

3.11.12. — badania doświadczalne
3.10. — akustyka i ultradźwięki
metody badawcze

J. Ranachowski
F. Rejmund

Instytut Państwowych Problemów Techniki PAN



EMISJA AKUSTYCZNA W PROCESIE
KRUCHEGO PEKANIA CERAMIKI

J. Ranachowski, F. Rejmund

**EMISJA AKUSTYCZNA W PROCESIE
KRUCHEGO PEKANIA CERAMIKI**

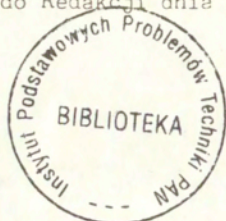
27/1993

P. 269



WARSZAWA 1993

Praca wpłynęła do Redakcji dnia 2 sierpnia 1993 r.



56663



N a p r a w a c h r ę k o p i s u

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
Nakład 100 egz. Ark.wyd. 5.00 Ark.druk.6,25
Oddano do drukarni w sierpniu 1993 r.

Wydawnictwo Spółdzielcze sp. z o.o.
Warszawa, ul.Jasna 1

J. Ranachowski

F. Rejmund

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN

EMISJA AKUSTYCZNA W PROCESIE KRUCHEGO PEKANIA CERAMIKI

Streszczenie

Praca stanowi kontynuację badań materiałowych metodą emisji akustycznej opisanych w publikacji Autorów pt. *"Badanie ośrodków kruchych metodą emisji akustycznej na przykładzie ceramiki i betonów"* (prace IPPT, 28/1992). Stąd opuszczono w niej opis podstaw generacji, rozchodzenia i definicji poszczególnych deskryptorów sygnału EA. Skoncentrowano się natomiast na zjawiskach związanych z pękaniem materiałów kruchych metodą pomiaru parametrów wytrzymałości długotrwałej i związków EA z tymi parametrami. Do nowych zagadnień należą badania ceramiki i betonów przy naprężeniach cieplnych oraz szokach temperaturowych. Rozdział temu poświęcony zawiera wyniki długotrwałych badań izolatorów ceramicznych w zmiennym cyklu temperaturowym. Drugą dziedziną rozwiniętą, w stosunku do dotychczasowych badań, są jednoczesne pomiary przewodności elektrycznej i emisji akustycznej próbek poddanych rosnącemu ze stałą prędkością obciążeniu mechanicznemu celem uzyskania nieniszczącej metody badań.

Praca została wykonana w ramach Projektu Badawczego KBN
Nr. 70761 91 01/P1

1 Wstęp

Tworzywa ceramiczne powstają w wyniku procesu technologicznego, który w tradycyjnej postaci przedstawić można następująco: przygotowanie surowców, wytwarzanie mas, formowanie, suszenie, wypalanie, obróbka końcowa. Najważniejszym etapem technologicznym jest proces spiekania prowadzący do powstania spoiwego ośrodka z konglomeratu luźnych ziarn surowca. Siłą napędową tego procesu jest dążenie konglomeratu ziarn do osiągnięcia stanu o najmniejszej energii swobodnej. Proces ten zachodzi głównie na drodze dyfuzyjnego transportu masy. Ostatnim procesem prowadzącym do zmniejszenia energii swobodnej układu ziarn jest proces rekryształizacji. Polega on na przesunięciu granic ziarn i dalszym zmniejszeniu porowatości pozostałej po procesie spiekania. Własności ceramiki wynikają z budowy mikrostrukturalnej, która warunkuje podstawowe własności mechaniczne. Natomiast obecność wad sieci krystalicznej takich jak luki sieciowe, dziury elektronowe, niewłaściwe położenie atomów, wpływa głównie na własności elektryczne i cieplne.

Technologia ceramiki jest jedną z najstarszych technologii rozwijanych przez człowieka jednakże jej zakres rozszerzył się na tak wiele materiałów i metod, przy pomocy których są one wytwarzane, że stawrza to trudności w jednoznacznym sprecyzowaniu czym jest ceramika w XX wieku.

W ciągu ostatnich trzydziestu lat materiały ceramiczne przeszły znaczną ewolucję i stały się podstawowymi tworzywami stosowanymi w ekstremalnych warunkach stwarzanych przez współczesną technikę. Wspomniana ewolucja polegała na odchodzeniu od surowców naturalnych w kierunku wysokoprzetworzonych surowców syntetycznych. Źródłem tej ewolucji był intensywny rozwój nowej, interdyscyplinarnej dziedziny wiedzy - nauki o materiałach - której aspektem aplikacyjnym stała się inżynieria materiałowa.

Inżynieria materiałowa pozwoliła technologom na kompleksowe ujęcie własności materiałów. Tak więc z jednej strony dąży się aby własności funkcjonalne tworzyw wynikające z natury wiązania chemicznego, nie były osłabiane przez zanieczyszczenia czy niewłaściwe warunki eksploatacji, z drugiej zaś poprzez świadomą modyfikację mikrostruktury tworzywa uzyskuje się nowe pożądane własności. Przykładem tych działań mogą więc być własności elektryczne i dielektryczne wynikające z wysokiej czystości materiału oraz specjalne własności mechaniczne, jak na przykład nadplastyczność wynikająca z modyfikacji mikrostruktury. Podobnym przykładem jest również ceramika nadprzewodząca.

Tworzywa ceramiczne charakteryzują się kowalencyjnymi i jonowymi wiązaniami chemicznymi, z których wynika niekorzystna własność jaką jest kruchość. Zjawisko kruchych pęknięć występuje wówczas, gdy tworzywo ma wyższą wytrzymałość na ścinanie od wytrzymałości na rozciąganie. Charakter zniszczenia określają takie czynniki jak temperatura i szybkość odkształcenia. Ich wpływ na wytrzymałość na ścinanie jest większy niż na wytrzymałość na rozciąganie przy uwzględnieniu kształtu i wielkości badanego przedmiotu. Wpływa na wytrzymałość mechaniczną materiałów

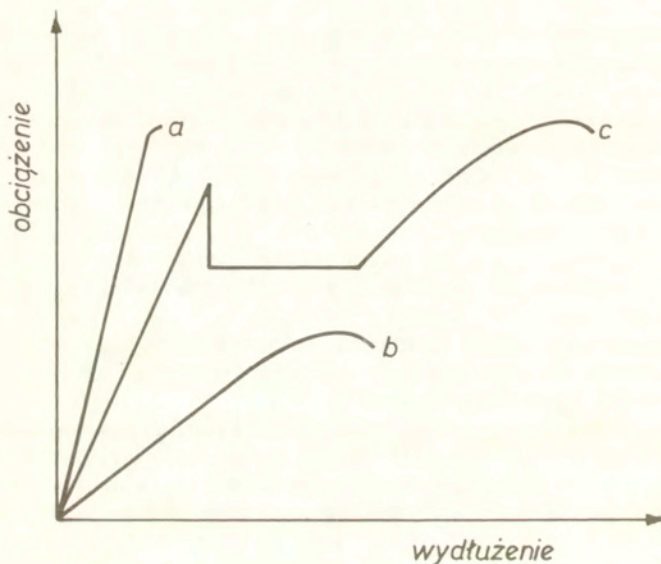
ceramicznych na sposób wykształcenia mikrostruktury to jest wielkości ziaren, składu fazowego oraz porowatości.

Wytwarzanie materiałów o ekstremalnych parametrach mechanicznych, chemicznych, temperaturowych i elektrycznych, stosowanych w technice raketowej, jądrowej, lotniczej, czy niekonwencjonalnych źródłach energii wymaga znajomości mechanizmów powstawania i rozwoju mikropeknięć oraz nowych metod ich badania. W badaniach własności funkcyjnych tworzyw ceramicznych oraz ich powiązania, ze strukturą i prognozowaniem trwałości coraz większe zastosowanie znajdują metody akustyczne. Fale akustyczne w paśmie częstotliwości gigahercowych pozwalają na ocenę stopnia zdefektowania sieci krystalicznej wadami punktowymi i liniowymi. Fale z zakresu megahercowego umożliwiają pomiar modułów sprężystości, porowatości i naprężeń wewnętrznych tworzywa. Ostatnio rozwijają się dynamicznie badania materiałów i układów przy pomocy emisji akustycznej. Zjawisko emisji akustycznej pozwala na śledzenie zmian stanu naprężeń wewnętrznych w tworzywach ceramicznych oraz rozwoju mikro i makropeknięć, co z kolei pozwala na ocenę tak zwanego czasu do zniszczenia. Ponadto emisja akustyczna pozwala zaobserwować wiele zjawisk związanych z mikrostrukturą materiałów na przykład przemiany fazowe, ruchy dyslokacji, ruchy domen, które nie dają się tak dokładnie śledzić innymi metodami. Metoda wykorzystująca emisję akustyczną nadaje się szczególnie do badania materiałów ceramicznych, gdyż powstające w nich mikro i makropeknięcia są źródłami stosunkowo silnych sygnałów akustycznych.

Opracowanie niniejsze przedstawia zagadnienia związane z powstawaniem i odbiorem sygnałów emisji akustycznej w różnego rodzaju materiałach ceramicznych i betonach. Autorzy uważali za celowe wprowadzenie w podstawowe pojęcia emisji akustycznej, wyjaśnienia procesów fizycznych towarzyszących temu zjawisku, opisanie metod pomiarowych i aparatury produkcji krajowej i zagranicznej. Należy jednak stwierdzić, iż mechanizm powstawania sygnałów emisji akustycznej nie jest do końca zbadany, a jego wyjaśnienie wymaga dalszych opracowań. Stąd w pracy poświęcono stosunkowo dużo miejsca zagadnieniom pomiarowym. Zamieszczone w pracy wyniki uzyskano posługując się aparaturą zaprojektowaną i wykonaną w Instytucie Podstawowych Problemów Techniki PAN. Większość badań przedstawionych w niniejszej pracy wykonano w laboratoriach Zakładu Akustyki Fizycznej IPPT oraz w Zakładzie Ceramiki Politechniki Warszawskiej. Przeniesienie tego typu badań na inne materiały kruche i do innych laboratoriów nie powinno napotykać na większe trudności.

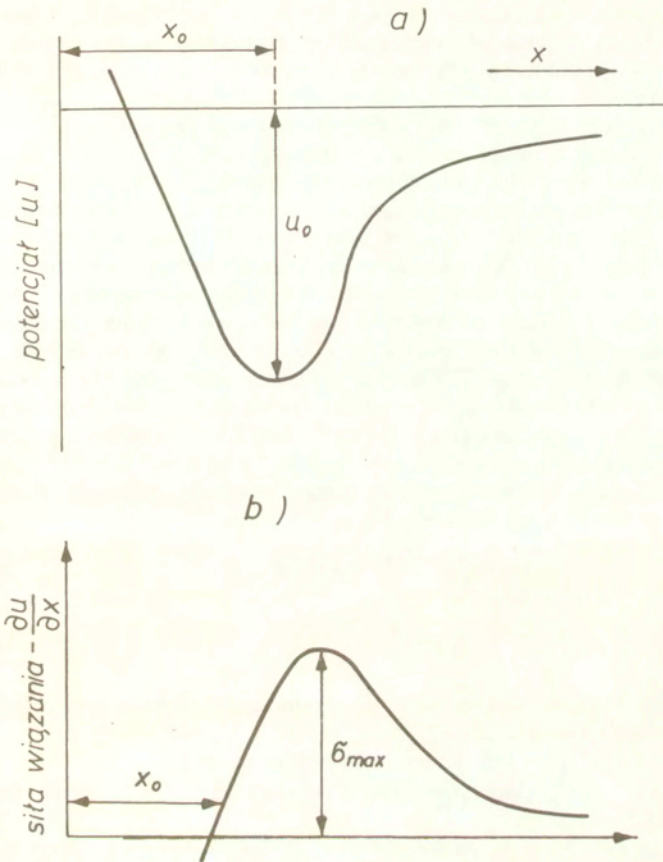
2 Wytrzymałość mechaniczna ceramiki

Materiały ceramiczne można podzielić z uwagi na sposób ich niszczenia mechanicznego na kruche, półkruche i plastyczne. Materiały całkowicie kruche nie



Rys.2.1: Zależność obciążenie - wydłużenie dla tworzyw kruchych (a), półkruchych (b) i plastycznych (c).

deformują się ze względu na nieruchomość dyslokacji. Ich zniszczenie następuje przy osiągnięciu maksymalnego obciążenia w układzie obciążenie-wydłużenie (Rys.2.1). Teoretycznie obciążenie to powinno wynikać z sił kohezyjnych działających między cząsteczkami materiału. Zniszczenie następuje, gdy w określonym punkcie ciała, np. w wierzchołku szczeliny, mikropęknięcia lub wady powierzchniowej zostanie osiągnięte maksimum siły wiązań atomowych. Zniszczenie półkruche występuje wówczas, gdy mechanizm odkształceń plastycznych zostaje zachamowany, np. przez zablokowanie poślizgu dyslokacji przez granice międzyziarnową. Przebieg zależności obciążenie-wydłużenie aż do zniszczenia ciała półkruchego, przedstawia krzywa b Rys.2.1. W przypadku zniszczenia ciała półkruchego naprężenie niszczące może również osiągnąć maksymalną wartość siły kohezyjnej. Dla materiałów plastycznych,



Rys.2.2: Potencjał i siła oddziaływania brzegów szczeliny w zależności od ich wzajemnej odległości.

ze względu na łatwość przesuwania się dyslokacji, które mogą wybierać różne płaszczyzny poślizgu, nie występuje koncentracja naprężeń i w rezultacie nie osiąga się nigdy wytrzymałości kohezynnej materiału. Zniszczenie następuje w wyniku plastycznej niestabilności materiału powodującej, przy naprężeniu rozciągającym, powstanie przewężenia próbki. Przekrój poprzeczny próbki maleje ze wzrostem wydłużenia, tak że rzeczywiste naprężenie może wzrastać, gdy tymczasem obciążenie może pozostawać stałe lub maleć. Typową krzywą przy wystąpieniu zjawiska plastycznego płynięcia w

układzie wydłużenie-obiężenie przedstawia krzywa c na Rys.2.1. Charakter wystąpienia jednego z podanych mechanizmów zniszczenia można określić na podstawie kryterium von Misesa. Kryterium to dzieli materiały, w zależności od ilości płaszczyzn poślizgu na:

- materiały kruche (brak lub mniej niż trzy płaszczyzny poślizgu),
- materiały półkruche (mniej niż pięć płaszczyzn poślizgu),
- materiały plastyczne (pięć i więcej płaszczyzn poślizgu).

Do materiałów kruchych zaliczyć można szkła nieorganiczne, większość materiałów tlenkowych, jak np. ceramika z Al_2O_3 , ZrO_2 i porcelanę. Do materiałów półkruchych należy grafit, $CaCO_3$, MgO . Do materiałów plastycznych metale i większość szkieł organicznych. Wytrzymałość kohezyjna materiału odpowiada maksymalnej sile wiązań między atomami lub jonami w kryształach. W celu wytworzenia dodatkowych swobodnych płaszczyzn lub powierzchni w ciele, a więc przewyciężenia jego spójności, musi lokalnie wystąpić siła przekraczająca siłę kohezyjną. W zależności od odległości rozdzielanych płaszczyzn potencjał (energetyczny) ich oddziaływania przybiera wartości przechodzące przez minimum (Rys.2.2.a). Zależność pochodnej potencjału po odległości, tzn. naprężenie, przedstawiono na Rys.2.2.b. Maksymalne naprężenie odpowiada maksymalnej sile wiązań pomiędzy atomami. Potencjał zazwyczaj przedstawia się zależnościami Morsa lub Borna:

$$u = u_0 \left[e^{-2a(x-x_0)} - 2e^{-a(x-x_0)} \right], \quad (2.1)$$

$$u = \frac{A}{x} + \frac{B}{x^n}, \quad (2.2)$$

gdzie: u - energia potencjalna jednostkowej powierzchni pęknięcia przy odległości x pomiędzy powierzchniami,
 x_0 - odległość, przy której naprężenie jest równe zero,
 a, A, B - stałe eksperymentalne określające kształt i położenie funkcji potencjału.

Maksymalne naprężenie odpowiadające wytrzymałości kohezyjnej występuje, gdy siła (tzn. druga pochodna potencjału po odległości $\frac{\partial^2 u}{\partial x^2}$) równa się zero. Korzystając z tego otrzymuje się z (2.1) i (2.2) wyrażenia na wytrzymałość kohezyjną:
według Morse'a

$$\sigma_{\max} = \sqrt{\frac{\gamma E}{4x_0}}, \quad (2.3)$$

według Borna

$$\sigma_{\max} = \frac{E}{2} \left[\frac{2}{n+1} \right]^{\frac{n+1}{n-1}}, \quad (2.4)$$

gdzie: $n = \frac{x_0 E}{2\gamma}$,

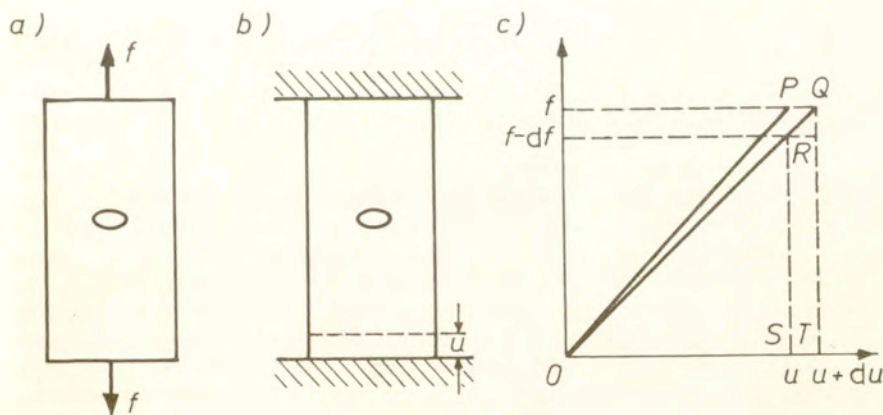
γ - energia powierzchniowa określona wartością minimum potencjału $u(x_0)$,
 E - moduł Younga.

W praktyce, dla materiałów ceramicznych osiąga się wartości wytrzymałości mechanicznej znacznie niższe od wartości wytrzymałości teoretycznej wynoszącej $\sigma_{teor} \sim \frac{E}{10}$. Najwyższe wytrzymałości uzyskiwane są dla kryształów włoskowatych (whiskerów) i zbliżają się do $\frac{E}{10}$. Natomiast wytrzymałość większości stosowanych

w praktyce materiałów ceramicznych wynosi $\frac{E}{1000}$. Wytrzymałość rzeczywista

tworzyw ceramicznych wynika z występowania w nich defektów budowy mikrostrukturalnej, jak pory, mikropeknięcia, szczeliny lub wady powierzchniowe, powstające w procesie technologicznym. Wpływ tych czynników na obniżenie wytrzymałości mechanicznej ceramiki jest decydujący z uwagi na fakt, iż jedyną możliwością rozładowania naprężenia jest powiększenie szczeliny. Wytrzymałość tworzywa ceramicznego zawierającego pory, mikropeknięcia i wtrącenia można w przybliżeniu rozpatrywać jako przypadek ciała sprężystego ze szczeliną. Przy nieruchomej szczelinie w sprężystym ośrodku stałym, należałoby rozpatrzyć trzy rodzaje energii:

- pracę obciążeń zewnętrznych,
- powierzchniową energię szczeliny,
- sprężystą energię ośrodka.



Rys.2.3: Rodzaje obciążeń na powierzchni ciała [1].

Praca zewnętrzna sprzyja wzrostowi szczeliny, powierzchniowa energia przeciwstawia, natomiast energia sprężysta może sprzyjać wzrostowi długości lub przeciwstawiać się w zależności od rodzaju obciążenia ośrodka. Na Rys.2.3 przedstawiono dwa jego skrajne rodzaje: obciążenie stałe, w którym ciało lub próbka pozostaje pod działaniem stałej siły f i może wydłużać się swobodnie oraz nieruchome uchwyty, w których utrzymuje się stałe odkształcenie u . Oba te rodzaje dają takie same kryteria przyrostu pęknięcia. Niech siła f zostanie przyłożona wtedy, gdy pęknięcie już ma pewną długość i niech przedłuży ciało o u . Wówczas P reprezentuje stan mechaniczny, a powierzchnia QPS - energię sprężystą ciała. Gdy pęknięcie powiększy swoją długość przy stałej f w ten sposób, że ciało wydłuży się o $u + du \rightarrow Q$ wówczas praca wykonana wynosi $PTQS$ czyli fdu . Energia sprężysta wzrasta tylko o OQT - OPS , czyli o $\frac{1}{2}fdu$.

Stąd pozostała praca zewnętrzna $\frac{1}{2}fdu$ może przekształcać się w energię dodatkowych pęknięć. Rozpocznijmy teraz proces od P , ale tym razem pęknięcie powiększy swoją długość przy stałym wydłużeniu, $u(P \rightarrow R)$, praca zewnętrzna nie będzie wykonana, ale energia sprężysta zmniejszy się z OPS do ORS , inaczej $\frac{1}{2}u df$ zostanie przekazane powierzchni pęknięcia. W zakresie małych PQ i PR zachodzi $\frac{1}{2}u df = OPR = OPQ = \frac{1}{2}fdu$ tak, iż energia przekazana pęknięciu jest w obu przypadkach ta sama, nawet wtedy, gdy energia sprężysta rośnie pod obciążeniem stałym (przy wzrastającym wydłużeniu) i spada w warunkach uchwytów nieruchomych. Według metody równowagi energetycznej rozprzestrzenianie się pęknięcia jest możliwe, gdy uwalniana jest energia sprężysta zmagazynowana w ośrodku z pęknięciem i praca sił zewnętrznych na całej objętości ciała przy wzroście pęknięcia o da jest równa lub większa od energii powierzchniowej szczeliny. A więc warunkiem niestabilności pęknięcia jest obniżenie całkowitej energii potencjalnej, co można zapisać w postaci wzoru:

$$\frac{\partial}{\partial a} (-U - W + S) \leq 0, \quad (2.5)$$

gdzie: $\frac{\partial}{\partial a}$ - pochodna po długości szczeliny,

W - praca obciążeń zewnętrznych,

U - energia sprężysta uwalniana przy wzroście długości szczeliny,

S - energia powierzchniowa szczeliny odpowiadająca wzrostowi długości o da .

W celu obliczenia energii pęknięcia rozpatruje się szczelinę o długości $2a$, prostopadłą do kierunku naprężenia σ , przyłożonego przez sztywne uchwyty. W bezpośrednim pobliżu powierzchni pęknięcia naprężenie spada do zera, natomiast na znacznej odległości jest równe σ . Z bilansu energetycznego pomiędzy energią sprężystą ciała i energią powierzchniową dla wydłużającej się szczeliny można napisać równanie:

$$\frac{d}{da} \left[\frac{\pi a^2 \sigma^2}{E} \right] = \frac{d}{da} (4\gamma a), \quad (2.6)$$

gdzie: σ - naprężenie przyłożone do ciała przez uchwyty nieruchome,
 E - moduł Younga,
 γ - energia powierzchniowa na jednostkę powierzchni pęknięcia.

Lewa strona równania wyraża energię sprężystą uzyskaną przez całkowanie pola naprężeń ciała z eliptyczną szczeliną o półosiach a i b , gdzie długość osi b dąży do zera. Jest to graniczny przypadek rozważań Inglisa [2]. Z równania (2.6) uzyskuje się wartość krytycznego naprężenia, które wynosi:

$$\sigma_F = \left[\frac{2\gamma E}{\pi a} \right]^{\frac{1}{2}} = \sqrt{\frac{\gamma E}{a}}. \quad (2.7)$$

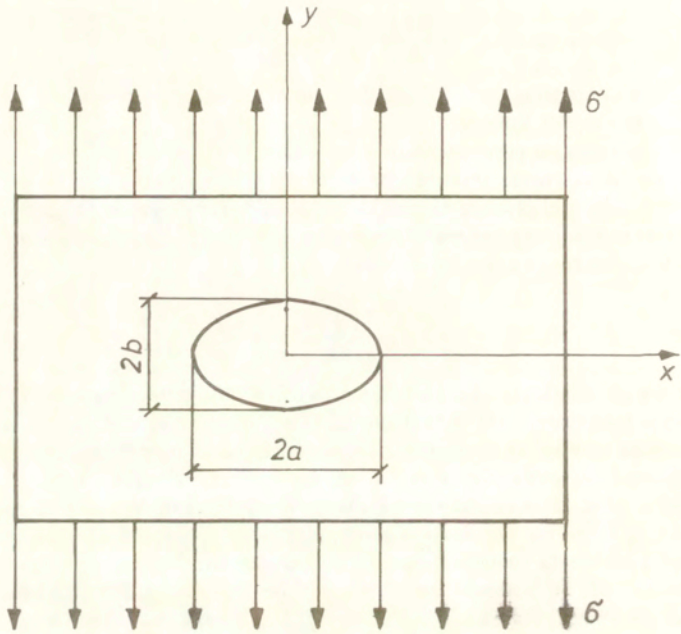
Wzór ten określa krytyczne naprężenie Griffith'a dla rozprzestrzenienia się szczeliny o ostrym zakończeniu [3]. Równanie (2.7) wskazuje na kinetyczny charakter procesu zniszczenia z uwagi na odwrotnie proporcjonalną zależność naprężenia zniszczenia σ_F od długości szczeliny. Oznacza to, że ze wzrostem długości szczeliny naprężenie maleje, a więc zapoczątkowane pęknięcie przebiega samorzutnie. Z równania (2.7) wynika że szczelina nie może się rozprzestrzeniać, dopóki energia sprężysta całej objętości materiału (powiększona lub niepowiększona o pracę sił zewnętrznych, w zależności od rodzaju uchwytu) nie będzie równa lub większa od energii powierzchniowej pęknięcia materiału. Krytyczną długość pęknięcia otrzymuje się przez przekształcenie kryterium Griffith'a podanego w równaniu (2.7)

$$a \geq \frac{2\gamma E}{\pi \sigma^2}. \quad (2.8)$$

Na krawędzi pęknięcia w ośrodku stałym wiązania atomowe występują we wszystkich stadiach wydłużenia i zerwania i stąd sama struktura pęknięcia zapewnia istnienie wiązań przenoszących naprężenia do granicy wytrzymałości teoretycznej σ_t , niezależnie od przyłożonego naprężenia. Stąd warunek Griffith'a (2.7) jest wystarczający i konieczny do wzrostu pęknięć przy rozciąganiu. Odporność wiązań atomowych nie określa wytrzymałości ośrodka zawierającego mikropeęknięcia. Odporność na wydłużenie się pęknięcia jest bezpośrednio określona przez energię powierzchniową.

Odmienne podejście do zagadnienia wydłużania się pęknięć w kruchym materiale podał Orowan [4]. Rozważania jego dotyczą koncentracji naprężeń na krawędzi szczeliny. W rzeczywistym materiale sprężystym naprężenie na końcu szczeliny, aby spowodować zniszczenie materiału, musi wzrosnąć do wartości wytrzymałości teoretycznej. Orowan skorzystał z wyników Inglisa odnoszących się do szczelin eliptycznych o półosiach a i b (Rys.2.4). Naprężenie w punkcie maksymalnego zakrzywienia szczeliny eliptycznej o półosiach a i b dane jest przez równanie:

$$\sigma_c = \sigma \left(1 + 2 \frac{a}{b} \right), \quad (2.9)$$



Rys.2.4: Szczelina eliptyczna w ośrodku poddanym naprężeniu rozciągającemu.

gdzie: σ - zewnętrzne naprężenie rozciągające przyłożone wzdłuż osi b .

W przypadku $a \geq b$, przybliżeniem naprężenia maksymalnego wyprowadzonym z równania (2.9) jest wzór:

$$\sigma_c = 2\sigma \left(\frac{a}{r} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (2.10)$$

gdzie: a - połowa długości szczeliny,

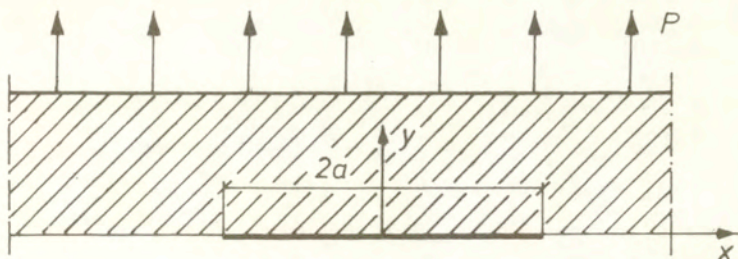
r - promień krzywizny wierzchołka szczeliny $\frac{b^2}{a}$.

Zniszczenie materiału następuje, gdy naprężenie jest równe teoretycznej wytrzymałości ciał stałych na rozciąganie:

$$\sigma_{teor} = \left(\frac{E\gamma}{d} \right)^{\frac{1}{2}},$$

gdzie: d - stała sieci.

Po podstawieniu $\sigma_c = \sigma_{teor}$ w (2.10) Orowan uzyskał wzór:



Rys.2.5: Nieograniczona tarcza sprężysta obciążona w nieskończoności z nieciągłymi warunkami na brzegu.

$$\sigma_c = \left(\frac{E \gamma r}{4da} \right)^{\frac{1}{2}}. \quad (2.11)$$

Dla wartości promienia krzywizny $r=4d$ wzory Griffith'a i Orowana są identyczne. Griffith założył, opierając się na rozwiązaniach Inglisa dla otworów eliptycznych w ośrodku sprężystym, że można otrzymać szczelinę prostoliniową o długości $2a$ przy długości mniejszej półosi b zdążającej do zera. Można by mieć wątpliwości, czy przejście do prostoliniowej szczeliny jest jednoznaczne i niezależne od ciągu krzywych zmierzających w granicy do prostoliniowej szczeliny. Problem ten wyjaśnia podejście oparte na analizie zagadnienia o nieciągłych warunkach brzegowych. Zagadnienie szczeliny prostoliniowej o długości $2a$ wolnej od naprężeń normalnych σ_{yy} (styczne naprężenia σ_{xy} znikają ze względu na symetrię) w nieograniczonej płaszczyźnie obciążonej w nieskończoności sprowadza się do półpłaszczyzny $y > 0$ z nieciągłymi warunkami brzegowymi (Rys.2.5):

$$\begin{aligned} |x| < a, \quad \sigma_{yy}(x, 0) &= 0 \\ |x| > a, \quad u_y(x, 0) &= 0 \end{aligned} \quad (2.12)$$

Rozwiązanie tego zadania wyznacza pole przemieszczeń i naprężeń zgodne z granicznym rozwiązaniem Inglisa. Przemieszczenie górnej krawędzi szczeliny dla $y=0^+$ i $|x| < a$ wyraża się wzorem:

$$u_y = \frac{2(1-\nu^2)pa}{E} \sqrt{1 - \frac{x^2}{a^2}}, \quad (2.13)$$

natomiast naprężenie dla $y=0$, $|x| > a$:

$$\sigma_{yy} = \frac{p|x|}{x^2 - a^2}. \quad (2.14)$$

Z ostatniego wzoru widać, że σ_{yy} dąży do nieskończoności, gdy x maleje do a . W układzie współrzędnych o początku w wierzchołku szczeliny z (2.14) dla $x \rightarrow 0^+$ otrzymuje się:

$$\sigma_{yy}(a+x',0) = \frac{p(a+x')}{\sqrt{a^2 + 2ax' + x'^2 - a^2}} \approx \frac{p\sqrt{a}}{\sqrt{2x'}} \quad (2.15)$$

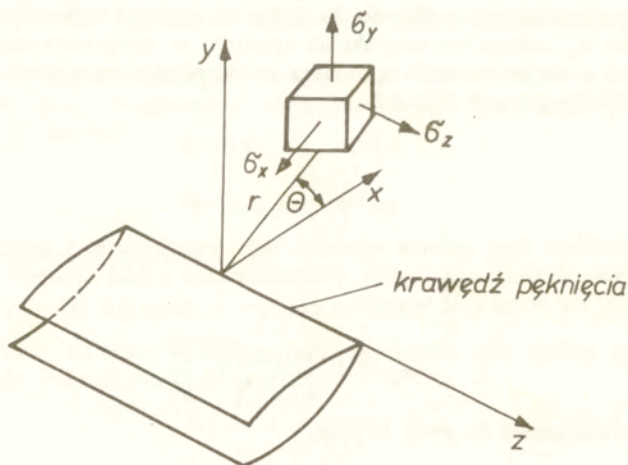
Wyrażenie to jest osobliwe dla $x'=0$, natomiast istnieje granica

$$\lim_{x \rightarrow 0^+} \sigma_{yy}(x,0)\sqrt{2x} = K = p\sqrt{a} \quad (2.16)$$

K nazywany jest współczynnikiem intensywności naprężenia.

