

МИКОЛАЇВСЬКИЙ НАЦІОНАЛЬНИЙ УНІВЕРСИТЕТ
імені В.О.СУХОМЛИНСЬКОГО

Кафедра фізики

Р.В. Дінжос, В.М. Махровський, Е.А. Лисенков, М.А. Рехтета

**ЛАБОРАТОРНИЙ
ПРАКТИКУМ**

СПЕЦІАЛЬНИЙ ФІЗИЧНИЙ ПРАКТИКУМ

Навчальний посібник для студентів фізичних та фізико-
математичних факультетів університетів

Миколаїв - 2017

УДК 53.05+538.9
ББК 22.36; я7
Д46

*Рекомендовано до друку на засіданні вченої ради
Миколаївського національного університету імені В.О. Сухомлинського
(протокол № 26, від 26 червня 2017 року).*

Рецензенти: – **Рево С.Л.**, зав.лаб., професор кафедри Київського національного університету імені Тараса Шевченка, доктор фізико-математичних наук, професор;
– **Січкач Т.Г.**, професор кафедри загальної та прикладної фізики Київського національного педагогічного університету імені М.П. Драгоманова, кандидат фізико-математичних наук, професор.

Дінжос Р.В., Махровський В.М., Лисенков Е.А, Рехтета М.А.
Д46 **Лабораторний практикум. Спеціальний фізичний практикум:**
Навчальний посібник. – Миколаїв: Миколаївський національний університет імені В.О. Сухомлинського, 2014. – 72 с.

Лабораторний практикум «Спеціальний фізичний практикум» є складовою частиною спецкурсу загальної фізики, який орієнтований на студентів старших курсів фізичних факультетів університету та фізико-математичних факультетів педагогічних університетів.

Лабораторні роботи розкривають основні властивості полімерних матеріалів, що сприяє поглибленню та розширенню спектра знань майбутнього фахівця з фізики.

УДК 53.05+538.9
ББК 22.36; я7

© Р.В.Дінжос, В.М.Махровський, Е.А.Лисенков, М.А.Рехтета, 2017

З М І С Т

Передмова	4
Основні правила техніки безпеки при роботі в лабораторіях фізики полімерів	5
Лабораторна робота №1 ВИГОТОВЛЕННЯ ПОЛІМЕРНИХ ЗРАЗКІВ	6
Лабораторна робота №2 ВИМІРЮВАННЯ ПИТОМОЇ ТЕПЛОЄМНОСТІ РЕЧОВИНИ	11
Лабораторна робота №3 ВИМІРЮВАННЯ ПИТОМОЇ ТЕПЛОЄМНОСТІ РЕЧОВИНИ МЕТОДОМ ДІАТЕРМІЧНОЇ ОБОЛОНКИ	20
Лабораторна робота №4 ВИМІРЮВАННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ РЕЧОВИНИ	27
Лабораторна робота №5 УЛЬТРАЗВУКОВІ ВИМІРИ	39
Лабораторна робота №6 ДИЛАТОМЕТРИЧНІ ВИМІРИ	46
Лабораторна робота №7 ВИМІРЮВАННЯ КОЕФІЦІЄНТА ТЕРМІЧНОГО ЛІНІЙНОГО РОЗШИРЕННЯ	51
Лабораторна робота №8 РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ЧАСТКОВО- КРИСТАЛІЧНИХ ПОЛІМЕРІВ	58
Лабораторна робота №9 ВИМІРЮВАННЯ МАГНІТНОЇ СПРИЙНЯТЛИВОСТІ РЕЧОВИНИ	63

ПЕРЕДМОВА

Дані методичні рекомендації складені у відповідності до програми спеціального фізичного практикуму підготовки студентів спеціальності «Фізика». Мета лабораторного практикуму: закріпити у студентів отриманні навички при виконанні лабораторних робіт курсу загальної фізики, навчитися працювати на установках, які використовуються для виконання наукових досліджень (постановка завдань, проведення експерименту, розрахунки отриманих результатів, оцінка похибки вимірювання та приведення результатів у вигляді таблиць та рисунків).

Вибір такого лабораторного практикуму пов'язаний з наявністю фізичної наукової школи на кафедрі фізики МНУ імені В.О. Сухомлинського.

Опис кожної лабораторної роботи містить короткий виклад теорії фізичного явища, що вивчається та теоретичних основ експериментальної методики, опис експериментальних установок, методики експерименту і обробки результату дослідження, контрольні запитання, перелік літератури та необхідні довідкові дані.

Окрім опису лабораторних робіт, в рекомендаціях є загальні вказівки до їх виконання та основні правила техніки безпеки при роботі в лабораторіях фізики полімерів.

ОСНОВНІ ПРАВИЛА ТЕХНІКИ БЕЗПЕКИ ПРИ РОБОТІ В ЛАБОРАТОРІЯХ ФІЗИКИ ПОЛІМЕРІВ

1. Перед виконанням лабораторної роботи необхідно достеменно вивчити її опис, з'ясувати для себе хід її виконання.
2. Необхідно пам'ятати, що струм з параметрами вище 12 В і 30 мА являє собою небезпеку для життя людини.
3. Не торкатись до елементів електричних кіл без ізоляції, що знаходяться під напругою.
4. Не робити заміни запобіжників до відключення приладу від джерела живлення.
5. При надмірному нагріванні ізоляції (чи виникненні смороду) негайно відключити прилад від джерела живлення.
6. Помітивши несправність в приладі, що перебуває під напругою, необхідно негайно відключити його від джерела живлення.
7. Забороняється залишати без нагляду ввімкнену схему або прилад.
8. У випадку ураження струмом необхідно негайно відключити електропостачання, щоб звільнити ураженого струмом від його дії, і одразу ж сповістити про це в медпункт.
9. По завершенню роботи:
 - а) вимкнути всі електроприлади;
 - б) привести в порядок робоче місце;
 - в) здати викладачеві отримані полімерні зразки.

ВИГОТОВЛЕННЯ ПОЛІМЕРНИХ ЗРАЗКІВ

Мета роботи: 1) навчитися користуватися автоматичним регулятором температури;
2) виготовити полімерний зразок методом гарячого пресування.

Прилади та матеріали: нагрівач, прес-форма, термопара, гідравлічний прес, вентилятор.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і

На відміну від низькомолекулярних речовин властивості високомолекулярних сполук значно залежать від умов виготовлення зразків.

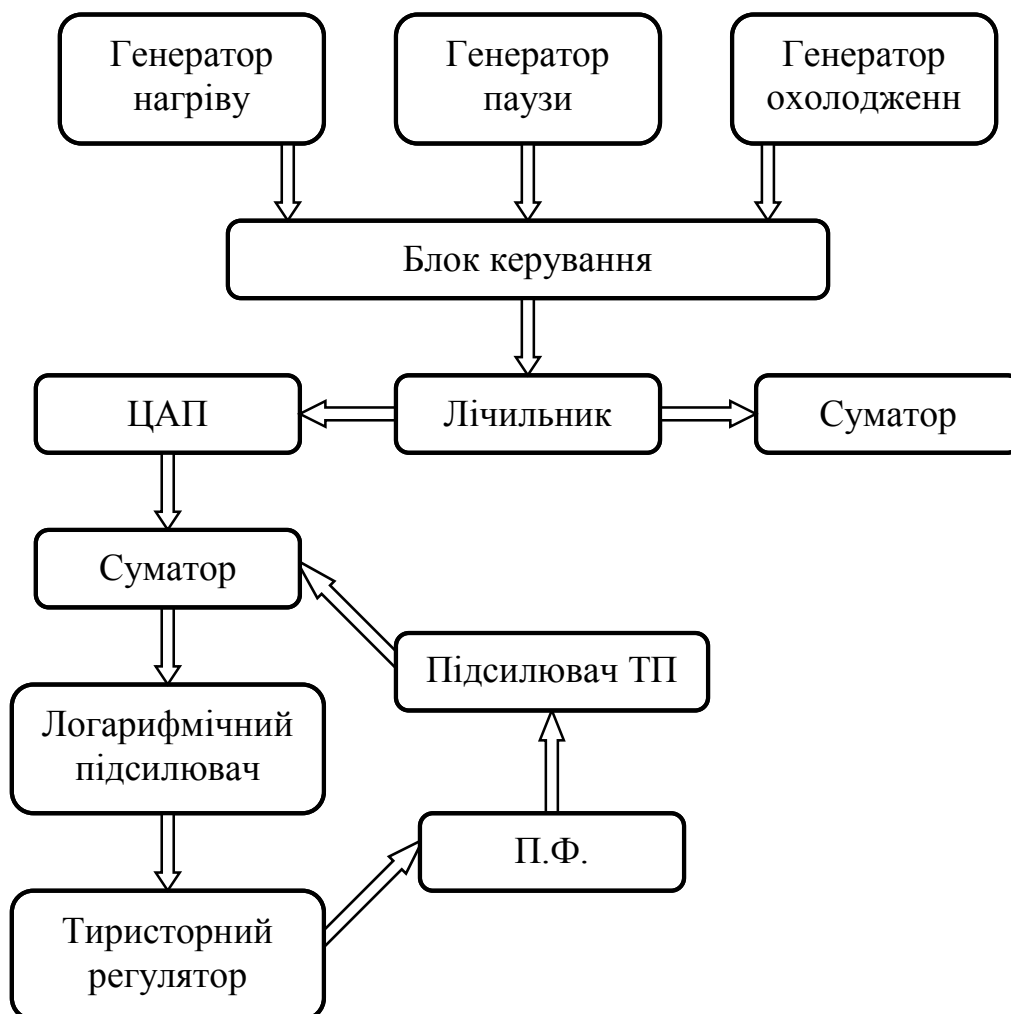


Рис.1. Блок-схема регулятора температури

Тому точність підтримки температурного режиму кристалізації підлягає високим вимогам, таким, наприклад, як висока стабільність швидкості нагрівання, яка впливає на структуроутворення полімерного зразка. Тому важливою частиною обладнання є регулятор температури.

Функціонально регулятор (рис.1) складається з цифрового задатчика, який включає генератор нагріву, паузи та охолодження, блоку управління, лічильника, індикатора та цифроаналогового перетворювача (ЦАП). Задатчик призначений для вироблення лінійно зростаючої (спадаючої) напруги та витримки пауз.

Керування генераторами та лічильником здійснюється блоком керування. Числове значення, записане в лічильнику, перетворюється ЦАП у напругу. Індикація поточного значення, яке виробляється задатчиком, виконується за допомогою світлодіодного індикатора.

Регулятор температури складається з об'єкта регулювання – прес-форми із зразком, підсилювача сигналу, термопари, суматора, логарифмічного підсилювача і тиристорного регулятора, охопленого петлею оберненого зв'язку.

Температура прес-форми вимірюється хромель-алюмелевою термопарою, вибір якої обумовлено лінійною залежністю ЕРС від температури, що важливо для регулятора температури. ЕРС, обумовлена температурою «холодних» кінців термопари, компенсується за допомогою спеціального пристрою, який входить до складу підсилювача термопари. Експериментально встановлено, що температура зразка при використовуваних швидкостях нагріву відрізняється від температури прес-форми не більш як на $\pm 1\text{K}$. Тому для регулювання та вимірювання температури використовується одна термопара. Підсилювач сигналу термопари обладнаний аналоговим вимірювачем температур у прес-формі. У суматорі сигнал термопари порівнюється з напругою задатчика. Різниця в сигналах підсилюється логарифмічним підсилювачем і використовується для керування міцним тиристорним регулятором, вихід якого з'єднаний з нагрівачем прес-форми.

Оскільки для розв'язання поставленої задачі необхідні порівняно невеликі швидкості нагріву та охолодження, можна уникнути застосування складних регуляторів. У цьому випадку логарифмічний підсилювач дозволяє домогтися точності

регулювання. Регулятор виконаний на тридцяти інтегральних мікросхемах 176 і 561 серій.

Регулятор температури

1. Підключити термопару до гнізда «ТП»; нагрівач – до гнізда «Выход». Вимірювальний кінець термопари помістити в отвір прес-форми.
2. Установити тумблери: «Сеть» і «Нагрев» у нижнє положення (виключений); «Пуск-Стоп» у положення «Стоп»; «АВТ-Р» у положення «Р»; «+,-» у положення «+».
3. Лівим регулятором «Скорость К/мин» установити необхідну швидкість нагрівання.
4. Підключити регулятор до мережі 220 В.
5. Включити тумблер «Сеть» і відразу ж натиснути кнопку «Сброс».
6. Для здійснення нагрівання перевести тумблер «Пуск-Стоп» у положення «Пуск» і включити тумблер «Нагрев». При цьому на індикаторі буде відображатися ЕРС задатчика в кодї 8-4-2-1 (для термопари хромель-алюмель), через деякий час почнуть блимати лампи «0» і «100», вказуючи на рівність заданої температури і температури прес-форми. Температура прес-форми, крім того, відображається на стрілочному вимірювальному приладі « $t, ^\circ\text{C}$ ».
7. Після досягненні необхідної ЕРС задатчика перевести тумблер «Пуск-Стоп» в положення «Стоп». Температура прес-форми при цьому не буде змінюватися. Витримати прес-форми в такому стані необхідний час.
8. Для охолодження прес-форми перевести тумблери «+, -» в положення «-»; «Пуск-Стоп» в положення «Пуск». Необхідну швидкість охолодження установити лівим регулятором «Скорость К/мин». Якщо в процесі охолодження перестає загоратися лампа «100» – це означає, що задана швидкість охолодження більше нормальної при даній температурі. У цьому випадку прес-форму варто обдувати повітрям за допомогою вентилятора з такою інтенсивністю, щоб лампа «100» загорялася хоча б на короткий час.
9. Досягнувши при охолодженні необхідної температури, виключити тумблер «Нагрев» і «Сеть». Інші тумблери поставити у вихідне положення.

ПРИМІТКА! У такому режимі: 1) світлодіоди «Пауза» і «Охлаждение» не загоряються; 2) положення правого регулятора «Скорость К/мин» не має значення; 3) кнопки «Уск.» і «Уст.» не натискати.

Основні технічні характеристики регулятора температури

Регульована напруга задатчика, мВ	0,01-100
Максимальна температура, К	673
Швидкість нагріву (охолодження), К/хв	1-4
Година паузи, хв	1-99
Потужність нагрівача, Вт	500

Регулятор має два режими роботи – ручний та автоматичний. В автоматичному режимі регулятор працює за програмою: «Нагрев», «Пауза», «Охлаждение». Параметри процесів задаються оператором до початку пресування зразка.

Порядок виконання роботи

1. Зібрати установку за схемою

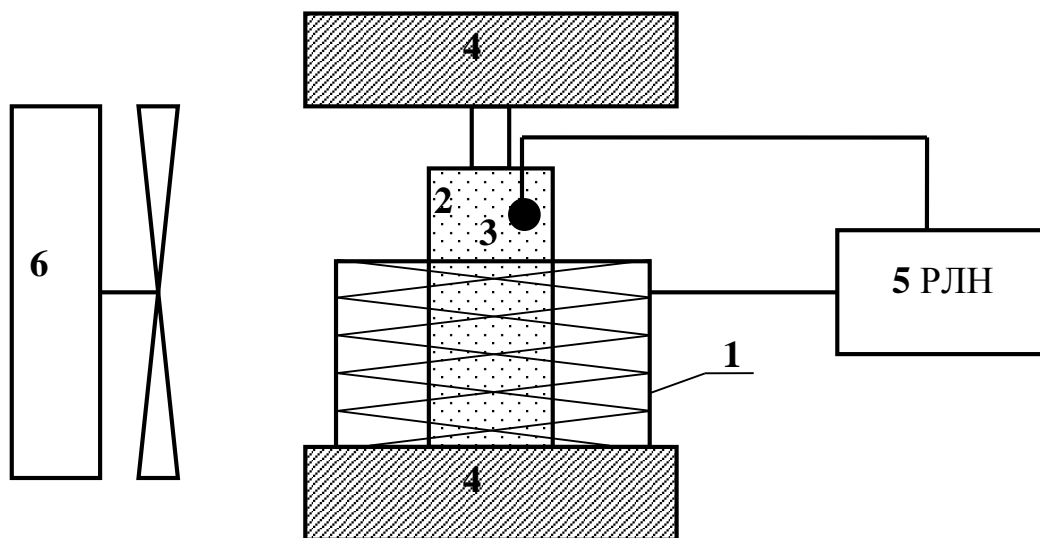


Рис.2. Принципова схема

- 1 – нагрівач;
- 2 – прес-форма;
- 3 – термопара;
- 4 – гідравлічний прес;
- 5 – регулятор лінійного нагріву;
- 6 – вентилятор.

2. У прес-форму насипати порошкоподібний полімер й ущільнити його за допомогою гідравлічного преса.
3. Установити заданий (викладачем) тиск у прес-формі.
4. Зробити нагрівання, витримку й охолодження прес-форми по заданій програмі. Температуру контролювати за допомогою термопари. При необхідності зниження температури скористатися вентилятором.
5. Вимкнути прилад, вийняти з прес-форми готовий зразок і очистити прес-форму від залишків полімеру.

Обладнання для виготовлення зразків методом гарячого пресування складається з прес-форми 2, внутрішнім діаметром 15-20 мм, гідравлічного пресу 4, який утворює тиск у прес-формі. За допомогою манометра контролюється тиск у прес-формі з урахуванням площі поршня преса та пуансонів прес-форми. Між пуансонами знаходиться зразок. Термопара 3 і регулятор температури призначений для підтримки температурних режимів «Нагрів» – «Пауза» – «Охлаждение». Вихід регулятора з'єднаний з нагрівачем 1. Вентилятор 6 служить для забезпечення заданих швидкостей охолодження. Обладнання для отримання зразків методом гарячого пресування із розплаву дозволяє багаторазово з достатньо високою точністю відтворювати умови кристалізації з автоматичним регулюванням температури за заданим режимом.

Зразки циліндричної форми нагрівались у прес-формі при нормальному тиску до температури, яка на 30 К перевищує температуру плавлення, витримували протягом 10 хвилин (для усунення механічної і термічної напруги), і кожен із них пресувався при заданому тиску. Перед пресуванням температурний режим у кожному досліді змінювався з урахуванням похідної температури плавлення по тиску ($\frac{dT}{dp}$).

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Чи однакові температури кристалізації і плавлення полімерів; якщо ні, то чому температура кристалізації відрізняється від температури плавлення?
2. Навіщо дотримуватися певного режиму охолодження?
3. Як залежить температура кристалізації від передісторії зразка?

ВИМІРЮВАННЯ ПИТОМОЇ ТЕПЛОЄМНОСТІ РЕЧОВИНИ

Мета роботи: навчитися вимірювати питому теплоємність твердих тіл методом монотонного нагріву.

