

MÉRÉSI JEGYZŐKÖNYV

3. MÉRÉS – KALORIMETRIA

LABORVEZETŐ: RÉVÉSZ ÁDÁM

SZILVÁSI ÁDÁM, FIZIKA BSC
MÉRŐTÁRSAK: MÁRTON ISTVÁN,
SZIGLIGETI ATTILA
MÉRÉS DÁTUMA: 2009. MÁRCIUS 4.
LEADÁS DÁTUMA: 2009. MÁJUS 13.

1) A MÉRÉS CÉLJA

A mérés célja az általános kalorimetriai módszerekkel való megismerkedés. A mérés során indium olvadáspontját és olvadáshőjét, ón-ólom ötvözet szolidusz és likvidusz hőmérsékletét, nikkel fahőjét és Curie-pontját, illetve fémüveg aktivációs energiáját határozzuk meg.

2) A MÉRÉSI MÓDSZER

A méréseket egy PERKIN-ELMER 2 típusú DSC-vel végeztük. Az anyagok súlyát analitikai mérlegen mértük le, a többi adatot mind a számítógép gyűjtötte. A mérésekhez tartozó ábrák a jegyzőkönyv végén találhatóak.

3) A MÉRÉS KIÉRTÉKELÉSE

A) INDIUM OLVASZTÁSA

Az indium minta tömege $22,44 \text{ mg}$ volt, és 1 K/min sebességgel fűtöttük 425 K -tól 435 K -ig. A mellékelt első ábrán az entalpiaváltozás időbeli deriváltja látható. A fázisátalakulásban felvett látens hő a görbe alatti terület adja meg. A kiértékelő programmal behúzva az alapvonalat ki is integrálta. Az olvadáshő $Q = 28,577 \text{ J/g}$ lett. Az olvadáspontot az olvadási szakaszra illesztett egyenes és az alapvonal metszéspontja határozta meg. Az olvadáspont $T = 429,75 \text{ K}$ lett. (1. ábra)

B) ÓN-ÓLOM ÖTVÖZET OLVASZTÁSA

Kétkomponensű anyagoknál általában nem egyszerre történik a különböző komponensek olvadása, hanem először az egyik olvad meg, amíg a másik még szilárd, majd a másik is megolvad. A teljesen szilárd állapotot szolidusznak, a folyékonyt pedig likvidusznak hívják. Az ón-ólom ötvözet mérésénél meghatároztuk az előző feladathoz hasonló módon az ón olvadásának kezdetét és az ólom olvadásának végét. A minta $12,58 \text{ mg}$ volt, a fűtést 10 K/min sebességgel végeztük 425 K -tól 550 K -ig. A két komponens olvadáshőit és a szolidusz és likvidusz hőmérsékleteket: $Q_{Sn} = 13,343 \text{ J/g}$, $Q_{Pb} = 12,738 \text{ J/g}$, $T_{szolidusz} = 454,44 \text{ K}$, $T_{likvidusz} = 532,25 \text{ K}$. (2. ábra)

