
PRACE

**Instytutu Ceramiki
i Materiałów Budowlanych**

Scientific Works
of Institute of Ceramics
and Building Materials

Nr 12

ISSN 1899-3230

Rok VI

Warszawa–Opole 2013

ANNA GERLE*

JACEK PODWÓRNY**

Porównawcze oznaczanie modułu Younga wyrobów szamotowych metodami dynamicznymi i metodą statyczną

Słowa kluczowe: właściwości sprężyste, moduł Younga, moduł sprężystości, dynamiczne i statyczne metody oznaczania modułu Younga, wyroby szamotowe.

W ramach pracy wyznaczono i porównano wartości modułu sprężystości podłużnej wyrobu szamotowego, wyznaczonego trzema metodami: statyczną przy ściskaniu oraz dwoma dynamicznymi – rezonansową i ultradźwiękową. Najniższe wartości mierzonych modułów uzyskano metodą statyczną, najwyższe dynamiczną – ultradźwiękową. Wyniki uzyskane metodą rezonansową były o kilka do kilkunastu procent wyższe od tych otrzymanych metodą statyczną, a metodą ultradźwiękową były wyższe o 30%. Omówiono różnice w uzyskanych wynikach, wskazując ich przyczyny. Dyskusję na ten temat oparto na rozważaniach teoretycznych i doniesieniach literaturowych.

1. Wstęp

Właściwości sprężyste to jedne z podstawowych cech charakteryzujących materiały ogniotrwałe. Ich znajomość jest niezbędna w trakcie projektowania wyłożeń ogniotrwałych urządzeń przemysłowych [1]. Właściwości sprężyste materiału z prawa Hooke'a określa liniowa zależność naprężenia od odkształcenia:

$$\sigma = E \cdot \varepsilon \quad (1)$$

gdzie:

σ – to naprężenia normalne, czyli prostopadłe do kierunku przyłożonej siły,

ε – odkształcenie materiału,

E – moduł sprężystości, nazywany modułem Younga, stanowi miarę sztywności materiału.

* Mgr inż., Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.

** Dr, Instytut Ceramiki i Materiałów Budowlanych w Warszawie, Oddział Materiałów Ogniotrwałych w Gliwicach.

Moduł Younga obok współczynnika Poissona jest podstawową wielkością pozwalającą na wyznaczenie zależności między naprężeniem i odkształceniem w materiale sprężystym. W niezmiennych z termodynamicznego punktu widzenia warunkach przyjmuje się, że ma on wartość stałą. Jednak jego wartość może się istotnie zmieniać w wyniku oddziaływań termicznych (zmiana związana z temperaturą, zmiana po wstrząsach cieplnych, itp.).

W praktyce istnieją dwie grupy metod badawczych pozwalających na wyznaczenie wartości modułu Younga materiału, są to metody statyczne i dynamiczne. Metody statyczne wykorzystują pomiary pozwalające na wykreślenie krzywych zależności między naprężeniem σ a odkształceniem ε w trakcie poddawania materiału obciążeniu mechanicznemu. Wykreślenie takiej krzywej pozwala na znalezienie współczynnika proporcjonalności pomiędzy σ i ε , będącego modułem Younga. Metody statyczne wykorzystują najczęściej trójpunktowe i czteropunktowe zginanie lub jednoosiowe ściskanie. Metody dynamiczne opierają się na pomiarach akustycznych, które pozwalają na wyznaczenie wartości modułu sprężystości na podstawie szybkości przejścia fali ultradźwiękowej przez próbkę lub na podstawie pomiarów częstotliwości rezonansowych wymuszonych drgań swobodnych.

