

REALIZAREA EXPERIMENTALĂ A METODEI INELULUI DE OBTINERE A DEFORMAȚIILOR ANIZOTROPICE

Cheptea Virgil

Se propune o nouă variantă de realizare experimentală a metodei de obținere a deformațiilor anizotropice-sistema probă - inel este supusă comprimării hidrostatice. Se analizează rolul legăturii rigide dintre probă și inel, rolul parametrilor elastici și geometrici ai sistemului probă-inel. Metoda propusă permite obținerea deformațiilor practic uniaxiale, care au un caracter de comprimare.

Предлагается способ экспериментального осуществления метода кольца для получения анизотропных упругих деформаций-система образец - кольцо подвергается гидростатическому сжатию. Обсуждается роль жесткой связи образца с кольцом, а также роль упругих и геометрических параметров системы образец-кольцо. Предложенный способ позволяет получить деформации типа одноосного сжатия.

A new variant of experimental realization of a method of obtaining anisotropic deformations is suggested. Ring - model system is subject to hydrostatic compression. The role of rigid link between model and ring is analyzed, as well as the role of elastic and geometric parameters of a model - ring system. The given method allows to obtain practically uneasily deformations which have a compression character.

Introducere

Toate metodele existente de obținere a deformațiilor anizotropice au un neajuns comun [1-3]. El constă în faptul că mărimea deformației probei este limitată de eforturi mici, mărimea cărora este determinată de limita de elasticitate a probei. La eforturi mai mari decât limita de elasticitate, datorită deformațiilor neelastice (plastice), în probă apar schimbări ireversibile.

De exemplu, pentru zinc, cupru, argint, indiu, bismut limita de elasticitate este de ordinul $(1-3) \cdot 10^7 \text{ N/m}^2$ și mărimea deformației relative nu întrece sutimi de procent. De aceea, necăutând la sensibilitatea mare a parametrilor fizici față de deformațiile uniaxiale (în comparație cu comprimarea hidrostatică), variația lor maximală nu întrece (4-5) %. În legătură cu aceasta, prezintă interes problema legată de posibilitatea obținerii deformațiilor anizotropice elastice a monocristalelor, care după mărime ar fi mai mari decât cele ce se obțin la comprimarea unei probe libere. Una din așa posibilități constă în utilizarea suportului lateral. Scopul lucrării constă în realizarea experimentală a metodei inelului propusă în [1, 2].

Metodica experimentului

Pentru realizarea experimentală a metodei inelului de obținere a deformațiilor anizotropice a cristalelor este necesar să se respecte anumite condiții:

- inelul în care se fixează proba sub formă de disc (pastilă) trebuie să fie confecționat dintr-un material, limita de elasticitate și modulul Young ale căruia au valori mai mari decât cele ale probei cercetate;
- de creat o legătură rigidă între probă și inel;
- spațiul dintre probă și inel trebuie să fie minimal, asigurând totodată omogenitatea lui;
- de utilizat probe de formă cilindrică sub formă de discuri subțiri.

Asigurarea acestor condiții este foarte importantă, deoarece legătura rigidă, maximal posibilă dintre probă și inel reduce la minimum influența tensiunilor care apar în suprafața laterală a probei datorită valorilor diferite a constantelor de elasticitate a probei și inelului. Pe de altă parte [2], mărimea deformației probei în lungul axei Z este cu mult mai mare decât deformația respectivă a inelului și, ca rezultat, legătura dintre probă și inel, poate să ducă la apariția unor deformații neomogene destul de mari. Influența acestor deformații neomogene periferice poate fi cu mult micșorată, dacă se vor cerceta probe cilindrice sub formă de discuri subțiri pentru care raportul $d/r \ll 1$ [1, 3], unde d-grosimea probei și se va cerceta partea centrală a probei. În experiment mărimea diametrului probei este limitată de dimensiunile canalului

camerei de obținere a presiunii hidrostatice. În lucrare au fost studiate probe grosimea cărora este $d=(0,3-0,4)$ mm.

O altă particularitate a metodei inelului constă în comprimarea hidrostatică a sistemului probă-inel [4]. Deformația probei va fi cu atât mai omogenă cu cât comprimarea de volum va fi mai uniformă. În practică, ultimele două condiții se realizează confecționând atât probele cât și inelele cu ajutorul strungurilor cu dirijare automată (de exemplu A207-46), care asigură o așa precizie de prelucrare încât spațiul dintre probă și inel nu depășește (20-30) μm . În calitate de compactor al acestui spațiu este folosită reșina "Araldit", care apoi se polimerizează în decurs de două ore la temperatura de 180 $^{\circ}\text{C}$. Stratul dielectric format asigură, în același timp, și izolarea electrică dintre probă și inel.

