



Národní konference s mezinárodní účastí
INŽENÝRSKÁ MECHANIKA 2002

13. – 16. 5. 2002, Svratka, Česká republika

Použití identifikačních metod v rezonanční ultrazvukové spektroskopii

M. Landa, J. Kozánek, I. Zolotarev, J. Plešek *

Úvod

Pro studium krystalů nových materiálů je nutné znát atomární strukturu definovanou pozicí atomů při minimální volné energii a tvar funkce volné energie v okolí tohoto minima, daného elastickými konstantami. Elastické konstanty, jakožto derivace volné energie, mají vztah k základním termodynamickým vlastnostem materiálu. Jejich závislosti na teplotě a aplikovaném napětí jsou rovněž významnými charakteristikami fázových transformací materiálu.

Elastické konstanty, ve smyslu tuhostních charakteristik, je možné určovat statickými metodami z lineární závislosti zátěžné síly na malém posunutí. Při dynamickém měření se využívá šíření akustických vln ve zkoumaném materiálu. Většina tabelovaných hodnot elastických konstant známých materiálů byla získána na základě měření doby průletu (Time Of Flight, TOF) akustického pulsu [9], [8].

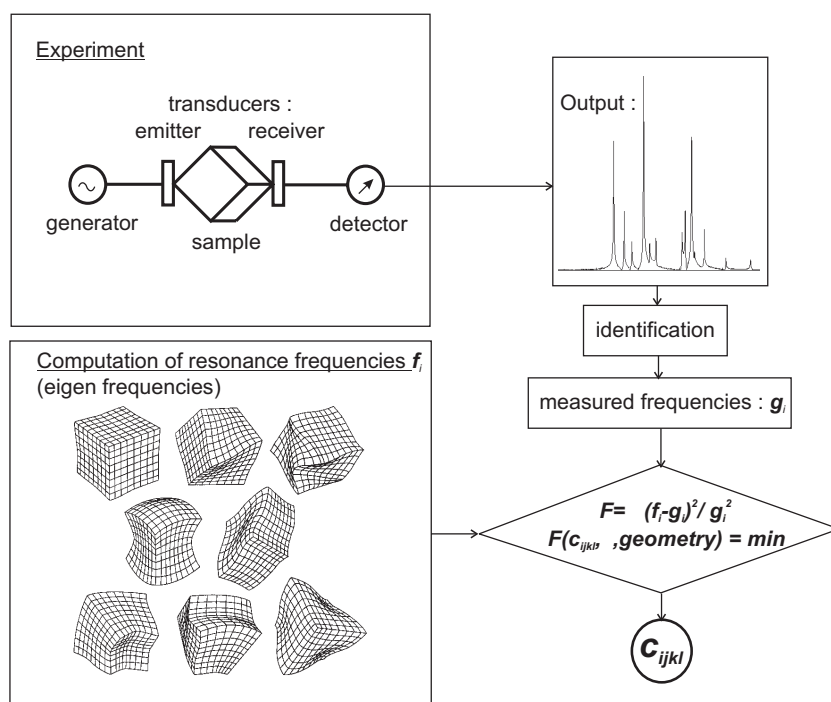
Relativně nedávno byla pro měření elastických konstant vyvinuta metoda rezonanční ultrazvukové spektroskopie (Resonant Ultrasound Spectroscopy, RUS), [3], [4], [5], [6]. Touto metodou jsou měřeny komplexní amplitudy vynuceného harmonického kmitání a vyhodnoceny vlastní frekvence (resonance) daného vzorku materiálu. Máme-li k dispozici dostatečný počet naměřených rezonancí a známe-li hustotu materiálu, můžeme získat jedním měřením na jednom vzorku všechny elastické konstanty (tedy obecně až 21 nezávislých konstant). Vzorky mohou mít nejenom prizmatický tvar, ale i jiný např. kulový, [10]. Teoreticky není nutné, aby tvar vzorku byl orientován vzhledem ke krystalografické souřadné soustavě. Vzorky mohou mít rozměry pod 1mm, ale naopak i jednotky cm až km (stavebnictví, geofyzika). RUS není čistě experimentální metoda, neboť pro vyšetření hodnot elastických konstant je nutný výpočet vlastních frekvencí pro dané hodnoty elastických konstant (forward problem). Na základě příslušného výpočtového modelu kmitání zkušební tělesa lze pomocí minimalizace odchylek naměřených a vypočtených vlastních frekvencí určovat hledané parametry (elastické konstanty). Vztahy mezi parametry jsou zpravidla nelineární a proto je tato úloha (inverse problem) nelineární povahy. Určité řešení inverzního problému je známo z geofyziky, kde na základě seismických dat jsou získávány vlastnosti struktury zemské kůry. Podobný přístup je později uplatňován i v kvantitativních ultrazvukových metodách nedestruktivního hodnocení materiálu a při kvantitativní analýze signálů akustické emise.

