

Ultradźwiękowe pomiary modułów sprężystości w kompozytach metalowo-ceramicznych

Ultrasonic measurements of elastic moduli in metal ceramic composites

Streszczenie

W pracy opisano podstawowe zasady ultradźwiękowych pomiarów modułów sprężystości w materiałach technicznych. Omówiono definicje stałych sprężystości dla materiałów o różnej symetrii, w szczególności dla materiałów ortotropowych, poprzecznie izotropowych oraz izotropowych. Opisano metodykę wyznaczania stałych sprężystości na podstawie pomiarów prędkości fal ultradźwiękowych dla materiałów o różnej symetrii. Wskazano na podstawowe wymagania dotyczące dokładnych pomiarów prędkości fal ultradźwiękowych w próbkach materiałów. Zaprezentowano także przykład zastosowania omówionej metodyki pomiarowej do wyznaczenia zależności modułów sprężystości od zawartości fazy ceramicznej w kompozycie NiAl-Al₂O₃.

Słowa kluczowe: badania ultradźwiękowe, stałe sprężystości, kompozyty

Abstract

The paper describes fundamental principles of ultrasonic measurements of elastic moduli in construction materials. Definition of elastic moduli for materials of general symmetry was given and specified further for materials with orthotropic, transversally isotropic and isotropic symmetry. Methodology for determination of elastic moduli from ultrasonic velocity measurements was described for materials with different symmetry. The basic requirements for accurate velocity measurements in material samples were briefly discussed. Finally, the application of presented methodology for determination of elastic moduli of NiAl-Al₂O₃ composite as a function of ceramic phase content was given.

Keywords: ultrasonic testing, elastic constants, composites

Wstęp

Stałe sprężystości, takie jak moduł Younga, moduł ścinania czy liczba Poissona, są ważnymi parametrami materiałowymi mającymi zastosowanie zarówno przy projektowaniu maszyn i urządzeń, jak i podczas prac modelowo-teoretycznych oraz badawczo-rozwojowych ukierunkowanych na opracowanie nowych materiałów.

W przypadku klasycznych materiałów konstrukcyjnych, takich jak stal czy inne metale, pomiary modułów sprężystości wykonywane są zwykle na maszynach wytrzymałościowych jako element próbk

rozciągania. Procedury wykonywania takich pomiarów są powszechnie znane, znormalizowane i nie stwarzają większych problemów. Inaczej wygląda sytuacja w przypadku wielu nowych materiałów, w szczególności kompozytów metalowo-ceramicznych czy materiałów supertwardych. Zastosowanie klasycznych metod pomiarów mechanicznych jest tutaj znacznie utrudnione z powodu ograniczonych wymiarów próbek, trudnej obróbki mechanicznej czy też samego kształtu krzywej rozciągania, który jest często nieliniowy nawet przy małych wartościach naprężeń. Dotyczy to zwłaszcza prac badawczo-rozwojowych, kiedy próbki

Dr Sławomir Mackiewicz – IPPT PAN Warszawa.

Autor korespondencyjny/Corresponding author: smackiew@ipt.gov.pl

materiałów o różnych składach czy parametrach syntezy produkowane są w niewielkich ilościach i wymagają szybkiego sprawdzania parametrów materiałowych. W takich sytuacjach pomiary mechaniczne, nawet jeśli możliwe, są zbyt drogie i czasochłonne.

Ultradźwiękowe pomiary modułów sprężystości są w dużym stopniu wolne od wspomnianych ograniczeń i mogą stanowić korzystną alternatywę dla pomiarów mechanicznych. Dodatkową zaletą badań ultradźwiękowych jest ich nieniszczący charakter, który pozwala zbadać próbki poddawać innym rodzajom badań lub też badać gotowe wyroby, nie naruszając ich właściwości użytkowych. Również dokładność ultradźwiękowych pomiarów stałych sprężystości jest w wielu przypadkach wyższa niż dokładność pomiarów mechanicznych.

W artykule omówiono podstawowe zasady, na których opiera się ultradźwiękowy pomiar modułów sprężystości, wskazując najważniejsze problemy pomiarowe i interpretacyjne związane z tymi pomiarami. Podano także przykład zastosowania tej techniki pomiarowej w badaniach nowo opracowywanych kompozytów metalowo-ceramicznych.

