

Karakterizacija materijala pomoću akustičkih parametara

Novak, Regina

Undergraduate thesis / Završni 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:235:484881>

Rights / Prava: [In copyright](#)/[Zaštićeno autorskim pravom.](#)

Download date / Datum preuzimanja: **2024-07-13**

Repository / Repozitorij:

[Repository of Faculty of Mechanical Engineering and Naval Architecture University of Zagreb](#)



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Regina Novak

Zagreb, 2019.

SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE

ZAVRŠNI RAD

Mentor:

Doc. dr. sc. Morana Mihaljević, dipl. ing.

Student:

Regina Novak

Zagreb, 2019.

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

Zahvaljujem mentorici doc. dr. sc. Morani Mihaljević na stručnim savjetima i iskazanoj pomoći prilikom pisanja ovog rada, dr. sc. Tamari Aleksandrov Fabijanić na ustupljenim uzorcima, pomoći i danjoj suradnji te prof. dr. sc. Damiru Markučiću u odabiru teme.

Posebno zahvaljujem roditeljima i obitelji, dečku, najbližim prijateljima te kolegama i profesorima koji su mi pomagali tijekom studiranja i bili podrška.

Regina Novak



SVEUČILIŠTE U ZAGREBU
FAKULTET STROJARSTVA I BRODOGRADNJE



Središnje povjerenstvo za završne i diplomske ispite
Povjerenstvo za završne ispite studija strojarstva za smjerove:
proizvodno inženjerstvo, računalno inženjerstvo, industrijsko inženjerstvo i menadžment, inženjerstvo
materijala i mehatronika i robotika

Sveučilište u Zagrebu Fakultet strojarstva i brodogradnje	
Datum	Prilog
Klasa:	
Ur.broj:	

ZAVRŠNI ZADATAK

Student: **Regina Novak**

Mat. br.: 0035204714

Naslov rada na hrvatskom jeziku: **KARAKTERIZACIJA MATERIJALA POMOĆU AKUSTIČKIH PARAMETARA**

Naslov rada na engleskom jeziku: **MATERIAL CHARACTERIZATION BASED ON ACOUSTIC PARAMETERS**

Opis zadatka:

Karakterizacija materijala primjenom ultrazvuka omogućuje utvrđivanje promjene akustičkih parametara s obzirom na propagaciju ultrazvučnog impulsa i interakciju na različitim mikrostrukturama. Brzina propagacije ultrazvučnog impulsa jedna od relevantnih akustičkih značajki za karakterizaciju materijala.

Temeljem pregleda i proučavanja dostupnih izvora u prvom dijelu rada potrebno je dati prikaz postojećih istraživanja i primjene postupaka karakterizacije materijala temeljem parametara propagacije ultrazvučnog impulsa kroz različita mikrostrukturna stanja materijala.

Slijedom pregledane i proučene literature predložiti opseg eksperimentalnog dijela rada, odnosno odabrati ultrazvučne parametre u svrhu karakterizacije pripremljenih uzoraka nanostrukturiranih tvrdih metala. Na pripremljenim uzorcima provesti mjerenja te odrediti karakteristične parametre propagacije ultrazvučnog impulsa. Komentirati dobivene rezultate s obzirom na kemijski sastav i mikrostrukturne promjene u materijalu analiziranih uzoraka.

U radu navesti korištenu literaturu, norme kao i eventualnu pomoć.

Zadatak zadan:
6. svibnja 2019.

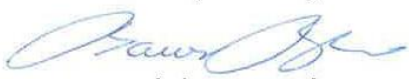
Rok predaje rada:
2. rok (izvanredni): 28. lipnja 2019.
3. rok: 20. rujna 2019.

Predviđeni datum obrane:
2. rok (izvanredni): 2.7. 2019.
3. rok: 23.9. - 27.9. 2019.

Zadatak zadao:

Predsjednik Povjerenstva:


Doc. dr. sc. Morana Mihaljević


Prof. dr. sc. Branko Bauer

SADRŽAJ

SADRŽAJ	I
POPIS SLIKA	II
POPIS TABLICA	III
POPIS OZNAKA	IV
SAŽETAK	V
SUMMARY	VI
1. UVOD	1
2. ISPITIVANJE ULTRAZVUKOM	2
2.1. Vrste ultrazvučnih valova.....	3
2.1.1. Tehnika odjeka.....	4
2.2. Oprema za ultrazvučno ispitivanje	5
2.3. Parametri ultrazvučnog ispitivanja	5
2.3.1. Određivanje brzine propagacije impulsa.....	6
2.4. Metoda preklapanja signala.....	7
3. ANALIZA FREKVENCIJSKIH KARAKTERISTIKA	9
4. POLAZNI MATERIJAL.....	11
4.1. Nanostrukturirani tvrdi metal	12
5. OSVRT NA ISTRAŽIVAČKI RAD	14
5.1. Karakterizacija materijala različitih mikrostrukturnih faza čelika	14
6. METODE ISPITIVANJA I REZULTATI	15
6.1. Mjerenje vremena proleta ultrazvučnog impulsa	15
6.1.1. Rezultati mjerenja vremena proleta ultrazvučnog impulsa	16
6.2. Mjerenje brzine propagacije ultrazvučnog impulsa.....	17
6.2.1. Rezultati mjerenja brzine propagacije ultrazvučnog impulsa	18
6.3. Frekvencijska analiza.....	20
6.3.1. Rezultati frekvencijske analize	20
6.4. Utjecaj kemijskog sastava	23
7. ZAKLJUČAK.....	25
LITERATURA.....	26

POPIS SLIKA

Slika 1. Raspon frekvencija [1]	2
Slika 2. Nastajanje longitudinalnog vala [1]	3
Slika 3. Nastajanje transverznog vala [1]	3
Slika 4. Metoda impuls – odjek [3]	4
Slika 5. Postupak rada metodom preklapanja dvaju impulsa	7
Slika 6. Valni oblik ultrazvučnog impulsa u vremenskoj domeni [4]	9
Slika 7. Frekvencijski spektar ultrazvučnog impulsa [4].....	10
Slika 8. Mikrostruktura nanostrukturiranog tvrdog metala WC – Co [9].....	12
Slika 9. Postupak rada metodom preklapanja ultrazvučnih signala na uzorku WC-5Co-1: prikaz dvaju preklapljenih signala i njihove razlike u vremenu proleta	16
Slika 10. Sonda G5KB.....	17
Slika 11. Prikaz srednje brzine uzoraka s 5% Co.....	19
Slika 12. Prikaz srednje brzine uzoraka s 15% Co.....	19
Slika 13. Prikaz vremenske i frekvencijske domene uzoraka s 5% Co.....	20
Slika 14. Prikaz vremenske i frekvencijske domene uzoraka s 15% Co.....	20
Slika 15. Prikaz širine frekvencijskog spektra uzoraka s 5% Co.....	21
Slika 16. Prikaz širine frekvencijskog spektra uzoraka s 15% Co.....	22
Slika 17. Prikaz brzine propagacije impulsa u ovisnosti o sadržaju ugljika.....	23
Slika 18. Prikaz širine frekvencijskog spektra u ovisnosti o sadržaju ugljika	23

POPIS TABLICA

Tablica 1.Brzina propagacije ultrazvučnog impulsa kroz materijal [3]	6
Tablica 2.Svojstva tvrdih metala sustava WC-Co [6]	11
Tablica 3.Klasifikacija veličine zrna tvrdog metala[6]	11
Tablica 4.Karakteristike pripremljenih uzoraka.....	13
Tablica 5.Debljina ispitanih uzoraka.....	16
Tablica 6.Rezultati mjerenja vremena proleta impulsa (t_{TOF}) na uzorcima s 5% Co.....	16
Tablica 7. Rezultati mjerenja vremena proleta impulsa (t_{TOF}) na uzorcima s 15% Co	17
Tablica 8. Tehničke specifikacije sonde	17
Tablica 9.Rezultati mjerenja brzina propagacije ultrazvučnog impulsa na uzorcima s 5% Co	18
Tablica 10.Rezultati mjerenja brzina propagacije ultrazvučnog impulsa na uzorcima s 5% Co	18
Tablica 11.Rezultati frekvencijske analize uzoraka s 5 i 15% Co	21
Tablica 12.Rezultati ispitivanja kod uzoraka s 5% Co.....	21
Tablica 13. Rezultati ispitivanja kod uzoraka s 15% Co	22

POPIS OZNAKA

Oznaka	Jedinica	Opis
f_c	Hz	centralna frekvencija
f_l	Hz	donja frekvencija
f_p	Hz	vršna frekvencija
f_u	Hz	gornja frekvencija
B_w	%	širina frekvencijskog spektra
D	mm	promjer sonde
d	mm	debljina mjerene komponente
d_{BET}	mm	prosječna veličina zrna
d_{FSSS}	mm	prosječna veličina čestica
E	N/mm ²	Youngov modul elastičnosti
f	Hz	nazivna frekvencija
G	Pa	modul smičnosti
n	-	broj prolaza ultrazvučnog impulsa kroz mjerenu komponentu
s	m	put koji prevali zvučni signal
t	s	vrijeme preleta ultrazvučnog impulsa
t_{PD}	s	trajanje impulsa
t_{TOF}	s	vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa
v	m/s	brzina širenja impulsa
ν	-	Poissonov koeficijent
Δf	Hz	apsolutna vrijednost širine frekvencijskog spektra
λ	s	valna duljina

SAŽETAK

Karakterizacija materijala primjenom ultrazvučne metode omogućuje utvrđivanje promjene akustičkih parametara s obzirom na propagaciju ultrazvučnih impulsa i interakciju na različitim mikrostrukturama. Brzina propagacije ultrazvučnog impulsa jedna je od relevantnih značajki za karakterizaciju materijala. Brzina ultrazvuka svojstvena je svakom materijalu te je određena vrstom i stanjem materijala. Polazeći od činjenice da je brzina ultrazvučnog vala različita kod uzoraka iste skupine, ali različitog kemijskog sastava, u radu je analizirana promjena ultrazvučne brzine u zavisnosti o udjelu kobalta na uzorcima nanostrukturiranih tvrdih metala. Na pripremljenim uzorcima primjenom metode preklapanja signala mjerena je brzina propagacije ultrazvučnog impulsa. S ciljem karakterizacije pripremljenih uzoraka nanostrukturiranih tvrdih metala, provedena je i frekvencijska analiza te su određeni karakteristični parametri u frekvencijskoj domeni.