Lokalne kryterium pęknięcia rozpatruje stan pola naprężeń w pobliżu wierzchołka pęknięcia. Należy wobec tego powiązać te pola naprężeń z kształtem mikropełnięcia i przyłożonym obciążeniem. Analizę zagadnienia przeprowadzili niezależnie od siebie Irwin i Williams [5]. Na Rys.2.6 pokazano układ naprężeń w pobliżu krawędzi pęknięcia: r oznacza odległość od krawędzi, θ - kąt inklinacji.

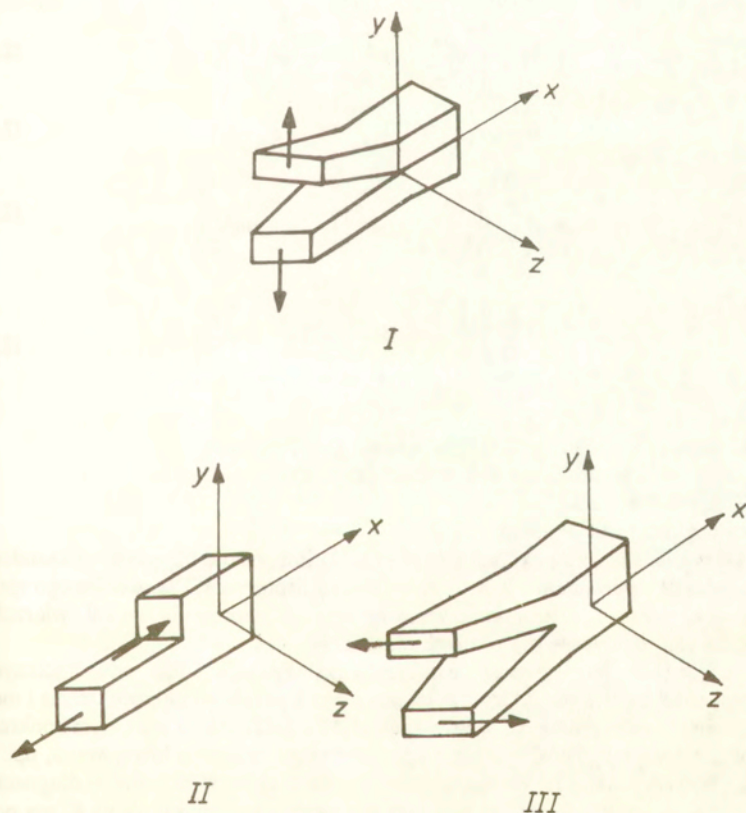
Zależność promieniowa jest zawsze odwrotnie proporcjonalna do pierwiastka kwadratowego z odległości od krawędzi pęknięcia, to znaczy do $r^{-\frac{1}{2}}$, niezależnie od rodzaju obciążenia, geometrii pęknięcia i wielkości obciążenia. Zależność katowa jest niezależna od wielkości obciążenia i geometrii pęknięcia, ale zmienia się z naprężeniem



Rys.2.6: Ilustracja stanu naprężeń w pobliżu krawędzi mikropełnięcia [14].

i typem obciążenia. Współczynnik K jest zawsze proporcjonalny do wielkości przyłożonego obciążenia i uzależniony od geometrii mikropełnięcia i typu obciążenia. Jest on niezależny od kąta inklinacji. Pole naprężeń w pobliżu krawędzi pęknięcia zależy od sposobu przyłożenia naprężenia i kształtu pęknięcia. Można rozróżnić trzy przypadki (Rys.2.7) [6]:

- "otwieranie", przemieszczenie brzegów szczeliny prostopadle do krawędzi (I),
- "poślizg krawędziowy", przemieszczenie ścinające równoległe do wierzchołka powierzchni szczeliny (II),
- "rozdzieranie", przemieszczenie równoległe do powierzchni i krawędzi szczeliny (III).



Rys.2.7: Trzy podstawowe przypadki niszczenia mechanicznego ceramiki [14].

Nażenie się tych trzech sposobów deformacji jest wystarczające do opisanja dowolnej sytuacji w naprężonym materiale. Rozróżnianie przypadków I, II, III jest konieczne, ponieważ współczynnik K i rozłożenie katowe naprężeń zależą od sposobu przykładania obciążenia.

Dla materiałów ceramicznych (nieodpornych na rozciąganie), najważniejszy jest przypadek I. Natomiast metale są niszczone przeważnie zgodnie z mechanizmem III.

Pole naprężeń odkształceń dla przypadku (I) wyrażają wzory:

$$\sigma_{xx} = \left[\frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \right] \cos \frac{\theta}{2} \left[1 - \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right], \quad (2.17)$$

$$\sigma_{yy} = \left[\frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \right] \cos \frac{\theta}{2} \left[1 + \sin \frac{\theta}{2} \sin \frac{3\theta}{2} \right], \quad (2.18)$$

$$\sigma_{xy} = \left[\frac{K_I}{\sqrt{2\pi r}} \right] \sin \frac{\theta}{2} \cos \frac{\theta}{2} \cos \frac{3\theta}{2}, \quad (2.19)$$

$$\sigma_{zz} = \nu (\sigma_{xx} + \sigma_{yy}), \quad \sigma_{xz} = \sigma_{yz} = 0, \quad (2.20)$$

$$u = \left(\frac{K_I}{G} \right) \left(\sqrt{\frac{r}{2\pi}} \right) \cos \frac{\theta}{2} \left[1 - 2\nu + \sin^2 \frac{\theta}{2} \right], \quad (2.21)$$

$$v = \left(\frac{K_I}{G} \right) \left(\sqrt{\frac{r}{2\pi}} \right) \cos \frac{\theta}{2} \left[1 - 2\nu - \cos^2 \frac{\theta}{2} \right], \quad (2.22)$$

$$w = 0$$

K_I oznacza współczynnik intensywności dla sposobu I,

$\{u, v, w\}$ - przesunięcia w kierunku $\{x, y, z\}$,

G - moduł ścinania,

ν - współczynnik Poissona.

Najważniejszą cechą równań (2.17) - (2.22) jest podział naprężeń i odkształceń na części zależne od promienia, kąta i intensywności naprężenia. Dla określonego sposobu obciążenia, katowe i promieniowe rozproszenie naprężenia wokół wierzchołka pęknięcia jest identyczne dla różnych materiałów.

Poziom lub intensywność naprężenia zależy całkowicie od współczynnika intensywności naprężenia, który z kolei jest funkcją geometrii mikropęknięcia i metody obciążenia. Współczynnik K - we wzorach (2.17 - 2.22) należy w każdym konkretnym przypadku wyznaczyć analitycznie z odpowiedniego problemu brzegowego, np. wzór (2.16). W przypadku ciała nieograniczonych zawierających szczelinę o długości $2a$ i obciążonych w nieskończoności naprężeniem rozciągającym σ wzór na K_I ma postać:

$$K_I = \sigma Y \sqrt{a} , \quad (2.23)$$

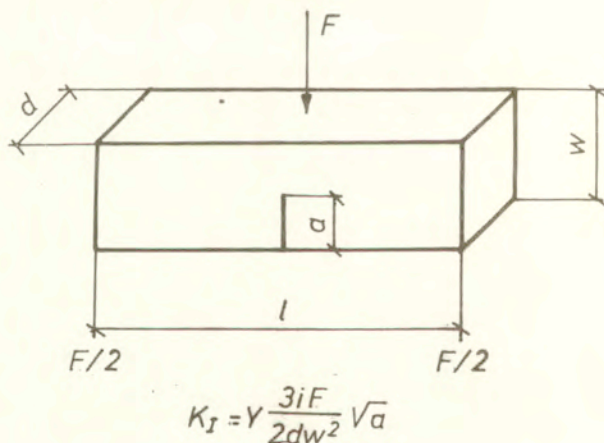
gdzie: Y - współczynnik geometryczny odpowiedniego sposobu obciążenia ośrodka z pęknięciem.

Maksymalne naprężenie rozciągające w wierzchołku pęknięcia odpowiada maksymalnej wartości współczynnika K_I . Wytrzymałość materiału może być dlatego charakteryzowana krytyczną wartością K_I . Oznacza się tę wartość jako K_{Ic} i jest ona stałą materiałową zależną od natury procesu fizycznego zachodzącego w miejscu pęknięcia, kształtu próbki i sposobu badania. Charakteryzuje ona rozszerzanie się pęknięcia w materiale i jest niezależna od rozkładu mikropeknięć w obrębie materiału (przy założeniu, że pola naprężeń poszczególnych mikropeknięć nie zachodzą na siebie). Tak więc dla określonego typu naprężenia i geometrii pęknięcia przy maksymalnym obciążeniu niszczącym materiał $K_I = K_{Ic}$. Ze względu na duże znaczenie K_{Ic} jako stałej materiałowej, istotnym problemem są sposoby jego pomiaru.

3 Metody pomiaru parametrów pęknięcia

W pomiarach parametrów procesu pęknięcia ceramiki z zwłaszcza pomiarach K_{Ic} podstawowym zagadnieniem jest odpowiednie przygotowanie próbek. W materiałach ceramicznych wartość granicy plastyczności jest zwykle bardzo wysoka, a rozmiary sfery plastycznej w poliżu wierzchołka szczeliny są małe. Stąd też plastyczność nie narzuca ograniczenia na grubość próbek. Niewielka deformacja plastyczna w obszarze wierzchołka szczeliny (nie wpływająca na liniową zależność naprężenie-odkształcenie, aż do momentu utraty stabilności szczeliny) umożliwia przyjęcie obciążenia powodującego propagację pęknięcia do otrzymania wartości K_{Ic} . Pomiarów parametrów kruchego pęknięcia wykonuje się na ogół na próbkach z naciętym karbem imitującym wstępne pęknięcie. Może to być przyczyną błędów pomiaru z uwagi na trudność wykonania powtarzalnych nacięć. W procesie zniszczenia próbki ze szczeliną ważne jest, czy w obszarze wierzchołka szczeliny istnieje płaski stan naprężeń lub płaski stan odkształceń. Przy wzrastającej grubości próbki zachodzi przejście z płaskiego do trójwymiarowego stanu naprężeń. Oznacza to wzrost ograniczeń nakładanych na deformację w wierzchołku szczeliny. Krytyczna wartość K_{Ic} zmienia się w szerokim zakresie i ze wzrostem grubości K_{Ic} maleje. Minimalna wartość K_{Ic} odpowiada płaskiemu stanowi odkształceń. Wartość K_{Ic} zależy od rodzaju struktury materiału, stąd ważne jest aby struktura w obszarze wierzchołka była reprezentatywna dla próbki.

Istnieje wiele rodzajów próbek znormalizowanych do pomiarów parametrów mechaniki kruchego pęknięcia. Wybrany kształt próbki jest określony przede wszystkim



Rys.3.1: Próbką w postaci belki z karbem do badań metodą zginania [7]:
 $Y = 1.93 - 3.07(a/W) + 13.66(a/W)^2 - 23.98(a/W)^3 + 25.22(a/W)^4$.

Tablica 3.1: Metody wyznaczania parametrów mechaniki pękania [7]

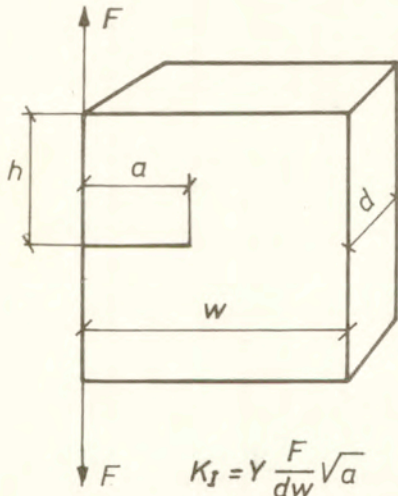
Współczynnik krytycznej intensywności naprężenia			Szybki wzrost obciążenia		Szybkość wzrostu szczeliny względem K , lub ΔK ,	Współczynnik intensywności naprężenia bez wzrostu szczeliny		
Temperatura otoczenia		Wysoka temperatura		Temperatura otoczenia		Temperatura otoczenia	Wysoka temperatura	
Material porowaty	Material zwarty	Material porowaty	Material zwarty		Temperatura otoczenia	Wysoka temperatura	Temperatura otoczenia	Wysoka temperatura
skośnie ścięta belka wspornikowa	podwójna belka wspornikowa	podwójne skręcanie	trzy (cztero) punktowe zginanie	trzy punktowe zginanie	skośnie ścięta belka wspornikowa	podwójne skręcanie	belka obciążona klinowo (trójkątnie)	podwójne skręcanie
podwójne skręcanie	trzy (cztero) punktowe zginanie			podwójne skręcanie	podwójne skręcanie		cyliner (walec) Hertza	
stały moment					stały moment		podwójne skręcanie	
					podwójna belka wspornikowa			

przez metodę pomiaru. Rodzaje próbek z przyurządowaniem do poszczególnych metod badań, różnych prędkości obciążania i różnych materiałów podaje Tablica.3.1. Najczęściej wykorzystywane próbki w pomiarach parametrów procesu pęknięcia przedstawiono na Rys.3.1 - 3.6. Należą do nich:

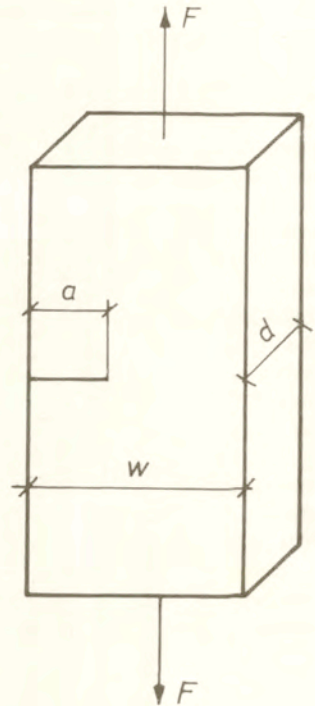
- belka do zginania zawierająca karb (Rys.3.1),
- belka z karbem do rozciągania (Rys.3.2),
- prostopadłościan do rozciągania pod obciążeniem stycznym do powierzchni (Rys.3.3).

Próbki te dają porównywalne ze sobą wartości K_{Ic} . W badaniach ceramiki szerokie zastosowanie uzyskały próbki, które umożliwiają otrzymanie wartości K_{Ic} niezależnie od długości szczeliny. Są to: skośna belka wspornikowa (Rys.3.5) oraz próbka do podwójnego skręcania (Rys.3.6).

Krytyczny współczynnik intensywności naprężeń K_{Ic} jest zwykle mierzony przy stosunkowo powolnym obciążeniu. Otrzymane wartości mogą być więc zastosowane do przewidywania zniszczenia dla



Rys.3.3: Próbkę z głębokim nacięciem przeznaczoną do rozciągania stycznego do powierzchni, Y jak na Rys.3.2.

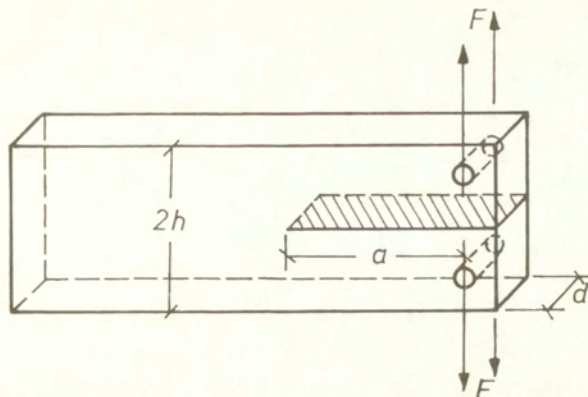


$$K_I = Y \frac{F}{dw} \sqrt{a}$$

Rys.3.2: Próbkę w postaci belki z karbem do badań metodą zginania:

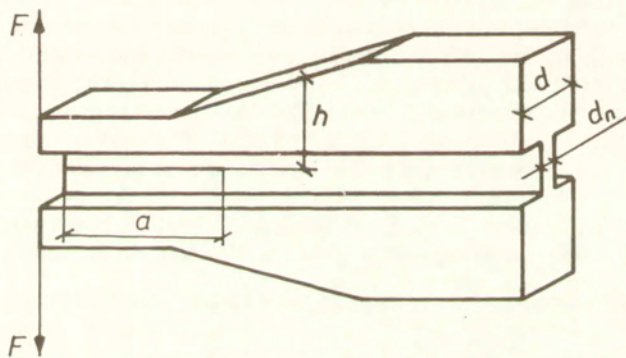
$$Y = 1.990.41(a/W) + 18.70(a/W)^2 + 38.40(a/W)^3 + 53.85(a/W)^4.$$

podobnych użytkowych szybkości obciążenia. Wybór metody badania (Rys.3.1 do 3.6) zależy od temperatury pomiaru jak i od porowatości badanego materiału. Dla materia-



$$K_I = [Fa / (d^2 h^3)]^{1/2} (3.47 + 2.32 h/a)$$

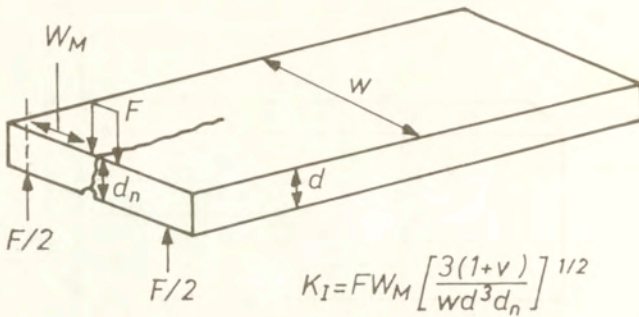
Rys.3.4: Podwójna belka wspornikowa przeznaczona do badań na rozciąganie z obciążeniem prostopadłym do powierzchni pęknięcia [7].



$$K_I = 2F \left(\frac{m^*}{d d_n} \right)^{1/2} \quad m^* = \frac{1}{h} + 3 \frac{a^2}{h^3}$$

Rys.3.5: Skośna belka wspornikowa przeznaczona do badań na rozciąganie [7].

łów nieporowatych, wstępne pęknięcia można zlokalizować i oceniać ich długości z pomocą penetrantów barwnikowych. Wymienione metody można stosować w temperaturze otoczenia. Wybór jednej z wspomnianych wyżej metod pomiaru procesu pęknięcia zależy od możliwości przygotowania próbki i wykonania wstępnych pęknięć



Rys.3.6: Próbką przeznaczoną do badań metodą podwójnego skręcania [7].

oraz posiadanej maszyny do obciążania. Przy pomiarach w wysokich temperaturach powyżej 1000°C w konfiguracji rozciągającej należy stosować ceramiczne elementy przekazujące obciążenie. Wygodnie jest prowadzić badania w konfiguracji zginania lub podwójnego skręcania (Rys.3.1 i Rys.3.6). Dla materiałów przezroczystych (na przykład szkło, porcelana) możliwa jest ocena rozwoju szczeliny metodą mikroskopową. W metalach do określenia długości szczeliny używa się metody opartej na zmianie oporności elektrycznej. Metoda pomiaru różnicy potencjałów elektrycznych została również zastosowana dla materiałów ceramicznych [8.9]. Długość szczeliny można wyznaczać poprzez pomiar podatności λ . Podatność λ jest zdefiniowana jako stosunek strzałki ugięcia y do siły obciążającej próbkę F . Wielkość ta zależy od długości szczeliny. Dla każdego kształtu próbki istnieje odpowiednia zależność pomiędzy λ i długością szczeliny. Dla niektórych kształtów próbek istnieją rozwiązania analityczne, jak na przykład próbki do podwójnego skręcania. W analizie można użyć wzorów albo wyznaczyć doświadczalnie zależność podatności od długości szczeliny. Wychodząc z definicji podatności $\lambda = \frac{y}{F}$ i różniczkując ją względem czasu otrzymuje się:

$$\frac{dy}{dt} = \lambda \frac{dF}{dt} + F \frac{d\lambda}{da} \frac{da}{dt} \quad (3.1)$$

stąd

$$\frac{da}{dt} = \frac{\frac{dy}{dt} - \lambda \frac{dF}{dt}}{F \frac{d\lambda}{da}} \quad (3.2)$$

Eksperymentalne wyznaczenie prędkości wzrostu szczeliny można przeprowadzić przy stałym obciążeniu lub stałym przemieszczeniu. Przy stałym obciążeniu z równania

(3.2) dla $\frac{dF}{dt} = 0$ uzyskuje się:

$$\frac{da}{dt} = \frac{\frac{dy}{dt}}{F \frac{d\lambda}{da}} \quad (3.3)$$

Z powyższej zależności można wyliczyć prędkość wzrostu szczeliny pod warunkiem, że przemieszczenie y jest w sposób ciągły rejestrowane w funkcji czasu i znana jest zależność podatności od długości szczeliny.

Przy stałym przemieszczaniu, równanie (3.2) ma postać:

$$\frac{da}{dt} = \frac{-\lambda \frac{dF}{dt}}{F \frac{d\lambda}{da}} \quad (3.4)$$

Prędkość wzrostu szczeliny oblicza się z prędkości relaksacji obciążenia $\frac{dF}{dt}$.

Określenie prędkości wzrostu szczeliny jest najwygodniejsze przy użyciu próbek do podwójnego skręcania. Dla tych próbek podatność jest liniowo związana z długością szczeliny. Pochodna $\frac{d\lambda}{da} = B$, jest stałą zależną jedynie od wymiarów próbki i stałych sprężystości. Zatem, dla stałego obciążenia (lub stałej prędkości przemieszczania) otrzymujemy:

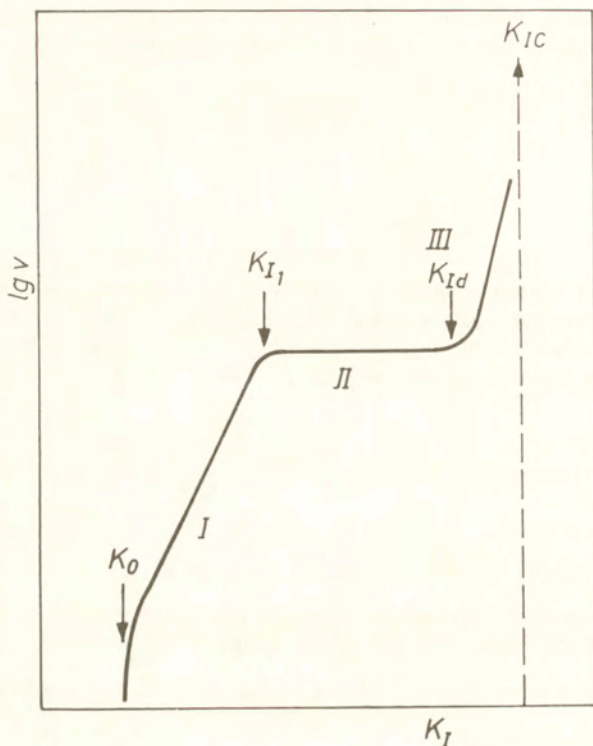
$$\frac{da}{dt} = \frac{\frac{dy}{dt}}{BF} \quad (3.5)$$

Dla stałego przemieszczenia:

$$\frac{da}{dt} = -\frac{\lambda}{BF} \frac{dF}{dt} = -\frac{a_i F_i}{F^2} \frac{dF}{dt} = -\frac{a_f F_f}{F^2} \frac{dF}{dt}, \quad (3.6)$$

gdzie: wskaźniki i, f oznaczają początkową i końcową wartość długości pęknięcia i działającej siły.

Metoda ze stałym przemieszczeniem jest szczególnie efektywna, ponieważ dla uzyskania zależności (K, ν) wymaga jedynie rejestracji obciążenia w czasie. Potwierdzenie prawidłowości pomiarów tą metodą można uzyskać na próbkach o innej konfiguracji obciążenia na przykład podwójnej belki wspornikowej Rys.3.4. Przy badaniach w podwyższonych temperaturach gdzie dokładny pomiar przemieszczenia jest utrudniony, próbki o stałym K są najwygodniejsze, a zwłaszcza próbka do

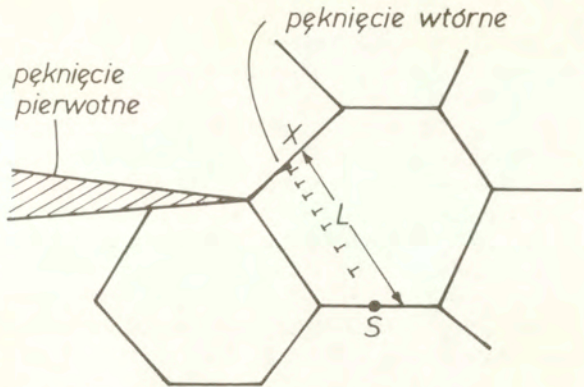


Rys.3.7: Schematyczny podział na cztery obszary zależności pomiędzy prędkością wzrostu pęknięć podkrytycznych v , a współczynnikiem intensywności naprężenia K .

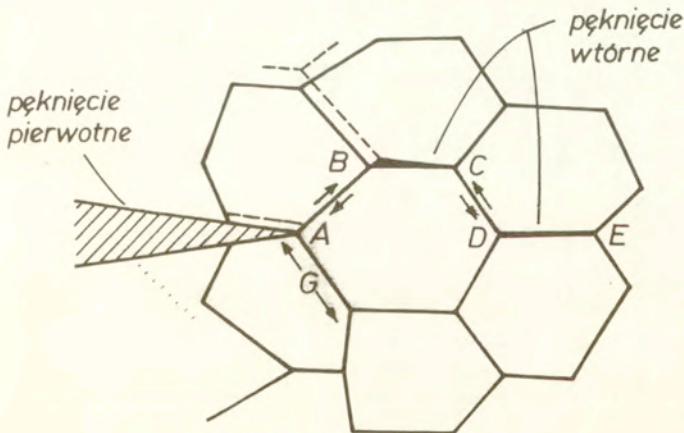
podwójnego skręcania. W większości materiałów ceramicznych i szkieł, podkrytyczny wzrost szczeliny wywołuje tak zwany statyczny efekt zmęczeniowy. Wzrost ten poprzedza katastrofalne zniszczenie. Efekty zmęczeniowe stwierdzono w obecności jonów hydroksylowych w szkle [10], porcelanie [11] i ceramice z tlenku glinu [12]. Zjawisko to występuje również w ceramice przy podwyższonych temperaturach. W ceramicznych materiałach konstrukcyjnych w wysokich temperaturach pod obciążeniem również zachodzi powolny wzrost szczelin. Wyjaśnienie mechanizmu wzrostu jest istotne dla uchwycenia jego wpływu na długotrwałą wytrzymałość mechaniczną. Zależność prędkości rozwoju pęknięć podkrytycznych v od współczynnika intensywności naprężeń K jest dla materiałów ceramicznych złożona i ma kilka obszarów o różnym przebiegu (Rys.3.7). Prędkość wzrostu szczeliny jest niezależna od geometrii próbki i typu obciążenia [13]. Dla zapoczątkowania wzrostu szczeliny konieczna jest pewna minimalna wartość współczynnika intensywności naprężenia równa K_0 . W

przedziale I występuje liniowa zależność logarytmu prędkości od $\log K$ lub K . W obszarze II wzrostu szczeliny stosunkowo dużemu wzrostowi wartości K towarzyszy stała prędkość propagacji. W obszarze III w pobliżu krytycznej wartości K małym wzrostowi K towarzyszy szybki wzrost prędkości rozwoju szczeliny. Przy procesach wzrostu pęknięć w ośrodkach kruchych oprócz geometrii i fizycznych właściwości materiału konieczne jest uwzględnienie wpływu otoczenia.

Dotyczy to przede wszystkim materiałów ceramicznych i szkła, które mimo swojej chemicznej nieaktywności, są bardzo czułe na efekty chemiczno-naprężeniowe, pochodzące od pary wodnej z atmosfery [14, 15]. Możliwy jest również wzrost mikropeknięć przy obciążeniach znacznie niższych od wytrzymałości mechanicznej lecz bez udziału procesów korozyjnych. Tłumaczy się to albo przepływem materiału od



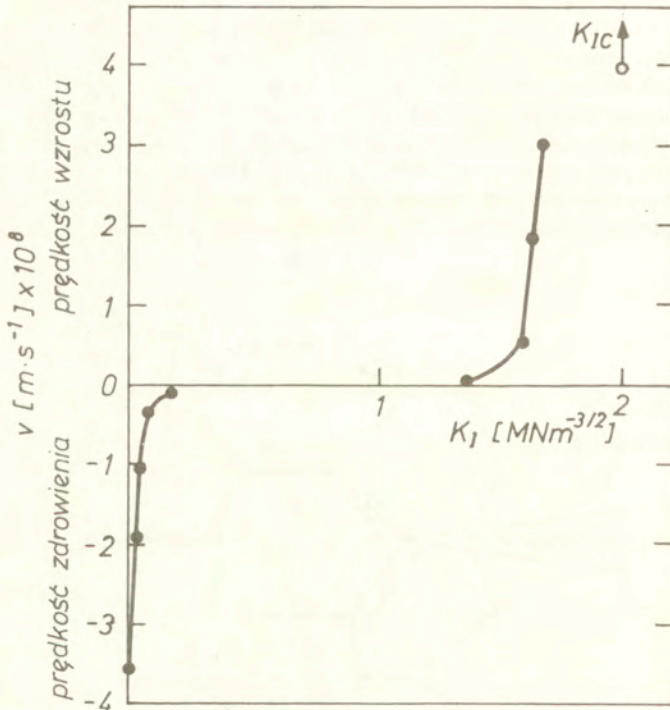
Rys.3.8: Dyslokacyjny mechanizm rozwoju pęknięcia w materiale polikrystalicznym [7].



Rys.3.9: Mechanizm rozwoju pęknięcia wykorzystujący poślizg po granicach ziarn [7].

wierzchołka pęknięcia (większa gęstość) ku jego części środkowej, albo występowaniem periodycznego osłabienia sieci krystalicznej w wierzchołku pęknięcia na skutek samodyfuzji w tej sieci, co prowadzi do skokowego rozszerzania mikropełknięć.

Ze względu na polikrystaliczny charakter mikrostruktury ceramiki mechanizm rozwoju mikropełknięcia może zachodzić: przez ziarna lub międzyziarnowo. Pierwszy proces przedstawiono na Rys.3.8. Rozwój pęknięcia następuje wskutek wychodzenia dyslokacji ze źródła S znajdującego się na granicy ziarn. Źródło to jest aktywowane naprężeniem ścinającym w obszarze wierzchołka pęknięcia. Jeżeli płaszczyzna poślizgu ziarna jest odpowiednio zorientowana, dyslokacje po przejściu przez ziarno mogą się spiętrzać na przeciwległej granicy otwierając pęknięcie. Nowe pęknięcie może się połączyć z pierwotnym dzięki oddziaływaniu pola naprężeń wydłużającego szczelinę pierwotną. Naprężenie ścinające związane z pierwotną szczeliną zmienia się w płaszczyźnie poślizgu pomiędzy położeniami x -s i położeniem źródła; stąd nie



Rys.3.10: Zależność prędkości zamykania i wzrostu pęknięć przezświetlonej ceramiki z tlenku glinu w funkcji współczynnika intensywności naprężeń K_I [7].

wszystkie źródła i płaszczyzny poślizgu wytwarzają znaczące koncentracje szczelin. W materiałach, w których ruchliwość dyslokacji jest niewielka nawet w podwyższonych temperaturach (kryształy o wiązaniu kowalencyjnym np Si_3N_4) zakłada się, że rozwój pęknięcia może następować drogą poślizgu po granicach ziarn jak to pokazano na Rys.3.9. Oddziaływanie ziarn przylegających do szczeliny pierwotnej powoduje ich poślizg i otwieranie nowych szczelin na granicach ziarn.

Innym mechanizmem rozwoju pęknięć podkrytycznych jest mechanizm dyfuzyjny. Dyfuzja defektów punktowych w obszarze wierzchołka szczeliny jest przyczyną jej wzrostu. Świadczą o tym badania nad zjawiskiem tak zwanego "zdrowienia" materiału. W materiałach, które charakteryzują się stosunkowo szybką dyfuzją w podwyższonych temperaturach, ma miejsce koncentracja defektów w wierzchołkach szczelin w wyniku czego następuje jej zanikanie. Proces ten obserwowano w próbkach nie poddanych obciążeniu wykonanych z Al_2O_3 , jednak, gdy $K_I > 0$, prędkość zanikania szczeliny maleje bardzo szybko (Rys.3.10). Wynika stąd, że proces dyfuzji defektów punktowych (parowanie lub kondensacja) w pobliżu wierzchołka szczeliny silnie zależy od naprężenia powodującego, że prędkość dyfuzji wakansów do szczeliny jest zmniejszona. Wynika z tego, że dla większych K_I może mieć miejsce propagacja szczeliny wspomagana procesem dyfuzji.

