

1. fejezet

Fajhő mérése (Böhönyey András, Groma István)

1.1. Bevezetés

Az anyag fajhőjének (c) mérése legegyszerűbben úgy történhet, hogy a mérendő anyag ismert tömegű (m) mennyiségével, definiált körülmények között, hőt közlünk (Q), és közben mérjük a hőmérséklet változását (ΔT_m):

$$Q = C_m \Delta T_m. \quad (1.1)$$

ahol a rövidség kedvéért bevezettük a $C_m = cm$ hőkapacitást. A hőátadás folyamatát kaloriméterben mérjük. A kaloriméter a környezetétől jó hőszigetelő fallal elzárt eszköz, amelyben a mérendő hőmennyiség hőmérséklet- vagy halmazállapot-változást idéz elő. A kaloriméterek két fő csoportba sorolhatók. Vannak izotermikus és nem-izotermikus kaloriméterek. Az izotermikus kaloriméterek legismertebb típusa a Bunsen-féle jégkaloriméter, amelynél a $\theta^\circ C$ -on tartott kaloriméterbe bejuttatott hőmennyiséget az általa megolvasztott jég térfogatcsökkenésének mérésével, a jég olvadási hőjének ismeretében számítják ki.

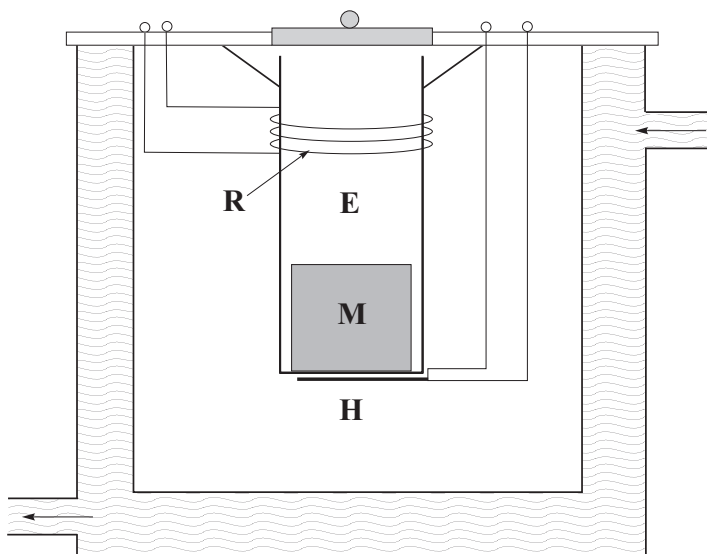
A nem-izotermikus kaloriméterek gyakrabban használatosak, mint az izotermikusak. Egyik fontos típust az adiabatikus kaloriméterek képviselik, amelyeknél a környezettel fellépő hőcserét úgy csökkentik elhanyagolható értékre, hogy vagy nagyon gondosan szigetelik a kalorimétert (pl. alacsony hőmérsékletű méréseknél), vagy a környezetének a hőmérsékletét önműködő szabályzó berendezéssel, a kaloriméter hőmérsékletével azonos értéken tartják.

A nem-izotermikus kaloriméterek másik típusa az ún. *isoperibol kaloriméter*. Azokat a kalorimétereket nevezik isoperibol kalorimétereknek, melyek hőmérséklete változik, miközben a környezetük hőmérséklete állandó marad. A laborban a mérést elektromos isoperibol kaloriméterrel végezzük. Ez esetünkben egy szabályozott hőmérsékletű edény belsejébe helyezett réztömb, amelyen még egy ismert ellenállású (R) fűtőtestet is találhatók. A belső és külső hőmérsékleteket egy-egy speciálisan hőmérséklet mérésre készített félvezető eszközzel mérjük. Ez a félvezető ellenállásának hőmérséklet függését kihasználva egy precíziós IC (LM35) ami a hőmérséklettel arányos feszültséget szolgáltat. Ezzel mér a hétköznapi gyakorlatban használatos minden elektromos hőmérő is.

