

# Slutrapport Termodynamik TIF091/096 –

Studie av olika typer av fasövergångar och vad kan de lära oss  
om ett ämne

Linus Brink

mail: brinkl@student.chalmers.se

Oscar Stommendal

mail: oscarsto@student.chalmers.se

2023-03-05

## Sammandrag

Denna studie syftade dels till att ta reda på temperaturen för glasövergången för polyetylenoxid (PEO) och dels undersöka den mer kända, och för jorden viktiga, avdunstningen. Metoden som användes för att ta reda på glasövergångstemperaturen var differentiell svepkalorimetri (DSC), vilket går ut på att mäta värmeflödet som funktion av temperaturen för ett prov med ämnet i fråga och ett tomt prov som referens. Resultatet från mätningarna gav övergångstemperaturen  $-33,1 \pm 2,1^\circ\text{C}$ . Detta skiljer sig från tidigare studier, vilket kan bero på flera faktorer, exempelvis att temperaturen för övergången kan variera beroende på hur snabbt provet värmes eller kyls. Avdunstning undersöktes genom att jämföra hur olika saltlösningar innehållande natriumsulfat och natriumacetat, och avjoniserat vatten avdunstade under tid. Geometriska faktorer, energitillförsel och antalet saltmolekyler hölls så konstanta som utrustningen tillät. Det avjoniserade vattnet avdunstade snabbast följt av natriumsulfat, vilket resulterade i slutsatsen att mer energi krävs för att bryta bindningarna mellan saltjonerna och vattenmolekylerna i lösningen med natriumacetat.

*Nyckelord:* *Differentiell svepkalorimetri, glasövergång, fasövergång, avdunstning, natriumsulfat, natriumacetat.*

Civilingenjörsprogrammet i Teknisk fysik  
Chalmers tekniska högskola  
412 96 Göteborg, Sverige

# Innehåll

<b>1 Inledning</b>	<b>1</b>
<b>2 Teori</b>	<b>1</b>
2.1 Fas- och glasövergångar . . . . .	1
2.1.1 Avdunstning . . . . .	2
2.2 Differentiell svepkalorimetri (DSC) . . . . .	2
<b>3 Metod och försöksuppställning</b>	<b>3</b>
3.1 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid . . . . .	3
3.2 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar . . . . .	4
<b>4 Resultat</b>	<b>5</b>
4.1 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid . . . . .	5
4.2 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar . . . . .	6
<b>5 Diskussion</b>	<b>7</b>
5.1 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid . . . . .	7
5.2 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar . . . . .	9
<b>6 Slutsatser</b>	<b>10</b>
<b>Referenser</b>	<b>10</b>
<b>A Övriga Resultat</b>	<b>12</b>
A.1 Kalibrering av DSC-instrumentet . . . . .	12
A.2 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid . . . . .	13
A.3 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar . . . . .	15
<b>B Övriga figurer</b>	<b>16</b>
<b>C Python-kod</b>	<b>16</b>
<b>D Labblogg</b>	<b>21</b>

# 1 Inledning

När det fysikaliska begreppet fasomvandling berörs tänker de flesta på ett ämnes förvandling mellan de tre aggregationstillstånden; gasform, vätskeform samt fast form. Vad som ofta hamnar under bordet är dock andra typer av ett ämnes fysikaliska omvandlingar. Denna studie ska bland annat kretsa kring en fasövergång som inte alltför ofta kommer på tal, nämligen glasövergången. Men också en mer allmän och för oss på jorden mycket viktig fasövergång kommer behandlas, nämligen avdunstning.

Glasövergången hos ett ämne (ofta plast eller glas) kännetecknas av att materialet övergår från att vara svårböjligt och hårt till att bli mer gummiaktigt, med andra ord minskar styv- och hårdheten märkbart [1]. Detta beror kortfattat på att kedjemolekylerna i ämnet börjar röra sig vid glasövergångstemperaturen  $T_g$ . Ett ämnes glasövergång är en viktig egenskap att känna till då vissa material passar som styva och hårda och andra som mer gummilika, beroende på användningsområde.

Denna studie ämnar dels till att bestämma glasövergångstemperaturen  $T_g$  för polyetylenoxid,  $C_{2n}H_{4n+2}O_{n+1}$  (PEO). Detta genomfördes med hjälp av differentiell svepkalorimetri (differential scanning calorimetry, DSC), vilket är en beprövad metod för sådana mätningar. Dessutom studeras avdunstning med hjälp av olika vattenlösningar, under samma värmeförförslag och geometriskt samt kemiskt förhållande.

# 2 Teori

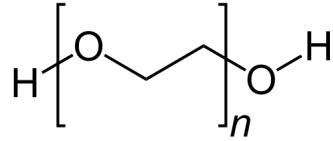
I detta avsnitt förklaras nödvändig teori för att följa rapporten som läsare. Det kommer att handla om funktionen bakom differentiell svepkalorimetri (DSC) vilket användes i experimentet, men det läggs också en grund gällande fas- och glasövergångar.

## 2.1 Fas- och glasövergångar

Fysikaliska fasövergångar och deras egenskaper spelar en central roll inom denna studie – speciellt den något bortsedda glasövergången (som dock inte definieras som en fasövergång). Vardagligt brukar man tala om de tre olika tillstånden gas, vätska och fast hos ett ämne, där en fasövergång definieras som övergången från ett av dessa (aggregations-tillstånd) till ett annat. Mer generellt är dessa tillstånd mer invecklade, men man kan säga att de olika faserna är resultat av att ämnets molekyler organiseras sig på olika sätt [2]. För just glasövergången gäller, som inledningen nämnde, att molekylerna i ett ämne vid en viss temperatur ( $T_g$ , glasövergångstemperaturen) lämnar sina fasta positioner och börjar röra sig.

Ämnena i fråga är ofta polymerer, vilket innebär att de byggs upp av kedjeformade molekyler (som i sin tur byggs upp av mindre molekyler) [3]. Se figur 1 nedan, där strukturformeln för polyetylenoxid, som undersöks i denna studie, visas. Här kan kolkedjan (inom hakparentesen) i teorin göras hur lång som helst, vilket index  $n$  påvisar. När dessa börjar röra sig blir ämnet mindre styvt och hårt (om vi antar att vi går mot smältpunkten i temperatur), vilket gör att det får gummilika egenskaper. Då ämnet fortfarande är i fast form innebär detta så klart att smältpunkten ligger över glasövergångstemperaturen, vilket är viktigt när  $T_g$  ska bestämmas.

Detta är dock inget som gäller generellt, då alla polymerer inte har en definierad smältpunkt. Det handlar om att en polymer oftast innehåller en amorf, okristallin del och en kristallin del. Vid en glasövergång är det den amorfa delen som genomgår förändringen, medan det vid en smältpunkt är den kristallina delen som smälter. Beroende på förhållandet amorf/kristallin del i ett ämne är dessa övergångar mer eller mindre tydliga [4].



Figur 1: Strukturformel för polyetylenoxid, för vilket  $T_g$  ska bestämmas. Notera att kedjan med index  $n$  kan göras i teorin hur lång som helst. Figur från [5].

### 2.1.1 Avdunstning

Avdunstning är ett ytfenomen och sker då molekyler vid ytan av vätskan absorberar tillräckligt mycket energi för att överkomma trycket från den omgivande gasen [6]. Vad gäller vattenlösningar måste även energin för yt molekylerna överstiga bindningsenergin mellan vattnet och det lösta ämnet. Beroende på lösningen är bindningen olika stark, vilket påverkar mängden energi som krävs. För en vattenlösning tar även det lösta ämnet upp plats vid ytan av lösningen, vilket gör att färre vattenmolekyler kan avdunsta. Olika vattenlösningar kommer alltså, beroende på bland annat bindningsstyrkan och mängden av det lösta ämnet, avdunsta olika mycket under samma tid vid samma temperatur. Andra parametrar som påverkar avdunstningstakten är arean på ytan från vilken lösningen avdunstar och luftfuktigheten [6]. Avdunstning spelar också en mycket väsentlig roll i jordens vattenkretslopp, då det från havsytan avdunstar vatten vilket ger upphov till moln, som återför vattnet till havet då det regnar. Således kan sägas att avdunstning spelar en livsviktig form för liv på jorden.

## 2.2 Differentiell svepkalorimetri (DSC)

Som inledningen skvallrade om användes differentiell svepkalorimetri (DSC) för att bestämma glasövergångstemperaturen hos polyetylenoxid. DSC är en väl beprövad metod som kortfattat innebär att två prover, en referens och ett ämne som ska undersökas undergår samma temperaturprogram [7]. Under temperaturprogrammet mäts och plottas den relativna skillnaden i värmeflöde mellan ämnet och referensen. Detta ger en graf ur vilken olika processer hos provet som ska undersökas kan urskiljas [7].

Grundläggande processer såsom exoterma respektive endoterma reaktioner hos provet kan enkelt ses som toppar och dalar i grafen [7]. Det här förstår intuitivt då en exoterm reaktion hos ämnet ger en minskning i värmeflödet (värme lämnar provet), medan en endoterm reaktion står för en ökning för detta. Hur värmeflödets riktning definieras beror på vilket instrument som används. I denna studie definieras dock värmeflödet som positivt om det lämnar provet (exoterm process). Detta gör att det är möjligt att identifiera temperaturen för olika fasövergångar, som exempelvis en glasövergång genom att studera grafen vid DSC. Glasövergångar, vilka är endoterma reaktioner (värme upptas), ses som en liten avvikelse från baslinjen som bildas då värmen som krävs för glasövergången upptas av ämnet [7].

### 3 Metod och försöksuppställning

Med hjälp av text och bild beskrivs i detta avsnitt metoderna och försöksuppställningarna vilka användes för att bestämma  $T_g$  hos polyetylenoxid och studera avdunstningen hos olika vattenlösningar.

