

1. fejezet

Fázisátalakulások vizsgálata (Böhönyey András, Groma István)

1.1. Bevezetés

A hőmérséklet változása maga után vonja a testek fizikai és kémiai tulajdonságainak változásait. Egyes hőmérséklet-tartományokban az anyag tulajdonságai csak lassú, folytonos változásokat mutatnak, mint például a hőtágulás, az ellenállás, a termofeszültség vagy a fajhő lassú hőmérsékletfüggése. Más hőmérsékleten ugrásszerűen megváltozik az anyag belső rendje, fázisátalakulás zajlik le. Ilyen esetekben az eddig lassan változó anyagi jellemzők is gyorsan, sokszor ugrásszerűen változnak.

A termikus folyamatok a technika és tudomány számos területén jelentőséggel bírnak. A lassú, folytonos változásokat mutató paraméterek mérésével lehetőségünk nyílik hőmérők szerkesztésére, míg a gyors, ugrásszerű változások hőmérsékletének ismeretében hitelesíthetjük hőmérőinket. Fontos feladat a fázisátalakulás folyamatának vizsgálata, és ezen keresztül ötvözetek fázisdiagramjának mérése, azaz annak meghatározása, hogy adott összetétel mellett mely hőmérsékleten kezdődik, és hol fejeződik be az olvadás folyamata.

A fázisátalakulás során elnyelődő, ill. felszabaduló hőmennyiség méréséhez kis tömegű mintatartóra helyezük a vizsgálandó anyagot, és a mintatartó alá helyezett fűtőtest segítségével a mintatartó hőmérsékletét megadott program szerint változtatjuk. Mérjük a fűtőtest által betáplált teljesítményt az idő függvényében. Az egész rendszert egy állandó hőmérsékletű tömb belsejébe helyezük el. A nagyobb érzékenység és sok zavaró hatás elkerülése érdekében egy másik, referencia mintatartót is tartalmaz az eszköz, melybe a vizsgált tartományban kevésbé változó anyagot helyezünk. Ez a mintatartó is az állandó hőmérsékletű tömb belsejében helyezkedik el. A két mintatartó hőmérsékletét azonos program szerint változtatva, mérjük a két mintatartóba betáplált *teljesítmény különbségét*. Ezt az elrendezést nevezzük *DSC* kaloriméternek (*Differential Scanning Calorimeter*). A *DSC* kalorimétereket általában a *0,5-50 fok/perc* fűtési és hűlési sebességtartományban működtetik.

Abban az esetben, ha elsősorban arra vagyunk kíváncsiak, hogy mely hőmérsékleteken zajlanak le fázisátalakulások, akkor az előző elrendezéshez hasonló eszközben a külső tömb hőmérsékletét rendszerint lineáris program szerint változtatjuk, de most a két mintatartó hőmérsékletének különbségét regisztráljuk az idő függvényében. Ezt az elrendezést *DTA*-berendezésnek nevezzük (*Differential Thermal Analysis*). A *hőmérséklet különbség* mellett általában a vizsgálandó mintát tartalmazó mintatartó hőmérsékletét is regisztrálják. A fázisátalakuláshoz tartozó hő meghatározása, a mért adatok megfelelő kiértékelésével, ebben az elrendezésben is lehetséges.

Érdemes megemlíteni, hogy a *DSC* esetében is tulajdonképpen a két minta közötti hőmérséklet különbséget mérjük. Azonban itt valamilyen termikus vagy elektromos visszacsatolással igyekszünk

jelentősen csökkenteni a kialakuló hőmérséklet különbséget. Megmutatható, hogy ha a hőmérséklet különbség kicsi akkor az igen jó közelítéssel arányos a teljesítmény különbséggel. Így megfelelő kalibrálás után közvetlenül a teljesítmény különbséget tudjuk mérni.

1.2. A mérés elve

A laboratóriumban használt eszközünk a DTA berendezések egy egyszerűsített változata, melynek blokk-vázlata az 1.1. ábrán látható. Ez az eszköz lehetővé teszi termikus analízis elvégzését, azaz alkalmas fázisátalakulás hőmérsékletének és a fázisátalakulások során felszabaduló vagy elnyelt hőmennyiség mérésére.

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 1.1. ábra mutatja. Egy termoelemmel mérjük a fémtömb (T_2), egy másikkal pedig a mintatartó és a fémtömb közötti hőmérséklet különbséget (ΔT). Ezekből a mintatartó hőmérséklete $T_1 = T_2 - \Delta T$. Ezen kívül a kályha mellett is van egy termoelem amely a kályha T_f hőmérsékletének ellenőrzésére szolgál. A termofeszültségek egy-egy precíziós differenciál erősítővel jelentősen fel vannak erősítve. Egy felvezető ellenállás változásán alapuló IC gondoskodik arról, hogy a termoelemek hidegpontjának esetleges hőmérséklet változásából adódó hibát kikompenzálja. Ez az IC közvetlen hőkontaktusban van a hidegponttal. A felerősített feszültségeket egy 8 csatornás 18bit-es AD konverter méri.

A berendezésben Nikkel-króm un. K típusú termoelement használunk. Néhány gyakran használt termoelem paramétereit a 1. táblázat foglalja össze.

Kód	Anyag (+ oldal)	Anyag (- oldal)	S_{AB} ($\mu V/K$)	T_{min} ($^{\circ}C$)	T_{max} ($^{\circ}C$)
K	Nikkel-króm (krómel)	Nikkel-alumin. (alumel)	43	-180	1100
T	Réz	Réz-nikkel (konstantán)	46	-185	300
J	Vas	Réz-nikkel (konstantán)	56	-180	700
E	Nikkel-króm	Réz-nikkel (konstantán)	81	0	800
R	Platina-13% ródium	Platina	10	-50	1600

