

Jegyzőkönyv

a

fázisátalakulás vizsgálatáról (6)

Készítette: Tüzes Dániel

Mérés ideje: szerda 14-18 óra

Jegyzőkönyv elkészülte: 2008-10-01

A mérés célja

A feladat egy szilárd anyag (fém) fázisátalakulásának vizsgálata, az olvadás- illetve fagyáshőjének, valamint az olvadáspontjának meghatározása.

Elvi alapok

A fázisátalakulás végbemeneteléhez szükséges valamennyi hőt közölnünk olvadás esetében, illetve hő szabadul fel fagyás közben. Ha egy rendszerrel állandó sebességgel fűtjük vagy hűtjük a vizsgált mintát, és mérjük eközben hőmérsékletét, abban a lineáristól a fázisátalakulás közben eltérést fogunk tapasztalni. Ezen eltérés alapján fogjuk meghatározni az olvadáshoz szükséges és a fagyáskor keletkező latens hő mértékét, ebből pedig a minta tömegének arányításával anyagi állandót kapunk. Mivel abszolút hőmérsékletet mérünk, a módszerrel egyúttal megkapjuk a fázisátalakuláshoz tartozó hőmérsékletet.

Mérési módszer áttekintése

Rendelkezésünkre áll egy olyan mérőeszköz, mely képes egy test (fűtőtest) hőmérsékletét időben lineárisan változtatni. A testen belül van egy mintatartó, benne a vizsgált mintával (feltételezzük, hogy a minta és a mintatartó hőmérséklete megegyezik). A mintát először felfűtjük, majd lehűtjük, mindkét folyamatot felhasználva mérési céljainkra.

A ráfűtés után a mintatartó hidegebb, mint a fűtőtest, és ez a fűtés során végig így is marad, azonban hőmérsékletkülönbségük változása exponenciálisan lecseng, bizonyos idő elteltével (néhány perc múlva) hőmérsékletkülönbségük már állandónak tekinthető. A Newton-féle hűlési törvényből következően az adott idő alatt átadott $W \cdot \Delta t$ hő csak a két test $T_{\text{minta}} - T_{\text{fűtés}}$ hőmérsékletkülönbségétől, a két testre jellemző h állandótól függ, így feltételezhetjük, hogy ekkor a hőátadási W sebesség (a mintára és a mintatartóra jutó fűtőteljesítmény) már állandó, $W = h(T_{\text{fűtés}} - T_{\text{minta}})$. Ha nem lenne fázisátalakulás, akkor mintatartó hőmérséklete időben lineárisan növekedne (feltételezzük, hogy a fajhő a mérési tartományom belül állandó). Olvadás közben az olvadáspont környékén a mintatartó hőmérsékletnövekedése megáll, majd néhány perc elteltével – az olvadás után – a hőmérséklete ismét emelkedni kezd, nagyobb mértékben, mint a fűtőtesté, a hőmérsékletkülönbségük változása exponenciálisan lecseng, végül ismét lineárisan fog növekedni a mintatartó hőmérséklete, állandó különbségben a fűtőtesttel.

A kezdetben beállt állandó hőmérsékletkülönbségből meg tudjuk állapítani a minta fajhőjét. A fázisátalakulás során a hőmérsékletkülönbség időre vett integráljából megkapjuk a felvett hő mennyiségét. A mért mennyiség nem pontosan csak a fázisátalakuláshoz lesz szükséges, hanem azon folyamat közbeni felvett hőt is mérjük, melynek során a minta hőmérsékletváltozása ismét lineáris lesz. Kimérhetjük azonban a fázisátalakulás előtti, és fázisátalakulás utáni hőmérsékletkülönbséget (mikor a változás már ismét lineáris), és megmondhatjuk, ha nem lett volna fázisátalakulás, akkor mennyi hő kellett volna. Így különbséget képezve megmondhatjuk, mennyi hő kellett pontosan a fázisátalakuláshoz (olvadáshoz). Hűtésnél a módszer ezzel analóg.

