



DESARROLLO DE UN DISPOSITIVO PARA MEDIR RESISTOMETRÍA ELÉCTRICA SIN SOLDADURA A LA MUESTRA

Marcelo Stipcich^(1,2), Osvaldo Toscano⁽¹⁾ y Victoria Nosedá Grau⁽¹⁾

⁽¹⁾ IFIMAT, Instituto de Física de Materiales Tandil. UNCentro. Pinto 399 (7000) Tandil

⁽²⁾ CONICET Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas

e-mail: mstipci@exa.unicen.edu.ar

RESUMEN

En este trabajo se presenta el diseño de un dispositivo para determinar la resistividad eléctrica de un material sin necesidad de soldar los terminales a la muestra en estudio. Esta característica permite reducir notablemente el tiempo necesario para poner en marcha una experiencia, aspecto que resulta sumamente importante en aquellos casos en que los tiempos característicos de los procesos a estudiar son cortos. Adicionalmente, las características del sistema hacen posible realizar rampas de calentamiento o enfriamiento controladas en rangos de tiempos breves. Las características del equipo fueron puestas a prueba durante ensayos de una aleación base Al.

ABSTRACT

In this work the design of an electrical resistivity measurement device is presented that avoids welding the leads to the sample. This feature significantly reduce the time needed to launch an experiment, which is extremely important in the study of processes with short characteristic times. In addition, the system characteristics make possible to program ramps with high cooling or warming rates. The device features were checked out on an Al base alloy.

INTRODUCCIÓN

La técnica de resistometría eléctrica (RE) consiste en analizar el comportamiento de la resistividad eléctrica de un material en función de la temperatura o en función del tiempo a una temperatura de ensayo constante [1]. Si bien la RE es una herramienta utilizada en otros campos de investigación (ver por ejemplo [2, 3, 4, 5]) desde el punto de vista de su aplicación en materiales metálicos y aleaciones los dos procesos de dispersión de electrones de conducción más importantes son los fonones y los defectos existentes en la red cristalina (vacancias, desorden, etc.). Como ambos procesos son extremadamente sensibles a detalles microestructurales en escala atómica [1], cualquier modificación en la distribución local de los átomos de una aleación se verá reflejada en un cambio en la resistividad eléctrica (ρ) del material [6] haciendo, de esta magnitud, un indicador muy sensible del estado de la estructura y microestructura de la muestra en estudio.

La experiencia ha demostrado que cuando es complementada con las técnicas adecuadas, la RE permite obtener una adecuada descripción de los procesos térmicos que ocurren en una amplia familia de materiales y brindar una precisa cuantificación de las energías involucradas en cada proceso y de las fases precipitadas [7, 8, 9, 10]. A modo de ejemplo, dentro de las aplicaciones más comunes se puede citar la de la caracterización de la cinética de precipitación [11] y crecimiento de precipitados [12], la cinética de disolución de partículas, procesos de cristalización en aleaciones amorfas [13, 14], caracterización de procesos de orden [9, 15, 16], la determinación de los tiempos críticos en procesos de recristalización [17], el control de partículas de refuerzo en materiales compuestos [18], etc..

Básicamente la experiencia consiste en determinar la diferencia de potencial entre dos puntos de la muestra cuando se hace circular una corriente eléctrica de magnitud conocida. Por esta razón, además de la precisión en los datos obtenidos, esta técnica también presenta la ventaja de que la preparación de

las muestras consiste en un proceso generalmente sencillo que requiere muy poca cantidad de material, sobre el que habitualmente se sueldan los terminales de medida. Sin embargo, existen experiencias en que pueden presentarse inconvenientes. A modo de ejemplo se pueden citar algunos casos en que se estudian fenómenos durante [19] o inmediatamente después de un templado [9]. Si bien el posible daño superficial es mínimo, hay casos en que el proceso de soldadura es dificultoso. En estos casos, cuando los terminales han sido colocados previos al templado, generalmente se sueltan durante el enfriamiento imposibilitando la realización de la experiencia. Una forma de evitar este inconveniente es soldar los terminales luego del templado, pero puede suceder que el tiempo de soldadura más el tiempo necesario para alcanzar la temperatura de ensayo sea excesivamente largo comparado con el tiempo característico del proceso que se desea investigar.

