

Jerzy RAABE, Ewa BOBRYK
INSTYTUT TECHNOLOGII NIEORGANICZNEJ
POLITECHNIKA WARSZAWSKA
ul. Noakowskiego 3, 00-664 Warszawa

Zbigniew RANACHOWSKI
INSTYTUT PODSTAWOWYCH PROBLEMÓW TECHNIKI PAN
ul. Świętokrzyska 21, 00-049 Warszawa

Badania emisji akustycznej przy zginaniu trójpunktowym gęstych, drobnoziarnistych tworzyw ceramicznych

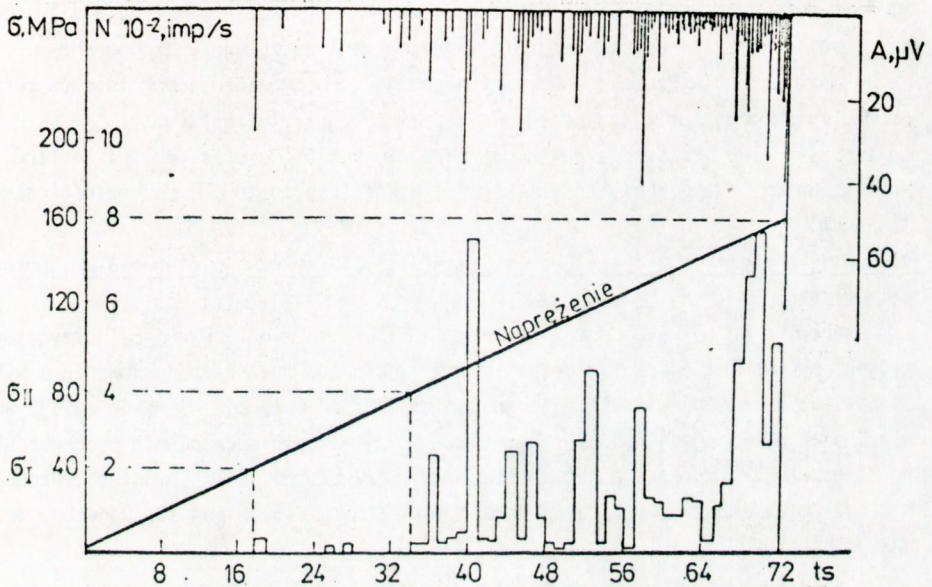
Materiały ceramiczne posiadają szereg cennych własności użytkowych jak odporność na działanie wysokich temperatur, na korozję środowiskową i naprężeniową oraz wysoką wytrzymałość dielektryczną. Jednakże tworzywa ceramiczne, należąc do grupy materiałów kruchych lub półkruchych, wykazują kruchy mechanizm zniszczenia. Oznacza to w praktyce, że wytrzymałość mechaniczna takich materiałów jest wielokrotnie niższa od przewidywanej teoretycznie a wynikającej z sił kohezyjnych. Jest ona równie silnie uzależniona od czasu przyłożenia naprężenia. W przypadku tworzyw ceramicznych nie jest więc możliwe pewne określenie wytrzymałości mechanicznej, która jest ponadto uwarunkowana zdefektowaniem tworzywa i może być określona jedynie na drodze statycznej, np. rozkładem Weibulla, jak i obniżeniem się wytrzymałości w czasie, które wynika z powolnego wzrostu mikropeknięć Griffitha.

W ocenie wytrzymałości mechanicznej tworzyw kruchych przydatną jest pasywna metoda akustyczna - metoda emisji akustycznej (EA), która umożliwia poszukiwanie zależności pomiędzy charakterystyką sygnałów akustycznych towarzyszących obciążaniu próbki a wytrzymałością mechaniczną badanego tworzywa ceramicznego. Stwarza ona perspektywę możliwości opracowania nieniszczącej metody oceny wytrzymałości tworzyw ceramicznych wykorzystującej tę zależność. Metoda taka jest przydatna wszędzie tam, gdzie szczególnie istotna jest niezawodność wyrobu, a stąd konieczność stuprocentowej oceny jego wytrzymałości bez zniszczenia.