#### 3.1 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid

Glasövergångstemperaturen för polyetylenoxid bestämdes genom differentiell svepkaliorimetri (DSC). Instrumentet som användes var av märke TA Instruments (modell Q20), se figur 2 nedan. Vidare användes också provkoppar i aluminium (se appendix B, figur 13) speciellt framtagna för DSC-analyser och en våg (märke/modell hittades inte) med noggrannhet på  $10^{-7}$  kg för att förbereda prov.



Figur 2: DSC-instrumentet som användes för att bestämma glasövergångstemperaturen  $T_g$  för PEO. För att lägga provet och referensen till rätta öppnas det stora locket (1) och ytterligare två mindre lock. De båda proverna läggs sedan på plats A och B. Notera också slangen för kylningen (2), som förser instrumentet med kyla i form av flytande kväve.

Proven förbereddes på så sätt att koppen med lock först vägdes tomt. Provkoppen användes sedan med hjälp av pincett som en skopa, för att få upp rimlig mängd PEO i koppen. Sedan antecknades vikten på koppen för att få en antydan på mängden PEO i provet (för att inte råka ta mer än nödvändigt). Efter detta användes en press som hörde till DSC-utrustningen (märke/modell hittades inte) för att pressa ihop koppen när locket hade fästs på toppen av denna. Provet vägdes sedan igen för att få den exakta mängden PEO i provet. Denna procedur genomfördes då en del PEO läckte ut i stegen mellan upptagning och att aluminiumbehållaren pressades samman. I samtliga försök användes 10 – 20 mg PEO (se resultaten 4.1 för exakta värden). Se figur 13 i appendix B för en bild på hur proven såg ut då de var redo för mätning. Som visas i figur 2 ovan öppnades sedan det stora locket (1), varpå de små locken under också flyttades för att lägga proven till rätta. Referensprovet, vilket bestod av en tom ihoppressad aluminiumkopp, lades på plats A i figuren ovan. Provet som skulle undersökas lades på plats B (detta är dock av mindre betydelse resultatmässigt).

Innan mätning på PEO kunde göras behövde instrumentet kalibreras. För detta användes grundämnet indium, vars prov förbereddes på samma sätt som ovan. Tre olika kaliberingar utfördes, baslinje, cell-constant och temperatur, vars resulterande grafer hittas i appendix A.1. Programmen för dessa cykler var inbyggda i DSC-instrumentet och används för att erhålla idealna mätningar. När kalibreringen var genomförd gjordes ett antal mätningar på PEO, där massan av provet varierades mellan 10 – 20 mg då detta var rekommenderat av [7]. DSC-instrumentet kom med ett datorprogram där olika cykler kunde byggas upp. Exempel på funktioner som kunde användas i en cykel är ”ramp”, ”isothermal” och ”initial temperature”.

Från [7] användes som grund en rekommenderad metod som kortfattat innebar att först hålla provet vid konstant temperatur i 5 – 10 min omkring 15 – 30 °C ovanför  $T_g$ , vilket gjordes vid rumstemperatur ( $T_g$  antogs innan påbörjade mätningar ligga mellan –67 °C och –27 °C). Detta gjordes för att skapa termisk jämvikt och radera provets ”termiska minne” (t.ex. att en del av provet fortfarande befinner sig i en övergångsfas). Sedan kyldes provet till –80 °C för att täcka hela det möjliga området (instrumentet hade även svårt att kyla ned provet till under –80 °C). Uppvärmningen av provet gjordes, efter diskussion med handledaren, med hastigheten  $1\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ . [7] rekommenderade en hastighet på  $10 - 20\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , men beskrev samtidigt hur detta kan ge relativt stora fel (3 – 10 °C). Sammantaget kunde ett program för detta se ut som följer: Initial temperature –80 °C → Isothermal 5 min → ramp  $1\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$  till 0 °C.

Även mätningar med snabbare värmning och kyllning genomfördes med bra resultat. Dessa mätningar hade samma program som ovan av orsaker nämnda (förutom att isoterm var vid 0 °C istället för –80 °C), men med en ramp-funktion som istället hade hastighet  $60\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ . För alla mätningar med resultat gällde att datan och en bild av grafen sparades för analys. När tillräckligt många mätningar (4 i detta fall) visade tecken på en glasövergång i ett litet intervall samlades datan och ett medelvärde på glasövergångstemperaturen  $T_g$  beräknades och en feluppskattning (variationsbredden) angavs.

### 3.2 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar

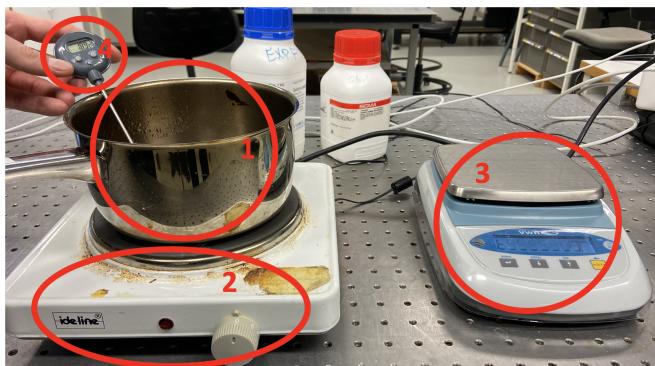
För att studera hur olika typer av vattenlösningar avdunstar löstes två olika salter i en gryta med 500 g destillerat vatten (då vanligt kranvatten innehåller lite salt naturligt). De salter som användes var natriumsulfat ( $\text{Na}_2(\text{SO}_4)$ ) och natriumacetat ( $\text{NaCH}_3\text{OO}$ ). För en så bra jämförelse mellan lösningarna som möjligt löstes så lika antal molekyler,  $N$ , i varje delförsök som möjligt. Detta genomfördes genom att använda att

$$n = \frac{m}{M} \iff \left[ n = \frac{N}{N_A} \right] \iff N = N_A \cdot \frac{m}{M}, \quad (1)$$

där  $n$  är substansmängden,  $m$  massan,  $M$  molmassan och  $N_A$  Avogadros tal. Genom att hitta en lämplig vikt  $m$  genom att studera lösligheten i vatten för varje salt kunde  $N$  fixeras. Mängden salt vägdes på en våg av mycket god noggrannhet ( $10^{-7}$  kg, märke Ohaus), då en relativt liten (1 mg) skillnad på korrekt  $m$  på salterna ger en stor skillnad på antal molekyler ( $\approx 10^{18}$  stycken), se diskussionsavsnittet. Detta gjordes för att få en så jämförbar situation som möjligt. Om  $N$  var olika för lösningarna skulle den med fler molekyler med större sannolikhet ha fler molekyler vid ytan vilket gör att avdunstingen minskar, vilket teorin förklarade tidigare.

När saltet lösts i vattnet ställdes grytan på en värmeplatta (modell Ideline, 2000 W), se figur 3 nedan. Sedan gjordes två typer av mätningar. I försök 1 togs mätpunkter som (tid, temperatur, vikt) med mellanrum på 2,5 min upp till 30 min efter att plattan varit på maxinställning under de första 5 minuterna (plattan sänktes sedan till nivå 3). I försök 2 togs samma mätpunkter, men med 6 minuters mellanrum efter att plattan varit på maxinställningen i 6 minuter (här sänktes plattan också till nivå 3). I försök två studerades även avdunstningen från en lösning med enbart destillerat vatten (500 mg), för en bättre jämförelse med teorin, se diskussionsavsnittet. Lösningarna vägdes på en våg (nollställd för grytan) av märke VWR (noggrannhet 1 mg) och temperaturen mättes med en vanlig termometer ( $30 - 110^\circ\text{C}$ ). Daten samlades sedan i python, där en regressionsanalys gjordes för punkterna där temperaturen hade stabilisering.

För att göra en feluppskattning av avdunstningstakten, vilken erhölls som lutningen på regressionslinjen, gjordes en uppskattning om felsmarginalen på tiden (felet på massan var känd som vågens felsmarginal), se resultatdelen 4.2 och diskussionsavsnittet 5.2. Sedan gjordes en **for-loop** i python, där det för varje iteration lades till ett slumpmässigt värde inom felsmarginalen för  $x$ - (tid) och  $y$ -värdet (massa), innan en regressionsanalys av värdena genomfördes. Värdena på  $k$  (lutning) och  $M$  (skärning med  $y$ -axeln) samlades för varje iteration i en lista. Efter loopen beräknades sedan standardavvikelsen på dessa värden, vilket användes som felsmarginalen, se appendix, avsnitt C för koden som användes.



Figur 3: Uppställningen som användes för att studera avdunstningen från olika vattenlösningar. Grytan med lösningen (1) värmdes med en värmeplatta (2). Mätvärdena togs efter specifika tidpunkter med hjälp av en vanlig våg (3) och en termometer (4).

## 4 Resultat

I detta avsnitt presenteras resultaten för de två olika delarna i studien i form av text, tabeller och figurer med korta kommentarer.