Sistemul probă-inel se instalează pe un obturator (fig.1) și se introduce în camera de obținere a presiunilor hidrostatice.

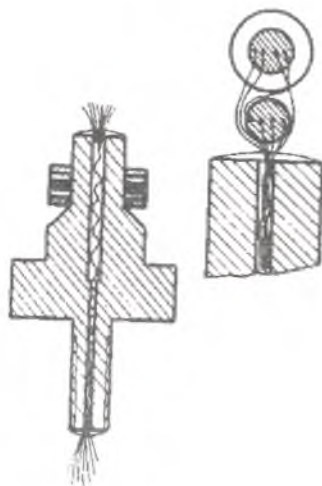


Fig. 1 Instalarea probei libere și a sistemului probă-inel pe obturator.

Inelele în care se fixează proba au fost confecționate din aliaj bronză cu beriliu (BRB-2), din aliaj nemagnetic 40XHIO și din ceramică 22XC. În scopul măririi durității, inelele din BRB-2 și 40XHIO au fost supuse unei prelucrări termice speciale. Inelele confecționate din aliaj bronză cu beriliu au fost supuse prelucrării termice în două etape:

1. Au fost menținute timp de două ore la temperatura de 760 $^{\circ}\text{C}$ în atmosfera heliului în stare gazoasă, urmată de călirea rapidă în apă.
2. Timp de 3 ore, la temperatura de 340 $^{\circ}\text{C}$, în atmosfera heliului în stare gazoasă cu răcirea treptată până la temperatura camerei.

Inelele confecționate din aliajul nemagnetic 40XHIO au fost menținute la temperatura de 550 $^{\circ}\text{C}$ timp de 5 ore cu răcirea ulterioară până la temperatura camerei.

Parametrii de bază ai inelelor utilizate în experiment sunt indicați în tabelă.

Pentru obținerea presiunilor hidrostatice a fost utilizată metoda descrisă în [5, 6]. Pentru a asigura condiții hidrostatice de comprimare presiunea se obține la temperatura camerei când plasticitatea mediilor care transmit presiunea către probă este relativ mare. După aceasta camera de obținere a presiunilor hidrostatice (bomba) se răcește până la temperatura la care se efectuează măsurările. Condiții hidrostatice ideale de comprimare există doar în cazul folosirii heliului lichid ca mediu de transmitere a presiunii spre probă, însă presiunea maximală obținută în acest mod este foarte mică. Pentru măsurări la temperaturi joase, în calitate de mediu în care se crează presiunea și care o transmite spre probă, se folosește, de obicei, un amestec de gaz lampant cu ulei sau pentan-ulei (50 % ulei). Cu mărirea presiunii în bombă, chiar și la temperatura camerei, aceste medii devin mai puțin plastice și se solidifică (temperatura de solidificare la presiunea atmosferică a amestecului pentan – ulei este de ~ 140 K, iar a amestecului gaz lampant - ulei ~ 80 K).

Parametrii inelelor din aliaje BRB-2, 40XHIO și ceramică 22XC

Materialul inelului	Raza interioară r, mm	Raza exterioară R, mm	r/R	Modulul Young, $E_i \cdot 10^{-10} N/m^2$	Coefficientul Poisson	E^k/E^0
BRB-2	1,20	2,50	0,48	18	0,38	5,6
	1,00	2,00	0,50			
	1,10	2,00	0,55			
	1,25	2,00	0,62			
40XHIO	0,90	1,80	0,50	32	0,33	10
	1,25	2,50	0,50			
	1,25	2,25	0,55			
	1,25	2,00	0,62			
	1,65	2,85	0,54			
Ceramică	1,34	2,23	0,60			>10

Datorită acestui fapt presiunea nu se transmite uniform în toate direcțiile și, ca rezultat, apar tensiuni anizotropice suplimentare, de care trebuie să se țină cont, deoarece, ele influențează asupra caracterului deformației sistemului probă-inel. Această problemă a fost analizată în [7] unde se arată că la răcirea probei până la temperatura de 4,2 K, de asemenea la mărirea presiunii în bombă apar tensiuni uniaxiale de comprimare, care ating valoarea maximală - $\sigma \approx (65-70)$ MPa la presiuni în bombă de ordinul 0,4 GPa și rămân constante la mărirea de mai departe a presiunii în bombă. Ele reprezintă un supliment la presiunea hidrostatică.

