

AKOESTISCHE EMISSIE TECHNIEK

oriënterende experimenten

Verslag van het afstudeerwerk
van J.C.F.de Kanter bij de
werkgroep Lasttechnologie o.l.v.
Prof.Dr.Ir.H.G.Geerlings
Delft, Mei 1972

INHOUD

Opdracht

Inleiding

- *Ontstaan*
- *Detectie*
- *Toepassing*
- *Experimenten*

Apparatuur

Belasting-deformatie

- *Eénassige belasting*
- *Meerassige belasting*
- *Bros materiaal (gelast)*
- *Zaagtanddeformatie (P.L.-effect)*
- *Persen stalen gascilinder*

Gekerfd materiaal

- *Breukmechanische beproevingen*
- *Koulscheurband*
- *Vermoeiing*
- *Grote materiaaldikte (HSST)*

Snelle Fase-transformaties

- *Transformatie indicatie*
- *Invloed $T_{\text{austeniet}}$ op transformatie-start-temperatuur*
- *Benadering van Ac-3 temperatuur*
- *Minimaal noodzakelijke austeniteertijd*
- *Hoeveelheid transformerend materiaal*
- *Invloed afkoelsnelheid op transformatie-start-temperatuur*
- *Transformaties in andere metalen*

Discussie

- *Plastische deformatie of decohesie*
- *Akoestische rekgrens*
- *Transformatie of de daardoor veroorzaakte deformatie*

Conclusie

- *Kenmerkende voordelen*
- *Interpretatie criteria*
- *Verder onderzoek*

Bijlage

- *Rapport "Sprekend Materiaal"*

Opdracht

"Het bestuderen van de mogelijkheden van de akoestische emissie techniek en het uitvoeren van enige relevante experimenten". Zo luidt de afstudeeropdracht op grond waarvan het hier beschreven werk tot stand is gekomen, evenals het rapport "Sprekend materiaal", dat als bijlage is toegevoegd. Voor een goed begrip van de in dit afstudeerverslag beschreven experimenten en toelichtingen, is lezing van dit rapport gewenst. Ook de literatuurverwijzing is in deze bijlage opgenomen.

In de periode waarin dit onderzoek plaatsvond was er nog geen akoestische emissie apparatuur op de T.H. Delft aanwezig. De medewerking van de Röntgen Technische Dienst, welke in voorkomende gevallen bereid bleek apparatuur beschikbaar te stellen, wordt dan ook met dankbaarheid vermeld. Dit geldt ook voor het Fysisch Laboratorium R.V.O.-T.N.O. dat enkele akoestische sensoren in bruikleen afstond. De akoestische emissie wordt in dit verslag fenomenologisch benaderd.

Binnen het kader van het afstudeerwerk waarover thans wordt gerapporteerd ontstonden eerder:

1. "Ontspanningsgolfanalyse bij de bestudering van omklapprocessen en diffusie verschijnselen". Een verkennend literatuuronderzoek, waarin de nadruk werd gelegd op de omklapprocesindicering en de analysering van verbrossingsmechanismen in staal. Lit.no. 12, 38 blz. December 1970.
2. "Ontspanningsgolfemissie - analyse II".
Hierin wordt gerapporteerd over een aantal experimentele ervaringen, waaronder de storingsanalyse. Belangrijke uitgangspunten voor verder onderzoek en samenwerking zijn in dit rapport verzameld. Een voorstel voor aanschaf en aanmaak van a.e.-apparatuur is in dit rapport opgenomen, 14 blz. Maart 1971.
3. "Inleiding". Uitgesproken op een studiebijeenkomst georganiseerd door het Nederlands Instituut voor Lastechniek op 6 april 1971, 4 blz..
4. "Ontspanningsgolfanalyse in het Verenigd Koninkrijk".
Verslag van een tweeweekse studie-oriëntatiereis door Engeland, waarbij een aantal onderzoekinstellingen werden bezocht. 7 blz., Mei 1971, lit. 21.
5. "Memorandum". Adviezen met betrekking tot de voorgenomen begeleiding van de persproef van een reactordrukvat met akoestische emissie analyse, 5 blz., 30 Juni 1971.

6. "Discussiestuk" Dislocatiekinetiek en P.L.-effect.
Opgesteld naar aanleiding van een oriënterend bezoek aan het Battelle
Instituut te Frankfurt (M), 3 blz., Juli 1971.
7. Een schrijven waarin de belangrijkste conclusies zijn vermeld van een
studie-oriëntatiereis door de U.S.A., 5 blz., Augustus 1971.
8. Het rapport "Sprekend materiaal". Stand van zaken van een veelbelovende
techniek. 82 blz., Herfst 1971; als bijlage opgenomen.
9. "Ervaringen opgedaan met akoestische golfemissie". Een voordracht gehou-
den tijdens een door het Nederlands Instituut voor Lastechniek georgani-
seerde bijeenkomst op 27 Maart 1972.

Inleiding

Ontstaan

Akoestische emissie, hierna afgekort a.e., wordt onder meer beschouwd als een manifestatie van een spanningsrelaxatie, door een optredende deformatie in de stof. Dislocatievermenigvuldiging, verandering van dislocatiesnelheid (pile up and break away), tweelingvorming en korrelgrensafschuiving zijn enkele van de in de literatuur genoemde bronnen van a.e.. Deze zijn samen te vatten onder het begrip plastische deformatie. Ook decohesie-mechanismen als scheurinitiatie, scheurpropagatie en breuk kunnen begrijpelijkerwijs als belangrijke bronnen van a.e. worden beschouwd. Derhalve ligt de veronderstelling voor de hand, dat processen als micro-plasticiteit, veroudering, herstel, vermoeiing, kruip en martensitische fase-transformaties, in principe met a.e. kunnen worden aangetoond en geanalyseerd.

Detectie

De elastische (akoestische) trillingen welke in een materiaal ontstaan, worden aan de oppervlakte gedetecteerd met een piëzo-elektrisch element, de sensor. De sensor wordt geactiveerd door de trilling, maar zal vanwege de resonantie eigenschappen, voornamelijk eigen frequenties weergeven. Het weergeven van de frequentie-inhoud van een a.e.-bron is mede daardoor uiterst moeilijk.

Het is wél mogelijk een indruk te krijgen van het relatieve emissie energie niveau. De a.e. wordt gemeten als het aantal malen dat een arbitrair drempel niveau wordt overschreden, een grootte die zowel van de oorspronkelijke amplitude als van de frequentie van die trilling kan afhangen. Sommige emissies zijn samengesteld uit een groot aantal deelpulsen met relatief kleine amplitude, andere blijken te bestaan uit weinig pulsen met relatief grote amplitude.

De a.e.-apparatuur doet in wezen niets anders dan het versterken van het sensor-sigitaal, waarin zowel de te meten emissies, als ook de storingen van bijvoorbeeld de apparatuur waarmee het materiaal wordt belast, kunnen voorkomen. Indien het storingsniveau enigermate bekend is, kan het genoemde arbitraire drempel niveau op die waarde worden ingesteld.

De a.e. kan dan worden weergegeven als een sommatie van alle pulsen of als emissie intensiteit, dit is de afgeleide van de emissie pulssommatie naar de tijd. De emissie of emissie-intensiteit kan worden weergegeven als functie van tijd, temperatuur, belasting of deformatie.

Toepassing

Indien (micro)-deformaties in de vaste stof met a.e. kunnen worden aangetoond en geanalyseerd, zijn er denkbare toepassingsmogelijkheden in overvloed. De a.e.-begeleiding van belasting-deformatie experimenten is een directe benadering van vragen als: "deformeert er iets, zo ja wat, wanneer en waar?" Evenzo is het denkbaar dat men wil overgaan tot het akoestisch beveiligen van lasnaden vanaf het moment dat deze worden gelegd, zodat mogelijke fouten onmiddellijk worden waargenomen. In afkoelend oorspronkelijk ferrietisch materiaal zal vrijwel steeds een fase-transformatie optreden. Omdat gebleken is dat deze fase-transformatie met a.e. gepaard gaat, is nadere bestudering hiervan eveneens noodzakelijk.

Experimenten

De oriënterende experimenten waarover in dit verslag wordt gerapporteerd, zijn in twee groepen te verdelen: de belasting-deformatie experimenten, waarbij zowel de plastische deformatie als de decohesie met a.e. gepaard gaat, en de experimenten waarbij de a.e. door snelle fase-transformaties wordt veroorzaakt. Het is te verwachten dat in het laatste geval zowel de transformatie zelf, als de plastische deformatie die daarvan een gevolg is, bronnen van a.e. zullen zijn.

In de discussie wordt ingegaan op de noodzakelijke discontinuïteit van het deformatieproces wil a.e. kunnen ontstaan en de invloed van enkele deformatieparameters. Het begrip "akoestische rekgrens", waarmee de akoestische indicatie van het begin van plastische deformatie wordt bedoeld, kan bijv. worden verklaard als een momentane conversie van immobiele naar mobiele dislocaties.

In de conclusie worden tenslotte de grote kenmerkende voordelen en de interpretatiecriteria van a.e.-analyse samengevat, terwijl het verdere fundamentele en toegepaste onderzoek, zo noodzakelijk voor de verdere ontwikkeling van de a.e.-techniek, nadrukkelijk wordt aanbevolen.

Apparatuur

De in dit verslag beschreven inleidende experimenten werden uitgevoerd met "Dunegan NS-1" éénkanaal apparatuur van de Röntgen Technische Dienst. Verschillende typen Dunegan-sensoren werden gebruikt w.o. de "differential". Door het fysisch laboratorium van R.V.O.-T.N.O. werden bovendien enkele 130 kHz sensoren in bruikleen afgestaan. Het piëzo-electrische materiaal van de sensoren is het z.g. P.Z.T. (lood zirconaat-titanaat). Het sensor-siginaal wordt versterkt in een Dunegan-type SD-60P voorversterker (60db) niet regelbaar. Het aldus versterkte siginaal wordt aangeboden aan een z.g. audio-monitor, aan de eigenlijke verwerkingsapparatuur en eventueel aan een oscilloscoop. In de verwerkingsapparatuur wordt het siginaal gelijkgericht, gefilterd, versterkt (variabel max. 40db), vergeleken met een constante drempelwaarde van 1 Volt en geteld. Het maximum uitgangssiginaal bedraagt 10 Volt. Een AC-DC converter maakt het siginaal tenslotte geschikt voor weergave op een schrijver.

