

Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki AGH
CERAMICZNE TWORZYWA KONSTRUKCYJNE

Laboratorium

Rok akademicki 2015/16

Ćwiczenie 4

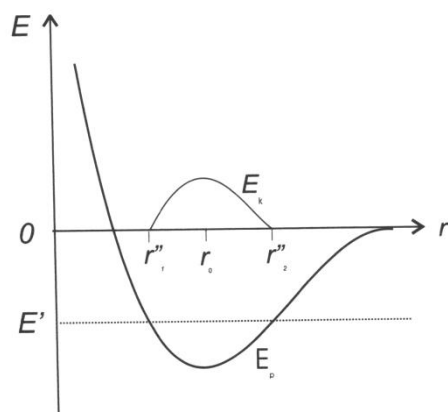
Wyznaczanie modułu Younga materiałów metodą rezonansową

Zagadnienia do opracowania:

1. Odształcenie sprężyste
2. Moduły sprężystości
3. Zjawisko niesprężystości
4. Statyczne i dynamiczne metody pomiaru modułów sprężystości
5. Metoda rezonansowa wyznaczania modułów sprężystości

Odształcenia sprężyste

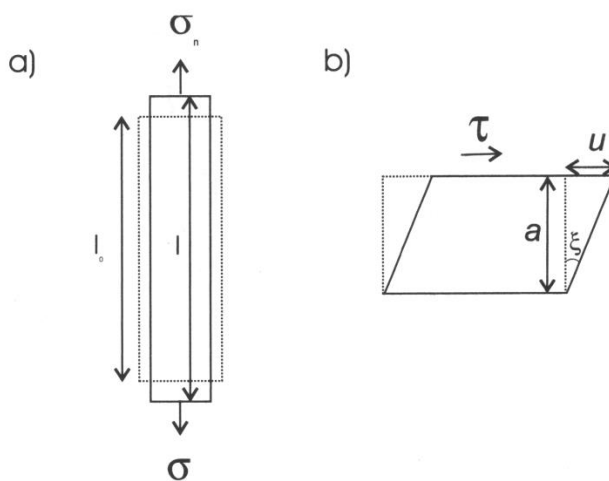
Pod działaniem niewielkich naprężeń materiały podlegają niewielkim, odwracalnym odkształceniom, zwanym odkształceniami sprężystymi. Przyczyny odkształcenia sprężystego można wytłumaczyć w oparciu o model oddziaływania pomiędzy dwoma atomami (Rys. 1).



Rys. 1 Energia potencjalna (E_p) i kinetyczna (E_k) atomu w funkcji odległości międzyatomowej (r) (r_0 – pozycja równowagowa)

Atomy w pozycjach równowagowych znajdują się w niecce energii potencjalnej E_p , gdzie siła F na nie działająca jest równa zero, ponieważ $F = -\delta E_p / \delta r = 0$. Kiedy jednak zewnętrzne obciążenie spowoduje niewielkie przemieszczenie atomów z tych pozycji, to na atomy zaczynają działać wewnętrzne siły skierowane przeciwne do kierunków tych przemieszczeń. Gdy zewnętrzne obciążenie zostanie odjęte, siły te powodują powrót atomów do pozycji równowagowej i materiał wraca do swojej pierwotnej postaci.

Odształcenie charakteryzuje się makroskopowo za pomocą odpowiednich modułów. Na Rys.2 przedstawiono modele odkształcenia wskutek rozciągania jednoosiowego i wskutek ścinania.



Rys. 2. Odształcenie wskutek rozciągania jednoosiowego (a) oraz wskutek ścinania (b)

Podatność materiału na działanie sił rozciągających określa **moduł Younga (E)** zdefiniowany prawem Hooke'a (1):

$$E = \sigma_n / \varepsilon \quad (1)$$

gdzie: σ_n – naprężenie normalne, ε – odkształcenie względne przy wydłużeniu

Jeżeli mamy do czynienia z jednorodnym materiałem to zewnętrzne obciążenie wywołuje wewnątrz niego identyczne co do wartości naprężenie σ_n . Przy rozciąganiu występuje także zmiana przekroju poprzecznego próbki; w przypadku np. przekroju kołowego o średnicy d można napisać, że $\Delta d/d = -\nu(\Delta l/l_0)$, gdzie ν jest **liczbą (modułem) Poissona**. Gdy na ciało działają obciążenia styczne do powierzchni materiału (obciążenia ścinające) to podatność ciała na odkształcenie ścinające określa moduł sztywności poprzecznej (**G, moduł ścinania**) (2):

$$G = \tau / \varepsilon' \quad (2)$$

gdzie: τ – obciążenie styczne, $\varepsilon' = \tan \zeta = u/a$ – odkształcenie wskutek ścinania

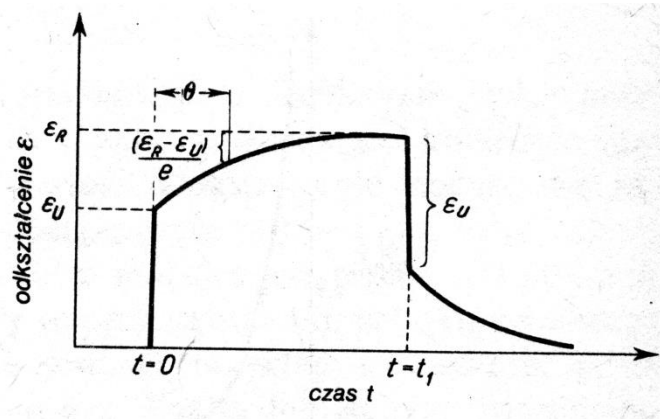
Typowe wartości modułu Younga i modułu sztywności poprzecznej ważniejszych materiałów ceramicznych zebrano w Tabeli 1.

