

APPLICATION NOTE

Metalle – Simultane Thermische Analyse STA

Eine Messung, zwei Signale: c_p -Bestimmung und Curie-Detektion an Eisen mit der STA 509 *Jupiter*®

Dorothea Stobitzer und Dr. Michael Schöneich, Applications Laboratory Selb

Einleitung

Reineisen dient häufig als Referenz- und Untersuchungsmaterial in der Werkstoffwissenschaft. Aufgrund seiner gut bekannten thermophysikalischen und metallurgischen Eigenschaften wird es zur Validierung von Messverfahren sowie zur Untersuchung grundlegender Zusammenhänge zwischen Mikrostruktur, Magnetismus und thermischem Verhalten eingesetzt. Neben der temperaturabhängigen spezifischen Wärmekapazität ist insbesondere die ferromagnetisch-paramagnetische Umwandlung bei der Curie-Temperatur von großem Interesse. Diese Umwandlung beeinflusst das thermophysikalische Verhalten des Materials und ist in der Wärmekapazitätskurve als charakteristischer Effekt sichtbar.

Die STA 509 *Jupiter*® ermöglicht die simultane Erfassung thermischer und gravimetrischer Signale (DSC-TG) und bietet damit eine leistungsstarke Grundlage für die umfassende Charakterisierung von Werkstoffen. In Verbindung mit einem Magnetaufbau lässt sich an Reineisen neben der präzisen Bestimmung der spezifischen Wärmekapazität (c_p) auch die Curie-Umwandlung eindeutig über das TG-Signal nachweisen – und das in nur einer Messung.

Experiment/Messbedingungen

Die Messungen wurden an einer gewöhnlichen Eisenprobe mit der STA 509 *Jupiter*® unter Argon durchgeführt. Die spezifische Wärmekapazität wurde mittels DSC- c_p -Auswertung bestimmt. Parallel wurde das TG-Signal aufgezeichnet. Für die Detektion der Curie-Umwandlung kam ein Magnetaufbau zum Einsatz (siehe Abbildung 1).

Auswertung der spezifischen Wärmekapazität

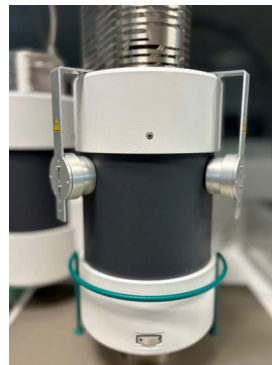
Die spezifische Wärmekapazität (c_p) wird mithilfe eines Vergleichsverfahrens unter Einsatz eines Referenzmaterials bestimmt, wie es beispielsweise in der DIN EN ISO

11357 beschrieben ist. Die Berechnung der Wärmekapazität erfolgt durch die Auswertung von drei separaten Messungen – der Basislinie, eines Standards (Saphir) sowie der Probe selbst. Für eine zuverlässige und aussagekräftige c_p -Bestimmung ist dabei entscheidend, dass insbesondere die Basislinien- und Saphirmessungen reproduzierbar sind, da sie die Grundlage für die anschließende Auswertung bilden. Aus diesen Datensätzen lässt sich der c_p -Wert des untersuchten Materials gemäß der angegebenen Gleichung bestimmen.

$$c_p = \frac{\text{Signalunterschied (Probe - Basislinie)}}{\text{Probeneinwaage} \cdot \text{Heizrate} \cdot \text{Empfindlichkeit}}$$

Das Ergebnis der Auswertung ist die temperaturabhängige spezifische Wärmekapazität des untersuchten Materials. Diese liefert eine fundierte Grundlage für die Materialcharakterisierung und kann zugleich als Eingangsgröße für weiterführende thermophysikalische Berechnungen dienen.

Gleichzeitig wird die Messung mit einem Magnetaufbau durchgeführt (siehe Abbildung 1). Die Kombination beider Signale (TG-DSC) ermöglicht damit eine besonders anschauliche und abgesicherte Detektion der magnetischen Umwandlung.