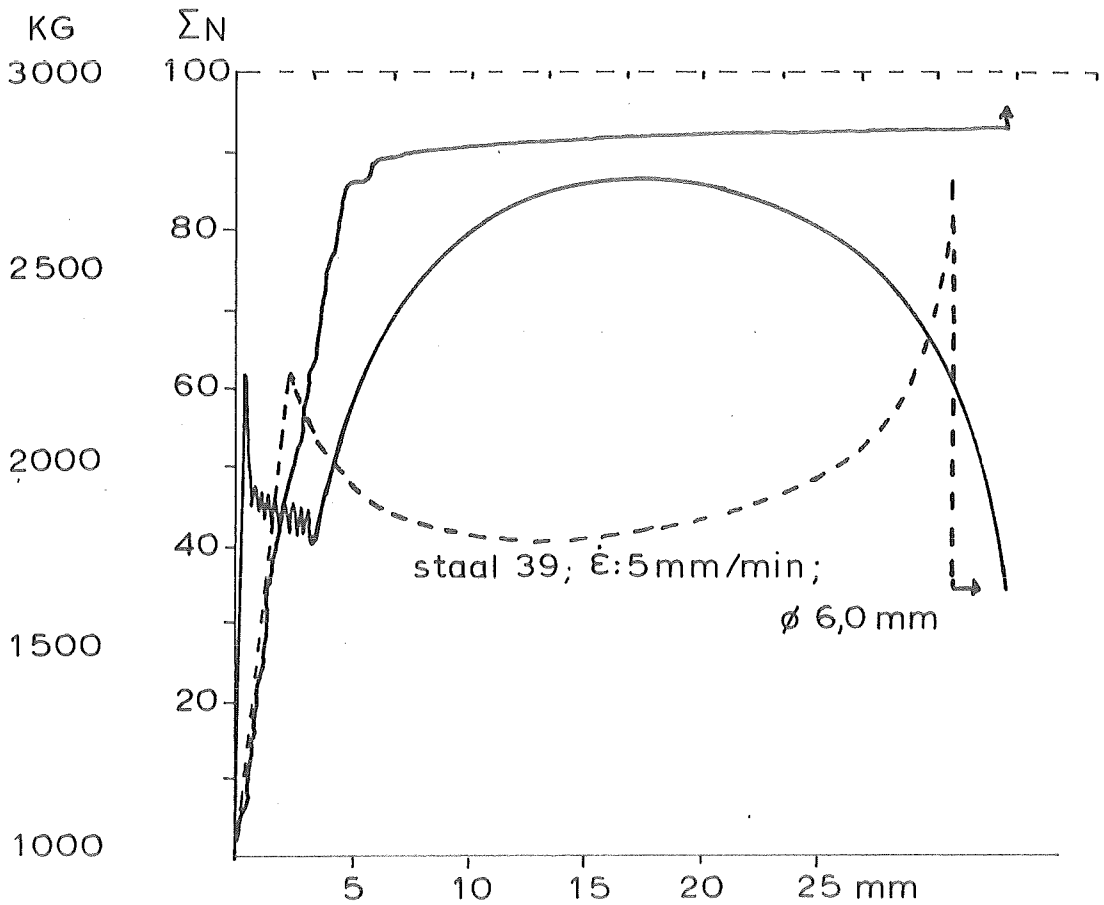
Belasting-deformatie

In de bijlage (blz. 38) worden grondfiguren gegeven van het verloop van de a.e. en de a.e.-intensiteit bij eenvoudige deformatieproeven met gekerfd- en niet gekerfd materiaal. De a.e.-intensiteit tijdens de deformatie van niet gekerfd materiaal, zoals bijvoorbeeld bij een gewone trekproef, vertoont in het algemeen een maximum in de buurt van de rekgrens. Met uitzondering van de decohesie aan het einde van een dergelijk experiment zal de a.e. worden veroorzaakt door plastische deformatie. De a.e. welke wordt waargenomen tijdens de deformatie van gekerfd materiaal is in hoofdzaak een manifestatie van gebeurtenissen aan de kerftop, hetgeen betekent dat hier veelal sprake is van plastische deformatie en decohesie.

Eénassige belasting

Trekproeven met standaard proefstaven van staal 37 (zoals in gebruik op het propaedeuse praktikum) geven een verloop van de a.e., zoals geïllustreerd met figuur 1.

Daarin zijn de belasting en de totale a.e. gemeten tegen de verlenging.



Figuur 1 Trekproef met zacht staal (37, Fe B 24). Totale a.e. als fie van de verlenging: —. Belasting als fie van de verlenging: —, en als fie van de totale a.e.: ---.

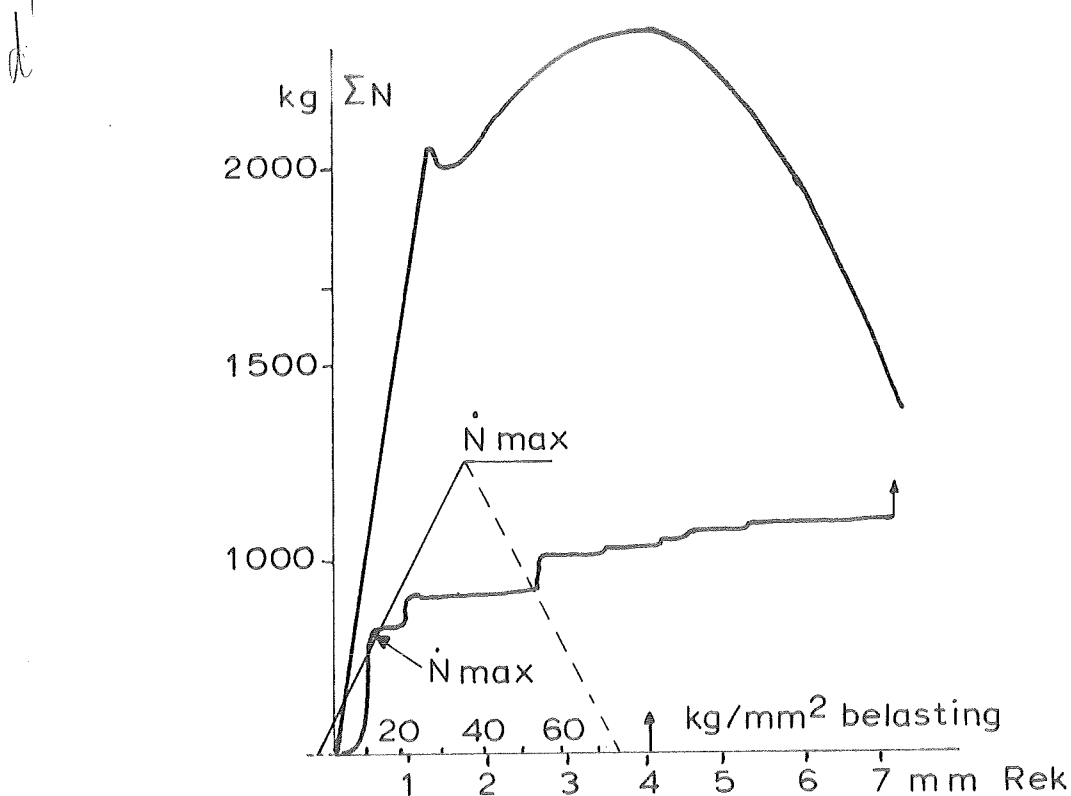
Zowel de voorbelasting (1-ton) als de schaalkeuze, maakten een duidelijke akoestische indicatie van de bovenste vloeigrens onmogelijk. (Zie bijlage, blz. 19).

Het vloeiverschijnsel is in figuur -1- wel goed te zien. Het begin van vloeien manifesteert zich overigens nog in de "audio-monitor" als het geluid van een heftige windvlaag. De akoestische activiteit tijdens het vloeien is kleiner dan de piek, samenvallend met de bovenste vloeigrens en neemt na het vloeien af tot nauwelijks waarneembare waarden.

Akoestische waarschuwing voor het op handen zijnde breken van de staaf vindt niet plaats, tenminste niet bij een éénassige trekproef van homogeen plastisch deformerend materiaal.

Een volgende serie trekproeven werd uitgevoerd met een pantserstaal (staal 90), gekozen vanwege de onmiddellijke beschikbaarheid en de slechte lasbaarheid. Vooral deze laatste factor was gewenst met het oog op eventuele experimenten ter nadere bepaling van de bruikbaarheid van a.e. op het gebied van het niet-destructieve onderzoek.

Figuur 2 geeft het resultaat van een normale trekproef met staal 90. Het intensiteitsmaximum (zie bijlage blz. 19) wordt ook met de totale emissie kromme duidelijk aangegeven, n.l. daar waar de kromme vertikaal verloopt.



Figuur 2 Trekproef staal 90.
Belasting-deformatie, totale a.e.-deformatie en een extrapolatie van de a.e.-intensiteit vanaf het a.e.-intensiteitsmaximum uitgezet tegen de spanning (berekend op de oorspronkelijke doorsnede).

De voorspelbaarheid van de breukbelasting bij het bereiken van de rekgrens m.b.v. de intensiteit-extrapolatie, zoals voorgesteld door Dunegan c.s., zie bijlage blz. 39, is in figuur 2 gecontroleerd. De maximum spanning bedraagt volgens de trekkromme 79 kg/mm^2 , terwijl extrapolatie vanaf de maximum emissie-intensiteit een maximale belasting van 76 kg/mm^2 voorspelt.

Het gebruikte materiaal bleek mechanisch, optisch, microscopisch en akoestisch zeer homogeen. Verandering van trekrichting t.o.v. de walsrichting beïnvloedde de meetresultaten niet.

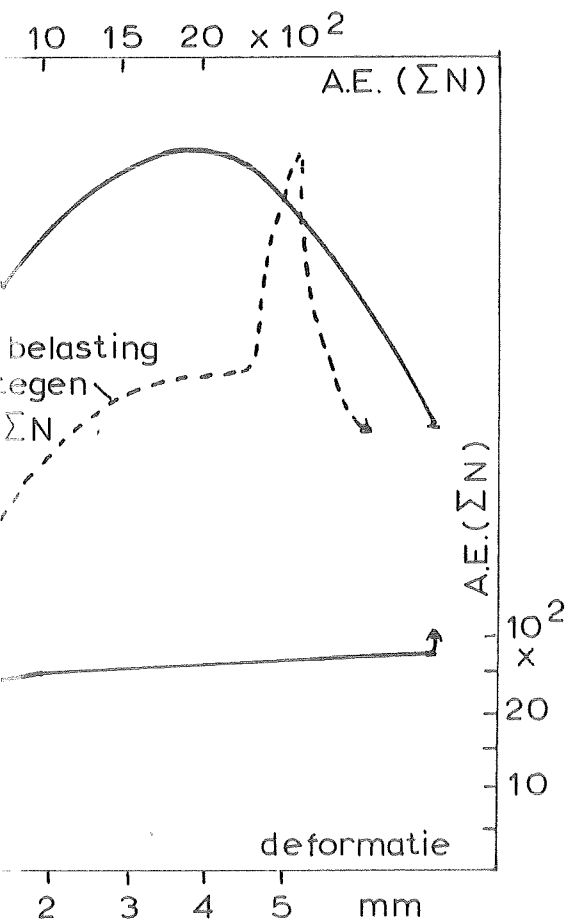
Meerassige belasting

Behalve inhomogeniteiten in de structuur zal ook een inhomogeniteit in het deformatiepatroon zich akoestisch moeten manifesteren. Verandering van deformatiesnelheid is in dit verband reeds dikwijls in de literatuur genoemd en ook tijdens het hier beschreven onderzoek werd geconstateerd dat verandering van deformatiesnelheid kwantitatief van grote invloed is op de a.e..

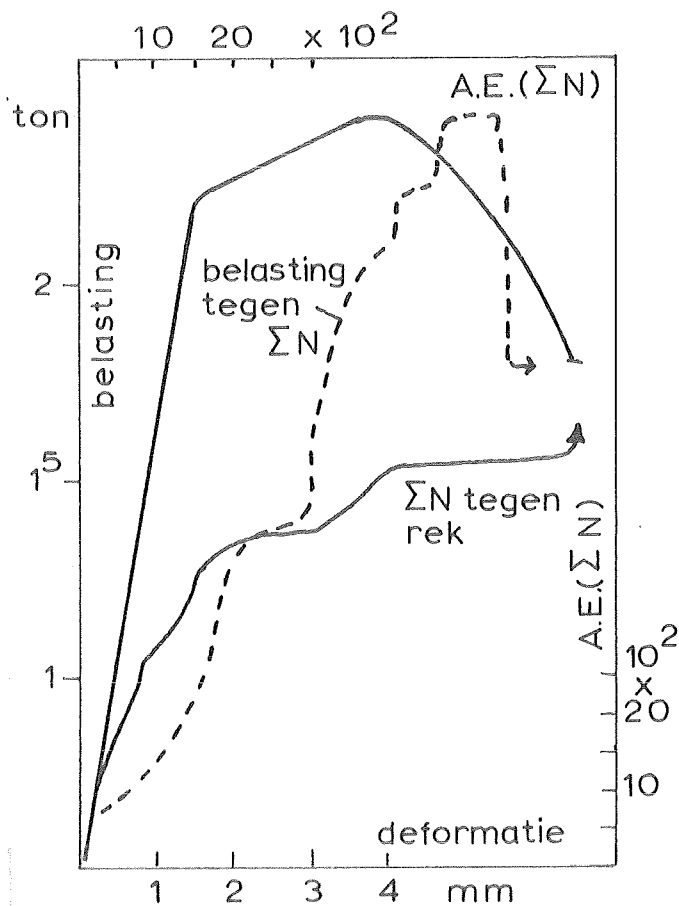
Het hierna volgende experiment laat het verschil zien tussen de éénassige belasting tijdens een trekproef met goed gecentreerde inspanning van de trekstaaf en de resultaten welke werden verkregen tijdens een trekproef met onzuiver gecentreerde trekstaaf.