1.2. A kaloriméter felépítése és modellje

1.2.1. A kaloriméter felépítése

Az isoperibol kaloriméter felépítésének vázlatát mutatja az 1.1. ábra. A kaloriméter fő része egy vékonyfalú E rézedény, amely a mérendő M testet teljesen körülveszi. Az edény külső falához alulról egy H hőmérő illeszkedik, melynek kivezetései a fedőlapon vannak. Az edényt egy kettősfalú henger veszi körül, amelyben állandó hőmérsékletű víz kering. Az edény és a vízhűtött köpeny között levegő van. A rézedény külső falára csévél, ismert R ellenállású, huzal a kaloriméter fűtésére szolgál. Kivezetései szintén a fedőlapon vannak.



1.1. ábra. A kaloriméter felépítése

1.2.2. Az kaloriméter működésének modellje

A kaloriméter alkatrészei hőt vesznek fel, így a kaloriméterbe bevitt hőmennyiség még tökéletes hőszigetelés esetén sem egyedül a benne elhelyezett anyag hőmérsékletének emelésére fordítódik. A kaloriméterbe egységnyi idő alatt be ill. kiáramló hő $\dot{Q}_k$ jó közelítéssel arányos a kaloriméter T hőmérsékletének és a külső (vízhűtéssel szabályozott) T_0 hőmérséklet különbségével.

$$\dot{Q}_k = -\alpha(T - T_0). \quad (1.2)$$

ahol az α paramétert hőátadási tényezőnek nevezik.

Ezek alapján a kaloriméterben a hőmennyiség időegységre vonatkozó változására 1.1 és 1.2 egyenletek alapján felírhatjuk, hogy

$$C_p \frac{dT}{dt} = -\alpha(T - T_0) + \dot{Q}_s(t). \quad (1.3)$$

ahol C_p a kaloriméter hőkapacitása és $\dot{Q}_s(t)$ azt a hőteljesítményt jelöli amit kívülről viszünk be valamilyen módon (lásd alább). Ez természetesen függhet az időtől.

1.2.3. A kaloriméter kalibrálása

Ahhoz, hogy a kaloriméter hőmérsékletének változásából következtetni tudjunk a kaloriméterbe egy felfűtött mintából leadott hőmennyiségre első lépésként meg kell határozni a C_p és α paramétereket.

Ehhez rövidebb ideig a fűtőellenállásra egy adott U feszültséget kapcsolva állandó teljesítménnyel hőt viszünk be a rendszerbe. Ekkor

$$\dot{Q}_s = \frac{U^2}{R} \quad (1.4)$$

egy időben állandó konstans amit a továbbiakban $\dot{Q}_R$ -rel jelölünk.

Ennek alapján a 1.3 egyenlet az elektromos fűtés alatt

$$C_p \frac{dT}{dt} = -\alpha(T - T_0) + \dot{Q}_R. \quad (1.5)$$

alakú elsőrendű lineáris állandó együtthatós inhomogén differenciálegyenlet lesz. Ennek megoldását kereshetjük a

$$T(t) = Ae^{-\beta t} + B \quad (1.6)$$

alakban ahol A , β és B állandók. Egyszerű behelyettesítés után látható, hogy

$$\beta = \frac{\alpha}{C_p} \quad (1.7)$$

és

$$B = \frac{\alpha T_0 + \dot{Q}_R}{\alpha} \quad (1.8)$$

A A paraméter a kezdeti feltételből határozható meg. Az egyszerűség kedvéért tegyük fel, hogy a mérés kezdetekor a kaloriméter hőmérséklete megegyezik a külső hőmérséklettel, azaz T_0 . Tehát

$$A = T_0 - B = T_0 - \frac{\alpha T_0 + \dot{Q}_R}{\alpha} = \frac{\dot{Q}_R}{\alpha} \quad (1.9)$$

Ennek megfelelően adódik, hogy

$$T(t) = \frac{\dot{Q}_R}{\alpha} (1 + e^{-\beta t}) + T_0 \quad (1.10)$$

(Más kezdeti hőmérséklet esetébe ennél valamivel komplikáltabb kifejezés adódik.)

