

# Zertifizierung von Gallium, Indium, Zinn und Wismut als Temperatur- und Wärmekalibriermaterialien für die Dynamische Differenz-Kalorimetrie

*Stefan M. Sarge, Steffen Rudtsch, Hans-Walter Krupke*

Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig



# Problem

- Auftrag zur Bestimmung einer Umwandlungswärme
  - Angabe von Meßwert
  - und Unsicherheit
- Anwendung der DSC
- Kalibrierung des DSC für Temperatur und Wärme
- Durchführung der Probenmessung
- Bestimmung von
  - Meßwert aus Probenmessungen
  - Unsicherheit aus Kalibrierung und Probenmessungen, ggf. probenspezifisch

# Hintergrund

- EN 45001, Absatz 5.4.3 fordert, daß Prüfberichte  
*„eine Angabe zur Meßunsicherheit (falls erforderlich)“*  
beinhalten, und  
*„quantitative Ergebnisse sind mit der errechneten oder geschätzten Meßunsicherheit anzugeben“.*
- ISO-Guide 25, Absatz 13.2, fordert  
*„eine Angabe der geschätzten Meßunsicherheit der Kalibrier- oder Prüfergebnisse (falls erforderlich)“*,  
und in Absatz 10.2:  
*„Das Laboratorium hat geeignete Methoden und Verfahren für alle Kalibrierungen und Prüfungen ... anzuwenden ... (einschließlich ... der Abschätzung der Meßunsicherheit ...).“*

# Internationales Wörterbuch der Metrologie

## → 3.1 Meßergebnis

Einer Meßgröße zugeordneter, durch Messung gewonnener Wert.

Anmerkung 2: Eine vollständige Angabe des Meßergebnisses enthält eine Information über die Meßunsicherheit.

## → 3.9 Meßunsicherheit

Dem Meßergebnis zugeordneter Parameter, die die Streuung der Werte kennzeichnet, die vernünftigerweise der Meßgröße zugeordnet werden könnte.

## → 6.10 Rückverfolgbarkeit

Eigenschaft eines Meßergebnisses oder des Wertes eines Normals, durch eine ununterbrochene Kette von Vergleichsmessungen mit angegebenen Meßunsicherheiten auf geeignete Normale, im allgemeinen internationale oder nationale Normale, bezogen zu sein.

## → 6.14 Zertifiziertes Referenzmaterial (ZRM)

Referenzmaterial mit einem Zertifikat, in dem unter Angabe der Unsicherheit und des zugehörigen Vertrauensniveaus ein oder mehrer Merkmalswerte aufgrund eines Ermittlungsverfahrens zertifiziert sind, mit dem die Rückverfolgbarkeit der Werte auf eine genaue Realisierung der Einheit erreicht wird.



# Kalibrierung von DSC

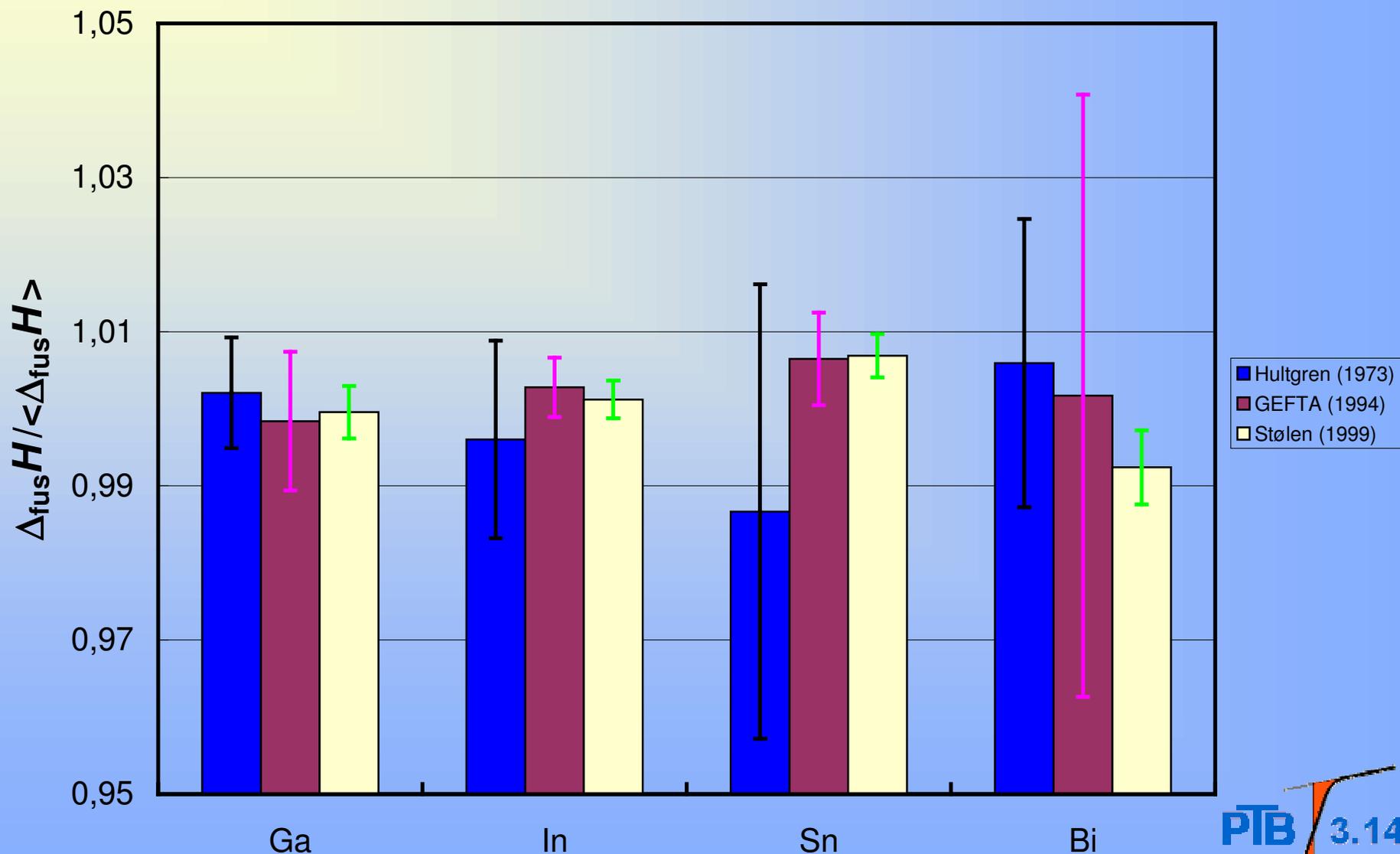
- zu kalibrierende Größen:  $T$ ,  $Q$ ,  $\Phi$
- GEFTA-AK „DSC-Kalibrierung“ (1988-2000):
  - Empfehlungen zur Temperatur-, Wärme- und Wärmestromkalibrierung
  - beim Heizen und Kühlen
  - Verfahren und Kalibriersubstanzen
- Stoffwerte:
  - Herstellerangaben
  - Normen (z. B. DIN, EN, ISO, ASTM)
  - Originalliteratur
  - Stoffdatensammlungen
  - Empfehlungen (z. B. GEFTA (1994), ICTAC (1999), Stølen/Grønvold (1999))
  - Zertifizierte Referenzmaterialien