Aceste tensiuni suplimentare se datorează procesului neuniform de solidificare a mediului care transmite presiunea spre probă, diferenței mari dintre coeficienții dilatării termice a mediului și a materialului din care este confecționată bomba, de gradul de omogenitate a presiunii în ea, de modul de amenajare a probei în canalul bombei. Gradul de omogenitate poate fi mărit dacă se utilizează bombe cu diametrul canalului mai mare, de exemplu, 10 mm, 12 mm. În acest caz însă se micșorează valoarea maximală a presiunii hidrostatice obținute în ele.

În experiment au fost utilizate bombe canalul de lucru al cărora era de 4 mm, 4,5 mm, 6 mm, 7,2 mm. Presiunea în bombă la temperatura camerei se determină cu ajutorul unui captor din manganin (aliaj cupru-mangan), rezistența electrică a căruia depinde de presiune. Dependența rezistenței electrice a manganinului de presiune este practic liniară în intervalul $(0-25) \cdot 10^5$ kPa [8]. Captorul din manganin are forma unei mici bobine din fir bifilar (fără inductanță) cu coeficientul baric al rezistenței electrice $2,48 \cdot 10^{-11}$ 1/Pa. Cu scopul de a mări stabilitatea indicațiilor captorului, el se menține în decurs de 3 ore la temperatura de 400 K și se supune la câteva cicluri de comprimare hidrostatică. Rezistența captorului poate fi măsurată prin metoda potențiometrică sau cu ajutorul aparatelor electronice cu cifre.

Rezultatele experimentale și analiza lor

Pentru verificarea experimentală a metodei descrise a fost studiată influența deformațiilor anizotropice asupra rezistenței electrice a monocristalelor din bismut.

Au fost cercetate probe cilindrice care au forma unor discuri subțiri cu grosimea $d=(0,3-0,4)$ mm și diametrul (1,8-3,1) mm. La toate probele axa trigonală (C_3) este perpendiculară planului discului și coincide cu axa Z. Contactele electrice pentru curent 3 și pentru măsurarea tensiunii 4 sunt amenajate în lungul axei binare (C_2) (fig. 2).

Efortul este aplicat în lungul axei trigonale (C_3), iar rezistența electrică se măsoară în lungul axei binare (C_2). În camera de obținere a presiunilor înalte împreună cu sistemul probă-inel s-a instalat și o probă liberă (fără suport lateral). Ea este tăiată din regiunea vecină a monocristalului de bismut și are aceleași dimensiuni ca și proba fixată în inel. Amenajarea contactelor electrice este de asemenea identică. Se compară variația rezistenței electrice a probei fixate în inel cu variația respectivă a rezistenței electrice a probei libere, care este supusă numai comprimării hidrostatice.

După mărimea efectului se poate judeca despre caracterul deformației probei cu suport lateral.

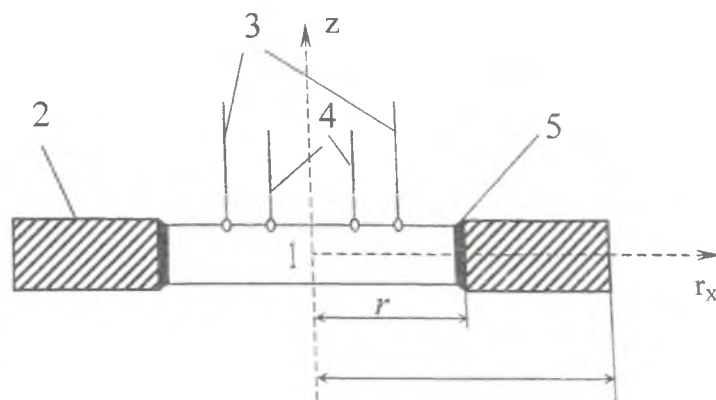


Fig. 2. Schema fixării probei în inel.

- 1 – proba cercetată; 2 – inelul; 3 – contactele electrice pentru curent;
 4 – contactele electrice pentru măsurarea tensiunii;
 5 – compactorul spațiului dintre probă și inel (reșina Araldit).

