Odnos između brzine ultrazvuka i svojstava materijala

Žukina, Mihaela

Master's thesis / Diplomski rad

2019

Degree Grantor / Ustanova koja je dodijelila akademski / stručni stupanj: **University of Zagreb, Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture / Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje**

Permanent link / Trajna poveznica: https://urn.nsk.hr/urn:nbn:hr:235:218882

Rights / Prava: In copyright / Zaštićeno autorskim pravom.

Download date / Datum preuzimanja: **2024-03-29**

Repository / Repozitorij:

Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb







SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mihaela Žukina

Zagreb, 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

DIPLOMSKI RAD

Mentor:

Dr. sc. Morana Mihaljević, dipl. ing.

Student:

Mihaela Žukina

Zagreb, 2019.

Izjavljujem da sam ovaj rad izradila samostalno koristeći znanja stečena tijekom studija i navedenu literaturu.

Željela bih zahvaliti svojoj mentorici i docentici Morani Mihaljević, profesoru Damiru Markučiču, docentu Hrvoju Cajneru te svim djelatnicima Katedre za nerazorna ispitivanja za izdvojeno vrijeme, savjete i pomoć pri pisanju ovog rada.

Posebnu zahvalu posvećujem svojim roditeljima, sestri, dečku te svojim kolegama i prijateljima za podršku kroz protekle godine studija.

Mihaela Žukina



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE
Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za diplomske radove studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment,
inženjerstvo materijala te mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum: 17 -01- 2019	Prilog:
Klasa: 602-04 | 19- 6 | 3	
Ur. broj: 15-1703-19- 80	

DIPLOMSKI ZADATAK

Student: **MIHAELA ŽUKINA** Mat. br.: 0035194040

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **Odnos između brzine ultrazvuka i svojstava materijala**

Naslov rada na engleskom jeziku: **Relationship between ultrasonic velocity and material properties**

Opis zadatka:

Brzina ultrazvučnog impulsa važan je akustički parametar koji je svojstven ispitnom materijalu. Brzina ultrazvuka u materijalu određena je vrstom i stanjem materijala te vanjskim utjecajima. Mjerenjem brzine propagacije ultrazvučnog impulsa moguće je procijeniti promjene u mikrostrukturi materijala, npr. promjene mehaničkih svojstava materijala kao i promjene naprezanja u materijalu.

Temeljem pregleda i proučavanja dostupnih pisanih izvora u prvom dijelu rada dati prikaz postojećih istraživanja i primjene postupaka mjerenja brzine propagacije ultrazvučnog impulsa u materijalima različitih mikrostrukturnih stanja i prisutnih naprezanja. Pri tome pažnju posvetiti sljedećim pojedinostima:
- odabir parametara elemenata ultrazvučnog sustava
- značajnost utjecaja karakteristika elemenata ultrazvučnog sustava
- ponovljivost i obnovljivost rezultata mjerenja.

Temeljem analize rezultata mjerenja brzine propagacije ultrazvučnog impulsa za odabrane i pripremljene uzorke istražiti razinu utjecaja naprezanja u materijalu na promjenu brzine ultrazvuka. U tu svrhu osmisliti i provesti plan pokusa uzimajući u obzir opterećenja i parametre elemenata ultrazvučnog sustava.

U radu je potrebno navesti korištenu literaturu i eventualno dobivenu pomoć.

Zadatak zadan:
15. studenog 2018.

Rok predaje rada:
17. siječnja 2019.

Predviđeni datum obrane:
23. siječnja 2019.
24. siječnja 2019.
25. siječnja 2019.

Zadatak zadao:

doc. dr. sc. Morana Mihaljević

Predsjednica Povjerenstva:

prof. dr. sc. Biserka Runje

SADRŽAJ

SADRŽAJ I
POPIS SLIKA V
POPIS TABLICA VII
POPIS OZNAKA VIII
SAŽETAK IX
SUMMARY X
1. UVOD 1
2. OSNOVE ULTRAZVUČNOG ISPITIVANJA – UT 2
2.1. Određivanje brzine ultrazvuka – Metoda preklapanja signala 4
2.2. Parametri ultrazvučne sonde 6
3. RENDGENSKA FLUORESCENTNA ANALIZA – XRF ANALIZA 8
4. SVOJSTVA MATERIJALA 9
5. PLANIRANJE POKUSA 11
5.1. Temeljna načela 12
5.2. Smjernice za planiranje pokusa 13
5.3. Puni faktorski plan pokusa 14
6. EKSPERIMENT 17
6.1. Postavke i izvedba eksperimenta 17
6.2. Analiza rezultata 25
6.3. Interpretacija rezultata regresijske analize 30
6.4. Ponovljeni eksperiment 30
ZAKLJUČAK 36
LITERATURA 37
PRILOZI 38
7. Grafički prikazi rezultata 39
7.1. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, materijal, veličina pretvornika =konst, nazivna frekvencija =konst) 39
7.2. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, opterećenje, veličina pretvornika=konst, materijal=konst) 41
7.3. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, materijal, veličina pretvornika=konst, opterećenje=konst) 43

7.4. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, veličina pretvornika, materijal =konst, nazivna frekvencija =konst) 45

7.5. Brzina ultrazvuka= f(materijal, veličina pretvornika, opterećenje=konst, nazivna frekvencija=konst) 47

7.6. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, veličina pretvornika, materijal =konst, opterećenje=konst) 49

POPIS SLIKA

Slika 1. Raspon frekvencija 2
Slika 2. Utjecaji koji doprinose nesigurnosti rezultata u postupku ultrazvučnog mjerenja debljine [6] 3
Slika 3. Postupak rada metodom preklapanja ultrazvučnih signala (a) prikaz višestrukih odjeka u uzorku (b) prikaz dvaju preklopljenih signala i njihove razlike u vremenu proleta [9] 5
Slika 4. Ultrazvučno polje [7] 7
Slika 5. Shema modela crne kutije 11
Slika 7. Plan pokusa s 2 faktora (faktor A na tri razine i faktor B na dvije razine) 14
Slika 6. Plan pokusa s 3 faktora na dvije razine 14
Slika 8. Puni faktorski plan pokusa sa 2 faktora na dvije razine 15
Slika 9. Uzorci - aluminij (lijevo), čelik (desno) 17
Slika 10. Određivanje sastava uzoraka XRF uređajem 18
Slika 12. XRF rezultati sastava uzorka aluminija - Al 19
Slika 12. XRF rezultati sastava uzorka čelika - Č 19
Slika 13. Plan pokusa s 4 faktora na dvije razine 20
Slika 14. Osciloskop LeCroy 9310AM [15] 22
Slika 15. Točke mjerenja vremena proleta na preklopljenim signalima 22
Slika 16. Odabir plana pokusa, broja faktora i ulaznih i izlaznih varijabli u programskom paketu STATISTICA 25
Slika 17. Papir vjerojatnosti ostataka rezultata mjerenja ultrazvučne brzine 26
Slika 18. Papir vjerojatnosti ostataka rezultata mjerenja ultrazvučne brzine novog modela eksperimenta 32
Slika 19. 3D (a) i 2D (b) prikaz rezultata mjerenja novog modela 34
Slika 7-1. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, materijal, veličina pretvornika =konst, nazivna frekvencija =konst) 40
Slika 7-2. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, opterećenje, veličina pretvornika=konst, materijal=konst) 42
Slika 7-3. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, materijal, veličina pretvornika=konst, opterećenje=konst) 44
Slika 7-4. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, veličina pretvornika, materijal =konst, nazivna frekvencija =konst) 46
Slika 7-5. Brzina ultrazvuka= f(materijal, veličina pretvornika, opterećenje=konst, nazivna frekvencija=konst) 48

Slika 7-6. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, veličina pretvornika, materijal =konst, opterećenje=konst) 50

POPIS TABLICA

Tablica 1. Matrica kodiranih vrijednosti glavnih utjecaja i međudjelovanja za 2^2 faktorski plan pokusa 15
Tablica 2. Dimenzije uzoraka u neopterećenom stanju 18
Tablica 3. Vrijednosti vlačne granice elastičnosti za uzorke 20
Tablica 4. Prikaz parametara ultrazvučnih sondi 20
Tablica 5. Matrica kodiranih vrijednosti glavnih utjecaja i međudjelovanja za 2^4 faktorski plan pokusa 21
Tablica 6. Rezultati ultrazvučnog mjerenja debljine dvaju uzoraka 23
Tablica 7. ANOVA tablica za procjenu značajnosti varijabli 27
Tablica 8. ANOVA procjena efekata 27
Tablica 9. Tablični prikaz konfundirajućih efekata u provedenom planu pokusa 28
Tablica 10. ANOVA tablica za procjenu značajnosti varijabli bez interakcije trećeg reda 1*2*4 28
Tablica 11. Analiza varijance punog plana pokusa za izlaznu varijablu brzinu ultrazvuka bez interakcije trećeg reda 1*2*4 29
Tablica 12. Vrijednosti regresijskih koeficijenta za kodirani model 29
Tablica 13. Rezultati ponovljenog ultrazvučnog mjerenja debljine dvaju uzoraka 31
Tablica 14. ANOVA tablica za procjenu značajnosti varijabli novog modela eksperimenta 32
Tablica 15. Analiza varijance punog plana pokusa za izlaznu varijablu brzinu ultrazvuka novog modela eksperimenta 33
Tablica 16. Vrijednosti regresijskih koeficijenta za kodirani novi model eksperimenta 33

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
Δt_{TOF}	s	vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa kroz materijal
A_0	mm^2	površina opterećenja uzorka u neopterećenom stanju
B_w	%	širina frekvencijskog spektra
c	mm	širina uzorka
D	mm	veličina pretvornika
D_{ef}	mm	efektivni promjer sonde
E	N/mm^2	Youngov modul elastičnosti
f	MHz	nazivna frekvencija sonde
F	N	sila opterećenja
G	Pa	modul posmika
K	Pa	modul stlačivosti
K	-	broj faktora pokusa
l	mm	debljina stijenke uzorka
l_0	mm	debljina stijenke uzorka u neopterećenom stanju
M	-	broj potrebnih pokusa
M_i	-	broj razine i-tog faktora pokusa
N	mm	duljina bliskog polja
v	m/s^2	brzina širenja ultrazvuka u materijalu
v_L	m/s	brzina širenja longitudinalnih ultrazvučnih valova
v_T	m/s	brzina širenja transvezalnih ultrazvučnih valova
X	-	varijable koje prestavljaju ulazne faktore
Y	-	izmazna varijabla
$\beta_{E,vlak}$	N/mm^2	granica elastičnosti pri vlačnom opterećenju
β_i	-	glavni efekti faktora
β_{ij}	-	efekti interakcija među faktorima
ε	-	ostala varijacija-eksperimentalna pogreška
λ	mm	valna duljina
μ	-	očekivanje-opća aritmetička sredina
ν	-	Poissonov koeficijent
ρ	kg/m^3	gustoća materijala

SAŽETAK

Nerazorne metode ispitivanja primjenjuju se s ciljem pronalaska nepravilnosti, karakterizacije materijala ili mjerenja određenih karakteristika komponenata konstrukcije. Ultrazvučna ispitivanja su jedna od najčešće korištenih NDT metoda za karakterizaciju materijala. U posljednjih nekoliko desetljeća istraživači diljem svijeta su proveli opsežna ispitivanja kako bi opisala mikrostrukturna i mehanička svojstva materijala ultrazvučnim ispitivanjem. Ovaj rad naglašava ovisnost između brzine zvuka i stanja induciranog naprezanja u području elastične deformacije pod tlačnim opterećenjem. Prikazani rezultati temelje se na dva uzorka različitih materijala i tri kompresijska opterećenja te su potrebna daljnja ispitivanja kako bi se utvrdila i kvantificirala ovisnost.

Ključne riječi: ultrazvučna ispitivanja, brzina ultrazvuka, područje elastične deformacije, naprezanje

SUMMARY

Non-destructive testing techniques are used to find irregularities in materials, material characterization or measuring specific characteristics of components. Ultrasonic testing is one of the widely used NDT techniques for material characterization. In the past few decades, researchers all over the world have carried out extensive study to characterize, both microstructural and mechanical properties of materials by ultrasonic testing. This paper highlights the dependency between sound velocity and induced stress state in elastic deformation region under a state of compression. The presented results have been based on only two material samples and three compression loads and further work is needed to consolidate and quantify the variation of the dependency.

Keywords: ultrasonic testing, material properties, sound velocity, elastic deformation region, stress

1. UVOD

Ovaj diplomski rad se temelji na teorijskom i praktičnom istraživanju na temu mjerenja promjene ultrazvučne brzine u materijalu u ovisnosti o opterećenju odnosno elastičnoj deformaciji uzroka.

Tijekom pisanja i istraživanja obuhvaćena su sljedeća područja:

- osnove ultrazvučne metode ispitivanja (engl. **u**ltrasound **t**esting – **UT**) kao dio nerazornih ispitivanja (engl. **n**on-**d**estructive **t**esting - **NDT**),
- postupak određivanja kemijskog sastava materijala rendgenskom fluorescentnom spektroskopijom (engl. **X**-**r**ay **f**luorescence - **XRF**),
- mehanička svojstva materijala te ponašanje materijala pri deformaciji te
- statistička obrada rezultata metodom punog faktorskog plana pokusa.

Elastične vibracije i akustički valovi se koriste u ispitivanju bez razaranja i u tehničkoj dijagnostici materijala i proizvoda te u raznim inženjerskim uređajima i opremi. Elastične vibracije i valovi su vrlo važni za istraživanje procesa inicijacija te širenja oštećenja i pukotina krutine; to je ono što je omogućilo široku primjenu u primjenjenim znanstvenim istraživanjima tih procesa s gledišta mehanike loma. Promjena u mehaničkim svojstvima materijala kao posljedica vanjskih ili unutarnjih faktora može znatno utjecati na ponašanje materijala u primjeni. Sam materijal uvelike utječe na rezultat dobiven ultrazvučnim ispitivanjima tako da svaka promjena u materijalu može utjecati na rezultate a time i na njihova tumačenja.

Tim iz Det Norske Veritas [1] eksperimentalno je potvrdio da je povećanje longitudinalnih valova ograničeno i kad materijal dostigne kritičnu razinu deformacije ponovno se počinje smanjivati. S druge strane Kobayashi [2] je otkrio da se brzina transvezalnih valova smanjuje u elastičnom području deformacija dok se u plastičnom području ponovo povećava. Autori su to ponašanje objasnili kao posljedicu anizotropije u elastičnim svojstvima i nehomogenoj lokalizaciji plastičnih deformacija. Prema mnogim istraživanjima dislokacije u strukturi materijala utječu na ultrazvučne valove ali se smatralo da su utjecaji na rezultate nezamjetni. Koristeći ultrazvučnu spektroskopiju, grupa autora [3] je dokazala da područja s većim udjelom dislokacija uzrokuju promjenu ultrazvučne brzine transvezalnih valova za 1%. Salinas, Lund i Mujica [4] su proveli ultrazvučna mjerenja na tlačno opterećenim uzorcima aluminija mjerivši pritom promjenu ultrazvučne brzine u elastičnom i plastičnom području. Promjene ultrazvučne brzine u elastičnom području je zanemariva (1 do 2) m/s što autori pripisuju mogućoj pogrešci poravnanja ultrazvučnih pretvornika tijekom promjene opterećenja. Na prijelazu iz elastičnog u plastično područje (granica tečenja) brzina ultrazvučnih valova se smanjuje u skladu s povećanjem udjela dislokacija.

2. OSNOVE ULTRAZVUČNOG ISPITIVANJA – UT

Nerazorne metode ispitivanja su neinvazivne metode ispitivanja pri čijoj uporabi ne dolazi do oštećivanja materijala, čime je osigurana optimizacija troškova i kvalitete. Primjenjuju se s ciljem pronalaska nepravilnosti, karakterizacije materijala ili mjerenja određenih karakteristika komponenata konstrukcije.

Mogućnosti primjene NDT metoda su izuzetno široke tako da je svaka od metoda unutar metoda namijenjena otkrivanju određenih vrsta pogrešaka, određenim mjerenjima ili utvrđivanju stanja materijala odnosno kontrukcija.

Ultrazvučna metoda ima široku primjenu zbog velike prilagodljivosti, visoke osjetljivosti te pouzdanosti rezultata koji se mogu postići. Ultrazvučne metode koriste elastično-mehaničke vibracije koje se u objektu ispitivanja stvaraju na različite načine ili se unose u objekt ispitivanja pri čemu čestice prenose energiju titranja kroz materijal. Vrste ultrazvučnih valova koje nastaju ovise o vrsti sredstva kroz koje se prenosi energija te o ostalim značajkama kao što su vrsta materijala, oblik i dimenzije i općenito stanje materijala, posebice njegova elastična svojstva. Nerazorna ultrazvučna ispitivanja se provode odašiljanjem ultrazvučnih impulsa u rasponu frekvencija od (0,5 do 20) MHz (Slika 1). Niže frekvencije se koriste kod ispitivanja debljih i krupnozrnatih materijala, dok se više frekvencije koriste kod tanjih i sitnozrnatih materijala. U novije vrijeme koriste se ultrazvučne sonde šireg raspona frekvencija.



Slika 1. Raspon frekvencija

Ultrazvučna ispitivanja materijala i konstrukcija temelje se na širenju ultrazvučnih valova kroz materijal, prilikom čega ultrazvučni valovi podliježu svim zakonima rasprostiranja zvučnih valova. Osnovna oprema koja se koristi za provođenje ultrazvučnih ispitivanja obuhvaća:

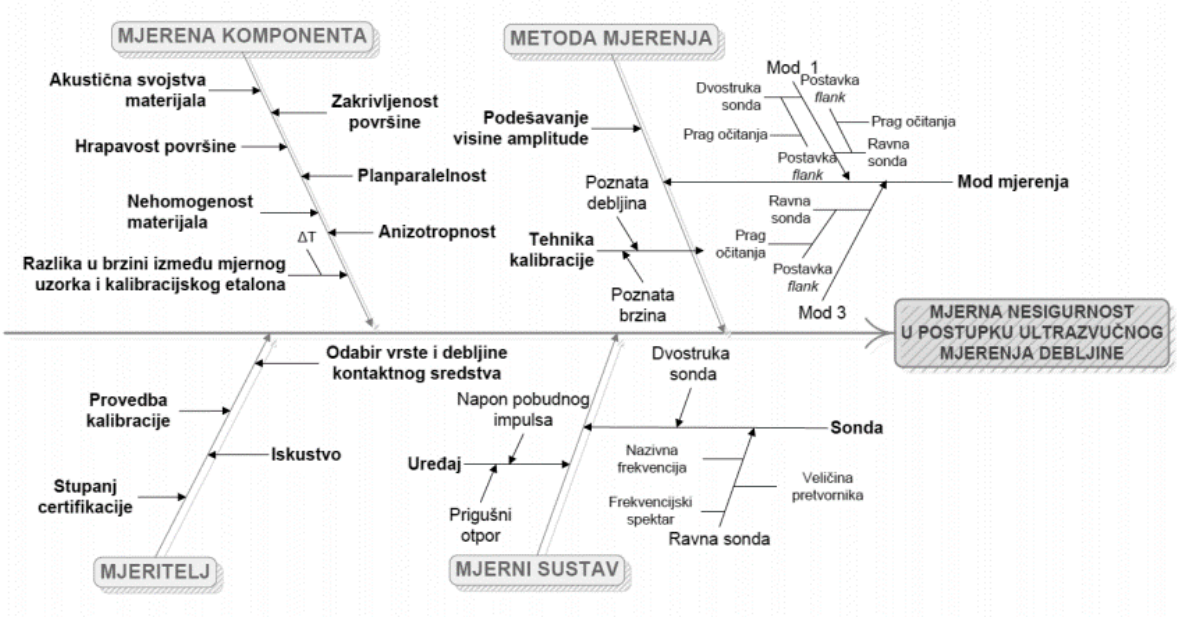
- Ultrazvučni uređaj,
- Ultrazvučne sonde,
- Etalone i referentne uzorke,
- Kontaktno sredstvo i
- Pomoćnu opremu.

Učestalost provjera i način na koji se provjerava oprema i sustav za ispitivanje određeni su vrstom ispitivanja i opreme koja se koristi, a propisani su najčešće normama i tehničkom dokumentacijom za svako ispitivanje. Norme daju upute za upravljanje složenim sustavima i

osiguravaju kvalitetu proizvoda ili usluga. Opisuju elemente koje sustavi kvalitete moraju sadržavati, a način na koji će pojedina organizacija to postići ovisi o njoj i njenim uvjetima rada. U provođenju svih provjera radnih obilježja sustava treba se pridržavati normi ili postupaka koji definiraju vrstu provjere, te način provođenja. Norma važna za mjerenje brzine ultrazvuka u materijalu je HRN EN ISO 12223 - Non-destructive testing - Ultrasonic examination – Specification for calibration block No. 1.