# Schmelzenthalpien aus Stoffdatensammlungen

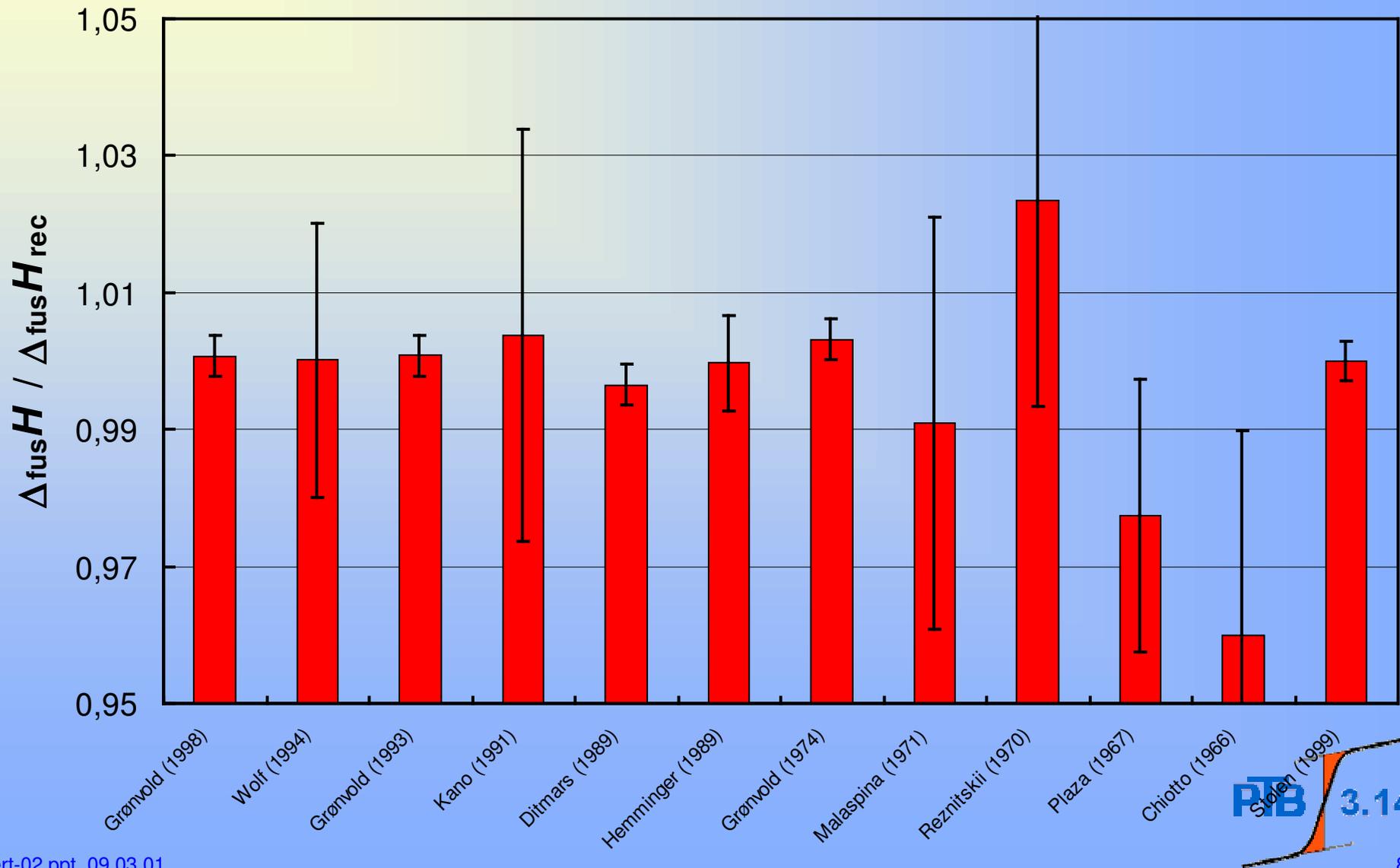
|           | Hultgren (1973)                         | GEFTA (1994)                            | Stølen (1999)                           |
|-----------|---|---|---|
|           | $\Delta_{\text{fus}}H / \text{Jg}^{-1}$ | $\Delta_{\text{fus}}H / \text{Jg}^{-1}$ | $\Delta_{\text{fus}}H / \text{Jg}^{-1}$ |
| <b>Ga</b> | 80,17 ± 0,57                            | 79,88 ± 0,72                            | 79,97 ± 0,27                            |
| <b>In</b> | 28,43 ± 0,37                            | 28,62 ± 0,11                            | 28,58 ± 0,07                            |
| <b>Sn</b> | 59,21 ± 1,77                            | 60,40 ± 0,36                            | 60,42 ± 0,17                            |
| <b>Bi</b> | 54,06 ± 1,00                            | 53,83 ± 2,10                            | 53,33 ± 0,26                            |

# Schmelzenthalpien aus Stoffdatensammlungen

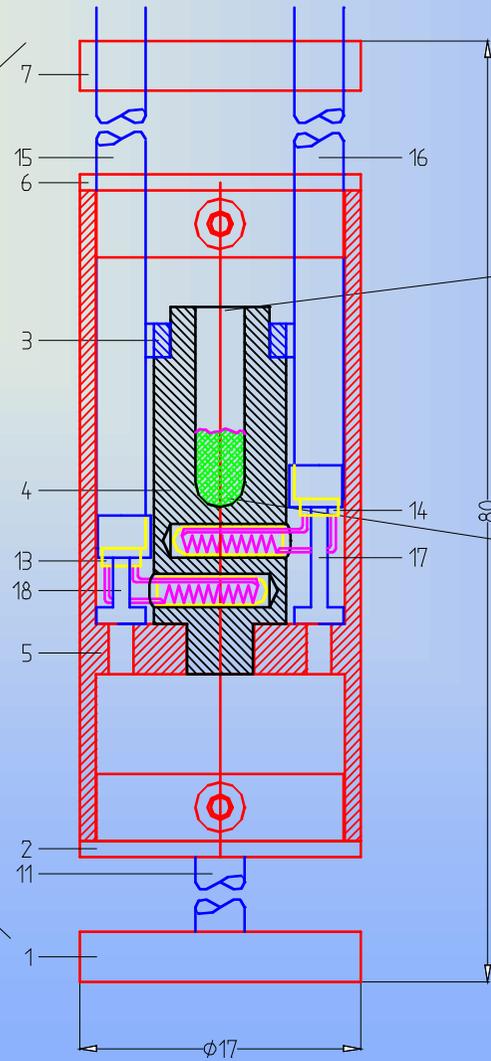
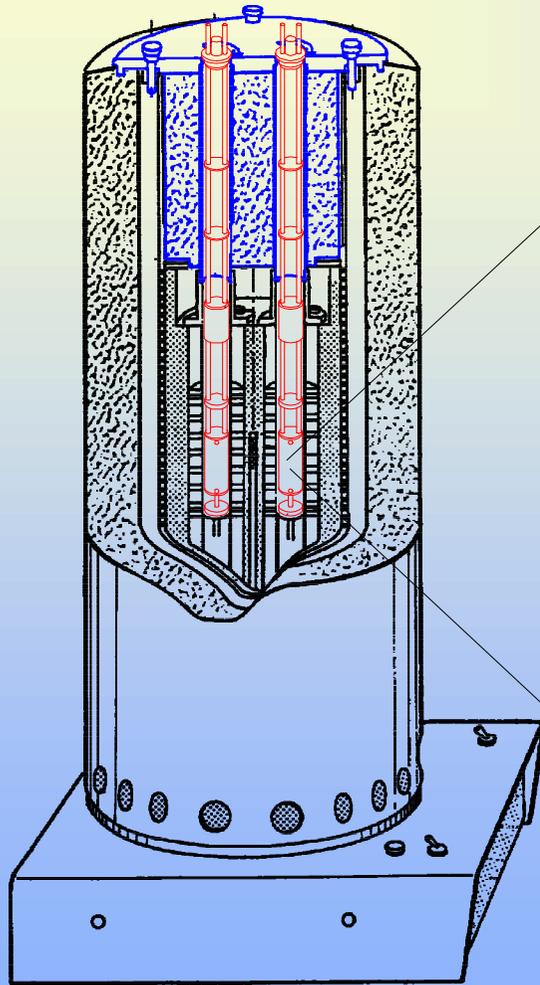
(normiert auf Mittelwert)