Využití metody RUS bylo po dlouhou dobu omezeno právě obtížností řešení inverzního problému. Resonanční metoda byla r.1970 použita O. Andersonem a spol. pro měření rychlosti šíření zvuku v kulových vzorcích měsíčních hornin dovezených v rámci projektu Apollo. H. Daemarrest použil krychlové vzorky a r.1971 poprvé řešil problém kmitání prizmatických anizotropních

*Ing. Michal Landa, CSc., Ing. Jan Kozánek, CSc., Ing. Igor Zolotarev, CSc., Ing. Jiří Plešek CSc., Ústav termomechaniky AV ČR, Dolejškova 5, 182 00, Praha 8, CZ, e-mail : ml@it.cas.cz

vzorků numericky. Inverzní problém byl řešen postupem, známým již v té době v geofyzice, A. Migliorim a J. Maynardem, kteří se na začátku 80. let zabývali teplotními závislostmi rychlostí šíření akustických vln ve velmi malých vzorcích krystalů vysokoteplotních supravodivých materiálů. A. Migliori v 90. letech zavedl termín rezonanční ultrazvuková spektroskopie k označení všech rezonančních ultrazvukových metod pro měření elastických konstant. Parametry určované metodou RUS lze zobecnit i o rozměrové a geometrické charakteristiky vzorku a dále o vzájemnou orientaci vzorku a krystalografických os.

Postupem doby se aplikace RUS rozšířily i do oblasti nedestruktivního testování (Non-destructive Testing, NDT). Např. na základě sledování změn v měřeném spektru lze detekovat trhliny ve valivých tělískách ložisek. Metodou RUS lze rovněž vyhodnocovat strukturní parametry vrstevnatých a porézních materiálů jak z vlastních resonancí, tak i z útlumu, [7]. V poslední době se objevují první práce využívající popisu nelineárního kmitání testovaného tělesa (Single Mode Nonlinear Ultrasound Spectroscopy, SIMONRUS). Zde je zpracováván celý průběh pouze jedné, vyšší resonance (3., 4. apod.) a použitý model zahrnuje zpravidla nelinearitu, která souvisí se studovanou strukturou (trhliny, nehomogenity, tzv. mezzoscopic structures). Nelinearity se mohou také projevit v důsledku kinetiky sledovaného procesu (rychlost zatěžování, vysušování, ohřevu apod.), [1]. Ukazuje se, že použitím nelineárních metod v defektoskopii lze dosahovat rozlišení dokonce i pod příslušnou vlnovou délku akustického kmitání a citlivosti vyšší než u konvenčních metod založených na lineární akustice.



Obrázek 1: Schéma metody rezonanční ultrazvukové spektroskopie

Experiment

Metodou RUS jsme se začali zabývat za účelem měření elastických konstant jednotlivých fází slitin s tvarovou pamětí. Zejména slitiny Cu vykazují silnou směrovou závislost a jejich měření konvenční pulsní odrazovou metodou je obtížné. Rovněž příprava dostatečného počtu "velkých" vzorků je náročná a mnohdy pro některé slitiny i nemožná. Z teplotní závislosti elastických vlastností lze pozorovat stabilitu atomární struktury a tedy pomocí těchto závislostí lze studovat martenzitické transformace, které jsou mechanismem tvarově paměťové vlastnosti těchto materiálů. Schéma metody je znázorněno na obr.1. Ze syntezatorového generátoru DS345

