

Katarzyna Gawdzińska^{1*}, Zbigniew Pędzich²

¹ Akademia Morska, Instytut Nauk Podstawowych Technicznych, ul. Podgórna 51/53, 70-205 Szczecin, Poland

² Akademia Górniczo-Hutnicza, Wydział Inżynierii Materiałowej i Ceramiki, Katedra Ceramiki Specjalnej, al. Mickiewicza 30, 30-059 Kraków, Poland

* Corresponding author. E-mail: k.gawdzinska@am.szczecin.pl

Otrzymano (Received) 19.02.2010

ZASTOSOWANIE RÓŻNYCH METOD NIENISZCZĄCYCH DO OPISU POROWATOŚCI W ODLEWANYCH, WZMACNIANYCH WŁÓKNAMI KOMPOZYTACH METALOWO-CERAMICZNYCH

Opisano zastosowanie metod nieniszczących, takich jak defektoskopia radiologiczna, defektoskopia ultradźwiękowa i tomografia komputerowa, do analizy porowatości odlewanych kompozytów metalowo-ceramicznych wzmocnionych włóknami na przykładzie kompozytu: osnowa stop AlSi11/zbrojenie włóknina grafitowa. Przedstawiono różnice w możliwościach badawczych wymienionych metod oraz przykładowe wyniki analiz. Zastosowane metody wyraźnie różnią się możliwościami diagnostycznymi i analitycznymi w odniesieniu do badanych kompozytów. Defektoskopia radiologiczna jest możliwa do zastosowania tylko w ograniczonej geometrii próbek. Daje stosunkowo dobre możliwości w rozróżnianiu typu wad i ich lokalizacji, jednak ma stosunkowo małą rozdzielczość. Defektoskopia ultradźwiękowa jest metodą, dającą jedynie uśrednioną informację o objętości lub powierzchni bez możliwości lokalizacji defektów. Największe możliwości analityczne daje tomografia komputerowa, bezkonkurencyjna, nie tylko ze względu na rozdzielczość, ale przede wszystkim ze względu na możliwość trójwymiarowej rekonstrukcji struktury z dokładną analizą kształtu i wielkości, zarówno porowatości, jak i innych wad. Bardzo wysoki koszt metody jest jednak dużym ograniczeniem obszaru stosowania metody.

Słowa kluczowe: kompozyty, metody nieniszczące

APPLICATION OF DIFFERENT NON-DESTRUCTIVE METHODS FOR POROSITY DESCRIPTION IN CERAMIC-METAL COMPOSITE FIBRES REINFORCED CASTS

The paper describes the application of non-destructive methods, X-ray defectoscopy, ultrasonic defectoscopy and computer tomography, for porosity analysis in ceramic-metal composite fibres reinforced casts. As a sample the composite made of AlSi11 matrix and carbon fibers reinforcement was applied. The paper presents the investigative possibilities of mentioned methods and samples of performed analyses. Composites used in investigations differed in density and flaws distribution according to different applied manufacturing conditions (saturation pressure). X-ray defectoscopy allows determining pores in products about 10 mm in size. The flaw size which can be distinguish is no smaller than 0.3 mm. Detail differences between sample sectors could be described as differences in X-ray images optical density. The method allows to distinguish pores in the millimeters range.

Ultrasonic defectoscopy gives a possibility of fast nondestructive analyze of density fluctuation in the bulk sample by registration of wave velocity and attenuation coefficient of measured sample changes. However, determination of the flaw type and its precise location is rather difficult. Nowadays, computer tomography give the best potential possibilities of composite structure determination. The detailed specimen description could be done in both, 2D and 3D spaces. The method gives the possibility of observation of any optional cross-section in the sample. It is worth noticing that the detail description of the pores shape could give the information about their origin. The wide application of computer tomography is strongly limited by high cost of analyze.

Keywords: composites, porosity, non-destructive methods

WPROWADZENIE

Materiały kompozytowe typu metaliczna osnowa-włókno ceramiczne są obecnie stosowane w motoryzacji, okrętownictwie oraz budowie maszyn i urządzeń. Zawdzięczają to swoim bardzo dobrym parametrom mechanicznym i właściwościom użytkowym. Wytwarzanie takich kompozytów związane jest z możliwością