Prema navedenoj normi korištena metoda mjeri dimenzije s točnošću od 0,01 mm. Područja koja se koriste provjeravaju se kako bi se osiguralo da nema odstupanja debljine veće od 0,01 mm na bloku V1. Uređaj u kombinaciji sa sondom koristi se za mjerenje vremena proleta između prvog i drugog odjeka od zadnje stijenke (s točnošću od 0,2 %) nakon čega se izračunava ultrazvučna brzina. Vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa se mjeri u različitim smjerovima, odnosno na 2 odmaknuta mjerna mjesta na debljini od 25 mm i na jednom mjernom mjestu na debljini od 100 mm. Za mjerenja longitudinalnim valovima norma propisuje korištenje ultrazvučne širokopojasne sonde frekvencije veće ili jednake 5 MHz čija je veličina pretvornika (10 - 15) mm promjera. Prema normi mjerenja bi se trebala izvršiti na sobnoj temperaturi [5].

Parametri sustava ultrazvučnog ispitivanja uključuju veličine koje se odnose na ultrazvučnu energiju kojom se provodi ispitivanje te niz drugih fizikalnih veličina koje definiraju opremu, metodu rada i objekt ispitivanja. Na varijabilnost rezultata mjerenja utječe velik broj parametara koji pridonose mjernoj nesigurnosti (Slika 2).



Slika 2. Utjecaji koji doprinose nesigurnosti rezultata u postupku ultrazvučnog mjerenja debljine [6]

Kao važan parametar ispitivanja ističe se brzina ultrazvuka u materijalu kao parametar koji je potrebno odrediti ili poznavati prije početka svakog ispitivanja kako bi se mogla osigurati sljedivost i kvaliteta prikupljenih rezultata ispitivanja. Brzina ultrazvuka ovisi o samom ispitivanom materijalu kao i o unutarnjim i vanjskim naprezanjima pri čemu se može povući veza između promjene naprezanja i fizičkih konstanti materijala. Mjerenje brzine ultrazvučnih valova omogućava određivanje fizičkih konstanti materijala (Youngovog modula elastičnosti

E, modula posmika G, modula stlačivosti K i Poissonovog koeficijenta υ) te zaključke o ponašanju materijala u uvjetima opterećenog stanja [7]. U ovom radu postupak će biti suprotan te će se iz poznatog opterećenja (pri čemu modul elastičnosti ostaje kostantan – elastično područje deformacija) određivati brzina ultrazvuka u materijalu i veza između promatranih varijabli.

Za određivanje ultrazvučne brzine u materijalima dostupno je nekoliko metoda od kojih većina zahtjeva specijaliziranu ili pomoćnu opremu. U nastavku je nabrojeno nekoliko metoda određivanja brzine ultrazvuka [8]:

- ultrazvučnim interferometrom,
- metodom odjeka dvostrukom ultrazvučnom sondom (engl. pulse echo twin-probe method),
- metodom „peak to peak“,
- metodom preklapanja signala,
- ...

Ultrazvučni interferometar je uređaj kojim se može odrediti brzina ultrazvuka u fluidima. Princip koji se koristi u mjerenju ultrazvučne brzine temelji se na točnom određivanju valne duljine u mediju. Ultrazvučni valovi poznate frekvencije nastaju piezoelektričnim efektom te je pločica kvarca fiksirana na dnu ćelije. Ti se valovi reflektiraju pomoću pokretne metalne ploče koja je paralelna s kristalom kvarca. Ako je razmak između ove dvije ploče jednak višekratniku valne duljine ultrazvuka, u mediju se formiraju stojni valovi. Ta akustična rezonancija uzrokuje električnu reakciju na generatoru koji pokreće kvarcni kristal i anodna struja generatora postaje maksimalna. Ako je udaljenost između pločica povećana ili smanjena, a varijacija točno pola valne duljine (λ / 2), anodna struja postaje maksimalna. Iz poznavanja valne duljine brzina se može dobiti relacijom: $v = \lambda * f$.

Metodom odjeka mjerni sustav je potrebno kalibrirati na bloku poznate ultrazvučne brzine na više debljina. Nakon što je sustav kalibriran mjeri se debljina uzorka nepoznate ultrazvučne brzine instrumentom za mjerenje dimenzija te unaprijed podešenim ultrazvučnim uređajem bez mijenjanja postavka. Nepoznata ultrazvučna brzina u materijalu uzorka izračunava umnoškom poznate brzine u kalibracijskom bloku i omjera stvarne debljine uzorka i očitane debljine uzorka na ultrazvučnom uređaju.

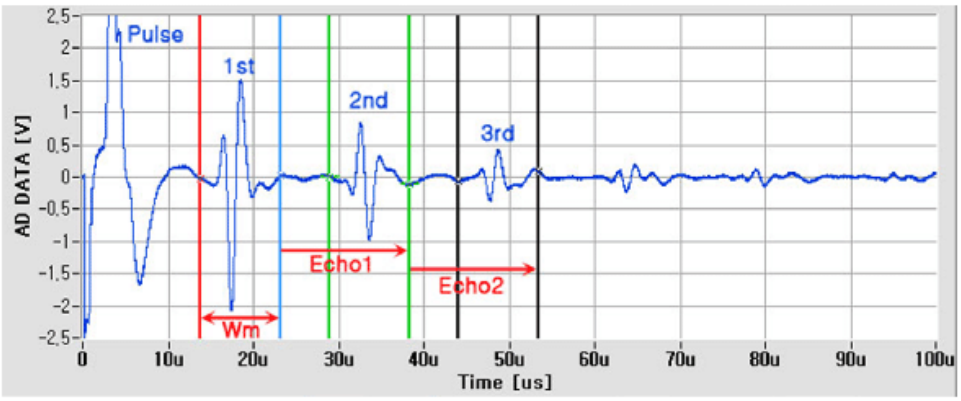
Metodom „peak to peak“ mjeri se vrijeme proleta između dvaju ekvidistantna vrha susjednih odjeka od zadnje stijenke.

Vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa, potrebno za određivanje ultrazvučne brzine u ovom radu, mjereno je metodom preklapanja signala jer većina metoda za određivanje ultrazvučne brzine zahtjevaju specijaliziranu opremu a preliminarna istraživanja su pokazala manja rasipanja rezultata oko srednje vrijednosti u odnosu na metodu „peak to peak“ .

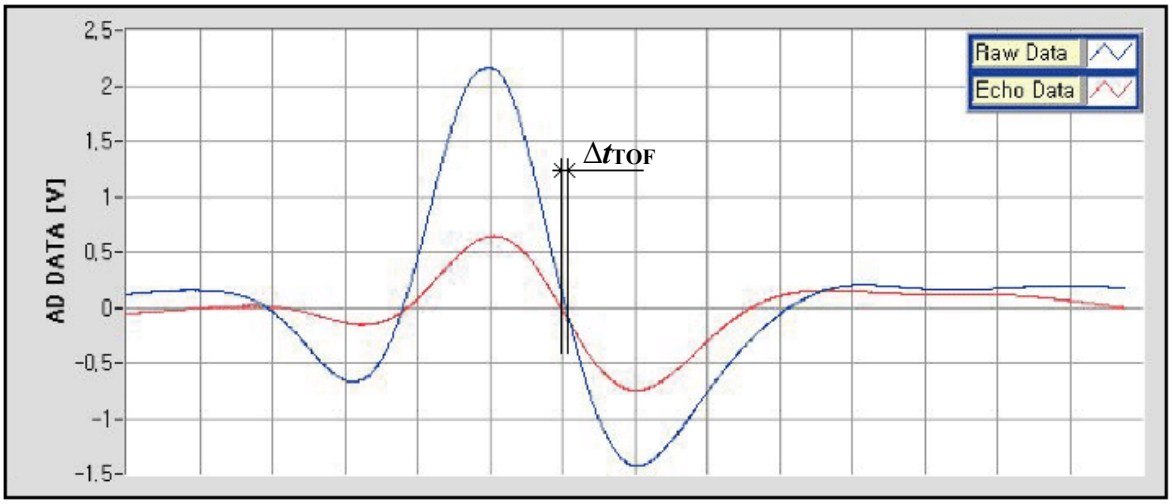
2.1. Određivanje brzine ultrazvuka – Metoda preklapanja signala

Brzinu ultrazvuka karakterističnu za određeni materijal moguće je odrediti pomoću osciloskopa na uzorku čija je debljina poznata. Metoda preklapanja signala (engl. **p**ulse **e**cho **o**verlap method – **PEO** method) je svestrana metoda za mjerenje brzine ultrazvučnih valova u materijalima. Ovom metodom je moguće izmjeriti vrijeme proleta signala iz bilo kojeg ciklusa odjeka do odgovarajućeg ciklusa sljedećeg odjeka od zadnje stijenke.

Kako bi se odredila brzina ultrazvuka metodom preklapanja signala mjereno je vrijeme proleta preklapanjem valnog impulsa. Ovom metodom je potrebno dva signala odjeka na zaslonu osciloskopa namjestiti da se što bolje preklapaju. Za potrebe ovog rada određivanje brzine proleta ultrazvučnog impulsa provedeno je metodom preklapanja signala (Slika 3). Prikazani su odjeci ultrazvučnih signala u vremenskoj domeni dobiveni na osciloskopu (a) te se na osciloskopu snimi jedan odjek i preko njega sljedeći odjek ultrazvučnog impulsa (b) koji se tada preklope što je moguće bolje. Nakon što se preklope mjeri se razlika vremena proleta tih dvaju signala.



(a)



(b)

Slika 3. Postupak rada metodom preklapanja ultrazvučnih signala (a) prikaz višestrukih odjeka u uzorku (b) prikaz dvaju preklopljenih signala i njihove razlike u vremenu proleta [9]

Takvo mjerenje je subjektivno i ovisi o mjeritelju koji provodi mjerenja, s obzirom na to da mjeritelj na vlastitu procjenu odlučuje kada su dva odjeka zadovoljavajuće preklopljena. Uz subjektivnost mjerenja negativna strana ove metode je i to što se signali ne preklapaju i promatraju u realnom vremenu.

Brzina ultrazvuka u materijalu uzorka uz poznatu debljinu *d* određuje se pomoću izraza (1):

$$v = \frac{2*l}{\Delta t_{TOF}} \quad (1)$$

Gdje je:

v - brzina širenja ultrazvuka u materijalu [m/s^2],

l - debljina stijenke [mm],

Δt_{TOF} - vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa kroz materijal [s].

Budući da se mjeri vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa od trenutka ulaska u materijal pa sve do povratka prvog reflektiranog signala u sondu, prijeđeni put ultrazvučnog impulsa jednak je dvostrukoj debljini mjernog mjesta.

2.2. Parametri ultrazvučne sonde

Ultrazvučna sonda s obzirom na svoje specifične karakteristike utječe na oblik ultrazvučnog impulsa. Ultrazvučne sonde se međusobno razlikuju po referentnim vrijednostima koje je potrebno pravilno odabrati kako bismo ostvarili što točniji rezultat mjerenja. Karakteristike ultrazvučnih sondi propisane su od strane proizvođača. Karakteristike ultrazvučnih sondi defnirane su kombinacijom parametara sonde i akustičkim svojstvima mjerenog uzorka s kojim je sonda u kontaktu. Najvažnije karakteristike ultrazvučnih sondi su:

- **oblik ultrazvučnog impulsa u vremenskoj domeni koja je uvjetovana:**
  - nazivnom frekvencijom pretvornika
  - širinom frekvencijskog spektra
- **duljina bliskog polja koja je uvjetovana:**
  - nazivnom frekvencijom pretvornika
  - referentnom dimenzijom pretvornika
- **efektivna dimenzija pretvornika.**

Nazivna frekvencija sonde je važan parametar ultrazvučne sonde. Povećanje frekvencije uzrokuje veće prigušenje ultrazvučnih valova u sredstvu što umanjuje debljine materijala koje se tako odabranim parametrima mogu ispitivati. Time sonde nižih frekvencija (0,5 MHz do 2,25 MHz) postižu veću energiju a time i bolju penetraciju ultrazvučnog impulsa, dok sonde viših frekvencija (5 MHz do 20 MHz) slabiju penetraciju ali veću osjetljivost na male diskontinuitete. Također se promjenom frekvencije ultrazvučne sonde mijenja i oblik ultrazvučnog snopa.

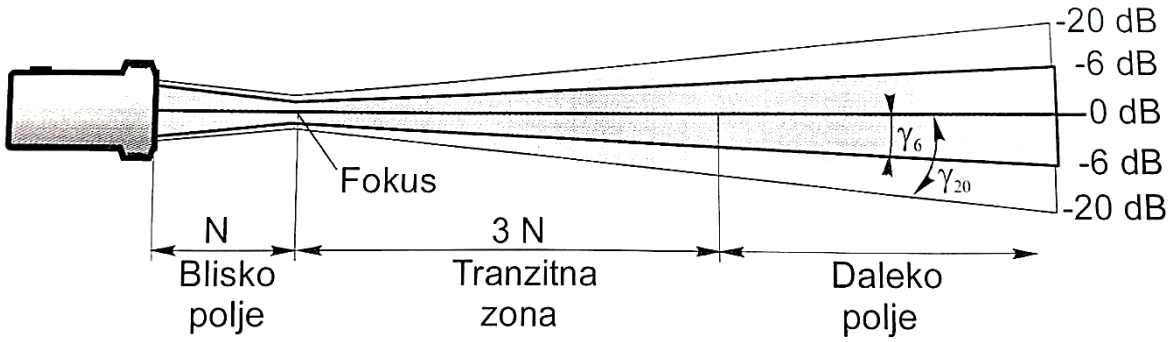
Frekvencija ultrazvučnih valova je izrazito utjecajan čimbenik u ultrazvučnom ispitivanju. Uz brzinu ultrazvuka koja je konstanta određenog materijala, izbor frekvencije određuje duljinu ultrazvučnih valova u ispitivanom materijalu.

Veličina pretvornika utječe na formiranje i izgled ultrazvučnog polja. Ultrazvučno polje se sastoji od bliskog polja, tranzitne zone i dalekog polja (Slika 4). Duljina bliskog polja ovisi o geometriji i vrsti pretvarača. Za pretvarače kružnog oblika, kakvi su korišteni u sljedećim mjerenjima, duljina bliskog polja određuje se (2):

$$N = \frac{D_{ef}^2}{4\times\lambda}, \quad D_{ef} = 0{,}97 \times D \quad (2)$$

Gdje je:

N	-	duljina bliskog polja [mm],
D_{ef}	-	efektivni promjer sonde [mm],
λ	-	valna duljina [mm],
D	-	veličina pretvornika [mm].



Slika 4. Ultrazvučno polje [7]

3. RENDGENSKA FLUORESCENTNA ANALIZA – XRF ANALIZA

Rendgenska fluorescencija (engl. **X-r**ay **f**luorescence – **XRF**) je metoda nerazornih ispitivanja koja se koristi za otkrivanje prisutnosti i količine metala ili drugih elemenata u materijalu. Bazira se na pobuđivanju atoma ispitivanog uzorka rendgenskim zračenjem, što rezultira emisijom fluorescentnoga zračenja iz materijala, karakterističnog za kemijski sastav. Tako nastale rentgenske zrake nazivaju se rentgenska fluorescencija. Tim informacijama dobivamo kvalitativnu i kvantitativnu sliku o kemijskom sastavu uzorka. XRF je nedestruktivna, brza, univerzalna i relativno jednostavna analitička metoda. Prenosivi XRF uređaji omogućavaju brzu analizu materijala na terenskim ispitivanjima u stvarnom vremenu.

Rendgenska fluorescencija je proces gdje elektroni bivaju raspršeni iz njihovih atomskih orbitala pri čemu oslobađaju energiju koja je karakteristična za određeni element. To oslobađanje energije se registrira na detektoru u XRF instrumentu koji kategorizira te energije po elementima.

Proces rendgenske fluorescencije:

- Kruti ili tekući uzorak se ozračuje visokim energijama rendgenskih zraka iz kontrolirane rendgenske cijevi. Elektroni su raspoređeni u orbitalama odnosno ljuskama (npr. K, L, M...) vezani energijama karakterističnim za svaki pojedini element, naime energije ovise o privlačnoj sili jezgre koja ovisi o broju protona u njoj. Energija vezivanja elektrona u unutarnjim ljuskama je veća nego onih u vanjskim, a elektroni u unutarnjim ljuskama su u energetski povoljnijem položaju. Razlika u energijama vezivanja elektrona u susjednim unutrašnjim ljuskama je veća nego ona među elektronima u vanjskim ljuskama
- Atomi s vakancijom (prazninom) u unutrašnjoj ljusci su nestabilni i u vrlo kratkom vremenu na upražnjeno mjesto uskače elektron iz neke od vanjskih ljuski. Zbog više energije elektrona iz vanjske ljuske pri prijelazu se oslobađa energija u vidu karakterističnog rendgenskog zračenja.
- Atomu se vraća stabilnost, popunjavajući prazno mjesto ostavljeno u unutrašnjoj orbitali s elektronom iz viših energetskih orbitala.
- Elektron se spušta na niže energetsko stanje ispuštajući fluorescentnu rendgensku zraku. Energija tog rendgenskog zračenja jednaka je specifičnoj razlici energija između dva kvantna stanja elektrona. Mjerenje te energije temelj je XRF analize.

4. SVOJSTVA MATERIJALA

Realna čvrsta tijela pod djelovanjem vanjskih sila mijenjaju oblik, pri čemu se u unutrašnjosti tijela javljaju dodatne sile između molekula. Da bi se opisala promjena oblika definiran je pojam deformacije. Deformirano stanje tijela je ono stanje pri kojemu su mu čestice pomaknute iz prvobitnog ravnotežnog položaja. Dodatne sile koje se javljaju između molekula definirane su pojmom naprezanja. Ukoliko se vanjske sile koje dijeluju na tijelo povećavaju do neke granične vrijednosti, oblik tijela se mijenja u ovisnosti o materijalu. Ako je deformacija elastična, prestankom djelovanja vanjskog opterećenja tijelo se vraća u prvobitan položaj a dodatne sile u unutrašnjosti tijela nestaju. Povećavajući vanjske sile iznad granice elastičnosti počinju se pojavljivati prve plastične deformaciju u tijelu odnosno u materijalu će se zadržati izvjesni dio deformacija što pripisujemo plastičnim promjenama u materijalu. Materijali s kontinuiranim prijelazom iz elastičnog u elasto/plastično područje deformacija nemaju izraženu granicu tečenja (npr. aluminij, bakar, nehrđajući austenitni čelici...). Granica tečenja je jedan od osnovnih pokazatelja mehaničke otpornosti materijala. Dostizanjem tog naprezanja u materijalu započinje prava pojava plastične deformacije [10]. Kod prekomjernog prekoračenja granice tečenja odnosno vlačne čvrstoće nastupiti će razaranje materijala. Način na koje deformacije ovise o vanjskim silama u području elastičnih deformacija može biti linearan ili, već prema materijalu tijela, ova ovisnost odgovara nekom drugom zakonu, koji je tada prvi uzrok nelinearnih pojava kod elastičnih deformacija.

Osnovna akustička svojstva materijala

Akustička svojstva materijala proizlaze iz strukture i metalurškog stanja materijala a do njihove promjene ne dolazi samo radi promjene vrste materijala, već i unutar istog materijala, ukoliko materijal nije homogene strukture. Ona su određena fizikalno-mehaničkim svojstvima materijala: gustoća, elastičnost, struktura itd. Brzina širenja akustičkih valova, kao što su i ultrazvučni valovi, za tekućine ili plinove određuje se u danom stanju medija (temperatura, tlak).

Brzina širenja akustičkog vala je funkcija temperature pri čemu je promjena brzine pozitivna za plinove, dok je za tekućine i krute tvari negativna. Promjena je reda visine 0,01 % do 0,05 % [11].

Brzina, u pravilu, ne ovisi o frekvenciji. Međutim, u nekim materijalima se ovisnost brzine promatra u odnosu na broj stupnjeva slobode vibracijskog gibanja molekule, odnosno može se reći da je disperzija brzine promatrana u određenom frekvencijskom rasponu. U tom frekvencijskom rasponu treba biti uključen dodatni stupanj slobode: međusobno kretanje atoma unutar molekule. Istraživanje svojstava materijala i kinetike molekularnih procesa mjerenjem brzine i prigušenja akustičkih valova predmet je molekularne akustičnosti [11]. Brzina ultrazvuka u materijalu ovisi o vrsti vala, gustoći i elastičnosti materijala u kojem se val širi, te o temperaturi i naprezanju. Uz pretpostavku da je materijal ispitivanog uzorka izotropan brzina ultrazvuka može se izračunati prema izrazu (3).

$$v_L = \sqrt{\frac{E}{\rho}\frac{1-\upsilon}{(1+\upsilon)(1-2\upsilon)}} \quad \dots \quad v_T = \sqrt{\frac{G}{\rho}} = \sqrt{\frac{E}{\rho}\frac{1}{2(1+\upsilon)}} \tag{3}$$

Brzine longitudinalnih v_L i transverzalnih v_T ultrazvučnih valova ovisne su o uvjetima naprezanja i deformacija materijala [12]. Te dvije vrijednosti brzina se mogu koristiti kao par elastičnih konstanti umjesto Youngovog (E) modula i modula posmika (G) te Poissonovog koeficijenta (υ) za određeni materijal u normalnom, neopterećenom stanju.