Ami a fenti kifejezést igazán fontossá teszi számunkra az az, hogy megfelelően kicsi t értékekre a hőmérséklet az idővel lineárisan növekszik:

$$T(t) \approx \frac{\dot{Q}_R}{C_p} t + T_0 = \frac{U^2}{RC_p} t + T_0 \quad (1.11)$$

Tehát ha a mért $T(t)$ görbe kezdeti szakaszára egy egyenest illesztünk, akkor annak meredekségéből U és R ismeretében a kaloriméter C_p „hőkapacitása” meghatározható.

A következő feladat az α hőátadási tényező meghatározása. Nézzük meg mi történik ha a külső feszültséget egy adott pillanatban kikapcsoljuk. Ekkor a 1.3 egyenlet

$$C_p \frac{dT}{dt} = -\alpha(T - T_0) \quad (1.12)$$

alakúra egyszerűsödik. Ennek megoldása

$$T(t) = (T_s - T_0)e^{-\beta t} + T_0 \quad (1.13)$$

ahol T_s a kikapcsoláskor érvényes hőmérséklet. A β paraméter meghatározását legegyszerűbben úgy tehetjük meg, hogy kikapcsolás után mért $T(t)$ görbére valamilyen jól kiválasztott intervallumban illesztünk egy

$$f(t) = T_b e^{-\beta t} + T_{out} \quad (1.14)$$

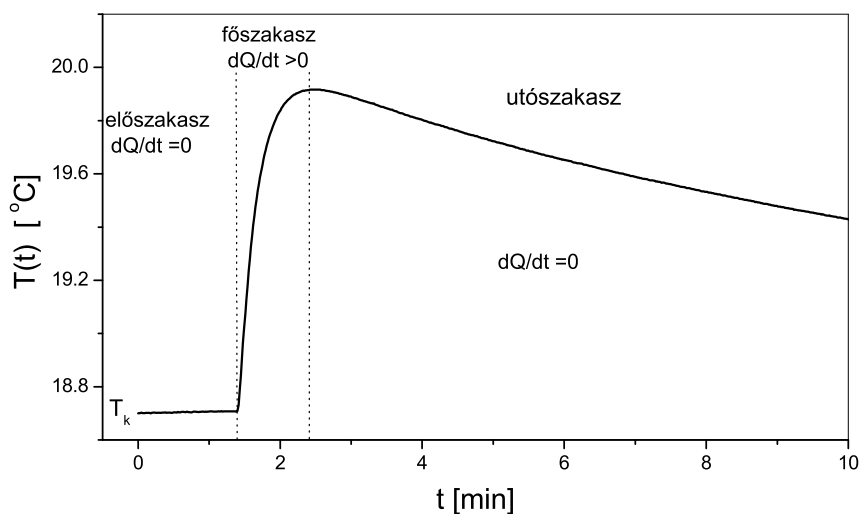
alakú függvényt. Igazából minket csak β érdekel aminek ismeretében az előző mérés felhasználásával megkaphatjuk a hőátadási tényező értékét.

1.3. A fajhőmérés elve

Nézzük me mi történik akkor ha egy T_m hőmérsékletre előmelegített testet beejtünk a kaloriméterbe. Ekkor a kaloriméter hőmérsékletváltozását leíró 1.3 egyenletbe a mintából a kaloriméterbe áramló hőteljesítményt kell beírni. Jelöljük ezt $\dot{Q}_m(t)$ -vel Ekkor a fentiek szerint

$$C_p \frac{dT}{dt} = -\alpha(T - T_0) + \dot{Q}_m(t). \quad (1.15)$$

Mivel a minta idővel jó közelítéssel felveszi a kaloriméter hőmérsékletét a folyamatot célszerű két szakaszra bontani (lásd 1.2 ábra). Az első gyors majd fokozatosan lelassuló szakasz során $\dot{Q}_m(t)$ még nagy és a kaloriméter hőmérséklete emelkedik.



