

УДК 534.2:620.22:620.179

О.В. Вдовиченко
ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ НЕЛІНІЙНОЇ ПОВЕДІНКИ ПОРИСТОГО
ОКСИДУ АЛЮМІНІЮ В ПРОЦЕСІ ПРУЖНИХ КОЛИВАНЬ

В роботі досліджена поведінка зразків оксиду алюмінію, що містили об'ємні пори і тріщиноподібні дефекти, в процесі поздовжніх коливань стержня за першою модою. Встановлено, що наявність об'ємних пор не викликала спотворення форми коливань, натомість тріщиноподібні дефекти були причиною відхилення функції переміщень та похідної функції переміщень від гармонічного закону. Поведінка матеріалу, що містив тріщини, може бути описана моделлю матеріалу з різним опором розтягуванню та стисканню.

Ключові слова: оксид алюмінію, пористі матеріали, нелінійні коливання, стабільність дефектів.

Табл. 1. Рис. 4. Літ. 11.

А.В. Вдовиченко
ЭКСПЕРИМЕНТАЛЬНЫЕ ИССЛЕДОВАНИЯ НЕЛИНЕЙНОГО ПОВЕДЕНИЯ
ПОРИСТОГО ОКСИДА АЛЮМИНИЯ В ПРОЦЕССЕ УПРУГИХ КОЛЕБАНИЙ

В работе исследовано поведение образцов оксида алюминия, содержащих объемные поры и трещиноподобные дефекты, в процессе продольных колебаний стержня по первой моде. Установлено, что наличие объемных пор прямо не вызывает искажения формы колебаний, тогда как трещиноподобные дефекты являются причиной отклонения функции перемещений и производной функции перемещений от гармонического закона. Поведение материала, содержащего трещины, может быть описано моделью материала с разным сопротивлением растяжению и сжатию.

Ключевые слова: оксид алюминия, пористые материалы, нелинейные колебания, стабильность дефектов

O.V. Vdovychenko
EXPERIMENTAL STUDIES OF NONLINEAR BEHAVIOR OF POROUS ALUMINA
DURING ELASTIC OSCILLATIONS

The behavior of samples of alumina containing volumetric pores and crack-like defects was studied during longitudinal oscillation of the bar on fundamental mode. It was found that waveform distortions are insensitive to volumetric pores while crack-like defects result in deviation of the displacement function and the derivative of this function from harmonic law. The behavior of materials with cracks may be defined by the model of the material with different tensile and compressive properties.

Key words: alumina, porous materials, nonlinear oscillations, stability of defects

Вступ. Вироби з пористого оксиду алюмінію застосовують в багатьох галузях промисловості та в медицині. Проте при виготовленні виробів за порошковими технологіями часто утворюються дефекти типу щілин або тріщин, які катастрофічно погіршують їх механічні властивості. Для виявлення таких дефектів застосовують неруйнівні ультразвукові методи [1, 2]. Зокрема, методика Скорохода - Фрідмана [1] дозволяє визначати вміст пор та інших дефектів за вимірною швидкістю поширення пружної хвилі з використанням відомих залежностей характеристик пружності від пористості у припущенні, що пружна поведінка матеріалу контролюється законом Гука. Втім, класичні ультразвукові методи не дозволяють ідентифікувати вид дефектів (пора чи тріщина).

Численні експериментальні дані свідчать про нелінійну поведінку матеріалів з дефектами, зокрема порошкових металевих і керамічних матеріалів, в статичних [3, 4] і динамічних [5, 6] експериментах, яка проявляється відмінності пружної поведінки частково спечених порошкових матеріалів при розтягуванні та при стисканні, залежності резонансної частоти від амплітуди коливань, генеруванні гармонік тощо. Додаткова інформація про структуру матеріалів, зокрема наявність дефектів типу щілин, може бути одержана за результатами вимірювання нелінійних параметрів акустичних коливань. Останнім часом запропоновані моделі деформування тіла з щілинними дефектами, в яких нелінійна поведінка моделюється на основі концепції різної пружної поведінки при розтягуванні і стисненні [7, 8]. Втім, результати, що прямо підтверджують різноопорність порошкових матеріалів при акустичних коливаннях, а відтак розроблені теоретичні моделі, в наявній літературі не виявлені.

Дана робота присвячена експериментальному дослідженню поведінки зразків, спечених з порошку оксиду алюмінію під час пружних коливань з метою вивчення можливості застосування нових акустичних методів для неруйнівного контролю дефектності керамічних матеріалів.