Akusto-elastični efekt (engl. acousto-elastic effect) opisuje promjenu brzine ultrazvuka u elastično deformiranom materijalu. Porastom opterećenja materijal se počinje plastično deformirati te se mijenja na molekularnoj razini kako se počnu mijenjati i pomicati granice zrna i dislokacije pri čemu prestaju vrijediti ista pravila kao za elastično područje. Takve promjene u strukturi materijala imaju neposredan utjecaj na akustička svojstva materijala te je taj efekt nazvan akusto-plastični efekt (engl. acousto-plastic effect) [2].

5. PLANIRANJE POKUSA

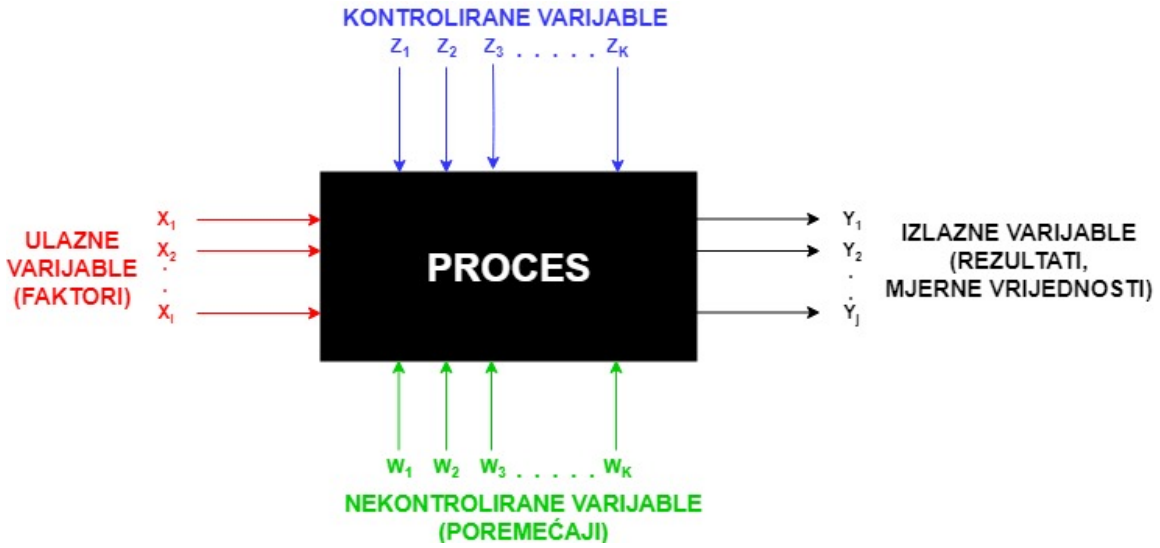
Veliki dio istraživanja u znanosti i inženjerstvu, a pogotovo u industriji je empirijsko. Upotreba statističkih metoda planiranja pokusa može znatno povećati efikasnost samog procesa eksperimentiranja i dovesti do boljih i pouzdanijih zaključaka.

Planiranje pokusa se odnosi na procedure planiranja istraživanja koja se temelje na statističkom ocjenjivanju rezultata ispitivanja kako bi se, s određenom razinom povjerenja, donosili zaključci o značajkama procesa ili proizvoda. Postoje razne metode planiranja pokusa te se najčešće primjenjuju u istraživanju utjecajnih faktora na karakteristike procesa ili proizvoda. Primjenom neke od procedura planiranja pokusa postižu se velike uštede ljudskih, vremenskih i financijskih resursa.

Faze pri izvođenju pokusa:

1. Definirati problem i cilj istraživanja
2. Odabrati utjecajne faktore i njihove razine
3. Odabrati mjerene vrijednosti (izlazne varijable)
4. Odabrati model pokusa
5. Izvesti pokus (predpokus, glavni pokus)
6. Analizirati rezultate
7. Formulirati zaključke i prijedloge

Shematski se pristup eksperimentiranju može predočiti metodom crne kutije koja je prikazana na slici 5. Stanoviti sustav (proces) se karakterizira pomoću ulaznih varijabli, koje mogu biti kontrolirane i nekontrolirane varijable, te izlazne varijable, odnosno odzivi sustava. U terminima statistike ulazne varijable su nezavisni, a izlazne zavisni čimbenici. Nepoznate i nekontrolirane varijable su uzrok pogreške mjerenja. Cilj eksperimenta je utvrditi njihovu uzročno posljedičnu vezu.



Slika 5. Shema modela crne kutije

Kako bi se osigurala precizna procjena utjecaja čimbenika na izbor vrijednosti nezavisnih varijabli, potrebno je pravilno prikupiti podatke što ovisi o odabranom planu pokusa. Cilj statističkih metoda planiranja pokusa je pravi izbor plana za odabrani model s maksimalnom osjetljivošću prema procjeni parametara koja time osigurava bolju pouzdanost procjene. Metoda planiranja pokusa koristi se u svrhu dobivanja što više informacija o istraživanom sustavu uz minimaliziran eksperimentalni i financijski angažman. Planiranje pokusa je vrlo važan alat u inženjerskom svijetu za poboljšavanje učinkovitosti u proizvodnom procesu, a ima i veliku primjenu u razvoju novih procesa.

Primjena metoda planiranja pokusa u ranom razvoju procesa može rezultirati:

- Poboljšanim učinkom procesa
- Smanjenom varijabilnosti i bližoj usklađenosti s nominalnim ili ciljanim zahtjevima
- Smanjenjem vremena razvoja
- Smanjenjem ukupnih troškova.

Metode planiranja pokusa imaju i važnu ulogu u djelatnostima projektiranja gdje su razvijeni novi proizvodi dok su postojeći proizvodi poboljšani. Neke primjene planiranja pokusa u projektiranju uključuju:

- Procjenu i usporedbu osnovnih struktura planiranja
- Procjenu materijalnih mogućnosti
- Odabir parametara planiranja tako da proizvod radi dobro i u vrlo različitim uvjetima, tj. tako da je proizvod robustan
- Određivanje ključnih parametara koji utječu na izvedbu proizvoda.

Korištenje planiranja pokusa u ovim područjima može rezultirati proizvodima koji su lakši za proizvodnju, proizvodima koji imaju poboljšana svojstva i pouzdanost, nižim cijenama proizvoda, kraćim vremenom konstruiranja i razvoja.

5.1. Temeljna načela

Temeljna načela planiranja pokusa su vrlo važan dio svakog pokusa. Tri temeljna načela planiranja pokusa su replikacija, randomizacija i blokiranje.

Pod replikacijom smatramo ponavljanje osnovnog pokusa. Repliciranje ima dva važna svojstva. Prvo, dopušta ispitivaču da dobije procjenu greške pokusa. Ova procjena greške postaje osnovna mjerna jedinica za utvrđivanje jesu li uočene razlike u podacima stvarno statistički drugačije. Drugo, ako se koristi srednja vrijednost uzorka za procjenu utjecaja faktora u pokusu, tada replikacija dopušta ispitivaču dobivanje preciznijih procjena tog utjecaja.

Randomizacija je glavna okosnica korištenja statističkih metoda u planiranju pokusa. Pod randomizacijom podrazumijevamo da su obje alokacije materijala koji se ispituje i poredak kojim se pojedina mjerenja ili pokušaji pokusa izvode odabrane nasumično. Statističke metode zahtijevaju da opažanja ili greške budu neovisno raspodijeljene slučajnim varijablama, a randomizacija najčešće čini tu pretpostavku opravdanom i pomaže u osrednjavanju stranih utjecaja koji mogu biti prisutni.

Blokiranje je metoda koja se koristi za povećanje preciznosti kod pokusa. Blok je dio pokusnog materijala koji bi trebao biti homogeniji od cijelog seta materijala. Blokiranje uključuje izradu usporedbi između utjecajnih uvjeta u pokusu i svakog bloka.

5.2. Smjernice za planiranje pokusa

Kako bi pravilno koristili statistički pristup u planiranju i analizi pokusa, bitno je sakupiti jasne podatke za kvalitetno razumijevanje kako će ti isti podaci biti analizirani. Jedna od ključnih smjernica bitnih za analiziranje pokusa je razumijevanje problema. Iako se ovaj dio čini vrlo očit, ponekad u praksi nije jednostavno odrediti činjenice koje jednostavno opisuju problem. Obično je potrebno skupiti podatke s više područja koja se bave tim problemom (inženjerstvo, prodaja, proizvodnja...). Iz tog razloga je jako bitno skupiti tim iz više područja da bi se razvio kvalitetan plan pokusa.

Ispitivač mora odabrati faktore koji će analizirati u pokusu, domenu i razine u kojoj će ti faktori biti ispitani. Također se mora odlučiti kako će ti faktori biti kontrolirani na željenim vrijednostima i kako će biti analizirani. Inženjer mora također odlučiti područje interesa za svaku varijablu.

U određivanju ključnih varijabli ispitivač mora biti siguran da će te varijable dati korisnu informaciju o procesu, a najčešće se dobivaju pomoću aritmetičke sredini ili standardne varijacije (ili oboje). Vrlo važan faktor je i sposobnost ocjenjivanja (ili greška mjerenja). Ako je sposobnost ocjenjivanja neprikladna, tada će relativno veliki faktori biti detektirani u pokusu ili će biti potrebno repliciranje. Prva tri koraka možemo nazvati pripremom pokusa. Uspješnost pokusa ovisi o kvaliteti postavljanja ovih točaka.

Odluka o planiranju uključuje veličinu uzorka, broj repliciranja, odabir odgovarajućeg redoslijeda ispitivanja varijabli i analiziranje ograničenja. Ovaj korak se vrlo lako može riješiti pomoću nekog programa. U odabiru plana je vrlo bitno biti objektivan jer se u mnogo pokusa već zna što će se dobiti kao rezultat. Najbitnije je odrediti koliko koja varijabla ima utjecaja na pokus.

Pri izvođenju pokusa vrlo je bitno paziti na to da se sve izvodi prema planu jer greške u ovom dijelu pokusa uništavaju vjerodostojnost pokusa. Planiranje unaprijed je od velike važnosti za uspjeh pokusa.

Statistička analiza podataka se koristi da bi se dobili objektivni rezultati i zaključci. Postoji mnogo odličnih softverskih paketa koji pomažu u analizi podataka. Često dolazimo do zaključka da su grafičke metode vrlo važne u analizi i interpretaciji. Statističke metode ne osiguravaju da faktor (ili faktori) imaju određeni utjecaj. Oni jedino pružaju smjernice pouzdanosti i vjerodostojnosti pokusa.

Nakon što su podaci analizirani, istraživač treba dati praktične zaključke i preporuke za dobivene rezultate i potrebne korake koji se moraju poduzeti za poboljšanje procesa. Uspješan pokus zahtjeva znanja o važnim faktorima, domena u kojima te faktore koristimo te pravilno mjerenje tih faktora. Odgovori na mnoga pitanja dobivaju se tijekom izvođenja procesa iz čega se zaključuje da je proces iterativan. Pokus se odvija u fazama i ne bi smjeli iskoristiti više od 25 % iskoristivih resursa u prvom pokusu. To osigurava dovoljno resursa da se taj pokus izvede onoliko puta koliko je potrebno da se dobije objektivan zaključak o cjelokupnom procesu.

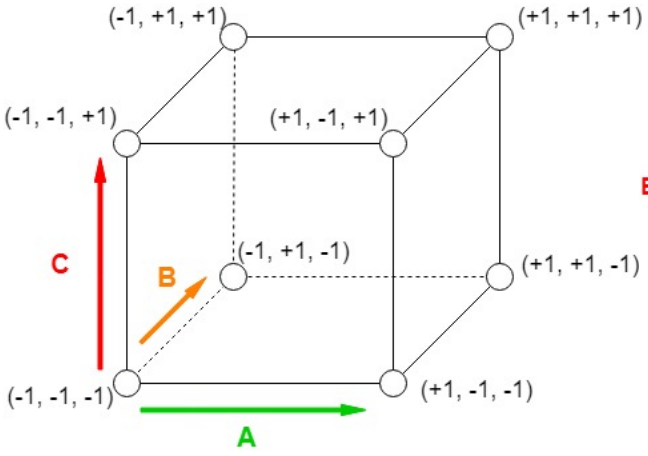
5.3. Puni faktorski plan pokusa

Puni faktorski plan pokusa je jedan od tipova planiranja pokusa. On nam omogućava proučavanje utjecaja promjene razina većeg broja različitih ulaznih varijabli, odnosno faktora, na proces.

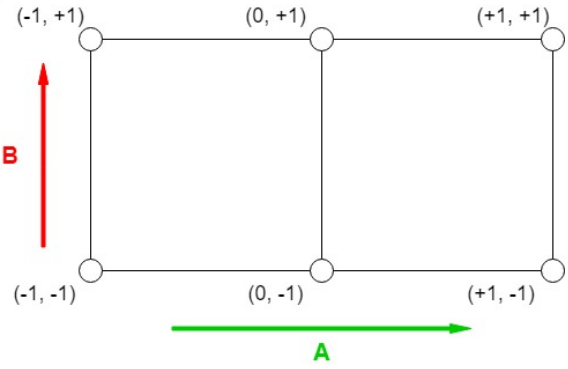
Prilikom izvođenja eksperimenta promjenom razina svih faktora u isto vrijeme, umjesto jednog po jednog, moguće je proučiti međufaktorske utjecaje. Učinkovito faktorsko planiranje osigurava da se uz najmanji broj provedenih pokusa generira maksimalna količina informacija o tome kako ulazne varijable utječu na izlazne podatke procesa.

Faktori mogu imati 2 ili više razina te se povećanjem broja razina omogućava sagledavanje šireg polja utjecaja faktora na sami proces. Osnovni plan pokusa ima određene 2 razine svake ulazne varijable te nije u potpunosti sposoban istražiti utjecaj faktora na proces kao što bi to više razinski faktorski plan uspio ali nam daje korisne informacije za daljnje istraživanje. Sa njime je moguće prepoznati glavne trendove pa se koristi za određivanje smjera u kojem bi dodatnim eksperimentima mogli odrediti optimalne postavke procesa. Njime se također mogu odrediti koji su faktori utjecajni čime se smanjuje broj faktora u pokusu.

Na sljedećim slikama svaka točka predstavlja jednu kombinaciju faktorskih razina pri čemu svaki faktor ne mora imati isti broj razina. Na slici 7 prikazan je faktorski plan pokusa sa 3 faktora kod kojega svi faktori (A, B, C) imaju dvije razine nižu i višu (označene sa kodiranim vrijednostima "-1" i "+1"). Faktorski plan pokusa nemora imati isti broj razina svih faktora tako je na slici 7 prikazan dvofaktorski plan pokusa kod kojeg faktor A ima tri razine (-1, 0 i +1), dok faktor B ima samo dvije razine (-1 i +1).



Slika 7. Plan pokusa s 3 faktora na dvije razine



Slika 6. Plan pokusa s 2 faktora (faktor A na tri razine i faktor B na dvije razine)

Broj izvedenih pokusa ovisi o broju faktora, broju njihovih razina te broju ponavljanja osnovnog pokusa odnosno svake kombinacije razina faktora. Izraz (4) nam daje broj pokusa koje je potrebno izvesti kod provođenja punog faktorskog plana pokusa.

$$M = \prod_{i=1}^{k} m_i \tag{4}$$

Gdje je:

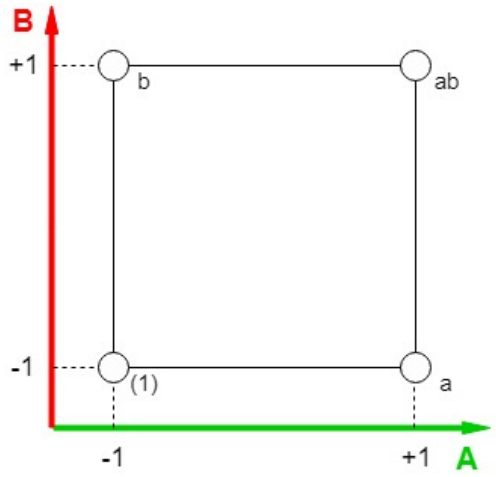
M - broj potrebnih pokusa,

k - broj faktora pokusa,

m_i - broj razina i-tog faktora pokusa.

Tako će kod punog plana pokusa sa 2 faktora na dvije razine broj kombinacija svih razina faktora, bez replikacija, biti: $M = 2 \times 2 = 2^2 = 4$, a kod punog plana pokusa sa 2 faktora kod kojeg faktor A ima tri razine a faktor B dvije razine (Slika 7): $M = 3 \times 2 = 6$. Vidljivo je da broj potrebnih pokusa eksponencijalno raste s povećanjem broja faktora i njihovih razina tako da se ne preporuča korištenje punog faktorskog plana pokusa za pokuse sa više od 5 faktora.

U tablici 1 prikazana je matrica kodiranih vrijednosti glavnih utjecaja i međudjelovanja za puni faktorski plan pokusa s dva faktora na dvije razine (Slika 8). U danoj tablici su provedene sve kombinacije faktora po jednom (Tablica 1).



Slika 8. Puni faktorski plan pokusa sa 2 faktora na dvije razine

Tablica 1. Matrica kodiranih vrijednosti glavnih utjecaja i međudjelovanja za 2^2 faktorski plan pokusa

Glavni utjecaji			**Izlazni podaci**	
A	B	AB	Y	
-1	-1	+1	y_1	(1)
+1	-1	-1	y_2	a
-1	+1	-1	y_3	b
+1	+1	+1	y_4	ab

Prikazan faktorski plan pokusa na slici 8 sa 2 faktora (A i B) i jednom izlaznom varijablom Y se može opisati modelom u obliku:

$$Y = \mu + \beta_1 X_1 + \beta_2 X_2 + \beta_{12} X_1 X_2 + \varepsilon \quad (5)$$

Gdje je:

- Y - izlazna varijabla,
- X_1, X_2 - varijable koje predstavljaju ulazne faktore,
- μ - očekivanje - opća aritmetička sredina,
- β_1, β_2 - glavni efekti faktora,
- β_{12} - efekti interakcije među faktorima,
- ε - ostala varijacija - eksperimentalna pogreška.

Efekti β_i i β_{ij} računaju se kao razlika srednjih vrijednosti viših i nižih razina odgovarajućih faktora odnosno interakcija, prema izrazu (6).

$$\beta = \frac{\sum Y^+}{n^+} - \frac{\sum Y^-}{n^-} \quad (6)$$

Dobiveni efekti faktora govore o tome kako pojedini faktor odnosno interakcija faktora utječu na izlaznu varijablu Y.

Analizom rezultata u nekom od statističkih programskih paketa izračunom varijance pojedinih faktora i njihovih interakcija tokom izvođenja pokusa određujemo da li postoji njihov statistički značajan utjecaj na same rezultate odnosno na izlaznu varijablu. U slučaju da neki od faktora ne utječu na rezultat analiza će biti ponovljena ali bez te ulazne varijable.

6. EKSPERIMENT

Cilj eksperimenta je određivanje korelacije između naprezanja u materijalu i promjene ultrazvučne brzine u tom istom materijalu. Promatra se promjena ultrazvučne brzine tijekom promjene naprezanja. Ultrazvučna brzina u materijalu se izračunava preko brzine proleta ultrazvučnog impulsa kroz materijal prema izrazu (1).

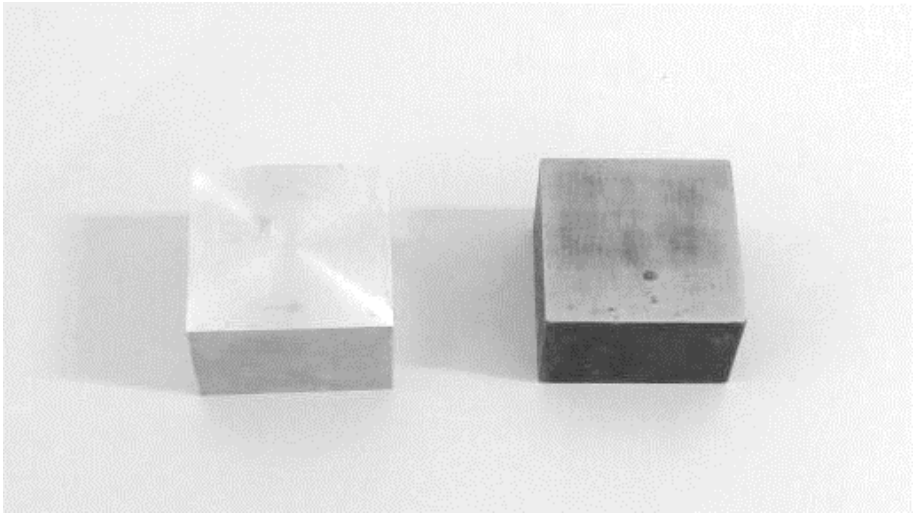
Ulazne varijable odnosno kontrolirani faktori pokusa su:

- Materijal uzoraka,
- Sila opterećenja,
- Nazivna frekvencija sonde i
- Veličina pretvornika sonde.