Stałe sprężystości materiałów

W zastosowaniach technicznych – mówiąc o modułach sprężystości materiałów – mamy zazwyczaj na myśli: moduł Younga – E, moduł ścinania – G czy też liczbę Poissona – ν . Należy jednak zauważyć, że ściśle rzecz biorąc, wszystkie wymienione stałe sprężystości mają zastosowanie jedynie do materiałów izotropowych, czyli takich, których właściwości sprężyste nie zależą od kierunku. Ponieważ wiele materiałów stosowanych we współczesnej technice nie spełnia tego założenia nawet w przybliżeniu, problem definicji stałych sprężystości należy omówić nieco bardziej szczegółowo, opierając się na klasycznej teorii sprężystości.

Stałe sprężystości są parametrami, które definiują związek między stanem naprężenia i stanem odkształcenia danego materiału. W ogólnym przypadku związek ten ma postać:

$$\sigma_{ij} = c_{ijkl} \varepsilon_{kl} + c_{ijklmn} \varepsilon_{kl} \varepsilon_{mn} + \dots \quad (1)$$

gdzie σ_{ij} oznaczają składowe stanu naprężenia, zaś ε_{kl} składowe stanu odkształcenia materiału. Obie wielkości są symetrycznymi tensorami drugiego rzędu, co oznacza, że mogą mieć 6 niezależnych składowych. Współczynniki c_{ijkl} oraz c_{ijklmn} nazywane są stałymi sprężystości odpowiednio drugiego i trzeciego rzędu. Z matematycznego punktu widzenia są to symetryczne tensory odpowiednio czwartego i szóstego rzędu. W liniowej teorii sprężystości, jak też w większości zastosowań technicznych, przyjmujemy, że materiały są liniowo sprężyste, czyli że zależność między ich naprężeniem a odkształceniem ma charakter liniowy. Oznacza to, że pomijamy wszystkie stałe sprężystości

rzędu 3 i wyższych. Nawet przy takim upraszczającym założeniu liczba składowych tensora c_{ijkl} określającego właściwości sprężyste materiału wynosi 36. Wykorzystując pewne ogólne właściwości energii sprężystej ośrodka materialnego udowodniono, że liczba niezależnych składowych tensora sprężystości, w ogólnym przypadku, redukuje się do 21. Taką liczbę stałych sprężystości mają niektóre kryształy należące do układu trójskośnego.

Na szczęście materiały spotykane w zastosowaniach technicznych charakteryzują się wyższymi symetriami niż kryształy układu trójskośnego. Prowadzi to do znaczących redukcji w liczbie niezależnych stałych sprężystości. W praktyce mamy do czynienia z materiałami, które można zaliczyć do jednej z 3 klas symetrii: ortotropowej, poprzecznie izotropowej oraz izotropowej.

Materiały *ortotropowe* mają 3 wzajemnie prostopadłe płaszczyzny symetrii. Do grupy tej zaliczyć można np. drewno, stal walcowaną na zimno, czy też kompozyty zbrojone włóknem. Okazuje się, że właściwości sprężyste takich materiałów są opisane przez 9 niezależnych stałych sprężystości. Zespół stałych sprężystości materiału przedstawia się często w postaci macierzy ułatwiającej ich interpretację fizyczną. Dla materiału ortotropowego macierz ta ma postać przedstawioną na rysunku 1.

$$[c_{ij}] = \begin{bmatrix} c_{11} & c_{12} & c_{13} & 0 & 0 & 0 \\ c_{12} & c_{22} & c_{23} & 0 & 0 & 0 \\ c_{13} & c_{23} & c_{33} & 0 & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & c_{44} & 0 & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & c_{55} & 0 \\ 0 & 0 & 0 & 0 & 0 & c_{66} \end{bmatrix} \quad (2)$$

Rys. 1. Macierz stałych sprężystości dla materiału o symetrii ortotropowej

Fig. 1. The matrix of elastic constants for the material with orthotropic symmetry.