Ze względu na specyfikę deformowania się ceramiki (możliwość pojawienia się niesprężystości) jej własności mechaniczne określa się w praktyce głównie w warunkach zginania [3]. Przewaga tego typu badań wiąże się z prostotą schematu obciążania przeprowadzonego w temperaturze pokojowej, przy zastosowaniu próbek w kształcie beleczek. Próbkę taką łatwo przygotować przy dowolnej technologii otrzymywania badanego tworzywa,

a również może być ona wycięta z gotowego wyrobu. Istotnym elementem takich badań jest możliwość standaryzacji wymiarów próbek, co minimalizuje błędy pomiarowe i umożliwia porównywanie wyników z danymi pomiarowymi [3].

Rejestracja sygnałów EA podczas badań wytrzymałościowych pozwala na znaczne pogłębienie badania procesów deformowania i niszczenia ceramiki. Badania prowadzone w latach siedemdziesiątych przez zespół J. Ranachowskiego [1, 2] wskazywały na istnienie zależności pomiędzy siłą progową F_0 , przy której pojawia się znacząca emisja akustyczna, a siłą niszczącą w kilku rodzajach materiałów ceramicznych. W poniższej pracy podjęto próbę weryfikacji tej tezy. Również według Gogotsiego [3], typowy wykres przebiegu EA podczas obciążania próbek ceramicznych wygląda tak jak to przedstawiono na rys. 1.



Rys. 1. Typowy wykres przebiegu EA podczas obciążania próbek ceramicznych [4], gdzie:

- σ - chwilowa wytrzymałość na zginanie
- A - amplituda EA (maksymalna wartość amplitudy sygnału w czasie 0,01 s)
- N - intensywność EA (ilość przekroczeń przez sygnał akustyczny poziomu progowego w określonym przedziale czasowym)

Dalsze szczegółowe badania Gogotsiego wykazały [4], że dla badanego tworzywa charakterystyczne są nie tylko graniczne wartości naprężeń i deformacji, ale i ich wartości odpowiadające momentowi pojawienia się pierwszego i drugiego znaczącego wzrostu sygnałów EA (σ_I) oraz EA (σ_{II}). Podczas rozpatrywania tych wielkości w świetle prawa rozkładu normalnego okazało się, że rozkład wytrzymałości granicznych (lub granicznych sygnałów EA) jest analogiczny do rozkładu odpowiadających im naprężeń $\sigma_{II} = \sigma_{EA}$, charakterystycznych dla momentu pojawienia się ciągłej emisji sygnałów akustycznych. Przypuszcza się, że wielkość σ_I związana jest z "granicą plastyczności", bądź zamknięciem się porów i rozpoczęciem się fazy stabilnego rozwoju mikropeknięć.

W oparciu o przytoczone dane Gogotsi [4] wysunął wniosek, że wielkości σ_{II} określają poziom naprężeń, którego przekroczenie powoduje w próbce intensywny wzrost mikropęknięć do wielkości krytycznych. Zwiększenie się sumarycznej emisji świadczy o zniszczeniu ciągłym.

Informacja taka jest pożyteczna nie tylko dla pełniejszego pojęcia o cechach wytrzymałościowych tworzywa, lecz można ją także wykorzystać do tego, aby nie niszczyć próbek wnioskować o rozrzucie ich parametrów wytrzymałościowych [4]. Badania własne autorów poniższej pracy potwierdzają fakt istnienia siły progowej F_0 dla przebadanych tworzyw ceramicznych.

BADANIA WŁASNE

Przeprowadzono badania zależności pomiędzy emisją akustyczną (EA) a siłą obciążającą próbkę ceramiczne podczas badania wytrzymałości na zginanie trójpunktowe.

Badania przeprowadzono dla wybranych rodzajów droбноziarnistych tworzyw ceramicznych o wysokim poziomie jednorodności struktury. Były to tworzywa:

- 1) tworzywo Al90, zawierające w swoim składzie 90% Al_2O_3 oraz dodatki kaolinu, TiO_2 , $MgCO_3$ i $BaCO_3$, (temp. spiekania 1410°C, wielkość ziarna 10 μm , porowatość całkowita < 4%).
- 2) tworzywo steatytowe SP4 (temp. spiekania 1300°C, wielkość ziarna 6 μm , porowatość całkowita < 2%).

Opracowano metodykę badania małych próbek ceramicznych obejmującą: przygotowanie próbek, wykonanie uchwytu do zginania trójpunktowego oraz zaprojektowanie i wykonanie stanowiska do badań, umożliwiającego jednoczesną rejestrację sygnałów emisji akustycznej i siły obciążającej próbkę. Istotnym elementem było opracowanie procedur służących do rejestracji i obróbki danych pomiarowych przy zastosowaniu komputera. Procedury takie były niezbędne ze względu na bardzo dużą liczbę danych rejestrowanych w trakcie każdego pomiaru.

