

2.22 — akustyczne metody badania
materiałów i układów mecha-
nicznych

L. Radziszewski, J. Ranachowski

BADANIE PARAMETRÓW PROPAGACJI
FAŁ ULTRADŹWIĘKOWYCH
I MODUŁÓW SPRĘŻYSTOŚCI
W SPIEKANYCH PROSZKACH MIEDZI

34/1986

P. 269



WARSZAWA 1986

Praca wpłynęła do Redakcji dnia 21 sierpnia 1986 r.



56888



Na prawach rękopisu

Instytut Podstawowych Problemów Techniki PAN
Nakład 160 egz. Ark.wyd.2,97 Ark.druk.4,25
Oddano do drukarni we wrześniu 1986 r.
Nr zamówienia 511/86.

Warszawska Drukarnia Naukowa, Warszawa,
ul. Śniadeckich 8

Leszek Radziszewski
Jerzy Ranachowski
Zakład Akustyki Fizycznej
IPPT PAN Warszawa

BADANIE PARAMETRÓW PROPAGACJI FAL ULTRADŹWIĘKOWYCH
I MODUŁÓW SPRĘŻYSTOŚCI W SPIEKANYCH PROSZKACH MIEDZI

Streszczenie

Praca dotyczy propagacji fal ultradźwiękowych w spiekanej miedzi. Spiekana miedź stanowi przykład niejednorodnego ośrodka z inkluzjami w postaci porów gazowych. Porowatość ośrodka zawiera się w przedziale 0,5% do 9%, a średnia wielkość porów zawierała się w granicach 1-5 μ m. Praca zawiera przegląd różnych metod pomiarów akustycznych prędkości propagacji fali i jej tłumienia. Metodą opóźnienia impulsu dokonano pomiarów prędkości propagacji fali w funkcji zawartości porów a metodą impulsów odbitych zależności tłumienia fali od porowatości. Pomiarów wykonano w zakresie częstotliwości od 2 do 35 MHz. Otrzymane zależności eksperymentalne porównano z przebiegami teoretycznymi wynikającymi z modeli statycznego i dynamicznego propagacji fali w ośrodku uziarnionym. Wyznaczone z pomiarów prędkości moduły sprężystości porównano z wartościami otrzymanymi z modelu Mackenziego i Rossiego. Uzyskane zależności prędkości i tłumienia fal ultradźwiękowych od porowatości stwarzają możliwość uzyskania prostej, nieniszczącej metody pomiaru zawartości fazy gazowej w ośrodku stałym. Wykazano, iż zmiany porowatości w zakresie 0,94% mogą być wykryte metodą ultradźwiękową co jest bardzo trudne przy pomocy innych metod np. mikroskopowej, penetracyjnej czy rentgenowskiej. Zależność prędkości podłużnych fal ultradźwiękowych od porowatości ma charakter liniowy w zakresie od 1,5% do 10%, a nieliniowy w zakresie małych porowatości do 1,5%. Podobny charakter ma zależność modułu Younga od porowatości. Odchylenie to dla małych porowatości wyjaśniono wpływem mikroszczelin istniejących zawsze w spiekach.

W s t ę p

Jak wynika z szeregu prac [20, 21 6, 7, 10] porowatość ma podstawowy wpływ na własności sprężyste i wytrzymałość mechaniczną. Stąd waga zagadnienia zarówno dla celów badawczych jak i eksploatacyjnych. Poza zbadaniem charakteru zależności prędkości rozchodzenia podłużnej fali ultradźwiękowej od porowatości w spiekach proszków metalicznych uzyskano dokładną i nieniszczącą metodę pomiarów porowatości tych tworzyw. Zagadnienie pomiarów porowatości akustycznymi metodami impulsowymi dla ceramiki zostało rozwiązane w pracach [6,20]. Natomiast metody akustyczne do pomiarów porowatości i modułów sprężystości spieków metalicznych nie zostały dotychczas opracowane. Stąd autorzy uważali za celowe uzupełnienie tej luki. Metody impulsowe zastosowano do pomiarów ze względu na dużą dokładność pozwalającą na ocenę zmian porowatości o wielkości setnych części procenta. Rozdział 1 poświęcony jest analizie propagacji fal akustycznych w ośrodkach niejednorodnych. Prędkość fali akustycznej w ośrodku zawierającym pory wypełnione gazem określono metodą statyczną i dynamiczną. Stwierdzono, że tłumienie fali akustycznej następuje poprzez rozpraszanie i dodatkowe straty cieplne. W rozdziale 2 rozpatrzono różne metody pomiarów prędkości propagacji i tłumienia fal ultradźwiękowych wybierając do pomiarów prędkości rozchodzenia fal metodę opóźnienia impulsu oraz metodę impulsów odbitych przy jednostronnym przyłożeniu głowicy nadawczo-odbiorczej do pomiaru tłumienia. Przeprowadzono również analizę błędów związanych z tymi metodami pomiarowymi. W rozdziale 3 opisano sposób wykonania próbek z proszków miedzi metodą wielokrotnego prasowania i spiekania. W rozdziale 4 przedstawiono wyniki badań mikroskopowych, przeprowadzonych na tych próbkach. W rozdziale 5 i 6 przedstawiono wyniki badań i przeprowadzono ich analizę statystyczną oraz podano wnioski.

1. PROPAGACJA FAL AKUSTYCZNYCH W OŚRODKACH NIEJEDNORODNYCH

1.1. Prędkość fali akustycznej w ośrodkach niejednorodnych.

Badania nad propagacją fal akustycznych w ośrodkach niejednorodnych rozpoczęto dla ośrodków stałych zawierających inkluzje powietrzne. W pierwszym przybliżeniu, materiał może być traktowany jako nośny ośrodek sprężysty jednofazowy, zawierający pory kuliste wypełnione gazem. Podstawy teoretyczne badania ośrodków uziarnionych zostały zapoczątkowane przez I. Maleckiego [11]. Założył on, że ośrodek jest dwufazowy: w ośrodku nośnym jednorodnym są rozłożone sferyczne inkluzje z jednorodnego, izotropowego materiału. Punktem wyjścia tej pracy jest przemieszczeniowe równanie ruchu ośrodka z członami zawierającymi siły masowe i siły hamowania proporcjonalne do pochodnej względem czasu przemieszczeń cząstek ośrodka, w którym propaguje się fala akustyczna. Siły masowe są matematycznym wyrazem występowania inkluzji rozpraszających energię fali padającej i zamieniających ją na ciepło. Człon posiadający charakter siły hamowania reprezentuje stratność ośrodka, zależną od jego właściwości i pola przemieszczeń. Z rozważań zawartych w pracy I. Maleckiego wynika, że własności akustyczne ośrodka uziarnionego można scharakteryzować zespoloną liczbą falową, prędkością rozchodzenia się fali i tłumieniem, tak jak gdyby ośrodek ten był jednorodny. Wynika stąd możliwość zastępowania ośrodka uziarnionego przez zastępczy ośrodek "niby - jednorodny" charakteryzujący się odpowiednimi parametrami akustycznymi. Możliwość zastąpienia ośrodka niejednorodnego przez ośrodek jednorodny dla konkretnego modelu była punktem wyjścia pracy J. Ranachowskiego [20]. W pracy tej zakłada się, że wielkości charakteryzujące pole odnoszą się do uśrednionego pola akustycznego, przy czym to pole akustyczne może mieć charakter dwóch modów falowych: modu dylatacyjnego i ścinającego jak w jednorodnym, nieograniczonym, liniowo-sprężystym ciele stałym. Zakłada się również, że liczby falowe tych modów falowych wyrażają się poprzez częstość, gęstość i moduły sprężystości ośrodka zastępczego w taki sam sposób

jak analogiczne liczby falowe w ośrodku jednorodnym. Ośrodek porowaty zastąpiono ośrodkiem ciągłym o równoważnych modułach sprężystości. Jest to statyczna metoda badania propagacji fali w ośrodku niejednorodnym. Wyrażenie na prędkość ultradźwiękowej fali podłużnej płaskiej propagującej się w nieograniczonej półprzestrzeni nietłumiącego ośrodka ma postać:

$$c_L = \left\{ \frac{3K + 4G}{3\rho} \right\}^{\frac{1}{2}} \quad /1/$$

gdzie: K - moduł sprężystości objętościowej
 G - moduł odkształcenia postaciowego
 ρ - gęstość ośrodka

W pierwszym przybliżeniu moduły sprężystości K i G ośrodka porowatego J. Ranachowski, wyznacza stosując model Mackenziego [10] ośrodka porowatego. Podstawiając wartości tak wyznaczonych modułów K i G do wzoru /1/ otrzymuje się bezpośrednio wzór na prędkość fali podłużnej w ośrodku porowatym w funkcji porowatości i modułów sprężystości ośrodka nośnego

$$c_L = \left\{ \frac{2E}{3(1+\nu)\rho} \left[\frac{1+\nu}{2(1-2\nu)+P(1+\nu)(1+G\sigma_r^2)} + \frac{(1-GP)^{\frac{1}{2}}}{1-P} \right] \right\}^{\frac{1}{2}} \quad /2/$$

gdzie: E - moduł Younga
 ν - stała Poissona
 P - porowatość
 σ_r² - standardowe odchylenie objętościowe porów

Wyniki obliczeń, prędkości fali w funkcji porowatości, przeprowadzone zgodnie z zależnością /2/ wykazują dobrą zgodność z wynikami pomiarów eksperymentalnych przy założeniu, że długość fali jest co najmniej dziesięć razy większa od średnicy sferycznego poru. W przypadku gdy w materiale występują niesferyczne pory pojawia się pewna niezgodność powyższej teorii z zależnościami eksperymentalnymi. Zagadnienie propagacji fali w ośrodku porowatym z niesferycznymi porami zostało przedstawione w pracy [6]. Na podstawie równań Eshelby'ego

[3] oraz przybliżenia Maxwella wyprowadzono wyrażenia na moduły sprężystości K , G ośrodka zawierającego elipsoidalne pory. Podstawiając te wyrażenia na moduły K , G do równania /1/ otrzymano związek prędkości fali podłużnej z porowatością w ośrodkach ze sferoidalnymi porami

$$c_L = c_0 \left[\frac{1 + f_1 P}{(1 + f_1 P)(1 + f_2 P)} \right]^{\frac{1}{2}} \quad /3/$$

gdzie:

$$f_1 = \frac{1}{3} T_{kkll} - 1$$

$$f_2 = \frac{1}{15} (3 T_{klkl} - T_{kkll}) - 1$$

$$f_4 = \frac{1}{3(1-\nu)} [2(1-2\nu)f_1 + (1+\nu)f_2]$$

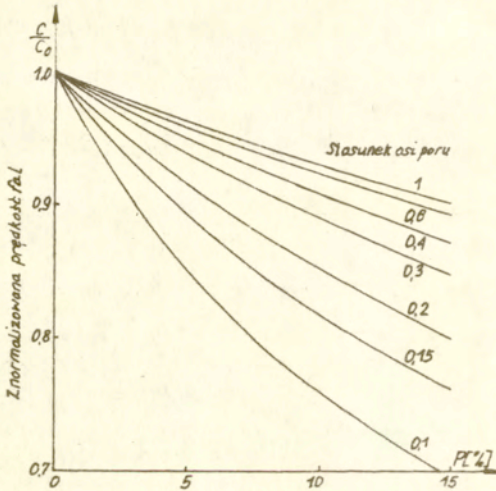
T_{kkll} , T_{klkl} - tensory czwartego rzędu zależne od własności sprężystych inkluzji i macierzy, stosunków osi inkluzji

c_0 - prędkość fali podłużnej w materiale macierzy /ośrodek nośny/

Równanie /3/ pozwala na obliczenie prędkości fali podłużnej w zależności od porowatości i kształtu porów.

Na rys. 1 przedstawiony jest wykres zależności /3/ dla różnych stosunków długości osi porów. W dotychczas omówionych modelach propagacji fali akustycznej w ośrodkach niejednorodnych, autorzy ich, na podstawie rozważań o charakterze statycznym starali się określić współzależność pomiędzy parametrami charakteryzującymi niejednorodność struktury ciała stałego i jego własności sprężyste a prędkością fazową fali akustycznej. J.Lewandowski w pracy [7] zależność pomiędzy parametrami charakteryzującymi niejednorodność struktury ciała stałego a prędkością fazową

fali akustycznej znajduje na podstawie rozważań o charakterze dynamicznym. Rozpatruje on proces rozchodzenia się fali ultradźwiękowej w niejednorodnym ciele stałym łącznie z procesem jej rozpraszania na niejednorodnościach.



Rys.1 Zależność znormalizowanej prędkości propagacji podłużnej fali ultradźwiękowej od porowatości przy różnym stosunku długości osi sferoidalnych porów [6]

Rozchodząca się w badanym ośrodku niejednorodnym fala płaska traktowana jest jako wypadkowa fali padającej i fal rozproszonych na niejednorodnościach. Zakłada się, że porowatość ośrodka jest mała $P \ll 1$ i odległości wzajemne pomiędzy każdymi dwoma sąsiednimi sferami rozpraszającymi są bardzo duże w porównaniu z długością fali. Zakłada się również rozproszenie pojedyncze tzn. fala padająca rozprasza się tylko na jednej z napotkanych na swej drodze niejednorodności. Fala padająca jest to harmoniczna fala płaska, podłużna rozchodząca się w kierunku dodatnim osi z , o jednostkowej amplitudzie przemieszczenia s_L określona równaniem

$$s_L = s_L e^{i\omega t}$$

/4/

gdzie:

$$s_z = -\nabla \Psi_L$$

$$\Psi_L = \varphi_0 e^{i k_1 z}, \quad \varphi_0 = \frac{i}{k_1}$$

Tak sformułowane modele ośrodka niejednorodnego i rozchodzącej się w nim płaskiej fali sprężystej pozwalają znaleźć związek pomiędzy liczbą falową k fali podłużnej w niejednorodnym ciele stałym a liczbami falowymi k_i oraz $K_i, i = 1, 2$ odpowiednio składowej podłużnej i poprzecznej rozpatrywanej fali w fazie dominującej objętościowo $/i = 1/$ w fazie rozproszonej $/i = 2/$.

$$\left(\frac{K}{k_1}\right)^2 = \left\{ 1 + \frac{2\pi}{k_1^2} \int_0^\infty N(R) \sum_{n=0}^\infty [(i)^n - (-i)^n] C_n(R, k_1, K_1, k_2, K_2) dR \right\} \times$$

$$\times \left\{ 1 - \frac{2\pi}{k_1^2} \int_0^\infty N(R) \sum_{n=0}^\infty [(i)^n + (-i)^n] C_n(R, k_1, K_1, k_2, K_2) dR \right\} \quad /5/$$

gdzie:

$N(R)$ - liczba sferycznych niejednorodności o promieniu R w jednostce objętości

$C_n(R, k_1, K_1, k_2, K_2)$ - współczynniki podłużnej fali rozproszonej

Jeżeli fazę rozproszoną stanowią sferyczne pustki oraz $k_1 R \ll 1$ i $K_1 R \ll 1$, to współczynniki podłużnej fali rozproszonej przyjmują postać

$$C_0 = \frac{1}{3} \left[1 - \frac{3}{4} \left(\frac{K_1}{k_1} \right)^2 \right] \frac{1}{k_1} (k_1 R)^3$$

$$C_1 = -i \frac{1}{3} \frac{1}{k_1} (k_1 R)^3$$

$$C_2 = -\frac{15}{9} \frac{1}{1 - \frac{9}{4} \left(\frac{K_1}{k_1} \right)^2} \cdot \frac{1}{k_1} (k_1 R)^3$$

$$C_n = (i)^n (4n^2 - 1) \left[\frac{2^n n!}{(2n)!} \right]^2 \frac{1}{k_1} (k_1 R)^{2n-1} \frac{1}{1 - \frac{2n^2-1}{2n(n-1)} \left(\frac{k_1}{k_2}\right)^2}, \quad n = 3, 4, \dots$$

Pomijając współczynniki C_n dla $n \geq 3$ wzór /5/ przyjmuje wtedy postać:

$$\left(\frac{C_1}{C}\right)^2 = \left[1 + \frac{4\pi i}{k_1^2} \int_0^\infty N(R) C_1(R, k_1, K_1) dR \right] \times$$

$$\times \left\{ 1 - \frac{4\pi}{k_1^2} \int_0^\infty [C_0(R, k_1, K_1) - C_2(R, k_1, K_1)] N(R) dR \right\} \quad /6/$$

stąd

$$\left(\frac{C}{C_1}\right)^2 = \frac{1}{(1+P) \{ 1 - [H(\nu)+1]P \}} \quad /7/$$

gdzie $H(\nu)$ - jest następującą funkcją

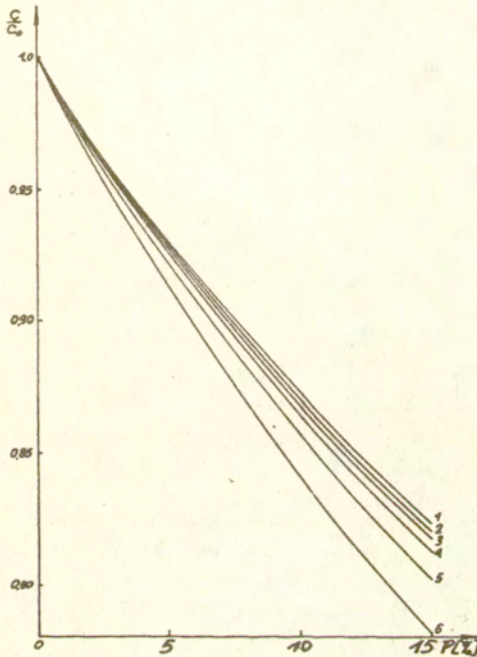
$$H(\nu) = \frac{5 - \frac{3}{2} \cdot \frac{1-\nu}{1-2\nu} \left[1 - \frac{9}{2} \cdot \frac{1-\nu}{1-2\nu} \right]}{1 - \frac{9}{2} \cdot \frac{1-\nu}{1-2\nu}} \quad /8/$$

ν - stała Poissona materiału fazy dominującej objętościowo

Warunkiem prawdziwości zależności /5/ jest spełnienie nierówności:

$$- \frac{1}{2} P H(\nu) \ll 1 \quad /9/$$

Na rys. 2 pokazane są wyniki obliczeń wykonanych na podstawie wzoru /7/.