# $\Delta_{\text{fus}}H(\text{Bi})$ aus Originalliteratur (normiert auf Stølen/Grønvold (1999))



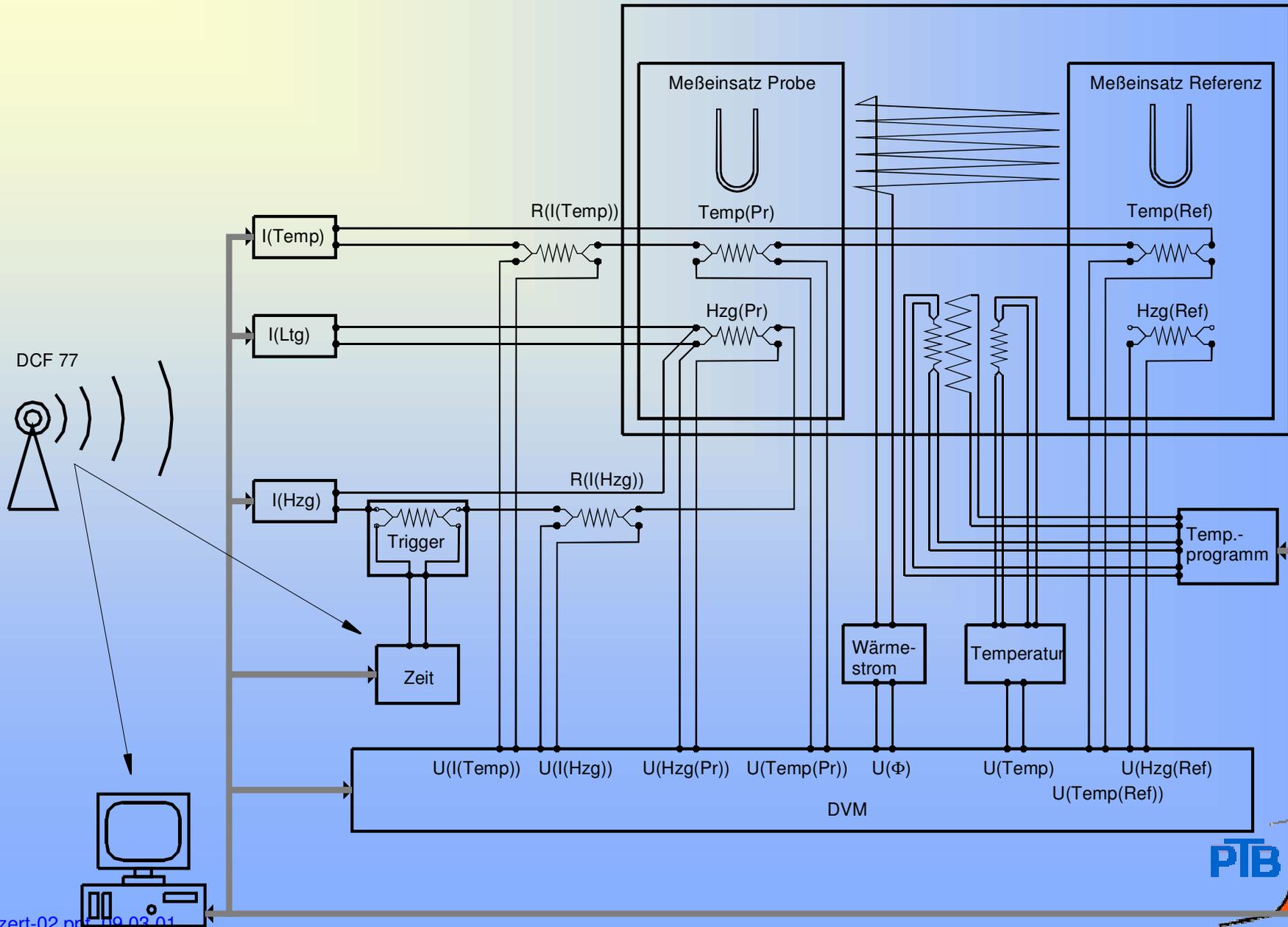
# Meßgerät



SA94\_004

SA94\_001

# Versuchsaufbau

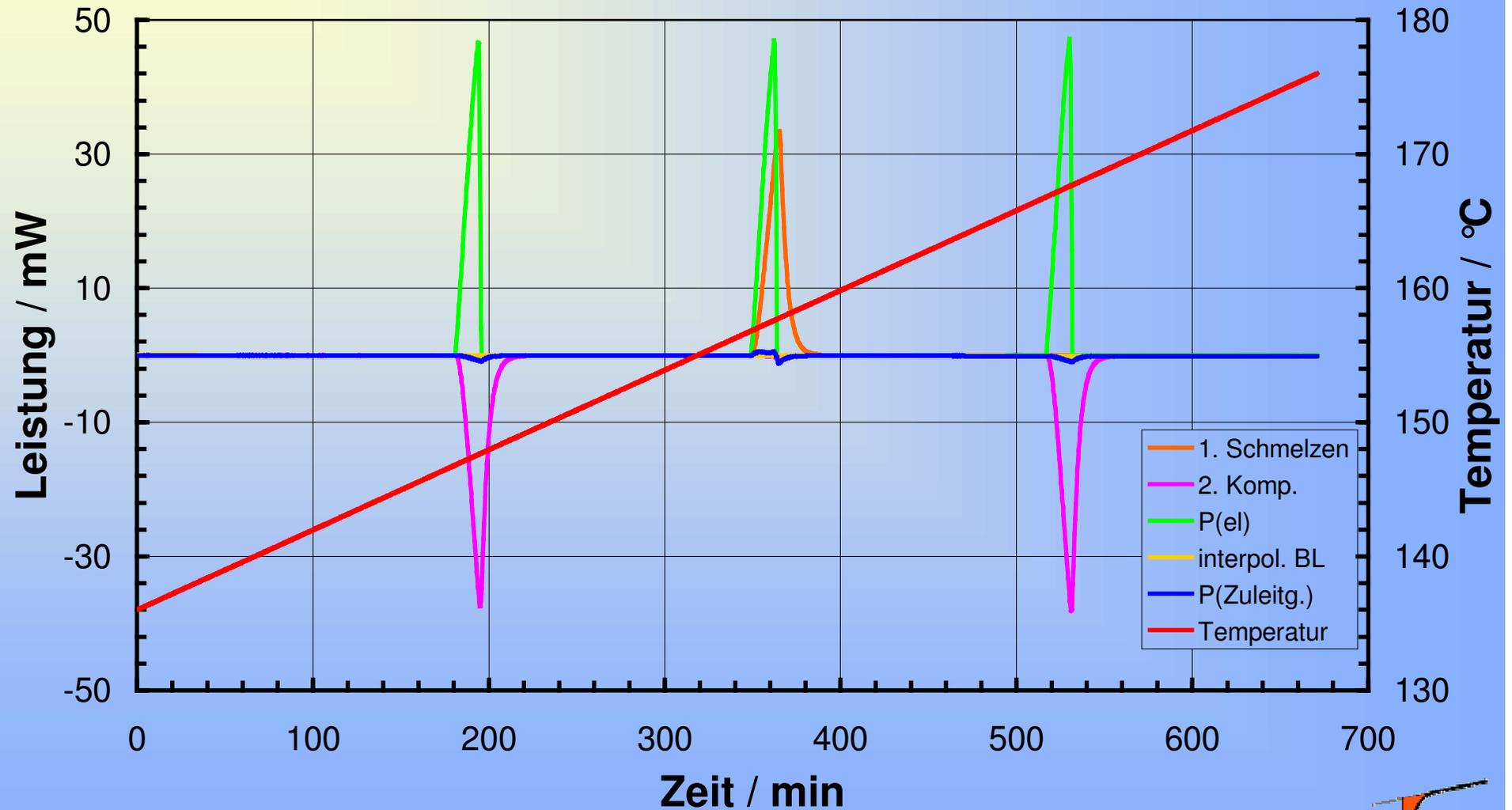


# Versuchsablauf

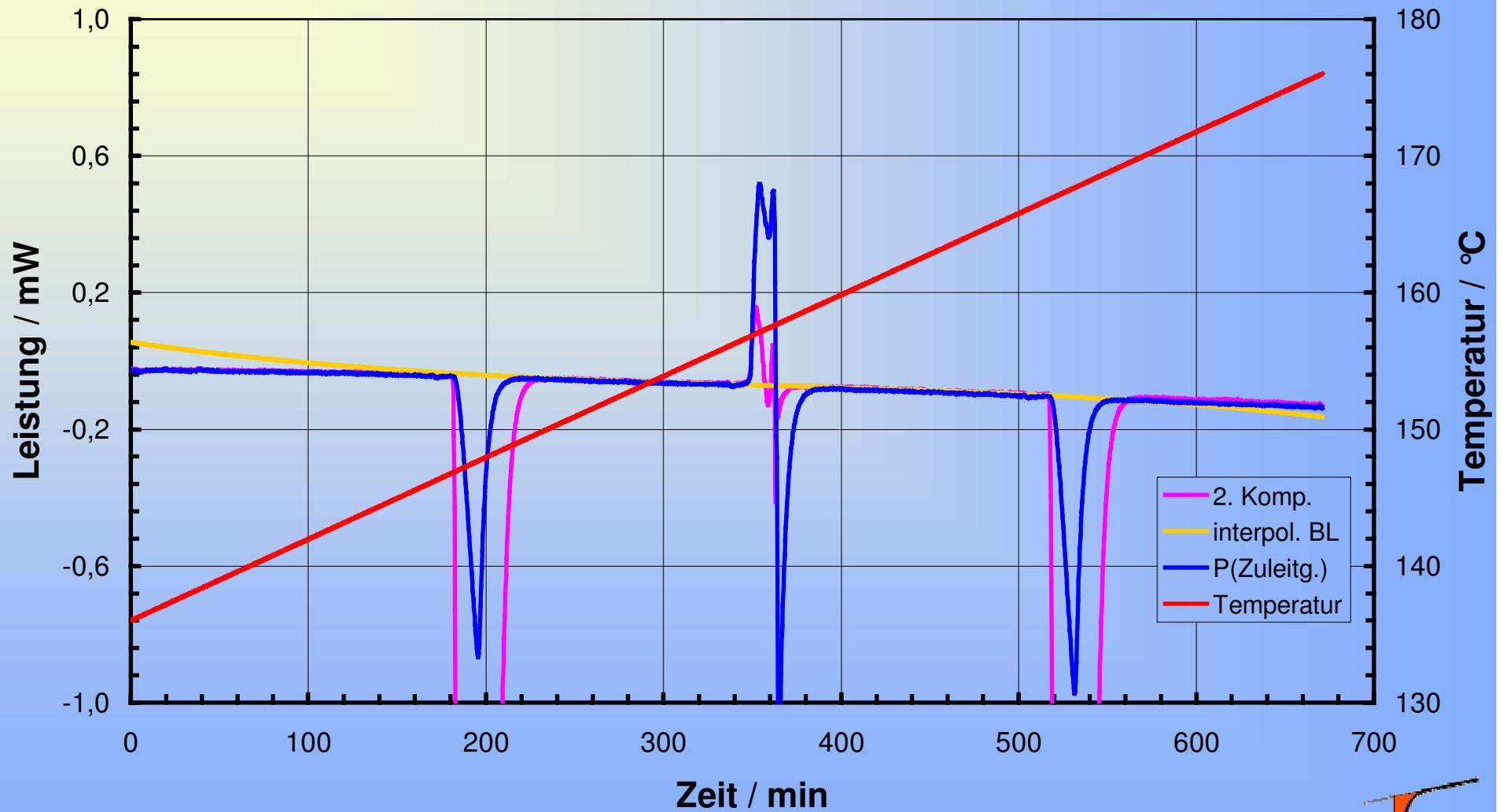
1. Ga: Einwägen in Polyethylen-Tiegel  
In, Sn, Bi: Einwägen und Einschmelzen in Quarzampullen  
unter Schutzgas  $\Rightarrow m_p$
2. Aufnahme der Nulllinie mit leeren Tiegeln  $\Rightarrow U_{\Phi,0}$
3. Vorschmelzen im Kalorimeter
4. 1. Schmelzen mit elektrischer Kalibrierung bei  $T_{\text{fus}} \pm 10 \text{ K}$   $\Rightarrow K_{\Phi}$
5. Bestimmung der Kompensationsleistung  $\Rightarrow P_{\text{comp}}$
5. 2. Schmelzen mit elektrischer Kompensation  $\Rightarrow U_{\Phi,d}$
6. bei ungenügender Kompensation Wiederholung von 5.
7. Bestimmung der Heizleistung der Zuleitungen bei  $T_{\text{fus}} \pm 10 \text{ K}$   $\Rightarrow f_L$
8. Berechnung der Schmelzwärme nach  $\Rightarrow Q_{\text{fus}}$

$$Q_{\text{fus}} = \frac{\int \left( f_L * P_{\text{comp}} + \frac{U_{\Phi,d} - U_{\Phi,0} - U_{\Phi,bl}}{K_F} \right) dt}{m_p}$$

