

Laboratorní a výpočetní technika

POUŽITÍ AKUSTICKÉ EMISE KE SLEDOVÁNÍ VÝPALU V KERAMICE

VLADIMÍR LACH, ZDENĚK SLAVÍK, ZDENĚK WEBER

Stavební fakulta Vysokého učení technického, Barvičova 85, 662 37 Brno

Došlo 13. 11. 1981

Je definován jev akustické emise a jeho zdroje v keramice se zřetelem na problematiku výpalu. Je popsáno měřicí zařízení, složené ze sériové vyráběných přístrojů, a způsob sledování AE při zkouškách. Metoda AE, aplikovaná na kontrolu výpalu představuje: 1. získání spektra AE v závislosti na zvoleném teplotním režimu pro daný vzorek; 2. analýzu spektra AE, tj. vytypování kritických teplotních intervalů a interpretaci zdrojů AE; 3. vyhodnocení, tj. provedení změn technologie výroby a pálicího režimu.

ÚVOD

Nejnáročnější technologický úsek v keramice je výpal výrobků, jímž se formuje mikrostruktura střepu a finální vlastnosti výrobku. Na kvalitě výpalu závisí i kvalita výrobků. Proto se stále vyvíjí snaha co nejlépe výpal výrobků zvládnout a současně jej optimalizovat také s přihlédnutím k náročnosti procesu z hlediska energetického. Ke zvládnutí výpalu je třeba získat co nejúplnější údaje o fyzikálně chemických pochodech, které při něm probíhají.

Progresivní metody zkoušení vlastností keramických materiálů stále více směřují ke studiu sekundárních projevů mikrostruktury podle nového keramického konceptu [1], které charakterizují střepovou hmotu z hlediska fyzikálně mechanických vlastností, jako jsou především pevnost, pružnost a vznik vnitřních napětí vlivem pálicího procesu.

Jednou z dalších možností, jak získat údaje o chování střepu při výpalu je akustická emise (AE).

TEORETICKÁ ČÁST

Jev akustické emise

Jevem akustické emise fyzikálně rozumíme proces vzniku a šíření napěťových vln — akustických fononů, uvolněných při lokální dynamické přestavbě vnitřní struktury [2]—[4].

Napěťové vlny — podélné nebo příčné akustické fonony — vznikají v látce v procesu interakce s jinými tělesy nebo fyzikálními poli. Šíří se všesměrově do okolí a v důsledku fyzikálních vlastností zkoumaných látek (konečné rozměry, nehomogenita, útlum, disperze aj.) se transformují na směrované elastické vlny pulsního charakteru. Jejich frekvenční spektrum zasahuje od zvukových kmitočtů až do několika MHz a amplituda klesá s dvojnásobkem vzdálenosti pomaleji než pro kulové vlny ve vzduchu.

Každá látka má své vlastní spektrum signálů AE, podmíněné zdroji impulsů a faktory šíření, kdy např. tlumení vyvolá nejsilnější pokles vysokofrekvenční složky signálu AE.

Zdroje akustické emise

Obecně mohou být zdroje napětového vlnění vnější (ráz těles, tření, elektromagnetické pole, ultrazvuk apod.) nebo vnitřní (změny vnitřního napětí, fázové přeměny, pohyb dislokací, růst trhlin aj.). Termín AE se vyhrazuje procesům, které vyzařují elastické vlnění a jejichž zdroje jsou vnitřní, tedy rozloženy v objemu zkoumané látky [4]. Základní terminologie z oblasti AE, kterou dále používáme, je v souladu s definicemi uvedenými např. ve [2], [4].

Podle současných poznatků [4]—[6] rozlišujeme tři hlavní zdroje AE v látce, přičemž se generované signály odlišují kmitočtem a amplitudou:

a) Při vzniku mikrotrhlin a při jejich růstu vlivem mechanického namáhání vzniká signál AE ve frekvenčním pásmu 10^2 — 10^5 Hz. Uvolněná energie je ze všech zdrojů největší.

b) Při uvolnění vnitřního napětí, tj. vzniku elastických vln, vzniká signál s kmitočtem řádově vyšším než v předchozím případě. Uvolněná energie ve srovnání s předchozím případem je menší.

c) Při registraci skupin dislokací se objeví signál AE s kmitočtem zvláště vysokým, avšak uvolněná energie je zcela nepatrná.