(Stanford Research System) je přiveden zesílený harmonický budící signál do širokopásmového měniče, který svým pístovým kmitáním vybudí kmitání vzorku. Kmitání je na protilehlém rohu prizmatického vzorku snímáno měničem stejného typu. Detekovaný signál je přiváděn na vstup "lock-in" zesilovače SR844 (Stanford Research System) spolu s budícím signálem jako referencí. Tímto zařízením je vyhodnocena okamžitá RMS (root mean square) a fáze vstupního signálu a pro každou hodnotu nastavené budící frekvence zaznamenávána. Frekvenční rozsah je omezen použitými měniči (byly testovány dva typy : DRS -Dynamic Resonant System, Inc. - sondy pro kryostatická měření s měničem LiNbO_3 a pinducery VP-1093 s miniaturním PZT měničem, viz obr.1 b) a zesilovačem (přístrojový zesilovač AD811). V současné době zařízení umožňuje měření v rozsahu 0.1 - 4MHz. V dosavadních měřeních byla frekvence měněna s krokem 70Hz. Při dosažení maximální nastavené frekvence byla postupně klesající budící frekvence posunuta o půl frekvenčního kroku, tedy po složení a sestavení výsledného průběhu spektra dosáhneme frekvenčního rozlišení 35Hz, přičemž je zahrnut vliv směru rozmítání (změny frekvence) budícího signálu. Realizace experimentální části metody RUS je zatím testována na prizmatických vzorcích s rozměry řádově 1mm ze skla (izotropní materiál) a z monokrystalu křemíku (kubická symetrie), u kterých jsou známy elastické konstanty. Měření doposud probíhala za pokojové teploty. Je testována "vybuditelnost" jednotlivých módů kmitání a přesnost měření vlastních frekvencí.

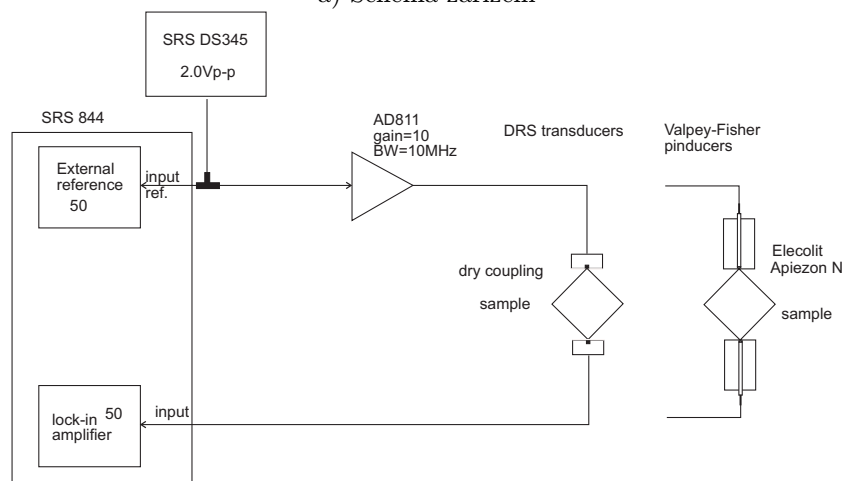
Výsledky

Zde jsou uvedeny výsledky měření na vzorcích označené jako #4 a #6 ze skla, jehož elastické vlastnosti byly předem určeny pulsně-odrazovou metodou a hustota vážením na vzduchu a ve vodě (izotropní materiál, $c_{11} = 82.04$ GPa, $c_{44} = 29.24$ GPa a $\rho = 2.4599$ g/cm³). Rozměry obou vzorků jsou uvedeny v tab.1. Vzorky byly připraveny a vyleštěny do optické kvality ve Fyzikálním ústavu AV ČR. Komplexní amplitudy vynuceného harmonického kmitání byly postupně zaznamenány v rozsahu 0.3 - 1.5 MHz po úsecích s příslušně nastaveným zesílením, viz obr.3. Nejprve byly vyhodnoceny odhady vlastních frekvencí jako lokální maxima (resonance) amplitudo-frekvenční charakteristiky. Tato maxima jsou použita jako počáteční hodnoty pro iterační identifikační metodu, která je podrobně popsána v [2]. Metoda je založena na předpokládaném tvaru komplexní odezvy $v(\omega)$ harmonicky buzeného lineárního dynamického systému frekvencí ω