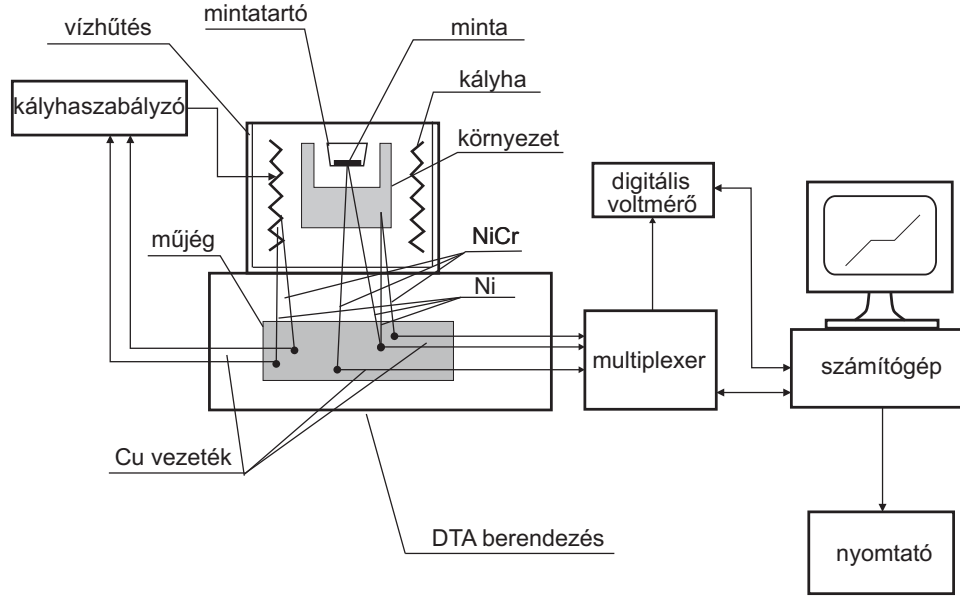
1.1. táblázat. A leggyakrabban használt termoelemek

A kályha szabályozását egy szoftveres PID (proportional, integral, differential) alapú visszacsatolás végzi. A teljesítmény fokozat vezérlő feszültsége

$$U_v = P * \Delta U + I \int \Delta U dt + D * \frac{\Delta U}{dt} \quad (1.1)$$

ahol P , I , és D a PID állandók és ΔU arányos a T_2 és az elérni kívánt $T_p(t)$ programhőmérséklet különbségével $\Delta U \propto (T_2 - T_p(t))$. Ez az egyenfeszültség egy olyan váltó áramú fűtőfokozatot hajt meg ahol a kimenő áram minden nullátmenet után bizonyos idővel kikapcsolódik úgy, hogy a leadott teljesítmény legyen arányos a vezérlő feszültséggel. Ezt fázishasításos szabályozásnak nevezik. Tekintettel arra, hogy a visszacsatolás T_2 -t használja a kályha hőmérséklete jelentősen eltérhet T_2 -től, de ez nem jelent problémát.

Ezzel az eszközzel fémek olvadását, dermedését, esetleg más hőelnyeléssel illetve hőfelszabadulással járó folyamatot vizsgálhatunk. A programhőmérsékletet leggyakrabban időben lineárisan változtatjuk.



1.1. ábra. A méréshez használt eszköz elvi vázlata

1.3. A DTA működésének modellezése

A hőmérsékletváltozások leírására matematikailag még egyszerűen kezelhető, és a valódi helyzetet is jól közelítő modell a következő. Alapja az, hogy az egyes testek közötti hőátadást a Newton-féle lehűlési törvénnyel [1] írhatjuk le, amely szerint a környezetnek időegység alatt átadott Q hőmennyiség arányos a test és a környezete hőmérsékletének különbségével:

$$\frac{dQ}{dt} = -h(T - T_k), \quad (1.2)$$

ahol T a test és T_k a környezet hőmérséklete. A h együtthatót hőátadási együtthatónak nevezzük. Feltesszük, hogy az egyes vizsgált átalakulások hőmérséklet-tartományában a testek közötti hőátadási együttható állandó.

A mérés során a kályha fűtésével vagy hűtésével a tömb (környezet) hőmérsékletét lineárisan növeljük vagy csökkentjük, és mérjük, hogy eközben hogyan változik a mintatartó-minta rendszer hőmérséklete.

A tapasztalható változások leírására a következő jelöléseket vezetjük be: T_m jelöli a minta hőmérsékletét, w a hőkapacitását. Ismert, hogy $w = mc$, ahol m a minta tömege, és c az állandó nyomáson mért fajhője. Ezen kívül v a mintatartó hőkapacitását, T_k a mintatartót körülvevő tömb (a környezet) hőmérsékletét jelöli.

Felírjuk a minta és a mintatartó hőmérséklet-változását leíró differenciálegyenleteket. A minta $T_m(t)$ hőmérséklete azért változik, mert a mintatartóból hőt vesz fel, vagy a mintatartónak hőt ad át, valamint a fázisátalakulás alatt a mintából hő szabadul fel, vagy a mintában hő nyelődik el.

$$w \frac{dT_m}{dt} = \frac{dH_m}{dt} - k(T_m - T_1). \quad (1.3)$$

Itt dH_m/dt az időegység alatt felszabuló vagy elnyelődő hőt jelöli.

A mintatartó $T_1(t)$ hőmérsékletét a mintával és a környezettel fennálló hőcsere határozza meg:

$$v \frac{dT_1}{dt} = -k(T_1 - T_m) - h(T_1 - T_k), \quad (1.4)$$

ahol $T_k(t)$ a mintatartót körülvevő tömbnek, azaz a környezetnek a hőmérséklete, k a mintatartó és a minta, h pedig a mintatartó és a környezet közötti hőátadási tényezők. Az egyszerűség kedvéért feltesszük, hogy $T_k(t)$ megegyezik az általunk beadott programhőmérséklettel. Ez nem mindig teljesül pontosan, de a mérés kiértékelését lényegesen nem befolyásolja.

A mérés során tiszta fémek és ötvözetek olvadásakor, ill. dermedésekor fellépő jelenségeket fogunk vizsgálni. A környezet hőmérsékletét egy kezdeti T_o hőmérséklettel α sebességgel növeljük lineárisan:

$$T_k(t) = T_0 + \alpha t. \quad (1.5)$$

Az alábbiakban megadjuk a mérés egyes szakaszaiban a minta és a mintatartó hőmérsékletének változását.