Znany jest fakt, że wartości modułu sprężystości heterogenicznych materiałów porowatych, uzyskane metodami dynamicznymi są wyższe od wartości modułów otrzymanych metodami statycznymi [1–4]. Z literatury znane są różne tego interpretacje. Może to być związane ze zjawiskami relaksacyjnymi zachodzącymi w próbce podczas pomiaru. W trakcie pomiarów metodami akustycznymi obciążenia przykładane są w czasie krótszym od czasu relaksacji, a zmierzony moduł jest bliski modułowi niezrelaksowanemu [3, 5]. W trakcie badań metodami statycznymi, praktycznie zawsze zachodzą zjawiska relaksacyjne ze względu na długi czas trwania obciążania materiału. Może się też zdarzyć, że w trakcie pomiarów statycznych przekroczona została granica sprężystości materiału, a zmierzona wartość modułu E jest zaniżona. Natomiast w czasie pomiarów akustycznych lokalne naprężenia towarzyszące falom akustycznym zawsze są dużo niższe od granicy sprężystości. Granica sprężystości w trakcie statycznego obciążania materiału zostanie przekroczona tym szybciej, im więcej wad materiałowych ma badane tworzywo. Pomiary ultradźwiękowe są niewrażliwe na stosunkowo duże wady, ponieważ długość fali ultradźwiękowej jest większa niż rozmiar wad rzędu 1–2 mm [2–3], co jest wadą tej grupy metod.

Podstawowym problemem w pracach projektowych wykorzystujących moduł E do obliczeń inżynierskich jest wybór metody jego oznaczania. Ponieważ pomiary statyczne lepiej przybliżają faktyczne warunki pracy materiałów ogniotrwałych, niektórzy autorzy postulują, aby do oznaczeń modułu Younga wykorzystywać metody statyczne lub w przypadku wykorzystywania wartości modułów Younga wyznaczonych metodami rezonansowymi pomniejszać je o 80% [1, 6].

Laboratorium Badań Materiałów Ogniotrwałych oznacza wartości modułu Younga dwiema metodami dynamicznymi – rezonansową i ultradźwiękową oraz niedawno opracowaną dla ceramiki metodą statyczną wykorzystującą jednoosiowe ściskanie. Niniejsza praca miała na celu porównanie wyników oznaczania modułu sprężystości wyrobów szamotowych otrzymanych wszystkimi metodami stosowanymi w Laboratorium Badań Materiałów Ogniotrwałych. W niewielu publikacjach badających wyroby ogniotrwałe były wykorzystane wszystkie wyżej wymienione metody w celu porównania otrzymanych wyników [1].

2. Materiał i metodyka badań

Próbki do badania modułu Younga metodami dynamicznymi i statycznymi przygotowano z trzech kształtek szamotowych w gatunku AS, które wcześniej zostały wyselekcjonowane z partii czterdziestu kształtek. Selekcję przeprowadzono na podstawie badania jednorodności partii przy użyciu metody rezonansowej RFDA przez porównanie częstotliwości skręcających i drgań podłużnych.

Z każdej z trzech wyselekcjonowanych kształtek przygotowano po 6 walców o wymiarach: $h = 80$ mm, $\varnothing = 40$ mm oraz po 4 belki o wymiarach 25 x 25 x 150 mm.

Dodatkowo dla wszystkich walców i belek oznaczono gęstość pozorną i porowatość otwartą metodą ważenia hydrostatycznego zgodnie z normą PN-EN 993-1: 1998. Gęstość pozorną i porowatość otwartą poszczególnych próbek oznaczano w celu wyeliminowania z badań próbek znacząco odbiegających od pozostałych. Obliczono również gęstość objętościową próbek w kształcie walca przez podzielenie masy próbki przez jej objętość.

W oznaczeniach próbek przyjęto następującą notację: numer kształtki wytypowanej do badań/numer walca lub belki.

Następnie na 4 z przygotowanych walców wyznaczono moduł Younga metodą rezonansową, wykorzystując drgania podłużne. Po nieniszczących badaniach rezonansowych walce wykorzystano do niszczących oznaczeń metodą statyczną przy jednoosiowym ścisaniu. Belki wykorzystano do oznaczania modułu Younga nieniszczącą metodą rezonansową, mierząc częstotliwość drgań zginających oraz metodą ultradźwiękową, mierząc czas przejścia fali ultradźwiękowej przez próbkę.