### 4.1 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid

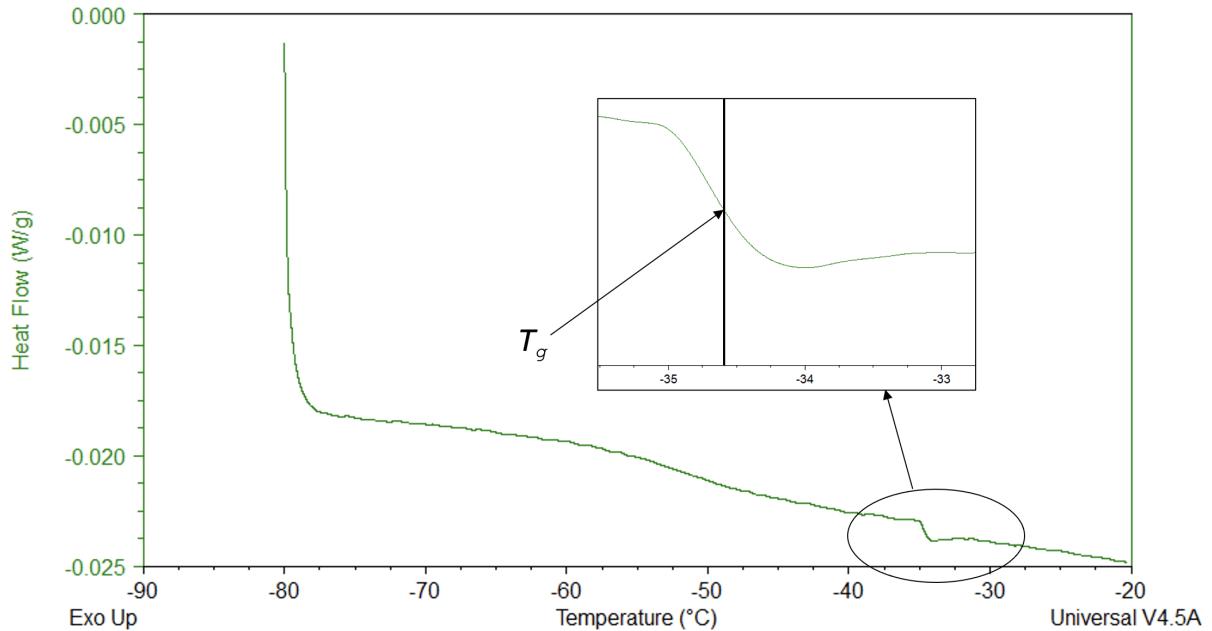
I tabell 1 nedan visas resultaten som erhölls för glasövergångstemperaturen hos PEO samt en kortfattad metod för varje försök. Fyra mätningar erhöll tydliga tecken på glasövergång, vars slutgiltiga värde bestämdes till  $-33,1^\circ\text{C} \pm 2,1^\circ\text{C}$ , där felsmarginalen ges av variationsbredden på mätvärdena. Figur 4 visar en av mätningarna, där glasövergången tydligt kan urskiljas som avvikelsen från baslinjen – de övriga mätningarnas grafer finns att tillgå i appendix A.2.

Tabell 1: Tabellen beskriver en kortfattad metod, massan för proverna och den uppmätta temperaturen för glasövergången, för de fyra mätningarna som gav resultat på PEO. Medelvärdet på dessa är det slutgiltiga värdet på  $T_g$ , där felsmarginalen är variationsbredden på mätvärdena.

(Kortfattad) metod	$m_{\text{PEO}}$ (mg)	Uppmätt $T_g$
Nedkyllning $60 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , isoterm 5 min @ $-80 \text{ }^{\circ}\text{C}$	18,0	$-35,6 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Nedkyllning $60 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , isoterm 5 min @ $0 \text{ }^{\circ}\text{C}$	18,0	$-30,7 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Uppvärmning $1 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , isoterm 5 min @ $-80 \text{ }^{\circ}\text{C}$	19,8	$-34,6 \text{ }^{\circ}\text{C}$
Uppvärmning $1 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , isoterm 5 min @ $-80 \text{ }^{\circ}\text{C}$	10,3	$-31,4 \text{ }^{\circ}\text{C}$
<b>Medelvärde</b>	—	$-33,1 \pm 2,1 \text{ }^{\circ}\text{C}$

Sample: PEO

DSC File: C:\Users\oscarsto\Desktop\Data.118



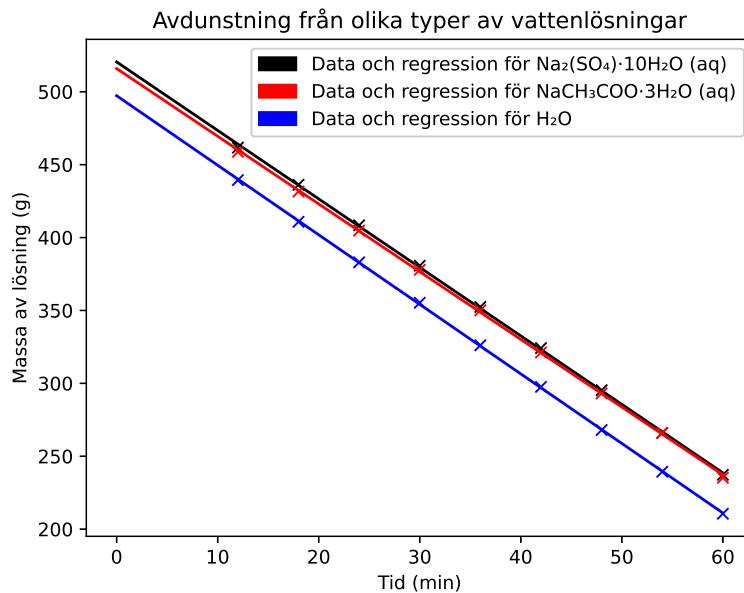
Figur 4: Grafen efter en av DSC-mätningarna på PEO, i detta fall en långsam ( $1 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$ ) värmning från  $-80 \text{ }^{\circ}\text{C}$  (den första av dessa, se tabell 1). Notera speciellt glasövergången, som karaktäriseras av en avvikelse från baslinjen vid  $\approx -35 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Notera också en mer långsam avvikelse från baslinjen mellan  $\approx -60 \text{ }^{\circ}\text{C}$  och  $-45 \text{ }^{\circ}\text{C}$ . Detta diskuteras mer i avsnitt 5.1.

## 4.2 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar

Två olika delförsök gjordes, det första med bara de två saltlösningarna, medan det andra delförsöket även innehöll ett försök med destillerat vatten. I tabell 2 nedan visas avdunstningstakten i alla försök tillsammans med medeltemperaturen under dessa. Felsmarginalen bestämdes som metoden förklarade med hjälp av ett program i python och motsvarar en standardavvikelse. Figur 5 visar de räta linjerna från det andra delförsöket – motsvarande figur för delförsök 1 hittas i appendix A.3, figur 12.

Tabell 2: Tabellen visar medeltemperaturen då denna hade stabiliserats under värmningen, samt avdunstningstakten för lösningarna som studerades under försök 1 och 2. Se även figur 5 och 12 för en grafisk representation över avdunstningen.

Försök	Lösning	Medeltemperatur (°C)	$\frac{dm}{dt}$ (avdunstningstakt) (g/min)
1	Na <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) (aq)	82,43	-4,07 ± 0,03
	NaCH <sub>3</sub> COO (aq)	81,81	-4,00 ± 0,02
2	Na <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) (aq)	83,98	-4,70 ± 0,01
	NaCH <sub>3</sub> COO (aq)	84,08	-4,64 ± 0,01
	H <sub>2</sub> O	84,63	-4,77 ± 0,01



Figur 5: I denna figur visas hur massan av saltlösningarna och det destillerade vattnet förändras över tid då dessa värmdes. Notera hur det går att urskilja att den röda linjen lutar mindre än den svarta. För exakta  $k$ -värden (lutningens storlek), se tabell 2.

## 5 Diskussion

I detta avsnitt diskuteras resultaten för bestämningen av glasövergångstemperaturen  $T_g$  hos polyetylenoxid och avdunstningen hos olika vattenlösningar.

### 5.1 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid

Resultatet visade glasövergångstemperaturen  $T_g = -33,1 \pm 2,1$  °C, vilket ligger inom det, enligt [8], möjliga intervallet för etylenoxidpolymerer på -93 °C till -17 °C. Glasövergångstemperaturen för ett och samma ämne är ett intervall på grund av att den varierar med molmassan. Polyetylenoxiden som användes i detta experiment hade molmassan  $M = 600\,000$  g mol<sup>-1</sup>. Enligt [8] stabiliseras glasövergångstemperaturen för polyetylenoxid vid  $T_g = -53$  °C för en molmassa över 200 000 g mol<sup>-1</sup>, vilket inte stämmer överens med de  $-33,1 \pm 2,1$  °C som erhölls i denna studie.

Studierna skiljer sig dock åt på så sätt att [8] använde mekanisk förlustmätning för att beräkna övergångstemperaturen, medan mätningarna i denna laboration genomfördes med hjälp av DSC. [8] genomförde även mätningar med hjälp av nuclear resonance measurement (NMR), vilket gav ett resultat som skilde sig med några grader från den mekaniska förlustmätningen. De olika metoderna förklarar dock inte en temperaturskillnad på  $20^{\circ}\text{C}$ . Studien som jämförs med genomfördes förvisso för mer än 50 år sedan och kan vara utdaterad, men den styrks av [9] som menar att glasövergångstemperaturen för polyetylenoxid med molmassan  $M = 300\,000 \text{ g mol}^{-1}$  är  $\approx -50^{\circ}\text{C}$ .

Om resultatet från uppvärmning i figur 4, och även till viss del figur 9 i appendix A.2, analyseras mer noggrant, går det att urskilja förändring i värmeflödet vid temperaturer runt  $-50^{\circ}\text{C}$ . Det sker alltså någon form av delvis glasövergång vid denna temperatur. Varför det ser ut på detta sätt är inte uppenbart. Alla molekyler har såklart inte samma energi utan vissa kommer ha högre energi än andra. Vid en temperatur på  $-50^{\circ}\text{C}$  är kanske energin tillräckligt hög för att få vissa molekyler att börja genomgå en övergång, medan majoriteten behöver mer energi. Övergångstemperaturen är dock baserad på genomsnittet, vilket talar för en temperatur närmare  $-33,1^{\circ}\text{C}$ . Det kan också förekomma föroringar av andra ämnen, men detta skulle snarare betyda att förändringen vid  $-50^{\circ}\text{C}$  är föroringen eftersom majoriteten av molekyler i provet är polyetylenoxid och den tydligaste förändringen i värmeflödet är vid  $-33,1^{\circ}\text{C}$ . Vad som också visade sig under mätningarna var att en nedkylning och stabilisering av provet till  $-40^{\circ}\text{C}$  för att sedan svepa över temperaturer till  $-28^{\circ}\text{C}$  inte visade någon glasövergång. Först vid mätningar från  $-80^{\circ}\text{C}$  gav de resultat som visas i 4. Möjligen är det för att glasövergångstemperaturen faktiskt inte uppnåtts vid kylning till  $-40^{\circ}\text{C}$  med  $1^{\circ}\text{C min}^{-1}$ .