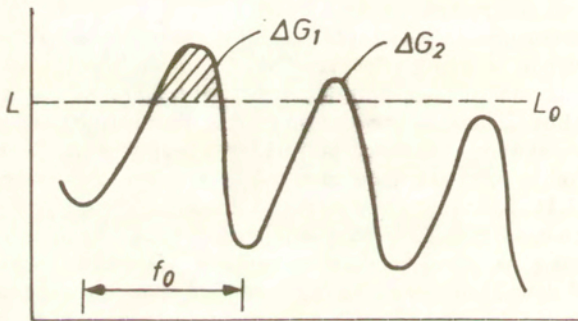
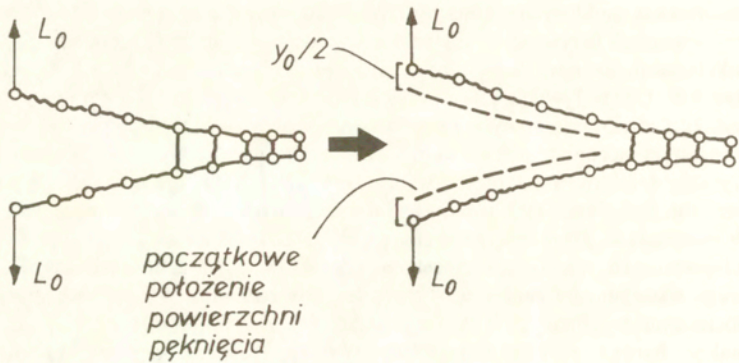
Model procesu powolnego wzrostu szczeliny, można oprzeć na rozważaniach konfiguracji atomów w wierzchołku szczeliny. Obliczenia biorące pod uwagę siły wiązania pomiędzy atomami sieci pokazują, że istnieje taki przedział K_I ($K_R < K_I < K_{Ic}$), w którym szczelina nie może się rozwijać ani zanikać. Przedział ten nazwano "pułapką sieciową". Konsekwencją zjawiska pułapki sieciowej jest możliwość rozwoju uwężonej szczeliny przez aktywację termiczną. Proces ten schematycznie przedstawiono na Rys.3.11, gdzie ruch szczeliny jest hamowany przez siłę przeciwstawiającą się zniszczeniu wiązań. Przedstawione powyżej metody pomiaru parametrów kruchej pęknięcia pozwalają na ocenę trwałości ceramiki w warunkach eksploatacyjnych. Wykresy współczynnika intensywności naprężeń w zależności od prędkości szczeliny można wykorzystać do prognozowania parametrów wytrzymałościowych w funkcji czasu. Wychodząc z zależności (2.23), i różniczkując ją względem czasu przy stałym naprężeniu, otrzymuje się:

$$\frac{dK_I}{dt} = \frac{\sigma Y}{2\sqrt{a}} \frac{da}{dt} + \sigma\sqrt{a} \frac{dY}{dt} \quad (3.7)$$

Podstawiając $v = \frac{da}{dt}$ i przekształcając otrzymamy:

$$dt = \frac{2}{Y^2 \sigma^2} \frac{K}{v} [dK - K d(\ln Y)] \quad (3.8)$$

Zmiany Y mają mały wpływ na rozwój szczeliny, stąd równanie (3.8) zwykle redukuje się do postaci:

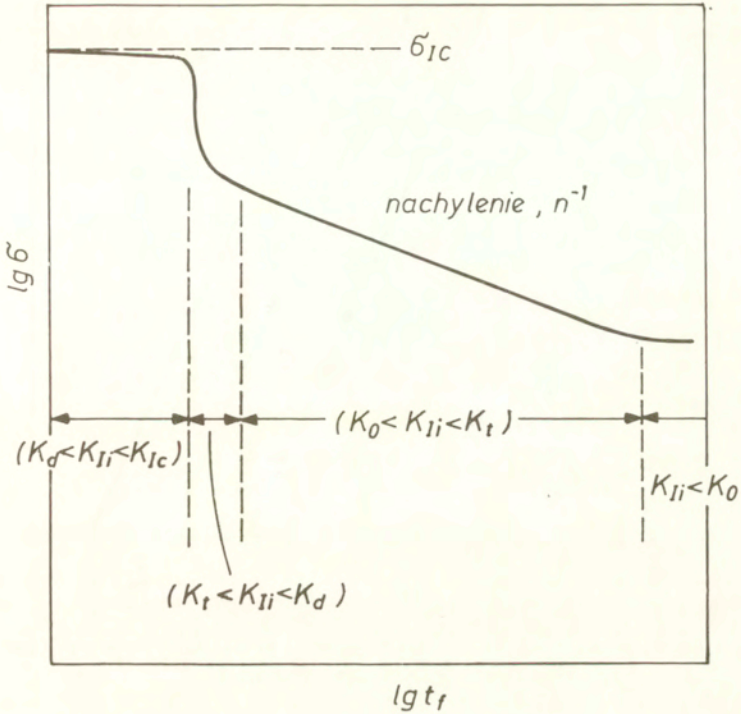


Rys.3.11: Schemat ułożenia atomów w wierzchołku pęknięcia uwzględniający warunki termicznej aktywacji procesu zrywania wiązań [7].

$$dt = \frac{2}{\sigma_0^2 Y_0^2} \frac{K}{v} dK, \quad (3.9)$$

gdzie: Y_0 jest wartością Y dla szczeliny wstępnej.
Całkowanie równania (3.9) prowadzi do zależności:

$$t_f = \frac{2}{\sigma_0^2 Y_0^2} \int_{K_n}^{K_k} \left(\frac{K}{v} \right) dK, \quad (3.10)$$



Rys.3.12: Związek pomiędzy naprężeniem, a czasem do zniszczenia wynikający z zależności pomiędzy K_r i ν przedstawionej na Rys.3.7 [7].

gdzie: t_f jest czasem życia próbki.

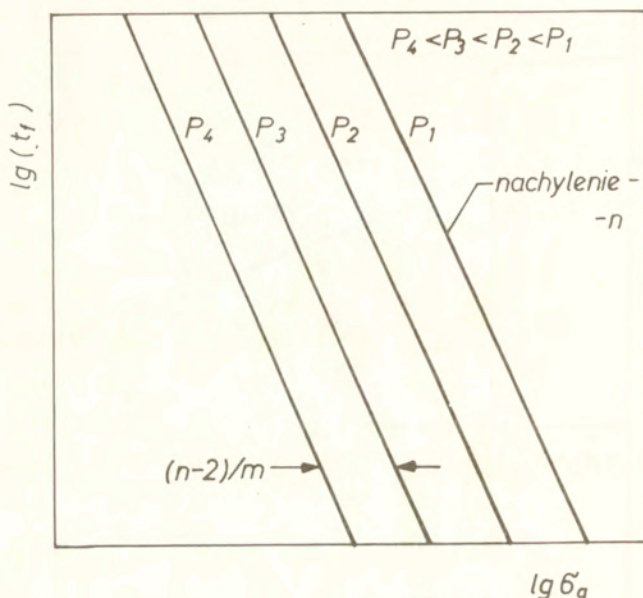
Jest to najbardziej ogólna forma wzoru na czas życia. Podstawiając do wzoru konkretną zależność (K, ν) i obliczając całkę w równaniu (3.10) otrzymuje się czas do zniszczenia t_f . Gdy $\nu = AK^n$ z równania (3.10) otrzymuje się:

$$t_f = \frac{2}{\sigma^2 Y^2 A (n-2)} \left[\frac{1}{K_{II}^{n-2}} - \frac{1}{K_{IC}^{n-2}} \right], \quad (3.11)$$

dla stałej prędkości ν :

$$t_f = \frac{[K_{IC}^2 - K_{II}^2]}{\sigma^2 Y^2 \nu}. \quad (3.12)$$

Dla innych postaci zależności (K, ν) czas życia otrzymuje się przez całkowanie w odpowiednich obszarach i sumowanie otrzymanych czasów. Na przykład, zależność



Rys.3.13: Diagram czas życia-napężenia-prawdopodobieństwo zniszczenia sporządzony według wykresów Weibulla.

(K , ν) przedstawiona na Rys.3.7 daje zależność czasu od napężenia w postaci przedstawionej na Rys.3.12.

Bezwzględna wartość czasu do zniszczenia t_f , zależy od K_{in} , który jest uzależniony od rozmiaru największej wady istniejącej w materiale i od napężenia. Rozmiar wady jest wielkością statystyczną, stąd wiarygodną wartość czasu do zniszczenia można otrzymać łącząc zależności (K , ν) dla dowolnego wzrostu szczeliny ze statystycznymi parametrami wytrzymałościowymi otrzymanymi dla warunków szybkiego zniszczenia. Przykładowo, jeśli do danych wytrzymałościowych można dopasować rozkład typu Weibulla, wówczas czasy życia dla małych prawdopodobieństw zniszczenia (< 0.1) są dane przez [17]:

$$\log t_f = \frac{n-2}{m} \log P - n \log \sigma + \log \frac{2}{A(n-2)Y^2 K_{ic}^{n-2}} - \frac{J}{m}, \quad (3.13)$$

gdzie: J - stała zależna od konfiguracji użytej w badaniach i od populacji wad,

P - prawdopodobieństwo zniszczenia.

m - parametr skali.

Zależność tę przedstawia Rys.3.13.

Równanie (3.13) można wykorzystać do określania trwałości materiałów przy zastosowaniach, dla których znane jest maksymalne naprężenie eksploatacyjne, wymagania co do czasu pracy i założona wartość prawdopodobieństwa zniszczenia

elementu. Wykorzystując związek $K = \sigma Y a^{\frac{1}{2}}$, można analitycznie przebadać możliwości zniszczenia przy zmiennych wartościach naprężenia, dla poszczególnych zależności K od v . Biorąc pod uwagę zależność $v = A K^n$, która jest powszechnie stosowana dla tworzyw ceramicznych otrzymuje się:

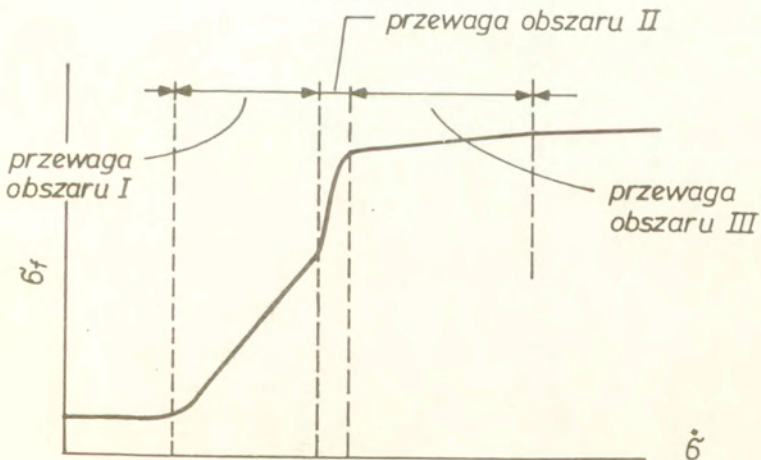
$$v = \frac{da}{dt} = A \sigma^n Y^n a^{\frac{n}{2}}, \quad (3.14)$$

i po przekształceniach otrzymuje się (dla małych szczelin i stałego Y):

$$\int_0^{t_f} \sigma^n dt = \frac{1}{AY^n} \int_{a_0}^{a_c} a^{-\frac{n}{2}} da = \frac{2}{(n-2)Y^n A} \left[\frac{1}{a_0^{\frac{n}{2}-1}} - \frac{1}{a_c^{\frac{n}{2}-1}} \right]. \quad (3.15)$$

Podstawiając do tego równania znaną zależność naprężenia i całkując, można otrzymać czas do zniszczenia lub naprężenie krytyczne w zależności od początkowej długości szczeliny a_0 . Dla stałej prędkości przyrostu naprężenia $\dot{\sigma} = const$, naprężenie niszczące σ_F wyraża się równaniem:

$$\sigma_F^{n+1} = \frac{2(n+1)}{AY^2(n-2)} \dot{\sigma} \left[\frac{S}{K_{Ic}} \right]^{n-2}, \quad (3.16)$$



Rys.3.14: Schemat zależności naprężenia niszczącego od prędkości przykładania naprężenia odpowiadający schematowi zależności K od v (Rys.3.7).

gdzie: S - naprężenie niszczące bez powolnego wzrostu szczeliny.

Naprężenie pęknięcia σ_F jest wielkością statystyczną, której rozkład jest uzależniony od statystycznego rozkładu wielkości S . Przy stałym prawdopodobieństwie S , naprężenie

pęknięcia powinno zmieniać się wraz z prędkością obciążania, tak jak $\sigma_F \sim \dot{\sigma}^{\frac{1}{n+1}}$. Dla złożonej zależności (K, ν) , wytrzymałość zmienia się wraz z prędkością naprężeń w bardziej złożony sposób, a przy zależności (K, ν) składającej się z czterech zakresów (Rys.3.7) otrzymuje się przebieg naprężenia przedstawiony na Rys.3.14.

Literatura do rozdziałów 1 - 3

- [1] Cottrell, *"Własności mechaniczne materii"*, Warszawa PWN (1970).
- [2] Inglis G. E., *"Stresses in plate due to the presence of cracks and sharp coners"*, Trans. Inst. Naval Architects (London) 55, 210 (1913).
- [3] Griffith A. A., *"Theory of rapture"*, Proc. First. Intern. Symp. Appl. Mechanics, Delft, 55-63 (1924).
- [4] Orowan G., Rep. Progr. Phys. 12, 214 (1949).
- [5] Irwin G. R., Paris P. C., *"Fundamental aspects of crack growth and fracture"*, w: Fracture ed. H. Liebowitz, z vol: 3, Academic Press, New York and London (1971).
- [6] Hahn H. G., *"Introduction to fracture mechanics"*, Technical University Kaiserlautern (1977).
- [7] Evans A. S., Langdon T. G., *"Structural ceramics"*, w Progress in Materials Science, vol. 21, pod red. S. Chalmers, J. W. Christian, T. S. Massalski, wyd. Pergamon Press 1976, str.171-441.
- [8] Gurumoorthy B., Kromp K., Prinz F. B., Bornhausor A. C., J. Mat. Sci., v. 22, nr. 11 2051-2057.
- [9] Raabe J., i inni, Prace ITME, Warszawa (1992).
- [10] Wiederhorn S. M., Boltz L. H., J. Amer. Ceram. Soc., 53, 543, 1973.
- [11] Evans A. G., Linzer M., ibidem, 56, 575, 1973.
- [12] Burke J. E., et al., Mater. Sci. Res., 5, 43, 1971.
- [13] Evans A. G., Fuller E. R., Met. Trans., 5, 27, 1974.
- [14] Ranachowski J., Święcki Z., *"Własności mechaniczne tworzyw ceramicznych"*, w Elektroceramika, t.1, s. 112-131, Warszawa-Poznań PWN (1981).
- [15] Wiederhorn S. M., *"Fracture of ceramics"*, *"Mechanical and Thermal Properties of Ceramics"*, Proceedings of Symposium, National Buerau of Standards Special Publication, 303, 217-241 (1968).
- [16] Mould R. E., Southwick R. O., J. Amer. Ceram. Soc., 42, 582-592 (1959).
- [17] Evans A. G., Wiederhorn S. M., Int. J. Fract., 10, 379 (1974).

4 Emisja akustyczna w badaniach wytrzymałości

4.1 Zjawisko emisji akustycznej (EA)

Zjawisko EA polega na powstawaniu fal sprężystych wewnątrz lub na powierzchni ośrodka. Jeżeli ograniczyć zjawisko do ciał stałych to obowiązuje wówczas węższa definicja, według której EA polega na powstawaniu fal sprężystych na skutek lokalnej dynamicznej zmiany mikrostruktury. Przyczyną powodującą te zmiany mogą być naprężenia mechaniczne wewnętrzne i zewnętrzne, naprężenia termomechaniczne lub przemiany polimorficzne [1].

Zapoczątkowane procesy deformacyjne powodują, że część zakumulowanej w ośrodku energii może być wypromieniowana w postaci fal sprężystych. Procesy deformacyjne przebiegają w skali mikro i makroskopowej, powodując w efekcie emisję sygnału akustycznego w postaci ciągu impulsów o bardzo zróżnicowanej amplitudzie. Od rodzaju procesu zachodzącego w ośrodku zależy struktura czasowa sygnału EA. W przypadku tak zwanej emisji dyskretnej są to grupy pojedynczych impulsów o stosunkowo dużej amplitudzie, natomiast w przypadku tak zwanej emisji ciągłej mamy do czynienia z ciągiem impulsów o zbliżonych, ale małych amplitudach, których czas trwania jest większy niż przerwy pomiędzy poszczególnymi impulsami. Sygnał EA wytworzony przez źródło propaguje się w ośrodku w postaci dylatacyjnych i ścinających fal sprężystych. Na granicy ośrodka następują wielokrotne odbicia tych fal, a także wielokrotna refrakcja [2].

Szeroki rozwój zastosowań EA datuje się od drugiej połowy lat sześćdziesiątych. Punktem wyjścia było przede wszystkim udoskonalenie metod pomiarowych. Duże znaczenie miały tu prace Dunegana [3], który zainicjował pomiary EA w paśmie wysokich częstotliwości, co pozwoliło wyeliminować odgłosy środowiska i aparatury wytrzymałościowej. Rozszerzono zakres pomiarów sygnałów emisji akustycznej do 30MHz [4]. Zastosowanie w następnym dziesięcioleciu techniki komputerowej zwiększyło dokładność pomiarów i pozwoliło na analizę większej ilości parametrów sygnałów EA. Równolegle prowadzone były prace teoretyczne i doświadczalne dla wyjaśnienia mechanizmów powstawania EA.

Wiele prac z tego okresu dotyczyło współzależności między prędkością rozchodzenia się mikropeknięć i emisją akustyczną w materiałach kruchych i półkruchych co ma zasadnicze znaczenie dla zastosowania EA do badania własności mechanicznych materiałów [5]. Przedmiotem zainteresowania było też wykorzystanie metody EA do badania betonów, materiałów ceramicznych. Rezultaty tych badań były na ogół pozytywne. Rozwinięte też zostały metody EA do badania stabilności obiektów inżynierskich, jak tamy i nasypy drogowe [6]. Ostatnio pojawiły się także nowe możliwości zastosowań, na przykład badania materiałów w stanie przejściowym do nadprzewodnictwa ceramicznych nadprzewodników wysokotemperaturowych [7]. Obok zastosowań technicznych, metoda stała się w ostatnim dziesięcioleciu cennym narzędziem badawczym, uzupełniającym strukturalne badania rentgenowskie i

ultradźwiękowe. Daje ona bowiem informacje o procesach przebudowy mikrostruktury materiału, ruchach dyslokacji i powstawaniu mikropeknięć.

4.2 Emisja akustyczna w procesie kruchego pęknięcia

W czasie skokowego wzrostu pęknięć w kruchym materiale polikrystalicznym wzbudzone są fale sprężyste, które można odbierać za pomocą przetwornika piezoelektrycznego umieszczonego na powierzchni próbki. Przetworniki używane do pomiarów wykazują zależność napięcia od czasu w kształcie tłumionej sinusoidy. Aparatura analizująca sygnały EA liczy poszczególne przebiegi jako zliczenia, gdy amplituda napięcia sygnału przekracza, próg dyskryminacji x_0 . Liczba zliczeń n_e dla każdego sygnału emisji powyżej progu dyskryminacji jest dana zależnością:

$$n_e = \frac{\omega_0}{2\pi\alpha} \ln\left(\frac{x_p}{x_0}\right), \quad (4.1)$$

gdzie: ω_0 - częstotliwość kątowna,
 α - współczynnik tłumienia badanego układu,
 x_p - maksymalna amplituda sygnału.

Maksymalna amplituda sygnału jest zależna od energii ΔE wyzwanej podczas pojedynczego zdarzenia. Energia ΔE proporcjonalna jest do kwadratu amplitudy:

$$\Delta E \approx x_p^2. \quad (4.2)$$

Prowadzi to do związku liczby zliczeń n_e z energią ΔE w postaci:

$$n_e = \ln\left(\frac{\sqrt{\Delta E}}{x_0}\right). \quad (4.3)$$

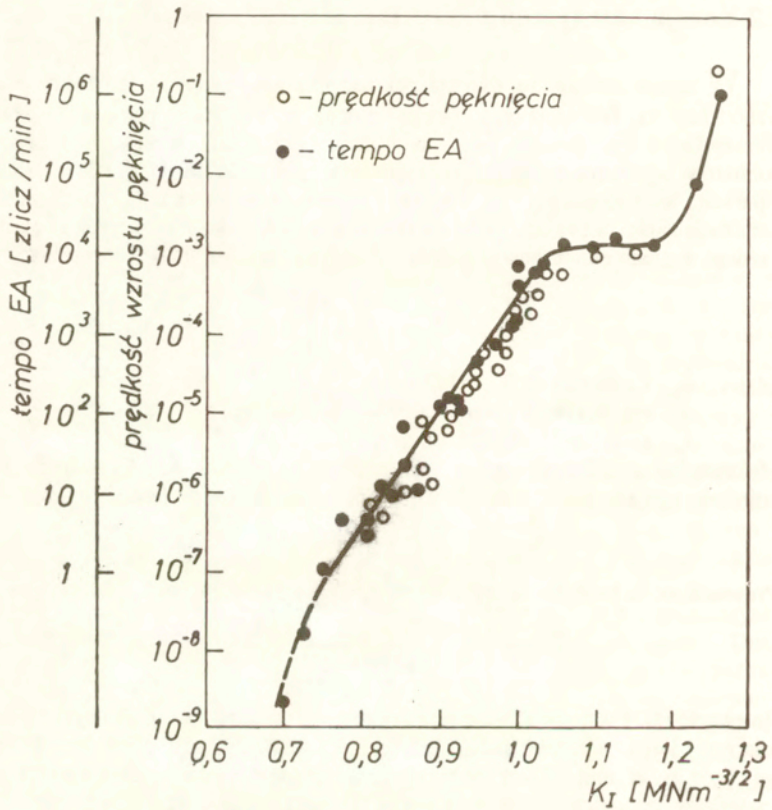
Zależność (4.3) wskazuje, że liczba zliczeń n_e sygnałów emisji akustycznej na jedno zdarzenie jest stosunkowo słabą funkcją energii ΔE . Sytuacja ta ma miejsce wówczas gdy próg dyskryminacji jest znacznie niższy od maksymalnej amplitudy ($x_p \gg x_0$). Dla materiałów ceramicznych średnia liczba zliczeń na zderzenie \bar{n}_e dla szeregu zdarzeń, jest słabo zależna od naprężenia zewnętrznego oraz współczynnika intensywności naprężenia. Natomiast liczba zdarzeń emisji akustycznej N_z jest dobrą miarą mikroskopowych procesów pęknięcia składających się na makroskopowy proces zniszczenia próbki. Uwzględniając zależność \bar{n}_e od wyzwanej energii i czynników zewnętrznych istnieje związek podstawowych parametrów emisji akustycznej o postaci:

$$\frac{dN}{dt} = \bar{n}_e \frac{dN_z}{dt}, \quad (4.4)$$

gdzie: \bar{n}_e jest w przybliżeniu stałe.

Ta cecha emisji akustycznej pozwala na wykorzystywanie w badaniu procesu pęknięcia ceramiki pomiaru parametrów N , N_z , n , n_z (suma zliczeń, suma zdarzeń, tempo zliczeń, tempo zdarzeń). Zależnością użyteczną w ocenie procesu zniszczenia jest

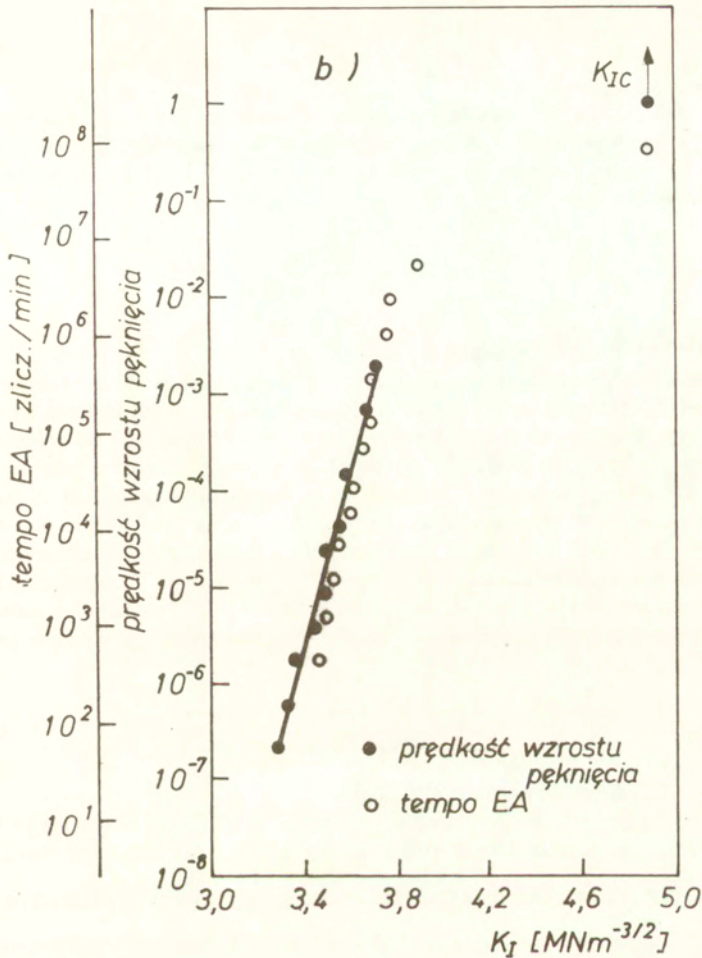
a)



Rys.4.1.a: Zależność pomiędzy prędkością rozwoju pęknięć podkrytycznych, tempem emisji akustycznej i współczynnikiem intensywności naprężenia dla porcelany [8].

korelacja pomiędzy tempem emisji akustycznej, a prędkością wzrostu szczeliny. Stwierdzono, że tempo zdarzeń w czasie propagacji mikroszczeliny w ceramice jest zależne od mikrostruktury, proporcjonalne do rozmiaru ziarna i odległości międzyziarnowych. Stąd wzór:

$$\frac{dN_z}{dt} \approx \frac{1}{G_m} \left(\frac{da}{dt} \right), \quad (4.5)$$



Rys.4.1.b: Zależność pomiędzy prędkością emisji akutyicznej i współczynnikiem intensywności naprężenia dla ceramiki z tlenku glinu [8].

gdzie: $\frac{da}{dt}$ - prędkość wzrostu szczeliny, G_m - parametr struktury (średnia wielkość ziarna).

Wstawiając ten wynik do równania (4.4) otrzymuje się:

$$\frac{dN}{dt} \approx \frac{\bar{n}_e}{G_m} \left(\frac{da}{dt} \right) \quad (4.6)$$

Tempo emisji akustycznej związane z rozwojem szczeliny jest więc, bezpośrednio związane z prędkością jej wzrostu. Eksperymentalne zależności dla porcelany i ceramiki z czystego tlenku glinu przedstawiono na Rys.4.1.a i b. Uzyskane dane pomiarowe odpowiadają równaniu:

$$\frac{dN}{dt} = \beta_0 K_I^{n'} = \frac{\beta_0}{(\alpha^*)^n} \left(\frac{da}{dt} \right)^{\frac{n'}{n}}, \quad (4.7)$$

gdzie: (n'/n) jest bliskie jedności.

Tempo emisji akustycznej jest więc bezpośrednią miarą współczynnika intensywności naprężeń. Trudnością związaną z badaniem EA jest konieczność odróżnienia sygnałów akustycznych od procesów innych niż wzrost szczeliny prowadzący do zniszczenia. Źródłem takich sygnałów mogą być mikropekania powierzchniowe powstające w czasie mechanicznej obróbki materiału, a także rysy i mikropekania w pobliżu wtrąceń i porów. Istniejący aparat analityczny pozwala na odróżnienie obu wyżej wymienionych źródeł EA. Ilość procesów mikropeknięć N_e zachodzących pod obciążeniem S jest funkcją prawdopodobieństwa P wystąpienia mikropeknięcia. Tylko niewielki ułamek wszystkich istniejących mikropeknięć N_m może ulec dalszemu wzrostowi. Dla małego prawdopodobieństwa P można zastosować przybliżenie postaci [8]:

$$P = \frac{N_e}{N_m + 1} = \left(\frac{S}{S_0} \right)^m, \quad (4.8)$$

gdzie: m i S_0 - parametry rozkładu Weibulla.

Gdy mikropekania ulegają powolnemu wzrostowi, można użyć równania (4.8) do bezpośredniego obliczania tempa emisji akustycznej dla określonych warunków obciążenia. Zwykle w eksperymencie stosuje się stałą prędkość obciążenia $\dot{\sigma} = \frac{\sigma}{t}$.

Ponieważ mikropeknanie zachodzi, gdy przyłożone naprężenie osiąga krytyczną wartość S , to stosując równania (4.4) i (4.8) otrzymuje się:

$$\frac{dN}{dt} \approx \bar{n}_e \left(\frac{\dot{\sigma}}{\sigma_0} \right)^m \frac{d}{dt} (t^m), \quad (4.9)$$

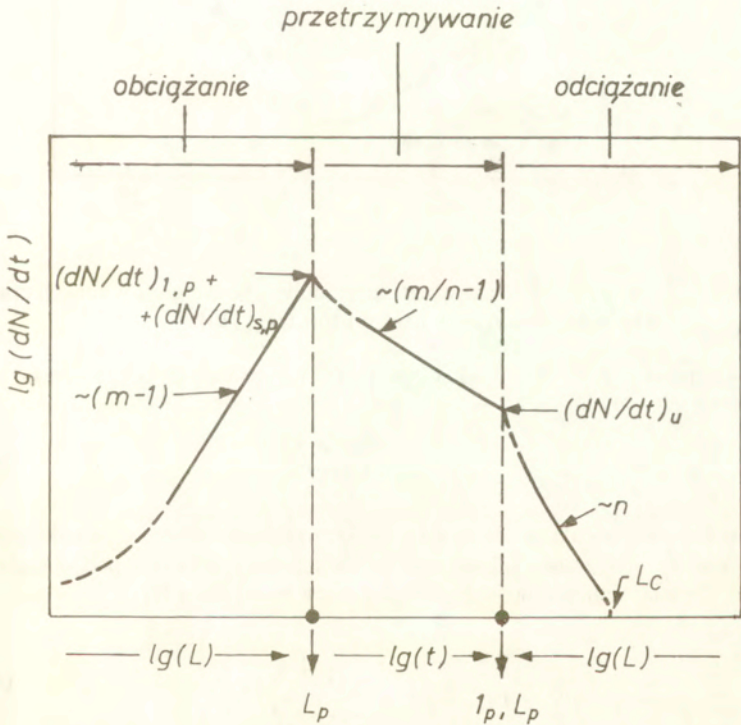
oraz

$$\frac{dN}{dt} \approx \bar{n}_e \sigma^{m-1} \dot{\sigma}. \quad (4.10)$$

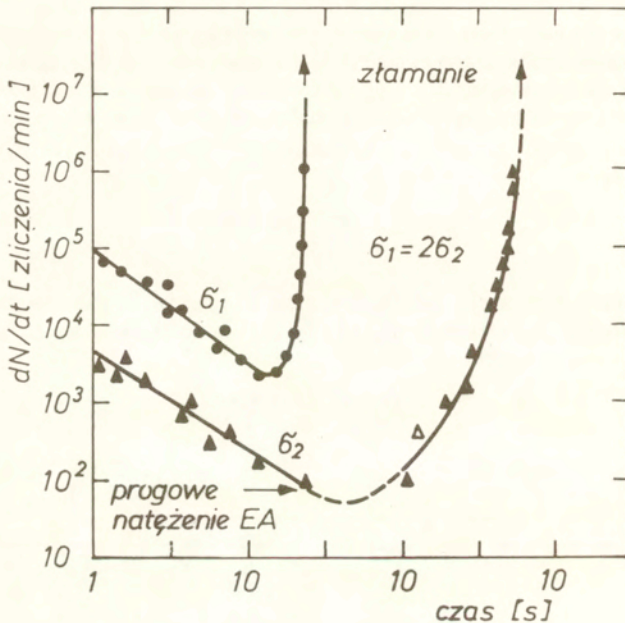
Ze wzoru (4.10) wynika, że $\frac{dN}{dt} \rightarrow 0$ gdy $\dot{\sigma} \rightarrow 0$, to znaczy EA nie występuje w warunkach stałego naprężenia. W ceramice mikropeknienia zwykle ulegają powolnemu wzrostowi, tak że liczba mikropeknień N_e jest zależna od czasu. Szczegółowa postać wyrażenia na emisję akustyczną zależy od warunków naprężeniowych, i od tego czy obciążenie jest rosnące, czy stałe czy malejące. Przy stałej prędkości wzrostu obciążenia $\dot{\sigma}$, tempo zliczeń od mikropeknień powierzchniowych wyraża się zależnością [9]:

$$\frac{dN}{dt} \approx n_e \sigma^{\frac{m(n+1)-n+2}{n-2}} \dot{\sigma}^{\frac{n-m-2}{n-2}}, \quad (4.11)$$

a natężenie emisji związanej z mikropeknieniami wewnętrznymi jest dane równaniem (4.10). Dla stałego naprężenia, emisja akustyczna jest związana z mikropeknieniami



Rys.4.2: Natężenie emisji akustycznej pochodzące od mikropeknień dla pełnego cyklu przykładania, przetrzymywania i zdejmowania obciążenia [9].



