

Vol.13. No.5. 1965

KÖNYVTÁRSZÁM
KÖZLEMÉNYEK

4

KFKI

KÖZLEMÉNYEK

ОБЩЕНИЯ ЦЕНТРАЛЬНОГО ИНСТИТУТА ФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ

REPORTS OF THE CENTRAL RESEARCH INSTITUTE FOR PHYSICS

Szerkeszti: Ádám András
Главный редактор: А. Адам
Editor: A. Ádám

A KÖZPONTI FIZIKAI KUTATÓ INTÉZET KIADÓI CSOPORTJA
ИЗДАТЕЛЬСКАЯ ГРУППА ЦЕНТРАЛЬНОГО ИНСТИТУТА ФИЗИЧЕСКИХ ИССЛЕДОВАНИЙ
PUBLISHING GROUP OF THE CENTRAL RESEARCH INSTITUTE FOR PHYSICS
BUDAPEST, 114. POB 49.

Technikai szerkesztő: Nagy Imréné
Megjelent: 1965. okt. 8.

Példányszám: 320
Rotaszám: 2265

A kiadásért felelős: Jánossy Lajos

Megjelenik: kéthavonta
Előfizethető: az MNB 100.015-70 bevételi számlán
Előfizetési díj: egyes szám 5,-Ft, egy évre: 30,-Ft /6 szám/

KFKI

KÖZLEMÉNYEK

TARTALOM

1.	Gróz Péter, Kiss István, Révész András és Sipos Tamás: XeF_2 előállítás	283
2.	Berei Klára: A $^{31}P/n, \gamma / ^{32}P$ magreakció kémiai következményei trifenilfoszfinban, és trifenilfoszfinoxidban	291
3.	Szabados László: A difenil-difenilmetán eutektikus elegy gőznyomásának mérése a hőmérséklet függvényében	297
4.	Szabados László: A difenil-difenilmetán eutektikus elegy hővezetési tényezőjének és viszkozitásának mérése a hőmérséklet függvényében	305
5.	Szabados László, Bollók Lajos és Török Antal: A difenil-difenilmetán eutektikus elegy fajsúlyának mérése a hőmérséklet függvényében	315
6.	Szabados László, Löwy Ferenc, Török Antal és Németh Géza: A difenil-difenilmetán eutektikus elegy fajhőjének kísérleti meghatározása a hőaktivitási tényező mérésével	323
7.	Csöke Antal és Péter István: Aktivációs analízis technikai berendezései	343

Резюме

1. Получение ксенондифлуорида

П. Гроз, И. Кишш, А. Ревес и Т. Шипош

Описывается метод и установка синтеза ксенондифлуорида в препаративных количествах. Газовая смесь ксенона и фтора под давлением ниже атмосферного циркулирует при температуре $\sim 500^{\circ}\text{C}$ через тоненькую трубку, заполненную никелевыми пластинками. Полученный продукт вымораживался перед его повторным возвращением в реакционную зону. Состав соединения анализировался химическими методами и масс-спектрометрически. Точка плавления продукта $130 \pm 0,6^{\circ}\text{C}$ и его кристаллическая структура, определенная оптическим методом, является моноклинной. Даются некоторые качественные реакции XeF_2 .

2. Химические последствия ядерной реакции $\text{P}^{31} (n, \gamma) \text{P}^{32}$ в трифенилфосфине и в окиси трифенилфосфина

К. Береи

Трифенилфосфин, окись трифенилфосфина и их смесь облучали в реакторе при потоке нейтронов 10^{13} нейтрон/см².сек. Было определено, что только доля изотопа P^{32} , - в случае окиси трифенилфосфина 6 %, а при облучении трифенилфосфина и смеси 25-28 % - стабилизируется в форме исходных соединений. Изучение механизма химических последствий ядерного процесса $\text{P}^{31} (n, \gamma) \text{P}^{32}$ осложняется тем, что реакции с участием энергетичных атомов P^{32} перекрываются параллельными радиационно-химическими процессами.

3. Измерение давления пара эвтектического раствора дифенил-дифенилметан в зависимости от температуры

Л. Сабадош

Давление пара дифенил-дифенилметан было измерено статическим методом в интервале температуры $200 - 400^{\circ}\text{C}$. Полученные опытные точки хорошо описываются уравнением Клареурона - Клазиуса.

4. Измерение коэффициентов теплопроводности и вязкость эвтектического раствора дифенил-дифенилметан в зависимости от температуры

Л. Сабадош

Определен коэффициент теплопроводности эвтектического раствора дифенил-дифенилметан и газойля советского производства в интервале температуры 20-200°C. Результаты экстраполированы до 400°C. Измерение было проведено простым нестационарным методом, с помощью которого при измерении может быть определен коэффициент теплопроводности жидкостей, в широких пределах температуры. Значение вязкости было определено вискозиметром Гепилера в пределах температуры 20-150°C. Результаты были экстраполированы до 400°C уравнением Бачинского.

5. Измерение удельного веса эвтектического раствора дифенил-дифенилметан в зависимости от температуры

Л. Сабадош, Л. Боллок и А. Тэрк

С помощью установки, работающей соответственно закону Архимеда, были проведены измерения удельного веса эвтектического раствора дифенил-дифенилметан и газойля советского производства в зависимости от температуры в пределах 20-400°C. Измерение веса тела, погруженного в измеряемую жидкость, определялось по измерению напряжения электрического проводника.

6. Экспериментальное определение теплоемкости эвтектического раствора дифенил-дифенилметан путем измерения коэффициента тепловой активности жидкости

Л. Сабадош, Ф. Лэви, А. Тэрк и Г. Немет

Коэффициент тепловой активности жидкостей был определен на основе метода А.П. Филиппова [1]. Измерялась теплоемкость эвтектического раствора дифенил-дифенилметан и газойля советского производства в интервале температур 20-400°C. Зная коэффициент тепловой активности жидкостей $\alpha = \sqrt{\lambda c_p \gamma}$ можно рассчитать теплоемкость исследуемой жидкости, произведя измерения коэффициента теплопроводности и удельного веса.

7. Техническая аппаратура для активационного анализа

А.Чеке и И. Петер

Кроме машиностроительных проблем пневматической быстро-облучающей установки, считающихся решенными, возникли и другие вопросы, а именно: активация воздуха, как носителя газа; поведение контейнера, изготовленного из полиамида в сильном нейтронном потоке при смешанном излучении; стабильность электронных приборов и возможное объяснение явления "фантома".

S u m m a r i e s

1. Production of XeF₂

P. Gróz, I. Kiss, A. Révész and T. Sipos

Xenondifluoride has been produced in preparative amounts by circulating the mixture of Xe and F₂ through a Monel tube reactor filled with nickel plates kept at 500 °C and trapping out the product before passing back to the reaction zone. The compound was analysed by chemical methods and mass spectrometry. It has a melting point at 130 ± 0,6 °C and by optical measurements was found to crystallize in the monoclinic system. Some qualitative reactions observed on the XeF₂ are described.

2. Chemical Effects of ³¹P/n, γ /³²P Reaction in Triphenylphosphine and Triphenylphosphine Oxide

K. Berei

Triphenylphosphine oxide and triphenylphosphine as well as their mixture have been irradiated with 10¹³n/cm² sec flux in reactor. It has been found that only a small fraction of ³²P activity - 6% in the former, 25-28% in the two latter - remained in the original compound form on irradiation. The identification of the mechanism of the chemical changes induced by the nuclear reaction is rendered difficult by that they are to a large extent masked by simultaneously occurring radiation chemical processes.

3. Measurement of Vapour Pressure of the Eutectic Mixture of Diphenyl-Diphenylmethane as a Function of Temperature

L. Szabados

Vapour Pressure of diphenyl-diphenylmethane was measured in the temperature range of 200 - 400 °C, by a static method. The points of the measurements can be well fitted to the equation of Clapeyron-Clausius.

4. Measurement of Thermal Conductivity and Viscosity of the Eutectic Mixture of Diphenyl-Diphenylmethane as a Function of Temperature

L. Szabados

Thermal conductivities of the eutectic mixture of diphenyl - diphenylmethane and a soviet gas-oil were measured from 20 to 200 °C and the results were extrapolated to 400 °C, using a simple non-steady state method within a wide temperature range.

The viscosity was measured by Höppler's method from 20 to 150 °C. The results were extrapolated to 400 °C making use of Batshinsky's equation.

5. Measurement of Density of the Eutectic Mixture of Diphenyl-Diphenylmethane as a Function of Temperature

L. Szabados, L. Bollók and A. Török

The density of the eutectic mixture of diphenyl-diphenylmethane and a soviet gas-oil was measured making use of an equipment, which works on the basis of the Archimedean principle in the temperature range of 20-400 °C. The weight of the body dipped in liquid was measured by an electrical moment-meter.

6. Experimental Determination of Specific Heat of the Eutectic Mixture of Diphenyl-Diphenylmethane by measurement of the "Heat-Activity"

L. Szabados, F. Lówy, A. Török and G. Németh

"Heat-activity" of liquids was determined by Filippov's method. The measurements in the range from 20 to 400 °C, were performed on diphenyl-diphenylmethane and a soviet gas-oil. Knowing the "heat-activity" $-\alpha = \sqrt{\lambda C_p \gamma}$ the density and thermal conductivity of liquids, the specific heat can be calculated.

7. Some Problems with In-Pile Irradiation Facility for Activation Analysis

A. Csőke and I. Péter

In addition to the engineering problems which had to be faced in the design and building of a rabbit system for fast in-pile, irradiation and which have been successfully solved, there is a number of other aspects to be considered. Some of them, like the activation of air acting as carrier gas, the behaviour of a "rabbit" made of danamide, when exposed to strong neutron flux of mixed radiation, the stability of electronics and a possible explanation of the phenomenon, called "phantom" are discussed.

XeF₂ ELŐÁLLÍTÁSA

Irta: Gróz Péter, Kiss István, Révész András és Sipos Tamás

Összefoglalás

Xenondifluoridot állítottunk elő preparatív mennyiségekben xenon és fluor egy atmoszféránál kisebb nyomású elegyének kb. 500 C°-u nikkellal töltött monel csőreaktoron át történő cirkuláltatásával. A termék összetételét kémiai analizissel és tömegspektrometriás módszerrel állapítottuk meg. A szilárd vegyület olvadáspontját 130 ± 0,6 C°-nak, kristályszerkezetét optikai vizsgálatokkal monoklinnak találtuk. Ismertetjük a XeF₂ néhány kvalitatív reakcióját.

Az első valódi nemesgáz vegyületek 3 év előtti felfedezése óta a xenonvegyületek irodalma rohamosan növekszik [1]. Mégis nagyon kevés ismeretes még a különleges vegyületek fizikai és kémiai sajátosságairól és az irodalomban közölt eredmények között számos ellentmondás található. A xenon-fluoridok előállítása terén azonban a rövid időszak alatt is jelentős az előrehaladás. Míg az első előállítás [2] autoklávban nagy nyomás alkalmazásával történt, azóta már kidolgozásra kerültek különféle más szintézis módszerek, így többek között csendes elektromos kisülés ionizáló sugárzás felhasználásával és kiderült, hogy a xenon és fluor túlnyomás nélkül is már kb. 300-400 C° hőmérsékleten reakcióba lép egymással. Ugyanakkor a reakciók kinetikájáról és mechanizmusáról meglehetősen hiányosak az ismeretek.

A nemesgáz vegyületek gyakorlati alkalmazásának egy jelentős része minden bizonnyal azon alapul majd, hogy lehetővé válik a gázatomok sűrítése kis térfogatban, nagy nyomás vagy mélyhűtés nélkül is. Xenon atomok ilyen "töményítése" céljából a jelenleg legjobban ismert xenonvegyület, a XeF₄ szintézisére az eddig javasolt legegyszerűbb eljárást, Schumacher és Schaefer [3] módszerét kívántuk felhasználni. Ennek lényege, hogy a Xe és F₂ gázok 1:3 arányú elegyét atmoszférai nyomáson egy nikkellal laposkákkaal töltött, 500-600 C° hőmérsékleten tartott csőreaktoron át cirkuláltatjuk és a képződő xenonvegyületet a rendszerbe iktatott 0 C°-on tartott szedőben kifagyasztjuk.

Az előállítási kísérletek során több újabb megfigyelést tettünk és megállapítottuk, hogy az említett körülmények között nem XeF_4 , hanem XeF_2 keletkezik.

A kísérleti berendezés

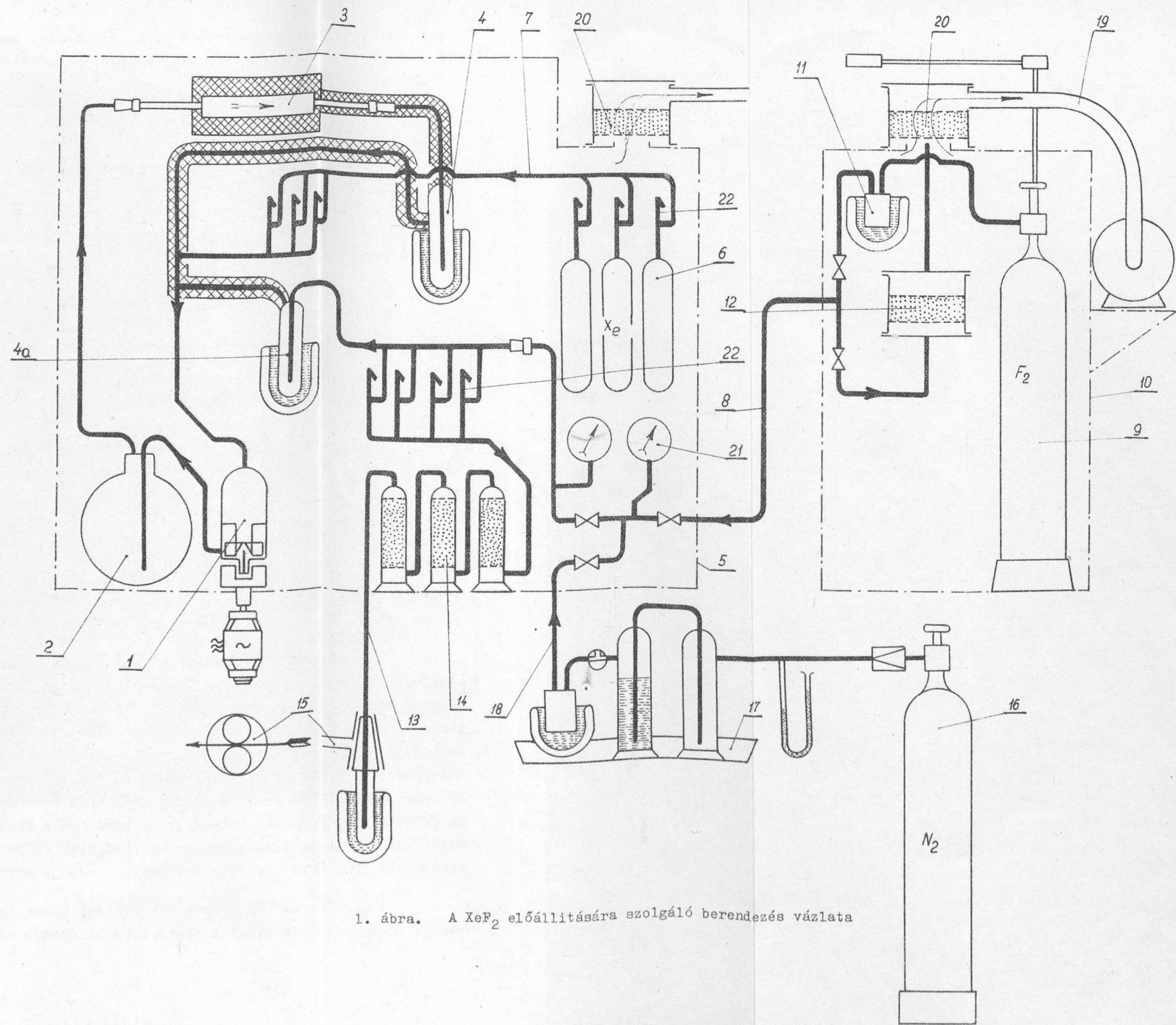
Kísérleti berendezésünk / 1. és 2. ábra / elvileg megegyezik Schumacher és Schaefer készülékével. Központi része, amelyben a kémiai folyamat lezajlik, cirkulációs rendszer: a gázkeveréket teflonforgórészű ventilátor /1/ hajtja üvegcső rendszerben a kb. 4 literes tárolóedényből /2/ a nikkel forgáccsal töltött fűthető reaktorba /3/, onnan pedig a hűtött szedőbe /4/. Ez utóbbiban a keletkezett vegyület kristályalakban kifagy, a maradék gázelegy pedig visszajut a tárolóedénybe és a ciklus megismétlődik.

Az üvegcsőrendszerbe egy második hűtött szedőt /4a/ is beiktattunk. Ez egyrészt a fluorral esetleg beáramló szennyezők megkötésére alkalmas, másrészt arra szántuk, hogy a /4/ jelű szedőben összegyűlt készterméket enyhén melegítve az illékony szennyező komponenseket ebbe átszublimálhassuk. A két szedőhöz vezető csőszakaszokat külső tekercselésű elektromos fűtéssel láttuk el, hogy a vezetékben a kristályképződést meggátolhassuk.

Biztonsági okokból a berendezést kesztyűnyilásokkal ellátott plexi-fülkében /5/ helyeztük el.

A reaktor /3/ belső átmérője 32 mm, hossza 240 mm, anyaga monel /70% Ni, 30% Cu/, az üvegrendszerhez lágy vörösréz forraszvégekkel csatlakozik. Elektromos fűtésű toroid-transzformátorral tekercselt ellenállás huzallal hőmérséklete $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ -ig szabályozható. A hőszigetelés kvarcszövet és azbesztzsinór. A ventilátor teflonból készült forgórészébe lágyvas-magot ágyasztunk és a ventilátort forgó mágnessel kívülről hajtottuk meg.

A cirkulációs rendszerhez a következő berendezések csatlakoznak: xenon palack /6/ és vezeték /7/, mindkettő üvegből; fluorbeeresztő vörösrézcső /8/, - belső átmérője 4 mm, ausztenites saválló acélból készült szelepekkel; a fluorgázt tartalmazó acélpalack /9/, annak védő fülkéje /10/, hűtött szennyező-csapda /11/ és fluorabszorbens /12/. További tartozékok; az elszívóvezeték /13/ az elszívott fluor megkötésére szolgáló abszorbenstornyok /14/, hűtőcsapdás főcsap és vákuumszivattyúk /15/; a készülék átöblítésére szolgáló nitrogén palack /16/, tisztító-



1. ábra. A XeF₂ előállítására szolgáló berendezés vázlata

rendszere /17/ és vezetéke /18/; végül a fülkét megszívó szellező berendezések /19/, az elszívó vezetékbe iktatott fluorelnyelő edényekkel /20/.

A nyomás mérésére nikkel-membrános manométereket /21/ használtunk. A xenon beeresztő cső és az elszívóvezeték csatlakozásainál üvegcsapok helyett egymással párhuzamosan beépített törőzárakat /22/ alkalmaztunk, így megfelelő számú nyitásra, a zárhoz vezető üvegcsőszakasz összeolvasztásával pedig zárásra nyílt lehetőségünk a készülék megbontása nélkül. Nem használtunk tömitést a szelepek orsóinak kivezetésénél sem: helyette hermetikus zárást biztosító saválló csőmembránt hegesztettünk a mozgó és álló alkatrészek közé.

A fluor-abszorbeáló edények /12, 14, 20/ töltete 2-4 mm szemcseméretű KBr és 3-6 mm szemcseméretű aktivált Al_2O_3 volt, 1-1,5 cm vastag váltakozó rétegekben betöltve.

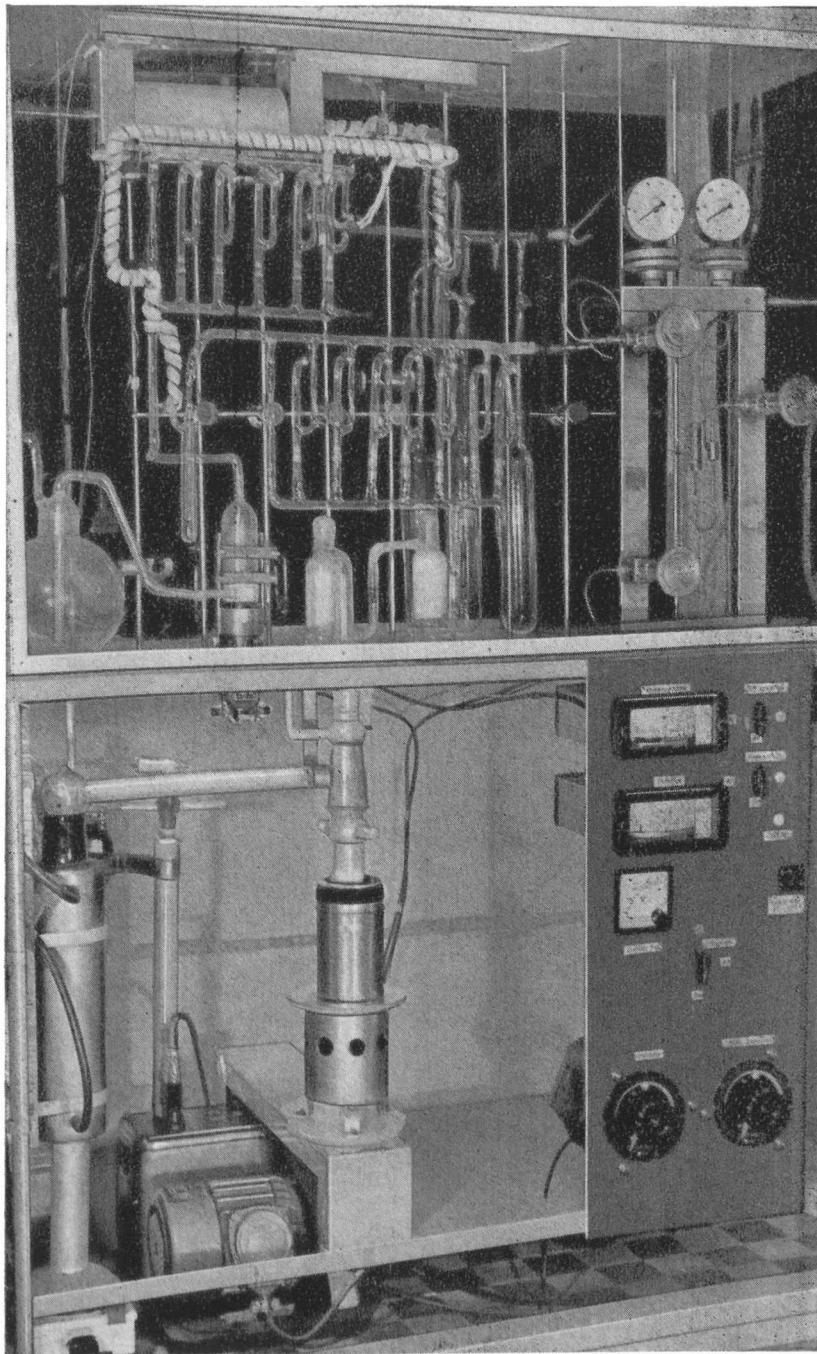
A berendezés készítésénél nehézséget okozott a reaktor vörösréz forraszvégeinek a monel-testhez való hegesztése. Argonarc-hegesztéssel sem sikerült ugyanis gázzáró varratokat kapnunk. Több sikertelen kísérlet után a vörösréz forraszvégekhez elektronsugárhegesztéssel egy rövid monel közdarabot csatkoztattunk. A monel-monel hegesztés azután már Argonarc - hegesztéssel is megvalósítható volt.