Oznaczanie modułu Younga metodą rezonansową wykonano przy pomocy analizatora częstotliwości rezonansowych i tłumienia RFDA produkcji belgijskiej Integrated Material Control Engineering, wyznaczając częstotliwość drgań zginających według [7].

Oznaczanie modułu Younga metodą ultradźwiękową przeprowadzono z wykorzystaniem testera betonu CT1 produkcji polskiej UNIPAN-ULTRASONIC z głowicą pomiarową o częstotliwości 100 kHz. Jako środek sprzęgający zasto-

sowano wazelinę techniczną. Zmierzony czas przejścia fali przez próbkę przeliczono na prędkość.

Oznaczanie modułu Younga przy jednoosiowym ściskaniu przeprowadzono na prasie hydraulicznej ToniNORM firmy ToniTechnik wyposażonej w dwa elektroniczne ekstensometry typu DD1 firmy HBM umożliwiające pomiar odkształcenia do 2 mm z dokładnością 0,2%. Odkształcenie było określane jako wartość średnia z obu czujników. Moduł Younga wyznaczano po 2 cyklach wcześniejszego obciążania i odciążania próbki, z szybkością 0,1 MPa/s, w zakresie siły od 4 kN do $1/3 F_m$. Przy czym F_m jest maksymalną siłą niszczącą wyznaczaną dla każdej z trzech kształtek z osobna na dwóch z sześciu przygotowanych walców. Na każdym walcu po oznaczeniu modułu sprężystości oznaczono jego wytrzymałość na ściskanie. Przyjęto założenie, że moduł Younga został wyznaczony poprawnie, jeżeli średnia wytrzymałość na ściskanie wyznaczona na walcach po oznaczaniu modułu Younga nie różni się o więcej niż 20% od wartości średniej wyznaczonej na walcach przed oznaczaniem modułu. Miało to na celu sprawdzenie, czy w trakcie pomiaru modułu sprężystości w próbce nie powstały naprężenia, które przekraczały zakres sprężystości i generowały powstawanie defektów w materiale.

We wszystkich przypadkach oznaczania modułu Younga kierunek przykładania naprężenia był taki sam jak kierunek formowania wyrobu.

3. Uzyskane wyniki i ich omówienie

Wyniki oznaczania gęstości pozornej i porowatości otwartej przedstawiono w tabelach 1–4. Dodatkowo w tabelach 1–3 zaprezentowano wyniki oznaczania wytrzymałości na ściskanie próbek przed oznaczaniem modułu Younga (dwie pierwsze próbki z każdej kształtki) oraz na próbkach po oznaczaniu modułu E. W tabelach 5 i 6 zebrano wyniki oznaczania modułu Younga na walcach i belkach wyznaczone różnymi metodami.

Tabela 1

Wartości gęstości pozornej, porowatości otwartej oraz wytrzymałości na ściskanie przed (próbki 1÷2) i po (próbki 3÷6) oznaczaniu modułu E uzyskane na walcach dla kształtki 1

Numer próbki	Gęstość pozorna [g/cm ³]	Gęstość objętościowa [g/cm ³]	Porowatość otwarta [%]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Średnia wytrzymałość na ściskanie / /SD [MPa]
1/1	2,04	2,005	15,7	42,7	53,3 ± 14,9
1/2	2,04	2,015	15,8	63,8	
1/3	2,05	2,036	15,3	47,1	46,8 ± 6,3
1/4	2,05	2,014	15,8	38,1	
1/5	2,04	2,002	15,9	48,7	
1/6	2,04	2,015	15,7	53,1	

Źródło: Opracowanie własne.

