Jegyzőkönyv

6.
Fázisátalakulások vizsgálata

Készítette:
Bozsoki Péter,
másodéves fizikushallgató

1999. április 30., péntek

1. A mérés célja

A termodinamika vizsgálati körébe tartoznak azon jelenségek, amelyek során az anyagok tulajdonságai hő hatására megváltoznak. Ezeket a változásokat két nagy csoportra lehet osztani: amikor a jelenségek csak lassú folytonos változásokat mutatnak (pl. fajhő, hőtágulás), illetve amikor a változás hirtelen, ugrásszerűen zajlik le. E mérés célja ezen jelenségek behatóbb kísérleti vizsgálata, egy adott anyag fázisátalakulásán keresztül.

2. A mérés elve

A fázisátalakulások hőmérsékletének vizsgálatára a következő módszer az egyik legelterjedtebb: a mintát beteszik egy kályhába, ahol megadott program szerint változtatják a hőmérsékletet, miközben mérik a minta (technikai okok miatt sokszor a mintatartó[1]) hőmérsékletét. Sokszor van egy referenciaminta is, amely hőcserementesen el van szigetelve a vizsgált anyagtól, de a program az ő kályhájában is ugyanúgy változtatja a hőmérsékletet. Ekkor a két minta(tartó) hőmérsékletének különbséget (is) mérik. Az általam használt mérési elrendezésben csak egy mintatartó volt, és a mérés során ennek a hőmérsékletét, az őt körülvevő tömb hőmérsékletét illetve e kettő különbségét mértem a mérőprogram segítségével, majd ezen adatokból határoztam meg az olvadási/dermedési hőmérsékletet illetve a fázisátalakulási hőt.

3. A mérés kivitelezése

A mérés során a DTA berendezés által mért adatokat a *dta.exe* programmal rögzítettem és az Origin programmal dolgoztam fel.

3.1. Az olvadási hőmérséklet

Az 1-es ábrán tüntettem fel a mért hőmérsékleteket az idő függvényében, a 2-esen pedig a két hőmérséklet különbségét. A 3-as ábrán látható a minta(tartó) hőmérséklete, olvadás közben illetve közvetlenül előtte és két illesztett egyenes: egyik a minta olvadás közbeni hőmérsékletgörbéjére és egy az olvadást közvetlenül megelőző időintervallumban mért hőmérsékleti adatokra. Az olvadási hőmérséklet a két illesztett egyenes metszéspontjának y koordinátája. Az illesztett egyenesek egyenletei:

- $y_{\text{olv. közben}} = A1+B1\cdot x$, ahol $A1=228{,}05\pm0{,}17$; $B1=0{,}128\pm0{,}009$ ($y\equiv T$, $x\equiv t$)
- $y_{\text{előtte}} = A2+B2\cdot x$, ahol $A2= 153{,}74\pm0{,}08$; $B2=7{,}747\pm0{,}006$ ($y\equiv T$, $x\equiv t$)

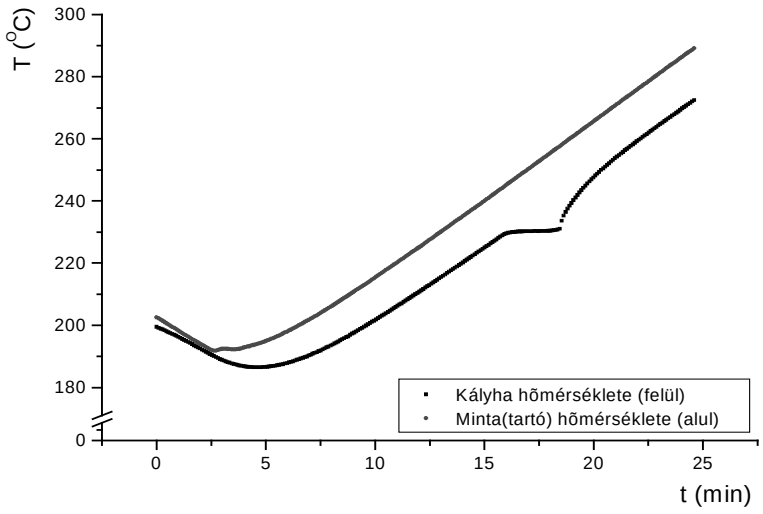
Innen $x_{\text{metszéspont}}= \dfrac{A1-A2}{B2-B1}=16{,}09\pm0{,}08 \Rightarrow$ **$\underline{\underline{T_{\text{olvadás}}=230{,}1\pm1{,}4\ °C}}$**. Ugyanis

