

Versuch 3: Differential Scanning Calometry

Durchführende: Isaac Maksso, Julia Stachowiak
Assistent:
Versuchsdatum: 17.11.2016
Datum der ersten Abgabe: 24.11.2016

Tabelle 1: Werte des Joule-Thomson-Koeffizienten für N₂.

Temperatur/ °C	$\mu_{\text{N}_2,\text{exp.}} / \frac{\text{K}}{\text{bar}}$	$\mu_{\text{N}_2,\text{th.}} / \frac{\text{K}}{\text{bar}}$	$\mu_{\text{N}_2,\text{Lit.}} / \frac{\text{K}}{\text{bar}}$
0,1	$0,181 \pm 0,02$	0,252	0,26 ¹
22,7	$0,175 \pm 0,02$	0,220	0,25 ²
50,8	$0,120 \pm 0,01$	0,173	0,19 ¹

Tabelle 2: Werte des Joule-Thomson-Koeffizienten für CO₂.

Temperatur/ °C	$\mu_{\text{CO}_2,\text{exp.}} / \frac{\text{K}}{\text{bar}}$	$\mu_{\text{CO}_2,\text{th.}} / \frac{\text{K}}{\text{bar}}$	$\mu_{\text{CO}_2,\text{Lit.}} / \frac{\text{K}}{\text{bar}}$
0,1	$1,20 \pm 0,04$	1,21	1,31 ¹
22,8	$1,01 \pm 0,06$	1,05	1,12 ²
50,8	$0,710 \pm 0,05$	0,878	0,91 ¹

Inhaltsverzeichnis

1	Experimentelles	2
1.1	Experimenteller Aufbau	2
1.2	Durchführung	4
2	Auswertung	5
2.1	Arbeitsweise und Anwendungsfelder eines DSC	5
2.2	Rechnung	6
2.3	Fehlerdiskussion	6
3	Literaturverzeichnis	7

Kapitel 1

Experimentelles

1.1 Experimenteller Aufbau

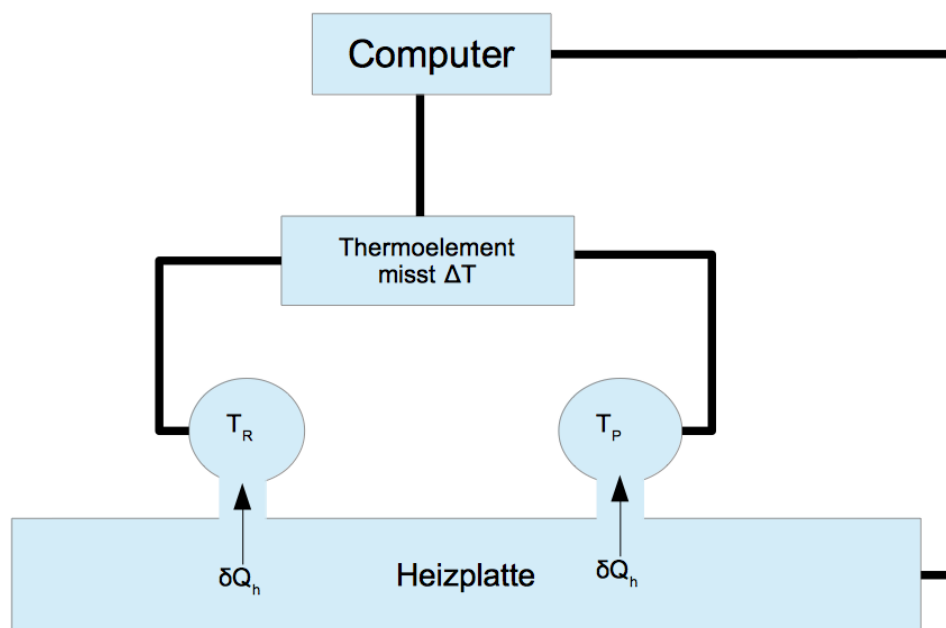


Abbildung 1.1: Der Versuchsaufbau.