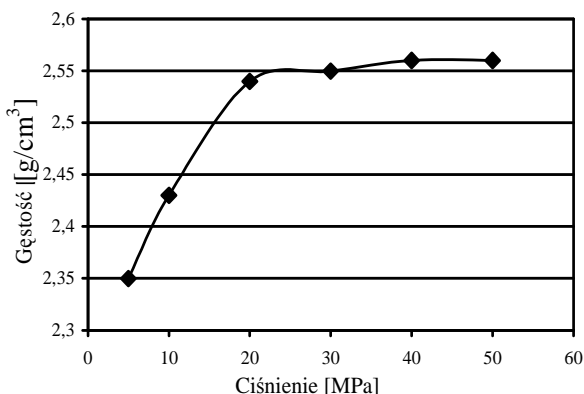
powstawania specyficznych, w zależności od zastosowanej metody, wad materiałowych. Jest to powodowane budową tych tworzyw, które składają się z dwóch chemicznie i fizycznie różnych materiałów połączonych ze sobą w taki sposób, aby była zachowana wyraźna granica między nimi oraz aby rozkład materiału ceramiczne-

go (fazy zwanej strukturą zbrojącą) był możliwie równomierny w metalu (fazie zwanej osnową) [1]. Z jednej strony taka budowa daje szerokie możliwości tworzenia nowego materiału odznaczającego się pożądanymi cechami, z drugiej zaś stosunkowo skomplikowana budowa może być przyczyną powstawania wad związanych z obecnością granic międzyfazowych [2].

Ze względu na ogromną różnorodność potencjalnych wad, ze względu na ich rozmiar oraz umiejscowienie w materiale badanie ich struktury może być realizowane wieloma metodami. Wymienić trzeba metody mikroskopowe (optyczną i elektronową skaningową), metody badania powierzchni typu profilograficznego lub mikroskopii sił atomowych, metody defektoskopowe (ultradźwiękową lub radiologiczną), tomografię komputerową czy nawet porozymetrię rtęciową [3]. Każda z tych metod daje inne możliwości analizy i różny poziom informacji o wadach. Dobór metod zależy w dużej mierze od możliwości ekonomicznych, ponieważ urządzenia badawcze są niekiedy bardzo drogie, a ich obsługa wymaga dużego doświadczenia zwłaszcza w przypadku określania parametrów jakości tak skomplikowanych materiałów, jak kompozyty wytwarzane przez odlewanie. W niniejszej pracy zaprezentowano możliwości kilku metod nieniszczących, tj. defektoskopii radiologicznej, defektoskopii ultradźwiękowej i tomografii komputerowej, których zastosowanie ze względu na niszczący charakter jest szczególnie korzystne przy kontroli jakości wyrobów z omawianych tworzyw.

EKSPERYMENT

Materiały kompozytowe ze zbrojeniem grafitowym, badane w pracy, wytworzono metodą pośrednią, nasycając preformę ciekłym metalem osnowy (stop AlSi11). Procedura wytwarzania serii materiałów polegała na nasycaniu włókniny grafitowej (o stałej gęstości $\rho = 0,19 \text{ g/cm}^3$) ciekłym metalem pod ciśnieniem, którego wartość zmieniała się od 5 do 50 MPa przez 300 sekund [4]. Otrzymane materiały charakteryzują się zmienną gęstością, co przedstawiono na rysunku 1 [5].



Rys. 1. Gęstość materiałów kompozytowych w zależności od ciśnienia nasycania (AlSi11/C)

Fig. 1. The effect of saturation pressure on sample density (AlSi11/C)

Odlewy badano za pomocą defektoskopii radiologicznej (aparat Super Liliput 200, firma Protech), defektoskopii ultradźwiękowej (urządzenie KRAUTKRAMER USN-60) i tomografii komputerowej (urządzenie: Skaner rentgenowski SkyScan 1074 firmy SkyScan).

WYNIKI I ICH OMÓWIENIE

Defektoskopia radiologiczna

W badaniach radiologicznych wykorzystuje się promieniowanie rentgenowskie, zwane również promieniowaniem X, o długości fali $10^{-8} \div 10^{-5} \text{ m}$. Odnacza się ono dużą przenikalnością, tym większą, im większa jest gęstość prześwietlanych materiałów i im mniejsza jest długość fali. Promieniowanie generowane jest w specjalnych lampach próżniowych. Badanie pozwala na wykrycie takich wad, jak: pęknięcia, pory i wtrącenia [5, 6].

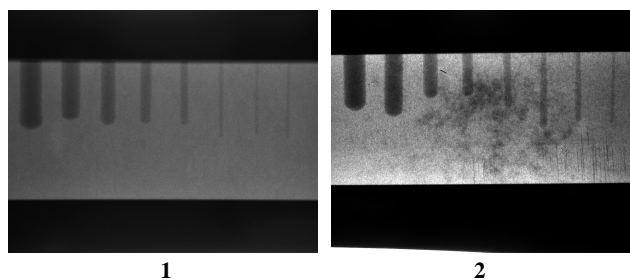
Przeprowadzono badanie mające wykazać, czy rozproszenie promieniowania rentgenowskiego na elementach zbrojących w istotny sposób ogranicza zdolność rejestracji nieciągłości kompozytu typu pęknięcie lub makroporowatość. Do celów porównawczych w tych samych warunkach wykonano próbkę bez zbrojenia-AlSi11 i próbkę ze zbrojeniem węglowym o takiej samej osnowie. Próbkę przedstawiono na rysunku 2.



