JEGYZŐKÖNYV KLASSZIKUS FIZIKA LABORATÓRIUM

06. MÉRÉS - FÁZISÁTALAKULÁSOK VIZSGÁLATA



• Mérést végezte : Brindza Mátyás

 \bullet Mérést végző Neptun-azonosítója: Z2R8XS

• Jegyzőkönyv leadásának időpontja : 2021.08.31.

A mérés célja

A mérés során egy minta hőmérsékletét mérjük. A hőmérsékletet linerárisan növeljük, ám a minta nem egészen követi ezt - megfigyelhetjük a **fázisátlakulás** jelenségét. A cél az, hogy meghatározzuk, mekkora hőmérsékleten játszódik le a fázisátalakulás (**olvadáspont**,**fagyáspont**-dermedés), és mekkora **hőmennyiség**et követel.

Mérőeszkzök

- Minta
- DTA (Differential Thermal Analysis)
 - Mintatartó
 - Környezet (állandó hőmérsékletű tömb)
 - Kályha
 - Kályhaszabályzó
 - Beépített hőmérők
- Mérleg

A DTA berendezés figyelemmel kíséri a referencia mintatartó és a mintatartó hőmérsékletét. E két mért hőmérséklet különbsége nagy jelentőséggel bír - a két rendszer majdnem kizárólag annyiban különbözik, hogy egyikben fázisátalakulás játszódik le, a másikban nem. Esetünkben a DTA berendezés egy egyszerűsített változatát használjuk, nincs referencia mintatartó.

A mérés elméleti háttere

Használjuk az egy-test modellt, ez közelítőleg elég jó eredményhez vezet. Azaz tételezzük fel, hogy a minta és a mintatartó között tökéletes hőkontaktus van, így hőmérsékletük azonos.

A mérés során véghez viszünk **hűtés**t is és **fűtés**t is.

Kezdeti állapotban a környezet és a minta-mintatartó rendszer termikus egyensúlyban van. A környezet időben lineáris melegítését megkezdve a minta-mintatartó rendszer hőmérséklete egy rövid exponenciális szakasz után egy, a környezet hőmérsékletének időfüggését leíró egyenessel párhuzamos egyenest követ. Azaz a minta-mintatartó rendszer hőmérséklete mindig "le van maradva" egy kicsit a környezethez képest. Ezt az egyenest nevezzük **alapvonal**nak.

Egy bizonyos hőmérsékleten a minta-mintatartó rendszer hőmérséklete hirtelen állandósul. Ekkor a minta-mintatartó rendszerrel közölt hő jó része a fázisátalakulásra, azaz az **olvadás**ra fordítódik.

A fázisátalakulás befejeztével a minta-mintatartó rendszer hőmérséklete exponenciálisan tart az alapvonalhoz. Erre logikus magyarázat a Newton-féle lehűlési törvény: minél nagyobb a minta-mintatartó rendszer és a környezet hőmérséklete közti különbség, annál nagyobb hőmennyiség áramlik át időegységenként.

Az olvadáspont leolvasható, mint az alapvonaltól való eltérésnél mért hőmérséklet. A kályha által leadott hőmennyiség meghatározható, mint a kályha (T_k) és mintamintatartó rendszer (T_m) hőmérsékletének időfüggését leíró függvények közötti terület

a fázisátalakulás során.

$$\frac{dQ_h}{dt} = h \cdot (T_m - T_k)$$

ahol h az ún. hőátadási együttható. A kályha hőmérséklete így változik időben :

$$T_k(t) = T_o + \alpha \cdot t$$

Ha ábrázoljuk a $T_m(t) - T_k(t)$ mennyiséget :

- A 0 időpillanatban 0 az értéke
- Az alapvonal egy vízszintes vonal lesz a negatív tartományban
- T_m exponenciális tartása az alapvonalhoz megszokott (vízszintes asszimptota) exponenciális lecsengés lesz (exp(-x))
- A fázisátalakulási szakasz egy lefelé lejtő szakasz lesz
- T_m újbóli exponenciális tartása az alapvonalhoz megszokott exponenciális lecsengés lesz (-exp(-x))

A $T_m(t) - T_k(t)$ mennyiség mindenhol negatív lesz. A hőmennyiség és az alapvonal helyzetének meghatározásához célszerű bevezetni a következő jelöléseket:

- \bullet m: a minta tömege
- c: a minta fajhője (állandó nyomáson)
- \bullet ω : a minta hőkapacitása
- v : a mintatartó hőkapacitása
- \bullet q_f : az egységnyi tömegre vonatkoztatott fázisátalakulási hő
- \bullet Q_f : a leadott vagy felvett fázisátalakulási hő

