

# Mag- és Szilárdtestfizikai Laboratórium

## 2. Kalorimetria

Barta Dániel

A mérés dátuma: <b>2009.04.16. csütörtök</b>	Laborvezető neve: <b>Groma István</b>	Értékelés:
A beadás dátuma: <b>2009.05.18. hétfő</b>	A mérést végezte: <b>Barta Dániel - Lovász Béla - Rátkai László</b>	

## 1. A mérési feladataink a következők voltak:

1. Indium olvadási paramétereinek meghatározása
2. Ón-ólom ötvözet fázisdiagramjának meghatározása
3. Fémüveg kristályosításának vizsgálata különböző fűtési sebességeken
4. Nikkel fajhőjének meghatározása

### 1.1. Indium olvadási paramétereinek meghatározása

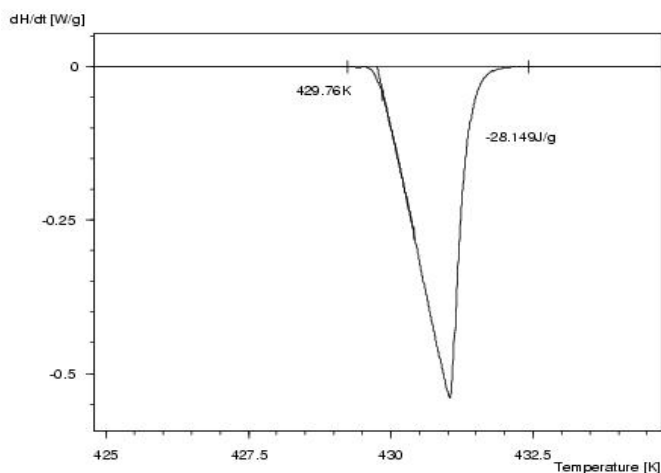
A minta, valamint a mérőprogram beállítási adatai:

Hőmérséklet tartomány: 425 – 435 K

Sebesség: 1 K/min

Minta tömege 23,44 mg

A feladat az olvadáspont és az olvadáshő meghatározása. Ehhez fel kell venni az olvasztási görbét. A véges hővezető képesség miatt az olvadás egy véges szélességű csúcsként jelenik meg az olvasztási görbén. A csúcs lefelé tartó része jó közelítéssel egyenes. Az olvadáspontot úgy határozzuk meg, hogy egy egyenest veszünk fel a lefelé haladó vonal mentén, és ahol a kettő metszi egymást, ott van az olvadáspont (2. ábra). Az olvadáshőt úgy kaphatjuk meg, ha kiszámítjuk az olvasztási görbe és az alapvonal által közrefogott területet, és a minta tömegével lenormáljuk.



1. ábra. Az olvadáspont és az olvadáshő meghatározása.

Az olvadáspont:  $T_{olv} = 429,26 \text{ K}$ , míg az olvadáshő:  $E_{olv} = -28,149 \text{ J/g}$ .

### 1.2. Ón-ólom ötvözet fázisdiagramjának meghatározása

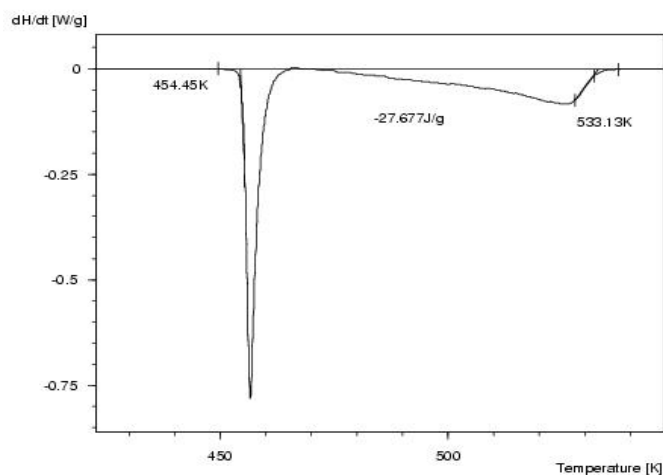
A minta, valamint a mérőprogram beállítási adatai:

Hőmérséklet tartomány: 425 – 550 K

Sebesség: 10 K/min

Minta tömege 12,58 mg

Többkomponensű rendszerek esetén a homogén egyfázisú rendszer bizonyos esetekben nem stabil és a rendszer több fázisra esik szét. A rendszer a szabadentalpia minimumánál van stabil állapotban. Az általunk kapott minta olyan volt, amely közel volt ahhoz a ponthoz, ahol nem alakul ki szilárd-folyékony egyensúly.



2. ábra. Az olvadáspont és az olvadáshő meghatározása.

Az ábrán láthatók a termogramból kinyert adatok:  $T_{\text{szolidusz}} = 454,45 \text{ K}$ ,  $T_{\text{likvidusz}} = 533,13 \text{ K}$ . Végül az olvasztási energia:  $E_{\text{olvasztási}} = -27,677 \text{ J/g}$ .

### 1.3. Fémüveg kristályosodásának vizsgálata különböző fűtési sebességeken

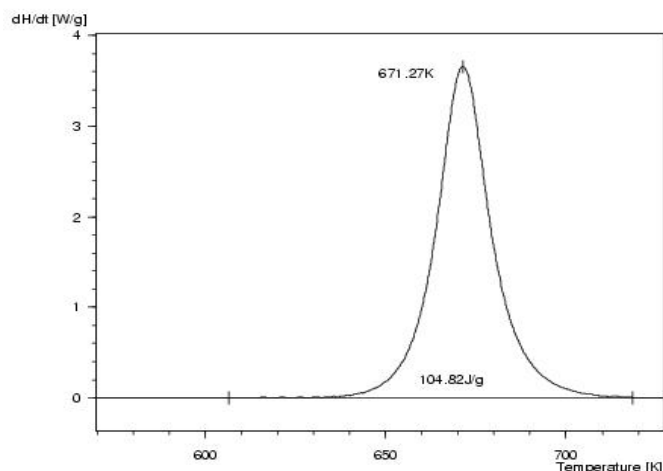
Ez a mérés egy termikusan aktivált folyamattal foglalkozik, mégpedig az üvegfém átkristályosodásával. Ennek lényege, hogy egy egyensúlyban lévő rendszer (a szabadentalpiának lokális minimuma van), a termikus fluktuációk következtében legyőzi a potenciálgátat, és így kerül alacsonyabb szabadentalpiájú állapotba. A méréseket három különböző fűtési sebességen végeztük el, így megkaphatjuk az aktivációs energiát, egy egyszerű egyenes-illesztés segítségével.

1.) A minta, valamint a mérőprogram beállítási adatai:

Hőmérséklet tartomány: 580 – 740 K

Sebesség: 40 K/min

Minta tömege 4,25 mg



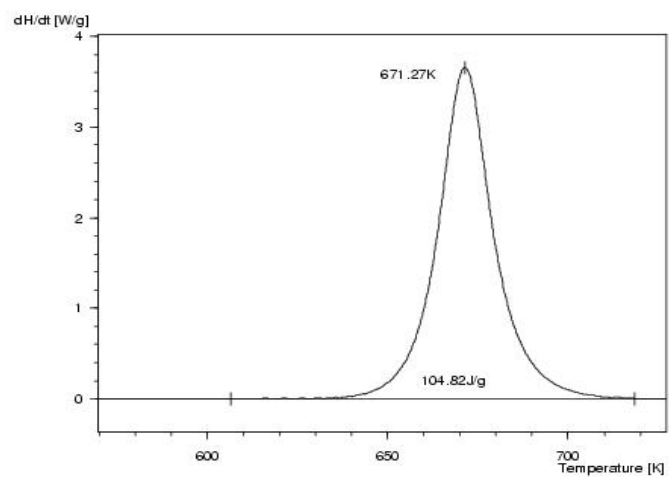
3. ábra.