Rys. 2. Próbkę użyte w badaniach radiologicznych

Fig. 2. Samples used in radiology studies

W próbkach wykonano otwory nieprzelotowe o średnicach 3; 2,5; 2; 1,5; 1; 0,7; 0,5 i 0,3 mm. Otwory o trzech najmniejszych średnicach wykonano metodą elektroerozyjną. Próbkę poddano prześwietleniu promieniami rentgenowskimi. Promieniowanie przechodzące przez badane próbki rejestrowane było na standardowej błonie rentgenowskiej. Efekt badania próbek w postaci odpowiedniego zacernienia błony rentgenowskiej przedstawiono na rysunku 3.



Rys. 3. Rezultaty badania rentgenowskiego próbek: nr 1 - osnowa AlSi11; nr 2 - osnowa AlSi11/włókno węglowe

Fig. 3. Results of roentgenographic investigation of AlSi11 sample (No. 1); AlSi11/carbon fibers composite (No. 2)

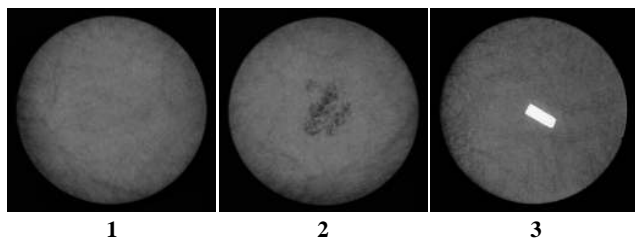
Wykonane radiogramy poddano analizie gęstości optycznej. Wyniki badania gęstości optycznej zamieszczono w tabeli 1. Badano gęstość optyczną poza obszarem nieciągłości (otwory) oraz w obszarze nieciągłości.

TABELA 1. Gęstość optyczna badanych materiałów (defektoskopia rentgenowska)

TABLE 1. The optical density of investigated materials (X-ray defectoscopy)

| Nr próbki | Materiał | Gęstość optyczna poza nieciągłościami | | Gęstość optyczna w obszarze nieciągłości | |
|-----------|----------|---------------------------------------|------|--|------|
| 1 | AlSi11 | 1,8; 1,8; 1,9 | 1,83 | 1,9; 2,0; 2,1 | 2,00 |
| 2 | AlSi11/C | 1,8; 1,8; 1,8 | 1,80 | 1,8; 1,9; 1,8 | 1,83 |

Możliwości omawianej metody w detekcji wad odlewów stosunkowo dobrze ilustrują fotografie zamieszczone na rysunku 4.



Rys. 4. Radiogram: próbki nr 1 - przedstawiający strukturę odlewu kompozytowego bez wad wykrywalnych za pomocą defektoskopii radiologicznej; próbki nr 2 - przedstawiający w odlewie niedostateczne nasycenie struktury zbrojącej ciekłym metalem osnowy siluminowej, tzw. porowatość; próbki nr 3 - widoczne w centralnej części odlewu ciało obce w strukturze odlewu. Skład chemiczny wtrącenia określono na podstawie mikroanalizy rentgenowskiej

Fig. 4. Radiogram: the sample No. 1 - showing the structure of composite casting without defects detectable by means of X-ray defectoscopy; the sample No. 2 - showing, the insufficient saturation of the reinforcing structure with liquid metal of silumin warp, so called porosity; the sample No. 3 - the alien body seen in the central part of the casting in the structure of casting. The chemical composition was defined on the basis of the X-ray analysis

Defektoskopia ultradźwiękowa

Rozróżnia się trzy metody badań ultradźwiękowych: echa, cienia i rezonansu, wykorzystuje się fale w postaci impulsu lub fali ciągłej. W metodzie echa generator dostarcza zmienne napięcie elektryczne do przetwornika, który przekształca drgania elektryczne na mechaniczne, które rozchodzą się w badanym obiekcie i po dobieciu od wady lub powierzchni ograniczającej wracają do przetwornika, skąd dalej są przetwarzane i obserwowane w postaci fali na ekranie defektoskopu [7, 8]. Metoda cienia polega na zastosowaniu dwóch przetworników: nadawczego i odbiorczego, umieszcza się je naprzeciw siebie po obu stronach badanego elementu, jeżeli w materiale wystąpią wady w postaci nieciągłości materiału, zostanie osłabiona fala ultradźwiękowa. Zmiany te obserwowane są na ekranie defektoskopu. Metoda rezonansu polega na wytworzeniu fali stojącej i obserwowaniu wystąpienia maksimum amplitudy tej fali. Można ją

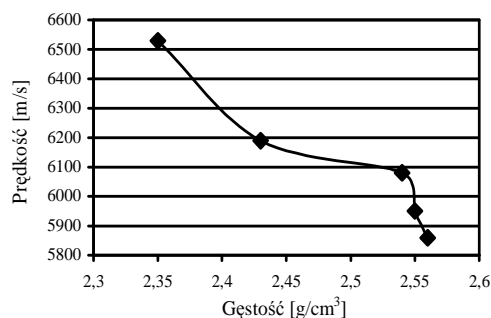
stosować do grubości od 0,1 mm do kilkudziesięciu milimetrów.