Figuur 3a geeft de resultaten van een zuiver ingespannen trekstaaf, overeenkomstig figuur 2. Het effect van een gewijzigde spanningstoestand op de trekkromme en de a.e. wordt geïllustreerd in figuur 3b. Eenzelfde trekstaaf werd hierbij iets excentrisch ingespannen, waardoor de staaf behalve op trek ook nog op buiging wordt belast.

In beide figuren is bovendien het verloop van de a.e. met de belasting gestippeld getekend. In de trekkromme blijkt het Lüdersgebied verdwenen, terwijl het a.e.-beeld ingrijpend is veranderd.



Figuur 3a Trekproef staal 90. Centrische inklemming dK 210471.



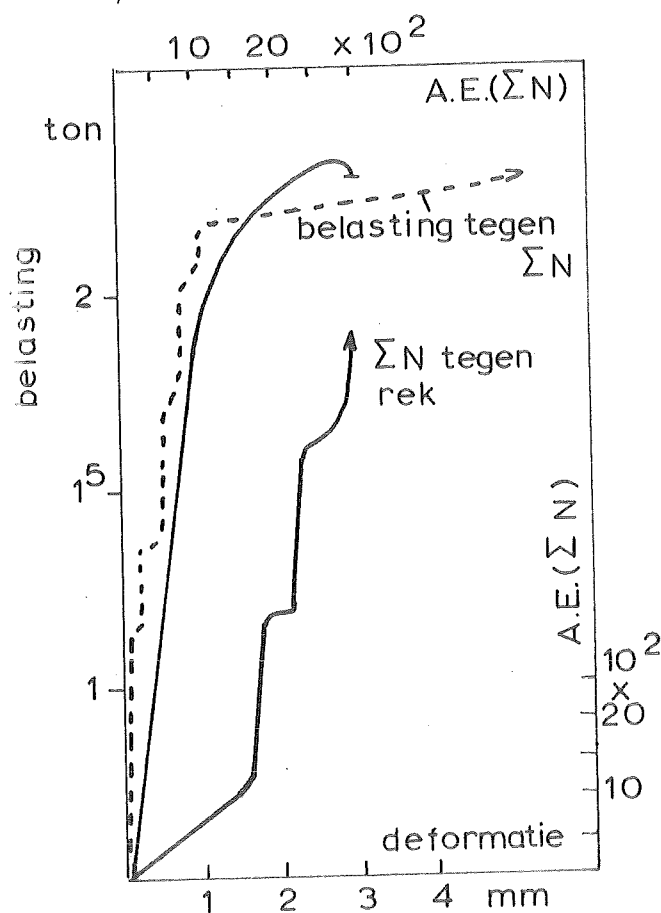
Figuur 3b Trekproef staal 90. Excentrische inklemming (ca. 1 mm) dK 210471.

Bros materiaal (gelast)

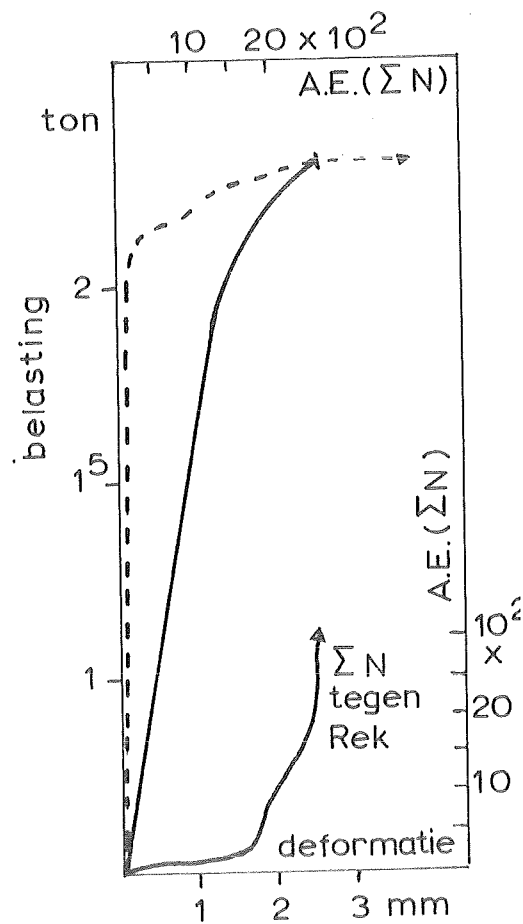
Trekproeven met trekstaven welke werden vervaardigd van hetzelfde staal 90, maar nu in gelaste toestand, leverden interessante resultaten. De trekstaven waren met de hartlijn loodrecht op de lasnaad vervaardigd, snijpunt hartlijn-lasnaad en hartlijn staaf in het midden van de staaf.

Figuur 4a is het resultaat met de breuk in de las, terwijl figuur 4b de trekproef weergeeft in het geval dat de breuk in de door de laswarmte beïnvloede zone van het moedermateriaal ontstond.

In tegenstelling met de hiervoor beschreven experimenten lijkt het a.e.-patroon nu op de standaard-verloop zoals wordt gemeten tijdens het belasten van gekerfd materiaal. Plastische deformatie vindt in zeer bros materiaal vrijwel niet plaats. De veronderstelling, dat reeds in een vroeg stadium van de belasting-toename scheuruitbreiding plaats vindt vanuit één of meer inhomogeniteiten, ligt voor de hand.



Figuur 4a Trekproef staal 90 gelast.
Breuk in de las, dK 210471.



Figuur 4b Trekproef staal 90 gelast.
Breuk in warmte-invloeds-
zône, dK 210471.

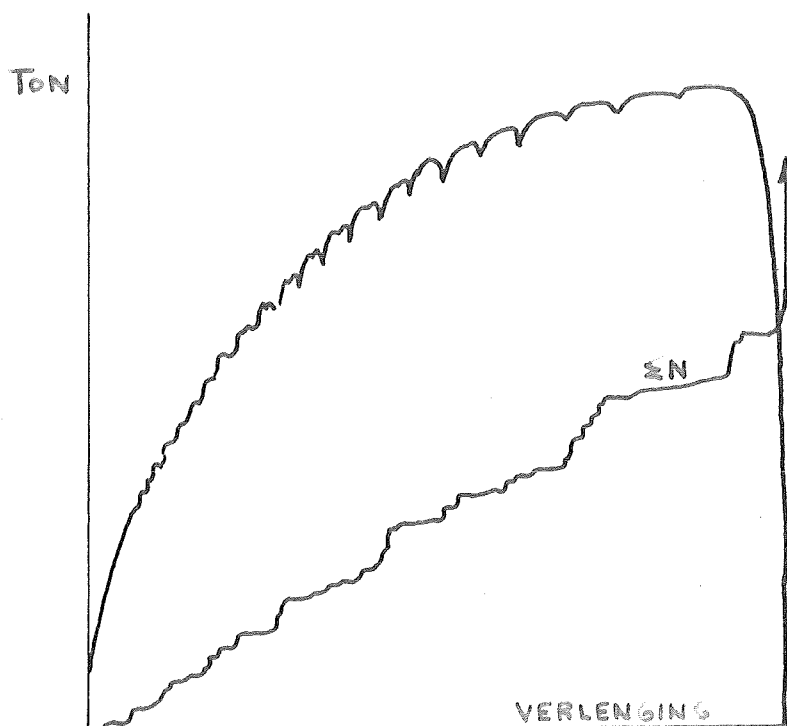
Vooraf in geval 4b blijkt dat de "waarschuwing" voor een op handen zijnde breuk door de a.e. pas in een "laat" deformatie stadium wordt gegeven; ongeveer op 95% van de belasting bij breuk en op ongeveer 85% van de totale deformatie bij breuk (waarschuwing in de zin van plotselinge toename a.e.-activiteit). Er bestaat een redelijk lijkende vrees dat niet alleen in gevallen van bros materiaal de a.e. pas in een (te) laat stadium waarschuwt, maar dat zulks evenzo geldt voor een z.g. "vlakdeformatie toestand", een spannings-toestand waarbij het materiaal bros kan breken zonder voorafgaande plastische deformatie.

De bruikbaarheid van a.e.-analyse methoden als waarschuwing voor op handen zijnde catastrofale gebeurtenissen in het materiaal, is in hoge mate afhankelijk van de a.e.-materiaaleigenschappen.

Met het oog op de grote belangstelling uit de praktijk, juist voor wat betreft de mogelijkheden van beveiliging van constructies met a.e.-apparatuur, dient veel onderzoek gericht te zijn op het bepalen van a.e.-materiaaleigenschappen.