Tabela 2

Wartości gęstości pozornej, porowatości otwartej oraz wytrzymałości na ściskanie przed (próbki 1÷2) i po (próbki 3÷6) oznaczeniu modułu E uzyskane na walcach dla kształtki 2

Numer próbki	Gęstość pozorna [g/cm ³]	Gęstość objętościowa [g/cm ³]	Porowatość otwarta [%]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Średnia wytrzymałość na ściskanie / /SD [MPa]
2/1	2,04	2,009	15,9	42,6	44,3 ± 2,4
2/2	2,01	1,981	16,6	46,0	
2/3	2,04	2,004	15,9	58,3	52,3 ± 4,5
2/4	2,02	1,996	16,4	52,1	
2/5	2,04	2,003	16,0	47,4	
2/6	2,02	1,984	16,2	51,5	

Źródło: Opracowanie własne.

Tabela 3

Wartości gęstości pozornej, porowatości otwartej oraz wytrzymałości na ściskanie przed (próbki 1÷2) i po (próbki 3÷6) oznaczeniu modułu E uzyskane na walcach dla kształtki 3

Numer próbki	Gęstość pozorna [g/cm ³]	Gęstość objętościowa [g/cm ³]	Porowatość otwarta [%]	Wytrzymałość na ściskanie [MPa]	Średnia wytrzymałość na ściskanie / /SD [MPa]
3/1	2,09	2,060	15,3	57,2	59,1 ± 2,7
3/2	2,10	2,066	15,0	61,0	
3/3	2,09	2,058	15,0	55,1	53,1 ± 7,2
3/4	2,09	2,065	15,4	57,2	
3/5	2,09	2,070	15,3	42,5	
3/6	2,10	2,068	15,0	57,7	

Źródło: Opracowanie własne.

Tabela 4

Wartości gęstości pozornej, porowatości otwartej uzyskane na belkach

Numer próbki	Gęstość pozorna [g/cm ³]	Porowatość otwarta [%]
1/1	2,05	15,6
1/2	2,05	15,3
1/3	2,05	15,7
1/4	2,04	15,8
2/1	2,02	16,0
2/2	2,01	16,3
2/3	2,02	16,1
2/4	2,02	16,0
3/1	2,10	15,0
3/2	2,10	14,9
3/3	2,09	15,3
3/4	2,10	15,3

Źródło: Opracowanie własne.

Otrzymane wyniki potwierdzają, że badania prowadzono na próbkach charakteryzujących się jednorodnością, a różnice między średnimi wartościami wytrzymałości próbek przed i po oznaczeniu modułu Younga nie przekroczyły 20% i wynosiły: 12,2% dla kształtki 1, 18,1% dla kształtki 2 i 10,1% dla kształtki 3.

T a b e l a 5

*Wartości modułu Younga uzyskane na walcach przy jednoosiowym ściskaniu i metodą rezonansową**

Numer próbki	Moduł Younga wyznaczony przy ściskaniu [GPa]	Średni moduł Younga wyznaczony przy ściskaniu [GPa]	Moduł Younga wyznaczony metodą rezonansową [GPa]	Średni moduł Younga wyznaczony metodą rezonansową [GPa]
1/1	–	26,4	–	24,9
1/2	–		–	
1/3	27,9		26,1	
1/4	33,5		24,0	
1/5	20,4		24,0	
1/6	23,8		25,5	
2/1	–	21,6	–	26,3
2/2	–		–	
2/3	21,1		27,4	
2/4	25,2		26,6	
2/5	20,3		23,8	
2/6	19,8		27,4	
3/1	–	23,6	–	22,8
3/2	–		–	
3/3	25,0		24,4	
3/4	24,1		22,3	
3/5	22,3		22,1	
3/6	23,0		22,5	

* Próbki o numerach 1/1, 1/2, 2/1, 2/2, 3/1, 3/2 zostały wykorzystane do oznaczenia wartości F_m .

Ź r ó d ł o: Opracowanie własne.

