

Mirosław KIELPIŃSKI, Henryk BUDZISZ

POLITECHNIKA KOSZALIŃSKA, WYDZIAŁ ELEKTRONIKI

Piotr MYŚLIŃSKI

POLITECHNIKA KOSZALIŃSKA,

ŚRODOWISKOWE LABORATORIUM TECHNIKI PRÓŻNIOWEJ

Paweł KAMASA

WĘGIERSKA AKADEMIA NAUK,

INSTYTUT FIZYKI CIAŁA STAŁEGO I OPTYKI W BUDAPESZCIE

Komputerowy system zbierania danych z termooanalizatora

Przedstawiono architekturę i oprogramowanie systemu zbierania danych z termooanalizatora. Pomiaru obejmują jednocześnie przeprowadzane analizy: termiczną analizę różnicową (DTA), analizę dylatometryczną (TD) oraz analizę termomagnetyczną (TMAG). Oprogramowanie zostało zrealizowane w postaci aplikacji dla systemu Windows. Umożliwia obróbkę i wizualizację wyników pomiarów oraz sporządzanie dokumentacji pomiarowej.

ABSTRACT

In the paper the architecture and software for thermal analysis data acquisition are presented. The measurements led according to the ICTA standards include Differential Thermal Analysis, Dilatometric Analysis and Thermomagnetic Analysis combined simultaneously. Presented software is MS Windows application. Data evaluation and visualization are available as well as measurement documentation reporting. Examples of DTA-TMAG analysis for Ni and DTA-TMAG-DIL analysis for Fe are shown.

Wprowadzenie

Skonstruowany w Politechnice Koszalińskiej termooanalizator służy do badań wpływu temperatury na właściwości metali i stopów (głównie ferromagnetycznych) w stanie stałym w zakresie temperatur 20°C – 1100°C [1, 2]. Umożliwia on jednocześnie przeprowadzenie analizy trzema metodami: termoróżnicową, dylatometryczną i magnetyczną. Badania są realizowane w warunkach odpowiadających standardom ICTA (International Confederation for Thermal Analysis). Pomiaru kilkoma metodami tej samej próbki w jednym cyklu grzewczym są źródłem wzajemnie uzupełniających się danych, które pozwalają na pełniejszą interpretację zachodzących przemian fazowych, zwłaszcza w stopach ferromagnetycznych.

Termiczna analiza różnicowa (DTA) jest realizowana przez pomiar napięć otrzymanych z czujników Pt-RhPt, bezpośrednio kontaktujących się z czołami próbek badanej i wzorcowej. Mierzone napięcie jest proporcjonalne do różnicy temperatur między próbkami.

Termiczna analiza dylatometryczna (TD) polega na pomiarze i rejestracji zmian objętości badanej próbki w funkcji temperatury. W praktyce, zamiast trudnego w realizacji pomiaru objętości, stosuje się pomiar najdłuższego wymiaru – długości (DIL). W omawianym termooanalizatorze zmiany długości próbek są przenoszone przez pręty kwarcowe oparte na próbkach do indukcyjnych czujników przesunięcia. Przesunięcia są przekształcane na napięcie przy zastosowaniu miernika VISTRONIK. Rozdzielczość pomiarów wydłużeń wynosi $1\ \mu\text{m}$ (dla zakresu $\pm 1000\ \mu\text{m}$) lub $0,1\ \mu\text{m}$ (dla zakresu $\pm 200\ \mu\text{m}$).

Analizę termomagnetyczną (TMAG) realizuje się poprzez

Mgr inż. **Mirosław KIELPIŃSKI** – Wydział Elektroniki Politechniki Koszalińskiej ukończył w roku 1998 na kierunku Elektronika i Telekomunikacja w specjalności Aparatura Elektroniczna.

Dr hab inż. **Henryk BUDZISZ** – prof. nzw w Katedrze Inżynierii Komputerowej Wydziału Elektroniki Politechniki Koszalińskiej. Zajmuje się zastosowaniami metod sztucznej inteligencji do projektowania układów elektronicznych oraz systemami pomiarowymi.

Dr inż. **Piotr MYŚLIŃSKI** – specjalista w Środowiskowym Laboratorium Techniki Próżniowej Politechniki Koszalińskiej. Zajmuje się opracowaniem i wdrożeniami jednoczesnych badań różnymi metodami termicznymi metali i stopów ferromagnetycznych.

