

**Fázisátalakulások vizsgálata**  
jegyzőkönyv

---



Mérést végezte:  
Koroknai Botond

Mérés időpontja:  
2023.03.22

Neptun kód:  
AT5M0G

Jegyzőkönyv leadásának időpontja:  
2023.04.04

## Tartalomjegyzék:

<b>1 A mérés célja és menete:</b>	<b>2</b>
<b>2 A mérőeszközök</b>	<b>2</b>
<b>3 Fontos összefüggések és képletek</b>	<b>2</b>
<b>4 Gyors folyamat:</b>	<b>2</b>
4.1 Felfűtés: . . . . .	2
4.1.1 Olvadáspont: . . . . .	2
4.1.2 Olvadáshő: . . . . .	3
4.2 Hűtés: . . . . .	4
4.2.1 Olvadáspont: . . . . .	4
4.2.2 Olvadáshő: . . . . .	5
<b>5 Lassú folyamat:</b>	<b>6</b>
5.1 Felfűtés: . . . . .	6
5.1.1 Olvadáspont: . . . . .	6
5.1.2 Olvadáshő: . . . . .	6
5.2 Hűtés: . . . . .	7
5.2.1 Olvadáspont: . . . . .	7
5.2.2 Olvadáshő: . . . . .	8
<b>6 Mérési adatok:</b>	<b>9</b>
<b>7 Összehasonlítás:</b>	<b>9</b>
<b>8 Diskusszió:</b>	<b>10</b>

# 1 A mérés célja és menete:

A mérés célja egy minta hőmérséklet változásának hatására bekövetkező fázisátalakulás jellemzőinek vizsgálata. Fázisátalakulásnak azt a jelenséget nevezzük, mikor az anyag egy bizonyos hőmérsékletet elérve hirtelen szerkezeti változáson megy keresztül. A mérést egy DTA (*Differential Thermal Analysis*) - berendezéssel végezzük, melybe a mintát belehelyezve több különböző program lefuttatása mellett mérjük a minta hőmérsékletét, és a fázisátalakulások jellemzőit.

## 2 A mérőeszközök

- Ólom minta:  $1.4499 \text{ g} \pm 0.00005 \text{ g}$
- Digitális mérleg
- DTA - berendezés
- Számítógépes mérő- és kiértékelő program.

## 3 Fontos összefüggések és képletek

Az egyes testek közötti hőátadást a Newton-féle lehűlési törvénnyel írhatjuk le:

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

Ahol  $Q$  az időegység alatt a környezetnek átadott hő,  $h$  a hőátadási tényező,  $T$  a test és  $T_k$  a környezet hőmérséklete.

A mérés során a környezet hőmérsékletét egy kezdeti  $T_0$  hőmérsékletről  $\alpha$  sebességgel növeljük lineárisan:

$$T_k(t) = T_0 + \alpha t \quad (2)$$

Ha a mért  $\Delta T(t)$  görbére megfelelően behúzzunk egy alapvonalat, ami illeszkedik az olvadás előtti és utáni szakaszokra, akkor a különbséget integrálva az olvadáshővel arányos mennyiséget kapunk.

$$Q = h \int_{t_1}^{t_2} \delta \Delta T dt = hF \quad (3)$$

Ahol  $F$  a bezárt terület, tehát az integrál értéke.

A fázisátalakulási fajlagos hőket az alábbi kifejezés adja:

$$q = \frac{Q}{m} = \frac{hF}{m}$$

ahol  $m$  a minta tömegét jelenti.

## 4 Gyors folyamat:

### 4.1 Felfűtés:

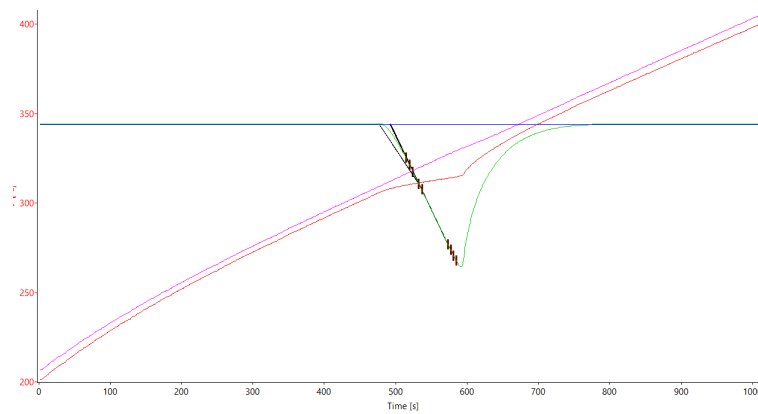
#### 4.1.1 Olvadáspont:

Az olvadáspont meghatározását a DTAeval program segítségével végeztem.

