



HODNOCENÍ PRŮBĚHU KOROZNÍHO POŠKOZENÍ METODAMI AKUSTICKÉ EMISE A NELINEÁRNÍ ULTRAZVUKOVÉ SPEKTROSKOPIE

CORROSION DAMAGE EVALUATION BY ACOUSTIC EMISSION MONITORING AND NONLINEAR ELASTIC WAVE SPECTROSCOPY TESTING

Jan KOBER^a, Zdeněk PŘEVOROVSKÝ^b

^a Fakulta jaderná a fyzikálně inženýrská ČVUT

^b Ústav termomechaniky AV ČR, v.v.i.

Contact e-mail: kober@it.cas.cz

Abstrakt:

Rozvoj lokálního korozního poškození konstrukcí může vést k závažným poruchám a případně i k neopravitelnému poškození celých konstrukčních částí. Snížení spolehlivosti konstrukce lze předejít včasnou detekcí probíhajícího korozního procesu a přesným odhadem rozsahu aktuálního poškození. Zabezpečení spolehlivého provozu konstrukce je zásadní tam, kde porucha může vést k ohrožení zdraví a velkým ekonomickým ztrátám, tj. především v energetickém, chemickém a leteckém průmyslu. Tato práce se zabývá využitím metod akustické emise a nelineární ultrazvukové spektroskopie při detekci a monitorování korozního poškození. V laboratorních podmínkách byly provedeny korozní zkoušky. Akustická emise byla sledována in situ v průběhu korozního procesu. Mezi korozními zkouškami bylo provedeno měření metodou nelineární vlnově modulační spektroskopie (NWMS). Bylo zjištěno, že intenzita akustické emise souvisí s aktuální dynamikou korozního procesu a že rozsah korozního poškození dobře koresponduje s nelineárními parametry zjištěnými metodou NWMS. Obě metody zároveň umožňují detekci únavového poškození, takže tvoří univerzální systém pro nedestruktivní inspekci konstrukcí.

Klíčová slova: akustická emise (AE), nelineární ultrazvuková spektroskopie (NEWS), korozie

Abstract:

The development of local corrosion damage can lead to serious malfunctions and even to irreparable damage to whole structural parts. It is possible to prevent the decrease of reliability by timely detection of ongoing corrosion process and by accurate evaluation of current corrosion damage. A reliable operation of a structure has to be secured, if a failure can cause health hazards and significant economic losses, i.e. in power, chemical and aerospace industry. This work is dealing with the application of acoustic emission method and a nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) method for detection and monitoring of corrosion damage growth. A series of corrosion tests was performed in laboratory conditions. The acoustic emission was recorded in situ during corrosion process. The measurement by nonlinear wave modulation spectroscopy (NWMS) method was performed in between corrosion tests. It was observed that the current dynamics of a corrosion process was determined by AE and that the amount of corrosion damage was corresponding to the nonlinear parameters obtained by NWMS. Both methods have already been used for fatigue damage evaluation therefore they form a universal system for non-destructive structural inspection.

Keywords: Acoustic emission (AE), Nonlinear Elastic Wave Spectroscopy (NEWS), corrosion

1. Úvod

V současné době jsou intenzivně studovány metody vhodné pro tzv. *Structural Health Monitoring* (SHM) systémy, tj. systémy, které umožňují spolehlivé hodnocení aktuálního stavu konstrukce a dokáží predikovat další vývoj poškození. SHM systémy proto nalézají uplatnění především v aplikacích, kde je prioritou maximální spolehlivost provozu a kde případná porucha může vést k závažným následkům. V současnosti se takové systémy používají např. pro zařízení v jaderné energetice (v energetice obecně), v chemickém průmyslu či v leteckých konstrukcích. Diagnostické metody vhodné pro SHM systémy, by měly vykazovat vysokou citlivost a spolehlivé hodnocení rozsahu poškození. V tomto příspěvku jsou diskutovány možnosti použití metody akustické emise (AE) a nelineární ultrazvukové spektroskopie (NEWS) pro sledování a hodnocení průběhu korozního poškození. V pracích [1-6] jsou uváděny aplikace nelineárních ultrazvukových metod jak při detekci trhlin, tak i rozptýleného poškození v objemu materiálu, nicméně zmínky o možnostech hodnocení korozního poškození metodami NEWS jsou v dostupné literatuře dosud jen sporadické. Naproti tomu využití metody akustické emise pro sledování korozních procesů bylo již mnohokrát důkladně studováno, např. v [7-10]. Bylo prokázáno, že AE umožňuje detekovat již počáteční stádia korozních procesů a že aktuální rychlost korozní reakce dobře koreluje s emisní aktivitou.