Pro charakterizování vlastností keramických hmot jsou nejdůležitější prvé dva zdroje AE — vznik a šíření zárodečných mikrotrhlin a změny vnitřního napětí [3], [4], [7].

Problematika výpalu

Průběh pálení je charakterizován rychlostí teplotních změn v jednotlivých pácích údobích, které odpovídají technologickým vlastnostem páleného materiálu a tepelně technickým možnostem pece [8].

Optimální průběh pálení musí být stanoven zvláště pro každou surovinu, druh výrobku a typ pece. Na jeho určení má vliv kritický teplotní spád mezi jednotlivými vrstvami střepe, přičemž napětí ve střepe musí být menší než jeho pevnost.

Jak vyplývá z předchozího odstavce, jsou změny tohoto napětí ve střepe měřitelné prostřednictvím signálů AE. Předpokládáme existenci příčné závislosti mezi velikostí vnitřních napětí a jeho změnami a parametry signálu AE, např. intenzitou AE nebo celkovým počtem impulsů.

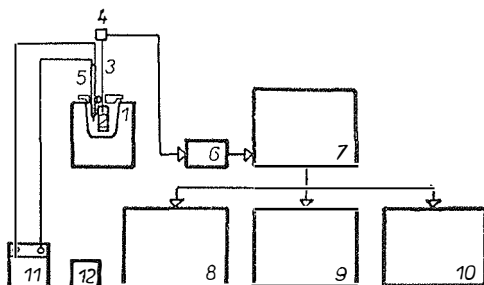
EXPERIMENTÁLNÍ ČÁST

Měřicí zařízení

Ke sledování AE v daném případě [9] bylo použito zařízení, sestavené z různých sériově vyráběných přístrojů. Jehož blokové schéma je na obr. 1. Zdroj teplotní zátěže tvoří laboratorní kelímková pec 1 typ K-59 (příkon 750 W, provozní teplota 1000 °C). Z této pece je vyveden vlnovod z kanthalu 3, na kterém je válcovitý vzorek 2 zavěšen. Vlnovod (\varnothing 1,5 mm, délka 400 mm) je ukončen závitem, na kterém je našroubován akcelerační snímač 4 fy Brüel a Kjaer typ 4344 (hmotnost 2 g, citlivost 2,5 mV/g, rez. frekvence 75 kHz). Výstupní signál je veden přes nízkoompový vysokoimpedanční předzesilovač z UNIPAN 203.50 (PLR, vstup 20 M Ω /30 pF, zesílení 20 dB) do selektivního nanovoltmetru 7 UNIPAN typ 227 (PLR, zesílení 60 dB, selektivita 50 dB, frekvence 770 Hz). Signál vystupující z nanovoltmetru se větví:

a) do zapisovače 9 PSG 101 (NDR, posuv papíru 0,03 mm/s, zapisovací rychlost 160 mm/s, měřicí potenciometr MP 25 dB log), jež umožňuje získat časové rozložení spektra signálu AE;

b) do čítače impulsů 8 VA-M-120 (NDR), umožňující zjišťovat četnost impulsů (diskriminační práh 50 mV);



Obr. 1. Blokové schéma měření akustické emise: 1 — laboratorní pec K-59, 2 — vzorek, 3 — kanthalový vlnovod, 4 — snímač BK 4344, 5 — termočlánek Pt-PtRh, 6 — nízkošumový předzesilovač Unipan 203.50, 7 — selektivní nanovoltmetr Unipan 227, 8 — čítač impulsů VA-M-120, 9 — zapisovač PSG 101, 10 — hladinový analyzátor BK 4426, 11 — kompenzační most Thermomet, 12 — elektronické stopky.

c) do hladinového analyzátoru 10 fy Brüel a Kjaer typ 4426 (vzorkování po 0,2 s, číslcová indikace mimo jiné též hustoty pravděpodobnosti a kumulativní pravděpodobnosti ve 32 kanálech po 2 dB), jež umožňuje provést statistickou analýzu hladin AE signálů.

Kontrola časové základny byla prováděna elektronickými stopkami 12, sledování teploty termočlánekem 5 PtRh-Pt ve spojení s kompenzačním mostem Thermomet (Metra). Síťové napájení bylo odrušeno filtry WK 05003.1 (Tesla Lanškroun) s rezonančním kmitočtem 2 MHz.