6.1. Postavke i izvedba eksperimenta

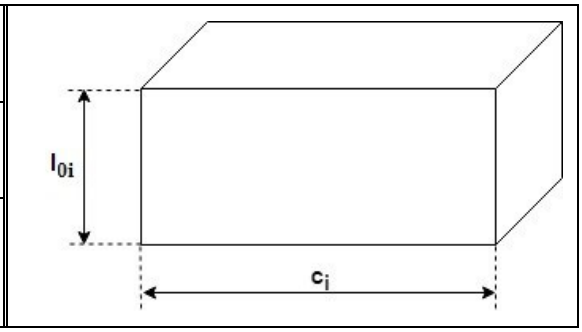
Pokus se temelji na promatranju ponašanja materijala odnosno brzine ultrazvuka unutar materijala u elastičnom području. Uzorci su statički tlačno opterećeni pri čemu naprezanje u materijalu ne prelazi granicu elastičnosti σ_E pa materijal ostaje u elastičnom području te se kod prestanka djelovanja sile vraća u prvobitno stanje.

Uzorci na kojima se provodi pokus su od aluminija i čelika (Slika 9). Dimenzije pripremljenih uzoraka su prikazane u tablici 3 pri čemu je opterećena površina A jednaka $A_i = c_i \times l_i$. Dimenzije su određene koristeći digitalni mikrometar.

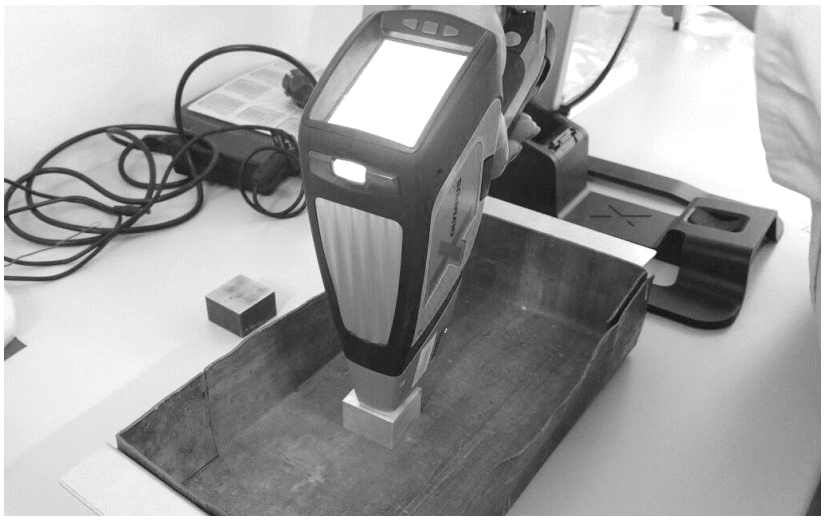


Slika 9. Uzorci - aluminij (lijevo), čelik (desno)

Tablica 2. Dimenzije uzoraka u neopterećenom stanju

Uzorak	c_i, mm	l_{0i}, mm	A_{0i}, mm^2	
Aluminij - Al	40,00	25,10	1004,00	
Čelik - Č	40,00	24,97	998,80	

Kemijski sastav pripremljenih uzoraka određen je prijenosnim XRF (X-ray fluorescence) uređajem (Slika 10) pri čemu se dobiva tablični prikaz udjela pojedinih kemijskih elemenata u svakom od uzoraka te se iz baze podataka uređaja određuje materijal (*„grade match result"*) koji odgovara dobivenim udjelima kemijskih elemenata (Slika 11 i Slika 12).



Slika 10. Određivanje sastava uzoraka XRF uređajem



Test Result

Test ID: 12/20/17 #7
Alloy Plus
Grade Match Result:
2011 - Exact Match

El	%	+/-	2011
Al	92.44	0.31	[91.40-94.60]
Si	0.21	0.03	[0.00-0.40]
Fe	0.46	0.02	[0.00-0.70]
Cu	5.69	0.04	[5.00-6.00]
Zr	0.0032	0.0006	[0.00-0.05][0.05]
Pb	0.63	0.01	[0.20-0.60]
Bi	0.57	0.01	[0.20-0.60]

Slika 12. XRF rezultati sastava uzorka aluminija - Al



Test Result

Test ID: 12/20/17 #8
Alloy Plus
Grade Match Result:
321 - Match Number: 0.4
304 - Match Number: 2.3

El	%	+/-	321
Si	1.12	0.06	[0.00-1.00]
Ti	0.59	0.05	[0.20-0.70]
V	0.08	0.03	[0.00-0.15][0.15]
Cr	17.96	0.13	[17.00-19.00]
Mn	1.26	0.07	[0.00-2.00]
Fe	69.56	0.29	[65.28-74.80]
Ni	9.12	0.13	[8.00-10.50]
Cu	0.18	0.03	[0.00-0.75]
Mo	0.134	0.005	[0.00-0.70]

Slika 12. XRF rezultati sastava uzorka čelika - Č

XRF analizom određeno je da uzorak aluminija pripada razredu 2011 koji označava legure aluminija visoke mehaničke čvrstoće koji su dobre strojne obradivosti. Uzorak čelika nije točno definiran jer očitan kemijski sastav odgovara čelicima razreda 321 i 304. Oba razreda čelika pripadaju nehrđajućim čelicima.

U Tablica 3 dane su vrijednosti granice elastičnosti pri vlačnom opterećenju $\sigma_{E,vlak}$ za svaki od uzoraka.

Tablica 3. Vrijednosti vlačne granice elastičnosti za uzorke

	Granica elastičnosti $\sigma_{E,vlak}$, N/mm^2
Aluminij – Al [13]	~230
Čelik – Č[14]	~290

Granica elastičnosti pri tlačnom opterećenju aluminija i čelika koja se smatra relevantnom u mjerenju uzeta je s obzirom na granice elastičnosti utvrđene za vlačno opterećenje pri čemu je granica elastičnosti pri vlačnom opterećenju manja nego pri tlačnom.

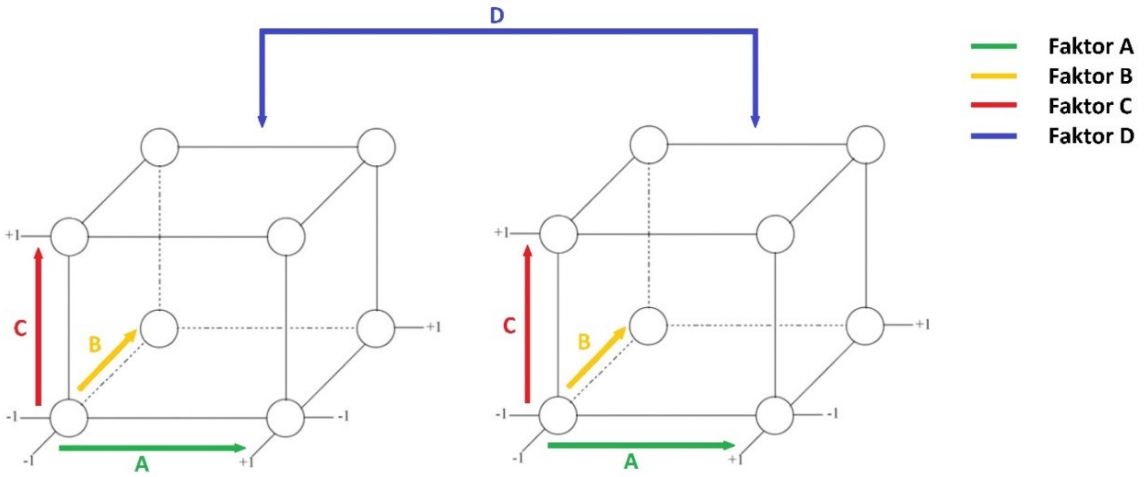
Mjerenja su provedena u neopterećenom stanju te opterećene masom od 28 t što odgovara opterećenju od 274,5862 kN.

Sonde korištene u mjerenjima su G5K, G5KB i G10K te su njihove značajke prikazane u tablici 4.

Tablica 4. Prikaz parametara ultrazvučnih sondi

	Nazivna frekvencija f, MHz	**Veličina pretvornika *D*, mm**	**Širina frekvencijskog spektra B_w, %**
G5K	5	5	100
G5KB	5	10	100
G10K	10	5	100

Proveden je pokus sa 4 faktora od kojih svaki faktor ima 2 razine (Slika 13).



Slika 13. Plan pokusa s 4 faktora na dvije razine

Pri čemu su faktori:

Faktor A – Sila opterećenja

Faktor B – Materijal

Faktor C – Nazivna frekvencija

Faktor D – Veličina pretvornika

Razmatranjem svakog faktora i svake kombinacije faktora dobivamo matricu kodiranih vrijednosti glavnih utjecaja:

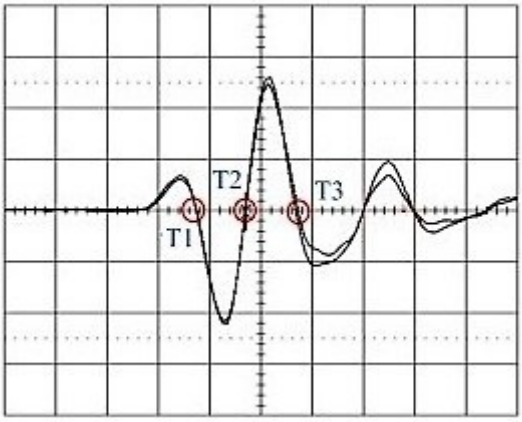
Tablica 5. Matrica kodiranih vrijednosti glavnih utjecaja i međudjelovanja za 2^4 faktorski plan pokusa

FAKTOR A	*FAKTOR B*	*FAKTOR C*	*FAKTOR D*	*Brzina ultrazvuka*
+	+	+	+	***Y1***
+	+	+	-	***Y2***
+	+	-	+	***Y3***
+	+	-	-	***Y4***
+	-	+	+	***Y5***
+	-	+	-	***Y6***
+	-	-	+	***Y7***
+	-	-	-	***Y8***
-	+	+	+	***Y9***
-	+	+	-	***Y10***
-	+	-	+	***Y11***
-	+	-	-	***Y12***
-	-	+	+	***Y13***
-	-	+	-	***Y14***
-	-	-	+	***Y15***
-	-	-	-	***Y16***

Vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa kroz uzorak je određen metodom preklapanja signala u karakterističnim točkama (PEO metoda) koristeći osciloskop LeCroy 9310AM (Slika 14). Dobiveni signali na osciloskopu prikazuju dva susjedna odjeka koja su snimljena i preklopljena te je mjerenje vremena proleta ultrazvučnog impulsa Δt_{TOF} provedeno na preklopljenim signalima u tri točke (T1, T2, T3) uz tri ponavljanja n = 3 osnovnog mjerenja (Slika 15).



Slika 14. Osciloskop LeCroy 9310AM [15]



Slika 15. Točke mjerenja vremena proleta na preklopljenim signalima

Rezultati mjerenja ultrazvukom su dani u tablici 6 pri čemu su poštivana temeljna načela planiranja pokusa. Osnovni pokus je ponovljen 3 puta te je randomizacija napravljena u Microsoft Office Excel-u funkcijom *rand* po kojem su se redoslijedu izvodili pokusi.

Tablica 6. Rezultati ultrazvučnog mjerenja debljine dvaju uzoraka

REDNI BROJ IZVOĐENJA POKUSA	(1) SILA F, kN	(2) MATERIJAL	(3) FREKVENCIJA f, MHz	(4) VELIČINA PRETVORNIKA D, mm	REZULTATI	
					Δt_{TOF}, µs	v, m/s
16	0	Č	5	5	9,39100	5317,85752
45	0	Č	5	5	9,38775	5319,69854
48	0	Č	5	5	9,37925	5324,51955
4	0	Č	5	10	9,41325	5305,28776
6	0	Č	5	10	9,43000	5295,86426
8	0	Č	5	10	9,40275	5311,21215
5	0	Č	10	5	9,42700	5297,54959
20	0	Č	10	5	9,43900	5290,81470
42	0	Č	10	5	9,43250	5294,46064
21	0	Č	10	10	/	/
39	0	Č	10	10	/	/
47	0	Č	10	10	/	/
1	0	Al	5	5	7,93130	6329,35332
18	0	Al	5	5	7,93700	6324,80786
31	0	Al	5	5	7,93125	6329,39322
10	0	Al	5	10	7,92480	6334,54472
28	0	Al	5	10	7,92500	6334,38486
32	0	Al	5	10	7,93100	6329,59274
15	0	Al	10	5	7,89600	6357,64944
26	0	Al	10	5	7,90200	6352,82207

36	0	Al	10	5	7,90325	6351,81729
9	0	Al	10	10	/	/
19	0	Al	10	10	/	/
22	0	Al	10	10	/	/
7	274,5862	Č	5	5	8,69700	5742,20996
24	274,5862	Č	5	5	8,69300	5744,85218
37	274,5862	Č	5	5	8,69900	5740,88976
2	274,5862	Č	5	10	8,67400	5757,43602
43	274,5862	Č	5	10	8,67250	5758,43182
46	274,5862	Č	5	10	8,67500	5756,77233
11	274,5862	Č	10	5	8,68500	5750,14393
25	274,5862	Č	10	5	8,68500	5750,14393
40	274,5862	Č	10	5	8,67970	5753,65508
12	274,5862	Č	10	10	/	/
23	274,5862	Č	10	10	/	/
34	274,5862	Č	10	10	/	/
13	274,5862	Al	5	5	8,02550	6279,98256
30	274,5862	Al	5	5	8,02450	6280,76516
38	274,5862	Al	5	5	8,02550	6279,98256
17	274,5862	Al	5	10	7,96900	6324,50747
29	274,5862	Al	5	10	7,97955	6316,14565
44	274,5862	Al	5	10	7,97925	6316,38312
14	274,5862	Al	10	5	7,96950	6324,11067
27	274,5862	Al	10	5	7,96625	6326,69073
35	274,5862	Al	10	5	7,97150	6322,52399

3	274,5862	Al	10	10	/	/
33	274,5862	Al	10	10	/	/
41	274,5862	Al	10	10	/	/

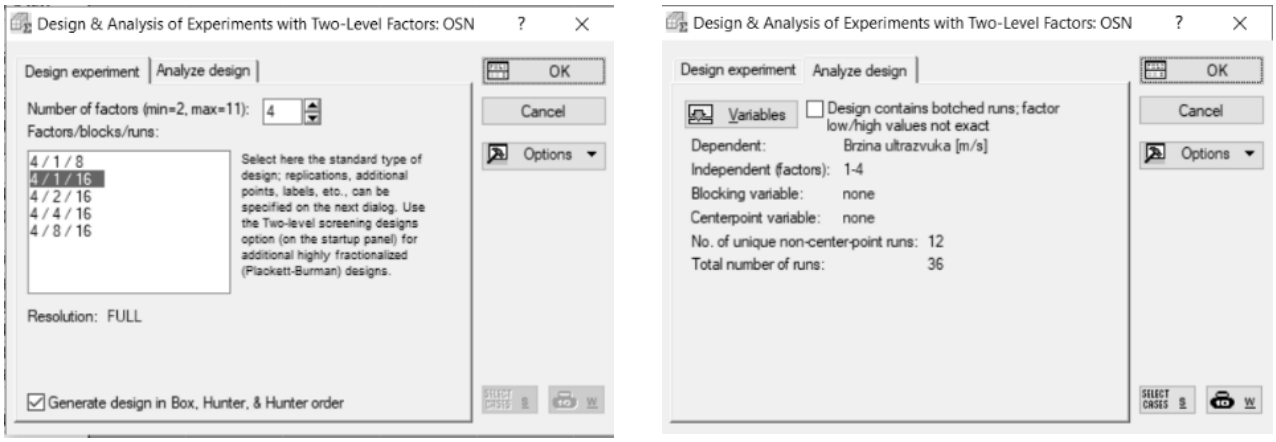
S obzirom da sonda koja ima ima nazivnu frekvenciju *f*=10 MHz i veličinu pretvornika D=10 mm nije dostupna ta su polja ostavljena prazna te su statistički obrađeni ostali podaci kao cjelina u punom planu pokusa.

Broj ukupnih mjerenja pokusa sa 4 faktora čiji su osnovni pokusi ponavljani 3 puta je: $N = 2^4 \times 3 = 48$. No kako nedostaje jedna kombinacija dvaju faktora ukupni broj provedenih eksperimenata je $N = 36$.

6.2. Analiza rezultata

Dobiveni rezultati uvršteni su u proračunsku tablicu programskog paketa STATISTICA te su ulazne i izlazne varijable imenovane i označene prema tipu varijabli: kategoričke ili kontinuirane. Također će biti promatrane i interakcije prvog i drugog reda što je odabrano u postavkama pokusa.

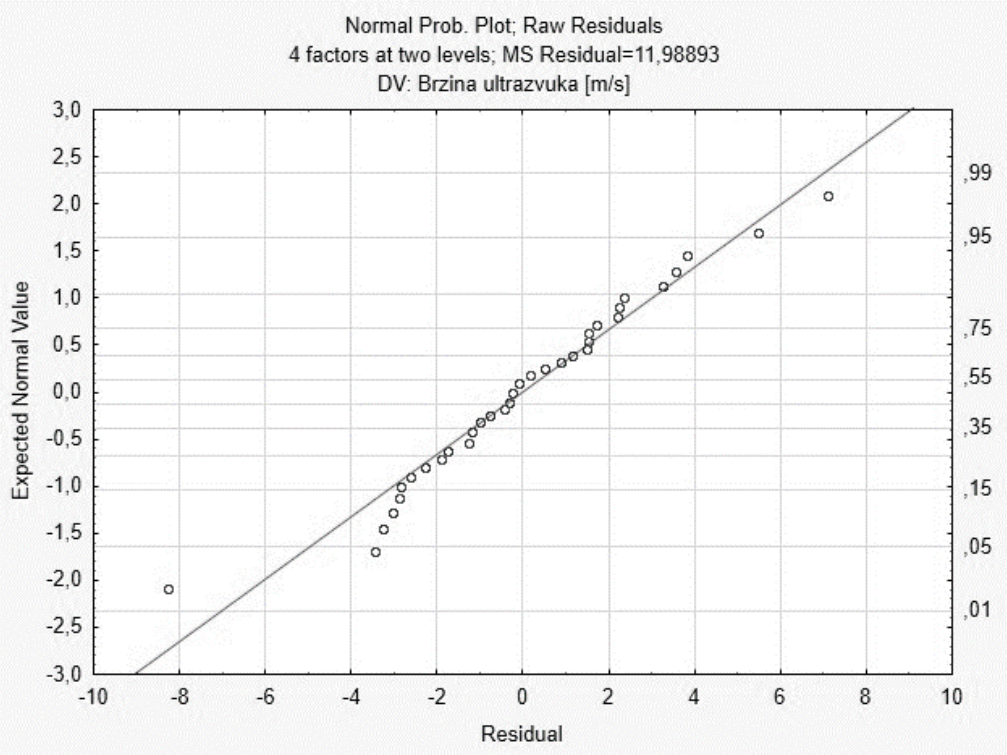
U kartici Statistics iz modula DOE (Design of Experiments) odabran je puni faktorski plan pokusa sa faktorima na 2 razine te su odabrane ulazne varijable i izlazne varijable kako je prikazano na slici 16.



Slika 16. Odabir plana pokusa, broja faktora i ulaznih i izlaznih varijabli u programskom paketu STATISTICA

Broj faktora je jednak 4 i to su: opterećenje, materijal, nazivna frekvencija sonde i veličina pretvornika sonde a izlazna varijabla je brzina ultrazvuka unutar materijala uzorka. Broj blokova je jednak 1 te je osnovni pokus ponovljen 3 puta.

Prije analize punog plana pokusa potrebno je provesti test normalnosti ostataka (reziduala) kako bi se provjerila adekvatnost postavljenog modela. Test normalnosti ostataka testira odstupanja od procijenjenih vrijednosti (vrijednosti dobivenih uporabom aproksimacijske funkcije) i stvarnih vrijednosti. Na slici 17 prikazana je analiza ostataka papirom vjerojatnosti normalne razdiobe.



Slika 17. Papir vjerojatnosti ostataka rezultata mjerenja ultrazvučne brzine

Skup dobivenih točaka do neke mjere prati normalnu liniju. Iako prva točka jako odstupa od linije normalnosti, zaključiti ćemo da su podaci normalno distribuirani odnosno rasipanje ostataka je normalno te da ne moramo raditi preinake u pokusu. Iz analize ostataka može se zaključiti kako ostatci strukturno imaju utjecaj na model, međutim adekvatnost modela je još uvijek prihvatljiva.

Primjena analize varijance moguća je ako su varijance svih promatranih uzoraka jednake i ako je mjerena varijabla normalno distribuirana. Nakon što je utvrđeno da su izmjereni podaci normalno distribuirani provedena je analiza varijance (Tablica 7 i Tablica 8). Analiza varijance pokazuje pojedinačne efekte i koeficijente uz odgovarajuće t-testove.