Rys.4.3: Tempo emisji akustycznej dla ceramiki z tlenku glinu w funkcji czasu dla dwu różnych wartości stałego naprężenia [10].

powierzchniowymi i jest dana (wyłączając przypadek krótkiego czasu) przez wyrażenie:

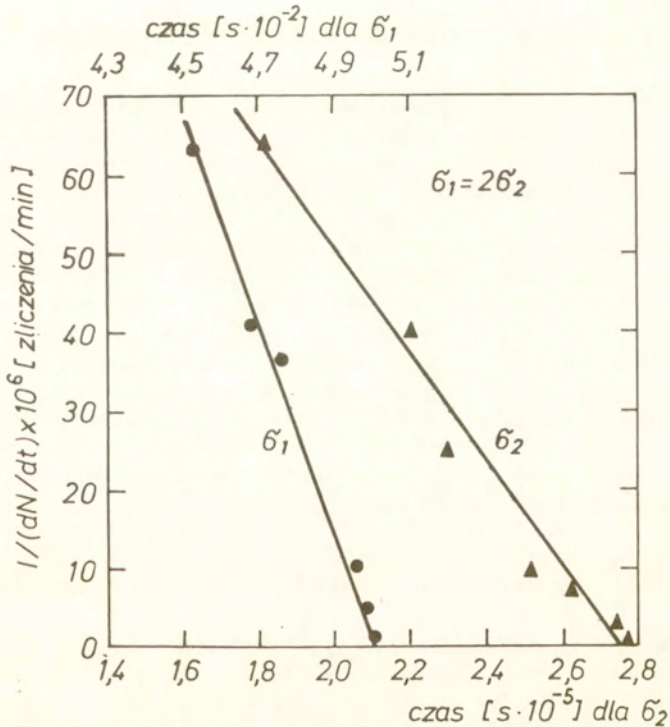
$$\frac{dN}{dt} \approx n_e \sigma^{\frac{mn}{n-2}} t^{\frac{m-n+2}{n-2}} \quad (4.12)$$

Przy odciążeniu ze stałą prędkością $\dot{\sigma}_u$, trzeba wziąć pod uwagę liczbę mikropeknięć, które zostały utworzone podczas obciążania i przetrzymywania pod obciążeniem. Wynik dla tempa zliczeń podczas odciążania jest następujący [9]:

$$\frac{dN}{dt} = \left(\frac{dN}{dt} \right)_p \left(\frac{\sigma}{\sigma_0} \right)^n \left\{ 1 + \frac{\left[1 - \left(\frac{\sigma}{\sigma_p} \right)^{n+1} \right] t_u^{\frac{n-m+2}{n-2}}}{(n+1)t_p + t_L} \right\} \quad (4.13)$$

gdzie: $\left(\frac{dN}{dt}\right)_p$ jest tempem zliczeń przy maksymalnym obciążeniu, tuż przed odciążeniem.

Zależności (4.11) i (4.13) umożliwiają przewidywanie przebiegu emisji akustycznej przy dowolnym sposobie obciążania (Rys.4.2). Odstępstwa od takiego przebiegu tempa EA mogą wynikać ze wzrostu makroszczeliny lub z rozwoju naprężeń materiału. Odchylenia te mogą być wykorzystane do oceny udziału tych procesów. Przykład procesu wzrostu makroszczeliny w układzie wykazującym emisję akustyczną w wyniku mikropeknięć dla polikrystalicznego tlenku glinu przy stałym naprężeniu jest przedstawiony na Rys.4.3.



Rys.4.4: Zależność tempa emisji akustycznej przy stałym naprężeniu (obszar wzrostu natężenia EA z Rys.4.3) od czasu przy rozwoju mikropeknięć [10].

Mikropeknięcie występuje przede wszystkim w miejscach wad powierzchniowych i prowadzi do tworzenia pęknięć o rozmiarach ziaren. Jak przewiduje równanie (4.12) emisja akustyczna spowodowana przez mikropeknięcia maleje w czasie, natomiast przy wzroście makroszczeliny następuje wzrost emisji akustycznej według zależności [10]:

$$\left(\frac{dN}{dt}\right)^{-1} = \left(\frac{dN}{dt}\right)_i^{-1} - \frac{\alpha^* \sigma_a^2 Y^2 (n-2)t}{2\beta_0}, \quad (4.14)$$

gdzie: $\left(\frac{dN}{dt}\right)_i$ jest tempem zliczeń spowodowanym wzrostem makroszczeliny pod wpływem obciążenia.

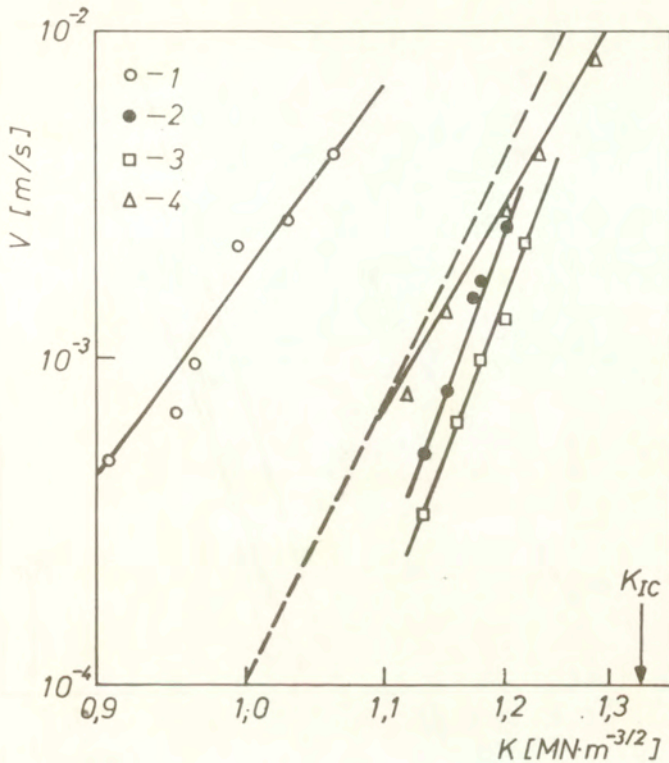
Przebieg nateżenia EA może być wykorzystywany do prognozowania zniszczenia, gdy EA w procesie wzrostu makropeknięcia dominuje nad emisją od mikropeknięć powierzchniowych (Rys.4.4).

4.3 Pomiar parametrów trwałości z wykorzystaniem EA

W pomiarach prędkości wzrostu pęknięć podkrytycznych najczęściej stosowana jest metoda podwójnego skręcania. Jej zaletą jest niezależność współczynnika intensywności naprężenia K od długości pęknięcia. Wprowadzenie w badanych próbkach wstępnego pęknięcia jest zazwyczaj koniecznością a ze względu na kruchość materiału przedstawić dość trudne zadanie. Do badań próbkę przygotowuje się zwykłymi technikami ceramicznymi (odlewanie prasowanie) lub wycina się z bloku badanego materiału na przykład izolatorów wysokonapięciowych. Warunki prowadzenia pomiaru nie narzucają specjalnych wymagań odnośnie wymiarów próbki. Jedynym wymaganiem jest aby powierzchnia przełomu utworzona przez rozwijające się pęknięcia była reprezentatywna mikrostrukturalnie, to znaczy aby grubość próbki przynajmniej kilkadziesiąt razy przekraczała wymiar największego ziarna. Próbka powinna mieć precyzyjnie określone wymiary, co można osiągnąć przez szlifowanie powierzchni. Wzdłuż osi płytki nacina się rowek prowadzący pęknięcie. Powinien on być nacięty możliwie cienką tarczą i nie przekrzczć szerokości 0,3 mm. Wstępne pęknięcia w próbkach można uzyskać następująco:

- obciążając próbkę z bardzo małą prędkością (2 - 5 $\mu\text{m}/\text{min}$) i zatrzymując obciążenie przy wystąpieniu relaksacji;
- nacinając próbkę wzdłuż rowka na przykład piłą drutową o grubości drutu poniżej 100 μm ;

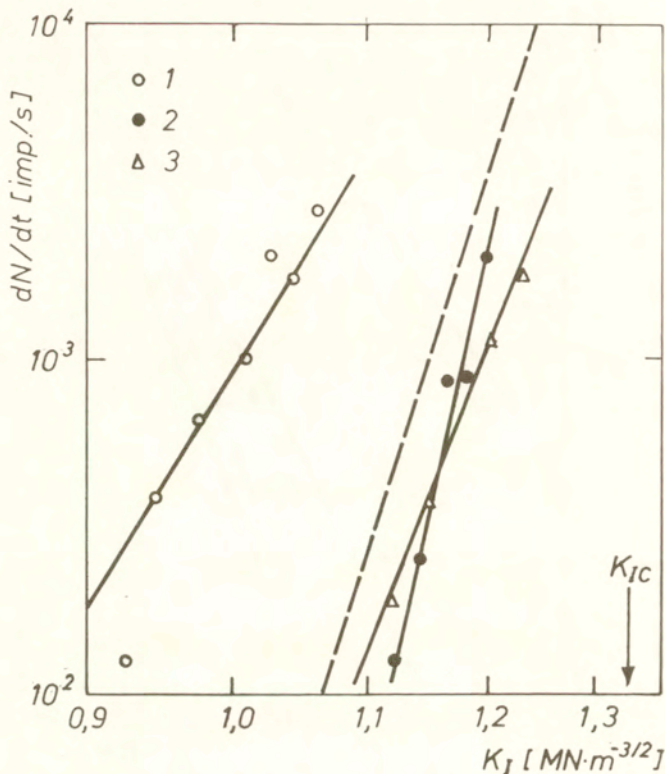
Poszczególne punkty zależności $V=f(K_p)$ wyznacza się metodą relaksacji (stałego odkształcenia). Pomiar polega na odkształceniu próbki do momentu, w którym rozpoczyna się pęknięcie, zatrzymaniu odkształcenia i obserwacji relaksacji obciążenia w czasie. Krytyczną operacją w trakcie pomiaru jest zatrzymanie odkształcenia dokładnie w momencie początku pęknięcia. Dla wyznaczenia tego momentu zastosowano detektor emisji akustycznej EA przymocowany do próbki. Z chwilą



Rys.4.5: Zależność prędkości wydłużania pęknięć dla porcelany elektrotechnicznej od współczynnika intensywności naprężenia K_I . Krzywa przerywana przedstawia uśrednioną zależność dla badanej grupy próbek [11].

rozpoczęcia procesu pęknięcia pojawia się sygnał EA, co umożliwia natychmiastowe zatrzymanie odkształcenia próbki. Zanik EA świadczy o tym, że pęknięcie zostało zatrzymane (osiągnęło nowy stan równowagi), co umożliwia powtórzenie całego procesu od nowa. W ten sposób z jednej próbki otrzymuje się kilka punktów. Zależności matematyczne obowiązujące przy tych pomiarach umożliwiające otrzymanie prędkości wzrostu pęknięcia z krzywej relaksacji obciążenia zostały omówione w rozdziale 3 (3.1 - 3.6).

W trakcie pomiaru zależności prędkości propagacji pęknięć od współczynnika intensywności naprężenia K_I rejestrowano przebieg EA. Na Rys.4.5 i Rys.4.6 przedstawiono wyniki pomiarów wykazujące zbliżone przebiegi uśrednionej zależności

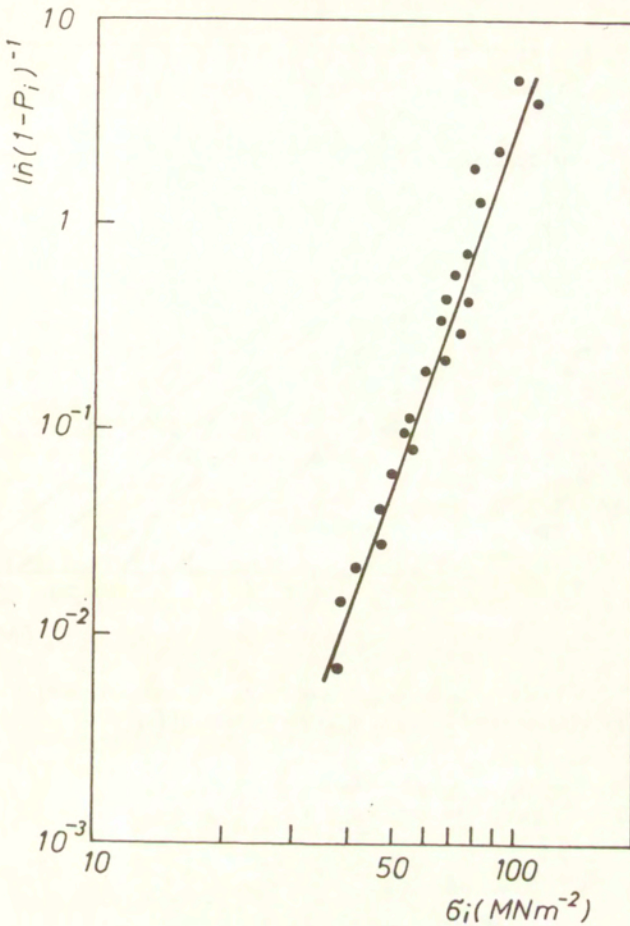


Rys.4.6: Zależność tempa zliczeń EA w funkcji K_I dla próbek jak na Rys.4.5 [11].

prędkości wydłużania pęknięcia $V=f(K_I)$ oraz tempa emisji $\frac{dN}{dt}=f(K_I)$. Wyznaczanie minimalnego czasu do zniszczenia przy znajomości wartości A , n , K_{Ic} sprowadza się do określenia wartości K_{Ii} . Rozwiązuje się to przez zastosowanie badania przeciążeniowego lub emisję akustyczną [1, 12]. Badanie przeciążeniowe polega na przyłożeniu do badanego wyrobu krótkotrwało naprężenia σ_p większego od naprężenia eksploatacyjnego σ_a . Naprężenie σ_p nie powinno wywołać wydłużenia szczeliny a , co można stwierdzić za pomocą emisji akustycznej. Zachodzi wówczas:

$$K_{Ic} > K_{Ip} = \sigma_p Y \sqrt{a_i}, \quad (4.15)$$

oraz



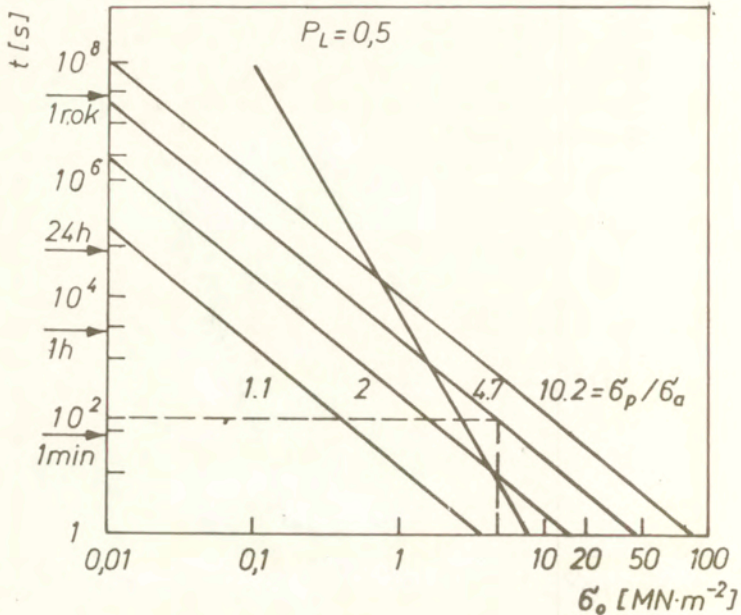
Rys.4.7: Statystyczny rozkład wytrzymałości Weibulla dla porcelany elektrotechnicznej [1].

$$K_{II} = \sigma_a Y \sqrt{a_i} . \quad (4.16)$$

Stąd otrzymuje się

$$K_{II} < \frac{\sigma_a}{\sigma_p} K_{Ic} . \quad (4.17)$$

Podstawiając tą zależność do wzoru na czas do zniszczenia w postaci



Rys.4.8: Wykres prognozowania porcelany elektrotechnicznej z izolatora po długiej eksploatacji w sieci energetycznej [1].

$$t_f = \frac{2}{A \sigma^2 Y^2 (n-2) K_H^{n-2}}, \quad (4.18)$$

otrzymuje się wzór:

$$t_f = \frac{2 \left(\frac{\sigma_p}{\sigma_a} \right)^{n-2}}{A (n-2) Y^2 K_H^{n-2} \sigma_a^2}. \quad (4.19)$$

Wykres zależności $\log t_f$ od $\log \sigma_a$ daje szereg prostych odpowiadających różnym wartościom przecięcia $\frac{\sigma_p}{\sigma_a}$. Zależności statycznego rozkładu Weibulla wytrzymałości mechanicznej oraz prognozowania czasu do zniszczenia uzyskane dla porcelany elektrotechnicznej przedstawiono na Rys.4.7 i Rys.4.8.

Inną metodą wyznaczania charakterystyk wytrzymałościowych materiału i parametrów propagacji pęknięć jest metoda trójpunktowego zginania. Jej zaletą w stosunku do metody podwójnego skręcania jest prosty układ obciążania oraz łatwiejsze

do wykonania próbki w postaci beleczek. Próbki takie mogą być przygotowane zarówno przez formowanie różnymi technologiami ceramicznymi, a także przez wycinanie z gotowych wyrobów ceramicznych. Ważnym elementem jest fakt, iż próbki takie są dla większości materiałów ceramicznych znormalizowane, na przykład dla ceramiki w elektronice i elektrotechnice. Dla uniknięcia błędów w pomiarach należy zwrócić uwagę na następujące czynniki:

- usunięcie wad powierzchniowych z próbek poprzez szlifowanie ich powierzchni;
- konfigurację obciążenia zapewniającą równomierność momentów zginających;
- eliminację momentu skręcającego spowodowanego nieprawidłową geometrią próbek, podpór oraz elementu przekazującego obciążenie;
- zapobieganie lokalnym uszkodzeniom próbek przez podpory lub elementy obciążające.

Należy podkreślić, iż przy metodzie trójpunktowego zginania stosunkowo duża objętość materiału poddana jest maksymalnym naprężeniom. Okoliczność ta zwiększa wiarygodność eksperymentów. W przypadku, gdy przełom występuje poza strefą przewidywanego przełomu, a powierzchnia przełomu wykazuje wyraźne defekty wynik powinien być pomijany w ocenie własności mechanicznych materiału. Badania trójpunktowego zginania można wykonywać dla próbek z naciętym karbem i bez karbu. Parametry wzrostu pęknięć podkrytycznych przy trójpunktowym zginaniu można wyznaczyć przy stałym obciążeniu lub przy stałej prędkości przyrostu obciążenia. Postać obciążenia zewnętrznego dla dwu powyższych możliwości wyraża się następująco:

$$\sigma = \sigma_0 + \dot{\sigma} t, \quad (4.20)$$

gdzie: $\dot{\sigma}$ - stała pochodna naprężenia obciążającego próbkę po czasie,
 σ_0 - stałe naprężenie.

Dla przypadku stałego naprężenia σ_0 i $\dot{\sigma} = 0$ zależność na czas do zniszczenia ma postać:

$$t_z = \frac{B}{\sigma_0^2} \left[\left(\frac{K_{Ic}}{K_{II}} \right)^{n-2} - 1 \right], \quad (4.21)$$

gdzie: $B = \frac{2}{(n-2)AY^2K_{Ic}^{n-2}}$,

K_{Ic} - krytyczny współczynnik intensywności naprężenia,

K_{II} - najmniejsza wartość współczynnika intensywności naprężenia w obszarze liniowej zależności $\log v$ od $\log K_I$.

Ze względu na to, że dla rozważanych tworzyw ceramicznych $9 < n < 50$ a $K_{II} < 0.9K_{Ic}$, postać zależności (4.21) można zapisać w formie:

$$t_z = \frac{B}{\sigma_0^2} \left(\frac{K_{Ic}}{K_{II}} \right)^{n-2} \quad (4.22)$$

Zakładając, że w badanej próbce zawierającej pęknięcie o długości $2a$, zachodzi szybki proces zniszczenia w wyniku obciążenia σ_c bez rozwoju pęknięć podkrytycznych otrzymuje się zależności:

$$K_{II} = \sigma_0 Y \sqrt{a_i} \quad (4.23)$$

$$K_{Ic} = \sigma_c Y \sqrt{a_i}$$

Dzieląc stronami (4.23) otrzymuje się:

$$K_{II} = \frac{K_{Ic} \sigma_0}{\sigma_c} \quad (4.24)$$

Wstawiając (4.24) do (4.22) otrzymuje się ostatecznie zależność na czas do zniszczenia przy $\sigma_0 = \text{const.}$ w postaci:

$$t_z = \frac{B \sigma_c^{n-2}}{\sigma_0^n}, \quad (4.25)$$

lub w formie zlogarytmowanej:

$$\log t_z = (n-2) \log \sigma_c - n \log \sigma_0 + \log B. \quad (4.26)$$

Wykonując pomiary czasu do zniszczenia t_z , dla serii próbek przy różnych stałych obciążeniach σ_0 można korzystając z zależności (4.26) wyznaczyć n i B . Dla przypadku gdy $\sigma_0 = 0$ i $\sigma = \sigma_f = \dot{\sigma} t_z$ zależność na czas do zniszczenia ma postać:

$$\frac{\sigma_f^{n+1}}{B(n+1)\dot{\sigma}} = \sigma_c^{n-2} - \sigma_f^{n-2}, \quad (4.27)$$

gdzie: $B = \frac{2}{(n-2)AY^2K_{Ic}^{n-2}}$,

σ_c - średnia wytrzymałość materiału zmierzona w środowisku niekorozyjnym przy szybkim obciążaniu próbek, tak aby zniszczenie nie było poprzedzone rozwojem pęknięć podkrytycznych.

Dla $\sigma_c \gg \sigma_f$ i $9 < n < 50$ zależność (4.27) ma postać:

$$\sigma_f^{n+1} = B(n+1)\sigma_c^{n-2}\dot{\sigma}. \quad (4.28)$$

Zależność (4.28) jest wykorzystywana do znajdowania wartości parametru propagacji n z pomiarów naprężenia niszczonego w funkcji prędkości przykładania obciążenia. Logarytmując zależność (4.28) otrzymuje się:

$$\ln \sigma_f = \frac{1}{n+1} \ln \dot{\sigma} + \frac{1}{n+1} \ln (B(n+1)\sigma_c^{n-2}). \quad (4.29)$$

Wykonując serię pomiarów σ_f dla różnych prędkości przyrostu naprężenia, obliczając średnie $\bar{\sigma}_f$ można otrzymać wykresy $\ln \sigma_f$ w funkcji $\ln \dot{\sigma}$. Z nachylenia prostych otrzymuje się wartość stałej propagacji pęknięć podkrytycznych n . Obie metody wyznaczania parametrów propagacji pęknięć omówione powyżej mogą być wykorzystywane przy trójpunktowym zginaniu do próbek z naciętym karbem jak i bez karbu. W przypadku jednoczesnej rejestracji w trakcie pomiarów zginania: siły obciążającej

Tablica 4.1: Parametry trwałości mechanicznej [1].

MATERIAŁ	PARAMETR				
	n	$\log A$	K_{Ic} [MNm ^{-3/2}]	m	σ_z [MPa]
Ceramika korundowa:					
przeświecalna	10.03	-9.41	5.6	14.7	180
99% Al ₂ O ₃	29.8	-21.46	4.12	30.0	353
97% Al ₂ O ₃	26.8	-18.21	3.4	-	250
90% Al ₂ O ₃	26.18	-8.52	4.0	9.05	200
Steatyt	15.17	-5.0	2.1	8.6	120
Porcelana elektrotechniczna	21.0	-4.0	1.35	9.4	80
Betony:					
zaprawa wg. PN-75/B-11000	9.0	-57	0.60	-	8
zaprawa z kruszywem bazaltowym w/c=0.3	18	-110	0.68	-	11.5

gdzie: n, A - parametry zależności $V=AK_f^n$;
 K_{Ic} - krytyczny współczynnik intensywności naprężenia;
 m - parametr statystycznego rozkładu Weibulla;
 σ_z - wytrzymałość mechaniczna na zginanie.

ugięcia próbki w punkcie przyłożenia obciążenia, tempa zliczeń EA i sygnału RMS wygodniejsze jest zastosowanie metody stałej prędkości przyrostu obciążenia ($\dot{\sigma} = const.$) z uwagi na krótki i określony czas badanego procesu zniszczenia próbek. Wartości parametrów trwałości mechanicznej zbadanych tworzyw ceramicznych i betonów uzyskane wyżej opisanymi metodami zestawiono w **Tablicy 4.1**.

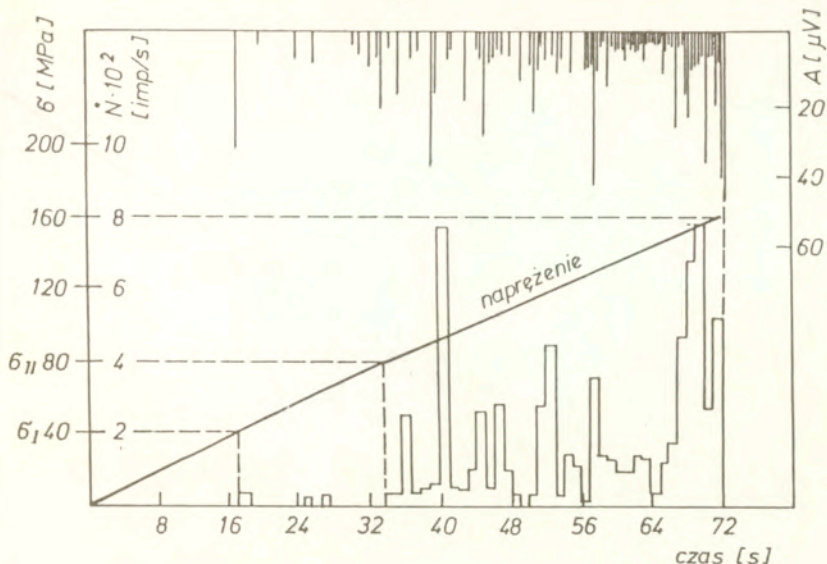
W powyższym rozdziale przedstawiono kilka metod uzyskiwania wartości parametrów procesu kruchego pęknięcia w materiałach kruchych. Jednym z podstawo-

wych warunków jaki powinien być spełniony w czasie pomiaru dla wszystkich omwianych metod jest zapewnienie liniowej zależności prędkości propagacji szczeliny v , od współczynnika intensywności naprężenia w wierzchołku szczeliny K_I . Dla metody podwójnego skręcania warunek ten może być kontrolowany przez pomiar tempa zliczeń EA. Pmiar EA umożliwia, dokładne wyznaczenie czasu i obciążenia, przy których występuje utrata stabilności, rozpoczyna się ruch szczeliny i relaksacja naprężeń przy stałym odkształceniu wraz z malejącą EA. Zanik EA wyznacza koniec procesu propagacji. Liniowa zależność tempa zliczeń EA w funkcji K_I potwierdza spełnienie liniowości zależności $V=f(K_I)$. W przypadku pomiarów trójpunktowego zginania zarówno dla próbek z karbem jak i bez karbu stosuje się różne prędkości obciążania. Bezpośrednio nie wyznacza się zależności $V=f(K_I)$, parametry n i A tej zależności otrzymuje się z równania (4.29). Na podstawie przeprowadzonych pomiarów stwierdzono, że wolne jak i zbyt szybkie obciążenia nie spełniają wymaganego warunku liniowej zależności $V=f(K_I)$.

Przebieg tempa zliczeń EA w funkcji czasu o obciążenia przy trójpunktowym zginaniu nie jest liniowy dla całego procesu. Może to wynikać z wpływu niejednorodnej struktury (różna wielkość ziarna, różne fazy krystaliczne wtarciana, pory, itp.), w której zachodzi propagacja szczeliny. Badania trójpunktowego zginania wykazały wpływ geometrii próbek na uzyskane wartości wytrzymałości. Beleccki szersze wykazały większy rozrzut wytrzymałości. Wydaje się, że większa odległość między podporami l może mieć korzystny wpływ na dokładność metody. Stosunek wymiarów próbki $\frac{l}{h}$ został uwzględniony w rozwiązywaniu równań sprężystości wykorzystanych do obliczania wartości współczynnika Y (Rys.3.1). Zwiększanie odległości między podporami, w metodzie trójpunktowego zginania powinno wpłynąć na zmniejszenie rozrzutu wyników. Zwiększa się wówczas objętość materiału znajdującego się w polu naprężeń, a warunki doświadczenia zbliżają się do konfiguracji, w której na szczeliny działa tylko naprężenie rozciągające. Przy badaniach wytrzymałościowych konieczne jest zagwarantowanie reprezentatywnego dla danego tworzywa przekroju próbki, stąd dla materiałów o grubszym ziarnie próbki muszą być odpowiednio większe. Poza tym badając materiały ceramiczne zawsze należy pamiętać, że zwiększenie liczebności próby powinno sprzyjać zmniejszeniu rozrzutu wytrzymałości.

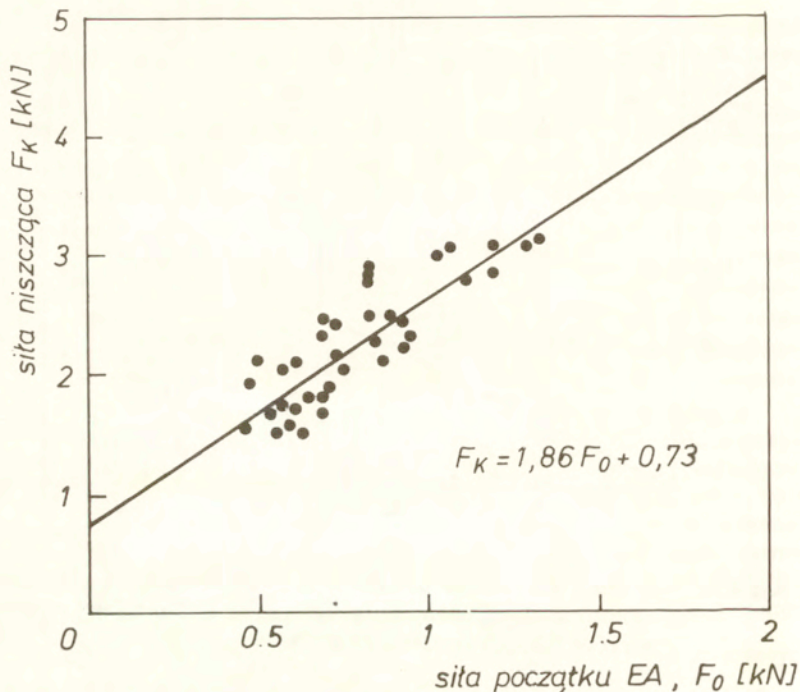
4.4 Nieniszcząca metoda oceny wytrzymałości z wykorzystaniem EA

Pomiar sygnałów EA podczas badań wytrzymałościowych, a w szczególności przy trójpunktowym zginaniu, pozwala na pogłębienie znajomości procesów deformowania i niszczenia ceramiki. Badania rozpoczęte w latach siedemdziesiątych [1, 13] wykazały istnienie zależności pomiędzy siłą progową F_0 , przy której pojawia się emisja akustyczna, a siłą niszcząca. Według Gogotsiego [14, 15] typowy wykres EA podczas obciążania próbek ceramicznych ma przebieg jak na Rys.4.9. Badania Gogotsiego wykazały, że dla badanego tworzywa charakterystycznymi są nie tylko graniczne wartości naprężeń i odkształcenia, ale i ich wartości odpowiadające momentowi



Rys.4.9: Przebieg EA podczas obciążania próbek ceramicznych [14], gdzie: σ - napężenie przy zginaniu, A - maksymalna wartość amplitudy sygnałów EA w czasie 0.01s, N - tempo zliczeń EA.

pojawienia się pierwszego i drugiego znaczącego wzrostu sygnałów EA (σ_I) oraz (σ_{II}). Podczas analizy tych wielkości stwierdzono, że rozkład wytrzymałości granicznych (lub granicznych sygnałów EA) jest analogiczny do rozkładu odpowiadających im naprężeń σ_{II} charakterystycznych dla momentu pojawienia się ciągłej emisji sygnałów akustycznych. Jest prawdopodobne, że wielkość σ_I związana jest z "granica plastyczności", bądź zamknięciem się porów i rozpoczęciem się fazy stabilnego rozwoju mikropeknięć. W oparciu o przytoczone dane Gogotsi wysunął wniosek, że wielkości σ_{II} określają poziom naprężeń, którego przekroczenie powoduje w próbce intensywny wzrost mikropeknięć do wielkości krytycznych. Informacja z przebiegu EA może być wykorzystana do nieniszczącej metody badania obiektów ceramicznych. Podobną metodę oceny siły niszczącej dla tworzyw ceramicznych na podstawie pomiaru pojawiania się wyraźnych impulsów emisji akustycznej opracowano w kraju w latach osiemdziesiątych. Badania te dotyczyły ceramiki magnezowej, zaczynów cementowych, złączy ceramika-metal [16, 17]. Podobne metody wykorzystano do badania izolatorów wysokonapięciowych [18, 19]. Badania z wykorzystaniem progowej EA były przeprowadzone na Politechnice Warszawskiej na tworzywach: *AL-90* oraz tworzywie steatytowym *SP-4* [1]. Wszystkie powyższe badania wykazały, że za pomocą pomiaru EA możliwe jest określenie siły F_0 , przekroczenie której powoduje pojawienie się sygnałów EA. Siła F_0 związana jest z siłą niszczącą F_k zależnością prostoliniową: $F_k = aF_0 + b$, a współczynniki a i b są charakterystyczne dla danego



Rys.4.10: Zależność siły niszczącej F_k od siły F_0 , przy której występuje emisja progowa uzyskana dla tworzywa steatytowego [1].

rodzaju tworzywa. Przykładowe wyniki badań przedstawiono na **Rys.4.10** i **Rys.4.11**. Na **Rys.4.12** przedstawiono wykres sumy zliczeń emisji akustycznej. Można wyróżnić dwa charakterystyczne punkty odpowiadające obciążeniu:

- siłą F_0 w czasie t_0 , przy której pojawia się pierwszy wyraźny sygnał EA,
- siłą F_1 w czasie t_1 , przy której występuje wyraźna niezanikająca EA.