Előállítási kísérletek

Az előállítási kísérletek előtt a készülékből gondosan el kellett távolítani a nedvességet és egyéb, az üveg vagy más szerkezeti elemekre adszorbeálódott szennyeződések. E műveleteket a következő módon végeztük.

A berendezést nagyvákuum alá helyeztük, a reaktort felfűtöttük és elszívás alatt az üveg alkatrészeket gázlánggal gondosan kimelegítettük. A keringető szivattyút bekapcsoltuk, majd a rendszert szárított 99,99% tisztaságú nitrogénnel atmosféra nyomásra feltöltöttük és mintegy öt perces keringetés után leszivattuk. Ezen műveletet 1:1 arányú nitrogénfluor gázkeverékkel megismételtük, végül pedig az üvegfelület passzíválása céljából 350 Torr nyomásig 99% tisztaságú fluorral töltöttük fel. A fluor leszivatása előtt a szedőben /4a/ folyékony nitrogénnel a fluort cseppfolyósítottuk, majd fokozatosan az abszorbens tornyokban /14/ elnyelettük. A rendszer leszivatását 10^{-3} Torr nyomásig folytattuk, majd a szívó ágat leforrasztottuk.

A szedőt /4a/ folyékony nitrogénnel hűtve kb. 1 liter 99,9% tisztaságú xenongázt töltöttünk a rendszerbe. A nyomás az 5 liter üsztérfogatu



2. ábra

A kísérletiberendezés fényképe

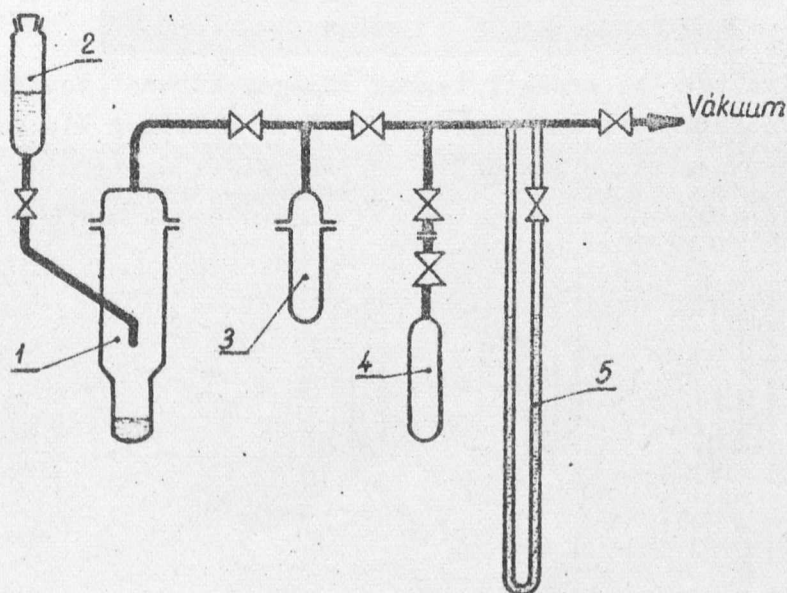


rendszerben 150 Torr-ig nőtt. Ezt követően a rendszert fluorral 650 Torr-ig töltöttük, és a szedő /4a/ hűtésével a xenon-fluor gázelegy zömét kondenzáltuk. Ezután a hűtést megszüntetve a keringető szivattyút bekapcsoltuk, mire a jéggel hűtött szedőben /4/ fehér kristályok jelentek meg. A következő 40-50 perc alatt a nyomás 350 Torr-ig csökkent. Miután további nyomáscsökkenés nem észleltünk és kifagyasztási próbával számottevő mennyiségű xenont nem sikerült kimutatnunk, a maradék gázt lassan az abszorbens-tornyokra szivattuk. A leszívás után a szedőben /4/ összegyűlt terméket 30 C^o-os vízfürdővel melegítve egy részét a folyékony nitrogénnel hűtött szedőbe /4a/ szublimáltuk át, hogy a preparátumot az esetleges illékony szennyezésektől mentesítsük. Ezt követően a /4/, majd a /4a/ szedőket leforrasztással a készülékről levettük. A rendszert száraz nitrogénnel feltöltöttük, majd új szedőket forrasztottunk fel a levettek helyére. Ezen eljárással egy menetben 5-6 g szintelen kristályterméket kaptunk.

A leírt berendezésben hatszor ismételtük meg az előállítást, minden esetben a leírt módon észlelve a xenonvegyület képződését.

A termék analízise

A termék összetételét különböző módszerekkel analizáltuk. Egyik módszer a vegyület lugos oldattal történő elbontásakor keletkező termékek meghatározása. Az e célra szolgáló berendezés /3. ábra/ a vizsgálandó a-



3. ábra
Xenonvegyületek analízisére alkalmas készülék

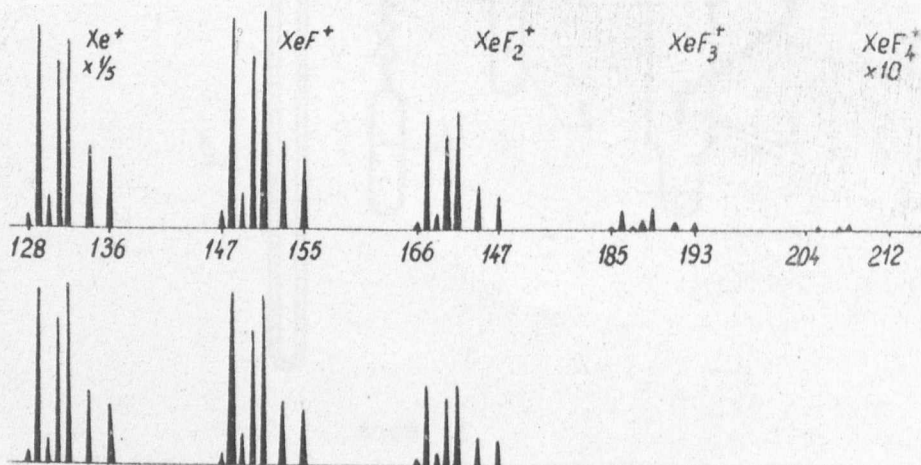
anyagot tartalmazó bontó edényből /1/, a reagens adagolására szolgáló csepegtető tölcseréből /2/, kifagyasztóból /3/, gázmintavevőből /4/ és manométerből /5/ áll. A készülékben vákuumot létesítettünk, a bemért mennyiségű anyagot ismert térfogatú NaOH oldattal elhidrolizáltuk. A fejlődött Xe és O_2 gáz mennyiségét nyomás mérés révén meghatároztuk, majd összetételét tömegspektrométerrel megállapítottuk. A főlegben maradt NaOH acidimetriás titrálásával meghatároztuk a keletkezett H_2F_2 mennyiségét. Másik módszer szerint bemért mennyiségű vegyületet savas KJ oldattal bontottunk el és a képződő J_2 titrálásával határoztuk meg a fluor tartalmát. Az eredmények az I. táblázatban láthatók.

I. táblázat

A készítmény száma	Xe + O ₂ mól XeF ₂ mól	Xe/O ₂ mólarány	F/Xe atomarány	
			acidimetri- áson	jodometri- áson
1.	1,39	2,02	2,10	2,04
2.	1,42	2,01	2,12	2,02
3.	-	-	2,10	2,03
4.	-	-	2,11	2,02

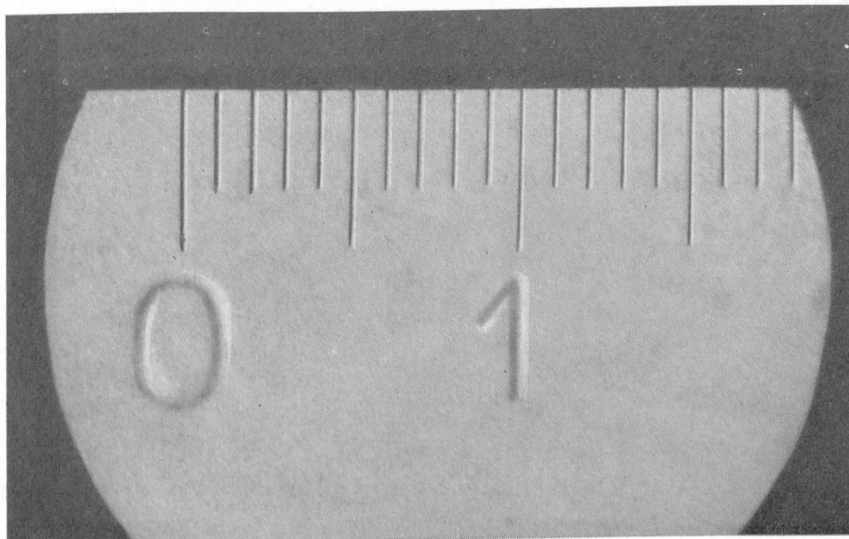
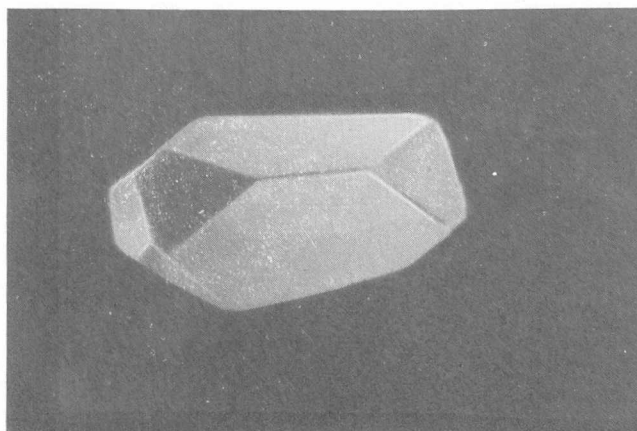
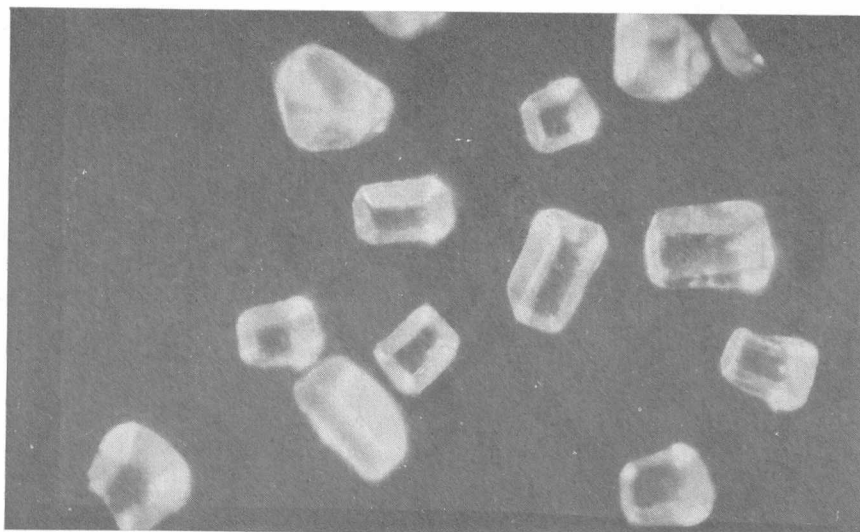
/A 3. és 4. készítményből gáz-meghatározást nem végeztünk./

Felvettük az eredeti termék tömegspektrumát, továbbá olyan terméknek is a spektrumát, amelynek kb. 15 %-át előzőleg elszublimáltuk / 4. ábra/. A tömegspektrum arra mutat, hogy a termék kevés XeF_4 szennyezést



4. ábra

A nyers termék és a tisztított XeF_2 tömegspektruma



5. ábra

XeF₂ kristályok

tartalmazó XeF_2 . A XeF_4 nagyobb illékonysága révén a XeF_2 -ből szublimációval eltávolítható. A XeF_2 -ből kapott ionok intenzitásának arányát Svec és Flesch [4] adataihoz hasonlóan a következőnek találtuk

XeF_2^+ 100 %

XeF^+ 48 %

Mind a klasszikus, mind pedig a tömegspektrometriás elemzések eredményei szerint tehát a Schumacher és Schaefer közleményében megadott körülmények között nem xenontetrafluorid, hanem difluorid képződik. Meg kell jegyeznünk, hogy említett szerzők az általuk előállított vegyület összetételét nem analizálták. E megállapításunk alátámasztja Malm és munkatársai [5] feltevését, akik szerint a Schumacher és Schaefer féle termék leírt kémiai sajátságai inkább a XeF_2 -re, mint a XF_4 -re jellemzőek.

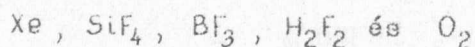
A XeF_2 sajátságai

A kapott frakciók olvadáspontja, Thiele módszere szerint leforasztott kapillárisban végezve a mérést, $127-130^\circ\text{C}$ között változott. Szublimálás után $130 \pm 0,5^\circ\text{C}$ olvadáspontot észleltünk. Állás közben átkristályosodás megy végbe és az anyag nagy, néhány mm-t is elérő kristályokká tömörül /5. ábra/. Az ELTE Ásvány és Kőzettani Intézetében Kubovics Imrével együtt végzett kristályoptikai vizsgálatok alapján a kristály szerkezetet monoklinnak találtuk.

Ezen eredmények értékelését megnehezíti, hogy az irodalomban eddig közölt adatok nem pontosak, ill. nem egységesek. Agron és munkatársai [6] a XeF_2 olvadáspontját "körülbelül" 140°C -nak találták. Hoppe és munkatársai [7] csupán annyit állapítottak meg, hogy a vegyület olvadáspontja 120°C felett van. Nem egységesek a különböző szerzők megállapításai a vegyület kristályformájával kapcsolatban. Mig Agron és munkatársai neutron- és röntgen diffrakcióval tetragonális szerkezetet találtak, addig Hoppe és munkatársai kristálytani vizsgálatai szerint a vegyület a monoklin rendszerben kristályosodik. Lehetséges, hogy a vegyületnek két kristálymódosulata létezik és az általunk vizsgált változat a Hoppe és munkatársai féle termékkel volt azonos. Ilyen irányú vizsgálataink folyamatban vannak.

A vegyület fluorral passzívált felületű üvegedényekben több hónap alatt csak kisméretű bomlást szenvedett. A nem passzívált üvegedényben a bomlás jelentősebb és a megtámadott üveg törékennyé válik. A termék jól záró teflon tokban hosszabb ideig változás nélkül eltartható. A

XeF₂ és üveg közötti reakció révén keletkező gázállapotú termékek tömegspektrometriás méréseink szerint:



A vegyület néhány kvalitatív reakciója

Lugos oldatban élénksárga bevonat keletkezik a XeF₂ kristályok felületén, amely a XeF₂ elbomlásával gyorsan eltűnik.

Acetonban - 10 C^o-on nagymértékben oldódik, azonban felmelegítve gázfejlődés közben reakció megy végbe és sötétbarna színű oldat képződik. Alkoholban, etiléterben, izooktánban és freon 112-ben 20 C^o-on elszíneződés nélkül zajlik le a reakció. Aromás szénhidrogénekkal /benzol, izopropil-difenil/ barna elszíneződés és csapadék kiválása közben reagál.

További kísérleteink folyamatban vannak.

Köszönetnyilvánítás

A berendezés elkészítésében és az előállítási kísérletekben való részvételért ezúton mondunk köszönetet: Fülepi Kálmánnak a kiváló üvegtechnikai munkáért, Babocsai Istvánnak, Nargang Lajosnak és Juhász Lajosnak a mechanikai és elektromos szerelési munkákért, Hartai Lászlónénak, Tóth Lászlónak és Nyári Istvánnak az elemzésekben való közreműködésért. Köszönettel tartozunk továbbá a III. Fizikai Főosztálynak, a MÜKÜ-nek, a Fémipari Kutató Intézetnek a különleges hegesztési munkákért, Kántor Károlynak a kristály-fotokért és Simo Béla, valamint Riedl Györgynek a gyors anyagbeszerzésért.

I r o d a l o m

- [1] Hyman, H.H., /Editor/: "Noble-Gas Compounds," University of Chicago Press, Chicago, London 1963
- [2] Claassen, H.H., Selig, H., Malm, J.G.: J. Am.Chem.Soc., 84, 3593 /1962/
- [3] Schumacher, E., Schaefer, M.: Helv. Chim. Acta. 47, 150 /1964/
- [4] Svec, H.J., Flesh, G.D.: Science 142, 954 /1963/
- [5] Malm, J.G., Selig, H., Jortner, J., Rice, S.A.: Chemical Reviews, 65, 199 /1965/
- [6] Agron, P.A., Begun, G.M., Levy, H.A., Mason, A.A.; Jones, C.F., Smith, D.F.: Science, 138, 892 /1963/
- [7] Hoppe, R., Mattauich, H., Rödder, K.M., Dähne, W.: Z. anorg. allgem. Chem., 324, 214 /1963/

Érkezett: 1965. szept. 10.

KFKI Közl. 13.évf, 5.szám, 1965.

A $^{31}\text{P}/n, \gamma / ^{32}\text{P}$ MAGREAKCIÓ KÉMIAI KÖVETKEZMÉNYEI TRIFENILFOSZFINBAN ÉS TRIFENILFOSZFINOXIDBAN

Irta: Berei Klára

Összefoglalás

Atomreaktorban, 10^{13} n/cm².sec fluxusban besugároztunk trifenilfoszfinoxidot, trifenilfoszfint és ezek elegyét. Megállapítottuk, hogy a ^{32}P -izotóp csak kis hányadban - trifenilfoszfinoxid esetében 6%-ban, trifenilfoszfin és az elegy esetében 25-28%-ban - marad az eredeti vegyület formájában. A magreakció előidézte kémiai folyamatok mechanizmusának megállapítását nehezíti, hogy azokat nagy részben elfedik a párhuzamosan végbemenő sugárkémiai jelenségek.

A $^{31}\text{P}/n, \gamma / ^{32}\text{P}$ magreakció következtében szerves vegyületekben képződött radioaktív foszfor a kiindulási vegyülettől eltérő, pl.szeretlen formában stabilizálódhat, vagy az eredeti formában maradhat, ezért felhasználható nagy fajlagos aktivitású ^{32}P -készítmények, ill. jelzett foszforvegyületek előállítására. Erbacher és munkatársai [1] már 1937-ben trifenilfoszfátot sugároztak be hordozómentes radioaktív foszforkészítmény előállítására céljából. Ujabban Nyefedov és munkatársai [2] trifenilfoszfinoxid reaktorban való besugárzásával kaptak nagy fajlagos aktivitású ^{32}P -preparátumokat. A közölt adatok szerint a radioaktív foszfor 85%-a szerves vegyületek formájában elválasztható, ami 10^3 nagyságrendű dúsítást tesz lehetővé. Mautner és munkatársai [3] pedig, reaktorban való besugárzással, közvetlenül állítottak elő ^{32}P -vel jelzett adenozinfoszfátokat. Utóbbi években egyre több közlemény számol be a $^{31}\text{P}/n, \gamma / ^{32}\text{P}$ magreakció kémiai következményeinek rendszeres tanulmányozásáról, különösen több C-P kötést tartalmazó szerves vegyületekben. Ilyen jellegű vizsgálatokat végeztek tributilfoszfáttal [4, 5], trimetilfoszfinnal [6, 7] és foszfortriklorid-benzol rendszerrel [8]. Az eddig közölt eredmények arra mutatnak, hogy szerves foszforvegyületek besugárzásakor a radioaktív foszfor igen nagy arányban, egyes esetekben közel teljesen, szerves vegyületek alakjában stabilizálódik, s valószínűleg

látszik, hogy e tekintetben különbség van az oxigént tartalmazó és nem tartalmazó vegyületek között. Trimetilfoszfinnal [6, 7] végzett vizsgálatok során a radioaktív foszforvegyületek egész sorát sikerült azonosítani. A közölt adatok szerint az aktivitás nagyobb része ebben az esetben is szerves formában jelentkezik, annak ellenére, hogy a besugárzott vegyület nem tartalmaz oxigént. Itt azonban számolni kell azal, hogy a sugárkémiai reakciók hatása átfedi a forrátoatomkémiai jelenségeket az alifás vegyületek jelentős sugárbojlása miatt, melynek hozama általában százszorosa az aromás vegyületekének.

Mindezek alapján érdekesnek látszott annak vizsgálata, hogy milyen különbség mutatkozik a radioaktív termékek megoszlásában két hasonló felépítésű aromás foszforvegyület besugárzása esetén, amelyek közül az egyik oxigént és öt vegyértékű foszfort tartalmaz, a másik nem tartalmaz oxigént és benne a foszfor három vegyértékű. E célból reaktorban besugárzott trifenilfoszfinoxidban $[C_6H_5/3P=O]$ és trifenilfoszfinban $[C_6H_5/3P]$ meghatároztuk az eredeti vegyület alakjában, szerves és polimer formában található radioaktív foszfort.

Kísérleti módszerek

A célianyagként használt trifenilfoszfinoxidot etilalkoholból, a trifenilfoszfinat tömény sósavból való többszöri átkristályosítással tisztítottuk. Besugárzás előtt az anyagokat kvarcampullában 10^{-5} Hg mm-nél több órán át leszivattuk, többszöri kimelegítéssel, a levegő minél tökéletesebb eltávolítása céljából. A leforrasztott kvarcampullákat a VVR-Sz atomreaktorban 10^{13} n/cm² sec fluxusban 10 órán át besugároztuk. A besugárzott mintákat benzolban oldottuk, majd 1%-os vizes dinátriumhidrofoszfát oldattal extraháltunk, a szerves és szerves formában jelenlévő radioaktív termékek szétválasztása céljából. Az eredeti szerves vegyületek formájában és a polimer formában található ³²P arányának meghatározására rétegekromatográfiás módszert dolgoztunk ki [9]. A meghatározást gipsztartalmú szilikagél rétegeken végeztük, oldószerként acetont használtunk. A vizes extraktumban lévő szerves ³²P-vegyületeket papirkromatográfiás módszerrel azonosítottuk Whatman N^o 1 papiron, felszálló technikával, etilalkohol-izobutilalkohol-ammónia-víz / 30 : 30 : 1 : 39 / oldószerkeleg alkalmazásával [10].