W wykonanych badaniach do pomiaru współczynnika tłumienia wybrano metodę echa w polu dalekim ze sprzężeniem bezpośrednim (kontaktowym) [8].

Ze względu na wymiary próbki i zakłócenia wynikające ze zróżnicowanej struktury tłumienie zmierzono między drugim i trzecim echem (w przypadku dalszych ech w niektórych próbkach występowały zakłócenia interferencyjne).

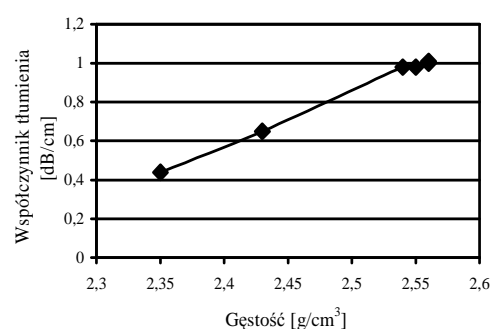
Prędkość propagacji podłużnej fali ultradźwiękowej była określana metodą porównawczą za pomocą techniki kontaktowej [7]. Do badań użyto wzorca W1, dla którego $l_w = 25$ mm i $c_v = 5920$ m/s (l_w - wysokość wzorca; c_v - prędkość rozchodzenia się fali ultradźwiękowej w stali). Pomiar polegał na porównaniu czasu przejścia przez wzorzec t_w i próbkę t_p .

Uzyskana w trakcie badań informacja o mikrostrukturze badanej próbki wynika z faktu, iż zmiana cech fizycznych ośrodka wpływa na zmianę prędkości rozchodzenia się fali (rys. 5) i jej tłumienia (rys. 6).



Rys. 5. Zależność prędkości rozchodzenia się fali ultradźwiękowej od gęstości materiału kompozytowego

Fig. 5. The effect of composite material density on velocity of ultrasonic wave



Rys. 6. Zależność współczynnika tłumienia od gęstości materiału kompozytowego

Fig. 6. Attenuation coefficient dependent on composite material density

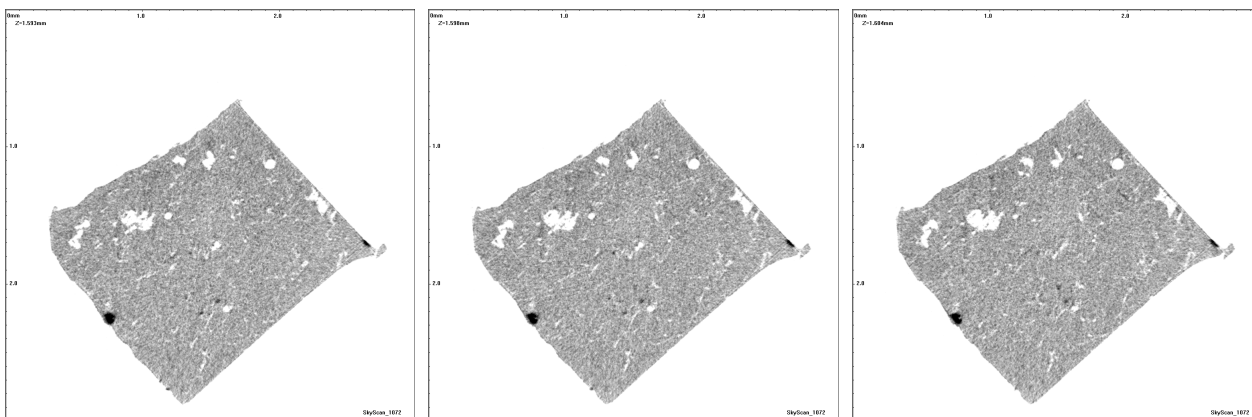
Jak widać na podstawie uzyskanych wyników, metody ultradźwiękowe pozwalają na stwierdzenie jedynie zmiany gęstości próbki w pewnym jej obszarze (lub całej objętości). Pozwala to na wykrycie przerw w ciągłości, pustek, zanieczyszczeń lub porowatości [9]. Uzyskana informacja pozwala na stwierdzenie obecności wad, nie daje jednak bezpośrednich wskazówek, co do rodzaju

występujących wad, dotyczy jedynie ich udziału objętościowego w badanym obszarze.