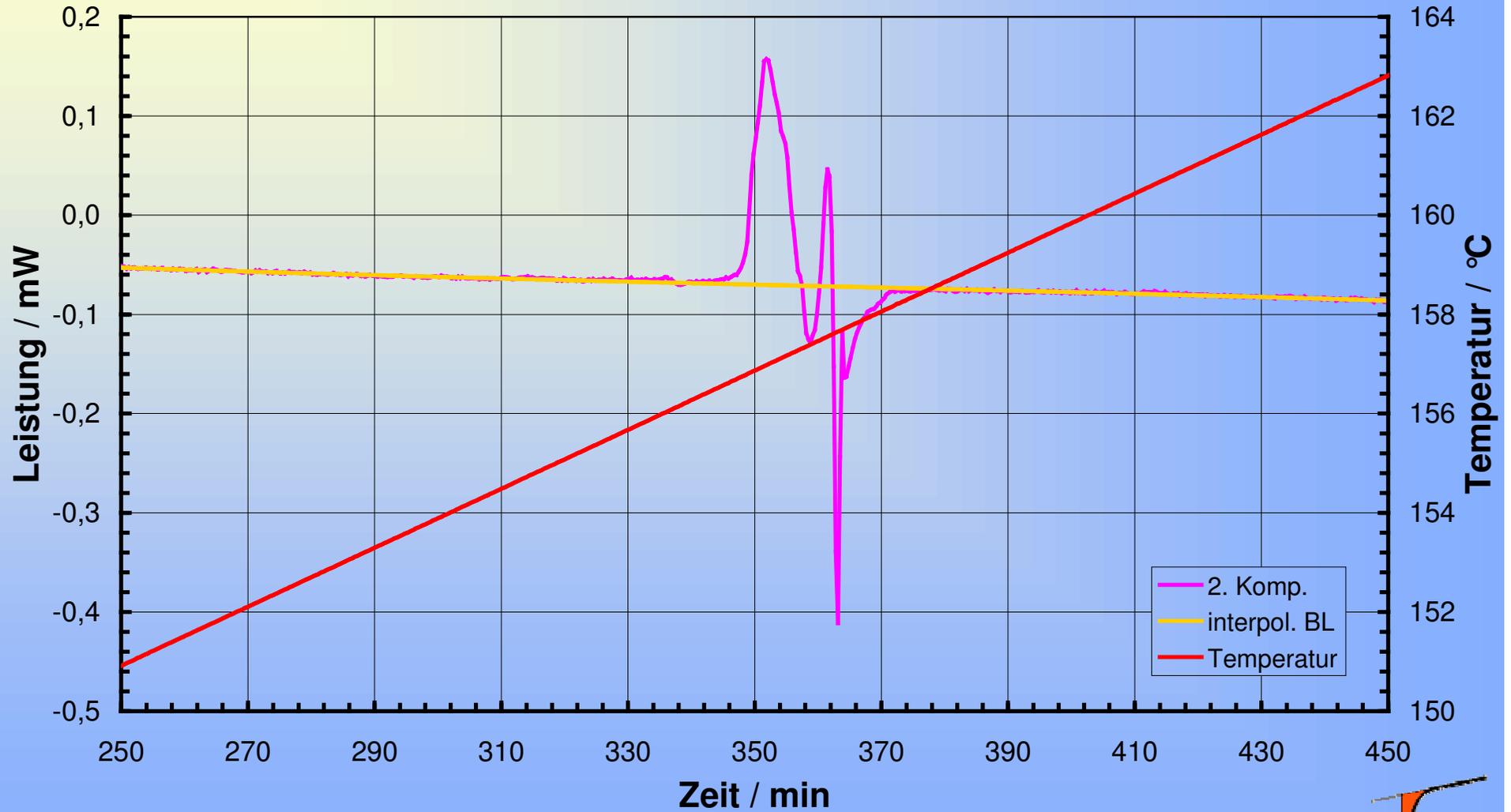
# Meßverfahren: 1. Elektrische Kalibrierung