Tablica 7. ANOVA tablica za procjenu značajnosti varijabli

	ANOVA; Var.:Brzina ultrazvuka [m/s]; R-sqr=,99996; Adj:,99994 4 faktora na dvije razine; MS Residual=11,98893				
Faktor	SS	df	MS	F	p
(1)Opterećenje [kN]	281871	1	281871	23511,0	0,000000
(2)Materijal	3895721	1	3895721	324943,3	0,000000
(3)Frekvencija [MHz]	1041	1	1041	86,8	0,000000
(4)Veličina pretvornika [mm]	664	1	664	55,4	0,000000
1*2	341256	1	341256	28464,3	0,000000
1*3	1055	1	1055	88,0	0,000000
1*4	1596	1	1596	133,2	0,000000
2*3	2917	1	2917	243,3	0,000000
2*4	774	1	774	64,6	0,000000
1*2*3	110	1	110	9,2	0,005791
1*2*4	2	1	2	0,2	0,686142
Error	288	24	12		
Total SS	6581353	35			

Tablica 8. ANOVA procjena efekata

	Procjena efekata; Var.:Brzina ultrazvuka [m/s]; R-sqr=,99996; Adj:,99994 4 faktora na dvije razine; MS Residual=11,98893					
Faktor	Efekt	Std.Err.	t(24)	p	-95,% (Cnf.Limt)	+95,% (Cnf.Limt)
Očekivanje	5929,706	0,706780	8389,743	0,000000	5928,247	5931,165
(1)Opterećenje [kN]	216,745	1,413561	153,333	0,000000	213,828	219,663
(2)Materijal	-805,783	1,413561	-570,038	0,000000	-808,701	-802,866
(3)Frekvencija [MHz]	13,172	1,413561	9,319	0,000000	10,255	16,090
(4)Veličina pretvornika [mm]	10,521	1,413561	7,443	0,000000	7,603	13,438
1*2	238,487	1,413561	168,714	0,000000	235,570	241,404
1*3	13,259	1,413561	9,380	0,000000	10,341	16,176
1*4	16,311	1,413561	11,539	0,000000	13,394	19,229
2*3	-22,049	1,413561	-15,598	0,000000	-24,967	-19,132
2*4	-11,358	1,413561	-8,035	0,000000	-14,276	-8,441
1*2*3	4,282	1,413561	3,029	0,005791	1,364	7,199
1*2*4	-0,578	1,413561	-0,409	0,686142	-3,496	2,339

Prema rezultatima analize varijance vidljivo je da svi glavni faktori (1), (2), (3) i (4) imaju statistički značajan utjecaj na rezultate mjerenja kao i efekti svih interakcije drugog reda i jedna od interakcija trećeg reda.

Prilikom statističke obrade podataka pojavljuju se redundantne i konfundirajuće varijable. Konfundirajuće varijable su one čiji su efekti nerazdvojivo isprepleteni sa efektom neke druge varijable a redundantne varijable ukazuju na to da dvije ili više varijabli slično opisuju izlaznu varijablu odnosno jedna od njih je suvišna u modelu jer daju istu ili sličnu informaciju o promatranoj veličini.

Redundantni efekti koji se javljaju su: 3*4, 1*3*4, 2*3*4. Ti efekti su linearne kombinacije drugih efekata i ne mogu biti procijenjeni tako da su sustavno uklonjeni iz daljnje analize.

Pojava konfundirajućih efekata upućuje na to da vrijednost procjene glavnih efekata dolazi iz samog glavnog efekta ili zbog interakcija višeg reda ili zbog oba efekta istovremeno. Tablica 9 prikazuje *alias*-e ulaznih varijabli. Alias-i predstavljaju varijable odnosno interakcije čiji efekt dodatno utječe na neke od efekata glavnih faktora.

Tablica 9. Tablični prikaz konfundirajućih efekata u provedenom planu pokusa

	Confounding of Effects (pocetak)Note: Some effects are only partially confounded									
Factor	Alias (1)	Alias (2)	Alias (3)	Alias (4)	Alias (5)	Alias (6)	Alias (7)	Alias (8)	Alias (9)	Alias (10)
(1)Optereæenje [kN]	1*2	1*3	1*4	1*2*3	1*2*4	1*3*4				
(2)Materijal	1*2	2*3	2*4	1*2*3	1*2*4	2*3*4				
(3)Frekvencija [MHz]	Velièina pretvornika [mm]	1*3	1*4	2*3	2*4	3*4	1*2*3	1*2*4	1*3*4	2*3*4

Iz prikazanog je vidljivo da su povezani efekti glavnih varijabli i efekti interakcija varijabli.

Iz analize varijance može se zaključiti da je efekt interakcija trećeg reda 1*2*4 statistički neznačajan u sljedećem koraku ta će interakcija biti zanemarena nakon čega će analiza varijance biti ponovljena. Tablica 10 i tablica 11 prikazuju ponovnu analizu varijance bez uključene navedene interakcije trećeg reda.

Tablica 10. ANOVA tablica za procjenu značajnosti varijabli bez interakcije trećeg reda 1*2*4

	ANOVA; Var.:Brzina ultrazvuka [m/s]; R-sqr=,99996; Adj:,99994 4 faktora na dvije razine; MS Residual=11,5896				
Faktor	SS	df	MS	F	p
(1)Opterećenje [kN]	281871	1	281871	24321,1	0,000000
(2)Materijal	3895721	1	3895721	336139,3	0,000000
(3)Frekvencija [MHz]	1041	1	1041	89,8	0,000000
(4)Veličina pretvornika [mm]	664	1	664	57,3	0,000000
1*2	456112	1	456112	39355,3	0,000000
1*3	1055	1	1055	91,0	0,000000
1*4	1596	1	1596	137,7	0,000000
2*3	2917	1	2917	251,7	0,000000
2*4	774	1	774	66,8	0,000000
1*2*3	167	1	167	14,4	0,000832
Error	290	25	12		
Total SS	6581353	35			

Tablica 11. Analiza varijance punog plana pokusa za izlaznu varijablu brzinu ultrazvuka bez interakcije trećeg reda 1*2*4

Faktor	Procjena efekata; Var.:Brzina ultrazvuka [m/s]; R-sqr=,99996; Adj:,99994 4 faktora na dvije razine; MS Residual=11,5896					
	Efekt	Std.Err.	t(24)	p	-95,% (Cnf.Limt)	+95,% (Cnf.Limt)
Očekivanje	5929,706	0,694910	8533,054	0,000000	5928,275	5931,137
(1)Opterećenje [kN]	216,745	1,389820	155,952	0,000000	213,883	219,608
(2)Materijal	-805,783	1,389820	-579,775	0,000000	-808,646	-802,921
(3)Frekvencija [MHz]	13,172	1,389820	9,478	0,000000	10,310	16,035
(4)Veličina pretvornika [mm]	10,521	1,389820	7,570	0,000000	7,659	13,383
1*2	238,776	1,203620	198,382	0,000000	236,297	241,255
1*3	13,259	1,389820	9,540	0,000000	10,396	16,121
1*4	16,311	1,389820	11,736	0,000000	13,449	19,174
2*3	-22,049	1,389820	-15,865	0,000000	-24,911	-19,187
2*4	-11,358	1,389820	-8,172	0,000000	-14,220	-8,496
1*2*3	4,571	1,203620	3,798	0,000832	2,092	7,050

Rezultati ukazuju na to da nema promjene u analizi varijance te su svi efekti koji su prije bili statistički značajni i nakon eliminacije interakcije 1*2*4 trećeg reda imaju statistički značajan utjecaj na rezultate mjerenja (p<0,05).

Analitički oblik veze između mjerene ultrazvučne brzine kao zavisne varijable i ulaznih nezavisnih varijabli će biti utvrđeni regresijskom analizom. Opći oblik regresijske funkcije opisan je u izrazu (5), dok se za ovaj model koristi proširenI izraz jer je više ulaznih varijabli u provedenom planu pokusa. Prvi član, μ, označuje konstantni član koji pokazuje kolika bi bila vrijednost izlazne varijable ako su ulazne varijable jednake nuli. Regresijski koeficijenti, β_i, pokazuju za koliko se u prosjeku promjeni vrijednost izlazne varijable ako se i-ta ulazna promjeni za određenu veličinu.

U tablici 12 prikazani su dobiveni regresijski koeficijenti za model u kojemu su prisutni sve statistički značajne varijable. Sve procjene u tim proračunskim tablicama odnose se na kodirane postavke faktora u rasponu od ± 1 (svaki je faktor na 2 razine). To znači da se u regresijskom modelu vrijednost varijable mijenja ± 1. Izračunati koeficijenti ovise o trenutnom modelu.

Tablica 12. Vrijednosti regresijskih koeficijenta za kodirani model

Faktor	Procjena efekata; Var.:Brzina ultrazvuka [m/s]; R-sqr=,99996; Adj:,99994 4 faktora na dvije razine; MS Residual=11,5896				
	Efekt	Koeficijent	Std.Err. (Koeficijent)	-95,% (Cnf.Limt)	+95,% (Cnf.Limt)
Očekivanje	5929,706	5929,706	0,694910	5928,275	5931,137
(1)Opterećenje [kN]	216,745	108,373	0,694910	106,941	109,804
(2)Materijal	-805,783	-402,892	0,694910	-404,323	-401,460
(3)Frekvencija [MHz]	13,172	6,586	0,694910	5,155	8,017
(4)Veličina pretvornika [mm]	10,521	5,260	0,694910	3,829	6,692
1*2	238,776	119,388	0,601810	118,149	120,627
1*3	13,259	6,629	0,694910	5,198	8,060
1*4	16,311	8,156	0,694910	6,725	9,587
2*3	-22,049	-11,025	0,694910	-12,456	-9,593
2*4	-11,358	-5,679	0,694910	-7,110	-4,248
1*2*3	4,571	2,285	0,601810	1,046	3,525

Izraz 7 opisuje promjenu ultrazvučne brzine u ovisnosti o ulaznim varijablama te njihovim interakcijama. Regresijski koeficijenti su dani za izvorne (ne kodirane) faktorske postavke, odnosno procjena za izvorne faktorske vrijednosti. Male vrijednosti regresijskih koeficijenata ukazuju na malu promjenu izlazne varijable s promjenom ulaznih vrijednosti, u slučaju promjene materijala razlika u ultrazvučnoj brzini je velika što je bilo i za očekivati s obzirom na sasvim drugačiju strukturu i svojstva.

$$Y = 5929{,}71 + 108{,}373X_1 - 402{,}892X_2 + 6{,}586X_3 + 5{,}260X_4 + 119{,}388X_1 * X_2 + 6{,}629X_1 * X_3 + 8{,}156X_1 * X_4 - 11{,}025X_2 * X_3 - 5{,}679X_2 * X_4 + 2{,}285X_1 * X_2 * X_3 \quad (7)$$

6.3. Interpretacija rezultata regresijske analize

Iz regresijskih koeficijenata iz tablice 12 može se zaključiti sljedeće:

- Prelaskom sa niže na višu razinu **faktora 1** - povećanjem opterećenja vrijednost ultrazvučne brzine će se povećati za 108,373 m/s
- Prelaskom sa niže na višu razinu **faktora 2** – materijala vrijednost ultrazvučne brzine umanjiti će se za 402,892 m/s
- Prelaskom sa niže na višu razinu **faktora 3** – odabirom sonde veće nazivne frekvencije vrijednost ultrazvučne brzine će se povećati za 6,586 m/s
- Prelaskom sa niže na višu razinu **faktora 4** – odabirom sonde većeg promjera vrijednost ultrazvučne brzine će se povećati za 5,260 m/s,
- Najizraženiji utjecaj interakcija ima ona između faktora opterećenja i materijala (1*2) koja je vidljiva na slici II-1 (Prilog II) – ultrazvučna brzina raste s povećanjem opterećenja kao i sa promjenom materijala s više na nižu razinu- Istovremenom promjenom oba faktora sa niže na višu razinu ultrazvučna brzina se dodatno povećava - tu je izražen utjecaj interakcije 1*2
- Ostali regresijski koeficijenti interakcija mogu biti objašnjeni na sličan način kao i za interakciju 1*2

Osim navedenoga iz rezultata mjerenja danih u tablici 6 i na slici II-1 (u prilogu) vidljiva je promjena brzine ultrazvuka u ovisnosti o opterećenju i materijalu. Važno je uočiti da se ultrazvučna brzina u čeliku povećava sa povećanjem opterećenja dok je kod aluminijskog uzorka trend suprotan pri čemu se ultrazvučna brzina smanjuje s povećanjem opterećenja. Postoji mogućnost da je razlog tomu sama struktura uzorka aluminija. S obzirom da se XRF analizom nije moglo utvrditi da li je materijal uzoraka od aluminija prethodno termički ili mehanički obrađen u sljedećem koraku uzorak je odžaren kako bi se postigla uniformna struktura uzorka. Sa tako pripremljenim uzorkom eksperiment će biti ponovljen.

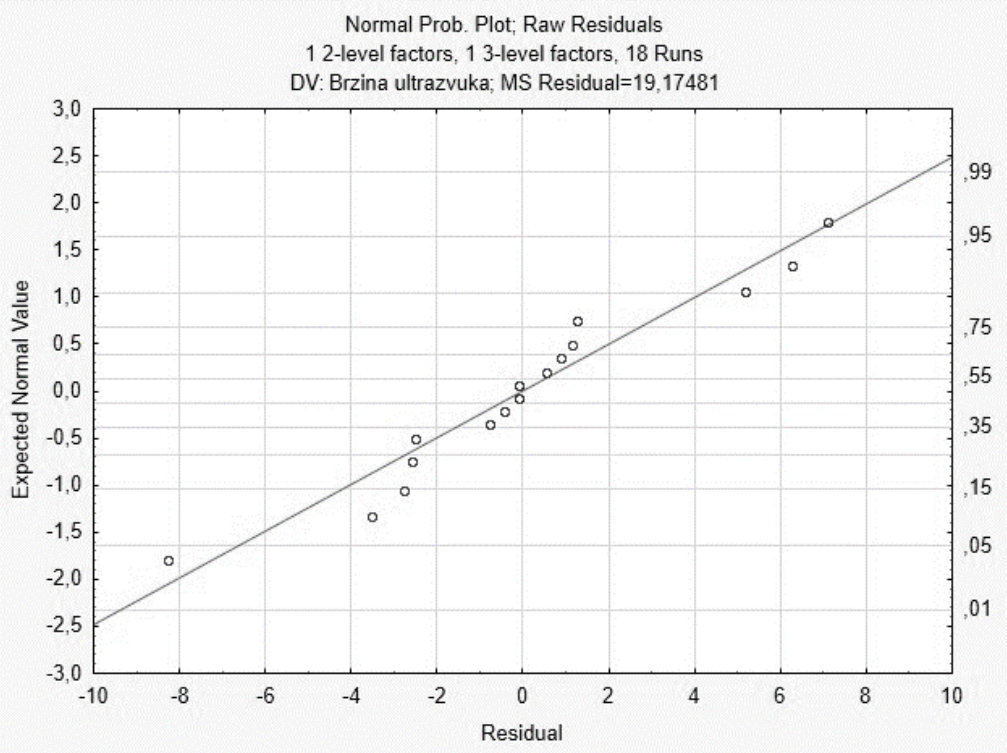
6.4. Ponovljeni eksperiment

Nakon što je uzorak aluminija termički obrađen mjerenja će biti ponovljena ali samo sa sondom G5KB [5]. Rezultati novog modela mjerenja biti će uspoređeni sa prethodno dobivenim rezultatima mjerenja na uzorku od čelika (Tablica 13). S tako postavljenim eksperimentom biti će analiziran puni plan pokusa sa 2 faktora od kojih jedan (opterećenje) ima 3 razine a drugi (materijal) 2 razine (Slika 7). Takvav plan pokusa dati će bolji uvid u ponašanje brzine ultrazvuka u ovisnosti o opterećenju za različite materijale.

Tablica 13. Rezultati ponovljenog ultrazvučnog mjerenja debljine dvaju uzoraka

(1) SILA F, kN	(2) MATERIJAL	REZULTATI	
		$\Delta t_{TOF,}$ µs	$v,$ m/s
0	Č	9,41325	5305,28776
0	Č	9,43000	5295,86426
0	Č	9,40275	5311,21215
196,133	Č	8,66900	5760,75672
193,133	Č	8,66750	5761,75368
196,133	Č	8,66850	5761,08900
274,5862	Č	8,67400	5757,43602
274,5862	Č	8,67250	5758,43182
274,5862	Č	8,67500	5756,77233
0	Al	8,19900	6147,09111
0	Al	8,18700	6156,10114
0	Al	8,20000	6146,34146
193,133	Al	8,05500	6252,01738
196,133	Al	8,06500	6244,26534
193,133	Al	8,06500	6244,26534
274,5862	Al	8,21000	6138,85505
274,5862	Al	8,21500	6135,11869
274,5862	Al	8,21000	6138,85505

Analiza rezultata ponovnog mjerenja provedena je u programskom paketu STATISTICA te su rezultati prikazani u sljedećim tablicama.



Slika 18. Papir vjerojatnosti ostataka rezultata mjerenja ultrazvučne brzine novog modela eksperimenta

Na slici 18 prikazan je test normalnosti ostataka kako bi se provjerila adekvatnost novog modela plana pokusa pri čemu je vidljivo da rezultati djelomično prate liniju normalnosti te kao i u prvom modelu, ostatci strukturno imaju utjecaj na model, međutim adekvatnost modela je još uvijek prihvatljiva. Kako bi se moglo točnije zaključiti o adekvatnosti modela broj mjerenja bi se trebao povećati.

Tablice 14 i 15 prikazuju analizu varijance a tablica 16.vrijednosti regresijskih koeficijenata zadanog modela.

Tablica 14. ANOVA tablica za procjenu značajnosti varijabli novog modela eksperimenta

	ANOVA; Var.:Brzina ultrazvuka; R-sqr=,9712; Adj:,96503 2**(2-0) plan pokusa; MS Residual=3910,171				
Faktor	SS	df	MS	F	p
(1)Opterećenje	203399	1	203399	52,0180	0,000004
(2)Materijali	1597060	1	1597060	408,4375	0,000000
1*2	178110	1	178110	45,5505	0,000009
Error	54742	14	3910		
Total SS	1900758	17			

Tablica 15. Analiza varijance punog plana pokusa za izlaznu varijablu brzinu ultrazvuka novog modela eksperimenta

Faktor	Procjena efekata; Var.:Brzina ultrazvuka; R-sqr=,9712; Adj:,96503 2**(2-0) plan pokusa; MS Residual=3910,171					
	Efekt	Std.Err.	t(14)	p	-95,% (Cnf.Limt)	+95,% (Cnf.Limt)
Očekivanje	5874,808	14,94985	392,9677	0,000000	5842,743	5906,872
(1)Opterećenje	252,761	35,04561	7,2123	0,000004	177,596	327,927
(2)Materijali	-604,268	29,89970	-20,2098	0,000000	-668,397	-540,140
1*2	236,527	35,04561	6,7491	0,000009	161,361	311,692

Prema rezultatima analize varijance vidljivo je da svi glavni faktori (1) i (2) kao i njihov zajednički efekt (1*2) imaju statistički značajan utjecaj na rezultate mjerenja. Vrijednosti regresijskih koeficijenata dani su u kodiranim vrijednostima (Tablica 16), dok izraz (8) opisuje regresijsku funkciju u nekodiranim vrijednostima ulaznih faktora.

