



ELTE TTK

KALORIMETRIA

Olar Alex

2018

Tartalomjegyzék

I. Elméleti összefoglaló, mérési eszközök	2
II. Kiértékelés, eredmények	3
III.Összegzés	6

I. Elméleti összefoglaló, mérési eszközök

A mérés során különböző anyagok termodinamikai mennyiségeit vizsgáltuk. Fém-
üveg kristályosodását, amely egy amorf anyag, ón-ólom ötvözetek olvadását, további
para- és ferromágneses fázisátalakulást is. Mindehhez egy DSC¹-t használtunk.

A DSC-ben két kályha fűt egy mintát és egy referenciamintát. A kettőt azonos
hőmérsékleten akarjuk tartani, így a laborban található power-compensated (teljesít-
ményfüggő visszacsatolás) DSC ezt csinálja.

A mért teljesítmény:

$$w(T) = (c_{minta} - c_{ref})v + \frac{dh}{dt} + w_{alap}(T)$$

Ahol c_{minta}, c_{ref} rendre a minta és a referencia minta fajhője, v a fűtési sebesség.
 $\frac{dh}{dt}$ az entalpiaváltozás sebessége, w_{alap} , pedig az alapvonal. Az alapvonal egy ismeret-
len függvény, amit befolyásol maga a minta, de a kaloriméter is befolyásolja, így nem
határozható meg pontosan. Az alapvonalat szabad kézzel szokás behúzni, szemre illesz-
tik. Olvadás esetén a felfutó görbére egyenest illesztve meghatározható az olvadáspont,
ami az egyenes és az alapvonal metszéspontja, valamint a függvény és alapvonal közötti
területből az olvadáshő is. A kalorimetria legnagyobb problémája az alapvonal, ami
miatt nem érthető el nagyon pontos mérés.

Többkomponensű rendszereknél fennáll egy hőmérséklet-tartomány, amelyen belül
a folyadék és szilárd fázis egyszerre van jelen. Ennek vizsgálatára is végeztünk mérés-
eket.

Ezután fémüveget kristályosítottunk át, a felfűtési sebesség, hőfelvétel, és a maxi-
mális entalpiaváltozáshoz tartozó hőmérséklet között a következő összefüggés áll fenn.

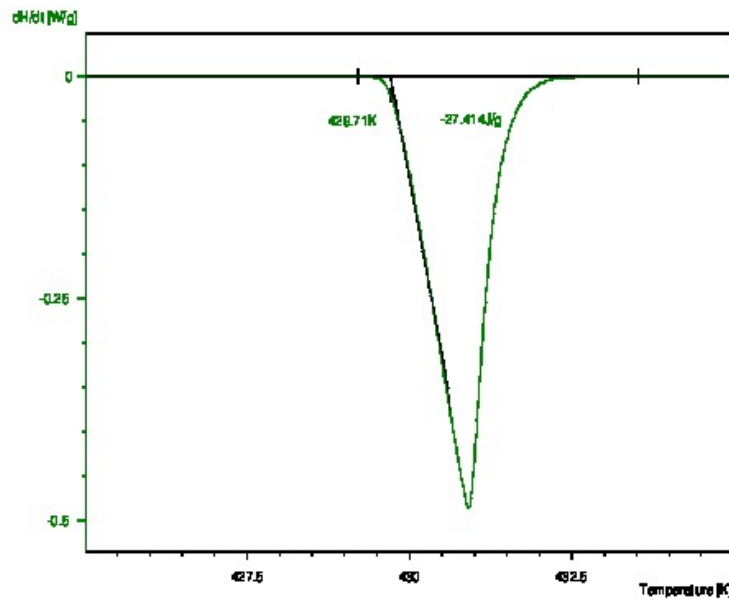
$$\ln v = \text{const} - 1.052 \frac{Q}{RT_{max}}$$

Végül Ni minta para/ferromágneses átalakulását vizsgáltuk a Curie-pont környé-
kén, ahol a fajhő-divergál (λ -pont).