C) FÉMÜVEG AKTIVÁCIÓS ENERGIÁJA

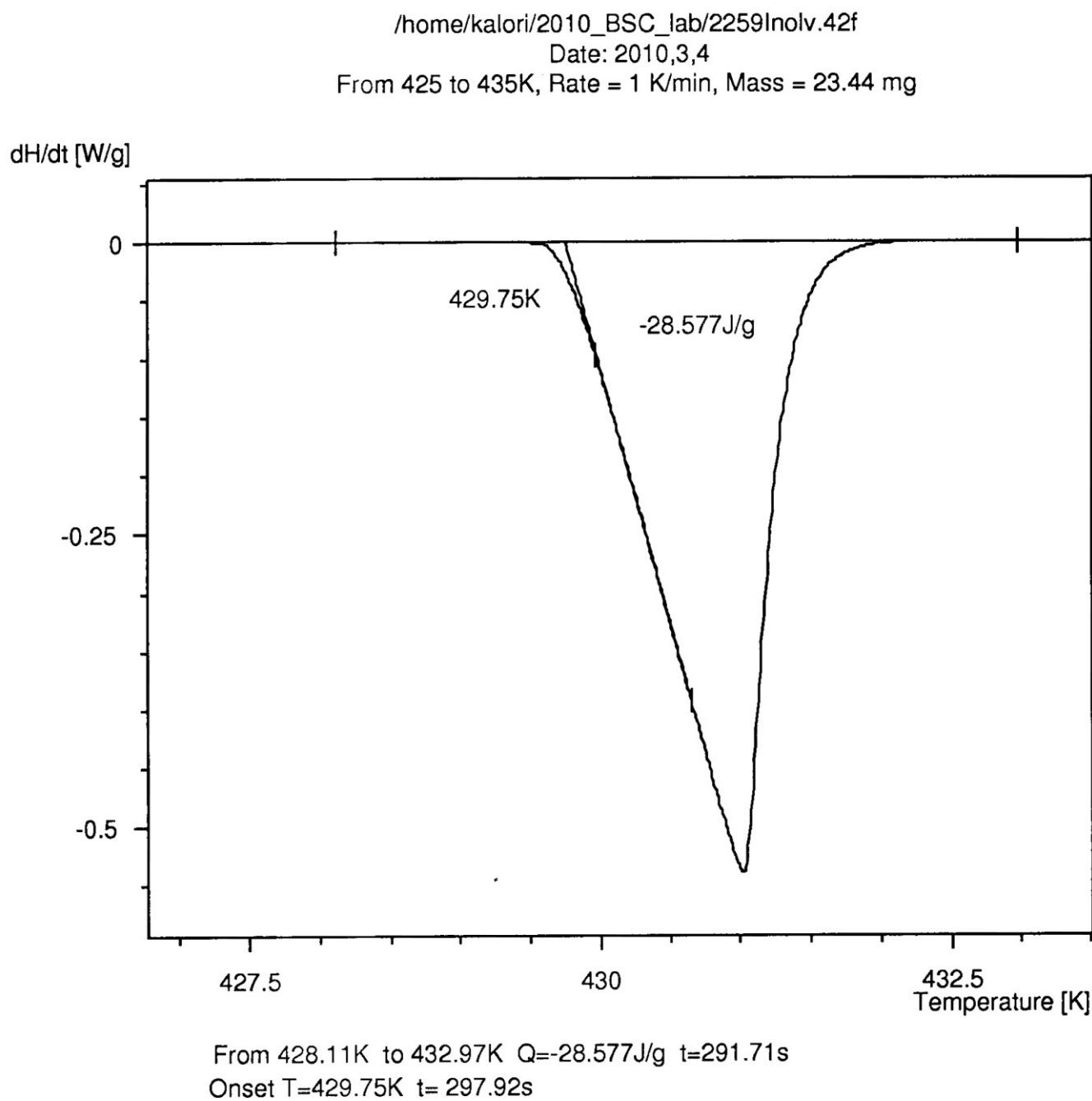
A fémüvegek szobahőmérsékleten amorf szerkezetűek. A gyors hűtés miatt a fémnek nincs ideje a kristályosodás elkezdésére, így egy metastabil állapotba kerül. A fémot felmelegítve a szerkezete visszaalakul kristályossá. Ezt az átalakulást az aktiválási energiával lehet jellemezni. A mérést három azonos összetételű mintán végeztük el, és mindet különböző sebességgel fűtöttük fel 580 K -tól 740 K -ig. A kapott mérési adatok:

m [mg]	v [K/min]	T_{\max} [K]	L [J/g]
3,03	10	656,81	103,94
2,53	20	665,72	102,18
3,49	40	672,76	103,21

Az $\ln v = a - 1,052 \frac{Q}{R T_{\max}}$ összefüggés felhasználásával meghatároztuk a folyamat aktiválási energiáját azáltal, hogy az $\frac{1}{T_{\max}} \rightarrow \ln v$ adatsorra egyenest illesztettünk, és annak meredekségéből számoltunk. Az aktiválási energia a következő lett: $Q = 3,29 \text{ eV}$. (3. ábra, 4. ábra, 5. ábra, 6. ábra)