Från [10] framgår det att glasövergångstemperaturen som erhålls vid uppvärmning av provet skiljer sig från den vid nedkylning. Det framgår också att hastigheten provet värmes upp eller kyls ned med påverkar övergången. En ökning av hastigheten med en faktor 10, t.ex.  $1^{\circ}\text{C min}^{-1}$  till  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ , förskjuter övergångstemperaturen till högre temperaturer med  $3 - 20^{\circ}\text{C}$  beroende på ämne. [10] menar också att det vanligaste tillvägagångssättet för mätning av glasövergångstemperaturen med DSC är att använda en temperaturförändring på  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  och att lägre hastighet ger ett noggrannare resultat. Om fokus övergår till resultaten av nedkylning med  $60^{\circ}\text{C min}^{-1}$  i figur 10 och 11 visar dessa också en glasövergång vid runt  $-33^{\circ}\text{C}$ . Nedkylningshastigheten är alltså  $50^{\circ}\text{C min}^{-1}$  snabbare än vad som vanligen, enligt [10], används för att mäta övergångstemperaturen, vilket då betyder en förskjutning av glasövergångstemperaturen till en högre temperatur med mellan  $3 \cdot 1,5 = 4,5^{\circ}\text{C}$  och  $20 \cdot 1,5 = 30^{\circ}\text{C}$ . Med detta i åtanke skulle övergångstemperaturen vid  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  ligga i intervallet mellan  $-37,5^{\circ}\text{C}$  och  $-63^{\circ}\text{C}$ , inom vilket  $-53^{\circ}\text{C}$  ligger. Detta, i kombination med att övergångstemperaturen under uppvärmning skiljer sig från nedkylning och det faktum att det går att se en tendens till övergång runt  $-50^{\circ}\text{C}$  även för uppvärmningen, kan förklara skillnaden på  $20^{\circ}\text{C}$  mellan  $-33,1 \pm 2,1^{\circ}\text{C}$  som mätningen i detta experiment visade och  $-53^{\circ}\text{C}$  från [8].

Framtida mätningar av glasövergångstemperaturen för polyetylenoxid med hjälp av differentiell svepkaliometri bör försöka erhålla tydliga resultat från både nedkylning och uppvärmning med en hastighet på  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$  för att undersöka detta mer noggrant.

## 5.2 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar

Resultatet från mätningarna visas i figur 5, men avdunstningstakten är tydligare att urskilja från tabell 2. Avdunstningstakten hos det avjoniserade vattnet är snabbare än för de två saltblandningarna, som förutspått, eftersom ytterligare energi krävs för att bryta bindningarna mellan saltjonerna och vattenmolekylerna. Det framgår också att avdunstningstakten för natriumsulfatlösningen ( $\text{Na}_2(\text{SO}_4)$  (aq)) är högre än för natriumacetatblandningen ( $\text{NaCH}_3\text{COO}$  (aq)).

För att diskutera regressionernas rimlighet kan vi studera tabell 3 i appendix A.3. I denna visas den från regressionen beräknade startvikten på den undersökta lösningen (det vill säga skärningen med  $y$ -axeln) tillsammans med den verkliga startvikten. Vi kan generellt se att regressionsanalyserna gett ett pålitligt resultat, med en maximal felmarginal på 7,5 g på startvikten (försök 2 för natriumacetat). På de andra mätningarna är felmarginalen inom 3 g för startvikten. Detta är en viktig aspekt att undersöka då en regressionsanalys i detta fall (små saker kan påverka avdunstningen) kan ge ett tillfredsställande resultat trots att den samtidigt påvisar orimliga värden på de undersökta parametrarna, som massan i detta fall.

Antalet molekyler för de två salterna försöktes hållas så lika som möjligt för att ta upp lika mycket plats vid vattenytan och på så sätt påverka avdunstningstakten på samma sätt. Det är viktigt att använda en våg med hög noggrannhet eftersom molekylerna väger mycket lite. Vägen som användes i detta fall hade en noggrannhet på  $10^{-7}$  kg, vilket leder till en felmarginal i storleksordning  $10^{17}$  stycken molekyler. Även om det låter mycket är det totala antalet saltmolekyler i storleksordning  $10^{22}$  stycken, vilket leder till ett procentuellt fel på  $\approx 0,0001\%$ . En noggrannhet på  $10^{-7}$  kg anses därför tillräckligt för att få ett bra resultat. Se tabell 4 i appendix A.3 för mer exakt uppnådd noggrannhet inför mätningar. Vad som däremot inte bör frånses är att natriumsulfatmolekylen är större än natriumacetatmolekylen, vilket gör att den ändå tar upp lite mer plats vid ytan och på så sätt minskar avdunstningstakten för vattnet.

En annan aspekt som kan ha påverkat resultatet är värmningen av lösningarna. Som tabell 2 visar var medeltemperaturen i det ena försöket något högre för natriumsulfatlösningen. Detta kan mycket väl ha gjort att den avdunstade snabbare än vad den skulle gjort annars. Å andra sidan var medeltemperaturen under försök 2 mycket jämn för båda lösningarna (något högre för natriumacetat), vilket ändå resulterade i ungefär samma relativt avdunstningstakter mellan saltlösningarna. Slutsatserna blir att det är svårt att säga hur mycket medeltemperaturen påverkar avdunstningstakten, men att det vid framtida försök bör finnas mer effektiva sätt att kontrollera värmningen av lösningarna, se nedan.

Från försök 1 är det svårt att dra några definitiva slutsatser kring vilken lösning som avdunstar snabbast. Värmen kan ha påverkat resultatet negativt och även felmarginerna har en risk att göra så att resultaten överlappar. Försök 2 gör det dock möjligt att dra slutsatsen att  $\text{NaCH}_3\text{COO}$  avdunstar längsammast och såldes binder starkast med vatten; värmningen skedde under mycket lika förhållanden (se ovan) och felmarginerna (standardavvikelse) har en minimal risk att göra så att resultaten överlappar. Men för att definitivt säga vilken lösning som avdunstar snabbast krävs troligen fler och mer avancerade mätningar, se nedan.

För att förbättra experimentuppställningen och få ett mer precist resultat bör värmningsskillnader förbättras. Flera uppsättningar med likadan utrustning bör användas så att de kan justeras på samma sätt samtidigt. En annan komplikation som undviks med flera uppställningar är att värmeplattan kan vara olika varm vid påbörjan av mätningar beroende på hur lång tid den kylts ned mellan de olika mätningarna.

Ett sätt att kunna väga vätskan utan att behöva flytta denna från värmeplattan är också att föredra för att förbättra noggrannhet. Alternativet är att istället för vikten mäta höjden för lösningen som funktion av tiden. Fler och längre mätningar gynnar också resultatet om tid finns.

## 6 Slutsatser

Syftet med laborationen var tvådelat, där ena delen ämnade till att ta reda på glasövergångstemperaturen för polyetylenoxid (PEO) med hjälp av differentiell svepkalorimetri (DSC) och andra delen att undersöka avdunstning. Mer specifikt studerades avdunstnings-taktens påverkan av bindningsstyrkan mellan två olika salter, natriumsulfat och natriumacetat, och avjoniserat vatten. Syftet anses uppfyllt med rum för ytterligare undersökningar enligt följande slutsatser:

1. Glasövergångstemperaturen som erhölls skiljer sig med  $\approx 20^{\circ}\text{C}$  från tidigare studier för samma molmassa. Sett till resultaten från nedkylningsprocesserna gör nedkylningshastigheten att temperaturen är förskjuten med  $4,5 - 30^{\circ}\text{C}$  åt varmare grader, vilket gör att en skillnaden på  $20^{\circ}\text{C}$  är rimlig.
2. Vid uppvärmningsprocesserna användes en mer normal uppvärmningshastighet. I dessa mätningar går det att urskilja någon form av delvis övergång vid runt  $-50^{\circ}\text{C}$ , även om den tydligaste övergången är vid  $-33^{\circ}\text{C}$ .
3. Det avjoniserade vattnet avdunstade snabbast följt av natriumsulfatlösningen, vilket är rimligt då saltjonerna binder sig till vattenmolekylerna vilket resulterar i att en högre energi krävs för att bryta dessa bindningar. Som följd av detta visar resultatet att natriumacetatlösningen bildar starkast bindningar. För att med säkerhet fastställa detta krävs dock troligen fler och mer avancerade mätningar, kanske med helt andra tekniker och utrustning.

För att förbättra resultaten till framtida studier och kontrollera skillnader i övergångstemperaturen beroende på nedkylning-/uppvärmningshastighet bör glasövergångstemperaturen mätas vid både uppvärming och nedkylning med  $10^{\circ}\text{C min}^{-1}$ . Vad gäller avdunstning bör flera uppställningar användas där avdunstningstakten går att mäta utan att behöva flytta lösningen från värmekällan. Dessutom bör en värmekälla som går att ställa in med hög noggrannhet användas för att temperaturen ska skilja sig så lite som möjligt mellan mätningar för olika lösningar. Fler och längre mätningar är också att föredra om tid finns.

