

# JEGYZŐKÖNYV

06. MÉRÉS - FÁZISÁTALAKULÁSOK VIZSGÁLATA

Klasszikus Fizika Laboratórium



- Jegyzőkönyvet írta: Rábóczyki Bence
- Jegyzőkönyvet író Neptun-azonosítója: NQQDTE
- Jegyzőkönyv leadásának időpontja: 2020. január 11.

## A mérés célja

A mérés során egy minta viselkedését vizsgáljuk a hőmérsékletének függvényében. A megfigyeléseinkből láthatjuk, hogy az anyag fázisátalakuláson megy át, a mért adatok alapján pedig meghatározhatjuk az átalakulások jellemzőit. A mérést DTA (Digital Thermal Analysis) módszerrel végezzük.

## Felhasznált mérőeszközök

- Analitikai mérleg
- Kályhaszabályzó
- Vizsgált minta
- DTA-42 készülék

## A mérés elméleti háttere és menete

Bizonyos hőmérsékletek elérésekor az anyagok lassú, folytonos átalakulása ugrásszerűvé válik, a szerkezetük pedig módosul. Ezt a jelenséget hívjuk fázisátalakulásnak. A mérés során egy minta olvadását és megdermedését vizsgáljuk DTA berendezéssel. A mintatartóba helyezett minta, a környezettől vízhűtéssel elszigetelt elektromosan vezérelt kályhában helyezkedik el, mi pedig a tartó és a kályha hőmérsékletét termoelemekkel mérjük. A mérés fontos feltételezése, hogy a mintatartó és a kályha elméletben azonos hőmérsékletű, egytest modellel közelíthető. A  $h$  hőátadási tényező jellemzi a mintatartó és a környezet közti hőátadást, a mintatartó hőmérséklete  $T$ , a környezetéé  $T_k$ , az átadott hő pedig  $Q$ . Ezekből felírható a Newton-féle hőátadási törvény:

$$\frac{dQ}{dt} = -h(T - T_k)$$

A kályha hőmérsékletét lineárisan változtatjuk. Ez melegítéskor:

$$T_k(t) = T_0 + \alpha t$$

Hűtéskor a lineárisan változó tag negatív előjellel szerepel. Először az olvadásponton túlra melegítjük a mintát, majd lehűtöttük olvadáspont alá, de úgy, hogy ne következzen be a fázisátalakulás (ez a túlhűtés, hirtelen hőmérsékletemelkedéssel már megindul a fázisátalakulás). Ezután újra felfűtjük a mintát. A kezdeti szakasz után a mintatartó és a kályha hőmérsékletének

különbsége beáll egy konstans értékre, ennek az egyenesét nevezzük alapvonalnak. Olvadáskor egy ideig a minta hőmérséklete közel állandó, majd exponenciálisan közelítve újra beáll az alapvonalhoz. Az alapvonal és a  $T_m - T_k$  különbségi hőmérsékletgörbe által bezárt terület ( $F$ ) arányos a test által felvett/leadott hővel:

$$Q_m = hF$$

Ez alapján  $m$  tömegű testre a fajlagos fázisátalakulási hő:

$$q_f = \frac{hF}{m}$$

A mérést egyszer a hőmérsékletszabályzón kiválasztott "3-as" (gyors fűtés és hűtés), egyszer pedig a "4-es" (lassú fűtés és hűtés) programon hajtjuk végre.