1 STA-Ofen mit Magnetaufbau

APPLICATIONNOTE Eine Messung, zwei Signale: c_p -Bestimmung und Curie-Detektion an Eisen mit der STA 509 Jupiter®

Eine Übersicht der verwendeten Messbedingungen ist Tabelle 1 zu entnehmen.

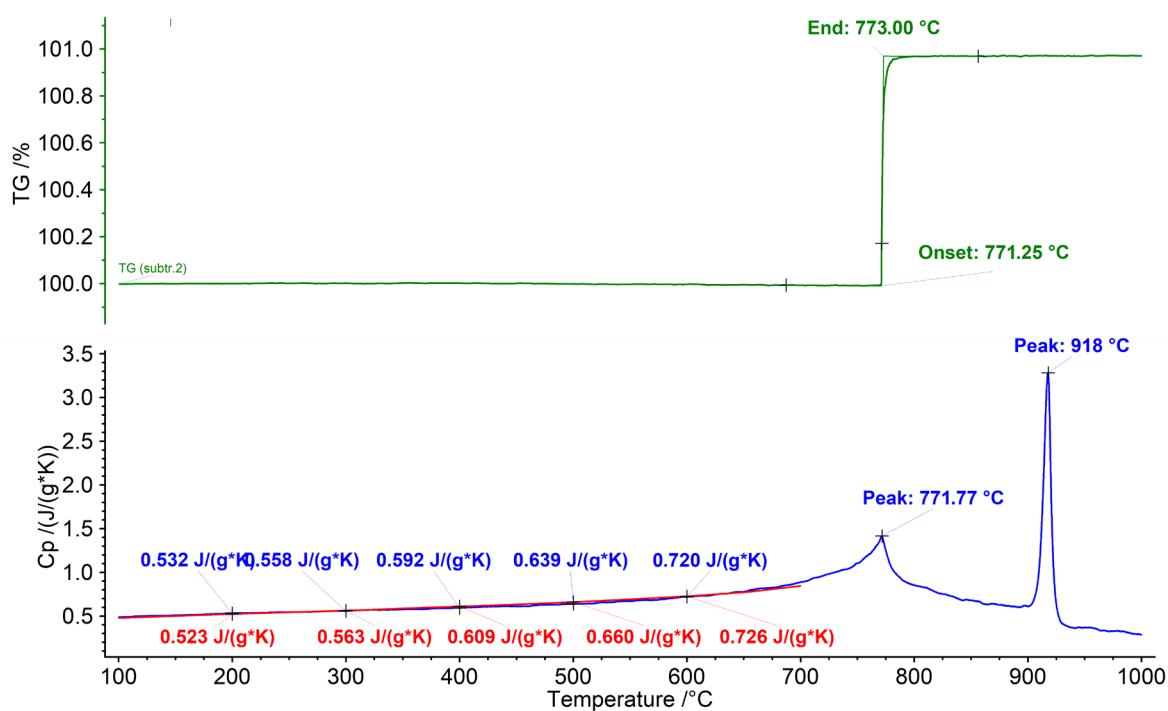
Tabelle 1 STA-Messparameter

Gerät	STA 509 Jupiter®
Messkopf	TG/DSC, Typ S
Ofen	Rhodium
Tiegel	Pt/Rh mit Tiegel und Deckel (mit Al_2O_3 -Liner)
Atmosphäre	Ar mit OTS (70 ml/min)
Temperaturprogramm	• Isotherme bei 25 °C für 10 min • dynamisches Segment: RT bis 1050 °C mit einer Heizrate von 10 K/min • Isotherme bei 1050 °C für 10 min
Probenmasse	121,871 mg
Kalibrierstandard	Saphir (55,203 mg)

Ergebnisse und Diskussion

Die gemessene spezifische Wärmekapazität von Eisen in Abbildung 2 zeigt zunächst den erwarteten kontinuierlichen Anstieg. Bis etwa 700 °C stimmen die experimentellen Werte sehr gut mit Literaturdaten überein. Dies belegt die hohe Qualität der c_p -Bestimmung mit der STA 509 und bestätigt die Eignung des Systems für präzise thermophysikalische Messungen an metallischen Werkstoffen. Im Bereich der Curie-Umwandlung zeigt die c_p -Kurve einen charakteristischen Effekt, der der ferromagnetisch-paramagnetischen Umwandlung von Eisen zugeordnet werden kann. Des Weiteren ist ein Umwandlungseffekt (Festkörperumwandlung, α -Fe $\rightarrow$ γ -Fe) bei 918 °C sichtbar. Dieser Phasenübergang zweiter Ordnung führt zu einer deutlichen Änderung im Wärmekapazitätsverlauf und erlaubt die Bestimmung der Umwandlungstemperatur.