2. Experimentální metodika sledování korozních procesů

2.1. Zkušební vzorky a postup korozních zkoušek

Jako zkušební tělesa pro korozní zkoušky byly použity L-profilu z letecké Al-slitiny o délce 100 mm a šířce bočních stran 15 mm. Vzorky byly vyrobeny ze slitiny ekvivalentní Al-slitině typu 2024. Ve výchozím stavu nebyl povrch vzorků nijak ošetřen. Na povrchu vzorků byla patrná pouze stejnoměrná vrstva slabých oxidačních produktů.

Korozním zkouškám byly podrobeny dva vzorky, z nichž každý byl vystaven odlišnému koroznímu prostředí. Vzorky byly umístěny do oddělených nádob s korozním médiem tak, aby se nedotýkaly stěn nádoby. Nejprve byly použity roztoky mořské soli o koncentraci 0,5 mol s přídavkem 0,1 mol HCl resp. HNO₃. Po necelých 140 hodinách expozice byly slabé roztoky vyměněny za koncentrovanější (1 mol mořské soli a 0,3 mol HCl resp. HNO₃). Agresivnějšímu prostředí byly vzorky vystaveny dalších přibližně 500 hodin.

2.2. Měření akustické emise

V průběhu korozních zkoušek byla monitorována AE. Na horní část vzorků, izolovanou od korozního prostředí, byly připevněny snímače AE kyanakrylátovým lepidlem. Ke snímání AE byly použity snímače Dakel IDK-09 s oddělenými předzesilovači 30 dB, připojené k analyzátoru AE Dakel XEDO. Byly zaznamenávány počty emisních překmitů přes dvě prahové úrovně (ozn. *count1*, *count2*). Nižší prahová úroveň byla volena blízko hranice šumu a vyšší cca v polovině zbývajících rozsahu. Zároveň byla ukládána hodnota RMS signálu AE.

2.3. Měření NEWS metodou

2.3.1. Metoda nelineární vlnově modulační spektroskopie (NWMS)

K hodnocení rozsahu korozního poškození byla použita dvoufrekvenční NEWS metoda, tzv. nelineární vlnově modulační spektroskopie (NWMS). Analýza nelinearity materiálu (resp. defektu) vychází z modelu klasické nelinearity, který je založen na vztahu mezi deformací ε a napětím σ ve tvaru

$$\sigma = \int K(\varepsilon) d\varepsilon, \quad (1)$$

$$K(\varepsilon) = K_0[1 + \beta\varepsilon + \delta\varepsilon^2], \quad (2)$$

kde K_0 je lineární modul pružnosti a β a δ jsou parametry kvadratické, resp. kubické nelinearity. V případě, že je materiál s uvedenou nelineární charakteristikou buzen signály o frekvencích f_0 a f_1 , vyskytují se v odezvě harmonické frekvence (tj. $2f_0$, $3f_0$ apod.) a intermodulační produkty prvního ($f_1 \pm f_0$) a druhého řádu ($f_1 \pm 2f_0$). Velikost harmonických a intermodulačních složek spektra je závislá na amplitudách budících frekvencí A_0 , resp. A_1 . Ve [4] bylo ukázáno, že pro amplitudu intermodulačního produktu prvního řádu A_{\pm} platí

$$A_{\pm} = C_{\beta} A_0 A_1, \quad (3)$$

kde C_{β} je konstanta úměrná parametru kvadratické nelinearity ze vztahu (2). Podobně pro amplitudu intermodulace druhého řádu $A_{2\pm}$ platí