Об'єкт та метод досліджень. Зразки були виготовлені з порошку А-1000 SG (Alcoa), що містив 99,8% оксиду алюмінію (95% α - Al_2O_3). Частинки мали форму близьку до рівновісної з

питомою площею поверхні $8,4 \text{ м}^2/\text{г}$ і розподілом за розміром: $10\% < 160 \text{ нм}$, $50\% < 400 \text{ нм}$, $90\% < 1500 \text{ нм}$. Виготовлення відбувалось в декілька етапів [9]: 1) розчинення порошку поліетиленгліколю (ПЕГ), структурна формула $\text{HO}-(\text{CH}_2\text{CH}_2\text{O})_n-\text{H}$ в етиловому спирті; 2) додавання до розчину порошку кераміки з наступним випарюванням розчинника; 3) пресування суміші в закритій пресформі; 4) випалювання полімерної зв'язки; 5) остаточне спікання на повітрі. Спікання проводили при різних температурах, щоб одержати зразки з різним вмістом дефектів. Після спікання зразки мали форму стрижнів довжиною $52...59 \text{ мм}$ і поперечними розмірами $4,2...5,2 \text{ мм}$ (Рис. 1). Різні розміри зразків після спікання зумовлені різною залишковою пористістю. Технологічні параметри та визначена пористість зразків наведені в Таблиці.

Густину матеріалу, а також пористість визначали методом гідростатичного зважування в дистильованій деіонізованій воді за стандартом ASTM [10]. Вагу сухого зразка вимірювали безпосередньо після спікання за температури зразка більшої за 373 К для запобігання конденсації вологи з повітря на поверхнях відкритих пор. Оскільки дані про наявність склофазі відсутні, густину твердої фази кераміки вважали рівною $3980 \text{ кг}/\text{м}^3$. Відносна похибка визначення густини матеріалу не перевищувала $0,1\%$.

Таблиця 1. Пористість досліджуваних зразків

№ зразка	Об'ємний вміст ПЕГ	Температура спікання, К	Пористість після випалювання ПЕГ	Пористість після спікання	
				загальна	відкрита
1(27)	0,04	1848	0,452	0,024	-
2(33)		1673	0,488	0,236	0,200
3(39)		1623	0,464	0,299	0,253
4 (203)	0,16	1823	0,491	0,098	0,059

Акустичні вимірювання проводили на повітрі за кімнатної температури в діапазоні частот $5 \cdot 10^4 \dots 2 \cdot 10^5 \text{ Гц}$ методом резонансної спектроскопії. Схема вимірювань зображена на Рис.2.

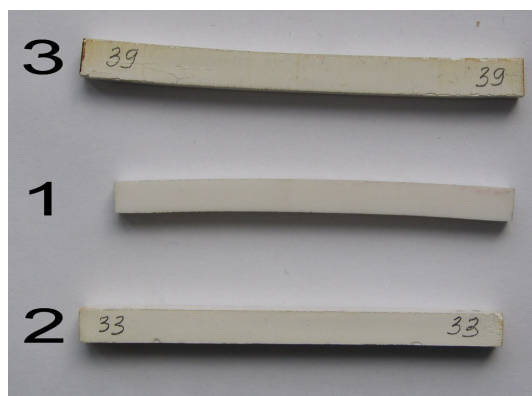


Рис. 1. Зразки для акустичних досліджень, спечені за температур 1848 К (1), 1673 К (2) і 1623 К (3)

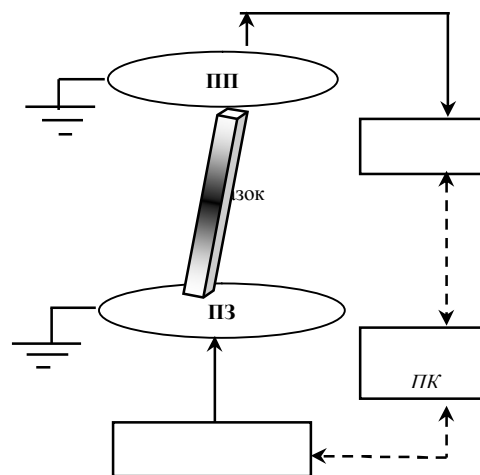


Рис. 2. Схеми експериментальної установки та розподілу деформацій по довжині стрижня під час власних поздовжніх коливань за першою модою (позначені відтінками сірого)