Zaagtanddeformatie, Portevin-le Chatelier effect

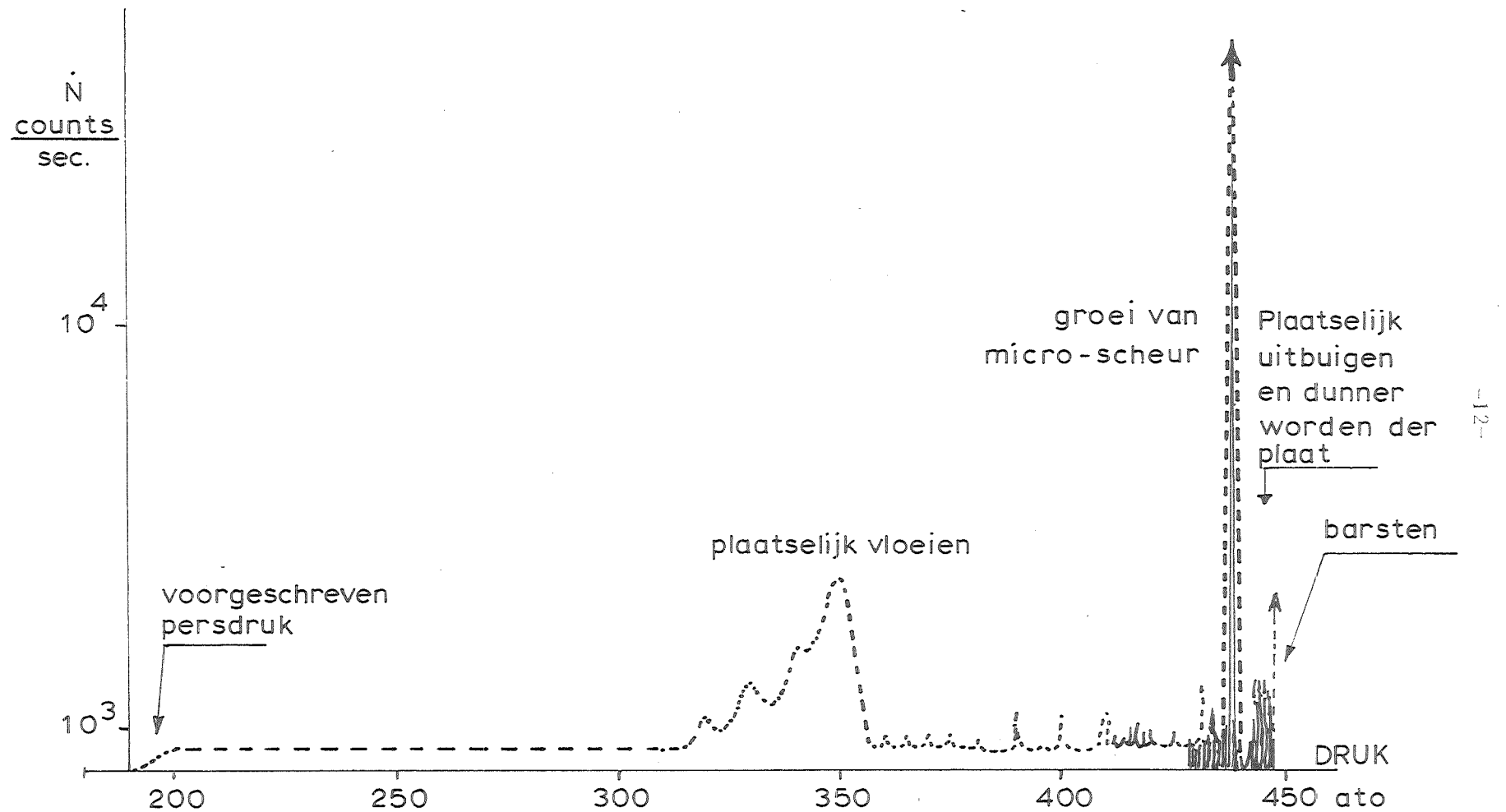
Trekproeven met standaard (propaedeuse praktikum) messing proefstaven (treksnelheid 5 mm/min.) vertoonden een zaagtanddeformatie, hetgeen wordt toegeschreven aan het Portevin-le Chatelier effect. Dit verschijnsel blijkt ook akoestisch aantoonbaar (zie bijlage blz. 19). Overeenkomstig meer uitvoerige experimenten, met staal voor dikwandige drukkouders bij verhoogde temperatuur, zijn beschreven in {4}. Een poging om het P.L.-effect akoestisch aan te tonen bij het trekken van een dunne draad Goud 14% Koper mislukte, hetgeen vooral moet worden geweten aan het feit dat de gebruikte sensoren te groot en te zwaar zijn om aan een dergelijke draad te bevestigen.



Figuur 5
Trekproef messing 3 (CuZn28)
met akoestische emissie.
Treksnelheid 5 mm/min.
Kamertemperatuur.
dK 300371.

Persen van een stalen gascylinder

Figuur 6 toont het verloop van de a.e.-intensiteit tijdens het persen (met water) van een stalen gascylinder. In verband met het optreden van het Kaiser-effect (bijlage blz. 31) wordt vanaf de maximum beproevingsdruk a.e.-activiteit waargenomen. Volgens een spanningsberekening zou bij ca. 350 atmosfeer het materiaal moeten vloeien. Vanaf ca. 440 atmosfeer werd voortdurend relatief veel water bijgepompt, zodat vanaf die druk het volume door plastische deformatie sterk toenam.



Figuur 6 Persen van een stalen gascylinder met water.
A.e.-intensiteit en persdruk.
dK 040371 B.W.-Den Helder.

Het intensiteitsmaximum rond 350 atmosfeer moet aan het vloeien van het staal worden toegeschreven. De vraag kan worden gesteld of de intensiteitspiek bij 440 atm. de manifestatie is van de groei van een microscheur, dan wel dat hier het z.g. "diffuse necking" wordt waargenomen. Omdat de insnoering bij trekproeven gewoonlijk "geruisloos" verloopt, wordt de eerste verklaring waarschijnlijker geacht.

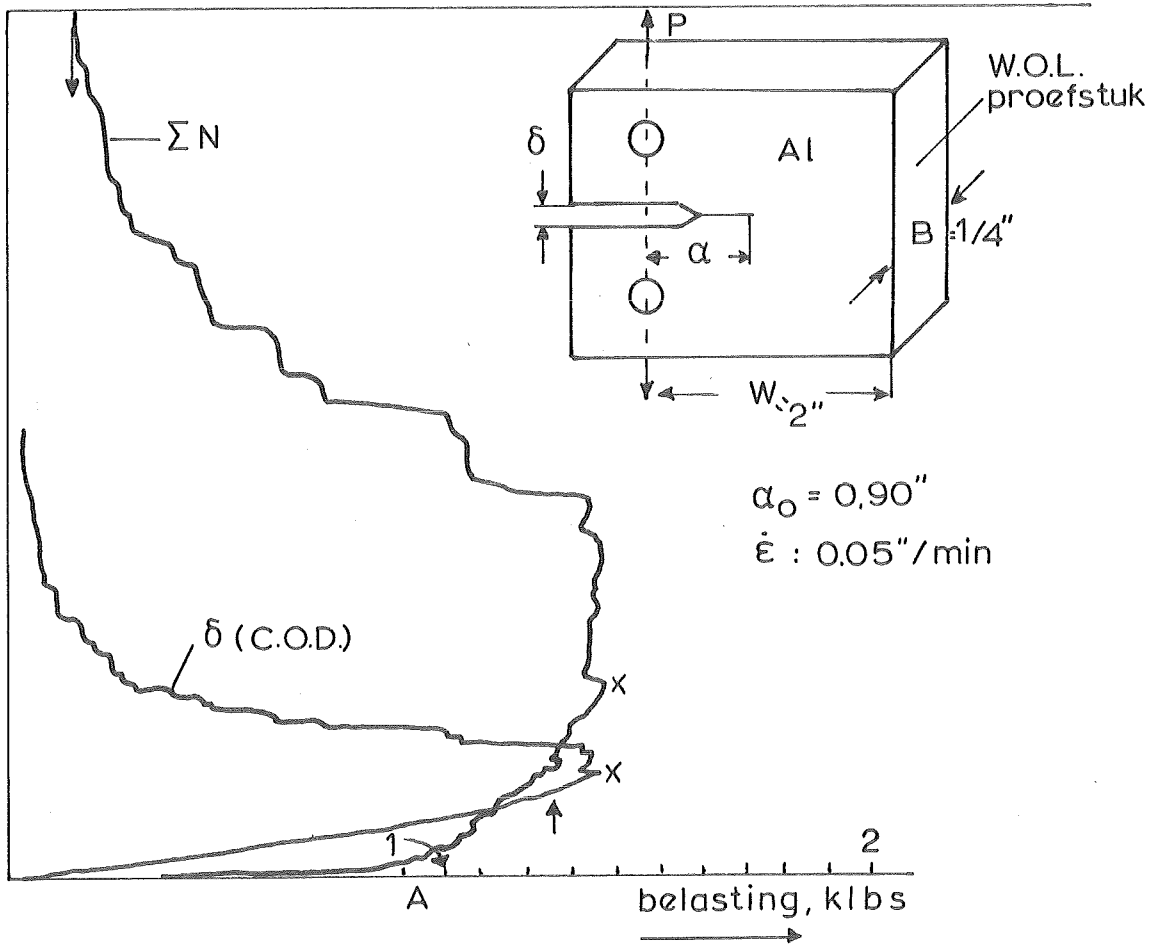
Gekerfd materiaal

Experimenten met gekerfde proefstukken, zoals bij breukmechanische onderzoeken worden toegepast, zijn reeds talloze malen in de literatuur beschreven. Juist vanwege de enorme verscheidenheid in materiaalconfiguraties, proefstuk vormgeving en andere beproevingsparameters bevindt ook dit onderzoek zich nog in de kinderschoenen. (Bijlage Hfdst. IV).

Breukmechanische beproevingen

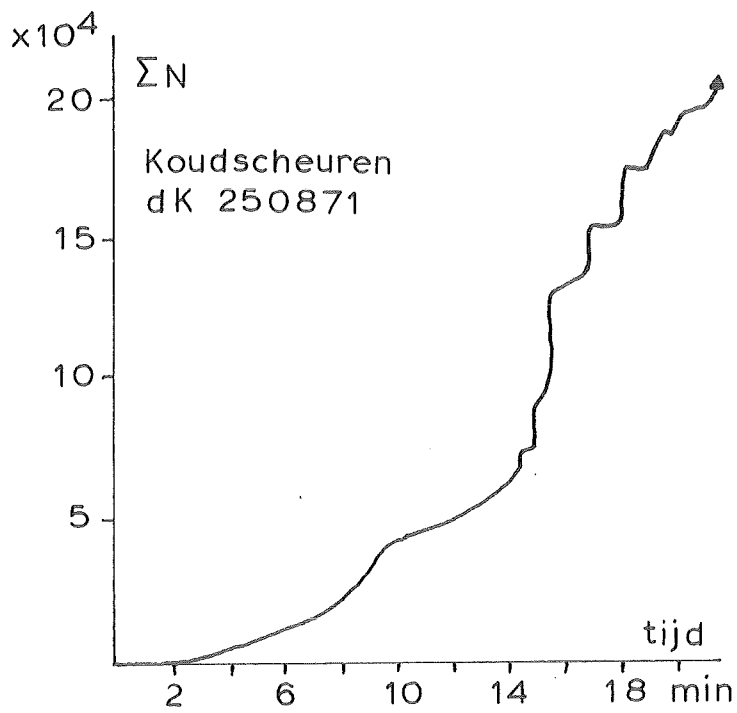
Een karakteristiekbreukmechanisch experiment dat met a.e. kan worden begeleid, wordt geïllustreerd met figuur 7. Aan een W.O.L. (Wedge-Opening-Linear) type proefstuk van (7075-T6) Aluminium wordt zowel de scheurgaping (C.O.D.) als de a.e., als functie van de belasting gemeten. Akoestische indicatie van langzame scheurgroei begint reeds bij -A-, belangrijk eerder dan de overeenkomstige indicatie van de C.O.D.-sensor. De z.g. "pop in" treedt op bij het kruisje en met de gemeten belasting en scheurlengte op dat punt is de scheurfactor $-K_c-$ (critical stress intensity factor) te berekenen.

Voorlopige experimenten in het Laboratorium voor Metaalkunde met stalen proefstukken hebben aangetoond dat overgangen in het deformatiepatroon bijvoorbeeld van hoofdzakelijk plastische deformatie naar stabiele scheurgroei en vervolgens naar instabiele scheurgroei vermoedelijk met a.e. duidelijker kan worden aangegeven dan met andere middelen mogelijk was. Dit blijkt ook in overeenstemming met het rapport {52}.



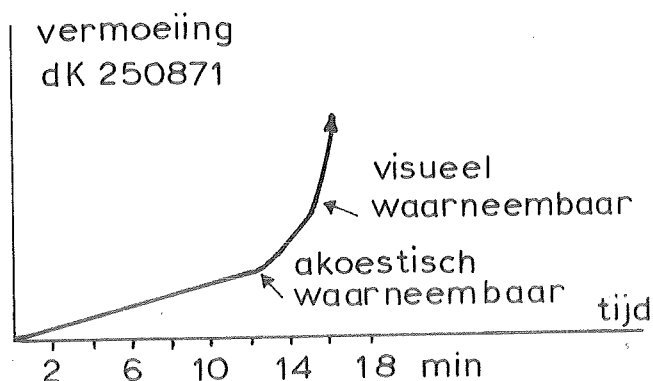
Figuur 7 C.O.D.-metingen met o.a. indicatie van de scheurgroei door a.e..

dK 210771 Livermore



Figuur 8 Koudscheuren van las in staal.