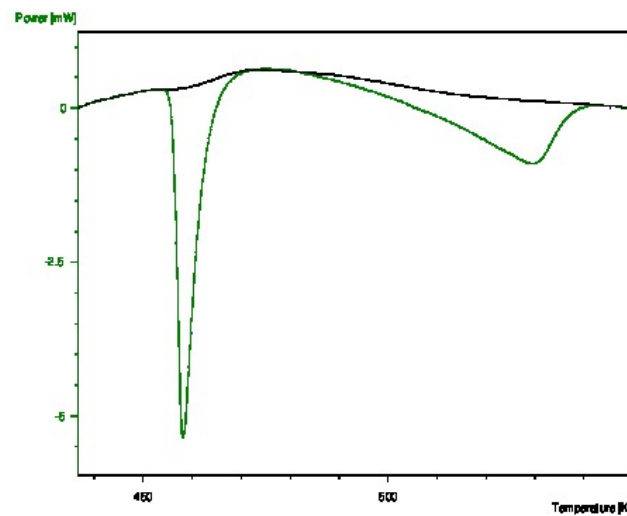
¹Differential Scanning Calorimeter

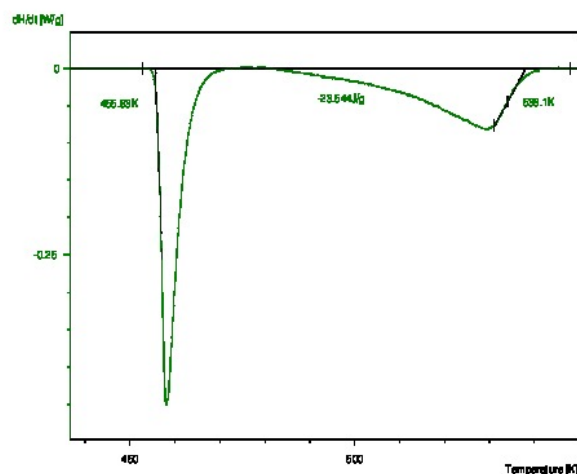
II. Kiértékelés, eredmények

Először indium mintát olvasztottunk. Az alapvonalat a program megszerkesztette nekünk, majd egyenest illesztve és a függvény alatti területet kiszámolva, megkaptuk az olvasáspontot ($T = 429.5 \text{ K}$), valamint az olvadáshőt ($L = 27.4 \text{ J/g}$).



Tovább lépve az ón-ólom ötvözetre. Ennek egy olyan koncentrációjú ötvözetét vizsgáltuk, amely kicsiben tér el attól az ötvözettől, aminek létezik meghatározott olvadáspontja. Így egy olyan görbét láttunk, amin látható, hogy az anyag nagy része egy T_0 hőmérsékleten megolvad, majd a hőmérséklet növelésével a maradék is fázisátalakuláson megy át.