1.2. ábra. A kaloriméter hőmérsékletének időfüggése a mérés során

Az „utószakaszban” már a minta felvette a kaloriméter hőmérsékletét. Ekkor a hőmérséklet a hőveszteség következtében a fentebb leírtaknak megfelelően exponenciálisan csökken de természetesen a C_p helyébe a $C_t = C_p + C_m$ „teljes” hőkapacitást kell venni. Ugyanakkor ebben a szakaszban nyilván teljesül, hogy

$$Q_m(t) = \int_{t_0}^t \dot{Q}_m(t) dt = C_m(T_m - T(t)) \quad (1.16)$$

Ezért a feladatunk $Q_m(t)$ meghatározása. Ehhez integráljuk a 1.14 egyenletet:

$$C_p(T(t) - T(0)) = -\alpha I(t) + Q_m(t). \quad (1.17)$$

ahol

$$I(t) = \int_{t_0}^t (T(t) - T_0) dt \quad (1.18)$$

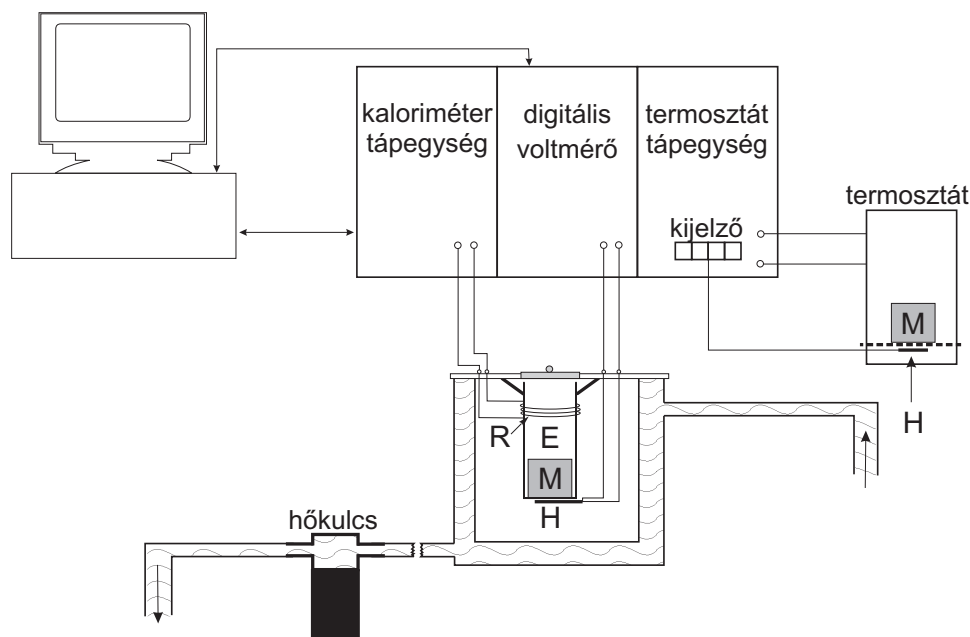
a mérési adatokból numerikus integrálással meghatározható. Fontos megjegyezni, hogy a felső integrációs határt úgy kell megválasztani, hogy már bőven a lassuló utószakaszban legyünk. Ha a mérést úgy végezzük, hogy a minta beejtésekor a hőmérséklet megegyezik a külső hőmérséklettel akkor

$$Q_m(t) = C_m(T_m - T(t)) = C_p(T(t) - T(0)) + \alpha I(t) \quad (1.19)$$

ahonnan megkapjuk a minta C_m hőkapacitását.