1.3.1. Előszakasz

A fázisátalakulás megkezdődése előtt (és után) nyilván

$$\frac{dH_m}{dt} = 0, \quad (1.6)$$

így a 1.3 és 1.4 egyenletek

$$w \frac{dT_m}{dt} = -k (T_m - T_1). \quad (1.7)$$

$$v \frac{dT_1}{dt} = -k (T_1 - T_m) - h (T_1 - T_0 - \alpha t). \quad (1.8)$$

A fenti inhomogén lineáris differenciál egyenleteknek könnyű találni egy partikuláris megoldását. Tekintsük az alábbi alakolat:

$$\begin{aligned} T_1 &= T_1^0 + \alpha t \\ T_m &= T_m^0 + \alpha t \end{aligned} \quad (1.9)$$

Ezt behelyettesítve 1.7 és 1.8 egyenletekbe kapjuk, hogy

$$\begin{aligned} w\alpha &= -k(T_m^0 - T_1^0) \\ v\alpha &= k(T_m^0 - T_1^0) - h(T_1^0 - T_0) \end{aligned} \quad (1.10)$$

Innen

$$T_1^0 = T_0 - \frac{\alpha(w + v)}{h} \quad (1.11)$$

$$T_m^0 = T_1^0 - \frac{w\alpha}{k} \quad (1.12)$$

Az általános megoldás a

$$w \frac{dT_m^h}{dt} = -k (T_m^h - T_1^h) \quad (1.13)$$

$$v \frac{dT_1^h}{dt} = -k (T_1^h - T_m^h) - h T_1^h \quad (1.14)$$

homogén egyenlet általános megoldása és a partikuláris megoldás összege. Ennek megoldása

$$T_m^h = A_m e^{-\beta t} \quad (1.15)$$

$$T_1^h = A_1 e^{-\beta t} \quad (1.16)$$

alakban kereshető. Behelyettesítve a kapott homogén lineáris egyenletnek akkor van nemtriviális megoldása ha β kielégíti a

$$(w\beta - k)(v\beta - k - h) - k^2 = 0 \quad (1.17)$$

karakterisztikus egyenletet. Ennek két megoldása van:

$$\beta_{1,2} = \frac{s \pm \sqrt{s^2 - 4vwh}}{4vw} \quad (1.18)$$

ahol $s = kv + (k + h)w$. Azonban mindkettő exponenciálisan lecseng, így egy rövidebb bekapcsolási periódus után ez a megoldás nem jelenik meg.

Ez azt jelent, hogy a mintatartó és a minta hőmérséklete időben szintén lineárisan változik csak lemarad a programhőmérséklettől. Ha feltételezzük, hogy a T_2 hőmérséklet jó közelítéssel megegyezik a programhőmérséklettel (erre történik a vezérlés) a mért $\Delta T = T_2 - T_1$ jel 1.11 alapján

$$\Delta T = \frac{\alpha(w + v)}{h} \quad (1.19)$$

Tekintettel arra, hogy a hőkapacitások és a hőátadás is függ a hőmérséklettől ΔT nem konstans a teljes mérési tartományban. A $\Delta T(T_2)$ görbét alapvonalnak hívjuk.

1.3.2. Olvadási szakasz

Amikor T_m eléri a T_{melt} olvadáspontot, amíg az olvadás lezajlik $T_m = T_{melt}$. Ekkor a mintatartó hőmérséklet változását leíró 1.4 egyenlet

$$v \frac{dT_1}{dt} = -k(T_1 - T_{melt}) - h(T_1 - T_0 - \alpha t). \quad (1.20)$$

alakú lesz. Ennek szintén van egy időben lineáris

$$T_1(t) = T_1^s + \alpha^* t \quad (1.21)$$

partikuláris megoldása. Behelyettesítés után

$$v\alpha^* = -(k + h)T_1^s - (k + h)\alpha^* t + kT_{melt} + hT_0 + h\alpha t, \quad (1.22)$$

ahonnan

$$\alpha^* = \frac{h}{k + h} \alpha \quad (1.23)$$

és

$$T_1^s = \frac{kT_{melt} + hT_0 - v\alpha^*}{k + h} \quad (1.24)$$

Az általános megoldáshoz még hozzá kell adjuk itt is a megfelelő homogén egyenlet

$$v \frac{dT_1^h}{dt} = -(k + h)T_1^h \quad (1.25)$$

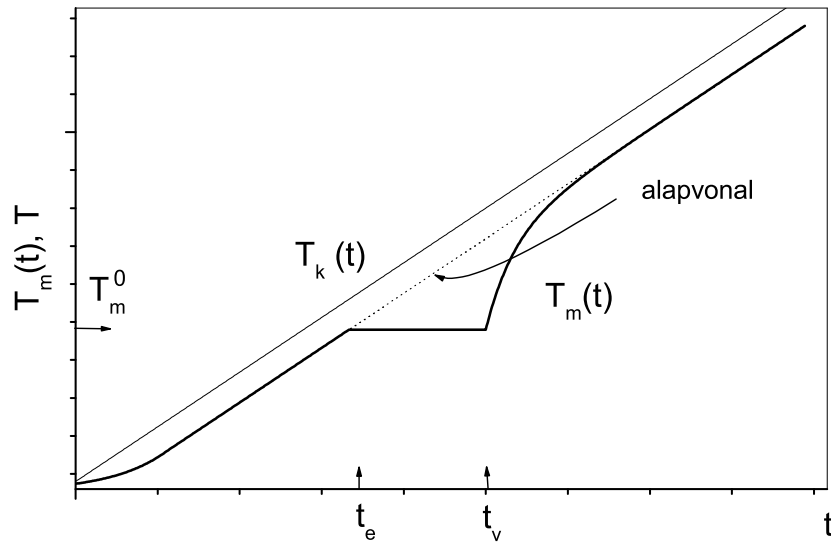
megoldását. Ez azonban ismét egy exponenciálisan gyorsan lecsengő megoldás lesz, ezért egy rövid átmeneti szakasztól eltekintve nem játszik szerepet.

A DTA-t úgy kell megépíteni, hogy a mintatartó és a környezet között jó legyen a hőkontaktus. Ekkor T_s -ben mind a számlálóbn mind a nevezőben a h -val arányos tagokat elhanyagolhatjuk. Ez azt jelenti, hogy $T_1^s \approx T_{melt}$.

1.3.3. Utószakasz

Amikor az olvadás befejeződik dH_m/dT ismét nullává válik. Ezért ebben a szakaszban ismét a 1.7 1.8 egyenletek írják le a rendszer időfejlődését. Láttuk, hogy ekkor a megoldások egy lineáris és két exponenciális függvény összegeként írhatóak le. Ezért a T_1 hőmérséklet egy exponenciálisan lecsengő szakasszal „visszatér” az időben lineárisan növekvő függvényhez.

A teljes átalakulás során lezajló folyamatokat az 1.2. ábra szemlélteti.



1.2. ábra. A minta és a környezet hőmérsékletének idealizált időfüggése melegítés során

1.3.4. Az olvadáshő meghatározása

Az olvadáshő a 1.3 és 1.4 alapján határozható meg. Az olvadás alatt

$$w \frac{dT_m}{dt} = 0 \quad (1.26)$$

Így

$$\frac{dH_m}{dt} = k (T_{melt} - T_1). \quad (1.27)$$

Ezt behelyettesítve 1.4 egyenletbe

$$v \frac{dT_1}{dt} = -\frac{dH_m}{dt} + h(T_1 - T_p) \quad (1.28)$$

ahol mint korábban itt is feltételezzük, hogy T_m pontosan követi a $T_p = T_0 + \alpha t$ programhőmérsékletet, valamint $T_2 \approx T_p$. Ennek megfelelően 1.28 átírható

$$v \frac{dT_1}{dt} = -\frac{dH_m}{dt} + h(\Delta T) \quad (1.29)$$

alakra.