## Mérési adatok és kiértékelés

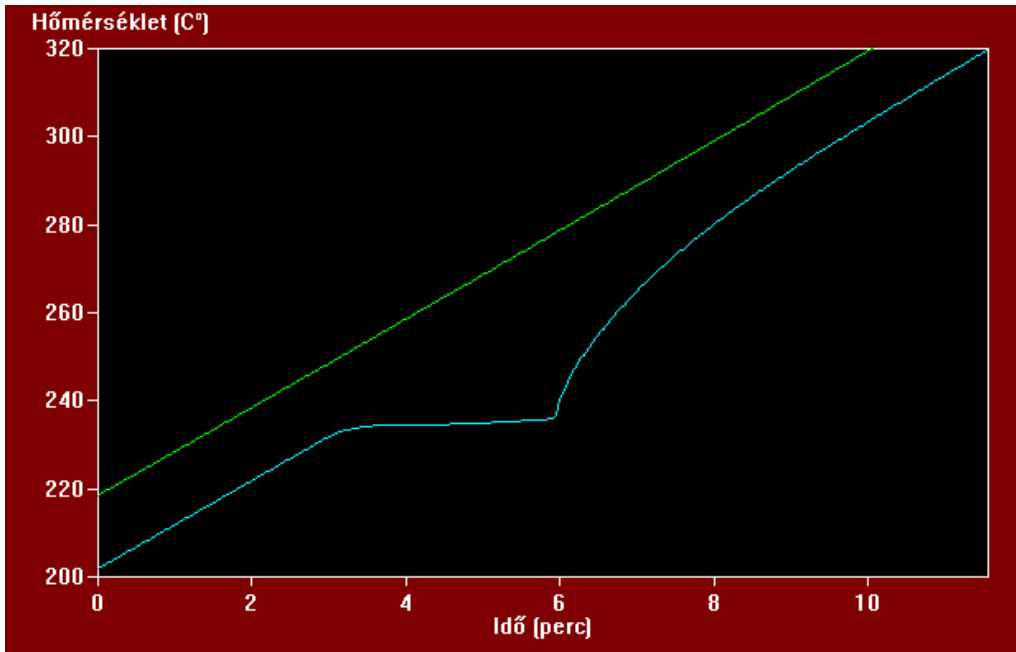
### Hármas számú program

#### Gyors fűtés

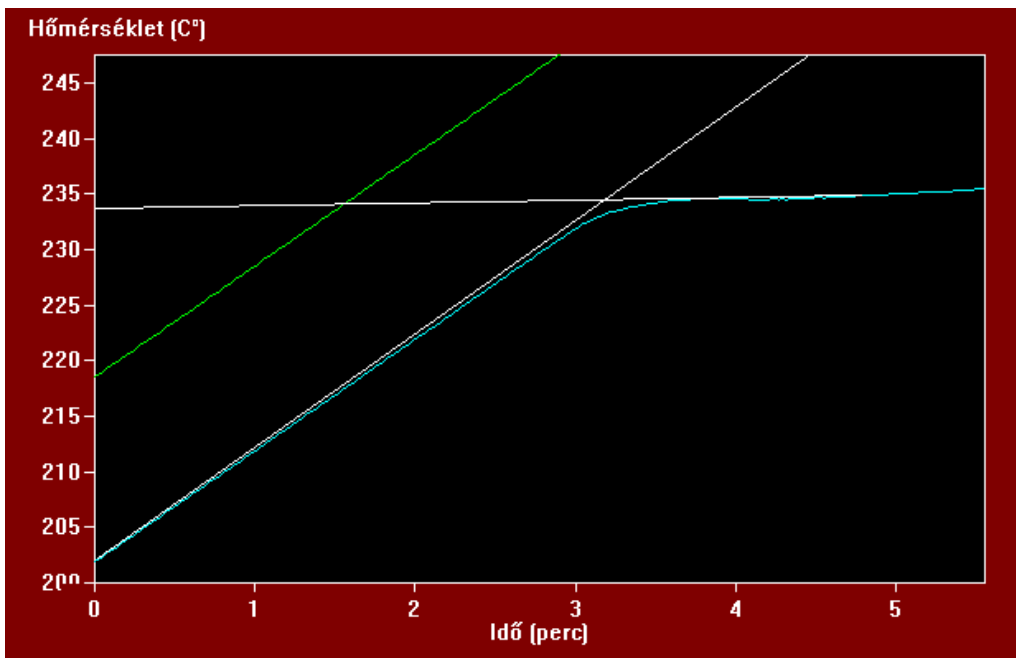
Az első felfűtésre azért van szükség, hogy a minta elolvadjon és a mintatartóval alkotott közös felületükön a hőkontaktus a lehető legjobb legyen. Elindítjuk a fűtést és nagyjából  $200\text{ }^\circ\text{C}$  körül bekapcsoljuk az adatrögzítőt, amit addig hagyunk futni, amíg a fázisátalakulás után a  $T_{minta}$  és  $T_{kalyha}$  grafikonok újra párhuzamosan futnak a kijelzőn. Az 01. ábrán a  $T_k - t$  (zöld egyenes) és a  $T_m - t$  (kék görbe) grafikonok láthatóak. A 02. számú ábrán a minta lineáris és konstans szakaszaira illesztett segédvonalak is felvannak tüntetve fehérrel, melyeknek a metszéspontjának  $y$  (vagyis hőmérsékleti) koordinátája megegyezik az olvadásponttal. A 03. számú ábrán pedig a  $T_k - T_m$  hőmérséklet-különbség (sárga görbe) látható  $t$  függvényében (a lila egyenes a kiértékelő programmal szerkesztett alapvonal), ebből pedig a program által végzett numerikus integrálással kaphatjuk meg a keresett  $F$  bezárt terület nagyságát, melyből számolható lesz a fázisátalakulási hő. A mérés további szakaszaira ugyanezek a jelölések érvényesek. A kiértékelésből kapott olvadáspont és terület:

$$T_{gyors}^{fut} = (234.44 \pm 0.005)\text{ }^\circ\text{C}$$

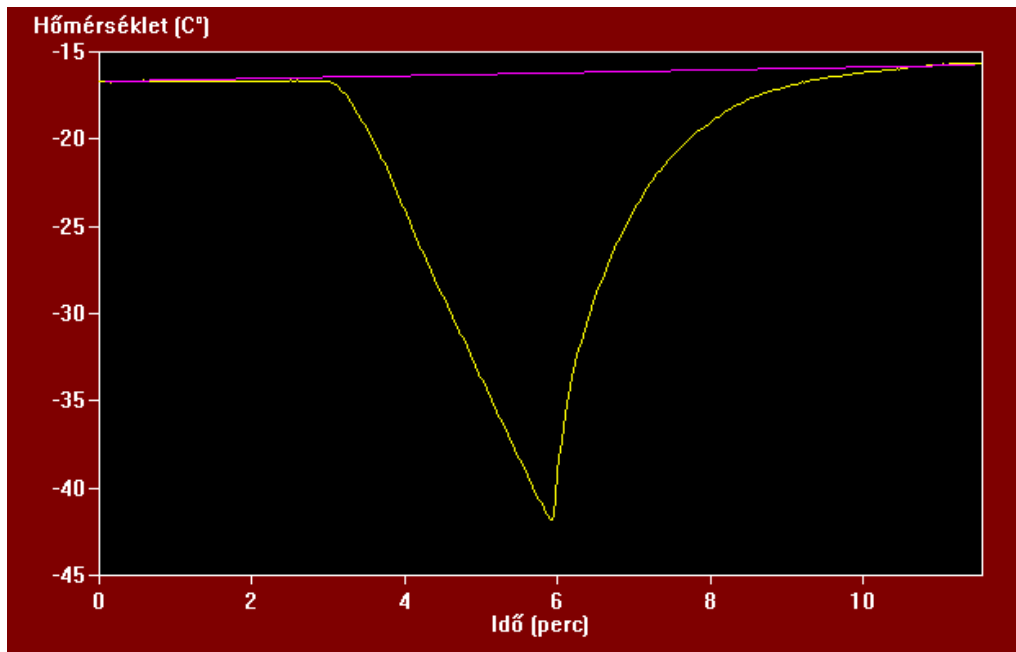
$$F_{gy}^f = (-58.961 \pm 0.0005)\text{ }^\circ\text{C} \cdot \text{min}$$