Tabela 1

Materiał	E [GPa]	G [GPa]
Monokryształy (struktura regularna)		
C (diament)	1 035	575
MgO	310	124
β SiC	552	232
TiC _{0,94}	486	179
UO ₂	338	65
ZrC _{0,94}	414	153
Monokryształy (struktura heksagonalna i trygonalna)		
α Al ₂ O ₃ , \perp do osi c	380	166,6
α Al ₂ O ₃ \parallel do osi c	456,1	146,4
C(grafit), \perp do osi c	1 025	36
α SiC, \perp do osi c	490	–
SiO ₂ (kwarc)	78	30
ZnO, \perp do osi c	127	–
ZnO, \parallel do osi c	144,1	42,5
Polikryształy i szkła		
α Al ₂ O ₃	350–400	96–120
AlN	303–330	
BaTiO ₃	140	
B ₄ C	360–460	
MgO	250–304	125–134
Mullit	210–220	
Si ₃ N ₄	275–310	96–120
SiAlON	290–390	90
β SiC	400–454	170
TiB ₂	500–538	–
Mg-PSZ	200	69
Y-PSZ	200	70
WC	480–600	–
Szkło kwarcowe	73	32

Niesprężystość

Zarówno odkształcenie sprężyste jak i plastyczne wiążą się z przemieszczaniem się atomów z ich położeń równowagi. Wymaga to upływu określonego czasu od chwili przyłożenia obciążeń. Wskutek tego moment osiągnięcia maksymalnego odkształcenia jest w wielu przypadkach opóźniony w stosunku do przyłożenia maksymalnego obciążenia, szczególnie w materiałach poddawanych szybkozmiennym obciążeniom. Zjawisko takie nazywa się **niesprężystym** i zostało schematycznie przedstawione na Rys. 3.



Rys. 3 Odkształcenie sprężyste przy stałym obciążeniu przyłożonym w czasie $t = 0$ i odjętym po czasie $t = t_1$

Obciążony materiał ulega natychmiastowemu odkształceniu ϵ_U , które nazywane jest **odkształceniem niezrelaksowanym**. Jeżeli materiał utrzymuje się nadal pod stałym obciążeniem, to w miarę upływu czasu odkształcenie przyrasta stopniowo do wartości $\epsilon_R = \epsilon_U + \epsilon_a$, tj. osiąga stan **odkształcenia zrelaksowanego**. Podobnie przebiega powrót do pierwotnych wymiarów nieobciążonego materiału, po odjęciu obciążenia w czasie t_1 . Czas potrzebny na przemieszczenie atomów do nowych pozycji jest krótszy od 10^{-3} s. W statycznych próbach oznaczania modułu Younga czas działania obciążeń wynosi od 10^0 do 10^2 s, mierzy się tu zatem **zrelaksowany moduł Younga**:

$$E_R = \sigma / \epsilon_R \quad (3)$$

Przy dynamicznych pomiarach modułu występują zmienne obciążenia o krótkim czasie działania, od 10^{-6} do 10^{-3} s. Mierzy się tu moduł niezrelaksowany:

$$E_U = \sigma / \epsilon_U \quad (4)$$

Przy identycznej wartości obciążenia, $E_U > E_R$, ponieważ:

$$\epsilon_R = (\epsilon_U + \epsilon_a) > \epsilon_U \quad (5)$$

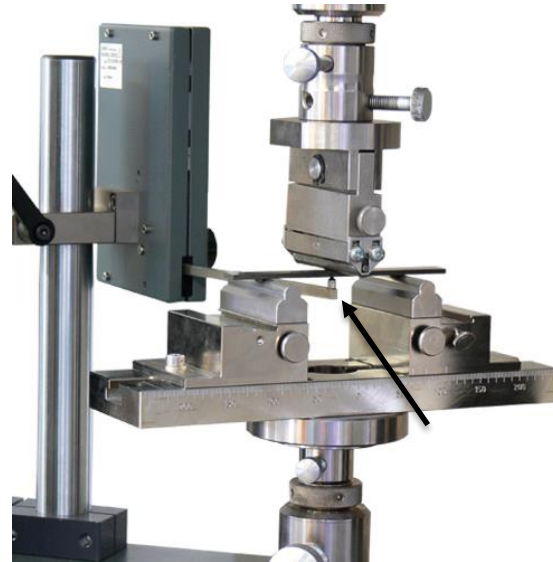
Metody wyznaczania modułów sprężystości

Metody określania stałych materiałowych można podzielić na **statyczne** i **dynamiczne**. W tych pierwszych moduł Younga określa się przez pomiar odkształcenia względnego (wydłużenia) sprężystego, powstającego w próbce przy przyłożeniu do niej naprężenia rozciągającego. W trakcie prób rozciąga, lub zgina się próbkę danego materiału np. przy wykorzystaniu uniwersalnej maszyny wytrzymałościowej lub też obciąża się próbkę stałym

obciążeniem (odważnikiem) i mierzy jej odkształcenie. W przypadku stosowania maszyny wytrzymałościowej precyzyjnego pomiaru odkształcenia próbki dokonuje się przy użyciu ekstensometrów. **Rys. 4** pokazuje przykład ekstensometru przy próbie rozciągania (tutaj często używa się pomiaru z tensometrami naklejonymi na powierzchnia próbki), natomiast dla próby zginania ekstensometr znajduje się pod próbką co ilustruje **Rys. 5**.