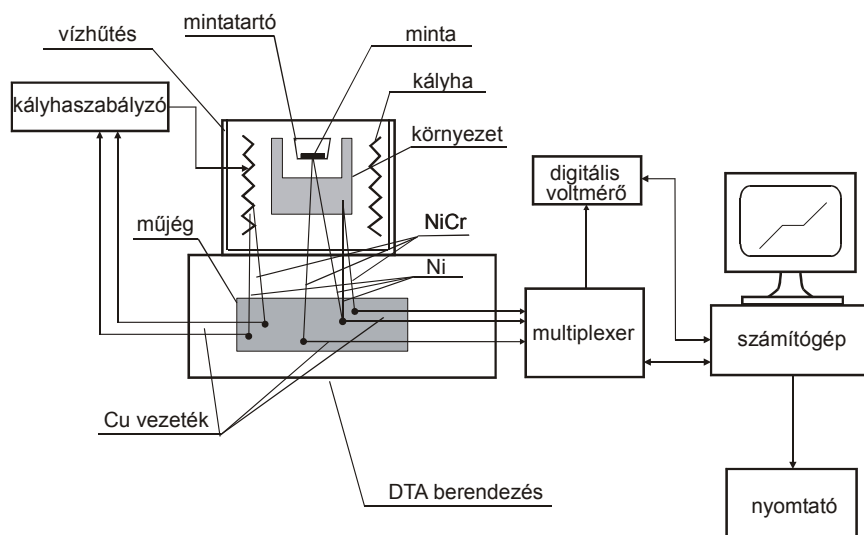
A mérési módszer részletes ismertetése

- mérési elrendezés

Tekintsük jobb oldalt a mérési elrendezés vázlatát!

A berendezés alapegysége egy kályha, melynek hőmérsékletét szabályozott módon tudjuk változtatni. A kályha egy, a belsejében elhelyezett fémtömb hőmérsékletét határozza meg.

Ez a fémtömb képezi a mintatartó közvetlen környezetét. A mintatartó a fémtömbön belül helyezkedik el, úgy, ahogyan azt az ábra mutatja. Egy-egy termoelemmel mérjük a mintatartó és a fémtömb hőmérsékletét, valamint a hőmérsékletkülönbséget a mintatartó és a fémtömb között. A kályha segítségével a tömb hőmérsékletét lineárisan változtatjuk. A termoelem referenciapontja egy elektronikusan szabályozott réztömb, melynek hőmérséklete $\pm 0,1^\circ\text{C}$ ingadozású legfeljebb. A kályha vezérlőelektronikája az előírt hőmérséklet-változást biztosítja maximális fűtési teljesítménye, illetve a rendszer automatikus hűlésének erejéig.



A mérés során törekszünk arra, hogy a minta a mintatartóval minél jobb hő kontaktusban legyen. Ennek elérése érdekében a mintát először gyorsan felfűtjük, megolvasztjuk, így a kettjük között lévő légréteg gyakorlatilag megszűnik, és csak a kettjük között lévő oxidréteg képez továbbá valamelyes hőellenállást. Az 1. felfűtés végére minimalizáltuk a hőmérséklet-különbséget, így a hűlés során a céljainknak megfelelően gyűjthetünk már adatokat. Az érdemleges felfűtési mérés ezt követi majd. Természetesen mérésünkkel nem fogunk olyan pontos eredményt kapni, mint amelyet maximálisan elérhetnénk ezzel az elrendezéssel, mert több ponton egyszerűsítettük a valóságot, ezek

- a minta és mintatartó közti hőmérséklet-különbség
- a minta homogenitása (a minta kicsi a többi eszközhöz képest, tán ez a legkisebb hiba)
- a h hőátadási tényező állandósága (gondoljunk arra, hogy a melegítés során a viszkozitás és a felületi feszültség is csökkenhetnek, h értéke pedig nő)
- a fajhő hőmérséklet- és halmazállapot függése
- egyirányú hatás, a minta nem hat vissza a fűtőtestre

A kályha hőmérséklet-változását az 1. felfűtés során úgy állítjuk be, hogy minél gyorsabban, kb. 10 K/perc sebességgel melegedjék a kályha. Hűlés során ezt 5 K/perc sebességre állítjuk, akárcsak a 2. felfűtés során. A mérés végeztével biztosítjuk a rendszer gyors hűlését. A kályha vezérlőelektronikáján beállítható a hűtés és fűtés alsó és felső korlátja. Ezt az értéket olyanra kell állítani, hogy a kályha intelligens elektronikája ne próbálja figyelembe venni ezen hőmérsékletre való simulást a teljesítmény folyamatos változtatásával.

A feszültségek alapján a berendezés számítógép segítségével kiszámítja, hogy mekkora a hőmérséklete a mérteknek: egy termoelem szolgál a mintatartó és egy a kályha hőmérsékletének mérésére, egy szolgál a fűtő elektronikájának vezérléséhez, és egy eszköz pedig kifejezetten a mintatartó-kályha hőmérsékletek-különbségét méri. Ezen adatok kerülnek rögzítésre a mérés során számítógéppel.