Vezessük be most az alapvonal fogalmát. Ez egy hipotetikus görbe amit akkor mérnénk ha a minta nem adna le hőt. Azaz, ilyenkor

$$v \frac{dT_1^a}{dt} = h(\Delta T^a) \quad (1.30)$$

ahol a felső „a” index az alapvonalnak megfelelő mennyiségeket jellemzi. Természetesen az olvadás elindulása előtt és az utószakasz exponenciális lecsengése után a mért jelek és az alapvonal megegyezik.

Ha kivonjuk egymásból a fenti két egyenletet akkor a különbségi δT_1 és $\delta \Delta T$ mennyiségekre adódik, hogy

$$v \frac{d\delta T_1}{dt} = -\frac{dH_m}{dt} + h(\delta \Delta T) \quad (1.31)$$

Ha most ezt az egyenletet integráljuk két olyan időpont között ahol nincs olvadás az egyenlet bal oldalának integrálja nyilván eltűnik és

$$Q = \int_{t_0}^{t_1} \frac{dH_m}{dt} dt = h \int_{t_0}^{t_1} \delta \Delta T dt \quad (1.32)$$

Tehát 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. Az arányossági tényező kalibrációs méréssel meghatározható.

1.3.5. Dermedés vizsgálata

A kályha lehűlése folyamán is vizsgálhatjuk a fázisátalakulás (dermedés) folyamatát. A dermedés esetében gyakran fellép a *túlhűlés* jelensége, vagyis az, hogy az anyag már jóval ($5-10$ °C) alacsonyabb hőmérsékletű, mint a fázisátalakuláshoz tartozó hőmérséklet, de még mindig folyadék állapotban van. Előbb-utóbb azonban megindul a dermedés folyamata, és ekkor a felszabaduló hő hatására az anyag visszamelegszik a fázisátalakulás hőmérsékletére, és az átalakulás további részében ezt a hőmérsékletet tartja, mindaddig, míg az egész anyag meg nem dermed [1], [2]. A minta hőmérséklete ezután exponenciálisan tart az alapvonal egyeneséhez. Hűlés esetén a környezet hőmérsékletének változását a

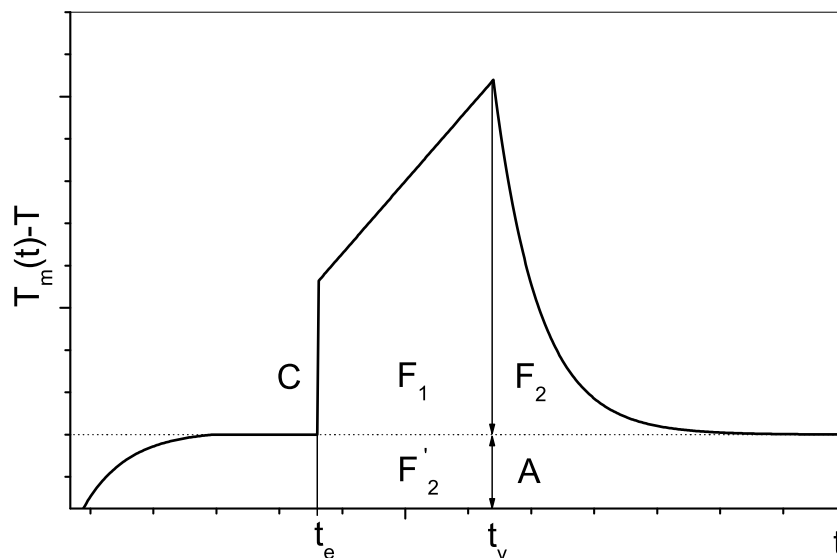
$$T_p(t) = T_{start} - \alpha t; \quad (\alpha > 0) \quad (1.33)$$

függvénnyel írhatjuk le, ahol T_{start} az indulási hőmérséklet. Feltesszük, hogy T_{start} hőmérsékleten egyensúlyban van a mintatartó-minta rendszer és a kályha. Az 1.3. ábrán egy ideális dermedési görbét, és a környezet hűlésének hőmérséklet-idő függését láthatjuk. A minta-mintatartó rendszer hőmérséklete most is végig lemarad a kályha hőmérsékletétől. Az 1.3 olyan esetet ábrázoltunk, amikor túlhűlés lép fel.

A fázisátalakulás (dermedés) során felszabaduló hő először visszamelegíti a dermedési hőmérsékletre a minta-mintatartó rendszert, majd a maradék hő átadódik a környezetnek. Az elméleti fejezetben megmutatjuk, hogy most is, mint az olvadás esetében, igaz a (1.31) összefüggés, vagyis az alapvonal és a $\Delta T(t)$ görbe által bezárt terület a hőátadási tényezővel szorozva, a mintában a fázisátalakulás során felszabaduló hőmennyiséget adja meg.

1.4. A mérőprogram használata

A mérőprogram a DTA vezérlő elektronikájával a hálózaton keresztül kommunikál. A vezérlő elektronikának egy fix IP címe van. A mérőprogram egy konzolból a „DTAmeas” utasítással vagy a megfelelő



1.3. ábra. A minta és a környezet hőmérsékletének különbsége az idő függvényében hűlés közben

ikonnal indítható el. Ezután első lépésként ki kell választani azt a könyvtárat ahova a mérési eredményeket elmentjük. Ha még nincs könyvtára, az Ön Neptun kódjával hozza azt létre, és válassza ki „munkakönyvtárként”. Ezután az 1.4. ábrán látható kép jelenik meg.

A program folyamatosan mutatja a T_1 , ill. a ΔT hőmérsékleteket valamint azt, hogy a kaloriméter éppen milyen utasítást hajt végre (lásd alább). Mód van a T_2 és a programhőmérséklet megjelenítésére is. Ehhez a megfelelő „A” gomb benyomásával aktiválni kell a kijelzést. A gomb újbóli benyomásával a kijelzés kikapcsolható. A kijelzés ábrázolási tartomány a megfelelő gombok alatti boxokba beírt értékekkel tetszőlegesen beállítható. A boxba beírt érték a „Enter” gomb benyomásával aktivizálódik. Ugyanakkor mód van az érték beállítására az egérrel is. Ehhez az egeret a fel/le nyilakon addig kell nyomva tartani amíg a kívánt értéket el nem érjük. Mérés közben alapértelmezésben a görbék az idő függvényében jelennek meg. A „Time/T2” gomb benyomásával azonban a T_2 függvényében kapjuk meg azokat. Az aktuális függőleges skála a „Y axis,” gombbal jeleníthető meg.