Прилади та матеріали: вимірювач теплоємності ИТ-С-400, терези, секундомір, цифровий вольтметр В7-21, зразки, силіконове масло, бензин.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і т а о п и с п р и л а д у

Призначення

Вимірювач теплоємності ИТ-С-400 призначений для дослідження температурної залежності питомої теплоємності твердих тіл, рідин з густиною не менш 800 кг/м^3 . Вимірювач дослідів у лабораторних та заводських умовах.

Технічні дані

Діапазон вимірювання об'ємної теплоємності (C), Дж/м ³ К, не менше	$10 \cdot 10^6$
Температурний діапазон вимірювання, °С	від -100 до +400

Розміри

Діаметр	$15 \pm 0,1 \text{ мм}$
Висота	$10 \pm 0,5 \text{ мм}$
Похибка вимірювання теплоємності	$\pm 10\%$
Потужність електрична	1кВА
Електричне живлення	$220 \pm 22 \text{ В}$

Б у д о в а т а п р и н ц и п р о б о т и .

Ф і з и ч н а о с н о в а р о б о т и з в и м і р ю в а ч е м

В основу роботи вимірювача покладено порівняльний метод динамічного C -калориметра з тепломіром і адіабатичною оболонкою. Теоретичне обґрунтування методу викладено в літературі [1].

На рис.1 показана теплова схема цього методу. Досліджуваний зразок 1 розміщується всередині металевої ампули 2 і монотонно розігрівається разом з нею за рахунок теплового потоку з нагріваючої основи 4, який безперервно надходить до ампули через тепломір 3.

Тепловий зв'язок ампули 2 і зразка 1 з навколишнім середовищем допускається тільки через тепломір 3, тому відкриті частини поверхні ампули відділені від середовища адіабатичною оболонкою 5.

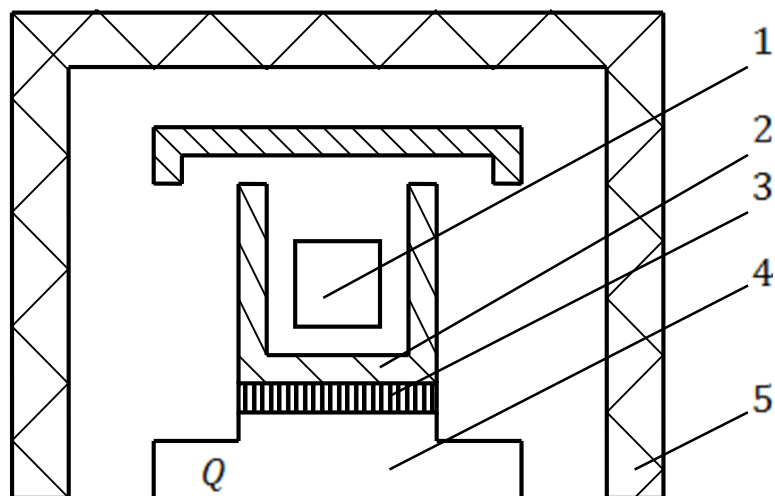


Рис.1. Схема вимірювальної комірки

Кількість теплоти, необхідної для нагрівання деякого тіла на ΔT градусів, дорівнює:

$$Q = cm\Delta T \quad (1)$$

У випадку неперервної подачі теплоти до тіла необхідно перейти до теплових потоків:

$$\frac{Q}{St} = q, [q] = \frac{\text{Дж}}{\text{м}^2 \text{с}} = \frac{\text{Вт}}{\text{м}^2},$$

де q – потік тепла, тобто кількість теплоти, яка підводиться за одиницю часу через одиницю площини;

t – час, за який підводиться кількість теплоти;

S – площа поверхні, через яку підводиться теплота (у даному випадку це поперечна площа тепломіра).

Поділивши обидві частини рівняння (1) на S і на t , отримаємо:

$$\frac{Q}{St} = \frac{cm\Delta T}{St},$$

або

$$q = \frac{cm \Delta T}{S t}.$$

Позначимо швидкість нагріву $\frac{\Delta T}{t} = v$, тоді

$$q = \frac{cm}{S} v, [v] = \frac{\text{К}}{\text{с}}.$$

Тепловий потік q , який проходить через тепломір, розподіляється між зразком 1 та ампулою 2. Тому

$$q_T = q_{обр} + q_{амп} \quad (2)$$

$$q_T = \frac{c_o m_o}{S} v_o + \frac{c_{амп} m_{амп}}{S} v_a,$$

де $c_o, c_{амп}$ – питома теплоємність зразка і ампули;

$m_o, m_{амп}$ – маса зразка і маса ампули;

v_o, v_a – швидкість нагрівання зразка і ампули відповідно;

S – площа поперечного перерізу тепломіру.

Так як маса ампули не змінюється, можна перейти до повної теплоємності C_a :

$$C_a = c_{амп} \cdot m_{амп}$$

$$q_T = \frac{c_o m_o}{S} v_o + \frac{C_a}{S} v_a. \quad (3)$$

Для тепломіра буде справедливим рівняння Фур'є:

$$Q = -\lambda \text{grad}T \cdot S \cdot t,$$

розділивши на S і t , і позначивши потік через тепломір $\frac{Q}{St} = q$, а

також враховуючи, що $\frac{\delta T}{\delta z} = 0$ і

$\frac{\delta T}{\delta y} = 0$, отримаємо

$$q_T = -\lambda \frac{dT}{dh}.$$

При сталій швидкості нагріву тепловий потік не буде залежати від часу

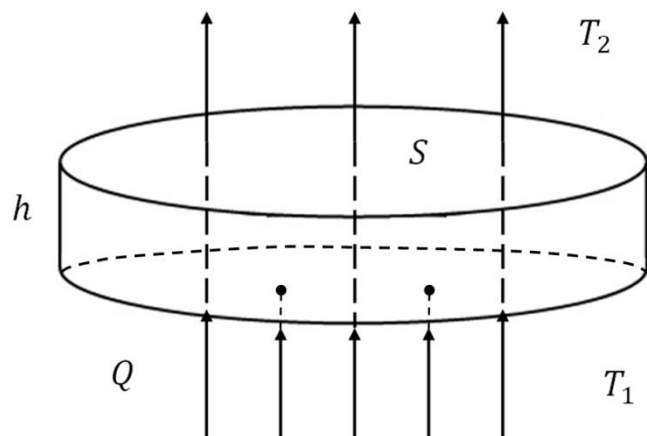


Рис.2. Схема руху теплового потоку

$$q_T \int_0^h dh = -\lambda \int_{T_1}^{T_2} dT$$

$$q_T \cdot h = -\lambda(T_2 - T_1) = \lambda(T_1 - T_2)$$

так як $T_1 > T_2$ (температура на вході у тепломір більша, ніж на виході), то

$$q_T = \frac{\lambda_T}{h} \Delta T.$$

Підставимо знайдене співвідношення в (3)

$$\frac{\lambda_T}{h} \Delta T = \frac{c_o m_o}{S} v_o + \frac{C_a}{S} v_a,$$

$$c_o = \frac{1}{m_o} \left(\frac{\lambda_T S \Delta T}{h v_o} - C_a \frac{v_a}{v_o} \right).$$

Величина $\frac{\lambda_T S}{h}$ являється характеристикою даного тепломіра. Позначимо її K_T (вона залежить від температури, див. рис.3).

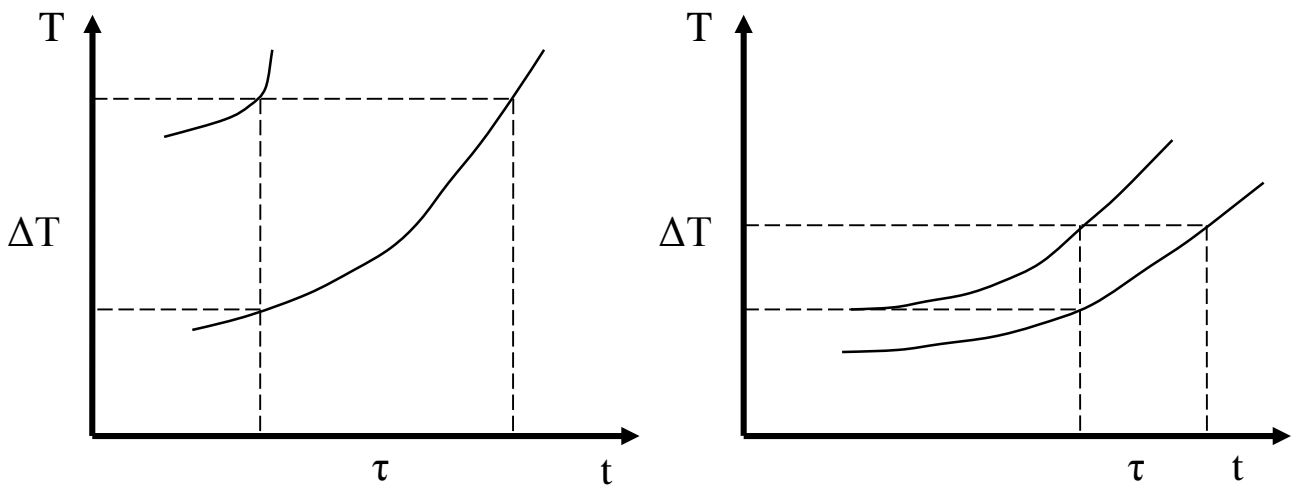


Рис.3. Залежність температури входу та виходу тепломіру від часу

$$c_o = \frac{1}{m_o} \left(K_T \frac{\Delta T}{v_o} - C_a \frac{v_a}{v_o} \right).$$

При малих перепадах температури на тепломірі нахил кривих $T = f(t)$ буде приблизно однаковий, тому $v_a = v_o$

$$c_o = \frac{K_T}{m_o} \left(\frac{\Delta T}{v} - \frac{C_a}{K_T} \right),$$

в останній формулі $\frac{\Delta T}{v}$ – відставання температури, тобто час, який необхідний для підвищення температури зразка і ампули на величину її перепаду на тепломірі. Позначимо $\frac{\Delta T}{v} = \tau$; K_T має розмірність часу:

$$\left[\frac{C_a}{K_T} \right] = \frac{\text{Джм} \cdot \text{К м}}{\text{К Вт м}^2} = \text{с},$$

позначивши $\frac{C_a}{K_T} = \tau^0$, отримаємо:

$$c_o = \frac{K_T}{m_o} (\tau - \tau^0). \quad (4)$$

Величина τ^0 стає зрозумілою, якщо розглянути дослід нагрівання ампули без досліджуваного зразка. У цьому випадку рівняння (2) має вигляд:

$$q_T = q_{амп}$$

$$\frac{\lambda}{h} \Delta T = \frac{C_a}{S} v_a.$$

Враховуючи введені позначення, отримаємо:

$$\frac{C_a}{K_T} = \frac{\Delta T}{v_a} = \tau^0,$$

де τ^0 – це відставання температури для порожньої ампули.

Величини K_T і τ^0 «сталі» для цього приладу, які залежать від температури. Перед початком вимірювань необхідно провести градування приладу, тобто визначити K_T і τ^0 для кожної температури.

П р и н ц и п р о б о т и

Зразок, який досліджується, поміщається до ампули, яку закривають кришкою. Опускається верхня половина корпусу вимірювальної комірки. Ядро комірки охолоджується до низької температури рідким азотом. Нагрівач підключають до джерела напруги, ядро комірки починає монотонно нагріватися. Під час нагріву за допомогою спеціального нагрівача, який розташований в адіабатній оболонці, підтримуються адіабатичні умови (нульова

різниця температур) між ампулою та оболонкою. Для регулювання роботи нагрівача використовують термопари в ампулі та оболонці. У досліді у процесі постійного розігріву при різних температурах з допомогою приладу В7-21 і секундоміра вимірюється часове відставання температури ампули відносно температури основи.

Блок живлення і регулювання забезпечує нагрівання ядра вимірювальної комірки зі швидкістю $-0,1 \text{ К/с}$ і автоматичне регулювання температури охоронної оболонки.

Швидкість розігріву визначається величиною початкової напруги на нагрівачі та швидкістю її зміни. Обидві ці величини чітко фіксовані.

О п и с п р о в е д е н н я в и м і р у в а н ь

н а И Т - С - 4 0 0

При вмиканні живлення, напруга 220 В подається на автотрансформатор Тр1 і на двигун М1. Вольтметром ИП1 фіксується напруга, встановлена на Тр1. Повернення двигуна автотрансформатора до початкового положення відбудеться за допомогою рук за рахунок обертання рукоятки проти годинникової стрілки. При цьому необхідно відтягнути рукоятку на себе, щоб розчепити зубчастий привід.

Електровимірювальна схема має потенціометр (міст R4–R33), термопари ТП1–ТП4. Потенціометр розрахований на знаходження значення термо-ЕРС, які співпадають з фіксованими рівнями температур від -125 до $+400 \text{ }^\circ\text{C}$ через $25 \text{ }^\circ\text{C}$.

Для компенсації зміни температури в плече містка ввімкнений мідний опір R6. Потенціометр живиться від стабілізованого джерела ИПС3-0,2.

Перемикач термопар В1 має три положення t_1 , t_2 , УСТ.0. У положеннях t_1 , t_2 вимірюється температура основи зразка. У положенні УСТ.0 перевіряється нуль приладу В7-21.

Автоматичний регулятор температури зібраний на базі підсилювача У1-0,1. Сигнал диференційної термопари ТП3, ТП4 подається на вхід підсилювача і в залежності від знака розбалансу змушує обертатись в ту чи іншу сторону кулачок, який міститься на осі двигуна М2, при цьому вмикається чи вимикається контакт

перемикача В4. При вмиканні контакту напруга подається на нагрівач Е1 адіабатичної оболонки.

Підготовка до роботи

1. З'єднати блоки і прилади вимірювача кабелями.
2. Переведіть перемикач «СЕТЬ», «НАГРЕВ» у положення «ВЫКЛ».
3. Встановити:
 - перемикач «ИЗМЕРЕНИЕ» у положення УСТ.0.;
 - перемикач «ТЕМПЕРАТУРА» у положення 25 °С.
4. Ввімкніть входні штекери приладу В7-21.
5. Знайдіть масу зразка з точністю до $\pm 0,001$ г.
6. Підніміть верхню частину вимірювальної комірки.
7. Протріть бензином та нанесіть тонкий шар змазки на контактні поверхні зразка, ампули і кришки.
8. В ампулу встановити зразок, який досліджується і зачинити кришкою. При дослідженні речовин чи рідин підготуйте ампулу за допомогою рис.4.
9. Опустіть верхню частину вимірювальної комірки.
10. Ввімкніть блок живлення і регулювання натиском «СЕТЬ».

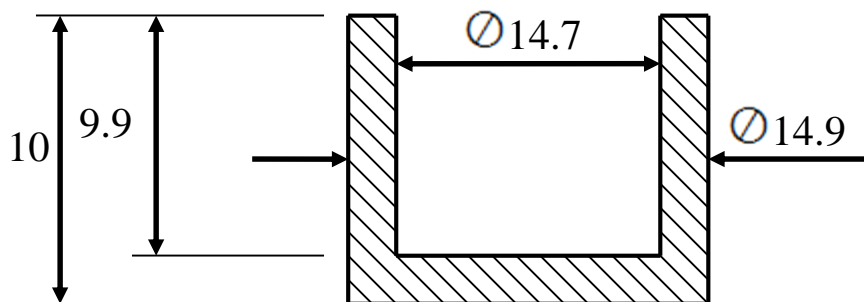


Рис.4. Геометричні розміри ампули

Порядок виконання роботи

1. Встановити початкову напругу 40 ± 2 В.
2. Встановити перемикач «ИЗМЕРЕНИЕ» у положення t_1 , ввімкнути секундомір при досягненні температури 25 °С (показники вольтметра В7-21: 0,000 V).
3. Перевести перемикач «ИЗМЕРЕНИЕ» у положення t_2 , вимкнути секундомір при досягненні температури 25 °С (коли на вольтметрі будуть всі "0") і занести дані в таблицю.
4. Повторювати вимірювання τ при усіх значеннях температур.
5. Відключити нагрівач при досліді бажаного рівня температури.

6. Вимкніть прилад В7-21.
7. Провести розрахунок питомої теплоємності за формулою (4).

Г р а д у ю в а н н я в и м і р ю в а ч а

Градуювання в експериментальному означенні теплової провідності тепломіра K_T . Для цього зробіть п'ять експериментів з мідним зразком і стільки ж із порожньою ампулою п.4,5.

$$K_T = \frac{C_{обр.} \cdot m}{\tau_m - \tau^0}$$

де $C_{обр.} \cdot m$ – повна теплоємність мідного зразка в Дж/К;

τ_m – середнє значення часу відставання на тепломірі в експериментах мідним зразком;

τ^0 – середнє значення часу відставання на тепломірі в експериментах з порожньою ампулою.

Повна теплоємність мідного зразка:

$$C_{обр.м} = c_m \cdot m_{обр.}$$

де c_m – табличне значення питомої теплоємності міді (таблиця 1);

$m_{обр.}$ – маса мідного зразка.

Розраховані значення K_T , τ^0 заносяться в таблицю і використовуються при градуюванні (один раз на три місяці). Відхилення K_T і τ^0 не повинне збільшувати 3 %, інакше проводять градуювання вимірювача.

Таблиця 1. Таблиця значень питомої теплоємності міді

$t, ^\circ\text{C}$	$c_m, \text{Дж/кг}\cdot\text{К}$	$t, ^\circ\text{C}$	$c_m, \text{Дж/кг}\cdot\text{К}$
- 100	345	175	405
- 75	358	200	408
- 50	365	225	410
- 25	373	250	412
0	376	275	415

25	385	300	417
50	392	325	420
75	396	350	422
100	400	375	423
125	403	400	425
150	405		

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Що таке теплоємність?
2. Що таке питома теплоємність?
3. Записати та пояснити рівняння Фур'є.
4. Як у роботі вимірюються теплові потоки?
5. Як працює і яку роль виконує адіабатична оболонка?
6. Які елементи схеми приладу забезпечують монотонність нагріву?

ВИМІРЮВАННЯ ПИТОМОЇ ТЕПЛОЄМНОСТІ РЕЧОВИНИ МЕТОДОМ ДІАТЕРМІЧНОЇ ОБОЛОНКИ

Мета роботи: навчитися вимірювати питому теплоємність твердих тіл методом діатермічної оболонки.

