

BADANIE HISTEREZY PRZEMIANY MARTENZYTYCZNEJ METODĄ REZYSTOMETRYCZNĄ

Cel ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest poznanie rezystometrii jako ważnej i wygodnej metody badania fazowych przemian strukturalnych w przewodzących ciałach krystalicznych. Cel ten jest realizowany na przykładzie obserwacji pętli przemiany martenzytycznej w stopie Ni-Ti, mającym zastosowanie w medycynie i przemyśle.

Przemiana martenzytyczna ma silny wpływ na wartość oporu elektrycznego stopu i stąd jej przebieg można skutecznie badać mierząc temperaturową zależność oporu elektrycznego.

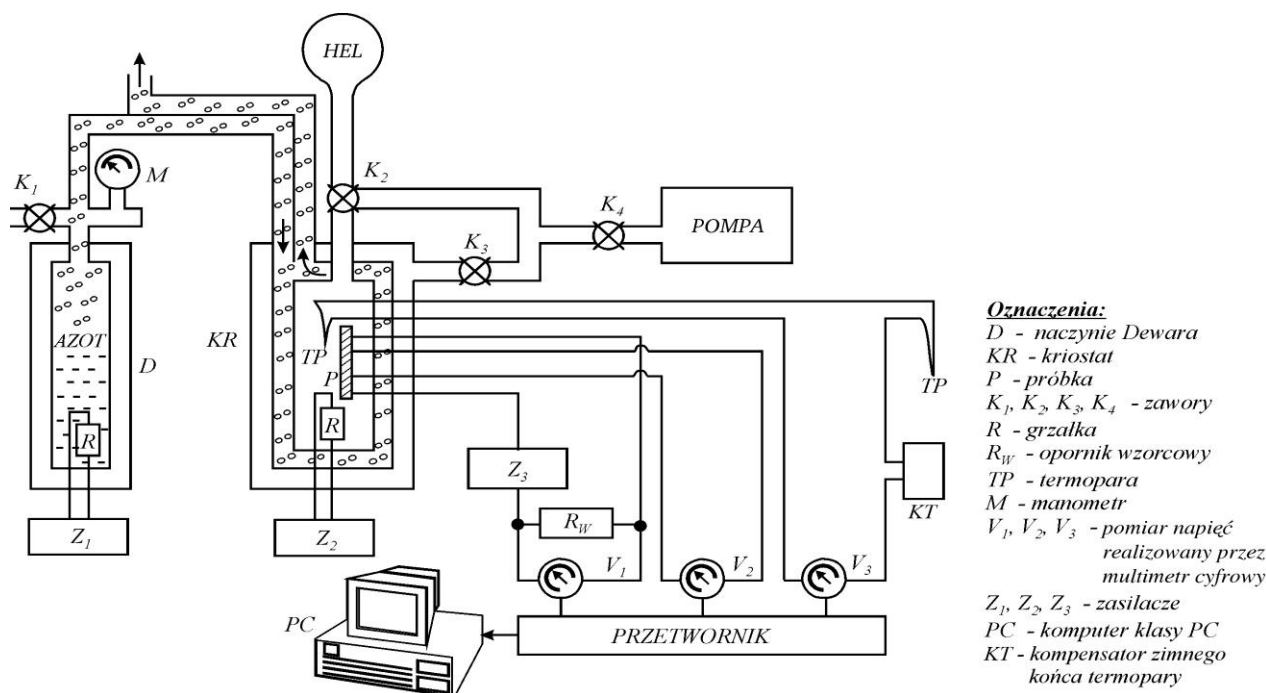
Aparatura

- sterowany komputerowo układ do pomiaru oporu elektrycznego metodą czterokontaktową
- azotowy kriostat przepływowy
- instalacja kriogeniczna
- rotacyjna pompa próżniowa

Próbka zainstalowana wewnątrz kriostatu jest chłodzona parami ciekłego azotu. Pomiary są zautomatyzowane i ich przebiegiem steruje komputer. Eksperymentator ma wpływ na kierunek i tempo zmian temperatury próbki. Schemat aparatury pomiarowej przedstawiony jest na rys. 1.

Program ćwiczenia

Zadaniem wykonującego ćwiczenie jest wyznaczenie temperatur charakterystycznych przemiany martenzytycznej (M_s , M_f) oraz odwrotnej (A_s i A_f), jak również oszacowanie niepewności uzyskanych wartości.



Rys. 1. Schemat aparatury pomiarowej.

Przebieg eksperymentu

1. Wstępne przygotowanie aparatury:

- a) Włączyć panel komputera i mierników cyfrowych, uruchomić komputer, zasilacz, mierniki i pompę rotacyjną (przed włączeniem pompy upewnić się, że jej zawór zapowietrzający jest zamknięty).
- b) Uruchomić program kontrolujący pomiar (instrukcja obsługi programu znajduje się przy stanowisku pomiarowym).