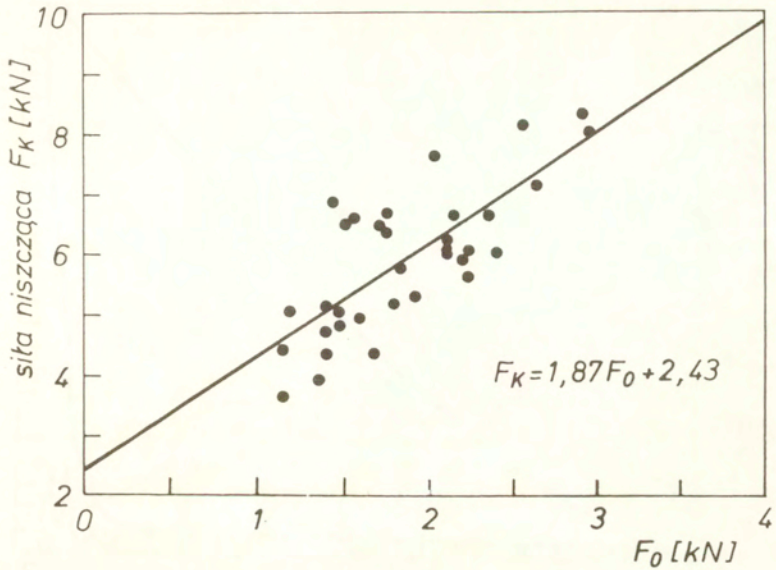
Pomiar EA przy trójpunktowym łamaniu umożliwia wyznaczenie zależności:

$$F_k = aF_0 + b, \quad (4.30)$$

oraz

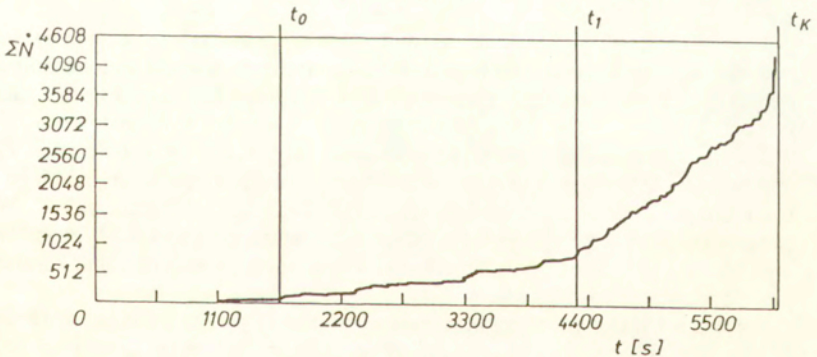
$$F_k = a'F_1 + b', \quad (4.31)$$

gdzie: a, b, a', b' - stałe zależne od rodzaju materiału, jego struktury i warunków doświadczenia.

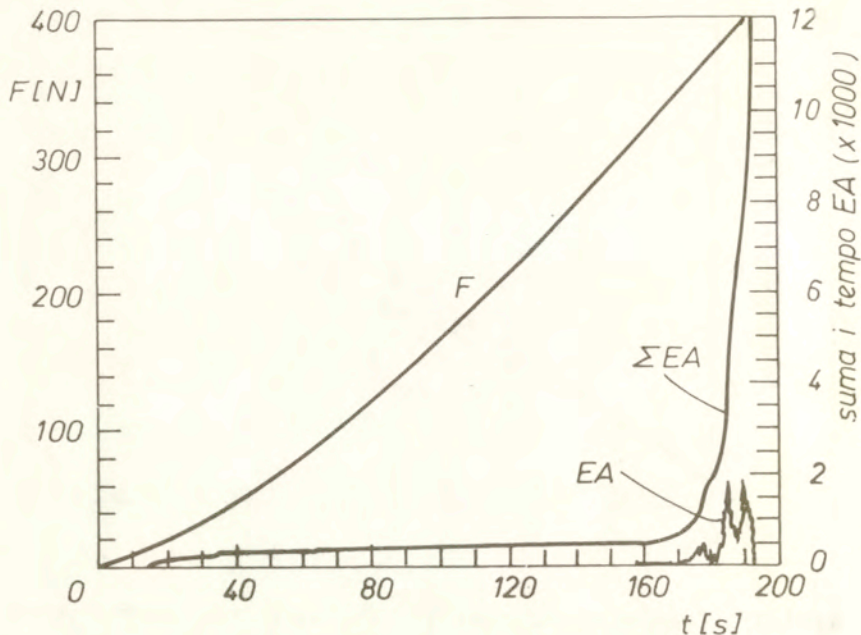


Rys.4.11: Zależność siły niszczącej F_k od siły F_0 , przy której występuje progowa emisja akustyczna dla tworzywa alundowego [1].

Przy wykorzystaniu zależności (4.30) występują znacznie niższe wartości siły F_0 dla



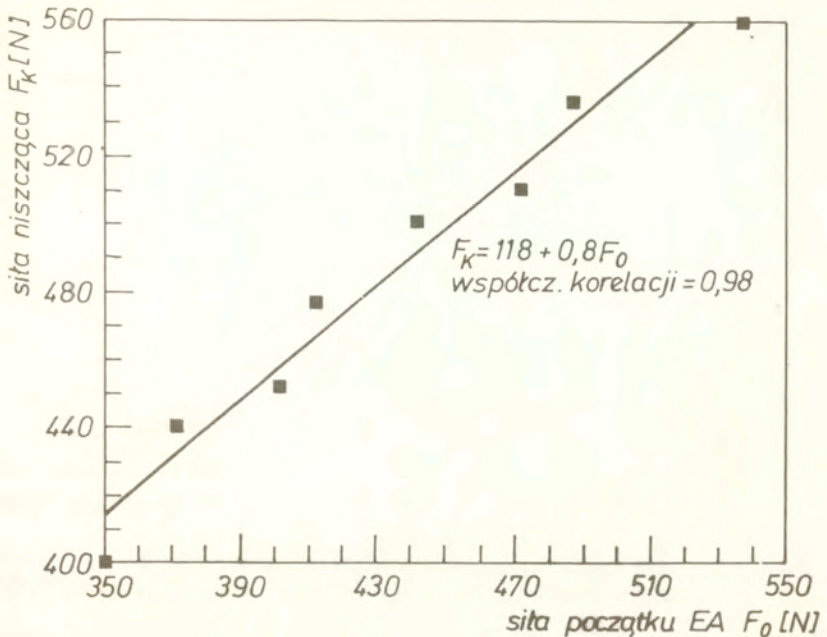
Rys.4.12: Przebieg sumy EA dla tworzywa steatytowego podczas 3-punktowego zginania [1].



Rys.4.13: Charakterystyczny przebieg tempa i sumy zliczeń EA w czasie 3-punktowego zginania próbek alundowych z naciętym karbem [1].

oceny siły niszczącej F_k . Wartość stosunku $\frac{F_0}{F_k}$ dla badanych tworzyw steatytowego i glinowego AL-90 wynosiła 0.3 do 0.4. Natomiast dla zależności (4.31) wartość mieściła się w zakresie 0.5 do 0.7. Badania oceny wytrzymałości metodą trójpunktowego zginania z jednoczesną rejestracją EA można prowadzić na próbkach z naciętym karbem. Zarejestrowane przebiegi parametrów EA w czasie trójpunktowego zginania wykazują wyraźne dwa obszary zniszczenia Rys.4.13. Do obciążenia F_0 EA praktycznie nie występuje. EA pojawia się przy sile F_0 dając wzrost przebiegu sumy EA o dużym nachyleniu. Średnia wartość F_0 wynosi 0.8 siły niszczącej F_k . Wyniki badania korelacji w powyższych badaniach przedstawiono na Rys.4.14. Z porównania wyników dla próbek z karbem i bez karbu stwierdzono, że współczynnik korelacji dla próbek z karbem jest znacznie wyższy.

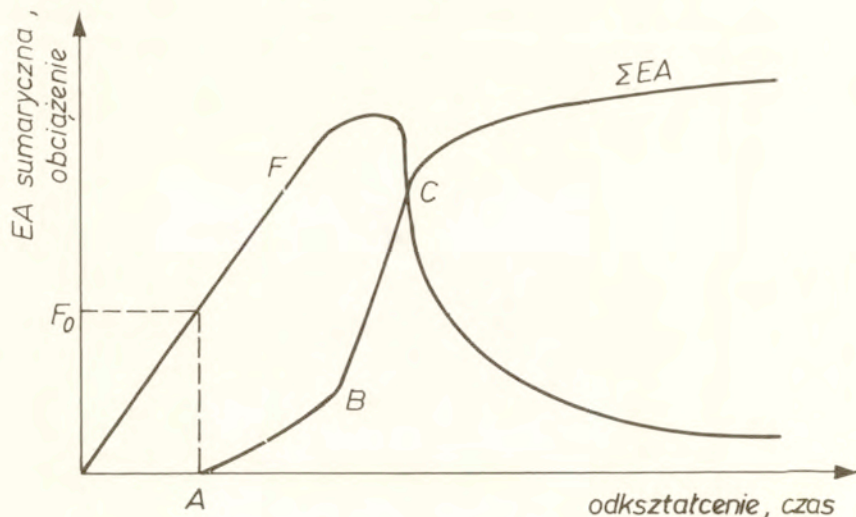
Beton jest materiałem wieloskładnikowym, powstałym z zespolenia ziarn kruszywa w sztuczny kamień w wyniku stwardnienia zaczynu cementowego. Do najważniejszych składników tworzących strukturę stwardniałego betonu należy kruszywo, spoiwo, warstwy kontaktowe łączące powyższe składniki, pory oraz nieprzekryształizowane ziarna cementu. Ta wieloskładnikowość powoduje, że struktura tego materiału jest wyraźnie heterogeniczna i anizotropowa, zawierająca szereg różnych defektów i



Rys.4.14: Eksperymentalna zależność siły F_k od siły progowej EA F_0 dla próbek z ceramiki alundowej z karbem zginanych 3-punktowo.

nieciągłości powstałych już na etapie jej tworzenia się. Podstawowe właściwości mechaniczne betonu uzależnione są od wzajemnych proporcji, przestrzennego rozmieszczenia i oddziaływania między sobą wymienionych składników. Jego własności użyteczne powodują, że jest to podstawowy materiał konstrukcyjny stosowany do wznoszenia najprzeróżniejszych konstrukcji budowlanych i inżynierskich. Z uwagi na niejednorodność struktury betonu i równoczesną powszechność jego stosowania w budownictwie, szczególnie istotne są badania dotyczące poznania procesu niszczenia tego materiału w wyniku działania obciążenia zewnętrznego. Chodzi zwłaszcza o potrzebne znajomości wpływu na ten proces wielu ważnych czynników technologicznych i eksploatacyjnych, który to fakt jest podkreślany w wielu pracach. Potrzeba ta wynika przede wszystkim z dążenia zarówno projektantów jak i wykonawców do optymalnego doboru składu betonu oraz technologii jego wykonania, odpowiednio do przewidywanego przeznaczenia i warunków panujących podczas eksploatacji. Wiąże się to z koniecznością zapewnienia konstrukcjom wykonanym z tego materiału żądanej trwałości i bezpieczeństwa [20, 21, 22].

Realizację prac, z wykorzystaniem metody emisji akustycznej do badania betonu oraz innych materiałów betonopodobnych, rozpoczęto w Polsce dopiero na początku lat osiemdziesiątych. Prace te dotyczyły przede wszystkim badania takich materiałów

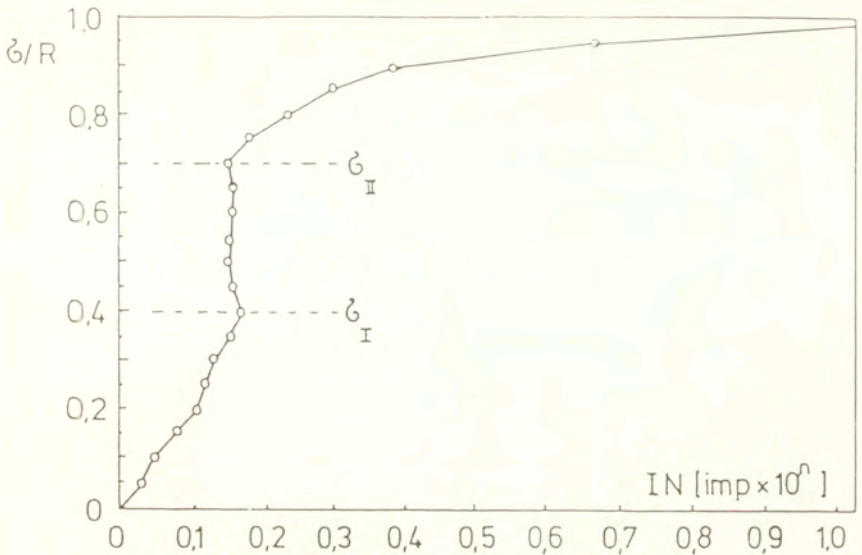


Rys.4.15: Przebieg zależności obciążenie-odkształcenie i sumy EA w funkcji czasu w próbie ściskania betonu. Punkt A odpowiada sile progowej F_0 [23].

jak zaczynają cementowe, modelowe zaprawy i betony zwykłe. Szerokie możliwości stosowania metody emisji akustycznej występują w przypadku badania betonu. Jest to o tyle istotne, że beton jest podstawowym materiałem konstrukcyjnym stosowanym powszechnie w budownictwie. Badania obejmują swoim zakresem zarówno badania samego betonu jako materiału budowlanego, jak również badania elementów i konstrukcji wykonanych z betonu. Pomiar parametrów EA dla próbek betonowych dokonuje się podczas badań metodą podwójnego skręcania, trójpunktowego zginania oraz ściskania. Przebieg sumy EA w czasie oraz zależności obciążenia od odkształcenia w próbie ściskania przedstawia Rys.4.15. Krzywa sumarycznej EA ma postać linii łamanej z trzema charakterystycznymi punktami A, B, C.

Zagadnieniu określania wartości naprężeń krytycznych w betonie poświęcono wiele uwagi [24, 25, 26, 27]. Uznaje się, że naprężenia krytyczne σ_1 stanowią górną granicę strefy względnie sprężystej pracy betonu przy obciążeniach krótkotrwałych i liniowego pełzania przy obciążeniach długotrwałych. Osiągają one podobne wartości jak trwała wytrzymałość zmęczeniowa betonu i mogą być definiowane jako dolna granica zniszczenia tego materiału. Z kolei uważa się, że naprężenia krytyczne σ_{II} stanowią górną granicę odkształceń plastycznych drugiego rzędu przy obciążeniach krótkotrwałych oraz nieliniowego pełzania betonu przy obciążeniach długotrwałych. Są one także utożsamiane z długotrwałą wytrzymałością betonu.

W ocenie jakościowego znaczenia naprężeń krytycznych σ_1 i σ_{II} poglądy większości badaczy są zbieżne. Występuje również zbieżność poglądów w twierdzeniu, że wartości tych naprężeń uzależnione są od wielu czynników technologicznych i



Rys.4.16: Graficzna ilustracja sposobu wyznaczania naprężeń krytycznych w betonie za pomocą emisji akustycznej [28].

eksploatacyjnych mających związek ze składem betonu, technologią jego wykonania oraz warunkami w jakich beton jest eksploatowany.

W wyznaczaniu wartości naprężeń krytycznych w betonie przydatne są przede wszystkim takie metody badawcze jak metoda pomiaru odkształceń, metoda ultradźwiękowa, metoda EA. W przypadku metody emisji akustycznej należy w tym celu dokonać pomiaru sumy zliczeń emisji akustycznej podczas niszczenia betonu, na przykład w próbie ściskania osiowego lub rozciągania metodą brazylijską, a następnie określić przebieg zmienności tej sumy w funkcji przyrostu obciążenia lub naprężenia. Na tej podstawie określa się następnie intensywność przyrostu sumy zliczeń emisji akustycznej, także w funkcji przyrostu obciążenia lub naprężenia według zależności:

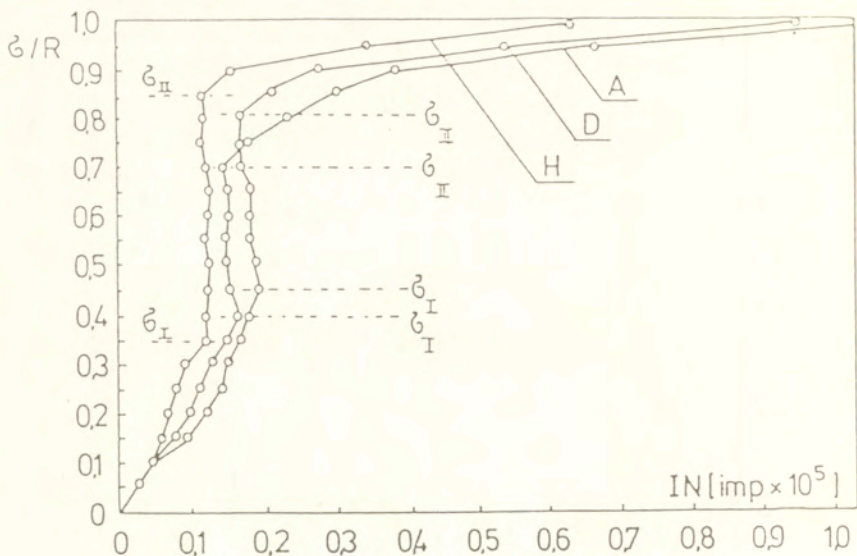
$$IN = \sum N_{n+1} - \sum N_n, \quad (4.32)$$

gdzie: IN - intensywność przyrostu sumy zliczeń.

$\sum N_{n+1}$ - suma zliczeń emisji akustycznej zarejestrowana do poziomu obciążenia lub naprężenia " $n+1$ ",

$\sum N_n$ - suma zliczeń emisji akustycznej zarejestrowana do poziomu obciążenia lub naprężenia " n ".

Na Rys.4.16 pokazano przykładowo graficzną ilustrację przebiegu tak określonej intensywności, w funkcji przyrostu naprężenia. Na Rys.4.17 przedstawiono wynik pomiaru σ_I i σ_{II} dla betonów różniących się zawartością i uziarnieniem kruszywa.



Rys.4.17: Przebieg przyrostu intensywności sumy zliczeń EA w ściskany osiowo betonie w funkcji przyrostu naprężeń [29].

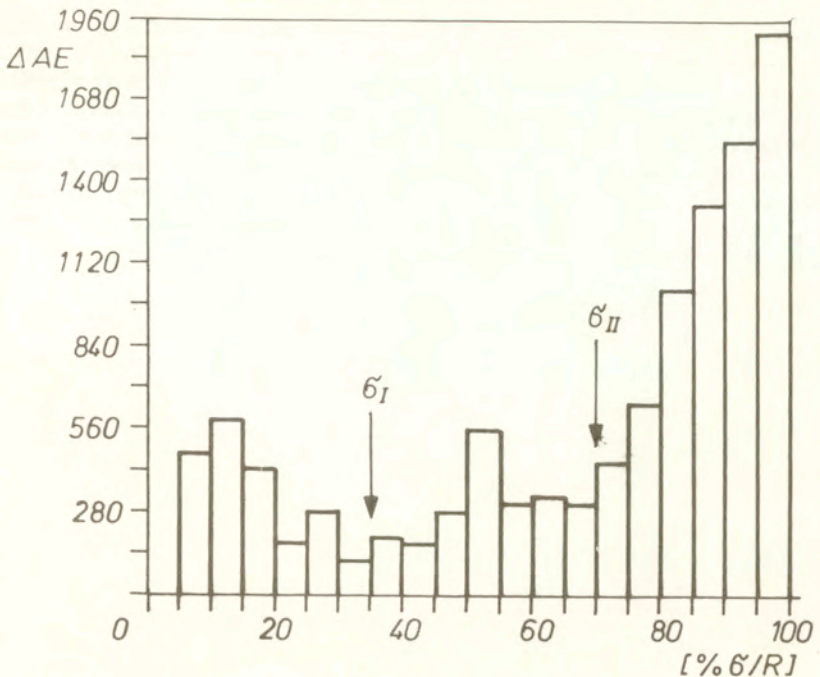
Inną możliwością wyznaczenia wartości parametrów σ_I i σ_{II} z pomiaru EA jest zależność zmiany tempa zliczeń ΔEA w funkcji znormalizowanego naprężenia $\frac{\sigma}{R}$,

Rys.4.18.

Dane tempa zliczeń EA rejestrowano w czasie 0.1 sek. Naprężenia krytyczne σ_I i σ_{II} wyznaczano z wykresów zmiany tempa zliczeń EA (ΔEA). Naprężenie krytyczne σ_I odpowiadające trwałej wytrzymałości betonu poszukiwano w przedziale wyteżenia

Tablica 4.2: Porównanie krytycznych naprężeń σ_I i σ_{II} metodą pomiaru odkształceń i metodą EA [31]

Lp	Rodzaj betonu	Naprężenie krytyczne	Metoda pomiaru odkształceń	Metoda EA	Wytrzymałość na ściskanie R [MPa]
1	A	σ_I	$0.3R \pm 0.01$	$0.28R \pm 0.03$	28.8 ± 2.2
		σ_{II}	$0.8R \pm 0.04$	$0.76R \pm 0.07$	
2	B	σ_I	$0.4R \pm 0.02$	$0.35R \pm 0.04$	34.9 ± 1.9
		σ_{II}	$0.7R \pm 0.04$	$0.64R \pm 0.06$	



Rys.4.18: Zmiana tempa zliczeń EA w funkcji znormalizowanego naprężenia (σ/R) [30].

0.25 do 0.5 R . Określała go wartość minimalnego przyrostu tempa zliczeń EA. Naprężenie krytyczne σ_{II} , odpowiadające długotrwałej wytrzymałości betonu, wyznaczono w przedziale wyężenia 0.55 do 0.95 R znajdując ostatni przedział poprzedzający odcinki, dla których przyrosty intensywności EA miały wyraźnie większe wartości monotonicznie wzrastające. W Tabelicy 4.2 przedstawiono wyniki pomiarów naprężeń krytycznych σ_I i σ_{II} , metodą EA opisaną powyżej i wytrzymałościową metodą pomiaru odkształceń dla dwóch różnych struktur betonowych, różniących się zawartością cementu oraz kruszywa.

W Tabelicy 4.2 oprócz wyników pomiaru naprężeń σ_I i σ_{II} podano także statystyczny błąd badań to jest połowę przedziału ufności dla poziomu ufności 0.95. Zamieszczone wyniki są dowodem generalnej zgodności rezultatów uzyskanych przy zastosowaniu obu metod z tym, że wartości średnie σ_I i σ_{II} , wyznaczone metodą EA są niższe o około 10% od wartości otrzymanych przy pomocy pomiaru odkształceń. Efekt ten jest spowodowany wykorzystaniem odmiennych procesów fizycznych przy pomiarach omawianymi metodami. Sygnały emisji akustycznej są wynikiem rozwoju mikrorys wewnątrz próbki, co poprzedza zmiany na jej powierzchni, rejestrowane za

pomocą tensometrów. Zgodność wyników naprężeń krytycznych σ_I i σ_{II} otrzymanych oboma metodami można uznać za w pełni zadowalającą. Ponadto należy podkreślić istotne zalety metody EA. Przy jej zastosowaniu możliwy był pomiar na próbkach sześciennych. Nie występowała konieczność pracochłonnego przyklejania tensometrów do próbek, przetwornik EA był do nich dociskany sprężyną. Rejestrowany sygnał był bezpośrednio związany z procesami destrukcji w objętościach próbki. Prowadzona rejestracja tego sygnału pozwalała na łatwą eliminację próbek uszkodzonych (nadmiernie wysoki poziom sygnału EA). Czas przebadania jednej próbki i rejestracji danych z eksperymentu nie przekraczał 20 minut.

Literatura do rozdziału 4

- [1] Ranachowski J., Rejmund F., Librant Z., Prace IPPT, 28, 1992.
- [2] Meissner M., Ranachowski Z., Prace IPPT, 36, 1992.
- [3] Dunegan H. L., Harris D. O., Ultrasonics, 7, 160(1969).
- [4] Hutton P. H., Parry D. L., Materials Res. Stand., 11, 25(1971).
- [5] Gerberich W. W., Hartbower C. E., Int. J. Fract. Mech., 3, 107(1967).
- [6] Lord A. E., "Acoustical Emmision", Physical Acoutics, W. P. Mason ed. Acad. Press, New York, 11, 289(1975).
- [7] Woźny L., Mazurek B., Ranachowski J., "Bulletin of the Polish Academy of Sciences Technical Sciences", 39, 2, 321-328(1991).
- [8] Evans A. G., Linzer M., J. Amer. Cearm. Soc., 575(1973).
- [9] Evans A. G., J. Amer. Ceram. Soc., 58, 239(1975).
- [10] Evans A. G., Linzer M., Russel L. R., Mat. Sci. Eng., 15, 253(1974).
- [11] Boniecki M., Librant Z., Prace ITME, zeszyt 14, 1984.
- [12] Evans A. G., Longdon T. G., "Structural Ceramics", w: Progress in Mat. Sci., r.21, s.171-441(1976).
- [13] Problemy i Metody Współczesnej Akustyki red. Jerzy Ranachowski, PWN, Warszawa-Poznań, s.115-116(1989).
- [14] Gogotsi A., Grisevakov P., Zarodskaja Lab., 4(1981) 79-82.
- [15] Gogotsi A., Grusevskij L., Zavada P., Niegovskij N., Ogneupory, 8, 23-27(1988).
- [16] Sadowska-Boczar E., et. al., Science of Ceramics 12, (1983) s.639-645, Saint-Vincent, Italy.
- [17] Boniecki M., Librant Z., Włosiński W., Mikiel W., Ranachowski J., Szkło i Ceramika, 33, 2(1982) 29-43.
- [18] Aronsztam I. L., et. al., Elektrizestwo, 5, 1982.
- [19] Perrson L., Science of Ceramics 12(1983), Saint Vincent, Italy.
- [20] Hoła J., Ranachowski Z., Prace IPPT, 37(1992).
- [21] Kasperkiewicz J., Prace IPPT, 39(1983).
- [22] Brandt A. M. i inni, "Własności mechaniczne i struktura kompozytów betonowych", Ossolineum, Wrocław, 1974.
- [23] Frąckiewicz R. i inni, "Elektryczne i akustyczne metody badań materiałów i struktur biologicznych", s.240-258, IPPT-PAN, Warszawa-Jabłonna, 1984.
- [24] Meyers B. L., Slate F. O., Winter G., "Relationship between time-dependent deformation and microcracking of plain concrete", Journal ACI, 66, 1, 1969, 60-68.
- [25] Newman K., Newman I. B., "Failure theories and design criteria for plain concrete", Proceedings of the Southampton, 1969, Civ. Eng. Mat. Conf., London, 1971, 963-995.
- [26] Hsu T. T. C., Slate F. O., Sturman G. M., Winter G., "Microcracking of Plain Concrete and the Shape of the Stress-Strain Curve", Journal ACI, 60, 2, 1963, 209-224.

- [27] Shah S. P., Chandra S., *"Critical stress, volume change and microcracking of concrete"*, Journal ACI, 65, 9, 1968, 770-781.
- [28] Hoła J., Moczko A., Pysznik J., *Przegląd budowlany* 11, s.477-479, 1988.
- [29] Hoła J., *Arch. Inż. Łąd.*, 39, 1-2, s.85-102, 1992.
- [30] Ranachowski Z., *"Wyznaczanie naprężeń krytycznych w betonie przy pomocy zautomatyzowanych pomiarów metodą emisji akustycznej"*, praca doktorska, Politechnika Wroclawska, Wrocław, 1990.
- [31] Ranachowski Z., *"Application of Acoustic Emmission Method to Determine the Limit of Proportionality and the Static Strenth of Concrete Brittle Matrix Composites 3"*, s.234-239, ed. A. M. Brandt and I. H. Marshal, Elsevier Science Publishers, 1991.

5 Emisja akustyczna w ceramice i betonie przy naprężeniach cieplnych

5.1 Szoki cieplne

Oporność na naprężenia termomechaniczne powodowane przez nagłe zmiany temperatury (szok termiczny) jest właściwością złożoną będącą sumą szeregu cech fizycznych materiału. Naprężenia prowadzące do zniszczenia zależą głównie od szybkości zmian temperatury, kształtu próbki i struktury materiału [1]. Pierwsze próby ilościowego opisu odporności na nagłe zmiany temperatury przeprowadzono w latach pięćdziesiątych [2, 3]. Wprowadzono dwa współczynniki odpornościowe R i R' określone przez takie parametry materiałowe, jak wytrzymałość na rozciąganie S , moduł sprężystości E , współczynnik rozszerzalności cieplnej α i współczynnik przewodnictwa cieplnego k . Mają one postać:

$$R = \frac{S(1 - \nu)}{E \alpha}, \quad (5.1)$$

$$R' = Rk. \quad (5.2)$$

Przy pomocy tych współczynników można, przy uwzględnieniu geometrii próbki i warunków wymiany ciepła z otoczeniem, przewidywać wielkość dopuszczalnej różnicy temperatur pomiędzy próbką a otoczeniem. Dalszy postęp w ilościowej analizie zjawisk występujących w warunkach nagłych zmian temperatury uzyskano, rozważając równowagę mikropełnięć w polu naprężeń termicznych. Pozwoliło to na wprowadzenie nowych współczynników odpornościowych charakteryzujących omawianą odporność i na ich interpretację w kategoriach mechaniki pęknięcia [4, 5]. W przyjętym modelu, materiał traktowany jest jak płyta poddawana naprężeniu jednoosiowemu i zawierający N pęknięć Griffitha o długości początkowej l_0 . Po uproszczeniach, krytyczna różnica temperatur ΔT_c powodująca rozwój pęknięcia do długości końcowej l_f , przedstawiona jest zależnością [6]:

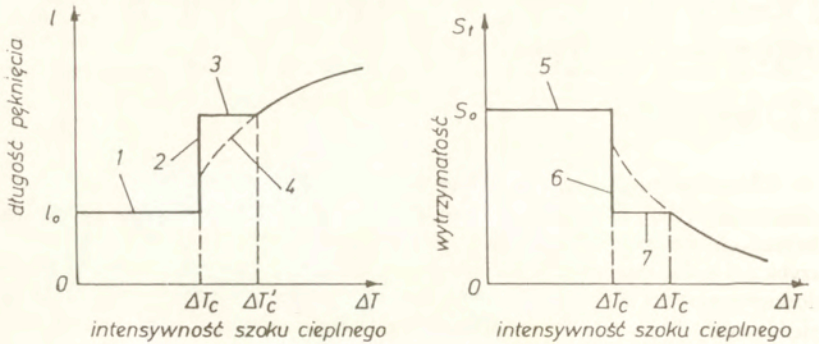
$$\Delta T_c = \left(\frac{2 \gamma_F}{\pi \alpha^2 E_0 l_0} \right)^{\frac{1}{2}} \cdot (1 + 2 \pi N l_0^2), \quad (5.3)$$

gdzie: γ_F - powierzchniowa energia pęknięcia,
 E_0 - moduł sprężystości materiału dla $N=0$.