$$A_{2\pm} = C_{\beta\delta} A_0^2 A_1, \quad (4)$$

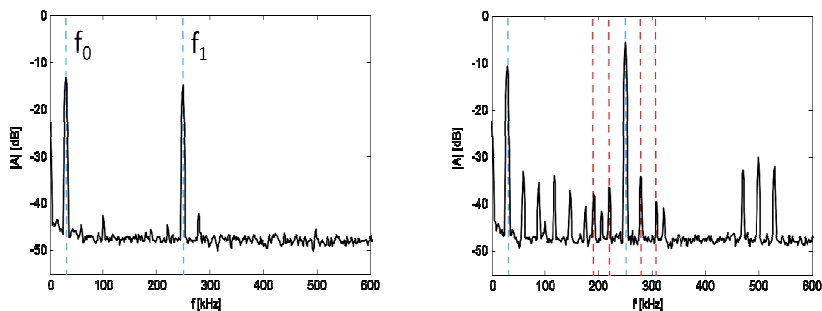
kde $C_{\beta\delta}$ je konstanta úměrná oběma nelineárním parametrům z (2). Obdobné vztahy lze psát i pro další harmonické složky.

2.3.2. Experimentální postup měření NWMS

Před samotným měřením metodou NWMS byly vzorky vyjmuty z korozního média a důkladně očištěny v roztoku isopropylalkoholu v ultrazvukové čističce. Osušené vzorky byly pak testovány. Snímač AE, připevněný na vzorcích, sloužil jako přijímač signálu a další piezoelektrický měnič stejného typu byl použit jako vysílač vyšší frekvence f_1 . K buzení harmonického signálu o nižší frekvenci f_0 byla použita nízkofrekvenční (30 kHz) ultrazvuková sonda s kuželovým nástavcem. Vysílací sondy byly umístěny na zkorodované části vzorků. Akustická vazba pro vysokofrekvenční signál byla zajištěna přes folii ze silikonového kaučuku a pro nízkofrekvenční signál ultrazvukovým gelem Sonotech Ultragel II. Nižší frekvence f_0 byla volena blízko rezonanční frekvence použité sondy na 29,3 kHz a zůstala neměnná po celou dobu experimentu. Sonda byla buzena pomocí generátoru multifunkčního přístroje TiePie HS3 přes výkonový zesilovač LV102. Amplituda budícího signálu byla zvyšována ve 24 krocích od 0,5 Vpp do 15 Vpp. Vysokofrekvenční signál byl vysílán z generátoru funkcí Rigol DG2041A s konstantní amplitudou signálu 20 Vpp. Frekvence f_1 byla volena v rozmezí 247 – 251 kHz tak, aby byl zajištěn optimální výstupní signál. Bylo provedeno pět měření při různých frekvencích f_1 měnících se po 0,5 kHz okolo optimální frekvence. Signál odezvy byl zesílen o 20 dB pomocí předzesilovače

PAC a zaznamenávání osciloskopem TiePie HS3. Celé měření bylo automatické, řízené počítačem pomocí programu vytvořeného v programovém prostředí MATLAB. Zaznamenané signály měly délku 100 ksvů při vzorkování 10 MHz v rozlišení 14 bit.

Ze souboru zaznamenaných signálů byly vyhodnoceny nelineární parametry C_β a $C_{\beta\delta}$ podle vztahů (3) a (4). Ze spekter výstupních signálů byly vyhodnoceny amplitudy odpovídající budícím frekvencím a intermodulačním produktům (viz obr. 1). Z odečtených hodnot byly vyneseny odpovídající závislosti na rostoucí amplitudě A_0 a směrnice závislostí C_β a $C_{\beta\delta}$ byly zjištěny metodou nejmenších čtverců. Na obr. 1 je porovnání spekter signálů naměřených v počáteční a v konečné fázi korozních zkoušek. Nárůst nelineárních složek spektra s rostoucím poškozením je zde zcela evidentní.



Obr. 1: Porovnání spekter signálů naměřených v počáteční (vlevo) a v konečné (vpravo) fázi korozních zkoušek. Vyznačeny jsou budící frekvence a intermodulační produkty.