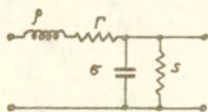


Rys. 2 Zależność prędkości znormalizowanej od porowatości dla różnych wartości stałej Poissona ν [7]
 ν : 1-0,05; 2-0,15; 3-0,20; 4-0,25; 5-0,30; 6-0,35.

1.2. Zależność prędkości propagacji fal ultradźwiękowych od tłumienia

W uproszczeniu, słusznym dla większości przypadków, uważa się, że prędkość propagacji płaskich fal ultradźwiękowych w ośrodku jednorodnym nieograniczonym zależy tylko od własności sprężystych i gęstości ośrodka, a nie zależy od jego tłumienia. Uproszczenie to nie zawsze wystarcza. Zależność parametrów propagacji fali drgań harmonicznycych od stałych materiałowych ośrodka można wyznaczyć na podstawie tzw.

elementarnego czwórnikowego modelu ośrodka.



Rys. 3 Elementarny czwórnikowy model materiałowych własności ośrodka ciągłego [24]

- ρ - gęstość,
- r - oporność właściwa tarcia wewnętrznego związanego z polem prędkości,
- σ - podatność właściwa /odwrotność modułu sprężystości/,
- s - przewodność właściwa tarcia wewnętrznego związanego z polem naprężeń.

Model taki odpowiada, dla jednej częstotliwości drgań sinusoidalnych, warstwie ośrodka o długości jednostkowej w kierunku propagacji fali. Symbole r i s są stałymi tarcia wewnętrznego. Straty energii przy rozchodzeniu się fali, związane z r i s można traktować formalnie jako istnienie urojonych części ρ' i σ' wielkości zespolonych $\hat{\rho}$ i $\hat{\sigma}$. Dla drgań sinusoidalnych o częstotliwości kołowej ω

$$\rho' = \frac{r}{\omega} \quad , \quad \sigma' = \frac{s}{\omega}$$

Liczba falowa k fali sinusoidalnej, rozchodzącej się wzdłuż linii czwórników elementarnych o impedancjach szeregowych Z i admitancjach równoległych G wyraża się wzorem

$$k = (Z \cdot G)^{\frac{1}{2}}$$

W przypadku fali o częstotliwości kołowej ω w ośrodku o stałych ρ , r , σ i s mamy

$$Z = j\omega\rho + r = j\omega(\rho - j\rho') \quad /10/$$

$$G = j\omega\sigma + s = j\omega(\sigma - j\sigma') \quad /11/$$

Wprowadzając pojęcie kąta stratności σ , którego tangens równy jest stosunkowi urojonej części stałej materiałowej do rzeczywistej części tej stałej

$$\operatorname{tg} \sigma_p = \frac{\rho'}{\rho} \quad , \quad \operatorname{tg} \sigma_\epsilon = \frac{\epsilon'}{\epsilon}$$

otrzymujemy [24]

$$k = \alpha + j\beta = j\omega \sqrt{\rho \epsilon (1 - j \operatorname{tg} \sigma_p)(1 - j \operatorname{tg} \sigma_\epsilon)} \quad /12/$$

Ze związku tego wynikają ogólne zależności stałych propagacji od stałych materiałowych.

Współczynnik tłumienia wyraża się wzorem

$$\alpha = \frac{2\pi}{\lambda} \operatorname{tg} \frac{\sigma_p + \sigma_\epsilon}{2} \quad /13/$$

a fazowa prędkość propagacji

$$c = \sqrt{\frac{1}{\rho \epsilon} \frac{\cos \sigma_p \cos \sigma_\epsilon}{\cos \frac{\sigma_p + \sigma_\epsilon}{2}}} \quad /14/$$

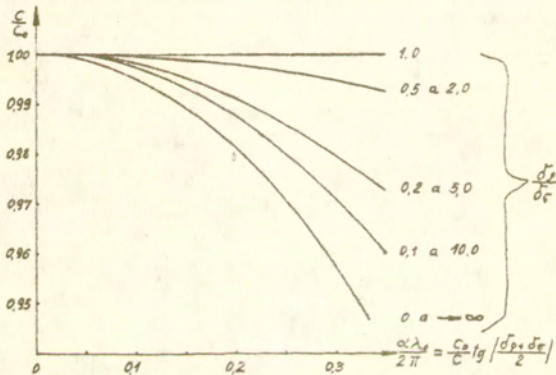
Jak widać z powyższych zależności współczynnik tłumienia α zależy tylko od sumy kątów stratności σ_p i σ_ϵ , natomiast prędkość propagacji zależy od stosunku kąta stratności σ_p do σ_ϵ . Na rys. 4 pokazano zależność $\frac{c}{c_0}$ /gdzie $c_0 \approx (\rho \epsilon)^{-\frac{1}{2}} = c_0$ / od sumy i stosunku kątów σ_p i σ_ϵ . Z rysunku widać, że dla przypadku $\sigma_p = \sigma_\epsilon$ tłumienie nie zmienia prędkości propagacji c , a dla stratności związanej tylko z jednym elementem /np. $\sigma = \sigma_\epsilon$ / wpływ tłumienia na prędkość jest największy. Wpływ ten wyraża wzór

$$\left(\frac{c}{c_0}\right)_{\min} = \sqrt{1 - \operatorname{tg}^2 \frac{\sigma}{2}} = \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{\alpha c_0}{\omega}\right)^2}} \quad /15/$$

W ogólnym przypadku

$$\frac{c}{c_0} = \frac{1}{\sqrt{1 + \left(\frac{\alpha c}{\omega}\right)^2 - \operatorname{tg} \delta_f \operatorname{tg} \delta_e}} \quad /16/$$

Widać z tych zależności, że możliwy podział całkowitego kąta stratności $\tilde{\sigma}$ między $\tilde{\sigma}_f$ i $\tilde{\sigma}_e$ zmniejsza wpływ stratności materiału na prędkość w porównaniu z przyjmowaną zwykle zależnością /15/.



Rys. 4 Wpływ kąta stratności $\tilde{\sigma}$ ośrodka i jego podziału między $\tilde{\sigma}_f$ i $\tilde{\sigma}_e$ na zależność prędkości fali ultradźwiękowych od tłumienia [24]

1.3. Tłumienie fali akustycznej w ośrodkach niejednorodnych.

Tłumienie fali akustycznej w materiale niejednorodnym następuje dwiema drogami:

- przez rozproszenie fal sprężystych
- przez dodatkowe straty cieplne.

Zależnie od stosunku wymiarów niejednorodności do długości fali przeważa wpływ rozproszenia lub strat cieplnych. W zakresie częstotliwości nie przekraczającym 1 MHz w metalach, o normalnie spotykanej strukturze, przeważają straty wywołane mikroprocesami cieplnymi. Odpowiada to przypadkowi, gdy długości fali λ jest wielokrotnie większa od średnicy D

ziarn. Mechanizm dodatkowych strat cieplnych występujących w materiale polikrystalicznym przedstawia się następująco. Na skutek niejednorodności materiału rozkład, wywołanych zaburzeniem zmian temperatury, nie jest równomierny na co składają się w przypadku ciał polikrystalicznych dwie przyczyny:

1. Każde ziarno jest elementem o właściwościach anizotropowych. Z uwagi na to, że $\lambda \gg D$ ziarno pozostaje przy przejściu zaburzenia poddane wszechstronnie działającemu ciśnieniu lub rozciąganiu, odkształcając się jednak pod jego wpływem różnie w różnych kierunkach. W rezultacie, zależnie od przypadkowego ustawienia w stosunku do kierunku rozchodzenia fali, poszczególne ziarna wykazują dla tego kierunku różną sztywność i przewodnictwo cieplne. Powstające przy przejściu fali lokalne różnice temperatur są większe niż w ciele izotropowym, a ich rozkład zależy głównie od struktury materiału, w mniejszym stopniu od rozkładu naprężeń.
2. Na granicy między ziarnami przewodność cieplna jest mniejsza niż wewnątrz ziarn, co powoduje wzrost gradientu temperatury w strefie granicznej. Chwilowy rozkład przestrzenny temperatur przy przejściu fali akustycznej zależy będzie także od prądów termicznych wewnątrz ziarn, uzależnionych z kolei od współczynnika przewodności cieplnej ziarna γ . Na granicy między ziarnami przewodność cieplna jest znacznie mniejsza od γ , dlatego wewnątrz ziarna powstać mogą przepływy ciepła o charakterze relaksacyjnym. Stała czasu θ tych relaksacji cieplnych równa jest czasowi potrzebnemu do zmniejszenia w stosunku $1/e$ różnic temperatur wewnątrz ziarna. Jej wielkość wynosi [12]

$$\theta = \frac{\gamma}{\rho C D}$$

/17/

gdzie: γ - przewodność cieplna ziarna
 C - ciepło właściwe materiału,
 D - średnica ziarna

Rozpatrzyć można dwa skrajne przypadki [12]

1. Stała relaksacji θ jest mała w stosunku do okresu drgań fali, czyli $\omega\theta \ll 1$

Przepływ ciepła towarzyszący przejściu zaburzenia jest na tyle powolny, że wewnątrz ziarna zdąży się ustalić równowaga cieplna i przemiana jest zbliżona do izotermicznej.

Wykładnik tłumienia fali podłużnej wynosi

$$\alpha_L \cong \frac{T_0 \alpha_T \rho c D^2}{\gamma} \omega^2 \quad /18/$$

gdzie:

- D - średnia średnica ziaren
- T_0 - temperatura w stanie spoczynku
- α_T - współczynnik rozszerzalności cieplnej
- c - prędkość fali
- γ - współczynnik przewodności cieplnej
- $\omega = 2\pi f$

2. Czas relaksacji θ jest znacznie większy od okresu drgań fali, czyli $\omega\theta \gg 1$

O niejednorodności rozkładu temperatur decydują w tym przypadku warunki przewodnictwa ciepła między ziarnami. Powierzchnia ziarna promieniuje falę temperaturową silnie tłumioną. Wykładnik tłumienia fali podłużnej wynosi wtedy

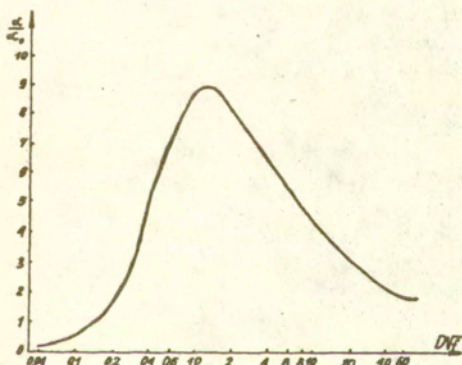
$$\alpha_L = \frac{c \alpha_T T_0}{C D} \cdot \sqrt{\frac{\omega \gamma}{\rho c}} \quad /19/$$

Widać, że dla pochłonięcia cieplnego istnieją dwa zakresy częstotliwości: w dolnym zakresie częstotliwości $\alpha \sim \omega^2$, dla zakresu górnego $\alpha \sim \omega^{1/2}$. W paśmie pośrednim wykładnik przy ω ma wartość zmienną między $\frac{1}{2}$ i 2.

Częstotliwość przy której występuje maksimum tłumienia na długość fali wynosi

$$f_0 \cong \frac{3\pi\gamma}{\rho c D^2} \quad /20/$$

Na rys. 5 podano przykładowo dla brązu zależność α od współczynnika $D\sqrt{f}$ wg Zenera [12]. Jak widać, charakter relaksacyjny tłumienia cieplnego znajduje swoje potwierdzenie w doświadczeniu. Przy dalszym wzroście częstotliwości zaczyna przeważać tłumienie wywołane rozproszeniem fal sprężystych na niejednorodnościach ośrodka. Rozproszeniem fali w ośrodku nazywa się zmianę pola akustycznego, wywołaną obecnością w ośrodku niejednorodności o wymiarach z reguły mniejszych od długości fali. Skutkiem działania niejednorodności jest odchylenie fal od ich pierwotnego kierunku, a na mechanizm tego odchylenia składają się zjawiska załamania, ugięcia i odbicia /rys. 6/



Rys. 5 Względna wartość wykładnika α dla brązu w funkcji $D\sqrt{f}$ [12]



Rys. 6 Rozproszenie fali padającej na niejednorodność ośrodka [24] P, O, U i Z - wektory falowe fali padającej, odbitej ugiętej i załamanej.

O ile niejednorodności w ośrodku rozłożone są na tyle równomiernie, że rozproszona fala pozostaje statystycznie falą płaską mimo lokalnych ugięć i odbić, to względny spadek amplitudy na jednostkę długości jest stały. Wynikiem rozproszenia jest wykładnicze osłabienie amplitudy fali w funkcji przebytej drogi. Wpływ pojedynczego wtrącenia na moc fali biegnącej charakteryzuje się często tzw. poprzecznikiem wtrącenia. Jest to wielkość powierzchni idealnie pochłaniającej falę, równa ubytkowi mocy fali w rozpatrywanym kierunku za wtrąceniem, podzielonemu przez natężenie fali przed wtrąceniem. Zagadnieniom teoretycznym rozpraszania fal w ośrodkach niejednorodnych poświęcone były prace Masona i McSkimina [13, 14], w których bazowano na teorii Rayleigha rozpraszania na niejednorodnościach znajdujących się w cieczy, gdy $\lambda \gg D$ / λ - długość fali,

D - wielkość wtrącenia/. Prace nad rozpraszaniem fal w metalach polikrystalicznych kontynuowane były przez Papadakis [15], który korzystał z obliczeń Lifszica i Parkhomowskiego [9]. Otrzymał on następujące wyrażenia na tłumienie w zależności od stosunku λ /długość fali/ i \bar{D} /średnia średnica ziarn/:

I $\lambda > 2\pi \bar{D}$ /zakres Rayleigha/

$$\alpha_L = B_1 f + \frac{8\pi^3 (c_{11} - c_{12} - 2c_{44})^2 \rho^2}{375 E^4} \left[2 + 3 \left(\frac{c_{66}}{c_T} \right)^5 \right] T f^4 \quad /21/$$

II $\lambda < 2\pi \bar{D}$

$$\alpha_L = \frac{16\pi^2 (c_{11} - c_{12} - 2c_{44})^2 \rho}{525 E^3} \bar{D} f \quad /22/$$

gdzie: E - moduł Younga polikryształu

ρ - gęstość materiału

C_{ij} - stałe sprężystości pojedynczego kryształu

c_L, c_T - prędkość fali podłużnej i poprzecznej odpowiednio

B_1 - straty powodowane przez histerezę sprężystą

f - częstotliwość fali

T - rozmiar ziarn /w jednostkach objętości/

$$T = \frac{1}{6} \pi \frac{\bar{D}^6}{D^3}$$

Wyrażenia powyższe ważne są dla polikryształów z krystalitami o budowie sześcienniej /układ regularny/. Długość fali $\lambda_g = 2\pi\bar{D}$ jest graniczną wartością rozdzielającą dwa wcześniej wymienione obszary rozpraszania. Jeżeli $\lambda > 10\lambda_g$, to tłumienie jest proporcjonalne do Tf^4 natomiast gdy $\lambda < 0,1\lambda_g$, to tłumienie znajdujemy z zależności $\alpha \sim \bar{D}f^2$. W przypadku gdy $\lambda \ll \bar{D}$ tłumienie powodowane rozproszeniem nie zależy od częstotliwości fali i jest odwrotnie proporcjonalne do średnicy ziaren. W tym zakresie długości fal straty termosprężyste i powodowane histerezą sprężystą nie mogą być jednak pominięte, są one proporcjonalne odpowiednio do drugiej i pierwszej potęgi częstotliwości. Należy zwrócić uwagę, że teoria tłumienia Papadakis nie określa dokładnie jak obliczyć tłumienie w przypadku, gdy długość fali jest w zakresie $0,1\lambda_g < \lambda < 10\lambda_g$. Jest to o tyle istotne, że ten właśnie zakres długości fal jest w praktyce najczęściej używany. Papadakis proponuje interpolacyjną procedurę określania tłumienia w tym przedziale. Metoda Evansa [4] wyznaczenia tłumienia jest pozbawiona tej nieścisłości. Polega ona na określeniu przekroju czynnego na rozproszenie Ω każdego wtrącenia /poprzecznik wtrącenia/

$$\Omega \cong \frac{4\pi}{9} g k^4 \left(\frac{D}{2}\right)^6 \cong \frac{\pi}{154} g k^4 D^6 \quad /23/$$

Sumując przekroje czynne wszystkich "rozpraszaczy" można obliczyć tłumienie

$$\alpha \cong \frac{1}{2} \int_0^\infty n(D_i) \Omega(D_i, f) dD_i \quad /24/$$

gdzie: Ω_i - przekrój czynny i - tego rozpraszacza

D_i - średnica i - tego rozpraszacza

$n(D_i)dD_i$ - liczba rozpraszaczy o średnicy w przedziale $[D_i, D_i + dD_i]$ w jednostce objętości

g - złożona f-cja algebraiczna

k - liczba falowa

W materiałach o strukturze drobnoziarnistej i gęstym upakowaniu rozpraszaczami mogą być również mikropęknięcia. Ich udział w całkowitym tłumieniu materiału może być znaczny.