2.) A minta, valamint a mérőprogram beállítási adatai:

Hőmérséklet tartomány: 580 – 740 K

Sebesség: 10 K/min

Minta tömege 4,34 mg



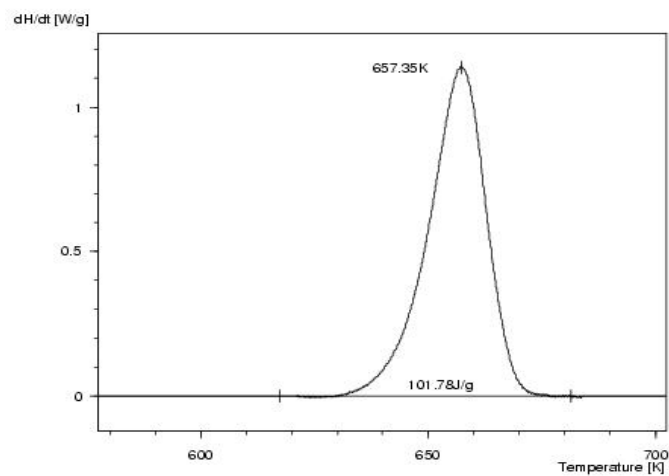
4. ábra.

3.) A minta, valamint a mérőprogram beállítási adatai:

Hőmérséklet tartomány:  $580 - 740\ K$

Sebesség:  $20\ K/min$

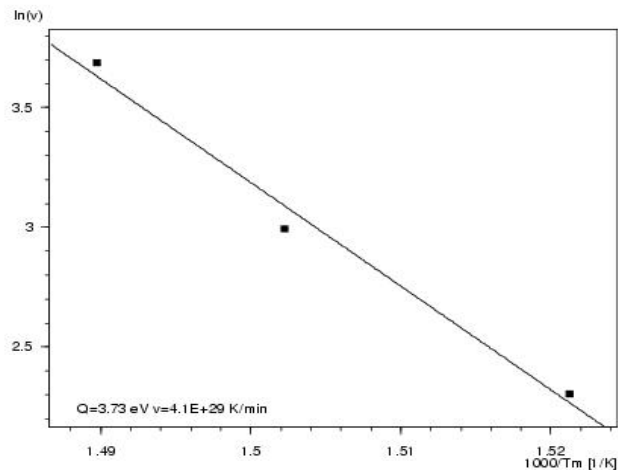
Minta tömege  $3,65\ mg$



5. ábra.

4.) Végül egyenest illesztünk a mérési adatokra.

Ennek eredménye az aktivációs energia:  $Q = 3,73\ eV$ .



6. ábra. Az illesztett egyenes.

#### 1.4. Nikkel fajhőjének meghatározása

A minta, valamint a mérőprogram beállítási adatai:

Moduláció:  $1\text{ K}/0,01\text{ Hz}$

Hőmérséklet tartomány:  $530 - 680\text{ K}$

Sebesség:  $3\text{ K}/\text{min}$

Minta tömege  $22,93\text{ mg}$

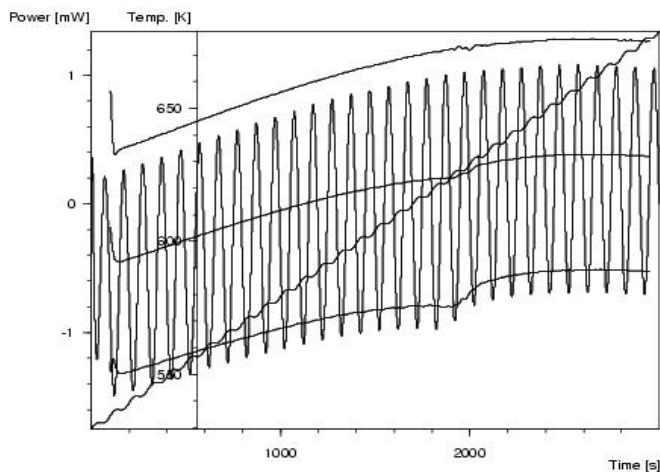
Ha úgy végzünk mérést, hogy nem zajlik le átalakulás, akkor a DSC működését a