Прилади та матеріали: комп'ютер ZX-48, дешифратор (ДА), цифроаналоговий перетворювач (ЦАП), шина керування (ШК), шина адреси (ША), шина даних (ШД), стабілізатор напруги (СН), калориметр з вимірювальною коміркою.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і

Серед методів динамічної калориметрії, заснованих на реєстрації (а також регулюванні) теплового потоку, який надходить у зразок у процесі нагріву, найбільш повно обґрунтований теоретично і розроблений практично метод діатермічної оболонки. Він поєднує в собі позитивні якості і калориметра, і ДТА. Вимірювання теплового потоку цим методом проводиться шляхом реєстрації температурного переходу в багатьох точках оболонки малої теплопровідності, якою оточений досліджуваний об'єкт. Реєстрація цього переходу здійснюється термобатареею, що рівномірно покриває поверхню оболонки таким чином, щоб «холодніші» шари знаходились на одній поверхні, а «гарячі» – на іншій. За своїми калориметричними можливостями цей метод реєстрації теплового потоку ідентичний методу Тіана-Кальве, який теоретично обґрунтований для умов постійної температури. Однак в обґрунтуванні метода діатермічної оболонки у роботах Барського приводиться теорія вимірювання теплоємності та теплових ефектів для суттєво змінних температурних умов.

Вимірювання методом діатермічної оболонки проводять в умовах квазістаціонарного режиму. Теплоємність визначається з рівняння:

$$mC_p = K \frac{\Delta T}{v} t - h,$$

де m – маса зразка; K – коефіцієнт теплопередачі через оболонку; ΔT – перепад температур на діатермічній оболонці; v – швидкість нагріву зразка; h – постійна.

Тепловий ефект визначається із співвідношення:

$$Q = k \int_{t_1}^{t_2} \Delta T dt = kS,$$

де k – постійна приладу; S – площа піку, обмеженого кривою температурного перепаду.

Постійні k і h можна визначити калібрувальними дослідами. Вони не залежать від властивостей досліджуваного об'єкта, а визначаються лише властивостями та розмірами оболонки.

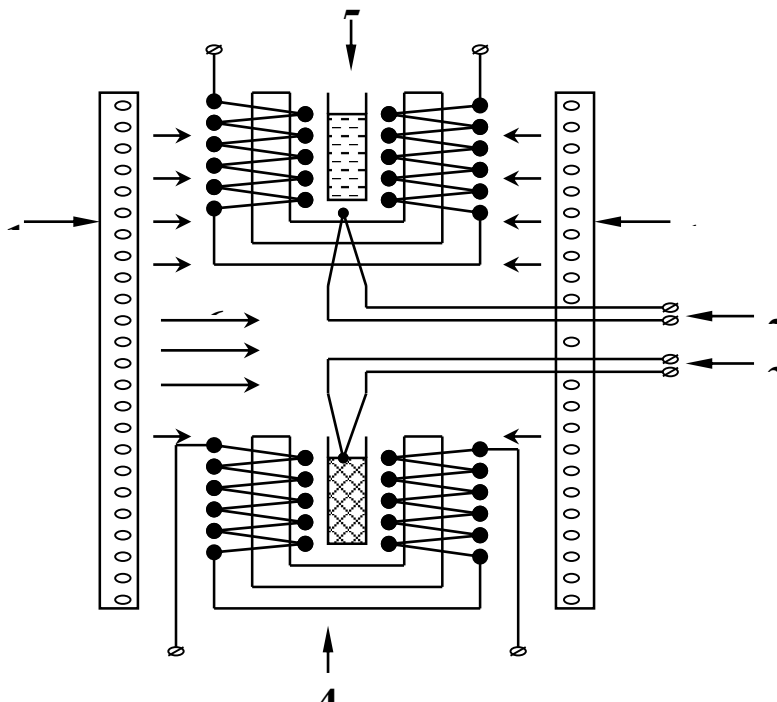


Рис.1. Блок-схема диференціального калориметра

Блок-схема диференціального калориметра представлена на рис.1. Основний блок калориметра – вимірювальний блок. Конструктивно калориметр виконаний у вигляді співвісних циліндрів із нержавіючої сталі. Вздовж осі циліндра симетрично розташовані дві вимірювальні комірки.

На блок-схемі 1 – нагрівач, 2 – термопара зразка, 3 – термопара еталону, 4 – термобатарея еталону, 5 – термобатарея зразка, 6 – потік тепла. Верхня комірка на рис.1 призначена для досліджуваної речовини, а нижня – для еталону. Обидві комірки виготовлені таким чином: на трьох кварцових кільцях, товщиною 1 мм і висотою 10-12 мм набираються по 20 диференціальних хромель-копельових термобатарей. Потім термобатареї закріплюються на внутрішньому стаканчику. При цьому вони ізолюються від стаканчика та між собою електроізоляційним матеріалом. Кінці термобатарей з'єднані з

самописцем типу КСП-4. У комірці, безпосередньо біля зразка, розташовані дві термопари хромель-копель.

Зібрані комірочки закріплюються всередині блока калориметра. Із зовнішньої сторони циліндр покривається ізоляційним матеріалом, на який намотується ніхромовий нагрівач, для створення однорідного теплового потоку вздовж осі калориметра.

Електронна схема регулятора лінійного нагріву побудована на основі комп'ютера ZX-48, у пам'ять якого записується сукупність чисел. Через рівні проміжки часу ці числа виводяться у зовнішній паралельний порт, до якого приєднаний цифро-аналоговий перетворювач (ЦАП). На виході ЦАП формується сигнал, який, в свою чергу, керує потужним стабілізатором напруги. Стабілізована постійна напруга, яка пропорційна числу в пам'яті комп'ютера і змінюється з часом за дискретним законом, живить нагрівач вимірювального приладу.

Блок-схема регулятора приведена на рис.2. Вона складається з комп'ютера ZX-48 і власне регулятора, який включає: дешифратор адреси ДА, ЦАП і стабілізатор напруги СН. Нагрівач калориметра позначено на схемі R_n .

Комп'ютер ZX-48 зв'язаний з дешифратором ДА і ЦАП шинами керування ШК, адреси ША і даних ШД. Для виведення числа у регулятор лінійного нагріву комп'ютер виставляє його адресу на шині ША, а на шині керування ШК з'являється комбінація сигналів, яка відповідає запису числа у зовнішній пристрій. У цьому випадку дешифратор ДА дозволяє числу, яке існує в цей момент часу на шині даних ШД, пройти в ЦАП і записати в реєстр його пам'яті. На виході

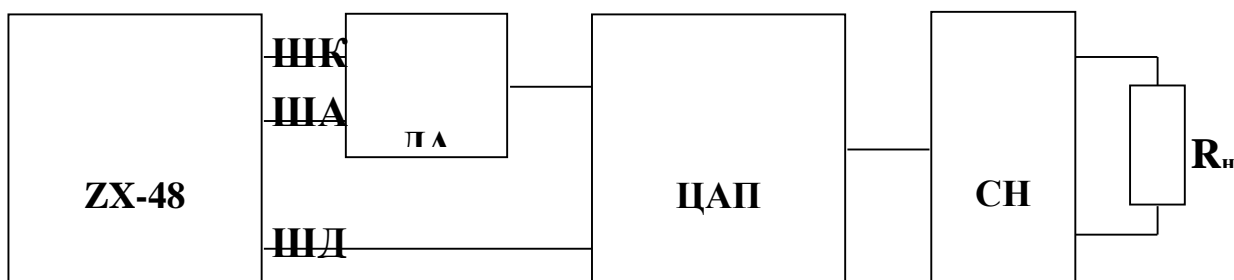


Рис. 2. Блок-схема регулятора лінійного нагріву.

ЦАП виникає напруга, пропорційна числу в його реєстрі. Вона подається на вхід стабілізатора напруги СН і являється для нього зразковою. Стабілізатор підтримує на навантаженні R_n постійну напругу, яка в 25 разів більша, ніж зразкова напруга на його вході. Таким чином, напруга, що подається на нагрівач калориметра,

зв'язана з числом у пам'яті комп'ютера коефіцієнтом, який в нашому випадку вибрано рівним 0,3. Максимальне восьмирозрядне число, що можна записати в комп'ютер, становить 255, тобто максимальна напруга на виході регулятора лінійного нагріву досягає 76,5 В.

Крім масиву чисел у пам'ять комп'ютера вводиться програма, яка має ручний і автоматичний режими роботи. Ручний режим дозволяє вводити числа в комп'ютер за допомогою клавіатури. В автоматичному режимі система регулювання температури працює без втручання оператора і змінює напругу на нагрівачі калориметра за законом, який записано в числовому масиві.

Електронний регулятор лінійного нагріву для калориметра, опір нагрівача якого становить 92 Ом, має такі характеристики:

Напруга вихідна, В	0-76,5
Дискретність напруги, В	0,3
Потужність максимальна, Вт	63,6
Внутрішній опір, не більше, Ом	0,12
Стабільність напруги, не гірше, В	0,15

Основним пристроєм реєстрації вихідних даних є самописець КСП-4. Для того, щоб нагрів зразка у комірці був строго лінійним, вимірювальна термопара спочатку калібрується за еталонами з точно відомою температурою плавлення (наприклад ртуть, індій тощо). Таким чином, складається таблиця значень ЕРС термопари, кожне значення якої відповідає певній температурі.

Потім за допомогою КСП-4 і вольтметра В7-2А на комп'ютері ZX-48 у ручному режимі роботи програматора підбирається ряд чисел, що керує вихідним сигналом ЦАП, таким чином, щоб зростання температури, що реєструється КСП і В7-2А, було строго лінійним (а, отже, сталою буде швидкість нагріву, яка для даного приладу прийнята $v = (2 \pm 0,5)^\circ\text{C}/\text{хв.}$).

Різниця теплових потоків, що реєструється КСП-4 в даний момент часу при даній температурі, а отже, і теплоємність зразка з коміркою $C_{зр} + C_{комірки}$, пропорційна відстані $l_{зр}$ (в мм) відповідної точки на діаграмі КСП-4 від нульової лінії на цій же діаграмі:

$$C_{зр} + C_{комірки} = \Gamma \cdot l_{зр} \text{ (в мм)}, \quad (1a)$$

де Γ – коефіцієнт пропорційності, що визначається лише конструкцією приладу і не залежить від властивостей досліджуваного зразка.

Для того, щоб визначити C комірки, прилад попередньо градується, тобто реєструється теплоємність всієї вимірювальної комірки з повітрям:

$$C_{\text{комірки}} = \Gamma \cdot l_{\text{пов}} \text{ (в мм)}. \quad (1б)$$

Підставивши (1б) в (1а), отримаємо для теплоємності зразка такий вираз:

$$C_{\text{зр}} = \Gamma \cdot (l_{\text{зр}} - l_{\text{пов}}) \text{ (в мм)}. \quad (1)$$

Знаючи масу досліджуваного зразка, можна визначити питому теплоємність даного матеріалу і отримати експериментальний графік температурної залежності питомої теплоємності:

$$C_{\text{зр}} = \frac{\Gamma \cdot (l_{\text{зр}} - l_{\text{пов}})}{m_{\text{зр}}}, \quad (2)$$

де $l_{\text{зр}}$ виражене в мм, а $m_{\text{зр}}$ – в грамах.

Під час градування треба визначити сталу приладу Γ для кожного значення вимірюваної температури. Для цього у вимірювальну комірку замість зразка поміщається зразок кварцу, температурна залежність теплоємності якого відома. З (2) отримуємо:

$$C_{\text{кв}} = \frac{\Gamma \cdot (l_{\text{кв}} - l_{\text{пов}})}{m_{\text{кв}}}, \quad (3а)$$

звідки:

$$\Gamma = \frac{C_{\text{кв}} \cdot m_{\text{кв}}}{(l_{\text{кв}} - l_{\text{пов}})}. \quad (3б)$$

Підставивши (3б) в (2), одержимо розрахункову формулу:

$$C_{\text{зр}} = C_{\text{кв}} \cdot \frac{m_{\text{кв}}}{m_{\text{зр}}} \cdot \frac{(l_{\text{зр}} - C_{\text{кв}})}{(l_{\text{кв}} - l_{\text{пов}})}. \quad (3)$$

Після градування, знаючи $m_{\text{кв}}$, $C_{\text{кв}}$, $l_{\text{пов}}$ і $l_{\text{кв}}$ для певної температури, у вимірювальну комірку поміщають сам зразок відомої маси $m_{\text{зр}}$, і для нього, аналогічно до кварцу, проводяться вимірювання.

Перед кожним дослідом – вимірювання це чи градування – вимірювальний блок калориметра охолоджується рідким азотом до температури $-170 \div -180 \text{ }^\circ\text{C}$.

П о р я д о к в и к о н а н н я р о б о т и

1. Увімкнути і прогріти КСП-4 і вольтметр В7-2А (30 хв). На вольтметрі треба попередньо виставити нуль.
2. У дьюар заправити лід для термопар, що міряють температуру.
3. Виконати команду «Out» і натиснути «Reset».
4. Ввести в комп'ютер команду «Load» і увімкнути магнітофон.
5. Після завантаження програми керування нагрівачем з меню програми вибрати пункт «Load Data» і ввести ім'я файлу з числовим масивом (a0302).
6. Заправити досліджуваний зразок у стаканчик вимірювальної комірки так, щоб зразок торкався бічних граней стаканчика.
7. Обережно (!!!) вставити стаканчик у комірку і закрити кришку.
8. Поставити лійку для азоту на блок, у нижній частині якого треба відкрити пробку і підставити посудину для залишків азоту.
9. Налити азот в лійку. Під час охолодження треба перемикати тумблер «Обратная полярность» для температури при переході через 0°C .
10. Після охолодження калориметра, коли весь азот злитий, з початком поступового прогріву калориметра, злити залишки азоту в дьюар і закрутити пробку. Далі треба закрити верхню частину блоку і притиснути її вантажем (для більш повної теплоізоляції).
11. На комп'ютері в меню програми треба виконати команду «Transmitter».
12. Коли покази вольтметра стануть рівними $-8,8$ мВ – натиснути клавішу «S (Start)».
13. Під час роботи калориметра треба слідкувати за діаграмною стрічкою і перемикати тумблер «Обратная полярность» для температури.
14. Обережно зняти діаграму і, розмітивши її, зробити розрахунки за формулою (3).

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Що таке теплоємність?
2. Що таке питома теплоємність?
3. Як в роботі вимірюються теплові потоки?
4. Як працює і яку роль виконує адіабатична оболонка?
5. Які елементи схеми приладу забезпечують монотонність нагріву?

ВИМІРЮВАННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ РЕЧОВИНИ

Мета роботи: навчитися вимірювати теплопровідність твердих тіл методом монотонного нагріву.

Прилади та матеріали: вимірювач теплоємності ИТ- λ -400, терези, секундомір, цифровий вольтметр В7-21, зразки, силіконове масло, бензин.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і т а о п и с п р и л а д у

Призначення

Вимірювач призначений для дослідження температурної залежності теплопровідності твердих, механічно оброблених матеріалів у режимі монотонного нагрівання. Вимірювач призначений для проведення масових теплофізичних досліджень у лабораторних і заводських умовах.

Умови експлуатації

Температура навколишнього середовища, °С	від 10 до 35
Відносна вологість повітря за температури 25 °С, %	до 80
Атмосферний тиск, кПа	86-106
мм.рт.ст.	650-800

Технічні дані

Діапазон вимірювання теплопровідності (λ), Вт/м·К	0,1 ч 5
Температурний діапазон вимірювання теплопровідності, °С	- 100 ч +40
Діаметр досліджуваного зразка, мм	15 ± 0,3
Висота, мм	0,5 ч 5
Межа припустимої основної похибки, %	± 10
Потужність, кВ, не більше	1
Електроживлення, В	220 ± 22

Будова та принцип роботи Фізична основа роботи з вимірювачем

Для виміру теплопровідності у вимірювачі використаний метод динамічного калориметра, теоретичне обґрунтування якого викладено в літературі [1].

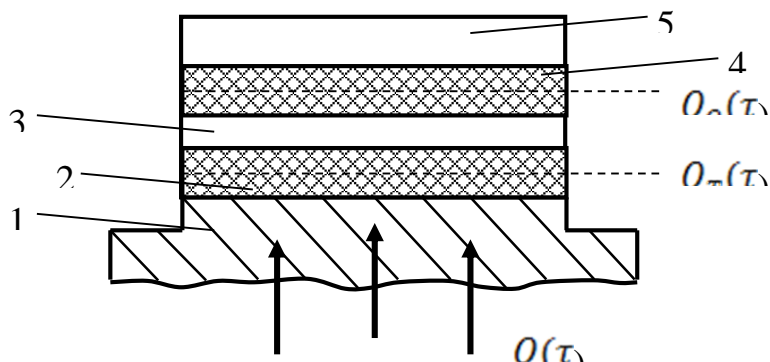


Рис.1. Схема комірки

Теплова схема методу показана на рис.1. Випробуваний зразок 4, пластина контактна 3 і стержень 5 монотонно розігріваються тепловим потоком, який надходить від основи 1. Бічні поверхні стержня 5, зразка 4, пластини 2, 3 адіабатичні. Стержень 5 і контактна пластина 3 виготовлені з міді, що має високу теплопровідність, тому перепади температур на них незначні.

Тепловий потік $Q_o(\tau)$, що проходить через переріз пластини 2, частково поглинається нею і далі йде на розігрів пластини 3, зразка 4 і стержня 5. Розміри системи обрані таким чином, щоб потоки, які акумулюються зразком і пластиною, були принаймні в 5-10 разів більшими за потік, який поглинається стержнем.

У цьому випадку температурне поле зразка 4 і пластини 2 виявляється близьким до стаціонарного, усі деталі системи розігріваються з близькими швидкостями, а для теплових потоків і для будь-якого значення температури справедливі формули:

$$Q_o(\tau) = \frac{n_o S}{P} = \left(\frac{1}{2} C_o + C_c \right) \cdot b, \quad (1)$$

де $Q_o(\tau)$ – тепловий потік, що проходить через зразок і поглинається стержнем, Вт;

n_o – перепад температури на зразку, К;

P – тепловий опір між стержнем і контактною пластиною, $\text{м}^2 \cdot \text{К} / \text{Вт}$;

C_o – повна теплоємність зразка, Дж/К;

C_c – повна теплоємність стержня, Дж/К;

b – швидкість нагрівання, К/с;

S – площа поперечного перерізу зразка, мІ;

$$Q_T(\tau) = K_T^* \cdot n_T = \left(\frac{1}{2} C_T + C_{\Pi} + C_o + C_c\right) \cdot b, \quad (2)$$

де $Q_T(\tau)$ – тепловий потік, що проходить через переріз пластини 2, Вт;

K_T^* – коефіцієнт пропорційності, що характеризує ефективну теплову провідність пластини 2, Вт/К;

n_T – перепад температури на пластині 2, К;

C_T – повна теплоємність пластини 2, Дж/К;

C_{Π} – повна теплоємність контактної пластини 3, Дж/К.

Тепловий опір між стержнем і контактною пластиною визначається за формулою:

$$P = P_o + P_K, \quad (3)$$

де P_o – тепловий опір зразка, м²·К/Вт;

P_K – поправка, яка враховує тепловий опір контакту, неідентичність і тепловий опір вмонтованих термопар, м²·К/Вт.

Тепловий опір зразка визначається за формулою:

$$P_o = \frac{h}{\lambda}, \quad (4)$$

де h – висота зразка, м;

λ – теплопровідність зразка, Вт/м·К.