Eredmények

Az I. tábl. adatai közvetlenül a besugárzás utáni megoszlást mutatják. Látható, hogy míg trifenilfoszfinoxid besugárzása esetén az eredeti

I. táblázat

A radioaktív termékek megoszlása 2 órával a besugárzás után

Besugárzott anyag Termékek	Termékek aktivitása az összaktivitás %-ában		
	$(C_6H_5)_3PO$	$(C_6H_5)_3P$	$(C_6H_5)_3PO-(C_6H_5)_3P$ 25 Mól %
Eredeti vegyületek	6	25	28
Szervetlen vegyületek	45	10	9
Polimer termékek	47	33	32
Labilis termékek	2	32	31

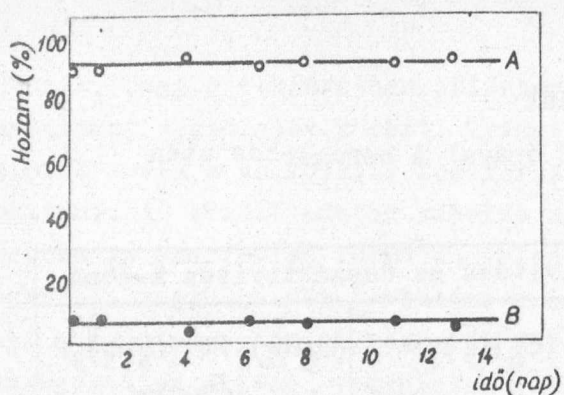
II. táblázat

A radioaktív termékek megoszlása 20 nappal a besugárzás után

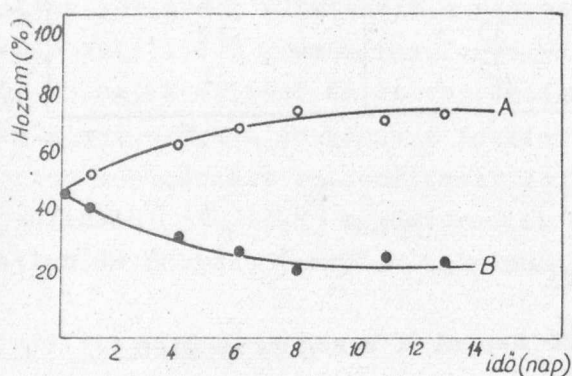
Besugárzott anyag Termékek	Termékek aktivitása az összaktivitás %-ában		
	$(C_6H_5)_3PO$	$(C_6H_5)_3P$	$(C_6H_5)_3PO-(C_6H_5)_3P$ 25 Mól %
Eredeti vegyületek	9	35	33
Szervetlen vegyületek	45	8	7
Polimer termékek	46	40	40
Labilis termékek	0	17	20

Az adatok pontossága: $\pm 2\%$.

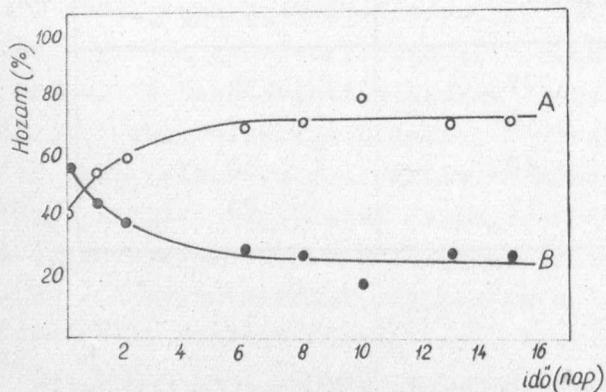
vegyület formájában az összaktivitás 6%-a³ található, addig trifenilfoszfin esetében ez az összaktivitás 25%-át teszi ki. Ugyanakkor a szervetlen formában lévő ^{32}P mennyisége trifenilfoszfinoxid esetében sokkal nagyobb: 45%, mint trifenilfoszfinnél: 10%. Különbség van a polimer alakban található aktivitások között is. Polimerizációban azonban nemcsak azok a molekulák vesznek részt, amelyek foszforatomjai magátalakulást szenvednek. Erre mutat, hogy a trifenilfoszfinoxid barnás szineződést kap, a trifenilfoszfin



1. ábra



2. ábra



3. ábra

Aktivitásmegoszlás változása időben a besugárzott minták benzolos oldataiban

- A: Eredeti vegyület és labilis termékek.
- B: Szervetlen vegyületek és polimér termékek.

barna folyós masszaként kerül ki a reaktorból. A nagymértékű polimerképződés sugárkémiai folyamat eredménye lehet, amit a nagy dózisteljesítmény/5-6.10⁶ rad/óra/ és a viszonylag hosszú besugárzási idő tesz érthetővé.

Maddock és Sutin [11] trifenilarzinnal végzett kísérleteikkel kapcsolatban labilis ⁷⁶As termékek képződésére hívták fel a figyelmet. Mivel mi is tapasztaltunk állás közben átalakuló radioaktív termékek keletkezését, a besugárzott minta benzolos oldatában megvizsgáltuk az aktivitásmegoszlás változását az idő függvényében. Mint az az 1. és 2. ábrából, valamint az I. táblázat adataiból kitűnik, trifenilfoszfinoxid esetében labilis termékek észrevehető mennyiségben nem képződnek, trifenilfoszfin esetében pedig ezek az összeaktivitásnak kb. 30%-át teszik ki.

Megvizsgáltuk továbbá, hogyan hat a radioaktív termékek megoszlására, ha a mintákat a felbontás előtt szobahőmérsékleten hosszabb ideig állni hagyjuk. Általános tapasztalat u.i., hogy kondenzált fázisokban termikus rendeződési folyamatok révén állás közben növekszik az eredeti vegyület formájában található aktivitás aránya. Ezért az egyidejűleg besugárzott minták egy részét leforrasztott kvarcampullákban állni hagytuk

és csak 20 nap múlva bontottuk fel és analizáltuk. Az I. és II. táblázat adatainak összehasonlításából látható, hogy a termékek megoszlásának aránya a különböző besugárzott anyagokban állás közben lényegesen nem változott, de a retenció az eredeti vegyületek formájában trifenilfoszfinoxid esetében az összaktivitásnak 3%-ával, trifenilfoszfin esetében 10%-ával nagyobb hányadát tette ki, ugyanakkor a labilis termékek aránya csökkent az eredeti és a polimer vegyületek aktivitásának javára. Ezek az adatok arra mutatnak, hogy bár a "termikus rendeződés" feltételezhetően már a besugárzás folyamán döntő mértékben végbemegy, a besugárzás után is folytatódik.

Annak megállapítása céljából, hogy a két vegyület elegyében additive tevődnek-e össze a különböző formákban stabilizálódó ^{32}P mennyiségek, vizsgálatokat végeztünk a trifenilfoszfinoxid-trifenilfoszfin 25 Mól %-os elegyével. /Ilyen arányban u.i. a trifenilfoszfinoxid teljesen elegyedik a trifenilfoszfinnal a besugárzás körülményei között./ Az I. és II. táblázatból, valamint a 3. ábrából kitűnik, hogy a trifenilfoszfinoxid 25 Mól %-os elegye trifenilfoszfinnal, a tiszta trifenilfoszfinhoz hasonlóan viselkedik.

A besugárzott trifenilfoszfinoxid vizes extraktumának papirkromatografiás analízise alapján a következő szervesetlen radioaktív termékeket sikerült az alább feltüntetett arányokban kimutatnunk:

hipofoszfát	15 %
ortofoszfát	12 %
ortofoszfít	11 %
hipofoszfít	18 %
ismeretlen	44 %
/valószínűleg alacsonyabb oxidációs fokú foszforvegyület/	

Eredményeink megerősítik Nyefedov és munkatársai [2] korábban közölt észleléseit, amelyek értelmében a szerves foszforvegyületek besugárzásakor a radioaktív foszfor tulnyomó része a kiindulástól eltérő vegyületek formájában stabilizálódik. Emellett azt tapasztaltuk, hogy ha a vegyület nem tartalmaz oxigént, az aktivitásnak viszonylag nagyobb része marad szerves és ezen belül eredeti vegyület formájában. Ebből következik, hogy ^{32}P -vel jelzett szerves vegyületek előállítására Szilárd - Chalmers módszerrel csak rossz hatásokkal lehetséges és akkor is inkább az oxigént nem tartalmazó vegyületek besugárzása révén.

A vizsgált folyamatok pontosabb értékelését és a reakciómechanizmusok megállapítását megnehezíti, hogy $^{31}\text{P}/n, \gamma / ^{32}\text{P}$ reakció kis neutronbefogási hatáskeresztmetszete és a ^{32}P felezési ideje viszonylag hosszú besugárzási időt tesz szükségessé, s ennek következtében a sugárkémiai jelenségek nagy részben elfedik a magreakció közvetlen kémiai következményeit.

Köszönetemet fejezem ki Simó Gézának a mérések elvégzésében nyújtott lelkes segítségéért.

I r o d a l o m

- [1] Erbacher, O., Philipp, K.: Z. Physik. Chem. A 179, 263 /1937/
- [2] Нефедов В.Д, и др.: Радиохимия 2, 236 /1959/
- [3] Mautner, H.G. et al.: J. Am. Chem. Soc. 84, 2021 /1962/
- [4] Campbell, I.G. et. al.: J. Inorg. Nucl. Chem. 10, 225 /1959/
- [5] Siuda, A.: I.B.J. Rep. 346/V, Warsaw 1962
- [6] Halmann, M.: Chem. Eff. of Nucl. Transform. Vienna 1961, I. 195
- [7] Kugel, L., Halmann, M.: Bull. Res. Couns. Isr. 11A3, 205 /1962/
- [8] Siuda, A.: I.B.J. Rep. 576/V, Warsaw 1964
- [9] Berei, K.: KFKI Közl. 13, 49 /1965/
- [10] Ebel, J.B.: Microchim. Acta 6, 679 /1954/
- [11] Maddock, A.G., Sutin N.: J. Inorg. Nucl. Chem. 2, 184 /1956/

Érkezett: 1965. ápr. 13.

KFKI Közl. 13.évf. 5.szám, 1965.

A DIFENIL-DIFENILMETÁN EUTEKTIKUS ELEGY GŐZNYOMÁSÁNAK MÉRÉSE .
A HŐMÉRSÉKLET FÜGGVÉNYÉBEN

Irta: Szabados László

Összefoglalás

A difenil-difenilmetán gőznyomását 200 - 400 C° hőmérsékleti intervallumban mértük meg statikus módszerrel. A mérési pontok jól illeszkednek a Clapeyron-Clausius egyenletre.

Bevezetés

A difenil-difenilmetán /DDM/ gőznyomásának mérése kétkomponensű kétfázisú rendszerek vizsgálatát jelenti. A mérési eredmények feldolgozásánál azt találtuk, hogy a mérési pontok jól korrelálhatók a Clapeyron-Clausius egyenlettel.

Hasonló eredményre jutottunk egy szovjet gázolaj mérési eredményeinek feldolgozásánál is.

A mérési pontokra, a legkisebb négyzetek módszerével a Clapeyron-Clausius egyenletnek az irodalomban széleskörűen használt, közelítő alakját illesztettük.

A DDM és a vizsgált szovjet gázolaj gőznyomás értékei közel esnek hasonló szerves folyadékok gőznyomás adataihoz.

A 200 - 400 C° hőmérsékleti intervallumban végzett kísérletsorozat mérési ideje 6-8 óra, ha egy-egy hőmérsékleten legalább három mérést végzünk.

1/ Clapeyron-Clausius egyenlet

A Clapeyron-Clausius egyenlet:

$$\frac{dP}{dT} = \frac{r}{T(V^g - V^l)}$$

//

ahol

- P - gőznyomás;
 T - abszolút hőmérséklet;
 V - móltérfogat;
 g, f - gőzre, ill. folyadéokra utaló index.

Abban az esetben amikor $V^g \gg V^f$ és feltételezzük, hogy a gőz a gáztörvénynek engedelmeskedik, az /1/ egyenlet egy közelítő alakjához jutunk:

$$\frac{dP}{dT} = \frac{rP}{RT^2} \quad \text{vagy} \quad \frac{d \ln P}{dT} = \frac{r}{RT^2} \quad /2/$$

Ebből az egyenletből az r látens hő ismeretében a gőznyomás már kiszámítható.

Nem ismerjük azonban a látens hőt. Ha feltételezzük, hogy r nem függ a hőmérséklettől, akkor /2/ integrálásával a következő egyenlethez jutunk:

$$\lg P = A - \frac{B}{T} \quad /3/$$

A /3/ egyenlettel a gőznyomás az egész mérési intervallumban jól leírható, annak ellenére, hogy r a T növekedésével csökken. Ennek oka az, hogy a mérési pontokra $\lg P = f(T^{-1})$ koordinátákkal szerkesztett grafi, kon az egész mérési intervallumban egyenes vonalat eredményez. / Fenti levezetés egykomponensű rendszerre igaz, de két- vagy többkomponensű rendszerekre is igaz, közelítően ./

2/ Idegen semleges gáz hatása a telített gőz nyomására

A felület görbületének hatása.

A folyadék felett létesített vákuum tökéletlensége miatt a gőztérben idegen gáz marad /levegő/. A levegő, mint semleges gáz viselkedik és az egyensúlyt megbontja. A gőznyomást a $P = f(T, P_i)$ függvény írja le, ahol P_i az idegen gáz nyomása a gőztérben. /Az alábbi megfontolások egykomponensű rendszerekre vonatkoznak, de közelítően két- vagy többkomponensű elegyekre is igazak./

Az így létrejött egyensúlyeltolódást Le Chatelier-féle egyensúly eltolódási törvényből lehet számítani. Eszerint a folyadékban nem oldódó gáznak a rendszerbe vitele megbontja az egyensúlyt, a folyadék molekulái átmennek a gőzfázisba és igyekeznek helyreállítani a gőz koncentrációját, amit az idegen gáz bevitele lecsökkentett, emiatt a gőz nyomása növekszik.

A kémiai potenciálok egyenlősége alapján a következő egyenletet lehet felírni:

$$\left(\frac{\partial P}{\partial P_i} \right)_T = \frac{V_l}{V_g} \quad /4/$$

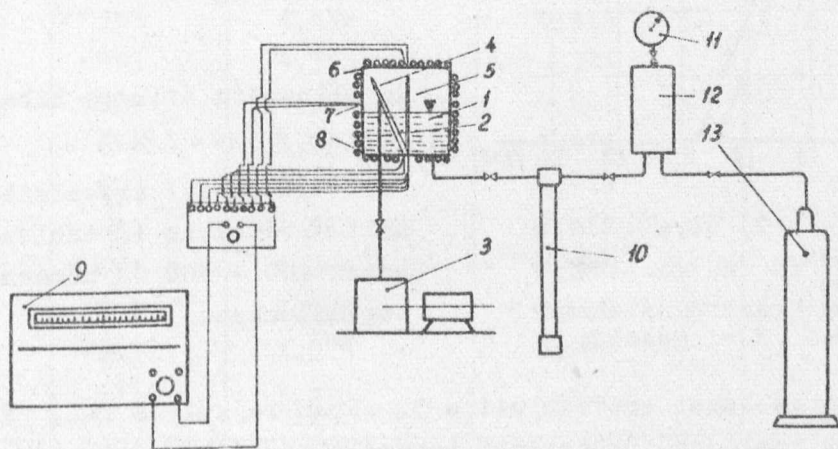
V_l és V_g - a folyadék ill. gőzfázis móltérfogata.

Mivel a kritikustól távoli hőmérsékleteken a $V_g \gg V_l$ a hatás elhanyagolhatóan kicsi lesz. Másképpen kifejezve ez azt jelenti, hogy kis külső nyomás mellett a telített gőz nyomása ugyanakkora, mintha nem lenne felette gáz és a Clapeyron-Clausius egyenlettel számítható.

A felület görbülete úgy befolyásolja a gőznyomást, hogy a görbületi sugár csökkenésével nő a gőznyomás, amiatt, hogy cseppalakú folyadéknak a síkfelületű folyadékhoz képest nagy az energiátöbblete. Ez a hatás az előbbinél is kisebb.

3/ Kísérleti berendezés

A kísérleti berendezés vázlata az 1. ábrán látható. A vizsgálandó anyagot az 1 tartályba töltjük úgy, hogy a 2 cső nyílása kicsivel a folyadékszint felett legyen. A folyadék betöltése és a tartály lezárása után a 3 vákuumrendszerrel leszívjuk a levegőt és kb. 10^{-3} kg/cm² vákuumot létesítünk. Ezek után a rendszer mérésre kész állapotban van. A hőmérsékletet a gőztérben a 4 és 5, a falon a 6, 7 és 8 thermoellemmel mérjük, "Graphispot" öniró műszer - 9 - segítségével, amelyen a hőegyensúly jól regisztrálható. Miután a hőmérséklet stabilizálódott, a 10 differenciálmánométer és 11 mutatós manométer segítségével megmérjük az illető hőmérséklethez tartozó nyomást. A szükséges ellennyomást a 12 kompenzáló tartályon keresztül a 13 gázpalackból biztosítjuk.



1. ábra

Kísérleti berendezés sematikus rajza

A fűtőtéljesítményt toroid transzformátor közbeiktatásával, tet-szőleges értékűre lehet beállítani.

A mérés akkor kezdhető, amikor az öt thermoelem 1-2 C°-on belül azonos hőmérsékletet mutat.

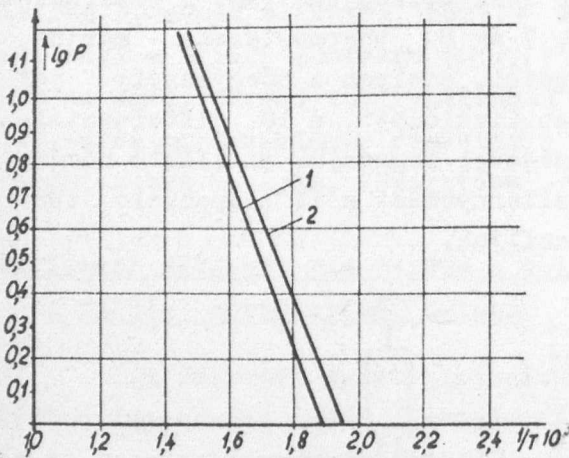
A hőmérsékletmérés pontossága az egész intervallumban 0,5 C° a nyomásmérés pontossága /1 - 4/ kg/cm²-ig, 0,01 kg/cm², 4 kg/cm² felett 0,05 kg/cm².

A mérést 200 - 400 C° hőmérsékleti intervallumban végeztük.

4/ Mérési eredmények

A mérést egyszer desztillált DDM-mel végeztük, miután a berendezést desztillált vízzel hitelesítettük. A hitelesítő mérések eredményei a mérési hibán belül egybeestek a táblázatos értékekkel.

A DDM mérések eredményeire /3/ típusú függvényt illesztettünk. Ez a függvény a rejtett hő állandóságát tételezi fel, ennek ellenére jól illeszkedik a mérési eredményekre, mert $\lg P = f\left(\frac{1}{T}\right)$ koordinátákkal szerkesztett grafikon az egész intervallumban egyenes /2. ábra/.



2. ábra

A DDM és a gázolaj
 $\lg P = f\left(\frac{1}{T}\right)$ koordinátákban
1 - DDM; 2 - gázolaj

Az illesztést a legkisebb négyzetek módszerével végeztük el és a következő egyenletet kaptuk:

$$\lg P = 4,927 - \frac{2605}{T} \quad |5|$$

A szórásnégyzet

$$\sigma^2 = \frac{\sum |P^* - P|^2}{n - 2}$$

Az illesztés átlagos hibája:

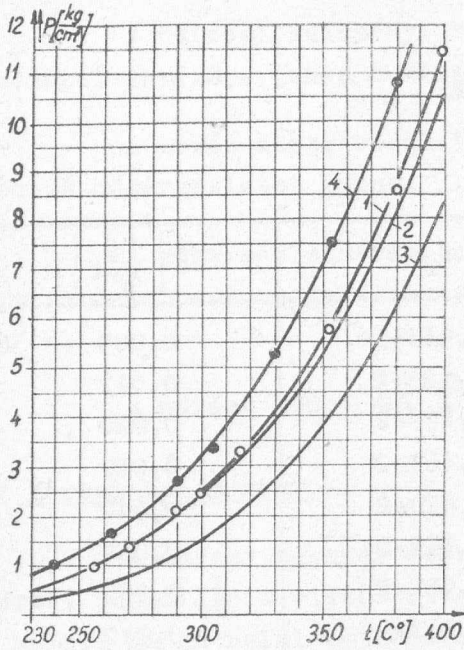
$$h = 1,24 \%$$

Az /5/ egyenlettel számolt értékek az 1. táblázatban láthatók 100 - 400 C° hőmérsékleti intervallumban.

Az 1. táblázat eredményeit a 3. ábrán rajzoltuk fel. Feltüntet-tük még néhány reaktorhűtőközegként használt organikus folyadék gőznyomá-sát is.

1. táblázat

$t [^{\circ}\text{C}]$	$T [\text{K}^{\circ}]$	$\frac{2605}{T}$	$\lg p$	$p \left[\frac{\text{kg}}{\text{cm}^2} \right]$
100	373	6,984	1,943-3	0,009
110	389	6,801	0,126-2	0,013
120	393	6,628	0,299-2	0,020
130	403	6,464	0,463-2	0,029
140	413	6,307	0,620-2	0,042
150	423	6,158	0,769-2	0,059
160	433	6,016	0,911-2	0,082
170	443	5,880	0,147-1	0,112
180	453	5,750	0,177-1	0,150
190	463	5,626	0,301-1	0,200
200	473	5,507	0,420-1	0,263
210	483	5,393	0,534-1	0,343
220	493	5,284	0,643-1	0,440
230	503	5,179	0,748-1	0,560
240	513	5,078	0,849-1	0,706
250	523	4,981	0,946-1	0,883
260	533	4,887	0,040	1,097
270	543	4,797	0,130	1,350
280	553	4,711	0,216	1,640
290	563	4,627	0,300	1,990
300	573	4,546	0,381	2,405
310	583	4,468	0,459	2,880
320	593	4,393	0,534	3,420
330	603	4,320	0,607	4,045
340	613	4,250	0,677	4,75
350	623	4,181	0,746	5,57
360	633	4,115	0,812	6,49
370	643	4,059	0,876	7,52
380	653	3,989	0,938	8,67
390	663	3,929	0,998	9,67
400	673	3,879	1,56	11,38



3. ábra

A DDM és néhány más organikus hűtőközeg gőznyomása a hőmérséklet függvényében
 1 - DDM; 2 - difil [6]; 3 - monoizopropil-difenil [7];
 4 - gázolaj

Megmértük egy szovjet gázolaj tenzióját^{*/}, amely 100 - 400 C° hőmérsékleti intervallumban a következő egyenlettel írható le:

$$\lg P = 4,825 - \frac{2475}{T} \quad /6/$$

A /6/ egyenlettel számított értékek a 2. táblázatban találhatóak. A mérési eredményeket a 3. ábrába rajzoltuk fel. Az illesztés átlagos hibája : 1,2 %.

A mérés hibájának értékelésekor a hőmérséklet és nyomás mérésében elkövetett hibát kell megbecsülni.

A hőmérsékletmérés abszolút hibája 0,5 C°, a nyomásmérés abszolút hibája 0,01 kg/cm² - /1-4/ kg/cm² nyomásintervallumban - 0,05 kg/cm², - /4-6/kg/cm² intervallumban - 0,05 kg/cm², 6-10 kg/cm²

2. táblázat

t [C°]	P [kg/cm²]	t [C°]	P [kg/cm²]	t [C°]	P [kg/cm²]
100	0,016	210	0,50	320	4,48
110	0,024	220	0,64	330	5,26
120	0,034	230	0,80	340	6,13
130	0,048	240	1,00	350	7,12
140	0,068	250	1,24	360	8,23
150	0,094	260	1,52	370	9,47
160	0,13	270	1,85	380	10,84
170	0,17	280	2,24	390	12,31
180	0,23	290	2,69	400	14,10
190	0,30	300	3,21	-	-
200	0,39	310	3,80	-	-

*/ Összetétel: parafinkötésű C 41,6 %, naftéinkötésű C 42,9 %, aromáskötésű C 15,5 %.

intervallumban és $0,1 \text{ kg/cm}^2$, /10-15/ kg/cm^2 nyomásintervallumban.

Fentiek alapján a mérés maximális relatív hibája: 2,5 %.