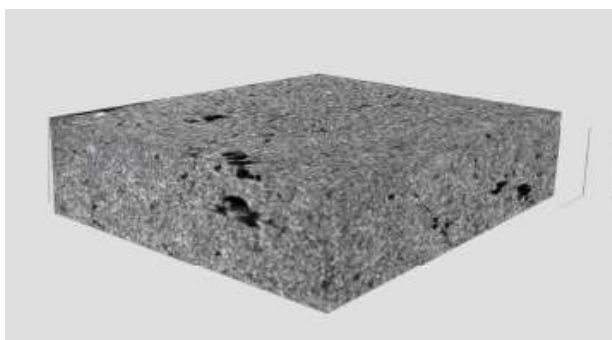
Jest to jej niewątpliwą zaletą, niestety w chwili obecnej badania tą metodą są bardzo kosztowne [10, 11]. Zastosowanie jej do badań struktury odlewów z metalowych kompozytów nasycanych jest bardzo trudne i wymaga dużego doświadczenia eksperymentalnego [12]. Obrazy uzyskane z badań tomograficznych mogą stanowić podstawę do dalszej analizy, np. komputerowej analizy obrazu oraz, co szczególnie cenne, analizy 3D.

Tomografia komputerowa

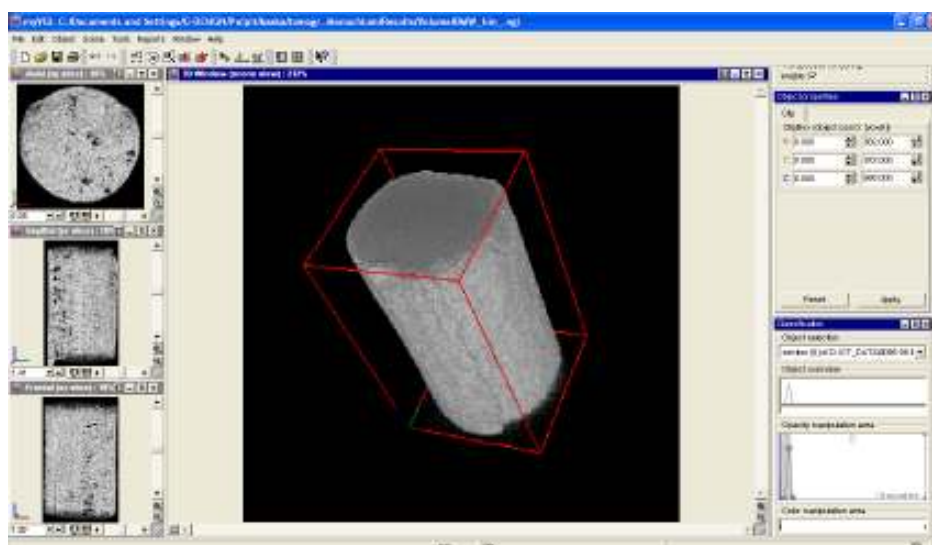
Metoda ta polega na wykonywaniu zdjęć rentgenowskich warstwowych (rys. 7), dających obraz badanego obiektu na dowolnie wybranej głębokości (rys. rys. 8-12).



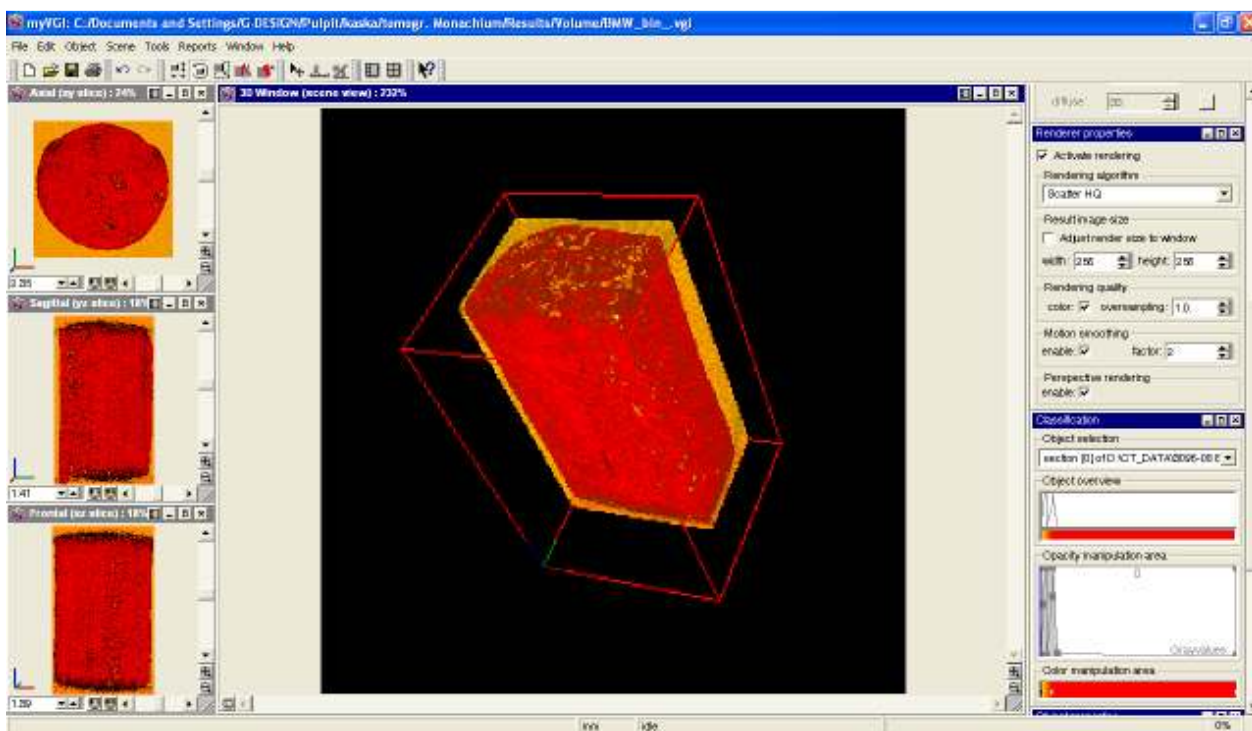
Rys. 7. Przekroje analizowanego obiektu 2D - metalowe materiały kompozytowe
 Fig. 7. Cross-sections of the examined 2D object - metallic composite material