Rezistența probelor s-a măsurat prin metoda potențiometrică. Eroarea relativă determinarea rezistenței electrice nu depășește 0,02 %. Toate măsurările au fost efectuate la temperatura $t = 20^{\circ}\text{C}$. Temperatura se controla cu ajutorul unui termocuplu cupru-constant una din suduri a căruia este înclăiată pe bombă la nivelul probei, iar cealaltă sudură se menține la $t = 0^{\circ}\text{C}$. Eroarea în determinarea presiunii a fost de $(2 - 3) \cdot 10^7 \text{ Pa}$ ($(0,2 - 0,3) \text{ kbari}$). comprimarea mediului din bombă se degajă energie și temperatura bombei poate să se modifice fapt care poate influența atât asupra preciziei măsurărilor rezistenței electrice a probelor, cât și asupra determinării presiunii în bombă. De aceea măsurarea rezistenței probei și determinarea presiunii în bombă se efectuau nu după fiecare ciclu de comprimare, dar după răcirea bombei pînă la temperatura inițială.

Pentru fiecare tip de inel s-a determinat dependența modificării rezistenței relative în lungul axei binare (C_2) de presiunea în bombă $\Delta R/R (P)$.

Rezultatele măsurărilor sunt prezentate în fig. 3 și fig. 4

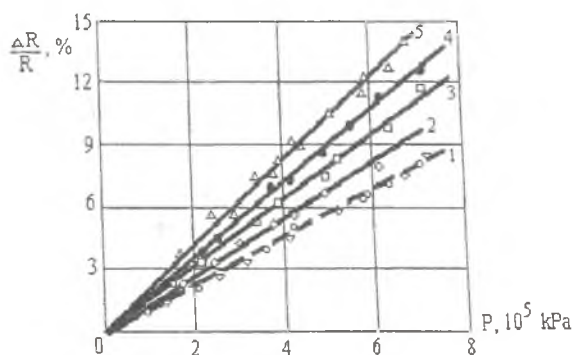


Fig. 3. Variația relativă a rezistenței electrice în lungul axei C_2 în dependență de mărimea presiunii din bombă pentru $E^k/E^0=5,6$ și diferite valori a raportului r/R .

- 1 – probă fără suport lateral;
 2 – $r/R=0,6$; 3 – $r/R=0,55$;
 4 – $r/R=0,5$; 5 – $r/R=0,48$;
 E^k, E^0 – modulul lui Young, respectiv al inelului și probei.

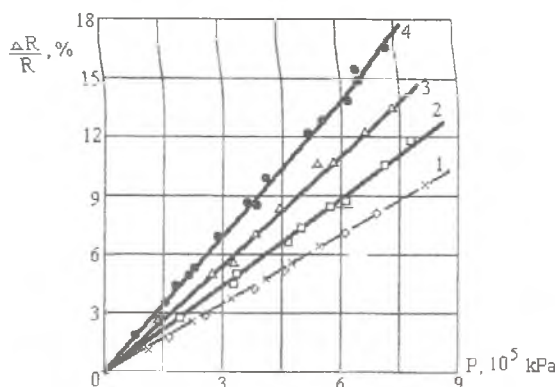


Fig. 4. Variația relativă a rezistenței electrice în lungul axei C_2 în dependență de mărirea presiunii în bombă pentru $E^k/E^0 = 10$ și diferite valori a raportului r/R .
 1 – probă fără suport lateral
 2 – $r/R = 0,6$; 3 – $r/R = 0,55$; 4 – $r/R = 0,5$.

Se observă că rezistența electrică a probelor cu suport lateral crește cu mărirea presiunii mai mult decât rezistența electrică a probei libere, care este supusă numai comprimării de volum. Această creștere este cu atât mai mare cu cât raportul r/R este mai mic și cu cât raportul modulelor lui Young a inelului și probei E^k/E^0 este mai mare.

Într-adevăr, variația relativă a rezistenței electrice pentru $E^k/E^0 = 5,6$ și $r/R = 0,55$ este cu 37 % mai mare decât a probei care este comprimată hidrostatic. Utilizarea inelelor din aliajul 40XHIO pentru care $E^k/E^0 = 10$, variația $\Delta R/R(P)$ la aceeași valoare a raportului $r/R = 0,55$ este de 61 %, iar pentru inelele din ceramică această creștere este de 72 %. Efectul maximal de creștere a raportului $\Delta R/R$ în sistema inel-probă este de 103 %, adică de două ori mai mare decât în cazul comprimării hidrostatice a probei fără suport lateral (curba 4, fig. 4).