На підставі формул (1), (2), (3), (4) отримані робочі розрахункові формули для теплового опору зразка і його теплопровідності:

$$P_o = \frac{n_o S (1 + \sigma_c)}{n_T K_T}, \quad (5)$$

де σ_c – поправка, яка враховує теплоємність зразка;

$$\sigma_c = \frac{C_o}{2(C_o + C_c)}, \quad (6)$$

де C_o – повна теплоємність вимірювального зразка, Дж/К;

C_c – повна теплоємність стержня, Дж/К;

$$C_o = C_1(t) m_o, \quad (7)$$

де $C_1(t)$ – орієнтовне значення питомої теплоємності зразка Дж/кг·К,

m_o – маса зразка, кг;

$$C_c = C_M(t)m_c, \quad (8)$$

де $C_M(t)$ – функція питомої теплоємності міді від температури, Дж/кг·К,

m_c – маса стержня, кг.

Вплив σ_c звичайно не перевищує 5-10 відсотків і може оцінюватися за табличними даними теплоємності зразка.

Значення теплової провідності пластини визначається за такими формулами:

$$K_T = K_T^* \frac{C_c}{\frac{1}{2}C_T + C_{\Pi} + C_c}, \quad (9)$$

$$\lambda = \frac{h}{P}. \quad (10)$$

Обчислення значення теплопровідності зразка варто відносити до середньої температури зразка, що визначається по формулі:

$$\bar{t} = t_c + 0,5A_t n_o, \quad (11)$$

де \bar{t} – середня температура зразка, °С;

t_c – температура, при якій проводився вимір теплопровідності, °С

;

A_t – чутливість термопари хромель-алюмель, К/мВ;

n_o – перепад температури на зразку, мВ.

Параметри K_T і P_K не залежать від властивостей вимірювального зразка і є «постійними» вимірювача. Значення P_K дано для матеріалів з $\lambda = 2 - 5 \text{ Вт/мК}$ і не перевищує 10-20 відсотків теплового опору зразка.

Визначення K_T і P_K проводиться в експериментах (градування) з еталонною мірою з кварцового скла і зразком з міді. Для визначення теплопровідності вимірювального зразка в експерименті необхідно вимірювати перепади температури на тепломірі n_T і зразку n_o у мікрвольтах (мкВ).

Принцип роботи

Вимірювач призначений для масових досліджень теплофізичних властивостей, тому в його основу покладений режим монотонного нагрівання, що дозволяє з одного експерименту одержати одразу температурну залежність досліджуваного параметра.

Блок живлення і регулювання забезпечує нагрівання ядра вимірювального осередку із середньою швидкістю 0,1 К/с і автоматичне регулювання температури. Швидкість розігріву визначається величиною початкової напруги на нагрівачі і швидкістю його зміни. Обидві ці величини строго фіксовані. Джерелом регульованої напруги служить лабораторний автотрансформатор з електродвигуном і редуктором. Для визначення теплопровідності в експерименті в процесі безперервного розігріву на фіксованих рівнях температури за допомогою приладу В7-21 (у мікровольттах) вимірюється перепад температури на зразку n_o і пластині тепломіра n . Охолодження вимірювального осередку в області від'ємних температур (до -125°C), здійснюється за допомогою рідкого азоту.

Підготовка до роботи

1. З'єднайте блок живлення і регулювання з вимірювальним блоком, прилад В7-21 з вимірювальним блоком, у відповідності зі схемою електричних з'єднань.
2. Переведіть кнопки «СЕТЬ», «НАГРЕВ» у положення «ВЫКЛ».
3. Підключіть блок живлення, регулювання і прилад В7-21 до мережі 220 В, 50 Гц.
4. Увімкніть у мережу вольтметр В7-21.
5. Заміряйте висоту і діаметр зразка з похибкою $\pm 0,01$ мм.
6. Зважте зразок з похибкою $\pm 0,001$ г.
7. Занесіть отримані про зразок дані в табл.2.
8. Підніміть верхню половину корпусу вимірювального осередку.
9. Протріть бензином і нанесіть тонкий шар мастила ПФМС – 4 на контактні поверхні стержня, контактної пластини тепломіра.
10. Зразок установіть на контактну пластину тепломіра, стержень – на голки термопари.
11. Опустіть верхню половину корпусу.
12. Увімкніть блок живлення і регулювання кнопки «СЕТЬ».
13. Установіть на вольтметрі початкову напругу 40 В.

Порядок виконання роботи

1. Установіть перемикач «ИЗМЕРЕНИЯ» у положення « t_c ».
2. Увімкніть кнопкою «НАГРЕВ» основний нагрівач.
3. Зніміть покази приладу В7-21 n_o і n_t при досягненні кожної з температур, зазначених у табл. 2 (температура стержня досягає

очікуваного значення при досягненні значення 0 В на вольтметрі), проводячи переключення рукояткою перемикача «ИЗМЕРЕНИЯ», занесіть значення n_o і n_t у табл. 2 і переведіть перемикач «ИЗМЕРЕНИЯ» у положення t_c .

4. Вимкніть кнопкою «НАГРЕВ» основний нагрівач при досягненні верхнього рівня температури.

5. Установіть перемикач «ИЗМЕРЕНИЯ» у положення «УСТ.0».

6. Проведіть охолодження вимірювальної комірки до кімнатної температури.

7. Вимкніть блок живлення і регулювання.

8. Проведіть розрахунок теплопровідності в наступній послідовності:

- розрахуйте поправки на теплоємність зразка σ_c за формулою (6);
- розрахуйте тепловий опір зразка P_o за формулою (5);
- розрахуйте теплопровідність випробуваного зразка за формулою (10);
- розрахуйте температуру віднесення обмірюваного значення теплопровідності \bar{t} за формулою (11).

Градуювання вимірювача

Градуювання вимірювача полягає в експериментальному визначенні теплової провідності тепломіра K_T і поправки P_K , що враховує контактний тепловий опір зразка і монтажу термопар, динамічні похибки і неідентичність градуювання термопар.

1. Визначення теплової провідності тепломіра.

При визначенні K_T проводять серію з п'яти експериментів, у яких, як зразок використовують зразкову міру теплопровідності з плавленого кварцу марки КВ. Експериментальні дані заносяться в табл. 2. Розрахунок K_T проводиться без урахування поправки P_K за формулами:

$$K_T = \frac{n_{o\text{ КВ}}}{n_{t\text{ КВ}}} \cdot \frac{\lambda_{\text{КВ}}}{h_{\text{КВ}}} S_{\text{КВ}} (1 + \sigma_c)_{\text{КВ}}, \quad (12)$$

де $n_{o\text{ КВ}}$ – перепад температури на зразку в мікрвольтах, мкВ,

$n_{t\text{ КВ}}$ – перепад температури на робочому шарі тепломіра в мікрвольтах, мкВ.

2. Визначення теплового опору.

При визначенні P_K проводять серію експериментів зі зразком з міді (діаметр зразка 15 мм., висота – 5 мм).

Експериментальні дані заносять у табл. 2. Розрахунок проводять за формулою:

$$P_K = \frac{n_o}{n_t} \cdot \frac{S}{K_T} (1 + \sigma_c) - \frac{h_m}{\lambda_m}, \quad (13)$$

де λ_m – теплопровідність мідного зразка, Вт/(м·К),

h_m – висота мідного зразка, м.

Значення теплопровідності λ_m в залежності від температури приведені в додатку 2.

3. Уточнення.

Проводять уточнення розрахунок K_T з урахуванням середнього значення P_K за формулою:

$$K_T = \frac{\lambda}{h} \cdot \frac{n_o}{n_t} S (1 - \sigma_k + \sigma_c), \quad (14)$$

де λ – теплопровідність кварцового скла марки КВ, Вт/(м·к);

S – площа поперечного перерізу зразка, м²;

h – висота зразка з кварцового скла марки КВ, м.,

σ_c – поправка, що враховує теплоємність зразка з кварцу марки КВ;

σ_k – поправка, що враховує теплоємність опору P_K ;

$$\sigma_k = P_K \frac{\lambda}{h}. \quad (15)$$

Середнє з обчислених значень K_T використовують при подальшій роботі.

4. Розрахунок погрешностей визначення K_T і P_K .

Похибки визначення K_T і P_K є випадковими. Величина їх залежить від кваліфікації і досвіду експериментатора і не повинна перевищувати відповідно 5 % і 10 %.

Значення погрешностей нормовані, виходячи з розрахункової величини погрешності приладу (± 10 %) у всьому діапазоні значень теплопровідності. Розрахунок похибки проводиться згідно формул:

$$\Delta(\bar{K}_T) = \frac{t_p \cdot \sigma_{K_T}}{\bar{K}_T}, \quad (16)$$

де $\Delta(\bar{K}_T)$ – випадкова похибка визначення теплової провідності тепломіра,

t_p – коефіцієнт Стьюдента (для $n=5$ $t_p=2,78$ при довірчій імовірності $P=0,95$);

$$\bar{\sigma}_{\bar{K}_T} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (K_{Ti} - \bar{K}_T)^2}{n(n-1)}}, \quad (17)$$

де $\bar{\sigma}_{\bar{K}_T}$ – середньоквадратичне відхилення теплової провідності тепломіра, Вт/К,

n – число вимірів ($n = 5$);

$$\bar{K}_T = \frac{\sum_{n=1}^5 K_{Ti}}{5}, \quad (18)$$

де \bar{K}_T – середнє значення провідності тепломіра, Вт/к.

Розрахунок похибки визначення проводиться за формулами:

$$\Delta(\bar{P}_K) = \frac{t_p \cdot \sigma_{P_K}}{\bar{P}_K}, \quad (19)$$

де $\Delta(\bar{P}_K)$ – випадкова похибка визначення поправки на контактний тепловий опір зразка, неідентичність монтажу термопар;

$$\bar{\sigma}_{\bar{P}_K} = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (P_{Ki} - \bar{P}_K)^2}{n(n-1)}}, \quad (20)$$

де $\bar{\sigma}_{\bar{P}_K}$ – середньоквадратичне відхилення поправки на контактний тепловий опір зразка, неідентичність монтажу термопар;

$$\bar{P}_K = \frac{\sum_{n=1}^5 P_{Ki}}{5}, \quad (21)$$

де \bar{P}_K – середнє значення поправки на контактний тепловий опір зразка, неідентичність монтажу термопар, $m^2 \cdot K / W$.

Таблиця 1. Константи калориметра

$t, ^\circ C$	$P_K, m^2 \cdot K / W$	$C_s, Дж/К$	$K_T, W/K$
- 100	0,00115	14,632	0,1413
- 75	0,00094	15,183	0,1522
- 50	0,00080	15,480	0,1523

- 25	0,00072	15,829	0,1264
0	0,00059	15,942	0,1327
25	0,00052	16,328	0,1250
50	0,00050	16,625	0,1303
75	0,00048	16,795	0,1317
100	0,00045	16,964	0,1333
125	0,00041	17,092	0,1317
150	0,00045	17,176	0,1292
175	0,00047	17,176	0,1263
200	0,00048	17,304	0,1231
225	0,00045	17,389	0,1260
250	0,00044	17,473	0,1261
275	0,00040	17,601	0,1285
300	0,00041	17,685	0,1271
325	0,00042	17,812	0,1272
350	0,00042	17,897	0,1271
375	0,00039	17,940	0,1272
400	0,00038	18,025	0,1285

Позначення символів табл. 1

P_K – поправка, що враховує тепловий опір контакту, неідентичність та опір закладення термопар;

C_c – повна теплоємність стержня;

K_T – теплопровідність пластин тепломіра.

Таблиця 2. Зразок оформлення кінцевої таблиці

$t_c, ^\circ\text{C}$	$n_0,$ справ.	$n_t,$ справ.	$K_T,$ Вт/К	P_K	P_0	$C_c,$ Дж/К	σ_c	A_t	\bar{t}	$\lambda,$ Вт/м·К
-100										
-75										

-50										
-25										
0										
25										

Позначення символів таблиці 2

h – висота досліджуваного зразка, м;

d – діаметр досліджуваного зразка, м;

S – площа поперечного перерізу досліджуваного зразка, м²;

m – маса досліджуваного зразка, кг;

t_c – температура стержня, °С;

n_o – перепад температури на зразку в мікрвольтах, мкВ;

n_t – перепад температури на робочому шарі тепломіра в мікрвольтах, мкВ;

K_T – теплова провідність тепломіра, Вт/К;

R_K – контактний тепловий опір, К·м²/Вт;

R_o – тепловий опір досліджуваного зразка, К·м²/Вт;

C_c – повна теплоємність стержня, Дж/К;

σ_c – поправки на теплоємність зразка;

A_t – чутливість термопари, К/мВ;

t – середня температура зразка, °С;

λ – теплопровідність досліджуваного зразка, Вт/м·К.

ПРИМІТКА. Значення K_T , R_K , C_c є постійними приладу і визначаються при його градуванні.

Додаток 1

Вибір висоти зразка в залежності від значення теплопровідності

λ , Вт/м·К	0,1 - 0,3	0,3 - 0,5	0,5-1,0	1,0 - 2	більш 2
h 10 ³ ,м	0,5 - 1,0	1 - 2	2 - 3	3 - 5	5

Додаток 2

Дані, необхідні при експлуатації вимірювача

$t_c, ^\circ\text{C}$	$C_M,$ Дж/кг·К	$\lambda_M,$ Вт/м·К	$A_t,$ К/м·В
-100	345	407	37,8
-75	358	401	32,5
-50	365	395	29,0
-25	373	390	26,8
0	376	387	25,0
25	385	384	24,8
50	392	381	24,5
75	396	379	24,6
100	400	377	24,7
125	403	376	24,8
150	405	375	25,0
175	405	374	25,0

Додаток 3.

Теплофізичні характеристики еталонних зразків

$t_c, ^\circ\text{C}$	T, K	ДЕСТ 23630.2-79				
		$C_P^M,$ кДж/кг·К	$\lambda_M,$ Вт/м·К	$C_P^{KB},$ кДж/кг·К	$\lambda_{KB},$ Вт/м·К	$\lambda_{II}^*,$ Вт/м·К
-125	148	0,332	413	0,379	1,00	
-100	173	0,345	407	0,479	1,03	0,184
-75	198	0,358	401	0,516	1,16	0,190
-50	223	0,365	395	0,589	1,21	0,192
-25	248	0,373	390	0,618	1,27	0,193
0	273	0,376	387	0,693	1,31	0,194

25	298	0,385	384	0,771	1,35	0,195
50	323	0,392	381	0,780	1,38	0,196
75	348	0,396	379	0,805	1,42	0,200
100	373	0,400	377	0,852	1,45	0,200
125	398	0,403	376	0,868	1,50	0,200
150	423	0,405	375	0,903	1,53	0,200
175	448	0,405	374	0,916	1,57	0,200
200	473	0,408	373	0,944	1,60	0,200
225	498	0,410	373	0,954	1,62	0,200
250	523	0,412	372	0,975	1,65	0,200
275	548	0,415	372	0,981	1,68	0,200
300	573	0,417	371	1,004	1,70	0,200
325	598	0,420	370		1,72	0,200
350	623	0,422	368		1,75	0,200
375	648	0,423	367		1,78	0,200
400	673	0,425	365		1,80	0,200
* - теплопровідність поліметилметакрилату						

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Записати рівняння Фур'є для теплопровідності.
2. Сформулювати фізичний зміст коефіцієнта теплопровідності?
3. Як в роботі вимірюються теплові потоки?
4. Яку роль виконує адіабатична оболонка?
5. Які елементи схеми приладу забезпечують монотонність нагріву?

УЛЬТРАЗВУКОВІ ВИМІРЮВАННЯ

Мета роботи: визначити швидкість поширення і коефіцієнт затухання УЗ у зразках сталі і поліетилену ехо-імпульсним методом.

Прилади та матеріали: 1) вимірювач швидкості та коефіцієнта затухання ультразвуку УС-12ИМ з постійними (СД-19, СВ-36) та змінними (СК-16, СА-28, СУ-28) блоками, ультразвуковий перетворювач ПЗ11, з'єднувальні кабелі. 2) зразки з різних матеріалів; 3) трансформаторне масло; 4) штангенциркуль.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і

Методи вимірювання швидкості поширення ультразвукових коливань можна розділити на три групи:

- Інтерферометричні методи. В основі цих методів лежить взаємодія ультразвукових хвиль в досліджуваній речовині – інтерференція. З інтерференційної картини знаходиться довжина ультразвукової хвилі при відомій частоті коливань, а це дозволяє підрахувати швидкість поширення ультразвуку в речовині.
- Імпульсні методи. Ці методи ґрунтуються на вимірюванні проміжку часу, на протязі якого ультразвукова хвиля проходить відому відстань.
- Оптичні методи. Вони основані на взаємодії світлового та ультразвукового полів. В оптичних методах визначається довжина ультразвукових хвиль або інших параметрів, за допомогою яких може бути знайдена швидкість (при відомій частоті коливань ультразвуку).

Розглянемо теоретичні основи поширення ультразвукових хвиль в речовині.

Нехай в напрямку осі x поширюється поздовжня плоска хвиля. Візьмемо в середовищі циліндричний об'єм висотою Δx з площею основи S (рис.1.).

Якщо основа циліндра з координатою x в деякий момент часу має зміщення ξ , тоді зміщення основи з координатою $x + \Delta x$ буде $\xi + \Delta \xi$. Тоді об'єм, який розглядається, деформується – він отримує

видовження $\Delta\xi$ ($\Delta\xi$ – алгебраїчна величина; $\Delta\xi < 0$ відповідає стискуванню циліндра) або відносне видовження $\frac{\Delta\xi}{\Delta x}$. Величина $\frac{\Delta\xi}{\Delta x}$ дає середню деформацію циліндра. В силу того, що ξ змінюється зі зміною x не за лінійним законом, істинна деформація в різних перерізах циліндра буде неоднакова. Щоб отримати деформацію ε в перерізі x , треба перейти до границі, в якій $\Delta x \rightarrow 0$. Тоді,

$$\varepsilon = \frac{\partial \xi}{\partial x} \quad (1)$$

Знак часткової похідної взятий тому, що x залежить не тільки від x , але і від t).

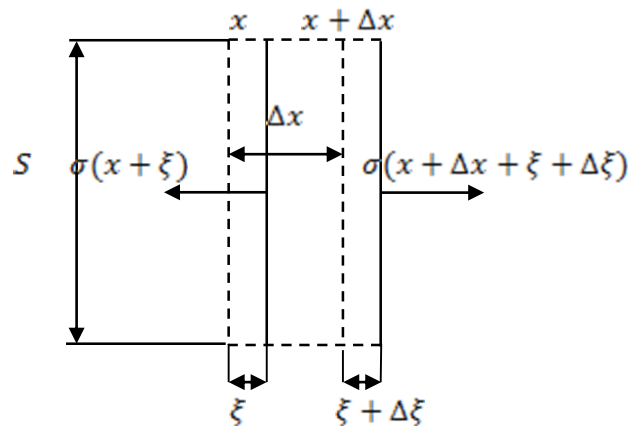


Рис.1. Виділений елемент об'єму в речовині.