$$w = (c_m - c_r)v + w_{abs}(T) \quad (1)$$

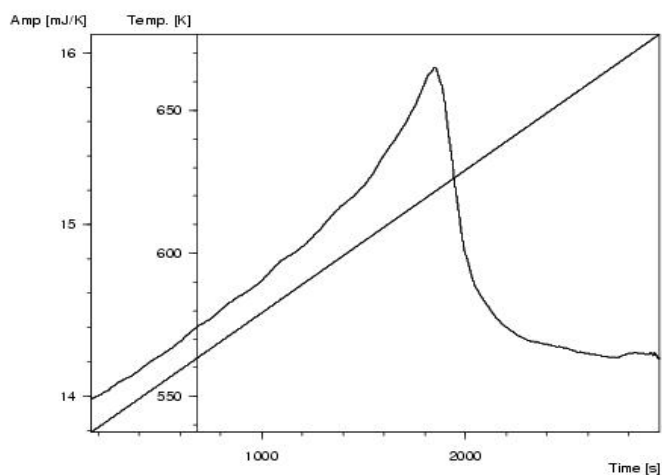
egyenlet írja le, ahol  $T$  a periódusidő. Ezzel a képlettel meg lehet határozni a minta fajhőjét. Az alapvonal változásából adódó bizonytalanság a modulált DSC mérési módszerrel kiküszöbölhető. Ennek során a növekvő programhőmérsékletet egy  $0,01\text{ Hz}$  frekvenciájú  $1\text{ K}$  amplitúdójú szinuszos jellel moduláljuk. Ekkor a működést leíró egyenlet:

$$w = (c_m - c_r)(v + A \cos \omega t) + w_{abs}(T) \quad (2)$$

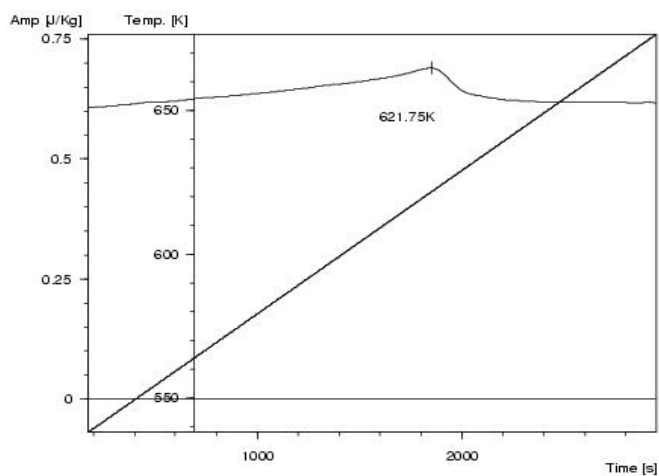
A modulált komponens arányos a két minta fajhőjének különbségével. A mért jelből meghatározhatjuk a két fajhő különbségét.



7. ábra. A modulált mérés görbéje burkoló görbével.



8. ábra. A fajhő változása a mérés folyamán.



9. ábra. A fajhő változása a hőmérséklet függésében.

Az utolsó ábráról leolvasható a Curie pont, ez  $T_C = 621,75 \text{ K}$  hőmérsékleten van.

## 2. Irodalomjegyzék

[1.] Groma István: Kalorimetria - mérés leírás, <http://szft.elte.hu/oktat/szlab/meresleirasok/kalori.pdf>.

.....  
Barta Dániel