2. WYZNACZANIE MODUŁÓW SPRĘŻYSTOŚCI I STAŁYCH PROPAGACJI FALI ULTRADŹWIĘKOWEJ METODAMI IMPULSOWYMI

2.1. Wybrane związki pomiędzy modułami sprężystości a stałymi propagacji fali ultradźwiękowej.

Metody wyznaczania stałych sprężystości podzielić można na dwie grupy: statyczne i dynamiczne. W metodach statycznych czas działania naprężenia jest dużo większy od czasu relaksacji odkształcenia. W metodach dynamicznych czas działania naprężenia może być porównywalny z czasem relaksacji odkształcenia lub jest dużo mniejszy od niego. Metody dynamiczne są oparte na znanych zależnościach pomiędzy parametrami propagacji fal akustycznych a stałymi sprężystości badanego ośrodka. Z dużej liczby metod dynamicznych wyznaczania stałych sprężystości na szczególną uwagę zasługują metody impulsowe polegające na pomiarze prędkości propagacji impulsów fal ultradźwiękowych w badanym ośrodku. Znając prędkość propagacji podłużnych i poprzecznych fal ultradźwiękowych można wyznaczyć, dla dowolnego kształtu próbek, moduły sprężystości. Dla materiałów anizotropowych /monokryształów, kompozytów itp./ praktycznie tylko metoda impulsowa umożliwia określenie wszystkich stałych sprężystości, przez wykonywanie pomiarów prędkości w ściśle określonych kierunkach próbki, stosując przy tym określony typ fal ultradźwiękowych. Również praktycznie tylko metoda impulsowa umożliwia wyznaczenie niezrelaksowanych wartości stałych sprężystości. W materiałach porowatych wpływ zjawiska niesprężystości powoduje znaczne różnice - często o rząd wielkości, między np. modułem Younga wyznaczonym metodą impulsową a statyczną. W ośrodku izotropowym nieograniczonym rozprzestrzeniać się mogą fale sprężyste

dwóch typów: podłużne oraz poprzeczne. W przypadku fali płaskiej, prędkość rozchodzenia się fali podłużnej wynosi

$$c_L = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \sqrt{\frac{1-\nu}{(1+\nu)(1-2\nu)}} \quad /25/$$

gdzie:

- E - moduł Younga
- ν - stała Poissona
- ρ - gęstość

Prędkość propagacji fali ultradźwiękowej w prętach o promieniu $r \gg \lambda$ i w płytach o grubości $h \gg \lambda$, gdzie λ - długość fali, jest równa prędkości fali w ośrodkach nieograniczonych. Natomiast w prętach o promieniu $r \ll \lambda$ prędkość propagacji fal podłużnych nie zależy od stałej Poissona i wynosi

$$c_L = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \quad /26/$$

W przypadku płyty o grubości $h \ll \lambda$, w której rozprzestrzenia się fala płaska wzdłuż osi x, prędkość propagacji fal podłużnych wynosi

$$c_L = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \sqrt{\frac{1}{1-\nu^2}} \quad /27/$$

Prędkość rozchodzenia się poprzecznych fal ultradźwiękowych nie zależy od geometrii próbek, nie zależy również od stosunku wymiarów próbek do długości fali. Prędkość propagacji poprzecznych fal ultradźwiękowych zależy tylko od modułu sztywności i gęstości próbki

$$c_T = \sqrt{\frac{G}{\rho}} = \sqrt{\frac{E}{\rho}} \sqrt{\frac{1}{2(1+\nu)}} \quad /28/$$

Jeśli wymiary poprzeczne pręta lub grubość płyty są porównywalne z długością fali lub nieznacznie mniejsze, to nie

ma możliwości wyznaczenia modułów sprężystości z pomiarów propagacji podłużnych fal ultradźwiękowych [17]. Z przeprowadzonych rozważań wynika możliwość wyznaczenia modułów sprężystości materiałów izotropowych w przypadku pomiaru dwu różnych prędkości propagacji fal ultradźwiękowych w tym samym materiale. Dla ośrodków nieograniczonych i jednorodnych wystarczy w tej samej badanej kształtce wyznaczyć prędkość rozchodzenia się fali podłużnej i poprzecznej a następnie obliczyć moduł Younga z zależności

$$E = \frac{\rho c_T^2 (3c_L^2 - 4c_T^2)}{c_L^2 - c_T^2} \quad /29/$$

2.2. Metodyka wykonywania badań

Z licznych impulsowych metod pomiaru prędkości fal ultradźwiękowych /metoda krążącego impulsu, pomiary opóźnienia impulsu, metody oparte na pomiarze współczynnika załamania i odbicia/ w pracy zastosowano metodę pomiaru opóźnienia impulsu. Do pomiaru tłumienia fali ultradźwiękowej spośród wielu metod /metody impulsowe, metody rezonansowe/ wybrano metodę impulsów odbitych /echa/, z jednym przetwornikiem nadawczo-odbiorczym dociśniętym do materiału. Idea zastosowanych metod pomiarowych jest następująca /rys.7/. Do badanego ośrodka wprowadzamy impuls ultradźwiękowy i odbieramy go po przejściu przez ośrodek /po odbiciu się od przeciwległej powierzchni/. Impulsy ultradźwiękowe mogą się odbijać wielokrotnie między dwiema powierzchniami próbki, dając przy każdym odbiciu obraz na ekranie oscyloskopu. Tłumienie obliczamy na podstawie stosunku amplitud impulsów odbitych wielokrotnie. Opóźnienie impulsu ultradźwiękowego mierzymy za pomocą układu elektronicznego ze wskaźnikiem oscyloskopowym. Prędkość wyznaczana jest z prostej zależności [24]

$$c = \frac{2kl}{t_{n+k} - t_n} \quad /30/$$

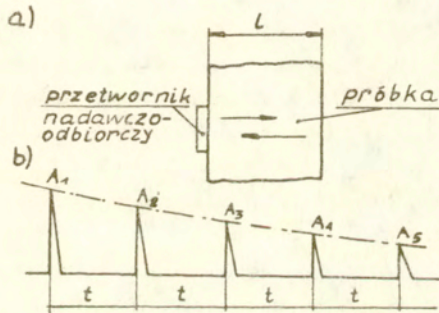
gdzie: l - długość próbki

t_n, t_{n+k} - czas przejścia impulsu n -go i $(n + k)$ - go

Natomiast wzór na współczynnik tłumienia ma postać [24]

$$\alpha = \frac{1}{2kl} \ln \frac{A_n}{A_{n+k}} \quad /31/$$

gdzie: A_n, A_{n+k} - amplitudy impulsu po n -tym i $(n + k)$ -tym odbiciu od przeciwległej powierzchni



Rys. 7 Zasada pomiaru metodą echa

a/ sposób wprowadzenia i odbioru impulsu ultradźwiękowego

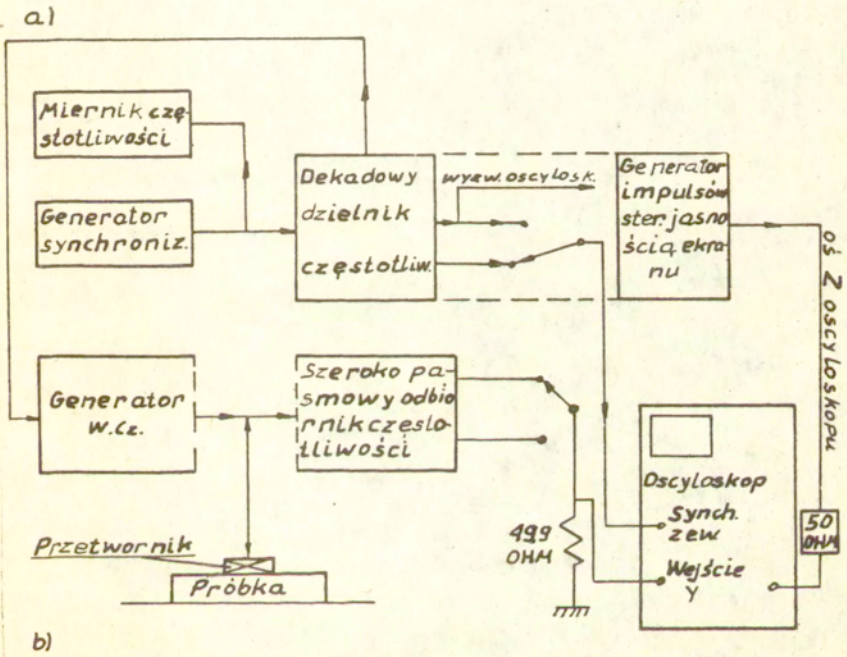
b/ ciąg impulsów odbitych widoczny na ekranie oscyloskopu

O wyborze powyższych metod pomiarowych zdecydowała przede wszystkim duża dokładność pozwalająca na wykrycie małych zmian porowatości o wielkości setnych części procenta. Zastosowane metody pozwalają poza tym na wyznaczenie zarówno prędkości jak i tłumienia fali ultradźwiękowej przy jednym "sprzężeniu" przetwornika piezoelektrycznego z badanym materiałem. Wyznaczone wartości prędkości i tłumienia fali ultradźwiękowej odnoszą się do, stosunkowo dużej, części objętości badanego materiału określonej średnicą przetwornika nadawczo-odbiorczego i wysokością próbki /rys. 9/, co jest ważne przy badaniu materiałów niejednorodnych. Pomiaru prędkości i tłumienia

mienia wykonywane były przy użyciu aparatury firmy MATEC, w skład której wchodzi:

- zestaw do pomiaru tłumienia tzn. zanikania amplitudy fal ultradźwiękowych
 - oraz zestaw do pomiaru prędkości propagacji tych fal w ciałach stałych i cieczach w zakresie częstotliwości 1 - 300MHz.
- Zakres pomiarowy tłumienia mieści się w przedziale $0,05 - 5,2 \frac{dB}{\mu s}$ w wymienionym zakresie częstotliwości. Przy pomocy rejestratora tłumienia /Model 2470 MATEC INC/ można z dokładnością do $0,1 dB$ mierzyć w ciągły sposób przy ustalonej częstotliwości zmiany tłumienia fal w zależności od zmian czynników zewnętrznych działających na próbkę, takich jak np. temperatura, naprężenia zewnętrzne, pole magnetyczne. Prędkość propagacji fali mierzy się metodą pośrednią przez pomiar czasu przejścia fali przez próbkę. Zakres pomiaru czasu wynosi $0,02 \mu s - 1 s$ a względny błąd pomiaru wynosi 10^{-6} . W pracy, pomiary prędkości i tłumienia realizowano ręcznie w zakresie częstotliwości od 2 MHz do 35 MHz w temperaturze 293 K. Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiony jest na rys.8. Pomiar prędkości polegał na wyznaczeniu czasu przejścia fali na drodze $2l / l - \text{grubość próbki} /$. Dokładne zasady przeprowadzenia pomiaru prędkości fali ultradźwiękowej przy użyciu tej aparatury opisane są w pracy [23]. Pomiar tłumienia polegał na dopasowaniu do ciągu zanikających ech, obserwowanych na ekranie oscyloskopu, eksponencjalnej obwiedni i odczytaniu wartości tłumienia w $\frac{dB}{\mu s}$. W porównaniu do materiałów litych pomiary akustyczne w próbkach ze spiekanych proszków miedzi sprawiają dużo trudności, przede wszystkim ze względu na duże tłumienie spieków i małą impedancję. Dlatego też nie można stosować konwencjonalnych środków sprzęgających i przetworników piezoelektrycznych. Jakość sprzężenia akustycznego przetwornika z próbką w istotny sposób wpływa na pomiary propagacji fal ultradźwiękowych, a w szczególności na pomiar tłumienia [2]. W celu znalezienia optymalnego ośrodka sprzęgającego zbadano następujące cieczy o różnej gęstości i lepkości: olej maszynowy, gliceryna, epidian, nieutwardzona żywica epoksydowa, nonaq oraz salol, który jest stałym ośrodkiem sprzęgającym.

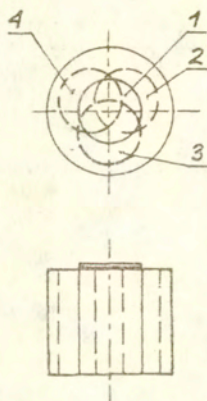
W trakcie badań sprzężenia akustycznego badane były również różne przetworniki piezoelektryczne z: kwarcu, niobianu litu, ceramiki PZT. Optymalne sprzężenie akustyczne uzyskano stosując przetworniki z ceramiki PZT i jako ośrodek sprzęgający



Rys. 8 a/ Schemat blokowy urządzenia do pomiaru prędkości metodą echa

b/ Typowa para nałożonych ech.

niewutwardzoną żywicę epoksydową lub nonaq. Stosowane przetworniki z ceramiki PZT miały średnicę $\varnothing 6$ i częstotliwości podstawowe 2, 5 i 7 lub 10 MHz. Należy podkreślić, że każda wartość prędkości i tłumienia fali ultradźwiękowej uzyskana została jako wartość średnia z co najmniej czterech pomiarów przeprowadzonych w różnych miejscach na powierzchni czołowej badanej próbki. Schemat położenia przetwornika piezoelektrycznego odpowiadających tym pomiarom pokazany jest na rys. 9.



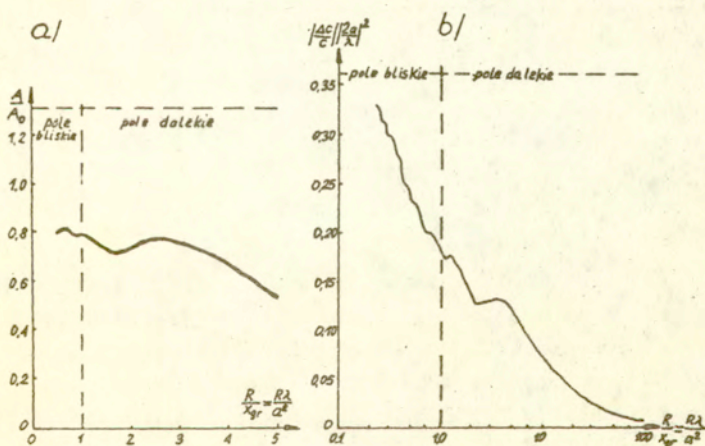
Rys. 9 Położenia przetwornika przy pomiarach prędkości i tłumienia fali ultradźwiękowej.

2.3. Analiza błędów

Korzystanie z zależności /30/ i /31/ wiąże się z przyjęciem uproszczonego modelu pola fal promieniowanych przez przetwornik ultradźwiękowy. Model uproszczony sprowadza się najczęściej do nierozbieżnej wiązki fal płaskich o jednakowym natężeniu w całym przekroju wiązki. Dlatego też należy szacować teoretycznie oraz mierzyć doświadczalnie na ile pole rzeczywiste odbiega od modelu. Źródła błędów wynikające z założenia nierozbieżnej jednorodnej wiązki fal płaskich są następujące:

1. Niepłaskość czoła fali

Krzywizna czoła fali nie zawsze jest połączona z regularną rozbieżnością czy zbieżnością wiązki fal, fala jest na ogół lokalnie niepłaska, również w tzw. polu bliskim. W polu dalekim krzywizna czoła fali zmienia się regularnie. Ponieważ krzywizna powierzchni przetwornika ultradźwiękowego nie jest dopasowana do krzywizny odbieranej fali, powoduje to osłabienie amplitudy A/A_0 i opóźnienie fazy $\vartheta - \vartheta_0$ na przetworniku w stosunku do amplitudy A_0 i fazy ϑ_0 , które przetwornik odbierałby w przypadku fali płaskiej. Opóźnienie fazy wywołane rozbieżnością fali maleje ze zwiększeniem odległości od źródła fali i uzyskanie takiego samego opóźnienia wymaga odsunięcia przetwornika na odległość większą niż długość fali - powoduje to systematyczny błąd pomiaru prędkości tzw. błąd dyfrakcyjny /rys.10/.



Rs.10 Wpływ niepłaskości fali ultradźwiękowej biegnącej, promieniowanej przez przetwornik kołowy w płynie na:
 a/ amplitudę ciśnienia A na powierzchni przetwornika odbiorczego umieszczonego współosiowo, A_0 - hipotetyczna amplituda ciśnienia w polu idealnej fali płaskiej
 b/ pozorny wzrost Δc prędkości propagacji, wyznaczony

nej na podstawie przyrostu drogi pomiarowej odpowiadającego opóźnieniu fazy fali biegnącej o 2π [24].