Використаємо закон Гука, згідно якого

$$\sigma = E\varepsilon = E \frac{\partial \xi}{\partial x} \quad (2)$$

де E – модуль Юнга середовища.

Запишемо для цього випадку рівняння руху. Якщо Δx дуже мале, прискорення циліндра можна прийняти рівним $\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2}$. Маса циліндра рівна $\rho S \Delta x$, де ρ – густина недеформованого середовища. Сила, яка діє на циліндр, рівна добутку площі основи циліндра S на різницю нормальних напруг в перерізі $x + \Delta x + \xi + \Delta \xi$ і в перерізі $x + \xi$

$$f = SE \left[\left(\frac{\partial \xi}{\partial x} \right)_{x+\Delta x+\xi+\Delta \xi} - \left(\frac{\partial \xi}{\partial x} \right)_{x+\xi} \right] \quad (3)$$

Величину $\left(\frac{\partial \xi}{\partial x} \right)_{x+\xi}$ для малих δ можна з великою ступінню точності представити у вигляді

$$\left(\frac{\partial \xi}{\partial x}\right)_{x+\xi} = \left(\frac{\partial \xi}{\partial x}\right)_x + \left[\frac{\partial}{\partial x} \left(\frac{\partial \xi}{\partial x}\right)\right]_x \delta = \left(\frac{\partial \xi}{\partial x}\right)_x + \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} \delta. \quad (4)$$

Величини Δx , ξ , $\Delta \xi$ в рівняннях (3) та (4) є малими. Тоді отримаємо:

$$f = SE \left\{ \left[\left(\frac{\partial \xi}{\partial x}\right)_x + \left(\frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2}\right) (\Delta x + \xi + \Delta \xi) \right] - \left[\left(\frac{\partial \xi}{\partial x}\right)_x + \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} \xi \right] \right\} =$$

$$= SE \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} (\Delta x + \Delta \xi) \approx SE \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} \Delta x$$

Відносне видовження $\frac{\partial \xi}{\partial x}$ при пружних деформаціях буває набагато більше одиниці. Тому $\Delta \xi \ll \Delta x$, так що доданком $\Delta \xi$ в сумі $\Delta x + \Delta \xi$ можна знехтувати.

Підставляючи масу, прискорення і силу в рівняння другого закону Ньютона, отримаємо

$$\rho S \Delta x \frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = SE \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2} \Delta x$$

Скорочуючи $S \Delta x$, переходимо до рівняння

$$\frac{\partial^2 \xi}{\partial t^2} = \frac{\rho}{E} \frac{\partial^2 \xi}{\partial x^2}, \quad (5)$$

яке являє собою хвильове рівняння, записане для часткового випадку, коли ξ не залежить від координат y, z .

З цього рівняння отримаємо, що

$$v = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad (6)$$

Таким чином, фазова швидкість поздовжніх пружних хвиль рівна кореню квадратному із модуля Юнга, поділеному на густину середовища. Аналогічні розрахунки для поперечної хвилі приводять до такого виразу для швидкості

$$v = \sqrt{\frac{G}{\rho}}, \quad (7)$$

де G – модуль зсуву.

П о р я д о к в и к о н а н н я р о б о т и

Вправа 1.

Зібрати установку для вимірювання швидкості та коефіцієнта поглинання ультразвуку та ознайомитися з її роботою.

1. Зібрати установку за схемою приведеною на рис. 1;

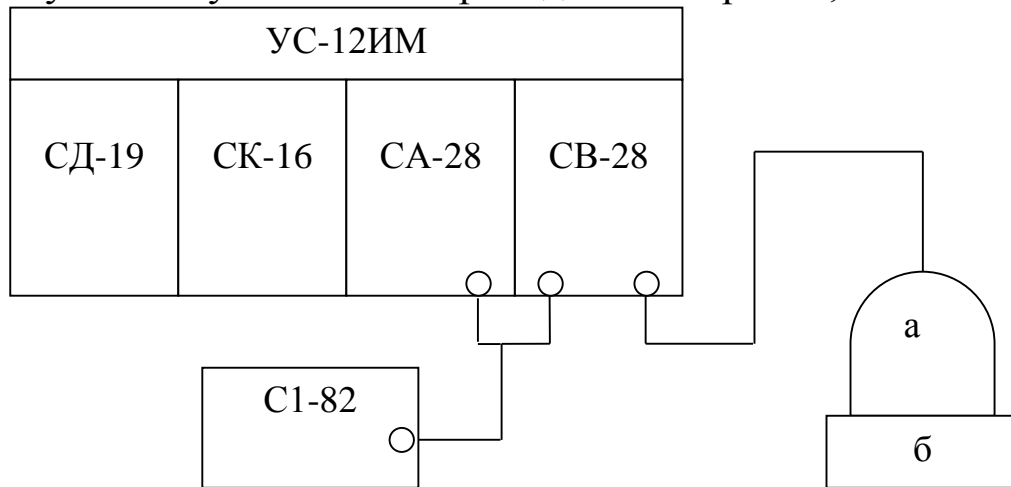





Рис. 2. Принципова схема установки для дослідження.

а – електроакустичний перетворювач;


б – досліджуваний зразок.

2. Підключити до гнізда  II генератора перетворювач ПЗ11, а гніздо  I з'єднати з гніздом  приймача. Сюди ж підключити вхід осцилографа С1-82;
3. Установити частоту генератора відповідно частоті перетворювача;
4. Натиснути «Частота синхронізації Hz» – «250»;
5. Включити і прогріти прилади 15 хвилин;
6. Встановити час розгортки, зручний для спостережень;
7. Ознайомитися з органами керування приладами.

Блок СД-19

 – включення і яскравість;

 – вертикальне переміщення;

 – фокус;

 – астигматизм;


«Синхр. Hz» – вибір джерела синхронізації: зовнішній; 250; 1000;

«Разв. длит. S» – тривалість розгортки 20, 100, 400 і 2 мікросекунди;

«Задержка» – затримка початку розгорнення.

Блок СК-16

 – переміщення стробних імпульсів;

 – тривалість стробних імпульсів;

$\frac{1000}{100}$ – вибір діапазону усереднення результатів;
 «база 1,2,3,4,» – пристрій запису товщини зразка (мм);
 «Род роботи»: С – режим виміру швидкості УЗ;
 α – режим виміру коефіцієнта поглинання;
 d – режим запису товщини зразка.

Блок СА-28

«осл. dB» – атенюатор приймача СА-28 (1-71 dB) ;
 «Усил. » – плавне регулювання підсилення;
 «т дет. » – регулювання постійної часу детектора.

Блок СЕ-28

«частота МГц.» – перемикач частоти генератора;
 «амплітуда» – регулювання амплітуди імпульсів генератора.

Вправа 2.

Визначити швидкість поширення та коефіцієнт згасання ультразвуку за допомогою осцилографа.

1. На поверхню досліджуваного зразка нанести 1-2 краплі трансформаторного масла (для поліпшення акустичного контакту).
2. Притиснувши перетворювач до зразка, одержати на екрані осцилографа стійку картину відбитих імпульсів і занести її в зошит.

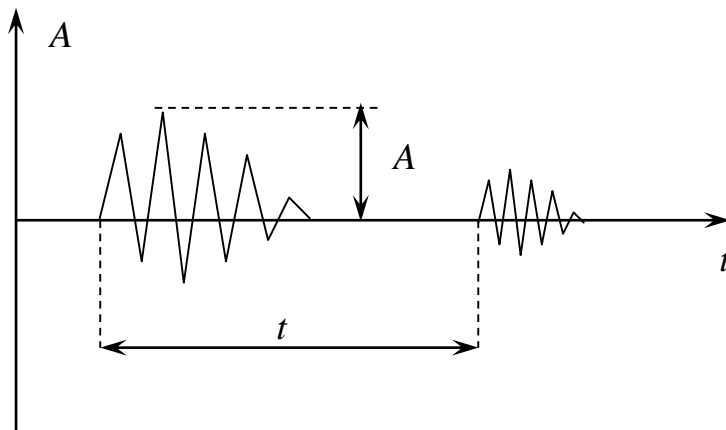


Рис. 3. Перший та другий відбиті сигнали на екрані осцилографа.

3. Обчислити характеристики ультразвуку:






– швидкість поширення $v = \frac{l}{t}$, l – шлях, який пройшла ультразвукова хвиля в зразку за час t ;

- довжину хвилі $\lambda = \frac{v}{\nu}$, ν – частота коливань;
- коефіцієнт згасання $\alpha = \frac{1}{l} \ln \frac{A_0}{A}$ (Нп/м), або $\alpha = \frac{1}{l} 20 \ln \frac{A_0}{A}$ (дБ/м), A_0 – початкова амплітуда, A – амплітуда коливань після проходження ультразвуковою хвилею відстані l ;
- логарифмічний декремент згасання $\delta = \alpha \lambda$.

4. Занести в таблицю значення вказаних у пункті 3 величин.

Вправа 3.

Визначити швидкість поширення та коефіцієнт згасання ультразвуку за допомогою вимірювача УС-12ИМ і порівняти з попередніми результатами.

1. За допомогою регуляторів    ↓ установити чітко та зручне для спостереження зображення на екрані УС-12ИМ.
2. Атенюатором приймача «Осл.дВ» установити амплітуду імпульсів приблизно 6 поділок так, щоб перший відбитий імпульс не виходив за межі екрану.
3. Сумістити перший стробіруючий імпульс (ручкою ) з першим відбитим акустичним імпульсом. Установити тривалість стробіруючого імпульсу (ручкою ) трохи більше тривалості акустичного імпульсу. Аналогічно зробити для другого стробіруючого імпульсу.
4. Натиснути кнопку «d» і кнопками «база 1,2,3,4,» набрати на індикаторі товщину зразка в міліметрах.
5. Натиснути кнопку «Род работы» – «С» і на індикаторі прочитати значення швидкості ультразвуку в зразку. Похибка виміру близько $\pm 1\%$.
6. Натиснути кнопку «Род работы» – «а» і на індикаторі прочитати коефіцієнт згасання ультразвуку в зразку.

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Які існують основні методи вимірювання швидкості звуку?
2. Як визначається швидкість звуку в твердих тілах?
3. Який механізм передачі звуку в твердих тілах?
4. Чому швидкість звуку в газі менша за швидкість звуку в металах?

ДИЛАТОМЕТРИЧНІ ВИМІРИ

- Мета роботи:**
- 1) Визначити залежність густини полімерного зразка від температури методом гідростатичного зважування.
 - 2) За допомогою залежності знайти температуру плавлення зразка та ступінь кристалічності.
 - 3) Визначити похибки вимірюваних величин.

Прилади та матеріали: Циліндрична кювета, вольтметр В7-21, лабораторний автотрансформатор, аналітичні ваги, еталонна термopара, лід, зразок кварцу, зразок вимірювальний.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і

Гідростатичний дилатометр

Розглянемо зважування дослідного зразка на пружинних вагах. Вони вимірюють силу (Н).

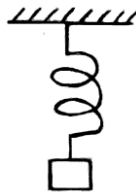


Рис.1. Вантаж закріплений вертикально.

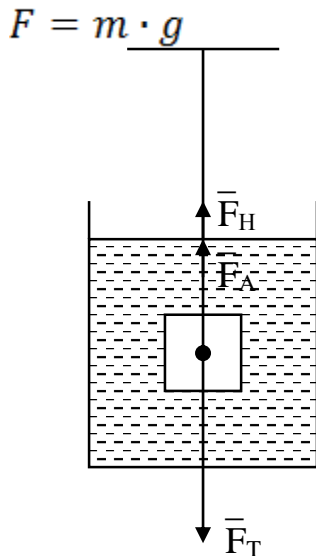


Рис.2. Сили, що діють на вантаж в рідині.

Якщо зразок поміщений в рідину, то, крім сили тяжіння та сили натягу нитки, на нього діє сила Архімеда.

$$F_H = F_T - F_A;$$

де

$$F_T = m_o \cdot g$$

$$F_A = m_p \cdot g = \rho_p V_o g = \rho_p \frac{m_o}{\rho_o} \cdot g$$

$F_H = m_o g \left(1 - \frac{\rho_p}{\rho_o}\right)$ – сила натягу нитки. З цих залежностей можна виразити густину зразка:

$$\rho_o = \frac{m_o g}{m_o g - F_H} \cdot \rho_p,$$

де m_o – маса зразка (вимірюється в кг);

F_H – сила натягу нитки чи вага тіла (вимірюється в Н).

Розглянемо той же дослід у випадку використання підймальних терезів. Підймальні терези завжди градуують в одиницях маси (кг).

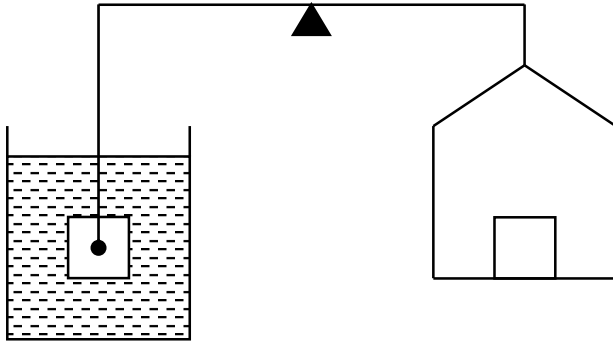


Рис.3. Зрівноваження важелів, що знаходяться в рідині.

Несистемні одиниці

$$[F_H] = \text{кгс} \quad [F_H] = \text{Н}$$

$$F = m \cdot g \quad F = m \cdot g$$

$$m = 1 \text{ кг} \quad m = 1 \text{ кг}$$

$$F = 1 \text{ кг} \cdot 9,8 \frac{\text{М}}{\text{с}^2} = 9,8 \text{ Н};$$

$$F = 1 \text{ кг} \cdot 1 \frac{\text{М}}{\text{с}^2} = 1 \text{ кгс}.$$

Перехід з однієї системи в іншу: $1 \text{ кгс} = g \cdot \text{Н}$, або приблизно $1 \text{ кгс} = 9,8 \text{ Н}$. Тобто сила в СІ:

$$F_H = F_{(\text{кгс})} \cdot g.$$

Назвімо, для зручності, вагу тіла, виміряною вагами (в кг), при зануренні зразка в рідину – маса зразка в рідині m_o^p .

Тоді

$$F_{(\text{кгс})} = m_o^p,$$

а в СІ

$$F_H = m_o^p \cdot g.$$

Величину m_o^p слід розуміти так: маса тіла в рідині не змінюється, а для зручності запису під цією величиною ми розуміємо показання ваг при зважуванні зразка в рідині.

Підставимо в формулу густини значення F_H , отримаємо

$$\rho_o = \frac{m_o}{m_o - m_o^p} \rho_p. \quad (1)$$

Формула (1) використовується, якщо відома густина рідини. В іншому випадку необхідно провести аналогічний дослід з еталоном відомої густини, звідки на початку визначається ρ_p . Еталоном часто є кварцове скло (далі по тексті – «кварц»). Виражаючи з формули (1) густину рідини та використовуючи замість зразка – кварц, отримаємо

$$\rho_p = \frac{m_k - m_k^p}{m_k} \rho_k. \quad (2)$$

Підставимо (2) в (1), отримаємо:

$$\rho_o = \frac{m_o}{m_o - m_o^p} \cdot \frac{m_k - m_k^p}{m_k} \rho_k, \quad (3)$$

Якщо густина рідини нас не цікавить, то можна користуватись виразом (3). Якщо ж необхідно знати густину зразка та густину рідини, то треба за формулою (2) знайти ρ_p , а потім за допомогою (1) обчислити густину зразка.

Практично можна або спочатку зважити кварц в рідині, а далі там же зразок, або одночасно зважувати двома вагами еталон та зразок. Другий спосіб доцільніший при температурних вимірюваннях густини (дозволяє вдвічі скоротити час вимірювань).

Густина деяких полімерів (наприклад ПЕ) нижче густини води і багатьох інших зручних для вимірювань рідин. Тобто зразок плаває в робочій рідині.

В цьому випадку до зразка необхідно прикріпити вантаж (помістити зразок в стаканчик), щоб густина системи «зразок + вантаж» виявилася вищою від ρ_p . Ваги тепер будуть вимірювати не масу зразка в рідині, а масу зразка і стаканчика в рідині m_{o+c}^p . А при зважуванні еталона – масу кварцу та його підвісу в рідині m_{k+n}^p .

Очевидно,

$$m_o^p = m_{o+c}^p - m_c^p.$$

З урахуванням формули (1) і (2) набувають вигляду:

$$\rho_o = \frac{m_o}{m_o - m_{o+c}^p + m_c^p} \cdot \rho_p, \quad (4)$$

$$\rho_p = \frac{m_k - m_{k+n}^p + m_n^p}{m_k} \cdot \rho_k. \quad (5)$$

Або остаточно

$$\rho_o = \frac{m_o}{m_k} \cdot \frac{m_k - m_{k+n}^p + m_n^p}{m_o - m_{o+c}^p + m_c^p} \cdot \rho_k. \quad (6)$$

Слід відмітити, що m_{o+c}^p , m_c^p , m_{k+n}^p , m_n^p , ρ_p у формулах (4) та (5) є функціями температури.

Тому обчислення густини за цими формулами потрібно проводити для кожної температури окремо. В результаті буде отримана залежність густини зразка від температури $\rho_o(t)$.

Порядок виконання роботи

1) Зібрати установку за схемою (див рис.4).

