

CHARAKTERYSTYKA AKUSTYCZNA STOPÓW METALI A SKŁAD CHEMICZNY

Sebastian JUCHA, Krzysztof NOWACKI

Streszczenie: W niniejszym artykule, podjęty został problem wykorzystania nieniszczących technik badań materiałów, opartych na metodach ultradźwiękowych, do identyfikacji składu chemicznego. Poprzez analizę porównawczą badania ultradźwiękowe oraz badania spektroskopowe, określony został potencjalny zakres stosowalności metody nieniszczącej, która może stanowić nową technikę wstępnych badań weryfikacyjnych. Ta technika będzie klasyfikować materiały zgodnie z opracowanymi wzorcami.

Słowa kluczowe: badania ultradźwiękowe, prędkość fali ultradźwiękowej, współczynnik tłumienia

1. Wprowadzenie

Istnieje wiele typów badań nieniszczących. Różnią się one zakresem stosowalności, zdolnością rozdzielczą, ograniczeniami. Ich głównym przeznaczeniem jest identyfikacja wad w materiale. Wyzwaniem stanowi jednak wykorzystanie, znanych technik badań nieniszczących materiałów, do identyfikacji składu chemicznego, fazowego bądź pomiaru naprężeń wewnętrznych, własności wytrzymałościowych czy szacowania wielkości ziarna. W ostatnim półwieczu, wielu naukowców skupiało się nad próbą rozwiązania owych zagadnień. I choć uzyskane przez nich wyniki ujawniały występowanie zależności między zjawiskami fizycznymi wywołanymi w materiale a wymienionymi właściwościami materiału, to większość tych badań cechowała się wysokim stopniem skomplikowania i stosunkowo małą dokładnością uzyskanych wyników [1-4].

W literaturze najszerszej opisane zostały zjawiska zaobserwowane przy wykorzystaniu badań ultradźwiękowych. Poszukiwania obejmowały w głównej mierze zależności między współczynnikiem tłumienia i prędkością fali dźwiękowej rozchodzącej się w materiale a właściwościami i strukturą materiału m.in. ich składem chemicznym oraz fazowym, właściwościami wytrzymałościowymi czy parametrami obróbki cieplnej. Badania tego typu związane są z wieloma trudnościami pomiarowymi i często sprowadzają się jedynie do oceny jakości materiału. Prezentowane w tej dziedzinie prace charakteryzują się małą powtarzalnością oraz trudnością w jednoznacznej interpretacji wyników [1, 5].

Prędkość fal ultradźwiękowych, jak i współczynnik tłumienia w materiale są zależne od bardzo wielu czynników, m.in.:

- składu chemicznego,
- rodzaju struktury (inne parametry akustyczne ma materiał o podobnej strukturze w stanie surowym a inne materiał poddany obróbce cieplnej),
- technologii wykorzystanej do otrzymania materiału (stopa odlewane po stopieniu w różnych piecach, mogą różnić się gęstością),
- obróbki cieplnej,
- rodzaju, wielkości i ilości wydzieleni,

- udziału objętościowego składników struktury jak również ich parametrów stereologicznych,
- wielkości ziaren (w obszarze jednego wyrobu, posiadającego lokalne różnice wielkości ziarna, można uzyskać różne wyniki) oraz ich orientacji (w obszarach poszczególnych ziaren prędkość propagacji fali ultradźwiękowej będzie różna ze względu na współczynnik sprężystości wzdłużnej, który przyjmuje różne wartości w zależności od kierunku krystalograficznego),
- wad wewnętrznych próbki, porowatości,
- obecności naprężeń wewnętrznych w materiale oraz różnic gęstości (wynikających np. z odkształcenia plastycznego),
- liczby Poissona,
- pochodzenia próbki (np. moment pobrania porcji metalu odlewanego, mogą pojawić się różnice w ilości wtrąceń niemetalicznych).
- temperatury w której wykonywane jest badanie [1, 5-7].

Wyniki badania tj. kształt uzyskanych krzywych prezentowanych na ekranie defektoskopu były również silnie zależne od punktu pomiarowego. Wpływ mogła mieć na to lokalna segregacja pierwiastków, różne wielkości ziaren bądź wady wewnętrzne.