Így az alapvonal távolsága a t tengelytől (negatív irányba), azaz a névleges (fázisátalakulás nélkül konstans) $T_m(t) - T_k(t)$:

$$A = \frac{\alpha}{\epsilon_1}$$

ahol

$$\epsilon_1 = \frac{h}{v + m \cdot c}$$

A fázisátalakulási hőmennyiség meghatározásához $T_m(t)-T_k(t)$ -től függő függvényt kell integrálni t_e és t_∞ között - ha t_e -kor kezdődik (majd t_v -kor végződik) a fázisátalakulás, és t_∞ -nél éri el a minta-mintatartó rendszer hőmérséklete az alapvonalat.

$$Q_f = m \cdot q_f = h \cdot \int_{t_e}^{t_\infty} \left[-(T_m(t) - T_k(t)) - A \right] dt$$

A kályha időfüggése és az alapvonal párhuzamos. Az alapvonal alatti terület azt követi, hogy a felvett hőből mennyit használna melegedésre a minta-mintatartó rendszer, ha nem játszódna le fázisátalakulás. Tehát a $T_m(t)$ és az alapvonal közti terület lesz a fázisátalakulásra fordított hő.

Hűtés során is hasonlóképpen határozható meg a fázisátalakuláshoz, azaz a **dermedés**hez tartzó hőmérséklet és a hőmennyiség. Itt fellép a **túlhűtés** jelensége is. Túlhűtés

során a minta hőmérséklete a dermedési hőmérséklet alá megy, miközben nem történik fázisátalakulás. Egy ponton hirtelen megintdul a dermedés, ekkor a minta hőmérséklete felszökik a dermedési hőmérsékletig, majd lejátszódik a fázisátalakulás. Ezután a minta hőmérséklete a fűtés esetéhez hasonlóan exponenciálisan fog tartani az alapvonalhoz.

Előzetes mérési adatok összefoglalva

A minta jelzése : "1"-es

A minta tömege : $m=1.1884g\pm0.0005g$ A hűtés / fűtés intervalluma és sebesssége:

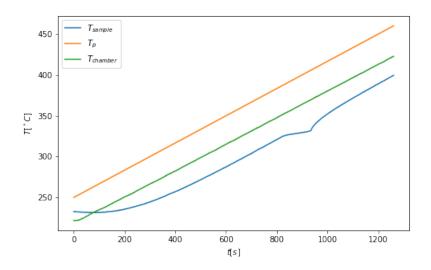
• Gyors fűtés : (250 - 480) °C ; v = 10°C/perc

• Lassú hűtés : (450 - 220) °C ; v = -5°C/perc

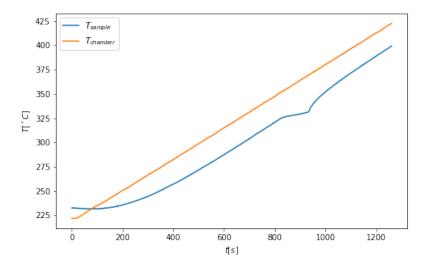
Gyors fűtés

Mérési adatok

Az alábbi ábrák mutatják a laborban digitálisan rögzített adatokat.



Az összes mért hőmérséklet időbeli fejlődése



A kályha és a minta hőmérsékletének időbeli fejlődése

$$v = 10^{\circ} C/perc$$

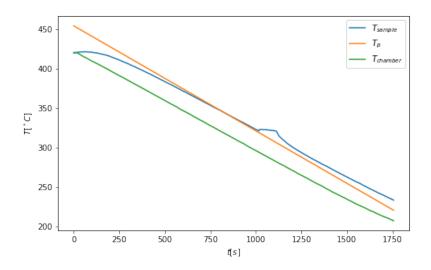
$$T_{futes}^{gyors}=325.1659^{\circ}C\pm0.00005^{\circ}C$$

$$F_{futes}^{gyors} = 1388.326022^{\circ}C \cdot s \pm 13.031513^{\circ}C \cdot s$$

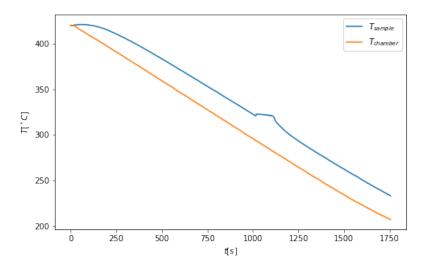
Gyors hűtés

Mérési adatok

Az alábbi ábrák mutatják a laborban digitálisan rögzített adatokat.