Z zależności (5.3) wynika, że wysokie wartości ΔT_c osiąga się przy wysokiej wartości wyrażenia:

$$\left(\frac{\gamma_F}{\alpha^2 E} \right)^{\frac{1}{2}}.$$

Wyrażenie to można przyjąć za kolejny współczynnik odpornościowy:



Rys.5.1: Zmiany długości pęknięć w materiale i wytrzymałość materiału w funkcji intensywności szoku cieplnego [4]. 1,5-pęknięcia w równowadze, wytrzymałość bez zmian, 2,6-katastrofalna propagacja pęknięć, degradacja wytrzymałości, 3,7-stan równowagi, 4-quasi-statyczna propagacja pęknięć.

$$R_{St} = \left(\frac{Y_F}{\alpha^2 E} \right)^{\frac{1}{2}}, \quad (5.4)$$

charakteryzujący stabilność mikropeknięć w polu naprężeń termicznych - ich odporność na propagację. Funkcja określona równaniem (5.3) osiąga minimum

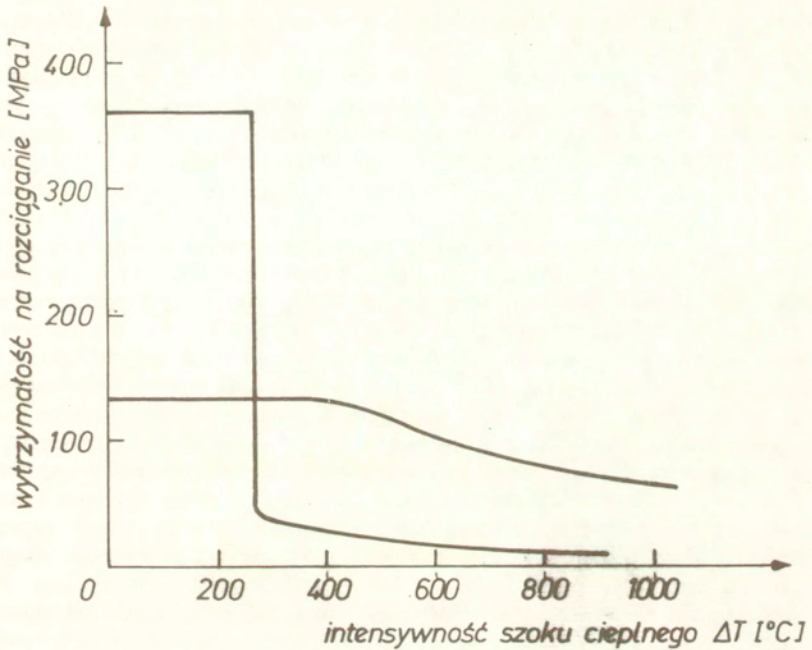
$$\frac{\partial \Delta T_c}{\partial l_0} = 0,$$

dla długości pęknięć:

$$l_m = (6 \pi N)^{-\frac{1}{2}}. \quad (5.5)$$

W stosunku do tej wartości, możliwe są dwa przypadki początkowej długości pęknięć: $l_0 < l_m$ i $l_0 > l_m$.

Dla pierwszego przypadku, a więc w przybliżeniu dla $2 \pi N l_0^2 \ll 1$, pęknięcie zachodzi w sposób katastrofalny ponieważ szybkość uwalniania energii odkształcenia sprężystego przewyższa wartość powierzchniowej energii pęknięcia. Pęknięcie rozwija się aż do momentu gdy ustali się równowaga pomiędzy obydwojma formami energii i wtedy długość końcowa pęknięcia wynosi l_f . Z warunku równowagi energetycznej można wykazać, że:



Rys.5.2: Krańcowo różne zachowania się materiałów w warunkach szoku cieplnego [7].

$$l_f \approx \frac{S_t^2}{\gamma_F E_0 N}, \quad (5.6)$$

gdzie: S_t jest wytrzymałością materiału na rozciąganie przed szokiem cieplnym.

Na ogół wymagane jest aby po szokcie cieplnym materiał zachowywał dobre właściwości mechaniczne, należy dążyć do tego, aby zasięg rozwiniętych szokiem pęknięć był minimalny. Stąd też, długości l_f będą małe jeżeli wyrażenie:

$$\frac{S_t^2}{\gamma_F E_0},$$

będzie minimalne i dlatego wprowadza się następujący współczynnik odpornościowy:

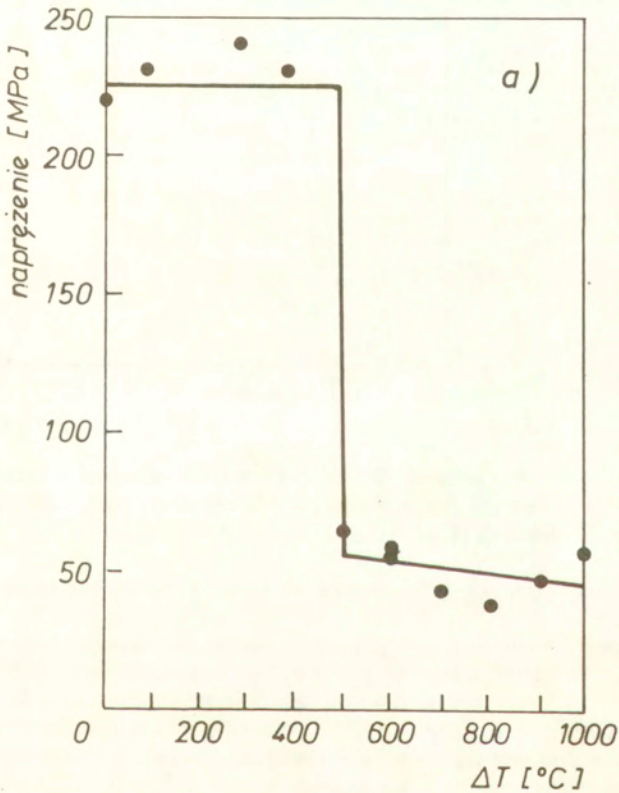
$$R^{IV} = \frac{\gamma_F E}{S_t^2}, \quad (5.7)$$

charakteryzujący odporność materiału na katastrofalną propagację pęknięć. Dla pęknięć o długości $l_0 > l_m$ nie obserwuje się katastrofalnej zmiany ich długości w warunkach krytycznych, ale powolny rozwój opisany równaniem (5.3) (Rys.5.1). Na Rys.5.2 przedstawiono krańcowo różne zachowania się różnego rodzaju ceramiki podczas szoku cieplnego. Hasselman i Clarke [8] przedstawili mechanizm odstępujący od kryterium przekroczenia maksymalnej wytrzymałości na rozciąganie. Mechanizm ten uwzględnia możliwość wydłużania mikropeknięć poprzez zmianę sprężystej energii odkształcenia materiału na powierzchniową energię pęknięć. Wielkość energii odkształceń powodująca wzrost pęknięć jest ograniczona przez gwałtowność szoku cieplnego. Dla niezbyt gwałtownych szoków zmiana energii odkształcenia w energię powierzchniową może nie prowadzić do całkowitego zniszczenia próbki. W przypadku naprężeń cieplnych powodujących zniszczenie materiału występują różne mechanizmy w stosunku do procesu niszczenia pod działaniem obciążeń mechanicznych. Zakłada się, że przy obciążeniach mechanicznych pęknięcie może rozprzestrzeniać się w materiale, gdy współczynnik intensywności naprężenia K_I osiągnie wartość krytyczną K_{Ic} . Współczynnik K_I rośnie tak jak pierwiastek kwadratowy długości pęknięcia. W przypadku naprężeń cieplnych zarówno pierwszego jak i drugiego rodzaju współczynnik K_I wzrasta z długością pęknięcia tylko w początkowych stadiach procesu. Lokalna strata spójności materiału związana ze wzrostem pęknięcia usuwa źródło naprężeń cieplnych. Stąd po początkowym wzroście, przy dalszym zwiększaniu długości pęknięcia współczynnik K_I maleje, i proces pęknięcia zostaje zatrzymany. Przy uwzględnieniu zmiany funkcji intensywności naprężeń w zależności od stosunku długości pęknięcia do wymiarów próbki [9], okazuje się, iż zapoczątkowanie rozprzestrzeniania pęknięć przy szybkim ogrzaniu wymaga większej różnicy temperatur niż przy chłodzeniu. Natomiast wydłużanie szczelin zachodzi łatwiej przy ogrzewaniu. Metoda EA okazała się bardzo przydatna do wykrywania i badania wzrostu mikropeknięć pod wpływem naprężeń termomechanicznych. Szczególnie przydatna jest w badaniach tworzyw wielofazowych i kompozytów [10]. Metoda umożliwia określenie poziomu naprężeń, przy których rozpoczynają się procesy mikropeknięcia i dalszy wzrost mikropeknięć. Szereg prac począwszy od połowy lat siedemdziesiątych do chwili obecnej wskazuje na występowanie sygnałów EA znacznie poniżej szoków temperaturowych ΔT powodujących zmniejszenie wytrzymałości mechanicznej materiału [12, 13, 14]. Szczególnie dotyczy to procesów szybkiego chłodzenia. Takie badania próbujące powiązać parametry EA ze zdefektowaniem struktury w czasie szoku przedstawia na przykład praca [15]. Celem pracy było pokazanie początkowych stadiów tworzenia się pęknięć i ich dalszego rozwoju w miarę wzrostu różnicy temperatur szoku. Badaniami objęto dwa rodzaje ceramiki tworzący alundowe i tworzywo magnezowo-cyrkonowe. Oba materiały posiadają wysoką odporność na szoki cieplne wynikającą z ich budowy mikrostrukturalnej. W tworzywie alundowym faza szklista występuje na granicach ziarn, natomiast w ceramice magnezowej w postaci zamkniętych "kropel". Próby przeprowadzono na beleczkach $(50 \times 5 \times 5) \text{ mm}$ poddawanych szybkiemu chłodzeniu w oleju silikonowym. Próbki były nagrzewane w zakresie temperatur od 100°C do 1000°C . Emisja akustyczna była mierzona przetwornikiem szerokopasmowym o paśmie częstotliwości od 100 kHz do 300 kHz przytwier-

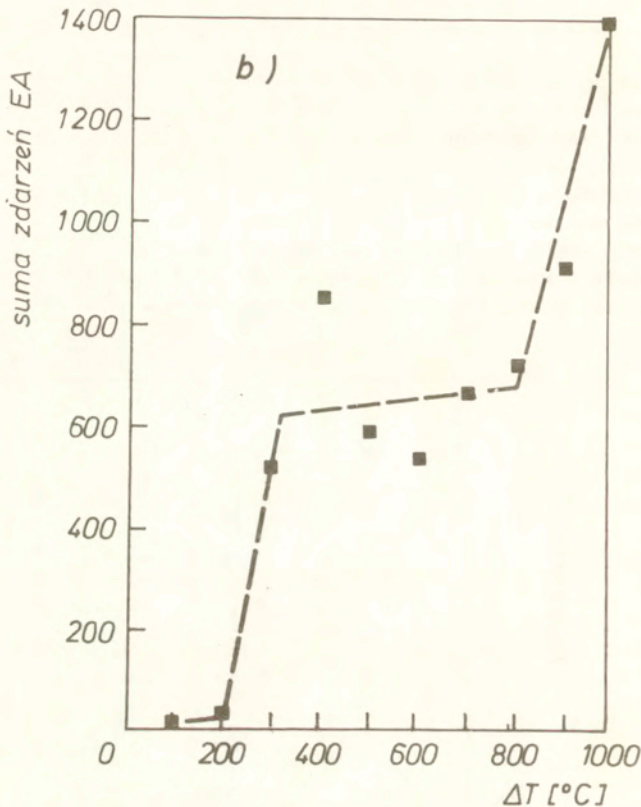
dzonym do naczynia wypełnionego cieczą chłodzącą. Mierzono następujące parametry EA:

- czas wystąpienia zdarzenia EA od chwili umieszczenia rozgrzanej próbki w chłodzącej kąpieli,
- czas trwania zdarzenia EA,
- energię zdarzenia,
- maksymalną amplitudę,
- czas narastania,
- liczbę amplitud w poszczególnych zdarzeniach.

Po poddaniu próbek szokowi temperaturowemu, wykonano pomiar wytrzymałości mechanicznej metodą trójpunktowego zginania. Wyniki przebiegu wytrzymałości



Rys.5.3.a: Średnia wytrzymałość mechaniczna przy 3-punktowym zginaniu w funkcji temperatury szoku ΔT (różnica pomiędzy temperaturą rozgrzanej próbki i kąpieli olejowej) [15].



Rys.5.3.b: Średnia suma zdarzeń EA dla ceramiki alundowej w funkcji temperatury szoku ΔT (różnica pomiędzy temperaturą rozgrzanej próbki i kąpieli olejowej) [15].

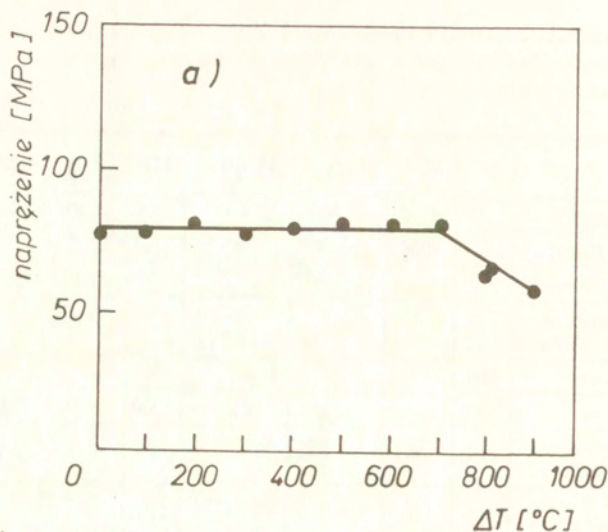
mechanicznej i EA w funkcji temperatury szoku przedstawione są na Rys.5.3 a, b i Rys.5.4 a, b.

Z zarejestrowanych przebiegów wytrzymałości mechanicznej badanych materiałów wynika, iż charakter zniszczenia podczas szoku temperaturowego tych materiałów jest odmienny. W tworzywie alundowym następuje gwałtowne obniżenie wytrzymałości przy temperaturze szoku $\Delta T = 500^{\circ}\text{C}$, a dalszy wzrost temperatury szoku powoduje nieznaczne obniżenie wytrzymałości. Natomiast dla ceramiki magnezowo-cyrkonowej temperatura krytyczna szoku jest znacznie wyższa ($\Delta T_{kr} \approx 700^{\circ}\text{C}$), a po jej przekroczeniu następuje stały, powolny spadek wytrzymałości. Dla ceramiki alundowej EA pojawia się i wzrasta znacznie poniżej temperatury krytycznej szoku. W obszarze ΔT_{kr} emisja utrzymuje się w przybliżeniu na stałym poziomie i następnie gwałtownie rośnie

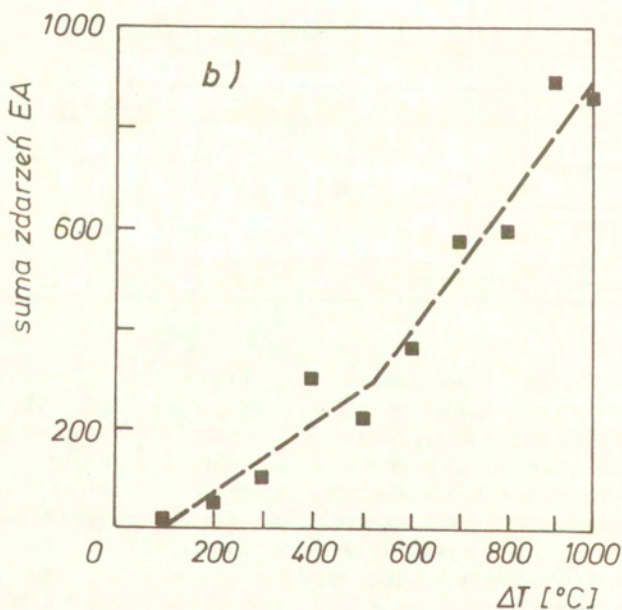
Tablica 5.1: Zestawienie podstawowych własności mechanicznych i cieplnych, kilku rodzajów materiałów ceramicznych stosowanych w konstrukcjach pomp, zbiorników i silników.

Własność jednostka	SiC	Si ₃ N ₄	SiALON	Al ₂ O ₃ /TiC	TZP	ZTA	Al ₂ O ₃ (99)	Al ₂ O ₃ (96)
Gęstość [Mgm ⁻³]	3.10	3.20	3.26	4.3	6.04	4.20	3.90	3.72
Twardość Knoop	2800	2000	1442	-	-	-	-	1135
(Vickers [kG/mm ²])	-	-	-	2250	1300	1635	1690	-
Wytrzymałość na rozciąganie [MPa]								
4 - punktowe	460	100	655	-	-	-	-	-
3 - punktowe	(550)	-	(772)	600	1030	700	345	358
Wytrzymałość na ściskanie [MPa]								
3900	3000	-	-	-	3000	1800	2068	
Moduł sprężystości [GPa]	410	310	288	400	207	340	331	303
K _{IC} [MPam ^{1/2}]	4.6	5.4	9.8	5.2	8.5	6.0	4.3	-
Współczynnik rozszerzalności cieplnej [10 ⁻⁶ /K]								
20 - 700°C	-	-	-	-	-	-	-	-
20 - 1000°C	4.02	3.5	3.04	7.0	11.0	7.8-8.7	8.3	8.2
Maksymalna temperatura pracy [°C]	1650	1300	1000	-	500	1710	2000	1750
Przewodnictwo ciepłe [W/m K]	125.6	32	21.3	35	2.7	22	35.4	24.7
Liczba Piossona	0.19	0.26	-	0.2	-	-	-	-

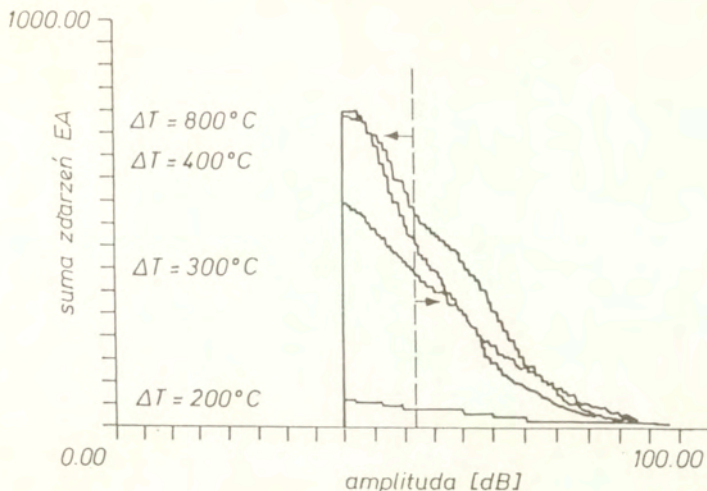
powyżej $\Delta T \approx 800^\circ\text{C}$. Dla ceramiki magnezowo-cykonowej w całym zakresie temperatur szoku następuje wzrost EA. Przy czym w pobliżu ΔT_{kr} wzrost sumy zdarzeń EA jest nieco większy. Analiza parametrów EA w funkcji temperatury szoku ΔT może służyć do badania procesów pęknięcia zachodzących w poszczególnych fazach struktury materiału i wyjaśnienia złożonego charakteru zniszczenia wielofazowego materiału jakim jest ceramika. szczególnie przydatnymi parametrami EA oprócz sumy zdarzeń (Rys.5.3.b i Rys.5.4.b) są: czas trwania zdarzenia EA i maksymalna amplituda. Obserwowana EA przy niskich wartościach temperatury szoku, w obu rodzajach badanych materiałów wynika z pęknięć powstających w fazie szklistej, a więc w ośrodku o niższej wytrzymałości mechanicznej. Potwierdza to rozkład amplitud



Rys.5.4.a: Średnia wytrzymałość mechaniczna przy 3-punktowym zginaniu w funkcji temperatury szoku ΔT [15].



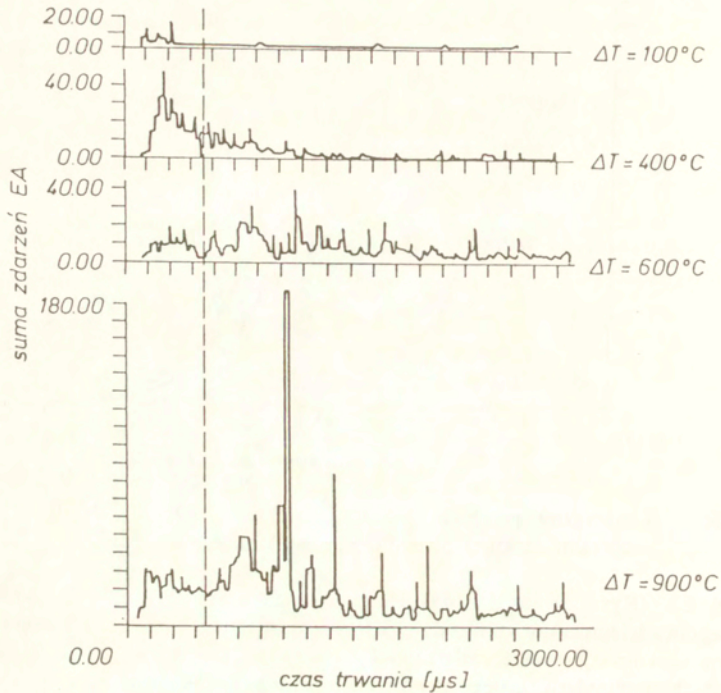
Rys.5.4.b: Średnia suma zdarzeń EA dla ceramiki magnezowo-cytrkonowej w funkcji temperatury szoku ΔT [15].



Rys.5.5: Sumaryczny przebieg rozkładu amplitud zdarzeń EA dla różnych temperatur szoku cieplnego dla ceramiki alundowej [15].

zdarzeń EA (Rys.5.5) jak i rozkład czasu trwania zdarzeń EA (Rys.5.6) dla poszczególnych temperatur szoku. Z przedstawionych badań wynika, że niskotemperaturowym szokom odpowiadają zdarzenia EA o krótkim czasie trwania, do około 700 μ s i niskich amplitudach (małej energii). Powyżej temperatur krytycznych występuje pęknięcie fazy krystalicznej poprzez ziarna. Związana z tym EA charakteryzuje się zdarzeniami o dużym czasie trwania i dużych amplitudach.

Powyższe wyniki uzyskane w badaniach procesów pęknięcia przy szoku cieplnym potwierdzają, iż metoda EA pozwala na ocenę, w której z faz badanego ośrodka rozpoczyna się proces pęknięcia oraz śledzenie rozwoju pęknięć w miarę wzrostu temperatur szoku. Technika pomiaru EA w warunkach szoku cieplnego jest stosunkowo niedawno rozpoczęta na świecie a jej rozwój uzależniony jest od udoskonalenia techniki pomiarowej oraz przetwarzania danych eksperymentalnych.

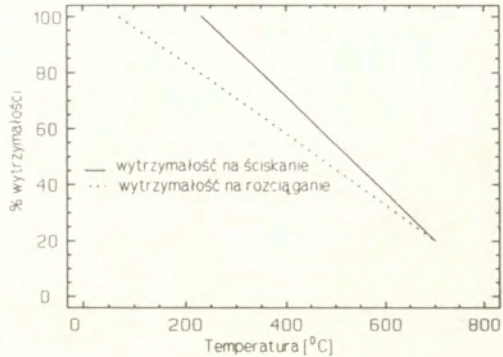


Rys.5.6: Rozkład czasu trwania zdarzeń EA dla różnych temperatur szoku cieplnego dla ceramiki alundowej [15].

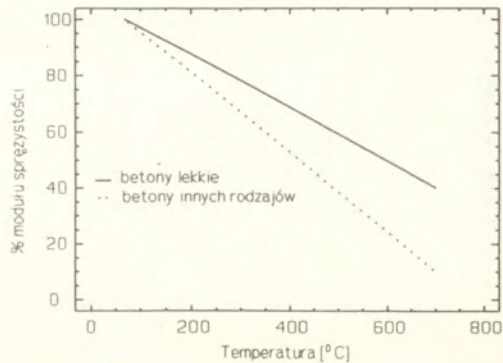
5.2 Naprężenia termomechaniczne

5.2.1 Wpływ temperatury na odporność betonu na pękanie

W praktyce inżynierskiej budownictwa przemysłowego, jak również w procesach termicznego cięcia i innych rodzajach obróbki termicznej, budowle betonowe i żelbetowe narażone są na działanie wysokich temperatur. Konstrukcje z materiałów o matrycach cementowych (np. zbiorniki na płynny gaz) pracują także w niskich temperaturach [16]. Badania związane z wpływem wysokich temperatur na beton i żelbet były prowadzone w związku z budową wyrzutni rakietowych i lektronii jądrowych oraz ze względu na ich odporność ogniową podczas pożarów. Badania prezentowane w tych pracach obejmowały zmiany wytrzymałości na rozciąganie i ściskanie, oraz modułu sprężystości podłużnej i pełzania w wysokich temperaturach, wpływ obciążenia wstępnego w trakcie podnoszenia temperatury na wytrzymałość w wysokich temperaturach, zmiany odkształceń w funkcji temperatury i inne wielkości charakterystyczne pracy betonu. Wyniki badań wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie oraz modułu sprężystości w funkcji temperatury, uzyskane przez różnych badaczy oraz zależności do praktycznego stosowania zalecane przez CEB, przedstawiono na Rys.5.7 i Rys.5.8. Silne obniżenie temperatury powoduje skurcz zarówno betonu, jak i lodu, jednakże skutek tego, że współczynnik skurczu termicznego lodu jest



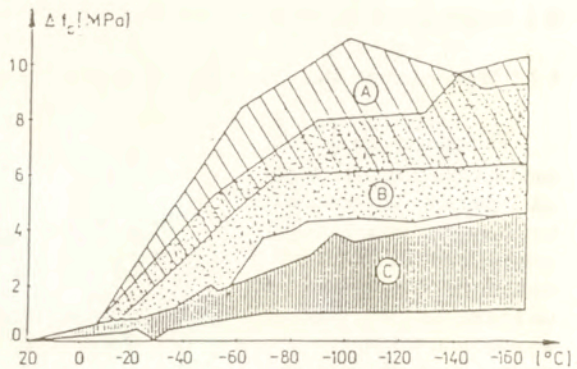
Rys.5.7: Zależność wytrzymałości na rozciąganie i ściskanie betonów od temperatury [17].



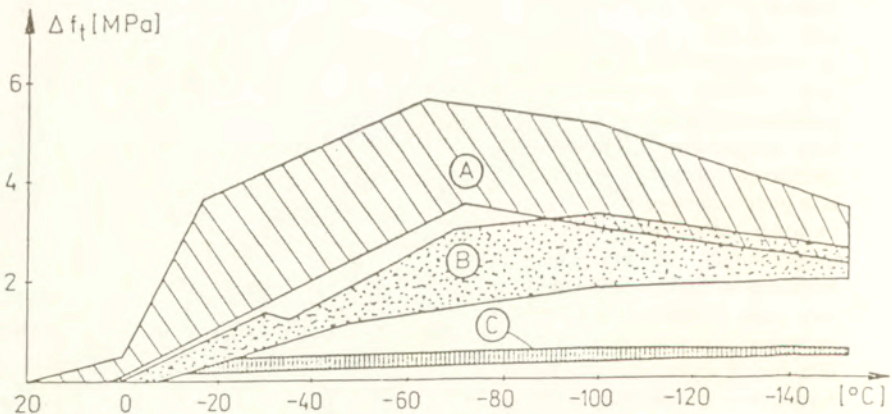
Rys.5.8: Zależność modułu sprężystości betonów od temperatury [17].

pięciokrotnie większy niż betonu, wewnętrzna siatka lodowa powoduje niejako trójosiowe sprężenie betonu [18]. W rezultacie następuje polepszenie wszystkich właściwości betonu w niskiej temperaturze. Na Rys.5.9 i 5.10 przedstawiono wyniki badań wytrzymałości na ściskanie i rozciąganie betonu w niskiej temperaturze w funkcji zawartości wody.

Na Rys.5.11 przedstawiono zachowanie się modułu sprężystości w przypadku spadku temperatury oraz wzrastającego wieku betonu (Berwanger, Sarkar [19]). W miarę spadku temperatury następuje wzrost modułu sprężystości. Moduł sprężystości wzrasta także wraz z wiekiem betonu. Jest to spowodowane mniejszą ilością wody (większym wysuszeniem struktury betonu) oraz bardziej zaawansowanym procesem hydratacji cementu w betonie starszym. Wzrost wytrzymałości na rozciąganie w niskich temperaturach był obserwowany także przez Elicesa i



Rys.5.9: Przyrost wytrzymałości na ściskanie betonu wraz ze spadkiem temperatury, A-beton nasiąknięty wodą, B-beton o normalnej wilgotności, C-beton wysuszony w temperaturze 120°C przez 24h.

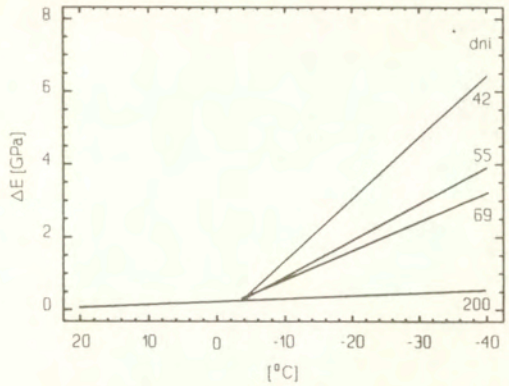


Rys.5.10: Przyrost wytrzymałości na rozciąganie betonu wraz ze spadkiem temperatury, A-beton nasiąknięty wodą, B-beton o normalnej wilgotności, C-beton wysuszony w temperaturze 120°C przez 14h.

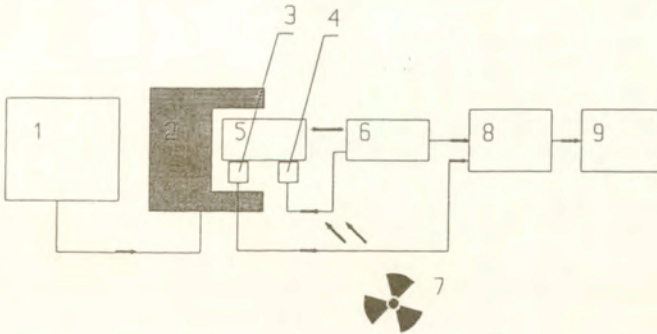
Planasa [20], którzy stwierdzili, że był on silnie zależny od stosunku wodno-cementowego. Przyrost wytrzymałości na rozciąganie był tym większy, im większy był stosunek wodno-cementowy. Dotychczasowe badania betonów przy pomocy EA dotyczyły własności betonu podczas obróbki termicznej w parze niskoprężnej dla przyspieszenia dojrzewania elementów betonowych [21]. W IPPT wykonano pomiary emisji akustycznej w próbkach betonu, poddanych naprężeniom termicznym. Układ pomiarowy przedstawiono na Rys.5.12. Zbadano cztery grupy, po 10 próbek betonu o zróżnicowanym stosunku wagowym spoiwa (cement portlandzki "35") do kruszywa (piasek kwarcowy o grubości ziaren 0-2mm) wynoszącym odpowiednio:

cement/kruszywo = 0.45, 0.33, 0.23, 0.20.

Próbki podgrzewano w czasie dwóch godzin do temperatury 100°C, a następnie chłodzono do temperatury pokojowej 24°C, w czasie dwudziestu minut. Podczas



Rys.5.11: Wpływ niskiej temperatury i wieku betonu na moduł sprężystości podłużnej.