1. ábra. Kályha és minta hőmérsékletfüggvényei gyors fűtésnél



2. ábra. Olvadáspont meghatározása gyors fűtésnél



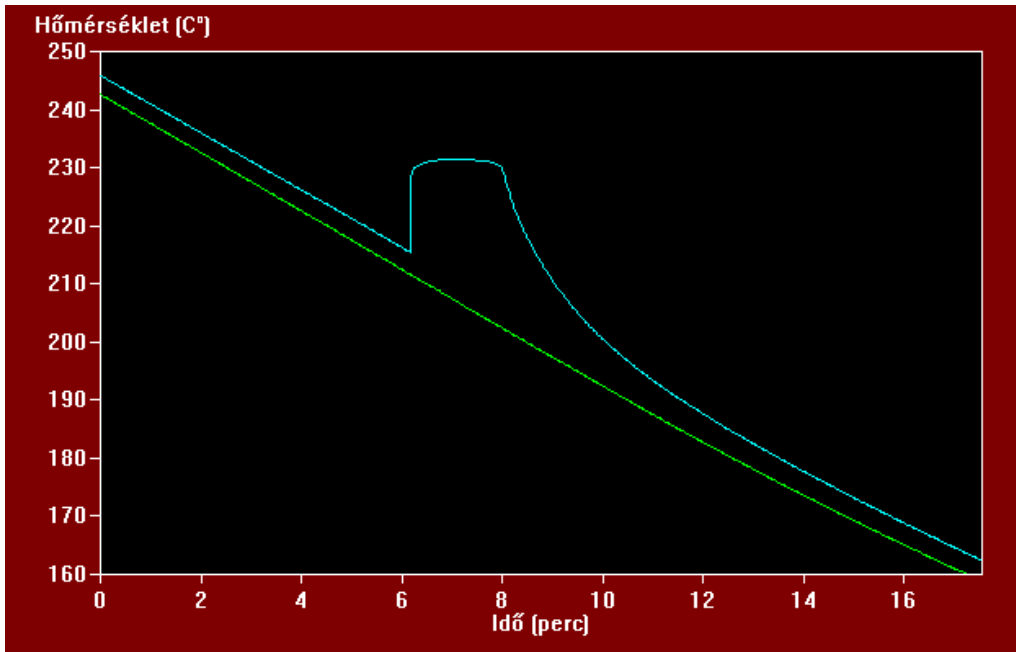
3. ábra. Fázisátalakulási hő meghatározása gyors fűtésnél

### Gyors hűtés

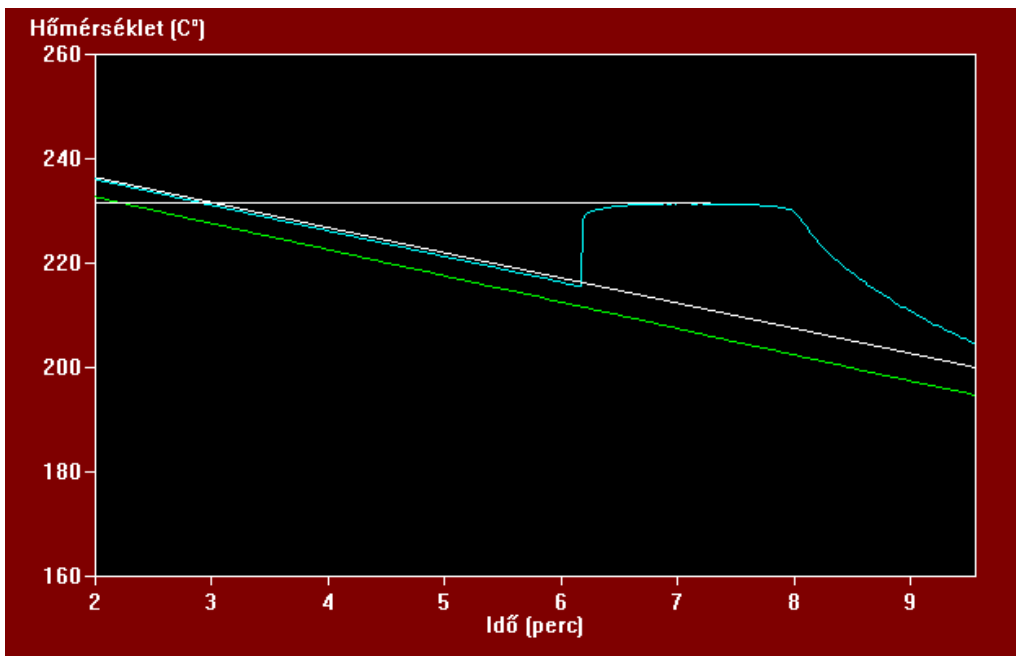
A hűtési szakaszban az olvadáspont fölött kb 50 °C-kal elindítottuk az adat-rögzítést. Az ábrák alapján történő kiértékelést ugyanúgy végeztem, mint a fűtési szakaszban. A kapott értékek:

$$T_{gyors}^{hűt} = (231.88 \pm 0.005) \text{ °C}$$

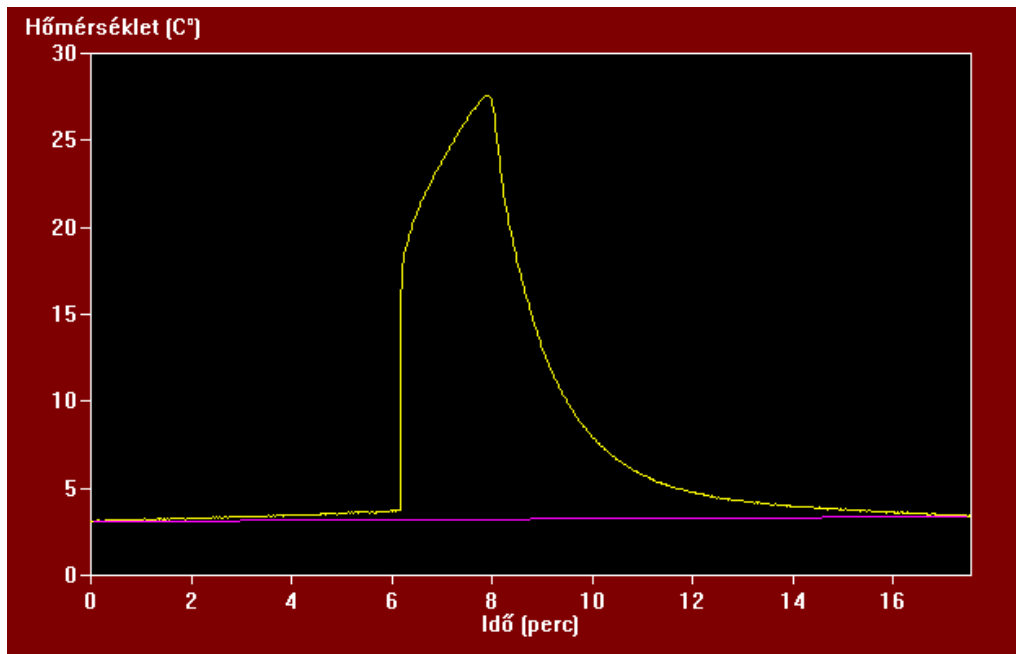
$$F_{gy}^h = (68.397 \pm 0.0005) \text{ °C} \cdot \text{min}$$



4. ábra. Kályha és minta hőmérsékletfüggvényei gyors hűtésnél



5. ábra. Olvadáspont meghatározása gyors hűtésnél



6. ábra. Fázisátalakulási hő meghatározása gyors hűtésnél

## Négyes számú program

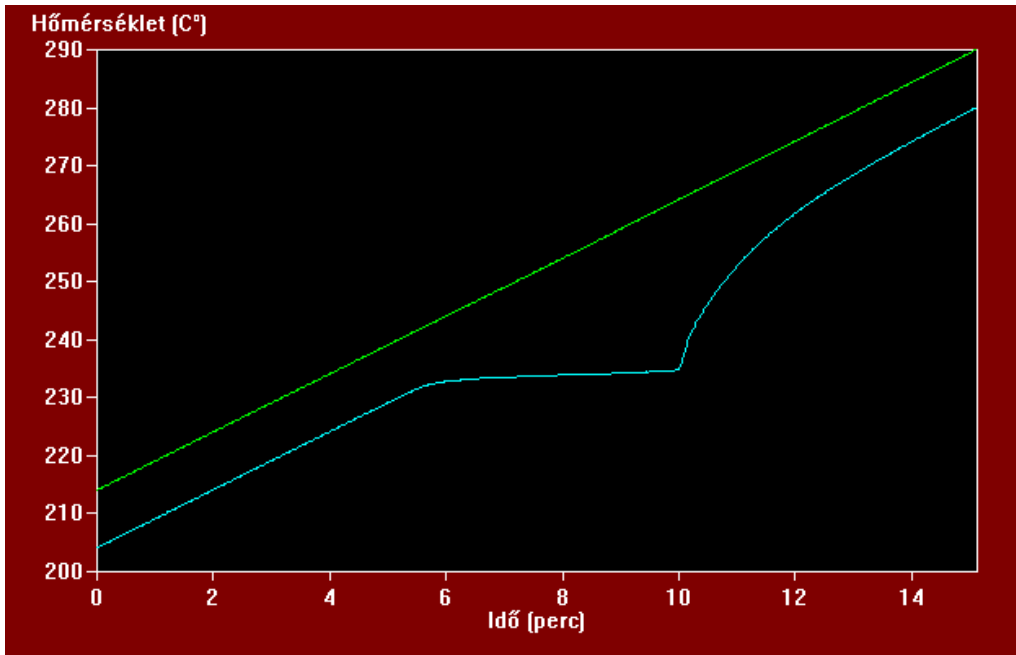
A gyors hűlés során 130 °C körül a programot átkapcsoltuk a lassú fűtést és hűtést biztosító négyes programra, majd újra felfűtöttük és lehűtöttük a rendszert.

### Lassú fűtés

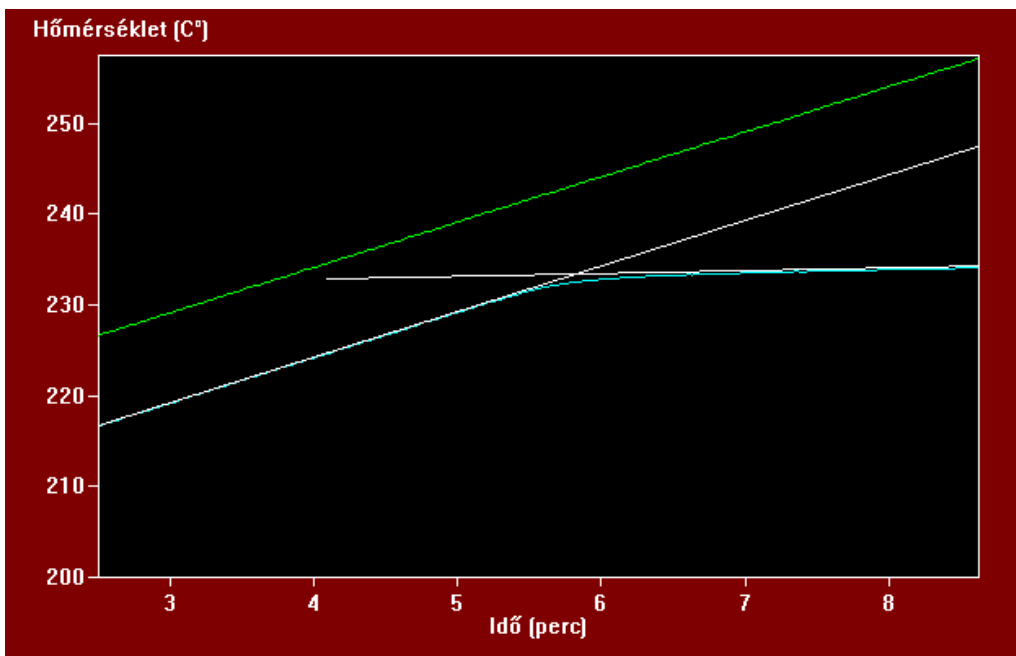
A lassú fűtési szakaszban az ábrák alapján történő kiértékelést ugyanúgy végeztem, mint a korábbi szakaszokban. A kapott értékek:

$$T_{lassu}^{fut} = (233.42 \pm 0.005) \text{ °C}$$

$$F_l^f = (-58.878 \pm 0.0005) \text{ °C} \cdot \text{min}$$

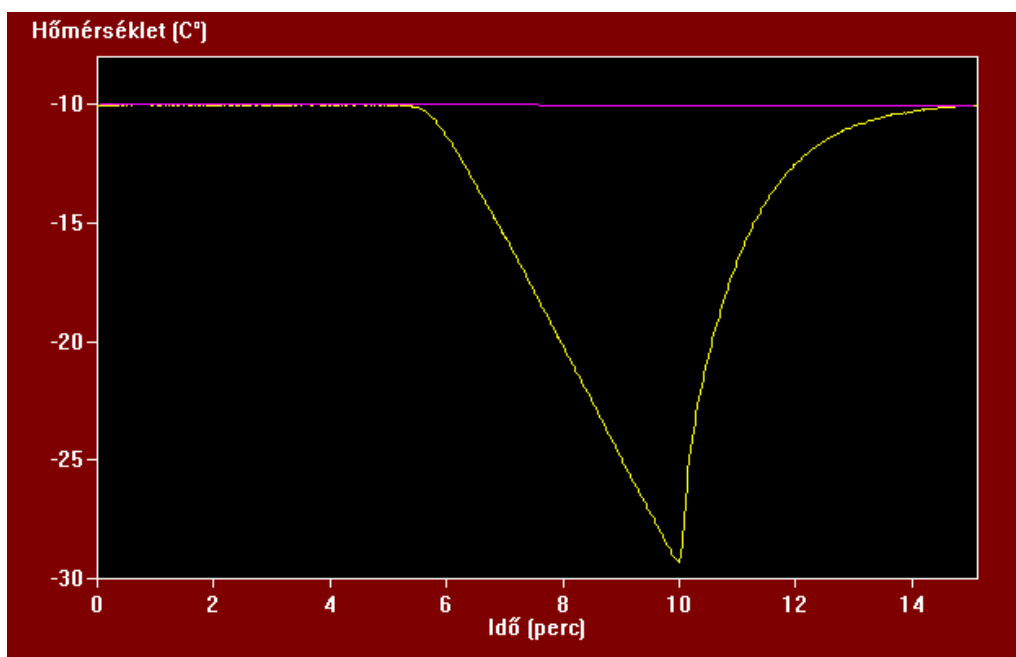


7. ábra. Kályha és minta hőmérsékletfüggvényei lassú fűtésnél



8. ábra. Olvadáspont meghatározása lassú fűtésnél





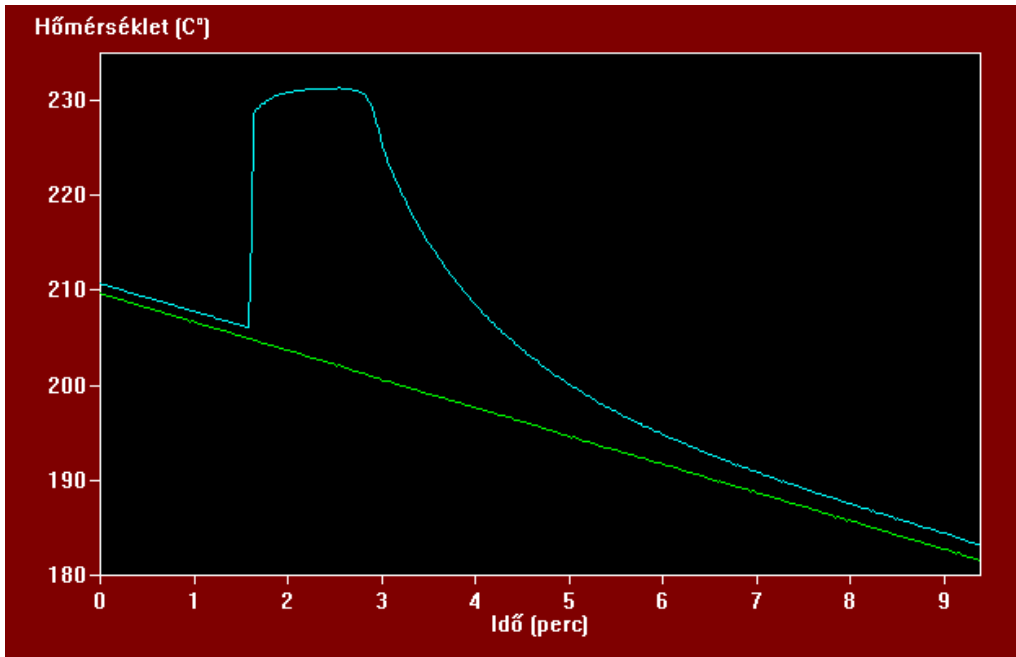
9. ábra. Fázisátalakulási hő meghatározása lassú fűtésnél