Materiały poprzecznie izotropowe mają wyższą symetrię niż materiały ortotropowe, ponieważ mają oś symetrii prostopadłą do jednej z płaszczyzn symetrii. Przykładem takiego materiału jest kompozyt zbrojony włóknem ułożonym jednokierunkowo. Oś symetrii takiego materiału jest równoległa do kierunku ułożenia włókien wzmacniających. Materiał poprzecznie izotropowy ma 5 niezależnych stałych sprężystości. W ujęciu macierzowym (rys. 1) oznacza to, że $c_{11} = c_{22}$, $c_{13} = c_{23}$, $c_{55} = c_{66}$ oraz dodatkowo $c_{12} = c_{11} - 2c_{44}$.

Materiały izotropowe charakteryzują się nieskończoną liczbą osi i płaszczyzn symetrii. Ich właściwości sprężyste mogą być w pełni opisane za pomocą 2 niezależnych stałych sprężystości, np. c_{12} i c_{44} . Pozostałe współczynniki macierzy sprężystości na rysunku 1 mogą być wyrażone jako kombinacje liniowe tych dwóch stałych.

Techniczne moduły sprężystości: E , G , ν mogą być wyrażone za pomocą stałych sprężystości c_{ij} ośrodka izotropowego w następujący sposób:

$$E = \frac{(3c_{12} + 2c_{44})c_{44}}{c_{12} + c_{44}} \quad G = c_{44} \quad \nu = \frac{c_{12}}{2(c_{12} + c_{44})} \quad (3)$$

Należy jeszcze raz podkreślić, że powyższe zależności dotyczą wyłącznie materiałów, które przynajmniej w przybliżeniu można traktować jako izotropowe. W przypadku materiałów ortotropowych czy poprzecznie izotropowych należy operować odpowiednimi stałymi sprężystości c_{ij} . W literaturze technicznej spotyka się czasem określenie typu moduł Younga w kierunku podłużnym, czy moduł Younga w kierunku poprzecznym, jednak w przypadku pozostałych modułów sprężystości G i ν określenia tego typu przestają być jednoznaczne i mogą prowadzić do niejednoznaczności interpretacyjnych.

Ultradźwiękowy pomiar modułów sprężystości

Ultradźwiękowy pomiar modułów sprężystości opiera się na tym, że fale ultradźwiękowe są falami sprężystymi. Tym samym ich prędkości zależą bezpośrednio od właściwości sprężystych i gęstości ośrodka propagacji. Wyznaczenie związków matematycznych między stałymi sprężystości i prędkościami fal ultradźwiękowych w określonym kierunku jest w ogólnym przypadku zadaniem stosunkowo złożonym i wymaga rozwiązania nieliniowego równania Christoffera [1].

Aby wyznaczyć pełną macierz stałych sprężystości dla materiału ortotropowego (9 niezależnych stałych), należy wykonać co najmniej 9 pomiarów prędkości fal ultradźwiękowych propagujących w różnych kierunkach i mających różne polaryzacje. W przypadku ośrodka poprzecznie izotropowego (5 niezależnych stałych sprężystości) należy wykonać co najmniej 5 tego typu pomiarów. Co więcej, kierunki i polaryzacje fal ultradźwiękowych stosowanych przy takich pomiarach muszą być tak dobrane, aby uzyskane układy równań umożliwiły uzyskanie jednoznacznych rozwiązań dla wszystkich stałych sprężystości. Jest to klasyczne zagadnienie odwrotne, czyli problem wyznaczenia zespołu wielkości podstawowych na podstawie zmierzonych wartości wielkości pochodnych, które są zależne od wielkości podstawowych w sposób nieliniowy. Szczegółowe procedury postępowania dla materiałów ortotropowych opisano w pracy [2].

W przypadku materiałów izotropowych problem odwrotny ulega znacznemu uproszczeniu, ponieważ mamy tutaj tylko dwie niezależne stałe sprężystości i musimy wyznaczyć tylko dwie prędkości fal ultradźwiękowych. Są to po prostu prędkości fali podłużnej – V_L i poprzecznej – V_T w badanym materiale. Ze względu na izotropowość materiału kierunek propagacji