Tabela 6

Wartości modułu Younga uzyskane na belkach metodą rezonansową i ultradźwiękową

Numer próbki	Moduł Younga wyznaczony metodą rezonansową [GPa]	Średni moduł Younga wyznaczony metodą rezonansową [GPa]	Moduł Younga wyznaczony w oparciu o ultradźwięki [GPa]	Średni moduł Younga wyznaczony w oparciu o ultradźwięki [GPa]
1/1	27,3	27,5	34,4	34,4
1/2	27,9		35,7	
1/3	28,0		34,3	
1/4	26,9		33,3	
2/1	30,0	30,9	37,5	38,1
2/2	30,4		36,9	
2/3	31,1		38,4	
2/4	32,2		39,7	
3/1	24,8	24,7	32,2	32,0
3/2	24,9		32,8	
3/3	24,7		31,6	
3/4	24,3		31,4	

Źródło: Opracowanie własne.

W tabeli 7 zebrano średnie wartości modułu Younga dla poszczególnych kształtek wyznaczone różnymi metodami na walcach i belkach.

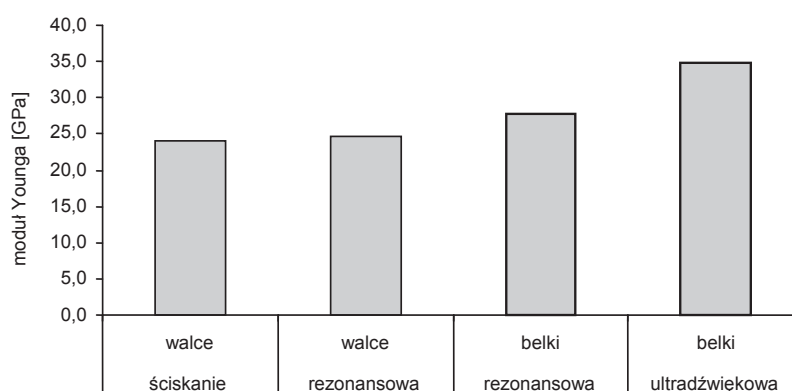
Tabela 7

Średnie wartości modułu Younga, wyrażone w GPa, wyznaczone różnymi metodami na walcach i belkach

Numer próbki	Metoda			
	ściskanie walce	rezonansowa walce	rezonansowa belki	ultradźwiękowa belki
1	26,4	24,9	27,5	34,4
2	21,6	26,3	30,9	38,1
3	23,9	22,8	24,7	32,0
Średnia	24,0 ± 2,4	24,7 ± 1,8	27,7 ± 3,1	34,8 ± 3,1

Źródło: Opracowanie własne.

Rycina 1 jest graficzną ilustracją uzyskanych średnich wyników modułu Younga oznaczonego różnymi metodami.



Źródło: Opracowanie własne.

Ryc. 1. Wartości modułów Younga uzyskane na próbkach o różnych kształtach i różnymi metodami

Najniższe wartości modułu Younga uzyskano przy ściskaniu walców, a najwyższe metodą ultradźwiękową na belkach. Różnica między tymi wartościami wynosiła 31,0%.

Wartość modułu Younga, uzyskana na próbkach w kształcie walców metodą statyczną, jest nieznacznie niższa od wartości otrzymanej metodą dynamiczną, co jest zgodne z literaturą i potwierdza fakt, że metody statyczne dają niższe wartości modułu E.

W przypadku oznaczania modułu Younga na próbkach w kształcie belek niższe wyniki uzyskano metodą rezonansową. Można to wyjaśnić zjawiskiem niesprężystości materiałów, które polega na opóźnieniu momentu osiągnięcia stanu maksymalnego naprężenia i maksymalnego odkształcenia w stosunku do momentu przyłożenia maksymalnego obciążenia do materiału [5]. Może to też być spowodowane różnicami metodycznymi w uwzględnieniu obecności porów w materiale. Metoda ultradźwiękowa jest mniej czuła na pory zawarte w materiale. Wprowadzona do materiału fala o długości rzędu kilku milimetrów jest znacząco większa od rozmiaru porów, dzięki czemu warunek dyfrakcji jest niespełniony i nie dochodzi do wydłużenia drogi impulsu wydłużającego czas przejścia fali, a przez to do spadku prędkości fali [8].