D) NIKKEL CURIE-PONTJA

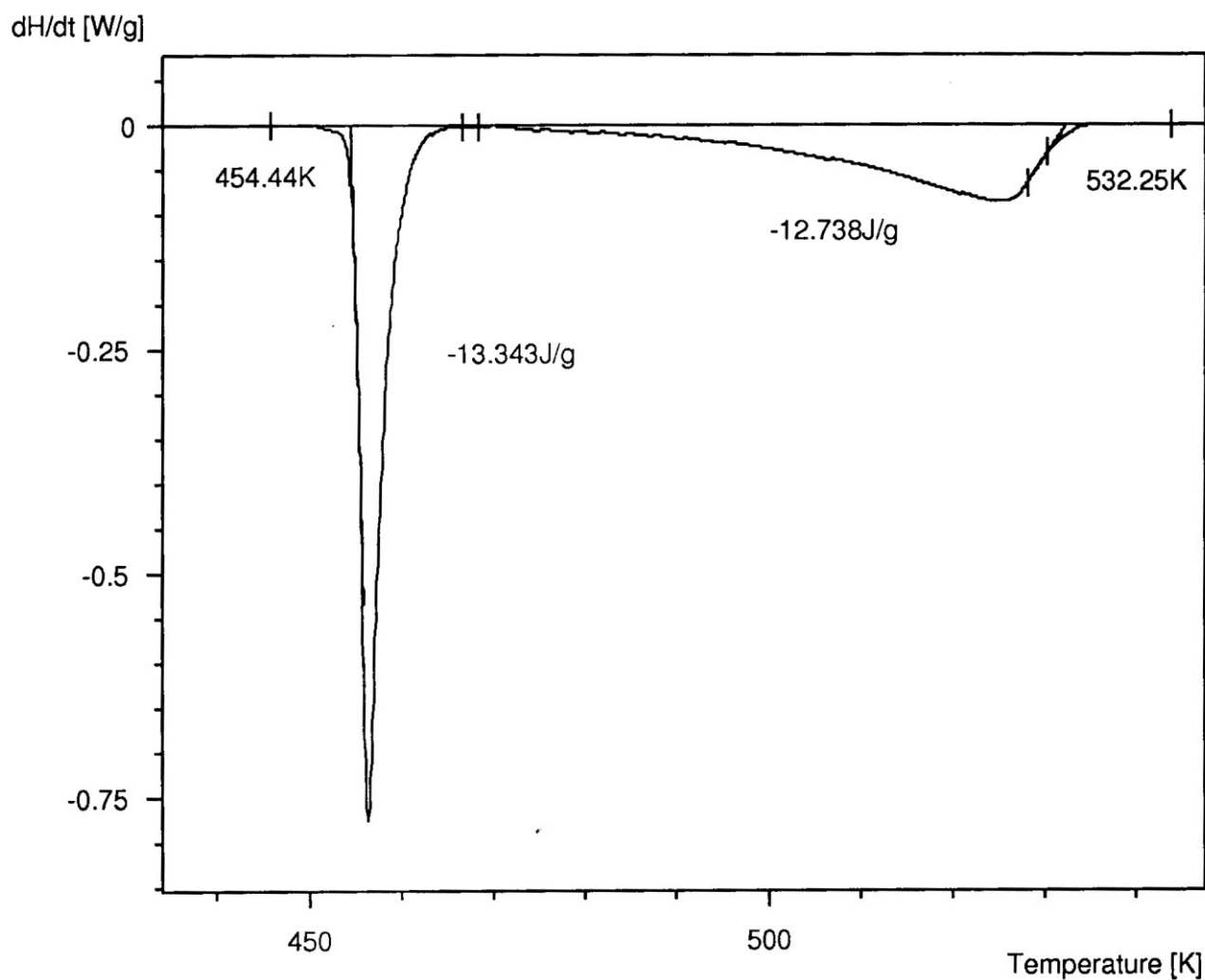
A nikkel fahőjét modulált méréssel mértük, hogy az alapvonalban lévő bizonytalanságokat kiküszöböljük. A mintát 530 K -tól 680 K -ig 3 K/min sebességgel fűtöttük, és 1 K amplitúdójú, $0,01 \text{ Hz}$ frekvenciájú jellel moduláltuk. A minta tömege $22,93 \text{ mg}$ volt. Mivel a mért jelen megjelenik a moduláció, annak amplitúdójából következtethetünk a minta és a referencia fahőjének különbségére. Feltételezve, hogy a referencia fahője kicsit változik csak, az amplitúdó változása a hőmérséklet függvényében arányos a nikkel fahőjének változásával, amiből megállapíthatjuk a nikkel Curie-pontját azáltal, hogy megkeressük a görbe maximumát. A nikkel Curie-pontja: $T = 621,49 \text{ K}$. (7. ábra, 8. ábra)



1. ábra

Indium olvadása

/home/kalori/2010_BSC_lab/2260SnPbolv.42f
Date: 2010,3,4
From 425 to 550K, Rate = 10 K/min, Mass = 12.58 mg