Зразок встановлювали між двома п'єзоелектричними перетворювачами ППЗ з робочим діапазоном частот від 20 до 200 кГц так, що контакт зразка з перетворювачами відбувався в двох точках – кутах зразка, що належали його найдовшій діагоналі. Таке закріплення мінімально впливало на форми і частоти власних коливань зразка, тому що вся його поверхня, за винятком двох точок контакту, залишалась вільною. Електричний синусоїдальний сигнал надходив з цифрового генератора (PCG10AU, Velleman) на перетворювач ПЗ, який збудовував в зразку поздовжні резонансні коливання за першою модою. Внаслідок коливань зразка в приймальному

перетворювачі ПП виникав електричний сигнал тієї ж форми, що й механічні коливання зразка, який для подальшого аналізу надходив на пов'язаний з комп'ютером (ПК) цифровий осцилоскоп PCS500, Velleman. Амплітуду сигналу збурення $U_{вх}$ змінювали в діапазоні 0,5 ... 10 В. Відносні максимальні циклічні деформації, що виникали в зразку, мали амплітуди порядку $10^{-8} \dots 10^{-6}$. Вимірювали параметри електричного сигналу, що надходив на перетворювач ПП, який викликався переміщенням вільного кінця зразка під час коливань за першою формою власних поздовжніх коливань стрижня. Під час коливань за цією формою весь об'єм зразка (за винятком моменту часу, коли стрижень є недеформованим) перебував або в стані розтягу, або в стані стиснення. На вільних кінцях зразка деформації відсутні, а в середньому перерізі виникали максимальні циклічні деформації розтягу або стиснення.

Результати та їх обговорення. На Рис.3 наведені результати вимірювання в координатах час – електрична напруга з виходу приймального перетворювача після аналого-цифрового перетворення. Також на рисунку наведені гармонічні функції тієї ж амплітуди і частоти, що і зареєстровані коливання.