En este trabajo se presenta el diseño de un dispositivo que permite determinar la resistividad eléctrica de un material sin necesidad de soldar los terminales a la muestra en ensayo y, adicionalmente, reducir

considerablemente el tiempo transcurrido entre el templado de la muestra y el necesario para alcanzar la temperatura de ensayo.

DETALLES DEL DISEÑO

Como ha sido mencionado, una experiencia de resistividad consiste en hacer circular una corriente eléctrica de magnitud conocida, I , por la muestra en estudio mientras se determina simultáneamente la caída de potencial, V , entre dos puntos de la misma. Como en general es inviable determinar experimentalmente el valor de ρ , usualmente se mide la resistencia, R , y luego se realiza algún tipo de normalización de R para independizar la medida de las características geométricas de la experiencia.

El equipo se muestra esquemáticamente en la Figura 1. La muestra a medir es empaquetada entre dos resistencias calefactoras pequeñas que cumplen la función de horno. El sistema consta de dos módulos, uno de medida y otro de control de temperatura, y están diferenciados con colores en la figura.

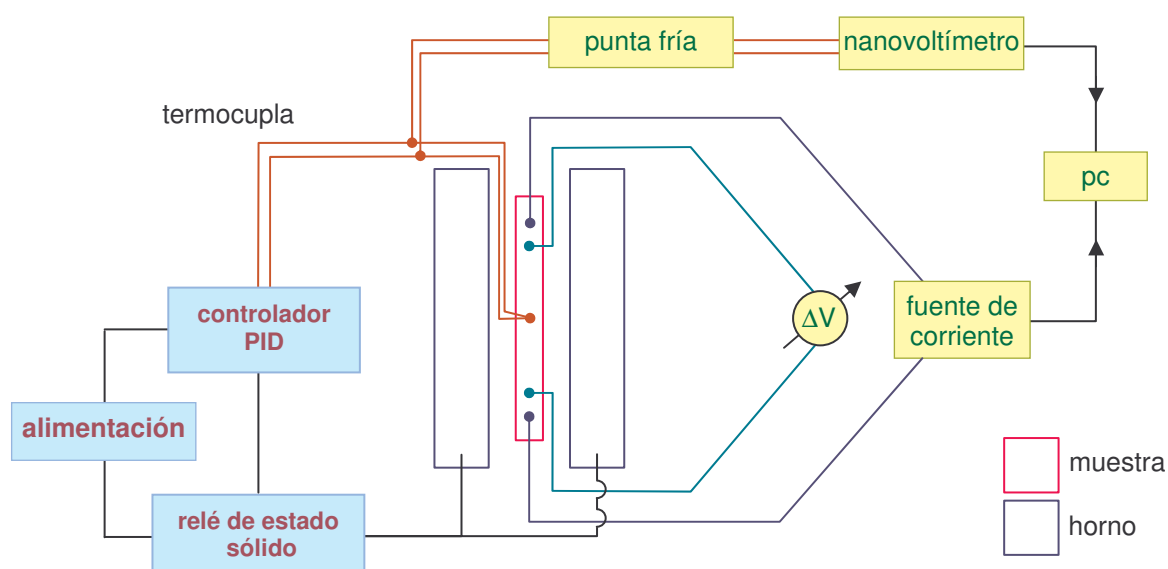


Figura 1: Esquema de sistema de medida. El módulo de medida está compuesto por una fuente de corriente y un voltímetro; la temperatura se determina con un milivoltímetro a través de una punta fría. El módulo de control de temperatura está compuesto por un controlador de temperatura conectado con un relé de estado sólido.