Constante belasting. Totale a.e. waargenomen tot aan bezwijken.



Figuur 9 Totale a.e. tijdens de laatste minuten van de vermoeiing van een stalen plaat tot breuk.

Koudscheurbank

Op de koudscheurbank van het Laboratorium voor Metaalkunde (zie bijv. afstudeerverslag Goldreich) kunnen lasverbindingen worden beproefd op scheur-gevoeligheid. Star ingeklemde proefstukken worden onder constante belasting gehouden en de tijd tot scheuren wordt gemeten. Er zijn aanwijzingen dat het koudscheuren in lasverbindingen zeker niet a priori een proces is dat met het pure brosbreken kan worden vergeleken. Het koudscheuren is een groeiend decohesieproces, aanvankelijk op microschaal, uitgaande van één of meer inhomogeniteiten in het materiaal, dat tenslotte leidt tot totale breuk. Van dit mogelijk aanwezige micro-decohesie proces is echter bij gewone beproevingen in de koudscheurbank niets waar te nemen.

Enkele beproevingen op de koudscheurband werden met a.e.-metingen gevolgd. Een resultaat daarvan is figuur 8. Zoals bij veel van de in dit verslag beschreven experimenten was één der oogmerken het vaststellen van het relatieve akoestische storingsniveau van de beproevingsmachine. De storingen bleken niet van ernstige aard te zijn. Wel kon worden vastgesteld dat de belasting die in de koudscheurband op het proefstuk wordt overgedragen geenszins constant is, maar fluctueert t.o.v. de gewenste waarde. Het resultaat van figuur 9 toont een a.e.-verloop dat overeenkomt met een a.e.-beeld van een belast gekerfd materiaal, een sterke aanwijzing voor het optreden van micro-decohesie processen.

Vermoeiing

In het Laboratorium voor Metaalkunde vinden regelmatig beproevingen plaats op het gebied van vermoeiingsonderzoek. Een probleem daarbij is dikwijls de alarmering van het bedienend personeel op het moment dat een vermoeiingsscheur ontstaat.

Een vermoeiingsproef met een gekerfde plaat werd in de laatste fase van de proef akoestisch begeleid. Uit figuur 9 blijkt dat het plotseling sneller toenemen van de a.e., een waarschuwing dat er een wezenlijke wijziging in het deformatiegebeuren optreedt, enige minuten eerder optrad dan dat de werkelijke scheuruitbreiding door een waarnemer met de loupe kon worden gezien.

Hoewel dit een hoopvol resultaat is dient nog veel op dit gebied beproefd te worden. Het storingsniveau is zeer aanzienlijk, vooral wanneer het een vermoeiingsbeweging betreft waarbij de belasting van teken wisselt.

Overigens is het aantonen van aanwezige vermoeiingsscheuren zonder meer mogelijk, zoals in bijlage blz. 53 beschreven, met de methode van geringe overbelasting.

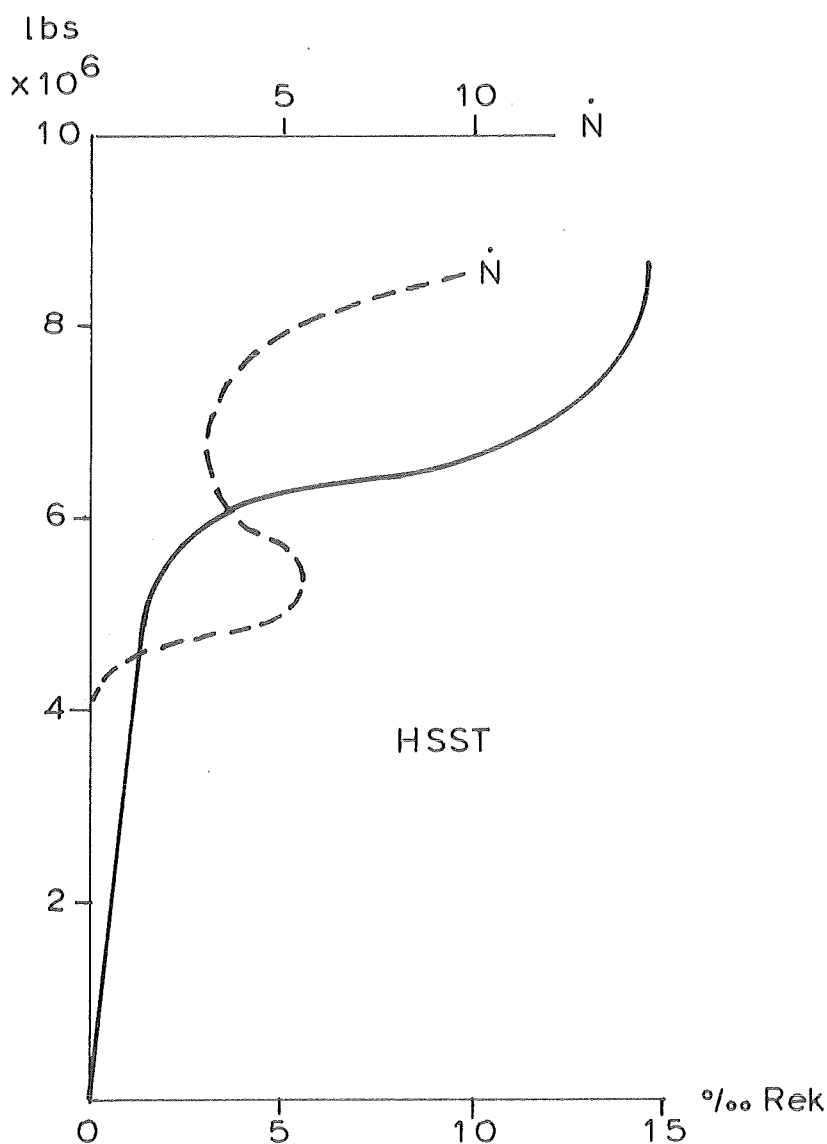
Grote materiaaldikte

Figuur 10, ontleend aan {22}, laat het verloop van de a.e.-intensiteit zien tijdens de deformatie van een gekerfd stalen proefstuk met een dikte van 150 mm, welke werd beproefd in het kader van het z.g. HSST-project {24,25}.

Deze "trend" zou kunnen betekenen dat in constructies de deformatie uitgaande van een kerf een a.e.-intensiteitsbeeld kan geven, dat overeenkomsten vertoont met een a.e.-beeld van een éénassige trekproef.

Sommige onderzoekers menen dat dit karakteristieke verloop (max.-min.-max.) ook gevonden wordt als er in een belaste constructie sprake is van groeiende fouten.

Met name "Parry" {30} meent dat dit karakteristieke verloop een basis vormt voor de beveiliging van drukhouders met behulp van a.e., bijvoorbeeld tijdens een persproef.



Figuur 10 Verloop van de a.e.-intensiteit tijdens het trekken van 150 mm dikte proefstaven in het kader van het HSST-project {22}.

Snelle fase-transformaties

Bij de meerderheid van de hier beschreven experimenten werd de lassimulator als verhittingsbron gebruikt. Een groot aantal metingen konden op die manier in relatief korte tijd worden uitgevoerd. Onder meer kon daardoor de temperatuur van de a.e.-sensor beneden aanvaardbare grenzen worden gehouden. In de lassimulator wordt een star ingespannen staaf door middel van een hoogampèrige wisselstroom in enkele seconden (bijv. tot 1400°C) verhit. Vervolgens koelt het materiaal af aan de lucht of met behulp van een gasstroom (inertgas). Tijdens het afkoelen worden a.e.-metingen gedaan.

Bij latere experimenten geschiedde de gehele opwarm- en afkoelcyclus in een inerte atmosfeer (gastent), teneinde de invloed van de oxydehuid te nivelleren, terwijl bovendien een flexibele ophanging van het proefstuk werd gebruikt, teneinde de invloed van de thermische spanningen ten gevolge van de starre inklemming, waardoor extra plastische deformaties zouden kunnen worden veroorzaakt uit te sluiten. Beide maatregelen hadden tot resultaat dat de a.e. met enige grootorden verminderden, doch invloed op het kwalitatieve beeld werd niet waargenomen.

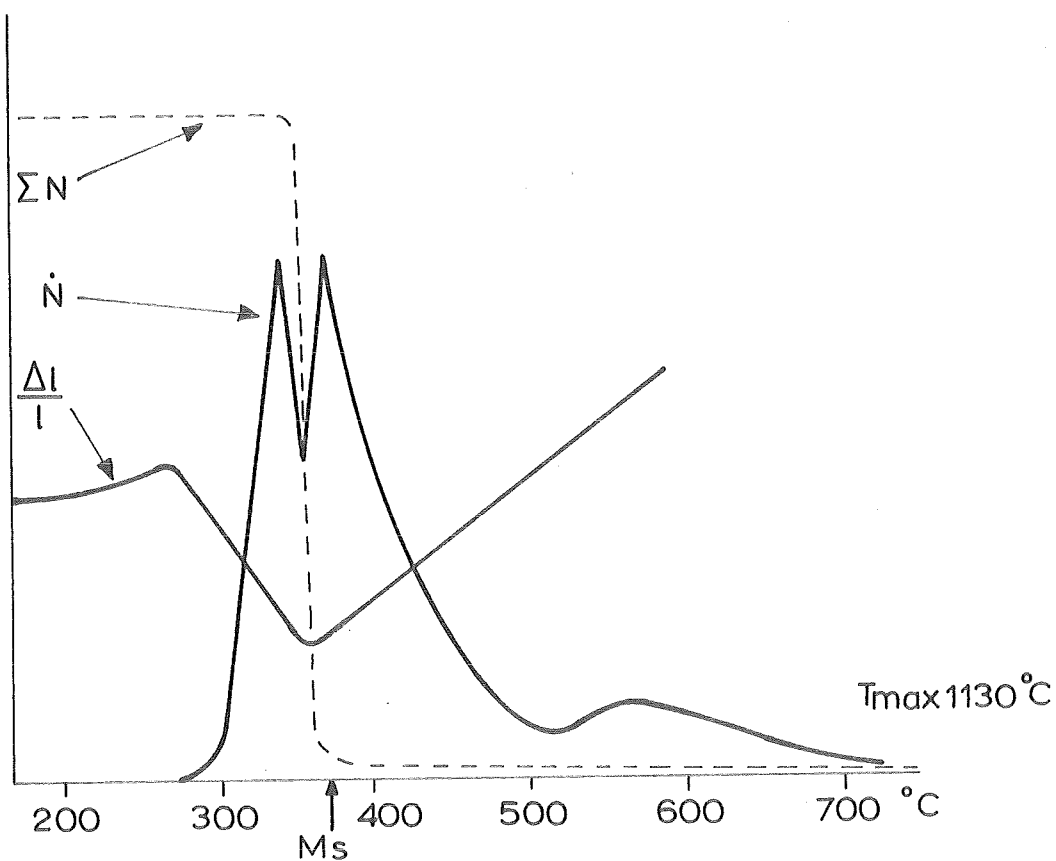
Transformatie indicatie

Figuur 11 toont het karakteristieke beeld van a.e.-metingen tijdens het afkoelen (van rechts naar links) en transformeren. Het betreft hier een gehard en ontlaten staalsoort (0,13C; 4,44Ni; 0,37Cr, enz.) van het fabriekaart "Marrel".

Behalve de a.e.-intensiteit zijn ook de totale a.e. en de dilatatie opgenomen als functie van de temperatuur, gemeten op het warmste punt van het proefstuk. Kwalitatief is dit beeld volkomen reproduceerbaar, met dien verstande dat de dubbele intensiteitspiek niet bij alle beproefde staalsoorten werd gevonden.