A kiértékelés során első lépésként elvégeztem az olvadás előtti szakszra való illesztést, az alapvonal meghatározását, majd a "Difference" funkció segítségével levontam az alapvonalat és leosztottam a minta tömegével is.

Végül az "Onset/Melt" gomb benyomásával a  $\delta \Delta T$  görbe megfelelő szakaszára illesztve meghatároztam a minta olvadáspontját.

A pontosabb kiértékelés érdekében egy adott folyamatra többször is illesztettem.



1. ábra: Illesztések az olvadásra

Az illesztésekből kapott értékek:

	$T_{olvadas} [^{\circ}C]$
1. illesztés	308.13
2. illesztés	308.06
3. illesztés	308.06
4. illesztés	308.15

Az adatok alapján az olvadáspont:

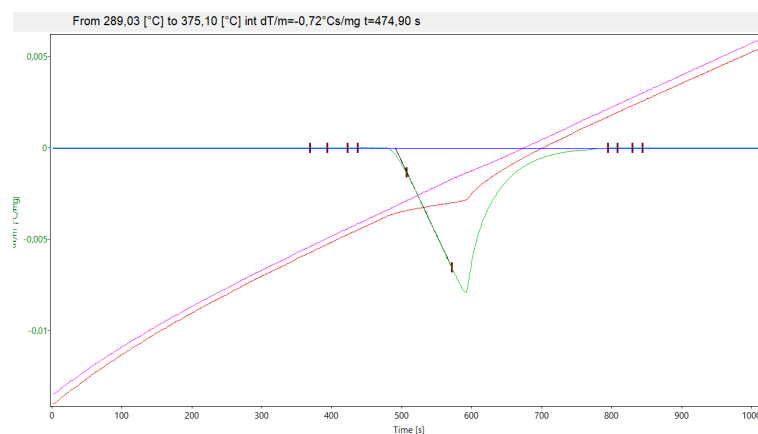
$$T_{olvadas} = 308.10 \pm 0.02 \text{ } ^{\circ}C$$

A hibát az átlag empirikus szórás képletével határoztam meg:

$$S_y = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (y_i - \bar{y})^2}{n(n-1)}} \quad (4)$$

#### 4.1.2 Olvadáshő:

Az integrálás értékét az "Area" gomb lenyomását, valamint az intervallum kiválasztását követően kaptam meg.

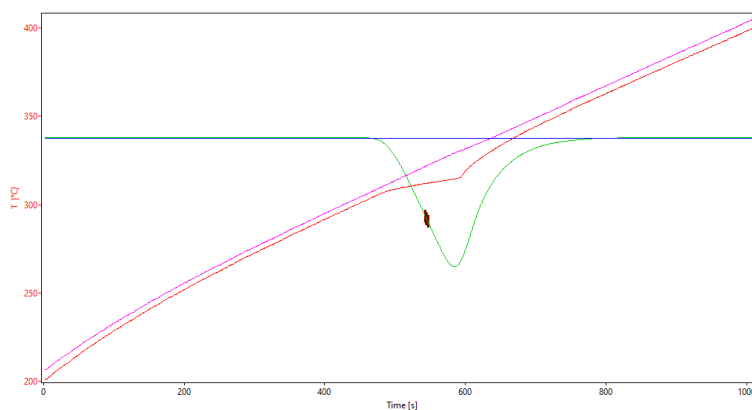


2. ábra: integrálás az olvadás folyamatára

Az integrálás eredménye így:

$$F = -0.72 \frac{^{\circ}C \cdot s}{mg} = -1043.928 \pm 10.252 \text{ } ^{\circ}C \cdot s$$

Az átalakulás kezdőpontja és végpontja között meghatároztam a hőmérséklet átlagát a *"Temp"* funkció segítségével, és ezen hőmérsékletre tartozó  $h$  értékét a labroban hatálható  $h(T)$  függvényről leolvastam. A pontosság kedvéért, itt is több ponton mintavételeztem.