W tym czasie personel Pracowni instaluje dewar napełniony ciekłym azotem

2. Przygotowanie kriostatu:

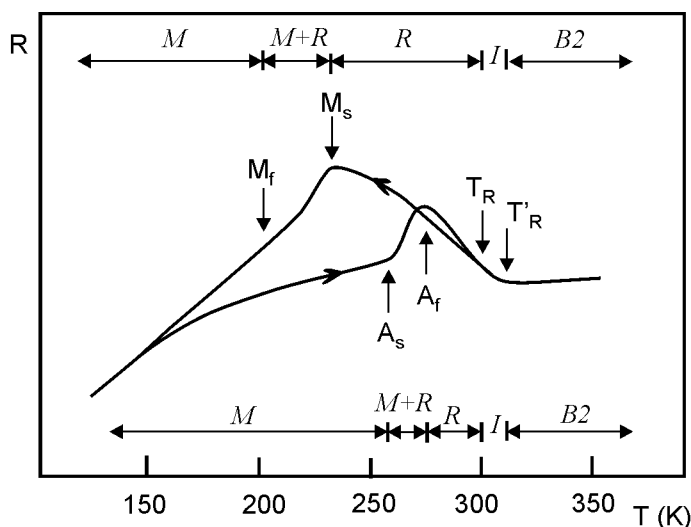
- a) Skontrolować ciśnienie na reduktorze przy butli z helem. Na wyjściu reduktora powinno panować niewielkie nadciśnienie (~ 0.2 bar). Operując zaworem kulowym dwukrotnie przepłukać komorę próbki helem (na przemian odpompowując ją przy użyciu pompy rotacyjnej i napełniając helem). Komorę próbki pozostawić połączoną z butlą helową (takie ustawienie zapobiega wahaniom ciśnienia wywołanym zmianami temperatury w komorze próbki).
- b) Pozostawić komorę izolacyjną kriostatu połączoną z pompą rotacyjną. W czasie całego eksperymentu pompa rotacyjna pracuje odpompowując komorę izolacyjną w celu zapewnienia optymalnej izolacji termicznej komory próbki od otoczenia.

3. Pomiar zależności oporu elektrycznego próbki od temperatury podczas chłodzenia i ogrzewania:

- a) Uruchomić akwizycję danych.
- b) Włączyć zasilanie grzałki próbki i ogrzać próbkę do temperatury 40°C .
- c) **Natychmiast po osiągnięciu przez próbkę temperatury 40°C wyłączyć zasilanie grzałki próbki.**
- d) Włączyć zasilanie grzałki zainstalowanej w dewarze z ciekłym azotem.
- e) Doprowadzić do ochłodzenia próbki do najniższej możliwej temperatury (ok. -130°C ; temperatura ta zależy od zestawu pomiarowego). Jest to możliwe w warunkach zwiększenia ciśnienia par azotu w dewarze (na skutek działania grzałki) i przepływie ich przez kriostat. **Należy pilnować, by ciśnienie par azotu nie przekroczyło wartości zaznaczonej kolorem czerwonym na tarczy manometru. W wypadku lekkiego przekroczenia tej wartości należy najpierw wyłączyć zasilanie grzałki w dewarze, a w razie dalszego wzrostu ciśnienia wyciągnąć zatyczkę zaworu bezpieczeństwa.**

Uwaga: Ochłodzenie próbki do najniższej temperatury 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.

- f) Po osiągnięciu przez próbkę najniższej możliwej do uzyskania temperatury wyłączyć zasilanie grzałki w dewarze i włączyć zasilanie grzałki próbki.
- g) Ogrzać próbkę ponownie do temperatury $+40^{\circ}\text{C}$ starając się zachować szybkość grzania równą w przybliżeniu szybkości chłodzenia. Należy w tym celu stopniowo zmniejszać ciśnienie par azotu poprzez wyważone manipulowanie zaworem bezpieczeństwa. Skonsultować z asystentem prowadzącym ćwiczenie temperaturę w jakiej można zawór ten pozostawić na stałe otwarty.
- h) **Natychmiast po osiągnięciu przez próbkę temperatury 40°C wyłączyć zasilanie grzałki próbki.**
- i) **Po skończonym pomiarze pozostawić zawór bezpieczeństwa otwarty** (zabezpiecza to dewar przed nadmiernym wzrostem ciśnienia par azotu).
- j) Skopiować zmierzone dane, wyłączyć pompę (w momencie wyłączania pompy otworzyć jej zawór zapowietrzający), komputer, mierniki, zasilacz, a na końcu panel.