Tablica 16. Vrijednosti regresijskih koeficijenta za kodirani novi model eksperimenta

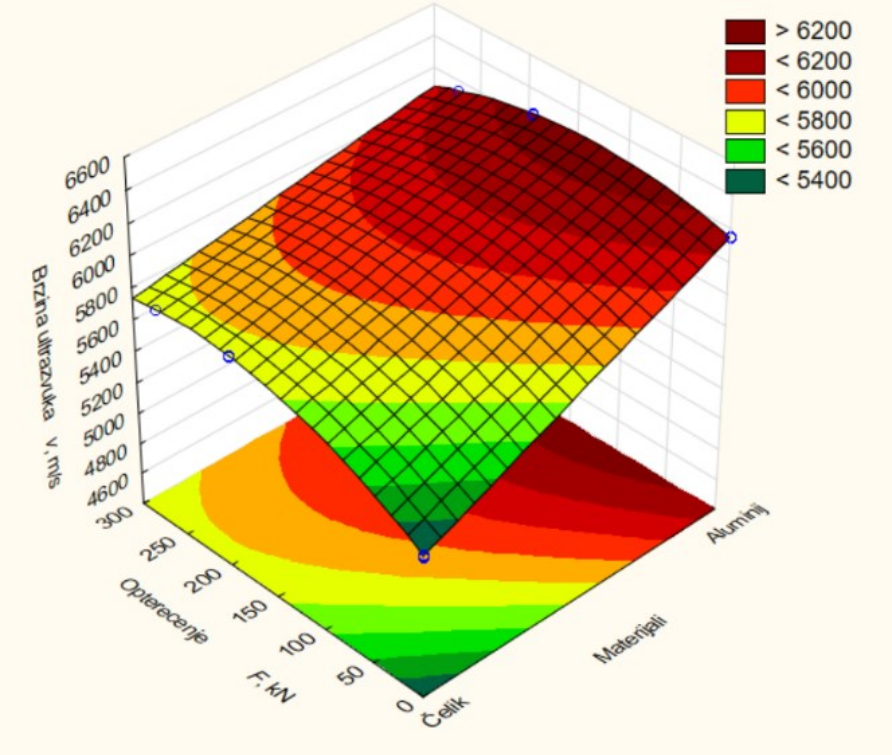
Faktor	Procjena efekata; Var.:Brzina ultrazvuka; R-sqr=,9712; Adj:,96503 2**(2-0) plan pokusa; MS Residual=3910,171				
	Efekt	Koeficijent	Std.Err. (Koeficijent)	-95,% (Cnf.Limt)	+95,% (Cnf.Limt)
Očekivanje	5874,808	5874,808	14,94985	5842,743	5906,872
(1)Opterećenje	252,761	126,381	17,52280	88,798	163,963
(2)Materijali	-604,268	-302,134	14,94985	-334,198	-270,070
1*2	236,527	118,263	17,52280	80,681	155,846

$$Y = 5748{,}4 + 0{,}921X_1 - 420{,}4X_2 + 0{,}861X_1 * X_2 \quad (8)$$

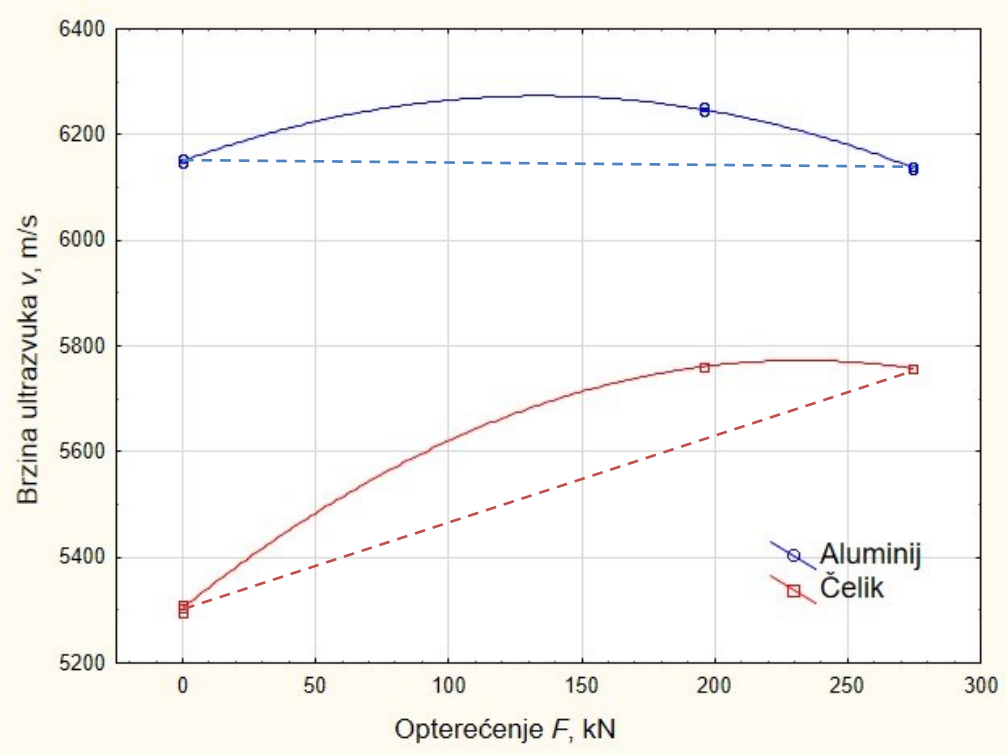
Iz regresijskih koeficijenata novog modela je moguće zaključiti sljedeće:

- Prelaskom sa niže na višu razinu faktora 1 - povećanjem opterećenja vrijednost ultrazvučne brzine će se povećati za 126,381 m/s
- Prelaskom sa niže na višu razinu faktora 2 – odnosno promjenom materijala vrijednost ultrazvučne brzine umanjiti će se za 302,134 m/s
- Utjecaj interakcija između faktora opterećenja i materijala (1*2) – istovremenom promjenom oba faktora sa niže na višu razinu ultrazvučna brzina se povećava za 118,263 m/s

Detaljnije objašnjenje veze između brzine ultrazvuka i opterećenja za različite materijale prikazano je na slici 19 gdje je prikazana ovisnost brzine ultrazvuka u materijalu o samom materijalu te nametnutom opterećenju.



(a)



(b)

Slika 19. 3D (a) i 2D (b) prikaz rezultata mjerenja novog modela

Dobivene točke ovisnosti brzine ultrazvuka i opterećenja povezane su polinomom drugog reda. Iz dijagrama je moguće očitati:

- Unatoč odžarivanju vrijednost brzine ultrazvuka u aluminiju ima tedenciju pada između točaka gdje je uzorak neopterećen te pri opterećenju od 28 t.
- Dodavanjem još jedne razine faktoru opterećenja od 20 t slika rezultata se bitno mijenja. Vidljiv je velik porast brzine kod čelika nakon čega slijedi mali pad, dok je kod aluminija trend jednak no bitno se razlikuju jer brzina ultrazvuka u aluminiju prije postiže svoj maksimum.

Dobivene rezultate je moguće povezati sa već spomenutim istraživanjem tima iz Det Norske Veritas [1] koji je eksperimentalno potvrdio da je povećanje longitudinalnih valova ograničeno i kad materijal dostigne kritičnu razinu deformacije ponovno se počinje smanjivati. Za dobivanje stvarnog prikaza krivulje ovisnosti brzine ultrazvuka o opterećenju na temelju koje možemo odrediti kritičnu razinu deformacije potrebno je ponoviti mjerenja sa manjim korakom opterećenja ΔF.

ZAKLJUČAK

Ultrazvučna se ispitivanja tradicionalno koriste za detekciju nepravilnosti i njihovu karakterizaciju kao i za ultrazvučna mjerenja dimenzija. Sa napretkom u području elektronike i digitalne tehnologije širi se područje korištenja ultrazvučnih ispitivanja. Pri tome se ultrazvučni parametri ispitivanja, na koje utječe promjena svojstava materijala, također mogu mjeriti sa velikom preciznošću. Sa takvom mogućnosti ultrazvučna ispitivanja mogu poslužiti kao alat predviđanja životnog vjeka rada komponenata.

U ovom radu se promatra utjecaj opterećenja na vrijednost ultrazvučne brzine u dva različita materijala. Brzina zvuka u materijalu je važan parametar ispitivanja te ga je potrebno precizno odrediti ili poznavati prije početka svakog ispitivanja kako bi se mogla osigurati sljedivost i kvaliteta prikupljenih rezultata ispitivanja. Također, vrlo je važno poznavati strukturu materijala koji se ispituje a ne samo njegov sastav. Da bi mogli uspostaviti korelaciju između mehaničkih svojstva i ultrazvučnih parametara učinci različitih mikrostrukturnih svojstava pri ultrazvučnom ispitivanju moraju biti odvojeni.

U skladu s time provedena su mjerenja ultrazvučne brzine metodom preklapanja signala (*pulse echo overlap*) na uzorcima aluminija i čelika u neopterećenom i opterećenom stanju koristeći različite sonde. Iz dobivenih vrijednosti mjerenja uočeno je kako brzina ultrazvuka u materijalu ovisi i o strukturi materijala te kako se ona mijenja ovisno o nametnutom opterećenju pri čemu ultrazvučna brzina kod kritične razine deformacije postiže svoj maksimum.

Informacije dobivene provođenjem ovog ultrazvučnog ispitivanja potvrđuju već provedena mjerenja znanstvenika, te bi sljedeći korak istraživanju bio smanjiti mjeru povećanja opterećenja kako bismo dobili stvarnu i potpunu sliku promjene ultrazvučne brzine u materijalu u ovisnosti o opterećenju u elastičnom i plastičnom području.

LITERATURA

[1] Eldevik, S., Olsen, O., Lunde, P.: Sound velocity change owing to the acoustelastic/plastic effect in steel measured using Acoustic Resonance Technology ART), Scandinavian Symposium on Physical Acoustics, Geilo, 2012.

[2] Kobayashi, M.: Acoustoelastic Theory for Plastically Deformed Solids, JSME International Journal, Vol. 33, No. 3, pp 310-318, 1990.

[3] Maurel, A., Mercier, J.-F. and Lund, F.: Scattering of an elastic wave by a single dislocation, J. Acoust. Soc. Am. 115, 2773–2780., 2004.

[4] Salinas, V., Lund, F., Mujica, N., Espinoza-González, R.: In situ monitoring of plastic deformation using ultrasound, arXiv:1508.02112v1[cond-mat.mtrl-sci], 2015.

[5] HRN EN ISO 12223:2000, Non-destructive testing: Ultrasonic examination, Specification for calibration block No. 1.

[6] Mihaljević, M.: Procjena mjerne nesigurnosti ultrazvučnog mjerenja debljine stijenke, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, doktorska disertacija, 2015.

[7] Krstelj, V.: Ultrazvučna kontrola: odabrana poglavlja, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2003.

[8] ... Standard Practice for Measuring Ultrasonic Velocity in Materials (15.12.2018.)

[9] ... Ultrasonic Velocity Measurements of Engineering Plastic Cores by Pulse-echo-overlap Method Using Cross-correlation (17.12.2018.)

[10] Filetin, T., Franz, M., Španiček, Đ., Ivušić, V.: Svojstva i karakteristike materijala; Katalog opisa, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2012.

[11] Nazarchuk, Z., Skalskyi, V., Serhiyenko, O.: Acoustic Emission; Methodology and Application, Springer, 2017.

[12] Zavadil, T.: Ultrasonic detection of plastic deformation, IXth NDT in progress, Prag, 2017.

[13] ... https://www.aircraftmaterials.com/data/aluminium/2011.html (18.12.2018.)

[14] ... https://www.lenntech.com/stainless-steel-304.htm (18.12.2018.)

[15] ....https://www.testequipmentconnection.com/34519/Teledyne_LeCroy_9310M.php (07.01.2018.)

PRILOZI

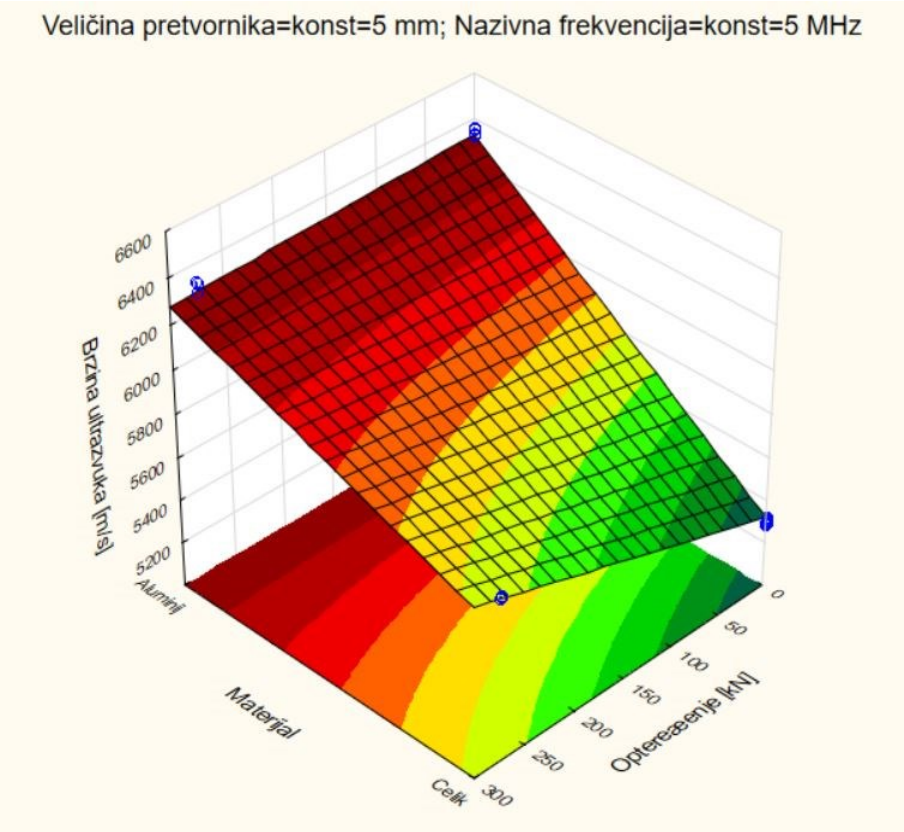
I. CD-R disc

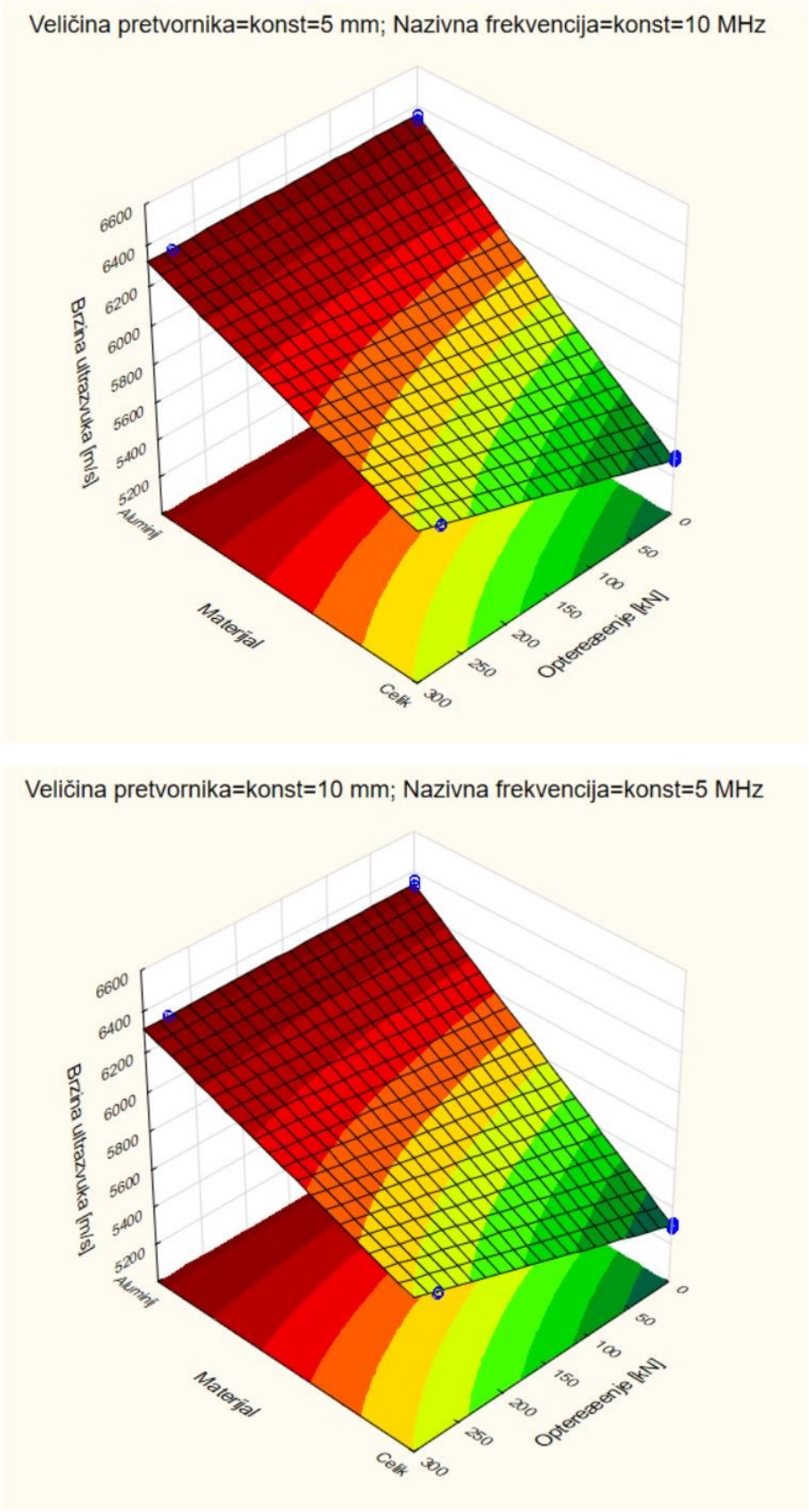
II. Grafički prikazi rezultata

7. Grafički prikazi rezultata

U prilogu su dani grafički 3D prikazi ovisnosti izlazne varijable-brzine ultrazvuka o ulaznim varijablama prema modelu eksperimenta sa četiri ulazna faktora. Graf kontura plana pokusa generira se za dva faktora. Tipično, to bi bili dva najvažnija čimbenika određena prethodnim analizama no u prilogu su na slikama prikazani svi dijagrami ovisnosti izlazne varijable o ulaznima. Svaki grafički prikaz pokazuje ovisnost brzine ultrazvuka o promjeni 2 faktora pri čemu se ostala 2 faktora drže konstantnima na određenoj razini.

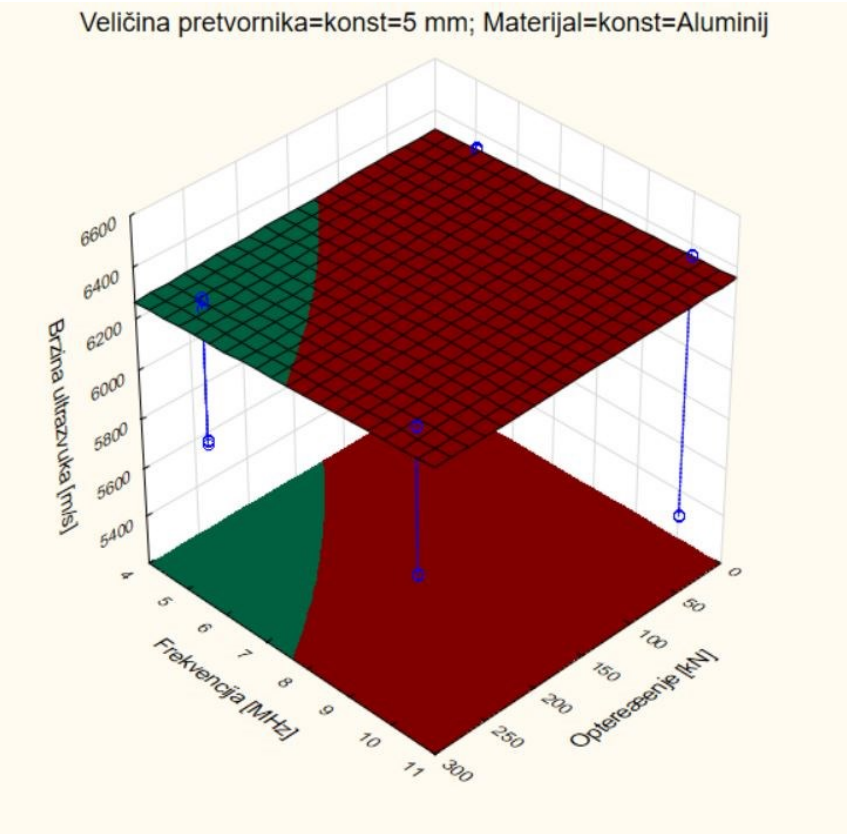
7.1. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, materijal, veličina pretvornika =konst, nazivna frekvencija =konst)