Dr **Paweł KAMASA** – wychowanek Uniwersytetu im. A. Mickiewicza w Poznaniu, jest od roku 1985 pracownikiem naukowym w Instytucie Fizyki Ciała Stałego i Optyki Węgierskiej Akademii Nauk w Budapeszcie. Pracuje w dziedzinie fizyki metali i zajmuje się badaniem stopów żelaza w fazie nanokrystalicznej.

pomiar amplitudy napięć indukowanych w cewkach nawiniętych na uchwytych badanych próbek. Cewki wraz z próbkami są umieszczone w centralnej części podwójnego układu cewek Helmholtza, które wytwarzają jednocześnie zmienne oraz stałe (podmagnesowujące) pole magnetyczne. Skonstruowany układ umożliwia pomiar napięć odpowiadających aktualnej wartości rewersyjnej podatności magnetycznej badanej próbki ferromagnetyka w funkcji temperatury oraz natężenia podmagnesowującego pola magnetycznego.

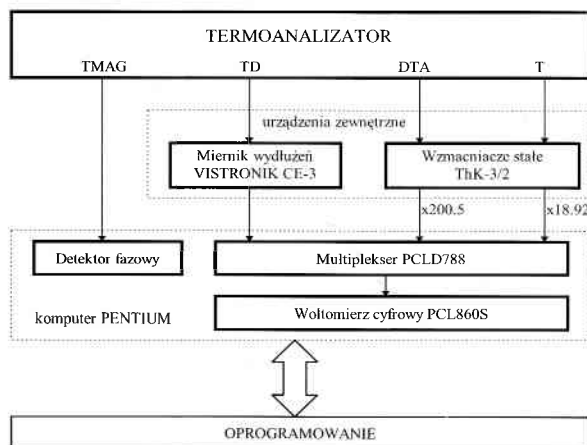
Zmiany temperatury uzyskiwane za pomocą konwencyjno-radiacyjnego układu grzewczego są sterowane przez mikroprocesorowy programator, co umożliwia uzyskanie liniowości z błędem poniżej 0,1%. Szybkość ogrzewania może być ustawiana w zakresie $0,5\text{--}200^{\circ}\text{C}/\text{min}$, a szybkość studzenia w zakresie $0,5\text{--}10^{\circ}\text{C}/\text{min}$. Napięcie odpowiadające bieżącej wartości temperatury jest więc kolejnym sygnałem, który należy rejestrować w trakcji analizy termicznej.

Cylindryczne próbki badanych materiałów mają wymiary: $\phi 3 \times 30\ \text{mm}$.

Sprawne prowadzenie badań przy użyciu skonstruowanego termooanalizatora stwarza konieczność opracowania systemu do zbierania, rejestracji i prezentacji wyników pomiarów.

Zbieranie danych z termooanalizatora

Analiza DTA i DIL oraz pomiar temperatury są dokonywane przez cykliczny pomiar napięć w zadanym przedziale czasu (czas nagrzewania lub czas badań izotermicznych). Natomiast analiza TMAG – przez cykliczny pomiar amplitudy napięć w czujnikach indukcji magnetycznej. Pomiaru zrealizowano przy użyciu urządzeń zewnętrznych oraz kart pomiarowych zainstalowanych w komputerze (rys. 1).



Rys. 1. Schemat blokowy systemu zbierania danych z termooanalizatora

Komunikacja z kartą cyfrowego woltmierz PCL 860S i kartą multiplexera PCLD-788 odbywa się poprzez dołączony sterownik (plik dvm. sys). Udostępnia on polecenia sterujące do ustawiania parametrów kart oraz odczytu stanu bieżącego i wyników pomiarów (tab.).

