



OPIS PATENTOWY PATENTU TYMCZASOWEGO

74166

Patent tymczasowy dodatkowy
do patentu nr _____

Kl. 42k,46/07

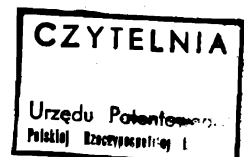
Zgłoszono: 20.10.1971 (P. 151118)

Pierwszeństwo: _____

MKP G01n 21/36

Zgłoszenie ogłoszono 30.05.1973

Opis patentowy opublikowano: 28. 02. 1975



Twórcy wynalazku: Bogdan Sujak, Tadeusz Górecki, Leon Biernacki

Uprawniony z patentu tymczasowego: Uniwersytet Wrocławski im. Bolesława Bieruta, Wrocław (Polska)

Sposób wykrywania przemian fazowych w ciałach stałych, zwłaszcza w cienkich warstwach

1

Przedmiotem wynalazku jest sposób wykrywania przemian fazowych w ciałach stałych, zwłaszcza w cienkich warstwach, znajdujący zastosowanie w mikroanalizie chemicznej, materiałoznawstwie, metalurgii i w innych dziedzinach badawczych i przemysłowych.

Badanie przemian fazowych w ciałach stałych, zarówno w metalach jak i niemetalach, pozwala określić wartości temperatury, w jakiej zachodzą przemiany fazowe badanego materiału, podczas których zmienia on swoje własności fizyczne, co determinuje przeznaczenie tego materiału. Badania tego rodzaju są szczególnie istotne w odniesieniu do metali i stopów metali mających zastosowanie w szeroko pojętej technologii, np. hutniczej, gdzie znajomość temperatury przemiany fazowej może być kryterium jakości wytopu poszczególnych szarż.

Dotychczas do wykrywania przemian fazowych stosuje się metodę dylatometryczną, w której wykorzystuje się skokowe zmiany współczynnika rozszerzalności termicznej w okolicy punktu przemiany fazowej. Innym sposobem jest różnicowa analiza termiczna, wykorzystująca efekty cieplne przemian fazowych, podczas których ciepło albo jest wydzielane albo pochłaniane.

Metoda dylatometryczna jest stosunkowo mało czuła, a w przypadkach badania materiałów o nityl-
nych zmianach współczynnika rozszerzalności termicznej w punkcie przemiany fazowej jest zupeł-

2

nie nieprzydatna. Metoda różnicowej analizy termicznej nie nadaje się do wykrywania przemian fazowych II rodzaju, którym nie towarzyszą żadne efekty cieplne.

Znane jest również z literatury wykrywanie przemian fazowych za pomocą rentgenografii, elektronografii i neutronografii, lecz sposoby te są bardzo czasochłonne, wymagają stosowania kosztownej aparatury, a ponadto zawodzą w przypadku procesów porządkowania wielu stopów.

Wszystkie wymienione wyżej sposoby wykazują tę podstawową niezgodność, że każdorazowa próbka badanego materiału wymaga odpowiedniego przygotowania, np. sporządzenia odpowiedniej kształtki lub sproszkowania, w wyniku czego próbka taka nie może być później wykorzystana technologicznie, tak więc sposobami tymi można badać jedynie materiał, a nie element pracujący wykonany z tego materiału.

Celem wynalazku jest znalezienie takiego sposobu wykrywania przemian fazowych w ciałach stałych każdego rodzaju, a więc i we wszystkich typach stopów, zwłaszcza w cienkich warstwach bez konieczności specjalnego, niszczącego przygotowania próbek, który jednocześnie gwarantowałby szybki i dokładny pomiar, a przy tym nie wymagałby korzystania z trudnodostępnych i kosztownych urządzeń.

W wyniku długotrwałych prób i badań okazało się, że cel ten można osiągnąć umieszczając bada-

ny materiał pod detektorem nośników ujemnego ładunku elektrycznego i oświetlając powierzchnię tego materiału promieniowaniem ultrafioletowym z lampy kwarcowej. W przypadku stosowania jako detektora licznika Geigera lub licznika Geigera-Müllera źródłem ultrafioletu dla oświetlania powierzchni próbki są zjawiska towarzyszące generowaniu impulsów licznikowych, zachodzące w objętości czynnej licznika. Między detektorem a próbką przykładą się napięcie przyspieszające i wprowadzające emitowane z próbki nośniki ujemnego ładunku elektrycznego do objętości czynnej detektora, z tym że wartość tego napięcia zależy od odległości próbki od detektora.

Celem wykrywania przemian fazowych w zależności od temperatury badany materiał poddaje się zmianom temperatury ze stałą szybkością, np. przez ogrzewanie za pomocą pieca oporowego. Zliczania emitowanych z badanego materiału nośników ładunku ujemnego dokonuje się za pomocą znanego w detekcji cząstek jonizujących zestawu aparatury elektronicznej, obejmującej przedwzmacniacz, miernik szybkości zliczeń, rejestrator itd. Aby wykluczyć możliwość zmian charakterystyki roboczej licznika korzystne jest termostatowanie go za pomocą wymuszonego obiegu czynnika ciekłego o ustalonej temperaturze.