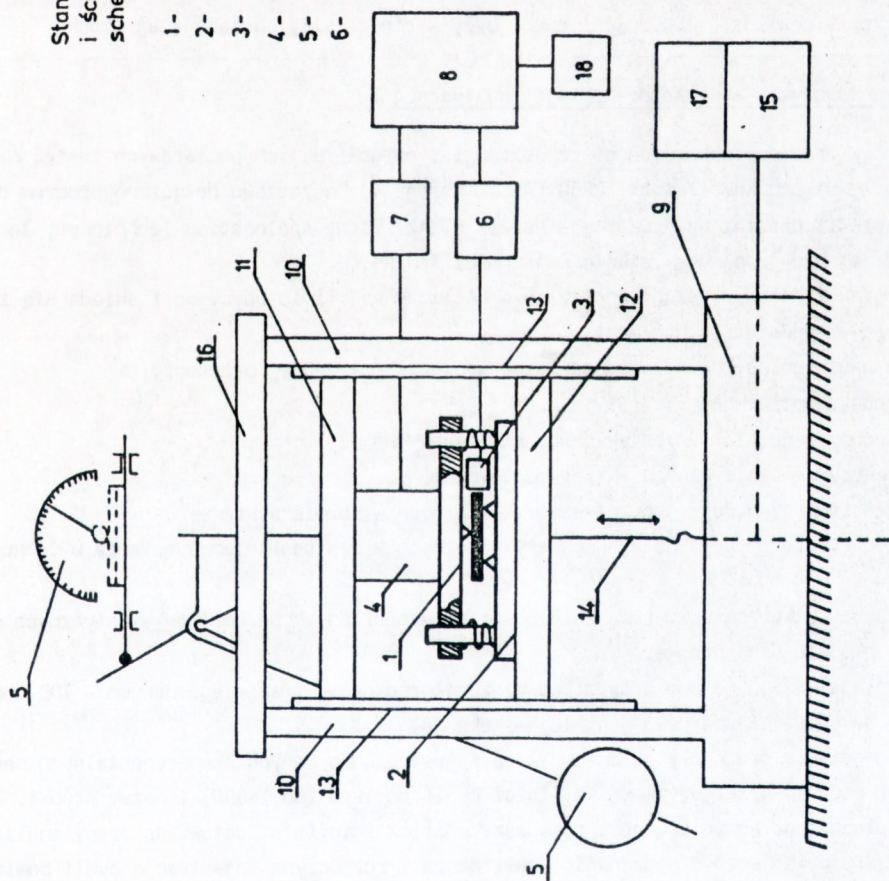
1. Aparatura pomiarowa

Głównymi elementami opracowanego stanowiska (rys. 2) do badań EA w trakcie zginania trójpunktowego próbek ceramicznych były:

- a) maszyna wytrzymałościowa (9) ze zmodyfikowanym napędem dolnej trawersy umożliwiającym jej przesuw z szybkością w zakresie 0,01÷0,3 cm/min (10),
- b) głowica do pomiaru wytrzymałości na zginanie trójpunktowe (2) z wbudowanym gniazdem do mocowania przetwornika piezoelektrycznego do rejestracji sygnałów EA,
- c) dwie wymienne głowice tensometryczne (4) o zakresach pomiarowych 0÷5 kN i 0÷10 kN, produkcji firmy CAREX, będącymi czujnikami do pomiaru sił rozciągających i ściskających, statycznych i dynamicznych; w budowie czujników wykorzystano metalowe tensometry foliowe, pracujące w układzie pełnego mostka; w czujniku tensometr jest naklejony na element sprężynujący, reagujący bezpośrednio na działanie wielkości mierzonej,

Stanowisko do badań wytrzymałości na zginanie i ściskanie średnicowe z wykorzystaniem EA - Cer EA-1 schemat ogólny