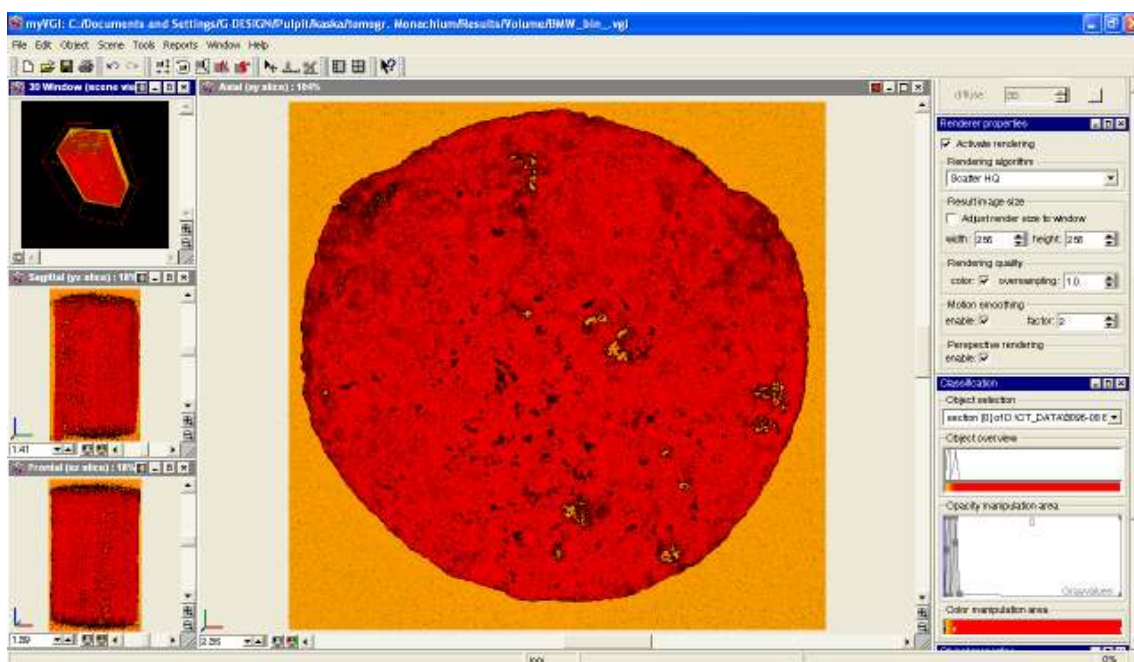
Rys. 8. Perspektywny obraz analizowanego wycinka materiału. Widoczne obszary porów
 Fig. 8. The perspective view of the analyzed material specimen with visible pores



Rys. 9. Obraz zbrojenia w programie myVGI. Okno główne - widok 3D, okna boczne - widoczne przekroje w płaszczyznach XY, YZ i XZ (zbrojenie-włókno węglowe, osnowa-AlSi11); mikrotomografie
 Fig. 9. The image of reinforcement in myVGI program. The main window - 3D general view, side windows-cross-sections in XY, YZ and XZ planes (reinforcement-carbon fibers, matrix-AlSi11); microtomography