## Referenser

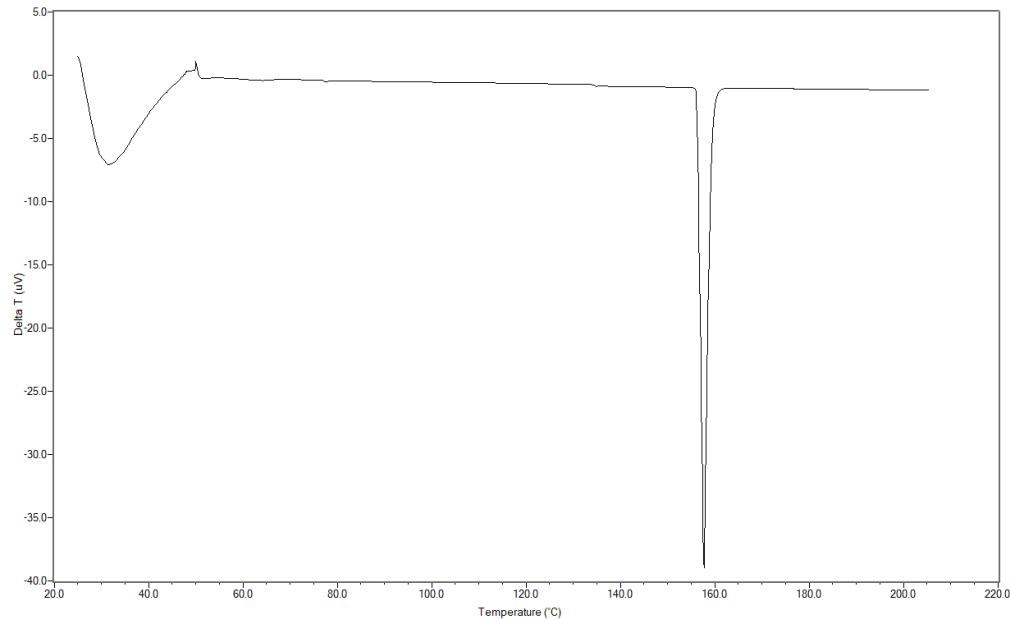
- [1] "Glasövergång," i *Nationalencyklopedin*. [Online]. Tillgänglig: <https://www.ne.se/uppslagsverk/encyklopedi/1%C3%A5ng/glas%C3%B6verg%C3%A5ng> (hämtad: 2023-01-12)

- [2] "Fas," i *Nationalencyklopedin*. [Online]. Tillgänglig: <https://www.ne.se/uppslagsverk/encyklopedi/1%C3%A5ng/fas> (hämtad: 2023-01-14)
- [3] "Polymer," i *Nationalencyklopedin*. [Online]. Tillgänglig: <https://www.ne.se/uppslagsverk/encyklopedi/1%C3%A5ng/polymer> (hämtad: 2023-01-15)
- [4] SpecialChem, "Glass Transition Temperature." [Online]. Tillgänglig: <https://omnexus.specialchem.com/polymer-properties/properties/glass-transition-temperature> (hämtad: 2023-03-05)
- [5] Jü, "PEG Structural Formula V1," 2015. [Elektronisk bild]. Tillgängling: [https://commons.wikimedia.org/wiki/File:PEG\\_Structural\\_Formula\\_V1.svg](https://commons.wikimedia.org/wiki/File:PEG_Structural_Formula_V1.svg) (hämtad 2023-01-15)
- [6] "Evaporation" i *Wikipedia*. [Online]. Tillgänglig: <https://en.wikipedia.org/wiki/Evaporation> (hämtad: 2023-01-18)
- [7] G.W.H. Höhne, W.F. Hemmninger & H.-J. Flammersheim, *Differential Scanning Calorimetry*, 2. uppl., Berlin, Tyskland: Springer-Verlag, 2003.
- [8] J. A. Faucher, J. V. Koleske, E. R. Santee, et al, "Glass Transitions of Ethylene Oxide Polymers", 1966. [Online]. Tillgänglig: <https://doi.org/10.1063/1.1707961> (hämtad: 2023-01-02)
- [9] M. Polaskova, P. Peer, R. Cermak & P. Ponizil, "Effect of Thermal Treatment on Crystallinity of Poly(ethylene oxide) Electrospun Fibers", 23 Aug. 2019. [Online]. Tillgänglig: <https://www.ncbi.nlm.nih.gov/pmc/articles/PMC6780747/> (hämtad: 2023-01-02)
- [10] E. Donth, "The Glass Transition", 01 Dec. 2010. [Online]. Tillgänglig: <https://doi.org/10.1007/978-3-662-04365-3> (hämtad: 2023-01-02)

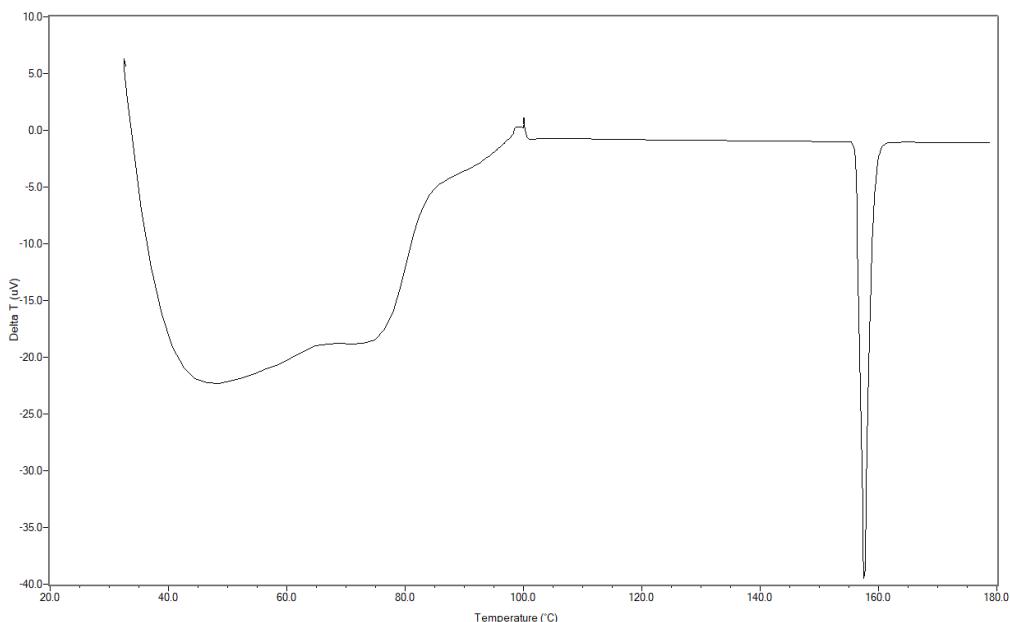
## A Övriga Resultat

Här visas övriga intressanta resultat från experimenten, som exempelvis kan vara av nytta för diskussionen.

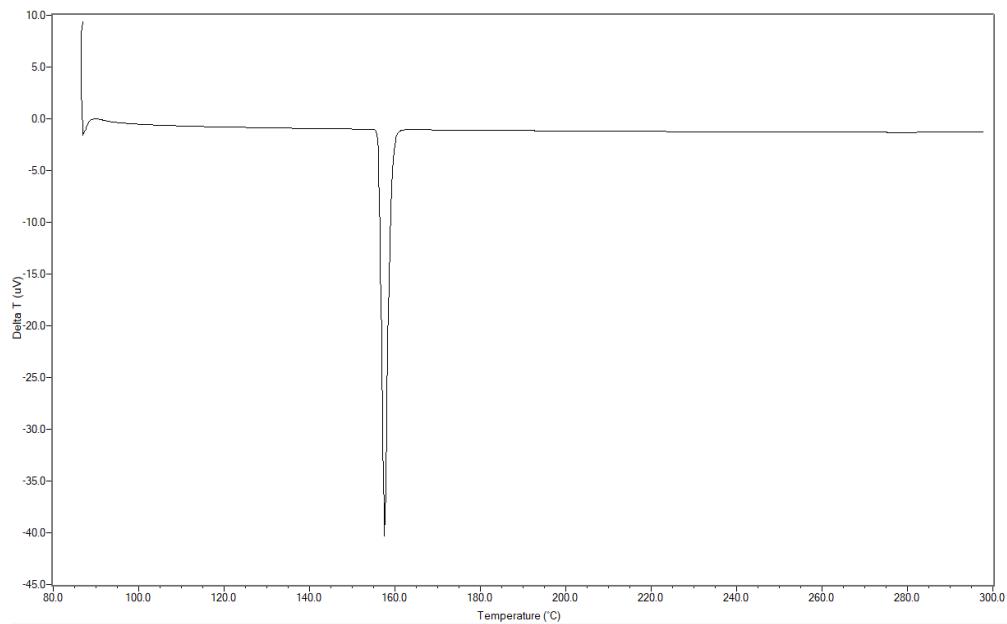
### A.1 Kalibrering av DSC-instrumentet



Figur 6: Grafen efter kalibreringen av baslinjen med hjälp av indium. Notera hur indiums smältpunkt tydligt kan urskiljas vid ungefär 155 °C, vilket också stämmer med tabellvärdet på denna.