2. Nierównomierny rozkład natężenia w przekroju wiązki
3. Promieniowanie fal ultradźwiękowych na zewnątrz badanego materiału.

Oprócz błędów wynikających z przyjęcia niedoskonałego modelu pola fal ultradźwiękowych przy pomiarach prędkości i tłumienia fal ultradźwiękowych mogą występować błędy spowodowane innymi przyczynami:

1. Przesunięcie fazy przy odbijaniu się fal od granic ośrodka,
2. Przesunięcie fazy w układzie pomiarowym,
3. Przesunięcie fazy w warstwie sprzęgającej przetwornik z badanym ośrodkiem,
4. Zmiany amplitudy przy odbiciach fal ultradźwiękowych od powierzchni granicznych
 - przemiana rodzaju fali np. z fal podłużnych na fale gięte,
 - straty na rozproszenie przy prostym odbiciu wiązki,
5. Zmniejszenie amplitudy przy odbiciu prostym od warstwy nietłumiącej i nieobciążonej
 - straty w cienkiej warstwie sprzęgającej
 - zniekształcenie obwiedni impulsu.

Po przeprowadzeniu analizy rodzajów występujących błędów przy pomiarach prędkości i tłumienia fali ultradźwiękowej oraz po oszacowaniu ich wielkości postanowiono:

- tłumienie wyznaczyć wg zależności /31/
- prędkość wyznaczyć wg zależności /30/ z uwzględnieniem poprawki na wielkość czasu t .

$$t_p = t + \frac{\gamma_r}{360f} + \Delta t_{dyfr}$$

/32/

gdzie:

t - zamierzony czas przejścia impulsu przez próbkę

γ_r - poprawka wynikająca z niepełnego kąta odbicia

Δt_{dyfr} - poprawka dyfrakcyjna

f - częstotliwość fali

Wartość poprawki γ_r obliczamy [25] w sposób następujący /rys. 11/:

$$\gamma_r = -2 \arctan \left[\frac{Z_s}{Z_R} \frac{Z_R \tan \theta_R + Z_s \tan \theta_B}{Z_B - Z_R \tan \theta_R \tan \theta_B} \right] = \quad /33/$$

$$\cong -2 \arctan \left[\frac{Z_s}{Z_B} \tan \theta_B \right]$$

gdzie:

$$\theta_B = \frac{2\pi}{\lambda_B} \cdot l_B$$

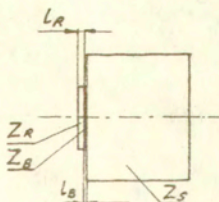
λ_B - długość fali w warstwie sprzęgającej

$$\theta_R = (2k + 1)\pi \quad k = 0, 1, 2, \dots$$

Błąd dyfrakcyjny obliczamy z zależności [16]:

$$\Delta t_{dyfr} = \frac{\phi_B \left(\frac{4Lc}{fa^2} \right) - \phi_B \left(\frac{2Lc}{fa^2} \right)}{2\pi f} \quad /34/$$

gdzie: ϕ_B - funkcja stabilizowana
 l - grubość próbki
 a - promień przetwornika
 c - prędkość fali w próbce

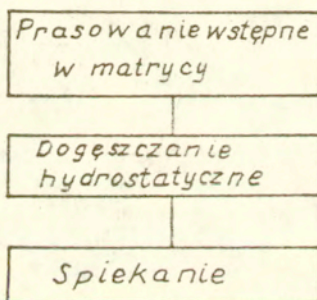


Rys. 11 Schemat próbki z przetwornikiem ultradźwiękowym do obliczenia wartości poprawki γ_r , l_B - grubość warstwy sprzęgającej, l_R - grubość przetwornika, Z_R - impe-

dancja przetwornika, Z_2 - impedancja warstwy sprężającej, Z_3 - impedancja próbki.

3. PRZYGOTOWANIE PRÓBEK

Próbki do badań zostały wykonane w laboratoriach IBSPiE PW, WAT, OBR - Wysokich Ciśnień PAN - UNIPRESS. Materiałem wyjściowym był proszek miedzi o wysokiej czystości 99,9% i ziarnach dendrytycznych. Założono, że próbki będą miały niską porowatość w zakresie 0% - 15% i strukturę izotropową. Aby uzyskać materiał o takich właściwościach, po analizie literatury [22, 19] opracowano następującą ogólną technologię



Określone porcje proszku miedzi prasowane były w matrycy z komorą nasypową o średnicy \emptyset 15, dwustronnie, przy nacisku stempli 50 MPa bez używania środków poślizgowych. Uzyskano w ten sposób wypraski o wymiarach \emptyset 15 x 15 i porowatości około 30%. Głównym celem tej operacji było wstępne uformowanie proszku z zachowaniem izotropowej struktury. Ponieważ porowatość wyprasek była zbyt duża należało przeprowadzić jeszcze raz operację prasowania. Po analizie literaturowej [1, 5] wybrano metodę izostatycznego prasowania na zimno. Wstępnie otrzymane wypraski umieszczane były w elastycznych matrycach z gumy naturalnej, następnie wkładano je do komory ciśnieniowej wypełnionej mieszaniną oleju rzepakowego z alkoholem metylowym i dogęszczano hydrostatycznie przy ciśnieniu 315 MPa

przez 15 minut.

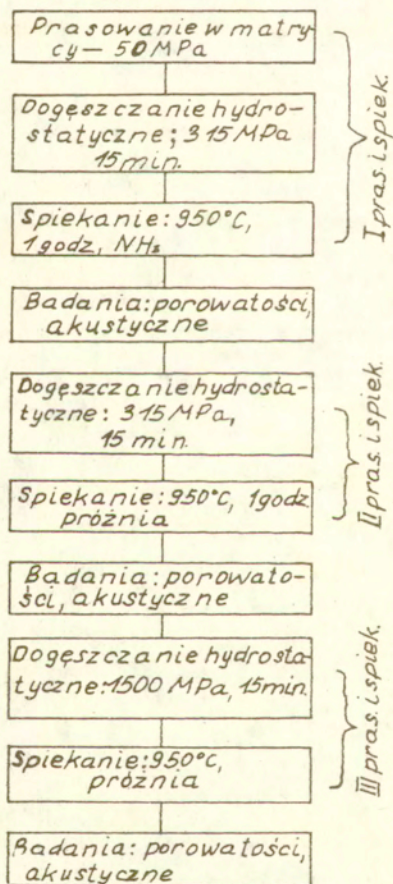
Kolejną operację - spiekanie, przeprowadzono w atmosferze ochronnej zdysocjowanego amoniaku NH_3 w temperaturze 950°C /1223 K/ przez 1 godzinę. Przygotowano tak zbiór 44 próbek o wymiarach $\varnothing 15 \times 12$ /I prasowanie i spiekanie/. Następnie została określona porowatość każdej próbki, metodą hydrostatyczną, wg zależności

$$P = \left(1 - \frac{G}{V\gamma}\right) \times 100\% \quad /35/$$

gdzie: P - porowatość
G - ciężar próbki
V - objętość próbki
 γ - ciężar właściwy

W dalszej kolejności przeprowadzono na wszystkich próbkach pomiary krytycznego kąta odbicia fali ultradźwiękowej /refraktometrem ultradźwiękowym/ aby wyeliminować próbki z wadami ukrytymi. Do dalszych badań wybrano 22 próbki, które ponownie umieszczono w komorze ciśnieniowej i dogęszczano hydrostatycznie ciśnieniem 315 MPa przez 15 min, po czym spiekano je w temperaturze 950°C /1223 K/ przez 1 godzinę w próżni /II prasowanie i spiekanie/. Na tak otrzymanych próbkach przeprowadzono ponownie pomiary porowatości oraz wykonano badania akustyczne w pełnym zakresie. Do dalszych badań wybrano 8 próbek o wymiarach $\varnothing 12 \times 10$. Próbki umieszczono w komorze ciśnieniowej i dogęszczano ciśnieniem 1500 MPa przez 15 min, po czym spiekano je w temperaturze 950°C /1223 K/ przez 1 godzinę w próżni /III prasowanie i spiekanie/. Na tak otrzymanych próbkach przeprowadzono ponownie pomiary porowatości oraz wykonano badania akustyczne w pełnym zakresie. Na rys.12 przedstawiony jest cały proces technologiczny wykonania próbek. Próbki do badań miały kształt walców o wymiarach $\varnothing 12 \times 10$. Powierzchnie czołowe próbek były szlifowane ręcznie aby uzyskać płaskorównoległość mniejszą niż $15''$, po czym

próbki były trawione w roztworze polerującym do miedzi o składzie: 55% H_3PO_4 , 20% HNO_3 , 25% kwas octowy, w temperaturze 343 K. Przygotowanie próbek do badań prędkości i tłumienia na aparaturze firmy MATEC jest szczególnie pracochłonne i kosztowne, co praktycznie wyklucza możliwość badań "masowych" /np. jak w refraktometrze ultradźwiękowym/. Z tej przyczyny wszystkie próbki były najpierw badane przy użyciu



Rys. 12 Proces technologiczny próbek ze spiekanych proszków miedzi.

refraktometru ultradźwiękowego a następnie po wnikliwej analizie uzyskanych wyników, wytypowano część próbek /charakteryzujących cały zbiór/ do badań na urządzeniu MATEC.

W ten sposób po zakończeniu operacji II prasowanie i spiekanie do badań prędkości i tłumienia fali podłużnej wybrano 16 próbek. Po wykonaniu tych badań, część z próbek /8/ poddano operacji III prasowanie i spiekanie, a pozostałe przeznaczono do badań mikroskopowych. Na tak przygotowanych próbkach ponownie wykonano badania prędkości i tłumienia fali podłużnej w temperaturze 293 K oraz badania mikroskopowe. Uzyskano w ten sposób zależności prędkości i tłumienia ultradźwiękowej fali podłużnej od porowatości i częstotliwości pomiarowej. Należy zaznaczyć, że wykonane pomiary prędkości i tłumienia na "MATEC-u" cechuje duża dokładność:

- błąd pomiaru prędkości wynosi 0,05%
- błąd pomiaru tłumienia wynosi 5%

4. BADANIE TEKSTURY SPIEKANYCH PROSZKÓW MIEDZI

4.1. Badanie wybranych elementów tekstury spiekanych proszków miedzi.

Zgłady z próbek były szlifowane na papierach ściernych i polerowane na tarczy polerskiej obciążonej sukmem. Po szlifowaniu i polerowaniu powierzchnia zgładu była przecierana roztworem trawiąco-polerującym dla miedzi o składzie: $40 \times 10^{-3} \text{ kg} - \text{CrO}_3$, $7.5 \times 10^{-3} \text{ kg} - \text{NH}_4\text{Cl}$, $50 \times 10^{-6} \text{ m}^3 - \text{HNO}_3$, $50 \times 10^{-6} \text{ m}^3 - \text{H}_2\text{SO}_4$, $1900 \times 10^{-6} \text{ m}^3 - \text{H}_2\text{O}$. Zgłady wykonywane były w kierunku równoległym i prostopadłym do kierunku wstępnego prasowania. Badania tekstury przeprowadzono przy użyciu mikroskopu metalograficznego Neophot - 2 przy powiększeniach 200x, 1000x.

Badaniom jakościowym, przy powiększeniu 200x, poddano wszystkie tj. 22 próbki o wymiarach $\varnothing 15 \times 11$, $\varnothing 12 \times 10$ po operacji II, III prasowanie i spiekanie. Do dalszych badań ilościowych wytypowano 5 próbek. Na każdej próbce wybierane były trzy obszary, z których wykonywano zdjęcia fotograficzne

przy powiększeniu 1000x. Na tak otrzymanych zdjęciach przeprowadzono dalsze obliczenia. Na rys.13 przedstawione są zdjęcia próbki o porowatości 8,27% wykonane przy powiększeniach 200x i 1000x. Przeprowadzono również badania próbek ze spiekanych proszków miedzi na mikroskopie scanningowym przy powiększeniach do 10000x. Miały one jednak charakter jednostkowy ze względu na trudności uzyskania kruchego przełomu próbki.

Na rys.14 pokazane są typowe zdjęcia uzyskiwane z mikroskopu scanningowego przy powiększeniu 1000x i 2000x. Wyniki badań wybranych elementów tekstury spiekanych proszków miedzi przedstawione zostały w Tabeli 7.

Większość parametrów tekstury można wyznaczyć metodą mikroskopii optycznej, uzupełnioną w wyjątkowych przypadkach /dla badania elementów tekstury o wielkości od kilkunastu \AA do kilku μm / o mikroskopię elektronową. Minimalna wielkość elementów tekstury, które można analizować metodą mikroskopii optycznej wynosi około $0,5\mu\text{m}$. Metodą mikroskopii optycznej w badaniach metalograficznych określa się

- kształt elementów tekstury oraz anizotropii układu tych elementów w badanych tworzywach,
- własności optycznych występujących faz oraz ich identyfikacji na podstawie własności optycznych lub selektywnego trawienia,
- rozkład faz.

W zakresie badań mikroskopowych tworzyw porowatych stosuje się zarówno mikroskopię optyczną, jak i elektronową. W mikroskopii optycznej rozróżnia się badania w świetle przechodzącym i odbitym. W metalurgii najczęściej stosowana jest metoda mikroskopii optycznej w świetle odbitym dzięki łatwiejszemu przygotowaniu preparatów przez polerowanie tzw. zglądów, oraz prostszej interpretacji uzyskanych obrazów. Przesunięcie zakresu stosowalności mikroskopii dla mniejszych elementów tekstury / $r < 0,5\mu\text{m}$ / wykonuje się przy zastosowaniu mikroskopii elektronowej. Istnieją trzy zasadniczo różne metody mikroskopii elektronowej, które mogą być stosowane do badań tekstury tworzyw

- mikroskopia scanningowa,
- mikroskopia transmisyjna materiałów litych,
- technika replik.

Istotną zaletą mikroskopii scanningowej jest trójwymiarowy obraz o dużej dokładności odwzorowania powierzchni. Dzięki dużej głębi ostrości nie jest wymagana uprzednia obróbka preparatu. Zakres powiększeń waha się w granicach od 100 do 100000 razy, a zdolność rozdzielcza wynosi $500 \pm 200 \text{ \AA}$.

Większą zdolność rozdzielczą uzyskuje się przy zastosowaniu techniki replik pośrednich $/100 \pm 200 \text{ \AA}/$ w mikroskopie elektronowym transmisyjnym. Technika ta jest najczęściej stosowana w badaniach tekstury materiałów porowatych i kruchych pomimo pewnych trudności jakie sprawiają m.in. przy samym odwzorowaniu powierzchni-badanej jak i też interpretacji otrzymanych klisz /identyfikacja porów i części pełnych pozostaje w dużej mierze subiektywna/. Mikroskopia transmisyjna pozwala na uzyskanie zdolności rozdzielczej około 6 \AA , jednak jest mało wykorzystywana w badaniach tworzyw porowatych ze względu na trudności występujące przy preparowaniu drobnych obiektów. Mikroskopia elektronowa daje możliwość pełnej analizy fazowej łącznie z określeniem przestrzennej orientacji kierunków krystalograficznych poszczególnych ziaren, a nie może być praktycznie użyta do oceny ilościowej porowatości ze względu na mały analizowany obszar powierzchni. Pozwala natomiast określić kształt i rozkład mikroelementów /ziaren, porów/, a przez to ułatwia wytworzenie modelu badanego ciała bliskiego rzeczywistemu.

Istotny wpływ na wyniki mikroskopowych badań ilościowych ma sposób przygotowania zglądów oraz sama metodyka wykonywania pomiarów. Najczęściej w metodyce pomiaru uwzględnia się tylko błędy przypadkowe, których wielkość można zmniejszyć na drodze zwiększania liczby zglądów z danego materiału, liczby analizowanych pól na zglądzie itp. Do błędów systematycznych, które w zasadzie nie są analizowane w literaturze, ale z których istnienia większość autorów zdaje sobie sprawę zalicza się sposób wykonania zglądów - błąd względny może dochodzić do 70%. Drugim błędem systematycznym, na którego istnienie w niedużym stopniu ma również wpływ sposób wykonania zglądu, jest wpływ stosowanego powiększenia mikroskopowego na mierzone przy nim wartości porowatości. Błąd popełniony z tego powodu może przekroczyć przy nieodpowiednim stosowaniu obiektywów mikroskopowych 100%.