Ključne riječi: karakterizacija materijala, ultrazvučna metoda, akustički parametri, nanostrukturirani tvrdi metali, frekvencijska analiza

SUMMARY

Using ultrasound method for material characterization allows to determine the change of acoustic parameters considering the propagation of ultrasound impulses and interaction on different microstructures. The ultrasound pulse propagation velocity is one of the most important features for material characterization. The ultrasound velocity is inherent to any material determined by the type and condition of the material. Starting from the fact that ultrasound wave velocity is different in samples of the same group but with different chemical composition, in this paper is shown the change of ultrasonic velocity depending on the content of cobalt on samples of nanostructured hard metals. The ultrasound pulse transmission rate was measured using a digital oscilloscope on the prepared samples with the pulse overlap method. With intent of characterization of prepared samples of nanostructured hard metals, frequency analysis was made, and certain characteristic parameters were chosen in frequency domain.

Key words: material characterization, ultrasound method, acoustic parameters, nanostructured hard metals, frequency analysis

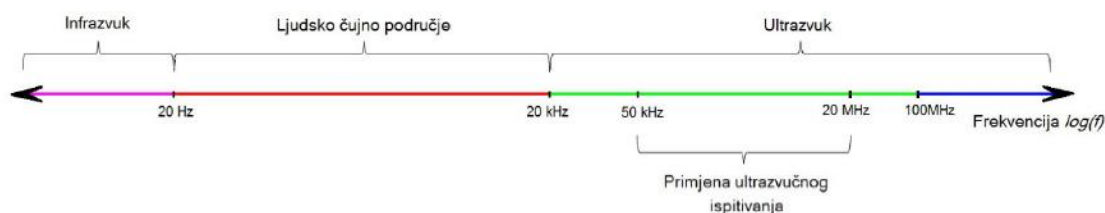
1. UVOD

Nerazorne metode ispitivanja su neinvazivne metode ispitivanja pri čijoj uporabi ne dolazi do oštećivanja materijala, čime se osigurava optimizacija troškova i kvalitete. Primjenjuju se s ciljem pronalaska nehomogenosti, karakterizacije materijala ili mjerenja određenih karakteristika materijala u svrhu karakterizacije materijala ispitnog objekta. U današnje vrijeme, mogućnosti primjene NDT metoda su sve šire te je svaka od metoda orijentirana prema otkrivanju određenih vrsta pogrešaka te utvrđivanju stanja materijala odnosno konstrukcije.

Uvjet da se neka metoda može uvrstiti u nerazorne, je taj da se primjenom metode na objekt ispitivanja ne utječe na funkcionalnost ispitivanog objekta, te da ga se primjenom iste metode ne oštećuje. Ultrazvučno ispitivanje materijala i komponenti je široko primjenjiva metoda nerazornih ispitivanja zbog svoje jednostavnosti, lakoće primjene, relativno niske cijene i minimalne pripreme objekta koji se mjeri. Primjenom nerazornim metodama nastoji se osigurati pouzdanost proizvoda, smanjiti proizvodne troškove pravovremenim detektiranjem neispravnih dijelova i omogućiti uvođenje novih materijala i tehnoloških procesa u cilju postizanja jeftinijeg i sigurnijeg proizvoda. Mjerenje dimenzija i položaja pogrešaka u vrlo kratkom vremenskom periodu na konstrukcijama, prije i za vrijeme eksploatacijskog rada, glavni je cilj kontrole kvalitete.

2. ISPITIVANJE ULTRAZVUKOM

Ispitivanje ultrazvukom jedna je od metoda ispitivanja bez razaranja koja ima široku primjenu zbog velike prilagodljivosti, osjetljivosti te pouzdanosti rezultata koji se mogu postići. Ispitivanje se zasniva na svojstvu širenja ultrazvučnog impulsa kroz homogene materijale i reflektiranja od nepravilnosti u materijalu. Ultrazvučni impuls nastaje na način da se u objekt ispitivanja unose različite elastično-mehaničke vibracije pri čemu čestice prenose energiju titranja kroz materijal. Ispitivanje ultrazvukom provodi se u području frekvencija od 0,5 do 20 MHz što je iznad gornje granice čujnosti za normalno ljudsko uho (Slika 1). Kod ispitivanja većih debljina i krupnozrnatih materijala koriste se niže frekvencije, dok se kod tanjih debljina i sitnozrnatih materijala koriste više frekvencije [1].



Slika 1. Raspon frekvencija [1]

Ispitivanje ultrazvukom je jednostavna, lako primjenjiva metoda te iziskuje minimalnu pripremu objekta ispitivanja. Zbog navedenih karakteristika može se svrstati u jednu od šire primjenjivih metoda nerazornih ispitivanja. Ispitivanje ultrazvukom omogućuje određivanje oblika i dimenzija koje se klasičnim metodama mjerenja ne mogu odrediti, no najčešće se koristi za otkrivanje odstupanja oblika i dimenzija od zadanih vrijednosti.

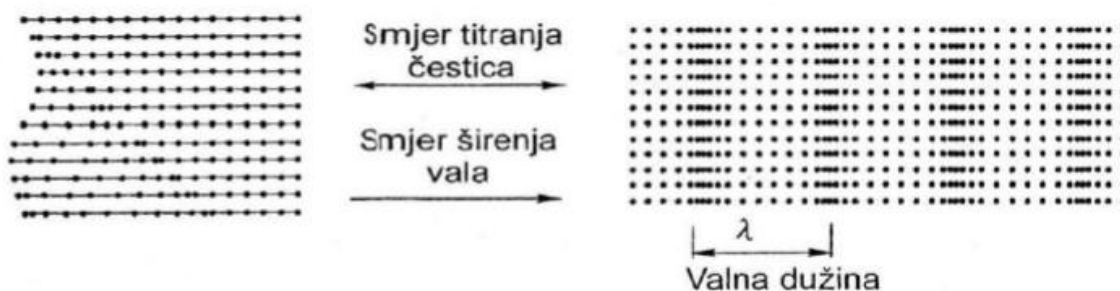
Brzina ultrazvučnog impulsa u nekom materijalu ovisi o njegovoj gustoći i elastičnosti tog materijala. U slučaju materijala bez nehomogenosti, ultrazvučni impuls propagira do zadnje strane površine objekta gdje se odbija i vraća u sondu, a na zaslonu uređaja s A prikazom se vidi samo odziv impulsa od zadnje strane objekta. Ako ultrazvučni impuls naiđe na nehomogenost u materijalu, s obzirom na veličinu i oblik nehomogenosti, ultrazvučni impuls će se odbiti od nehomogenosti dok će preostali dio ultrazvučne energije nastaviti propagaciju do zadnje strane površine objekta.

2.1. Vrste ultrazvučnih valova

Ultrazvučno ispitivanje komponenti i konstrukcija temelje se na propagaciji ultrazvučnog impulsa kroz materijal, prilikom čega ultrazvučni impuls podliježe svim zakonima rasprostiranja zvučnih valova. Ovisno o sredstvu kroz koje se prenosi energija i ostalim značajkama kao što su vrsta materijala, oblik, dimenzije i općenito stanje materijala (elastična svojstva), nastat će različite vrste ultrazvučnih valova [1]. Dvije osnovne vrste valova koji su najčešće korišteni u ultrazvučnom ispitivanju su:

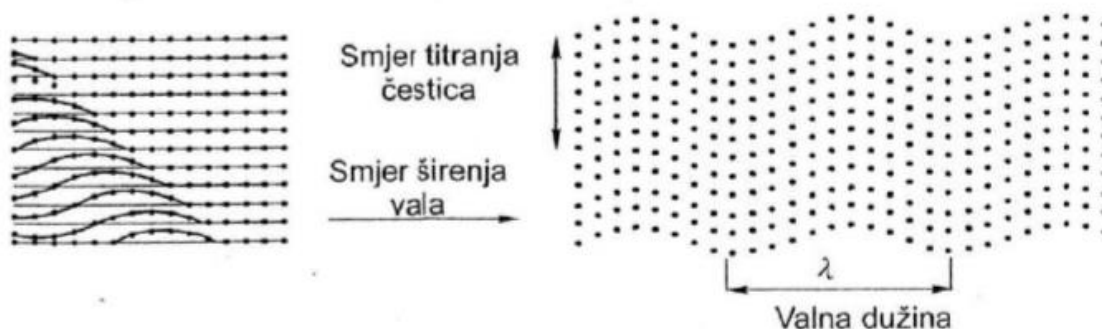
- longitudinalni ili uzdužni valovi,
- transverzalni ili poprečni valovi.

Kod longitudinalnog vala čestice titraju u smjeru širenja vala te se mogu prostirati u sva tri agregatna stanja.



Slika 2. Nastajanje longitudinalnog vala [1]

Kod transverznog vala čestice titraju u smjeru okomitom na smjer širenja vala, mogu se rasprostirati samo u krutim sredstvima te ne uzrokuju zgsnuća ni razrjeđivanja u materijalu.