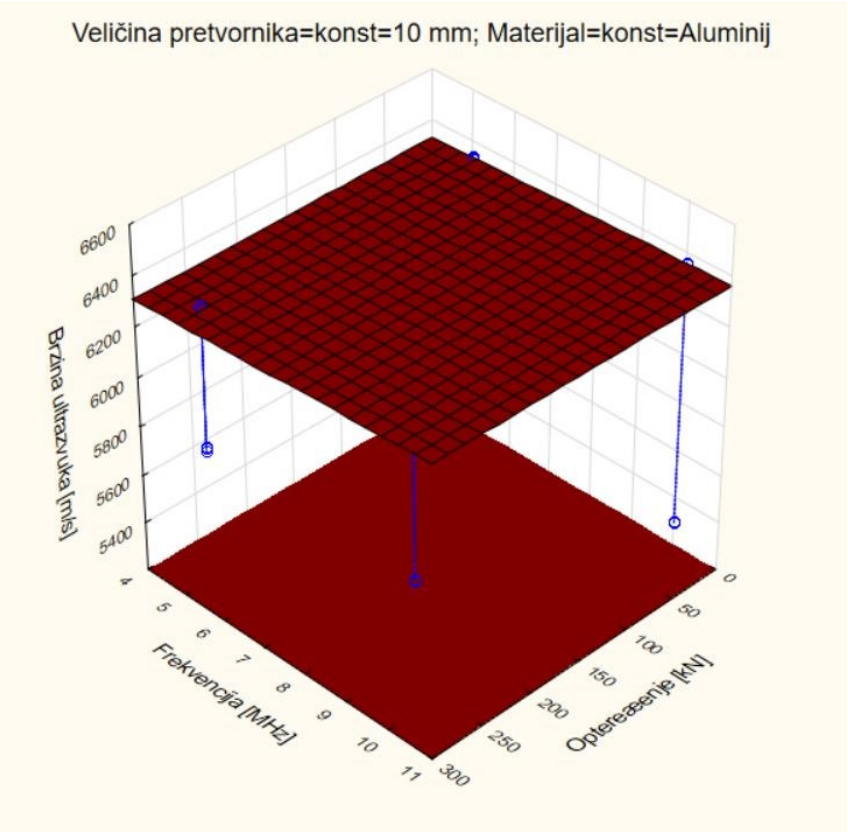


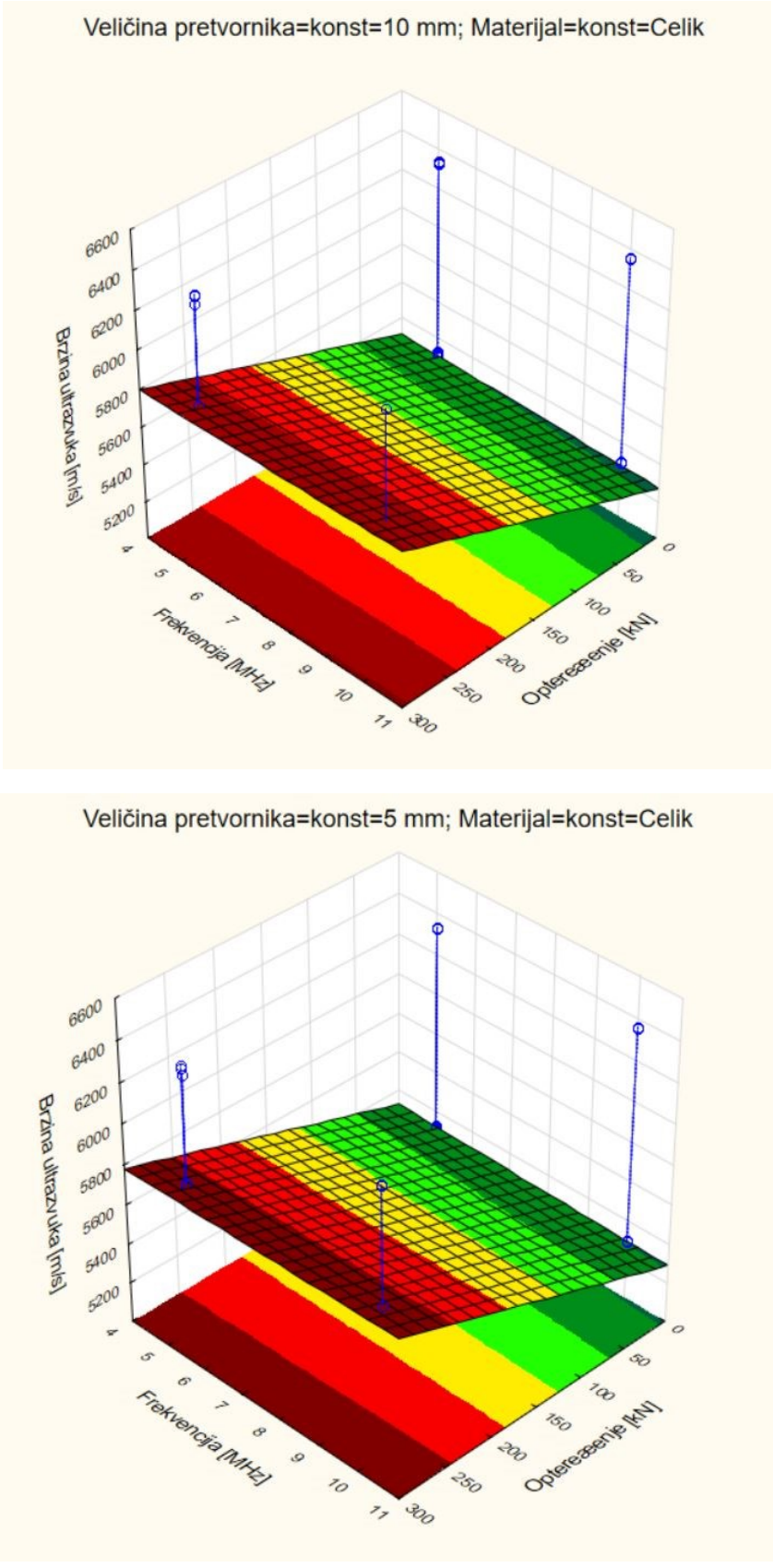


Slika 7-1. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, materijal, veličina pretvornika =konst, nazivna frekvencija =konst)

7.2. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, opterećenje, veličina pretvornika=konst, materijal=konst)

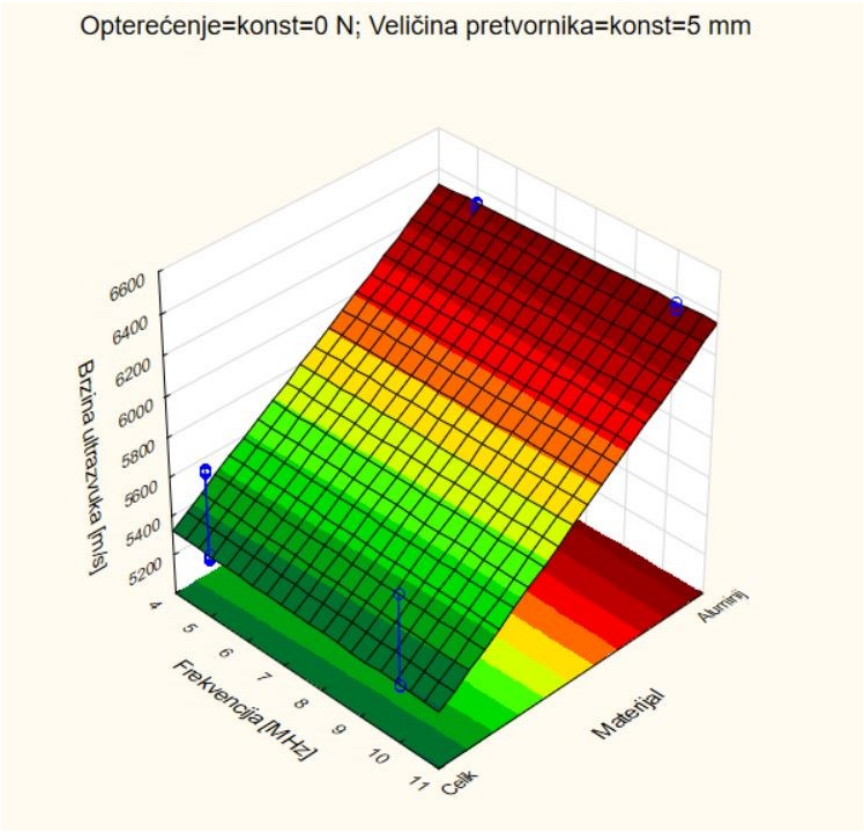


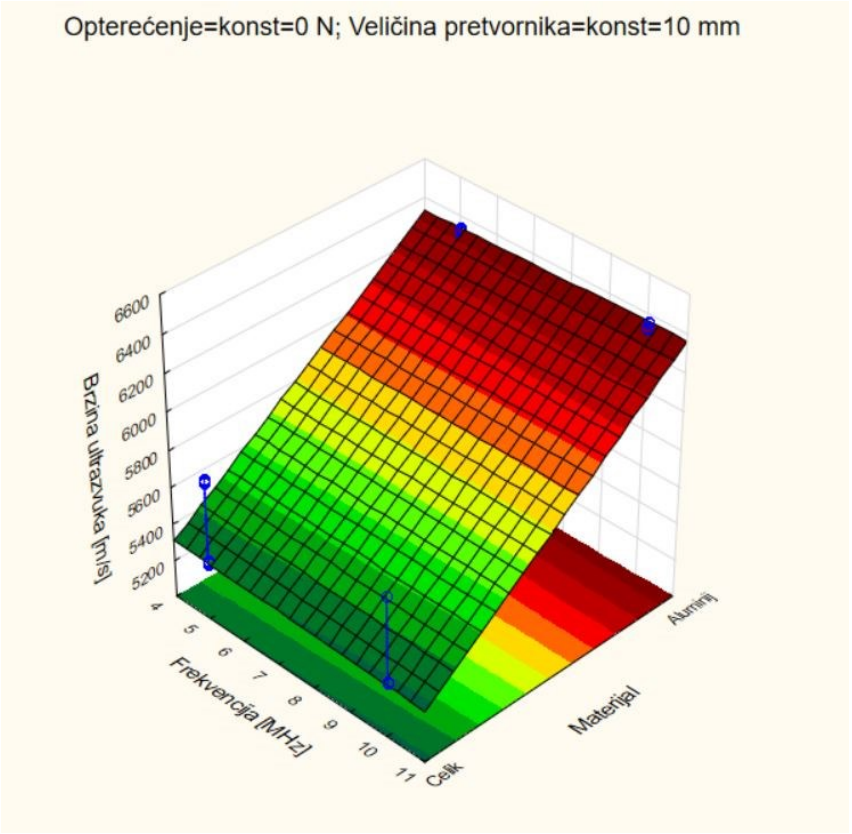


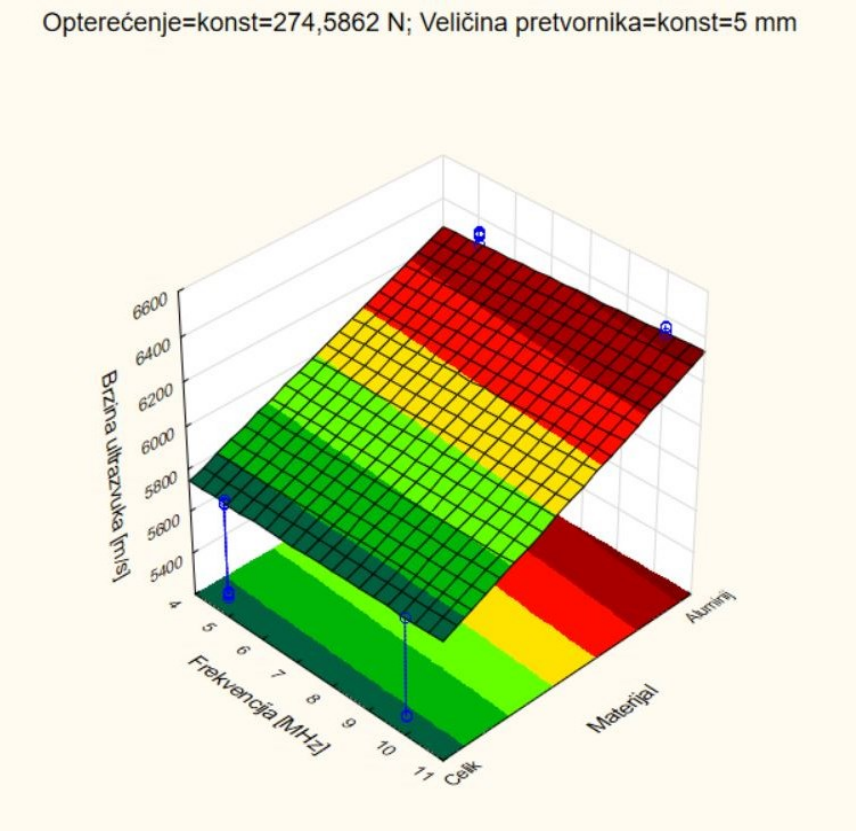


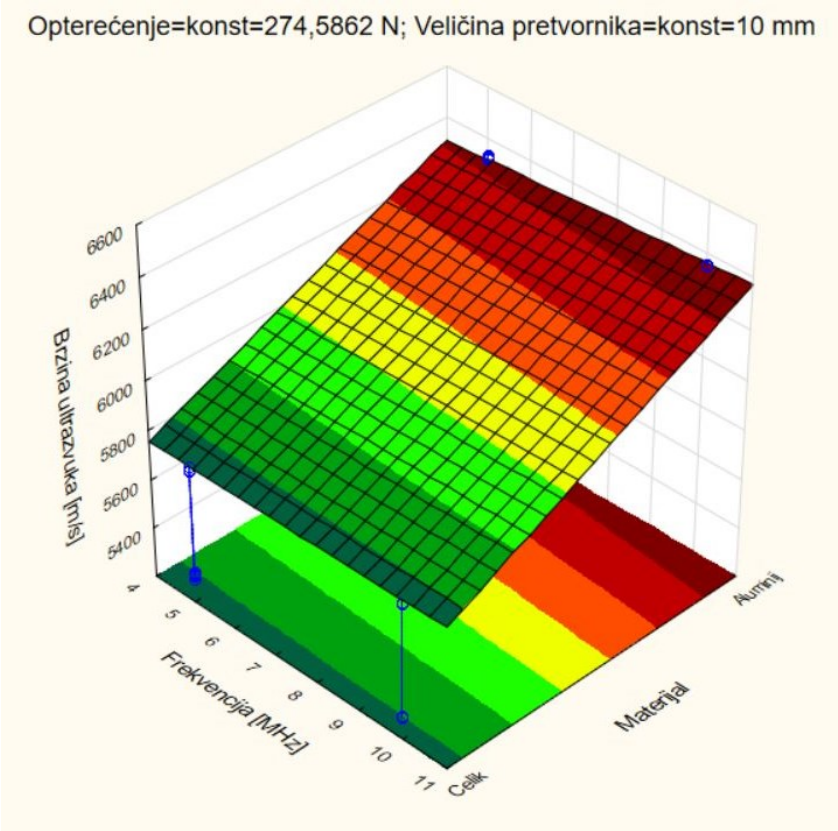
Slika 7-2. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, opterećenje, veličina pretvornika=konst, materijal=konst)

7.3. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, materijal, veličina pretvornika=konst, opterećenje=konst)



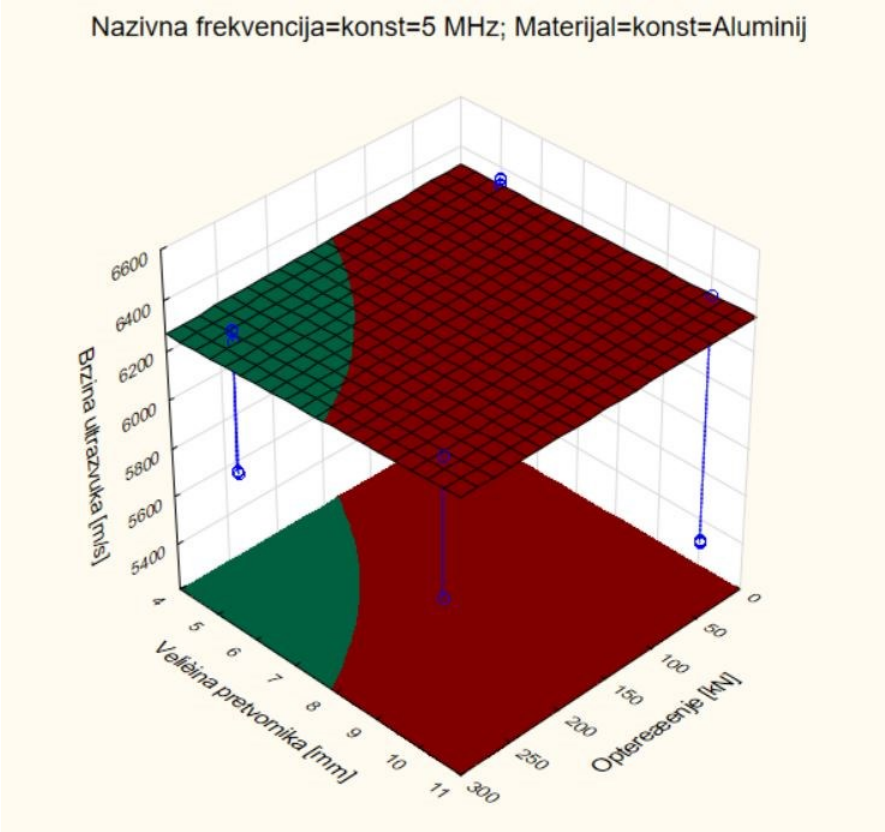


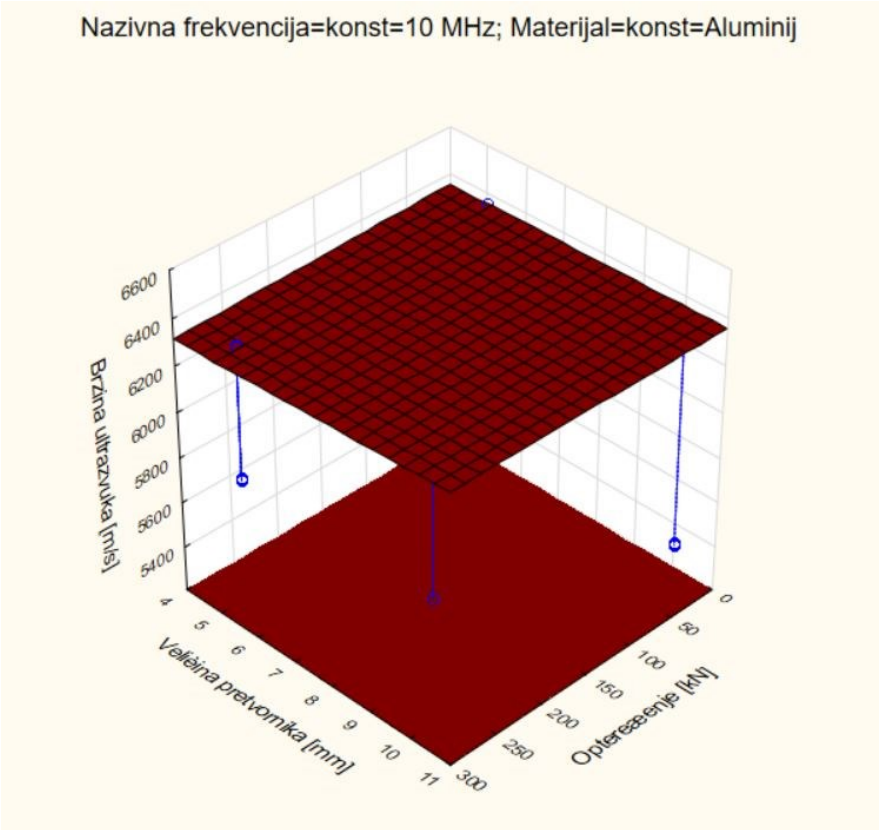


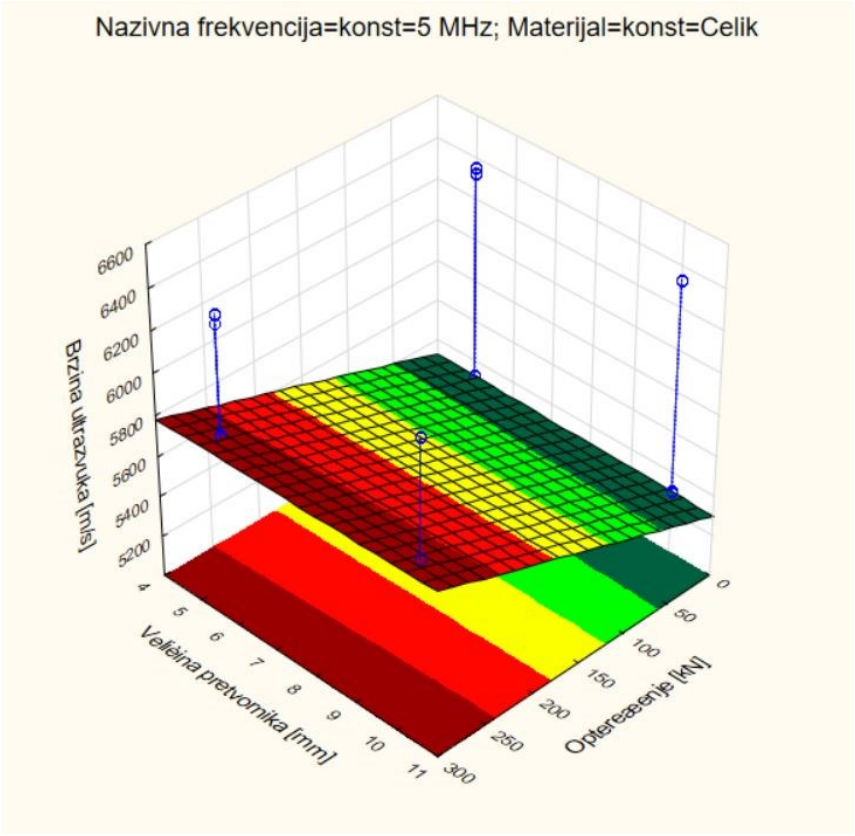


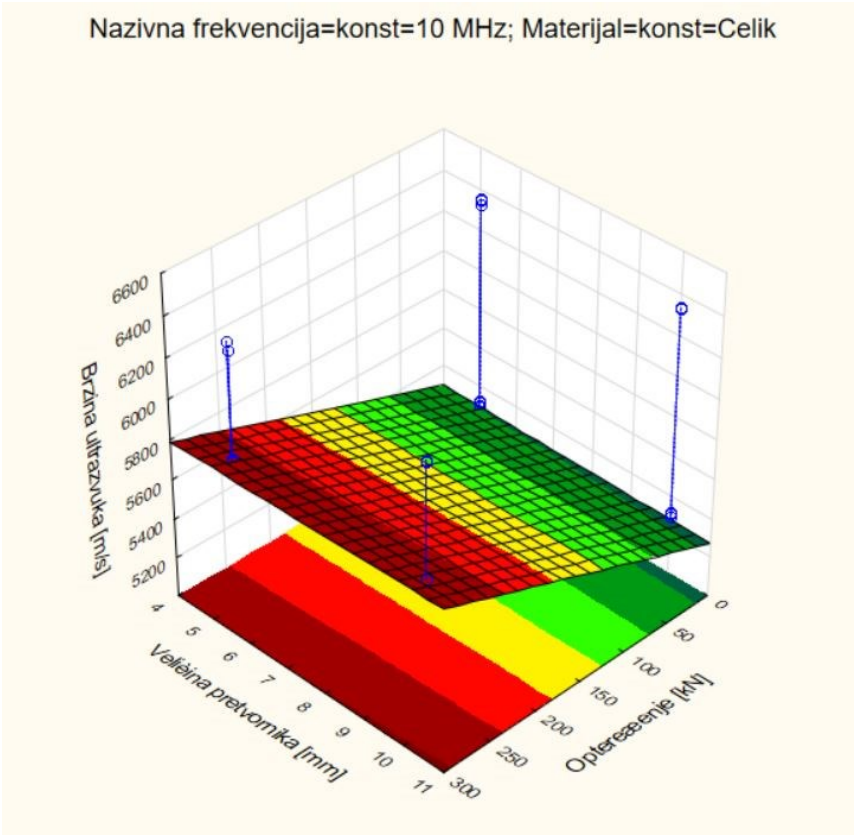
Slika 7-3. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, materijal, veličina pretvornika=konst, opterećenje=konst)