### Lassú hűtés

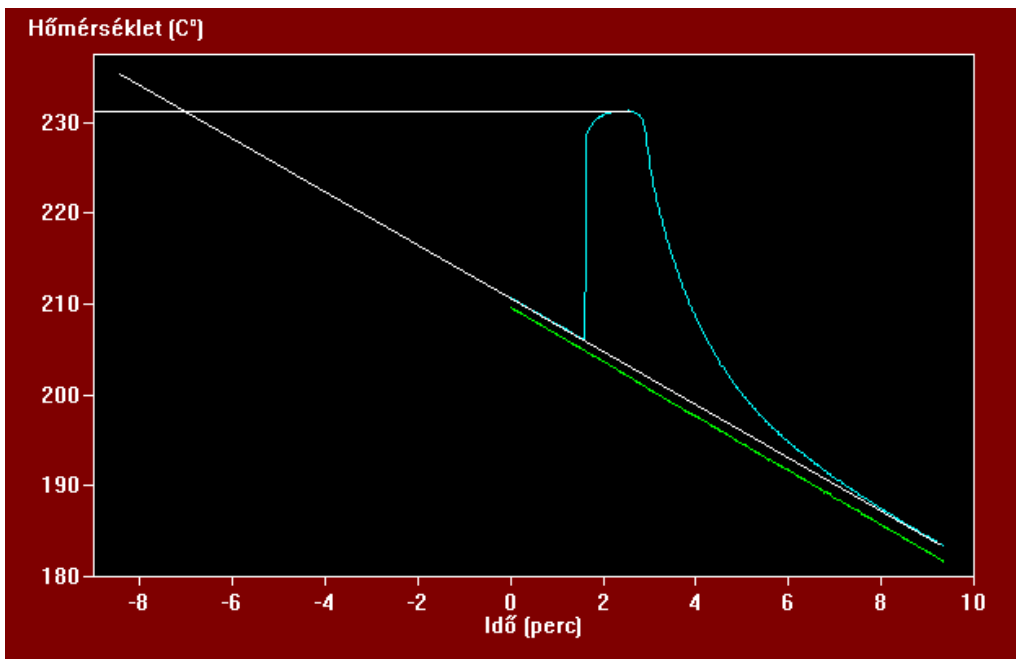
A lassú hűtési szakaszban az ábrák alapján történő kiértékelést ugyanúgy végeztem, mint a korábbi szakaszokban. A kapott értékek:

$$T_{lassu}^{hut} = (231.21 \pm 0.005) \text{ } ^\circ\text{C}$$

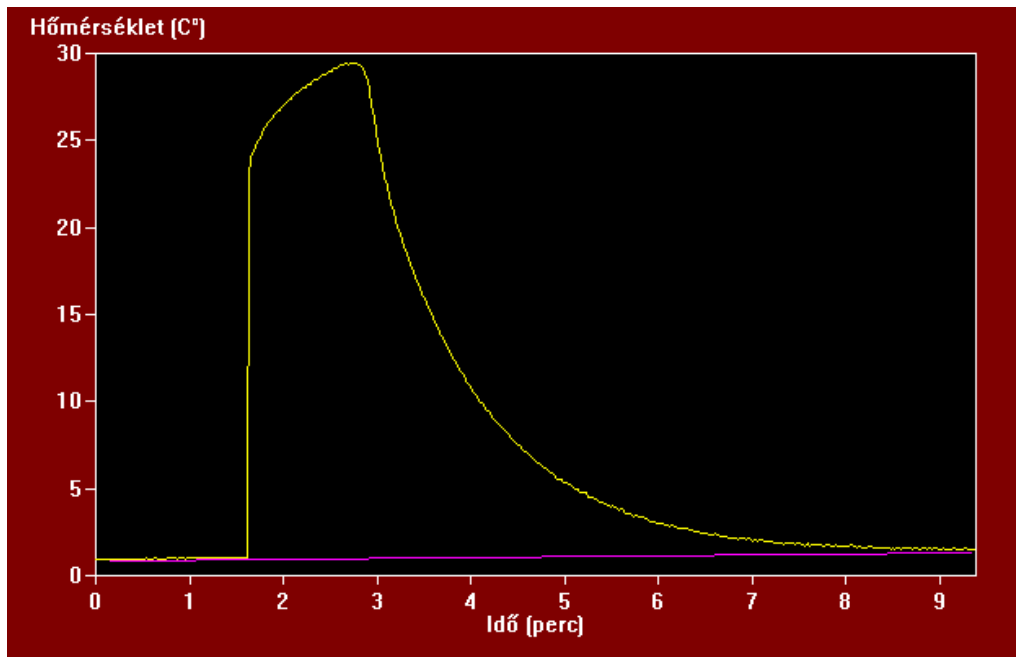
$$F_l^h = (63.886 \pm 0.0005) \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{min}$$



10. ábra. Kályha és minta hőmérsékletfüggvényei lassú hűtésnél



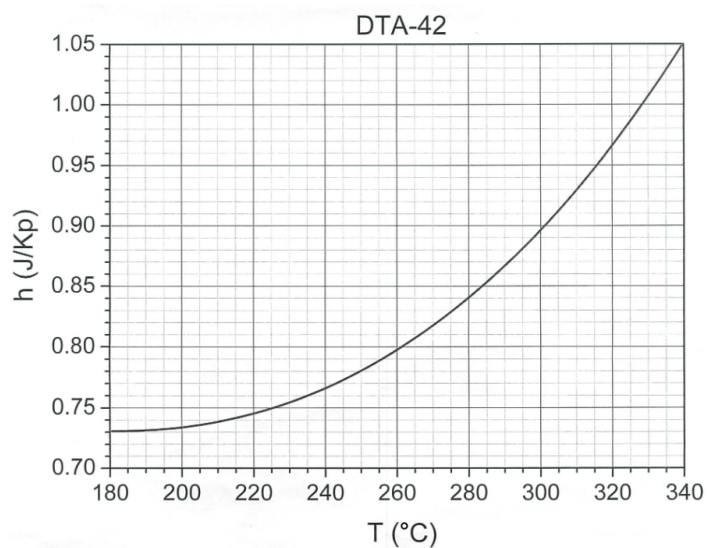
11. ábra. Olvadáspont meghatározása lassú hűtésnél