Slika 3. Nastajanje transverznog vala [1]

Valovi frekvencije od 0,5 MHz do 10 MHz propagiraju kroz materijal od izvora ultrazvuka, odnosno ultrazvučne sonde. Nailaskom na granicu dvaju materijala različitih akustičkih svojstava (nepravilnosti) reflektiraju se nazad u sondu [2]. Ako na putu propagacije nema nehomogenosti, prodiru dublje te se reflektiraju od zadnje stijenke. Vremenska razlika između momenta povratka odjeka signala i momenta emitiranja ultrazvučnog impulsa izravno ovisi o putu koji ultrazvuk prijeđe što se može prikazati relacijom (1):

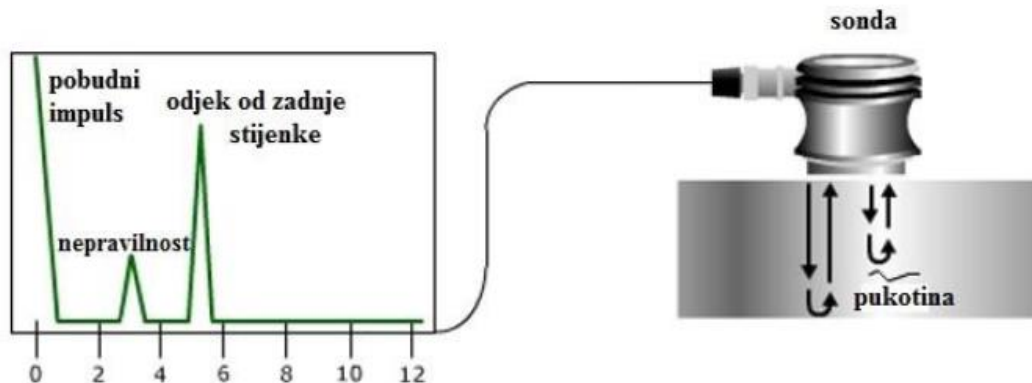
$$s = v \cdot t \quad (1)$$

gdje je:

- s - prijeđeni put signala na odlasku i povratku, [m]
- t – vrijeme, [s]
- v – nepromjenjiva brzina rasprostiranja ultrazvuka kroz promatrani objekt, [m/s].

2.1.1. Tehnika odjeka

Ultrazvučna tehnika odjeka temelji se spomenutom principu te se njome mogu odrediti nepravilnosti u materijalu.



Slika 4. Metoda impuls – odjek [3]

Nedostatak spomenute metode je tzv. “mrtva zona”. Na mjestu ulaska ultrazvuka u materijal, emitirani impulsi ne mogu biti tako male duljine da odmah otkriju greške u blizini ultrazvučne glave. Korištenjem „bloka za kašnjenje“ mrtva zona se može znatno smanjiti [3].

2.2. Oprema za ultrazvučno ispitivanje

Ovisno o namjeni, potrebnim parametrima za primjenu, tehničkim značajkama i mogućnostima uređaja, treba razlikovati opremu za ispitivanje. Za provođenje svakog ispitivanja nužno je odabrati ultrazvučni sustav, kojeg čine:

- ultrazvučni uređaj,
- ultrazvučne sonde,
- etaloni i referentni uzorci,
- kontaktno sredstvo,
- druga pomoćna sredstva.

2.3. Parametri ultrazvučnog ispitivanja

Parametri ispitivanja ultrazvukom uključuju veličine koje se odnose na ultrazvučnu energiju kojom se provodi ispitivanje, ali i niz drugih fizikalnih veličina koje definiraju opremu, tehniku rada i objekt ispitivanja. Većina akustičkih veličina koje treba uzeti u obzir i/ili odabrati pri provođenju ispitivanja, a potom i pratiti, ovisna je o akustičkim svojstvima ispitnog objekta [1].

Osnovni parametri koji utječu na ispitivanje su:

- frekvencija ultrazvuka,
- brzina propagacije impulsa,
- impedancija sredstava,
- zvučni tlak,
- intenzitet ultrazvuka.

Valna duljina, frekvencija i brzina propagacije ultrazvučnog impulsa parametri su koji su određeni vrstom vala i njegovom propagacijom kroz materijale, te su povezani jednadžbom:

$$v = \lambda \cdot f \quad (2)$$

gdje je:

- λ – valna duljina, [m]
- v – brzina širenja vala, [m/s]
- f – frekvencija vala, [Hz].

2.3.1. *Određivanje brzine propagacije impulsa*

Jedan od važnijih parametara je brzina propagacije impulsa u materijalu. Brzina propagiranja impulsa (v) konstantna je i svojstvena svakoj vrsti materijala. U tablici 1 prikazana je brzina propagacije impulsa za određeni materijal.

Tablica 1. Brzina propagacije ultrazvučnog impulsa kroz materijal [3]

Materijal	Brzina (m/s)
Aluminij	6300
Čelik	5900
Guma	1800
Kvarc	5800
Led	4000
Najlon	2600
Srebro	3600
Staklo	5300
Ulje	1700
Voda	1480
Zlato	3200
Zrak	330
Željezo	5900

Spomenuti parametar potrebno je odrediti ili poznavati prije samog početka svakog ispitivanja kako bi se osigurala kvaliteta prikupljenih podataka i sljedivost istih. Brzina propagacije impulsa ovisi o samom ispitivanom materijalu kao i o unutarnjim i vanjskim naprezanjima. Elastična svojstva poput Youngovog modula elastičnosti E , modula smičnosti G i Poissonovog koeficijenta ν , mogu se procijeniti i izračunati mjerenjem brzine ultrazvučnih impulsa koristeći longitudinalne i/ili transverzalne valove. Osim elastičnih svojstava, brzina

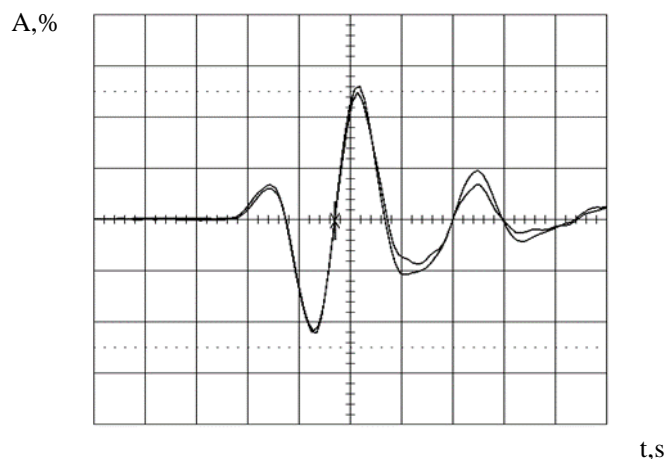
će ovisiti i o gustoći materijala mjerene komponente kao i o unutarnjim naprezanjima te se značajno mijenja i s promjenom temperature materijala. Za određivanje brzine propagacije impulsa u materijalima, dostupno je više različitih metoda od kojih većina zahtjeva specijaliziranu ili pomoćnu opremu. Neke od korištenih metoda određivanja ultrazvučne brzine su [1]:

- ultrazvučni interferometar,
- metoda odjeka dvostrukom ultrazvučnom sondom, „pulse echotwin-probe method“,
- metoda „peak to peak“,
- metoda preklapanja signala, „pulse overlap“,
- i druge.

2.4. Metoda preklapanja signala

Za potrebe ovog rada određivanje brzine proleta ultrazvučnog impulsa provedeno je metodom preklapanja signala. Metoda preklapanja signala je svestrana metoda za mjerenje brzine propagacije impulsa u materijalima. Ovom metodom dobivaju se manja rasipanja rezultata oko srednje vrijednosti u odnosu na metodu „peak“ to „peak“. Kao što i većinu metoda, tako i metoda preklapanja signala spada u subjektivnu metodu jer mjeritelj na vlastitu procjenu odlučuje jesu li dva odjeka zadovoljavajuće preklopljena [1].

Prije samog mjerenja potrebno je osciloskopom odrediti brzinu ultrazvuka karakterističnu za određeni materijal na uzorku poznate debljine. Kako bi se odredila brzina impulsa metodom preklapanja signala, mjeri se vrijeme proleta preklapanjem valnog impulsa. Na osciloskopu je potrebno snimiti odjeke ultrazvučnih impulsa u vremenskoj domeni (Slika 5.).



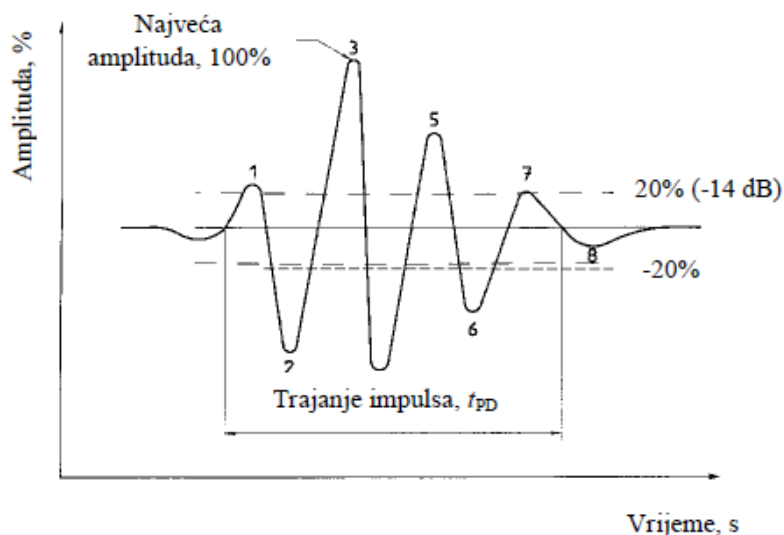
Slika 5. Postupak rada metodom preklapanja dvaju impulsa

Na osciloskopu se snimi jedan odjek ultrazvučnog impulsa i preko njega sljedeći odjek koji se tada pokušaju što je bolje moguće vizualno preklopiti. Nakon što se preklope, mjeri se razlika vremena proleta tih dvaju signala.