7.4. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, veličina pretvornika, materijal =konst, nazivna frekvencija =konst)



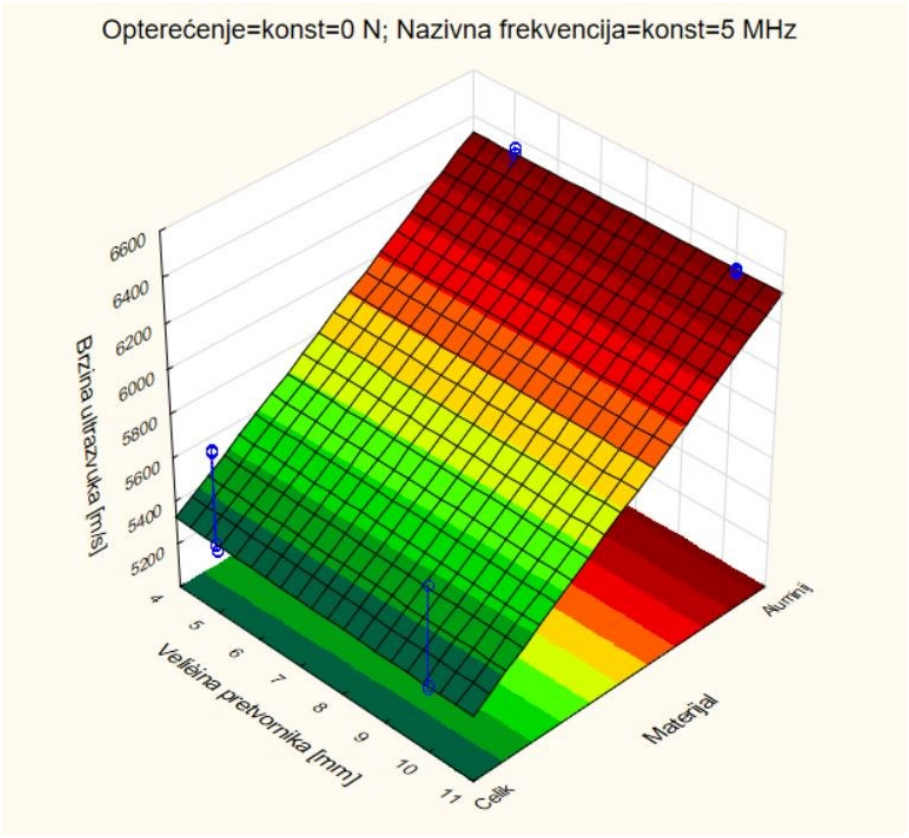


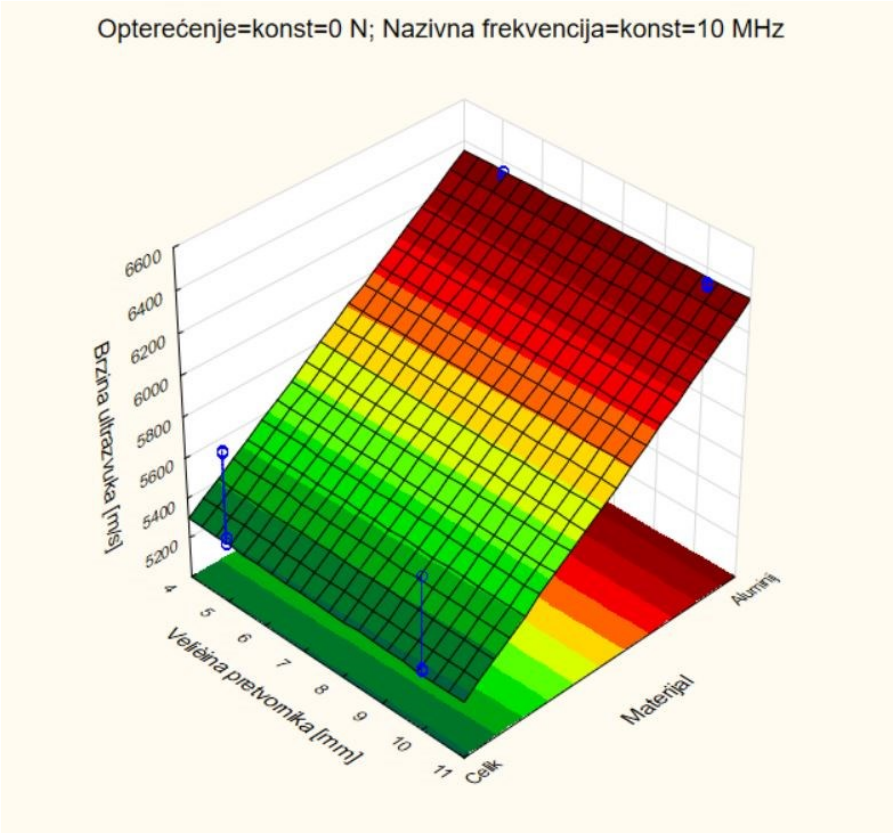


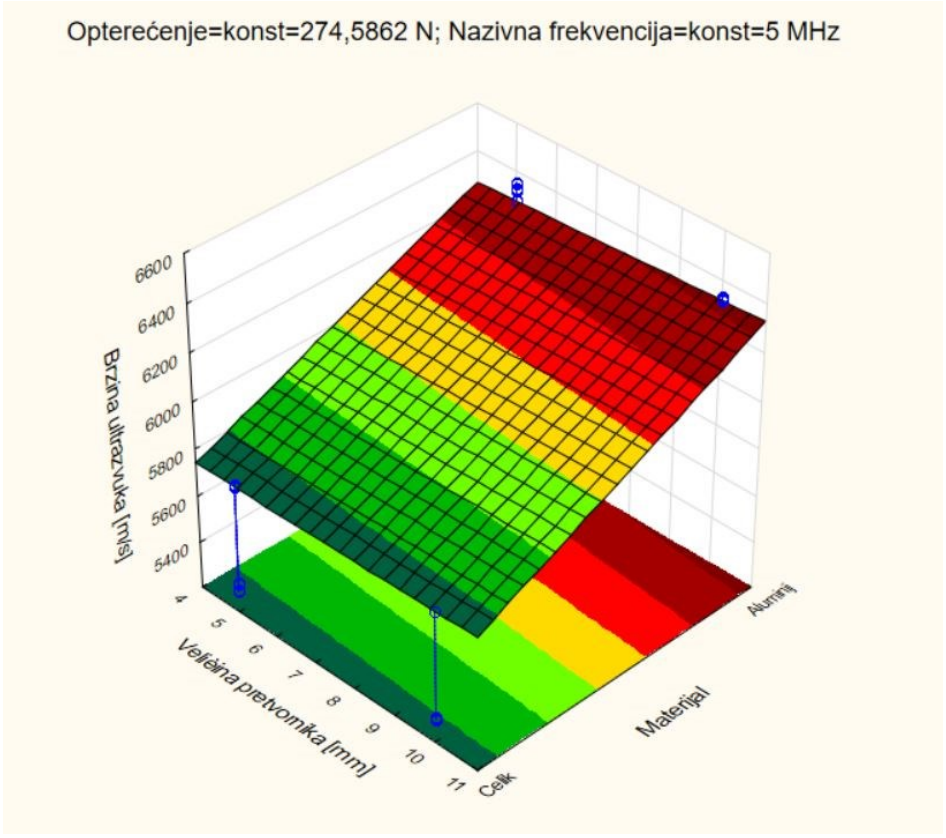


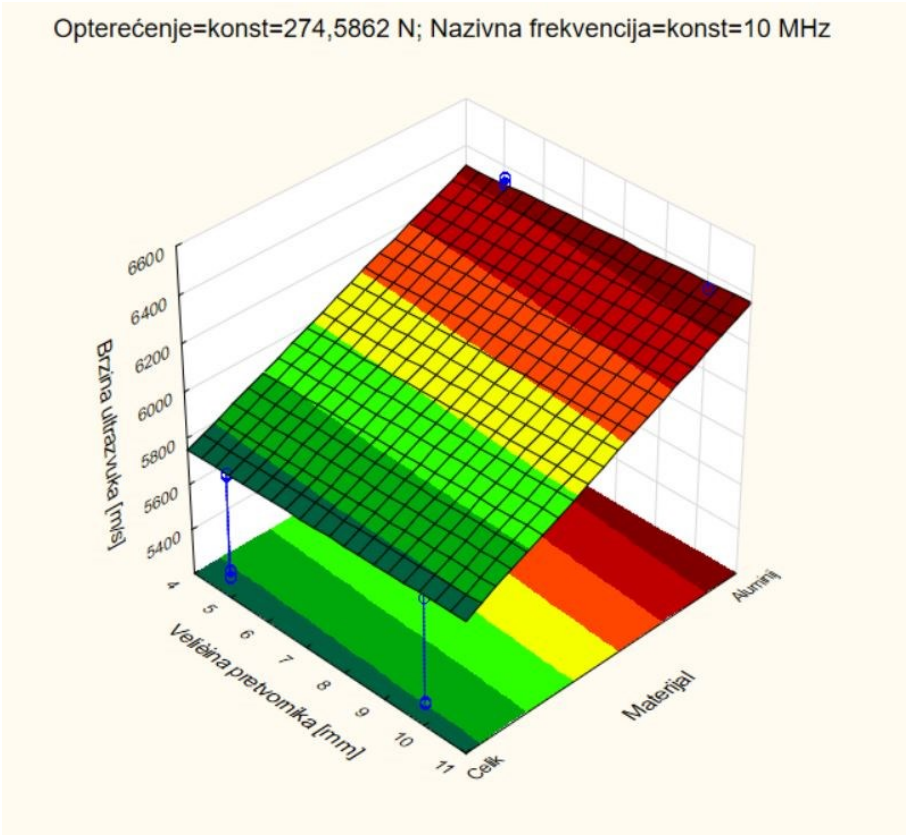
Slika 7-4. Brzina ultrazvuka= f(opterećenje, veličina pretvornika, materijal =konst, nazivna frekvencija =konst)

7.5. Brzina ultrazvuka= f(materijal, veličina pretvornika, opterećenje=konst, nazivna frekvencija=konst)



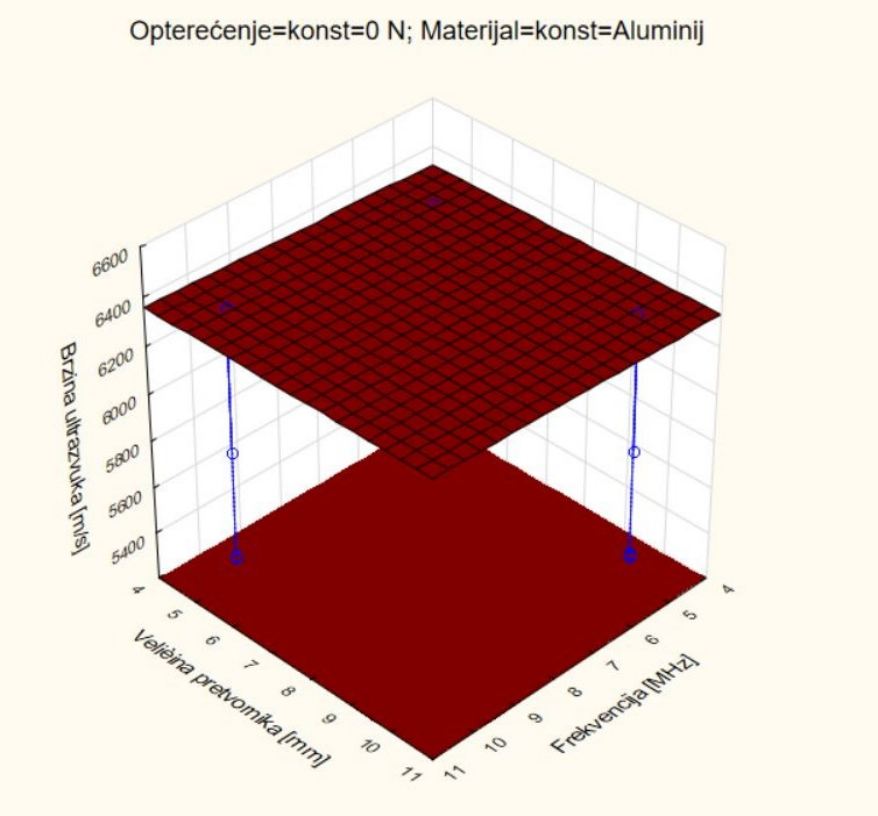


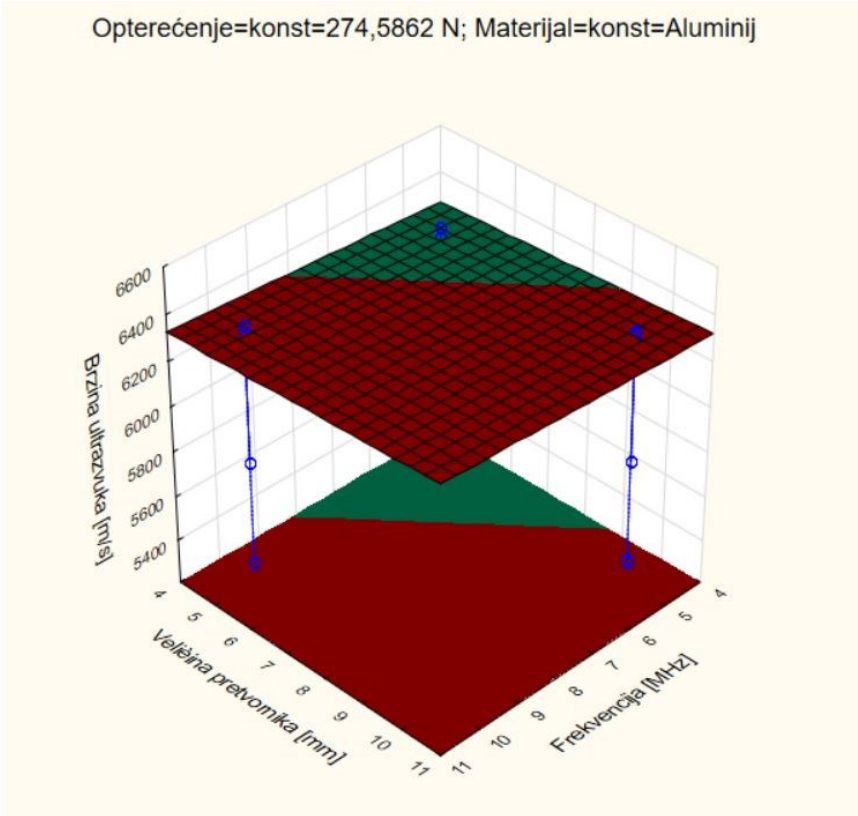


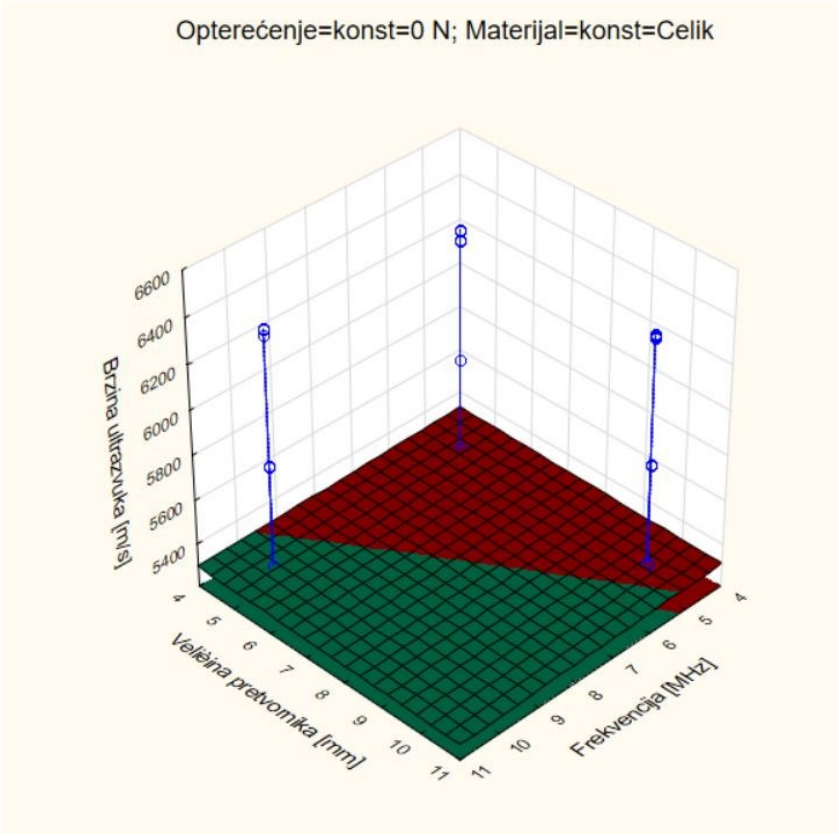


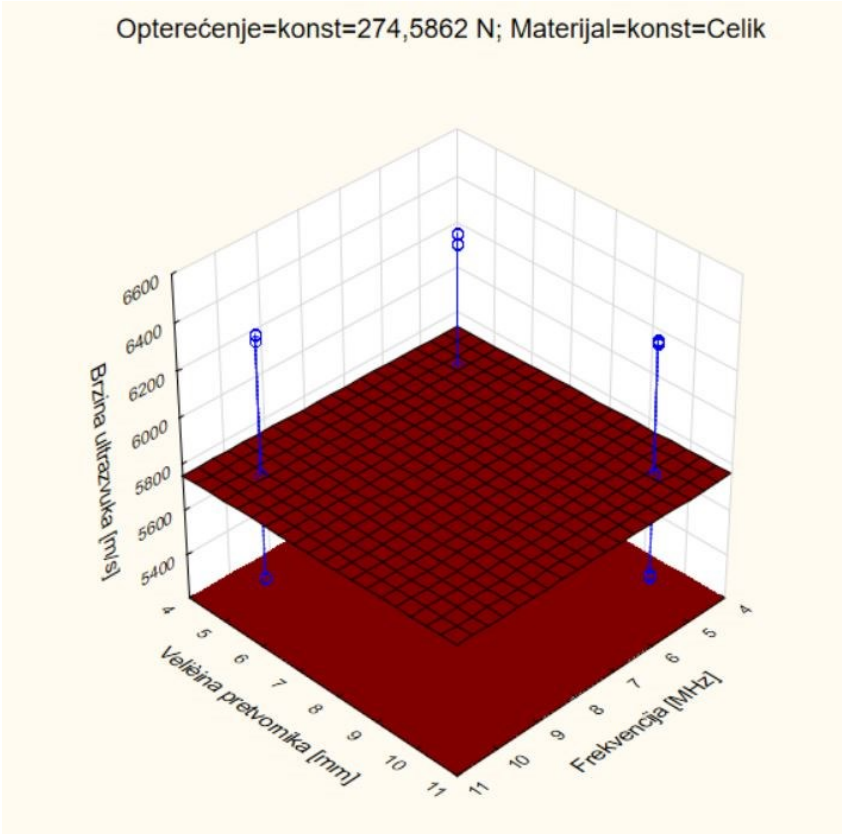
Slika 7-5. Brzina ultrazvuka= f(materijal, veličina pretvornika, opterećenje=konst, nazivna frekvencija=konst)

7.6. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, veličina pretvornika, materijal =konst, opterećenje=konst)









Slika 7-6. Brzina ultrazvuka= f(nazivna frekvencija, veličina pretvornika, materijal =konst, opterećenje=konst)