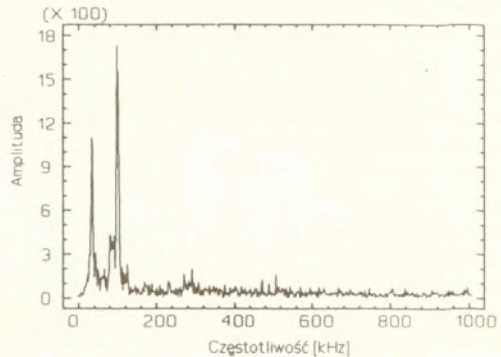


Rys.5.12: Schemat blokowy stanowiska pomiarowego do badań porowatości betonu metodą emisji akustycznej. 1-układ zasilania pieca i kontroli temperatury, 2-piec elektryczny, 3-czujnik temperatury, 4-przetwornik EA, 5-badana próbka, 6-przedwzmacniacz EA, 7-dmuchawa, 8-analizator, 9-komputer IBM PC.

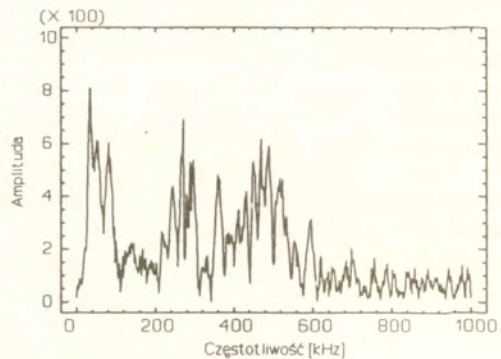
chłodzenia wykonywano pomiar następujących parametrów EA: tempa zdarzeń i tempa zliczeń, maksymalnej amplitudy sygnałów i wartości RMS w interwałach 0.1s oraz temperatury próbek. Wyznaczono sumę wymienionych parametrów EA w funkcji temperatury oraz widma częstotliwościowe zdarzeń EA.

Analiza spektralna zdarzeń EA w procesie chłodzenia badanych próbek cementu wskazuje na występowanie w zasadzie dwóch podstawowych typów widm, związanych z dwoma odmiennymi mechanizmami źródła EA. Widma o maksymalnych składowych leżących w zakresie 50-80kHz związane są prawdopodobnie z mechanizmami na granicach ziaren piasku: zamykanie się istniejących pęknięć lub/i propagacja nowych pęknięć (Rys.5.13.a). Widma leżące z zakresie 200-500kHz wskazują na występowanie mechanizmów związanych z zamykaniem się lub/i otwieraniem nowych pęknięć w spoiwie (Rys.5.13.b).

Sygnały EA o małych częstotliwościach charakteryzowały się w ogólności, znacznie większymi amplitudami w stosunku do dużo liczniejszej grupy sygnałów o wysokiej częstotliwości. Też o występowaniu dwóch wymienionych źródeł EA potwierdzają przebiegi sumy zdarzeń w funkcji gradientu temperatury próbki (Rys.5.14) jak również przebiegi maksymalnej amplitudy w funkcji czasu chłodzenia (Rys.5.15), dla różnych relacji c/k . Wyniki te wskazują bowiem, że ze wzrostem zawartości piasku w stosunku do cementu (mniejsze c/k) zmniejszała się całkowita suma zdarzeń EA z jednoczesnym wzrostem liczby zdarzeń o dużych amplitudach, a więc związanych z mechanizmem na granicach ziaren piasku.

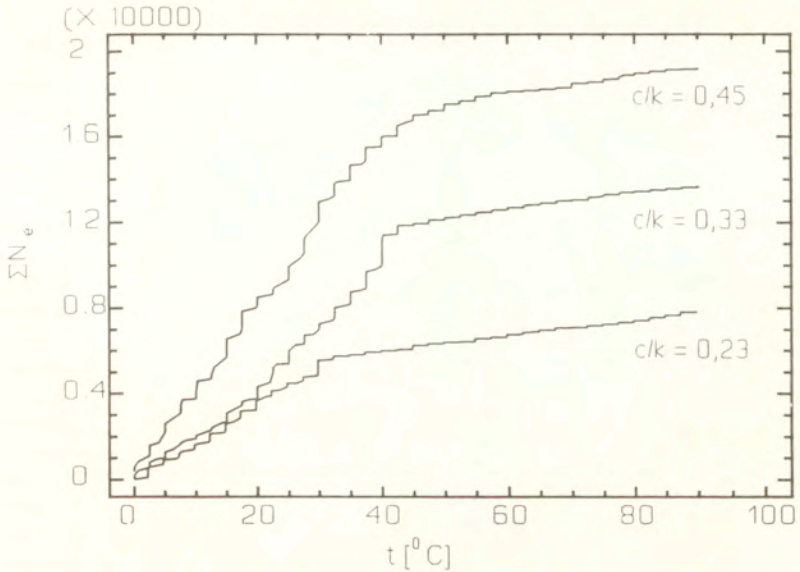


a)



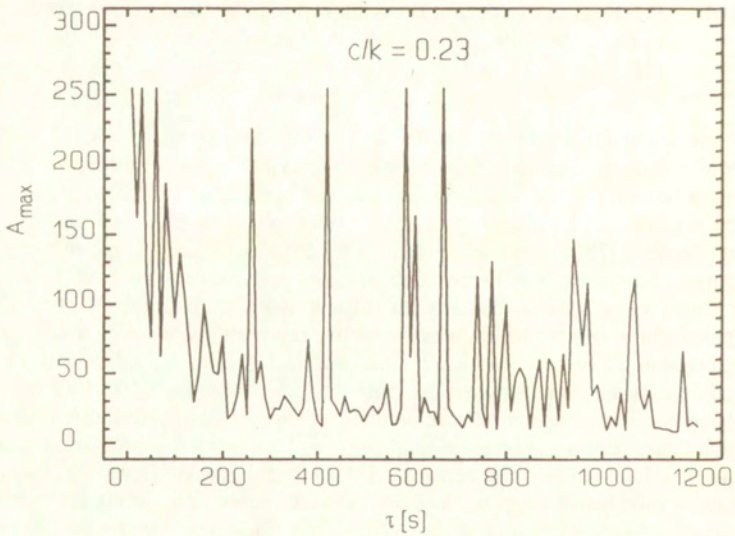
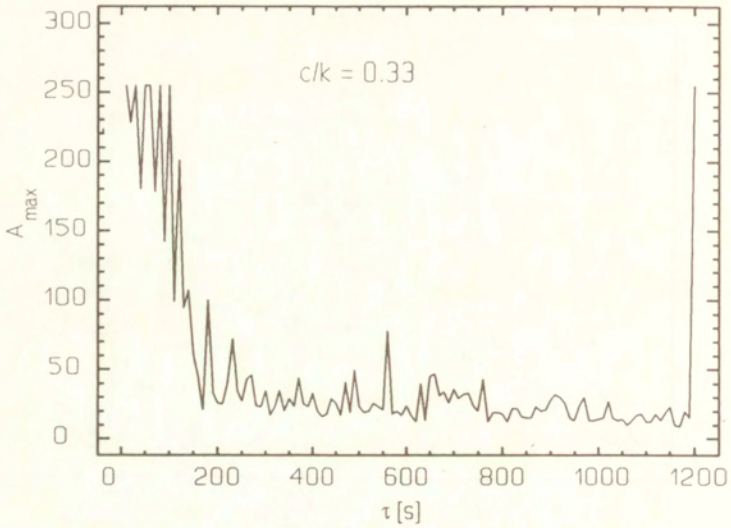
b)

Rys.5.13: Widmo sygnałów EA: a) o niskiej częstotliwości, b) o wysokiej częstotliwości [22].



Rys.5.14: Przebiegi sumy zdarzeń EA w funkcji różnicy temperatury środka próbki i powierzchni dla próbek o różnym stosunku cementu o kruszywa (c/k) [22].

W pierwszej fazie procesu chłodzenia próbek obserwowano na ogół przewagę sygnałów o dużych częstotliwościach. Można przyjąć zatem hipotezę, że w czasie chłodzenia betonu, początkowo przeważały procesy związane z mechanizmami zachodzącymi w cemencie, a następnie przeważały mechanizmy na granicach ziaren piasku. Według Terriena [23], który badał widma EA betonów poddanych naprężeniom mechanicznym, powstawanie mikropełnięć związane jest początkowo z odklejaniem się ziaren kruszywa od spoiwa, dopiero dla stosunkowo dużych naprężeń propagują się mikropełnięcia w cemencie. Zaobserwował on trzy podstawowe typy widm zdarzeń EA i udowodnił, że widmo o niskich częstotliwościach (30-50kHz) odpowiadało procesowi odklejania się ziaren piasku od cementu, częstotliwości (100-300kHz) odpowiadały inicjacji i propagacji pęknięć w spoiwie. Powstawanie pęknięć w betonach w wysokich temperaturach przypisuje się procesowi koncentracji naprężeń na granicach ziarn piasku lub/i różnej rozszerzalności termicznej piasku (kwarcu) i cementu. Uzyskane wyniki badań mogą być wykorzystane do oceny zachowania się materiałów o matrycach cementowych w urządzeniach o wysokiej temperaturze pracy, jak również do oceny poprawności komponowania składu materiałów o matrycach cementowych przewidzianych do pracy w wysokich temperaturach.



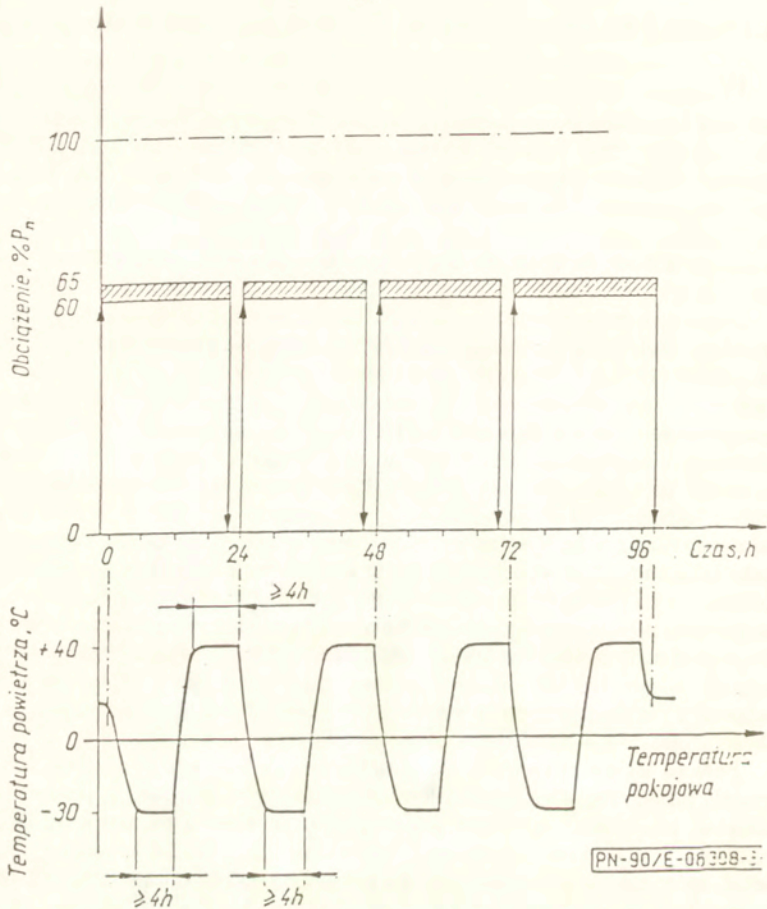
Rys.5.15: Przebiegi maksymalnej amplitudy EA w funkcji czasu chłodzenia dla próbek betonów o różnym stosunku (c/k) [22].

5.2.2 Pomiar EA w termomechanicznych próbach izolatorów wysokonapięciowych

Wszystkie typy wiszących elektroenergetycznych izolatorów długopniowych podlegają badaniom termomechanicznym określonym przez normę PN-90/E-06308 "Elektroenergetyczne izolatory wysokonapięciowe. Izolatory liniowe. Ogólne wymagania i badania" oraz przez normę międzynarodową IEC Publ. 383. Celem tych badań jest sprawdzenie zachowania się naprężonych mechanicznie izolatorów w czasie zmian temperatury. Zmiany temperatury w czasie badania są odzwierciedleniem zmian temperatur dobowych, w przestrzeni gdzie przebiegają elektroenergetyczne napowietrzne linie wysokiego napięcia.

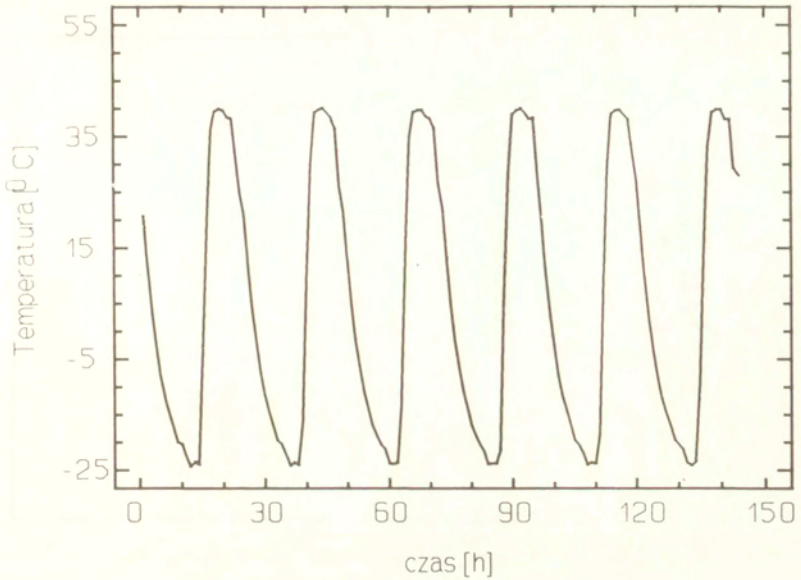
Badania termomechaniczne polegają na umieszczeniu badanego izolatora w specjalnej, izolowanej termicznie komorze, w której panuje zmienna temperatura w zakresie od -28°C do $+40^{\circ}\text{C}$. W czasie przebywania w komorze każdy z izolatorów poddawany jest mechanicznej sile rozciągającej o wartości 63% znamionowej wytrzymałości izolatora. Każdy badany izolator poddawany jest siedmiokrotnie cyklowi chłodzenia i nagrzewania. Przebiegi zmian wartości temperatury i mechanicznego obciążenia probierczego pokazane są na Rys.5.16. Po zakończeniu siódmego cyklu każdy z badanych izolatorów poddawany jest oględzinom, a następnie próbie wytrzymałości na rozciąganie. Opisane badania termomechaniczne są badaniami niszczącymi, i jako takie mogą być wykonywane na próbie wybranej z populacji izolatorów. Na podstawie wyników badań przeprowadzonych na próbie można wyciągnąć wnioski o jakości całej populacji izolatorów. Badania termomechaniczne są stosowane jako próba nowych rodzajów izolatorów, lub jako badania wyrывkowe, wykonywane periodycznie podczas całego procesu produkcji izolatorów. Mogą też być wykonywane na izolatorach eksploatowanych, zdjętych z linii, celem zebrania informacji o aktualnej jakości izolatorów w określonym czasie eksploatacji.

Badania termomechaniczne nie ujawniają wielu informacji o izolatorach, które przeszły próbę. Tak więc badania termomechaniczne w ich obecnej postaci nie dają dokładnej odpowiedzi na pytanie o rzeczywistej odporności badanych izolatorów na warunki w jakich są one użytkowane. Wydaje się więc, że celowe jest poszukiwanie metod, które mogłyby uzupełnić badania termomechaniczne i dostarczyć dodatkowych informacji o odporności na rozwój mikropekań w czasie. Długotrwałe próby wytrzymałości mechanicznej lub termomechanicznej mogą dać informację o obniżeniu wytrzymałości w wyniku przeprowadzonej próby przy jednoczesnym pomiarze EA, pozwala na ciągłą obserwację procesów pękania zachodzących w strukturze w czasie próby. Uzyskane wyniki parametrów EA i ich przebieg w czasie mogą służyć do oceny zachodzącego procesu degradacji wytrzymałości i odporności na długotrwałe obciążenia mechaniczne i termomechaniczne a więc prognozy czasu do zniszczenia obiektu. Badania przeprowadzono na dwu zbiorach izolatorów: grupie izolatorów nowych - pobranych z magazynu i grupie izolatorów po kilkuletniej eksploatacji. Izolatory zdjęte z linii stanowiły zbiór liniowych izolatorów długopniowych, wyprodukowanych przez różnych producentów, natomiast izolatory nowe stanowiły grupę pochodzącą od jednego producenta. Pomiar emisji akustycznej wykonywano tylko w czasie przebywania naprężonego izolatora w komorze chłodniczej, przy zmiennej temperaturze.

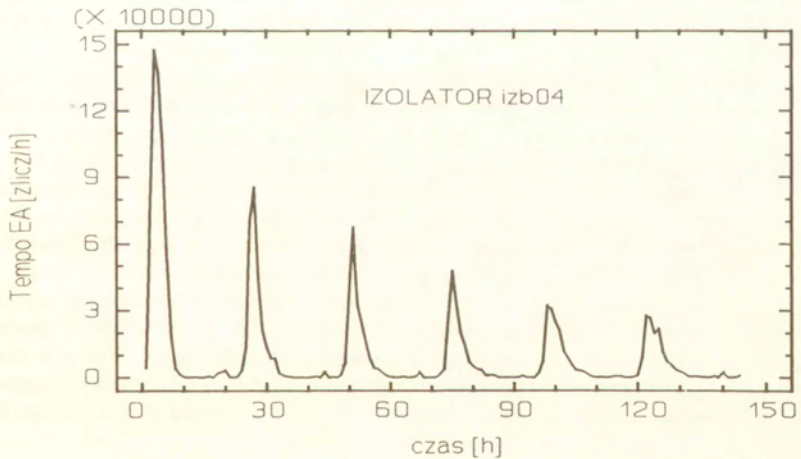


Rys.5.16: Przebieg temperatury i obciążenia w czasie próby odporności na zmiany temperatury przy obciążeniu.

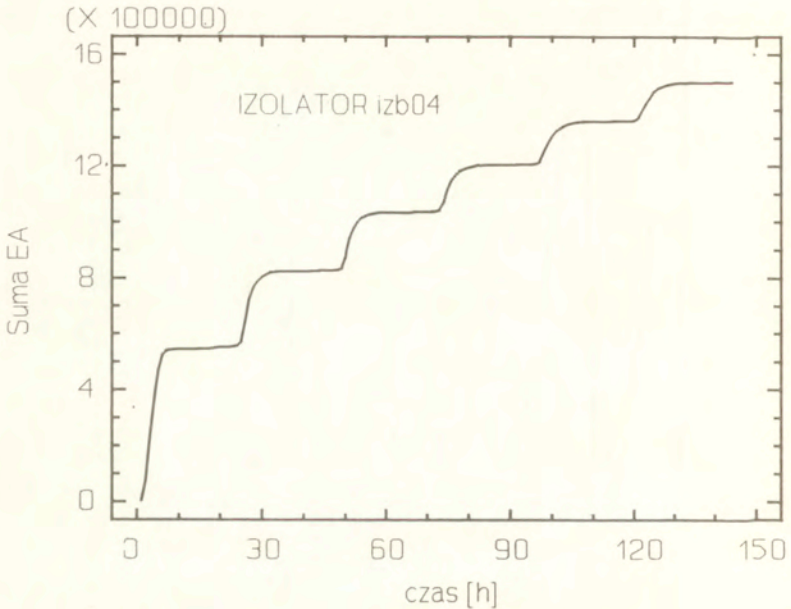
Pomiary wykonywano przy użyciu głowicy akustycznej o średnicy $\Phi 10\text{mm}$ i częstotliwości rezonansowej 200kHz . Sygnały odbierane przez głowicę przesyłane były do przedwzmacniacza, a następnie do analizatora typu DEMA EA-100, produkcji krajowej. Analizator współpracował z komputerem XT, który rejestrował wyniki. Rejestrowano tempo zliczeń EA pobierając je w interwałach 10-sekundowych i następnie przeliczając na jednostki [zliczenia/godz]. Rejestrację prowadzono w ciągu całego cyklu badania termomechanicznego izolatora. Podstawowe charakterystyki jakie uzyskano w omawianych próbach termomechanicznych przedstawiono na Rys.5.17-20. Analizując przykładowe wyniki badań EA widoczne jest, że tempo zliczeń EA i suma



Rys.5.17: Przebieg zarejestrowanych zmian temperatury w prowadzonych badaniach termomechanicznych.



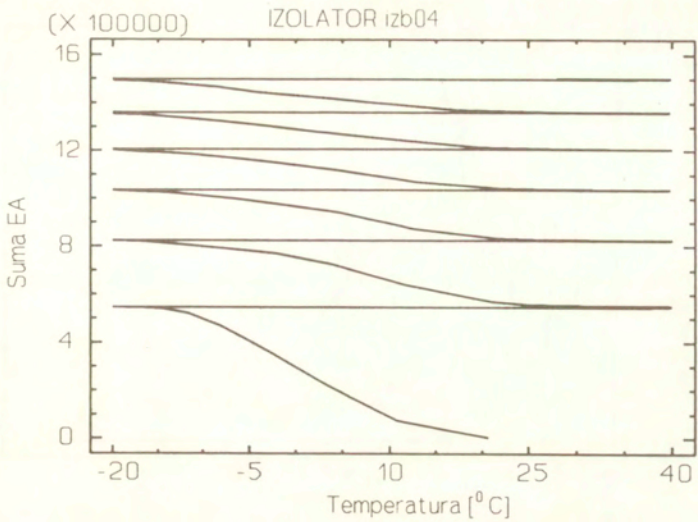
Rys.5.18: Przebieg tempa EA w siedmiodobowym cyklu pomiarowym w funkcji czasu.



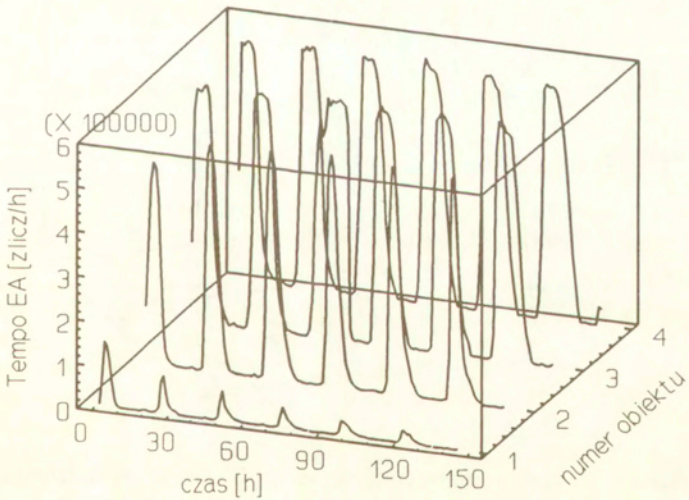
Rys.5.19: Przebieg sumy zliczeń EA w czasie.

wyraźnie wzrasta w czasie obniżania temperatury. Jest to oczywiste, gdyż spadek temperatury przy stałym obciążeniu zewnętrznym powoduje wzrost naprężenia rozciągającego. Zależność powyższa występuje wyraźnie na Rys.5.19. Natomiast przyrost temperatury od -30°C do $+40^{\circ}\text{C}$ nie powoduje przyrostu sumy EA.

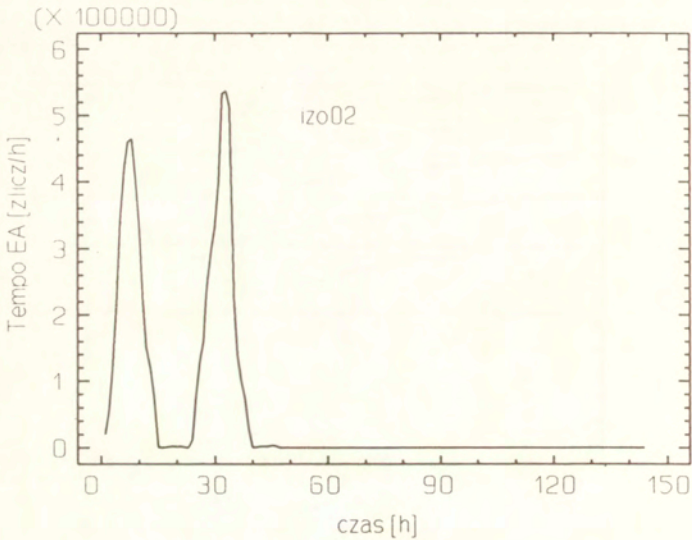
Analizując wyniki uzyskane na serii izolatorów nieeksploatowanych można stwierdzić, że zmiany tempa zliczeń EA jak i przyrosty sumy EA są prawie jednakowe. Natomiast można zauważyć jedynie nieznaczne zawężanie się pików tempa EA w kolejnych cyklach dobowych. w grupie zdarzają się przypadki izolatorów, w których wartość szczytowa tempa EA zmniejsza się wyraźnie w kolejnych cyklach temperaturowych (Rys.5.21, obiekt nr.1). Dla porównania zachowania się przebiegów EA w izolatorach poddanych analogicznym próbom termomechanicznym poddano badaniom izolatory po ok. 10 letniej eksploatacji. Na Rys.5.22 podano przebieg tempa EA izolatora, który uległ uszkodzeniu w próbie po 2 dobach. Widoczny jest wyraźny wzrost tempa EA w czasie. Pozostałe eksploatowane izolatory wykazywały znacznie niższe tempo EA jak izolatory nowe przy czym tempo to wykazywało spadek w czasie Rys.5.23. Porównanie obu grup izolatorów to jest nowych i eksploatowanych pozwala na wyciągnięcie wniosku, iż izolatory nowe wykazują niezmiennie w czasie tempo EA. Wynik ten jest zgodny z badaniami Evansa [24].



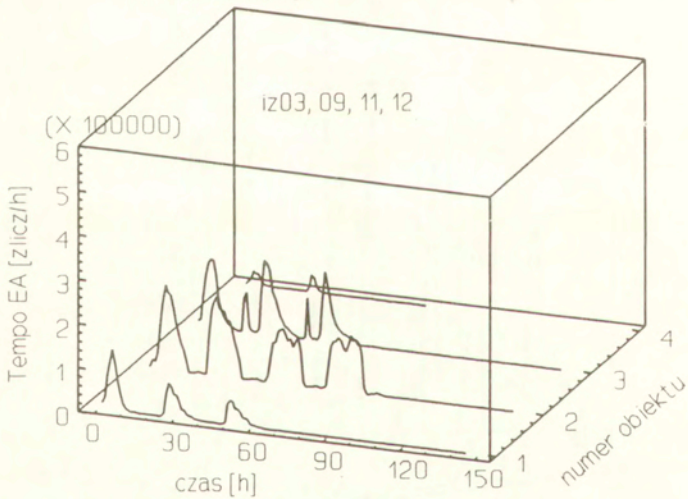
Rys.5.20: Suma zliczeń EA w funkcji temperatury.



Rys.5.21: Przebiegi w czasie tempo EA dla czterech izolatorów.



Rys.5.22: Przebieg tempa EA do momentu zniszczenia w czasie próby termomechanicznej.



Rys.5.23: Zarejestrowane przebiegi tempa EA dla grupy izolatorów po około 10-letnim okresie eksploatacji na linii wysokiego napięcia.

Literatura do rozdziału 5

- [1] Librant Z., Ranachowski J., Rejmund F., Prace IPPT, 5(1993).
- [2] Symposium on thermal fracture, J. Amer. Ceram. Soc., 1955, 38, 1-54.
- [3] Buessem W. R., "Thermal Shock" w High temperature technology, pod red. J. E. Campell, wyd. J. Wiley, 1957, 460-476.
- [4] Hasselman D. P. H., J. Amer. Ceram. Soc., 1969, 52, 600.
- [5] Idem, Amer. Ceram. Soc. Bull., 1970, 48, 1033.
- [6] Idem, "Thermal stress crack stability and propagation in severe thermal environments", w Material Science Research, vol. 5 - Ceramics in severe environments, pod red. wyd. Plenum Press, 1971, str. 89-103.
- [7] Tomaszewski H., Inżynieria Materiałowa, 1987, 8, 25.
- [8] Clarke F. I. P., et. al., Proc. Brit. Ceram. Soc., 6, 163-172(1966).
- [9] Pampuch R., Materiały ceramiczne, roz. 4, PWN Warszawa (1988).
- [10] Sato N., Kurauchi T., J. Mat. Sci. Letters, 11, p.362-364 (1992).
- [11] Ranachowski J., Rejmund F., Librant Z., Prace IPPT, 28(1992).
- [12] Cppola J. A., Brandt R. C., "Thermal Shock Damage in SiC", J. Amer. Ceram. Soc., 56, 4, 214-218(1973).
- [13] Ounezar N., Rouby D., Fleischman P., Fantozzi G., "Acoustic Emission Study of the Resistance to Thermal Shock and Thermal Fatigue od Ceramic Materials", Sci. Ceram., 12, 563-68(1983).
- [14] Schillales H., Storch W., Scholze H., "Determination of the Spalling Resistance of Sintered Alumina via Acoustic Emission Analysis", Ber. Dtsch. Keram. Ges., 58, 1, 25-30(1981).
- [15] Konzstowicz K, J. Am. Ceram. Soc., 73, 3, s.502-508(1990).
- [16] Prokopski G., "Analiza związku struktury z odpornością betonów na pękanie", Seria Monografie, nr. 14, Politechnika Częstochowska, 1990.
- [17] Contribution à la 22^o Session Plénierè du CEB, Munich-Avril 1982, "Design of Concrete Structures for Fire Resistance", Bulletin d'Information nr. 145, Comité Euro-International du Béton, Janvier 1982, ss.3.1-3.20.
- [18] Tognon G., "Behaviour of mortars and concretes in the temperature range from +20°C to -196°C", Proc. of 5th Int. Symp. on the Chemistry of Cement, 1969, part II.
- [19] Berwanger C., Sarkar A. F., "Effect of temperature and age on thermal expansion and modulus of elasticity of concrete", ACI Journal, 1973, SP 39,1.
- [20] Elices M., Planas J., "Measurements of tensile strength of concrete at very low temperatures", ACI Journal, 1982, ss.195-200.
- [21] Hoła J., Ranachowski Z., Prace IPPT, 37(1992).
- [22] Malecki J., Ranachowski J., Rejmund F., Rzeszotarska J., "Acoustic Emission Generated by Thermo-mechanical Processes", Acoustica, w druku(1993).
- [23] Terrien M., "Emission acoustique et comportement mécanique post-critique d'un béton sollicité au traction", Bull. liacson Labo. P. et Ch.-105 janv.-fevr.1980.
- [24] Evans A. G., Lizner M., Russel L. R., Mat. Sci. Eng., 15, 253(1974).

6 Przewodność elektryczna i EA w procesie zniszczenia ceramiki

6.1 Przewodność elektryczna ceramiki

Analogicznie jak w metalach, przewodność materiałów ceramicznych podlega prawu Ohma i określa związek pomiędzy natężeniem pola elektrycznego E i gęstością prądu j płynącego przez kryształ:

$$j = \gamma E . \quad (6.1)$$

Przewodność jest niezależną od prądu i napięcia, natomiast zmienia się w zależności od temperatury, rodzaju kryształu i jego budowy strukturalnej. Przewodność materiałów ceramicznych różni się od przewodności metali następującymi cechami: jest znacznie mniejsza, posiada dodatnią zależność temperaturową. Różnice te wynikają z faktu, że przewodność w metalach wywołana jest ruchem swobodnych elektronów, natomiast w ceramice wynika z przemieszczenia jonów jako głównych nośników ładunków. Mechanizm przewodnictwa elektrycznego zależy od szeregu czynników i jest różny dla spieków tlenkowych, szkieł i kryształów o budowie jonowej lub walencyjnej. Skomplikowana struktura materiałów ceramicznych powoduje, że posiadają one przewodność stanowiącą na ogół wypadkową kilku różnych mechanizmów. Początkowo badania przewodności elektrycznej prowadzono głównie dla szkieł i dlatego przez długie lata uważano, że przewodność jest wynikiem istnienia domieszkowych, łatwo ruchliwych jonów. W badaniach kryształów stwierdzono, że nie tylko zanieczyszczenia wpływają na przewodność elektryczną, ale że jedną z zasadniczych przyczyn są wady punktowe sieci krystalicznej, domieszki oraz zakłócenie równowagi stechiometrycznej. Wykryto również wpływ dyslokacji na podwyższenie przewodności elektrycznej. Niezależnie od rodzaju ładunków, gęstość prądu w tworzywie ceramicznym przy stałym napięciu można wyrazić jako

$$j = Nzev , \quad (6.2)$$

gdzie: N - koncentracja nośników ładunku,
 e - ładunek elektronu,
 z - wartościowość nośnika ładunku,
 v - prędkość w kierunku pola.

Zgodnie z prawem Ohma $\gamma = j/E$, a po podstawieniu (6.2) otrzymujemy:

$$\gamma = \frac{Nzev}{E} . \quad (6.3)$$

Wielkość $\mu = v/E$ jest ruchliwością nośników, tzn. prędkością nośników ładunku w jednostkowym polu. Równanie (6.3) jest podstawowym równaniem, opisującym przewodność elektryczną i można je stosować w rozważaniach dotyczących rozmaitych mechanizmów przewodzenia. Określa ono zależność przewodności właściwej tworzywa od ilości nośników w jednostce objętości materiału, ich ładunku i ruchliwości.