3. ANALIZA FREKVENCIJSKIH KARAKTERISTIKA

Frekvencijska analiza određuje se na temelju snimljenog impulsa odjeka od reflektora u vremenskoj domeni. Reflektor za ravne sonde kod kontaktne tehnike je zadnja stijenka odjeka. Svaki ultrazvučni impuls dobiven pomoću osciloskopa u vremenskoj domeni prikazuje promjenu amplitude impulsa u zavisnosti o vremenu.

Trajanje impulsa odjeka omogućuje mjerenje karakteristike mehaničkog prigušenja pretvornika sonde. Početak i kraj valnog oblika impulsa definiran je u poluperiodima koje imaju amplitudu veću ili jednaku od 20% od najvišeg vrha impulsa. Vrijeme od početka prvog vrha poluperioda do kraja zadnjeg vrha definirano je kao trajanje impulsa t_{PD} [4].



Slika 6. Valni oblik ultrazvučnog impulsa u vremenskoj domeni [4]

Za definiranje frekvencijskog sadržaja ultrazvučnog impulsa najčešće se koristi numerička metoda, brza Fourierova transformacija (FFT), kojom je moguće valni oblik iz vremenske domene transformirati u frekvencijsku domenu.

Određivanjem frekvencijskog spektra ultrazvučnog impulsa moguće je odrediti parametre ultrazvučne sonde:

- *Vršna frekvencija* (f_p) - frekvencija najviše amplitude u frekvencijskoj domeni

- *Središnja frekvencija (f_c)* - frekvencije pri kojima je amplituda u frekvencijskoj domeni 50% niža (-6 dB) od najviše amplitude, a koje definiraju centralnu frekvenciju pomoću izraza:

$$f_c = \frac{f_u + f_l}{2} \quad (3)$$

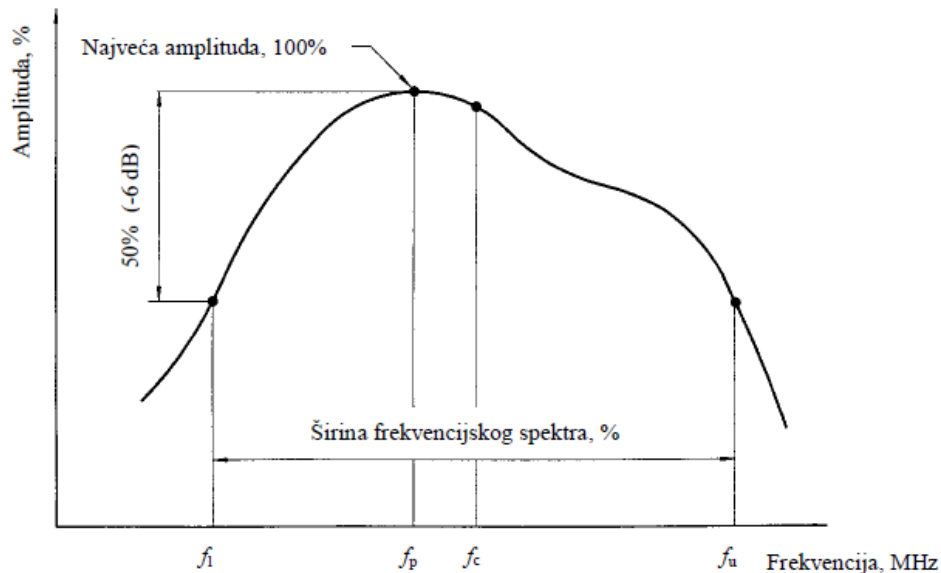
- *Širina frekvencijskog spektra (B_W)*: raspon frekvencija u kojemu su amplitude veće od 50% najveće amplitude, a računa se prema izrazu:

$$B_W = \frac{f_u - f_l}{f_c} \times 100. \quad (4)$$

- Apsolutna vrijednost širine frekvencijskog spektra može se dati izrazom:

$$\Delta f = f_u - f_l. \quad (5)$$

Gornja i donja frekvencija f_u i f_l definirane su kao frekvencije pri kojima je amplituda u frekvencijskoj domeni 50% niža od amplitude vršne frekvencije (Slika 7) [3].



Slika 7. Frekvencijski spektar ultrazvučnog impulsa [4]

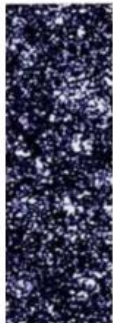


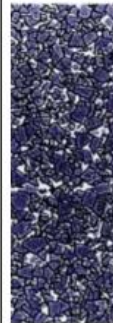



4. POLAZNI MATERIJAL

Tvrđi metali su metalni kompoziti koji predstavljaju najrašireniji i najpoznatiji materijal dobiven metalurgijom praha. Mikrostruktura tvrdih metala sastoji se od većeg udjela karbida volframa i manjeg udjela karbida tantala i titana međusobno povezanih kobaltom koji predstavlja vezivo. Kobalt kao vezivo osigurava žilavost, a karbidi predstavljaju nositelje tvrdoće i otpornosti na trošenje [5]. Mehanička svojstva tvrdog metala ovise o vrsti i udjelu različitih karbida te sadržaju kobalta. Porastom udjela kobalta, mekanije i žilavije faze, smanjuje se gustoća, modul elastičnosti, tvrdoća i tlačna čvrstoća, ali raste žilavost i savojna čvrstoća, (Tablica 2). Na svojstva tvrdog metala uvelike utječe i veličina zrna karbidne faze koja se klasificira sukladno tablici 3 [6].

Tablica 2. Svojstva tvrdih metala sustava WC-Co [6]

Sadržaj kobalta %	Gustoća g/cm ³	Tvrdoća HV	Savojna čvrstoća MPa	Tlačna čvrstoća MPa	Modul elastičnosti GPa
2,5	15,3	1780	1100	-	660
6,0	14,9	1550	1600	5300	620
9,0	14,6	1450	1850	4900	580
12,0	14,3	1300	2000	4400	570
15,0	13,9	1250	2200	4000	530
20,0	13,6	950	2400	3700	490
25,0	13,2	850	2500	3400	460

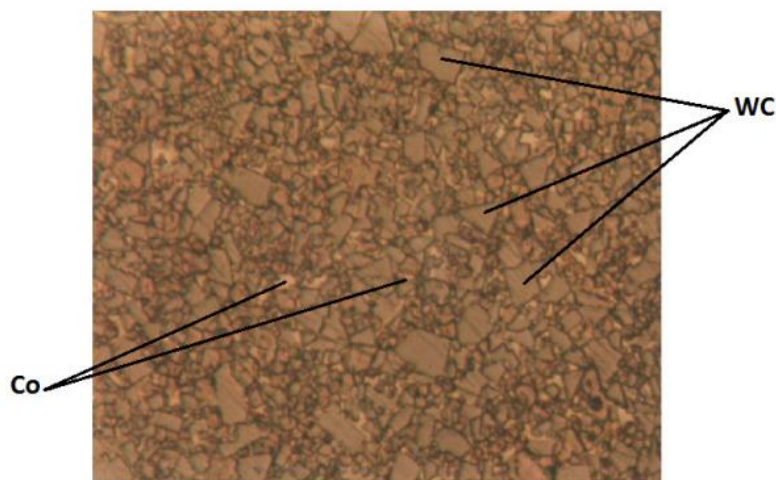
Tablica 3. Klasifikacija veličine zrna tvrdog metala [6]

Vrsta i veličina zrna karbidne faze, μm						
Nano < 0,2	Ultra fina 0,2 - 0,5	Submikron 0,5 - 0,8	Fina 0,8 - 1,3	Srednja 1,3 - 2,5	Gruba 2,5 - 6,0	Ekstra gruba > 6
						

Svojstva tvrdih metala su; visoka tvrdoća, visoka otpornost na trošenje, visoka tlačna čvrstoća, visoki modul elastičnosti, visoko talište, visoka čvrstoća pri povišenim temperaturama, dobra otpornost na toplinske šokove, dobra otpornost na koroziju, visoka toplinska i električna vodljivost.

4.1. Nanostrukturirani tvrdi metal

U posljednjih 20 godina primjenjuju se prahovi sve manje veličine zrna; ultrafini (0,2 - 0,5 μm) i nano prahovi ($< 0,2 \mu\text{m}$) što je dovelo do razvoja nanostrukturiranih tvrdih metala. Uporabom prahova s veličinom zrna u nano području postiže se homogena mikrostruktura povišene čvrstoće, otpornosti na trošenje i tvrdoće. Takva mikrostruktura omogućuje duži vijek trajanja reznog alata, njegovu primjenu pri većim brzinama rezanja i manje tolerancije [7]. Čestice reda veličine nanometra imaju veoma veliku površinsku energiju, pa teže gomilanju i adsorpciji stranih čestica, odnosno na svoju graničnu površinu vežu molekule plina i otopljene tvari iz otopina. Takvi učinci javljaju se kod prahova i kod kompaktiranja nanostrukturnih materijala [8]. Na slici 8 prikazana je mikrostruktura tvrdog metala WC – Co.