3. ábra: átlag hőmérsékletek

	$T_h [^{\circ}C]$
1. érték	312.24
2. érték	311.98
3. érték	312.12
4. érték	312.09

$T_h$  értéke, így:

$$T_h = 312.11 \pm 0.05^{\circ}C$$

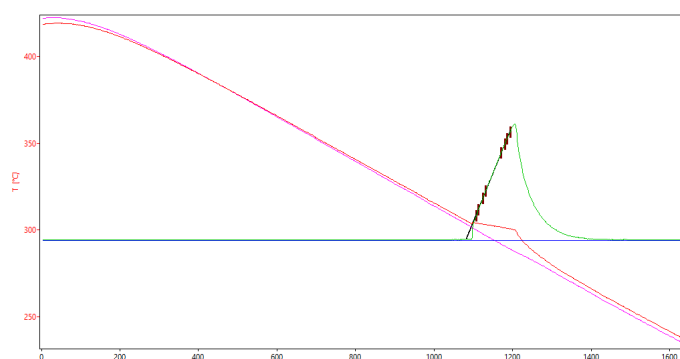
ahol a hiba az átlagos empirikus szórás.

A laborban lévő grafikonról leolvastva  $h$  értéke így:  $h = 1.625 \pm 0.0025 \frac{J}{^{\circ}.min}$

## 4.2 Hűtés:

### 4.2.1 Olvadáspont:

Megismételtem a felfűtés kiértékelése során végzett lépéseket:



4. ábra: Illesztések a dermedésre

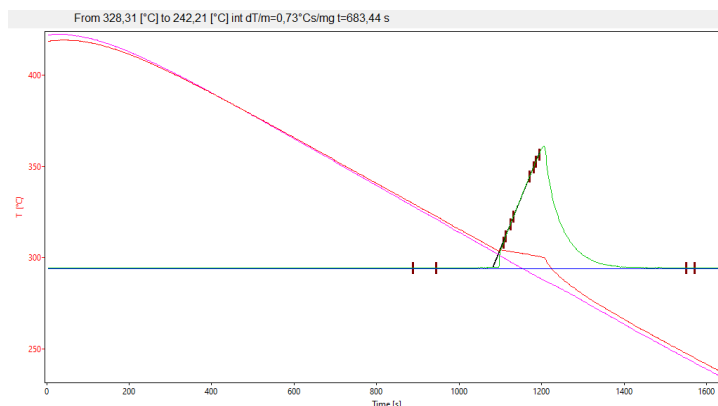
	$T_{olvadas} [^{\circ}C]$
1. illesztés	305.27
2. illesztés	305.27
3. illesztés	305.41
4. illesztés	305.50

Vettem az illesztések átlagát és a korábban használt (4) alapján az olvadáspont és hibája:

$$T_{olvadas} = 305.36 \pm 0.06 \text{ } ^\circ\text{C}$$

#### 4.2.2 Olvadáshő:

Elvégeztem a fázisátalakulás görbéjének integrálását:



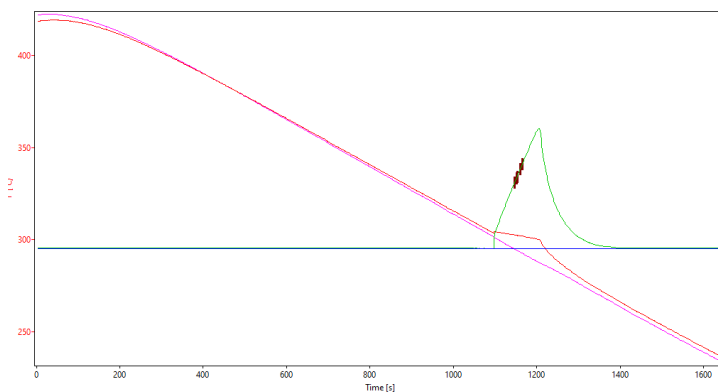
5. ábra integrálás a dermedés folyamatára

Eredményül F-re:

$$F = 1058.427 \pm 10.252 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}$$

kaptam.

F hibájának mindkét esetben az egy méréshez tartozó fűtési/hűtési folyamat integrálásának szórását vettem. Ezt követően megkeresetem az átalakulás átlaghőmérsékletét:



6. ábra: átlaghőmérsékletek

	$T_h [^\circ\text{C}]$
1. érték	302.37
2. érték	302.40
3. érték	302.39
4. érték	302.30

$T_h$  értéke, így:

$$T_h = 302.36 \pm 0.02 \text{ } ^\circ\text{C}$$

ahol a hiba a (4) alapján kapható meg.