1.2 Durchführung

Das Dynamische Differenzkalorimeter (DSC) wird hochgefahren. Dazu wird die Apparatur durch den Anschluss „Purge“ mit einem Stickstoffstrom von ca. 50 ml/min gespült. Der Druck wurde mittels einer Schwebkugel auf einen Wert von 70 eingestellt. Durch den Stickstoffstrom wird Wasser, welches die Messung beeinflussen könnte, in der Atomsphäre und dessen Kondensation verhindert. Die Probe des Indiummetalls lag in einer „crimp cell“ vorbereitet vor. Es wurde zuerst Indium gemessen. Als Referenz wurde ein leeres Aluminiumpfännchen genutzt. Während des Messdurchgangs des Indiums wurde die Probe des Polymethylmethacrylat (PMMA) vorbereitet. Es wurde 19,7 mg PMMA in eine „sealed cell“ eingewogen. Die „sealed cell“ wurde dann mittels einer hydraulischen Presse die Zelle mit einem Aluminium-Plättchen gasdicht verschlossen. Nach Abschluss der Messung des Indiums wurde die PMMA-Probe gemessen. Als Referenz wurde ein leeres Pfännchen eingelegt. Während der Messung der PMMA-Probe wurde die Cyclohexan-Probe vorbereitet. Es wurde ca. 0,03 ml des Cyclohexans mittels einer 1-ml-Spritze in eine leere „sealed celle“ gefüllt. Die Zelle wurde wie die PMMA-Probe mit einem Aluminium-Plättchen als Deckel und einer hydraulischen Presse gasdicht verschlossen. Da bei der Messbereich der Cyclohexan-Messung unterhalb der Raumtemperatur liegt, wurde die Apparatur zusätzlich mit flüssigen Stickstoff gespült. Die Messergebnisse wurde mit dem Program *TA60* ausgewertet.

Kapitel 2

Auswertung

2.1 Arbeitsweise und Anwendungsfelder eines DSC

Ein "Differential Scanning Calorimeter"(DSC) misst bei gleichmäßiger Wärmezufuhr zu zwei Stoffen die resultierende Temperaturdifferenz. Differential Scanning Kalorimeter lassen sich in 2 verschiedene Arten unterteilen: Power Compensation DSC und Heat-Flux DSC (in diesem Versuch verwendet). Bei Ersterem befinden sich Probe und Referenz in zwei verschiedenen Öfen, die auf die gleiche Temperatur geheizt werden. Die dafür aufgebrauchten Heizleistungen werden verglichen und daraus die Enthalpiedifferenz ΔH bzw. die Differenz der molaren Wärmekapazitäten ΔC_m ermittelt.

Beim Heat-Flux DSC wird beiden Stoffen die gleiche Heizleitung zugeführt und die resultierende Temperaturdifferenz mittels Thermoelement gemessen. Bei einer geringen Temperaturdifferenz kann $C_m(T)$ als konstant angesehen werden und aus den Differenzen ΔQ und ΔT errechnet werden.

$$C_{m,p} = \frac{1}{n} \left(\frac{\delta Q}{\partial T} \right)_p = \frac{1}{n} \left(\frac{\delta H}{\partial T} \right)_p = \frac{1}{n} \left(\frac{\partial S}{\partial T} \right)_p = \frac{1}{n} \left(\frac{\partial^2 G}{\partial T^2} \right)_p \quad (2.1)$$

Der letzte Schritt ist möglich da:

$$dG = -SdT - pdV \quad (2.2)$$

$$\frac{dG}{dT} = -S \quad (2.3)$$

Analog gilt für $\Delta C_{m,p}$.

$$\Delta C_{m,p} = \frac{1}{n} \left(\frac{\partial^2 \Delta G}{\partial T^2} \right)_p \quad (2.4)$$

Das Differential Scanning Calorimeter misst die

2.2 Rechnung

2.3 Fehlerdiskussion

ΔT muss sehr gering sein -> sonst ist C_m nicht konstant und auswertung falsch

Kapitel 3

Literaturverzeichnis

- 1 Eckhold, Götz: *Praktikum I zur Physikalischen Chemie*, Institut für Physikalische Chemie, Uni Göttingen, **2014**.
- 2 Eckhold, Götz: *Statistische Thermodynamik*, Institut für Physikalische Chemie, Uni Göttingen, **2012**.
- 3 Eckhold, Götz: *Chemisches Gleichgewicht*, Institut für Physikalische Chemie, Uni Göttingen, **2015**.
- 4 Atkins, P.W.: *Physikalische Chemie*, Wiley-VCH, Weinheim, **2006**.
- 5 Zemansky: *Heat and Thermodynamics*, Mc Graw-Hill, New York, **1990**.