I r o d a l o m

- [1] Erdey-Gruz T., Proszk J.: Fizikai-kémiai praktikum. Tankönyvkiadó. Budapest 1955.
- [2] Теплофизические свойства некоторых авиационных топлив в жидком и газообразном состоянии. Сборник статей, под ред. Варгафтик Н.В. Оборонгиз. Москва 1961.
- [3] Карапетянц М.Х.: Химическая термодинамика. Москва- Ленинград. 1949
- [4] Erdey-Gruz T.: A fizikai kémia alapjai. Műszaki könyvkiadó Budapest 1963.
- [5] Вукалович М.П. - Новиков И.И.: Техническая термодинамика. Госэнергоиздат. Москва - Ленинград. 1952.
- [6] Кутателадзе С.С. - Боришанский В.М. : Справочник по теплопередаче. Госэнергоиздат. Москва - Ленинград. 1959.
- [7] Варгафтик Н.В.: Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей. Физматгиз. Москва. 1963.

Érkezett: 1965. ápr. 23.

KFKI Közl. 13.évf. 5.szám, 1965.

A DIFENIL-DIFENILMETÁN EUTEKTIKUS ELEGY HŐVEZETÉSI TÉNYEZŐJÉNEK ÉS VISZKOZITÁSÁNAK MÉRÉSE A HŐMÉRSÉKLET FÜGGVÉNYÉBEN

Irta: Szabados László

Összefoglalás

A difenil-difenilmetán eutektikus elegy és egy szovjet gázolaj hővezetési tényezőjének mérését végeztük el 20-200 C° hőmérsékleti intervallumban és az eredményeket 400 C°-ig extrapoláltuk. A mérésre egyszerű instacionär módszert használtunk, amellyel egy mérés során, széles hőmérséklet határok között meg lehet mérni folyadékok hővezetési tényezőjét. A viszkozitást Höppler-féle viszkoziméterrel mértük 20-150 C° között. Az eredményeket a Bacsinszki-egyenlettel extrapoláltuk 400 C°-ig.

Bevezetés

Folyadékok hővezetési tényezőjének mérésére szolgáló számos stacionär és instacionär mérési módszer közül egy nagyon egyszerű módszert választottunk [1].

Hővezetési tényező méréseknél, magas hőmérsékleteken, fellépő konvekció meghamisítja a mérést. Emiatt a mérés felső határa az ún. "rés-módszereknél" ~ 250 C°. Az ún. "fűtött szál" módszerrel a mérés felső határa 400 C°-ig is kiterjeszhető [2].

Közvetett módszerekkel, amilyen például a hőaktivitási tényező mérése [4], ahol a folyadék fajhőjének és fajsúlyának ismeretében számítható a hővezetési tényező, ugyancsak magas hőmérsékletekig lehet méréseket végezni.

Cikkünkben ismertetett mérési eljárás segítségével 200 C° - ig végeztünk méréseket. Előnye a módszernek, hogy egy mérés során széles hőmérséklet határok között, a hővezetési tényezőt a hőfok függvényében lehet meghatározni.

A 20-200 C° között kapott mérési eredményeket 400 C°-ig extrapoláltuk.

A viszkozitás mérésére Höppler-féle precíziós viszkozimétert használtunk 20-150 C° hőmérsékleti intervallumban. A méréseket difenil-difenilmetánra /DDM/ és egy szovjet gázolajra^{*/} végeztük el. Kísérletek tanúsága szerint [3] organikus folyadékok viszkozitási adatai jól korrelálhatók a Bacsinszkij-egyenlettel. Ez tette lehetővé, hogy az eredményeket 150-400 C° hőmérséklet határok között biztonságosan extrapolálhassuk.

1/ Hővezetési tényező mérése

A feladat megfogalmazása és a mérőberendezés leírása

A mérőberendezés lényege egy kis vörösréz tartályba helyezett vörösréz henger, a két henger között keskeny réssel / 1. ábra /. Erre a rendszerre felírjuk a hővezetés differenciálegyenletét időfüggő alakban. A differenciál-egyenlet peremfeltételeit a folyadékréteg külső és belső felületén mért hőmérséklettel adjuk meg. A külső hengerre szerelt villamos fűtőtesttel állandó hőáramot biztosítunk. A mérés során azt az időt mérjük, amely alatt a folyadékréteg belső felületének hőmérséklete eléri a külső felület hőmérsékletét.

A megoldásnak a hővezetési tényezőre kifejezett egyszerűsített alakja a következő:

$$\lambda = \frac{m_r c_r + \frac{1}{2} mc}{\frac{F_1}{\delta_1} + \frac{F_2}{\delta_2}} \cdot \frac{1}{\Delta \tau} (1 + \varepsilon) \quad //$$

ahol

m_r, c_r - a belső rézhenger sulya, ill. fajhője;

m, c - a vizsgált folyadék sulya, ill. fajhője;

$F_1 = \pi(2R_1 + \delta_1) \cdot l$ - a folyadékréteg közepes felülete; R_1 a belső rézhenger sugara, δ_1 folyadékréteg vastagsága;

$F_2 = 2\pi R^2$ - a homloklapok területe. / δ_2 a folyadékréteg vastagsága a homloklapfelületeken/;

$\Delta \tau$ = a hőmérséklet időközése;

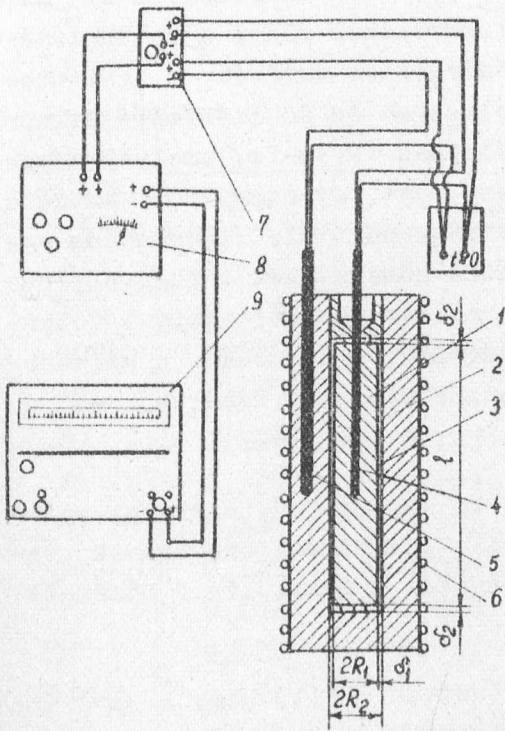
$\varepsilon = - \frac{1}{2\Delta t} \frac{\Delta t}{d\tau} \Delta \tau$ - korrekció, a fűtősebesség változására; Δt a hőmérsékletkülönbség a folyadékréteg külső, ill. belső felületén.

^{*/} Összetétel: parafinkötésű C 41,6 %, naftéinkötésű C 42,9 %, aromáskötésű C 15,5 %.

Az /1/ egyenlet a következő feltételek mellett érvényes:

- 1/ A folyadékréteg külső és belső felülete izotermikus.
- 2/ A folyadékréteg vastagsága a belső henger átmérőjéhez képest kicsiny.
- 3/ A hőmérsékletváltozás a vizsgált folyadékban monoton.
- 4/ A folyadékban nincsen konvekció.
- 5/ A folyadék hővezetési tényezője sokkal kisebb, mint a réz hővezetési tényezője.

A mérőberendezést /1. ábra/ úgy építettük meg, hogy a fenti feltételeknek megfeleljen. Az izotermikus hőmérsékleteloszlást azzal valósítottuk meg, hogy a mérőhengereket vörösrézből készítettük, amely az 1/ és 5/ feltételt is kielégíti. A folyadékréteg vastagsága az oldal és homloklapfelületeken egyaránt 1 mm. Ezzel a geometriai mérettel a 2/ és 4/ feltételeket elégítettük ki. A 3/ feltétel a megfelelő hőáram kiválasztását jelenti, amelyet kísérleti tapasztalatok alapján határoztunk meg.



1. ábra

A mérőberendezés sematikus rajza.
Méretek:

$$2R_1 = 2 \cdot 10^{-2} \quad [m]$$

$$l = 8 \cdot 10^{-2} \quad [m]$$

$$\delta_1 = \delta_2 = 1 \cdot 10^{-3} \quad [m]$$

A mérőberendezés sematikus rajza az 1. ábrán látható. Az 1 és 2 vörösréz hengereket az ábrán látható módon távolságtartó tűk segítségével szereltük össze. A méretek tűrése kisebb, mint 0,01 mm, így a 3 rés geometriai méreteltéréséből adódó hiba kicsiny. A 4 és 5 nikkelkrom-nikkel termoelemet a rézhengerekbe süllyesztett furatokba helyeztük. A termoelemekben ébredő elektromotors erő néhány század foknak megfelelő egyezést mutatott az egész mérési intervallumban. Az átkapcsolást az egyik termoelemről a másikra a 7 kapcsoló segítségével végeztük. Hiteles

feszültséget a 8 potenciométeren állítottunk be, amelyben 0,2 osztályu millivoltmérő van. A potenciométerhez érzékeny galvanométert kapcsoltunk. A rendszer fűtését a 6 villamos fűtőtesttel biztosítottuk, amelyet stabilizátorról járattunk.

Kísérlet és kísérleti eredmények

A kísérlet - a legfontosabb paraméter - a ΔT idő meghatározására irányul. A mérés a mérőfolyadék betöltése után kezdhető, amikor a rendszer termodinamikai egyensúlyban van. A mérést a következőképpen hajtjuk végre: bekapcsoljuk a 6 fűtőtestet és a fűtőfeszültséget az egész mérés során állandó értéken tartjuk. A 8 potenciométeren beállítunk egy feszültséget, amely a kívánt hőmérséklethez tartozik. A 7 kapcsoló ekkor az 5 termoelemet kapcsolja a mérőműszerekhez. Amikor a hőmérséklet értéke eléri a potenciométeren beállított feszültséghez tartozó hőmérséklet értékét, a 9 galvanométer fénymutatója áthalad a nullahelyzeten. Ebben a pillanatban bekapcsoljuk az időmérőt és a 7 kapcsolóval átkapcsolunk a 4 termoelemre. Amikor a hőmérséklet értéke a 4 termoelemen eléri a potenciométeren beállított feszültséghez tartozó hőmérséklet értékét, a galvanométer fénymutatója ismét áthalad a nulla helyzeten és az időmérőt kikapcsoljuk. A mérési eredmény ahhoz a hőmérséklethez tartozik, amelyet a potenciométeren beállítottunk. A potenciométert most egy magasabb értékre állítjuk be és a mérést hasonló módon ismét végrehajtjuk. Ilyen módon egy meghatározott fűtéssel a hővezetési tényezőt a hőmérséklet függvényében kapjuk meg. A hőmérsékletkülönbség a két termoelem között, amely a folyadékra kéreg külső és belső felülete közötti hőmérsékletkülönbség, a galvanométer milliméterskáláján az idő függvényében leolvasható, amelyből az ϵ korrekció számítható. Az ϵ értéke $\sim 1\%$.

A Δt hőmérsékletkülönbség kezdetben gyorsan nő, elér egy maximális értéket, majd fokozatosan, lassan csökken. A mérési eredmények tanulmányozásából kitűnik, hogy helyes eredményeket a maximális hőmérsékletkülönbség után kapunk.

A teljes mérési intervallumban biztosítani kell, hogy a $GrPr < 1000$ feltétel teljesüljön. Ebben az esetben a folyadékra kéregben természetes konvekció nem lép fel [2]. Ez a feltétel a Δt hőmérsékletkülönbség értékét korlátozza. A számításokat a vizsgált folyadékokra elvégeztük. A hőmérsékletkülönbség az egész hőmérsékleti intervallumban ez alatt maradt. A berendezés hitelesítését glicerinnel végeztük. Az eltérés a táblázatos adatoktól [4] - 1% /2. ábra/.

Az /1/ egyenlet számításra alkalmas alakban:

$$\lambda = \frac{3600 \cdot D}{N} \cdot \frac{1}{\Delta T} (1 + \epsilon) \quad /2/$$

ahol

$$N = \frac{F_1}{\delta_1} + \frac{F_2}{\delta_2} = 5,85 \quad \text{-- geometriai állandó}$$

$$D = m_r C_r + \frac{1}{2} mc \quad \text{-- hőmérséklettől függő együttható.}$$

$D = f/t/$ függvényt, a hitelesítő folyadéokra, a difenil-difenilmetánra /DDM/ és a gázolajra kiszámítottuk és a hővezetési tényező számítására ezt használtuk fel.

1. táblázat

$t [C^\circ]$	$\lambda [kcal/mó C^\circ]$		$t [C^\circ]$	$\lambda [kcal/mó C^\circ]$	
	DDM	Gázolaj		DDM	Gázolaj
20	1,130	1,107	220	0,109	0,085
30	0,129	0,106	230	0,108	0,084
40	0,128	0,105	240	0,107	0,083
50	0,127	0,104	250	0,106	0,082
60	0,126	0,103	260	0,105	0,081
70	0,125	0,102	270	0,104	0,080
80	0,124	0,101	280	0,103	0,079
90	0,123	0,099	290	0,102	0,078
100	0,122	0,098	300	0,101	0,077
110	0,121	0,097	310	0,100	0,076
120	0,120	0,096	320	0,099	0,075
130	0,119	0,095	330	0,098	0,074
140	0,118	0,094	340	0,097	0,072
150	0,116	0,093	350	0,096	0,071
160	0,115	0,092	360	0,095	0,070
170	0,114	0,091	370	0,094	0,069
180	0,113	0,090	380	0,093	0,068
190	0,112	0,089	390	0,092	0,067
200	0,111	0,088	400	0,091	0,066
210	0,110	0,087	-	-	-

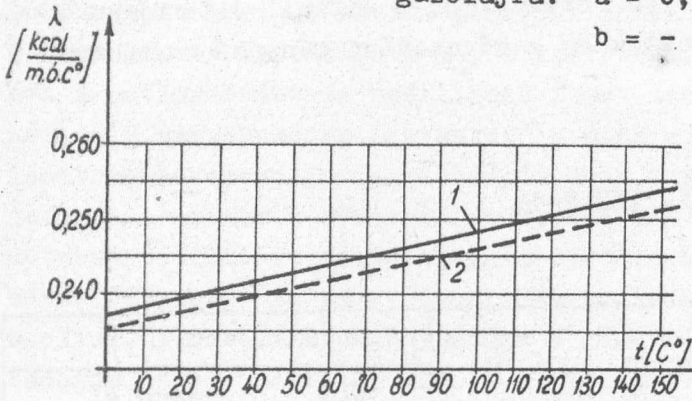
A mérési eredményekre a legkisebb négyzetek módszerével

$$\lambda = a + b \cdot t$$

/3/

alaku függvényt illesztettünk, ahol

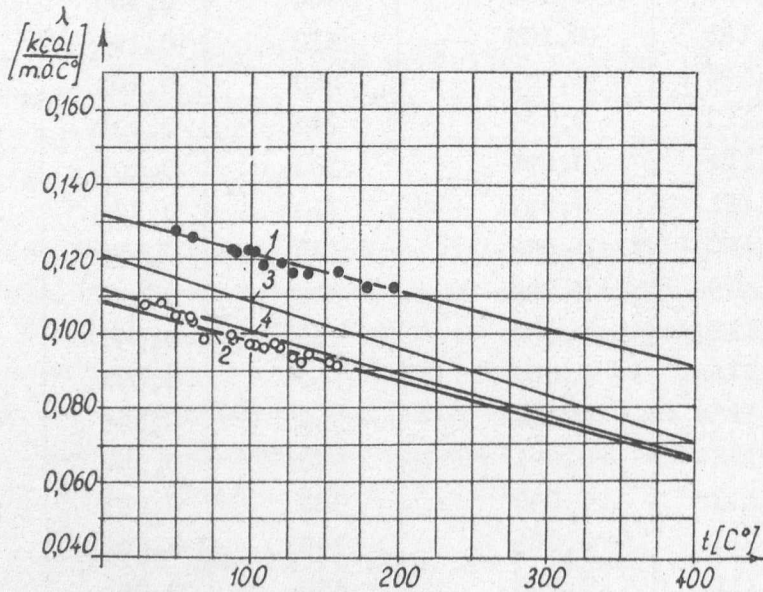
DDM-re: $a = 0,132$
 $b = -1,024 \cdot 10^{-4}$
 gázolajra: $a = 0,109$
 $b = -1,080 \cdot 10^{-4}$



2. ábra

A hitelesítő mérés glicerinnel
 1 - [6] adatai
 2 - hitelesítő mérés adatai

Az 1. táblázatban a hővezetési tényezőnek a /3/ egyenlettel számolt értékei találhatóak 20 - 400 C° hőmérsékletintervallumban. A táblázat adatait a 3. ábrára rajzoltuk fel. Összehasonlítás céljából az ábrán szerepel még néhány organikus hűtőközeg hővezetési tényezője. A mérés maximális relatív hibája 3%.

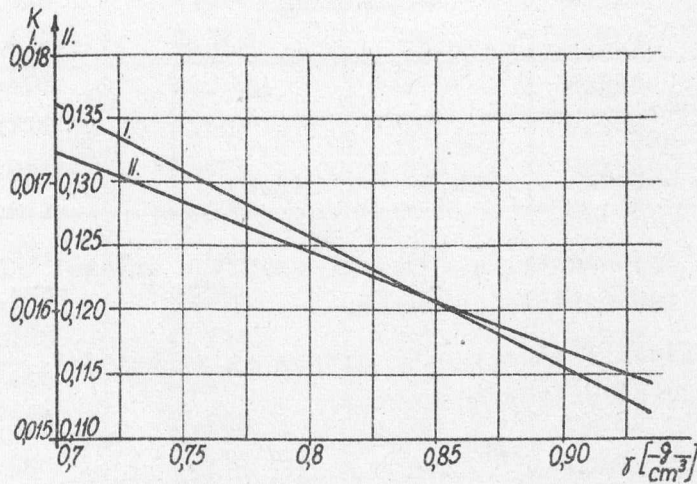


3. ábra

A DDM, a gázolaj és néhány más szerves hűtőközeg hővezetési tényezője a hőfok függvényében
 1 - DDM; 2 - gázolaj; 3 - difil [5]; 4 - monoizopropil-difenil [6]

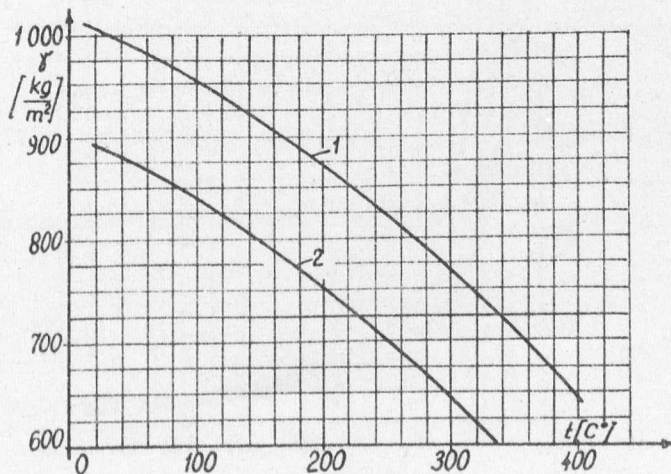
II. Viszkozitás mérése

A precíziós BH Höppler viszkoziméter az "eső-súly" elvén működő viszkoziméterek családjába tartozik. Hat különböző átmérőjű üveg ill. fémgolyó tartozik a műszerhez. A mérőhossz 100 mm. A méréshatár 0,5-80.000 cP, ill. - 60 ÷ 150 C^o. A műszer saját fűtőtesttel vagy ultra-termosztáttal fűthető. Mérés során a golyó τ esési idejét mérjük másodpercekben. Ismerni kell még a golyóállandót a fajsúly függvényében / 4. ábra/, valamint a fajsúlyt a hőmérséklet függvényében /5. ábra/. Ezek ismeretében a viszkozitást cP-ban a következő egyenletből kapjuk:



4. ábra

Összefüggés a golyóállandó és a folyadék fajsúlya között
I golyó; II golyó



5. ábra

A DDM és a gázolaj fajsúlya a hőmérséklet függvényében
1 - DDM; 2 - gázolaj

$$\eta = \tau K [\text{cP}] \quad /4/$$

ahol τ - az esési idő /sec/
 K - a golyóállandó /4. ábrából/

A méréseket DDM-re és a szovjet gázolajra végeztük el 20-150 C° között. A mérési pontokra a Bacsinszkij-egyenlet

$$\eta = \frac{A}{(\alpha + t)^n} \quad /5/$$

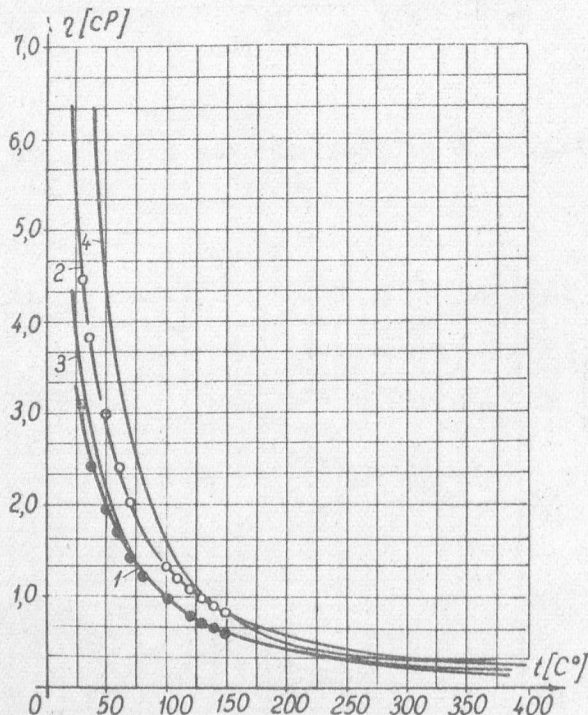
felhasználásával görbét illesztettünk. Az egyenlet konstansait a 2. táblázatban foglaltuk össze.

2. táblázat

Anyag	A	α	n
DDM	76,45	9,47	0,974
Gázolaj	891,5	16,83	1,371

A /5/ egyenlettel számolt viszkozitás értékek 20-400 C° intervallumban a 3. táblázatban láthatók.

A táblázat értékeit a 6. ábrába rajzoltuk fel, néhány más organikus folyadék viszkozitás adataival.



6. ábra

A DDM és gázolaj viszkozitása hőmérséklet függvényében
 1 - DDM; 2 - gázolaj; 3 - difil [5] 4 - monoizopropil-dipfenil [6]

3. táblázat

t [C°]	Viszkozitás [CP]		t [C°]	Viszkozitás [CP]	
	DDM	Gázolaj		DDM	Gázolaj
20	-	6,531	220	0,418	0,495
30	-	4,569	230	0,400	0,468
40	-	3,504	240	0,383	0,443
50	2,074	2,806	250	0,367	0,421
60	1,677	2,318	260	0,353	0,400
70	1,407	1,960	270	0,340	0,381
80	1,212	1,688	280	0,328	0,363
90	1,066	1,475	290	0,316	0,347
100	0,951	1,305	300	0,306	0,332
110	0,859	1,166	310	0,296	0,318
120	0,783	1,051	320	0,286	0,305
130	0,720	0,954	330	0,278	0,293
140	0,666	0,871	340	0,268	0,282
150	0,620	0,801	350	0,262	0,272
160	0,580	0,739	360	0,255	0,262
170	0,544	0,685	370	0,248	0,253
180	0,513	0,638	380	0,241	0,244
190	0,486	0,596	390	0,235	0,236
200	0,461	0,559	400	0,229	0,228
210	0,438	0,526			

Az illesztés átlagos hibája: DDM: 1,50 %
gázolaj: 1,45 %
A mérés maximális relatív hibája : 2,5 %

I r o d a l o m

[1] Отчет № IO3. Московский Энергетический Институт АН СССР.