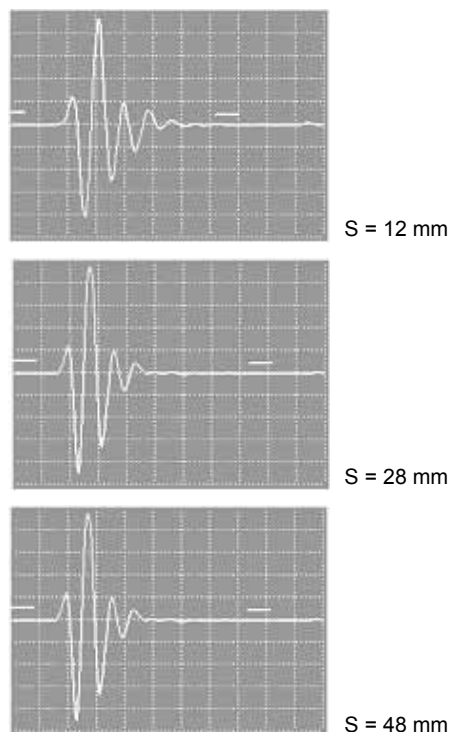
fal oraz kierunek polaryzacji fali poprzecznej nie ma znaczenia. Odpowiednie wzory obliczeniowe na stałe sprężystości c_{12} i c_{44} mają postać:

$$c_{12} = \rho(V_L^2 - 2V_T^2) \quad c_{44} = \rho V_T^2 \quad (4)$$

gdzie ρ oznacza gęstość masy badanego materiału.

Mierząc prędkości propagacji fal podłużnych i poprzecznych oraz gęstość masy w badanym materiale (izotropowym) możemy, ze wzorów (4), wyznaczyć jego stałe sprężystości c_{12} i c_{44} , a następnie, podstawiając je do wzorów (3), wyznaczyć jego techniczne moduły sprężystości E , G oraz ν .

Zagadnienie pomiarów sprowadza się więc do dokładnego wyznaczenia prędkości fal ultradźwiękowych w materiale. Natrafiamy tutaj w pierwszym rzędzie na podstawowy problem polegający na tym, że rozwiązania teoretyczne i wyprowadzone wzory dotyczą propagacji harmonicznego fali płaskiej w ośrodku nieograniczonym, podczas gdy w rzeczywistych pomiarach wytwarzane fale ultradźwiękowe nie są ani harmoniczne, ani płaskie, ani też nie propagują w ośrodku nieograniczonym. W praktyce stosujemy krótkie impulsy fal ultradźwiękowych, które zawierają w sobie całe widmo częstotliwości fal harmonicznymi i wytwarzane są przez przetworniki o skończonych rozmiarach poprzecznych. Nawet w przypadku materiału o pomijalnym tłumieniu prowadzi to do ciągłej zmiany kształtu rejestrowanego impulsu w funkcji drogi przebytej przez impuls w materiale (rys. 2).



Rys. 2. Zmiana kształtu impulsu fali ultradźwiękowej w funkcji drogi fali w materiale spowodowana efektami dyfrakcyjnymi

Fig. 2. The change of the pulse shape of ultrasonic waves as a function of the way in the material caused by the effects of diffraction

Trudno jest więc zdefiniować punkt charakterystyczny impulsu, który może stanowić punkt odniesienia dla pomiaru czasu przejścia. Maksima impulsu czy też punkty przejścia fazy przez zero ulegają przesunięciu w stosunku do teoretycznej harmonicznej fali płaskiej, która przebywałaby ten sam dystans w materiale. Różnica ta, nazywana *fazową poprawką dyfrakcyjną*, może być obliczona i powinna być uwzględniana w dokładnych pomiarach prędkości. Maksymalna wartość fazowej poprawki dyfrakcyjnej w przeliczeniu na czas przejścia impulsu ultradźwiękowego wynosi $\frac{1}{4}T$. Przykładowo, dla głowicy o częstotliwości $f = 5$ MHz okres fali wynosi $T = 200$ ns, a maksymalna wartość poprawki dyfrakcyjnej 50 ns.

W przypadku badania materiałów o znaczącym tłumieniu, które z reguły wzrasta w funkcji częstotliwości, kształt impulsu ulega dodatkowej deformacji z powodu niejednakowego tłumienia poszczególnych częstotliwości zawartych w jego widmie. Prowadzi to do powiększenia szerokości i obniżania podstawowej częstotliwości impulsu wraz ze wzrostem jego drogi w materiale. W celu wyeliminowania wpływu tego efektu na wyniki pomiarów prędkości niezbędne jest obliczanie transformaty Fouriera rejestrowanego impulsu z wyznaczeniem fazy jego poszczególnych składowych harmonicznych. Czas przejścia fali przez określony odcinek materiału wyznacza się wówczas na podstawie różnicy bezwzględnych faz wybranej składowej harmonicznej impulsu przed przejściem i po przejściu danego odcinka.