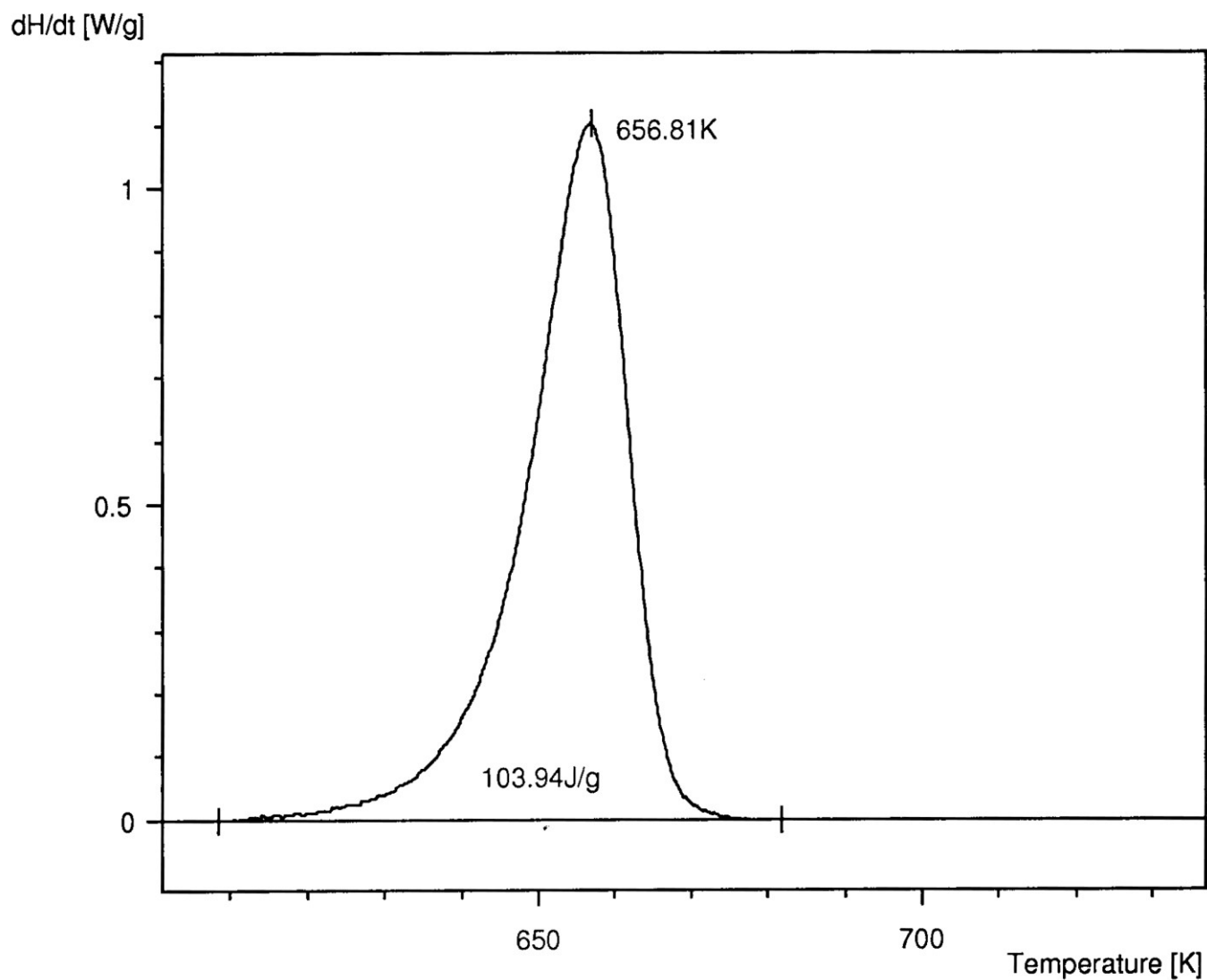


From 445.8K to 466.66K $Q=-13.343J/g$ $t=125.47s$
From 468.19K to 543.75K $Q=-12.738J/g$ $t=454.35s$
Onset $T=454.44K$ $t=189.31s$
Onset $T=532.25K$ $t=657.23s$

2. ábra

Ón-ólom ötvözet olvadása

/home/kalori/2010_BSC_lab/2261Femuveg10.42f
Date: 2010,3,4
From 580 to 740K, Rate = 10 K/min, Mass = 3.03 mg