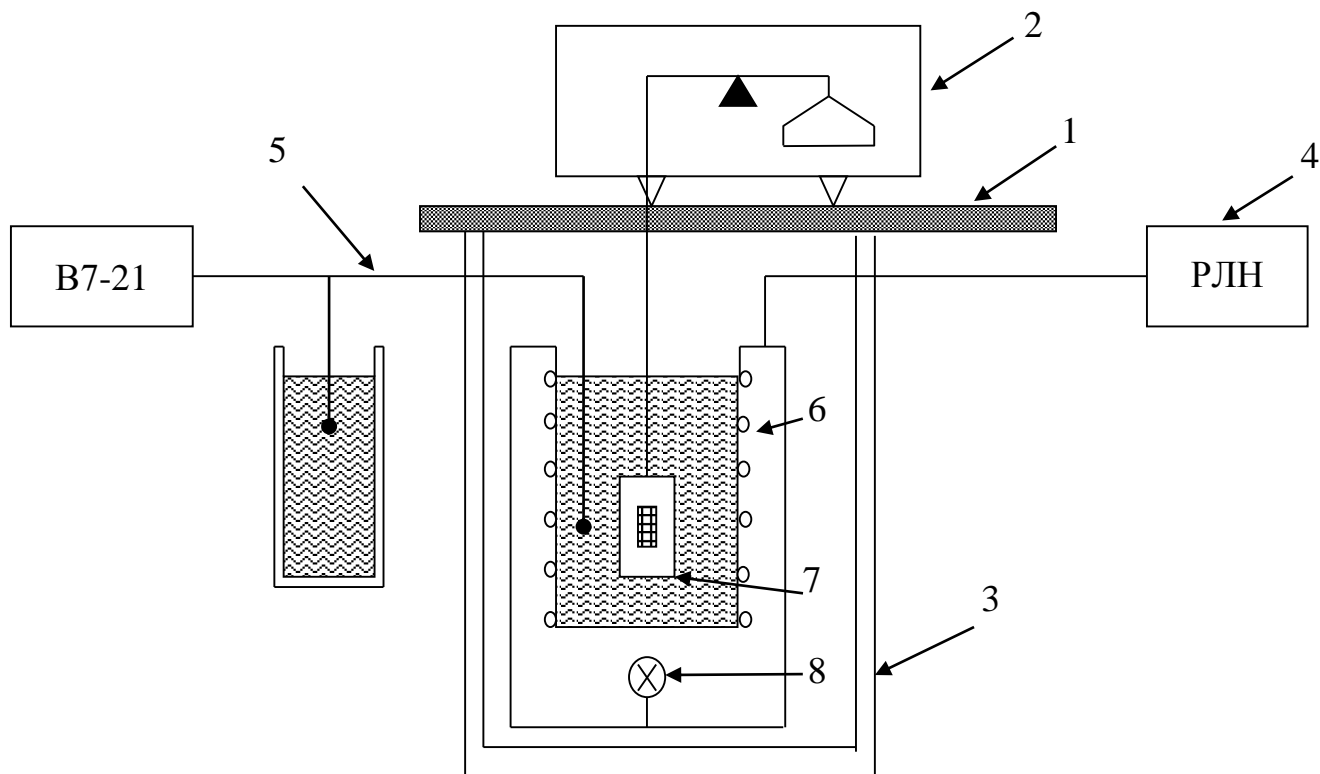


Рис.4. Принципова схема установки.

1. полиця;
2. ваги для зважування зразка;
3. камера спокійного повітря (КСП);
4. Регулятор лінійного нагріву (ЛІАТР);
5. система вимірювання температури (термопара, посудина Дьюара, з льодом, що тоне, цифровий вольтметр);
6. вимірювальна комірка;
7. досліджуваний зразок в стаканчику;
8. лампа підсвічування;

2) Підготувати систему вимірювання температури (аналогічно ЛР виготовлення полімерних зразків).

3) Зважити досліджуваний зразок .

4) При кімнатній температурі зважити порожній стаканчик в рідині.

5) Помістити зразок в стаканчик та визначити при кімнатній температурі.

- б) За результатами пунктів 3-5 обчислити густину зразка при кімнатній температурі.
- 7) Для зняття температурної залежності густини зразка:
- а) ввімкнути ваги 2 і 3;
 - б) ввімкнуть ЛАТР;
 - в) через кожні 5 °С знімати показники ваг 2 і 3;
- 8) Поблизу температури плавлення зразка вимірювання робити по °С

можливості частіше (для ПЕ 100-110).

9) Процес плавлення можливо контролювати візуально. Для цього ввімкнути лампу 8 і за допомогою призми, розташованої між полицею та вагами, через отвори в стаканчику спостерігати за поведінкою зразка. При плавленні зразок стає прозорим.

ПРИМІТКА: При виконанні роботи в спрощеному варіанті для обчислення температурної залежності густини рідини використовувати готову формулу:

$$\rho_p = a \cdot t + b.$$

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Сформулювати фізичний зміст густини тіла.
2. Від чого залежить густина тіла?
3. В чому полягає метод гідростатичного зважування при визначенні густини полімерного зразка?

ВИМІРЮВАННЯ КОЕФІЦІЄНТА ТЕРМІЧНОГО ЛІНІЙНОГО РОЗШИРЕННЯ

Мета роботи:

1. Вивчити методику вимірювання термічного коефіцієнта лінійного розширення (ТКЛР).
2. Встановити залежність ТКЛР від температури.
3. Встановити механізм теплового розширення полімерів.

Прилади та матеріали: Вимірювальна комірка з термостатом, електричний мікрометр, регулятор лінійного нагріву, 3 магазини опорів, джерело постійного струму ПП-63, КСП-4 (контролюючий самопишучий потенціометр), вимірювальна термопара, еталонна термопара, вольтметр В7-21, дьюар для термопари, рідкий азот, лід, зразок кварцу, зразок вимірювальний, додатковий дьюар, товщинометр ПШИП-214.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і

Лінійний термічний коефіцієнт розширення ТКЛР можна розрахувати з термопарної залежності висоти зразка.

Блок-схема установки для знаходження залежності висоти зразка від температури представлена на рис.1. Установка складається з трьох вузлів, які разом дозволяють визначити ТКЛР матеріалу, який досліджується.

Перший вузол – вимірювальна комірка (рис. 1), яка виготовлена з матеріалу ТКЛР, наближеним до одиниці. В нашому випадку взяли інвар (сплав нікелю). Внутрішня частина комірки щільно притерта до рухомого штоку, який потрібен для передачі вимірювання від висоти зразка до датчика. Співвідношення висоти зразка до його діаметру 3:2. Навколо вимірювальної комірки розташований нагрівач. Вимірювальна комірка разом з нагрівачем поміщається в термос, який потрібен щоб створювати квазіабатичність і використовується як посудина для азоту при охолодженні установки до «температур, які нижче нуля».

Другий вузол – вимірювання та реєстрація змін висоти і температури зразка. За датчик вимірювання висоти зразка беремо прилад ПШИП-214. Сигнал з цього приладу береться на КСП-4.

Температура вимірюється за допомогою хромель–копелевої термопари. Сигнал від термопари передається на багатоточковий прилад КСП-4. Датчик товщиноміра не може працювати у широкому інтервалі температур, в залежності від цього його необхідно підтримувати при кімнатній температурі. Для охолодження датчика «ОД» використовуємо потік повітря, який створюється за допомогою пилососа.

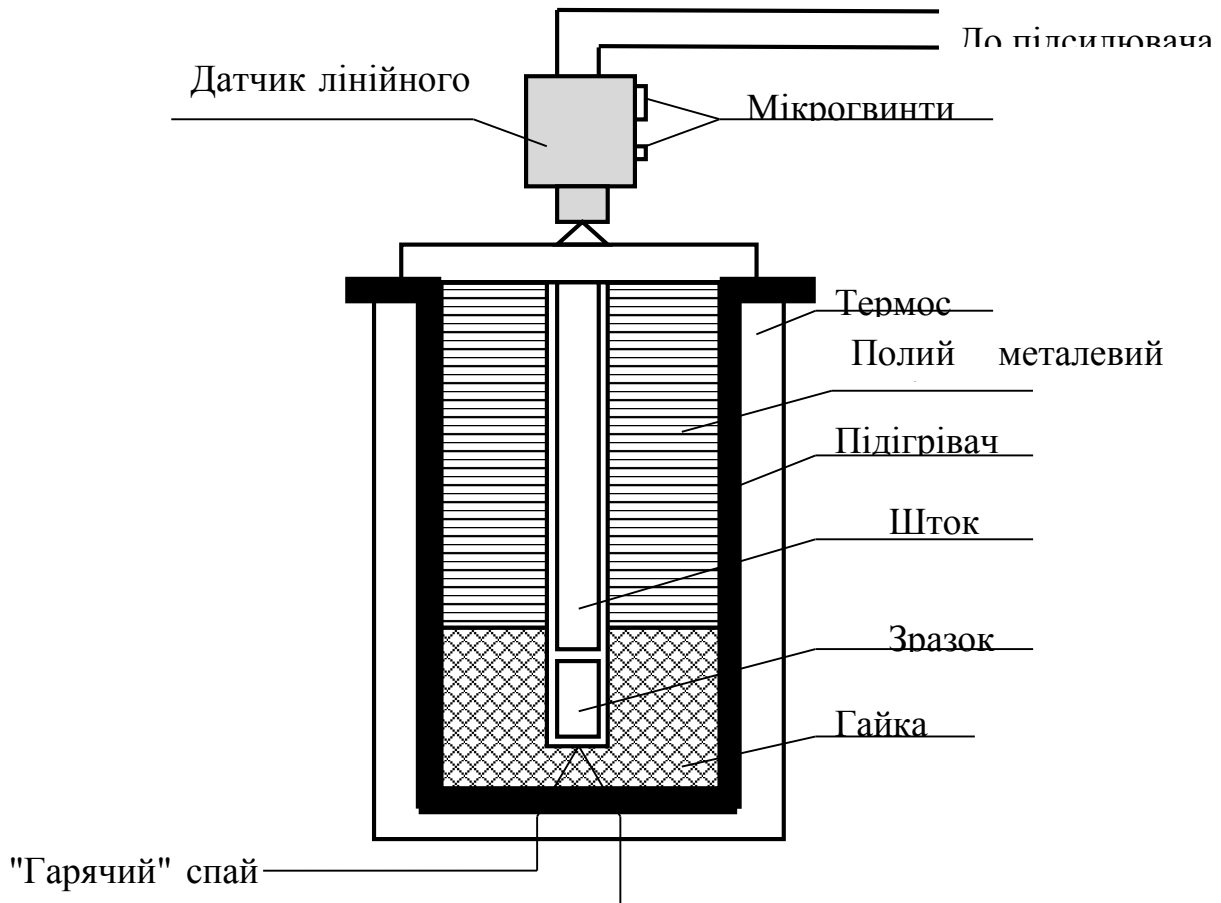


Рис.1. Вимірювальна комірка.

Для більш раціонального (з найменшою похибкою виміру) використовується шкала запису КСП, в товщині нульова точка міститься в центрі, тобто сигнал змінює свій знак, а у вимірювальній шкалі КСП-4 нуль розташований у крайньому положенні в ланцюг, який іде до датчика, підключений перемикач $\pm K$, «чотириполюсник». Крім цього для зміни положення датчика, при змінах висоти зразка, які більші у 2 рази від шкали приладу, використовують мікрогвинт. Для великих переміщень датчика використовують барабан B_1 , для мікропереміщень – барабан B_2 . ЕРС диференційної термопари також змінює полярність при вимірюванні температур, нижчих за нуль. У зв'язку з цим в вимірювальній схемі підключений перемикач $\pm K_2$. Максимум вимірювальної шкали КСП нуль розташований у крайньому положенні, в ланцюг, який іде від датчика, перемикач $\pm K$, «чотириполюсник». Крім цього для зміни положення датчика, при змінах висоти зразка, які більші у 2 рази шкали приладу, використовують мікрогвинт. Для більших переміщень датчика використовують барабан B_1 , для мікропереміщень – барабан B_2 . ЕРС диференційної термопари також змінює полярність при вимірюванні температур, нижчих за нуль. У зв'язку з цим у вимірювальній схемі підключений перемикач $\pm K_2$. Максимум вимірювальної шкали КСП-4 $\approx |4.8| мВ$, при температурах, коли ЕРС термопари $\geq |4.8| мВ$, необхідно використовувати «компенсатор» (ПП-63), сигнал якого йде «назустріч» сигналу термопари.

Третій вузол – блок, лінійного нагріву. Прилад дозволяє нагрівати вимірювальну комірку зі швидкістю, яка не перевищує півтора градуси у хвилину. Якщо виміри проводяться від «низьких» температур, необхідно барабаном встановити повзунок реостату у положення «Н», а від кімнатних температур «Н₂». Загальна блок схема зображена на рис.2.

При вивченні полімерів важливими структурними і термодинамічними характеристиками являються густина і питомий об'єм.

Питомий об'єм полімеру знаходять за допомогою приладів, які називають об'ємним і лінійним дилатометрами. Між лінійним термічним коефіцієнтом розширення і об'ємним існує зв'язок для ізотропного матеріалу чи зі слабо вираженою анізотропією: $\alpha = \frac{1}{3}\beta$, де α – коефіцієнт теплового лінійного розширення, β – коефіцієнт

об'ємного розширення. Лінійний розмір тіла змінюється не тільки внаслідок зміни відстані між атомами і молекулами під час нагріву.

П і д г о т о в к а п р и л а д у д о в и м і р ю в а н н я

I. Градувати термопару.

- 1.1 Витягти шток з дилатометра і в порожню комірку помістити гарячий спай еталонної термопары, щоб він дотикався до дна комірки. Другий кінець термопары помістити в додатковий дьюар з льодом. Зачекати 10-12 хв. для встановлення теплової рівноваги дилатометра з навколишнім середовищем. Виводи термопары під'єднати до вольтметра В7-21.
- 1.2 Побудувати графік залежності ЕРС (мВ) термопары від температури ($t, ^\circ\text{C}$). По графіку знайти значення E через кожні 10°C у від'ємній області температур.
- 1.3 Встановити на ПП-63 ЕРС компенсації. Для цього під'єднати ПП-63 до КСП-4 замість термопары. Потенціометром виставити напругу, при якій показник КСП-4 знаходиться на відстані 6-8 мм від краю стрічки. Від'єднати ПП-63 і під'єднати до вольтметра В7-21. Заміряти напругу і записати.
- 1.4 Під'єднати ПП-63 у зворотному напрямку в коло термопары і увімкнути його тоді, коли лінія температури на діаграмі дійде до краю стрічки.
- 1.5 Увімкнути нагрівач і КСП-4 одночасно, перед цим перевіряючи полярність вимикача температури. Звіряючи показ вольтметра з табличними даними, відмічати відповідну температуру на діаграмній стрічці.

II. Калібрування дилатометра.

- 2.1 Виконавши дії з пункту 1.5, встановлюємо відповідність між певними значеннями температури і відстанню на діаграмі КСП-4 від нульової лінії до точок на температурній кривій, які відображають температуру (за допомогою металевої лінійки).
- 2.2 Коли здійснено градування термопары, поміщаємо у комірку зразок кварцу і вимірюємо його теплове розширення.

П о р я д о к в и к о н а н н я р о б о т и

I. Прогріти прилади 30 хвилин.

- 1.1 Заправити лід в посудину Дьюара.

1.2 Протерти спиртом комірку, шток, кварц.

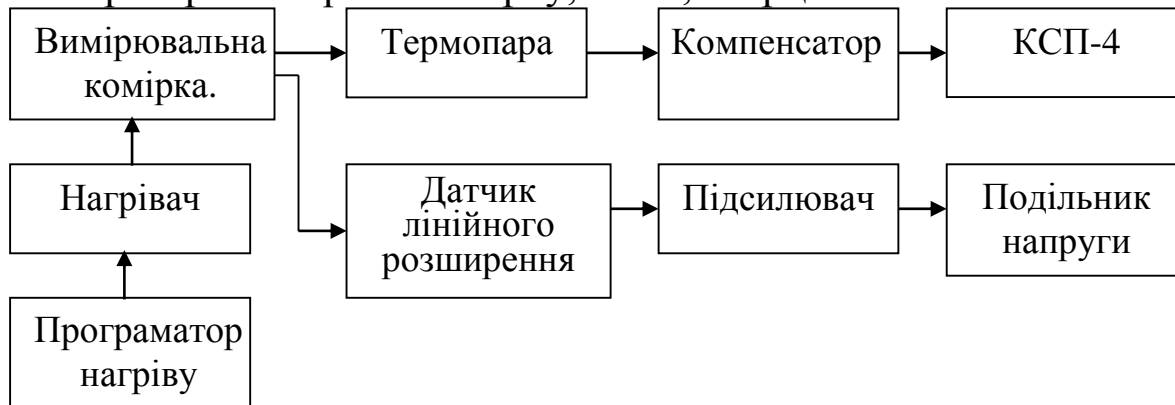


Рис.2. Блок-схема установки для вимірювання КТЛР.

1.3 Встановити реостат у відповідне положення Н або Н2, в залежності від яких температур починається вимірювання.

1.4 Перевірити наявність діаграмної стрічки, при необхідності заправити нову.

II. Помістити в комірку досліджуваний зразок (рис.2). Провести вимірювання його теплового розширення.

2.1 Використовуючи градування дилатометра за допомогою кварцу, розрахуємо коефіцієнт теплового лінійного розширення (КТЛР).

Р о з р а х у н к о в а ч а с т и н а

В роботі використовуються наступні розрахункові формули:

$$l_t = l_o(1 + at), \quad (1)$$

$(l_{20} = 10,0 \text{ см})$

де: l_t – довжина стержня при температурі t ,

l_o – довжина стержня при $t = 0^\circ\text{C}$,

a – коефіцієнт термічного лінійного розширення,

t – температура.

Запишемо відношення довжини від температури t_1 і t_2 :

$$\frac{l_1}{l_2} = \frac{l_o(1 + at_1)}{l_o(1 + at_2)}$$

Помножимо чисельник і знаменник на $(1 - at_1)$:

$$\frac{l_1}{l_2} = \frac{l_o(1 + at_1)(1 - at_1)}{l_o(1 + at_2)(1 - at_1)}$$

звідси:

$$\frac{l_1}{l_2} = \frac{1}{1 + a(t_2 - t_1)}$$

(величинами, що заключають α^3 або α^2 , знехтуємо як дуже малими).

$$l_2 = l_1[1 + a(t_2 - t_1)],$$

або

$$a = \frac{l_2 - l_1}{l_1(t_2 - t_1)}.$$

Якщо зміну довжини при нагріванні на $t_2 - t_1$ позначимо як $\Delta l = l_2 - l_1$, то

$$a = \frac{\Delta l}{l_0(t_2 - t_1)}.$$

Оскільки в роботі не вимірюється l_2 і l_1 , а вимірюється зміна, на яку розширюється стержень, то $\Delta l = l'_2 - l'_1$, тоді:

$$a = \frac{l'_2 - l'_1}{l_0(t_2 - t_1)} = \frac{\Delta l}{l_0 \Delta t'}$$

l_1 – довжина стержня при температурі t_1 ;

l_2 – довжина стержня при температурі t_2 ;

l_0 – довжина стержня при температурі t_0 ;

$$\Delta l_{\text{кв}} = a l_0 \Delta t,$$

де: a – КТЛР,

l_0 – висота зразка,

Δt – різниця температур.

$$\Delta l'_{\text{зр}} = \Delta l_{\text{зр}} + \Delta l_{\text{уст}} \Rightarrow \Delta l_{\text{зр}} = \Delta l'_{\text{зр}} - \Delta l_{\text{уст}}, \quad (2)$$

$$\Delta l_{\text{уст.кв}} = \Delta l_{\text{кв}} + \Delta l_{\text{уст}} \Rightarrow \Delta l_{\text{уст}} = \Delta l_{\text{уст.кв}} - \Delta l_{\text{кв}}. \quad (3)$$

Підставимо (3) в (2) і отримаємо:

$$\Delta l_{\text{обр}} = \Delta l'_{\text{зр}} + \Delta l_{\text{кв}} - \Delta l_{\text{уст.кв}}, \quad (4)$$

де: $\Delta l'_{\text{зр}}$ – експериментально визначене за графіком лінійне розширення зразка.