Slika 8. Mikrostruktura nanostrukturiranog tvrdog metala WC – Co [9]

U ovom ispitivanju korišten je WC DN 4-0 volfram karbid nano-prah. Prah ima prosječnu veličinu zrna $d_{\text{BET}} = 95 \text{ nm}$ i specifičnu površinu od $3,92 \text{ m}^2/\text{g}$, a proizvodi ga H.C.StarckTungsten (Goslar, Njemačka). U ispitivanju je isto tako korišten kobalt s veličinom čestica $d_{\text{FSSS}} = 770 \text{ nm}$. Za ispitivanje je odabrano četiri različitih uzoraka s različitim sadržajem Co; 5 i 15 %, oznaka WC-5Co-1, WC-5Co-2, WC-15Co-1 i WC-15Co-2. Miješanje je provedeno u vodoravnom kugličnom mlinu. Oblikovanje uzoraka provedeno je

na sobnoj temperaturi jednostrukim prešanjem na hidrauličkoj preši s tlakom zbijanja (stiskanja) od 300 MPa. Uzorci su sinterirani sinter-HIP procesom u jednom ciklusu. Karakteristike uzoraka prikazane su u tablici 4 [9].

Tablica 4. Karakteristike pripremljenih uzoraka [9]

Uzorak	Co, wt. %	GGI, wt. %	C, wt. %	Gustoća, %	Porozitet		
					A	B	C
WC-5Co-1	5	0.41% VC, 0.80% Cr ₃ C ₂	0.150	100	A00	B00	C00
WC-5Co-2		0.39 % VC, 0.76 % Cr ₃ C ₂	0.180	100	A00	B00	C00
WC-15Co-1	15	0.41% VC, 0.80% Cr ₃ C ₂	0.100	100	A00	B00	C00
WC-15Co-2		0.35 % VC, 0.68 % Cr ₃ C ₂	0.120	100	A00	B00	C00

Za utvrđivanje utjecaja karakteristika mikrostrukture na akustičke parametre, polaznim mješavinama dodani su različiti sadržaji ugljika, čija je posljedica razlika u karakteristikama mikrostrukture i vrijednostima magnetske zasićenosti. Na uzorcima WC-5Co-1 i WC-15Co-1 s nižim sadržajem C primijećena je η -faza na poliranoj površini [6]. Uzorke karakterizira 100% gustoća i najniži stupanj poroziteta. Na ispitivanim uzorcima nije uočena pojava poroziteta ili nevezanog ugljika te se navedeno označava kao stupanj poroziteta A00, B00, C00 [10].

Uzorak WC-15Co-1 ima najmanji udio ugljika (0,100%), dok uzorak WC-5Co-2 najveći (0,180%).

5. OSVRT NA ISTRAŽIVAČKI RAD

5.1. Karakterizacija materijala različitih mikrostrukturnih faza čelika

Mikrostrukturne faze čelika imaju različite elastične konstante. Kako brzina propagacije ultrazvučnih impulsa ovisi o elastičnim svojstvima materijala i izračunava se na temelju njihovih vrijednosti, tako se dolazi do pretpostavke da će brzina impulsa kroz različite faze materijala biti različita.

Na temelju te pretpostavke, provedeno je istraživanje u članku [11]. Primarni cilj rada bio je usmjeren prema utvrđivanju odnosa brzine vala u određenoj fazi čelika, eliminirajući utjecaj veličine zrna i neujednačenosti mikrostrukture. Posebna pozornost bila je posvećena mikrostrukturnim fazama martenzita, bainita, finog perlita te krupnog perlit-ferlita. U tu svrhu, pažljivom toplinskom obradom dobiveni su uzorci koji imaju sličnu prosječnu veličinu zrna i poznatu mikrostrukturu bez nepravilnosti.

Zbog velikog izobličenja tetragonalne rešetke i povećane elastične anizotropije prethodnog volumena zrna, u martenzitu je izmjerena najniža propagacija impulsa. Budući da je izobličenje i dezorijentacija rešetke u drugim fazama manja od onih u martenzitu, njihove su brzine impulsa veće. Kod perlitno-feritnih struktura na brzinu impulsa utječu razmaci lamela, te veličina i količina ferita. Međutim, budući da je razlika brzine impulsa između najmanjih i najtežih faza, tj. između krupnog perlita i martenzita, samo nekoliko posto, a postupak zahtjeva vrlo osjetljiva i pažljiva mjerenja, industrijska primjena ove tehnike i dalje zahtjeva daljnje poboljšanje.

6. METODE ISPITIVANJA I REZULTATI

Polazeći od činjenice da je brzina propagacije impulsa različita kod uzoraka iste skupine, no različitog kemijskog sastava, u ispitivanju se nastojao odrediti odnos brzine prolaza impulsa i širine frekvencijskog spektra u odnosu na različiti udio ugljika i kobalta u pripremljenim uzorcima.

6.1. Mjerenje vremena proleta ultrazvučnog impulsa

Ultrazvučno mjerenje debljine tehnikom odjeka zasniva se na principu mjerenja vremena proleta t_{TOF} . Vrijeme proleta je vrijeme, koje je potrebno da ultrazvučni impuls prođe kroz debljinu komponente n broj puta, pod pretpostavkom da je brzina ultrazvuka u materijalu konstantna [12]. Brzina ultrazvuka u materijalu uzorka uz poznatu debljinu d određuje se pomoću izraza:

$$d = \frac{v \cdot t_{\text{TOF}}}{n} \quad (6)$$

gdje je:

- d – debljina mjerene komponente izmjerena ultrazvukom, [mm]
- v – brzina ultrazvuka u materijalu mjerene komponente, [m/s]
- t_{TOF} – vrijeme proleta ultrazvučnog impulsa od sonde do zadnje stjenke, [s]
- n – put koji prevali zvučni signal.

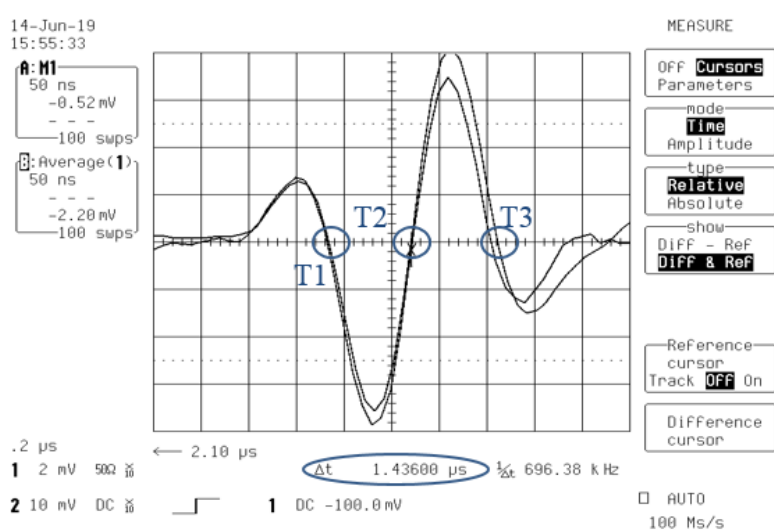
Mjerenja za procjenu razine utjecajnosti faktora provedena su mjerenjem odziva (lokalne debljine) na materijalu radnog etalonabr.1. čija je mikrostruktura i debljina određena normom EN 12223 [13]. Radi smanjivanja odstupanja referentne vrijednosti debljine etalona od nazivne, dimenzija odabranog mjernog mjesta, određena je na mjernoj granitnoj ploči digitalnim visinomjerom „Mitotoyo“ rezolucije 0,1 μm .

Iznosi debljina uzoraka prikazani su u tablici 5.

Tablica 5. Debljina ispitanih uzoraka

UZORAK	DEBLJINA, mm
WC-5Co-1	5,2
WC-15Co-1	5,72
WC-5Co-2	5,3
WC-15Co-2	5,3

Mjerenja su provedena u tri karakteristične točke na dva preklapljena signala (Slika 9) na pripremljenim uzorcima s 5% i 15% Co.



Slika 9. Postupak rada metodom preklapanja ultrazvučnih signala na uzorku WC-5Co-1: prikaz dvaju preklapljenih signala i njihove razlike u vremenu proleta

Mjerenje vremena proleta impulsa izvršeno je na digitalnom osciloskopu LeCroy 9310AM.

6.1.1. Rezultati mjerenja vremena proleta ultrazvučnog impulsa

Uz rezultate mjerenja, u tablicama 6 i 7, iskazana je i njihova aritmetička sredina \bar{x} .

Tablica 6. Rezultati mjerenja vremena proleta impulsa (t_{TOF}) na uzorcima s 5% Co:

TOČKE PREKLAPANJA	WC-5Co-1	WC-5Co-2
	t_{TOF} , μ s	t_{TOF} , μ s
T1	1,436	1,530
T2	1,438	1,529
T3	1,436	1,530
\bar{x}	1,436	1,530

Tablica 7. Rezultati mjerenja vremena proleta impulsa (t_{TOF}) na uzorcima s 15% Co:

	WC-15Co-1	WC-15Co-2
TOČKE PREKLAPANJA	t_{TOF} , μ S	t_{TOF} , μ S
T1	1,708	1,589
T2	1,709	1,588
T3	1,709	1,590
\bar{x}	1,709	1,589

6.2. Mjerenje brzine propagacije ultrazvučnog impulsa

Primjenom metode preklapanja signala mjerena je brzina propagacije ultrazvučnog impulsa pomoću digitalnog osciloskopa na uzorcima poznate debljine. Kod ove metode vrijeme proleta mjeri se preklapanjem ultrazvučnih impulsa. Dva signala na zaslonu osciloskopa namještaju se kako bi se što bolje vizualno preklopila.