- 1- próbka badana
- 2- głowica do badania wytrzymałości na zginanie
- 3- głowica piezoelektryczna do odbioru sygnałów EA
- 4- głowica tensometryczna
- 5- dynamometr
- 6- przedwzmacniacz sygnału EA
- 7- wzmacniacz sygnału z głowicy tensometrycznej
- 8- aparatura do jednoczesnej rejestracji siły obciążającej próbki i EA — analizator EA-3
- 9- uniwersalna maszyna wytrzymałościowa Louis Schopper (podstawa maszyny)
- 10- kolumny
- 11- trawersa górna
- 12- trawersa dolna
- 13- elementy ślizgowe trawers
- 14- śruba przesuwająca dolną trawersę
- 15- napęd śruby 14
- 16- belka łącząca kolumny
- 17- regulator wolnego przesuwu dolnej trawersy
- 18- komputer



Rys. 2

- d) wzmacniacz prądu stałego CAX 1000 przystosowany do współpracy z czujnikami tensometrycznymi (7),
- e) analizator EA-3 umożliwiający jednoczesną rejestrację siły obciążającej próbkę i sygnały EA (8), z wbudowanym interfejsem do komputera, o następujących parametrach użytkowych: pasmo użyteczne analizatora 50 kHz+1 MHz, czułość odniesienia do wejścia 5 μ V RMS, ilość pomiarów na sekundę 100 i 10, całkowite wzmocnienie 100 dB, prób dyskryminacji 1 V,
- f) komputer IBM PC XT (18).

Zasada równoczesnego pomiaru siły obciążającej próbkę i EA polega na tym, że próbka (1) jest umieszczana w głowicy pomiarowej (2), na której bezpośrednio zamocowana jest głowica tensometryczna (4) o wybranym zakresie pomiarowym. Obie głowice znajdują się między trawersami (11, 12) prasy. Dolna trawersa prasy (12) może być podnoszona lub opuszczana za pomocą śruby (14) poruszanej przez napęd (15). W trakcie obciążania próbki (prędkość posuwu trawersy wynosiła 0,02 cm/min) sygnały z przetwornika piezoelektrycznego o częstotliwości 200 kHz bezpośrednio przyłożonego do próbki badanej, podlegały poprzez analizator EA-3 transmisji do komputera w postaci następujących danych: gęstości zliczeń lub zdarzeń sygnałów EA, wartości z pierwiastka z mocy mierzonego sygnału RMS; jednocześnie w układzie czujnik tensometryczny - wzmacniacz tensometryczny - analizator EA rejestrowane były wartości siły obciążającej próbkę.

2. Oprogramowanie analizatora emisji akustycznej

Zestaw procedur służących do rejestracji i obróbki danych pomiarowych został napisany przy użyciu kompilatora TURBO PASCAL wersja 4. Do zestawu dołączono program do przenoszenia grafiki na drukarkę o nazwie PIZAZZ firmy Applocation Techniques, Inc. Całość zajmuje jedną dyskietkę o pojemności 360 kB.

Program źródłowy obsługi analizatora EA liczy 453 linie edycyjne i składa się z następujących podstawowych części:

- menu użytkownika, umożliwiające łatwe wybranie potrzebnej procedury,
- procedury pomiarowej,
- procedury nagrania danych eksperymentalnych,
- procedury redakcji danych eksperymentalnych,
- procedury prezentacji danych eksperymentalnych w formie wykresu,
- procedury prezentacji danych eksperymentalnych z zastosowaniem sumowania w funkcji czasu,
- procedury utworzenia wykresu zależności sumy mierzonych parametrów akustycznych od siły obciążającej próbkę.

Istnieje wersja do pomiarów z podwyższoną prędkością transmisji danych - 100 pomiarów na sekundę (standardowo jest 10 na sekundę).

Uruchomienie procedury automatycznego rejestrowania danych eksperymentalnych następuje po podaniu przez użytkownika ilości cykli pomiaru (do 14000) i nazwy próbki. Zakłada się, że do komputera jest dołączony poprzez interfejs gotowy do pracy analizator EA. Komputer sprawdza gotowość analizatora i rozpoczyna rejestrację cykli pomiarowych. Podczas rejestracji danych pomiarowych na ekranie monitora są wyświetlane kolej-

ne wartości gęstości zliczeń EA w postaci wykresu. Dodatkowo są wyświetlane: wartości chwilowe parametru RMS sygnału EA, siły przyłożonej do próbki oraz numer cyklu pomiarowego. Procedura napisana w języku Turbo Pascal umożliwia przeprowadzenie przy użyciu komputera IBM PC XT do 20 cykli pomiarowych na sekundę. Po wykonaniu zadanej ilości cykli pomiarowych następuje powrót do głównego menu programu, a wyniki pomiarów są przechowywane w pamięci operacyjnej komputera. W przypadku testowania toru pomiarowego można usunąć dane z pamięci poprzez wybranie pozycji z menu różnej od procedury nagrania danych eksperymentalnych.