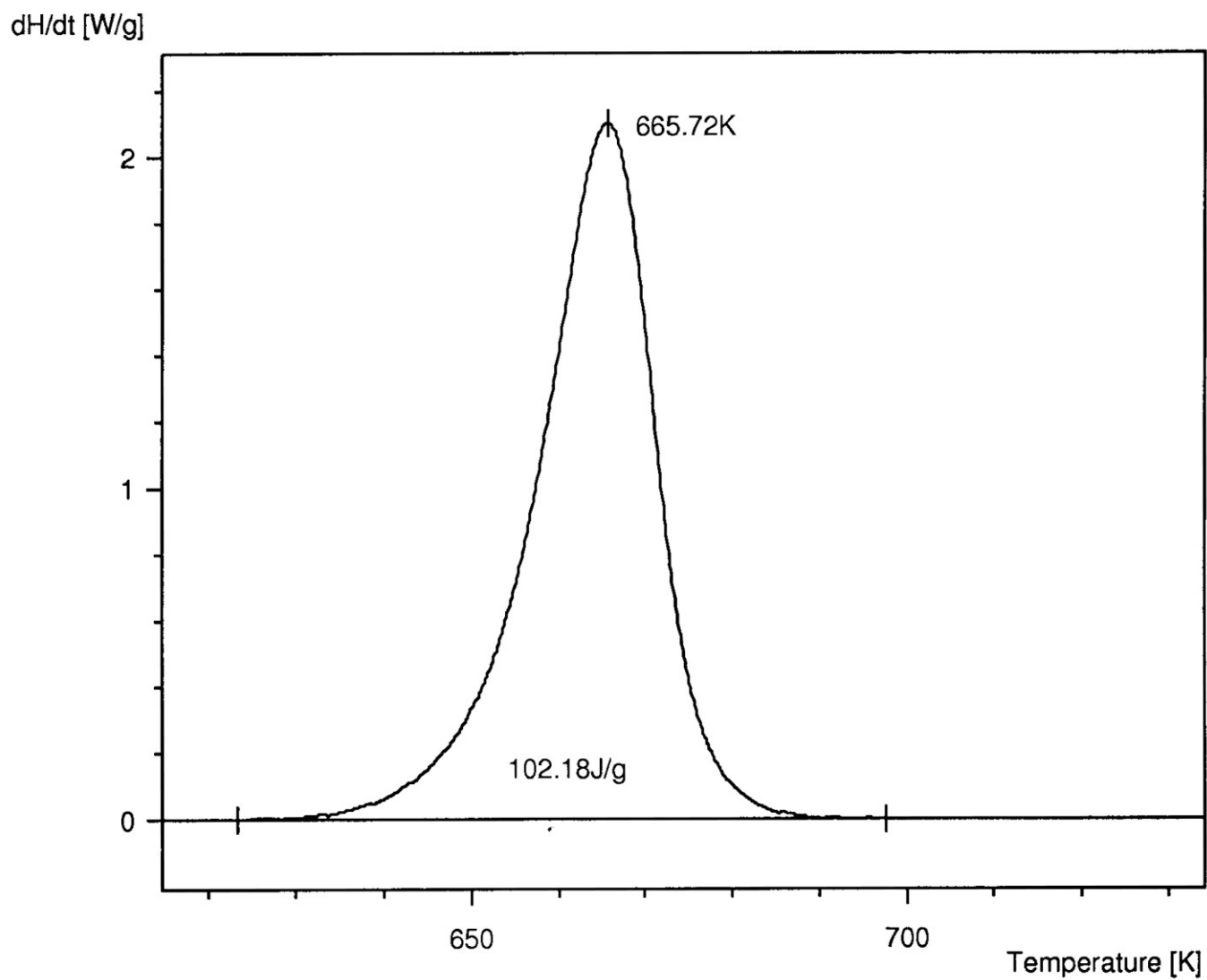


From 608.44K to 681.8K $Q=103.94\text{J/g}$ $t=441.16\text{s}$
 $T_{\text{max}}=656.81\text{K}$ $t=476.63\text{s}$

3. ábra

Fémüveg melegítése: 10 K/min

/home/kalori/2010_BSC_lab/2262Femuveg20.42f
Date: 2010,3,4
From 580 to 740K, Rate = 20 K/min, Mass = 2.53 mg