U svrhu određivanja ultrazvučne brzine, korištena je sonda oznake G5KB čije su tehničke specifikacije dane u tablici 8.

Tablica 8. Tehničke specifikacije sonde

Oznaka	Nazivna frekvencija (f)	Širina frekvencijskog spektra (B_w)	Promjer sonde (D)
G5KB	5 MHz	100 %	10 mm

**Slika 10. Sonda G5KB**

Norma HRN EN ISO 2400 opisuje kako se mjeri brzina ultrazvuka u etalonima za podešavanje ultrazvučnog sustava. Istaknuto je da se brzina za longitudinalne valove treba

mjeriti pomoću sonde s frekvencijom od najmanje 5 MHz, širokopojasnim impulsom i promjerom kristala između 10 mm i 15 mm [14].

Mjerenje je provedeno na preklopljenim signalima u tri točke (T1, T2, T3).

6.2.1. Rezultati mjerenja brzine propagacije ultrazvučnog impulsa

Uz rezultate mjerenja, u tablicama 9 i 10, iskazana je i njihova aritmetička sredina \bar{x} i standardno odstupanje s .

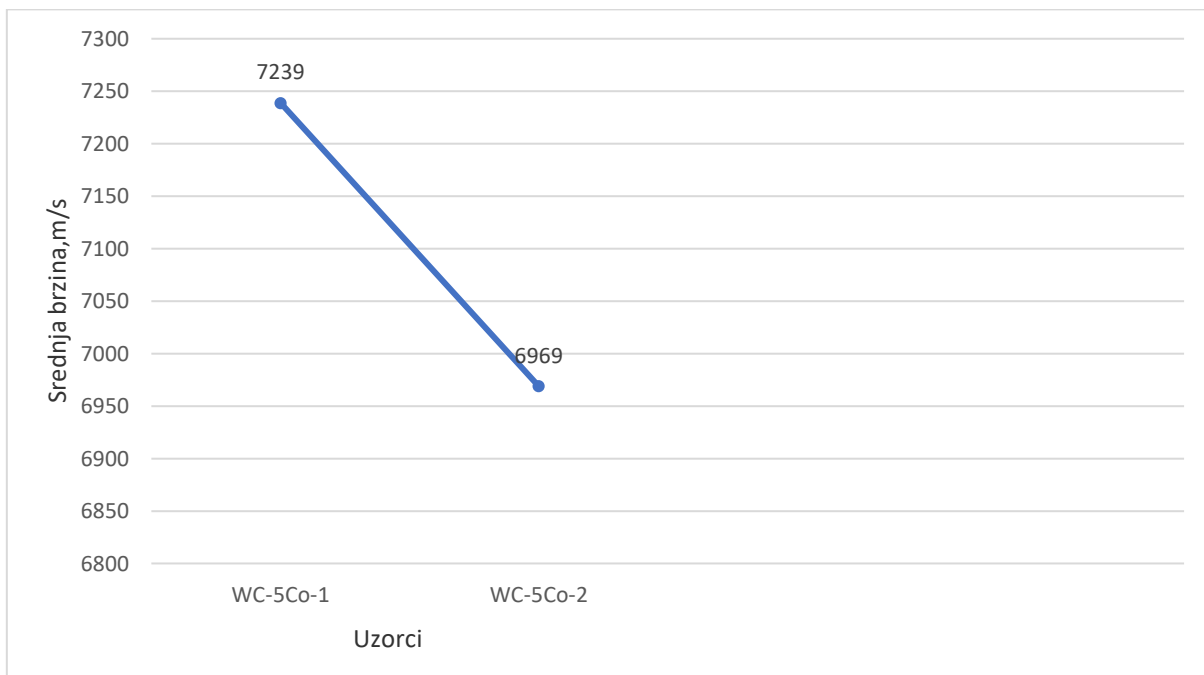
Tablica 9. Rezultati mjerenja brzina propagacije ultrazvučnog impulsa na uzorcima s 5% Co

	WC-5Co-1	WC-5Co-2
TOČKE PREKLAPANJA	v , m/s	v , m/s
T1	7242	6967
T2	7232	6972
T3	7242	6967
\bar{x}	7239	6969
s	5,82	2,77

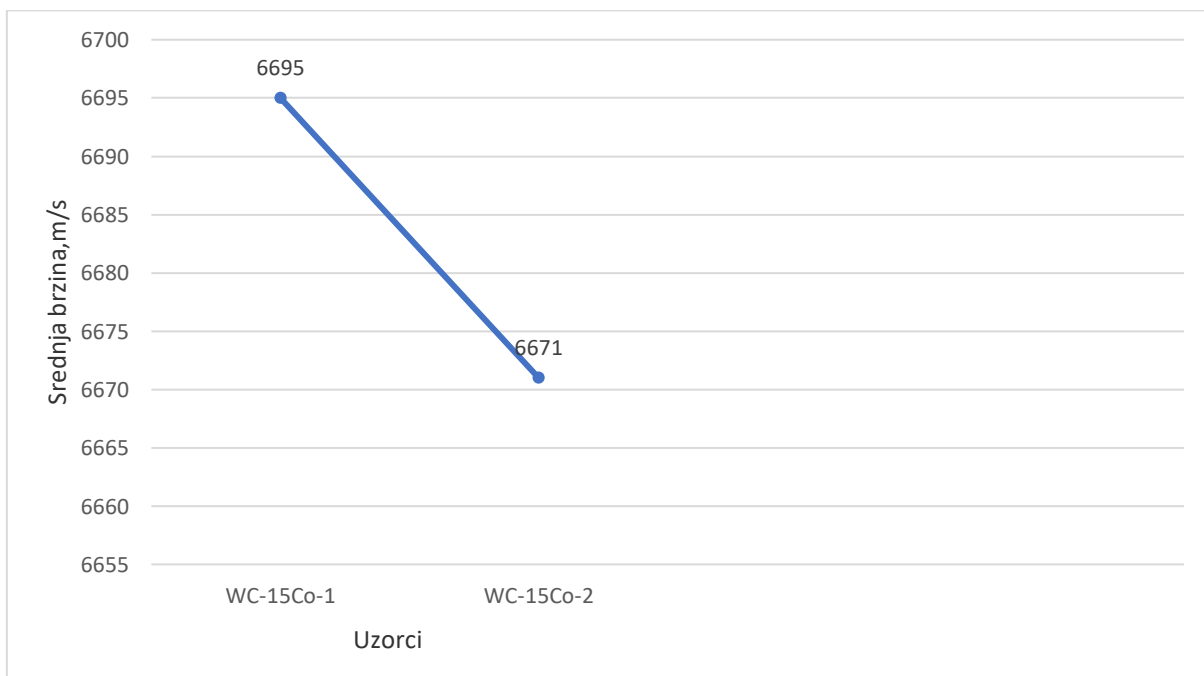
Tablica 10. Rezultati mjerenja brzina propagacije ultrazvučnog impulsa na uzorcima s 15% Co

	WC-15Co-1	WC-15Co-2
TOČKE PREKLAPANJA	v , m/s	v , m/s
T1	6698	6671
T2	6694	6675
T3	6694	6667
\bar{x}	6695	6671
s	2,26	4,20

Grafički prikaz srednjih brzina prikazan je na slikama 11 i 12.



Slika 11. Prikaz srednje brzine uzoraka s 5% Co



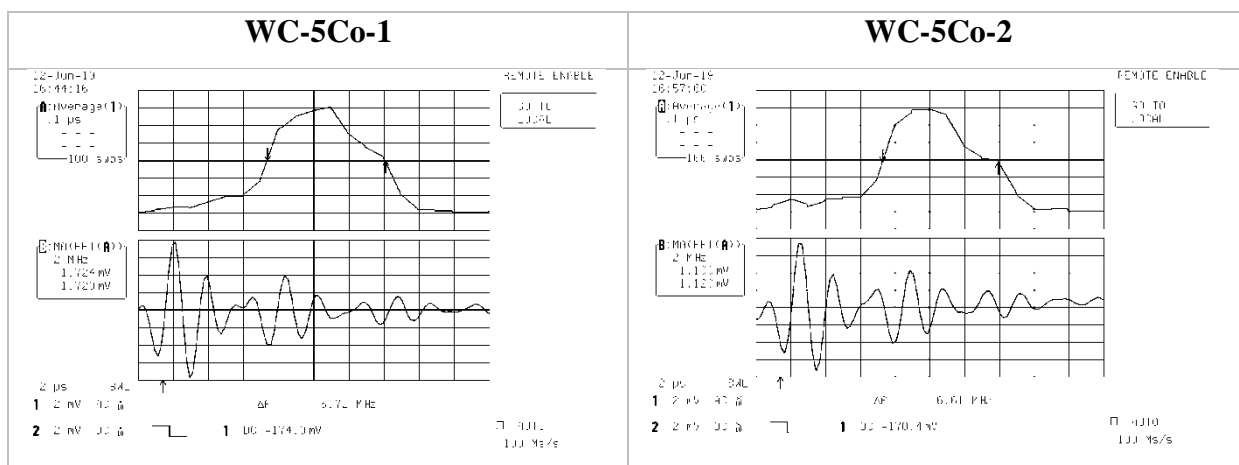
Slika 12. Prikaz srednje brzine uzoraka s 15% Co