Jako przykład użycia poleceń sterujących, pokazano procedurę w języku Pascal, ustawiającą zakres pomiarowy:

Wykaz niektórych poleceń języka autonomicznego kart PCL-860 i PCLD-788

Polecenie	Zastosowanie
REad ERror	odeczyt błędów powstających przy realizacji poleceń
REad RAnge	odeczyt zakresu pomiarowego
REad VAlue	odeczyt wartości zmierzonego napięcia
SEt	ustawienie zakresu napięcia i jednostek
SEt CUrrent	ustawienie zakresu prądu
SEt SPeed	ustawienie szybkości odczytu
TRigger	przełączenie kanału multipleksera
HOld	zatrzymanie przerzutnika i odczyt bieżącej wartości
WAit	oczekiwanie na odczyt danych

```

procedure set_range (range_value: string);
{ przykład użycia: set_range ('200 mV') }
var
dvm: Text;
begin
assign (dvm, '$DVM'); { dostęp do sterownika }
rewrite (dvm);
{ wysłanie polecenia ustawienia zakresu }
writeln (dvm, 'SET ', range_value, ' DC');
close (dvm);
end;

```

Przez argument przekazuje się w postaci tekstowej zakres (dozwolone wartości: 2, 20, 200 lub auto) i nazwę jednostki (mV lub V). W podobny sposób realizuje się wybór kanału, ustawianie szybkości odczytu, zakresu prądu, a także odczyt mierzonego napięcia, aktualnego zakresu, numeru błędu w przypadku niepoprawnie zredagowanych poleceń itp.

Cyfrowy detektor fazowy jest wyposażony w programowany wzmacniacz wejściowy (wzmocnienie 6÷51dB) z cyfrową pętlą sprzężenia zwrotnego oraz generator funkcyjny używany do sterowania przemiataniem pola magnetycznego. Wszystkie podzespoły są programowalne poprzez ustawienie odpowiednich rejestrów na karcie. Jako przykład zostanie pokazana procedura ustawiająca wzmocnienie wzmacniacza wejściowego, wyznaczone z zależności $1024/(2par+1)$, gdzie *par* jest wartością zapisywaną w rejestrze 240hex i może przyjmować wartości 1... 255

```

procedure set_gain (gain: real);
{ przykład użycia: set_gain (15) }
var
par: integer;
begin
par := round (512/gain-0.5);
if par<1 then par := 1 else
if par>255 then par := 255;
{ zapis do rejestru 240hex }
port[$240] := word (par);
end;

```

W większości procedur obsługi Cyfrowego Detektora Fazowego wykorzystuje się kod udostępniony przez konstruktora karty [3].

Programowa obsługa pomiarów

Programowa obsługa stanowiska pomiarowego została zrealizowana jako aplikacja dla systemu Windows. Program jest dostępny w wersji instalacyjnej, która automatycznie tworzy odpowiednie drzewo katalogów, rozpakowuje pliki i konfiguruje system. Podstawowe zadania programu to:

- wybór metod pomiarowych (różnych zestawień DTA, DIL i TMAG),
- sterowanie kartami pomiarowymi,
- pobieranie wyników pomiarów i ich rejestracja,
- obróbka i wizualizacja wyników pomiarów,
- sporządzanie dokumentacji pomiarowej.

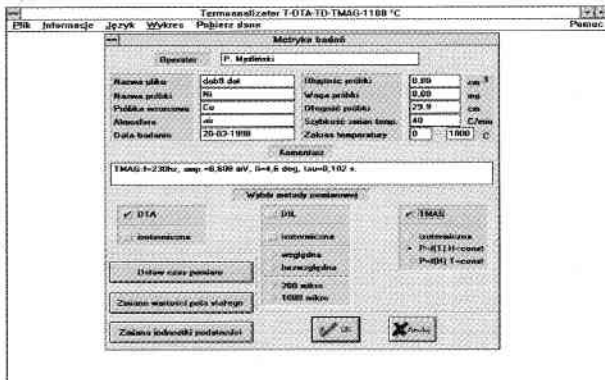
Program został zrealizowany w środowisku *Borland Pascal for Windows* z zastosowaniem programowania obiektowego.

Ustaleń dotyczących pomiarów dokonuje się w oknie dialogowym „Metryka badań” wywołanym przez opcję „Pobierz dane” z menu głównego (rys. 2). Dokonuje się tu wyboru metod analizy termicznej spośród 15 różnych możliwych zestawień:

- DTA, DIL, TMAG, DTA-DIL, DTA-TMAG, DIL-TMAG, DTA-DIL-TMAG w funkcji temperatury próbki.
- DTA, DIL, TMAG, DTA-DIL, DTA-TMAG, DIL-TMAG, DTA-DIL-TMAG w funkcji czasu (badania izotermiczne).
- TMAG w funkcji natężenia pola magnetycznego podmag-

nesującego.