A través del módulo de medida, cuyos componentes en la Figura 1 están indicados en verde y amarillo, se controla la intensidad de corriente aplicada y se determinan la caída de potencial entre dos puntos de la muestra y la temperatura. Estos datos son recolectados en forma digital a través de una interfase tipo IEEE y almacenados en una computadora. Durante estas experiencias, en general, las resistencias que se desean medir pueden ser del orden de la resistencia de los cables conectores entre la muestra y el voltímetro. Junto con esto, las diferencias de potencial a determinar pueden ser del orden de los potenciales de contacto que se generan entre los terminales de medida y la muestra [20]. A modo de evitar estos inconvenientes, este equipo se diseñó para utilizar el método de medida conocido como de cuatro puntas. Éste consiste en colocar por separado los dos puntos de contacto con la fuente de corriente y los dos puntos de medida del voltímetro. De esta manera, la corriente I se aplica en forma de onda cuadrada de amplitud (+/-) 100 mA y R se calcula como un promedio entre las resistencias obtenidas para cada uno de los dos sentidos de circulación de corriente. Este método es uno de los más usuales, tal como puede observarse en la mayoría de las citas bibliográficas de este trabajo.

Los componentes del módulo de control de temperatura están indicados en la Figura 1 en celeste y violeta. Para el control de la temperatura del sistema se utiliza la misma termocupla del módulo de medida. Esta señal es procesada por un controlador de temperatura PID NOVUS, modelo 1100 que se conecta con las resistencias calefactoras a través de relé de estado sólido con salida modulada por pulsos (RSS) marca Autonics SPC1-50. La conexión con el relé se hace mediante la salida analógica de 4 a 20 mA del controlador de temperatura. De acuerdo a las características técnicas de este sistema de control, es posible establecer programas de hasta 20 segmentos de calentamiento, de enfriamiento, o de control a una temperatura constante.

Una fotografía del equipo completo se presenta en la Figura 2 (a). A modo de sumar versatilidad al sistema, se construyó un montaje regulable (Figura 2 (b)) que hace posible realizar determinaciones resistométricas dentro de una cámara refrigerada, por ejemplo, un freezer horizontal o, cuando se trabaja a temperatura ambiente, introducir todo el dispositivo dentro de un recipiente cerrado a modo de evitar las corrientes de aire.

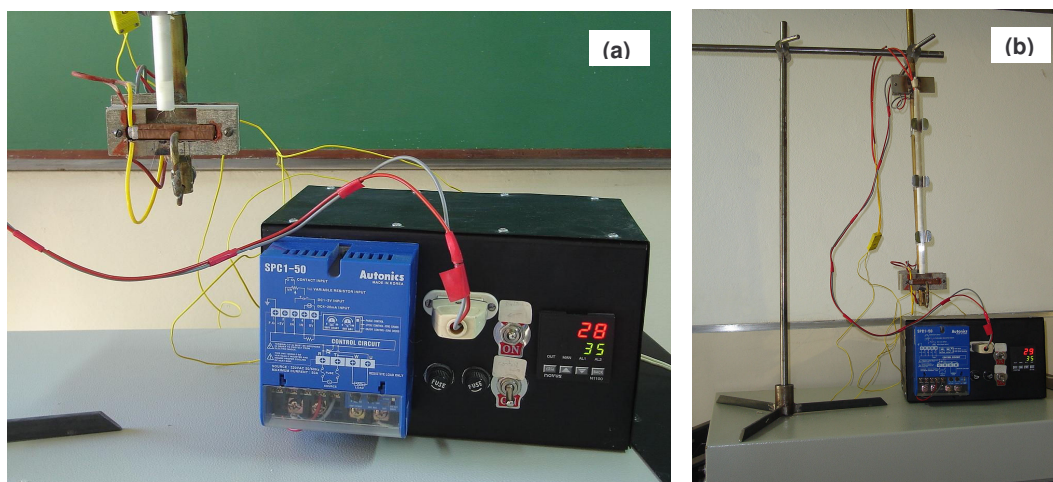


Figura 2: fotografías del equipo completo.

Cada resistencia calefactora consiste en un arrollamiento de alambre de kanthal de 0.20 mm de diámetro sobre una placa de mica de ≈ 0.4 mm de espesor. El bobinado está cubierto con papel de mica de 0.10 mm de espesor y envuelto en papel de cobre del mismo de espesor, generando una pieza de dimensiones finales de $(2.0 \times 10.0 \times 50.0) \text{ mm}^3$ (**¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.**). Debido al diámetro del alambre, se observó que la temperatura máxima de calentamiento del sistema es de 250°C .

