

Исследование стандартных образцов температуры фазовых переходов (температуры Кюри)

Шипицын А. П., Непомилуев А. М., Тюрнина А. Е.

Уральский научно-исследовательский институт метрологии – филиал
ФГУП «Всероссийский научно-исследовательский институт метрологии имени Д.И. Менделеева»,
г. Екатеринбург, Россия, e-mail: kazantsev@uniim.ru

Аннотация: В докладе представлены результаты исследования стандартных образцов температуры фазовых переходов (температуры Кюри), в целях создания метрологического обеспечения термогравиметрических анализаторов.

Ключевые слова: стандартные образцы, термогравиметрический анализ, температура фазового перехода (температура Кюри)

Согласно [1], термогравиметрический анализ (ТГА) это метод при котором масса вещества измеряется как функция температуры или времени, в то время как вещество подвергается воздействию контролируемой температуры в заданной атмосфере. Данный метод анализа нашёл широкое применение практически во всех областях химии. Для реализации данного метода измерений применяются термогравиметрические анализаторы температуры, либо приборы синхронного термического анализа (СТА), реализующие помимо ТГА метода, метод дифференциальной сканирующей калориметрии (ДСК). В федеральный информационный фонд внесено порядка 20 типов анализаторов.

Основным средством обеспечения единства измерений указанных выше анализаторов являются стандартные образцы (СО) температур фазовых переходов первого рода, указанные в [2]. Но если для метрологического обеспечения СТА данные СО подходят, то для ТГА приборов существуют определённые сложности. Основная сложность связана с тем, что для градуировки приборов используется так называемый метод с-ДТА (расчётный дифференциальный термический анализ), который не является стандартизованным. В то же время стандартизованным является метод с использованием температуры Кюри (температуры фазового перехода второго рода) [3]. Для данного метода различными группами исследователей были проведены и продолжают вестись работы по созданию СО [4]. УНИИМ не стал исключением и как следствие в результате проведённой работы был разработан набор СО ТК, который состоит из трёх материалов (Ni, SiFe и NiMn₃Al). Исследования СО были проведены при помощи аттестованной методики измерений на приборе синхронного термического анализа. Прослеживаемость аттестованных значений температуры фазового перехода обеспечена к единице величины температура (°C), воспроизводимой Государственным первичным эталоном единицы температуры в диапазоне от 0 до 3200 °C ГЭТ 34, посредством применения при измерениях температуры фазового перехода стандартных образцов температур и теплот фазовых переходов (комплект СОТСФ) ГСО 2312-82/2316-82 и стандартного образца термодинамических свойств (хлористый калий) (СОТС-5) ГСО 1363-78. Подходы и методы определения, а также характеристики разработанных СО согласуются с другими группами исследователей [4-6].

ЛИТЕРАТУРА

1. ASTM E 473–16 Standard Terminology Relating to Thermal Analysis and Rheology.
2. Непомилуев А. М., Казанцев В. В., Шипицын А. П. Перспективы разработки стандартных образцов термодинамических свойств для метрологического обеспечения измерений в области термического анализа и калориметрии в Российской Федерации // Стандартные образцы. 2019. Т. 15. No 3. С. 15–22. <https://doi.org/10.20915/2077-1177-2019-15-3-15-22>
3. ASTM E 1582 Standard Test Method for Temperature Calibration of Thermogravimetric Analyzer.

4. Certification of reference materials of Alumel, nickel and iron for Curie point / T. Wang [et al.] // *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2017. Vol. 131. P. 1979–1985. [https://doi.org/ 10.1007/s10973-017-6618-4](https://doi.org/10.1007/s10973-017-6618-4)
5. Legendre B., Sghaier M. Curie temperature of nickel // *Journal of Thermal Analysis and Calorimetry*. 2011. Vol. 105, no. 1. P. 141–143. <https://doi.org/10.1007/s10973-011-1448-2>
6. *Handbook of thermal analysis and calorimetry* / P.K. Gallagher [et al.]. Elsevier, 1998. Vol.1, P. 225–278.