(Comparison of signal spectra evaluated in the initial (left) and the terminal (right) phase of corrosion tests. Driving and intermodulation frequencies are marked with dashed lines)

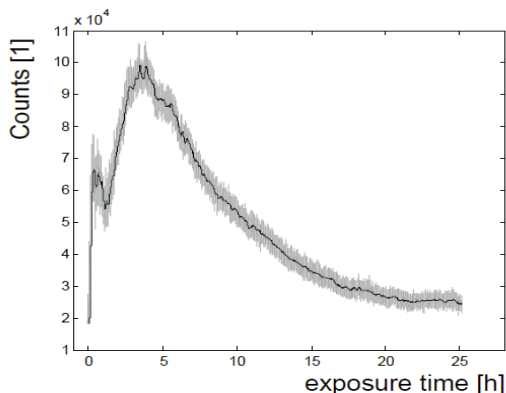
3. Výsledky zkoušek a diskuse

3.1. Výsledky měření AE v průběhu korozních zkoušek

Akustická emise byla zaznamenávána in situ v průběhu korozních zkoušek. Typický průběh emisní aktivity je vidět na obr. 2, kde je vynesena časový průběh překmitů přes nižší prahovou úroveň *count*. Zdroji akustické emise jsou při korozních procesech tvorba korozních produktů, jejich praskání a odpadávání z povrchu a v konečných fázích potom rozvoj exfoliačních trhlin. Kvalitativně stejné záznamy byly pořízeny v různých fázích korozních zkoušek i v obou korozních prostředích. Vzhledem k tomu, že nejsou k dispozici žádná další měření koroze, která by umožnila porovnání s emisní aktivitou, můžeme pouze hypoteticky předpokládat možné fyzikálně-chemické příčiny. První vrchol emisní aktivity zpravidla trval přibližně dvě hodiny a byl následován druhým, širokým vrcholem, který s časem exponenciálně klesal. Výška druhého vrcholu se měnila v průběhu testu, ale jeho průběh zůstal stejný.

Lze se domnívat, že první vrchol odpovídá rychlé pasivaci povrchu vzorků po přerušení korozního procesu před měřeními NWMS, kdy byla očištěním odstraněna část korozní vrstvy.

Dalším vysvětlením může být odstranění korozních produktů vzniklých na vzduchu při přerušené korozní zkoušce. Druhý vrchol pravděpodobně odpovídá postupu korozního procesu lokalizovanou korozí, tj. vytváření korozních důlků a v pozdějších fázích rozvoji exfoliačních puchýřů a trhlin. Pokles pak odpovídá pasivaci povrchu vytvořenými korozními produkty a zároveň částečnému vyčerpání agresivity korozního média.

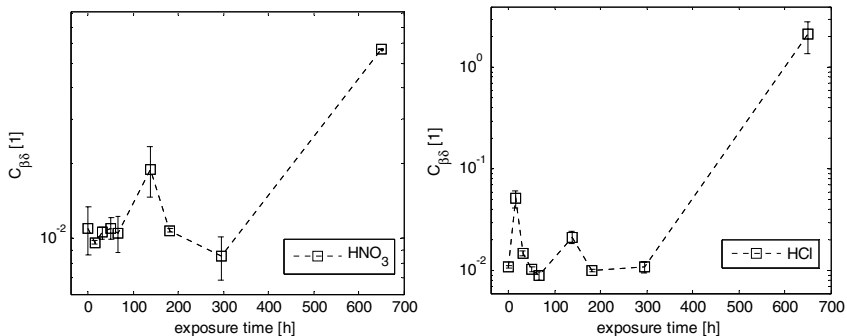


Obr. 2: Typický průběh emisní aktivity zaznamenané během korozního procesu. Zaznamenané četnosti emisních přechmitů jsou znázorněny šedou tečkovanou čarou, silná černá čára je jejich klouzavý průměr.