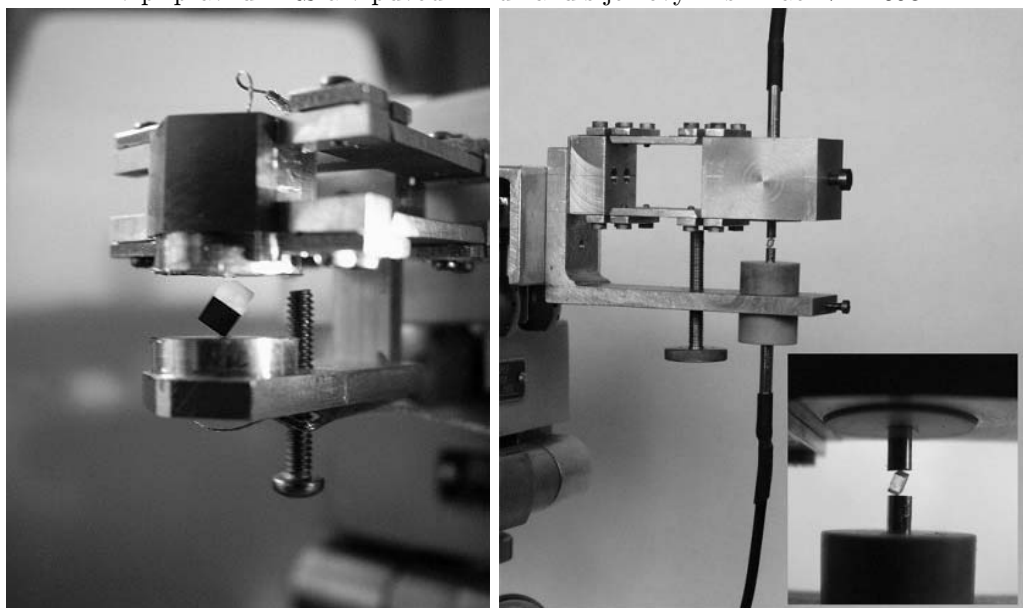
$$v(\omega) = \sum_{\nu=1}^n \frac{a_{\nu}}{j\omega - s_{\nu}} + h(\omega), \quad (1)$$

kde n je počet vlastních frekvencí v měřeném intervalu, $s_{\nu} = -\alpha_{\nu} + j\omega_{\nu}$ je ν -té komplexní vlastní číslo ($\alpha > 0$ představuje útlum a imaginární část značí vlastní frekvenci), $a_{\nu} \in C$ vyjadřuje příspěvek ν -tého vlastního tvaru kmitu a $h(\omega) \in C$ představuje korekční vliv ostatních (v počtu n neuvažovaných) vlastních kmitů.

a) Schéma zařízení



b) Pohled na ustavený vzorek
v přípravku DRS a v původním držáku s jehlovými snímači VP-1093



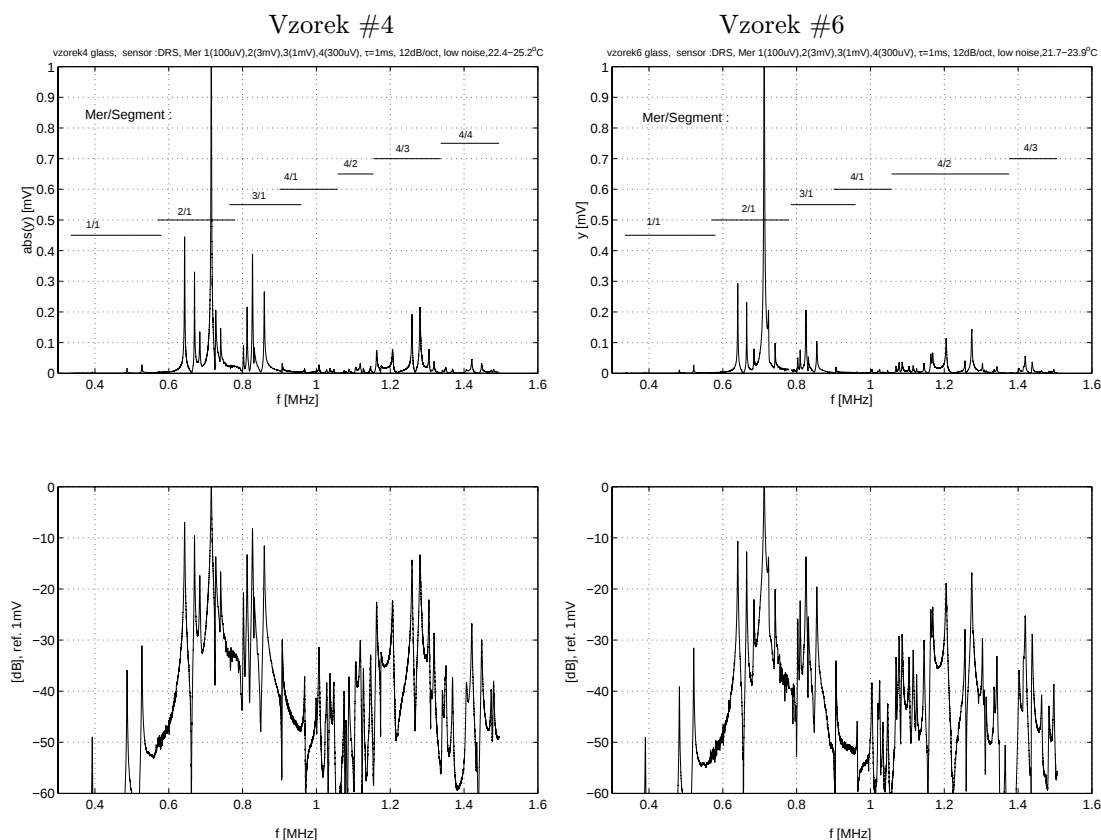
Obrázek 2: Realizace experimentální části metody RUS.