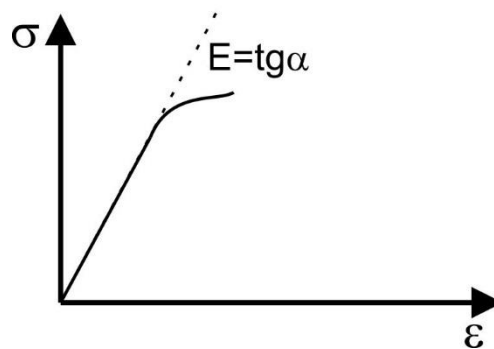


Rys. 4 Pomiar wydłużenia przy próbie rozciągania ZwickRoell - <http://www.zwick.pl/pl/produkty.html>



Rys. 5 Pomiar wydłużenia przy próbie zginania ZwickRoell - <http://www.zwick.pl/pl/produkty.html>

W wyniku pomiaru metodą statyczną (wytrzymałościową) otrzymuje się wykres naprężenia w funkcji odkształcenia – **Rys. 6**. W tym przypadku wartość modułu Younga można wyznaczyć w prosty sposób na podstawie stycznej do wykresu w obszarze sprężystym. Moduł ten stanowi tangens kąta nachylenia stycznej.



Rys. 6 Wyznaczenie modułu Younga

Statyczne metody pomiaru mają tę ujemną stronę, że do otrzymania dokładnych wyników konieczne są większe odkształcenia, co jest często niemożliwe do osiągnięcia dla kruchych materiałów ceramicznych. Ponadto czasy działania naprężeń w metodach statycznych są dłuższe od czasu relaksacji, co powoduje pojawienie się zjawiska niesprężystości, które obniża wartość mierzonego od kilku do kilkudziesięciu procent. Wreszcie metody te wymagają specjalnego kształtu i odpowiedniej ilości próbek z uwagi na rozrzut wyników, co wymaga

znacznego nakładu kosztów i pracy. Odkształceni także ulegają podpory, co też wpływa na wynik pomiaru.

Do dynamicznych metod określania modułu Younga można zaliczyć metodę ultradźwiękową oraz metodę rezonansową.

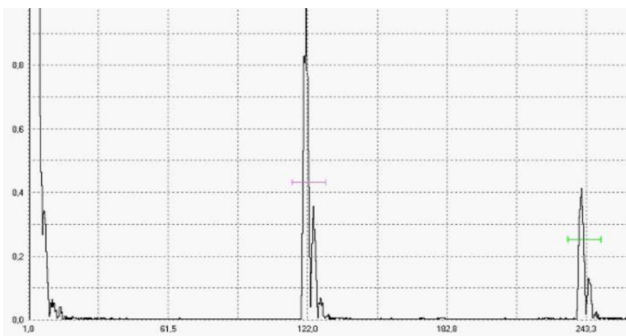
Dynamiczne metody określania modułu nie mają wymienionych wyżej niedogodności, są znacznie dokładniejsze, szybsze i często nie wymagają specjalnych próbek, co pozwala badać gotowe wyroby lub półfabrykaty (metoda ultradźwiękowa jest metodą nieniszczącą).

Jeśli stosuje się metody dynamiczne z czasem działania naprężeń krótszym od czasu relaksacji, to uzyskuje się stałe materiałowe niezrelaksowane. Dotyczy to praktycznie częstotliwości ultradźwiękowych.

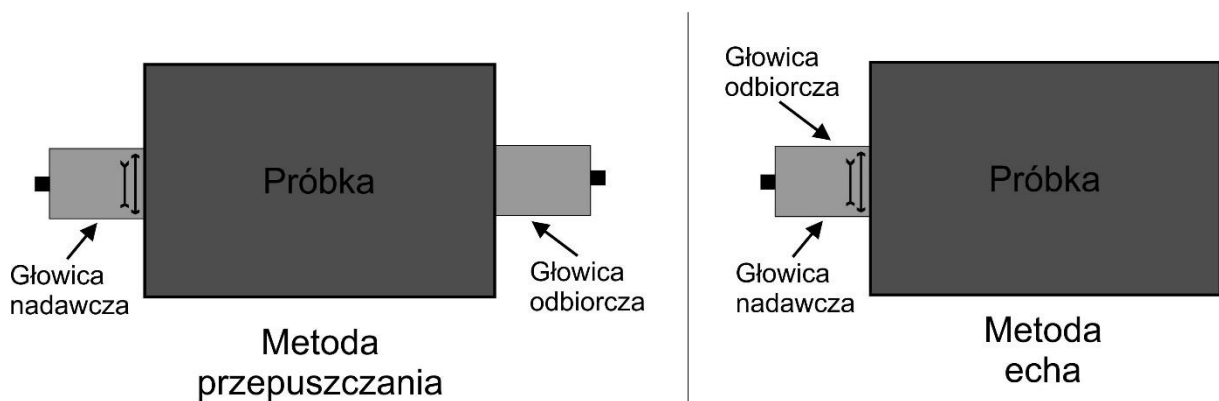
Pomiar modułu Younga **metodą ultradźwiękową** polega na wyznaczeniu prędkości podłużnej fali ultradźwiękowej o znanej częstotliwości w materiale o znanej gęstości pozornej. W praktyce pomiar sprowadza się do wyznaczenia drogi fali, oraz czasu jej przejścia przez badany materiał. Przykładowa aparatura oraz sygnał czasu przejścia fali przez materiał przedstawiono na Rys. 7 - 9. Do podstawowych metoda pomiarowy z użyciem fali sprężystej zaliczamy ultradźwiękową metodę przepuszczania (Rys. 9) oraz metodę echa (Rys. 9). W pierwszy przypadku mamy do czynienia z osobną głowicą nadawczą i głowicą odbiorczą, natomiast w metodzie echa głowica jest nadawczo-odbiorczą. Metoda echa pozwala poza pomiarem modułu Younga określić głębokość wad na podstawie krótszego czasu propagacji fali odbitej od wady.