A laborban lévő grafikonról leolvasva h értéke így:  $h = 1.55 \pm 0.0025 \frac{\text{J}}{\text{g} \cdot \text{min}}$

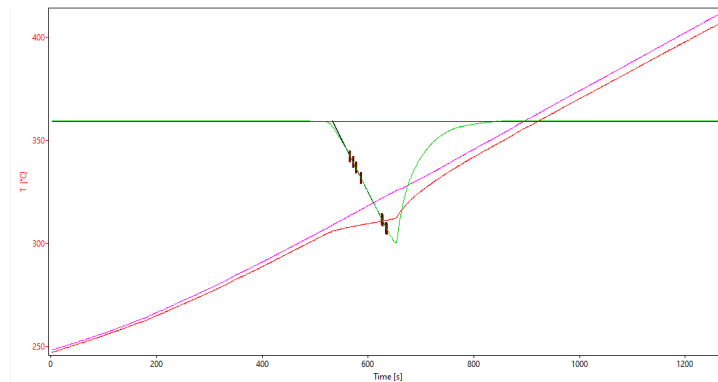
## 5 Lassú folyamat:

Megismételetem az előző mérést, csak a minta fűtése és hűtése lassabra lett véve.

### 5.1 Felfűtés:

#### 5.1.1 Olvadáspont:

Az illesztések, és eredményeik:



7. ábra: illesztések az olvadásra

	$T_{olvadas} [^{\circ}C]$
1. illesztés	305.91
2. illesztés	305.92
3. illesztés	305.90
4. illesztés	305.90

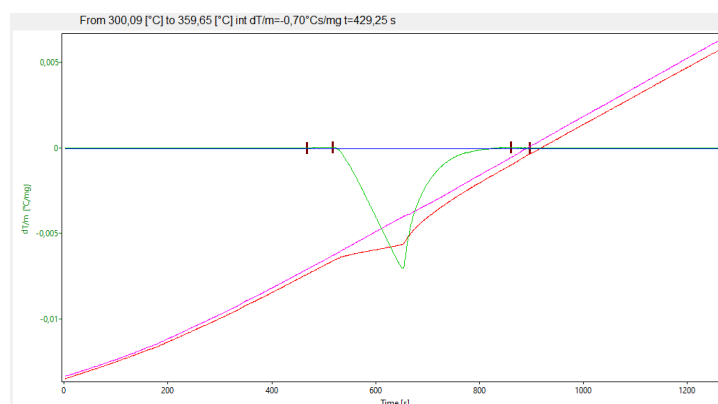
Az adatok alapján az olvadáspont:

$$T_{olvadas} = 305.908 \pm 0.004 \text{ } ^{\circ}C$$

Melynek hibája szintén a (4)-as képlet alapján adható meg.

#### 5.1.2 Olvadáshő:

Ezt követően elvégeztem az integrálást:

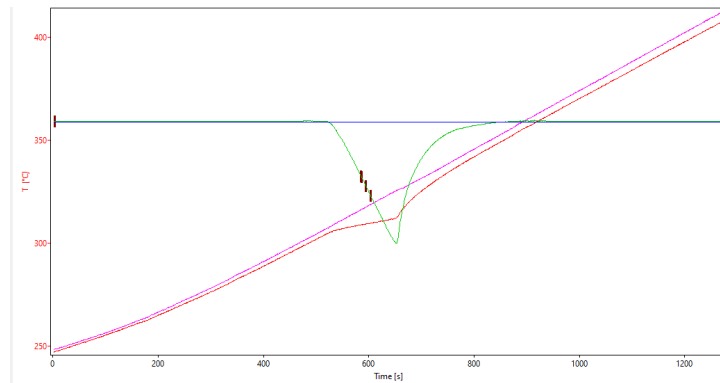


8. ábra: integrálás az olvadás folyamatára

Így F értéke:

$$F = -1014.93 \pm 30.76 \text{ } ^{\circ}C \cdot s$$

Ezt követte a folyamat átlaghőmérsékletének meghatározása:



9. ábra: átlaghőmérsékletek

	$T_h [^{\circ}C]$
1. érték	309.85
2. érték	309.93
3. érték	309.89
4. érték	309.90