Próbka	V_v [%]	\bar{D} [$\times 10^{-6} m$]	N_v [$\times 10^{-3} m^{-3}$]	N_L [$\times 10^{-3} m^{-1}$]	L_A [$\times 10^3 m^2$]	S_v [$\times 10^3 m^2/m^3$]	σ_0 [$\times 10^{-6} m$]
8,27%	12,69	4,56	$1,50 \times 10^6$	58,25	91,450	116,497	2,09
8,27%	6,39	3,67	$1,55 \times 10^6$	42,46	66,658	84,915	1,48
6,03%	5,59	4,41	$0,97 \times 10^6$	34,90	54,793	69,800	1,18
1,80%	0,97	1,92	$1,68 \times 10^6$	14,26	22,390	28,523	0,63
1,76%	0,80	1,70	$2,47 \times 10^6$	14,15	22,223	28,309	0,35
0,69%	0,40	1,42	$2,66 \times 10^6$	11,46	17,989	22,916	0,10

Oznaczenia:

V_v - udział objętościowy porów

\bar{D} - średnia średnica porów

N_v - liczba porów w jednostce objętości

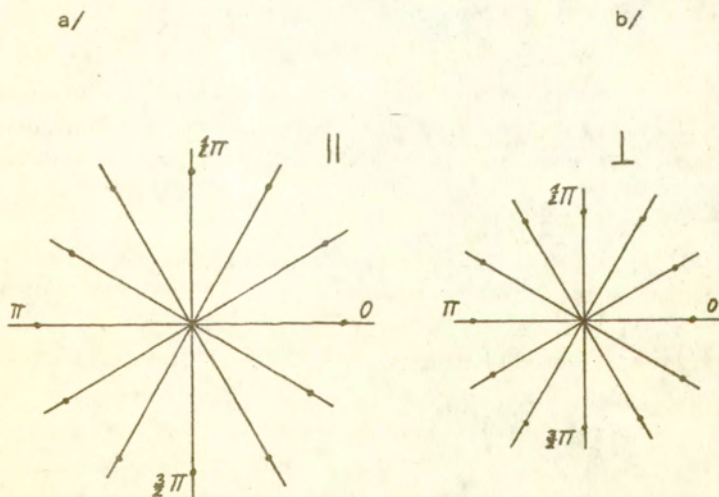
N_L - liczba porów na jednostkę długości

L_A - długość liniowa granic porów przypadająca na jednostkę powierzchni

S_v - powierzchnia porów w jednostkowej objętości

σ_0 - średnie odchylenie standardowe średnic

Parametry tekstury V_V , \bar{D} , N_V , σ_0 zostały wyznaczone, korzystając z metody odwrotności średnic Sałtykowa. Natomiast parametry N_L , L_A , S_V wyznaczono posługując się metodą siecznych przypadkowych. Charakterystykę orientacji układu linii granic porów na płaszczyźnie określono stosując metodę siecznych skierowanych. Wyznaczono przy jej pomocy tzw. "różę liczby przecięć" będącą bardzo czułym wskaźnikiem istnienia nawet niewielkiego zorientowania linii. "Róża liczby przecięć" przedstawia zależność między średnią liczbą przecięć na jednostkową długość siecznych a kierunkiem siecznych we współrzędnych biegunowych. Przeprowadzone badania nie wykazały istnienia orientacji ani istnienia uprzywilejowanego kierunku orientacji. Typowa "róża liczby przecięć" dla próbek ze spiekanych proszków miedzi pokazana jest na rys. 15.



Rys. 15 "Róża liczby przecięć" dla próbki o porowatości 8,27% mierzona na zglądzie w kierunku równoległym (||) i prostopadłym (⊥) do kierunku prasowania.

4.2. Wnioski

1. Udział objętościowy porów wyznaczony metodą mikroskopową jest mniejszy niż wyznaczony metodą hydrostatyczną. Świadczy to o obecności w materiale mikroporów i mikroszczelin o wymiarach mniejszych od $0,5 \times 10^{-6} \text{ m}$, które są nierozróżnialne metodami mikroskopii optycznej. Podczas przygotowania zgładów metalograficznych niektóre pory mogły ulec "zamazaniu" ze względu na dobre własności plastyczne materiału.
2. Zastosowanie technologii wielokrotnego prasowania i spiekania materiału powoduje zmniejszenie średniej średnicy porów oraz innych parametrów tekstury $/N_L, L_A, S_V/$. Równocześnie następuje sferoidyzacja porów.
3. Po przeprowadzeniu operacji III prasowanie i spiekanie porowatość tworzywa zmniejsza się, pory stają się coraz mniejsze i bardziej sferyczne lecz całkowita ich liczba zwiększa się.
4. Badania metalograficzne nie wykazały istnienia anizotropii próbek oraz nie wykazały istnienia orientacji lub uprzywilejowanego kierunku orientacji układu linii granic porów.

5. WYNIKI BADAŃ

Badania prędkości i tłumienia ultradźwiękowej fali podłużnej propagującej się w spiekach miedzi wykonano zgodnie z metodyką podaną w rozdziale 2 punkcie 2.2. Moduł Younga określono, na podstawie wyników pomiarów prędkości fali ultradźwiękowej podłużnej, wg wzoru /25/. Stałą Poissona potrzebną do obliczenia modułu Younga odczytywano z wykresu $v_{rz} = f(P)$ /wzór 76/ przedstawionego w pracy [26]. Zależność $v_{rz} = f(P)$ uzyskano metodą drgań giętnych płyty kołowej, która jest najdokładniejszą metodą wyznaczania stałej Poissona.

5.1. Pomiary prędkości

5.1.1. Wyniki pomiarów

Badanie zależności prędkości fali ultradźwiękowej podłużnej od porowatości materiału wykazało /w pierwszym przybliżeniu, w temp. 293 K/, że jest to związek liniowy,

który można opisać równaniem

$$c_L = A - 73,65P \quad /36/$$

gdzie:

A - wsp. zależny od częstotliwości pomiaru f	
dla f = 10 MHz	A = 4650 m · s ⁻¹
dla f = 30 MHz	A = 4759 m · s ⁻¹

Podobne zależności /bez uwzględnienia wpływu częstotliwości pomiarowej/ uzyskiwane były dla materiałów ceramicznych i dla spieków żelaza. Dokładna analiza wariancyjna uzyskanych wyników pozwala stwierdzić, że pomiędzy badanymi próbkami po operacji II prasowanie i spiekanie i po operacji III prasowanie i spiekanie jest jakościowa różnica. Mianowicie zależność $c_L = f(P)$ dla próbek po operacji II prasowanie i spiekanie opisuje równanie

$$c_L = A - 58,354 P \quad /37/$$

gdzie:

A - wsp. zależny od częstotliwości pomiaru f	
dla f = 2 MHz	A = 4390,53m · s ⁻¹
dla f = 10 MHz	A = 4560,76m · s ⁻¹
dla f = 15 MHz	A = 4616,28m · s ⁻¹
dla f = 30 MHz	A = 4655,90m · s ⁻¹

Natomiast dla próbek po operacji III prasowanie i spiekanie zależność $c_L = f(P)$ tylko w pierwszym przybliżeniu jest liniowa

$$c_L = A - 75,5P \quad /38/$$

gdzie:

A - wsp. zależny od częstotliwości pomiaru f	
dla f = 10 MHz	A = 4643,6m · s ⁻¹
dla f = 30 MHz	A = 4764,71m · s ⁻¹

Dokładna analiza statystyczna wykazała iż zależność prostoliniowa pomiędzy prędkością a porowatością, po operacji III prasowanie i spiekanie, jest słuszna tylko dla próbek o porowatości większej od 1,35%. Jeżeli porowatość materiału jest mniejsza od 1,35%, to związek $c_L = f(P)$ ma charakter

kwadratowy.

Dla $P < 1,35\%$

$$c_L = a + bP + cP^2 \quad /39/$$

gdzie:

$$b = - 183$$

$$c = 48$$

a - wsp.zależny od częstotliwości pomiarowej f

$$a = 4521 + 21,3f - 0,38f^2$$

Dla $P > 1,35\%$

$$c_L = - 53,4P + A$$

gdzie:

A - wsp.zależny od częstotliwości pomiarowej f

$$\text{dla } f = 5 \text{ MHz} \quad A = 4530,52 \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$$

$$f = 7 \text{ MHz} \quad A = 4564,00 \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$$

$$f = 10 \text{ MHz} \quad A = 4608,52 \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$$

$$f = 15 \text{ MHz} \quad A = 4667,52 \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$$

$$f = 30 \text{ MHz} \quad A = 4730,52 \text{m} \cdot \text{s}^{-1}$$

Analiza statystyczna równań /36/, /37/, /38/ i /39/ przedstawiona jest w tab.1 a równania /40/ w tabeli 2. Na rys.16 pokazana jest zależność $c_L = f/P$ wynikająca z równań /37/, /39/ i /41/. Badanie zależności prędkości fali ultradźwiękowej podłużnej od częstotliwości pomiarowej, w temp. 293 K, przy stałej porowatości materiału wykazało, że występuje dyspersja prędkości

$$c_L = E + 22,5f - 0,425f^2 \quad /42/$$

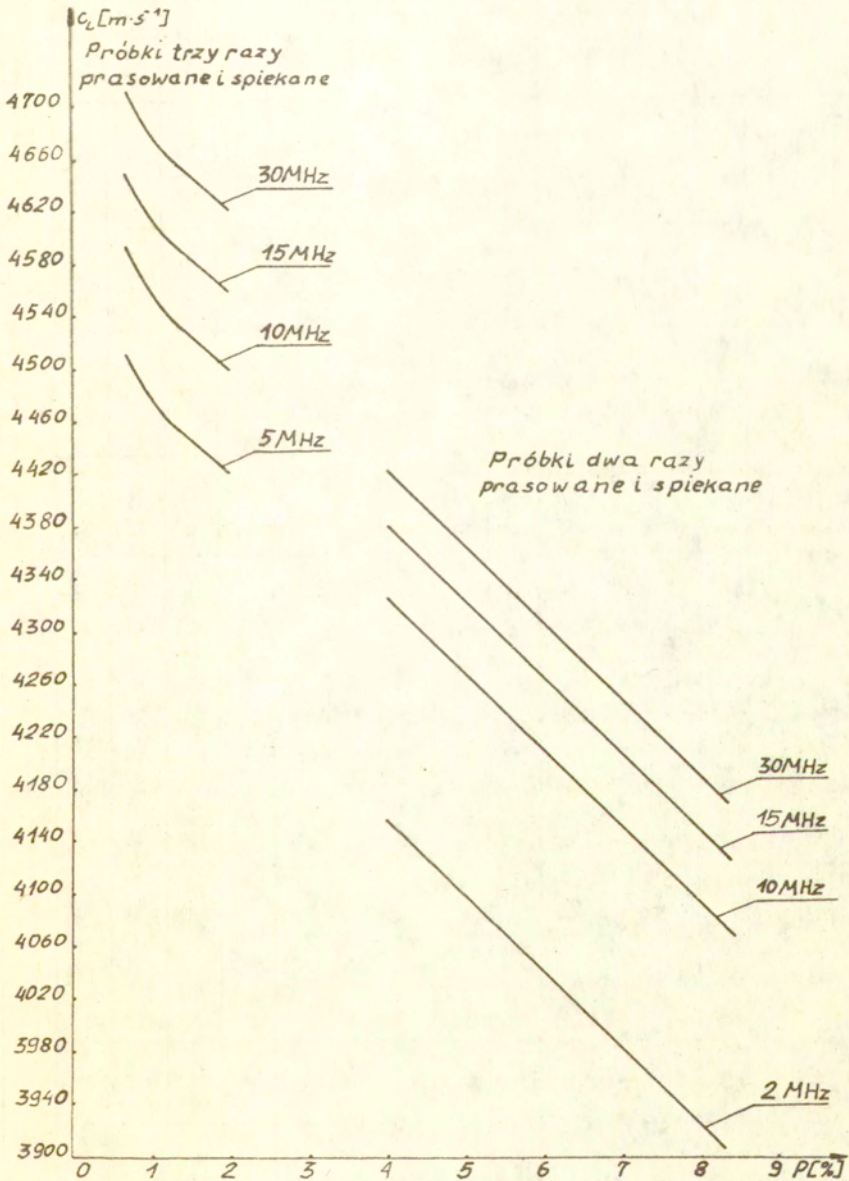
gdzie:

E - wsp.zależny od porowatości P

$$E = 4453,62 - 70,28 P \quad /43/$$

Analiza statystyczna równań /42/ i /43/ przedstawiona jest w tabeli 1 i tabeli 2. Na rys.17 pokazana jest zależność prędkości c_L od częstotliwości f. Zależność $c_L = f(f)$ badana była również dla litej miedzi polikrystalicznej o czystości 99,99% i wyraża się wzorem

$$c_L = 4821,73 + 5,09f - 0,04f^2 \quad /44/$$



Rys.16 Zależność $c_L = f(P)$ dla próbek po drugim, trzecim prasowaniu i spiekaniu dla różnych częstotliwości pomiarowych

Analiza statystyczna zależności $c_L = f(P)$

Tabela 1

f [MHz]	Liczba wyników	Równanie $c_L = A - bP$ $c_L = a + bP + cP^2$	Wartości średnie		Wsp. korelacji r	Poziom prawdopodob α	Wariancja $s^2(c_L)$ [$m \cdot s^{-1}$] ²	Błąd standardowy		
			porównawcza c_L [m·s ⁻¹]	procentowa P [%]				średniowa $s(c_L)$ [m·s ⁻¹]	wsp. nach. prostych [m·s ⁻¹]	wsp. c [m·s ⁻¹]
10	12	$c_L = 4650 - 73,65P$	3,54	4389,36	-0,980	0,001	1850	12,42	4,41	-
30	11	$c_L = 4759 - 73,65P$	3,13	4528,04	-0,996	0,001	354	5,67	2,20	-
2	3	$c_L = 4390,53 - 58,354P$	6,92	3986,72	-0,985	0,1	148	7,02	7,25	-
10	5	$c_L = 4560,76 - 58,354P$	6,68	4170,72	-0,995	0,001	148	5,44	4,04	-
15	3	$c_L = 4676,28 - 58,354P$	6,92	4242,27	-0,912	0,3	148	7,02	7,25	-
30	4	$c_L = 4655,90 - 58,354P$	6,35	4285,50	-0,995	0,01	148	6,08	4,67	-
10	7	$c_L = 4643,6 - 75,5P$	1,30	4545,52	-0,968	0,001	69,44	3,15	7,44	-
30	7	$c_L = 4764,71 - 75,5P$	1,30	4666,63	-0,986	0,001	69,44	3,15	7,44	-
5	5	$c_L = 4618 - 183P + 48P^2$	1,106	4475,96	0,996	0,001	59,36	3,45	91,96	38,82
7	4	$c_L = 4651,48 - 183P + 48P^2$	0,97	4526,67	1,0	0,001	59,36	3,85	168,37	80,80
10	5	$c_L = 4696 - 183P + 48P^2$	1,106	4560,62	0,998	0,001	59,36	3,45	91,96	39,82
15	5	$c_L = 4755 - 183P + 48P^2$	1,106	4614,75	0,924	0,05	59,36	3,45	91,96	38,82
30	5	$c_L = 4818 - 183P + 48P^2$	1,106	4682,30	0,999	0,001	59,36	3,45	91,96	38,82
10	10	$E = 4453,62 - 70,28P$	2,980	4243,78	-0,995	0,001	427,54	6,54	2,46	-

Analiza statystyczna zależności $c_w = f(f)$ Tabela 2

Forma wartości P [%]	Liczba wyników	Równanie $c_w = E + bf + cf^2$	Wartości średnie		Wsp. ko. relacji r	Poziom prawdopodob.	Wariancja $s^2(c_w)$ [$m \cdot s^{-4}$]	Błąd standardowy		
			często- tliwość f [MHz]	prędkości c_w [$m \cdot s^{-4}$]				średni c_w [$m \cdot s^{-4}$]	wsp. b $\left[\frac{m \cdot s^{-4}}{MHz} \right]$	wsp. c $\left[\frac{m \cdot s^{-4}}{MHz^2} \right]$
-	5	$a=4521 +$ $+21,3f-0,38f^2$	13,4	4708,27	0,999	0,004	31,47	2,51	1,59	0,043
0,69	5	$c_w=4405,43+$ $22,5f-0,425f^2$	13,4	4606,93	0,999	0,001	19,29	1,96	1,24	0,034
0,86	5	$c_w=4393,18+$ $22,5f-0,425f^2$	13,4	4583,49	0,998	0,001	50,84	3,19	2,02	0,055
0,98	6	$c_w=4384,75+$ $+22,5f-0,425f^2$	12,17	4559,37	0,998	0,001	58,67	3,13	2,05	0,057
1,35	5	$c_w=4358,74+$ $22,5f-0,425f^2$	13,4	4545,99	0,993	0,001	167,95	5,80	3,66	0,100
1,65	4	$c_w=4337,66+$ $22,5f-0,425f^2$	15	4555,00	0,999	0,01	20,07	2,24	1,31	0,035
1,76	5	$c_w=4329,93+$ $22,5f-0,425f^2$	13,4	4526,43	0,999	0,004	30,7	2,48	1,57	0,043
1,80	5	$c_w=4327,12+$ $22,5f-0,425f^2$	13,4	4515,05	0,995	0,001	124,69	4,99	3,16	0,086
6,03	5	$c_w=4029,83+$ $22,5f-0,425f^2$	15,6	4204,05	0,980	0,01	666,75	41,55	4,46	0,130
6,47	6	$c_w=3998,97+$ $22,5f-0,425f^2$	14,33	4171,78	0,996	0,001	183,34	5,53	2,41	0,070
8,27	6	$c_w=3872,40+$ $22,5f-0,425f^2$	11,5	4077,28	0,956	0,01	1389,16	15,22	7,06	0,210
lita międz.	5	$c_w=4821,73+$ $5,09f-0,04f^2$	40	4937,85	0,976	0,01	166,96	5,78	1,16	0,014

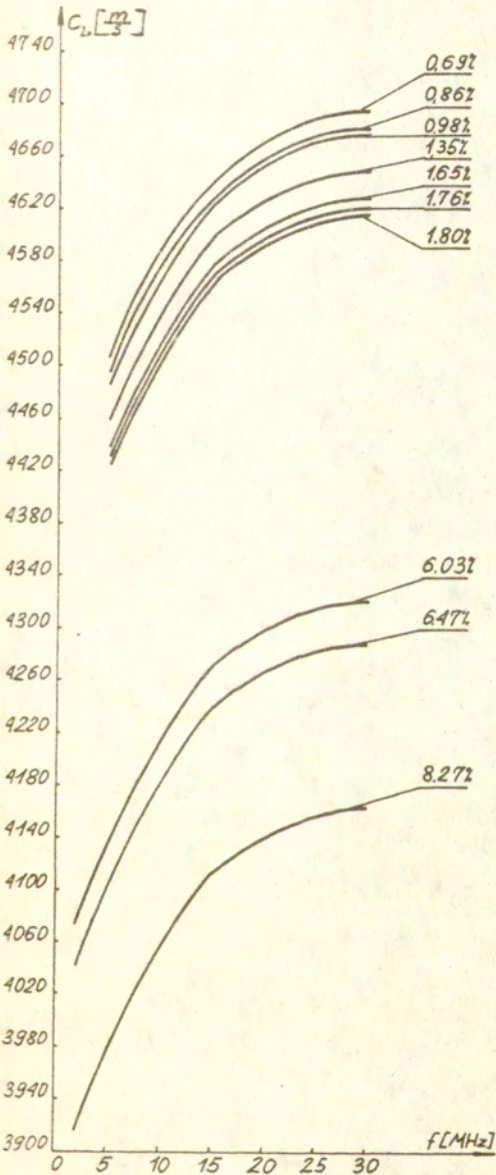
Analiza statystyczna tej zależności załączona jest w tabeli 2.