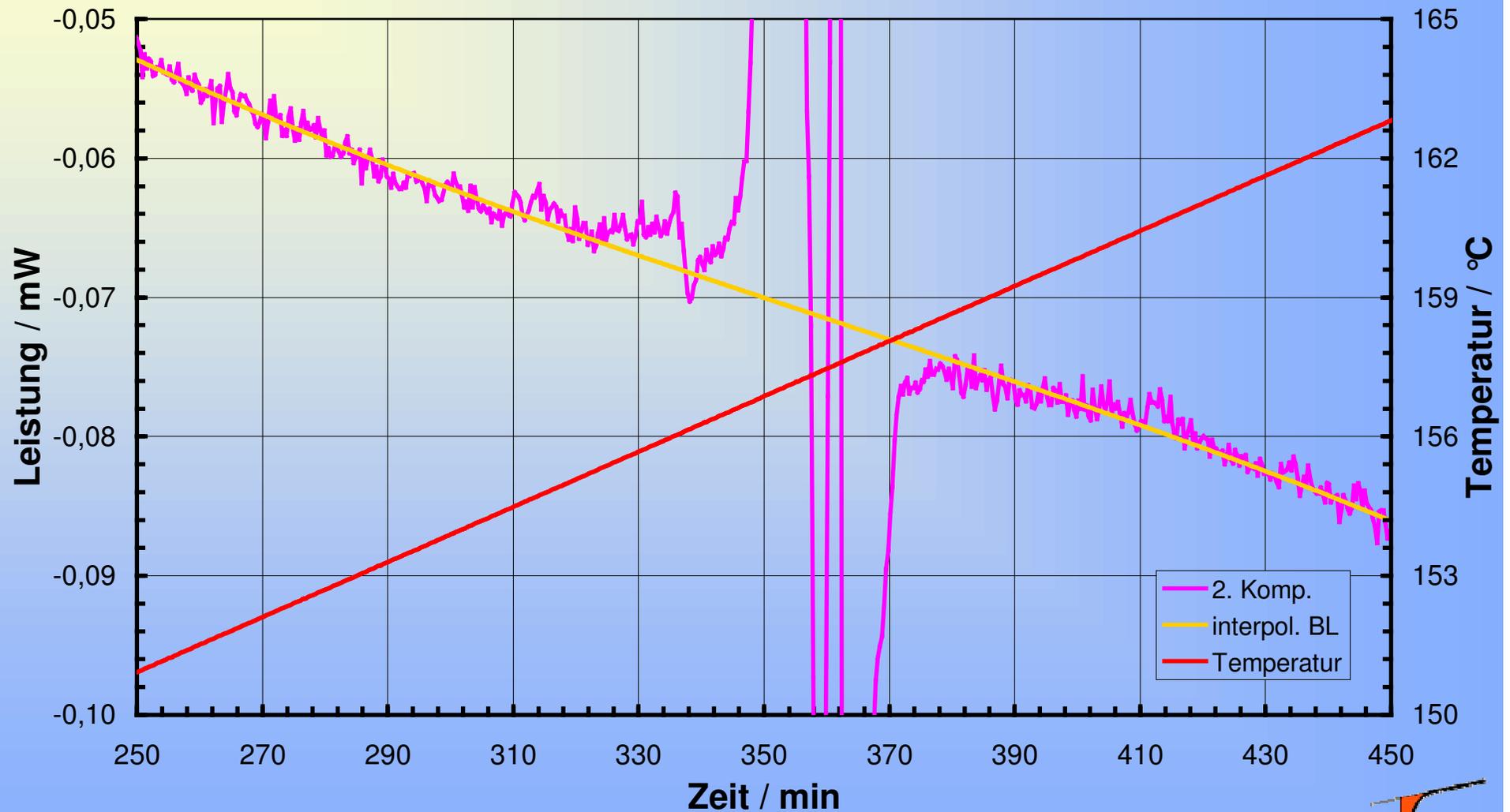
# Meßverfahren: 2. Zuleitungseinfluß



# Meßverfahren: 3. Restpeakintegration

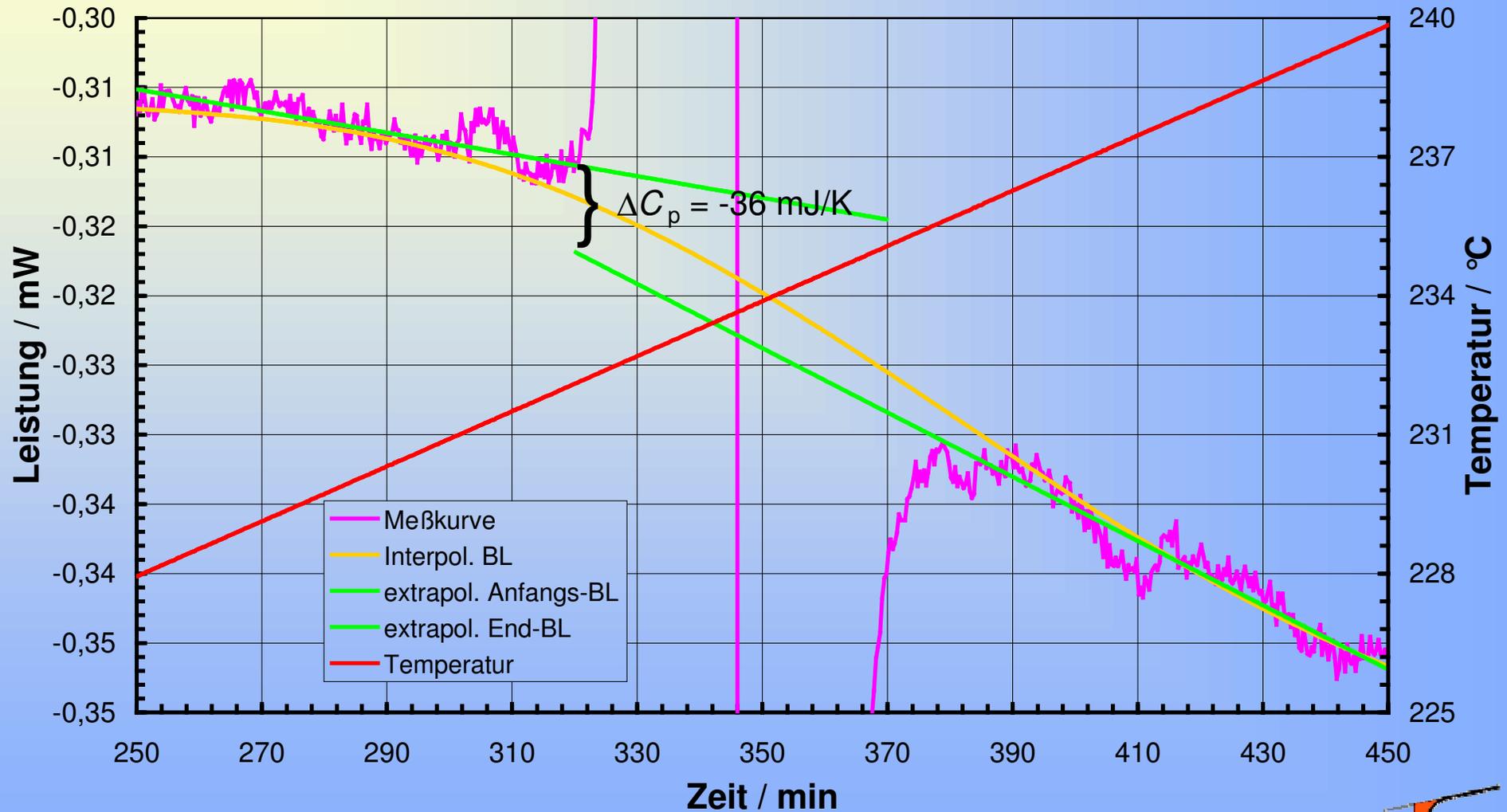


# Meßverfahren: 4. Basislinieninterpolation (In)



# Basislinieninterpolation: Zinn

Literatur:  $\Delta C_p = -18 \text{ mJ/K}$



# Unsicherheitsbetrachtung

exemplarisch mittels GUM Workbench, z.B. Sn-Messung

Bestimmung der Umwandlungswärme von zertifizierten Referenzmaterialien

**Bestimmung der Umwandlungswärme von zertifizierten Referenzmaterialien**

Beispielrechnung für Zinn<sub>2a</sub> (Alfa) Messreihe: Sn-2a C510

**Modellgleichung:**

$$Q_{mtrs} = (f_1 \cdot \Sigma Pt_i + \Sigma \Phi t_i) / m + \delta Q_{Verlust} + \delta Q_{Homog};$$

$$f_1 = (f_{11} + f_{12}) / 2;$$

$$f_{11} = 1 / (1 - (A_{\Phi Z1} \cdot E_{mE1}) / (A_{\Phi E1} \cdot E_{mZ1}));$$

$$f_{12} = 1 / (1 - (A_{\Phi Z2} \cdot E_{mE2}) / (A_{\Phi E2} \cdot E_{mZ2}));$$

$$m = m_T / 1000;$$

$$m_1 = (m_{w1} + \delta m_N + \delta m_{J1}) \cdot (1 + \rho_L \cdot (1/\rho - 1/\rho_N));$$

**Liste der Größen:**

| Größe                | Einheit | Definition  |
|----------------------|---------|---|
| $Q_{mtrs}$           | J/g     | massebezogene Umwandlungswärme  |
| $f_1$                |         | Zuleitungskorrektionsfaktor für die Leistungsmessung                            |
| $\Sigma Pt_i$        | J       | Heizenergie beim Schmelzen  |
| $\Sigma \Phi t_i$    | J       | (Rest-) Peakfläche beim Schmelzen   |
| $m$                  | g       | Probenmasse   |
| $\delta Q_{Verlust}$ | J/g     | unerkannte Wärmeverluste  |
| $\delta Q_{Homog}$   | J/g     | Einfluss der Probenhomogenität  |
| $f_{11}$             |         | Zuleitungskorrektionsfaktor bei $\vartheta_1$                                   |
| $f_{12}$             |         | Zuleitungskorrektionsfaktor bei $\vartheta_2$                                   |
| $A_{\Phi Z1}$        | mJ      | Peakfläche beim Zuleitungstest bei $\vartheta_1$                                |
| $E_{mE1}$            | mJ      | Heizenergie beim Heizungstest und $\vartheta_1$                                 |
| $A_{\Phi E1}$        | mJ      | Peakfläche beim Heizungstest bei $\vartheta_1$                                  |
| $E_{mZ1}$            | mJ      | Heizenergie beim Zuleitungstest und $\vartheta_1$                               |
| $A_{\Phi Z2}$        | mJ      | Peakfläche beim Zuleitungstest bei $\vartheta_2$                                |
| $E_{mE2}$            | mJ      | Heizenergie beim Heizungstest und $\vartheta_2$                                 |
| $A_{\Phi E2}$        | mJ      | Peakfläche beim Heizungstest bei $\vartheta_2$                                  |
| $E_{mZ2}$            | mJ      | Heizenergie beim Zuleitungstest und $\vartheta_2$                               |
| $m_1$                | mg      | Masse Teilstück 1   |
| $m_{w1}$             | mg      | konvent. Wägewert Teilstück 1   |
| $\delta m_N$         | mg      | Korrektur zur Berücksichtigung der Unsicherheit des Kalibrier- / Justiernormals |
| $\delta m_{J1}$      | mg      | Korrektur zur Berücksichtigung der Unsicherheit der Kalibrierung / Justierung   |

Datum: 13.03.2001    Datei: Umw\_Zinn\_C510    Seite 1 von 5

**unwesentliche** Beiträge:

- Massebestimmung 0,1 %
  - Masse des Kalibriergewichts
  - Dichte des Kalibriergewichts
  - Dichte der Probe
  - Luftdichte
- Energiebestimmung 0,3 %
  - Strommeßwiderstand
  - Spannungsmessung
  - Zeitmessung

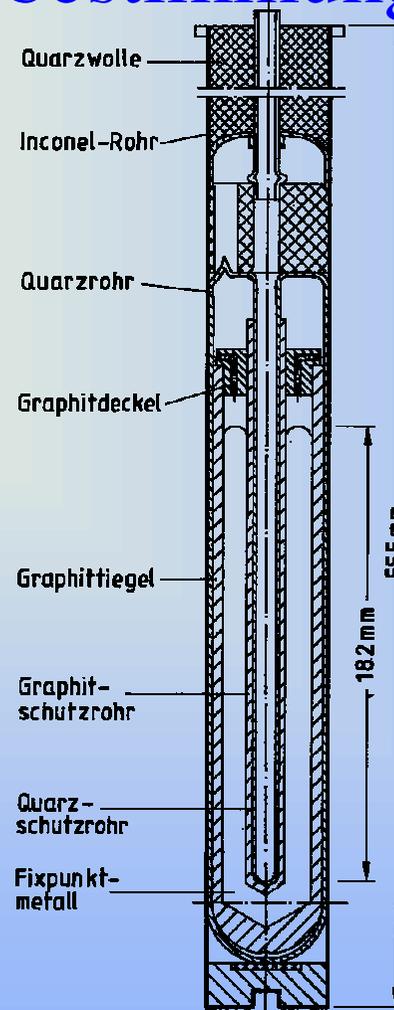
**wesentliche** Beiträge:

- Wärmeleistung der Zuleitungen 2,0 %  
(Basislinienkonstruktion)
- Restpeak 3,2 %  
(Basislinienkonstruktion)
- Wärmeverluste 94,1 %  
(Differenz kompensierte/nicht-kompensierte Messungen)