Pro měření signálu AE v pásmu akustických kmitočtů platí obecně zásada pečlivého odrušení celého zařízení od mechanických a elektrických šumů. Nastavení úrovní zesilovačů je podmíněno nulovým signálem AE celého zařízení (bez vzorku a s nezatíženým vzorkem) po dobu více jak 4 hodin.

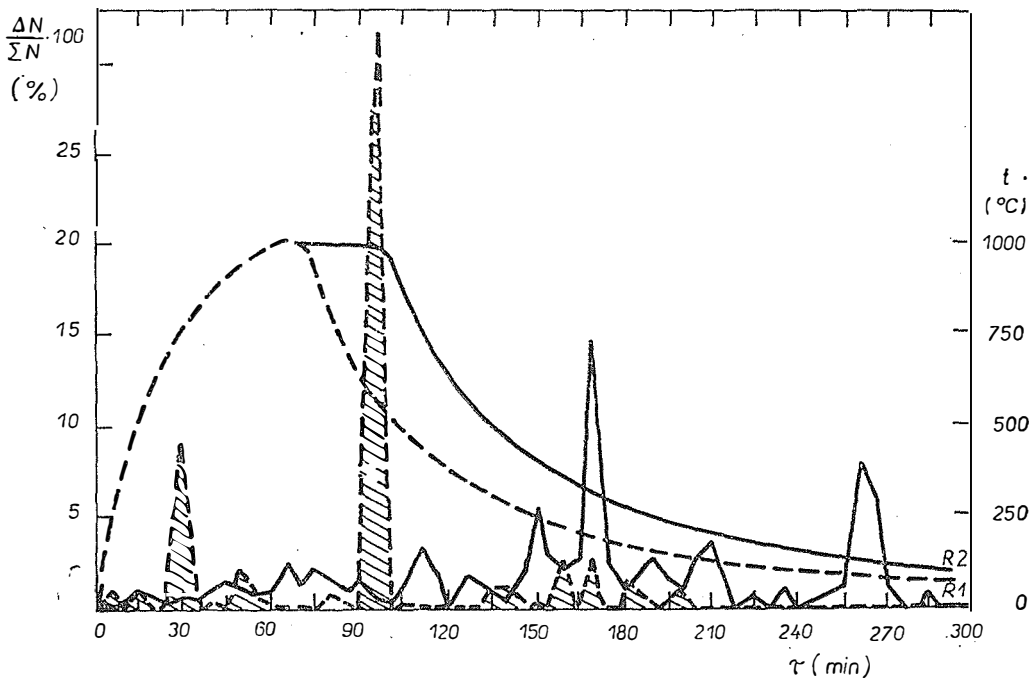
Sledování akustické emise při výpalu

Experimenty byly prováděny se vzorky válcového tvaru, vytvářenými přesně definovaným způsobem na kapilárním reometru VÚSH Brno. Tyto vzorky byly zavěšovány na kanthalový vlnovod a byly podle předem stanoveného režimu zahřívány a chlazeny, přičemž v celém průběhu pálení byla sledována a zaznamenávána AE. Záznam byl prováděn pomocí čítače impulsů VA-M-120 a zapisovače PSG 101. Kromě toho byla na analyzátoru zvukové úrovně sledována průběžně ekvivalentní hladina signálu L_{eq} . Pokusy byly po skončení vyhodnoceny tak, že do každého záznamu byl vynesena průběh teplotního režimu, změny ekvivalentní hladiny, kumulativní četnost impulsů a pětiminutová četnost impulsů. Na analyzátoru zvukové hladiny se dále automaticky zaznamenávalo amplitudové rozdělení signálu AE, jeho distributivní a kumulativní funkce.

DISKUSE VÝSLEDKŮ, ZÁVĚRY

Pro ilustraci metody AE uvádíme na obr. 2 pro zvolené pálicí režimy (R1, R2) výsledky měření intenzity AE pro dva zcela odlišně se chovající vzorky. Šlo o vzorek středně plastické hlíny a vzorek těže hlíny s 95 % popílku.

Z obrázku vidíme, že pro vzorek bez popílku pálený podle režimu R2 dosáhla nejvyšší hodnoty AE při náběhu v teplotním intervalu 965—985 °C, při chlazení potom v oblastech 350—330 °C a 140—125 °C, přičemž, jak vyplývá z obr. 3, byly nejvíce při tomto výpalu zastoupeny amplitudy spadající do kanálu 30 (56 dB).