Chociaż metoda ultradźwiękowa posiada wiele ograniczeń, możliwe wydaje się, stworzenie z jej wykorzystaniem bazy wzorców, pozwalających na rozpoznawanie metali i stopów różniących się składem chemicznym. Metoda ta może stanowić wstępną weryfikację dla określenia grupy materiałów, do której można zaklasyfikować posiadaną próbkę. Badanie posiadać będzie charakter uzupełniający dla obecnie wykorzystywanych metod stanowiąc wśród nich przedstawiciela badań nieniszczących.

2. Porównanie metod ultradźwiękowych oraz spektroskopowych w identyfikacji materiałów różniących się składem chemicznym

W ramach badań przeprowadzone zostało zestawienie porównawcze (tabela 1.) dwóch metod tj. nieniszczącej metody ultradźwiękowej oraz badania mającego charakter niszczący, mianowicie spektroskopii z dyspersją energii (EDS). To porównanie ma na celu określenie zakresu stosowalności badania nieniszczącego, jako narzędzia identyfikacji materiałów różniących się składem chemicznym. Metoda EDS została wybrana jako klasyczny, często stosowany w warunkach laboratoryjnych, przedstawiciel badań spektroskopowych.

Tab. 1. Porównanie metody ultradźwiękowej oraz spektroskopowej (EDS) w identyfikacji materiałów różniących się składem chemicznym.

Kryterium porównawcze	Metoda ultradźwiękowa	Metoda spektroskopowa (EDS)
Charakter badania	Badanie nieniszczące – nie ingeruje się w ciągłość wyrobu	Badanie niszczące – konieczność pobrania próbki do badań
Interpretacja wyników	Relatywnie duży poziom skomplikowania interpretacji wyników badań	Wyniki proste w interpretacji

Czas wykonywania badania	Długi czas wykonania badania, ok. kilkadziesiąt min. - konieczność przeprowadzenia wielu prób	Krótki czas wykonania badania, od kilku do kilkadziesiąt min.
Dokładność wyników	Niewielka dokładność uzyskanych wyników – występuje wiele czynników zakłócających, prędkość fali ultradźwiękowej oraz współczynnik tłumienia są zależne od wielu czynników.	Duża dokładność uzyskanych wyników – dokładna analiza jakościowa oraz ilościowa.
Koszt aparatury badawczej	Stosunkowo niski koszt aparatury badawczej	Wysoki koszt aparatury badawczej
Materiał do badań	Przygotowanie próbki do badań wymaga oczyszczenia oraz wypolerowania próbki, która powinna charakteryzować się płasko równoległą geometrią.	Badanie przeprowadzić można zarówno na zglądzie jak i na przełomie, wymagane jest jedynie oczyszczenie próbki, występują również ograniczenia związane z wielkością próbki a związane z objętością komory badawczej.

Do analizy porównawczej wykorzystany został komputer wyposażony w kartę oscyloskopową OPCARD – 01/100 ze zintegrowanym nadajnikiem impulsów o max częstotliwości próbkowania 100MHz, paśmie 0,5-25MHz, napięciu impulsu do 360V. Karta posiada jednokanałowy układ nadawczo-odbiorczy z przełączanymi dwoma wejściami dzięki czemu umożliwia pracę zarówno z jedną głowicą ultradźwiękową wykorzystując metodę badawczą echa (PE), jak również z dwiema głowicami z których jedna jest nadajnikiem druga natomiast odbiornikiem i wykonywane jest za jej pomocą badanie metodą cienia (TT). Obsługa karty przebiega z wykorzystaniem dedykowanego oprogramowania OPCARD ver.1,4 2007.

