

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.

- 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 rendezettsége), 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 eltérést 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 $F_{olv} = 25,762\text{ K} \cdot \text{perc}$, illetve az olvadék hőmérséklete hozzávetőlegesen $T_{fagy} = 227,4\text{ }^{\circ}\text{C}$. 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 $\pm 0,1\text{ }^{\circ}\text{C}$ fokon állandó csak. A legnagyobb hibát a mérés kiértékelésekor követjük el. Több illesztés során a kapott integrál értéke szórt $\pm 1\text{ K} \cdot \text{perc}$ 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

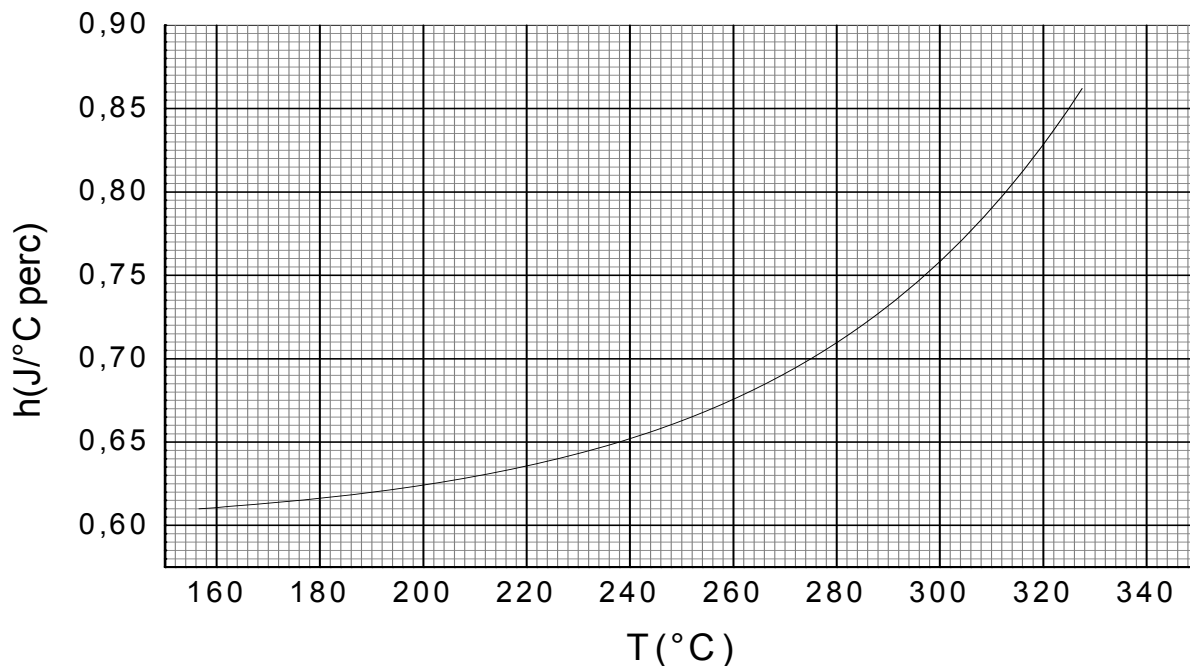
A melegítés során mért grafikon a 3. ábrán, a hőmérséklet-különbség a 4. ábrán látható. Utóbbin egyenes vonal jelzi az állandó hőmérséklet-különbség szintjét. Az ettől való eltérést kiintegrálva kapjuk, hogy $F_{olv} = -23,573K \cdot perc$, illetve a fázisátalakulás hőmérséklete $T_{fagy} = 232,90^\circ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

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 $L_{olv} = (56,56 \pm 2,51)J/g$. 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 ($T_{olv} = 231,928^\circ C$, $L_{olv} = 59,2J/g$) 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.