A grafikonon látható ábra „.jpg” formátumban tetszőleges pillanatban elmenthető a program indításakor megadott könyvtárba. A fájl neve a pillanatnyi dátumból és időpontból állítódik elő. A „Print” gomb benyomásával a görbe közvetlenül kinyomtatható.

Mód van a kaloriméter egy meghatározott hőmérsékletre felfűteni a „Heatto’ gomb alatti boxba beállított értékre. Amennyiben valamiért ezt menet közben meg szeretnénk állítani ez a „Hold,” benyomásával tehető meg. Megjegyezzük normál esetben a „Heatto,” funkcióra nincs szükség.

Az „Identifier,” gomb alatti boxba tetszőleges azonosítót beírhatunk, amely elmentésre kerül a mérési fileben. Fontos megadni a mérendő minta tömegét a „Mass,” gomb alatti boxban.

Adott esetben szükség lehet a DTA kalibrálására. Ez azonban csak az „Expert mode,” bekapcsolásával lehetséges, amely a hallgatók számára nem elérhető. Úgyanígy a DTA IP címét is csak az „Expert mode,”-ban tudjuk beállítani.

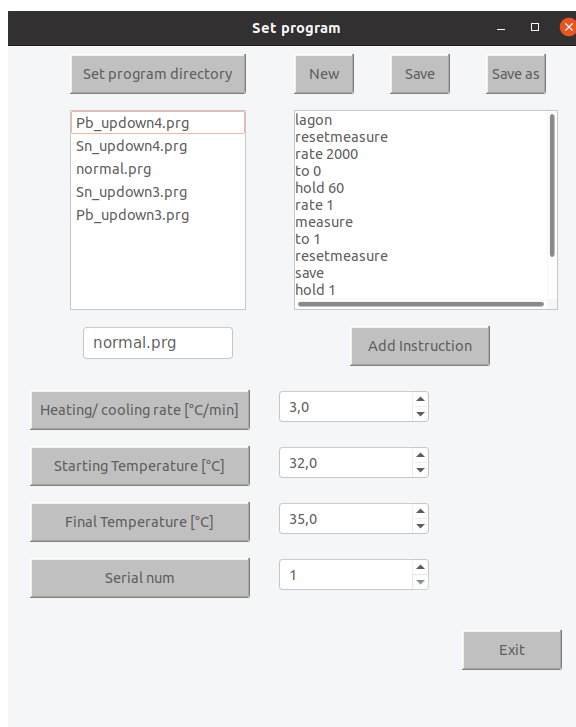


1.4. ábra. A mérőprogram

A tényleges mérés beindítás előtt ki kell választani azt a mérőprogramot amit végre szeretnénk hajtani. Ehhez nyomjuk be a "Set Function," gombot. Ekkor az 1.5. ábrán látható kép jelenik meg. Itt lehet kiválasztani a kívánt programot ill. ha szükséges beállítani a paramétereket.

A DTA által végrehajtható program néhány egyszerű utasításból áll amelyek a következők:

- **to temperature:** amely a megadott hőmérsékletre az aktuális fűtési sebességgel fűti a kalorimétert.
- **rate rate:** beállítja a fűtési sebességet
- **hold time:** a megadott másodpercig az aktuális állandó hőmérsékleten tartja a kalorimétert.
- **measure:** Elkezd az adatok gyűjtését és ábrázolását.
- **resetmeasure:** Befejezi az adatok gyűjtését.
- **autosave:** Ha ez az opció be van kapcsolva a mérés indításakor bekéri az adatok elmentésére használt file nevét. Ha a mérés során több file is elmentésre kerül akkor a file elején növeli a sorszámot.
- **save:** Elmenti az adatokat. Ha nincs "autosave," bekapcsolva a "Save," gomb pirosra vált. A gomb benyomása után kell megadni a file nevét.
- **absolute:** Ha az "absolute," be van kapcsolva akkor a "to," és "rate," adatok abszolút értékeket jelentenek. Ha nincs bekapcsolva akkor a "to 1" a „Final Temperature” értéknek a "to 0" a „Starting Temperature” értéknek, míg a „rate 1” a „Heating/cooling rate” értéknek felel meg, amelyeket a megfelelő boxokban adhatunk meg. A labormérés során használt programokban az „absolute” módot használjuk.



1.5. ábra. A mérési program kiválasztása.

Mód van új program írására is de ez megint csak az „Expert mode”-ban menthető el.

A kíván mérőprogram a listából úgy választható ki, hogy az egérrel rákattintunk. Amennyiben a programot valamiért többször meg kívánjuk ismételni „Serial num” boxba megadhatjuk, hogy ez hányszor történjen meg.

Miután kiválasztottuk a kíván programot a „Exit” gombbal lépünk ki és a „Start” gombbal indítsuk el a mérést.

1.5. A mérés menete

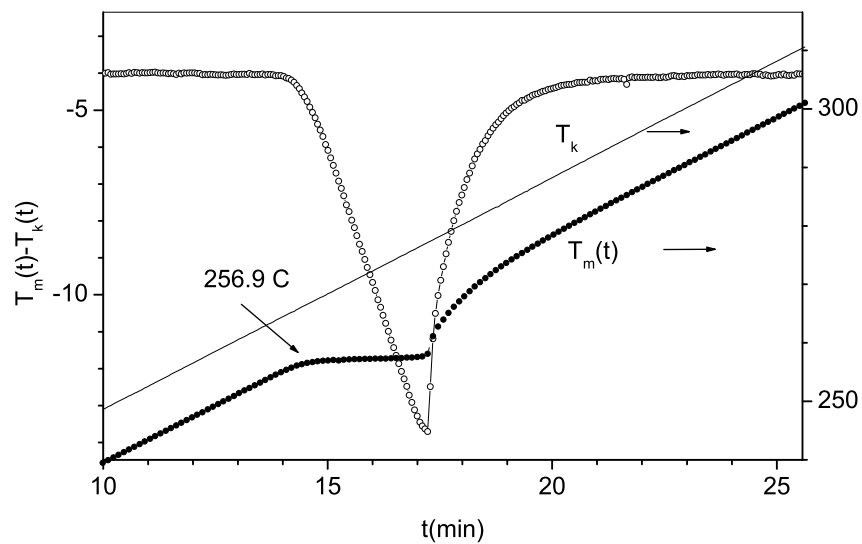
A feladatok elvégzése során az alábbi mérési lépéseket kell végrehajtani:

- A vízhűtést a laborvezető indítja el!
- Mérjük meg a minta tömegét, és helyezzük a mintatartóba!
- A megfelelő program kiválasztása után (lásd a feladatok) végezzük el a mérést.