5.1.2. Wnioski

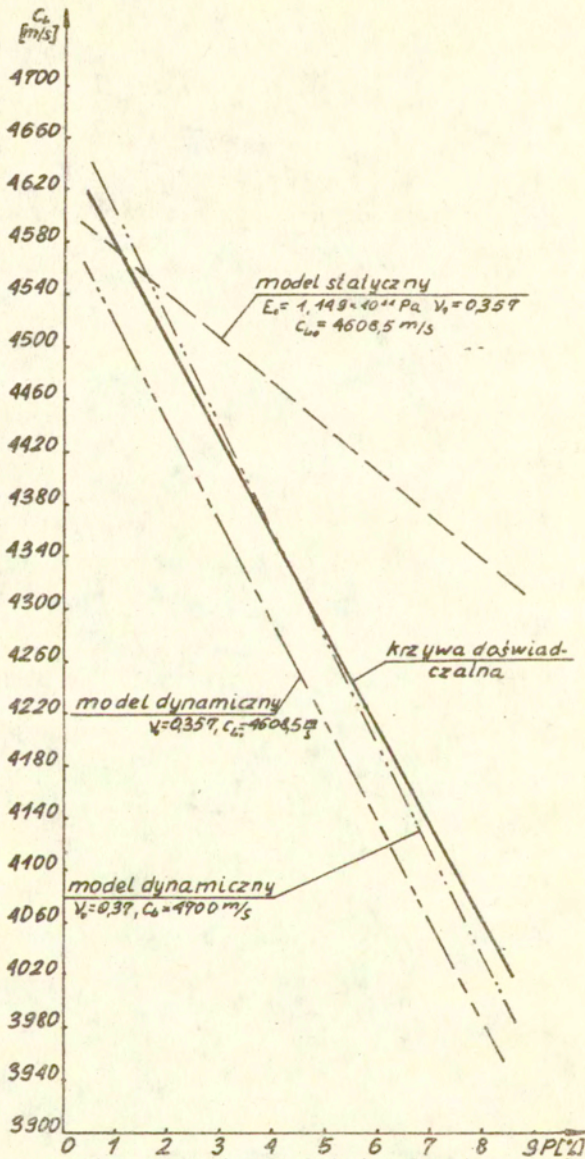
Wyniki badań prędkości propagacji fali ultradźwiękowej podłużnej w funkcji porowatości spieków miedzi, zmierzone przy $f = 10$ MHz, porównane zostały z modelami propagacji fali ultradźwiękowej w ośrodku niejednorodnym, J. Ranachowskiego i J. Lewandowskiego. Uzyskano dobrą zgodność zależności /36/ z modelami teoretycznymi; szczególnie dla małych porowatości. Rozbieżności pomiędzy wartościami doświadczalnymi prędkości propagacji a teoretycznymi są /rys.18/:

1. dla małych porowatości, $P < 2\%$, w obu modelach mniejsze niż 1%.
2. Dla dużych porowatości $2\% < P < 9\%$
 - w modelu statycznym mniejsze niż 6%
 - w modelu dynamicznym mniejsze niż 1,25%.

Jak widać z rys. 18 obydwa modele /statyczny i dynamiczny/ są równoważne w zakresie małych porowatości, natomiast przy porowatościach większych dokładniejszy jest model dynamiczny. Podstawowym problemem występującym przy stosowaniu obu modeli jest sposób przyjęcia odpowiednich wartości stałych materiałowych dla tzw. matrycy /szkieletu/ spieku. W modelu statycznym najlepszą dokładność uzyskano przyjmując za stałe materiałowe ν , E , c_L wartości otrzymane przez aproksymację zależności doświadczalnych: $\nu = f(P)$ /z pomiarów refraktometrem ultradźwiękowym/, $c_L = f(P)$, $E = f(P)$ przy $f = 10$ MHz dla przypadku $P = 0\%$. Przyjmując ν , E , c_L z tablic np. [12] błąd wynosi 10% - 15%. W modelu dynamicznym najlepszą dokładność uzyskano przyjmując stałe materiałowe z tablic [12] $\nu = 0,37$, $c_L = 4700 \frac{m}{s}$. Przyjmując stałe materiałowe z aproksymacji krzywych doświadczalnych błąd wynosi 3%. Jak widać z rys. 17 spiekane proszki miedzi są materiałami dyspersyjnymi. W zakresie częstotliwości 2 MHz - 30 MHz dyspersja prędkości wynosi 5% - ze wzrostem porowatości jej wartość zwiększa się. Przeprowadzone dla porównania, badania $c_L = f(f)$ dla litej miedzi polikrystalicznej wykazały również dyspersję prędkości,



Rys. 17 Zależność prędkości fali podłużnej od częstotliwości dla próbek o różnych porowatościach



Rys.18 Porównanie zależności doświadczalnych $c_L = f(P)$ z wynikami obliczeń dla "modeli", statycznego [20] i dynamicznego [7], propagacji fali.

ale znacznie mniejszą niż w przypadku porowatych spieków. Zasadniczym celem operacji III prasowanie i spiekanie było zmniejszenie porowatości materiału. Po przeprowadzeniu pomiarów prędkości fali podłużnej okazało się, że zmieniła się również mikrostruktura i własności badanego tworzywa. Analiza rys. 16 wykazała, że wzrost prędkości fali, po operacji III prasowanie i spiekanie, jest większy niż wynikałoby to ze wzrostu gęstości materiału. Dodatkowo jeżeli porowatość jest mniejsza od 1,35% to zależność $c_L = f(P)$ jest nieliniowa. Wyjaśnienie tych zmian w oparciu wyłącznie o wyniki pomiarów prędkości fali c_L jest dosyć trudne - mogą one być spowodowane np. wzrostem liczby mikrojednorodności, sferoidyzacją porów, większą jednorodnością materiału. Aby dokładniej zrozumieć zmiany zachodzące w materiale należy dodatkowo zbadać tłumienie fali i własności sprężyste.

5.2. Badanie modułu Younga

5.2.1. Wyniki badań

Badanie zależności modułu Younga /określonego z pomiarów prędkości fali ultradźwiękowej podłużnej, w temp. 293 K/ od porowatości materiału pozwala stwierdzić, w pierwszym przybliżeniu, że jest to związek liniowy, który można opisać równaniem

$$E = B - 0,03656P \quad /45/$$

gdzie:

B - wsp. zależny od częstotliwości pomiaru

$$\text{dla } f = 10 \text{ MHz} \quad B = 1,188955 \times 10^{11} \text{ Pa}$$

$$\text{dla } f = 30 \text{ MHz} \quad B = 1,215904 \times 10^{11} \text{ Pa}$$

Po przeprowadzeniu dokładnej analizy wariacyjnej otrzymanych wyników, okazuje się jednak, że pomiędzy próbkami otrzymanymi po operacji II prasowanie i spiekanie i po operacji III prasowanie i spiekanie jest duża różnica własności. Dla próbek po operacji II prasowanie i spiekanie związek modułu Younga z porowatością jest liniowy

$$E = B - 0,02343P \quad /46/$$

gdzie: B - wsp.zależny od częstotliwości pomiarowej f

dla f = 2 MHz	B = 1,02448	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 10 MHz	B = 1,103802	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 15 MHz	B = 1,124745	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 30 MHz	B = 1,144885	$\times 10^{11}$ Pa

Natomiast dla próbek po operacji III prasowanie i spiekanie zależność $E = f(P)$ tylko w pierwszym przybliżeniu jest liniowa

$$E = B - 0,04026 P \quad /47/$$

gdzie: B - wsp.zależny od częstotliwości pomiarowej f

dla f = 10 MHz	B = 1,191909	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 30 MHz	B = 1,253447	$\times 10^{11}$ Pa

Dokładna analiza statystyczna wykazała, że dla próbek po operacji III prasowanie i spiekanie zależność pomiędzy modułem Younga a porowatością jest liniowa wtedy, gdy wartość porowatości jest większa od 1,35%. Jeżeli porowatość jest mniejsza od 1,35%, to związek ten jest wielomianem drugiego stopnia /rys.19/.

Dla $P < 1,35\%$

$$E = a + b.P + c.P^2 \quad /48/$$

gdzie: b = - 0,125 $\times 10^{11}$ Pa

c = 0,0375 $\times 10^{11}$ Pa

a - wsp.zależny od częstotliwości fali pomiarowej f

$$a = 1,146139 + 0,010634f - 0,0001872f^2 \quad /49/$$

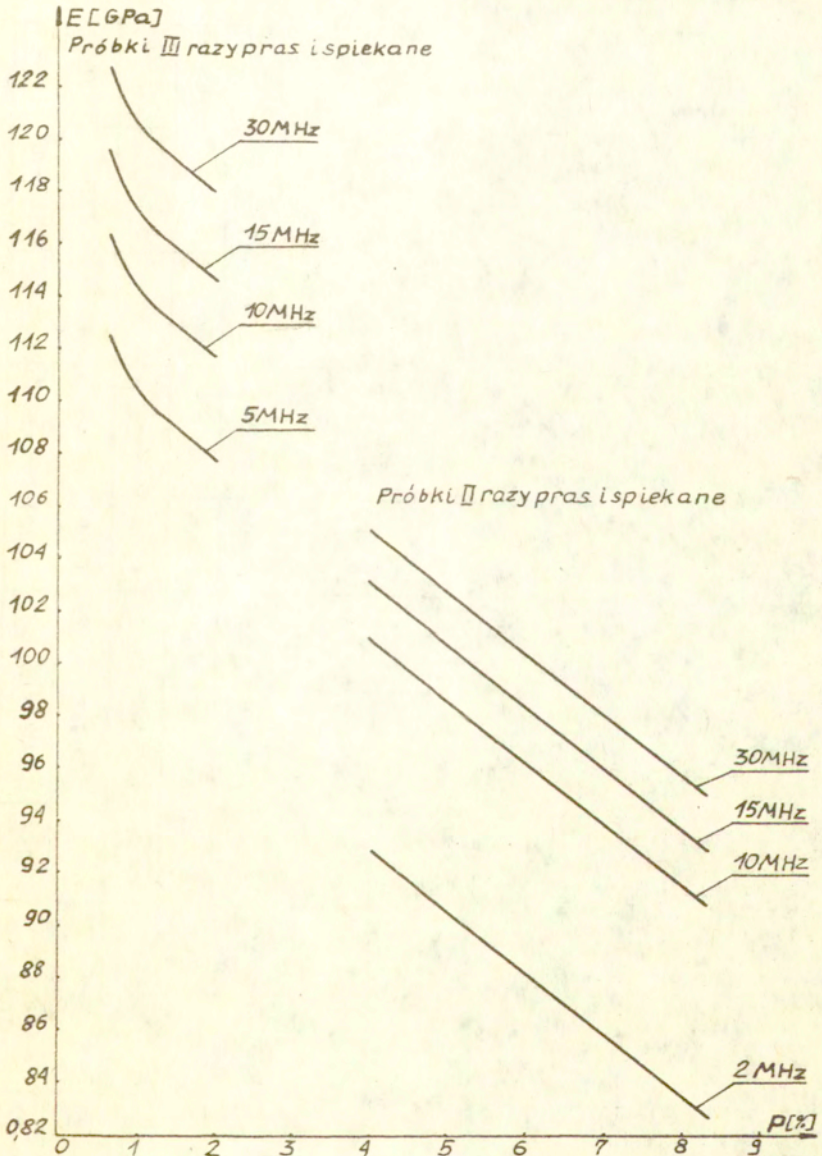
dla $P > 1,35\%$

$$E = B - 0,02375P \quad /50/$$

gdzie: B - wsp.zależny od częstotliwości pomiarowej f

dla f = 5 MHz	B = 1,126284	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 7 MHz	B = 1,143058	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 10 MHz	B = 1,165412	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 15 MHz	B = 1,195180	$\times 10^{11}$ Pa
dla f = 30 MHz	B = 1,228324	$\times 10^{11}$ Pa

Analiza statystyczna równań /47/ i /48/ załączona jest



Rys. 19 Zależność $E = f(P)$ przy $f = \text{const.}$ dla próbek po drugim i trzecim prasowaniu i spiekaniu

Analiza statystyczna zależności $E = f(P)$

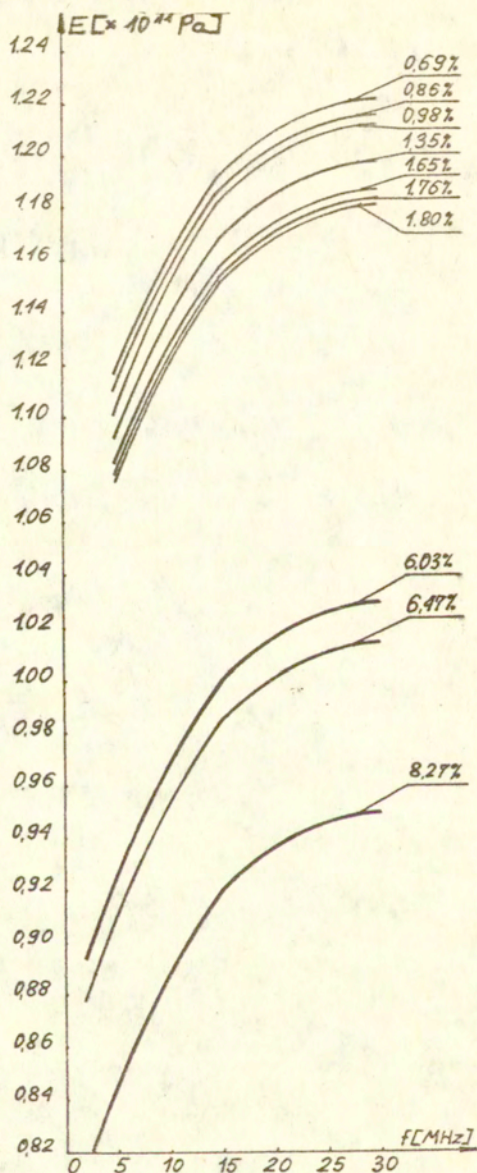
Tabela 3

f [MHz]	liczba wyników	Równanie $E = B - bP$ $E = B - bP + cP^2$	Wartości średnie porównałości P [%]	Wartości średnie modułu Younga E [$\times 10^{11}$ Pa]	Wsp. korelacji r	Poziom prawidłop α	Wariancja $s^2(E)$ [$\times 10^{11}$ Pa] ²	Błąd standardowy		
								średniar. E [$\times 10^{11}$ Pa]	wsp. b [$\times 10^{11}$ Pa]	wsp. c [$\times 10^{11}$ Pa]
10	12	$E = 1,188955 - 0,03656P$	3,540	1,059441	-0,993	0,001	168×10^{-6}	3742×10^{-6}	1304×10^{-6}	—
30	11	$E = 1,215904 - 0,03656P$	3,130	1,126611	-0,993	0,001	168×10^{-6}	3899×10^{-6}	1516×10^{-6}	—
2	3	$E = 1,024480 - 0,02343P$	6,92	0,862351	-0,983	0,1	851×10^{-7}	5326×10^{-6}	5496×10^{-6}	—
10	5	$E = 1,103802 - 0,02343P$	6,684	0,947202	-0,966	0,01	851×10^{-7}	4125×10^{-6}	3065×10^{-6}	—
15	3	$E = 1,124745 - 0,02343P$	6,923	0,962639	-0,918	0,3	851×10^{-7}	5326×10^{-6}	5496×10^{-6}	—
30	4	$E = 1,144885 - 0,02343P$	6,550	0,996169	-0,995	0,01	851×10^{-7}	4612×10^{-6}	3539×10^{-6}	—
10	7	$E = 1,191909 - 0,04026P$	1,299	1,139641	-0,968	0,001	175×10^{-7}	1583×10^{-6}	3740×10^{-6}	—
30	7	$E = 1,253447 - 0,04026P$	1,299	1,201150	-0,985	0,001	175×10^{-7}	1583×10^{-6}	3740×10^{-6}	—
5	5	$E = 1,194627 - 0,125P + 0,0375P^2$	1,106	1,104748	0,997	0,001	2×10^{-6}	632×10^{-6}	16882×10^{-6}	7141×10^{-6}
7	4	$E = 1,211401 - 0,125P + 0,0375P^2$	0,97	1,129878	0,999	0,001	5×10^{-7}	353×10^{-6}	15476×10^{-6}	234513×10^{-6}
10	5	$E = 1,233755 - 0,125P + 0,0375P^2$	1,106	1,146935	0,999	0,001	1×10^{-6}	447×10^{-6}	11933×10^{-6}	5030×10^{-6}
15	5	$E = 1,263523 - 0,125P + 0,0375P^2$	1,106	1,174322	0,925	0,05	644×10^{-7}	3578×10^{-6}	95788×10^{-6}	40434×10^{-6}
30	5	$E = 1,296667 - 0,125P + 0,0375P^2$	1,106	1,208963	0,999	0,001	1×10^{-6}	447×10^{-6}	11933×10^{-6}	5030×10^{-6}
10	10	$F = 1,087727 - 0,03587P$	2,986	0,980613	-0,992	0,001	184×10^{-6}	$1,61 \times 10^{-3}$	$42,80 \times 10^{-6}$	—

