Fázisátalakulások vizsgálata

(Mérési jegyzőkönyv)

Hagymási Imre

2006. március 5.
(hétfő délelőtti csoport)

1. A mérés elve

Az anyag szerkezete a hőmérséklet növelésével átalakul. Bizonyos hőmérsékleteknél az anyag szerkezete ugrásszerűen megváltozik, *fázisátalakulás* történik. Ebben a mérésben egy alacsony olvadáspontú fém olvadását illetve dermedését vizsgáljuk. A mérőeszköz egy egyszerűsített DTA (Differential Thermal Analysis) berendezés volt, melynek fő része egy elektromos fűtésű kályha volt, melyet egy vízhűtéses köpeny szigetelt el a környezetétől. A mintatartó a kályha középvonalában található, s ennek hőmérséklete termoelem segítségével mérhető. Továbbá még két termoelem mérte a környezet hőmérsékletét és szabályozta a kályhát. A termoelemek referenciapontja az ún. műjég volt, melyet elektromos automatika tartott állandó hőmérsékleten. A kályha hőmérsékletét egy kályhaszabályzó berendezéssel lehetett változtatni, amely a kívánt hőmérsékleten kívül figyelembe vette az elérendő hőmérséklethez tartás sebességét is. A mérési összeállításról részletesebb leírás található [1] műben.

Számításainkban azzal élünk, hogy a minta-mintatartó közötti jó hőkontaktus miatt hőmérsékletük azonos. Az egyes testek közötti hőátadást a Newton-féle lehűlési törvénnyel írhatjuk le:

$$\frac{dQ}{dt} = -h(T - T_k), \tag{1}$$

ahol Q az időegység alatt a környezetnek átadott hőmennyiség, T a test, T_k a környezet hőmérséklete. A mérés során egy lineáris fűtési, majd egy lineáris hűtési programon visszük keresztül a rendszert, miközben mérjük a minta-mintatartó és a kályha hőmérsékletét.

A mérés során először gyorsan $10\frac{^\circ\mathrm{C}}{\mathrm{min}}$ sebességgel felfűtjük a mintát, azért, hogy tájékoztató adatokat kapjunk a fázisátalakulás hőmérsékletéről, továbbá, hogy a minta „elterüljön” a mintatartóban, s így minél jobb hőkontaktus alakuljon ki közöttük. Ezután az olvadáspont fölött 50 °C-kal magasabbról indulva $4\frac{^\circ\mathrm{C}}{\mathrm{min}}$ sebességgel lehűtjük a rendszert, mely során felvesszük a dermedési görbét. Majd az olvadáspont alatt 50 °C-kal ugyanilyen sebességgel indulva felvesszük az olvadási grafikont.

A kályha fűtése során a minta-mintatartó $T_m(t)$ hőmérséklete lemarad a környezet $T_k(t)$ hőmérsékletétől, s a kezdeti tranziens jelenségek lezajlása párhuzamosan halad a környezet hőmérsékletével. Az olvadás során, amíg a minta teljes tömege át nem alakul a minta hőmérséklete közel állandó. A fázisátalakulás után a minta hőmérséklete ismét exponenciálisan tart az

olvadás előtti egyeneshez. A $T_m(t) - T_k(t)$ különbségi görbéről további adatokat olvashatunk le. Elméleti megfontolások alapján tudjuk [1], hogy a $T_m(t) - T_k(t)$ függvény alapvonallal bezárt területe arányos a minta által felvett vagy leadott olvadási hővel:

$$Q_f = hF, \tag{2}$$

ahol h az olvadásponthoz tartozó hővezetési tényező, F pedig az említett terület.

2. A mérés

A mérést az ablaktól távolabbi mérőhelyen végeztem.

2.1. A lassú lehűtés

A $10\frac{°\mathrm{C}}{\mathrm{min}}$ sebességű gyors felfűtés után $4\frac{°\mathrm{C}}{\mathrm{min}}$-es sebességgel elkezdtem hűteni a rendszert. A mérési görbék az 1. ábrán láthatók. A felső görbe a minta, az alsó a kályha hőmérsékletének változását mutatja. A 2. ábrán a $T_m(t) - T_k(t)$ különbséget láthatjuk. A kapott terület:

$$F_{\text{hűtés}} = 35.250\ °\mathrm{C} \cdot \mathrm{min}. \tag{3}$$

A olvadáspont értéke

$$T_{\text{olv}} = 231.18\ °\mathrm{C} \tag{4}$$

volt. A hűtés során fellépett a *túlhűlés* jelensége. Ez azt jelenti, hogy a minta már az olvadáspont alatt van, de még mindig folyadék halmazállapotú. Azonban kis zavar hatására megindul a dermedés folyamata, mely során a felszabaduló hő hatására a minta felmelegszik az olvadáspont hőmérsékletére és azon is marad mindaddig, amíg az anyagban teljesen le nem játszódik a fázisátalakulás. A mérési grafikonon (1. és 2. ábra) látható, hogy a minta 25 °C-kal hűlt túl.

2.2. A lassú felfűtés

A hőmérséklet emelkedése $4\frac{°\mathrm{C}}{\mathrm{min}}$ volt. A mérési görbék a 3. ábrán láthatók. Az alsó görbe a minta, a felső a kályha hőmérsékletét mutatja az idő függvényében. A 4. ábrán - az előzőhöz hasonlóan - a $T_m(t) - T_k(t)$ különbség

van ábrázolva. Ebben az esetben kapott terület:

$$F_{\text{fűtés}} = -31.407\ ^\circ\text{C} \cdot \text{min}. \tag{5}$$

Az olvadáspont leolvasott értéke

$$T_{\text{olv}} = 233.02\ ^\circ\text{C} \tag{6}$$

volt.

2.3. A fázisátalakulási hő meghatározása

A mérés befejeztével megmértem a minta a tömegét, $m = 0.3746 \pm 0.0001$g. Az olvadáshő meghatárázosához szükséges az (1) egyenletben szerplő h hővezetési tényező olvadásponthoz tartozó értékének ismerete. Az olvadáspont értékének a két mért érték átlagát tekintettem:

$$\mathbf{T}_{\text{olv}} = (\mathbf{232.1 \pm 0.9})\ ^\circ\text{C}. \tag{7}$$

Szükségünk van még a területek nagyságának átlagára:

$$\mathbf{F} = (\mathbf{33.32 \pm 1.9})\ ^\circ\text{C} \cdot \text{min}. \tag{8}$$

A fázisátalakulási hő meghatározása:

$$h = (0.645 \pm 0.005)\frac{\text{J}}{^\circ\text{C} \cdot \text{min}}, \tag{9}$$

$$q = \frac{h \cdot F}{m}, \tag{10}$$

$$\mathbf{q} = (\mathbf{57.37 \pm 3.27})\frac{\text{J}}{\text{g}}. \tag{11}$$

A kapott adatokból következtethetünk a minta anyagára. [1]-ben szereplő táblázat szerint ón esetében $T_{\text{olv}} = 231.9\ ^\circ\text{C}$; $q = 59.2\frac{\text{J}}{\text{g}}$. Az eltéré hibahatáron belül van.
A mérés hibája több tényezőből tevődik össze. Egyrészt a minta fajhője nem állandó, hanem az is ugrik a fázisátalakulási pontban és az átalakulás utáni fajhő sem egyezik meg a kezdetivel. Továbbá az egy-test modell is közelítés, nem egyezik meg a minta és a mintatartó hőmérséklete.

Hivatkozások

[1] Havancsák Károly: *Mérések a klasszikus fizika laboratóriumban*, ELTE Eötvös Kiadó, Budapest, 2003.