12. ábra. Fázisátalakulási hő meghatározása lassú hűtésnél

## Hőátadási tényezők és fázisátalakulási hő

A fázisátalakulási hő meghatározásához a  $Q = hF$  összefüggésben a  $h$  értékét a következő grafikonról olvashatjuk le:



Ahol a hőmérséklet az adott fázisátalakulás kezdő- és végpontja között az olvadáspont és a környezeti hőmérséklet átlagánál található hőmérsékleti érték. A leolvasott és számolt adatokat a következő táblázatba rendeztem:

	$T_h$ °C	$h$ [J/°C · min]	$Q$ [J]
Gyors fűtés	$249.13 \pm 0.005$	$0.789 \pm 0.005$	$-46.520 \pm 0.295$
Gyors hűtés	$219.63 \pm 0.005$	$0.744 \pm 0.005$	$50.887 \pm 0.342$
Lassú fűtés	$243.88 \pm 0.005$	$0.771 \pm 0.005$	$-45.395 \pm 0.295$
Lassú hűtés	$216.27 \pm 0.005$	$0.742 \pm 0.005$	$47.403 \pm 0.306$

A minta tömegét analitikai mérleggel mértük meg, és  $m = 0.8337 \pm 0.00005$  g értékű. Így az egyes fajlagos fázisátalakulási hőik az elméleti rész alapján (abszolút értékben véve):

$$q_{gy}^f = (55.799 \pm 0.357) \text{ J/g}$$

$$q_{gy}^h = (61.038 \pm 0.414) \text{ J/g}$$

$$q_l^f = (54.450 \pm 0.357) \text{ J/g}$$

$$q_l^h = (56.859 \pm 0.370) \text{ J/g}$$

Azonban az eredményeken látszik, hogy egymás hibahatárain kívül esnek, főleg a második szakaszban mért érték. Ez abból fakad, hogy bár a grafikonokról leolvasott értékek bizonytalanságát az utolsó kiírt tizedesjegy utáni értéken lévő 5-nek vettem, valójában ez nem foglalja magába a leolvasási pontatlanságomat. Az alkalmazott hibaszámítási képleteim:

$$\frac{\Delta Q}{Q} = \frac{\Delta h}{h} + \frac{\Delta F}{F}$$

$$\frac{\Delta q}{q} = \frac{\Delta Q}{Q} + \frac{\Delta m}{m}$$

A realisabb eredmény érdekében a kapott  $q$  értékek átlagát vettem és a hiba az ettől való legnagyobb eltérés lett:

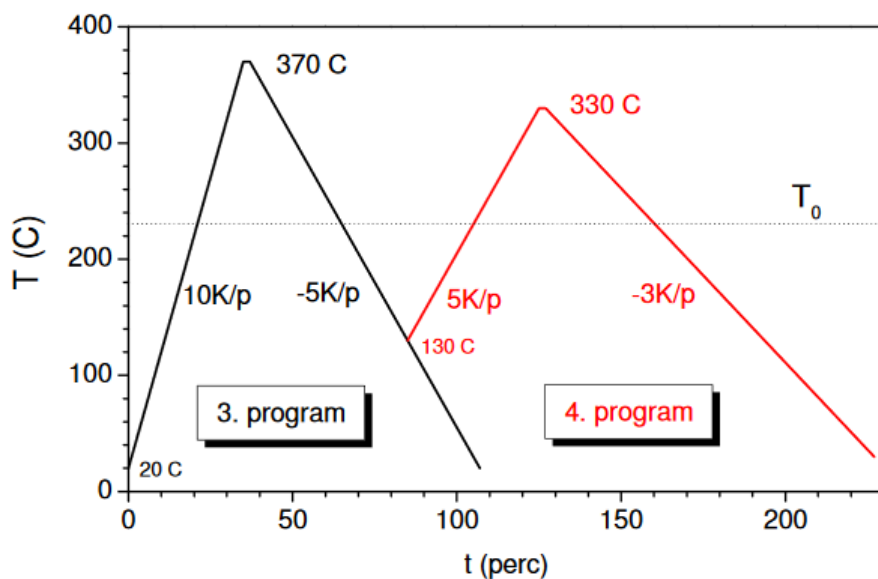
$$\bar{q} = (57.0365 \pm 4.0015) \frac{\text{J}}{\text{g}}$$

## A minta olvadáspontja

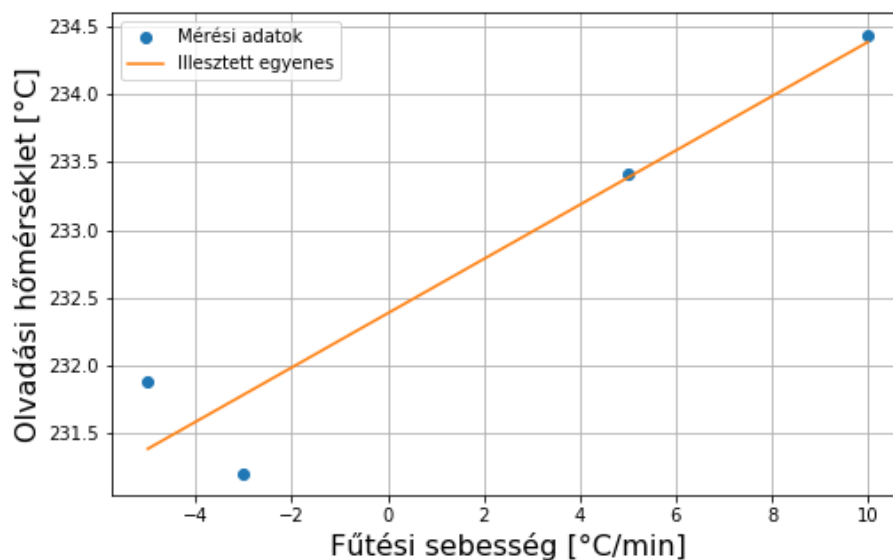
Az olvadáspont meghatározásához ábrázolnunk kell a különböző szakaszokban mért olvadáspontokat a fűtési sebesség függvényében. Ezekre az adatpontokra egyenest illeszthetünk, melynek egyenlete  $T(v) = \alpha + T_{olv}$  lesz, ahol az olvadáspont számításához az  $\alpha = 0$  értéket kell majd behelyettesítenünk. A különböző szakaszokban mért olvadáspontokat és a fűtési sebességeket ( $v$ ) a következő táblázatban foglaltam össze:

	$T_{mert}^{olv}$ [°C]	$v$ [°C/min]
Gyors fűtés	234.44	10
Gyors hűtés	231.88	-5
Lassú fűtés	233.42	5
Lassú hűtés	231.21	-3

A fűtési sebességeket a következő ábráról olvastam le:



Az ábrázolt adatok és az illesztett egyenes:



Mint korábban kifejtettem, az  $\alpha = 0$  extrapoláció miatt csak az egyenes tengelymetszetét és hibáját kell vizsgálnunk, amik az illesztőprogram által számolt értékek:

$$T_{olv} = (232.388 \pm 0.280) \text{ } ^\circ\text{C}$$

## A minta azonosítása

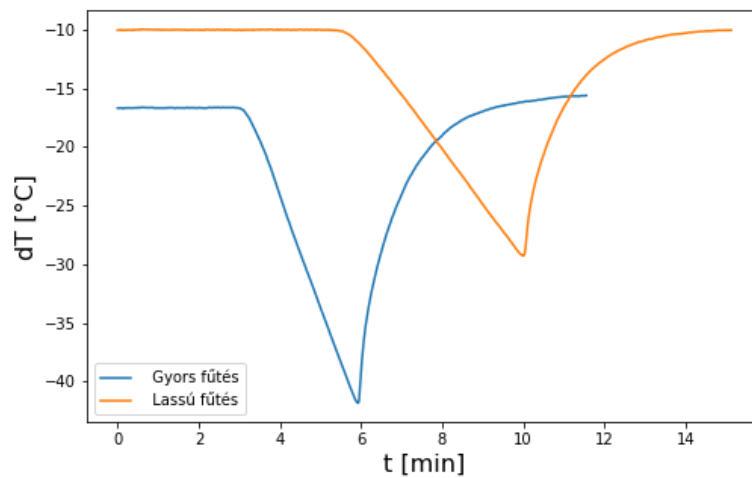
A kapott mintám adataihoz legközelebb álló anyag az ón. Az általam számolt és az irodalmi értékek összehasonlítása:

	Számolt	Irodalmi	Eltérés
$T_{olv}$ [°C]	232.388	231.928	0.46
$q$ [J/g]	57.0365	59.2	2.1635

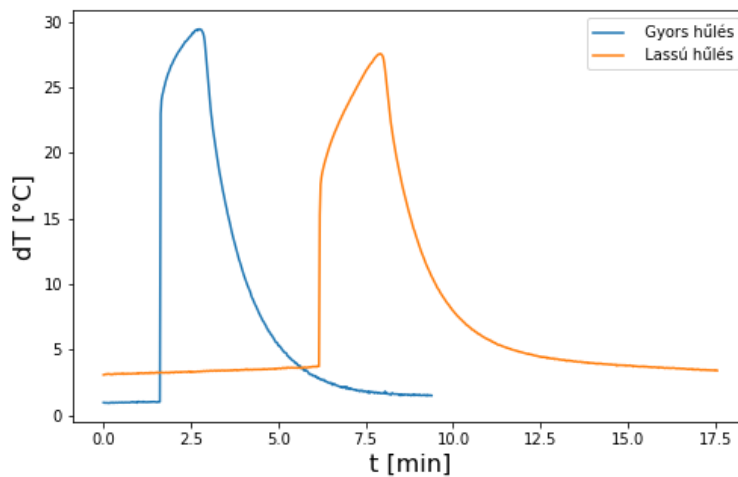
Az olvadáspontok eltérése kicsi, azonban sajnos ez is túlesik a hibahatáron. Ezt a legvalószínűbb, hogy a saját leolvasási pontatlanságaim okozzák. Ellenben a hivatalos fajlagos fázisátalakulási hő befér az általam számolt érték hibahatárába, viszont ez többnyire inkább a nagy hibának köszönhető.

## Folyamatok élességének összehasonlítása

Ha egymás mellett jelenítjük meg a gyors és lassú fűtési valamint hűtési szakaszokban mért  $\Delta T - t$  függvényeket láthatjuk, hogy a gyorsabban végbemenő fázisátalakulások görbéje élesebb és nagyobb hőmérsékletváltozást érnek el, de a függvény alatti területük egyenlő a lassú folyamat görbéje alattival:



A fűtések görbéi



A hűtések görbéi

## Diszkusszió

A mérést sajnos személyesen nem tudtam elvégezni a járványhelyzet miatt, azonban igyekeztem a legmegfelelőbb módon feldolgozni az elektronikusan kapott adatokat. Mivel a minta anyagát egyértelműen be tudtam azonosítani, ezért a mérést sikeresnek mondanám.

## Felhasznált irodalom

- Böhönyey - Havancsák - Huhn: Mérések a klasszikus fizika laboratóriumban, szerkesztette: Havancsák Károly, ELTE Eötvös Kiadó, Budapest, 2003.