Geometría y colocación de las muestras

Para experiencias de RE es recomendable que las muestras consistan en hilos o barritas alargadas de baja sección transversal o láminas delgadas [21]. Para el caso del dispositivo presentado en este trabajo, a modo de asegurar temperatura uniforme sobre toda la muestra, es conveniente que el largo de la misma no supere los 40 mm. A modo de facilitar el contacto con los terminales de medida, es necesario que la superficie de la muestra sea preparada convenientemente quitando

posibles impurezas provenientes del tratamiento térmico previo. En este caso las caras de la muestra fueron lijadas con papel abrasivo de grano 600.

La muestra se coloca sobre la primer resistencia calefactora, aislada por una cinta de celofán engomada de doble cara que facilita la sujeción (**¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** (a)). Sobre la cara libre de la muestra se colocan los terminales de medida y la termocupla de control sujetos con otra cinta engomada, y se coloca la segunda resistencia calefactora. Finalmente este empaquetamiento se coloca sobre una placa de sindanyo y se sujeta firmemente mediante un soporte adecuado (**¡Error! No se encuentra el origen de la referencia.** (b)). Un tornillo permite encontrar la presión del soporte a modo de que establecer un buen contacto eléctrico entre los terminales de medida y la muestra. Los terminales de contacto, generalmente alambres de kanthal de 0.20 mm de diámetro, son llevados hasta el dispositivo a través de un tubo de cuarzo y se pasan por orificios pequeños realizados en la placa de sindanyo a modo de controlar su posición evitando cortocircuitos.

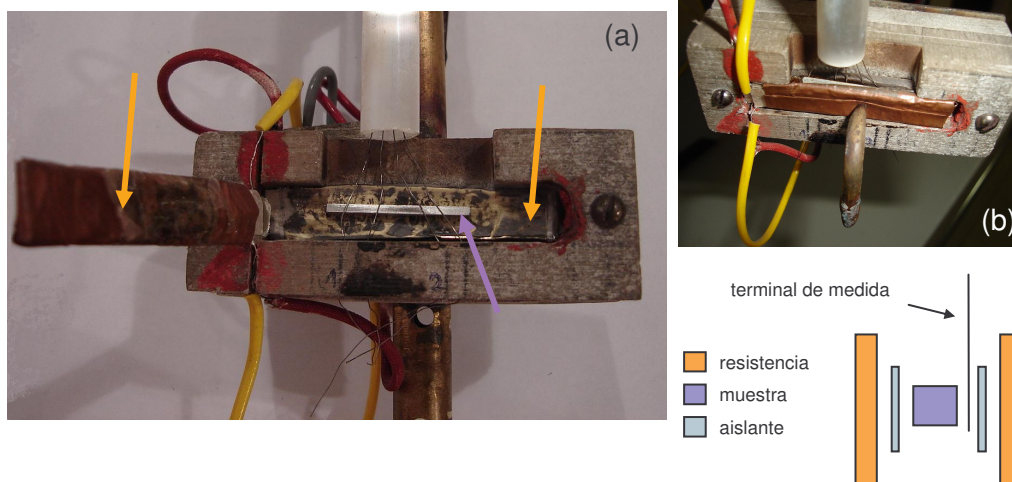


Figura 3: detalle de las resistencias calefactores y esquema de sujeción de una muestra. El código de colores del esquema se corresponde con el color de las flechas en (a)

Puesta a punto del sistema

El equipo ha sido puesto a prueba durante ensayos de envejecimiento artificial de muestras de un aluminio comercial de la serie

6000. En este tipo de aleaciones el material sufre un proceso de envejecimiento natural (EN) a temperatura ambiente inmediatamente después del templado [22, 23], durante el que se forman conglomerados de átomos de Mg y

Si. Se presume que estos conglomerados interfieren fuertemente con los procesos de precipitación originados por tratamientos de envejecimiento artificial (EA) posteriores [24, 25]. Por esta razón, si el objetivo es estudiar el EA, se imprescindible evitar el EN impidiendo que la muestra permanezca a temperatura ambiente durante tiempos prolongados.