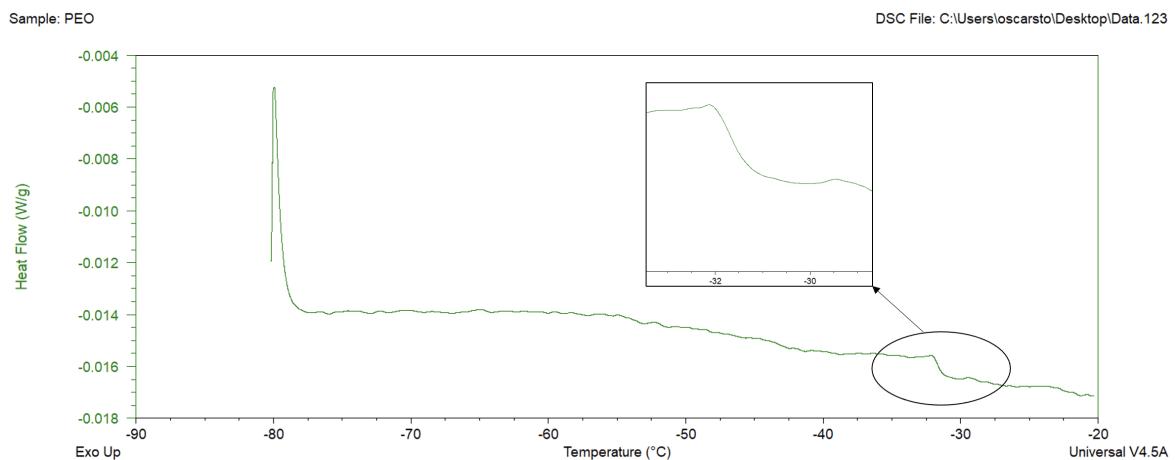


Figur 7: Grafen efter cell-constant-kalibreringen av indium. Notera återigen smältpunkten.



Figur 8: Grafen efter temperatur-kalibreringen av indium. Notera smältpunkten.

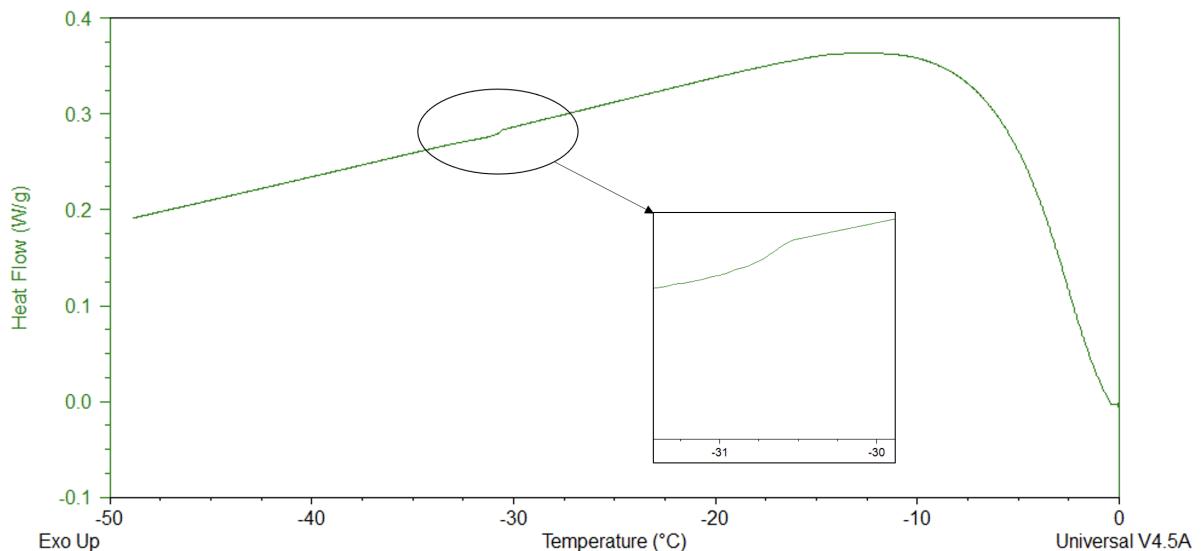
## A.2 Bestämning av $T_g$ hos polyetylenoxid



Figur 9: Figur över grafen då PEO värmdes  $1\text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$  från  $-80\text{ }^{\circ}\text{C}$  andra gången, där glasövergången tydligt kan urskiljas som en avvikelse från baslinjen vid ungefär  $-32\text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Sample: PEO

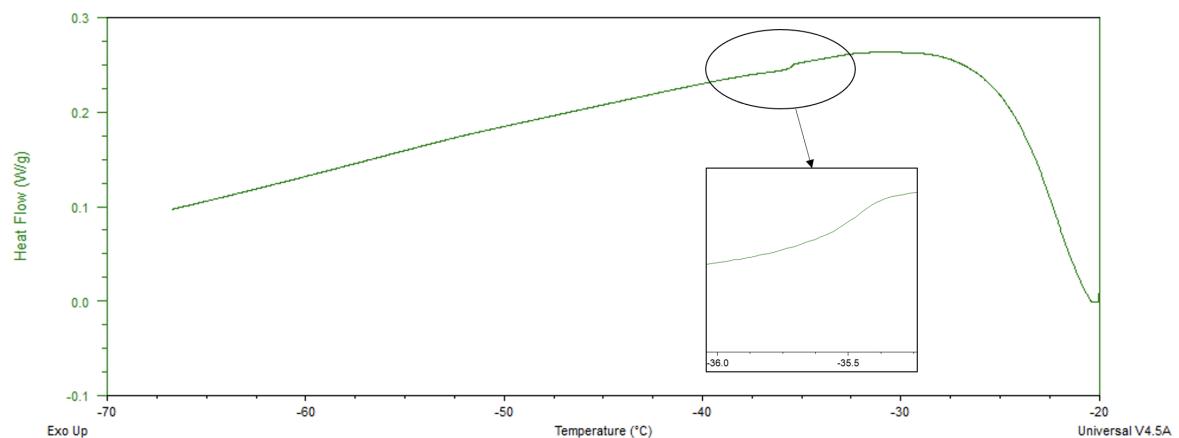
DSC File: C:\Users\oscarsto\Desktop\Data.107



Figur 10: Figur över grafen då PEO kyldes  $60 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$  från  $0 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , där glasövergången tydligt kan urskiljas som en avvikelse från baslinjen vid ungefär  $-31 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

Sample: PEO

DSC File: C:\Users\oscarsto\Desktop\Data.106



Figur 11: Figur över grafen då PEO kyldes  $60 \text{ }^{\circ}\text{C min}^{-1}$  från  $-80 \text{ }^{\circ}\text{C}$ , där glasövergången tydligt kan urskiljas som en avvikelse från baslinjen vid ungefär  $-35 \text{ }^{\circ}\text{C}$ .

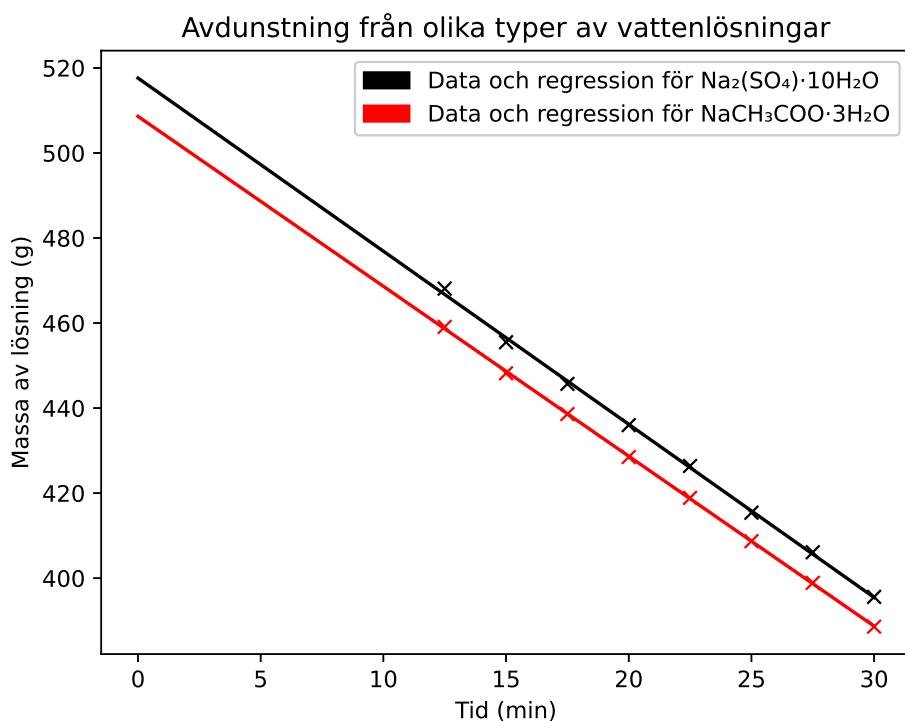
### A.3 Avdunstning från olika typer av vattenlösningar

Tabell 3: Tabellen visar startvikten som beräknades i regressionsanalysen av de uppmätta värdena på massan och tiden i försök 1 och 2. Även den verkliga startvikten visas ur diskussionssympunkt.

Försök	Lösning	Startvikt regression (g)	Verklig Startvikt (g)
1	Na <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) (aq)	517,6 ± 0,5533	520,0140 ± 0,0001
	NaCH <sub>3</sub> COO (aq)	508,60 ± 0,5426	508,4506 ± 0,0001
2	Na <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) (aq)	520,4 ± 0,3963	520,0002 ± 0,0001
	NaCH <sub>3</sub> COO (aq)	515,9 ± 0,3914	508,4495 ± 0,0001
	H <sub>2</sub> O	497,3 ± 0,4023	500,0000 ± 0,0001

Tabell 4: Tabellen illustrerar antalet saltmolekyler som fanns i lösningarna under avdunstningen i försök 1 och 2. Även skillnaden mellan salttyperna visas ur diskussionssyfte.