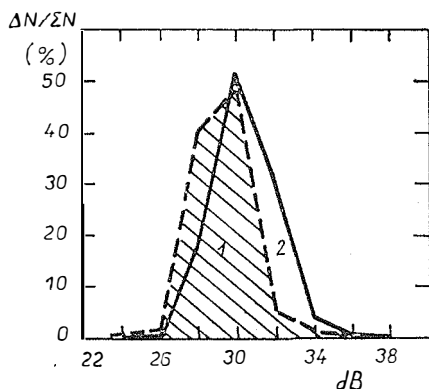


Obr. 2. Pálicí křivky (režim R1 a R2) a průběhy normované intenzity akustické emise: 1 — vzorek s 95 % popílku vypalovaný režimem R1, 2 — vzorek bez popílku vypalovaný režimem R2.

●proti tomu byl vzorek s 95 % popílku při náběhu nejcitlivější v teplotním intervalu 700—800 °C (teploty pecního média v bezprostřední blízkosti vzorku) a v oblasti chlazení se u něho projevila jako nejnebezpečnější oblast teplot 630—565 °C, přičemž při tomto výpalu byly nejvíce zastoupeny amplitudy spadající do kanálů 28 a 30 (tj. 54 a 56 dB), jak ukazuje obr. 3. Amplitudové spektrum lze dále použít pro posouzení celistvosti výrobků mezi sebou apod.

Z provedených měření metodou AE vyplývá, že je možné pro daný druh vzorku a teplotní režim stanovit kritické teplotní oblasti. Je třeba si však uvědomit, že stanovené akustické projevy souvisejí s poruchami mikrostruktury páleného střeptu, vznikají především v oblastech modifikačních a fázových přeměn (viz vzorek s 95 % popílku, kde kritická teplotní oblast 630—565 °C spadá do oblasti modifikační přeměny křemene), tzn. oblast tvorby nových fází, tuhnutí taveniny atd.

Z výsledků měření AE lze odvodit oblasti výpalu, kde je střep vystaven značnému napětí a kde je zapotřebí přizpůsobit rychlost ohřevu těmto podmínkám. Proto propracováním metody AE lze získat podrobné údaje z oblasti změn fyzikálních vlastností střepu v průběhu výpalu, a tím i možnost k lepší regulaci keramického výpalu a k jeho optimalizaci.



Obr. 3. Amplitudové rozdělení signálu AE (frekvenční funkce); 1 — vzorek s 95 % popílku pálený režimem R_1 , 2 — vzorek bez popílku vypalovaný režimem R_2 .

Metoda AE, aplikovaná na kontrolu výpalu keramických výrobků zahrnuje tedy řešení následujících úkolů:

1. získání spektra AE v závislosti na teplotním režimu pro daný vzorek;
2. analýzu získaného spektra, tj. vytypování nebezpečných oblastí teplot a interpretaci zdrojů AE (modifikační a fázové přeměny, vznik a šíření mikrotrhlin aj.);
3. vyhodnocení, tj. provedení příslušných změn v technologii výroby (např. změna fázového složení, zrnitosti apod.) a pálicího režimu (zařazení časových prodlev, snížení gradientu teplotního pole atd.).

Širší aplikace metody AE může přispět k dokonalejšímu zhodnocení keramických surovin, a tím přinést nezanedbatelné úspory v oblasti paliv a energie.

Literatura

- [1] Lach V.: Stavivo 52, č. 9, 268 (1974).
- [2] Grešnikov V. A., Drobot Ju. B.: *Akustičeskaja emissija*, Standartizdat, Moskva 1976.
- [3] Weber Z.: Studium akustické emise stavebních látek. In: *Sborník 5. konference čs. fyziků*, sv. 4, 920—923, Košice 1977.
- [4] Weber Z.: Akustická emise stavebních látek a konstrukcí. In: *Knižnice odborných a vědeckých spisů VUT Brno*, B79, 65—73, Brno 1978.
- [5] Rath J., Hanuš J.: *Sklář a keramik*, 27, 238 (1977).
- [6] Sedwick J.: *J. Appl. Phys.* 39, 1728 (1968).
- [7] Evans A. G. et al.: *Jour. Mat. Sci.* 10, 1608 (1975).
- [8] Lach V.: Některé problémy výpalu keramiky ve světle nových poznatků. In: *Sborník Výpal keramiky*, sv. II, 122—135, Karlovy Vary 1976.
- [9] Slavík Z.: *Použití akustické metody při určování průběhu technologického procesu výpalu výrobků*, [diplomová práce], VUT FAST, Brno 1979.