- Mérés a hűlés során

A részletezett technikai okok miatt az első érdemleges mérést a hűléssel kezdjük. A felfűtés során a rendszert $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ra melegítettük fel, így a felfűtés során hozzávetőlegesen kimérhető $235\text{ }^{\circ}\text{C}$ -os fázisátalakulási hőmérsékletig még van elég idő ahhoz, hogy a fűtőtest és a mintatartó hőmérsékletkülönbsége állandó legyen. Meglepetést okozhat, hogy hűlés során csak kb. $215\text{ }^{\circ}\text{C}$ -nál indul meg a fázisátalakulás. Ennek az oka az, hogy a rendszert túlhűtjük. A folyékony - szilárd fázisátalakuláskor ez könnyen előfordulhat, mert a kialakuló első kicsiny szilárd magvacskák energiája magasabb, mint a folyadéké (nagyobb a rendezettség), így csak akkor indulhat el a megszilárdulás, amíg a kicsiny magvacskák nagyobb energiáját már biztosítani tudja a rendszer a megszilárdulás hőjének felszabadulásával. (Pontosabb ismertető a Cambridge Egyetem oldalán: http://www.doitpoms.ac.uk/tlplib/solidification_alloys/undercooling.php). Vagyis hűlés során az olvadáspont nehezebben meghatározható, ezért csak az olvadáshőt mérjük meg ebben az esetben.

Vegyük a mért két hőmérséklet különbségét, majd jelöljük be az állandó hőmérsékletkülönbséget. Az ettől való eltérését integráljuk ki, melynek h szorosa a felvett hő. Ezt arányítva a tömeggel megkapjuk az egységnyi tömeggel vett olvadáshőt, melyből a minta anyagára is következtethetünk.

- Mérés a fűtés során

Miután a rendszeren elvégeztük a hűtési mérést, a rendszer hőmérsékletét messze visszük a fázisátalakulás hőmérsékletétől, időt biztosítva a stabil hőmérsékletkülönbségnek. Ezzel a mérésen pontosan meghatározhatjuk, hogy mely hőmérsékleten kezd el eltérni a mintatartó a várt hőmérsékletektől. A különbozeti függvényből integrálással megtudhatjuk, hogy mennyi hő szükséges a fázisátalakuláshoz.

Mérési eredmények, hibaszámítás

- tömegmérés, h értéke

A minta tömegét nagy pontosságú mérleggel mértük, értéke $m = (281,3 \pm 0,1)\text{ mg}$. h értékét leolvashatjuk a mellékelt¹ grafikonról. Értéke: $h = (0,645 \pm 0,005)\text{ J} / (K \cdot \text{perc})$.

- hűlés

A hűlés során mért grafikon az 1. ábrán, a hőmérséklet-különbozet a 2. ábrán látható. Utóbbin egyenes vonal jelzi az állandó hőmérséklet-különbozet szintjét. Az ettől való eltérést kiintegrálva kapjuk, hogy $F_{olv} = 25,762 K \cdot \text{perc}$, illetve az olvadék hőmérséklete hozzávetőlegesen $T_{fagy} = 227,4^{\circ}\text{C}$. Ebből az anyag által a fázisátalakulás során leadott hő $Q_{le} = 16,62\text{ J}$, vagyis az anyagra jellemző olvadáshő $L_{olv} = 59,07\text{ J} / g$.

Az olvadáshő mérési hibáját a h és m elenyésző hibáján kívül csak a hőmérsékletmérő műszer hibájából becsülhetjük meg, abból pedig csak annyit tudunk, hogy a műjég $\pm 0,1^{\circ}\text{C}$ fokon állandó csak. A legnagyobb hibát a mérés kiértékelésekor követjük el. Több illesztés során a kapott integrál értéke szórt $\pm 1 K \cdot \text{perc}$ értékben, ezek alapján $Q_{le} = (16,62 \pm 0,69)\text{ J}$ és $L_{olv} = (59,07 \pm 2,5)\text{ J} / g$.

Ennél a mérésnél az olvadáspont meghatározása igen pontatlan volt, mert a kis mintának a nagy mintatartót kellett visszamelegítenie, így a fázisátalakuláskor nem tudtam kimérni az ekkor jelen levő

állandó hőmérsékletet. Ráérzéssel is látható, hogy a leírt értékhez képest valószínűleg 1-2 fokkal magasabban van a fázisátalakulás.