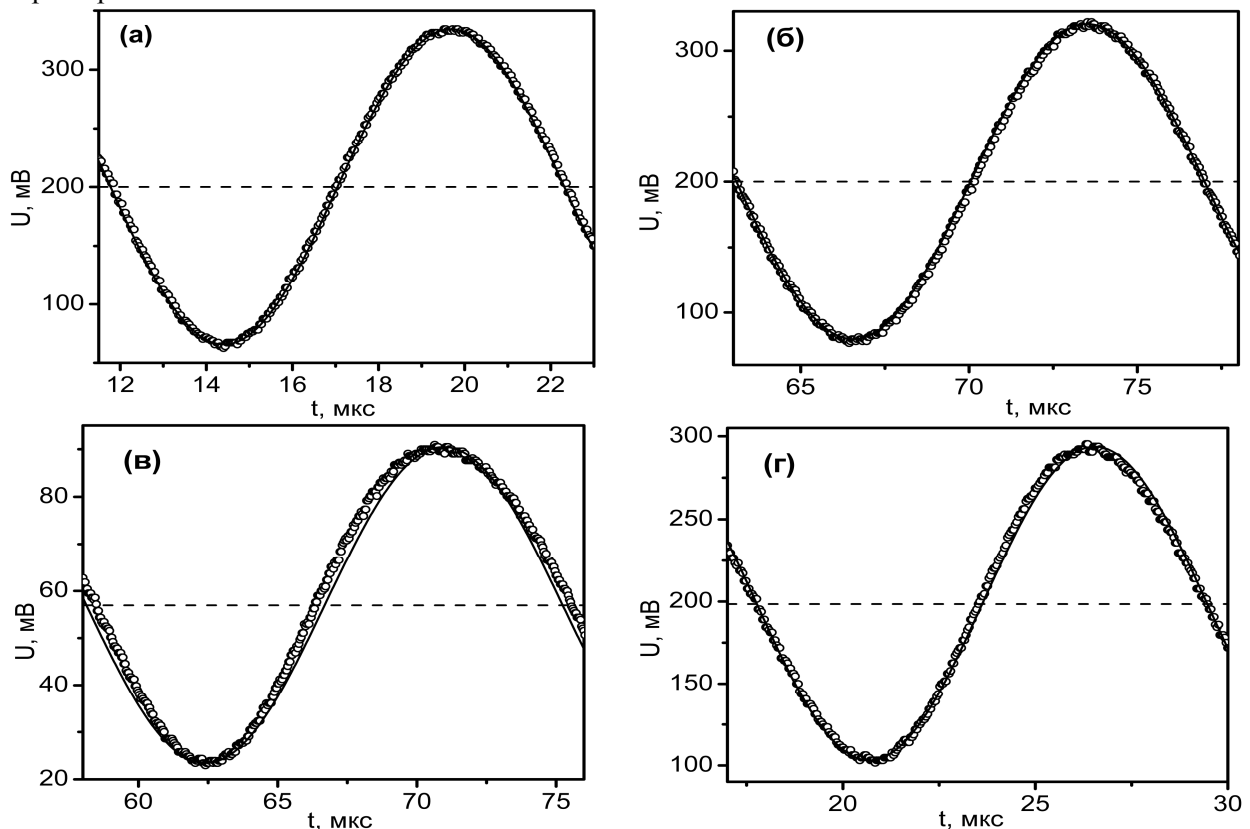


Рис. 3. Експериментальні результати (позначені точками) вимірювань залежності переміщень від часу кінців зразків: 1 – (а), 2 – (б), 3 – (в) та 4 – (г). Суцільною лінією позначена гармонічна функція тієї ж частоти, переривана лінія вказує рівень половини розмаху сигналу

Вимірювання показали, що переміщення вільних кінців зразків 1 і 2 (Рис. 3, а, б) в часі достатньо добре описувались гармонічною функцією, що властиво конденсованим матеріалам без макродефектів, причому істотна об'ємна пористість зразка 2 ($\theta = 0,236$) не вплинула на форму функції переміщень. Натомість переміщення зразка 3 (Рис.3, в) і, в меншій мірі, зразка 4 (Рис.3, г) помітно відхиляються від синусоїдального, тобто рух цих зразків не може бути описаний класичними лінійними диференціальними рівняннями. Резонансні дослідження характеристик пружності та порівняння їх результатів з мікроструктурою, описані в роботі [6], також показали, що досліджувані зразки демонструють нелінійну поведінку, пов'язану з наявними дефектами типу тріщин. У відповідності до цієї моделі [11], при розтягуванні стрижня щільні дефекти відкриваються, модуль Юнга набуває меншого значення, ніж при стисненні і, як наслідок, при поздовжніх коливаннях стрижня частина періоду, коли зразок перебуває в розтягнутому стані більша ніж частина періоду, коли зразок є стисненим. Крім того, за цією моделлю, найбільші відхилення точки зразка від її положення при недеформованому стані зразка (амплітуда коливань)

в частині періоду, протягом якої зразок є розтягненим є більшими, ніж найбільші відхилення тієї самої точки в частині періоду, протягом якої зразок є стисненим.

Результати наведені на Рис 3, в, наочно демонструють, що нелінійна поведінка, яка спостерігається нами, відповідає моделі матеріалу, що має різний опір деформування розтягу і стисненню – частина періоду, протягом якої зразок є розтягнутим більша за частину стиснення навіть якщо їх порівнювати на рівні половини розмаху (різниця між найбільшими переміщеннями при розтягуванні і при стисканні).

Моменти часу, в які зразки перебували в недеформованому стані, визначали з принципу збереження енергії враховуючи, що в при коливаннях в ці моменти швидкості точок зразка є максимальними за величиною. Для цього, за допомогою розробленої програми, визначали значення похідної функції переміщень зразків. На Рис. 4 зображений інтерфейс програми після визначення похідної функції переміщень зразків 2 (Рис.4, а) і 3 (Рис.4, б).