ИСПОЛЬЗОВАНИЕ АКУСТИЧЕСКОЙ ЭМИССИИ ДЛЯ ИССЛЕДОВАНИЯ ОБЖИГА В КЕРАМИКЕ

Владимир Лях, Зденек Славик, Зденек Вебер

Строительный факультет Политехнического института, Брно

Авторы занимаются рассмотрением новой неdestructивной испытательной техники, называемой акустической эмиссией (АЭ) и исследуют возможности ее применения в керамической промышленности. В теоретической части приводит определение явления акустической эмиссии и его источники в керамике с учетом проблематики обжига. В экспериментальной части авторы подробно описывают применяемую измерительную установку, состоящую из серийно производимых приборов (рис. 1) и способ исследования АЭ при испытаниях. В заключении приводятся примеры результатов экспериментов (рис. 2, 3) в связи с установленной критической температурной областью у подобранных режимов обжига. В общем метод АЭ, предназначенный для контроля обжига, заключается: 1. в применении спектра АЭ в зависимости от выбранного температурного режима для данного образца; 2. в анализе спектра АЭ, т. е. в подборе критических температурных интервалов и интерпретации источников АЭ; 3. в оценке, т. е. проведении измерений технологии производства и режима обжига.

Рис. 1. Блок-схема измерения акустической эмиссии; 1 — лабораторная печь К-59, 2 — образец, 3 — канальный волновод, 4 — датчик ВК 434А, 5 — термометр Pt-PtRh, 6 — низкочастотный предварительный усилитель Unipan 203.50, 7 — селективный нановольметр Unipan 227, 8 — счетчик импульсов VA-M-120, 9 — регистрирующее устройство PSG 101, 10 — анализатор поверхности ВК 4426, 11 — компенсационный мостик Thermomet, 12 — электронный секундомер.

Рис. 2. Кривые обжига (режим R_1 и R_2) и ход нормированной интенсивности акустической эмиссии; 1 — образец с 95 % золь, подвергаемый обжигу R_1 , 2 — образец без золь, подвергаемый режиму обжига R_2 .

Рис. 3. Амплитудное разделение сигнала АЭ (частотная функция); 1 — образец с 95 % золь, подвергаемый режиму обжига R_1 , 2 — образец без золь, подвергаемый режиму обжига R_2 .

THE USE OF ACOUSTIC EMISSION FOR STUDYING THE FIRING PROCESS IN CERAMICS

Vladimír Lach, Zdeněk Slavík, Zdeněk Weber

Faculty of Building Construction, Brno Technical University, Brno

The authors deal with a new non-destructive test method called acoustic emission (AE) and investigate the possibilities of its application in the ceramic industry. The theoretical section presents a definition of the acoustic emission phenomenon and its sources in ceramics with respect to the firing process. The experimental section is concerned in detail with the respective measuring apparatus, which was composed of mass-produced instruments (Fig. 1) and with the method of investigating the AE during the tests. The conclusion presents examples of experimental results (Figs. 2 and 3) with regard to the critical temperature regions established for the firing schedules employed. The conclusion may be briefly summarized as follows for the application of the AE method in the control of the firing process: 1. determination of the AE spectrum in terms of the temperature schedule selected for the given sample; 2. analysis of the AE spectrum, i.e. determination of the critical temperature intervals and interpretation of the AE sources; 3. evaluation, i.e. adjustment of the technology and of the firing schedule.

Fig. 1. Block diagram of acoustic emission measurements; 1 — laboratory furnace K-59, 2 — specimen, 3 — kanthal waveguide, 4 — BK 434A transducer, 5 — Pt-PtRh thermocouple, 6 — low-noise Unipan 203.50 pre-amplifier, 7 — selective nanovoltmeter Unipan 227, 8 — pulse counter VA-M-120, 9 — PSG 101 recorder, 10 — noise level analyser BK 4426, 11 — compensation bridge Thermomet, 12 — electronic stopwatch.

Fig. 2. The firing curves (schedules R_1 and R_2) and the courses of standard intensity of acoustic emission; 1 — sample with 95% fly-ash fired to schedule R_1 , 2 — fly-ash-free sample fired to schedule R_2 .

Fig. 3. Amplitude distribution of the AE signal (frequency function); 1 — sample with 95% fly-ash fired to schedule R_1 , 2 — fly-ash-free sample fired to schedule R_2 .