- melegítés

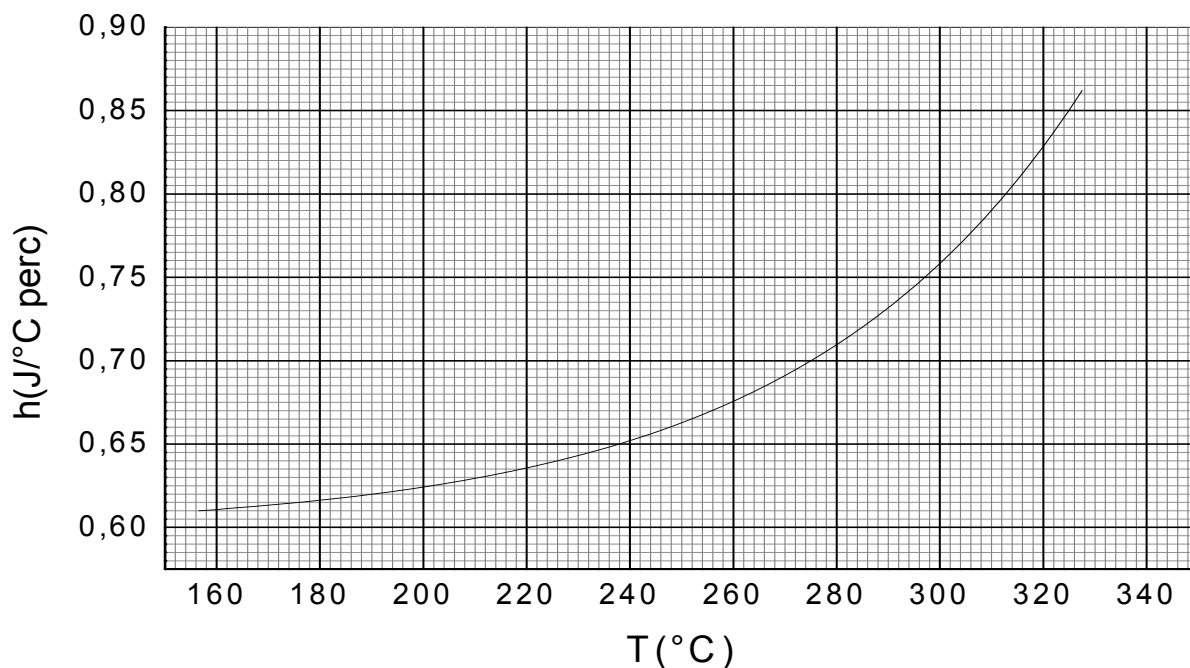
A melegítés során mért grafikon a 3. ábrán, a hőmérséklet-különbség a 4. ábrán látható. Utóbbin egyenes vonal jelzi az állandó hőmérséklet-különbség szintjét. Az ettől való eltérést kiintegrálva kapjuk, hogy $F_{olv} = -23,573 K \cdot perc$, illetve a fázisátalakulás hőmérséklete $T_{fagy} = 232,90^\circ C$. Ebből az anyag által a fázisátalakulás során leadott hő $Q_{le} = -15,20 J$, vagyis az anyagra jellemző olvadáshő $L_{olv} = 54,05 J / g$.

A hibákat hasonlóképp becsülhetjük, mint az előző esetben, így $Q_{le} = -(15,2 \pm 0,68) J$ és $L_{olv} = (54,1 \pm 2,44) J / g$.

- összesítés

A mért eredmények átlaga alapján az anyag olvadáspontja $T_{olv} = (230,15 \pm 2,75)^\circ C$, illetve a mintára jellemző olvadáshő $L_{olv} = (56,56 \pm 2,51) J / K$. Látható, hogy az átlagolandó értékek messzebb estek egymástól, mint azt ahogy a hibaszámítás engedte volna, vagyis a szisztematikus hibák nagyobbak, mint a mérési hibák. A vizsgált anyag feltehetőleg ón, a tapasztalt eltérést a valóságtól ($T_{olv} = 231,928^\circ C$, $L_{olv} = 59,2 J / g$) az okozhatja, hogy a labor mintája ónon kívül – kis mennyiségben ugyan, de – valamilyen más ötvözetet is tartalmazhatott. Ne feledjük azonban, hogy a mért eredmények hibahatáron belül visszaadják a valódi értékeket.

Melléklet



Az ábrát megtaláljuk a következő műben:

Havancsák Károly: Mérések a klasszikus fizika laboratóriumban, ELTE
Eötvös Kiadó, Budapest, 2003.