$-i-$	(a)	(b)	(c)	(d)	(e)
1	0.389197	0.389178	0.392890	0.390167	0.392722
2	0.483682	0.483641	0.490341	0.482360	0.486973
3	0.523519	0.523479	0.530443	0.521219	0.527207
4	0.643361	0.643324	0.646341	0.640608	0.643024
5	0.669089	0.669084	0.675204	0.664683	0.669824
6	0.684178	0.684130	0.683331	0.683807	0.684082
7	0.714713	0.714639	0.718570	0.712148	0.715201
8	0.723908	0.723829	0.728790	0.723915	0.726925
9	0.743083	0.743018	0.743364	0.741532	0.740525
10	0.806129	0.806078	0.805035	0.803335	0.802355
11	0.814072	0.814040	0.815506	0.809689	0.812388
12	0.829433	0.829372	0.830412	0.825370	0.826853
13	0.831530	0.831476	0.833342	0.831487	0.831550*
14	0.856542	0.856432	0.861490	0.854720	0.858786

význam :	rozměry vzorku [mm]:				
(a) FEM $10 \times 10 \times 10$	a, b, c				
(b) FEM $20 \times 20 \times 20$	a, b, c				
(c) FEM $10 \times 10 \times 10$	$0.99 * a, b, c$				
(d) Experiment vzorek #6	3.914, 2.888, 2.333				
(e) Experiment vzorek #4	3.880, 2.887, 2.329				