Najważniejszym wymaganiem dotyczącym badanych próbek jest ich płaskorównoległość oraz brak wad materiałowych, które mogłyby zakłócić propagację wiązki ultradźwiękowej. W celu uniknięcia efektów falowodowych wymiary poprzeczne próbek powinny być znacznie większe niż długość stosowanych fal ultradźwiękowych. Jako absolutne minimum można przyjąć 3-krotność długości fali.

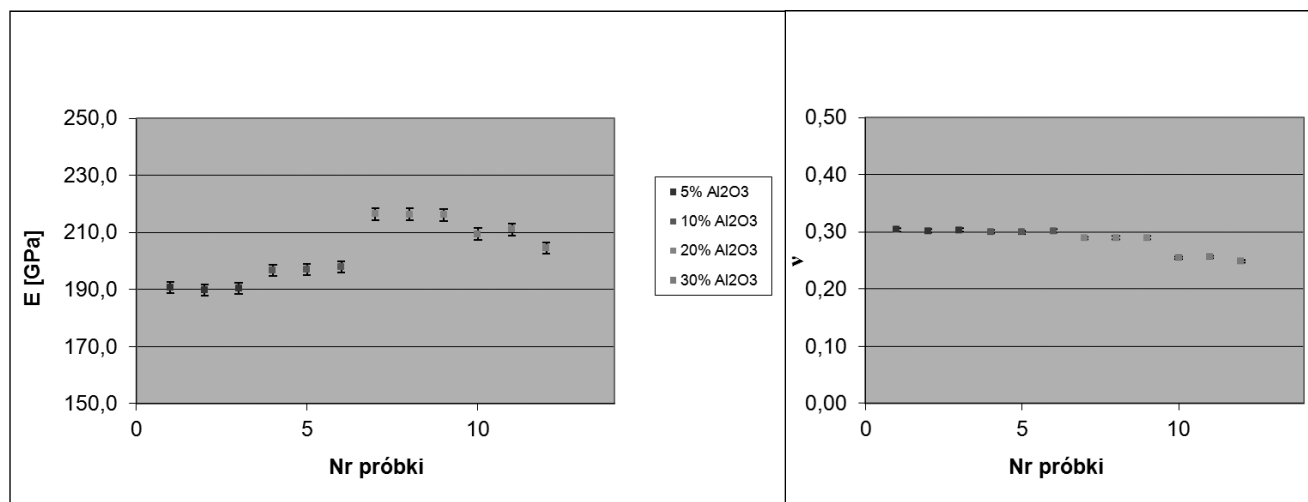
Badania kompozytów metalowo-ceramicznych

W ostatnich latach w Pracowni Badań Nieniszczących IPPT PAN wykonano wiele ultradźwiękowych pomiarów modułów sprężystości na różnego typu kompozytach metalowo-ceramicznych, m.in. na bazie stopów aluminium, miedzi, niklu, tytanu, chromu wzmocnionych cząstkami Al_2O_3 , SiC oraz TiB_2 [3÷5].

Pomiary wykonywano za pomocą cyfrowego defektoskopu Panametrics Epoch 4 współpracującego z programem komputerowym EpochData 2.0 opracowanym specjalnie do prowadzenia dokładnych pomiarów prędkości fal ultradźwiękowych. W szczególności program umożliwia cyfrowy transfer sygnałów ultradźwiękowych z defektoskopu, ich uśrednianie i interpolację, pomiar czasów przejścia impulsów metodą przejścia fazy przez zero oraz wyznaczanie prędkości fal ultradźwiękowych metodą ech wielokrotnych lub metodą porównawczą przy wykorzystaniu wzorców mikrosekundowych.

Na rysunku 3 pokazano przykładowe wyniki pomiarów modułów sprężystości na serii próbek kompozytu metalowo-ceramicznego składającego się z matrycy metalowej NiAl wzmocnianej cząstkami ceramiki Al_2O_3 .