Previo a cada experiencia, el sistema debe ser cuidadosamente calibrado a modo de maximizar la velocidad de calentamiento y de realizar un buen control de la temperatura de EA. Dadas las características del sistema de calefacción, para la puesta a punto del dispositivo es fundamental encontrar una combinación exacta entre los parámetros P , I y D del controlador de temperatura y los de *retardo de tiempo y porcentaje de señal de salida* del relé, de manera de reproducir lo más exactamente posible la rampa de calentamiento programada y de mantener la temperatura de tratamiento isotérmico. El primer ajuste de los parámetros del controlador se realiza de acuerdo a las recomendaciones del fabricante, fijando los del relé al 50%. El ajuste fino se realiza a partir de los datos obtenidos del registro de la señal temperatura - tiempo, obtenido de la puesta en marcha del equipo con una rampa de calentamiento y una temperatura de control similares a las que se utilizarán en una experiencia. A continuación, los parámetros del relé se ajustan de manera similar. Durante las experiencias se observó que la temperatura de control puede afectar ligeramente la calibración de los parámetros de relé pero no la de los valores de P , I y D , por lo que es recomendable controlar la calibración cada vez que se modifica el valor de temperatura de tratamiento isotérmico.

Durante estas experiencias, luego del homogeneizado y del templado, el tiempo promedio requerido para colocar la muestra en

el dispositivo fue menor que 150 s. En la Figura 4 se presenta la señal obtenida para la puesta en funcionamiento a una temperatura de envejecimiento artificial $T_{EA} = 170^{\circ}\text{C}$, con calibración poco adecuada (Figura 4 (a)) y en condiciones óptimas de calibración (Figura 4 (b)). En la misma figura se indican los tiempos de calentamiento y el rango de temperatura de control, pudiéndose observar que el dispositivo ofrece una excelente respuesta a los requerimientos experimentales cuando la calibración es la adecuada. El comportamiento de la resistencia eléctrica con el tiempo de EA para una de las muestras estudiadas se presenta en la Figura 5; de acuerdo a las características del equipamiento utilizado, la sensibilidad de medida es de $10^{-8} \Omega$. Para más detalles sobre la relación entre los resultados obtenidos y la evolución de la microestructura de la aleación estudiada, puede consultarse [26, 27].

A modo de comprobar las bondades experimentales del sistema, en la Figura 6 se presentan resultados de la variación de la resistencia eléctrica con el tiempo, obtenidos sobre una misma muestra midiendo por el método convencional con los terminales soldados (■), y con el dispositivo descrito en este trabajo (■). De esta figura se puede comprobar que si bien existe una ligera dispersión experimental en los datos obtenidos con el dispositivo, su orden de magnitud es mucho menor que el de los cambios de resistencia producidos por los fenómenos que se pretenden estudiar. Esto permite concluir que mediante el método experimental propuesto es posible registrar de manera confiable el comportamiento del material en estudio.

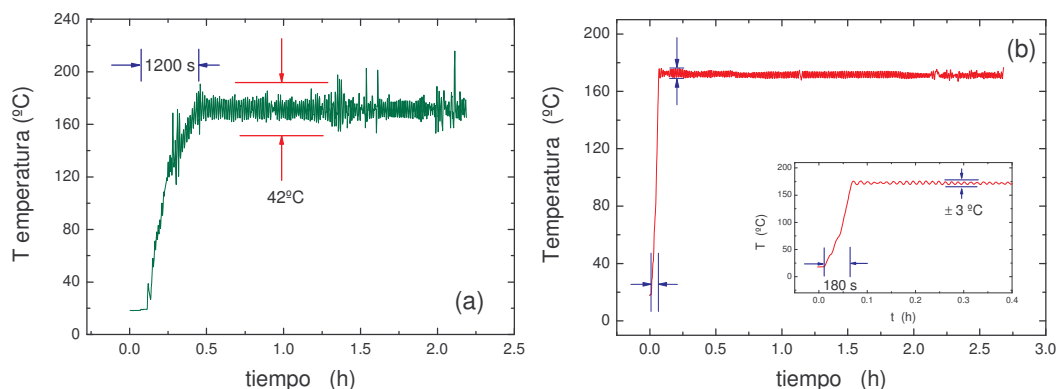


Figura 4: Tiempo de calentamiento y control de temperatura durante un ensayo a $T_{EA} = 170\text{ °C}$ en condiciones de (a) mala calibración y (b) con la mejor calibración posible.