Rys. 7 Aparatura do pomiarów ultradźwiękowych



Rys. 8 Sygnał z oscyloskopu z którego odczytujemy czas przejścia fali (odległość pomiędzy peakami)



Rys. 9 Schemat pomiarowy metody przepuszczania oraz metody echa

W przypadku układów izotropowych wartości właściwości sprężystych wyliczamy ze wzorów:

$$E = v_L^2 \cdot \rho \cdot \frac{(1+\mu)(1-2\mu)}{(1-\mu)} \quad (1)$$

$$G = v_T^2 \cdot \rho \quad (2)$$

$$\mu = \frac{v_L^2 - 2v_T^2}{2(v_L^2 - v_T^2)} \quad (3)$$

gdzie:

- E - moduł Younga, [GPa]
- G - moduł sztywności, [GPa]
- μ - współczynnik Poissona,
- ρ - gęstość pozorna próbek, [kg/m³]
- v_L - prędkość fali podłużnej, [m/s]
- v_T - prędkość fali poprzecznej, [m/s]

Metoda rezonansowa i odpowiadająca jej **metoda wzbudzenia uderzeniowego** (impact excitation method) polegają na określeniu naturalnych (rezonansowych) częstotliwości drgań materiału i ich rodzaju (zginające, skręcające itp.), które wraz ze znajomością geometrii próbki oraz jej gęstości pozwalają na wyznaczenie odpowiednich modułów sprężystości.

Metoda rezonansu nie pozwala, w porównaniu do standardowej metody ultradźwiękowej oraz metod wytrzymałościowych na pomiar materiałów silnie anizotropowych. Natomiast nadaje się do dokładnych pomiarów właściwości sprężystych w funkcji temperatury. Istnieje również rozwiązanie wysokotemperaturowe do pomiaru tylko modułu Younga metodą echa, natomiast ilość parametrów wpływających na wynik jest dużo wyższa. W przypadku pomiarów modułu sprężystości duże znaczenie odgrywa porowatość a w wysokich temperaturach możliwość pojawienia się fazy ciekłej tłumiącej sygnał.

W **Tabeli 2** zebrano względne zalety i wady obu grup metod wyznaczania modułów sprężystości.

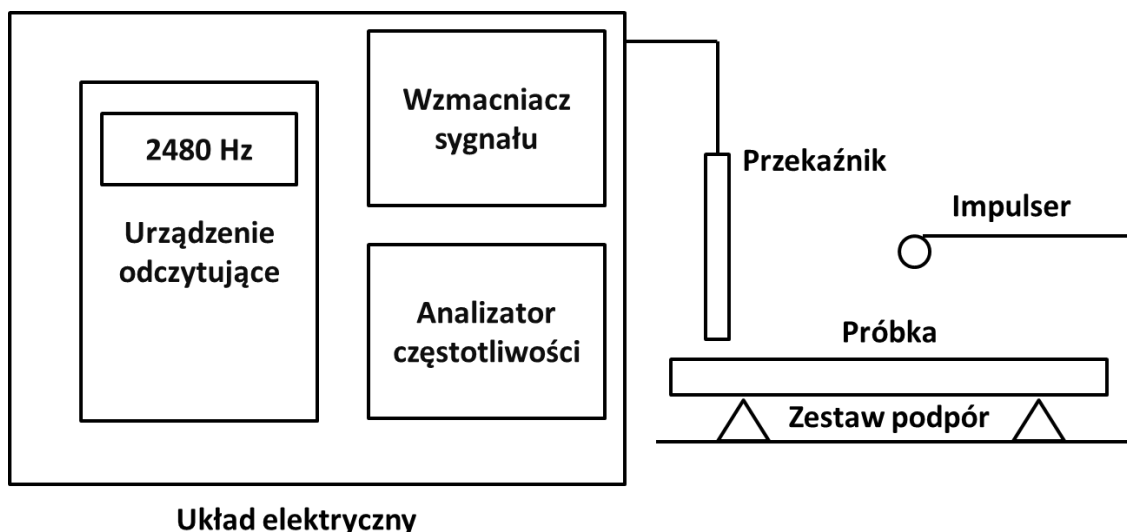
Metody statyczne (test rozciągania)	Metody dynamiczne
Zalety:	
<ul style="list-style-type: none"> - „techniczne (inżynierskie) wartości” modułów - uzyskanie krzywej naprężenie-odkształcenie - szeroko dostępne oprzyrządowanie pomiarowe 	<ul style="list-style-type: none"> - szybkie, proste, nieniszczące - dobra wrodzona dokładność - małe próbki - pomiary wysokotemperaturowe - łatwy pomiar modułu ścinania i liczby Poissona
Wady:	
<ul style="list-style-type: none"> - wymagany jest bardzo dokładny pomiar odkształcenia (ekstensometry) - duże próbki - test musi być dopasowany do próbek - znaczne rozbieżności pomiędzy wynikami badań wykonywanych w różnych warunkach 	<ul style="list-style-type: none"> - czułość na tolerancję wymiarową próbek - metody nie zawsze dobrze działają dla niektórych materiałów i kompozytów - obliczenia wymagają znajomości innych parametrów materiału - oprzyrządowanie nie jest powszechnie dostępne

- trudno wykonać dokładne pomiary wysokotemperaturowe	- wątpliwa adekwatność wartości dynamicznych modułów w praktycznych zastosowaniach inżynierskich i projektowaniu
---	--

Metoda rezonansowa jest używana w trakcie ćwiczenia, stąd też potrzebny jest jej dokładniejszy opis.