$\delta x= \delta(A1-A2)+\delta(B2-B1)=\dfrac{\Delta A1+\Delta A2}{A1-A2}+\dfrac{\Delta B1+\Delta B2}{B2-B1}\approx0{,}005$ és $\delta y=\delta T=\delta x+\delta B2\approx0{,}006$, mert

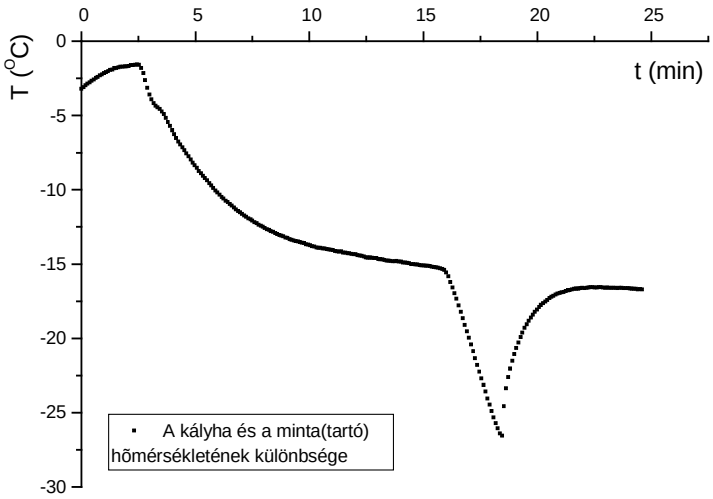
$y=A2+B2\cdot x=\dfrac{A1-A2}{B2-B1}B2$.

[1] Ehhez az elméleti hátteret az ún. *egy-test modell* "biztosítja"

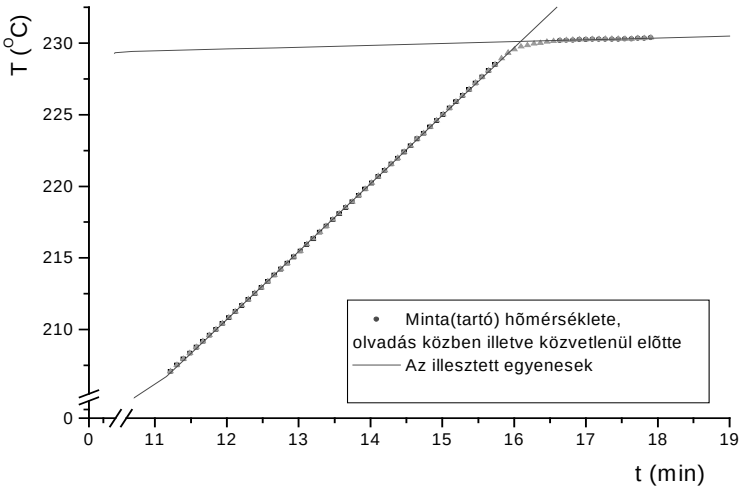
Ábra 1


T (°C)
300
280
260
240
220
200
180
0
0
5
10
15
20
25
t (min)
Kályha hõmérséklete (felül)
Minta(tartó) hõmérséklete (alul)

Ábra 2


0
5
10
15
20
25
T (°C)
0
-5
-10
-15
-20
-25
-30
t (min)
A kályha és a minta(tartó) hõmérsékletének különbsége