Melynek átlaga:

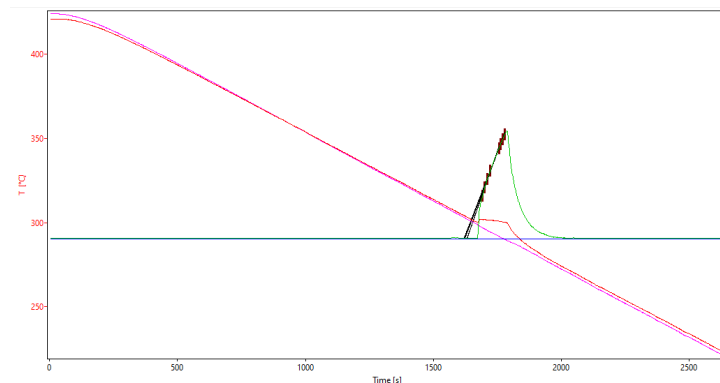
$$T_h = 309.89 \pm 0.02^{\circ}C$$

A grafikonról leolvasva h értéke:  $h = 1.60 \pm 0.0025 \frac{J}{^{\circ}\cdot min}$

## 5.2 Hűtés:

### 5.2.1 Olvadáspont:

Megint az olvadáspont meghatározásával kezdtem:



10. ábra: illesztések a dermedésre

	$T_{olvadas} [^{\circ}C]$
1. illesztés	303.81
2. illesztés	303.96
3. illesztés	304.12
4. illesztés	303.75

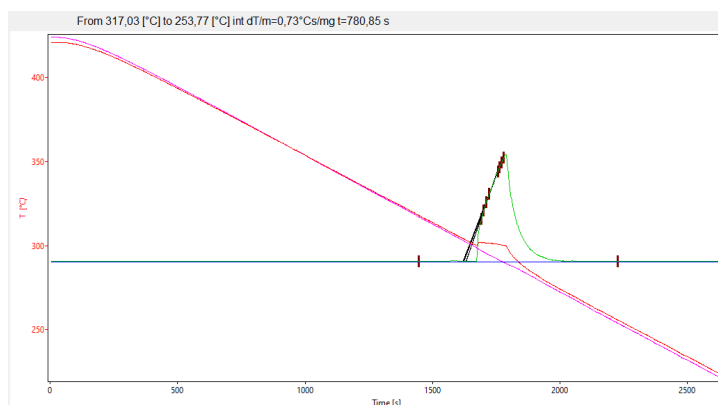
Az illesztések átlaga és hibája:

$$T_{olvadas} = 303.91 \pm 0.08^{\circ}C$$



### 5.2.2 Olvadáshő:

Az integrálás eredménye:

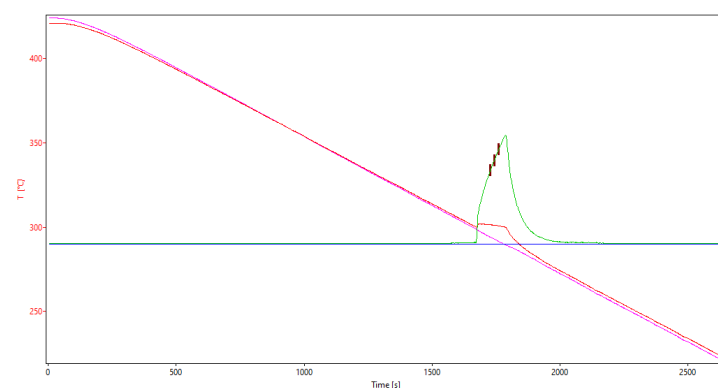


11. ábra: integrálás a dermedés folyamatra

Ebből adódóan F értéke:

$$F = 1058.43 \pm 30.76 \text{ } ^\circ\text{C} \cdot \text{s}$$

Majd folytattam az átlaghőmérséklet megkeresésével:



12. ábra: átlaghőmérsékletek

	$T_h [^\circ\text{C}]$
1. érték	301.15
2. érték	301.13
3. érték	300.81
4. érték	301.33