W metodach rezonansowych zwykle stosuje się próbki o jednorodnym przekroju (okrągłym, kwadratowym lub prostokątnym) a charakterystyczne częstotliwości drgań są określane na dwa sposoby. Pierwszy z nich polega na ciągłym wzbudzaniu drgań o zmiennych częstotliwościach i poszukiwaniu ich wartości rezonansowych. Drugi sposób polega na wzbudzeniu drgań próbki poprzez jej uderzenie, tak aby „zadźwięczała” a następnie na analizie (dekonwolucji) zarejestrowanego spektrum dźwięku w celu określenia częstotliwości charakterystycznych dla próbki. Ta druga metoda często nazywana jest metodą częstotliwości naturalnej (natural frequency). W przypadku obu metod korzysta się z tego samego zestawu równań wiążących częstotliwość rezonansową z modułem sprężystości.

Schemat stanowiska pomiarowego przedstawiono na **Rys. 10**



Rys. 10. Schemat stanowiska pomiarowego do określania modułów sprężystości metodą rezonansu

W próbce mogą wystąpić różnego typu drgania rezonansowe. Do pewnego stopnia zależą one od sposobu umocowania próbki (belki), jak również miejsca w którym w generuje się drgania próbki w sposób ciągły lub poprzez uderzenie. W przypadku belki o kształcie graniastosłupa wyróżnia się cztery podstawowe sposoby drgań:

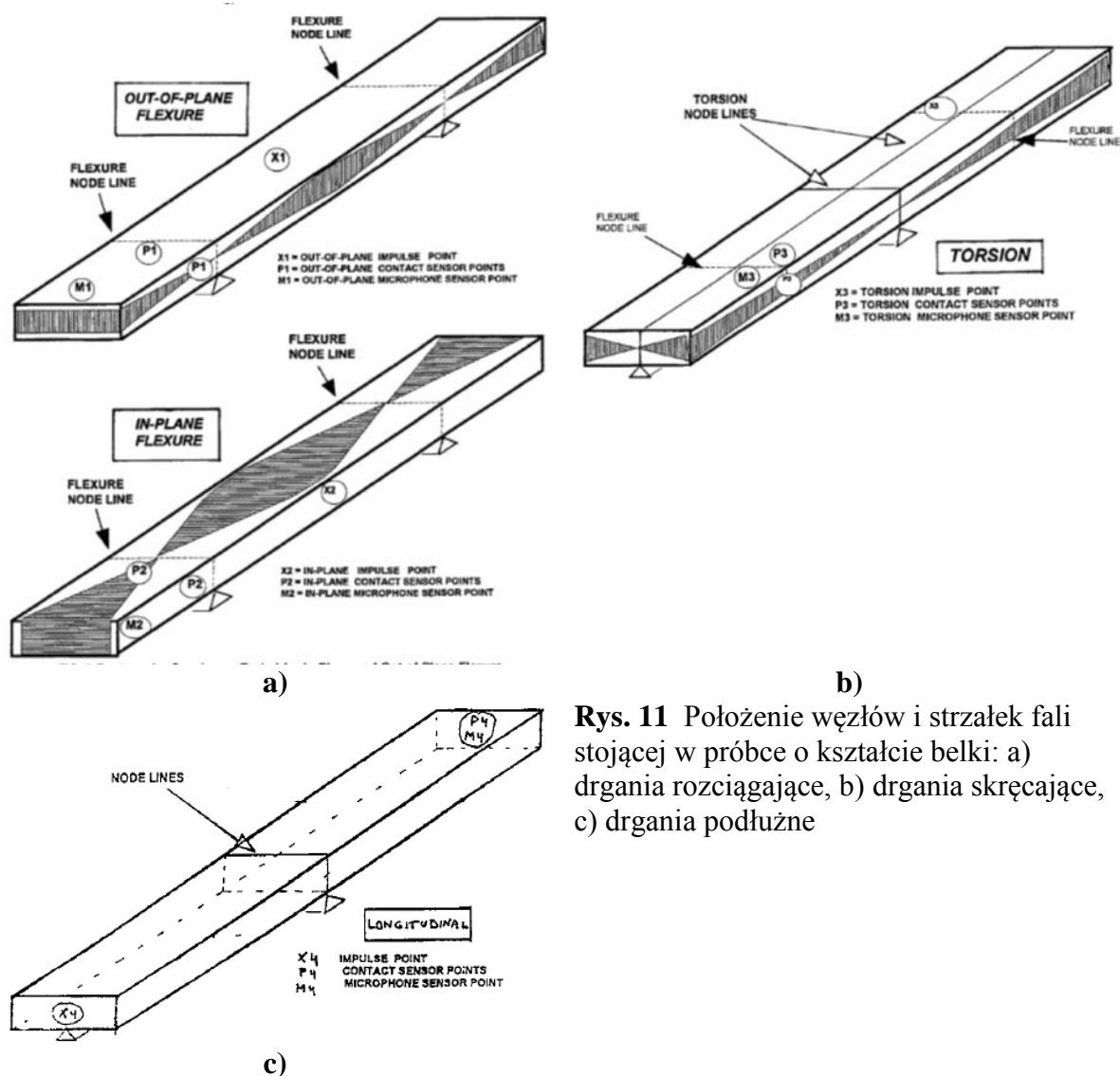
- drgania zginające niepłaskie (out-of-plane flexular)
- drgania zginające płaskie (in plane flexular)
- drgania skręcające (torsional)
- drgania podłużne (longitudinal)

Częstotliwości drgań zginających są zależne od modułu Younga (E) próbki w kierunku podłużnym.

Częstotliwości drgań skręcających są zależne od modułu ścinania (G) próbki.

Częstotliwości drgań podłużnych są zależne głównie od modułu Younga (E) próbki oraz liczny Poissona w kierunku podłużnym.

Miejsca w próbce w których amplituda drgań osiąga minimum nazywane są węzłami (nodes) a miejsca w których amplituda fali osiąga maksimum określane są jako strzałki fali stojącej (antinodes), co zostało schematycznie przedstawione na **Rys. 11**.