Försök	Lösning	$m_s$ (g)	Antal saltmolekyler, $N$	Skillnad $N$
1	Na <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) (aq)	20,0140	$3,7403 \cdot 10^{22}$	$0,0006 \cdot 10^{22}$
	NaCH <sub>3</sub> COO (aq)	8,4606	$3,7397 \cdot 10^{22}$	
2	Na <sub>2</sub> (SO <sub>4</sub> ) (aq)	20,0002	$3,7379 \cdot 10^{22}$	$0,0012 \cdot 10^{22}$
	NaCH <sub>3</sub> COO (aq)	8,4495	$3,7391 \cdot 10^{22}$	



Figur 12: Grafer över hur de olika salterlösningarna avdunstade i relation till varandra i försök 1. Notera hur man tydligt kan urskilja att den röda grafen har en flackare lutning än den svarta.

## B Övriga figurer



Figur 13: Exempel på hur aluminiumkopparna såg ut då de var ihoppressade och redo för mätning. I dessa låg alltså ämnet som skulle undersökas.

## C Python-kod

```
1 #%%
2 import numpy as np
3 import matplotlib.pyplot as plt
4 import matplotlib.patches as mpatches
5 from scipy.stats import norm
6
7 vikt = np.array([554.0,541.4,531.6,521.9,512.3,\n8     501.3,492,481.5]) - 85.9*np.ones((8,), dtype=int)
9 tid = np.array([12.5,15,17.5,20,22.5,25,27.5,30])
10 #500+20+85.9,588,569.8,
11 #0,7.5,10,
12
13 coeffs = np.polyfit(tid,vikt,1)
14 print(coeffs)
15
16 xvec = np.linspace(0,30,1000)
17 y = coeffs[0]*xvec + coeffs[1]
18
19 vikt2 = np.array([545.0,534.1,524.5,514.4,504.8,\n20     494.6,484.8,474.5]) - 85.9*np.ones((8,), dtype=int)
21 tid2 = np.array([12.5,15,17.5,20,22.5,25,27.5,30])
22 #500+8.46+85.9,578.1,560.7,
23 #0,7.5,10,
24
25 coeffs2 = np.polyfit(tid2,vikt2,1)
26 print(coeffs2)
27
28 y2 = coeffs2[0]*xvec + coeffs2[1]
29
30 #vikt3 = np.array([585.9,578.2,538.3,511.3,483.8,\n31 # 457.8,433.2,406.6,380.9,354.4,328.3])
32 # - 85.9*np.ones((11,), dtype=int)
33 #tid3 = np.array([0,6,12,18,24,30,36,42,48,54,60])
```

```

34
35 #coeffs3 = np.polyfit(tid3,vikt3,1)
36 #rint(coeffs3)
37
38 #y3 = coeffs3[0]*xvec + coeffs3[1]
39
40 plt.plot(xvec,y,'k')
41 plt.plot(tid,vikt,'kx')
42 plt.plot(xvec,y2,'r')
43 plt.plot(tid2,vikt2,'rx')
44 #plt.plot(xvec,y3,'r')
45 #plt.plot(tid3,vikt3,'rx')
46 plt.legend()
47
48 plt.xlabel('Tid (min)')
49 plt.ylabel('Massa av lösning (g)')
50
51 plt.title('Avdunstning från olika typer av \
52 vattenlösningar')
53 line1 = mpatches.Patch(color='black',\
54 label='Data och regression för \
55 Na\u2082(SO\u2084)\u00B710H\u20820')
56 line2 = mpatches.Patch(color='red',\
57 label='Data och regression för \
58 NaCH\u2083COO\u00B73H\u20820')
59 plt.legend(handles=[line1,line2])
60
61 plt.show()
62 #%%
63 k_varde = []
64 rep=5000000
65 K=[]
66 M=[]
67
68 for i in range(1,rep):
69     #xd = np.array([12.5,15,17.5,20,22.5,25,
70     # 27.5,30]) + 0.1*np.random.normal(loc=0.0,
71     # scale=1, size=8)
72     #yd = np.array([554.0,541.4,531.6,521.9,
73     # 512.3,501.3,492,481.5]) - 85.9*np.ones((8,),
74     # dtype=int) + 0.001*np.random.normal(loc=0.0,
75     # scale=1, size=8)
76
77     xd = np.array([12.5,15,17.5,20,22.5,25,27.5, \
78     30]) + 0.1*np.random.normal(loc=0.0, scale=1, \
79     size=8)
80     yd = np.array([545.0,534.1,524.5,514.4,504.8, \
81     494.6,484.8,474.5]) - 85.9*np.ones((8,), \
82     dtype=int) + 0.001*np.random.normal(loc=0.0, \
83     scale=1, size=8)
84

```

```

85     coeffs = np.polyfit(xd,yd,1)
86
87     k = coeffs[0]
88     m = coeffs[1]
89     K.append(k)
90     M.append(m)
91
92     if i % 500000 == 0:
93         print(i)
94
95 print((max(K)-min(K))/2)
96
97 print((max(M)-min(M))/2)
98
99 mu1, std1 = norm.fit(K)
100 mu2, std2 = norm.fit(M)
101 print(mu1,mu2,std1,std2)
102 # %%
103 vikt = np.array([547.6,522.1,494.3,466.6,438.3,\n
104     410.1,381.2,351.9,323.2]) - 85.9*np.ones((9,),\n
105     dtype=int)
106 tid = np.array([12,18,24,30,36,42,48,54,60])
107 #500+85.9+8.4495,579.9
108 #0,6,
109 coeffs = np.polyfit(tid,vikt,1)
110 print(coeffs)
111
112 xvec = np.linspace(0,60,1000)
113 y = coeffs[0]*xvec + coeffs[1]
114
115 vikt2 = np.array([544.7,517.5,490.7,463.8,436.0,\n
116     407.1,379.0,351.8,321.1]) - 85.9*np.ones((9,),\n
117     dtype=int)
118 tid2 = np.array([12,18,24,30,36,42,48,54,60])
119 #500+85.9+20.002,588.7,
120 #0,6,
121
122 coeffs2 = np.polyfit(tid2,vikt2,1)
123 print(coeffs2)
124
125 y2 = coeffs2[0]*xvec + coeffs2[1]
126
127 #vikt3 = np.array([538.3,511.3,\n
128 #    483.8,457.8,433.2,406.6,380.9,354.4,\n
129 #    328.3]) - 85.9*np.ones((9,), dtype=int)
130 #tid3 = np.array([12,18,24,30,36,42,48,\n
131 #    54,60])
132 #585.9,578.2,
133 #0,6,
134
135 vikt3 = np.array([525.3,496.7,468.9,441.2,412.0,\n

```

```

136     383.5 ,353.9 ,325.3 ,296.5]) - 85.9*np.ones((9,),\
137         dtype=int)
138 tid3 = np.array([12,18,24,30,36,42,48,54,60])
139 #585.9,571.1,
140 #0,6,
141
142 coeffs3 = np.polyfit(tid3,vikt3,1)
143 print(coeffs3)
144
145 y3 = coeffs3[0]*xvec + coeffs3[1]
146
147 plt.plot(xvec,y,'k')
148 plt.plot(tid,vikt,'kx')
149 plt.plot(xvec,y2,'r')
150 plt.plot(tid2,vikt2,'rx')
151 plt.plot(xvec,y3,'b')
152 plt.plot(tid3,vikt3,'bx')
153 plt.legend()
154
155 plt.xlabel('Tid (min)')
156 plt.ylabel('Massa av lösning (g)')
157
158 plt.title('Avdunstning från olika typer av \
159             vattenlösningar')
160 line1 = mpatches.Patch(color='black',\
161                         label='Data och regression för \
162                         Na\u2082(SO\u2084)\u00B710H\u20820 (aq)')
163 line2 = mpatches.Patch(color='red',\
164                         label='Data och regression för \
165                         NaCH\u2083C00\u00B73H\u20820 (aq)')
166 line3 = mpatches.Patch(color='blue',\
167                         label='Data och regression för H\u20820')
168 plt.legend(handles=[line1,line2,line3])
169
170 plt.show()
171 #%%
172 k_varde = []
173 rep=5000000
174 K=[]
175 M=[]
176
177 for i in range(1,rep):
178     xd=[12,18,24,30,36,42,48,54,60] + \
179         0.1*np.random.normal(loc=0.0, \
180             scale=1, size=9)
181     yd=[547.6,522.1,494.3,466.6,438.3,410.1, \
182         381.2,351.9,323.2] - 85.9*np.ones((9,),\
183             dtype=int) + 0.001*np.random.normal(loc=0.0, \
184                 scale=1, size=9)
185
186 #xd=[12,18,24,30,36,42,48,54,60] + \

```

```

187 # 0.1*np.random.normal(loc=0.0, scale=1, size=9)
188 #yd=[544.7,517.5,490.7,463.8,436.0,407.1,379.0,
189 # 351.8,321.1] - 85.9*np.ones((9,),\
190 # dtype=int) + 0.001*np.random.normal(loc=0.0,
191 # scale=1, size=9)
192
193 #xd=[12,18,24,30,36,42,48,54,60] + \
194 # 0.1*np.random.normal(loc=0.0, scale=1, size=9)
195 #yd=[525.3,496.7,468.9,441.2,412.0,383.5,353.9,
196 # 325.3,296.5] - 85.9*np.ones((9,),\
197 #dtype=int) + 0.001*np.random.normal(loc=0.0,
198 # scale=1, size=9)
199
200 coeffs = np.polyfit(xd,yd,1)
201
202 k = coeffs[0]
203 m = coeffs[1]
204 K.append(k)
205 M.append(m)
206
207 if i % 500000 == 0:
208     print(i)
209
210 print((max(K)-min(K))/2)
211
212 print((max(M)-min(M))/2)
213
214 mu1, std1 = norm.fit(K)
215 mu2, std2 = norm.fit(M)
216 print(mu1,mu2,std1,std2)