1.4. A mérési összeállítás és a mérés módszere

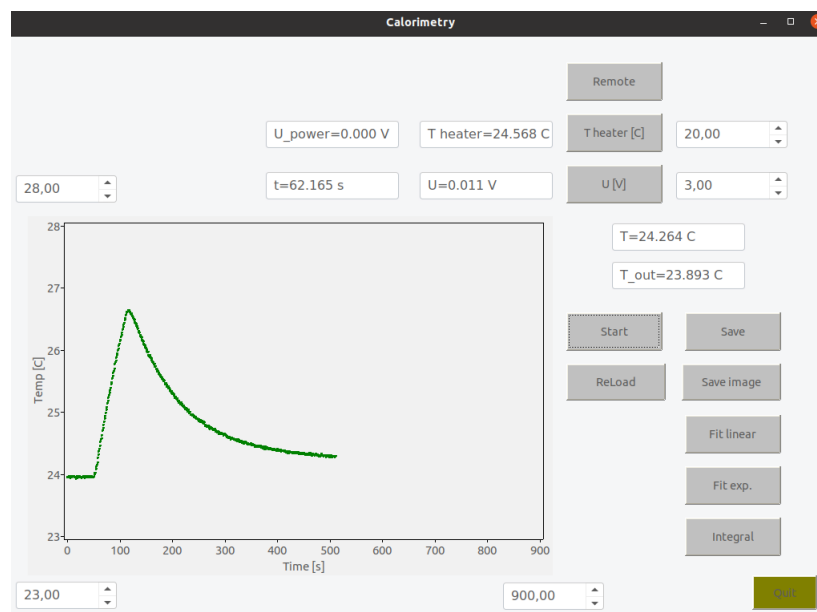
A mérési összeállítás blokkvázlata az 1.3. ábrán látható. A kaloriméter állandó hőmérsékletű környezetét az áramló víz biztosítja, amely az asztalra kivezetett vízcsap elfordításával indítható. A víz átfolyik a kaloriméter edényt körülvevő kettősfalú hengeren, és egy ún. hőkulcson is. Ez egy cső, amely az edény belső méretével egyezik meg és a kaloriméterbe helyezve meggyorsítja a hőmérsékleti egyensúly elérését.



1.3. ábra. A fajhő mérés összeállítási rajza

A mérőberendezéshez tartozik egy fűthető termosztát amellyel a minta előmelegíthető.

A mérés vezérlését, az adatgyűjtést és a kiértékelést egy mérőprogram végzi. Amely a *calori_labor* utasítással indítható el akár egy terminálból akár az asztalon levő ikonnal. Ezután első lépésként ki kell választani azt a direktorty ahova a mérési eredményeket elmentjük. Ha még nincs az ön neve alatt létrehozott direktory hozza létre és válassza ki azt „munka direktory-ként”.



1.4. ábra. A mérőprogram

Ezután az 1.4 ábrán látható kép jelenik meg.

A program folyamatosan megadja a caloriméter, a külső és a termosztát hőmérsékletét valamint a termosztát fűtési teljesítményét és a visszamért caloriméter fűtőfeszültséget.

A program segítségével úgy tudja beállítani a fűtőfeszültséget ill. a termosztát hőmérsékletét, hogy (lásd alább) a megfelelő boxba beírja a kívánt értéket majd leüti az „Enter” gombot. Azonban lehetőség van az érték beállítására az egérrel is a „fel”, „le” nyilakra kattintva. Ekkor az egér gombjának felengedésével állítódik be tényleges érték.

Ugyanezzel a programmal lehet lineáris, exponenciális függvényt illeszteni valamit a fent bevezetett $I(t)$ integrált numerikusan kiszámítani. (A részletes útmutatót lásd később.)

A mérés a „Start” gomb lenyomásával indítható. A grafikonon a skálákat a tengelyek melletti boxokban lehet beállítani. A mérés megállítása után a mért adatok a „Save” gombbal elmenthetők. Ez később a „ReLoad” gombbal visszaolvasható.

A grafikonon látható ábra „jpg” formátumban tetszőleges pillanatban elmenthető a program indításakor megadott directoryba. A file neve a pillanatnyi dátumból és időpontból állítódik elő.

Mint azt már korábban láttuk, a fajhő mérése kétféleképpen történhet. Az egyik esetben az elektromos fűtést nem kell használnunk. Ilyenkor külön tápegység fűti azt a termosztátot, amelyben a minta 25 – 35 °C közötti hőmérsékletre melegíthető. Az ejtést megelőzően a termosztátot a caloriméter nyílása fölé kell helyezni. A termosztát edény, ill. a minta hőmérsékletéről közvetlenül, hőmérővel is meg lehet győződni.

A másik esetben a calorimétert a belehelyezett mintával együtt ugyanúgy fűtjük, mint a kalibrálás során.

1.5. A mérés menete

1. *Előkészítés.* A hűtővíz nyitását a laborvezető végzi. Ellenőrizzük, hogy a hűtővíz áramlik. A

mérés szempontjából fontos feltétel a stabil és állandó környezeti hőmérséklet biztosítása, ezért a víz áramlását célszerű minél korábban elindítani. A hőkulcsot helyezzük a kaloriméterbe.