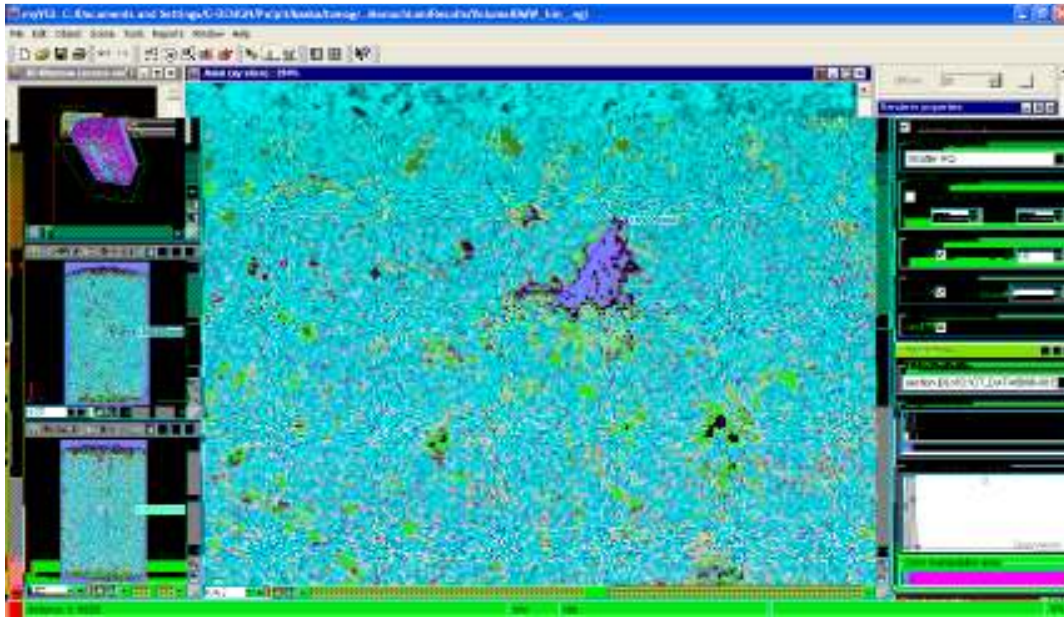
Rys. 10. Widok fragmentu zbrojenia w badanym obiekcie (za pomocą programu myVGI). Okno główne - wycinek zbrojenia (3D), okna boczne - widoczne przekroje na określonych głębokościach w płaszczyznach XY, YZ i XZ (zbrojenie-włókno węglowe, osnowa- AlSi11); mikrotomografie
 Fig. 10. The image of reinforcement sector in *myVGI* program. The main window - 3D general view of sector, side windows-cross-sections in XY, YZ and XZ specified planes (reinforcement-carbon fibers, matrix- AlSi11); microtomography (reinforcement-carbon fibers, matrix- AlSi11); microtomography



Rys. 11. Okno główne programu myVGI-płaszczyzna XY w trakcie analizy (kolor czarny - zbrojenie-włókno węglowe; kolor czerwony - osnowa- AlSi11 ; kolor żółty - porowatość); mikrotomografie
 Fig. 11. The *myVGI* program window - analyzed XY plane (black - reinforcement - carbon fibers; red - matrix- AlSi11 ; yellow - porosity); microtomography

Na rysunku 9 w oknie głównym zaprezentowano fragment kompozytu w widoku 3D, program zapewnia ustawienie obiektu w dowolnie wybranym położeniu na ekranie. W oknach bocznych są widoczne przekroje

badanego fragmentu kompozytu w wybranych płaszczyznach (2D) na dowolnie wybranych głębokościach materiału badanego.



Rys. 12. Okno programu myVGI. Okno główne - pomiar wielkości pojedynczego poru (zielony obiekt), okna boczne - widoczna lokalizacja i współrzędne analizowanego miejsca. Wyraźnie widoczne nieciągłości (porowatość) - ciemny kolor na obrazie struktury badanego materiału (zbrojenie-włókno węglowe, osnowa- AlSi11); mikrotomografie

Fig. 12. The myVGI program window. The main window - an individual pore size measurement (the green item), side windows - localisation and coordinates of analysed place. Distinctly visible noncontinuities (porosity) - dark colour in the image of investigated material structure (reinforcement-carbon fibers, matrix- AlSi11); microtomography

Istnieje możliwość wirtualnego „okrawania” zbrojenia w 3D (rys. 10) i wyeksponowania takiego interesującego nas wycinka. Dobór kolorów histogramu pozwala wyeksponować poszczególne elementy struktury, np. zbrojenie kompozytu. Wszystkie te analizy są możliwe również w przestrzeni 2D (rys. 11).

Na rysunku 12 pokazano wybrany dowolnie obszar do analizy z przedstawionego modelu odlewu kompozytowego (w tym przypadku porowatość). Program pozwala dowolnie powiększać (lub pomniejszać) analizowany obiekt, określać jego parametry, tj. objętość, powierzchnię itp. W oknach bocznych przedstawione są wartości określające parametry i położenie badanego obiektu w przestrzeni odlewu kompozytowego.