- [2] Керженцев В.В.: Экспериментальное исследование теплопроводности этилового спирта и высокотемпературного теплоносителя - даутерма. Труды Московского Ордена Ленина Авиационного Института. Оборонгиз. 1955.
- [3] Копылов Н.Н.: Вязкость бензина Б-70, керосина Т-1 и топлива Т-5, в жидкой и газовой фазах при повышенных температурах. Теплофизические свойства некоторых авиационных топлив в жидком и газообразном состоянии. Оборонгиз. 1961.
- [4] Филиппов Л.П.: Методика измерения коэффициента тепловой активности жидкостей. Инженерно-физический Журнал. Том III. 1962.
- [5] Кутателадзе С.С. - Боршанский В.М.: Справочник по теплопередаче. Госэнергоиздат. 1959. Москва - Ленинград.
- [6] Варгафтик Н.Б.: Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей. Физматгиз. 1963. Москва.

Érkezett: 1965. márc. 23.

KFKI Közl. 13. évf. 5.szám, 1965.

A DIFENIL-DIFENILMETÁN EUTEKTIKUS ELEGY FAJSULYÁNAK MÉRÉSE A HŐMÉRSÉKLET FÜGGVÉNYÉBEN

Irta: Szabados László, Bollók Lajos és Török Antal

Összefoglalás

Az Archimedes-törvény alapján működő berendezés segítségével megmértük a difenil-difenilmetán eutektikus elegy és egy szovjet gázolaj fajsúlyát a hőmérséklet függvényében, 20 - 400 C° hőmérsékleti intervallumban. A folyadékba merülő test sulyváltozását érzékeny elektromos nyomatékmérő segítségével feszültségmérésre vezettük vissza.

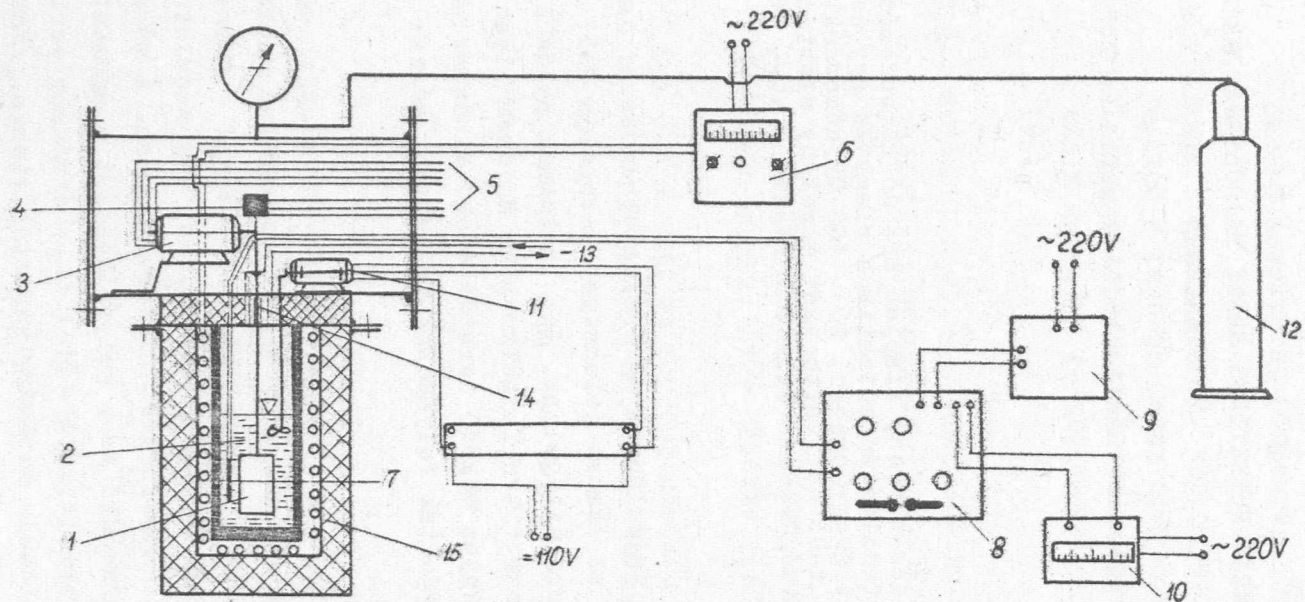
Bevezetés

Folyadékok fajsúlyának mérésére több módszer ismeretes. A mérések egyik csoportja azt az ismert jelenséget használja fel, hogy a folyadékok a hőmérséklet hatására kitágulnak. Ide tartoznak például az állandó és változó térfogatu piezometrikus fajsúlymérők. Majdnem ilyen gyakoriak az Archimedes-törvény alapján működő berendezések. Mindezek a módszerek megfelelő pontossággal megadják folyadékok fajsúlyát. Mérési pontosság 0,1 - 1% között van.

Kísérleteinkhez az Archimedes-törvény alapján működő berendezést építettünk. A mérőberendezés segítségével organikus reaktorhűtőközegek és kőolajszármazékok fajsulya megfelelő pontossággal mérhető. A méréseket difil^{*}/-ra, difenil-difenilmetánra és egy szovjet gázolajra^{**}/ végeztük el 20 - 400 C° hőmérsékleti intervallumban. A mérési pontosság 1%. A mérendő folyadékba merülő test sulyváltozását a nyomástartó térbe helyezett lineáris karakterisztikájú - $M = C \cdot U_g$ - érzékeny serleges motor segítségével feszültségváltozás mérésére vezettük vissza. /Fenti képletben: C - állandó; U_g -gerjesztőfeszültség./

*/ difil: difenil és difeniloxid eutektikus keveréke.

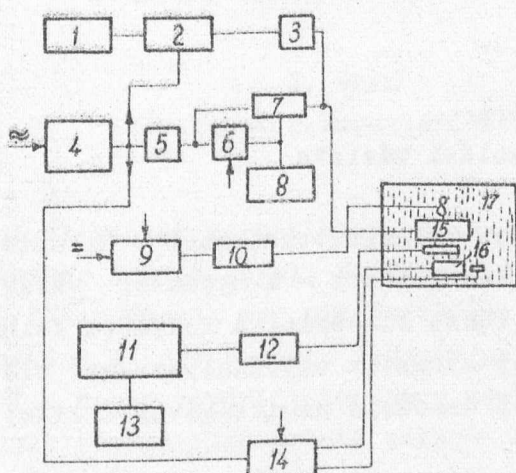
**/ Összetétel: parafinkötésű C 41,6 %, nafténkötésű C 42,9 %, aromáskötésű C 15,5 %.



1. ábra
A berendezés sematikus rajza

1/ A mérőberendezés leírása

A mérőberendezés sematikus rajza az 1. ábrán látható. Az 1 uszó a 2 edélybe töltött folyadékba merül. Az uszót vékony acélszalagon a 3 mérlegmotor tengelyére erősített mérlegkar egyik végére függesztettük fel. A mérlegkar másik vége a 4 szimmetrikusan megcsapolt tekercsbe nyulik. A tekercs az 5 helyzetmérő és nyomaték mérő egységhez tartozik. A folyadék fűtése a 6 hőfokszabályozón keresztül történik. A folyadék hőmérsékletét a 7 ellenálláshőmérővel mérjük, a 8 Wheatston hídból, a 9 tápegységből és a 10 tükrös galvanométerből összeállított mérőegység felhasználásával. A folyadék keverése a 11 elektrómotor segítségével történik. A szükséges nyomást a 12 nitrogénpalackból biztosítjuk. A folyadéktér felett egy kis kondenzátort - 14 - alakítottunk ki, amelyben a folyadékgő lecsapódik és visszakerül a mérőedénybe és így nem támadja meg a berendezés felső



2. ábra.

A mérés villamos blokkvázlata

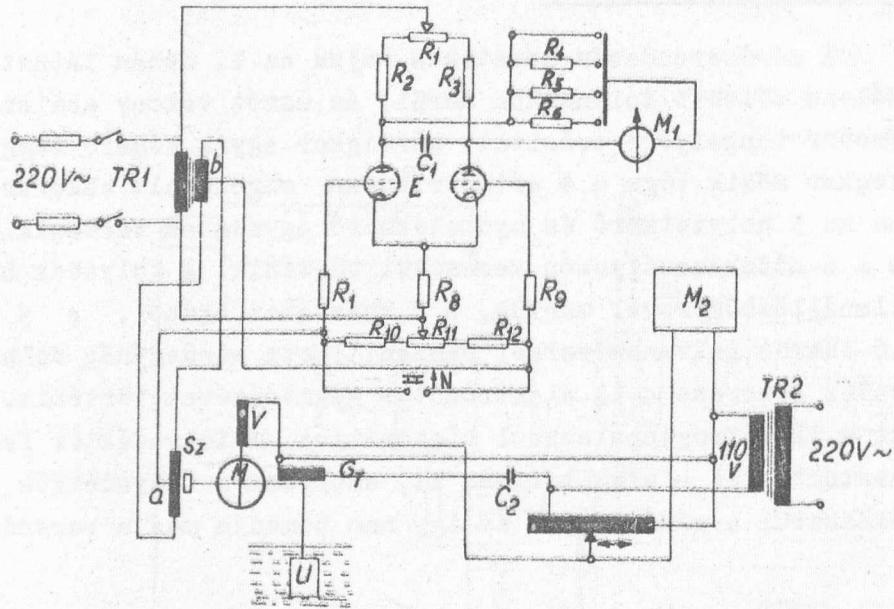
1 - nullindikátor műszer; 2 - erősítő + fázisdiszkriminátor; 3 - helyzetjelző; 4 - stabilizátor; 5 - transzformátor; 6 - toroid transzformátor; 7 - motor; 8 - mérőműszer; 9 - szabályozó ellenállás; 10 - keverő motor; 11 - Wheatstone-híd; 12 - ellenállás; 13 - galvanométer; 14 - hőmérséklet szabályozó; 15 - uszó; 16 - fűtőtest; 17 - tartály.

részében elhelyezett mérőegységeket. A hűtővizet a 13 csöveken keresztül áramoltattuk. A berendezést azbeszt szigeteléssel - 15 - láttuk el.

A mérés villamos kapcsolásának blokkvázlata a 2. ábrán, a nyomaték mérő rész kapcsolási vázlata a 3. ábrán látható.

A méréshez váltakozó áramu áramforrásként hálózati stabilizátort, egyenáramu áramforrásként akkumulátort használtunk.

A nyomaték mérő rész blokkvázlataiban szereplő motor kétfázisú szerleges forgórészű szervómotor, amelynek egyik tekercsét stabilizátorról állandó feszültséggel gerjesztettük, a másik tekercsére a tengelyen szükséges nyomatékknak megfelelő nagyságú vezérlőfeszültséget kapcsoltunk. A

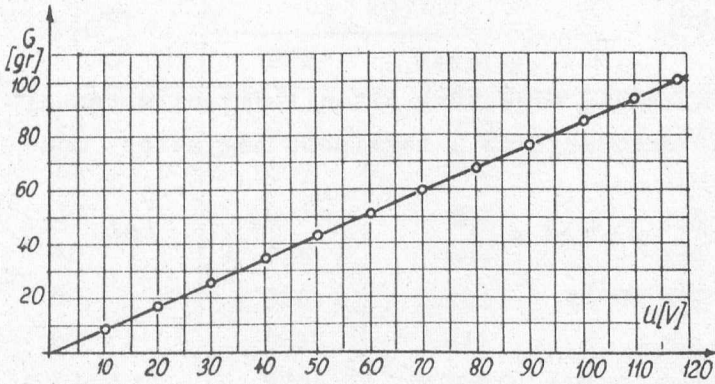


3. ábra
Nyomatékmérő kapcsolási vázlatja

motor üzemi tartományaként azt a szakaszt választottuk, ahol - állandó üzemi hőmérséklet és stabilizált gerjesztés mellett - a nyomaték vezérlőfeszültség összefüggés $M = C \cdot U_v$ alakú, tehát lineáris. A folyadék felhajtó erejéből származó nyomaték és a motor-nyomaték egyensúlyát egy eltolható vasmagu indukciós tekercsel működő érzékelő segítségével állítottuk be.

A nyomatékmérő kapcsolási vázlatja a 3. ábrán látható. Az M motor tengelyére erősített karon van a folyadék fajsúlyával arányos felhajtóerőt szolgáltató U uszó és a kar helyzetét érzékelő S_z szolenoidban szabadon elmozduló - ferritmag. A középmezcsapolásu S_z szolenoidot a TR 1 transzformátor táplálja. A transzformátor szekunder tekercsének középpontja és a szolenoid középmezcsapolása közötti feszültség nullával egyenlő, ha a mérlegkarra erősített ferritmag a szolenoid hossz tengelyének közepén helyezkedik el. Középhezletéből elmozdulva $(U_{ab}) > 0$ értéket kapunk. Az így kapott váltakozó feszültség polaritása a ferritmag elmozdulásának irányától függ. Az E kettős trióda a rácsaira jutó feszültséget felerősíti és fázisérzékenyen egyenirányítja. A C kondenzátor kapcsolóra csatlakozó M_1 indikátor-műszer a cső rácsaira érkező váltakozó feszültség amplitudójának megfelelő nagyságu és fázisának megfelelő polaritású egyenfeszültséget mér. Az indikáció érzékenysége az $R_4 - R_6$ előtét-ellenállásokkal változtatható. A T toroid transzformátorral addig kell változ-

tatni a U vezérlőtekerésre jutó feszültséget, amíg a motor nyomatéka egyenlő nem lesz a folyadék felhajtóerejéből származó nyomatékkal. A nyomatékok egyenlőségét az M_1 műszer null-helyzete jelzi, amikor az M_2 műszerről leolvasható a pillanatnyi felhajtóerőnek megfelelő feszültség /4. ábra/. A mérés megkezdése előtt a fázisdiszkriminátor az



4. ábra

Mérlegmotor karakterisztika

súlyát szobahőmérsékleten. Ez a mérés nagy pontossággal végezhető piknométer segítségével. Kísérleteinkben a mérendő folyadék fajsúlyát 20 C°-on mértük meg piknométerrel és ez a mérés szolgált kiindulási adatként a berendezésen végzett mérésekhez. A mérlegmotor hitelesítésénél a motor vezérlőtekerésére adott feszültség - U_V - és a mérlegkar egyik végére függesztett súly - G - közötti összefüggést kerestük meg a mérlegkar vízszintes helyzete mellett. Ez a karakterisztika, vagyis az $U_V = f(G)$ függvény, egyenesnek adódott /4. ábra/. A mérést úgy kezdjük, hogy a mérlegkart vízszintesre állítjuk. Ekkor a helyzetmérő egység középállású csővoltmérője nulla helyzetben van. Ezután bekapcsoljuk a fűtést. A hőmérséklet növekedésével az uszó a folyadékba süllyed és a mérlegkar kimozdul vízszintes helyzetéből. Miután a hőmérséklet stabilizálódott, a mérlegmotorra adott feszültséggel a mérlegkart vízszintes helyzetbe hozzuk és a hőmérsékletet az ellenálláshőmérővel megmérjük. Ezek ismeretében a fajsúlyt a következő egyenletből számítjuk:

$$\gamma(t) = \frac{\gamma_{20} V_{20} - G(t)}{V(t)} \quad /1/$$

N gomb lenyomásakor az R_1 ellenállással nullázható. A kapcsolásban szereplő C_2 kondenzátor a gerjesztőtekerés áramának megfelelő fázistolást végzi.

2/ Mérés. Mérési eredmények

A méréshez ismerni kell a vizsgálandó folyadék faj-

ahol

- γ_{20} - a folyadék fajsúlya 20 C°-on [g/cm³]
- V_{20} - az uszó térfogata 20 C°-on [cm³];
- $V(t)$ - az uszó térfogata az adott hőmérsékleten [cm³];
- $G(t)$ - a mérlegmotorra adott feszültséghez tartozó uszósúly [gr] .

Méréseket 20 - 400 C° intervallumban végeztünk difenil-difenilmetánnal /DDM/ és gázolajjal. A mérési eredményekre a legkisebb négyzetek módszerével

$$\gamma(t) = a + bt + ct^2 \quad /2/$$

tipusu parabolát illesztettünk, amely DDM-re

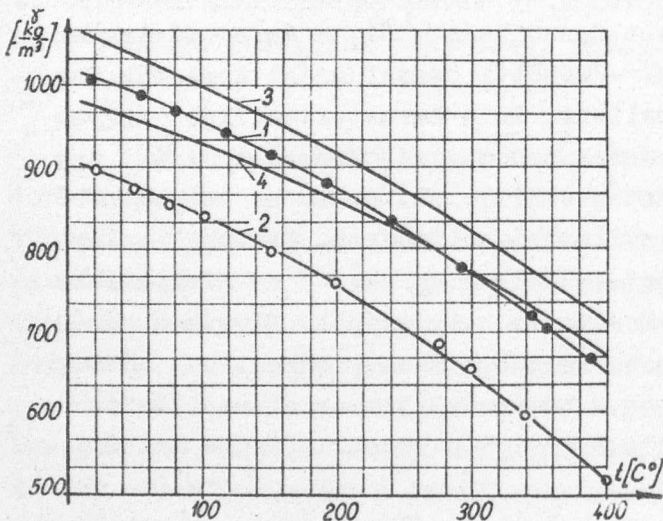
$$\gamma(t) = 1018 - 0,526t - 0,990 \cdot 10^{-3} t^2 \quad /3/$$

gázolajra

$$\gamma(t) = 907 - 0,530t - 1,120 \cdot 10^{-3} t^2 \quad /4/$$

numerikus egyenleteket adta.

A fajsúlynak a /3/, /4/ egyenletből számított értékei és a fajsúlygörbék a hőmérséklet függvényében az 1. táblázatban, illetve az 5. ábrán láthatók.



5. ábra

A DDM, a gázolaj és két másik organikus hűtőközeg fajsúlya
 1 - DDM; 2 - gázolaj; 3 - difenil [4]
 4 - monoizopropil-difenil [5]

Az illesztés maximális hibája 0,1 %. A mérés maximális relatív hibája 1 %.

A mérésben a legnagyobb hibát az uszó súlymérése és a hőmérsékletmérés okozhatja. A súlymérés átlagos hibája az egész mérési intervallumban néhány tized gramm. A 20 - 400 C° között végzett mérések során a mérlegmotor feszültsége 40 - 130 Volt között változott.

Homogén hőmérsékletet a folyadék keverésé-

1. táblázat

t [C°]	γ [kg/m ³]		t [C°]	γ [kg/m ³]	
	DDM	Gázolaj		DDM	Gázolaj
10	1013	902	210	864	746
20	1007	896	220	854	736
30	1001	890	230	845	726
40	995	884	240	835	715
50	986	878	250	825	704
60	983	871	260	814	693
70	976	864	270	804	682
80	970	857	280	793	671
90	963	850	290	782	659
100	956	843	300	771	647
110	948	835	310	760	635
120	941	827	320	748	623
130	933	819	330	737	610
140	925	811	340	725	597
150	917	802	350	713	584
160	908	794	360	700	571
170	900	784	370	688	558
180	891	775	380	675	554
190	882	766	390	662	530
200	873	756	400	649	516

vel biztosítottunk. A hitelesített ellenálláshőmérő ellenállását ötjegyű Wheatstone-hiddal és a hozzá kapcsolt érzékeny tükrös galvanométerrel mértük.

Az uszó térfogatváltozása a nyomás függvényében elhanyagolható, a hőmérséklet függvényében maximálisan 2 %-ot ér el, amelyet mint korrekciót, figyelembe vettünk.

I r o d a l o m

[1] Erdey-Gruz T., Prosz J.: Fizikai-kémiai praktikum. Tankönyvkiadó, Budapest, 1955.

- [2] Кириллин В.А. - Шейдлин А.Е.: Исследование термодинамических свойств веществ. Госэнергоиздат. Москва - Ленинград. 1963
- [3] Mihajev M.A.: A hőátadás gyakorlati számításának alapjai. Tankönyvkiadó, Budapest 1963.
- [4] Кутателадзе С.С. - Боршанский В.М.: Справочник по теплопередаче. Москва - Ленинград. 1959
- [5] Варгафтик Н.В.: Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей. Физматгиз. Москва. 1963

Érkezett: 1965. ápr. 23.

KFKI Köz1. 13.évf. 5. szám, 1965.

A DIFENIL-DIFENILMETÁN EUTEKTIKUS ELEGY FAJHÓJÉNEK KISÉRLETI MEGHATÁROZÁSA A HŐAKTIVITÁSI TÉNYEZŐ MÉRÉSÉVEL

Irta: Szabados László, Lőwy Ferenc, Török Antal és Németh Géza

Összefoglalás

Folyadékok hőaktivitási tényezőjét Filippov L.P. módszere alapján határoztuk meg [1]. A méréseket 20-400 C° hőmérsékleti intervallumban difenil-difenilmetánra és egy szovjet gázolajra végeztük el. A hőaktivitási tényező $\chi = \sqrt{\lambda c_p \gamma}$ - ismeretében a hővezetési tényező és a fajszuly más módon történő mérésével - a vizsgált folyadék fajhője számítható.

Bevezetés

A hőaktivitási tényező fogalmát / a második minszki konferencián "hőasszimilációs tényező" elnevezést kapta / Lükov A.B. vezette be [2]. A hőfizikában minden instacionárius esetben jelentkezik, amikor két szilárd test vagy szilárd test és folyadék közötti hőcsere konvekció nélkül, tisztán kondukción keresztül megy végbe. A folyamatot jellemző három hőfizikai paraméter, $\chi = \sqrt{\lambda c_p \gamma}$ alakban fordul elő, ahol λ - a hővezetési tényező; c_p - az állandó nyomáson vett fajhő; γ - a folyadék fajszulya.

A módszer lényege az, hogy kis hőtehetetlenségű platina fóliát /vastagsága: 0,01 mm; szélessége: 3 mm; hosszúsága: 80 mm / helyezünk a mérendő folyadékba és ω /esetünkben 50 Hz/ frekvenciával fűtjük. Az áram hőhatása következtében a fólia ellenállása az r_0 érték körül 2ω frekvenciával pulzál. Az ω frekvenciájú ellenálláskomponensen ω és 3ω frekvenciájú feszültségeket hoz létre, amelyeknek amplitudóját a fólia kis hőtehetetlensége miatt a folyadék hőfizikai jellemzői határozzák meg.

A mérés lényege az, hogy a fóliát Wheatstone-hid egyik ágába kapcsoljuk, s a hidat ω frekvenciára kiegyenlítjük. A kiegyenlített hidágban szelektív mérőrendszer segítségével mérjük meg a 3ω frekvenciájú jel H_3 amplitudóját. Az r_0 fólia-ellenálláson eső / ω frekvenciájú/ feszültséghez hozzáadódik az ellenállás-pulzáció miatt keletkező ω frekvenciájú jel, s bár ez utóbbi amplitudója nagyságrendekkel kisebb, az általa okozott kismértékű fázistolást érzékeny kiegyenlítés esetén kompenzálni kell.

Ismerve a fólia ellenállásának hőfokfüggését, az ω frekvenciájú feszültségesség mérése, az átfolyó áram állandósága mellett, alkalmas a hőmérséklet meghatározására.

A hőaktivitási tényező, a fólia méretei és a villamos jellemzők közötti függvénykapcsolatot a hővezetés differenciálegyenletének megoldásából kapjuk.

Filippov módszerét [1] annyiban fejlesztettük tovább, hogy a χ -át 20-400 C° között, a hőmérséklet függvényében határoztuk meg. Ehhez építettünk egy magashőmérsékletű termosztátot. A hőfokfüggés miatt a feladat elméleti része, de a mérés metodikája is bizonyos mértékig módosult.