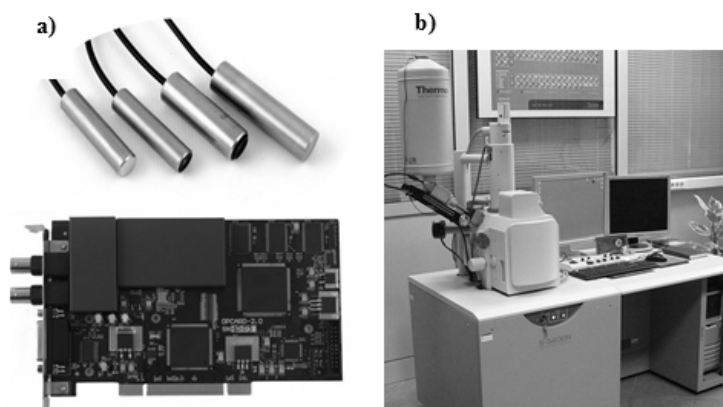
Porównywany w zestawieniu mikroskop to Hitachi S-3400 wyposażony w działo elektronowe z włóknem wolframowym, możliwością prowadzenia obserwacji struktury przy użyciu elektronów wtórnych i sprężycie wstecznie rozproszonych, napięciem przyspieszającym 0,3-30kV, powiększeniu od 5 do 300000 razy oraz wyposażony w mikroanalizator rentgenowski w systemie EDS do pomiarów punktowych, liniowych oraz powierzchniowych.

Porównując metody należy stwierdzić, że:

1. Metoda ultradźwiękowa, jako badanie nieniszczące sprawdza się kiedy wymagana jest metoda nie mająca wpływu na właściwości eksploatacyjne i wytrzymałościowe badanych konstrukcji a sam proces badawczy nie generuje jakichkolwiek zniszczeń. W badaniach spektroskopowych wielkość badanej próbki ograniczona jest komorą badawczą w której należy ją umieścić. Konieczne staje się wycięcie materiału do badań a więc ingerencja w ciągłość konstrukcji. Jedynie elementy, których wymiary liniowe nie przekraczają kilku centymetrów mogą być badane w całości natomiast samo badanie przyjmuje charakter nieniszczący.
2. Badanie ultradźwiękowe charakteryzuje się wysokim stopniem skomplikowania, wymaga obszernej wiedzy z zakresu fizyki dźwięku, materiałoznawstwa a także

technologii wytwarzania. Dla uzyskania obiektywnych wyników koniecznej jest przeprowadzenie wielu pomiarów a następnie ich uśrednienie oraz prawidłowa interpretacja. Ową interpretację utrudnia fakt występowania wielu czynników wpływających na zmianę kształtu sygnału echa obserwowanego na ekranie defektoskopu. W zestawianiu tym badanie spektroskopowe wyróżnia się o wiele prostszym w interpretacji rezultatem. Również wiedza potrzebna do zinterpretowania uzyskanych wyników nie jest tak obszerna i wymaga jedynie znajomości podstawowych zjawisk fizycznych zachodzących podczas badania w mikroskopie skaningowym. Raport powstały po badaniu jasno przedstawia skład chemiczny badanej próbki.