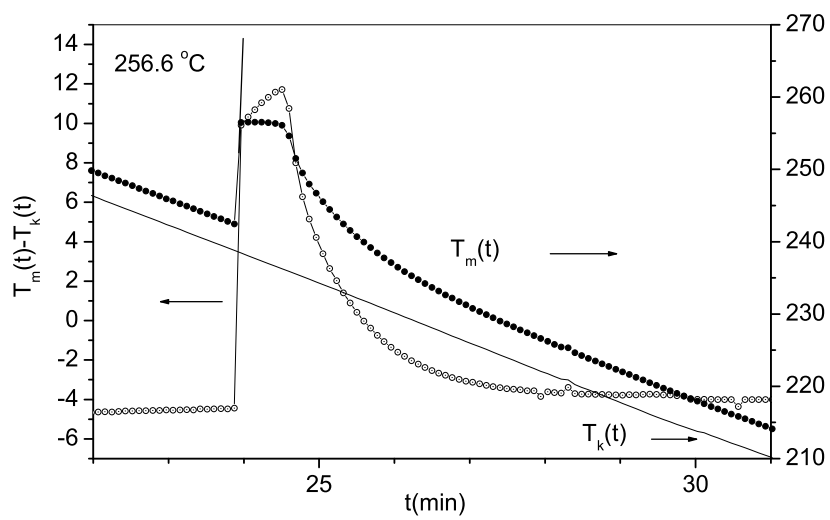
Példaként, az 1.6. ábra egy felfűtési, a az 1.7. ábra egy hűtési görbét mutat.

1.6. A kiértékelő program használata

A kiértékelő program egy konzolból a „DTAevalue” utasítással vagy a megfelelő ikonnal indítható el. Első lépésként ki kell választani azt a könyvtárat ahova a mérési eredményeket elmentettük. Ezután az 1.8. ábrán látható kép jelenik meg.



1.6. ábra. Egy valódi minta felfűtés során mért görbéi



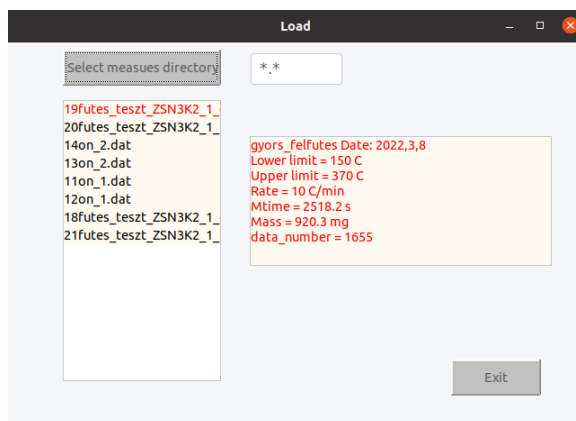
1.7. ábra. Egy valódi minta hűlés során mért görbéi



1.8. ábra. A kiértékelő program

1.6.1. A kiértékelés lépései

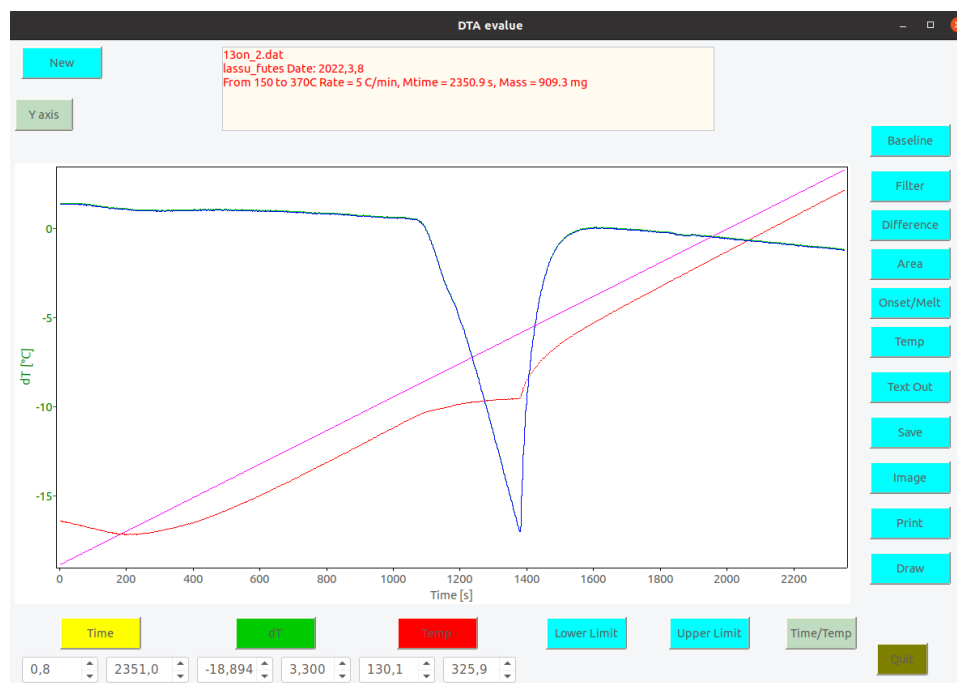
- A kiértékelni kívánt file-t a „New” gomb benyomása után lehet kiválasztani. Ekkor az 1.9. ábrán