Rys. 11 Położenie węzłów i strzałek fali stojącej w próbce o kształcie belki: a) drgania rozciągające, b) drgania skręcające, c) drgania podłużne

W praktyce pomiar danej częstości rezonansowej a w rezultacie i odpowiedniego modułu sprężystości polega na tym, że próbkę podpira się w odpowiednich dla danego sposobu drgań punktach węzłowych oraz umieszcza przekaźnik, którym może być np. mikrofon w pobliżu punktów strzałek fali. Następnie wywołuje się drgania próbki, np. poprzez jej uderzenie w odpowiednie miejsce „impulserem”. Rejestruje się częstość rezonansową a następnie korzystając z odpowiednich zależności wyznacza się dany moduł sprężystości.

Przykładowo dla belki o przekroju prostokątnym zależność służąca do wyznaczenia modułu Younga ma postać (6):

$$E = 0.9465(m \cdot f_r^2 / b) \cdot (L^3 / t^3) T_1 \quad (6)$$

gdzie:

E – moduł Younga (Pa), m – masa próbki (g), b – szerokość belki (mm), L – długość belki (mm), t – grubość belki (mm) f_r – podstawowa częstotliwość rezonansowa zginania belki (Hz), T_1 – współczynnik korekcyjny

Cel i wykonanie ćwiczenia

Celem ćwiczenia jest zapoznanie się z metodą wyznaczania modułów sprężystości materiałów ceramicznych metodą rezonansową.

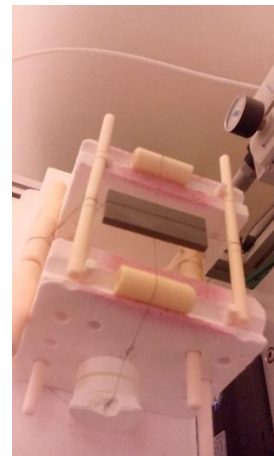
W trakcie ćwiczenia należy wyznaczyć moduł Younga wskazanych przez prowadzącego materiałów zgodnie z instrukcją załączoną do aparatu.

Obsługa aparatu do pomiaru właściwości sprężystych metodą rezonansu:

Ćwiczenia z pomiaru właściwości sprężystych metodą rezonansową wykonywane będą na urządzeniu RFDA HT-1600 na przystawce do badań w temperaturze pokojowej – **Rys. 12**. Dla podwyższonych temperatur używa się uchwyt zbudowany z materiałów na bazie tlenku glinu oraz drutów np. platynowego do montażu próbki. Przykład ułożenia próbki dla pomiarów w funkcji temperatury przedstawia **Rys. 13**. Niestety jest to pomiar długotrwały. Dlatego też w niniejszym ćwiczeniu wyznaczanie właściwości będzie się odbywało tylko w temperaturze pokojowej.

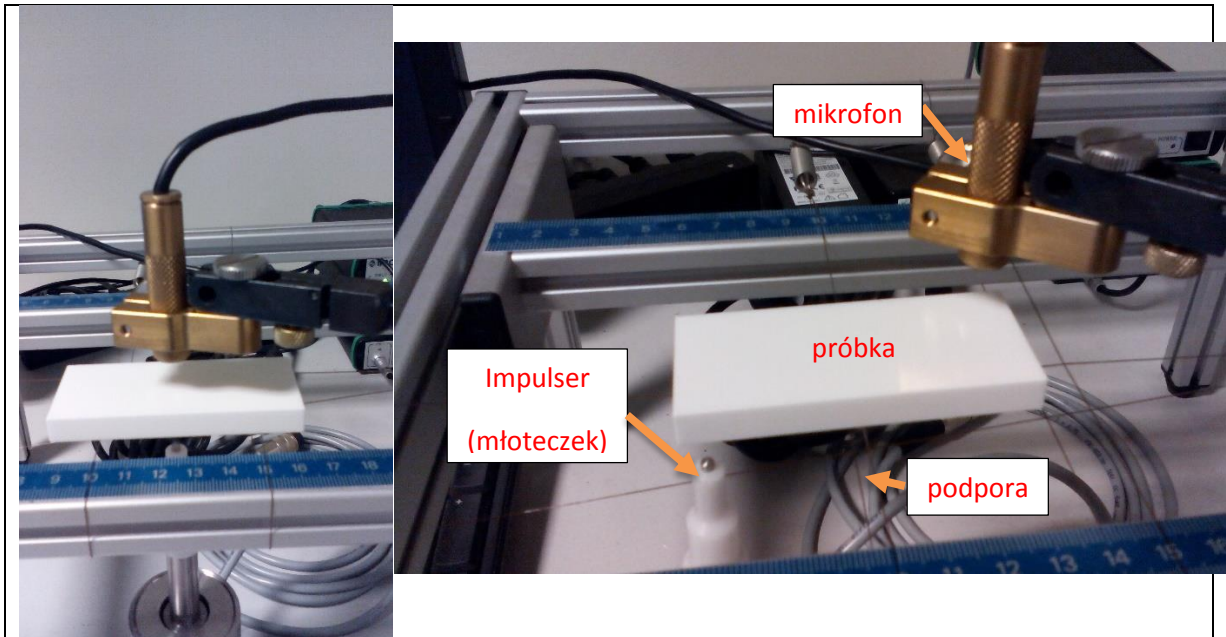


Rys. 12 Aparatura pomiarowa metodą rezonansu



Rys. 13 Ułożenie próbki do badań w podwyższonych temperaturach

Dla pomiarów w temperaturze pokojowej wykorzystuje się stół z naciągniętymi żyłkami, na których leży badany materiał (taki sposób podparcia nie ogranicza ruchów/drgań badanego przedmiotu). W przypadku pomiaru tylko modułu Younga badany materiał leży na podporach (żyłkach) oddalonych od siebie o określony dystans wyznaczony na podstawie długości próbki. Mikrofon zbierający sygnał znajduje się nad środkiem próbki a impulsor („młoteczek”) w osi mikrofonu pod próbką – **Rys. 14**. Jeżeli celem badania jest również moduł ścinania to próbka musi być ułożona na skrzyżowanych podporach nie powodujących blokowania drgań skręcających – **Rys. 15**. W tym przypadku impulsor znajduje się w jednym rogu próbki natomiast mikrofon nad przeciwległym rogiem próbki.