Ábra 3



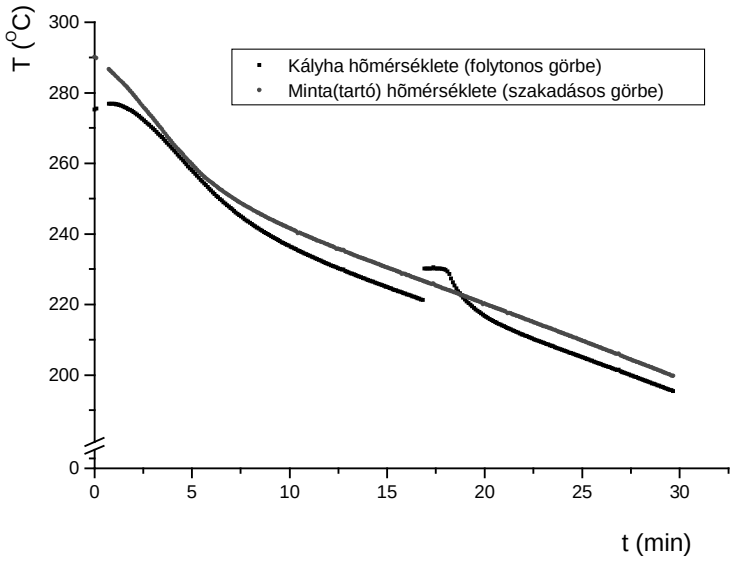
3.2. Dermedési hőmérséklet

A mért dermedési görbe esetében másképp jártam el: mint az a 6-os ábrán is látszik a dermedés ideje alatt a hőmérséklet alig változik és ez a változás nem monoton, tehát ez alatt az idő alatt tekinthető konstansnak. Ezért csak kiátlagoltam a mért eredményeket erre az időintervallumra, s így határoztam meg az olvadási hőmérsékletet. Az átlagolás eredménye: **$T_{dermedés}$=230±0,2°C**. Az átlagolásból származtatott 0,05 C-os hiba irreálisan kicsi, így a relatív hiba nagyságát a reálisabb 0,1%-nak vettem (mely még mindig kisebb, mint az olvadáskor számolt 0,6%). A vártaknak megfelelően $T_{dermedés}=T_{olvadás}$ a hibahatáron belül. A táblázatbeli értéktől ($T_{táblázat}$=231,93 °C) mindkét mért/számolt eredmény hibahatáron kívül tér el. Ennek két okát tudom elképzelni:

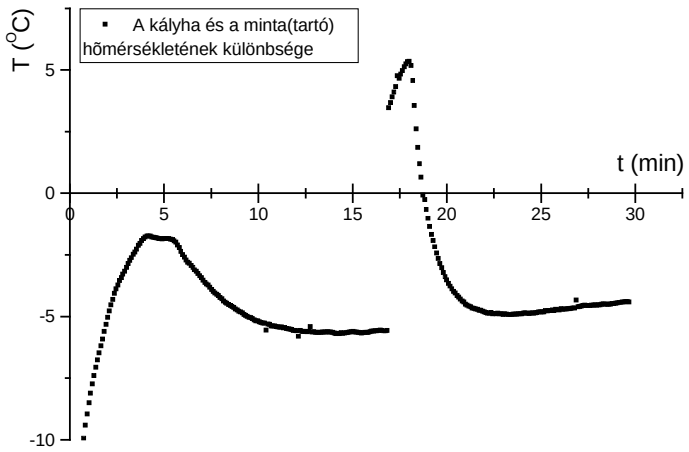
- a mérés hibáját alulbecsültem, tehát a mérésem csak kb. 1%-nyira volt pontos. Ekkor a végeredmény: **$T_{fázisátalakulás}$=230±2 °C** (δT=0,01)
- mivel az olvadáskor ill. dermedéskor mért fázisátalakulási hőmérséklet egymással nagy pontossággal egyezik, ezért elképzelhetőnek tartom, hogy a kályha hőmérőjéhez hasonlóan[2], a minta hőmérője is eltolódhatott, de ő csak 1-2 °C-ot
- a mérési összeállítás olyan, hogy a minta(tartó) hőmérsékletét mérő termoelem 1,5 cm-el a mintatartó szintje alatt van. Amennyiben a kályhabeli hőgradiens az adott szakaszon eléri a 1-2 °C/1,5 cm átlagos értéket az minimum 1%-ot jelent a mérési pontosságban
- fentiek együttes jelentkezése.

[2] A 4-es ábrán látható hőmérséklet görbék szerint a dermedés előtt a minta úgy hűlt, hogy a kályha következetesen melegebb volt nála kb. 5 °C-al. Ez természetesen nem lehet, ez azt jelenti, hogy a kályha hőmérője 10-12 °C-al többet mért, mint a tényleges érték. Mivel a pontos eltolódás mértékét nem ismerem a grafikonon a korrigálatlan adatokat tüntettem fel, melyekből akár később is közvetlenül lehet korrigálni a mérési eredményeket. **Ez** az eltolódás természetesen csak a hőmérsékletkülönbség számításánál (5-ös ábra) jelentkezik illetve az egyéb hőtani adatok kiszámításánál, a fázisátalakulási hőmérséklet meghatározásánál nem.