Elvi és gyakorlati jelentőségű tény, hogy a mérést a természetes konvekció magas hőmérsékleteken sem zavarja, mivel a hőhullámok a fóliától számított 0,1 mm-en belül lecsillapodnak, azaz a folyamat a lamináris hátrétegen belül játszódik le. Ilyen módon a hőaktivitási tényező mérésével például a hővezetési tényező biztonsággal számítható. Ez az impulzusüzemű mérés hasonló előnyt jelent folyadékok fajhőjének mérésénél is, figyelembe véve a stacionárius módszereknél jelentkező nehézségeket, amelyek a bevitt hőmennyiség nagyságának és az ennek hatására létrejövő hőmérsékletnövekedésnek a pontos méréséből adódnak.

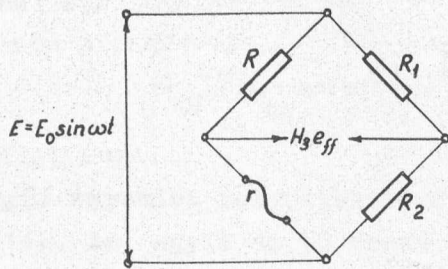
A hőaktivitási tényező mérésével, ha a három hőfizikai paraméter közül kettőt ismerünk, a harmadik számítható.

Mi, a χ mérésével a vizsgált folyadék fajhőjét határozzuk meg 20-400 C° között, mivel a hővezetési tényező és fajsúly értékeit a két vizsgált folyadékra - difenil-difenilmetán és gázolaj - a fenti hőmérsékletintervallumban más mérési módszerrel meghatároztuk.

Cikkünkben először a hővezetés differenciálegyenletének megoldásával előállítjuk a számításhoz szükséges összefüggéseket, majd ismertetjük a mérőberendezést, a mérés kiértékelésének módját és a mérési eredményeket.

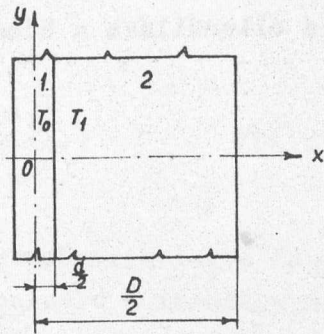
1/ A feladat megfogalmazása és megoldása

A feladat matematikailag a hővezetés differenciálegyenletének megoldását jelenti. Az alkalmazott jelölések az 1. és 2. ábrán láthatók.



1. ábra

A fólia kapcsolása Wheatstone-hidban.



2. ábra

Jelölések az elméleti számításokhoz

A hővezetés differenciálegyenlete a fóliára:

$$\frac{\partial T_0(x, t)}{\partial t} = \alpha_0 \frac{\partial^2 T_0(x, t)}{\partial x^2} + \frac{0,8604 E_0^2 r_0}{2(R+r_0)^2 l d C_0 \gamma_0} (1 - \cos 2\omega t) \quad /1/$$

és a folyadékra

$$\frac{\partial T_1(x, t)}{\partial t} = \alpha_1 \frac{\partial^2 T_1(x, t)}{\partial x^2} \quad /2/$$

Kezdeti feltétel:

$$T_0(x, 0) = T_1(x, 0) = \text{áll.} \quad /3/$$

Peremfeltételek:

$$\left. \frac{\partial T_0}{\partial x} \right|_{x=0} = 0$$

$$T_0\left(\frac{d}{2}, t\right) = T_1\left(\frac{d}{2}, t\right)$$

$$\lambda_0 \left. \frac{\partial T_0}{\partial x} \right|_{x=\frac{d}{2}} = \lambda_1 \left. \frac{\partial T_1}{\partial x} \right|_{x=\frac{d}{2}} \quad /4/$$

$$T_1\left(\frac{D}{2}, t\right) = 0$$

Fenti egyenletekben

$$\alpha_0 = \frac{\lambda_0}{C_0 \gamma_0} ; \quad \alpha_1 = \frac{\lambda_1}{C_1 \gamma_1} = \quad \text{a fólia ill. folyadék}$$

hőmérsékletvezetési tényezője.

A fólia ellenállása a hőmérséklet függvényében:

$$r_o = r_{oo} [1 + \alpha (\theta + \vartheta)]$$

Ha

$$r_o = r_{oo} (1 + \alpha \theta)$$

akkor

$$r = r_o + r_{oo} \alpha \vartheta$$

ahol

r_{oo} = a fólia ellenállása 0 C^o-on;

r_o = a fólia ellenállása θ C^o-on;

ϑ = a hőmérséklet pulzáló része.

Az /1/, /2/ differenciálegyenlet-rendszert Laplace-transzformáció segítségével oldjuk meg.

A megoldást a hőmérséklet pulzáló részére a következő alakban kaptuk / fóliára/:

$$\vartheta(t) = a \cdot \sin 2\omega t + b \cdot \cos 2\omega t \quad /5/$$

ahol

$$a = \frac{0,8604 E_{eff}^2 r_o (\lambda + b)}{2Ll\sqrt{\omega} (R+r_o)^2 \cdot (2\lambda^2 + 2\lambda b + b^2)}$$

$$b = \frac{0,8604 E_{eff}^2 r_o \cdot \lambda}{2Ll\sqrt{\omega} (R+r_o)^2 \cdot (2\lambda^2 + 2\lambda b + b^2)}$$

A feszültségesést a fólián az 1. ábra alapján a következőképpen írhatjuk fel:

$$H = \frac{r}{R+r} E; \quad E = E_o \cdot \sin \omega t \quad /6/$$

Az $\frac{r}{R+r}$ az $r = r_o$ helyen Taylor-sorba fejtjük. A Taylor-sor első két tagját megtartva a /6/ egyenlet a következő alakba írható:

$$H_{eff} = \frac{r_o E}{R+r_o} + \frac{r_o E}{R+r_o} \times \frac{r_{oo} R \alpha}{r_o (R+r_o)} \cdot \vartheta(t)$$

vagy

$$H_{eff} = H_{1eff} \sin \omega t + H_{1eff} \frac{r_{00} R \alpha}{(R + r_0)} \vartheta(t) \cdot \sin \omega t \quad /7/$$

Az /5/ egyenlet helyettesítésével a /7/ egyenlet második tagja két részre bomlik. Az egyik az 50 Hz-es harmonikusnak a pulzáló hőmérséklethez tartozó amplitudója, amely azonban H_{1eff} -hez képest elhanyagolható, a másik része a harmadik harmonikus amplitudóját adja és ez a következő:

$$H_{3eff} = \frac{0,8604 \cdot R \alpha \cdot r_{00}}{4Ll \sqrt{\omega}} \cdot \frac{H_{1eff}^3}{r_0^2 (R + r_0)} \cdot \frac{1}{\sqrt{2x^2 + 2xb + b^2}} \quad /8/$$

vagy rendezés után

$$2x^2 + 2xb + b^2 = \frac{k^2}{y^2} \quad /9/$$

ahol

$$k = \frac{0,8604 \cdot R \cdot \alpha \cdot r_{00}}{4Ll \sqrt{\omega}} \quad /10/$$

$$y = \frac{H_{3eff} r_{00}^2 (R + r_0)}{H_{1eff}^3} \quad /11/$$

Az egyenletek Filippov egyenleteivel teljes egyezést adnak, ha a hőaktivitási tényezőt egy adott hőmérsékleten akarjuk meghatározni. Az ellenállások ugyanis, akkor értelemszerűen ahhoz az adott hőmérséklethez tartoznak. Két ismert folyadék mérésével a /9/ egyenlet ismeretlen k és b együtthatói meghatározhatók és ezzel bármely ismeretlen folyadék hőaktivitási tényezője $-y$ mérésével - számítható.

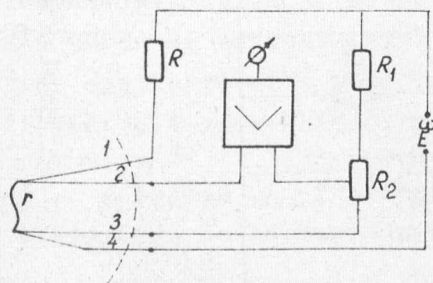
2/ A mérőberendezés leírása

A mérőberendezés sematikus rajza a 3. ábrán látható. Az 1.fóliát az ábrán jelölt módon a 2 termosztátba helyezük, a mérőfolyadék betöltése után. A termosztát fűtését a 4 fűtőtesttel végezzük. A fűtést és az 5 termoelemet a 6. hőmérsékletszabályozóhoz kapcsoljuk. A szükséges nyomást a gőznyomásnál néhány atmoszférával nagyobb nyomást/ a 8 szelepen keresztül a 9 ballonból biztosítjuk és a 10 manométeren regisztráljuk. A fóliát

Ezért a kiegyenlítődő erősítőn keresztül oszcilloszkópon, ill. műszeren ellenőrizzük, hogy a maradék jel a megengedett érték alatt van-e / esetünkben néhány mV/. A C kondenzátor segítségével a fólia fáziseltolása kompenzálható. A fázistolás hőfokfüggő, ezért a mérendő hőmérséklettartománynak megfelelően fokozatosan változtatható kondenzátorszekrényt építettünk be. Két mennyiséget kell mérni: a fólián lévő ω frekvenciájú jel H_1 és a 3ω jel H_3 amplitudóját. A szigorú pontossági követelmények miatt a H_1 mérése kompenzációval történik, a következőképpen: az R_1 potencióméter segítségével az R_2 helipoton egy előre meghatározott U_H feszültséget állítunk be, amely a mérés során állandó marad. Értékét a 4 műszeren indikáljuk. Kiegyenlítéskor $U_1 = H_1$, amelynek értéke az helipotról leolvasható. U_H értékét a mérendő feszültségtartomány nagysága és a mérési pontosság követelményei szabják meg.

A H_3 mérése az 1 szelektív erősítővel történik. Az erősítő hitelesítésére szolgál a 2 generátor, amelynek frekvenciája mindig a mérendő H_3 frekvenciájával azonos.

A fólia ellenállása 0,4 - 0,8 Ohm között változik. A fólia kb. 2 m hosszúságu hozzávezetéssel csatlakozik a mérőberendezéshez. A hozzávezetési ellenállások kiküszöbölése céljából a csatlakozási pontok közvetlenül a fólián vannak. Kapcsolás az 5. ábrán látható. Eszerint az 1 szakasz az R , a 3 szakasz az R_2 , a 4 szakasz a tápfeszültségforrás mellett hanyagolható el. A 2 szakaszon, kiegyenlített állapotban nem folyik áram.



5. ábra

Az fólia kapcsolása a hidhoz

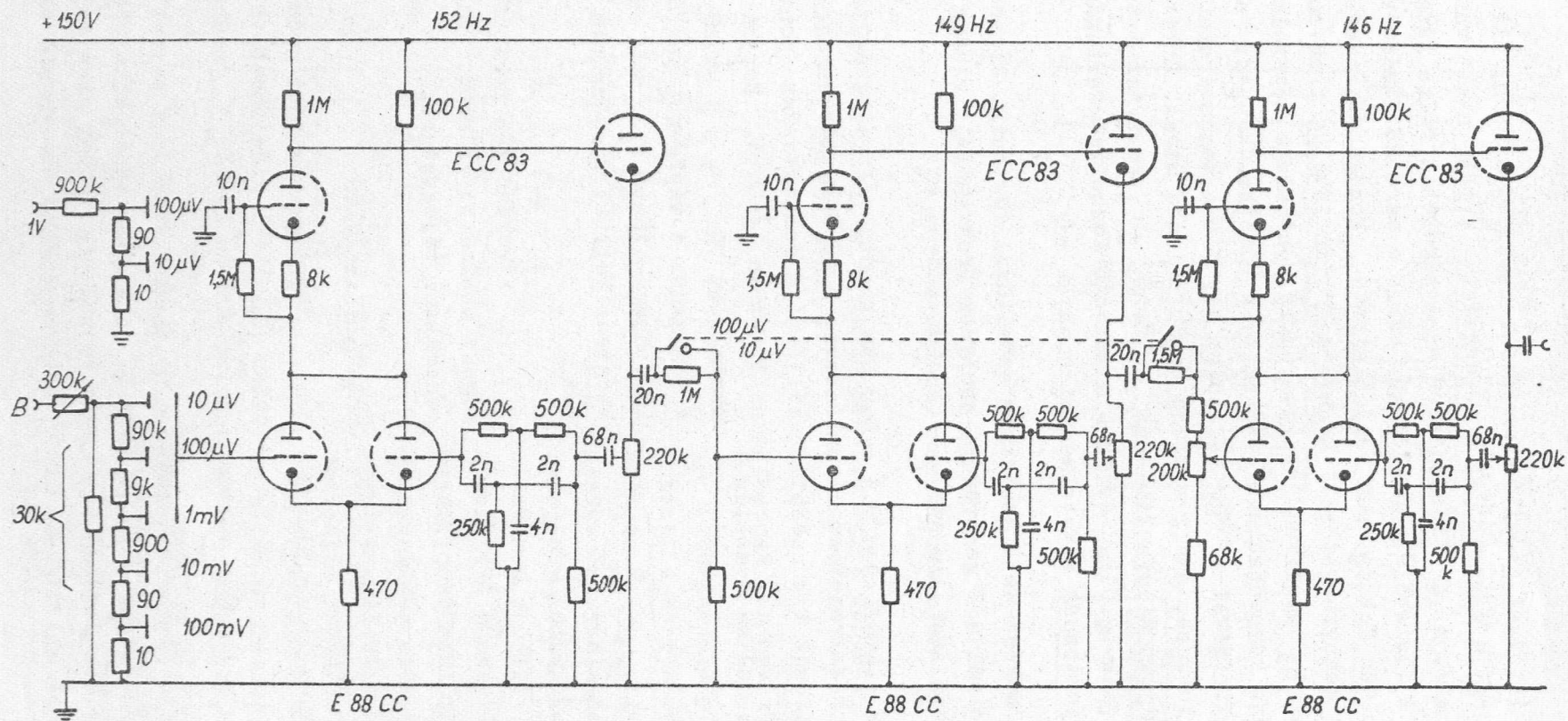
tív RC erősítő, a negatív visszacsatolás ágában kettős I szűrőkkel.

Az erősítő kapcsolási rajza a 6. ábrán látható. A kívánt mérési pontosság miatt szükséges volt az erősítő nonlineáritását kiküszöbölni. E célból az erősítő bemeneténél precíziós feszültségosztást alkalmaztunk, amely a bejövő jelet egy meghatározott értékre osztja le, vagyis az erősítő

Szelektív erősítő

A megvalósított erősítő Ku - csisz [3] által kifejlesztett szelek-

tív RC erősítő, a negatív visszacsatolás ágában kettős I szűrőkkel.



6. ábra

Szelektív erősítő kapcsolási rajza
 A - hitelesítés, B - mérés

mindig ugyanazon munkapontban dolgozik. A mért érték az osztóról olvasható le és pontossága ennek linearitásától függ.

Fentiek miatt az erősítő bemenetére mindig a minimálisan mérhető legkisebb jel jut, ami zaj szempontjából szigorú követelményeket jelent. A zajszintet az átvitt frekvenciasáv szűkítésével lehet csökkenteni, de a mérendő frekvencia változása megszabja a sáv szélesség minimális értékét. A másik problémát az okozza, hogy az erősítésnek az egész átviteli tartományban állandónak kell lennie, a határokon meredek erősítéscsökkenéssel.

A négyszögletes átviteli karakterisztikát három egymáshoz képest elhangolt erősítőfokozat valósítja meg: egy-egy a sávhatárokon, egy pedig a sávközépen.

Egy fokozat erősítése 300, az átviteli sáv 146-152 Hz, az erősítés változása ebben a sávban 3 %, amelynek hatása a mérési pontosságra hitelesítő generátor alkalmazásával, egy nagyságrenddel csökkenthető. Az erősítő bemenetére vonatkoztatott zajszint 10^{-7} V. Az állandó bemenőjel $10 \mu\text{V}$ ill. $100 \mu\text{V}$ - átkapcsolhatóan.

Hitelesítő generátor

A hitelesítő generátor a szelektív erősítő hitelesítésére szolgál. A kimenőjel amplitudója 1 V, frekvenciája mindenkor a H_3 feszültség frekvenciájával azonos. Mivel a tápláló jel frekvenciája esetünkben a hálózati 50 Hz és ez csak lassan változik az időben, ezért a hitelesítő generátor segítségével a rendszer kézbentartható, az erősítő paramétereinek esetleges változása ellenőrizhető. Az áramkör egyszerű és megbízható.

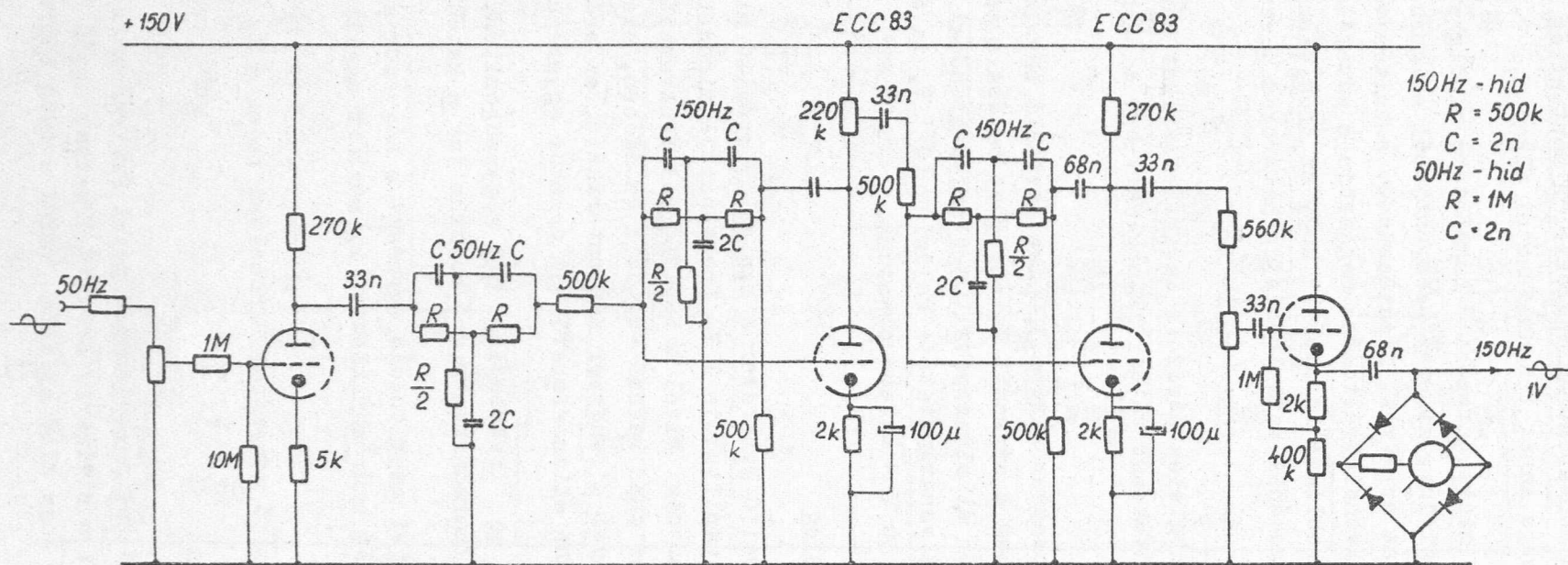
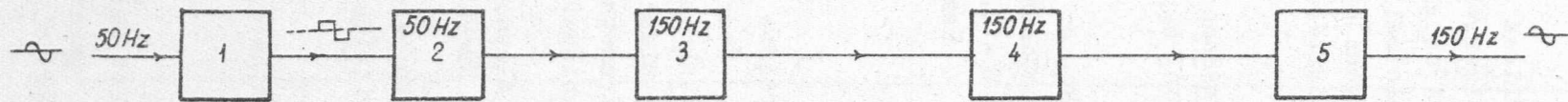
A bejövő ω frekvenciájú jel négyszögletesen, majd alapharmonikus elnyomó és felharmonikus szűrő körökön jut a katódkövetős kimenetre.

A kimenőjel amplitudója egyrészt a négyszögjelből való előállítás, másrészt a két szűrőkör közötti kismértékű amplitudó limitálás miatt nagyon stabil.

A hitelesítő generátor kapcsolási rajza a 7. ábrán látható.

Tápegységek

A mérendő μV nagyságrendű jelek frekvenciája a hálózat harmadik harmonikusa, ezért a szelektív erősítő érzékeny az 50 Hz-es zavarokra. Szükséges emiatt, hogy mind az anód-, mind a fűtő tápfeszültség jól szűrt



7, ábra

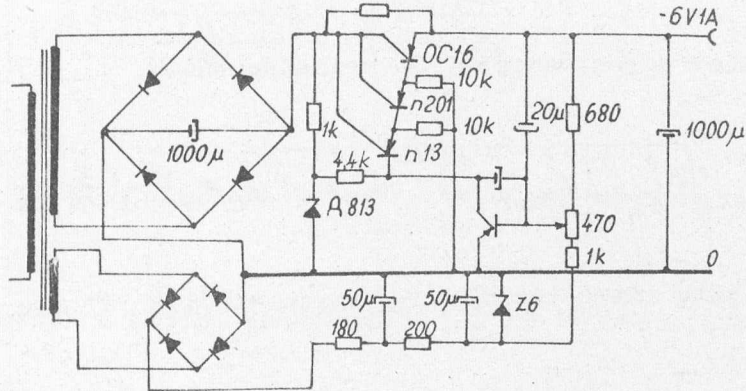
Hitelesítő generátor kapcsolási rajza

1 - négyszögösítő; 2 - sávzáró; 3 - szűrő + limiter; 4 - szűrő; 5 - katódkövető

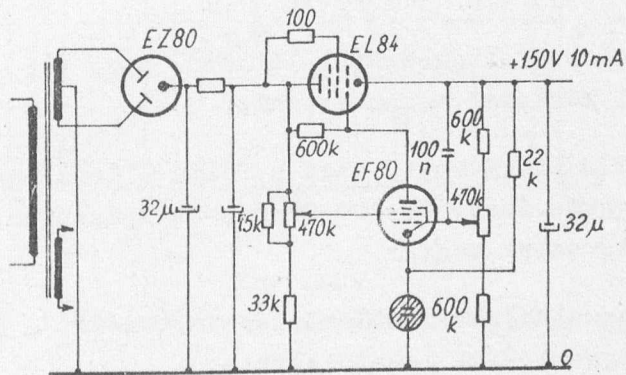
egyenfeszültség legyen. Mindkét feszültség stabilizált.

Anódfeszültség stabilitása: 1000
brumm: 1 m V_{p-p}
Fűtőfeszültség stabilitása: 300
brumm: 10 m V_{p-p}

/8. és 9. ábra/.



8. ábra
Fűtő tápegység



9. ábra
Anód tápegység

3/ A mérési eredmények kiértékelése

Az ismertetett mérőberendezés abszolút és relatív mérésekre egyaránt alkalmas. Bizonytalanságok lehetnek azonban a fóliaméreték és egyes villamos jellemzők meghatározásában, ezért a relatív mérési módszert választjuk, amely abban áll, hogy a /9/ egyenletben szereplő k és b

együtthatókat két ismert folyadék mérési adataiból meghatározzuk. Esetünkben a két ismert folyadék: víz és monoizopropil-difenil. A /9/ egyenlet vízre:

$$k^2 = y_V^2 (2x_V^2 + 2x_V b + b^2)$$

monoizopropil-difenilre:

$$k^2 = y_M^2 (2x_M^2 + 2x_M b + b^2)$$

A két egyenlet egyenlőségéből b meghatározható.

$$b = \frac{1}{y_M^2 - y_V^2} \left[\sqrt{2y_M^2 y_V^2 (x_M^2 + x_V^2) - (y_M^2 x_M + y_V^2 x_V)^2} - (y_M^2 x_M - y_V^2 x_V) \right] \quad /12/$$

A b együttható ismeretében a /9/ egyenletből k értéke számítható, y mérésével.