3. W badaniu ultradźwiękowym czas potrzebny na jego wykonanie jest relatywnie długi, mogący wynosić kilkadziesiąt minut. Jest to zadanie mozolne, wymagające przeprowadzenia wielu prób oraz dokonania dokładnych pomiarów, wymuszających pracy w ciągłym skupieniu. Duże znaczenia odgrywa również doświadczenie osoby wykonującej badanie. Badanie spektroskopowe wykorzystujące dyspersję energii jest zadaniem znacznie mniej czasochłonnym. Zazwyczaj czas potrzebny do jego przeprowadzenia to kilka (w przypadku pomiaru z punktu bądź niewielkiego pola) do kilkudziesięciu minut (w przypadku wykonywania map występowania pierwiastków na badanym obszarze). Jest to badanie nie wymagające ciągłej kontroli ze strony operatora, konieczna jest jednak specjalistyczna wiedza z zakresu obsługi elektronowego mikroskopu skaningowego.
4. W aspekcie identyfikacji materiałów pod względem ich składu chemicznego, badania ultradźwiękowe cechują się niewielką dokładnością uzyskanych wyników. Związane jest to występowaniem wielu czynników zakłócających dokonanie pomiaru, wymienionych w poprzednim rozdziale. Pominięcie któregoś z parametrów będzie skutkowało rozbieżnościami w uzyskanych wynikach. Stanowi to szczególnie problem w momencie porównywania wyników uzyskanych przez różnych badaczy. Badania spektroskopowe odznaczają się dużą dokładnością uzyskanych wyników. Zastosowanie tej metody pozwala uzyskać kompleksowy wynik analizy jakościowej oraz ilościowej. W zależności od zastosowanej metody pomiarowej można dokonać analizy składu chemicznego z punktu, wyznaczonego obszaru bądź w postaci mapy występowania pierwiastków.
5. Dla wykonania badań ultradźwiękowych potrzebna jest karta defektoskopowa oraz głowice ultradźwiękowe o określonych częstotliwościach. Owa aparatura badawcza jest stosunkowo łatwo dostępna na rynku. Również jej koszt jest przystępny dla większości jednostek badawczych jak i zakładów produkcyjnych. Aparatura jest stosunkowo niewielkich rozmiarów (rys. 1.a), umożliwiających łatwe jej przemieszczanie w miejsce badania, nie wymaga również drogiego serwisowania jak to ma miejsce w przypadku mikroskopu elektronowego (rys. 1.b) wyposażonego w przystawkę do badań EDS. W przypadku mikroskopu sam jego koszt jest bardzo wysoki, w związku z czym niewiele jednostek stać na jego nabycie. Konieczne jest ponadto umiejscowienie takiego urządzenia w przystosowanym dla niego pomieszczeniu, zapewnienie dostępu do sieci energetycznej jak również ciekłego azotu.



Rys. 1. a) karta defektoskopowa oraz przykładowe głowice ultradźwiękowe [8];
b) skaningowy mikroskop elektronowy Hitachi S-3400N [9]

6. Istotne są również różnice w procedurze przygotowania próbek do badań. Choć w metodzie ultradźwiękowej gabaryty badanego materiału nie odgrywają większej roli, to próbka bądź badany obiekt powinien charakteryzować się płasko równoległą geometrią aby zachować jednakową odległość w obszarze badania, powierzchni do której przykładana jest głowica do powierzchni odbicia fali ultradźwiękowej. Możliwe jest również wykonywanie badań na obiektach o niepłaskiej powierzchni jak np. rurociąg, jednak w takim przypadku kształt głowicy musi odwzorowywać kształt powierzchni do której jest sprzęgany. Ponadto powierzchnie powinny zostać oczyszczone oraz wypolerowane dla zwiększenia powierzchni styku głowicy do materiału badanego oraz zapewnienia stabilnego sprzężenia akustycznego. W przypadku badań spektroskopowych, pomiary można przeprowadzać zarówno na zglądzie jak i na przełomie metalograficznym. Geometria badanej próbki nie odgrywa większego znaczenia, występują jedynie ograniczenia związane z jej wielkością. Próbka przed rozpoczęciem badań powinna zostać dobrze oczyszczona aby uniknąć zakłamywania wyników, w razie konieczności może zostać zainkludowana.

3. Pomiar prędkości oraz współczynnika tłumienia fali ultradźwiękowej

W ciałach stałych wyróżnić możemy występowanie następujących rodzajów fal: podłużnych, poprzecznych, powierzchniowych, płytkowych oraz Love'a. Propagacja fali ultradźwiękowej zachodzi dzięki drganiom mechanicznym cząstek w ośrodkach sprężystych oraz przekazywaniu części energii owych drgań sąsiednim cząstkom. Parametrem charakteryzującym materiał pod względem przewodnictwa akustycznego jest akustyczna oporność falowa (impedancja akustyczna) [2, 10, 11].

$$z = \rho \cdot c \quad (1)$$

gdzie: ρ – gęstość ośrodka, natomiast c – to prędkość rozchodzenia się danego rodzaju fali.