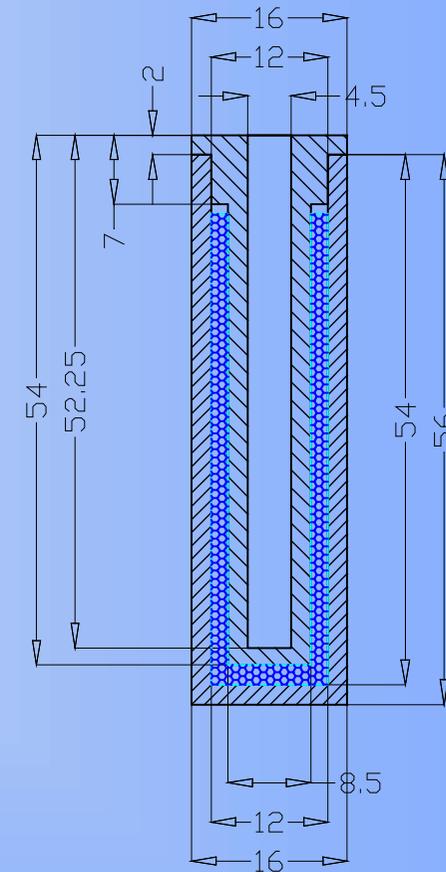


# Schmelztemperaturbestimmung (PTB-FL 7.31)

- ☀ Ga, In, Sn: Fixpunktmaterialien der ITS-90.  
 ⇒ direkter Vergleich zwischen Miniatur-Fixpunktzelle und Standard-Fixpunktzelle mittels Pt-Widerstandsthermometer
- ☀ Bi: kein Fixpunktmaterial der ITS-90.  
 ⇒ Bestimmung mittels Pt-Widerstandsthermometer, kalibriert mittels Ga, In, Sn



Standard-Fixpunktzelle  
 $V \approx 180 \text{ cm}^3$   
 $m \approx 1260 \text{ g (In)}$



Miniatur-Fixpunktzelle  
 $V \approx 3 \text{ cm}^3$   
 $m \approx 20 \text{ g (In)}$

# Schmelztemperatur

(Dank an Dr. E. Tegeler, Fr. U. Noatsch, PTB-FL 7.31)

| Substanz       | Charge | $\vartheta_{\text{fus}} / ^\circ\text{C}$ | $u(k=2) / \text{mK}$ | $\vartheta_{\text{ITS-90}} / ^\circ\text{C}$ | $\Delta T / \text{mK}$ |
|----------------|--------|---|----------------------|--|------------------------|
| <b>Gallium</b> | a      | 29,764                                    | 3                    | 29,7646                                      | 0,3                    |
|                | b      | 29,780                                    | 10                   | 29,7646                                      | -15,4                  |
| <b>Indium</b>  | a      | 156,598                                   | 4                    | 156,5985                                     | 0,5                    |
|                | b      | 156,598                                   | 4                    | 156,5985                                     | 0,5                    |
| <b>Zinn</b>    | a      | 231,928                                   | 4                    | 231,9280                                     | 0,0                    |
|                | b      | 231,928                                   | 4                    | 231,9280                                     | 0,0                    |
| <b>Wismut</b>  | a      | 271,399                                   | 7                    | 271,402                                      | 3,0                    |
|                | b      | 271,400                                   | 10                   | 271,402                                      | 2,0                    |

# Verunreinigungen

(mittels ICP-MS, daher nur informativ, Dank an Dr. R. Jährling, PTB-FL 3.22)

|         | Gallium     | Indium      | Indium      | Zinn       | Zinn       | Bismut      | Bismut      |         | Gallium    | Indium      | Indium      | Zinn       | Zinn       | Bismut     | Bismut      |
|---------|-------------|-------------|-------------|------------|------------|-------------|-------------|---------|------------|-------------|-------------|------------|------------|------------|-------------|
|         | 009181      | 00156       | 00156       | 009457     | 00947      | 1027        | 801697      |         | 009181     | 00156       | 00156       | 009457     | 00947      | 1027       | 801697      |
| Element | w / µg/g    | w / µg/g    | w / µg/g    | w / µg/g   | w / µg/g   | w / µg/g    | w / µg/g    | Element | w / µg/g   | w / µg/g    | w / µg/g    | w / µg/g   | w / µg/g   | w / µg/g   | w / µg/g    |
| Li      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Nd      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01     | < 0,01      |
| Be      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Pm      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Mg      | <b>0,1</b>  | <b>0,2</b>  | <b>0,06</b> | <b>2</b>   | <b>3</b>   | < 0,01      | < 0,01      | Sm      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01     | < 0,01      |
| Al      | <b>6</b>    | <b>6</b>    | <b>4</b>    | <b>70</b>  | <b>70</b>  | <b>1</b>    | <b>0,7</b>  | Eu      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01     | < 0,01      |
| Sc      | <b>0,06</b> | <b>0,07</b> | <b>0,07</b> | <b>0,6</b> | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Gd      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01     | < 0,01      |
| Ti      | <b>0,2</b>  | <b>0,4</b>  | <b>0,08</b> | <b>0,8</b> | <b>0,8</b> | < 0,01      | < 0,01      | Tb      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01     | < 0,01      |
| V       | n. b.       | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | < 0,01      | Dy      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Cr      | n. b.       | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Ho      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Mn      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Er      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Fe      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | < 0,01      | Tm      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Co      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | < 0,01      | Yb      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Ni      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | < 0,01      | Lu      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Cu      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Hf      | <b>0,2</b> | <b>0,05</b> | <b>0,07</b> | <b>0,4</b> | <b>0,2</b> | <b>0,9</b> | <b>0,05</b> |
| Zn      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | <b>2</b>   | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Ta      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Ga      | n. b.       | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | W       | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Ge      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Re      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| As      | n. b.       | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Os      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Se      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Ir      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Rb      | n. b.       | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Pt      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Sr      | <b>0,09</b> | <b>0,05</b> | <b>0,02</b> | <b>0,5</b> | <b>0,6</b> | <b>0,05</b> | < 0,01      | Au      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Y       | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Hg      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Zr      | <b>1</b>    | <b>1</b>    | <b>1</b>    | <b>5</b>   | <b>3</b>   | <b>0,8</b>  | <b>0,5</b>  | Tl      | < 0,01     | <b>0,2</b>  | <b>0,06</b> | < 0,01     | < 0,01     | n. b.      | n. b.       |
| Nb      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Pb      | n. b.      | n. b.       | n. b.       | < 0,01     | < 0,01     | n. b.      | n. b.       |
| Mo      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Th      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Tc      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | U       | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Ru      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | Pu      | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      |
| Rh      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | n. b.       | n. b.       |         |            |             |             |            |            |            |             |
| Pd      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | n. b.       | n. b.       |         |            |             |             |            |            |            |             |
| Ag      | < 0,01      | <b>0,02</b> | <b>0,01</b> | < 0,01     | < 0,01     | <b>2</b>    | <b>0,02</b> |         |            |             |             |            |            |            |             |
| Sb      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | <b>0,1</b>  |         |            |             |             |            |            |            |             |
| Te      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | < 0,01      |         |            |             |             |            |            |            |             |
| I       | n. b.       | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01     | < 0,01     | < 0,01      | < 0,01      |         |            |             |             |            |            |            |             |
| Cs      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | < 0,01      |         |            |             |             |            |            |            |             |
| La      | < 0,01      | < 0,01      | < 0,01      | n. b.      | n. b.      | < 0,01      | < 0,01      |         |            |             |             |            |            |            |             |

n. b. = nicht bestimmt aufgrund von Memory-Effekten bzw. Bildung von Cluster-Ionen

Aus meßtechnischen Gründen konnten die folgenden Elemente nicht gemessen werden: H, He, B, C, N, O, F, Ne, Na, Si, P, S, Cl, Ar, K, Ca, Br, Kr, Cd, In, Sn, Xe, Ba, Bi, Po, At, Rn, Fr, Ra, Ac, Pa, Np, Am, Cm.