W przypadku, gdy w mechanizmie przewodzenia biorą udział różne nośniki ładunku, przewodność całkowita jest sumą przewodności składowych:

$$\gamma = \sum_{i=1}^k N_i z_i e \mu_i . \quad (6.4)$$

Dla przewodnictwa jonowego istnieje związek pomiędzy przewodnictwem γ_i danego nośnika a jego współczynnikiem dyfuzji D_i . Jest to zależność Nernsta-Einsteina:

$$\gamma_i = C \frac{N_i z_i^2 e^2 D_i}{kT} , \quad (6.5)$$

ważna dla metody wyznaczania wartości współczynników dyfuzji z pomiarów elektrycznych (C - stała zależna od mechanizmu przewodzenia). Zmiany natężenia pola elektrycznego w ośrodku podczas procesu zniszczenia tworzyw kruchych o górotworu wynikają z procesów polaryzacji. Polaryzacja polega na ułożeniu ładunków i dipoli w kierunku przyłożonego pola elektrycznego. Zjawisko polaryzacji określone jest przez wektor polaryzacji \vec{P} , związane jest z natężeniem pola elektrycznego wzorem:

$$\vec{P} = (\epsilon - \epsilon_0) \vec{E} = \vec{D} - \epsilon_0 \vec{E} , \quad (6.6)$$

gdzie: \vec{D} - gęstość strumienia pola elektrycznego (indukcja elektryczna),
 ϵ - względna przenikalność dielektryczna,
 ϵ_0 - przenikalność dielektryczna próżni.

Wartość wektora polaryzacji \vec{P} odpowiada gęstości powierzchniowej ładunków związanych na elektrodach przez spolaryzowany dielektryk i jest równa momentowi dipoli elektrycznych na jednostkę objętości dielektryka. Przewodnictwo elektryczne jest niezależne od prądu i napięcia, a zmienia się w funkcji temperatury, rodzaju kryształów i budowy strukturalnej ośrodka [1].

Podczas polaryzacji dielektryka zachodzi zmiana w czasie względnego położenia ładunków elektrycznych bez ich wymiany, bądź też z wymianą jedynie na jednej elektrodzie. Po przyłożeniu pola elektrycznego w kierunku osi X powstaje orientacja ładunków (dipoli) z określonym opóźnieniem w czasie. Odcinek czasu, w którym układ przechodzi ze stanu nierównowagowego w równowagowy, nazywany jest czasem relaksacji, a matematycznie proces opisuje się wzorem, podającym zależność prądu od czasu:

$$i_x = i_0 e^{-\frac{t}{\tau}} , \quad (6.7)$$

gdzie: τ - czas relaksacji,
 t - czas (przyłożenie pola $t=0$),
 i_0 - prąd początkowy, odpowiadający relaksacyjnej polaryzacji.

Wielkość działającego w dielektryku pola bezpośrednio zależy od krystalicznych właściwości substancji, polaryzowalności i polaryzacyjnego działania jonów. W ten sposób indukowane wokół dipolu (wtrącenia) elektryczne momenty, mogą dawać pole

skierowane albo zgodnie z polem zewnętrznym lub też przeciwko niemu. W obu przypadkach działające pole będzie większe od średniego: rozpatrywana cząstka nie może działać sama na siebie; z ogólnego działającego pola powinno być odjęte pole danej cząstki. Cząstka przenoszona z jednego położenia w inne wytwarza moment dipolowy m równy iloczynowi ładunku przez ramię dipolu $q\delta$ i równowagowa polaryzacja jest równa:

$$\alpha = \frac{q^2 \delta^2}{kT} \quad (6.8)$$

Polaryzowalność jest związana z przenikalnością dielektryczną zależnością Klauziusa-Mosotti [2]:

$$\epsilon = \frac{1 + \frac{2n\alpha}{3\epsilon_0}}{1 - \frac{n\alpha}{3\epsilon_0}} \quad (6.9)$$

Przeorientowanie dipoli elektrycznych typu "domieszka kationowa-wakancja kationowa" powoduje relaksację o częstotliwości pola elektrycznego około $2kHz$, której czas $\tau=1/\nu_p$ zależy od poziomu średnich naprężeń w kryształach [3]. Pola sprężyste takich dipoli i ich agregatów efektywnie hamują ruch dyslokacji. Zmiana struktury dyslokacyjnej i naprężeń sprężystych w polu relaksacji zmienia rezonansową częstotliwość dipolu ν_p , która zależy od deformacji β , zgodnie z zależnością:

$$\nu_p = e^{A\beta} \quad (6.10)$$

gdzie: $A = \text{const}$.

W pracy [3] wykazano, że przy znacznym przyroście deformacji możliwe jest przesunięcie częstotliwości rezonansowej wskutek zmiany struktury dyslokacyjnej. Przy małych deformacjach podstawową przyczyną zmiany polaryzowalności próbki mogą być jedynie zmiany dipoli w jednostce objętości przy stałym czasie relaksacji, przy czym główny wkład dają dipole swobodne. W związku z tym zmiany prądu polaryzacyjnego i_p można rozpatrywać jako zmianę ilości swobodnych dipoli "domieszka-wakancja". Wzrost prądu polaryzacyjnego podczas obciążenia może być związany z tym, że część związanych dipoli może być w sposób nieaktywny rozerwana, a to prowadzi do zwiększenia ilości swobodnych dipoli. Zmniejszanie prądu może być związane z zatrzymywaniem się dyslokacyjnych odcinków na dipolach. Przewodnictwo elektryczne odróżnia się tym od polaryzacji, że względne położenie ładunków elektrycznych w dielektryku jest niezmiennie w czasie, choć przemieszczają się one niezmiennie i ich ilość może ulegać zmianom, a na elektrodach zachodzi wymiana. Nośnikami prądu w ceramice mogą być elektrony, jony lub dziury, zarówno oddzielnie (jako poszczególne nośniki prądu), jak i w kombinacji ze sobą. Zakłada się przy tym, że koncentracja i ruchliwość nośników nie zależy od pola elektrycznego, a szybkość i przemieszczanie się $v=uE$ (tzn. jest proporcjonalna do natężenia pola). Przy badaniu przewodnictwa elektrycznego ceramiki obserwuje się

spadek prądu w czasie, również wtedy, gdy przyłożone napięcie i temperatura pozostają stałe. Jest to związane z przebiegiem powolnych procesów polaryzacji. Intensywność takiego spadku określa się stałą czasową $\tau = 0.884 \times 10^{-13} \rho_v \epsilon$, gdzie: ρ_v - właściwa oporność objętościowa materiału, ϵ - jego przenikalność dielektryczna. Sumaryczny prąd przepływający przez próbkę będzie określony wielkością prądu skośnego (określonym rzeczywistą opornością izolacji próbki) i sumą prądów polaryzacyjnych:

$$I = \frac{U}{R_{iz}} + \sum I_p \quad (6.11)$$

Zmiana ilości nośników w objętości materiału prowadzi do zmiany jego przewodnictwa elektrycznego, przy czym przy jednakowych ładunkach nośników i wielkości natężenia pola elektrycznego zmiana koncentracji elektronów daje efekt o $10^9 \div 10^{12}$ razy silniejszy, niż taka sama zmiana koncentracji jonów wskutek rzeczywistej różnicy ich ruchliwości. Przyłożenie mechanicznego obciążenia powoduje zmianę oporności próbki i pojawia się jej czasowa zależność, inna niż opisana równaniem (6.11). Zmiany te badano przy stałej wartości pola elektrycznego rzędu 20 V/mm , a więc w zakresie, dla którego oporność nie zależy od pola elektrycznego. Działanie obciążenia mechanicznego powoduje w materiale zmiany mikrostrukturalne, głównie poprzez powstawanie mikropełnięć, a wskutek tego wpływa również na procesy elektroizyczne [4].

Rozpatrując procesy powstawania pełnięć różnorodnie pełnięcia można najogólniej sprowadzić do dwu postaci:

- pełnięcia idealnie sprężyste (energetyczne),
- pełnięcia dyslokacyjne.

Pierwszy typ pełnięć powstaje dzięki mechanizmowi (energetycznemu) rozdzielania warstw kryształu. Międzyatomowe wiązania pękają jak gdyby bezpośrednio pod działaniem zewnętrznych sił mechanicznych. Płaszczyzna atomowa oddziela się od sąsiedniej, a w miejsce zerwania wiązań uwalnia się określona ilość elektronów (proporcjonalna do ilości zerwanych wiązań). Szczególną cechą takich pełnięć jest płynne zginanie płaszczyzn i łączenie się ich w wierzchołku na odległość międzyatomową. Mechanizm powstawania pełnięć drugiego rodzaju jest następujący: połączenie dwu płaszczyzn nadmiarowych prowadzi do powstania pod skrajnymi atomami pustki, która stanowi zarodek mikropełnięcia. Jako najbardziej prawdopodobne wyróżnia się następujące mechanizmy dyslokacyjnego zarodkowania pełnięć:

- mechanizm łączenia dyslokacji,
- mechanizm zahamowania ścinania,
- mechanizm powstania płaszczyzny poślizgu,
- mechanizm zarodkowania pełnięć na przecięciu płaszczyzny poślizgu,
- powstawanie mikropełnięć na brzegu subgranic,
- mechnaizm Cottrela,
- powstawanie mikropełnięć na powierzchni podziałów.

Działanie obciążenia mechanicznego prowadzi do dwu głównych efektów:

- Iniekcji nośników ładunku z obszrów ich nagromadzenia (ruchliwe dyslokacje, defekty Schottky'ego, itd) w objętości materiału, powoduje to zwiększenie

przewodnictwa. Nośniki ładunku dyfundują w kierunku elektrod, gdzie zachodzi ich rekombinacja, dlatego na proces iniekcyjnego zwiększania przewodnictwa nakłada się proces relaksacyjny, powodujący jego obniżenie.

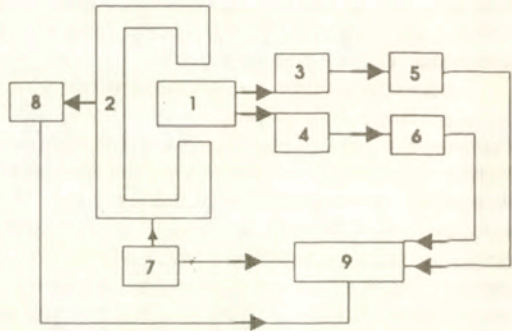
- Zmianę polaryzacji próbki powodowaną przegrupowaniem nośników na granicach ziaren (polaryzacja migracyjna). Jednocześnie dyfuzja ładunków i ich rekombinacja na elektrodach obniża przewodnictwo próbki (zwiększa oporność). Im więcej znajduje się w próbce słabo związanych nośników, tym większa jest intensywność przebiegu omawianych procesów i tym większy czas relaksacji mechanicznego oddziaływania.

Pojawienie się pęknięć w próbce powoduje skokową zmianę oporności, przy czym oporność zmniejsza się wskutek impulsowej iniekcji nośników, spowodowanej zerwaniem wiązań sieci krystalicznej i zwiększenia oporności przy powstawaniu równoległych do przyłożonego pola pęknięć. Interwał czasu, w którym zachodzi ta skokowa zmiana oporności jest bardzo mały i nie przewyższa $300\mu s$. Pęknięcia zaporowe (prostopadłe do przyłożonego pola) nie dają skokowej zmiany oporności.

6.2 Pomiary EA i przewodności przy zginaniu

Badania eksperymentalne

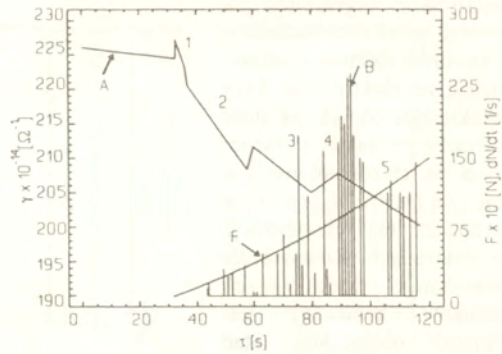
EA i przewodności w trakcie 3-punktowego zginania przeprowadzono na stanowisku wg. Rys.6.1. Próbki badane miały kształt prostokątnych beleczek o wymiarach $5 \times 5 \times 30$ mm. Oporność próbki mierzono terraomierzem z opornością wejściową $10^{12}\Omega$. Sygnały emisji akustycznej były rejestrowane przez Analizator Emisji Akustycznej EA-3 na częstotliwości 200 kHz. Otrzymane sygnały były zapisywane z częstością 10 pomiarów na sekundę [5]. Przedstawiona na Rys.6.2 krzywa przewodnictwa elektrycznego (krzywa 1) została otrzymana w następujący sposób. Próbkę włączano pod napięcie, przy którym wytrzymywano ją przez okres czasu konieczny



Rys.6.1: Schemat stanowiska do jednoczesnego pomiaru EA i przewodności w próbkach wytrzymałościowych. 1-badana próbka, 2-maszyna wytrzymałościowa, 3-przetwornik EA, 4-sonda do pomiaru oporności próbki, 5-analizator EA, 6-miernik wysokich impedancji, 7-układ sterowania obciążeniem próbki, 8-układ pomiaru obciążenia próbki, 9-układ transmisji danych do komputera IBM [6].

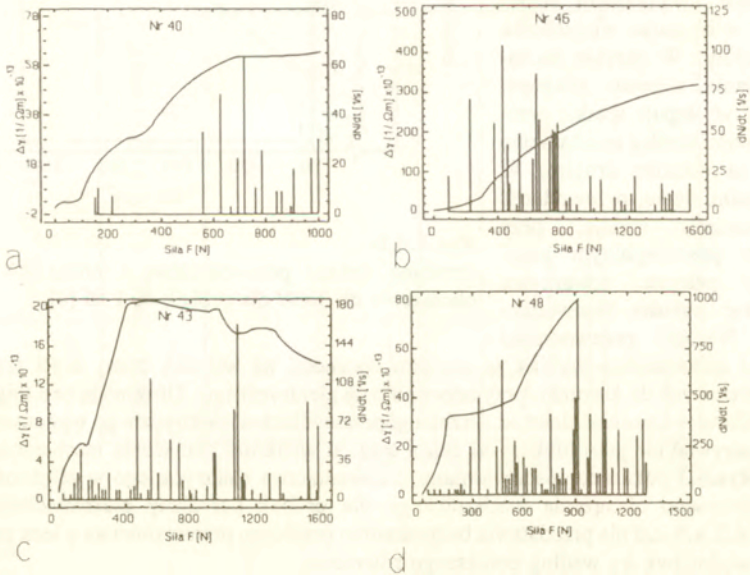
do zakończenia procesów absorpcyjnych. Czas ten wynosił 5-45min. Początek pomiaru prowadzono bez mechanicznego obciążenia przez 30-60 sekund dla rejestracji

wyjściowego stanu próbki. Działanie obciążenia mechanicznego powoduje zmianę wielkości przewodnictwa elektrycznego i pojawienie się sygnałów emisji akustycznej. Badane próbki wykazywały różną wytrzymałość, co miało wyraźny wpływ na charakter przebiegu mierzonych wielkości. Krzywa przewodności wykazuje szereg charakterystycznych odcinków, związanych z różnymi mechanizmami przewodnictwa. Spadek przewodności na odcinku 1 i 2 (Rys.6.2) powodowany może być zatrzymywaniem ładunków na granicach ziarn



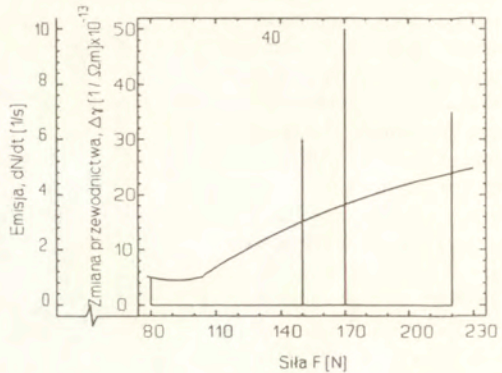
Rys.6.2:

Przebieg uśrednionej przewodności elektrycznej γ (krzywa A) tempa zliczeń EA (dN/dt krzywa B) i siły obciążającej F w próbce 3-punktowego zginania próbki z porcelany elektrotechnicznej w funkcji czasu τ [4].

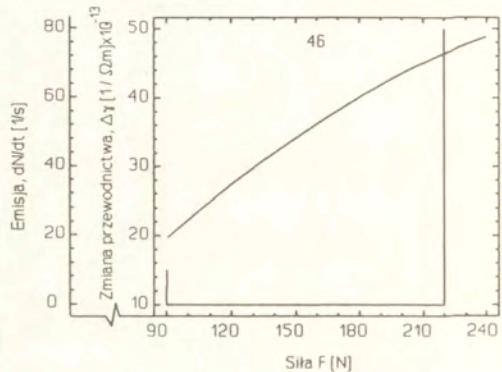


Rys.6.3: Zmiany przewodnictwa elektrycznego i przebieg tempa EA w zależności od przyłożonego obciążenia próbki obciążanej do zniszczenia [4]

(polaryzacja migracyjna) jak również przez ruch ładunków w kierunku elektrod i rekombinację na elektrodach. Przy zwiększaniu obciążenia ilość nośników wzrasta i rozpoczyna się ich rekombinacja w objętości materiału, procesy te są dłuższe niż rekombinacja na elektrodach. Również dla uwalniania dodatkowych nośników konieczny jest przyrost obciążenia. Stąd odcinek 2 na krzywej przewodnictwa jest dłuższy od odcinka 1. Począwszy od 3 odcinka występują procesy związane z pojawieniem się pęknięć, uwidocznionych rejestracją tempa EA. W przebiegu przewodności obserwuje się skokowe wzrosty powodowane uwalnianiem nośników w obszarze wierzchołka szczeliny. W okresie zachamowania wzrostu mikropęknięć występuje spadek przewodności według mechanizmu jak na odcinku drugim. W ostatnim etapie, przewodność nieznacznie maleje, przy czym poszczególnym procesom pęknięcia, towarzyszą lokalne wzrosty przewodności. Wartość przewodności przed zniszczeniem wynika ze wzrostu oporności na skutek dużej ilości szczelin poprzecznych do kierunku przyłożonego pola elektrycznego. Utrudniają one migrację nośników w kierunku elektrod. Przebiegi przewodnictwa elektrycznego wygodniej jest rozpatrywać nie jako funkcje od czasu lecz od wielkości obciążenia mechanicznego. Na Rys.6.3 pokazane zostały zmiany przewodnictwa elektrycznego w zależności od przyłożonego obciążenia mechanicznego dla próbek porcelany elektrotechnicznej. Rys.6.3.a,b,c,d nie przedstawia bezpośrednio przebiegu przewodnictwa γ lecz zmianę przewodnictwa $\Delta\gamma$ według poniższego równania:

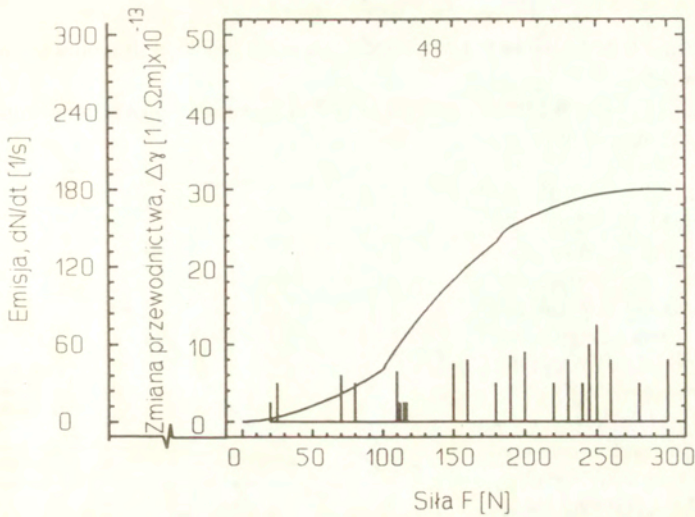


Rys.6.4.a

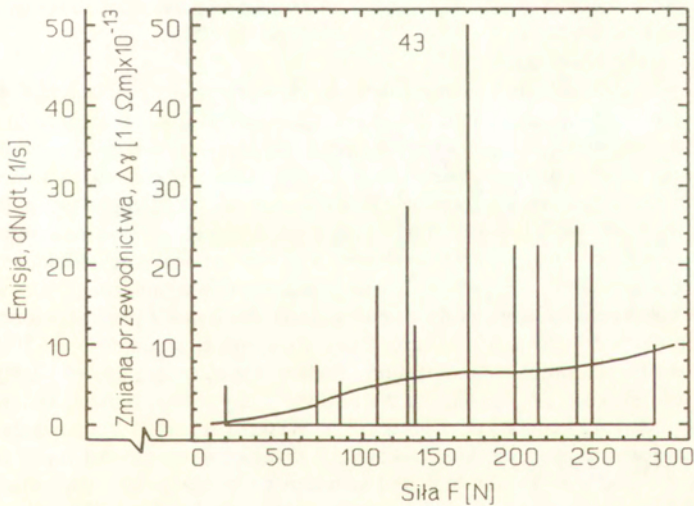


Rys.6.4.b

Przebieg zmiany przewodnictwa i tempa EA przy obciążeniu do 300N dla próbek 40 i 46 [4].



a)



b)

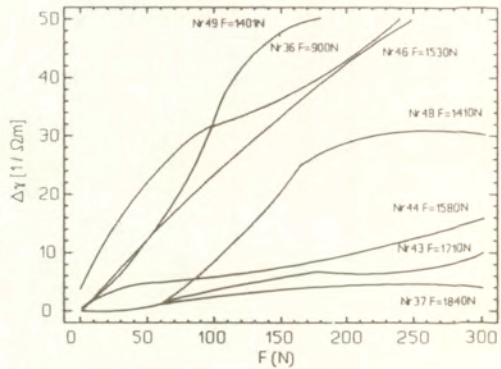
Rys.6.5: Przebieg zmiany przewodnictwa i tempa EA przy obciążeniu do 300N dla próbek 43 i 48 [4].

$$\Delta \gamma_i = \gamma_{i(\text{ekstr})} - \gamma_{i(\text{mierz})}, \quad (6.12)$$

gdzie: $\gamma_{i(\text{ekstr})}$ - początkowa przewodność elektryczna próbki ekstrapolowana na cały proces,

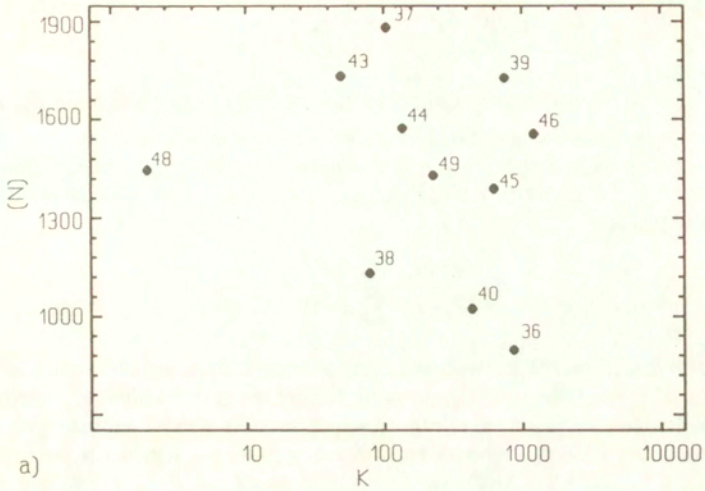
$\gamma_{i(\text{mierz})}$ - przewodność elektryczna próbki zmierzona w określonej chwili.

Próbki przedstawione na Rys.6.3 różnią się wielkością siły niszczącej od 1030N dla próbki nr. 40 do 1710N dla próbki nr. 43. Zmiana przewodnictwa $\Delta\gamma$ wykazuje większe różnice w granicach od 20 do 300. Tempo EA wykazuje również rozrzut dla różnych próbek od 60[1/s] do około 1200 [1/s]. Przebieg $\Delta\gamma$ wykazuje charakter rosnący. Próbka nr. 43 o wysokiej wytrzymałości powyżej obciążenia siłą około 500N wykazuje przebieg malejący. Poszukiwanie zależności między wytrzymałością mechaniczną i zmianą przewodnictwa $\Delta\gamma$ i w zakresie małych obciążeń

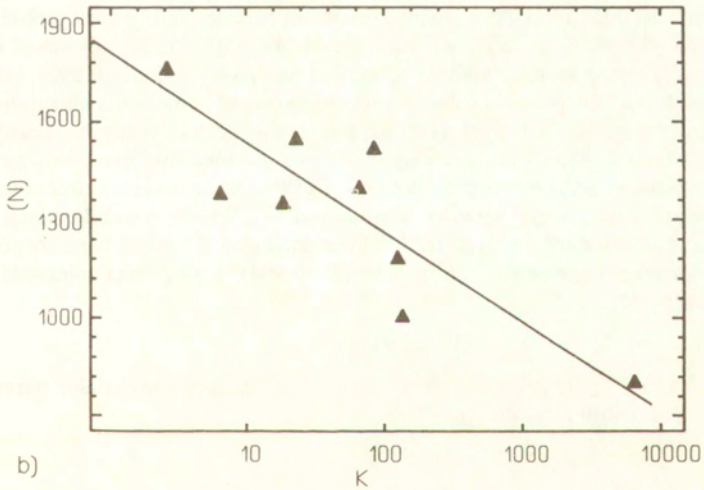


Rys.6.6: Zmiany przewodnictwa elektrycznego próbek porcelany elektrotechnicznej w zależności od przyłożonego obciążenia w zakresie do 300N.

może stanowić podstawę do badań nieniszczących wytrzymałości. Na Rys.6.4 i 6.5 przedstawiono przebiegi $\Delta\gamma$ i tempa EA na początkowym odcinku obciążania do 300N. Z rysunków tych widać, że pierwsze przegięcie na krzywej zmiany przewodnictwa zachodzi przy bardzo małym obciążeniu 30N. Przy takich obciążeniach kończy się pierwszy z rozpatrywanych procesów (Rys.6.2 odcinek 1). Drugie przegięcie na krzywej zmiany przewodnictwa, zachodzi przy wartościach obciążenia mechanicznego 120-200N. Po tym przegięciu nie występuje znaczna zmiana przewodnictwa elektrycznego do momentu, aż pod wpływem obciążenia mechanicznego nie zaczną powstawać nowe pęknięcia, generujące nowe nośniki. Na Rys.6.6 przedstawiono przebiegi zmian przewodnictwa $\Delta\gamma$ w funkcji siły obciążającej w zakresie do 300N dla wszystkich zbadanych próbek. Jako parametr podano siłę niszczącą próbek. Z Rys.6.6 widoczne jest ułożenie się przebiegów $\Delta\gamma$ w dwie grupy, grupę o dużej zmianie $\Delta\gamma$ (próbki: 49, 36, 46) i małej (próbki 44, 43, 37). Większa zmiana $\Delta\gamma$ odpowiada próbkom o niższej wytrzymałości. Analiza korelacji przegięć na zależności $\Delta\gamma$ w funkcji obciążenia do 300N wykazała brak jednoznacznego związku siły odpowiadającej przegięciu z siłą niszczącą. Podjęto również próbę uzależnienia EA od zmiany przewodnictwa przez wprowadzenie współczynnika K w postaci:



a)



b)

Rys.6.7: Zależność siły krytycznej (niszczącej próbkę), w N , od współczynnika stanów naprzężonych materiału K : **a**-w zakresie obciążeń od 0 do pierwszego przegięcia na krzywej przewodnictwa, **b**-w zakresie między pierwszym a drugim przegięciem na krzywej przewodnictwa [4].

$$K = \frac{\gamma_2 - \gamma_1}{(F_2 - F_1) \left(\sum_i n + 1 \right)}, \quad (6.13)$$

gdzie: γ_2, γ_1 - wartości przewodnictwa elektrycznego przy obciążeniu F_1, F_2 ,

$\sum n$ - suma emisji akustycznej w rozpatrywanym przedziale.

Jeżeli uwzględnić, że przyrost przewodnictwa elektrycznego zależy liniowo od przyłożonego obciążenia ($\gamma = a + bF$, gdzie: a, b - stałe), to równanie (6.13) można zapisać w postaci:

$$K = \frac{a + bF_2 - a - bF_1}{(F_2 - F_1) \left(\sum_i n + 1 \right)} = \frac{b}{\sum_i n + 1}. \quad (6.14)$$

Współczynnik K można nazwać akustyczno-elektrycznym współczynnikiem stanów naprężonych materiału, którego sensem fizycznym jest ruchliwość pojedynczego defektu. Badano statystyczną zależność współczynnika stanów naprężonych K i siły krytycznej, przy której zachodzi zniszczenie próbki. Na Rys.6.7.a pokazano taką zależność dla przypadku, kiedy współczynnik K został określony w zakresie obciążeń od 0 do pierwszego przegięcia na krzywej przewodnictwa, a na Rys.6.7.b w zakresie pomiędzy pierwszym i drugim przegięciem na krzywej przewodnictwa. Z Rys.6.7.a widoczna jest duża korelacja pomiędzy badanymi parametrami, jednak próbki podzieliły się na trzy grupy: (48, 38, 40, 36); (43, 44, 49, 45); (35, 37, 46) i choć w granicach każdej grupy współczynnik korelacji jest bardzo wysoki ($R=0.993$), obecność tych trzech grup nie pozwala jednocześnie prognozować zniszczenia materiału. Jest to związane z tym, że dla małych obciążeń intensywność elektrycznych i akustycznych procesów jest bardzo mała i zmiana badanych parametrów jest porównywalna z progiem czułości przyrządów pomiarowych. Dla większych obciążeń zmiana temp_{EA} jest znaczna i błąd współczynnika K zmniejsza się. Współczynnik korelacji między współczynnikiem stanów naprężonych K i wartością obciążenia mechanicznego F , przy którym próbka ulega zniszczeniu wynosi ($R=0.994$), a wzajemna zależność wyraża się wzorem:

$$F = AK^{-m}, \quad (6.15)$$

gdzie: A, m - parametry związane z rodzajem badanego materiału, parametrami mikrostruktury, itp.

Literatura do rozdziału 6

- [1] "Elektroceramika, własności i badania", redakcja J. Ranachowski, tom 1, s.174, PWN, Warszawa-Poznań (1981).
- [2] Wert Ch. A., Thomson R. M., Physics of Solids, McGraw-Hill, USA (1970).
- [3] Zujev L. B., Rybanec W. A., Carew O. K., "Plasticzeskaja deformacja i dielektriczeskije potieri w kristalach LiF i NaCl", Fizika twiordowo tiela, t.19, v.5, 1241-1244, 1977.
- [4] Petrowsky W., Raabe J., "Podstawy fizyczne oceny stanów naprężonych w materiałach ceramicznych", praca niepublikowana Politechnika Warszawska, Wydział Chemii (1992).
- [5] Ranachowski J., Rejmund F., Petrowsky W., Raabe J., Acoustic Letters, 16, 2, s.167-169 (1993).
- [6] Ranachowski J., Rejmund F., Librant Z., Prace IPPT 28 (1992).
- [7] Ranachowski J., Malecki I., Rzeszotarska J., Rejmund F., *The Comparative Study of the Appearance of Acoustic Emission (AE) Signals*, Proc. Ultrasonics International '93, w druku.

Spis rzeczy

Streszczenie	3
1 Wstęp	4
2 Wytrzymałość mechaniczna ceramiki	6
3 Metody pomiaru parametrów pękania	18
Literatura do rozdziałów 1 - 3	33
4 Emisja akustyczna w badaniach wytrzymałości	34
4.1 Zjawisko emisji akustycznej (EA)	34
4.2 Emisja akustyczna w procesie kruchego pękania	35
4.3 Pomiar parametrów trwałości z wykorzystaniem EA	42
4.4 Nieniszcząca metoda oceny wytrzymałości z wykorzystaniem EA	50
Literatura do rozdziału 4	61
5 Emisja akustyczna w ceramice i betonie przy naprężeniach cieplnych	63
5.1 Szoki cieplne	63
5.2 Naprężenia termomechaniczne	73
5.2.1 Wpływ temperatury na odporność betonu na pęknięcie	73
5.2.2 Pomiar EA w termomechanicznych próbach izolatorów wysokonapięciowych	79
Literatura do rozdziału 5	85
6 Przewodność elektryczna i EA w procesie zniszczenia ceramiki	86
6.1 Przewodność elektryczna ceramiki	86
6.2 Pomiary EA i przewodności przy zginaniu	90
Literatura do rozdziału 6	97
Spis rzeczy	98