(Typical AE activity recorded during the corrosion process. Actual AE count rates are in grey dotted line, and their moving averages in solid black)

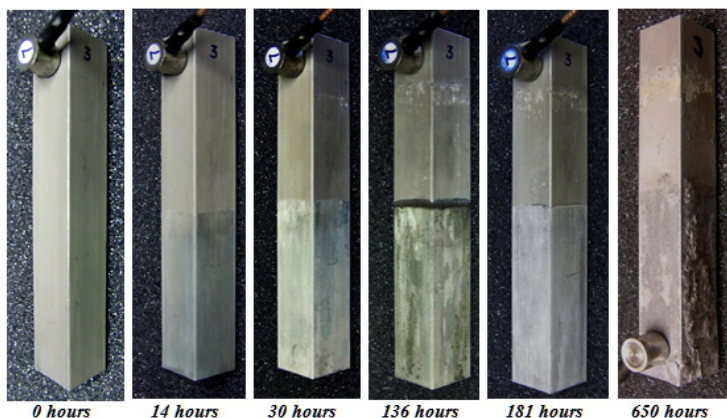
3.2. Výsledky měření metodou NWMS

Měření metodou NWMS byla v průběhu korozních zkoušek několikrát opakována. Nelineární parametry C_{β} a $C_{\beta\delta}$ byly vyhodnoceny v různých fázích korozního poškození. Ukázalo se, že parametr $C_{\beta\delta}$ lze použít jako velmi citlivý ukazatel rozsahu korozního poškození. Na obr. 3 jsou vyneseny průměrné hodnoty parametru $C_{\beta\delta}$ v závislosti na době expozice vzorku v korozním mediu. Průběh závislosti v různých korozních prostředích je podobný. Nejprve dochází k mírnému snížení nelinearity vzorků a prvního maxima dosahuje nelinearita shodně po 136 hodinách expozice. Po této fázi experimentu bylo použito koncentrovanější korozní médium. Vlivem nového média došlo opět ke snížení nelinearity vzorků, které bylo následováno velkým nárůstem. Tento efekt dobře odpovídá vizuálnímu hodnocení vzorků (viz obr. 4). Snížení nelinearity v počátečních fázích korozního procesu je pravděpodobně způsobeno odstraněním původních korozních produktů. Tím dochází k částečnému vyčištění povrchu vzorků. Nárůst nelinearity potom pravděpodobně způsobuje vrstva korozních produktů slabě vázaná k základnímu materiálu. V konečné fázi korozní zkoušky docházelo k exfoliační korozi, tj. tvorbě puchýřků a trhlin v materiálu, což se projevilo řádovým nárůstem zjištěné nelinearity.



Obr. 3: Vývoj nelineárního parametru $C_{\beta 8}$ během korozního procesu. Vyneseny průměrné hodnoty $C_{\beta 8}$ s chybovými intervaly v závislosti na době expozice koroznímu médiu. Koncentrovanější korozní medium bylo použito po 136 hodinách expozice.

(Development of nonlinear parameter $C_{\beta 8}$ during corrosion process. Mean values of parameter $C_{\beta 8}$ are plotted against exposure time in semilog scale with error bars. Concentrated corrosion media was used after 136 hours of exposure.)



Obr. 4: Fotografie korozního poškození vzorku v různých fázích korozní zkoušky. Uvedený vzorek byl exponován v roztoku s HNO_3 .

(Photographs of the specimen at different exposure times. The specimen has been corroded in the solution with nitric acid)

4. Závěry

Byly provedeny korozní zkoušky vzorků z letecké slitiny Al. Rozsah korozního poškození, realizovaného pomocí urychlených korozních zkoušek pokrýval celý průběh pozorovatelný

v reálných podmínkách na letecké konstrukci. V počáteční fázi docházelo k rovnoměrné korozi na povrchu vzorku s lokálním rozvojem korozních důlků. V konečné fázi bylo již korozní poškození značné, takové, že v provozních podmínkách by mohlo dojít k havárii součásti. Došlo až k rozvoji exfoliační koroze, tvorbě trhlin a puchýřů v materiálu a tím k silné degradaci mechanických vlastností původního materiálu.