Ezek után a /9/ egyenletből az ismeretlen folyadék hőaktivitási tényezője kiszámítható, ha mérésel meghatározzuk y értékét a vizsgált folyadéokra:

$$x = \frac{1}{2} \sqrt{\frac{2k^2}{y^2} - b^2} - \frac{b}{2} \quad /13/$$

Fenti összefüggésekből látható, hogy $r(t)$, $H_1(t)$ $H_3[H_1(t)]$ függvényeket kell mérésel meghatározni.

Az $r(t)$ függvényt, azaz a fólia ellenállásának változását a hőmérséklet függvényében, 20-400 C° között kompenzációs módszerrel nagy pontossággal határoztuk meg.

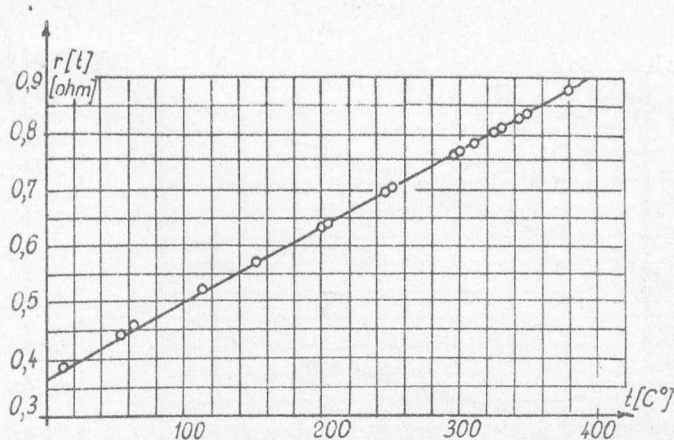
Ennek alapján az ellenállás változását a hőmérséklet függvényében a következő egyenlettel lehet leírni:

$$r(t) = 0,3667 + 1,356 \cdot 10^{-3} \cdot t \quad /14/$$

A /14/ egyenlettel leírt függvény és a mérési eredmények a 10. ábrán láthatók.

A $H_1(t)$ a hőmérséklet függvényében ugyancsak egyenesnek adódott. Az egyenes egyenlete, a legkisebb négyzetek módszerével a következő:

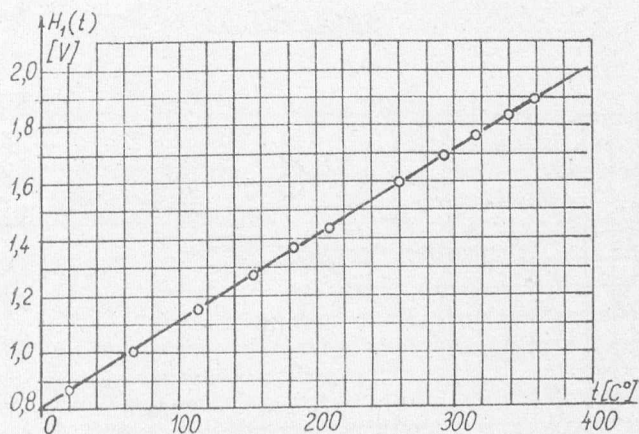
$$H_1(t) = 0,8023 + 3,021 \cdot 10^{-3} t \quad /15/$$



10. ábra

A fólia ellenállásának változása a hőmérséklet függvényében

A függvényt a mérési pontokkal a 11. ábrán tüntettük fel.



11. ábra

A H_1 feszültség a hőmérséklet függvényében

A $H_3[H_1(t)]$ függvény a két hitelesítő folyadékra - vízre:

$$H_3^V(H_1) = 218,99 - 171,02 H_1 + 134,97 \cdot H_1^2 \quad /16/$$

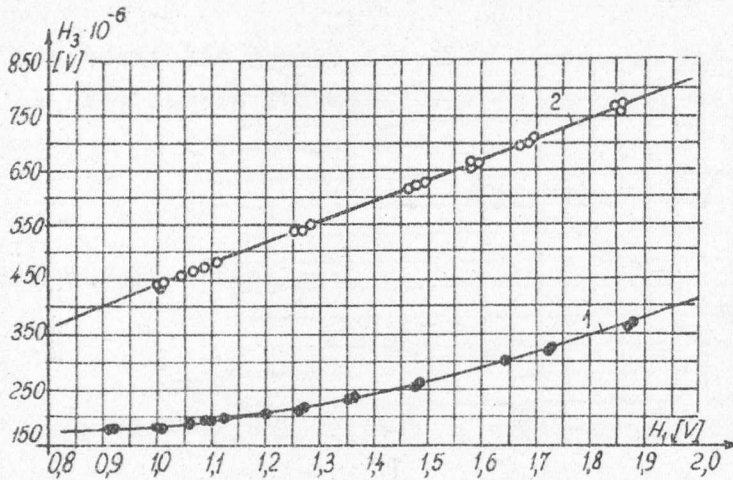
másodfoku parabola és

monoizopropil-difenilre:

$$H_3^M(H_1) = 56,306 + 381,89 \cdot H_1 \quad /17/$$

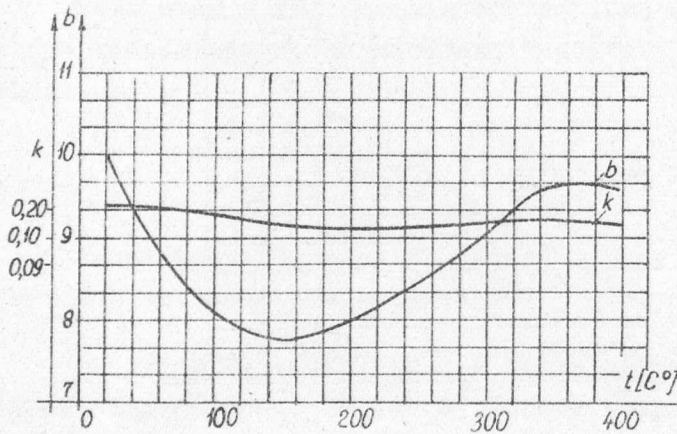
egyenes /12. ábra/.

Az $r(t)$, $H_1(t)$ és $H_3(H_1)$ függvények ismeretében a /11/ egyenletből - a két hitelesítő folyadékra - y_V és y_M kiszámítható,



12. ábra

A H_3 feszültség a H_1 függvényében, a két hitelesítő folyadékra
1 - víz; 2 - monoizopropil-difenil



13. ábra

A k és b együttható a hőmérséklet függvényében

majd ezekkel a /12/ egyenletből b értékét határozhatjuk meg. A b együttható változását a hőmérséklet függvényében a 13. ábrán láthatjuk. A másik hőfokfüggő paraméter a k értékét a /9/ egyenletből számítottuk ki és ugyancsak a 13. ábrán rajzoltuk fel. Ezzel a berendezés két együtthatóját meghatároztuk és a két vizsgált folyadék - difenil-difenilmetán és gázolaj /összetétel: parafinkötésű C41,6%, narténkötésű C42,9% aromáskötésű C15,5% hőaktivitási tényezőjét a /13/ egyenletből kiszámíthatjuk, y értékének mérésel történő meghatározása után. Fentiekhez hasonlóan $H_3(H_1)$ -re mért értékek helyettesítésével y -t, a /9/ egyenletből számítjuk ki.

A $H_3(H_1)$ -re mind a DDM /difenil -difenilmetán/, mind a gázolaj esetében egyenest kaptunk;

DDM-re:

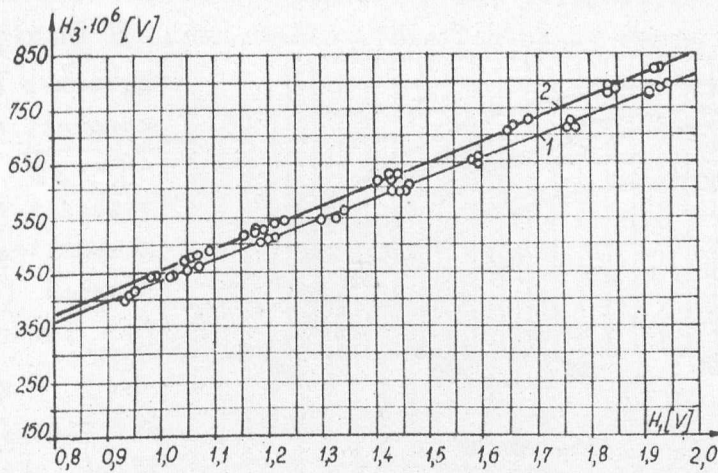
$$H_3^{DDM}(H_1) = 63,820 + 372,14 \cdot H_1 \quad /18/$$

Gázolajra:

$$H_3^g(H_1) = 55,503 + 396,91 \cdot H_1 \quad /19/$$

A mérési eredmények a 14. ábrán láthatók.

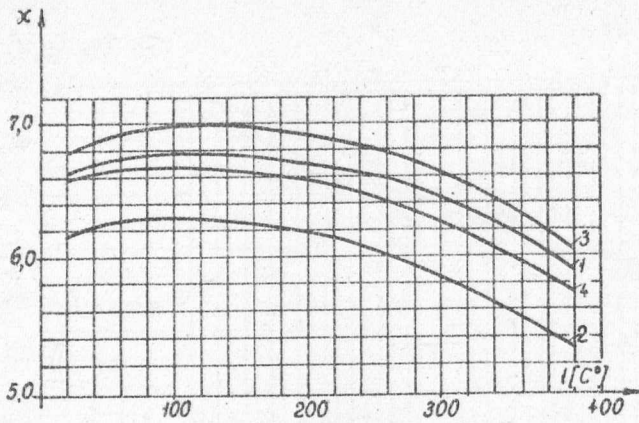
A hőaktivitási tényezőnek a /13/ egyenletből számított értékei az I. táblázatban, illetőleg a 15. ábrán láthatók.



14. ábra
 A H_3 feszültség a H_1 függvényében, a vizsgált folyadékokra
 1 - DDM; 2 - gázolaj

I. táblázat

$t [C^\circ]$	α		$t [C^\circ]$	α	
	DDM	Gázolaj		DDM	Gázolaj
20	6,642	6,176	210	6,706	6,170
30	6,662	6,214	220	6,694	6,148
40	6,678	6,244	230	6,679	6,128
50	6,694	6,267	240	6,660	6,104
60	6,714	6,280	250	6,640	6,080
70	6,730	6,289	260	6,616	6,052
80	6,742	6,290	270	6,584	6,013
90	6,758	6,292	280	6,550	5,966
100	6,765	6,290	290	6,510	5,916
110	6,770	6,288	300	6,470	5,862
120	6,770	6,283	310	6,428	5,808
130	6,768	6,280	320	6,380	5,762
140	6,764	6,273	330	6,340	5,708
150	6,760	6,267	340	6,296	5,660
160	6,758	6,258	360	6,226	5,588
170	6,749	6,242	370	6,193	5,556
180	6,742	6,226	380	6,162	5,526
190	6,730	6,210	390	6,131	5,498
200	6,720	6,190	400	6,110	5,476



15. ábra

A DDM, gázolaj és két más szerves hűtőközeg hőaktivitási tényezője a hőmérséklet függvényében
 1 - DDM; 2 - gázolaj; 3 - difil [6];
 4 - monoizopropil-difenil [5]

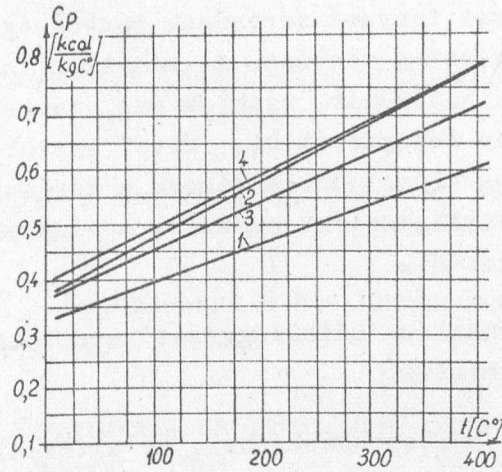
A hőaktivitási tényezőknek az I. táblázatban megadott értékeiből, a $\kappa = \sqrt{\lambda c_p \gamma}$ egyenlettel a vizsgált folyadékok fajhője kiszámítható, a hővezetési tényező (λ) és a fajsúly (γ) ismeretében.

Ezek értékeit, a két vizsgált folyadékra a II.sz. táblázatban tüntettük fel.

II. táblázat

t [C°]	γ [kg/m ³]		λ [kcal/mó C°]		t [C°]	γ [kg/m ³]		γ [kcal/mó C°]	
	DDM	Gáz- olaj	DDM	Gáz- olaj		DDM	Gáz- olaj	DDM	Gáz- olaj
20	1007	896	0,130	0,107	220	854	736	0,109	0,085
30	1001	890	0,129	0,106	230	845	726	0,108	0,084
40	995	884	0,128	0,105	240	835	715	0,107	0,083
50	989	878	0,127	0,104	250	825	704	0,106	0,082
60	983	871	0,126	0,103	260	814	693	0,105	0,081
70	976	864	0,125	0,102	270	804	682	0,104	0,080
80	970	857	0,124	0,101	280	793	671	0,103	0,079
90	963	850	0,123	0,099	290	782	659	0,102	0,078
100	956	843	0,122	0,098	300	771	649	0,101	0,077
110	948	835	0,121	0,097	310	760	635	0,100	0,076
120	941	827	0,120	0,096	320	748	623	0,099	0,075
130	933	819	0,119	0,095	330	737	610	0,098	0,074
140	925	811	0,118	0,094	340	725	597	0,097	0,072
150	917	802	0,116	0,093	350	713	584	0,096	0,071
160	908	794	0,115	0,092	360	700	571	0,095	0,070
170	900	784	0,114	0,091	370	688	558	0,094	0,069
180	891	775	0,113	0,090	380	675	554	0,093	0,068
190	882	766	0,112	0,089	390	662	530	0,092	0,067
200	873	756	0,111	0,088	400	649	516	0,091	0,066
210	864	746	0,110	0,087	..	-	-	-	-

Az I. és II. táblázat adataiból a két vizsgált folyadék fajhőjére kapott értékeket a II.sz. táblázatban foglaltuk össze és a 16. ábrán ábrázoltuk.



16. ábra

A DDM, a gázolaj és két más organikus hűtőközeg fajhője a hőmérséklet függvényében

1 - DDM; 2 - gázolaj; 3 - difil [6]; 4 - monoizopropil-difenil [5]

III. táblázat

t [C°]	c _p [kcal / kg C°]		t [C°]	c _p [kcal / kg C°]	
	DDM	Gázolaj		DDM	Gázolaj
20	0,335	0,395	210	0,473	0,595
30	0,342	0,405	230	0,480	0,605
40	0,349	0,416	230	0,487	0,616
50	0,357	0,426	240	0,495	0,626
60	0,364	0,437	250	0,502	0,637
70	0,371	0,447	260	0,509	0,648
80	0,378	0,458	270	0,517	0,658
90	0,386	0,468	280	0,524	0,669
100	0,393	0,479	290	0,531	0,679
110	0,400	0,490	300	0,538	0,690
120	0,408	0,500	310	0,546	0,700
130	0,415	0,511	320	0,553	0,711
140	0,422	0,521	330	0,560	0,721
150	0,429	0,532	340	0,567	0,732
160	0,437	0,542	350	0,575	0,742
170	0,444	0,553	360	0,582	0,753
180	0,451	0,563	370	0,589	0,763
190	0,458	0,574	380	0,597	0,774
200	0,466	0,584	390	0,604	0,784
-	-	-	400	0,611	0,795

A mérési eredményeket befolyásoló tényezők. A mérések hibája

A hőaktivitási tényező mérésének pontosságát a villamos mérőegység pontossága befolyásolja döntően. A véletlen hibák, amelyek a mérési eredmények reprodukálhatóságát szabják meg, tapasztalataink szerint néhány tized százalékban fejezhető ki. Mivel egyenlő megbízhatóságu méréseket végeztünk, a legvalószínűbb értéknek a mérések számtani középértékét vettük. A függvényillesztést a mérési eredményekre a legkisebb négyzetek módszerével végeztük.

A fólia-ellenállás hőfokfüggését kompenzációs módszerrel, 0,2 osztályu műszerekkel mértük.

A villamos mérőberendezésnél, az aktív elemek csak indikációs célokat szolgálnak, ezért a pontosságot a teljes mérési tartományban a passzív elemek linearitása szabja meg.

H_1 mérésénél a mindig azonos nagyságu U_H feszültség indikálását egyszerű diódás műszerrel végeztük. A mérési pontosságot így teljes mérétkben az R_2 helipot linearitása szabja meg /néhány ezrelék/.

Az erősítő paramétereinek változását döntően a tápfeszültségek és a mérendő jel frekvenciájának változása okozza. Az előbbiek hatását stabilizátorokkal, az utóbbit az erősítő négyszögletes átviteli karakterisztikájával csökkentjük.

A frekvencia-karakterisztika néhány százalékos egyenetlensége, de főként a mérési eredmények megbízhatóságának növelése miatt alkalmaztuk a hitelesítő generátort. Ilymódon egyetlen átkapcsolás segítségével ellenőrizhető az erősítő, amely lehetővé teszi, hogy minden mérés előtt hitelesíthessünk, illetve utána ellenőrizhessünk.

Fentiek alapján a χ mérés maximális relatív hibája 3 %, amely megfelel Filippov által leirt értéknek [1] .

Köszönetet mondunk Zobor Ervinnek értékes tanácsaiért és Beck Zoltánnak, valamint Windberg Péternek a berendezés építésében végzett munkájáért.

I r o d a l o m

- [1] Филиппов Л.П.: Методика измерения коэффициента тепловой активности жидкостей. ИФЖ. Том III, № 7 (1960)

- [2] Лыков А.В.: Теория теплопроводности. Гостехиздат. Москва. 1952
- [3] Кучис А.Н.: Узкополосный усилитель с прямоугольной характеристикой П.Т.Э. 1960 № 2
- [4] Handbook of Chemistry and Physics. Chemical Rubber Publishing Co. Cleveland, Ohio.
- [5] Кутателодзе С.С. - Боришанский В.Н.: Справочник по теплопередаче Москва - Ленинград 1959
- [6] Варгафтик Н.В.: Справочник по теплофизическим свойствам газов и жидкостей. Физматгиз. Москва. 1963

Érkezett: 1965. márc. 23.

KFKI Köz1. 13.évf. 5.szám, 1965.

AKTIVÁCIÓS ANALIZIS TECHNIKAI BERENDEZÉSEI /Pneumatikus gyorsbesugárzó/

Irta: Csőke Antal és Péter István

Összefoglalás

A reaktorhoz elkészült pneumatikus gyorsbesugárzó berendezés gépészeti problémái mellett, melyek megoldottnak tekinthetők, egyéb jellegű kérdések is felvetődtek. Ilyenek: a levegőnek, mint vivőgáznak felaktiválódása; danamidból készült hordozótest viselkedése erős neutron fluxusban, kevert sugárzás esetén; elektronika stabilitása és a "fantom" jelenség egy lehetséges magyarázata.

A budapesti VVR Sz típusu reaktorhoz 1964-ben elkészült egy szivott rendszerű pneumatikus gyorsbesugárzó berendezés [1], [2]. A rendelkezésre álló információk alapján az eddig épült, hasonló rendeltetésű rendszerek főleg nyomásos üzeműek, valamilyen vivőgáz, pl. CO_2 felhasználásával. A levegővel, mint vivőgázzal szemben - legyen az szivott, vagy nyomott rendszer - általánosan felmerülő kifogás, hogy egyes összetevői, mint pl. argon, a reaktorzónában túlzottan felaktiválódnak.

Érdeemes összehasonlítani röviden a szivott és nyomott rendszert. A szivott rendszer vivőgáza levegő, számítástechnikailag és szerkezeti megoldásban egyszerű, olcsó. A csőhurokból aeroszol, vagy felaktiválódott gáz nem kerülhet a környezet levegőjébe. A levegő áramlási sebesség tartománya így az elérhető hordozótest sebesség alacsonyabb, a szállítható súly kisebb, mint nyomott rendszerénél.

A nyomott rendszer számítástechnikailag nehezen követhető. Műszaki megoldásában bonyolult, drága. A radioaktív szennyezés veszélye a legkisebb tömitetlenség esetén is fennáll. A hordozótest sulya és sebessége nagyobb lehet, mint szivott rendszerénél.

A szóban lévő pneumatikus gyorsbesugárzó berendezéssel szemben nem volt olyan követelmény, - elsősorban a szállítandó súly - ami csak nyomott

rendszerü megoldással lett volna kielégíthető.

A megépített rendszerben:

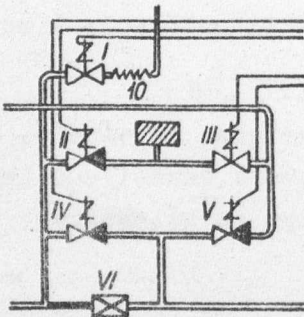
- szállítandó max. teher	10 gramm
- átlagsebesség a zóna felé	7,7 m/sec
- átlagsebesség az indító-fogadó állomás felé	11,3 m/sec
- átlagsebesség a fékezési szakaszok között	15 m/sec

1964 év első felében végzett ugynevezett hidegpróbák - a zónába vezető csőhurok reaktor mellett - igazolták a berendezés mechanikai jóságát, az elképzelés helyességét. Ezt követően a működő reaktorban kezdődtek el a próba besugárzások. A próbaüzem volt hivatott megválaszolni a következő kérdéseket:

- szivott üzemmód esetén - vivőgáz levegő - milyen mérvű a felaktiválódás,
- dinamidból készült hordozótest viselkedése - magyar gyártású poliamid - $10^{13} \text{ cm}^{-2} \text{ sec}^{-1}$ termikus neutron fluxusban, amelyet gyors neutron és γ sugárzás kísér,
- az elektronika stabilitása és az esetlegesen fellépő "fantom" jelenségek magyarázata [3].

A berendezés technikai megoldása biztosítja a csőhurok állandó és intenzív szellőzését, üzemben és üzemen kívüli állapotban is [2]. Az öblítő levegő aeroszolok szempontjából abszolút szűrtnek tekinthető, - szűrő anyaga FPP-15 - és sebessége kb 3 m/sec.

A csőhurok nyomvonala mentén, hordozható aktivitásmérő műszerrel, szintnövekedés alig volt kimutatható. A cső falvastagsága 2 mm, anyaga PVC. Kivételt képez az 1. ábrán feltüntetett IV. jelű szelep alatti kb 0,5m hosszú rész - ábrán teli vonal - hol üzemben, közvetlenül a csőfalon mért sugárzási intenzitás maximálisan elérte a 20 mr/ó-t. Ennek leárnyékolása egyszerű feladat. Az üzem befejezése, vagy a rendszer leállása után kb negyedórával ez az érték lecsökken 1-1,5 mr/óra.