Jedną z opcji graficznych jest szósta pozycja menu głównego "wykres w funkcji wyężenia". Związana z nią procedura działa według następującego algorytmu: wczytuje do pamięci operacyjnej dwa zbiory wyników eksperymentu, odpowiadające bieżącym wartościom siły oraz zliczeń emisji akustycznej. Następnie znajdowana jest wartość maksymalna siły i przyjmowana jako wartość siły niszczącej, potrzebna dalej do wyliczenia parametru zwanego wyężeniem próbki. Wyężenie jest tu obliczane jako procent bieżącej siły w stosunku do siły niszczącej. Następnie liczba cykli od początku pomiaru do wystąpienia siły niszczącej zostaje podzielona na 20 części. Reszta z tego dzielenia zostanie umieszczona na początku wykresu. Z powyższych 20 części powstanie wykres sumy zliczeń w funkcji wyężenia, składający się z 20 składników. Przed jego wykreśleniem komputer podaje komunikat, ile wynosi wymieniona wyżej reszta z dzielenia (w procentach siły niszczącej) oraz drukuje wartości sumy zliczeń EA odpowiadające kolejnym przyrostom wyężenia. Suma jest już zredukowana do jednostek wykresu. Jeśli wartości tej sumy przekroczą trzysta jednostek, cały wykres nie zmieści się na ekranie. Należy wtedy ponownie wywołać opisywaną procedurę podając wyższą wartość redukcji sumy zliczeń.

3. Pomiary i wyniki

Pomiary wykonano na 20 kształtkach z każdego rodzaju tworzywa; próbki miały kształt beleczek o wymiarach 6x7x30 mm, a powierzchnie ich były precyzyjnie szlifowane. Szybkość obciążania wynosiła 0,2 mm/min.

Ze względu na krótki czas niszczenia próbki - ok. 100+150 s. przyjęto dużą szybkość transmisji danych pomiarowych - 100/s.

Zastosowany program komputerowy umożliwił graficzne opracowanie danych pomiarowych. Na rys. 3 i 4 przedstawiono reprezentatywne dla obu materiałów ceramicznych wykresy gęstości emisji akustycznej N w funkcji czasu obciążania τ , aż do zniszczenia próbki: $N=f(\tau)$, oraz sumy emisji akustycznej $\sum EA$ w analogicznym czasie τ : $\sum EA=f(\tau)$. Rys. 5 i 6 ilustrują zależność $\sum EA$ w funkcji wyężenia. W tablicy 1 i 2 zamieszczone zostały wartości wytrzymałości na zginanie dla tworzywa A190 oraz SP4.

Wartości średnie wytrzymałości na zginanie wynosiły: dla tworzywa A190 - 338,9_{+29,3} MPa, a dla tworzywa steatytowego SP4 - 152,8_{+10,3} MPa.

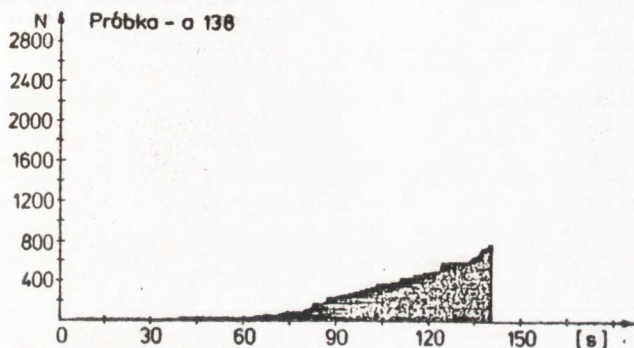
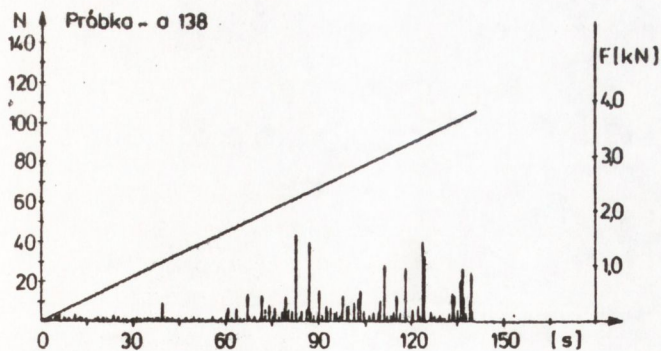
Rozrzut wartości wytrzymałości był poniżej 10%; można go powiązać z obserwowanym zróżnicowaniem przełamów próbek - z obecnością defektów. Wyjaśnienie związków pomiędzy rozrzutem wyników wytrzymałości na zginanie a zdefektowaniem próbki w miejscu przełamu wymagałoby opracowania specjalnej metodyki dokumentacji fotograficznej.

