# Fázisátalakulások vizsgálata

**Mérést végezte:** Rudolf Ádám
**Mérés dátuma:** 2009. szeptember 17.
**Mérés száma:** 6.
**Csoport:** Csütörtök délelőtt

## A mérés célja

A mérés célja, hogy egy fém olvadási (és dermedési) hőmérsékletét, valamint a fázisátalakuláshoz szükséges hőmennyiséget meghatározzuk egy DTA (*Differential Thermal Analysis*) eszköz segítségével.

## A mérési összeállítás

A mintát egy mintatartóba helyezzük, melyet egy fémtömb (a környezet) vesz körül. A fémtömböt fűtjük, és termoelemmel mérjük a fémtömb, a minta (vagyis technikai okokból a mintatartó) hőmérsékletét, valamint e kettő különbségét. (Ez azért megtehető, mert az egy-test modellt használjuk, vagyis a mintát, és a mintatartót egy testnek tekintjük, és közös hőmérsékletet tulajdonítunk nekik.) A kályhát egy vízhűtésű köpeny veszi körül. A fűtést, és hűtést egy elektronikus kályhaszabályzó szabályozza, ez biztosítja a lineáris felfűtést, és lehűlést. A hőmérsékletadatokat egy számítógép segítségével rögzítjük, és értékeljük ki.

## A mérés menete

A minta tömegét először megmérjük egy precíziós mérlegen, majd gyorsan felfűtjük, hogy a minta megolvadjon, és jobb hőkontaktus alakuljon ki a minta, és a mintatartó között. Ennek a felfűtésnek az adatai nem fontosak. Ezután lassan (*4 °C/min*) hűteni kezdjük, míg a dermedés teljes egészében le nem játszódik. A megfelelő hőmérsékletadatokat a számítógép 4 másodpercenként regisztrálja. Ha a minta megdermedt, ugyanezzel a sebességgel melegíteni kezdjük, és ugyanígy regisztráljuk az adatokat. Ha a fém olvadása teljes egészében végbement, kikapcsoljuk a fűtést, és a mintát lehűtjük, és elkezdhetjük a kiértékelést.

## Az olvadáspont meghatározása

A dermedési hőmérsékletet egy célprogram segítségével a hőmérséklet-idő grafikonokról leolvasható, a következő módon: a hűtés során a fázisátalakulás alatt közel konstans hőmérsékletnek keressük a maximumát (a valóságban nem

teljesen konstans). Ezt a maximumot tekintjük a dermedési hőmérsékletnek. Mérésem során ez a hőmérséklet a következőnek adódott:

$T_D = 231{,}58\ °C$

A lassú melegítés során az olvadás előtti lineáris melegedési szakaszra, valamint az olvadás során közel konstans szakaszra illesztett egyenesek metszéspontjához tartozó hőmérsékletet tekintjük a fázisátalakulás hőmérsékletének. Ezeket az egyeneseket is a célprogram segítségével illesztjük, és a metszéspont hőmérsékletkoordinátáit ez esetben is a grafikonról olvassuk le. Az olvadási hőmérsékletet a következőnek mértem:

$T_{Ol} = 232{,}30\ °C$

A fázisátalakulás hőmérsékletének a kettő átlagát tekintjük, hibának pedig az adatok átlagtól való eltérését vesszük.

$T = (T_D + T_{Ol})/2 = (231{,}9 \pm 0{,}36)\ °C$

**A szükséges hőmennyiség kiszámítása**

A minta megolvadásához hőt kell befektetnünk, valamint dermedésekor hő szabadul fel. A kettő hőmennyiség egy minta esetében megegyezik. A szükséges hőmennyiséget a $Q = hF$ képlet adja meg, ahol $h$ a környezet, és a mintatartó közötti hőátadási együttható. Kiszámítjuk továbbá az egységnyi tömegre eső szükséges hőmennyiséget, ami az anyagra jellemző tulajdonság, kiszámítása: $q = Q/m$. $F$ egy integrál értéke, amit a lehűlési grafikonból úgy kapunk, hogy a minta, és környezet különbségét mutató grafikonból levonjuk a minta és környezet hőmérsékletének különbségét a lineáris szakaszban (vagyis amikor nem megy végbe fázisátalakulás), és a kapott görbét integráljuk $-\infty$ és $\infty$ között. A melegedés során ugyanígy járunk el. Az integrált a kiértékelést végző programmal számítjuk ki, numerikusan. (Az integrálásokat nem $-\infty$ és $\infty$ között végezzük el, mert a függvény 0 ott, ahol nincs fázisátalakulás.) A görbe alatti területet itt is átlagolással számítjuk ki, és az abszolút hibát az átlagtól való eltérésnek tekintjük. A kapott adatok:

$F_{Ol} = 61{,}150\ °Cmin$
$F_M = 55{,}660\ °Cmin$
$F = (58 \pm 2{,}745)\ °Cmin$

A h hőátadási tényezőt egy megadott grafikonról olvassuk le, mert hőmérsékletfüggő. A kapott hőmérséklethez tartozó $h$ értéket

$h = 0{,}644\ J/(°Cmin)$-nek találtam

Az abszolút hiba ez esetben a grafikonról történő leolvasási hiba.

$\Delta h = 0{,}025\ J/(°Cmin)$

A minta tömegét egy digitális precíziós mérleggel mértem le, és az

$m = 0{,}7503\ g \qquad \Delta m = 0{,}00005\ g$

értéket kaptam. Szorzás, és osztás után a relatív hibák összeadódnak:

$\Delta Q = [(\Delta F/F) + (\Delta h/h)]\ Q \qquad \Delta q=[(\Delta F/F) + (\Delta h/h) + (\Delta m/m)]q$

A $Q$ és $q$ értékekre a következő eredményeket kaptam:

$Q = (37 \pm 3{,}2)\ J$
$q = (49 \pm 4{,}2)\ J/g$

**Mérési eredmények összefoglalása**

Olvadáspont:
$T = (T_D + T_{Ol})/2 = (231{,}9 \pm 0{,}36)\ °C$

Olvadáshoz szükséges hő:
$Q = (37 \pm 3{,}2)\ J$

Olvadáső:
$q = (49 \pm 4{,}2)\ J/g$

A minta dermedés közben durván $15\ °C$-kal hűlt túl.

A táblázat adataival összevetve a minta valószínűleg ón.
($T_{OlvSn} = 231{,}9\ °$, $q_{fSn} = 59{,}2\ J/g$)