Az összes mért hőmérséklet időbeli fejlődése



A kályha és a minta hőmérsékletének időbeli fejlődése

$$v = -8^{\circ}C/perc$$

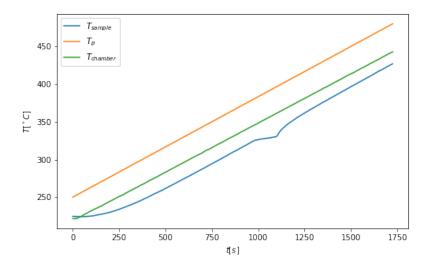
$$T_{hutes}^{gyors} = 322.8921^{\circ}C \pm 0.00005^{\circ}C$$

$$F_{hutes}^{gyors} = 1388.326022^{\circ}C \cdot s \pm 19.284218^{\circ}C \cdot s$$

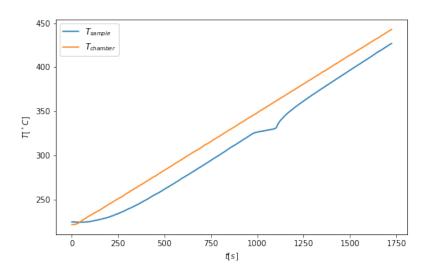
Lassú fűtés

Mérési adatok

Az alábbi ábrák mutatják a laborban digitálisan rögzített adatokat.



Az összes mért hőmérséklet időbeli fejlődése



A kályha és a minta hőmérsékletének időbeli fejlődése

$$v = 8^{\circ}C/perc$$

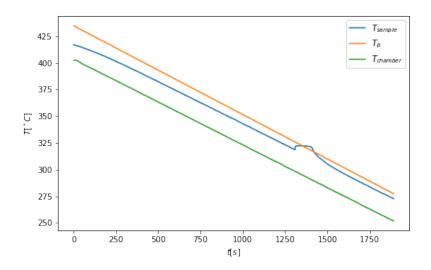
$$T_{futes}^{lassu} = 325.111^{\circ}C \pm 0.00005^{\circ}C$$

$$F_{futes}^{lassu} = 1095.766174^{\circ}C \cdot s \pm 3.000042^{\circ}C \cdot s$$

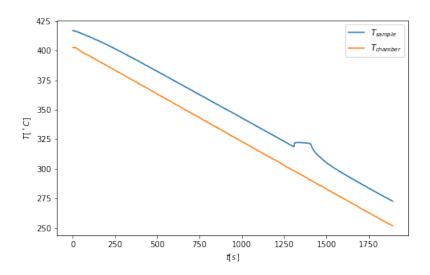
Lassú hűtés

Mérési adatok

Az alábbi ábrák mutatják a laborban digitálisan rögzített adatokat.



Az összes mért hőmérséklet időbeli fejlődése



A kályha és a minta hőmérsékletének időbeli fejlődése

$$v = -5^{\circ}C/perc$$

$$T_{hutes}^{lassu} = 322.257^{\circ}C \pm 0.00005^{\circ}C$$

$$F_{hutes}^{lassu} = 1318.43041^{\circ}C \cdot s \pm 16.45816^{\circ}C \cdot s$$

Megjegyzés: A fázisátalakuláshoz tartozó hőmérsékleteket az ábrák releváns részeinek nagyításával találtam meg. Az F értékeket pedig a megfelelő adatsorok interpolálásával és numerikus integrálásával kaptam.

A fázisátalakulási hő kiszámítása

A hőátadási együttható:

$$h = 0.747 \frac{J}{^{\circ}C \cdot min} \pm 0.005 \frac{J}{^{\circ}C \cdot min}$$

A felvett fázisátalakulási hőmennyiségek:

$$\begin{split} Q_{futes}^{gyors} &= 14.44432173J \pm 0.258924J \\ Q_{hutes}^{gyors} &= -17.28465898J \pm 0.04654J \\ Q_{futes}^{lassu} &= 13.64228886J \pm 0.253556J \\ Q_{hutes}^{lassu} &= -16.41445868J \pm 0.0523731J \end{split}$$

A fajlagos fázisátalakulási hők:

$$\begin{split} q_{futes}^{gyors} &= 7666.837436 J/kg \pm 137.6368 J/kg \\ q_{hutes}^{gyors} &= -9174.4474447 J/kg \pm 24.4637 J/kg \\ q_{futes}^{lassu} &= 7241.1299733 J/kg \pm 134.77614 J/kg \\ q_{hutes}^{lassu} &= -8712.5576891 J/kg \pm 27.56768 J/kg \end{split}$$

Megjegyzés: Az alábbi képletekkel számoltam a hibákat.

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

Végül a minta oldvadáspontja és fajlagos fázisátalakkulási hője:

$$T_m^o = 323.8565^{\circ}C \pm 1.5995^{\circ}C$$

 $q = 8198.74313J/kg \pm 975.704308J/kg$

Diszkusszió

A relatív hibákat szemügyre véve sikeresnek mondható a mérés. Megjegyzendő, hogy hűtés estén nagyobb hőket is kaptunk, jóval nagyobb hibával, fűtés esetén viszont az olvadáspontra jött ki magasabb érték.

A minta olvadási hőmérséklete nagyjából azonos a kádmiuméval és az óloméval. Mivel mindkét fém többé-kevésbé mérgező, feltételezhetően a minta valamilyen nem mérgező fémek ötvözetből áll.

Felhasznált irodalom

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