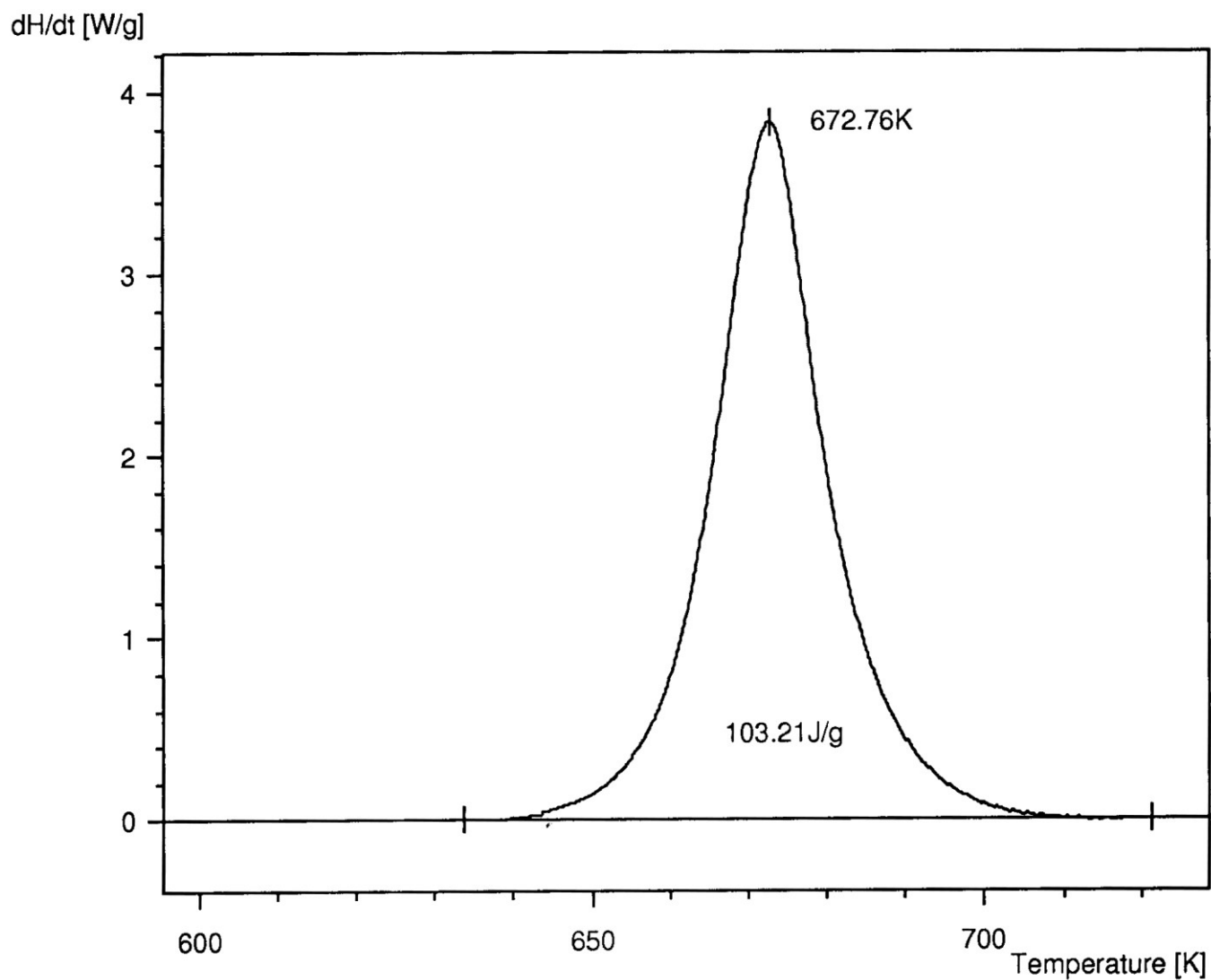


From 623.29K to 697.55K $Q=102.18\text{J/g}$ $t=223.78\text{s}$
 $T_{\text{max}}=665.72\text{K}$ $t=273.05\text{s}$

4. ábra

Fémüveg melegítése: 20 K/min

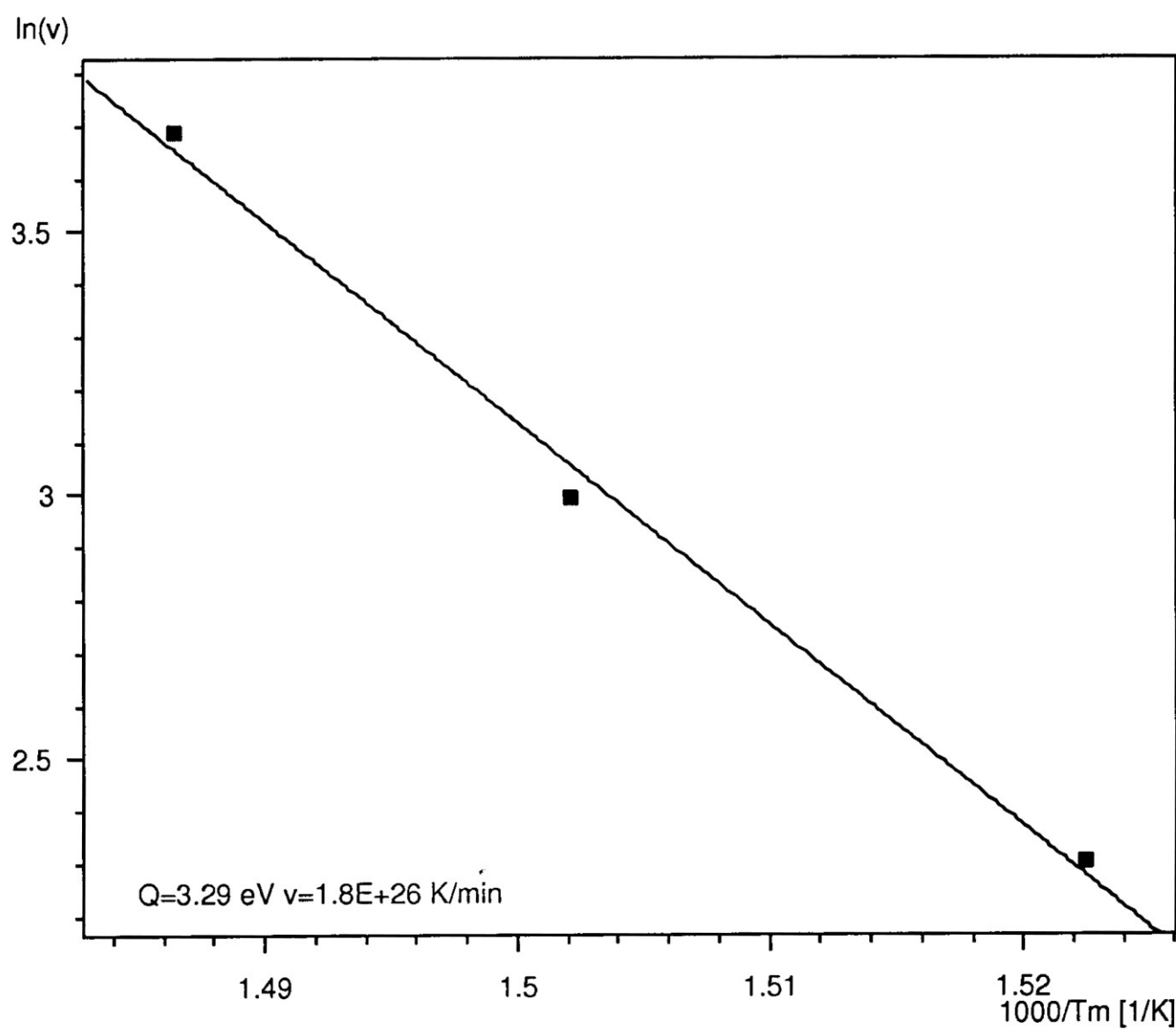
/home/kalori/2010_BSC_lab/2263Femuveg40.42f
1th Date: 2010,3,4
From 580 to 740K, Rate = 40 K/min, Mass = 3.49 mg