1.9. ábra. A mérés beolvasása

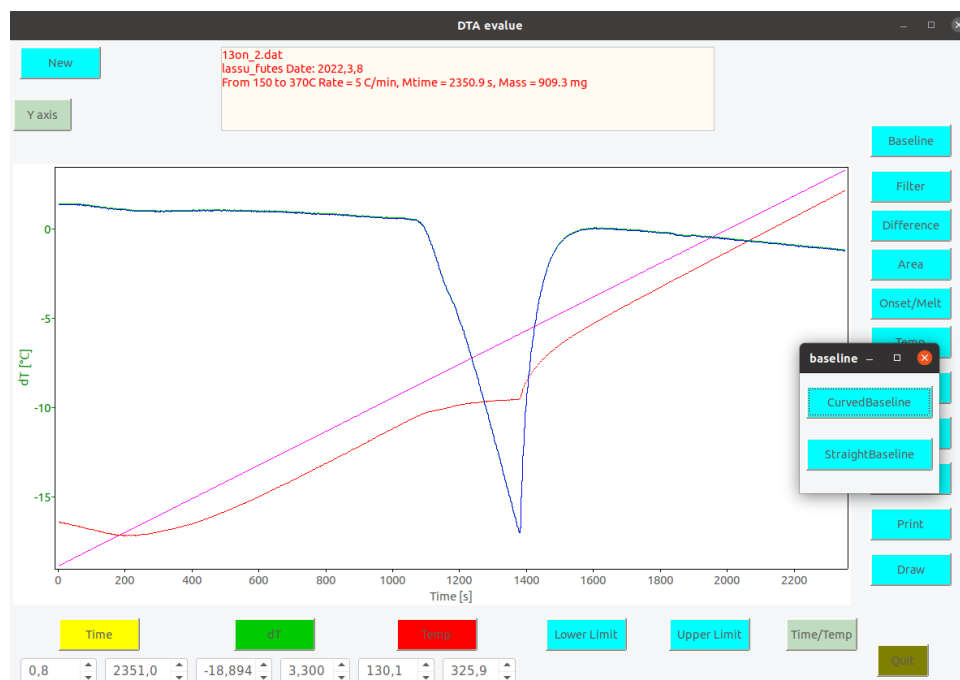
látható kép jelenik meg. Első lépésként a „Select measure directory” gombbal válasszuk ki azt a directory-t ahol a mérésünk van. Ezután a listában megjelennek azok a file-nevek amelyek DTA méréshez tartoznak. Itt egy file-névre kattintva az egérrel megjelennek a mérés paramétereit és a név pirosra változik. A mérés akkor olvasódik be ténylegesen ha meggysszer a piros névre kattintunk.

(lásd az 1.10. ábra).



1.10. ábra. Beolvasott mérés

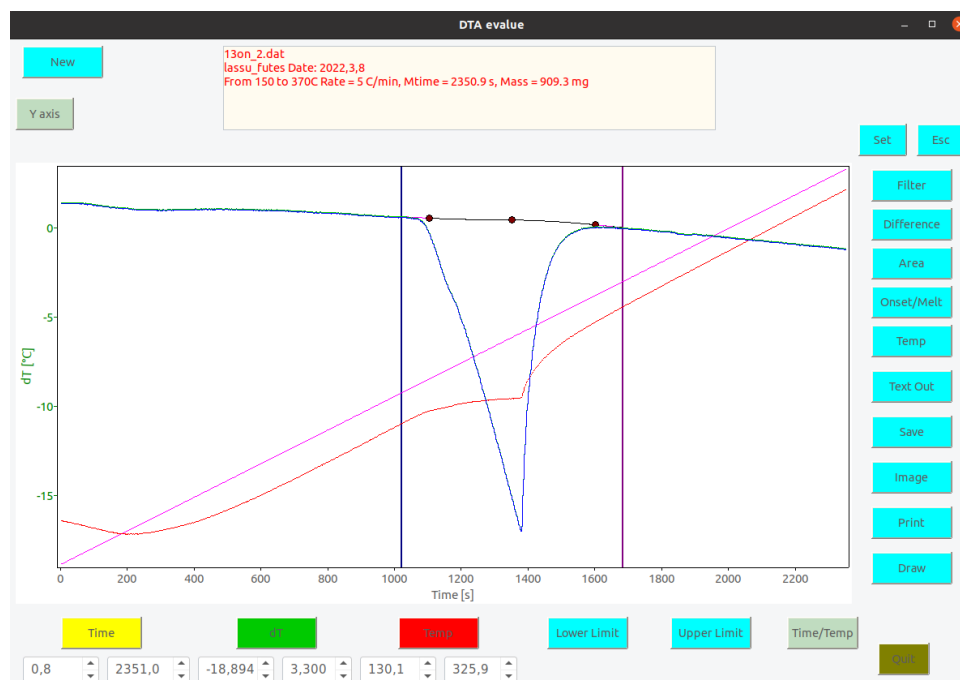
- A mérőprogramhoz hasonlóan itt is a megfelelő boxokba írt értékkel ki tudjuk választani az ábrázolás intervallumát ill. azt, hogy az idő vagy a T_2 van a vízszintes tengelyen. Ezen kívül a „Lower limit” ill. „Upper limit” gombokkal „vizuálisan” is ki tudjuk választani az x tengely skáláját. A megfelelő gomb benyomása után megjelenik egy függőleges vonal. Ha az egeret a vonalra mozgatjuk majd a bal gombot lenyomjuk a vonal az egérrel mozgatható. Amikor elengedjük az egér gombját akkor a vonal helyzete lesz az alsó ill. a felső határ.
- Amennyiben a mérés túl zajos a „Filter” gombbal egy simító ablakkal történő konvolúció után csökken a zaj.
- A következő feladat az alapvonal meghatározása. Kiindulásként a program az egész görbét alapvonalnak tekinti (ezért a görbe színe mindenütt kék). Benyomva a „Baseline” gombot kiválaszthatjuk, hogy milyen alapvonalat szeretnénk rajzolni (lásd az 1.11. ábra).
- „Straight Baseline” esetében egy egyenes alapvonalat tudunk behúzni. A gomb benyomása után a megjelenő függőleges vonalat az egérrel mozgassuk az alapvonal kezdő pontjára! Ezután egy második vonal jelenik meg amit mozgassunk az alapvonal végpontjára! Az egyenes alapvonal a megjelenő „Set” gomb benyomásával választható ki ténylegesen.
- „Curved Baseline” esetén először ugyanígy válasszuk ki azt a kívánt tartományt ahova alapvonalat szeretnénk rajzolni. Ekkor azonban egy olyan görbe jelenik meg amelynek induló és végső meredekségét valamint azt, hogy középen hol menjen át változtatni tudjuk. Ehhez vigyük az egeret a megjelenő megfelelő fekete karikára (lásd az 1.12. ábra), majd az egér bal gombját lenyomva tartva változtatni tudjuk a megfelelő paramétert. Az alapvonal a „Set” benyomásával rögzíthető. A



1.11. ábra. Beolvasott mérés

fent leírt eljárás több szakaszon is megismételhető amennyiben erre szükség van. A kiértékeléshez inkább ennek a módnak a használatát javasoljuk.