$T_h$  értéke :

$$T_h = 301.10 \pm 0.10^\circ\text{C}$$

Az ábráról h értékre így:

$$h = 1.55 \pm 0.0025 \frac{\text{J}}{^\circ\text{C} \cdot \text{min}}$$

## 6 Mérési adatok:

	$T_{olvadas} [^{\circ}C]$	$T_h [^{\circ}C]$	$h [\frac{J}{^{\circ}C \cdot min}]$	$F [^{\circ}C] \cdot s$	$Q [J]$
gyors fűtés	$308.10 \pm 0.02$	$312.11 \pm 0.05$	$1.625 \pm 0.0025$	$-1043.928 \pm 10.252$	$28.27 \pm 0.37$
gyors hűtés	$305.36 \pm 0.06$	$302.36 \pm 0.02$	$1.55 \pm 0.0025$	$1058.427 \pm 10.252$	$27.34 \pm 0.31$
lassú fűtés	$305.908 \pm 0.004$	$309.89 \pm 0.02$	$1.60 \pm 0.0025$	$-1014.93 \pm 30.76$	$27.06 \pm 0.87$
lassú hűtés	$303.91 \pm 0.08$	$301.10 \pm 0.10$	$1.55 \pm 0.0025$	$1058.43 \pm 30.76$	$27.34 \pm 0.85$

Q-t az m tömeggel leosztva megkaphatjuk a fázisátalakulási fajlagos hőket.

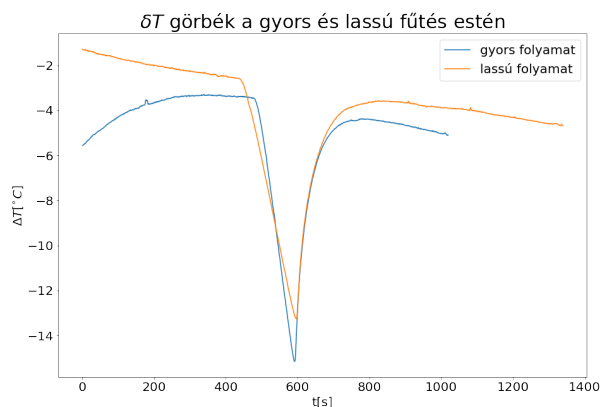
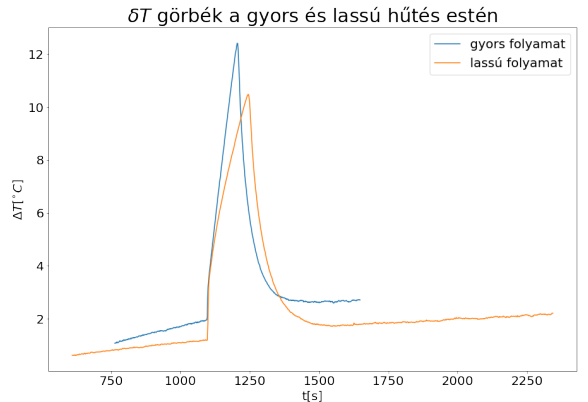
	$q [\frac{J}{g}]$
gyors fűtés	$19.49 \pm 0.22$
gyors hűtés	$18.86 \pm 0.21$
lassú fűtés	$18.66 \pm 0.60$
lassú hűtés	$18.86 \pm 0.59$

Q és q hibáját a következő képletekkel számoltam:

$$\Delta Q = Q \left( \left( \frac{\Delta h}{h} \right) + \left( \frac{\Delta F}{F} \right) \right)$$

$$\Delta q = q \left( \left( \frac{\Delta h}{h} \right) + \left( \frac{\Delta F}{F} \right) + \left( \frac{\Delta m}{m} \right) \right)$$

## 7 Összehasonlítás:



Sajnos nem tudtam tökéletesen összeilleszteni a két folyamatot, de még így is kivehető, hogy a nagyobb sebességű folyamatok jóval élesebbek mint a lassúak.

## 8 Diszkusszió:

A mérést egész pontosnak mondhatom, nagyságrendileg megkaptam az ólom  $23.16 \frac{J}{g}$ -os fázisátalakulási fajlagos hőjét. A legpontosabb eredményt a gyors felfűtés folyamata adta 15.6%-os eltéréssel, míg a legpontatlanabbat a lassú fűtés 19.4%-os különbséggel, viszont a különböző folyamatok kiértékelése során közel egyező értékeket kaptam, így az irodalmi értéktől való eltérést döntőrészt a mérőberendezések hibái, de természetesen a leolvasási és kiértékelési pontatlanságok okozták