Tablica 1. Tworzywo Al90 - wartości wytrzymałości na zginanie (W_{zg}), siły niszczącej F_k , siły obciążającej próbkę F_o w chwili pojawienia się ciągłych sygnałów EA, oraz stosunek F_o/F_k

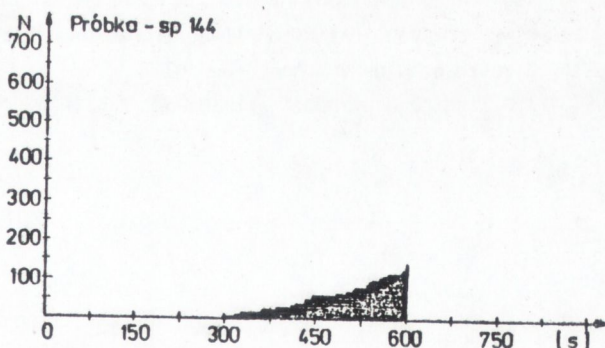
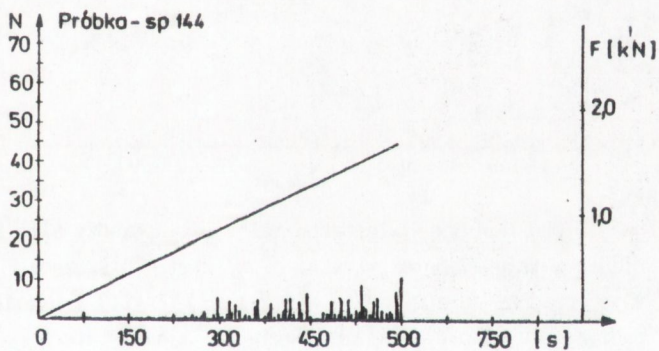
Nr próbki	F_o [kN]	F_k [kN]	F_o/F_k	Wskaźnik wytrzymałości na zginanie W_{zg} [MPa]
Al 35	2,45	3,60	0,68	322,3
Al 36	1,95	3,85	0,51	344,2
Al 37	2,65	4,10	0,55	367,1
Al 39	2,10	3,50	0,60	313,4
Al 40	1,80	3,15	0,57	282,6
Al 41	2,00	3,50	0,57	315,5
Al 42	1,65	3,15	0,52	283,5
Al 43	2,15	4,25	0,51	380,0
Al 44	2,65	4,10	0,55	369,1
Al 47	2,40	3,75	0,64	337,5
Al 51	2,15	4,25	0,51	380,0
Al 52	2,10	3,85	0,55	345,5
Al 53	2,25	3,65	0,62	326,4
Al 54	1,50	3,75	0,40	337,5
Al 55	2,25	4,00	0,56	357,7
Al 56	2,70	4,00	0,68	357,7

Tablica 2. Tworzywo SP4 - wartości wytrzymałości na zginanie (W_{zg}), siły niszczącej F_k , siły obciążającej próbkę F_o w chwili pojawienia się ciągłych sygnałów EA, oraz stosunek F_o/F_k