Przy analizie izotermicznej w dodatkowym oknie dialogowym określa się czas i częstotliwość pomiarów. Dla analizy



Rys.2. Okno dialogowe „Metryka badań”

dylatometrycznej określa się rodzaj pomiaru (opcja „względna” lub „bezwzględna”) oraz ustawienie zakresu pomiarowego na mierniku VISTRONIK (opcja „200 mikro” lub „1000 mikro”). Ponadto analiza TMAG wymaga ustawienia wartości natężenia pola podmagneującego, a także określenia jednostek dla pomiaru podatności magnetycznej. Ustaleń tych dokonuje się w pomocniczych oknach dialogowych.

Wyniki pomiarów są zapisywane do pliku, a wraz z nimi informacje o operatorze, próbce i warunkach pomiaru (rys. 2). Informacje te są dużym ułatwieniem przy przeglądaniu plików zawierających wyniki badań (rys. 3).

Opcja „Wykres” pozwala na skalowanie, powiększanie i opis charakterystyk, a także umożliwia znakowanie wybranych



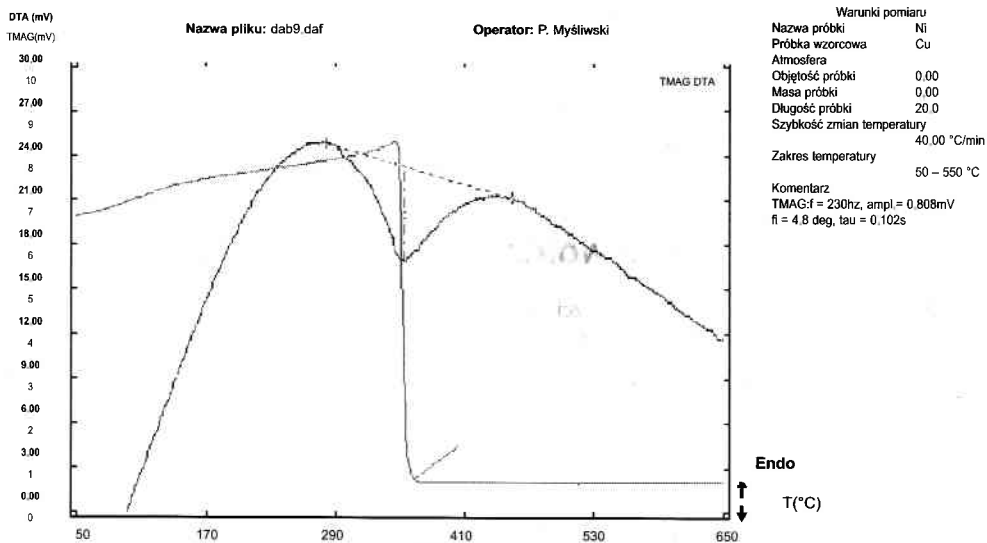
Rys.3. Okno dialogowe „Otwórz”

temperatur. Przy użyciu opcji „Język” można wybrać interfejs użytkownika w wersji polskiej lub angielskiej.

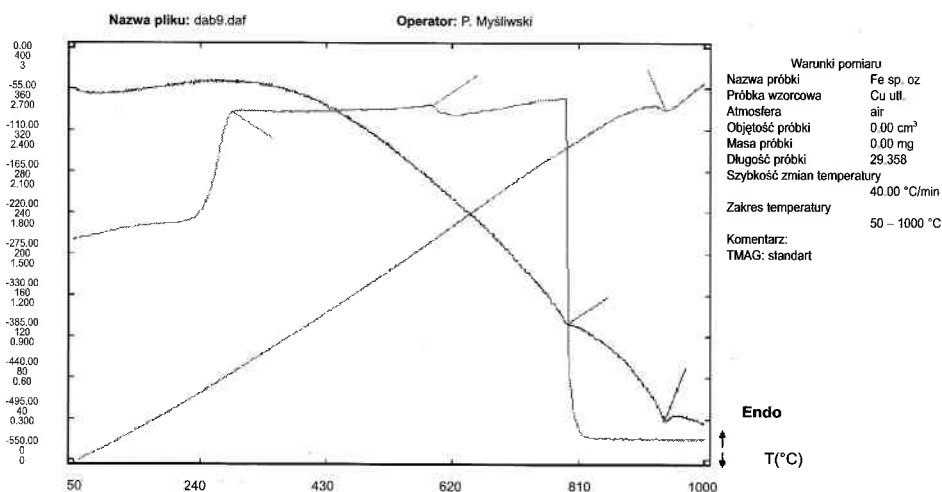
Przykład realizacji pomiarów

Jako przykłady zostaną przedstawione wyniki analizy termicznej DTA-TMAG próbki niklu Ni oraz DTA-TMAG-DIL próbki żelaza Fe.