### Meßunsicherheit

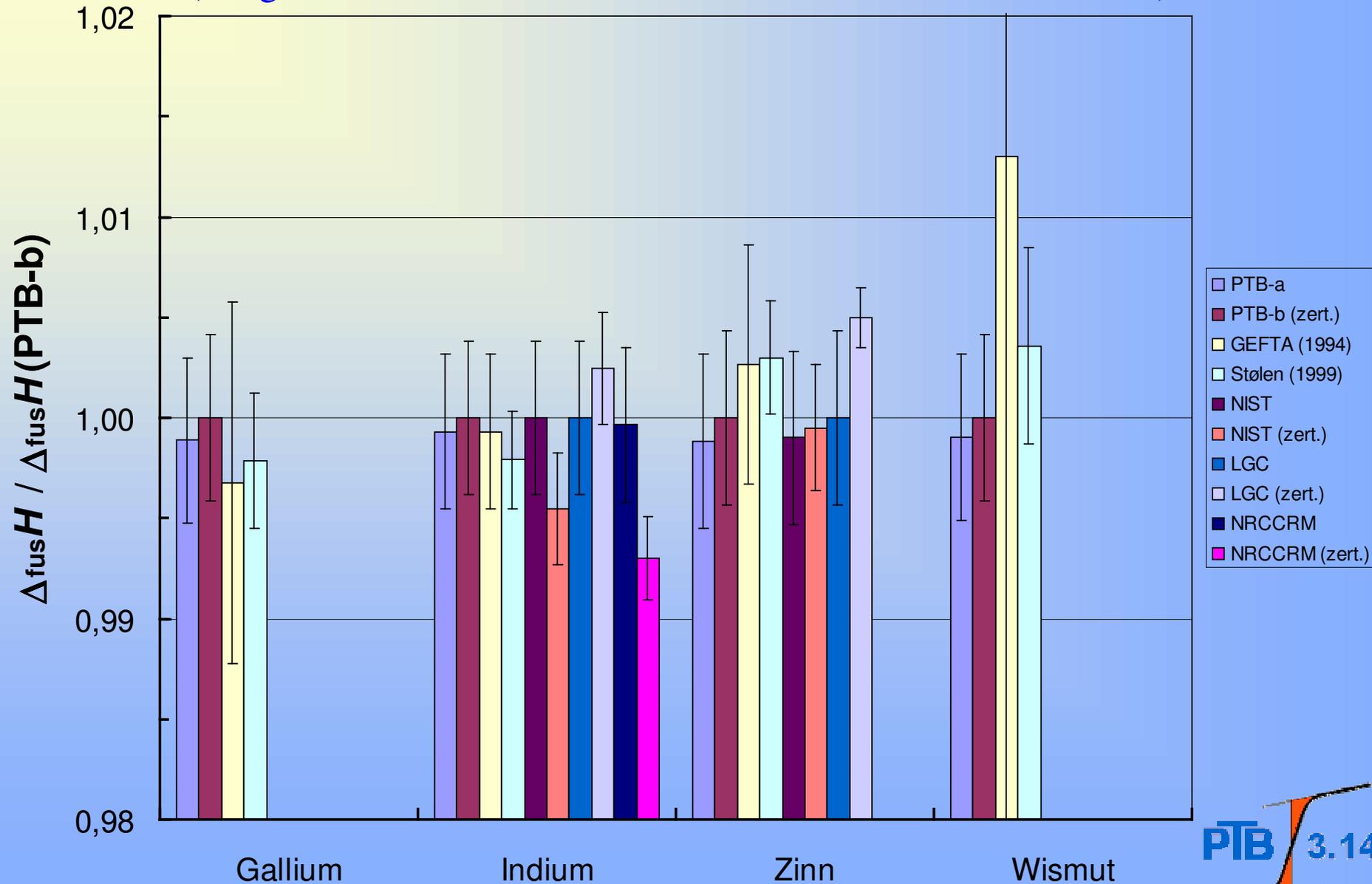
Eine Angabe der Meßunsicherheit gemäß GUM ist nicht möglich, weil die meßtechnische Ausrüstung nur bedingt für Messungen von Spurenverunreinigungen in

# Schmelzwärme

|                |                |              |     |      |   |     |
|----------------|----------------|--------------|-----|------|---|-----|
| <b>Gallium</b> | (PTB-a         | 80,05 ± 0,33 | 0,4 | 0,17 | 4 | 22) |
|                | PTB-b          | 80,14 ± 0,33 | 0,4 | 0,02 | 2 | 19  |
|                | GEFTA (1994)   | 79,88 ± 0,72 | 0,9 |      |   |     |
|                | Stølen (1999)  | 79,97 ± 0,27 | 0,3 |      |   |     |
| <b>Indium</b>  | PTB-a          | 28,62 ± 0,11 | 0,4 | 0,06 | 2 | 26  |
|                | PTB-b          | 28,64 ± 0,11 | 0,4 | 0,01 | 2 | 14  |
|                | GEFTA (1994)   | 28,62 ± 0,11 | 0,4 |      |   |     |
|                | Stølen (1999)  | 28,58 ± 0,07 | 0,2 |      |   |     |
|                | NIST           | 28,64 ± 0,11 | 0,4 | 0,02 | 1 | 9   |
|                | NIST (zert.)   | 28,51 ± 0,19 | 0,7 |      |   |     |
|                | LGC            | 28,64 ± 0,11 | 0,4 | 0,02 | 1 | 9   |
|                | LGC (zert.)    | 28,71 ± 0,08 | 0,3 |      |   |     |
|                | NRCCRM         | 28,63 ± 0,11 | 0,4 | 0,02 | 1 | 9   |
|                | NRCCRM (zert.) | 28,44 ± 0,06 | 0,2 |      |   |     |
| <b>Zinn</b>    | PTB-a          | 60,17 ± 0,26 | 0,4 | 0,08 | 3 | 28  |
|                | PTB-b          | 60,24 ± 0,26 | 0,4 | 0,03 | 2 | 18  |
|                | GEFTA (1994)   | 60,40 ± 0,36 | 0,6 |      |   |     |
|                | Stølen (1999)  | 60,42 ± 0,17 | 0,3 |      |   |     |
|                | NIST           | 60,18 ± 0,26 | 0,4 | 0,01 | 1 | 5   |
|                | NIST (zert.)   | 60,21 ± 0,19 | 0,3 |      |   |     |
|                | LGC            | 60,24 ± 0,26 | 0,4 | 0,02 | 1 | 8   |
|                | LGC (zert.)    | 60,54 ± 0,09 | 0,2 |      |   |     |
| <b>Wismut</b>  | PTB-a          | 53,09 ± 0,22 | 0,4 | 0,09 | 2 | 8   |
|                | PTB-b          | 53,14 ± 0,22 | 0,4 | 0,03 | 3 | 18  |
|                | GEFTA (1994)   | 53,83 ± 2,1  | 3,9 |      |   |     |
|                | Stølen (1999)  | 53,33 ± 0,26 | 0,5 |      |   |     |

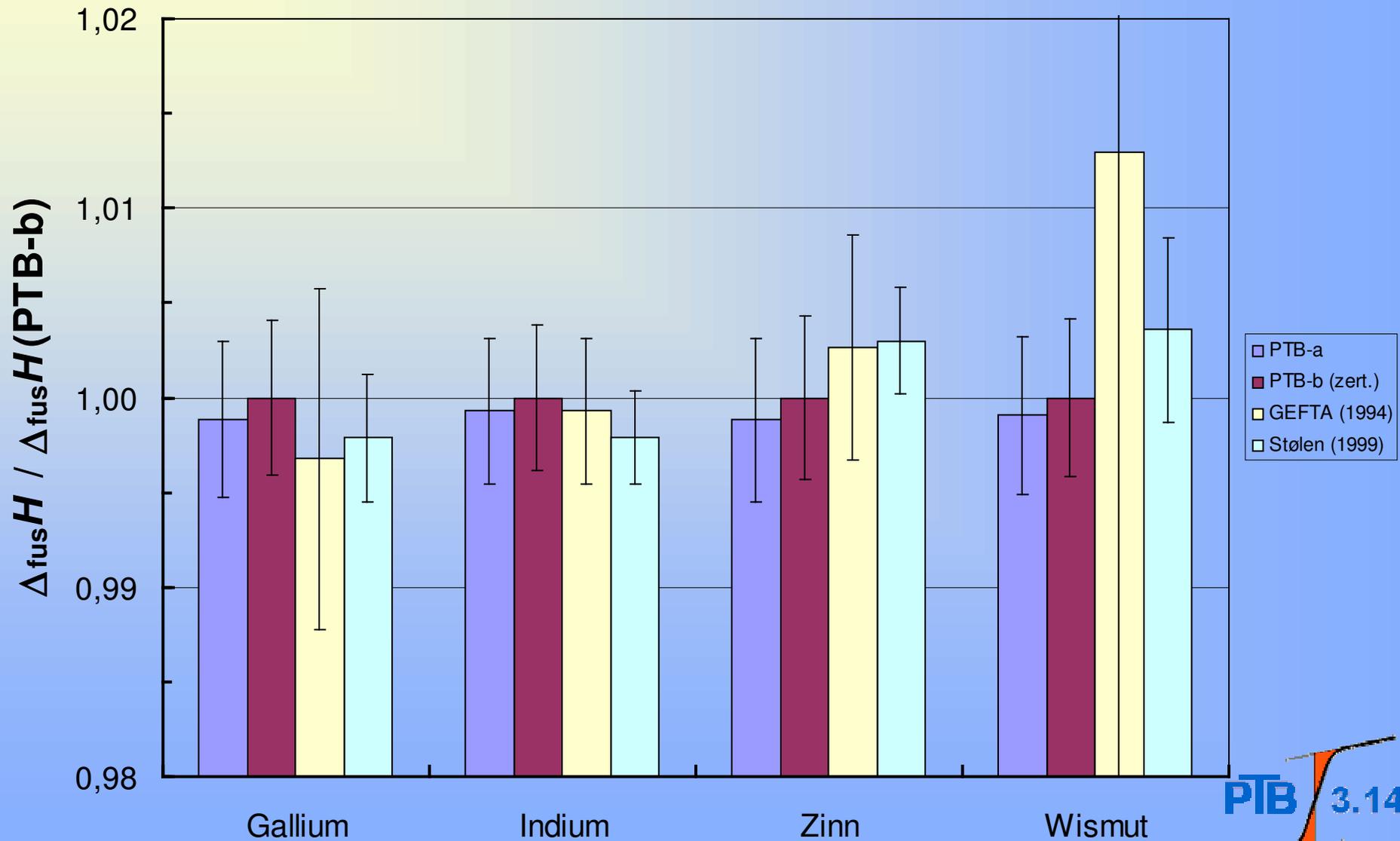
# Schmelzwärme

(Vergleich mit Literatur und Konkurrenten, normiert auf PTB)