```

## D Labblogg

### Dag1:

11:00 Anländer. Problem med programmet, väntar på att det fixas från håll.  
12:00 Programmet fungerar. Mäter upp 5,0mg med (se stommen bild för väg) indium för att kalibrera.  
12:10 Ett prov med indium och ett tomt prov sätts in i maskinen och kalibrering startas. Det ska ta 45min. Förbereder polyetylenoxiden under tiden.  
12:20 Pan väger 11,5mg. Med polyetylenoxiden 18,8mg, vilket betyder att polyetylenoxiden väger 7,3mg.  
12:30 Inser att vi missat lite steg innan kalibrering. Följer pdf  
[http://mcf.tamu.edu/wp-content/uploads/2016/09/DSC-Instructions\\_Mar2016.pdf](http://mcf.tamu.edu/wp-content/uploads/2016/09/DSC-Instructions_Mar2016.pdf).  
Klickar på event -> on för att sätta igång kylaren. Väljer kalibreringsprogram och skriver in korrekt vikt för provet (5,0mg). Väntar till att fläns kylts ned till < -70 grader celsius, går till -75 grader celsius.  
12:40 Kör igång kalibreringen.  
14:00 Kalibrering klar och nedspard. Börjar förbereda program för att mäta polyetylenoxiden. Programmet går från -20 till -75 och sedan till -20 igen. Vi får alltså två cykler, en uppvärmning och en nedkyllning. Temperaturförändringen är 10 grader celsius per minut. Låter fläns kylas till -75 igen innan programmet startas.  
14:10 Kör igång programmet.  
14:30 Kylningskapaciteten är lite för dålig för att köra 10 grader/min. Som förutsätt i förstudien ligger glasövergången runt -60/-70 grader. Kör nytt test från -40 till -100 då övergången låg i slutet av intervallet, fortfarande 10grader/min. Lägger in equilibriate. Blir kosntigt.  
14:45 Kör från -40 till -80. Blir inte bra.  
15:00-16:30 Testar olika metoder för att försöka lösa problemet. Olika temperaturförändringar, uppvärmning, nedkyllning, olika temperaturintervall. Inget blir bra.  
16:40 Testar att byta prov. 6,9mg nytt prov. Blir inte bra  
17:40 Testar att kalibrera om med indium igen. Samma uppställning som tidigare. Insåg fel. Kör baseline, cell constant och temperature.  
18:40 Byter till polyetylenoxiden igen (6,9mg).

### Dag2:

10:30 Anländer. Sätter igång utrustningen inför mätning.  
11:00 Gör en mätning från -40 till -90 (den kommer inte kunna gå hela vägen ned till 90) med temperaturändringshastigheten 10grader/min. Börjar gå nedåt vid -60 igen, men platåar aldrig. Teori: Eftersom flänstemperaturen har minimitemperatur -95 blir skillnaden mellan provet och flänsen allt mindre ju lägre temperaturen för provet blir. Den klarar alltså inte att platåa runt -70 ty maxeffekten som ger temperaturändringen är lägre än temperaturändringen under själva glasövergången.  
11:20 Testar -20 till -90. Det klanske aldrig ens sker en glasövergång utan det är maxeffekten som inte orkar, ty lutningen är oroligt lik den lutning man får om man låter provet gå ned i temperatur så fort som möjligt.  
11:30 Avbryter testet och kör en uppvärmning från -82 till -30. Inget fungerar  
12:00 Väntar på hjälp, kör en heat/cool/heat så länge mellan 70 och -80. 5grader/min under nedkyllning, 10grader/min under uppvärmning.  
12:45 Fick tips att köra väldigt låga och höga steglängder och "isothermal" för att stabilisera provet vid en viss temperatur för att låta alla övergångar stanna.

12:50 Startar ett test som ser ut på följande vis: Initial temp -40, isoterm 5min, ramp 1grad/min till -80, isoterm 5min, ramp 1grad/min upp till -40. Ser ingen höjdskillnad.  
14:00 Förbereder nytt prov med 9,6mg.  
16:00 Har testat långsamma och snabba nedkyllningar. (inte testat långsam uppvärmning). Vi går över till 18mg. Kör en snabb nedkyllning till -80, isothermal, långsam uppvärmning (1grad/min). SER ÄNTLIGEN ETT LITET UTSLAG VID CA -48. Avbryter testet efter nedkyllning och gör ett nytt.  
16:20 Gör följande program: Isothermal 5min vid -30, ramp 1grad/min till -55, isothermal 5min, ramp 1grad/min till -30. BARA RAK LINJE IGEN.  
17:10 Testar snabb mätning igen som tidigare. Ser ignenting, måste varit en bugg...  
17:50 Vi genomförde två snabba mätningar till och fick båda gångerna utslag mellan -30 och -40. Vi gör en till långsam mätning från -10 och nedåt för att se om den dyker upp. Rakt streck.  
18:40 Väger ordentligt till 16,5mg och kör ett svep med 10grader/min. Får utslag vid 55 som aldrig platåar.  
19:00 Testar olika hastigheter. Ser inget.  
19:10 Testar sista med 100grader/mnun. Inget.

**Dag3:**

10:00 Anländer. Gör iordning ett nytt prov med den exakta vikten 19,8mg och nytt referensprov.  
10:50 Kom på att det kanske är väldigt små utslag. Vi zoomar i gammal plot och ser potential, men skulle kunna vara brus. Vi startar igång kyllningen.  
11:00 Förbereder ett program med nya vikten ramp till -80, 60grader/min. Får inget.  
11:05 Kör ett nytt från 0 till -50 1grad/min med isoterm. Heatern stängdes av automatiskt. Läste på att det berodde på att fukt kommit in i systemet och att detta måste tas bort genom en "cell cooling conditioning". Detta tar två timmar. Vi börjar med extrauppgift så länge.  
11:30 Gryta vikt: 601,9g, vägd med VWR. Vi kör en gång med endast avjoniserat vatten, en gång med natriumacetat blandat med avjoniserat vatten och en gång med natriumsulfat blandat med avjoniserat vatten. Vi vill köra på lika många molekyler. 500,0g avjoniserat vatten. Löser 20g natriumsulfat, ty det var möjligt att lösa 47,6g i 1 liter vatten, detta betyder att vi behöver 8,45g natriumacetat för att få lika många antal molekyler. Slatet väger vi på Ohaus våg. Platta ide line 2000W.

BURK: 85,9g, ta bort från samtliga vikter

6 på plattan i 5min (detta var maxinställning)  
3 på plattan resterande  
Starttid 7,5min

**Natriumsulfat:**

Temperatur - 92.9, 92.1, 87.7, 81.6, 81.8, 82.0, 81.6, 81.7, 81.9, 81.7  
Vikt - 588.0, 569.8, 554.0, 541.4, 531.6, 521.9, 512.3, 501.3, 492.0, 481.5  
Tid - 7.5, 10, 12.5, 15, 17.5, 20, 22.5, 25, 27.5, 30

13:30 DSC fungerar igen. Kör ett program från 0 till -50 grader med 1grad/min  
14:30 Kör ett program från -40 till -90 med 1grad/min. inget.

14:40

8,4606g

**Natriumacetat:**

Temperatur - 92.8, 91.8, 86.0, 81.5, 82.0, 80.0, 82.2, 79.8, 81.5, 81.5

Vikt - 578.1, 560.7, 545.0, 534.1, 524.5, 514.4, 504.8, 494.6, 484.8, 474.5

Tid - 7.5, 10, 12.5, 15, 17.5, 20, 22.5, 25, 27.5, 30

16:00 Kör en värmning från -80 till -20 med 1grad/min (isoterm 5min). FÄR UPP EN ÖVERGÅNG vid -35.

16:30

5min på max

Mäter var 6:e minut i en timme

**Avjoniserat vatten:**

temperatur - 91.0, 86.8, 82.4, 81.8, 81.7, 81.5, 81.4, 82.4, 81.9, 81.5

vikt - 578.2, 538.3, 511.3, 483.8, 457.8, 433.2, 406.6, 380.9, 354.4, 328.3

Tid - 6, 12, 18, 24, 30, 36, 42, 48, 54, 60

17:30 Startar ny mätning från -40 till -28. Fick inte upp något.

17:40

13.6660+6.3342 = 20.0002g

**Natriumsulfat:**

temperatur - 94.5, 86.0, 83.9, 83.2, 83.0, 88.0, 82.6, 81.7, 82.5, 84.9

vikt - 588.7, 544.7, 517.5, 490.7, 463.8, 436.0, 407.1, 379.0, 351.8, 321.1

tid - 6, 12, 18, 24, 30, 36, 42, 48, 54, 60

18:30 Gör samma mätning fast isotermal i 15min istället för 5. INGET.

19:00 Kör isothermal på +50 i 15min och sedan ned med 10grader/min till -20 och där efter 1grad/min till -40. Inget.

19:15

8.4495g

**Natriumacetat:**

temperatur - 89.0, 82.0, 81.0, 85.2, 85.5, 84.0, 83.4, 86.7, 84.7, 84.2

vikt - 579.9, 547.6, 522.1, 494.3, 466.6, 438.3, 410.1, 381.2, 351.9, 323.2

tid - 6, 12, 18, 24, 30, 36, 42, 48, 54, 60

20:00 Förbereder nytt prov (10.3g) och kör samma mätning som fungerade tidigare. Hittar en övergång på ungefär samma ställe!

20:40 Gör vatten igen. Insåg att de andra startade på redan uppvärmde platta.

**Avjoniserat vatten:**

temperatur - 94.0, 86.1, 84.0, 83.2, 86.6, 85.6, 84.9, 82.1, 86, 83.2

vikt - 571.1, 525.3, 496.7, 468.9, 441.2, 412.0, 383.5, 353.9, 325.3, 296.5

tid - 6, 12, 18, 24, 30, 36, 42, 48, 54, 60

21:50 Städar och sparar resultat.