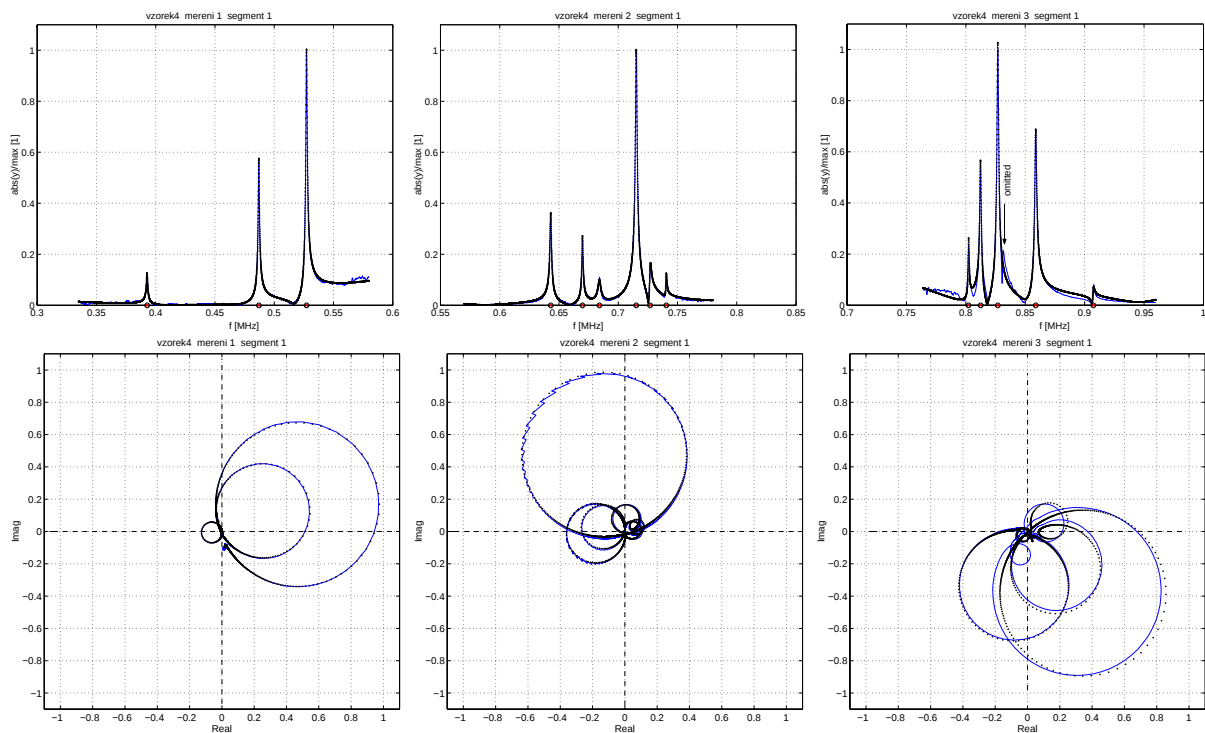
Výpočty byly provedeny pro rozměry vzorku # 6 ozn. jako a, b, c .
* frekvence lokálního maxima.

Tabulka 1: Porovnání prvních 14 nenulových vlastních frekvencí, MKP modely versus experiment.

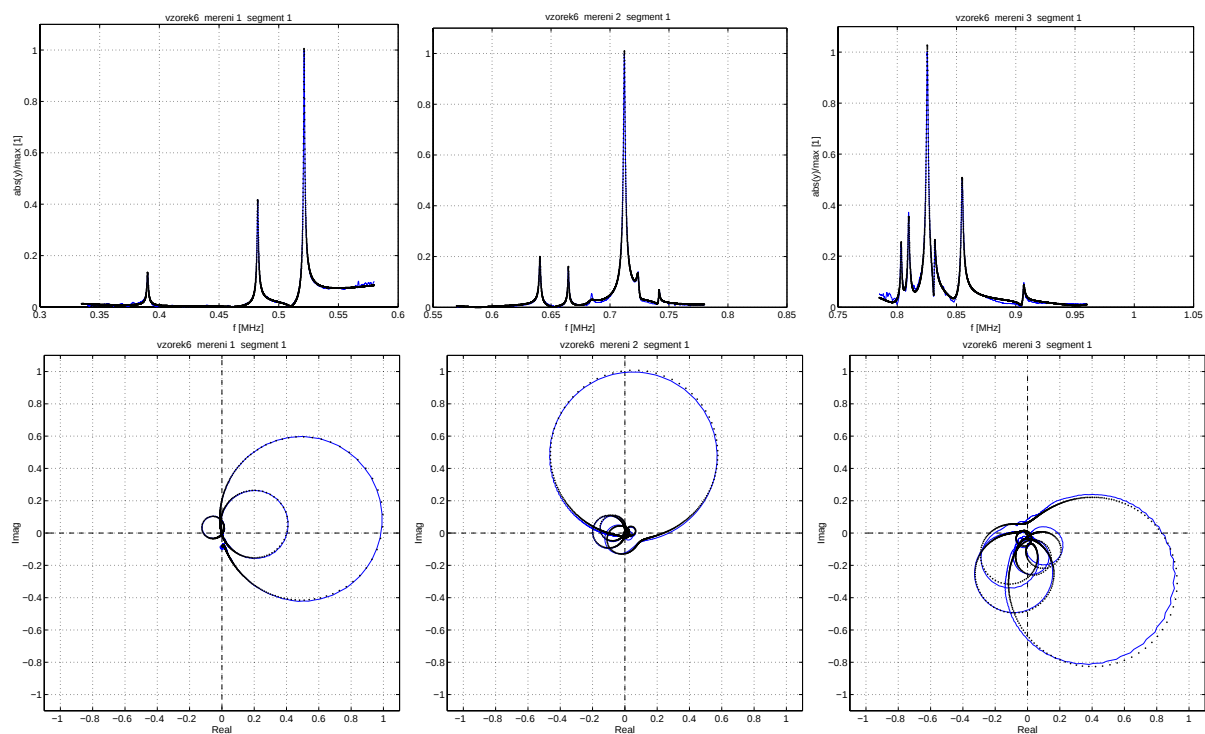


Obrázek 3: Amplitudové části naměřených spekter v celém rozsahu 0.3 - 1.5MHz a zvolená segmentace.