6.3. Frekvencijska analiza

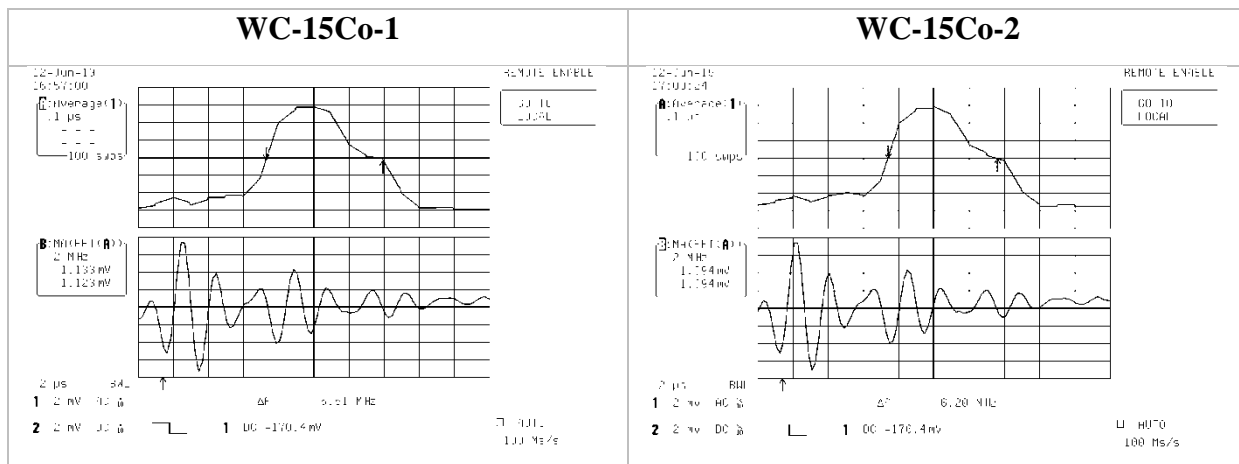
Za provođenje ultrazvučnih ispitivanja korištena je sonda oznake MB10F nazivne frekvencije 10 MHz. Prilikom ispitivanja određivala se gornja i donja frekvencija, vrijednost širine frekvencijskog spektra (B_w) te brzina prolaza impulsa (v).

6.3.1. Rezultati frekvencijske analize

Rezultati (valni oblici) prikazani u vremenskoj domeni mogu se transformirati u frekvencijsku domenu primjenom brze Fourierove transformacije – FFT (Slika 13).



Slika 13. Prikaz vremenske i frekvencijske domene uzoraka s 5% Co



Slika 14. Prikaz vremenske i frekvencijske domene uzoraka s 15% Co

Rezultati ispitivanja prikazani su u tablici 11.

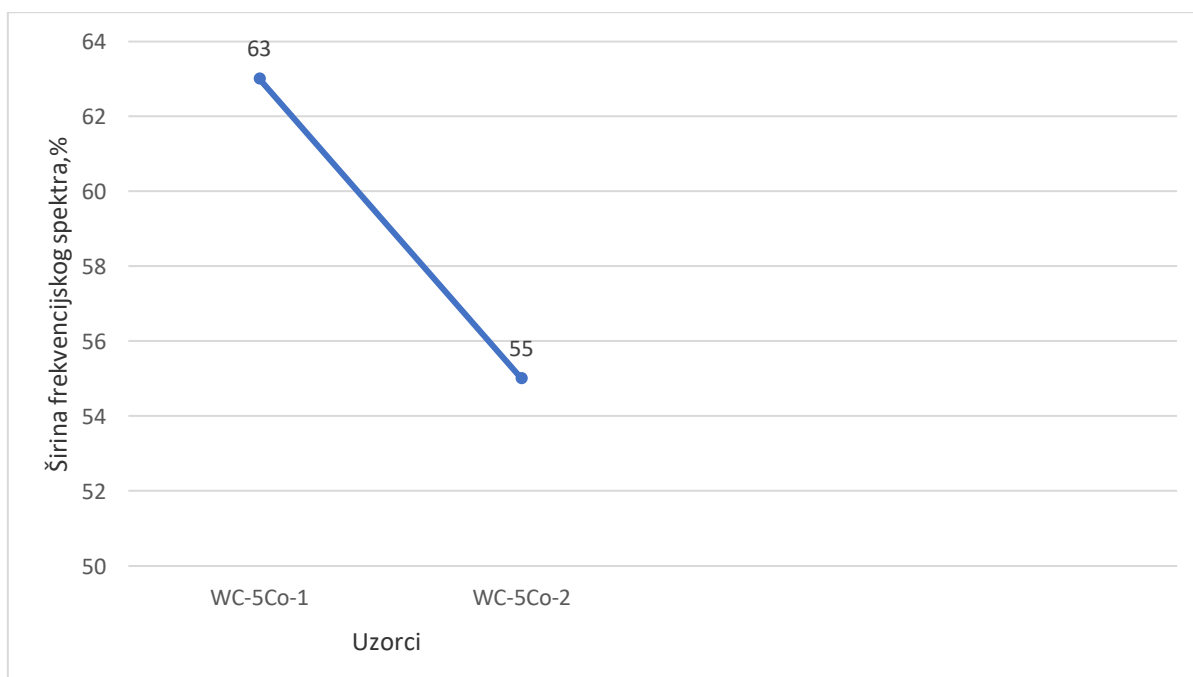
Tablica 11. Rezultati frekvencijske analize uzoraka s 5 i 15% Co

	f_u , MHz	f_l , MHz	B_w , %	v , m/s
WC-5Co-1	14,12	7,28	63	7242
WC-5Co-2	13,06	7,4	55	6969
WC-15Co-1	11,6	7,45	69	6695
WC-15Co-2	13,55	7,53	59	6671

Za uzorak s 5% Co, točnije uzorak WC-5Co-1, uočena je najveća brzina prolaza impulsa iznosa 7242 m/s. Uzorak s 15% Co, točnije WC-15Co-1, ističe se po najvećoj širini frekvencijskog spektra iznosa $B_w=69\%$, dok uzorak WC-15Co-2 ima najmanju brzinu prolaza impulsa iznosa 6671 m/s. Radi bolje usporedbe, u tablicama 10 i 11, posebno su navedene vrijednosti za uzorke s 5% Co i 15% Co te je grafički prikazana ovisnost širine frekvencijskog spektra i uzoraka.

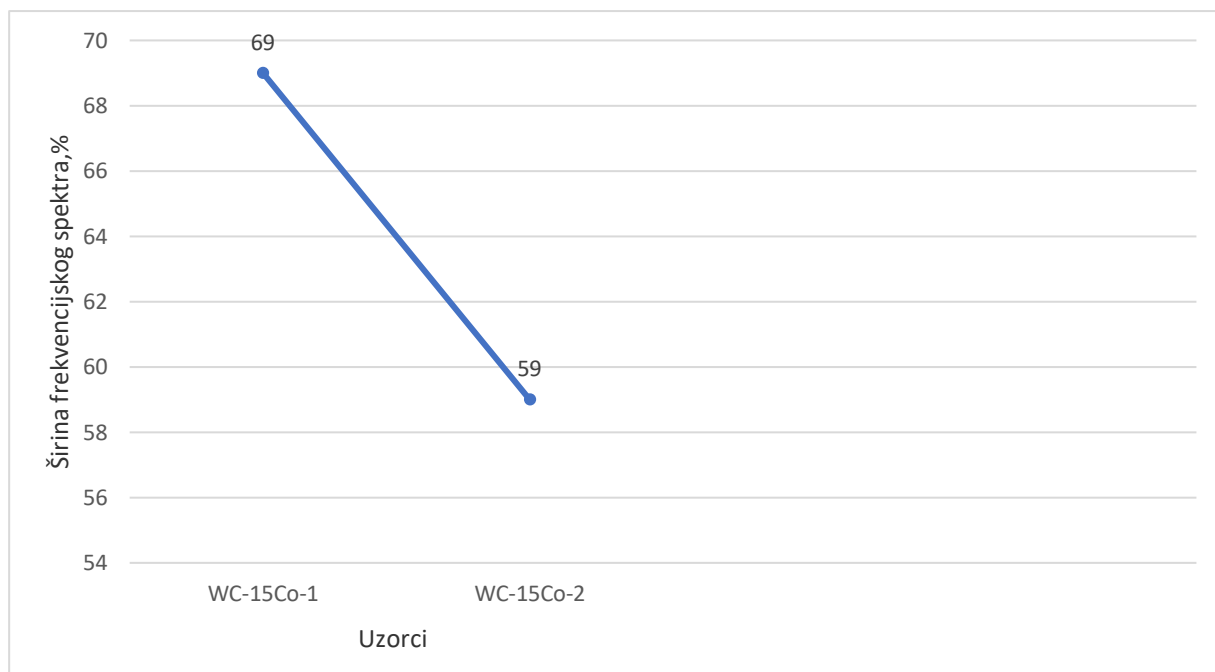
Tablica 12. Rezultati ispitivanja kod uzoraka s 5% Co