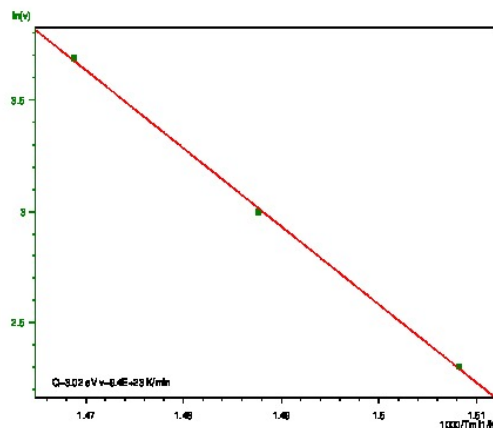




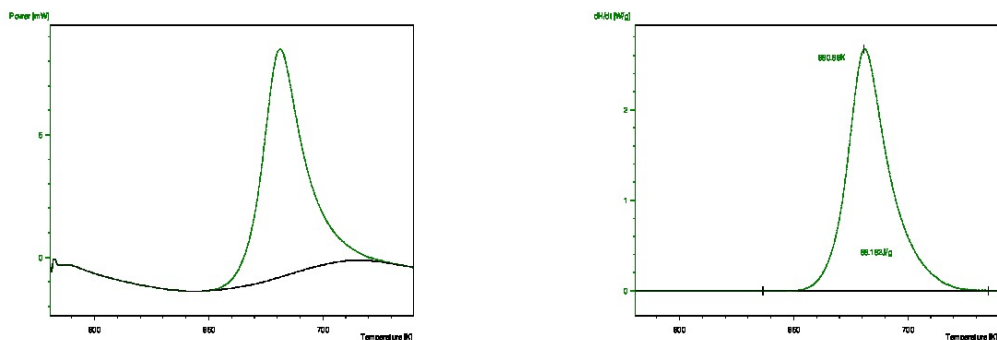
Az utóbbi ábráról leolvasható $T_0 = T_{szol} = 455.6 \text{ K}$, ami a szolidusz olvadáspont, valamint $T_{likv} = 538.1 \text{ K}$, ami a likvidusz olvadáspont, ami a második görbe leszállóágára illesztett egyenes és az alapvonal metszéspontjából határozható meg. Mindemellett látható a görbe alatti területből számolt olvadáshő is $L = 25.5 \text{ J/g}$. Az eutektikus pont nagyjából 62 m\%/m Sn -nál ² van. Ez az anyag valahol a felett helyezkedik el, nagyjából 70 m\%/m Sn körül.

Ezután tértünk át a fémüveg átkristályosítására. Ennek során az amorf anyagot addig melegítettük, amíg el nem érte az átkristályosodáshoz szükséges hőmérsékletet. Irreverzibilis folyamat lévén a felfűtést kétszer végeztük el, minden különböző fűtési sebesség során, majd $\ln v \frac{1}{T_{max}}$ összefüggés alapján egyenest véve a következőket kaptuk:

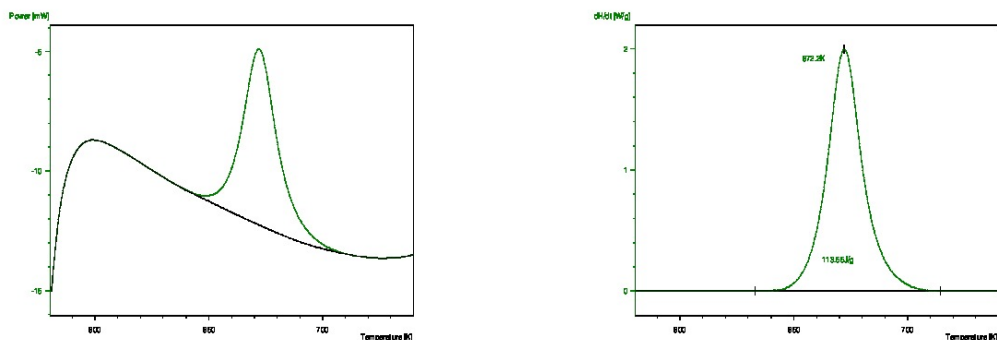
fűtési sebesség [K/min]	T_{max} [K]
10	663.03
20	672.2
30	680.86



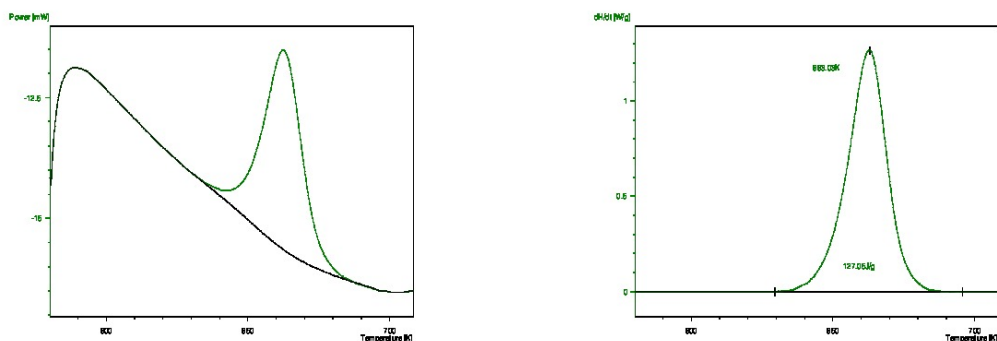
²<https://www.benbest.com/cryonics/lessons.html>