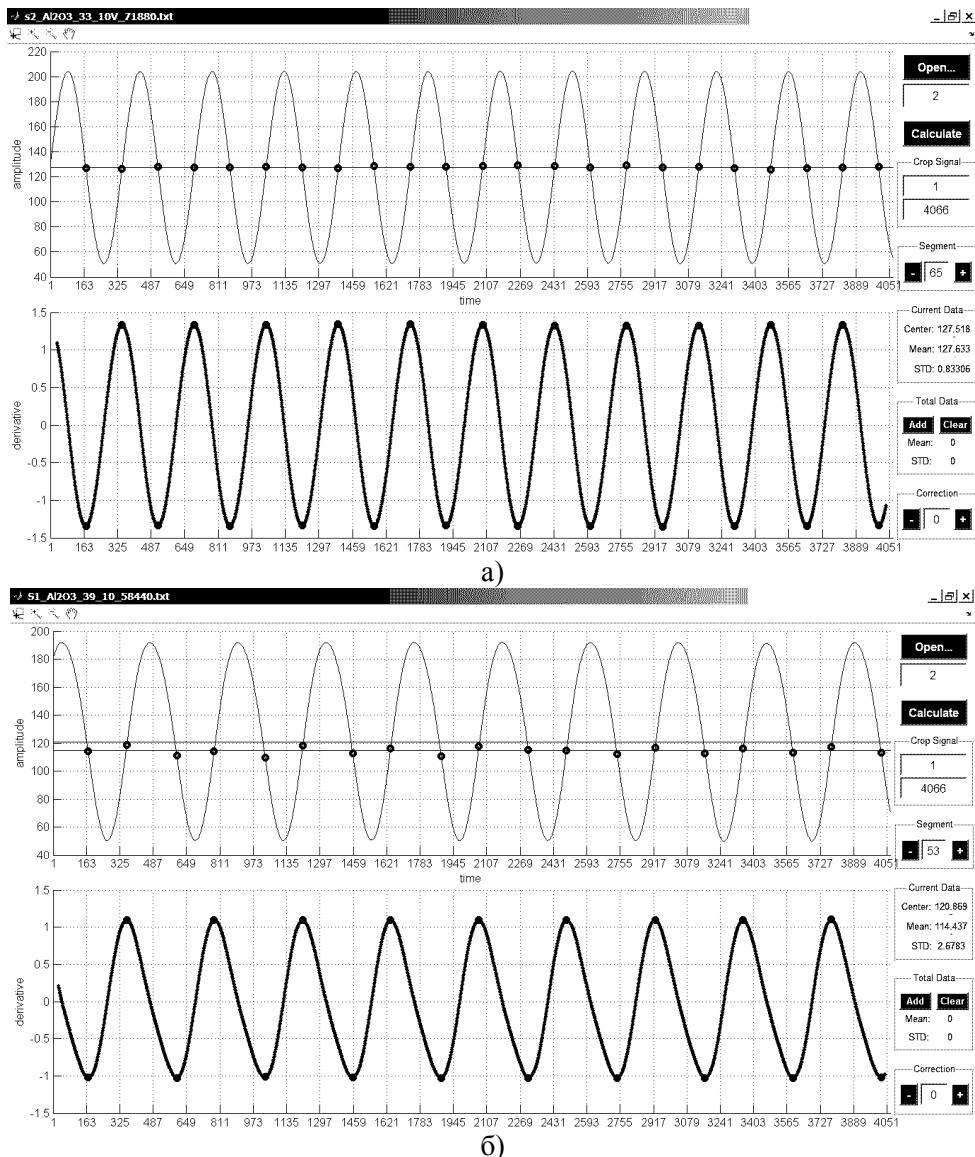


Рис.4. Результати визначення похідної функції переміщень (нижні екрани) та значення функції переміщень (верхні екрани), в яких її похідна набуває екстремальних значень (точки на верхньому екрані) для зразків: 2 – (а) та 3 – (б). По осях абсцис – час (в кроках квантування), по осях ординат: на верхніх екранах – переміщення (в кроках квантування напруги сигналу), на нижніх екранах – його похідна за часом

Обробка сигналу відбувалась за таким алгоритмом: 1) записаний в цифровому вигляді сигнал з приймального перетворювача фільтрували фільтром низьких частот, 2) розраховували масив похідних для кожного моменту часу, 3) знаходили локальні максимуми та мінімуми масиву

похідних, 4) визначали відповідні їм моменти часу, 5) визначали значення функції переміщень в ці моменти часу, 5) обчислювали математичне сподівання та середнє квадратичне відхилення результатів вимірювання.

Було визначено, що для зразка 2 значення функції переміщень, за яких похідна мала екстремум, з довірчою ймовірністю 0,95 дорівнювало $127,63 \pm 0,36$ кроків квантування напруги, що відповідає $U_0 = 199,43 \pm 0,56$ мВ. Це збігається з половиною розмаху функції переміщень, яка становить 199,25 мВ, тобто коливання зразка є симетричними відносно положення зразка в недеформованому стані (Рис.4, б). Натомість для зразка 3 значення вищезгаданої функції з тією самою довірчою ймовірністю дорівнювало $U_0 = 53,64 \pm 0,62$ мВ, що істотно нижче за рівень половини розмаху функції переміщень 56,66 мВ (Рис. 4, б). Це означає, що коливання є несиметричними відносно положення, в якому зразок перебуває в недеформованому стані – в процесі поздовжніх коливань стрижня за першою формою частина циклу стиснення є коротшою за частину циклу розтягу, а амплітуда при стисненні є меншою, ніж при розтягу зразка. Про те, що коливання в під час стиснення і під час розтягу відбуваються за різними законами свідчить також відхилення зміни функції похідної в часі від гармонічного закону (Рис. 4, б, нижній екран).