$\Delta l_{\text{уст.кв}}$ – експериментально визначене лінійне розширення установки разом з кварцом.

Якщо показник мікрометра 3 мкм буде дорівнювати деякому значенню γ на стрічці, то

$$\Delta l_{\text{уст.зр}} = \frac{3 \text{ мкм} \cdot \Delta l_{\text{зр}} (\text{мм})}{\gamma (\text{мм})}. \quad (5)$$

Для того, щоб виміряти γ , слід встановити мікрометр на «0» і прописати за допомогою КСП-4 лінію $\Delta l(0)$. Встановити на мікрометрі показник 3 мкм і ще раз прописати лінію $\Delta l(1)$. Тоді γ буде дорівнювати середній відстані між $\Delta l(0)$ і $\Delta l(1)$.

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Дати означення термічного коефіцієнту лінійного розширення.
2. Поняття теплового розширення полімерів.
3. В яких випадках дилатометр може показати від'ємне значення КТЛР?
4. В яких одиницях вимірюється КТЛР?
5. Яка природа теплового розширення твердих тіл?

РЕНТГЕНОСТРУКТУРНИЙ АНАЛІЗ ЧАСТКОВО-КРИСТАЛІЧНИХ ПОЛІМЕРІВ

- Мета роботи:** 1) Ознайомитись з принципом дії сучасних рентгенівських установок.
 2) Ознайомитись з методикою роботи на рентгенівському дифрактометрі ДРФ-2,0 зі сцинтиляційним методом реєстрації рентгенівського випромінювання.
 3) Навчитися проводити зйомку дифрактограм, їх розшифровку і визначати деякі структурні характеристики полімерів (розміри кристалітів, ступінь кристалічності тощо)

Прилади та матеріали: Дифрактометр для рентгенівського фазового аналізу ДРФ-2,0, пластмасова кювета з пластиліном для закріплення досліджуваного зразка, полімерний зразок.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і т а о п и с п р и л а д у

Визначення міжплощинних відстаней (d_{hkl}) кристалічної решітки здійснювали відповідно до рівняння Брегга:

$$n\lambda = 2d_{hkl} \sin \Theta_m, \quad (1)$$

де n – порядок відбиття (у дослідженнях всіх типів полімерів приймається рівним одиниці, тому що структура високомолекулярних сполук має релаксаційний характер), $2\Theta_m$ – кутове положення дифракційного максимуму на профілі розсіювання.

Оцінку розміру кристалітів (ξ) в іонній і неіонній формах, здійснювали відповідно до рівняння Шерера:

$$\xi = \frac{k\lambda}{\beta \cos \Theta_m}, \quad (2)$$

при цьому β – кутове розширення дифракційного максимуму, величина якого звичайно визначається на половині висоти (напівширині) максимуму після попереднього відрахування тла й аморфного гало, якщо воно перебуває під дифракційним максимумом; k – коефіцієнт, що залежить від форми кристалітів, при цьому якщо їхня форма невідома, то $k = 0,9$. Величину ξ визначають

по декількох дифракційних лініях (максимумах) з наступним усередненням отриманих значень.

Визначення відносного ступеня кристалічності ($X_{кр}$) здійснювали по методу Метьюза, в основі якого лежить зіставлення площі дифракційних максимумів, що характеризують кристалічну структуру аморфно-кристалічного полімеру, ($Q_{кр}$), із загальною площею дифракційної кривої в обраному інформаційному кутовому інтервалі ($2\theta_1 \div 2\theta_2$), що включає основну дифракційну картину для всієї серії полімерів:

$$X_{кр} = \frac{Q_{кр}}{(Q_{кр} - Q_{ам})}. \quad (3)$$

Б у д о в а т а п р и н ц и п р о б о т и

Дифрактометр являє собою комплекс апаратури, призначений для проведення робіт з якісного та кількісного фазового аналізу.

Рентгенографічні дослідження на дифрактометрі здійснюються шляхом отримання від досліджуваних зразків дифрактограм, що являють собою графічну залежність кутового розподілу інтенсивності дифракційних максимумів.

Дифрактометр (рис.1) складається з високовольтного джерела живлення, гоніометричного пристрою та електронно-обчислювального пристрою.

Високовольтне джерело живлення.

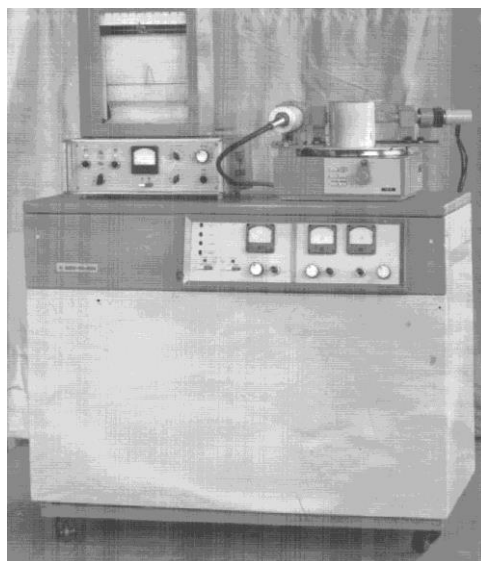


Рис.1. Рентгенівський апарат ДРФ-2,0.

В якості високовольтного джерела живлення рентгенівської трубки використовується уніфіковане джерело живлення ВИП-2-50-60М, технічний опис та інструкція з експлуатації АПУ2.087.002 ТО.

Рентгенівський гоніометричний пристрій ГУР-12.

Рентгенівський гоніометричний пристрій ГУР-12 (в подальшому гоніометр) призначений для вимірювання кутів дифракції θ , у відповідності до цього, для приведення в рух детектора випромінювання та узгодженого з ним руху зразка.

Електронно-обчислювальний пристрій.

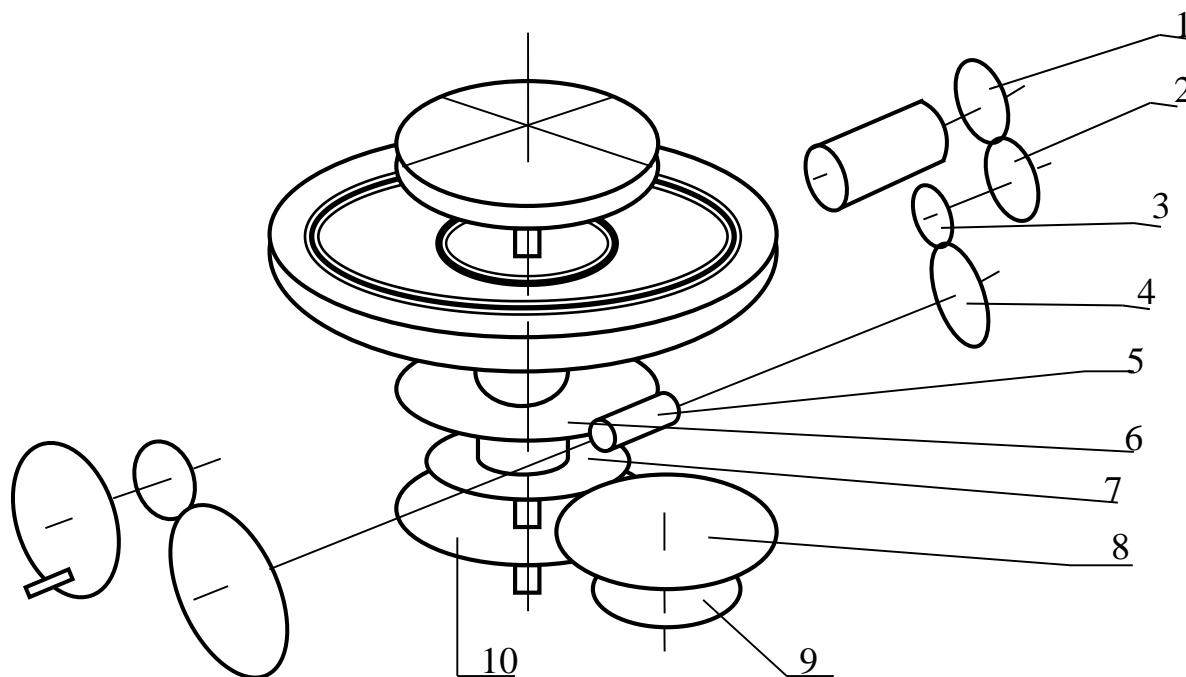


Рис.2. Гоніометр ГУР-12. Кінематична схема

В дифрактометрі застосований уніфікований електронно-обчислювальний пристрій ЭВУ-1-1, технічний опис та інструкція з експлуатації АУ2.390.006 ТО.

Схема електричних з'єднань дифрактометра.

Для підключення дифрактометра необхідна трифазна сітка напругою 220/380 В. До сітки з лінійною напругою 380 В приєднується ВИП-2-50-60М, підключення всіх кабелів відбувається в строгій відповідності з маркуванням при вимкненому дифрактометрі. Заземлення відбувається за допомогою провідника перерізом, не меншим від 3 мм². Опір контуру заземлення не повинен перевищувати 0,5 Ом.

Схема електрична рентгенівського гоніометричного пристрою (рис.2.).

Гоніометричний пристрій забезпечує синхронний рух зразка та лічильника в прямому (кнопка ПРЯМОЙ) та зворотному напрямках за допомогою двигуна M_2 .

Від електродвигуна СД-54 з числом обертів 2,24 об/хв., обертання передається двом шестерням 1 і 2, а потім через пару 3 і 4 черв'яку 5, який передає обертання колесу 6, жорстко зв'язаному з детектором. Колесо 7, в свою чергу, жорстко зв'язане з колесом 6 і через колесо 8, 9 і 10 забезпечує синобортання утримувача зразка з кутовою швидкістю, вдвічі меншою швидкості детектора.

Зупинка двигуна здійснюється кнопкою СТОП. Для запобігання механічних пошкоджень існує кінцевий вимикач B_2 , що розмикає коло двигуна при проходженні лічильником граничних кутів дифракції 0° і 15° .

Під час руху лічильника через кожні $0,05^\circ$ та $0,5^\circ$ відбувається замикання контактів B_3 , пов'язаних зі схемою відмітки кутів.

Обертання зразка навколо осі, перпендикулярній площині зразка, здійснюється двигуном M_1 , встановленим на утримувач зразка.

Двигун вмикається та вимикається кнопкою ЗРАЗОК.

Система водного охолодження.

Анод рентгенівської трубки під час роботи охолоджується протічною водою з водопроводу. З цією метою шланги водного охолодження під'єднуються згідно рис. до високовольтного джерела живлення та рентгенівської трубки. Для автоматичного відімкнення високої напруги при раптовому припиненні струму води передбачено гідроблокування, розташоване у високовольтному джерелі живлення. Гідроблокувальний пристрій має послідовно з'єднані нормально замкнені та нормально розімкнені контакти, через які напруга подається на контактор, що вмикає високу напругу. При досягненні швидкості води, порядку 3 л/хв, нормально розімкнені контакти замикаються. При засмічуванні системи охолодження тиск води в ній збільшується, і нормально замкнені контакти розімкнуться. При цьому висока напруга автоматично вимикається. Гідроблокувальний пристрій регулюється за допомогою гвинта на потрібні границі спрацювання. При значному опорі у водостоку (при великій довжині чи малому діаметрі труб), нормально замкнені контакти на блокуванні можуть бути розімкнені. В цьому випадку необхідно вжити заходів щодо покращення водостоку.

П о р я д о к в и к о н а н н я р о б о т и

1. Увімкнути охолодження ДРФ-2,0 (проточна водопровідна вода) і перевірити тиск води вмиканням установки в електричну мережу. Якщо не вмикається звуковий сигнал (дзвоник), тоді тиск достатній.
2. Увімкнути високу напругу, і спочатку ступінчасто, а потім плавно змінювати опір резистора, встановити робочі параметри установки: 20 кВ і 10мА – для рентгенівської трубки.
3. Увімкнути в мережу електронно-обчислювальний пристрій ЕОП і записуючий пристрій КСП.
4. Подати високу напругу ЕОП після 20-хвилинного прогріву ДРФ-2,0 ($U=20$ кВ, $I=10$ мА).
5. За допомогою пластиліну помістити зразок в кювету і встановити останню у гоніометр ГУР-12.
6. Зняти захисну заслінку рентгенівської трубки.
7. Встановити кут ковзання рентгенівських променів ($2\theta=10^0$).
8. Увімкнути двигун протягування діаграмної стрічки КСП.
9. Увімкнути мітку діаграмної стрічки (через $0,5^0$) і двигун повороту гоніометру.
10. Після запису рентгенограми вимкнути блок установки в оберненому порядку.

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Що таке рентгенівське випромінювання? Його види і способи отримання.
2. Використовуючи блок схему, розповісти принцип роботи дифрактометра ДРФ-2,0.
3. Який зміст кристалографічних індексів (індекси Мілера)?
4. В чому сутність метода порошків (полікристалів) рентгеноструктурного аналізу?
5. Як визначити ступінь кристалічності і розміри кристалітів для частково-кристалічного полімерів?

ВИМІРЮВАННЯ МАГНІТНОЇ СПРИЙНЯТЛИВОСТІ РЕЧОВИНИ

Мета роботи: навчитися вимірювати магнітну сприйнятливості діелектриків методом Фарадея.

Прилади та матеріали: Устаткування для вимірювання магнітної сприйнятливості діелектриків методом Фарадея, мікроваги, прилад для лінійного нагріву.

Т е о р е т и ч н і в і д о м о с т і т а о п и с п р и л а д у

Основними магнітними властивостями полімерів є магнітна сприйнятливості і магнітний резонанс. Перша властивості характеризує даний матеріал в цілому, інша пов'язана з особливою конфігурацією електронів і ядер усередині цього матеріалу.

Адитивними мольними властивостями володіють тільки магнітна сприйнятливості і другий момент ядерного магнітного резонансу.

Магнітна сприйнятливості χ визначається відношенням інтенсивності намагнічування до напруженості магнітного поля.

$$\chi = \frac{I}{H}$$

Магнітна сприйнятливості – величина безрозмірна.

Найчастіше використовують магнітну сприйнятливості, розраховану на 1 кг (чи 1 г) речовини, її називають питомою МС:

$$\chi_{\text{пит}} = \frac{\chi}{\rho},$$

де ρ - густина речовини. Надалі для зручності під $\chi_{\text{пит}}$ будемо розуміти χ .

При дослідженні магнітних властивостей полімерів буває зручніше скористатися магнітною сприйнятливості одного моля речовини, яку називають молярною (чи атомною) магнітною сприйнятливості:

$$\chi_{\text{мол}} = \chi_{\text{пит}} \cdot M,$$

де M - молекулярна маса речовини.

Магнітна сприйнятливості пов'язана з магнітною проникністю співвідношенням

$$\mu = 1 + \chi. \text{ (у СІ)}$$

В гаусовій системі

$$\mu = 1 + 4\pi\chi.$$

Магнітна сприйнятливність може бути як позитивною, так і негативною.

Негативною сприйнятливністю володіють діамагнетики, вони намагнічуються проти поля; позитивною – парамагнетики і феромагнетики вони намагнічуються по полю. Основні критерії подібного поділу приведені в таблиці 1.

Таблиця 1. Діамагнітні, парамагнітні і феромагнітні речовини

Клас	Діапазон виміру χ в од. СГСЕ	Залежність від температури	Залежність від напруженості поля
Діамагнітний	$\sim 10^{-6}$	Практично немає	Практично немає
Парамагнітний	$10^{-6}-10^{-3}$	Обернено пропорційна абсолютній температурі	Практично немає
Феромагнітний	$10-10^5$	Сильна	Досягає насичення

Діамагнетизм є універсальна властивість речовини. Парамагнетизм виникає тільки в двох класах органічних речовин – у речовинах, що містять метали перехідних груп періодичної системи, і в сполуках, що володіють неспареними електронами чи триплетними станами.

Величина χ , екстрапольована до нескінченної температури, дає значення тільки діамагнітної частини сприйнятливості, оскільки

$$\chi_{заг} = \chi_{діа} + \chi_{пар}.$$

Методи визначення магнітної сприйнятливості полімерів.

Метод Фарадея. У неоднорідному магнітному полі на малий досліджуваний зразок маси m і сприйнятливості χ (на 1 г) діє сила F_x , $\frac{d(H^2)}{dx}$ (передбачається, що зразок досить малий, щоб $\frac{d(H^2)}{dx}$ не змінювався істотно протягом зразка):

$$F_x = m\chi H \frac{dH}{dx} = \frac{1}{2} m\chi \frac{d(H^2)}{dx}.$$

Вимір цієї сили дозволяє визначити χ , якщо в даній точці відома величина $\frac{d(H^2)}{dx}$, чи якщо вимірювальний прилад відповідним чином прокалібрований.

Зрозуміло, що сила F_x може бути виміряна різноманітними способами.

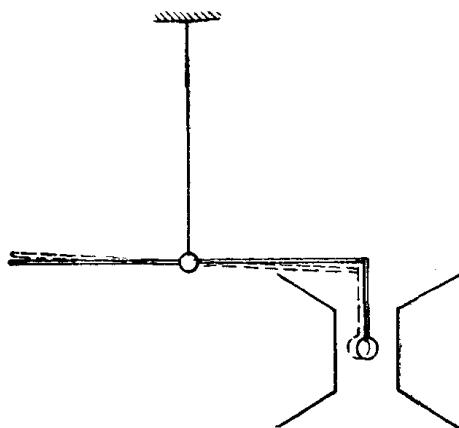


Рис.1. Чутливі крутильні ваги

Найбільш поширені два апарати для виміру цієї сили: крутильні ваги і маятникові ваги. Обидва ці прилади неодноразово видозмінювалися й удосконалювалися.

На рис.1 зображені чутливі крутильні ваги. Чутливість таких крутильних ваг може бути дуже високою. Для вимірів при низьких чи високих температурах ваги можуть бути укладені в евакуйований кожух.

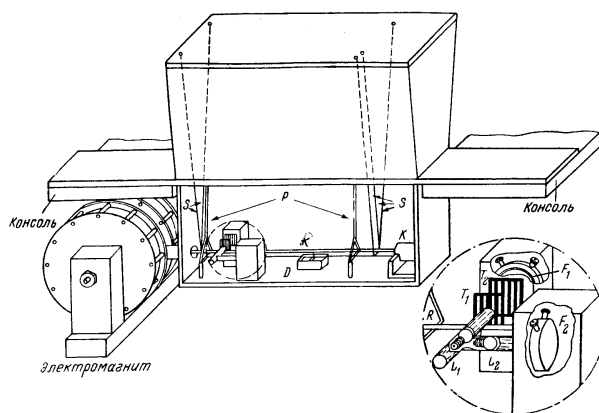


Рис. 2. Маятникові ваги з електромагнітною компенсацією та фотоелектричною реєстрацією

На рис.2 зображені застосовані маятникові ваги з електромагнітною компенсацією і фотоелектричною реєстрацією.