Analiza statystyczna zależności $E = f(f)$

Tabela 4

Porównanie wzrostki PL [%] kół	Równanie $E = F + bf + cf^2$	Wartości średnie często- modu Younga [10^{-4} Pa]	Wsp. ko- relacji r	Poziom prawość α	Wariancja $S^2(E)$ [10^{-4} Pa] ²	Błąd standardowy		
						śred wart E [10^{-4} Pa]	wsp. b [10^{-4} Pa/NHz]	wsp. c [10^{-4} Pa/NHz] ²
—	$E = 1146,159 + 0,0406336f - 0,0001872f^2$	13,4	0,999	0,001	48×10^{-7}	980×10^{-6}	548×10^{-6}	17×10^{-6}
0,69	$E = 1062,977 + 0,0419f - 0,00022f^2$	13,4	0,999	0,001	35×10^{-7}	837×10^{-6}	529×10^{-6}	14×10^{-6}
0,86	$E = 1056,879 + 0,0419f - 0,00022f^2$	13,4	0,998	0,001	122×10^{-7}	1562×10^{-6}	988×10^{-6}	27×10^{-6}
0,98	$E = 1052,574 + 0,0419f - 0,00022f^2$	12,17	0,998	0,001	125×10^{-7}	1443×10^{-6}	946×10^{-6}	26×10^{-6}
1,35	$E = 1039,302 + 0,0419f - 0,00022f^2$	13,4	0,994	0,001	394×10^{-7}	2807×10^{-6}	1775×10^{-6}	48×10^{-6}
1,65	$E = 1028,541 + 0,0419f - 0,00022f^2$	15,0	0,999	0,001	62×10^{-7}	1245×10^{-6}	726×10^{-6}	20×10^{-6}
1,76	$E = 1024,596 + 0,0419f - 0,00022f^2$	13,4	0,999	0,001	69×10^{-7}	1175×10^{-6}	743×10^{-6}	20×10^{-6}
1,80	$E = 1023,761 + 0,0419f - 0,00022f^2$	13,4	0,995	0,001	322×10^{-7}	2538×10^{-6}	1605×10^{-6}	44×10^{-6}
6,03	$E = 0,8771931 + 0,0419f - 0,00022f^2$	15,6	0,980	0,01	1319×10^{-7}	5136×10^{-6}	1982×10^{-6}	59×10^{-6}
6,47	$E = 0,855648 + 0,0419f - 0,00022f^2$	12,4	0,999	0,001	35×10^{-7}	837×10^{-6}	355×10^{-6}	11×10^{-6}
8,27	$E = 0,791082 + 0,0419f - 0,00022f^2$	11,5	0,971	0,001	1855×10^{-7}	5560×10^{-6}	2578×10^{-6}	76×10^{-6}



Rys. 20 Zależność modułu Younga od częstotliwości dla różnych wartości porowatości dla próbek po II, III prasowaniu i spiekaniu

w tabeli 3 a równania /49/ w tabeli 4. Badania zależności modułu Younga od częstotliwości pomiarowej, w temp. 293 K, przy stałej porowatości materiału wykazały, że związek ten można opisać równaniem /rys.20/

$$E = F + 0,0119f - 0,00022f^2 \quad /51/$$

gdzie: F - wsp.zależny od porowatości P

$$F = 1,087727 - 0,03587P \quad /52/$$

Analiza statystyczna równań /51/ i /52/ przedstawiona jest w tabelach 3 i 4.

5.2.2. Wnioski

Porównanie uzyskanych wyników z modelem Mackenziego [10] ciała porowatego wykazuje dobrą zgodność zależności /45/ z modelem, przy małych porowatościach $P < 3\%$. Przy dużych porowatościach rozbieżności są znacznie większe /rys.21/. W celu wyjaśnienia nieciągłości z rys.19 zastosujemy teorię Rossiego [21] koncentracji naprężeń na porach. Bazując na tej teorii określony zostanie kształt porów.

Zależność modułu Younga od porowatości zgodnie z modelem Mackenziego i Rossiego przedstawić można w postaci /dla porów sferycznych, przy $f = 10$ MHz/

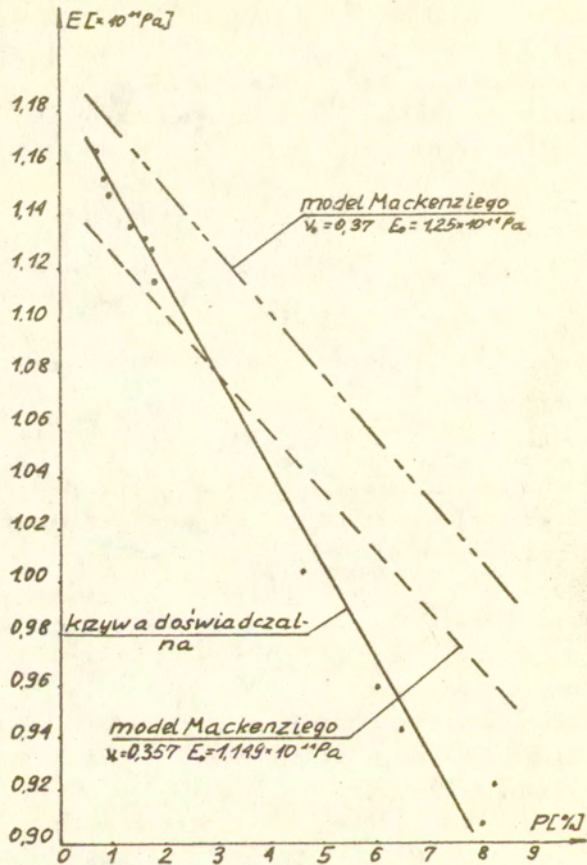
$$E = 1,149 / 1-2P/$$

Wynika stąd, że $k = 2$, czyli stosunek osi porów $\frac{a}{b} = 1$. W podobny sposób przedstawione zostaną zależności doświadczalne $E = f(P)$

Próbki po II prasowaniu i spiekaniu

dla $f = 2$ MHz	$E = 1,024(1-2,287P) \rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,23$
dla $f = 5$ MHz	$E = 1,064(1-2,202P) \rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,16$
dla $f = 10$ MHz	$E = 1,104(1-2,123P) \rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,10$
dla $f = 15$ MHz	$E = 1,125(1-2,083P) \rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,07$
dla $f = 30$ MHz	$E = 1,145(1-2,046P) \rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,04$

Na podstawie tych zależności można stwierdzić, że po operacji II prasowanie i spiekanie kształt porów nieznacznie



Rys. 21 Porównanie zależności doświadczalnych $E = f(P)$ z wynikami obliczeń dla modelu Mackenziego [10] ciała porowatego

odbiega od sferycznego. Podobna analiza zostanie przeprowadzona dla próbek po operacji III prasowanie i spiekanie /tylko dla tych, których porowatość jest większa od 1,35%.

dla $f = 5 \text{ MHz}$	$E = 1,126(1-2,109P)$	$\rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,09$
dla $f = 7 \text{ MHz}$	$E = 1,143(1-2,078P)$	$\rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,06$
dla $f = 10 \text{ MHz}$	$E = 1,165(1-2,038P)$	$\rightarrow \frac{E}{E_0} = 1,03$
dla $f = 15 \text{ MHz}$	$E = 1,195(1-1,987P)$	$\rightarrow \frac{E}{E_0} = 0,98$

$$\text{dla } f = 30 \text{ MHz} \quad E = 1,228(1-1,933P) \longrightarrow \frac{E}{E_0} = 0,95$$

Z powyższych zależności wynika, że po operacji III prasowanie i spiekanie kształt porów jest prawie sferyczny. Porównując np. dla $f = 10 \text{ MHz}$ stosunek osi porów po operacji II prasowanie i spiekanie $\frac{a}{c} = 1,10$ i po operacji III prasowanie i spiekanie $\frac{a}{c} = 1,03$ widać wyraźną tendencję do sferoidyzacji porów, co powoduje znaczne polepszenie własności sprężystych materiału. Tak więc sferoidyzację porów uznać można za główną przyczynę skokowego wzrostu wartości modułu Younga w materiale, po operacji III prasowanie i spiekanie. Ponieważ pory w próbkach o porowatości $P < 1,35\%$ również mają kształt sferyczny, nieliniowa zależność $E = f(P)$ świadczy o tym, że występuje w nich jeszcze jeden składnik struktury. Mogą to być np. mikroszczeliny. Na nich to, następuje dodatkowa koncentracja naprężeń co jest przyczyną krzywoliniowej zależności $c_L = f(P)$ i $E = f(P)$. Należy zwrócić uwagę na dużą zależność wartości modułu Younga od częstotliwości pomiarowej. Dla materiału o dużej porowatości wielkość tych zmian wynosi ok. 14%, a wraz ze zmniejszaniem się porowatości zmiany te maleją do ok. 10% dla $P = 0,69\%$.

5.3. Badanie tłumienia

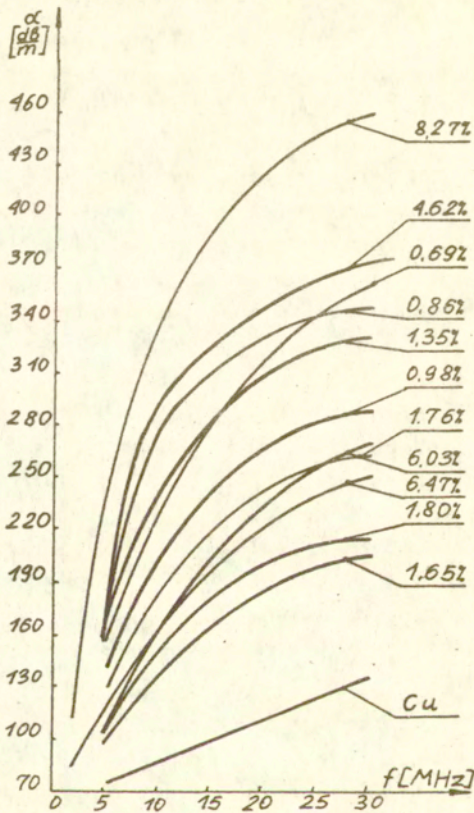
5.3.1. Wyniki badań tłumienia

Badanie tłumienia spiekanych proszków miedzi okazało się najmniej dokładną metodą badania ciała porowatego. Interpretacja uzyskanych wyników sprawia największe problemy. Niemniej jednak "waga" tych wyników jest olbrzymia i stanowią one cenny wkład w zrozumienie procesów zachodzących w materiale. Badanie tłumienia w funkcji częstotliwości pomiarowej przy stałej porowatości wykazało, że zależność $\alpha = f(f)$ jest funkcją drugiego stopnia, typu:

$$\alpha = a + bf + cf^2 \quad /53/$$

gdzie a, b, c - współczynniki.

Na rys. 22 pokazane są krzywe $\alpha = f(f)$ przy $P = \text{const.}$ dla wszystkich zbadanych próbek, w tabeli 6 załączona jest analiza statystyczna tych krzywych. Pozorny chaos na rys. 22 spowodowa-



Rys. 22 Zależność tłumienia od częstotliwości pomiarowej dla próbek o różnych porowatościach.

ny jest specyficzną zależnością tłumienia od porowatości jak i małą dokładnością pomiarów. Należy również podkreślić, że badania w funkcji częstotliwości /prędkości, modułu Younga i tłumienia/ nie wykazują istotnych różnic pomiędzy próbkami po II, III prasowaniu i spiekaniu.

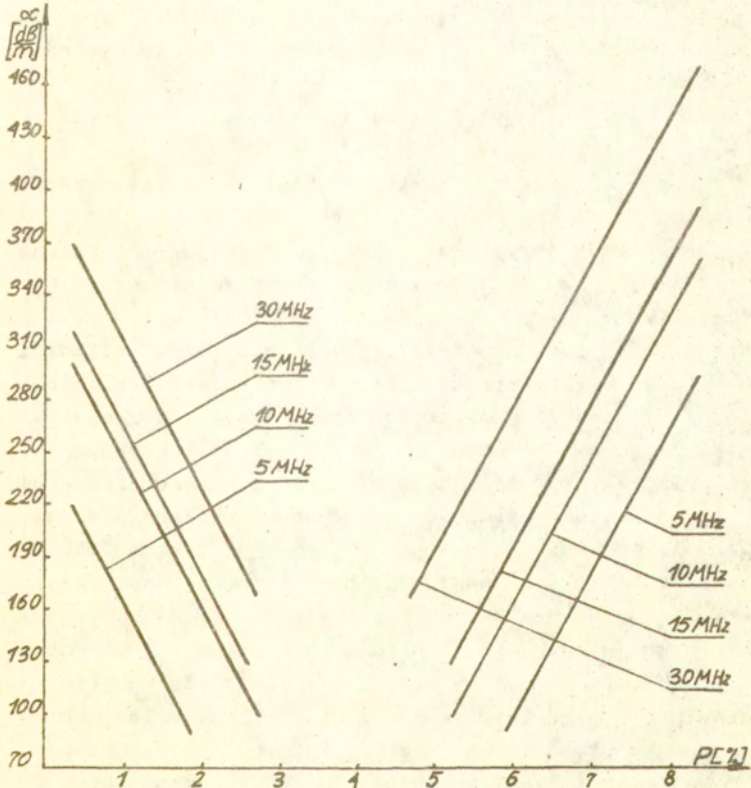
Interpretacja wyników badań tłumienia w funkcji porowatości przy stałej częstotliwości pomiarowej jest nieco prostsza /rys.23/. Dla próbek o porowatości od 4% do 9% wraz ze wzrostem

porowatości tłumienie zwiększa się. Zmiany te opisuje równanie

$$\alpha = 83,76P + M \quad /54/$$

gdzie: M - współczynnik zależny od częstotliwości pomiarowej

dla f = 5 MHz	M = -403 dB . m ⁻¹
dla f = 10 MHz	M = -338 dB . m ⁻¹
dla f = 15 MHz	M = -305 dB . m ⁻¹
dla f = 30 MHz	M = -224 dB . m ⁻¹



Rys. 23 Zależność tłumienia od porowatości przy różnych częstotliwościach pomiarowych.

Natomiast dla próbek o porowatości mniejszej od 1,80% /po III prasowaniu i spiekaniu/ wraz ze wzrostem porowatości tłumienie zmniejsza się wg zależności

$$\alpha = - 85,08P + M \quad /55/$$

gdzie: M - współczynnik zależny od częstotliwości pomiarowej

dla $f = 5$ MHz	$M = 245 \text{ dB} \cdot \text{m}^{-1}$
dla $f = 10$ MHz	$M = 330 \text{ dB} \cdot \text{m}^{-1}$
dla $f = 15$ MHz	$M = 349 \text{ dB} \cdot \text{m}^{-1}$
dla $f = 30$ MHz	$M = 396 \text{ dB} \cdot \text{m}^{-1}$

W tabeli 5 przedstawiona jest analiza statystyczna równań /54/ i /55/.

5.3.2. Wnioski

Na podstawie przeprowadzonych pomiarów tłumienia i prędkości rozchodzenia podłużnych fal ultradźwiękowych nasuwają się następujące wnioski /patrz tabele 5 i 6/:

- ze wzrostem częstotliwości pomiarowej następuje wyraźny wzrost wartości tłumienia;
- ze wzrostem porowatości następuje podobny, jak wyżej, wzrost tłumienia;
- w wyniku dodatkowej obróbki próbek /III operacja/ następuje wzrost tłumienia przy malejącej porowatości /efekt odwrotny jak wniosek 1/.