Висновки. Аналіз наведених даних показує, що, по-перше, збільшення загальної пористості з 0,024 до 0,236 (зразки 1 та 2) не внесло значних відхилень від лінійної поведінки зразків під час пружних коливань, натомість функція переміщень зразка 4 ($\theta = 0,098$) під час коливань помітно відрізнялась від гармонічної функції, тобто пористість прямо не впливала на форму коливань зразків оксиду алюмінію. По-друге, матеріал, що містить щілинні (тріщино подібні) макродефекти по-різному поводить себе в частині розтягу і в частині стиснення періоду пружних коливань, тобто його коливання не є симетричними відносно положення точок в недеформованому зразку. Це свідчить про нестабільність властивостей матеріалу під дією напружень, що є істотно меншими за руйнівні напруження, і яка спричиняється нестабільністю наявних дефектів. Для опису руху такого матеріалу можна скористатися моделлю матеріалу, який має різні характеристики пружності при розтягуванні і при стисненні. Одержані результати свідчать, що параметри, які характеризують відхилення форми коливань від гармонічного закону, можуть бути критерієм наявності щілинних макродефектів в матеріалах такого типу і можуть бути використані при неруйнівному контролі виробів з них.

1. Роман О.В. Ультразвуковой и резистометрический контроль в порошковой металлургии / Роман О.В., Скороход В.В., Фридман Г.Р. – Минск: Выш. шк., 1989. – 182 с.
2. Ren F. Resonant ultrasound spectroscopy measurement of Young's modulus, shear modulus and Poisson's ratio as a function of porosity for alumina and hydroxyapatite / Ren F., Case E.D., Morrison A. [et al.] // Phil. Mag. – 2009. – V.89. – P. 1163 – 1182.
3. Musalek R. Non-linear mechanical behavior of plasma sprayed alumina under mechanical and thermal loading / R. Musalek, J. Matejicek, M. Vilemova, O. Kovarik // J. Therm. Spray Technol. – 2010. – V.19. – N1-2. – P.422 – 428.
4. Liu Y. Non-linear elastic properties of plasma-sprayed zirconia coatings / Y. Liu, T. Nakamura, V. Srinivasan [et al.] // Acta Mater. – 2007. – V.55. – P. 4667 – 4678.
5. Вдовиченко А.В. Исследование эволюции межчастичных границ в высокоплотных прессовках из железного порошка методом механической резонансной спектроскопии / Вдовиченко А.В., Подрезов Ю.Н., Скороход В.В. // Порошковая металлургия. – 2008. – №5/6. – С. 366-372.
6. Вдовиченко О.В. Вплив макродефектів структури оксиду алюмінію на нелінійність резонансних механічних коливань // Современные проблемы физического материаловедения: сб. науч. труд. – К.: ИПМ НАН Украины, 2012. – 21. – С. 89 – 100.
7. Ломакин Е.В. Механика сред с зависящими от вида напряженного состояния свойствами // Физическая мезомеханика. – 2007. – т.10. - №5. – С.41 – 52.
8. Штерн М.Б. Модель упругого деформирования изотропных порошковых материалов, характеризующихся различными свойствами при растяжении и сжатии // Порошковая металлургия. – 2009. – № 5/6. – С.14 – 27.
9. Vdovychenko O.V. Effect of polyethylene glycol content in compacts on structure of porous sintered alumina / Vdovychenko O.V., Baumann M.J. // Ceramics – 2008. – 101. – P. 99 – 106.
10. Annual Book of ASTM Standards, Vol. 19.01. Refractories, Activated Carbon, Advanced Ceramic, 2000, – P. 830-93.
11. Vdovychenko O.V. On the estimation of defect containing materials using extended non-linear theory of elasticity / Vdovychenko O.V., Skorokhod V.V., Shtern M.B. // Proc. E-MRS Fall Meeting, Warsaw, Poland, 2008. – P. 70 – 75.

Стаття надійшла до редакції 24.09.2013.