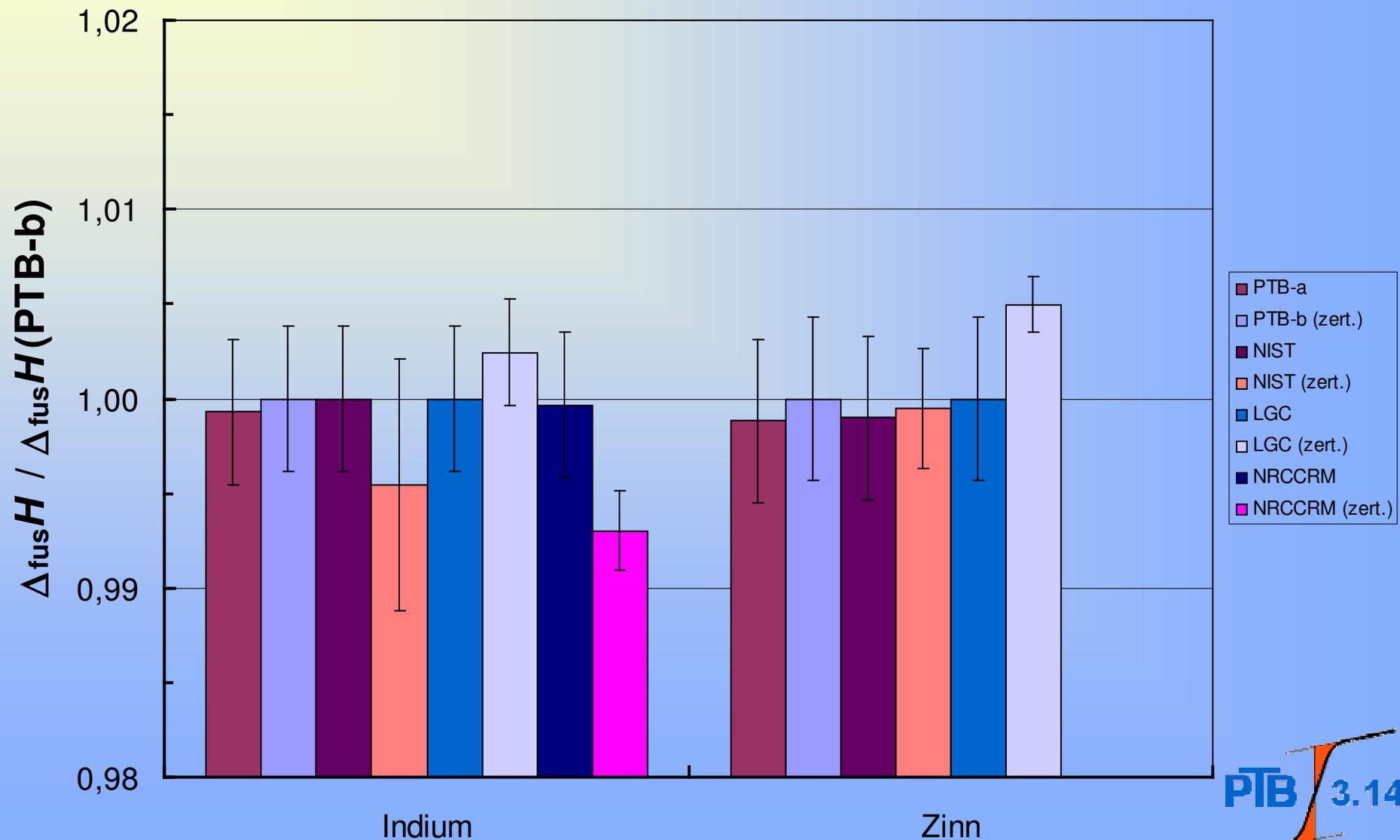
# Schmelzwärme

(Vergleich mit Literatur, normiert auf PTB)



# Schmelzwärme

(Vergleich mit Konkurrenten, normiert auf PTB)



# Zertifizierte Referenzmaterialien: Ga, In, Sn, Bi - ab sofort bei der PTB erhältlich!



**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**  
Braunschweig und Berlin

**PTB**

**Kalibrierschein**  
Calibration certificate

Gegenstand:  
Objekt: Zertifiziertes Referenzmaterial  
(mit zertifizierter Schmelztemperatur und Schmelzwärme)

Hersteller:  
Manufacturer: Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Typ:  
Type: Indium  
(In-02/99)

Kennummer:  
Serial number: ZRM 31402

Auftraggeber:  
Applicant: Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Fachlaboratorium 3.14  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Anzahl der Seiten:  
Number of pages: 3

Geschäftszeichen:  
Reference No.: 3.14-5923224/98

Kalibrierzeichen:  
Calibration mark: 3.14-0002

Datum der Kalibrierung:  
Date of calibration: 10/98 bis 12/98

Im Auftrag  
By order: Braunschweig, 16.03.2001

Bearbeiter:  
Examiner: H.-W. Krupke

Kalibrierscheine ohne Unterschrift und Siegel haben keine Gültigkeit. Dieser Kalibrierschein darf nur unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge bedürfen der Genehmigung der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.  
Calibration certificates without signature and seal are not valid. This calibration certificate may not be reproduced other than in full. Extracts may be taken only with the permission of the Physikalisch-Technische Bundesanstalt.

**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**  
Braunschweig und Berlin

**PTB**

**Kalibrierschein**  
Calibration certificate

Gegenstand:  
Objekt: Schrot 1-3 mm

Hersteller:  
Manufacturer: Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Typ:  
Type: Schrot 1-3 mm

Kennummer:  
Serial number: ZRM 31402

Auftraggeber:  
Applicant: Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Fachlaboratorium 3.14  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Anzahl der Seiten:  
Number of pages: 3

Geschäftszeichen:  
Reference No.: 3.14-5923224/98

Kalibrierzeichen:  
Calibration mark: 3.14-0002

Datum der Kalibrierung:  
Date of calibration: 10/98 bis 12/98

Im Auftrag  
By order: Braunschweig, 16.03.2001

Bearbeiter:  
Examiner: H.-W. Krupke

Kalibrierscheine ohne Unterschrift und Siegel haben keine Gültigkeit. Dieser Kalibrierschein darf nur unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge bedürfen der Genehmigung der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.  
Calibration certificates without signature and seal are not valid. This calibration certificate may not be reproduced other than in full. Extracts may be taken only with the permission of the Physikalisch-Technische Bundesanstalt.

**Ansprechpartner:**  
Hans-Walter Krupke  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig  
Tel.: (05 31) 5 92-32 26  
Fax.: (05 31) 5 92 32 05  
e-mail: hans-walter.krupke@ptb.de

**Physikalisch-Technische Bundesanstalt**  
Braunschweig und Berlin

**PTB**

**Kalibrierschein**  
Calibration certificate

Gegenstand:  
Objekt: Schmelzwärme  $Q_{fus}$

Hersteller:  
Manufacturer: Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Typ:  
Type: Schmelzwärme  $Q_{fus}$

Kennummer:  
Serial number: ZRM 31402

Auftraggeber:  
Applicant: Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Fachlaboratorium 3.14  
Bundesallee 100  
38116 Braunschweig

Anzahl der Seiten:  
Number of pages: 3

Geschäftszeichen:  
Reference No.: 3.14-5923224/98

Kalibrierzeichen:  
Calibration mark: 3.14-0002

Datum der Kalibrierung:  
Date of calibration: 10/98 bis 12/98

Im Auftrag  
By order: Braunschweig, 16.03.2001

Bearbeiter:  
Examiner: H.-W. Krupke

Kalibrierscheine ohne Unterschrift und Siegel haben keine Gültigkeit. Dieser Kalibrierschein darf nur unverändert weiterverbreitet werden. Auszüge bedürfen der Genehmigung der Physikalisch-Technischen Bundesanstalt.  
Calibration certificates without signature and seal are not valid. This calibration certificate may not be reproduced other than in full. Extracts may be taken only with the permission of the Physikalisch-Technische Bundesanstalt.

3.14-0001  
**PTB**  
Zertifiziertes Referenzmaterial  
ZRM-31401  
 $T_{fus}$   $Q_{fus}$   
Ga-01/99 **Ga**  
Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig

3.14-0003  
**PTB**  
Zertifiziertes Referenzmaterial  
ZRM-31403  
 $T_{fus}$   $Q_{fus}$   
Sn-01/99 **Sn**  
Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig

3.14-0002  
**PTB**  
Zertifiziertes Referenzmaterial  
ZRM-31402  
 $T_{fus}$   $Q_{fus}$   
In-02/99 **In**  
Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig

3.14-0004  
**PTB**  
Zertifiziertes Referenzmaterial  
ZRM-31404  
 $T_{fus}$   $Q_{fus}$   
Bi-01/99 **Bi**  
Physikalisch-Technische Bundesanstalt Braunschweig

Schmelzwärme ergab sich aus der Summe der elektrischen Energie und der Restwärme.

**7. Lagerung und Handhabung**  
Die Substanz ist in dem verschlossenen Gefäß zu lagern und darf bei der Lagerung keiner Temperatur > 155 °C ausgesetzt werden. Bei der Entnahme von Proben ist jede Kontamination zu vermeiden.

To ensure worldwide coherence of measures, the PTB cooperates with other national metrology institutes within EUROMET on the regional European level and on the international level within the framework of the Metre Convention. The aim is achieved by an intensive exchange of results of research work carried out and by comprehensive international comparison measurements.

Physikalisch-Technische Bundesanstalt  
Bundesallee 100  
D-38116 Braunschweig

Abtestraße 2-12  
D-10587 Berlin

Fürstenwälder Damm 388  
D-12587 Berlin

zert-02.ppt 09.03.01