Na rys. 4. są pokazane rezultaty badań próbki niklu Ni, gdzie dzięki możliwościom opracowanego programu został



Rys.4. Rezultaty jednoczesnych badań termicznych DTA i TMAG próbki niklu



Rys.5. Rezultaty jednoczesnych badań termicznych DTA, TMAG i DIL próbki żelaza

wyeksponowany fragment krzywej DTA w pobliżu temperatury Curie (363°C). W temperaturze tej występuje endotermiczna przemiana drugiego rodzaju i związana z nią nieciągłość ciepła właściwego. Z wykorzystaniem opracowanego programu została również wyznaczona powierzchnia efektu („piku”) DTA, odpowiadająca wartości ciepła przemiany oraz maksymalna wartość odchylenia od linii „bazowej” (ok. 3°C).

Przebieg krzywej TMAG w sposób wyraźny potwierdza występowanie temperatury Curie, w której następuje gwałtowny spadek napięcia indukowanego w cewkach obejmujących badaną próbkę. Drugi przykład dotyczy rezultatów jednocześnie prowadzonych analiz DTA-DIL-TMAG próbki żelaza Fe (rys. 5). Temperaturowy zakres badań wynosił 20–1000°C. Rysunek przedstawia przebieg rezultatów badań termoróżnicowych DTA, termomagnetycznych TMAG i zmian wydłużenia liniowego DIL.

Przebieg krzywej DTA wyróżnia temperaturę Curie badanej próbki żelaza (793°C) oraz temperaturę przemiany pierwszego rodzaju (940°C) związanej ze zmianą stałej sieciowej struktury żelaza ($\alpha \rightarrow \gamma$).

Przebieg krzywej TMAG natomiast potwierdza wyraźnie wartość temperatury Curie (793 °C) badanej próbki żelaza oraz ujawnia, że w temperaturze 589 °C występuje przemiana magnetyczna fazy związku Fe_2O_3 będącej głównym składnikiem produktu utleniania materiału żelaza w wysokich temperaturach. Zarejestrowano również wzrost wartości sygnału odpowiadającego podatności magnetycznej w temperaturze 288 °C, który jest konsekwencją zaniku wpływu w tej temperaturze odmagnesowania wnoszonego przez końce walcowej próbki na proces jej magnesowania w zmiennym polu magnetycznym.

Krzywa DIL potwierdza (podobnie jak na krzywej DTA) temperaturę występowania przemiany pierwszego rodzaju (941 °C) oraz pozwala za pomocą opracowanego programu wyznaczać wprost współczynniki rozszerzalności liniowej próbki w wybranym przez operatora zakresie temperatur, co jest uwidocznione w górnej części rysunku.

Podsumowanie

Przedstawione oprogramowanie umożliwia sprawne przeprowadzenie badań, w tym również analiz termicznych przy dużej szybkości zmian temperatury. Program zostanie uzupełniony o procedury realizujące filtrację cyfrową otrzymanych wyników, co umożliwi wyeliminowanie wpływu szumów i zakłóceń.

LITERATURA

- [1] P. MYŚLIŃSKI, W. PRECHT, J. STAŚKIEWICZ: Construction of a Thermoanalyser for DTA-TD-TMAG-T measurements on metals up to 1100°C. *Journal of Thermal Analysis* 1989, pp. 193-197.
- [2] P. MYŚLIŃSKI: Metoda jednoczesnej analizy termo-różnicowej, -dylatometrycznej i -magnetycznej w zastosowaniu do badań przemian fazowych w metalach i stopach w stanie stałym. *IKK Inżynieria Materialowa* Gdańsk 1996, str. 19–24.
- [3] P. KAMASA: Cyfrowy Detektor Fazowy (Lock-in). Instrukcja obsługi.