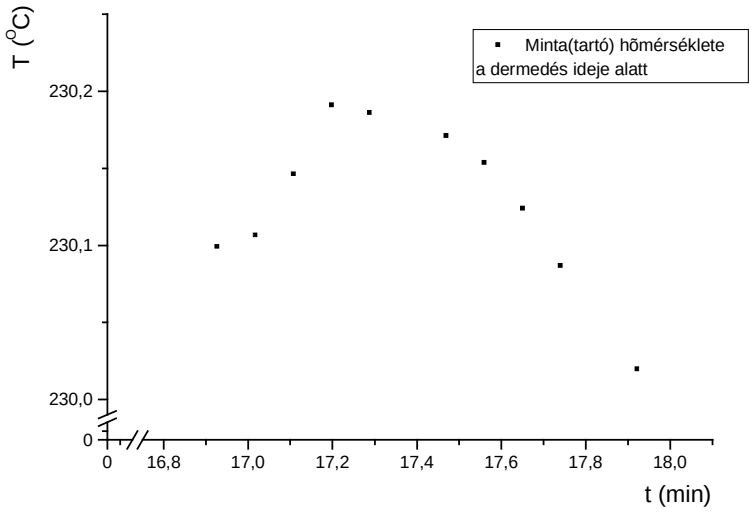
Ábra 4



Ábra 5



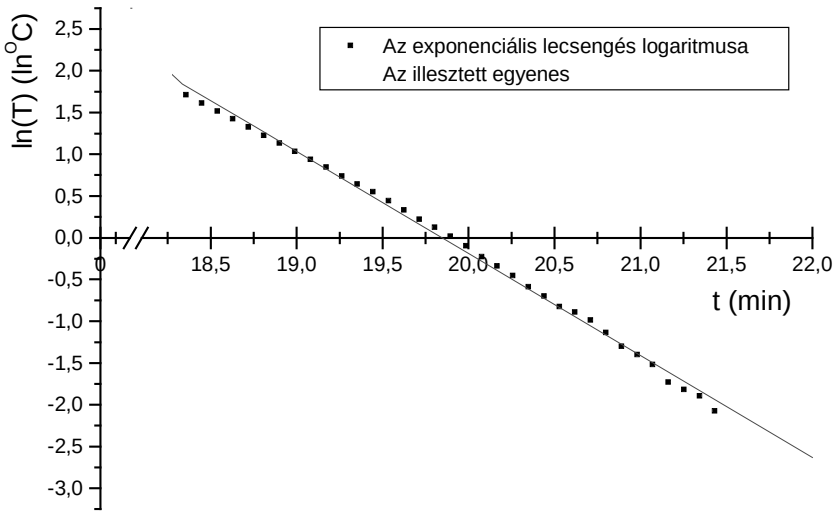
Ábra 6



3.3. Az egyéb hőtani adatok kiszámítása

Az ε_1 paraméter meghatározásához a 7-es ábrán ábrázoltam a kályha és minta hőmérsékletének különbségének logaritmusát. A pontsorra illesztet egyenes meredeksége a keresett paraméter (-1)-szeresével egyenlő. (Megjegyzés: a kályha hőmérőjének pontatlanságát korrigáltam egy konstans faktor hozzáadásával, hogy az exponenciális, aminek a logaritmusát vettem a 0-hoz tartson.)

Ábra 7



Az egyenes egyenlete: ln(T)=A+B·t, ahol A=24,2±0,2, B=-1,22±0,01 ⇒ **ε_1=1,22±0,01.**

A látens hővel kapcsolatos paramétert a 2-es ábrán látható görbe azon része alatti terület, melyen a fázisátalakulás történik. Ez az az időintervallum, mely alatt a hőmérsékletkülönbség nő (hisz a kályha hőmérséklete nő, de a mintáé konstansnak vehető). Erre szakaszra (t∈[16,09,18,44]) numerikusan integrálva a görbét q_1=50,16531 °Cmin-nek adódik.

Kiszámolva a *h* hőátadási paramétert:

$$\varepsilon_1 = \frac{h}{m_{\min tatartó} \cdot c_{\min tatartó} + m_{\min ta} \cdot c_{\min ta}} \Rightarrow h = \left(m_{\min tatartó} \cdot c_{\min tatartó} + m_{\min ta} \cdot c_{\min ta}\right) \cdot \varepsilon_1 \Rightarrow$$

h=0,96±0,01 $\frac{J}{K \cdot \min}$ ($\delta h = \delta\varepsilon_1 + \delta m_{minta} \approx \delta\varepsilon_1$).

Ahol felhasználtam, hogy $m_{mintatartó}$=1,65 g, m_{minta} =0,2778±0,0001 g, $c_{mintatartó}$=0,44 $\frac{J}{g \cdot K}$, c_{minta} = 0,22 $\frac{J}{g \cdot K}$. (Ahol nincs hiba feltüntetve, ott táblázatból vett, pontosnak tekintett adattal számoltam.)

Innen a látens hő: $Q=q_1 \cdot h$=48,2±0,5 ($\delta Q \approx \delta h$) ⇒ **$q_f = Q/m_{minta}$=173±2 J/g** ($\delta q = \delta m + \delta Q \approx \delta h$).

Ez az érték sokszorosan eltér a táblázatbeli értéktől. Ennek oka a nagy q_1 paraméterben keresendő. Ugyanis, ha a q_1-ből kivonjuk azt a plusz területet, amit a kályha hőmérőjének elcsúszása jelentett, akkor egy elfogadható értéket kapunk. "Visszafele" számolva, Δt=18,44-16,09=2,35 s esetén ΔT≈14 °C-nak adódik, ami megerősíti a hőmérő eltolódására adott 10-12 °C-os becslésemet.