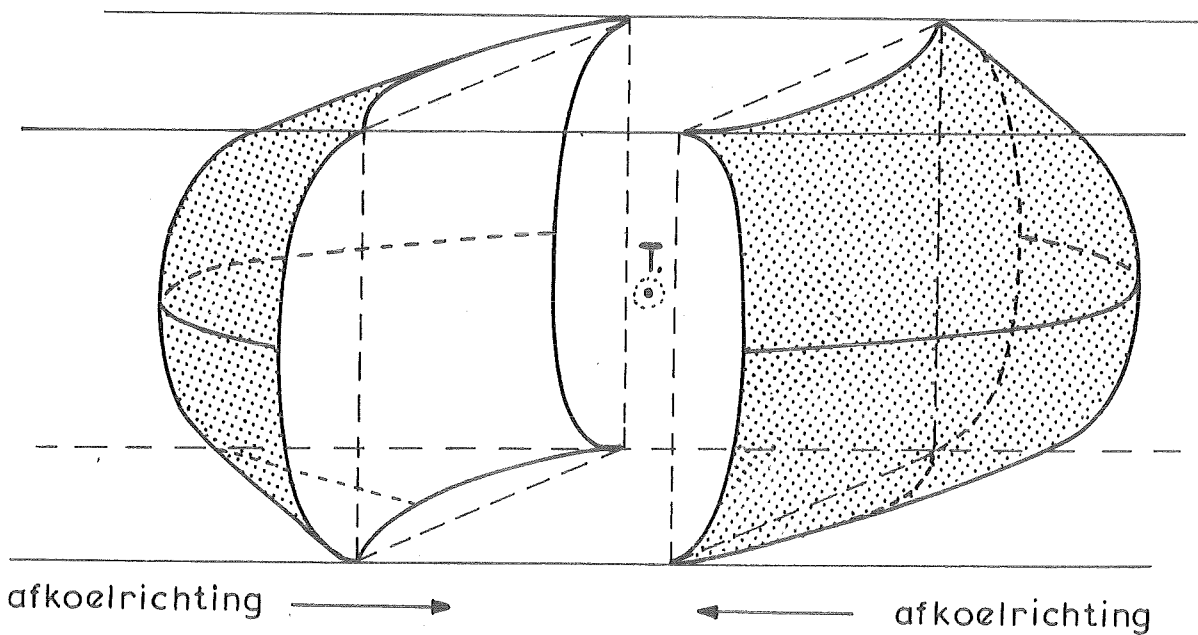
De temperatuurgradiënt in het snel afkoelende proefstuk is er oorzaak van dat de transformatie niet overal tegelijkertijd plaats vindt. Indien echter mag worden aangenomen dat op een bepaald punt in het afkoeltraject, een maximum hoeveelheid materiaal transformeert, hetgeen aanleiding geeft tot een maximale emissie-intensiteit, en juist van deze maximale hoeveelheid materiaal de temperatuur wordt gemeten, dan zijn daarmee de significante temperaturen van de fase-transformatie bekend.

Onder significante temperaturen kan men verstaan: minimum austeniteer temperatuur-, temperatuur transformatie - start en temperatuur transformatie - finish.



Figuur 11 Akoestische emissie en dilatatie tijdens afkoelen van Marrelstaal ($27^{\circ}/\text{sec.}$). dK 290471

Figuur 12 geeft een schetsmatig beeld van het temperatuurverloop in de proefstaaf tijdens het afkoelen. De isotherme vlakken bewegen tijdens het afkoelen naar elkaar toe. Precies in het midden van de staaf (tussen de twee



Figuur 12 Geschetste isotherme vlakken tijdens afkoelen van een lassimulatorstaaf. dK Aug. 1971

stroomvoerende inklemmingen) wordt de temperatuur gemeten.

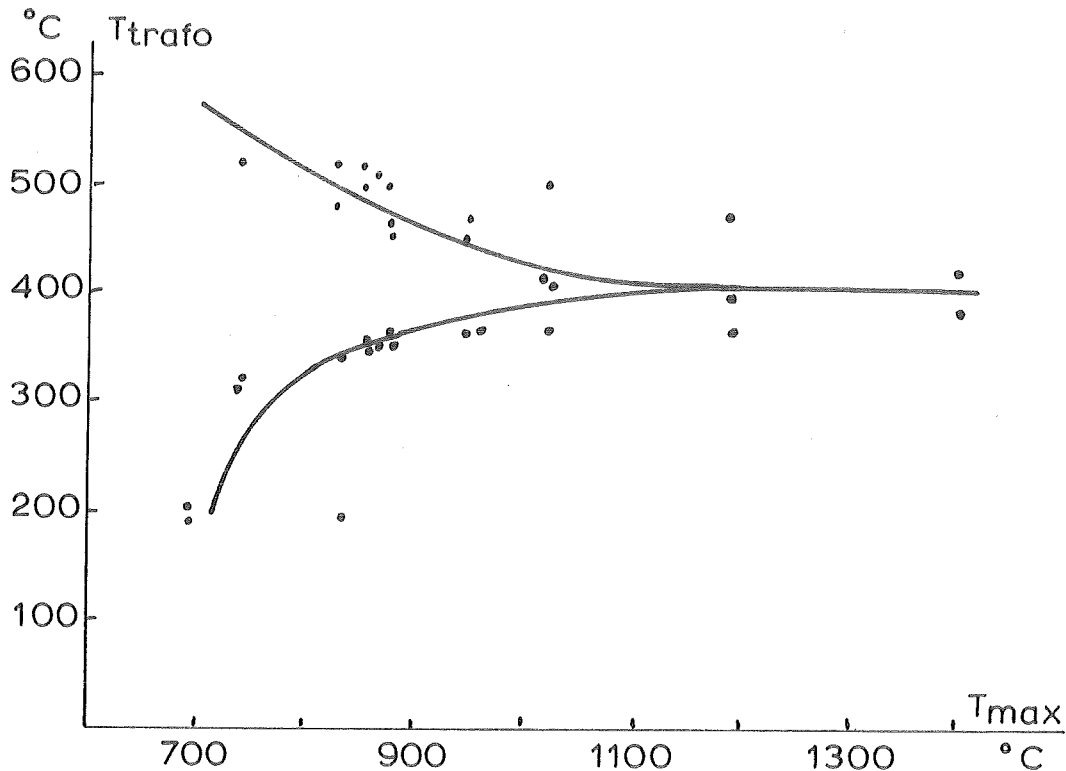
Dit temperatuurverloop betekent dat juist een maximale hoeveelheid materiaal rondom het thermokoppel op hetzelfde tijdstip zal transformeren.

Op grond hiervan mag worden aangenomen dat het a.e.-intensiteit maximum scherp, eenduidig en reproduceerbaar de transformatie-start-temperatuur aangeeft. Analoog kan men stellen dat de transformatie stop temperatuur overeenkomt met de temperatuur waar de a.e.-activiteit ophoudt, temeer daar ook hier de tweede knik in de dilatometerkromme worden gevonden.

Invloed $T_{\text{austeniteer}}$ op de transformatie-start-temperatuur

Veranderingen van austeniteer- en afkoelcondities zijn van invloed op de transformatie.

Bijvoorbeeld: de maximaal bereikte temperatuur tijdens het austeniteren kan van invloed zijn op de transformatie-start-temperatuur.



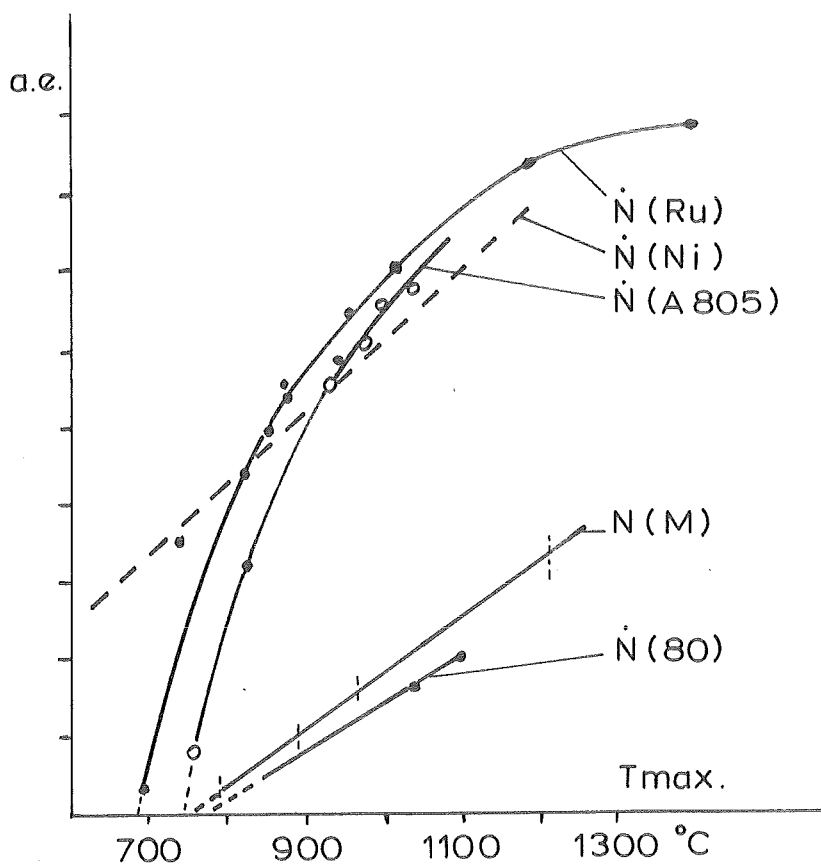
Figuur 13 Transformatie-temperaturen als functie van de austeniteer temperatuur. (Rheinstahl, HY-80). dK 310871

In figuur 13 zijn de meetresultaten verwerkt van een aantal transformatie-start-temperatuur-bepalingen bij verschillende austeniteer temperaturen. Het voor deze experimenten gebruikte staal is een Duitse variant van het type HY-80, een gehard en ontlaten constructiestaal (0,15C; 2,7Ni; 1,26Cr; enz.). Van deze staalsoorten is bekend dat onder bepaalde omstandigheden tijdens het afkoelen twee fase-transformaties kunnen optreden, hetgeen door de meetresultaten in figuur 13 wordt bevestigd.