From 633.81K to 721.34K $Q=103.21\text{J/g}$ $t=132.46\text{s}$
 $T_{\text{max}}=672.76\text{K}$ $t=155.18\text{s}$

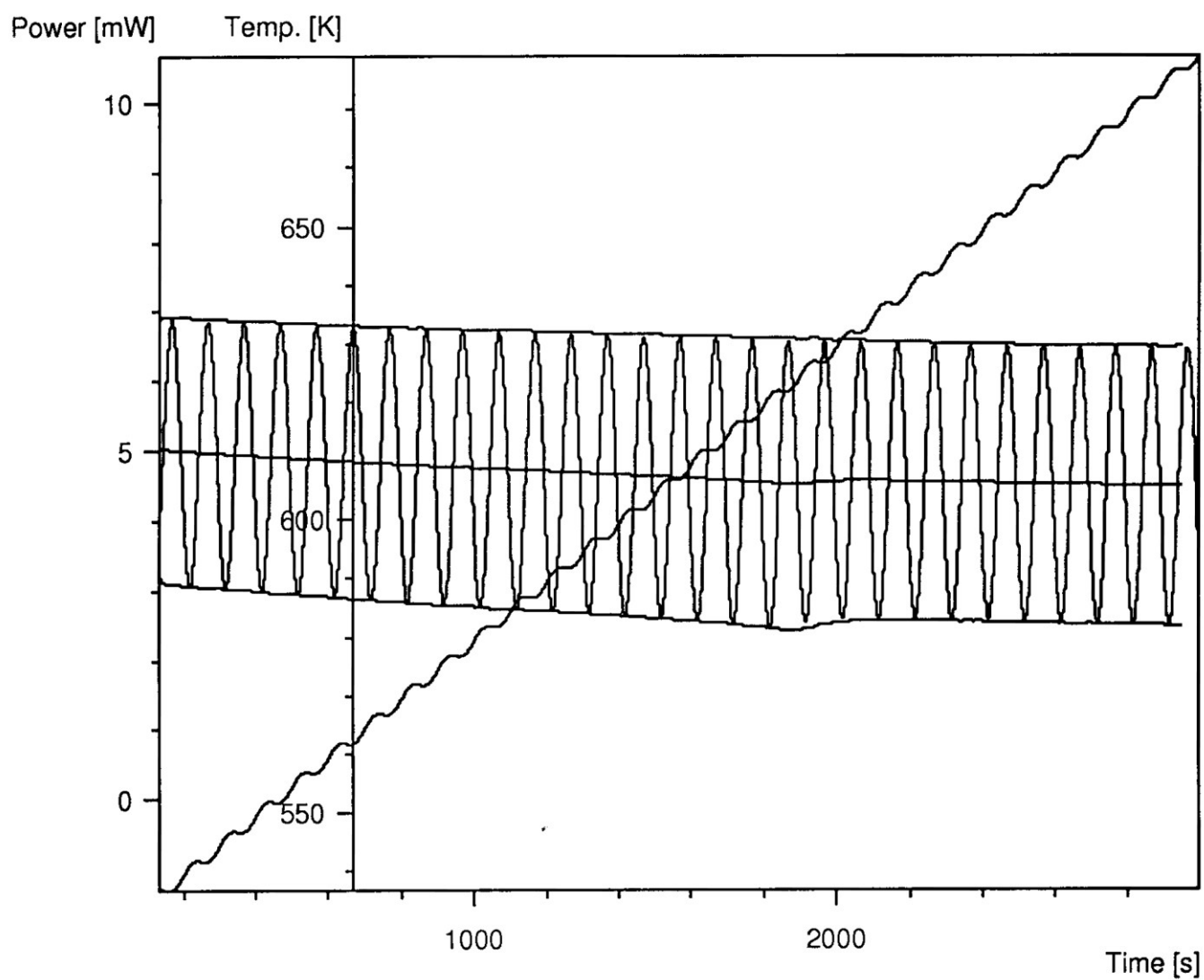
5. ábra

Fémüveg melegítése: 40 K/min

*6. ábra*

Aktiválási energia meghatározása

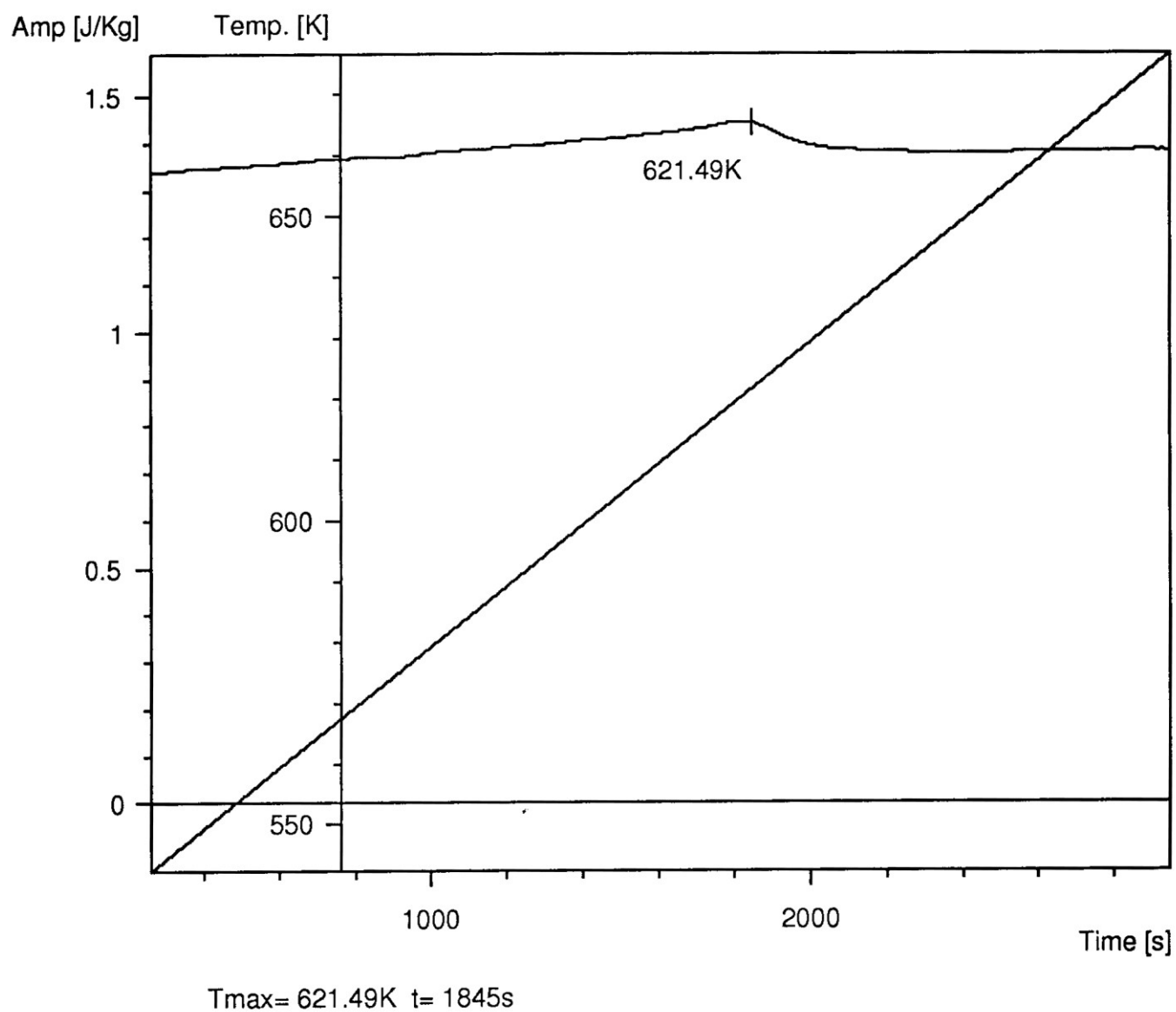
/home/kalori/2010_BSC_lab/2265Nifajho.42f
Modul.=1/0.01 Date: 2010,3,4
From 530 to 680K, Rate = 3 K/min, Mass = 22.93 mg



7. ábra

Nikkel fajhőjének mérése

/home/kalori/2010_BSC_lab/2265Nifajho.42f
Modul.=1/0.01 Date: 2010,3,4
From 530 to 680K, Rate = 3 K/min, Mass = 22.93 mg



8. ábra

Nikkel Curie-pontja