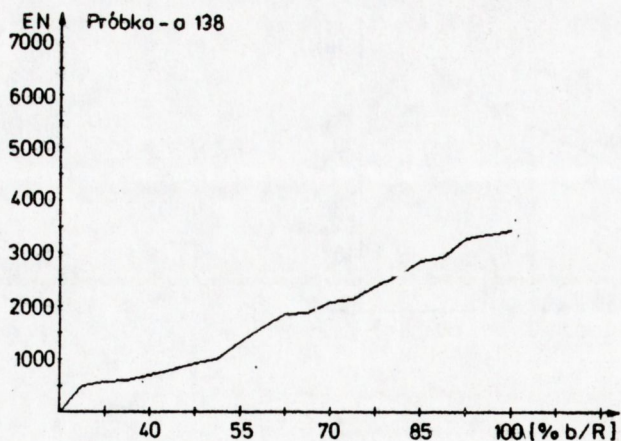
Nr próbki	F_o [kN]	F_k [kN]	F_o/F_k	Wskaźnik wytrzymałości na zginanie W_{zg} [MPa]
SP 130	1,10	1,75	0,63	157,0
SP 131	0,60	1,65	0,36	147,3
SP 133	1,05	1,70	0,62	152,0
SP 134	0,75	1,70	0,44	151,9
SP 136	1,00	1,70	0,59	152,2
SP 137	0,60	1,35	0,44	121,3
SP 138	1,25	1,80	0,69	161,2
SP 139	1,05	1,90	0,55	170,5
SP 140	1,00	1,70	0,59	152,1
SP 141	1,00	1,80	0,56	160,5
SP 143	1,35	1,75	0,77	157,0
SP 144	0,75	1,60	0,47	143,5
SP 145	0,80	1,65	0,48	148,0
SP 146	0,80	1,70	0,47	152,7
SP 147	0,65	1,55	0,42	139,3
SP 148	0,90	1,75	0,51	157,5
SP 150	1,25	1,80	0,69	162,3
SP 151	1,35	1,75	0,77	161,2
SP 152	0,95	1,75	0,54	157,2



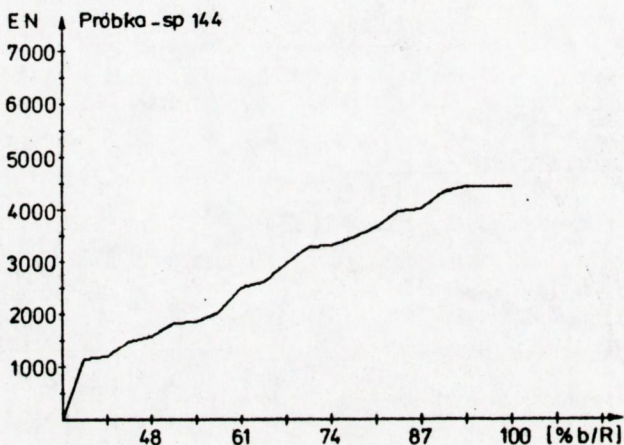
Rys. 3. Tworzywo A190 - wykresy $N = f(\tau)$ i $\sum EA = f(\tau)$



Rys. 4. Tworzywo SP4 - wykresy $N = f(\tau)$ i $\sum EA = f(\tau)$



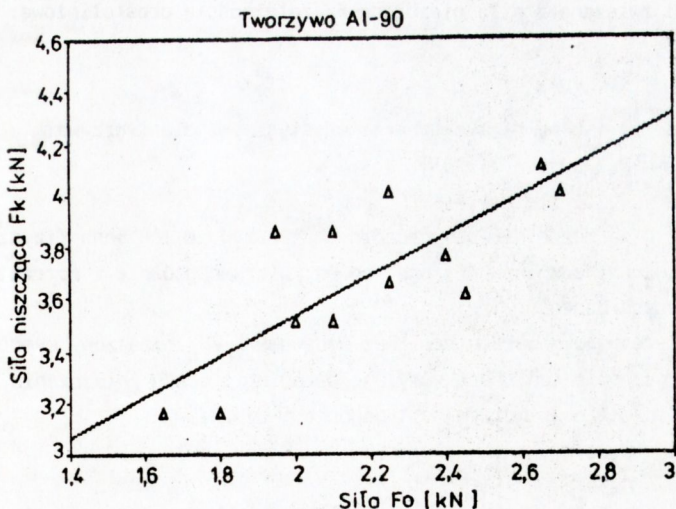
Rys. 5. Tworzywo Al90 - wykres sumy emisji w funkcji wytężenia