Korozní proces byl monitorován in situ pomocí akustické emise. Bylo zjištěno, že aktivita akustické emise je spolehlivým ukazatelem okamžité rychlosti korozních procesů. K určení mechanismu korozního poškození, detekovaného na základě měření AE by bylo třeba sestavit na základě doplňujících fyzikálně-chemických analýz odpovídající korozní model. Výhodou AE je v případě použití více snímačů AE m.j. možnost dosti přesné lokalizace korodujících částí konstrukce, což je důležité zejména na vizuálně nepřístupných místech. V současné době jsou za tímto účelem do některých letounů instalovány speciální vláknové detektory vlhkosti (např. pod koberce v kabinách pro cestující), ty však přímo nevyovídají o korozním napadení, ale jen o jeho možnosti na základě hypotetického modelu. Měření nelineární ultrazvukovou metodou NWSM bylo provedeno několikrát v průběhu korozní zkoušky. Ukázalo se, že zjištěný nelineární parametr dobře odpovídá rozsahu korozního poškození zjištěnému vizuální kontrolou. Nelineární parametr vykazuje velkou dynamiku v závislosti na rozsahu korozního poškození. Detekuje minimální změny korozní vrstvy i ve fázi, kdy makroskopické vlastnosti materiálu ještě nejsou příliš ovlivněny. Naproti tomu nebezpečný stav je indikován řádovým nárůstem nelineárního parametru.

Obě metody prokázaly svou efektivitu při detekci a hodnocení korozního poškození kovových leteckých slitin. Vlastnosti obou metod se vhodně doplňují a vzhledem k tomu, že využívají podobné experimentální zařízení, tvoří výhodnou součást budoucího SHM systému. Jejich aplikace není omezena na slitinu Al, která zde byla studována. Protože princip obou metod je založen na šíření elastických vln prostředím, lze očekávat obdobné vlastnosti pro celou řadu kovových materiálů. Nasazení uvedených metod je proto možné také v dalších průmyslových odvětvích, jako např. v chemickém průmyslu či energetice apod.

Poděkování

Práce vznikla za podpory MPO ČR v projektu č. FR-TI1/274 a studentské grantové soutěže ČVUT č. SGS10/302/OHK4/3T/14.

This work was supported by the Czech Ministry of Trade and Industry under project no. FR-TI1/274 and by the Grant Agency of the Czech Technical University in Prague, grant No. SGS10/302/OHK4/3T/14.

Literatura

- 1 P.P. Delsanto. 'Universality of nonclassical nonlinearity: applications to non-destructive evaluations and ultrasonics', Springer Verlag, 2007.
- 2 R.A. Guyer and P.A. Johnson. 'Nonlinear mesoscopic elasticity: evidence for a new class of materials', Physics Today, 52:30–36, 1999.

- 3 P.B. Nagy. 'Fatigue damage assessment by nonlinear ultrasonic materials characterization', *Ultrasonics*, 36(1-5):375–381, 1998. ISSN 0041-624X.
- 4 K. Van Den Abeele. 'Multi-mode nonlinear resonance ultrasound spectroscopy for defect imaging: An analytical approach for the one dimensional case', *The Journal of the Acoustical Society of America*, 122:73, 2007.
- 5 K. Van Den Abeele, P. Johnson, and A. Sutin. 'Nonlinear elastic wave spectroscopy (NEWS) techniques to discern material damage, Part I: nonlinear wave modulation spectroscopy (NWMS)', *Research in nondestructive evaluation*, 12(1):17–30, 2000.
- 6 I. Yu. Solodov, N. Krohn, G. Busse. 'CAN: an example of nonclassical acoustic nonlinearity in solids', *Ultrasonics* 40, 2002.
- 7 F. Bellenger, H. Mazille, H. Idrissi. 'Use of acoustic emission technique for the early detection of aluminum alloys exfoliation corrosion', *NDT&E International* 35, 2002.
- 8 M. Boinet et al. 'Understanding aluminum behavior in aqueous alkaline solution using coupled techniques. Part II: Acoustic emission study', *Electrochimica Acta* 55, 2010
- 9 M. Fregonese et al. 'Initiation and propagation steps in pitting corrosion of austenitic stainless steels: monitoring by acoustic emission', *Corrosion Science* 43, 2001
- 10 J. Kovac et al. 'Correlations of electrochemical noise, acoustic emission and complementary monitoring techniques during intergranular stress-corrosion cracking of austenitic stainless steel', *Corrosion Science* 52, 2010