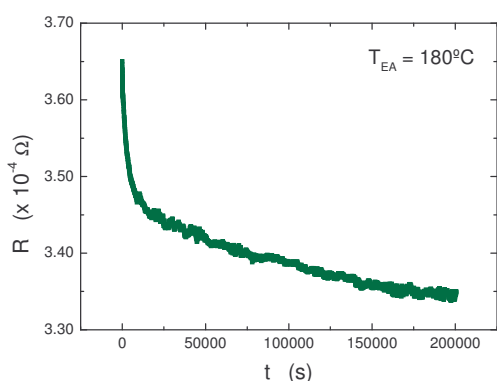


Figura 5: resistencia versus tiempo de EA.

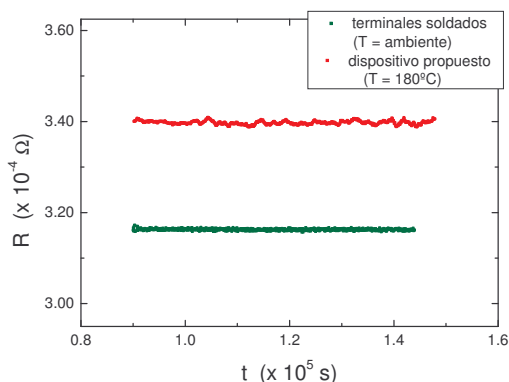


Figura 6: resistencia versus tiempo para una misma muestra en diferentes condiciones de medida (ver texto)

CONCLUSIONES

En este trabajo se presenta el diseño y puesta a punto de un dispositivo que permite realizar determinaciones de resistencia eléctrica de un material, sin necesidad de soldar los terminales de medida al material estudiado. Se comprobó que, bajo una correcta calibración, se reduce considerablemente el tiempo necesario para poner en marcha una experiencia. Este aspecto adjudica un particular interés al dispositivo especialmente para ser utilizado en aquellos casos en que los tiempos característicos de los procesos a estudiar son cortos.

AGRADECIMIENTOS

Este trabajo ha sido realizado con financiamiento de la Secretaría de Ciencia Arte

y Técnica de la UNCentro, la Agencia Nacional de Promoción Científica y Tecnológica, la Comisión de Investigaciones Científicas de la Provincia de Buenos Aires y el Consejo Nacional de Investigaciones Científicas y Técnicas.

REFERENCIAS

- [1] P.L.Rossiter; "The electrical resistivity of metals and alloys". Cambridge University Press, 1987.
- [2] An introduction to electrical resistivity in geophysics; R. Herman, Am. J. Phys. **69** (2001) pp. 943-952.
- [3] Measuring the electrical conductivity of the Herat; B. Avants, D. Soodak, and G. Ruppeiner, Am. J. Phys. **67** (1999) pp. 593-598.
- [4] Electrical resistivity and microstructural properties of concrete materials in conditions of current flow; D.A. Koleva, O. Copuroglu, K.

