

IM - 10

REZYSTOMETRIA PRZEMIAN STRUKTURALNYCH W MATERIAŁACH METALICZNYCH

I. Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie rezystometrii jako ważnej i wygodnej metody badania fazowych przemian strukturalnych w ciałach krystalicznych. Cel ten jest realizowany na przykładzie obserwacji pętli histerezy przemiany martenzytycznej w stopie Ni-Ti mającym zastosowanie w technologii chirurgii twarzowo – szczękowej i zewnętrznych aparatach ortodontycznych. Przemiana martenzytyczna ma silny wpływ na wartość oporu elektrycznego stopu.

II. Aparatura

- sterowany komputerowo układ do pomiaru oporu elektrycznego
- azotowy kriostat przepływowy
- instalacja kriogeniczna
- układ atmosfery ochronnej

III. Program ćwiczenia

Zadanie polega na zaobserwowaniu pętli histerezy martenzytycznej w stopie Ni-Ti i wyznaczeniu na jej podstawie temperatur początku M_s i końca M_f przemiany martenzytycznej zachodzącej w badanej próbce oraz temperatur początku A_s i końca A_f przemiany odwrotnej i wyznaczeniu niepewności tych wartości. Pomiary są zautomatyzowane, sterowane komputerowo. Próbka chłodzona jest parami ciekłego azotu.

IV. Zagadnienia do przygotowania

- źródła oporu elektrycznego (opór fononowy i resztkowy)
- kryształ, struktura krystaliczna, defekty sieci krystalicznej
- rodzaje i klasyfikacja przemian fazowych
- przemiana martenzytyczna – jej charakter i znaczenie opisujących ją parametrów

V. Literatura

- załączone materiały
- dowolne podręczniki z podstaw fizyki ciała stałego i źródła internetowe
- P. Wilkes, *Fizyka ciała stałego dla metaloznawców*, PWN, Warszawa 1979
- J. Kaczyński, S. Prowans, *Podstawy teoretyczne metaloznawstwa*, Wydawnictwo „Śląsk”, Katowice, 1972, s. 522-524, 552-558
- N. W. Ashcroft, N. D. Mermin, *Fizyka Ciała Stałego*, PWN, Warszawa, 1986

VI. Przebieg eksperymentu

Wstępne przygotowanie aparatury:

- włączyć pompę rotacyjną i rozpocząć pompowanie zewnętrznej komory kriostatu
- włączyć panel komputera i mierników cyfrowych
- załadować program kontrolujący pomiar
- trzykrotnie przepłukać komorę próbki helem (na przemian odpompowując i wypełniając ją gazem)
- komorę próbki pozostawić wypełnioną helem pod niewielkim nadciśnieniem

Pomiar oporu elektrycznego próbki w funkcji temperatury podczas ogrzewania i chłodzenia:

- uruchomić program pomiarowy
- włączyć zasilanie grzałki próbki i przy uruchomionej procedurze pomiarowej ogrzać próbkę do temperatury 40°C; zasilanie **grzałki próbki należy wyłączyć natychmiast po osiągnięciu przez próbkę temperatury 40°C**
- włączyć zasilanie grzałki zainstalowanej w dewarze z ciekłym azotem, doprowadzić do ochłodzenia próbki do temperatury -120°C. Jest to możliwe w warunkach zwiększenia ciśnienia par azotu w dewarze (na skutek działania grzałki) i "przepychania" ich przez kriostat.

Należy pilnować, by ciśnienie par azotu nie przekroczyło wartości zaznaczonej kolorem czerwonym na tarczy manometru. W wypadku konieczności zredukowania ciśnienia w dewarze należy najpierw wyłączyć zasilanie grzałki, a w razie dalszego wzrostu ciśnienia wyciągnąć zatyczkę zaworu bezpieczeństwa.

Uwaga: Ochłodzenie próbki do temperatury -120°C jest możliwe wyłącznie przy ciśnieniu par azotu na poziomie czerwonej kreski na manometrze. Dlatego nie należy bez wyraźnej potrzeby obniżać ciśnienia - np. przez otwarcie zaworu bezpieczeństwa.

- po osiągnięciu przez próbkę temperatury -120°C wyłączyć zasilanie grzałki w dewarze
- ogrzać próbkę ponownie do temperatury +40°C starając się zachować szybkość grzania równą w przybliżeniu szybkości chłodzenia. Należy w tym celu stopniowo zmniejszać ciśnienie par azotu poprzez wyważone manipulowanie zaworem bezpieczeństwa. Zawór można pozostawić na stałe otwarty dopiero po osiągnięciu temperatury ok. -60°C i wtedy włączyć grzałkę w komorze próbki

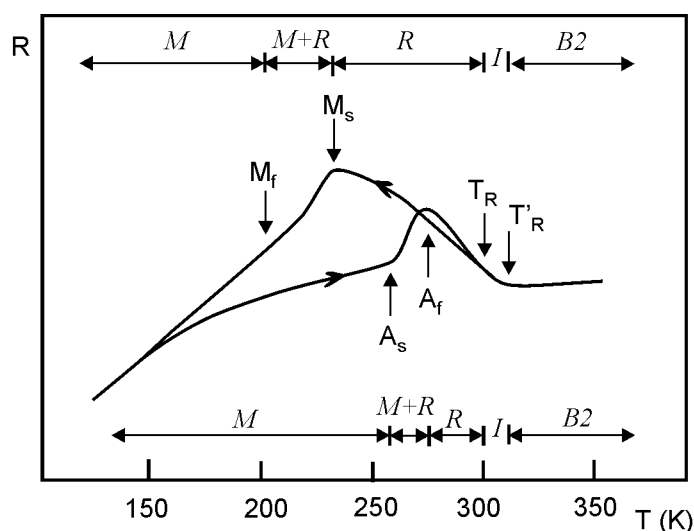
VII. Wskazówki do opracowania wyników

Zanalizować uzyskane krzywe $R(T)$ w następujący sposób:

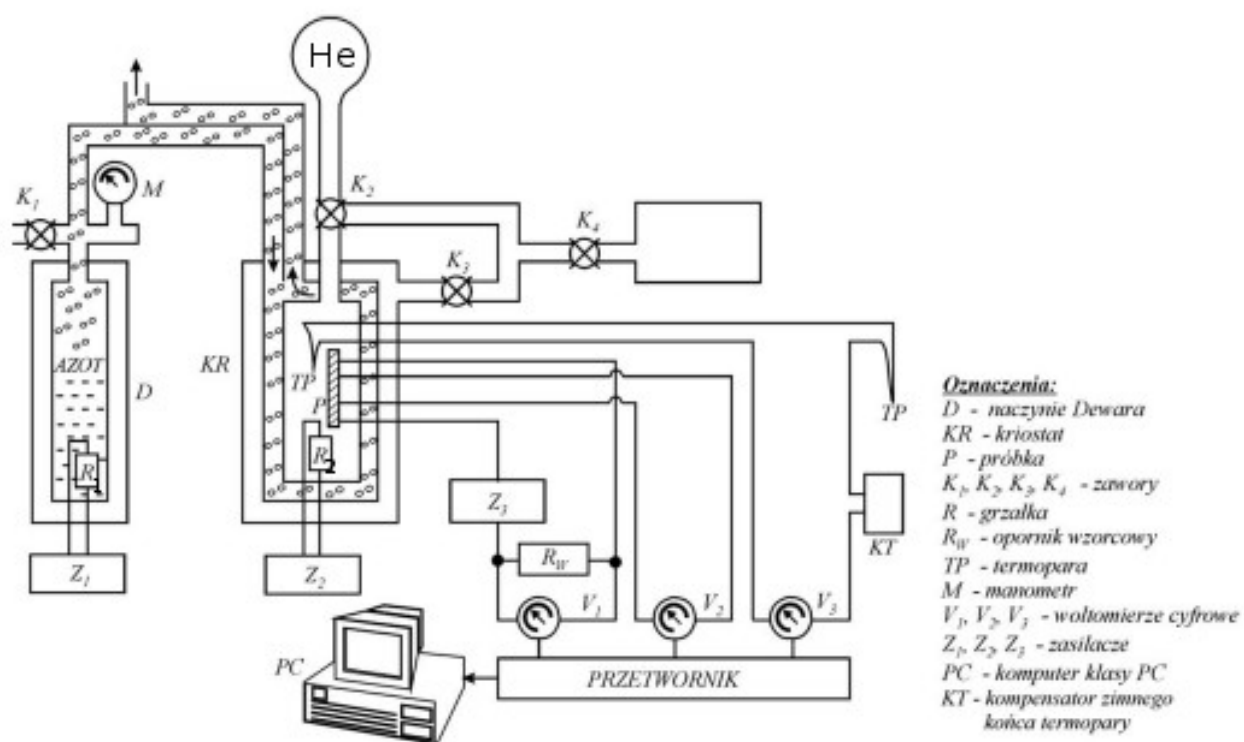
- wyznaczyć temperatury odpowiadające głównym maksimum przy chłodzeniu i ogrzewaniu (np. poprzez zróżniczkowanie zarejestrowanych krzywych $R(T)$)
- do segmentów krzywych chłodzenia i ogrzewania poza zakresem przemiany fazowej dopasować proste i wyznaczyć wartości temperatur, w których zależność temperaturowa oporu przestaje być liniowa. Można to zrobić np. wyznaczając wartości odstępstw krzywej $R(T)$ od dopasowanej prostej w pobliżu miejsca, w którym krzywa eksperymentalna zaczyna się oddalać od dopasowanej prostej. Następnie wartości tych odstępstw przedstawić w funkcji temperatury i poprzez ekstrapolację (niekoniecznie liniową) wyznaczyć numerycznie miejsce zerowe.
- na podstawie powyższej analizy wyznaczyć wartości temperatur M_s , M_f , A_s i A_f oraz oszacować ich niepewności.

Proszę zwrócić uwagę, że (rys. 1):

- początkowi przemiany martenzytycznej przy chłodzeniu- tj. temperaturze M_s , odpowiada główne maksimum krzywej $R(T)$, zaś końcowi przemiany- tj. temperaturze M_f , odpowiada początek liniowej zależności $R(T)$ w końcowym fragmencie krzywej chłodzenia,
- początkowi odwrotnej przemiany martenzytycznej przy ogrzewaniu - tj. temperaturze A_s , odpowiada główne maksimum krzywej $R(T)$ zarejestrowanej podczas ogrzewania, zaś końcowi przemiany- tj. temperaturze A_f , odpowiada początek liniowej zależności $R(T)$ w końcowym fragmencie krzywej ogrzewania



Rys. 1. Przykładowa zależność oporu elektrycznego od temperatury w obszarze przemiany martenzytycznej dla stopu Ni-Ti. Na rysunku zaznaczono zakresy występowania faz oraz zdefiniowano temperatury charakterystyczne poszczególnych przemian fazowych.



Rys. 2. Schemat aparatury pomiarowej.