Vzorek #4



Vzorek #6



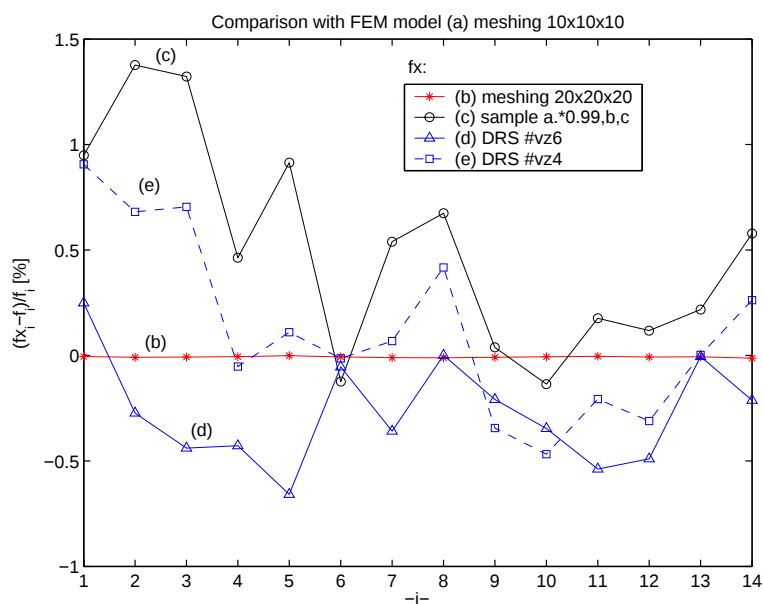
Obrázek 4: Identifikace vlastních čísel v prvních třech segmentech.

Z důvodu velkých amplitudových rozdílů v jednotlivých částech spektra (obr.3), je celé spektrum segmentováno a identifikace dynamického systému pomocí vztahu (1) je použita postupně pro jednotlivé segmenty. Amplitudová část a příslušné Nyquistovy diagramy naměřených komplexních amplitud (tenká čára) proložené teoretickým průběhem (1), (tučné body), jsou uvedeny na obr.4.

Výsledkem této identifikace jsou hodnoty komplexních vlastních čísel (tedy útlumu a vlastních frekvencí). Hodnoty vlastních frekvencí se významně neliší od hodnot určených z lokálních maxim průběhů, neboť krok změny frekvencí při měření byl malý a "jakost" rezonancí je vysoká (u monokrystalů kovových materiálů jsou resonance ještě užší).

Ukazuje se, že geometrická kvalita buzených rohů vzorku, jeho ustavení mezi měniče a míra stlačení vzorku hraje klíčovou úlohu ve vybuditelnosti jednotlivých módů, zatímco tvar vzorku (vzájemný poměr hran) má vliv na vznik vícenásobných popř. blízkých vlastních frekvencí. První vliv je ryze experimentální a zatím jej lze eliminovat pouze zkusem, ovšem tvar vzorku lze před jeho realizací navrhnout z předběžných numerických simulací s předpokládanými elastickými vlastnostmi.

Předběžný rozsah vlastních frekvencí byl vypočten pomocí systému MKP Ansys V5.6. Zde uvádíme porovnání s numerickými hodnotami prvních 14 nenulových vlastních frekvencí vypočtených programem PMD. Byly porovnány dvě hustoty diskretizace ($10 \times 10 \times 10$ a $20 \times 20 \times 20$) při použití prvků s kvadratickými tvarovými funkcemi. Dále je ukázán vliv změny šířky hrany o 1% a porovnání s experimentálními hodnotami vlastních frekvencí. Pro známé elastické konstanty a změřené rozměry s přesností $\pm 1 \mu\text{m}$ bylo dosaženo celkové kvadratické odchylky pod 0.02%. U krystalů bude dalším zdrojem chyby nejistota vzájemné orientace struktury a vzorku. Tabelovaná data v tab.1 jsou vynesena do grafu (obr.5), kde je zřejmá řádová rezerva přesnosti výpočtu a z porovnání odchylek měřených vzorků je patrný trend odchylek předpovězený simulovaným zkrácením hrany a o 1%.