Creșterea rezistenței electrice este cu atât mai mare cu cât suportul lateral este mai dur (raportul r/R mai mic și E^k/E^0 mai mare), adică cu cât deformația probei se apropie de deformația uniaxială. Rezultatul obținut se acordă cu rezultatele experimentale obținute în [9,10]. Aceste cercetări au arătat că comprimarea uniaxială în lungul axei C_3 duce la o suprapunere mai mare a benzilor de valență și de conducție la bismut decât în cazul comprimării hidrostatice. Respectiv, va varia și concentrația purtătorilor de curent. Prin urmare, deformația probelor din bismut, în lungul axei C_3 , care are un caracter de comprimare, trebuie să ducă la o creștere mai mare a rezistenței electrice decât în cazul comprimării hidrostatice. Acest efect și se observă experimental.

Reproducerea deplină a rezultatelor experimentale la repetarea măsurărilor la toate probele studiate în intervalul de presiuni $(0-9) \cdot 10^5$ kPa vorbește despre caracterul elastic al deformațiilor obținute.

La presiuni mai mari decât $(14-15) \cdot 10^5$ kPa și a mai multor cicluri de comprimare are loc defectarea legăturii rigide dintre probă și inel: în reșina Araldit apar crăpături și scorigituri. Aceste defecte se datorează, probabil, tensiunilor mari care apar la frontiera probă-inel. De menționat, că după apariția crăpăturilor și scorigiturilor în reșina Araldit, efectul deformațiilor anizotropice dispare-dependența $\Delta R/R(P)$ coincide cu datele pentru comprimarea hidrostatică.

Valoarea maximală a deformațiilor care pot fi obținute prin această metodă este determinată de defectarea legăturii rigide dintre probă și suportul lateral. Aprecierea valorii acestor deformații arată că ea este de o sută ori mai mare decât mărirea deformației care corespunde limitei de elasticitate, la comprimarea probei fără suport lateral.

Concluzii

Rezultatele obținute servesc drept confirmare experimentală a metodei de obținere a deformațiilor anizotropice propuse în [2] și care permite de a varia caracterul deformației probelor în limite foarte largi: de la deformații hidrostactice ($r/R = 1$ și $E^k/E^0 \approx 1$) până la deformații practic uniaxiale ($r/R < 0,5$ și $E^k/E^0 > 10$).

Bibliografie

1. Брандт Н. Б., Минина Н. Я., Кептя В. Ф. Метод создания сильных анизотропных упругих деформации монокристаллов // ПТЭ. - 1972. - № 6. - С. 189 – 194.
2. Кептя В. Ф., Широких В. Д. Характер деформации цилиндрического образца с боковой поддержкой в условиях всестороннего сжатия // Прикладная математика и программирование. 1973. - Вып. 10. - С. 71 – 79.
3. Cheptea V. Unele metode experimentale de obținere a deformațiilor anizotropice a cristalelor // Analele USB "A. Russo" secția Matematică, Fizică, Tehnică (ediție nouă). – Bălți, 2001.- T. XIX. - P. 31 - 37.
4. Кептя В. Ф. Новый метод создания сильных анизотропных упругих деформаций кристаллов и его применение для исследования энергетического спектра висмута: Канд. дис. – М.: Моск. гос. ун-т, им. М. В. Ломоносова, 1973. - 143 с.
5. Ицкевич Е. С. Физические исследования при высоких давлениях // Таллин, 1967. – Ч. 1. – 146 с.
6. Брандт Н. Б., Ицкевич Е. С., Минина Н. Я. Влияние давления на поверхность Ферми металлов. // УФН. – 1971. - Т. 104, Вып. 3. - С. 459 – 488.
7. Кептя В. Ф., Лавренюк М. Ю., Минина Н. Я. Оценка негидростатичности сжатия в бомбах фиксированного давления при низких температурах // ПТЭ. – 1987. - № 5. – С. 174 – 176.
8. Брэдли К. Применение техники высоких давлений при исследовании твердого тела. - М.: Мир, 1972.- 180 с.
9. Брандт Н. Б., Рябенко Г. А. Исследования влияния одностороннего сжатия на квантовые осцилляции магнитной восприимчивости // ЖЭТФ. – 1959. - Т. 37. – С. 389 -391.
10. Брандт Н. Б., Кульбачинский В. А., Минина Н. Я. Влияние одноосных деформации на поверхность Ферми у висмута // Письма в ЖЭТФ. – 1977. – Т. 26, Вып. 3.- С. 637 – 640.

Prezentat la 16.04.2004