Celem badań było wyznaczenie zależności modułów sprężystości od zawartości fazy ceramicznej w kompozycie. Badane próbki miały kształt kostek o wymiarach 10x10x5 mm. We wstępnej fazie badań sprawdzono izotropowość próbek, wykonując pomiary prędkości fali podłużnej w 3 wzajemnie prostopadłych kierunkach. Różnice prędkości nie przekraczały 1%, co pozwalało przyjąć, że badany materiał jest w przybliżeniu izotropowy i stosować uproszczoną metodykę pomiarów. Zbadano 4 serie próbek o różnych zawartościach fazy ceramicznej, odpowiednio: 5, 10,



Rys. 3. Wyniki ultradźwiękowych pomiarów: a) modułu Younga, b) liczby Poissona dla próbek kompozytu metalowo-ceramicznego NiAl- Al_2O_3
Fig. 3. The results of ultrasonic measurements: a) Young's modulus, b) the number of Poisson for ceramic-metal composite NiAl- Al_2O_3 samples

20 oraz 30%. W celu poprawienia statystyki pomiarów w każdej serii znajdowały się po 3 próbki o nominalnie jednakowym składzie wykonane w tym procesie technologicznym.

Uzyskane wyniki nie do końca potwierdziły wstępne przewidywania teoretyczne odnośnie do monotonicznego wzrostu modułu Younga wraz ze wzrostem zawartości fazy ceramicznej. Wzrost taki faktycznie występuje do zawartości 20% Al_2O_3 , po czym jednak, dla próbek o zawartości 30% Al_2O_3 , moduł ponownie ulega

obniżeniu. Dodatkowo w tej serii próbek zaobserwowano zwiększony rozrzut wyników pomiarów. Prawdopodobną przyczyną takich zależności była mniej spójna mikrostruktura próbek o dużej zawartości fazy ceramicznej, powodująca zarówno ogólny spadek modułu sprężystości, jak też zwiększony rozrzut jego wartości. Przykład ten ilustruje przydatność ultradźwiękowych pomiarów modułów sprężystości do szybkiej oceny właściwości nowo opracowywanych kompozytów metalowo-ceramicznych.

Wnioski

Ultradźwiękowe pomiary modułów sprężystości materiałów stanowią korzystną alternatywę dla klasycznych pomiarów mechanicznych z uwagi na szybkość wykonywania, niskie koszty oraz wysoką dokładność. Dotyczy to zwłaszcza badań nowo opracowywanych kompozytów metalowo-ceramicznych, z których trudno wykonywać odpowiednie próbki niezbędne do prowadzenia badań na maszynach wytrzymałościowych.

Metodologia wykonywania takich badań dla materiałów izotropowych jest stosunkowo prosta i sprowadza się do dokładnych pomiarów prędkości fal podłużnych i poprzecznych. W przypadku materiałów ortotropowych i poprzecznie izotropowych wymagane są bardziej złożone procedury pomiarowe wymagające większej liczby pomiarów prędkości fal w różnych kierunkach oraz bardziej skomplikowanej metodyki obliczeniowej.

Literatura

- [1] B.A. Auld, *Acoustic Fields and Waves in Solids.*, John Wiley and Sons, New York, London, Sydney, Toronto, 1973.
- [2] E.P. Papadakis, T. Patton, Y. Tsai, D.O. Thompson, The elastic moduli of thick composites as measured by ultrasonic, *J.A.S.A.*, Vol. 89, No 6, (1991).
- [3] J. Szelązek, S. Mackiewicz, P. Gutkiewicz, Ultrasonic measurement of the temperature dependence of elastic moduli in light alloys, *INSIGHT*, Vol 52, No 7, July 2010, s. 380-385.
- [4] W. Węglewski, K. Bochenek, M. Basista, Th. Schubert, U. Jehring, J. Litniewski, S. Mackiewicz, Comparative assessment of Young's modulus measurements of metal-ceramic composites using mechanical and non-destructive tests and micro-CT based computational modeling., *Computational Material Science* 77 (2013) 19-30.
- [5] S. Nosewicz, J. Rojek, S. Mackiewicz, M. Chmielewski, K. Pietrzak, B. Romelczyk, The influence of hot pressing conditions on mechanical properties of nickel aluminate/alumina composite, *Journal of Composite Materials* (in press).

Miesięczne i roczne spisy treści oraz streszczenia artykułów opublikowanych w Przeglądzie Spawalnictwa są dostępne na stronie internetowej:

www.pspaw.pl