Obrázek 5: Relativní odchylky od výpočtu MKP $10 \times 10 \times 10$ prvků, (a).

Závěr

V příspěvku je uveden přehled historie a jsou naznačeny možnosti aplikací rezonanční ultrazvukové spektroskopie (RUS). Je popsán systém vyvíjený pro měření elastických konstant vzorků monokrystalů ze slitin s tvarovou pamětí. Experimentální uspořádání bylo testováno na přímé úloze měření vlastních frekvencí etalonových vzorků ze skla.

Výhody a nevýhody použití metody RUS pro měření elastických konstant můžeme shrnout do následujícího výčtu :

- Výhody
 - Měření na malých vzorcích (řádově 1mm).
 - Stanovení úplného tensoru elastických konstant z jednoho měření na jednom vzorku.
 - Relativně snadné měření teplotních závislostí elastických konstant.
- Nevýhody
 - Metoda vyžaduje poměrně vysokou rezonanční jakost Q ; tedy malý útlum materiálu (citlivost na nemomogenity a dissipaci energie).
 - Metoda je citlivá na přesnosti a geometrii vzorku.
 - Nutná předběžná analýza kmitání (vícenásobné resonance), některé tvary kmitání mohou být špatně vybuditelné ("skryté" resonance) a je nutné identifikovat posloupnost vlastních frekvencí a zajistit jejich korespondenci s výpočtem. Je nezbytný odhad měřených konstant a předběžný výpočet vlastních frekvencí.
 - Měření elastických konstant v závislosti na zatížení je obtížné a většinou nemožné.
 - Komplikovanější zpracování (měření – model – inverzní problém) než u pulsně-odrazové metody

V příspěvku byla použita metoda identifikace založená na principu vyhlazení frekvenčního přenosu, přičemž doposud byly analyzovány pouze hodnoty vlastních frekvencí. V anizotropním případě bude zajímavé posuzovat i vyhodnocení útlum jednotlivých vlastních tvarů kmitání.

Poděkování : Autoři děkují panu Vladimíru Novákovi z FZÚ AV ČR za přípravu vzorků a doktorandu Ing. Radkovi Kolmanovi za výpočty vlastních frekvencí systémem PMD. Tato práce vznikla za finanční podpory grantového projektu GA ČR č. 106/01/0396.

Reference

- [1] R.A. Guyer, P. Johnson, *Physics Today*, (1999) **52**, 30-36
- [2] J. Kozánek, *Strojnický Časopis*, (1982) **33**, 281-288
- [3] J. Maynard, "Resonant Ultrasound Spectroscopy", *Physics Today*, (1996) **49**, 26-31
- [4] A. Migliori, J.L. Sarrao, W.M. Visscher, T.M. Bell, M. Lei, Z. Fisk, R.G. Leisure, *Physica B*, (1993) **183**, 1-24
- [5] A. Migliori, Z. Fisk, *Crystal and Ultrasound*, *Los Alamos Science*, (1993) No. 21, 182-194
- [6] A. Migliori, J.L. Sarrao, *Resonant Ultrasound Spectroscopy, Application to Physics, Materials Measurements and Nondestructive Evaluation*, J. Wiley and Sons, Inc., New York 1997
- [7] L. Ostrovsky, A. Lebedev, A. Matveyev, A. Potapov, A. Sutin, I. Soustova, P. Johnson, *J. Acoust.Soc.Am.*, (2001) **110**, 1770-1780
- [8] E.P. Papadakis, *The Measurement of Ultrasonic Velocity, The Measurement of Ultrasonic Attenuation*, In: *Physical Acoustics* ed by R.N. Thurston, A.D. Pierce, Vol. XIX, Academic Press, Inc. New York 1990
- [9] R. Truell, Ch. Elbaum, B.B. Chick, *Ultrasonic Method in Solid State Physics*, Academic Press 1969
- [10] W.M. Visscher, A. Migliori, T.M. Bell, R.A. Reinert, *J. Acoust.Soc.Am.*, (1991) **90**, 2154-2162