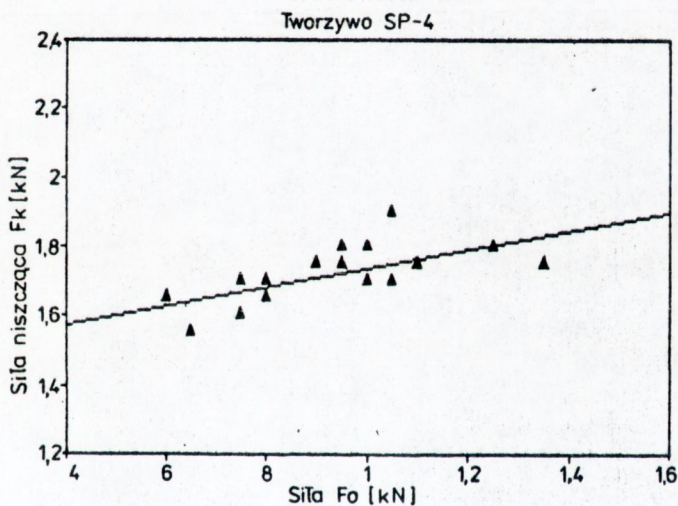
Rys. 6. Tworzywo SP4 - wykres sumy emisji w funkcji wytężenia

Dla obu tworzyw stwierdzono zależność pomiędzy siłą F_0 , przy której rozpoczyna się ciągła emisja sygnałów akustycznych, a siłą niszczącą F_k . Siła F_0 została wyznaczona w ten sposób, że z wykresów $N=f(\tau)$ i $\sum EA=f(\tau)$ określono czas τ_0 , w którym rozpoczyna się ciągła emisja sygnałów EA, a następnie z wykresu $F=f(\tau)$ odczytywano siłę odpowiadającą τ_0 . (Zastosowany program komputerowy pozwala na bardzo precyzyjne wyznaczenie tych danych, dzięki możliwości dowolnego rozszerzenia skali czasu oraz korzystania ze zbiorów danych pomiarowych).

Rys. 7 i 8 ilustrują wyznaczoną zależność $F_k=f(F_0)$.



Rys. 7. Tworzywo Al90 - wykres $F_k=f(F_o)$



Rys. 8. Tworzywo SP4 - wykres $F_k=f(F_o)$

PODSUMOWANIE

W wyniku analizy danych doświadczalnych uzyskanych w procesie zginania wielu próbek gęstych, drobnoziarnistych materiałów ceramicznych stwierdzono, że za pomocą opracowanej aparatury można wykrywać pojawienie się EA (σ_{II}) (omawiane przez Gogotsi [4]), na podstawie którego udało się wyznaczyć siłę F_o . Siła ta odpowiada poziomowi naprężeń, którego przekroczenie powoduje intensywny wzrost sygnałów emisji akustycznej.

Siła F_0 jest związana z siłą niszczącą F_k zależnością prostoliniową:

$$F_k = b + aF_0,$$

gdzie wartości a i b są stałymi charakterystycznymi dla tworzywa:

dla A190: $a = 0,773$ i $b = 1,985$,

dla SP4: $a = 0,271$ i $b = 1,466$.

Wartości a i b są różne dla poszczególnych tworzyw, a ich sens fizyczny wymaga wyjaśnienia w dalszych badaniach. Są one jednak związane głównie z rozrzutem wytrzymałości próbek poddanych badaniu.

Innym interesującym parametrem jest stosunek F_0/F_k oznaczony symbolem c . Autorzy uważają, że parametr ten charakteryzuje przebieg procesu zniszczenia. Wartość średnia tego parametru dla obu tworzyw jest podobna i wynosi:

dla A190 $c = 0,564$

dla Sp4 $c = 0,557$

Uzyskane wyniki wskazują na możliwość opracowania prostej metody prognozowania wytrzymałości gęstych, droбноziarnistych tworzyw ceramicznych na podstawie EA (σ_{II}) i wyznaczonych parametrów a , b i c . Badania takie mogą mieć istotne znaczenie dla atestacji wyrobów, które wymagają stuprocentowej dokładności badań wytrzymałości, jak na przykład izolatory wysokonapięciowe.

BIBLIOGRAFIA

1. Boniecki M., Librant Z., Włosiński W., Mikiel W., Ranachowski J., Ryll-Nardzewska H.: Szkło i Ceramika 1982, 33, 2, 29-43
2. Praca zbiorowa pod red. J. Ranachowskiego: "Problemy i metody współczesnej akustyki", 1989, PWN, 105-118
3. Gogotsi A., Gruševski M., Zavada L., Niegovskij A.: Ogneupory, 1988, 8, 23-27.
4. Gogotsi A., Grišakov P.: Zavodskaja Lab., 1981, 4, 79-82