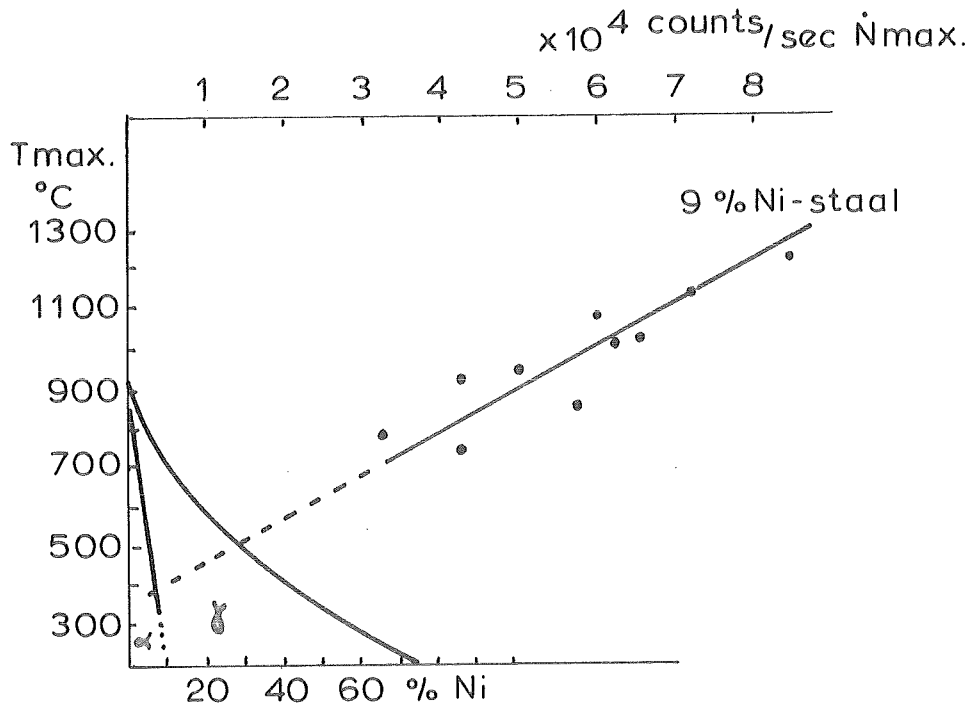
Benadering van Ac-3 temperatuur

Als de $T_{\text{austeniet}}$ wordt verhoogt zal er meer materiaal austenitisch worden, althans tot zover er staafmateriaal tussen de beide inklemmingen aanwezig is. Evenzo zal bij lagere austeniteertemperaturen minder materiaal bij opwarmen transformeren en dus ook minder materiaal bij afkoeling transformeren en a.e. veroorzaken. De resultaten van een aantal a.e.-metingen bij het afkoelen van diverse staalsoorten zijn verwerkt in figuur 14. Extrapolatie van de meetpunten tot géén a.e. tijdens afkoelen, dus tot geen transformatie tijdens afkoelen, geeft een indicatie van austeniteertemperatuurgrens, de z.g. Ac-3 temperatuur.

Extrapolatie van de meetpunten die werden verkregen uit experimenten met 9% nikkelstaal, is in figuur 14 niet mogelijk vanwege de relatief lage transformatietemperatuur van dit staal (klein ferrietgebied). Als illustratie zijn daarom deze meetpunten nog eens getekend in een deel van het ijzer-nikkel fasediagram, met overeenkomstige temperatuurschaal (figuur 15). Een bepaling van de Ac-3 temperatuur aan de hand van figuur 15 lijkt niet verantwoord, maar het is wel nog eens een extra aanwijzing dat inderdaad de fase-transformatie de bron van a.e. is.



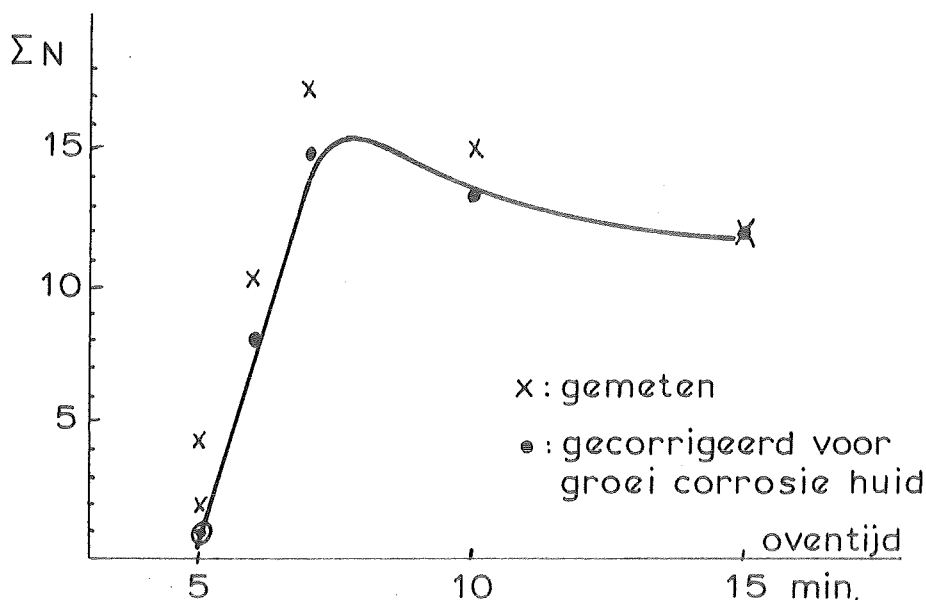
Figuur 14 Akoestische emissie bij martensitische transformaties als functie van de maximum temperatuur die bij het austeniteren werd bereikt. dK 1971



Figuur 15 A.e.-intensiteitsmaxima als functie van de maximaal bereikte auteniteertemperatuur en deel van het Fe-Ni-toestandsdiagram met eensluitende temperatuuras. dK 270871

Minimaal noodzakelijke austeniteertijd

Een bepaling van de minimaal noodzakelijke austeniteertijd werd als volgt uitgevoerd. Aan een staaf van austenitisch materiaal werd aan het ene uiteinde een lassimulatorstaafje vastgelast en aan het andere uiteinde de a.e.-sensor bevestigd. Vervolgens werd het simulatorstaafje gedurende verschillende tijden in een oven van 800°C gehouden. De a.e. die tijdens het afkoelen ontstaat is in figuur 16 uitgezet tegen de gloeitijd. De minimaal noodzakelijke gloeitijd voor volledige austenitering is op deze manier snel te bepalen.



Figuur 16 Indicatie van de hoeveelheid geausteniteerd materiaal (Marrelstaal), als functie van de gloeitijd op 800°C, met a.e. gemeten. dK 280971

Omdat bij deze metingen een onvoldoende inerte atmosfeer kon worden gehandhaafd, werd een toenemende invloed op de hoeveelheid a.e. verwacht van de oxidehuid, gloeiingen naarmate meer met hetzelfde proefstuk werden. Daarom is een correctie ingevoerd welke afhangt van de volgorde van de metingen, in de zin van eerste meting kleine correctie, laatste meting grote correctie.

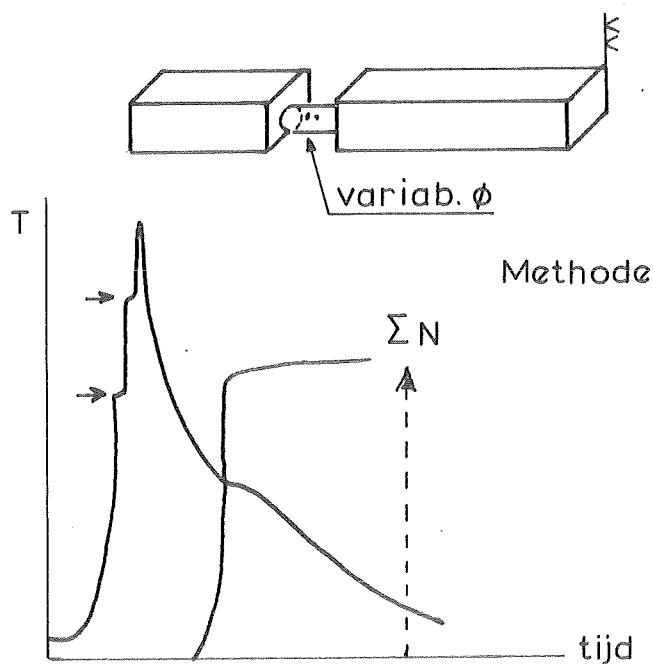
Hoeveelheid transformerend materiaal

Een poging om te trachten de hoeveelheid transformerend materiaal te relateren aan de hoeveelheid akoestische emissie is weergegeven in figuur 17a.

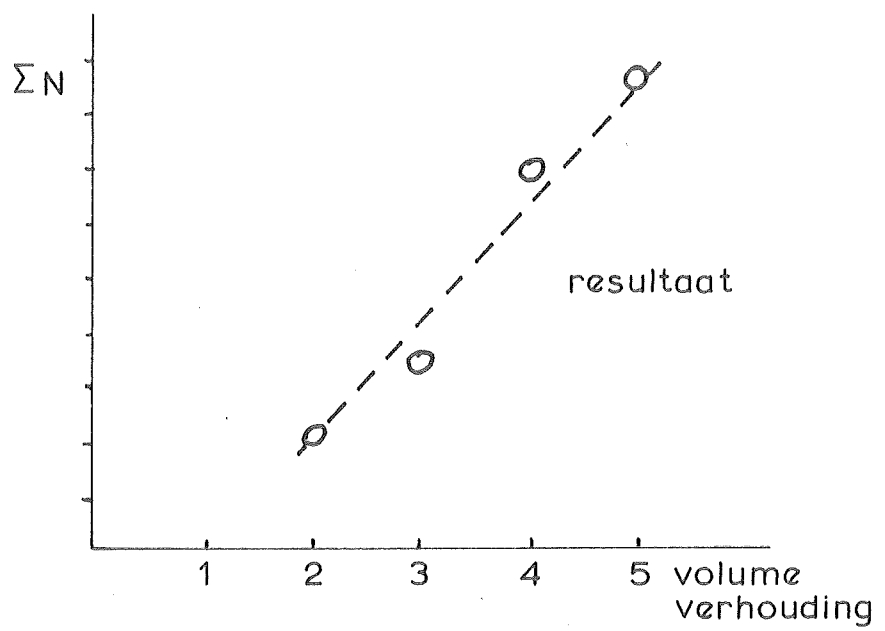
Simulatorstaafjes worden over een afstand van 1 cm op verschillende diameters afgedraaid, zodanig dat de resterende materiaalvolumina van de vier proefstaven zich verhouden als 2:3:4:5.

Tijdens het afkoelen werd de totale hoeveelheid a.e. gemeten en vervolgens uitgezet tegen de bijbehorende volumina materiaal, figuur 17b.

Wanneer men in overweging neemt dat dit oriënterende experiment nog op verschillende punten verbetering behoeft, met name dient er voor gewaakt te worden dat de transformatie zich tot het meetgedeelte beperkt, dan is dit een hoopgevend resultaat.



Figuur 17a Metingen a.e. tijdens transformatie van afkoelend materiaal, bij variabele doorsnede van het meetgedeelte. dK 021171



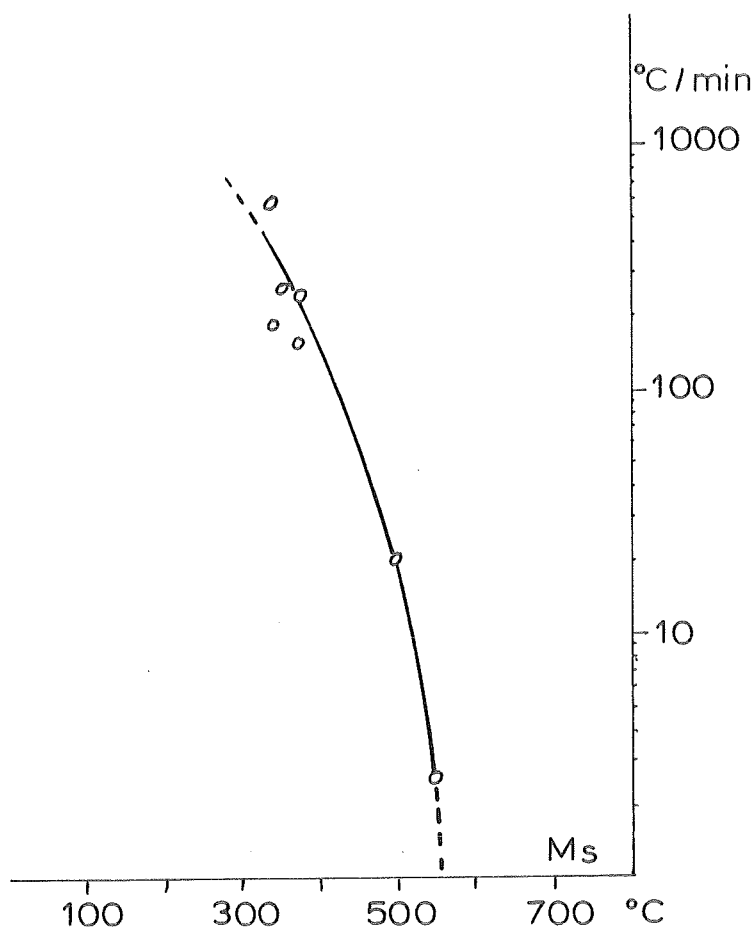
Figuur 17b Resultaat van de a.e.-metingen tijdens de transformatie van afkoelend materiaal, bij variabele doorsnede van het meetgedeelte. dK 021171 (Marrel-staal)

Invloed afkoelsnelheid op transformatie-start-temperatuur

Van één staalsoort werden de akoestisch bepaalde transformatie-temperaturen beschouwd als functie van de afkoelsnelheid. Figuur 18 geeft het resultaat. Duidelijk is de verlaging van de transformatie-temperatuur te zien naarmate de afkoelsnelheid ($800^{\circ}\text{C} - 500^{\circ}\text{C}$) wordt verhoogd. De twee relatief lage afkoelsnelheden werden bepaald met behulp van een oven.