W sposobie według wynalazku pomiar dokonywany jest szybko, z pełną powtarzalnością a badane próbki nie ulegają zniszczeniu zachowując swoje cechy funkcjonalne.

Przedmiot wynalazku jest bliżej objaśniony na przykładach wykonania, które jednakże nie ograniczają zakresu wynalazku.

Przykład I. Cienką elektrolityczną warstwę stopu niklowo-cynkowego o grubości 7 μm , naniesioną na podkładkę mosiężną układu się na piecu oporowym o mocy 350 Wat, zasilanym poprzez autotransformator z sieci prądu zmiennego. Temperaturę pieca i próbki zmienia się ze stałą prędkością 50°C/min. Powierzchnię próbki oświetla się światłem lampy kwarcowej z palnikiem Q 400 przez cały czas trwania pomiaru. Nad próbką, w odległości 3 cm umieszcza się ostrzowy licznik Geigera z nasyconą parą gaszącą etanolu, przy czym temperatura kąpieli termostatujującej licznik wynosi 43°C. Między próbką a licznikiem doprowadza się napięcie 300 V z zasilacza lampowego, tak aby próbka znajdowała się na potencjale ujemnym względem katody licznika.

Licznik podłączony jest do układu rejestrującego złożonego z integratora liniowego ZIL 4, kompensatora rejestrującego KR 1 oraz zasilacza wysokiego napięcia ZWN 4. Temperatura ferromagnetycznego punktu Curie badanej warstwy stopu niklowo-cynkowego wynosi 251°C, co odczytuje się z położenia maksimum na wykresionej przez rejestrator krzywej temperaturowej zależności natężenia emisji ujemnych nośników ładunku elektrycznego, emitowanych z próbki pod wpływem światła ultrafioletowego.

Przykład II. Płaską spiralę z drutu nowosrebrowego MZN 15 umieszcza się na powierzchni

pieca oporowego o mocy 250 Wat. Temperaturę pieca i próbki zmienia się z prędkością 12°C/min. Powierzchnię próbki oświetla się światłem lampy kwarcowej z palnikiem HBO 50 przez cały czas trwania pomiaru. Nad próbką, w odległości 2 cm umieszcza się otwarty licznik ostrzowy Geigera z nasyconą parą gaszącą etanolu. Między próbką a licznikiem przykładą się z zasilacza lampowego napięcie 200 V, tak aby próbka posiadała potencjał ujemny względem katody licznika. Licznik jest połączony z identycznym układem rejestrującym jak w przykładzie I. Temperatura Curie procesów porządkowania badanego stopu trójskładnikowego wynosi 330°C, co odczytujemy z położenia maksimum na wykresionej przez rejestrator krzywej temperaturowej zależności natężenia emisji nośników ujemnego ładunku elektrycznego.

Przykład III. Gładko tłoczone koło zębate ze stopu PA 4 uprzednio wygrzane w temperaturze 540°C w ciągu 2 godzin i zahartowane w wodzie umieszcza się w okienku ostrzowego licznika Geigera z nasyconą parą gaszącą alkoholu etylowego. Przez cały czas trwania pomiaru temperatura próbki jest stała i równa temperaturze otoczenia. Powierzchnia próbki jest oświetlana światłem ultrafioletowym wytwarzanym w objętości czynnej licznika podczas generowania impulsów licznikowych. Pomiaru dokonuje się za pomocą identycznego układu rejestrującego jak w przykładzie I, który wykreśla krzywą zależności natężenia emisji nośników ujemnego ładunku elektrycznego od czasu. Na krzywej tej po upływie 55 minut od momentu zahartowania próbki występuje maksimum, świadczące o wydzieleniu się z przesyconego roztworu stałego nadmiarowej fazy Mg_2Si i zakończeniu pierwszej fazy starzenia samorzutnego stopu PA 4.

Zastrzeżenia patentowe

1. Sposób wykrywania przemian fazowych w ciałach stałych, zwłaszcza w cienkich warstwach, **znamienny tym**, że badany materiał, którego powierzchnię oświetla się światłem ultrafioletowym, umieszcza się w pobliżu lub wewnątrz detektora swobodnych nośników ujemnego ładunku elektrycznego, korzystnie termostatowanego, między badanym materiałem a detektorem wytwarza się pole elektryczne przyspieszające i wprowadzające emitowane z tego materiału nośniki ujemnego ładunku elektrycznego do objętości czynnej licznika, ewentualnie badany materiał poddaje się zmianom temperatury ze stałą szybkością a zaliczania emitowanych z badanego materiału nośników ujemnego ładunku elektrycznego dokonuje się za pomocą znanej aparatury rejestrującej.

2. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że powierzchnię badanego materiału oświetla się promieniowaniem ultrafioletowym o takim rozkładzie spektralnym, który nie powoduje klasycznej emisji fotoelektronowej a źródłem tego promieniowania ultrafioletowego jest sam detektor lub dodatkowe urządzenie, np. lampa kwarcowa.

3. Sposób według zastrz. 1, **znamienny tym**, że wartość napięcia przyłożonego między badanym materiałem a detektorem celem wytworzenia pola elektrycznego przyspieszającego i wprowadzającego

emitowane z badanego materiału nośniki ujemnego ładunku elektrycznego do objętości czynnej detektora zależy od odległości badanego materiału od detektora.