Tegyünk egy mintát a termosztát edénybe úgy, hogy a piros pálca betölt állapotban legyen. A termosztát célhőmérsékletét állítsunk be $T_{heater} = 25 - 35\text{ °C}$ közötti hőmérsékletértéket. Hozzávetőlegesen *10 perc* után a minta hőmérséklete állandónak tekinthető.

2. *A kalibrálás menete.* A kaloriméter kalibrálásakor a kaloriméter edényt üresen fűtjük. Először állítsuk be a fűtőfeszültséget (tipikusan 3V-ra). Ezzel még a tényleges fűtés nem indul el. Ezután a „Start”-tal indítsuk el a mérést és vegyünk fel egy kb. 2 perces „előszakaszt”. Ezután a „U” gomb benyomásával adjuk rá a fűtőfeszültséget. Várjuk addig amíg a hőmérséklet kb. 3-4 C-ot emelkedik. Ezután kapcsoljuk ki a fűtést a gomb újbóli lenyomásával. Ezt követően vegyünk fel a hűlési szakaszt addig amíg a hőmérséklet megközelíti a külső hőmérsékletet. Végül mentsük el a mérést és határozzuk meg a kaloriméter paramétereit. A részleteket lásd alább.
3. *Fajhőmérés beajátéses módszerrel.* A termosztátban melegítjük fel a mintát a kívánt 25 – 30C közötti hőmérsékletre. Indítsuk be a mérést és vegyünk fel egy rövid 2-3 perce előszakaszt. Után helyezzük a mintát tartalmazó termosztátot a kaloriméter edény fölé. A pontos ráhelyezést a megvezető rudak segítik. Az edény fedelének leemelése után húzzuk ki a piros pálcikát. Ilyenkor a minta beesik az edénybe. Az edény fedelét ne felejtsük el visszahelyezni! 15 perce mérési idő elteltével ismét mentsük el az adatainkat.
4. *Fajhőmérés a kaloriméter és a minta együtt-fűtésével.* A b. módszerű fajhőmérésnél a minta mindvégig a kaloriméter edényben van, így a fűtés ideje alatt is. Egyébként a mérés a kalibrációhoz használt méréssel megegyező módon végezzük.
5. A laborban található nagypontosságú mérleggel mérjük meg a minta tömegét.

1.6. A kiértékelés menete

A programmal a megfelelő gomb benyomása után tudunk egyenest, exponenciális függvény illeszteni, valamint integrálni. Ehhez első lépésként ki kell választani az illesztési ill. integrálási tartományt. A gomb lenyomása után megjelenik két függőleges vonal. Vigyük az egeret valamelyik vonal tetszőleges pontjára. Ezután a bal egérgombot lenyomva tartva az egerrel mozgatni tudjuk a vonalat. A kíván pozíciók beállítása után a gomb benyomásával elindul az illesztés ill. az integrálás. A kapott paraméterek az ábrán kiíródnak. Ezt célszerű az „Image” gombbal elmenteni.

1.7. A mérési feladatok és az adatok értékelése

1. Mérjük meg a kaloriméter kalibrációs paramétereit.
2. Mérjük meg a gyakorlatvezető által kijelölt minták fajhőjét az *a.* módszer szerint.
3. Mérjük meg a gyakorlatvezető által kiválasztott mintának a fajhőjét a *b.* módszer szerint.

1.7.1. Elméleti feladatok

1. A kaloriméter edénye miért vörösrézből készült?
2. Hasonlítsuk össze az *a.* és a *b.* módszer előnyeit és hátrányait. Elegendő az összevetést a mérés néhány részlemére elvégezni!

3. A klasszikus elmélet, vagyis az ekvipartíció szerint a laborvezető által megadott mintára milyen fajhőt várunk.

1.8. Ajánlott irodalom

1. E. D. West, K. L. Churney, J. Appl. Phys. **39** (1968) 4206. A Two-body Model for Calorimeters with Constant-Temperature Environment.

A mérésen az utóbbi időben jelentős fejlesztést végeztünk, ezért elképzelhető, hogy rendellenességet tapasztal. Kérjük ezt jelezze a laborvezetőnek, hogy javítani tudjuk.