

# Messung von Nukleationsraten mittels schneller Differenzkalorimetrie an emulsifizierten Tropfenproben

von

Christian Simon

Diplomarbeit in Physik

angefertigt im

Institut für Materialphysik

vorgelegt der

Mathematisch-Naturwissenschaftlichen Fakultät

der

Westfälischen Wilhelms-Universität

Münster

- Februar 2013 -

Referent: Prof. Dr. G. Wilde

Korreferent: P.D. Dr. S. Divinskiy

# Inhaltsverzeichnis

<b>1. Einleitung</b>	<b>3</b>
<b>2. Grundlagen</b>	<b>5</b>
2.1. Homogene Nukleation . . . . .	5
2.2. Heterogene Nukleation . . . . .	7
2.3. Messung von Nukleationsraten mit Hilfe der statistischen Analyse . . . . .	10
2.4. Phasenbildung bei tiefen Unterkühlungen . . . . .	13
2.5. Johnson-Mehl-Avrami Modell der Kinetik . . . . .	16
2.6. Zusammenfassung . . . . .	17
<b>3. Experimentelle Methoden</b>	<b>19</b>
3.1. Thermische Analyse . . . . .	19
3.1.1. Differential Scanning Calorimeter (DSC) . . . . .	19
3.1.2. Mikrokalorimeter . . . . .	21
3.2. Mikroskopie . . . . .	22
3.3. Röntgendiffraktion . . . . .	23
<b>4. Fast Scanning Calorimeter (Chipkalorimeter) - Eigenkonstruktion des IMP Münster</b>	<b>25</b>
4.1. Funktionsweise . . . . .	25
4.2. Aufbau . . . . .	27
4.2.1. Elektronisches Schaltschema . . . . .	27
4.2.2. Sensorchip XEN-39392 . . . . .	29
4.2.3. Thermostat und Sensorhalter - Eigenkonstruktion des IMP Münster . . . . .	30
4.2.4. SIM Mainframe von Stanford Research Systems und Digital-Analog/Analog-Digital-Wandler von National Instruments . . . . .	32
4.2.5. Heizung des Thermostats - Eigenkonstruktion des IMP Münster . . . . .	33
4.2.6. Schaltkasten - Eigenkonstruktion des IMP Münster . . . . .	33
4.3. Durchführung von Messungen an dem Chipkalorimeter . . . . .	36
4.4. Temperaturkalibration . . . . .	38
4.5. Ergebnisse der Temperaturkalibration . . . . .	39
4.6. Peak Flächen Kalibration . . . . .	46
4.7. Ergebnisse der Peak Flächen Kalibration . . . . .	46
4.8. Diskussion . . . . .	49
4.8.1. Diskussion der Temperaturkalibration . . . . .	49
4.8.2. Diskussion der Peak Flächen Kalibration . . . . .	49

<b>5. Droplet Emulsion Technique</b>	<b>51</b>
5.1. Nukleation in Droplets . . . . .	51
5.2. Öl-Emulsifikation . . . . .	54
5.3. Emulsifikations Apparatur . . . . .	55
5.3.1. Ofen . . . . .	56
5.3.2. Pyrex Tubes . . . . .	57
5.3.3. Rührwerk . . . . .	57
5.3.4. Manschette . . . . .	58
5.4. Experimentelles Vorgehen bei der Öl-Emulsifikation . . . . .	59
5.5. Diskussion . . . . .	60
<b>6. Charakterisierung der Zinn und Zinn-Bismut Emulsionen</b>	<b>63</b>
6.1. Zinn . . . . .	63
6.1.1. Größenverteilung . . . . .	63
6.1.2. Thermische Analyse . . . . .	63
6.2. Zinn-Bismuth . . . . .	66
6.2.1. Zusammensetzung der Zinn-Bismuth Droplets . . . . .	66
6.2.2. Beschichtung der Droplets . . . . .	67
6.2.3. Thermische Analyse . . . . .	70
6.2.4. thermal cycling . . . . .	70
6.2.5. Thermische Analyse im Mikokalorimeter . . . . .	77
6.2.6. Röntgendiffraktion . . . . .	78
6.3. Diskussion . . . . .	79
6.3.1. Zinn . . . . .	79
6.3.2. Zinn-Bismuth . . . . .	80
<b>7. Resultate der Nukleationsratenmessung</b>	<b>85</b>
7.1. Zinn . . . . .	85
7.2. Zinn-Bismut . . . . .	90
7.3. Zinn-Bismut am festen Substrat . . . . .	94
7.4. Diskussion . . . . .	98
<b>8. Zusammenfassung</b>	<b>103</b>
<b>A. Ergebnisse der Emulsionsexperimente</b>	<b>105</b>
<b>B. Unbearbeitete DSC Messungen</b>	<b>107</b>
<b>C. Verwendete Computerprogramme</b>	<b>111</b>
<b>Literaturverzeichnis</b>	<b>113</b>