1. ábra. 40 K/min fűtési sebességhez tartozó görbék



2. ábra. 20 K/min fűtési sebességhez tartozó görbék

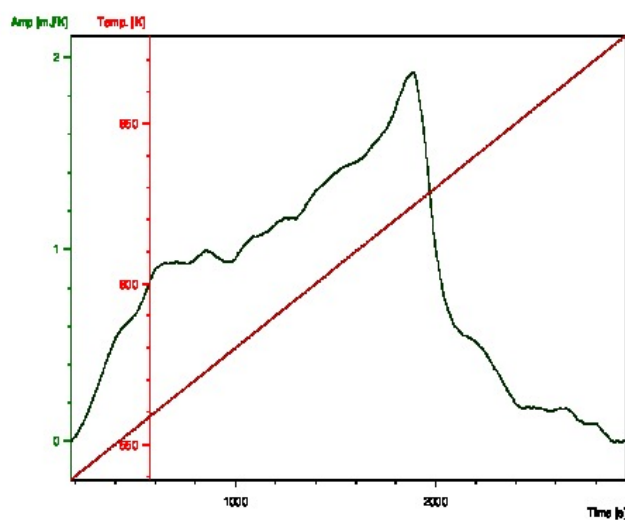
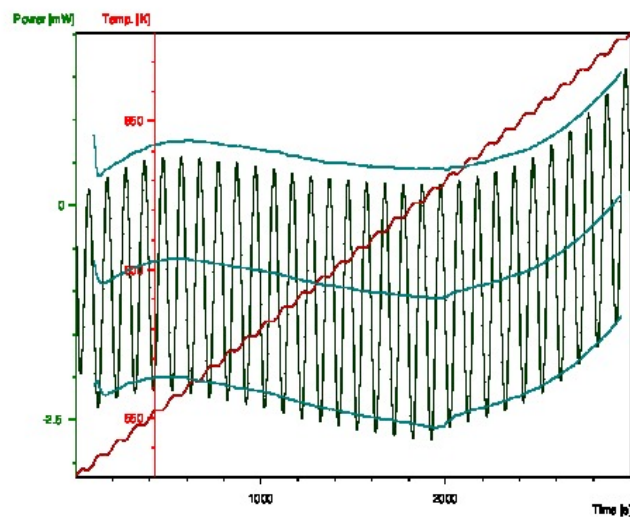


3. ábra. 10 K/min fűtési sebességhez tartozó görbék

A korábbiakban nem említettem, de természetesen az egyenes alapvonal szoftveresen előállított.

Végül a *Ni*-re tértünk át, aminek mágneses tulajdonságait vizsgáltuk a Curie-pont környékén. Ehhez a modulált kalorimetria módszerét alkalmaztuk, amely során a reverzibilis és irreverzibilis folyamatokat lehet szétválasztani. A felfűtés során egy szinuszos jellel moduláljuk az egyenes felfűtési szakaszt, így a rövid felfűtés során a reverzibilis

és irreverzibilis folyamatok is lejátszódnak, míg visszafelé csak a reverzibilisek. Ennek köszönhetően a kapott burkolókból származtathatunk fontos mennyiségeket. A Curie-pont mért értéke $T_C = 625.2\text{ K}$ -nek adódott.



4. ábra. A λ -pont

III. Összegzés

A mérés sikeresnek tekinthető, mivel a kiértékelte adataink közel egyeznek az irodalmi adatokkal és megismerkedtünk egy viszonylag pontos, ma is használt mérési módszerrel.