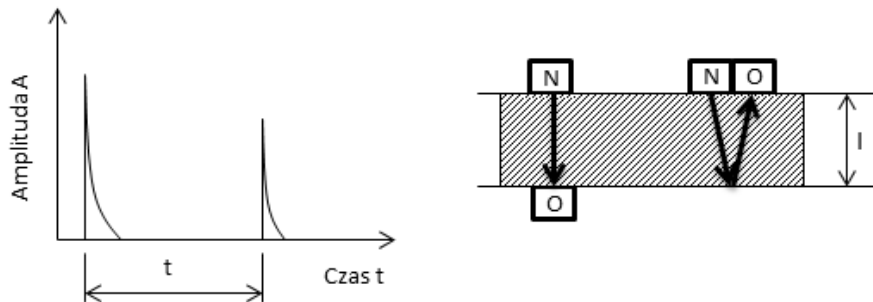
Kolejnym parametrem opisującym właściwości akustyczne materiału jest natężenie dźwięku, które rozumiane jest jako moc przenoszona przez jednostkę powierzchni i opisywane jest wzorem [2, 5]:

$$l = \frac{v \cdot t}{2} \quad (2)$$

Pomiar prędkości dźwięku w ciałach stałych wykonuje się najczęściej poprzez pomiar czasu między impulsem nadanym oraz odebrany po odbiciu się od dna próbki o znanej grubości (rys. 2.). W przypadku pomiaru metodą cienia prędkość propagacji fali podłużnej wyznacza się ze wzoru (3) natomiast w przypadku pomiaru metodą echa ze wzoru (4) [2, 3, 5, 10].

$$v_1 = \frac{l}{t} \quad (3)$$

$$v_1 = \frac{2l}{t} \quad (4)$$



Rys. 2. Schemat pomiaru prędkości fali ultradźwiękowej. Pomiar metodą cienia gdy głowica nadawcza i odbiorcza znajdują się po przeciwnych stronach badanej próbki oraz pomiar metodą echa gdy głowica nadawcza i odbiorcza znajdują się w tym samym miejscu.

Współczynnik tłumienia określa szybkość ubytku energii drgań mechanicznych fali wraz z odległością przebytą przez falę w badanym ośrodku. Natężenie dźwięku jest proporcjonalne do kwadratu amplitudy ciśnienia akustycznego, jego tłumienie opisane jest wzorem [2, 3, 5, 10]:

$$I = I_0 e^{-2\alpha l}, \quad W \cdot m^{-2} \quad (5)$$

gdzie I_0 – początkowe natężenie dźwięku, $W \cdot m^{-2}$

Po przekształceniu otrzymujemy:

$$\alpha = -\frac{\ln \frac{I}{I_0}}{2l}, \quad Np \cdot m^{-1} \quad (6)$$

W takim przekształceniu współczynnik tłumienia ma wymiar $Np \cdot m^{-1}$, częściej jednak wyrażany jest w $dB \cdot m^{-1}$. Związek między neperami a decybelami wynika z przejścia między logarytmem naturalnym a dziesiętnym (7) [2, 5, 10].

$$(7)$$

$$\ln x = \ln 10 \cdot \log x$$

$$1Np = \frac{20}{\ln 10} dB = \frac{20 \log x}{\ln x} dB \quad (8)$$

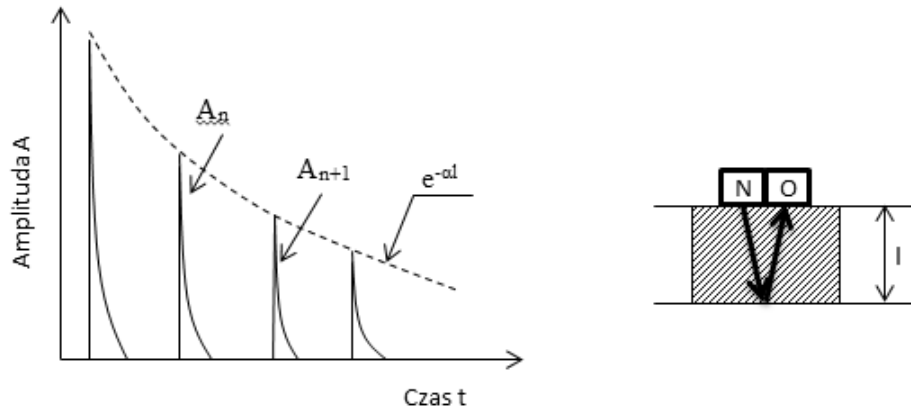
$$\alpha = \frac{\ln x \cdot \frac{20 \log x}{\ln x}}{2l} = \frac{10 \log x}{l} \quad (9)$$