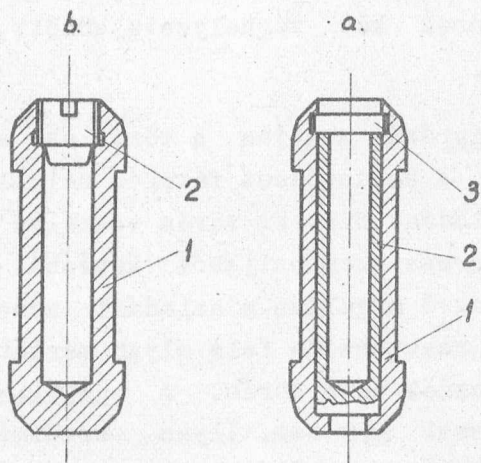


1. ábra

A jelenség magyarázata, hogy a hordozótest és a csőfal surlódik egymáshoz, az iránytöréseknél erős felütődések vannak, és

az így keletkezett surlódmány a levegőből a jelzett csőelágazásnál nagyobb fajsúlya miatt kicsapódik és koncentrálik.

A szerzett tapasztalatok és mérések egyértelműen azt mutatják, hogy a levegő vivőgázként használható és a szivott rendszerű gyorsbesugárzó berendezés a vivőgáz felaktiválódás szempontjából is legalább egyenértékű megoldás.



2. ábra

A besugárzandó mintát magábafoglaló hordozótest anyaga danamid. Súlya töltve 7-10 gramm, szerkezeti felépítése és geometriai méretei a 2/b ábrán láthatók. A francia és amerikai berendezéseknél nagynyomású, térhálósított polietilén hordozótestet használnak.

A hidegpróbák alatt a hordozótest ellen kifogás nem merült fel. A bepattanó zárófedeles megoldás előnyösnek látszott - 2/a ábra - a minta berakása, illetve kivétele szempontjából.

A melegpróbák alatt a hordozótestek kb 1 %-a vagy eltörött és az eltörött részek beékelték egymást, vagy a bepattanó zárófedél menetközben kiesett és ékelte be a hordozótestet a besugárzási helyen. A beékelődés veszélyét a besugárzó hely jobb geometriai kialakítása és bepattanó zárófedél helyett alkalmazott csavaros megoldás - 2/b ábra - megszüntette. A beékelődött részeket egy rudra szerelt marófejjel sikerült kilazítani és a pneumatikával eltávolítani. Az 1 %-os hibás belövési arány reaktorhoz kapcsolódó műveleteknél csak látszólag kis érték, azért helyes törekvés, még az ilyen mértékű törés veszélyének is a kiküszöbölése, legalább gyakorlatilag.

A törés okozói az esetleges anyaghibán tul:

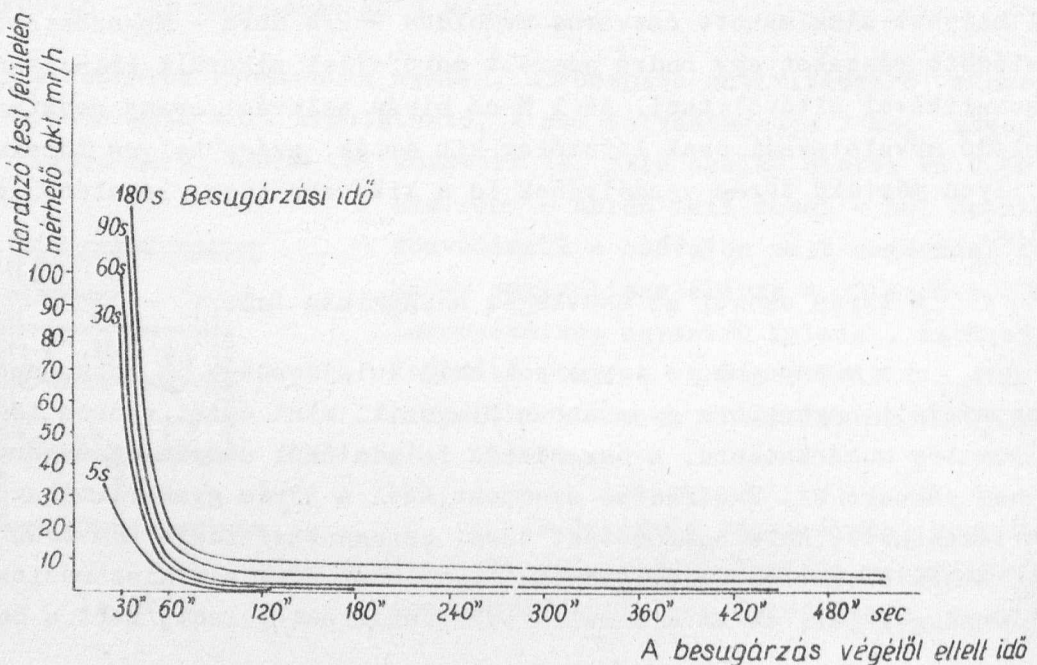
- a műanyagok, - így a poliamid tulajdonsága is, hogy szakaszosan elszennvedett sugárzásra gyorsabban öregszik, mint ezzel azonos időtartamu, folyamatos sugárhatásra. A berendezés feladatából adódóan a sugárzás, mint ok nem zárható ki. Sugárhatás szempontjából a törés gyakorlatilag kizártnak tekinthető, ha a hordozótest össz. besugárzási ideje nem több mint pár óra. Ennek betartása és ellenőrzése igaz hogy némi adminisztrációs kényelmetlenséggel jár, de ez minimális idő/fordítást jelent, mert a besugárzá-

sok lefolytatásáról napló vezetése egyébként is kötelező.

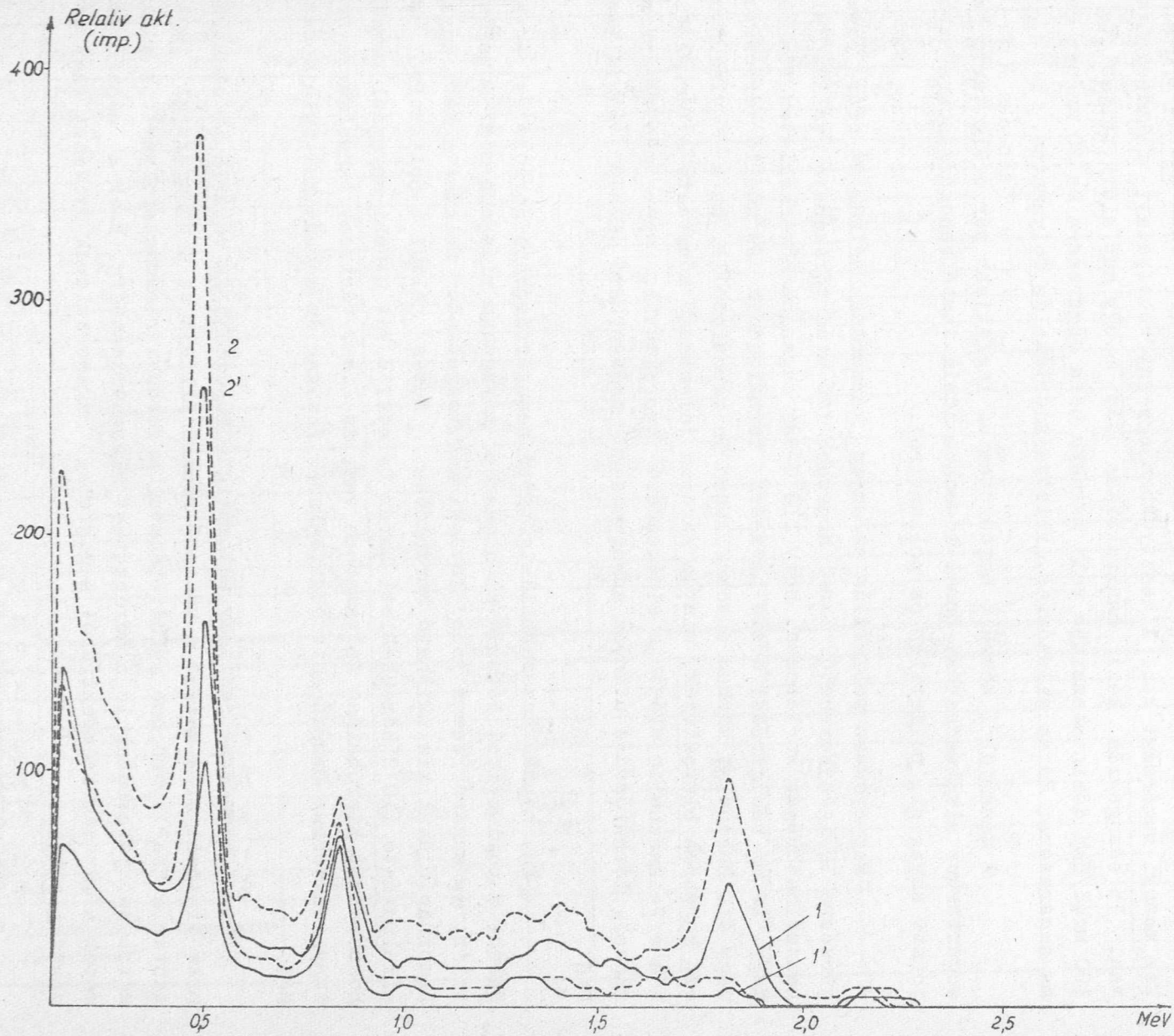
- Műanyagok mechanikai szilárdsága hőmérséklet hatására csökken. A reaktorban lévő körülmények között a poliamid tokra vonatkozóan észlelt hőmérséklet 3 - 300 sec-ig tartó besugárzási idő figyelembevételével kb 150°C maximálisan. Törés szempontjából ez a hőigénybevétel nem jelent veszélyt. A hidegpróbáknál elektromos fűtőtest a besugárzási helyet 300°C-ra melegítette. Ennek hatására a hordozótest több helyen megolvadt, - zárófedél és környék kiolvadt - de a csőhurok két véghelyzete között, törés és beragadás nélkül tette meg utját.

- Ismételten lefolytatott hidegpróbák alapján a törés oka a fékezés kimaradására volt visszavezethető. A hordozótest fékezés nélkül érkeve a véghelyzetbe legfeljebb 10 felütődést birt ki törés veszélye nélkül. A zónába érkezés sebessége a besugárzás szempontjából kevésbé, vagy nem lényeges körülmény, ezért kézenfekvő megoldás a haladási sebesség csökkentése a besugárzási hely, tehát a reaktorzóna felé olyan mértékben, hogy fékezés kimaradás esetén se következzen be a törés. A csökkentett sebességhez tartozó haladási idő fékezéssel 6,8 sec. Ilyen körülmények között a hordozótestek, száz fékezés nélküli felütődés esetén sem törtek el. A tok haladási sebessége a zónából az indító-fogadó állomás felé változatlan. A hozzá tartozó haladási idő, fékezéssel 4,6 sec. A módosított sebességi értékkel, valóságos üzemviszonyok mellett, több mint 1000 próba és besugárzás, törés és üzemzavar nélkül volt elvégezhető.

A danamidnak hordozótestként történő alkalmazására további felvilágosítást ad a 3. ábra, melyen különböző besugárzási idő esetén 5-180



3. ábra



4. ábra

sec-ig a mérhető felületi dózisintenzitás értékek láthatók a besugárzástól eltelt idő függvényében.

A 4. ábra a besugárzott hordozótest energiaspektrumát mutatja. A besugárzási idő 1 és 4 perc, a hűtés ideje 10 perc. A besugárzási fluxus kb. 10^{13} n cm^{-2} sec^{-1} . A hordozótest kezelése, töltése, ürítése egy zárt kesztyűs fülkében történik. Sugárvédelmi szempontból ellenőrizendő, hogy a kéz mennyi sugárzást kap. A kesztyűkben egy-egy behelyezett filmdoziméter van. 75 besugárzás kézi manipulálása után - egy nap alatt teljesítve - 100 mrad/nap dózisintenzitás volt mérhető béta sugárzásra és 20 mr/nap gamma sugárzásra. Ez az ellenőrzés, illetve kiértékelés folyamatos.

A danamidból készült hordozótestek legfeljebb pár óráig tartó besugárzáshoz alkalmazhatók. Ennél hosszabb ideig tartó besugárzásokra szóba jöhető anyag pl. polietilén és polisztirol.

Nagynyomású polietilén az anyag károsodása nélkül 24 órás besugárzásra is igénybevehető. Ennél hosszabb idő után törékennyé válik. Felhasználhatóságát korlátozza, hogy 110°C -nál magasabb hőmérsékleten tönkremegy. 20 mr besugárzási dózis hatására térhálósodik és hőálló változatba megy át. Használat közben automatikusan is térhálósodik, ha a viszonyok ezt korábban biztosítják, mint a károsan jelentkező hőhatást. A térhálósítás a felhasználás előtt is elvégezhető gyorsítóval, vagy más sugárforrással. Térhálósodás után az anyag rosszul hegeszthető és nem munkálható meg.

Egy napnál hosszabb ideig tartó besugárzásokhoz hordozótest anyagként a polisztirol látszik alkalmasnak. Anyagában ridegebb mint a polietilén, de sugárállósága jobb. További megvizsgálandó feladat a két anyag kombinációjával kialakítható hordozótest. Hűtés nélkül a polisztirol nem alkalmazható 110°C hőmérsékleti határ felett. E két utóbbi anyagból készült hordozótest kipróbálása folyamatban van. Az I.sz. táblázat tartalmazza néhány, reaktorban besugárzott műanyaglemez fizikai és mechanikai tulajdonságát.

A besugárzó rendszer automatikus működését és vezérlését elektronika biztosítja. A kezelő a vezérlő részen állítja be a besugárzási időt, ezután a "be" nyomógomb működtetésével a további részmunkafolyamatok automatikusan játszódnak le a hordozótest visszaérkezéséig. Ezek a részfolyamatok a működés szempontjából a megfelelő mágnesszelepek nyitását vagy zárását jelentik.

Az automatika nemcsak kényelmi szempont, vagy igényesség egy korszerű munkaeszközzel szemben, hanem a mérés pontosságát, reprodukálhatóságát

I. sz. táblázat

Minta jele	Anyag neve	Vastags. mm	Sug. idő reaktorban	Sugárzási körülmé.	Észlelt változások			Felületi aktiv mr/h		Szak. hőm. 5kg/m ² /erh. C°	Brinell keménys. kg/cm ²	Útőhajlító szilárdság cmkg/cm ²	Hajlító szilárdság kg/cm ²	Vicat C°	Megjegyzés
					Szín	Alak	Szilárds.	Sug. után azonnal	Sug. után 8 hónap						
E	Nagynyomású polietilén	0,75	Sugárzatlan		Fehér (átletszó)		Rugalmas			124		Rugalmas	Nem törik		
E.I.	"	0,65	30'	Hüt. nélkül	Sárgás	Alaktar.	"								
E.II.	"	0,60	90'	"	"	"	"								
E.III.	"	0,72	5h	"	Sárga	"	"								
E.VII.	"	0,70	24h	"	"	"	Ridegebb mint E	20	Nem aktiv	Nem szak.					
E.VII.	"	0,70	24h	Vizhűtés	"	"	"	20	"	"					
E.VIII.	"	0,68	24h	"	"	"	"		0,15	"					
E.XI.	"	1,0	24h	"	"	"	"	Nem aktiv	Nem aktiv	"		8,5			
E.XII.	"	1,0	48h	"	Sötét	"	Törékeny	"	"	"	1050	7,0	290		
E _i ⁺⁺ .VII.	"	0,68	24h	Hüt. nélkül	Sárga	"	Ridegebb mint E	0,75	"	"					
E _t .VII.	"	0,68	168h	"	Barna	"	Nagyon törékeny								
PE	Kisnyomású polietilén	2,0	Sugárzatlan		Fehér (átletszó)		Rugalmas				530	9,0	Nem törik	77	
PE.VII.	"	1,6	24h	"	Sárga	Alaktartó	Ridegebb mint PE	5,5	0,1	"					
PE.VII.	"	1,6	24h	Vizhűtés	"	"	"			"					
PE.XI.	"	2,0	24h	"	"	"	Törékeny	Nem aktiv	Nem aktiv	"	700	7,7			
PE.XII.	"	2,0	48h	"	Sötét sárga	"	"	"	"	"					
S.	Polisztirol	3,3	Sugárzatlan		Átlátszó		Rideg			Nem mérhet.	1610	6,4	1180	Szétment	
S.I.	"	3,3	30'	Hüt. nélkül	Sárgás	"	Nem vált.			"					
S.II.	"	3,2	90'	"	"	"	"			"					
S.III.	"	2,8	5h	"	Sárga	Kis alakvált.	"			"					
S.VII.	"	2,5	24h	"	Sötét sárga	Deform.	"	20	0,15	"					
S.VII.	"	2,5	24h	Vizhűtés	"	Alaktartó	"			"					
S.XI.	"	2,4	24h	"	"	"	"	Nem aktiv	Nem aktiv	"	1650	6,0	800	158	
S.XII.	"	2,5	48h	"	"	"	"	"	"	"	1540	10,6	1170	158	
++ Et térhálósított nagynyomású polietilén															

gát és biztonságos működtetést is jelent. Az automatika biztosítja pl. 6,8 sec és 4,6 sec menetidőket $\pm 0,1$ sec pontosságon belül, ahol az első időérték a törés kizárása szempontjából döntően fontos.

A vezérlőórán beállított sugárzási idő és a valóságos besugárzás időtartama között a különbség 0,6 sec. Ez az érték a berendezés időállandója, mely a különböző szelepek működtetését adó impulzusok és a működés befejezése között eltelt időből adódik.

Igy a valóságos besugárzási idő:

$$B_i = G + T$$

ahol B_i = valóságos besugárzási idő; G = az órán beállított idő; T = a rendszer időállandója.

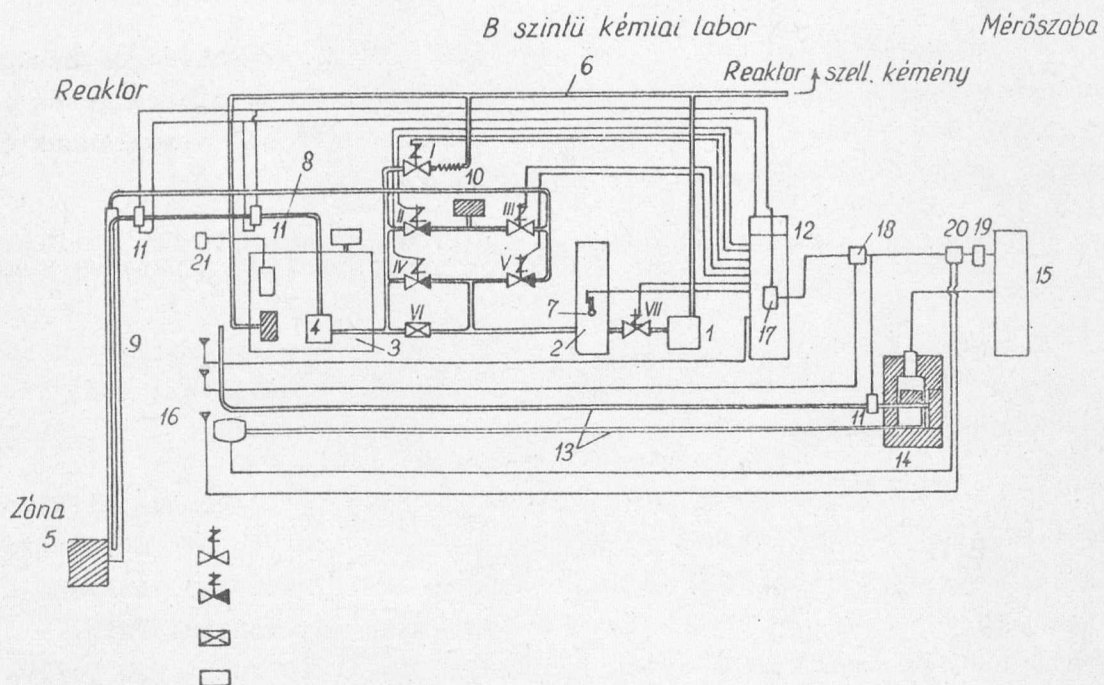
A berendezés biztonságos működése szempontjából az elektronikával szemben támasztott követelmény a helyes jelzések és működtetések biztosítása. Ez természetes is és megfelelő konstrukcióval, helyes kialakítással - pl. a tranzisztoros részek ne melegedjenek túl, stb. - el is érhető, de még ilyen körülmények között is előfordul téves jelzés és működtetés. Idevonatkozó irodalom [3] "fantom" jelenségről is tesz említést, tehát a vezérlőrendszer látszólag indok nélkül, vagy helytelen sorrendben ad ki impulzusokat.

A legvalószínűbb magyarázat, hogy az újonnan szerelt berendezésben a gondosság ellenére is maradt apró anyagi rész, illetve a csővezeték és hordozótest menetközbeni felütközései és surlódásai a felületek apró egyenetlenségei törnek le. Ezek az anyagi részek elhaladva az érzékeny fotodiódák előtt, azt a hordozótesttől függetlenül is működtették. A folyamatos használat következtében ezek az anyagi részek a csővezeték-ből kikerültek, illetve a csővezeték belseje mintegy kicsiszolódott, kitisztult és a jelenség elmaradt.

A kezelési utasítás ezért előírja a csőrendszer négyszeri - ötszöri átszellőztetését, illetve átöblítését minden üzemkezdet előtt.

Az eddigi tapasztalatok alapján az aktivációs analitikai mérések egy részét a pneumatikus szállítás lényegesen megkönnyíti. Ezért kiépült egy újabb szállító ág, mely az indító-fogadó állomást köti össze a mérőszobával.

Ez a szállító ág közvetlenül a mérőkristályhoz viszi a besugárzott mintát. A csővezeték félkemény PVC anyagu, a működtetését egy ház-



5. ábra

1/ vákuumszivattyú, 2/ vákuumedény, 3/ kesztyűs fülke, 4/ indító-fogadó állomás, 5/ reaktor zóna, 6/ reaktor szellőzés, 7/ higanyos manométer, 8/ csőhurok, 9/ koncentrikus hurok rész, 10/ rugalmas csőszakasz, 11/ fotodiódás érzékelőfej, 12/ vezérlő egység I., 13/ csőposta mérőszobához, 14/ mérőtorony, 15/ analizátor, 16/ működtető nyomógombok, 17/ óra besugárzási időre, 18/ időmérő óra /hótidőkre/, 19/ időmérő óra /analizálási idő/, 20 vezérlő egység II., 21/ aktivitásmérő

tartási porszívó biztosítja. A menetidő az indító-fogadó állomás és a mérőhely között 4 sec. Ezzel lehetővé vált, hogy a reaktorzónában történő besugárzástól a minta mérésének kezdete 40-50 sec mulva elkezdhető.

Az I. táblázatban szereplő anyagok jellemzőinek kimérését Dobó János tud. főmunkatárs és Somogyi Miklósné tud. munkatárs, a Műanyagipari Kutató Intézet dolgozói végezték el. Ezuton is köszönetet mondunk segítségükért.

I r o d a l o m

- [1] I.Péter, L.Várkonyi: Les installations techniques des irradiations au reacteur VVR-Sz de Budapest IAEA, PL-137/5 Bucarest 26-31 october 1964.
- [2] A.Csőke, I.Péter, K.Kertész: Pneumatikus gyorsbesugárzó berendezés KFKI Közl. 12, 5 /1964/
- [3] W.W.Meinke: Chemistry and the research reactor report of on IAEA panel held in Vienna 4-8 march 1963.

Érkezett: 1965. aug. 12.
KFKI Közl. 13.évf. 5.szám, 1965.