Rys. 14 Ułożenie próbki na skrzyżowanych podporach oraz pozostałych elementów dla opcji pomiaru modułu E

Rys. 15 Ułożenie próbki na skrzyżowanych podporach oraz pozostałych elementów dla opcji pomiaru modułu E i G oraz liczby Poissona

Krok 1 Wymiarujemy oraz ważymy próbkę

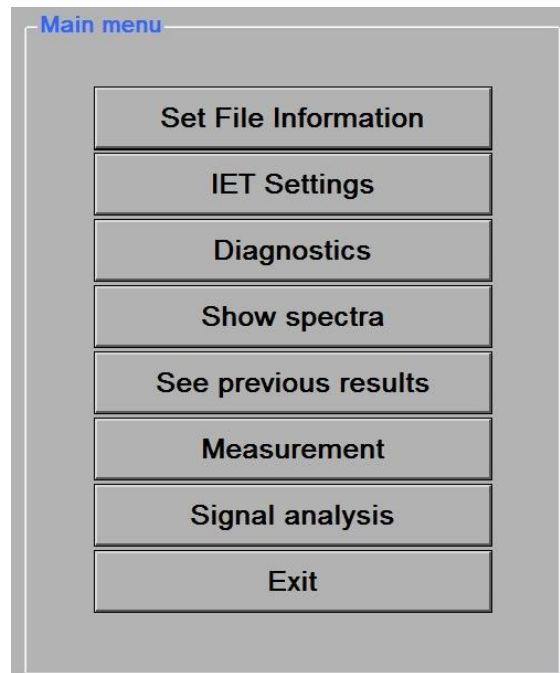
Na tym etapie potrzebne będą dokładne wymiary, gęstość lub masa próbki. Parametry te zostaną wprowadzone do programu pomiarowego w część charakterystyki badanego materiału.

Krok 2 Otwieramy program oznaczony ikoną – Rys. 16



Rys. 16 Ikona startowa programu

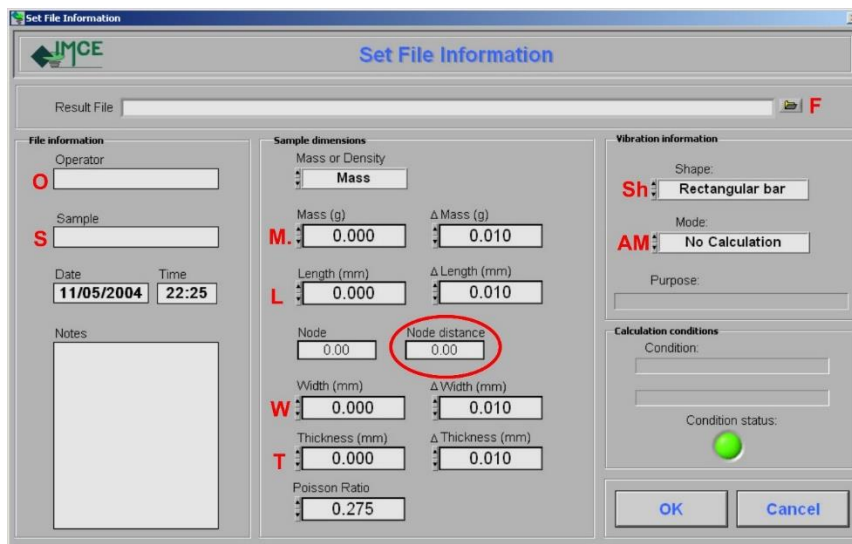
Po uruchomieniu programu pojawi się menu główne z którego w pierwszej kolejności wybieramy opcję „Set File Information”.



Rys. 17 Menu główne

Krok 3 Charakterystyka materiału oraz badania– Rys.

Po otwarciu „Set File Information” należy scharakteryzować materiał, który będziemy badać, co mierzymy (tylko moduł Younga, moduł Younga z modułem ścinania) oraz nazwę i gdzie zapisujemy otrzymane dane.



Rys. 18 Charakterystyka pomiaru i próbki

Charakteryzujemy materiał:

- Masa próbki „M”
- Długość próbki „L”
- Szerokość próbki „W”
- Grubość próbki „T”

Pozostałe dane:

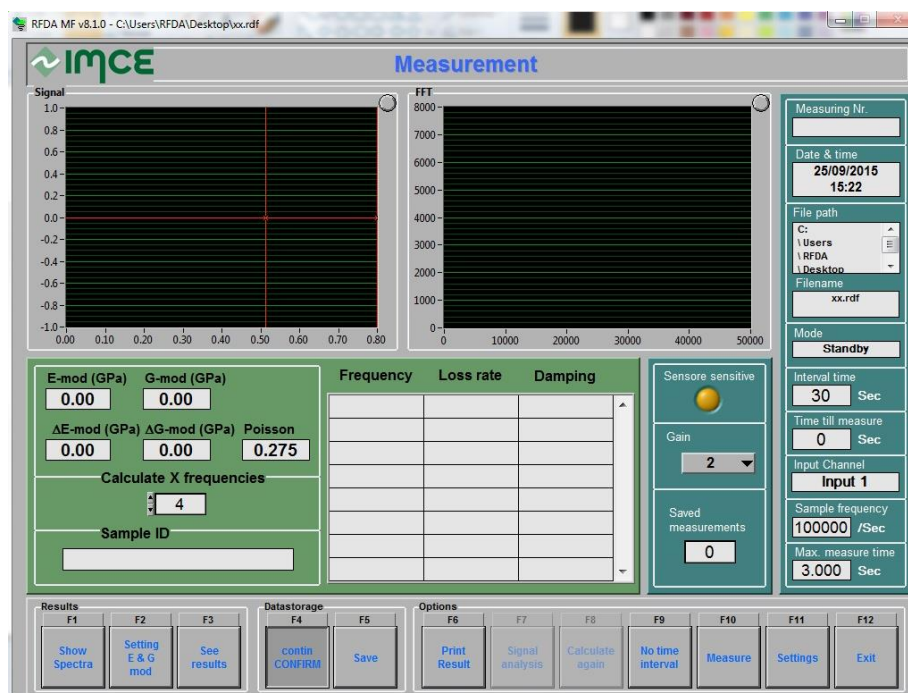
- Kształt próbki „Sh”
- Co mierzymy „AM”
- Osoba wykonująca pomiar „O”
- Rodzaj materiału „S”
- Nazwa pliku pomiarowego „F”

Krok 4 Ustawiamy podparcie próbki (dla opcji pomiaru tylko modułu Younga)

Po wprowadzeniu wymiarów próbki do programu pojawia się wartość „NODE DISTANCE” – zakreślona na Rys. 18

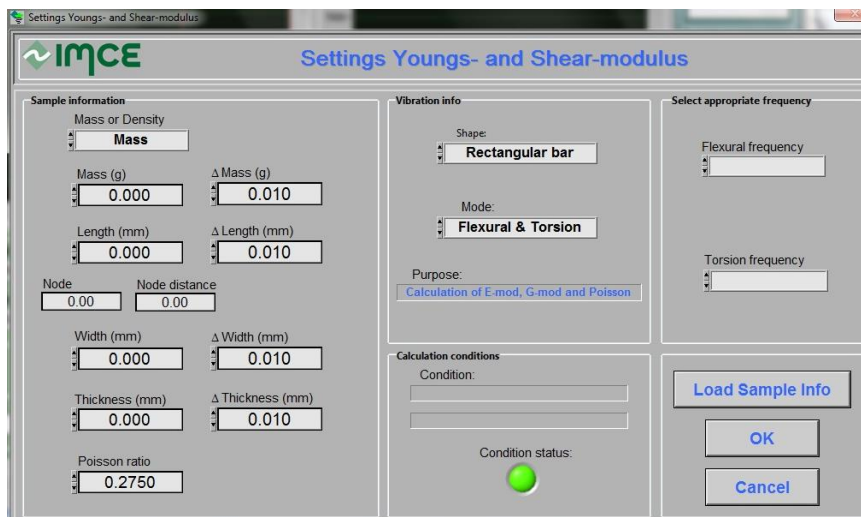
Krok 4 Przechodzimy wracamy do głównego „menu” i wybieramy tryb pomiaru „measurement test”

Po ustawieniu próbki w układzie pomiarowym wciskamy przycisk „Measurement” (Rys. 19). W wyniku pomiaru na ekranie „Signal” pojawiają się częstotliwości zbieranego przez mikrofon dźwięku. Klikając dwukrotnie na wykres częstotliwości można dokładnie odczytać ich wartości. Odpowiedni dobór częstotliwości sygnału pozwoli na automatyczne wyliczenia modułu Younga (E-mod), modułu ścinania (G-mod) oraz liczby Poissona (Poisson), które zostaną wyświetlone poniżej wykresu częstotliwości „Signal”.



Rys. 18 Okno pomiarowe programu

Wyboru częstotliwości dokonujemy w makrze „Setting E & G mod” (Rys. – lewy dolny róg). Po wejściu do tego makra w prawym górnym rogu ustawiamy częstotliwość drgań zginających „Flexural frequency” dla modułu E oraz częstotliwość drgań skręcających dla modułu G. Po wykonaniu tego kroku wciskamy przycisk „OK” i na automacie przechodzimy do makra „Measurement”, gdzie prowadzimy dalsze pomiary.



Rys. 18 Ustawienie częstotliwości rezonansowych dla modułów Younga i ścinania

Sprawozdanie (fragment sprawozdania końcowego)

W sprawozdaniu powinny się znaleźć następujące informacje:

1. Krótki opis wykonania ćwiczenia (użyte materiały, aparatura, przebieg itp.)
2. Tabełacyjne zestawienie danych wyjściowych i obliczonych pojedynczych wartości zmierzonych właściwości badanych próbek
3. Dyskusja przebiegu pomiarów i otrzymanych wyników.
4. Wnioski dotyczące wartości uzyskanych wyników w odniesieniu do badanych materiałów.

Literatura

- [1] R.Pampuch, „Materiały ceramiczne. Zarys nauki o materiałach nieorganiczno-niemetalicznych”, PWN, Warszawa, 1988
- [2] R.Pampuch, „Współczesne materiały ceramiczne”, AGH, Uczelniane Wydawnictwa Naukowo-Dydaktyczne, Kraków, 2005
- [3] Norma ASTM E 1876-09 „Standard Test Method for Dynamic Young’s Modulus, Shear Modulus and Poisson Ratio by Impulse Excitation of Vibration
- [4] J.D. Lord, R.Morrell: “Measurement Good Practice Guide, No. 98, Elastic Modulus Measurement”, Crown, Teddington, 2006