Wartości modułu Younga otrzymane metodą rezonansową są wyższe w przypadku oznaczania na belkach niż w odniesieniu do oznaczania na walcach. Różnica między tymi dwoma wynikami wynosi 10,8%, co może sugerować, że nie tylko metoda badawcza ma wpływ na uzyskany wynik, ale również geometria badanej próbki. Kształt próbki wpływa na dokładność pomiaru modułu Younga, na próbkach cylindrycznych otrzymuje się dokładniejsze wyniki [7].

4. Podsumowanie

Wcześniejsza selekcja kształtek, z których przygotowano próbki do badań oraz sprawdzenie każdej próbki z osobna przez oznaczenie jej gęstości, zapewniły dużą jednorodność badanego materiału. Celem tej czynności było zminimalizowanie wpływu niejednorodności materiału ogniotrwałego na wynik oznaczania modułu Younga. Otrzymane wyniki potwierdziły, że wartość modułu Younga zależy od metody jaką została ona zmierzona oraz od kształtu badanych próbek. Stwierdzono, że moduł E wyznaczany metodą statyczną dla badanych wyrobów szamotowych był w granicach błędu, porównywalny z tym wyznaczonym metodą rezonansową oraz znacząco niższy niż wyznaczony ultradźwiękowo*.

Literatura

- [1] Bradt R.C., Scott A.N., *Elastic properties of refractories: their roles in characterization*, „Refractories Applications and News” 2007, No. 3, s. 11–26.
- [2] Malecki I., Polesiński Z., Rećko W.M., *Dynamiczne i statyczne moduły sprężystości ceramiki*, „Szkło i Ceramika” 2001, R. 52, s. 2–8.
- [3] Rećko W.M., *Ocena tworzyw ceramicznych I Moduł Younga*, „Szkło i Ceramika” 2006, R. 57, s. 4–6.
- [4] Nowakowski A., *Porównanie wyników badań laboratoryjnych statycznych i dynamicznych stałych sprężystości skał z kopalni „Jas-Mos”*, [w:] *XXVII Zimowa Szkoła Mechaniki Górniczej (2004)*, <http://www.teberia.pl/bibliografia.php?a=showarticle&ArticleID=11151> (21.01.2013).
- [5] Pampuch R., *Zarys nauki o materiałach: materiały ceramiczne*, PWN, Warszawa 1977.
- [6] Schacht C.A., *Refractories Handbook*, Marcel-Dekker, Inc., New York [1964].
- [7] ASTM C 1259-01 – Standard test method for dynamic Young’s modulus, Shear modulus and Poisson’s ratio for advanced ceramics by impulse excitation of vibration.
- [8] Podwórny J., Wrona A., *Nieniszczące metody badań materiałów ogniotrwałych i perspektywy ich rozwoju*, [w:] *Materiały ogniotrwałe w metalurgii, wytwarzanie, metody badań, zastosowanie. Materiały XI Międzynarodowej Konferencji Hutniczej*, pod red. J. Czechowskiego, J. Wojsy, Polskie Towarzystwo Ceramiczne, Kraków 2005, s. 212–222.

ANNA GERLE
JACEK PODWÓRNY

COMPARING OF YOUNG’S MODULUS OF SHAMOTTE
REFRACTORIES DETERMINED BY STATIC AND DYNAMIC METHODS

Keywords: elastic properties, Young modulus, elastic modulus, dynamic, static determination methods, schamotte refractories.

* Artykuł przygotowany w oparciu o pracę badawczą finansowaną ze środków statutowych.

The paper presents the modulus of elasticity of shamoto refractories determined by three different methods: static during compression and two dynamic resonance and ultrasonic. The lowest values of modulus were obtained by the static method, the highest ones by the dynamic ultrasonic method. The results obtained by the resonance method were a few to several percent higher than those obtained by the static method. The results obtained by the ultrasonic method have values ca. thirty percent higher than those obtained by the static method. The differences in the obtained results were discussed and the reasons of these differences were indicated. Discussion about the differences in the results obtained by static and dynamic methods was based on theoretical considerations and literature reports.