- A „Difference” gombnyomása levonja az alapvonalat és a $\delta\Delta T$ értéket elosztja a minta tömegével.
- Az olvadáspont meghatározásához az elméleti részben leírtak szerint egy egyenest kell illeszteni a $\delta\Delta T$ görbe megfelelő szakaszához. Az „Onset/Melt” gombnyomása után a fentiekhez hasonlóan a két függőleges vonal mozgatásával válasszuk ki az illesztési intervallumot. Ezután a program illeszti az egyenest és megadja az olvadáspontot (lásd az 1.13. ábra)
- A görbe alatti terület az „Area” gombnyomása után a függőleges vonalakkal kiválasztott intervallumban megadja a görbe alatti területet.
- A „Temp” gombnyomásával a függőleges vonal mozgatása után le tudunk olvasni „karakterisztikus” hőmérséklet értéket, amely a vonal helyzetének megfelelő.
- A „Text Out” gombnyomása módot ad az egyenes illesztés ill. a terület meghatározáskor kapott paramétereknek az ábrán való elhelyezésére. A paraméterek a „keletkezésük” sorrendjében jelennek meg egy sárga dobozban. A doboz az egérrel mozgatható a kívánt helyre. A „Set” gomb rögzíti, míg az „Esc” gomb kihagyja a megjelenítést.
- Az „Image” ill. a „Print” gombokkal a mérőprogramhoz hasonlóan el tudjuk menteni ill. ki tudjuk nyomtatni az aktuális ábrát.
- A „Save” gomb segítségével az alapvonal kivonása utáni görbe elmenthető. A file nevében az utolsó karakter „\$”-ra változik.
- A „Draw” gombbal egy korábban kiértékelt mérés újra felrajzolható.



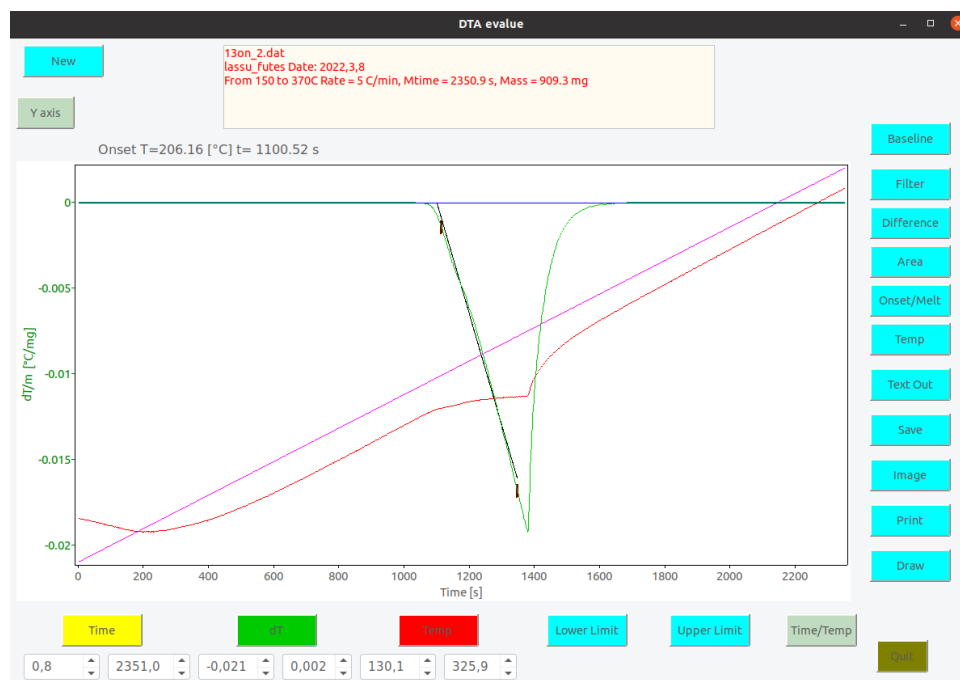
1.12. ábra. Görbe alapvonal megrajzolása.

1.7. Feladatok

1. A „Pb_updown3.prg” programmal mérjük meg az ólom olvasztását ill. lehűlését. Ekkor az olvasztás során a fűtési sebesség 10 C/min míg a hűtés sebessége 8 C/min!
2. A „Pb_updown4.prg” programmal mérjük meg az ólom olvasztását ill. lehűlését. Ekkor az olvasztás során a fűtési sebesség 8 C/min míg a hűtés sebessége 5 C/min!
3. Határozzuk meg a fázisátalakulás hőmérsékletét! Határozzuk meg a fázisátalakulási görbe alatti területet, és az egységnyi tömegre vonatkoztatott fázisátalakulási hő! Az eredményeinket vessük össze az 1.2. táblázat adataival.
4. Vizsgáljuk meg, ha egy kis csillámlemez tesztünk a minta alá, a mért olvadási görbe hogy módosul! Becsüljük meg, hogy így hányadrészére csökken a hőátadási tényező!
5. Miért élesebb a fagyási görbe-váltás, mint az olvadási?
6. Toljuk össze a $dT(t)$ függvényeket, hogy közvetlenül lássuk: nagyobb sebességgel mérve az átalakulást, a folyamat „élesebb”, vagyis nagyobb dT -ket érünk el, de a folyamat rövidebb idő alatt megy végbe. A területek, természetesen, azonosak.

1.7.1. Elméleti feladatok

1. A mérőhelyekhez mellékelt $h(T)$ függvényeket diszkrét pontokban, néhány tiszta fém ismert átalakulási hőmérsékletének méréséből határoztuk meg, majd a pontokra sima függvényt illesztettünk. Adjunk mérési és kiértékelési utasítást, hogy milyen módon tudnánk folytonosan meghatározni $h(T)$ -t.



1.13. ábra. Olvadáspont meghatározása.

Minta	$\rho(g/cm^3)$	$c(J/g^\circ C)$	$T_{olv}(^\circ C)$	$q_f(J/g)$
In	7,31	0,23	156,599	28,42
Sn	7,30	0,22	231,928	59,2
Pb	11,35	0,16	327,502	23,16
Zn	7,13	0,388	419,527	112,0
Al	2,70	0,900	660,323	400,1
Ag	10,50	0,237	961,78	104,7
Au	19,32	0,129	1064,18	63,7
Cu	8,96	0,385	1084,62	205,4
Fe	7,87	0,444	1535	277

1.2. táblázat. Néhány tiszta fém hőtani állandói

1.8. Irodalom

1. Budó Ágoston, Kísérleti Fizika I., Tankönyvkiadó, Budapest, 1968.
2. Verő József, Fémten, Tankönyvkiadó, Budapest, 1970.