- van Breugel, G. Ye and J.H.W. de Wit; Cem. and Concr. Comp. **30** (2008) pp. 731-744.
- [5] Determination of Concrete Setting Time Using Electrical Resistivity Measurement; Zongjin Li; J. Mat. Civil Eng., **19** (2007) pp. 423-427.
- [6] Investigation of short - range order by electrical resistivity measurement; W. Pfeiler; Acta Met. **36** (1988) pp. 2417-2434.
- [7] Ni₃Ga-an investigation of ordering kinetics by residual resistometry; Olga Semenova, Journal of Alloys and Compounds **386** (2005) pp. 290-295
- [8] Phase transformations during continuous cooling of polycrystalline β -CuAlBe alloys; S. Montecinos, A. Cuniberti, M.L. Castro, R. Boeri, Journal of Alloys and Compounds **467** (2009) pp. 278-283
- [9] Influence of Be addition on order-disorder transformations in β Cu-Al; F. Lanzini, R. Romero, L. Castro; Intermetallics **16** (2008) 1090-1094.
- [10] Effect of natural aging on the resistivity evolution during artificial aging of the aluminum alloy AA6111; S. Esmaeili, D.J.Lloyd and W.J.Poole; Mat. Letters, **59** (2005) pp.575-577.
- [11] Characterization of the precipitates in Al-Li(8090) alloy using thermal measurements and TEM examinations; A. Gaber and N. Afify; Phys B: Cond. Mat: **315** (2002) p.1.
- [12] High temperature precipitation kinetics and ttt curve of a 7xxx alloy by in-situ electrical resistivity measurements and differential calorimetry; P.Archambault and D. Godard: Scripta Mat. **42** (2000) p.675.
- [13] Crystallization study of amorphous Al_{87.5}Ni₇Mm₅Fe_{0.5} alloy by electrical resistivity measurement; K. L. Sahoo, A. K. Panda, S. Das and V. Rao: Mat. Letters **58** (2004) pp.316-320.
- [14] Comparison of nanocrystalline fractions determined by various methods; K. Pełkała, P. Jaskiewicz, A. Grabias and J. Latuch; Rev.Adv.Mater.Sci. **18** (2008) pp.476-480.
- [15] Crystallization study of amorphous Al_{87.5}Ni₇Mm₅Fe_{0.5} alloy by electrical resistivity measurement R. Kozubski, D. Kmiec', E. Partyka, M. Danielewski; Intermetallics **11** (2003) pp. 897-905.
- [16] Long-range order kinetics in Ni₃Al-based intermetallic compounds with L1₂-type superstructure; R. Kozubski. Prog. Mater. Sci. **41** (1997), pp. 1-59.
- [17] Softening behaviour of cold rolled continuous cast and ingot cast aluminum alloy AA5754; S. Sarka, M.A. Wells and W.J. Poole: Mater. Sci. Eng. **A 421** (2006) pp.276-285.
- [18] Electrical resistivity of metal matrix composites; Shou-Yi Chang, Chi-Fang Chen, Su-Jien Lin and Theo Z. Kattamis: Acta Mat. **51** (2003) pp.6291-6302.
- [19] Quenched-in Lattice Defects in Gold; J. E. Bauerle and J. S. Koehler; Phys. Rev. **107** (1957) p. 1493-1498
- [20] http://www.allaboutcircuits.com/vol_1/chpt_8/9.html
- [21] J.K.Kramer, R.K.Raheja. Phase Equilibria and Transformations, Ch. 5B p. 457. Techniques of Metals Research, Ed. R.F. Bunshah, J.Wiley & Sons, New York (1971).
- [22] The precipitation sequence in Al-Mg-Si alloys; G. A. Edwards, K. Stiller, G. L. Dunlop, M. J. Couper; Acta Mat. **46** (1998) pp 3893-3904.
- [23] The effect of Cu additions on the precipitation kinetics in an Al-Mg-Si alloy with excess Si; M. Murayama, K. Hono, W.F. Miao, D.E. Laughlin; Met. Mat. Trans. **A 32** (2001) pp 239-246.
- [24] The influence of temperature and storage time at RT on nucleation of the β " phase in a 6082 Al-Mg-Si alloy; C. D. Maioara, S. J. Andersen, J. Jansen, H. W. Zandbergen; Acta Mat. **51** (2003) pp 789-796.
- [25] 3DAP characterization and thermal stability of nano-scale clusters in Al-Mg-Si Alloys; A. Serizawa, S. Hirose, T. Sato, Materials Science Forum **519-521** (2006) pp 245-250.
- [26] Resistometría eléctrica y envejecimiento de una aleación tipo AlMgSi; V. Noseda Grau, M. Stipcich y A. Cuniberti. Memorias del 2º Encuentro de Jóvenes Investigadores en Ciencia y Tecnología de Materiales, 2008.
- [27] Cinética de descomposición de una aleación base Aluminio serie 6000. Un estudio mediante resistometría eléctrica; A.Cuniberti, M.Stipcich, O.Toscano, y V.Noseda Grau. Memorias del "Segundo Taller sobre temas de Aluminio y Metales Afines", TALMA '09, 2009; pp. 67 - 72.