Zeitgleich zur c_p -Messung wurde die TG-Kurve unter Verwendung eines Magnetaufbaus aufgenommen. Im ferromagnetischen Zustand wechselwirkt die Eisenprobe mit dem angelegten Magnetfeld. Beim Erreichen der Curie-Temperatur geht das Material in den paramagnetischen



2 Temperaturabhängige c_p -Kurve (blau), c_p -Literatur [1] (rot), TG-Kurve (grün).

APPLICATIONNOTE Eine Messung, zwei Signale: c_p -Bestimmung und Curie-Detektion an Eisen mit der STA 509 Jupiter®

Zustand über, wodurch sich die magnetisch verursachte Kraft auf die Probe abrupt ändert und die TG-Kurve einen scheinbaren Massenanstieg zeigt. Dieser Effekt wird nicht durch eine reale Massenänderung verursacht, sondern durch die Änderung der magnetischen Kraftwirkung auf die Probe. Unterhalb der Curie-Temperatur wird die Probe durch den Magneten angezogen. Oberhalb der Curie-Temperatur verliert Eisen seine ferromagnetischen Eigenschaften. Dadurch entfällt die zusätzliche Kraftwirkung, was als Signaländerung in der TG-Kurve registriert wird.

Die Temperatur des charakteristischen TG-Signals korreliert hervorragend mit der in der c_p -Kurve detektierten Curie-Transformation. Der Magnetaufbau ermöglicht also eine unabhängige Bestätigung der magnetischen Phasenumwandlung. In Abwesenheit des Magnetfeldes wäre im untersuchten Temperaturbereich keine relevante Massenänderung zu erwarten, da die Probe unter inerter Atmosphäre in einem gasdichten Messsystem untersucht wird und somit keine oxidationsbedingten oder anderweitigen masseverändernden Prozesse stattfinden.

Zusammenfassung

Die Untersuchung von Eisen mit der STA 509 Jupiter® zeigt, dass sich die spezifische Wärmekapazität zuverlässig und mit hoher Genauigkeit bestimmen lässt. Die gemessenen c_p -Werte stimmen sehr gut mit Literaturdaten überein. Darüber hinaus konnte die Curie-Umwandlung nicht nur in der c_p -Kurve, sondern gleichzeitig auch in der TG-Kurve mit Magnetaufbau nachgewiesen werden. Der charakteristische Anstieg des TG-Signals beim Erreichen der Curie-Temperatur korreliert sehr gut mit dem Umwandlungseffekt in der Wärmekapazitätskurve. Diese Übereinstimmung zeigt, dass die STA 509 Jupiter® in der Lage ist, die magnetische Umwandlung simultan auf zwei unterschiedlichen Signalebenen sichtbar zu machen. Das erhöht die Sicherheit der Interpretation und demonstriert die Vielseitigkeit des Systems.

Für die Werkstoffcharakterisierung bedeutet dies, dass mit einer geeigneten Messanordnung sowohl thermische als auch magnetisch bedingte Materialeffekte in einem einzigen Experiment untersucht werden können. Dies ist insbesondere für eisenbasierte Werkstoffe und für die Analyse magnetischer Umwandlungen von großem Interesse.

Referenzen

- [1] NETZSCH-Gerätebau GmbH: NETZSCH Proteus®-Software: „ c_p -Standard – Pure Iron“ von 2006 hinterlegte Referenzdaten, abgerufen über Proteus® am 11.06.2026, Version: 9.9.0, Selb, Deutschland