Wskazówki do opracowania wyników pomiaru

Rys. 2 **Przykładowa** zależność oporu elektrycznego od temperatury w obszarze przemiany martenzytycznej dla stopu Ni-Ti. Na rysunku wskazano zakresy występowania faz oraz zaznaczono temperatury charakterystyczne poszczególnych przemian fazowych.

Szczegółowa analiza procesów zachodzących w stopie Ni-Ti wykazuje, że:

- W temperaturach wyższych od temperatury pokojowej fazą równowagową jest faza o strukturze regularnej typu bcc ($a=b=c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$).
- Obniżenie temperatury powoduje, że w temperaturze oznaczonej jako T_R pojawia się w układzie faza R o strukturze rombowej ($a \neq b \neq c$, $\alpha=\beta=\gamma=90^\circ$). Jej pojawienie się związane jest z silnym wzrostem oporu elektrycznego i poprzedza start przemiany martenzytycznej.
- W przypadku badanego stopu Ni-Ti faza martenzytyczna ma strukturę romboedryczną ($a=b \neq c$, $\alpha=\beta=\gamma \neq 90^\circ$). Wydzielanie fazy martenzytycznej, które rozpoczyna się w temperaturze M_s , powoduje spadek oporu elektrycznego układu. Przebieg przemiany martenzytycznej w stopie Ni-Ti jest dwuetapowy, co uwiadcza się w kształcie krzywej obrazującej zależność oporu elektrycznego od temperatury. Po zakończeniu przemiany martenzytycznej w temperaturze M_f zależność $R(T)$ staje się liniowa.
- Ogrzewanie układu od temperatury niższej niż M_f prowadzi do rozpoczęcia przemiany odwrotnej. Następuje ono w temperaturze A_s , w której zależność oporu elektrycznego od temperatury przestaje być liniowa. Zanikowi fazy martenzytycznej towarzyszy powstanie fazy R przejawiające się wzrostem oporu elektrycznego aż do osiągnięcia maksimum w temperaturze A_f oznaczającego koniec przemiany odwrotnej.

Uzyskane krzywe $R(T)$ należy zanalizować w następujący sposób:

- Wyznaczenie temperatur M_s i A_f : wyznaczyć temperatury odpowiadające głównym maksimum przy chłodzeniu i ogrzewaniu, np. metodą różniczkowania graficznego zarejestrowanych krzywych $R(T)$.
- Wyznaczenie temperatur M_f i A_s : do fragmentów krzywych chłodzenia i ogrzewania znajdujących się poniżej szukanych temperatur (poza zakresem przemian) dopasować proste, a następnie wyznaczyć wartości temperatur, w których zależność temperaturowa oporu przestaje być liniowa
- Oszacować numerycznie niepewności wyznaczonych wielkości.

Zagadnienia do kolokwium

- przemiany fazowe w ciałach stałych [1]
- przemiana martenzytyczna - jej charakter i znaczenie opisujących ją parametrów [1]
- opis przewodnictwa metali w modelu elektronów swobodnych: przewodność elektryczna, prawo Ohma, zależność oporu elektrycznego od temperatury ze szczególnym uwzględnieniem oporu fononowego i resztkowego [2]
- pasmowy model ciała stałego, nośniki ładunku elektrycznego (elektrony, dziury) [3]
- pompa rotacyjna, opornik wzorcowy, termopara, reduktor - zastosowanie, zasada działania, konstrukcja [4]

Dla zainteresowanych

Badany w tym ćwiczeniu stop Ni-Ti, zwany nitinolem, należy do tzw. materiałów z pamięcią kształtu (ang. shape memory alloys). Nitinol ma szerokie zastosowanie w medycynie (chirurgia, ortodoncja) oraz w przemyśle. Studenci szczególnie zainteresowani tematem znajdą dodatkowe informacje na ten temat w referencji [5]. Jest to lektura nadobowiązkowa.

Literatura

1. J. Kaczyński, S. Prowans, *Podstawy teoretyczne metaloznawstwa*, Wydawnictwo „Śląsk”, Katowice, 1972, ss. 522-524, 552-558.
2. P. Wilkes, *Fizyka Ciała Stałego dla Metaloznawców*, PWN, Warszawa, 1979, rozdz. 4.4-4.6.
3. podręcznik fizyki ciała stałego, np.: Ch. Kittel, *Wstęp do fizyki ciała stałego*, PWN, Warszawa, 1999.
4. podręcznik fizyki doświadczalnej, np. H. Szydłowski, *Pracownia fizyczna*, PWN, Warszawa, 1989.

dla zainteresowanych:

5. A. Ćwikła, *Medyczne zastosowania materiałów inteligentnych*, Scientific Bulletin of Chełm - Section of Technical Sciences, No.1/2008, ss. 15-28.
(osiągalne przez Internet pod adresem: <http://kis.pwszchelm.pl/publikacje/VII/Cwikla.pdf>)