PODSUMOWANIE

Podsumowując przeprowadzone badania, można stwierdzić, że:

- 1) Badania porównawcze dotyczące osłabienia promieniowania rentgenowskiego przechodzącego przez badane próbki wykazały nieznaczne różnice w gęstości optycznej radiogramu.
- 2) Wykonane badania pozwalają na stwierdzenie, że dla grubości odlewu 10 mm rejestrowana jest nieciągłość o wymiarze 0,3 mm. Oznacza to, że metoda rentgenowska nie pozwala na badania próbek o dużych rozmiarach, a jej zdolność rozdzielcza wynosi ułamki milimetrów.
- 3) Badanie to może być jednak wykorzystywane przy diagnostyce odlewów kompozytowych spełniających pewne wymagania geometryczne, a szczególnie może

być przydatne przy wykrywaniu i określaniu wielkości wady typu porowatość lub ciało obce w strukturze odlewu.

- 4) Pomiar prędkości fali ultradźwiękowej i współczynnika tłumienia może być użyty w badaniach jakości metalowych materiałów kompozytowych (określenie całkowitej porowatości odlewów lub w ich makroobszarach).
- 5) Techniki ultradźwiękowe nie pozwalają na precyzyjną identyfikację rodzaju wad.
- 6) Tomografia komputerowa daje w chwili obecnej największe możliwości analizy strukturalnej materiałów kompozytowych. Można za jej pomocą określić gabaryty i rozmieszczenie porowatości na powierzchni i we wnętrzu materiału, zarówno w przestrzeni 2D, jak i 3D. Jest to najbardziej dokładna i precyzyjna metoda badawcza z metod przedstawionych w niniejszej pracy.
- 7) Możliwe jest osiągnięcie podczas tego badania zbliżonych rozdzielczości we wszystkich kierunkach, dzięki czemu komputerowa rekonstrukcja 3D może dać nam prawdziwe kształty i rozmieszczenie cech, niemożliwych do zarejestrowania za pomocą innych metod.
- 8) Dzięki analizie 3D można otrzymywać precyzyjne informacje odnośnie do rozmiaru, kształtu i przestrzennego położenia elementów w analizowanym obiekcie, np. porowatości, lub fazy zbrojącej w badanych kompozytach, co umożliwi ocenę jednorodności materiału, jeżeli tylko jest on zbudowany z faz dających kontrast na obrazie uzyskanym w promieniach rentgenowskich.

9) Podstawową wadą tomografii komputerowej jest bardzo wysoki koszt urządzenia pomiarowego oraz odpowiednich systemów oprogramowania do analizy z narzędziami do analizy 3D.

Podziękowania

Praca powstała dzięki finansowemu wsparciu Ministerstwa Nauki i Szkolnictwa Wyższego w ramach projektu badawczego nr N N 508 0843 33 oraz w ramach umowy AGH nr 11.11.160.364.

LITERATURA

- [1] Gawdzińska K., Discontinuities in metal composite cast materials, *Archives of Foundry Engineering* 2007, 13/1, 7, 65-68.
- [2] Pędzich Z., Gawdzińska K., Pamuła E., Flaws description in AlSi11 alloy-based composite fibres reinforced casts, *Metalurgija/Metallurgy* 2007, 46/4, 261-266.
- [3] Pędzich Z., Gawdzińska K., Grabian J., Trybalska B., Zastosowanie porozymetrii rtęciowej do określania porowatości odlewów kompozytowych, *Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji* 2006, 26/1, 87-96.
- [4] Gawdzińska K., Pędzich Z., Grabian J., Próba określenia porowatości zbrojenia metalowych kompozytów nasycanych, *Archiwum Technologii Maszyn i Automatykacji* 2005, 25/1, 15-12.
- [5] Gawdzińska K., Grabian J., Przetakiewicz W., Use of X-ray radiography in finding defects in metal-matrix composite casts, *Metalurgija* 2008, 47, 3, 199-201.
- [6] Gawdzińska K., Bejger A., An application of acoustic emission for the detection of defects in metal composite castings, *Polish Journal of Environmental Studies* 2009, 18/2A, 51-56.
- [7] Obraz J., *Ultradźwięki w technice pomiarowej*, WNT, Warszawa 1983.
- [8] Mitko M., Ultrasonic examination of graphite particles distribution in AlSi-C_{graphite} composite, 2nd Cast Composites Conference '98, Polanica Zdrój, Poland.
- [9] Gawdzińska K., Investigation into the propagation acoustic waves in metal composite materials with carbon reinforcement, *Metallurgy* 2005, 44/2, 125-128.
- [10] Buffière J.-Y., Maire E., Cloetens P., Lormand G., Fougères R., Characterization of internal damage in a MMC using X-ray synchrotron phase contrast microtomography, *Acta Mater.* 1999, 47/5.
- [11] Cloetens P., Pateyron-Salomé M., Buffière J.Y., Peix G., Baruchel J., Peyrin F., Schlenker M., Observation of microstructure and damage in materials by phase sensitive radiography and tomography, *Journal of Applied Physics* 1999, 81/9.
- [12] Gawdzińska K., Wojnar L., Application of microtomography in the detection and quantification of defects in cast composites, *Archives of Foundry Engineering* 2008, 8, 21/1, 103-108.