Versuch 1 werden 79 mg $\text{Mg}(\text{C}_2\text{O}_4) \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ auf 550°C erhitzt.

3. Pyrolyse von Weichholz

Ein Weichholzstück von 280 mg wird angebohrt und auf das 1,5 mm \varnothing dicke Mantelthermoelement gesteckt. Der Ofen wird bis 350°C Endtemperatur aufgeheizt.

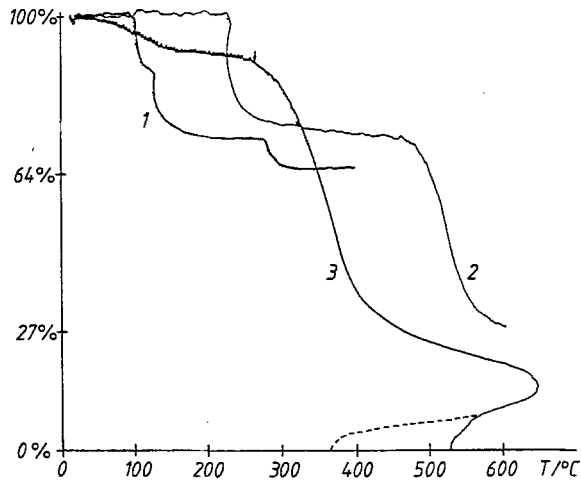


Abb. 4 TG-Kurven von Kupfersulfat-pentahydrat (1)
Magnesiumoxalat-dihydrat (2) und Weichholz

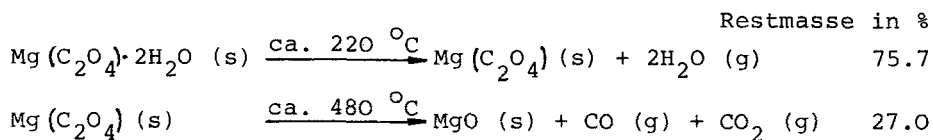
Auswertung

Abb. 4.1 zeigt die TG-Kurve von Kupfersulfat-pentahydrat. Die Dehydratation läuft in drei Stufen ab:

		Restmasse in %
$\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$ (s)	$\xrightarrow{\text{ca. } 100^\circ\text{C}}$	$\text{CuSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (s) + $2\text{H}_2\text{O}$ (g) 85.6
$\text{CuSO}_4 \cdot 3\text{H}_2\text{O}$ (s)	$\xrightarrow{\text{ca. } 120^\circ\text{C}}$	$\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (s) + $2\text{H}_2\text{O}$ (g) 71.1
$\text{CuSO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$ (s)	$\xrightarrow{\text{ca. } 270^\circ\text{C}}$	CuSO_4 (s) + H_2O (g) 63.9

Bei der eingesetzten geringen Einwaage von $<100 \text{ mg CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$, einer Heizrate von ca. 40 K/min läßt sich die TG-Kurve in $<10 \text{ min}$ aufnehmen.

Abb. 4.2 zeigt die TG-Kurve von Magnesiumoxalat-dihydrat. Das Dihydrat wird in zwei Stufen zu Magnesiumoxid zersetzt:



Die Ordinatenabstände entsprechen dem Massenverhältnis

$$2\text{H}_2\text{O} : (\text{CO} + \text{CO}_2) = 36:72 = 1:2$$

Abb. 4.3 zeigt die TG-Kurve von Weichholz. Zunächst tritt ein Massenverlust von ca. 10% durch Trocknen ein, dann ein weiterer Massenverlust von ca. 60% durch Pyrolysereaktion im Temperaturbereich von $100\text{-}400^\circ\text{C}$. Ab ca. 350°C tritt ein Glimmbrand ein. Die Temperatur steigt bis ca. 650°C , die Masse geht auf 0 zurück.

Zusammenfassung

Eine Thermowaage, mit der gleichzeitig die Masse und die Temperatur in einer Probe gemessen werden können, wurde für Lehrzwecke entwickelt. Am Beispiel der Verdunstung von Aceton, der Entwässerung von Kupfersulfat-pentahydrat, der Zersetzung von Magnesiumoxalat-dihydrat und der Pyrolyse von Weichholz werden ihre TG-Kurven diskutiert.

Резюме - Для учебных целей построены термовесы, позволяющие одновременно определять вес и температуру образца. Эффективность прибора обсуждена на примере кривых ТГ испарения ацетона, дегидратации пентагидрата сульфата меди, разложения дигидрата оксалата магния и пиролиза древесины.