	B_w , %	Δf , MHz	v , m/s
WC-5Co-1	63	6,84	7242
WC-5Co-2	55	5,66	6969

**Slika 15. Prikaz širine frekvencijskog spektra uzoraka s 5% Co**

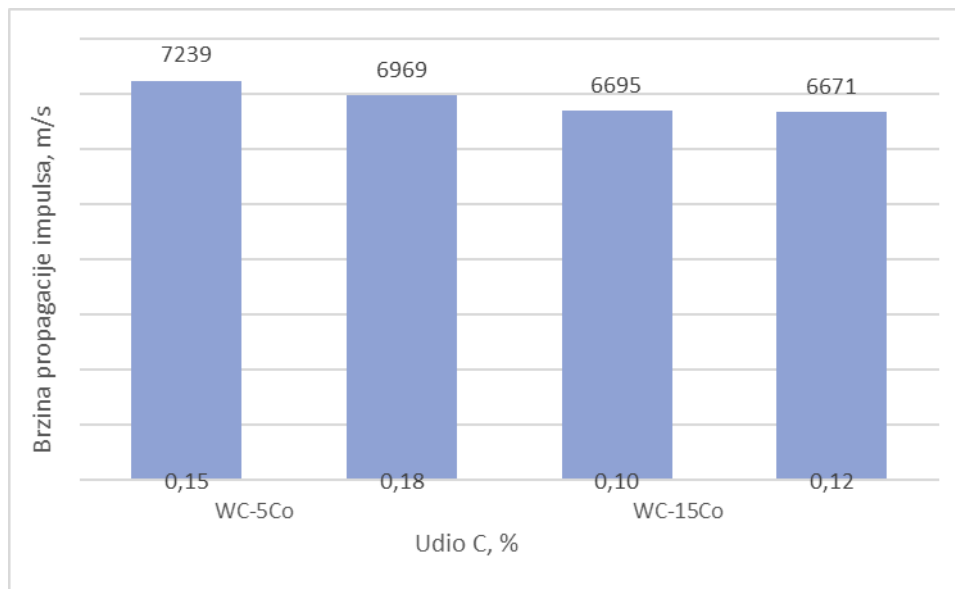
Tablica 13. Rezultati ispitivanja kod uzoraka s 15% Co

	$B_w, \%$	$\Delta f, \text{MHz}$	$v, \text{m/s}$
WC-15Co-1	69	4,15	6695
WC-15Co-2	59	6,02	6671

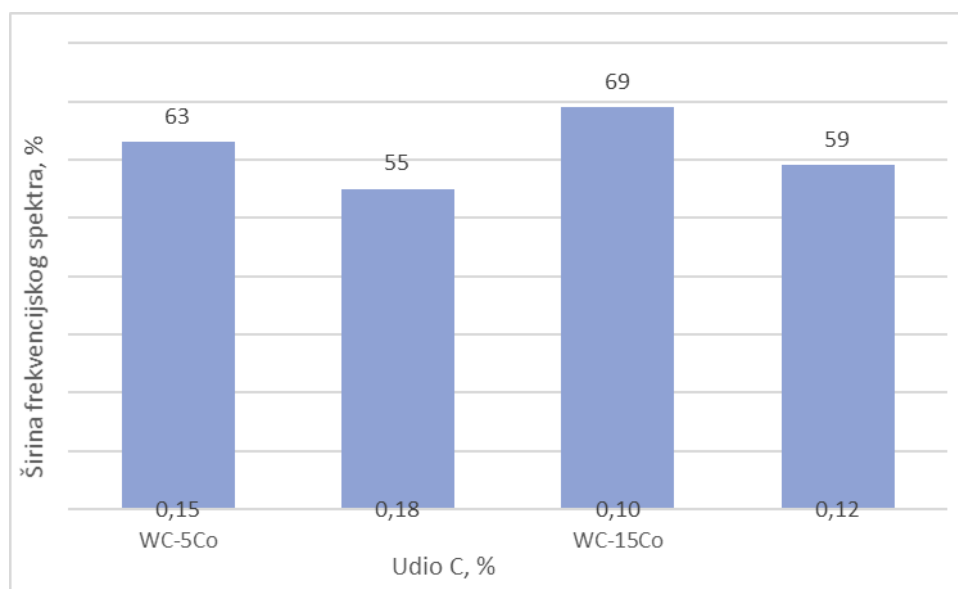
**Slika 16. Prikaz širine frekvencijskog spektra uzoraka s 15% Co**

6.4. Utjecaj kemijskog sastava

Ovisno o kemijskom sastavu uzoraka, tj. sadržaju ugljika i kobalta, zapažanja ispitivanja su objedinjena i prikazana slikama 17 i 18.



Slika17. Prikaz brzine propagacije impulsa u ovisnosti o sadržaju ugljika



Slika 18. Prikaz širine frekvencijskog spektra u ovisnosti o sadržaju ugljika

Nakon provedenog ispitivanja vidljivo je da uzorci s različitim kemijskim sastavom imaju različite vrijednosti navedenih veličina. Uzorak WC-5Co-1 ima najveću brzinu propagacije ultrazvučnog impulsa, s iznosom srednje vrijednosti od 7239 m/s, dok uzorak WC-15Co-2

ima najmanju, 6671 m/s. Temeljem izmjerenih vrijednosti, uočeno je da uzorak WC-15Co-1 ima i najveću brzinu proleta impulsa.

Nakon frekvencijske analize, temeljem priloženih grafova i rezultata mjerenja, može se uočiti da uzorak WC-15Co-1 ima najveću širinu frekvencijskog spektra, $B_w=69\%$.

S obzirom na sadržaj ugljika, uočeno je da uzorci s manjim udjelom ugljika imaju veću brzinu propagacije impulsa i veću širinu frekvencijskog spektra.

7. ZAKLJUČAK

U radu je prikazana promjena ultrazvučne brzine u ovisnosti o udjelu ugljika i kobalta na uzorcima nanostrukturiranih tvrdih metala. Uz odabrani sustav ultrazvučnog ispitivanja i odgovarajuće parametre ispitivanja, među kojima je najvažnija brzina propagacije impulsa, na pripremljenim uzorcima provedena su ispitivanja. Primjenom metode preklapanja signala mjerena je brzina propagacije ultrazvučnog impulsa pomoću digitalnog osciloskopa, a tehnikom odjeka određena je brzina proleta impulsa. S ciljem karakterizacije pripremljenih uzoraka nanostrukturiranih tvrdih metala, uzorci su podvrgnuti i frekvencijskoj analizi.

Uspoređujući zasebno uzorke s 5 i 15% Co, kod uzoraka s manjim udjelom kobalta, 5%, uočena je najveća brzina propagacije i najveća brzina proleta impulsa, dok je kod uzoraka s većim postotkom kobalta, 15%, suprotna situacija. Također, kod uzoraka s manjim udjelom kobalta, uočena je manja širina frekvencijskog spektra. Kod uzoraka s većim udjelom kobalta uočena je najveća širina frekvencijskog spektra.

Općenito gledano, uzorci s manjim sadržajem ugljika, imaju veću brzinu propagacije impulsa i veću širinu frekvencijskog spektra. Jedan od razloga je možebitna postojanost mikrostrukturne nepravilnosti (η -faza) koje u određenoj mjeri uzrokuju veće vrijednosti navedenih svojstva.

Shodno tome, može se zaključiti da kemijski sastav ima utjecaj na brzinu propagacije impulsa te na iznos širine frekvencijskog spektra. No, kako postoji prilično veliki broj utjecajnih faktora u materijalu, brzina propagacije impulsa nije jedini parametar kojim se može karakterizirati materijal.

U svrhu donošenja točnijih zaključaka o karakterizaciji materijala iste skupine, ali različitog kemijskog sastava, potrebno je provesti detaljnije istraživanje. Važno je istaknuti da su mjerenja provedena na svakom uzorku u tri točke preklapanjem signala te je potrebno osigurati ponovljivost prikazanih rezultata kako bi se potvrdili dani zaključci.

LITERATURA

- [1] Krstelj V.: Ultrazvučna kontrola: odabrana poglavlja, Sveučilište u Zagrebu, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2003.
- [2] Ultrasonic Velocity Measurements of Engineering Plastic Cores by Pulse-echo-overlap Method Using Cross-correlation
- [3] Novinc Ž., Halep, A.: Tehnička dijagnostika i monitoring u industriji, Kigen, 2010.
- [4] Markučić D.: Razvoj metodologije ultrazvučne kontrole podvodnih konstrukcija, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, Hrvatska, doktorska disertacija, 1998.
- [5] Aleksandrov Fabijanić T., Sakoman M., Kurtela M.; Electrochemical corrosion resistance of nanostructured hardmetals in acid media, 2017.
- [6] Ćorić Danko,: Posebni metalni materijali – III.dio, 2017., 99.str.
- [7] http://titan.fsb.hr/~tfiletin/pdf/hazu_nano1.pdf
- [8] Aleksandrov – Fabijanić, T., Razvoj referentnih pločica tvrdoće po Vickersu postupkom metalurgije praha – Doktorski rad, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, 2014.
- [9] Novak R., Aleksandrov Fabijanić T., Sakoman M.: Analiza površine nanostrukturiranih tvrdih metala nakon provedenih elektrokemijskih ispitivanja, Proceedings of International Conference MATRIB 2018, Zagreb: Hrvatsko društvo za materijale i tribologiju, 2018. str. 151-158
- [10] Aleksandrov Fabijanić T., Sakoman M., Kurtela M.; Electrochemical corrosion resistance of nanostructured hardmetals in acid media, 2017.
- [11] Gur C. H., Tuncer B. O.: Characterization of microstructural phases of steel by sound velocity measurement, 2005.
- [12] Mihaljević M.: Procjena mjerne nesigurnosti ultrazvučnog mjerenja debljine stijenke, Fakultet strojarstva i brodogradnje, Zagreb, doktorska disertacija, 2015.
- [13] EN 12223:2000, Non-destructivetesting. Ultrasonicexamination. Specification for calibrationblock No.1
- [14] HRN EN ISO 2400:2013., Ultrasonic testing
- [15] Loosvelt M., Lasaygues P.: A Wavelet-Based Processing method for simultaneously determining ultrasonic velocity and material thickness, 2010.
- [16] Zhao B.,Basir O.A., Mittal B. S.: Estimation of ultrasound attenuation and dispersion using short time Fourier transform, 2004.

- [17] Markučič, D.: predavanja iz kolegija „Nerazorna ispitivanja“, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2017.
- [18] Mihaljević M.: vježbe iz kolegija „Nerazorna ispitivanja“, Fakultet strojarstva i brodogradnje, 2017.