Wzrost wartości tłumienia przy wzrastającej częstotliwości jest spowodowany zwiększonym efektem rozpraszania fal o mniejszej długości przy ustalonej porowatości. Wzrost tłumienia w funkcji porowatości spowodowany jest większym efektywnym przekrojem powierzchni rozpraszającej porów i niejednorodności. Przyczyny wzrostu tłumienia po dodatkowych operacjach prasowania i spiekania wyjaśnić można następująco. Po obróbce III nastąpił wzrost liczby porów przy malejącej porowatości tzn. zmniejszeniu średniej średnicy poru. W efekcie jednak występuje wzrost przekroju czynnego rozpraszania i wzrost tłumienia. Obliczenia Evansa [4] wykazały, że wzrost liczby porów jest kompensowany przez spadek porowatości całkowitej. Należy to rozumieć w tym sensie, że dla materiału o strukturze zgodnej z tabelą 7, wg teorii Evansa tłumienia próbek o porowatości 0,69% i 1,80% powinny być porównywalne. Ponieważ w rzeczywistości próbka o $P = 0,69\%$ wykazuje znacznie większe tłumienie niż próbka o $P = 1,80\%$ świadczy to o tym, że w materiale występuje jeszcze jeden element strukturalny powodujący dodatkowe rozpraszanie fal, np. mikroszczeliny. Ich obecność oraz zwiększająca się liczba porów są przyczynami, że w próbkach

Tabela 5

Analiza statystyczna zależności $\alpha = f(P)$

Częstość ulwożeni- ków f [MHz]	Liczba	Równanie $\alpha = M + bP$	Wartości średnie		Wsp.ko relacji r	poziom prawdy	Wariancja $s^2(\alpha)$ [dB·m ⁻¹ ²]	Błąd standardowy	
			poro- watość P [dB·m ⁻¹]	α [dB·m ⁻¹]				śred.wart s(α) [dB·m ⁻¹]	wsp b [dB·m ⁻¹]
5	5	$\alpha = 83,76P - 403,64$	7,082	189,53	0,872	0,1	1429,51	16,91	18,87
10	5	$\alpha = 83,76P - 337,99$	7,082	255,17	0,960	0,01	1429,51	16,91	18,87
15	4	$\alpha = 83,76P - 305,26$	6,845	268,06	0,960	0,05	1429,51	18,90	22,24
30	4	$\alpha = 83,76P - 224,25$	6,845	349,07	0,960	0,05	1429,51	18,90	22,24
5	7	$\alpha = 245,29P - 85,08P$	1,299	134,81	-0,670	0,1	1249,04	13,36	31,55
10	7	$\alpha = 329,86P - 85,08P$	1,299	219,34	-0,682	0,1	1249,04	13,36	31,55
15	6	$\alpha = 348,72P - 85,08P$	1,215	245,34	-0,800	0,1	1249,04	14,43	36,04
30	7	$\alpha = 395,78P - 85,08P$	1,299	285,26	-0,866	0,02	1249,04	13,36	31,55

Analiza statystyczna zależności $\alpha = f(f)$ Tabela 6

Porównanie wartości P [%]	Liczba wyni- ków	Równanie $\alpha = a + bf + cf^2$	Wartości średnie		Wsp. ko- relacji r	Poziom prawdop	Wariancja $s^2(\alpha)$ [dB·m ⁻¹] ²	Błąd standardowy		
			często- tliwość f [MHz]	średnia α [dB·m ⁻¹]				średniwart $s(\alpha)$ [dB·m ⁻¹]	Wsp. b [dB·m ⁻¹] [MHz]	Wsp. c [dB·m ⁻¹] [MHz ²]
0,69	6	$\alpha = 26,1 + 23f - 0,4f^2$	14,66	247,76	0,974	0,001	737	11,0	6,3	0,18
0,86	5	$\alpha = 9,1 + 25f - 0,5f^2$	13,40	254,60	0,972	0,01	703	12,0	7,5	0,21
0,98	8	$\alpha = 30,5 + 18,9f - 0,3f^2$	16,42	207,20	0,931	0,001	1088	11,7	5,7	0,14
1,35	5	$\alpha = 76 + 22,2f - 0,46f^2$	13,40	254,75	0,952	0,02	865	13,0	8,3	0,23
1,65	5	$\alpha = 59,3 + 9,3f - 0,14f^2$	16,20	160,50	0,990	0,01	74,5	3,9	2,1	0,06
1,76	6	$\alpha = 57,5 + 12f - 0,19f^2$	17,00	183,50	0,968	0,01	631	10,3	5,8	0,14
1,80	4	$\alpha = 0,6 + 24,4f - 0,47f^2$	13,00	152,30	0,973	0,05	484	11,0	10,5	0,28
4,62	5	$\alpha = 8,8 + 31,8f - 0,66f^2$	13,40	264,60	0,962	0,01	1370	16,5	10,5	0,29
6,03	8	$\alpha = 31,8 + 18f - 0,34f^2$	14,00	195,50	0,939	0,001	733	9,6	5,3	0,15
6,47	6	$\alpha = 22,3 + 14,4f - 0,12f^2$	14,33	196,60	0,986	0,001	397,3	8,1	4,9	0,14
8,27	7	$\alpha = 82,3 + 30,6f - 0,61f^2$	10,70	294,60	0,975	0,001	920	11,5	5,7	0,17

po operacji III prasowanie i spiekanie mimo malejącej porowatości tłumienie wzrasta. Należy zaznaczyć, że mikroszczeliny mogą występować we wszystkich próbkach. Jednak w próbkach o dużej porowatości i dużych porach mogą być one "maskowane" właśnie przez te niejednorodności. Obecność i aktywne oddziaływanie mikroszczelin może tłumaczyć również nieliniową zależność $c_L = f(P)$ i $E = f(P)$ przy małych porowatościach poniżej 1,35%.

6. Wnioski

1. Zależność prędkości ultradźwiękowej fali podłużnej i modułu Younga od porowatości w spiekach miedzi tylko w pierwszym przybliżeniu jest liniowa.
2. Zmierzone wartości prędkości ultradźwiękowej fali podłużnej oraz modułu Younga spieków miedzi zależą od częstotliwości fali pomiarowej. Ze wzrostem porowatości zależność ta zwiększa się.
3. Wyniki badań prędkości propagacji fali ultradźwiękowej podłużnej są w dobrej zgodności z obliczeniami dla modeli teoretycznych /statyczny - Ranachowskiego, dynamiczny - Lewandowskiego/ propagacji fali w ośrodku niejednorodnym.
4. Istnieje problem poprawnego określenia stałych materiałowych "szkieletu" spieku, wymaga on dodatkowych badań.
5. Uzyskane wyniki badań modułu Younga są w dobrej zgodności z obliczeniami dla modelu Mackenziego ciała porowatego, szczególnie dla małych porowatości.
6. Z wyników badań c_L , $E = f(P)$ wynika, że wielokrotne prasowanie i spiekanie materiału powoduje wzrost wartości tych parametrów $/c_L, E/$ znacznie większy niż wynikałoby ze wzrostu gęstości materiału. Po zastosowaniu do uzyskanych wyników badań $E = f(P)$ teorii koncentracji naprężeń na porach, Rossiego, okazuje się że każda następna operacja prasowania i spiekania powoduje sferoidyzację porów. Taki kierunek zmian struktury został potwierdzony badaniami metalograficznymi. Wzrost regularności kształtu porów jest główną przyczyną skokowego wzrostu wartości modułu Younga i prędkości ultradźwiękowej fali podłużnej następującego po każdej operacji prasowania i spiekania.

7. Dla materiałów o małej porowatości zależności c_L , $E = f(P)$ są krzywymi drugiego stopnia. Świadczy to o tym, że w materiale występują mikroszczeliny powodujące dodatkową koncentrację naprężeń.
8. Zmienna wartość stosunku osi poru $\frac{a}{c}$ w funkcji częstotliwości fali pomiarowej nie jest spowodowana zmianą geometrii poru. Wyjaśnienie przyczyny zmian wymaga odrębnych badań.
9. Zmniejszeniu się porowatości materiału po przeprowadzeniu operacji III prasowanie i spiekanie towarzyszy wzrost tłumienia, który można wytłumaczyć zwiększeniem się ilości porów i obecnością mikroszczelin. Tłumaczy to dlaczego zależności c_L , $E = f(P)$ dla małych porowatości mają charakter wielomianu drugiego stopnia.

LITERATURA

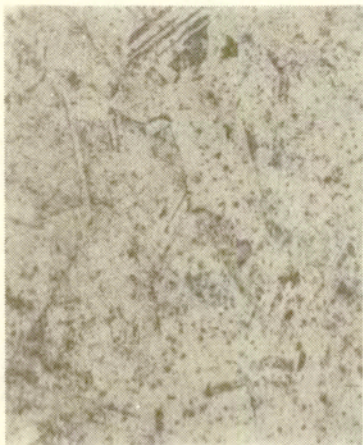
1. Besterci M., Prochazka V. - Der Einfluss, der Bearbeitungsbedingungen auf die Strukturänderungen und auf die einige Eigenschaften von Kupfersinterkörpern, IV Konf. Met. Proszków, Zakopane, 1975.
2. Drescher E., Pawłowski Z. - Sprzężenia akustyczne w badaniach ciała stałego, Prace IPPT, W-wa, 47/1971.
3. Eshelby J.D. - The determination of the elastic field of an ellipsoidal inclusion and related problems, Proc. Roy. Soc. A 241, 376 /1957/.
4. Evans A.G., Titman B.R., Ahlberg L. - J. Appl. Phys. V. 49, 5, 2669, 1978.
5. Frydrych H., Frydrych J., Rutkowski Wł., Sowa M. - Badanie procesu prasowania proszków miedzi, V Konf. Metalurgii Proszków, Poznań, 1979.
6. Kreher W., Ranachowski J., Rajmund F. - Ultrasonic waves in porous ceramics with non-spherical holes, Ultrasonics, March, 1977.
7. Lewandowski J. - Akustyczne metody badania struktury niejednorodnych ciał stałych - Prace IPPT, W-wa, 18/1976.
8. Libal W., Hausner R. - Porengrößenverteilung und Porosität in körnigen Gut. I Porengrößenverteilung, II Kornporosität, Ber. Dt. Keram. Ges. 50/1/, 8-13/2/, 35-38, 1973.
9. Lifszic, Parhamowskii - Z.E.T.F., 20, 175, 1950.
10. Mackenzie J.K. - The Elastic Constants of a Solid Containing Spherical Holes, Proc. Phys. Soc. /London, 1950/, 63B/1/, p. 2-11.
11. Malecki I. - Spatial Source Method, Arch. Electrotech. 5, 4 1956.
12. Malecki I. - Teoria fal i układów akustycznych PWN, W-wa, 1964.
13. Mason W.P., Mckimin H.J., J. Appl. Phys. - 19, 940, 1948.

14. Mason W.P., Mcskimin H.J. - J.Acoust.Soc.Amer. 19, 464, 1947.
15. Papadakis E.M. - J.Acoust.Soc.Amer., 37, 711, 1965.
16. Papadakis E.P. - JASA, 40, 863, 1966.
17. Piekarczyk J. - Wpływ kształtu i wielkości próbek na zmiany prędkości rozchodzenia się podłużnych fal ultradźwiękowych, Elektryczne i akustyczne metody badań materiałów, Seminarium IPPT PAN, SEP W-wa, 1982.
18. Piekarczyk J., Pampuch R. - Tekstura i własności sprężyste tworzyw grafitowych, Ceramika 24/1976.
19. Połubiński M. - Izostatyczne prasowanie i spiekanie proszków, II Symp.Met.Proszków, Baranów Sandomierski, 1976.
20. Ranachowski J. - Propagation of ultrasonics waves in porous ceramics, Ultrasonics, September, 1975.
21. Rossi R.C. - Prediction of the Elastic Moduli of Composites, J,Am.Ceram.Soc., 1968, 51/8/, 234-37.
22. Rutkowski Wł. - Projektowanie właściwości i wyrobów spiekanych z proszków i włókien, PWN, W-wa, 1977.
23. Schmidt H. - Untersuchung der durch Versetzungen verursachten Absorption und Modul Änderung in Kupfereinkristallen in abhängigkeit von Frequenz, Temperatur und Verformungsgrad, praca doktorska, Aachen, 1980.
24. Wehr I. - Pomiary prędkości i tłumienia fal ultradźwiękowych, PWN, W-wa, 1972.
25. Williams J., Lamb J. - JASA, 30, 308, 1958.
26. Radziszewski L., Ranachowski J. - Porowatość i moduły sprężystości spieków metalicznych wyznaczone metodą rezonansową, Prace IPPT, W-wa, 38/1985.

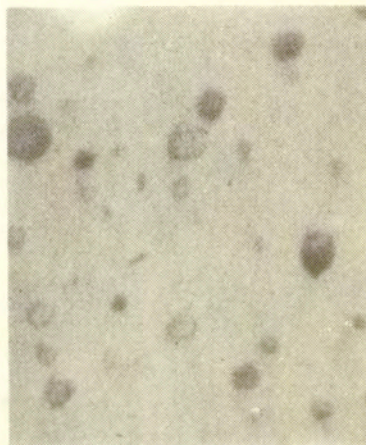
SPIS TREŚCI	str
Streszczenie	3
Wstęp	4
1. Propagacja fal akustycznych w ośrodkach niejednorodnych	5
1.1. Prędkość fali akustycznej w ośrodkach niejednorodnych	5
1.2. Zależność prędkości propagacji fal ultradźwiękowych od tłumienia	11
1.3. Tłumienie fal akustycznych w ośrodkach niejednorodnych	14
2. Wyznaczanie modułów sprężystości i stałych propagacji fali ultradźwiękowej metodami impulsowymi	20
2.1. Wybrane związki pomiędzy modułami sprężystości a stałymi propagacji fal ultradźwiękowych	20
2.2. Metodyka wykonywania badań	22
2.3. Analiza błędów	26
3. Przygotowanie próbek	30
4. Badanie tekstury spiekanych proszków miedzi	33
4.1. Badanie wybranych elementów tekstury spiekanych proszków miedzi	33
4.2. Wnioski	38
5. Wyniki badań	38
5.1. Pomiary prędkości	38
5.1.1. Wyniki pomiarów	38
5.1.2. Wnioski	44
5.2. Badanie modułu Younga	47
5.2.1. Wyniki badań	47

5.2.2. Wnioski	53
5.3. Badanie ciumienia	55
5.3.1. Wyniki badań	55
5.3.2. Wnioski	59
6. Wnioski	61
Literatura	63

a/ x 200 ||



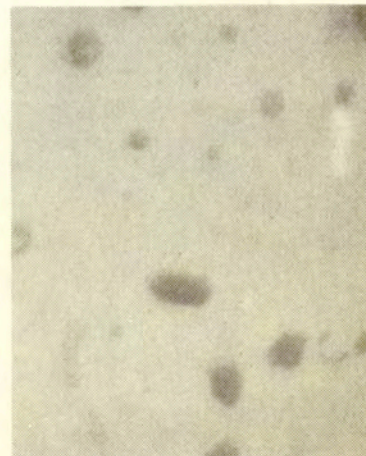
x 1000 ||



b/ x 200 ⊥



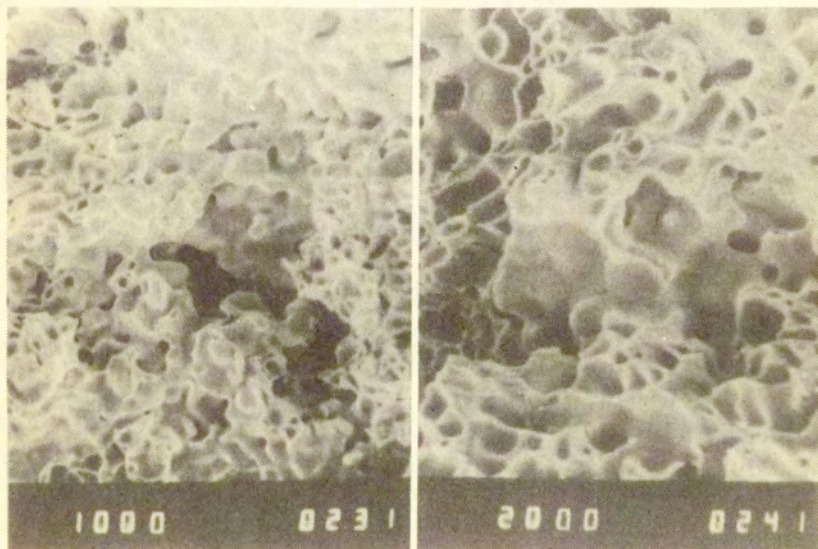
x 1000 ⊥



Rys.13 Zdjęcia zglądów próbki o porowatości 8,27% wykonane w kierunku: a/równoległym(||) do kierunku prasowania b/ prostopadłym(⊥) do kierunku prasowania.

x 1000

x 2000



Rys. 14 Zdjęcie z mikroskopu scanningowego próbki ze spiekanych proszków miedzi.