Рейка R , підвішена на тонких нитках S , має можливість вільно качатися вправо і вліво в площині креслення.

На лівому кінці рейки R укріплена ампулка a з досліджуваною речовиною, поміщена в магнітне поле, створюване електромагнітом (рис.3). На правому кінці рейки укріплений постійний магнітик M , що утягується чи виштовхується соленоїдом K . Щоб уникнути впливу на них електромагніту, соленоїд K і магнітик M укладені в магнітний захист. Коливання ваг демпфуються демпфером D .

Зрушення рейки R , викликане дією поля на зразок, приводить до зсуву решітки r_1 , укріпленої на рейці відносно нерухомої решітки r_2 .

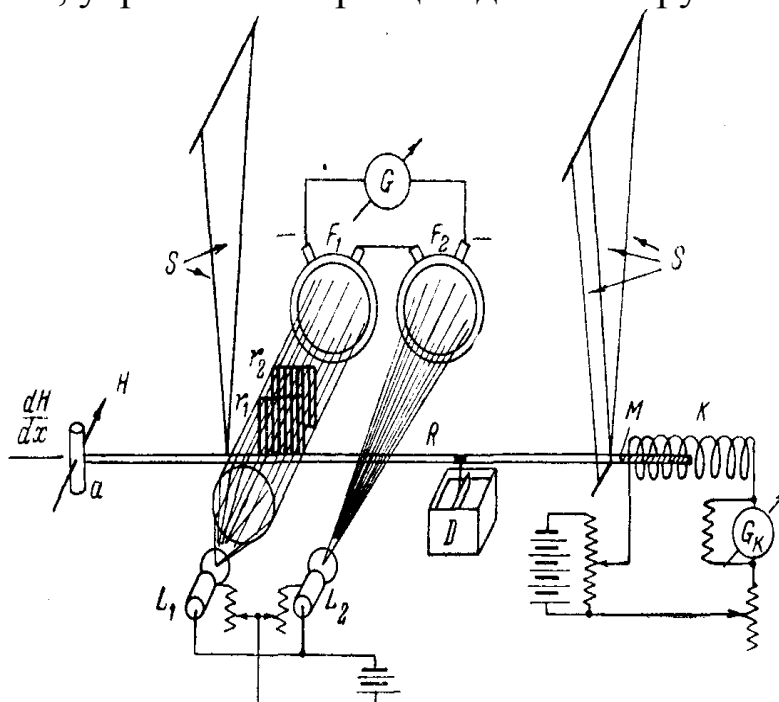


Рис. 3. Схема пристрою фотоелектричної реєстрації й електромагнітної компенсації маятникових ваг.

Світло від лампочки L_1 проходить через обидві решітки і падає на фотоелемент F_1 . Взаємне перекривання решіток змінює інтенсивність освітлення. Для знищення фотострумів «темряви» поставлений другий фотоелемент F_2 , включений назустріч першому. Чутливість фотоелектричної схеми при не дуже ретельно виготовлених решітках має максимальне значення, коли решітки перекриваються наполовину. Для роботи як із крутильними, так і з маятниковими

вагами застосовуються полюсні наконечники (рис.4), у яких $\frac{d(H^2)}{dx}$ має постійне значення протягом 5–10 мм поблизу O . (Це сприяє повторюваності вимірів). Якщо h -довжина підвісу рейки, то під дією

магнітної сили F_x , рейка зміщується на довжину Δl , і нитка складає з вертикаллю малий кут α :

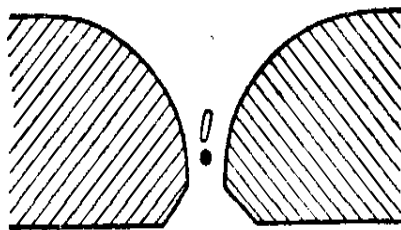


Рис. 4. Поліусні наконечники електромагніту з постійним значенням $\frac{d(H^2)}{dx}$ поблизу точки O .

$$\Delta l = htg\alpha \cong h\alpha.$$

При цьому сила F_x врівноважується силою ваги.

Якщо повна маса рейки разом зі зразком дорівнює M , то

$$F_x = Mg \sin \alpha \cong Mg\alpha,$$

звідки

$$\Delta l = F_x \frac{h}{Mg}.$$

При $h \cong 50$ см і $M \cong 100$ г сила F_x в одну дину викликає зсув рейки приблизно на 5 мікрон. Терези доводиться градувати по якій-небудь еталонній речовині. Необхідно враховувати дію поля на порожню ампулу.

Я.Г. Дорфманом і І.К. Кікоїним запропонована конструкція ампулок і полюсних наконечників, що дозволяє виключати дію матеріалу ампулки (рис.5 і 6). Як видно з рисунків, полюсні наконечники мають таку форму, що градієнт поля у верхній частині спрямований по осі $-x$, а в нижній – по осі $+x$, причому в деякій

частині міжполюсного простору чисельна величина $\frac{d(H^2)}{dx}$ залишається строго постійною уздовж осі Z . Якщо верхня і нижня частини ампулки зовсім однакові, то порожня ампулка випробує у верхній і в нижніх частинах рівні, але взаємно протилежні сили $\pm F_x = \chi_{\text{амп}} m_{\text{амп}} H \frac{dH}{dx}$ і, отже, ваги залишаються в спокої. При заповненні верхньої чи нижньої частини ампулки ваги вимірюють силу, що діє тільки на досліджувану речовину і незалежну від речовини ампулки. Основним джерелом похибки методу Фарадея, у самих різноманітних його формах, є зсув нульового положення

досліджуваного зразка від досліду до досліду. Оскільки в цьому методі поле повинне бути неоднорідним, зсув нульового положення зразка неминуче пов'язано з деякою зміною діючої сили і викликає за собою похибку у її вимірі.

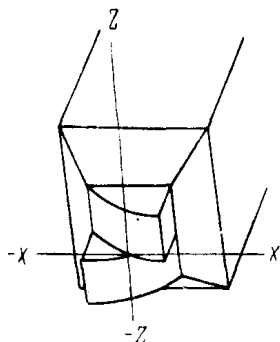


Рис. 5. Конструкція полюсних наконечників електромагніту для виключення дії матеріалу ампулки.

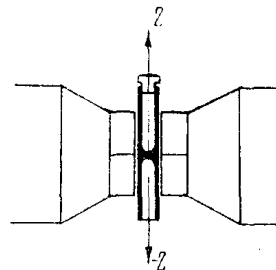


Рис. 6. Конструкція ампулки, що дозволяє виключати дію її матеріалу

Будова та принцип роботи

Відносний метод Фарадея полягає в наступному: досліджуваний зразок *б* поміщається між полюсними наконечниками *4* в область, де на всьому просторі зразка градієнт магнітного поля $H \frac{dH}{dz}$ можна вважати сталим (H – напруженість магнітного поля між полюсними наконечниками. Тоді силу F_z , з якою магнітне поле діє на зразок, можна представити у вигляді:

$$F_x = m\chi H \frac{dH}{dz},$$

де m – маса зразка; χ – магнітна сприйнятливність зразка.

В методі Фарадея при кожному вимірюванні необхідно знати величину $H \frac{dH}{dz}$, яка на практиці важко визначається. А тому установка калібрується за даними вимірювання для абсолютної еталонної речовини з відомою масою та сприйнятливністю. При порівнянні сил, що діють на зразок та еталон, виключається величина $H \frac{dH}{dz}$ і легко вимірюється магнітна сприйнятливність зразка:

$$\chi = \chi_0 m_0 \frac{i}{m i_0},$$

де i, i_0 – струми компенсації зразка та еталона відповідно.

Як детектор сили в установці застосовуються електронні мікроваги 1ЭМ-1-3М зі схемою автоматичної рівноваги коромисла, високочастотний генератор, підсилювач постійного струму, дільник струму, обернений перетворювач магнітоелектричного типу. Датчик відхилення коромисла складається з нерухомої (генераторної) та рухомої котушок.

При зміні ваги вимірюваного зразка коромисло, на якому він закріплений, відхиляється від положення рівноваги, що викликає порушення перпендикулярності плоскої коромислової котушки відносно площини нерухомої генераторної котушки, яка живиться від лампового генератора з постійною амплітудою 50 В і частотою 1 МГц. При цьому в коромисловій котушці наводиться е.р.с., амплітуда якої залежить від кута, а фаза – від напрямку відхилення коромисла. Цей сигнал подається на фазовий детектор, і на його виході виникає постійна напруга, амплітуда і полярність якої залежить від амплітуди та фази датчика. Постійна напруга підсилюється підсилювачем постійного струму та через дільник струму подається в коромислову котушку. Постійний струм, що проходить по коромисловій котушці, створює в ній магнітне поле, яке взаємодіє з полем постійного магніту. Сила взаємодії полів напрямлена проти сили, що викликала відхилення коромисла, і змушує повернутися коромисло в стан рівноваги.

Струм, що тече по коромисловій котушці, є мірою вимірюваної сили та реєструється мікроамперметром. Цей струм називається струмом компенсації. Для дослідження температурної залежності магнітної сприйнятливості зразків в установці передбачено нагрівання зразка за допомогою ніхромової пічки 7 (рис.7), яка розташована біля зразка на знімній кварцовій ампулі 8. Нагрівач живиться від механічного регулятора напруги, що дозволяє здійснювати лінійне нагрівання зі швидкістю 3 °С за хвилину.

З метою усунення дії Архімедової сили та конвекційних потоків повітря, що виникають в процесі нагрівання зразка, мікроваги із зразком поміщені під герметичний стальний ковпак 9, який вакуумується за допомогою форвакуумного насосу 5 ВС 35 Б до тиску в 1-2Па.

Температура зразка вимірюється за допомогою термопари хромель-алюмель, яка вварена в кварцову ампулу, та універсального цифрового вольтметра 3 В7-21.

Основні параметри пристрою: діаметр кварцової нитки дорівнює 0,5 мм, її довжина 560 мм; оптимальні розміри досліджуваних зразків (висота 3,5-4 мм, діаметр 7,5 мм). Відносна похибка виміру не перевищує 0,2–0,3 %, Чутливість мікроваг знаходиться в межах $2 \cdot 10^{-5}$ ч $2 \cdot 10^{-7}$ г (для зразка вагою 180 мг у 2 діапазоні і струмі магніту 0,8 А чутливість установки приблизно дорівнює $0,001 \cdot 10^{-6}$ см³/г) у залежності від обраного для дослідження діапазону.

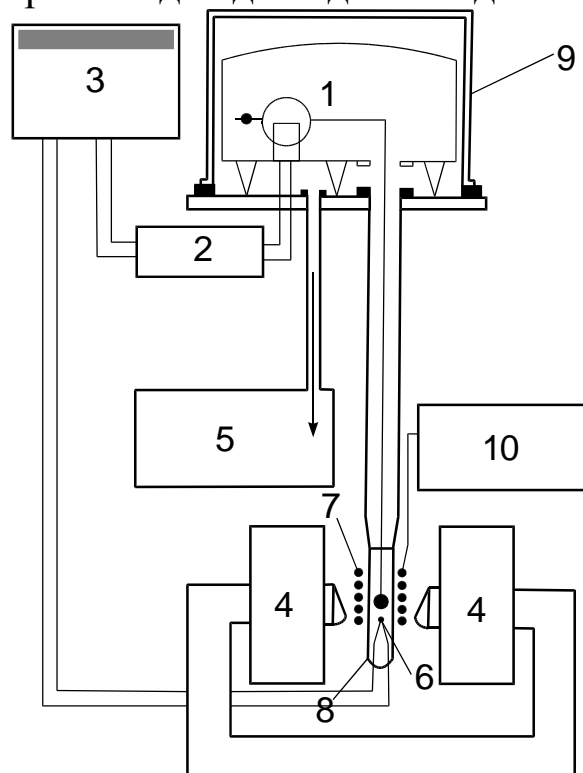


Рис.7 Блок-схема установки для визначення магнітної сприйнятливості полімерів.

Експериментальна установка дозволяє проводити вимірювання магнітної сприйнятливості в інтервалі температур (297–1200) К і магнітних полів напруженістю до 13000 Е - без додаткових котушок; до 15000 Е з додатковими котушками. Висока чутливість пристрою досягається за рахунок конструкції мікроваг і використанні їхніх елементів для електричного зв'язку зі схемою керування.

Для калібрування установки при 295К використовували іонні кристали NaCl ($\chi = -0,5 \cdot 10^{-6}$), KCl ($\chi = -0,519 \cdot 10^{-6}$), $\chi = -0,384 \cdot 10^{-6}$)[3].

З результатів вимірювання магнітної сприйнятливості цих солей видно, що відносна похибка вимірювань не перевищує 0,5 %.

П о р я д о к в и к о н а н н я р о б о т и

1) Знайти області постійного градієнту (для кожної ампули окремо).

Знаходження області постійного градієнту необхідно проводити для того, щоб вимірювана величина магнітної сприйнятливості відповідала істинним значенням магнітної сприйнятливості полімеру. Якщо ампула з полімером не буде знаходитися в області постійного градієнту, то під час руху зразка (внаслідок виштовхування його з магнітного поля) сила, що діє на зразок, буде змінюватися, внаслідок цього буде змінюватися струм компенсації, який саме вимірюється і за значенням якого знаходиться магнітна сприйнятливість полімеру. Для знаходження області постійного градієнту необхідно виконати наступні дії:

1. Змінюючи розташування наконечників електромагніту, знайти два таких їх положення, при яких струм компенсації буде однаковим.
2. Поставити наконечники посередині між двома попередніми положеннями. При цьому струм компенсації на 4-5 одиниць буде більший ніж в попередньому положенні, що відповідає максимуму.
3. Закріпити наконечники в цьому положенні.

2) Вакуумувати установки.

Після знаходження області постійного градієнту можна вимірювати магнітну сприйнятливість полімерів. Але перед цим необхідно врахувати магнітну сприйнятливість кварцової ампули, в якій знаходиться зразок. З цією метою проводяться вимірювання магнітної сприйнятливості кварцової ампули без полімеру, а потім з полімером. З останніх результатів відраховуються попередні, завдяки чому отримуємо магнітну сприйнятливість чистого полімеру при кімнатних температурах.

Вакуумування установки проводиться з метою усунення конвекційних потоків повітря, які виникають внаслідок нагрівання. Так як мікроваги мають високу чутливість, то дія потоків повітря буде суттєво впливати на результати дослідів. Після відкачування повітря тиск становить приблизно 1 Па.

3) Установити нуль (механічний, електричний).

Доцільно встановлювати струм компенсації не на нуль, а посередині шкали КСП. Це дозволяє чітко слідкувати за показами приладу і дає можливість виправити положення, якщо струм електромагнітів дещо зменшується і покази КСП починають

зміщуватися вліво. Взагалі, при будь-яких переходах в полімері КСП фіксує зміну струму в сторону збільшення, внаслідок чого його покази зміщуються вправо.

4) Увімкнути нагрів зразка.

Нагрівання здійснюються за допомогою ЛАТР, який забезпечує зростання температури з кроком $1,5^{\circ}\text{C}$ за хвилину.

5) Розрахувати отриману стрічку на КСП.

К о н т р о л ь н і з а п и т а н н я

1. Що називається магнітною сприйнятливістю?
2. В чому суть методу Фарадея при вимірювання магнітної сприйнятливості?
3. Від чого залежить магнітна сприйнятливість?
4. Які методи дослідження магнітної сприйнятливості ви знаєте?

Література

1. Прес гідравлічний. Інструкція з експлуатації.
2. Платунов Е.С. Теплофизические измерения в монотонном режиме. – М.: Энергия, 1973.
3. Сергеев О.А. Метрологические основы теплофизических измерений. – М.: Издательство стандартов, 1972.
4. В.А. Берштейн, В.М. Егоров. Дифференциальная сканирующая калориметрия в физикохимии полимеров. – Л.: Химия, 1990. – 249 с.
5. Савельев И.В. Курс общей физики. Том 1. Механика. Колебания и волны. Молекулярная физика., 1972.
6. Колесник А.Е. Ультразвуковые измерения. – М.: Изд. стандартов, 1970. – 239 с.
7. Ультразвук. Маленькая энциклопедия. – М.: Советская энциклопедия, 1979. – 400 с.
8. Перепечко И.И. Акустические методы исследования полимеров. – М.: Химия, 1973. – 296 с.
9. Вундерлих Б. Физика макромолекул. Мир – 1976., Т.1., с441-449.
10. Ганніченко Ю.І., Клименко М.В., Рехтета М.А. Методичні вказівки до виконання лабораторного фізичного практикуму. Миколаїв, МДПІ, 1992, 29с.
11. Ю.К. Годовский Теплофизические методы исследования полимеров. – М.: Химия, 1976. – 216 с.
12. Б.С. Колупаев Физика-химия полимеров. Практикум. – Львов: Вища школа, 1978. – 160 с.
13. Я.С. Уманский, А.К. Трапезников, А.И. Китайгородский Рентгенография, ГНТИМЛ, М., 1951, Гл.1, §1-6; Гл.2, §1; Гл.4, §2,3; Гл.5; Гл.6, §1.
14. Б.Я. Пинес Лекции по структурному анализу, Издательство Харьковского ГУ, Харьков, 1967, Гл.1, §1-3; Гл.3, §4.
15. Я.Г. Дорфман Магнитные свойства и строение вещества. – М.: Государственное издательство технико-теоретической литературы, 1955. – 376 с.
16. Г.В. Бартенев, Ю.В. Зеленев Физика и механика полимеров. – М.: Высшая школа, 1983. – 391 с.

Навчальний посібник

**Роман Володимирович Дінжос
Володимир Миколайович Махровський
Едуард Анатолійович Лисенков
Микола Ананійович Рехтета**

**ЛАБОРАТОРНИЙ ПРАКТИКУМ
«Спеціальний фізичний практикум»**

Технічний редактор

Коректор

Лисенков Е.А.

Махровський В.М.

Дінжос Р.В.

Дінжос Р.В., Махровський В.М., Лисенков Е.А, Рехтета М.А.

Д46

Лабораторний практикум. Спеціальний фізичний практикум:
Навчальний посібник. – Миколаїв: Миколаївський національний
університет імені В.О.Сухомлинського, 2016. – 76 с.

Laboratory practice book «Special physical practicum» is a part of special course of General Physics, which is orientated to the students of Senior Courses of Physics and Mathematics Departments of pedagogical Universities.

Laboratory works open basic properties of polymers material that promotes a dimple and expansion of a spectrum of knowledge of the future specialist of physics.