$$\alpha = -\frac{\log \frac{I}{I_0}}{l}, \quad dB \quad (10)$$

W niskich częstotliwościach, współczynnik tłumienia w ośrodkach stałych wzrasta liniowo, wraz z częstotliwością. Dominuje tutaj mechanizm start związany z przeminą energii mechanicznej w ciepłą związany głównie ze współczynnikiem pochłaniania α_1 . W wysokich częstotliwościach zależność ta przyjmuje charakter paraboliczny większą rolę zaczyna bowiem odgrywać współczynnik rozpraszania α_2 , przy którym następuje spadek energii fali w wyniku jej odbić na granicach ziaren. Rozpraszanie jest tym większe im bardziej wymiary ziarna zbliżone są do długości fali, a jako że kształt ziaren jest nieregularny fale odbijają się we wszystkich kierunkach. Straty związane z rozpraszaniem rosną wraz ze wzrostem częstotliwości [2, 3, 5, 10].

$$\alpha = \alpha_1 + \alpha_2 \quad (11)$$

Najprostsza metoda pomiaru współczynnika tłumienia polega na pomiarze kolejnych amplitud ech fali ultradźwiękowej, powstałych w skutek odbicia od dna próbki (rys.3.) [5].



Rys. 3. Schemat metodyki pomiaru współczynnika tłumienia

4. Podsumowanie

Chociaż metoda ultradźwiękowa posiada wiele ograniczeń, możliwe wydaje się stworzenie bazy wzorców, pozwalających na rozpoznanie materiałów (metali i ich stopów) różniących się składem chemicznym. Metoda może mieć charakter uzupełniający do obecnie wykorzystywanych. Jej zaletą jest jej nieniszczący charakter oraz stosunkowo niski koszt aparatury badawczej. Badanie nie wymaga stacjonarnego urządzenia, dzięki czemu jest mobilne, można je łatwo przystosować do charakteru obiektów badanych w danym zakładzie bądź jednostce badawczej.

Literatura

1. Orłowicz W.: Zastosowanie ultradźwięków w odlewnictwie, rocznik 2, Nr 45, Komisja Odlewnictwa Katowickiego Oddziału Polskiej Akademii Nauk, Oficyna Wydawnicza Politechniki Rzeszowskiej, Rzeszów 2000;
2. Lewińska-Romicka A.: Badania nieniszczące. Podstawy defektoskopii, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 2001;
3. Krautkrämer J., Krautkrämer H.: Ultrasonic Testing of Materials, Springer-Verlag Berlin Heidelberg GmbH 1990;
4. <http://de-tech.pl/badania-nieniszczace-ndt/> dostęp: 10.01.2016r.;
5. Filipczyński L., Pawłowski Z., Wehr J.: Ultradźwiękowe metody badań materiałów, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1963;
6. Lis T., Nowacki K.: Wpływ składu chemicznego stali na prędkość fali akustycznej, Hutnik – Wiadomości Hutnicze, Nr 7, 2009, s. 468-470;
7. Nowacki K., Kasprzyk W.: The Sound Velocity in an Alloy Steel at High-Temperature Conditions, Int. J. Thermophys., 31, 2010, p. 103-112;
8. <http://www.optel.eu> dostęp: 10.01.2016r.;
9. <http://inom.polsl.pl> dostęp: 10.01.2016r.;
10. Obraz J.: Ultradźwięki w technice pomiarowej, Wydawnictwo Naukowo-Techniczne, Warszawa, 1983;
11. Senczyk D.: Wybrane metody badania materiałów, Wydawnictwo Politechniki Poznańskiej, Poznań 1988.

Mgr inż. Sebastian JUCHA

Dr hab. inż. Krzysztof NOWACKI, prof. nzw. w Pol. Śl.

Katedra Inżynierii Produkcji

Politechnika Śląska

40-019 Katowice, ul. Krasińskiego 8

e-mail: sebastian.jucha@polsl.pl

krzysztof.nowacki@polsl.pl