

INSTRUKCJA DO ĆWICZENIA nr 3

KONSTRUOWANIE WYKRESÓW RÓWNOWAGI FAZOWEJ

Celem ćwiczenia jest zapoznanie ze sposobem konstruowania wykresów równowagi fazowej, jak również skonstruowanie wykresu dla mieszaniny o nieograniczonej mieszalności w fazie ciekłokrystalicznej.

Wykresy równowagi fazowej to doskonałe narzędzie, pozwalające określać mieszalność związków, ilość i rodzaj faz będących w równowadze, zakres temperaturowy i stężeniowy występowania danej fazy. To doskonałe narzędzie w przypadku formułowania mieszanin pierwiastków czy związków.

Analiza termiczna

Temperatury przemian fazowych mogą być mierzone różnymi metodami. Metody te noszą wspólną nazwę analizy termicznej. Polegają one na pomiarze jakiejś właściwości materiału, która przyjmuje różne wartości w różnych fazach. Pomiary te są prowadzone w funkcji zmian temperatury. Temperatura, w której następuje zmiana badanej właściwości odpowiada temperaturze, w której zachodzi przemiana fazowa. Do najbardziej popularnych metod analizy termicznej należą metody termograwimetrii czy różnicowej kalorymetrii skaningowej.

Jednak w przypadku wielu związków można prowadzić obserwacje przemian fazowych innymi metodami, np. gołym okiem (obserwuje się zmętnienie roztworu w czasie chłodzenia) czy przy użyciu mikroskopu (obserwuje się topnienie kryształów w czasie grzania).

Czasami istnieje konieczność sporządzania tzw. krzywych chłodzenia, czyli notowania zmian temperatury w funkcji czasu podczas chłodzenia materiału. Krzywe chłodzenia sporządza się przede wszystkim dla stopów metali, dla których obserwacje przemian fazowych są utrudnione. W ciekłym metalu zanurzana jest termopara, a mierzone w funkcji czasu zmiany temperatury podczas chłodzenia pozwalają określić temperatury początku i końca przemian fazowych.

Badanie przemian fazowych ciekłych kryształów pod mikroskopem polaryzacyjnym

Ciekłe kryształy to substancje dwójłomne optycznie, które pozwalają na przechodzenie światła pomiędzy skrzyżowanymi polaryzatorami. Obraz obserwowanej warstwy ciekłego kryształu widziany w mikroskopie polaryzacyjnym jest nazywany teksturą (Uwaga: w przypadku metali określenie to ma inne znaczenie). Kształty i rodzaje obserwowanych tekstur wynikają z przestrzennej orientacji długich cząsteczek i występowania defektów w ich ułożeniu.

Obrazy optyczne tekstur umożliwiają identyfikację faz ciekłokrystalicznych. Faza smektyczna A ma charakterystyczną teksturę wachlarzową, natomiast faza nematyczna teksturę smugową lub marmurkową. Faza izotropowa daje czarny obraz w świetle spolaryzowanym.

Ustalanie rodzajów faz oraz temperatur przemian fazowych zarówno czystych związków, jak i ich mieszanin, prowadzi się metodą termomikroskopową, która umożliwia obserwację tekstur w zależności od zmian temperatury. Zmiana tekstury pod wpływem

temperatury w prosty i szybki sposób informuje o zachodzącej przemianie. Pomiar temperatury i jej zmianę z zadaną szybkością umożliwia termostатовany stolik montowany do mikroskopu polaryzacyjnego.

Konstruowanie wykresów równowagi fazowej

Wykresy równowagi fazowej przedstawiają przemiany fazowe w funkcji temperatury i stężenia składników. Konstruuje się je metodą pojedynczych stężeń. Polega ona na przygotowaniu zestawu mieszanin o skokowo zmieniających się stężeniach, przeważnie co 0,1 ułamka molowego i pomiarze ich temperatur przemian fazowych. Mieszaniny ciekłokrystaliczne przygotowuje się odważając składniki w odpowiednich proporcjach na wadze analitycznej. Małe naważki rozpuszcza się w chloroformie, duże naważki ogrzewa się do temperatury, w której rozpoczyna się faza izotropowa, w celu uzyskania jednorodnych mieszanin. W przypadku użycia chloroformu, po rozpuszczeniu składników i dokładnym ich wymieszaniu, musi on być usunięty, np. metodą odparowania w suszarce.

Zmierzone temperatury przemian fazowych nanosi się na wykres temperatura-stężenie dla mieszanin o odpowiednich składach chemicznych.

Przebieg ćwiczenia

Dla przygotowanych przez prowadzącego mieszanin zbadać temperatury przejść fazowych na mikroskopie polaryzacyjnym zgodnie z instrukcją prowadzącego.

Wyniki pomiarów nanieść na wykres $T(x)$, gdzie T – temperatura, a x – ułamek molowy mieszaniny.

Sprawozdanie

- W sprawozdaniu należy zamieścić krótki wstęp teoretyczny dotyczący pomiarów przemian fazowych i zasad konstruowania wykresów równowagi fazowej. UWAGA! – nie przepisywać instrukcji.
- Podać wyprowadzenie ogólnego wzoru na obliczanie ilości odważanych związków.
- Opisać przebieg ćwiczenia.
- Wyliczyć ilości związków potrzebne do przygotowania mieszanin. Przeliczyć na ułamek molowy stężenia przygotowanych mieszanin.
- Zamieścić w tabeli zmierzone temperatury klarowania badanych mieszanin i na ich podstawie sporządzić wykres równowagi fazowej na papierze milimetrowym.
- Wnioski dotyczące konstruowania wykresów równowagi fazowej.

Wymagania

1. Ciekłe kryształy
2. Analiza termiczna
3. Zasady konstruowania wykresów równowagi fazowej mieszanin dwuskładnikowych, krzywe chłodzenia.