Figuur 18

Met a.e. bepaalde transformatie-start-temperaturen als fte van de afkoelsnelheden ($800^{\circ}/500^{\circ}$) Marrel-staal, dK 021171



Dit laatste experiment wijst met name in de richting van het gebruik van a.e.-metingen bij het experimenteel bepalen van T.T.T. (transformatie-temperatuur-tijd)-diagrammen.

Transformaties in andere metalen

Fase-transformaties in een Goud-47⁵Cadmium éénkristal werden ook in het kader van dit afstudeerwerk akoestisch gemeten. De resultaten wijken niet af van hetgeen reeds is weergegeven in de bijlage blz. 16 en in {1,12}.

Fase-transformaties in de titaanlegering Ti6Al-4V konden in eerste instantie niet met akoestische emissie worden aangetoond. Vermeld dient te worden dat het hier een bcc $\rightarrow$ hcp-transformatie betreft bij ca. 980°C.

Dit resultaat zou er op kunnen wijzen dat alleen transformaties die passingsproblemen in het rooster veroorzaken aanleiding geven tot akoestische emissie.

Discussie

In het voorgaande zijn enkele "relevante experimenten", zie opdracht, in het kort beschreven. De resultaten dekken in het algemeen de verwachtingen en zijn goed in overeenstemming met elders gepubliceerde resultaten. Hierbij dient te worden aangetekend dat nog geen resultaten bekend zijn van elders uitgevoerde metingen aan fase-transformaties in staal. Met nadruk wordt er op gewezen dat de uitgevoerde experimenten en hier beschreven resultaten een zuiver oriënterend en veelal oppervlakkig karakter dragen. De zo verkregen grof kwalitatieve informatie geeft uitgangspunten aan voor verder wetenschappelijk onderzoek.

Het is mogelijk a.e. te gebruiken zonder het fenomeen of het deformatiemechanisme dat de a.e. veroorzaakt nauwkeurig te kennen; zie bijlage en ook de hierna opgenomen conclusies. Toch zal die kennis moeten worden verkregen, enerzijds om de a.e.-techniek te kunnen ontwikkelen en anderzijds om met behulp van de a.e.-techniek bestaande theoriën omtrent deformatiemechanismen te kunnen toetsen en mogelijk nieuwe te ontwikkelen.

Plastische deformatie of decohesie

De pogingen om aangetoonde a.e. te koppelen aan specifieke deformatiemechanismen verkeren nog in ontwikkeling en hebben nog geenszins tot algemeen aanvaarde resultaten geleid. Wezenlijke vragen naar aanleiding van de belasting-deformatie experimenten betreffen het onderscheid tussen plastische deformatie en decohesie. Op basis van gemeten "trend"-veranderingen, buigpunten in de a.e.-kromme, worden kwalitatieve uitspraken gedaan, die wellicht nog niet in alle gevallen geheel kunnen worden vertrouwd. Op verschillende punten onderbroken belasting-deformatie experimenten, gekoppeld aan nauwkeurig structuuronderzoek van de deformatiezone, bijv. {52}, kunnen meer zekerheid verschaffen.

Akoestische rekgrens

Een tweede zeer wezenlijke vraag naar aanleiding van de belasting-deformatie experimenten betreft de ponering "akoestische rekgrens". Uit talloze a.e.-experimenten is gebleken dat "een" rekgrens door een geprononceerd maximum van de a.e.-intensiteit wordt aangegeven. (Zie bijlage Hfdst. I en II en bijv. het recente rapport "Acoustic emission progress report on tensile testing, Los Alamos Sc. Lab U.C.-25, March 1972).

Inventarisatie van waarnemingen van deze a.e.-rekgrens levert het volgende op:

- de a.e.-rekgrens valt samen met de bovenste vloeigrens (staal). Bij andere metalen wordt deze emissie-piek aangetroffen nabij (meestal vòòr) een op de trekkromme zichtbaar begin van plastisch deformeren.
- de invloed van temperatuur en deformatie-snelheid (belastingtoename) op de a.e.-piek (a.e.-rekgrens) komt overeen met de invloed daarvan op de bovenste vloeigrens. Een herhaling van de vloeigrens, blauwbrosheid p.l.-effect, betekent evenzo een herhaling van de a.e.-rekgrens.
- de a.e.-rekgrens treedt niet op wanneer het materiaal als gevolg van dezelfde belasting en belasting-richting reeds eerder plastisch is ge-deformeerd, behalve wanneer er sprake is van herhalingseffecten, zoals hiervoor genoemd.

Een verdere studie gericht op deze akoestische rekgrens lijkt van het grootste belang en verdient hoge prioriteit. Hiervoor zijn twee redenen aan te geven.

- I met het oog op de uitbreiding van kennis der fundamentele deformatie mechanismen; wat gebeurt er nu eigenlijk?
 - losbreken, als een lawine-effect, van gepinde dislocaties?
 - vermenigvuldiging van dislocaties?
 - een plotselinge momentane mobilisering van de tot dan als barrière optredende immobiele dislocaties, zodat deze barrière factor plotseling tot nul nadert?

Hoe dient nu precies de invloed van de belastingsnelheid (belastingtoename per tijdseenheid) te worden beschreven?

En wat is de invloed van de gemiddelde snelheid en de snelheidsveranderingen van het deformatiedeelproces?

Bij dit alles dient men wel steeds voor ogen te houden dat de deformatie dan en slechts dan met a.e. gepaard kan gaan als het deformatieproces discontinu verloopt! Er moet dus een deformatiedeelproces zijn waarvan de snelheid een maximum vertoont. Evenzo zal er een gemiddelde wachttijd moeten bestaan tussen twee deformatiestappen.

- II De emissie-activiteit blijkt beperkt te zijn tot een zeer smal deformatiegebied. De veronderstelling ligt voor de hand dat alleen het begin van plastische deformatie duidelijk akoestisch aantoonbaar is,

zolang er geen sprake is van decohesie. Vele malen is aangetoond dat plastische deformatie na het begin geen significante a.e. meer veroorzaakt. Homogeen deformerend materiaal zal derhalve één a.e.-maximum vertonen, een voortdurende a.e. tijdens plastisch deformeren wijst op een continue overschrijding van de a.e.-rekgrens en dus op sterk inhomogeen deformatiegedrag.

Transformatie of de daardoor veroorzaakte deformatie

Ook de fase-transformatie experimenten leveren nog een interessante vraag op waarvan de beantwoording van fundamentele betekenis kan zijn.

In het voorgaande is gesteld dat a.e. veroorzaakt kan worden, zowel door de eigenlijke fase-transformatie, vooral wanneer dit een omklapproces betekent, als door de plastische deformatie die daarvan één gevolg kan zijn (slechte passing, hoge spanningen bij relatief hoge temperatuur en dus lage vloeigrens). Een duidelijk onderscheid tussen deze twee kan, zeker bij de hier beschreven experimenten, niet worden gemaakt.

Zouden de voorlopige uitkomsten van het beschreven experiment met een ti-taanlegering juist zijn, in die zin dat het fase-transformatie-omklapproces geen a.e. veroorzaakt, dan dient te worden onderzocht of a.e. welke wordt waargenomen tijdens snelle fase-transformaties uitsluitend een manifestatie is van plastische deformatie, als gevolg van de door het omklapproces veroorzaakte inwendige spanningen.

Conclusie

De fenomenologie van de a.e. leidt tot interpretaties van de veranderingen in de a.e.-patronen. Deze interpretaties zijn deels gestoeld op- of worden getoetst aan- bekende deformatie-mechanismen. Vooral de kwalitatieve interpretaties zijn belangrijke uitgangspunten voor het toepassen van a.e.-analyse als niet destructief onderzoek hulpmiddel bij industriële keuringen (zie bijlage).

Kenmerkende woorden

De meetmethode is volkomen passief; zij beïnvloedt op geen enkele wijze datgene wat men wil waarnemen.

De meetmethode is dynamisch en momentaan; zij geeft onmiddellijke informatie over een deformatie gebeurtenis in het materiaal. Dus geen statische bepaling achteraf met alle daaraan verbonden nadelen.

De meetmethode is niet plaatsgebonden; men kan op enige afstand van de mogelijke gebeurtenissen meten.

De meetmethode is in sterke mate plaatsbepalend (zie bijlage); men kan bepalen waar een deformatie optreedt.

Verandering van het a.e.-beeld betekent een verandering van het deformatie-proces in de zin van versnelling of vertraging van de afzonderlijke deel-procesjes; danwel een snellere of langzamere opeenvolging van die deel-procesjes, of beide.

Verandering van het a.e.-beeld kan echter ook betekenen dat één of meer deformatieprocessen meegaan doen, of juist zijn uitgewerkt.

Interpretatie criteria

De interpretatie van a.e. dient aan een aantal criteria te worden getoetst, die hier worden gerecapituleerd.

- Heeft de interpretatie betrekking op een discontinu deformatieproces; kan er a.e. zijn?
- Worden de verschillende deformatie-mechanismen onderling onderscheiden. In algemene zin valt de analyse van de storingen uiteraard ook onder deze vraag; hoe goed is de discriminatie?
- Wordt de a.e. beïnvloedt door de snelheid (snelheidsverandering) van de deformatie (deformatie deelproces); klopt het deformatiebeeld met het a.e.-beeld?
- Hoe zijn de propagatieverliezen en de sensorinterpretatie verwerkt; is er een mogelijkheid tot betrouwbare kwantitatieve interpretatie?

Verder onderzoek

Intensief onderzoek op velerlei gebied met behulp van a.e.-analyse is zinvol en houdt vele beloften in. A.e.-analyse staat nog aan het begin van haar ontwikkeling. Een intensieve studie naar de eigenschappen van de a.e. zelf, haar ontstaan en vooral ook de propagatie-parameters, lijkt daarom voor een metaalkundig laboratorium de meest zinvolle opdracht. Echter technische hulpmiddelen vonden reeds een nuttige toepassing lang voordat er een volledig begrip bestond over het "hoe en waarom". Daarom wordt de a.e.-analyse niet alleen aanbevolen voor nadere studie op het gebied van de fundamentele deformatiemechanismen, de a.e.-bron zelf en de propagatie problemen, maar ook als kwalitatief bruikbaar hulpmiddel bij experimenten op het gebied van de breukmechanica, materiaaleigenschappen zoals veranderingen van micro-structuur (textuur), de breukmechanica, de spanningscorrosie-gevoeligheid, de indicatie van fase-transformaties, het optreden van micro-scheuren tijdens warmtebehandelingen en andere in de literatuur en in de bijlage genoemde toepassingen.